超高真空中における無酸素銅電極の絶縁破壊特性

正員 小林 信一 (埼玉大)

正員 斉藤 芳男 (高エネルギー研)

非会員 永井 康睦 (日立電線)

非会員 山本 佳紀 (日立電線)

Breakdown Characteristics of Oxygen-Free Copper Electrodes in Ultrahigh Vacuum

Shinichi Kobayashi, Member (Saitama University), Yoshio Saito, Member (National Laboratory for High Energy Physics), Yasuchika Nagai, Non-member, Yoshiki Yamamoto, Non-member (Hitachi Cable Ltd.)

Oxygen-free copper is widely used in such devices as particle accelerators, satellites, surface analyzers etc. Under ultrahigh vacuum condition electrical breakdown will be influenced by electrode bulk conditions such as gas absorption, impurity contents etc. as well as the electrode surface conditions. Using an in situ electrode surface cleaning system, the vacuum breakdown strength of vacuum degassed oxygen free copper electrodes satisfying ASTM-F-68 specification of Class 1, Class 3 and Class 5 is measured. Breakdown experiments reveal that the conditioning effect of vacuum gap is most significant in Class 1 electrodes. Any Class 1 electrode processings, except for annealing, do not improve the breakdown field at the first voltage application after the processing. The electrode annealing processing in vacuum environment is effective in improving the breakdown field at the first voltage application. It is discussed that the annealing releases the mechanical stresses due to electrode surface shaping.

キーワード：真空絶縁破壊，無酸素銅，超高真空，イオンビームスパッタリング，In situ 表面処理

1. ま え が き

粒子加速器，大電力送信管，衛星搭載用電気機器，真空遮断器などでは，真空ギャップの絶縁特性がそれらの機器の信頼性，性能を左右することが多い。真空中のギャップ間の絶縁破壊は，電極間に存在する気体分子の密度が極めて低いため，電極表面からの粒子供給により開始されると広く考えられている⁽¹⁾。そのため，電極表面状態と絶縁耐力の関係に関する多数の研究がなされてきている⁽²⁾。また，電極材料の種類に対する絶縁耐力の相違についても，多数の研究結果が報告されている⁽³⁾。しかし，従来の研究では，電極表面状態の影響を明らかにするには，表面分析が不十分であったり〔電極表面の状態を明確にするには，その場(in situ)分析の手法を必要とする〕，電極材料の影響を明らかにするのに必要となる電極材料素材の出自，素材の前処理(表面およびバルク)，加工方法，真空条件などが厳密に規定されていなかったり明らかにされていない。そのため，報告された結果が必ずしも一般的に適用できるとは限らないことが多い。昨今のように様々な技術が進歩

し，各種の機器が極限的な条件下(例えば，超高真空，超高電界など)で使用されるようになると，このような状況では装置を設計する場合に対応することが困難となる。

上に述べた機器で通常使用される電極材料は，無酸素銅であり，雰囲気も超高真空であることが多い。一口に無酸素銅と称しても各種のものがあられ，それぞれに応じてその特性が微妙に異なる。超高真空中でのギャップの絶縁破壊は，コンディショニング後には，相対的に電極表面状態の影響が低下し，電極素材(バルク)の特性が及ぼす影響の比重が増大することが考えられる。しかし，電極表面の効果とバルクの影響を分離して実験を行うことは困難であるといわれている⁽⁴⁾。すなわち，このような実験を行うには，絶縁破壊試験に供するまでの電極の履歴を規定し，かつ超高真空の雰囲気中で in situ 表面処理を施した後，試験を行うことが必要となるからである。本研究は，このような実験上の必要条件を現段階でできる限り満たすように，バルクの特性および加工方法が明らかにされている無酸素銅電極を用い，超高真空中で in situ 表面処理を行い，絶縁破壊特性に対してバルクの特性が及ぼす影響を明らかにす

図 1 ASTM-F 68 規格による無酸素銅結晶の比較図⁽⁶⁾
Fig. 1. Comparison chart for estimating the degree of contamination in copper (specified in ASTM-F-68).

ることを目的として行われたものである。ここでは、これまでに得られている実験結果を報告する。

2. 無酸素銅材料の特性

真空中において絶縁耐力の高い電極材料は、一般に超高真空用として用いられている材料と一致する。すなわち吸蔵ガス量の少ない材料である⁽⁵⁾。無酸素銅の純度については、電子管用無酸素銅の JIS-H3510 あるいは一般用無酸素銅の JIS-H3100 の規定があるが、ガス成分について規定されているのは酸素のみである。真空機器で問題となる水素などのガス成分についての管理が必要であるが、分析方法などによる相違が大きく、現状では必ずしも信頼性が高いとはいえない。

アメリカの ASTM 規格における電子管用無酸素銅の規格 F-68 では、結晶組織中に見られる空孔などの欠陥の程度により、無酸素銅のグレードを Class 1~Class 5 に分類している。図 1 は、ASTM-F-68 の組織判定に用いられる結晶組織の比較図⁽⁶⁾である。同図に見られる黒点は、液相から放出されたガスが脱出できないまま固相中に残留した結果生じるものである。従って、この黒点が少ない組織ほど吸蔵ガス量も少ないものとみなすことができる。

一般には、図 1 に見られるように、純度が高くなるに従い結晶粒も大きく成長する。しかし、結晶粒の大きさは、〈5・1〉節で述べるように、素材の加工度によっても変化するものであり、例えば冷間での加工度が高くなると結晶粒は小さくなる。従って、結晶粒の大きさで純度を比較するときは、加工度を考慮に入れなければならない。

本実験では、真空中で脱ガス処理が施され、図 1 の Class 1, Class 3 および Class 5 に相当する無酸素銅を素材とし、図 2 に示す形状に加工された電極を使用した。使用した無酸素銅の分析によれば、Class 1 は純度 99.996%、水素濃度 0.3 ppm、酸素濃度 1 ppm 以下であり、Class 5 は純度 99.996%、水素濃度 1 ppm、酸素濃度 5~8 ppm であった。

電極表面は、旋盤加工を主加工とし、その後必要に応じ所要の処理を施した。細心の注意をはらって研磨を行っても、表面に研磨砥粒、バインダあるいは溶剤などの各種不純物が残留するのは避けられず、表面を清浄にしたつもりが、実際は汚染させていることにもなりかねない。その点

図 2 供試電極形状
Fig. 2. Electrode geometry.

旋盤加工はそのような可能性が最も低いと考えられる。より厳密には、切削油、加工者まで規定すべきであるが、今回はそこまで行っていない。

3. 実験装置および方法

〈3・1〉 実験装置 図 3 に実験装置の概略を示す。実験装置は、二つの真空容器からなり、ゲートバルブにより連結されている。同図左側の真空容器 1 (供試電極導入用真空容器) では、供試電極の導入およびアルゴンイオンビームによる電極表面清浄化処理を行う。真空容器 2 (絶縁破壊試験用真空容器) では、供試電極の絶縁耐力を測定する。この二つの真空容器間での供試電極の移動には、トランスファロッドを用いる。

印加電圧は衝撃電圧発生装置 (IG) から真空ギャップに供給され、その最大尖頭電圧は 100 kV、波頭長 64 μ s、波尾長 700 μ s の衝撃電圧である。

真空容器 1 は、ターボ分子ポンプ (TMP) により排気され、到達圧力はベーキング後で 7×10^{-7} Pa である。また、絶縁破壊試験用の真空容器 2 は、イオンポンプ (SIP) により 5×10^{-7} Pa に排気され維持されている。真空容器 1 のみが大気開放され、真空容器 2 は常に超高真空の状態に維持されている。

これらの装置は、シールドルームの中に設置され、絶縁破壊時の誘導雑音の影響を除去できるようにしてある。電圧、電流波形は、シールドルームの外に設置されたデジタルメモリーに記録した。

〈3・2〉 In situ 電極表面処理 大気中での処理などによる電極表面の汚染物質の除去は、アルゴンイオンビームによるスパッタ作用を利用して行った。図 3 に示す左側の真空容器に取り付けたイオン銃によりアルゴンイオンを電極表面に照射し、スパッタ作用により汚染物質を除去し、

清浄化処理を行う。この方法は、通常の表面分析(例えば、オージェ電子分光法、X線光電子分光法など)では検出不可能なほどの清浄な表面を得ることができ、たいへん有効な方法である⁽⁷⁾。この装置では、表面の清浄化処理が施された電極を、大気にさらすことなく絶縁破壊試験容器に移送できるので、大気暴露による表面汚染を回避でき、清浄な表面のまま絶縁破壊試験に電極を供することができる(in situ 電極表面処理)。

イオンビームの照射条件(イオンビーム電流、イオンビームエネルギー、イオンビーム径、照射時間など)は、絶縁破壊特性に大きな影響を及ぼすと考えられる。本実験では、ビームエネルギーは2 keV、照射時間は一点あたり10分とし、電極表面の中心付近5点に対して照射を行った。また、陰極、陽極両方の電極表面に対してスパッタ処理を行った。

イオンビーム照射による清浄化処理は、表面分析の分野では確立された手法であり、ここで用いたイオンビーム照射条件は、通常使用される代表的な値である。しかし、2 keV程度のイオンエネルギーとなると、電極表面は清浄になると同時に損傷を受けることも避けられない。従って、絶縁破壊試験の結果には、この損傷の影響も含まれることになるが、今回は清浄化の効果に重点を置いて実験を行った。

〈3・3〉 実験方法 超音波洗浄が行われた供試電極を真空容器1に導入した後、ターボ分子ポンプで排気する。電極表面清浄化処理を施さない場合は 10^{-6} Pa台まで排気した後絶縁破壊試験容器に電極を移送する。清浄化処理を行う場合には、 1.3×10^{-6} Paまで排気した後、アルゴンガスを 6.5×10^{-4} Paまで導入し、イオン銃を作動させアルゴンイオンビームによるスパッタ処理を行う。スパッタ処理終了後は、再び真空容器を 10^{-6} Pa台まで排気し電極を絶縁破壊試験容器に移送する。

絶縁破壊試験は次の手順で行う。まず、ギャップの長さを所定の値(通常5 mm)に調節した後、高電圧を印加し絶縁破壊を発生させる。絶縁破壊を繰り返すに従い破壊電圧が上昇する(コンディショニング効果)ため、本実験装置の最大印加電圧(100 kV)では絶縁破壊が生じなくなる。そ

図3 実験装置概略図

Fig. 3. Schematic diagram of the experimental system.

こで、次にギャップの長さを短縮し、再び絶縁破壊が生ずるようにして実験を継続する。以下、順次このような手順を繰り返し、総計500回絶縁破壊試験を行う。

4. 絶縁破壊特性

〈4・1〉 電極表面スパッタリングの効果 まず、電極表面にスパッタリング処理を施した場合の絶縁破壊試験結果を図4に示す。(a)図はスパッタリング処理を施した場合であり、(b)図は無処理の場合の結果である。この結果は、どちらもClass 1の電極で得られたものである。

(a)図を見ると、試験開始当初5 mmであったギャップの長さが、400回の絶縁破壊後には0.4 mmにまで短くなっており、それに伴って絶縁破壊電界(絶縁破壊電圧/ギャップの長さ)が上昇している。すなわち、顕著なコンディショニング効果が認められる。一方、(b)図では、コンディショニング効果は認められるものの、(a)図と比較すればその差は歴然としている。

第1回目の絶縁破壊電界は、in situ 処理の場合18 MV/m、処理なしでは16 MV/mであり、いずれの場合も大差はないが、繰返し絶縁破壊試験後の絶縁破壊電界を比較すると、前者では200 MV/m、後者では90 MV/mとなってin situ 処理の効果がより明瞭となる。この結果は、電極表面処理の効果が、その処理を行った直後には反映されず、絶縁破壊を繰り返すと何らかの形で初期状態として記憶されていた(一種のメモリー効果)ものが姿を現してくることを示している。従って、in situ 表面処理のみでは、実用上重要な第1回目の絶縁破壊電界が改善できるのではないこと、すなわち電極表面の清浄化処理のみでは絶縁耐

(a) スパッタ処理あり

(b) スパッタ処理なし

図4 絶縁破壊特性に対するスパッタリング処理の効果(Class 1電極を使用)

Fig. 4. Effect of Ar ion beam sputtering on the breakdown strength (Class 1 electrodes were used).

図 5 スパッタ処理前後の電極表面状態
Fig.5. Electrode surface conditions before and after sputtering.

力を向上させるには不十分であるということがわかる。同時に、十分なコンディショニング効果を期待するためには in situ での表面清浄化処理が必要であることも示している。このことは、コンディショニング処理による耐電圧向上を図るには、例えばガスコンディショニング、スパークコンディショニングあるいは電極加熱などの単一の処理では不十分であることを示唆している。

アルゴンイオンビームによるスパッタ処理後の電極表面状態が、X線光電子分光法による電極表面分析と絶縁破壊試験が in situ で可能である試験装置を用いて、著者らにより最近明らかにされている⁽⁸⁾。その結果の一例を図5に示す。スパッタ前の電極表面には、酸化物あるいは有機物に起因するC、Oのピークが認められ、電極材料を示すCuのピークは非常に小さいものとなっている。Cu_{2p}のピークを形成する光電子の固体内での平均自由行程は0.5 nm程度であるので⁽⁹⁾、真空容器に導入した後の電極表面は、0.5 nm程度の厚みの酸化物、汚染物に覆われ、電極素材の表面は露出していないことがわかる。それに対して、スパッタ処理後の電極表面では、C、Oのピークが消滅しCuのピークが明瞭となっている。このスペクトルは、公表されているCuの標準スペクトル⁽¹⁰⁾とよく一致しており、ここで用いたスパッタ処理は電極表面を十分清浄にしているものといえる。

一方、イオンビーム照射は、清浄化作用だけでなく、照射面に損傷を与え、ひずみや欠陥、微小な凹凸を生成する。このような損傷は、イオンの照射エネルギーに依存し、ここで用いている2 keVでは、スパッタ率が高い⁽¹¹⁾ことから、このような損傷が生じている可能性が高い。従って、スパッタ後の最初の絶縁破壊電界に改善が見られなかったのは、この損傷によることが理由の一つとして考えられる。

〈4・2〉 吸蔵ガスの影響 図4(a), (b)に示したように、in situ 清浄化処理の効果があることが明らかになったので、その処理を施してClass 1, Class 3, Class 5電極の絶縁耐力の測定を行った。図6は絶縁破壊を繰り返したときの絶縁破壊電圧とギャップの長さの変化を示したものである。前節で示された図4(a)は、図6に示された

図 6 図4(a)に示したClass 1電極の繰返し絶縁破壊電圧特性
Fig.6. Breakdown voltages during breakdown tests.

(a) Class 1

(b) Class 5

図 7 Class 1およびClass 5電極の絶縁破壊特性

Fig.7. Breakdown characteristics of Class 1 and Class 5 electrodes.

絶縁破壊電圧とギャップの長さの特性から絶縁破壊電圧をギャップの長さで除して絶縁破壊電界を算出し、絶縁破壊回数に対してプロットしたものである。

図6から、約500回の絶縁破壊試験の間、ほぼ一定の絶縁破壊電圧で試験が行われていることがわかる。このことは、絶縁破壊が電界放射電子により引き起こされるものとするれば、ギャップの長さを変化させることにより、陽極に入射する電子のエネルギーがほぼ同一となるように試験が行われていることを示している。

図7にはClass 1とClass 5の電極の絶縁破壊特性を示す。(a)図がClass 1電極、(b)図がClass 5電極の結果である。どちらの電極も顕著なコンディショニング効果が認められるが、Class 1電極のほうが幾分良好な結果となっている。絶縁破壊特性には電極個々のばらつきがあるこ

図 8 無酸素銅の各グレードと第1回目および500回目の絶縁破壊電界

Fig. 8. Dependence of breakdown field strength on the vacuum degassed oxygen free copper electrodes.

とが考えられるので、複数のサンプルを準備し試験を行った。その結果を図8⁽¹²⁾に示す。同図には特徴的なところが幾つか見られる。まず、第1回目の絶縁破壊電界は、電極材料の規格によらず、いずれもほぼ同じ値であることがわかる。実用的には、等1回目の破壊電界の値が高いことが望ましいが、この点については、電極材料のグレードを高めても改善が見られない。それに対して、500回目では絶縁破壊電界が上昇し、その平均値には規格による相違が明瞭になっている。更に、グレードの高い電極ほど絶縁破壊電界のばらつきが小さくなっている。この結果から、吸蔵ガス量の差が、コンディショニング効果の差となって現れると考えることができる。

このような電極材料純度の規格によるコンディショニング効果の相違が認められたのは、in situ 表面清浄化処理が施された場合においてであり、旋盤による切削加工と超音波洗浄のみの前処理の電極の場合には、このような相違を見いだすことは困難であった。これは、図5に示したように、in situ 清浄化処理が施されていない電極では、その表面が酸化物、汚染物に覆われているため、それらの物質による影響のほうが電極素材の特性よりも支配的となるためである。

〈4・3〉 電極表面研磨の影響 図8に示したように、Class 1電極が最も絶縁破壊電界のばらつきが少なく、かつコンディショニング後の絶縁破壊電界も高いことが判明したので、電極素材としてClass 1を選び、幾つかの処理を施した電極の絶縁破壊特性を調べた。

金属表面の超仕上げ法として、電解複合研磨法が開発され極高真空容器、超高純度ガス配管などに応用されている⁽¹³⁾。この研磨法は、機械研磨と電解研磨とを併用するもので、鏡面を得ることができる。従って、電極表面の研磨に応用すれば、電界放射、ガス吸着のもととなる微小な凹凸を除去でき、絶縁破壊特性を改善できることが期待される。

図9に試験結果の一例を示す。これまでに示した絶縁破

図 9 絶縁破壊電界に対する電解複合研磨の影響
Fig. 9. Influence of Electro-chemical buffing on the breakdown fields.

壊電界の特性と大きく異なる点は、コンディショニング効果が飽和するまでの絶縁破壊回数が非常に少ないことである。この結果は、電解複合研磨が施されたステンレス鋼電極に対して行われた結果⁽¹⁴⁾と定性的に一致している。

図9において、第1回目の絶縁破壊電界に注目すると、スパッタ処理が施された電極の場合16 MV/m、無処理の場合17 MV/mである。これらの値は、図8に示されている値とほぼ同様であり、微小突起が除去されても、絶縁破壊電界の改善には直接寄与しないことがわかる。すなわち、このことは注意深く旋盤加工された電極表面の凹凸は、第1回目の電圧印加時における絶縁破壊電界に大きな影響を及ぼさないことを意味している。

更に、コンディショニングにより到達する絶縁破壊電界も、図8に比べ改善されているとはいえない。図4(b)および図7(b)において、電極表面が汚れていたり、電極材料の純度が十分高くない場合、良好なコンディショニング効果が得られないことが示されている。これらのことから、電解複合研磨を施すと、機械的には電極表面が平滑になり、コンディショニング処理を早く終了させることができるものの、化学的には逆に表面状態が悪化し、そのため絶縁破壊電界の上昇が認められなかったものと考えられる。電解複合研磨は、ステンレス鋼に対しては技術が確立しているが、銅に対しては研磨パラメータの設定が難しく、まだ改善の余地があり、今後の改良により絶縁破壊電界にも良い効果を及ぼすことができるようになることが期待される。

〈4・4〉 電極の熱処理の影響 図8に示されたように、吸蔵ガス量が少ないと考えられる無酸素銅電極は高いコンディショニング効果が得られたが、吸蔵ガス量は素材の結晶構造を制御することによっても変化させることができる。そこで、結晶構造を制御する方法として電極に熱処理を施して絶縁破壊試験を行った。熱処理は、図2の形状に加工されたClass 1グレードの無酸素銅電極を真空中で加熱して行った。熱処理条件は、加熱温度400°Cおよび700°C、昇温5時間、保持1時間および自然冷却とした。また、熱処理用の真空容器と絶縁破壊試験用の真空容器は別個に設置され、熱処理後の電極は大気中を通して移送さ

れている。

図 10 に熱処理電極の絶縁破壊試験結果を示す。これらの電極はいずれも熱処理後電解複合研磨が施され、スパッタ処理は行われていない。ここで研磨を施したのは、電解複合研磨は表面を鏡面に仕上げるだけでなく、機械加工により生じた加工変質層を除去することができ⁽¹⁵⁾、そのため、電極の素材が有する特性、すなわち熱処理による素材の特性変化の影響をより明らかにできると考えたからである。この結果を見ると、図 9 に示されたのと同様に、少ない絶縁破壊回数でコンディショニング効果が飽和していることがわかる。これは、電解複合研磨の効果と考えられる。

ここでも第 1 回目の絶縁破壊電界に注目すると、熱処理なしの場合 17 MV/m、400°C 熱処理の場合 40 MV/m、700°C の場合 31 MV/m となり熱処理の効果が認められる。また、コンディショニング効果も熱処理により改善が図れることがわかる。〈4・1〉、〈4・2〉、〈4・3〉節で述べた電極処理法では、第 1 回目の絶縁破壊電界強度の改善には効果が見られなかったが、熱処理ではその効果が認められたことが特徴的である。電極個体間のばらつきも考えられるが、熱処理以外の電極では、いずれも第 1 回目の破壊電界に大

図 10 絶縁破壊電界に対する電極熱処理の効果
Fig. 10. Effect of electrode annealing in vacuum on the breakdown fields.

差がないので、熱処理による効果には有意性があるものと考えられる。

5. 真空中の絶縁破壊に対する電極の表面とバルク特性の影響

〈5・1〉 電極吸蔵ガスとコンディショニング効果

以上示したように、電極表面の in situ 電極表面処理および吸蔵ガス量を減少させるような処理を施すとコンディショニング効果に改善が見られた。そこで、各グレードの素材の結晶組織を調べた。図 11 がその結果であり、Class 1 素材のほうに結晶が大きく成長していることがわかる。この写真では、図 1 に示される吸蔵ガスによる黒点を識別することは困難である。しかし、一般に不純物は結晶粒界に集中することが知られており、結晶粒が大きく成長している場合は純度が高いと考えられている。ただし結晶粒の大きさは、冷間加工度によっても変化するので、同一の加工度で比較する必要がある。本研究の場合、図 2 の電極形状に加工する前に、60~70%の冷間引抜加工が施されている。図 11 はこの冷間引抜加工後の結晶構造である。図 1 に示した判別図と比較すると、結晶粒の大きさがよく対応しており、実際に吸蔵ガス量が規格どおり制御された無酸素銅素材であることが確認された。また、無酸素銅の吸蔵ガス成分を二次イオン質量分析法(SIMS)により分析した結果⁽⁶⁾によれば、真空脱ガス処理が施された Class 1 の規格の銅では、水素および酸素の放出が少ないことが報告されている。この SIMS 分析法は、イオン衝撃を受けた固体表面から放出されるガスの成分を分析しているので、真空ギャップの絶縁破壊が引き起こされときの状況に近い。すなわち、真空ギャップの絶縁破壊は、電極面への電子衝撃あるいはイオン衝撃がその開始の要因として挙げられるからである。従ってイオン衝撃によるガス放出量が少ないことは、高い絶縁破壊耐力を得るために必要な条件といえる。しかし、これだけでは十分でないことは、第 1 回目の絶縁破壊電界に大きな差が見られないことから明

(a) Class 1

(b) Class 3

0.4mm

図 11 使用した無酸素銅の結晶構造

Fig. 11. Microstructure of Cu used.

らかである。

繰返し絶縁破壊試験後の電極表面写真を図 12 に示す。陽極面は、どの試験条件でも、ここに示されるように溶融、再凝固したような状態となっていた。それに対し、陰

(a) 陽極

(b) 陰極

50 μ m

図 12 絶縁破壊試験後の電極表面形状
Fig. 12. Pictures of electrodes after breakdown tests.

極面は図にあるように、旋盤加工の痕跡が明瞭に認められるもの、表面が溶融せず堆積物と考えられるものが認められるもの、および溶融しているものに大別できる。経験的に、陰極面の溶融が見られない電極では、コンディショニング後の破壊電界が高い傾向にあることがわかっている。〈4・1〉節で述べたような、メモリー効果により保存されていた電圧印加の初期段階の電極表面状態が、繰返し絶縁破壊によりコンディショニング効果に反映された一つの結果がこの陰極面の形状の違いとなって現れてきたものと考えることができる。現段階では、このような表面形状の相違が生ずる原因、機構は不明であるが、今後明らかにされれば、絶縁耐力の向上の手掛りを与えるものと期待される。

(a) 熱処理なし

(b) 400°C

(c) 700°C

0.4mm

図 13 熱処理後の電極結晶構造
Fig. 13. Microstructure of Class 1 copper after annealing.

〈5・2〉 加工ひずみと絶縁破壊電界 熱処理が施された電極では、第1回目の絶縁破壊電界に改善が見られた。この熱処理による結晶構造の相違を図13に示す。熱処理温度が高くなるにつれ結晶粒が大きく成長していることがわかる。従って、図1と比較対照すると、吸蔵ガス量が減少していることは考えられるが、それだけで第1回目の破壊電界の向上を説明することは困難である。

電極表面には、機械加工によりひずみが生ずる。このひずみは、いかに注意深く加工を行っても必ず生ずるもので、そのため電極表面は結晶構造上極めて複雑なものとなっていることは疑いない。従って、電子放射特性、ガス吸着など表面状態に敏感な現象が大きな影響を受けている可能性が高い。このひずみは熱処理により緩和することができる。従って、熱処理は、吸蔵ガス量の減少だけでなく、機械加工により生じたひずみを緩和し、その結果、電子放射などの表面に敏感な現象の特性が、絶縁破壊にとって都合の良い方向に変化したことが考えられる。今後表面にひずみの少ない加工を施し、加工後の残留応力を測定して絶縁破壊試験を行う予定にしている。

同様に電解複合研磨も、〈4・4〉節で述べたように、このような加工によるひずみの層を除去できるとされている。しかし、ここでの試験結果では、必ずしも絶縁破壊電界に改善は見られなかった。この原因としては、研磨処理によりひずみ層が除去されると同時に、研磨用の電解液の結晶粒界へのしみ込みなどにより、逆に絶縁破壊に導く粒子を供給している可能性が挙げられる。

このように、一つのパラメータを変化させる目的である物理量を変化させた場合、予定外のパラメータも変化してしまうことがよくある。厳密に一つのパラメータだけを変化させるのは、実際的には大変困難であるが、近年の材料精錬技術、表面処理・分析技術、超高真空あるいは極高真空技術を用いれば、かなり厳密なパラメータの分離と評価が可能であり、各パラメータの影響をより明瞭にすることができると考えられる。

6. ま と め

本研究で得られた結果は以下のように要約できる。

(1) In situ 電極表面清浄化処理は、絶縁耐力に対する電極素材の影響を調べる上で必要な処理手法である。しかし、清浄化処理のみでは、実用上重要な第1回目の絶縁破壊耐力の改善には不十分である。

(2) 吸蔵ガス量が少ない電極は、良好なコンディショニング効果を有する。しかし、吸蔵ガス量が少ないだけでは、(1)項と同じく第1回目の絶縁破壊電界の改善に直接的には寄与しない。

(3) 本研究で用いた電極処理法のうち、熱処理のみが第1回目の絶縁破壊電界の改善に効果が認められた。この理由として、熱処理による加工ひずみの緩和が一つの可能性として挙げられた。

(4) 最近の高度な電極処理により各種パラメータを厳

密に分離し変化させて、超高真空または極高真空中で絶縁破壊試験を行うことにより、それぞれのパラメータの絶縁破壊への影響を明らかにできるものと考えられる。

最後に、本研究を遂行するにあたり、絶大な協力を惜しまなかった本学大学院生 孫 大雄君(現、(株)シンクロン)および橋本靖行君に感謝いたします。

(平成5年6月28日受付)

文 献

- (1) G. A. Mesyats & D. I. Proskurovsky: Pulsed Electrical Discharge in Vacuum, p. 5 (1989)
- (2) G. A. Farrall: "Electrical Breakdown in Vacuum", *IEEE Trans. Elect. Insulation*, EI-20, 815 (1985)
- (3) 鶴田浩一:「高真空中の絶縁破壊現象」, 放電研究, No. 96, 14 (昭58-5)
- (4) N. V. Tatarinova & N. E. Novikov: "Atmospheric Effects on the Dielectric Strength of a Vacuum Gap", *Sov. Phys. Tech. Phys.*, 22, 905 (1977)
- (5) R. V. Latham: High Voltage Vacuum Insulation: The Physical Basis, p. 40 (1981) Academic Press, London
- (6) 永井・斉藤・松田・酒井・堀越:「真空処理無酸素銅の性質」, 真空, 31, 562 (昭63-3)
- (7) V. A. Nevrovsky, V. I. Rakhovsky & V. G. Zhurbenko: "DC Breakdown of Ultra-High Vacuum Gap", *Beit. Plasmaphys.*, 23, 433 (1983)
- (8) S. Kobayashi, Y. Saito, Y. Hashimoto & Y. Yamamoto: "Vacuum Breakdown Properties and Surface Conditions of Vacuum Degassed Oxygen Free Copper Electrodes", *Proc. 8th Int. Symp. on High Voltage Engineering*, Yokohama, Vol. 1, p. 311 (1993)
- (9) 染野 檀・安盛岩雄: 表面分析, p. 136 (昭52) 講談社
- (10) Perkin-Elmer 社編: Handbook of X-Ray Photoelectron Spectroscopy, p. 82 (1979)
- (11) 金原 繁: 薄膜の基本技術, p. 63 (昭62) 東京大学出版会
- (12) S. Kobayashi, Y. Saito, Y. Nagai & Y. Yamamoto: "Vacuum Breakdown Strength of Vacuum Degassed Oxygen Free Copper Electrodes", *Proc. 15th Int. Symp. on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum*, Darmstadt p. 80 (1992)
- (13) Y. Baba & K. Sato: "Super Mirror-Flat Finishing of Metal Surfaces by Electrochemical Buffing", *ibid.* p. 3 (1992)
- (14) 塩入 哲・松尾和宏・村瀬 洋・大川幹夫・大島 巖:「真空中のステンレス電極の電極表面状態と絶縁性能」, 平4電気学会大会, 174
- (15) 馬場吉康, 佐藤憲二:「電解複合研磨による金属の超鏡面化技術」, 表面科学, 11, 368 (平2)

小林 信一 (正員) 1946年4月生。1969年3月埼玉大学理工学部電気工学科卒業。1972年3月東京農工大学大学院工学研究科修士課程修了。同年4月富士電機製造(株)。1973年5月埼玉大学理工学部助手, 1989年4月同工学部助教授, 現在に至る。工学博士。IEEE, 日本真空協会, 応用物理学会会員。

斉藤 芳男 (正員) 1951年6月生。1979年東京大学大学院工学系研究科博士課程修了。同年5月同大学工学部計数工学科助手。1980年4月高エネルギー物理学研究所助手, 1989年3月同助教授, 現在に至る。工学博士。IEEE, AVS, 日本真空協会, 応用物理学会会員。

永井康睦

(非会員) 1984年3月東京大学工学部金属工学科卒業。同年4月日立電線(株)入社。無酸素銅の研究開発に従事。日本真空協会会員。

山本佳紀

(非会員) 1988年大阪大学工学部冶金学科卒業。同年4月日立電線(株)入社。無酸素銅の研究開発に従事。日本真空協会会員。