[III-19]

스테인레스 스틸 표면오염에 미치는 gas pretreatment 효과

신용현, 정광화, 홍승수
한국표준과학연구원 역학연구부

이규장
한국과학기술원 물리학과

Thermal Desorption Spectroscopy(TDS) 는 흡착물질의 표면에 대한 정량적 정성적 실험을 할 수 있는 가장 간단한 방법이다. TDS실험에서는 시편의 온도를 직선적으로 증가시키며 시편에서 방출되는 가스를 질량분석기로 분석한다. 배기속도가 표면으로부터 탈착되는 가스량보다 훨씬 크다면 질량 분석기로 측정되는 부분압은 탈착되는 가스량에 비례한다. 탈가스량의 온도에 따른 변화는 표면의 흡착상태와 관련이 있다.

본 연구에서 사용된 TDS시스템의 주 챔버는 직경 약 20 cm, 높이 약 30 cm 실린더타입이며 아래에 부착된 배기챔버와의 사이에 콘덕턴스 $2.76(T/M)^{1/2}$ L/s 인 구멍이 있는 판을 설치하여 충분한 배기속도를 가지면서도 챔버내 압력의 구배는 별로 없도록 하였다. 배기는 500 L/s 질소배기용량의 터보분자펌프(Balzers TPU510)를 사용하였고 탈가스량 q는 사중극자 질량분석기(QMS, Balzers 125 Analyzer, QMG420C controller)를 사용하였다. 이 QMS는 N_2, CO, H_2, O_2, Ar에 대해 표준기로 교정받은 것이다. 시편은 두께 0.1 mm, 넓이 200 x 8 mm^2 인 스테인레스 스틸 판으로서 전기 feedthrough를 통해 직접 시편에 전류를 흘려 가열시킨다. 시편의 온도측정은 spot weld된 열전대를 사용하였고 PID 타입 온도조절기를 사용하여 800 ℃까지 직선적으로 온도를 올릴 수 있었다.

TDS 실험을 위하여 다음의 다섯가지 다른 방법으로 표면처리한 시편을 준비하였다.

1) 65 ℃의 3 % HNO_3, 25 % HCl, 72 % 증류수 용액에서 엣칭한 뒤 증류수로 세척하고 다시 Alconox 비누로 세척하고 증류수 헹구고 최후로 메타놀로 헹굼
2) 전해연마한 후 1)의 과정을 밟음
3) 2)의 과정을 밟은 시편에 수소원자를 5시간 가량 조사함
4) 3)과 같으나 바이어스전압 -10V를 시편에 인가함
5) 3)과 같으나 처리 후 150 ℃로 진공 중에서 3시간 구움

상기 시편들에 대한 TDS 실험결과 전해연마와 수소처리한 시편은 물과 CO/N_2 의 탈가스를 줄이는데 효과적임을 보였다. 그러나 바이어스를 인가한 시편은 오히려 탈가스를 증가시켰다. 진공 중에서 pre-baking한 시편은 전체 탈가스량은 현저히 줄었으나 상대적으로 CO/N_2 은 증가하였다.

2)와 3)의 시편의 TDS는 서로 다른 스펙트럼을 보여주어 표면상태와 본딩이 틀림을 알 수 있다. 이 두 시편을 대기중의 노출시간에 따라 AES로 분석한 결과 10분이후에 수소처리를 하지 않은 시편의 경우 산소의 peak는 대기중에 노출시간이 길어짐에 따라 감소하나 수소처리한 시편은 70분 동안 거의 일정한 값을 유지하고 있다. 이는 3)의 경우보다 2)의 성장속도가 커서 screening효과가 나타나는게 아닌가 짐작된다. 수소처리한 시편의 카본 피크는 더 높은 에너지로 이동했을 뿐아니라 모양도 더 넓어졌다. 모양의 변화는 수소의 조사시간이 길어짐에 따라 계속 변했다. 수소처리 않은 시편의 경우 CO-metal결합에, 또 수소처리한 경우 metal carbide 또는 carbon-carbon composition layer의 결합에 의한 것으로 짐작된다.