

令和 6 年 6 月 12 日現在

機関番号：82118

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2021～2023

課題番号：21K04891

研究課題名（和文）あらゆる真空装置をゲッターポンプに変える小型製膜装置の開発と膜内排気機構の解明

研究課題名（英文）Development of a compact coating device that turns any vacuum device into a getter pump and elucidation of its pumping mechanism

研究代表者

谷本 育律（Tanimoto, Yasunori）

大学共同利用機関法人高エネルギー加速器研究機構・加速器研究施設・教授

研究者番号：60311130

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,200,000円

研究成果の概要（和文）：本研究は、近年粒子加速器の真空システム用に開発された非蒸発型ゲッター（NEG）コーティング技術をあらゆる超高真空装置に応用させることを目標としている。本研究課題において、従来の手法と異なるTiZrV合金とSmCo永久磁石を採用した小型NEG成膜装置の研究開発を進め、実用化に十分な真空性能（ 10^{-9} Pa台の超高真空）が得られることを実証した。また、普及に向けてネックとなっていたTiZrV合金を高品質（高純度、高密度）かつ低コスト（高い歩留まり）で製造する手法を確立させた。さらに、多様な真空装置にも適用させるため、プラズマ解析による磁気回路の最適化を行い、更なる小型化に向けた設計を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究において、高い真空排気性能を有するNEGコーティングが従来の大型成膜装置とは異なるICF114フランジマウント型の小型成膜装置でも実現できることを実証した。基本成膜方式としてマグネトロンスパッタ法を踏襲することで、小型化に不可欠な合金ターゲットと永久磁石を用いる成膜装置でも同様な結晶構造をもつNEGコーティングが成膜できていることがSEMやXRDによって観察された。このことは、NEG膜の微細結晶構造が吸着分子の膜内拡散に有効であるという学説を支持する。また、小型NEG成膜装置は電子顕微鏡や半導体製造装置など多様な真空装置にも応用可能であり、科学や産業の発展にも寄与することが期待される。

研究成果の概要（英文）：This research aims at applying the Non-evaporation Getter (NEG) coating technology recently developed for particle accelerator vacuum systems to all types of UHV equipment. In this KAKENHI granted period, we have conducted research and development of a compact NEG coating system employing a TiZrV alloy and SmCo permanent magnet, both of which are different from the conventional method, and have demonstrated that sufficient vacuum performance (ultrahigh vacuum in the 10^{-9} Pa range) can be obtained for practical use. We have also established a method to produce TiZrV alloys with high quality (high purity and high density) and low cost (high yield), which has been a bottleneck for their widespread use. Furthermore, we optimized the magnetic circuit by plasma analysis in order to make it applicable to more various vacuum devices, and designed it for further miniaturization.

研究分野：真空工学

キーワード：超高真空 非蒸発型ゲッターコーティング マグネトロンスパッタ 合金ターゲット

様式 C-19、F-19-1、Z-19（共通）

1. 研究開始当初の背景

近年の粒子加速器では「NEG コーティング」と呼ばれる超高真空技術が広く利用されている。ビームダクトの内壁に TiZrV の非蒸発型ゲッター (NEG) 材を成膜することで、高い効率で残留気体分子を排気することが可能となり、開口径 20mm 以下の細長い真空チェンバでも 10^{-8} Pa 台の超高真空を実現している。この画期的な真空技術を電子顕微鏡や半導体製造装置などの真空装置にも応用したいという要望が高まってきているが、従来の長尺ビームダクト用に開発された成膜方式は複雑な形状の装置に用いることができない。そこで、フランジマウントが可能ならまでに小型化した NEG 成膜装置の研究開発を開始するに至った。

2. 研究の目的

本研究では以下の 2 項目を主な目的としている。

- (1) 小型 NEG 成膜装置を用いて、従来の成膜方式と同等な高い真空排気性能を有する NEG コーティングを多様な真空装置で実現すること。その際、小型 NEG 成膜装置の幅広い普及を念頭において、成膜条件の確立、成膜装置の更なる小型化、高品質かつ低コストの TiZrV 合金ターゲットの製造手法確立を目指す。
- (2) 小型化成膜装置で得られる NEG コーティングの評価の過程で、排気特性と表面観察を合わせて行うことにより、NEG ポンプとしての排気メカニズム（主には表面吸着酸素原子の膜内への熱拡散）と膜の微細結晶構造との相関を探求し、NEG コーティングの高い排気特性の解明を目指す。

3. 研究の方法

- (1) 多くの加速器で実績のある高性能な NEG コーティングを得るために従来のマグネトロンスパッタによる成膜方式を踏襲するが、成膜装置の小型化を実現するためにスパッタターゲットに TiZrV 合金、マグネトロン磁気回路に永久磁石を用いた手法を開発する。特に、高い排気性能をもつ NEG コーティングを成膜して普及させるには、TiZrV 合金ターゲットが高品質（高純度、高密度、一様性）かつ低コスト（高い歩留まり）であることが不可欠であり、それらを兼ね備える製造方法の開発を行う。
- (2) 成膜された NEG コーティングの排気特性の評価では、NEG 活性化後の真空装置の到達圧測定と残留ガス分析を基本方針とする。膜の微細結晶構造と組成、表面吸着酸素原子の膜内への熱拡散の評価には、走査型電子顕微鏡 (SEM) とエネルギー分散型蛍光 X 線分析装置 (EDX) を利用して、膜の表面と断面を高精度で観察する。

4. 研究成果

- (1) 高品質 TiZrV 合金ターゲットの製造方法として、新しい熱間鍛造プロセスの試験を実施した。本手法は高品質かつ低コストでの TiZrV 合金製造を確立させるための有力な手段である。これまでの Ti-Zr-V 合金の鍛造実績から、プロセス中の熱的条件に加え、応力の最適化が割れの抑制に対して重要であることが分かっており、今回の新しい熱間鍛造手法においても様々な条件で試験を実施した (図 1)。その結果、割れが生じた場合と生じなかった場合での鍛造条件の違いを詳しく比較することで、熱間鍛造過程における材料の熱条件を最適化させることが必須であることが判明した。



図 1
熱条件を最適化した熱間鍛造手法により製造した TiZrV 合金ターゲット

- (2) 小型 NEG 成膜装置を用いて多岐管に NEG コーティングを施した (図 2)。その際、成膜パラメータ (Kr 放電ガス圧、プラズマ電位、基板温度など) の最適化を行い、 10^{-9} Pa 台の超高真空が生成できることを実証した。

得られた NEG 膜の SEM 観察により、50nm 程度の微細な結晶構造が確認できた (図 3)。このような微細結晶構造の NEG 膜は高密度の結晶粒界をもち、高い排気性能をもたらす表面吸着酸素原子の拡散に有利であると考えられている。

さらに、膜の組成分析を実施した結果、TiZrV の元素比が理想的な 33.3:33.3:33.3 に近いことが判明した。従来の 3 本の純金属を撚り束ねたワイヤターゲットでは 10~15%ずれることが多いが、合金ターゲットを用いることにより組成の正確な制御が可能であることも判明した。

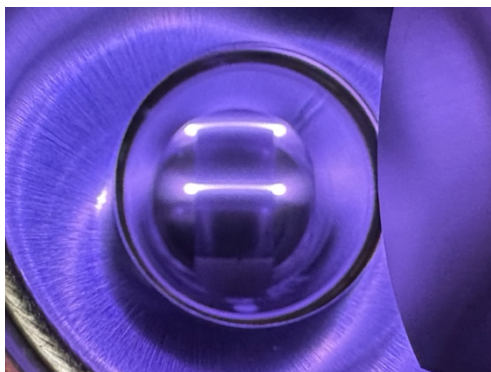


図 2

小型 NEG 成膜装置によるマグネトロンスパッタ成膜中のプラズマ発光

合金ターゲットの内部に周期的に配置した永久磁石によってプラズマが効率的に閉じ込められている

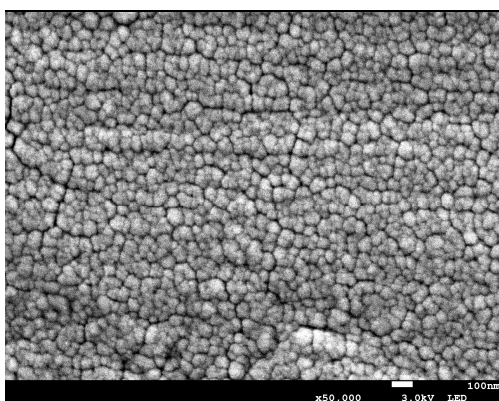


図 3

小型 NEG 成膜装置によって得られた NEG コーティングの表面観察例 (JEOL 7100F FE-SEM)

高性能 NEG コーティングの特徴である 50nm 程度の微細な結晶粒が確認できる

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計0件

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 2件 / うち国際学会 3件）

1. 発表者名 Yasunori Tanimoto, Xiuguang Jin, Takashi Uchiyama, Tohru Honda, Makoto Okano
2. 発表標題 Development of a Flange Mountable TiZrV Non-evaporable Getter Coating Device
3. 学会等名 The 9th International Symposium on Surface Science (ISSS-9) (国際学会)
4. 発表年 2021年

1. 発表者名 Yasunori Tanimoto
2. 発表標題 Non-Evaporable Getter (NEG) Coating Research toward Future Applications in Light Source Accelerators
3. 学会等名 TVS-2023 International Workshop on Multidisciplinary Research National Sun Yat-sen University (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 Yasunori Tanimoto
2. 発表標題 TiZrV Non-evaporable Getter (NEG) Coating for Ultra-high Vacuum (UHV) Systems
3. 学会等名 5th International Symposium of the Vacuum Society of the Philippines (ISVSP2024) (招待講演) (国際学会)
4. 発表年 2024年

〔図書〕 計0件

〔出願〕 計3件

産業財産権の名称 NON-EVAPORABLE GETTER COATING DEVICE, METHOD FOR MANUFACTURING NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE, AND NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE	発明者 Yasunori Tanimoto, Makoto Okano	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、22804699.1	出願年 2023年	国内・外国の別 外国

産業財産権の名称 NON-EVAPORABLE GETTER COATING DEVICE, METHOD FOR MANUFACTURING NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE, AND NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE	発明者 Yasunori Tanimoto, Makoto Okano	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、10-2023-7036396	出願年 2023年	国内・外国の別 外国

産業財産権の名称 NON-EVAPORABLE GETTER COATING DEVICE, METHOD FOR MANUFACTURING NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE, AND NON-EVAPORABLE GETTER COATED CONTAINER/PIPE	発明者 Yasunori Tanimoto, Makoto Okano	権利者 同左
産業財産権の種類、番号 特許、202280030877.8	出願年 2023年	国内・外国の別 外国

〔取得〕 計0件

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関		
スイス	欧州原子核研究機構 (CERN)		