サーミスター圧力計 (Rosenberg型) の ドリフトについて

高石 哲 男*・齊 藤 雅 司*

(昭和41年9月12日受理)

On the Drift of a Thermistor Gauge (Rosenberg's Type)

T. TAKAISHI and M. SAITO

(Institute for Atomic Energy, Rikkyo Univ. Yokosuka, Japan)

(Received Sept. 12, 1966)

Rosenberg 型の BET 表面積測定装置は簡便で、しかも精度よく低表面積を測定できる¹⁾。この場合死容積を小さくするため、ゲージと水銀ガス・ヒューレット間にトラップを用いないから、サーミスター圧力計はつねに水銀蒸気に触れている。Rosenbergは、水銀蒸気に触れてもななら支障ないと報告しているが、我々のところでは著しいドリフトが起った。このドリフトの原因とその対策について報告する。

測定条件：サーミスターは Gulton 社 (米国) 製 45 CD 3 で、金属酸化物のビーズは 0.014吋 ϕ 、Ptリード線は 0.001吋 ϕ で、抵抗温度係数 $-4.4\% / ^\circ\text{C}$ 、ヒーズ表面はガラス薄膜でコートしてあるので水分や酸素による不可逆変化がない。サーミスター圧力計の外壁は $\pm 0.1^\circ\text{C}$ 以上の精度で $30\sim 35^\circ\text{C}$ 間の一定温度に保つ。

測定回路は図1に示す通りで、切り替えスイッチを C 側にして R_d を調節し、真空中でメーターが零点を指すようにする。つぎに M に切り替えて、所与のガス圧でメーターが零を指示するように R_b を調節する。0.1% の精度で測定するには、 R_b 用として $1\ \Omega$ 刻みの 4 ダイアル可変抵抗を用いれば十分である。

ドリフトの型：普通のピラニ・ゲージのように、アコモデーション係数が変動して較正曲線がドリフトする場合には、かならず低圧部の方が激しいドリフトを示す。圧が高くなって気相の熱伝導で放熱が支配される領域になると、アコモデーション係数の少々の変化ぐらいは響かないから、ドリフトも小さい。さてこの場合には、ピラニ・ゲージと逆に低圧領域ではドリフトは小さく、高圧

域で著るしい。しゅじ・検討した結果、リード線封入部附近のガラス面上に水銀の吸着膜(多分 island 状の膜)ができ、これを通して電氣的リークが起るのであらうと考えられる。水銀膜は水銀蒸気圧に依存し、これは水銀溜の温度つまり室温で決まる。

そこでドリフトの効果を拡大してみるため、ゲージの器壁温度を $25.0 \pm 0.02^\circ\text{C}$ に下げ、室温 25.0°C および 20.0°C で較正曲線を作ってみると図2のようになり、上の考え方を支持している。水銀吸着膜の電気抵抗を $10\text{k}\Omega$ 位とすると、これがサーミスター抵抗に並列に接続している。低圧ではサーミスターの抵抗は $170\Omega\sim 200\Omega$ 位であるから、 $10\text{k}\Omega$ のリーク抵抗が多小増減しても大きいドリフトを生じない。Kr ガス圧が高くなり、

図1 サーミスター圧力計測定回路 (Kr用)。
C 側：電源チェック，M 側：圧力測定。

* 京大工学部原子力研究所 (神奈川県横浜須賀町佐島)

図 2 サーマスター圧力計の校正曲線
r. t. は測定時の室温，サーミスター
圧力計の器壁温度は $25.0 \pm 0.02^\circ\text{C}$.

サーミスター抵抗が 500Ω 前後になると，リーク抵抗の変動がひびいてくることになる と解釈できる。

対策とその結果： 以上の考察から，ドリフト対策はつぎの2方法になる．サーミスター圧力計の器壁温度を室温よりずっと ($20\sim 30^\circ\text{C}$ 位) 高くするか，サーミスターを両端封入型にしてリーク抵抗を1桁以上大きくする

かである．器型と室温の差が大きいと，温度制御は一層でいいにする必要があるし，圧力測定感度が減るので，我々は両端封入型にした．そうすると，測定管が細くなるので，測定領域が拡大され，死空間容積も減小し，万事好都合になる。

現在使用しているサーミスター計の Kr 圧校正曲線は次式で表わされる，

$$p = 3.82 \times 10^{-4} (\Delta R) + 8.0 \times 10^{-8} (\Delta R)^2 + 1.45 \times 10^{-10} (\Delta R)^3 - 1.5 \times 10^{-14} (\Delta R)^4 + 3 \times 10^{-17} (\Delta R)^5$$

ここに，

$$\Delta R = R_b(p) - R_b(p=0),$$

$$R_b(p=0) = 1400.$$

この式のように多数の項で表現できるのは，測定が正確に再現できるからであり， $p(\text{Kr}) \simeq 0.5 \sim 2 \text{ torr}$ 間で 0.1% の精度が得られている。

なお校正の標準としては，内面磨きしたマクラウド計と，体積を精密に求めてある連球型ガス・ビューレットを用いた。

〔文 献〕

- 1) Arthur J. Rosenberg: J. Am. Chem. Soc. 78 (1956) 2929

被処理物を1個ずつ，真空容器の中に，真空を破らないで，送り込む方法

アメリカの Vacuum Processes 会社で開発したもので，半導体部品の製作に使用されるように設計されている．1分間に10個の割合で，処理されるようになっている

真空容器に被処理物を真空を破らないで入れる所と，出す所の機構が特許になっている．装置について説明すると，図に示すように，円筒形の回転トアの一部に，被処理物を入れて運べるだけの部屋を作る．大気中で，その部屋に被処理物を1個入れる．回転トアは，途中で，排気口を通り，その部屋は排気され，真空容器の中で動いているベルトコンベアの上に，被処理物を部屋から，すべり出させてのせる．ベルトコンベアに乗せられた被処理物は，予備加熱されて，ガス放出を終り，それから，スパッタリング室に入り，つぎに蒸発室に入り，それから冷却室を通して，回転トアによって，大気中に出される．

真空容器は $5 \times 10^{-2} \text{ torr}$ 以下の圧力を保つようにしてある．

回転トアを持った真空装置

図の右上から，被処理物は，回転トアで，大気中から，真空容器の中へ，真空を破らないで入り，ベルトコンベア乗り，加熱室，スパッタリング室，蒸発室，冷却室を通して，また回転トアで大気中に自動的に出てくる．

Electronic News, Nov. 14 (1966) 44.