

<연구논문>

사중극 질량분석기에 의한 초고진공 응용시스템 진단

임재영 · 이철로 · 정광화 · 노삼규 · 이연환*

한국표준과학연구원 소재특성평가센터

*동국대학교 인문대 기초과정학과

(1994년 4월 11일 접수)

Diagnosis of uhv Application System by Quadrupole Mass Spectrometer

Jae-Young Leem, Cheul-Ro Lee, Kwang-Hwa Chung,
Sam-Kyu Noh and Yeon-Han Lee*

Korea Research Institute of Standards and Science, Materials Evaluation Center

**The Faculty of Arts, Dongguk University, Kyung-Ju*

(Received April 11, 1994)

요 약 — 박막성장을 위한 초고진공 응용시스템을 제작하고 이것의 특성을 사중극질량분석계로 측정하였다. 초고진공 시스템을 박막성장에 활용하기 위해서는 챔버 뿐만 아니라 펌프, 이온게이지, 전자총 등도 베이킹이 요구되었다. 또한 이온게이지와 전자총은 적어도 박막성장 20분 전에 탈가스를 하여야함을 알았다. 이 시스템으로 달성된 진공도는 7×10^{-11} torr이었다.

Abstract — An ultra high vacuum application system for growing thin film has been fabricated, and characteristics of the system have been measured by quadrupole mass spectrometer. Pumps, ion gage, electron gun as well as main chamber in order to use the system for thin film growth have to be baked. And also, Ion gage and electron gun must be degassed during at least 20 min before growing thin film. An ultra high vacuum of 7×10^{-11} torr was achieved using the system.

1. 서 론

진공(vacuum)이란 말은 비어 있음(empty)을 의미하는 그리스어로부터 유래한 것으로 글자자체의 의미로는 어떠한 것도 존재하지 않는 공간상태를 의미한다. 그러나 물리적으로 이와 같은 상태를 실현하는 것은 불가능하므로 일반적으로 사용하고 있는 진공이란 매우 낮은 압력을 의미한다[1]. 진공을 실현하는 기술의 발달로 인하여 1950년대에 실현된 초고진공 기술은 전자, 반도체, 신소재 개발, 광학 등 첨단산업 및 우주과학, 표면과학, 가속기 등의 첨단과학에 필수적인 기반기술이 되고 있다[2]. 이들 분야에서 진공기술이 활용되기 위해서는 목적에 맞게 진공상태가

달성되어야 한다.

진공이 유지되어야 할 어떤 용기속에는 volume 가스 이외에 내부벽에 물리화학적으로 흡착된 가스들이 존재하게 된다[3]. 이때 진공펌프에 의해 빠른 시간내에 모든 가스를 전부 제거시킬 수 없다. 내부벽에 흡착된 가스들은 오랜시간에 걸쳐 이탈되므로 이들 흡착된 가스들이 많을 경우 좋은 진공을 유지시키기 매우 어렵다[4]. 일반적으로 초고진공 응용 시스템에는 챔버 자체 뿐만 아니라 진공 fixturing, 측정시스템, 펌프 등이 함께 부착되어 있다. 이들 시스템에서 펌프를 가동시키면 volume 가스가 가장 먼저 제거되고 뒤이어 surface desorption, 벽으로부터의 outdiffusion, permeation 순서로 가스가 제거된다.

이들 과정에서 volume 가스를 제외한 모든 가스들은 온도에 크게 의존하게 된다. 따라서 초고진공에서는 반드시 베이킹이란 개념이 도입되어 야 한다[5]. 한편 초고진공 응용시스템에서는 진공도 자체도 중요하지만 진공용기 안의 잔류가스(residual gas)의 종류도 매우 중요하다. 초고진공 상태에서는 대기압에서의 기체 조성비와는 매우 다르다. 이때 원하지 않는 기체가 진공 내부에 많이 존재하게 될 경우 진공도가 달성되더라도 그 시스템은 용도에 맞게 사용할 수 없다.

이에 본 연구에서는 자체제작한 분자선 에피택시(molecular beam epitaxy) 장치의 잔류가스 변화를 사중극 질량분석기를 이용하여 측정하고 진단하였다.

2. 초고진공 응용시스템 구성도

본 실험에 사용된 초고진공 응용시스템의 구성도는 Fig. 1과 같다. Main 챔버는 STS 304로 제작되었으며 부피는 약 27l이다. Main 챔버에는 이온 Gauge, 전자총, 투시창이 부착되어 있고 진공유지를 위해 이온 펌프, Ti 승화펌프, 터보 분자펌프가 부착되어 있다. 잔류가스 측정을 위해 main 챔버의 위쪽에 Balzer사의 QMS420이 PC에 연결되어 부착되어 있다. 이 시스템의 초고진공 달성과정은 다음과 같다. 선반 가공된 main 챔버를 electro-chemical polishing한 후 Alconox[6], acetone 순으로 세척하였다. 터보 분자펌프의

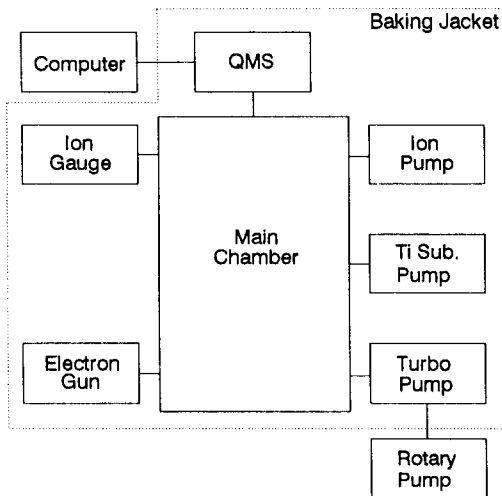


Fig. 1. Block diagram of uhv application system.

보조펌프인 로타리 펌프를 가동하여 10^{-3} torr가 되었을 때 터보분자펌프를 작동시켜 10^{-6} torr까지 배기한 후 터보 분자펌프와 main 챔버 사이에 위치하고 있는 밸브를 닫아서 main 챔버와 터보 분자펌프를 격리시킨다. 그후 이온펌프를 가동하고 뒤이어 Ti 승화펌프를 가동시켜 초고진공을 달성하였다[7].

3. 실험결과 및 논의

터보 분자펌프로 main 챔버의 진공도를 약 10^{-6} torr 유지시킨 후 이온펌프 및 Ti 승화펌프에 의해 달성된 main 챔버의 진공도는 5.0×10^{-9} torr이었다. 이 진공도는 베이킹을 하지 않았을 때이다. 이때 main 챔버내의 잔류가스를 측정된 것이 Fig. 2이다. x축은 m/e이고 y축은 QMS의 이온전류이다. $H_2(2)$, OH(17), $H_2O(18)$, $N_2/CO(28)$, $CO_2(44)$ 등의 잔류가스가 검출되고 있다. m/e>65 이상에서는 어떠한 잔류가스도 검출되지 않았다. 이 시스템을 탈가스시키기 위하여 250°C 까지 온도를 올리면서 온도상승에 따른 잔류가스의 변화를 측정된 것이 Fig. 3이다. 이때 베이킹은 챔버 뿐만 아니라 전자총, 이온펌프, Ti 승화펌프 등도 하였으며 베이킹시 온도 상승률은 1°C/min이었다. 온도의 상승에 따라 He를 제외한 모든 잔류가스들의 양이 증가하고 있다. 이는 챔버 및 펌프 내부에 흡착되어 있던 분자들이 desorption되기 때문이다. 상온에서는 H_2O 가 가장 크게 나타나고 있으나 온도가 상승함에 의해 다른 것들에 비해 증가율이 둔화되어 250°C에서는 H_2 , N_2 보다 낮게 나타나고 있다. 한편 C, Ar, He 등은 상온에서는 관측되지 않았으나 50°C 이상의 온도에서는 나타나고 있다. 이들은 대부분이 이온펌프와 Ti 펌프로부터 나오는 것이다. 이온펌프와

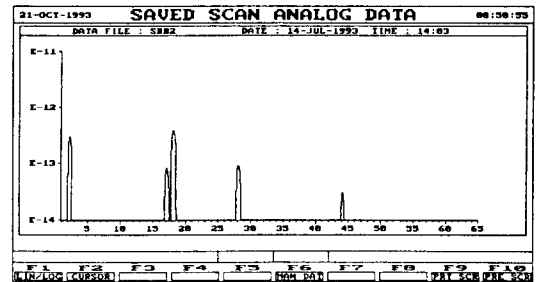


Fig. 2. Residual gas spectrum of main chamber before bakeout.

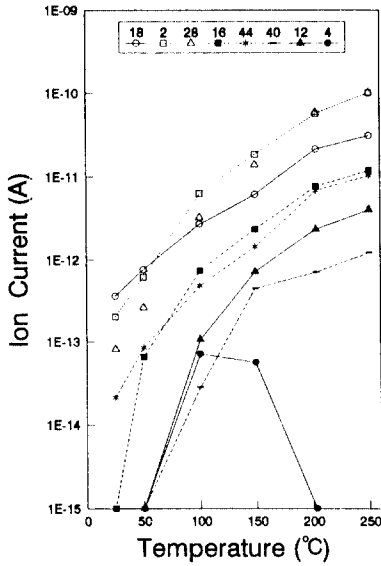


Fig. 3. Outgassing variations as a function of bakeout temperature.

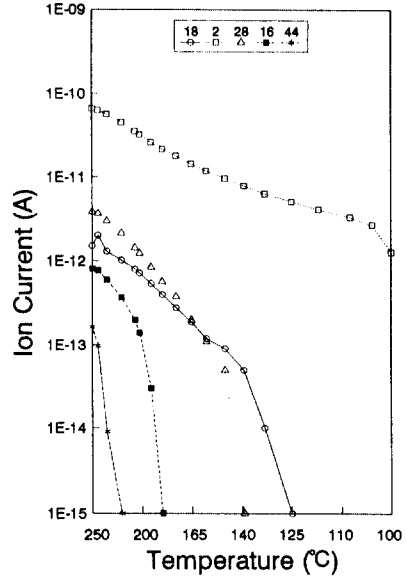


Fig. 5. Residual gas variations for the bakeout temperature decrease.

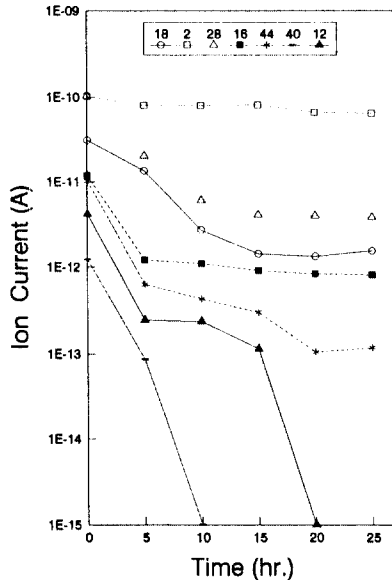


Fig. 4. Residual gas variations as a function of bakeout time at 250°C.

Ti 펌프는 챔버 내부의 가스를 대기 중으로 펌핑하는 것이 아니라 물리적이거나 화학적으로 기체분자들을 가두어 놓는 원리에 의해 진공을 유지시키는 것이다. 이온화가 잘되지 않아 다른 가스나 물질과 화학적 결합을 하지 못하는 불활성 기체는 Ti과 화학적 결

합을 하지 못하고 단지 물리적인 힘에 의해 Ti 박막 속에 묻혀 있는 상태로 펌핑이 된다. 따라서 펌프의 온도가 올라감에 의해 펌프 내부의 Ti 막으로부터 이들 불활성 기체가 서서히 탈가스되어 나온다. 한편 온도가 올라감에 의해 $m/e=16$ 이 증가하고 있는데 이는 CH_4 이다. Ti 막의 온도가 올라가면 Ti 자체에서 CH_4 가 탈가스되어 나온다. 한편 He은 200°C 정도에서 사라지는 것으로 보아 완전히 탈가스 되었음을 알 수 있다. Fig. 4는 베이킹 온도를 250°C로 유지한 상태에서 시간에 따른 잔류가스량의 변화를 조사한 것이다. H_2 를 제외한 다른 잔류가스는 10시간까지는 급격히 감소하고 그 이후에는 감소량이 급격히 둔화되고 있다. 한편 Ar은 10시간 후에, C는 20시간 후에 완전히 감소하였다.

Fig. 5는 베이킹 온도를 250°C로 24시간 유지한 후 온도를 내리면서 잔류가스 양의 변화를 측정하는 것이다. 24시간 유지 후 H_2 를 제외한 나머지 잔류가스의 양이 많이 감소하였다. 온도가 낮아짐에 따라 H_2 를 제외한 나머지 잔류가스들은 급격히 감소하여 125°C 정도의 온도가 되었을 때는 전혀 검출되지 않고 있다. QMS로 보아서는 250°C로 24시간 베이킹을 하면 H_2 이외의 다른 잔류가스들은 제거시킬 수 있었다. 2일 동안 챔버를 완전히 식힌 후 얻어진 진공도는 $7 \times$

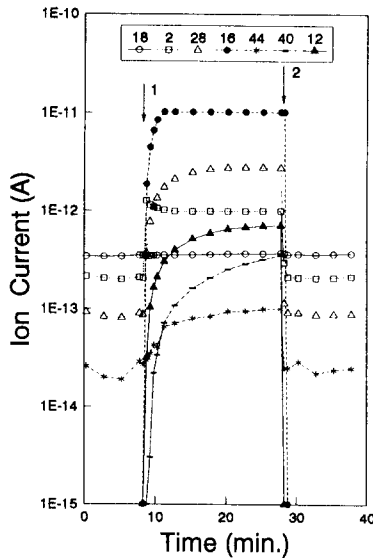


Fig. 6. Outgassing during ion pump off before bakeout.

10^{-11} torr이었다. 시간이 지남에 따라 진공도가 조금씩 더 좋아지는 것으로 보아 250°C로 24시간의 베이킹은 H₂ 이외의 다른 잔류가스를 QMS 검출한계 이하로 줄일 수는 있어도 완전한 베이킹이 이루어졌다고는 볼 수 없다.

Fig. 6은 main 챔버를 베이킹하기 전에 이온펌프로 5×10^{-9} torr의 진공도를 유지시킨 후 이온펌프를 켜고 꺼는 순간 탈가스되어 나오는 잔류가스 변화를 측정하는 것이다. 그림 내부의 1번은 이온펌프의 작동을 중지시킨 경우이고 2번은 다시 이온펌프를 작동시킨 경우이다. 이온 펌프가 가동되고 있을 때는 H₂(2), H₂O(18), N₂/CO(28), CO₂(44)가 검출되었으나 이온펌프를 끄면 이들 이외에 CH₄, Ar, C 등의 잔류가스가 검출되고 있다. 이온펌프를 끄는 순간 모든 가스들은 급격히 증가하고 있으나 H₂O(18)는 거의 변화가 없다. 한편 Fig. 7은 베이킹을 하고난 후 이온펌프의 작동을 중지시켰을 때의 잔류가스를 측정하는 것이다. 그림 내부의 1번은 이온펌프의 작동을 중지시킨 경우이고 2번은 다시 이온펌프를 작동시킨 경우이다. 이온펌프가 가동되고 있을 때는 H₂만 검출되었으나 작동을 중지시키면 CH₄, N₂/CO, C, Ar 등이 검출되고 있다. 즉 베이킹을 하고난 후에는 H₂O, CO₂ 등은 나타나지 않고 있다.

베이킹에 관계없이 CH₄는 포화되는 시간이 다를 뿐이지 동일한 이온전류에서 포화되고 있다. 이는 이

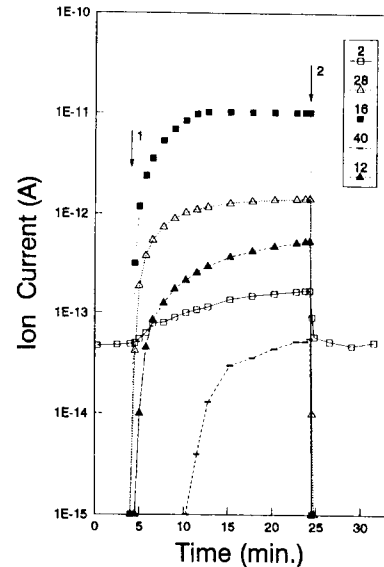


Fig. 7. Outgassing during ion pump off after bakeout.

온펌프의 Ti 막으로부터 CH₄가 탈가스되어 나오기 때문이다. 한편 이온펌프를 다시 가동시키는 순간 펌프를 끄기 전의 상태로 되돌아 온다. 이온 게이지에서 나오는 잔류가스를 조사한 것이 Fig. 8, 9, 10이다. Fig. 8은 시스템을 베이킹 하기전 이온게이지를 오랜시간 동안 작동시키지 않다가 작동시킬 때 나오는 잔류가스의 변화이다. H₂, N₂/CO, CO₂, CH₄/O 등이 순간적으로 증가하였다가 감소하고 있다. 특히 CH₄/O는 이온게이지를 작동시킨 후 4분 이내에 소멸하고 있다. Fig. 9는 시스템을 베이킹한 후 이온게이지를 작동했을 때 나타나는 잔류가스에 대한 것이다. H₂O, H₂가 급격히 증가하였다가 감소하고 있으며, N₂/CO는 작동시키는 순간에만 나타나고 있다. Fig. 10은 이온게이지를 탈가스시키면서 시스템 내부의 잔류가스를 측정하는 것이다. 그림 내부에 표시한 1은 처음 탈가스를 시작한 때이고, 2는 탈가스를 중지했을 때, 3은 다시 한 번 탈가스를 작동했을 때, 4는 탈가스의 작동을 중지했을 때를 나타낸다. 처음 10분간의 탈가스 동안에는 N₂/CO, H₂, H₂O, CH₄, CO₂, C의 증가가 나타나고 있다. 그러나 C는 탈가스 동안 감소하여 사라졌다. 두번째 탈가스 과정 동안에는 CH₄, CO₂, C 등은 나타나지 않았다. 한편 이온게이지를 완전히 탈가스한 후에는 이온게이지를 끄고 켜는 동작을 반복하여도 H₂ 이외의 잔류가스는 나타나지 않았으며, H₂의 변화도 극히 미세하였다. 이와 같이 볼 때 이온 게이

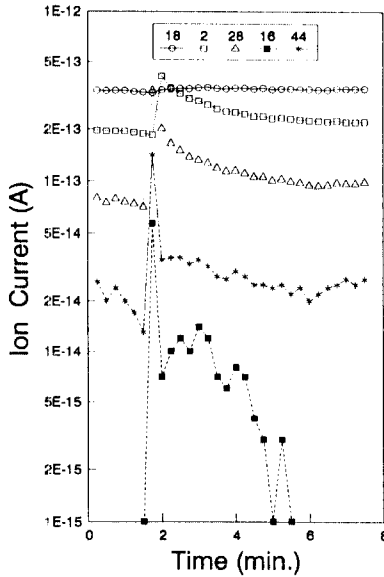


Fig. 8. Outgassing during ion gage operation before bakeout.

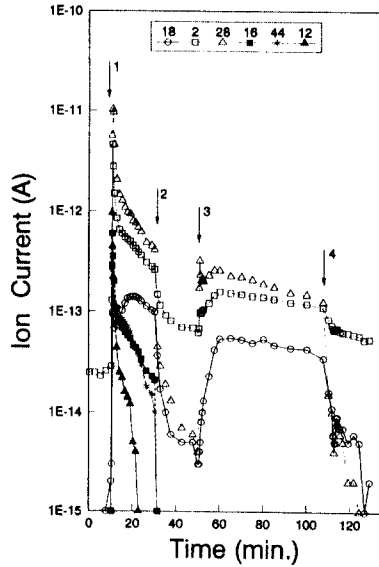


Fig. 10. Outgassing during ion gage degassing.

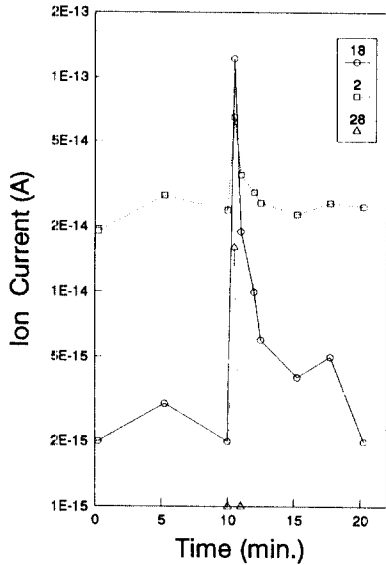


Fig. 9. Outgassing during ion gage operation after bakeout.

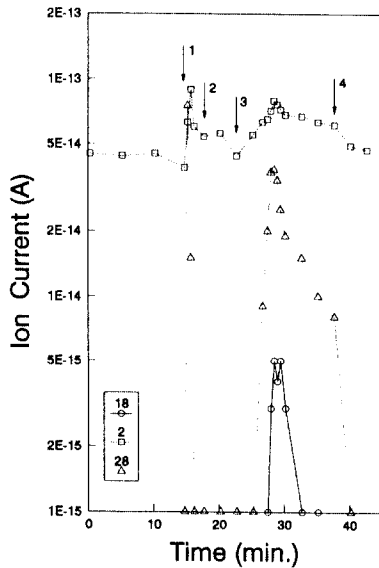


Fig. 11. Outgassing during electron gun operation.

지에서도 박막 특성에 나쁜 영향을 미치는 분자들이 나오므로 박막 성장 전에 충분한 탈가스가 필요하다. Fig. 11은 main 챔버에 붙어 있는 전자총을 작동시켰을 때 나오는 탈가스의 종류를 조사한 것이다. 이때 사용된 전자총은 박막성장시 박막의 표면구조와 결

정성을 관찰할 때 이용되는 반사고전자회절(reflection high energy electron diffraction, RHEED)에 사용되는 것으로 가속에너지는 15 keV이다. 1번은 전자총 가동, 2번은 전자총 작동중지, 3번은 다시 한 번 전자총 작동, 4번은 전자총을 작동 중지했을 때를 나타낸다. 첫번째 전자총 작동시 H₂ 뿐만 아니라 N₂/CO가 나타나고 있다. 두번째 전자총 작동시에는 H₂와 N₂/

CO의 증가는 약간 감소하였으나 약 6분 후에는 H₂O의 피크가 나타났다가 4분 정도 지난 후 완전히 감소하였다. 두번째 전자총 작동시 N₂/CO 피크의 감소가 느리고, H₂O의 잔류가스가 검출된 이유는 전자총의 필라멘트 열이 whenelt에 전달되어 whenelt로부터 나오는 가스분자이다. 20분 이상 전자총을 가동시키면 H₂ 이외의 다른 가스분자는 검출되지 않았다. 따라서 최소한 박막성장 20분 전에 전자총을 미리 작동시켜 놓는 것이 좋다.

4. 결 론

박막성장을 위한 초고진공 응용시스템을 제작하고 이것의 특성을 사중극 질량분석계로 진단하였다. 초고진공 응용시스템은 챔버, 측정장비, 펌프 등으로 구성되어 있다. 시스템의 베이킹 온도가 50°C 이상이 되면 C, Ar, He, CH₄ 등이 시스템으로부터 탈가스되어 나왔다. 250°C로 24시간 베이킹을 하면 H₂만 검출되었다. 이온펌프를 베이킹하면 베이킹을 하기전에 검출되었던 H₂O(18), CO₂(44) 등은 검출되지 않았다. 한편 이온게이지를 작동시키면 N₂/CO(28), CO₂(44), CH₄/O 등이 순간적으로 증가하였다가 감소하였으나 이온게이지를 탈가스시키면 이들 잔류가스는 검출되

지 않았다. 반사고전자회절에 사용되는 15 keV 전자총을 작동시키면 N₂/CO(28)의 잔류가스가 검출되었으나 20분 정도 시간이 경과한 후에는 검출되지 않았다. 따라서 박막성장 20분 전에 전자총 및 이온게이지의 탈가스가 반드시 필요하고, 또한 시스템을 베이킹할 때 초고진공 펌프 자체도 베이킹을 하여야 깨끗한 진공 분위기를 얻을 수 있다. 이와 같이 하여 달성된 진공도는 7×10^{-11} torr이었다.

참고문헌

1. 임재영, 진공기술의 활용, 경영과 기술 뉴스, 중소기업은행, (1992), p. 84.
2. A. Roth, Vacuum Technology, North-Holland Publishing Company, Amsterdam (1978), p. 7.
3. M. Moraw, Vacuum **36**, 523 (1986).
4. J. F. O'Hanlon, A User's Guide to Vacuum Technology, Jon Wiley & Sons Press, New York (1980), p. 135.
5. 堀越源一, 진공기술, 동경대학, 동경 (1983), p. 118.
6. Alconox is the trademark of detergent powder produced by Alconox Inc. of USA.
7. 임재영, 이철로, 오경석, SiGe/Si strained layer 초격자 제작 및 특성평가 기술개발 (한국표준과학연구원, KRISS-93-132-IR), Chap. 3.