

LII 감쇄법을 이용한 나노입자 크기측정

Nano-particle size detection by LII decay method

엄규섭, 박성중*, 박철웅, 한재원**, 최원호*, 정광화***, 신용현***

한국표준과학연구원 레이저계측그룹, *한국과학기술원 물리학과, **연세대학교 기계공학과,

***한국표준과학연구원 진공기술센터

gseom@kriss.re.kr

Laser-induced incandescence (LII) 측정법은 조사된 레이저에 의하여 입자가 가열됨에 따라서, 그 온도에 상응하는 흑체복사의 시간적 감소추이가 입자의 크기에 따라서 달리 나타나는 것을 이용하여 입자의 크기를 측정하는 방법이다.^(1,2) LII 감쇄법은 레이저에 의하여 가열된 입자의 에너지 균형 상관식에서 입자의 크기가 클수록 신호의 감쇄속도가 느리고, LII 신호의 감쇄비가 실험적으로 입자의 크기에 비례한다는 사실을 이용하여 연소진단에 응용되어 왔다.⁽³⁾ 최근 연구에서 플라즈마에서 발생된 오염입자의 크기를 측정하려는 시도가 다각도에서 수행되어 왔으나,⁽⁴⁾ 플라즈마 환경에서는 여러 물리적 특성들이 연소진단에서와 사뭇 다르기 때문에 기존의 LII 감쇄법들을 직접적으로 적용하기에는 어려움이 있다. 따라서, 간편하면서도 정확한 나노입자의 크기 측정을 위하여 새로운 측정법이 요구된다.

에너지 균형 상관식에서 일정 구간의 파장대에서 적분된 LII 신호의 자연로그값을 미분을 취하였을 때, 근사적으로 다음과 같이 온도만의 식으로 표현이 된다.

$$\frac{d}{dt} [\ln S(t)] = \frac{1}{T(t)} \frac{dT(t)}{dt} \quad (1)$$

이때, 압력조건에 따라서 대기압 상태 ($K_n \ll 1$)와 저압상태 ($K_n \gg 1$)로 구분하여 살펴보면, 각각의 조건에 따라서 다음과 같이 나타내어진다.

$$\frac{d}{dt} [\ln S(t)] = -\frac{1}{\tau_{high}} \quad \text{for } K_n \ll 1 \quad \text{where } \tau_{high} = \frac{\rho_s c_s a}{3h_c} \quad (2)$$

$$= -\frac{1}{\tau_{low}} \quad \text{for } K_n \gg 1 \quad \text{where } \tau_{low} = \frac{\rho_s c_s a}{3\sigma_{sb} T(t)^3} \quad (3)$$

대기압의 경우는 입자의 초기온도가 상온에 가까운 경우에 식(2)와 같이 LII 신호는 입자의 크기만의 함수로 나타내어지고 임의의 시간에서 기울기를 구함으로써 입자의 크기를 결정할 수 있다. 반면, 저압의 경우에는 LII 신호가 온도의 3승에 비례하는 관계를 보여주고 있으므로 입자의 크기를 정확히 측정하기 위해서는 입자의 온도변화에 대한 정보가 요구된다.

LII 측정실험은 그림 1에서와 같이 SiH₄ 가스를 이용하여 20 mTorr의 압력조건에서 플라즈마를 발생시켰으며, 532 nm 파장의 Nd:YAG 펄스 레이저를 이용하여 수행하였다. 그림 2에서 적분된 LII 신호의 자연로그값이 4차 다항식으로 근사 된다. 근사된 식을 시간에 대해 미분하면 감쇄구간에서 나노입자의 크기가 일정하므로 기울기가 온도의 3승의 함수로 시간에 따라서 감소하고 있음을 확인할 수 있다.

앞서 언급했듯이, 저압조건에서 나노입자의 크기를 측정하기 위해서는 온도에 대한 정보가 요구된다.

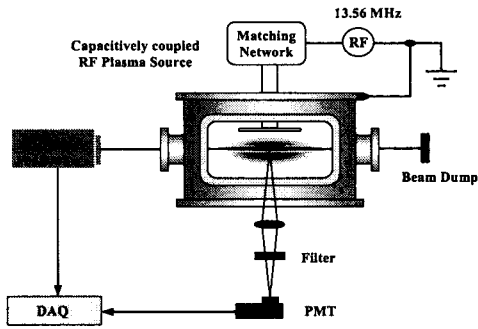


그림 1 LII 감쇄법에 의한 측정개념도

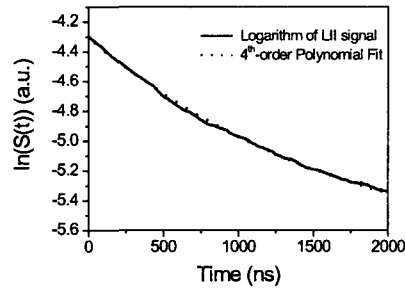


그림 2 측정된 LII 감쇄신호

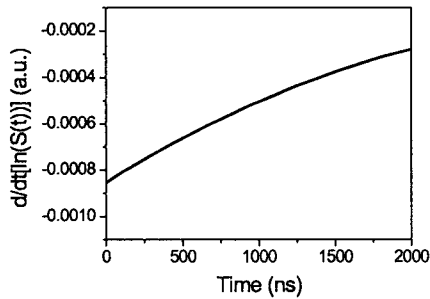


그림 3 시간에 따른 기울기 변화

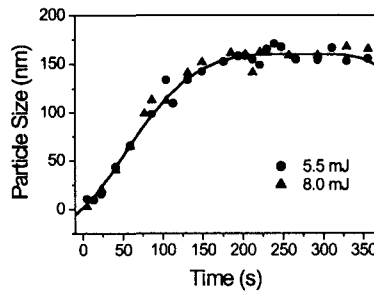


그림 4 플라즈마 운전시간에 따른 나노입자 크기변화

따라서, 온도에 대한 정보는 에너지 균형 상관식을 수치해석을 통해서 품으로써 예측할 수 있고, 예측된 온도값과 실험에 의해서 획득된 LII 신호를 식(3)에 대입하여 나노입자의 크기를 결정하였다. 저온 플라즈마에서 발생하는 나노입자의 성장 특성을 이용하여, 플라즈마 운전시간에 따라서 LII 신호를 획득하고 생성된 나노입자의 시료를 채취하여 포화된 오염입자의 SEM 이미지를 통하여 상수값을 포함하는 비례계수를 결정하였다. 그림 4와 같이 플라즈마가 방전된 후, 나노입자가 생성되기 시작하여 플라즈마 조건에 따라 입자의 크기가 포화되어 가는 현상을 확인할 수 있으며, 식(3)에 의해서 결정된 나노입자의 크기가 SEM 이미지를 통해서 확인된 크기와 일치함을 확인하였다. 수치해석을 통해서 입자의 온도를 예측함으로써 발생하는 오차는 비례계수를 정하는 과정에서 다소 보정되어질 뿐만아니라, 이론모델과 수치해석을 반복적으로 수행함으로써 얻어진 수렴된 결과를 통하여 입자의 크기를 정확하게 결정할 수 있다.

[참고문헌]

1. A. C. Eckbreth, J. Appl. Phys. **48**, 4473 (1977).
2. L. A. Melton, Appl. Opt. **23**, 2201 (1984).
3. S. Will, S. Schraml, and A. Leipertz, Opt. Lett. **20**, 2342 (1995).
4. W. W. Stoffels, E. Stoffels, G. M. W. Kroesen, and F. J. de Hoog, J. Vac. Sci. Technol. A **14**, 588 (1996).

M
E