

# Evaluation of dielectric materials for high power rf windows

Shinichiro MICHIZONO, Yoshio SAITO, Seiya YAMAGUCHI, Shozo ANAMI,

\*Namio MATUDA, \*\*Akira KINBARA

National Laboratory for High Energy Physics (KEK), Tsukuba, Ibaraki 305

\*Tokyo Denki University, Chiyoda-ku, Tokyo 101

\*\*The University of Tokyo, Bunkyo-ku, Tokyo 113

## ABSTRACT

The breakdown of rf windows used in high-power klystrons is one of the most serious problems in the development of klystrons. The breakdown takes place mainly due to single-surface multipactor. In this study, three kinds of alumina ceramics, sapphire (single crystal of alumina) and aluminum nitride (AlN) are investigated in terms of secondary electron emission (SEE), lattice defects, and dielectric dissipation. High power examinations using resonant ring are also studied. From these results, the essential requirements for dielectric materials used as rf windows were presented.

## 大電力高周波窓材料の評価

### 1. 序論

大電力用高周波窓の破壊現象は、クライストロンの開発において大きな問題となっている。破壊は誘電体窓表面での一面性マルチバクタを端緒として生じることがわかってきているが、大電力に対する耐性と物性との結びつきはそれほど明らかにはされていなかった。今回は、s-bandパルスクライストロン (2856MHz, 3.5 $\mu$ s) 用の数種類の誘電体窓材料について、二次電子放出係数、及び、表面の格子欠陥や誘電損失を調べた。そしてこれらの物性値とレゾナントリングを使った高周波窓の大電力通過試験の結果から耐性と物性との対応を考察した。

### 2. 実験及び結果

#### 2.1 実験試料

実験の試料は、三種類の高純度アルミナセラミック、サファイア (単結晶アルミナ)、窒化アルミニウムのディスク (直径92mm, 厚さ3.5mm) である (Table I参照)。UHA-99は緻密で粒径は1 $\mu$ m程度であり、HA-997は焼結助材の結晶化を図っている。XKP-999は助材を用いず焼結しており、そのため、粒径が大きく内部に空孔を含んでいる。サファイアは単結晶で内部に粒界が存在せず、また、窒化アルミニウムは高い熱伝導率が特徴である。

#### 2.2 二次電子放出

二次電子放出係数の測定は、走査型電子顕微鏡 (SEM) を用い、絶縁体試料の帯電を抑えるためにパルスビーム (1ms, 100pA) で行った[1-3]。Fig.1にアルミナセラミック (HA-997)、サファイア、窒化アルミニウムの二次電子放出係数 ( $\gamma$ ) の入射エネルギー依存性を示す。30MW程度の高周波通過でマルチバクタ電子の入射エネルギーは10keV程度と見積られており[4]、 $\gamma$ の高いアルミナセラミック、サファイアでは、マルチバクタが起こりやすいと考えられる。窒化アルミニウムの場合、5keV以上の入射エネルギーで $\gamma$ は1より小さくなり、マルチバクタは生じにくいと思われる。

#### 2.3 格子欠陥

高周波窓表面では高周波通過に伴い発光が観察される[1,3,5]。この発光はマルチバクタ電子によるルミネセンスであることがわかっている。100MW程度の電力の通過により、410nm付近にピークを持つF中心の酸素欠陥によるルミネセンス[6]が現れることがあるが、このような場合には表面溶融が生じている。また、SEMを用いて電子線を照射した場合のルミネセンス (カソードルミネセンス (CL)) にも溶融表面からは410nm付近にバンドが現れる[1,3]。これらは、マルチバクタによる表面溶融はF中心の生成と強く結び付いていることを示している。各誘電体窓材料について、SEMを使ってカソードルミネセンスを測定した (Fig.2)。

Table I. Characterization of test materials used for rf windows.

materials	Manufacturer	purity (%)	specific gravity	$\epsilon$	$\tan \delta$ ( $10^{-5}$ )	resistivity ( $10^{15} \Omega \text{cm}$ )	sintering additives	
alumina ceramics	UHA-99	NTK	99.0	3.90	9.81	9.4	>1000	$\text{SiO}_2, \text{MgO}, \text{CaO}$
	HA-997	NTK	99.7	3.91	9.95	4.2	6.7	$\text{SiO}_2, \text{MgO}$
	XKP-999	NTK	99.9	3.91	9.67	13.3	3.3	---
sapphire	ASGAL	100	3.98	10.16	2.3	>1000	---	
AlN	Sumitomo Denko	99.5	3.26	8.35	420	0.56	$\text{Y}_2\text{O}_3$	

アルミナセラミックの場合は3種類とも310nm付近にピークを持つF<sup>+</sup>中心酸素欠陥[6]を有する。サファイアの場合は、これ以外に410nm付近のF中心酸素欠陥も存在し、大電力通過により、熔融しやすく、大電力用窓材として適さないと考えられる。窒化アルミニウムの340nm付近のバンドはF中心窒素欠陥によるものである[7]。この欠陥は、熔融に関連することも考えられる。アルミナセラミックはF中心酸素欠陥が存在せず、耐性に富むと思われる。

#### 2.4 誘電損失

誘電損失の小さい窓材料を選択して、高周波通過による過熱を避けることは重要である。高純度セラミックの場合、粒界のガラス質(焼結助材)や不純物、空孔が誘電損失に寄与するが、これらは、放電の原因

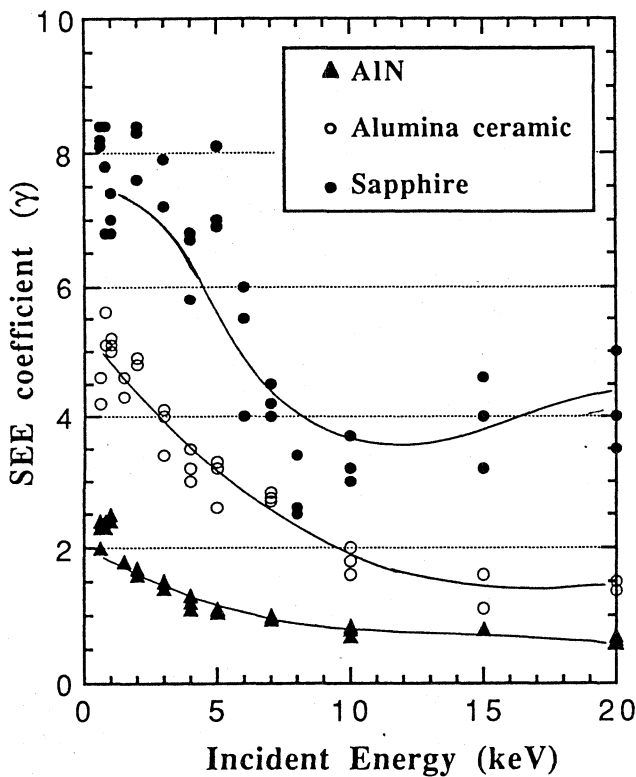


Fig.1 Secondary electron emission (SEE) coefficients ( $\gamma$ ) of alumina ceramic (HA-997), sapphire, and AlN. The lines are only guides to the eye.

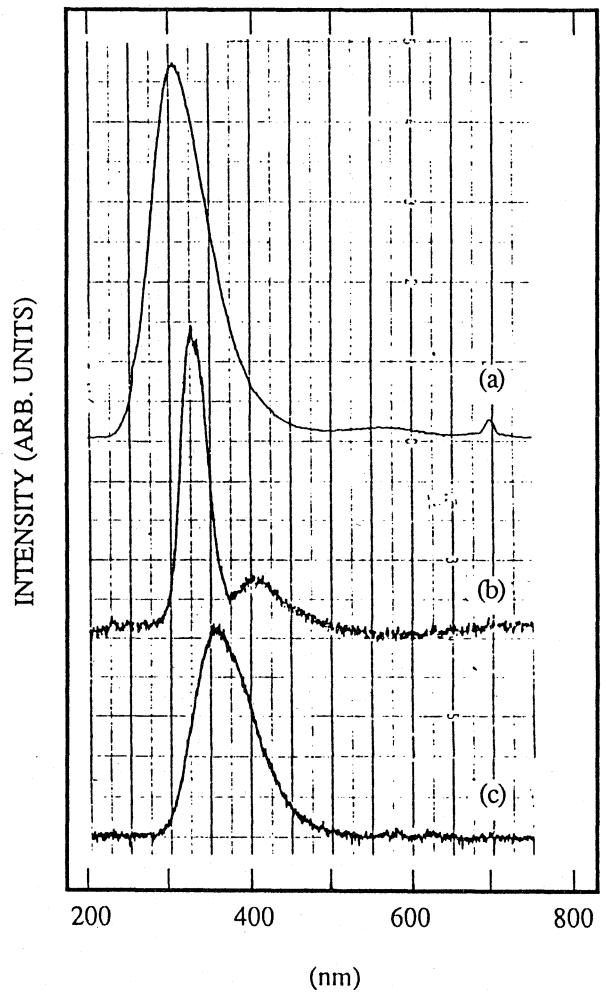


Fig.2 Cathodoluminescence (CL) spectra of alumina ceramic (HA-997) (a), sapphire (b) and AlN (c).

Table II. High-power test results of rf windows.

materials	characteristics	transmittable power	remarks	luminescence *
alumina	UHA-99 dense structure, high resistivity	>220 MW	melting, coloring	F, ( F <sup>+</sup> , Cr <sup>3+</sup> ) **
	HA-997 crystallized additives, low tanδ	>220 MW	melting	( F <sup>+</sup> , Cr <sup>3+</sup> ) ***
ceramics	XKP-999 micro-porosities, high tanδ	144 MW	crack, puncture, coloring	F, ( F <sup>+</sup> , Cr <sup>3+</sup> )
sapphire	F-center, low tanδ	75 MW	melting	( F <sup>+</sup> , F )
AlN	F-center, high tanδ	35 MW	Al-groove	( F )

\* ( ) ; pre-existing

\*\* No F-centers were created on the TiN coated surfaces where the multipactor was suppressed.

\*\*\* No F-centers were created even where the multipactor took place.

となることもある。本実験では誘電正接 ( $\tan \delta$ ) を空洞共振器法により求めた[2,3,8]。誘電体ディスクを空洞共振器に挿入し、共振周波数 (TE<sub>011</sub>またはTE<sub>111</sub>モード) から誘電率 ( $\epsilon$ ) が、空洞のQ値から $\tan \delta$ が求まる。この方法では高周波窓材料をそのままの形状で試料として測定できるという利点がある。Table Iに誘電率 ( $\epsilon$ )、誘電正接 ( $\tan \delta$ ) と、ガードリング法で求めた体積抵抗の測定結果を示してある。HA-997が低い $\tan \delta$ を持つのは粒界のガラス質が結晶化しているためと考えられる。また、XKP-999における比較的高い $\tan \delta$ は、内部の空孔によるものと思われる。サファイアは単結晶で体積抵抗は大きく、 $\tan \delta$ はもっとも小さい。窒化アルミニウムは、 $\tan \delta$ がアルミナセラミックの40倍ほどもあり、熱伝導率が良くても、誘電損失による過熱が生じることが予想される。

## 2.5 大電力試験

誘電体材料の大電力通過試験にはレゾナントリングを用いた[2,3,5]。レゾナントリングでは、クライストロンからの出力を周回させ重畳させることにより最大250MW程度高周波を通過させることができる。マルチバクタの影響も合わせて観察するためにディスクの3/4の部に二次電子放出係数の低いTiN薄膜をコーティングした。大電力試験結果と試験後のカソードルミネセンス測定結果をTable IIにまとめる。UHA-99, HA-997は、220MW程度の電力通過に対しても破壊が生じなかった(但し、UHA-99ではコーティングを施していない部分でF中心が生成された)。XKP-999では、全面でF中心が生成され、140MW程度で、電界強度の最も高い中心部にクラックが発生した。これは、空孔等による誘電損失をきっかけにして起こったと考えられる。また、元々F中心の存在したサファイアでは50MW程度でコーティングを施していない部分でマルチバクタによる表面熔融が観察された。窒化アルミニウムでは35MW程度で、中心部に過熱によると思われるアルミニウムの析出した溝が生じ、以降0.1MW以上の電力通過でき

なくなった。

## 3. 議論及び結論

F中心が元々存在するサファイアは、マルチバクタにより熔融が生じた。また、元々F中心が存在しなくても、一部のアルミナセラミック (XKP-999) の様に大電力通過によりF中心が生成されたものもある。F中心は真空中での過熱により生じるとの報告[8]もあることから、これは、マルチバクタや、誘電損失などによる過熱が原因で生成されたと考えられる。また、F中心にトラップされた電子は、電子照射等により伝導帯付近に励起されることがわかっており[9]、この励起された電子が、電気伝導に寄与して、さらに過熱が進むと考えられる。

これらのことから、アルミナ中のF中心の存在や生成が熔融の原因となることがわかる。従って、高周波窓材料として元々F中心がない、誘電損失の小さい材料を選び、さらにマルチバクタの発生を抑えて過熱を避ける必要があると結論づけられる。

## 参考文献

- [1] Y.Saito et al., IEEE Trans. on Electr. Insul., Vol.24, p.1029, 1989.
- [2] S.Michizono et al., Proceeding of 38th National Symposium of American Vacuum Society, Seattle, Washington, USA, November, 1991.
- [3] S.Michizono et al., Proceedings of XVth International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Darmstadt, Germany, September, 1992.
- [4] S.Yamaguchi et al., IEEE Trans. on Nucl. Sci., Vol.39, p.278, 1992.
- [5] Y.Saito et al., Proceedings of XIVth International Symposium on Discharges and Electrical Insulation in Vacuum, Santa Fe, New Mexico, USA, September, p.372, 1990.
- [6] A. Al Ghandi and P.D.Towers, Nucl. Instr. and Meth. Vol.B46, p.133, 1990.
- [7] K.Atobe et al., Japanese J. Appl. Phys., Vol.29, p.150, 1990.
- [8] Y.Kobayashi and JSato, IEICE Technical Report (Japan), MW-88-40(Nov.1988).
- [9] K.H.Lee and J.H.Crawford, Jr., Appl. Phys. Lett., Vol.33, p.273, 1978.
- [10] K.H.Lee and J.H.Crawford, Jr., Phys. Rev., Vol.B19, p.3217, 1979.