超伝導空洞カプラ用材料表面の二次電子放出係数*

来島 裕子^{*1}・齊藤 芳男^{*2}・古屋 貴章^{*2}
道園真一郎^{*2}・光延 信二^{*2}・Richard. J. NOER^{*3}

(受理2001年11月30日, 掲載決定2002年5月11日)

The Secondary Electron Emission Coefficient of the Material for
the Superconducting Cavity Input Coupler

Yuko KIJIMA^{*1}, Yoshio SAITO^{*2}, Takaaki FURUYA^{*2},
Shin-ichiro MICHIZONO^{*2}, Shinji MITSUNOBU^{*2} and Richard. J. NOER^{*3}

^{*1}The Graduate University for Advanced Studies (High Energy Accelerator
Research Organization), 1-1 Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801 Japan

^{*2}High Energy Accelerator Research Organization,
1-1 Oho, Tsukuba-shi, Ibaraki-ken, 305-0801 Japan

^{*3}Carleton College, One North College Street, Northfield, Minnesota 55057 U.S.A.

(Received November 30, 2001, Accepted May 11, 2002)

The secondary electron emission (SEE) coefficients have been measured, for materials used in the coupler for KEKB superconducting cavities, i.e. Copper, Stainless steel plated with Copper, Niobium and Ceramic. We show that the electron bombardment is effective in decreasing the SEE coefficient of the metal surfaces, and the TiN coating and window fabrication processes influence the secondary electron yield.

1. 序 論

高エネルギー加速器研究機構では, KEK B-factory でアンペア級の大電流ビームを加速蓄積している. ビーム加速には超伝導高周波加速空洞を使用し, 入力電力も300 kW とこれまでに例のない大きさとなっている. 超伝導高周波加速空洞の主要部品の1つである入力結合器を開発しこれまで安定なビーム運転を実現している¹⁾.

入力結合器は, 実運転前に, 単体で脱ガスのための高周波コンディショニングが行われる. コンディショニング初期においては, 電子の発生, 圧力上昇, さらに発光現象が観測される. これらの要因の1つとして, マルチ

パクタリングが考えられる. 入力結合器の材料表面で電子が発生し, その電子が RF 電場と同期して加速され再び材料表面に入射し二次電子を増殖する. この際表面に吸着していたガス分子が H₂, CO, CO₂ を主として放出される. しかし, 十分なコンディショニング後はマルチパクタリングを発生させていた電力を入力しても圧力上昇はなくなり, 表面状態が変化したことがわかる.

二次電子放出係数の測定はこれまで多くの材料について行われているが, 表面の汚染, 吸着ガスや結晶粒の状態で敏感に影響し, 材料の加工工程, 表面処理方法によりその値は大きく異なる^{2,3)}. ここでは, 入力結合器の構成材料である, アルミナセラミック及び金属について二次電子放出係数を測定し, マルチパクタリング抑制の可能性を検討した. セラミックについては TiN コーティングの効果と製作工程の影響について確認し, 金属では電子照射の効果について調べた.

* 平成13年10月18日 第42回真空に関する連合講演会で発表

^{*1} 総合研究大学院大学 [高エネルギー加速器研究機構] (〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1)

^{*2} 高エネルギー加速器研究機構 (〒305-0801 茨城県つくば市大穂 1-1)

^{*3} カールトン大学 (ノースフィールド, ミネソタ, アメリカ)

Table 2 Material and treatment of the input couplers

Window	
Size	Ceramic: $\phi 170\text{--}\phi 42 \times 10$ mm
Material	HA95: 95% purity alumina
Coating	TiN _x O _{1-x} 10 nm
Inner conductor	
Material	Copper (OFHC)
Surface treatment	Electro polishing
Outer conductor	
Material	Stainless steel
	plated with 30 μ m Copper
Surface treatment	Plated by pyro-phosphoric acid
Outer conductor of Nb	
Material	Nb
Surface treatment	Electro polishing

Table 2 に示す⁴⁾。

4. セラミック窓

4.1 製作工程とサンプル

窓には95%純度のアルミナ (HA95) セラミックを使用している。この HA95は、メタライズ性が良好であり、機械強度が350 MPa (flexural strength) で高く、RF 損失 $\tan \delta$ が 2.2×10^{-4} と低いという特性²⁾を持つ。

セラミック窓の製作は以下の手順で行われる。

- ① アルミナ焼成
- ② ロウ付け部をメタライズ
- ③ 汚染の検査のための空焼き800°C
- ④ 真空側表面への TiN-コーティング10 nm
- ⑤ Au ロウ付け1000°C水素炉
- ⑥ Ag ロウ付け800°C水素炉

TiN コーティングは DC スパッタ法により、圧力5 Pa 以上の Ar と N₂ 混合ガス雰囲気で行われる。スパッター装置内の到達圧力は成膜前には 10^{-4} Pa 程度であり酸化された TiN 膜 TiN_xO_{1-x} ($x \sim 0.5$) が生成されていると考えられる。膜厚は、過剰な RF 誘電損失を避け、また十分な二次電子放出係数の抑制を行うという観点から10 nm に設定している。なお、本入力結合器では製作上の制約から、TiN コーティング (以後 TiN_xO_{1-x} コーティングを TiN コーティングと記す) 後に1000°C及び800°Cの金ロウ付、銀ロウ付を行う工程をとらざるをえない。このロウ付け工程で、表面状態は変化していることが予想される。

窓用アルミナセラミックについて、二次電子放出係数が、純度、TiN 膜の厚さ、製作工程などにどのように

Table 3 Sample preparation and results

HA95: 95% pure alumina		size $\phi 92 \times t 3.5$ mm			
HA997: 99.7% pure alumina		size $\phi 53 \times t 2.5$ mm			
Ceramic	Coating	Secondary electron emission coefficient			
		Al ₂ O ₃	Coating	Brazing 1000 & 800°C	O ₃ water rinsing
HA95	5 nm	—	1.9	3.3	—
	10 nm	4.8	1.8	3.3	1.8
	20 nm	—	1.5	2.4	—
HA997	10 nm	6.5	1.8	2.7	—

影響されるか調べた。

セラミック試料は本入力結合器で使用している95%純アルミナ (HA95) と、大電力パルスクライストロン窓に使用している99.7%純アルミナ (HA997) とを準備した。また、アルミナ表面に膜厚 5 nm, 10 nm, 20 nm の TiN コーティングを施し、ロウ付けに用いるものと同じ水素炉内で1000°C, 800°Cの加熱処理を行った (Table 3 参照)。測定は、焼成後のアルミナ表面、TiN コーティング後、1000°C及び800°Cの熱処理後のそれぞれについて行い、各工程での影響を確認した。また、実運転に使用している TiN10 nm をコーティングした HA95 のサンプルについてはオゾン水洗浄を行いその洗浄効果を確認した。

4.2 測定結果

TiN コーティングを施した HA95 および HA997 アルミナ表面の各工程後に測定した二次電子放出係数を Fig. 3 及び Table 3 に示す。また、熱処理後の表面の SEM 像を Fig. 4 に示す。測定結果より、以下のことがわかった。

(1) アルミナ純度と二次電子放出係数

95%純アルミナ (HA95) と99.7% (HA997) の二次電子放出係数は純度及び誘電率の高い HA997の方が高い値となった。

(2) TiN コーティング膜の効果

アルミナ表面の二次電子放出係数は最大4~6と大きな値を示すが、コーティング後は最大値でも2以下の値となった。また、膜厚を5 nm, 10 nm, 20 nm と変えても、二次電子放出係数に大きな差はみられなかった。

(3) ロウ付け工程とオゾン水洗浄

コーティング後に行われる1000°C, 800°Cのロウ付け工程を想定した水素炉中熱処理後には二次電子放出が増大した。これは炉内での加熱時に表面が汚染されたからと考えられる⁵⁾。しかし、オゾン水洗浄により、ロウ付

Fig. 3 Changes of SEE coefficients with the processes of alumina ceramic window. (a) HA95 (Pure alimina, after 10 nm TiN coating, after brazing and after ozonized water rinsing), (b) HA997 (Pure alimina, after 10 nm TiN coating and after brazing), (c) HA95 (The thickness of TiN coating: 5 nm, 10 nm, 20 nm)

け工程前の低い値にまで下げることができた。オゾン水洗浄は、ロウ付け工程での表面の汚染除去に効果的であることがわかった。

Fig. 4 SEM photo of HA95 surface with 10 nm TiN coating after brazing at 1000°C and 800°C.

(a) OFHC surface

(b) SUS plated with copper surface

(c) Nb surface

Fig. 5 The SEE coefficient decrease after electron bombardment. (a) OFHC surface, (b) SUS plated with copper surface, (c) Nb surface

Fig. 6 SEM photo after electron bombardment at 1 kV on Cu-plated SUS.

5. 金属表面

5.1 同軸金属表面での現象

コンディショニングにより、電力投入初期に観察される連続した電子放出及び圧力上昇は減少して、安定に入力できるようになる。これは、マルチバクタリングにより金属表面を電子が照射することで表面が清浄化され、二次電子放出係数が下がるためと考えられる。そこで、金属試料に電子ビームを照射して二次電子放出係数の変化を調べた。

5.2 サンプル

同軸部に使用される金属として、

(1) 無酸素銅 (size $20 \times 10 \times t5$)

電解研磨 (EP) 処理を行ったもの

(2) ピロ磷酸銅鍍金 (size $100 \times 10 \times t3$)

SUS 表面にピロ磷酸銅鍍金を $30 \mu\text{m}$ 施したもの

(3) Nb (size $20 \times 10 \times t3$)

EP $100 \mu\text{m}$ + アニール 700°C + EP $15 \mu\text{m}$ + ベーキング 150°C

の試料を用意した。

5.3 測定と結果

電子を照射したときの無酸素銅、鍍金銅、ニオブ表面

の二次電子放出係数の変化を測定した。一次電子のエネルギーは 600 V , 1 kV , 4 kV の電子ビームを試料表面に照射した。照射電流は 1 nA で、 $0.02 \sim 0.07 \text{ mm}^2$ の領域を走査して照射している。

Fig. 5 に示す結果から、いずれの入射エネルギーの場合も、二次電子放出係数は概ね電子照射量の対数に比例して減少し、 10^{-3} C/mm^2 の積算量で約 70% となり、それ以降はあまり変化しないことがわかった。Fig. 6 に示すように、電子照射面の SEM 像からも照射領域は暗く見え、二次電子放出係数が減少したことがわかる。また、目視でも変色が見られた。これらの結果より、金属表面への電子照射により表面が清浄化され、さらに表面状態が変化したことがわかる。

6. 考察と今後の課題

窓表面の二次電子放出係数は TiN コーティングにより減少するが、その後のロウ付け工程で汚染され、上昇することがわかった。この表面汚染の除去には、オゾン水洗浄が有効である。

金属面へ 10^{-3} C/mm^2 以上の電子照射を行うと二次電子放出係数は 70% に減少する。電子照射は金属面の二次電子放出係数を下げる効果がある。

今後、電子照射による表面状態の変化要因について調べ、ベーキング等のガス出し効果との比較を行いたい。

〔文 献〕

- 1) S. Mistunobu, K. Asano, T. Furuya, Y. Ishi, Y. Kijima, K. Sennyu, T. Tajima, T. Takahashi and S. Zhao: Proceedings of PAC 97, (1997) 2908.
- 2) 佐藤, 道園, 齊藤, 小林: 真空, 42, NO. 9 (1999) 834.
- 3) V. Baglin, J. Bojko, O. Grobner, B. Henrist, N. Hilleret, C. Scheuerlein and M. Taborrelli: Proceedings of EPAC 2000, (2000) 217.
- 4) Y. Kijima, S. Mitsunobu, T. Furuya, R. Noer and T. Tanaka: Proceedings of HIACC 2001.
- 5) K. Asano, S. Mitsunobu, T. Furuya and E. Ezura: 電気学会放電研究会, 名古屋大学, H9.9/30-10/1.