

高安定性と長寿命を実現した熱陰極電離真空計「G-TRAN シリーズ ST2」^{*1}

中島豊昭^{*2}・宮下剛^{*2}・福原万沙洋^{*2}・佐藤貴伸^{*2}

Hot Cathode Ionization Gauge “ G-TRAN series ST2 ” Obtained High Stability and Long Life^{*1}

Toyoaki NAKAJIMA^{*2}, Takeshi MIYASHITA^{*2}, Masahiro FUKUHARA^{*2} and Takanobu SATO^{*2}

^{*2} Components Division, ULVAC, Inc., 2500 Hagisono, Chigasaki, Kanagawa, 253-8543, Japan

Because of changes in the operating environment and the material processing with the vacuum equipment, lowering and fluctuation of the reading value of the ionization vacuum gauge has increased. Therefore, we focused on the triode ionization vacuum gauge that has a feature of high stability and high accuracy, we developed the world's first small metal type gauge head of triode ionization vacuum gauge. In environments such as oil is deposited, it was confirmed that a long period of time the reading value is more stable than the cold cathode ionization vacuum gauge and B-A ionization vacuum gauge. This triode ionization vacuum gauge that we have developed is an old technology, but we believe can contribute to solution in the new market.

1. はじめに

近年、高真空領域での圧力計測に使われる熱陰極電離真空計において指示値の低下やふらつき、冷陰極電離真空計では放電しにくいという問題が増えてきた。指示値の低下やふらつきが発生すると、ユーザーは測定子の寿命と判断し、測定子を交換することになる。この問題は、「真空とその標準に関するアンケート」結果報告¹⁾にあるように、正確で安定な真空計が欲しいという声が増えているという結果に表れている。本稿では、測定子自体の安定性を向上させ、正確で安定な真空計が欲しいという声に応えた電離真空計について報告する。

2. 冷陰極電離真空計および B-A 電離真空計の問題点

真空装置の真空チャンバはステンレスなどの金属材料で製作されるが、加工時に用いる切削油が環境負荷低減のため近年油性切削油から水溶性切削油に変わってきた。1995 年末にオゾン層破壊物質である有害なフロン¹⁾の生産は全廃され、加工後の洗浄に使用するフロン系洗浄剤は環境負荷が低い水系または炭化水素系のもの²⁾に変わってきた。その頃からチャンバに切削油、洗浄剤の残渣が見られるようになり、装置立上直後にその残渣からの放出ガスによって、冷陰極および B-A 電離真空計の指示値の低下を引き起こすことが多くなってきた。また、Figure 1 のように、測定子の接続フランジに使われる O リング部分に真空グリスを塗布したり、フッ素ゴムではなく、ニトリルゴム製の O リングを使用したり

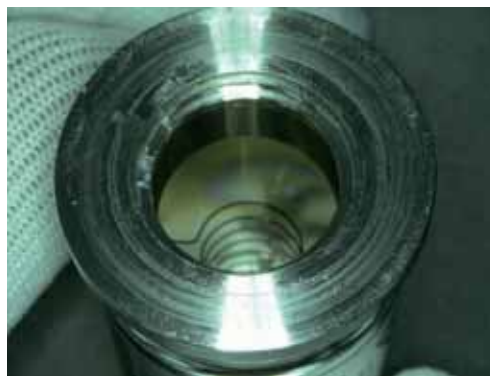


Figure 1 Connection flange coated with vacuum grease.

することによって、指示値の低下を発生させている例も見受けられるようになった。さらに、真空プロセスを利用して生産されるデバイスには、フィルム、アクリル基板、有機 EL など新しい材料が使用されるようになった。それらの材料からの放出ガスにより、指示値の低下が発生するようになってきた。

冷陰極電離真空計は放電現象を利用したものであり、熱陰極電離真空計よりも、排気作用が大きい³⁾ため、上述のような環境では電極に有機系の物質が堆積しやすい。そのため放電が不安定になり、指示値の不安定および放電停止の問題が発生する²⁾。Figure 2(a) はバッフルを外して油が配管に上がるように改造した油拡散ポンプ直上に取り付けて使用した場合の電極の写真である。電極表面に炭化物が吸着しているのがわかる。また、測定する圧力が測定範囲の上限に近い場合は、有機系の物質による影響だけでなく、陰極がスパッタされて、指示値が不安定となり、また放電停止までの時間が著しく短くなる。Figure 2(b) はアルゴンガスを約 1 Pa まで導入し、連続動作させた場合の電極の写真である。スパッタされた陰極材料が吸着しているのがわかる。

現在利用されている熱陰極電離真空計は、B-A 電離真

^{*1} 本稿は、Journal of the Vacuum Society of Japan 2016 年第 59 巻第 9 号 245-247 に加筆、修正したものである。

^{*2} (株)アルバック規格品事業部 (〒 253-8543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2500)



Figure 2 (a) Electrode of cold cathode ionization vacuum gauge when mounted and used directly above oil diffusion pump. (b) Electrode of cold cathode ionization vacuum gauge when argon gas was introduced up to about 1 Pa and operated continuously.

空計がほとんどである。B-A 電離真空計は、細い金属線を使用したイオンコレクタと呼ばれる電極にてイオンを収集している。測定する雰囲気中に存在する有機系の物質がイオンコレクタに吸着すると、脱離のための活性化エネルギーが大きく、平均滞在時間が長いために堆積し始める。堆積した有機系の物質は、絶縁体となり、イオンを収集することができなくなるので、指示値の低下を招くことになる³⁾。Figure 3 は真空乾燥炉で使用した場合の写真である。乾燥ワークから放出された炭化物がイオンコレクタに吸着しているのがわかる。

また、ピラニ真空計などと組み合わせることによって、より広い圧力範囲を連続的に測定可能な複合真空計が市販されるようになってきた。この複合真空計はフィラメントおよび高電圧をピラニ真空計などの指示値によって自動で制御するために、測定上限に近い圧力でも測定が継続され、汚染が進んでしまうという問題もある。

指示値が低下した場合、装置は停止をする必要があり、また、測定子を交換するために、チャンバを大気にしなければならないので、生産性が低下してしまう。また、真空計の測定子はそのまま廃棄されるが、測定子には、タングステン、モリブデン、イリジウム、白金などのレアメタルが使用されている。これらレアメタルは電子機器に多く必要とされ年々使用量が増加しているが、



Figure 3 Ion collector of B-A ionization vacuum gauge whose indicated value is lowered.

採掘や製錬に伴って、水質汚濁や土壌汚染といった深刻な公害を引き起こす可能性がある。また、レアメタルは地域的に偏在しており、価格が不安定という問題もある。したがって、測定子の交換頻度が多くなると、真空装置の生産性の低下や維持費の増加のみならず、環境にも悪影響を与えることになる。また、複合真空計の場合、問題のない真空計部分も交換する必要があり、さらに維持費が増加してしまう。

3. 新しい熱陰極電離真空計の設計

このような状況において、異なる測定範囲の測定子が接続可能な真空計⁴⁾を開発したが、測定子自体の安定性はそのまま、交換頻度は変わらなかった。そこで、前節の問題点を解決するために、冷陰極電離真空計およびB-A 電離真空計に比べて、感度が安定し、精度が良い三極管形電離真空計に着目した。三極管形電離真空計は、数種類ある熱陰極形電離真空計の中の一つである。

三極管形電離真空計の電極は回転対称性を持っているために、感度が安定し、測定子によるばらつきも少ないので、かつて副標準電離真空計 (VS-1) として使われていた⁵⁾。さらに、感度はB-A 電離真空計とほぼ同じであるが、イオンコレクタの面積がB-A 電離真空計と比べて数千倍以上と大きいために、有機系の物質の堆積による感度への影響が小さいという長所がある³⁾。しかし、三極管形電離真空計は、軟X線効果により測定範囲の下限が 1×10^{-5} Pa 程度のために、B-A 電離真空計と比べて測定範囲が狭いという理由で徐々に使われなくなった。そのために、古くから使用されているサイズの大きいガラス管球タイプしか販売されていなかった。そこで、取り付けスペースの削減とガラス管球の場合は破損の心配があることから小型で金属管球タイプの測定子を開発した (Figure 4)。従来のガラス管タイプでは、ヘアピン状のフィラメントの頂部をフィラメント支持電極によって支持していたが、小型化するためにフィラメント支持電極をなくし、通電時間による熱変形や自重による変形を小さくするためにフィラメント長さを短くした。また、フィラメントに通電した時に頂部の温度が最も高く、熱電子の放出量が多くなるので、頂部がグリッドの中央部分に来るように配置し、フィラメント電力の抑制と感度の向上を実現した⁶⁾。フィラメント材質にはタングステンに比べて低温で動作でき、酸化しにくいイットリウム被覆イリジウムフィラメントを用いた。

フィラメントの長さを短く、加熱電力を抑制したこととイットリウム被覆イリジウムフィラメントを用いたことによって、フィラメントからの輻射熱が少なくなり、イオンコレクタの温度が従来のタングステンフィラメントを使用したガラス管球タイプよりも低くなった。イオン

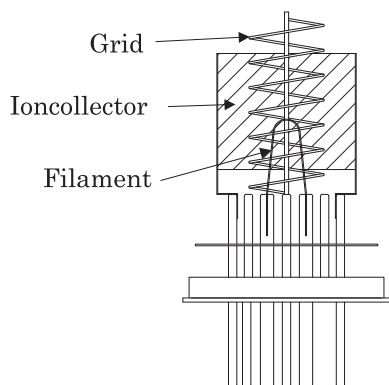


Figure 4 Structure of gauge head.

コレクタの温度が低くなると、汚れが吸着しやすくなってしまふ。そこでできるだけイオンコレクタの温度を上げるために、2つの改善を行った。一つ目は、感度に影響を与えない範囲でイオンコレクタの面積をできるだけ小さくし、熱容量を小さくした⁷⁾。従来の三極管形電離真空計は、グリッドの母線方向の長さでイオンコレクタの母線方向の長さは同じがイオンコレクタの方が長くなっている。しかし、イオンはフィラメントの頂部付近、つまり、イオンコレクタの中心付近に最も衝突し、端になるほど少なくなってくる。したがって、イオンコレクタの両端部分を無くすことにした。イオンコレクタの面積を小さくすることにより、イオンコレクタに吸着する汚れの量が少なくなるという効果もあった。二つ目に、 1×10^{-2} Pa 以下においてエミッション電流値を 2 mA と同等の大きさの B-A 電離真空計よりも大きくした⁸⁾。エミッション電流値を大きくするためには、フィラメントに流す電流値を大きくする必要があり、その分イオンコレクタの放射熱が大きくなる。

測定子の接続フランジ部には、標準で金属メッシュを取り付けている。測定子に異物が直接飛び込んでくるような場合に、フィラメント、グリッド、コレクタを保護するためのバッフル (Figure 5) をオプションで用意した。

制御部は測定子を直接接続するタイプであり、ピラニ真空計、大気圧センサも接続することが可能になっている。指示値を表示する表示器にも接続することができる (Figure 6)。ピラニ真空計を接続し、測定上限に近い圧力で測定が継続するような場合には、汚染が進まないように外部から電離真空計のフィラメントの点灯・消灯を可能にしている。

また、イットリウム被覆イリジウムフィラメントは使用することによって、規定のエミッション電流を得るためのフィラメント電力が徐々に増加し、制御回路が持つ電力を超えると点灯できなくなる。本製品では、フィラメントの電流を測定することによりフィラメントが点灯できなくなる前に信号を出力して、測定子の交換時期を知らせ



Figure 5 Baffle.



Figure 6 Sensor unit, gauge head (left) and display (right).

る機能を搭載した。測定子のみ交換可能な構造になっており、冷陰極電離真空計のような測定子内部の状態確認や特別な工具を用いた煩わしい分解・組立は必要ない。

4. 新しい熱陰極電離真空計の性能

今回開発した真空計と冷陰極電離真空計 (逆マグネトロン形) および小型金属管球タイプの B-A 電離真空計を、バッフルを外して油が配管に上がるように改造した拡散ポンプの直上に取り付けて指示値の安定性を確認した試験結果を Figure 7 に示す。縦軸は測定開始時の指示値を 100% としたときの値である。B-A 電離真空計は使用直後からすぐに指示値が低下し、24 時間後には 13% まで低下した。冷陰極電離真空計も使用直後から指示値が大きく変化し、588 時間後には 148% まで上昇した。それに対して、今回開発した真空計は 1000 時間以上の間 90% ~ 100% の範囲に収まった。つまり、今回開発した真空計は、測定子に汚れが吸着するような環境において、B-A 電離真空計と冷陰極電離真空計に比べて、高い安定性を持っている。その結果、長時間使用することができるので、測定子を交換する必要もなくなり、寿命が長くなる。

10^{-1} Pa 以上では、エミッション電流に占めるイオン電流の量が無視できなくなること、電子とイオンの空間電荷効果、および熱遷移の影響で感度が変わってくるので⁵⁾,

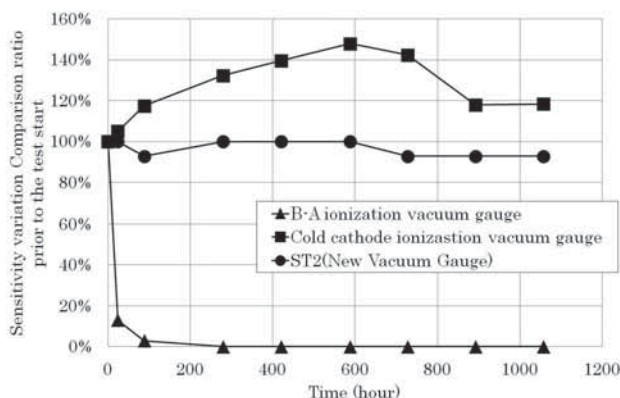


Figure 7 Stability test in case of being installed directly above the oil diffusion pump.

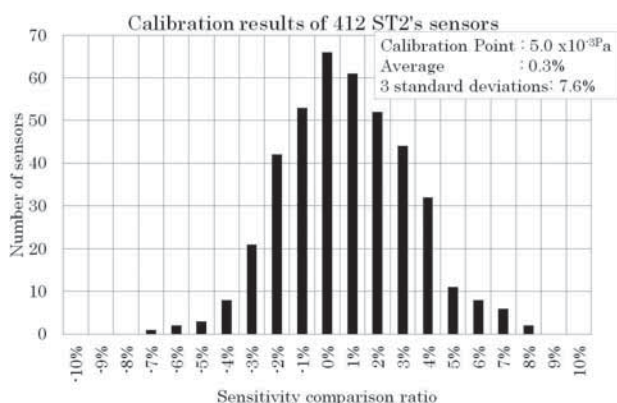


Figure 8 Sensitivity distribution of new developed gauge.

ソフトウェアで補正を行い，測定範囲は $1 \times 10^{-5} \sim 10$ Pa とした．測定子の違いによる指示値のばらつきは Figure 8 のように $\pm 8\%$ 以内に収まるため，測定精度は $1 \times 10^{-4} \sim 3$ Pa までの範囲で $\pm 10\%$ とした．測定下限(残留電流相当圧力)に近い 1×10^{-4} Pa 以下での測定には，測定子や配管，O リングなどからの排除しきれないガス放出があり，十分なベーキングが必要になってくるので注意が必要である⁹⁾．

熱陰極電離真空計はフィラメントを使用しているので，冷陰極電離真空計のように測定を開始するまでに時間がかかったりすることはない．フィラメントは断線しやすいという印象があるが，現在販売されている製品のほとんどは，フィラメントにイットリウム被覆イリジウム線を使用していることと，急な大気突入があっても制御回路によって保護がかかるようになっており，フィラメントは断線しにくくなっている．B-A 電離真空計が異常となるのは，ほとんどが指示値の低下である．Figure 9 は真空チャンバに今回開発した熱陰極形電離真空計とピラニ真空計を取り付け，

大気圧から真空排気 (Figure 中の Pump Down)
ピラニ真空計の指示値が 4 Pa になったら，熱陰極形電離真空計のフィラメントを点灯

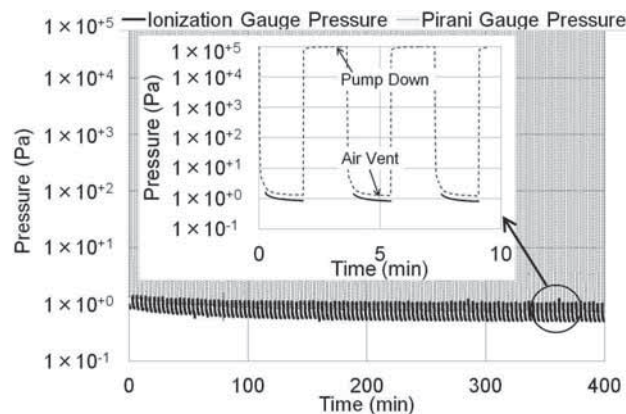


Figure 9 Vacuum breaking test.

ピラニ真空計の指示値が 1 Pa になったら真空破壊 (Figure 中の Air Vent)

というサイクルを繰り返し行った試験結果である．今回開発した熱陰極形電離真空計は 100 回以上真空破壊を繰り返しても，フィラメントが断線することにはなかった．ただし，フィラメントと反応してしまうようなハロゲンガス雰囲気等では，フィラメントから熱電子が放出されなくなってしまい，測定ができなくなるので注意が必要である．

主な仕様を Table 1 に示しておく．2014 年に 1×10^{-4} から 133 kPa までに校正範囲を拡大した JCSS 校正オプションも用意している．

5. おわりに

B-A 電離真空計や冷陰極電離真空計と比べて，厳しい環境でも測定子の交換頻度を少なくすることができるただひとつの小型金属管球タイプの三極管型電離真空計について報告した．高い安定性があり，長寿命であるという製品仕様にはない利点を伝えるために，漫画を用いたりフレッツ，アニメーションを作成し配布した．展示会では，拡散ポンプを改造した排気系にガラス配管を取り付けて，油が配管と測定子に付着していることが分かるような装置を製作し，実際に指示値の安定性を体感して頂いた．さらに，評価のための貸し出しを行い，管球排気装置，真空熱処理炉，真空脱ガス炉，真空乾燥炉，スパッタ装置，イオンプレーティング装置，真空蒸着装置等での実績がある．貸し出しは継続して行っているのので，最寄りの営業までご連絡頂きたい．

1 台で全ての用途や目的を満足するような完璧な真空計は存在しない¹⁰⁾．したがって，真空計の特性と使用する目的についてお客様とコミュニケーションを取り，三極管形という古い技術で新しい市場における問題の解決に貢献していきたいと考えている．

Table 1 Specification list.

Name	Multi-ionization gauge ST2
Connectable gauge head	ST2 gauge head SWT-16 (NW16), SWT-25(NW25) : 1 SPU Pirani vacuum gauge measuring unit: 1 (option) SAU pressure sensor unit: 1 (option)
Measurement pressure range (N ₂)	ST2 independent mode: 1×10^{-5} Pa to $1 \times 10^{+1}$ Pa
Accuracy (N ₂)	ST2 independent mode: 1×10^{-4} Pa to $3 \times 10^{+0}$ Pa: $\pm 10\%$
Repeatability (N ₂)	ST2 independent mode: 1×10^{-4} Pa to $3 \times 10^{+0}$ Pa: $\pm 2\%$
Measurement gas type	Indicates pressure as sensitivity for N ₂
Emission current	2 mA (1×10^{-2} Pa or lower), 10 μ A
DEGAS	Electron bombardment - Emission current 2 mA, grid voltage approx. 330 V
Gauge head material	Filament: Ir/Y ₂ O ₃ -coated Others : PtC-Mo, SUS304, W, Kovar glass, Kovar/Ni plating
Gauge head withstand pressure	SWT-16: $2 \times 10^{+5}$ Pa (absolute pressure) * Take the withstand pressure for flanges, clamps, and other components into account separately.
Gauge head internal volume	SWT-16: 17 cm ³ , SWT-25: 19cm ³
Operating temperature range	10 to 50
Bake out temperature	Sensor head : 150 (when controller is disconnected)
Power supply voltage	20 to 28 VDC (ripple, noise 1% or lower) 19 W or lower (156 W when power supply turned on)
Sensor weight	Controller: Approx. 530 g, SWT-16: 80 g, SWT-25: 80g
External dimensions	144 × 75 × 62 mm (approximate, controller section)

文 献

- 1) H. Yoshida: J. Vac. Soc. Jpn., 54(2011)483.
- 2) H. Akimichi: J. Vac. Soc. Jpn., 56(2013)220.
- 3) Japan patent JP WO2006/121173A1.
- 4) T. Nakajima, T. Miyashita, Y. Nagata, M. Fukuhara, Y. Uchida, Y. Ohasi and T. Nishimaki: ULVAC TECHNICAL JOURNAL 76(2012)8.
- 5) M. Hirata, M. Ono, Y. Toda, K. Nakayama: Shinku, 25 (1982)372.
- 6) Japan patent JP5827532.
- 7) WO patent WO2016/139894A1.
- 8) WO patent WO2016/151997A1.
- 9) H. Yoshida: J. Vac. Soc. Jpn., 58(2015)155.
- 10) H. Yoshida: J. Vac. Soc. Jpn., 59(2016)237.

高安定性 & 長寿命

ULVACの新たな真空計が 生産効率をアップする!



評価用、テスト用の真空計の貸し出しを行っております!

株式会社アルバック

www.ulvac.co.jp

国内販売: アルバック販売株式会社

■東日本営業統括部 TEL 03-5218-6011

■西日本営業統括部 TEL 06-6397-2281

海外販売: 株式会社アルバック

■規格品事業部 TEL 0467-89-2261



製品詳細は WEB へ!

アルバック st2

検索