

10^{-10} torr까지의 초고진공 표준 확립

홍승수 · 임재영 · 박재홍 · 신용현 · 이철로 · 정광화

한국표준과학연구원 진공연구실
(1993년 5월 11일 접수)

Establishment of Ultrahigh Vacuum Standard down to 10^{-10} torr Range

S. S. Hong, J. Y. Lim, J. H. Park, Y. H. Shin,
C. R. Lee and K. H. Chung

Korea Research Institute of Standards and Science, Vacuum Laboratory
(Received May 11, 1993)

요 약 - 동적교정방법을 이용하여 $10^{-7} \sim 10^{-10}$ torr 영역에서 교정 가능한 초고진공 표준기를 제작하였다. $10^{-6} \sim 10^{-9}$ torr L/s 영역의 극미세 유량은 고진공 표준기에 porous plug를 연결하여 발생 제어시켰으며 일정한 배기속도를 유지함이 알려져 있는 refrigerator type cryopump를 이용하여 3×10^{-11} torr의 base pressure를 얻을 수 있었다. 이 초고진공 표준기를 이용하여 두 개의 extractor gauge와 자체 제작한 nude 이온게이지들을 교정하고 그 직선성 및 재현도를 살펴보았다.

Abstract - The dynamic calibration system which can calibrate the ultrahigh vacuum pressure down to 10^{-10} torr has been fabricated. The production and control of minute flow of $10^{-6} \sim 10^{-9}$ torr L/s range is done by a porous plug connected to the high vacuum standards system. The base pressure of the UHV standards system down to 10^{-11} torr range was obtained by refrigerator type cryopump, whose pumping speed is known to be constant. By using the UHV standards system, 2 extractor gauges and 1 nude ion gauge were calibrated and their linearities and scatterings were studied.

1. 서 론

초고진공의 측정기술은 1960년대부터 활발히 연구되어 많은 게이지들이 개발되었으며[1] modulated ion gauge, extractor gauge 등이 상품화되어 있다. 그러나 이들의 정확성을 보장해 줄 수 있는 초고진공 표준은 모든 압력에서 일정한 배기속도를 가지면서 극고진공을 발생시킴과 초고진공 영역의 원하는 압력을 만들 수 있는 극미세 유량을 발생제어함이 기술적으로 어려워 많은 발전을 보지 못하였다.

대표적인 고진공 및 초고진공 표준을 확립하는 데는 부피팽창법(expansion method)과 동적교정방법(dy-

amic calibration method, flow method)가 있다[2]. 부피팽창법은 부피차이가 큰 두 개의 진공챔버를 이용하는데, 작은챔버(압력 P_1 , 부피 V_1)에 채운 가스를 큰챔버(압력 P_2 , 부피 V_2)에 팽창시켜 미리 정확하게 측정된 P_1 , V_1 , V_2 로부터 표준압력 P_2 를 보일의 법칙($P_1V_1 = P_2V_2$)을 이용하여 계산하는 방법이다. 동적교정방법은 상하 두 개의 챔버 사이에 정확하게 콘스탄트 C 를 알고 있는 orifice를 설치하고 정확하게 조절된 유량 Q 를 시스템에 흘려 윗챔버(압력 P_1)와 아래챔버(P_2) 사이의 압력차($P_1 - P_2$)를 발생시킨 후 $Q = C(P_1 - P_2)$ 식을 이용하여 표준압력 P_1 을 계산하는 방법이다.

미국의 표준기관인 NIST는 동적교정방법을 이용하여 10^{-8} torr 정도까지 교정능력을 갖고 있으며[3], 독일의 PTB는 부피팽창법을 이용하여 10^{-7} torr 정도 [4], 그리고 이태리의 IMGC는 팽창법과 동적교정방법을 이용하여 10^{-8} torr의 진공도 교정 능력을 가지고 있다[5]. PTB에서는 liquid helium condenser pump와 동적교정방법을 사용하여 10^{-9} torr까지 교정할 수 있는 시스템을 디자인 했으나[6] 실제 교정에는 사용되지 않고 있다.

본 연구에서는 동적교정방법을 이용하여 초고진공 표준을 확립하였다. 고진공 표준기에 콘다턴스가 약 6.4×10^{-3} L/s인 porous plug를 부착하여 $10^{-6} \sim 10^{-9}$ torr L/s의 극미세 유량을 발생 제어시키고 cryo-pump를 이용하여 3×10^{-11} torr의 base pressure를 얻을 수 있었다. 이 초고진공 표준기를 이용하여 두 개의 extractor gauge와 자체 제작한 nude 이온게이지들을 교정하고 그 직선성 및 재현도를 살펴보았다.

2. 초고진공 표준시스템

고진공과 초고진공 표준시스템의 기본 원리는 오리피스(orifice)와 유량계(flowmeter)를 이용한 동적교정시스템이다. 동적교정시스템의 원리 및 당연구실에서 제작된 고진공 표준기에 사용된 유량계와 orifice plate의 구조는 참고문헌[7,8]에 자세히 설명되어 있으며 orifice plate의 콘다턴스 계산은 clausing이 제안한 분자투과율 계산법에 의해 계산되었다[9, 10]. 동적교정시스템에 사용되는 유량계는 피스톤과 실린더를 이용한 정압식(constant pressure method)이며 이것으로는 $10^{-5} \sim 10^{-2}$ torr L/s 범위의 유량을 조절하여 $10^{-6} \sim 10^{-3}$ torr 영역의 진공도 밖에 교정할 수 없다. 따라서 10^{-10} torr까지 교정가능한 초고진공용 극미세 유량조절을 위해서 porous plug를 이용한 새로운 원리의 유량조절 방법을 고안하였다.

초고진공 표준시스템의 원리를 Fig. 1에 간략화시켜 보였다. 기체는 압력이 높은 순서대로 고진공 용기 1(압력 P_1 , 부피 V_1), 콘다턴스 C_1 , 초고진공 용기 2(P_2 , V_2), 콘다턴스 C_2 , 초고진공 용기 3(P_3 , V_3)를 거쳐 진공펌프에 의해 밖으로 배기된다. 여기서 용기 1과 콘다턴스 C_1 의 조합이 초고진공 표준 시스템의 유량계를 이루고 용기 2와 콘다턴스 C_2 그리고 용기 3의 조합이 초고진공도 표준을 위한 동적교정시스템이다.

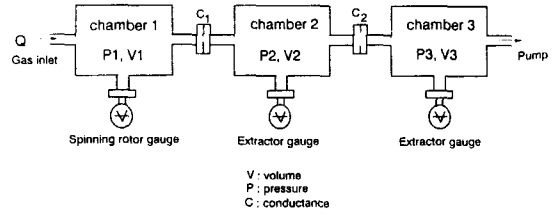


Fig. 1. Principle of UHV calibration system.

콘다턴스 C_1 을 $10^{-2} \sim 10^{-3}$ L/s 정도로 만들면 P_1 은 P_2 의 100~1000배 정도의 압력을 가진다. 콘다턴스 C_1 을 통해 초고진공용 용기 2로 유입되는 유량은 $Q = C_1(P_1 - P_2)$ 이나 $P_2 \ll P_1$ 이므로 $Q = C_1 P_1$ 으로 나타낼 수 있다. 또한 콘다턴스 C_2 를 통해 용기 3으로 유입되는 유량은 $Q = C_2(P_2 - P_3)$ 이므로 표준압력 P_2 는

$$P_2 = \frac{C_1}{C_2} \left(\frac{1}{1 - R_p} \right) P_1 \quad (1)$$

이 되며, 여기서 $R_p = P_3/P_2$ 이다. 따라서 P_2 는 C_1 , C_2 , P_1 그리고 R_p 로부터 구할 수 있다.

본 연구에서 제작된 동적교정방법에 의한 초고진공 표준시스템은 Fig. 2와 같이 오른쪽에서 왼쪽으로 유량계, 고진공 교정시스템, porous plug, 그리고 초고진공 교정시스템 등으로 구성되어 있다. 두 교정 챔버 사이에 porous plug가 설치되어 있으며 유량계에서 발생된 유량은 고진공 교정챔버로 유입되고 대부분은 고진공 시스템에 부착된 터보분자 펌프에 의해 배기되고 일부 극미세 유량만이 porous plug를 통해 초고진공 교정챔버, 오리피스 C_2 , 초고진공 배기챔버로 흘러 cryopump에 의해 배기된다. Porous plug의 제작방법 및 conductance 측정방법은 참고문헌[11, 12]에 나와 있으며 본 시스템에 사용된 porous plug의 콘다턴스는 24°C 질소에 대해 6.36×10^{-3} L/s이다.

초고진공 챔버는 가운데의 오리피스판을 중심으로 윗쪽의 교정챔버와 아래쪽의 배기챔버로 분리되어 있으며 오리피스판의 상하 10 cm되는 지점에 등간격으로 각각 8개씩의 2.75" CFF가 부착되어 있다. 교정챔버 꼭대기의 2.75" CFF에 all metal valve가 있어 고진공 챔버로부터 초고진공 챔버를 고립시킬 수도 있고 porous plug를 통해 고진공챔버로부터 가스가 유입되게 할 수도 있다. 가스 주입구와 배기구 입구에 baffle을 설치하여 기체분포가 Maxwell-Boltzmann

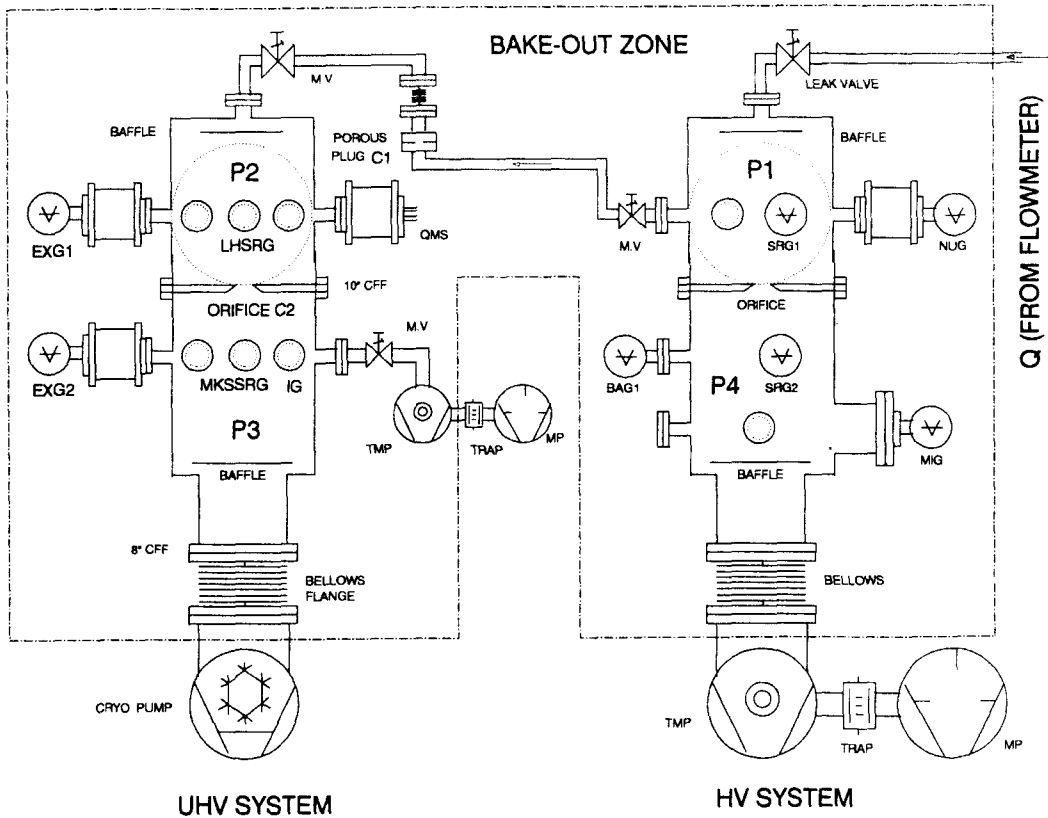


Fig. 2. Schematic diagram of UHV calibration system.

분포가 되도록 하였다. 교정챔버에는 LEYBOLD사의 SRG(LHSRG)와 extractor gauge(EXG1)가 각각 1개씩 붙어 있으며, 배기챔버에는 MKS사의 SRG(MKS-SRG)와 extractor gauge(EXG2) 그리고 자체 제작한 nude ionization gauge(IG)가 각각 1개씩 부착되어 있다.

초고진공 챔버의 배기펌프로는 refrigerate type cryopump(EBARA, UHV-8)를 사용하였으며, 배기속도(pumping speed)는 질소와 수소에 대해서 각각 1500 L/s와 2200 L/s로 주어지 있다. Cryopump의 배기속도 S는 펌프가 포화상태가 되기 전까지는

$$S = A(kT/2\pi m)^{1/2} (1 - Pu/P) \quad (2)$$

이다. 여기서 A는 effective pump surface area, Pu는 ultimate pressure, P는 operating pressure, k는 Boltzmann 상수, T는 절대온도 K, 그리고 m은 기체의 분자량이다. Pu는 cryopump 작동온도인 12 K 근방에서는 10⁻¹⁶ torr 정도이므로 현실적으로 cryopump

의 배기속도는 일정하다고 볼 수 있다. Cryopump는 펌프자체와 compressor의 진동이 챔버에 전달될 수 있으므로 이를 줄이기 위하여 펌프와 챔버사이에 8" bellows CFF를 달아 진동을 차단시켰다. 초고진공을 유지하기 위한 전체 시스템은 prebaking이 충분히 된 상태에서 heating mantle과 band들을 감아 2일에 걸쳐 온도를 300°C까지 올려 48시간 유지한 후 다시 2일에 걸쳐 온도를 내렸다. 압력비 측정에 사용되는 두 개의 SRG는 고진공 표준기에서 미리 교정을 하였는데 각각의 accommodation factor(σ)는 LHSRG=1.008, MKSSRG=1.096이었다. 이 두 개의 SRG를 이용하여 SRG의 정확성이 가장 뛰어난 10⁻⁴~10⁻⁵ torr 영역에서 압력비(P₃/P₂)를 구한 결과 27°C 질소에 대해서 0.061이었다. 교정챔버와 배기챔버 사이의 10" CFF에 있는 orifice의 반지름은 길이연구실에서 측정하였는데 6.256 mm이며 27°C 질소에 대한 콘다턴스는 15.72 L/s이다.

고진공 교정시스템의 표준압력 P₁과 초고진공 교

정챔버의 압력 P_2 그리고 배기챔버압력 P_3 사이의 관계는 27°C 질소에 대해 식 (1)과 C_1, C_2, R_p 의 값들로부터 다음과 같이 주어진다.

$$\begin{aligned} P_2 &= 4.31 \times 10^{-4} P_1 \\ P_3 &= 2.63 \times 10^{-5} P_1 \end{aligned} \quad (3)$$

압력 P_1 이 $10^{-1} \sim 10^{-6}$ torr 영역에서 변하면 P_2 는 $10^{-5} \sim 10^{-10}$ torr 영역에서 변한다. 참고문헌[7-12]에 의하면 P_1 의 오차 2.7%, C_2 의 오차 0.3%, C_1 의 오차는 1%로 주어지며 R_p 의 오차는 SRG의 측정오차이므로 약 3%, R_p 오차가 P_2 에 기여하는 정도는 약 0.2%이므로 P_2 의 오차는 4.2% 이내이며 P_3 의 오차는 7.2% 이내이다.

3. 초고진공 게이지의 교정

제작된 초고진공 표준 시스템을 사용하여 시스템에

장착되어 있는 게이지들을 교정하였다. EXG의 콘트롤러들은 상용화된 제품들을 그대로 사용했고 IG 측정에 사용된 콘트롤러는 자체 제작하였고 콜렉터 전류는 Keithley 617 electrometer로 측정하였다. 교정 챔버의 base pressure는 2×10^{-10} torr이었고 배기챔버의 base pressure는 3×10^{-11} torr이었다. EXG들의 교정은 표준압력과 게이지 지시치를 직접 비교하였고 IG의 교정은 IG의 감도(sensitivity)를 구했다.

본 실험에 사용된 유량계는 P_1 이 10^{-6} torr 이하인 때 scattering이 심하므로 이 영역은 직선성 및 재현도가 좋은 것으로 드러난 상용화된 nude 이온 게이지의 교정결과를 extrapolate하여 사용하였고 10^{-5} torr에서 10^{-4} torr 영역은 유량계를 사용하여 초고진공 시스템의 압력 P_2 와 P_3 를 발생시켰다. 10^{-3} torr 영역은 고진공 시스템에 장착된 SRG를 사용하고 10^{-2} torr 이상의 영역은 SRG의 직선성이 나빠지므로 초고진공 시스템의 교정챔버에 장착된 SRG를 사용하여

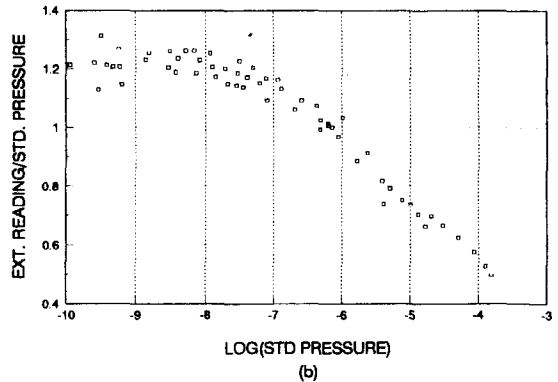
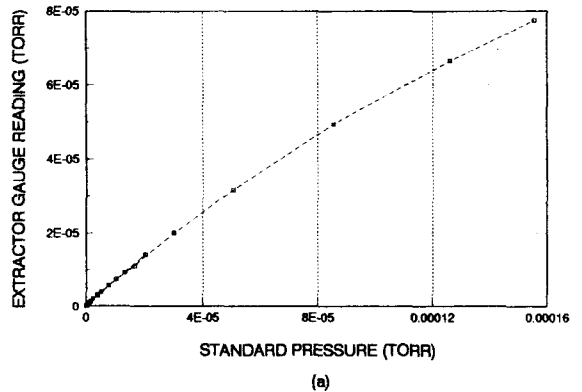
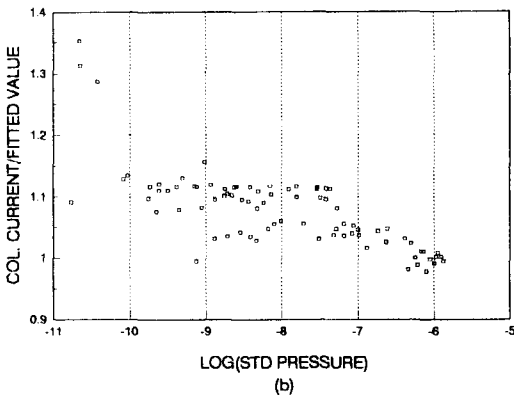
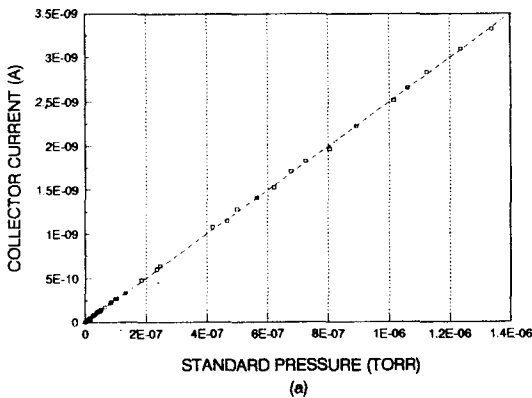


Fig. 3. (a) Plot of IG reading vs. standard pressure. (b) Scattering of IG calibration results.

Fig. 4. (a) Plot of EXG1 reading vs. standard pressure. (b) Scattering of EXG1 calibration results.

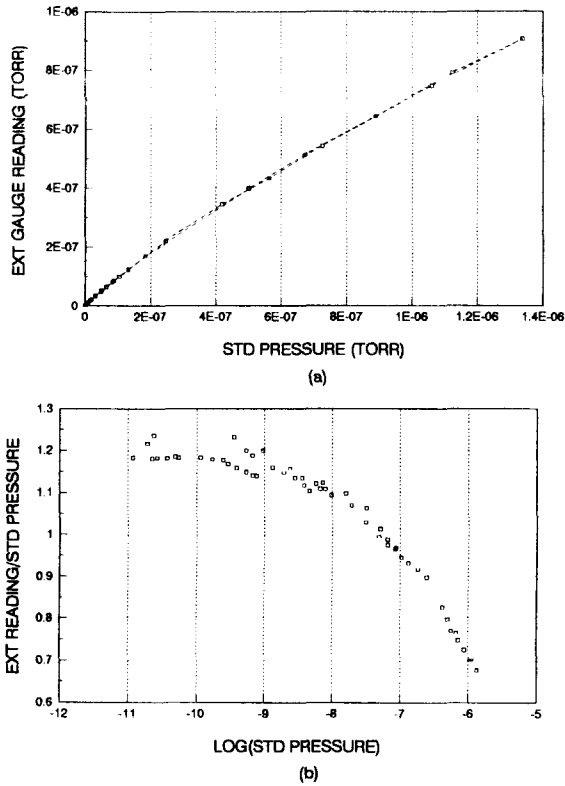


Fig. 5. (a) Plot of EXG2 reading vs. standard pressure. (b) Scattering of EXG2 calibration results.

P₂와 P₃를 발생시켰다.

Fig. 3에 배기챔버에 장착된 IG의 교정결과를 보인다. IG의 필라멘트 bias는 37 V, 그리드 bias는 147 V 그리고 emission 전류는 0.25 mA로 고정하였다. 교정방법은 게이지의 지시치를 표준압력에 대해 최소 자승법으로 fitting하여 그 기울기를 감도로 정하였으며 계산된 IG의 감도는 질소에 대해 10 torr⁻¹이었다. Fig. 3(a)는 IG 콜렉터전류값을 표준압력에 대해 plot한 것이고 (b)는 각 영역별 scattering을 더 정확히 볼 수 있도록 하기 위하여 지시치의 감도를 구해 계산한 교정값과의 비를 표준압력의 로그값에 대해 plot한 것이다. 10⁻¹⁰ torr부터 10⁻⁶ torr까지 게이지의 직선성은 10% 정도로서 매우 양호하였다.

Fig. 4는 교정챔버에 부착된 EXG1의 교정결과이다. (a)는 게이지 지시치의 표준압력에 대한 plot이고, (b)의 Y축은 게이지 지시치의 표준압력과의 비이며 X축은 표준압력의 로그를 취한 값이다. 교정결과 10⁻¹⁰ torr부터 10⁻⁷ torr까지는 지시치가 표준압력의 1.2배

정도로서 직선성이 좋으며 scattering은 10% 정도임을 알 수 있다. 압력이 높아지면 한 order에 0.2배씩 표준압력에 대한 지시치의 상대값이 줄어들어 10⁻⁶ torr 근처에서 표준압력을 지시하다가 10⁻⁴ torr 근처에서는 표준압력의 50% 정도 값을 나타낸다.

Fig. 5에 배기챔버에 부착된 EXG2의 교정결과를 보인다. 그래프의 X축과 Y축은 Fig. 4와 같다. 교정결과 10⁻¹¹ torr부터 10⁻⁸ torr까지는 EXG1의 결과와 비슷하지만 그 이상 압력에서는 직선성이 나빠지며 10⁻⁶ torr에서 표준값의 70% 정도밖에 지시하지 않는다. 일반적으로 extractor gauge는 SRG가 유효한 영역 즉 10⁻⁶ torr에서 교정하여 그보다 높거나 낮은 압력으로 extrapolate하여 사용하게 되는데 이와 같이 하면 계기에 따라 30~200% 정도 오차를 줄 수 있음을 알 수 있다.

5. 결 론

1. 초고진공 표준기의 배기챔버의 진공도를 3×10⁻¹¹ torr까지 낮추고, porous plug를 이용한 미세 flow 조절방법으로 10⁻¹⁰ torr 영역까지의 초고진공 표준을 확립하였고, 초고진공 게이지들의 교정 및 특성검사 능력을 확보하였다.

2. Extractor gauge 측정결과 초고진공 영역에서는 표준압력에 대한 직선성 및 scattering이 10% 정도로 우수하였으나 10⁻⁸ torr 이상의 압력에서는 직선성이 나빠지는 경향을 보였다.

3. Extractor gauge는 계기에 따라 10⁻⁶ torr 근방에서만 교정하여 사용하면 30~200% 정도의 오차를 가질 수 있다.

4. 자체제작한 nude ionization gauge의 감도는 10 torr⁻¹이었으며, 10⁻⁶ torr 영역까지의 직선성 및 scattering이 10% 정도로 매우 좋은 특성을 보였다.

감사의 말씀

본 연구는 과학기술처 특정연구 개발사업(극한기술개발) 중 “초고진공 실현 및 진단기술 개발” 연구의 일부분이며 후원에 깊은 감사를 드립니다.

참고문헌

1. P. A. Redhead, *J. Vac. Sci. Technol.* A5(5), 3215

- (1987).
2. A. Berman, *Total pressure measurements in vacuum technology*, Academic Press, New York, (1985).
 3. S. Dittmann, *High Vacuum Standard and its use*, NIST Special Publication, 250-34, (1989).
 4. W. Jitschinn, J. K. Migwi and G. Grosse, *Vacuum*, **40**(3), 293 (1990).
 5. M. Bergoglio, A. Calcatelli, L. Marzola and G. Rumiano, *Vacuum*, **38**(8), 887 (1988).
 6. G. Messer, *Proc. 7th Intern. Vac. Congr. & 3rd Intern. Conf. Solid Surfaces* (Vienna, 1977).
 7. 최석호, 정광화, 이상길, 한승용, *새물리*, **28**(5), 540 (1988).
 8. 홍승수, 신용현, 임재영, 박재홍, 이철로, 정광화, *한국진공학회지*, **2**(1), 1 (1993).
 9. P. Clausing, *J. Vac. Sci. Technol.* **8**, 636 (1971).
 10. 정광화, 한승용, 최석호, 이상길, 홍승수, 진공도 측정표준, KSRI-88-11-IR, 한국표준연구소 (1988).
 11. 임재영, 정광화, 최석호, 홍승수, 박재홍, *응용물리*, **4**(2), 127 (1991).
 12. 임재영, 정광화, 박재홍, 홍승수, 신용현, 이철로, *한국진공학회지*, **1**(1), 11 (1992).