

크라이오 펌프를 이용한 스테인레스 스틸 고진공용기 배기에서 2차 냉각판 온도와 용기 내부의 기체 부분압 관계

홍승수[†] · 임종연 · 신용현 · 정광화 · Ichiro Arakawa^{*}

한국표준과학연구원 진공센터, 대전 305-600

^{*}Department of Physics, Gakushuin University, Tokyo, Japan
(논문접수일 : 2004년 7월 7일)

The relations between second-stage temperatures and gases partial pressures at the stainless steel high vacuum chamber by cryogenic pumping

S. S. Hong[†], J. Y. Lim, Y. H. Shin, K. H. Chung, Ichiro Arakawa^{*}

Vacuum Center, Korea Research Institute of Standards and Science, Daejeon 305-600

^{*}Department of Physics, Gakushuin University, Tokyo, Japan

(Received July 7, 2004)

요 약

최근에는 진공공정에서 용기내의 청정도와 잔류기체의 부분압에 대한 관심이 높아지고 있다. 본 연구에서는 청정진공 발생에 많이 사용되고 있는 크라이오 펌프의 냉각판 온도에 따른 H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂(CO), Ar, CO₂의 부분압을 잔류기체분석기로 측정하여 비교하였다. 크라이오 펌프를 켜고 약 72분이 지났을 때 펌프의 냉각판 온도가 12 K에 도달하였으며, 25 시간이 경과하여 온도가 충분히 낮아졌을 때 부분압은 H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂, Ar, CO₂ 순으로 24.9 %, 6.6 %, 5.5 %, 2.2 %, 3.8 %, 30.7 %, 6.5 %, 6.1 %, 5.5 %, 8.2 %로 H₂와 H₂O 압력이 상대적으로 높은 것을 알 수 있었다.

주제어 : 크라이오 펌프, 잔류기체분석기, 부분압

Abstract

Recently, the importance of clean vacuum and partial pressure measurement of gas species has been increased in the vacuum process. In this study, the partial pressures of H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂(CO), Ar, CO₂ were measured by residual gas analyzer according to temperature of cryogenic pump which is used to clean vacuum generation and compared. The experimental results showed that the cryopanel temperature was reached to 12 K after 72 minutes of pumping and after 25 hours, the partial pressures in percent were 24.9 %, 6.6 %, 5.5 %, 2.2 %, 3.8 %, 30.7 %, 6.5 %, 6.1 %, 5.5 %, 8.2 % for H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂, Ar, CO₂ respectively. The dominant gases were H₂ and H₂O, and the partial pressures were relatively high compare to other gases.

Key Words : Cryogenic pump, residual gas analyzer, partial pressure.

1. 서 론

크리오 펌프 (이하는 펌프로 표기함)와 같은 배기장치에서 고체 표면의 온도가 충분히 낮아지면 표면에 입사한 기체는 액체 또는 고체가 되어 표면에 응축 (condensation)하므로 기체를 배기 할 수 있다. 기체가 응축하지 않더라도 고체의 표면온도가 충분히 낮으면 약한 인력이 작용해 기체분자를 한 두 층 흡착 (sorption)시킬 수 있으며, 온도가 낮으면 낮을수록 증기압이 낮아지고 기체가 표면에 머무르는 시간이 길어지므로 유효표면적이 큰 다공질 재료는 많은 기체를 흡착 할 수 있다 [1-3]. 저온펌프 (cryogenic pump)는 이와 같은 물리흡착에 의해 기체를 배기하는 펌프를 통칭하는 것으로 화학적인 결합에 의해 영구적으로 기체를 잡아놓는 게터펌프나 이온펌프와는 달리 온도를 올리면 기체를 다시 방출하므로 펌프가 포화된 후에는 재생 (regeneration)해서 사용할 수 있다.

펌프의 핵심 부품은 용기 안에 들어 있는 저온 냉각판 (cryopanel)으로 이를 극저온까지 냉각하면 물, 이산화탄소, 산소, 질소 등 증기압이 낮은 순서로 기체분자가 냉각판에 응축 및 흡착되고 이로 인해 공간 즉, 용기내의 기체분자수가 감소한다 [1]. 보통 물은 80 K에서 응축되고 질소, 산소, 아르곤 등의 기체는 15 K 금속 냉각판에 응축되며 수소, 헬륨, 네온 등은 증기압이 높아서 응축하지 않고 15 K 냉각판에 부착된 활성탄 (charcoal)에 흡착되어 배기된다. 펌프를 켜줄 때는 흡착으로 인한 배기와 반대로 진공용기 내부의 잔류기체 압력은 냉각판의 온도 상승으로 인해 증발된 기체의 부분압일 것으로 추정된다. 본 실험은 현재 반도체 제조 등 청정한 진공공정에서 초고진공이나 극고진공 배기용으로 널리 사용되고 있는 펌프의 냉각판 온도에 따른 기체별 배기 능력과 펌프를 켜줄 때 온도가 상승하면서 냉각판에 응축이나 흡착된 기체가 증발되어 용기내에 잔류하는 기체들의 부분압 변화를 보기 위하여 수행되었다. 따라서 이 연구 결과는 스테인레스 스틸로 가공된 진공공정에서 냉각판 온도만 모니터링하면 용기내의 잔류기체의 종과 양을 예측하는데 활용될 뿐만 아니라 저온면에서의 기체 흡탈착 특성과 초고진공이나 극고진공에 항상 잔류하는 수소 [4]의 운동

메카니즘 연구에도 이용될 것으로 기대된다.

2. 실험 방법

Fig. 1의 실험장치는 스테인레스 스틸로 가공된 진공용기 (vacuum chamber), 펌프 및 헬륨응축기, 냉각판 측정용 온도계, 고진공용 터보분자펌프 및 저진공용 로터리펌프, 열음극 전리진공계이지 (hot cathode ionization gauge), 잔류기체분석기 (residual gas analyzer, RGA), 그리고 용기 굽기 (bake-out)용 히터 등으로 구성되어 있다. 용기는 가운데의 13.25 인치 conflat flange (CFF) 오리피스 판을 중심으로 위 쪽의 교정용기 (calibration chamber)와 아래 쪽의 배기용기 (pumping chamber)로 분리되어 있는데, 이 용기는 오랫동안 초고진공표준기로 활용되어 오고

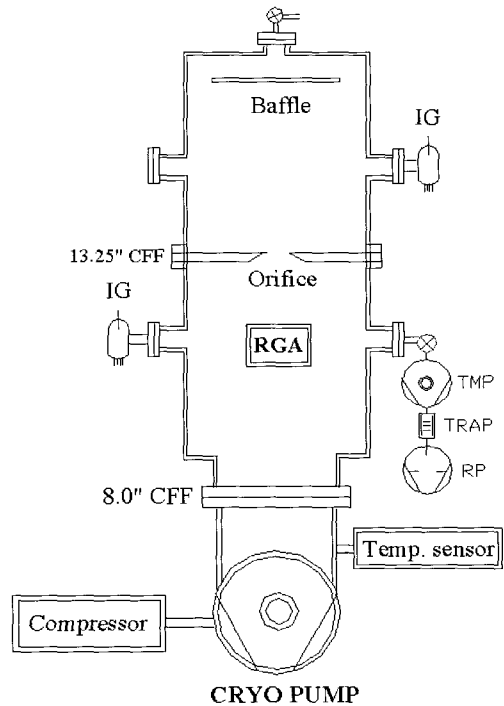


Figure 1. Schematic diagram of cryo pumping ultra-high vacuum system to measure partials pressure vs. cryopanel temperatures. Key abbreviations, IG: hot cathode ionization gauge; CFF: con-flat flanges; TMP: turbomolecular pump; RP: rotary pump; RGA: residual gas analyzer.

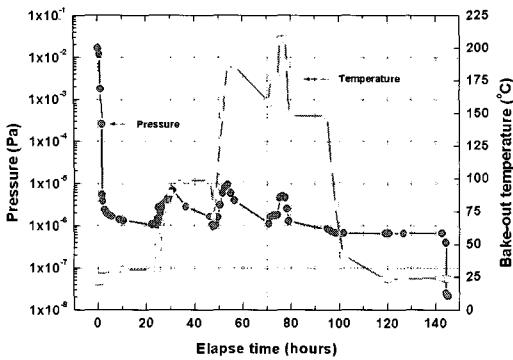


Figure 2. Total pressure and bake-out temperature of the system according to elapse time. The bake-out temperature was increased for 78 hours, and the maximum temperature was 210°C.

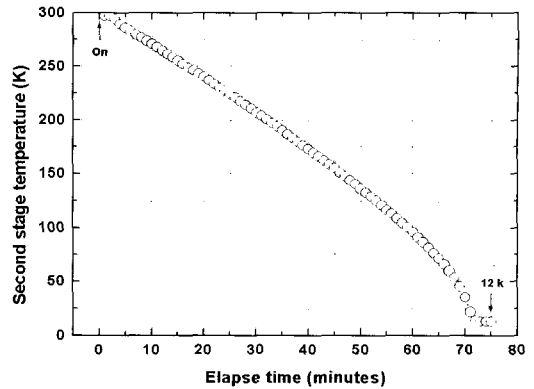


Figure 3. The second stage temperature of cryo-panel vs. pump down time. Temperature reached at 12 K after running the pump about 72 minutes.

있는 것이다 [5-6]. 배기용기와 펌프는 8 인치 CFF로 연결되었으며, 주 펌프를 켜기 전 용기의 배기는 터보 배기장치로 하였다. 터보 배기장치는 질소의 배기속도 (pumping speed)가 60 L/s인 터보분자펌프와 로터리펌프로 구성되어 있으며, 주 용기에 부착된 펌프를 켜기 전에 용기압력을 10^{-3} Pa까지 떨어뜨려서 용기내의 압력이 높아서 냉각판이 빨리 포화 (saturation)되는 것을 방지하는데 이용된다.

Fig. 2는 본 실험에 앞서 용기의 도달진공도를 낮추기 위하여 경과시간에 따라 수행한 용기의 굽는 온도와 압력을 측정하여 그린 것이며, 굽기를 시작하기 전의 도달진공도 (base pressure)는 1.3×10^{-6} Pa 이었다. 용기를 굽는데 쓰이는 히터는 최대 300 °C 까지 올릴 수 있게 제작되었고 용기를 충분히 배기한 후 경과시간 78 시간까지 히터의 온도를 210 °C까지 서서히 올렸다가 다시 상온까지 내리는 굽기 과정을 145 시간동안 수행하였으며, 굽기가 끝난 후 도달진공도는 2×10^{-8} Pa이었다. 본 실험에 들어가기 전에 펌프의 응축기에 순도 99.995 % 이상의 헬륨을 사양에 따라 1.448 MPa 만큼 채우고 펌프의 성능과 배기특성을 알기 위하여 경과시간에 따른 냉각단의 온도를 측정하였다. 배기특성에 대한 실험은 상온에서 펌프를 켜고 1분 간격으로 냉각단의 온도를 읽는 방법으로 수행되었으며, 온도는 냉각판에 부착된 실리콘온도계의 지시 값을 컴퓨터와 인터페이스하여 경과시간과 동시에 자동으

로 읽었다. Fig. 3의 그림에서 볼 수 있듯이 경과시간에 따라 온도가 일정하게 감소하는 것을 알 수 있으며, 72분이 지난 후의 온도는 12 K로 거의 펌프의 배기 한계에 도달하였음을 알 수 있었다. 본 실험의 목적은 펌프의 냉각판 온도에 따른 흡탈착된 기체 종류 및 부분압을 알기 위한 것이므로 누출에 의해 다른 기체가 혼합되면 안되므로 미리 용기의 누출 (leak)검사를 철저히 하였다. 부분압 측정용 RGA는 사중극형 (quadrupole type)으로 전자에너지 70 eV, 축점전압 80 volt, 이온에너지 high, 필라멘트 전류는 1 mA로 고정하였으며 부분압은 전류단위로 읽었다.

3. 결과 및 고찰

Fig. 4는 배기 중 RGA를 켜고 가로축을 경과시간, 왼쪽의 세로축을 RGA로 읽은 부분압 (partial pressure)을 이온전류로 표시한 값, 그리고 오른쪽의 세로축을 냉각판의 온도로 놓고 이 값들을 펌프를 켜거나 끄는 과정을 3회 반복하면서 온도에 따른 기체 흡탈착량을 측정하였다. 여기에서 RGA로 검출한 기체는 H_2 , He, C, N, O_2 , H_2O , Ar/2, $N_2(CO)$, Ar, CO_2 이었으며, 이 기체들은 본 실험에 들어가기 전에 용기 내에 주로 존재하는 기체들로 조사된 것들이다.

첫 실험은 펌프가 가동 중인 상태에서 RGA를 처

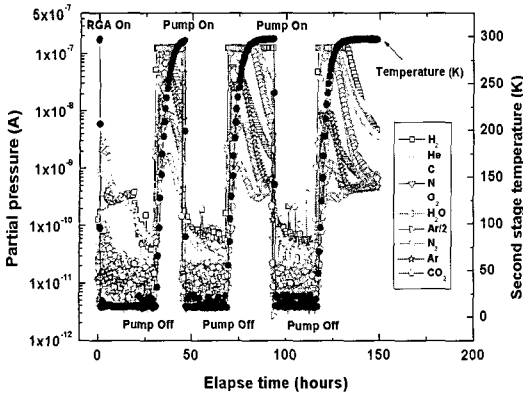


Figure 4. Repeated pump on and off in order to detect partial pressure changes of H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂(CO), Ar, CO₂ according to cryopanel temperatures and elapse time.

음 컷을 때 보인 기체들의 압력변화를 보기 위한 것이었는데 Fig. 4에서 처음 펌프를 켜 상태에서 RGA를 컷을 때 보인 그림을 경과시간 35시간 까지만 자세하게 그린 Fig. 5에서 볼 수 있듯이 다른 기체에 비해 H₂O와 H₂의 압력이 높게 증가했다가 시간이 지나면서 다시 감소하기 시작하였다. 특히 H₂O는 압력이 일정하게 감소하는 경향을 보였지만 H₂는 약 20 시간 동안 같은 압력을 유지하다가 급격하게 감소하였다. 이 그림에서 H₂O 압력이 높게

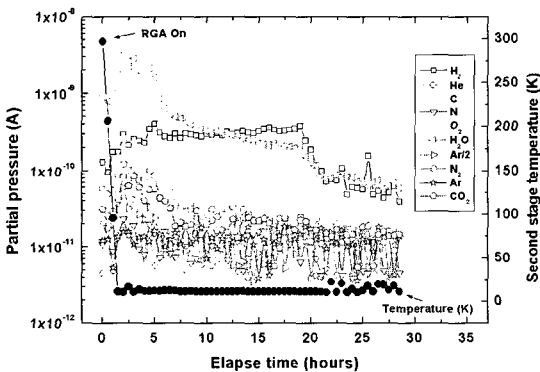


Figure 5. Partial pressures of the vacuum chamber and the second stage temperatures varies when the first RGA on. The gases pressures were increased for a while and stabilized in ten hours. Dominant gas species were H₂ and H₂O.

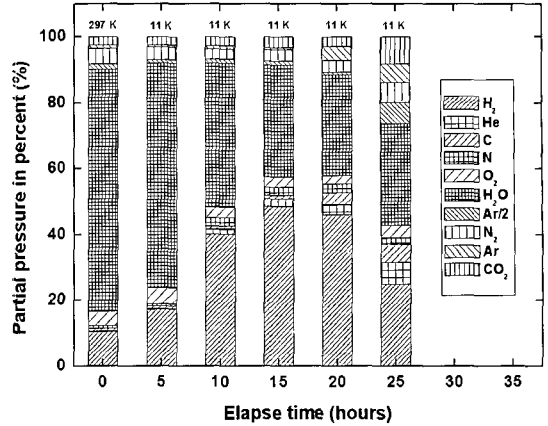


Figure 6. Figure 5 result was drew again with stack bar as partial pressure varies in percent of the gases with the elapsed time.

보인 것은 용기와 RGA가 충분하게 공급이 되지 않은 이유도 하나일 것으로 판단된다. Fig. 6은 Fig. 5에서 설명된 각 기체의 변화량을 자세하게 구분해 보기 위하여 백분율로 계산하여 그린 것이다. 여기에서 경과시간 영은 펌프를 켜기 직전의 부분압으로 H₂O가 74 %, H₂는 10 % 그리고 나머지 기체들의 양은 매우 작았다. 처음 RGA를 컷을 때는 대부분 압력이 증가하다가 약 5시간 후에는 다시 감소하는 경향을 보였는데 초기에 비해 H₂O가 68 %로 약간 감소하였고, H₂는 17 %로 약간 증가하였다. 이후 약 20시간이 지날 때까지 다른 기체의 압력은 서서히 감소하였으나 H₂만은 일정하게 압력을 유지하다가 급격하게 떨어졌다. 약 25시간이 경과되어 압력이 대체로 일정해 졌을 때 H₂O는 25 %, H₂는 31 %로 감소하였고 N을 제외한 다른 기체의 부분압은 증가하였으나 H₂O와 H₂는 계속 감소하였다.

Fig. 7은 Fig. 4의 전체 실험결과를 토대로 펌프를 켜기 전후의 냉각판 온도와 기체 부분압을 더 자세하게 보기 위하여 경과시간 87시간부터 105시간까지의 결과를 다시 그린 것이다. 펌프가 작동하지 않는 즉 꺼진 상태에서는 H₂가 RGA 최대 검출한계를 벗어나서 압력을 읽을 수 없었으며, He과 Ar/2를 제외한 다른 기체의 압력은 약간씩 감소하고 있었다. 경과시간 92시간부터 94시간은 펌프를 컷을 때 보인 냉각판 온도에 따른 부분압 변화이며, 92시간 즉 펌프를 바로 컷을 때는 대부분 기체압력

크라이오 펌프를 이용한 스테인레스 스틸 고진공용기 배기에서 2차 냉각관 온도와 용기 내부의 기체 부분압 관계

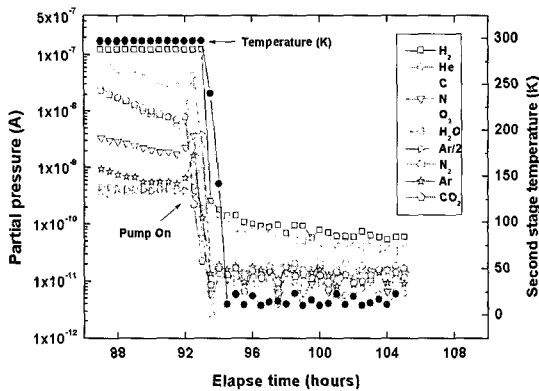


Figure 7. Partial pressures of the vacuum chamber and the second stage temperatures varies when the cryo pump on. The gases pressures were decreased abruptly and stabilized in three hours. Dominant gas species were H_2 and H_2O .

이 순간적으로 올라갔다가 약 30분 지나서 기체를 포획할 정도로 냉각관의 온도가 낮아지기 시작하면서 모든 기체압력도 함께 낮아지기 시작했다. 펌프를 켜지 약 72분이 경과되어 냉각관 온도가 12 K까지 떨어지면 H_2O 와 H_2 를 제외한 기체압력은 변하지 않고 일정하게 배기되지만 H_2O 와 H_2 는 약 14시간이 경과되어야 안정되는 것을 알 수 있었다. Fig. 8은 펌프를 켤 때 냉각관 온도와 기체 부분압과

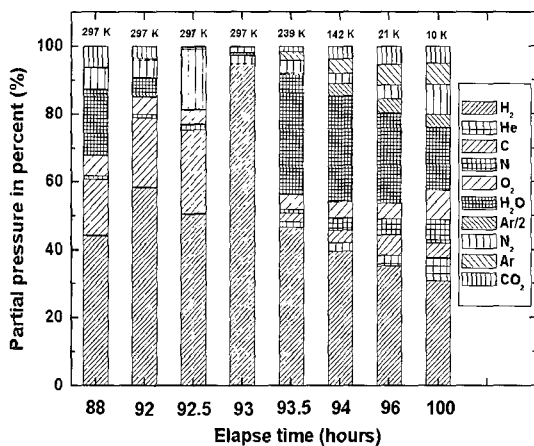


Figure 8. Figure 7 result was drew again with stack bar as partial pressure varies in percent of the gases at different temperature.

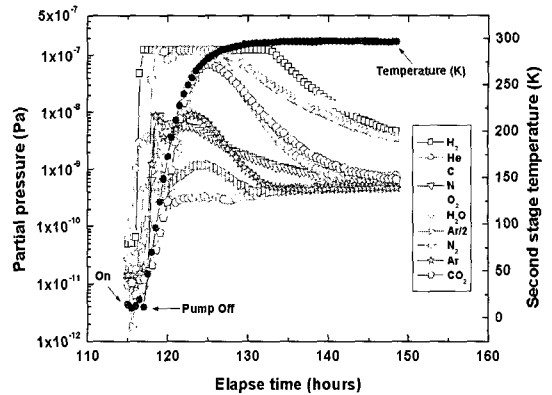


Figure 9. Partial pressures of the vacuum chamber and the second stage temperatures varies after the cryo pump off. The gases pressures were increased step by step and some gases pressure were decreased after ten hours. H_2 and N_2 were increased rapidly when the pump off.

의 관계를 기체별 백분율로 비교해 보기위하여 Fig. 7을 경과시간에 따른 부분압의 백분율로 다시 그린 것이다. 이 그림에서 펌프가 실제로 배기를 시작하기 전까지는 H_2 부분압이 포화된 상태이므로 전체 백분율은 의미가 없지만 다른 기체의 변화는 쉽게 볼 수 있다. 펌프를 켜지 30분이 경과되어 냉각관 온도가 239 K이 되었을 때는 H_2 가 47 %, H_2O 가 35%로 압력이 가장 높았으며, 그 후 7 시간까지 H_2O 와 H_2 는 상대적으로 감소하고 CO_2 , N_2 , O_2 , He 등 다른 기체는 약간씩 증가하였다.

Fig. 9는 Fig. 4의 전체 그림에서 펌프를 켤 때 냉각관에서 이탈 (desorption)되는 기체 부분압을 자세하게 보기 위하여 경과시간 115시간에서 130시간 사이의 압력과 냉각관 온도변화를 그린 것이다. 처음 펌프를 켤 때 He, H_2 , H_2O 는 압력이 증가하다가 2시간 이내에 최대압력에 도달했다가 He과 H_2O 는 다시 감소하기 시작하였으나 H_2 는 압력이 너무 높아서 이 RGA로는 검출 할 수 없었다. 약 5시간이 경과 했을 때 N_2 는 이미 RGA로 읽지 못할 정도로 압력이 높았고 H_2O 와 CO_2 는 압력이 다시 갑자기 증가하다가 10시간이 지나면서 서서히 감소하기 시작하였다. Fig. 10은 Fig. 9의 결과에서 냉각관 온도와 기체 부분압을 자세하게 비교하기 위하여 백분

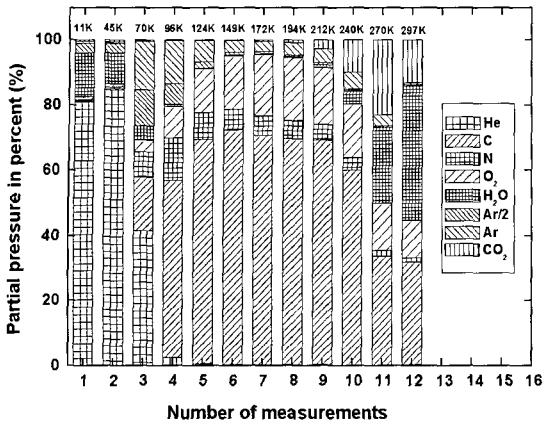


Figure 10. Figure 9 result was drew again with stack bar as partial pressure varies in percent of the gases. We excluded H₂ and N₂ because they were in saturation.

율로 다시 나타난 것으로, 이 그림에서 압력이 너무 높아서 정확하게 측정할 수 없는 H₂와 N₂는 제외하였다. 여기에서 펌프를 끈 상태에서 냉각판 온도가 11 K와 45 K일 때 주 기체는 He와 H₂O 이었고, 70 K에서는 He, C, Ar/2, Ar이 주종을 이루었다. 온도 96 K에서 240 K 사이에서는 He은 급격하게 감소하고 C와 O₂는 많이 증가하였다. 펌프를 끄고 15시간 정도 지나서 상온 즉 297 K에 도달했을 때 기체별 부분압은 He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, Ar, CO₂ 순으로 각각 0.2 %, 31.7 %, 1.2 %, 11.6 %, 41.3 %, 0.4 %, 0.7 %, 그리고 12.9 %이었다. 대체로 Fig. 4와 Fig. 9에서 펌프를 끄고 약 5시간이 지난 후에는 대부분의 기체압력이 다시 낮아지는 경향을 보였는데 그 이유를 명확하게 알 수는 없었다.

4. 결 론

초고진공 및 극고진공 배기에 많이 사용되고 있는 저온 흡착형 진공펌프인 크라이오 펌프를 이용하여 스테인레스 스틸 진공용기를 배기할 때 냉각판 온도에 따라 변하는 용기 내부의 잔류기체의 부분압을 RGA로 측정하였다. 펌프를 켜고 약 72분이 경과했을 때 냉각판의 온도가 최저 12 K에 도달하여 완전한 배기상태에 도달함을 알 수 있었다. 펌

프를 켜거나 끄기를 3회 반복하면서 본 용기내부의 기체 부분압은 H₂, He, C, N, O₂, H₂O, Ar/2, N₂(CO), Ar, CO₂이었고 반복 실험에 의한 차이는 별로 크지 않았다. 펌프를 켜고 시간이 충분하게 지난 뒤에도 H₂O와 H₂ 압력이 다른 기체들에 비해 상대적으로 높았으며, 이것은 H₂는 잘 배기되지 않고 다른 기체에 비해 H₂O는 다른 곳에 발생원이 있는 것으로 보인다. 펌프를 끄고 냉각판 온도가 11 K와 45 K에서의 주 기체는 He와 H₂O 이었고, 70 K에서는 He, C, Ar/2, Ar이 주종을 이루었다. 또한 온도 96 K에서 240 K 사이에서는 He은 급격하게 감소하고 C와 O₂는 많이 증가하였다. 펌프를 끄고 15시간 정도 지나서 상온 즉 297 K에 도달했을 때는 이미 포화된 H₂와 N₂를 제외하고는 H₂O와 CO₂의 압력이 높았다.

본 연구 결과는 저온 흡착형인 크라이오 펌프의 냉각판 온도와 기체의 부분압 관계를 실험으로 보임으로서 스테인레스 스틸로 가공된 진공용기를 이용한 청정 진공공정에서 냉각판 온도를 알면 용기내의 잔류기체의 조성과 양을 쉽게 예측할 수 있을 뿐만 아니라, 초고진공 및 극고진공 용기에서 부분압의 95 % 이상을 차지하는 H₂의 저온에서의 흡탈착 관련 연구에도 많은 도움이 될 것으로 기대된다.

참 고 문 헌

- [1] S. H. Bae, S. Y. In, K. H. Chung, Y. P. Lee, and Y. H. Shin, *Vacuum Engineering*, The Korea Economic Daily, 270 (2000).
- [2] J. F. Ohanlon, *A Users Guide to Vacuum Technology*, J. Wiley, 252 (1989).
- [3] A. Haefer, *Cryopumping Theory and Practice*, C. Oxford, 2 (1989).
- [4] S. S. Hong, J. Y. Lim, Y. H. Shin, K. H. Chung, and I. Arakawa, *Sae Mulli* 47, 152 (2003).
- [5] K. H. Chung, S. S. Hong, and Y. H. Shin, *Metrologia* 36, 675 (2001).
- [6] S. S. Hong, J. Y. Lim, J. H. Park, Y. H. Shin, C. R. Lee, and K. H. Chung, *J. Korean Vac. Soc.* 2, 139 (1993).