

청정소재부품기술

액정 세척용 수계 세정제의 배합성분과 혼합비에 따른 성능 변화

정재용, 이민재, 배재흠*

수원대학교 화학공학과
445-743 경기도 화성시 봉담읍 와우리 산 2-2

(2010년 4월 8일 접수; 2010년 5월 17일 수정본 접수; 2010년 5월 19일 채택)

A Study on the Performance Variations of Liquid-crystal Aqueous Cleaning Agents with their Formulating Components and Mixing Ratios

Jae Yong Jeong, Min Jae Lee, and Jae Heum Bae*

Department of Chemical Engineering, The University of Suwon
San 2-2 Wau-ri, Bongdam-eup, Hwaseong, Gyeonggi-do 445-743 Korea

(Received for review April 8, 2010; Revision received May 17, 2010; Accepted May 19, 2010)

요 약

평면 패널 디스플레이(FPD)산업 중 액정표시장치(LCD) panel 시장은 계속 성장하고 있으며, 대형화와 생산은 해마다 증가하고 생산기술은 향상되고 있다. FPD의 제조공정은 고도의 청정성이 요구되는 공정으로 제조공정 중 세정공정이 30~40%를 차지할 정도로 기술적 생산성 측면에서 매우 중요하다. 그 중 액정주입 후 잔류하는 액정은 미세갭에 잔류하여 제거하기 매우 어렵다. 본 연구에서는 대체세정제의 원료로 많이 이용되고 있는 glycol ether계 용제, glycol dimethyl ether계 용제, 그리고 비이온계면활성제를 사용하여 우수한 세정력, 린스력, 침투력을 갖고 배선에 영향을 주는 이온함량을 최소화한 수계세정제를 개발하여 액정주입 후 사용되는 panel의 액정 세척에 적용해 보았다. 이에 따라 배합성분들의 혼합비에 따른 세정제의 물성, 세정 효율 및 행금성을 측정하여 보았다.

실험 결과에 따르면, 배합세정제는 기존의 세정제보다 높은 습윤지수와 높은 운점을 보였다. 그리고 세정제의 주용제의 구조변화와 오염물로서 액정의 종류에 따라 세정효율이 영향을 미치고 있음이 확인되었다. 또한 최적의 배합세정제는 기존의 세정제에 비하여 동등이상의 세정력을 보여주었고 행금성능도 훨씬 우수하였다.

주제어 : 평면 패널 디스플레이, 액정표시장치, 액정, 수계세정제

Abstract : It has been reported that the LCD panel market in the FPD industry is become growing and its panel size and production capacity are increasing, and its manufacturing technique is improved every year. FPD manufacturing process requires high cleanliness in its overall process. Especially, FPD cleaning process which accounts for 30~40% of total manufacturing process is very important in its technological and productivity aspects. It is difficult to remove residual liquid-crystal in the fine gap after liquid-crystal injection process in the cell.

In this study, aqueous cleaning agents with excellent cleaning, rinsing, and penetrating abilities, but minimum ion content for LCD panel were formulated through mixing glycol ether-type and glycol dimethyl ether-type solvents and nonionic surfactants which are widely used as raw materials for alternative cleaning agents because of environmental regulation at home and abroad. And the formulated cleaning agents were applied to clean FPD liquid crystal after its injection in the cell. Physical properties, cleaning efficiencies, and rinsabilities of the

* To whom correspondence should be addressed.
jhbae@suwon.ac.kr

formulated cleaning agents with different combination ratios of solvents, surfactants and additives were measured.

As experimental results, the formulated cleaning agents showed higher wetting indices and cloud point than the traditional commercial cleaning agent. And it was found that cleaning efficiencies of the formulated cleaning agents were influenced by the structure of main solvents in them and the types of liquid crystal as soil for cleaning. The best cleaning agents among the formulated cleaning agents showed similar cleaning efficiencies and better rinsabilities compared to the conventional cleaning agent.

Keyword : FPD, LCD, Liquid-crystal, Aqueous cleaning agents

1. 서 론

평면 패널 디스플레이(FPD ; flat panel display) 산업은 우리나라의 기간산업으로 연구개발과 기술의 향상이 지속적으로 진행되고 있으며 생산량은 해마다 증가하고 있다. FPD의 적용분야는 노트북, 모바일폰(PDA, TV 그리고 데스크톱이 FPD 전체 시장의 70%이상을 차지하고 있다. 또 21세기 진입 후, 액정 표시 장치(LCD ; liquid crystal display)는 평면 패널 디스플레이의 주류로 자리매김하고 있으며, 현재 국내의 S사와 L사가 세계시장의 대부분을 차지하고 있다[1].

이러한 FPD의 제조공정은 기관 제작공정, cell 제작공정, module 제작공정으로 크게 나누어지며. 전체 제조공정 중 세정공정이 30~40 %를 차지하며 수율을 좌우하는 중요한 요소이다. 제조공정 중 발생하는 기관의 오염으로는 유지, 기타 유기물, 먼지 및 particle의 부착 등으로 나누어지고 세정방법은 화학세정(chemical cleaning), 브러쉬세정(brush cleaning), 버블젯 세정(bubble jet cleaning), 초음파세정(Ultrasonic cleaning), 워터젯 세정(water jet cleaning), UV 세정 등이 있으며, 세정효과를 높이기 위해서는 오염의 종류에 맞추어 세정방법을 적절히 선정하여야 한다[2].

FPD 제조공정은 마이크론 크기의 미세가공처리가 반복되므로 기관위에 미립자가 부착되고 액정주입공정 후에 액정이 잔류하게 되는데 오염물이 부착되면 미세가공처리에 악영향을 미치고 안정된 생산라인을 구축하기가 불가능하다. 그리고 액정오염물은 셀의 표면 및 3 μm 갭 사이에 잔류하게 되므로 제거가 매우 어렵다. 그러므로 기관에 대하여 화학적 반응 작용을 일으켜 기관상의 무기물과 유기물질을 제거하는 세정제를 사용하는 습식세정이 필요하며, 브러쉬세정이나 캐비테이션(cavitation)효과와 세정액입자의 입자가속도를 이용한 초음파 세정을 병행하여 세정효과를 향상시킬 수 있다. 이때 세정제를 선정하는 요소로서는 세정성, 저 불순물, 저 발포성, 행균성, 폐액처리와 가격 및 장치와의 부합성 등이 있다[3].

세정제의 원료가 되는 glycol ether계열의 용제는 알코올과 탄화수소 사슬이 한 분자 내에서 에테르의 형태(R-O-R')로 조합된 것으로 극성과 비극성의 두 성질로 인하여 다양한 용도에서 용제로서의 특징을 가진다. 화학구조내의 긴 탄화수소 사슬은 물에 대한 용해력을 저하시키며, 반면 에테르 또는 알코올 그룹은 친수성 용해성을 촉진시킨다. 이러한 계면활성제

와 같은 구조는 물과 많은 유기용제 사이에서 그리고 다른 두 가지 형태의 물질의 능력에 상용성을 주어 세정제 내에서 물과 오일을 분산시키는 성능을 가져 세정원료로 적용시킬 수 있다.

일반적으로 에틸렌옥사이드 부가형의 비이온 계면활성제는 대체로 CMC(critical micelle concentration)가 낮고, 생분해도가 높아, 성능이나 환경친화적인 측면에서 많은 장점을 가지고 있다. 따라서 비이온 계면활성제를 함유한 세정액은 이온성 계면활성제에 비하여 유/수 분리가 용이하고 부식성이 적으며 생분해도가 높아 환경친화적이라 할 수 있다. 이것은 비이온계면활성제가 온도에 따라서, 친수성도가 달라져, 이로 인하여 온도에 따른 세정력의 변화가 큰 것으로 알려져 있으며, 운점(cloud point)이상의 온도에서 양성친화성(amphiphilic)인 성질을 잃고 소수성으로 바뀌어 비수화 현상(dehydration)으로 인해 수용액 내에서 더 이상 용해 상태로 존재하지 않고 물과 분리되기 때문이다[4]. 비이온 계면활성제 중에 EO/PO type 계면활성제는 ethylene oxide(EO) 와 propylene oxide(PO)가 block copolymer의 형태로 이루어져 있어 계면활성제의 넓은 범위에 걸쳐 각기 다른 여러 소수기(hydrophobes)를 사용하는 것보다는 두 가지 기본적인 화학물질(EO 및 PO)의 비율을 달리할 수 있어 더 경제적이고 효과적으로 다양한 특징의 계면활성제를 만들 수 있다. 대부분의 EO/PO 계면활성제는 온수보다 냉수에 더 잘 녹고 방향족 용제나 다른 극성 유기용제에 녹으며 흔히 젤 형태를 형성한다[5].

그리고 EO 함량이 낮거나 PO 함량이 높은 제품은 낮은 기포력을 가지며 PO함량의 변화로 기포생성을 조절할 수 있다. 그리고 EO 함량을 증가시키게 되면 분산성을 갖으며, PO부분의 분자량이 2000~4000의 분자량을 포함할 때 에멀전 형성을 보인다. 단점은 높은 PO함량의 제품은 낮은 생분해성을 가진다는 화학적 성질과 제품공급업체로부터 화학적조성에 대한 자세한 설명이 없기 때문에 제품 대체에 어려움을 갖고 있다.[6] 그러나 EO/PO type의 계면활성제는 이온 함량이 없기 때문에 전자부품소재의 세정에서 이온으로 인한 부품단락 및 배선에 영향을 줄일 수 있기 때문에 본 연구에서 수계세정제의 원료로서 선정하였다.

FPD산업에서 사용되고 있는 액정세정제는 대부분 수입세정제를 사용하고 있으며 이들 세정제에 대한 체계적인 연구가 현재까지 거의 이루어지지 않았다. 따라서 본 연구에서는 액정 세정력, 행균력을 갖으며 소포성이 우수한 세정제를 체계

Table 1. Structure of the main solvents used in this study

		Classification	
Main solvents	Glycol ether	MDG	Diethylene glycol mono-methyl ether CH ₃ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -OH
		EDG	Diethylene glycol mono-ethyl ether CH ₃ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -OH
		BDG	Diethylene glycol mono-butyl ether CH ₃ -CH ₂ -CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -OH
	Glycol dimethyl ether	DMG	Ethylene glycol dimethyl ether CH ₃ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₃
		DiMG	Diethylene glycol dimethyl ether CH ₃ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₂ -CH ₂ -O-CH ₃
		TriMG	Triethylene glycol dimethyl ether CH ₃ -O-CH ₂ -(CH ₂ -O-CH ₂) ₂ -CH ₂ -O-CH ₃
		TetraMG	Tetraethylene glycol dimethyl ether CH ₃ -O-CH ₂ -(CH ₂ -O-CH ₂) ₃ -CH ₂ -O-CH ₃

Table 2. Properties and structures of the surfactants used in this study*

Surfactant	Classification	Structure	Molecular weight	HLB	Density (g/cm ³)
RPB 513		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{C}_4\text{H}_9\text{-O-(CH}_2\text{CHO)}_x\text{-(CH}_2\text{CH}_2\text{O)}_y\text{-CH}_2\text{CH}_2\text{OH} \end{array}$	1300	15.6	1.050 ± 0.005
FN-10		$\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{R-(CH}_2\text{CH}_2\text{O.CH}_2\text{CHO)}_n\text{-H} \end{array}$	-	14.1	1.009 ± 0.005

*MSDS clipping

적으로 개발하고자 하였다. 소포성이 필요한 이유는 현재의 세정공정 특성상 거품성이 큰 제품을 사용할 수 없고 또한 거품성이 큰 제품은 폐수처리에 문제가 있으므로 소포성이 우수하여야 한다. 세정제의 원료로서 주원료인 용제 중에서 glycol ether의 alkyl chain의 길이변화와 glycol dimethyl ether의 ethylene oxide의 부가량, 그리고 EO/PO type 계면활성제의 EO/PO ratio에 따른 세정효율 및 행균력, 기포력에 미치는 영향을 연구하였다.

2. 실험

2.1. 실험재료

본 연구에서는 glycol ether계 용제 중에서 alkyl 기가 서로 다른 diethylene glycol mono-methyl ether(MDG, Hannong Chemicals Inc., Korea), diethylene glycol mono-ethyl ether(EDG, Hannong Chemicals Inc., Korea), diethylene glycol mono-butyl ether(BDG, Hannong Chemicals Inc., Korea), 그리고 glycol dimethyl ether계열의 용제 중에서 EO 부가량이 서로 다른 ethylene glycol dimethyl ether(DMG,

Tokyo Chemical Industry CO. Ltd. Japan), diethylene glycol dimethyl ether(DiMG, Tokyo Chemical Industry CO. Ltd. Japan), triethylene glycol dimethyl ether(TriMG, Tokyo Chemical Industry CO. Ltd. Japan), tetraethylene glycol dimethyl ether(TetraMG, Tokyo Chemical Industry Co. Ltd. Japan) 등의 7가지 용제를 Table 1에서 보는 바와 같이 세정제의 주용제로 선정하여 사용하였다. 그리고 보조용제로 diethylene glycol mono-ethyl ether acetate(ECA, Hannong Chemicals Inc., Korea), propylene glycol mono-methyl ether acetate(PMA, Hannong Chemicals Inc., Korea)와 ethylene glycol mono-benzyl ether(BzG, Hannong Chemicals Inc, Korea)를 선정하였다. 그리고 EO/PO type 계면활성제로 EO/PO ratio가 다른 RPB 513(polyoxyethylene-polyoxypropylene alkyl copolymer, Hannong Chemicals Inc., Korea)와 FN-10 (polyoxy ethylene-polyoxypropylene alkyl ether(Hannong Chemicals Inc., Korea)를 별다른 정제없이 실험에 사용하였으며 구조와 물성을 Table 2에 나타내었다.

2.2. 실험방법

2.2.1. 세정제배합 및 상안정성, 탁도, 액정용해성 평가

FPD용 수세세정제의 배합은 Table 3와 같이 주용제로 구조상

의 alkyl chain의 길이변화가 있는 glycol ether 계열(MDG, EDG, BDG)을 배합한 세정제와 Table 4과 같이 구조상의 EO의 함량 변화가 있는 glycol dimethyl ether 계열(DMG, DiMG, TriMG, TetraMG)을 주용제로 하여 EO/PO type의 비이온계면

Table 3. Formulation ratios of the cleaning agents containing glycol ethers

Cleaning Agents	Components							
	MDG	EDG	BDG	ECA	PMA	BzG	RPB 513	FN-10
MDG:PMA:BzG:FN-10 (MPBF)	44	-	-	-	40	15	-	1
MDG:PMA:BzG:RPB (MPBR)	44	-	-	-	40	15	1	-
MDG:ECA:BzG:FN-10 (MEBF)	44	-	-	40	-	15	-	1
MDG:ECA:BzG:RPB (MEBR)	44	-	-	40	-	15	1	-
EDG:PMA:BzG:FN-10 (EPBF)	-	44	-	-	40	15	-	1
EDG:PMA:BzG:RPB (EPBR)	-	44	-	-	40	15	1	-
EDG:ECA:BzG:FN-10 (EEBF)	-	44	-	40	-	15	-	1
EDG:ECA:BzG:RPB (EEBR)	-	44	-	40	-	15	1	-
BDG:PMA:BzG:FN-10 (BPBF)	-	-	44	-	40	15	-	1
BDG:PMA:BzG:RPB (BPBR)	-	-	44	-	40	15	1	-
BDG:ECA:BzG:FN-10 (BEBF)	-	-	44	40	-	15	-	1
BDG:ECA:BzG:RPB (BEBR)	-	-	44	40	-	15	1	-

Table 4. Formulation ratios of the cleaning agents containing glycol dimethyl ethers

No	Cleaning Agents	Components						
		DMG	DiMG	TriMG	TetraMG	PMA	RPB 513	FN-10
1	DMG:PMA:RPB (DPR)	50	-	-	-	48	2	-
	DiMG:PMA:RPB (DiPR)	-	50	-	-	48	2	-
	TriMG:PMA:RPB (TriPR)	-	-	50	-	48	2	-
	TetraMG:PMA:RPB (TetraPR)	-	-	-	50	48	2	-
2	DMG:PMA:RPB (DPR)	60	-	-	-	38	2	-
	DiMG:PMA:RPB (DiPR)	-	60	-	-	38	2	-
	TriMG:PMA:RPB (TriPR)	-	-	60	-	38	2	-
	TetraMG:PMA:RPB (TetraPR)	-	-	-	60	38	2	-
3	DMG:PMA:RPB (DPR)	70	-	-	-	28	2	-
	DiMG:PMA:RPB (DiPR)	-	70	-	-	28	2	-
	TriMG:PMA:RPB (TriPR)	-	-	70	-	28	2	-
	TetraMG:PMA:RPB (TetraPR)	-	-	-	70	28	2	-
4	DMG:PMA:FN-10 (DPF)	50	-	-	-	42	-	8
	DiMG:PMA:FN-10 (DiPF)	-	50	-	-	42	-	8
	TriMG:PMA:FN-10 (TriPF)	-	-	50	-	42	-	8
	TetraMG:PMA:FN-10 (TetraPF)	-	-	-	50	42	-	8
5	DMG:PMA:FN-10 (DPF)	60	-	-	-	32	-	8
	DiMG:PMA:FN-10 (DiPF)	-	60	-	-	32	-	8
	TriMG:PMA:FN-10 (TriPF)	-	-	60	-	32	-	8
	TetraMG:PMA:FN-10 (TetraPF)	-	-	-	60	32	-	8
6	DMG:PMA:FN-10 (DPF)	70	-	-	-	22	-	8
	DiMG:PMA:FN-10 (DiPF)	-	70	-	-	22	-	8
	TriMG:PMA:FN-10 (TriPF)	-	-	70	-	22	-	8
	TetraMG:PMA:FN-10 (TetraPF)	-	-	-	70	22	-	8

활성제와 보조 용제의 종류 및 함량(중량비율)의 변화를 주어 배합하고 이들 배합에 초순수를 25:75의 비율로 첨가하여 교반하여 사용하였다. 그리고 배합한 세정제 10 ml를 바이알에 담아 20℃, 40℃, 60℃의 온도 조건에서 24시간 정치시킨 후 상안정성과 탁도를 육안으로 평가하였으며, 액정용해성 평가는 실제 사용되고 있는 3종류의 액정이 혼합된 혼합액정을 10 ml가 담긴 바이알에 한방울 떨어뜨린 후에 일정온도를 유지하여 24시간 후 용해여부를 편광필름을 통하여 용해력을 육안으로 확인하고 우수한 성능을 보인 세정제를 각각 6가지와 8가지를 선택하였다.

2.2.2. 배합세정제의 물성측정

물성측정은 앞에서 선정된 세정제를 대상으로 하여 세정제의 주요 물성인 표면장력, 밀도, 점도, pH, 전기전도도 등을 측정하였다. 표면장력, 밀도, 점도, 표면장력은 표면장력계 (Surface Tensiometer, Fisher Scientific Co., Surface Tensiomat 21, USA)를 이용하여 상온에서 살레에 세정액 20ml를 담고 Platinum-Iridium Ring을 이용하여 살레에 담긴 세정제에 담지 시킨 후 이를 끌어당겨 측정하며 밀도는 Density Meter (Deakwang, INC, 165mm Densitometer Set, Korea)를 이용하여 세정액에 담지시켜 측정하는 아날로그방식이고 점도는 Viscosity Meter(Brookfield, LVDV II+CP, USA)를 이용하여 측정하였다. pH는 pH meter(Hanna Instrument, HI8424, USA)를 이용하여 25±1℃에서 측정하였으며, 전기전도도는 Electrical Conductivity Meter (WTW, LF340, Germany)를 이용하여 25±1℃에서 측정하였다.

수분함량 측정은 수분측정기(Kyoto Electronics MFG. CO. LTD., Moisture Titrator MKS-500, Japan)를 이용하여 측정하였다. 인화점은 인화점 측정기(Miniflash FLPH Tester, Grabner, Austria)를 이용하여 ASTM D 6450 표준 시험법에 따라 실험하였으며, 운점(cloud point)은 100ml 시험관에 세정제를 100 ml 채운 후 bath visibility (Jisico. CO. Ltd., Korea)에 담구어 20℃부터 온도를 서서히 증가 시키면서 급격히 탁해지는 온도를 채택하였다. 모든 물성측정은 3회 측정 후 평균값을 채택하였다. 또한 측정된 물성으로부터 식(1)을 이용하여 무차원 습윤지수(Wetting index)를 구하여 세정성능과의 연관성을 확인하였다.

$$WI = \frac{D \times 1000}{V \times ST} \tag{1}$$

여기서 WI는 wetting Index, D는 density, V는 viscosity, ST는 surface Tension이다.

기포력의 측정은 ASTM D 1173-63으로 규정된 장치를 이용하여 Ross-Miles Method[7]로 40±1℃에서 측정하였으며, 30초마다 기포의 높이를 측정하여 소포력을 표시하였다.

2.2.3. 배합세정제의 세정 및 행금성능 측정 및 재질영향성 평가 실험

2.2.3.1. 세정대상 오염물

본 연구에 세정대상 오염물로 액정(liquid crystal, LC)을 사

Table 5. Experimental conditions for the cleaning test

Classification	
Specimens size and surface area	Liquid crystal cell (30 x 25 x 1 mm, 0.319 dm ²)
Contaminants	Liquid crystal
Ultrasonic frequency	45 kHz
Operating temperature	40℃
Cleaning time	30, 60, 90, 150, 210, 330 (seconds)
Rinsing time	5 min
Drying time	10 min (110℃)
Analysis methods	Polarized optical microscope (Nikon, Eclipse Me 600, Japan)

용하였으며, 그 중 mixed LC는 기초테스트인 상안정성, 탁도, 액정용해성 테스트에 활용하여 사용하였다. 액정은 실제 업계에서 사용하고 있는 액정을 구하여 사용하였으며 TN (twisted nematic), STN(super twisted nematic), TFT(thin film transistor) 용의 액정이 혼합된 mixed LC, Chisso 사의 Chisso, Merck 사의 Merck LC와 STN용 액정의 대표적인 물성을 갖고 있는 STN LC과 TFT LC의 sample을 얻어 별다른 정제없이 실험에 사용하였다.

2.2.3.2. 세정제의 세정성능 평가

배합된 세정제중 상안정성, 탁도 및 용해력이 우수한 세정제를 선정하여 액정에 대하여 Table 5와 같은 조건에서 세정성능평가를 실행하였으며 시판 세정제를 대응품으로 선정하고 각 배합세정제의 세정성능과 비교하였다. 시판세정제 (TCCA ; Technical Conventional Cleaning Agent)는 일본 Y 사의 수계세정제로 FPD 관넬의 액정세정에 주로 사용되고 있는 제품을 선정하였다. 세정성능 평가는 먼저 액정을 액정셀의 미세 갭사이에 한방울 떨어뜨려 가장자리 부분에 액정을 주입한 후 상온에서 1시간 방치하였다. 그리고 편광현미경을 이용하여 액정이 주입된 셀의 영역을 이미지로 촬영하여 초기에 묻어있는 오염물의 면적을 계산하였다. 그리고 세정제 50 ml를 바이알에 채우고 40±1℃의 온도를 갖춘 초음파 세정조에 바이알을 담근 후 준비된 시편을 침적시켜 Table 5의 조건으로 세정 후 세정대상의 셀 영역의 이미지를 촬영하여 표면적을 구한 후 다음의 식 (2)에 의해 세정효율을 구하였다.

$$CE(\%) = \frac{BCA - ACA}{BCA} \times 100 \tag{2}$$

여기서 CE는 Cleanng efficiency(%), BCA는 LC area before LC panel cleaning, ACA는 LC area after LC panel cleaning이다.

2.2.3.3. 배합세정제의 행금성능 측정 실험

행금성능평가는 세정성능 평가에 사용된 세정제를 이용하여 Table 6과 같은 조건에서 행금성능을 평가하였으며, 행금성능 평가 방법은 다음과 같다. bare glass는 PDP에 적용되고

Table 6. Experimental conditions of the rinsing test.

Classification	
Specimen size and surface area	30 x 30 x 0.3 mm
Operating temperature	25 °C
Cleaning time before rinsing	5 min
Rinsing time	1 min 5 times
Analysis methods	Video contact angle measuring system (Krtiss, DSA-MK2, Germany)

Table 7. Experimental conditions of the compatibility test

Classification	
Size of test piece	30 mm×30 mm×2 mm
Liquids volume	100 ml
Temperature	40 °C
Dipping time	1 hour, 24 hour

Table 8. Marking the results of the compatibility tests

States of Specimen	Effects on the materials	Percentage of weight change (%)
W2 > W1	Swelling	+ OO %
W2 < W1	Elution	- OO %

있는 glass panel로 아무런 가공처리를 하지 않은 시편을 사용하였다. Bare glass를 IPA로 30분간 초음파 세척을 하고 60 °C

의 열풍건조기에서 5분간 건조 후 접촉각을 측정하고 다음에 세정제 50 ml에 시편을 45 kHz의 초음파로 5분간 세정을 한 후에 건조한 후 접촉각을 측정하였다. 그리고 100 ml의 초순수에 행굼을 한 후 접촉각을 측정하여 초기의 접촉각을 나타내는 것으로 행굼력을 측정하였다.

2.2.3.4. 재질에 대한 영향 평가

세정제의 재질에 대한 영향평가는 JIS K 6258의 측정방법에 준하여 Table 8의 조건으로 실험을 진행하였다. 그리고 실제 공정에서 사용되고 있는 세정온도는 40 °C 정도이기 때문에 평가 온도를 올려 실험에 임하였으며 적용한 시편의 종류는 SUS 304 (SUS), aluminum(Al), polyethylene (PE), polypropylene (PP), polyvinyl chloride (PVC), polyurethan (PU)으로 장비에 사용되거나 부품으로 사용되는 가장 일반적인 재질을 선정하였다. 중량 변화율의 계산은 다음의 식 (3)을 따르며 이 결과를 이용하여 세정제의 재질에 대한 영향성 평가를 시행하여 Table 8과 같이 팽윤과 용출정도를 percentage로 표기하였다.

$$PWC = \frac{W2 - W1}{W1} \times 100 \quad (3)$$

여기서 PWC는 Percentage of specimen weight change, W1은 Specimen weight before dipping in the cleaner, W2는 Specimen after weight dipping in the cleaner이다.

3. 실험 결과 및 토론

3.1. 상 안정성, 탁도, 용해력 평가 결과

Glycol ether를 주용제로 배합한 세정제의 상안정성, 탁도, 용해력 평가 결과는 Table 9에 나타내었다. Table 9의 결과

Table 9. Test for phase stability, turbidity and LC solubility of the formulated cleaning agents with glycol ethers

Classification Cleaning Agents	Phase Stability			Turbidity			LC Solubility		
	20 °C	40 °C	60 °C	20 °C	40 °C	60 °C	20 °C	40 °C	60 °C
MPBF	O	△	O	X	X	X	△	△	△
MPBR	O	O	O	△	△	X	O	O	O
MEBF	O	O	O	O	O	X	X	△	△
MEBR	O	X	X	△	△	O	X	O	O
EPBF	O	△	O	O	△	X	X	X	△
EPBR	O	△	O	△	O	O	O	O	O
EEBF	O	△	O	O	O	O	△	△	△
EEBR	O	O	O	O	O	O	X	X	O
BPBF	O	△	O	O	O	O	X	X	X
BPBR	O	△	O	O	O	X	△	△	△
BEBF	O	O	X	O	O	O	△	△	△
BEER	O	O	X	O	O	O	X	X	X

* Phase Stability : O(non phase separated), △(mixed), X(phase separated)
 * Turbidity : O(very clear), △(clear), X(turbid)
 * LC Solubility : O(very good), △(good), X(poor)

Table 10. Test for phase stability, turbidity and LC solubility of the formulated cleaning agents with glycol dimethyl ethers

No	Classification Cleaning Agents	Phase Stability			Turbidity			LC Solubility		
		20℃	40℃	60℃	20℃	40℃	60℃	20℃	40℃	60℃
1	DPR	O	O	O	X	△	X	O	O	X
	DiPR	O	O	O	X	△	X	O	O	O
	TriPR	O	O	O	X	△	X	O	O	O
	TetraPR	O	O	O	X	△	X	O	O	O
2	DPR	O	O	O	△	O	X	O	O	O
	DiPR	O	O	O	△	△	X	O	O	O
	TriPR	O	O	O	△	△	X	O	O	O
	TetraPR	O	O	O	△	△	X	O	O	O
3	DPR	O	O	O	△	△	△	O	O	O
	DiPR	O	O	O	X	△	X	O	O	O
	TriPR	O	O	O	X	△	X	△	O	O
	TetraPR	O	O	O	X	△	X	△	O	O
4	DPF	O	O	O	△	△	O	O	O	O
	DiPF	O	O	O	△	△	O	O	O	O
	TriPF	O	O	O	△	△	O	O	O	O
	TetraPF	O	O	O	△	△	O	O	O	O
5	DPF	O	O	O	X	X	O	O	O	O
	DiPF	O	O	O	X	X	X	O	O	O
	TriPF	O	O	O	X	X	X	O	O	O
	TetraPF	O	O	O	X	X	X	O	O	O
6	DPF	O	O	O	X	X	X	O	O	O
	DiPF	O	O	O	X	X	X	O	O	O
	TriPF	O	O	O	X	X	X	△	△	O
	TetraPF	O	O	O	X	X	X	X	△	O

* Phase Stability : O(non phase separated) △(mixed) X(phase separated)
 * Turbidity : O(very clear) △(clear) X(turbid)
 * LC Solubility : O(very good) △(good) X(poor)

에서 대부분의 배합세정제가 상안정성 및 탁도에서는 우수한 성능을 나타내었다. 액정용해성에서는 EPBF, EEER, BPBF, BEBR을 제외하고 대부분 우수한 성능을 나타내었고 특히 MPBR과 EPBR이 매우 우수한 액정용해성을 나타내었고 RPB 513을 넣은 세정제에서 일반적으로 그 용해력이 더 우수하게 나타나는 경향을 보였다. 그리고 상안정성은 대체적으로 우수하게 나타났으며 PMA가 함유되었을 때 상안정성이 더 좋은 경향을 보였다. RPB 513이 첨가된 경우 세정제가 맑은 상태를 유지하여 탁도가 낮아지는 것으로 나타났으며, 주용제의 alkyl chain이 길어짐에 따라 탁도가 더욱 낮아지는 것을 확인할 수 있었다. 액정용해성은 주용제의 영향보다는 주로 세정제의 첨가물과 계면활성제의 영향이 더 큰 것으로 나타났다. 또한 액정용해성은 계면활성제가 RPB 513이 배합된 경우 주용제의 alkyl chain이 짧을수록 용해력이 증가하고, FN-10이 배합된 경우 주용제의 alkyl chain이 길어질수록 용해력이 증가하는 경향을 보였다. Glycol ether를 주용제로 한 배합세정제 중에서 세정액이 뿌연게 변하여 탁도가 높은 것으로 나타난 MPBF와 상안정성이 안 좋은 MEER, LC 용해성이 안좋은 BPBF와

BEBR을 제외한 MPBR, MEBF, MEER, EPBR, EEER, BPBR, BEBF를 선정하여 세정제 성능평가에 이용하였다.

Glycol dimethyl ether를 주용제로 배합한 세정제의 상안정성, 탁도, 용해력 평가 결과를 Table 10에 나타내었다. Glycol dimethyl ether를 주용제로 배합하였을 경우에 glycol ether를 주용제로 한 세정제보다 매우 좋은 상안정성과 액정용해성을 보여주었으나 세정액의 탁도가 떨어짐이 관찰되었다. 계면활성제로 RPB 513을 사용한 경우는 주용제를 60%로 한 경우가 가장 낮은 탁도를 보여줬으며, 계면활성제로 FN-10을 사용한 경우는 주용제를 50%로 한 경우 낮은 탁도를 보여주었다. Glycol dimethyl ether를 주용제로 한 배합세정제 중에서는 상안정성, 탁도, 액정용해력이 우수한 RPB 513을 계면활성제로 사용하고 주용제 배합비율이 60%인 2번 배합세정제와 FN-10을 계면활성제로 사용하고 주용제 배합비가 50%인 4번 배합세정제를 선택하여 세정성능평가에 임하였다.

3.2. 배합세정제의 물성 측정결과

Table 11은 glycol ether를 주용제로 배합한 세정제의 물성

Table 11. Physical properties of cleaning agents containing glycol ethers.

Cleaning Agents	Density (g/cm ³)	Viscosity (cP)	Surface Tension (dyne/cm ²)	Flash Point (°C)	Conductivity (μs/cm)	pH	Cloud Point (°C)	Wetting Index	Water Content (%)
MEBF	1.020	1.92	35.1	N. D.	52.9	5.1	54	15.13	78.27
MPBR	1.016	1.82	34.6	66	70.3	4.7	61.8	16.13	79.62
EEBF	1.019	2.01	36.7	N. D.	89.0	4.53	> 90	13.81	78.50
EPBR	1.014	1.95	36.7	63	102.8	4.42	> 90	14.17	79.22
BEBF	1.012	2.08	35.4	N. D.	113.2	4.7	69.3	13.74	78.73
BPBR	1.018	1.98	34.3	61	123.3	4.51	53	14.99	79.50

※ N. D. : No detection

Table 12. Physical properties of cleaning agents containing glycol dimethyl ethers.

Cleaning Agents	Density (g/cm ³)	Viscosity (cP)	Surface Tension (dyne/cm ²)	Flash Point (°C)	Conductivity (μS/cm)	pH	Cloud Point (°C)	Wetting Index	Water Content (%)
DPR	0.999	2.09	38.30	39.50	66.40	4.31	62	12.48	80.63
DiPR	1.009	2.20	37.80	63.5	122.40	4.10	70	12.13	80.29
TriPR	1.014	2.29	36.0	64.3	154.00	4.39	77	12.30	80.15
TetraPR	1.016	2.51	35.4	64.0	87.10	4.37	77	11.43	79.03
DPF	0.998	2.17	29.8	36.0	42.30	5.86	56	15.43	79.38
DiPF	1.008	2.22	30.5	67.5	108.00	4.86	64	14.89	79.61
TriPF	1.014	2.53	31.0	74.0	142.10	5.83	68	12.93	79.30
TetraPF	1.017	3.42	30.4	69.3	55.40	5.77	60	9.78	77.72
TCCA	1.017	3.31	32.43	N. D.	29.4	5.46	43.3	9.47	80.39

※ N. D. : No detection

을 측정할 결과를 나타낸 것이다. Glycol ether가 배합된 세정제에는 대부분의 밀도가 1.000 g/cm³보다 높은 경향을 띄고 있다. 점도는 알킬체인이 길어질수록 점도가 조금씩 증가하고 있으며 습윤력은 기존의 세정제보다 높기 때문에 좋은 세정력을 보일 것으로 판단되었다. 그리고 FN-10을 첨가한 경우에는 인화점이 나타나지 않아 공정 적용시 안전성이 우수할 것으로 판단되며, RPB 513을 첨가한 경우 61~66°C를 보이고 있으나 공정온도인 40°C보다 20°C가량 높기 때문에 안전성에는 별다른 문제가 없을 것으로 판단된다. 운점은 기존의 세정제(TCCA)보다 높고 EDG가 첨가된 경우는 90°C를 넘기 때문에 적용범위가 넓을 것으로 판단된다. 그리고 세정제의 수분함량은 80% 이상을 나타내었다.

Table 12에서 보는 바와 같이 glycol dimethyl ether를 주용제로 배합한 세정제에서도 물과 비슷한 밀도를 보이고 있으며, 주용제 내에 ethylene oxide의 함량이 증가함에 따라 점도가 증가하고 있으며 점도는 대체적으로 기존의 세정제보다 낮은 값을 보이고 있다. 표면장력은 RPB 513을 계면활성제로 사용한 세정제는 35.4~38.3 dyne/cm²의 다소 높은 표면장력을

보이며, FN-10을 계면활성제로 한 세정제에서는 29.8~31 dyne/cm² 정도의 다소 낮은 표면장력을 보이고 있는데, RPB 513을 첨가했을 경우 ethylene oxide의 함량이 증가함에 따라 낮아지고 있으며, FN-10을 첨가했을 경우 ethylene oxide의 함량이 증가함에 따라 높아지는 경향을 보였다. 그리고 이 결과를 통한 습윤지수는 기존의 세정제(TCCA)보다 높은 값을 보여 침투력이 더 좋을 것으로 판단된다. 인화점은 각 세정제가 60°C이상의 온도를 보여 공정적용에는 문제가 없는 것으로 나타났지만 DMG를 넣은 경우는 원료물질의 인화점이 -2°C로 너무 낮기 때문에 40°C이하의 낮은 인화점을 보여 개선이 필요할 것으로 판단된다. 운점은 56~77°C까지의 높은 온도를 보여 공정적용에는 영향을 미치지 않을 것으로 판단된다.

기존의 세정제와 비교할 때 밀도와 수분함량은 비슷한 수준을 보이고 있으며 습윤지수의 지표로 활용되는 점도는 1~2정도 낮은 값을 보이고, 표면장력은 다소 높은 경향을 보이고 있으나 습윤지수는 기존의 세정제보다 높기 때문에 침투력이 좋을 것으로 판단되며 운점이 높기 때문에 넓은 범위에 적용이 가능할 것으로 판단된다.

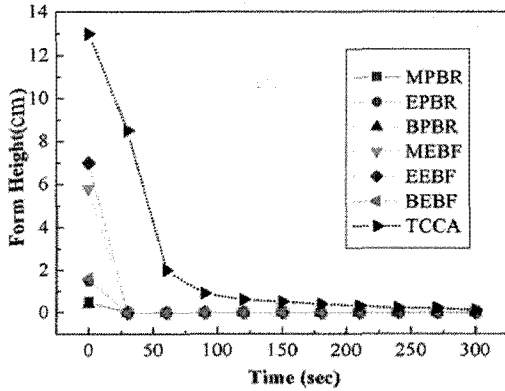


Figure 1. Foam abilities of the cleaning agents containing glycol ether.

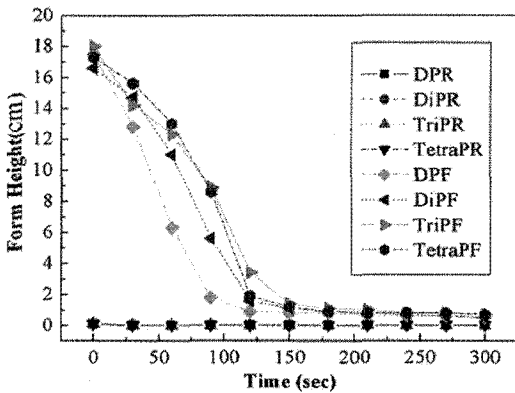


Figure 2. Foam abilities of the cleaning agents containing glycol dimethyl ether.

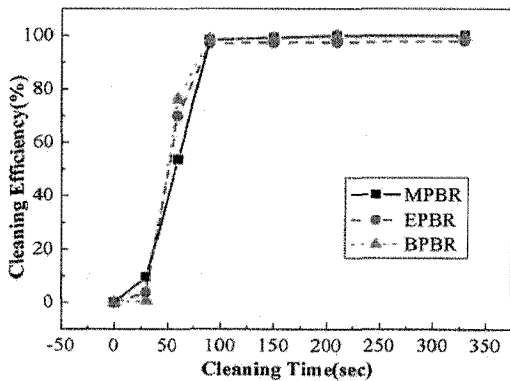


Figure 3. Cleaning efficiency of the cleaning agent containing three types of glycol ether and RPB-513 for Merck LC.

3.3. 배합세정제의 기포력 테스트 결과

Figure 1과 Figure 2는 은 glycol ether와 glycol dimethyl ether를 주용제로 한 세정제의 기포력 테스트 결과이다. Figure 1에서 보는 바와 같이 glycol ether을 주용제로 하고 RPB-513

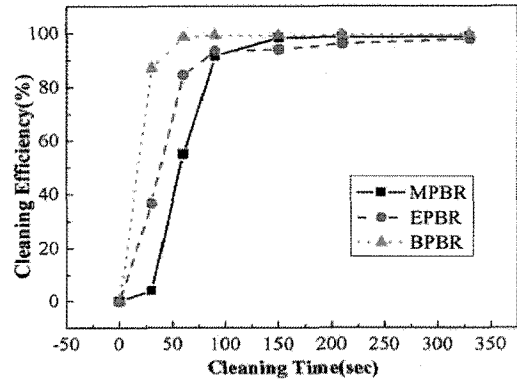


Figure 4. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing three types of glycol ether and RPB-513 for TFT LC.

을 계면활성제로 한 경우 세정제의 기포가 거의 없었으며 30초 이내에 완전히 소포되는 모습을 볼 수 있으며, FN-10에서는 기포발생이 RPB-513보다는 많았지만 소포는 30초 이내에 이루어지는 모습을 보여 기존의 세정제보다 우수한 소포성을 보이므로 연속공정으로 이루어지는 FPD 제조공정에 적합할 것으로 판단된다.

그리고 Figure 2에서 보는 바와 같이 glycol dimethyl ether가 주용제이고 RPB-513을 계면활성제로 배합한 배합세정제는 기포가 거의 발생하지 않았고, FN-10을 계면활성제로 한 배합세정제는 기포가 많이 발생하였으며, 5분이 될 때는 약 0.8 cm 정도의 거품이 잔류하였기 때문에 소포제가 포함되어야 할 것으로 판단된다.

배합세정제는 원료로 사용되는 계면활성제의 형태에 따라 소포력에 영향을 미치고 있으며 이러한 영향은 EO/PO 형태 계면활성제의 일반적인 성질로 EO의 함량이 낮은 계면활성제의 경우 매우 낮은 거품이 발생하므로[8] RPB-513의 경우 EO의 함량이 낮고 FN-10의 경우 EO의 함량이 높기 때문에 거품성이 비교적 높은 경향을 나타내는 것으로 판단된다.

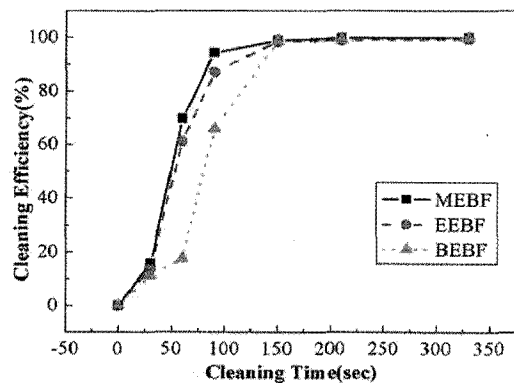


Figure 5. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing three types of glycol ether and FN-10 for Merck LC.

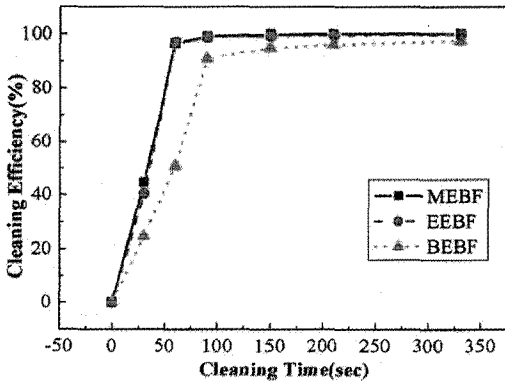


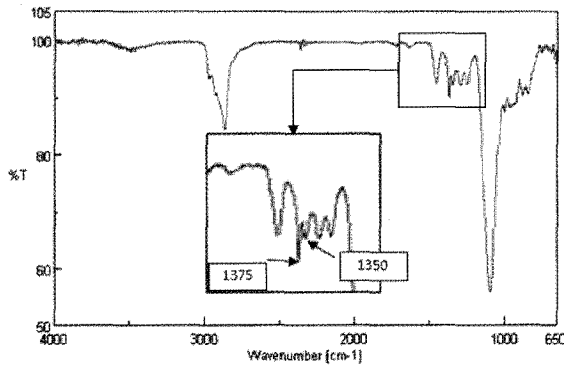
Figure 6. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing three types of glycol ether and FN-10 for TFT LC.

3.4 세정제의 세정성능 평가 결과

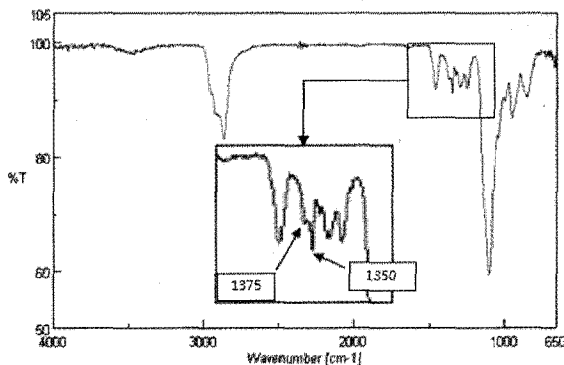
Glycol ether계열을 주용제로 배합한 세정제의 액정 Merck LC와 TFT LC에 대한 세정성능 평가 중 알킬체인에 대한 성능영향이 나타난 결과를 Figure 3~6에 나타내었다. Figure 3, 4에 보는 바와 같이 RPB 513을 계면활성제로 선택한 세정제에서는 알킬체인이 길어질수록 세정능력이 향상되는 경향을 보이고 있는데 이는 액정의 특성에 따라 세정되는 경향이 다르게 나타나는 것으로 판단이 된다. 반면에 Figure 5, 6에서

보는 바와 같이 FN-10을 계면활성제로 선택한 세정제에서는 알킬체인이 짧아질수록 세정성능이 향상되는 모습을 볼 수 있어 주용제의 알킬 체인의 증감에 따라 세정성능이 향상되거나 저하되는 모습을 확인 할 수 있었다. 이는 계면활성제의 EO/PO ratio에 따라 세정성능에 대한 영향을 미치고 있다고 판단 되어 Figure 7에 나타낸 FT/IR분석 결과 1375/1350의 파장대에서의 강도비가 RPB 513의 경우 1375강도가 1350보다 강하게 나타나고 있으며 FN-10의 경우는 반대로 1350에서 더 강하게 나타났다. 1375/1350의 파장대에서의 강도비는 PO/EO의 ratio를 나타내며 RPB 513은 PO의 함량이 높고 FN-10은 EO의 함량이 높은 것을 알 수 있다[9][10]. 이 때문에 계면활성제의 EO/PO ratio에 따라 세정성능에 대한 영향이 반대로 나타난 것으로 판단된다.

Glycol dimethyl ether계열을 주용제로 배합한 세정제의 세정성능 평가 중 ethylene oxide에 대한 영향이 나타난 결과를 다음 Figure 8~11에 나타내었다. RPB-513을 계면활성제로 선택한 세정제의 경우 Merck LC에서는 주용제의 EO 부가량이 감소할수록 세정성능이 향상되는 모습을 보였고 TFT LC에서는 EO 부가량이 증가할수록 세정성능이 향상되는 경향을 보였다. 그리고 FN-10을 계면활성제로 선택한 세정제에서는



(a) RPB 513



(b) FN-10

Figure 7. Results of the FT/IR analysis of surfactants.

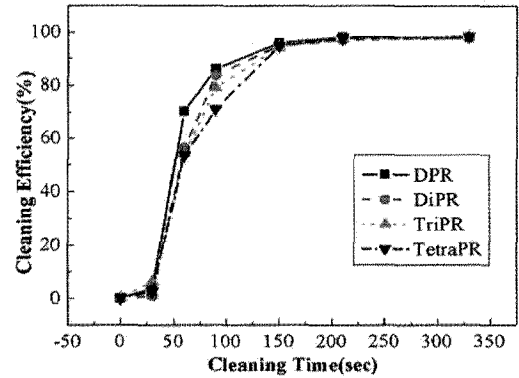


Figure 8. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing four types of glycol dimethyl ether and RPB 513 for Merck LC.

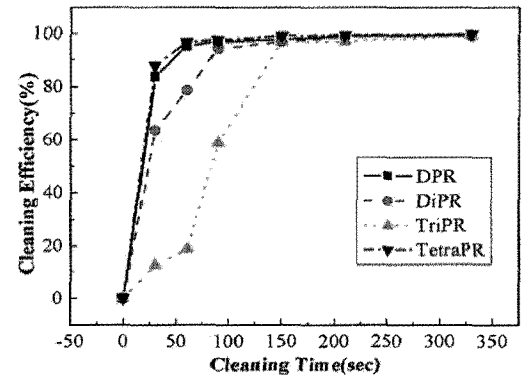


Figure 9. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing four types of glycol dimethyl ether and RPB 513 for TFT LC.

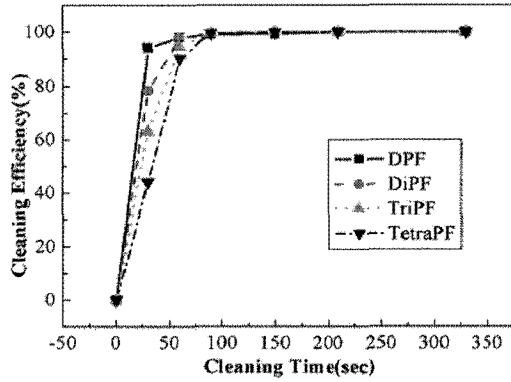


Figure 10. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing four types of glycol dimethyl ether and FN-10 for Merck LC.

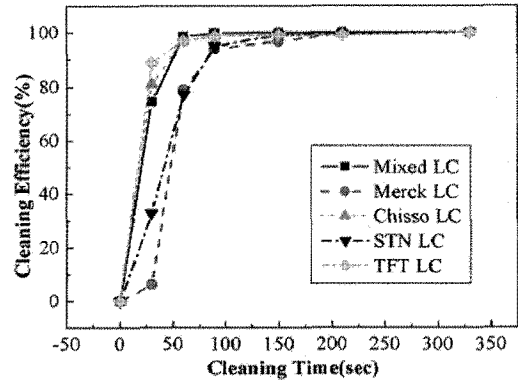


Figure 12. Cleaning efficiency of TCCA.

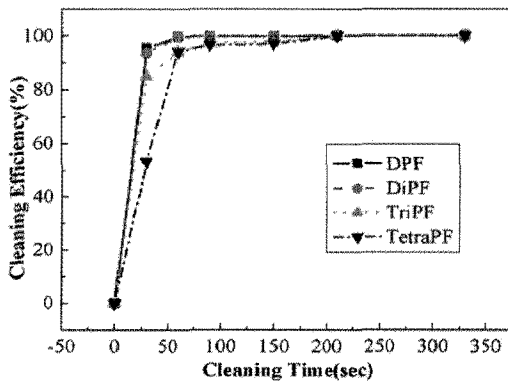


Figure 11. Cleaning efficiency of the cleaning agents containing four types of glycol dimethyl ether and FN-10 for TFT LC.

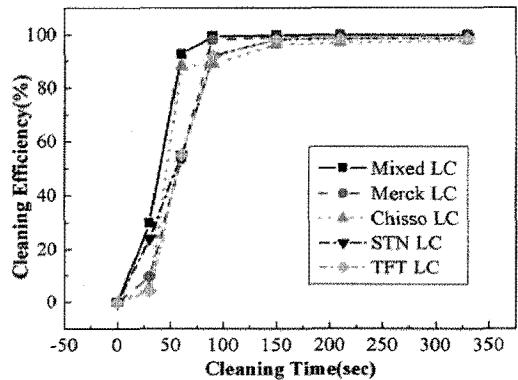


Figure 13. Cleaning efficiency of MPBR.

Merck LC, TFT LC에서 주용제의 EO 부가량이 감소할수록 세정성능이 향상되는 경향을 보이고 있다. 이것은 glycol Ether과 마찬가지로 주용제의 EO 부가량 증감에 따라 세정성능이 향상되거나 저하되는 모습을 확인 할 수 있었으나 계면활성제의 EO 함량이 더 많은 FN-10에서 분산효과가 더 크기 때문에 더 우수한 세정성능을 보인 것으로 판단된다.[8]

그리고 Figure 12~14에 기존의 세정제 TCCA와 배합세정제 중 물성이 좋고 세정성능이 우수한 세정제인 MPBR과 TriPF의 여러 종류의 액정에 대한 세정성능을 비교하였다. TetraPF를 제외한 모든 배합세정제가 12.13~15.43인 습윤지수를 나타내어 기존세정제의 9.47보다 습윤지수가 높기 때문에 초기세정력이 우수할 것으로 판단되었으나 glycol ether를 배합한 경우에는 기존의 세정제보다 초기세정력이 떨어지는 형태를 보였다. 이는 glycol ether와 benzyl glycol이 alkyl chain의 길이가 길기 때문에 소수성을 띠고 친수성 표면을 가지는 LCD panel의 gap 사이에 침투가 용이하지 않기 때문인 것으로 생각된다. 하지만 TriPF의 경우는 1분 30초만에 대부분의 액정에서 100%에 가까운 세정력을 보이고 있으며 기존의 세정제보다 세정이 빠르게 이루어져 우수한 세정성능을 나타냈다.

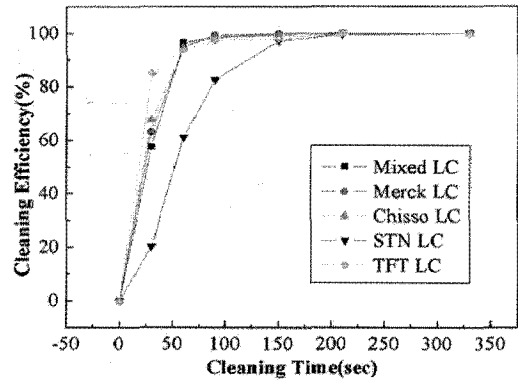


Figure 14. Cleaning efficiency of TriPF.

3.5. 행굼성 평가 결과

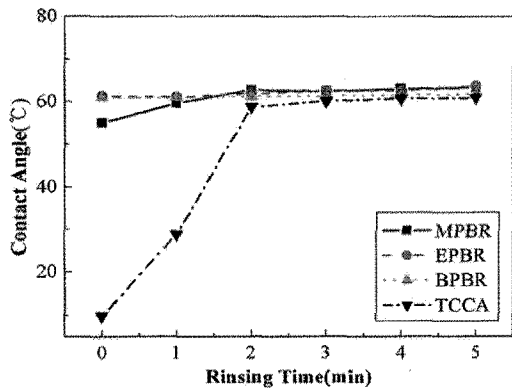
Figure 15에서 보는 바와 같이 glycol ether를 주용제로 하는 배합세정제의 행굼성능 실험결과 IPA로 세척한 후에 친수성 표면을 띄는 bare glass가 57~60°의 접촉각을 보였으며 기존 세정제의 경우 2~3회 정도의 행굼을 거친 후 깨끗한 시편의 초기접촉각을 찾아가는 반면 glycol ether를 주용제로 배합한 세정제는 1회 행굼으로 완전한 행굼이 이루어지기 때문에 행굼력이 우수한 것으로 판단이 된다. 그리고 glycol ether

Table 13. Compatibility test of the cleaning agents (MPBR, EPBR, and BPBR) with various specimens

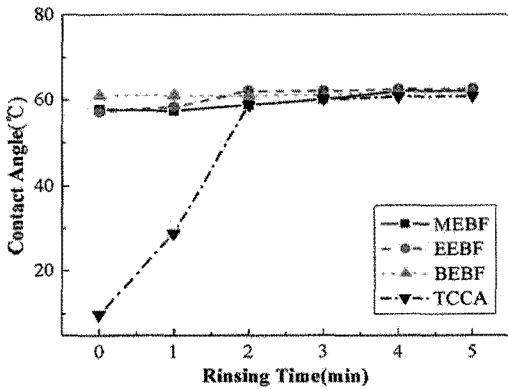
Specimen	MPBR		EPBR		BPBR	
	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour
Al	0.00 %	-0.03 %	0.01 %	-0.03 %	-0.01 %	-0.06 %
PP	-0.01 %	0.22 %	-0.01 %	0.22 %	-0.05 %	0.14 %
PU	2.84 %	32.80 %	2.21 %	29.49 %	2.76 %	33.44 %
PVC	0.01 %	0.65 %	0.01 %	0.34 %	-0.01 %	0.13 %
SUS	0.01 %	0.00 %	0.01 %	0.00 %	0.00 %	0.00 %

Table 14. Compatibility test of the cleaning agents (MEBF, EEBF, and BEBF) with various specimens

Specimen	MEBF		EEBF		BEBF	
	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour
Al	0.01 %	-0.01 %	0.00 %	-0.02 %	0.00 %	-0.01 %
PP	0.01 %	0.10 %	-0.01 %	0.08 %	-0.01 %	0.07 %
PU	1.98 %	16.57 %	1.81 %	15.14 %	2.49 %	20.05 %
PVC	0.00 %	0.01 %	-0.01 %	0.01 %	-0.76 %	-0.74 %
SUS	0.00 %	0.00 %	0.01 %	0.00 %	0.00 %	0.00 %



(a) RPB-513



(b) FN-10

Figure 15. Change of contact angle of the bare glass with increase of rinsing frequency by conventional agents and formulated cleaning agents with glycol ether and two types of surfactants(RPB-513, FN-10).

를 주용제로 한 배합세정제의 경우에 보조용제로 BzG를 첨가하였기 때문에 친수성이 떨어져 초기 접촉각이 높아졌을 가능성이 있을 것으로 판단된다.

그리고 glycol dimethyl ether를 주용제로 배합한 세정제에서는 Figure 16와 같이 약 3회 이상의 행금을 하여야 초기시편의 접촉각을 찾는 것으로 보아 glycol ether를 주용제로 배합하였을 경우보다 행금력이 다소 떨어지는 모습을 보였다. 이는 glycol dimethyl ether가 bare glass표면에 잔류하며 구조내 말단기 그룹의 소수성으로 인하여 접촉각이 높게 나옴으로 행금성이 떨어진 것으로 판단된다.

3.6. 재질에 대한 영향성 평가

3.6.1. Glycol ether를 주용제로 배합한 세정제의 재질 영향성 평가 결과

Glycol ether를 주용제로 하는 배합세정제의 재질에 대한 영향성 평가는 Table 13, 14에 나타내었다. 대부분의 세정제에서 1시간 침적 후 질량 변화는 크지 않았다. 24시간이 지난 후에는 PU를 제외하고 테스트시편에서 많은 질량변화를 보이는 않았으나 PU에서는 24시간 침적 후에 시편의 변형 및 변색되는 현상은 관찰되지 않았으나 15.14 ~ 33.80 %까지 상당히 많이 팽윤하는 모습을 보여 이 세정제는 PU에서는 사용할 수 없음을 확인하였다.

3.6.2. Glycol dimethyl ether를 주용제로 배합한 세정제의 재질영향성 평가 결과

Glycol dimethyl ether를 주용제로 하는 배합세정제의 재질에 대한 영향성 평가는 Table 15, 16에 나타내었다. Glycol dimethyl

Table 15. Compatibility test of the cleaning agents (DPR, DiPR, TriPR, and TetraPR) with various specimens

Specimen	DPR		DiPR		TriPR		TetraPR	
	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour
Al	0.00 %	0.00 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %
PP	0.07 %	0.21 %	-0.05 %	0.18 %	-0.05 %	0.08 %	0.03 %	0.13 %
PU	0.81 %	20.72 %	0.48 %	13.14 %	0.72 %	14.4 %	0.52 %	12.64 %
PVC	0.08 %	5.56 %	0.00 %	1.27 %	0.00 %	1.36 %	0.01 %	0.20 %
SUS	0.00 %	0.01 %	-0.01 %	0.00 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %

Table 16. Compatibility test of the cleaning agents (DPF, DiPF, TriPF, and TetraPF) with various specimens

Specimen	DPF		DiPF		TriPF		TetraPF	
	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour	1 hour	24 hour
Al	0.00 %	0.00 %	0.00 %	-0.02 %	-0.02 %	0.00 %	-0.01 %	0.00 %
PP	0.03 %	0.40 %	0.01 %	0.14 %	0.00 %	0.08 %	0.00 %	0.16 %
PU	0.15 %	10.19 %	-0.04 %	8.32 %	-0.12 %	6.76 %	0.04 %	7.42 %
PVC	0.00 %	0.11 %	-0.01 %	0.11 %	-0.01 %	0.05 %	0.00 %	0.12 %
SUS	0.00 %	-0.00 %	0.00 %	0.00 %	0.00 %	-0.01 %	-0.01 %	-0.01 %

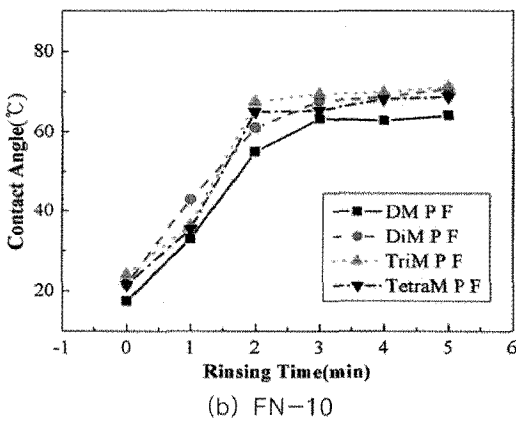
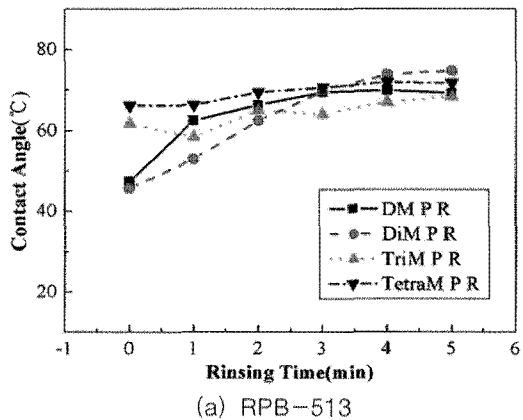


Figure 16. Change of contact angle of the bare glass with increase of rinsing frequency by formulated cleaning agents with glycol dimethyl ether and two types of surfactants(RPB-513, FN-10).

ether를 주용제로 배합한 세정제에서도 glycol ether를 주용제로 배합한 세정제와 같이 1시간 침적 후 질량 변화는 크지 않았다. 24시간이 지난 후에는 PU를 제외하고 테스트시편에서 질량변화를 보이지는 않았다. PU는 RPB-513을 계면활성제로 한 세정제에서는 12.64 ~ 20.72 %, 그리고 FN 10을 계면활성제로 한 세정제에서는 6.76 ~ 10.19 %까지 질량변화를 보여 주어 PU에서는 사용할 수 없음을 확인하였다. 변형 및 변색 현상은 일어나지 않았다.

재질에 대한 영향성 평가는 배합세정제 모두 유사한 경향을 보였다. SUS 304, Al, PP, PVC는 1시간 침적 후와 24시간 침적 후 모두 약 1 % 내외의 질량변화를 일으켜 팽윤이나 용출되지 않는 모습을 보이며 변색 또는 변형이 없기 때문에 문제가 없을 것으로 판단된다. 하지만 PU에서는 각 세정제에서 상당히 많은 질량변화를 일으켰고, glycol ether를 주성분으로 하는 세정제가 glycol dimethyl ether를 주성분으로 하는 세정제보다 더 큰 영향을 주었다. 그리고 계면활성제를 RPB-513을 첨가한 경우가 FN-10을 첨가한 경우보다 더 큰 질량변화를 일으켰다. PU를 제외한 다른 재질에서 팽윤 및 용출 그리고 변형이나 변색이 관찰되지 않았기 때문에 공정적용에 문제가 없을 것으로 판단되며, PU의 경우는 변형이나 변색은 나타나지 않았으나 팽윤하는 결과를 보이기 때문에 PU를 사용하는 경우는 적용하기 힘들 것으로 판단된다.

4. 결 론

LCD panel 제조공정에 적용되는 성능 좋은 액정세정제 개발의 일환으로 glycol ether와 glycol dimethyl ether를 주용

제로 하여 세정제를 배합하여 성능을 평가 하였다. 그리고 이러한 액정세정제의 glycol ether의 alkyl chain의 길이변화와 glycol dimethyl ether의 ethylene oxide의 부가량에 따른 세정효율 및 행굼력, 기포력에 미치는 영향을 확인하고자 실험한 결과 다음과 같은 결론을 얻을 수 있었다.

배합세정제 모두 상안정성이 우수한 결과를 보였으며, 액정 용해성도 우수한 결과를 얻었다. 그리고 기존세정제보다 2 cp 정도의 낮은 점도를 보이고 표면장력은 거의 비슷한 값을 나타내어 기존의 세정제보다 습윤지수가 높았으며, DPF, DPR을 제외한 배합세정제 모두 공정온도 보다 약 20°C가량 높은 인화점을 가져 우수한 물성을 나타내었다. 또한 기포발생이 기존의 세정제에 비하여 적게 나타나 소포성이 우수하다는 것을 확인할 수 있었다.

그리고 세정제를 구성하는 용제의 alkyl chain의 길이와 ethylene oxide의 부가량의 증감에 따라 세정성능에 영향을 주는 현상을 관찰할 수 있었으며, benzene과 cyclo hexane기의 분자구조를 가지고 있는 액정을 세정할 때 소수성기로 이루어진 세정제가 세정성능이 우수한 것으로 추측이 되었지만, 세정제내에 계면활성제의 EO/PO의 ratio에 따라 세정성능에 반대의 결과를 나타내었기 때문에 각 액정의 분석을 통하여 세정제의 세정성능에 주는 액정의 특성을 파악하는 연구가 필요할 것으로 사료된다. 그리고 주용제로 사용한 glycol dimethyl ether 구조 내의 ethylene oxide의 함량이 증가함에 따라 습윤력이 우수해졌기 때문에 초기세정력이 개선되는 경향을 보였다.

행굼성평가는 배합세정제 모두 1~3회 정도로 기존의 세정제보다 빠르게 행구어지기 때문에 행굼력도 우수한 것으로 판단된다. 이것은 배합세정제가 주로 친수성기가 강한 용제와 계면활성제로 이루어져있기 때문으로 판단된다. 그리고 세정제의 재질영향성평가에서 본 연구에서 배합한 세정제들이 PU를 제외한 재질에 영향을 주지 않아 산업현장에 사용하는 데 어려움이 없을 것으로 판단된다.

따라서 본 연구에서 개발한 세정제는 물성, 세정성, 행굼성이 기존세정제와 비교하여 물성, 행굼성이 매우 우수하고 세정성은 액정종류에 따라 조금 차이는 있으나 비교적 우수하여 기존세정제를 대체할 수 있을 것으로 판단된다.

감 사

본 연구는 중소기업청의 산학연공동기술개발지원사업과 지식경제부의 특정물질사용합리화기금출연사업의 지원에 의하여 수행되었으며 이에 감사드립니다.

참고문헌

1. Cho S. M., "OLED Display and Lighting Technology," *J. Korean Inst. Illumin. Elec. Install. Eng.*, **23**(1), 25-32 (2009).
2. Kim D. H., and Hwang K. H., "Semiconductor · FPD Cleaning Process and Technology," *J. Inst. Control Robot. Syst.* **10**(1), 269-274 (2004).
3. Hong M. S., Kim J. M., and Kang S. J., "A Study on the Process Improvement in TFT LCD Cleaning," *Proceedings of the Korean Society of Machine Tool Engineers*, 269-274 (Spring, 2004).
4. Lee H. Y., Han J. W., Lee M. J., Park B. D., Han S. W., Lee D. K., Park S. W., Hwang I. G., and Bae J. H., "Effect of Formulation Condition of Microemulsion-Type Semi Aqueous Cleaning Agent on its Physical Properties and Cleanliness Performance," *J. Korean Ind. Eng. Chem.*, **14**(2), 142-151 (2003).
5. Lin, X.i, Xu, J, Hou, W., and Sun, D, "Effect of Additives on the Cloud Points of two Tri-block Copolymers in Aqueous Solution," *Colloid. and Surface A: Physicochem. Eng.*, **237**(1-3) 1-6 (2004).
6. Porter, M. R., *Handbook of Surfactants*, 2nd ed., Blackie, 1994.
7. Park, J, N., "A Study on Physical Properties of N-Acyl Taurates and Their Suitability of Personal Care Cleaner," *Master's Thesis, The University of Suwon*, 2004.
8. Milton, J. R., *Surfactants and Interfacial Phenomena*, 2nd ed., Wiley, 1989.
9. Dietrich, O. H., *Analysis of Surfactants*, Hanser, 1996.
10. Martin J. S., and Frederick M. F., *Surfactant Science Series: Nonionic Surfactants*, Marcel Dekker, Inc., 1987.