

<연구논문>

10⁻¹¹ Torr의 초고진공 실현

유운종 · 이재선 · 김명길 · 서성기

베리안 코리아(주) 연구소
(1991년 11월 20일 접수)

Achievement of a 10⁻¹¹ Torr Ultrahigh Vacuum System

U.J. Yoo, J.S. Lee, M.K. Kim, S.K. Suh

R & D Center, Varian Korea Ltd.
(Received November 20, 1991)

요 약— 초고진공 시스템을 구성할 때 고려할 요소는 진공용기의 세척과 표면조도, 진공용기의 재질, 기타 방출 기체의 요인이다. 초고진공용기를 전해연마 처리하였으며, 처리한 진공용기의 표면조도를 표면조도기(surface profiler)로 측정하였다. 진공용기는 직경이 300 mm이고 높이는 720 mm로 하였다. 설치한 초냉각 펌프로 18시간 배기 후 2.9×10⁻¹⁰ Torr를 얻었으며, 계속해서 초고진공용기를 250°C에서 60시간 baking후 최저도달 압력이 3.08×10⁻¹¹ torr에 도달하였다. 누드이온계이자를 이용하여 초고진공용기의 최저도달압력과 누출비를 측정하였다.

Abstract—The factors considered in building the ultrahigh vacuum system were the cleanliness and roughness of chamber surface, chamber material species and other source of outgassing. Electropolishing has been applied to a UHV chamber. The roughness of treated surface was measured by surface profiler. The dimension of the chamber were 300 mm in inner diameter and 720 mm in length. With a cryopump installed, a pressure of 2.9 ×10⁻¹⁰ torr was obtained after 18 hours of pumping. The base pressure of the UHV chamber was reached 3.08×10⁻¹¹ torr after baking the chamber at 250°C for 60 h. Two nude B-A ion gauge were employed to measure the base pressure and the leak up rate of the UHV chamber.

1. 서 론

초고진공은 1960년대 우주 항공의 연구와 더불어 출현·발전되었다. 그후 고집적화(VLSI) 소재 연구 등을 위한 표면과학의 중요성이 크게 인식되어 초고진공 출현 이후 짧은 기간내 표면과학과 더불어 반도체, 박막기술, 신소재, 가속기 등 광범위하게 이용되고 있다.

초고진공을 얻기 위해서는 진공 상태의 기체운동[1-3], 진공용기의 세척과 펌프의 조화, 탈가스 시간을 최소로 하기 위한 baking[4], 낮은 outgassing량[5]의 진공용기 표면제공 등이 고려되어야 한다. 진공용기

표면의 outgassing량은 기체의 활성화 에너지, 용해성, 확산성, 고수성(sticking probability)에 의해 영향을 준다.

본 논문에서는 10⁻¹¹ torr의 초고진공을 얻기 위한 진공용기의 표면조도 등 진공의 주요 요소들을 고려하여 설계·개발하고 진공계를 이용 시스템의 최저도달 진공도, 진공용기의 압력 증가정도, outgassing rate를 측정·계산하였다.

2. 초고진공을 위해 고려할 Factor들 (시스템 구성시 고려할 Factor들)

입의의 진공시스템을 구성할 때 순유량(net flow rate) Q는

$$Q = SP - (d(-PV)/dt + Q_i) = 0 \quad (1)$$

이다. 여기서 SP는 펌프에 의한 배기량, d(-PV)/dt는 진공용기의 잔류기체량으로 마이너스는 압력 감소를 의미하고, Q_i는 outgassing량등을 의미하며 정량적으로 나타낼 수 없다. 식 (1)에서 Q_i항을 기준으로 다음과 같이 분류하여 고려한다.

2.1. Q_i항을 무시할 경우(Q_i=0)

진공시스템 구성시 1차적으로 고려할 factor들이며 식 (1)를 정리하면

$$P_u = P_o \exp(-St/V) \quad (2)$$

이다. 여기서, P_u는 진공용기의 최저도달압력(base pressure), P_o는 대기압, S는 펌프의 배기속도, V는 진공용기의 부피이다. 한편, 유량 관계식[3]에서 Q = d(P₁V)/dt = C(P₁ - P₂) (일반적으로 P₁ >> P₂) 이므로, P_u는

$$P_u = P_o \exp(-Ct/V) \quad (3)$$

가 된다. 여기서 C는 진공용기와 펌프와의 연결된 관 또는 orifice의 conductance이다. 따라서 요구하는 진공도 P_u는 식 (2), (3)에서 펌프의 배기속도 S 및 펌프의 작동시간 t, 진공용기의 체적 V, conductance C에 의존하므로 시스템 구성시 이 factor들을 고려하여 제작한다.

2.2. Q_i항을 고려할 경우(Q_i=Q_i)

2차적으로 고려할 factor들로 식 (1)를 정리하면,

$$P_u = Q_i/S - (Q_i/S - P_o) \exp(-St/V) \quad (4)$$

가 된다. 식 (4)에서 t=∞일 때, 즉 진공시스템을 장시간 펌핑할 때

$$P_u = Q_i/S \quad (5)$$

가 된다. 결국 초고진공도에 도달하기 위해서는 Q_i를 최소화 해야한다. 예를 들면 펌프 용량이 1500 l/sec인 경우 P_u가 5×10⁻¹¹ torr에 도달하기 위해서는 Q_i는 7.5×10⁻⁸ torr l/sec 이하여야 한다. Q_i항에 관련 정량적으로 기술할 수 없으며, 구성재료의 선택 및

표면조도[5-7], 세척정도[7], baking[3] 등에 의하여 최소화 시킬 수 있다. 재료에 따라 outgassing량이 다르며[6], 표면조도가 좋을수록 표면적이 줄어들고 표면의 미세조도를 볼 때 conductance에 의한 가상 누출과 결합에너지를 최소화 시킬 수 있어 펌핑효과를 최대화 및 outgassing량이 적게 된다[4, 6]. 세척방법은 여러 형태로 분류하며[6], baking은 진공표면에서의 탈가스 시간(degas time)을 충분히 줄이는데 있으며 이때 탈가스시간 τ는[4] τ = τ₀ exp(E/RT)이다. 여기서 E는 결합에너지, R는 기체상수, τ₀는 표면원자들이 표면에서 수직으로 진동하는 주기와 밀접한 상수이다. τ는 물리적 흡착보다는 화학적 흡착에 크게 영향을 미치며, baking은 화학적 흡착기체를 제거하는데 크게 영향을 준다.

3. 시스템 개발

본 시스템은 앞 절에서 언급한 1차 factor들을 고려하여 Fig. 1과 같이 구성하였다.

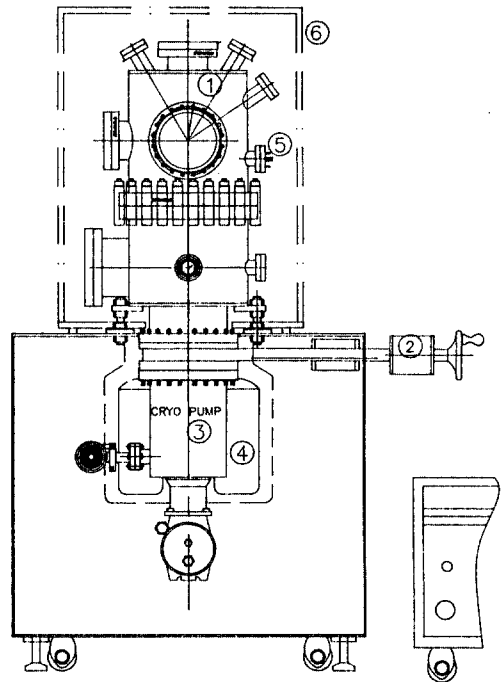


Fig. 1. Schematic diagram of the UHV system.
1. UHV chamber; 2. gate valve; 3. cryo pump; 4. sorption pump; 5. nude ion gage; 6. baking system.

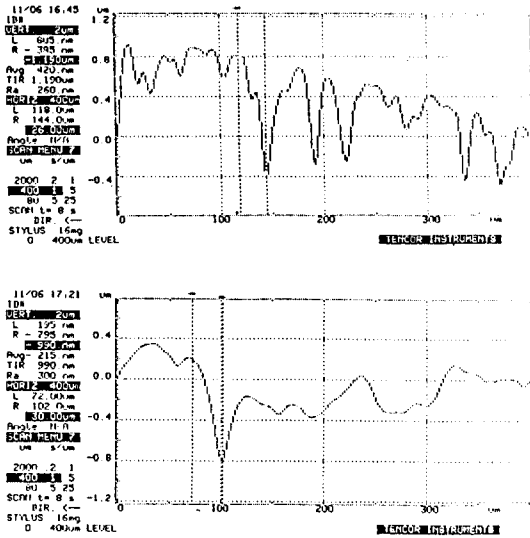


Fig. 2. Surface profiles before (upper) and after (down) electropolishing of a stainless steel 304, measured by surface profiler (Apha Step 200).

펌프 시스템은 sorption pump(Varian, double size vacsorb)와 cryo pump(EBARA, UHV-8)을 사용하였으며, 이들 각각의 펌프 용량 및 배기속도는 170000 torr-liter(공기에 대하여), 1500 l/sec(질소 기체에 대하여)이다[8, 9]. 진공용기의 체적은 48.7l로 제작하였고, 표면적은 약 8700 cm²이다. Conductance를 무한대 또는 최대로 하기 위해 펌프와 진공용기를 직접 또는 viton O-ring gate valve를 통하여 연결하였다.

2차 factor들인 Qi를 최소화하기 위해 outgassing이 적은 냉간 압연 304 stainless steel을 사용하였고, 모든 기밀(sealing) 부위를 OFHC(oxygen free high conductance) 구리 가스켓을 사용하였으며, 윗 용기와 아래 용기사이에는 wheeler flange[10]를 사용 wire 구리 가스켓으로 기밀하였다. 세척은 용접 전 · 후에 실시하였고, 용접전은 tap/hot water, trichloroethane 세척을 하였으며, 특히 용접 부위에 주의하였다. 용접 후에는 tap/hot water, freon 세척 후 표면조도를 향상시키기 위해 크롬산, 질산, 인산 수용액에 전해연마(electropolishing, 전압 7V, 전류 약 600A)를 하였다. Fig. 2에서는 전해연마 전 · 후 surface profiler(Apha Step 200)를 사용하여 표면조도의 측정결과를 나타

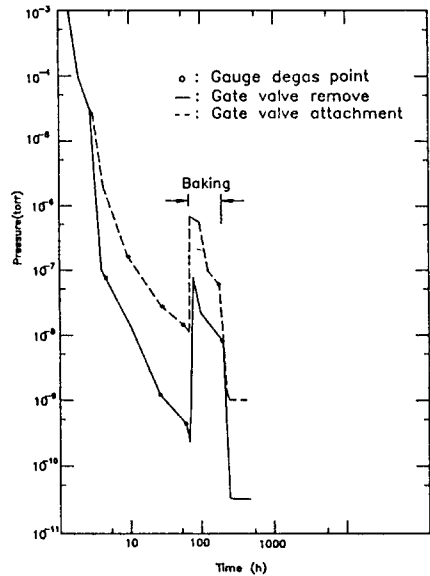


Fig. 3. Pump down curve from atmospheric to ultra-high vacuum.

냈다. 전해연마 후 표면조도가 평균적으로 수백 nano meter까지 줄었으며 깊이의 험곡정도가 크게 완만함을 알 수 있다. 전해연마 후 2차 증류수 rinse, 초음파 세척(freon), 증류수 세척, dry순으로 세척하였다. 대기 중에 노출시킨 가스켓은 ethanol 세척을 하여 사용하였다.

진공용기의 진공도를 측정하기 위해 두개의 nude B-A ion gauge(Varian, UHV24; Leybold, IE211)를 사용하였으며, 진공계의 감도(sensitivity)는 질소기체에 대하여 각각 25(torr)⁻¹, 5(mbar)⁻¹이고[8, 11], 진공용기의 압력구배(pressure gradient)를 고려하여 아랫 용기의 펌프 입구에 대하여 대칭적으로 설치하였다. 열전대 진공계 G₁, G₂를 1차 펌프의 진공도를 지시하도록 roughing, forline분야에 설치하였다.

4. 배기 및 측정

진공 시스템 구성시 O-ring 기밀(sealing) gate 밸브 부착시와 제거시로 분류하였다. 이는 O-ring 부위에서 outgassing량이 많기 때문이다[4]. 우선 gate 밸브를 부착할 경우 sorption pump를 이용 cryo pump 분야를 1×10⁻¹ torr까지 배기 후, cryo pump 부위를 고립시킨 다음 cryo pump를 약 2시간동안 작동 14k

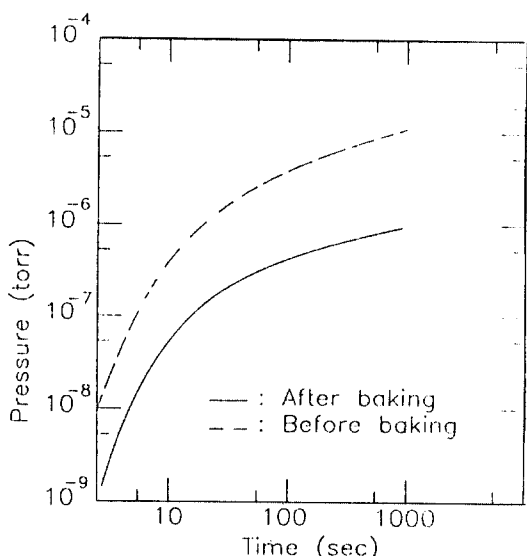


Fig. 4. Leak up rate of the chamber.

온도까지 내린다. 동시에 진공용기 부위를 sorption pump를 이용 4×10^{-4} torr까지 배기 후 roughing 부위를 고립, cryo pump를 이용 진공용기를 배기한다. 60시간 작동하여 9.5×10^{-9} torr 도달후 baking하였다. Baking은 250°C에서 60시간 하였으며 온도상승, 하강시에는 시간당 10°C를 변화시켰으며 이는 copper gasket과 stainless steel flange와의 열팽창계수 차이에 따른 누출 가능성을 제거하기 위해서이다. Baking 후 24시간 동안 펌핑결과 진공도는 1.2×10^{-9} torr를 지시하였으며, 진공도와 펌프배기 시간과의 관계를 Fig. 3에서 도식하였다.

한편, gate 밸브를 제거후 roughing 부위를 이용 진공용기 및 cryo pump 부위를 1×10^{-2} torr까지 배기 후 cryo pump를 작동시켰다. 이의 펌핑방법은 gate 밸브 정착시와 동일하게 시행하였으며, 18시간 배기 후 2.9×10^{-10} torr에 도달하였다. 계속해서 baking이 끝난 후 24시간 펌핑한 결과 진공도는 3.08×10^{-11} torr였다. 그 결과도 Fig. 3에 도식하였다. 그리고 gate 밸브 정착시 밸브를 이용 진공용기와 펌프를 분리하여 baking 전·후 진공용기와 압력 상승도를 Fig. 4에 나타냈다. Base pressure에서 관계식($Q=SP$)에 의해 진공용기의 outgassing rate Q 는 4.62×10^{-8} torr l/sec였다. 이 때 잔류 기체를 질소기체로 가정하였으며, 일반적으로 초고진공 시스템의 잔류기체는 H₂, CO

등이다[7, 12].

5. 결 론

초고진공을 위한 기본 factors 특히 표면거칠기를 고려한 후 제작하여 cryo pump로 배기한 결과 0-ring gate 밸브 제거후 3.08×10^{-11} torr에 도달하였고, base pressure에서의 outgassing rate는 4.62×10^{-8} torr l/sec였다.

최근에 표면과학과 단위자층의 박막제공, 미래의 전자 디바이스가 원자단위 크기가 예상되므로 극고진공(XHV)이 출현, 발전 되고 있다[12]. 이를 위해서는 재료의 선택, 펌프의개선, 측정 게이지의 측정영역 확장, 진공용기 제작시의 표면거칠기 최소화, 그리고 적정의 세척과정 등이 연구, 수행되어야 한다고 사료된다.

참고문헌

1. Roth, "Vacuum Technology", North-holland publishing company, Amsterdam (1976).
2. A. Berman, "Total pressure measurements in vacuum technology" Academic Press, Inc. New York (1985).
3. G. L. Weissler and R. W. Carlson, "Methods of experimental physics Vol. 14", Academic Press, New York (1979).
4. G. F. Weston, "Ultrahigh vacuum practice", Butter Worths, Lodon (1985).
5. S. Kato, M. Anso and K. Sato, Y. Baba, *J. Vac. Sci. Technol.*, A8(3), 2860 (1990).
6. B. S. Halliday, *Vacuum*, Vol. 37, 583 (1987).
7. Yale, Strausser "Varian report No. 51", Varian associates, California.
8. Varian vacuum products division, "Varian vacuum component catalogue", (1991).
9. Leybold-heraeus, "Cryo pump and compressor manual" (1986).
10. W. R. Wheeler, "Varian report No 25" Varian associates, California (1963).
11. Leybold-heraeus, "B-A nude hot ion gauge manual" (1986).
12. Y. Matsui, K. Yui and H. Yamakawa, *J. Vac. Sci. Technol.*, A9(3), 2010 (1991).