

수소 가스 순도 분석

수소는 다양한 산업 및 화학 공정에서 사용되는 가스입니다. 대표적인 예로, 반도체 산업에서 수소는 박막 증착을 위한 운반 가스로 사용되며, 잔류 산소를 중화시켜 반도체 소자를 손상으로부터 보호하는 용도로도 사용됩니다. 단, 이러한 반도체 공정에는 순도가 99.999% 이상인 초고순도 인증 수소가 필요합니다.

수소는 최근 일반 내연 기관에 비해 온실가스 배출, 대기 오염, 화석 연료에 대한 의존도를 줄일 수 있는 연료 전지 전기 자동차(FCEV)의 연료원으로서 각광을 받고 있습니다. 단, 암모니아, 불화수소, 염화수소, 포름산, 포름알데히드와 같은 불순물은 그 농도(ppb)가 낮은 경우에도 이런 연료 전지의 성능을 저하시키므로 FCEV를 효과적으로 사용하기 위해서는 반드시 순도가 99.97% 이상인 수소를 사용해야 합니다.

순도 분석 및 당면 과제

반도체, 자동차 등 수소 가스를 사용하는 산업은 수소의 순도가 높아야 하는 만큼, 계측기의 검출 한계 또한 low ppb 수준으로 낮아야 할 뿐만 아니라, 빠르고 비용 효율적인 솔루션을 제공하려면 여러 가스를 동시에 측정할 수 있어야 합니다.

연료 전지에 사용되는 수소의 경우, ISO 14687에 명시된 불순물이 있는지 사전에 분석하는 과정이 필요한데, 기존에는 분광학 기술과 가스 크로마토그래피(GC) 기술을 각각 사용하는 여러 분석기가 필요했습니다. GC 기술은 감도 관련 요구 사항을 충족할 수 있지만 유지 관리 비용이 높고 샘플을 분리해야 할 필요가 있기 때문에 분석에 소요되는 시간이 길어지는 경우가 많습니다.

반면, FTIR 분광법은 유지 비용을 줄일 수 있는 실시간 분석 기능을 제공하지만, 시판 중인 대부분의 FTIR 장비에는 액화 질소로 냉각된 디텍터가 사용되기 때문에 검출 한계가 낮아야 하는 반도체, 자동차 산업에는 적합하지 않은 문제가 있습니다.

솔루션

중수소화 트리글리신 황산염(DTGS) 디텍터가 장착된 Thermo Scientific™ MAX-iR™ FTIR 가스 분석기는 액화 질소 없이 전체 적외선 스펙트럼 범위(500~5,000cm⁻¹)를 모니터링할 수 있는 솔루션입니다. MAX-iR 분석기는 특히 사용이 번거로운 액화 질소 냉각식 수은-텔루르화물(MCT) 디텍터와 검출 한계가 최소한 같거나 더 나은 수준이므로 사용자가 원하는 불순물을 빠르고 정확하게 정량적으로 측정할 수 있습니다.

이에, MAX-iR 분석기는 수소 충전소 등에서 사용하기에 매우 좋은 옵션입니다.

옵션으로 선택하면 감도를

높여줄 수 있는 Thermo Scientific™

StarBoost™ 기술까지 더할 경우, MAX-iR FTIR 가스 분석기를 통해 최소 1ppb까지 불순물을 잡아낼 수 있습니다.



실험 사례

MAX-iR FTIR 가스 분석기의 검출 한계를 평가하기 위해 일련의 12개 연속 바탕 샘플을 분석하였습니다. 이때, 바탕 샘플로는 연구용(99.9999%) 수소 또는 불순물이 검출되지 않는 질소가 사용되었습니다. 기기의 검출 한계(DL)는 12번 반복적으로 실시한 실험의 표준 편차에 3을 곱한 값으로 정의되었습니다. 평가에 사용된 MAX-iR 분석기에는 별도의 유지 관리나 액화 질소가 필요하지 않아, 연중무휴 24시간 작동할 수 있는 DTGS 디텍터가 사용되었습니다.

화합물	ISO 14687의 최대 허용 한계 (ppm)	MAX-iR DTGS 검출한계 (ppm)
암모니아	0.1	0.020
이산화탄소	2	0.010
일산화탄소	0.2	0.020
포름알데히드	0.2	0.030
포름산	0.2	0.010
염화수소	0.05*	0.020
불화수소	0.05*	0.010
물	5	0.100
총 탄화수소(C1-C5)	2	0.200
비메탄 탄화수소 (C2-C5)	2	0.200
메탄	100	0.010
에탄	--	0.020
에틸렌	--	0.050
프로판	--	0.040
부탄	--	0.080
펜탄	--	0.050

* 총 할로겐 화합물 허용 기준은 0.05ppm.

표 1. 검출 한계 평가

표 1에 나열된 가스 외에도 DTGS는 디클로로디플루오로메탄, 클로로메탄, 염화비닐 및 디클로로메탄 등 다른 할로겐화 증을 분석하는 데에도 사용이 가능합니다.

MAX-iR 분석기의 StarBoost 기술은 DTGS와 비교했을 때 스펙트럼 범위는 좁지만 일산화탄소, 이산화탄소, 메탄 등 불순물에 대해 감도는 더 높습니다. 수소와 함께 섞여 있는 미량의 불순물을 분석하는 StarBoost의 성능을 검증하기 위해 NIST의 추적 가능한 교정 표준은 수소 밸런스의 일산화탄소, 이산화탄소, 메탄 가스 5ppm을 이용하였습니다. 해당 표준은 가스 혼합 시스템을 사용하여 최소 10ppb의 낮은 농도로 희석되었습니다. 이때, 연구용 수소는 바탕 샘플과 5ppm 보정 혼합물을 희석할 때 모두 사용되었습니다. 선형성, 정확도 및 검출 한계는 4가지 농도 수준(10ppb~5ppm)에서 StarBoost가 탑재되어 있는 MAX-iR 분석기를 이용해 3일 간 매일 무작위로 분석(각 농도 수준에서 최소 4회 반복 분석)하여 확인되었습니다. 정밀도를 평가하기 위한 반복성 연구도 수행되었는데, 분석은 검출 한계의 10배 농도에서 30회 실시되었습니다. (그림 1 참조)

더 자세한 정보는 thermofisher.com/max-ir 에서 확인하세요

Thermo Fisher Scientific 씨오피서사이언티픽코리아 주식회사
서울시 강남구 광평로 281 수서 오피스빌딩 10층, 06349 | 대표번호 : 1661-9555

경고: 해당 제품은 일반용 제품이며, 비폭발성 및 무독성 환경에서 작동하도록 설계되었습니다. 장비의 현장 위치, 설치 및 작동에 대한 위험 평가는 사용자/운영자/설치자의 책임입니다. 적절한 안전 절차를 따르지 않거나 장비를 부적절하게 사용하면 장비가 파손되거나 인명 피해가 발생할 수 있습니다. 장비를 사용하거나 장비 인근에서 작업하는 모든 사람은 작업을 시작하기 전에 잠재적으로 발생할 수 있는 안전 사고에 대해 모든 기능과 작동 여부를 확인해야 합니다. 장비 파손이나 인명 피해를 방지하기 위해 필요한 경우, 적절한 예방 조치를 취해야 합니다. 아울러, 장비 인클로저는 관련 자격을 갖춘 기술 인력만 접근이 가능합니다.

연구 용도 전용. 진단 목적으로 사용 금지. 인증 현황 정보는 홈페이지(thermofisher.com/certifications)에서 확인하세요.

© 2023 Thermo Fisher Scientific Inc. 불허복제. 모든 상표는 별도 명시되어 있지 않는 한 Thermo Fisher Scientific과 그 자회사의 소유 자산입니다.

AN53606_E 03/23M

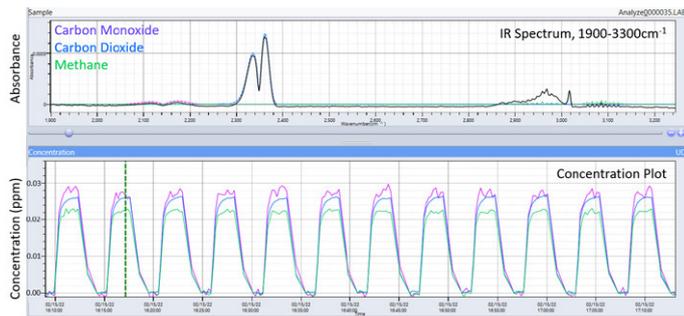


그림 1. StarBoost MAX-iR 설비에 대한 25ppb 반복 실험 결과 및 농도 그래프

	정확도	선형성	정밀도	EPA 821-R-16-00
	예상 대비 비율	R ²	RSD	MDL (ppb)
이산화탄소	1.25%	0.9999	0.70%	0.7
일산화탄소	2.91%	0.9999	2.43%	0.6
메탄	2.15%	0.9998	0.88%	1.1

표 2. StarBoost가 탑재된 MAX-iR 시스템에 대한 검증 연구의 결과 요약

결론

MAX-iR 분석기는 벌크 수소에 있는 많은 미량 불순물을 동시에 측정하기 위한 유연하고 민감한 분석 툴입니다. 연료 전지에 사용되는 수소(순도 99.97%)의 품질 모니터링을 위해 분석기의 DTGS 디텍터는 ISO 14687에 나열된 여러 불순물을 빠르고 정확하게 분석할 수 있는 가장 효율적인 솔루션입니다.

반도체 산업처럼 요구 사항이 엄격한 산업에서 초고순도 수소를 모니터링하는 경우, StarBoost 기술은 더 구체적인 불순물을 대상으로 대폭 향상된 감도를 제공합니다. 이 같은 검증 연구는 StarBoost가 탑재된 MAX-iR 분석기가 최저 1ppb의 검출 한계를 보장하는 매우 정밀하고 정확하며 신뢰할 수 있는 기기임을 보여준다고 할 수 있습니다.

MAX-iR 시스템만 사용하거나 StarBoost가 탑재된 MAX-iR은 모두 현장 사용에 적합하며, 별도의 유지 관리나 액화 질소를 필요로 하지 않기 때문에 연중무휴 작동이 가능합니다.