

열음극 전리 진공게이지의 기체이탈 특성

홍승수* · 신용현 · 정광화 · I. Arakawa*

한국표준과학연구원 물리표준부,

*Department of Physics, Gakushuin University

(2003년 6월 23일 접수)

Gas desorption species and quantity from the hot cathode ionization gauges

S. S. Hong†, Y. H. Shin, K. H. Chung, and I. Arakawa*

Physics Metrology Division, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon, Korea

*Department of Physics, Gakushuin University, Toshima, Tokyo, Japan

(Received June 23, 2003)

요 약

스테인레스 스틸 304 재료로 가공된 진공용기의 온도를 235 °C 까지 올린 후 다시 상온까지 내리는 굽기 과정에서 세 개의 열음극 전리 진공게이지를 켜거나 탈기체 시켰을 때 이탈하는 기체의 양과 조성을 잔류기체분석기로 측정하여 분석하였다. 굽기 과정에서 이탈된 기체는 주로 H₂, CO, H₂O 등이었으나 상온에서의 잔류기체는 H₂와 CO가 대부분이었다. 게이지를 켜거나 탈가스 시킨 후 용기내의 잔류가스는 H₂와 H₂O가 대부분이었고 이탈된 기체의 양과 종류는 게이지마다 조금씩 차이가 있음을 알 수 있었다.

주제어 : 탈기체, 진공, 굽기, 열음극 전리 진공게이지, 잔류기체분석기

Abstract

A residual gas analyzer was used to study the outgassing behavior of stainless steel 304 chamber as a function of bake-out temperature up to 235 °C and to identify the gas species evolved during turn on and degassing of the three different types of hot cathode ionization gauges. It was found that H₂, CO, and H₂O were the dominant outgassing species in the vacuum chamber during bake-out but finally H₂ and CO(mass 28) persisted at room temperature. Dominant outgassing species were also H₂ and H₂O while turning on the ionizations and then H₂, H₂O and CO were found to be the main species degassed gauges. It was appeared that the outgassing species and quantity were not agreed to the three different types of hot cathode ionization gauges.

Key Words : Outgassing, Vacuum, Bake-out, Hot cathode ionization gauge, RGA

1. 서 론

지난 수십년 동안 많은 사람들은 형태가 서로 다른 열음극 전리진공게이지를 개발하여 고진공이나 초고진공 측정능력을 향상시키는 노력을 계속하고

있다. 특히 초고진공 측정에서의 정확도를 높이기 위하여 기체이탈량의 감소 및 조성분석, 감도의 증가, 전자의 비행거리를 길게하여 이온 충돌수의 증가, x-ray 효과의 감소, 그리고 전자충격탈리(electron stimulated desorption, ESD) 효과 등을 개선한 게이

† E-mail : sshong@kriss.re.kr

지들이 많이 개발되었다 [1]. 최근에는 진공장치내의 압력을 측정할 때 전압 (total pressure)보다 부분압 (partial pressure)에 더 많은 관심을 가지기 시작하였으며, 이 부분압 측정에는 흔히 잔류기체분석기 (residual gas analyzer, RGA)가 사용된다. 진공공정내의 기체조성의 부분압 요소를 정확하게 알기 위해서는 장치에 부착된 용기나 각 부품들에서 이탈되는 기체의 조성을 알아야 한다.

전리 진공계이지는 구조상 열전자 방출을 위하여 필라멘트를 고온으로 가열하기도 하고 그리드에 일정한 전압을 인가해야 하므로 이들 재료 자체에서 이탈되는 기체의 양과 종류에 따라 진공도 측정 및 공정관리에 크게 영향을 미치므로 계이지에 따라 달라지는 기체이탈 특성에 관한 연구는 매우 중요하게 인식되어 지고 있다. 전리 진공계이지를 탈기체시키면 그리드에 보통 150~200 V의 전압이 가해져 온도가 고온으로 상승하여 그리드에 흡착된 불순물들이 이탈되므로 계이지 자체를 세척하는 효과를 거둘 수 있으므로 압력을 정확하게 측정하기 위해서는 사용전에 항상 시도되어야 한다. 보통 탈기체는 압력이 10³ Pa 보다 낮은 상태에서 수행되어야 효과를 최대화 할 수 있고 이 보다 높은 압력에서 시도하면 필라멘트가 산화되어 끊어질수도 있으므로 주의해야 한다. 이 탈기체 과정이 끝나면 계이지를 켜고 압력을 측정할 때 필라멘트에서 나온 열전자와 그리드에서 나온 이온과의 충돌을 최소화할 수 있어서 기체 분자와 충돌하여 생성된 양이온만이 콜렉터에 수집되므로 훨씬 정확한 압력을 측정할 수 있다.

본 논문에서는 진공용기내에 있는 잔류기체의 종류와 양을 조사하기 위하여 스테인레스 스틸 304로 제작된 진공용기에 한 개의 RGA와 제조회사가 다른 세 개의 전리진공계이지를 부착하였으며, 진공용기를 굽기 (bake-out) 전후의 잔류기체와 세 개의 전리진공계이지를 켜거나 탈기체 (degas) 하였을 때 이탈되는 기체의 조성과 양을 RGA로 검출하여 분석하였다.

2. 전리 진공계이지 원리

본 실험에 사용된 열음극 전리 진공계이지 (hot

cathode ionization gauge)를 간단하게 요약하면 다음과 같다. 열음극 전리 진공계이지는 제조회사에 따라 구조가 다른 여러 종류가 있으나 이들은 모두 필라멘트, 그리드, 이온 수집기로 구성되어 있다 [2,3]. 필라멘트에서 이탈된 열전자가 필라멘트보다 높은 전위를 가지고 있는 그리드에 의해서 충분히 가속되어 기체분자와 충돌하면 전리를 일으켜 양이온이 생성된다. 전리되는 양이온의 수는 충돌하는 기체 분자수와 이탈되는 전자의 수에 비례한다. 이 양이온은 결국 필라멘트보다 낮은 전위를 가진 이온 수집기에 포착되어 다음 식 (1)과 같이 이온전류 I_i 로 검출된다.

$$I_i = n\sigma L I_e \quad (1)$$

여기서 L 은 전자의 이동거리, n 은 기체분자 밀도, I_e 는 그리드에 흐르는 전자전류, σ 는 기체의 전리단면적 (ionization cross-section area)이다. 위 식 (1)을 압력 P 에 관한 식으로 고치면 다음 식 (2)를 얻는다.

$$I_i = S P I_e, \quad P = \frac{I_i}{I_e S} = \frac{\sigma L}{kT} \quad (2)$$

여기서 S 는 감도 (sensitivity), k 는 볼츠만 상수, T 는 절대온도이다.

3. 실험 방법

Fig. 1의 실험장치는 오리피스 (orifice)에 의해 상하로 분할된 고진공표준기와 같은 구조로 되어있다 [4]. 이 실험장치는 진공 용기 (chamber), 배기장치 (pumping system), 세 개의 전리 진공계이지, 한 개의 RGA, 굽는장치 (bake-out heater), 그리고 많은 밸브들로 구성되어 있다. 용기는 스테인레스 스틸 304로 제작되었으며 콘덕턴스 (conductance)를 이미 알고있는 오리피스 (orifice) 플렌지 (flange)에 의해 상하로 분할되어 있으며, 상하 각 용기의 지름과 높이는 각각 30 cm와 50 cm이다. 고진공용 배기펌프로는 질소에 대한 배기속도가 500 L/s인 터보분자펌프 (turbomolecular pump)를 사용하였으며 저진공용 배후 펌프로는 로터리펌프 (rotary vane pump)가 사용되었다. 용기를 굽는데 사용된 히터들은 용기의 외벽에 끌고루 부착

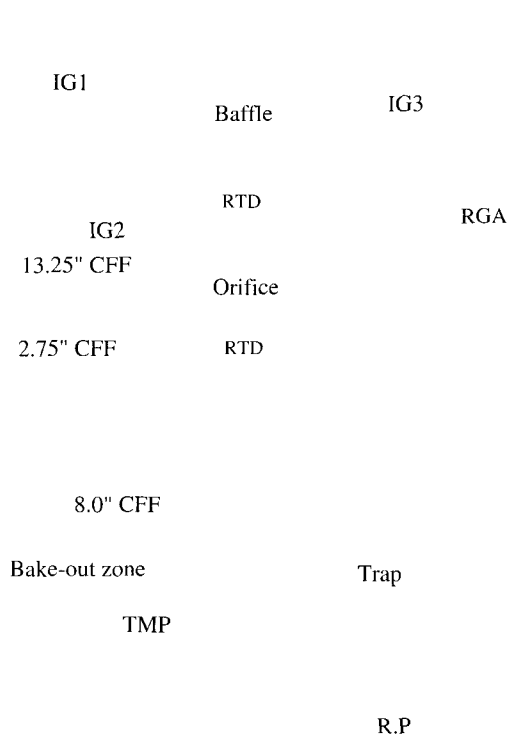


Fig. 1. Schematic diagram of the experimental system.

하여 용기의 온도가 균일하도록 하였으며 굽는온도는 별도의 조절기로 최대 350 °C까지 조정이 가능하도록 제작하였다.

실험에 사용된 세 개의 전리 진공게이지는 Granville-Phillips 회사의 Stabil-ion 게이지, Leybold-Heraeus 회사의 Extractor 게이지, 그리고 Ulvac 회사의 AxTran 게이지이었다 [5]. 이들은 구분을 쉽게 하기 위하여 위에 나열한 순서대로 IG₁, IG₂, IG₃로 표기하였다. 이 전리 진공게이지들은 측정범위가 1×10⁻¹¹~1×10⁻² Pa 사이에 있으며 x-ray 효과는 10⁻¹⁰ Pa 이하로 현재 개발된 전리 진공게이지 중에서 불확도 (uncertainty)

가 가장 작아서 진공도의 정확한 측정에 적합한 것으로 알려져 있으므로 본 실험에 사용되었다. Table 1은 세 개의 전리 진공게이지 사양을 요약한 것으로 외관은 모두 금속으로 포장되어 있고 필라멘트 재료는 IG₁과 IG₂는 텅스텐, IG₃는 Ir/Y₂O₃이다. 여기에서 I_e는 그리드에 흐르는 전자전류로 IG₁은 4 mA, IG₂는 1.6 mA, IG₃는 1 mA 이고 탈기체는 모두 electron bombardment(EB) 방법을 사용하였다. 이 게이지들은 계속하여 사용된 것들이므로 탈기체를 몇 회나 수행했는지는 알 수 없었다. 부분압 측정에 사용된 RGA는 Stanford Research System 회사의 RGA200이었으며 전자에너지는 70 eV, 필라멘트 전류는 1 mA로 고정되었다. RGA와 컴퓨터는 RS232 통신으로 연결되었으며 소프트웨어는 atomic mass units (amu)에 따른 부분압 표시를 analog, histogram, table, 그리고 pressure vs. time 등 네 개의 모드 중 하나를 선택하여 사용하도록 되어 있다.

진공용기를 굽기 전에 용기내부에 있는 잔류기체의 부분압을 atomic mass units 별로 스캔하여 측정된 기체별 부분압은 Fig. 2의 (a)에 있다. 이 그림에서 볼 수 있듯이 용기 내부의 잔류기체는 압력이 높은 순서대로 H₂O, H₂, O, CO, CO₂ 등이었다. 전리 진공게이지의 기체이탈 실험을 하기 위해서는 가능하면 용기의 초기압력이 낮아야 하므로 사전에 충분히 용기를 구워서 표면에 흡착되어 있는 불순물과 수분 등을 제거하였다. 용기의 굽기는 최대 235 °C까지 온도를 올린 후 다시 온도를 상온까지 내리는데 약 627 시간 동안 걸렸으며, 이 중 실제로 온도를 증가시킨 시간은 약 150 시간이었다. Fig. 2의 (b)는 굽기가 끝난 후 RGA로 측정된 기체별 부분압으로 주로 남아있는 기체는 H₂와 CO이었다. 특히 굽는 과정에서 압력이 10⁻⁶ Pa 이하가 되면 잔류기체의 대부분은 H₂이었으므로 다른 기체들은 굽는

Table 1. Relevant informations about construction and operation of the three hot cathode ionization gauges. The term EB denotes electron bombardment degassing.

Gauge No.	Measurement pressure (Pa)	Envelope	Filament material	I _e (mA)	Type of degas	Degas power	No. of degassings
IG1	1x10 ⁻⁹ -7x10 ⁻²	Metal	W	4	EB	20 W	unknown
IG2	2x10 ⁻¹⁰ -1x10 ⁻²	Metal	W	1.6	EB	21 W	unknown
IG3	5x10 ⁻¹¹ -1x10 ⁻²	Metal	Ir/Y ₂ O ₃	1	EB	-	unknown

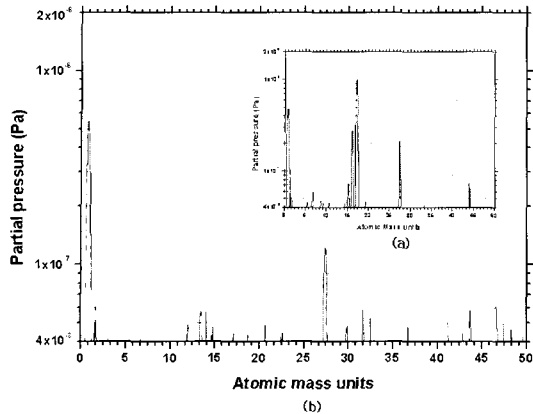


Fig. 2. Partial pressures of before (a) and after (b) bake-out the chamber.

과정에서 배기되었음을 알 수 있었다. 특히 H₂O의 압력은 굽기를 시작 하기전에 비해 압력이 약간 증가한 것을 알 수 있는데, 이 이유는 굽기 과정에서 용기표면에서 나온 수소가 잘 배기되지 않고 머무르고 있기 때문인 것으로 판단된다. Fig. 3은 굽기 과정에서 주로 이탈된 기체의 압력을 온도와 시간 별로 그린 것이다. 그림의 수평축은 시간이고 수직 축의 오른쪽은 굽는 온도 왼쪽은 기체 압력이다. 여기에서 RGA로 관측한 기체는 H₂, CO, H₂O, CO₂, O 그리고 C이었으며, 굽는 온도가 150 °C 이상이 되면 H₂ 방출이 가장 많았고 상온에서도 H₂와 CO의 압력이 다른 기체에 비해 상대적으로 높았다.

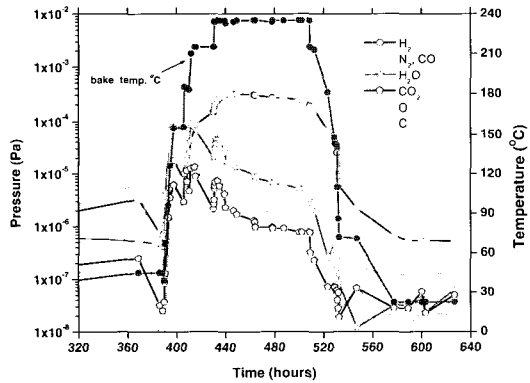


Fig. 3. Partial pressures of H₂, CO, H₂O, CO₂, O, and C of the stainless steel 304 chamber during bake-out up to 230 °C as a function of temperature and elapsed time.

4. 결과 및 고찰

Fig. 4는 용기의 압력이 10⁻⁷ Pa 정도인 상태에서 게이지 IG₁을 켜고 떼어내거나 탈기체 시켰을 때 이탈된 기체의 양과 조성을 조사한 것이다. 게이지를 켜기 전에 용기내의 잔류기체는 주로 H₂와 H₂O이었으며 이 상태에서 게이지를 켜고 떼어내거나 탈기체 시켰을 때 보인 기체는 주로 H₂, H₂O, CO이었다. 이들 기체의 압력은 게이지를 켜고 떼어내거나 탈기체 시켰을 때 급격히 올라갔다가 서서히 감소하여 약 10 분이 경과했을 때는 H₂, H₂O, CO 순으로 압력이 높은 것을 알 수 있었다. 이 상태에서 게이지의 탈기체 스위치를 켜고 떼어내거나 바로 켜고 떼어내거나 할 때 모든 기체의 압력이 급격하게 증가하였으며 특히 H₂의 압력이 가장 높았다. 2분 후 다시 탈기체 시켰을 때 H₂와 H₂O의 압력이 증가하였으며 탈기체를 3분간 유지하는 동안 H₂는 서서히 감소하였으나 H₂O의 압력은 계속 증가하였다. 이 상태에서 탈기체 스위치를 켜고 떼어내거나 할 때 H₂와 H₂O는 급격하게 감소하였으며 특히 H₂의 감소량이 훨씬 많았고, 이 상태를 계속 유지했을 때 용기의 압력은 대부분 H₂O와 H₂이었으나 H₂O가 대부분을 차지하였다. 따라서 이 게이지는 굽기 과정에서 수분이 충분히 이탈되지 않고 그때까지 수분을 많이 포함하고 있었음을 짐작할 수 있었다. 게이지 IG₁의 실험이 끝난 뒤 게이지 IG₂에 대한 실험을 계속하기 위하여 IG₁을 완전히 끄고 굽기를 150 °C로 24시간 수행한 후 72시간 다시 배기하여

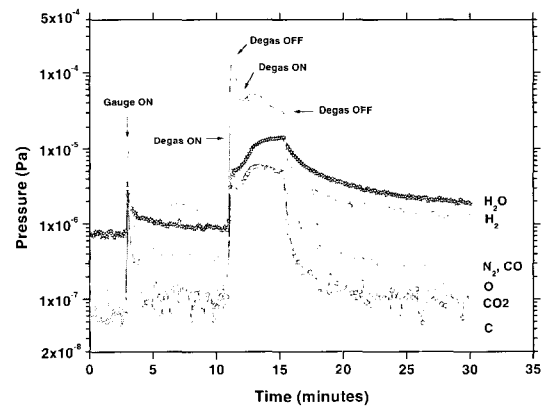


Fig. 4. Partial pressures of H₂O, H₂, CO, O, CO₂, and C of the Stabil-ion gauge (IG₁) with repeatedly degas power on and off.

용기의 압력이 IG₁을 실험하기 전과 같은 10⁷ Pa이 되도록 한 뒤 다음 실험을 시작하였다. Fig. 5는 IG₂를 켜올때와 탈기체 시켰을 때 이탈된 기체를 조사한 것이다. IG₂를 켜올 때 나온 기체의 대부분은 H₂와 CO이었고 상대적으로 다른 기체의 이탈량은 매우 작았다. 약 5분이 경과한 후 탈기체 스위치를 켜올 때나 켜올 때 나온 기체의 양은 거의 달라지지 않았으며 게이지를 켜올 때는 H₂와 CO가 급격히 감소하는 경향을 보였다. 게이지의 on/off를 반복했을 때 나온 기체는 항상 H₂와 CO가 대부분이었으나 이를 반복할수록 이탈된 기체의 양은 조금씩 감소하였고 게이지를 끄면 기체의 압력이 급격하게 감소하였다. 따라서 이 게이지는 탈기체 시켰을 때 기체의 이탈이 거의 없음을 알 수 있었고 게이지를 켜올때도 H₂나 CO 이외에 다른 기체의 이탈은 없었다. 게이지 IG₂의 실험이 끝난후에도 게이지를 끄고 굽기를 150 °C로 24시간 수행한 후 72시간 다시 배기하여 용기의 압력이 IG₂를 실험하기 전과 같은 10⁷ Pa이 되도록 한 뒤 다음 실험을 시작하였다. Fig. 6은 게이지 IG₃의 실험결과이며 게이지를 처음 켜올 때 주로 이탈된 기체는 H₂, H₂O 및 CO이었으며 특히 H₂와 CO의 압력이 급격하게 증가하였으나 이 압력은 서서히 감소하였고 H₂O의 압력은 거의 변화가 없었다. 이 상태에서 탈기체를 시작하였을 때 많은 기체들이 이탈되었으며 양이 많은 순서는

H₂, CO, CO₂, CH₄, H₂O 그리고 C이었다. 이들 대부분의 기체는 바로 감소하기 시작하였으나 H₂O만은 서서히 증가하는 경향을 보였다. 약 5분이 경과한 뒤 탈기체를 중지 하였을 때 모든 기체의 압력이 급격하게 감소하였으나 H₂O만은 서서히 감소하는 경향을 보였다. 다시 약 4분이 지난 후 탈기체를 켜올 때 이탈된 기체의 양은 감소하였으나 급격한 압력변화는 보이지 않았다. 탈기체를 완전히 중지하고 약 7분이 지났을 때 용기에 남은 기체의 대부분은 H₂O와 H₂이었으며 다른 기체의 압력은 2×10⁷ Pa이하로 상대적으로 낮았다. 따라서 이 게이지는 게이지를 켜거나 탈가스 시켰을 때 이탈되는 기체의 종류도 많고 이들의 압력도 다른 게이지에 비해 상대적으로 높은 것을 알 수 있었다.

5. 결 론

전리 진공게이지의 기체이탈 실험을 하기 전에 잔류기체분석기로 본 스테인레스 스틸 304 재료로 가공된 진공용기의 잔류기체는 상온에서 압력이 높은 순서대로 H₂O, H₂, O, CO, CO₂ 등이었다. 최대 235 °C까지 용기를 구운 후 남은 기체는 주로 H₂와 H₂O 이었으며 다른 기체들은 굽기과정에서 배기된 것으로 판단된다. 세 개의 게이지 IG₁, IG₂, IG₃를 각각 켜올 때 가장 많이 이탈되는 기체는 H₂이었으며

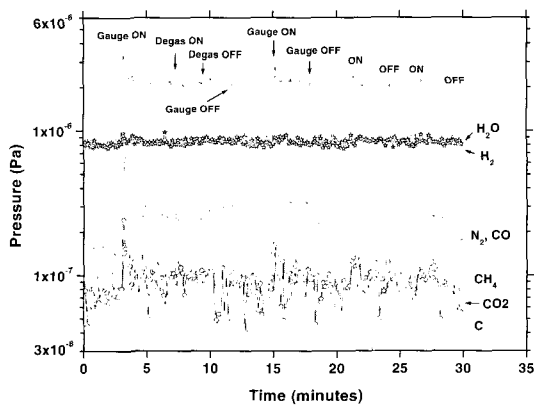


Fig. 5. Partial pressures of H₂O, H₂, CO, O, CO₂, and C of the Extrator gauge (IG₂) with repeatedly gauge power on and off. No other-gases are affected due to turning on or off the degas power.

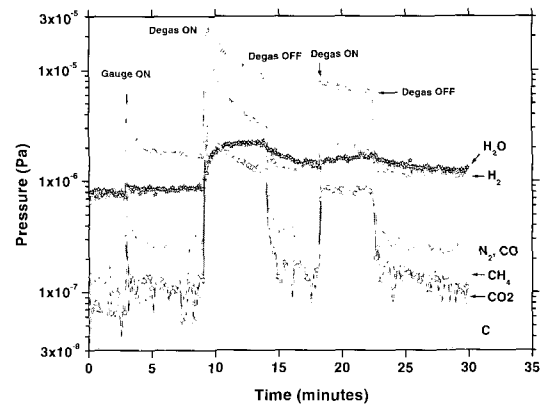


Fig. 6. Partial pressures of H₂O, H₂, CO, O, CO₂, and C of the AxTran gauge (IG₃) with repeatedly degas power on and off.

IG₁의 H₂ 부분압이 1×10^{-5} Pa로 가장 높았다. 탈가스 시켰을 때 주로 이탈된 기체는 IG₁은 H₂와 CO이었고 IG₃는 H₂, CO, 그리고 CO₂이었으나 IG₂에서 이탈된 기체는 거의 보이지 않았다. 필라멘트 재료가 IG₁과 IG₂는 텅스텐이고 IG₃는 I₂/Y₂O₃로 다르고 전자전류 I_e가 각각 4 mA, 1.6 mA, 그리고 1 mA로 다른 점을 고려해도 IG₂를 탈기체 시켰을 때 이탈된 기체가 거의 없는 이유는 명확하지 않았으나 용기내의 전압과 부분압을 크게 높이는 요인이 되지는 않았다. 본 실험에 사용된 세 개의 게이지는 초고진공이나 극고진공 측정의 정확도를 높이기 위하여 x-ray나 ESD 효과 등을 최소화하도록 설계되었으므로 탈기체 양이 다른 전리진공게이지에 비해 매우 작은 것들이다. 그러나 모든 전리진공게이지는 종류에 따라 이탈되는

기체의 종류와 양이 다를 수 있으므로 시스템을 초기에 설계할 때 이런 특성도 반영되는 것이 좋을 것으로 판단된다.

참 고 문 헌

- [1] K. H. Chung, S. S. Hong, and Y. H. Shin, *Metrologia* **36**, 675 (2001).
- [2] 배석희, 인상열, 정광화, 이영백, 신용현, *진공공학*, 한국경제신문, 283 (2000).
- [3] 홍승수, 정광화, 신용현, 임종연, 이상균, *한국진공학회지* **7**, 277 (1998).
- [4] F. Watanabe, *Vacuum* **52**, 333 (1999).
- [5] H. Akimichi, T. Arai, and I. Arakawa, *J. Vacuum* **40**, 20 (1997).