

JAERI - M
84-012

水晶振動子式微量天秤の試作

1984年2月

広木 成治・阿部 哲也・稲川幸之助*
小原建治郎・村上 義夫

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。

入手の問合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）あて、お申しこしください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城県那珂郡東海村 日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Section, Division of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun, Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute. 1984

編集兼発行 日本原子力研究所
印刷 原子力資料サービス

水晶振動子式微量天秤の試作

日本原子力研究所東海研究所核融合研究部

広木成治・阿部哲也・稲川幸之助*

小原建治郎・村上義夫

(1984年1月20日 受理)

核融合装置第一壁に付着する不純物の重量変化を連続的に測定するため、水晶振動子式微量天秤を試作した。水晶振動子の周波数安定性に関する電磁波雑音の有無、温度、励振電力、負荷容量（静電容量）の変動などについて検討し、最適な回路システムを作成した。この装置を用いてガス吸着量の測定を行い、本装置の有用性について考察した。

* 外来研究員：日本真空技術（株） 超材料研究所 筑波研究所（茨城県筑波郡豊里町東光台）

Fabrication and Testing of a Quartz Oscillator Microbalance

Seiji HIROKI, Tetsuya ABE, Kōnosuke INAGAWA*,
Kenjiro OBARA and Yoshio MURAKAMI

Department of Thermonuclear Fusion Research,
Tokai Research Establishment, JAERI

(Received January 20, 1984)

A quartz oscillator microbalance was developed for continuous measurement of gas adsorption on the first wall of fusion devices.

Important factors affecting the frequency stability of the quartz oscillator are electromagnetic noise, temperature change, drive power and capacitance. We studied these problems and fabricated an optimum circuit for the microbalance. Relevant experimental results are also presented.

Keywords: Quartz Oscillator Microbalance, Improvement, Experimental, Gas Adsorption Measurement, Fabrication

* On leave from Institute for Super Materials, ULVAC Corp., Toyosato, Tsukuba, Ibaraki

目 次

1. まえがき	1
2. 実験装置と方法	2
3. 実験結果と考察	3
3.1 QOMの特性	3
3.2 高周波フィルター付駆動回路の特性	4
3.3 水晶振動子に加わる最適励振電力	4
3.4 周波数安定性に及ぼすその他の要因	4
3.5 ガス吸着量測定への応用	5
4. まとめ	5
謝 辞	5
参考文献	6

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Arrangements and Methods	2
3. Results and Discussions	3
3.1 Characteristics of QOM	3
3.2 Characteristics of Drive Circuit Equiped with a RF Filter	4
3.3 An Optimum Drive Power Adding to a Quartz Oscillator	4
3.4 The Other Factors Affecting the Frequency Stability	4
3.5 Apprications for Measuring of Gas Adsorption	5
4. Conclusions	5
Acknowledgements	5
References	6

1. ま え が き

核融合プラズマ実験においてプラズマ中に混入する不純物量を減少させることは、プラズマの温度上昇や安定閉じ込めを達成するうえで重要である。プラズマ中に混入する不純物の種類としては、真空容器第一壁面に吸着している有機物や酸素に由来するガス不純物と、第一壁構成材のプラズマ粒子によるスパッタリングなどに由来する壁材不純物とがある。このうちガス不純物については、プラズマ実験に先立って真空容器の高温ベーキング、放電洗浄などを行い、系外へ排出することができる。

ところで、壁に吸着しているガス不純物を低減させるために種々の洗浄処理をする場合、吸着不純物量を測定することは壁の清浄度を評価するうえで重要である。従来、これらの吸着不純物量を測定するためにオージェ電子分光器(AES)などの表面分析機器が使われていた。しかし、表面分析機器を用いての不純物測定では、その都度試料を表面分析機器内へ移動させる必要があるため、各種洗浄処理による壁表面清浄度変化の連続的な測定はむずかしい。そこで、各種洗浄処理によって壁表面に吸着している不純物が除去される過程、あるいは清浄な壁が不純物で覆われて行く過程を、不純物の重量変化で連続的に測定することを目的として、水晶振動子式微量天秤(Quartz Oscillator Microbalance, 以下QOMとする)を試作した。これは、振動子に吸着した不純物の重量変化に伴う発振周波数変化を測定する方式である。^{1), 2)} 本実験に使用した水晶振動子は、熱膨張係数の最も小さい方向に切り出されたいわゆるATカット板であり、振動モードは厚みすべり振動である。

一般に、水晶振動子の固有振動の振動数を ν 、波長を λ 、定常波の伝播速度を v とすると、³⁾

$$v = \nu \lambda \quad (1)$$

水晶振動子の厚みを ℓ とすると、

$$\lambda = 2\ell \quad (2)$$

水晶の密度を ρ 、剛性率を G とすると、

$$v = \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (3)$$

よって、周波数定数を N とすると、

$$N = \frac{v}{2} = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{G}{\rho}} \quad (4)$$

(2), (4)式を(1)式に代入して、

$$\nu = \frac{v}{2\ell} = \frac{N}{\ell} \quad (5)$$

となる。厚みすべり振動の固有振動数は、ある範囲内で振動子表面層の質量に応じて変化する。したがって水晶振動子表面に形成された蒸着層により、等価的に水晶の質量変化を生じ、見掛け上、振動子の厚み変化に基づく固有振動数変化を生じる。(5)式を微分して、

$$d\nu = -\frac{N}{\ell^2} d\ell = -\frac{\nu^2}{N} d\ell \quad (6)$$

となる。また、振動子に形成された蒸着層の面積を A 、質量を dm_x とすると、

$$dm_x = \rho \cdot A \cdot d\ell \quad (7)$$

$$d\ell = \frac{dm_x}{\rho \cdot A} \quad (8)$$

となる。(8)式を(6)式に代入して、

$$d\nu = -\frac{\nu^2}{\rho \cdot A \cdot N} dm_x \quad (9)$$

が成り立つ。(9)式は、振動数の変化 $d\nu$ が蒸着層の質量変化 dm_x に直線的に比例することを表わす。

ここで、本実験で使用した水晶振動子の 1 Hz あたりの質量変化を求める。(9)式より、

$$\frac{dm_x}{d\nu} = -\frac{\rho \cdot A \cdot N}{\nu^2} \quad (10)$$

となる。実験に使用した水晶振動子の各定数は、

$$\rho = 2.65 \quad (\text{g/cm}^3)$$

$$N = 1670 \quad (\text{kHz} \cdot \text{mm})$$

$$\nu = 6.0 \quad (\text{MHz})$$

$$A = 153.9 \quad (\text{mm}^2)$$

であり、(10)式にこれらを代入して、

$$\frac{dm_x}{d\nu} = -1.89 \times 10^{-8} \quad (\text{g/Hz})$$

となる。

本報告では、試作した QOM の種々の特性ならびにガス吸着量測定への応用例について述べるとともに、今後改良すべき点についても検討する。

2. 実験装置と方法

本実験で使用した水晶振動子は、直径 17 mm の AT カット板で、両面に直径 16 mm の金電極が蒸着されている。Fig. 1 に振動子を納めるホルダーの概略を示す。検出用及び参照用振動子を 2 個並べ、参照用振動子は蓋を被せて全体を完全に覆ってしまうが、検出用の方は直径 14 mm の穴をあけた蓋を被せ、金電極の片面を露出させる。ホルダーは水冷及び加熱を同時に行うことが可能であり、温度制御用に熱電対が装備されている。また、大気中の実験では、赤外線ランプあるいはリボンヒーターを加熱源として使用した。

Fig. 2 に QOM の駆動回路を示す。検出用及び参照用振動子の発振周波数の差信号（つまり周波数）を検波、増幅して周波数カウンター（タケダ理研 TR-5153）の入力へ加える。同時に D-A 変換器で周波数変化をレコーダに記録する。そして、真空中及び大気中で温度を変化さ

$$d\nu = -\frac{N}{\ell^2} d\ell = -\frac{\nu^2}{N} d\ell \quad (6)$$

となる。また、振動子に形成された蒸着層の面積を A 、質量を dm_x とすると、

$$dm_x = \rho \cdot A \cdot d\ell \quad (7)$$

$$d\ell = \frac{dm_x}{\rho \cdot A} \quad (8)$$

となる。(8)式を(6)式に代入して、

$$d\nu = -\frac{\nu^2}{\rho \cdot A \cdot N} dm_x \quad (9)$$

が成り立つ。(9)式は、振動数の変化 $d\nu$ が蒸着層の質量変化 dm_x に直線的に比例することを表わす。

ここで、本実験で使用した水晶振動子の 1 Hz あたりの質量変化を求める。(9)式より、

$$\frac{dm_x}{d\nu} = -\frac{\rho \cdot A \cdot N}{\nu^2} \quad (10)$$

となる。実験に使用した水晶振動子の各定数は、

$$\rho = 2.65 \quad (\text{g/cm}^3)$$

$$N = 1670 \quad (\text{kHz} \cdot \text{mm})$$

$$\nu = 6.0 \quad (\text{MHz})$$

$$A = 153.9 \quad (\text{mm}^2)$$

であり、(10)式にこれらを代入して、

$$\frac{dm_x}{d\nu} = -1.89 \times 10^{-8} \quad (\text{g/Hz})$$

となる。

本報告では、試作した QOM の種々の特性ならびにガス吸着量測定への応用例について述べるとともに、今後改良すべき点についても検討する。

2. 実験装置と方法

本実験で使用した水晶振動子は、直径 17 mm の AT カット板で、両面に直径 16 mm の金電極が蒸着されている。Fig. 1 に振動子を納めるホルダーの概略を示す。検出用及び参照用振動子を 2 個並べ、参照用振動子は蓋を被せて全体を完全に覆ってしまうが、検出用の方は直径 14 mm の穴をあけた蓋を被せ、金電極の片面を露出させる。ホルダーは水冷及び加熱を同時に行うことが可能であり、温度制御用に熱電対が装備されている。また、大気中の実験では、赤外線ランプあるいはリボンヒーターを加熱源として使用した。

Fig. 2 に QOM の駆動回路を示す。検出用及び参照用振動子の発振周波数の差信号（うなり周波数）を検波、増幅して周波数カウンター（タケダ理研 TR-5153）の入力へ加える。同時に D-A 変換器で周波数変化をレコーダに記録する。そして、真空中及び大気中で温度を変化さ

せた場合の、出力信号の周波数安定性を検討した。

水晶振動子の発振周波数安定性に影響を与える要因としては、温度変化の他に、外来雑音、励振電力、負荷容量（静電容量）の変動等が考えられる。特に、高周波放電雰囲気中でFig.2の回路を使って動作させると、測定信号に高周波雑音が重畳して、周波数カウンターで計測した場合大きな誤差を生じやすい。このため、Fig.3に示すようにフィルターを装備した駆動回路を試作した⁴⁾。最終段の π 型フィルターのコイルは、6 MHzの信号出力が最大となるようにオシロスコープで波形を観測しながら巻数を調整した。そして、水晶振動子の接続端子に信号発生器をつなぎ、周波数を走査して周波数-利得特性を測定した。

Fig.4に水晶振動子の励振電力測定回路を示す。振動子に直列に100 Ω の可変抵抗及び1 Ω のサンプリング抵抗を接続し、オシロスコープにより水晶振動子に加わる電圧、電流、位相差を読み、それらの値から励振電力を実験的に求めた。測定は、可変抵抗を回して励振電力を変化させ、そのままの状態でも20分間放置したときの信号周波数変化を観測した。

以上のような実験をとおして、QOMの周波数安定性に関し、最適な回路方式、励振電力等を検討した。

3. 実験結果と考察

3.1 QOMの特性

Fig.5にQOMの2枚の水晶振動子を大気中に室温で放置した場合の周波数の時間的変動を示す。検出用振動子には、炭化チタン(TiC)が若干蒸着されている。駆動用電源を動作させ、充分時間が経過してからの周波数変動は、8時間で20 Hz以内であった。また、Fig.6に2枚の振動子を真空中に室温で放置した場合の周波数変動を示す。周波数変動は、2時間で0.4 Hz以内であり、大気中のときよりおよそ2桁小さい。

さらに、大気中で2枚の振動子を赤外線ランプで加熱した場合の振動子ホルダー温度及び信号周波数変化の測定例をFig.7に示す。50°Cから110°Cへの昇温過程では100 Hz程度の変化、また110°Cから190°Cへの過程では約300 Hzの変化を生じた。また、真空中で検出用振動子にTiCを蒸着し、ホルダーを加熱して信号周波数変化を観測した。Fig.8にその結果の1例を示す。ホルダーを150°Cで約30分間加熱し、その後ヒーター電源を切り自然冷却した。加熱中、信号周波数は不連続的に大きく変動し、その後も85°C、80°C、60°Cで突発的に周波数が変動している。

Fig.9に日本工業規格(JIS-C6701)より抜粋した⁵⁾、ATカット水晶振動子の周波数-温度特性を示す。破線は、水晶の切り出し角度の違いによる周波数温度係数が零($df/dT=0$)となる点を結んだものである。本実験で使用した水晶振動子は、室温付近で $df/dT=0$ となる特性を持ったため、QOMの2枚の振動子を室温に保てば、数度の温度変化ならそれに伴う周波数変動を打消してしまうので、精度の高い測定が可能となる。しかし、高温環境下もしくは温度変化の激しい雰囲気中では、個々の振動子の周波数-温度特性は僅かずつ異なるし、振動子温度の

せた場合の、出力信号の周波数安定性を検討した。

水晶振動子の励振周波数安定性に影響を与える要因としては、温度変化の他に、外来雑音、励振電力、負荷容量（静電容量）の変動等が考えられる。特に、高周波放電雰囲気中で Fig. 2 の回路を使って動作させると、測定信号に高周波雑音が重畳して、周波数カウンターで計測した場合大きな誤差を生じやすい。このため、Fig. 3 に示すようにフィルターを装備した駆動回路を試作した⁴⁾。最終段の π 型フィルターのコイルは、6 MHz の信号出力が最大となるようにオシロスコープで波形を観測しながら巻数を調整した。そして、水晶振動子の接続端子に信号発生器をつなぎ、周波数を走査して周波数-利得特性を測定した。

Fig. 4 に水晶振動子の励振電力測定回路を示す。振動子に直列に 100 Ω の可変抵抗及び 1 Ω のサンプリング抵抗を接続し、オシロスコープにより水晶振動子に加わる電圧、電流、位相差を読み、それらの値から励振電力を実験的に求めた。測定は、可変抵抗を回して励振電力を変化させ、そのままの状態でも 20 分間放置したときの信号周波数変化を観測した。

以上のような実験をとおして、QOM の周波数安定性に関し、最適な回路方式、励振電力等を検討した。

3. 実験結果と考察

3.1 QOM の特性

Fig. 5 に QOM の 2 枚の水晶振動子を大気中に室温で放置した場合の周波数の時間的変動を示す。検出用振動子には、炭化チタン (TiC) が若干蒸着されている。駆動用電源を動作させ、充分時間が経過してからの周波数変動は、8 時間で 20 Hz 以内であった。また、Fig. 6 に 2 枚の振動子を真空中に室温で放置した場合の周波数変動を示す。周波数変動は、2 時間で 0.4 Hz 以内であり、大気中のときよりおよそ 2 桁小さい。

さらに、大気中で 2 枚の振動子を赤外線ランプで加熱した場合の振動子ホルダー温度及び信号周波数変化の測定例を Fig. 7 に示す。50 $^{\circ}\text{C}$ から 110 $^{\circ}\text{C}$ への昇温過程では 100 Hz 程度の変化、また 110 $^{\circ}\text{C}$ から 190 $^{\circ}\text{C}$ への過程では約 300 Hz の変化を生じた。また、真空中で検出用振動子に TiC を蒸着し、ホルダーを加熱して信号周波数変化を観測した。Fig. 8 にその結果の 1 例を示す。ホルダーを 150 $^{\circ}\text{C}$ で約 30 分間加熱し、その後ヒーター電源を切り自然冷却した。加熱中、信号周波数は不連続的に大きく変動し、その後も 85 $^{\circ}\text{C}$ 、80 $^{\circ}\text{C}$ 、60 $^{\circ}\text{C}$ で突発的に周波数が変動している。

Fig. 9 に日本工業規格 (JIS-C 6701) より抜粋した⁵⁾、AT カット水晶振動子の周波数-温度特性を示す。破線は、水晶の切り出し角度の違いによる周波数温度係数が零 ($df/dT = 0$) となる点を結んだものである。本実験で使用した水晶振動子は、室温付近で $df/dT = 0$ となる特性を持つため、QOM の 2 枚の振動子を室温に保てば、数度の温度変化ならそれに伴う周波数変動を打消してしまうので、精度の高い測定が可能となる。しかし、高温環境下もしくは温度変化の激しい雰囲気中では、個々の振動子の周波数-温度特性は僅かずつ異なるし、振動子温度の

連続的な変化にもかかわらず、ある温度で不連続的に周波数が変化してしまう、いわゆる異常振動の存在も報告されている。⁶⁾ このような理由から Fig. 8 に示したように高温でかつ温度変化の大きな環境で QOM を使用すると、周波数変動が激しく、かえって誤差が大きくなる。

3.2 高周波フィルター付駆動回路の特性

高周波放電プラズマ中に水晶振動子を入れた場合、振動子とそのリード線は一種の静電プローブと見なせるため高周波雑音を捨いやすい。そのため、発振器出力をそのまま周波数カウンターの入力に加えると大きな誤差を生じる。この例としては、高周波スパッタリング時に蒸着物の重量変化を水晶振動子の発振周波数変化で測定する場合が考えられる。そこで、信号以外の周波数成分を減衰させるため、Fig. 3 に示したようにローパスフィルターを備えた水晶振動子駆動回路を試作した。利得一周波数特性を Fig. 10 に示す。これは、2 MHz 及び 6 MHz で極大となる双峰特性を示している。

次に、Fig. 3 の駆動回路を用いて、検出用及び参照用水晶振動子の周波数-温度特性を測定した。その結果を Fig. 11 に示す。ただし、昇温速度は $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ である。 100°C を超えると検出用と参照用の特性に明確な違いが現れる。このことから、 100°C を超える高温環境では、特性の不安定な 2 枚の振動子の発振周波数差を信号とするより、温度を一定にし、検出用振動子 1 枚のみの発振周波数変化を測定した方が、誤差は小さくなると考えられる。そのためには、Fig. 9 において破線で示される周波数温度係数が零となるように水晶の切り出し角度を調整し、その温度で重量の変化量に相当する周波数変化を測定する。

3.3 水晶振動子に加わる最適励振電力

一般に、周波数安定性の観点から水晶振動子に加わる励振電力には、ある最適値がある。⁷⁾ 使用した水晶振動子には、若干 TiC が蒸着されている。また、ホルダーの加熱は、ヒーターテープにより大気中で行った。温度制御には、リレー式温度調節器を使用した。結果を Fig. 12 に示す。どの温度でも 1 mW 程度の励振電力のときに、周波数変動が最も小さかった。

3.4 周波数安定性に及ぼすその他の要因

一般に水晶振動子は、発振状態で誘導性（インダクタンス）として使われ、振動子を接続する負荷側の静電容量と結合して発振周波数が決定される。これまでは、水晶振動子自身の特性変化について検討してきたが、以下では負荷側の静電容量（負荷容量）変化を小さくする方法を検討する。

- ① 水晶振動子が直接接続される初段の増幅部に使用する各素子は、温度係数の小さなものを使用し、周囲温度の変化による負荷容量変化を最小限に抑える。
- ② 必要に応じて温度補償回路を付加する。
- ③ 真空中に入れるリード線は、静電遮蔽を施すため、同軸ケーブル構造とする。筆者らは、

真空中で使うことを考慮して錫メッキ銅撚線にセラミック碍管を被せ、さらにクロムメッキ銅管を被せて同軸状にして使用している。

- ④ 水晶振動子から駆動回路までは、負荷容量変化を小さくするため、最短距離で配線する。

3.5 ガス吸着量測定への応用

J T-60の真空容器第一壁には、炭化チタン(TiC)を被覆することが決定している⁸⁾。そのため、真空容器内を大気に開放した時のTiCのガス吸着量を知ることは、J T-60の第一壁を洗浄処理する上できわめて重要である。QOMの応用例として、電極上にTiC及びTiを蒸着し、室温で空気を大気圧まで導入した場合のガス吸着量を測定した。その結果の1例をFig. 13に示す。飽和状態での吸着量は、Tiの方がTiCより約1.8倍多い。

次に、真空中に検出用水晶振動子のみを入れ、Fig. 3の駆動回路で励振させ、ホルダーに埋め込まれたヒーターで加熱して振動子温度を100°Cに保つ。そして、抵抗加熱法によりTiCを蒸着させた後、空気を徐々に導入したときの周波数変化をFig. 14に示す。励振電力は、1mWに設定した。1.3×10⁻² Pa以上ではっきりとした周波数変化を示し、圧力を段階的に上げるとそれに対応して周波数も変化する。

4. ま と め

本実験の結果を以下にまとめる。

1. 同一環境に2枚の水晶振動子を配置し、発振周波数差の僅かな変化を検出するQOMは、蒸着等に伴う微小重量変化の測定に有利である。ただし、100°C以上の高温環境や、温度変化の激しい雰囲気では、2枚の水晶振動子の周波数-温度特性の僅かな違いから、天秤を構成することが条件によってはかえって誤差を大きくすることもありうる。
2. したがって、100°C以上の高温環境では水晶振動子を1枚だけ配置し温度を一定に保ってその発振周波数変化を測定した方がより確実である。
3. 比較的広い温度範囲でガス吸着量を測定する場合は、測定温度を何点か定め、各温度ごとに $\Delta f / \Delta T = 0$ となる水晶振動子を用意して使用する。
4. 振動子端子側から見た負荷容量(C)を一定に保つことにより、周波数安定性を向上させることができる。

謝 辞

本研究を進めるにあたり終始激励を戴いた苫米地頭大型トカマク開発部長、吉川允二同次長、飯島 勉J T-60第1開発室長(現J T-60計画室長)、ならびに小幡行雄核融合研究部長に深く感謝の意を表す。また、実験に協力して戴いた長岡技術科学大学院郡山慎一君にも感謝する。

真空中で使うことを考慮して錫メッキ銅撚線にセラミック碍管を被せ、さらにクロムメッキ銅管を被せて同軸状にして使用している。

- ④ 水晶振動子から駆動回路までは、負荷容量変化を小さくするため、最短距離で配線する。

3.5 ガス吸着量測定への応用

J T-60の真空容器第一壁には、炭化チタン(TiC)を被覆することが決定している⁸⁾。そのため、真空容器内を大気に開放した時のTiCのガス吸着量を知ることは、J T-60の第一壁を洗浄処理する上できわめて重要である。QOMの応用例として、電極上にTiC及びTiを蒸着し、室温で空気を大気圧まで導入した場合のガス吸着量を測定した。その結果の1例をFig. 13に示す。飽和状態での吸着量は、Tiの方がTiCより約1.8倍多い。

次に、真空中に検出用水晶振動子のみを入れ、Fig. 3の駆動回路で励振させ、ホルダーに埋め込まれたヒーターで加熱して振動子温度を100°Cに保つ。そして、抵抗加熱法によりTiCを蒸着させた後、空気を徐々に導入したときの周波数変化をFig. 14に示す。励振電力は、1mWに設定した。1.3×10⁻² Pa以上ではっきりとした周波数変化を示し、圧力を段階的に上げるとそれに対応して周波数も変化する。

4. ま と め

本実験の結果を以下にまとめる。

1. 同一環境に2枚の水晶振動子を配置し、発振周波数差の僅かな変化を検出するQOMは、蒸着等に伴う微小重量変化の測定に有利である。ただし、100°C以上の高温環境や、温度変化の激しい雰囲気では、2枚の水晶振動子の周波数-温度特性の僅かな違いから、天秤を構成することが条件によってはかえって誤差を大きくすることもありうる。
2. したがって、100°C以上の高温環境では水晶振動子を1枚だけ配置し温度を一定に保ってその発振周波数変化を測定した方がより確実である。
3. 比較的広い温度範囲でガス吸着量を測定する場合は、測定温度を何点か定め、各温度ごとに $\Delta f / \Delta T = 0$ となる水晶振動子を用意して使用する。
4. 振動子端子側から見た負荷容量(C)を一定に保つことにより、周波数安定性を向上させることができる。

謝 辞

本研究を進めるにあたり終始激励を戴いた苫米地頭大型トカマク開発部長、吉川允二同次長、飯島 勉J T-60第1開発室長(現J T-60計画室長)、ならびに小幡行雄核融合研究部長に深く感謝の意を表す。また、実験に協力して戴いた長岡技術科学大学院郡山慎一君にも感謝する。

真空中で使うことを考慮して錫メッキ銅撚線にセラミック碍管を被せ、さらにクロムメッキ銅管を被せて同軸状にして使用している。

- ④ 水晶振動子から駆動回路までは、負荷容量変化を小さくするため、最短距離で配線する。

3.5 ガス吸着量測定への応用

JT-60の真空容器第一壁には、炭化チタン(TiC)を被覆することが決定している⁸⁾。そのため、真空容器内を大気に開放した時のTiCのガス吸着量を知ることは、JT-60の第一壁を洗浄処理する上できわめて重要である。QOMの応用例として、電極上にTiC及びTiを蒸着し、室温で空気を大気圧まで導入した場合のガス吸着量を測定した。その結果の1例をFig. 13に示す。飽和状態での吸着量は、Tiの方がTiCより約1.8倍多い。

次に、真空中に検出用水晶振動子のみを入れ、Fig. 3の駆動回路で励振させ、ホルダーに埋め込まれたヒーターで加熱して振動子温度を100°Cに保つ。そして、抵抗加熱法によりTiCを蒸着させた後、空気を徐々に導入したときの周波数変化をFig. 14に示す。励振電力は、1mWに設定した。1.3×10⁻² Pa以上でははっきりとした周波数変化を示し、圧力を段階的に上げるとそれに対応して周波数も変化する。

4. ま と め

本実験の結果を以下にまとめる。

1. 同一環境に2枚の水晶振動子を配置し、発振周波数差の僅かな変化を検出するQOMは、蒸着等に伴う微小重量変化の測定に有利である。ただし、100°C以上の高温環境や、温度変化の激しい雰囲気では、2枚の水晶振動子の周波数-温度特性の僅かな違いから、天秤を構成することが条件によってはかえって誤差を大きくすることもありうる。
2. したがって、100°C以上の高温環境では水晶振動子を1枚だけ配置し温度を一定に保ってその発振周波数変化を測定した方がより確実である。
3. 比較的広い温度範囲でガス吸着量を測定する場合は、測定温度を何点か定め、各温度ごとに $\Delta f / \Delta T = 0$ となる水晶振動子を用意して使用する。
4. 振動子端子側から見た負荷容量(C)を一定に保つことにより、周波数安定性を向上させることができる。

謝 辞

本研究を進めるにあたり終始激励を戴いた苫米地頭大型トカマク開発部長、吉川允二同次長、飯島 勉JT-60第1開発室長(現JT-60計画室長)、ならびに小幡行雄核融合研究部長に深く感謝の意を表す。また、実験に協力して戴いた長岡技術科学大学院郡山慎一君にも感謝する。

参 考 文 献

- 1) C. Benndorf, G. Keller, H. Seidel and F. Thieme : J. Vac. Sci. Technol., 14, 819(1977)
- 2) 長谷川, 塩尻, 松村 : 真空, 13, 296(1970)
- 3) 金原 : 物理工学実験5「薄膜の基本技術」東京大学出版会
- 4) A. R. Nyaiesh and M. A. Baker : Vacuum, 32, 305(1981)
- 5) J I S C 6701
- 6) 古賀逸策 : 電子通信学会論文誌, 52-A, 229(1969)
- 7) 水晶振動子のすべて : 「無線と実験」昭和57年12号
- 8) 「核融合研究開発の現状」 : (原研 1982)

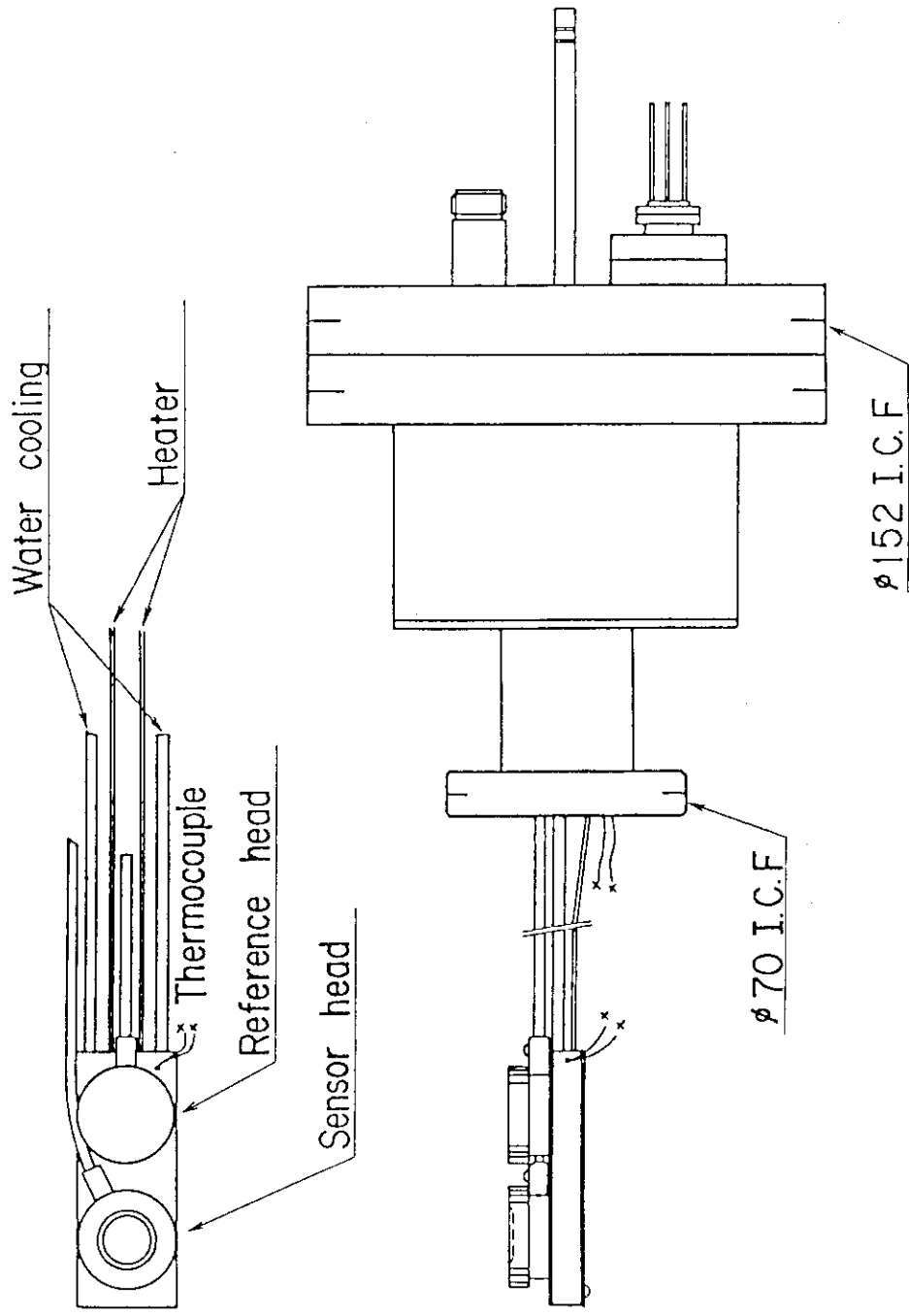


Fig.1 Quartz oscillator microbalance holder

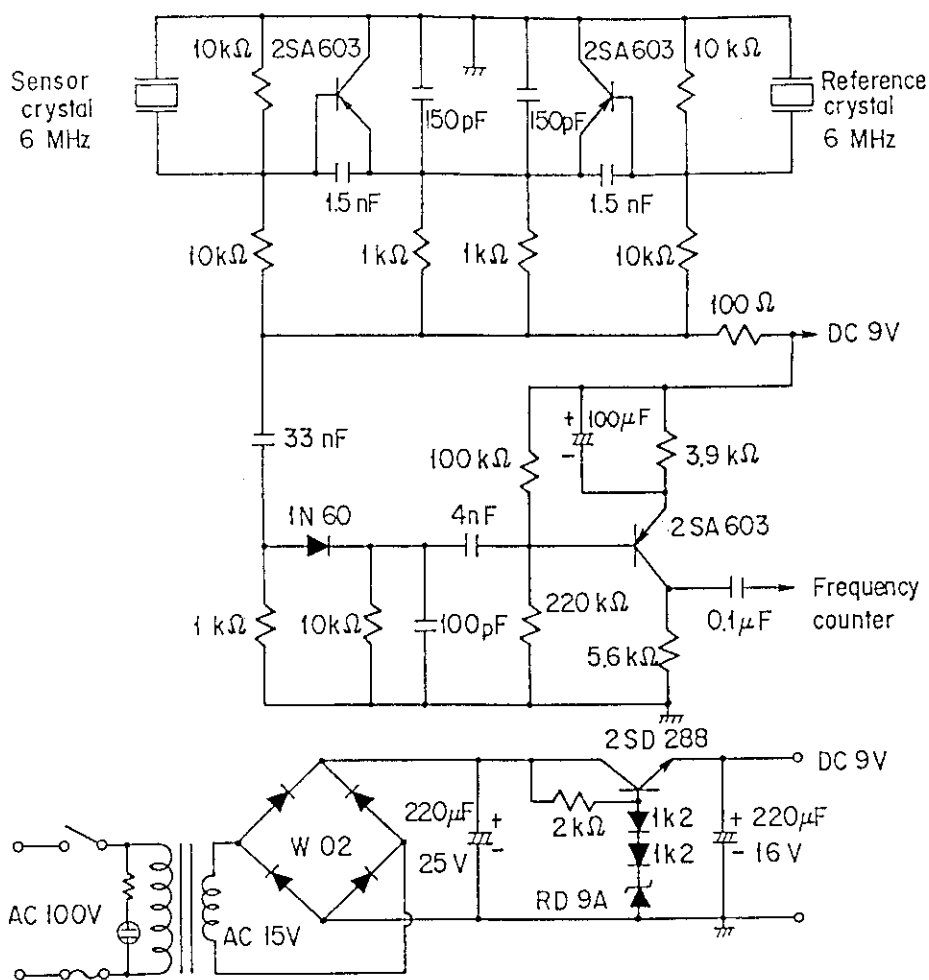


Fig.2 Drive circuit for QOM

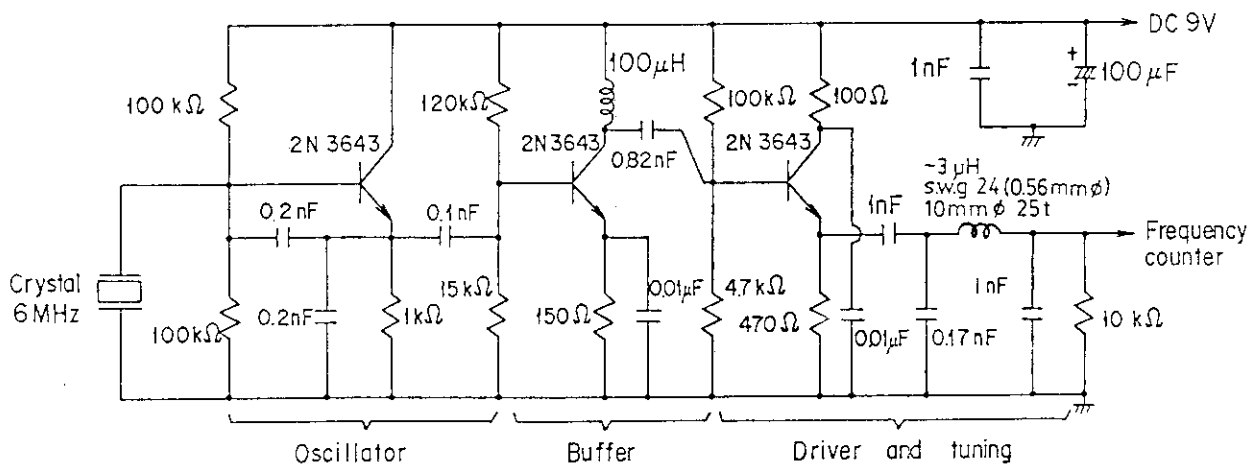


Fig.3 Drive circuit equipped with a RF filter

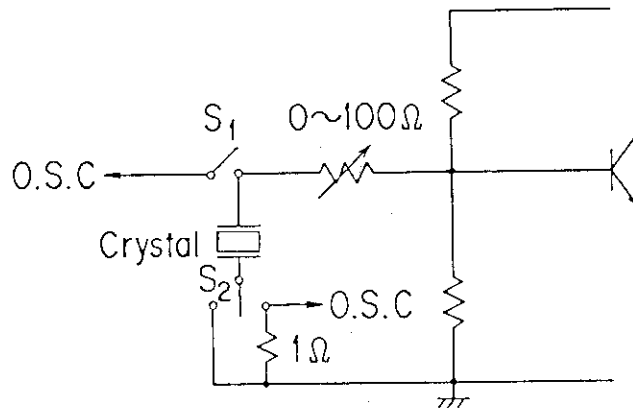


Fig.4 Drive power measuring circuit

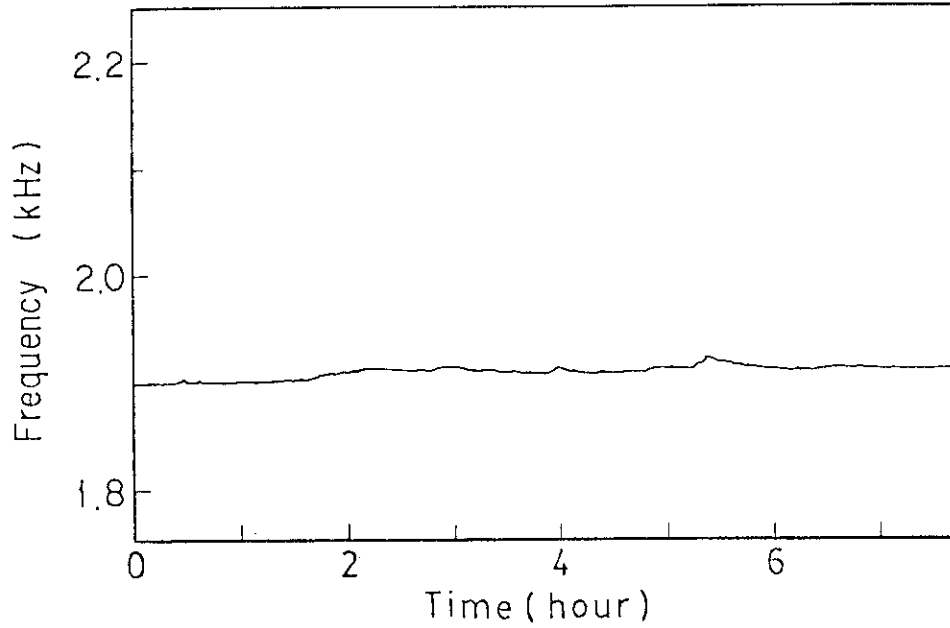


Fig.5 Frequency change of QOM at room temperature in the atmosphere

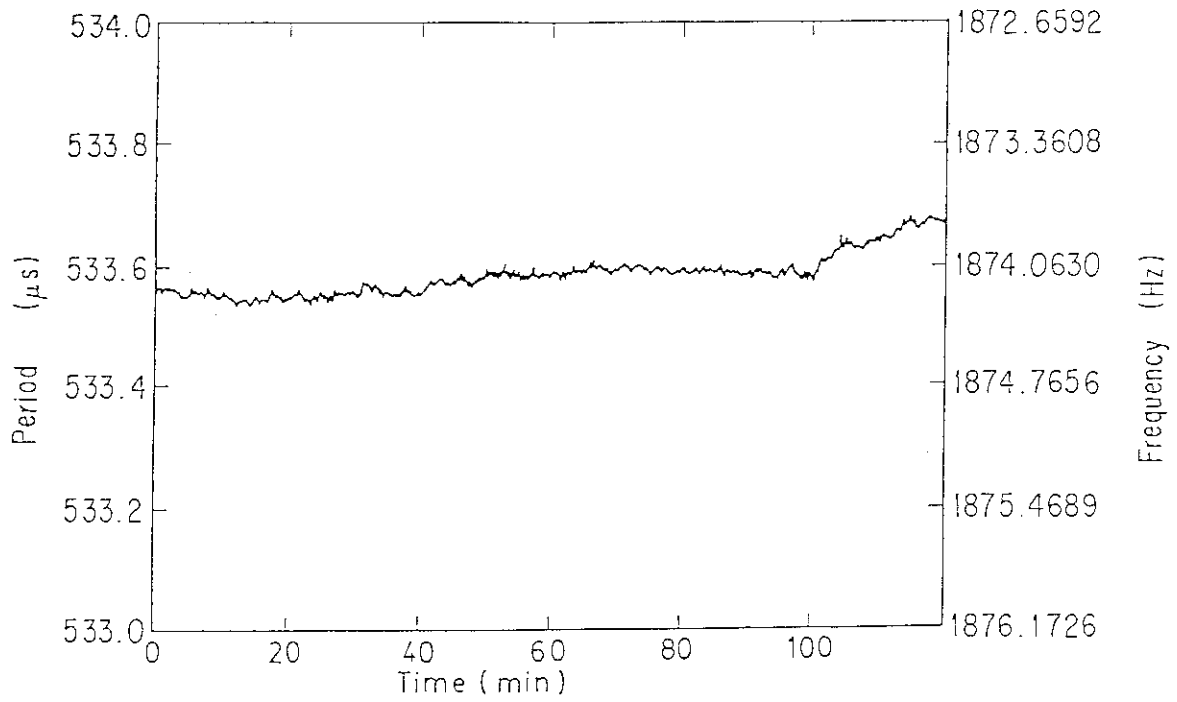


Fig.6 Frequency change of QOM at room temperature in vacuum

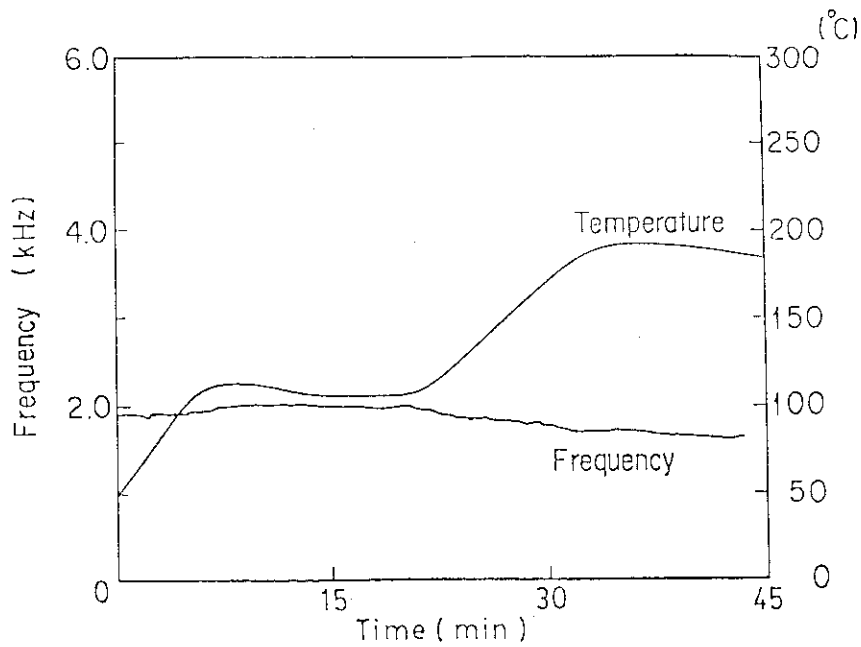


Fig.7 Frequency change of QOM at various temperature in the atmosphere

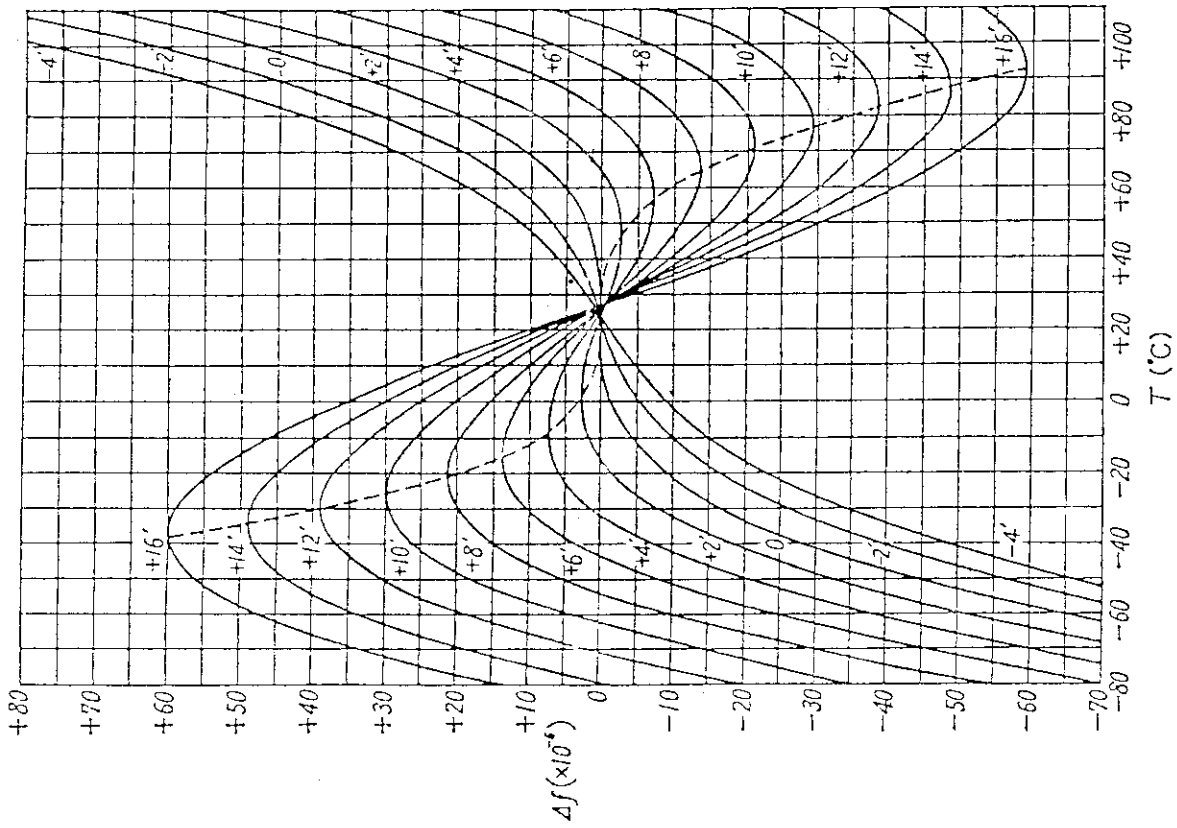


Fig.9 Typical data of frequency change vs temperature characteristics for AT-cut crystals. (Selected from JIS C 6701)

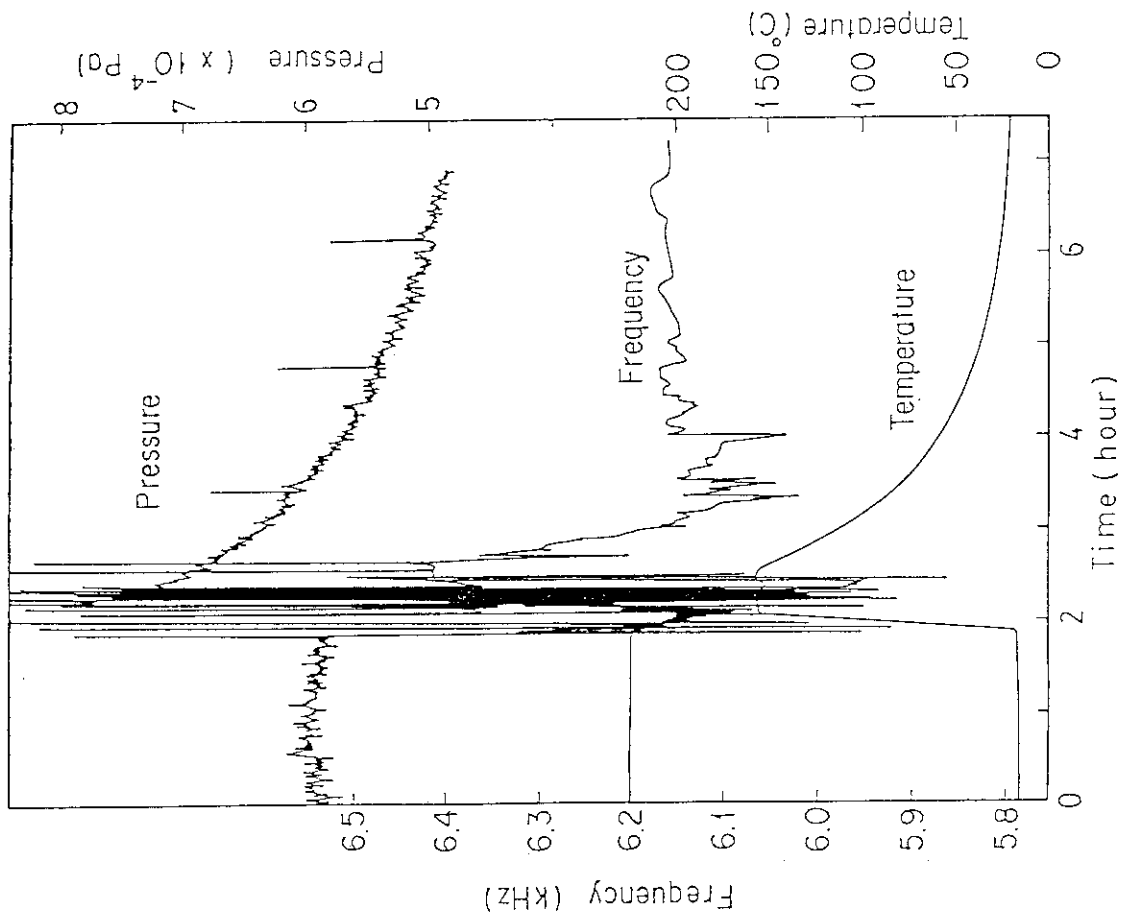


Fig.8 Frequency change of QOM in vacuum

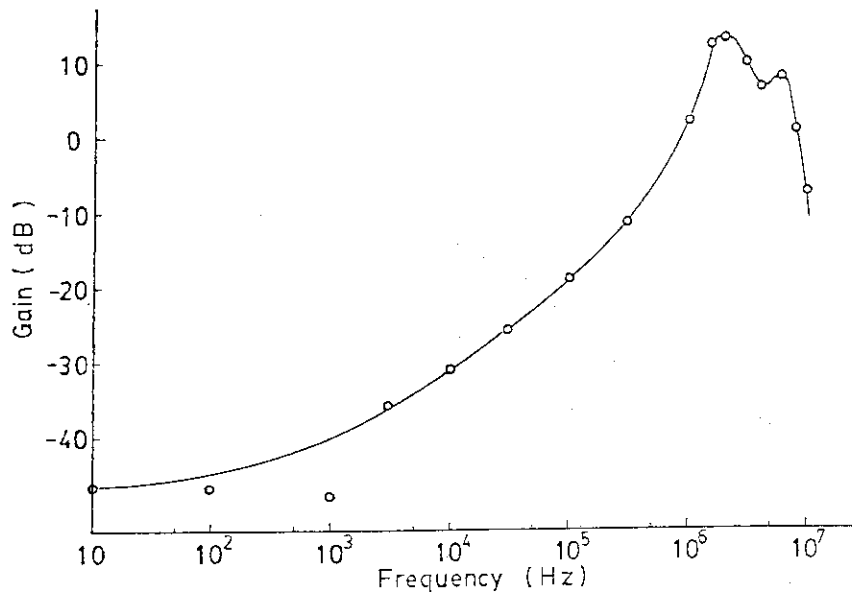


Fig.10 Gain vs frequency characteristics of the device equipped with a RF filter

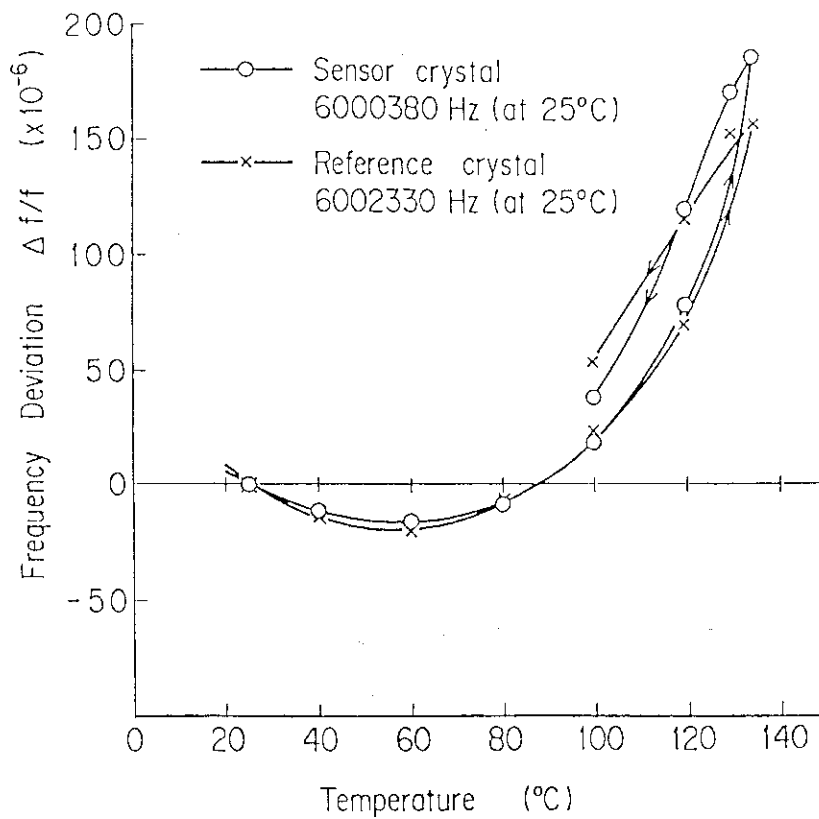


Fig.11 Frequency deviation vs temperature characteristics of two different crystals

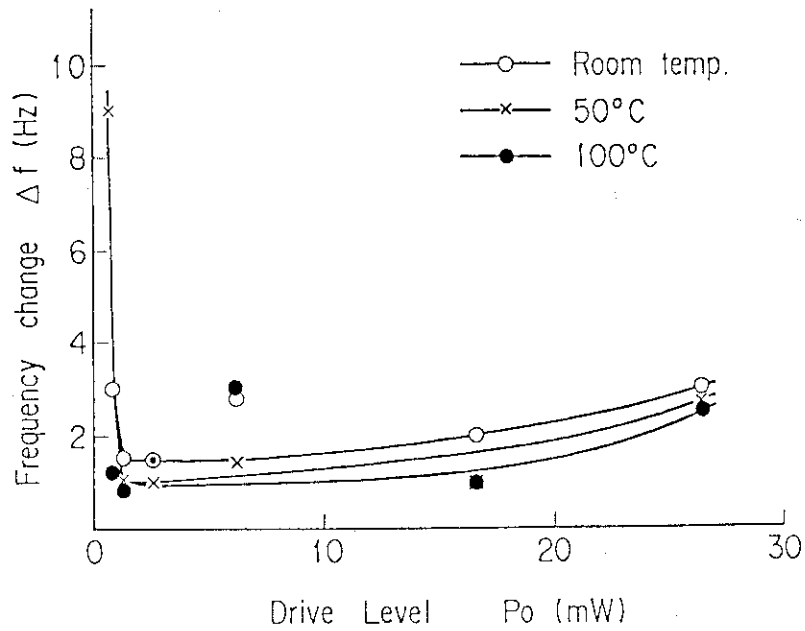


Fig.12 Frequency change vs drive level characteristics of a sensor crystal

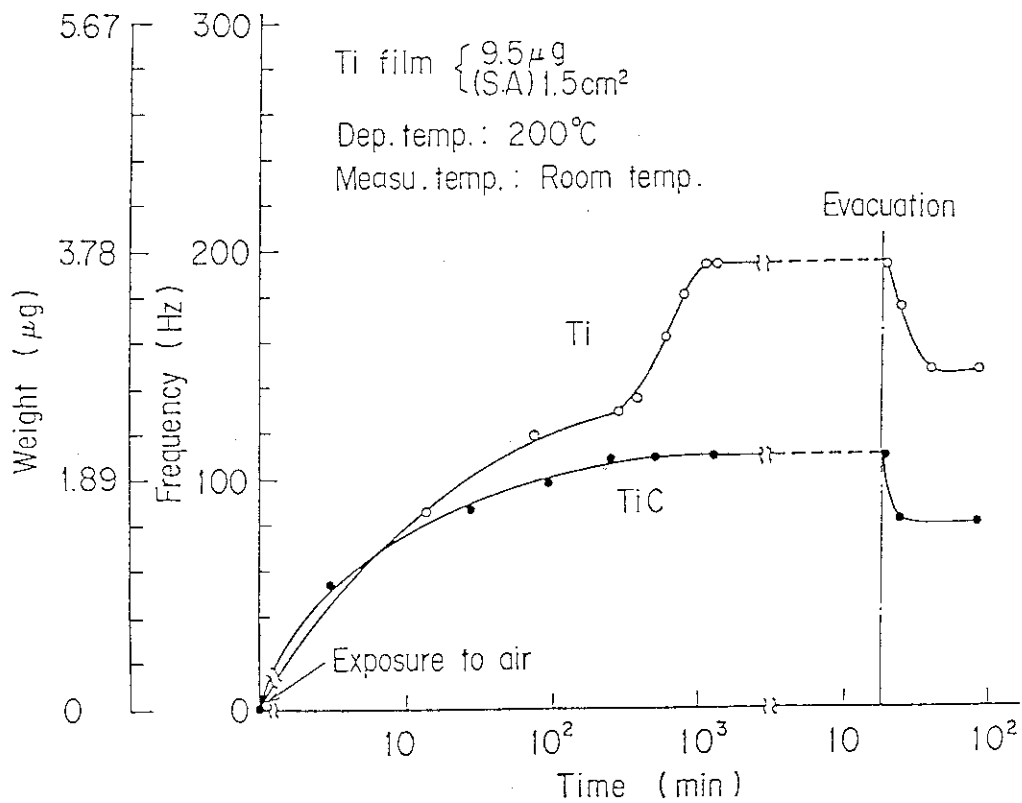


Fig.13 Weight changes of Ti and TiC films after exposure to air

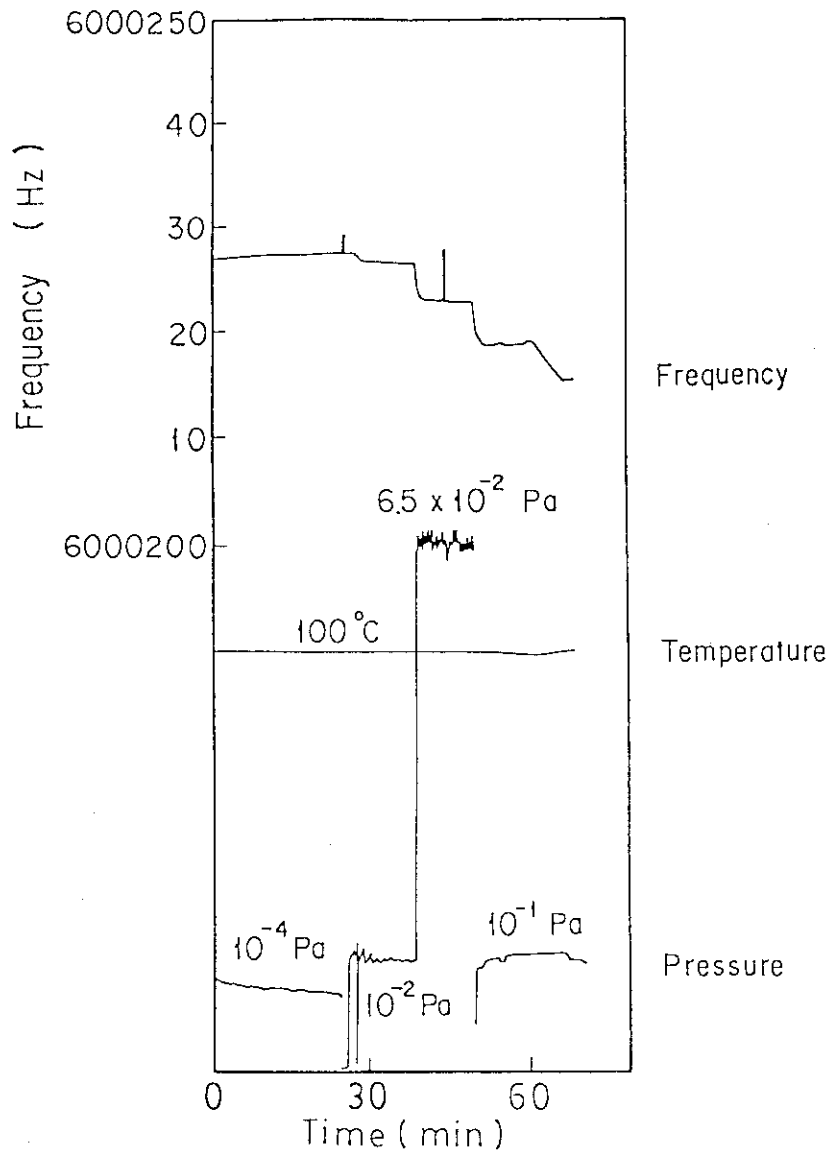


Fig.14 Frequency change of a single quartz weight monitor