

マテリアル先端リサーチインフラ利用報告書

ARIM User's Report

[Release : 2025.06.10] [Update : 2025.04.03]

課題データ / Project Data

課題番号 Project Issue Number	24BA0005
利用課題名 Title	新規アプリケーションとして利用可能な機能性薄膜の成長条件の探査
利用した実施機関 Support Institute	筑波大学 / Tsukuba Univ.
機関外・機関内の利用 External or Internal Use	内部利用 (ARIM事業参画者以外) / Internal Use (by non ARIM members)
ARIM半導体基盤PF 関連課題 Related to ARIM-SETI	指定なし / No Designation
横断技術領域 Cross-Technology Area	計測・分析/Advanced Characterization 加工・デバイスプロセス/Nanofabrication
重要技術領域 Important Technology Area	高度なデバイス機能の発現を可能とするマテリアル/Materials allowing high-level device functions to be performed
キーワード Keywords	Electro ceramics,セラミックスデバイス/ Ceramic device,電子顕微鏡/ Electronic microscope,スパッタリング/ Sputtering

利用者と利用形態 / User and Support Type

利用者名 (課題申請者) User Name (Project Applicant)	片桐 創一
所属名 Affiliation	筑波大学イノベーション計測技術開発センター
共同利用者氏名 Names of Collaborators Excluding Supporters in the Hub and Spoke Institutes	小倉暁雄, 姚遠昭, 齋藤讓, 野木広光
ARIM実施機関支援担当者 Names of Supporters in the Hub and Spoke Institutes	谷川俊太郎, 岡野彩子
利用形態 Support Type	機器利用/Equipment Utilization, 技術補助/Technical Assistance

利用した主な設備 / Equipment Used in This Project

利用した主な設備 Equipment ID & Name	BA-002 : スパッタリング装置 BA-026 : 多機能走査型X線光電子分光分析装置 (XPS/UPS) BA-014 : 触針式表面段差計 BA-006 : 走査型プローブ顕微鏡 BA-008 : 電界放出型走査電子顕微鏡
---	---

報告書データ / Report

概要 (目的・用途・実施内容) Abstract (Aim, Use Applications and Contents)	<p>表面フラッシュオーバーは、真空中で固体絶縁体の耐電圧特性を低下させる放電現象である。このような放電には、陰極三重点(CTJ)からの一次電子の放出、表面帯電、電子-ガス相互作用[1]といういくつかの過程が必要である。アルミナ絶縁体の場合、表面を適切な膜でコーティングすることにより、これらの過程の少なくとも1つを大幅に抑制できることが示されている[2]。本研究では、TiO₂コーティングアルミナと純アルミナのフラッシュオーバー電圧を比較評価して、メカニズムの解明に努める。</p> <p>絶縁体試料は多結晶アルミナ(純度99.5%)である。アルミナの表面に反応性マグネトロンスパッタリングにより、薄い窒化チタン層を成長させた。厚さは10 nmで、その後、酸化炉で酸化した。TiO₂膜を作製するために、まず10 nmのTiNをN₂-Ar混合雰囲気中でアルミナ基板上に反応性スパッタリングし、次いで乾燥O₂でフラッシュした炉で60分間さまざまな温度で酸化した。TiO₂の表面抵抗率は、大気下でハイレスタ(MCP-HT800)により測定した。二次電子放出収率(SEEY)は、TiO₂コーティングのない試料とコーティングした試料を比較した。測定方法は[3]を参考にした。</p>
実験 Experimental	<p>図1は実験装置の概略図である。試料はアクリルホルダーで支持されている。上部電極は直流電源から高電圧に接続されている。チャンバー側壁は、放電を観察するためにガラスである。真空度は10⁻⁴ Paとした。陰極(HV)と陽極(GND)の距離は10 mmである。陽極電極には銅テープ、陰極電極には鋭利な導電性ダイヤモンド針を用いた。この方法により、表面フラッシュオーバーの開始位置を観察することができる。陰極材料にダイヤモンドを選んだのは、耐熱性と硬度が高いからである。そのため、表面のフラッシュオーバーによる損傷を考慮することなく、繰り返し使用することができる。印加電圧を0.1 kV/sの速度で上昇させ、最初の表面フラッシュオーバー電圧を測定した。表面フラッシュオーバーが発生した後、大気開放して陰極電極の位置を少しずらし、繰り返し実験を行った。表面フラッシュオーバーの確認には高速度カメラ(Phantom v1211)を使用した。</p>
結果と考察 Results and Discussion	<p>図2は、アルミナ上のTiO₂コーティングの表面抵抗率の酸化温度依存性を示している。表面抵抗率は1 kVの大気圧下で測定した。初期抵抗値は1.0×10⁴ Ω/□である。酸化温度を上げると、表面抵抗率も上昇する。高温ではTiN薄膜に酸化物が拡散しやすく[4]、TiO_xの酸化組成が高くなる。表面抵抗率は350 °C以上で1.0×10¹² Ω/□程度で飽和する。これは表面に付着したH₂Oによるものと考えられる。</p> <p>図3は、TiO₂コーティングの有無によるアルミナ試料のSEEYを示している。TiO₂コーティングなしのアルミナのピーク値は4付近である。TiNとTiO₂コーティングを施すことにより、ピーク値を下げるができる。さらに、TiNコーティングを施したアルミナのSEEYは、350 °Cで60分間焼成したTiO₂コーティングを施したアルミナのSEEYとほぼ同じである。</p> <p>図4(a)と(b)は、放電前に高速度カメラで撮影した写真と、-8.4 kVで発生したTiO₂コーティングなしのアルミナ試料のフラッシュオーバー画像である。放電経路は陰極電極の先端と陽極電極を結んでいる。</p> <p>図5は、両試料の表面フラッシュオーバー電圧の分布を示す。未コーティング試料の平均フラッシュオーバー電圧は-7.3 kVであり、コーティング試料のそれは-24.9 kVであった。この結果は、TiO₂コーティングにより表面フラッシュオーバー電圧が改善されていることを示している。</p> <p>耐電圧向上の原因は以下の様に考えられる。①三重接合の周囲に機能的に傾斜した導電性材料を用いると、電界が緩和されることが知られている[5]。②図3に示すように、TiO₂コーティングは、表面での二次電子の発生を妨げる。その結果、表面に付着したガス分子は、二次電子とほとんど相互作用しなくなる。さらに、③TiO₂の電子刺激脱離収率は、アルミナのそれとは異なる可能性がある。</p>

図・表・数式 1
Figures, Tables and Equations 1

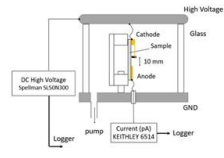


図1 実験装置の構成

図・表・数式 2
Figures, Tables and Equations 2

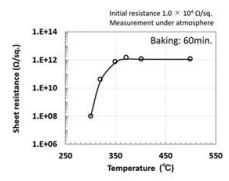


図2 表面抵抗率の酸化温度依存性

図・表・数式 3
Figures, Tables and Equations 3

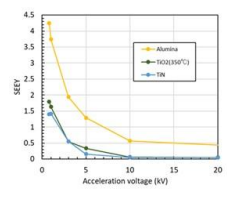
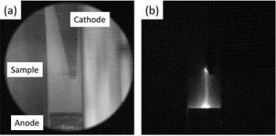
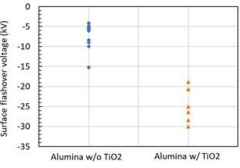


図3 350 °C 60分の酸化条件下におけるアルミナとTiN、TiO₂の2次電子イールド特性

<p>図・表・数式 4 Figures, Tables and Equations 4</p>	 <p>図4 高速カメラ観察例 (a) 放電前のアルミナサンプル、(b) フラッシュオーバー@-8.4 kVの例</p>
<p>図・表・数式 5 Figures, Tables and Equations 5</p>	 <p>図5 アルミナサンプルとTiO₂膜付きサンプルのフラッシュオーバー耐圧評価結果</p>
<p>その他・特記事項 (参考文献・謝辞等) Remarks(References and Acknowledgements)</p>	<p>【参考文献】</p> <p>[1] R. V. Latham: High Voltage Vacuum Insulation (Academic Press, 1995) p. 300. [2] T. S. Sudarshan et al., IEEE Trans. Electr. Insul., EI-11(32) 1976. [3] Y. Yamamoto et al., Proceedings of the 15th Annual Meeting of Particle Accelerator Society of Japan, Nagaoka, Japan, Aug. 7-10, 2018, pp. 938-942. [4] M. Wittmer et al., J. Appl. Phys. 52, 6659 (1981). [5] Rachmawati et al., IEEE Trans. Electr. Insul., 29, 1811 (2022).</p> <p>【謝辞】</p> <p>ARIMの谷川俊太郎氏、岡野彩子氏には成膜装置や分析測定装置の使用において大変お世話になりました。また、KEKの山本康史先生には2次電子イールド測定において便宜を図っていただきました。感謝申し上げます。</p>

成果発表・成果利用 / Publication and Patents

<p>DOI (論文・プロシーディング) DOI (Publication and Proceedings)</p>	
--	--

口頭発表、ポスター発表 および、その他の論文[1] Oral Presentations etc.	Akio Ogura, Souichi Katagiri, Hiromitsu Nogi, Yuanzhao Yao and Ryu Hasunuma, "Improving surface flashover voltages of alumina insulators by applying titanium dioxide coatings" IEEE Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP 2024)(2024/10/6~10/9, Auburn, AL, USA)
特許出願件数 Number of Patent Applications	0件
特許登録件数 Number of Registered Patents	0件