アルミナ高周波窓の二次電子放出及び カソードルミネセンス*

松田 七美男**・斉藤 芳男**・穴見 昌三**・福田 茂樹**
 設楽 啓夫**・花木 博文**・本間 博幸**・中尾 克己**
 金原 繁***・田中 治郎**

(昭和62年2月9日 受理)

Measurements of Secondary Electron Emission and Cathodoluminescence for Alumina Microwave Windows

Namio MATUDA**, Yoshio SAITO**, Shozo ANAMI**, Shigeki FUKUDA**,
 Tetsuo SHIDARA**, Hirofumi HANAKI**, Hiroyuki HONMA**,
 Katsumi NAKAO**, Akira KINBARA*** and Jiro TANAKA**

** (National Laboratory for High Energy Physics, Tsukuba, Ibaraki)

*** (Dept. of Applied Physics, University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo)

(Received February 9, 1987)

1. はじめに

高周波大電力(2856 MHz, 最大 30 MW, $2\mu\text{s}$ パルス)によるアルミナセラミック高周波窓の破壊の素過程¹⁻³⁾及び破壊防止の為に TiN 薄膜コーティングの有効性^{4,5)}を今まで報告してきた。破壊の進行する過程において特に重大な初期段階は、アルミナセラミック表面でのマルチパクタによる電子衝撃加熱であり (Fig. 1 参照), これに起因して表面熔融及び孔の発生が生ずると推定した。

マルチパクタの発生は、アルミナ表面での二次電子放出係数 σ が 1 より大きいことによる。アルミナ自身はある入射電子エネルギー域に対して $\sigma > 1$ であり、またセラミックスを作るとき混ぜられる焼結助剤 (MgO, SiO₂, CaO) の偏析や、アルミナ表面汚染及びガス吸着またアルミナ粒のエッジ効果⁶⁾によっても $\sigma > 1$ になり

得る。従って、 σ を小さくする為にアルミナセラミック窓表面の処理が重要となり、例えば TiN 薄膜コーティングが実際に有効な破壊防止の手段として行なわれている。

我々は、高周波電力投入中にアルミナ高周波窓の発光を観測し、それがマルチパクタ電子衝撃によるアルミナのカソードルミネセンス (CL) であることを見出した。また、TiN 薄膜コーティングにより CL 強度が減少した事から、TiN 薄膜がアルミナ表面の二次電子放出を抑制していると結論づけた。

今回は、CL 強度の減少と σ の減少の相関を明らかにするために、走査型電子顕微鏡 (SEM) を一部改造して σ 及び CL スペクトルを TiN 薄膜コーティングのあるアルミナ窓、ないアルミナ窓について測定した結果を示す。また、実際に高周波電力を投入している時に起るマルチパクタでの電子のエネルギーを推定する為に、SEM の入射電子エネルギー変化に対する CL スペクトルの変化を観察した結果について述べる。更に、熔融した部分の CL スペクトルを熔融していない部分の CL スペクトルと比較し、CL が高周波電力投入中に起るマル

* 昭和61年11月14日 第27回真空に関する連合講演会で講演 (14Aa-8)

** 高エネルギー物理学研究所 (茨城県筑波郡大穂町上原1-1)

*** 東京大学工学部物理工学科 (文京区本郷7-3-1)

Fig. 1 Schematic drawing of concept of the multipac-toring.

チバクタを示すモニターとして利用される可能性があるかどうか検討する。

2. 実験装置

二次電子放出 (SEE) と CL 測定用装置の構成を Fig. 2 に示す。本装置は SEM (エリオニクス ESM-3200) を母体としたもので分光測定用窓 (無蛍光性 Ca F₂) 及びファラデーカップを取り付けてある。

σ の測定は、絶縁物であるアルミナの帯電を避けるためにパルス法⁷⁾で行った。入射電流パルスは、SEM の高速ブランキングを用いて比較的容易に得られた。用いた電流パルスは、直流電流アンプの性能を考慮して、100 pA $\times$ 1 mS である。二次電子を捕えるファラデーカップは見込角が大きくなる様直径 30 mm $\times$ 深さ 5 mm とし、内部にはオクチルアルコールの煤を着けファラデーカップ自身の二次電子放出を抑えた。入射電圧が低い時には充分な入射電流が得られず、測定可能な一次電子入射エネルギー域は 0.5 keV 以上であった。この方法では全二次電子放出係数 σ が次の式で求められる。

$$\sigma = I_s / I_p$$

ここで I_s は二次電子電流 (一次電子の弾性散乱電子を含む)、 I_p は一次電子電流である。

CL の分光測定は、一次電子電流を 12 nA として連続照射し、試料面を 30° 傾斜させて波長 200~800 nm の範囲で行った。

3. 実験結果・考察

3.1 二次電子放出係数

アルミナセラミック窓の σ 測定結果を Fig. 3 に示す。試料は、コーティングなし (図中 Bare), TiN 4.5 nm 厚コーティング, TiN 10 nm 厚コーティングの 3 種である。コーティングなしのアルミナ窓では、一次電子入射エネルギー $E_p^m \sim 1.5$ keV のときの σ が最大となり $\sigma^m = 6.9$ を得た。また、 $\sigma = 1$ となる入射電子エネルギー値は、測定可能範囲を越えており、 $E_p^I < 0.5$ keV, E_p^H

Fig. 2 Experimental apparatus of CL and SEE measurements.

Fig. 3 SEE coefficients of alumina ceramic disks with various coating condition.

> 30 keV であった。TiN 4.5 nm 厚コーティングアルミナ窓では、 $E_p^m < 0.5$ keV であるので σ^m は確定できないが、 $\sigma^m \geq 2$ であった。また $E_p^I < 0.5$ keV, $E_p^H \sim 3$ keV を得た。TiN 10 nm コーティングアルミナ窓では、 σ は更に減少している。

以上の結果から、TiN 薄膜コーティングはアルミナセラミック窓表面の二次電子放出を抑制していると結論できる。

3.2 カソードルミネセンス

アルミナセラミック窓の CL スペクトル測定結果及び SEM 観察像を Fig. 4~Fig. 6 に示す。図はそれぞれ、コーティングなし (Fig. 4), TiN 4.5 nm 厚コーティング (Fig. 5), コーティングなしで高周波電力投入により表面が溶融した (Fig. 6) アルミナ窓についての結果である。三者に共通な構造は、300 nm 付近の幅の広いピークと 694 nm の輝線 (Cr³⁺ 不純物混入によるルビー光) である。入射電子エネルギーが増加してもこれら

Fig. 4 CL spectra and SEM photographs of bare alumina ceramic disk.

Fig. 5 CL spectra and SEM photographs of TiN 4.5 nm coated alumina ceramic disk.

の構造はほとんど変化せず、強度が増加するのみである。従って、高周波電力投入中に起るマルチパクタの電子の入射エネルギーをCLスペクトルから推定する事は困難であると考えられる。

TiN 4.5 nm 厚コーティングアルミナ窓のCLは、コーティングなしアルミナ窓のCLと比較して、スペクトル構造は同一であるが、強度が小さくなっている。入射電子エネルギー 5 keV では約1/4程度である。即ち、TiN 薄膜コーティングは、CL 発光を抑える効果がある

と言える。この抑制効果の理由は、今のところ2つ考えられる。1つには、TiN 薄膜による光学吸収である。もう1つは、二次電子抑制効果と共通するが、TiN 薄膜内での入射電子のエネルギー損失である。これにより、アルミナに到達する入射電子数及びエネルギーが減少し、光放出や二次電子放出が減少すると考えられる。

表面が熔融したアルミナ窓のCLは、熔融していないアルミナ窓と比較して、構造が異なる。410 nm に新しいピークが現われ、300 nm 付近のピークが長波長側に

Fig. 6 CL spectra and SEM photographs of melted alumina ceramic disk.

移り, 320 nm になる. 320 nm, 694 nm ピークは他のアルミナ窓の CL と共通して入射電子エネルギーの増加に伴いその強度が増す. これは, エネルギーの高い程電子がバルク内部に拡がり, 光の総放出量が増す Volume 効果と説明できる. しかし, 410 nm の発光強度は, 入射電子エネルギーが増加しても変化しない. このことから, この発光は熔融したアルミナ窓の表面な特有なルミネセンスであり, おそらく表面熔融による組成変化や欠陥の生成を反映するものと思われる. 従って, 410 nm 発光の出現は高周波電力投入中に起るマルチパクタによる表面熔融を示すモニターに利用できると結論される.

4. ま と め

SEM を利用して, アルミナセラミック高周波窓の二次電子放出係数測定及びカソードルミネセンス観察を行

なった. その結果, TiN 薄膜コーティングはアルミナセラミック窓の σ 及び CL 強度を著しく減少させている事が確認できた. また, CL スペクトル中 410 nm 発光の出現は, 高周波電力投入中に起るマルチパクタによる表面熔融を示すモニターになり得ることが解った.

〔文 献〕

- 1) 斉藤芳男, 他: 真空 27 (1984) 461.
- 2) 斉藤芳男, 他: 真空 28 (1985) 341.
- 3) 松田七美男, 他: 真空 29 (1986) 153.
- 4) 斉藤芳男, 他: 真空 29 (1986) 149.
- 5) A. R. Nyaeish, et al: J. Vac. Sci. Technol. A4 (1986) 2356.
- 6) H. Seiler: J. Appl. Phys. 54 (1983) R1.
- 7) V. E. Henrich: Rev. Sci. Instrum. 44 (1983) 456.