

잔류가스분석기 (RGA)의 작동원리

박창준*

한국표준과학연구원 차세대계측기센터, 대전 305-340

(2008년 6월 17일 받음, 2008년 7월 14일 수정, 2008년 7월 14일 확정)

진공시스템 안의 잔류가스를 측정하여 공정제어에 이용되는 잔류가스분석기의 주요부품인 이온원, 사중극자질량분석기, 이온 검출부의 작동원리와 사용 상 발생할 수 있는 문제점 및 가능한 해결방법을 소개한다.

주제어 : 잔류가스분석기, 이온원, 4중극자질량분석기, 이온검출

I. 서 론

잔류가스분석기 (residual gas analyzer: RGA)는 일반적으로 질량범위가 1 - 100 혹은 1 - 200 amu인 4중극자 질량분석기로서 진공시스템 안에 잔류하는 가스를 측정하거나 공정시스템 안의 반응가스 혹은 생성가스의 변화를 모니터링하는데 사용되는 분석기를 의미한다. RGA의 분해능은 1 amu 차이의 peak를 분리할 수 있으면 충분하며 가스성분으로서 200 amu 이상의 질량을 갖는 것은 드물기 때문에 200 amu 질량범위 또한 충분하다. RGA의 응용분야는 일차적으로 진공시스템 안의 잔류가스를 측정하는 것이다 [1-3]. 이러한 잔류가스의 조성분석을 통하여 진공도를 측정하며, 진공시스템 안으로 흘러주는 가스의 양 혹은 시스템 안에서 일어나는 화학반응을 실시간 모니터링할 수 있다. RGA의 다른 중요한 응용분야는 반도체 제조공정의 공정 모니터링이다. 대부분의 반도체 제조공정 (sputtering, CVD, PECVD, plasma etch)은 진공시스템 안에서 이루어지며 산소, 수분, hydrocarbon 등의 불순물 가스는 엄격히 규제되어야 한다. RGA는 또한 일반적으로 사용되는 헬륨 누설측정기와는 달리 진공시스템에 어떤 영향을 주지 않고 helium 가스 없이도 사용될 수 있는 장점을 가지므로 공정 관리에서 leak detector로도 사용되며, 발효공정의 제어를 위한 발효 중 발생가스의 분석, 그리고 열분석에서의 evolved gas analysis (EGA) 등 다양한 분야에서 이용되고 있다.

II. RGA 제작회사

현재 전 세계적으로 RGA를 제작하고 판매하는 회사는 표 1에 나타난 것과 같이 30여개 회사가 있다. 이 중에 미국이 20개, 영국이 4개로 대부분을 차지하며, 일본이 2개, 독일, 스위스, 프랑스, 네델란드가 각각 1개 회사이다.

III. RGA의 주요부품

잔류가스분석기는 Fig. 1에서 보는 바와 같이 크게 두 부분으로 나눌 수 있다. 첫째는 이온원, 4중극자 mass filter 와 검출기를 포함하는 센서부인데, 센서부는 진공상태에서 작동되어야 하므로 진공용기 안에 내장되어 있다. 둘째는 24 V 전원, 검출기의 고압전원, 4중극자의 RF/DC 전원, 그리고 측정할 질량에 해당하는 전압을 생성하고, 각 가스

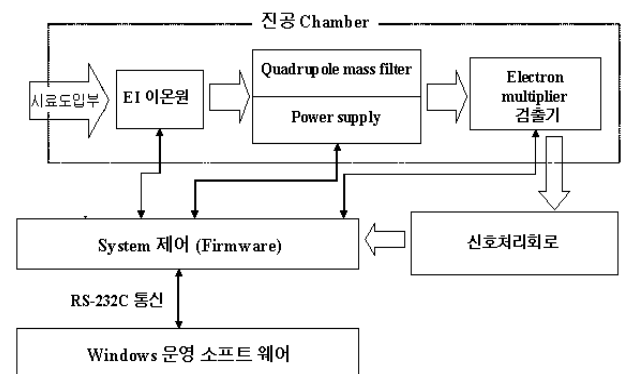


Fig. 1. Compositional diagram of residual gas analyzer

* [전자우편] cjpark@kriss.re.kr

Table 1. Manufacturers of RGA

Company	City/country
Ametek Process & Analytical Instruments	Newark DE USA
Anglo Scientific Instruments	UK
Canon Anelva Technix Corporation	San Jose CA USA
Cemtrex	Farmingdale NY USA
Chromato Sud	France
Columbus Instruments	Columbus OH USA
CWE Incorporated	Ardmore PA USA
Elemental Americas Inc.	Mount Laurel NJ USA
Enotec Inc	North Canton OH USA
Extorr Inc	New Kensington PA USA
Extrel CMS	Pittsburgh PA USA
Ferran Scientific Inc	San Diego CA USA
Goyen Control Co	Netherlands
Hiden Analytical Ltd.	UK
Horiba Group	Japan
Inficon	Switzerland
Kelman Ltd.	Chicago IL USA
MKS Instruments	Wilmington MA USA
Oneida Research Services Inc	Whitesboro NY USA
Pfeiffer Vacuum Inc	Germany
Southwest Scientific Inc	Davis CA USA
Spectris Plc.	UK
Stanford Research Systems Inc	Sunnyvale CA USA
Surin-Westerman Ltd	Hinsdale IL USA
Tec-Vac Industries Inc	Brenwood NY USA
Thermo Scientific Instruments Group	Madison WI USA
ULVAC	Japan
Vacuum Technology Inc	Oak Ridge TN USA
VG Gas Analysis Systems	UK

에 대한 신호를 처리하고 표시해주며 전체 시스템을 제어하는 제어회로부를 포함하는 전자회로부이다.

3.1 이온원

RGA의 이온원으로는 필라멘트에 전류가 흐를 때 방출되는 열전자를 가속시켜서 중성분자 혹은 원자와 충돌하여 이온화되는 electron impact 이온원을 사용하는데 크게 Fig. 2의 open ion source (OIS)와 Fig. 6의 closed ion source (CIS) 두 종류가 사용된다.

(1) OIS 이온원

OIS의 경우 이온원과 4중극자 mass filter, 검출기를 포함하는 전체 진공용기의 압력이 같은 상태이며 최대허용압력은 10^{-4} torr이다. OIS는 Fig. 2의 도면과 같이 필라멘트

트, source plate (anode grid), repeller, focus plate 그리고 이들을 전기적으로 절연하는 세라믹 부품으로 구성된다. Anode grid와 repeller는 stainless steel 망으로 만든다.

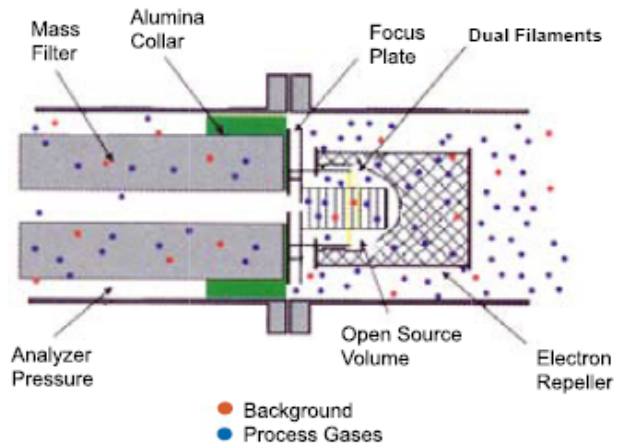


Fig. 2. Schematic diagram of open ion source

는데 이것은 전자가 충돌할 때 발생하는 outgassing을 최소화하기 위함이다. 전자를 이온원의 중심으로 가속시키기 위하여 anode grid는 필라멘트보다 높은 전압으로 그리고 electron repeller는 낮은 전압을 가하여준다. 가속된 전자가 이온원 안의 중성기체와 충돌하지 않고 계속 운동하면 반대방향에 위치한 repeller에 의하여 다시 anode grid 쪽으로 운동하게 된다. 이와 같이 전자는 repeller와 anode grid 사이를 왕복운동을 하여 이온화 효율을 높인다.

(2) OIS 이온원에서 발생하는 문제점

OIS 이온원은 진공챔버 내의 잔류가스 조성에 영향을 주지 않고 잔류가스 성분을 분석할 수 있지만 RGA가 ppm 혹은 sub-ppm 수준의 미량가스를 검출하거나 10^{-9} torr 이상의 고진공에 사용될 때는 아래와 같이 RGA의 검출능력에 영향을 주는 요인들을 고려해야 한다.

-Outgassing

OIS 이온원에서 사용하는 전자방출전류는 일반적으로 0.5 ~ 1 mA이다. 이 수준의 전자방출전류를 발생시키기 위해서는 필라멘트를 약 1300°C 이상으로 가열하여야 한다. 진공챔버 내에서 이 필라멘트 열에너지는 이온원 전체와 주위의 진공챔버 내벽까지 온도를 상승시키는 영향을

Table 2. Work function and melting point of filament metal and oxide coating material

Metal/oxide	Work function (eV)	Melting point (°C)
Rhenium (Re)	4.96	3186
Tungsten (W)	4.55	3422
BaO	1.0 ~ 1.7	1923
SrO	1.2 ~ 2.6	2530
Y ₂ O ₃	2.0 ~ 3.8	2690
ThO ₂	1.6 ~ 3.7	3220

주어서 가스를 발생시키게 된다. 이러한 outgassing은 OIS RGA의 중요한 측정 가스 성분인 H₂, H₂O, N₂, CO, CO₂의 부분압 측정 검출한계를 높이는 결과를 초래한다. Outgassing 문제를 해결하기 위한 노력으로 고진공 측정용 RGA는 anode mesh 혹은 OIS 전체를 백금을 입힌 molybdenum 선으로 제작한 것도 있다. 백금은 화학적으로 안정하여 대부분의 가스에 대한 흡착성이 약해서 outgassing이 줄어든다. H₂O outgassing은 고진공 측정에서 중요한 간섭문제를 일으키므로 200°C 이상에서 전체 진공챔버를 가열 (bakeout)하여 제거한다.

더 낮은 온도 즉, 더 낮은 필라멘트 전류에서 같은 세기의 전자방출전류를 얻는다면 필라멘트의 수명이 증가되어서 필라멘트 교체 주기가 길어지는 장점과 함께 outgas-

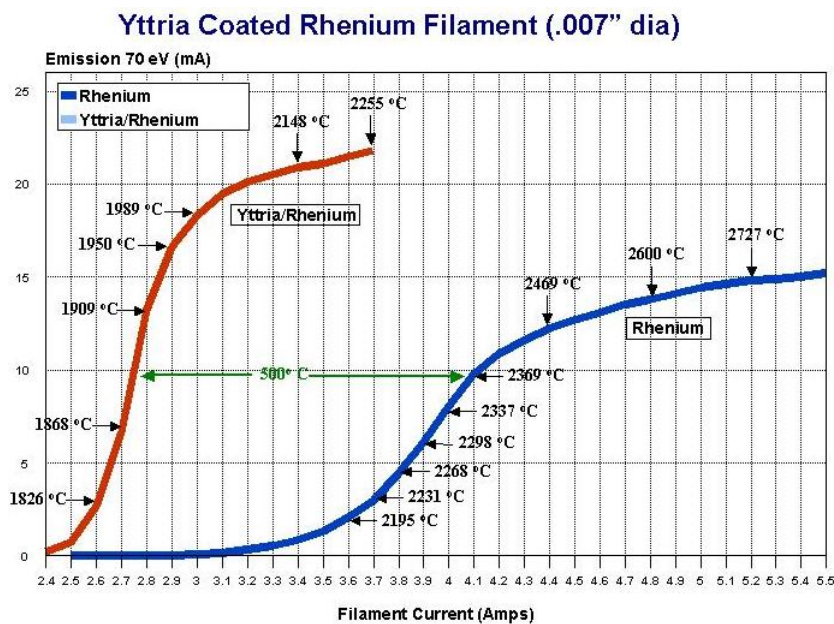


Fig. 3. Comparison of electron emission characteristics of Re filament and Y₂O₃ coated-Re filament (data from reference [4])

sing도 줄어드는 장점이 있게 된다. 이러한 이유로 work function이 tungsten, rhenium보다 낮은 thorium oxide가 코팅된 필라멘트가 RGA 이온원에 사용되어 왔는데 thorium oxide는 환경오염 및 인체에 유해한 문제가 있으므로 최근에는 이러한 문제가 없는 yttrium oxide가 코팅된 필라멘트가 사용되는 추세이다. 표 2에는 이온원의 필라멘트로 사용되는 rhenium, tungsten 금속과 필라멘트 코팅 물질로 사용되는 oxide의 work function과 melting point를 비교하여 나타내었다. Oxide coating 물질로서 BaO는 melting point가 낮아서 사용되지 않으며 yttrium oxide (Y_2O_3)가 코팅 물질로 많이 사용된다. Strontium oxide도 yttrium oxide와 비슷한 성질을 가지고 있으므로 사용될 수 있을 것으로 기대된다. Fig. 3에는 Re 필라멘트와 yttrium oxide를 코팅한 Re 필라멘트에 대하여 필라멘트 전류에 따라서 전자방출전류가 얼마나 발생하는지를 측정하여 비교한 결과를 나타내었다 [4]. Fig. 3은 같은 전자방출전류를 얻기 위해서 yttrium oxide가 코팅된 Re 필라멘트는 훨씬 낮은 필라멘트 전류만 걸어주면 되는 것을 보여준다. 즉 yttrium oxide가 코팅된 Re 필라멘트는 일반적인 Re 필라멘트보다 낮은 온도에서 작동되므로 outgassing 문제가 줄어든다.

-Electron stimulated desorption (ESD)

RGA를 200°C 이상에서 오랫동안 가열한 뒤에도 진공도에 전혀 영향을 받지 않고 일정한 신호세기를 보이는 background peak이 질량 12, 16, 19, 35에서 나타난다. 이것은 진공챔버 내의 잔류 가스가 이온화되어서 발생한 peak이 아니고 OIS 이온원의 표면에 전자가 충돌할 때 발생하는 즉 electron stimulated desorption (ESD)에 의한

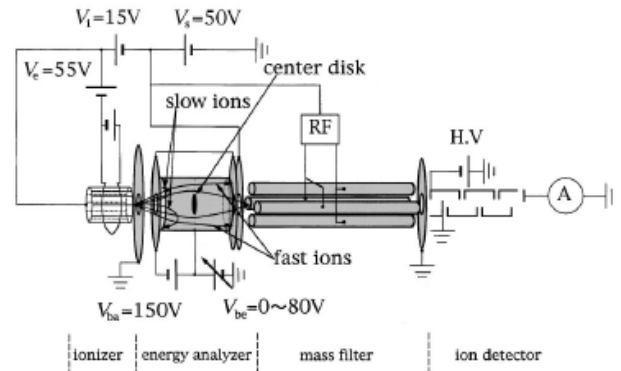


Fig. 4. RGA with Bessel-box energy analyzer inserted between ion source and quadrupole mass filter

이온들이다. ESD에 의한 background peak을 줄이기 위하여 다음과 같은 방법들이 사용되어 왔다.

- (가) 필라멘트의 전자방출 에너지를 최대한 올려서 이온원 표면을 degassing.
- (나) OIS 이온원의 표면을 금 혹은 백금으로 도금하여서 가스의 흡착을 최소화.
- (다) Wire mesh를 사용하여 이온원의 표면적을 최소화.
- (라) 이온원을 염소 혹은 불소 화합물에 노출시키지 말 것.

OIS 이온원 내부에서 ESD에 의하여 발생한 이온은 잔류 가스의 이온보다 높은 에너지를 갖는다는 사실에 착안하여서 ESD에 의한 background peak을 제거하는 연구결과가 Takahashi 등에 의해서 발표되었다 [5]. 이 연구에서는 Fig. 4와 같은 Bessel-box energy analyzer를 이온원과 4중극자 사이에 두어서 이온에너지를 스캔할 수 있고 일정한 에너지의 이온만 통과시킬 수 있도록 하였다. Fig. 5는 Bessel-box energy analyzer를 사용하여 각각 다른 두 질

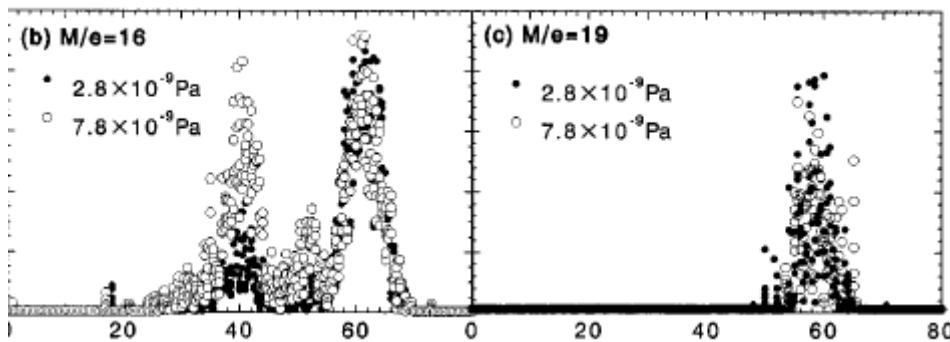


Fig. 5. Signal intensity profile vs. pass energy of Bessel-box energy analyzer for two ions (mass 16 and 19) at two different pressures (data from reference [5])

공도에서 얻은 질량 16, 19 이온의 에너지스펙트럼을 보여 준다. 질량 16의 에너지스펙트럼은 세 개의 peak을 보여주는데 40 V, 52 V에 나타나는 peak은 압력에 비례하는 세기를 보이므로 CH_4^+ 이온과 O_2 , CO, CO_2 가스와 전자의 충돌에서 발생한 O^+ 이온이 합쳐진 것이고 60 V에서 나타나는 peak은 압력의 변화에 관계없이 일정한 세기를 보이므로 ESD에 의한 O^+ 이온이다. 질량 19의 에너지스펙트럼에서는 60 V에서 한 개의 peak만 나타나며 압력에 따라 peak세기는 변하지 않는다. 이 이온은 ESD에 의한 F^+ 이온으로 생각된다. 이와 같이 energy analyzer를 이온원과 4중극자 사이에 두고서 energy analyzer의 통과에너지를 조절하면 ESD에 의한 background peak은 제거될 수 있다.

(3) CIS 이온원

$10^{-4} - 10^{-2}$ torr의 상대적으로 높은 압력에 있는 진공용기의 압력을 측정하거나 process chamber의 불순물 가스를 측정할 때는 CIS를 사용한다. Fig. 6에 나타낸 CIS 이온원 도면에서와 같이 시료 가스는 이온화 챔버 안으로 바로 주입되고 CIS와 4중극자 mass filter는 직경 약 3 mm의 entrance lens에 의하여 차등펌핑되므로 필라멘트와 4중극자 mass filter는 CIS보다 낮은 압력에서 작동될 수 있다. 점성류 영역에서 tube 형태를 통한 펌핑 conductance는 tube 직경의 4제곱에 비례하고 tube 길이에 반비례하므로 CIS 이온원 안의 압력은 process chamber보다 약간 낮아지고 entrance lens aperture를 통하여 RGA 작동 진공도로 낮아진다. 만약에 entrance lens aperture의 conductance가 0.1 L/sec이고 RGA에 설치된 펌프의 용량이 10 L/sec이라면 CIS 이온원의 압력은 RGA 챔버 압력의 약 100배가 될 것이다. 필라멘트에서 생성된 열전자는

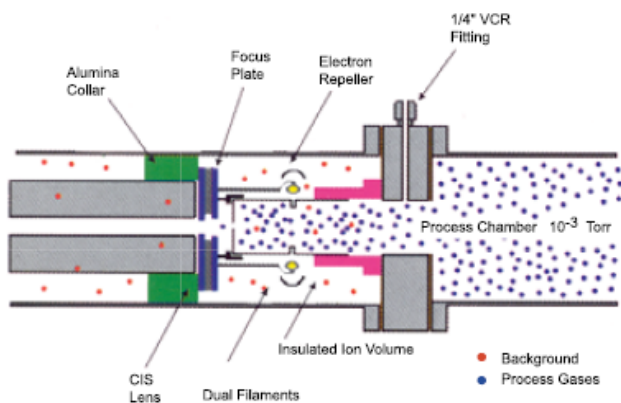


Fig. 6. Schematic diagram of closed ion source

anode에 있는 입구 slit을 통하여 이온화 챔버 안으로 진행하며, 이 때 이온화 챔버 양쪽에 영구자석을 부착하여 나선 운동을 함으로 시료가스와의 충돌효율을 높여줄 수 있다. 단 OIS 이온원과는 달리 전자는 한 쪽 방향으로 한번만 지나갈 수 있으며 electron trap에 도달하는 전자의 전류량이 항상 일정하도록 필라멘트에 흐르는 전류를 feedback 제어하여서 재현성 있는 신호를 얻는다. CIS 이온원의 필라멘트는 이온화 챔버인 anode tube 바깥에 위치하므로 필라멘트로부터 발생하는 가스의 영향이 OIS 이온원보다 적다.

3.2 4중극자 mass filter

4중극자 mass filter는 4개의 평행한 금속 봉으로 이루어진 전극 조립체이다. 이 금속 전극들이 가질 수 있는 기하학적인 모습들 중에서 서로 마주보고 있는 두 면이 $x^2 - y^2 = r^2$ 의 쌍곡선으로 표현될 때 가장 이상적인 구조가 된다. 여기에 대각선으로 위치하는 2개의 전극들을 전기적으로 연결하여 2 쌍을 만들고, 그 중 한 쌍에는 $U + V \cos(2\pi ft)$ 의 전압을 그리고 나머지 한 쌍에는 $-U - V \cos(2\pi ft)$ 의 전압을 걸어준다. 이 때 U 는 DC 전압이고 V 는 RF 전압의 정점값이며, f 는 RF 전압의 주파수이다. 한 이온이 4중극자 안으로 들어오면 진행 축에 수직인 방향으로 진동 운동을 한다. 이 운동은 Mathieu 방정식이라는 두 개의 미분 방정식에 의하여 결정된다. 어느 선택된 질량의 이온은 안정된 운동을 하면서 4중극자를 통과하지만 다른 질량의 이온들은 진동운동의 진폭이 커지는 불안정한 운동을 함으로써 봉에 충돌하여 없어지게 된다. 이 때 4중극자 mass filter를 통과하는 이온의 질량은 아래의 관계식에 의하여 결정된다.

$$U(\text{volts}) = 1.212mf^2r_0^2$$

$$V(\text{volts}) = 7.219mf^2r_0^2$$

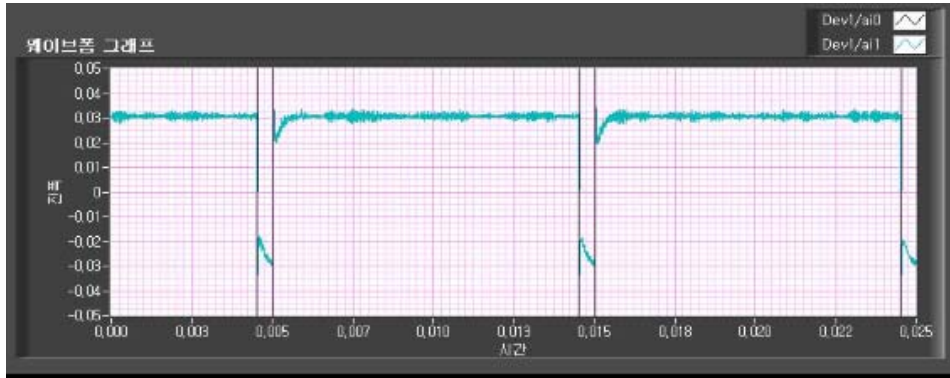
여기에서, m 은 이온의 질량, f 는 MHz의 단위로 주어지는 RF 주파수, r_0 는 4개의 봉 안쪽에 생기는 공간의 반경 (cm)이다. RGA에 사용되는 4중극자의 경우, r_0 는 0.266 cm (6 cm 원형 금속봉에 해당)이며 RF 주파수는 2 ~ 3 MHz인데 회로의 최대 RF 전압은 한정되어 있으므로 질량 범위가 늘어나면 낮은 RF 주파수를 사용한다. 일반적으로

같은 질량범위에서는 높은 RF 주파수 RGA가 더 좋은 분해능의 질량스펙트럼을 보여준다.

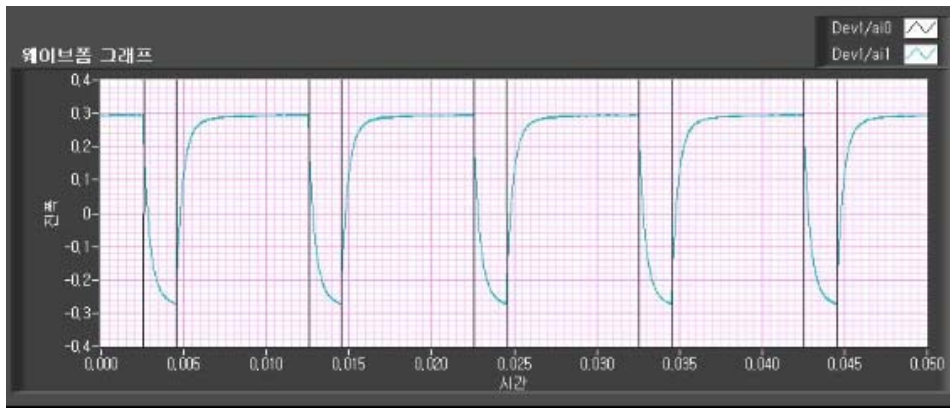
3.3 이온의 검출

검출기로는 일반적으로 이온전류를 측정하는 Faraday

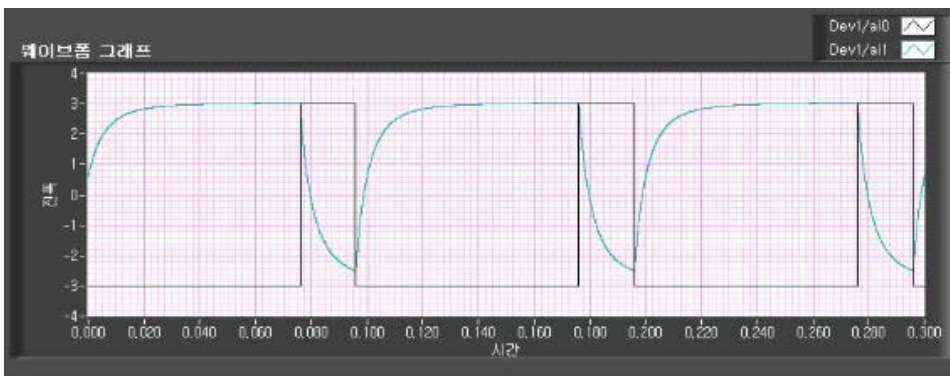
detector와 전자증폭기 (secondary electron multiplier)가 함께 사용된다. Faraday detector에서는 도달하는 이온의 전류를 증폭없이 측정하고, 전자증폭기는 검출기에 도달하는 이온 한 개당 $10^4 - 10^5$ 개의 이차전자를 발생시켜서 측정하므로 Faraday detector보다 훨씬 좋은 감도를 얻을 수 있다. 검출기에 도달하는 이온전류는 gain $10^7 \sim$



(a) 10^7 gain



(b) 10^8 gain



(c) 10^9 gain

Fig. 7. Response time characteristics of a preamplifier output voltage at three gains as input current is varied between -3 nA and $+3$ nA: (a) 10^7 gain, (b) 10^8 gain, (c) 10^9 gain

10^9 preamplifier 회로를 사용하여 전압신호로 변환되며, preamplifier의 gain이 증가하면 응답속도는 느려지게 된다. Preamplifier의 gain에 따라 RGA에 설정할 수 있는 최대 질량스캔속도를 결정하기 위하여, preamplifier에 입력되는 전류가 -3 nA에서 $+3$ nA로 변할 때 출력되는 전압 신호가 전류와 같이 변하는 최소 response time을 각 gain에서 측정한 그래프를 Fig. 7에 나타내었다. Fig. 7(a)는 10^7 gain에서 측정한 것으로서 최소 response time은 약 0.4 ms인 것을 보여준다. Fig. 7(b), (c)는 각각 10^8 , 10^9 gain에서 측정한 그래프이며 gain이 증가하면 preamplifier의 response는 급격히 느려져서 10^8 gain에서의 최소 response time은 약 2 ms, 10^9 gain에서의 response time은 약 20 ms가 되는 것을 보여준다. 이와 같이 preamplifier의 응답속도가 gain이 증가함에 따라 느려진다는 것은 질량분석기의 질량스펙트럼을 얻기 위한 scan 속도도

gain에 따라 느려져야한다는 것을 말해준다.

참고문헌

- [1] Y. H. Shin, S. S. Hong, C. R. Lee, J. Y. Lim, J. H. Park and K. H. Chung, J. of Kor. Vac. Soc. **2**(1), 9-16 (1993).
- [2] S. S. Hong, I. T. Lim and J. T. Kim, J. of Kor. Vac. Soc. **16**(2), 91-98 (2007).
- [3] C. D. Park, J. of Kor. Vac. Soc. **17**(1), 1-8 (2008).
- [4] J. J. Manura, General Mass Spec and GC Application Notes **92**, Scientific Instrument Services.
- [5] N. Takahashi, T. Hayashi, H. Akimichi and Y. Tuzi, J. Vac. Sci. Technol. A **19**(4), 1688-1692 (2001).

Operating Principle of Residual Gas Analyzer

C. J. Park*

Advanced Instrumentation Center, Korea Research Institute of Standards and Science Daejeon 305-340

(Received June 17, 2008, Revised July 14, 2008, Accepted July 14, 2008)

The residual gas analyzer (RGA) is employed for the process control of a vacuum system by measuring residual gases in it. This review paper introduces operating principles of the RGA and problems that can be encountered during use, together with their possible solutions.

Keywords : residual gas analyzer, ion source, quadrupole mass filter, ion detection

* [E-mail] cjpark@kriss.re.kr