アルミナおよびマルチパクタ抑止コーティングの
二次電子放出係数の温度依存性*道園真一郎*¹・齊藤 芳男*¹・SUHARYANTO*²・山納 康*²・小林 信一*²

(受付2003年11月28日, 掲載決定2004年2月14日)

Temperature Dependence of Secondary Electron Emission
on Alumina and Anti-multipactor CoatingsShinichiro MICHIZONO*¹, Yoshio SAITO*¹, SUHARYANTO*²,
Yasushi YAMANO*² and Shinichi KOBAYASHI*²*¹High Energy Accelerator Research Organization (KEK), Tsukuba, Ibaraki 305-0801*²Saitama University, Saitama 338-8570

(Received November 28, 2003, Accepted February 14, 2004)

Electrical breakdown (surface discharge) is one of the most serious problems for developing compact and/or higher voltage insulation in a vacuum. High secondary electron emission (SEE) yields result in the multipactor (electron multiplication on the dielectric surface). Multipactor induces not only discharging but also excess surface heating, leading to localized surface melting. Thus, SEE at high temperature is important for understanding the actual breakdown process.

The SEE yield of single crystal alumina (sapphire) and anti-multipactor coatings, such as TiN and DLC films having low SEE yields, are measured with a scanning electron microscope (SEM) by pulsed-beam method. In order to examine the surface charging, multi-pulse methods are also carried out for the sapphire disk at high temperature.

1. 序 論

真空中の沿面放電現象は、絶縁電圧の向上および絶縁素子小型化の際の大きな問題である。この沿面放電は、陰極側からの真空・金属・絶縁体の三重点（いわゆるトリプルジャンクション）から放出された一次電子が絶縁体表面の持つ高い二次電子放出率のために再入射を繰り返しながら（マルチパクタ）雪崩状に増殖していくものと説明されている。大電力クライストロンに使用されている高周波窓等においては、マルチパクタによる過熱のため局所的な溶融も生じていることがわかっている。これまでマルチパクタの評価としては室温での二次電子放出測定が主であったが、マルチパクタにより表面が過熱

されていることを考慮すると、高温での二次電子放出も重要となる。本報告では、マルチパクタ抑止に広く使用されているTiN薄膜や低い二次電子放出係数を持つDLC薄膜、および単結晶アルミナであるサファイアについて高温（400°Cおよび650°C）での二次電子放出について報告する。

また、絶縁体試料の場合は照射パルス（100 pA, 1 ms）内でも帯電のために二次電子放出の減少が見られるが、帯電を含めた実効的な二次電子放出の変化を見るために複数パルス（マルチパルス）の電子照射による二次電子放出の変化について室温と高温とで比較を行った。

2. 実験試料

二次電子放出測定は、走査型電子顕微鏡（SEM）に750°Cまで加熱可能な試料台（Fig. 1）を取り付けて行った。絶縁体試料での局所的な帯電を避けるために、計

* 平成15年11月13日 第44回真空に関する連合講演会で発表

*¹ 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 埼玉大学（〒338-8570 さいたま市桜区下大久保255）

Fig. 1 Schematic drawings of the secondary electron emission (SEE) measurements.

測はパルスビーム法（通常，100 pA 程度，1 ms のシングルパルス）¹⁾を用いている．絶縁体試料の場合は，このパルス内でも帯電による二次電子の減少が観察されるが，二次電子放出係数は二次電流の尖頭値と一次電子電流の比で定義する．一次電流は，熱輻射版に取り付けたグラファイト製のファラデーカップで測定する．熱輻射版の穴（直径 2 mm）を通して試料に一次電子を照射し，放出される電子をバイアス（+40 V）印加した熱輻射版で捕獲して二次電子電流を測定している．熱輻射版には二次電子放出係数の低い DLC（ダイヤモンド状炭素）薄膜をコーティングしている．

3. 実験結果

3.1 TiN 薄膜

TiN 薄膜は，ホローカソード法によりステンレス基板上に約 1 μm コーティングされている．測定は，室温，400°C，その後室温に戻した状態で行った．TiN 薄膜および次項で述べる DLC 薄膜は，絶縁体試料の場合と比較して大きな一次電流（400 pA，4 ms）を用い，50 Hz の繰り返しで照射を行った．Fig. 2 に示すように，高温では二次電子放出係数は減少し，また，再測定時には二次電子放出係数は最初の値より小さくなることがわかった．再測定時に二次電子放出係数が減少しているのは，高温で表面の酸化層が薄くなった²⁾ことによると考えられる．

二次電子放出は，定性的には以下の過程で説明される．

- 1) 一次電子による二次電子生成
- 2) 二次電子の表面への拡散

二次電子は，絶縁体の場合はフォノン散乱を，また，導体の場合はフォノン散乱の他に伝導電子による散乱を

Fig. 2 SEE yields of TiN coatings at room temperature, 400°C and room temperature after cooling down.

受ける³⁾．絶縁体の場合の高い二次電子放出係数は，導体と比較して二次電子の拡散距離が長いことで説明される．室温に戻した状態と高温測定時を比較して高温で二次電子放出係数が20%程度低くなることは，二次電子の拡散距離が短くなる⁴⁾ことで説明される．ただし，金属等ではこのような大きな変化は報告されておらず³⁾，フォノン散乱だけではなく，室温と400°Cで酸化層の変化を含めた膜質の変化のために拡散距離が変わった可能性もある．

3.2 DLC 薄膜

DLC 薄膜は，イオンプレーティング法によりステンレス基板上に約 1 μm コーティングされている．測定は，TiN 薄膜と同様の室温，400°C，その後室温に戻した状態で行った．Fig. 3 に示すように，高温では二次電子放出係数は減少し，また，再測定時には二次電子放出係数は最初の値より小さくなった．再測定時に二次電子放出係数が減少しているのは，400°C程度の高温から DLC 薄膜表面の水素が脱離する⁵⁾ためと考えられる．次項で述べるサファイアでは高温から室温に戻した際も室温では二次電子放出係数は再現しており，試料上への炭素系不純物による二次電子放出の低下ではないと思われる．

高温で二次電子放出係数が低くなるのは，フォノン散乱だけでなく表面層が温度によって変化している可能性もある．

3.3 サファイア

絶縁体試料の場合は，表面の帯電により局所的な二次電子放出は大きく変化する．絶縁体であるサファイア試料（直径19 mm，厚さ1 mm）については，表面の帯電を除去し，また機械加工による欠陥を除去するために1400°C 1時間の空気中でのアニール処理を行って

Fig. 3 SEE yields of DLC coatings at room temperature, 400°C and room temperature after cooling down.

Fig. 4 SEE yields of sapphire disk at room temperature, 650°C and room temperature after cooling down.

る。シングルパルスでの測定結果を Fig. 4 に示す。単結晶アルミナであるサファイアによる測定では、高温で二次電子放出係数の増大が見られた。これは、MgO や他のアルミナセラミックサンプルで測定した結果^{6,7)}と異なる。また、室温に戻した場合には以前の値にはほぼ復帰した。真空中で加熱された場合、サファイアの酸素欠陥の状態変化⁸⁾ (F⁺ 中心から F 中心) が生じることがわかっているが、F 中心の励起準位は伝導体付近にあるために F 中心が存在する場合二次電子が生成されやすくなると考えられる。従って、一次電子による二次電子生成量が多くなるため二次電子放出が増加したのではないかと考えている。アルミナセラミックの種類によって欠陥の濃度は異なるため、アルミナセラミックでは高温での二次電子放出の振る舞いが材料により異なる可能性もある。

Fig. 5 Secondary current by multi-pulse method (mode B) at 700°C.

3.4 マルチパルス照射による帯電緩和の評価

絶縁体では二次電子放出がパルス内で減少する。従って、実効的な二次電子放出量は照射開始時の尖頭値より小さい。高温では帯電緩和が早くなるため、実効的な二次電子放出量が増加する。このため、電子雪崩をさらに助長する可能性がある。帯電を評価するために、マルチパルスで二次電子放出の測定を行った。測定は2つのモードで行った。

1. モード A : 1 ms のパルス電流を、パルス間隔を一定 (1 ms) として 5 パルス連続して同一点に照射。
2. モード B : 1 ms のパルス電流を、パルス間隔を次第に長く (1 ms, 2 ms, 4 ms) して 4 パルスを同一点に照射。

表面における帯電は、帯電量と帯電緩和の時定数 (電気伝導度に関連) とで特徴付けられると考えられる。モード A ではパルス間隔が一定であるため、パルス電流による帯電量の増加を見ることができる。たとえば、マルチパルスによる二次電子放出量に変化しない場合は帯電が 1 ms のパルス間隔で帯電が初期状態に戻っていることを意味する。また、二次電子放出量が減少している場合は、その減少量が帯電の増加と関連する。モード B の場合は、パルス間隔が増加していくため、後ろのパルスほど帯電緩和のための時間が長くなり、帯電緩和に要する時間を推測することができる。今回の測定では、一次電子エネルギーは 1 keV (パルス電流は 150 pA) とした。Fig. 5 にモード B, 700°C における測定結果を示

Fig. 6 SEE yields obtained by multi-pulse method at room temperature and 700°C.

す。最初から3パルス目までは二次電子放出量が減少しているが、4パルス目では増加を示しており、4 ms のパルス間隔は一パルスの一次電流による帯電を解消できることを示唆している。モード A およびモード B での室温と700°Cでの二次電子放出の時間変化を Fig. 6 に示す。横軸は最初のパルスからの延べ時間である（モード A の場合は、0 ms, 2 ms, 4 ms, 6 ms, 8 ms でパルス電流を照射、モード B の場合は、0 ms, 2 ms, 5 ms, 10 ms でパルス電流を照射）。モード A の結果から、室温と比較して700°Cでは二次電子放出量がゆっくり減少していることがわかる。これは、700°Cの場合の帯電量が少ないことを意味している。また、モード B の結果から、高温でパルス間隔が長くなると二次電子放出が前パルスよりも増加することもわかった。これは、高温では電気伝導度が増加し帯電緩和が室温の場合より速くなるため

と考えられる。

4. 結 論

二次電子放出係数の温度依存性を測定した。TiN および DLC 薄膜では高温で二次電子放出係数が減少した。フォノン散乱や膜質の変化による二次電子の拡散距離減少のためと考えられる。サファイアでは高温で二次電子放出が増加するような現象が見られた。これは格子欠陥等による二次電子の生成の増加によると考えられ、他のアルミナセラミック試料では異なる二次電子放出の温度依存性が見られる可能性がある。

帯電およびその緩和を評価するためにマルチパルスでの二次電子放出を測定した。パルス間隔が長くなると、高温では帯電緩和が速いために二次電子放出が前パルスより増加することが確かめられた。

〔文 献〕

- 1) 道園真一郎, 齊藤芳男, 稲垣敦史: 真空, 40 (1997) 436.
- 2) A. R. Nyaiesh, et al.: J. Vac. Sci. Tech., A4 (1986) 2356.
- 3) P. A. Wolff: Phys. Rev., 95 (1954) 56.
- 4) J. B. Johnson and K. G. McKay: Phys. Rev., 91 (1953) 582.
- 5) A. Grill: Diamond and Related Materials, 8 (1999) 428.
- 6) J. B. Johnson and K. G. McKay: Phys. Rev., 93 (1954) 668.
- 7) J. Cazaux: J. Electron Sepc. and Rel. Phenomena, 105 (1999) 155.
- 8) K. H. Lee and J. H. Crawford, Jr.: Phys. Rev, B19 (1979) 3217.