

JAERI - M

85-123

オージェ電子分光装置を利用した
壁材の2次電子放出率の測定

1985年8月

広木 成治・阿部 哲也・竹森 信*
池田 佳隆・村上 義夫

JAERI-M レポートは、日本原子力研究所が不定期に公刊している研究報告書です。
入手の間合わせは、日本原子力研究所技術情報部情報資料課（〒319-11 茨城県那珂郡東海村）
あて、お申しこしてください。なお、このほかに財団法人原子力弘済会資料センター（〒319-11 茨城
県那珂郡東海村日本原子力研究所内）で複写による実費頒布をおこなっております。

JAERI-M reports are issued irregularly.

Inquiries about availability of the reports should be addressed to Information Division, Department
of Technical Information, Japan Atomic Energy Research Institute, Tokai-mura, Naka-gun,
Ibaraki-ken 319-11, Japan.

© Japan Atomic Energy Research Institute, 1985

編集兼発行 日本原子力研究所
印 刷 山 田 軽 印 刷 所

オージェ電子分光装置を利用した壁材の2次電子放出率の測定

日本原子力研究所那珂研究所核融合研究部

広木 成治・阿部 哲也・竹森 信^{*}

池田 佳隆⁺・村上 義夫

(1985年7月23日受理)

オージェ電子分光装置を利用して、各種壁材の2次電子放出率を測定した。2次電子放出率は、材料の表面組成と密接な関係があり、各種表面処理（ベーキング、アルゴンイオンエッチング、メタングロー放電等）により大きく変化することがわかった。これらの結果に基づき、JT-60高周波加熱用導波管内壁の2次電子放出率の低減化対策を検討した。

+ 臨界プラズマ研究部

* 核融合特別研究生，東京大学生産技術研究所（東京都港区六本木）

Measurement of Secondary Electron Emission Coefficient
of Wall Materials Using Auger Electron Spectroscopy

Seiji HIROKI, Tetsuya ABE, Makoto TAKEMORI*,
Yoshitaka IKEDA⁺ and Yoshio MURAKAMI

Department of Thermonuclear Fusion Research,
Naka Fusion Research Establishment, JAERI

(Received July 23, 1985)

An Auger electron spectroscopy (AES) has been employed to determine the secondary electron emission coefficient of various wall materials. The coefficient of material relates closely to the surface composition which is modified by surface treatments including baking, argon ion etching and methane glow discharge. Based on the results, we took countermeasures to decrease secondary electron emission from the inner wall of the JT-60 RF waveguides.

Keywords: Auger Electron Spectroscopy, Secondary Electron Emission Coefficient, Surface Treatment, First Wall, RF Wave Guide, JT-60

⁺ Department of Large Tokamak Research

* Institute of Industrial Science, University of Tokyo

目 次

1. まえがき	1
2. 2次電子放出率測定のための実験方法	1
2.1 実験装置	1
2.2 測定原理	2
2.3 測定方法	3
3. 予備実験	4
3.1 試料印加電圧の決定	4
3.2 ビーム直径の検討	4
3.3 ビーム電流の検討	4
4. 実験結果と考察	5
4.1 オージェスペクトルと2次電子放出率との対応	5
4.1.1 SUS 304	5
4.1.2 モリブデン	5
4.1.3 銅	5
4.1.4 炭化チタン	5
4.1.5 黒鉛	6
4.1.6 考察	6
4.2 銅の2次電子放出率の低減化対策	6
4.2.1 クロメート処理	7
4.2.2 メタン(CH ₄)グロー放電による炭素蒸着	7
4.2.3 アクアダック塗布	7
4.2.4 考察	7
5. ま と め	8
謝 辞	8
参 考 文 献	8

Contents

1. Introduction	1
2. Experimental Method for Measuring Secondary Electron Emission Coefficient	1
2.1 Arrangement	1
2.2 Measuring Principle	2
2.3 Measuring Method	3
3. Preliminary Experiments	4
3.1 Optimization of Sample Voltage	4
3.2 Examination of Beam Diameter	4
3.3 Examination of Beam Current	4
4. Results and Discussions	5
4.1 Relationship between Auger Spectra and Secondary Electron Emission Coefficient	5
4.1.1 304SS	5
4.1.2 Molybdenum	5
4.1.3 Copper	5
4.1.4 Titanium Carbide	5
4.1.5 Graphite	6
4.1.6 Discussions	6
4.2 Method for Decreasing Secondary Electron Emission Coefficient from Copper	6
4.2.1 Chromate Coating	7
4.2.2 Carbon Deposition by Methane (CH ₄) Glow Discharge	7
4.2.3 Aquadag Coating	7
4.2.4 Discussions	7
5. Conclusions	8
Acknowledgements	8
References	8

1. ま え が き

核融合装置の第一壁は、磁場で閉じ込めたプラズマから漏洩してくる高エネルギー粒子や、プラズマで発生する電磁波等とのあいだで強い相互作用をもつ。これらのうち、電子衝撃による2次電子放出率(δ)は、プラズマと結びついて壁のシーズ電圧を決定する重要な要素となっている⁽¹⁾。また、核融合プラズマの追加熱に用いられる高周波加熱装置のうち、低域混成波帯

(Lower Hybrid Range of Frequency, 以後LHRFという, 2 GHz帯)で使用する導波管は、不整磁場の印加により管内で電子サイクロトロン共鳴(Electron Cyclotron Resonance, 以後ECRという)による局所的なマルチパクティング放電が発生し、通過電力密度向上の妨げとなっている。この放電を抑制するためには、壁からの放出ガスを減らすとともに、導波管内壁構成材の電子衝撃による δ を1以下に下げることが重要である⁽²⁾。

これまでに、 δ を測定したデータは多いが、表面清浄化処理方法等に共通性がなく、また表面組成比と対応させて調べられていないので、相互比較をすることが困難である。そこで本研究では、オージェ電子分光(Auger Electron Spectroscopy, 以下AESという)装置で表面分析を行いながら、各種表面処理(ベーキング、アルゴンイオンエッチング、メタングロー放電)後の材料表面からの電子衝撃による δ を測定し、表面清浄度と δ の関係を調べた^{(3), (4)}。1次電子加速電圧は、プラズマから壁に入射する電子の大部分が1keV以下であること、LHRF加熱で不整磁場で発生するECR時の電子エネルギーが1keV以下であることから、0~1.5kVとした。

その結果、 δ の小さい材料として炭素が良いことが確認された。また、JT-60高周波加熱用導波管内壁に湿気メッキされている銅膜表面の δ を低減するため、メタン(CH₄)の直流グロー放電により銅上に炭素膜を生成したり、銅上に炭素粉体を付着させ、それらの有効性を確認した。

2. 2次電子放出率測定のための実験方法

2.1 実験装置

Fig.1にAES装置(日電アネルバ製EMAS-II)の概略を示す。真空容器は、試料交換室と試料分析室とに別れており、分析室内の到達圧力は 2×10^{-7} Pa程度である。試料ホルダーに装着できる試料の大きさは、縦、横とも10mm以下、厚みが1mm以下である。試料を装着した試料ホルダーは、交換室のマニピュレータ先端に取り付けられ、圧力が 10^{-6} Pa台に達したら、ゲートバルブを開けて分析室の試料ステージに載せられる。次に、電子銃により電子ビームを試料に照射し、発生したオージェ電子を円筒鏡型エネルギー分析器(Cylindrical Mirror Analyzer, 以下CMAという)を通して検出し、ロックインアップ、微分回路を経てオージェ電子スペクトルを描かせる。なお、オージェ電子発生効率を高めるため試料面は、ビーム入射方向から45°傾けてあ

1. ま え が き

核融合装置の第一壁は、磁場で閉じ込めたプラズマから漏洩してくる高エネルギー粒子や、プラズマで発生する電磁波等とのあいだで強い相互作用をもつ。これらのうち、電子衝撃による2次電子放出率(δ)は、プラズマと結びついて壁のシーズ電圧を決定する重要な要素となっている⁽¹⁾。また、核融合プラズマの追加熱に用いられる高周波加熱装置のうち、低域混成波帯

(Lower Hybrid Range of Frequency, 以後LHRFという, 2 GHz帯)で使用する導波管は、不整磁場の印加により管内で電子サイクロトロン共鳴(Electron Cyclotron Resonance, 以後ECRという)による局所的なマルチパクティング放電が発生し、通過電力密度向上の妨げとなっている。この放電を抑制するためには、壁からの放出ガスを減らすとともに、導波管内壁構成材の電子衝撃による δ を1以下に下げることが重要である⁽²⁾。

これまでに、 δ を測定したデータは多いが、表面清浄化処理方法等に共通性がなく、また表面組成比と対応させて調べられていないので、相互比較をすることが困難である。そこで本研究では、オージェ電子分光(Auger Electron Spectroscopy, 以下AESという)装置で表面分析を行いながら、各種表面処理(ベーキング、アルゴンイオンエッチング、メタングロー放電)後の材料表面からの電子衝撃による δ を測定し、表面清浄度と δ の関係を調べた^{(3), (4)}。1次電子加速電圧は、プラズマから壁に入射する電子の大部分が1keV以下であること、LHRF加熱で不整磁場で発生するECR時の電子エネルギーが1keV以下であることから、0~1.5kVとした。

その結果、 δ の小さい材料として炭素が良いことが確認された。また、JT-60高周波加熱用導波管内壁に湿気メッキされている銅膜表面の δ を低減するため、メタン(CH₄)の直流グロー放電により銅上に炭素膜を生成したり、銅上に炭素粉体を付着させ、それらの有効性を確認した。

2. 2次電子放出率測定のための実験方法

2.1 実験装置

Fig.1にAES装置(日電アネルバ製EMAS-II)の概略を示す。真空容器は、試料交換室と試料分析室とに別れており、分析室内の到達圧力は 2×10^{-7} Pa程度である。試料ホルダーに装着できる試料の大きさは、縦、横とも10 mm以下、厚みが1 mm以下である。試料を装着した試料ホルダーは、交換室のマニピュレータ先端に取り付けられ、圧力が 10^{-6} Pa台に達したら、ゲートバルブを開けて分析室の試料ステージに載せられる。次に、電子銃により電子ビームを試料に照射し、発生したオージェ電子を円筒鏡型エネルギー分析器(Cylindrical Mirror Analyzer, 以下CMAという)を通して検出し、ロックインアップ、微分回路を経てオージェ電子スペクトルを描かせる。なお、オージェ電子発生効率を高めるため試料面は、ビーム入射方向から45°傾けてあ

る。

ベーキングは、試料ホルダーに埋め込んであるタンタル製ヒーターに直流電圧を印加して、試料を550°C程度まで加熱できる。また、試料温度は、C-A型熱電対により測定される。

アルゴンイオンエッチングは、差動排気しながらアルゴンガスを分析室内に 6.0×10^{-3} Pa程度満たし、イオン銃にてアルゴンイオンを3 kVに加速し、試料を照射する。なお、エッチング中もAES分析が可能である。

メタングロー放電は、試料交換室にメタンガスを0.1 Pa程度導入し、試料側を陰極にして行う。

また、得られたオージェスペクトルから、試料表面の表面組成比(%)を感度係数値による方法で求めた⁽⁵⁾。

2.2 測定原理

Fig. 2に電子衝撃による2次電子放出率測定のための概念図を示す。図中で、1次電子電流を I_P 、試料吸収電流を I_S 、2次電子電流を I_E 、コレクタ電流を I_C とする。試料から飛び出した全2次電子がコレクタに捕獲されると仮定し、コレクタ表面での2次電子放出を無視すると、

$$I_P = I_S + I_C \quad (1)$$

となり、2次電子放出率(δ)は、

$$\delta = \frac{I_C}{I_P} = \frac{I_P - I_S}{I_P} = \frac{I_C}{I_S + I_C} \quad (2)$$

となる。ここで2次電子には、1次電子の反跳電子も含まれる。 δ の測定には、 I_P 、 I_S 、 I_C のうちいずれか2つを測定すればよい。

本実験に使用したAES装置には、構造上試料を囲むようにコレクタ電極を取り付けられない。そこで、Fig. 3(a)に示すように、試料に直流バイアス電圧 E_S (実際の E_S の値は、後述の予備実験の結果で決定)を印加し、飛び出した2次電子電流 I_E を再捕獲して試料電流 I_{ES} を測定する。飛び出す2次電子の大部分は、20 eV程度以下なので、これより大きなバイアス電圧を印加すれば、大半の2次電子を吸収できる。したがって、

$$I_P \approx I_{ES} \quad (3)$$

と考えることができる。

また、Fig. 3(b)のように、2次電子電流 I_E については、試料にバイアス電圧を印加しない状態での試料電流 I_0 を測定すると、

$$I_E = I_{ES} - I_0 \quad (4)$$

となる。また、バイアス電圧 E_S は、1次電子を加速する方向に印加されるから、1次電子の平均加速電圧 \bar{E}_P を、

$$\bar{E}_p = \frac{E_p + E_s}{2} \quad (5)$$

とする。

以上より、1次電子のある平均加速電圧 \bar{E}_p での δ は、(3)、(4)式より

$$\delta = \frac{I_B}{I_P} \approx \frac{I_{ES} - I_0}{I_{ES}} \quad (6)$$

として求められる。

2.3 測定方法

本実験で使用したAES装置は、電子銃での電子の加速電圧が1kV単位でしか設定できないため、0~5kVの範囲を連続設定できるように、Electron Optics Control部を、部分的に改造した。Fig.5に改造後の回路図を示す。C₃の両端には+12Vの電圧が印加されており、R5~R10(200Ω/本)の抵抗で分圧している。改造後は、INT-EXT切換えスイッチによりEXTとし、VR1で希望の電圧を設定する。同時に、電圧計Mにより加速電圧が表示される。電圧計Mの較正は、ある電圧で加速された1次電子ビームの弾性衝突による反跳電子をCMAで検出し、その時のエネルギー値を基準とした。

AES装置には、電子ビームの位置や絞り量を調整するための各種レンズ用励磁コイルが取り付けられている(Fig.1参照)が、測定条件をできるだけ揃えるため、以下の点に留意した。

- ④ 電子銃のフィラメント加熱電力調整つまみは固定した。
 - ⑤ ビームアライメント調整つまみは、ビーム加速電圧を1.5kVに設定し、試料にバイアス電圧E_sを印加し、試料吸収電流I_{ES}が最大(電子電流なのでマイナス側)となるように調整し、同一試料については以後固定した。
 - ⑥ オブジェクトィブレンズ調整つまみは、2次電子顕微鏡(Secondary Electron Microscope, 以下SEMという)像にて試料を観察する時以外は、0に固定しておく。
- 2次電子放出率(δ)とオージェ電子スペクトル測定の手順を以下にまとめる。
- ① 分析室内の試料ステージに、試料ホルダーを載せる。10⁻⁷Pa台になったら、AES装置を起動させる。
 - ② 試料ステージのX軸、Y軸を動かしながら、SEM像にて分析位置を確認する。
 - ③ ビーム加速電圧を1.5kVに設定して、前述の④、⑥のようにオブジェクトィブレンズ、アライメント各つまみを調整する。以後、同一試料についてはつまみを固定しておく。
 - ④ 加速電圧E_pを設定したら、試料に直流バイアス電圧E_sを印加し、試料電流I_{ES}が最大となるようにコンデンサーレンズつまみを調整し、I_{ES}を測定する。(Fig.3(a))次に、バイアス電圧を0とし試料電流I₀を測定する。(Fig.3(b))以上から δ を算出する。
 - ⑤ δ を測定したら、加速電圧を5kVに設定し、コンデンサーレンズで試料電流を適当に調整して、オージェ電子スペクトルをX-Yレコーダに描く。

- ⑥ 以後、ベーキング、アルゴンイオンエッチング、およびメタングロー放電処理後に同様の手順で繰り返し測定する。なお、ベーキング時には、温度コントローラを用いて一定温度に加熱した。

3. 予 備 実 験

3.1 試料印加電圧の決定

1次電子電流 I_{e_s} の測定のための試料印加電圧 E_s を決定するため、内径3mm、深さ4mmの円筒状の穴をあけた試料ホルダーを製作し、約0.6mmの穴をあけたアルミ箔でフタをする。そして、1次ビームを穴に入射し、2次電子をトラップすれば、試料電流がほぼ1次電子電流とみなせる。比較として、同一試料ホルダーにTiCを20 μ mコーティングしたMoの板(厚み1mm)を固定し、試料印加電圧を変化させ試料電流を測定する。加速電圧が0.5、1.0、1.5kVのときの結果をFig. 5～Fig. 7に示す。0.5kV (Fig. 5)の場合、1次ビームを穴に入射すると、試料電圧 E_s を変化させても試料電流はほぼ一定だから、入射電子の大部分が穴の中で吸収されていると考えられる。一方、同一状態でTiCにビームを当てて試料電圧 E_s を変えると、2次電子放出量が増加して試料電流が変わる。TiCにビームを当てた時の試料電流は、0.6mmの穴に入射させた場合と比較して、 $E_s=20$ Vで80%、30Vで89%、40Vで93%程度である。試料電圧 E_s は、アースに対し正電位であるから、1次電子に対し加速電界として作用する。したがって、試料に印加する電圧は、小さいほど1次電子に対し影響が少ない。そこで本実験では、試料電圧 $E_s=40$ Vとした。

3.2 ビーム直径の検討

本実験では、ビーム直径を正確に測定していない。目安として、ビーム加速電圧が1.5～0.5kVでは、0.6mmの穴に入射した時、試料電圧を変えても試料電流に変化がなかったことから、ビーム直径はこの範囲で0.6mm以下である。

3.3 ビーム電流の検討

ビーム電流の安定性を確認するため、SUS 304 試料に $E_s=40$ Vを印加した状態で、1次電子平均加速電圧 \bar{E}_p を変えた時の試料電流 I_{40} の変化を調べた。Fig. 8に結果を示す。ベーキング前の I_{40} と比較して、ベーキング後の I_{40} が若干増加、エッチング後の I_{40} が若干減少している。各表面処理により、真空容器内雰囲気の変化、特にベーキング前後での試料と試料ホルダーとの間の絶縁抵抗の変化、またアルゴンイオンエッチングのためにアルゴンガスを導入したことによる電子銃内での電子のエミッション量の変化などが考えられる。

- ⑥ 以後、ベーキング、アルゴンイオンエッチング、およびメタングロー放電処理後に同様の手順で繰り返し測定する。なお、ベーキング時には、温度コントローラを用いて一定温度に加熱した。

3. 予 備 実 験

3.1 試料印加電圧の決定

1次電子電流 I_{ES} の測定のための試料印加電圧 E_s を決定するため、内径3mm、深さ4mmの円筒状の穴をあけた試料ホルダーを製作し、約0.6mmの穴をあけたアルミ箱でフタをする。そして、1次ビームを穴に入射し、2次電子をトラップすれば、試料電流がほぼ1次電子電流とみなせる。比較として、同一試料ホルダーにTiCを20 μ mコーティングしたMoの板(厚み1mm)を固定し、試料印加電圧を変化させ試料電流を測定する。加速電圧が0.5、1.0、1.5kVのときの結果をFig. 5～Fig. 7に示す。0.5kV(Fig. 5)の場合、1次ビームを穴に入射すると、試料電圧 E_s を変化させても試料電流はほぼ一定だから、入射電子の大部分が穴の中で吸収されていると考えられる。一方、同一状態でTiCにビームを当てて試料電圧 E_s を変えると、2次電子放出量の変化して試料電流が変わる。TiCにビームを当てた時の試料電流は、0.6mmの穴に入射させた場合と比較して、 $E_s=20$ Vで80%、30 Vで89%、40 Vで93%程度である。試料電圧 E_s は、アースに対し正電位であるから、1次電子に対し加速電界として作用する。したがって、試料に印加する電圧は、小さいほど1次電子に対し影響が少ない。そこで本実験では、試料電圧 $E_s=40$ Vとした。

3.2 ビーム直径の検討

本実験では、ビーム直径を正確に測定していない。目安として、ビーム加速電圧が1.5～0.5kVでは、0.6mmの穴に入射した時、試料電圧を変えても試料電流に変化がなかったことから、ビーム直径はこの範囲で0.6mm以下である。

3.3 ビーム電流の検討

ビーム電流の安定性を確認するため、SUS 304 試料に $E_s=40$ Vを印加した状態で、1次電子平均加速電圧 \bar{E}_p を変えた時の試料電流 I_{40} の変化を調べた。Fig. 8に結果を示す。ベーキング前の I_{40} と比較して、ベーキング後の I_{40} が若干増加、エッチング後の I_{40} が若干減少している。各表面処理により、真空容器内雰囲気の変化、特にベーキング前後での試料と試料ホルダーとの間の絶縁抵抗の変化、またアルゴンイオンエッチングのためにアルゴンガスを導入したことによる電子銃内での電子のエミッション量の変化などが考えられる。

4. 実験結果と考察

4.1 オージェスペクトルと2次電子放出率との対応

4.1.1 SUS 304

試料は $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 0.5\text{mm}^t$ である。Fig.9 にオージェスペクトル, Fig.10 に δ の変化を示す。分析室に試料を入れ, AES装置により表面分析すると, 炭素 (C) が90%と最も多く, 酸素 (O) と鉄 (Fe) が5%ずつ存在している。

次に, 400°C , 2時間ベーキングを施すとOが減ってクロム (Cr) のピークが出現し, Feは減少した。Cはほとんど変らなかった。

さらに, 3kV , 30分間のアルゴンイオンエッチングをすると, OおよびFeの量が多くなり, Cは減少した。

Fig.10の δ の変化をみると, ベーキング前に $\bar{E}_p = 220\text{eV}$ 付近に δ の最大値が存在したが, ベーキング後 δ は全体的に下がり, 最大値の存在が 270eV 付近に移動した。さらに, アルゴンイオンエッチングにより $200 \sim 300\text{eV}$ での δ のピークはなくなり, 520eV 以上での δ は, ベーキング前より大きくなっている。

4.1.2 モリブデン

Fig. 11 にオージェスペクトル, Fig. 12 に δ の変化を示す。Fig.11 でベーキング前は, モリブデン (Mo) 以外に炭素 (C), 酸素 (O), 窒素 (N) が出現しているが, 500°C , 2時間ベーキング後, Oが減少し, Cが増えた。さらに, アルゴンイオンエッチングによりCが大きく減少した。モリブデンは増加した。 δ はベーキング前, 270eV 付近に最大値をもつが, 500°C , 2時間ベーキングでこの最大値が1, 3程度に減少し, さらにエッチング後の曲線はなだらかな変化を示した。

4.1.3 銅

試料は, 無酸素銅 (Oxygen Free High Conductivity Copper, 以下OFHCという) を $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1\text{mm}^t$ に切り出した。Fig. 13 にオージェスペクトル, Fig. 14 に δ の変化を示す。ベーキング前, δ の最大値は 270eV 付近で1.8であったが, 500°C , 2時間ベーキング後Oが減り, δ の最大値は1.4に下がった。 620eV 以上では, δ に大きな差がなかった。さらに10分間のアルゴンイオンエッチングにより, δ の $200 \sim 300\text{eV}$ でのピークはなくなった。

4.1.4 炭化チタン

試料は, $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 1\text{mm}^t$ のモリブデン基板上にTiCを $20\mu\text{m}$ コーティングしたものを使用した。Fig. 15 にオージェスペクトル, Fig. 16 に δ の変化を示す。TiCにおいてもベーキングにより δ が下がり, さらにアルゴンイオンエッチングによって δ はほぼ1以下に下がっている。

4.1.5 黒鉛

試料の大きさは、 $10\text{mm}\times 10\text{mm}\times 1\text{mm}^t$ である。Fig. 17にオージェスペクトル、Fig. 18に δ の変化を示す。ベーキング前の δ の最大値は、320 eVで1.3程度であり、ベーキングおよびアルゴンイオンエッチングと進むにつれ、 δ は全体的に下がって行く。オージェスペクトルは、ベーキングおよびアルゴンイオンエッチングを通じて炭素(C)のピークしか検出されなかった。

4.1.6 考察

ベーキング前の δ は、材料の種類にあまり関係なく、200～300 eVに最大値が存在する。また、さらに多くの材料について調べる必要があるが、TiCや黒鉛は、ベーキング、アルゴンイオンエッチング処理と進めるにつれ、 δ が全般的に減少して行く。しかし、SUS 304や M_0 、銅の δ はエッチング後、約400 eV以上で逆に増加している。(Fig. 10, 12, 14 参照)

このようなことから、ベーキングやエッチングによる表面状態の変化と、 δ との関係を考察してみる。ベーキング前の材料表面は、水分や油脂、あるいは酸化物等が付着しているが、ベーキングで除去できるのは主に水分や油脂である。従来から酸素や酸化物の存在が2次電子や2次イオンの放出を増加させる原因となっていることが指摘されている。⁽⁶⁾ 実際、各種材料のオージェスペクトルを見ると、ベーキング後、Oの表面組成比(%)は減少する。そして、ベーキングによって表面に残るのは、比較的基材と強く結合した酸化物、酸素、炭素等である。これらがアルゴンイオンエッチングで削り取られ、材料が露出する。この時が材料本来の δ を示す。SUS304や M_0 、銅、TiCのオージェスペクトルには、エッチングを中止すると直ちに酸素のピークが現われる。真空容器内の残留酸素等により、表面のごく近傍に酸素が吸着、あるいは酸化物層が形成され、時間の経過とともに、エッチング前の δ の曲線に近づく。

TiCや黒鉛は、 δ が全般的に小さく、特に黒鉛はオージェスペクトルでCのピークのみしか検出されなかった。このようなことから、Cは本質的に電子を吸収しやすい性質がある。なお、SUS 304、 M_0 、銅でベーキング前後にオージェスペクトルで検出されたCのピーク、すなわち、この炭素の存在は、 δ の低減化にあまり寄与していない。量が少な過ぎるのか、表面に局在しているからなのか、さらに実験的に検討する必要がある。

4.2 銅の2次電子放出率の低減化対策

JT-60の追加熱に用いられる高周波加熱装置のうち、LHRFの導波管ランチャー部は、構造材にSUS 304を使用し、内壁には湿式法による銅メッキが施されている。現在、通過電力密度を増加させる試みがなされているが、高周波入射中の放出ガスの増加や、不整磁場の存在下でのECRによる絶縁破壊が問題となっている。このうち、ECRによるマルチバクタ放電を抑制するには、材料表面の δ を1以下にすることが必要となる。 δ の小さな材料としては、炭素(C)が最もすぐれているが、銅にコーティングした場合、密着性が問題となる。本研究では、メタン(CH_4)放電により銅基材の上に炭素膜を生成し、この δ を測定した。また、銅基材に炭素粉末(商品名アクアダック)を水で溶いて塗り、400℃ベーキング処理したものの δ も測定した。

4.2.1 クロメート処理

JT-60用高周波加熱装置の導波管ランチャー部の銅メッキ膜は、作成後、酸化防止用にクロム酸クロム液 ($\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot y\text{CrO}_3 \cdot z\text{H}_2\text{O}$, x, y, z は任意) に浸される。Fig. 19 に表面処理によるオージェスペクトル, および Fig. 20 に δ の変化を示す。ベーキング前には, 270 eV 付近に δ のピークがあり, 400 °C, 10時間のベーキングにより, δ は全般的に下がった。特に, 200 ~ 300 eV でのピークが消滅した。

さらに同様の試料を, 250 °C, 14時間のベーキング処理した結果を Fig. 21, Fig. 22 に示す。ベーキング後の δ の最大値は 2.0 程度であり, ベーキング前 2.2 より若干下がった。250 °C ベーキングでは, δ の低減化にほとんど寄与していない。

また, アルゴンイオンエッチング時間による δ の変化を見るため, 同じ試料を使って実験した。Fig. 23, Fig. 24 に結果を示す。イオンエッチング時間の増加に伴ってクロメート膜がスパッタされてなくなり, 200 ~ 300 eV での δ のピークが下がる。

4.2.2 メタン (CH_4) グロー放電による炭素蒸着

無酸素銅 (OFHC) にメタン (CH_4) 放電で炭素膜をつくり, δ を測定した。結果を Fig. 25, Fig. 26 に示す。20分間のメタン放電により, 炭素膜が形成され, δ はほぼ 1 以下となった。

4.2.3 アクアダック塗布

炭素粉末 (商品名アクアダック) を水で溶いて銅メッキ基板に塗り, 真空中で 400 °C ベーキングを行ったものを試料とした。結果を Fig. 27, Fig. 28 に示す。分析室に入れ, 再びベーキングした後の δ は, 最大 1.2 程度に下がった。

4.2.4 考 察

ベーキング前の試料表面には, 水分や油脂等が付着しており, これらはベーキングによりほぼ取れる。そして, そのあと残るのは, 酸化膜や強く吸着した油脂, 酸素, 炭素などである。本実験で使用した銅メッキ試料には, 酸化防止のためクロメート処理が施されているが, これも酸化膜である。200 ~ 300 eV での δ のピークが Fig. 24 に示すようにアルゴンイオンエッチングにより下がることから, この酸化膜の存在が 200 ~ 300 eV での δ の上昇を招いていると考えられる。逆に, 銅表面がこの酸化膜で覆われていることにより, 400 eV 以上での δ の上昇を抑制していると考えられる。

メタンのグロー放電は, 今回の実験で δ の低減化に最も効果的であり, 目視で放電後の試料を見ても明らかに炭素膜が生成されていることがわかる。また, アクアダックを塗付した試料は, 400 °C 程度のベーキングが可能なら前処理として有効である。実際に, LHRF の実験で, メタンの ECR 放電を用いて炭素膜を生成したり, アクアダックを塗付することにより, 導波管内でのマルチパクタ放電を抑える効果のあることが確認されている。⁽⁷⁾

5. ま と め

AES分析装置を用いて、表面分析しながら2次電子放出率(δ)を簡便に測定する手法を確立するため、装置を一部改造して実験を行なった。実験結果をまとめると、以下のようになる。

- ① ベーキング前の試料は、特別に前処理を行わなければ、ほぼ200～300 eVで δ の最大値が存在し、これは材料の種類にあまり関係しない。
- ② δ の小さい材料としては、炭素や炭化チタンである。
- ③ δ の増加の原因として、水分の表面への付着、酸化膜の存在などが考えられる。
- ④ 銅メッキ材の酸化防止に用いられるクロメート膜は、400℃程度のベーキングで、 δ が下がる。
- ⑤ 銅メッキ材の δ の低減化対策としては、メタン放電による炭素膜の生成、あるいはアクアダックの焼き付け処理などによる材料表面の炭素化が有効である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、終始激励をいただいた田中正俊核融合研究部長に感謝の意を表します。また、アルゴンイオンエッチング後の銅の膜厚測定の一部に協力していただいた、日本真空技術(株)超材料研究所稲川幸之助氏と渡辺一弘氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- (1) 荻原徳男, 新井貴, 岸田晴生: JAERI-M 82-123 (1982)
- (2) L. V. Grishin, and G. S. Lakyanchikov: Sov. Phys. Tech. Phys. 21, 307 (1976)
- (3) H. Padamsee, and A. Jochi: J. Appl. Phys. 50, 1112 (1979)
- (4) D. Ruzic, R. Moore, D. Manos, and S. Cohen: J. Vac. Sci. Tech. 20, 1313 (1982)
- (5) Auger Electron Spectra Catalogue: ANELVA CORPORATION (1979)
- (6) S. Komiya, T. Narusawa, and T. Satake: J. Vac. Sci. Tech. 12, 361 (1975)
- (7) 池田佳隆: 私信

5. ま と め

AES分析装置を用いて、表面分析しながら2次電子放出率(δ)を簡便に測定する手法を確立するため、装置を一部改造して実験を行なった。実験結果をまとめると、以下のようになる。

- ① ベーキング前の試料は、特別に前処理を行わなければ、ほぼ200～300 eVで δ の最大値が存在し、これは材料の種類にあまり関係しない。
- ② δ の小さい材料としては、炭素や炭化チタンである。
- ③ δ の増加の原因として、水分の表面への付着、酸化膜の存在などが考えられる。
- ④ 銅メッキ材の酸化防止に用いられるクロメート膜は、400℃程度のベーキングで、 δ が下がる。
- ⑤ 銅メッキ材の δ の低減化対策としては、メタン放電による炭素膜の生成、あるいはアクアダックの焼き付け処理などによる材料表面の炭素化が有効である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、終始激励をいただいた田中正俊核融合研究部長に感謝の意を表します。また、アルゴンイオンエッチング後の銅の膜厚測定の一部に協力していただいた、日本真空技術(株)超材料研究所稲川幸之助氏と渡辺一弘氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- (1) 荻原徳男, 新井貴, 岸田晴生: JAERI-M 82-123 (1982)
- (2) L. V. Grishin, and G. S. Lakyanchikov: Sov. Phys. Tech. Phys. 21, 307 (1976)
- (3) H. Padamsee, and A. Jochi: J. Appl. Phys. 50, 1112 (1979)
- (4) D. Ruzic, R. Moore, D. Manos, and S. Cohen: J. Vac. Sci. Tech. 20, 1313 (1982)
- (5) Auger Electron Spectra Catalogue: ANELVA CORPORATION (1979)
- (6) S. Komiya, T. Narusawa, and T. Satake: J. Vac. Sci. Tech. 12, 361 (1975)
- (7) 池田佳隆: 私信

5. ま と め

AES分析装置を用いて、表面分析しながら2次電子放出率(δ)を簡便に測定する手法を確立するため、装置を一部改造して実験を行なった。実験結果をまとめると、以下ようになる。

- ① ベーキング前の試料は、特別に前処理を行わなければ、ほぼ200～300eVで δ の最大値が存在し、これは材料の種類にあまり関係しない。
- ② δ の小さい材料としては、炭素や炭化チタンである。
- ③ δ の増加の原因として、水分の表面への付着、酸化膜の存在などが考えられる。
- ④ 銅メッキ材の酸化防止に用いられるクロメート膜は、400℃程度のベーキングで、 δ が下がる。
- ⑤ 銅メッキ材の δ の低減化対策としては、メタン放電による炭素膜の生成、あるいはアクアダックの焼き付け処理などによる材料表面の炭素化が有効である。

謝 辞

本研究を進めるにあたり、終始激励をいただいた田中正俊核融合研究部長に感謝の意を表します。また、アルゴンイオンエッチング後の銅の膜厚測定の一部に協力していただいた、日本真空技術(株)超材料研究所稲川幸之助氏と渡辺一弘氏に感謝の意を表します。

参 考 文 献

- (1) 萩原徳男, 新井貴, 岸田晴生: JAERI-M 82-123 (1982)
- (2) L. V. Grishin, and G. S. Lakyanchikov: Sov. Phys. Tech. Phys. 21, 307 (1976)
- (3) H. Padamsee, and A. Jochi: J. Appl. Phys. 50, 1112 (1979)
- (4) D. Ruzic, R. Moore, D. Manos, and S. Cohen: J. Vac. Sci. Tech. 20, 1313 (1982)
- (5) Auger Electron Spectra Catalogue: ANELVA CORPORATION (1979)
- (6) S. Komiya, T. Narusawa, and T. Satake: J. Vac. Sci. Tech. 12, 361 (1975)
- (7) 池田佳隆: 私信

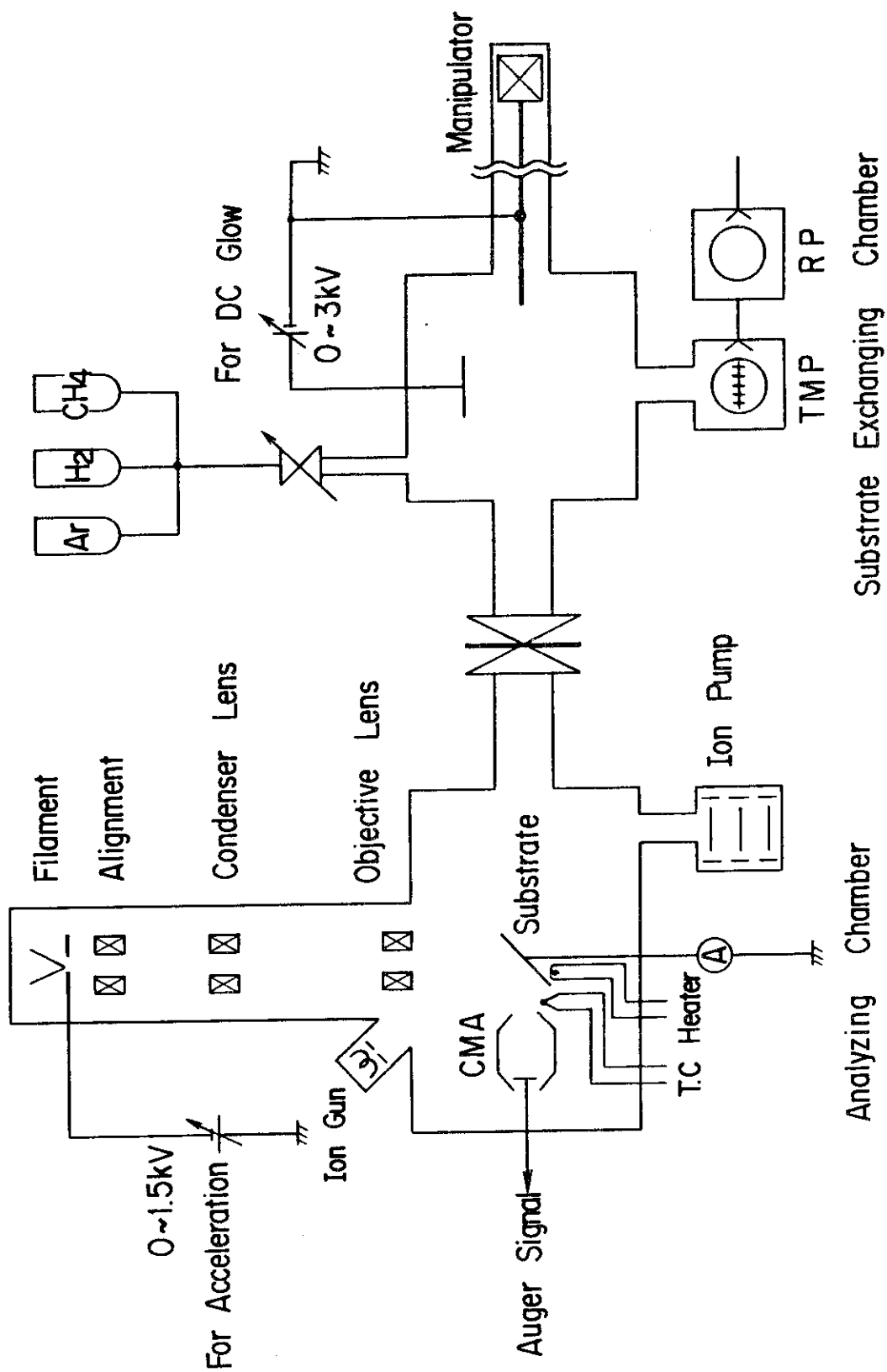


Fig. 1 Schematic view of the experimental apparatus.

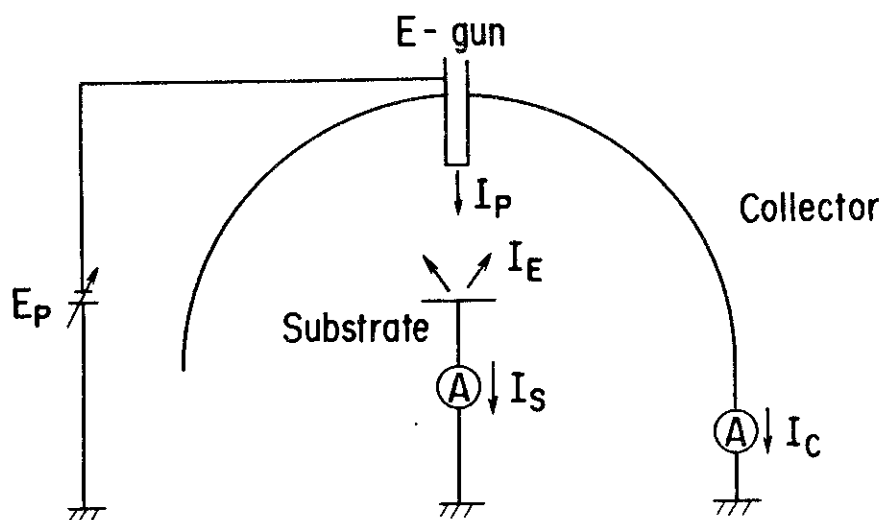


Fig. 2 Arrangement for measuring secondary electron emission coefficient.

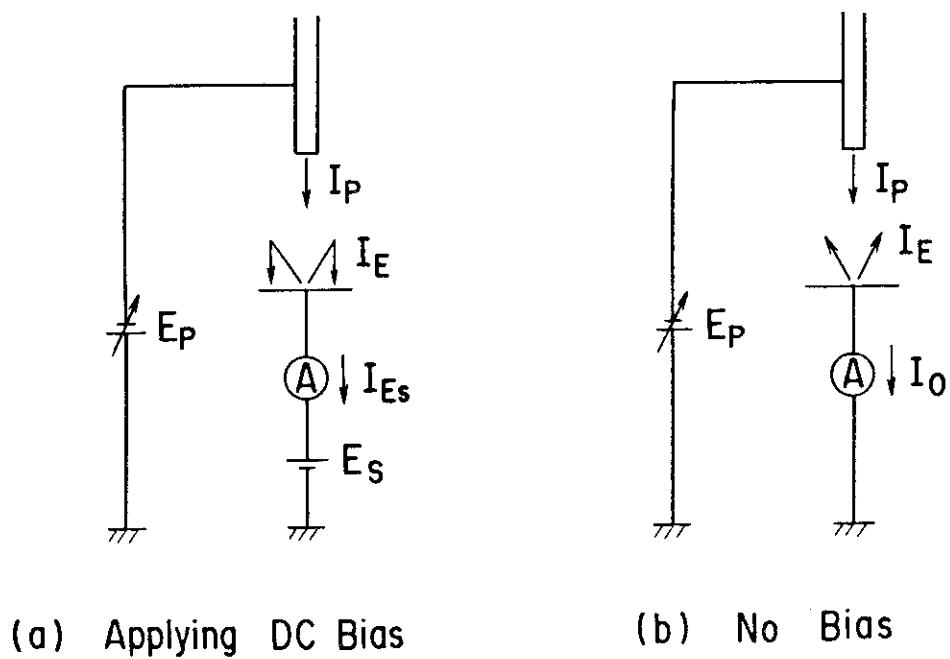


Fig. 3 Measurement of the secondary electron emission coefficient (δ) by applying bias voltage.

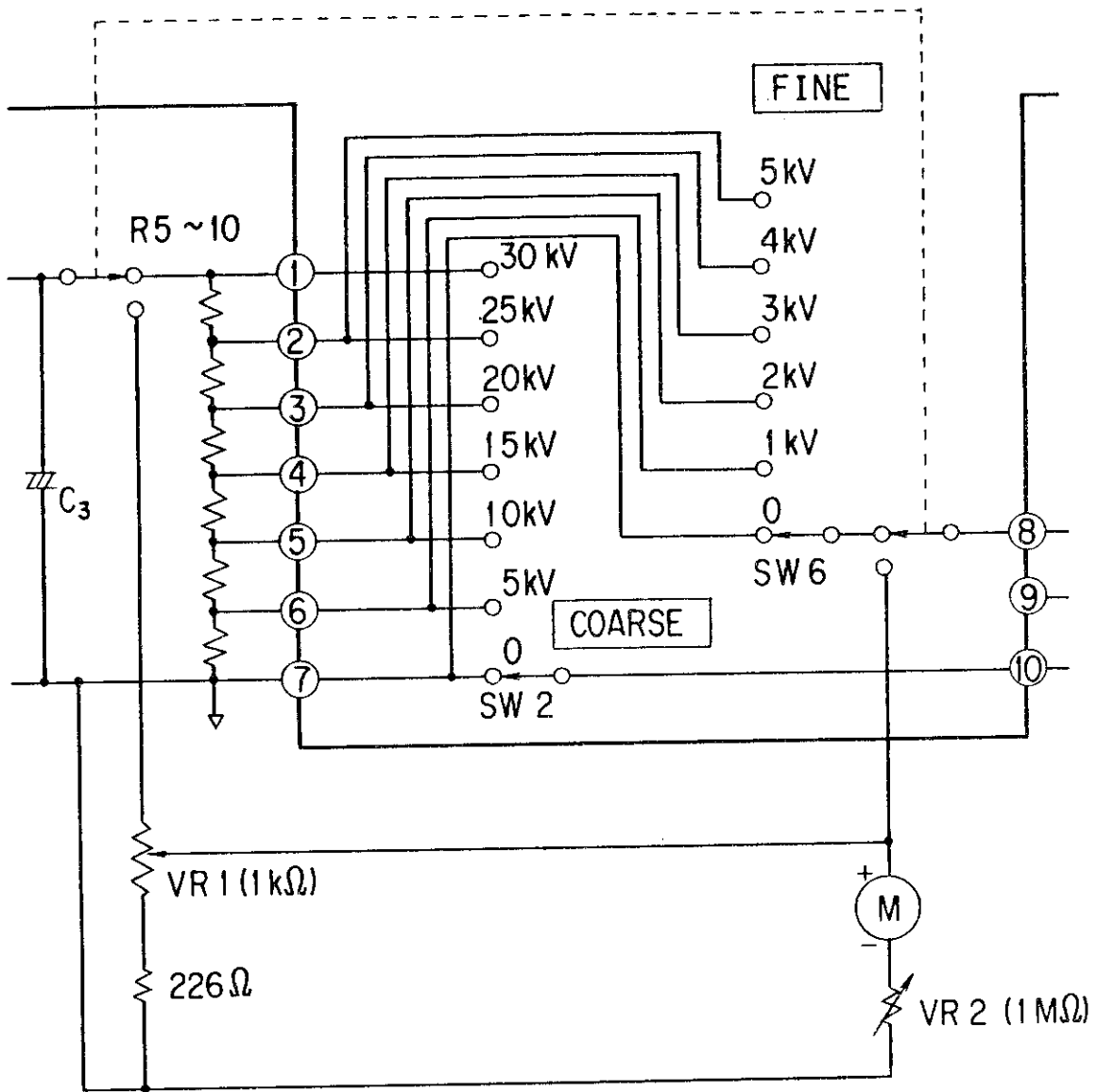


Fig. 4 Modified accelerating voltage circuit.

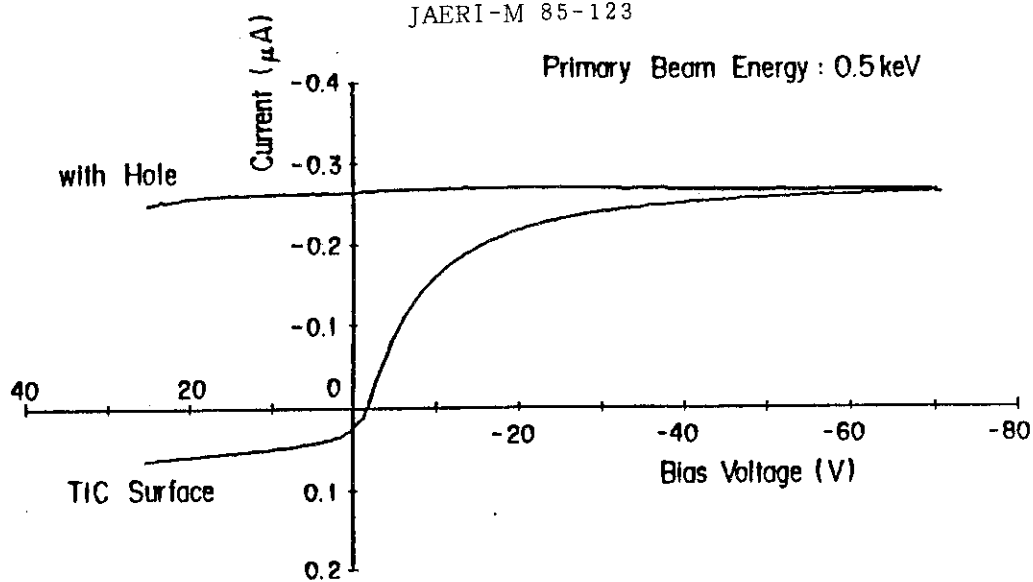


Fig. 5 Specimen current versus bias voltage for primary beam energy of 0.5 keV.

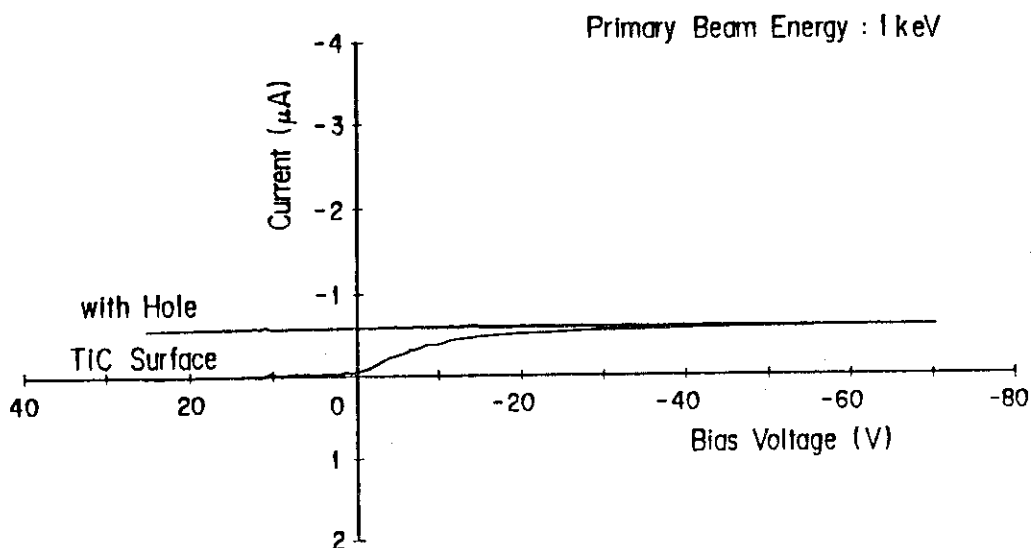


Fig. 6 Specimen current versus bias voltage for primary beam energy of 1.0 keV.

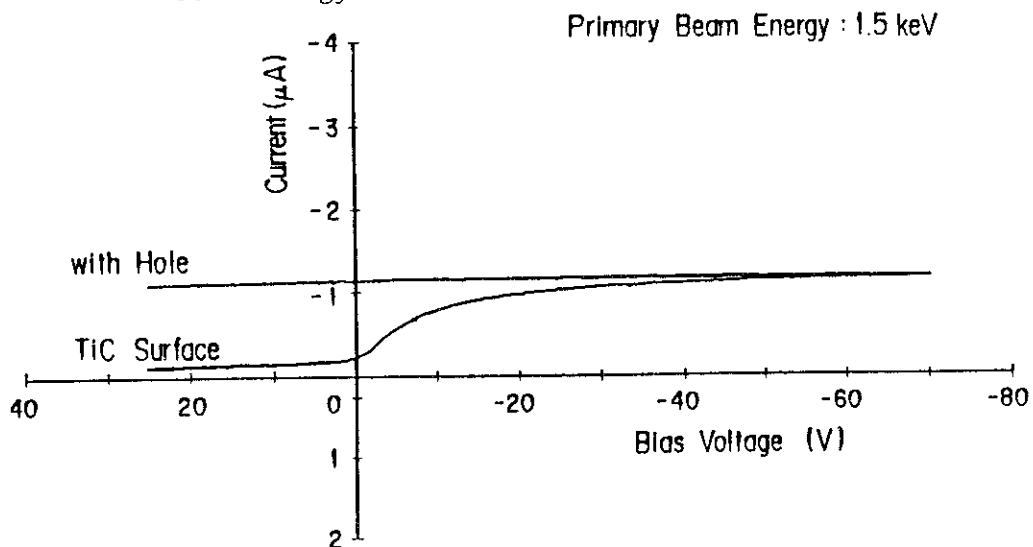


Fig. 7 Specimen current versus bias voltage for primary beam energy of 1.5 keV.

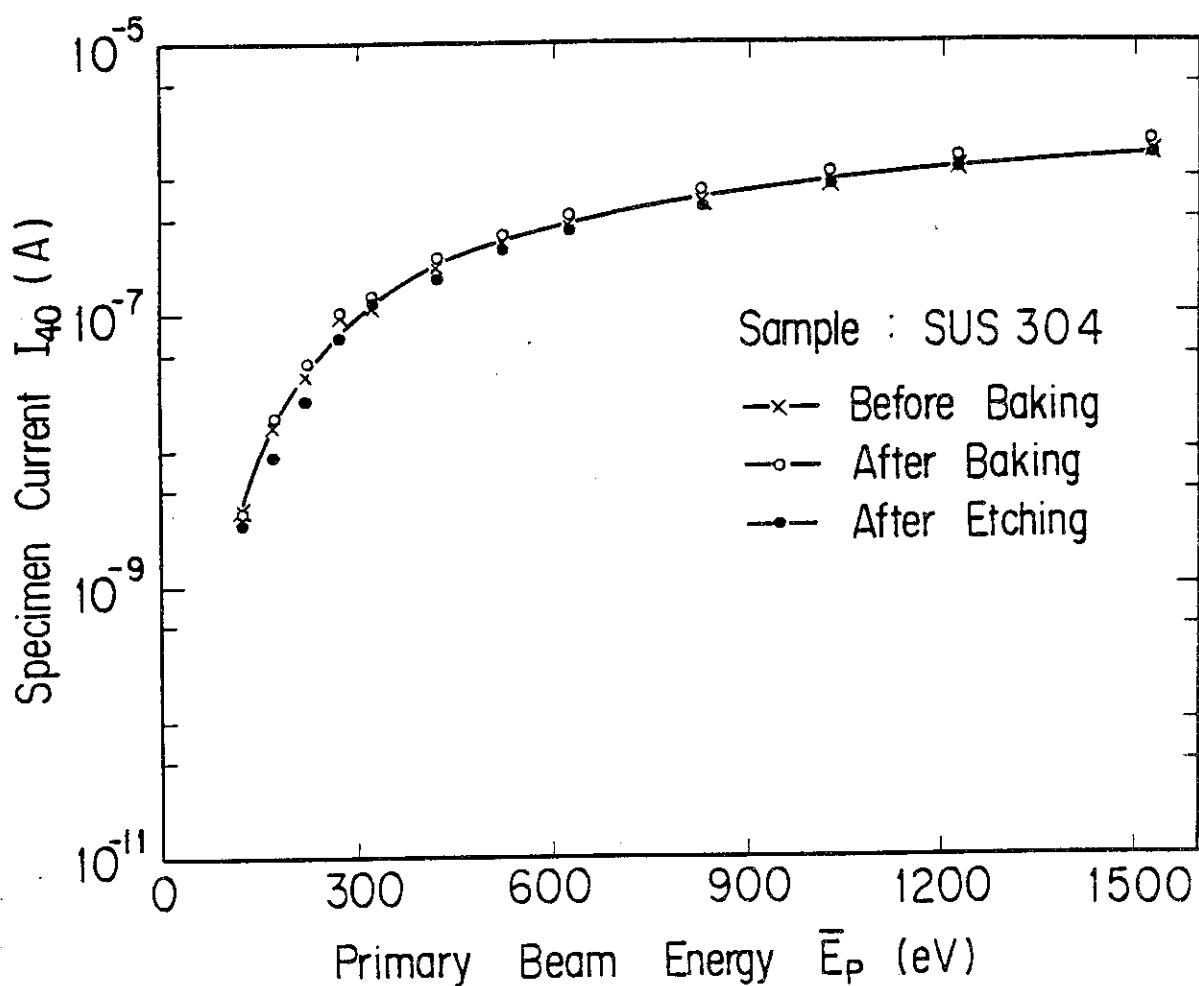


Fig. 8 Specimen current versus primary beam energy from 304SS before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

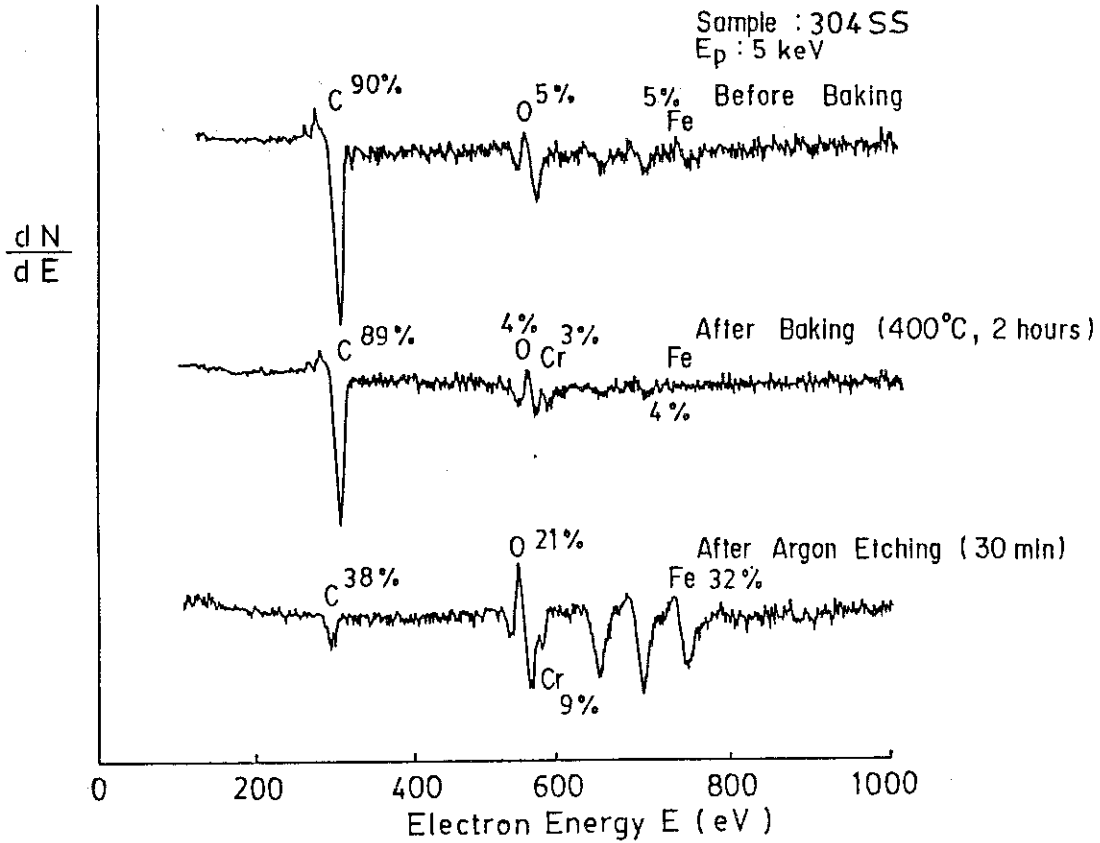


Fig. 9 Auger electron spectra from 304SS before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

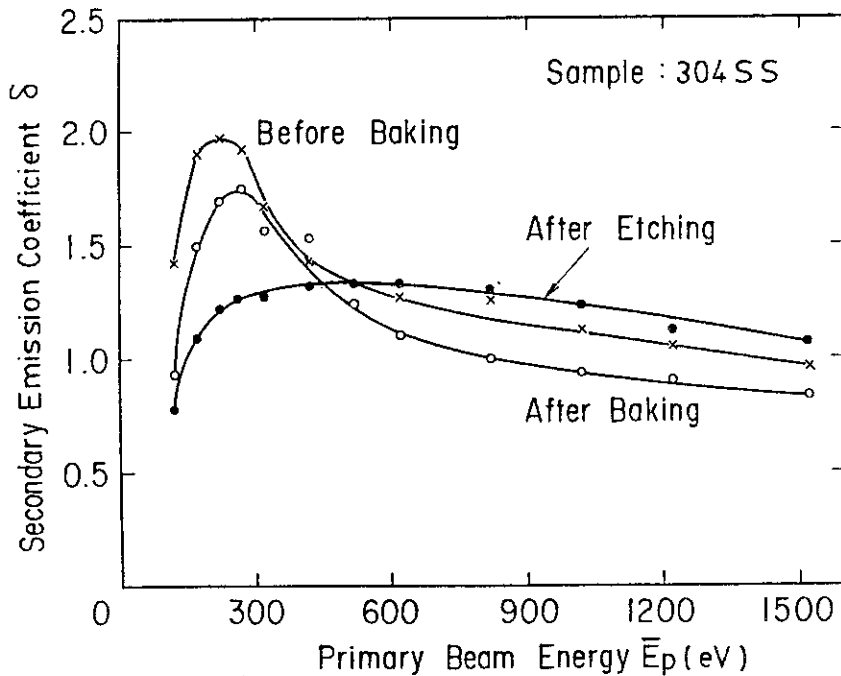


Fig. 10 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of 304SS before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

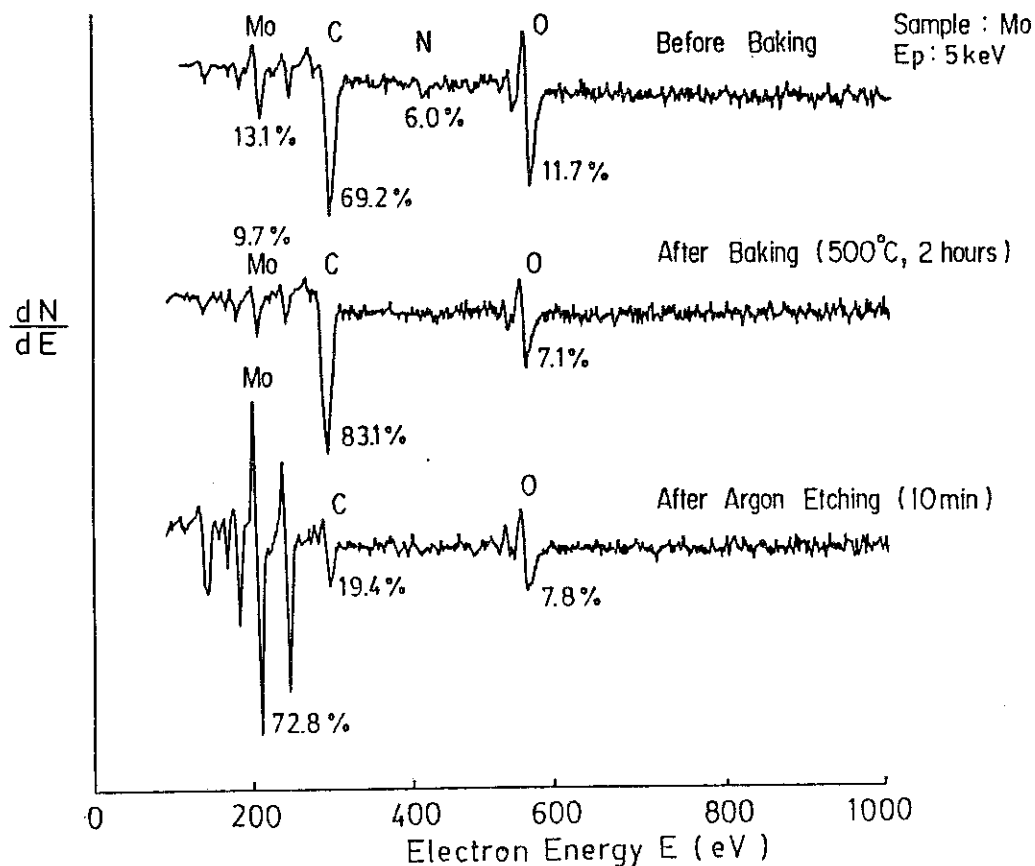


Fig. 11 Auger electron spectra from molybdenite before and after 500°C baking, and after argon ion etching.

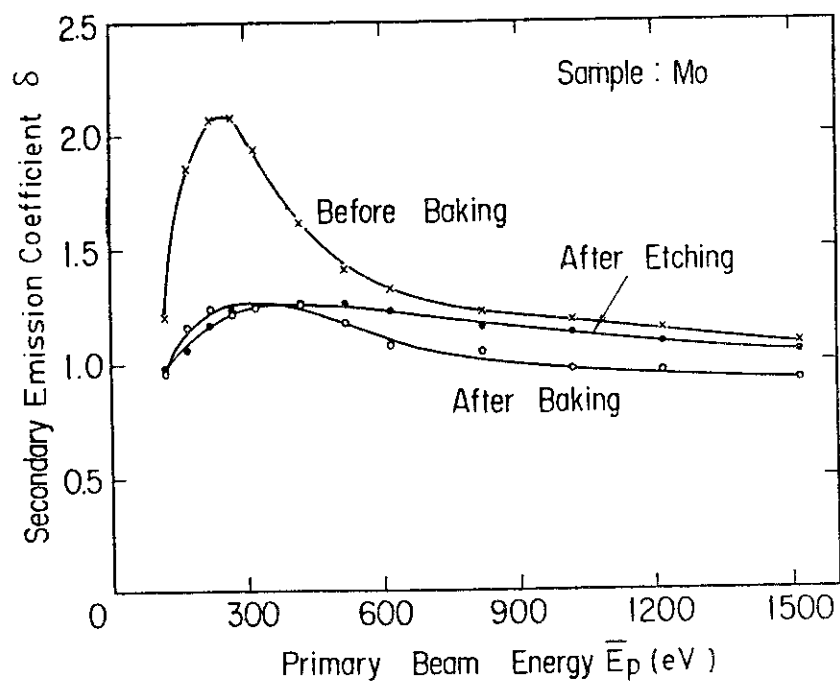


Fig. 12 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of molybdenite before and after 500°C baking, and after argon ion etching.

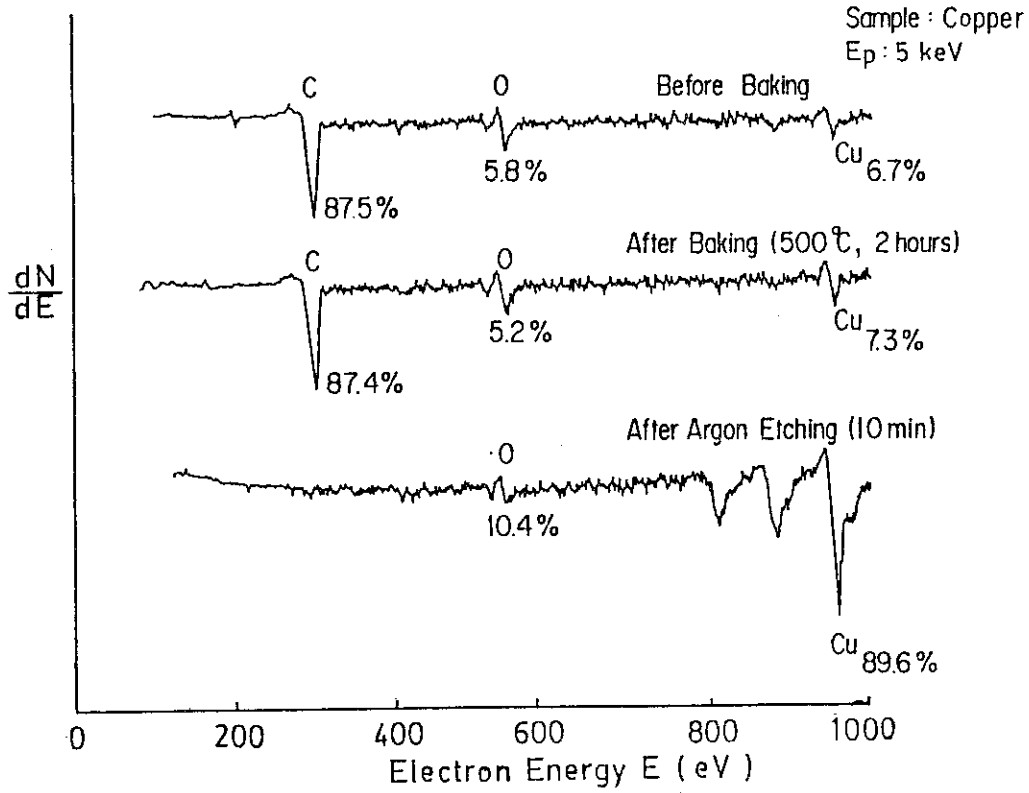


Fig. 13 Auger electron spectra from copper before and after 500°C baking, and after argon ion etching.

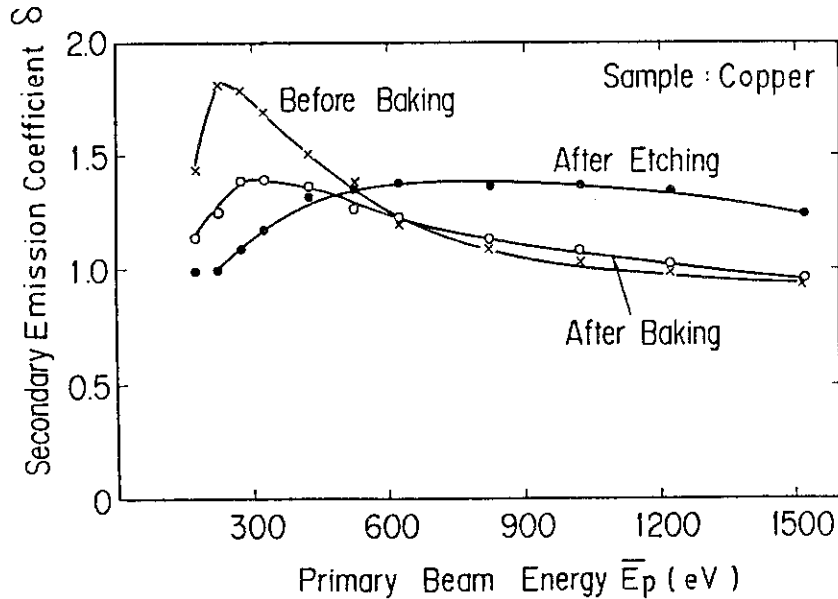


Fig. 14 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of copper before and after 500°C baking, and after argon ion etching.

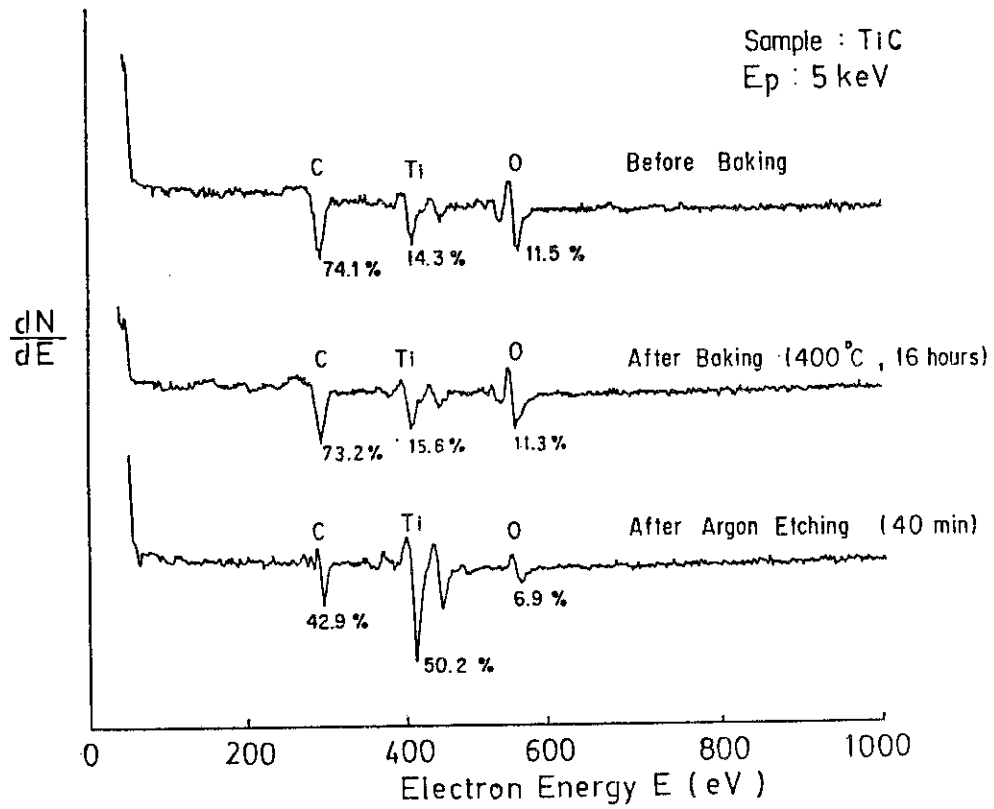


Fig. 15 Auger electron spectra from titanium carbide film before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

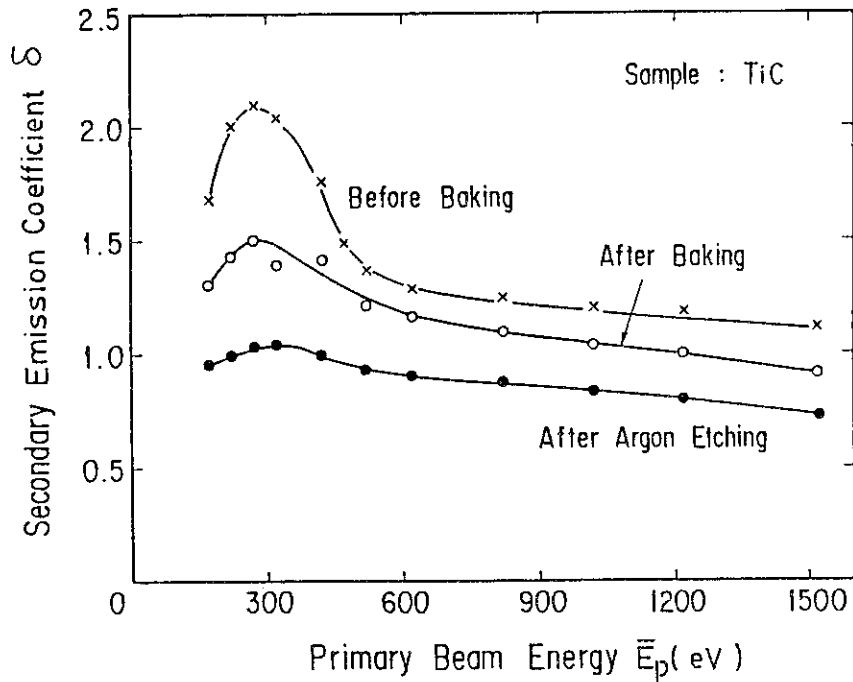


Fig. 16 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of titanium carbide film before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

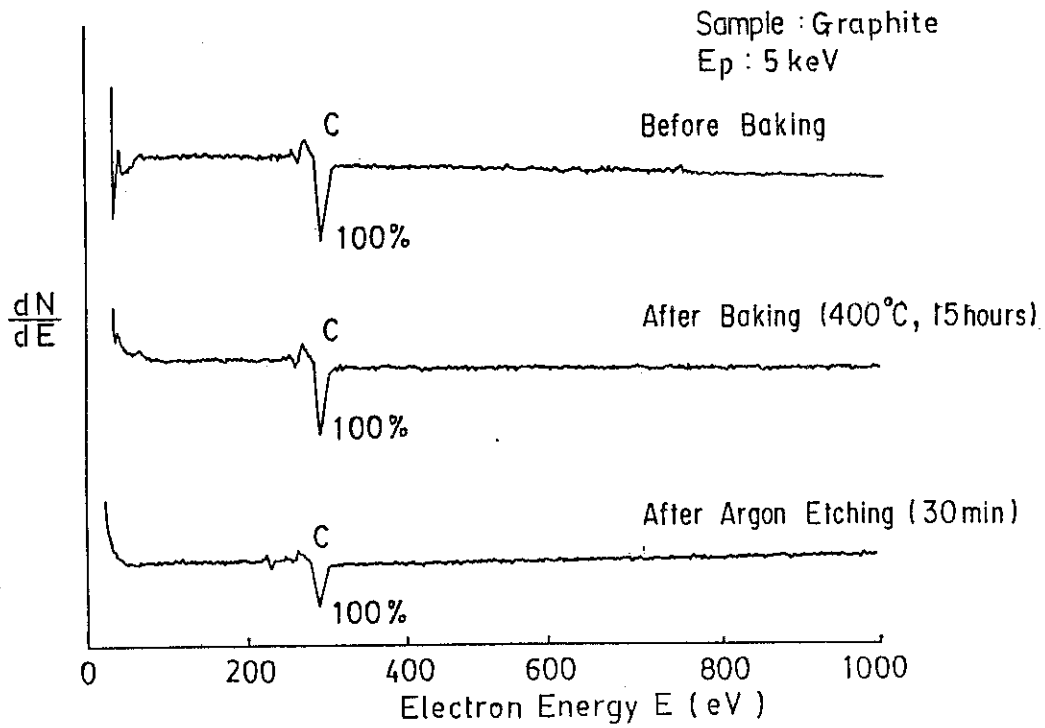


Fig. 17 Auger electron spectra from graphite before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

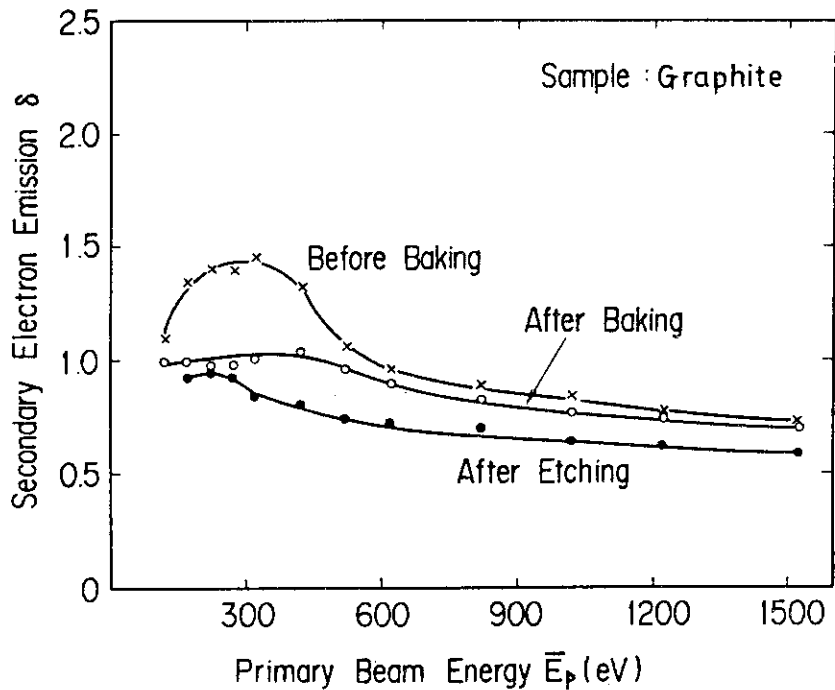


Fig. 18 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of graphite before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

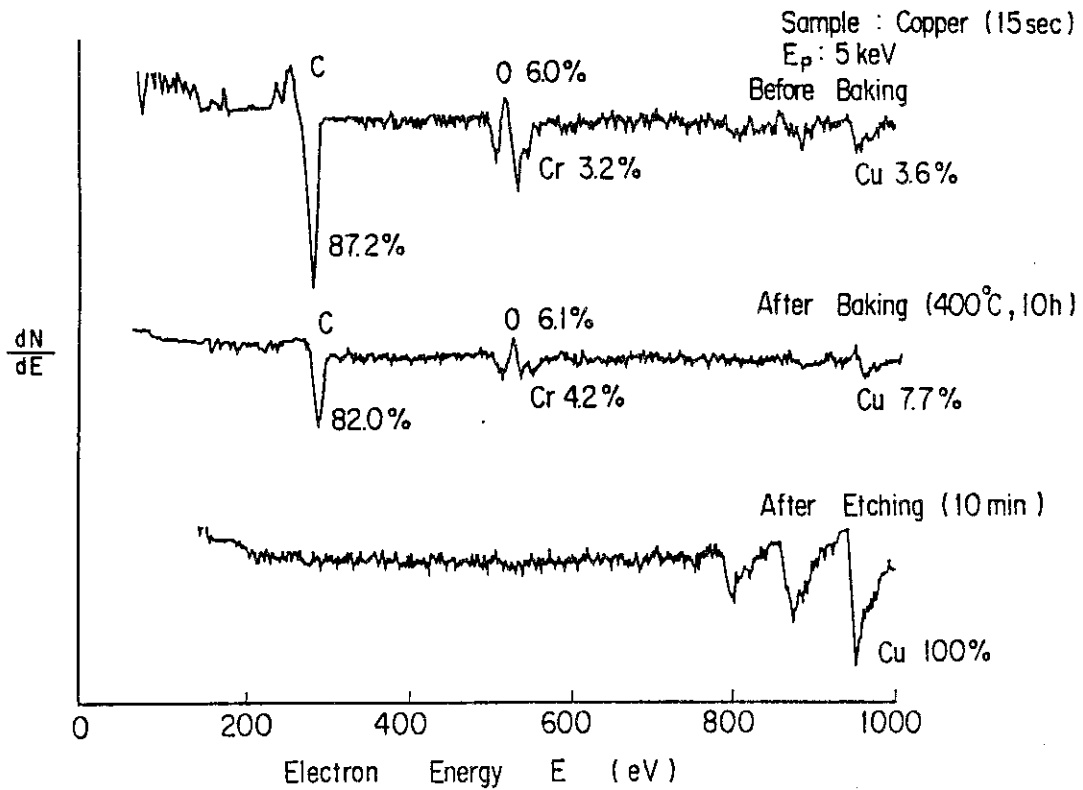


Fig. 19 Auger electron spectra from chromate-coated copper film before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

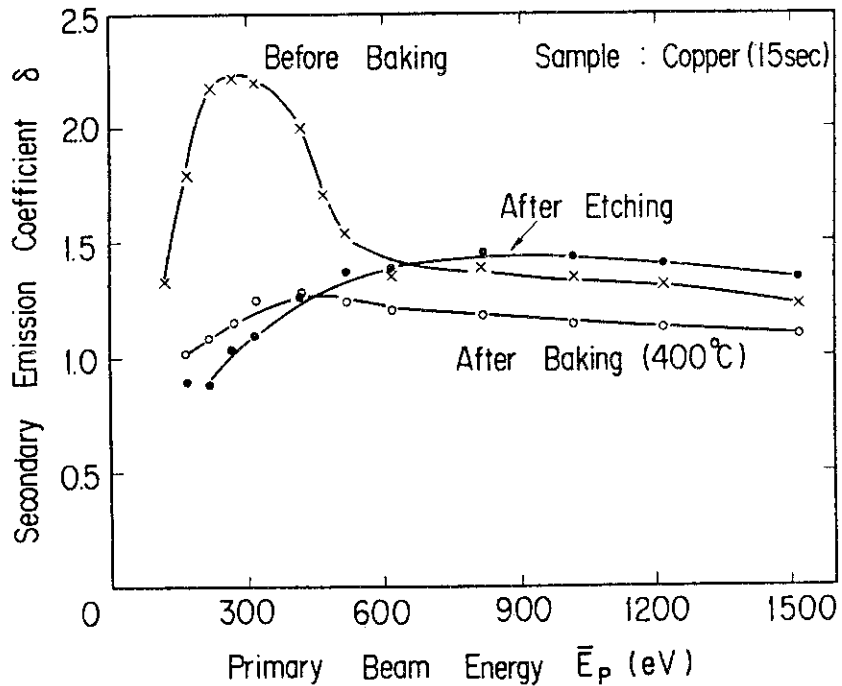


Fig. 20 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of chromate-coated copper film before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

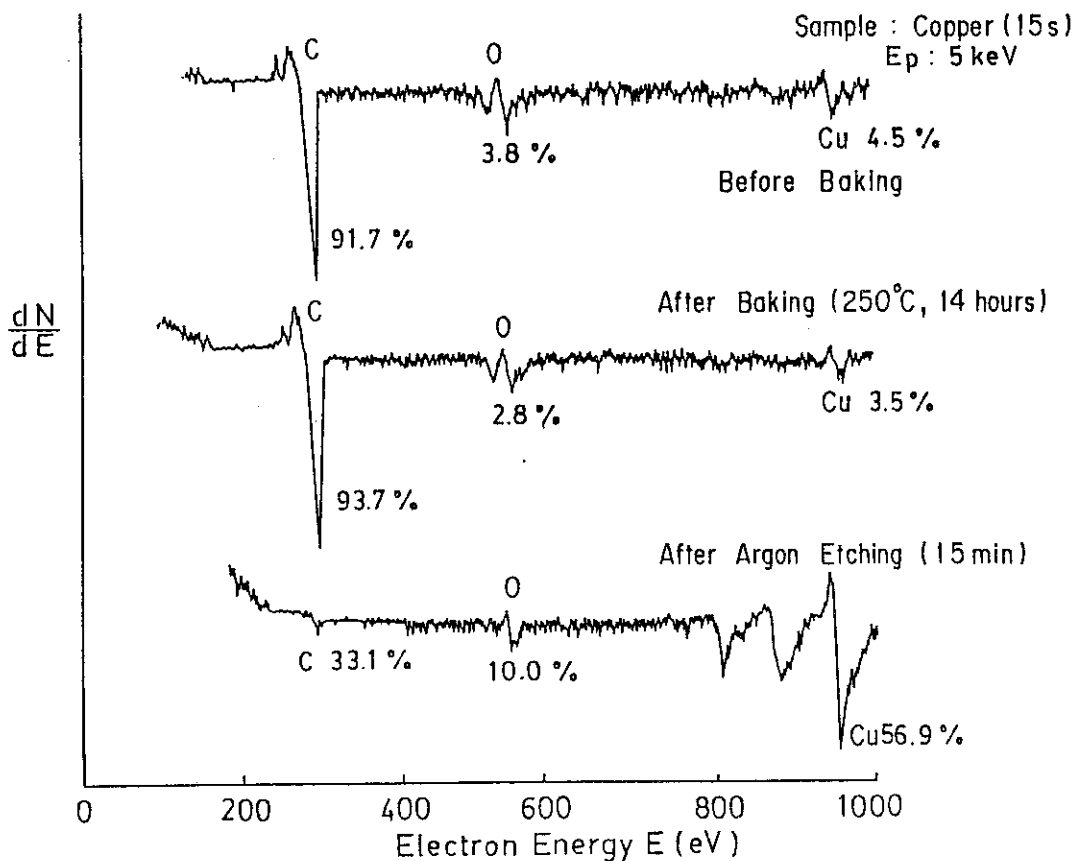


Fig. 21 Auger electron spectra of chromate-coated copper film before and after 250°C baking, and after argon ion etching.

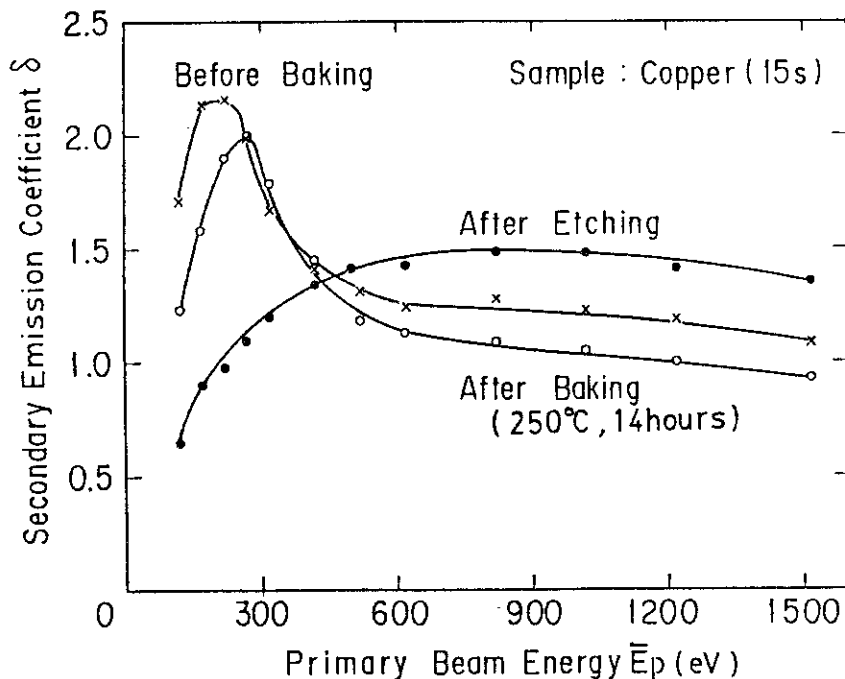


Fig. 22 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of chromate-coated copper film before and after 250°C baking, and after argon ion etching.

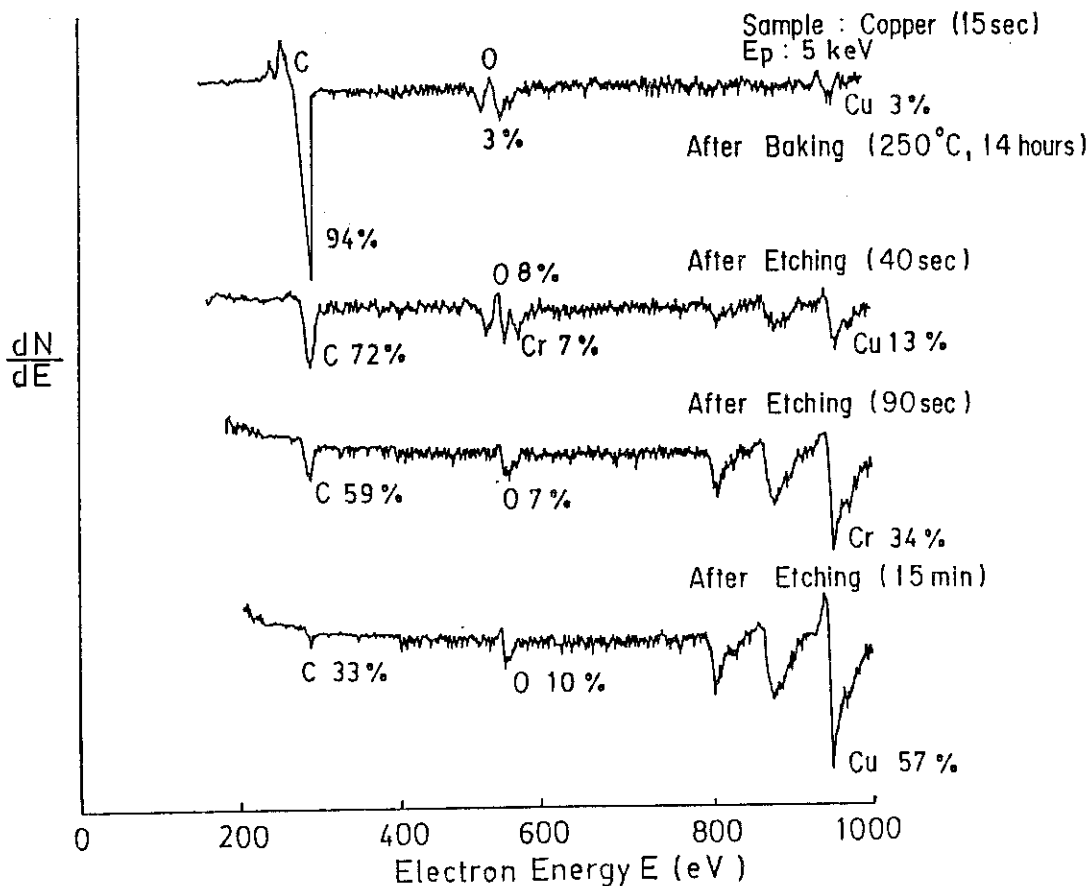


Fig. 23 Auger electron spectra from chromate-coated copper film for various argon ion etching times.

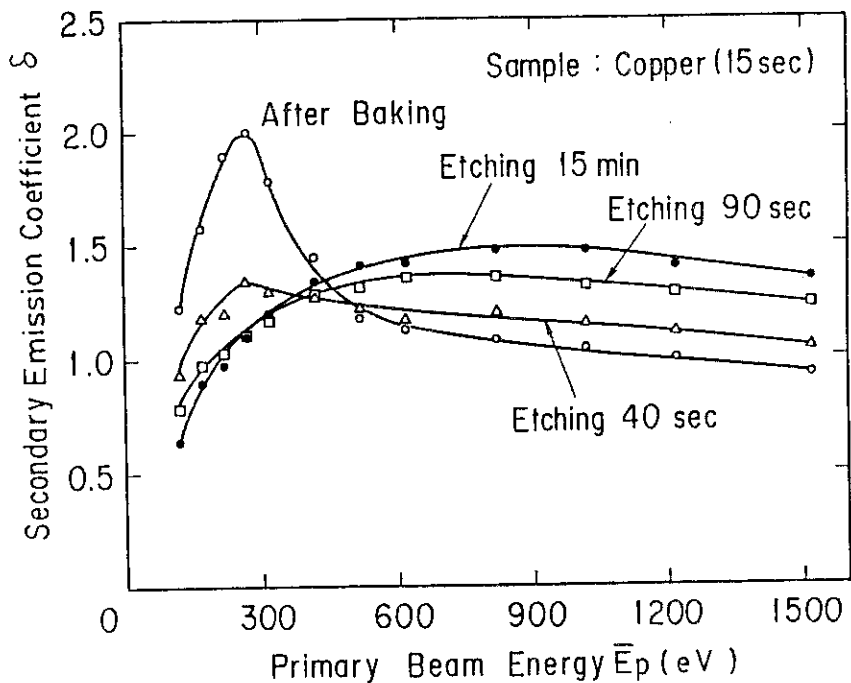


Fig. 24 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of chromate-coated copper film for various argon ion etching times.

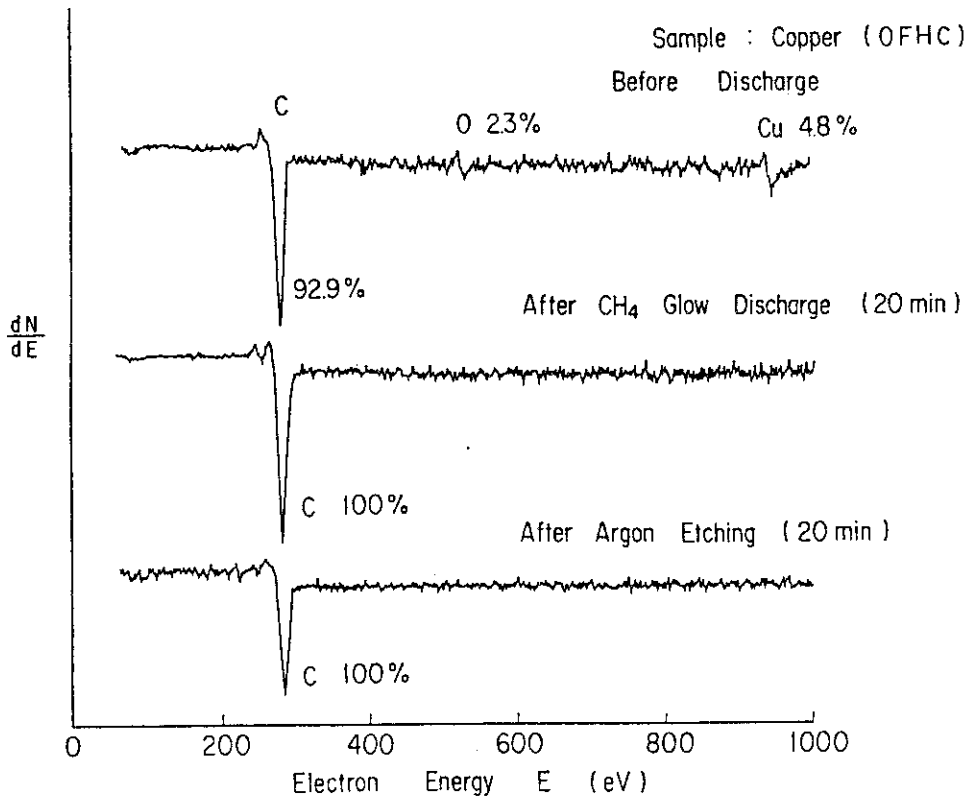


Fig. 25 Auger electron spectra from OFHC copper before and after carbon deposition by methane (CH₄) glow discharge, and after argon ion etching.

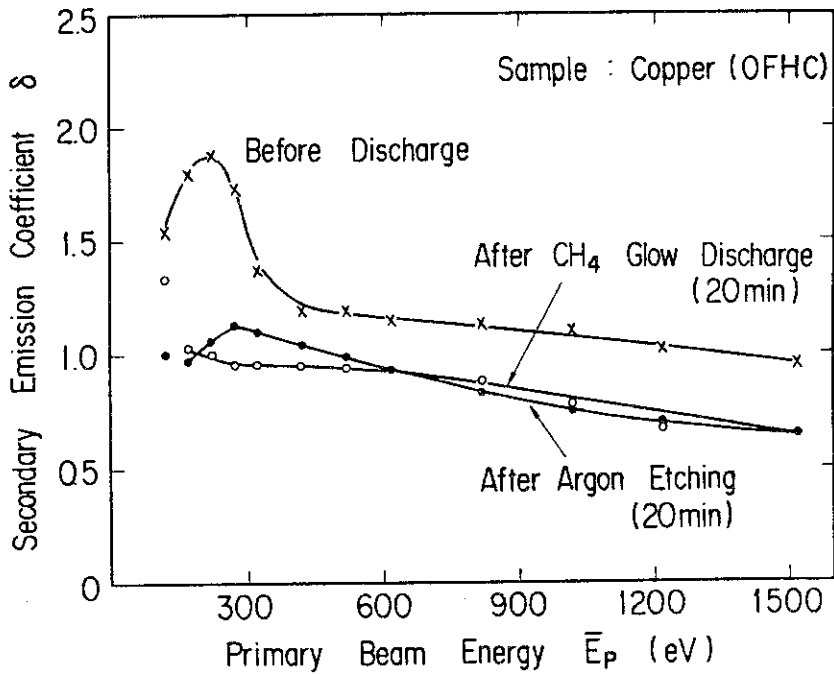


Fig. 26 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of OFHC copper before and after carbon deposition by methane (CH₄) glow discharge, and after argon ion etching.

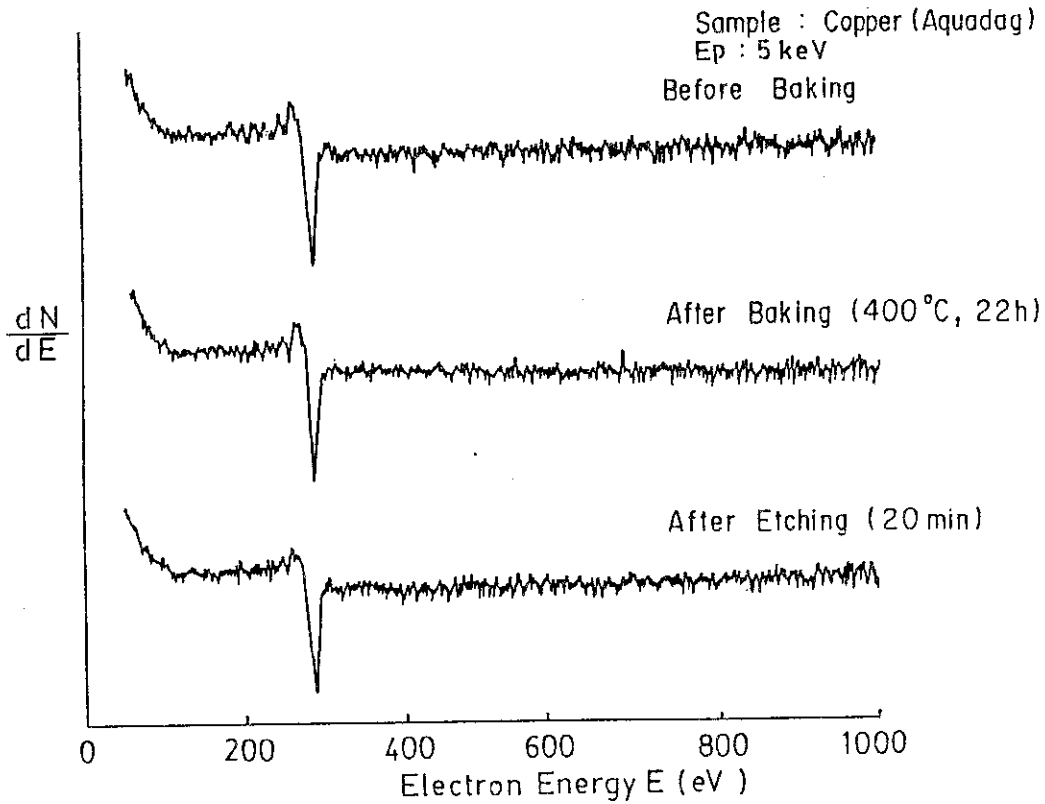


Fig. 27 Auger electron spectra from Aquadag-coated copper before and after 400°C baking, and after argon ion etching.

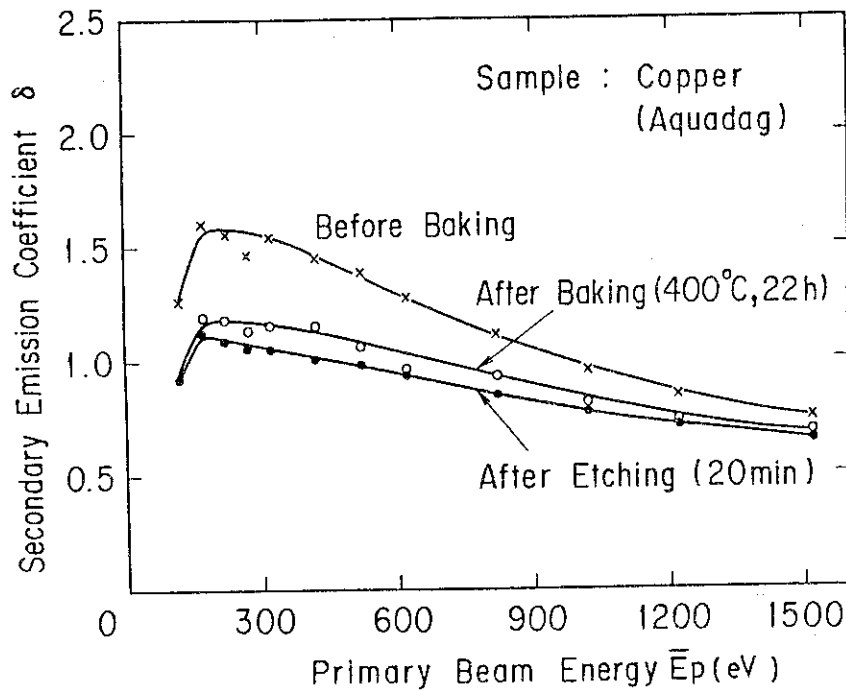


Fig. 28 Secondary electron emission coefficient versus primary beam energy of Aquadag-coated copper before and after 400°C baking, and after argon ion etching.