

平成25年度戦略的基盤技術高度化支援事業

「標準コンダクタンスエレメントを用いた基準微小ガス流量導入装置
の開発」

研究開発成果等報告書

平成26年3月

委託者 東北経済産業局
委託先 公益財団法人郡山地域テクノポリス推進機構

目 次

第1章 研究開発の概要

- 1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標
- 1-2 研究体制
- 1-3 成果概要
- 1-4 当該プロジェクト連絡窓口

第2章 本論

- (1) 多孔質体の高度化・高信頼性化
- (2) 標準コンダクタンスエレメントを組み込んだ基準微小ガス流量導入装置の開発
- (3) 装置の安定度および操作性の評価

第3章 全体総括

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景・研究目的及び目標

【研究開発の背景と目的】

高真空・超高真空を測定する電離真空計や分圧真空計は、適切な校正方法が無かったため、ほとんど校正されてこなかった。このため、以下のようなことが問題となっている。

- 生産現場のモニター、及び品質管理においては、オペレータの経験や感覚に頼ることが多い。
- 真空ポンプの試験においては、試験装置によって結果が異なってしまう。過去の結果との比較が困難。試験条件が限定される（気体種、圧力範囲）。
- ガス放出の少ない部品・材料の試験・開発においては、試験装置によって結果が異なってしまう。過去の結果との比較が困難。実際には様々な気体が放出しているにも拘らず、放出ガスを全て窒素として評価している。

従って、生産現場や開発・試験現場より、希望する任意の気体を使って、電離真空計や分圧真空計を“その場”校正することが要求されている。このための従来技術として、米国のVTI社が販売する、NIST（国立標準計測研究所）にトレーサブルな標準リークや標準キャピラリーがあり、多くのシェアを占める。しかし、気体種に対する補正ができないので、複数の気体種を用いる場合、高コストになることや、信頼性の低いことが課題であった。

こうした状況を打開するため、産総研と株式会社ピュアロンジャパンは協力して、「標準コンダクタンスエレメント」を製作し、それを用いた真空計の“その場”校正法を開発した（特許出願済み）。標準コンダクタンスエレメントとは、ステンレス製の多孔質焼結体を用いたガス導入素子であり、これを用いることで実現する、定量化された再現性の良い気体流量は、真空計を校正するための信頼性の高い基準となる。標準コンダクタンスエレメントは、既に一般供給され、真空現場での高精度なその場校正に用いられているが、エレメント単体の供給であるため、真空科学に精通した知識と技術に基づく慎重な取り扱いが必要となっている。そこで、本研究課題においては、(株)ピュアロンジャパンのガスフィルター製造技術と、産総研の微小ガス流量の発生・測定技術を組み合わせることで、ユーザ自らが、任意の気体を使って、任意の基準流量を、自分の装置に導入することが可能で、かつ、操作に専門的な知識と習熟を必要としない「基準微小ガス流量導入装置」を実現する。

【研究目標】

幅広いユーザに、標準コンダクタンスエレメントを用いた基準ガス流量導入法、及び、電離真空計・分圧真空計のその場校正が利用されることを目標に、以下3つの技術目標を設定する。

(1) 多孔質体の高度化・高信頼性化

標準コンダクタンスエレメントとして用いられる多孔質体は焼結された時点でそのコンダクタンスが定まり、後から変更・調整はできない。このため、焼結製作時に諸条件を整えて、目的とする特性を持つエレメントを製作するためには、非常に高度なノウハウとデータの蓄積に基づいた高い技術が必要である。多孔質体の製作に関しては、以下の5つの要求事項がある。③と④については、すでにほぼ達成しているが、①、②を高度化し、⑤を高信頼性化することで、「標準コンダクタンスエレメント」の性能、信頼性のさらなる向上を図る。特に①について、発生できる気体流量の上限を、真空を用いた製造プロセスに直接適用できる、約 10^{-2} Pa m³/s (10 sccm)まで拡大する。これにより、提案する装置の応用範囲を拡大し、より大きな市場に参入できるようになる。

- ① ユーザの目的に合わせた適切な流量が得られる多孔質体を製作できること
- ② 幅広い圧力領域で分子流条件を満たすために、可能な限り孔径が小さい、多孔質体を製作すること
- ③ 詰まりや劣化等によるコンダクタンスの変化が小さいこと <ほぼ達成 3%/年以下（清浄環境）>
- ④ 真空環境を汚染するような不純物ガスを放出しないこと <達成・確認済み>
- ⑤ 安定供給できること、歩留まりを向上すること

こうした目標が達成されたかを確認するためには、実際に様々な気体を流して試験する他ない。測定できるガス流量範囲の拡大 (10^{-2} Pa m³/s まで)、信頼性向上（特に吸着性ガスの評価法の開発）、及び研究の効率化を図るため、標準コンダクタンスエレメント評価装置の開発と高度化も併せて行う。

(2) 標準コンダクタンスエレメントを組込んだ基準微小ガス流量導入装置の開発

現状では、標準コンダクタンスエレメントを使用する場合、ユーザは、自分でガス導入装置を組み立て、手動でガス導入作業を行う必要がある。加えて、気体の流量を、いくつものパラメータから、自分で計算しなければならない。こうした作業により、非常に精度の高い真空コントロールが可能となっているが、真空科学に関する専門的な知識と技術を必要とする。そこで、本プロジェクトでは、標準コンダクタンスエレメントを組込んだガス導入装置をパッケージ化するとともに、ガス導入流量計算ソフトウェアを付属して、信頼性の高い流量制御が可能な「基準微小ガス流量導入装置」を開発し、専門的な知識と習熟を有しないユーザにも活用できるようにする。

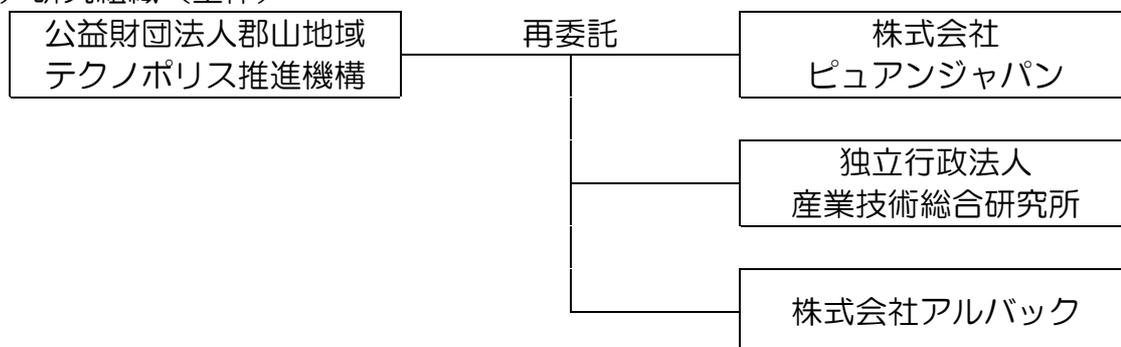
(3) 装置の安定度および操作性の評価

複数の評価者による試験において、非熟練者でも容易に操作可能であることや、起こりうる電離真空計や分圧真空計の感度変化（年率 10%以上）に比べて、十分小さい年率 3%以下の安定度を有することを確認する。また、流量値の信頼性を示す不確かさ評価を国際規格に基づいた方法で行う。

1-2 研究体制

(1) 研究組織及び管理体制

1) 研究組織（全体）



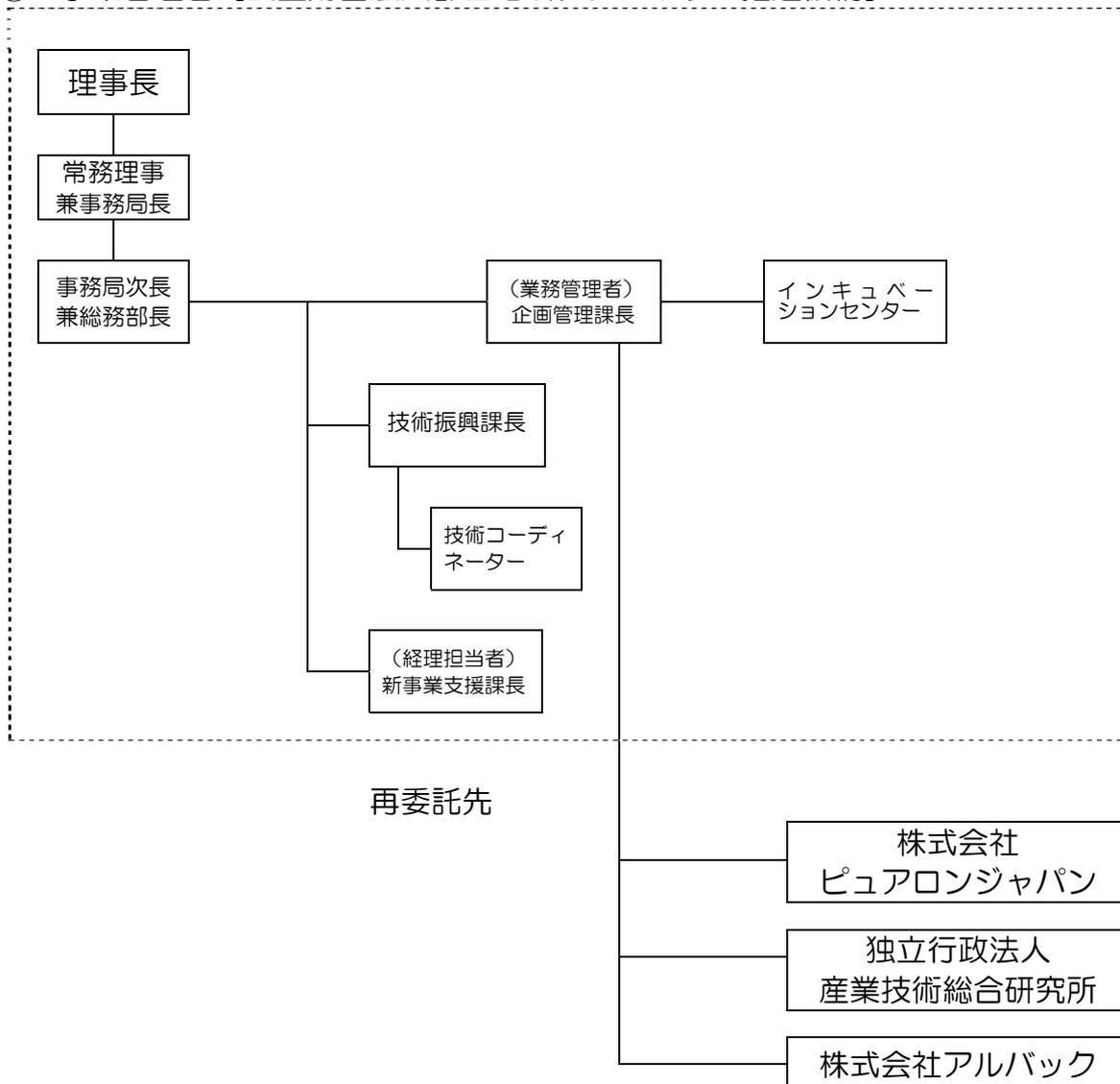
総括研究代表者（PL）
所属：計測標準研究部門
 圧力真空標準研究室
役職：主任研究員
氏名：吉田 肇

副総括研究代表者（SL）
所属：技術開発部

役職：リーダー
氏名：三浦 寿夫

2) 管理体制

① 事業管理者 [公益財団法人郡山地域テクノポリス推進機構]

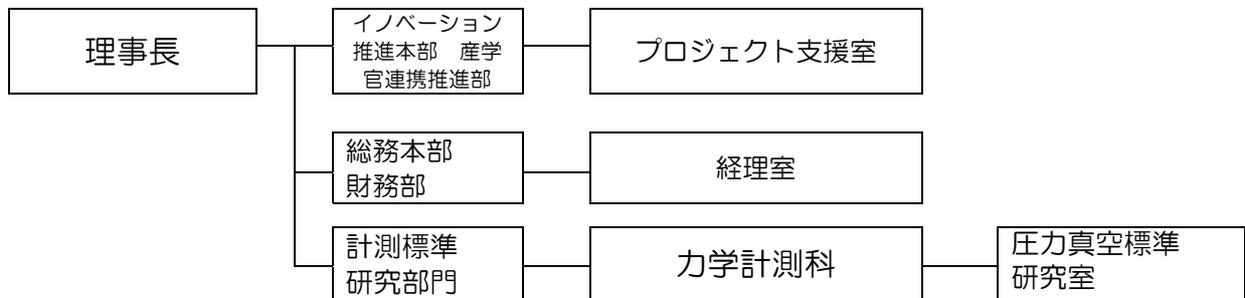


②（再委託先）

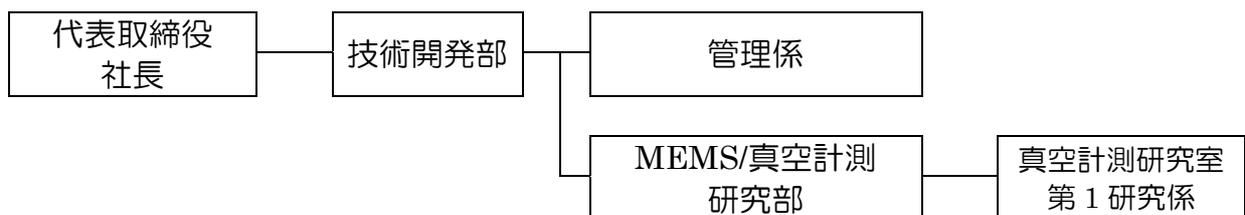
株式会社ピュアロンジャパン



独立行政法人産業技術総合研究所



株式会社アルバック



(2) 研究員及び管理員（役職・実施内容別担当）

【事業管理者】公益財団法人郡山地域テクノポリス推進機構

①研究員 なし

②管理員

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
安藤 徹	事務局次長兼総務部長	⑤
小松 信一	企画管理課長	⑤
佐久間直也	技術振興課長	⑤
鈴木 一哉	新事業支援課長	⑤
宮越 稔	IM兼技術コーディネーター	⑤
佐藤 彰	技術コーディネーター	⑤

【再委託先（研究員）】

株式会社ピュアロンジャパン

氏名	所属・役職	実施内容（番号）
三浦 寿夫	技術開発部 リーダー	①-3、②-1、②-3、③-1、 ④、⑤-1 [SL]
猪狩 明大	UC 事業部フィルター課 リーダー	①-3、②-1、②-3、③-1
片野 雅	技術開発部 商品開発課 リーダー	①-3、②-1、②-3、③-1、 ④、⑤-1
五十嵐 望	技術開発部 研究員	①-3、②-1、②-3、③-1
臼井 登	技術開発部 研究員	①-3、②-1、②-3、③-1

独立行政法人産業技術総合研究所

氏名	役職・所属	実施内容（番号）
吉田 肇	計測標準研究部門 力学計測科 圧力真空標準研究室 主任研究員	①-3、①-4、②、③、 ④、⑤-1
新井 健太	計測標準研究部門 力学計測科 圧力真空標準研究室 研究員	①-3、①-4、②、③、④

株式会社アルバック

氏名	役職・所属	実施内容（番号）
高橋 直樹	技術開発部 MEMS/真空計測研究部 真空計測研究室 第1研究係 係長	①-3、①-4、②-1 ③-1、④、⑤-1
不破 耕	技術開発部 MEMS/真空計測研究部 部長	③-1
大橋靖知	技術開発部 MEMS/真空計測研究部 室長	②-2

(3) 経理担当者及び業務管理者の所属、氏名

【事業管理者】

公益財団法人郡山地域テクノポリス推進機構

(経理担当者) 新事業支援課長

鈴木 一哉

(業務管理者) 企画管理課長

小松 信一

【再委託先】

株式会社ピュアロンジャパン

(経理担当者) 管理部 リーダー

鯨岡 寿仁

(業務管理者) 代表取締役社長

中島 秀敏

独立行政法人産業技術総合研究所

(経理担当者) 総務本部 財務部 経理室長

山口 洋二

(業務管理者) 計測標準研究部門 研究部門長

千葉 光一

株式会社アルバック

(経理担当者) 技術開発部 管理係 係長

安藤 昭憲

(業務管理者) 技術開発部 MEMS/真空計測研究部 部長 不破 耕

(4) 他からの指導・協力者名及び指導・協力事項
研究推進会議 委員

氏名	所属・役職	備考
吉田 肇	独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門 力学計測科 圧力真空標準研究室 主任研究員	PL
三浦 寿夫	株式会社ピュアロンジャパン 技術開発部 リーダー	SL 委 委 委
片野 雅	株式会社ピュアロンジャパン 技術開発部 リーダー	
高橋 直樹	株式会社アルバック 技術開発部 第1研究係長	
新井 健太	独立行政法人産業技術総合研究所 計測標準研究部門 力学計測科 圧力真空標準研究室 研究員	
安藤 徹	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 事務局次長兼総務部長	
小松 信一	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 企画管理課長	
佐久間直也	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 技術振興課長	
鈴木 一哉	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 新事業支援課長	
宮越 稔	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 IM 兼技術コーディネーター	
佐藤 彰	(公益財団法人)郡山地域テクノポリス推進機構 技術コーディネーター	
荒川 一郎	学習院大学理学部物理学科 教授	アドバイザー
栗巣 普揮	国立大学法人山口大学大学院 理工学研究科 准教授	アドバイザー

アドバイザー 氏 名	主な指導・協力事項
荒川 一郎	当研究開発事業（真空分野）に関する国内有数の学識経験者。専門的知見から当研究内容について助言を要請し、実用化に向けた効果を高める。
栗巣 普揮	研究開発の進め方について、ユーザの立場から提言を行う。また、必要に応じて性能及び操作性の評価に協力する。

1-3 成果概要

研究開発目標		成果	達成度
1. 多孔質体の高度化・高信頼性化	標準コンダクタンスエレメントの特性を向上させる多孔質体の開発	サポイン事業開始前に比べて、5桁広い、 10^{-13} m ³ /s から 10^{-7} m ³ /s のコンダクタンスを持つ多孔質体の開発に成功	90 %
	標準コンダクタンスエレメントへの接続方法（圧入・溶接等）の最適化	多孔質体と配管内径の寸法精度を最適化した圧入法で達成	100 %
	標準コンダクタンスエレメント製造の再現性評価、歩留まりの向上	歩留り70%を達成。狙った値を再現性良く製造できるようになった。	90 %
	標準コンダクタンスエレメント評価装置の開発・高度化	標準コンダクタンスエレメント評価装置を開発した。高度化は次年度以降も継続。	80 %
2. 標準コンダクタンスエレメントを組み込んだ基準微小気体流量導入装置の開発	装置の設計、試作	試作機を完成した。	100 %
	計測ソフトウェアの開発	計測ソフトウェアを完成した。	100 %
	基準微小気体流量導入装置本体仕様（製品仕様）の決定	仕様を決定するための実験結果に基づき、仕様書を作成した。	100 %
3. 装置の安定度および操作性の評価	基準微小気体流量導入装置の安定度および操作性評価	標準コンダクタンスエレメントの安定性、年率3%以下を確認した。複数の評価者により、操作性を評価した。	90 %
	基準微小気体流量導入装置の信頼性評価	国際基準に基づいた方法で、流量の不確かさ評価を実施した。繰返し性1%、絶対値の不確かさ10%を確認した。3つの方法で、検証実験を行い、良好な結果を得た。	100 %

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

- 公益財団法人郡山地域テクノポリス推進機構 事務局次長 安藤 徹
福島県郡山市南二丁目 52 番地 ビッグパレットふくしま 3 階
TEL 024-947-4400
FAX 024-947-4475
E-mail techno@nm.net6.or.jp
- 独立行政法人産業技術総合研究所 圧力真空標準研究室 主任研究員 吉田 肇
茨城県つくば市梅園 1-1-1 つくば中央第 3
TEL 029-861-4330
FAX 029-861-4379
E-mail hajime-yoshida@aist.go.jp
- 株式会社ピュアロンジャパン 技術開発部 リーダー 三浦 寿夫
福島県いわき市好間工業団地 1 番 3 7
TEL 0246-36-9835
FAX 0246-36-9834
E-mail t-miura@pureron.co.jp
- 株式会社アルバック 技術開発部 技術開発部 第 1 研究係長 高橋 直樹
神奈川県茅ヶ崎市萩園 2500
TEL 0467-89-2050
FAX 0467-57-0898
E-mail naoki_takahashi@ulvac.com

第2章 本論

(1) 多孔質の高度化・高信頼性化

● 標準コンダクタンスエレメントの性能を向上させる多孔質体の開発

様々な条件で、多孔質体の試作を繰り返し、試作品を評価することで標準コンダクタンスエレメントに最適な製造プロセス条件の開発を試みた。図 2-1 に、標準コンダクタンスエレメントの製造プロセスを模式的に示す。

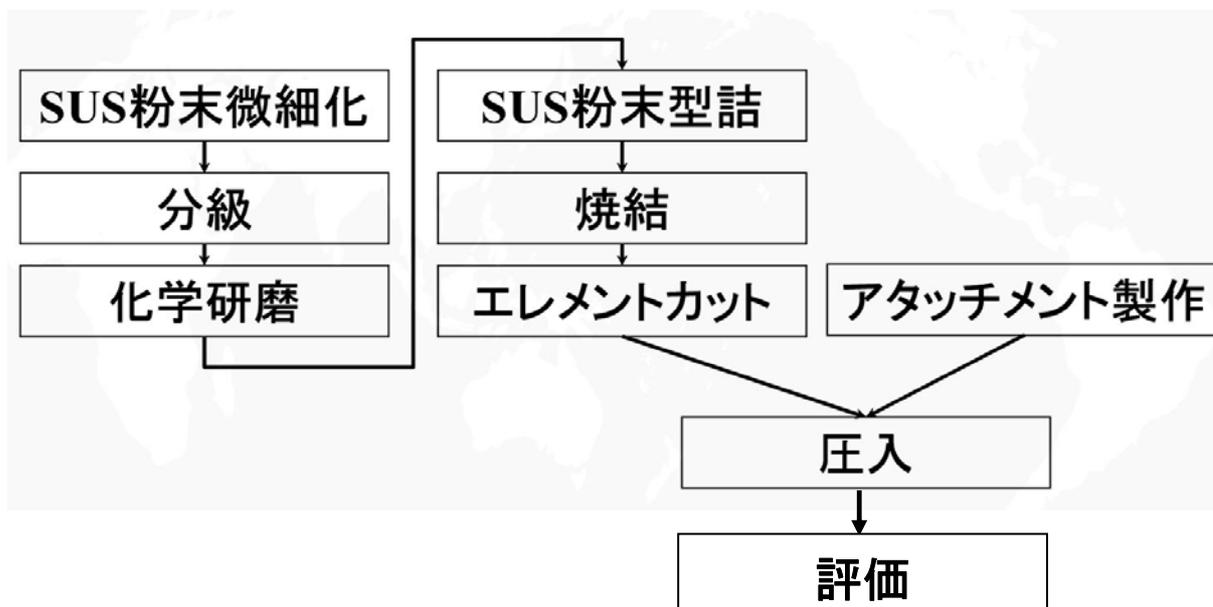


図2-1 標準コンダクタンスエレメントの製造プロセス

多孔質体（エレメント）の製造プロセスは、「ステンレス粉末（SUS粉末）を焼結し多孔質体を製作する工程」と、「多孔質体の躯体となるステンレス管（アタッチメント）製作工程」の2つの工程に分けられる。

「SUS粉末を焼結し多孔質体を製作する工程」においては、市販品である SUS粉末をさらに微細化し、微細化したSUS粉末を分球して、一定の粒径を持つSUS粉末のみを選別する。選別されたSUS粉末は、化学研磨した後、SEM 観察を行うことで、所望の粒径分布が得られていることを確認する。その後、SUS粉末を型に詰め、任意の圧力を掛けエレメントを形成する。このエレメントを真空中で高温に保持することにより、SUS粉末が固まり、多孔質体となる。

これらプロセス全体で、少なくとも13種類のパラメータがあり、各3点ずつ条件を変えたとしても、 3^{13} 回（1,594,323回）の試験を行うことが必要となる。さらに、再現性の確認実験も加えると、膨大な試験回数が必要になることがわかる。また、一般の焼結多孔質体（フィルター）においては、気体は流れやすい方（圧力損失が小さい）が良いとされているが、標準コンダクタンスエレメントにおいては全く逆で、ほとんど気体流れない（圧力損失が大きい）ものが望まれる。そのため、経験の無い条件で多孔質体を試作・製造することが必要となるが、株式会社

ピュアロンジャパンがこれまで蓄積してきた多くの技術、知見、ノウハウを活して、効率的に最適なプロセス条件を見出すための試験を行った。図2-2に、製作した標準コンダクタンスエレメントの外観を示す。



図2-2 標準コンダクタンスエレメントの外観写真

● 標準コンダクタンスエレメントの接合方法の開発

多孔質体を配管に設置・接続する方法として、圧入法を選択した。この方法は、酸化層が生成せず、フラックスや接着剤等も使用しないため、汚染ガスの発生要因が無いという点で優れている。一方で、圧入法を用いる場合、漏れを無くすためには、入れる側（エレメント）と入れられる側（アタッチメント）の寸法精度の管理を厳しく行う必要がある。製作したアタッチメント外径とエレメント内径の測定データを図2-3に、平均値と偏差（ 3σ ）を表2-1に示した。

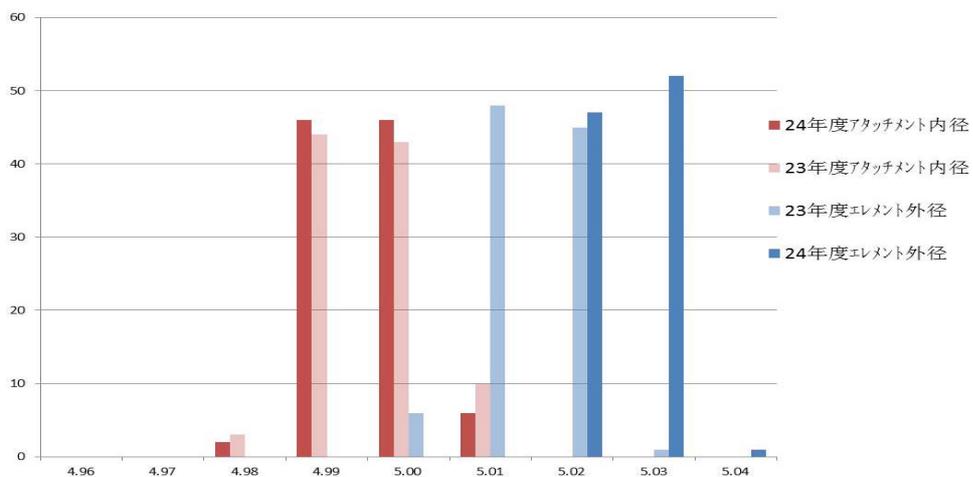


図2-3 エレメント外径、アタッチメント内径分布図

表2-1 エレメント外径、アタッチメント内径の平均値及び偏差

n:各々100個、単位：mm

	Ave.		3σ	
	23年度	24年度	23年度	24年度
エレメント外形	5.014	5.025	0.0186	0.0156
アタッチメント内径	4.996	4.998	0.0213	0.0192

エレメントの外径がアタッチメントの内径に比べて大きい場合（青い棒グラフが赤い棒グラフより右の場合）、圧入すると、エレメントはアタッチメントに締められるため、隙間は出来ず漏れの発生はない。しかし、可能性としては大きくないが、エレメントの外径よりアタッチメントの内径の方が大きくなってしまうと（薄青の棒グラフが薄赤の棒グラフより左の場合）、微小な隙間が出来てしまい、これが漏れの原因となる。

測定結果では、23年度は5.00mmと5.01mmのところ、組み合わせによっては、エレメントの外径よりアタッチメントの内径の方が大きくなって事象が存在している。これに対し、24年度はこの事象が発生しておらず、漏れは発生しないこととなる。24年度は加工精度管理の向上と共に、エレメント外径及びアタッチメント内径の加工寸法の見直しを行い、圧入法による多孔質体の確実な接合方法を確立した。

● 標準コンダクタンスエレメント（SCE）評価装置の開発・高度化

図2-4に、開発した標準コンダクタンスエレメント評価装置の写真を示す。本サポイン事業で開発する装置開発では、 10^{-9} Pam³/s（約 10^{-4} sccm）以下の流量計測が必要となるため、市販の装置では測定できない。本装置が、株式会社ピュアロンジャパンに設置されることで、効率的な多孔質体の開発が可能となった。また、本装置には、産総研が保有する分圧標準で校正されたSCEが付属されており、これをマスターとして、比較校正（測定）を行うことで、開発した多孔質体を、国家標準にトレーサブルな値として、評価することが可能である。

また、産総研、株式会社アルバックにも、類似した装置が設置され、産総研では特性の詳細解析と物理現象の理解に、アルバックではユーザの立場で、実使用条件に近い条件で評価試験を行った。

さらに、電離真空計と分圧真空計を、SCE評価用に高度化することで、多孔質体の評価性能を向上させ、評価精度を現状の6%から3%まで低減することも試みた。現状では、評価に利用する電離真空計の長期安定性が、年率数%があり、SCEの評価性能を向上させるには至っていないが、電離真空計の各種パラメータ（エミッション電流、グリッド・フィラメント電位、フィラメント電流など）を詳細に解析することで、感度変化の原因が明らかにされつつある。次年度以降も研究を継続することで、電離真空計と分圧真空計の性能向上と、SCE評価用に高度化を目指す。

● 成果

図2-4に、研究開発の結果、製造可能になった多孔質体のコンダクタンス範囲を示す。サポイン事業開始前はおよそ1桁の範囲でしか、コンダクタンスを変えることができなかった。これを上下に1桁ずつ伸ばすことがサポインの当初目標であったが、研究開発の結果、 $10^{-13} \text{ m}^3/\text{s}$ から $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ まで6桁にも及ぶ範囲のコンダクタンスを持つ多孔質体を製造できるようになった。

横軸の上流圧力に対して、縦軸のコンダクタンスが一定値を持っているのは、分子流条件を満足していることを示しており、標準コンダクタンスエレメントとしての良好な特性を持っていることを意味している。

コンダクタンスが $10^{-11} \text{ m}^3/\text{s}$ 以下で、測定結果にばらつきが見られるのは、計測に原因があるもので、産総研で試験した結果、コンダクタンスが圧力に対して一定であるという結果が得られている。

コンダクタンスが $10^{-9} \text{ m}^3/\text{s}$ 以下で、特に、上流圧力 10 kPa 以上において、コンダクタンスが圧力と共に微増しているのは、気体の流れが、分子流から中間流に遷移していることを意味している。分子流から中間流に遷移を開始する圧力は、多孔質体の孔の大きさに依存する。多孔質体の孔の大きさは（少なくとも意図的には）変えていないので、コンダクタンスが大きくなると共に中間流に遷移する圧力が低くなってしまう原因は、未だ明らかでない。しかし、圧力と共にコンダクタンスが上昇する曲線は再現性が高いため、フィッティング関数等を用いることで、技術的目標値である 10 sccm という比較的大きな流量を発生することは可能である。但し、中間流の特性は、既存の気体分子運動論で説明することが容易でないので、ガス種や温度を変えた時に補正が難しくなる点に注意する必要がある。

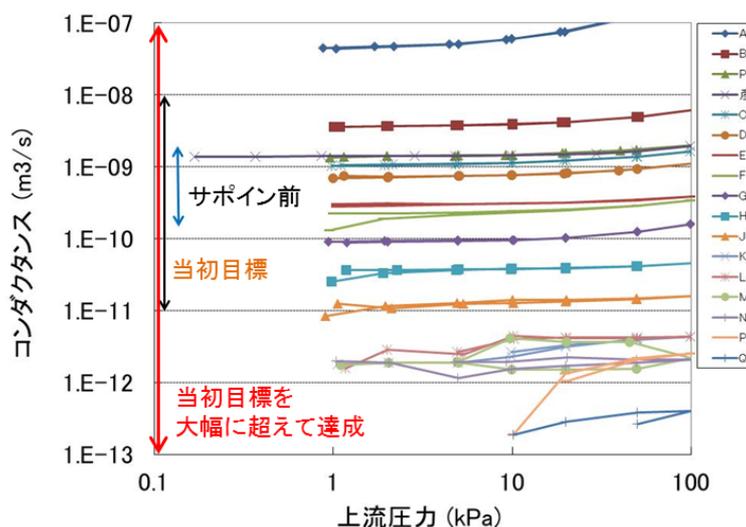


図2-4 製造可能な多孔質体のコンダクタンス範囲

また、多孔質体製作の再現性評価の為、各コンダクタンス毎に同一プロセス条件で作成した結果を図2-5にまとめた。再現性確認の組み合わせは、シリアル番号①~⑤、⑥~⑩、⑪~⑮、⑯~⑳、㉑~㉕、㉖~㉓の6通りである。 1×10^{-11} の時、 5×10^{-11} に比べバラつきが大きく見えるが、このグラフは対数グラフの為バラつきが大きく見えるだけであり、各コンダクタンス領域において、バラつきは殆

どなく、良好な再現性が得られている。

歩留りでは、初期の30%から80%まで向上させることを目標としているが、25年度は約70%まで向上させることができた。歩留り向上は今後の継続課題として取り組む。

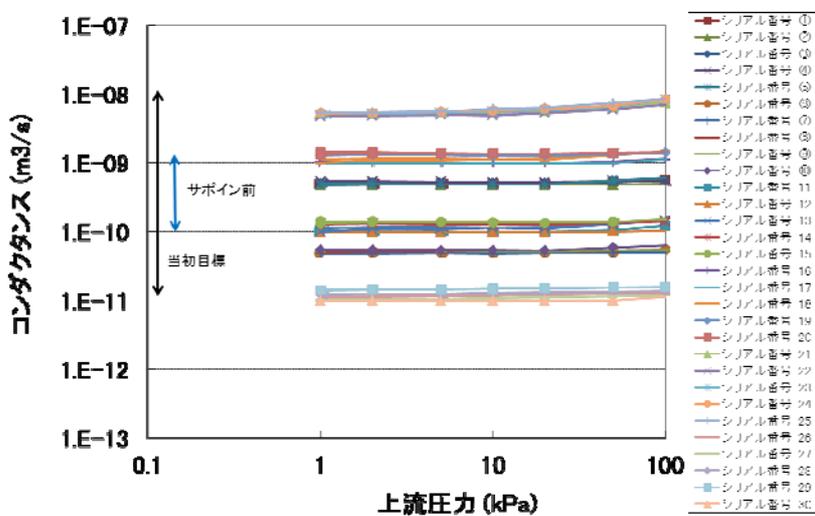


図2-5 多孔質体製作の再現性評価データ

(2) 標準コンダクタンスエレメントを組込んだ基準微小ガス流量導入装置の開発

● 装置の設計、試作

標準コンダクタンスエレメントを組込んだガス導入装置をパッケージ化することで、専門的な知識と習熟を有しないユーザにも活用できる「基準微小ガス流量導入装置」を設計・製作した。本サポイン事業では、先ず、多ガス種対応という本装置の特性を生かした、研究者向けの試作機を開発することにした。

図2-6に試作機のガスシステムの回路図を示す。ガスボンベから導入された気体は、一旦、補助容器に蓄積され、その後、調整バルブを使って、標準コンダクタンスエレメント（SCE）の上流に、所望の圧力まで導入される。ガス配管は、気体の汚染やガス溜まりによる履歴の影響が起らないように、最適化され、清浄で安定した流量を、制御性良く真空容器に導入できるように設計されている。図2-7に開発した基準微小ガス流量導入装置の試作機の外観を示す。また、安価、省スペース、取扱が容易、高圧ガス保安法の規制を受けないという長所を持つプッシュ缶型標準ガスの配管・接続方法や、水蒸気を導入する方法の開発にも成功した。これらも、オプションとして、本装置に付属して供給できる体制を整えた。

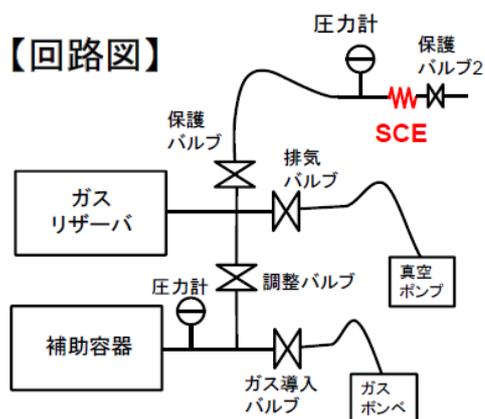


図2-6 試作機のガスシステムの回路図 (手動操作用)



図2-7 試作機 (外観)

● 計測ソフトウェアの開発

図2-8に、計測プログラムのブロック図を示す。本ブロック図は、手動流量制御による場合のもので、入力値には計測器からの測定値、主に製造メーカーが手入力する値、主にユーザが手入力する値がある。流量計算は、気体分子運動論に基づく信頼性の高い方法で行われる。

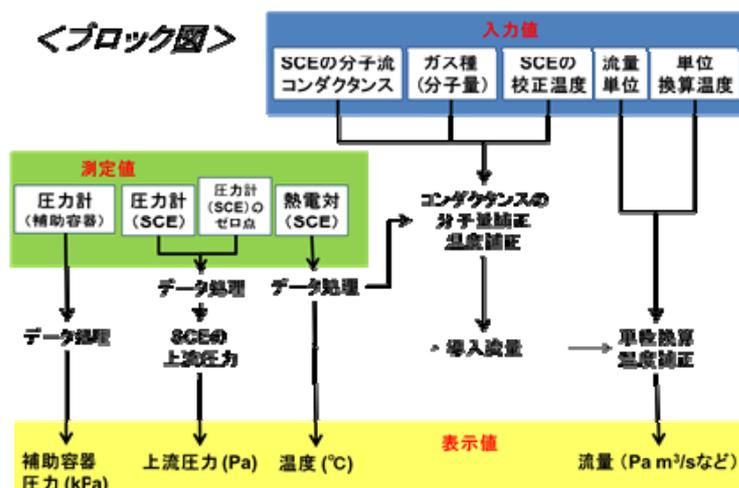


図2-8 手動流量制御による計測プログラムのブロック図

図2-9に、基準微小ガス流量導入装置の画面の一例を示す。メイン画面（左）には、流量と分子流条件が満たされるかなどが示されている。右は流量単位の変更画面である。流量の単位は、分野によって異なるため、ユーザが自分の目的に応じた単位を選べるようになっている。流量単位の補正計算は、自動で行われる。

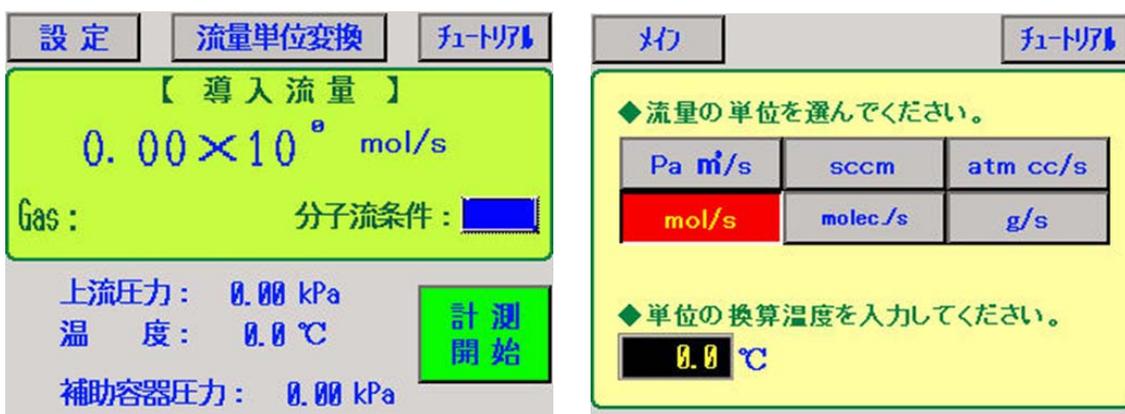


図2-9 基準微小ガス流量導入装置の画面の一例

● 基準微小ガス流量導入装置本体仕様の決定

分子流コンダクタンスの製造可能範囲、分子流条件を満たす圧力範囲、流量精度（不確かさ）、繰返し性、応答時間を決めるための実験を実施し、その結果に基づき決定した基準微小ガス流量導入装置の仕様を表 2-2 に示す。尚、これらの値は、今後の検討で、若干変更される可能性がある。

表 2-2 基準微小ガス流量導入装置の仕様

型式	大流量 タイプ	中流量 A タイプ	中流量 B タイプ	小流量 タイプ
分子流コンダクタンス (m ³ /s; N ₂) ¹⁾	1×10 ⁻⁹	5×10 ⁻¹⁰	1×10 ⁻¹⁰	5×10 ⁻¹¹
流量範囲 (Pa m ³ /s; N ₂)	≤1×10 ⁻⁵	≤7.5×10 ⁻⁶	≤2×10 ⁻⁶	≤1.5×10 ⁻⁶
分子流条件を満たす圧力範囲 ²⁾	≤ 10 kPa	≤ 15 kPa	≤ 20 kPa	≤ 30 kPa
上流圧力範囲	≤ 103 kPa			
流量精度 (不確かさ) ³⁾	9.8 % (上流圧力 10 kPa の時)			
繰返し性	1 %以下 (不活性ガス)			
応答時間 ⁴⁾	6 秒以下 (不活性ガス)			
必要下流圧力	≤ 10 ⁻³ Pa			
耐圧力	200 kPa			
使用温度範囲	本体：0 °C ~ 50 °C、圧力センサー：0°C~70 °C SCE 単体：≤ 200 °C			
外部リーク	≤ 3×10 ⁻¹² Pa m ³ /s (He)			
取付け姿勢	自在			
供給電源電圧、消費電流	100 V, 圧力計×2+プログラマブルコントローラー			
接ガス部材質、シール部材質	SCE：ステンレス焼結体、本体・配管：SUS316L バルブ：SUS316L (ボディ), シート (PCTFT/PFA/PI)			
表面処理	電解研磨			
標準継手	ICF34 (変換可)			

1) 製作精度 < 設計値の±20 %、特注可能

2) 分子流条件を満たす圧力範囲： コンダクタンスの変化が 3 %以下

3) 流量精度（不確かさ）： 21 ページ参照

4) 応答時間： 目標値の 2 %以下に達するまでの時間

* 圧力は全て絶対圧力

(3) 装置の安定度および操作性の評価

●基準微小ガス流量導入装置の流量の制御性

図2-10に、基準微小ガス流量導入装置を用いて、真空容器に気体を導入した時の電離真空計と四重極質量分析計(QMS)の指示値の変化を示す。時間0秒の時から、気体を導入し、階段状に流量を増加させ、その後、同様に下降させた。

10^{-6} Pa から 10^{-4} Pa という超高真空領域において、このように制御性良く、流量・圧力を制御することは従来困難であったが、今回開発した基準微小ガス流量導入装置を用いると、容易に実現できることがわかる。また、QMSの測定結果より、不純物ガスがほとんど入っていないことも確認できる。さらに、(d)で示すように、応答速度は悪くなるものの、水蒸気を使っても、流量・圧力を制御することが可能である。こうした技術はこれまでにないものであり、複数の評価者が操作したが、同様の感想を得ている。また、これら実験から、流量の繰返し性(短期再現性)が1%以下であることも確認できた。

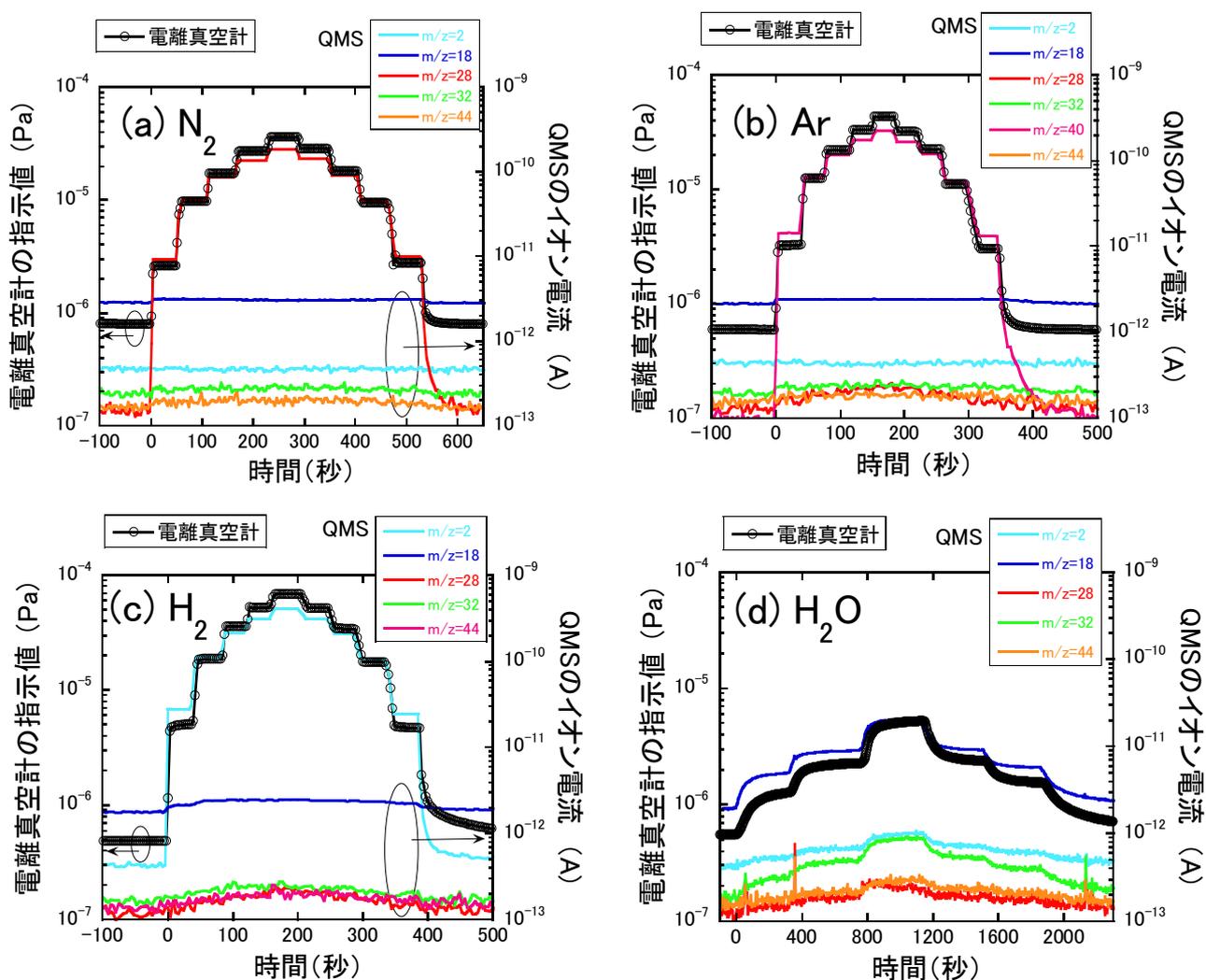


図2-10 基準微小ガス流量導入装置を用いて、真空容器に気体を導入した時の電離真空計と四重極質量分析計(QMS)の指示値の変化

● 流量精度（不確かさ）の見積もり

流量の不確かさ（絶対精度）は、ISO など 7 つの国際機関の共著による「計測における不確かさの表現ガイド (Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement, GUM)」に基づいて評価した。

流量 Q_S の標準不確かさ $u(Q_S)$ は、温度の不確かさ、SCE 上流圧力測定の不確かさ、SCE の分子流コンダクタンスの不確かさの合成で求められる。表 2-3 に、これらをまとめた不確かさのバジェット表を示す。

実際は、温度測定のばらつき $u(T_{fr})$ 、温度計の長期安定性 $u(T_{st})$ 、上流圧力測定のばらつき $u(p_{R-fr})$ 、圧力計の長期安定性 $u(p_{R-st})$ 、分子流コンダクタンスの長期安定性 $u(C_{S-st})$ は、使用環境に依存するため、流量の不確かさも使用環境によって異なる。ここでは、理想的な使用環境（室温 23°C (296 K)、温度のばらつき 0.3 K (1σ)、SCE 上流圧力 10 kPa、圧力のばらつき 10 Pa (1σ)、温度計・圧力計の長期安定性が仕様範囲内) にて、相対拡張不確かさ 7.0 % ($k=2$) で校正された SCE を用いて測定した時の流量の不確かさを示している。

これら解析の結果、基準微小ガス流量導入装置で導入した流量の不確かさは、約 10 % であることがわかった。この値は、十分に産業界のニーズを満足できるものと考えている。

表 2-3 不確かさ評価のバジェット表

(室温 23°C (296 K)、温度のばらつき 0.3 K (1σ)、SCE 上流圧力 10 kPa、圧力のばらつき 10 Pa (1σ)、温度計・圧力計の長期安定性が仕様範囲内) にて、相対拡張不確かさ 7.0 % ($k=2$) で校正された SCE を用いて測定した場合)

不確かさ要因		不確かさ ($k=1$)	相対不確かさ	備考
温度 $u(T)/T$	測定のばらつき	0.3 K	0.1 %	
	校正	2.5 / $\sqrt{3}$ K	0.5 %	K タイプ JIS クラス 2 の許容差の範囲内
	長期安定性			
SCE の上流圧力 $u(p_R)$	測定のばらつき	10 Pa	0.1 %	
	校正	$1.03 \times 10^5 \times$	3.0 %	圧力計の仕様の範囲内
	長期安定性	0.5 % / $\sqrt{3}$ Pa		
分子流コンダクタンス $u(C_S)$	校正	7 % / 2	3.5 %	校正証明書
	長期安定性	3 % / $\sqrt{3}$	1.7 %	経験と推定
合成標準不確かさ ($k=1$)			4.9 %	
拡張不確かさ ($k=2$)			9.8 %	信頼の水準 95 %

● 標準コンダクタンスエレメント（SCE）の分子流コンダクタンスの安定性

キャピラリーの場合、穴が1つなので、そこに微粒子等が入ってしまうと、コンダクタンスが大きく変化することが予想されるが、標準コンダクタンスエレメントの場合、多孔質体焼結体の無数の微小な孔を通して気体が行くので、少々微粒子が入ってきても、コンダクタンスの変化が小さいことが予想される。しかし、実験で確認することが重要である。

表2-4にこれまで試験してきた SCE の長期安定性をまとめた。産総研では、これまで約50個の SCE の試験・校正を行ってきたが、外部ユーザが使用したものを含めて、大部分は3%以下の変化であった。しかし、2例だけ、大きく分子流コンダクタンスが変化したものがあつた。これらは、いずれも水蒸気を長時間導入したものである。しかし、水蒸気を導入したからと言って、毎回詰まるわけではなく、極稀にしか、詰りは発生しない。詰り発生メカニズムはまだ良くわかっていないが、こうした問題は、SCE を利用する限り継続して付いて回る問題なので、引き続きデータの蓄積を行う必要がある。尚、詰まった SCE は、約 200°Cのベーキングにより、3%以下で元の値に回復した。

表2-4 SCE の分子流コンダクタンスの長期安定性

	分子流コンダクタンス (m ³ /s)	変化率
1500 日	2.5 × 10 ⁻¹⁰	±2 %
800 日	2.3 × 10 ⁻¹⁰	±1.5 %
517 日	1.4 × 10 ⁻⁹	±2 %
302 日	1.2 × 10 ⁻¹⁰	-0.2 %
808 日	1.1 × 10 ⁻¹⁰	+1.0 %
265 日	1.5 × 10 ⁻⁹	±2 %
553 日	3.0 × 10 ⁻¹⁰	±1.5 %
この他、多数		
~90 日	1.89 × 10 ⁻¹⁰ ⇒ 8.58 × 10 ⁻¹¹ ⇒ (200°Cベーキング後) 1.93 × 10 ⁻¹⁰	-55% ⇒ +2.0 %
~200 日	8.88 × 10 ⁻¹⁰ ⇒ 8.06 × 10 ⁻¹⁰ ⇒ (200°Cベーキング後) 8.68 × 10 ⁻¹⁰	-9.2 % ⇒ -2.0 %

水蒸気と並んで、詰りの原因となる恐れがあるものとして、油蒸気がある。そこで、2つの SCE を、到達圧力が 0.68 Pa の油回転ポンプ1の直上に取付け 44 時間排気した場合、次に、到達圧力が約 6 Pa の油回転ポンプ2の直上に取付け、最初 62 時間、続いて 327 時間真空排気した場合のコンダクタンスの変化を測定した。油蒸気暴露後の SCE は、強い油のにおいがした。

しかしながら、分子流コンダクタンスの変化は、2つの SCE とも 3%以下であった。この原因もまだ明らかでないが、油蒸気は平均滞在時間が長いため、SCE の表面にしか留まらず、分子流コンダクタンスを決めている、多孔質体の奥の方にまで到達していない可能性がある。これらの結果とこれまでの実績より、到達圧力

が低い方が望ましいものの、油回転ポンプの使用は可能であると結論した。もちろん、ドライポンプを利用した方が、SCE を清浄に保つことが可能であり、より安定した使用が可能になると予想される。一方で、ドライポンプは油回転ポンプに比べて高価なこと、メンテナンスタイムが短いこと、水蒸気の排気が難しいこと、一般に到達圧力が高いことなどの短所もある。ユーザには、油回転ポンプとドライポンプの長所・短所を理解してもらったうえで、用途に応じて、適切な方を選択してもらう方が良いと考えている。

● 3つ方法による絶対値の不確かさ 10 %の実証

表 2-3 の結果から、絶対値の不確かさ 10 %で流量を発生できること見積もることができたが、実際にユーザの装置で、それが達成できるのかを3つの方法による実験で確かめた。3つの実験結果は、いずれも、少なくとも 10 %の範囲内においては、装置や評価手法が変わっても、結果が一致することを示しており、定量性を主張する上での根拠となる。

a) 産総研とアルバックにおいて、標準コンダクタンスエレメントを用いて発生した圧力を、真空計測の標準器であるスピニングロータ真空計 (SRG) を使って測定し、両者の値を比較した。産総研とアルバックでは、異なる SRG を使用している。産総研では 15 種類、アルバックでは 4 種類の気体を使って実験した。結果を図 2-11 に示す。SRG の感度は、気体分子に依存せず、およそ 1 であることが知られているが、厳密に 1 でないこともしられており、ローター球の凹凸や清浄度等によって数 % 変化する。

産総研とアルバックにおいて、水蒸気を含めて、少なくとも 10 % 以下で一致することを確認した。この結果は、ドイツ標準研 (PTB) で膨張法を用いて測定した結果とも、傾向が一致していた。本結果は、複数のガス種の気体を用いても、定量的に気体を導入できるという根拠となる。

b) アルバックにおいて、標準コンダクタンスエレメントを用いて導入したヘリウム流量と、石英の透過現象を利用したヘリウム標準リークの流量を比較して、整合性を確認した。結果を図 2-12 に示す。両者の値は、少なくとも 10 % 以下で一致していた。また、流量に対する質量分析計の信号の比 (図の縦軸) の直線性も確認できた。

c) 3つの分析機関 (A, B, C) において、標準コンダクタンスエレメントを用いて、昇温脱離分析 (TDS) 装置に付属する四重極質量分析計 (QMS) を“その場”校正した。次に、同条件で製作された水素イオン注入シリコンを昇温脱離分析し、校正結果を用いて、水素脱離速度を定量化した。結果を図 2-13 に示す。その結果、TDS スペクトルを時間積分して得られた水素脱離量は、 $\pm 5\%$ 以下で一致した (表 2-5)。この結果には、標準コンダクタンスエレメントの不確かさだけでなく、比較実験に用いた試料の均一性や安定性、TDS 測定に含まれる不確かさも含まれている。また、Ar イオン注入シリコンや水素分析用鉄鋼試料を用いて

も、同様の実験を行ったが、約 10 %以下で一致することを確認できた。

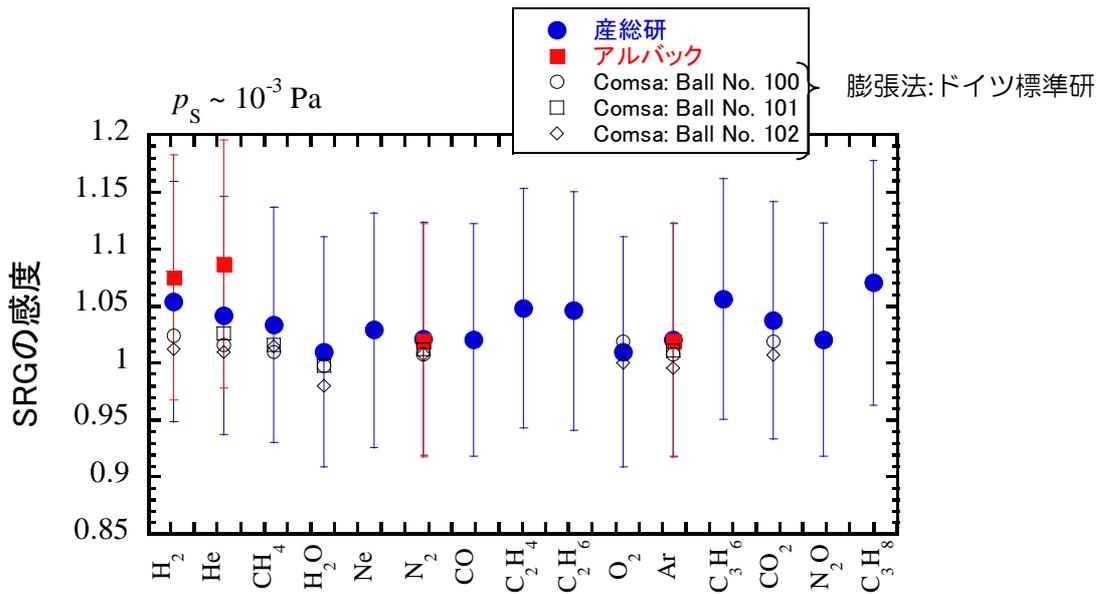


図2-1-1 SCE を用いて発生した圧力を基準にスピニングロータ真空計 (SRG) の感度を求めた結果

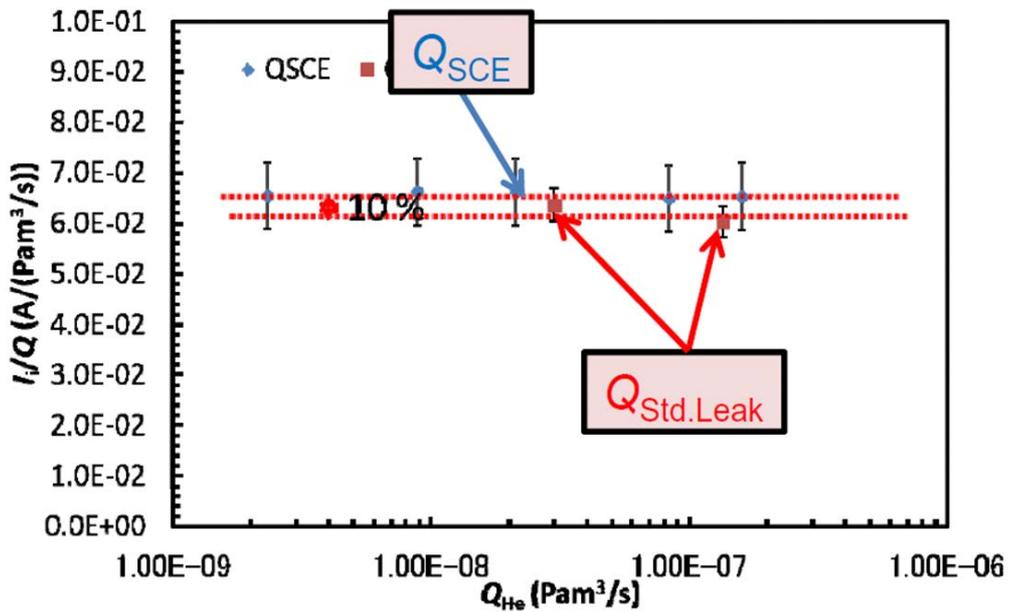


図2-1-2 SCE を用いて発生した流量と He 標準リークの流量を比較した結果

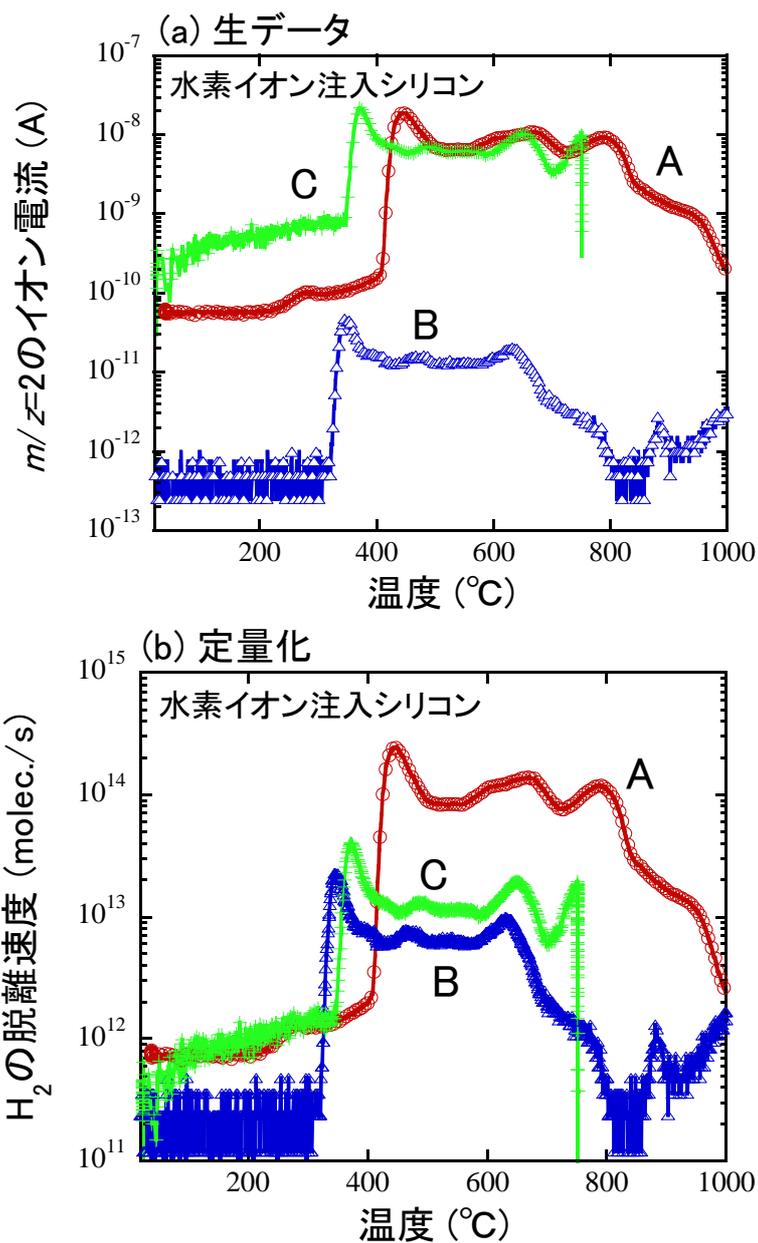


図2-13 水素イオン注入シリコンのTDSスペクトル
 (a)生データと(b)SCEを用いてヘリウム標準リークの流量を比較した結果

表2-5 水素イオン注入シリコンのTDSスペクトルの時間積分値の比較

機関	定量化前 (A s)	定量化後 (全脱離量 (個))	平均値との比
A	3.83×10^{-6}	4.92×10^{16}	0.96
B	1.13×10^{-7}	5.36×10^{16}	1.05
C	2.75×10^{-5}	5.11×10^{16}	1.00
	平均値	5.13×10^{16}	—

第3章 全体総括

(1) 多孔質の高度化・高信頼性化については、サポイン事業開始前に比べて、5桁広い、 $10^{-13} \text{ m}^3/\text{s}$ から $10^{-7} \text{ m}^3/\text{s}$ のコンダクタンスを持つ多孔質体の開発に成功したこと、狙った値を再現性良く製造できるようになったこと、歩留り70%を達成したことは、非常に大きな成果である。(株)ピュアロンジャパンに設置した、標準コンダクタンスエレメント評価装置も良好に動作している。評価性能の高度化は次年度以降も継続課題として取り組む。

(2) 標準コンダクタンスエレメントを組込んだ基準微小ガス流量導入装置の開発については、計測プログラムを含む試作機の開発に成功した。また、仕様を決めるための様々な調査、実験や評価を行い、現時点での仕様を決定した。

(3) 装置の安定度および操作性の評価については、標準コンダクタンスエレメントの安定性評価、複数の評価者による操作性の評価を実施した。また、国際基準に基づいた方法で、流量の不確かさ評価を行い、絶対値の不確かさ10%を主張できることを確認した。また、3つの方法で、検証実験を行い、それらの結果はいずれも、少なくとも10%以下では、従来の技術や知識と比べて、矛盾の無い結果が得られることを確認した。

図3-1にニーズ調査の結果得られた本技術の応用分野を示す。本技術は、従来技術に比べて、多ガス種対応であること、不純物ガスがほとんど入らないこと、応答速度が早く流量が非常に安定であること、流量可変で良好な直線性を持つこと、温度依存性が小さいこと、繰返し性・長期安定性が良いこと、堅牢であること、トレーサビリティが明確であること、といった優位性がある。本技術は、図3-1に示したような真空を用いた幅広い産業において、高品質な真空環境の維持や製造プロセスの品質向上に貢献できることが期待される。開発した基準微小ガス流量導入装置は、商品名：分子フローコントローラーとして、市販される予定である。



図3-1 基準微小ガス流量導入装置（商品名：分子フローコントローラー）、及び標準コンダクタンスエレメントの応用分野