

## CRT 부품용 탈가스 및 Thermal Desorption 측정장치 개발

신용현 · 홍승수 · 문성주\* · 서일환\*\* · 정광화

한국표준과학연구원 압력진공그룹, \*삼성전관 생산기술센터  
\*\*충남대학교 물리학과  
(1997년 6월 20일 접수)

### Outgassing and thermal desorption measurement system for parts of CRT

Y. H. Shin, S. S. Hong, S. J. Moon\*, I. H. Suh\*\* and K. H. Chung

*Korea Research Institute of Standards & Science*

*\*Samsung Display Device Co., Ltd.*

*\*\*Department of Physics, Chungnam National University*

*(Received June 20, 1997)*

**요 약** - CRT부품 탈가스(outgassing)를 온도를 변화 시켜가며 측정할 수 있고 시료의 열탈착 특성을 측정할 수 있는 TDS(Thermal Desorption Spectroscopy) 측정 장치를 설계 제작하였다. 제작된 시스템은 유효 배기 속도를 조절할 수 있는 진공 장치와 시료의 온도조절 장치, 탈가스 측정 장치로 구성되어 있다. 제작된 시스템의 최저 도달 진공도는  $1 \times 10^{-7}$  Pa 이하였고 가변 콘덕턴스(conductance)를 채택하여 유효 배기 속도를 조절할 수 있도록 제작되었다. 가변 콘덕턴스 조절에 따른 시료위치에서의 유효 배기 속도 변화를 측정하였다. 텅스텐 히터와 온도조절기를 이용하여 시료의 온도는  $600^{\circ}\text{C}$ 까지  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  이내 오차로 조절할 수 있었으며 온도 상승률도 조절할 수 있었다. 측정계기로 사용한 이온 진공계(ion gauge)와 사중극 질량분석기(quadropole mass spectrometer)의 감도를 측정하여 정량적인 측정을 할 수 있도록 하였다. 제작된 시스템을 이용하여 CRT 공정에서의 부품별 온도별 측정 예와 공정분석에의 적용 예를 보였다.

**Abstract** - TDS (Thermal Desorption Spectroscopy) system, for diagnosis of CRT manufacturing process, was designed and constructed. Outgassings and thermal desorptions from the part or materials of CRT can be measured and analysed with this system at various temperatures. The system is consisted of 3 parts, vacuum chamber and pumping system with variable conductance, sample heating stages & their controller, and outgassing measurement devices, like as ion gauge or quadropole mass spectrometer. The ultimate pressure of the system was under  $1 \times 10^{-7}$  Pa. With the variable conductance system, the effective pumping speed of the chamber could be controlled from sub l/s to 100 l/s. The effective pumping speed values were determined by dynamic flow measurement principle. The temperatures and ramp rate of sample were controlled by tungsten heater and PID controller up to  $600^{\circ}\text{C}$  within  $\pm 1^{\circ}\text{C}$  difference to setting value. Ion gauge & QMS were calibrated for quantitative measurements. Some examples of TDS measurement data and application on the CRT process analysis were shown.

## 1. 서 론

진공은 용기 안에 들어 있던 기체들을 배기해서 대기압 상태보다 적은 수의 기체만이 남도록 하는 것이며 기체의 수를 많이 감소시킬 수록 진공도는 좋아진다. 진공

은 여러 가지 면에 응용될 수 있다. 예를 들어 대기압 상태에서 문제가 되는 화학 반응을 억제시킬 수 있어 식료품의 보존 기간을 연장시키거나 금속의 산화를 막아주는 데 응용될 수 있으며, 충분히 진공도가 좋아지면 진공 용기 내에 들어 있는 물체의 표면에 기체가 흡착되는 확

률이 작아지므로 표면 특성 분석을 가능하게 해준다. 진공이 된다는 것은 공간을 떠도는 입자의 수가 적어지는 것이므로 상호충돌 없이 먼 거리 이동이 가능하다는 것을 의미하기도 한다. 이를 이용하면 전자나 이온 등 전하를 띤 입자들을 원하는 경로로 진행하도록 조절하는 것이 가능하다. CRT에서도 진공의 이런 특성을 이용하게 된다. 진공상태는 우선 전자총으로부터 전자 빔(*beam*)이 나올 수 있도록 해주며, 일단 나온 전자빔이 원하는 경로로 산란 없이 진행하는 것을 가능하도록 해준다. 다른 한편으로는 CRT 내부 부품의 산화나 오염에 의한 수명 저하를 막아 준다.

높은 진공도를 보다 빨리 실현하고, 또 고진공 상태를 유지하는 것이, CRT 품질 향상과 생산성 향상 그리고 수명 연장에 직접적인 영향을 미치는 주지하는 사실이다. 이러한 진공 배기 및 진공 유지 성능은 진공 발생에 이용되는 펌프, 진공 용기 및 연결 부품, 진공 중 응용장비 등이 복합적으로 연관되어 있는 문제로서, 펌프의 용량 및 도달 진공도 외에도, 배기해야 하는 용기의 부피 및 단면적, 용기 및 진공중에 노출되는 부품의 재질 특성, 사용 공정 특성 등에 의해 영향을 받는다. 진공도 개선이나 배기 속도 향상이 마치 진공 펌프의 성능에 의해서만 좌우되는 것처럼 알려져 있는 것은 잘못으로, 실제로 적용되는 유효 배기속도를 개선하고 탈가스를 제어해야 한다. 본 연구에서는 CRT 부품 탈가스 측정과 TDS 측정을 위한 시스템을 설계 제작하였으며 제작된 시스템의 특성 검사를 하고, 이 시스템을 이용하여 CRT 부품에 대한 탈가스율(*outgassing rate*) 및 TDS 측정을 하였다.

## 2. 탈가스 및 TDS 측정 이론

### 2.1 탈가스 측정

탈가스를 측정하는 방법은 여러 가지 있으므로, 시료를 보고 예상되는 탈가스율 크기, 탈가스 되는 기체종류, 알고자 하는 정보에 따라 적당한 방법을 선택하는 것이 필요하다. 진공 응용장비에서의 탈가스를 측정하기에 적합한 것은 *throughput* 측정법과 압력증가율 측정법이다[1]. 이중 압력증가율 측정 법은 비교적 탈가스량이 많은 재료를 측정할 때 사용하는 방법으로, 일정한 부피의 용기 안에 시료를 넣고, 배기를 하지 않는 상태에서 압력증가율을 측정하므로써 탈가스 양을 알 수 있다. 정적인 시스템이나 공정에서 유용한 방법이다. 그러

나 실제 고진공 응용 시스템에서는 배기를 계속해 가면서 공정을 진행시키는 것이 대부분이며, 밀폐시스템인 경우라도 고진공 응용 제품이라면 게터(*getter*)등을 사용하여 계속 배기를 하게 된다. 그러므로 실제 고진공 응용 상황과 비슷한 조건을 감안한다면 *throughput* 측정법으로 탈가스를 측정하는 것이 좋다. 이 방법은 일정한 조건으로 배기를 시키면서 탈가스를 측정하는 것으로 측정 상황이 실제 응용 상황과 비슷해지므로 훨씬 유용한 정보를 얻을 수 있다.

*Throughput* 측정 법으로 탈가스를 측정하는 경우에는, 콘덕탄스값을 측정하거나 계산이 가능한 형태의 배관재료를 통해 시료와 펌프를 연결한다. 가장 많이 쓰이는 것이 오리피스(*orifice*) 형태이다. 진공용기와 펌프 사이를 오리피스나 관(*tube*)으로 연결하여 일정한 콘덕탄스(*conductance*)를 준 경우 총 기체 유입량 *Q*는

$$Q = C(P_1 - P_2)$$

식을 만족한다. 이때 *C*는 콘덕탄스 값이고 *P*<sub>1</sub>과 *P*<sub>2</sub>는 오리피스나 관 양단의 압력이다. 용기자체의 투과나 누출에 의한 기체 유입이 무시할만한 경우라고 가정하면 시료로부터의 탈가스 양 *K*는 *Q = KA*의 식에서 총 기체 유입량을 시료의 표면적 *A*로 나누어 얻을 수 있으며 시간에 따른 기체 유입량값의 변화로부터 탈가스율을 얻을 수 있다. 시료와 펌프사이에 넣는 오리피스나 관의 콘덕탄스를 상대적으로 작게 설계하면, 펌프의 배기 속도 변화에 의한 영향과 챔버 내 압력구배를 줄일 수 있는 효과가 있어 정확한 탈가스 측정에 도움이 된다. 이런 경우 오리피스나 관의 콘덕탄스가 다른 배관의 콘덕탄스나 펌프 배기 속도 *S*보다 아주 적어지므로, 시료 위치에서의 유효 배기 속도 *Se*는 오리피스 콘덕탄스 *C*에 의해 결정되며 *throughput Q*는 잘 알려져 있는 바와 같이 유효배기 속도 *Se*와 챔버 압력 *P*를 곱한 식으로 표시 된다.

$$Q = SeP$$

유효배기 속도 *Se*는 시료가 위치한 곳에서의 배기 속도로서, 펌프의 배기 속도를 *S*라하고 펌프와 시료사이의 콘덕탄스를 *C*<sub>1</sub>, *C*<sub>2</sub>, ... 라고 할 때

$$1/Se = 1/S + 1/C_1 + 1/C_2 + \dots$$

의 관계가 있다. 유효배기 속도는 계산을 하거나 적당한 교정 방법을 써서 측정한다. 어떤 특정한 기체의 탈가스

양이나 탈가스율을 알고자 할 때는 그 기체에 해당하는 부분압(partial pressure)을 QMS로 측정하고 기체의 유효 배기속도를 곱해주면 된다. 물론 이 QMS의 감도도 교정되어야 한다. 일반적으로 탈가스를 측정하고자 하는 시료자체로 진공용기 전체를 꾸미는 것이 가장 바람직하다. 그러나 시료로 용기 전체를 만드는 것은 비용이 많이 들 뿐 더러 가공성과 다른 부품과의 연결성에 문제가 있다. 용기 전체를 만드는 것이 여의치 않으면 탈가스가 상대적으로 적은 진공용기안에 시료를 넣고 측정하는 방법을 생각할 수 있다. 이때는 진공용기로 부터의 탈가스는 시료에서 나오는 탈가스량 보다 상대적으로 적어야 하며 시료의 탈가스 성질을 방해하지 않아야 한다. 또한 시료 외의 부분 즉 진공용기나 기타 부속물로부터의 탈가스 특성이 정확하게 파악되어 있어야만 한다. 시료를 진공용기 내에 넣고 실험할 경우, 용기 자체의 탈가스 양이 시료의 그것에 비해 무시할 만 하지 않다면, 용기자체의 탈가스만을 미리 측정하여 이를 빼주고 시료만의 throughput을 취하여 계산하는 방법도 있다[2].

상온에서의 측정뿐 아니라 온도를 변화시켜가면서 탈가스 특성을 측정할 수 있는 thermal desorption spectroscopy(TDS) 기술은 여러 모로 유용하게 쓰일 수 있다 [3-4]. TDS는 고체표면에서 기체들이 표면 온도 변화에 따라 탈착되는 스펙트럼을 측정함으로써 표면상태를 분석하는 기술이다. 다른 분석방법과는 달리 국부적인 분석이 아니고 열을 받는 시료전체로 부터의 반응을 관측하게 되며 열에 의해 증폭된 신호를 받는 것이므로 상온에서라면 너무 적어서 측정이 어려운 적은 양의 탈가스 혹은 탈착(desorption) 측정이 가능하다. 이때 측정기로 기존의 진공계뿐 아니라 질량분석기(mass spectrometer)를 이용하면 기체종류를 분리하여 온도별 기체 방출율이나 탈착 에너지를 측정할 수 있다. TDS는 열로서 시료 전체의 정보를 증폭시켜 얻을 수 있을 뿐더러, 신호 검출기로 감도가 좋은 질량분석기를 이용하므로 다른 방법으로는 잡을 수 없는 미세한 오염원까지를 검출해 낼 수 있어 크게 두 분야에서 각광을 받고 있다. 그 첫 번째는 탈가스를 제어하는 기술을 얻고자 하는 분야이다. 극고진공을 실현시키는 것은 펌프의 성능향상이나 누출(leak) 억제만으로는 얻어질 수 없으며 펌프나 진공용기로 부터의 탈가스를 제어해야한다. 초순수 공정의 실현여부도 기계 및 부품 재료로부터의 탈가스를 줄이지 않고는 어렵다. 이에 따라 낮은 탈가스 특성을 갖는 재질개발 및 처리과정 연구가 활발하게 진행되고

있는데 TDS는 가장 효과적인 평가 수단으로 쓰이고 있다. 1980년 후반부터 주로 일본을 중심으로 금속 및 진공재료에 대해 다양하게 생산 공정 및 표면처리 공정변화를 시도하면서 이에 대한 TDS 측정 연구를 통해 낮은 탈가스 특성을 갖는 물질을 개발하고 평가하는 연구가 활발히 진행되고 있다[5-7]. 두 번째 응용분야는 TDS가 기체 흡탈착 미세량까지도 분석할 수 있으며 그 값이 정량화 되고 시료의 기하학적인 모양에 덜 영향을 받는다는 장점을 이용한 것으로 화학적 청정도, 고집적 소자(device) 제조 공정에서의 오염원 분석등에 이용된다. 미세한 불순물 오염이나 기체 흡착이 바로 불량품 양산으로 이어지게 되므로 처리 환경이나 처리 공정에 대한 분석에 이 기술이 사용되는데 그 대표적인 예가 반도체 생산공정 평가부분이다[8-11].

위의 두 경우 외에도 대부분의 진공 시스템은 그 자체 내에 진공계기 등 열원을 가지고 있으며 응용 온도가 고온일 경우가 많다. 이런 경우처럼 생산공정이나 장비 운용시 직접적으로 열에 의한 영향을 받는 진공 시스템에 사용될 재질의 경우 TDS는 매우 유용한 분석수단이 된다. CRT제조는 탈가스 현상이 상품 수명과 품질에 직접적인 영향을 미치는 경우이다. CRT 제조과정에서는, 진공 배기와 탈가스 처리, 봉착 등의 생산과정에서, 시간에 따라 온도를 변화시키면서 진공 배기하는 공정을 이용하고 있다. TDS는 이 생산 공정의 최적 조건을 찾는 가장 기본적이면서도 직접적인 분석기술이 된다[12]. TDS로 부터 얻는 정보- 온도별 탈착 기체 종류, 탈착량, 탈착 에너지, 시간에 따른 탈착률 변화 등등-는 매우 유용하다. 예를 들어 300°C로 1시간 배기하는 것과 400°C로 30분 배기하는 것 어느 쪽이 그 공정에서 없애야 하는 기체 배기에 효과적인지 하는 직접적인 비교가 가능하다. TDS측정시 QMS를 이용하여 각 기체의 부분압을 측정하면 바로 이때 각 온도에서의 기체별 탈가스율을 구할 수 있다. TDS spectrum에서 기체 각각의 탈가스율 K는 다음 식으로 구해진다.

$$Q = KA = (a - b) \times sen^{-1} \times Se \quad (1)$$

여기서

a: QMS 신호 전류값(A)

b: back ground에서의 신호전류값(A)

sen: QMS의 그 기체에 대한 감도

즉 단위 압력변화 당 신호전류 변화비(A/Pa)

Se: 유효배기속도(Pa l/s)

이다. 단위면적 당 총 기체방출량은 위의 K값을 시간에 따라 적분해 주므로 써 구할 수 있다.

### 3. 측정 장치 설계 및 제작

#### 3.1 측정 시스템의 구성

탈가스 및 TDS 실험장치를 꾸미는데 있어 몇 가지 고려하여야 할 사항들이 있다. 우선 시료 외 다른 부분으로부터의 기체 탈착이 최소화되어야 한다. 이를 위해서는 가능한 한 도달 진공도를 낮추어야하고 시료 온도를 상승시킬 때 시료 이외의 부분이 데워지는 것을 막아야 하며 back ground 상태에서의 기체 탈착량을 알아두는 것이 필요하다. 또한 오리피스 등을 써서 배기속도 변화에 의한 영향을 배제하는 것이 좋은 실험조건이 된다. 측정 중에는 배기속도가 일정하게 유지되어야 하되, 측정 감도와 시료의 탈착정도에 따라 원하는 배기속도를 조절 한 후 고정시킬 수 있으면 더 좋다. 시료가 CRT 부품인 경우에는 다량의 유기 용매와 형광체로부터 다양한 성분들이 많이 탈가스 된 후 주위에 재 흡착되어 측정 시스템을 오염시키기 쉽다. 이 성분들이 측정 장치 자체를 오염시키는 것을 최대한 막아야 하고, 실험과정

에서 오염된 부분은 쉽게 제거 혹은 세척 할 수 있어야 하며 먼저 실험한 시료로부터의 흡탈착이 다음 측정에 영향을 주지 않도록 관리 할 수 있어야 한다. TDS 측정 시스템은 진공 장치와 시료온도 조절 장치 그리고 탈가스 측정 장비 크게 세부분으로 나눌 수 있으며 진공 시스템은 다시 측정 챔버, 시료 챔버로 나눌 수 있고 각 부분에 독립된 배기 시스템이 필요하다. TDS 실험의 전체 개략도를 그림 1에 보였다.

#### 3.2 측정장치 설계 및 제작

##### 3.2.1 진공 장치 설계 및 제작

측정 챔버는 13.25" 실린더형으로 상부에 QMS(quadrupole mass spectrometer) 센서부와 가변 콘덕탄스 조절을 위한 feedthrough를 부착하고 위아래 챔버 사이에 그림 2와 같은 가변 오리피스 판을 내장하였다. 오리피스 판은 8" 플랜지 가운데를 고진공 쪽의 구멍 직경이 30 mm가 되도록 60° 각도로 구멍을 뚫은 것으로 그 위에 알루미늄으로 가공한 원추를 linear motion feedthrough에 연결하여 원추의 위치를 조절함에 따라 기체 흐름 콘덕탄스를 바꿀 수 있도록 하였다. 가변 오리피스는 유효 배기속도를 조절 할 수 있으며 필요한 경우 떼어 낼 수도 있다. 오리피스판 두께는 1.5 cm로 하였다. 오리피스 크기는 전체 유효배기속도를 수 1/s에서 100 1/s정도까지 변화시킬 수 있는 크기로 콘덕탄스의 이론적 계산[13]을 바탕으로 결정하였으며 실제 적용시의 추 위치 변화에 따른 유효 배기속도는 실험을 통해 결정하였다. 가변 오리피스 판은 진공챔버 내부에 연결되므로 연결에 사용한 나사는 나사 산 일부를 방전 가공하여 걸보기 누출이 생기지 않도록 하였다. 아래 챔버

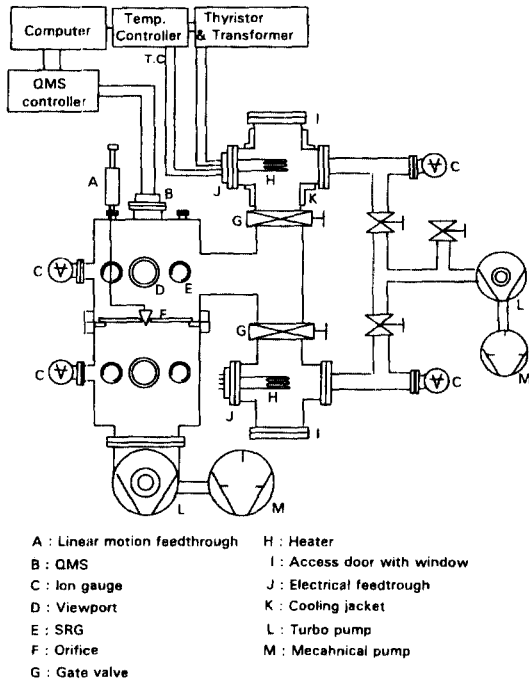


그림 1. TDS system.

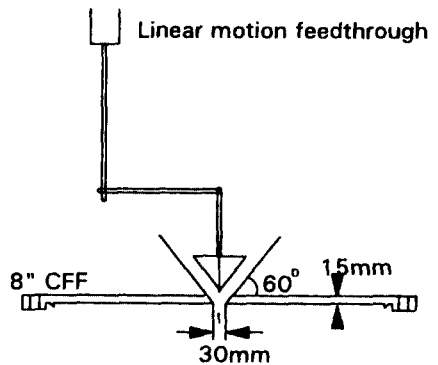


그림 2. 가변 콘덕탄스 장치.

하단 부는 8" 포트에 터보 분자펌프(turbo molecular pump, Alcatel 5400)와 연결 되도록 하였다. 위아래 챔버는 포트 위치 및 크기를 대칭이 되도록 만들어 QMS head나 진공 게이지의 위치를 대칭으로 옮겨 달아줄 수 있도록 하였다. 챔버 높이는 위 아래 각각 30 cm로 하였다. QMS head의 이온원(ion source) 부분이 내접 면에 오도록 포트 높이를 배치하였으며 오리피스 위 부분과 아래부분 대칭되는 위치에 있는 2.75" 프랜지에는 stabil ion gauge(Granville Phillips)를 달아 챔버의 압력을 측정하는데 사용하였다. 또 다른 2.75" 포트에는 가변 리크 밸브를 달아 가스주입을 할 수 있도록 하고, 후면의 4.5" 포트에는 투시 창을 달아 내부의 상태를 눈으로 확인 할 수 있도록 하였다. QMS 교정 시에는 다른 2.75" 포트에 Spinning Rotor Gauge(SRG)를 달아 QMS 지시 값과 SRG 값을 직접 비교 할 수 있었다. 배기 펌프의 표시 배기속도는 400 l/s이다.

시료 챔버는 두개를 대칭형으로 제작하였다. 두개의 시료 챔버에 각각 6" 게이트 밸브(gate valve)를 달고 Tee 프랜지로 측정 챔버와 연결 되게 하여 두개의 시료 챔버를 교대로 사용할 수 있도록 하였다. 시료 챔버는 6" 와 4.5" cross 형태로 시료를 넣는 쪽은 6" 투시창 겸 용 투입 문을 달아 폭 7 cm 크기의 시료까지 쉽게 넣고 뺄 수 있도록 하였으며 온도 상승시 시료의 상태확인도 쉽도록 하였다. 시료 챔버 2개는 측정챔버와 게이트 밸브를 이용하여 분리시킬 수 있으며 별도의 펌프를 이용 배기시킨다. 시료로부터의 탈착된 기체가 직접 QMS에 닿아 오염시키는 것을 막기 위해 시료 챔버와 측정 챔버는 직각으로 연결하였지만, 게이트 밸브를 지난 곳까지 시료를 밀어 넣을 수 있으므로, 탈가스가 아주 적거나 감도를 좋게 해야 할 경우에는 측정챔버와 직접 연결되도록 시료를 장착 할 수도 있다. 두 개의 시료 챔버에는 각각 시료의 온도 조절 및 측정을 할 수 있는 heating stage와 압력 측정을 위한 이온 게이지(Granville-Phillips)가 달려있으며 2.75" 금속밸브를 통해 펌프와 연결하였다. 시료를 고온으로 오래 유지할 경우 챔버 벽이 뜨거워지면서 생길 수 있는 탈가스를 막기 위해, 시료 챔버 한 개는 냉각 자켓이 있는 이중벽 형태로 제작하여 냉각수를 흘려 주므로 써 챔버 벽의 온도 상승을 막도록 하였다. 측정해야 할 부품 소재가 유리로 비전도성 물질인데다 열전도도가 낮으므로 99.97% 순도의 텅스텐 선으로 자체 제작한 히터를 이용하여 온도를 상승시킬 수 있도록 설계하였다. 시료의 온도는 R형 열전대

를 시료 중간에 접촉시켜 측정하였으며 온도를 지시함과 동시에 이를 P.I.D 온도조절기(Eurotherm 818)와 thyristor(Eurotherm 425) 그리고 transformer에 연결하여 시료에 가해지는 전압을 조정하도록 구성하였는데 이 시스템을 이용하여 600°C까지 온도를 조절할 수 있었다. 온도 조절기는 목표온도, 분당 온도변화율, 목표온도 도달후 유지 시간을 8단계까지 입력시킬 수 있으므로, 예를 들어 400°C까지는 분당 15°C씩 400°C부터 440°C까지는 분당 6°C씩 440°C에 도달하면 20분간 유지후 분당 20°C씩 식히는 등 연속적인 온도 조절을 program 해두면 program된 온도와 열전대로부터 입력되는 온도와의 차이에 따라 thyristor 출력을 조절하는 방식으로 작동된다. 이 온도 조절기에는 매초 단위로 program된 온도와 현재의 온도값이 나란히 지시되는데 본 연구에서 사용한 분당 온도 상승률 조건인 분당 1내지 60°C까지의 온도 상승률을 입력 적용했을 경우에는 그 값 차이가  $\pm 1^\circ\text{C}$  이상 벗어나지 않을 만큼 잘 조정되었다. 이렇게 온도 상승률을 직선적으로 잘 조절하기 위해서는 연결된 heater의 특성에 맞추어 온도 조절기의 제반 parameter들 - 적분시간, 미분시간, 출력 cycle, 상하 cut-back value 등- 이 잘 맞추어져야 한다. 본 실험의 경우에는 P.I.D 온도조절기의 자동자기 동조 기능을 이용하여 최적의 parameter를 설정하였다. Thyristor 출력을 직접 히터에 연결해도 되지만 transformer를 거쳐 한 번 전압강하를 시킨 후 연결하였는데 transformer를 이용하는 경우는 온도 조절을 위한 전압을 보다 미세 조절할 수 있기 때문이다. 시료의 온도를 감지한 P.I.D 온도 조절기에서 미리 프로그램 되어 있는 온도에 맞게 thyristor의 출력을 조절하면 이 출력 값이 transformer를 통해 일정한 비율로 감압된 후 히터에 인가된다. 이때 열전대는 시료 중간 윗면에 접촉되도록 하였는데 R형을 썼으므로 유연하여 쉽게 원하는 위치에 위치시킬 수 있었다.

### 3.3 시스템 특성조사

#### 3.3.1 이온 게이지 교정

정량적인 탈가스 측정을 위해서는 측정에 사용한 압력계의 정확도와 안정도가 좋아야한다. 측정챔버 및 시료 챔버에 부착시킬 두 개의 이온 게이지에 대해 고진공 표준기인 동적 교정 시스템으로 교정하였다[14]. 두 개의 이온게이지 교정 결과를 그림 3에 보였다. 여기서 X축은 진공표준기인 동적 교정 시스템장치에서 발생시킨 표준압력이며 Y축은 그때의 게이지 지시압력을 표

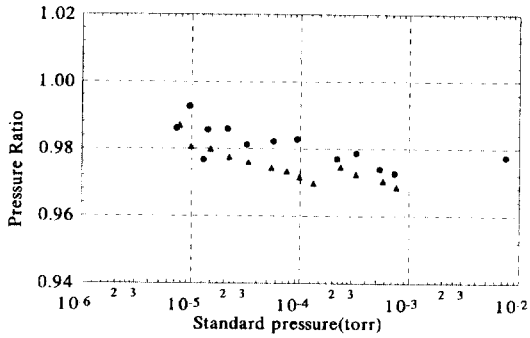


그림 3. Ion gauge 교정결과.

준압력으로 나눈값으로 완벽한 게이지라면 1이 나오는 값이다. Circle로 표시된 것은 측정챔버에 부착된 이온 게이지의 측정값이며 triangle로 표시된 것은 시료챔버에 부착된 이온게이지의 교정결과이다. 그림 3에서 보듯이 보통 수십 %의 오차를 보이는 기존의 이온 게이지 보다는 훨씬 정확하여  $10^{-1} \sim 10^{-3}$  Pa 영역에서는 표준압력과 지시압력과의 압력 비는 0.97~0.99로 정확도가 3%이내였으며 scattering도 아주 적고 직선성(linearity)도 우수함을 알 수 있었다.

3.3.2 QMS 감도측정

시료로부터의 기체 종류별 탈가스를 정량적으로 알기 위해서는 QMS의 기체별 감도를 알아야 한다[15]. QMS 감도측정을 위해 측정챔버에 Spinning Rotor Gauge(SRG)를 달았다. SRG는 기체 종류가 바뀌더라도 특성변화가 거의 없으며 정확도가 좋으므로  $10^{-1} \sim 10^{-4}$  Pa 영역의 진공 교정용 표준기로 쓰이고 있다. 이 실험에 사용한 SRG는 Leybold Heraus사의 Viscovac VM212 model 로서 고진공 국가 표준기로 교정한 결과 uncertainty가 1%이내인 계기이다. 질소, 아르곤, 수소, 산소, 이산화탄소, 일산화탄소, 메탄가스에 대한 QMS 감도를  $10^{-1} \sim 10^{-5}$  Pa 영역에서 압력 범위별로 구하였다. QMS 감도는 압력변화에 대한 주 피크만의 전류 지시값 변화를

표 1. 기체별 QMS 감도 ( $1 \times 10^{-5}$  Pa 영역)

기체	감도(A/Pa)
CO	$5.4 \times 10^{-5}$
CH <sub>4</sub>	$4.0 \times 10^{-5}$
O <sub>2</sub>	$5.6 \times 10^{-6}$
CO <sub>2</sub>	$2.9 \times 10^{-5}$
N <sub>2</sub>	$3.6 \times 10^{-5}$
Ar	$2.2 \times 10^{-5}$
H <sub>2</sub>	$2.3 \times 10^{-4}$

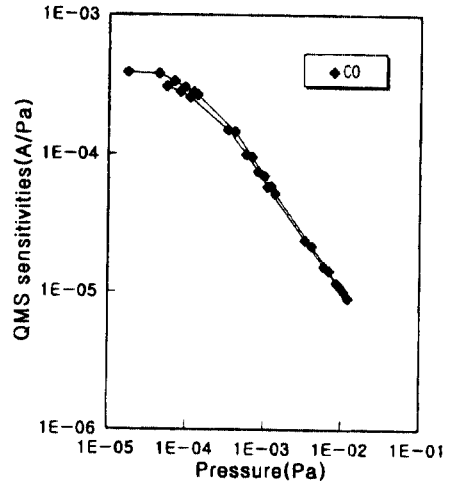
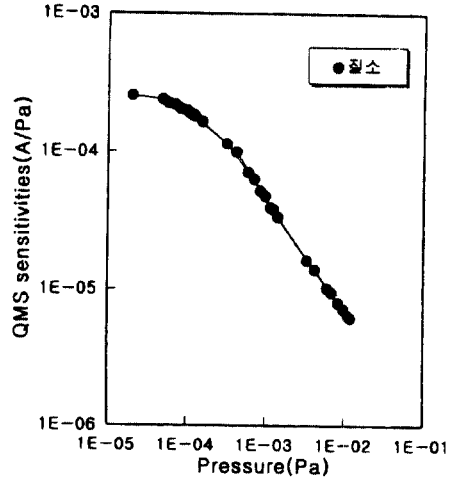


그림 4. 질소와 CO에 대한 압력별 QMS 감도변화.

측정하는 방식을 사용하였다. 표준압력은  $10^{-1}$  Pa 이상에서는 SRG로, 그 이하에서는 교정된 stabil 이온 게이지로 측정하였다.  $1 \times 10^{-3}$  Pa 근처에서 측정된 기체별 감도를 표 1에 정리하였다. 측정에 사용된 QMS는 압력이 높아질수록 감도가 적어지고 고진공이 될수록 감도가 좋아지는 경향을 보였다. 압력변화에 따른 QMS 감도 변화예로 질소와 CO의 경우를 그림 4에 보였다.

3.3.3 시스템의 유효 배기 속도 측정

1) 유효 배기 속도 측정방법

시료로부터 탈착된 기체들은 시료챔버와 측정챔버를 거쳐 오리피스를 통해 배기된다. 시료로부터 나온 탈가스를 정량화 하기 위해서는 유효 배기속도도 알아야 하는데 유효 배기속도는 펌프의 배기속도 및 시료와 펌프

사이의 콘덕탄스에 의해 결정된다. 제작된 시스템을 단순한 부품의 연결로 보고 각 부분을 계산하는 방법으로 콘덕탄스를 구할 수 있지만 계산으로 콘덕탄스를 구할 수 있는 모양은 원형구멍, 관, 콘 등 몇 가지로 제한되어 있으므로 본 연구에서는 값을 알고 있는 유량 Q를 흘려 주면서 유효배기속도를 실험적으로 구하였다. 이 방법은 모양이나 구조에 관계없이 실제적인 유효 배기속도를 구할 수 있는 장점이 있으며 TDS 실험장치의 경우 시료로부터 발생된 가스의 양을 아는 것이 목적이므로 시료 위치에 정확한 기체량을 주입시킬 수 있는 유량계를 대체 연결하여 측정한다면 가장 정확한 유효배기속도를 알 수 있다. 다만 이 방법은 정확한 유량을 줄 수 있는 시스템이 필요한 것이 문제가 된다. 고진공에서 사용하는 콘덕탄스 측정에는 10<sup>-1</sup> Pa l/s보다 작은 유량조절 장치가 필요하며 이 유량조절 장치 역시 반드시 교정된 것이어야 한다. 시스템의 콘덕탄스 및 유효 배기속도 측정을 위해 우선 standard leak를 이용한 미세 유량 조절장치를 제작하였다. Standard leak는 유리로 만든 모세관으로 유량을 조절하게 되어있는 Yokogawa 제품으로 이 관의 고압쪽 인가 압력을 조절하므로써 유량 Q를 조절할 수 있다. 고압쪽 압력 측정은 교정된 10,000 torr 용량의 capacitance diaphragm gauge(CDG)로 읽도록 하였다. 이 미세 유량 조절 장치를 본 연구실에서 보유하고 있는 진공 표준 시스템에 붙여 표준기용 유량계 [16]로 교정하면서 고압쪽 압력(CDG 지시치)과 유량과

의 관계를 구하였다. 교정이 끝난 미세유량조절장치를 바로 시료 챔버 문 부분에 그림 5처럼 장착하였다. 이런 상태에서 TDS 실험시 시료로부터 발생하는 탈가스 대신 미세 유량 조절 장치로부터 정확한 양의 유량 Q를 흘려 주면서 시료챔버 압력 P<sub>1</sub>과 하단 압력 P<sub>2</sub>를 구하면 이 관계로부터 실제 TDS 실험조건과 같은 상태에서의 유효배기속도측정이 가능하다. CDG 지시압력이 x torr 일 때 유량조절장치에서의 유량 Q<sub>x</sub>는 표준기에서 측정된 data를 이용해 알 수 있다. 이 유량 Q<sub>x</sub>와 시료챔버 자체로부터 생긴 탈가스 Q<sub>0</sub>는 시료챔버를 거쳐 가변 오리피스스를 통해 배기된다. 이때 시료 위치로부터 오리피스 밑단까지의 콘덕탄스를 C라 하면

$$Q_x + Q_0 = C(P_{1x} - P_{2x})$$

식이 성립된다.

CDG 압력이 y로 조절되었을 때 역시 같은 식이 성립한다.

$$Q_y + Q_0 = C(P_{1y} - P_{2y})$$

두식을 빼면

$$Q_x - Q_y = C(P_{1x} - P_{2x} - P_{1y} + P_{2y}) \tag{2}$$

의 식이 성립하며 이 식에서 C를 제외한 Q<sub>x</sub>, Q<sub>y</sub>, P<sub>1x</sub>, P<sub>2x</sub>, P<sub>1y</sub>, P<sub>2y</sub> 모두 측정되는 값이므로 콘덕탄스 C를 측정할 수 있다. 물론 이 실험의 정밀 정확도를 높이기 위해서는 Q값이 정확해야 하며 P<sub>1</sub>과 P<sub>2</sub>를 측정하기 위한 계이지는 정확도는 중요하지 않으나 반복성과 직선성이 좋아야 한다. 이번 실험의 경우 미세유량조절 장치를 교정하고 바로 그 측정값을 사용하여 정확도를 높였으며, P<sub>1</sub>과 P<sub>2</sub> 측정용 계이지는 stabil 이온 계이지로 위의 교정결과에서 보듯 직선성이 우수한 것을 확인하고 사용하였다.

이번에 제작된 TDS장치의 경우 가변 콘덕탄스를 갖도록 제작되었으므로 linear motion feedtrough의 위치에 따라 콘덕탄스가 바뀌게 된다. 네 위치에서의 콘덕탄스를 측정하였다. Linear motion feedtrough의 높이가 23.5 mm, 33 mm, 43 mm, 67 mm로 조정되었을 때 측정된 콘덕탄스는 질소에 대해 각각 2.3 l/s, 22.8 l/s, 56.7 l/s, 95.0 l/s 이다. 각각의 경우 터보 분자 펌프의 질소에 대한 배기속도 400 l/s를 감안하면 2.3 l/s, 21.6 l/s, 49.7 l/s, 76.8 l/s의 유효 배기속도를 갖는다.

#### 4. CRT 부품의 탈가스 특성 조사

제작된 시스템을 이용하여 탈가스 특성을 조사한 예

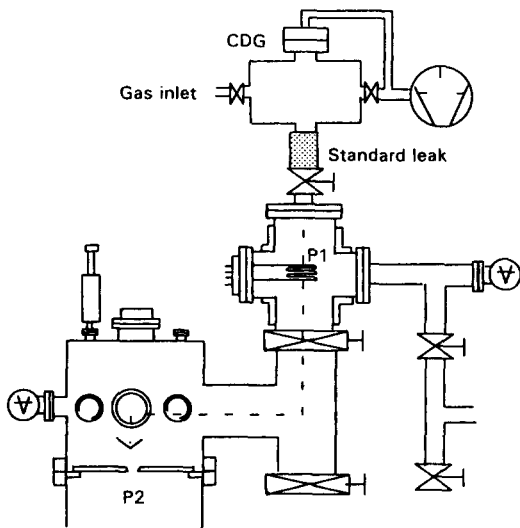


그림 5. Standard leak를 이용한 유효 콘덕탄스 측정장치.

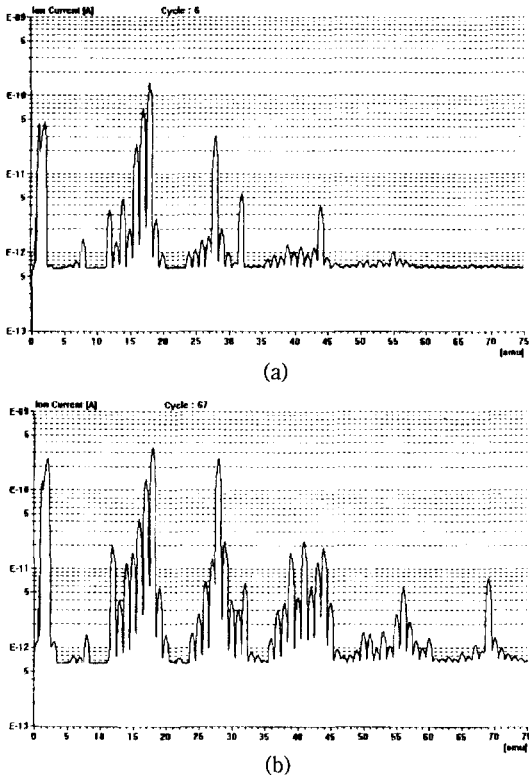


그림 6. CRT 부품에서의 탈가스 측정 spectrum 예. (a) 36°C (b) 440°C

몇 가지를 실었다. 그림 6은 CRT 개발 공정중의 한 시료에서 36°C와 440°C에서 나오는 탈가스 스펙트럼의 한 예이다. X축은 m/e값으로 기체 종류를 나타낸다. 그 온도에서 나오고 있는 기체 종류와 상대적인 양을 알 수 있음은 물론이고 피크 높이로부터 단위면적 당 탈가스를 구할 수 있다. 예를 들어 28 amu에서의 QMS 지시값이  $2.4 \times 10^{10}$ A 이므로, 이것이 모두 CO에 의한 것이라고 가정하고 CO에 대한 QMS sensitivity  $5.4 \times 10^{-5}$  A/Pa, 유효배기속도 49.7 l/s, background인 상온에서의 지시값  $3 \times 10^{11}$ A를 넣어 계산해보면 outgassing rate는  $1.9 \times 10^{-4}$  Pa l/s( $1.45 \times 10^{-6}$  torr l/s)가 된다. 그림 7은 CRT생산공정에서 적용하고 있는 온도 상승률에 따라 상온에서 440°C까지 온도를 변화시키면서 80회에 걸쳐 연속적으로 측정된 QMS 스펙트럼의 한 예이다. 그림 6와 같은 spectrum을 연속적으로 측정할 수 있으므로 기체별로 온도변화에 따른 연속적인 탈착특성과 outgassing rate를 알 수 있다. 즉 생산 공정에서 온도 변화에 따른 탈가스 특성을 기체 종류별로 알아볼 수 있으며

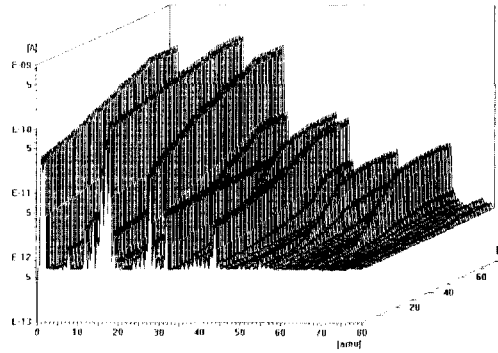


그림 7. CRT 부품 제작 공정에서의 탈가스 spectrum 연속 측정 예.

각 기체에 해당하는 신호곡선을 시간 축으로 적분하면 그 온도 공정에서의 해당 기체의 전체 방출량이 구해지므로 생산공정을 설계 하거나 평가하는데 직접적으로 응용할 수 있는 정보를 제공한다.

그림 8은 이온 게이지로 전체 가스의 온도별 탈가스를 변화를 CRT 부품 몇 가지에 대해 측정한 예이다. 여기서 탈가스는 유효배기속도를 질소인 경우로 가정하여 49.7 l/s를 적용하고 각 온도에서의 압력은 시료 챔버에 연결된 stabil 이온 게이지의 정확도를 교정을 통해 확인 한바 있으므로 출력 값을 보정하지 않고 사용하였다. 측정된 값을 시료의 면적을 측정하여 나누어 주므로써  $1 \text{ cm}^2$  당 탈가스를 구하였다. 따라서 CRT 제품 전체

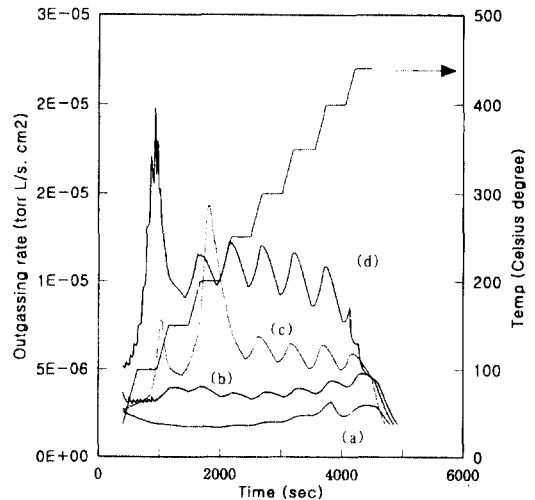


그림 8. CRT 제작 공정 중의 CRT 시료 여러 부분으로부터의 탈가스 측정예. (a) Panel (b) Funnel (c) Neck (d) Panel 오염부



로부터의 탈가스율은 이 값에 기하학적인 면적을 곱해 주면 된다. 여기서 Y축에 표시된 outgassing rate는 기체 종류를 가리지 않고 시료로부터 방출된 모든 기체들의 outgassing을 말한다. 엄밀하게 말하면 ion gauge는 기체 별로 감도차이가 있으며, orifice를 통한 유효배기속도차이 역시 기체별로 차이가 있으므로 이를 보정해 주어야 하나, 이 경우처럼 기체들이 혼합되어 있는 경우 이를 보정해 주기란 사실상 불가능하다. 그러므로 통상 탈착된 기체가 질소 혹은 CO인 것으로 간주하여 outgassing rate를 표시하게 된다. 그림 8에서 보이는 outgassing의 주 요인이 되는 기체 성분과 그 조성비는 시료들마다 다르므로 정확한 측정값 비교는 어렵지만 대략적인 비교는 가능하다. 전 온도구간 동안의 전체 탈가스량은 위의 값들을 시간에 대해 적분함으로써 구할 수 있다. 그림 8에서 100°C에서 440°C 까지 온도를 변화시킨 3930초 동안, 기름 얼룩이 있는 panel 가장자리의 경우 1 cm<sup>2</sup>당 총 기체방출량은 58.52 Pa l/s(0.44 torr l/s)였으며 상대적으로 깨끗한 panel 중앙부의 경우에는 2.0 Pa l/s(0.015 torr l/s)로 공정중 부주의로 만들어진 오염물이 약 30배 정도의 탈가스를 유발시킴을 확인할 수 있었다. 여기서 outgassing의 주 원인이 되는 기체는 탄화수소들이었다. 그림 8의 경우는 분당 16°C씩 440°C까지 온도를 상승시키되 100°C, 150°C, 200°C, 250°C, 300°C, 350°C, 400°C, 440°C에서 각각 5분을 유지하도록 하고 얻은 data이다.

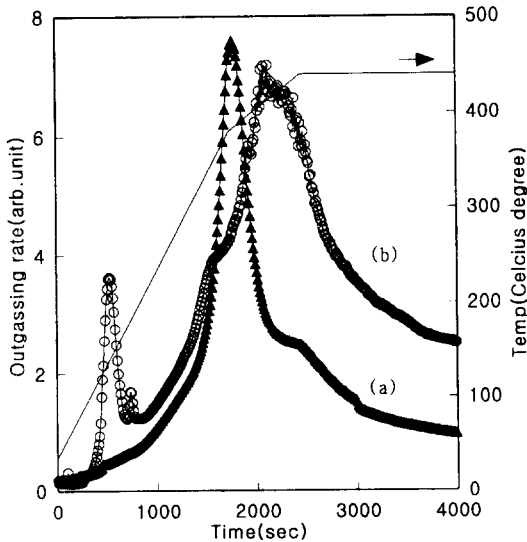


그림 9. 제조공정 조건이 다른 panel 시료로부터의 탈가스 비교. (a) 시료 1 (b) 시료 2

그림 9는 제작 방법을 달리한 panel 시료 2종에 대한 outgassing 비교치이다. 이 그림 역시 기체 조성에 관계 없이 outgassing되는 모든 기체들에 의한 압력 변화를 ion gauge로 측정하여 구한 값이다. 실제 생산시 봉착공정에 맞추어 400°C까지는 분당 16°C씩, 그후 440°C까지는 분당 5°C씩 상승시킨 후 440°C에서 15분간 유지하고 분당 20°C씩 하강시켰다. 그림에서 보듯이 시료 1의 경우 400°C 이상에서 급격하게 탈가스가 줄어드는데 비해 시료 2는 탈가스 감소속도가 훨씬 느리며 상대적으로 많은 탈가스가 계속되고 있음을 볼 수 있다. 이런 data는 실제 생산공정과 똑같은 조건에서 구한 것이므로 의미가 있다. 시료 1의 경우 400°C 부근에서 outgassing이 최고로 많아지지만 440°C까지 온도를 천천히 올리고 유지하는 과정에서 outgassing은 급격하게 감소한다. 따라서 이 온도에서의 frit을 이용한 panel과 funnel 봉착과정에 별 문제가 없었다. 그러나 시료 2의 경우에는 봉착이 이루어지는 같은 온도구간에서의 outgassing이 많으므로 봉착과정에서 불량률이 날 소지가 많다. 이런 시험을 하면서 QMS로 그림 6와 같은 spectrum을 받아 분석하므로써, 고온에서 탈가스 되고 있는 성분이 무엇인지 불량의 요인이 되는 재료가 무엇인지를 알아볼 수 있으므로 문제가 되는 원료를 찾아낼 수 있었다.

위의 측정 예에서 보듯 이번에 제작된 시스템으로 여러 종류의 정보를 얻을 수 있다. 우선 봉착 및 배기시간에 결정적인 영향을 주는 탈가스 양과 기체 종류를 알 수 있으며 원인이 되는 재료나 물질을 찾아 낼 수 있다. 또한 배기 시간이나 공정온도 조절을 위한 직접적인 data로 응용하므로써 생산성 향상 및 품질 향상에 기여할 수 있다. 생산공정을 변경하거나 사용재료를 변경하였을 때 생길 수 있는 문제점을 예측할 수 있으며 문제가 되는 곳을 지적해 낼 수도 있다.

### 5. 결 론

CRT부품으로부터의 탈가스를 온도를 변화 시켜가며 측정할 수 있고, 시료의 열 탈착 특성을 측정할 수 있는, TDS 측정 장치를 설계 제작하였다. 제작된 시스템은 유효배기 속도를 조절할 수 있는 진공 장치와 시료의 온도조절 장치, 탈가스 측정 장치로 구성되어 있다. 제작된 시스템의 최저 도달 진공도는  $1 \times 10^{-7}$  Pa 이하였고 가변 콘덕탄스를 채택하여 유효 배기 속도를 조절할 수 있도록 제작되었다. 가변 콘덕탄스 위치 조절에 따른

시료위치에서의 유효배기 속도를, 측정을 통해 구하였다. 텅스텐 히터와 온도조절기를 이용하여 시료의 온도를 600°C까지  $\pm 1^\circ\text{C}$  이내 오차로 조절 할 수 있었으며 온도 상승률도 조절할 수 있었다. 측정계기로 사용한 이온 게이지와 quadrupole mass spectrometer의 감도를 측정하여 정량적인 측정을 할 수 있도록 하였다. 제작된 시스템을 CRT 공정분석에 적용할 수 있었으며 일부 측정 예를 보였다.

### 참고문헌

1. American Vacuum Society Standard AVS 9.1.
2. N. Ota *et. al.*, *J. Vac. Sci. Technol.* **A9**, 2771 (1991).
3. J. T. Yates, Jr, *The Thermal Desorption of Adsorbed Species* in "Solid state Physics; Surfaces", (Academic Press, Inc. 1985).
4. P. A. Redhead *et. al.*, *The Physical Basis of Ultrahigh Vacuum*, (American Institute of Physics, New york, 1993) pp. 355-366.
5. A. Ebata *et. al.*, *眞空*, **35**, 173 (1992).
6. Y. H. Shin *et. al.* *Vacuum*, **47**, 679 (1996).
7. Y. Ishikawa and T. Yoshimura, *J. Vac. Sci. Technol. A* **13**, 1847 (1995).
8. M. C. Flower *et. al.*, *Surface Science* **343**, 133 (1995).
9. Y. Saito, T. Kubota, *Jap. J. Appl. Phys.* **35**, 1846 (1996).
10. N. Hirashita *et. al.*, *Appl. Phys. Lett.* **56**, 451 (1990).
11. 신용현 등, TDS를 이용한 정량적 기체흡착 측정기술 개발, (한국표준과학연구원, KRISS-97-072-IR, 1997).
12. F. Sciuccati *et. al.* *Vacuum* **38**, 847 (1988).
13. L. Fustoss, *Vacuum* **37**, 75 (1987).
14. 정광화 등, 진공도 측정표준, (한국표준과학연구원, KRISS-88-11-IR, 1988) 2장.
15. 정광화 등, 초고진공 실현 및 진단기술개발, (한국표준과학연구원, KRISS-92-141-IR, 1992).
16. 정광화 등, 미세누출량 표준확립, (한국표준과학연구원, KRISS-94-079-IR, 1994).