

Stainless Steel에서의 열에 의한 기체 방출 특성 조사

신 용현 , 홍 승수 , 이 철로 , 박 재 홍 , 임 재 영 , 정 광 화

한국표준과학연구원, 진공연구실

1. 서론

초고진공과 극고진공을 실현하기 위해서는 진공 펌프의 역할도 중요하지만 진공용기 및 진공부품자체로부터의 기체 방출을 저하시키는 것이 필수적이다. 초고진공 응용 분야의 발전에 따라 기체방출율이 적은 진공재료 개발 혹은 표면처리기술에 대한 연구가 활발하게 진행되고 있다. TDS (Thermal Desorption Spectroscopy)는 고체표면에 흡착되어 있던 기체들이 표면온도상승에 따라 탈착되는 양을 측정하는 분석 기술로 극고진공 재료 개발 및 처리 기술 개발에 기본이 되는 기술이다. 본 연구에서는 TDS 실험장치를 set up 하였으며 stainless steel의 기체탈착량을 측정 하였다. Stainless steel은 진공용기나 진공용기 내부의 hardware재료로 가장 많이 사용되고 있으며 이의 종류와 표면 처리방법 baking 이력 등에 따라 기체 방출율이 다를 것이라는 것이 경험적으로 잘알려져 있지만 이에 대한 정량적이고 체계적인 실험은 최근에 시작되었다.

2. TDS 실험장치제작 및 실험

TDS 실험장치는 측정 chamber와 가스주입 chamber, 배기 펌프부분, sample holder 및 온도 조절부분, 그리고 quadrupole mass spectrometer system으로 구성되어 있다. 측정 chamber는 내경 208mm 높이 316mm 원통형으로 4개의 2.75" conflat flange와 3개의 4.5 " flange가 배열되어 있으며 배기 펌프와의 사이에는 conductance가 $2.76 (T/M)^{1/2} (l/s)$ 인 orifice를 달아 압력이 일정하게 분포 되도록 하였다. 가스 주입 chamber는 variable leak valve와 porous plug를 달아 미세 유량을 조절할 수 있었다. 배기 펌프로는 측정 chamber쪽에 500 l/s 용량의 터보 분자 펌프, 가스 주입 chamber쪽에 8 l/s 용량의 이온 펌프를 설치 하였다. Quadrupole mass spectrometer는 Balzers model QMA125 analyzer와 QMS420 controller 그리고 이와 연결된 personal computer로 구성되어 있다. QMA 125에는 cross beam ion source를 사용하였으며 faraday cup 외에 SEM(Secondary electron multiplier)이 달려 있다. 이 QMS의 기체별 감도를 미리 측정하여 정량적인 측정이 가능하도록 하였다. Total pressure 변화는 교정된 extractor gauge를 이용 측정하였다. Sample의 온도는 전류를 직접 흘려 가열하는 방식으로 1000°C 까지 올릴 수 있었으며 R type thermocouple 이용 온도를 측정하고 P.I.D 온도 조절기에 연결 온도를 제어 하였다.

두께 0.1 mm의 국산 stainless steel sheet를 넓이 8mm 길이 300mm로 자른 sample들을 각각 전해연마 한 경우와 하지 않은 경우, 150°C에서 pre baking을 한 경우와 하지 않은 경우, 대기중에 vent 된 system에 놓아 두었던 경우와 질소 가스로 vent된 system내에 놓아 두었던 경우로 나누어 분당 6°C 의 일정한 속도로 800°C 까지 온도를 상승시키면서 H₂, N₂/CO, H₂O 에 대한 TDS spectrum을 측정 하였다. TDS spectrum 측정시에는 base pressure가 2×10^{-7} torr 이하가 되도록 하였으며 base pressure에서의 QMS signal intensity를 측정하여 이를 보정 할 수 있도록 하였다. 또한 각 실험을 반복 측정하여 기체 방출량이 온도 상승이력에 따라 변화하는 정도도 측정하였다.

3. 실험결과 및 고찰

전해연마한 sample과 전해연마하지 않은 sample 모두 첫번 온도 상승에서는 H₂O의 signal이 가장 크게 나타나며 온도 상승에 따라 아주 완만하게 기체방출량이 증가하여 610-620 °C 근처에서 최고치를 보인후 급격하게 감소하는 경향을 보였다. TDS 측정 회수를 반복했을때 방출량이 가장 많이 감소하였다. N₂/CO signal은 전해연마되지 않은 sample의 경우에는 620°C 근처에서부터 800°C 까지 탈착되는 양이 급격하게 늘어나는것으로 측정되었으나 전해연마 된 sample의 경우에는 480°C 부터 증가하여 640°C 근처에서 peak를 이룬후 다시 감소하였다가 720°C 부터 다시 증가하는 것으로 측정되어 전해 연마를 한 sample의 경우에 더 broad 한 기체방출 특성을 보였다. 또한 측정을 반복 했을때 640°C 에서는 보이는 peak가 두번째 peak보다 많이 감소하는것을 알수 있었다. 이에 대한 정확한 원인은 아직 모르고 있으나 재료의 이력을 알고 다른 분석 장비들을 병행 사용하면 이에 대한 해석이 가능해 질것으로 생각된다. H₂는 700°C 근처 부터 급격하게 방출되기 시작하는 것으로 측정 되었다. 150°C로 3시간 pre baking 한 sample의 경우 전 온도 구간에서 기체방출량 특히 H₂O의 방출량이 현저하게 줄어들긴 했으나 온도 상승에 따른 방출량 spectrum 모양은 변화하지 않았다. Sample을 1시간 동안 대기에 노출시킨 경우와 14시간동안 대기에 노출시켰던 경우를 비교해 보면 N₂/CO 방출량은 14시간 노출시킨쪽이 약 1.2배로 별 차이가 없었으나 반면 H₂O의 방출량은 약 4배가 커서 물분자의 경우 오랜 시간동안 sample 표면에 계속 흡착되는것으로 생각되었다. 질소가스중에 노출되었던 sample은 노출 시간에 따른 뚜렷한 변화는 없었으며 공기중에 같은 시간 노출되었던 경우와 비교해서 물에 의한 방출량이 현저하게 작음을 확인 하였다.

4. 결 론

TDS 측정장치를 제작하였으며 이를 이용하여 국산 stainless steel의 기체방출 특성을 측정하였다. 같은 sample에서도 전해연마 여부에 따라 N₂/CO 방출 특성이 다르게 나타났으며 이런 경우 원인을 규명 할수 있도록 하기 위한 연구를 진행하고 있다. 그외에 pre baking 효과를 확인하였으며 공기중에 vent시켰던 경우와 질소로 vent 시킨 경우 기체방출 특성을 비교하였다.