

# 2023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】 部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の産業応用に関する調査研究

【整理番号】 TK23-004

【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： 簗原 誠人  
物質・材料研究機構： 矢ヶ部 太郎  
筑波大学： 佐々木 正洋  
東京大学： 福谷 克之  
東北大学： 江島 文雄

### 【TIA 外連携機関】

日本原子力研究開発機構、量子科学技術研究開発機構、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、広島大学、自然科学研究機構、高輝度光科学研究センター、入江工研(株)、(有)パロックインターナショナル、ローツェ(株)、(株)ウイザップ借揚社、(株)アドバンテック、バキュームプロダクツ(株)、コミヤマエレクトロン(株)、VISTA(株)

### 【報告書作成者】

間瀬 一彦

### 【報告書作成年月日】

2024年3月27日(水)

### 【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)】

令和5年度 TIA 連携プログラム調査研究「部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の産業応用に関する調査研究」(代表、間瀬一彦(KEK))のミーティングを2023年8月23日(水)にオンライン開催した。参加者は62名で、活発な議論が交わされた。

参加者の所属は、TIA 中核6機関24名(内訳は、NIMS:5名、KEK:9名、筑波大:2名、東大:6名、東北大:2名)のほか、研究機関、大学等10名(内訳は、NEDO:1名、高輝度光科学研究センター:1名、愛媛大学:1名、弘前大学:1名、広島大学:1名、東京理科大学:1名、横浜国立大:2名、成蹊大:2名)、民間企業27名(内訳は(有)パロックインターナショナル:1名、入江工研(株):3名、(株)ウイザップ借揚社:5名、(株)アドバンテック:2名、バキュームプロダクツ(株):1名、コミヤマエレクトロン(株):2名、VISTA(株):1名、田中貴金属工業(株):1名、テ

クノポート (株) : 1 名、(株) 日立製作所 : 1 名、(株) 日立ハイテク : 3 名、浜松ホトニクス (株) : 1 名、凸版印刷 (株) : 1 名、三愛オブリテック (株) : 1 名、(株) レゾナック : 1 名、(株) DENSO : 1 名、ネオフォトニクス・セミコンダクタ合同会社、1 名、)、その他 1 名 (自営業 : 1 名) であった。産業応用が重要テーマであったため、真空関連企業からの参加者が多かった。以下にプログラムを添付する。終了予定時刻は 16:30 であったが、議論が盛り上がり、実際に終了したのは 16:50 ごろであった。本ミーティングにより、部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の産業応用に関する調査研究が大きく進展した。

プログラム (敬称略) :

- 13:30~14:00 「趣旨説明、KEK での研究計画紹介」、間瀬一彦 (KEK)
- 14:00~14:20 「水素計測と材料開発への貢献」(矢ヶ部太郎 (NIMS))
- 14:20~14:35 「深さ分解 HAXPES による Pd/Ti の水素吸蔵・放出時の電子状態変化分析」(高木康多 (JASRI))
- 14:35~14:55 「チャネリング NRA によるチタン水素化物薄膜の構造解析」(福谷克之 (東大))
- 14:55~15:15 休憩
- 15:15~15:35 「NanoTerasu の建設状況 (フロントエンドを中心として)」、江島丈雄 (東北大)
- 15:35~15:40 「コミヤマエレクトロン(株)の紹介」(西殿敏朗 (コミヤマエレクトロン(株)))
- 15:40~15:45 「VISTA(株)の紹介」(菊地俊雄 (VISTA(株)))
- 15:45~16:05 「ボールミルで粒径と結晶サイズを制御した  $\text{TiH}_2$  粒子の熱分解に伴う  $\text{H}_2$  放出挙動」(近藤剛弘 (筑波大))
- 16:05~16:30 総合討論

2023 年 6 月 13 日 (木) 10-12 時に矢ヶ部太郎、板倉明子、三石和貴、宮内直弥 (NIMS)、間瀬 (KEK) で部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の計測に関するミーティングをオンラインで実施した。

KEK において作製した部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜について、大野真也准教授および修士課程 2 年の吉田圭佑君 (横国大)、高木康多研究員 (JASRI) が SPring-8 において、放射光硬 X 線光電子分光による表面分析を行った。

KEK において作製した部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜について、小澤孝拓助教、福谷克之教授 (東大) が東大において昇温脱離測定による分析を行った。

中野武雄教授、修士課程 1 年の大庭託優君 (成蹊大) らが成蹊大学において、DC およびバイポーラ大電カスパッターリング法で部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜を作製し、SEM、XPS、XRD を表面・断面構造、膜表面窒化状況、結晶性について評価した。また、KEK において排気特性を評価した。

入江工研（株）と KEK で共同研究契約を締結し、打ち合わせを 10 回程度行った。また、（有）バロックインターナショナルと KEK で共同研究契約を締結し、打ち合わせを数回行った。

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。

#### 【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. 放射光硬 X 線光電子分光による部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の表面分析（横国大と JASRI、KEK の連携研究）

KEK において作製した部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜について、大野真也准教授および修士課程 2 年の吉田圭佑君（横国大）、高木康多研究員（JASRI）が SPring-8 において、放射光硬 X 線光電子分光による表面分析を行った。現在、データを解析中である。

##### 2. 昇温脱離測定による部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の分析（東大と KEK の連携研究）

KEK において作製した部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜について、小澤孝拓助教、福谷克之教授（東大）が東大において昇温脱離測定による分析を行った。その結果、130°C、180°C、250°C 加熱後の部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜を 10000L 以上の H<sub>2</sub> に暴露したとき、微小ながら 320K 程度から水素脱離ピークが観測された。

##### 3. DC およびバイポーラ大電カスパッタリング法で部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の SEM、XPS、XRD による評価（成蹊大と KEK の連携研究）

中野武雄教授、修士課程 1 年の大庭託優君（成蹊大）らが成蹊大学において、DC およびバイポーラ大電カスパッタリング法で部分窒化チタン蒸着膜を作製し、SEM、XPS、XRD を表面・断面構造、膜表面窒化状況、結晶性について評価した。また、KEK において排気特性を評価した。本研究の成果として以下の 2 件の学会発表を行った。

1) 「非蒸発型ゲッタコーティングに用いる Ti 膜の表面窒化過程」、大庭託優、中野武雄、ミヤ モハメッドシュルズ、藤井優花、間瀬一彦、菊地貴司、第 71 回応用物理学会春季学術講演会、東京都市大学世田谷キャンパス（東京）、2024 年 3 月 22 日（金）～25 日（月）（ポスター発表、24p-P03-7）

2) 「非蒸発型ゲッタコーティングに用いる Ti 膜の構造制御」、大庭託優、中野武雄、モハメッド シュルズ ミヤ、玉川 冴、間瀬 一彦、第 84 回応用物理学会秋季学術講演会、熊本城ホール（熊本）、2023 年 9 月 21 日（木）（ポスターセッション、21a-P04-5）

##### 4. 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

入江工研（株）と KEK で共同研究契約を締結し、打ち合わせを 10 回程度行った。また、（有）バロックインターナショナルと KEK で共同研究契約を締結し、打ち合わせを数回行った。また、（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 11 回行った。これらの打ち合わせを通して、部分窒化無酸素無炭素チタン蒸着膜の産業応用に関する調査が進展した。

【SDGs17 目標について、調査研究成果について、貢献ができると思われる項目があれば、最大 3 つまで  をご記載下さい。】

研究成果に関連する SDGs 目標がある。

関連する SDGs 目標は無い

1 <input type="checkbox"/> 貧困をなくそう	2 <input type="checkbox"/> 飢餓をゼロに
3 <input type="checkbox"/> すべての人に健康と福祉	4 <input type="checkbox"/> 質の高い教育をみんなに
5 <input type="checkbox"/> ジェンダー平等を実現しよう	6 <input type="checkbox"/> 安全な水とトイレを世界中に
7 <input type="checkbox"/> エネルギーをみんなに、そしてクリーンに	8 <input checked="" type="checkbox"/> 働きがいも経済成長も
9 <input checked="" type="checkbox"/> 産業と技術革新の基盤を作ろう	10 <input type="checkbox"/> 人や国の不平等をなくそう
11 <input type="checkbox"/> 住み続けられるまちづくりを	12 <input type="checkbox"/> つくる責任、つかう責任
13 <input checked="" type="checkbox"/> 気候変動に具体的な対策を	14 <input type="checkbox"/> 海の豊かさを守ろう
15 <input type="checkbox"/> 陸の豊かさを守ろう	16 <input type="checkbox"/> 平和と公正をすべての人に
17 <input type="checkbox"/> パートナリシップで目標を達成しよう	

以上