

非蒸発ゲッターコーティング — 真空容器を真空ポンプにする技術 —

SATテクノロジー・ショーケース2018

■ はじめに

真空中で加熱すると蒸発を伴わずに反応性の高い清浄表面が生成し、残留ガスを排気する材料を非蒸発ゲッター (Non-Evaporable Getter, NEG) と呼びます。代表的な NEG は Ti、Zr、V、Hf、Nb、Ta およびそれらの合金です。これらの金属 (M) を活性化して室温に戻すと、 $M + H_2 \rightarrow MH$ 、 $M + H_2O \rightarrow MH + MO$ などの発熱的な反応により、 H_2 、 H_2O などの活性な残留ガスを排気できます。NEG を使用した真空ポンプ (NEG ポンプ) はオイルフリーで無振動、無騒音、省エネルギー、省スペース、軽量といった特徴を持ち、水素に対して高い排気速度を持つため、高真空～超高真空領域において広く用いられています。

私たちは真空容器内面や真空部品に NEG を成膜して真空容器や真空部品そのものを NEG ポンプにする手法 (NEG コーティング) を開発しています。我々の NEG コーティングは、真空容器内面や真空部品に、超高真空中での Ti 昇華により厚さ $1\mu\text{m}$ 程度の高純度無酸素の Ti 薄膜を成膜し、Pd 昇華により厚さ 1nm 程度の高純度 Pd を覆うという手法です。真空排気後、 $133\sim 200^\circ\text{C}$ で 12 時間～6 時間加熱したのち、室温に戻すと無酸素 Pd/Ti 薄膜が残留水素ガス (H_2) を排気するようになり、ほかの真空ポンプがなくても超高真空を維持できることを確認しました。無酸素 Pd/Ti 薄膜の水素排気の原理を図 1 に示します。無酸素 Pd/Ti 薄膜を真空中で $133\sim 200^\circ\text{C}$ に加熱しますと、エントロピーを増大させた方が熱力学的に安定になるので、Ti 薄膜に吸蔵されていた水素が Pd を透過して真空中に脱離します。この無酸素 Pd/Ti 薄膜を室温に戻すと、自由エネルギーにおけるエンタルピー項の寄与が大きくなるため、 $Ti + H_2 \rightarrow TiH$ という発熱反応が進み、真空容器内の残留水素を吸蔵します。超高真空中の残留ガスの主成分は水素なので、無酸素 Pd/Ti 薄膜のみで超高真空を維持できます。Pd 薄膜の役割は水素原子を透過すること、無酸素 Ti 薄膜の酸化を防ぐことの 2 点です。

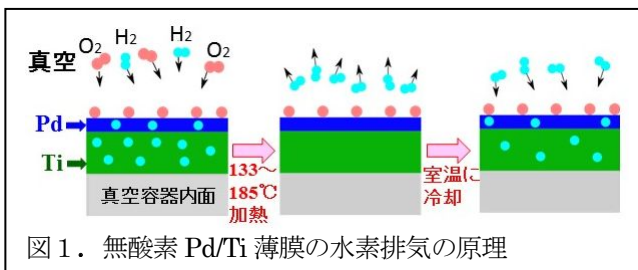


図 1. 無酸素 Pd/Ti 薄膜の水素排気の原理

■ 活動内容

1. 真空容器内面への無酸素 Pd/Ti コーティング

私たちは真空容器の内面に無酸素 Pd/Ti 薄膜をコーティングし、超高真空中にて最高温度 185°C で 6 時間加熱すると、真空容器そのものが真空排気することを確認しました。真空バルブで真空容器を封じきりにしても真空容器内の圧力は $2 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ に保たれました。また、活性化と大気ベントを 6 回繰り返しても排気性能が劣化しないことを確認しました。

2. 真空成型ベローズ内面への無酸素 Pd/Ti コーティング

私たちは入江工研株式会社との共同研究で真空成型ベローズの内面に無酸素 Pd/Ti をコーティングし、超高真空中にて最高温度 133°C で 12 時間加熱すると、真空ベローズそのものが真空排気することを確認しました。真空バルブで真空ベローズを封じきりにしても真空ベローズ内の圧力は $4.6 \times 10^{-6} \text{ Pa}$ に保たれました。

3. 民間企業との共同研究と特許実施契約

現在、無酸素 Pd/Ti コーティングの実用化を目指して民間企業 4 社と共同研究を進めております。また、民間企業 2 社と特許実施契約を結んでいます。

4. TIA 連携プログラム調査研究

現在、TIA 連携プログラム調査研究課題「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」で産総研、NIMS、筑波大、東大等の方々と協力して無酸素 Pd/Ti コーティングの改良を進めています。

■ おわりに

本研究の最終目標は、無酸素 Pd/Ti コーティングを産業界で広く使用していただき、真空ポンプ等のコストを低減するとともに、真空排気時間を短縮し、到達圧力や残留 H_2O の分圧を低減することで、製品の品質、歩留まり等を改善し、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す。皆様の協力をお願いします。

■ 関連情報等(特許関係、施設)

発明の名称	非蒸発型ゲッターコーティング部品、容器、製法、装置
出願人	大学共同利用法人高エネルギー加速器研究機構
発明者	間瀬一彦、菊地貴司
出願日	2016/11/28
出願番号	特願2016-230510

代表発表者 間瀬 一彦(ませ かずひこ)
所 属 高エネルギー加速器研究機構
物質構造科学研究所
問合せ先 〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1
TEL: 029-879-6107 FAX: 029-864-2801
e-mail: mase@post.kek.jp

■キーワード: (1) 非蒸発ゲッター
(2) 真空排気
(3) 真空材料

■共同研究者: 菊地貴司 (KEK)、宮澤徹也 (総研大)、栗原真志、大野真也 (横国大)、寺島 矢、夏井祐人、加藤博雄 (弘前大)、加藤良浩 (入江工研株式会社)