

平成 29 年度 TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」

調査研究報告書(公開版)

【研究題目】

材料およびバリア膜・接合界面等からのガス透過放出位置の可視化に関する調査研究

【整理番号】

TK17-010

【代表機関】

物質・材料研究機構

【調査研究代表者（氏名、連絡先 TEL & Mail）】

板倉明子, 029-859-2841, itakura.akiko@nims.go.jp

【TIA 内連携機関：連携機関代表者】

AIST：吉田 肇

KEK：谷本育律

【TIA 外連携機関】

東邦大学：高木祥示

成蹊大学：中野武雄

【報告書作成者】 板倉明子

【報告書作成年月日】 2018 年 02 月 25 日

【連携推進（具体的な連携推進活動内容とその活動の効果等）】

2017 年 7 月 24 日つくばイノベーションプラザで「材料およびバリア膜・接合界面等からのガス透過放出位置の可視化に関する調査研究（以下 TIA-DIET）」と「真空排気技術の革新的展開：長寿命低活性化温度非蒸発ゲッターコーティングの開発（以下 TIA-NEG）」との合同キックオフミーティングを開催した。TIA-DIET は継続課題であったため、キックオフと同時に前年度の調査研究の報告を行った。午前 (TIA-DIET)の参加者は 40 名、午後(TIA-NEG)の参加者は 54 名で、活発な議論が交わされた。参加者は TIA 中核 5 機関のほか、大学等の TIA 参画機関、共同研究中の大学・企業の他に、研究に注目してくれている企業の方に参加いただいた。昼食時交流会には 23 名、夕食時の懇親会にも 23 名の参加があり、ここでも名刺交換や発展的な議論が続けられた。

通常の連携活動に関しては、メール等でのやり取りと 2 ヶ月に一度程度、連携研究者の一部(数名程度)が打ち合わせることで、実験研究を進めた。TIA-DIET,TIA-NEG とともに、真空分野で重要な研究テーマであり、日本真空学会の研究会にあわせたタイミングで打ち合わせを行っていたため、その場に同席した他大学(学習院大学、東京大学等)の研究者にも意見を聞くことができた。

TIA-DIET の目的である「板状材料や真空封止試料の背面から水素等のガスを供給し、反対面から放出される原子・分子を位置情報と共に電子衝撃脱離法で検出し、固溶サイトや透過経路を解明する。顕微構造解析と比較する事で、材料開発や溶接・封止技術の向上にフィードバックする」件に関し、連携機関の A 社から提供された試料について、ガス放出位置を特定し、2018 年より共同研究を開始することとなった。ステンレス鋼試料に関しても、結晶方位を制御した試料を KEK で構造解析し、NIMS で結晶方位を確認し、水素透過がどこから始まるかを確認する段階にきている。連携活動の中で、試料ホルダーも(他機関からの試料を測定可能な)汎用性の高いものに改造した。

【調査研究内容（実験等中心に背景・課題と実行された課題解決の内容と結果）】

予備実験：連携機関から提供された封止デバイス試料について、DIET 装置(特開 2017-187457)を用いて、シール部分からのガス放出位置を特定した。

特許出願：吸着低減のための改質表面からのガス放出において、改質により水素の吸着が低減されていることの確認と、表面への改質被覆が不十分であった場所からの水素放出が確認された。その結果を用いて【特願 2018-26518, イオンの測定装置及びそれを用いた点欠陥の位置検出方法】を申請した。

研究論文と学会発表：同装置で、NIMS で加工転位を入れたオーステナイトステンレス鋼の水素透過を測定し、水素の可視化を行った結果を論文発表した【N. Miyauchi, et al., Scripta Materialia **144** (2018) 69–73】。出版前の web 版公開直後に米国企業が共同研究の打診に来るなど、注目度の高い研究発表となった。金属材料系の学会からの招待講演も多く 2017 年度のみで 4 件行った。学生が参画していたため、彼らの一般講演を含めると、17 件の発表をしたことになる。解説記事の執筆も依頼された【板倉他“水素顕微鏡の開発”配管技術 2017 年 11 月号】。

企業からの共同研究の打診および、測定依頼の申し込みも多かった。そのうちの何社かと面談を行っているため、今後の共同研究へ発展させたい。

その他実験とホルダー作成：転位を無くし、単一構造の結晶粒で、結晶方位のみを変えて調整した試料について、 μ XRD および EBSD 測定を行った (μ XRD は KEK で、EBSD は NIMS で行った)。今後水素透過特性を測定し、結晶方位や構造と水素透過の関係を測定する。また、透過の絶対量を測定するためのフィルターが AIST から提供され、DIET 装置に組み込むことで、可視化された放出イオンの絶対量を校正する、そのための準備段階である。

昨年度は、試料ホルダーが試料をホルダーに溶接するタイプだったが、二重 O-ring の間を差動排気することで、エラストマーシールでありながら超高真空対応とする試料の脱着の容易な試料ホルダーを試作した。現在シールのテスト段階で、二重 O-ring を用いても、超高真空を保持し、DIET の実験ができることが分かった。

【今後の活動予定】

現在、調査研究チームで応募した外部資金(科研費基盤 A, および S)の結果待ちをしている。また、CREST および、新規の装置開発の外部資金への応募を検討している。

上記の実験準備が完了しているため、実験を続け、論文の形で発表する。現在執筆中の点欠陥の論文も、来年度の春には完成する予定である。

また、30 年度 TIA かけはしでの企業提案テーマでの指名を受け、Ultra-pure/Ultra-clean なプロセスの実現のための、プロセスガスに反応せず、またプロセスへのコンタミとなるガス放出の小さい表面の開発と、その確認のための実験手法の開発をテーマに、TIA かけはしの課題を新規提案したい。

以上。