

信頼性の高い高真空・超高真空計測が支える 科学と産業のイノベーション



吉田 肇

よしだ はじめ
hajime-yoshida@aist.go.jp
産業技術総合研究所
計量標準総合センター
工学計測標準研究部門
圧力真空標準研究グループ
主任研究員

2005年入所以来、真空標準の開発・維持・供給に従事しています。「真空を測る」ということは、究極的には、気体分子1個1個の挙動を理解すること他ならず、絶対測定の難しさに悩むと共に、興味を持って取り組んでいます。今日、真空技術は非常に幅広い産業分野で利用されており、真空計測の標準化や信頼性の向上を通して、日本の産業基盤の強化に貢献したいと思えます。

共同研究者
新井健太、小島時彦(産総研)。
その他、数多くの大学、研究機関、企業との共同研究や技術協力の成果を含んでいます。

高真空・超高真空における計測の信頼性を確保するため、電離真空計や四重極質量分析計を“その場”校正するための定量ガス導入素子「標準コンダクタンスエレメント(SCE)」を開発しました。SCEは、最先端の科学技術や産業機器に応用され、真空基礎科学、加速器、自動車、ガスバリアフィルムなど幅広い分野の研究開発を支えています。国際規格ISO/TS 20175:2018では、典型的な“その場”校正法としてSCEが採用されました。

1. 定量測定の難しさ

高真空・超高真空における定量測定は、主に3つの理由により難しいと言われてきました。

1つ目の理由は、計測器として使用される電離真空計や四重極質量分析計(QMS)の感度が、気体の種類によって数倍異なることです。真空技術では、様々な気体が使用されていますが、市販される多くの真空計は、通常、窒素でしか校正されていません。

2つ目の理由は、電離真空計やQMSの感度が、使用履歴や環境によっては、変化しやすいということです。例えば手間やコストをかけて、これら真空計を複数の気体種で校正したとしても、その後、感度が変化してしまうのであれば、その甲斐がありません。

3つ目の理由は、高真空ポンプ(ターボ分子ポンプや気体吸着ポンプなど)の排気速度も気体の種類によって異なることです。排気速度は、真空計測における重要なパラメータですが、真空ポンプのカタログには、代表的な1~3種類の気体に対する排気速度しか記載されていません。

こうした理由から、高真空・超高真空を用いる科学者や技術者には、高真空・超高真空における圧力測定の絶対値に対する信頼性は低く、定量測定は非常に困難であると信じられてきました。

2. 標準コンダクタンスエレメントの開発

こうした状況を打開するため、産総研では、「標準コンダクタンスエレメント(Standard Conductance Element, SCE)」を開発しました[1,2]。SCEとは、1 μ m以下の微小な孔を持つステンレス製多孔質

焼結体からなるガス導入素子です。気体は、大気圧下では一般に「粘性流」と呼ばれる液体のような流れ方をしますが、バルブ等を介して真空容器に導入すると、「中間流」を経て、「分子流」と呼ばれる個々の気体分子が独立して運動する状態へ移行します。この時、「中間流」に、複雑な非線形現象が含まれるため、流れの特性を説明することが困難でした。SCEを用いると、気体の流れを、「中間流」を介することなく、「粘性流」から「分子流」に直接遷移させることができます。これにより、流れの特性を、流体力学と気体分子運動論という、公知の物理学で説明できるようになりました。したがって、気体の種類が変わっても、計算により流量を正確に見積もることが可能になります。また、真空ポンプの排気速度は、SCEとコンダクタンス変調法を組み合わせることで、比較的容易に測定できることを確認しました[3]。

これまでSCEを用いて、窒素、アルゴン、ヘリウムといった不活性ガスは元より、炭化水素、水蒸気、フロンガスなど24種類の気体や蒸気について、真空計の感度校正や真空ポンプの排気速度測定に成功しています。



図1 標準コンダクタンスエレメント

3. 標準コンダクタンスエレメント (SCE) を活用した科学と産業のイノベーション

(1) 真空特性評価

SCE は、当初、真空機器や真空材料の基礎特性を測定するために利用されました。国立研究機関では、次世代イオン源のための極高真空ポンプの特性評価[4]や、加速器の新型ビームモニタの評価[5]のために利用されました。真空メーカ、分析・分析機器メーカでは、材料からのガス放出測定の基準用として利用されました[6,7]。山口大学ナノテクノロジープラットホームでは、共用施設である極微量ガス放出速度測定装置の校正用標準リークとして使用され、様々な企業や大学等の研究開発に役立てられています[8]。

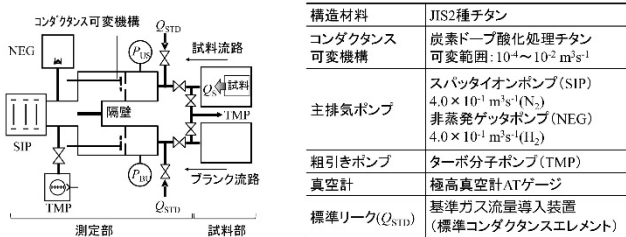


図2 標準コンダクタンスエレメントが校正用標準リークとして利用される極微量ガス放出速度測定装置[9]

(2) 自動車部品のリーク (漏れ) 検査

自動車の燃料吸排気系部品や空調部品は、性能や安全性を確保するため、出荷前にリーク検査が実施されています。SCE は、リーク検査の信頼性を確保するため、自動車部品用リーク検査装置にも搭載されています。従来、微小なリーク検査にはヘリウムが多く利用されてきましたが、価格が高いことや供給不安があることから、ヘリウムを使わないリーク検査が求められていました。SCE は、ユーザの希望に合わせた様々な気体を用いたリーク検査の基準を提供することができます。例えば、アルゴンは安価で供給不安もないため、中程度のリーク検査に利用されています。さらに SCE は、液体を用いた新しい漏れ検査法の校正基準としても利用されはじめています。これは、外側を真空にした試験体の内部に検査液体を導入し、試験体にリークがあった場合は検査液体が気化し蒸気となるため、その蒸気を計測することでリークの有無を検査する方法です。SCE は、液体蒸気のリーク量を校正する液体蒸気校正リークとして利用されています[10]。

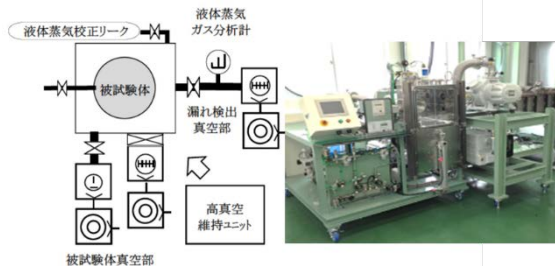


図3 標準コンダクタンスエレメントが液体蒸気校正リークとして利用される自動車部品用リーク検査装置[10]

(3) ガスバリア性評価装置

気体透過を防ぐガスバリアフィルムは、食品、医薬品、電子機器などの製品寿命を確保するため、幅広い分野で利用されています。SCE は、ガスバリア性評価装置に搭載され、気体透過量を定量化するための校正基準として利用さ

れています[11]。ここでも、SCEの様々な気体に対して校正できるという特性が活かされており、水蒸気、酸素、水素、ヘリウムなど様々な気体種に対して、気体透過量を校正する基準として利用されています。

また最近では、有機 EL 用ガスバリアフィルムで求められる極めて高いガスバリア性 (水蒸気透過度 $10^{-6} \text{ g m}^{-2} \text{ day}^{-1}$) を校正するための標準ガスバリアフィルムの開発も行っています[12,13]。

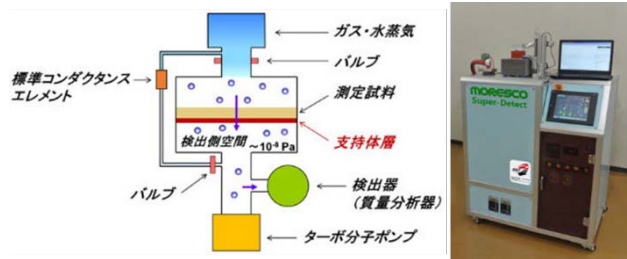


図4 標準コンダクタンスエレメントが水蒸気校正器として利用されるガスバリア性評価装置[11]

4. 終わりに

高真空・超高真空における計測は、測定者自らが計測を校正し、信頼性を確認・検証しながら測定することが、最も信頼性が高いというのが現状です。SCE は、ユーザに、使い勝手が良く、信頼性の高い校正や検証の手段を提供できます。こうした考え方は、計測器の“その場”校正と呼ばれ、国際規格 ISO/TS 20175:2018 において、SCE は典型的な“その場”校正法として採用されています[14]。

真空技術は、半導体や薄膜の製造技術を中心に、これまで数多くのイノベーションを引き起こしてきました。イノベティブな研究開発においては、ほとんど誰も実施したことのないような測定が必要になることがあります。標準コンダクタンスエレメントの持つ高い拡張性、堅牢性、信頼性が、こうした最先端の研究開発に貢献できていることを大変うれしく思いますし、今後もチャレンジングな研究開発をサポートしていきたいと思っています。

参考文献

[1] H. Yoshida, et.al., Vacuum 86 (2012) 838-842.
 [2] <http://www.chusho.meti.go.jp/keiei/sapoin/portal/seika/2011/23220720004.pdf>
 [3] H. Yoshida, K. Arai, J. Vac. Sci. Technol. A 36, 031604 (2018).
 [4] M. Yamamoto, et.al., Proc. 10th PASJ (2013) 927-931.
 [5] N. Ogiwara, et. al., J. Vac. Soc. Jpn. 60 (2017) 475-480.
 [6] N. Hirashita, et.al., J. Vac. Soc. Jpn. 57 (2014) 214-218.
 [7] S. Inayoshi, J. Vac. Soc. Jpn. 58 (2015) 57-62.
 [8] N. Ogawa et. al, J. Vac. Soc. Jpn. 60 (2017) 450-456.
 [9] 栗巢 普揮 他, 金属, 87 (2017) 1003-1008.
 [10] <http://www.chusho.meti.go.jp/keiei/sapoin/portal/seika/2014/0331h.pdf>
 [11] http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2017/pr20170331/pr20170331.html
 [12] http://www.aist.go.jp/aist_j/press_release/pr2016/pr20160303/pr20160303.html
 [13] H. Yoshida, et.al., REV. SCI. INST. 88, 043301 (2017)
 [14] ISO/TS 20175:2018 Characterization of quadrupole mass spectrometers for partial pressure measurement