

## 청정도 가스 이송용 재료의 특성과 전해연마에 관한 연구 A Study on the Characteristics of Electro Polishing and Utility Materials for Transit High Purity Gas

이종형\* 박신규\*\* 양성현\*\*\*  
Jong-Hyung Lee, Shin-Kyu Park, Seong-Hyeon Yang

### Abstract

In the manufacture progress of LCD or semiconductor, there are used many kinds of gas like erosion gas, dilution gas, toxic gas as a progress which used these gas there are required high purtize to increase accumulation rate of semiconductor or LCD materials work progress of semiconductor or LCD it demand many things like the material which could minimize metallic dust that could be occurred by reaction between gas and transfer pipe laying material, illumination of the surface, emition of the gas, metal liquation, welding etc also demand quality getung strcted . Matenal-Low-sulfur- contend (0.007-0.010), vacuum-arc-remelt(VAR), seamless, high-purty tubing material is recommend for enhance welding lower surface defect density All wetted stainless steel surface must be 316LSS elecrtro polishinged with  $\leq 0.254\mu\text{m}$ (10.0 $\mu\text{in}$ ) Ra average surface finish , Cr/Fe $\geq 1.1$  and Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thickness $\geq 25\text{\AA}$ . From the AES analytical the oxide layer thickness (235~36 angstroms silicon dioxide equivalent) and chromium to iron ratios is similar to those generally found on electropolished stainless steel,, molybdenum and silicon contaminants ; elements characteristic of stainless steel (iron, nickel and chromium); and oxygen were found on the surface Phosphorus and nitrogen are common contaminants from the electropolish and passivation steps

**Key-Words** : Carbon, Nitrogen, Phosphorus, Silicon contaminants Of Utility Materials Stainless Steel

### 1. 서론

반도체, LCD제조, 공정 중에는 희석용가스, 부식성가스, 독성가스등 많은 가스가 사용되고 있다 반도체소자의 집적도를 높게 하기 위해 특히 고순도화가 요구되고 있다. 따라서 반도체 제조용가스 공급계 배관재료에 대해서도 표면

조도, 불순물, 부착물등의 표면품질, 가스 방출성, 금속용출 및 용접, 벤딩가공등의 가공성등 요구품질은 점점 엄격해 지고 있다. 반도체나 LCD 공정분야에 있어 파이프는 유기수지계 재료와 금속계 재료로 크게 구분된다 전자는 PVC, PP, PVDF, PFA, PEEK등이 중심으로

\* 정희원, 금오공과대학교 기계공학부 교수

\*\* 정희원, 대구기능대학 교수

\*\*\* 정희원오토114(주)

\* Professor, School of Mechanical Engineering , KIT

\*\* Dae Gu Polytechnic College

\*\*\* AUTO114 Co Kr

주요하게 화학적 안정성등의 면에서 초순수 배관재료로 사용되고 있다. 후자는 스테인레스강, 지르코늄, 니켈 등의 합금이 있지만 초고순도가 가스 공급계 배관재료는 ①비교적 저가 시장성이 있고 수급의 용이 ②가스와의 반응이 적고 내식성의 우수 ③고 강도로 파손이 잘 안되고 특히 고온에서의 강도가 우수 ④굽힘, Bending 등의 2차 가공에도 우수, 용접성도 양호하고 ⑤필요한 사양에 잘 부합되고 기계연마, 전해연마 등의 표면 가공이 뛰어난 SUS316L SEAMLESS강 (이음매 없는) 강관이 사용되고 있다. SUS316L 재료의 제품의 내부표면에 내부식성 극대화를 위해 전해연마 표면처리가 필요하다. 지금까지 전해연마 기술은 장식이나 광택을 내기 위한 목적으로 “기능적 표면 기술”로 그쳤으나, 이에 나아가 초정밀의 표면을 내는 기술이 필요하게 되었는데 그 주요용도로는 ① 반도체 제조장치와 진공장치등에 고순도의 고진공이 필요한 경우 ②원자력 등의 중요부위가 피복될 경우 제거하고 세정하는 효과나 내식성 향상 목적 ③의약품 제조장치의 청정화, 내식성, SUS로부터의 이온용출제어 ④ 의약기기 관련 제균효과나 병원내의 감염방지 ⑤ 식품제조기기의 원료에 대한 위생도 향상이나 장치부품의 내식성 향상 등이 있고, 열거된 것 외에도 많은 목적으로 요구되어 지고 있다. 여기에 공통적인 문제는 가공할 때 스테인레스 표면에 발생하는 가공변질층이다. 먼저 변질층을 제거하고 본래의 결정구조성분조적으로 되돌린 후 다시 전해연마공정을 통해 강표면에 크롬층을 형성시킨다 EP(전해연마)후의 Cr/Fe%, 인장, 신율, 굽힘 응력 등의 기계적 성질을 기계가공후의 BA와 EP의 조도 테스트를 통해 미립자 불순물이 제품에 미칠 수 있는 영향을 평가하고 전해연마와 부식방지와와의 연관성을 비교하여 유용한 소재에 대하여 신뢰성을 확보하였다.

2. 실험 방법

2.1 재료 및 시험편

실험에 사용한 재료는 배관용 스테인레스강관인 SUS316L Single Melting, Double Melting으로 그 화학성분과 기계적 성질은 Table 1, 2와 같다  
 시험편은 SUS316L로 단조 및 기계가공후 전해연마처리를 하여 별도의 재료로 만든 Diaphragm

Valve body와 Mono Block V/V body 를 사용하였다.

Table 1 SUS316L Chemical composition of specimens

	C	Si	Mn	P	S	Ni	Cr	Mo
Single Melt	0.030	0.75	0.80	0.035	0.0007	13~15	16~18	2~3
Double Melt	0.015	0.50	0.30	0.030	0.003	14~15	16~17	2~3

Table 2 SUS316L Mechanical Properties of specimens

Tensile test(N/mm <sup>2</sup> )			Hardness (HRb)
Tensile strength	Yield strength	Elongation (%)	
480	170	35	90

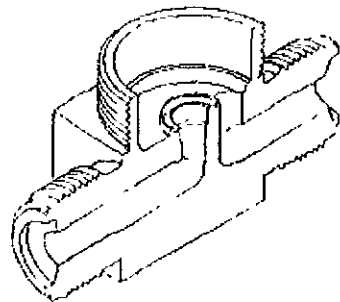


Fig1. 전해연마 실험편 형상

2.2 Auger Analysis (Auger Electron Spectroscopy)

금속표면에서 150Å 깊이까지의 C, O, Cr, Fe & Ni등의 상대적인 원자비를 검증하는 방법이다. 대표적인 표면분석장치의 하나로서 우수한 표면 민감도(10~30Å)과 원자번호에 따라 Primary Energy에 무관한 고유의 운동에너지 값을 갖는 Auger전자가 방출되는 현상으로 표면원소 또는 성분분석에 매우 유용하게 사용되고 있으며 박막등의 표면에서 깊이에 따른 성분분석 관찰에 흔히 이용되고 있다. 원자번호가 31 (GALLIUM, Ga) 보다 작은 원자는 X-선을 방출하기보다는 Auger electron을 방출시키며 Auger Yield가 X-RAY Yield보다 크다. Auger

electron으로 표면 분석시 방출되는 전자는 parant atom의 Elergy level간의 에너지 차이인 운동에너지로 가지며 그 에너지는 그 원자의 고유 특성이다 일반적으로 성분 분석장치인 XRF와 보충적으로 사용하고 있습니다. Auger 현상은 물리적 원리에 있어 2차 전자가 관련되어지는 현상으로 원자가 Auger Process확률이 작으면서 물질고유의 에너지를 갖는 것에 착안하여 물질의 국소적인 전자구조를 이해하는데 활용하였다.

### 2.3 전해연마

Fig. 2, 3는 전해연마 계략도 및 전압-전류의 특성을 나타내고 있다. 직류전원을 이용해서 전해액 중에 전극과 제품을 침적시켜 전극측에 (-), 제품측에 (+) 전류를 흘려 제품의 표면에서 금속의 이온 (Fe, Cr, Ni 등)을 용해시켜 표면의 연마를 행하는 방법이다. 이때 용해되는 금속이온에 용해되기 쉬운 순서가 있는데 스테인레스의 경우 부식의 원인이 되는 Fe가 가장 쉽게 용해되며 Fe에 비해 산화 발생이 어려운 Ni, Cr, Mo 등이 그 다음으로 용해된다 그 결과 제품의 표면에는 Fe 성분이 감소되고, 따라서 녹 발생이 어려운 성분 비율이 높아짐에 따라 내식성이 증가하게 되는 것이다

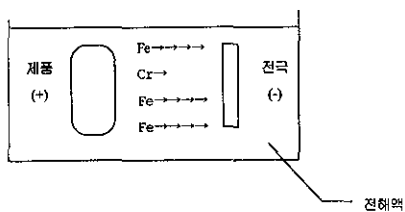


Fig. 2 전해연마 계략도

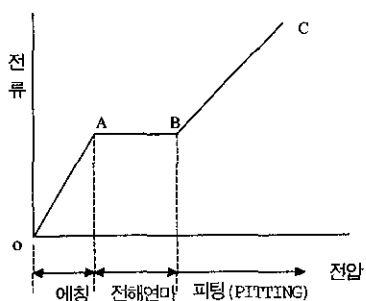


Fig. 3 전해연마의 전압-전류특성

### 3. 실험 결과 및 고찰

AES(표면 분석장치)에 의한 실험편의 성분비 나타나 있다. Table 4.에서 확인된 결과와 같이 전해 연마후 Cr/Fe %는 시료에 따라 조금씩 차이는 있었지만 1.5 ~ 1.6%의 결과가 나왔으며 최대 Cr/Fe 비는 58Å ~ 8.7Å의 깊이에서 62 ~ 64%가 나온 것으로 확인된다.

이처럼 전해연마는 실제 Gas가 맞닿을 수 있는 관로의 내면에 크롬 층을 만들어 내부식성을 갖게 된다

Table 3. AES Calculated Surface Composition

	Diaphragm Valve Body #1	Diaphragm Valve Body #2
Carbon	21	21
Chromium	15	15
Iron	16	16
Nickel	62	62
Oxygen	41	40
Nitrogen	07	07
Chlorine	01	0.1
Sulfur	01	01
Phosphorus	03	03
Silicon	05	-
Silicon Oxide	-	07

Table 4 EP 후 %

	Diaphragm Valve Body 1	Diaphragm Valve Body 2
Oxide Thickness (Å)	29	235
Correctd Oxide Thickness <sup>(2)</sup> (Å)	255	20
Cr/Fe Ratio at 10Å <sup>(2)</sup>	16	15
Max Cr/Fe Ratio (DepthAng)	62 (8.7)	62 (5.8)
Carbon Layer Thickness (Å)	35	3.5
Contaminants <sup>(1)</sup>	C,N,P,Si	C,N,P,Si

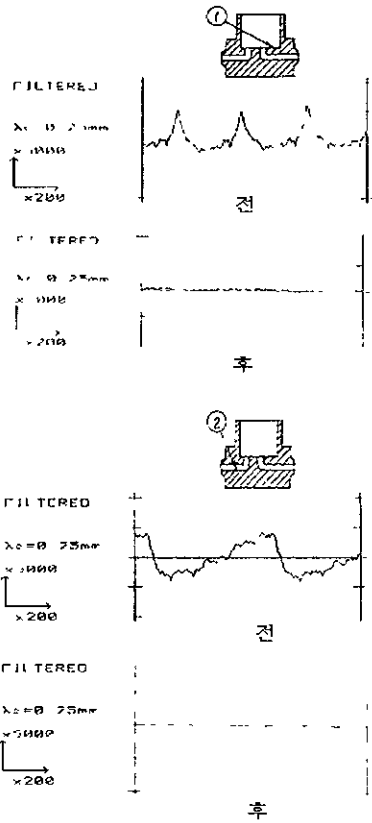


Fig 4 위치에 따른 조도측정

#### 4. 결론

반도체, LCD제품의 집적도 향상에 따라 회로의 최소크기도 점차 줄어들고 있고 제품의 신뢰성에 영향을 주는 오염입자의 크기는 회로선 폭의 기존대비 1/10이고 제품에 직접적인 영향을 주는 크기는 1/3이라고 한다. 따라서 청정도 관리는 점차 중요하게 되었다. 실험에 의하여 사용된 재료의 신뢰성을 확보하는 실험을 통해 확인해본 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 유체를 이송하는 시스템에서 오염원을 없애기 위해서는 부식에 강한 내식성을 갖는 강 그중에서도 오스테나이트계열의 크롬-니켈을 청정 배관 소재로 한 SUS316L을 주로 사용하며 사용하는 Gas에 따라 불순물의 함유량이 적은 Single Melt로 할 것인지 Double Melt로 할 것인지 선정이 이루어져야 한다

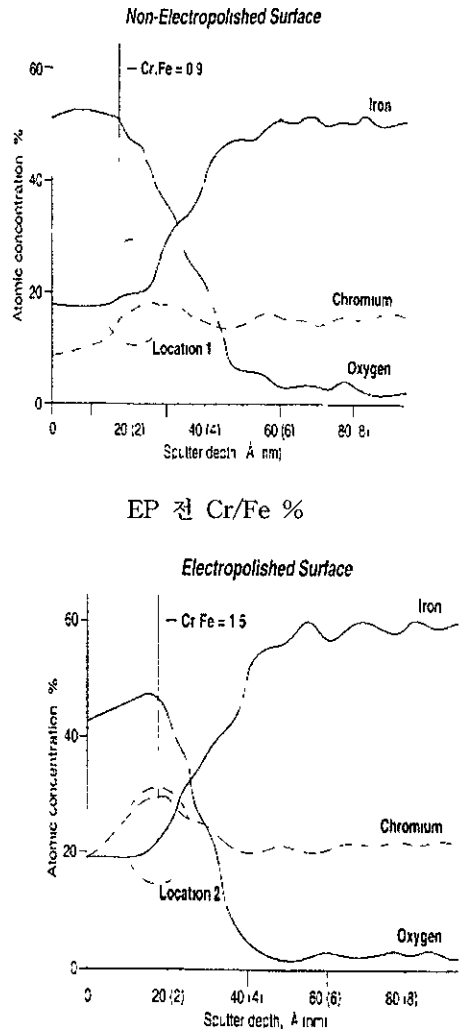


Fig. 5 EP 후 Cr/Fe %

(2) Fig 4에서 보듯이 Pipe, Tube, Fitting, Valve를 가공하면서 형성된 표면이 시간의 경과에 따라 미세한 요철도 불순물이 될 영향이 될 수 있다 따라서 기계가공에 의한 내면조도(MB=BA)는 보통  $R_{max} 3.2\mu m$  관리하며 향상된 조도를 얻기 위하여 EP공정을 통해  $R_{max} 0.7\mu m$  이하의 조도를 얻는다

(3) P-Gas&Chemical공정에 사용될 때는 Gas와의 부식을 막기 위해 EP처리를 하며 EP공정을 통해 Fe, Mn, P, S원자 등의 불순물을 먼저 용해시키고 부식에 강한 Cr층을 얻을 수 있었다 EP처리 후 표면깊이 10Å 안에서 Cr/Fe %

1.5이상을 형성하며 Cr/Fe %는 5.8Å~8.7Å의 깊이에서 최대 6.2~6.4%가 나온 것이 Fig 5.에서 확인된다

실험결과를 종합해 보면 전해연마는 표면의 내부식성 극대화 및 기계가공공정에서 연마된 표면조도를 보다 정밀하게 연마되어 Rmax 0.7 μm이하의 평활한 표면을 만들어 주고 부식에 강한 재료선정과 제품의 불순물을 줄여 정밀제품 생산에 필수적인 것이 확인되었다.

### 참고문헌

- 1) 失部江 - · 超純水の科學,半導體基盤技術研究會編리아리즈社,pp.406-420 (1990)
- 2) 平尾克教 超LSI製造におけるトータルクリーン化 技術, 半導體基盤技術研究會編 리아리즈社 p 161 (1988)
- 3) 平 浩 : 初歩と實用のステンレス講座pp. 24-25, pp. 37-38 日本工業出版
- 4) K.Fujiwara. et al. : Corrosion pp. 82, No.138 (1982)
- 5) 長谷川正義 : ステンレス鋼便覽 pp 579-588 (1973)
- 6) 植田 博 · 半導體製造用高純度ガス配管材料ワルトラクリーテクノロジー講座,超高純度ガス供給係コンポーネント (1990)
- 7) 藤原和雄 超高純度用配管材料としての電解研ステンレス配管 LSI製造におけるプロセス高性能化技術 (1989)
- 8) 鈴木峻昭 : 半導體用 クリーンボンベ弁の開発超LSI製造におけるトータルクリーン化技術 p.147~153 (1988)
- 9) 中村重治 “超純水の科學” 半導體基盤技術研究便覽,리아리즈社pp 625 (1990)

---

(2004년 2월2일 접수, 2004년 8월20일 채택)