

高分子フィルムの帯電計測による物性評価

Electrical Properties of Polymer Films Obtained by Low Energy Electron Beam Charging Method

藤井 治久

Haruhisa Fujii

奈良工業高等専門学校 電気工学科

Nara National College of Technology, Department of Electrical Engineering

fujii@elec.nara-k.ac.jp

大平 正道・奥村 哲平

Masamichi Oohira and Teppei Okumura

宇宙航空研究開発機構

Japan Aerospace Exploration Agency (JAXA)

1. はじめに

地球近傍の宇宙環境には高エネルギー荷電粒子やプラズマが存在し、軌道に投入された宇宙機は、それらとの相互作用により帯電放電現象を来すことが知られている⁽¹⁻³⁾。帯電放電現象が発生すると宇宙機は種々の悪影響を受けるため、この帯電放電現象は宇宙機の信頼性にとって大きな脅威になっている。そのため、宇宙機の開発においては、その帯電放電現象を如何に防止・抑制するかということが重要な課題となっている。そこで、宇宙環境の中で宇宙機の帯電状況を予測するための帯電解析手法の開発が各国で精力的になされ、わが国では、帯電解析プログラム MUSCAT (Multi-Utility Spacecraft Charging Analysis Tool) が九州工業大学 趙教授らによって開発され⁽⁴⁾運用されている。この MUSCAT プログラムには、各種表面材料の体積抵抗率や2次電子放出係数、光電子放出係数、RIC (Radiation-Induced Conductivity)、光電導度などの物性値をデフォルトとして入力しておく必要があるが、現時点では必ずしも十分な材料の物性値が入力されている状況ではない。そこで、筆者らは、これまで行ってきた電子ビーム照射による各種表面材料の帯電特性データ(照射中並びに照射後)から、電気的物性値として重要な体積抵抗率や2次電子放出係数を導出し、MUSCAT プログラムに反映させることを目的として研究を行っている^(5,6)。筆者らは前報⁽⁶⁾において、50 μm 厚ポリイミドカプトンフィルムの物性値について報告した。今回、ポリイミド系フィルムの種類や厚さ、コーティングが物性値(特に、2次電子放出係数)に与える影響を検討したので、報告する。

2. 実験方法

2.1 実験方法

本研究に用いた実験系の概略を図1に示す。

試料を真空チャンバに取り付けた後、真空チャンバを真空引きし、 $1.3 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 以下の圧力下で、エネルギー E 、電流密度 J_b の電子ビームを試料に照射した。

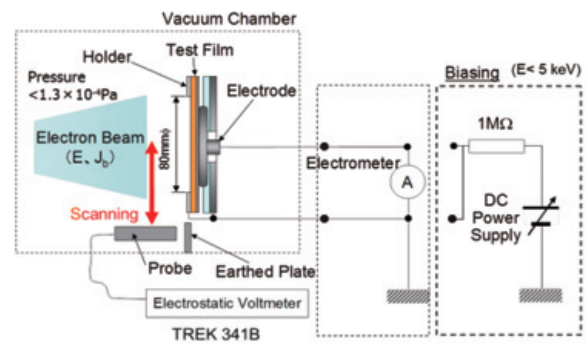


図1 実験系の概略

電子ビーム照射中および照射停止後の試料の表面電位は、非接触表面電位計 (TREK 341B) に接続されたプローブ (TREK 3450E) を、直線運動導入機により、試料表面上 3~5mm の距離を保って挿引し計測した。また、試料裏面の金属蒸着層から電極を通して流れる電流 $I(t)$ を、内部抵抗 $1\text{M}\Omega$ のペンレコーダ (横河電機 LR-8100) により計測した。

なお、本実験においては、2次電子放出特性の評価を中心に行った。前報^(5,6)で述べたように、通常2次電子放出係数が1になるエネルギー E_{II} は5keV以下に存在すると考えられるので、 $E \leq 5\text{keV}$ の電子ビーム照射による帯電計測を行った。 $E < 5\text{keV}$ の場合、電子加速電圧を-5kV固定とし、直流安定化電源(菊水電子 PAD 1K-0.2L)により試料全体を負の電位 V_b にバイアスし電子のエネルギーを減速して試料に照射した。な

お、バイアス時には、電流計測は行っていない。また、実験は全て室温（約 20°C）で行った。

2.2 実験と解析の流れ⁽⁷⁾

本実験では、前述したように、 $E \leq 5\text{keV}$ の電子ビーム照射を行った。この照射実験から、2 次電子放出係数、体積抵抗率の導出に関しては、図 2 のフローに従って実施した。

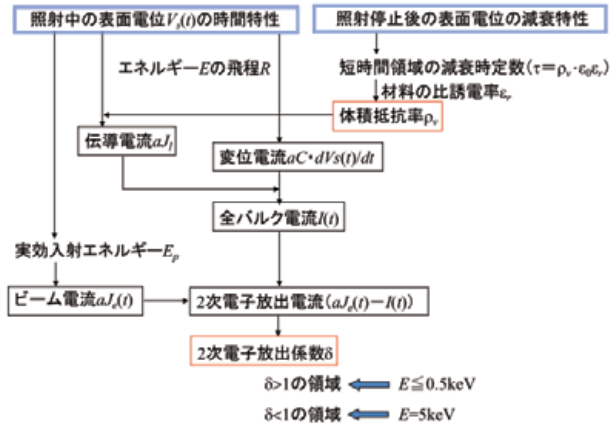


図 2 実験と解析のフロー

対象評価試料をエネルギー E の電子ビームで照射し、照射中の表面電位を TREK 表面電位計により計測する。また、ビーム照射停止後の表面電位減衰特性も TREK 表面電位計により計測する。

まず、表面電位減衰特性から、減衰時定数 τ を導出する。この減衰時定数 τ は、材料の誘電率 $\epsilon_0\epsilon_r$ (ϵ_0 : 真空中の誘電率 (= $8.9 \times 10^{-12}\text{F/m}$)、 ϵ_r : 比誘電率) と体積抵抗率 ρ_v の積

$$\tau = \epsilon_0\epsilon_r \cdot \rho_v \quad \dots (1)$$

で表され、比誘電率 ϵ_r が既知であれば、体積抵抗率 ρ_v を得ることができる。

次に、この体積抵抗率 ρ_v を用いて、照射中の表面電位 $V_s(t)$ から、伝導電流 I_l を次式により導出する。

$$I_l = aJ_l = a \cdot \frac{1}{\rho_v} \cdot \frac{V_s(t)}{d-R} \quad \dots (2)$$

ここで、 a : ビーム照射領域、 J_l : 伝導電流密度、 d : 試料厚さ、 R : 電子の侵入深さ（飛程）、である。また、 $V_s(t)$ から、ビーム照射中の変位電流 I_d を次式により求める。

$$I_d = a \cdot C \frac{dV_s(t)}{dt} = a \cdot \frac{\epsilon_0\epsilon_r}{d-R} \cdot \frac{dV_s(t)}{dt} \quad \dots (3)$$

ここで、 C : 試料の単位面積あたりの静電容量、であ

る。 I_l と I_d の和が全バルク電流 $I(t)$ であり、次式で示される。

$$I(t) = a \left\{ \frac{\epsilon_0\epsilon_r}{d-R} \cdot \frac{dV_s(t)}{dt} + \frac{1}{\rho_v} \cdot \frac{V_s(t)}{d-R} \right\} \quad \dots (4)$$

一方、電子ビーム照射により表面電位が $V_s(t)$ になった時、実質的に試料表面に入射する電子のエネルギー $E_p(t)$ は、

$$E_p(t) = E + V_s(t) \quad \dots (5)$$

で表されるので、試料に入射する 1 次入射電子電流密度 J_e は、ビーム電流密度 J_b により、

$$J_e(t) = J_b \cdot \left(\frac{E_p(t)}{E} \right)^{1/2} \quad \dots (6)$$

となる。したがって、試料表面から放出される 2 次電子放出電流密度を J_{se} とすると、

$$a(J_e(t) - J_{se}(t)) = I(t) \\ \therefore aJ_{se}(t) = aJ_e(t) - I(t)$$

となるので、2 次電子放出係数 δ は、

$$\delta(t) = \frac{aJ_{se}(t)}{aJ_e(t)} = \frac{aJ_e(t) - I(t)}{aJ_e(t)} \quad \dots (7)$$

となり、照射中に時々刻々と変化する。したがって、照射中の $E_p(t)$ と $\delta(t)$ が得られれば、2 次電子放出係数の入射エネルギー依存性が得られることになる。

通常、2 次電子放出係数が 1 になる入射電子のエネルギーを E_{II} とすると、 $E > E_{II}$ の領域では負に帯電し、時間とともに電位が負に高くなっていく。実質的な入射エネルギー $E_p(t)$ が E_{II} に近づいてくると、表面電位は負電位で飽和するようになる。

一方、 $E < E_{II}$ の場合は、 $\delta > 1$ なので正に帯電し、時間と共に電位が正に高くなっていき、 $E_p(t)$ が E_{II} に近づいてくると、表面電位は正電位で飽和するようになる。通常、 $E < E_{II}$ の電子ビームを照射すると正帯電が生じるため、放出された低エネルギー（数 eV 程度）の 2 次電子が試料表面に引き戻されるが、本手法においては、試料全体を負にバイアスして $E=5\text{keV}$ の電子を減速して照射するので、2 次電子の試料表面への引き戻しが起こりにくいと考えられる⁽⁹⁾。したがって、本実験では、 $E=5\text{keV}$ で負の表面電位がほぼ飽和するまで照射した。それによって、 $E_{II} \sim 5\text{keV}$ のエネルギー領域の 2 次電子放出係数 δ が導出でき、また、 $E \leq 0.5\text{keV}$ の電子を正の表面電位がほぼ飽和するまで照射した。そ

れによって、 E_{II} より低いエネルギー領域の2次電子放出係数 δ が求まり、 δ の最大値 δ_{max} とその時のエネルギー E_{max} も得られることになる。

2.3 実験試料

今回、実験に供した試料は、ポリイミド系の3種類のフィルム、カプトン、UPILEX_R、Apicalである。試料の諸元を表1に示す。

大きさ約90mm×90mmの試料を試料ホルダに取り付け、直径80mmの穴の開いた厚さ1mm-100mm×100mmのアルミ板でカバーした。このため、電子ビーム照射領域 a は、 $4^2\pi (=50.3)$ cm²であった。

表1 供試試料の諸元

フィルム名	記号	厚さ(μm)	比誘電率	表面コート
Kapton	AK50	50	3.5	なし
	AK25	25	3.5	なし
UPILEX_R	UPILEX_R25	25	3.2	なし
	SQ-coated UPILEX_R25	25	3.2	あり
Apical	Apical_AH25	25	3.3	なし
	SQ-coated Apical_25	25	3.3	あり

3. 実験結果

3.1 カプトンフィルム

まず、50μmのカプトンフィルム(AK50)に対して、 $E=5keV$ で電子ビームを照射した場合の帯電特性について述べる。図3(a)は、照射中の表面電位とバルク電流の時間特性を示し、また、同図(b)には照射停止後の表面電位減衰特性を示す。図3(b)の電位減衰特性から、短時間領域(<200min)の減衰時定数から体積抵抗率を(1)式から導出すると、 $4.4 \times 10^{15} \Omega m$ であった。ここで得られた体積抵抗率を用い、2.2節で説明した手法により、2次電子放出特性を評価した。その結果、2次電子放出係数 $\delta(t)$ と実質的な入射電子のエネルギー $E_p(t)$ の時間特性を示すと、図4になった。この特性から、入射エネルギーの関数として2次電子放出係数が得られ、そのエネルギー領域は1.7keV~5keVである。

次に、図5に、 $E=0.15keV$ (電子加速電圧-5.0kVに対して試料を $V_b=-4.85kV$ にバイアス)で照射した場合のAK50の表面電位の時間特性(a)と照射停止後の電位減衰特性(b)を示す。この表面電位減衰特性から減衰時定数を求め、体積抵抗率を導出すると、 $4.2 \times 10^{16} \Omega m$ であった。この抵抗率と図5(a)の照射中の表面電位特性から、2次電子放出係数と実質的な入射エネルギー $E_p(t)$ の時間特性を求めると、図6のようになった。この図より、入射エネルギーが0.15keV~1keVの範囲で2次電子放出係数が得られる。これら図4および図6から、2次電子放出係数の入射エネルギー依

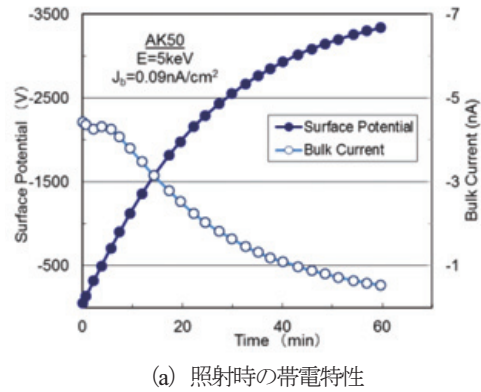
存性を示すと図7のようになった。この図より、AK50の2次電子放出特性として、

$$\delta_{max} \doteq 1.7 @ E_{max} \doteq 0.4keV$$

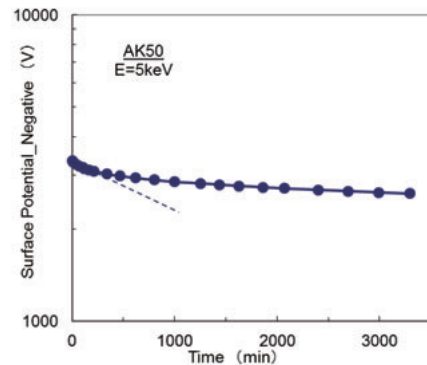
$$E_{II} \doteq 1.3keV$$

が得られた。

次に、AK25の結果について述べる。図8に、 $E=5keV$ で照射中の表面電位特性(a)と照射後の電位減衰特性(b)を示す。この電位減衰特性から、体積抵抗率が $3.6 \times 10^{15} \Omega m$ が得られた。また、図9に、 $E=0.3keV$ で



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図3 50μmカプトンフィルムAK50に $E=5keV$ 、 $J_b=0.09nA/cm^2$ の電子ビームを照射した時の帯電特性

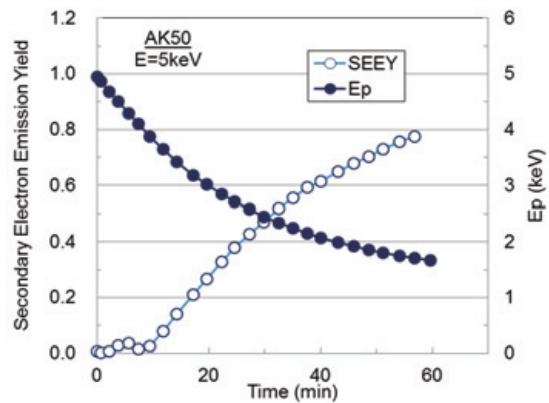
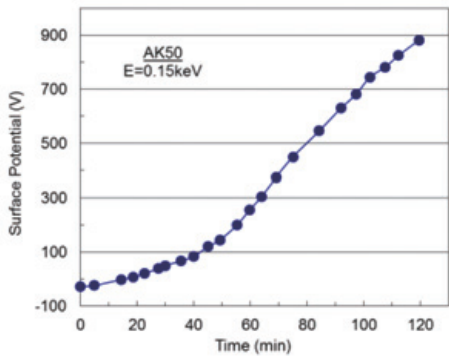
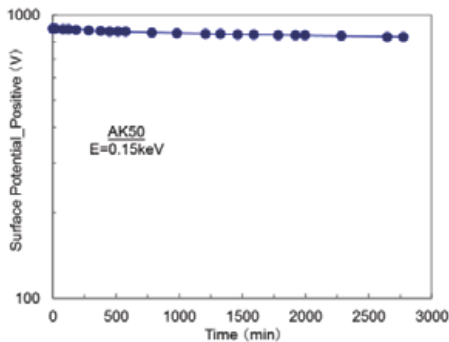


図4 AK50の $E=5keV$ の帯電特性から求めた2次電子放出係数と実質的な入射エネルギーの時間依存性

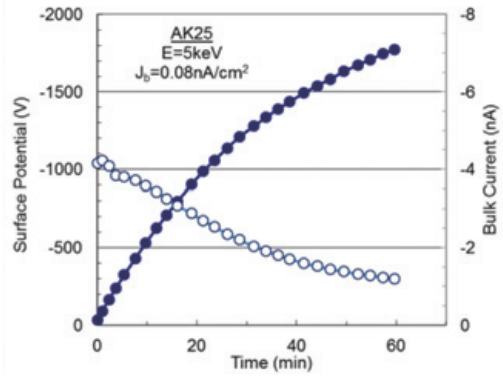


(a) 照射時の帯電特性

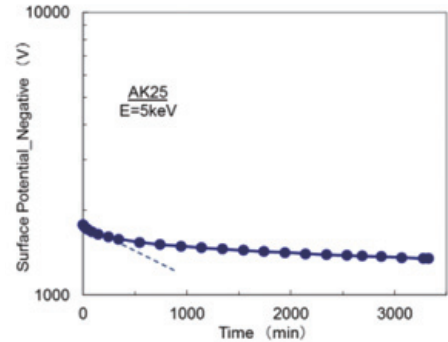


(b) 照射後の電位減衰特性

図5 AK50 に $E=0.15\text{keV}$ 、 $J_b=0.07\text{nA/cm}^2$ の電子ビームを照射した時の帯電特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図8 AK25 に $E=5\text{keV}$ 、 $J_b=0.08\text{nA/cm}^2$ の電子ビームを照射した時の帯電特性

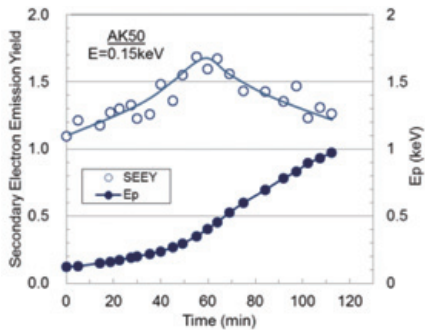


図6 AK50 の $E=0.15\text{keV}$ の帯電特性から求めた2次電子放出係数と実質的入射エネルギーの時間依存性

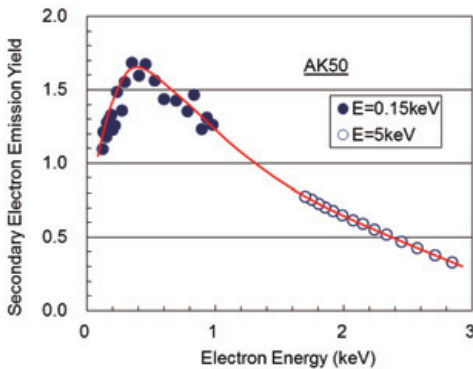
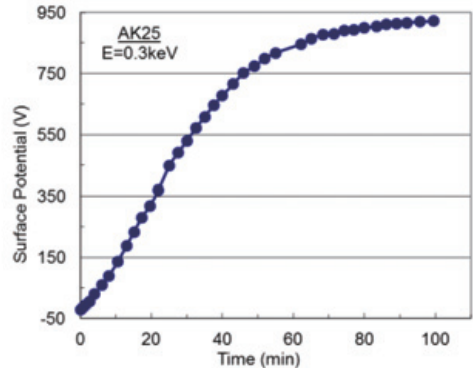
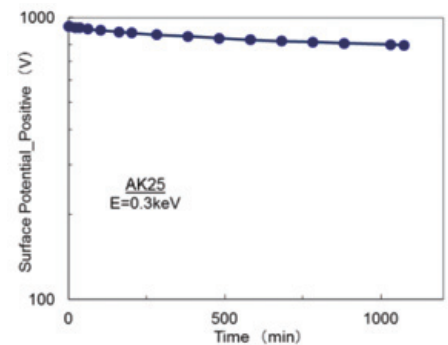


図7 50 μm カプトンフィルム AK50 の2次電子放出特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図9 AK25 に $E=0.3\text{keV}$ 、 $J_b=0.18\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

照射中の表面電位特性 (a)、電位減衰特性 (b) を示す。この電位減衰特性から、体積抵抗率 $7.5 \times 10^{15} \Omega m$ が得られた。これら、2つのエネルギーで照射した帯電特性から、2次電子放出係数の電子エネルギー依存性を示すと、図10のようになった。この図から、

$$\delta_{max} \doteq 1.8 @ E_{max} \doteq 0.4 \text{keV}$$

$$E_{II} \doteq 1.2 \text{keV}$$

となり、ほぼ AK50 と同じで、厚さが変わっても2次電子放出特性は変化しないと考えられる。

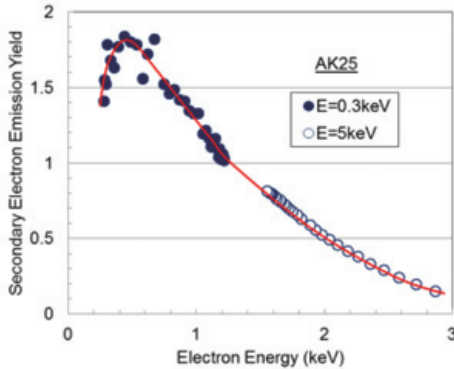


図10 25 μm カプトンフィルム AK25 の2次電子放出特性

3.2 UPILEX_R

次に、25 μm 厚 UPILEX_R の結果について述べる。

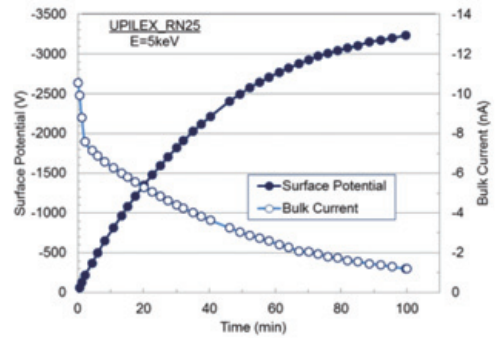
図11に、 $E=5 \text{keV}$ で照射したときの帯電特性 (a) と電位減衰特性 (b) を示し、また、図12に、 $E=0.3 \text{keV}$ での帯電特性 (a) と電位減衰特性 (b) を示す。図11 (b) の電位減衰特性から、体積抵抗率 $4.1 \times 10^{15} \Omega m$ が得られ、また図12(b)の表面電位減衰特性から、体積抵抗率 $1.6 \times 10^{17} \Omega m$ が得られた。これらをもとに、2次電子放出係数の電子エネルギーを求めると、図13のようになった。この図から、

$$\delta_{max} \doteq 1.5 @ E_{max} \doteq 0.4 \text{keV}$$

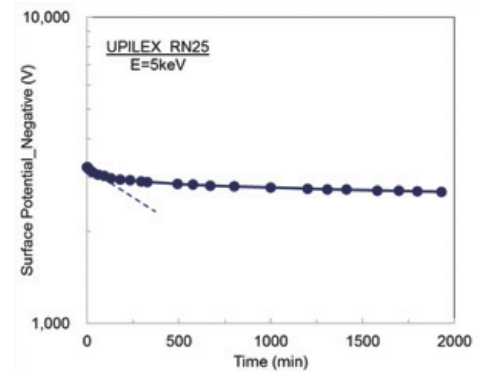
$$E_{II} \doteq 1.2 \text{keV}$$

が得られた。この値は、カプトンの場合とほぼ同じであるが、若干2次電子放出係数が小さくなるようである。

次に、この25 μm UPILEX_R に耐酸素原子性コーティング膜を施したもの (SQ_coated UPILEX_R25) の帯電特性について説明する。図14に、 $E=5 \text{keV}$ での帯電特性を、また、図15には $E=0.3 \text{keV}$ の帯電特性を示している。これらの減衰特性から、体積抵抗率を評価すると、 $E=5 \text{keV}$ の場合は $5.3 \times 10^{15} \Omega m$ 、 $E=0.3 \text{keV}$ の場合は $1.2 \times 10^{17} \Omega m$ が得られた。これらのデータから、2次電子放出係数の電子エネルギー依存性を求めると図16が得られた。ただし、図には $E=1.5 \text{keV}$ での結果も示している。これは、図15からわかるように、

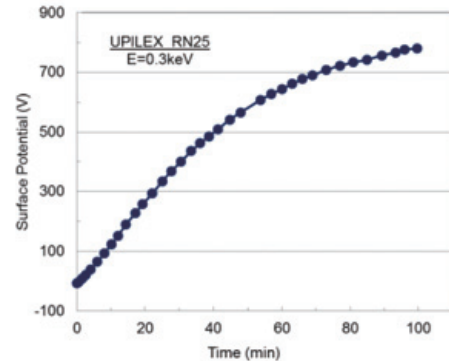


(a) 照射時の帯電特性

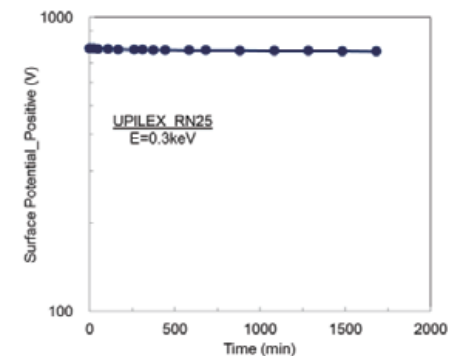


(b) 照射後の電位減衰特性

図11 25 μm UPILEX_R に $E=5 \text{keV}$ 、 $J_b=0.21 \text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図12 25 μm UPILEX_R に $E=0.3 \text{keV}$ 、 $J_b=0.20 \text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

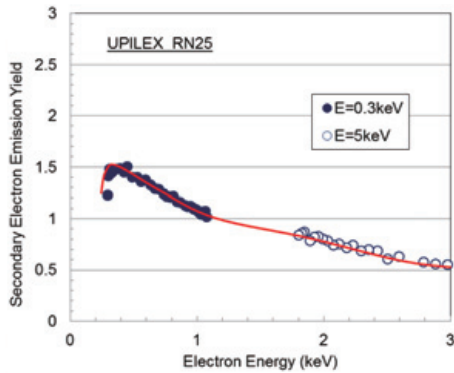
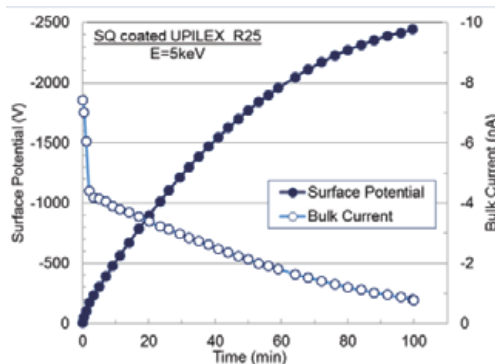
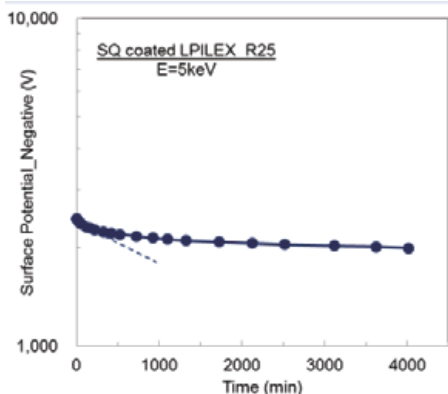


図13 25μmUPILEX_Rの2次電子放出特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図14 25μm SQ コート UPILEX_R に E=5keV、 $J_b=0.08\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

E=0.3keVで100分間照射しても飽和電位に達しなかったため、追加で実施したものである。

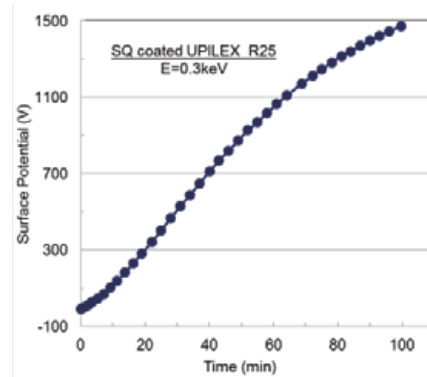
この図16から、SQ コートを施すと、2次電子放出特性は、

$$\delta_{max} \doteq 2.4 @ E_{max} \doteq 0.4\text{keV}$$

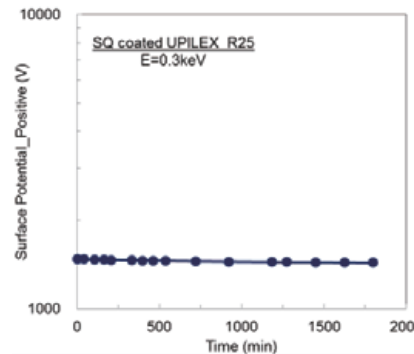
$$E_{II} \doteq 2.2\text{keV}$$

となった。SQ コートを施すと、2次電子放出係数が大きくなり、 E_{II} も高エネルギー側にシフトすることがわかる。

3.3 Apical



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図15 25μm SQ コート UPILEX_R に E=0.3keV、 $J_b=0.08\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

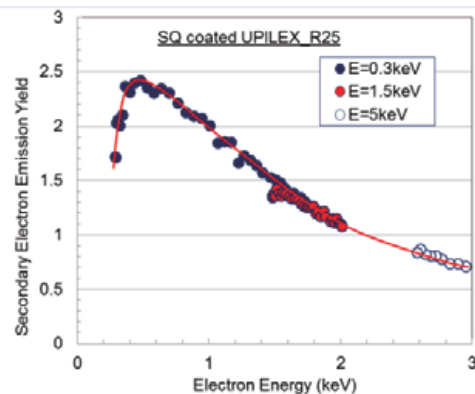


図16 25μm SQ コート UPILEX_R の2次電子放出特性

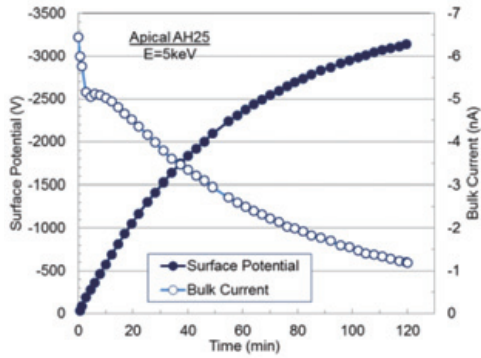
次に、25μm厚 Apical の結果について述べる。

図17に、E=5keVで照射したときの帯電特性と電位減衰特性を示し、また図18に、E=0.3keVでの帯電特性と電位減衰特性を示す。図17(b)の電位減衰特性から体積抵抗率 $2.6 \times 10^{15} \Omega\text{m}$ が得られ、また、図18

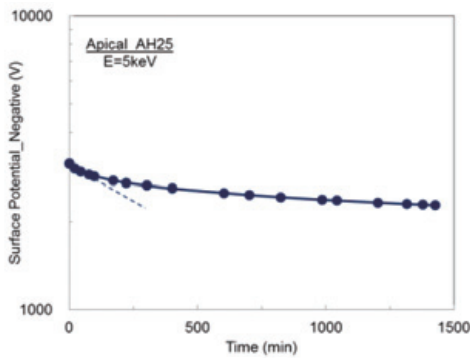
(b)の表面電位減衰特性から体積抵抗率 $3.1 \times 10^{16} \Omega\text{m}$ が得られた。これらをもとに、2次電子放出係数の電子エネルギーを求めると、図19のようになった。この図から、

$$\delta_{max} \doteq 1.6 @ E_{max} \doteq 0.4\text{keV}$$

$$E_{II} \doteq 1.2\text{keV}$$

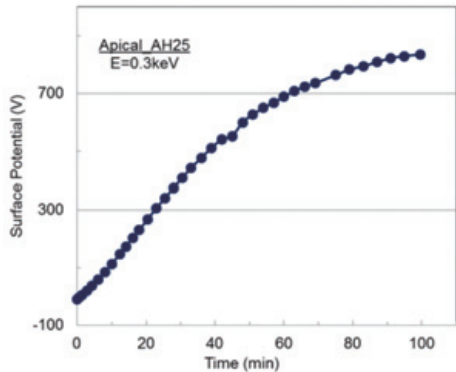


(a) 照射時の帯電特性

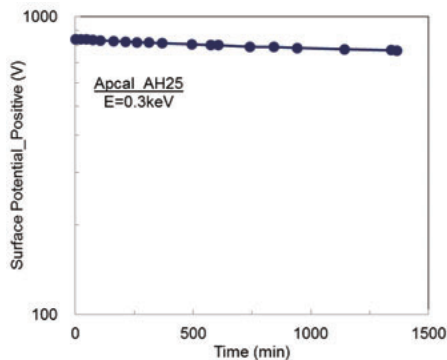


(b) 照射後の電位減衰特性

図17 25 μ m Apical に $E=5\text{keV}$ 、 $J_b=0.13\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図18 25 μ m Apical に $E=0.3\text{keV}$ 、 $J_b=0.18\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

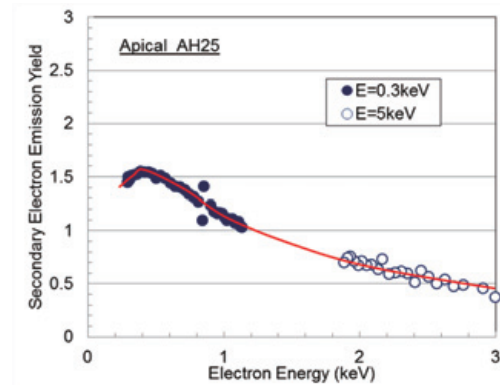
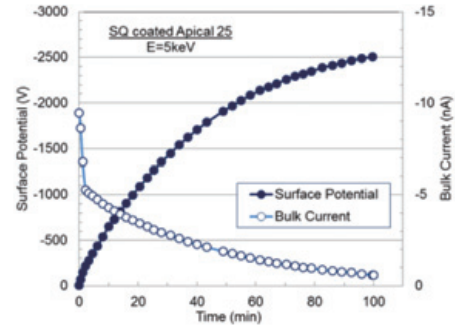


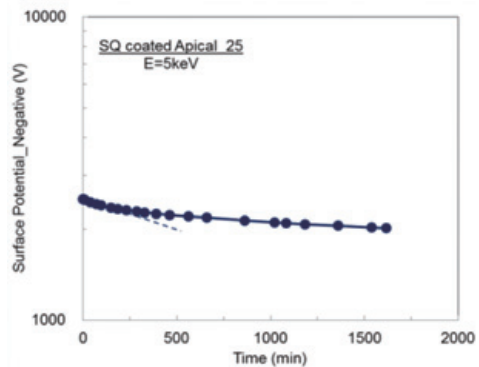
図19 25 μ m Apical の2次電子放出特性

が得られた。この値は、カプトンやUPILEX_Rの場合とほぼ同じである。

次に、この25 μ m厚 Apical にも珪酸素原子性コーティング膜を施し (SQ coated Apical_25)、帯電特性から2次電子放出特性を評価した。図20に $E=5\text{keV}$ での帯電特性を、また、図21に $E=0.3\text{keV}$ の帯電特性を示す。これらの減衰特性から、体積抵抗率を評価すると、 $E=5\text{keV}$ の場合は $5.0 \times 10^{15}\Omega\text{m}$ 、 $E=0.3\text{keV}$ の場合は $3.8 \times 10^{15}\Omega\text{m}$ が得られた。これらのデータから、2次電子放出係数の電子エネルギー依存性を求めると図22が得られた。ただし、図には $E=1.8\text{keV}$ での結果も示し

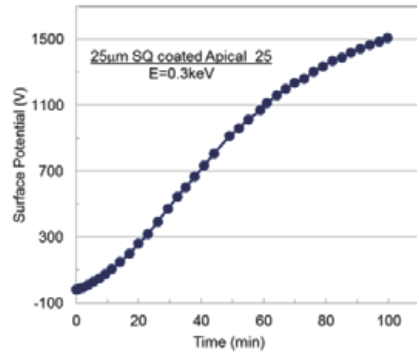


(a) 照射時の帯電特性

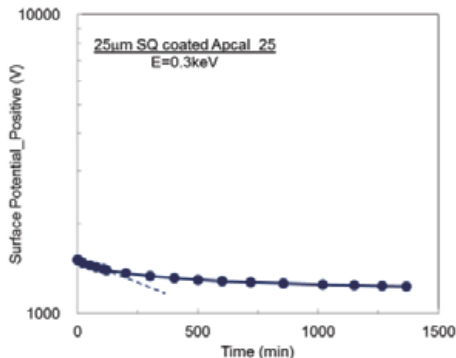


(b) 照射後の電位減衰特性

図20 25 μ m SQ コート Apical に $E=5\text{keV}$ 、 $J_b=0.19\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性



(a) 照射時の帯電特性



(b) 照射後の電位減衰特性

図21 25 μ m SQ コート Apical に $E=0.3\text{keV}$ 、 $J_b=0.09\text{nA/cm}^2$ で電子ビームを照射した時の帯電特性

ている。これは、図21からわかるように、 $E=0.3\text{keV}$ で100分間照射しても飽和電位に達しなかったため、追加で実施したものである。

この図22から、Apical_25にSQコートを施すと、

$$\delta_{max} \doteq 2.5 @ E_{max} \doteq 0.5\text{keV}$$

$$E_{II} \doteq 2.2\text{keV}$$

が得られた。UPILEX_R25の場合と同様に、SQコートを施すと、2次電子放出係数が大きくなり、 E_{II} も高エネルギー側にシフトする。この2次電子放出特性はSQ coated UPILEX_Rの場合とほぼ同じ値で、コート膜が2次電子放出特性を支配していると考えられる。

4. まとめ

宇宙機の熱制御材料として用いられる3種類のアルミ蒸着ポリイミドフィルム、カプトン、UPILEX_RとApicalに対して、宇宙環境プラズマ中の電子流を模擬した低エネルギーの電子を照射することによって帯電特性を評価し、その結果から2次電子放出係数と体積抵抗率を検討した。その結果、次のような結果が得られた。

- (1) カプトンフィルムにおいて、厚さに関係なく2次電子放出係数はほぼ同じである。

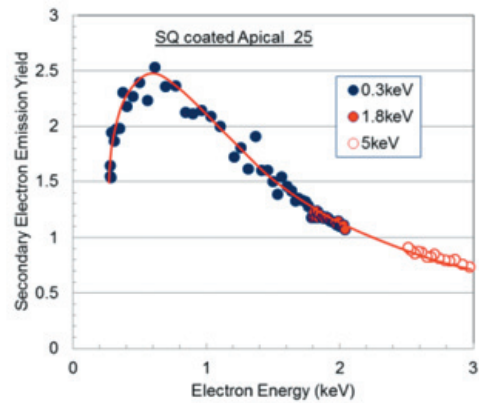


図22 25 μ m SQ コート Apical の2次電子放出特性

- (2) カプトン、UPILEX_R、Apicalは、ほぼ同じ2次電子放出特性を示す。
- (3) UPILEX_RとApicalに耐酸素原子性コーティングを施すと、2次電子放出係数が大きくなり、かつ、2次電子放出係数が1となるエネルギー E_{II} も高エネルギー側にシフトする。

文献

- (1) H. B. Garrett: "The charging of spacecraft surfaces", Rev. Geophys. Space Phys., Vol.19, pp.577-616 (1981)
- (2) 趙・藤井: 「宇宙環境での帯電放電現象についての研究動向と将来課題 第1回 宇宙環境と宇宙機の帯電電位」、日本航空宇宙学会誌、Vol.51、No.591、pp.109-117 (2003)
- (3) 藤井: 「宇宙塵・宇宙帯電と衛星技術」、静電気学会誌、Vol.25、pp.11-18 (2001)
- (4) T. Muranaka, S. Hosoda, J. Kim, S. Hatta, K. Ikeda, T. Hamanaga, M. Cho, H. Usui, O. Ueda, K. Koga and T. Goka: "Development of Multi-Utility Spacecraft Charging Analysis Tool (MUSCAT)", IEEE Trans. Plasma Sci., Vol.36, pp.2094-2102 (2008)
- (5) 藤井・奥村・高橋: 「電子ビーム照射による帯電計測から宇宙機表面材料の物性評価について」、第9回宇宙環境シンポジウム講演論文集、pp.119-126 (2012)
- (6) 藤井・奥村・高橋: 「電子ビーム照射による帯電計測から宇宙機表面材料の物性評価について (II)」、第10回宇宙環境シンポジウム講演論文集、pp.89-94 (2013)
- (7) 藤井・大平・奥村: 「宇宙用高分子フィルムの2次電子放出係数と体積抵抗率の同時計測」、第58回宇宙科学技術連合講演会講演集、2F08 (2014)