熱処理無酸素銅電極の真空中絶縁破壊特性*

小林 信一**・橋本 靖行**・斉藤 芳男***

山本 佳紀****・永井 康睦****

(受理1993年11月29日, 掲載決定1994年2月5日)

Vacuum Breakdown Properties of
Annealed Oxygen Free Copper ElectrodesShinichi KOBAYASHI, Yasuyuki HASHIMOTO, Yoshio SAITO
Yoshiki YAMAMOTO and Yasuchika NAGAI

**(Department of Electrical and Electronic Engineering, Saitama University, Urawa, Saitama)

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

**** (Hitachi Cable Ltd)

(Received November 29, 1993, Accepted February 5, 1994)

1. はじめに

粒子加速器や真空遮断器など, 真空の絶縁耐力を利用している機器等において, 電極の吸着, 吸蔵ガスによる絶縁破壊が問題になる¹⁾. そのため真空脱ガス処理を施した無酸素銅が, 吸蔵ガスが少ないという性質上これらの機器の電極材料に用いられている. 我々は, この無酸素銅電極の真空中での絶縁耐力やコンディショニング効果を明らかにすることを目的として実験を行っており, 電極材料の吸着, 吸蔵ガスが真空の絶縁破壊に多大な影響を及ぼすことはすでに明らかにされている²⁾. そこで真空中における熱処理を行い吸蔵ガス量を変化させた無酸素銅電極に対し, 絶縁破壊試験を行ったのでその結果を報告する.

2. 実験

2.1 実験装置

本実験で使用した実験装置は, Fig. 1 に示したように

3つの真空容器からなり, 2つのゲートバルブにより接続されている. 真空容器1では試料導入およびArイオンビームによる清浄化処理を行う. 真空容器2では, X線光電子分光法(XPS)による電極の表面分析を行う. 絶縁破壊試験は真空容器3で行われる. 従って, 電極の清浄化処理, 表面分析および絶縁破壊試験が大気の影響を受けずに行うことが可能な装置となっている. 印加される電圧は正極性のインパルス(64/700 μ s, 最大波高値100 kV)である. 真空容器2, 3は常にスパッタイオンポンプにより, $1 \sim 3 \times 10^{-8}$ Paの超高真空に保たれている.

2.2 試料電極

電極素材には, 真空脱ガス処理が施された米国の規格(ASTM-F68, Class 1)を満足する無酸素銅を使用した. その化学組成は次のようになっている. 銅は99.996%以上, 水素は0.5 ppm未満, そして酸素は2 ppm未満である. この無酸素銅に対し, 旋盤(Turning)によりFig. 2に示す電極形状に加工した. その後真空中における熱処理が施された. 熱処理温度は400°Cおよび700°Cで, いずれも昇温5時間, 保持1時間および自然冷却であった. 総ての電極には, 絶縁破壊試験前に, 表面の微小突起を取り除くための表面仕上げとして大気中で電解

* 平成5年10月28日 第34回真空に関する連合講演会で発表

** 埼玉大学工学部電気電子工学科(〒338 浦和市下大久保 255)

*** 高エネルギー物理学研究所(〒305 つくば市大穂 1-1)

**** 日立電線(株)システムマテリアル研究所(〒300 土浦市木田余 3550)

Fig. 1 Schematic diagram of experimental apparatus.

Fig. 2 Electrode geometry.

Fig. 3 Flow chart of sample electrode machining.

複合法による鏡面研磨 (Electro Chemical Buffing : ECB) が施されている³⁾。試料電極加工の流れを Fig. 3 に示す。加工後の電極は大気中を移送され、Fig. 1 に示す実験装置に導入した。

2.3 実験方法

2.2 で述べた方法により準備された電極には絶縁破壊試験前に Fig. 1 の真空容器 1 において、Ar イオンビームスパッタ法による *in situ* 清浄化処理を行った。Ar スパッタ清浄化の確認と絶縁破壊試験前の表面状態の分析を XPS により行った。その後各々の電極について 500 回の絶縁破壊試験を行った。絶縁破壊試験後再び XPS による表面分析を行い、表面状態の変化を調べた。Ar スパッタ洗浄時の条件はビームエネルギー 2 keV、ビーム径 4 mm、中心付近 5 点照射、1 点 5 分間、Ar ガス圧 6.5×10^{-4} Pa である。

3. 実験結果、検討

超高真空中でのギャップの絶縁破壊において、コンデ

ィンショニング後の絶縁耐力は電極表面状態の影響に比較してバルク (電極素材) の特性が及ぼす影響の方が大きくなることが考えられる。従って、電極に真空中における熱処理を加え、結晶構造を制御することにより吸蔵ガス量を変化させることは絶縁耐力の向上に有効な手段であるといえる。ここで熱処理は前に述べたように別の真空容器で行われるので、電極表面の大気暴露による影響を取り除くことが必要である。Fig. 4 は Ar イオンビームスパッタ洗浄前後の XPS スペクトルである。スパッタ前には O_{1s} 、 C_{1s} のピークが見られ、大気による有機物、酸化物汚染が認められる。スパッタ後はこれらの汚染物は存在せず、また Cu のピークが明瞭に認められ電極表面が非常に清浄になっているのが確認された。イオンビームスパッタ法は、表面層をイオンのスパッタ作用により除去するため、バルクの物性とは関係なく表面の汚染を除去することができる。

Fig. 4 XPS spectra of the electrode surface before and after Ar ion beam sputtering. (Electrode: Not annealed but ECB).

絶縁破壊試験の結果を Fig. 5 に示す。ここでギャップ A は熱処理無しの電極、ギャップ B は 400°C 熱処理の電極、ギャップ C は 700°C 熱処理の電極である。第 1 回目の絶縁破壊電界は、ギャップ A の場合 15.6 MV/m、ギャップ B の場合は 39.1 MV/m、ギャップ C の場合は 16.0 MV/m である。熱処理を施すことにより、特にギャップ B において 1 回目の破壊電界が上昇したことが分かる。絶縁破壊回数 100 回から 500 回までの破壊電界の平均はそれぞれ 80, 120, 115 MV/m となりさらに顕著に熱処理の効果が現れた。この原因として熱処理による電極吸蔵ガスの減少、再結晶化による残留応力の緩和が考えられる。熱処理温度による破壊電界の値の差は少ない。電極吸蔵ガスの減少と、再結晶化による残留応力の緩和のどちらが絶縁耐力の向上に寄与したかは今のところ明かではない。

またコンディショニングによる絶縁耐力の向上はいずれのギャップの場合も 100 回程度の絶縁破壊回数で完了している。電解複合研磨なしの無酸素銅電極の結果⁴⁾と

Fig. 5 Dependence of breakdown fields on the number of breakdowns.

比較してかなり回数が少なく、電解複合研磨の効果が認められる。この結果は電解複合研磨されたステンレス鋼電極に対して行われた実験結果⁵⁾と定性的に一致している。

4. ま と め

真空中で熱処理された Class 1 の無酸素銅電極はコンディショニングにより顕著な絶縁耐力の向上が認められた。この特徴が熱処理による吸蔵ガスの減少によるものか、再結晶化によるものか今後調べる予定である。

〔文 献〕

- 1) 小林信一：放電研究 No. 136 (1992) 20.
- 2) 小林, 斉藤, 山本：真空 33 (1992) 389.
- 3) Y. Baba, K. Sato: Proc. 15th International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum (1992) 80.
- 4) 小林, 斉藤, 橋本, 山本：Proc. 8th International Symposium on High Voltage Engineering Vol. 1 (1993) 311.
- 5) 塩入 哲, 松尾和宏, 村瀬 洋, 大川幹夫, 大島 巖：平成 4 年電気学会全国大会予稿集分冊 2 (平 4) 116.