

非回収軌道上試験を目指した国産宇宙用 QCM の特性と地上キャリブレーション法

井出健太¹、山崎勇希¹、潮田陽介¹、西山和孝²、横田久美子¹、田川雅人^{1*}

¹神戸大学大学院工学研究科 兵庫県神戸市灘区六甲台町1-1

²宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究所 神奈川県相模原市中央区由野台3-1-1

Email: tagawa@mech.kobe-u.ac.jp

*Corresponding Author

Quartz Crystal Microbalance (QCM) is a key device for future non-retrieved material tests in orbit. In this study, the applicability of the domestic QCM system to the on-orbit material tests was assessed. The QCM developed for a contamination monitor aboard SDS-4 spacecraft was used on this purpose. The atomic oxygen induced degradation of polyimide film formed in a sensor crystal was evaluated with this QCM system. It was made clear that the temperature and incident angle dependences of the atomic oxygen-induced polyimide erosion was successfully evaluated with this QCM system, even though the electromagnetic interference from the laser-induced oxygen plasma was observed.

1. 緒言

スペースシャトルの登場により熱的な影響を受けずに軌道上からのサンプルの回収が可能になったことから、これまで Long Duration Exposure Facility (LDEF)、Materials International Space Station Experiment (MISSE)など、多くの宇宙材料環境試験に関わる回収型軌道上材料試験が行われてきた[1-4]。しかしながら、2011年のスペースシャトル退役により回収型軌道上試験の実施が困難になっており、非回収型軌道上試験の重要性が増している。非回収型宇宙環境試験を行うためには、サンプル質量変化をリアルタイムでモニターできる水晶振動子微小天秤(Quartz Crystal Microbalance; QCM)がキーデバイスと考えられているが、宇宙で使用実績のある米国 QCM Research 社製の QCM は非常に高価であるため、予算的な問題から軌道上材料曝露試験への大量適用が難しいという問題を抱えている。

そこで本研究では、コンタミネーションモニター用として開発された安価な国産 QCM システムを軌道上材料試験に適用する可能性と、その際の問題点を明らかにすることを目的とした実験を行った。

2. 実験方法

Fig. 1 に本研究で使用した QCM システムの外観を示す。本宇宙用 QCM (明星電気製) は小型実証衛星 SDS-4 (Small Demonstration Satellite-4) におけるコンタミネーションモニター等としての宇宙使用実績がある[5]。本 QCM はリファレンス QCM による温度補償が可能であり、基準発振周波数は 9MHz で、0.01Hz の周波数分解能での発振周波数を 1 秒間隔で計測することが可能である。実験では軌道上での大きな温度サイクル環境下でも原子状酸素による材料損失量を計測できるかを検証するため、QCM の温度を可変した実験を行った。QCM の温度変化は宇宙用 QCM 背面にペルチェ素子を固定、それを真空外部より温度コントロールが可能な銅製ホルダーに固定することで行った。また宇宙用 QCM、ペルチェ素子、ホルダー間には熱伝導を確保するため、真空グリースが塗布されている。銅製

ホルダーとペルチェ素子への入力をコントロールすることにより、宇宙用 QCM の温度を -5°C から 80°C に変化させることが可能である。なお、QCM の温度測定は QCM に内蔵されている温度センサにより行った。

次に、Fig. 2 に本研究で使用したレーザーデトネーション型超熱原子ビーム発生装置の構造図を示す。本装置は低軌道宇宙環境における原子状酸素環境を模擬するための装置であり、ガスを導入するためのパルスバルブ、ガスをブレイクダウンさせるための CO₂ レーザー、レーザー光を反射・集光するための Au コーティング凹面鏡等が装備されている。パルスバルブよりパルス状に導入された酸素ガスに同期してレーザーを照射することによって、加速された原子状酸素ビームを発生させる。本研究では LEO における相対衝突速度 8 km/s の原子衝突による材料劣化を再現するために O₂ ガスを用いてレーザーデトネーション法で生成した原子状酸素ビームを宇宙用 QCM 上にスピコート法により成膜したポリイミド薄膜(膜厚約 1μm)に照射し、試料の質量変化をリアルタイム測定し QCM システムの性能を評価した。

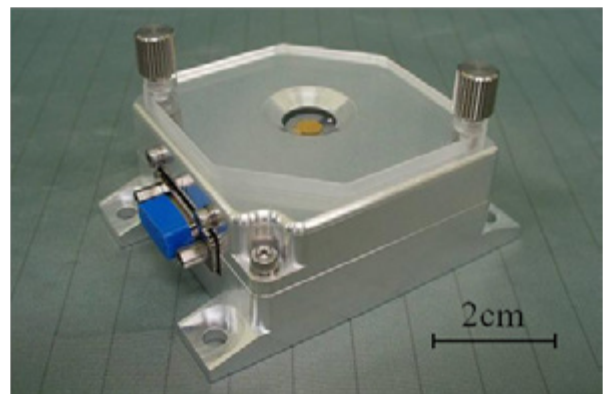


Fig. 1 Photograph of the QCM system used in this study.

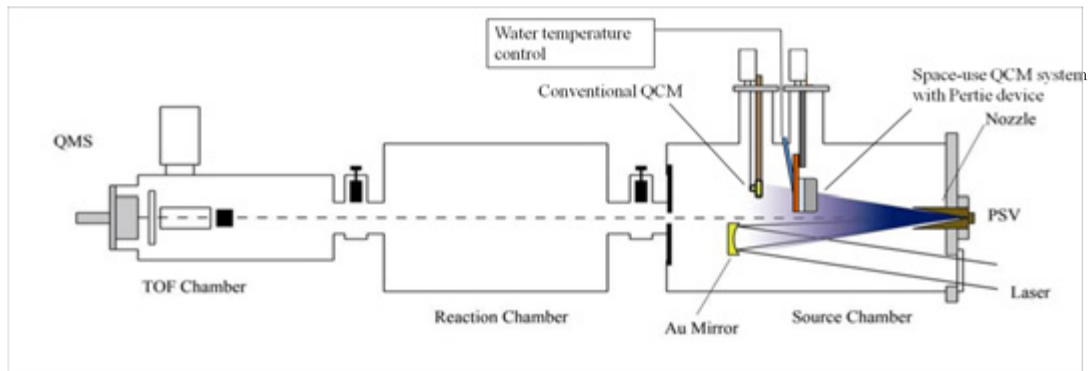


Fig. 2 Configuration of the laser detonation atomic oxygen source used in this study.

3. 実験結果および考察

3.1 温度変化に対する周波数の安定性

Fig.3 に原子状酸素を照射せず QCM 温度のみを -5°C から 80°C に変化させたときの発振周波数のシフト量を示す。一般に AT-cut QCM は室温範囲での温度特性が少なく、さらに本 QCM システムでは温度校正用の QCM の実装により温度ドリフトを補償するシステムとなっていることから高精度測定が期待できる。しかしながら、本 QCM システムにおける温度ドリフトは QCM クリスタルの個体差にもよるが、 85°C の温度変化に対して 100Hz 以上に達する場合もあり、これは実宇宙環境での原子状酸素照射量での質量減少量と同程度以上であると見込まれることから、本 QCM を用いて軌道上で材料エロージョンを直接リアルタイムで測定するためには温度ドリフトの補正やデータサンプリングの方法などに課題を有する。

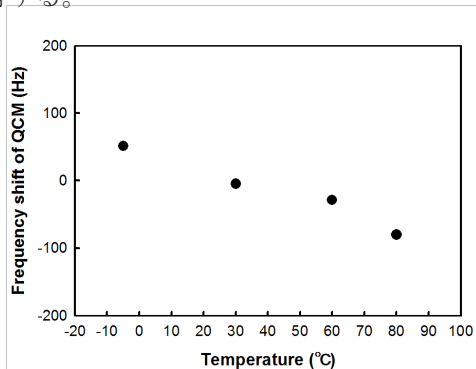


Fig. 3 Thermal stability of the QCM.

3.2 エロージョンレート測定

Fig. 4 にレーザーデトネーション型超熱原子ビーム発生装置内で計測した本 QCM の発振周波数の測定結果の一例を示す。Fig.4 (a)は原子状酸素非照射時、(b)は 1Hz で原子状酸素ビームを QCM に照射中の周波数計測結果である。原子状酸素を照射しない場合には発振周波数は極めて安定しているが、原子状酸素照射を行うと QCM 周波数が安定しないことがわかる。この現象は AO 照射時に真空チャンバー内で発生する O_2 プラズマから発生したイオンや電磁波に起因するノイズによる影響であると考えられる。このような電磁波ノイズは実宇宙環境での曝露試験時には存在しないため、宇宙環境での本 QCM システムの使用には障害とはならないが、システムの地

上キャリブレーション時にはレーザーデトネーション型原子状酸素発生装置を用いる必要があることから解決する必要がある。そのため本研究では QCM の発振周波数を計測する際にプラズマからの影響を除外するための間欠照射モードを新たに設定した。すなわち、QCM のデータ取得時には原子状酸素の照射を一旦中断する。Fig. 5 に原子状酸素間欠照射モードでの QCM 周波数変化を示している。Fig. 5 では 2 分ごとに原子状酸素照射と中断を繰り返している。この測定結果より、原子状酸素中断時には発振周波数が安定して測定できること、原子状酸素照射を実施するごとに発振周波数が徐々に増大する、すなわちポリイミド薄膜の質量減少を検出できることが確認できる。

QCM 発振周波数の増加から計算した質量変化をサンプル面積と、通常の理学用 QCM を用いて計測した原子状酸素フラックスで除して、宇宙用 QCM で測定されたポリイミドの反応効率を計算したところ、 $2.5 \times 10^{-24} \text{ cm}^3/\text{atom}$ と計算され、基準値とほぼ一致することが確認された。

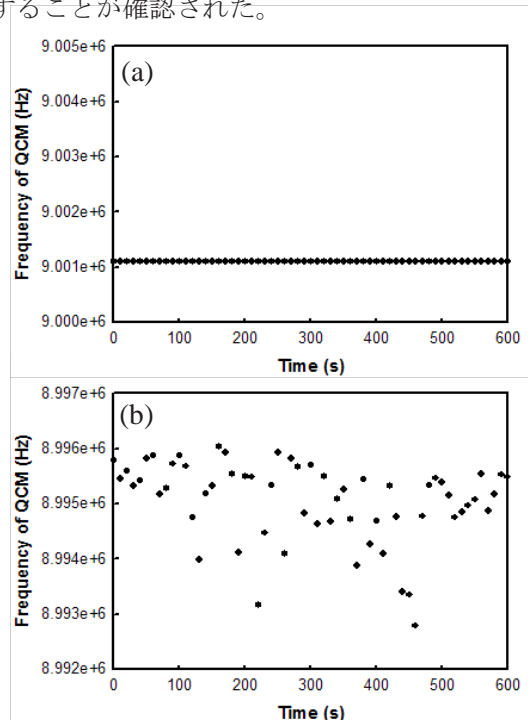


Fig. 4 Resonant frequency of the QCM during atomic oxygen beam exposures. (a): without laser firing and (b): under atomic oxygen beam exposure.

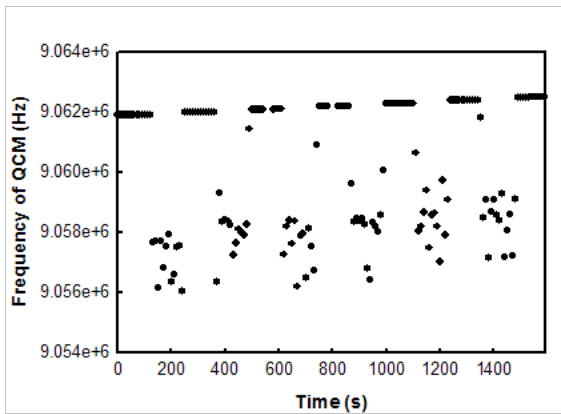


Fig. 5 Resonant frequency of the polyimide-coated QCM in the intermittent exposure mode.

3.3 温度依存性

Fig. 6 にポリイミドをコートした QCM の温度を 0°C から 50°C の間でステップ状に 10°C ずつ変化させ、各温度での周波数変化率を間欠照射法で測定した結果を示す。原子状酸素の並進エネルギーは 4.8 eV 、入射角は 0° (垂直入射) である。この結果より、 0°C から 50°C の範囲では原子状酸素照射中のポリイミドコート QCM の周波数変化は温度によらず $0.34 \pm 0.006\text{ Hz/s}$ であり、温度依存性を示さないことが確認された。この測定結果は理学用 QCM を用いた Yokota らの結果と一致するものである[6]。

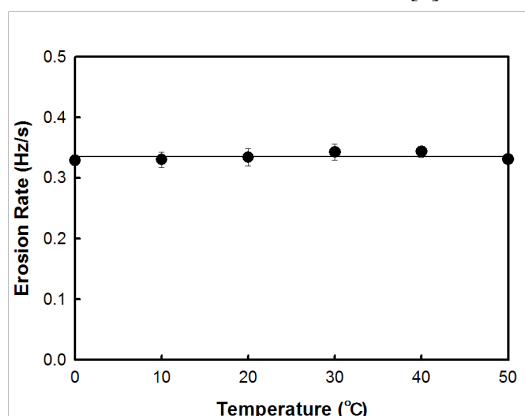


Fig. 6 Temperature dependence of the frequency shift of polyimide-coated QCM under atomic oxygen beam exposures (AO flux: $5.3 \times 10^{14}\text{ atoms/cm}^2/\text{s}$).

3.4 入射角度依存性

Fig7 に QCM を回転させることにより原子状酸素の入射角を 0° から 90° まで回転させた場合の入射角とエロージョンレートの関係を示す。横軸は入射角度、縦軸は QCM の周波数変化率を示している。また、試料温度は 44°C で固定している。これより、入射角度が増加するに従って周波数変化率は減少しており、その挙動は単純な \cos 則に従うことが示されている。これは原子状酸素の反応率は入射角度に依存しないことを示しており、Yokota らによる実験結果とも一致するものである[7]。

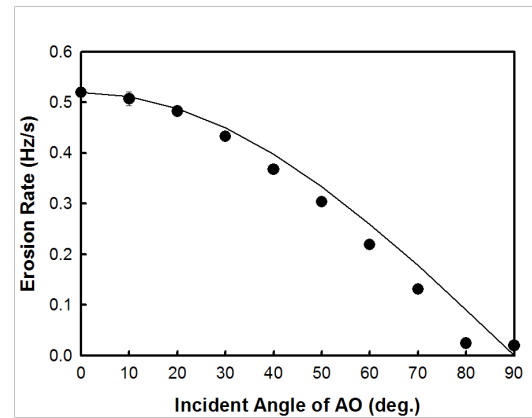


Fig. 7 Incident angle dependence on the frequency shift of polyimide-coated QCM under atomic oxygen beam exposures with the translational energy of 4.2 eV (AO flux: $6.8 \times 10^{14}\text{ atoms/cm}^2/\text{s}$).

4. 結言

コンタミネーション測定用に開発された宇宙用 QCM を非回収軌道上試験に適用するため、標準サンプルであるポリイミドのエロージョン特性を宇宙用 QCM によりレーザーデトネーション型原子状酸素発生装置を用いて評価した。その結果、原子状酸素照射中には宇宙用 QCM はレーザープラズマからの電磁波ノイズにより周波数測定が不可能となるが、間欠照射モードにより材料のエロージョンレートを正しく測定できることが確認された。また間欠照射モードを利用することによりポリイミド劣化の温度依存性、入射角依存性を正しく測定できることが確認され、国産宇宙用 QCM は材料試験に適用できる可能性があることが明らかになった。

参考文献

- [1] J. T. Visentine, NASA-TM 100459 (1988).
- [2] D. E. Brinza, S. Y. Chung, T. K. Minton, R. H. Liang, JPL Publication 94-31 (1994).
- [3] Papers in the Proceedings of LDEF 69 Months in Space, Third Post-Retrieval Symposium, NASA-CP 3725 (1993).
- [4] K. K. de Groh, B. A. Banks, J. A. Dever, D. A. Jaworske, S. K. Miller, E. A. SechKar, S. R. Panko, Proceedings of International Symposium on SM/MPAC & SEED Experiment, JAXA-SP-08-015E (2008) pp.91-119.
- [5] 西山和孝, 國中均 「小型実証衛星SDS-4におけるQCMの宇宙実証」, SDS-4定常フェーズ完了確認会, 2012.
- [6] Kumiko Yokota, Masahito Tagawa, Journal of Spacecraft and Rockets, Vol.40, No.1 (2003) pp.143-144.
- [7] Kumiko Yokota, Masahito Tagawa, Journal of Spacecraft and Rockets, Vol.39, No.1 (2002) pp.155-156.