

(12) 特許協力条約に基づいて公開された国際出願

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2010 年 9 月 23 日(23.09.2010)

PCT

(10) 国際公開番号
WO 2010/106792 A1

- (51) 国際特許分類:
G01N 27/66 (2006.01) G01M 3/00 (2006.01)
G01L 21/32 (2006.01)
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2010/001860
- (22) 国際出願日: 2010 年 3 月 16 日(16.03.2010)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願 2009-066887 2009 年 3 月 18 日(18.03.2009) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 株式会社 アルバック (ULVAC, Inc.) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 Kanagawa (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 中島豊昭 (NAKAJIMA, Toyoaki) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 株式会社アルバック内 Kanagawa (JP). 宮下剛 (MIYASHITA, Takeshi) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 株式会社アルバック内 Kanagawa (JP). 永田

寧(NAGATA, Yasushi) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 株式会社アルバック内 Kanagawa (JP). 内田康文 (UCHIDA, Yasufumi) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 株式会社アルバック内 Kanagawa (JP). 吉澤秀樹(YOSHIZAWA, Hideki) [JP/JP]; 〒2538543 神奈川県茅ヶ崎市萩園 2 5 0 0 株式会社アルバック内 Kanagawa (JP).

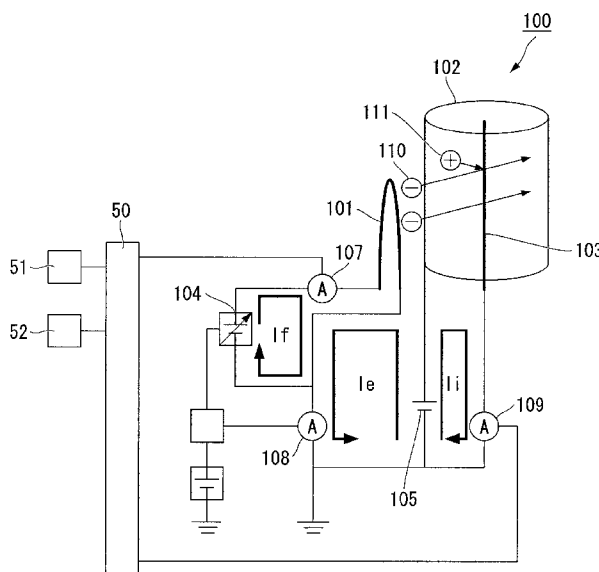
- (74) 代理人: 志賀正武, 外(SHIGA, Masatake et al.); 〒1006620 東京都千代田区丸の内一丁目 9 番 2 号 Tokyo (JP).
- (81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.

[続葉有]

(54) Title: METHOD FOR DETECTING OXYGEN, METHOD FOR DETERMINING AIR LEAKAGE, GAS COMPONENT DETECTOR, AND VACUUM PROCESSOR

(54) 発明の名称: 酸素の検出方法, 空気リークの判別方法, ガス成分検出装置, 及び真空処理装置

[図1]



(57) Abstract: A method for detecting oxygen, wherein a grid (102), an ion collector (103), and a filament (101), on the surface of the metal of which an oxide is formed are prepared, the filament current flowing through the filament (101) is controlled in such a manner that an emission current becomes constant, thermo electrons are emitted by heat generation due to the energization of the filament current, ions are generated by ionizing gas, the ions are captured by the ion collector (103), and the oxygen present within a vacuum processing chamber is detected by measuring the value of the filament current.

(57) 要約: この酸素の検出方法は、グリッド(102)と、イオンコレクタ(103)と、金属の表面に酸化物が形成されているフィラメント(101)とを準備し、エミッション電流が一定になるように前記フィラメント(101)に流れるフィラメント電流を制御し、前記フィラメント電流の通電による発熱によって熱電子を放出させ、気体をイオン化してイオンを発生させ、前記イオンを前記イオンコレクタ(103)で捕捉し、前記フィラメント電流値を測定することにより真空処理室内に存在する酸素を検出する。



(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ,

CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告 (条約第 21 条(3))

明 細 書

発明の名称：

酸素の検出方法，空気リークの判別方法，ガス成分検出装置，及び真空処理装置

技術分野

[0001] 本発明は、酸素の検出方法，空気リークの判別方法，ガス成分検出装置，及び真空処理装置に関する。特に、本発明は、電離真空計又は質量分析計を用い、フィラメント電流を制御及び測定することにより効率的に真空処理室内の酸素を検出する方法，この検出方法を利用した空気リークの判別方法，このような検出方法又は判別方法を行うガス成分検出装置，及びこの成分検出装置を含む真空処理装置に関する。

本願は、２００９年３月１８日に出願された特願２００９－０６６８８７号に基づき優先権を主張し、その内容をここに援用する。

背景技術

[0002] 従来、熱陰極型電離真空計は、半導体，フラットパネルディスプレイ，又は太陽電池等の製造装置に利用される真空処理装置において、真空処理室内の圧力（真空度）の測定に広く用いられている。

図６は、従来の熱陰極型電離真空計の構成を示す模式図である。

従来の熱陰極型電離真空計２００においては、フィラメント２０１の一端が可変電源２０４のプラス端子に接続されている。また、フィラメント２０１の他端は、可変電源２０４のマイナス端子に接続され、かつ、エミッション電流計２０８を介して接地されている。フィラメント２０１は、グリッド２０２及びイオンコレクタ２０３と共に真空雰囲気配置されている。

[0003] グリッド２０２は、グリッドバイアス電源２０５のプラス端子に接続されている。熱陰極型電離真空計２００においては、可変電源２０４の起動により、フィラメント２０１にフィラメント電流 I_f が流れ、フィラメント２０１は発熱し、熱電子２１０が放出される。フィラメント２０１から放出され

た熱電子 210 は、グリッド 202 に到達し、エミッション電流 I_e が生じる。また、熱電子 210 がグリッド 202 に到達する前に、熱電子 210 が気体分子に衝突することによって気体分子が電離し、正イオン 211 が生成される。

この時に生成された正イオン 211 は、イオンコレクタ 203 に集められ、イオン電流 I_i が生じる。エミッション電流 I_e 及びイオン電流 I_i を測定することにより、気体の密度、即ち、真空度の測定が行われている。

[0004] 即ち、圧力 P 、イオン電流 I_i 、エミッション電流 I_e に対し、下記の (1) 式が成り立つことが知られている。ここで、 S は感度係数を表す。

[0005] [数1]

$$P = I_i / (S \cdot I_e) \quad (1)$$

[0006] これにより、エミッション電流 I_e が一定になるように可変電源 204 の出力値を変化させ、フィラメント電流 I_f を制御することによって、圧力 P を算出することができる。

[0007] また、従来から、フィラメント電流値を測定し、この値を利用してフィラメントの寿命を予測する方法（例えば、特許文献 1 参照）が知られている。また、フィラメントの断線を保護する方法（例えば、特許文献 2 参照）が知られている。また、フィラメントに印加される電流の測定値を、感度、及び表示圧力の正しい値を算出するために使用する方法（例えば、特許文献 3 参照）等が知られている。

[0008] ところで、真空装置においてリークの有無を判別するためには、電離真空計を利用してビルドアップ法によるリーク量を測定する方法、質量分析計を利用してガス分圧を監視する方法、又はヘリウムガスを真空装置の表面に吹きかけることによってリーク部分を通過したヘリウムガスを検出するリウムリークテストを行う方法のいずれかを行う必要がある（例えば、特許文献 4 参照）。

[0009] しかしながら、ビルドアップ法は装置の状態に依存するため、正確な判定

が困難である。また、質量分析計を使用する方法の場合、質量分析計が高価であり、しかも可搬性に劣る。また、真空装置の圧力が0.1 Pa以上になると、気体の平均自由行程が短くなる。このため、質量分析計を使用する方法の場合、質量電荷比に対する信号が著しく減少しはじめ、真空装置の圧力が1 Pa以上の場合にはほとんど信号が検出されないという問題もある（例えば、特許文献5参照）。

一方、幅広い圧力領域において測定が可能な全圧計を有する質量分析計も提案されている（例えば、特許文献6参照）。

現在、稼働している多くの真空処理装置は、上述した電離真空計又は質量分析計を搭載している。このため、既存の電離真空計又は質量分析計を必要に応じて用いて、酸素の検出及び空気リークの判別を行うことが可能になれば、利便性が大幅に向上する。

先行技術文献

特許文献

- [0010] 特許文献1：特開平7-151816号公報
特許文献2：特開昭64-10143号公報
特許文献3：特開平5-203524号公報
特許文献4：特開2006-329662号公報
特許文献5：特開2008-209181号公報
特許文献6：特開2007-335188号公報

発明の概要

発明が解決しようとする課題

- [0011] 本発明は、上記事情に鑑みてなされたものであり、多くの真空処理装置において使用されている電離真空計又は質量分析計を用いて真空処理室内の酸素を検出することにより、検出部を新たに増設することが不要であり、コストを削減することができ、及び設置スペースを削減することができる真空処理室内における酸素の検出方法を提供することを目的とする。

課題を解決するための手段

[0012] 上記課題を解決するために、本発明の第1態様の酸素の検出方法は、グリッドと、イオンコレクタと、金属の表面に酸化物が形成されているフィラメントとを準備し、エミッション電流が一定になるように前記フィラメントに流れるフィラメント電流を制御し、前記フィラメント電流の通電による発熱によって熱電子を放出させ、気体をイオン化してイオンを発生させ、前記イオンを前記イオンコレクタで捕捉し、前記フィラメント電流値を測定することにより真空処理室内に存在する酸素を検出する。

本発明の第1態様の酸素の検出方法は、前記フィラメント及び前記グリッドを含む電離真空計を用いることが好ましい。

本発明の第1態様の酸素の検出方法は、前記フィラメント及び前記グリッドを含む質量分析計を用いることが好ましい。

本発明の第1態様の酸素の検出方法においては、前記金属がイリジウムであり、酸化物が酸化イットリウムであることが好ましい。

本発明の第2態様の空気リークの判別方法は、第1態様の酸素の検出方法を用い、空気リークの有無を検知する。

本発明の第3態様のガス成分検出装置は、第1態様の酸素の検出方法を行う。

本発明の第3態様のガス成分検出装置は、フィラメント電流値、圧力値、及び酸素の検出信号を外部に出力する出力部を含むことが好ましい。

本発明の第4態様のガス成分検出装置は、第2態様の空気リークの判別方法を行う。

本発明の第4態様のガス成分検出装置は、フィラメント電流値、圧力値、及び酸素の検出信号を外部に出力する出力部を含むことが好ましい。

本発明の第5態様の真空処理装置は、第3態様のガス成分検出装置を含む。

本発明の第6態様の真空処理装置は、第4態様のガス成分検出装置を含む。

発明の効果

[0013] 本発明の酸素の検出方法によれば、グリッドと、イオンコレクタと、金属（母材）の表面に酸化物が配置されたフィラメントとが用いられ、エミッション電流が一定になるようにフィラメントに流れるフィラメント電流が制御され、かつ、フィラメント電流が測定されている。これによって、真空処理室内の酸素を検出することができ、かつ、空気リークの有無を検知することもできる。従って、多くの真空処理装置において使用されている熱陰極型電離真空計又は質量分析計を利用して、真空処理室内の酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができる。

これにより、検出部を新たに増設することが不要であり、コストを削減することができ、及び設置スペースを削減することができる。

特に、質量分析計を用いた場合、質量電荷比に対する信号が著しく減少する圧力領域においても、真空処理室内の酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができる。これにより、質量分析計の利便性が大幅に向上する。

従って、電離真空計又は質量分析計のいずれを用いる場合であっても、真空処理室内の酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができるため、必要に応じて使い分けることにより、さらなる利便性を得ることができる。

図面の簡単な説明

[0014] [図1] 本発明に係るガス成分検出装置の構成を示す模式図である。

[図2] 従来のフィラメントを用いる場合において、各種ガスが導入された時の圧力とフィラメント電流値との関係を示す図である。

[図3] 本発明に係るフィラメントを用いる場合において、各種ガスが導入された時の圧力とフィラメント電流値との関係を示す図である。

[図4] 真空処理室内の圧力、フィラメント電流、及びフィラメント電流の微分値の経時変化を示す図である。

[図5] 真空処理室内を減圧する場合において、圧力と時間との関係を示す図で

ある。

[図6]従来の熱陰極電離真空計の例を示す模式図である。

発明を実施するための形態

[0015] 以下、本発明に係る酸素の検出方法及び空気リークの判別方法の実施形態を説明する。

また、以下の説明に用いる各図面では、各構成要素を図面上で認識し得る程度の大きさとするため、各構成要素の寸法及び比率を実際のものとは適宜に異ならせてある。

[0016] 図1は、本発明に係る酸素の検出方法及び空気リークの判別方法を用いたガス成分検出装置100（電離真空計）の基本構成を示す模式図である。

本発明に係るガス成分検出装置100は、フィラメント101、グリッド102、イオンコレクタ103、可変電源104、グリッドバイアス電源105、フィラメント電流計107、エミッション電流計108、及びイオン電流計109を含む。フィラメント101、グリッド102、及びイオンコレクタ103は、真空処理装置の真空処理室内の雰囲気配置されている。

このガス成分検出装置100においては、フィラメント101の一端はフィラメント電流計107を介して可変電源104のプラス端子に接続されている。また、フィラメント電流計107及びイオン電流計109は、測定装置51又は制御装置52に信号を出力する出力部50が電氣的に接続されている。これによって、フィラメント電流計107及びイオン電流計109において測定された値は、出力部50を通じて、測定装置51又は制御装置52に出力される。なお、測定装置51又は制御装置52は、真空処理装置の一部を構成している。測定装置51又は制御装置52は、フィラメント電流計107及びイオン電流計109において測定された値を記憶する記憶部を有する。記憶部は、以下に述べるように、圧力とフィラメント電流値とを記憶する。

このような構成によれば、各種ガスが真空処理室内に導入された場合の真空処理室内の圧力とフィラメント電流値とを記録及び保存することができる。

。

また、図 1 においては、電離真空計を備えたガス成分検出装置 100 が示されているが、電離真空計に代えて質量分析計を用いる場合であっても同様の構成が採用される。

[0017] <実験例 1>

本実験例においては、真空処理室内において高真空雰囲気を得られた状態で、ガスを真空処理室内に導入し、測定された圧力 P とフィラメント電流 I_f との関係を調べた。ガスとしては、通常のベント操作に用いられる窒素、窒素と区別して検出される空気、及び酸素の各々を選択した。

以下に説明する図 2 及び図 3 においては、横軸が圧力 P を示し、縦軸がフィラメント電流 I_f を示す。

[0018] 図 2 は、フィラメント 101 の材料として従来用いられてきたタングステン (W) が使用されているガス成分検出装置 100 を用いて、窒素、空気、及び酸素が導入されている場合の圧力 P とフィラメント電流 I_f とを比較した結果を示している。

図 2 に示すように、圧力 P とフィラメント電流 I_f の関係において、窒素、空気、及び酸素の差異は見出せない。

従って、真空処理室内に導入されたガスの種類を判別することはできない。

[0019] これに対して、図 3 は、金属母材の表面に酸化物がコーティングされている構造を有するフィラメント 101 が使用されているガス成分検出装置 100 を用いて、窒素、空気、及び酸素が導入されている場合の圧力 P とフィラメント電流 I_f とを比較した結果を示している。

具体的には、イリジウム (Ir) 母材の表面に酸化イットリウム (Y_2O_3) がコーティングされたフィラメント 101 が使用され、図 2 と同様の実験を行って得られた結果を示している。

[0020] 図 3 に示す結果から、以下の点が明らかとなった。

(結果 1) 窒素が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I_f よりも

、空気が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I_f が大きい。

(結果 2) 空気が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I_f よりも、酸素が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I_f が更に大きい。

(結果 3) 結果 2 は、圧力 (P_a) が 5×10^{-4} 以上の圧力領域の場合に得られる。

(結果 4) 圧力 (P_a) が 5×10^{-4} 以上の圧力領域の場合に、検出されたガスが、窒素、空気、及び酸素のうちどのガスなのかを判別することができる。また、圧力が高いほど、窒素と空気とのフィラメント電流 I_f の差分及び空気と酸素とのフィラメント電流 I_f の差分が大きくなる傾向があるので、ガス種を判別する精度が向上する。

従って、図 3 に示す構成、即ち、金属母材の表面に酸化物がコーティングされている構造を有するフィラメントを用いてガス種を検出すれば、真空処理室内に存在するガスの種類を確実に判別することができる。

[0021] 一般的に、金属表面から単位面積、単位時間あたりに飛び出す電子の数 (熱電子放出電流密度) J は、次の (2) 式 (リチャードソン・ダッシュマンの式) によって表される。

[0022] [数 2]

$$J = A T^2 \exp (-\phi / (k T)) \quad (2)$$

[0023] ここで、 k はボルツマン定数、 ϕ は仕事関数、 A はリチャードソン定数、 $A = 4 \pi m k^2 e / h^3$ 、 m と e は電子の質量と電荷、 h はプランク定数、 T は温度である。

上記 (2) 式から分かるように、仕事関数が大きければ飛び出す熱電子の数が少なくなり、温度が高くなれば飛び出す熱電子の数は多くなる。

また、フィラメント電流は、圧力が高くなるとフィラメントから奪われる熱量が大きくなるため増加する。従って、フィラメント電流量は、圧力に依存する (例えば、特許文献 1 参照)。

[0024] 図 3 においては、空気が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I

f よりも、酸素が導入された場合に測定されたフィラメント電流 I_f が大きいという結果が得られている（結果 2）。また、同じ圧力下においても、空気のフィラメント電流 I_f よりも酸素のフィラメント電流 I_f が大きくなる。この理由は、フィラメント表面に酸素が吸着すると、フィラメント表面から電子が奪われ、酸素負イオンがフィラメント表面に吸着し、これによって仕事関数が増加し、結果的に規定のエミッション電流を得るためのフィラメント電流が大きくなる（温度が高くなる）と考えられる。

[0025] （第 1 検出方法）

図 1 のガス成分検出装置 100 において、窒素が真空処理室内に導入された時の圧力及びフィラメント電流値を基準値として予め記録及び保存する。その後、種類が不明であるガスが真空処理室内に導入された時にフィラメント電流値を測定し、基準値と測定値とを比較することにより真空処理室内に酸素又は空気の存在を検出することができる。

つまり、基準となる窒素ガス（基準ガス、第 1 ガス）を真空処理室内に導入して上記の方法によりフィラメント電流（第 1 フィラメント電流）を測定する。その後、測定されたフィラメント電流値を基準値として記憶する。その後、種類が不明であるガス（測定対象ガス、第 2 ガス）を真空処理室内に導入してフィラメント電流値（第 2 フィラメント電流）を測定する。その後、基準値と種類が不明であるガスのフィラメント電流値とを比較する。これによって、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが酸素又は空気であることを検出することができる。

従って、本発明の方法は、真空処理室内の空気リークを判別する方法として有効に利用することができる。

[0026] （第 2 検出方法）

また、本発明の検出方法においては、真空処理室内に導入されたガスのフィラメント電流値が所定の圧力において規定値以上であると判断された場合に、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが酸素又は空気であると判別してもよい。

具体的に、酸素が真空処理室内に導入された時の圧力とフィラメント電流との関係を示す特性（第1特性）を記憶し、かつ、空気が真空処理室内に導入された時の圧力とフィラメント電流との関係を示す特性（第2特性）を記憶しておく。即ち、図3に示す圧力とフィラメント電流との関係を記憶しておく。これによって酸素の規定値（第1規定値）及び空気の規定値（第2規定値）が決定される。次に、種類が不明であるガスが真空処理室内に導入された時に、所定の圧力において、測定されたフィラメント電流値が第1規定値以上であると判断された場合に、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが酸素であると判別される。また、所定の圧力において、測定されたフィラメント電流値が第2規定値以上であると判断された場合に、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが空気であると判別される。

[0027] （第3検出方法）

また、本発明の方法においては、上述した基準値と種類が不明であるガスの測定値との差分に基づいて、真空処理室内に導入されたガスが酸素又は空気であることを判別してもよい。

具体的に、真空処理室内に窒素が導入された時に測定されたフィラメント電流値（第1フィラメント電流）を基準値として決定する。更に、上記の第1特性及び上記の第2特性に基づいて、第1規定値（酸素）及び第2規定値（空気）を決定する。次に、第1規定値から基準値を差し引いた第1差分値と、第2規定値から基準値を差し引いた第2差分値とを算出し、記憶される。次に、種類が不明であるガスが真空処理室内に導入された時に、測定されたフィラメント電流値が第1差分値以上であると判断された場合に、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが酸素であると判別される。また、種類が不明であるガスが真空処理室内に導入された時に、測定されたフィラメント電流値が第2差分値以上であると判断された場合に、真空処理室内において存在する種類が不明であるガスが空気であると判別される。

[0028] また、例えば、スパッタ装置においては、アルゴンの他に酸素が導入され

た雰囲気において成膜プロセスが行われる場合がある。この場合においても、予め成膜プロセスにおいて使用されるアルゴン及び酸素が真空処理室内に導入された時の圧力とフィラメント電流値とが基準値として記録され、保存される。

[0029] 但し、イリジウム（Ir）母材の表面に酸化イットリウム（ Y_2O_3 ）等の酸化物がコーティングされたフィラメントを用いる場合、使用頻度の増加に応じてフィラメントが劣化し、フィラメント電流が徐々に増加することが知られている（例えば、特許文献 1 参照）。

この場合に、窒素が真空処理室内に導入された時に測定された圧力とフィラメント電流値とを測定し、基準値を再度決定する操作を行うことが望ましい。

また、窒素が真空処理室内に導入された時の圧力及びフィラメント電流値は、電離真空計内部の記憶装置に記録されてもよい。

また、酸素の検出信号又は空気リークの有無の判別信号は、出力部 50 に出力されてもよい。

[0030] <実験例 2>

図 4 は、上述した方法によって測定された圧力及びフィラメント電流値の経時変化を示す図である。

以下に説明する図 4 においては、横軸が時間を示し、縦軸がフィラメント電流 I_f とフィラメント電流の微分値とを示す。

図 4 に示すように、約 26 秒が経過した時刻において、フィラメント電流値が上昇していることが分かる。これと同時に、フィラメント電流値の微分値においては、フィラメント電流値が変化していることが明らかである。

即ち、電離真空計によって測定された圧力が変化せず、フィラメント電流の微分値が規定値以上であることが検出された場合、真空処理室内に空気が存在すると判断することができる。即ち、突発的に空気リークが発生したと判別することができる。

この場合には、窒素が真空処理室内に導入された時の基準値を予め記録及

び保存しておく必要はないため、フィラメントの劣化に起因してフィラメント電流が徐々に増加する悪影響は少なくなる。

[0031] <実験例 3>

近年、大気圧から測定できるピラニ真空計及び電離真空計が同じ真空処理室に組み込まれた真空計が知られている。

この真空計は、大気圧から電離真空計によって測定可能な圧力までの範囲においては、ピラニ真空計を用いて真空処理室内の圧力を測定し、真空処理室内の圧力が電離真空計によって測定可能な圧力 p_1 （測定可能圧力 p_1 ）に到達すると、自動的にフィラメントを点灯させる構造を有する。

[0032] 図 5 は、大気圧から真空に向けて真空処理室内を減圧させた場合に、減圧に要する時間と圧力との関係を示す図である。

減圧開始時から測定可能圧力 p_1 に到達するまでに要する時間を基準として決定する。真空処理室において空気リークがない場合には、フィラメントを点灯させる時刻 t_1 （基準時間）と、時刻 t_1 におけるフィラメント電流 a_1 （基準電流）と予め記録しておく。

真空処理室を用いたプロセス（例えば、成膜プロセス）の回数の増加に伴い、また、真空処理室のメンテナンス回数の増加に伴って、真空処理室においてリークが発生する可能性が高くなる。そのため、リークの有無を検出する必要が生じる。実験例 3 は、このような場合においてリークの有無を検出する例を示している。

図 5 に示すように、減圧開始時から測定可能圧力 p_1 に到達するまでに要する時間、即ち、減圧開始時からフィラメントが点灯するまでの時刻 t_2 が時刻 t_1 よりも大きい場合、真空処理室に空気リークが発生していることが疑われる。

このときのフィラメント電流値 a_2 がフィラメント電流値 a_1 よりも大きければ、空気リークが発生していると判断することができる。

しかし、電流値 a_2 と電流値 a_1 とが等しい場合においては、真空ポンプの異常等、他の原因に起因してリークが発生していると判断することができ

る。

このように、フィラメント電流の値をモニターしておくことにより、より正確に空気リークの有無が判別できる。

[0033] 従って、本発明によれば、多くの真空処理装置において使用されている熱陰極型電離真空計を利用して、真空処理室内の酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができる。

これにより、検出部を新たに増設することが不要であり、コストを削減することができる、及び設置スペースを削減することができる。

[0034] また、質量分析計を用いる場合であっても、全圧計が組み込まれている質量分析計を用いて（例えば、特許文献6参照）、フィラメント電流値を測定できる構成が採用される。この構成によれば、質量電荷比に対する信号が著しく減少する圧力領域においても、実験例1～3に記載の方法と同様に酸素の検出及び空気リークの有無の判別が可能となる。これにより、質量分析計の利便性が大幅に向上する。

[0035] なお、上記実験例1～3においては、フィラメント電流が直流である場合について説明しているが、熱電子を放出させるためにフィラメントに流れるフィラメント電流 I_f は必ずしも直流である必要はない。例えば、交流又はその導通角が制御された構造（回路）が用いられてもよい。

この構造において、フィラメント電流 I_f を制御してエミッション電流 I_e を所望の大きさに保つ場合には、フィラメント電流 I_f の実効値を測定し、その実効値を検出して酸素の検出及び空気リークの有無を判別してもよい。

[0036] また、上記実験例1～3においては、検出されるガスが酸素及び空気である場合について説明しているが、本発明は、このような検出方法に限定されない。例えば、フィラメントから電子を奪い仕事関数を増加させ、酸素原子を含む水（ H_2O ）等が検出されてもよい。

一方、水素等の還元性のガスがフィラメントに吸着した場合、ガスからフィラメント表面に電子が移動し、水素正イオンがフィラメント表面に吸着さ

れるため、仕事関数が減少し、結果的にフィラメント電流が減少する。この現象を利用して、水素を検出することもできる。

[0037] このように、金属母材の表面に酸化物が配置されたフィラメントを含む電離真空計又は質量分析計を用い、かつ、フィラメント電流値を測定するような構成を用いるだけで、酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができる。

従って、本発明によれば、電離真空計又は質量分析計のいずれを用いる場合であっても、真空処理装置が使用される状況に応じて電離真空計又は質量分析計を使い分けることにより、真空処理室内の酸素の検出及び空気リークの有無を判別することができ、利便性を向上させることができる。

[0038] 本発明の技術範囲は、上述の実施形態に限定されることなく、本発明の趣旨を逸脱しない範囲において種々の変更を加えることが可能である。

また、本発明は、電離真空計又は質量分析計に限定されず、フィラメントとグリッドに対応する構成を有する装置（真空計）に適用することが可能である。

産業上の利用可能性

[0039] 本発明は、金属の表面に酸化物が配置されたフィラメントを含む電離真空計又は質量分析計を用い、真空処理室内の酸素又は空気等のガス成分を検出する方法及び酸素又は空気等のガス成分を検出する装置に広く用いることができる。

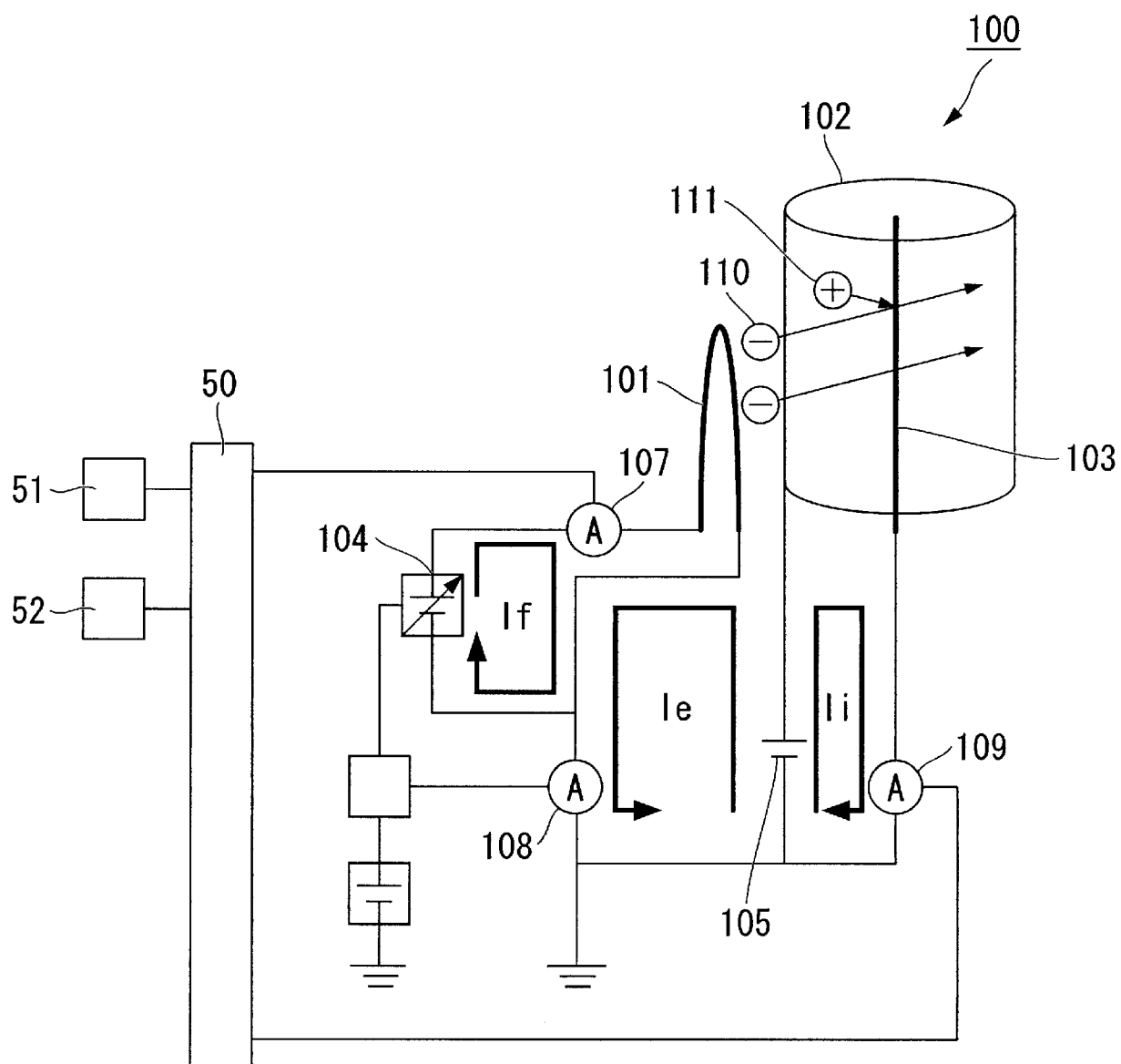
符号の説明

[0040] 101 フィラメント、102 グリッド、103 イオンコレクタ、104 可変電源、105 グリッドバイアス電源、107 フィラメント電流計、108 エミッション電流計、109 イオン電流計、110 熱電子、111 正イオン。

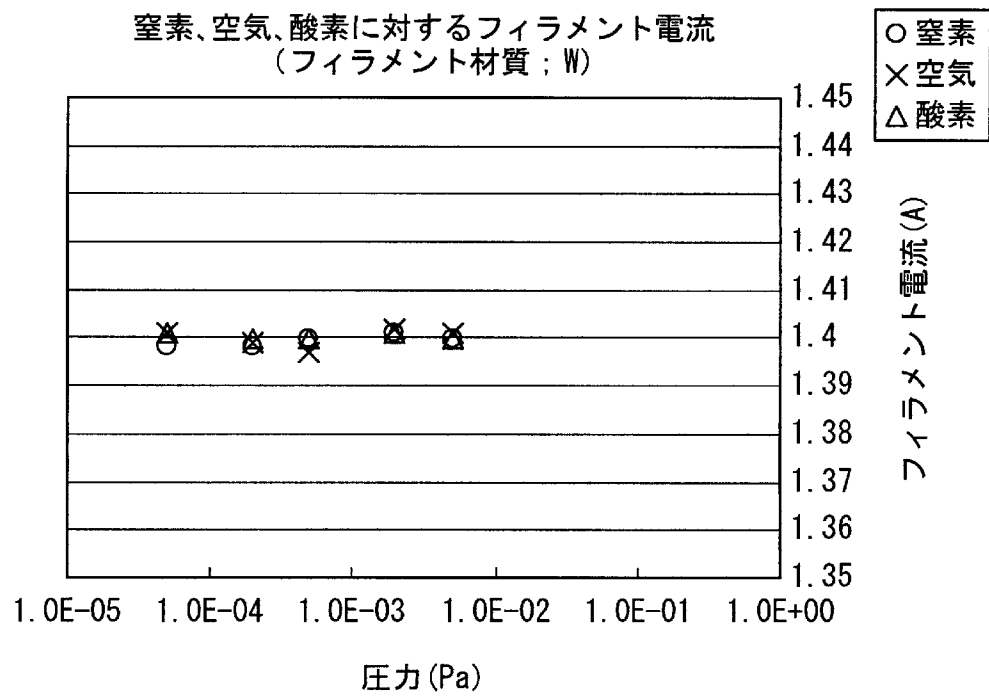
請求の範囲

- [請求項1] 酸素の検出方法であって、
グリッドと、イオンコレクタと、金属の表面に酸化物が形成されているフィラメントとを準備し、
エミッション電流が一定になるように前記フィラメントに流れるフィラメント電流を制御し、
前記フィラメント電流の通電による発熱によって熱電子を放出させ、
気体をイオン化してイオンを発生させ、
前記イオンを前記イオンコレクタで捕捉し、
前記フィラメント電流値を測定することにより真空処理室内に存在する酸素を検出する
ことを特徴とする酸素の検出方法。
- [請求項2] 請求項1に記載の酸素の検出方法であって、
前記フィラメント及び前記グリッドを含む電離真空計を用いることを特徴とする酸素の検出方法。
- [請求項3] 請求項1に記載の酸素の検出方法であって、
前記フィラメント及び前記グリッドを含む質量分析計を用いることを特徴とする酸素の検出方法。
- [請求項4] 請求項1に記載の酸素の検出方法であって、
前記金属がイリジウムであり、酸化物が酸化イットリウムであることを特徴とする酸素の検出方法。
- [請求項5] 空気リークの判別方法であって、
請求項1から請求項4のいずれか一項に記載の酸素の検出方法を用い、空気リークの有無を検知することを特徴とする空気リークの判別方法。
- [請求項6] ガス成分検出装置であって、
請求項1から請求項4のいずれか一項に記載の酸素の検出方法を行うことを特徴とするガス成分検出装置。

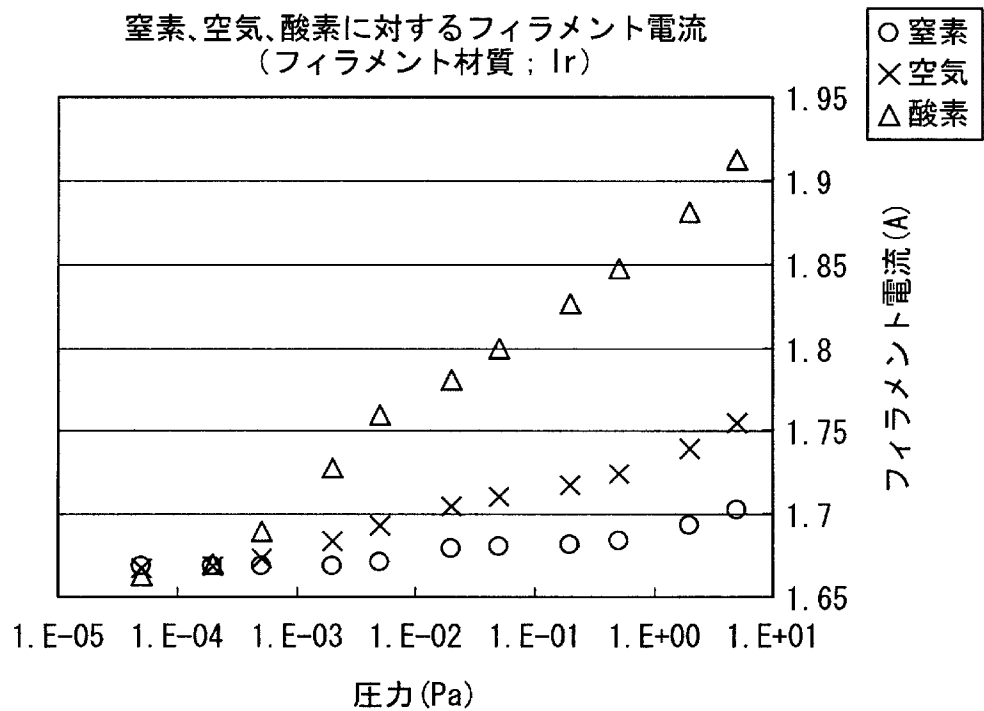
- [請求項7] 請求項6に記載のガス成分検出装置であって、
 フィラメント電流値、圧力値、及び酸素の検出信号を外部に出力する出力部を含むことを特徴とするガス成分検出装置。
- [請求項8] ガス成分検出装置であって、
 請求項5に記載の空気リークの判別方法を行うことを特徴とするガス成分検出装置。
- [請求項9] 請求項8に記載のガス成分検出装置であって、
 フィラメント電流値、圧力値、及び酸素の検出信号を外部に出力する出力部を含むことを特徴とするガス成分検出装置。
- [請求項10] 真空処理装置であって、
 請求項6に記載のガス成分検出装置を含むことを特徴とする真空処理装置。
- [請求項11] 真空処理装置であって、
 請求項8に記載のガス成分検出装置を含むことを特徴とする真空処理装置。



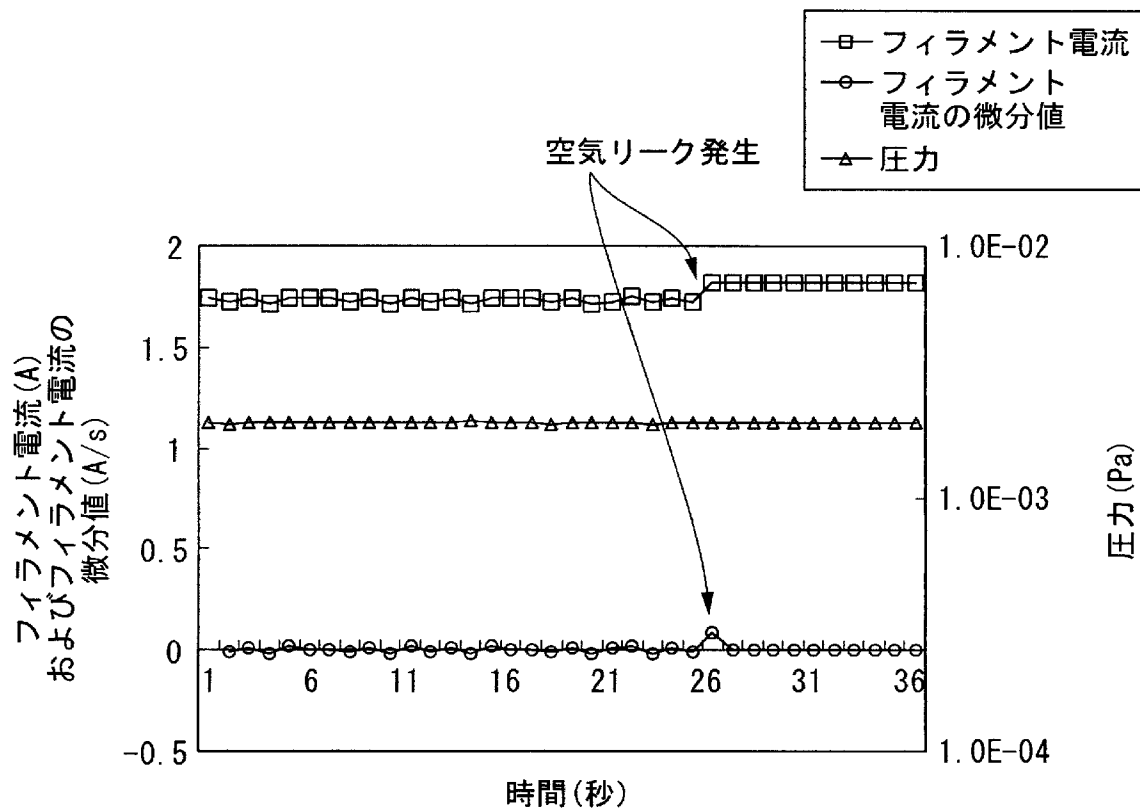
[図2]



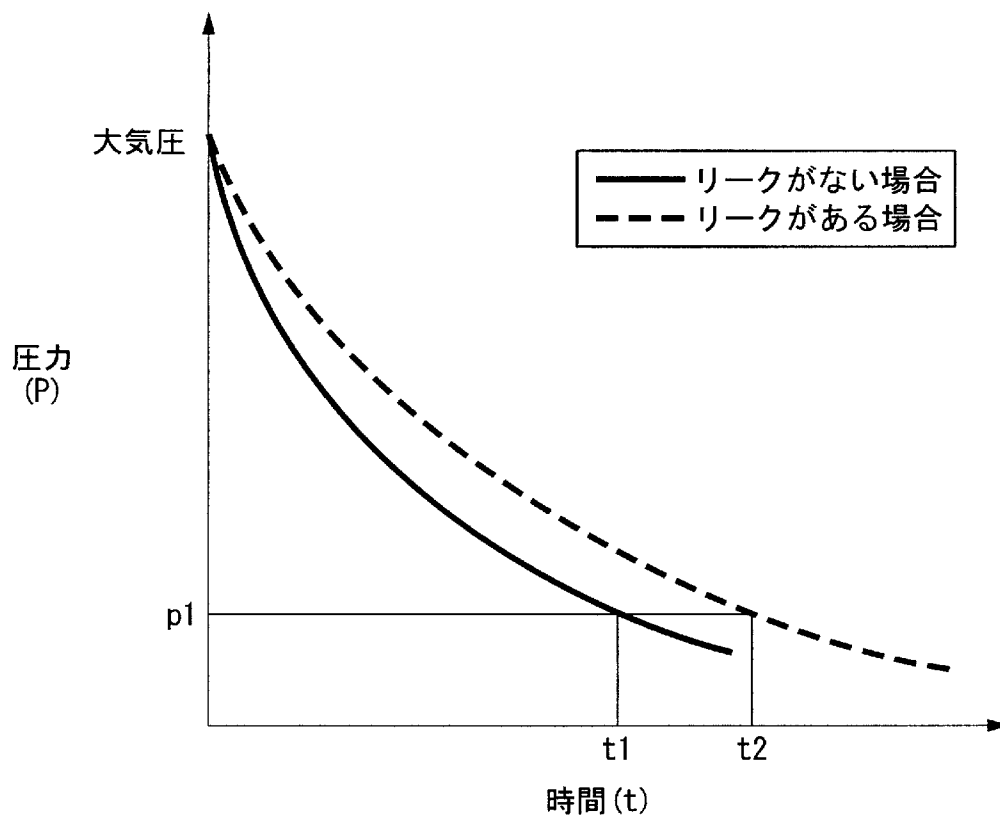
[図3]



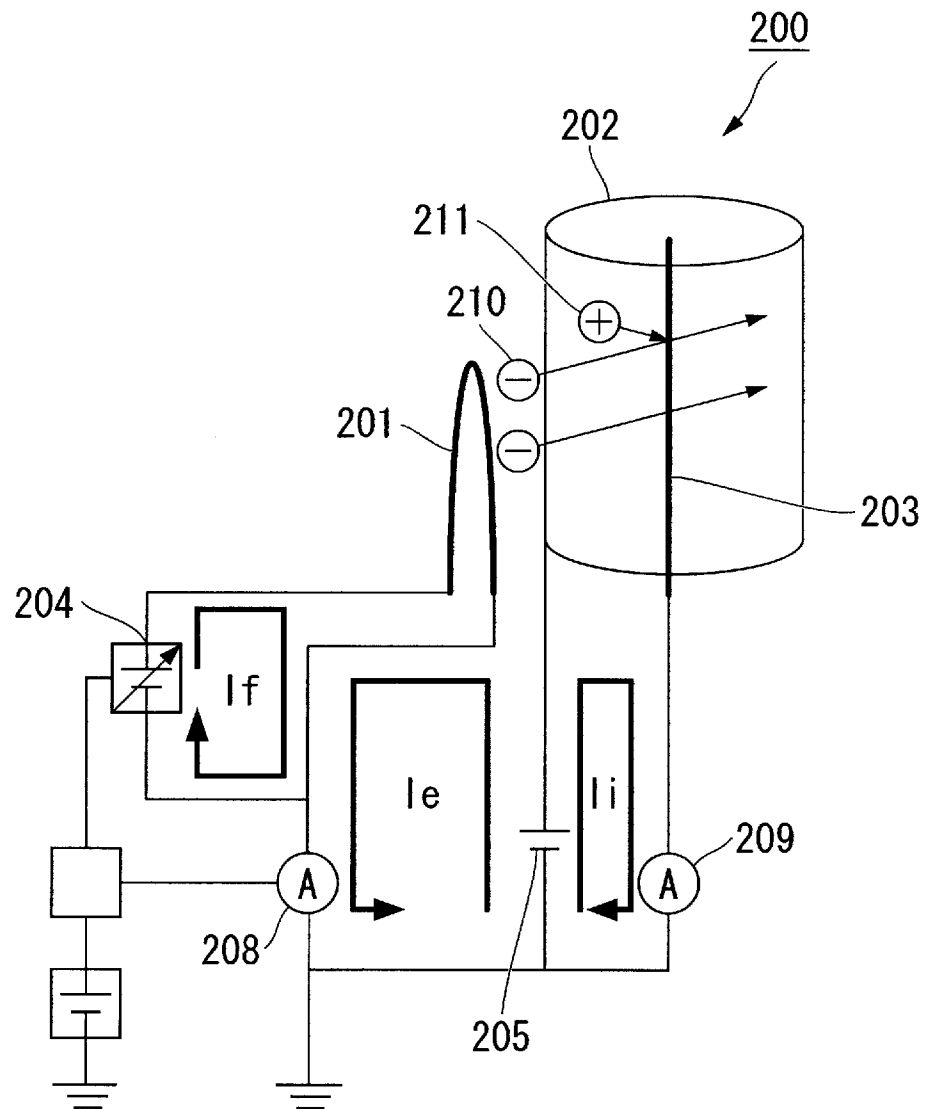
[図4]



[図5]



[図6]



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/001860

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

G01N27/66(2006.01)i, G01L21/32(2006.01)i, G01M3/00(2006.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

G01N27/60-27/70, H01J49/00-49/48, G01M3/00-3/40, G01L21/00-21/36

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2010
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2010	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2010

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

JSTPlus (JDreamII)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 2003-185635 A (Ulvac, Inc.), 03 July 2003 (03.07.2003), paragraph [0025] (Family: none)	1-11
A	WO 2008/133074 A1 (Ulvac, Inc.), 06 November 2008 (06.11.2008), paragraphs [0029], [0040], [0066]; fig. 1, 2, 4 (Family: none)	1-11
A	JP 60-202649 A (Seiko Instruments Inc.), 14 October 1985 (14.10.1985), page 3, upper right column, lines 1 to 15; page 3, lower left column, lines 3 to 6; page 4, upper left column, lines 11 to 15; page 5, upper left column, lines 11 to 15 & EP 156473 A2	1-11

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search
02 April, 2010 (02.04.10)Date of mailing of the international search report
13 April, 2010 (13.04.10)Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2010/001860

C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-213508 A (ULVAC Japan Ltd.), 11 August 1998 (11.08.1998), paragraph [0017] (Family: none)	1-11
A	JP 64-010143 A (Anelva Corp.), 13 January 1989 (13.01.1989), page 2, lower left column, lines 12 to 17 (Family: none)	1-11
A	JP 6-308088 A (Shimadzu Corp.), 04 November 1994 (04.11.1994), paragraph [0007] (Family: none)	1-11
A	JP 2001-273869 A (Anelva Corp.), 05 October 2001 (05.10.2001), paragraph [0078] & US 2002/0036263 A1	1-11
A	JP 2005-114388 A (Tokyo Electron Ltd.), 28 April 2005 (28.04.2005), paragraph [0017] (Family: none)	1-11
A	JP 2005-259606 A (Anelva Corp.), 22 September 2005 (22.09.2005), paragraph [0024] (Family: none)	3
A	WO 2008/010887 A2 (BROOKS AUTOMATION, INC.), 24 January 2008 (24.01.2008), page 2, lines 25 to 26 & EP 2052404 A	3

A. 発明の属する分野の分類（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G01N27/66(2006.01)i, G01L21/32(2006.01)i, G01M3/00(2006.01)i

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料（国際特許分類（I P C））

Int.Cl. G01N27/60-27/70, H01J49/00-49/48, G01M3/00-3/40, G01L21/00-21/36

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1 9 2 2 - 1 9 9 6 年
日本国公開実用新案公報	1 9 7 1 - 2 0 1 0 年
日本国実用新案登録公報	1 9 9 6 - 2 0 1 0 年
日本国登録実用新案公報	1 9 9 4 - 2 0 1 0 年

国際調査で使用した電子データベース（データベースの名称、調査に使用した用語）

JSTPlus(JDreamII)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 2003-185635 A（株式会社アルバック）2003.07.03, [0025]（ファミリーなし）	1-11
A	WO 2008/133074 A1（株式会社アルバック）2008.11.06, [0029], [0040], [0066], 図1, 2, 4（ファミリーなし）	1-11
A	JP 60-202649 A（セイコー電子工業株式会社）1985.10.14, 第3頁右上欄第1-15行, 左下欄第3-6行, 第4頁左上欄第11-15行, 第5頁左上欄第11-15行 & EP 156473 A2	1-11

☒ C欄の続きにも文献が列挙されている。☐ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献（理由を付す）
「O」口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

0 2 . 0 4 . 2 0 1 0

国際調査報告の発送日

1 3 . 0 4 . 2 0 1 0

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁（I S A / J P）

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官（権限のある職員）

島田 英昭

2W

3311

電話番号 03-3581-1101 内線 3292

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求項の番号
A	JP 10-213508 A (日本真空技術株式会社) 1998.08.11, [0017] (ファミリーなし)	1-11
A	JP 64-010143 A (日電アネルバ株式会社) 1989.01.13, 第2頁左下欄第12-17行 (ファミリーなし)	1-11
A	JP 6-308088 A (株式会社島津製作所) 1994.11.04, [0007] (ファミリーなし)	1-11
A	JP 2001-273869 A (アネルバ株式会社) 2001.10.05, [0078] & US 2002/0036263 A1	1-11
A	JP 2005-114388 A (東京エレクトロン株式会社) 2005.04.28, [0017] (ファミリーなし)	1-11
A	JP 2005-259606 A (アネルバ株式会社) 2005.09.22, [0024] (ファミリーなし)	3
A	WO 2008/010887 A2 (BROOKS AUTOMATION, INC.) 2008.01.24, 第2頁第25-26行 & EP 2052404 A	3