

気相成長基礎実験装置(GDEF)を用いた
SFU宇宙実験のための航空機予備実験

宇宙開発事業団	波川喜和夫	村上 敬司
(株)三菱総合研究所	亀井 信一	石川 正道
住友電気工業(株)	太田 進啓	藤森 直治
青山学院大学	犬塚 直夫	
無機材質研究所	佐藤洋一郎	

1. 緒 言

宇宙開発事業団では、現在、平成5年度に国産の大型ロケットであるH-IIロケットを用いて打ち上げられる、宇宙実験・観測フリーフライヤ(SFU)搭載の気相成長基礎実験装置(GDEF)の開発を行っている。GDEFでは、プラズマCVD法によるダイヤモンド気相成長実験に関連した基礎実験を行う予定である。

宇宙の微小重力環境下では、温度差に起因する熱対流が大幅に低減し、熱や物質(反応ガス)の輸送が拡散支配となることが知られている。したがって、地上では防ぐことのできない対流の擾乱の影響を取り除いた条件のもとで、化学反応を行い、さらに基板上へ拡散律速のもとで反応物質となる活性種を運ぶことができる。このため、宇宙の微小重力環境特性を利用すれば、気体の輸送過程、反応のメカニズム、核形成やその成長過程などの気相成長に係る基本的なデータを取得することが可能である^{1) 2) 3)}。これまで、フロー系におけるCVD法による宇宙実験は安全面などの制限によりほとんど実績がないが、無人システムであるSFUの利用により、はじめてこの種の実験が可能となった。

GDEF計画は、このように宇宙材料プロセスとして期待の高い気相成長実験の基本的な技術を確立することを目的として開発が進められている。この計画は、SFUシステムを用いた長期の宇宙環境利用実験であり、1回のフライトミッションで目的が十分に達成されるよう実験計画を策定する必要がある。しかしながら、微小重力下での流体、特に気体の挙動をある程度予測し、実験パラメータ等をいかに設定するかについては未知な点も多い。本実験はこのような認識に立ち、GDEF計画を効率的かつ確実に遂行するために航空機による微小重力環境を用いて、ガス対流やプラズマ特性の観察を行い、GDEF計画の推進に資することを目的として行うものである。

2. 実験方法

(1) 実験内容

ここでは、以下に示す2つの実験を行った。

(a) 微小重力環境下における熱対流計測実験

反応容器中のヘリウムガス中にトレーサ粒子 (TiO_2 あるいはp-ヒドロキシクマリンのいずれか) を注入することにより、対流パターンを可視化した。対流は、反応容器中央に配置し、基板をヒータにより加熱させることにより発生させた。尚、観察画像を明瞭にするためにスライス状の白色光を容器中に横方向から導入し、トレーサからの高い強度の散乱光を得た。

また、熱線プローブにより、基板上の定点 (25 mm上方) における気体の温度変化を計測した。これから得られるデータを用いて、対流構造の解析を行い、対流に及ぼす重力変動の効果を検討した。

本実験の実験条件は、表1に示す通りである。

表1 熱対流計測実験の実験条件

パラメータ	実験条件
反応容器形状	円筒状 (300 mm ϕ \times 200 mm)
基板サイズ	25 mm ϕ
気体種類	He (M=4)
圧力	20 Torr ~ 180 Torr
ガス流量	0 SCCM、50 SCCM、100 SCCM
基板設定温度	60°C、300°C、800°C
外気温度	20°C (室温)

(b) 微小重力下におけるプラズマ挙動の観察実験

微小重力下において直流放電によるプラズマを発生させ、下記の項目の検討を行った。実験条件は、基本的に実際のGDEFフライト実験に合致させるものとしたが、航空機実験との適合性を考慮して、気体は水素ガスの代わりにHeガスを用いた。

① プラズマ着火の確認

微小重力下での静穏な環境下でプラズマの着火条件を確認する。

② プラズマのゆらぎの観察

微小重力下および重力存在下でのプラズマの様子をビデオカメラにより観察し、ゆらぎの状態を把握する。

実験条件は表2に示す通りである。

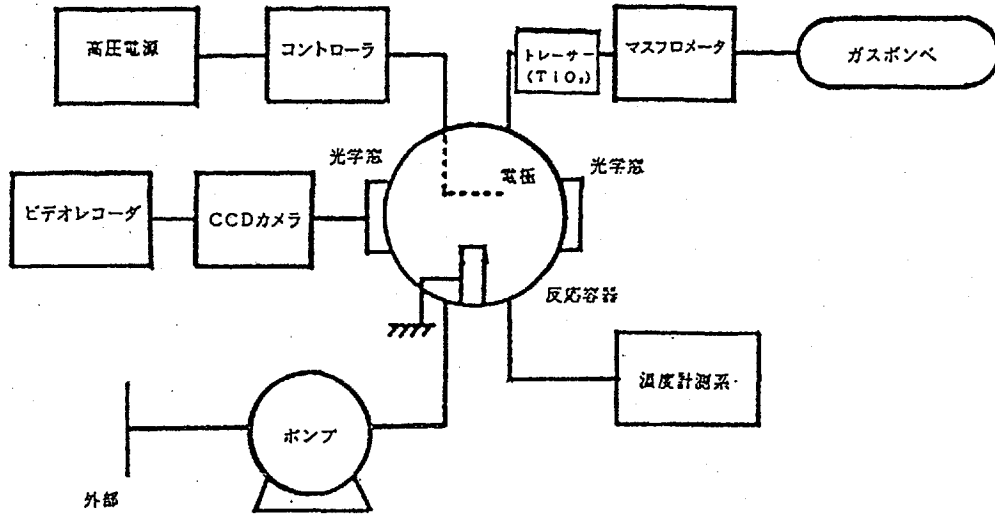
表2 実験条件

パラメータ	実験条件
反応容器形状	円筒形で電極を1個配置
電極間距離	10mm
電極径	25mmφ(陽極)
電力	平均:140W ピーク:200W
ガス	Heガスを使用
ガス圧力	1~110Torr
ガス流量	0(閉管系)

(2) 実験装置

本実験で用いた実験装置の構成を図1に示した。装置は大別すると、(a)反応容器系、(b)ガス循環系、(c)ガス温度計測系、(d)プラズマ電源系、(e)画像観察系に大別される。

[システムの概要]



[搭載図]

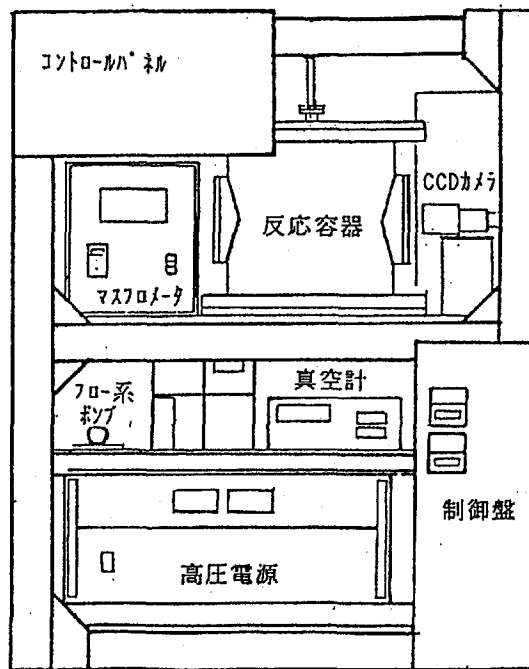


図1 実験装置の概要

(a) 反応容器系

300 mm ϕ \times 200 mmの円筒状のアルミ製容器である。容器の中央部に、対流実験の際は加熱ヒータ付き基板（銅製）を配置し、プラズマ実験の際は陽極（ステンレス）を配置した。また、CCDカメラによる観察が可能ないように反応容器の側面に光学窓を設置した。

(b) ガス循環系

Heガスは超小型ポンベから供給し、マスフローコントローラを通して容器中に導いた。尚、ガス対流の可視化実験では、途中でトレーサとなるTiO₂微粒子の供給ラインを通し反応容器中にトレーサを導いた。

容器の排気ポンプは、油回転真空ポンプを使用した。このポンプは微小重力下では油の液面位置が変わるので使用できないため、微小重力フライト前の水平飛行中に容器内を完全に排気した後、ポンプを停止させ、微小重力環境下で常に容器にガスを導き入れるような実験シーケンスをとった。尚、フロー系の実験はダイヤフラムポンプを使用した。

(c) ガス温度計測系

熱線プローブ型温度センサを基板の上25 mmの位置に配置し、ガスの温度を直接計測した。得られた信号は航空機搭載データレコーダに記録した。

(d) プラズマ電源系

高圧定電流電源を用いて陰極（モリブデン製メッシュ、陽極上5～10 mm上に配置）に約-500 Vを印加することにより、直流放電によるプラズマを発生させた。

(e) 画像観察系

接写用マクロレンズ付きCCDカメラにより、対流パターン、あるいは放電プラズマの実画像を観察した。尚、TiO₂をトレーサとして用いた対流の可視化実験では、観察に対して直角方向から白色のスライス光を導入し、観察精度を向上させた。

3. 実験結果および考察

(1) 微小重力下における熱対流計測実験

図2に、基板温度を300℃に設定し、ガスの内圧を60 Torrに保った場合の放物飛行中の対流パターンを示した。重力環境下(図2(1)および(2))では、この圧力においても熱対流が存在し、反応容器内の気体は基板付近で上昇流となる。このため、基板付近はウェークとなるので、トレーサ粒子の濃度は小さくなり、この部分は暗く見える。図2(1)の白く見える部分がトレーサ粒子からの散乱光の強い部位であり、この白い部分と暗部の境界線が対流の流線に対応している。尚、このような重力下での熱対流は、基板温度が40℃、圧力が40 Torrにおいても存在していることがわかった。

図2(3)は微小重力環境に入って1秒後の、図2(4)は同じく3秒後の観察像である。ほぼ1~2秒でガス対流が停止し、対流存在下では明瞭であった流線が消失し、全体が暗い像となる。約20秒経過すると再び2g環境下におかれるので、熱対流はほぼ瞬時に発生することがわかった。

図3には、基板温度を300℃に設定し、内圧を40 Torrにした場合の重力と流速(最大流速)を示した。この場合、流速はp-ヒドロキシクマリン粒子をトレーサとして使用した。図からわかるように、対流流速は重力に大きく存在している。すなわち、1g下では180 mm/secであった流速が2.3g下では340 mm/secまで加速され、微小重力になると、1~2秒の緩和時間で、ほぼ0 mm/secまで低減していることがわかる。

GDEFにおけるダイヤモンド成長実験は原料ガスの供給のために、フロー系(~40 SCCM)で行うことを計画している。微小重力下では熱対流による物質輸送はほぼ0になると見なせることが前記の実験により明らかになったが、微小重力下での強制フローが系に与える影響は予め計測する必要がある。実際には、40 Torrにおいて、40 SCCMの流入、流出があるが、これが与えるガスの流れの大きさは容器(半径10.0 cm)の下方から上方に均一にガスが流れると仮定すると、

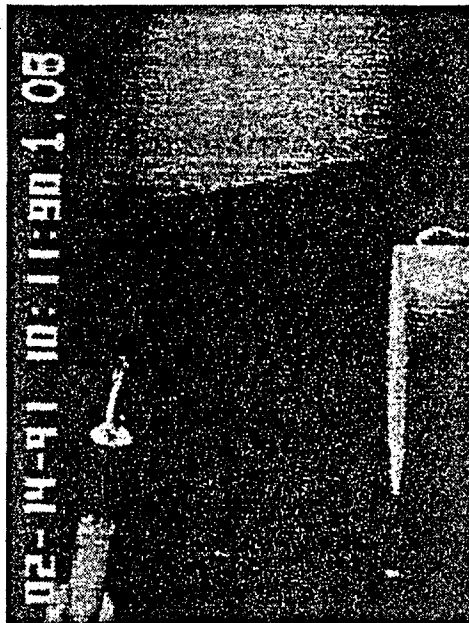
$$V = V_{ex} (\text{SCCM}) \times \frac{760 (\text{Torr})}{p (\text{Torr})} \times \frac{1}{\pi r^2 (\text{cm}^2)}$$

$$= 0.04 \text{ cm/s} \quad (V: \text{流速}, V_{ex}: \text{流入量}, r: \text{容器半径}, p: \text{圧力})$$

であり、熱対流の大きさに比べて、無視し得る大きさであることが予想できる。実際、航空機の微小重力フライト中にフロー系(0~100 SCCM)の実験を行ったが、強制対流によるフローパターンの変化は重力環境のゆらぎによる微小な変動よりも小さく、影響が極めて少ないことがわかった。

以上の結果は、別途実施したガス対流シミュレーションによっても確認することができた。

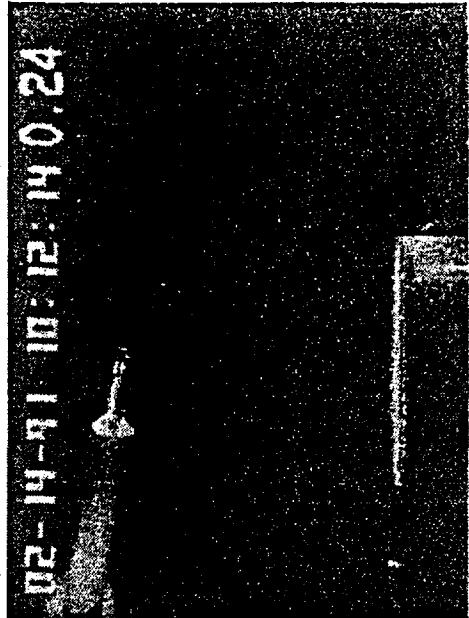
(1) 1 g



(2) 2 g



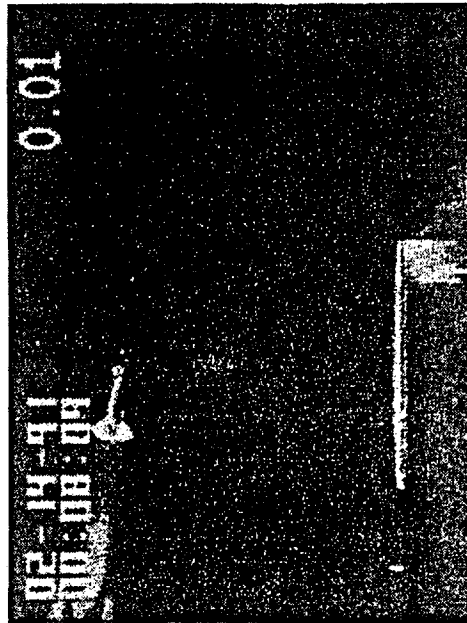
(3) 0 g (1秒後)



(4) 0 g (3秒後)



(5) 0 g (9秒後)



(6) 1.8 g

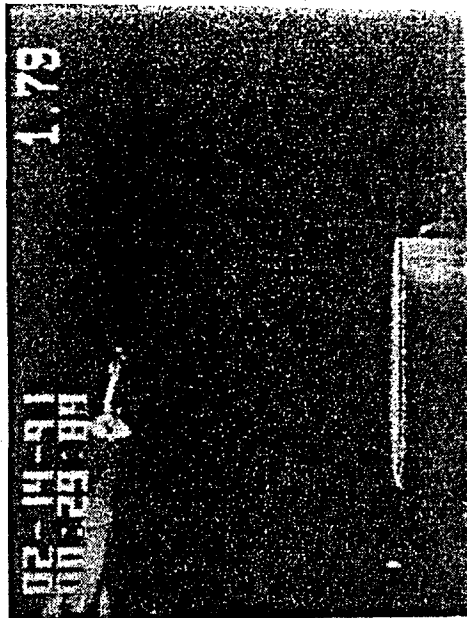
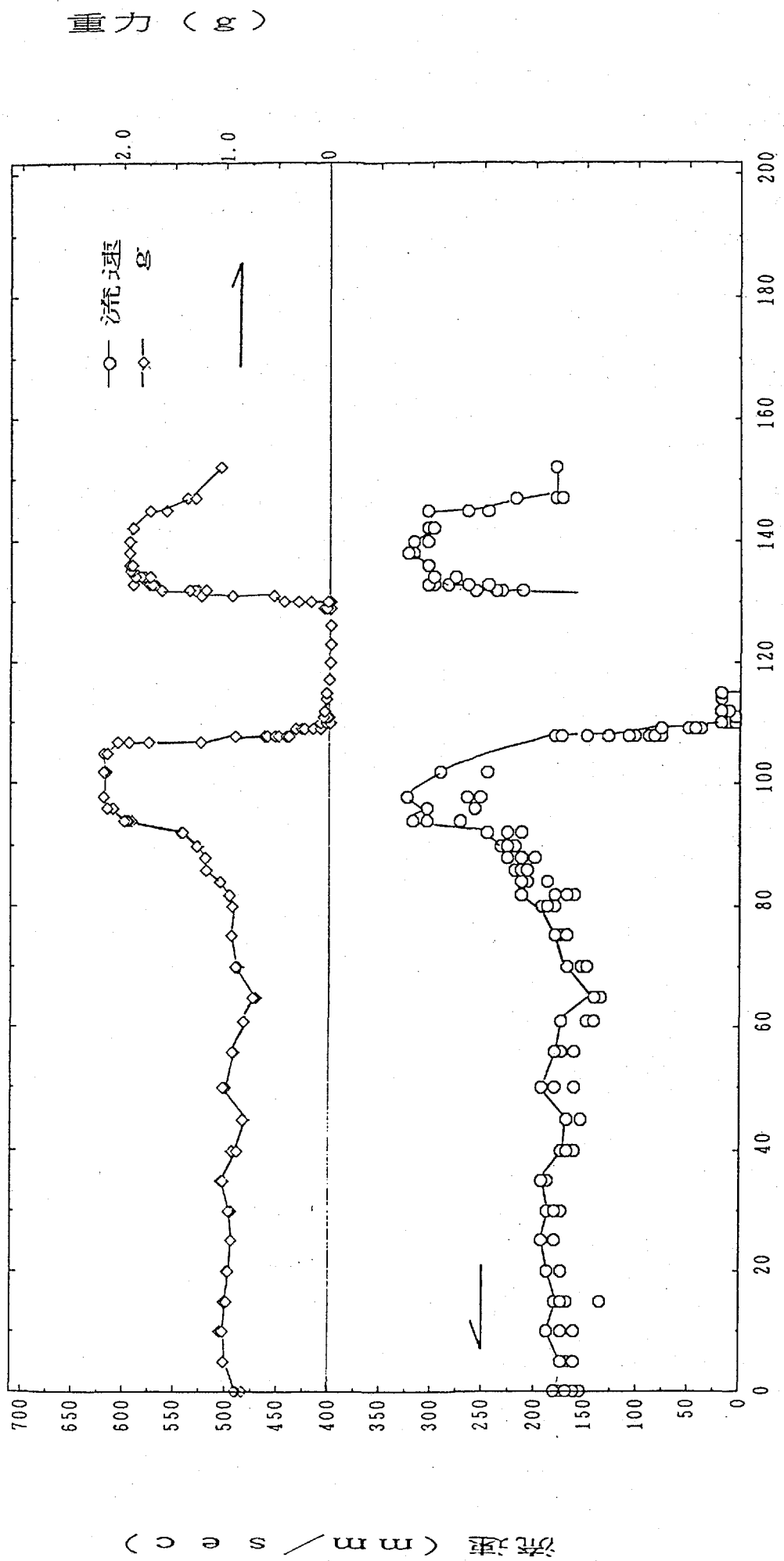


図2 微小重力下での対流パターン



時間 (s e c)

図 3 対流流速の計測結果

(2) 微小重力下におけるプラズマ挙動の観察実験

微小重力下では、物質輸送はもちろんのこと、熱輸送も変化するためガスの温度環境が著しく変化することが予想される。この際、重力の変化が直流放電プラズマにいかなる影響を与えるかを明らかにするために、プラズマを点灯させたまま重力を $1g \rightarrow 2g \rightarrow 0g \rightarrow 2g \rightarrow 1g$ と変化させ、その粒子を観察した。

図4には、内圧50 Torrにおけるプラズマ画像を示した。左上の図が $1g$ 、右上が μg のプラズマ画像で、左下は $1g$ の画像と μg の画像との差分画像である。プラズマの安定性については、重力の変動により消火に至る程の大きな変化はなかったが、微小重力下ではプラズマの発光空間が陰極に沿って伝播して上方に広がり、また、極間の発光強度の空間構造に違いが認められた。また、 $1g$ では着火しないような圧力領域 (50 Torr) においても微小重力下では着火した。これにより、重力環境の変化に伴う熱環境の変化により着火特性が異なることが示唆された。

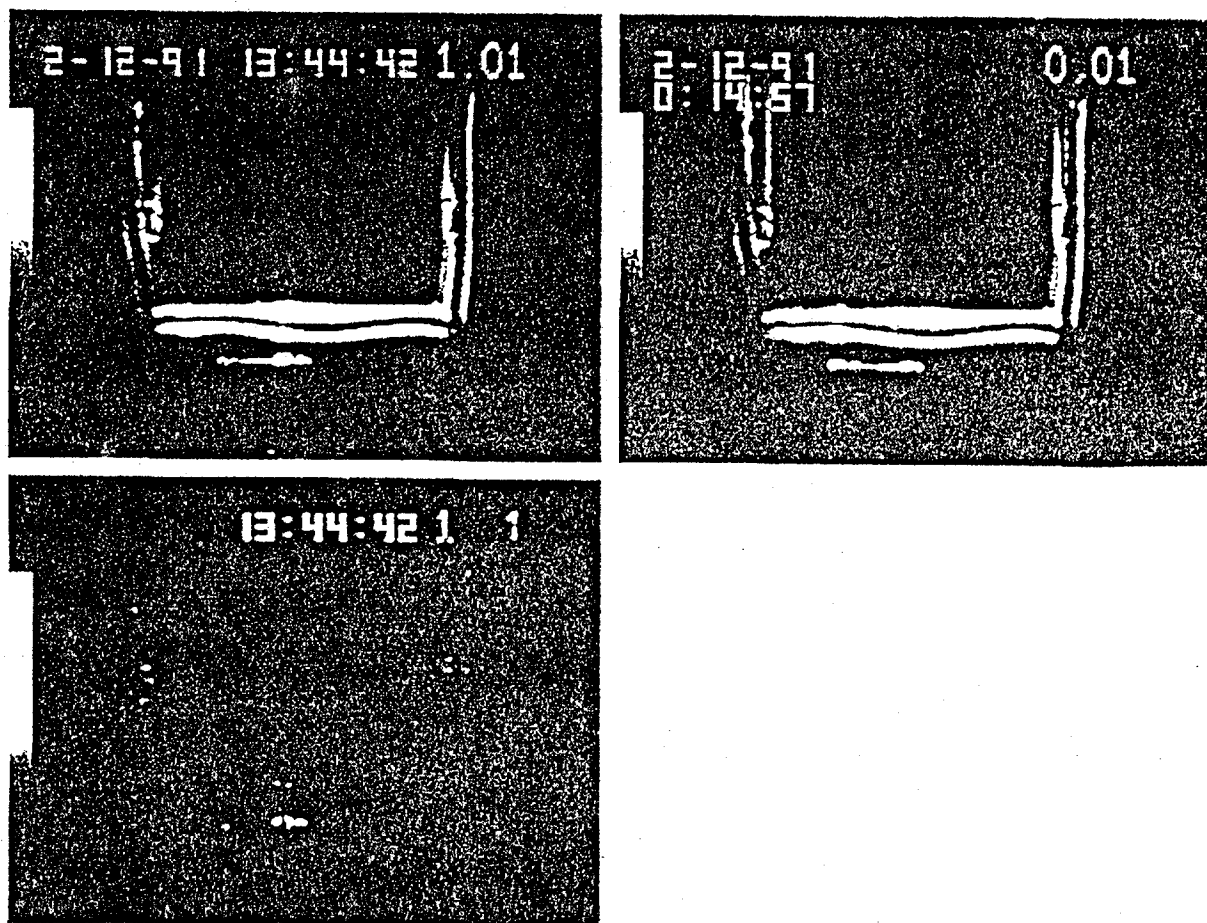


図4 プラズマ画像

(左上 : $1g$, 右上 : μg , 左下 : 差分画像)

4. 結 言

本実験では、微小重力下での熱対流およびプラズマ挙動の観察を行った。

1 g 条件下ではガスの内圧が20 Torr、基板温度が50℃においても対流が発生し、微小重力環境への移行により約1～2秒で対流が停止することを確認した。さらに、GDEF計画で想定しているような強制対流の範囲では微小重力下でもガスの挙動に影響をほとんど与えないことを確認した。

また、プラズマの着火や保持については、重力の変動が消火にいたるようなドラスティックな影響はなく、比較的安定に点灯していることを示した。

さらに、今後、試料ガスをGDEF計画において使用する水素に代え、発光スペクトルの計測も取り込んだ形での微小重力予備実験を行う予定である。

5. 謝 辞

本実験を遂行するにあたり、ダイヤモンドエアサービス株式会社の方々にはひとかたならぬご尽力をいただきました。ここに深謝いたします。

[参考文献]

1. 三菱総合研究所他, 「微小重力下におけるダイヤモンド薄膜製造のフィージビリティスタディ」自主研究成果報告書(1986).
2. 石川正道他, 対流効果と宇宙でのダイヤモンドCVD, 「ニューダイヤモンドフォーラムーダイヤモンドCVDの反応機構とその制御」講演要旨集(1991).
3. 太田進啓他, 直流プラズマ法によるダイヤモンド薄膜の形成, 住友電気, 137, 206(1990).
4. T. Debroy et al., Role of heat transfer and fluid flow in the chemical vapor deposition of diamond. J. Appl. Phys., 68, 2424(1990).