

# 異なる温度環境条件下における絶縁体宇宙材料の 二次電子放出係数および抵抗値の測定

○宮原信（九工大・電気電子），川崎和貴（九工大・電気電子），Wu Jiang（西安交通大学），  
Arifur Rahman Khan（九工大），豊田和弘（九工大・電気電子），趙孟佑（九工大・先端機能）

Total Electron Emission Yield and Resistance Measurement of Polyimide Film Due to Different Temperatures

Akira Miyahara, Kazutaka Kawasaki (Kyushu Institute of Tech.), Wu Jiang (Xiang Jiaotong University),

Arifur Rahman Khan, Kazuhiro Toyoda, Mungu Cho (Kyushu Institute of Tech.)

Key Words :Total Electron Emission Yield, Insulator, Charging, Temperature

## Abstract

Electron induced secondary electron emission from space insulator is a very important factor in understanding spacecraft charging behavior. Due to the injection of primary electrons and the emission of secondary electrons in the surface layer of insulator, the target surface will be negatively or positively charged. Additionally, the electron emission yield of the spacecraft surface materials is highly dependent on space environments, such as the temperature variation. In our tests, we chose the polyimide film (Kapton 100H) and the cover glass (CMG) the research object, and used a single short, low-density pulsed beam, and also developed a scanning method for the total electron emission yield (TEEY) measurement, which can avoid surface potential influence for insulating materials. Moreover for the TEEY system, we installed a heater for high temperature (around 100°C) and the shroud by using liquid nitrogen for low temperature (around -50°C). Under this experimental situation, TEEY of polyimide films of room, high and low temperature was tested respectively. The conductivity variation of the polyimide film and the cover glass due to the different temperatures was considered to influence TEEY.

## 1. はじめに

人工衛星を運用するにあたって、常に念頭に置いておかなければならないのが、放電事故の危険性である。地上の環境とは異なり宇宙空間上では、電子と陽子が乖離して形成されたプラズマ環境が、宇宙機の帯電・放電現象を誘発する。仮に太陽パネル上で放電事故を起こした場合、電力供給量の低下がそのまま運用停止につながることもある。

2003年10月、地球観測衛星みどり2号の身に起きた放電故障事故をきっかけに、九州工業大学では衛星帯電解析ソフトウェア(通称MUSCAT)の開発を手がけた。この衛星帯電解析に必要なパラメータが、宇宙機表面を構成している物質の二次電子放出係数、光電子放出係数、抵抗値にあたる。さらに状況に応じて、材料の劣化具合、温度環境といった情報を加味しなければならない。このように、あらゆる環境・状況におけるパラメータを有するデータベースの構築が、より正確な帯電解析の実現につながる。

現在、データベース構築のために、同大学では宇宙材料の二次電子放出係数測定装置の開発を行っている。二次電子放出係数とは、すなわち物質の帯電のしやすさを表す指標である。宇宙空間のような電子の衝突しやすい環境の中で、この係数の高い物

質は正に、逆に係数の低い物質は負に帯電しやすい傾向をもっている。

この二次電子放出係数の測定を行うにあたって、低圧環境と電子の衝突環境の模擬を、電子銃を備えたオージェ電子測定装置を用いて行なった。空間の圧力は $5 \times 10^{-5}$  Pa、電子銃は25 eV~3000 eVのレンジで電子を照射することができる。また、絶縁体の測定において”帯電現象”が測定に大きな影響を及ぼすことが知られているが、我々は絶縁体の薄膜サンプルについて、“パルス・スキャン法”と呼ばれる方法を用いることによって、電子照射後に残る帯電をほぼ無視しながら二次電子放出係数の測定を行える。

これらの測定環境から、導体・絶縁体を含む様々な宇宙材料に加えて、それらの劣化サンプル(原子状酸素劣化、紫外線劣化)に関する測定を行なってきた。本稿では、この装置に加熱器と冷却器を搭載し、高温・低温環境における二次電子放出係数の測定方法について記載する。さらに、実験によって得られた結果を常温の結果と比較しながら考察を行う。

## 2. 二次電子放出係数

低圧環境下において電子が宇宙機材料に衝突した場合、入射電子の数とは別個数の電子が放出される。

このとき、入射電子の数( $N_{in}$ )と放出電子の数( $N_{out}$ )を比で表したものを二次電子放出係数 $\sigma$ と定義する。

$$\sigma = \frac{N_{out}}{N_{in}} \quad (1)$$

もし、放出電子の数が入射電子の数よりも多ければ( $\sigma > 1$ )、材料は正に帯電しようとする。逆にもし、放出電子の数が入射電子の数よりも少なければ( $\sigma < 1$ )、材料は負に帯電しようとする。二次電子放出係数は材料の種類だけではなく、表面状態や温度によっても変化する。[1]

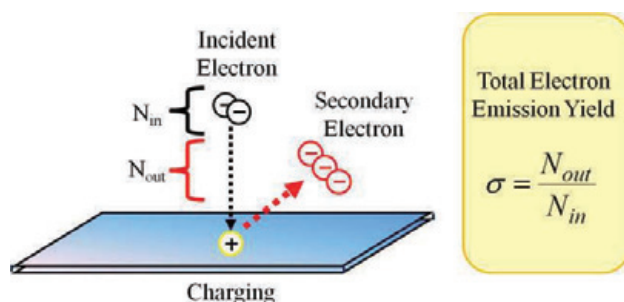


図 1 二次電子放出現象

### 3. 測定方法

異なる温度環境下における二次電子放出係数の測定は、以下の3つの試験の複合により構成される。

- (1). 二次電子放出係数の測定
- (2). 温度環境の構築
- (3). サンプル温度の測定

以上を踏まえて試験方法を記載する。

#### 3.1. パルス・スキャン方法

薄膜サンプルの二次電子放出係数を測定するために、オージェ装置を使用した。この装置は大きく分けて、電子を照射する電子銃、サンプルを移動・固定するステージ、放出した電子を捕獲するコレクタの3つの機器によって構成されている。そして、 $10^{-3}$  Pa -  $10^{-5}$  Paの圧力下で、固定されたサンプルに電子ビームを照射することが可能である。また、ステージとコレクタには-300 Vと-250 Vの負バイアスコンデンサを設け、コレクタとステージ間に電位差50 Vの電界を形成している。このバイアスによるメリットは2つある。ひとつは、電子ビームの照射出力が300V増しになることで、低エネルギー電子の放出係数を擬似的に測定することが出来ること。バイアスを掛けなかった場合、300 eV 以下の電子はサンプルまで到達できずに離散してしまう場合がある。もう一つは、50Vの電界を形成することで電子がコレクタに引きつけられ、電子が捕獲しやすくなることである。この電界に引きつけられた放出電子はコレクタに捕獲

され、コレクタ電流( $I_{co}$ )としてオシロスコープで観測される。また、サンプルが得たあるいは失った電子を補うように移動する電子電流をサンプル電流( $I_{sa}$ )として同時に観測する。これら $I_{co}$ 、 $I_{sa}$ はnA単位の非常に小さな電流であるため、高速電流アンプで増幅してから測定を行なった。(図2)

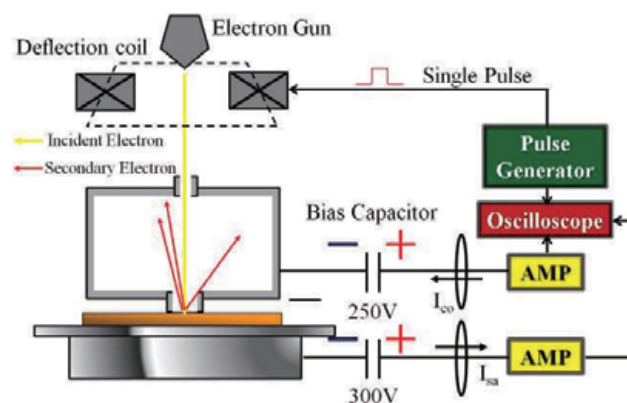


図 2 オージェ装置

二次電子放出係数は、入射する電子数に対する放出する電子数との比で表せるため次式(2),(3)で計算される。

$$\sigma = \frac{N_{out}}{N_{in}} = \frac{I_{out}}{I_{in}} \quad (2)$$

$$\sigma = \frac{I_{co}}{I_{co} + I_{sa}} \quad (3)$$

ここで $I_{out}$ は放出した電子電流、 $I_{in}$ は入射電子電流を表す。以上の測定装置の校正を、式(3)を用いて金サンプルの二次電子放出係数の測定で行なった。その結果を次の図3に示す。[2]

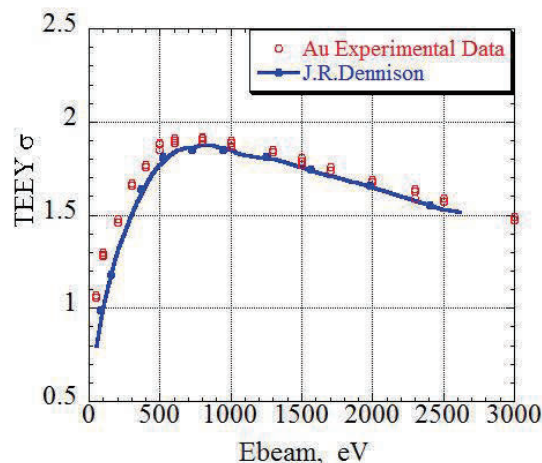


図 3 金を用いた二次電子放出係数測定の校正。

導体の測定とは異なり、絶縁体の二次電子放出係数の測定では、電子照射による帯電現象を考慮する必要がある。絶縁体サンプルは、一度電子を照射すると、物質表面の電位が正または負に帯電する。物質表面の帯電は電子の放出を妨げ、二次電子放出係数の測定に大きな誤差を与える。ここで、我々は“パルス・スキャン方法”を用いることで、絶縁体の帯電をある程度回避することに成功した。[3]

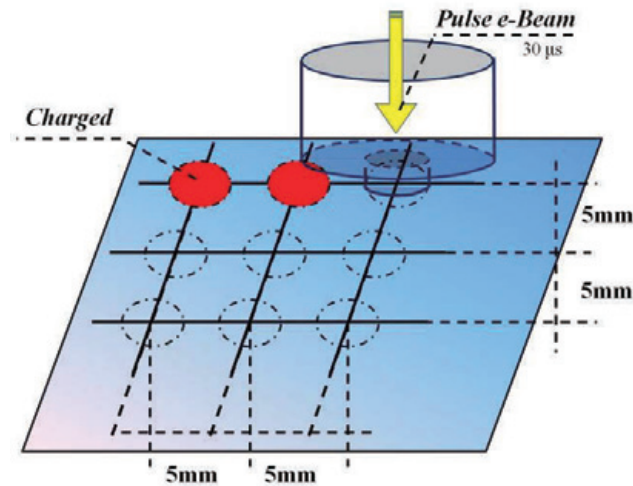


図4 パルス・スキャン方法

パルス・スキャン方法では、電子ビームを30  $\mu$ s のパルス波で照射する。パルス波を用いることで、絶縁体表面の帯電を最小限に抑えることができる。また、一度の測定ごとに照射位置を変えた。実際の測定では図4で示すように、測定箇所を5×5個用意した。これにより、常に帯電の影響を無視した測定を行うことができる。

### 3.3. サンプルの加熱システム

計測装置にはベーキング用のヒーターが備え付けられている。このヒーターを使用することで、装置内部を100℃以上加熱することができる。ヒーターの最大電圧は130Vであり、サンプル温度を100℃に達するためには40Vのバイアスを付加する必要がある。またサンプル温度の測定には熱電対を使用し、温度調節器に使われるリレー装置(ESCN omron社製)をヒーターのスイッチに組み込む事で、温度を一定に保った。

### 3.3. サンプルの冷却システム

計測装置に液体窒素タンクを設け、サンプルの冷却システムを構築した。加熱システムであるヒーターの位置も同時に図5に示す。

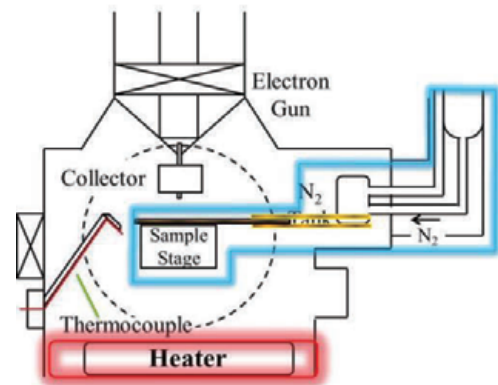


図5 温度環境の構築装置

サンプルの冷却には、液体窒素タンクから伸ばした銅板をサンプルの下に敷き、接触冷却を試みた。ただし、ステージは可動式のため、ステージに取り付けられた銅板を、タンクに取り付けられた2枚の銅板に挟みこむような形で接続されている。また、コレクタ、ステージには200V以上の負バイアスがかけられているため、銅板には薄い絶縁テープで絶縁処置を施している。

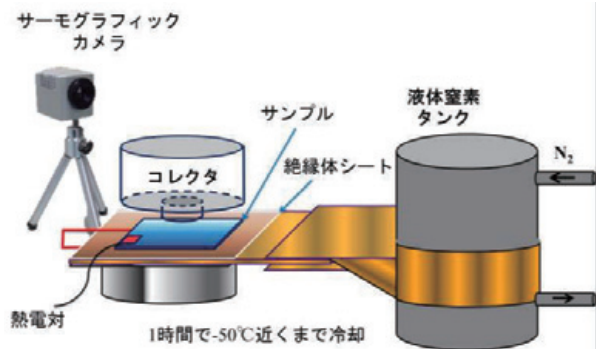


図6 温度環境の構築装置

低温試験を行うにあたって、サンプルの正確な温度を記録できなければならない。これらの温度の測定のために熱電対とサーモグラフィを使用した。一度サンプルに熱電対を取り付け、その温度を観測する。そしてさらに、チャンバー外の覗き窓には、サーモグラフィのカメラが設置されている。これにより、チャンバー内の温度分布と温度変化の様子を視認することができる。以上の方法によりサンプル温度約-50℃を観測したが、詳しい結果については4.3章にて後述する。



### 3.4. 試験環境

以下の表1にて試験環境を示す。

表 1 システム詳細

Catalog	Value
圧力	$7.2 \times 10^{-5}$ Pa
入射電子エネルギー	50 eV ~ 3 keV
入射電子電流	10 ~ 30 nA
照射パルス長	30 $\mu$ s
照射面積	1 mm <sup>2</sup>
バイアス (ステージ/コレクタ)	-300 V / -250 V
SN 比	High
サンプル	金蒸着ガラス (Au) /ポリイミド薄膜 (Kapton 100H) /カバーガラス (GMG)
サンプル厚さ	25 $\mu$ m / 100 $\mu$ m
測定可能な厚み	0 ~ 2.5 mm
温度 (高温 / 室温 / 低温)	100 / 23 / -20 $^{\circ}$ C

## 4. 試験結果

### 4.1. 常温環境試験

先に説明したオージェ装置とパルス・スキャン法を用いることで、室温における絶縁体薄膜(Kapton 100H)の二次電子放出係数測定を行なった。参考資料との比較結果を以下図7に示す。

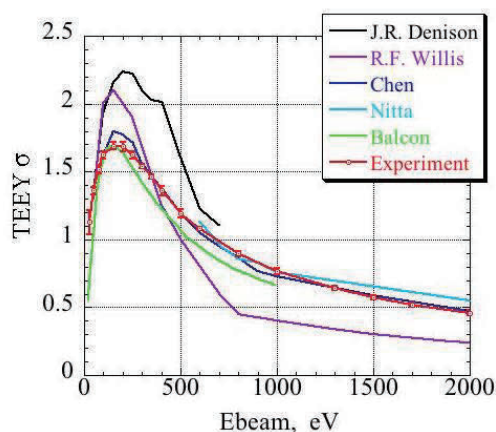


図 7 絶縁体材料の二次電子放出係数(Virgin)

図7より、すべての曲線において約200 eV付近にてピークをとる結果が得られている。入射電子エネルギーの増加に伴い上に凸となる曲線を描くのは、電子の浸透深さが深くなっていることを意味している。基本的に二次電子の放出数は、入射電子のエネルギー値に依存している。しかし、入射電子のエネルギーが大きくなるに従って、電子は物質表層深くまで

潜り込む。深層に潜り込んだ電子のエネルギーは二次電子放出現象には使われず、物質中でエネルギーを吸収されてしまう。したがって、高エネルギー電子の衝突の際には、物質の電位は負に沈むことが示される。

J.R. Denison様、R.F. Willis様の曲線<sup>[4]</sup>と我々の試験結果との比較を見ると、ピークエネルギー値は同じであっても、電子の放出数に違いが出ていることがわかる。これは帯電緩和方法の違いが起因しているのではないかと考える。我々の用いたパルス・スキャン法以外にも、帯電緩和の手段はいくつかあり、低エネルギー電子やイオンの照射、紫外線による光電効果、加熱といったものが挙げられる。

### 4.2. 高温環境試験

ベーキング用ヒーターと温度調節器により100 $^{\circ}$ Cを保った高温環境で、Kapton 100Hの二次電子放出係数測定を行なった。その結果を次の図8に示す。

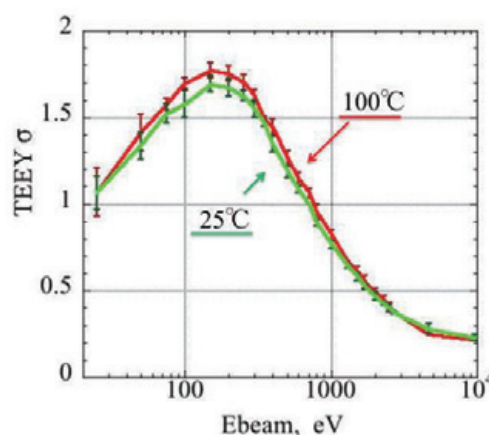


図 8 高温環境における絶縁体の二次電子放出係数

図8の結果は、室温・高温の各点それぞれ5~10回に渡る測定の統計データをもとに比較しており、またエラーバーはその時の標準偏差を表す。この結果より、常温時のピーク値1.7 (入射エネルギー: 160eV) に対して高温ではピーク値1.8の値をとった。また図8の傾向から、高温サンプルは常温時に比べて高い二次電子放出率を持つことが見て取れる。これは、加熱エネルギーが電子の動きを活発にさせたことにより放出率が上がったのではないかと考えている。

### 4.3. シュラウドによる冷却効果

二次電子放出係数測定試験を行う前に、熱電対によるサンプル温度の変化を記録した。その結果を図9に示す。

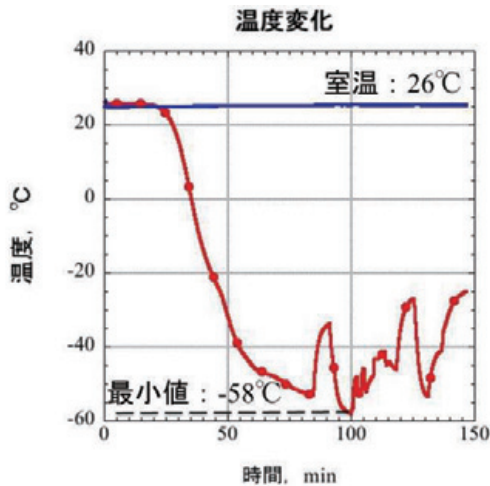


図 9 サンプルの冷却温度

使用した液体窒素は3リットル程度、冷却時間は2時間である。結果、-58°Cまでサンプル温度が下がることを確認した。また、サーモグラフィによる撮影を行なった為、何度か液体窒素タンクとの接続を断ち、これにより一時的に温度が急上昇した。この時の上昇速度は毎分約1°Cであった。再接続をした際には同様の速度で温度が低下することも確認できた。

しかしパルス・スキャン方法の特性上、必ずサンプルステージを動かさなければならない。このため熱を伝える銅板と液体窒素タンクとの接触面積が測定点ごとに変わり、サンプル温度もこれに依存してしまう。したがって、事前に5×5の測定ポイントにおける最低温度を測定した。その様子を図10に示す。

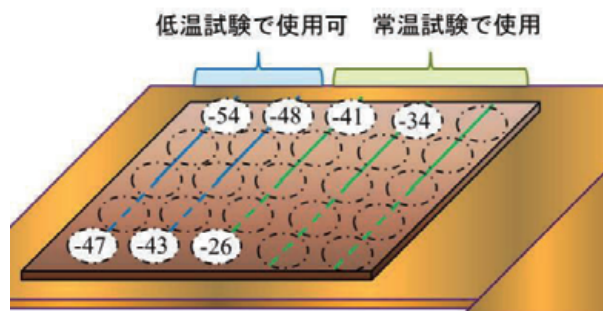


図 10 各測定点における最低温度

図10より、-40°C以下を設定温度に添えた場合、わずか2列しか測定に使用できないことが見て取れる。したがって実際の試験では、まず右反面を室温試験で使用し、続けて左半分を低温試験で使った。この時の二次電子放出係数測定結果を図11に示す。

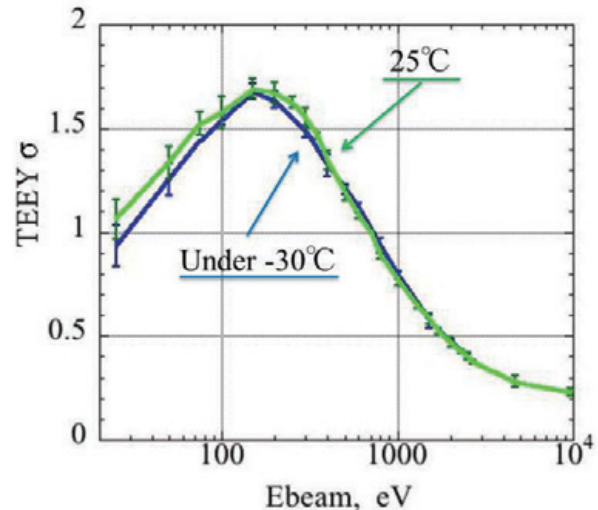


図 11 低温環境下における絶縁体(Kapton 100H)の二次電子放出係数

図11の結果も高温と同様、各エネルギーにつき5~10回に渡る測定の統計データをもとに比較しており、またエラーバーはその時の標準偏差を表している。これより室温と-30°C以下の低温環境下との比較では、多少の下降傾向が見られたものの、二次電子放出係数の曲線に殆ど変化が見られなかった。

#### 4.4. カバーガラス(CMG)における二次電子放出係数温度特性

絶縁体宇宙材料として代表されるカバーガラス(CMG100-OCLI社製)について、同様の方法で高温・常温・低温状態における二次電子放出係数の測定を行なった。ただし、カバーガラスには絶縁コーティング(CMG)を施されたものを使用している。その結果を図12に示す。

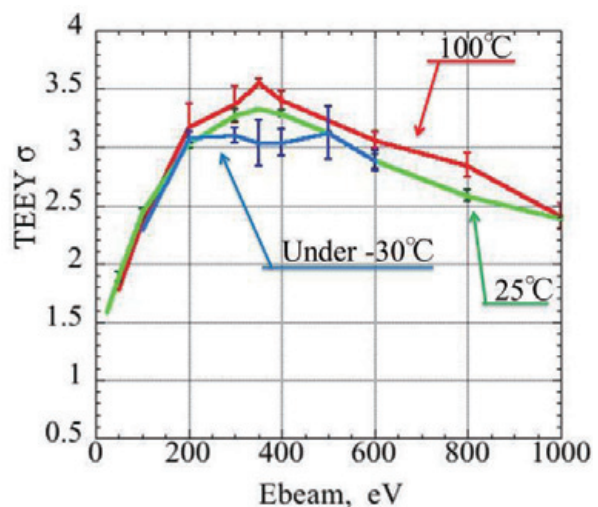


図 12 カバーガラス(CMG100)の二次電子放出係数温度特性

図12結果は、5-10回に渡る測定の実験データをもとに比較しており、またエラーバーはその時の標準偏差を表している。ただし測定方法の都合上、低温サンプルは1回の試験における測定点が少ないため、ピーク付近(100eV-600eV)の値のみ測定した。

この結果より、常温時のピーク値3.3（入射エネルギー：350eV）に対して、高温では3.5、低温では3.0と異なる値を示した。図12の3波形の傾向から、二次電子放出係数は高温時で上昇傾向、低温時は下降傾向となる特性が見られた。

#### 4.5. 導体(Au)における二次電子放出係数温度特性

導体であるAuについて同様の方法で、高温・常温・低温状態における二次電子放出係数の測定を行った。その結果を図13に示す。

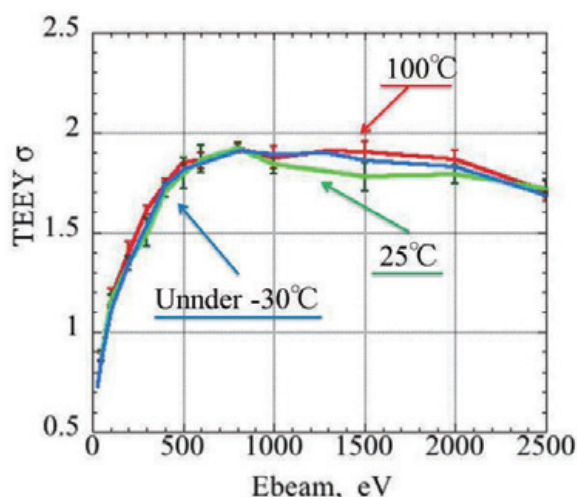


図 13 導体(Au)の二次電子放出係数温度特性

図12結果は、10回に渡る測定の実験データをもとに比較しており、またエラーバーはその時の標準偏差を表している。

この結果より、各温度でピーク値はほぼ一致した。このため導体(Au)では温度による二次電子放出係数の変化はあまり見られなかった。

### 5. 結論・考察

3つのサンプル (Au, Kapton100H, CMG100) について高温・室温・低温環境下における二次電子放出係数の測定を行った。室温を25℃とし、高温100℃、低温-30℃以下までサンプルの温度を変化させて試験を行なった。温度の値は熱電対によって計測されたものである。この時、各サンプルについてピーク値の変化をまとめたものを表2に示す。

表2 導体・絶縁体の二次電子放出係数温度特性

Sample	High 100℃	Room 25℃	Low under-30℃
Kapton100H	1.8	1.7	1.7
CMG100	3.5	3.3	3.0
Au	1.9	1.9	1.9

絶縁体であるKapton100Hでは、高温時に放出係数のピーク値に5.9%の上昇傾向が現れた。同じく絶縁体であるCMG100に、は高温時のピーク値に6.1%の上昇傾向と低温時に9.1%下降傾向がみられた。また導体であるAuには、二次電子放出係数のピーク値に変化は見られなかった。

我々はこの結果に対して、各サンプルの抵抗率に着目し考察を行なった。

#### 5.1. 抵抗率の温度特性

一般的に物質の抵抗値は、導体・絶縁体を問わず温度に依存して変化することが知られている。基本的には室温 $T_1$ とした時の温度係数を $\alpha_{T1}$ 、抵抗値を $R_{T1}$ とすると、温度 $T$ における物質の抵抗値 $R_T$ は次の式(4)で表せる。

$$R_T = R_{T1} [1 + \alpha_{T1} (T - T_1)] \quad (4)$$

温度係数 $\alpha_{T1}$ は物質によって異なる値を示し、導体ならば正の値を、半導体や絶縁体ならば負の値をとることが知られている。すなわち、導体であれば温度上昇と共に抵抗値も上昇し、電流は流れにくくなる。逆に絶縁体や半導体であれば温度の上昇につれ抵抗率は下がり、電流は流れやすくなる。

我々の試験においてこの特性を考慮すると、高温および低温でのサンプル内部の電子の動きが想像できる。

まず導体サンプルに電子が照射され、二次電子をピーク値で放出した場合を考える。この時、電子を失った箇所では周りの自由電子が瞬時に補充される。また、接地されていれば二次電子を放出し続けることも出来る。ここで温度が変化した場合、抵抗値も変化するが依然高い伝導性を保ち続けていることには代わりはない。すなわち、失った電子を補充するという点において、導体は温度による影響を受けにくいことを意味している。

しかし絶縁体の場合、電子を失った箇所の周りには自由電子が存在しないため、電子を補充することが出来ず帯電してしまう。しかし、たとえ絶縁体であっても物質の電気伝導率によって、わずかな電子の補充が生じると考えられる。この時、絶縁体のサンプルが加熱され抵抗率が下がれば、電子照射時に通常より多くの電子が補充され、常温以上の電子を放出していた可能性に繋がる。逆にサンプルを冷却



することにより抵抗率が上がれば、より電子の補充が難しくなるため二次電子放出係数は低下するとかんがえられる。

参考として、九州工業大学の利光智圭様の文献より、カバーガラスの低効率温度特性に関する測定結果を図14、表3に示す。[5] ただし表3の値は図5.1のグラフから各温度の抵抗値を読み取ったものである。

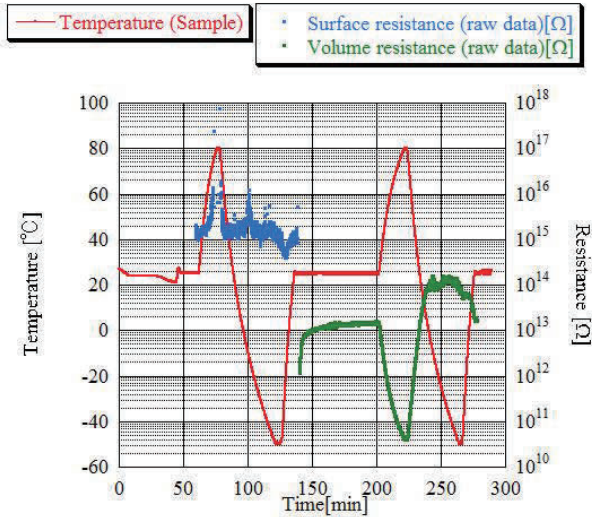


図 14 温度過程とカバーガラス(CMG)の表面抵抗および体積抵抗測定結果<sup>[5]</sup>

表3 体積抵抗の温度特性

温度	表面抵抗[Ω/m <sup>2</sup> ]	体積抵抗 [Ωm]
高温 (80℃)	$1 \times 10^{16}$	$4 \times 10^{10}$
常温 (21℃)	$1.5 \times 10^{15}$	$1.5 \times 10^{13}$
低温 (-40℃)	$1.5 \times 10^{15}$	$1 \times 10^{14}$

## 6. 今後の予定

今後、様々な宇宙材用について二次電子放出係数の温度特性を測定する予定である。

また温度変化に伴う抵抗値変化と二次電子放出係数変化の関係性を確認するため、九州工業大学先端システム工学科のArifur Rahman Khan助教授の指導のもと高温・室温・低温におけるポリイミド薄膜とカバーガラスの抵抗値の測定を行っていく。

## 参考文献

- 1) J. B. Johnson and K. G. McKay et al: Secondary Electron Emission of Crystalline MgO, Physical Review Vol. 91, Number 3, pp.582-587 (1953).
- 2) J. R. Dennison et al: Evolution of the Electron Yield Curves of Insulators as a Function of Impinging Electron Fluence and Energy, IEEE Trans. Plasma Sci., 34(2006), pp. 2204-2218.
- 3) Jiang Wu et al: Effects of Energetic Electron and Proton Irradiation on Electron Emission Yield of Polyimide Induced by Electron and Photon, Trans. JSASS Aerospace Tech. Japan Vol.12, No. ists29 (2014), pp. 13-19.
- 4) R. F. Willis and D. K. Skinner: Secondary Electron Emission Yield Behaviour of Polymers, Solid State Communications, Vol.13, pp.685-688 (1973).
- 5) 利光智圭 et al: 宇宙用太陽電池アレイ上での放電頻度の温度特性、九州工業大学修士学位論文、pp.83-86