

平成 24 年度採択戦略的基盤技術高度化支援事業

「ナノテク応用機器開発に資する硝子を用いた
真空維持技術の高度化」

研究開発成果等報告書

平成 25 年 3 月

委託者 関東経済産業局

委託先 一般社団法人首都圏産業活性化協会

目次

第1章 研究開発の概要

1-1	研究開発の背景及び、研究目的・目標	P1
1-2	研究体制（研究組織・管理体制・研究者名簿・アドバイザー）	P6
1-3	成果概要	P8
1-4	当該プロジェクト連絡窓口	P9

第2章 本論

2-1	硝子－硝子接合技術の高度化	P10
2-2	硝子－金属接合技術の高度化	P14
2-3	硝子－非金属接合技術の高度化	P17
2-4	硝子材料を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価	P20
2-5	NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの高度化	P23
2-6	NanoX 線管応用機器の開発	P33

第3章	全体総括	P35
-----	------	-----

第1章 研究開発の概要

1-1 研究開発の背景及び、研究目的・目標

1-1-1 研究の背景

硝子材料を用いた真空維持技術は、電球や蛍光灯、又はブラウン管、真空管若しくは X 線管等、われわれの生活・医療・環境を下支えする各種機器の製作に利用されている。電球等の照明器具の省電力化は進みつつあるところ、今後は、小型・省電力された X 線管の出現が期待されている。

低炭素・低環境負荷社会の実現に向け、フィラメントを用いた電球の製造中止が各電球メーカーから表明されている。これは、電力消費量が蛍光灯や LED などに比して非常に大きいことによる。一方、医療、環境計測、あるいは工業製品評価等の分野に用いられる X 線管においては、フィラメントから発生する電子を利用する以外に簡便に X 線を得る手法が無かったことから、現在もフィラメントが用いられている。当該分野では、携帯可能で機動性の高い X 線分析・検査装置を求める声は多いものの、現状では、X 線管の消費電力が大きく、電池で駆動させることが困難であるため、これらの装置の実現には至っていない。このようなことから、フィラメントを使用しない、フィラメントレス X 線管の製品化が強く望まれている。

それでは、フィラメントに代わる電子発生源として何が考えられるであろうか。我々は、電界放出型電子源（以下「フィールドエミッター」という。）が有力な候補であると考えている。フィールドエミッターは、強い電界を印加するだけで電子を放出する材料である。その中でも特に、カーボンナノチューブに代表される炭素系フィールドエミッターに注目している。炭素系フィールドエミッターは、印加電界が低くても電子を容易に放出すると期待されている材料であるからである。

本事業の研究開発実施機関である㈱鬼塚硝子は、世界に先駆けてフィラメントレス X 線管（NanoX 線管）の実用化に成功し、現在製品化に向け、その評価を行っている（図 1-1【1】、図 1-1【2】）。この X 線管は、フィラメントの代わりに、炭素系フィールドエミッターの一種であるグラファイトナノスパインズ（GNS）を利用している。



図 1-1 【1】 鬼塚硝子製 NanoX 線管

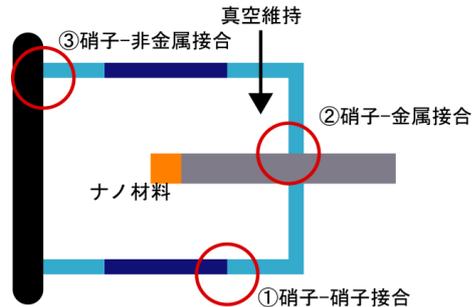


図 1-1 【2】 NanoX 線管模式図

ところで、GNS を安定かつ長期間動作させるためには、少なくとも 10^{-6} Pa 以上の高真空中に GNS を封入しなければならないことを、社内評価で明らかにした。ナノテクノロジーを用いることで、新たな製品（ディスプレイ、ランプ等）を創出できると期待されて久しいが、これまでに製品化された商品はない。その一因として、硝子材料による真空維持技術がまだ十分ではないことが考えられる。

さて、図 1-1 【1】 および図 1-1 【2】 からわかるように、NanoX 線管の製作は硝子管に金属端子や、金属管などを接合する技術（①硝子-硝子接合、②硝子-金属接合、③硝子-非金属接合）を必要とする。また、フィールドエミッターを用いた特殊光源は、LED に代わる新たな光源として期待されているが、その製作には、硝子管に、ある特定の波長だけを透過させる窓材の接合が必須の技術となる。すなわち、本事業のテーマである「硝子材料を用いた真空の維持技術の高度化」とは、真空を維持するために必要とされる硝子と同種・異種物質との接合技術を発展させることにほかならない。

1-1-2 研究の目的

かかる背景を踏まえ、本事業では、硝子材料を用いた真空の維持において、従来の真空度 (10^{-5} Pa) に比較して 1000 倍の超高真空度 (10^{-8} Pa) を容易に達成・維持できる技術へと発展させ、ナノテクを活用した省エネルギー製品の出現に資することを目的とする。

特に、熟練した硝子加工作業者が有する技能の数値化、すなわち技術の「見える化」や、真空維持に必要な接合の仕組み等に対して科学的解析等を行うことによって、硝子同士あるいは硝子と異種材料との接合技術を高度化する。同時に、接合プロセスは、合理的かつローコストであることを常に目指し、小型・省電力 X 線管の試作を通じて、当該プロセスが適切であることを実証する。

1-1-3 研究の目標

【1】 硝子－硝子接合技術の高度化

下記に挙げる硝子同士の組み合わせにおいて、割れ（クラック）に関する解析・数値化【1-1】を行い、接合プロセスを再検討【1-2】することにより、 10^{-8} Pa 台の真空を実現する接合技術を確立する。

- ・パイレックス硝子、石英、コバール硝子、タングステン硝子

【2】 硝子－金属接合技術の高度化

下記に挙げる硝子－金属の組み合わせにおいて、スローリーク（緩やかな真空破壊）箇所の解析・数値化を行い【2-1】、接合プロセスを再検討【2-2】することにより、 10^{-8} Pa 台の真空を実現する接合技術を確立する。

- ・コバール硝子－コバール合金接合、タングステン硝子－タングステン接合

【3】 硝子－非金属接合技術の高度化

下記に挙げる硝子－非金属の組み合わせにおいて、硝子研磨技術の向上【3-1】、接合プロセスの検討【3-2】を行うことにより、 10^{-8} Pa 台の真空を実現する接合技術を確立する。

- ・パイレックス硝子－シリコン接合

これらの基礎技術項目に加え、上記技術を利用した製品の開発を想定し、下記サブテーマを設定する。

【4】 硝子材料を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価

上記【1】－【3】の技術を複合的に用いた場合においても、 10^{-8} Pa 台の真空の維持が可能であることを評価する【4-1】。評価指標を、本技術を用いて製作された小型・小動作電力の NanoX 線管の寿命とし、4000 時間以上の寿命を目標とする【4-2】。

以上の目標達成により、硝子材料を用いた真空維持技術の高度化が実証される。次に、高度化した技術を継承・存続させることを目的とし、NanoX 線管と新規高圧電源を組み合わせた超小型・省電力 X 線発生システムを開発し、事業化する。そのためには、当該製品を必要とする川下産業の要求に応えることが必須であるため、下記のサブテー

マを設定する。

【5】 NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの開発

【5-1】 NanoX 線管の高度化

これまで(株)鬼塚硝子が実用化した NanoX 線管の焦点は 3 mm 程度である。電子集束レンズを NanoX 線管内部に組み込むことにより、この焦点を 100 μm まで小さくする。

【5-2】 炭素系フィールドエミッターの検討

NanoX 線管管電流の大電流化を目的として、いろいろな炭素系フィールドエミッターを検討し、NanoX 線管の管電流 (1 mA) 以上を達成できる炭素系フィールドエミッターを開発する。

【5-3】 小型・高効率高圧電源の開発

超小型・省電力 X 線システムに適応した小型・高効率高圧電源を開発する。目標容積 0.5 リットル、目標効率(出力電力/入力電力)80 %とする。

【6】 NanoX 線管応用機器の開発

市場化を念頭に置いて、上記テーマによって高度化した NanoX 線管の応用機器開発を開始する【6-1】。小型蛍光 X 線分析装置、小型透過写真撮影装置等を対象とし、それに係る知的財産権の取得を目指す。

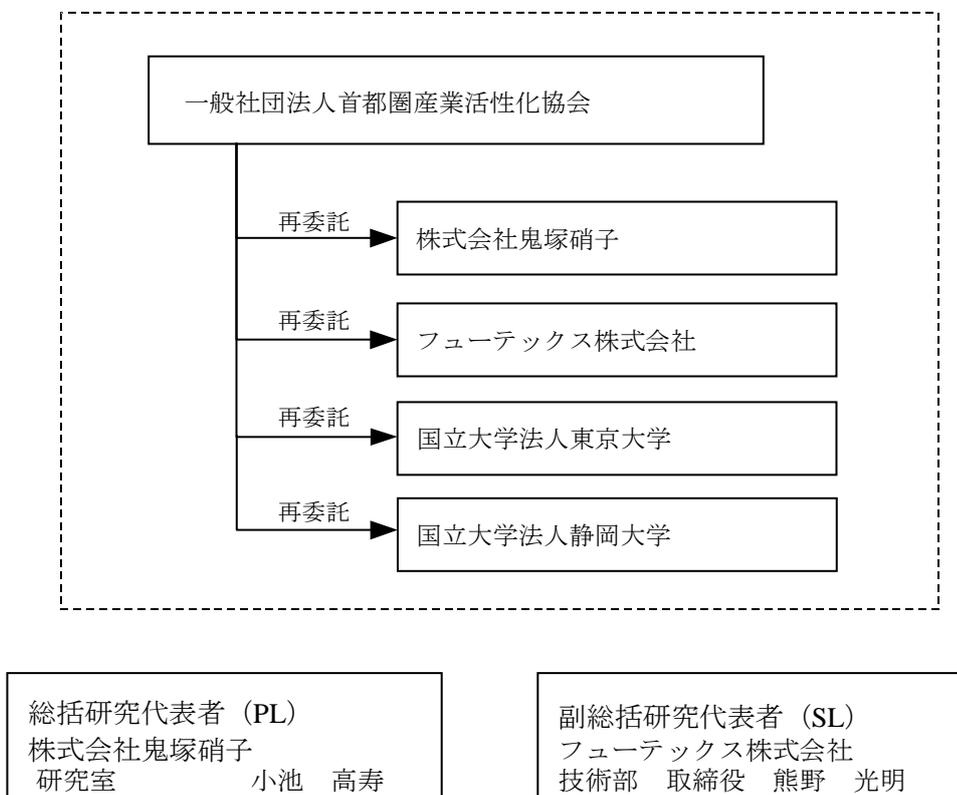
上記のサブテーマおよび小テーマを表 1 にまとめた。

表 1 サブテーマおよび小テーマ

サブテーマ	小テーマ
【1】 硝子－硝子接合技術の高度化	【1-1】 クラック部分の解析
	【1-2】 段シール加工プロセスの改善
【2】 硝子－金属接合技術の高度化	【2-1】 スローリーク箇所の解析
	【2-2】 各種プロセス最適化
【3】 硝子－非金属接合技術の高度化	【3-1】 特殊形状硝子に対する研磨プロセス確立
	【3-2】 硝子－Si 陽極接合
【4】 硝子を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価	【4-1】 NanoX 線管試作時の真空度評価
	【4-2】 試作 NanoX 線管の寿命評価
【5】 NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの高度化	【5-1】 NanoX 線管の高度化
	【5-2】 炭素系フィールドエミッターの検討
	【5-3】 小型・高効率高圧電源の開発
【6】 NanoX 線管応用機器の開発	【6-1】 デモ用試作機の開発

1-2 研究体制（研究組織・管理体制、研究者氏名、協力者）

1-2.1 研究組織



1-2.2 管理体制(事業管理者の概要)

【研究管理者氏名】

松本 浩造

【研究管理者略歴】

1963年4月 富士電機株式会社入社 （～2008年3月）

材料研究所／中央研究所／富士電機総合研究所／東京工場 勤務

（研究・業務実績等）

- ・金属材料の高温強度評価・接点材料開発・原動機用金属材料の研究・粉末冶金技術の適用研究・セラミックス製造プロセスと応用に関する研究・インクジェットヘッドの開発研究等
- ・電気接点、燃料電池用電極、圧電材料、セラミック材料、インクジェットヘッド関連の特許出願

2008年4月 (社)首都圏産業活性化協会(～現在に至る)
 研究開発担当(TAMA 地域企業の研究開発プロジェクトの推進支援)

【経理担当者氏名】

西原 輝好

【経理担当者略歴】

1974年～2011年 西武信用金庫

2011年～現在 (社)首都圏産業活性化協会：管理部長(管理・経理担当)

・着任以来、(社)首都圏産業活性化協会にて、経理及び管理業務を統括し、現在に至る

1-2.3 研究者氏名

株式会社鬼塚硝子

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
中村 智宣	研究室 室長	【1】【2】【3】【4】【6】
小池 高寿	研究室 研究員	【1】【2】【3】【4】【6】
岩井 勇輔	研究室 研究員	【1】【2】【3】【4】【6】
羽山 洋平	研究室 研究員	【1】【2】【3】【4】【6】
勝山 智	業務部 製造1課 課長	【1】【2】【4】
坪井 升吾	業務部 製造1課	【2】【4】

フューテックス株式会社

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
熊野 光明	技術部 取締役	【5-3】【6】
野口 芳浩	技術部 チーフエンジニア	【5-3】【6】
冷 延強	技術部	【5-3】【6】

国立大学法人東京大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
三好 元介	先端科学技術研究センター 特任教授	【5-1】

国立大学法人静岡大学

氏名	所属・役職	実施内容(番号)
三村 秀典	電子工学研究所 所長	【5-2】

1-2.4 アドバイザー

氏名	所属・役職	備考
藤原 雅彦	株式会社堀場製作所 開発本部 アプリケーション開発センター 環境・プロセス開発部 部長	アドバイザー（謝金、旅費）
久米 博	国立環境研究所 企画部 研究推進室 主任研究員	アドバイザー（謝金、旅費）

1-3 成果概要

1-3.1 各種接合技術の高度化（サブテーマ【1】～【3】）

それぞれの技術の「見える化」を行い、目標である超高真空（ 10^{-8} Pa 台）に達する真空容器の作製技術を確立した。サブテーマ【1】、【2】においてはこの見える化によって、技術継承への指針の確立することができた。また、従来の段シール加工を高度化したコパール硝子-パイレックス硝子直接接合（K-P 直接接合）を実現した。

1-3.2 硝子を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価（サブテーマ【4】）

NanoX 線管を真空排気装置に取り付けて NanoX 線管の管電流を測定すると、炭素系フィールドエミッターに吸着するガス量によって管電流が変動する。一方、吸着ガス量は X 線管の真空度に依存するため、結局、管電流の変動は X 線管内の真空度の変化によって引き起こされる。この考え方に基づいて、X 線管の真空度を推察するための手法を確立し、連続駆動させた NanoX 線管の真空度を評価したところ、8800 時間を超えても 10^{-8} Pa 台の超高真空を維持していることが明らかになった。

1-3.3 NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの高度化（サブテーマ【5】）

【5-1】 NanoX 線管の電子レンズ設計を行った。まず、シミュレーション結果に基づいて設計した電子引出部を組み込んだ NanoX 線管を製作、評価した。その結果、焦点サイズを 0.98 mm まで縮小することができることがわかった。さらに、同じくシミュレーション設計によるレンズ部を追加した NanoX 線管を作製し評価したところ、設計どおりには焦点サイズを小さくすることができなかった。その理由として、レンズ部の組み込み精度に問題があることが明らかとなった。今後は組み込みの作業を正確に行うことにより、微小焦点（100 μ m）を実現させる予定である。

【5-2】 新規炭素系フィールドエミッターとして簡便に得られる Nano 構造体(GFEIHT)を開発し、大電流(2 mA)を発生させることに成功した。

【5-3】 高圧部効率 80 %、電源部 0.5 リットル以下の超小型高圧電源を開発した。さらに、この電源を採用した超小型 X 線発生機の試作開発も行った。

1-3.6 NanoX 線管応用機器の開発

【5-3】 で述べた超小型 X 線発生機を、川下企業へサンプル提供した。この評価結果をさらなる改良に繋げ、ユーザーのニーズに合わせた開発を行うことにより超小型 X 線発生機の市場化を試みる。

1-4 当該プロジェクト連絡窓口

管理団体：一般社団法人首都圏産業活性化協会

担当：松本 浩造

住所：東京都八王子市旭町 9 番 1 号

電話：042-631-1140

第2章 本論

2-1 硝子－硝子接合技術の高度化（主担当 株式会社鬼塚硝子）

2-1-1 本事業の目的

硝子材料による超高真空(10^8 Pa 台)維持技術を確立する。硝子製真空容器の到達真空度の評価や超高真空排気を阻害する要素を解析し、様々な硝子－硝子接合技術の高度化を図る。また、熟練した硝子加工作業者が有する技能の数値化(見える化)を行い、同技術の継承の礎を築くとともに、新方式の硝子－硝子接合技術を開発する。

2-1-2 実施事項

2-1-2.1 硝子－硝子接合について

広く使用される耐熱性硝子(例えば、パイレックス)は、主成分たる SiO_2 の他にアルミナ、アルカリ金属等を含む。 SiO_2 にそれらの異種物質を混ぜることにより、硝子の融点、膨張度合、電気的特性等を様々に変化させることができる。

異種の硝子同士を接合する場合、それぞれの線膨張係数の違いが重要となる。線膨張係数とは、温度上昇に伴う材料の伸びを数値化したものである。上述したように、 SiO_2 に異種物質を混ぜることにより線膨張係数が大きく変化する。たとえば石英の線膨張係数は、およそ 5×10^{-7} cm/K であるのに対してパイレックス硝子のそれはおよそ 30×10^{-7} cm/K である。一般的に、線膨張係数が 10×10^{-7} cm/K 以上異なる硝子同士を接合することは困難である。線膨張係数の差が大きな異種硝子同士を接合した場合に生じる現象を図 2-1 【1】 に示す。バーナー加工で A 硝子および B 硝子を溶融し接合を形成する(左図)。なお、線膨張係数は A 硝子 > B 硝子とする。融合直後は中央の図のように接合を形成しているが、冷却に伴い A 硝子、B 硝子ともに縮む。矢印で示すイメージのように A 硝子は B 硝子よりも大きく縮む。すると右図のように、A 硝子－B 硝子接合面に大きな応力が発生し、応力がある値を超えるとクラックが生じる。

硝子を用いた真空維持容器を作製する際に、クラックは絶対に発生させてはならないが、一方では様々な機能を付与し、望みの形状を作製するために、各種硝子を自在に接合しなければならない。このクラックを発生させずに各種硝子を接合する技術として、段シール加工がある。

接合形成過程

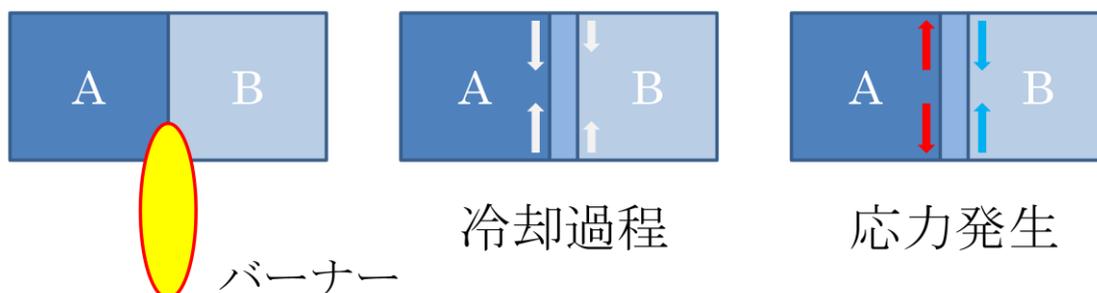


図 2-1 【1】 異種硝子接合形成模式図

2-1-2.2 硝子接合に生じるクラック部分の解析について

本事業では、上記の段シール加工プロセスにおいてクラックしない条件を見出し、超高真空に耐える真空管の作製を目指した。その第一歩として、硝子製特殊真空管分析評価システム（図 2-1 【2】）と硝子製特殊管応力評価装置（図 2-1 【3】）を用いて接合部の形状、組成、並びに応力を評価し、技術の見える化を行った。



図 2-1 【2】 硝子製特殊真空管
分析評価システム



図 2-1 【3】 硝子製特殊管応力評価装置

その一例として、コバルト硝子(085 硝子)ータングステン硝子(8487 硝子)接合を評価した結果について述べる。図 2-1 【4】 に、コバルト硝子ータングステン硝子接合の接合部分の形状変化によってどのように応力が変化するかを示した。接合部における硝子管肉厚の厚みや、接合部の硝子管軸方向の長さを短くすると、応力が大きくなるのがわかる。この図において、青色とオレンジ色の光の強度が強くなるにつれて、応力が大きくなることが示されている。図 2-1 【5】 に、このコバルト硝子ータングステン硝子接合の接合部分における組成評価結果（Al の濃度分布）を示す。この図から、接合形状の違いによる Al 濃度分布の大きな違いは無いことがわかる。

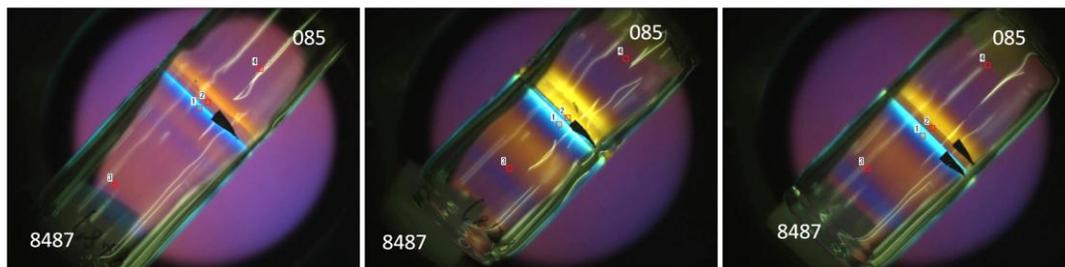


図 2-1 【4】 コバルト硝子-タングステン硝子接合応力測定結果。

左からそれぞれ、接合部における硝子管肉厚及び形状が通常、硝子管肉厚が厚い、接合部の軸方向の長さが短いとなっている

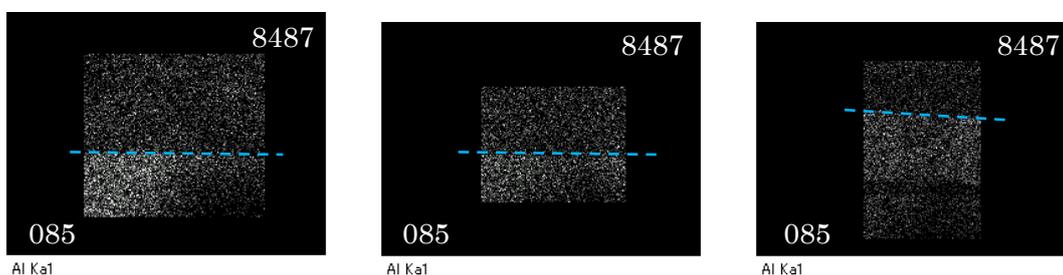


図 2-1 【5】 コバルト硝子-タングステン硝子接合部分の Al 濃度分布測定結果。

左からそれぞれ、図 2-1 【4】 の左からの各図に対応している

上記のような接合評価を行うとともに、コバルト硝子(085 硝子)-タングステン硝子(8487 硝子)-硼珪酸硝子(パイレックス又は、8330 硝子デュラン) 段シール接合による真空容器を作製し、その到達真空度を評価した。図 2-1 【6】 に作製したこの段シール接合真空容器を、図 2-1 【7】 には到達真空度評価の結果を示す。これからわかるように、3 種類のガラスを用いた段シール接合において、目標値である超高真空(10^{-8} Pa 台)を達成した。

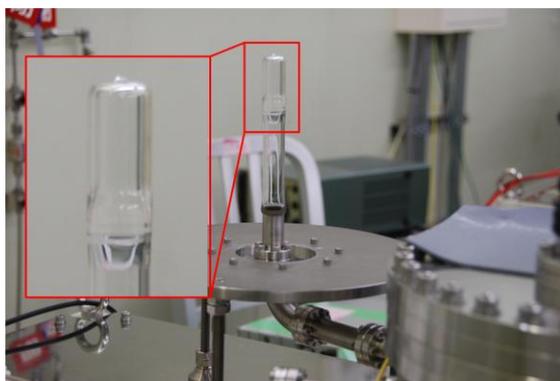


図 2-1 【6】 段シール接合真空容器



図 2-1 【7】 真空排気後の真空度

2-1-2.3 段シール加工プロセスの改善について

ベーキング温度を 500 °C 程度にまで向上させることができるコバール硝子(085 硝子)ー 硼珪酸硝子(パイレックス又は、8330 硝子デュラン) 直接接合 (K-P 直接接合) は超高真空を実現する上で有効な接合である。しかしながら、それぞれの硝子の膨張係数の差が大きく、一般的には直接接合は困難であるといわれてきた。(図 2-1【8】左図参照)。この問題に挑戦するために下記の実験を行った。

K-P 直接接合においても考慮すべきなのは、応力を左右するパラメータが、接合部の硝子管の肉厚及び接合部の硝子管軸方向の長さ)と、硝子成分 (Na、Al) の分布状況である。この関係はクラック部分の解析結果より導きだされたものである。すなわち、K-P 直接接合を作製する際に、接合部の硝子管肉厚の厚みは薄く、接合部の長さは出来るだけ長くすること、一方、接合部において Na と Al が均一に分布するようにすることが重要である。この形状についての条件は、前述の段シール接合実験でも、明らかになっている。一方、硼珪酸硝子では $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 4 %、 Al_2O_3 2 % とあり、またコバール硝子では $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O}$ 7.9 %、 Al_2O_3 4.3 % である。Na と Al について、それぞれの元素が接合部において一様に分布するようなプロセスを加えることにより、硝子同士の成分がよく混ざり、結果的に残留応力が低減し、K-P 直接接合を実用可能なものとなる。

新旧のプロセスによる K-P 直接接合について、応力測定結果を比較したものを図 2-1【8】に、成分分布の比較を図 2-1【9】に示した。上記の考察に基づいた新プロセスによる K-P 直接接合では、残留応力を減少させることができた。

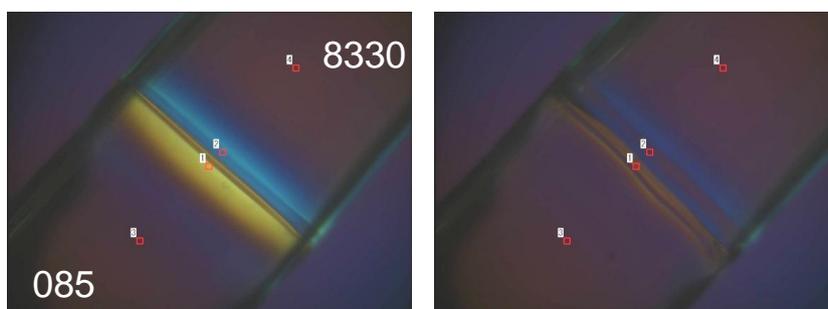


図 2-1【8】 K-P 直接接合応力測定結果。左図が旧プロセス、右図が新プロセスで作製した接合

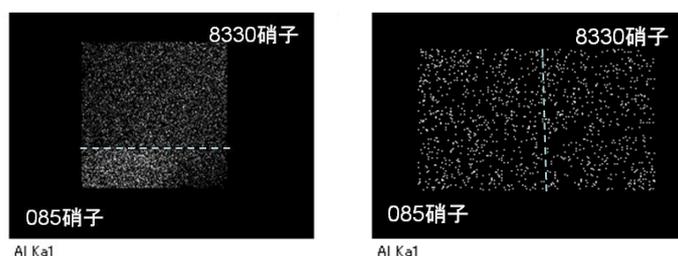


図 2-1【9】 K-P 直接接合の Al 分布測定結果。
左図が旧プロセス、右図が新プロセスで作製した接合

2-2 金属-硝子接合技術の高度化（主担当 株式会社鬼塚硝子）

2-2-1 本事業における目的

硝子材料による超高真空(10^{-8} Pa 台)維持技術を確立する。本事業では、様々な硝子-硝子接合において、同技術を用いた硝子製容器の到達真空度の評価や超高真空排気を阻害する要素に関する解析を行い、同技術の高度化を図る。また、高度硝子加工作業者が有する技能の数値化(見える化)を行い、同技術の継承の礎を築くとともに、同技術の高度化の一つともいえる、新方式の金属-硝子接合技術を開発する。

2-2-2 実施事項

2-2-2.1 金属-硝子接合について

硝子-硝子接合においては、異種の硝子同士が熔融し合うことによって接合が形成される。これに対し、金属-硝子接合は下記のようなメカニズムで形成される。図 2-2【1】に金属-硝子接合を利用した硝子への金属端子埋め込みプロセスを示す。まず、金属棒をバーナーで加熱し、適度に酸化させる(左図)。酸化膜を形成した金属に、それと膨張係数を合わせた硝子を巻きつける(中図)。その後、巻きつけられた硝子部分と同じ膨張係数の硝子管を接合する(右図)。このように、金属-硝子接合を形成する場合には、金属表面に酸化膜を形成するプロセスが非常に重要となり、金属酸化物と硝子が「なじむ」ことによって接合を形成している。

熟練硝子加工作業者（上級職人）は、金属-硝子接合に関して、①金属酸化膜厚により、接合強度が変化する、②金属酸化膜が厚すぎると真空リークを引き起こすことを経験で知っている。当該作業者は、金属酸化膜厚を色の変化で確認しており、経験によって、均一な製品を量産している。本事業においては、金属酸化膜の形成条件を詳細に検討することによって、金属-硝子接合技術を高度化することを行った。

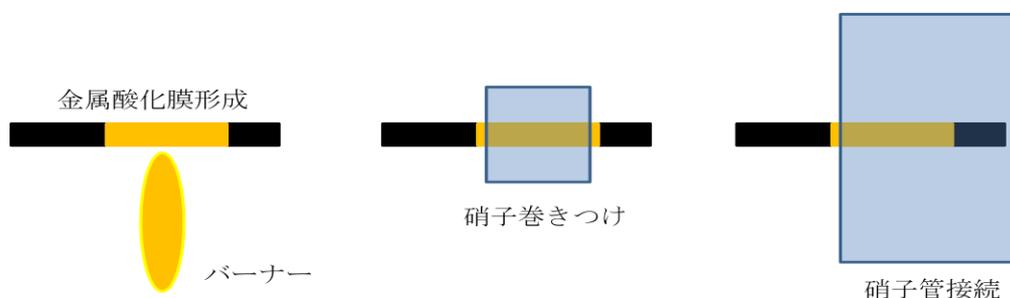


図 2-2【1】 金属-硝子接合形成模式図

2-2-2.2 スローリーク箇所解析について

コバル合金-コバル硝子接合はNanoX線管を作製する際に必要不可欠な接合であり、その他真空管を作製する際にも基本となる接合である。それゆえ、本事業では、このコバル合金-コバル硝子接合の高度化に注力してきた。上級職人が加工したコバル合金-コバル硝子接合と、初心者職人が加工した接合を図2-2【2】のように加工しそれぞれを比較評価した。図2-2【3】左には上級職人加工品、右には初心者職人加工品の酸化膜評価結果である。上級職人加工品においては、コバル合金とコバル硝子との界面に均一な酸化膜が形成されていることが分かり、その厚さは50 μm 程度である。この接合は 10^{-8}Pa を保持することがわかっており、この酸化膜を再現すれば、 10^{-8}Pa を維持する容器の量産が可能になるはずである。一方、図2-2【3】右で示す初心者職人が加工したものは、すぐにクラックが発生した。その断面を評価してみると、酸化膜領域が不明瞭であること、かつ不均一であることなどが分かった。以上の結果から、接合部分の詳細な観察によって、職人の技能を客観的に評価可能であることが明らかとなった。

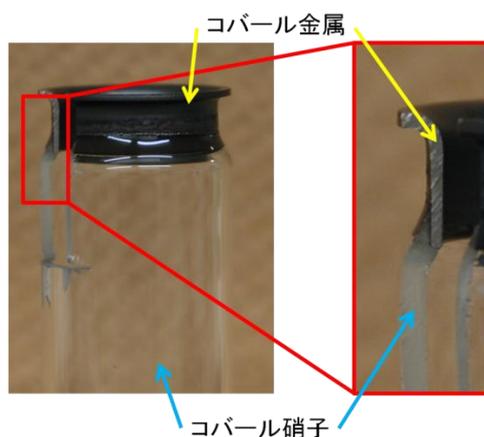


図 2-2 【2】 コバル合金-コバル硝子酸化膜評価加工

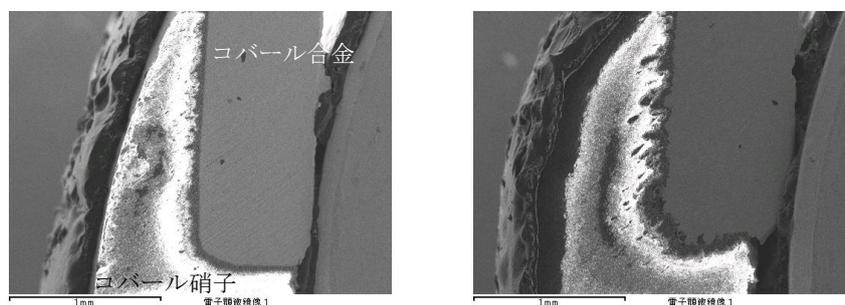


図 2-2 【3】 コバル合金-コバル硝子評価結果。

左は上級職人加工品、右は初心者職人加工品

2-2-3 各種プロセス最適化について

前述のように、コバル合金-コバル硝子接合において 10^{-8} Pa の超高真空を得るための条件を明らかにした。この接合プロセスを最適化するために以下のような実験を行った。

まず、初心者職人に何も指示を出さないままの状態で作製してもらったコバル合金-コバル硝子接合の評価結果を図 2-2 【4】 左に示す。図 2-2 【3】 右の評価結果と同様に、酸化膜の厚みが不均一であり、すぐにでもクラックを起こしてしまいそうな接合となった。次に、初心者職人に酸化膜を形成するための条件を伝え、巻きつける硝子の分量を指示した。そのコバル合金-硝子接合の評価結果を図 2-2 【4】 右に示す。図 2-2 【4】 右からは、酸化膜がコバル合金の長さのほぼ中間点を山の頂点とするような盛り上がった酸化膜が形成されているのがわかる。50 μm 位の均一厚みの酸化膜形成が、コバル合金-コバル硝子接合において 10^{-8} Pa の超高真空を得るための条件であることから、この接合では不十分である。このような酸化膜が形成されるに至った理由は、硝子を巻きつける際の硝子の分量が少なく、その後硝子を追加する際に酸化膜が適量以上に形成されてしまったことによる。そこで、この硝子の量を適切化すべく加工を行ったコバル合金-コバル硝子接合の評価結果を図 2-2 【5】 に示す。このコバル合金-コバル硝子接合の酸化膜は均一に形成され、図 2-2 【3】 左の上級職人加工品が有する酸化膜と類似している。これによって、 10^{-8} Pa の超高真空を得るための条件を満たす接合が作製できたと考えられる。

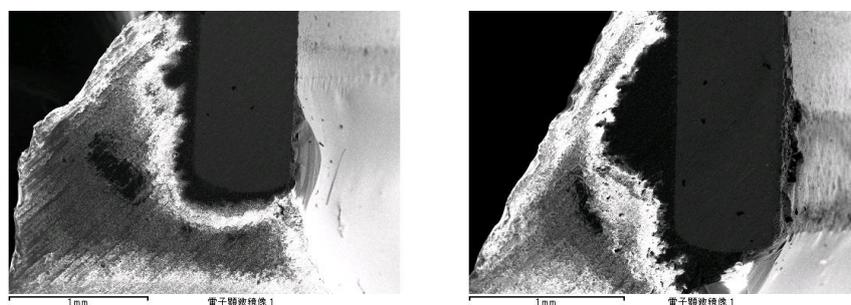


図 2-2 【4】 コバル合金-硝子接合評価。左図は作業指示無し、右図は指示有り

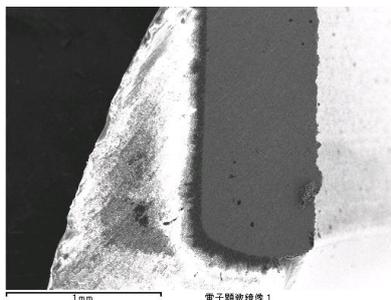


図 2-2 【5】 最適化された初級職人加工品金属-硝子接合評価結果

2-3 非金属－硝子接合技術の高度化（主担当 株式会社鬼塚硝子）

2-3-1 本事業における目的

硝子材料による超高真空(10^{-8} Pa 台)維持技術を確立する。本事業では特に、様々な非金属－硝子接合において、同技術を用いた硝子真空容器の到達真空度の評価や超高真空維持を阻害する要素に関する解析を行い、同技術の高度化を図る。また、高度硝子加工作業者が有する技能の数値化(見える化)を行い、同技術の継承の礎を築くとともに、同技術の高度化の一つともいえる、新方式の非金属－硝子接合技術を開発する。

2-3-2 実施事項

2-3-2.1 硝子－Si 接合原理について

硝子－Si 接合は通常、陽極接合によって形成される。この接合は Si 基板にプラス電圧を印加し、一方の硝子を接地して、接合部を $400\sim 500$ °C 程度に加熱する(図 2-3 【1】 左)。すると、接合面近傍に含まれる硝子中の Na イオンが、接合から硝子内部へ引き込まれ、接合部には Na イオンのない領域が形成される。その結果、この領域は電氣的に抵抗が高くなるため、Si 基板に印加される電圧のほとんどすべてが、この領域に印加されることになる。この時に生じる静電力によって、Si 基板中の Si イオンと硝子接合面上の O イオンが共有結合し、接合を形成する(図 2-3 【1】 右)。

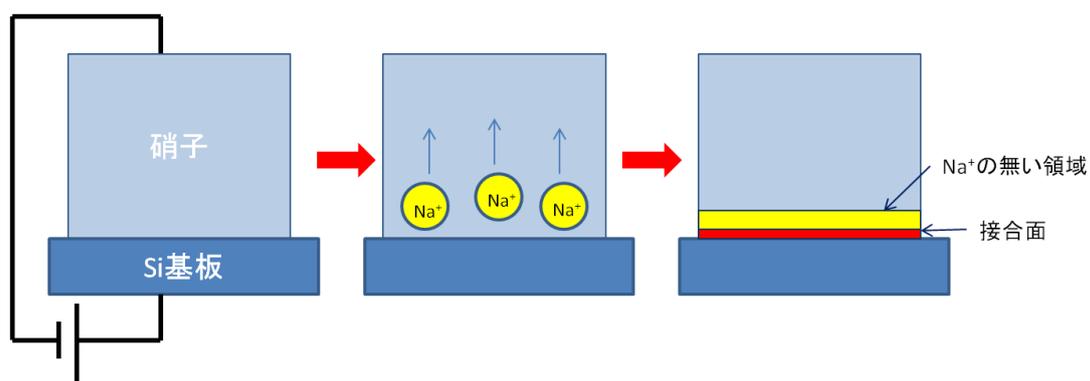


図 2-3 【1】 陽極接合技術模式図及び、陽極接合中の Na イオンの挙動および接合形成の詳細

2-3-2.2 特殊形状硝子に対する研磨プロセス確立について

硝子－Si 接合を用いた真空容器を作成するにあたり、Si 基板および硼珪酸硝子を用意し

た。接合前の処理としては、Si 基板はフッ化水素酸を用いてその表面の自然酸化膜の除去を行った。また、硼珪酸硝子は接合を形成する面を光学的にフラットな面になるまで、研磨した。その後 電気炉内に Si 基板、硝子、電極を配置し、温度がある一定値になったところで電圧を印加し接合を形成した。

一般的な硝子-Si 陽極接合は、どちらも平面的な Si 基板と板硝子とによって行われる。一方、真空容器を作製することを考えると、必然的に円筒状硝子を用いる必要性が出てくる。それゆえ、円筒の端面が光学的にフラットな硝子を安定して作製できなければならない。実験においてまず初めに円筒硝子を用意し、その端面を 1 個ずつ研磨した。しかしこの円筒硝子の端面を Si 基板と合わせてみると隙間があるものがほとんどであった。

そこで、硝子同士を束ね、松ヤニ等の接着材で固定したものを用意して研磨した（バンドル研磨法）。その試作品を図 2-3 【2】左図に示す。この硝子を Si 基板と接着させてみたところ、隙間もなく良好な端面を得ることができた。さらに端面を細かく見るために SEM で観察した。その結果を図 2-3 【2】右図に示す。大きな傷などのリークを引き起こす原因となるような部分は確認されず、真空容器を作製するのに適した特殊形状硝子を作製することができた。

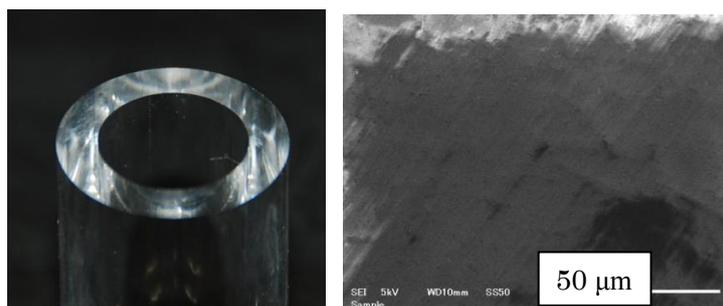


図 2-3 【2】左図、バンドル研磨法による特殊形状硝子。右図、特殊形状硝子端面 SEM 像。

2-3-2.3 硝子-Si 接合について

陽極接合の原理より、接合部近傍における Na の分布の態様が接合強度に寄与すると推測した。そこで接合に要する時間につれて、その Na の分布がどのように変化していくかを調べた。実験としては、電気炉内に Si 基板と特殊形状硝子を電極となる金属で挟みこむように設置し、420 °C になったところで電圧 3.7 kV を印加して接合を行った。電圧印加後の、電極間に流れている電流値の時間変化を図 2-3 【3】に示す。初め電流値は 1 mA のまま 5 分間安定して、その後 8 分までの間は降下した。8 分を過ぎると電流値はある範囲で増減を繰り返すようになった。図 2-3 【4】は、プロセス時間ごとの硝子-Si 陽極接合サンプルと Na 評価結果を示す。図 2-3 【4】から、プロセス時間が経過するに従い、接合面での Na 濃度の低い薄い領域が広がっていくことが見える。また 8 分以上経過の試料には、接合部近傍の硝子外壁に白い粉が析出しているのが観測できた。

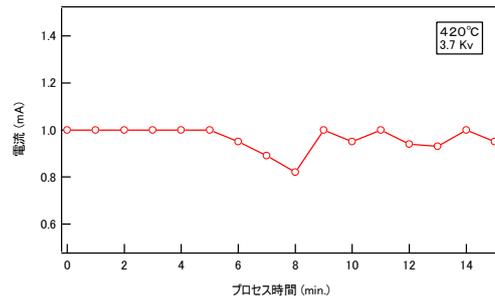


図 2-3 【3】 硝子-Si 陽極接合プロセス中の時間と電流の関係

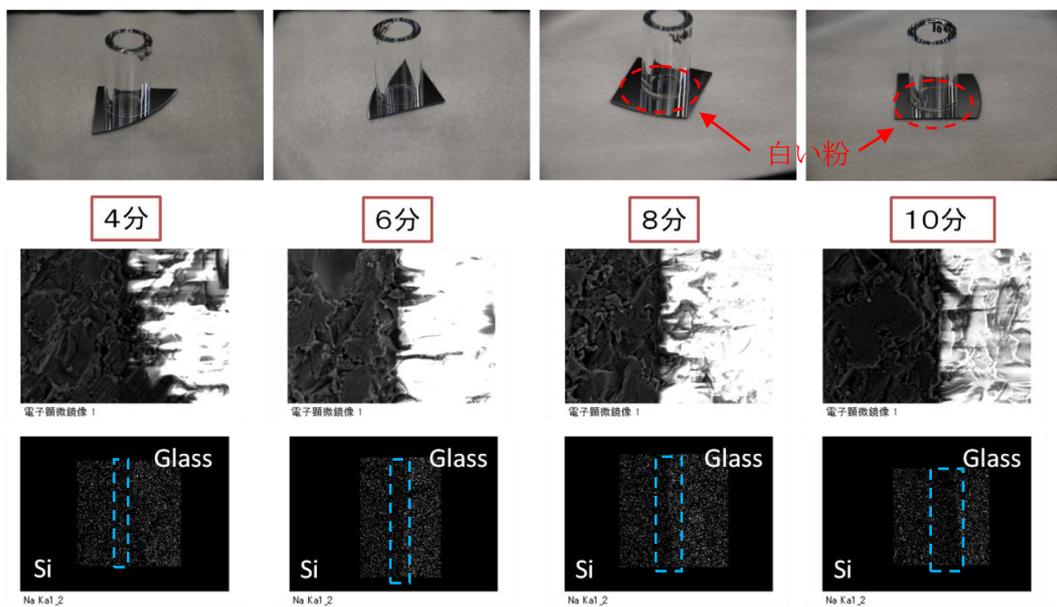


図 2-3 【4】 プロセス時間ごとの硝子-Si 陽極接合サンプルと Na 評価結果

上記の結果より、今回用いている接合形成の装置においては、プロセス時間が 7 分位の時に接合強度が一番強くなることがわかった。この最適化された条件の陽極接合で真空容器を製作し真空排気テストを行った結果、図 2-3 【5】 に示すように目標値である 10^{-8} Pa を達成した。



図 2-3 【5】 硝子-Si 陽極接合真空排気テスト。左図差し込み図は陽極接合真空容器

2-4 硝子材料を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価（主担当 株式会社鬼塚硝子）

2-4-1 本事業における目的

硝子材料による超高真空維持技術を活用して、次世代 X 線管が製作できることを示す。

2-4-2 実施事項

2-4-2.1 NanoX 線管について

次世代の X 線管たる NanoX 線管は、図 2-4 【1】 に示すように、Be 窓、X 線発生用金属薄膜、電子放出源となるナノ炭素材料グラファイトナノスパインズ (GNS)、そして制御電極から構成される。NanoX 線管を真空排気する場合、これらの部品からの脱ガスの寄与が大きくなる。このため、望まれる真空度に到達させるためには、効率的な脱ガスプロセスが必須である。

一方、実際に NanoX 線管内部が 10^{-8} Pa 台の真空であるかについては明らかとなっていなかった。そこで NanoX 線管内部の真空度を評価する手法を考案した。また NanoX 線管を長期にわたって動作させ、超高真空が維持できていることを明らかにした。

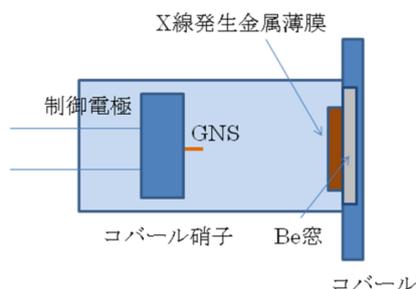


図 2-4 【1】 NanoX 線管構造模式図

2-4-2.2 NanoX 線管試作時の真空度評価について

NanoX 線管内部の真空度を評価するために、NanoX 線管動作時の電流値（以下、「管電流」という。）の安定度を指標とすることとした。

NanoX 線管内部の GNS は、管内の残留するガスを吸着する。その様子を図 2-4 【2】 に示す。GNS 等の材料はナノサイズの突起を有し、その先端から電子を放出するが、図 2-4 【2】 に示すようにガスの吸着によって、先端部の仕事関数（先端部からの電子放出量を決定する重要なパラメータ）が変化する。NanoX 線管内部の真空度が比較的良いと、ガス吸着もしくは離脱の頻度が低くなる、すなわち、先端部における仕事関数の変化の頻度が少なくなるため、電子放出量の安定度、したがって、管電流が安定する。一方、NanoX 線管内部真空度が悪くなれば、それに

伴って安定度は悪くなると予想される。

実際に NanoX 線管を真空排気台に設置して動作させ、 10^{-6} Pa 台から 10^{-8} Pa 台へ真空度を変化させ、それぞれの真空度における管電流を測定した。その結果を図 2-4【3】に示す。測定は 50 秒間、サンプリングは 100 ms で行った。図は管電流の時間依存性を示している。電流の安定度は標準偏差を測定値の平均値で除した値($I_{\sigma}/I_{\text{mean}}$)で評価することとした。 10^{-6} Pa 台、 10^{-7} Pa 台および 10^{-8} Pa 台の $I_{\sigma}/I_{\text{mean}}$ はそれぞれ、2.76 %、1.22 %、および 0.85 % となった。予想どおり、真空度が良くなるにつれて安定度が向上している。次に、真空装置から切り離し、封じ切った (チップオフした) NanoX 線管の管電流安定度を評価したところ 0.88 % となった。先のデータと比較すると、この NanoX 線管内部の真空度は 10^{-8} Pa 台を維持していることがわかった。

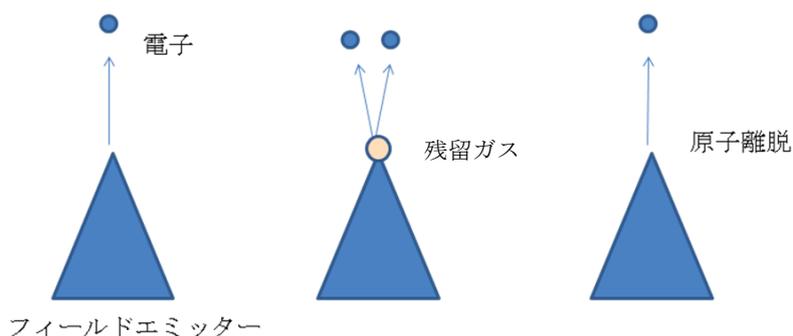


図 2-4【2】フィールドエミッター先端拡大模式図

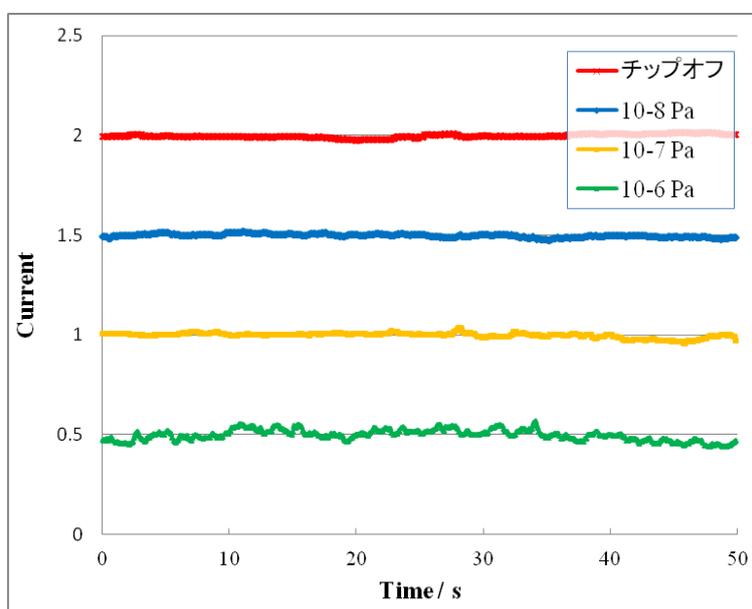


図 2-4【3】管電流測定結果

2-4-2.3 試作 NanoX 線管の寿命評価について

電界放出電子源を利用した電子機器の寿命は、その放出源がおかれている真空度に依存することが知られており、真空度が高いほうが一般的に寿命が長いと言われている。本事業では、実用的な寿命を有する機器を実現する超真空維持技術を確立することを目標としている。そこで、実際に NanoX 線管を製作しその寿命を評価した。

図 2-4 【4】に NanoX 線管を 2 個 (A105 管と A82 管)、8800 時間 (1 年間) 動作させたときの電圧の変化を示す。NanoX 線管の動作条件は両者ともに管電流を $100 \mu\text{A}$ に固定し、その電流を維持する電圧の変化を調べた。測定は 8800 時間、サンプリングは 1 分で行った。電圧の安定度は標準偏差を測定値の平均値で除した値で評価し、その値はそれぞれ 8800 時間の動作では A105 : 1.78 %、A82 : 1.34 % となった。これは 1 年間という時間経過中における NanoX 線管の電流・電圧特性の変化量を示している。

8800 時間動作させた後に、この NanoX 線管を、電圧を固定して動作をさせる実験を行った。その電圧は、管電流が $100 \mu\text{A}$ となる電圧である。電圧を設定後、管電流の時間変化を前述の評価法 ($I_{\sigma}/I_{\text{mean}}$) を用いて評価した。結果を図 2-4 【5】に示す。この時、前述の評価と同条件となるよう測定は 50 秒間、サンプリングは 100 ms で行った。電流の安定度は得られた電流値の標準偏差を平均値で除したものとした。結果は、A105 : 0.6 %、A82 : 0.4 % と高い電流安定度を両者ともに示した。上述の結果と比較すると、両方の NanoX 線管における電流の安定度は、 10^{-8} Pa 台での安定度より高いことがわかる。残留ガスが少なく電流値の変化が少ない方が、内部の真空が良くなることを考慮すれば、8,800 時間動作させた NanoX 線管内のそれぞれの真空度は 10^{-8} Pa 台を維持し続けていると考えられる。

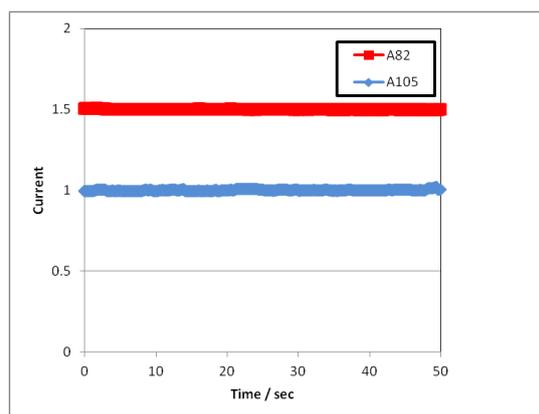
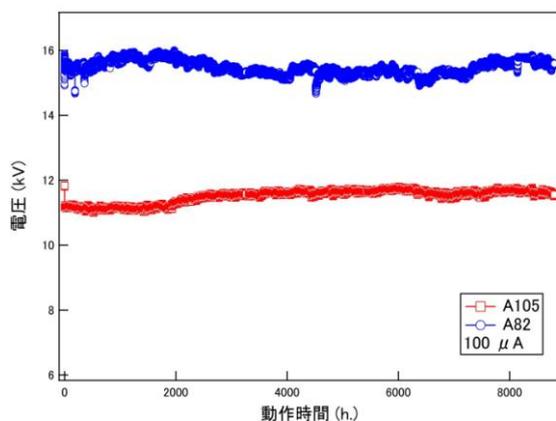


図 2-4 【4】 NanoX 線管寿命測定結果 図 2-4 【5】 NanoX 線管真空度評価結果

2-5 NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの高度化

2-5-1 NanoX 線管の高度化（主担当 国立大学法人東京大学）

2-5-1-1 本事業における目的

NanoX 線管に適した小型・高性能電子銃レンズ系を設計し、NanoX 線管を微小焦点化する。これにより、NanoX 線管を用いて透過像等を撮影する場合に、精細な画像を取得することが可能となり、同管の事業化が促進される。

2-5-1-2 実施事項

2-5-1-2.1 高性能 NanoX 線管レンズ構造について

本事業においては、NanoX 線管の汎用性が高まるよう、換言すれば、事業化の可能性が高まるように高性能化することを主眼としている。先に記述した焦点サイズ目標は、焦点サイズの微小化を徹底的に行ったいわゆるマイクロフォーカス X 線管のそれに比べると、かなり大きい。ただし、広範囲な利用が考えられる焦点サイズと思われるので、事業化の可能性を高めるといった視点では、意味のある目標値となっている。本格的にマイクロフォーカス X 線管を作成しようとした場合、その構造は図 2.5-1 【1】左図に示すように、非常に複雑になる。一方、100 μm 程度の焦点をもつ X 線管であれば、基本的な構成は図 2.5-1 【1】右図のように簡素な構造でも実現可能と思われる。実際に X 線管を製造する場合において、良品の歩留りを向上させることは、コスト競争力を向上させることにつながり、事業そのものを強固にする意味でも非常に重要となる。シンプルな構造であるほど、良品率は向上すると予想できることから、本事業においては基本的な設計を図 2.5-1 【1】右図に基づいて行うこととした。



図 2.5-1 【1】 左図は焦点サイズの微小化を徹底的に行ったマイクロフォーカス X 線管、
右図は本開発の高性能 NanoX 線管模式図

2-5-1-2.2 NanoX 線管の高度化について

図 2.5-1 右図のコンセプトに沿って高性能 NanoX 線管を設計し、その設計による電子軌道をシミュレーションにより検証した。3 電極レンズ構造のシミュレーション結果を図 2.5-1 【2】に示す。設計上、NanoX 線管の高度化に適するよう、電子銃およびレンズ系を含め 30 mm 強の長さとなっている。しかし、製品段階では、放電の発生など、製作上の課題によってはある程度の変更は考えられる。このシミュレーションによれば、電子ビームの焦点サイズが $44.2\ \mu\text{m}$ となると予想された。

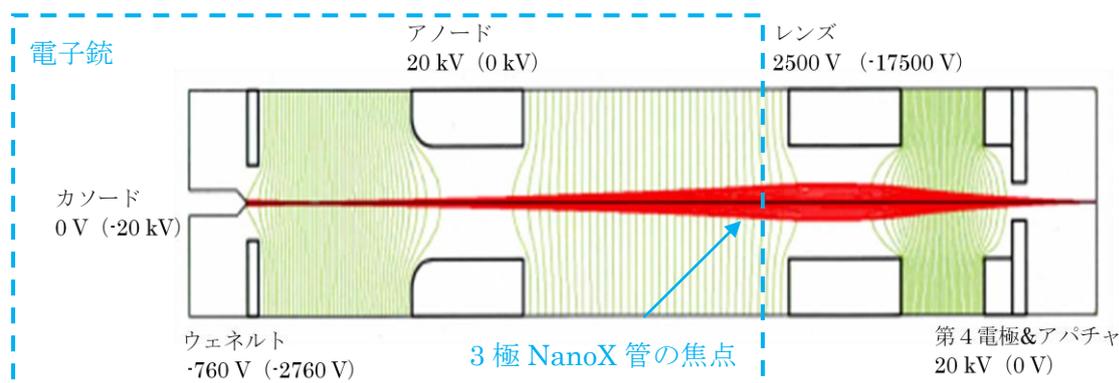


図 2.5-1 【2】 3 極レンズ構造 X 線管シミュレーション結果

図 2.5-1 【2】のシミュレーションに基づき、図 2.5-1 【3】に示すようなカソード、ウェネルト、アノードで構成される 3 極 NanoX 線管を試作した。ターゲット位置はアノードから 10 mm 離れた場所に設置した。この 3 極 NanoX 線管の焦点を、図 2.5-1 【4】左図で示したスターパターンカメラ法を用いて評価した。これは、電子線がターゲットに当たると、その焦点領域から X 線が発生する。理想点光源からの X 線による透過像と比べると、その焦点の領域の大きさに応じて、透過像がぼける。このぼけた部分を評価することにより焦点のサイズを間接的に評価する手法である。この手法により 3 極 NanoX 線管を評価した結果を図 2.5-1 【4】右図に示す。このとき、3 極 NanoX 線管にはカソード 0 V、アノード 30 kV、ウェネルトに -1.1 kV を印加して動作させ、管電流は $10\ \mu\text{A}$ であった。その結果、焦点サイズは $0.98\ \text{mm}$ であることがわかった。現在試作されている NanoX 線管においては、焦点サイズは約 $3\ \text{mm}$ となっており、カソード、ウェネルト、アノードの 3 極を用いることによって、焦点サイズを 3 分の 1 サイズまで縮小することができた。

電子銃部分の評価を終えたので、さらにレンズを追加した構造である 3 極レンズ構造高性能 NanoX 線管を作製した。図 2.5-1 【5】に、作製された 3 極レンズ構造高性能 NanoX 線管を示す。あいにくこの X 線管では、期待された結果を得ることはできなかった。これは、現行の作製手法では、レンズの中心軸と電極類のそれとのズレが大きく、レンズが本来の性能を発揮できなかったと考えられる。このレンズの組み込みにおける問題を解決することにより、3 極レンズ構造高性能 NanoX 線管において焦点サイズ $100\ \mu\text{m}$ 以下が実現すると予想される。

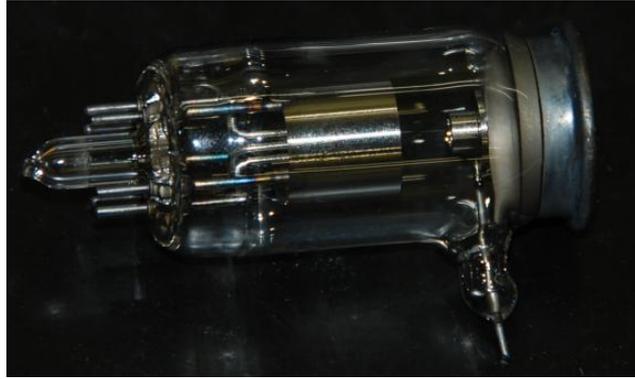


図 2.5-1 【3】 試作 3 極 NanoX 線管

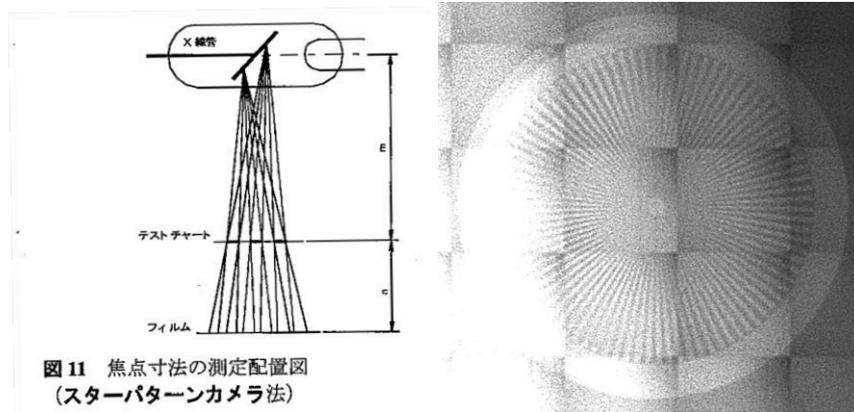


図 11 焦点寸法の測定配置図
(スターパターンカメラ法)

図 2.5-1 【4】 左図スターパターンカメラ法模式図。右図評価結果

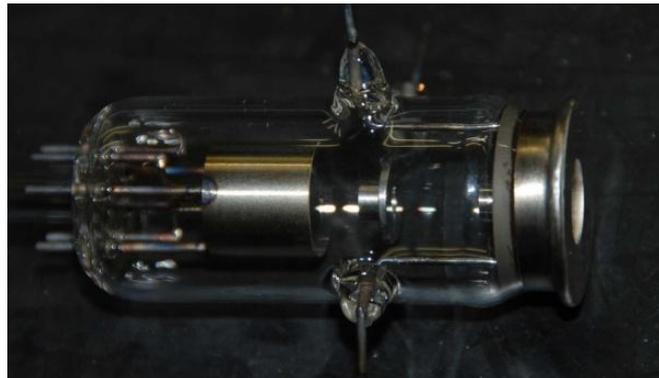


図 2.5-1 【5】 試作 3 極レンズ構造高性能 NanoX 線管

2-5-2 炭素系フィールドエミッターの検討（主担当 国立大学法人静岡大学）

2-5-2-1 本事業における目的

NanoX 線管の高度化を達成するうえで必須となる、大電流駆動可能な炭素系フィールドエミッターを開発する。

2-5-2-2 実施事項

2-5-2-2.1 炭素系フィールドエミッターについて

固体中から電子を取り出すための手法は、①固体を加熱する、②固体に強電界を印加するという2種類に大別できる。前者を熱電子放出、後者を電界放出という。熱電子放出を用いる電子源をフィラメント、電界放出を用いるものをフィールドエミッターと呼んでいる。電子線を利用する装置(X線管、電子顕微鏡など)にはいずれかの電子源が組み込まれている。それぞれの電子源には一長一短あり、フィラメントは比較的低い真空でも動作するが、電子を取り出すための消費電力が大きい。一方、フィールドエミッターは超高真空を必要とするが、電子を取り出す際に電力は少なくて済む。前述したように、フィールドエミッターが超高真空を必要とするのは、真空度の向上がそれを用いた機器の長寿命化につながるからである。フィールドエミッターの材料として代表的なものに、ナノサイズの構造を有する炭素系(ナノ炭素)素材があり、カーボンナノチューブ(CNT)、グラファイトナノファイバー(GNF)、さらにはグラファイトナノスパインズ(GNS)等が報告されている。これらを適切に用いれば、従来にはない、小型・省電力で、かつ長寿命なX線管が作製できると期待できる。表 2.5-2【1】に上記の炭素系フィールドエミッターの特徴を、閾電界強度と取り出せる電流量(電界放出電流量)で比較したものを示す。フィールドエミッターにおいて、閾電界強度は低いほど良好であるといえ、CNT および GNF は閾電界強度の点では有利な材料といえる。

表 2.5-2【1】 炭素系フィールドエミッターの特徴

	CNT	GNF	GNS
閾電界強度	◎	○	△
最大電界放出電流	△	△	◎

2-5-2-2.2 炭素系フィールドエミッターの検討について

本事業で事業化を目指すナノ炭素フィールドエミッターを用いたNanoX線管に必要な特性は、閾電界強度の低さではなく電界放出電流量であり、その値が大きいほどよい。その点でGNSは優れており、すでに、低電圧(20 kV 未満)で動作するGNSを用いたNanoX線管については報告した。そこではGNSが大電流(1 mA 以上)動作可能であることを確認し、優れたエミッターであることを実証した[1]。本事業では、GNSに代わる新たなナノ炭素材料である高温燃焼グラファイト(Graphite Field Emitter Inflamed at High Temperature : GFEIHT)を開発し、そのデータを取得するとともに、GFEIHTを用いたX線管を試作作製し、評価した。

先に述べたようにGNSは、非常に優れたフィールドエミッターである。このエミッターをさらに高度化する要素としては、性能の向上はもとより、生産性の向上があげられる。GFEIHTはこれらの向上を図ることが可能なフィールドエミッターであると期待される。

GNSの作製は、機械加工により先鋭化したグラファイト棒に水素プラズマを照射することによって行われる。グラファイト棒を先鋭化させるためには機械加工が必要となる。また、水素プラズマ発生装置は、真空排気が必要であるため、製造のスループットが悪く、生産性が良いとは言い難い。一方、グラファイト棒を燃焼して酸化することにより、その表面にナノ構造体が形成されれば、水素プラズマ照射が不要となり、ナノ炭素材料フィールドエミッターを製造する上で圧倒的な高効率化が図れるものと期待できる。このような考えに基づいたプロセスの模式図を図 2-5-2【1】に示す。水素酸素混合ガスから生成される燃焼炎中に、グラファイト棒を挿入するだけであり、GFEIHT 製作プロセスは極めて簡単である。図 2-5-2【2】は、燃焼炎にさす前後のグラファイト表面形状を電子顕微鏡で撮影した像である。燃焼炎にさすことによって、機械加工をせずに表面形状が変化することがわかる。高拡大写真を見ると、GFEIHT 上にはナノサイズの突起が無数に形成されており、水素プラズマを用いなくとも、非常に簡便な方法で、ナノ構造体を作りこめることを確認した。

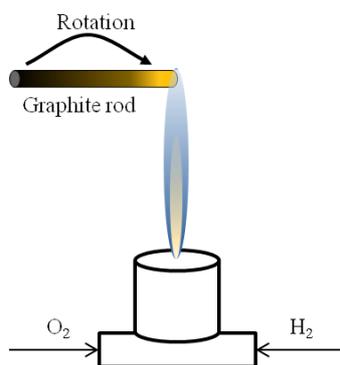


図 2-5-2【1】 GFEIHT 製造方法模式図

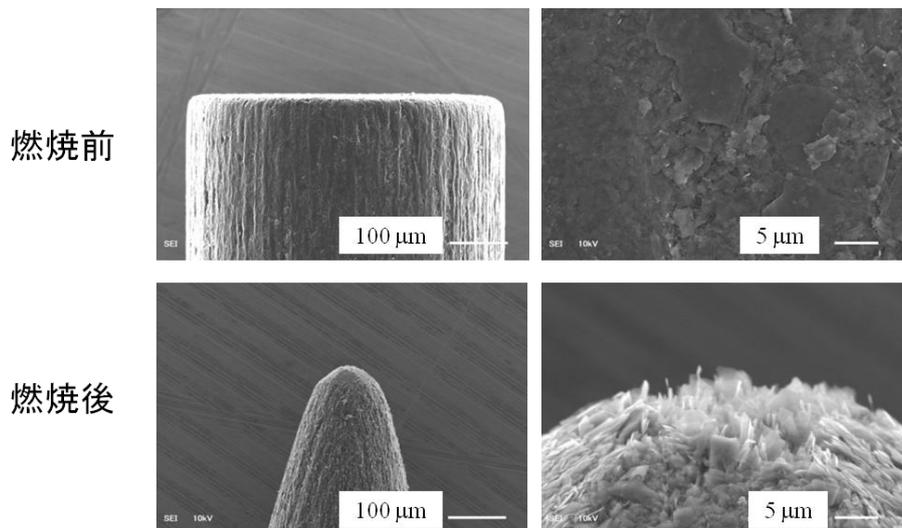


図 2-5-2 【2】 GFEIHT 処理前後の写真

GFEIHT の特性を評価するため、図 2-5-2 【3】 および図 2-5-2 【4】 に示すような NanoX 線管を実際に試作し、真空装置に取り付けた。管内の真空度は 10^{-8} Pa 台である。図 2-5-2 【5】 はこの NanoX 線管の管電流－管電圧特性を示す。ここで、管電流とはアノード電流、管電圧とはアノード電圧である。測定では、制御電極(図中ウェネルト)および GFEIHT(図中カソード)を接地し、X 線ターゲット(図中アノード)に直流高圧電源を接続した。図 2-5-2 【4】 からわかるように、管電圧 11 kV 弱において管電流 2 mA を観測した。これは母材の曲率が GNS に比して大きくなることで電界集中が起こりやすくなり、また先端にナノ構造体が密集していることから、電子が放出されやすい形態になったからであると考えられる。

上記の X 線管をチップオフし、GFEIHT からの電流放出特性をより詳細に検討するため、時間に対する管電流の安定度を調査した。図 2-5-2 【6】 に試作した NanoX 線管の管電流の時間依存性を示す。測定では、制御電極および GFEIHT を接地し、X 線ターゲットに直流高圧電源を接続した。測定初期の管電圧および管電流は 16.6 kV、160 μ A であった。この電子放出特性の変化は、真空装置からチップオフする際、ベーキング等の操作を加えたことにより、管球内部の環境が変化したことに起因すると思われる。図から 24 時間の連続動作においても、初期の管電流を維持していることが分かる。図 2.5-3 【6】 における管電流測定結果をもとに、試作 X 線管の電流変動率を求めた。電流変動率は得られたデータ(24 時間測定、サンプリング間隔 2 秒)の標準偏差を平均値で除したもの($I_{\sigma}/I_{\text{mean}}$)とした。計算を行ったところ $I_{\sigma}/I_{\text{mean}}$ は 2.8 % [2] であった。GNS (2.4 %) [1] と比して遜色ない値が得られた。

以上の結果から、GFEIHT は GNS と同等の性能を有するフィールドエミッターでありながら、生産工程を大いに簡略化できることが確認され、本事業内で目的とする高度化された NanoX 線管の事業化に際して、基本的な材料として有望である。

- *参考文献 [1] A. Jyouzuka et al., J. Vac. Sci. Technol. B 28, C2C31 (2010).
 [2] Y. Iwai et al., J. Vac. Sci. Technol. B 31, 02B106-1 (2013).

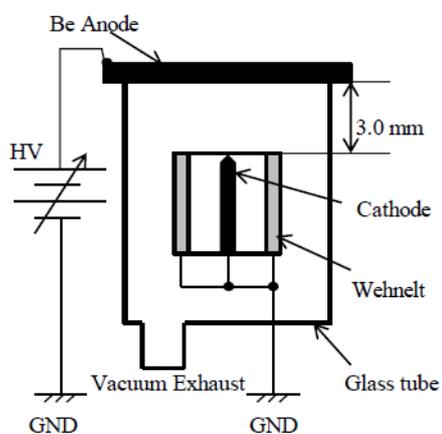


図 2-5-2 【3】 試作 NanoX 線管模式図

図 2-5-2 【4】 試作 NanoX 線管

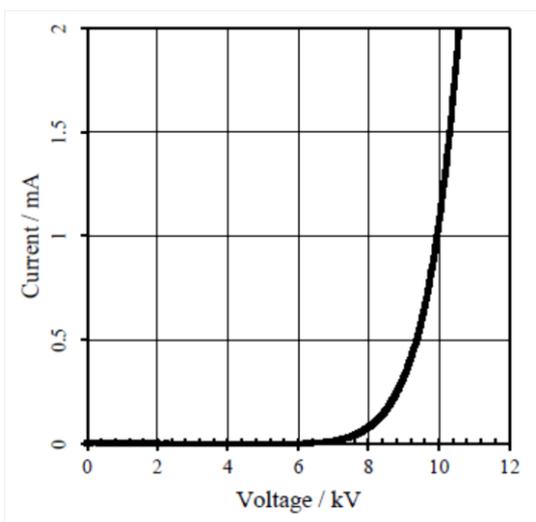


図 2-5-2 【5】 管電流－電圧特性

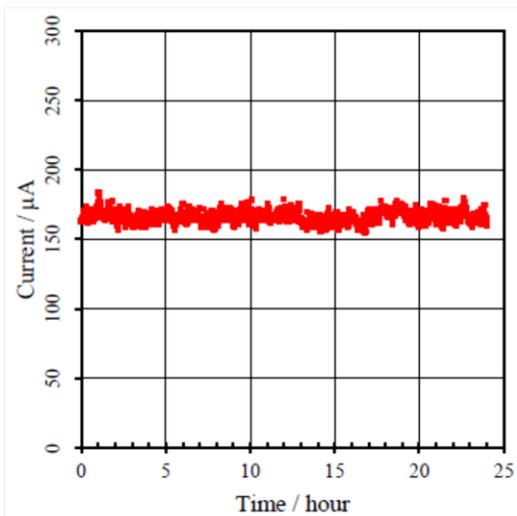


図 2-5-2 【6】 管電流時間依存性

2-5-3 小型・高効率高圧電源の開発（主担当 フューテックス株式会社）

2-5-3-1 本事業における目的

NanoX 線管専用の小型(0.5 L)で高効率(出力電力/入力電力=0.8)な高圧電源の設計、試作を行う。当該電源は、本事業内で高性能化される NanoX 線管の性能・特性を最大限発揮させ、携帯型 X 線発生装置を実現するものであって、それを株式会社鬼塚硝子とともに事業化することが目的である。

2-5-3-2 実施事項

2-5-3-2.1 電源回路について

高効率高圧電源の設計にあたり、一次入力の手率を改善する電源回路である手率改善回路(Power Factor Corrected: PFC 回路)を導入し、高圧部制御回路については PWM 制御を適用することにより高圧発生部の高効率化 (80 %) を達成した。図 2-5-3 【1】に PFC 回路図を、図 2-5-3 【2】には PWM 制御回路を示す。PFC 回路の特徴としては、手率が改善されるとともに、高調波ノイズの抑制効果がある。ただし、同回路は 100 W 以上の電力負荷に対して効率が良くなることが以前の調査で明らかとなった。実際に NanoX 線管を動作させるのに必要な電力は 30 W 程度であると予想されるため、電源供給を AC アダプターにより行える基板を設計することとした。これにより電源の電池駆動を視野に入れることができた。

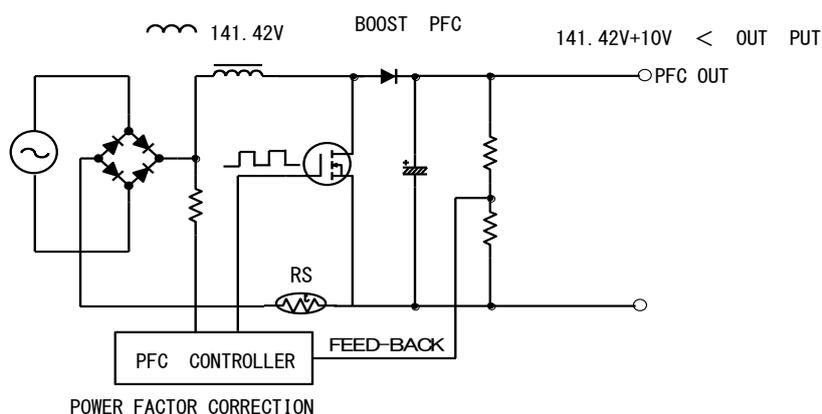


図 2-5-3 【1】 PFC 制御回路図

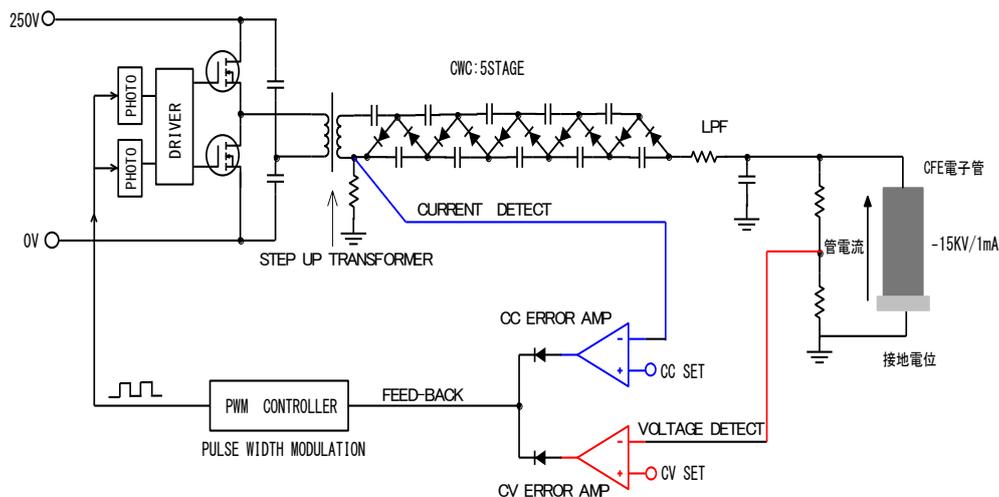


図 2-5-3 【2】 PWM 制御回路図

2-5-3-2.2 小型・高効率高圧電源の開発について

図 2-5-3 【3】には旧来型（2010 年度初期）および開発した小型制御回路を示す。図 2-5-3 【3】左図が旧来の回路であり、サイズとしては 100 mm X 188 mm である。図 2-5-3 【3】右図には小型制御回路を示す。比較するとわかるように、旧来の回路においては、コイル、コンデンサーなど比較的大きな容積を有する部品が多数実装されていたが、これを極力抑え、かつ表面実装を行うことによって実装面積を圧縮することができた。小型化した回路基板の面積は 50 cm² 程度であって、後述するコッククロフトウォルトン回路 (CWC 回路) の小型化と組み合わせることで、目標値である 0.5 L を達成できる見込みを得た。

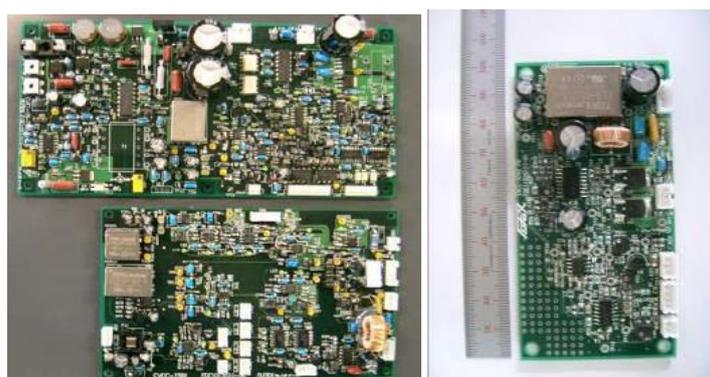


図 2.5-3 【3】 制御基板回路。左図は旧来型、右図は小型

昇圧回路である CWC 回路はコンデンサーとダイオードからなる回路である。CWC 回路中のコンデンサーとダイオードをはんだ付けする銅パッドの設計により回路中での放電を防止することが可能になることから、このパッドを新たに設計することによっても小型化が可能となる

こと明らかにし、CWC回路の小型化に成功した。図 2-3-6 【4】 左は旧来型の回路を、右には開発した小型回路を示す。旧来型に比して十分に小さな回路が実現した。



図 2-5-3 【4】 CWC 回路基板。左は旧来型、右は小型化したもの

前述の技術を統合するべく、超小型高圧電源の試作を行った。電源の出力特性は NanoX 線管の特性に合わせ、最大 30 kV で 100 μ A 出力とした。作製した超小型高圧電源を図 2-5-3 【5】 に示す。製作した超小型電源の容積は 0.5 L であり、掲げた目標を達成することができた。

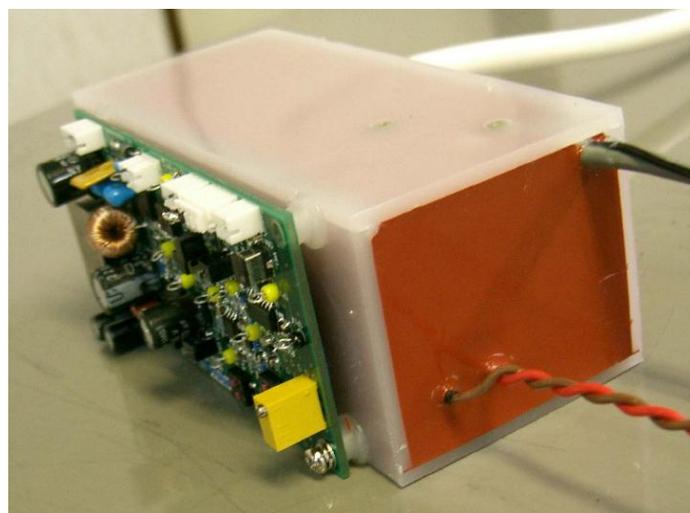


図 2-5-3 【5】 超小型高圧電源

2-6 NanoX 線管応用機器の開発（主担当 株式会社鬼塚硝子、フューテックス株式会社）

2-6-1 本事業における目的

高度化した技能等を継承・存続させるためには、それを用いた機器を市場化し、利益を得ることが重要となる。これを達成するため、NanoX 線管を応用した機器開発を行い、これらを利用した製品群の市場化を目指す。

2-6-2 実施事項

2-6-2.1 デモ用試作機の開発について

NanoX 線管と 2-5-3 で言及した超小型高压電源を組み合わせた超小型 X 線発生装置を開発した。図 2-6【1】にその超小型 X 線発生装置の外観写真を示す。電源の出力は最大-25 kV で 300 μ A とした。サイズは 77 mm (W) 、66 mm (H) 、179 mm (L) となり、ボディの素材には真鍮を使用した。これは、真鍮を使用することにより鉛フリーな X 線遮蔽を行うためである。図 2-6【2】には超小型 X 線発生装置を 90 時間、電流値一定となるよう動作させた時の電流・電圧の変化を示した。安定度は得られたそれぞれの電圧値・電流値(測定は 90 時間、サンプリングは 1 分)の標準偏差を平均値で除したものとして計算した。電圧は平均：22.28 kV で安定度：0.251 %、電流は平均：302.3 μ A で安定度：0.0338 % となり安定に動作していることが確認できた。



図 2-6【1】 超小型 X 線発生装置外観

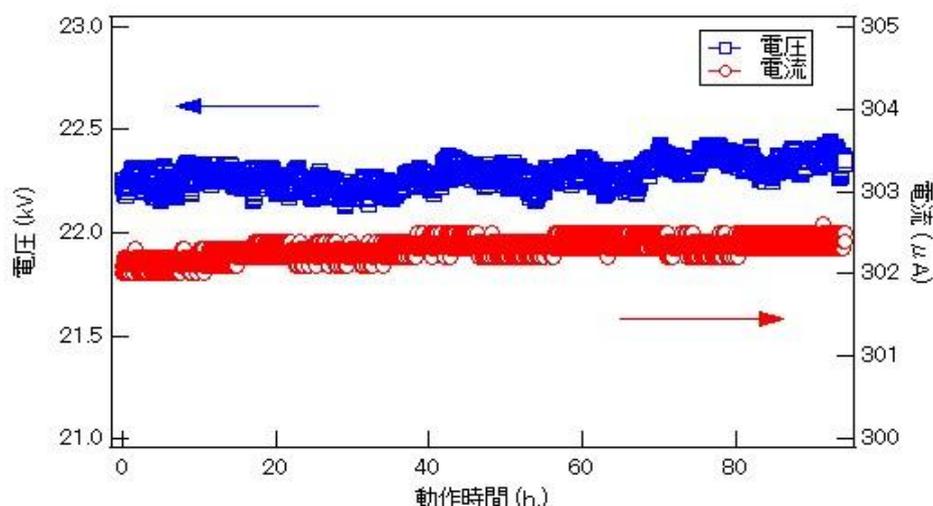


図 2-6 【2】 超小型 X 線発生装置の試験運転結果

2-6-2.2 川下ユーザーによる超小型 X 線発生機の評価結果

開発した超小型 X 線発生装置を堀場製作所にサンプル出荷し、評価して頂いた。発生 X 線の光源評価結果においては、NanoX 線管の焦点サイズ 4.4 mm であるものの、輝度が高い部分が移動してしまうという結果が得られた。これはエミッターからの電子放出する場所が安定していないためと考えられる。発生する X 線のスペクトルの測定結果においては、ターゲットとして使用した Ta と、スリットに用いた W の以外に Fe 等が観測された。このことから、Be 窓の枠となるステンレスに電子線が当たっていると推測される。X 線強度の時間変化において、電源オン後 15 分以内に少しずつ上昇し、その後安定領域においては 2.5 %の変動が確認された。さらに電源オフ後 3 分間は X 線が観測された。電源オン後の上昇については、ターゲットに電子線が衝突することにより過熱し、温度が安定するまでの時間の寄与が表れている。安定領域の変化については、図 2-6 【2】 から求められた電圧特性の安定度 0.25 %よりも 1 桁大きい。これは光源評価と光源スペクトルの結果より、電子線が Ta とステンレス部分に当たる比率の変化が影響しているのではないかと考えられる。電源オフ時の X 線発生については、電源内部のコンデンサー等の影響が考えられる。

第3章 全体総括

【1】 硝子－硝子接合技術の高度化

- 【1-1】 クラック部分の解析 →組成、応力評価を用いて技術の見える化に成功した。
- 【1-2】 段シール加工プロセスの改善 →プロセスを簡略化した K-P 直接接合を実現した。

【2】 硝子－金属接合技術の高度化

- 【2-1】 スローリーク箇所解析 →金属部の酸化膜の均一性が寄与していることを明らかにした。
- 【2-2】 各種プロセス最適化 →技術の見える化に成功した。

【3】 硝子-非金属接合技術の高度化

- 【3-1】 特殊形状硝子に対する研磨プロセス確立 →バンドル研磨法にてフラットな端面を作成できるようにした。
- 【3-2】 硝子－Si 陽極接合 →真空度 10^{-8} Pa 台を達成した。

【4】 硝子材料を用いた真空の維持技術の高度化に対する総合評価

- 【4-1】 NanoX 線管試作時の真空度評価 →管球内の真空度を評価できるようにした。
- 【4-2】 試作 NanoX 線管の寿命評価 →8800 時間（一年）の連続駆動を実証した。

【5】 NanoX 線管応用超小型・省電力 X 線発生システムの開発

- 【5-1】 NanoX 線管の高度化 →焦点サイズを 1 mm 以下にした。
- 【5-2】 炭素系フィールドエミッターの検討 →2 mA の大電流を得るエミッターを開発した。
- 【5-3】 小型・高効率高圧電源の開発 →サイズ 0.5 L、効率 80 %を達成した。

【6】 NanoX 線管応用機器の開発

- 【6-1】 デモ用試作機の開発 →サンプル出荷し、評価結果を得た。

全体を通して概ね良好な結果が得られた。今後は残る問題点を解決することにより、この成果を事業化へと繋げていく予定である。