



&lt;연구논문&gt;

ISSN 1225-8024(Print)  
ISSN 2288-8403(Online)

한국표면공학회지  
J. Kor. Inst. Surf. Eng.  
Vol. 48, No. 4, 2015.

<http://dx.doi.org/10.5695/JKISE.2015.48.4.179>

## 오염된 QMS의 원인 분석과 세정 및 기능 복원

김동훈<sup>a</sup>, 주정훈<sup>a,b\*</sup>

<sup>a</sup>군산대학교 대학원 플라즈마 융합공학과, <sup>b</sup>군산대학교 공과대학 신소재공학과

### Analysis of contaminated QMS, cleaning and restoration of functions

Donghoon Kim<sup>a</sup>, Junghoon Joo<sup>a,b\*</sup>

<sup>a</sup>Department of Plasma Convergence Engineering, Kunsan National University, Gunsan 54150, Korea

<sup>b</sup>Department of Materials Science and Engineering, Kunsan National University, Gunsan 54150, Korea

(Received August 24, 2015 ; revised August 28, 2015 ; accepted August 29, 2015)

#### Abstract

Quadrupole Mass Spectrometers (QMS) is a very useful tool in vacuum process diagnosis. Tungsten filament based ion sources are vulnerable to contamination from process gas monitoring. Common symptoms of quadrupole mass spectrometer malfunction is appearance of unwanted contaminant mass peaks or no detection of any ion peaks. We disassembled used quadrupole mass spectrometer and found out black insulating deposits on inside of ion source parts. Five steps of cleaning procedure were applied and almost full restoration of functions were confirmed in two types of closed ion source quadrupole mass spectrometer. By using a numerical modeling (CFD-ACE+) technique, the electric potential profile of ion source with/without insulating deposit was calculated and showed the possibility of quadrupole mass spectrometer malfunction by the deterioration of designed potential profile inside the ion source.

*Keywords* : QMS, ion source, filament, cleaning, CFD-ACE+

## 1. 서 론

진공을 사용하는 분야에서 기본 진공도나 공정 중 챔버 내부 가스종의 변화에 대한 정보를 신속히, 정확하게 파악하는 것이 중요하다. 특히 플라즈마를 이용하는 공정 챔버에서는 다양한 전자 충돌 화학 반응으로 가스종이 생성된다. QMS (quadrupole mass spectrometer)로 이들 중성종의 분압 측정이 가능하다<sup>1,2)</sup>. QMS의 구조는 중성 입자의 이온화를 담당하는 이온원과 이를 사중극 질량 필터에 조준하여 입사시키기 위한 간단한 구조의 이온 렌즈, 그리고 고주파와 직류 전압을 이용한 질량 필터와 최

종적으로 이온 전류를 측정하는 FC (Faraday cup)와 EM (electron multiplier)이 있다<sup>3)</sup>. QMS로 들어온 중성 가스는 필라멘트에서 방출된 전자가 이온화시켜서 측정한다. 일반적인 구조의 QMS의 허용 작동 압력은  $10^{-4}$  Torr 이하 이므로 대개의 경우 직접 공정 챔버에 연결할 수 없고, 차등 배기용 오리피스를 거쳐 일부 가스만 분석한다. 이온 소스는 closed type과 open type이 있고, 필라멘트를 포함한다. 필라멘트 물질은 Tungsten, Rhenium, Thoria (Thoria coated Iridium), LaB<sub>6</sub>등으로 다양하다. 작동 온도가 다르고 사용조건이 달라서 공정가스에 따라서 선택해야한다. Oxygen, CO, CO<sub>2</sub>의 높은 압력에서 반응하므로 사용 시 주의해야한다<sup>4)</sup>.

열전자 방출을 위해서 텅스텐 필라멘트는 약 2200°C로 가열된다<sup>5)</sup>. 이 과정에서 텅스텐은 분석 대상 가스에 포함된 산소가 있으면 열역학적으로

\*Corresponding Author : Junghoon Joo

Department of Plasma Convergence Engineering, Kunsan National University  
E-mail : [jhjoo@kunsan.ac.kr](mailto:jhjoo@kunsan.ac.kr)

Table. 1 Oxidation reactions according to the temperature.

Temperature (°C)	Material
800	WO <sub>2</sub>
800 ~ 900	W <sub>2</sub> O <sub>5</sub> , W <sub>4</sub> O <sub>11</sub>
900 ~ 1473	WO <sub>3</sub>

반응해서 용점이 낮고 증기압이 매우 높은 텅스텐 산화물 (WO<sub>x</sub>)로 증발하게 된다(표 1)<sup>6)</sup>. 오염물들은 필라멘트 주변인 이온원 부품 표면에 증착된다. 다양한 공정 압력 조건에 대해서 QMS를 운용하기 위해서 두 종류의 오리피스와 분압 교정용 표준 가스 연결 밸브, 높은 공정 압력 측정 시 바이패스를 위한 밸브, 고진공 측정용 고컨덕턴스 밸브 등을 포함한다. HexBlock이 설치된 Inficon사의 CPM-300은 여러 압력범위를 허용할 수 있게 설계되었다. 분석가스종이 QMS 내부로 들어오는 과정에서 HexBlock 부품의 표면과 충돌하고 이온소스로 들어오는 구조를 가졌다. 반면 Pfeiffer사의 Prisma 80은 단일 오리피스를 사용하고 가스종이 line of sight로 이동하게 된다<sup>7)</sup>. 이 때 이온소스 중 anode chamber 표면에 집중적으로 오염이 발생한다. 필라멘트에서 발생된 전자와 측정 가스가 이온화하는 곳이다. 오염물이 흡착하면 불순물로 작용해서 QMS 분석 시 기억 효과를 가져오며, base pressure도 높아져서 미세한 관측을 할 수 없다. 또한 절연물 증착이 심해지면 정전하의 축적으로 발생하는 전기장에 의해서 최종적으로 이온 검출이 안 되므로 분석기의 기능을 상실한다. 본 연구에서는 이와 같은 이온원의 오염 상태에 의한 QMS의 동작 불능 상태의 원인을 파악하고 적절한 제거 방법을 탐구함으로써 분석기의 기능을 회복하고 정확한 질량 피크를 다시 얻을 수 있음을 두 제조사의 제품에 대해서 조사하였다.

## 2. 실험 방법

본 연구의 목적은 폭이 넓은 윈도우 타입과 작은 원형 홀 타입의 전자 통과 영역을 갖는 밀폐형 이온원을 갖는 QMS가 정상적인 이온 질량 피크 분해 성능을 상실한 경우에 이온원 주변의 오염물 제거가 기능 회복에 미치는 효과를 확인하기 위함이다. 대표적인 밀폐형 이온원 QMS인 INFICON사의 CPM-300과 PFEIFFER Prisma 80을 이용하였다. 그림 1(a)는 CPM-300, 그림 1(b)는 Prisma 80의 오염된 이온소스이다. 필라멘트의 전자 방출 전류값은 정상이나, 이온이 검출되지 않거나 정상적인 기능을 하지 못하게 된 QMS의 이온원을 분해하여 보

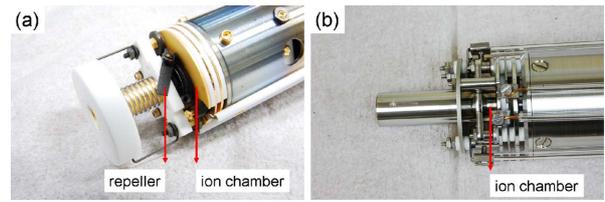


Fig. 1. Ion source of QMS (a) CPM-300, (b) Prisma 80.

면 이온 챔버, 집속관, 리펠러 주변이 오염된 것을 확인 할 수 있었다. 필라멘트 주변이 주요 오염부였다<sup>8-10)</sup>.

이온원의 오염물질에 대한 정확한 조성 및 결정 구조 분석은 추후의 논문에서 상세히 다루기로 하고, 이번 논문에서는 1차적으로 기계적 연마 및 탈지 과정을 통해서 이온원의 성능이 회복될 수 있는지 실험적으로 확인하고, 수치 모델을 통하여 절연성 증착층이 미치는 이온원 주변의 전위 분포를 구하여 정전하 축적이 미치는 영향을 파악하고자 하였다. 모델링에는 상용 다중 물리 소프트웨어인 ESI사의 CFD-ACE+를 사용하였다.

이온원 오염 세정 작업은 5 가지의 순서로 세정을 진행하였다. 1차적으로 유기물 오염을 용제로 간단히 제거한 후, 1 μm 직경의 알루미늄 분말로 기계적 연마를 통해서 고체 증착층을 제거하였다. 유기물 오염에 대해서는 이온원 부품의 식각 염려가 없는 알칼리성 세척제(PH = 11)로 초음파 세척기를 이용하여 세척하고 증류수로 최종 마무리를 하였으며 150°C의 오븐 속에서 건조하였다<sup>11)</sup>. CPM-300의 경우 금도금이 되어 있는데 기계적 연마 과정에서 일부 도금층이 훼손되는 경우가 발생하였고 이는 반응성 가스의 흡착을 방지하려는 제작사의 의도를 100% 유지하지 못하는 결과를 낼 것으로 예상되지만 고체 증착층의 제거를 위해서 이용하는 기계적 연마 과정은 수작업이므로 작업자에 따라서 완벽히 금도금 층을 유지하면서 진행하기는 어렵다. 추가적인 연구를 통해서 금도금 단계를 추가하여 완전한 복원을 진행하는 것을 준비하고 있다.

## 3. 실험 결과 및 고찰

두 가지 이온원 모두 필라멘트 주변에서 오염이 주로 발생했다(그림 2(a), (b)). 오염물 증착에 의해서 금속 부품의 표면 광택이 사라지고 최종적으로 검정색으로 변했으며 두께가 얇아지는 방향으로 빛의 간섭색이 보인다. CPM-300 이온원의 필라멘트 반대편에는 외측 방향으로 방출되는 열전자를 이온원의 중심축으로 되돌려 보내는 리펠러가 있다(그림 2(c)). 이 부분이 양극 챔버와 함께 가장 심

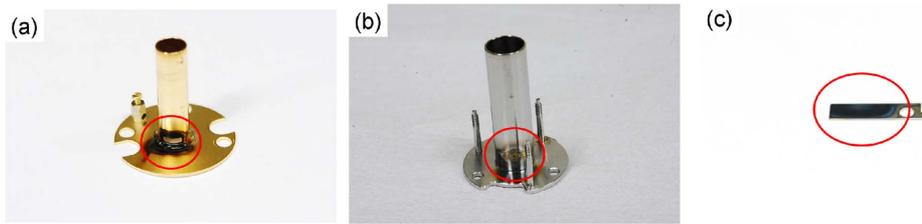


Fig. 2. Contaminated anode chamber of QMS (a) CPM-300, (b) Prisma 80, (c) Repeller of CPM-300.



Fig. 3. Anode chamber of QMS after the cleaning (a) CPM-300, (b) Prisma 80, (c) Repeller of CPM-300.

하게 오염이 되었다. 위에서 언급한 5단계의 세정 절차를 거쳐서 이온원의 양극 챔버와 리펠러의 검정색 오염물이 제거되었다(그림 3(a), (b), (c)). QMS의 이온 전류 측정을 통해서 세정 과정의 영향과 함께 기능 복원 여부를 파악하였다.

그림 4에는 CPM-300에서 세정 전, 후, baking 과정 중 측정된 이온 전류 피크를 나타내었다. 이때의 전자에너지는 공정 분석시 표준 운영값인 40 eV로 하였다. 오염된 QMS는 전체적인 이온 전류가 높게 측정되었고, 기본 진공도 역시  $8.61 \times 10^{-6}$  Torr였다. 주요 오염물은 탄화 수소( $C_xH_y$ )로 보였고  $1 \times 10^{-14}$  A 이하 영역의 노이즈가 생겼다. 이온원의 전자 홀의 형태가 폭이 넓은 윈도우 형식이라서 오염물 증착층이 형성되어도 작은 양의 전자들은 여전히 양극 챔버로 진행할 수 있으므로 이온 전류 피크는 얻을 수 있으나, 동일한 전자 방출 전류를 얻기 위한 필라멘트 가열 전류가 높아짐으로써 필라멘트의 수명이 감소할 우려가 있다. 이온원 세정을 통해서 오염물은 대부분 제거 되었다고 판단되며 QMS 내부에 흡착된 수분 피크가 가장 높았다. 또한 분석기에 성능저하를 유발하던 노이즈가 감소하였다. 120°C, 8 시간 baking을 통해서 수분이 1/100로 감소하였고 기본 진공도는  $4 \times 10^{-7}$  Torr로 오염 전과 비교해서 약 1/10로 낮아졌다. 이는 분석기가 정상적으로 동작할 수 있는 것을 알 수 있다.

원형의 전자 통과 홀을 가지고 있는 Prisma 80의 경우에는 절연 증착층에 의한 전위 분포의 변화가 심해서 오염이 심한 경우 전혀 이온 피크가 측정되지 않았다. 5단계의 세정을 통해서 이 문제를 해결하였다. CPM-300과 다르게 필라멘트에서 생성된 전자가 측정 가스종을 이온화하는 경로가 좁기 때문에 오염으로 분석이 불가능했을 것으로 예측된다

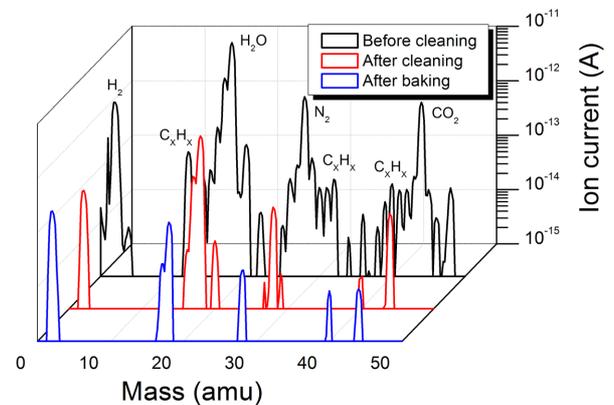


Fig. 4. The Change of peaks from CPM-300 by ion source cleaning (electron energy : 40 eV, emission current : 200  $\mu$ A).

(그림 5(a)). 세정 후 수소, 수분, 산소, 이산화탄소가 정상적으로 측정되는 것을 알 수 있다(그림 5(b)).

수치해석 결과는 필라멘트에서 가까운 리펠러의 오염 문제를 가정하였다. 윈도우 타입이 아닌 원형 홀 타입의 경우에는 이에 의해서 필라멘트에서 열방출된 전자들이 양극 챔버의 내부로 진입하기 어려운 상황이 발생 할 수 있음을 알 수 있었다(그림 6(a), (b)). 필라멘트에서 방출된 전자가 양극 챔버로 들어가는 입구가 작기 때문에 오염에 더 취약한 이유이다. 리펠러에 증착된 것은 절연 물질로 계산하였다. 그림 7에는 오염 전과 후의 조건에 대한 전위 분포를 나타내었다. 절연물로 오염이 된 경우 repeller 표면의 전위가 비정상적인 값을 확인하였다. 정상적인 리펠러는 40 V가 인가되는 것을 알 수 있다(그림 7(a)). 리펠러에 오염물이 증착되면 전위 밀도가 약 140 V로 높아졌다(그림 7(b)).

CVD (chemical vapor deposition) 공정 측정용인

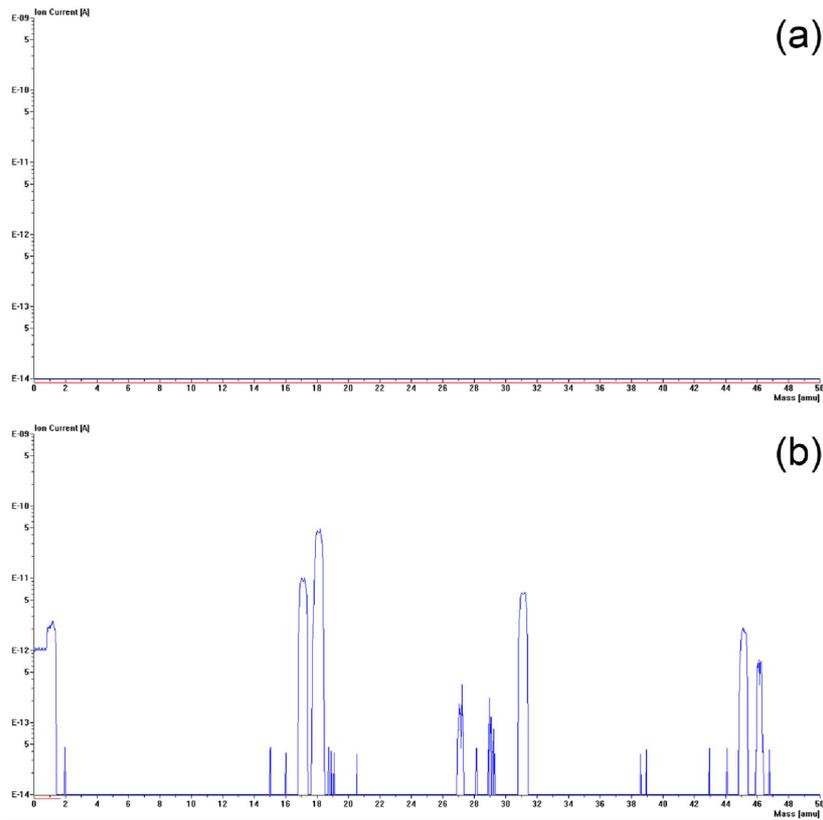


Fig. 5. The Change of peaks from Prisma 80 by ion source cleaning (a) before cleaning, (b) after cleaning (electron energy : 70 eV, emission current : 2000  $\mu$ A).

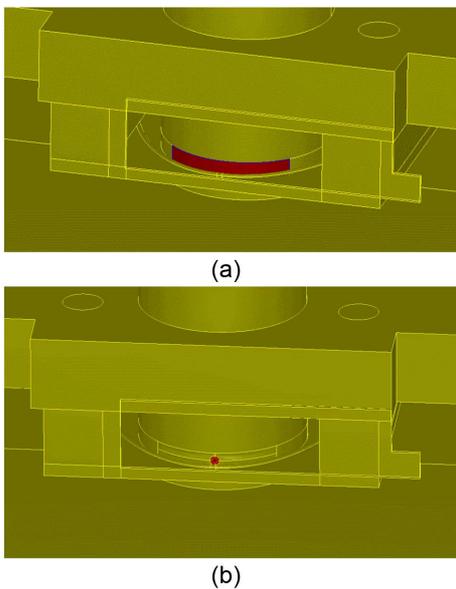


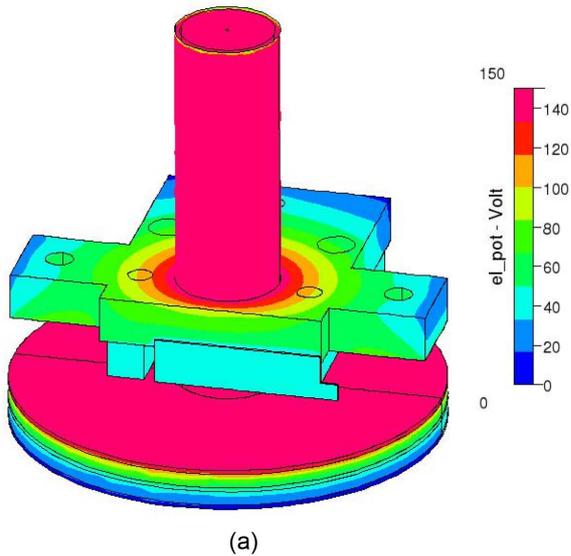
Fig. 6. Numerical model of a closed ion source with an electron hole of (a) a window type, (b) circular type.

CPM-300 이온원은 필라멘트에서 방출된 전자가 양극 챔버로 들어가는 입구가 사각형 윈도우 타입이다. 반면에 PVD (physical vapor deposition) type인 Prisma 80은 작은 원형으로 제작되어 판매된다.

CPM-300의 리펠러의 오염이 심한 것처럼 필라멘트 주변이 주요 오염부임을 알 수 있다. 양극 챔버의 초점판에 (-)전위가 인가되어서 전자의 방향을 양극 챔버의 중심부로 조정해주고, 이온화된 가스종을 집중시키는 역할을 한다<sup>12)</sup>. 이 부분에 오염물이 흡착하면 제 기능을 정상적으로 발휘하지 못한다. 또한 필라멘트 동작온도가 2200°C이므로 주변의 온도도 함께 상승하게 된다<sup>13)</sup>. 이에 따라 필라멘트 주변에 흡착되어 있던 기존의 오염물들에서 휘발성 가스종의 탈착이 발생한다. 이와 같은 이유로 기본 진공도가 올라가고 잡음 발생과 오염물의 피크가 검출되어 QMS 분석에 악영향을 미치고 깨끗한 결과를 얻을 수 없다. CPM-300의 경우 주요 오염물은 탄화 수소( $C_xH_y$ )였다. 진공 펌프의 오일을 구성하는 성분으로 러핑시 유희전 펌프 증기의 역류 문제로 예상을 할 수 있다. 최소 검지 이온 전류가  $10^{-14}$  A 범위 정도로 QMS 챔버 내부도 오염이 되어 있음을 알 수 있다. 5단계 세정 작업을 통해서 모두 제거가 되었다. 추가적으로 기본 진공도도 낮아짐을 확인하였다.

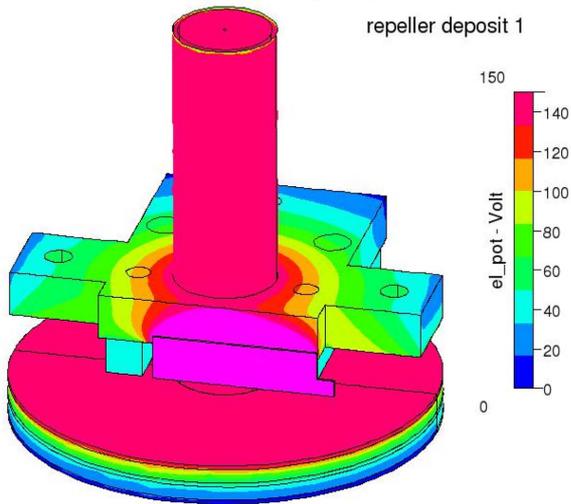
QMS 성능저하 문제의 해결 방법으로 이온원 세정이 한 가지 해결책이 될 수 있음을 본 연구를 통해서 제시하였다. 베이킹을 거쳐서 기본 진공도와

CPM-300 Closed Ion Source voltage condition set #1



(a)

CPM-300 Closed Ion Source voltage condition set #1



(b)

Fig. 7. Calculated electric potential profile of (a) clean environment, (b) insulating deposit contaminated conditions (scale adjusted).

이온 전류 피크를 확인 한 결과 질량 분석기의 기능이 복원되었음을 알 수 있게 되었다. 필라멘트에서 발생된 전자가 통과하는 구멍이 작을수록 오염에 취약하다. Prisma 80의 경우 CPM-300보다 오염이 심하지 않았지만 상대적으로 작은 전자 통과홀의 형태를 가지고 있어서 이온 피크가 전혀 검출되지 않았다. 이는 필라멘트에서 열방출된 전자가 양극 챔버로 들어가서 분석 대상 가스를 이온화하지 못해서 측정이 되지 않았던 것으로 판단된다. 원형 전자 통과홀 형태의 QMS가 오염에 더 민감한 것을 알 수 있다. CFD-ACE+ 시뮬레이터를 이용하여 필라멘트 앞 리펠러에 인가되는 전위 분포를 계산

해 보았다. 텅스텐 필라멘트에서 방출한 전자는 분석하려는 기체를 이온화시키고, 이온화 된 물질은 오염원이 되어 리펠러에 증착된다. 리펠러에 오염이 되면 300 V 이상의 전압이 걸리기 때문에 필라멘트에서 방출된 전자가 양극 챔버의 출입을 방해하므로 정확한 설계 기능을 발휘 하지 못하는 것으로 판단되었다. 추후 전자 궤적 계산 기능을 추가하여 위의 가설에 대한 이론적 검증을 진행할 계획이다.

#### 4. 결 론

QMS가 오염되어 분석이 불가능했던 문제를 세 정으로 해결하였다. 필라멘트 주변인 양극 챔버와 리펠러가 주요 오염부였으며 알루미늄 분말로 연마, 세척, 초음파세척, 베이킹을 거쳐서 세정을 진행하였다. 검정색으로 보인 오염물은 모두 제거되었고, 질량 분석기의 성능 복원을 확인하였다. 두 종류의 QMS 중 첫 번째는 오염으로 인해 잡음과 오염물 분압이 높아서 문제가 발생되었고, 두 번째는 이온 피크가 전혀 측정되지 않는 문제가 있었다. 세정과 베이킹을 거쳐 모두 기본 진공도가 정상이 되었고 분석기의 역할을 수행할 수 있는 것을 보였다. 그 원인에 대한 분석은 오염물을 절연체로 가정한 수치 모델을 통하여 필라멘트에서 발생된 전자들이 양극 챔버의 내부로 진입하기 어려운 구조의 전위 분포가 발생되어 나타나는 현상임을 보였다.

#### 후 기

이 논문은 2014년도 기초기술연구회 학연공동연구센터운영사업의 지원을 받아 수행된 연구임.

#### References

1. Robert E. Ellefson, Vacuum 101, (2014), 423-432
2. D. Ristoiu, C. Cosma, A. Voros and T. Ristoiu, Vacuum V. 50, (1998), 3.
3. D. H. Holkeboer, T. L. Karandy, F. C Currier, L. C Frees, R. E. Ellefson, J. Vac. Sci. Technol. A 16 (1998), 1557.
4. J. H. Batey, Vacuum 101, (2014), 410.
5. W. H. Kohl, Handbook of Materials and Techniques for Vacuum Devices, American Institute of Physics, Woodbur, NY, (1995), 487.
6. INFICON, Transpector CPM-300, manual
7. Harmeet Singh, John W. Cobum, David B. Graves, J.Vac. Sci. Technol. A, 17(5) (1999).

8. J. Joo, Appl. Sci. Conv. Technol. 24 (2015) 27.
9. J. Joo, Appl. Sci. Conv. Technol. 24 (2015) 102.
10. H. Kim, W. Yang, J. Joo, J. Appl. Phys. 118 (2015) 043304-1.
11. I. S. An, "Vacuum physical and technology", 2008
12. Karl Jousten, "Handbook of vacuum technology", (2014).
13. Makoto Fukuda, Shuhei Nogami, Akira Hasegawa, Hiroshi Usami, Kiyohiro Yabuuchi, Takeo Muroga, Fusion Engineering and Design 89, (2014), 1033.