

高周波窓に用いられる セラミックに関する研究

京セラ株式会社 山本裕亮（報告） 吉住浩之 中村勝美
高エネルギー加速器研究機構 山本康史 道園真一郎

目次

1. 大型高周波窓の課題
2. 共同研究の方針
3. 試験方法・結果
 - 3-1 二次電子放出係数
 - 3-2 比誘電率・誘電正接
 - 3-3 表面抵抗率・体積抵抗率
 - 3-4 TiNコーティングの分析
4. まとめ・今後の方針

1. 大型高周波窓の課題

高周波窓

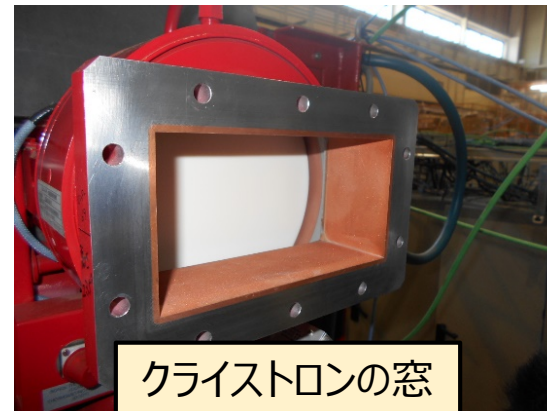
- 粒子加速器では、クライストロンで発生させたマイクロ波を導波管を通して加速空洞に入射して荷電粒子を加速させるため、クライストロン、導波管、加速空洞(入力カップラー)それぞれの仕切りとしてセラミック製の高周波窓(RF窓)が必要になる。
- 大電力高周波運転時における発熱を抑制するため低誘電正接が必要
- セラミック表面上のマルチパクタ放電を抑制するため低二次電子放出係数(δ_{SEE})が必要

図 1 高エネ研STF 高周波窓の使用例

入力カップラーの窓



上記写真はKEK山本先生より提供



クライストロンの窓



導波管の窓

上記 2 点の写真は石本氏(NAT)より提供

1. 大型高周波窓の課題

- 一般的なアルミナセラミック：サイズ大きくなると誘電正接が高くなる傾向
- 近年、加速器の大型化により大型の高周波窓(RF窓)のご依頼が増加
- 今まで採用されているアルミナ材料(AO479B)はサイズによっては誘電正接が増加
- 高周波窓のサイズに依存しない新たな低誘電正接材(AO479U)を開発

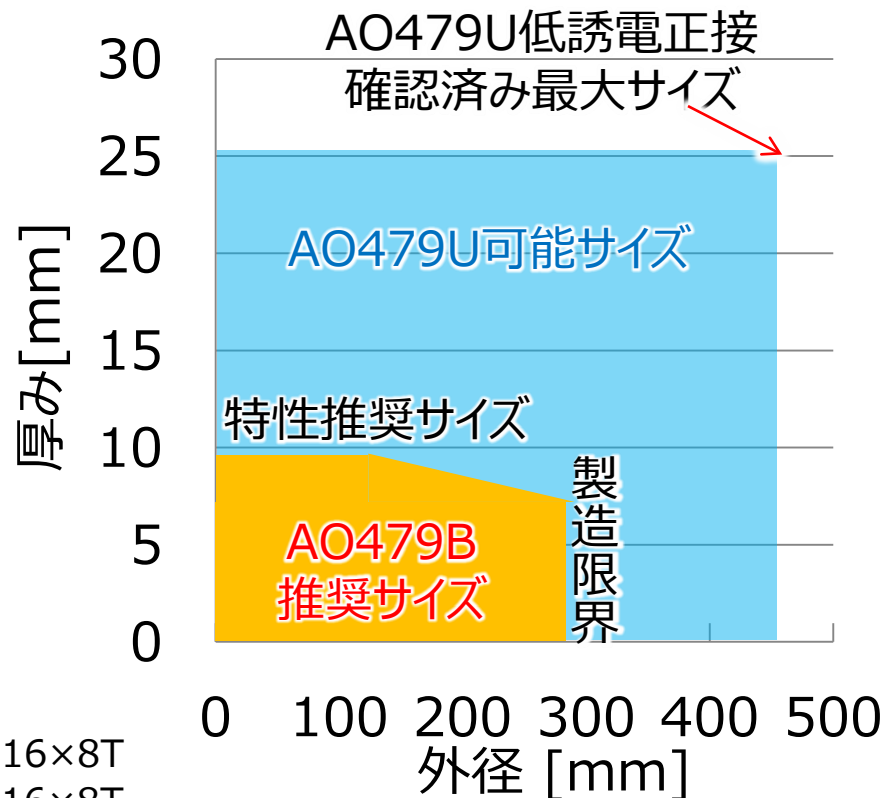
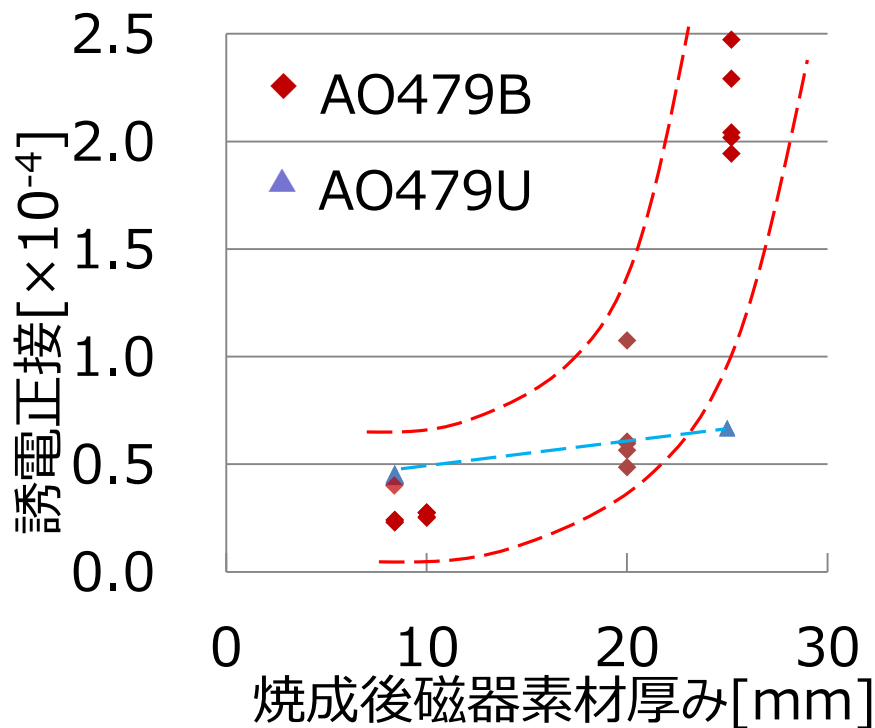


図 2

図 3

AO479B [8.2GHz] 円柱共振器 測定用切出しサンプル：Φ16×8T
 AO479U [8.3GHz] 円柱共振器 測定用切出しサンプル：Φ16×8T

2. 共同研究の方針

■ 目的

京セラと高エネルギー加速器研究機構が共同研究にて、国際リニアコライダー(ILC)計画をモチーフに高周波窓としての必要特性を満たす材料・プロセスを開発することにより将来の加速器の性能向上に貢献する

■ 評価項目

表 1

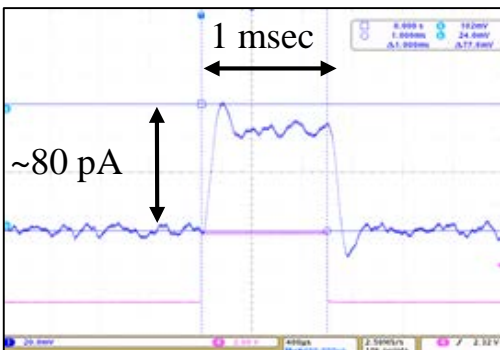
評価項目	測定方法	測定場所
二次電子放出係数 (δ_{SEE})	次頁以降に詳細を記載	KEK
表面抵抗率・体積抵抗率	直流3端子法	JFCC
比誘電率・誘電正接	空洞共振器法 (1GHz、2GHz)	AET
	円柱共振器法 (1.3GHz)	京セラ
デプスプロファイル	XPS、Ar ⁺ スパッタ	京セラ

二次電子放出係数： マルチパクタ放電の起こりやすさに関係
 表面・体積抵抗率： 絶縁材料としての性能の確認
 誘電正接： 高周波を通した時の発熱に関係
 デプスプロファイル： TiNコーティングの厚みなどの状態の調査

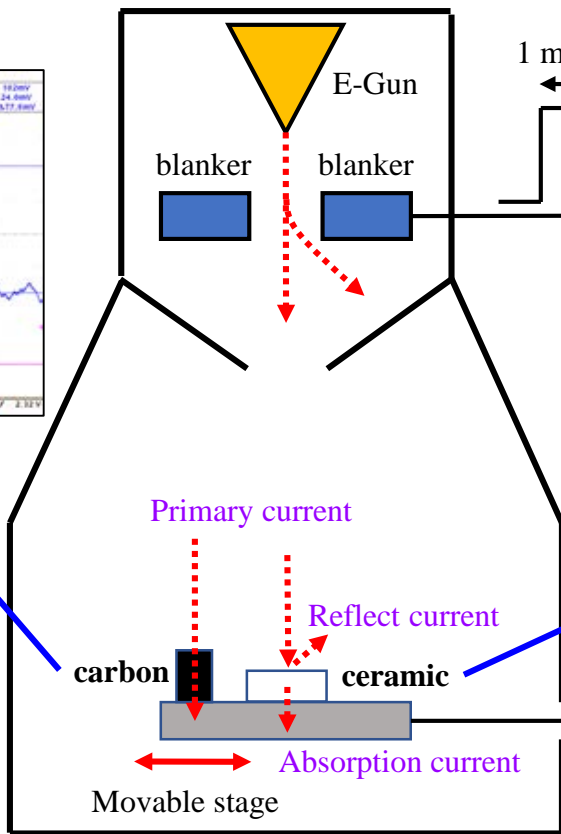
3-1 二次電子放出係数 ①測定



セラミックサンプル

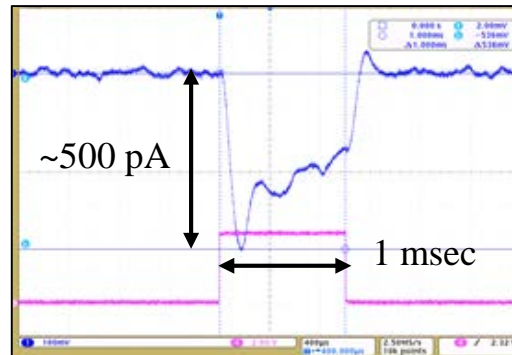


サンプルホルダー



1 msec

Function generator



+50 V for primary current
-50 V for secondary current

Bias voltage module

I → V

Current-voltage converter
(Gain: 10⁹; 1 nA = 1 V)

Oscilloscope

Figure/text data stored

$$I_{primary} = I_{absorption} + I_{secondary}$$

$$\delta_{SEE} = I_{secondary} / I_{primary}$$

図 4 二次電子放出係数測定装置概略図

3-1 二次電子放出係数 ①測定

■ 下記表のサンプルを用意して、加速器製造工程による二次電子放出係数への影響を調査

- ① セラミック材質の差異 ② TiNコーティングの有無 ③ 熱処理の有無
- ④ TiNコーティング会社の差異 ⑤ 洗浄方法

表 2

工程①	工程②	工程③	工程④	工程⑤	
磁器作製 (アルミナ純度)	メタ焼成	コーティング	熱処理 (HT)	熱処理 (HT)	洗浄方法
AO479U (99.6%)	→	→	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	→	Au□ウ付け (at 1000℃)	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	→	→	Ag□ウ付け (at 800℃)	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	→	Au□ウ付け (at 1000℃)	Ag□ウ付け (at 800℃)	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	→	Au□ウ付け (at 1000℃)	Ag□ウ付け (at 800℃)	オゾン水洗浄 (O ₃)
	→	TiN A社	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	TiN A社	Au□ウ付け (at 1000℃)	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	TiN A社	Au□ウ付け (at 1000℃)	Ag□ウ付け (at 800℃)	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	TiN A社	Au□ウ付け (at 1000℃)	Ag□ウ付け (at 800℃)	オゾン水洗浄 (O ₃)
	メタライズ焼成	TiN B社	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
AO479B (99.7%)	→	→	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	→	TiN A社	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
AO473A (93%)	→	→	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	メタライズ焼成	→	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
HA95 (95%)	→	→	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)
	→	TiN A社	→	→	エタノール超音波洗浄 (USR)

※ 工程は左から順におこなう。→は工程を実施せず次の工程へ進む。

3-1 二次電子放出係数 ②結果

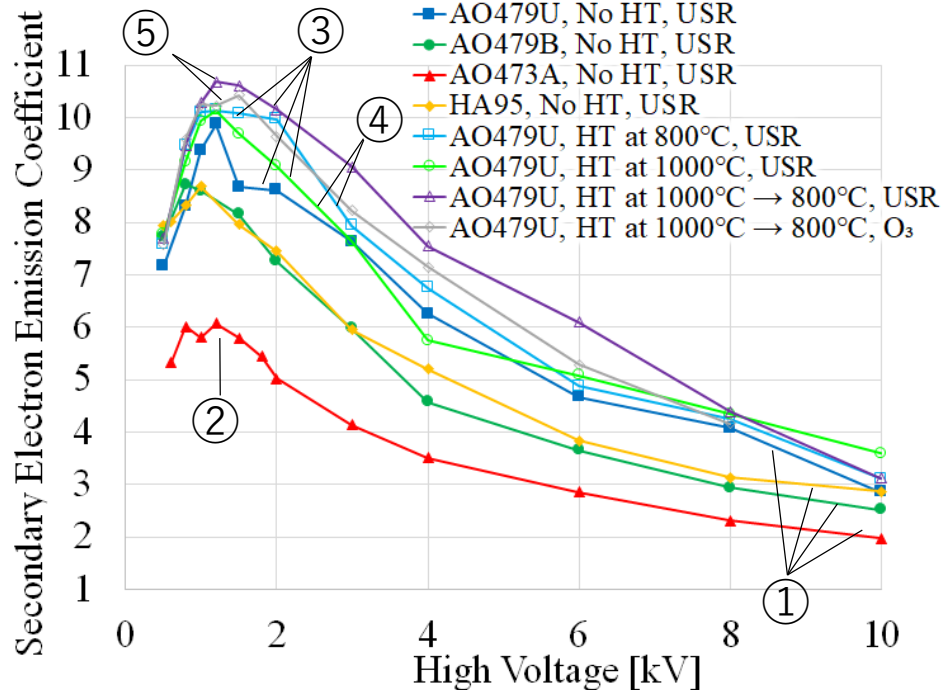


図 5 TiNコーティング無しアルミナ材の二次電子放出係数

- ① アルミナ純度が低いと δ_{SEE} が低い傾向あり
- ② TiNコーティング無しはMAX値6以上と高い
- ③ 熱処理をおこなうと δ_{SEE} が増加の傾向あり
- ④ 熱処理温度の差異による影響は確認できず
- ⑤ δ_{SEE} のオゾン洗浄(O₃)の影響は確認できず

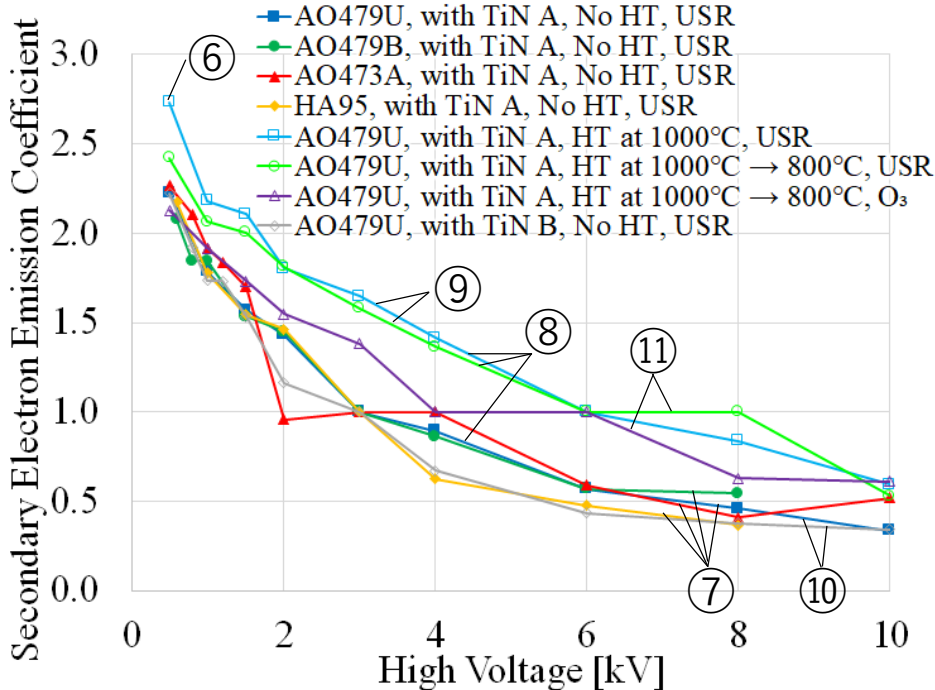


図 6 TiNコーティング有りアルミナ材の二次電子放出係数

- ⑥ TiNコーティングで大幅に δ_{SEE} が減少
- ⑦ TiNコーティング後はセラミック材質の影響無し
- ⑧ TiNコーティング後の熱処理で δ_{SEE} が増加傾向
- ⑨ 熱処理温度の差異による影響は確認できない
- ⑩ TiNコーティング会社の違いによって δ_{SEE} に差異があった
- ⑪ δ_{SEE} のオゾン洗浄(O₃)の影響は確認できず

3-2 比誘電率・誘電正接 ①

- 測定場所： AET
- サンプル形状： 80mm x 3mm x 1 mm
- 周波数： 1GHz, 2GHz
- 測定モード： TM_{010}
- サンプル数： 1~5

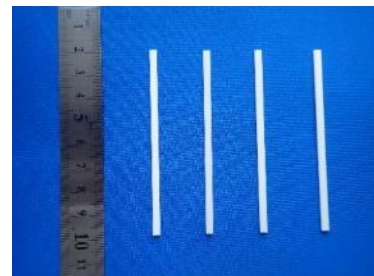


図 7 セラミックサンプル



図 8 測定装置

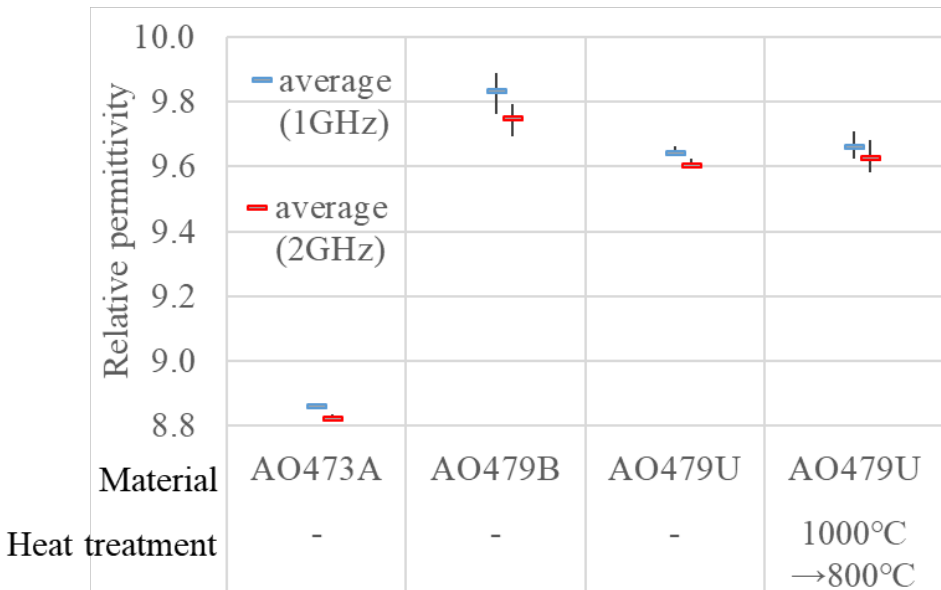


図 9 アルミナ材の比誘電率

AO479BがAO479Uより0.2程度高い
 AO479Uは熱処理で変化は無し
 AO473Aはアルミナ純度が低いため8.8と低い

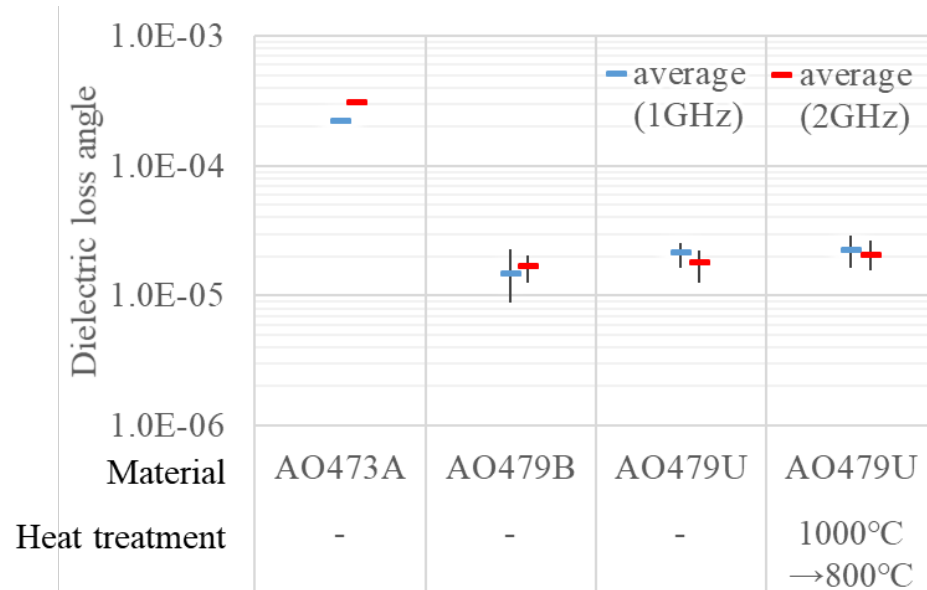


図 10 アルミナ材の誘電正接

AO479Uは 2×10^{-5} でAO479Bと同程度
 AO479Uは熱処理で変化は無し
 AO473Aは純度が低いため 3×10^{-4} 程度と高い

3-2 比誘電率・誘電正接 ②

- 測定場所: Kyocera
- サンプル形状: $\Phi 102.5 \times 51.3$ mm
- 周波数: 1.3GHz
- 測定モード: TE_{011}
- サンプル数: 1



図 11 セラミックサンプル

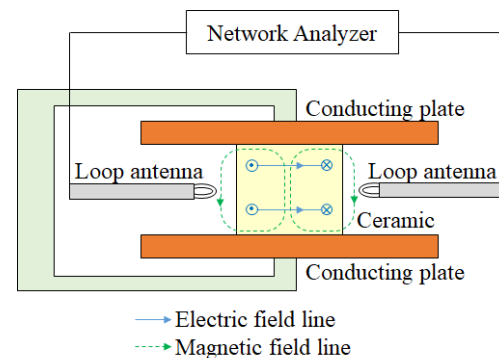


図 12 測定装置概略図

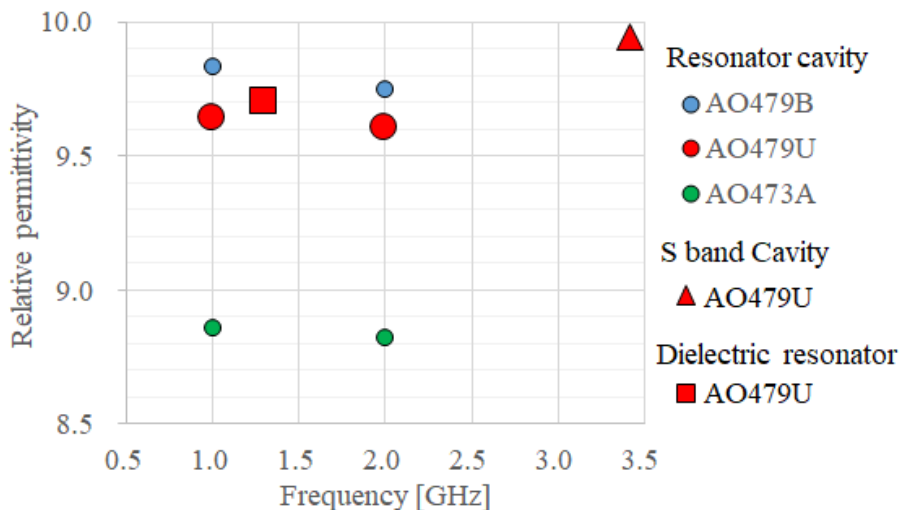


図 13 アルミナ材の周波数に対する比誘電率

AO479Uの1.3GHzにおける比誘電率は、1GHzと2GHzと同程度

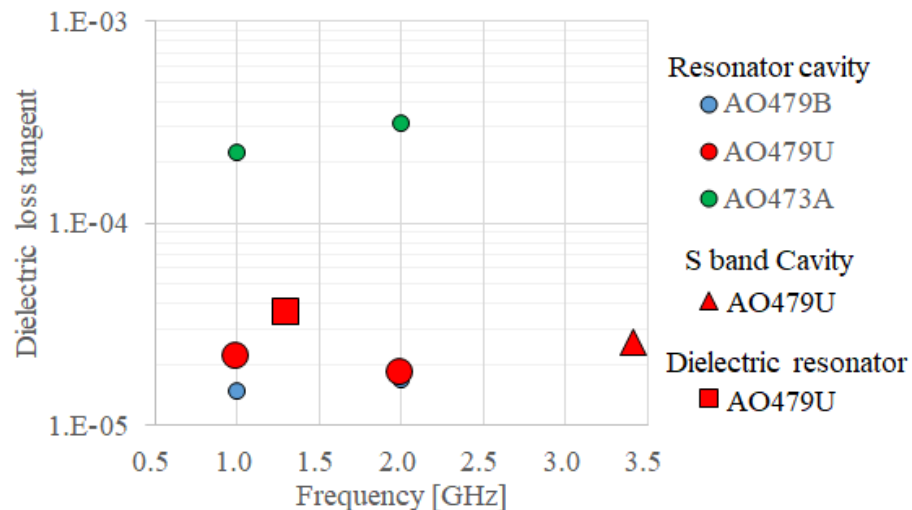


図 14 アルミナ材の周波数に対する誘電正接

AO479Uの1.3GHzにおける誘電正接は、1GHzと2GHzと同程度

3-3 表面抵抗率・体積抵抗率

- 測定場所: JFCC
- サンプル形状: $\phi 19 \times 1 \text{ mm}$
- 印加電圧: 1 kV
- 加圧: 10kgf
- 乾燥: 200°C/2 hours
- 測定時間: 1 hour



図 15 セラミックサンプル

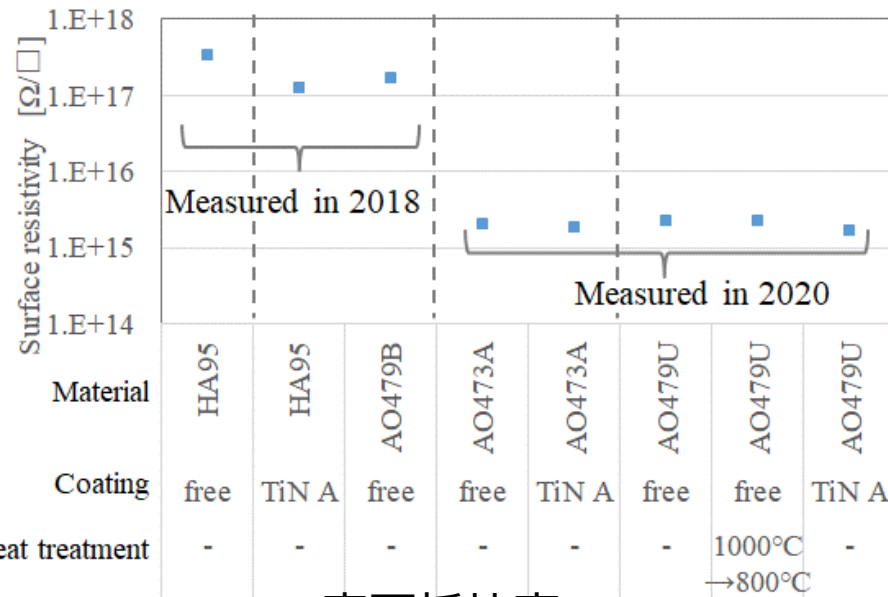


図 16 表面抵抗率

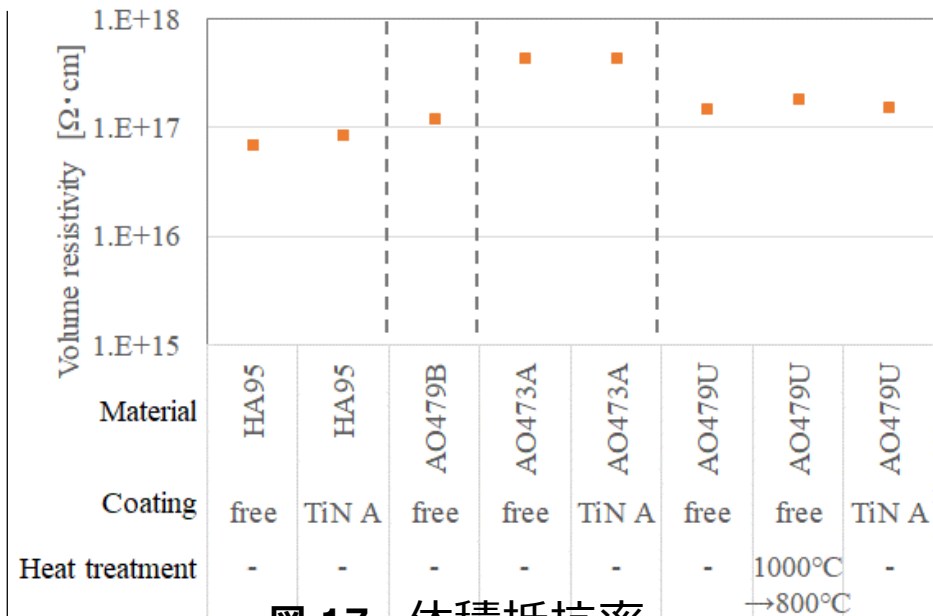


図 17 体積抵抗率

- 2018年測定分と2020年測定分に差異有り
- 2020年測定分は材質やTiNコーティングの影響を受けず一定

- 材質やTiNコーティングの影響を受けず 10¹⁷Ω·cm程度

3-4 TiNコーティングの分析

- TiNコーティングしたアルミナを、Ar⁺をスパッタしながら、XPSにて原子濃度を測定することで、深さ方向の原子濃度の変化のデータが取得でき、TiNコーティングの組成の確認や膜厚の推定をする
- 膜厚の推定は、チタン(Ti)濃度が最大値の1/2となった時の厚みとした

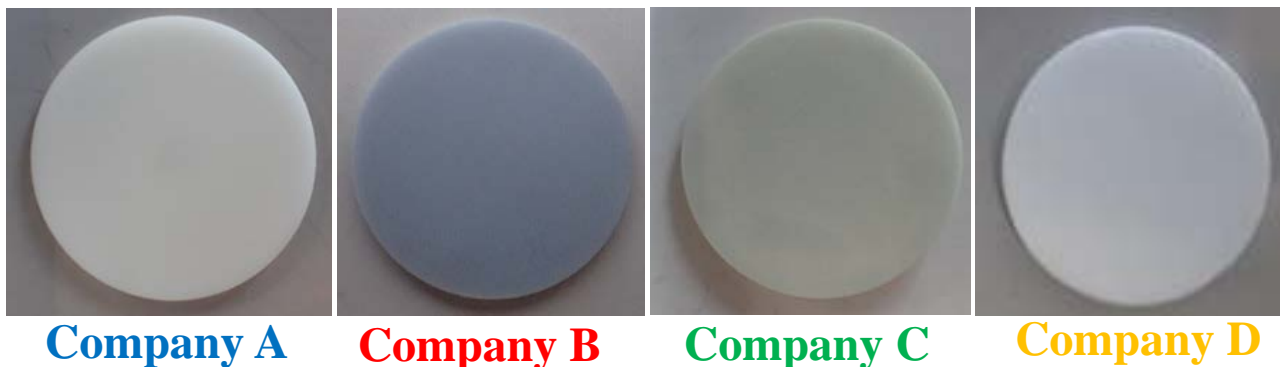


図 18 セラミックサンプル

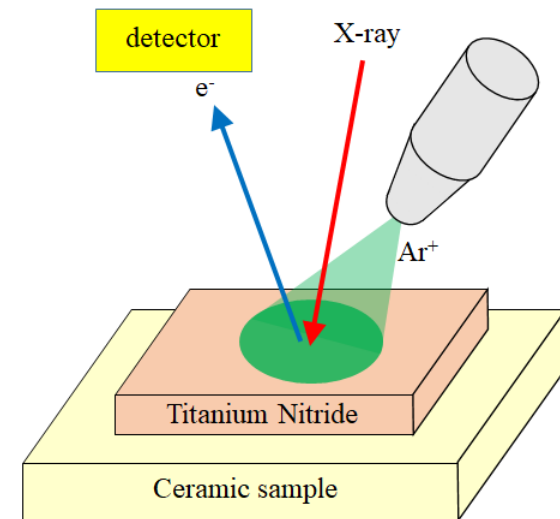


図 19 測定システム

- 測定場所: Kyocera
- 測定装置: X-ray Photoelectron Spectroscopy
- サンプル形状: Φ19 mm x 1 mm
- スパッタリングイオン種: Ar⁺
- スパッタリングレート: 9 nm/min

3-4 TiNコーティングの分析

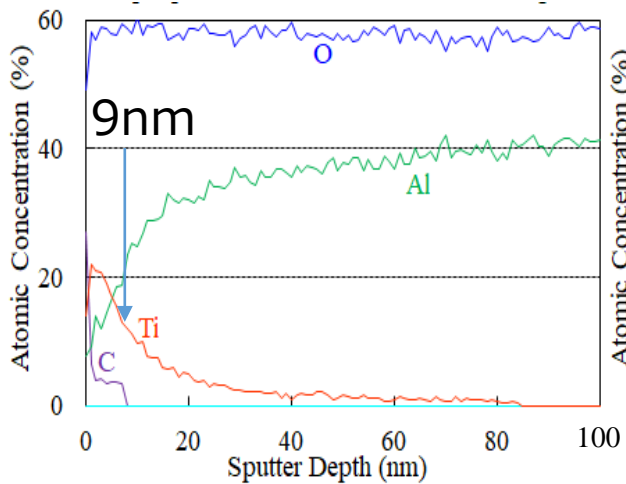


図 20 TiNコーティングA社
デプスプロファイル

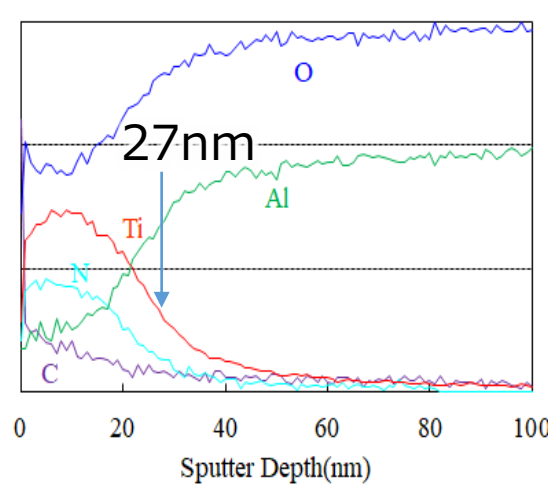


図 22 TiNコーティングC社
デプスプロファイル

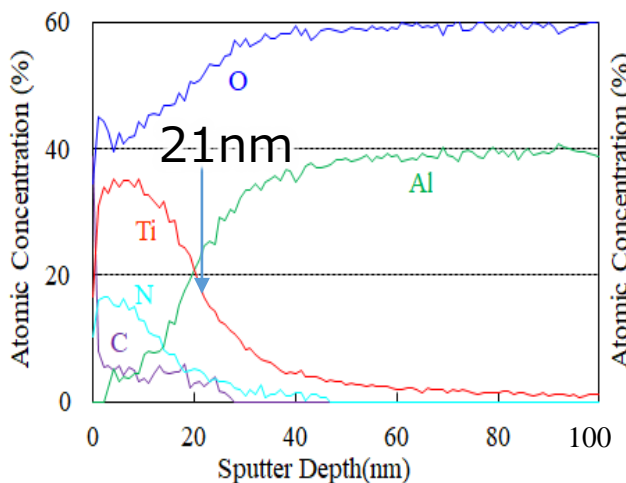


図 21 TiNコーティングB社
デプスプロファイル

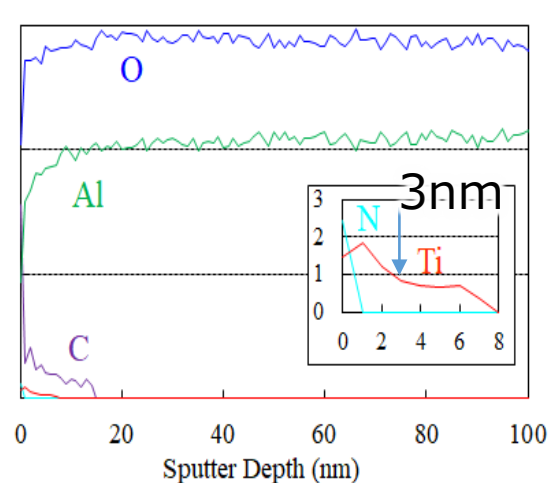
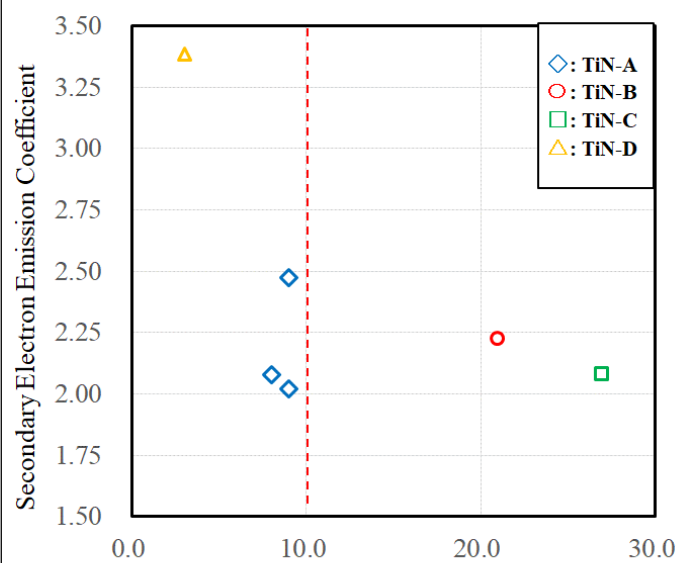


図 23 TiNコーティングD社
デプスプロファイル



PenetrationDepth of Titanium on Alumina Ceramics [nm]

図 24 Ti厚みと二次電子放出係数

- メーカーによってコーティング厚みに差異があり
- A社のコーティングは、窒素が検出限界以下
- Ti厚みが厚いほど二次電子放出係数が低下

4. まとめ ・ 今後の方針

■ まとめ

- 二次電子放出係数は、アルミナ材質によって差異はあるが、TiNコーティング後ではアルミナ材質によらず一定であった
- 比誘電率はAO479Bは9.8、AO479Uは9.6程度で、誘電正接は両材料とも 2×10^{-5} 程度であった
- 体積抵抗率は、AO479BとAO479Uは $10^{17} \Omega / \square$ で同等であった
- 表面抵抗率はAO479Bが $10^{17} \Omega \cdot \text{cm}$ に対して、AO479Uは $10^{15} \Omega \cdot \text{cm}$ とあった差異は別日に測定したことが影響している可能性がある

以上より、AO479Uは現行材料AO479Bと同等の特性が得られたため、高周波窓、特に大型品において、AO479Uの使用が可能と考える。

- TiNコーティングは施工メーカーによってコーティングの組成や厚みが異なる
- コーティングはTi厚みが厚いほど二次電子放出係数が下がる結果となった

■ 今後の方針

熱処理による二次電子放出係数の上昇の原因調査と、安価なコーティング手法についてKEKと共同研究を進めてまいります。