

BREAKDOWN CHARACTERISTICS IN DC SPARK EXPERIMENTS OF COPPER FOCUSING ON PURITY AND HARDNESS

Kazue Yokoyama^{1,A)}, Toshiyasu Higo^{A)}, Shigeki Fukuda^{A)}, Yasuo Higashi^{A)}, Shuji Matsumoto^{A)},
R. Santiago Kern^{B)}, Chiara Pasquino^{B)}, Sergio Calatroni^{B)}

^{A)} High Energy Accelerator Research Organization (KEK),
1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki, 305-0801

^{B)} European Organization for Nuclear Research (CERN)
23 Geneva, Switzerland, CH-1211

Abstract

To investigate the breakdown characteristic of differences in purity and hardness, three samples of copper, oxygen-free copper (OFC), 7-nine large-grain copper and 6-nine hot-isotropic-pressed copper, were tested with the DC spark system at CERN. Measurements of beta, breakdown fields and breakdown probability are presented in this paper.

純度と硬度の異なる銅サンプルを用いたDC放電実験

1. はじめに

Nextef (New X-band Test Facility)では、加速器用途を念頭にした異なる材料での高電界放電特性に関する基礎研究を行っている^[1]。加速管材料としては、耐高電界、つまり低放電頻度 (10^{-7} 程度)、放電後の低ダメージ等が望まれる。RF空洞内の放電の研究は、長年SLAC National Accelerator Laboratory (SLAC)で行われており^[2]、Nextefでも狭導波管を使用したRF放電実験を行っている^[2]。一方、DC放電の研究は、埼玉大学やEuropean Organization for Nuclear Research (CERN)で行われている^[3, 4]。CERNでは、電極間にDC高電圧を印加し表面をプロセッシング後、 β 値(Field enhancement factor)や放電電界、放電頻度の測定を行い、多くの金属で耐放電特性の系統的評価を行なっている。最近では、高電界加速管材料の候補として、銅とモリブデンを対象にした研究を行っている。

我々は、これまでは高電界RFを印加して物質の放電特性を実験的に調べてきたが、特定の材料に対して純度や硬度、結晶構造によって放電特性に違いがあるのかどうかに興味を持った。これまでの放電サンプルの観測結果から、放電痕と金属表面の欠陥や粒界には何かしら関係があると思われる。一般に、不純物元素濃度、主に酸素に代表されるガス元素濃度が低い方が放電しにくい^[5]。また、熱間等方加圧法であるHIP(Hot Isostatic Pressing)で製作した材料など硬度の高い物質では内部欠陥が圧縮され(結晶粒界での不純物空孔の減少)離脱ガスが減る傾向にある。最近では、結晶面方位によっては放電しにくい傾向があるとも言われている^[6]。そこで、まずはCERNで行われているような比較的短期間でサンプル試験を行うことが可能であるDC放電実験装置を用いて、純度や硬度、結晶構造によって放電特性の違いが調べられるかどうかを探ることにした。

今回、純度に対する放電特性を比較するために、加速管材料として一般的である無酸素銅(OFC、class1)と純度99.99999%の7Nの高純度銅のサンプルを用意した。また、硬度に対しては、純度99.9999%の6NのHIP材を用意した。上記のサンプルに対してCERNのDC放電実験装置を用いて、ベータ値、放電電界値、放電頻度の測定を行ったので、これらの実験結果について報告する。

2. DC放電実験装置セットアップ

2.1 セットアップ

図1にDC放電実験システムの概要図を示す。この装置はもともとは、Compact Linear Colider(CLIC)の加速管用材料探索のため開発されたもので、多くの材料に対しての放電試験が行われた^[7]。図2のように、真空チャンパー($\sim 10^{-10}$ mbar)内に、同じ材料の電極がセットアップされている。アノードチップは先端が半球形状をしており、カソード側は板状の試験サンプルである。アノード-カソード間の距離 d は約20 μm で、試験開始時に電極間を接触させた時を $d=0$ として電極間隔を μm オーダーで調整できる。図1でS1を閉じてコンデンサーC1に充電された電荷がスイッチS2の接続時間の間(約2秒:C1、C2、R2の時定数で決まる)印加されることにより、電極間に電界 E (=直流印加電圧 V/d)がかかる。このときの蓄積エネルギーは、印加電圧4 kV(電界約200 MV/m)に対して、約220 mJである。放電時にCTを流れる電流と真空値の閾値で放電を識別している。サンプルはあるスポットでの試験が終了したら次のスポットに移動する。図2右写真に試験後のサンプルを示す。1サンプルあたり約10スポットの試験が可能である。

Fowler-Nordheim理論では、一般に測定される放

¹ E-mail: kazue.yokoyama@kek.jp

出電流は巨視的電場を E_M 、個々の突起で増大した微視的電場を E_m とすると、物質表面上の微視的突起の形状や性質によって

$$E_m = \beta E_M \quad \text{式(1)}$$

という関係を仮定する。ここで、 β 値は電界増強因子係数(Field enhancement factor)と呼ばれる。このモデルは、実際の金属加工物の表面には様々な微視的突起が散在し、滑らかな表面を仮定した際の電界 E_M よりもはるかに大きい表面電場 E_m になっていると考えるとわかりやすい。アノード側では、カソードからの電子衝撃による自然蒸発が起き、カソード側では、微視的突起で過度な内部加熱が起き自然蒸発が起きていると考えられる。つまり、この装置では、試験サンプルのカソード側での微視的突起に電場がかかり電子が放出され、これが電界放出電流(Field Emission Current、以下FEと略す)として測定することができる。FEは図1中のS1、S2を解放してS3を閉じてマルチメーターAで測定する。印加電圧を上げていくと、ある電圧から急激に電流密度が増える。この電流が、 10^{-11} から 10^{-8} Aの領域で、Fowler-Nordheim式にフィットして試験サンプルの β 値を求める。

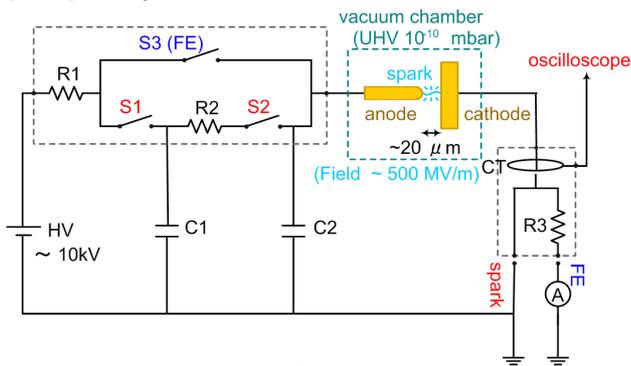


図1 . DC放電セットアップ。

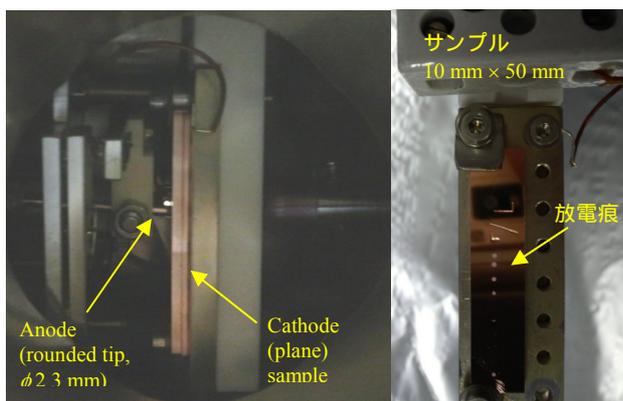


図2 : 左写真は真空チャンバー内セットアップ、右写真は放電試験後に取り出した7N-LG_Cu (45) のサンプル。サンプル上縦並びの白いスポットが放電痕。

2.1 サンプル

今回試験した3つのサンプルを表1に示す。無酸素銅(OFC、class1)をリファレンスにして、7Nの高純度銅、硬度の高いHIP材を比較する。サンプル

表面はダイヤモンドターニングで鏡面仕上げした。また、エッチング表面との違いを見るために、6N_HIP_Cu (46)では両面を備えているサンプルを作成した。

純度に関しては、硫黄Sの成分に違いがあるのが特徴である。またHIP処理をすることにより、硬度は加速管で一般的に使用されるOFCの2倍程度になる。

表1. サンプル比較

sample name	6N_HIP_Cu (46)	7N_LG_Cu (45)	OFC_Class1 Cu (47)
purity	99.9999%	99.99999%	99.996%
impurity (ppm)	Bi	<0.001	<0.001
	Pb	0.001	0.002
	O	<2	0.5
	P	0.003	0.001
	S	0.045	0.05
Zn	<0.01	<0.01	<1
grain size [mm]	<1	10 ~ 30	<1
Hv	80~90	30~40 (assume)	30~40 (assume)
material treatment	HIP in Ar 800 degC, 1200 kg/cm ² , 2 hr	650C, 2hr anneal	650C, 2hr anneal
shaping	wire cut	wire cut	wire cut
surface finish	etching (2 μm) and diamond turning	diamond turning	diamond turning
Aim	effect of hard material	purity, grain size	reference material

3 . 結果と考察

3.1 解析手法と実験目的

各材料で幾つかのスポット(多くは3点)でそれぞれ β 値とその直後の放電電界 E_M を交互に測定する。各々の測定で β 値が低ければ次に発生する E_M は高くなり、 β 値が高ければ次に発生する E_M は低くなるといったデータがコンディショニングとともに得られる(図3参照)。CERNやその他でのDC放電実験から、コンディショニングが進むとこれらの積(βE_M 値)は一定に落ち着くようになる。測定データにばらつきが大きく、理論的にも説明されていないが、DC放電実験では $\beta E_M = \text{const.}$ とするのが一般的である。一方でこのことから、 E_M とその放電直後の β 値との間には、相関がない。つまり β 値がわかれば、放電電界 E_M を推測することができるが放電直後の β 値を予測することはできないといえる。本試験ではコンディショニングを進めて βE_M 値と150 ~ 300 MV/m 領域での放電頻度をもとめ材料や表面の違いによる差異を探るのが目的である。

3.2 OFC_Class1

リファレンスサンプルとしたOFC_Class1_Cu (47)の結果について説明する。図3に3つのスポットでそれぞれ β 値とその直後の放電電界 E_M を交互に測定

した推移を示す。CERNではこれまでの多数の試験結果から、OFC Class1に対して、

$$E_m = 10.8 \pm 1.7 \text{ [GV/m]} = \beta E_M$$

であり、 $\beta=77 \pm 27.7$ 、 $E_M=159 \pm 50.9$ という結論を出している^[7]。

図4(a)に本実験でのコンディショニング履歴を、図6(a)に得られた βE_M 値を示す。これらの結果から、初期の β 値と E_M の変化は異なるものの最終的には βE_M 値が一定値付近で落ち着いていくとみなせる。最初の10点目付近までをコンディショニング過程として、以降の10点に対して βE_M 値を算出すると、順に 15 ± 3 、 14 ± 2 、 15 ± 4 である。絶対値の違いはデータ数が少ないことによる統計的なばらつき、同じサンプルであってもスポット表面の違いがあること、また、CERN製サンプルとの加工方法や表面処理の違いによるものと思われる。また、図4(a)の約200回の放電に対して放電電界 E_M を算出すると、 176 ± 49 MV/mである。他のスポットでも同様な値が得られている。

コンディショニング後(約200回放電)、放電頻度(BDR: Break-Down Rate: = 放電発生回数/同電圧での印加回数)の測定を行った。図7に結果を示す。BDRは、一般に、電界の累乗関数(E^α)を示す傾向がある。例えば、加速管では、 α は約30程度であると言われている^[8]。CERNのこれまでのDC放電実験では α は10~15と言っているが、今回の実験では α は20~26であった。どちらのDC放電実験でも α は加速管よりも低い値を示している。また、Nextefでの狭導波管試験では、 $\alpha=20\sim40$ という値を得ている^[1]。これらの値を比較するためには、DC放電とRF放電の違いの吟味、DC放電実験間の比較においても同じ材料・表面処理・加工方法・放電エネルギーなどを考慮して評価をする必要がある。

3.3 6N_HIP

サンプル6N_HIP_Cu (46)について、エッチング面と鏡面の違いについて述べる。 β 値とその直後の放電電界 E_M を交互に測定した推移を図5(a)にエッチング面、(b)に鏡面について示す。また、図6(b)には βE_M 値を示す。エッチング面と鏡面を比較すると、鏡面の方が初期の放電電界 E_M が高い。また、初期の段階から βE_M 値がある値付近を中心に落ち着いて見えるのはHIP材の特徴と思われる。他の3つのスポットでも同様な傾向がみられた。図7(b)にBDR測定結果を示す。同じスポットで2回ずつ測定した。エッチング面の α は14~17に対して、鏡面の α は10~11と低い値を示しており、鏡面の方が、放電頻度が低いと言える。

3.4 7N_LG

サンプル7N_LG_Cu (45)について、純度について考察する。初期の β 値は低く、放電電界 E_M が高いのが特徴である。しかし、コンディショニングの傾向はOFC_Class1に良く似ており、最終的な平均放電電

界 E_M は同じレベルになっていることがわかる。また、BDR特性についても、 α は同じ程度である。

3.5 考察

今回の測定結果を表2に示す。限られたサンプル数での試験ではあるが、コンディショニングの始めの段階とコンディショニングの進んだ段階で以下のようなことが言える。

- ・初期の β 値と放電電界 E_M はOFC Class1よりも、高純度銅、高硬度銅の鏡面の方が、 β 値は低く、放電電界 E_M が高い。
- ・同じ高純度銅、高硬度銅材料でもエッチング面では初期の β 値は高く、放電電界も低い。この差異は興味深い。
- ・OFCや高純度銅よりもHIP材鏡面仕上げの方が βE_M 値が低い。
- ・コンディショニングを進めていくと、OFCに関しては純度には関係なく、最終的にはOFC Class1と同じレベルの平均放電電界になる。放電特性の α 値も同程度である。
- ・コンディショニングスピードに関しては、OFC HIP処理材の方が早い。
- ・コンディショニングを進めていくと通常のOFCよりもOFC HIP処理材の方が平均放電電界のレベルが高い。
- ・OFCや高純度銅よりもHIP材鏡面仕上げの方が放電特性の α 値が低い。
- ・本DC放電の結果からはOFCのHIP処理材は耐放電性に優れているように見受けられる。

4. まとめと今後の課題

DC放電実験では、データのばらつきが大きいため数値結果を絶対値として評価するのは難しい。しかし、今回の測定データでは、純度の違いは明らかではないが、硬度の違いは傾向として現れている。HIP処理材で製作した狭導波管を用いたRF放電試験を行い、これまでのOFC銅製狭導波管試験のデータと比較すれば、放電特性の差異が明らかになるだろう。また、放電現象をより理解するために放電試験後の表面観察も進めている。

参考文献

- [1] 横山 和枝、他、"狭導波管を用いた銅及びステンレス材での高電界RF放電特性の比較", 電気学会Vol. 130 / No. 12 / Sec. A.
- [2] V. A. Dolgashev, et al., "RF breakdown in normal conducting single-cell structures", Proc. of 2005 Particle Accelerator Conference, Knoxville, Tennessee, pp.595-599.
- [3] 山本貴志、他、"精密機械加工無酸素銅電極の真空中絶縁破壊特性", Proc. of UHVT2004, , 11-12 March 2004, Tsukuba, Japan.
- [4] A. Descoedres, et al., "dc breakdown conditioning and breakdown rate of metals and metallic alloys under ultrahigh vacuum", Phys. Rev. ST Accel. Beams 12, 032001, 2009.

[5] 青木 庄治、他, "加速器用無酸素銅のクラス判定試験と金属組織", 2003 高エネ研メカ・ワークショップ報告集, 17 April 2003.
<http://lcdev.kek.jp/MechWS/2003/18.Aoki.pdf>

[6] M. Aicheler, "Surface thermal fatigue in uniaxial and biaxial loading", Presented at CLIC09 Workshop, October 2009, Geneva, Swaziland.
<http://indico.cern.ch/contributionDisplay.py?contribId=150&confId=45580>

[7] A. Descoedres, et al., "Investigation of the dc vacuum breakdown mechanism", Phys. Rev. ST Accel. Beams 12, 092001, 2009.

[8] A. Grudiev, "Comprehensive analysis of rf test results", Presented at 2nd Collaboration Meeting on X-band Accelerating Structure design and test programs, 13-15 May 2008, Tsukuba, Japan.
<http://indico.cern.ch/getFile.py/access?contribId=34&sessionId=21&resId=1&materialId=slides&confId=30911>

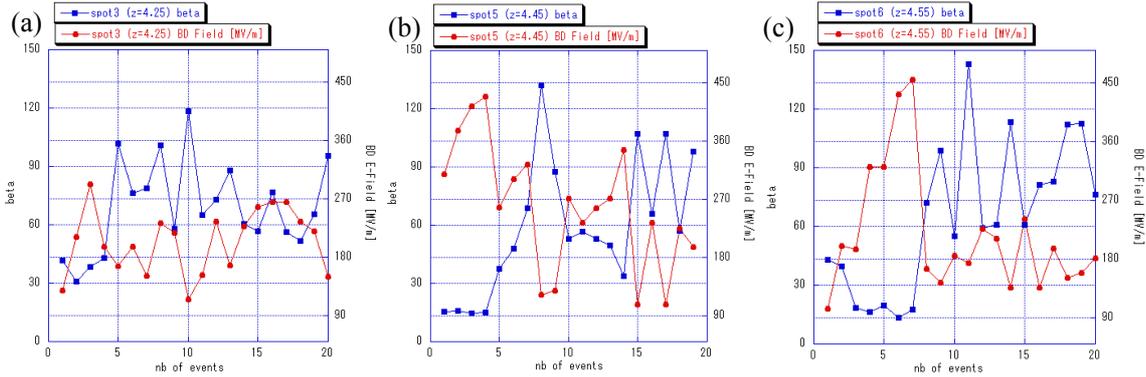


図 3 . OFC_Class1 鏡面の β とその測定直後の放電電界 E_M の推移。

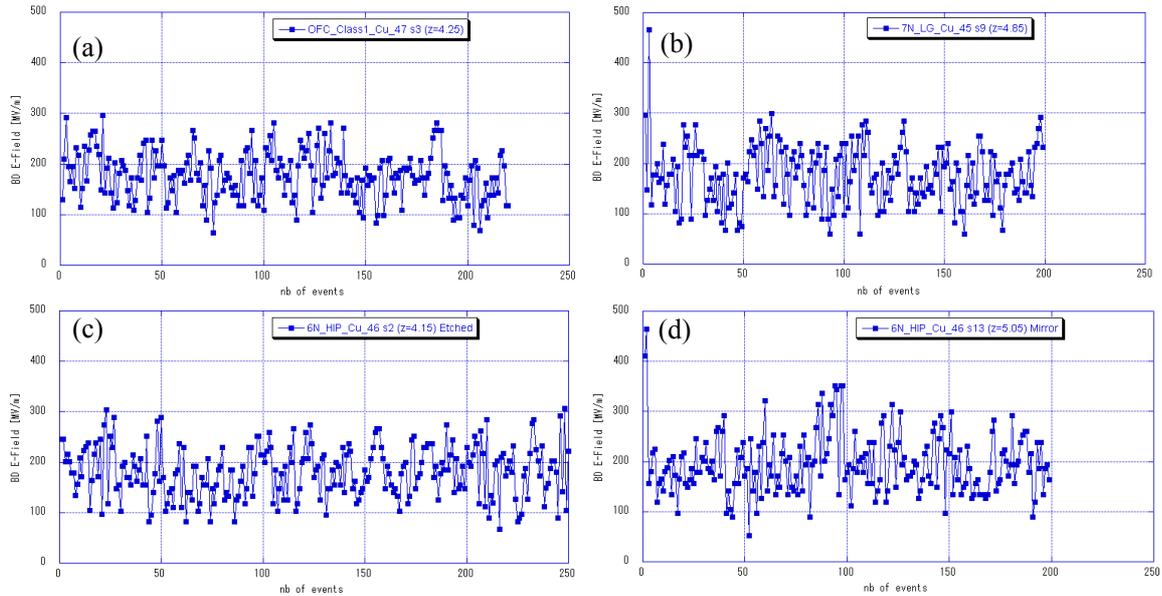


図 4 . コンディショニング中の放電電界の推移。(a) OFC_Class1 鏡面、 176 ± 49 MV/m、(b) 7N_LG 鏡面、 175 ± 57 MV/m、(c) 6N_HIP エッチング面、 181 ± 51 MV/m、(d) 6N_HIP 鏡面、 195 ± 58 MV/m。

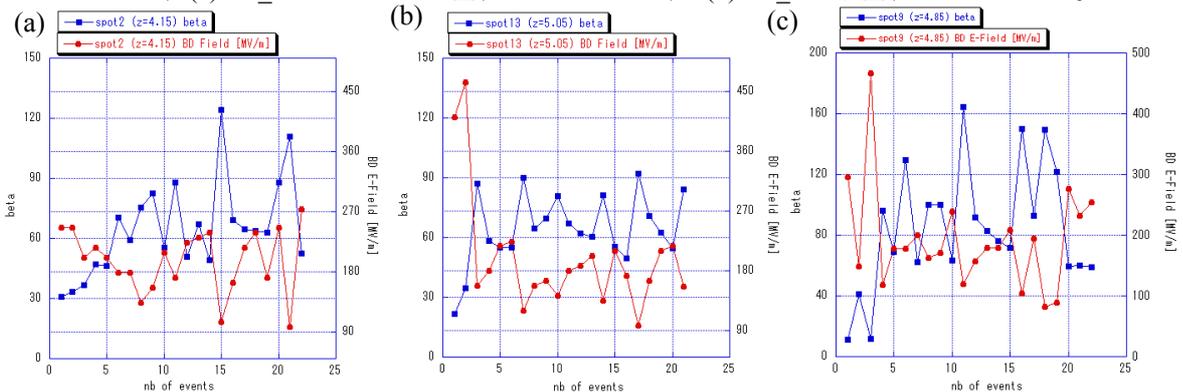


図 5 . β とその測定直後の放電電界 E_M の推移。(a) 6N_HIP エッチング面、(b) 6N_HIP 鏡面、(c) 7N_LG 鏡面。

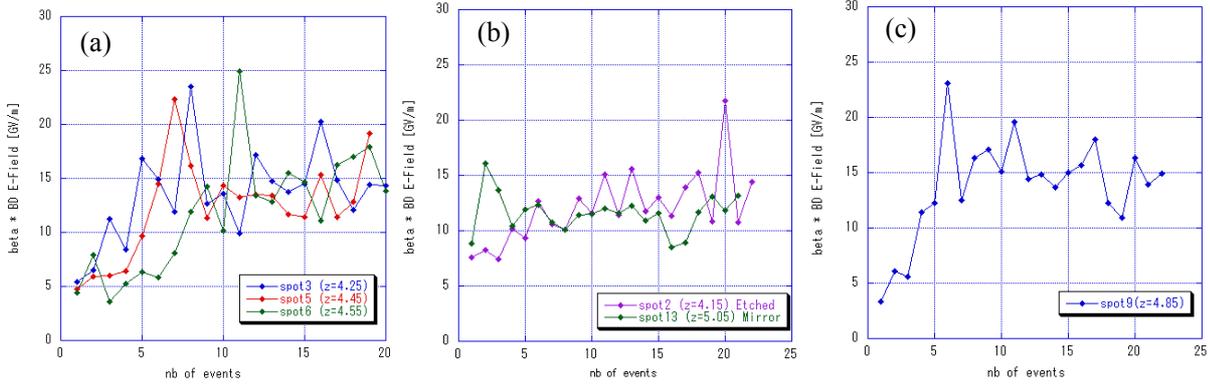


図6 . (a) OFC_Class1 鏡面。βE_M値は順に、15±3、14±2、15±4。(b) 6N_HIP エッチング面14±3、鏡面11±1。(c) 7N_LG 鏡面15±5。

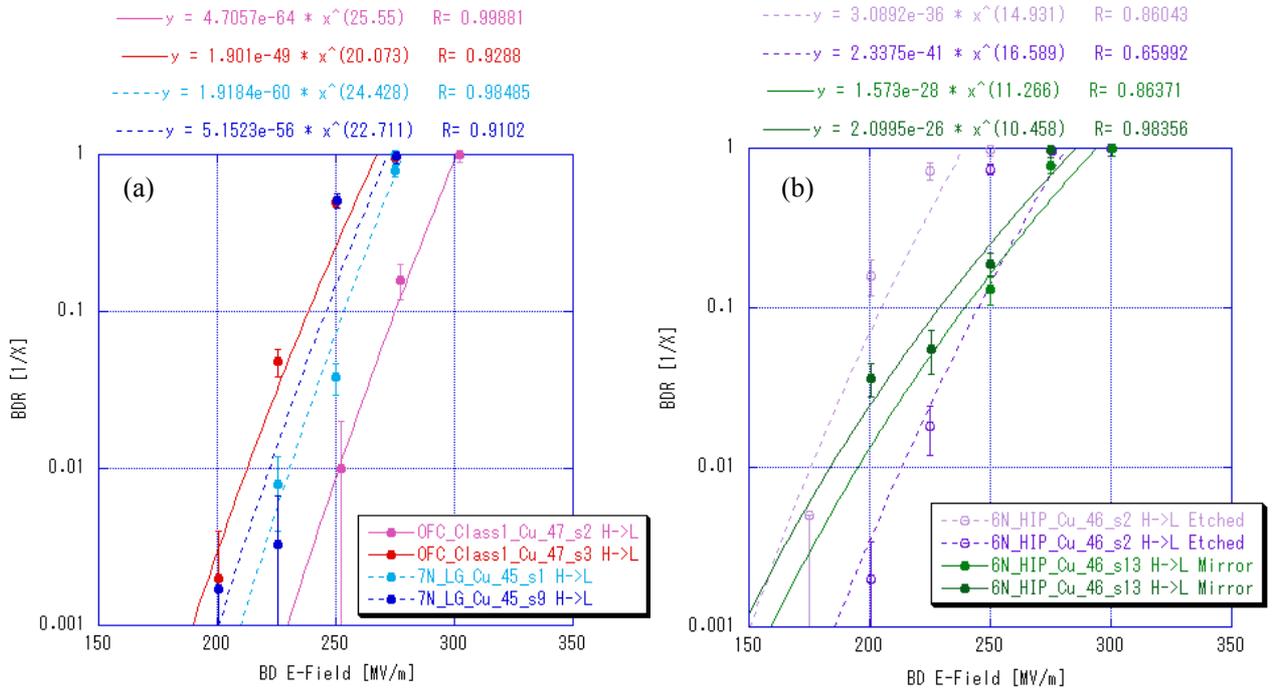


図7 . BDR測定結果。(a) OFC_Class1鏡面と 7N_LG鏡面、 (b) 6N_HIPエッチング面と鏡面。

表2 . 各パラメータ測定結果のまとめ (太字は括弧内表記のスポットで測定したデータで、斜字は他のスポットで確認したデータ)

sample name	6N_HIP Cu (46)		7N_LG Cu (45)	OFC_Class1 Cu (47)
surface condition	etched (spot2)	mirror (spot13)	mirror (spot9)	mirror (spot3)
β before 1 st spark	30, 42, 33	22, 21, 24	11, 22	42, 43, 15
1 st BD E-field [MV/m]	246, 296, 302	412, 315, 317	296, 262	129, 104, 309
Max. BD E-field [MV/m] 括弧内はイベントの番号	246 (1st), 406 (2 nd), 302 (1 st)	464 (2nd), 315 (1 st), 369 (2 nd)	466 (3rd), 546 (3 rd)	292 (3rd), 455 (7 th), 429 (4 th)
average β after a few sparks (±1σ)	73±23	68±13	94±35	73±20, 87±29, 68±26
average BD E-field after a few sparks [MV/m]	199±54	173±36	178±58	208±53, 182±35, 225±74
βE _M after a few sparks [GV/m]	14±3	11±1	15±5	15±3, 15±4, 14±2
average BD E-field during conditioning (~100 sparks) [MV/m]	181±51	195±58	175±57	176±49 178±65
α (BDR ∝ E ^α)	17, 15	11, 11	24, 23	20, 26