

無酸素 Pd/Ti 薄膜を利用した 非蒸発型ゲッターポンプの開発

SATテクノロジー・ショーケース2019

■ 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表面が生成し、残留ガスを排気する材料を非蒸発型ゲッター (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 50nm 程度の高純度 Pd で覆うという手法です。真空排気後、 $133\sim 150^\circ\text{C}$ 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 , CO) 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 H_2 , CO 排気の模式図を図 1 に示します。Pd 薄膜の役割は水素分子を解離吸着すること、水素原子を透過すること、CO を化学吸着して排気すること、無酸素 Ti 薄膜の酸化を防ぐことの 4 点です。

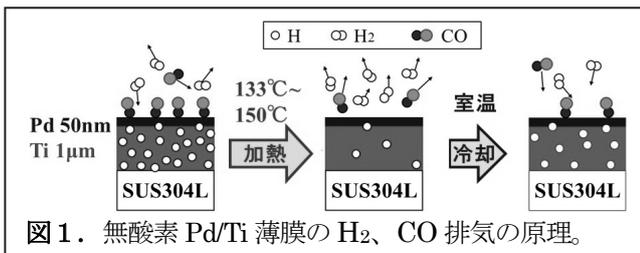


図 1. 無酸素 Pd/Ti 薄膜の H_2 , CO 排気の原理。

■ 活動内容

1. 無酸素 Pd/Ti コーティング

従来の NEG コーティングは CERN で開発されたスパッター製膜した TiZrV 薄膜が主流です [C. Benvenuti *et al.*, *Vacuum* **60**, 57 (2001)]. しかし、従来の NEG コーティングには、活性化と大気導入を繰り返すと排気速度が低下する、活性化温度が比較的高い、コストが高い、熟練技術を要する、実施にあたり CERN との契約が必要、といった問

題がありました。そこで我々は厚さ $1\mu\text{m}$ 程度の無酸素のチタンを成膜したのち、厚さ 50nm 程度のパラジウムで覆うという手法で、活性化と大気導入を繰り返しても排気速度が低下せず、活性化温度が $133\sim 150^\circ\text{C}$ と低く、低コストで、熟練技術を要さない新しい NEG コーティング法を開発し、国内特許 特願 2016-230510、国際特許 PCT/JP2017/042682 を出願しました。2017 年からは実用化を目指して民間企業 5 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おります。

2. 無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した NEG ポンプの開発

私たちは 9 枚の仕切板を設置した ICF203 真空容器 (図 2) に無酸素 Pd/Ti コーティングを行うことにより、 150°C という低い活性化温度で 12 時間ベーキングするだけで H_2 と CO を排気し、活性化と大気導入を繰り返しても排気速度が低下せず、低コストの NEG ポンプを開発しました。本 NEG ポンプの H_2 に対する初期排気速度は 680 L/s 、CO に対する初期排気速度は 900 L/s でした。従来の NEG ポンプと異なり、電流導入や専用電源が必要ないので低コストです。

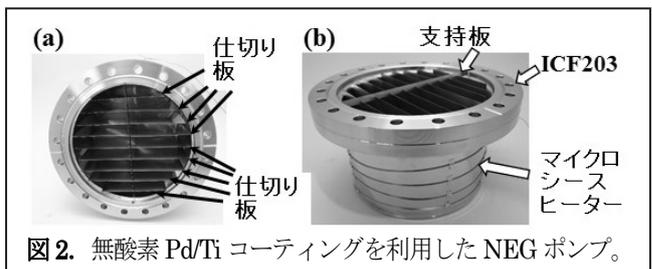


図 2. 無酸素 Pd/Ti コーティングを利用した NEG ポンプ。

■ 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 (国際特許)

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 2017/11/28
出願番号 PCT/JP2017/042682

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 (KEK)・
総合研究大学院大学 (総研大)
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) 非蒸発型ゲッター
(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)
橋本綾子 (NIMS・筑波大)
西口 宏 (有限会社パロックインターナショナル)