(19)日本国特許庁(JP)　(12)公開特許公報(A)　(11)特許出願公開番号
特開2014-196976
(P2014-196976A)
(43)公開日 平成26年10月16日(2014.10.16)

(51)Int.Cl.		FI		テーマコード（参考）
G01L 9/12	(2006.01)	G01L 9/12		2F055
G01L 21/00	(2006.01)	G01L 21/00	Z	

審査請求 未請求 請求項の数 5 ＯＬ （全 14 頁）

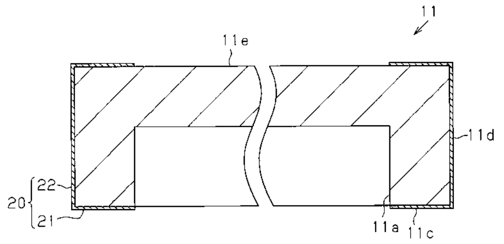
(21)出願番号 特願2013-73328(P2013-73328)
(22)出願日 平成25年3月29日(2013.3.29)

(71)出願人 000231464
株式会社アルバック
神奈川県茅ヶ崎市萩園２５００番地
(74)代理人 100068755
弁理士 恩田 博宣
(74)代理人 100105957
弁理士 恩田 誠
(72)発明者 高橋 直樹
神奈川県茅ヶ崎市萩園２５００ 株式会社アルバック内

Ｆターム(参考) 2F055 AA11 BB01 BB03 CC02 DD01 EE25 FF45 GG12

(54)【発明の名称】金属セラミック接合体、隔膜真空計、金属とセラミックとの接合方法、および、隔膜真空計の製造方法

(57)【要約】
【課題】接合物にひずみが生じることを抑えられる金属セラミック接合体、隔膜真空計、金属とセラミックとの接合方法、および、隔膜真空計の製造方法を提供する。
【解決手段】隔膜真空計は、開口１１ａを有する筒状に形成された基準容器１１と、開口１１ａを塞ぐ板状に形成された隔膜と、隔膜と基準容器１１とを接合する釉薬から構成される接合層２１と、基準容器１１の表面のうち隔膜から離れた部位に形成された釉薬から構成される端子層２２と、を備え、接合層２１と端子層２２とが連続する。
【選択図】図２



【特許請求の範囲】
【請求項１】
金属部材と、
セラミック部材と、
前記金属部材と前記セラミック部材とを接合する釉薬から構成される接合層と、
前記セラミック部材の表面のうち前記金属部材から離れた部位に形成された端子層と、
を備え、
前記接合層と前記端子層とが連続する
金属セラミック接合体。
【請求項２】
前記接合層には、正の可動イオンとして機能する金属元素が含まれ、
前記接合層では、前記セラミック部材と接触する部位と前記金属部材と接触する部位とのいずれか一方に前記金属元素が偏っている
請求項１に記載の金属セラミック接合体。
【請求項３】
開口を有する筒状に形成されたセラミック容器と、
前記開口を塞ぐ板状に形成された金属隔膜と、
前記金属隔膜と前記セラミック容器とを接合する釉薬から構成される接合層と、
前記セラミック容器の表面のうち前記金属隔膜から離れた部位に形成された端子層と、
を備え、
前記接合層は、前記開口の周囲に形成され、
前記端子層は、前記セラミック容器の外周面の少なくとも一部に形成され、
前記接合層と前記端子層とが連続する
隔膜真空計。
【請求項４】
金属部材とセラミック部材とを接合する釉薬から構成される接合層が形成されることと、
前記セラミック部材の表面に端子層が形成されることと、
前記金属部材と前記セラミック部材とが接合されること、とを備え、
前記接合されることでは、
前記端子層が、前記金属部材から離れた部位に前記接合層に連続して配置され、
前記接合層が前記接合層を構成する前記釉薬のガラス転移点未満の温度まで加熱され、かつ、前記端子層と前記金属部材との間に電圧が印加され、かつ、前記金属部材と前記セラミック部材とが圧接される
金属とセラミックとの接合方法。
【請求項５】
開口を有する筒状に形成されたセラミック容器と、前記セラミック容器の開口を塞ぐ板状に形成された金属隔膜とを接合する釉薬から構成される接合層が形成されることと、
前記セラミック容器の外周面の少なくとも一部に端子層が形成されることと、
前記金属隔膜と前記セラミック容器とが接合されることと、を備え、
前記接合されることでは、
前記接合層が、前記開口の周囲に配置され、
前記端子層が、前記金属隔膜から離れた部位に前記接合層に連続して配置され、
前記接合層が前記接合層を構成する前記釉薬のガラス転移点未満の温度まで加熱され、かつ、前記端子層と前記金属隔膜との間に電圧が印加され、かつ、前記金属隔膜と前記セラミック容器とが圧接される
隔膜真空計の製造方法。
【発明の詳細な説明】
【技術分野】
【０００１】

本開示の技術は、セラミックから構成される部材と金属から構成される部材との接合体である金属セラミック接合体、隔膜真空計、セラミックと金属との接合方法、および、隔膜真空計の製造方法に関する。

【背景技術】

【０００２】

隔膜真空計は、底部を有する筒状に形成された２つの容器と、２つの容器の間に挟まれることによって、各容器の開口された端部を封止する隔膜とを備えている。隔膜は、測定の基準となる圧力が印加される基準圧力室を一方の容器と形成し、測定される圧力が印加される測定圧力室を他方の容器と形成する。基準圧力室を構成する容器の内壁面には、電極が、隔膜と向かい合う位置に形成されている。隔膜真空計では、隔膜と電極との間の静電容量が、基準圧力室の圧力に対する測定圧力室の圧力として検出される（例えば、特許文献１参照）。

【先行技術文献】

【特許文献】

【０００３】

【特許文献１】特表２００２－５００３５１号公報

【発明の概要】

【発明が解決しようとする課題】

【０００４】

ところで、隔膜真空計では、隔膜と各容器とが、ガラスはんだ、あるいは、溶接によって接合されている。隔膜と各容器とがガラスはんだによって接合される場合であれ、溶接によって接合される場合であれ、隔膜と各容器とが接合されるときに、隔膜と各容器とを接合する接合物の状態が液状体から固体に変わることによって、隔膜と各容器とが接合される。接合物の状態の変化によって、接合物の容積も変化するため、接合物にはひずみが生じてしまう。なお、こうしたひずみは、隔膜真空計を構成する隔膜と各容器とを接合する接合物に限らず、液状体から固体に変化することによって２つの部材を接合する接合物であれば共通に生じる。

【０００５】

本開示の技術は、接合物にひずみが生じることを抑えられる金属セラミック接合体、隔膜真空計、金属とセラミックとの接合方法、および、隔膜真空計の製造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】

【０００６】

本開示の技術における金属セラミック接合体の一態様は、金属部材と、セラミック部材と、前記金属部材と前記セラミック部材とを接合する釉薬から構成される接合層と、前記セラミック部材の表面のうち前記金属部材から離れた部位に形成された端子層と、を備える。前記接合層と前記端子層とが連続する。

【０００７】

本開示の技術における金属セラミック接合体の一態様によれば、金属部材と接合されるセラミック部材には、釉薬で構成された端子層が、金属部材から離れた部位に接合層と連続して形成されている。これにより、金属部材とセラミック部材とが接合されるときに、端子層および金属部材の各々が端子として機能するため、端子層と金属部材との間にて、電圧の印加が可能になる。それゆえに、接合層が加熱された状態で、端子層と金属部材との間に電圧が印加されることによって、固体である接合層を用いて、同じく固体である金属部材とセラミック部材との接合が可能になる。すなわち、上述の態様は、金属部材とセラミック部材とが接合されるときに、接合層を溶解させずに金属部材とセラミック部材とを接合させることが可能な構成であり、結果として、この態様によれば、金属部材とセラミック部材とが接合されるときに接合層にひずみが生じることを抑えられる。

【０００８】

本開示の技術における金属セラミック接合体の他の態様は、前記接合層には、正の可動

イオンとして機能する金属元素が含まれ、前記接合層では、前記セラミック部材と接触する部位と前記金属部材と接触する部位とのいずれか一方に前記金属元素が偏っている。

【０００９】

端子層と金属部材との間に電圧が印加されるとき、接合層に含まれる正の可動イオンは、負電位が印加される端子に向けて移動する。本開示の技術における接合体の他の態様によれば、接合層にてセラミック部材と接触する部位と、接合層にて金属部材と接触する部位とのいずれか一方に金属元素が偏っているため、金属元素が偏っていない構成と比べて、端子層と金属部材との間に電圧を印加することによる接合が容易である。

【００１０】

本開示の技術における隔膜真空計の一態様は、開口を有する筒状に形成されたセラミック容器と、前記開口を塞ぐ板状に形成された金属隔膜と、前記金属隔膜と前記セラミック容器とを接合する釉薬から構成される接合層と、前記セラミック容器の表面のうち前記金属隔膜から離れた部位に形成された端子層と、を備える。前記接合層は、前記開口の周囲に形成され、前記端子層は、前記セラミック容器の外周面の少なくとも一部に形成され、前記接合層と前記端子層とが連続する。

【００１１】

本開示の技術における隔膜真空計の一態様によれば、接合層が加熱された状態で、端子層と金属隔膜との間に電圧を印加することができるため、固体である接合層を用いて、同じく固体である金属隔膜とセラミック容器とを接合することが可能になる。そのため、金属隔膜とセラミック容器とが接合されるときに接合層にひずみが生じることが抑えられる。それゆえに、上述した隔膜真空計によれば、接合層を液状体から固体に変えることで金属隔膜とセラミック容器とが接合された隔膜真空計と比べて、測定の精度が高められる。

【００１２】

本開示の技術における金属とセラミックとの接合方法の一態様は、金属部材とセラミック部材とを接合する釉薬から構成される接合層が形成されることと、前記セラミック部材の表面に端子層が形成されることと、前記金属部材と前記セラミック部材とが接合されること、とを備える。前記接合されることでは、前記端子層が、前記金属部材から離れた部位に前記接合層に連続して配置され、前記接合層が前記接合層を構成する前記釉薬のガラス転移点未満の温度まで加熱され、かつ、前記接端子層と前記金属部材との間に電圧が印加され、かつ、前記金属部材と前記セラミック部材とが圧接される。

【００１３】

本開示の技術における金属とセラミックとの接合方法の一態様によれば、セラミック部材と金属部材とが接合されるときに、金属部材とセラミック部材とが圧接され、かつ、接合層がガラス転移点未満の温度に加熱された状態で、端子層と金属部材との間に電圧が印加される。そのため、固体である金属部材とセラミック部材とが、固体である接合層によって接合される。それゆえに、金属部材とセラミック部材とが接合されるときに、接合層にひずみが生じることが抑えられる。

【００１４】

本開示の技術における隔膜真空計の製造方法の一態様は、開口を有する筒状に形成されたセラミック容器と、前記セラミック容器の開口を塞ぐ板状に形成された金属隔膜とを接合する釉薬から構成される接合層が形成されることと、前記セラミック容器の外周面の少なくとも一部に端子層が形成されることと、前記金属隔膜と前記セラミック容器とが接合されることと、を備える。前記接合されることでは、前記接合層が、前記開口の周囲に配置され、前記端子層が、前記金属隔膜から離れた部位に前記接合層に連続して配置され、前記接合層が前記接合層を構成する前記釉薬のガラス転移点未満の温度まで加熱され、かつ、前記端子層と前記金属隔膜との間に電圧が印加され、かつ、前記金属隔膜と前記セラミック容器とが圧接される。

【００１５】

本開示の技術における隔膜真空計の製造方法の一態様によれば、固体である金属隔膜とセラミック容器とが、固体である接合層によって接合される。そのため、金属隔膜とセラ

ミック容器とが接合されるときに、接合層にひずみが生じることが抑えられる。結果として、接合層を液状体から固体に変える隔膜真空計の製造方法と比べて、隔膜真空計の測定の精度を高めることができる。

【図面の簡単な説明】

【００１６】

【図１】本開示の隔膜真空計の一実施形態の断面構造を示す断面図である。

【図２】基準容器の断面構造を示す断面図である。

【図３】隔膜真空計の製造方法の一実施形態における隔膜と各容器との接合工程を模式的に示す図である。

【図４】接合層における可動イオンの状態を模式的に示す図である。

【図５】隔膜と各容器とを接合するときの圧力、熱、および、電圧の各々の印加のタイミングを示すタイミングチャートである。

【発明を実施するための形態】

【００１７】

図１から図５を参照して、本開示の金属セラミック接合体、隔膜真空計、金属とセラミックとの接合方法、および、隔膜真空計の製造方法の一実施形態を説明する。以下では、金属セラミック接合体の一例である隔膜真空計の構成、隔膜真空計の製造方法の順に説明する。

【００１８】

［隔膜真空計の構成］

図１および図２を参照して隔膜真空計の構成を説明する。以下では、隔膜真空計の全体構成、隔膜真空計に形成されている釉薬層の順に説明する。

【００１９】

図１に示されるように、隔膜真空計１０は、基準容器１１、測定容器１２、および、金属部材としての隔膜１３を備え、隔膜１３には、基準容器１１と測定容器１２とが接合されている。基準容器１１および測定容器１２は、セラミック部材およびセラミック容器を構成している。基準容器１１および測定容器１２の各々は、開口１１ａ，１２ａおよび底部を有する筒状に形成され、基準容器１１と測定容器１２との形成材料には、例えば、酸化アルミニウム（Al_2O_3）を主成分とするセラミックが用いられる。形成材料には、Al_2O_3が、例えば、８５％以上９９％以下の割合で含まれている。

【００２０】

隔膜１３は、２つの開口１１ａ，１２ａの各々を塞ぐ板状に形成され、隔膜１３では、一方の面が基準容器１１の開口１１ａと向かい合い、他方の面が測定容器１２の開口１２ａと向かい合っている。隔膜１３の外径は、基準容器１１および測定容器１２の外径よりも大きく、隔膜１３は、基準容器１１および測定容器１２の外周面から径方向の外側に向けて延びている。隔膜１３の形成材料には、例えば、鉄とニッケルとを含む合金であるインバー、スーパーインバー、ステンレスインバー、および、コバール４２合金（コバールは登録商標）等のいずれかが用いられる。あるいは、隔膜１３の形成材料には、例えば、モリブデンハステロイ（ハステロイは登録商標）、あるいは、インコネル（インコネルはの登録商標）等のいずれかが用いられる。これらの形成材料の熱膨張係数は、各容器１１，１２の形成材料の主成分である酸化アルミニウムの熱膨張係数と略等しいため、各容器１１，１２と隔膜１３との温度が変化することにより、各容器１１，１２と隔膜１３との間にひずみが生じることを抑えられる。

【００２１】

隔膜１３には、基準容器１１と測定容器１２とが、２つの開口１１ａ，１２ａが隔膜１３を挟んで相互に向かい合う状態で接合されている。隔膜１３は、測定の基準となる圧力が印加される基準圧力室１１ｂを基準容器１１と形成し、測定される圧力が印加される測定圧力室１２ｂを測定容器１２と形成している。

【００２２】

基準容器１１の内壁面には、測定電極１４が、隔膜１３と向かい合う位置に形成されて

いる。測定電極１４は、例えば、モリブデンとマンガンとを含む粒子、あるいは、チタンを含む粒子が内壁面の一部に拡散したメタライズ層と、メタライズ層上に形成され、例えば金によって構成される金属層とによって構成されている。

【００２３】

基準容器１１の底部には、底部の外壁面と内壁面との間を貫通する貫通孔が形成され、貫通孔内には、底部の外壁面よりも基準容器１１の軸方向の外側に向けて延びる引出電極１５が通されている。引出電極１５は、例えば、測定電極１４の金属層と同じ材料等の金属で構成され、引出電極１５の内壁面側の端部は、例えば、銅と銀とを含むろうによって測定電極１４のメタライズ層にろう付けされている。

【００２４】

測定容器１２の底部には、底部の外壁面と内壁面との間を貫通する圧力印加ポート１２ｃが形成されている。底部の外壁面における少なくとも圧力印加ポート１２ｃの開口を囲む部分には、例えば、モリブデンとマンガンとを含む粒子、または、チタンを含む粒子が拡散したメタライズ層が形成されている。メタライズ層には、圧力印加管部１６が、例えば、銅と銀とを含むろうによってろう付けされている。

【００２５】

隔膜真空計１０では、測定対象となる圧力が、圧力印加管部１６から測定圧力室１２ｂに印加されると、隔膜１３が、基準圧力室１１ｂの圧力と測定圧力室１２ｂの圧力との差に応じて、基準容器１１の底部、もしくは、測定容器１２の底部に向かって凸状に撓む。隔膜１３が撓むことによって、隔膜１３と測定電極１４との間の静電容量が変化するため、隔膜真空計１０では、隔膜１３と測定電極１４との間の静電容量が、基準圧力室１１ｂの圧力に対する測定圧力室１２ｂの圧力として引出電極１５を経由して出力される。

【００２６】

なお、基準圧力室１１ｂ内の圧力が真空である場合には、隔膜真空計１０は、絶対圧力計として機能し、基準圧力室１１ｂが大気圧に解放されている場合には、隔膜真空計１０は、相対圧力計、すなわち、ゲージ圧力計として機能する。隔膜真空計１０が絶対圧力計である場合には、隔膜真空計１０には、基準圧力室１１ｂ内の気体分子を吸着するケミカルゲッタが備えられていることが好ましい。

【００２７】

［隔膜真空計の釉薬層］

図２を参照して隔膜真空計１０の釉薬層を説明する。なお、釉薬層は、基準容器１１と測定容器１２との両方に形成されているものの、各容器１１，１２における釉薬層の形成される部分と、釉薬層の機能とは同じである。そのため、以下では、基準容器１１に形成された釉薬層のみを説明し、測定容器１２に形成された釉薬層についての説明を省略する。また、図２には、説明の便宜上、基準容器１１に接合された隔膜１３と、隔膜１３に接合された測定容器１２との図示が省略されている。

【００２８】

図２に示されるように、釉薬層２０は、基準容器１１の開口を囲む開口側端面１１ｃに形成された接合層２１と、外周面１１ｄおよび底部外壁面１１ｅの外縁に形成された端子層２２とから構成されている。接合層２１は、開口の周囲の面である開口側端面１１ｃの全周にわたって形成されている。接合層２１は、開口側端面１１ｃと隔膜１３における基準容器１１と向かい合う面との間に挟まれることで、基準容器１１と隔膜１３とを接合する。端子層２２は、外周面１１ｄの全周、および、底部外壁面１１ｅの外縁の全周にわたって形成されている、すなわち、端子層２２は、基準容器１１の表面のうち隔膜１３とは離れた部位に、接合層２１と連続して形成されている。

【００２９】

釉薬層２０の形成材料には、ガラス基材と、ガラス基材に混合された金属元素とから構成される釉薬が用いられる。釉薬に含まれる金属元素は、正の可動イオンとして機能する金属元素であり、釉薬には、金属元素として、例えば、ナトリウム、カリウム、および、カルシウム等の少なくとも１種が含まれている。釉薬層２０を構成するガラス基材には、

例えば、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラス、コバールガラス、および、鉛ガラス等が用いられる。なお、いずれの材料においても酸化ケイ素が主成分であり、これらの材料では、酸化ケイ素以外に含まれる金属酸化物の種類や割合が相互に異なる。

【００３０】

釉薬層２０は、測定電極１４と引出電極１５とが形成された後に形成される。なお、測定容器１２の釉薬層２０は、圧力印加管部１６がろう付けされた後に形成される。釉薬層２０が形成されるときには、まず、基準容器１１の表面に金属元素を含む液状体の釉薬が塗布され、次いで、釉薬が焼結される。これにより、基準容器１１の表面には、固体状の釉薬層２０が形成される。

【００３１】

［隔膜真空計の製造方法］

図３および図４を参照して、隔膜真空計１０の製造方法を説明する。

隔膜真空計１０が製造されるときには、まず、底部を有する筒状に形成された基準容器１１および測定容器１２が準備される。基準容器１１および測定容器１２は、上述のようにセラミックから構成され、基準容器１１には、引出電極１５用の貫通孔が形成される一方、測定容器１２には、圧力印加ポート１２ｃが形成される。基準容器１１と測定容器１２が準備されるときには、各容器１１，１２の開口１１ａ，１２ａを塞ぐ板状に形成された隔膜１３も準備される。隔膜１３は、上述のように金属から構成され、隔膜１３は、各容器１１，１２よりも大きい外径を有する板状に形成される。

【００３２】

各容器１１，１２および隔膜１３が準備されると、基準容器１１には、測定電極１４が、内壁面における隔膜と向かい合う位置に形成される。測定電極１４が形成されるときには、例えば、まず、モリブデンとマンガンとを含む金属ペースト、あるいは、チタンを含む金属ペーストが、基準容器１１の内壁面の一部に塗布され、焼結される。これにより、モリブデンとマンガンとを含む微粒子、または、チタンを含む微粒子が内壁面に熱拡散されることで、内壁面の一部にメタライズ層が形成される。次いで、金から構成される金属層が、例えば、めっき法、真空蒸着法、および、スパッタ法等によってメタライズ層上に形成される。そして、引出電極１５が、基準容器１１の貫通孔内に通される。

【００３３】

測定容器１２には、測定電極１４が形成されるときと同等の方法で、測定容器１２の外壁面における圧力印加ポート１２ｃを囲む部位に、メタライズ層が形成される。メタライズ層には、圧力印加管部１６が、圧力印加管部１６の開口と圧力印加ポート１２ｃとが向かい合う状態でろう付けされる。

【００３４】

各電極１４，１５の形成や圧力印加管部１６のろう付けが行われると、釉薬の塗布と焼結とが、基準容器１１の表面と測定容器１２の表面との各々に対して行われる。これにより、図２に示されるような接合層２１と端子層２２とから構成される釉薬層２０が、基準容器１１と測定容器１２との各々に形成される。なお、各容器１１，１２に釉薬層２０が形成されるときには、各容器１１，１２の開口側端面、外周面、および、底部外壁面には、例えば、同じ釉薬が、開口側端面から底部外壁面まで外周面を経由して塗布される。これにより、各容器１１，１２の表面には、接合層２１と、接合層２１に周方向の全体で連続する端子層２２とが形成される。また、釉薬層２０は焼結により形成されているため、釉薬層２０は固体の状態である。

【００３５】

各容器１１，１２に釉薬層２０が形成されると、基準容器１１と測定容器１２とが、隔膜１３を挟んで配置され、基準容器１１と測定容器１２とが、隔膜１３を挟んで開口１１ａ，１２ａが相互に向かい合う状態に位置合わせされる。

【００３６】

図３に示されるように、隔膜１３を挟んで配置された基準容器１１と測定容器１２とが、隔膜１３に向けて治具３１によって押さえつけられる。治具３１は、例えば、各容器１

１，１２の底部と接することによって、各容器１１，１２の底部から隔膜１３に向かう方向の圧力Ｆを印加する。これにより、各容器１１，１２と隔膜１３との間に挟まれた接合層２１には治具３１による圧力Ｆが印加され、接合層２１と隔膜１３とが密着する。治具３１は、例えば、接合層２１の表面と隔膜１３の表面との間に隙間が生じないだけの圧力Ｆを各容器１１，１２に印加する。

【００３７】

治具３１には、例えば、抵抗加熱ヒータ等のヒータ３２が搭載され、治具３１は、各容器１１，１２の底部と接することによって、各容器１１，１２に熱Ｈを印加する。これにより、接合層２１には治具３１からの熱Ｈが印加され、接合層２１および端子層２２は、ガラス基材のガラス転移点未満の温度まで加熱される。

【００３８】

隔膜１３と、各容器１１，１２の外周面に形成された端子層２２とには、隔膜１３と各端子層２２との間に直流電圧を印加する電源３３が接続される。電源３３が隔膜１３と各端子層２２とに接続されるときには、例えば、電源３３の正端子が各端子層２２に接続される一方、電源３３の負端子が隔膜１３に接続される。これにより、隔膜１３に負電位が印加され、各接合層２１に正電位が印加される。

【００３９】

図４に示されるように、治具３１によって加圧および加熱された接合層２１に電圧が印加されると、接合層２１に含まれる金属元素が正の可動イオン２３として機能するため、接合層２１と隔膜１３との間での電荷の移動が可能になる。可動イオン２３は、正電荷のキャリアとして負電位が印加された隔膜１３に向けて移動するため、接合層２１では、可動イオン２３が、隔膜１３と接触する部位に偏る。可動イオン２３の一部は、接合層２１から隔膜１３内まで移動している。

【００４０】

可動イオン２３は、接合層２１の隔膜１３と接触する部位にて、接合層２１を構成する酸化ケイ素や、隔膜１３の表面に形成された金属酸化物を還元する。酸化ケイ素や金属酸化物は酸素が取り除かれることによって、酸化物としての安定な状態から、単体としての不安定な状態に変わる。そのため、不安定なケイ素と金属とは、安定な状態となるために相互に結合し、結果として、固体の状態である接合層２１と隔膜１３との界面が接合される。

【００４１】

なお、本願発明者によれば、各容器１１，１２と隔膜１３とに圧力Ｆ、熱Ｈ、および、電圧が同時に印加されると、酸素ガスが釉薬層２０から放出され、所定の時間が過ぎると、酸素ガスが放出されなくなることが認められている。こうした結果により、接合層２１と隔膜１３とが接合されるときには、接合層２１における隔膜１３と接触する部位において、上述のような還元反応に基づく接合反応が生じていることが示唆される。

【００４２】

このように、接合層２１に対する加圧、加熱、および、電圧の印加が同時に行われることで、固体状の接合層２１が、同じく固体である隔膜１３と接合する。これにより、接合層２１を介して隔膜１３と各容器１１，１２とが接合される。そのため、ガラスはんだや溶接によって各容器と隔膜とを接合させる構成、すなわち、接合物が液状体から固体に変わることによって各容器と隔膜とを接合させる構成と比べて、接合層２１にひずみが生じることを抑えられる。それゆえに、こうした方法によって製造された隔膜真空計１０では、測定の精度が高められる。

【００４３】

また、製造された隔膜真空計１０では、接合層２１にて隔膜１３と接触する部位に可動イオン２３が偏っているため、可動イオン２３が偏っていない構成と比べて、端子層２２と隔膜１３との間に電圧を印加することによる接合が容易である。

【００４４】

なお、隔膜真空計１０が絶対圧力計である場合には、各容器１１，１２と隔膜１３との

接合が、減圧された雰囲気、例えば、１０$^{－３}$Ｐａ以下の真空雰囲気で行われる。一方、隔膜真空計１０がゲージ圧力計である場合には、各容器１１，１２と隔膜１３との接合が大気圧雰囲気で行われる。

【００４５】

［接合工程］

図５を参照して隔膜１３と各容器１１，１２との接合工程をより詳しく説明する。以下では、隔膜１３と各容器１１，１２との接合工程の一例として、真空雰囲気にて隔膜１３と各容器１１，１２とが接合される場合の工程を説明する。なお、図５では、接合層２１の温度の遷移が実線で示され、基準容器１１と測定容器１２との間に印加される圧力の遷移が一点鎖線で示され、接合層２１と隔膜１３との間に印加される電圧の遷移が二点鎖線で示されている。

【００４６】

各容器１１，１２と隔膜１３との接合が行われるときには、まず、大気圧雰囲気にて、基準容器１１と測定容器１２とが隔膜１３に対して位置合わせされる。次いで、基準容器１１、測定容器１２、および、隔膜１３が治具３１に挟まれることで、基準容器１１と測定容器１２とが隔膜１３に対して所定の圧力Ｆで押し付けられる。基準容器１１と測定容器１２との間に所定の圧力Ｆが印加された状態で、基準容器１１、測定容器１２、および、隔膜１３が真空雰囲気に配置される。各容器１１，１２および隔膜１３が真空雰囲気に配置されることによって、各容器１１，１２内が、接合層２１と隔膜１３との隙間を通じて排気される。この方法では、大気圧雰囲気にて各容器１１，１２に対する加圧が行われた状態で、各容器１１，１２および隔膜１３が真空雰囲気に配置される。そのため、真空雰囲気で動作可能なアクチュエータを準備する必要がない分、接合工程に用いられる装置の構成を簡素化することができる。

【００４７】

図５に示されるように、基準容器１１、測定容器１２、および、隔膜１３が真空雰囲気に配置されると、タイミングＴ０にて、基準容器１１および測定容器１２に対する加熱が開始され、接合層２１の温度が上昇し始める。接合層２１の温度が、タイミングＴ１にて、接合層２１のガラス転移点未満の所定の温度、例えば、３００℃以上８００℃以下の範囲に含まれる所定の温度に達すると、接合層２１の温度が、各容器１１，１２と隔膜１３とが接合されるまで一定に保たれる。

【００４８】

各接合層２１の温度が所定の温度に達すると、タイミングＴ２にて、各端子層２２と隔膜１３との間への電圧の印加が開始され、各端子層２２と隔膜１３との間には、所定の電圧、例えば、３００Ｖ以上１０００Ｖ以下の範囲に含まれる所定の電圧が印加される。なお、印加される電圧が３００Ｖよりも低い、あるいは、１０００Ｖよりも高い範囲であっても、隔膜１３と各容器１１，１２との接合は可能である。ただし、印加される電圧が３００Ｖよりも低い場合には、可動イオン２３の移動が起こりにくくなる。一方、印加される電圧が１０００Ｖよりも高い場合には、可動イオン２３の移動が、１０００Ｖ以下である場合と比べて速くなるために、隔膜１３と各容器１１，１２との接合の強度が弱くなりやすい。これにより、タイミングＴ２にて、各容器１１，１２と隔膜１３との圧接、接合層２１の加熱、および、接合層２１に対する電圧の印加が同時に行われるため、タイミングＴ２から各接合層２１が隔膜１３と接触する部位にて上述した接合反応が開始される。

【００４９】

上述の加圧、加熱、および、電圧の印加が同時に行われている状態が所定の時間にわたって維持されると、タイミングＴ３にて、電圧の印加が終了される。各容器１１，１２に形成された接合層２１と隔膜１３とは、タイミングＴ２からタイミングＴ３までの間に接合され、これにより、各容器１１，１２と隔膜１３とが接合される。

【００５０】

なお、電圧の印加が終了されるタイミングＴ３は、タイミングＴ２から所定の時間が経過した時刻として予め設定されてもよいし、接合時の反応によって放出される酸素ガスが

監視される構成であれば、酸素ガスが放出されなくなった時刻であってもよい。

【００５１】

電圧の印加が終了されると、タイミングＴ４にて、各容器１１，１２の加熱が終了され、接合層２１の温度が下降し始める。接合層２１の温度が所定の温度まで下降すると、タイミングＴ５にて、接合された各容器１１，１２、および、隔膜１３が、真空雰囲気から大気圧雰囲気に取り出され、各容器１１，１２に圧力を印加している治具３１が、各容器１１，１２から取り外される。

【００５２】

以上説明したように、金属セラミック接合体、隔膜真空計、金属とセラミックとの接合方法、および、隔膜真空計の製造方法の一実施形態によれば、以下に列挙する効果を得ることができる。

【００５３】

（１）隔膜真空計１０では、隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、端子層２２および隔膜１３の各々が端子として機能するため、端子層２２と隔膜１３との間にて、電圧の印加が可能になる。そのため、接合層２１が加熱された状態で、端子層２２と隔膜１３との間に電圧が印加されることによって、固体である接合層２１を用いて、同じく固体である隔膜１３と各容器１１，１２との接合が可能になる。すなわち、隔膜真空計１０は、隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、接合層２１を溶解させずに隔膜１３と各容器１１，１２とを接合させることが可能な構成である。結果として、隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、接合層２１にひずみが生じることを抑えられる。

【００５４】

（２）接合層２１にて隔膜１３と接触する部位に可動イオン２３が偏っているため、可動イオン２３が偏っていない構成と比べて、端子層２２と隔膜１３との間に電圧を印加することによる接合が容易である。

【００５５】

（３）隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、接合層２１にひずみが生じることが抑えられるため、接合層を液状体から固体に変えることで隔膜と各容器とが接合された隔膜真空計と比べて、測定の精度が高められる。

【００５６】

（４）各容器１１，１２と隔膜１３とが接合されるときに、隔膜１３と各容器１１，１２とが圧接され、かつ、接合層２１がガラス転移点未満の温度に加熱された状態で、端子層２２と隔膜１３との間に電圧が印加される。そのため、固体である隔膜１３と各容器１１，１２とが、固体である接合層２１によって接合される。それゆえに、隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、接合層２１にひずみが生じることが抑えられる。

【００５７】

（５）隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときに、接合層２１にひずみが生じることが抑えられるため、接合層を液状体から固体に変える隔膜真空計の製造方法と比べて、隔膜真空計１０の測定の精度を高めることができる。

【００５８】

なお、上述した実施形態は、以下のように適宜変更して実施することができる。

・接合層２１への熱Ｈの印加、隔膜１３に対する各容器１１，１２の圧接、端子層２２と隔膜１３との間への電圧の印加の各々は、図４に示されるタイミングにて開始されたり終了されたりしなくともよい。熱Ｈの印加、圧接、および、電圧の印加の各々の仕方は、適宜変更することができる。要は、加熱、圧接、および、電圧の印加が同時に行われている状態が含まれていれば、各容器１１，１２と隔膜１３との接合が可能である。

【００５９】

・接合層２１が加熱されるときには、少なくとも接合層２１がガラス転移点未満の温度に加熱されればよく、接合層２１と連続する端子層２２は、ガラス転移点以上の温度に加熱されてもよい。こうした構成であっても、接合層２１が固体である以上は、各容器１１

，１２と隔膜１３とが接合されるときに、接合層２１にひずみが生じることが抑えられる。

【００６０】

・端子層２２と隔膜１３との間に電圧が印加されるときには、電源３３の正端子が隔膜１３に接続され、負端子が端子層２２に接続されてもよい。

・電源３３が隔膜１３と端子層２２との間に印加する電圧は、交流電圧でもよいし、直流電圧の正負が途中で切り換えられてもよい。つまり、釉薬中の可動イオン２３が接合対象の表面に移動し、接合対象の表面にて接合に必要とされる還元反応等が進行できる程度であれば、釉薬に印加される電圧は、交流電圧でもよいし、直流電圧であれば極性が切り換えられてもよい。

【００６１】

・基準容器１１と測定容器１２の一方と、隔膜１３の一面との接合にのみ、固体の接合層２１を用いた接合方法が適用されてもよい。この場合であっても、基準容器と測定容器との両方が、接合物が液状体から固体に変わることによって接合される方法と比べて、一方の接合層２１におけるひずみが抑えられる分、測定の精度が高い隔膜真空計を製造することができる。

【００６２】

・接合層２１は、各容器１１，１２の開口側端面ではなく隔膜１３に形成されてもよく、この場合には、端子層２２が各容器１１，１２の表面に形成されればよい。そして、各容器１１，１２と隔膜１３とが接合されるときに、各容器１１，１２に形成された端子層２２と隔膜１３に形成された接合層とが連続されればよい。

【００６３】

・接合層２１を構成する釉薬と、端子層２２を構成する釉薬とは、形成材料の相互に異なる釉薬であってもよい。こうした構成であっても、各釉薬が、ガラス基材と可動イオンとして機能する金属元素とを含み、かつ、接合層２１と端子層２２とが連続していれば、接合層２１と端子層２２とを構成する釉薬が同じである構成と同等の効果を得ることができる。

【００６４】

・端子層２２の形成材料には釉薬が用いられなくともよく、他の導体、例えば、金属等が用いられてもよい。こうした構成であっても、端子層が、接合層２１に連続され、各容器１１，１２と隔膜１３とが接合されるときに、端子層と隔膜１３との間に電圧が印加されることによって、固体の接合層２１によって各容器１１，１２と隔膜１３とを接合させることができる。なお、実施形態のように、端子層の形成材料が接合層２１と同じ釉薬である構成では、端子層の形成材料が例えば金属である構成と比べて、接合層と端子層とを一つの工程で形成することが可能である分、隔膜真空計１０の製造が容易になる。

【００６５】

・接合層２１は、開口１１ａ，１２ａの各々の周囲に形成されていればよく、各容器１１，１２の開口側端面における径方向の全体に形成されていなくともよい。この場合には、接合層２１によって各容器１１，１２と隔膜１３とが接合可能であり、かつ、接合層２１が、各容器１１，１２の外周面に形成された端子層２２と連続していればよい。

【００６６】

・端子層２２は、各容器１１，１２の底部に形成されていなくともよく、少なくとも各容器１１，１２の外周面に形成されていればよい。また、端子層２２は、外周面の周方向および軸方向の全体に形成されていなくともよく、周方向および軸方向の一部にのみ形成されてもよい。こうした構成であっても、接合層２１と端子層２２とが連続する構成であれば、端子層２２と隔膜１３との間に電圧を印加することによって、接合層２１にも電圧を印加することができる。

【００６７】

・端子層２２は、周方向の全体で接合層２１と連続していなくともよく、周方向の一部にて接合層２１と連続する構成であってもよい。こうした構成であっても、端子層２２と

隔膜１３との間に電圧を印加することは可能である。

【００６８】

・隔膜１３は、各容器１１，１２の開口１１ａ，１２ａを塞ぐことのできる大きさであればよく、隔膜１３の外径は、各容器１１，１２の外径と等しくともよく、あるいは、隔膜１３の外径は、各容器１１，１２の外径よりも小さくともよい。こうした構成であっても、各容器１１，１２に形成された端子層２２と隔膜１３との間に電圧を印加することは可能である。

【００６９】

・接合層２１内の可動イオン２３は、接合層２１における隔膜１３と接触する部位に偏っていなくともよい。ただし、接合層２１内での可動イオン２３の偏りをなくすためには、隔膜１３と各容器１１，１２とが接合される途中で、端子層２２と隔膜１３との間に印加される電圧の極性が切り換えられる必要がある。そのため、端子層２２と隔膜１３とに対する電圧の印加方法が煩雑になる。

【００７０】

・可動イオン２３は、隔膜１３と接触する部位ではなく、各容器１１，１２と接触する部位に偏っていてもよい。この場合には、接合層２１は、隔膜１３の表面に塗布された釉薬が焼結されることによって形成されていることが好ましい。隔膜１３と各容器１１，１２とが接合されるときには、電源３３の正端子が隔膜１３に接続され、負端子が端子層２２に接続される。これにより、正の可動イオンとして機能する金属元素が、負電位が印加される端子層２２に向けて移動し、接合層２１における各容器１１，１２と接触する部位に偏る。接合層２１における各容器１１，１２と接触する部位では、実施形態と同等の反応が起こることによって、固体である各容器１１，１２と固体である接合層２１とが接合される。

【００７１】

・金属元素は、ナトリウム、カリウム、および、カルシウムに限らず、他の金属元素であってもよい。要は、端子層２２と隔膜１３との間に電圧が印加されたときに、接合層２１内で可動イオンとして機能することのできる金属元素であれば、釉薬を構成する金属元素として用いることができる。

【００７２】

・釉薬を構成するガラス基材には、ホウケイ酸ガラス、ソーダ石灰ガラス、コバールガラス、および、鉛ガラス以外のガラス、例えば、石英ガラス等が用いられてもよい。

・基準容器１１と測定容器１２との形成材料には、酸化アルミニウム以外のセラミック、例えば、酸化ジルコニウム、窒化ケイ素、炭化ケイ素、および、窒化アルミニウム等を主成分とするセラミックが用いられてもよい。各容器１１，１２の形成材料にこれらのセラミックが用いられた場合であっても、固体状の接合層２１による各容器１１，１２と隔膜１３との接合は可能である。

【００７３】

・隔膜１３の形成材料には、上述した合金に限らず、例えば、鉄、ニッケル、コバルト、クロム、および、モリブデン等の金属が用いられてもよい。隔膜１３の形成材料にこれらの金属が用いられた場合であっても、固体状の接合層２１による各容器１１，１２と隔膜１３との接合は可能である。

【００７４】

・測定電極１４および引出電極１５の形成材料には、上述以外の金属、例えば、銅、タングステン等が用いられてもよい。

・ヒータ３２は、治具３１内に搭載されていなくともよく、治具３１とは独立した構成でもよい。こうした構成では、ヒータは、治具３１を通じて各容器１１，１２を加熱する構成でもよいし、各容器１１，１２に接することによって各容器１１，１２を加熱する構成でもよい。

【００７５】

・上述の実施形態にて説明した隔膜真空計１０は、金属セラミック接合体の一例である

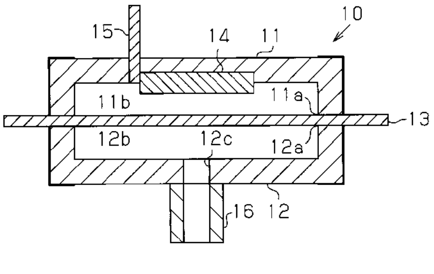
。本開示の技術における金属セラミック接合体は、隔膜真空計１０に限らず、金属部材とセラミック部材とが、釉薬から構成される接合層によって接合され、かつ、接合層には、端子層が連続する金属セラミック接合体であればよい。

【符号の説明】

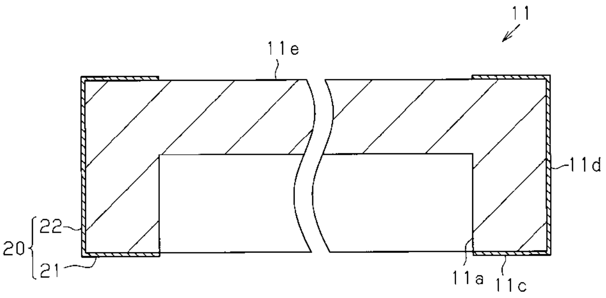
【００７６】

１０…隔膜真空計、１１…基準容器、１１ａ，１２ａ…開口、１１ｂ…基準圧力室、１１ｃ…開口側端面、１１ｄ…外周面、１１ｅ…底部外壁面、１２…測定容器、１２ｂ…測定圧力室、１２ｃ…圧力印加ポート、１３…隔膜、１４…測定電極、１５…引出電極、１６…圧力印加管部、２０…釉薬層、２１…接合層、２２…端子層、２３…可動イオン、３１…治具、３２…ヒータ、３３…電源。

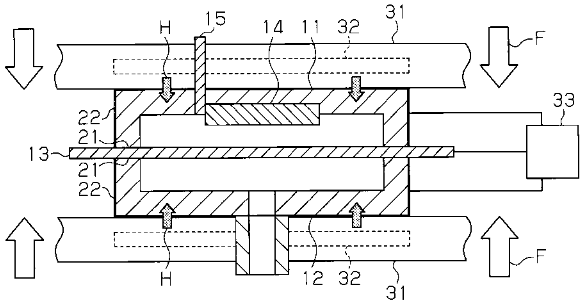
【図１】



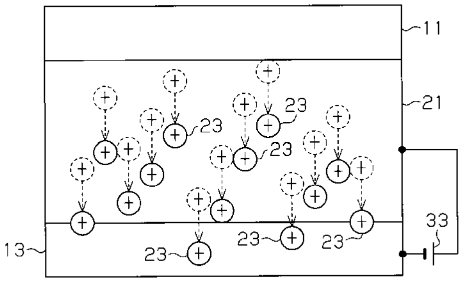
【図２】



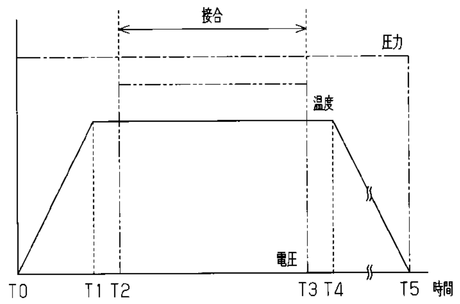
【図３】


H
15
14
11
32
31
F
33
22
21
13
21
22
H
12
32
31
F

【図４】


11
21
23
23
23
33
13
23
23
23

【図５】


接合
圧力
温度
電圧
T0
T1 T2
T3 T4
T5 時間