

平成 30 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】

非蒸発型ゲッターコーティングによる真空排気技術の革新的展開

【整理番号】

TK18-014

【代表機関】

高エネルギー加速器研究機構

【調査研究代表者（氏名）】

間瀬一彦

【TIA 内連携機関：連携機関代表者】

産業技術総合研究所： 新井 健太

物質・材料研究機構： 橋本 綾子

筑波大学： 佐々木 正洋

東京大学： 福谷 克之

【TIA 外連携機関】

総研大、日本原子力研究開発機構、横浜国立大学、千葉大学、成蹊大学、東京工業大学、立教大学、東京理科大学、愛媛大学、東京学芸大学、分子科学研究所

【報告書作成者】

間瀬一彦

【報告書作成年月日】

2019 年 3 月 22 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）】

2018 年 9 月 12 日に NIMS 千現研究本館第 1 会議室において、キックオフミーティングを開催した（TIA 連携プログラム調査研究「先進イナート表面への挑戦：極低活性・極低反応性表面を実現する材料/処理技術の探索とその計測技術の調査」との共催）。TIA 中核 5 機関の担当者（間瀬（KEK）、新井（産総研）、佐々木（筑波大）、橋本（NIMS）、松本（東京学芸大、福谷（東大）の代理））が研究計画を紹介したのち、吉川（東大）による「宇宙研究への応用の例（期待）」という発表が行われた。その後、1 時間の総合討論において活発な議論が交わされた。参加者は 42 名で、TIA 中核 5 機関所属の方のほか、大学等の TIA 参画機関、共同研究中の大学、関連企業からの参加があり、関心の高さがうかがわれた。昼食時交流会には 35 名、夕食時の懇親会にも 14 名が参加し、ここでも名刺交換や活発な議論が続けられた。本テーマについての認識を共有し、その後の連携につながる有意義なミーティングとなった。

物質・材料研究機構では、KEK で作製した新しい非蒸発型ゲッター材料である無酸素 Pd/Ti 試料の TEM、SEM、EDS 測定および耐剥離特性の評価を行った。また、東大、学芸大との連携研究として東大タンデム加速器施設を利用して、無酸素 Pd/Ti コートした SUS304L について、核反応法で水素の深さ分布を測定した。

東大 M2 の菅原裕太君、千葉大 M1 の矢野敬太君、横浜国大 M1 の佐藤裕太君、東京学芸大 M1 の岡田朋大君が KEK の特別共同利用研究員に採用され、非蒸発型ゲッターコーティングの研究を行うとともにそれぞれ、東大、千葉大、横浜国大、東京学芸大との連携を担当した。

その他の連携活動に関しては、メール等でのやり取りを行うとともに、2ヶ月に一度程度学会等の会合を利用して、メンバーの一部（数名程度）が打ち合わせた。また、メンバーが共同利用等で KEK を訪れたときに個別に打ち合わせを行った。

【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）】

1. 無酸素 Pd/Ti コーティングの開発

新しい非蒸発型ゲッターである無酸素 Pd/Ti の研究を行い、133~150°C、12 時間のベーキングで活性化し H₂ と CO を排気することができる、大気導入と活性化を繰り返しても排気速度が低下しない、260°C まで熱的に安定である、コーティングの手順が従来よりも容易で、熟練技術者を要しない、酸素導入下でベーキングすると、H₂、H₂O、CO、CH₄ などの脱ガスを抑制できることを見出した。以上の研究成果を基に以下の 3 報の論文を報告した。

- 1) “Improved pumping speeds of oxygen-free palladium/titanium nonevaporable getter coatings and suppression of outgassing by baking under oxygen”, Tetsuya Miyazawa, Yu Kano, Yasuo Nakayama, Kenichi Ozawa, Toshiharu Iga, Misao Yamanaka, Ayako Hashimoto, Takashi Kikuchi, Kazuhiko Mase, *J. Vac. Sci. Technol. A* **37**, 02160 (2019).
- 2) “XPS Study on the Thermal Stability of Oxygen-Free Pd/Ti Thin Film, a New Non-Evaporable Getter (NEG) Coating”, Tetsuya Miyazawa, Masashi Kurihara, Shinya Ohno, Takashi Kikuchi, and Kazuhiko Mase, *AIP Conf. Proc.* **2054**, 060045 (2019).
- 3) “Oxygen-free palladium/titanium coating, a novel nonevaporable getter coating with an activation temperature of 133 °C”, Tetsuya Miyazawa, Masashi Kurihara, Shinya Ohno, Naoya Terashima, Yuto Natsui, Hiroo Kato, Yoshihiro Kato, Ayako Hashimoto, Takashi Kikuchi, and Kazuhiko Mase, *J. Vac. Sci. Technol. A* **36**, 051601 (2018).

2. 無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した ICF203 マウント NEG ポンプの開発

菊地（KEK）が中心となって無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した ICF203 マウント NEG ポンプを製作し、初期排気速度が水素に対して 680 L/s、一酸化炭素に対して 900 L/s であることを見出した。この研究を基に以下の 1 報の論文を報告した。

- 1) “Development of NEG Pump Using Oxygen-Free Pd/Ti”, Takashi Kikuchi, Tetsuya Miyazawa, Hiromu Nishiguchi, and Kazuhiko Mase, *AIP Conf. Proc.* **2054**, 060046 (2019).

菊地（KEK）は本業績で、平成 30 年度 KEK 技術賞を受賞した。

3. 無酸素 Pd/Ti 試料の TEM、SEM、EDS 測定（KEK と物材機構、東京学芸大の連携研究）

- (1) Pd(50nm)/Ti(1µm)/SUS304L(8×8×1mm)を 150°C で 12 時間加熱した試料
- (2) Pd(50nm)/Ti(1µm)/SUS304L(8×8×1mm)を 300°C で 5 分間加熱した試料
- (3) Ti(1µm)/SUS304L(8×8×1mm)を 150°C で 12 時間加熱した試料
- (4) Ti(1µm)/SUS304L(8×8×1mm)を 300°C で 5 分間加熱した試料

を作製し、断面 TEM 観察（(1)、(2)のみ）、表面 SEM、EDS マッピングを測定した。

4. 無酸素 Pd/Ti 試料の核反応測定（KEK と東大、東京学芸大の連携研究）

無酸素 Pd/Ti コーティングを行った試料（Pd(6nm)/Ti(14nm)/SUS304L(1mm)）に水素を室温にて 20,000 L（ 1.3×10^{-2} Pa・200 s）曝露し、核反応法の測定を行い、水素の深さ分布を測定した。

次いで、測定する深さを 9 nm の位置で固定し、昇温をしながら測定を行い、9 nm の位置での加熱による γ 線収量の変化を調べた。この実験より水素は Ti 内部へと吸蔵され、加熱により 130°C 付近から水素の脱離が起きていることが確認できた。さらに昇温実験後の試料に水素を先同じ条件で曝露し、加熱温度や加熱時間を変えながら一連の測定を行い、水素吸蔵量・吸蔵領域・脱離温度などの変化を調べた。

5. 無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した ICF ゼロリングス NEG ポンプの開発（KEK と横国大の連携研究）

無酸素 Pd/Ti コーティングを利用して ICF203 ゼロリングス NEG ポンプを開発した。150°C、6 時間加熱で活性化したときの H₂ と CO に対する初期排気速度はそれぞれ 2200 L/s、1500 L/s であった。さらに H₂ と CO に対する初期排気速度の加熱温度、加熱時間依存性を測定した。本 ICF ゼロリングス NEG ポンプは 2019 年 3 月より（有）バロックインターナショナルから販売を開始した。

6. 民間企業と KEK との共同研究

平成 30 年度は、入江工研（株）、（株）日立製作所、（株）日立ハイテクノロジーズ、（有）バロックインターナショナルの 4 社と KEK の共同研究を行った。それぞれの共同研究において、各社に満足していただける研究成果を挙げることができた。

7. 非蒸発型ゲッターコーティングの産業応用に関する調査研究

真空展 2018（2018 年 9 月 5～7 日）、SAT テクノロジー・ショーケース 2019（2019 年 1 月 29 日）に参加して、非蒸発型ゲッターコーティングの産業応用に関する調査を行った。

【今後の活動予定】

本調査研究の最終目的は無酸素 Pd/Ti などの新しい非蒸発型ゲッターコーティングを改良し、広く産業界に普及させ、真空ポンプや電力等のコストを低減するとともに真空排気時間を短縮し、真空技術を基盤とする各種関連産業の国際的競争力を高めることである。本年度の TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」により、非蒸発型ゲッターコーティング研究は大きく進展したが、最終目的はまだ達成できていない。そこで、TIA 内外機関と引き続き連携して、TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」を来年度も継続することを予定している。同時に、科研費や民間の研究助成にも申請する。また、非蒸発型ゲッターコーティングの事業化に関心を持つ民間企業と連携して、非蒸発型ゲッターコーティングの事業化を推進する。

以上