

## 질량분석기형 누출검출기를 이용한 헬륨투과형 표준 누출 비교 교정 장치 개발

### Development of Comparative Calibration System for Helium Leak Standard by Using Mass Spectrometer Type Leak Detector

홍승수\*<sup>†</sup>, 임인태\*, 김진태\*, 신용현\*

Seung Soo Hong\*<sup>†</sup>, In Tae Lim\*, Jin Tae Kim\* and Yong Hyeon Shin\*

초 록 반도체나 디스플레이 제조 등 진공공정의 리크검출에는 질량분석기형(mass spectrometer type) 헬륨 리크검출기(leak detector)가 사용되고 있다. 이 기기를 이용해서 안정된 측정값을 얻기 위해서는 장치 내부에 내장된 투과형(permeation type) 표준리크(standard leak)를 이용해서 자주 spectrometer를 교정해야 한다. 본 연구에서 질량분석기형 리크검출기의 비교교정 장치의 개발과 교정방법에 대한 연구결과를 언급하였다. 따라서 이 기술을 이용하면 질량분석기형 리크검출기를 구비하고 있는 현장에서도 표준리크의 비교교정이 가능하게 된다.

**주요용어:** 표준누출, 투과형, 질량분석기, 누출검출기

**Abstract** Many kinds of mass spectrometer type leak detectors have been widely used for detecting leak of vacuum processes in semiconductor and display industries etc. The leak detectors should be often calibrated by the permeation type standard leak in order to ensure accurate and reproducible leak measurement. We have developed a comparative calibration system for permeation type standard leak by using mass spectrometer type leak detector and specification of the calibration method. Following this technique the reliable calibration for leak standard can be performed even in fields.

**Keywords:** Standard Leak, Permeation Type, Mass Spectrometer, Leak Detector

#### 1. 서 론

누출(leak)은 압력차이 혹은 농도 차이에 의해 의도하지 않았던 균열(crack), 틈(crevice), 구멍(hole) 등을 통하여 원하지 않는 유체가 들어오거나 혹은 가두어 둔 유체가 빠져나가는 현상, 그러한 현상이 일어나는 곳을 말한다. Leak가 생기는 원인은 다음과 같이 크게 다섯 가지로 나눌 수 있다. 첫째 연결이나 밀폐가 불완전한 경우, 둘째 재질에 결함이 있는 경우, 셋째 재질 선택이 용도에

맞지 않은 경우, 넷째 재질가공 및 처리가 잘못된 경우, 다섯째 겉보기누출(virtual leak)이 있는 경우이다. 누출율(leak rate)은 누출이 있는 양단의 압력차에 단위 시간당 누출을 통해 들어간 유체의 부피를 곱해서 표시한다. 이때 이 누출율은 단위 시간당 용기 내부 혹은 용기 외부로 움직인 분자 개수에 직접 비례하게 된다. 누출율은 주로 Torr · L/s, std · cc/s, atm · cc/s 등의 단위를 가장 많이 쓰며 때로는 부피 대신 무게로 표시하는 경우도 있다.

누출검출(leak detection)이란 각 제품별로 누출이 있는지 없는지를 가리고 누출이 있는 경우 그 위치가 어디인지를 찾아내는 행위를 말한다. 그러나 어떤 재료 든 누출이 없다고 말할 수는 없으며 크건 작건 그 나름대로의 누출은 있게 마련이며 실제로 누출검출은 제품별로 허용되는 허용 누출량보다 실제 누출량이 많은지를 구분하는 작업이 될 것이다. 어떤 검출 방법을 쓸 것인가 하는 것도 허용누출량에 따라 결정해야 한다.

누출은 진공시스템의 최저도달 진공도 및 배기속도 등에 영향을 미치게 되며, 누출측정은 일반 생산업체에서 제품의 유효기간설정, 유독가스관리, 제품수명보장, 성능저하기간 설정 등에 필요하며 실제로 각 해당분야별로 허용 누출량이 규격화되어 있는 것이 보통이다. 많은 소자나 부품에 있어서 누출이 있는 경우 그 제품의 신뢰도는 크게 감소하여 제품으로서의 가치가 떨어지게 되므로 누출량을 정확히 계산하거나 측정하는 기술은 생산성을 높이는 측면에서도 매우 중요하다. 누출량 측정의 이런 중요성에 따라 미국 등 선진국에서는 관련 규격을 제정하여 군수산업이나 첨단산업 측정에 엄격하게 적용하고 있다.

한국표준과학연구원(Korea Research Institute of Standards and Science, KRISS)의 진공센터에서는 유량계-고진공표준기-porous plug-초고진공표준기를 결합하여 누출의 직접교정을 위한 표준기를 개발 활용하고 있으나 표준기는 작동이 어렵고 교정 시간이 많이 소요되므로 경제성이 떨어진다. 따라서 본 연구에서는 이를 대체하기 위해 질량분석기형 누출검출기를 이용하여 투과형 표준누출을 비교 교정하기 위한 장치개발 현황과 교정방법을 소개하여 현장에서 활용이 가능하도록 하였다.

## 2. 기체흐름 및 누출검출 기술

### 2.1. 기체흐름

누출을 통한 기체흐름은 누출의 형상, 점도, 분자무게, 기체온도, 누출 양단의 압력차의 함수이다. 길이가 영(zero)인 튜를 통한 분자흐름에 의한 Knudsen 방정식은 아래와 같다[1].

$$Q = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \sqrt{\frac{RT}{M}} \alpha A (P_1 - P_2) \quad (1)$$

$Q$  = 기체흐름

$R$  = 기체상수

$T$  = 절대온도

$M$  = 분자무게

$A$  = 흐름 경로의 단면적

$P_1$  = 상류압력

$P_2$  = 하류압력

$\alpha$  = 통과확률(transmission probability) 및 형상의 의존성(geometry dependent)

기체흐름의 특성은 분자의 무게와 점성에 의존하며 기체가 변하면 유량이 변하게 된다. 만약 공기의 누출이 다른 기체로 바뀌면 전체 누출은 현저하게 달라진다. 분자누출(molecular leak)에서 헬륨( $Q_{He}$ )과 공기( $Q_{air}$ )의 유량 차이는 아래 식에 의해 결정된다.

$$Q_{He} = Q_{air} \sqrt{\frac{M_{air}}{M_{He}}} = Q_{air} \sqrt{\frac{29}{4}} = 2.7 Q_{air} \quad (2)$$

만약 난류 점성 (laminar viscous) 흐름이면 식 (2)는 아래와 같다.

$$Q_{He} = Q_{air} \frac{\eta_{air}}{\eta_{He}} = Q_{air} \frac{1.87 \times 10^{-4} \text{ poise}}{1.97 \times 10^{-4} \text{ poise}} = 0.95 Q_{air} \quad (3)$$

### 2.2. 누출검출 기술

질량분석기(mass spectrometer)형 누출검출기를 이용한 누출검출 방법은 진공 부품이나 진공 시스템의 누출 검출에 가장 많이 쓰이는 대표적인 검출 방법이다. 고감도이면서 비교적 가격이 저렴하며 정량적 분석이 가능하다는 장점이 있다. 질량분석기중에서도 누출 검출만을 목적으로 이에 맞게 간단한 구조로 상품화 한 것이 헬륨누출검출기이다. 헬륨누출검출기는 헬륨에 해당되는 mass range 만을 검출해 볼 수 있도록 작고 간편하게 만든 질량분석기라고 볼 수 있는데 이는 헬륨이 누출 검출을 위한 추적가스(trace gas)로서 여러가지 장점을 가지고 있기 때문이다. 우선 헬륨은 가장 가벼운 불활성 기체로서 작은 틈새로도 쉽게 빠져 나오며 다른 기체와 혹은 용기 재질과 반응하지 않는다. 또한 전하 대 질량비(m/e) 4에서 나오므로 간단한 질

량분석기도 쉽게 검출할 수 있으며 주위의 피크(peak)와도 쉽게 분리된다. 또한 대기 중 농도가 5 ppm으로 극소량이므로 background noise가 작고 다른 불활성 기체에 비해 값이 싸며 무독, 무해, 비폭발성 등이므로 누출검출용 추적가스로서 장점이 아주 많다.

### 3. 비교교정 장치 및 방법

#### 3.1. 표준누출(Standard Leak)

표준누출의 하나인 헬륨투과형(helium permeation type) 표준누출은 일정한 압력으로 채워진 헬륨이 파이렉스나 석영유리(quartz glass)를 투과하는 성질을 이용하여 투과한 양을 측정하여 누출율을 결정하는 구조로 되어있다[2]. Fig. 1은 제조회사가 다른 세 종류의 헬륨 투과형 표준누출의 사진이다. Fig. 2는 표준누출의 단면으로 특정한 용기에 헬륨을 약 1.2 기압 정도 채워 놓고 pyrex 내부를 투과 한 헬륨의 양이 누출율이 된다. 이 값은 보통 재료에 따라 달라지지만 표준누출의 누출율은 1년에 약 2 % 씩 감소하고 온도에 의한 누출 변화율은 3 %/℃로 알려져 있다.

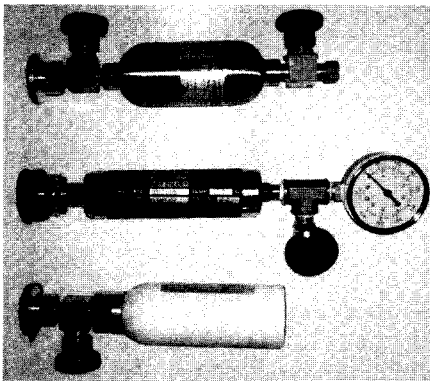


Fig. 1 Various types of permeation type helium standard leak

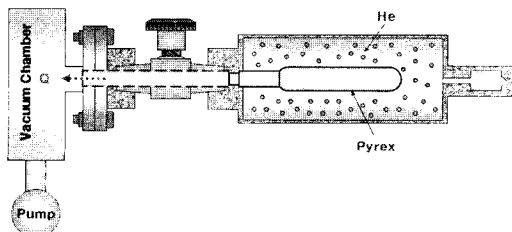


Fig. 2 Internal scheme of permeation of helium standard leak

#### 3.2. 비교교정 장치

Fig. 3은 표준누출을 비교교정할 때 누출량의 지시계(indicator)로 사용될 질량분석기형 헬륨 누출검출기에 표준누출이 장착된 사진이다. 이 장치는 밸브를 통해 기준용 표준 누출(reference standard leak)와 교정하고자 하는 피교정용 표준누출을 교대로 연결할 수 있는 입력포트(input port)가 있으며, 누출검출기가 작동할 수 있는 정도의 진공을 발생하여 유지하고 측정 후 vent 등이 용이하게 반복할 수 있도록 되어있다. 이때 진공용기와 교정장치 사이의 연결부의 누출율은 무시할 수 있을 정도로 적어야 한다.

Fig. 4는 Fig. 3 비교교정장치의 내부구조를 나타내는 블록선도이다. 여기에서 내부표준누출(internal standard leak)는 헬륨 누출검출기에 내장된 표준누출로서 누출검출기를 tuning 하는데 사용되고 외부표준누출(external standard leak)는 피교정용 표준누출로서 기준기용 표준누출과 비교교정에 사용된다[3].

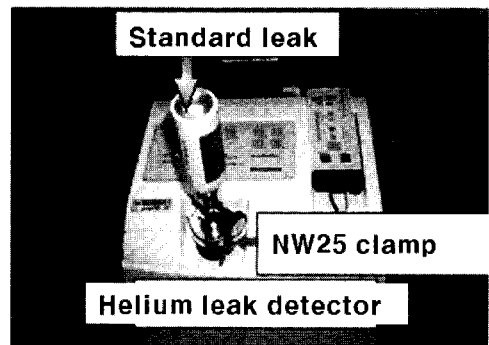


Fig. 3 Photograph of the standard leak calibration apparatus

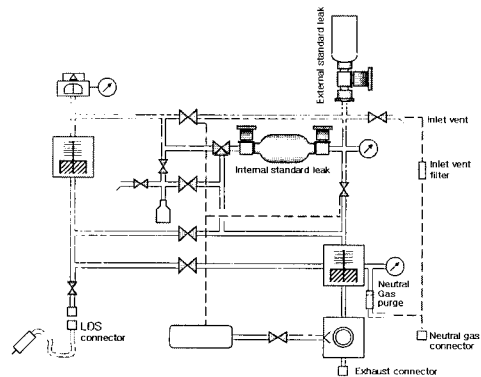


Fig. 4 International schematic diagram of mass spectrometer type helium leak detector

3.3. 비교교정 방법

교정에 들어가기 전 준비사항은 아래와 같다.

- 가. 교정 전에 기준용 표준누출과 피교정 표준누출 그리고 Fig. 3과 같은 비교교정 장치를 온도 23±1 °C로 유지되는 교정실험실에 동일한 조건에서 24시간이상 보관하여 온도차에 따른 측정 오차를 없앤다.
- 나. 투과형 누출의 경우 보관 시 밸브를 미리 열어 보관해서 헬륨기체가 내부에 축적되지 않도록 해야 하며, 모세관형 표준누출일 경우에는 경우에는 밸브를 닫아 보관한다.
- 다. 교정 전 피교정기기와 비교 교정용 장치 혹은 헬륨 누출 검출기의 연결부위를 깨끗이 세척한다.
- 라. 교정 전 비교 교정용 장치 혹은 헬륨누출검출기는 최소한 4시간 이상 warm-up 되어 있어야 한다.
- 마. 실험이 이루어지는 곳은 환기 및 배기가 잘되어야 하며 추적가스로 사용되는 헬륨 잡음(noise) 신호값이 충분히 작아서 교정에 영향을 주지 않도록 해야 한다.
- 바. 헬륨누출검출기가 추적가스인 He에 대해 잘 반응하도록 사전에 turning되어 있어야 한다.

위와 같이 교정준비가 끝난 후 아래와 같은 방법으로 교정을 수행한다.

- 가. 질량분석기형 누출검출기를 충분히 4시간 이상 warm-up 시킨다.
- 나. 누출검출기에 기준 표준누출을 연결하여 헬륨을 흘려주었다가 끊기를 반복하면서 누출 검출기가 헬륨에 대해 잘 반응하는지를 살피고 교정에 필요한 충분한 감도(sensitivity)가 나오도록 동작조건이 최적이 되도록 맞춘다.

- 다. 표준누출 연결을 누출검출기와 분리, 즉 밸브를 닫고 10분 이상 충분히 배기한 후 헬륨 잡음을 측정하고 기록한다.
- 라. 먼저 기준 표준누출을 연결하고 밸브를 열어 헬륨 유입에 따른 누출검출기의 지시값을 관측한다. 3분 이상 지시값 변화를 살펴본 후 준 평형상태가 되면 그때의 지시값  $R_{S0}$  값을 기록한다. 기준 표준누출의 밸브를 닫아 헬륨 유입을 끊고 지시값 변화를 관측한다. 역시 3분 이상 지시값 변화를 살펴본 후 준 평형상태가 되면 그때의 지시값  $R_{BG}$ 를 기록한다. 두 값의 차이로부터 기준 표준누출에 의한 누출검출기 지시값 변화  $R_S = R_{S0} - R_{BG}$ 를 구한다.
- 마. 이번에는 피교정 표준누출을 연결하고 밸브를 열어 헬륨 유입에 따른 누출검출기의 지시값을 관측한다. 3분 이상 지시값 변화가 없어 준 평형상태에 도달했다고 생각되면 그때의 지시값  $R_{T0}$  값을 기록한다. 그 다음에 피교정 표준누출의 밸브를 닫아 헬륨 유입을 끊고 지시값 변화를 관측한다. 역시 3분 이상 더 이상의 변화가 없는 준 평형 상태가 되면 그때의 지시값  $R_{BG}$ 를 기록한다. 두 값의 차이로부터 기준표준 누출에 의한 리크검출기 지시값 변화  $R_T = R_{T0} - R_{BG}$ 를 구한다.
- 바. "라, 마" 측정과정을 5회 이상 반복한다.

4. 교정결과 및 고찰

4.1. 비교교정 결과

교정데이터에는 교정당시의 온도, 습도, 기준기의 표시값, 지시계의 표시값, 기준기가 지시하는 누출율, 피 교정기기가 지시하는 누출율, 기기번호, model, 교정번호 등 교정성적서(calibration report)

Table 1 Summary of calibration results

측정 수	$L_S$ (mbar l/s)	$R_S$ (mbar l/s)	$R_T$ (mbar l/s)	$L_R$ (leak ratio)	$L_T$ (mbar l/s)
1	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$4.2 \times 10^{-7}$	3.00	$4.11 \times 10^{-7}$
2	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$4.2 \times 10^{-7}$	2.80	$3.84 \times 10^{-7}$
3	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.5 \times 10^{-7}$	$4.2 \times 10^{-7}$	2.80	$3.84 \times 10^{-7}$
4	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$4.0 \times 10^{-7}$	2.86	$3.91 \times 10^{-7}$
5	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.4 \times 10^{-7}$	$4.0 \times 10^{-7}$	2.86	$3.91 \times 10^{-7}$
평균	$1.37 \times 10^{-7}$	$1.44 \times 10^{-7}$	$4.12 \times 10^{-7}$	2.86	$3.92 \times 10^{-7}$

를 작성할 때 필요한 모든 사항들을 기록한다. 질량분석기형 누출비교교정장치를 이용하여 투과형 표준누출을 비교교정해서 얻은 기준용 표준누출 측정값( $R_S$ )과 피교정 표준누출 측정값( $R_T$ )은 Table 1에 정리하였다.

4.2. 불확도(Uncertainty) 평가

가. 측정의 수학적 모델

헬륨 표준누출의 비교 교정에 적합한 수학적 모델식은 다음과 같다[4].

$$L_T = L_S \frac{R_T}{R_S} \left[ \frac{1 + \alpha_S \Delta t_S}{1 + \alpha_T \Delta t_T} \right] \quad (4)$$

- $L_T$  : 피교정 표준누출의 누출율(leak rate)
- $L_S$  : 비교교정에 사용된 기준용 표준누출의 누출율
- $R_T$  : He 누출 검출 지시값 He 누출 검출 지시값
- $R_S$  : 기준용 표준누출의 He 누출 검출 지시값
- $\alpha_T$  : 피교정 표준누출의 온도 1 K 변화당 누출 rate 변화율
- $\alpha_S$  : 기준용 표준누출의 온도 1 K 변화당 누출 rate 변화율
- $\Delta t_S$  : 기준용 표준누출의 현재 측정 온도와 과거 교정 온도와의 차이
- $\Delta t_T$  : 피교정 표준누출의 현재 측정 온도와 과거 교정 온도와의 차이
- $L_R$  :  $R_S$ 에 대한  $R_T$ 의 ratio( $\frac{R_T}{R_S}$ )

위 식 (4)에서  $\Delta t_S, \Delta t_T$ 는 실제 교정 시 거의 동일하므로 괄호안의 식을 무시하고 식 (4)을 다시 정리하면 식 (5)가 된다.

$$L_T = L_S \times L_R \quad (5)$$

나. 합성표준불확도(Combined standard uncertainty)

교정결과의 합성표준불확도  $u_c(L_T)$ 는 식(5)를 모델로 하여 측정에 사용한 게이지의 불확도 등을 고려한 감도계수와 표준불확도로 부터 다음과 같이 구할 수 있다[5].

$$u_c^2(L_T) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial L_T}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) = \sum_{i=1}^N [c_i u(x_i)]^2 \quad (6)$$

여기에서  $u(x_i)$ 는 각 입력량의 표준불확도이고 ( $c_i$ )는 감도계수이다. Table 1은 실제로 교정해서 얻은 표준누출의 측정결과이다. 식 (5)에 의하여 계산된 측정결과를 이용해서 계산해야 할 인자(parameter)들에 대한 각각의 표준불확도 계산은 여기에서는 생략하였다.

다. 불확도 총괄표

각각의 표준불확도 요소들이 미치는 불확도 기여량을 식(6) 으로부터 구하면 Table 2와 같다. 여기에서 자유도(degree of freedom)는 측정수에서 1을 뺀 값이다.

라. 확장불확도(expanded uncertainty)

확장불확도  $U$ 는 합성표준불확도에 포함인자(coverage factor)  $k$ 를 곱하여 구한다[5].

$$U = k \cdot u_c = 2 \times 2.05 \times 10^{-8} \text{ mbar l/s} = 4.1 \times 10^{-8} \text{ mbar l/s} \quad (7)$$

따라서 교정된 표준누출의 누출율( $L_T$ )는 신뢰수준(confidence level) 약 95 %에서  $k = 2$  일때  $L_T = 3.92 \times 10^{-7} \text{ mbar l/s}$ 이고 확장불확도  $U = 4.1 \times 10^{-8} \text{ mbar l/s}$  임을 알 수 있다.

Table 2 Summary of uncertainty budget and their values

입력량 $X_i$	추정값, $x_i$ (mbar l/s)	표준불확도 $u(x_i)$	확률분포	감도계수 $c_i$	불확도 기여량 (mbar l/s)	자유도 $\nu_i$
$L_S$	$1.37 \times 10^{-7}$	$6.85 \times 10^{-9}$	정규	2.86	$1.96 \times 10^{-8}$	4
$L_R$	2.86	$3.66 \times 10^{-2}$	정규	$1.37 \times 10^{-7}$	$2.39 \times 10^{-9}$	4
$C_R$		$2.89 \times 10^{-9}$	직사각형	1	$2.89 \times 10^{-9}$	$\infty$
합성표준불확도, $u_c$					$2.05 \times 10^{-8}$	$\infty$

## 5. 결 론

진공시스템의 누출(leak) 검출에는 헬륨누출검출 기술이 이용된다. 진공시스템에서 누출의크기를 정량화하는데 필수적으로 사용되는 헬륨투과형(helium permeation type) 표준누출(standard leak)를 질량분석기형(mass spectrometer type) 누출검출기(leak detector)를 이용해서 비교교정하는 장치를 성공적으로 개발하였으며, 이 장치를 이용하여 표준누출을 비교교정하여 장치의 성능을 평가하였다. 개발된 장치에서 비교교정된 명목값  $3.92 \times 10^7$  mbar l/s인 표준누출의 확장불확도는 신뢰수준 약 95 %,  $k = 2$ 에서  $4.1 \times 10^8$  mbar l/s 이었다.

상업용으로 보급된 표준누출을 개발된 장치에서 비교교정해본 결과 개발된 장치는 투과형 표준누출을 쉽게 교정이 가능하도록 설계되었으므로 현장에서도 쉽게 표준누출의 비교교정이 가능하여 관련산업의 생산성을 향상시키는데 크게 기여할 것으로 기대된다.

## 참고문헌

- [1] N. G. Wilson and L. C. Beavis, Handbook of Vacuum Leak Detection, The Education Committee of American Vacuum Society," AVS Monograph Series M-2, pp. 5-9, (1988)
- [2] Y. H. Shin, S. S. Hong, I. T. Lim and K. H. Chung, Leak Rate Calibration System, Key Engineering Materials, pp. 1674-1678, (2004)
- [3] Operating Manual of Leak Detectors of the Mass Spectrometer Type, Alcatel, pp. 20, (2003)
- [4] 임인태, 신용현, 홍승수, "질량 분석기형 누출 검출기를 이용한 헬륨 표준 누출의 비교 교정 절차", C-09-1000-2004, 한국표준과학연구원, pp. 1-13, (2004)
- [5] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, ISO, pp. 9-26, (1993)