

Quadrupole Mass Spectrometer의 기체별 감도 특성

신용현 · 홍승수 · 이철로 · 임재영 · 박재홍 · 정광화

한국표준과학 연구원, 진공연구소
(1993년 1월 14일 접수)

Calibration of Quadrupole Mass Spectrometer for Various Gases

Y. H. Shin, S. S. Hong, C. R. Lee, J. Y. Leem,
J. H. Park, and K. H. Chung

Korea Research Institute of Standards & Science, Vacuum Laboratory
(Received January 14, 1993)

요 약— 부분압 분석 장비의 감도 측정 시스템을 설계 제작하였다. 이 시스템을 이용하여 부분압 측정기기로 많이 쓰이는 Quadrupole Mass Spectrometer의 N_2 , O_2 , Ar, CO, H_2 에 대한 감도를 $10^{-4} \sim 10^{-8}$ torr 영역에서 측정하여 감도의 압력 의존성을 보고 검출 방식, Emission current, Secondary Electron Multiplier 전압 등이 감도에 미치는 영향도 측정하였다. 실험 결과 기체 종류에 따라서는 물론 사용조건에 따라서도 감도의 절대값 변화 및 압력 의존성 변화가 아주 심한 것을 알 수 있었다. 따라서 Quadrupole Mass Spectrometer를 정량적인 측정에 이용하기 위해서는 이에 대한 감도 측정 및 특성조사가 반드시 선행되어야 한다.

Abstract—The calibration system for partial pressure analyzer was designed and set up. Using this system, the linearity of two commercial Quadrupole Mass Spectrometer and the influence of operating parameter (emission current, detection mode, SEM voltage) on the sensitivity has been investigated over the pressure range of $10^{-4} \sim 10^{-8}$ torr for N_2 , O_2 , Ar, CO and H_2 gases. Sensitivities of Quadrupole mass spectrometers were greatly influenced not only by gas species but also by operating parameters. Thus for all the quantitative applications, it is necessary to characterize and calibrate quadrupole mass spectrometer carefully.

1. 서 론

최근 진공을 응용하는 분야가 늘어나면서 이를 뒷받침하기 위한 진공 기술 발전 필요성이 부각되었으며, 이와 더불어 정확한 진공도 측정기술 그리고 진공시스템 안에서 일어나고 있는 현상을 이해하고 이에 대처할 수 있는 진공시스템 진단기술의 필요성도 높아졌다. 예전에는 용기내의 진공도(total pressure)를 아는 것만으로 만족스러운 진공응용분야가 많았으나 최근 대부분의 진공응용 분야에서는 진공시스템내에

서 파생되는 여러 현상들을 해석하기 위해서 용기내의 기체조성을 파악하고 기체별로 얼마의 압력 발생에 기여하고 있는지를 아는 기술이 필요하게 되었으니 이것이 바로 부분압 측정기술이다.

부분압 측정을 위해서는 주로 mass spectrometer가 많이 쓰인다. 특히 Quadrupole mass spectrometer (QMS)는 magnetic sector type mass spectrometer나 time of flight 방식의 mass spectrometer보다 조절이 비교적 쉬울 뿐 아니라 규격을 작고 가볍게 그리고 비교적 저렴한 가격에 제작할 수 있으므로 진공 챔

버내의 부분압 측정 및 잔류기체 분석에 아주 유용하게 쓰인다[1-6]. 실제로 이들 mass spectrometer를 부분압측정에 사용하기 위해서는 감도(sensitivity)를 아는 것 즉 교정(calibration)이 필요하다. Mass spectrometer의 경우 질량대 전하비(mass to charge ratio, m/e) 값이 변함에 따라 해당되는 이온의 양이 전류(A) 값으로 출력되므로 이를 압력단위로 환산하는 작업이 선행되어야만 실제적인 부분압 측정이 이루어지게 되는 것이며, 절대적인 값을 알 필요가 없는 경우라 할지라도 적어도 기체간 상대적인 감도차이는 알아야만 기체조성분석이 가능하다. 혹은 압력단위로 환산 출력하는 기능이 부가 되어 있는 계기를 이용한다 할지라도 이 값이 얼마만큼 정확한지에 대한 의문은 여전히 남게 된다. QMS 특성상 emission current, cathod voltage 등의 사용변수에 따라 감도가 수 백배 까지도 변하는 것이 보고된 바 있고[7] 사용이력, 사용 압력 범위에 따라라도 감도는 변하게[1-7] 되므로 교정을 하는 것 즉 감도를 구하는 것은 꼭 필요하다. 본 연구에서서는 부분압 감도 측정 시스템을 제작하였으며 이를 이용하여 Balzers사 QMS 두 대의 N₂, O₂, Ar, CO, H₂에 대한 감도를 구하고 이의 특성을 조사하였다.

2. 기본이론

QMS는 일종의 이온 게이지에 mass spectrometer를 덧붙인 장치로 이해할 수 있다. 이온 게이지에서처럼 전자를 기체분자와 충돌시켜 기체이온을 형성시킨 뒤 이들 기체 이온을 한번에 검출하는 것이 아니고 일정한 (m/e)값을 가진 것만 선택적으로 검출하는 것이다. QMS는 이온 생성부(ion source), 이온 분리부(mass filter), 그리고 이온 검출부로 구성되어 있다[1]. 이온 생성부는 말 그대로 기체분자들을 이온화 시키는 기능을 가진 것으로 여러 가지 방식이 있으며 전자충돌방식(electron impact type)들이 일반적[1, 8]이다. 전자와 기체분자가 충돌하면 일부 기체분자들은 이온화되어 곧 이온 집속 시스템에 의해 mass filter쪽으로 들어가게 된다. 이 때 ion reference potential, cathode voltage, focusing voltage, field axis voltage, extraction voltage, emission current 등을 조정하면 가장 감도가 좋은 최적조건을 얻을 수 있다. 가스상태였던 원자나 분자가, 어떤 이온이 되

는가 몇가의 이온으로 되는가 그리고 몇종류의 이온이 생기는가 하는 것은 충돌한 전자 에너지에 의해 크게 변한다. 이온수율(ion yield)은 가능하면 클수록 좋으며 보통 50~150 eV에서 가장 이온화를 잘시키는 것으로 알려져 있어 대부분의 분석용 질량분석기들은 70 eV의 전자 에너지를 사용하고 있으며[8] 본 실험에서도 70 eV의 전자 에너지를 사용하였다. QMS의 이온 분리부는 4개의 원기둥에 적절한 전압을 인가하여 (m/e)값에 따라 분리하는 quadrupole mass filter이다. W. Paul에 의해 고안된 Quadrupole mass filter는 진공 시스템안에 직접 넣어 설치할 수 있을 정도로 작게 만들 수 있고, 질량값에 대해 scan control 하기가 용이하므로 부분압 측정시 가장 많이 사용된다. 그 기본구조는 그림 1에 보였다. 이상적인 경우라면 4개의 hyperbolic rod 전극을 서로 2r 만큼의 거리를 두고, 배치시켜야 하지만 실제로는 가공상의 문제 때문에 반경 r₀=1.1468 r인 원형 단면적을 가진 rod를 대신 사용하게 된다[1]. 두 개의 마주보는 rod들은 그림 1에서와 같이 연결되어 주파수 f=ω/2π의 RF 전류 V cos(ωt)를 X축과 Y축의 rod들에서 서로 π만큼 그 위상이 틀리도록 인가시키고 DC 전압 U(X축은 +, Y축은 -)로 bias시킨다. 무차원 변수 a와 q를 다음과 같이 정의하면

$$a = \frac{4eU}{m \omega^2 r_0^2} \quad q = \frac{2eV}{m \omega^2 r_0^2}$$

이 전계사극 전장을 통과하는 이온의 운동 방정식은 다음과 같다.

$$\frac{\partial^2 x}{\partial(\omega t)^2} + (a + 2q \cos \omega t) x = 0 \tag{1}$$

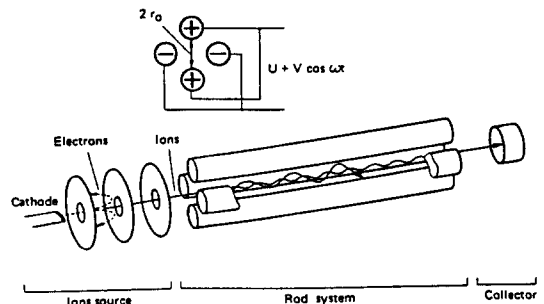


그림 1. Structure of Quadrupole Mass Spectrometer.

$$\frac{\partial^2 x}{\partial(\omega t)^2} - (a + 2q \cos \omega t) y = 0 \quad (2)$$

식 (1), (2)에 의해 a와 q의 값에 따라 이온이 rod에 충돌하거나 바깥쪽으로 튀어나가지 않고 collector까지 갈 수 있는 안정 영역과 불안정 영역으로 구분될 수 있는데 질량 주사에 의해 DC전압값 U와 일정 주파수 f의 RF 전압 값 V가 결정되면 a, q의 값이 안정된 영역에 해당하는 이온, 즉 일정구간의 m/e값을 가진 하전입자들만이 quadrupole을 통과하게 되며 나머지는 rod에 부딪쳐 중화된 후 기체로서 펌프에 의해 배기된다. (m/e)값에 따라 분리된 이온들은 전기신호로 검출된다. 검출 방식은 요구되는 감도(sensitivity) 혹은 검출속도 등에 따라 여러가지 방법이 쓰이나 가장 많이 사용되고 있는 것은 Faraday cup 방식이다. Faraday cup은 가장 간단한 장치로서 이온이 collector와 충돌하면서 그 전하를 collector에 주게 되면 그에 해당하는 전류가 흐르게 되므로 전류양으로써 이온의 양을 검출한다. 이 방법의 측정 한계는 최고 10^{-16} A로 알려져 있으나 spectrum을 얻기 위해서는 30 ms 정도의 time constant에서 작동시켜야 하므로 실제로 응용할 수 있는 한계는 10^{-14} A이다[1, 8]. Faraday cup 방식은 아주 간단하므로 오차 발생요인이 적은 것이 장점이다. 고진공 상태가 될수록 부분압 측정시 검출되는 이온 전류는 아주 적어지게 되며, 불순물 검출 등 미량의 기체를 검출하고자 하는 경우에도 해당 이온 전류량이 적으므로 증폭장치가 필요하다. QMS 420에는 증폭장치로서 SEM(Secondary electron multiplier)이 달려있다. SEM을 사용할 때에는 처음 입사한 이온에 대해 방출되는 전자의 수가 이온의 질량, 이온의 종류(atomic or diatomic), 이온 에너지 등에 의해 영향을 받으므로 정량적인 분석에서는 오차요인으로 작용한다는 것이 알려져 있다[1, 8] 이 때문에 SEM을 동작시켰을 경우의 압력에 대한 지식값의 직선성은 SEM을 동작시키지 않은 경우와 다르다.

3. 부분압 감도 측정 시스템 제작

3.1. 진공 시스템

부분압 측정장치는 초고진공 표준기의 기본원리에 따라 그림 2와 같이 구성되었다. 교정 챔버는 내경

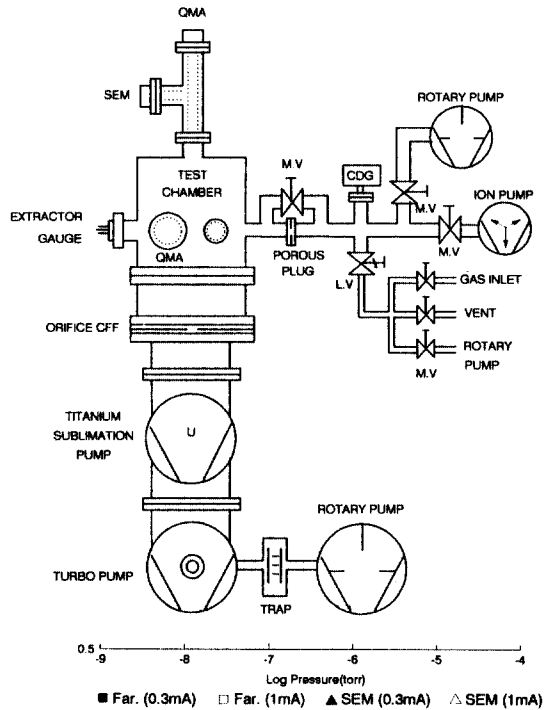


그림 2. Schematic diagram of partial pressure measurement system.

208 mm로서 4개의 2.75" conflat flange와 3개의 4.5" conflat flange를 배열하였다. 이중 상단과 전면 4.5" flange에 Quadrupole analyzer(QMA)를 부착하되 QMA의 이온 생성부가 교정 챔버의 내접면에 오도록 배치하였으며, 다른 4.5" flange에 extractor ion gauge를 달아 교정 챔버의 압력을 측정하였다. Extractor gauge를 2.7" flange에 연결하였을 때는 extractor gauge 자체에서 나오는 열로 인해 주위벽에 붙어있던 가스들이 탈착되므로 정확한 압력측정이 어렵기 때문이다. QMA와 extractor gauge에 압력이 균일하게 분포되도록 하기 위해 배기 챔버와 교정 챔버 사이에는 고진공 표준기에서 채택하고 있는 형태의 orifice를 정밀 제작하고 그 크기를 정밀측정한 뒤 연결하였다. 이 orifice의 conductance는 $C = 2.76(T/M)^{1/2}$ l/s이다[9]. 배기 챔버에는 500 l/s 용량의 Balzers사 turbo pump TPU 510과 titanium sublimation pump (Varian)를 연결하였으며 turbo pump만을 사용하였을 때 orifice를 통해 배기된 교정 챔버의 최저도달압력은 5.8×10^{-10} torr까지 떨어짐을 확인하였다. 교정 챔버

와 가스 챔버 사이에는 자체 제작되고 conductance 값이 측정된 tungsten wire porous plug을 연결하여 유입되는 가스량을 조절하였다. 이 porous plug의 conductance는 질소의 경우 293 K에서 1.49×10^{-4} l/s 였다[10]. 가스주입 챔버의 압력은 MKS사의 1 torr 용량의 capacitance diaphragm gauge(CDG)로 측정하도록 하였으며 8 l/s 용량의 ion pump(Varian)를 배기 pump로 사용하였고, 교정 챔버와 by pass line을 연결하고 valve를 달아 필요할 경우에는 turbo pump로 배기시킬 수 있었다. 부분압을 발생시킬 가스의 주입은 saphire variable leak valve(Varian)를 통하여 미세조절 되도록 하였으며 rotary pump를 연결하여 ion pump의 backing pump 역할과 가스 주입관의 순환용으로 겸하여 사용하였다. 교정 챔버에 발생하는 압력은 extractor gauge로 측정하였다. 이는 CDG로 측정한 가스 챔버의 압력과 extractor gauge 지시값과의 비가 전 조절 압력 범위에 걸쳐 일정하다는 것 즉 extractor gauge의 linearity가 우수하다는 것을 확인하였기 때문이다[10]. 챔버전체에 heating band를 부착하여 300 °C까지 baking할 수 있도록 하였다. 교정 챔버와 가스 챔버를 비롯한 진공장치들은 stainless steel 재질로 제작하였으며 conflat type flange에 copper gasket을 이용하여 연결한 뒤 leak test를 하였다.

3.2. 부분압 측정장치

본 실험에서 사용한 Quadrupole mass spectrometer는 Balzers사 model QMG420과 QMC420 두대이다. QMG420은 QMA400 analyzer를 QMC420은 QMA125 analyzer를 갖추고 있다. QMA400에는 이온 전류 검출장치로 Faraday cup과 17 stage SEM이 장착되어 있으며 mass filter용 rod의 직경이 8 mm, rod 길이는 200 mm이다. 최고 사용허용압력은 1×10^{-4} mbar, 그리고 최고 검출가능한치는 Faraday cup mode에서는 10^{-11} mbar, SEM mode에서는 10^{-15} mbar이다. 검출가능 mass range는 0.5~512이다. QMC420의 QMA125는 Faraday cup만 장착되어 있으며 rod 직경이 6 mm, 길이는 100 mm이다. 최고 검출가능범위는 3×10^{-11} mbar이며 검출 가능 mass range는 1~200이다. 두 시스템 모두 IBM PC와 연결하여 사용하였으며 Balzers사 Quadstar 420 software를 사용하였다.

3.3. 가스주입장치

측정 가스 주입시에는 고순도 가스 통 위에 연결되어 있는 regulator와 valve를 거쳐 1차로 유량이 조절되며 variable leak valve를 통해 가스 주입 챔버로의 주입량이 미세 조절된다. 가스를 주입하기 전에 가스 주입 챔버를 ion pump로 1×10^{-8} torr 이하까지 배기하였으며 variable leak valve와 가스통 사이의 가스관은 측정하고자 하는 가스로 몇번 flush한 후 rotary pump를 이용 충분히 배기시킨 상태에서 가스 통의 valve를 열어 측정가스가 오염되는 것을 방지하였다. 가스 챔버압력은 leak valve로 조절하면서 CDG와 MKS사 CDG controller로 측정하였다. 압력을 감소시킬 때 외에는 ion pump와 연결된 metal valve를 잠그고 사용하였으며 최저 압력 까지 배기시키는 경우 외에는 교정 챔버와 연결된 metal valve도 항상 잠가 두게 되므로 가스 챔버에 들어온 측정기체는 porous plug를 통해 교정 챔버로 들어가게 된다.

4. 감도 측정 실험

각 기체별 감도를 측정하기에 앞서 전체시스템을 진공배기한 후 교정 챔버는 290°C 까지, 가스주입 챔버는 220°C 까지 온도를 올려 40시간 이상 baking하였다. Baking하는 도중에도 extractor gauge와 QMS filament는 모두 켜놓았으며 extractor gauge degassing과 titanium sublimation pump의 initial degassing 작업을 하였고 turbo pump, titanium sublimation pump도 같이 baking하였다. Baking 후 교정 챔버압력이 5.8×10^{-10} torr까지 내려갔으므로 10^{-8} torr 영역에서의 실험이 가능하였다. 우선 test 기체 주입 전에 QMA의 tuning을 먼저하여 질소에 해당하는 (m/e)값 28에서 신호가 최대가 되도록 조정하였다. QMA 400은 Quadstar software에서 지원하는 tuning program에 따라 focus, field axis, deflector voltage를 조정하였고 QMA 125는 수동으로 조정하였다. Test 기체로는 N_2 , CO, H_2 , O_2 , Ar 다섯가지를 선택하였다. 이것은 이들 다섯기체가 고진공 상태에서 잔류하는 주된 기체이기 때문이다. 측정순서는 N_2 , O_2 , Ar, H_2 , CO 순으로 하였으며 O_2 와 H_2 는 4-nine 나머지는 5-nine 고순도 기체를 사용하였다. 본격적인 감도 측정 전에 측정 기체를 흘려서 교정 챔버의 압

력을 10^{-3} torr까지 올렸다가 배기시키는 과정을 반복하여 시스템 전체를 flush하였다. Flush 하는 도중 압력이 1×10^{-7} torr 정도일 때 (m/e)값 64까지 mass spectrum을 잡아보고 주 peak에 대해서 peak 위치의 (m/e)값을 정확하게 맞추는 adjust 작업을 Quadstar software로 하였다. 주 peak들에 대한 adjust 과정이 끝난 후 시스템을 다시 배기시키고 10^{-9} torr 영역의 base pressure에서의 전류값을 측정하였다. 각 (m/e) 값에 대해서 QMS 지시값을 약 10초간격으로 10번 측정된 값을 computer에 저장하고 뒤에 이를 시간 축에 따라 적분한 뒤 다시 시간으로 나누어주는 방법으로 평균 QMS 전류값을 구하여 이를 그 압력에서의 전류 값으로 하였다. 적분은 Quadstar program으로 지원된다. 이 과정에서 급격한 지시값 변화나 scattering여부를 감시하여 안정된 상태에서만 측정이 되도록 하였다. Base pressure에서 각 (m/e)값별로 전류값이 구해진 후 leak valve를 열어 압력을 증가시켰고 압력이 안정되기를 기다려 CDG 지시값, extractor 지시값, 그리고 각 (m/e) 값에 해당하는 평균 전류값을 같은 방법으로 측정하였다. 최저 도달 압력인 수 nano torr로부터 QMS 최대허용 측정범위 (보통 10^{-4} torr 영역)까지 압력을 올려가면서 측정하고 다시 압력을 감소시켜가면서 측정하였다. 한 기체에 대한 측정이 끝나면 다음 기체에 대해 같은 방법으로 실험하였는데 기체종류를 바꾸어 실험할 때는 충분히 flush를 하고 배기시키는 것을 반복하여 앞서 실험한 기체와 섞이지 않도록 주의하였으며 실험전 최저 압력에서 spectrum을 잡아보아 불순물 영향을 받지 않은 것을 확인하고 실험을 시작하였다. 전자 에너지를 70 eV로 고정하였으며 emission current는 0.3 mA와 1 mA로 하였다. SEM의 인가전압에 따른 효과도 측정하였다.

5. 결과 및 고찰

측정기체 x에 대한 감도(sensitivity)는 각 (m/e)값에 대해 QMS 평균 전류지시값 변화분을 표준압력 변화분으로 나누어 계산하였다.

$$S(x) = [I(x) - I_0(x)] / [P(x) - P_0(x)] \quad (3)$$

I(x)는 부분압 P(x)에서의 이온 전류이며 I₀(x)는 최저 압력 P₀(x)에서의 이온전류이다. 이 값은 일반

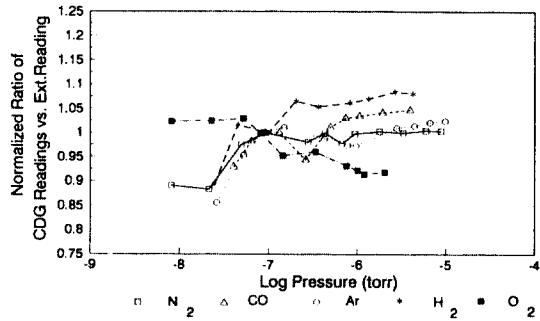


그림 3. Normalized ratio of pressure indication between extractor gauge and CDG.

Table 1. Ratios of CDG reading & calculated standard pressure to extractor gauge reading

	CDG/Extractor (at 1×10^{-5} torr)	Std.P/Extractor (by calibration at 1×10^{-5} torr)
N ₂	110000	0.97
CO	95400	0.84
Ar	76700	0.68
H ₂	185000	1.63
O ₂	133000	1.17

적으로 이온 게이지의 감도가 emission current로 나누어 구해지는 것과는 달리 단순히 QMS의 전류 값을 압력으로 나누어 준 값으로, 결국 그 기체에 대해 얼마나 큰 신호 변화를 보이는 가를 알 수 있는 값이다. QMS 제작 회사에 따라서는 성능을 표시할 때 감도를 각 (m/e)값에서의 전류변화 합으로 - 예를 들어 N₂의 경우엔 14와 28에서 생기는 전류의 합 - 표시하는 경우도 있으나 여기서는 각 (m/e)값 별로 감도를 구하였다. 표준압력을 알기 위해 각 압력에서 측정된 CDG와 extractor gauge 지시값 비를 분석해본 결과 그림 3에서와 같이 $10^{-5} \sim 10^{-7}$ torr 영역에서 8%내에 일치하였다. 10^{-7} torr 이하의 고진공영역에서 직선성을 벗어나는 것처럼 보이는 것은 CDG 지시값이 마지막 자리수 한자리에서만 지시된 값이므로 CDG 지시값의 정확도가 떨어져서 생기는 현상이지 extractor gauge의 linearity가 떨어지는 것은 아니다. 또한 본 연구실에서 고진공 표준시스템을 이용해서

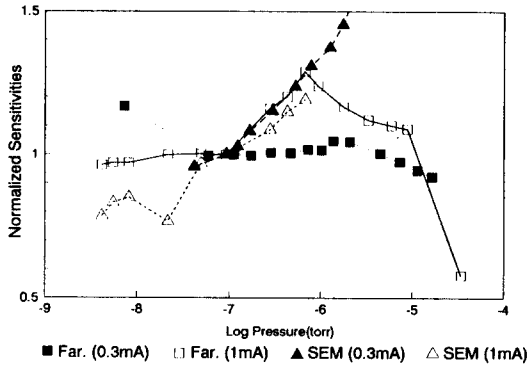


그림 4. Influence of electron emission current on nitrogen sensitivities.

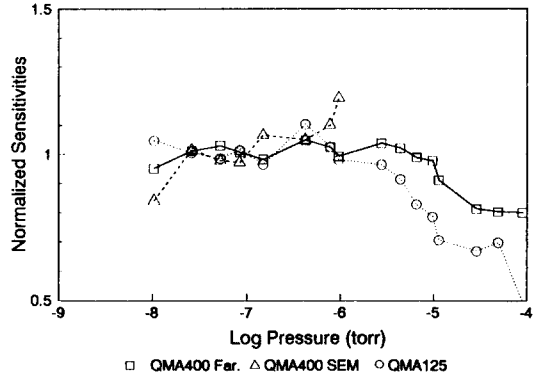


그림 6. Pressure dependence of QMS sensitivities in Ar.

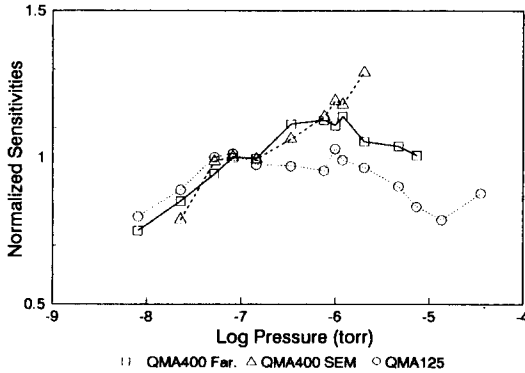


그림 5. Pressure dependence of QMS sensitivities in O₂.

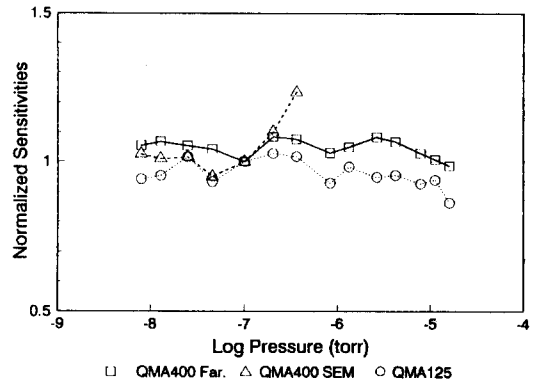


그림 7. Pressure dependence of QMS sensitivities in H₂.

extractor gauge들의 특성을 조사해 본 결과 고진공 영역에서 linearity가 좋은 것을 알 수 있었다[10]. 그러므로 extractor gauge의 linearity를 믿고 표준시스템에서 질소에 대해 extractor gauge의 감도(표준압력과 지시값과의 비)를 교정한 후 이를 기준으로 하여 기체별로 CDG와 extractor gauge와의 압력비 차이를 환산하여 다른 기체들의 extractor gauge의 감도를 구했으며 이것으로 준압력변화를 계산하였다. 표 1에 기체별 CDG와 extractor gauge의 지시 압력비로부터 계산된 기체별 extractor gauge의 감도를 보았다. 그림 4는 N₂에 대하여 emission current 변화에 의한 영향을 측정 한 것으로 1×10^{-7} torr에서의 감도로 normalize하여 그린 것이다. Emission current를 0.3 mA로 했을 때는 Faraday cup mode에서 $10^{-5} \sim 10^{-7}$ torr 영역까지 아주 직선성이 좋은 반면 emission current가 1 mA일 때는 $10^{-9} \sim 10^{-7}$ torr

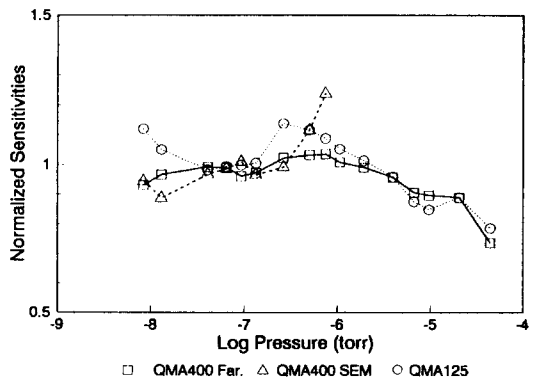


그림 8. Pressure dependence of QMS sensitivities in CO.

영역에서 직선성을 보이다가 $10^{-7} \sim 10^{-5}$ torr에서 급격한 변화를 보인다. SEM mode에서도 비슷한 경향을

보이고 있다. 여기서 emission current에 따라 감도의 압력 의존성이 얼마나 달라지는가를 알 수 있으며 교정의 필요성을 깨닫게 해준다. 그림 5~8은 emission current 1 mA에서 각각 O₂, Ar, H₂, CO에 대한 QMA400 Faraday cup mode, SEM mode 그리고 QMA 125 Faraday cup mode의 기체별 압력 의존성을 본 것이다. 이 그림 역시 1×10⁻⁷ torr일 때를 기준으로 normalize한 것이다. Faraday cup mode에서는 10⁻⁵ torr 정도까지 비교적 직선성이 있는 반면 SEM mode에서는 10⁻⁷ torr와 10⁻⁶ torr 사이에서 급격하게 직선성이 나빠지는 것이 공통적으로 나타났으며 기체별로 scatter되는 정도가 다르게 나타났다. 표 2에 1×10⁻⁷ torr에서의 기체별 감도를 정리하였다. 여기서의 기체 종류별 감도는 최대 peak 한개만의 감도이므로 이온 게이지의 감도와는 차이가 있다. 표 2의 산소의 경우처럼 감도가 작은 것은 산소의 이온화 확률이 작아서라기 보다는 여러 종류의 이온으로 이온화되기 때문이다[6]. QMA 400의 경우 Faraday cup mode와 SEM mode에서의 감도비로부터 SEM의 전류이득이 1.2~1.8×10⁵ 사이로 기체종류에 따라

달라지는 것을 알 수 있다. 그림 9~11은 CO를 주입했을 때 생기는 C⁺, CO⁺⁺, O⁺에 대해 압력별 이온 전류비를 구한 것이다. C⁺인 12의 ion current비는 측정이 가능했던 10⁻⁸ torr 영역부터 10⁻⁵ torr 영역까지 3~3.4% 사이를 유지했으며 CO⁺⁺인 14는 이온 전류값이 너무 적은 1×10⁻⁷ torr 이하영역을 제외하고는 0.45~0.6%로 나타났으며 O⁺인 16에서의 이온 전류는 1.1~1.3%로 나왔다. SEM

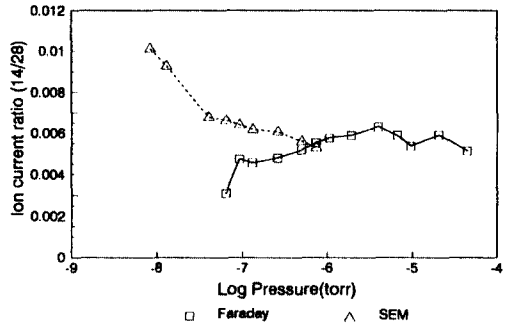


그림 10. Ion current ratio of C⁺⁺ (m/e=14) to CO⁺ (m/e=28).

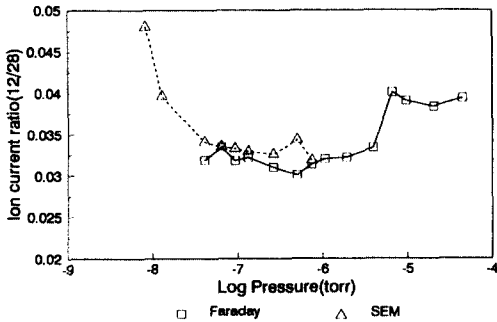


그림 9. Ion current ratio of C⁺ (m/e=12) to CO⁺ (m/e=28).

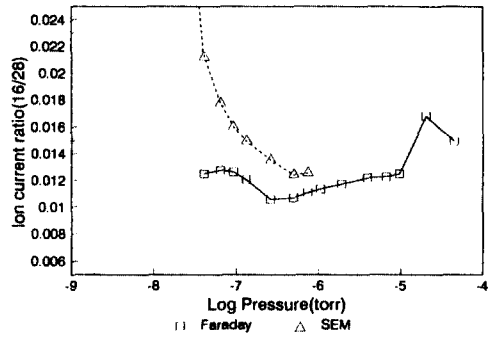


그림 11. Ion current ratio of O⁺ (m/e=16) to CO⁺ (m/e=28).

Table 2. Sensitivities of QMA at 1×10⁻⁷ torr

(unit: A/torr)

Anal.	Mode		N ₂	CO	Ar	H ₂	O ₂
QMA400	Faraday cup	Ie=0.3 mA	1.23E-5	1.09E-5	2.33E-5	9.95E-6	6.73E-6
		Ie=1 mA	5.16E-5	6.35E-5	8.42E-5	5.56E-5	2.40E-5
	SEM	Ie=0.3 mA	0.77	1.49	1.52	2.38	1.01
		Ie=1 mA	6.50	11.9	11.4	8.17	3.19
QMA125	Faraday cup	Ie=1 mA	5.13E-5	5.49E-5	7.47E-5	5.85E-5	3.41E-5

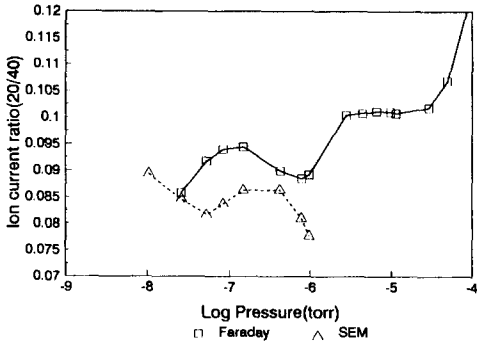


그림 12. Ion current ratio of Ar^{++} ($m/e=20$) to Ar^+ ($m/e=40$).

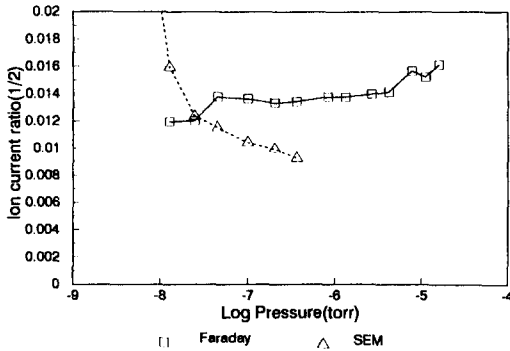


그림 13. Ion current ratio of H^+ ($m/e=1$) to H_2^+ ($m/e=2$).

mode에서의 이온 전류비는 Faraday cup mode보다는 훨씬 더 변화가 심했으며 압력이 낮아질수록 이온 전류 비가 급격하게 증가하는 경향을 보였다. 이는 12, 14, 16 해당하는 이온 전류가 작아질수록 soft X-ray 효과에 의한 오차가 커지기 때문으로 생각된다. 그림 12는 Ar에서 Ar^+ 과 Ar^{++} 와의 전류비로 Faraday cup mode에서는 8.5~10% 였으며 SEM mode에서는 역시 고진공영역에서 증가하는 경향을 보여 준다. H_2 에서 H_2^+ , H^+ 의 current 비는 Faraday cup mode에서 1.2~1.4%로 상당히 안정되어 있는 반면 SEM mode에서는 역시 급격하게 증가함을 볼 수 있었다. 그림 14는 SEM 인가전압 변화에 따른 기체별 이온전류 변화를 보여준다. SEM voltage가 0일 때는 Faraday cup mode로 검출한 경우이다. SEM voltage가 1000 V에서 2250 V로 증가함에 따라 각 기체별 전류 증가비는 약간씩 차이가 있음을 볼 수 있다.

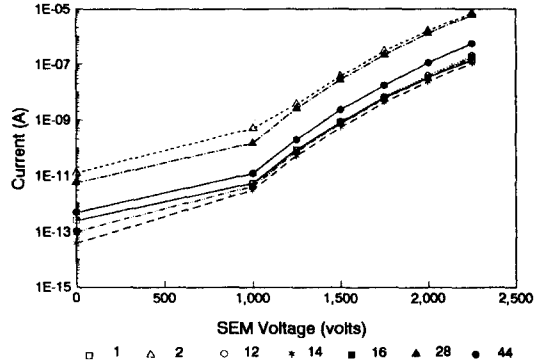


그림 14. Effect of SEM voltage to ion currents of H^+ ($m/e=1$), H_2^+ ($m/e=2$), C^+ ($m/e=12$), CO^{++} ($m/e=14$), O^+ ($m/e=16$), CO^+ ($m/e=28$), CO_2^+ ($m/e=44$).

6. 결 론

부분압 측정 장치의 감도 측정 시스템을 제작하였으며 Balzers사 quadrupole mass spectrometer의 N_2 , O_2 , Ar, CO, H_2 에 대한 감도를 측정하였다. 기체 종류에 따라서는 물론 기체별, 사용 mode별, emission current와 SEM 인가전압 등에 따라 감도의 절대값 변화와 압력의존성 변화가 심한 것을 알 수 있었다. 그러므로 QMS를 정량적인 측정에 이용하기 위해서는 이에 앞서 감도 측정이 선행되어야 할 것이다.

참고문헌

1. G. F. Weston, *Ultra high vacuum practice* (Butterworths, 1985), Chap. 5.
2. D. Lichtman, *J. Vac. Sci. Technol.* **A5**, 140 (1987).
3. P. H. Dawson, *J. Vac. Sci. Technol.* **A5**, 1709 (1986).
4. D. Lichtman, *J. Vac. Sci. Technol.* **A2**, 200 (1984).
5. D. J. Santeler, *J. Vac. Technol.* **A5**, 129 (1987).
6. R. E. Ellefson, D. Cain, and C. N. Lindsay, *J. Vac. Sci. Technol.* **A5**, 134 (1987).
7. L. Lieszkovszky, A. R. Filippelli, and C. R. Tilford, *J. Vac. Sci. Technol.* **A8**, 3838 (1990).
8. *Partial Pressure Measurement in Vacuum Technology* (edited by Balzers, 1989).
9. 정광화 등, 고진공 측정 및 응용기술 개발(한국표준연구소, KSRI-89-60-IR, 1989), Chap. 3.
10. 정광화 등, 초고진공 실현 및 진단기술개발(한국표준과학연구원, KRIS-92-141-IR), Chap. 3.