

2020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】超高真空下での昇華によるチタン蒸着の産業応用に関する調査研究

【整理番号】TK20-026

【代表機関】大学共同利用機関法人 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】

物質・材料研究機構：	板倉 明子
筑波大学：	佐々木 正洋
東京大学：	福谷 克之
東北大学：	江島 丈雄

【TIA 外連携機関】

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、東京電機大学、弘前大学、入江工研(株)、(有)パロックインターナショナル

【報告書作成者】

間瀬 一彦

【報告書作成年月日】

2021年3月26日(金)

【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)】

物質・材料研究機構(NIMS)では、高エネルギー加速器研究機構(KEK)で作製した超高真空下での昇華によるチタン蒸着試料について、走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡による観察、エネルギー分散型X線分光測定を行った。

東大M2の小野真聖君がKEKの特別共同利用研究員に採用され、超高真空下での昇華によるチタン蒸着研究を行うとともに東大とKEKとの連携を担当した。

入江工研(株)とKEKの共同研究に関する打ち合わせを6回行った。また、入江工研(株)の狩野悠氏がKEKの共同研究員になった。その結果、超高真空下での昇華によるチタン蒸着の産業応用に関する調査が進展した。

(有)パロックインターナショナル代表取締役社長の西口宏氏と電話、メール等でやり取りを行い、令和2年度研究成果展開事業研究成果最適展開支援プログラムA-STEPトライアウト「窒素分子で表面を保護した無酸素チタンを利用した低活性化温度非蒸発型ゲッターポンプの開発」を申請するにあたって、支援人材と企業担当者になってもらった。その結果、本申請は採択された。

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、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。

(株)日立ハイテクとKEKで共同研究契約を締結し、打ち合わせを9回行った。その結果、超高真空下での昇華によるチタン蒸着の産業応用に関する調査が進展した。

【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)】

1. 超高真空下での昇華により作製したチタン（無酸素 Ti）蒸着膜の真空排気性能評価および排気メカニズムの解明に関する研究（KEK と東大、横国大、東京理科大、東工大、NIMS の連携研究）

超高真空下での昇華によりチタンを蒸着した真空容器は 185°C、6 時間の加熱後に室温に戻すと、H₂、H₂O、O₂、CO、CO₂などの残留ガスを排気すること、大気曝露前に高純度 N₂を導入するとベーキングと大気曝露を 30 回繰り返しても排気能力を維持することを見出した。また、放射光光電子分光による分析、走査型電子顕微鏡および透過型電子顕微鏡による観察、エネルギー分散型 X 線分光測定に基づいて、残留ガス排気メカニズムを研究した。以下のプロシーディングス 1 報を報告した。

- 1) 「新しい非蒸発型ゲッターである分子/無酸素 Ti 薄膜の作製と性能評価」、小野真聖、佐藤裕太、増田裕介、菊地貴司、大野真也、中山泰生、間瀬一彦、小澤健一、吉岡和夫、吉川一朗、第 17 回日本加速器学会年会（PASJ2020）プロシーディングス、WEPP42（2020）。

また、以下の学会発表を行った。

- 1) 「無酸素 Ti 蒸着の放射光ビームラインへの応用」、菊地貴司、小野真聖、佐藤裕太、増田裕介、吉岡和夫、吉川一朗、大野真也、中山泰生、間瀬一彦、2020 年度 量子ビームサイエンスフェスタ、オンライン開催、2021 年 3 月 10 日(水)（ポスターセッション、P4-217T）
- 2) 「無酸素 Ti 蒸着真空容器の真空排気性能評価と放射光光電子分光に基づく活性化、真空排気機構の考察」、小野真聖、佐藤裕太、増田裕介、菊地貴司、大野真也、中山泰生、○間瀬一彦、小澤健一、吉岡和夫、吉川一朗、第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、オンライン開催、2021 年 1 月 9 日（土）（ポスター、ショートプレゼンテーション、7D001）
- 3) 「無酸素 Ti 薄膜の真空排気性能評価の調査と活性化機構の考察」、小野真聖、佐藤裕太、増田裕介、菊地貴司、大野真也、中山泰生、間瀬一彦、小澤健一、吉岡和夫、吉川一朗、2020 年日本表面真空学会学術講演会、オンライン開催、2020 年 11 月 20 日。（一般講演、2Ep12）
- 4) 「新しい非蒸発型ゲッターである分子/無酸素 Ti 薄膜の作製と性能評価」、小野真聖、佐藤裕太、増田裕介、菊地貴司、大野真也、中山泰生、間瀬一彦、吉岡和夫、吉川一朗、第 17 回日本加速器学会年会、オンライン開催、2020 年 9 月 2 日～4 日。（ポスターセッション、WEPP42）

本研究において、小野真聖君（東大新領域）が 2020 年日本表面真空学会学術講演会講演奨励賞（スチューデント部門）を受賞した。また、小野真聖君は本研究で修士号を取得した。令和 2 年度修士論文「宇宙機器に搭載可能な非蒸発型ゲッターの開発に向けたチタン蒸着膜の研究」2021 年 3 月提出、指導教員 吉川一朗教授。

2. 超高真空下での昇華により作製した Pd/Ti（無酸素 Pd/Ti）蒸着技術に関する応用研究（KEK と入江工研(株)、(有)パロックインターナショナル、東大、横国大、東京理科大、NIMS の連携研究）

超高真空下での昇華により作製する Pd/Ti（無酸素 Pd/Ti）蒸着技術を(有)パロックインターナショナルおよび入江工研(株)に移転して、ICF203 ゼロリングス NEG ポンプおよびベローズへの応用研究を進め、以下のプロシーディングス 1 報を報告した。

- 1) 「無酸素 Pd/Ti 非蒸発型ゲッター（NEG）コーティングを行ったベローズ、ステンレス箔の性能評価」、狩野悠、小川忠良、矢部学、大島和馬、加藤良浩、増田裕介、小野真聖、佐藤裕太、中山泰生、吉岡和夫、吉川一朗、大野真也、菊地貴司、間瀬一彦、第 17 回日本加速器学会年会（PASJ2020）プロシーディングス、WEPP43（2020）。

また、以下の学会発表を行った。

- 1) “Technology Transfer from KEK”, Kazuhiko Mase, Applications & Industry - Townhall event, Zoom Meeting, Aug. 18, 2020.
- 2) 「NEG 真空ポンプの開発」、間瀬一彦、2020 年度量子ビームサイエンスフェスタ（第 38 回 PF シンポジウム）、オンライン開催、2021 年 3 月 11 日(木)（30ral108）

- 3) 「無酸素 Pd/Ti 蒸着を利用した量産型 ICF203 ゼロレンクス非蒸発型ゲッター (NEG) ポンプの真空排気性能評価」、間瀬一彦、西口宏、小野真聖、吉岡和夫、吉川一郎、佐藤裕太、大野真也、加藤良浩、菊地貴司、第 34 回日本放射光学会年会・放射光科学合同シンポジウム、オンライン開催、2021 年 1 月 10 日 (日) (ポスター、ショートプレゼンテーション、9P002)
 - 4) 「無酸素 Pd/Ti 蒸着した ICF203 ゼロレンクスフィン型非蒸発型ゲッターポンプの排気性能評価と電子顕微鏡観察」、佐藤裕太、菊地貴司、宮澤徹也、大野真也、橋本綾子、山中操、○間瀬一彦、2020 年日本表面真空学会学術講演会、オンライン開催、2020 年 11 月 20 日。(一般講演、2Ep13)
 - 5) 「無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した量産型 ICF203 ゼロレンクス非蒸発型ゲッター (NEG) ポンプの性能評価」、西口 宏、小野 真聖、吉岡 和夫、吉川 一郎、佐藤 裕太、大野 真也、加藤 良浩、菊地 貴司、間瀬 一彦、第 17 回日本加速器学会年会、オンライン開催、2020 年 9 月 2 日～4 日。(講演、FROT02)
 - 6) 「無酸素 Pd/Ti 非蒸発型ゲッター (NEG) コーティングを行ったベローズ、ステンレス箔の性能評価」、狩野 悠、小川 忠良、矢部 学、大島 和馬、加藤 良浩、増田 祐介、小野 真聖、佐藤 裕太、中山 泰生、吉岡 和夫、吉川 一郎、大野 真也、菊池 貴司、間瀬 一彦、第 17 回日本加速器学会年会、オンライン開催、2020 年 9 月 2 日～4 日。(ポスターセッション、WEPP43)
3. 超高真空下での昇華により作製した Ag/Pd/Ti (無酸素 Ag/Pd/Ti) 蒸着膜の排気特性に関する研究 (KEK と東大、横国大、東京理科大の連携研究)
- 超高真空下での昇華により作製する Ag/Pd/Ti (無酸素 Ag/Pd/Ti) 蒸着の排気性能に関する研究を進め、以下のプロシーディングス 1 報を報告した。
- 1) 「無酸素銀/パラジウム/チタン (Ag/Pd/Ti) 非蒸発型ゲッター (NEG) コーティングの性能評価」、増田裕介、中山泰生、小野真聖、吉岡和夫、吉川一郎、佐藤裕太、大野真也、菊地貴司、間瀬一彦、第 17 回日本加速器学会年会 (PASJ2020) プロシーディングス、THPP41 (2020)。
- また、以下の学会発表を行った。
- 1) 「無酸素銀/パラジウム/チタン (Ag/Pd/Ti) 非蒸発型ゲッター (NEG) コーティングの性能評価」、増田裕介、中山泰生、小野真聖、吉岡和夫、吉川一郎、佐藤裕太、大野真也、菊地貴司、間瀬一彦、第 17 回日本加速器学会年会、オンライン開催、2020 年 9 月 2 日～4 日。(ポスターセッション、THPP41)

【今後の活動予定】

本調査研究の最終目的は、超高真空下での昇華によるチタン蒸着法を改良して産業界に普及させることで、電力等のコストを削減するとともに CO₂ 排出削減に寄与することである。その結果、真空技術を基盤とする各種関連産業の国際競争力を高めることにも貢献できると考えている。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、超高真空下での昇華によるチタン蒸着研究は大きく進展した。今後は、TIA 連携プログラム探索推進事業「かけはし」の継続課題として申請するとともに、科研費や民間の研究助成等の外部資金を獲得して研究を継続する。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、超高真空下での昇華によるチタン蒸着法の事業化を推進する。

以上