

科学研究費助成事業 研究成果報告書

平成 26 年 6 月 9 日現在

機関番号：11301

研究種目：挑戦的萌芽研究

研究期間：2012～2013

課題番号：24656060

研究課題名(和文) 球の弾性表面波の周囲ガスへの漏洩に基づく高真空から加圧域まで使える真空計

研究課題名(英文) Vacuum gauge available from high vacuum to beyond atmospheric pressure based on leakage of surface acoustic wave propagating on ball to surrounding gases.

研究代表者

山中 一司 (YAMANAKA, Kazushi)

東北大学・工学(系)研究科(研究院)・教授

研究者番号：00292227

交付決定額(研究期間全体)：(直接経費) 3,100,000円、(間接経費) 930,000円

研究成果の概要(和文)：球状弾性表面波(ボールSAW)素子におけるSAWの超長距離伝搬を用いて漏洩減衰の圧力依存性を測定し、加圧域から使える真空計の実現を図った。多重周回するSAWの散乱抑制に有用なAl製のすだれ状電極の素子を作製した結果、大気圧(100 kPa)の窒素ガス中で1 m伝搬した周回波をS/N=20で観察でき、振幅減衰曲線から減衰を精密に測定できた。ここから圧力に依存しない素子固有の減衰を差し引いて漏洩減衰の圧力依存性を測定した結果、300 kPaから0.03 kPaの範囲で線形性が見られた。以上の結果から、ボールSAW素子による漏洩減衰測定を用いた加圧域から使える真空計の基礎を確立することができた。

研究成果の概要(英文)：The pressure dependence of the leaky attenuation was measured using ultra-long propagation of naturally collimated surface acoustic wave (SAW) in a ball SAW device and the realization of the vacuum gauge available from beyond atmospheric pressure was attempted. The ball SAW device with an interdigital transducer of Al film, useful for suppressing the scattering, succeeded in measuring the waveform after propagating 1 m by S/N of 20 at 100 kPa in N₂. Moreover, precise measurement of the attenuation was succeeded by fitting an amplitude decay curve to an exponential function. The leaky attenuation is measured by subtracting extraneous attenuation independent of the pressure. As a result, it was observed that the pressure dependence was linear in the pressure range from 300 kPa down to 0.03 kPa. From these results, the foundation of the pressure gauge available beyond atmospheric pressure was established based on the measurement of the leaky attenuation by the ball SAW device.

研究分野：工学

科研費の分科・細目：応用物理学・工学基礎 応用物理学一般

キーワード：弾性表面波 漏洩減衰 SAWセンサ 真空計 圧力計

1. 研究開始当初の背景

圧電結晶にすだれ状電極 (interdigital transducer; IDT) を形成する SAW (surface acoustic wave) 素子は、携帯電話など移動体通信の 100MHz から 10GHz フィルタとして普及している。しかしセンサとしては、ガスとの相互作用長が短いため、半導体や化学センサに対して十分な特徴を発揮できなかった。

本研究者らは球における SAW の超多重周回を可能にするボール SAW 素子を開発し、伝搬経路に Pd 合金の感応膜を形成して水素ガスセンサとして最大の検出濃度範囲 (0.001%~100%) を達成した [1]。高分子感応膜を用いたガスセンサやガスクロも開発している。この過程で真空計の圧力範囲が狭いことに不自由を感じる一方、ボール SAW 素子における周囲ガスへの漏洩減衰 (leaky attenuation) が、周回を重ねるに従って増加することに気づいた。

2. 研究の目的

圧力数 Pa から数 kPa までで動作する真空計として、ピラニー真空計が最も普及している。しかし、数 kPa を越えて大気圧 100kPa に至る範囲では、ピラニー真空計は遷移領域から対流領域となり、応答が非線形で感度が低く使用できない。一方、SAW 素子では、周囲ガスへの SAW の漏洩減衰があるが、平板の素子では減衰が小さく真空計として利用できない。本研究では、ボール SAW 素子では伝搬距離が平板より 100 倍以上長いこと、周囲ガス圧の変化で漏洩減衰が変化する際の SAW の振幅変化が拡大されることを利用して、数 Pa から 1 気圧 (~100kPa) を越え加圧領域まで使える、初めての真空計を創出する基礎を確立する。

3. 研究の方法

SAW の漏洩減衰に基づく多重周回後の振幅変化を測定し、大気圧から低真空まで使える真空計の基礎を確立するため、以下の研究を行う。

(1) ピラニー真空計のほかに、本研究予算により静電容量型真空計も設置し、ボール SAW 素子の漏洩減衰を数 Pa の真空から 100kPa の大気圧までの広い圧力範囲で計測する。

(2) 加圧容器に圧力計とともにボール SAW 素子を導入し、加圧領域でも漏洩減衰が圧力に比例することを実証する。

(3) 低真空から加圧領域までの圧力と漏洩減衰の校正曲線を作成し、実用的な真空計として使用できる基礎を確立する。

4. 研究成果

(1) 漏洩減衰測定の原理

漏洩減衰の測定原理を図 1 に示す。ボール SAW 素子において発生される自然にコリメートした SAW (図 1(a)) は圧力に依存した漏洩減衰 α_L と圧力に依存しない素子固有の減衰 α_P

により減衰 α を生じる (図 1(b))。各圧力における α は振幅減衰曲線を指数関数にフィッティングすることにより計算される (図 1(c)) [2]。 α を 0 kPa に外挿することにより α_P を決定し、 $\alpha - \alpha_P$ により α_L を求める。

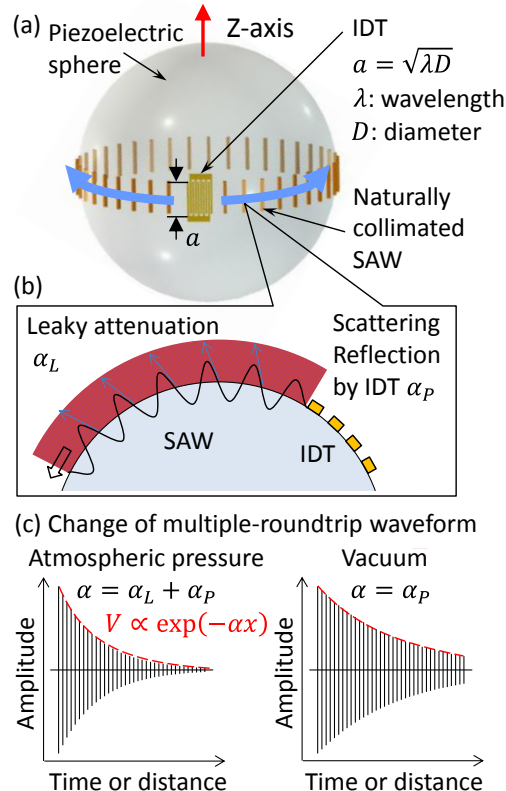


図 1 ボール SAW 素子における漏洩減衰測定 (a) コリメート SAW の伝搬 (b) 減衰の機構 (c) 圧力による多重周回波形の変化

(2) 実験方法

ボール SAW 素子を図 2 に示す。直径 3.3 mm のランガサイト (langasite; LGS) 球に、SAW の散乱抑制に有用な Al 製の IDT を形成した。IDT の対数は 5、L/S は 3.9 μm 、動作周波数は 150 MHz である。

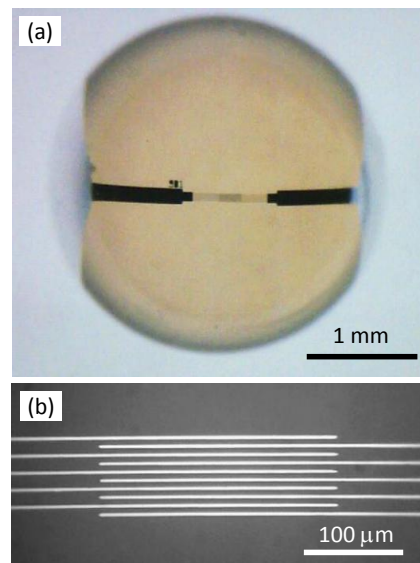


図 2 ボール SAW 素子 (a) 外観 (b) IDT

このような素子の SAW の多重周回波形をパルサーレーザを用いて測定した。ここで真空圧 ($10^{-2} \sim 96$ kPa) は、真空チャンバを 10^{-4} kPa まで排気した後に目標とするガス圧まで高純度 N_2 ガスをリークすることにより設定した。また、低真空 (20 kPa) から大気圧以上 (300 kPa) までの圧力は、高純度 N_2 ガス流 (100 ccm, $24^\circ C$) にデジタル圧力制御器を適用することにより設定した。

(3) 実験結果

100 kPa の N_2 流中で測定した LGS 製ボール SAW 素子の多重周回波形を図 3 に示す。1 m 以上の多重周回が実現され (図 3(a))、隣接した周回波の間に IDT による散乱波は見られなかった (図 3(b))。また周回波はピーク振幅に関して対称だった。

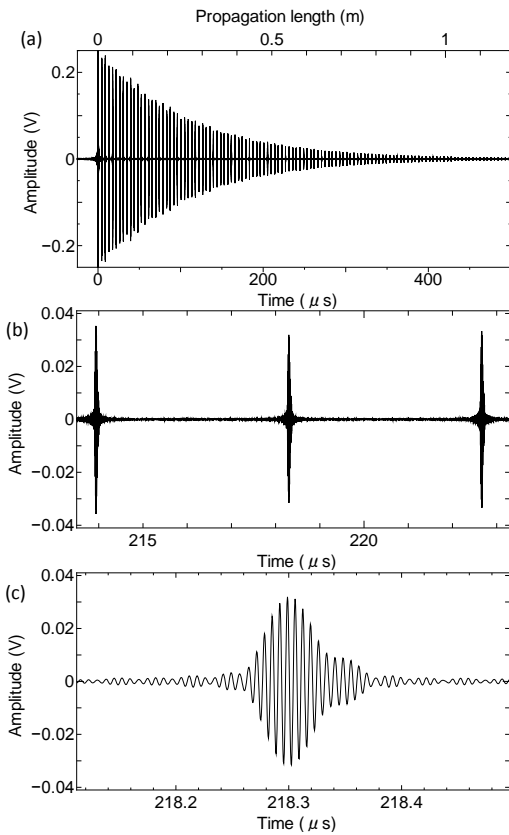


図 3 多重周回波形 (100 kPa N_2) (a) 全体 (b) 49~51 周 (c) 50 周

この波形の包絡線を片対数プロットした結果を図 4 に示す。1 m (97 周) 伝搬した周回波が $S/N=20$ で測定された。周回波の振幅は伝搬距離の増加に関して直線的に減少したため、振幅の減衰は指数関数で高精度にフィッティングすることができ [2]、この場合 $\alpha = 35.0$ dB/m だった。

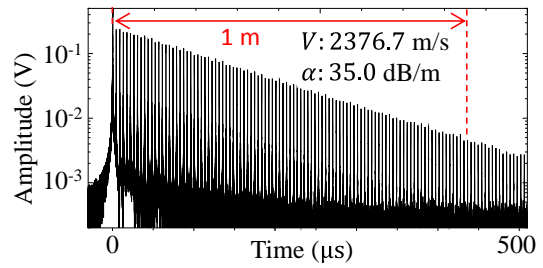


図 4 多重周回波形の包絡線 (100 kPa N_2)

このような減衰曲線を大気圧以上から低真空まで 3 種類の圧力で測定し周回波のピーク振幅を対数表示した結果を図 5 に表す。200 kPa に加圧しても測定が可能であり、大気圧以上における耐久性が示された。また α は圧力に比例したため加圧領域でも α_L が圧力に比例することが示唆される。

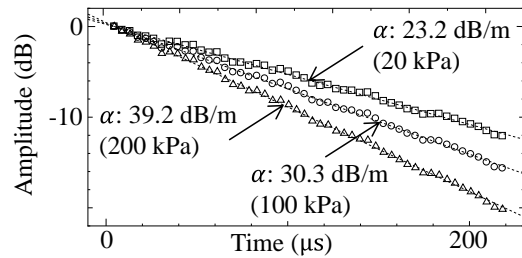


図 5 対数振幅減衰曲線の圧力依存性

図 6 は漏洩減衰の測定値の圧力依存性である。300 kPa から 0.03 kPa に至るまで線形性が見られた。さらに、LGS の密度 5750 kg/m³ と SAW の速度 2380 m/s を用いて近似理論 [3]

$$\alpha_L = \frac{fP}{\rho_s V_s^2} \left(\frac{\gamma M}{RT} \right)^{1/2}$$

により計算した結果 (破線) は、ほぼ実験結果を再現できた。わずかな差異は SAW の速度が伝搬経路に沿って連続的に変化することにより説明し得る。

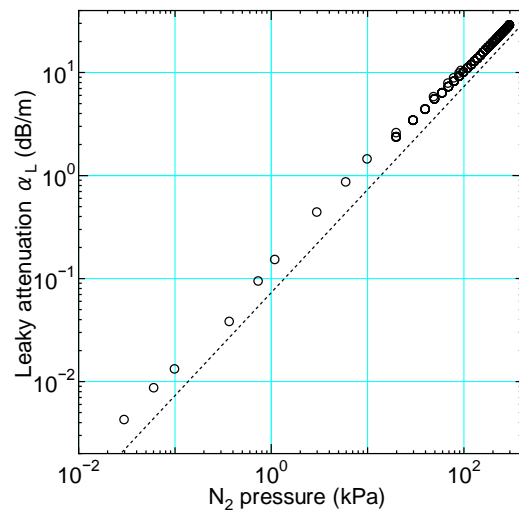


図 6 漏洩減衰の圧力依存性 (N_2)

(4) まとめ

これらの結果から、ボール SAW 素子が大気圧を超えて利用可能な真空センサを実現できることが示された。このようなセンサはプラズマエッチングプロセス[4]においてエッチングの選択性、加工寸法、プラズマ損傷および歩留まりを改善するのに必要とされる 0.01 kPa~大気圧以上の範囲の圧力制御に役立つと考えられる。

参考文献

- ① Yamanaka et. al., IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control. 53 (2006) 793.
- ② Singh et. al., Nanotechnology 18 (2007) 435502-3.
- ③ A. J. Slobodnik Jr., J. Appl. Phys. 43 (1972) 2565.
- ④ Banna et. al., J. Vac. Sci. Technol. A 30 (2012) 040801.

5. 主な発表論文等

(研究代表者、研究分担者及び連携研究者には下線)

[雑誌論文] (計 8 件)

- ① 萩原啓、大場俊弘、小清水秀和、辻俊宏、大泉透、竹田宣生、赤尾慎吾、大木恒郎、高柳浩介、柳沢恭行、中曽教尊、塚原祐輔、山中一司、SiO_x 膜を用いたボール SAW センサによる高感度微量水分測定システムの開発、査読無、圧電材料・デバイスシンポジウム 2014 講演論文集、2014, pp. 47-52.
- ② Toshihiro Tsuji, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Shingo Akao, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Fast and Sensitive Ball SAW Hydrogen Sensor with Porus Pd-Pt Alloy Film, Proceedings of Symposium on Ultrasonic Electronics Vol. 34(2013), 査読有, 2013, pp. 155-156
- ③ Satoshi Hagihara, Toshihiro Tsuji, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Shingo Akao, Tsuneo Ohgi, Kosuke Takayaangi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Yusuke Tsukahara, Kazushi Yamanaka, Highly Sensitive Trace Moisture Ball SAW Sensor Using SiO_x film, Proceedings of Symposium on Ultrasonic Electronics Vol. 34(2013), 査読有, 2013, pp. 381-382
- ④ 辻俊宏、三原亮祐、齋藤智弘、萩原啓、大泉透、竹田宣生、大木恒郎、柳沢恭行、赤尾慎吾、中曽教尊、山中一司、Pd-Pt 合金膜を用いたボール SAW センサによる水素の高感度計測、査読無、圧電材料・デバイスシンポジウム 2013 講演論文集、2013, pp. 85-86.
- ⑤ Satoshi Hagihara, Toshihiro Tsuji,

Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Shingo Akao, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Measurement of Trace Moisture Using Ball SAW Sensor, Proceedings of Symposium on Ultrasonic Electronics, 査読有, Vol. 33, 2012, pp. 439-440.

- ⑥ Toshihiro Tsuji, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Shingo Akao, Kosuke Takayanagi, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Frequency Dependence Analysis of Ball SAW Sensor's Response, Proceedings of Symposium on Ultrasonic Electronics, 査読有, Vol. 33, 2012, pp. 49-50.
- ⑦ Toshihiro SAKAMOTO, Shingo AKAO, Takamitsu IWAYA, Toshihiro TSUJI, Noritaka NAKASO, Kazushi YAMANAKA, Continuous Measurement of Multiple Gases Using Ball Surface Acoustic Wave Gas Chromatograph, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有, 51, 2012, pp. 07GC22-1-6. DOI: 10.1143/JJAP.51.07GC22
- ⑧ Takamitsu IWAYA, Shingo AKAO, Toshihiro SAKAMOTO, Toshihiro TSUJI, Noritaka NAKASO, Kazushi YAMANAKA, Development of High Precision Metal Micro-Electro-Mechanical-Systems Column for Portable Surface Acoustic Wave Gas Chromatograph, Japanese Journal of Applied Physics, 査読有, 51, 2012, pp. 07GC24-1-6. DOI: 10.1143/JJAP.51.07GC24

[学会発表] (計 12 件)

- ① 辻俊宏、萩原啓、大場俊弘、小清水秀和、大泉透、竹田宣生、赤尾慎吾、大木恒郎、高柳浩介、柳沢恭行、中曽教尊、塚原祐輔、山中一司、微量水分計測のためのボール SAW センサシステムの高度化、第 61 回応用物理学会春季学術講演会、2014 年 3 月 18 日、青山学院大学相模原キャンパス(神奈川)
- ② 萩原啓、大場俊弘、小清水秀和、辻俊宏、大泉透、竹田宣生、赤尾慎吾、大木恒郎、高柳浩介、柳沢恭行、中曽教尊、塚原祐輔、山中一司、SiO_x 膜を用いたボール SAW センサによる高感度微量水分測定システムの開発、圧電材料・デバイスシンポジウム 2014、2014 年 1 月 29 日、東北大学(宮城県)
- ③ Toshihiro Tsuji, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Shingo Akao, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Fast and Sensitive Ball SAW Hydrogen Sensor with Porus Pd-Pt Alloy Film, The 34th Symposium on Ultrasonic

- Electronics USE2013, 2013年11月20日、同志社大学(京都)
- ④ Toshihiro Tsuji, Ryosuke Mihara, Tomohiro Saito, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Shingo Akao, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Fast and sensitive H2 detection by ball surface acoustic wave (SAW) sensor with porous Pd-Pt alloy film, 2013 Joint UFFC, EFTF and PFM Symposium, 2013年7月25日, Prague Congress Center (Prague Czech Republic)
- ⑤ Kazushi Yamanaka, Satoshi Hagihara, Tomohiro Saito, Oizumi Oizumi, Nobuo Takeda, Shigo Akao, Kosuke Takayanagi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Yusuke Tsukahara, Toshihiro Tsuji, Response of quartz ball surface acoustic wave (SAW) sensor to trace moisture, 2013 Joint UFFC, EFTF and PFM Symposium, 2013年7月24日, Prague Congress Center (Prague Czech Republic)
- ⑥ Toshihiro Tsuji, Ryosuke Mihara, Tomohiro Saito, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Shingo Akao, Noritaka Nakaso, and Kazushi Yamanaka, Highly Sensitive Ball SAW Hydrogen Sensor with Porous Pd Alloy Film, 3rd International Symposium on Laser Ultrasonics and Advanced Sensing, 2013年6月27日, Yokohama Red Brick Warehouse (Kanagawa, Japan)
- ⑦ 山中一司、ボール SAW センサの最近の展開、第60回応用物理学会春季学術講演会、神奈川県、2013年3月29日、神奈川県工科大学(神奈川県)(招待講演)
- ⑧ 辻俊宏、三原亮祐、齋藤智弘、萩原啓、大泉透、竹田宣生、大木恒郎、柳沢恭行、赤尾慎吾、中曾教尊、山中一司、Pd-Pt合金膜を用いたボール SAW センサによる空気中水素の測定、第60回応用物理学会春季学術講演会、2013年3月29日、神奈川県工科大学(神奈川県)
- ⑨ 辻俊宏、三原亮祐、齋藤智弘、萩原啓、大泉透、竹田宣生、大木恒郎、柳沢恭行、赤尾慎吾、中曾教尊、山中一司、Pd-Pt合金膜を用いたボール SAW センサによる水素の高感度計測、圧電材料・デバイスシンポジウム2013、2013年1月28日、東北大学(宮城県)
- ⑩ Toshihiro Tsuji, Satoshi Hagihara, Toru Oizumi, Nobuo Takeda, Shingo Akao, Kosuke Takayanagi, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Frequency Dependence Analysis of Ball SAW Sensor's Response, The 33rd Symposium on Ultrasonic Electronics USE2012, 2012年11月13日, Chiba University (Chiba, Japan)
- ⑪ Toshihiro Tsuji, Satoshi Hagihara, Shingo Akao, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Continuous Monitoring of Multiple-Gas Concentrations Using Ball SAW Gas Chromatograph, 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2012年10月9日, International Congress Center (Dresden, Germany)
- ⑫ Satoshi Hagihara, Toshihiro Tsuji, Toru Oizumi, Shingo Akao, Kosuke Takayanagi, Tsuneo Ohgi, Takayuki Yanagisawa, Noritaka Nakaso, Kazushi Yamanaka, Measurement of Trace Moisture by Differential Operation of Dual Ball SAW Sensors, 2012 IEEE International Ultrasonics Symposium, 2012年10月9日, International Congress Center (Dresden, Germany)
- [図書] (計 3 件)
- ① Kazushi Yamanaka, Toshihiro Tsuji, Wiley VCH, Advance in Acoustic Microscopy and High Resolution Imaging, 12 Ultrasonic atomic force microscopy, 2013, pp. 307-336.
- ② Kazushi Yamanaka, Toshihiro Tsuji, Springer, Acoustic Scanning Probe Microscopy, Chapter6 Ultrasonic Atomic Force Microscopy, 2013, pp. 155-187.
- ③ Kazushi Yamanaka, Toshihiro Tsuji, Wiley, Characterization of MATERIALS vol. 3, ULTRASONIC ATOMIC FORCE MICROSCOPY, 2012, pp. 2340-2350.
- [産業財産権]
- 出願状況 (計 2 件)
- ① 名称：水分濃度センサ
発明者：高柳浩介、塚原祐輔、山中一司、辻俊宏
権利者：凸版印刷株式会社、国立大学法人東北大学
種類：特許
番号：特願 2013-130728
出願年月日：2013年6月21日
国内外の別：国内
- ② 名称：ガスセンサ
発明者：辻俊宏、山中一司、小原良和、坂本俊裕、岩谷隆光
権利者：国立大学法人東北大学
種類：特許
番号：特願 2012-266906
出願年月日：2012年12月6日
国内外の別：国内
- 取得状況 (計 0 件)

[その他]
ホームページ等
[http://www.material.tohoku.ac.jp/
~hyoka/lab.html](http://www.material.tohoku.ac.jp/~hyoka/lab.html)

6. 研究組織

(1) 研究代表者

山中 一司 (YAMANAKA, Kazushi)
東北大学・大学院工学研究科・教授
研究者番号：00292227

(2) 研究分担者

辻 俊宏 (TSUJI, Toshihiro)
東北大学・大学院工学研究科・助教
研究者番号：70374965