

令和 4 年 6 月 23 日現在

機関番号：82626

研究種目：若手研究

研究期間：2020～2021

課題番号：20K14758

研究課題名（和文）レーザーを用いた高精度な圧力計測装置の開発～気体の分極率から圧力の絶対値を求める～

研究課題名（英文）Development of optical pressure measurement system

研究代表者

武井 良憲（Takei, Yoshinori）

国立研究開発法人産業技術総合研究所・計量標準総合センター・研究員

研究者番号：00805145

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究の目的は、既存の圧力計測技術に依らない、光学式圧力標準の計測感度の補正法を開発することである。まず、要素技術を開発した。その後、ヘリウムとアルゴンの分極率から計測感度を補正し圧力の絶対値を求めた。また、圧力標準と比較することでその値の妥当性の評価を行った。さらに、10 Pa から120 kPa の圧力範囲で、光学式圧力標準を従来の圧力標準と比較した。今後は、ファブリペロ共振器の改良および材料内部へのヘリウムの吸収の影響の補正を行い、計測精度を向上させる。

研究成果の学術的意義や社会的意義

圧力は、面積と力から求められる。一方で、気体の状態方程式および分子密度と屈折率の関係式より、屈折率と温度からも求められる。光学的に屈折率を計測することで、既存の圧力標準や圧力計に比べて、一台で広い範囲の圧力を高精度に計測できる。本手法は、将来的には、逆に圧力から熱力学温度や物理定数を計測することも可能であり、広範な科学技術分野の発展に寄与する。

研究成果の概要（英文）：The purpose of this study is to develop a correction method of the measurement sensitivity of optical pressure standards that does not depend on conventional pressure standards. First, the elemental technology was developed. Then, the measurement sensitivity was corrected from the polarizabilities of helium and argon, and the absolute value of pressure was obtained. The validity of the value was evaluated by comparing it with a pressure standard. In addition, optical pressure standards were compared to conventional pressure standards in the pressure range of 10 Pa to 120 kPa. In the future, the Fabry-Perot cavity will be improved and the effect of helium absorption inside its material will be corrected to improve the measurement accuracy.

研究分野：精密工学、圧力標準、真空科学、計量・計測

キーワード：圧力標準 ファブリペロ共振器 屈折率 熱力学温度 真空 光学式圧力標準 2ガス法

科研費による研究は、研究者の自覚と責任において実施するものです。そのため、研究の実施や研究成果の公表等については、国の要請等に基づくものではなく、その研究成果に関する見解や責任は、研究者個人に帰属します。

1. 研究開始当初の背景

現在の圧力標準の根幹は水銀マンノメータであり、圧力を水銀密度・その場の重力加速度・液柱差などの物理量からを計測している。その圧力の絶対値を基に、重錘形圧力天びんや膨張法装置を用いて圧力範囲を拡大することにより、真空域の圧力の絶対値が得られている。一方で、光学式圧力標準を用いることで、人体や環境に有害な水銀を用いることなく、真空域の圧力の絶対値を直接計測可能である。

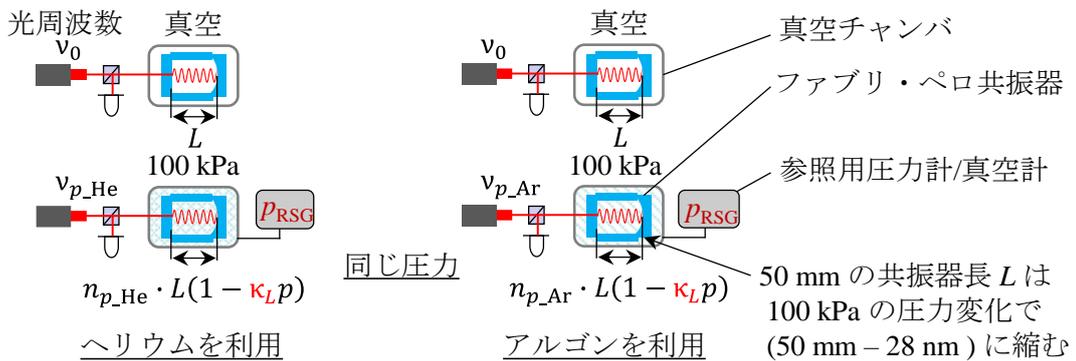
光学式圧力標準の原理式を図1に一括で示す。圧力  $p$  は気体の屈折率  $n_p$  と温度  $T$  から求められる。屈折率  $n_p$  は、ファブリ・ペロ共振器を用いて、光周波数比  $\nu_0/\nu_p$  から求められる。光学式圧力計の課題は、計測感度  $\kappa_{LP}$  の補正である。 $\kappa_L$  は共振器材料の圧縮率であり、チャンバ内の圧力変化に応じて共振器長が変化する大きさを表している。100 kPa を標準不確かさ 1 Pa (10 ppm) で計測するためには、ヘリウムを利用した場合、圧縮率  $\kappa_L$  を標準不確かさ 0.05 % で求める必要がある。アルゴンを利用した場合には、0.41% で求める必要がある。圧縮率はヤング率とポアソン比の関数で表されるが、それらを既存の手法を用いて 1 % 未満の不確かさで計測することは困難である。装置の計測感度を圧力以外の物理量から補正できれば、光学式圧力計単体で圧力の絶対値が計測可能になり、真空域の圧力計測技術を発展させられる。

<p>〔気体の状態方程式〕</p> <p>〔ローレンツ・ローレンスの式〕</p> <p>〔ファブリ・ペロ共振器を用いた実験式〕</p>	<p>目的 計測値</p> $\boxed{p} = \rho R \boxed{T} (1 + B_\rho \rho) \dots (1)$ $\frac{n_p^2 - 1}{n_p^2 + 2} = \rho A_R \dots (2)$ $n_p = \frac{\boxed{\nu_0}}{\boxed{\nu_p}} \cdot \frac{1}{1 - \boxed{\kappa_L p}} \dots (3)$ <p style="text-align: center;">計測値                      課題</p>	<p><math>A_R</math>: 分極率</p> <p><math>B_\rho</math>: 密度ビリアル係数</p> <p><math>T</math>: 気体の温度</p> <p><math>\frac{\nu_0}{\nu_p}</math>: 光周波数比</p> <p><math>R</math>: 気体定数</p> <p><math>\rho</math>: 気体の分子密度</p> <p><math>n_p</math>: 気体の屈折率</p>
---	---	---

図1. 光学式圧力計測の原理式

2. 研究の目的

研究の目的は、既存の圧力計測技術に依らない、計測感度の補正手法の開発である。近年、ヘリウムの分極率  $A_{R_{He}}$  とアルゴンの分極率  $A_{R_{Ar}}$  がそれぞれ相対標準不確かさ 0.2 ppm [Puchalski et al. Phys. Rev. A (2016)] と 15 ppm [Patrick F. Egan et.al., J. Vac. Sci. Technol. (2019)] で求められた。図2に示すように、ヘリウムを用いた光学式圧力計測とアルゴンを用いた光学式圧力計測を、同じ圧力条件下で行うことで、装置の計測感度  $\kappa_{LP}$  をそれらの分極率から算出可能である。



光学式圧力標準

原理式 
$$p = \frac{2R}{3} \cdot \frac{(n_p - 1)T}{A_R}, \quad n_p = \frac{\nu_0}{\nu_p} \cdot \frac{1}{1 - \kappa_L p}$$

圧力範囲 1 Pa ~ 100 kPa

特徴 ヘリウムの分極率  $A_{R_{He}}$  とアルゴンの分極率  $A_{R_{Ar}}$  等から真空域の圧力の絶対値を直接計測可能

図2. 光学式圧力標準の感度(キャビティの圧力による変形量の影響)の補正手法

### 3. 研究の方法

本研究で開発した実験系全体の概略を図3に示す。ファブリ・ペロ共振器と周波数可変レーザーを用いて気体の屈折率を計測する光学系は本研究期間前に開発済であった。本研究の目的は、ヘリウムとアルゴンの分極率を用いて、光学式圧力標準の計測感度を補正し、圧力の絶対値を計測可能にすることである。そのために、①②の要素技術を開発した。この実験系を用いて、感度補正と圧力計測を行った。

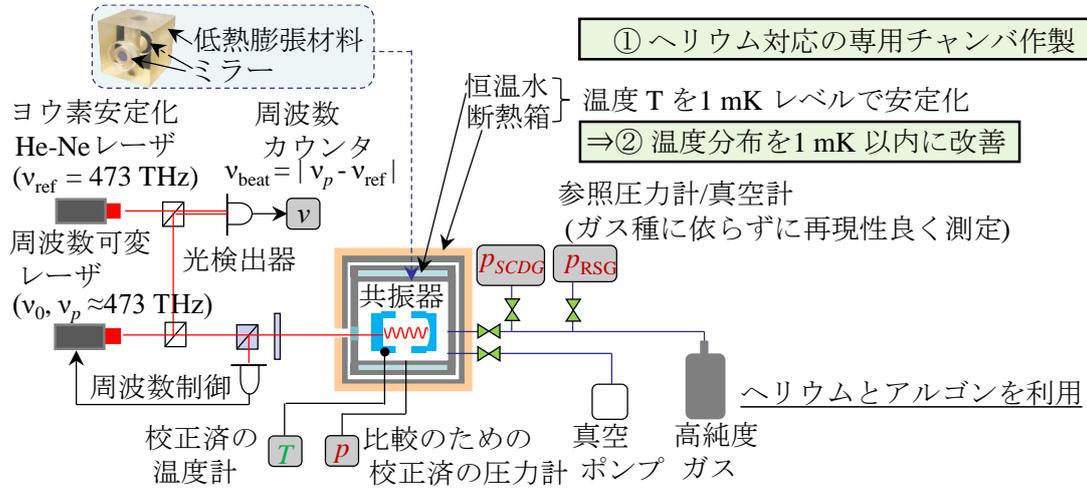


図3. 実験系全体の概略と開発した要素技術

### 4. 研究成果

光学式圧力標準における最大の課題は式(1)内の  $\kappa_L$  の決定である。ファブリ・ペロ共振器のスペーサの材質は極低膨張ガラスセラミックス(クリアセラム™-Z(EX))であり、その物性から、チャンバ内の圧力が真空から 100 kPa に変化すると、ファブリ・ペロ共振器の長さが 50 mm から (50 mm - 28 nm) に変化する。圧力  $p$  を 10 ppm で求めるためには、 $\kappa_L$  を 0.41% で求める必要がある。 $\kappa_L$  の値は 3 つの方法で決定できる。(i)キャビティ材料のヤング率  $E$  とポアソン比  $\nu_{po}$  から求める方法。しかし、公称値には誤差があり、また、圧力計測の目標精度(10 ppm)を得られるほど高精度にそれらを求めることは困難である。(ii)別の圧力標準の参照圧力  $p_{ref}$  から求める方法。圧力  $p$  から  $\kappa_L$  を求めているため 0.41% の精度を達成している。しかし、「従来の圧力標準に依らずに圧力の絶対値を計測」ではなくなる。(iii) ヘリウムを用いた圧力測定結果と他の気体(例えば窒素)を用いた圧力測定結果を連立して、ヘリウムと窒素の分極率から求める方法。この方法を「2 ガス法」と呼んでいる。(i)(ii)(iii)のそれぞれの方法で求めた値を図4にまとめた。(ii)は (iii)の方法で同じ値を求めたいが、現在は  $\kappa_L$  の値で 1.98% の差異(圧力  $p$  換算で 48 ppm)がある。課題は、ファブリ・ペロ共振器の材料内部へのヘリウムの吸収、特にミラー材質である熔融石英内部へのヘリウム吸収、に伴うキャビティ長変化である。この課題を解決するために、図5に示すように、ファブリ・ペロ共振器のミラーも極低膨張ガラスセラミックス(クリアセラム™-Z(EX))としているところである。

目標不確かさ: 10 ppm ( $k=1$ ) 必要な不確かさ: <0.41% ( $k=1$ )

$$p_{opt} = \frac{2R}{3A_R} \left\{ n_p / (1 - \kappa_L p) - 1 \right\} \cdot T$$

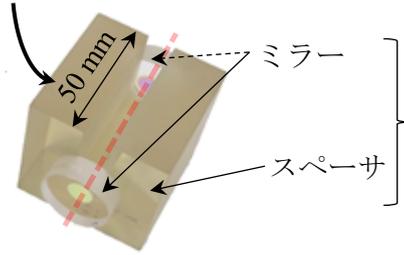
算出された  $\kappa_L$  / Pa

- (i): [キャビティ材料のヤング率とポアソン比から]
 
$$\kappa_L = \frac{1 - 2\nu_{po}}{E}$$
 5.275 × 10<sup>-12</sup>
- (ii): [別の圧力標準の参照圧力から]
 
$$(1 - \kappa_L p) = \frac{1}{n_p} \cdot \left( \frac{3A_R}{2R} \cdot \frac{p_{ref}}{T} + 1 \right)$$
 6.216 × 10<sup>-12</sup>
- (iii): [アルゴンとヘリウムの分極率から]
 
$$(1 - \kappa_L p) = \frac{A_{R_{Ar}} - A_{R_{He}}}{A_{R_{Ar}} \cdot n_{p_{He}} - A_{R_{He}} \cdot n_{p_{Ar}}}$$
 6.093 × 10<sup>-12</sup>

不一致: 1.98%  
課題: ヘリウム透過によるキャビティ長の変化

図4. 複数の方法で算出したファブリ・ペロ共振器の変形係数

この長さが熱的にも時間的にもヘリウムにも安定であることが重要



スペーサだけでなくミラーも超低熱膨張ガラスセラミック材で作製  
 ⇒熱膨張係数・経時変化量  
 ・ヘリウム透過による変化量の精密測定

図 5. ファブリ・ペロ共振器の材料を改善中

屈折率計測における課題は他に、①ファブリ・ペロ共振器の熱膨張、②ファブリ・ペロ共振器の材料の経年変化、③アウトガスとガス純度、などがある。特に、①が 1 Pa ~ 100 Pa を計測する際の現在の不確かさの主要因である。今後、ファブリ・ペロ共振器のミラー材質も極低膨張ガラスセラミックス(クリアセラム™-Z(EX))とすることで改善が見込まれる。

光学式圧力標準を、従来の圧力標準(重錘形圧力天びんと膨張法装置)で校正された高精度デジタル圧力計(RSG)やサファイア隔膜真空計(SCDG)と、10 Pa ~ 120 kPa の範囲で比較した結果を図 6 に示す。赤の点線が光学式圧力標準の計測の不確かさを、青のエラーバーが SCDG の計測の不確かさを表している。光学式圧力標準の計測結果が従来の圧力標準と不確かさの範囲内で一致した。今後、光学式圧力標準の計測精度をさらに向上させ、圧力標準として確立させる。

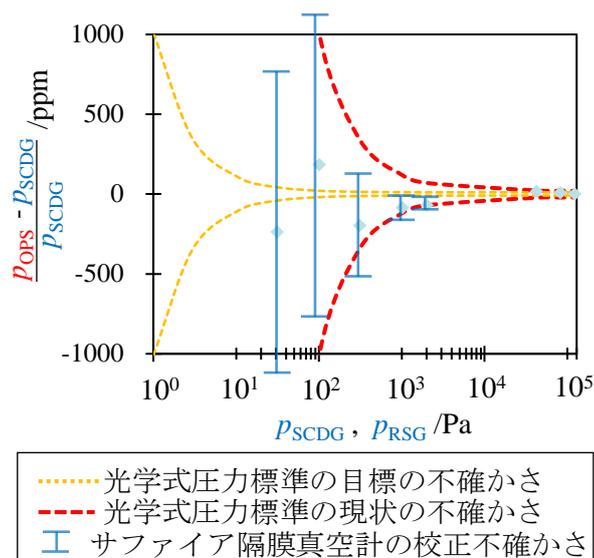


図 6. 光学式圧力標準と従来の圧力標準を比較

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 2件/うち国際共著 0件/うちオープンアクセス 2件）

1. 著者名 Takei Yoshinori, Telada Souichi, Yoshida Hajime, Arai Kenta, Bitou Youichi, Kobata Tokihiko	4. 巻 173
2. 論文標題 In-situ measurement of mirror deformation using dual Fabry-Perot cavities for optical pressure standard	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Measurement	6. 最初と最後の頁 108496 ~ 108496
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.measurement.2020.108496	査読の有無 有
オープンアクセス オープンアクセスとしている（また、その予定である）	国際共著 -

〔学会発表〕 計4件（うち招待講演 1件/うち国際学会 1件）

1. 発表者名 武井 良憲、寺田 聡一、吉田 肇、新井 健太、小島 時彦
2. 発表標題 ファブリ・ペロ共振器を利用した光学式圧力計測装置の開発 気体の圧力を屈折率と温度から求める
3. 学会等名 精密工学会
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Takei Yoshinori, Telada Souichi, Yoshida Hajime, Arai Kenta, Bitou Youichi, Kobata Tokihiko
2. 発表標題 Towards medium vacuum measurements using an optical pressure standard
3. 学会等名 IMEK02021（国際学会）
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 武井 良憲、寺田 聡一、吉田 肇、尾藤 洋一、小島 時彦
2. 発表標題 レーザーの光周波数計測技術の気体圧力計測への応用
3. 学会等名 精密工学会
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 武井 良憲、吉田 肇、寺田 聡一、尾藤 洋一、小島時彦
2. 発表標題 光学式圧力標準の開発 ~ 圧力を屈折率と温度から求める ~
3. 学会等名 日本表面真空学会 (招待講演)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

researchmap <a href="https://researchmap.jp/takei-yoshinori">https://researchmap.jp/takei-yoshinori</a>
--

6. 研究組織		
氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------