

材料と技術

Materials and Technology

塚原園子 アルバックテクノ(株)

S. Tsukahara, ULVAC TECHNO, Ltd.

研究業に携わりちょうど40年が経過して、学協会の中では珍しく日本応用磁気学会に存在する制度、「退職して常勤職のない会員」特典を受けられる状態に辿り着いた立場で、個人的見解を自由に述べる「論説」の場を松井編集委員長から与えられました。時の流れの中で、磁性薄膜から真空材料に研究対象を変えた一会員の諸行無常の体験的実例を、論説よりは解説風に紹介させていただきます。

強電・弱電を兼ね備えた教育を主旨とする電気工学科で勉強の場を選びながら、頭に滲み残ったのは電磁気学でも電子回路でもなく、敗戦国日本で最も必要な技術的問題点は「材料」にある、とドイツの鉄鋼を例にとって故後藤良学年担当教授が常時論された点であった。好景気の電機企業は同級生たちを争うように引っ張りながら、女性を技術者に受け入れる姿勢はなかった。私が電気試験所で初歩的研究者として歩き始めたのは時代の反映であった。

パーマロイ薄膜が電子計算機のメモリー素子の候補材料の一つと期待されていた時期であった。電子計算機の先導的立場を担っていた電気試験所では材料部が当然要素技術として磁性薄膜研究に着手していた。入所時の自分の研究方向は「材料」だの一言で私は磁性材料研究室に配属され、従来のバルクから磁性材料の新しい応用分野にも展開を希望した長島課長は、真空技術のグループが蒸着を始めていたパーマロイ薄膜のB-Hループ測定とビッター法による磁区観測を私の初仕事に割り当てた。これが、その後20年以上にわたる私と磁性薄膜との付き合いの始まりであった。磁区・磁壁構造はバルクと薄膜を区別する特徴的部分であり、膜特性を総合的に特徴づける。マイクロマグネティックスの発端となった、透過電子顕微鏡TEMで焦点をずらすことにより磁壁部分にコントラストが現れる磁区観察法 Lorentz Microscopy が1959年に発見された。TEMで薄膜の微細構造と磁区構造の両者が観測可能な点から、これを測定手段として各種異方性、エピタキシャル成長膜、非晶質膜、希土類遷移金属合金の熱磁気記録、多層膜、と歴史的に展開した各種磁性薄膜の研究を続けた。

設立された日本応用磁気学会にも長い間馴染みながら、もし興味のあった磁区・磁壁構造の研究を進展させたらばAFMやSPMにつながるなど、延長を続けていたら現在の応用磁気学会の繁栄に少しは恵まれたかもしれないのに、別の分野に移動していった、でも「材料」でつながっ

ていてどうなったかが以下のお話です。

研究を始めて25年後に真空装置製造を業とする企業に仕事の場を移した。ちょうど私が企業へ移った時期(1986年)、日本では世界に先駆けて産・官・学共同で極高真空 Extreme High Vacuum (EXV: 10^{-10} Pa 以下の圧力) 開発の気運が動いたときであった。

成膜や評価に真空装置を使用一方の側にいたときは、真空業者に向かって到達真空度・到達時間・蒸着時の圧力上昇・試験温度設定・コンタミネーションのない清浄な真空達成等々と真空系や材料・油について常時注文をつけてきた。今度は真空装置を製造する側の研究所で「材料」が原因で発生する問題点を解決するために関連「材料」を研究することになった。XHVに向かう日本の業界の流れと企業という新しい場の中で、自分の方向「材料」を合わせて私の技術開発の後半部が電総研時代と別の展開をした。

真空装置も真空度つまり圧力を測定する計測器も材料で構成されているから、真空状態を保持している限り、材料表面に吸着している気体や、材料内部に含有されている気体が材料中を拡散して真空壁面にしみ出して放出されて、圧力を高くしたり測定したい圧力を攪乱することになる。超高真空 Ultrahigh Vacuum (UHV: 10^{-6} Pa 以下の圧力) より低い圧力では圧力を構成する残留気体の中心が水素分子で、その水素分子は真空を囲む壁材料から放出されるので、いかに真空中に放出される水素を低減させるかが、真空材料とその表面処理技術の研究対象になる。

近年のUHV真空装置の構造材料の主体はステンレス鋼とアルミニウム合金であり、装置用途によって使い分けられている。両者は全く異なる金属であるのでそれぞれ別途の表面処理開発が必要であるので、アルミニウム合金についてはまた別に機会があったらとして、ここでは話をステンレス鋼に限定して進める。

ステンレス鋼の場合、真空中に材料を高温で長時間保持するベーキングと称する処理によって材料中の含有気体を減らすことができる。現在繁用されるステンレス鋼 SUS 304 を十分ベーキングした後は 10^{-11} Pa・m・s⁻¹ 台の低い方の値のガス放出速度が得られる。より早く到達圧力を得るために、より小型のポンプで低い圧力に到達するために、成膜したり析出させたりしてステンレス鋼表面を別材料で覆い、放出される水素の量をさらに減らす各種の試み

が続けられてきた。別材料としては hBN, TiC, TiN, グラファイト, LaB₆, Cr₂O₃ 等々表面でのガス放出量が少ない材料や表面での再結合確率の少ない材料が探求されて、装置使用者と装置製造者と材料製造者とがそれぞれの立場からの技術開発を積み重ねている。こうした UHV 関係の技術開発は世界的に 70 年代を中心として行われ、日本では 90 年代の XHV プロジェクトが次の開発の時となった。

私たちはステンレス鋼表面に成膜して水素放出を抑える材料として TiN を、達成方法として中空陰極放電 Hollow Cathode Discharge (HCD) 技術を選んだ。それは、1. TiN 膜は硬質特性を加工工具などの刃先被覆として、金色表面を裝飾用、低抵抗緻密構造を半導体回路の拡散障壁膜になど実際に活用されている応用が多いため研究所には HCD 法による TiN 成膜技術の蓄えがあり、2. 真空材料としては、20 年近く前の UHV 開発の時代 TiN 成膜がステンレス鋼よりガス放出量を減らすのに有効であると第 1 報を出して中断してあった社内技術的歴史から「TiN 膜は良いはず・なぜかはっきりさせて」の雰囲気を感じたからであった。

なぜガス放出量が低減したかは、どんな TiN 膜が有効な材料か不明であったから、成膜法をいかに制御するかは振出しから出発した。実験を積み重ねて答えが得られた：1. TiN を化学量論的組成比にすることは重要で、2. TiN 膜構造は膜厚方向に 1 段の柱状構造に成長させ、その結晶粒を大きい方向・欠陥の少ない方向にすると水素の透過率が低減することがわかった。最終的に制御して成膜した TiN 膜中では室温での水素の透過率をステンレス鋼より 25 桁低くできた。こうして真空材料用の成膜には刃物用成膜とは全く異なる条件が必要であるという答えに到達した。HCD 法で常に同一状態の TiN 成膜が可能となった。

蒸着でもスパッタリングでも TiN_x は成膜可能であるので、この結果を報告をした後、方々で真空材料を目的として TiN 成膜が試みられているが、条件を満足する TiN 膜を作製する最短距離は HCD 法のようなのである。結果を出してみると一見何事もなくそんな実験でありながら、水素の透過率の制御には製膜条件の制御が必要で、他の成膜法で達成できないのが、成膜法の難しい点である。

TiN 膜中の水素の透過率低減をステンレス鋼中の水素が TiN 膜を通過して真空中へのガス放出速度を低減する真空特性としての確認実験が必要で、この最終的仕上げは電子技術総合研究所の圧力校正用真空容器を対象として電総研と共同実用実験をした。容器のステンレス鋼内面に厚さ約 1 μm の TiN を成膜した容器を作製し、成膜の有無によるガス放出速度変化まで確認した。ガス放出速度が非常に低いため、この測定には XHV に到達する測定装置が必要で、圧力測定回路に計測器自体の放出ガスを数えないように研究所で案出した測定装置を使用した。測定された容器のガス放出速度：1 × 10⁻¹³ Pa・m・s⁻¹ は世界記録の低

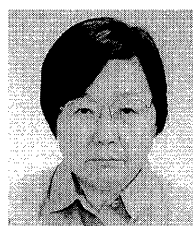
い値であり、圧力校正装置の使用目的に合致するこの容器を組み込んだ圧力校正用真空装置内部の圧力は XHV になった。

XHV プロジェクト発足当時圧力計測の状態は、世界的に存在する最高感度の圧力測定可能な真空計で「測定できなくなったから XHV に到達した」であった。この圧力校正容器作製の目的が UHV から XHV の低い圧力を正確に測定する新しい圧力計測器の校正と相互比較を実行するための空間を設定して、UHV から XHV を正確に測定する点にあった。計測器関係者がすでに開発した 10⁻¹¹ Pa 台を計測できる数種類の真空計を、現在用意できたこの校正の場で相互比較を進めている。なお、現在日本では XHV 装置を実現したグループの数が 10 以上になるところまできている。

科学技術の発展は著しく、ハワイの天文台にすばる望遠鏡、つくばに KEKB 加速器、三鷹の重力波検出器 TAMA 300、このほか各種の新や超の付く、名前の付く、新しい、大きい、実験装置は次々と新設されていく。真空屋側から見ると、大型の実験装置の基盤を支えているのは、実はその装置を構成する容器であり、真空を実現し計測する道具であり、さらには真空を形成するための部品でありそれを構成する材料に行き着くのである。自分が分担して触れることができた内容はほんのわずかですが、基盤技術であるのが幸いしてその先につながり展開する多方面の科学技術分野を直接間接に見聞することが多い。真空装置が作製しあげていく大型装置の全体構成を眺めるとき、基盤技術を自分の担当分野としてしみじみと全宇宙を見晴らすことになる。

応用磁気分野においても薄膜・細線などの形体を原子・分子単位で制御して構成する部品は一般的であり、それらを作製するためには蒸着・スパッタリング・イオンプレーティング・イオン注入・エッチング等々真空技術を利用する機会が多い。基盤技術としての真空技術を利用するとき、その真空を支える構造材料の研究開発をしてきた一端を知っていただければ、この文章が応用磁気分野とつながるかと考え、これを私自身の振出しの場へのフィードバックとします。

(2001 年 3 月 21 日受理)



塚原園子 つかはら そのこ

昭 36 横国大工電気卒、電気試験所技官、昭 61 電子技術総合研究所退職、日本真空技術(株)入社、昭 63 同社筑波超材料研究所所長、平 6 技術企画本部参事専門室長を経て、平 11 定年退職、平 13 アルパテック(株)技術アドバイザー、現在に至る。(理博)