スピニングロータ真空計の圧力測定限界

上田 映介*・広畑 優子*・日野 友明*・山科 俊郎*

(受付1992年6月2日, 掲載決定1993年3月6日)

Lower Limit of Pressure Measurement of Spinning Rotor Gauge

Eisuke UEDA*, Yuko HIROHATA*, Tomoaki HINO* and Toshiro YAMASHINA*

(Faculty of Engineering, Hokkaido University, Nishi-8, Kita-13, Kitaku, Sapporo, Japan)

(Received June 2, 1992, Accepted March 6, 1993)

The argon pressure measured by a spinning rotor gauge (MKS SRG-2), P_{SRG} , has been compared to the pressure measured by an ionization gauge, P_{IG} . The linearity of P_{SRG} as compared to P_{IG} was previously observed between 10^{-1} and 10^{-4} Pa using the average value of the residual drag, P_{OFS} , by other authors. In the present study, the value of P_{OFS} has been newly determined using data obtained in the range above 2×10^{-5} Pa, where the fluctuation of P_{OFS} becomes relatively small. P_{OFS} was determined such that the standard deviation of $[\text{Log}(P_{IG}) - S_a \cdot \text{Log}(P_{SRG} - P_{OFS}) - \text{Log}(S_b)]$ was minimized. Here, S_a and S_b are constants and nearly equal 1. The linearity was found to extend to a lower pressure region using the P_{OFS} obtained in present method, as opposed to that obtained by the conventional averaging method. It was found that the standard deviation of P_{SRG} at constant pressure was proportional to $T^{-2.5}$, where T is a sampling interval used with the SRG. This relation is valid up to 10^{-6} Pa.

1. はじめに

1940年から1960年代にかけて Beams^{1,2)} および Fremerey³⁻⁶⁾により, スピニングロータ真空計 (Spinning Rotor Gauge, SRG) という名称の粘性真空計が開発された。SRGが以前の粘性真空計と大きく異なる点は, 空中で自由回転する球を使用することにより, 圧力に対応する変化量をねじれ角から回転数へと変更し, 読み取り変化量を大きくして測定するようにしたことである。そのため必然的に分解能が向上し, 広い圧力範囲に適用できるようになった。更に測定圧力範囲を, ロータ球の回転減衰率が圧力と共に比例して減少する直線領域以外にも広げるため, データ処理における補正項が導入された。現在市販されているSRGは約 10^{-4} Paから 10^2 Paまでの圧力領域に適用できる。このSRGは第二世代のものであり, コンピュータや計測技術⁷⁾等の発展により第一世代のものに比べて格段に性能が向上している。

SRGのロータ球減衰率は, $10^{-3} \sim 10^0$ Paの領域では圧力値と比例関係にある^{8,9)}。しかし, より高い圧力の $10^0 \sim 10^2$ Paの中間流領域, 及びより低い圧力の 10^{-3} Pa以下の範囲では, 両者の直線関係は崩れてくる。そのために, 高圧側では粘性を考慮した補正が, 低圧側ではオフセット圧力値による補正が必要^{10,11)}となり, その値により測定可能な圧力領域が違ってくる。また, 低圧側の減衰率については, SRGの立ち上がり時の特性^{12,13)}, 測定精度^{14,15)}及び測定環境温度に対する依存性^{16,17)}等が指摘されており, これらはオフセット圧力値を正確に決定する時に問題となっている。

本研究ではSRGの測定下限を低圧側に拡張するために, オフセット圧力値の最適な決定方法について検討した。また, この時の測定精度を測定し, それに及ぼす要因について検討した。

2. SRGによる圧力測定

SRGの動作特性及びその測定原理を確認するために簡単な真空系を試作した。その系統図を Fig. 1 に示す。

* 北海道大学工学部 (〒060 札幌市北区北13条西8丁目)

Fig. 1 Vacuum system used for pressure measurement by SRG.

真空チャンバーは全てステンレス製であり、直径および高さは各々320 mm 及び400 mm である。ベーキング用のヒータとしては600 W のシーズヒータを2本用い約120°Cまで加熱できる。排気系には島津製作所製ターボ分子ポンプ (TMP, 220l/sec) を使用した。到達圧力はベーキング後で、 5×10^{-7} Pa である。使用したSRGはMKS社のSRG-2であり、校正用としてMKS社のBA形電離真空計IG919タイプ及び同社のダイヤフラム真空計 (パラトロン真空計) 120AAを用いた。気体は可変リークバルブ (VLV) を介して導入し、よどみ法により系内の圧力を調整した。導入ガスとしてはArガスを使用した。

チャンバーを十分に排気した後、Arガスを導入し、系の圧力が一定に落ち着いた後にSRGで圧力測定を行った。周囲の温度は室温 (約20~22°C) である。SRGでの測定時に懸念される機械振動に対し、油回転ポンプ (RP) 及びチャンバーの架台の下にゴムクッションを置いた。SRGのオシロスコープ出力をスペクトラムアナライザに接続して周波数解析をした結果 Fig. 2 に示す。SRGの出力信号である約400 Hz 及びその高調波である約800, 1200, 1600 Hz 等のピークが観察された (Fig. 2(a))。その他、50 Hz および150 Hz のピークが観察された (Fig. 2(b))。しかし後者の強度はロータ球の回転速度の信号 (約400 Hz の信号) に対し約-30 dB 以下であった。

SRGによる圧力測定の前、SRGの動作原理を確認する実験を行った。次にSRGの圧力指示値と校正用として用いた電離真空計の圧力指示値との直線性を観察する実験を行った。またSRGの指示圧力値の測定精度を測定した。

まずSRGの動作原理を確認するため、系内にArガスを導入し、圧力を 10^{-1} ~ 10^1 Paの範囲に設定した。こ

Fig. 2 Frequency spectra of SRG rotor signal, measured by a spectrum analyzer.

- (a) Frequency range=2 kHz
- (b) Frequency range=500 Hz

の圧力下で、ロータ球の回転数をスペクトラムアナライザで測定した。この測定はSRGの動作状態を、ロータ球は自由回転状態であるが再加速されないという特別な状態に設定して行った。この結果を Fig. 3 に示す。ここでFはロータ球の回転周波数である。この回転周波数の対数の時間に対する傾きがロータ球の回転減衰率 λ に相当する。ダイヤフラム真空計で測定した圧力値 $P_{DG} = 0.618$ Paの時の減衰率の実測値 $2.68 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ は、 P_{DG} を次式に代入して得られる λ の値⁽⁸⁾

$$\lambda = 5 \cdot \sqrt{\frac{M}{2\pi RT}} \cdot \frac{P_{DG}}{a \cdot \rho} = 2.85 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} \quad (1)$$

とよく一致している。ここで、Mは気体分子の質量、Rは気体定数、Tは温度、aはロータ球の半径、 ρ はロータ球の密度である。しかしAr圧が2.66 Paを超える

Fig. 3 Decay of rotor frequency at different pressure.

と、計算値に対する測定値の比は圧力と共に小さくなってきており、この圧力領域は中間流領域に入っていることを示している。

次に、到達圧力時及び $10^{-6} \sim 10^{-1}$ Pa の範囲で Ar ガスを導入した時の SRG の指示圧力値 P_{SRG} を測定し、それを BA 形電離真空計 (IG) で測定した圧力値 P_{IG} に対してプロットした (Fig. 4)。 P_{SRG} はオフセット設定値=0 と設定して測定した値である。この図から、約 $P_{IG} > 2 \times 10^{-3}$ Pa の領域では両者に直線的な関係がみられる。この値より圧力が低くなると直線関係は崩れてきており、約 $P_{IG} < 2 \times 10^{-5}$ Pa の領域及び到達圧力時では P_{SRG} はほぼ 2×10^{-4} Pa で一定値を示す。

Fig. 4 および平田ら¹²⁾の結果等を考慮すると、SRG の指示値 P_{SRG} と真の圧力値との関係は Fig. 5 で模式的に示すような 5 つの領域に分けることができる。圧力の低い方から順に領域 I ~ V として、各々検出下限領域 (測定不可能な領域)、遷移領域、直線領域 ((1) 式の関係が成立する領域)、高圧側の遷移領域、検出上限領域 (減衰率が圧力に依存しない領域)¹⁹⁾と呼ぶことにする。領域 II はオフセット圧力値を考慮することにより直線化が可能な領域、領域 IV は気体の粘性係数を考慮した補正項を導入することにより直線化が可能な領域である。これらの補正を加えることで SRG の測定範囲は領域 III から領域 II 及び V へと拡張できる。測定領域を低圧側にどこまで拡張できるかはオフセット圧力値の精度によって決ってくる。

オフセット圧力値 P_{OFS} を決定するために従来行われている方法は、真空系を十分低い圧力まで排気した時の SRG の指示値の平均値を採用する方法¹⁸⁾である。この方法で求めたオフセット圧力値にはいくつか問題を含んでいる。第一に、このようにして決定したオフセット圧

Fig. 4 Measured pressure of SRG, P_{SRG} , versus pressure measured by ionization gauge, P_{IG} .

Fig. 5 Regions for pressure measurement of SRG

力値にはこの時の残留気体の圧力分の値を含んでいることである。この圧力分を補償するために、その時の真空系の圧力を例えば IG で測定し、その値 P_{IG} を差し引く方法が考えられる。第二の問題は、SRG の測定上の理由¹¹⁾によりオフセット圧力値がバラツキを持っていることである。こうした問題のためにオフセット圧力値を精度よく決定することが難しく、SRG を用いた圧力測定領域は 10^{-5} Pa 台までが限界であった。

今回の測定値に対して従来の方法によりオフセット圧力値を決定したところ、チャンバーを 1×10^{-6} Pa 以下まで排気した状態での SRG 指示値の平均値は、 2.11×10^{-4} Pa であった。この値をオフセット圧力値として、 $\text{Log}(P_{SRG} - P_{OFS})$ を $\text{Log}(P_{IG})$ に対してプロットすると Fig. 6 のようになる。両者の真空計指示値の比が $\pm 10\%$ を超える点を適用限界と考えると、従来の方法で決定したオフセット圧力値を用いた場合には約 3×10^{-5} Pa 以下の領域へ SRG を適用することは難しいことがわかる。

そこで本研究では、IG の感度が安定している 10^{-5} ~

Fig. 6 Relation of $(P_{SRG} - P_{OFS})$ with P_{IG} , obtained by a conventional average method.

Fig. 7 Relation of $(P_{SRG} - P_{OFS})$ with P_{IG} , obtained by a least square method

10⁻³ Pa 領域の測定値を用いてオフセット圧力値を決定する方法を新しく適用した。この領域は SRG にとっては Fig. 5 の遷移領域（領域Ⅱ）に相当する。この領域の SRG の指示値はバラツキも小さく、またオフセット圧力値の変動の影響も小さい。従ってこれらの値を使用すれば、より適切なオフセット圧力値を決定できると期待される。そこでこの領域の測定誤差 ϵ を次式のように考えた。

$$\begin{aligned} \epsilon_i = & \text{Log} [(P_{IG})_i] \\ & - S_a \cdot \text{Log} [(P_{SRG})_i - P_{OFS}] \\ & - \text{Log} [Sb] \end{aligned} \quad (2)$$

ここで、 S_a と S_b は IG と SRG の相対感度比に相当する定数であり、これらは $P_{IG} > 3 \times 10^{-3}$ Pa 以上の領域（直線領域Ⅲ）のデータから決定する。添字 i は i 番目のデータの組を表す。本研究では測定した圧力値の評価を対数値で行なったため、誤差も対数値に対する誤差を考えた。この式から $\sum \{\epsilon_i\}^2$ を最小とする P_{OFS} の値を求めた。

今回の同じ測定値に対してこの方法を適用したところ、 $S_a = 1.014$, $\text{Log}[Sb] = 0.081$ を得たが、 $S_a = 1$ と考えて、 $P_{OFS} = 2.04 \times 10^{-4}$ Pa を得た。これをオフセット圧力値として、 $\text{Log}[(P_{SRG})_i - P_{OFS}]$ を $\text{Log}[(P_{IG})_i]$ に対してプロットしたのが Fig. 7 である。この図から、Fig. 6 の場合と同様の適用限界を考えると、オフセット補正後の値 $(P_{SRG} - P_{OFS})$ と (P_{IG}) との直線領域の下限は約 7×10^{-6} Pa となり、従来の方法での場合よりも低圧側へ拡張された。このことは、残留圧力分や温度変化等によるオフセット圧力値の変動を平均化処理だけで消去することには限界があり、SRG の測定限界をより低圧側まで拡張するためのオフセット圧力値の決定方法としては今回の方法が適していると思われる。

SRG-2 では測定時間（Sampling Interval T ）及び測

Fig. 8 Relation of of square atandard deviation, SSD, versus sampling interval, T .

定値の標準偏差（Square Standard Deviation, SSD）がプリントアウトできる。これを測定精度と考えて、Ar ガス圧を 5.2×10^{-6} Pa および $1.9 \times 10^{-3} \sim 12.7$ Pa に設定した時の、測定時間に対する標準偏差をプロットしたものが Fig. 8 である。この図で、 $\text{Log}(\text{SSD})$ はいずれも $\text{Log}(T)$ に対する傾きがほぼ -2.5 の同一直線にある。この結果から、測定精度（標準偏差）は低圧領域（ $\sim 5 \times 10^{-6}$ Pa）と高圧領域でほぼ同じであること、つまり高圧領域の測定値ほど相対的なバラツキが小さくなることがわかった。

3. SRG の測定限界及び精度に関する考察

SRG のロータ球は磁気モーメントを有していて、真空中で首振り回転をしている。現在の SRG ではロータ球の回転を 4 個のピックアップコイルを用いて、周波数 = 405 ~ 415 Hz の交流信号として検出している。ロータ球の回転角周波数 ω はスペクトラムアナライザを用いた測定からも指数関数的に減少することが確認されるの

Fig. 9 Time interval used for determination of SRG pressure.

で、2点の $\omega(t)$ が計測できれば減衰率 λ を求めることができる。しかし、SRGとして必要な精度 $\Delta\omega/\omega$ は $10^{-7} \sim 10^{-8}$ と予測されるのに対し、スペクトラムアナライザの高速フーリエ変換 (FFT) 解析の精度は約 10^{-4} 程度なので、スペクトラムアナライザを用いてSRGの精度を検討するのは限界がある。

SRG-2ではロータ球が同じ回転数 F だけ回転するのに要する時間間隔 τ_1 及び τ_2 を連続計測して λ を算出する (Fig. 9) 方法が採用されている⁷⁾。この時、 τ_1 の計測完了時刻と τ_2 の計測開始時刻は同一時刻である。時間間隔はコンピュータに内蔵されているクロックパルス数をカウントすることで計測される。SRG-2では10 MHzのクロックが採用されている。更に後述のように、1回の τ_1 及び τ_2 の測定から λ を決定しているのではなく、同時計測して得た n 組の値の平均から λ を求めている⁷⁾。即ち、

$$\lambda = \frac{1}{n} \sum_{j=1}^n \frac{\tau_{j2} - \tau_{j1}}{\tau_{j1} \cdot \tau_{j2}} \quad (3)$$

ここで、 n は測定時間 T (Sampling Interval) 内で同時計測したデータ数である。この式からわかるように、SRGでは $(\tau_{j2} - \tau_{j1})$ の値が10 MHzクロックパルスの1クロック分、 $0.1 \mu\text{sec}$ に相当する時が計測上の限界と考えられ、これが圧力分解能に相当する。例えば $T=30 \text{ sec}$ の時、 $(\tau_2 - \tau_1)=0.1 \mu\text{sec}$ 、即ち1カウントの時の指示圧力値は $1.1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ に対応する。従って、現在のバージョンのSRGの圧力分解能は 10^{-6} Pa 台であろうと思われる。

SRGの測定精度は平田ら¹⁴⁾及びRedgraveら¹⁵⁾によって実測されており、その結果から標準偏差は測定時間 T の -2.5 乗に比例することが示されている。Fremereyの報告⁷⁾には (τ_{j1}, τ_{j2}) の計測方法が記されているが、精度の -2.5 乗則に対してはまだ十分な検討がなされて

いない。

SRGでは1組の計測値 (τ_{j1}, τ_{j2}) から λ_j が計算されるが、その計測精度 r_0 は $r_0 \propto T^{-2}$ となる。更にSRGでは λ_j を n 個集めて加算平均をとって指示値としているので、加算平均によって更に精度は向上する。ここで n は T に比例するように定められている。この寄与による測定精度は、 $r_s \propto (n)^{-0.5} \propto T^{-0.5}$ となるので、結局SRGの指示値は $T^{-2.5}$ に比例した測定精度を持つことになる。実験で求めた測定精度が T の -2.5 乗に比例するのはこの理由によると考えられる。

4. ま と め

従来SRGでは 10^{-3} Pa 以下の低い圧力を測定するために、到達圧力値の平均値をオフセット圧力値として補正が行われてきた¹⁸⁾。この場合、電離真空計の指示値とSRGの指示値の直線関係は約 $3 \times 10^{-5} \text{ Pa}$ 程度までしか認められない。この限界は測定分解能や測定状態の変化に起因すると思われるSRG指示値の変動等のために、オフセット圧力値が適切に決定されないためと考えられる。本研究ではSRG指示値の変動の影響が小さいと思われる遷移領域 (Fig. 5の領域II) のデータに対して最小自乗法を適用してオフセット圧力値を決定することを試みた。この結果、両者の直線関係を 10^{-6} Pa 台まで拡張することができた。このことは今回試みたオフセット圧力値の決定方法がより適切なオフセット圧力値を与えていることを示している。この値を用いることでSRGの測定圧力限界がより低圧に拡張できる。

また、SRGでの低圧側の測定限界 (Fig. 5の領域I) は 10^{-6} Pa 台、および遷移領域 (Fig. 5の領域II) は 10^{-6} Pa 台 $\sim 10^{-3} \text{ Pa}$ である。

低い圧力領域 ($\sim 10^{-6} \text{ Pa}$) での測定精度 (標準偏差) を求めてみると、従来得られていた関係、即ち測定時間の -2.5 乗に比例する関係が得られた。このことから測定精度 (標準偏差) は圧力領域には依存しないこと、従って、高圧側の測定値ほど相対的なバラツキが小さくなることがわかった。測定時間による寄与と平均化による寄与を考慮すると -2.5 乗則が得られることがわかった。また、現在のSRGで圧力が測定できる下限は約 $1 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ であることがわかった。

【文 献】

- 1) J. W. Beams, J. L. Young and J. W. Moore: J. Appl. Phys. **17** (1946) 886
- 2) J. W. Beams, D. M. Spitzer, Jr. and J. P. Wade, Jr.: J. Appl. Phys. **33** (1962) 151
- 3) J. K. Fremerey: J. Vac. Sci. Technol. **9** (1972) 108
- 4) J. K. Fremerey: Rev. Sci. Instr. **44** (1973) 1396

- 5) G. Comsa, J. K. Fremerey and B. Lindenau: Proc. 7th Intern. Vac. Congr. and 3rd Intern. Conf. Solid Surface (Vienna 1977) p. 157
- 6) J. K. Fremerey and K. Boden: J. Phys. **E-11** (1978) 106
- 7) J. K. Fremerey: J. Vac. Sci. Technol. **A3** (1985) 1715
- 8) G. Comsa, J. K. Fremerey and B. Lindenau: J. Vac. Sci. Technol. **17** (1980) 642
- 9) J. K. Fremerey: Vacuum **32** (1982) 685
- 10) G. Reich: J. Vac. Sci. Technol. **20** (1982) 1148
- 11) S. H. Choi, S. Dittmann and C. R. Tilford: J. Vac. Sci. Technol. **A8** (1990) 4079
- 12) K. E. McCulloh, S. D. Wood and C. R. Tilford: J. Vac. Sci. Technol. **A3** (1985) 1738
- 13) 磯貝秀明, 平田正紘, 小野雅敏, 国分清秀: 真空 **30** (1987) 799
- 14) 平田正紘, 磯貝秀明, 国分清秀, 小野雅敏: 真空 **28** (1985) 898
- 15) F. J. Redgrave and S. P. Downes: Vacuum **38** (1988) 839
- 16) K. E. McCulloh, S. D. Wood and C. R. Tilford: J. Vac. Sci. Technol. **A3** (1985) 1738
- 17) J. K. Fremerey: J. Vac. Sci. Technol. **A3** (1985) 1715
- 18) MKS 社 SRG-2 取扱説明書
- 19) B. E. Lindenau and J. K. Fremerey: J. Vac. Sci. Technol. **A9** (1991) 2737