

気相成長基礎実験装置 (G D E F) を用いた S F U 宇宙実験のための航空機予備実験

Preliminary Experiments of SFU/EFFU/GDEF (Space Flyer Unit/Exposed Facility Flyer Unit/Gas Dynamics Experiment Facility) Utilizing Airplane

渋川喜和夫 ⁽¹⁾	村上 敬司 ⁽¹⁾	亀井 信一 ⁽²⁾	羽生 哲也 ⁽²⁾	石川 正道 ⁽²⁾
Kiawo Shibukawa	Keiji Murakami	Shin-ichi Kamei	Tetsuya Hanyu	Masamichi Ishikawa
	佐藤洋一郎 ⁽³⁾	犬塚 直夫 ⁽⁴⁾	藤森 直治 ⁽⁵⁾	
	Yoichiro Sato	Tadao Inuzuka	Naoji Fujimori	

- (1) 宇宙開発事業団
National Space Development Agency of Japan
- (2) 株式会社三菱総合研究所
Mitsubishi Research Institute
- (3) 無機材質研究所
National Institute for Research in Inorganic Materials
- (4) 青山学院大学
Aoyama Gakuin University
- (5) 住友電気工業株式会社
Sumitomo Electric Industries

ABSTRACT

Experimental studies of gravitational effects on the behavior of plasma in CVD process are performed utilizing MU-300 airplane. These experiments are conducted as the preliminary studies of SFU/EFFU/GDEF (Space Flyer Unit/Exposed Facility Flyer Unit/Gas Dynamics Experiment Facility) project. The characteristic of plasma is obviously different between μg and $1g$ conditions. The plasma changes to be more active in μg compared with in $1g$.

1. 緒 言

宇宙開発事業団では、現在、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)に搭載されるSFU搭載実験機器部/気相成長基礎実験装置(EFFU/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熱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) (4)} これまで、CVD法による本格的な宇宙実験は、安全面などの理由でほとんど実績がないが、無人宇宙実験システムであるSFUにより、はじめてこの種の実験が可能となった。

GDEF計画では、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による本格的な宇宙実験であり、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に実験計画を作成する必要がある。しかしながら、微小重力下でのプラズマの挙動を予測し、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が多い。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下において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

2.1 実験内容

GDEFの予備実験として、微小重力下におけるプラズマ挙動の観察実験を実施した。

基本的には、平成2年度にも実験したように、円筒状の反応容器中にガスを封入したもとで実験を行った。微小重力下では、気体の流れが完全に停止することは、昨年度確認している⁽¹⁾。昨年度とほぼ同様の実験装置（円筒形のアルミ製反応容器）を用いて、ヘリウムを試料ガスとしてプラズマを着火させ、プラズマ画像およびプラズマ発光スペクトルを計測した。内容は以下の通りである。

(1) プラズマゆらぎの観察

微小重力下および重力存在下でのプラズマの様子をCCDカメラにより観察し、プラズマの空間的な拡がりやゆらぎ等の現象を把握する。

(2) プラズマ発光スペクトルの計測

微小重力下および重力存在下でのプラズマ発光状態を、スペクトロメータにより計測し、プラズマの活性度に関する基礎的なデータを得る。

(3) 基板温度の計測

放射温度計を用いてプラズマ点灯時における陽極の温度計測を行い、基板温度に及ぼす重力の効果について検討する。

実験条件は表1に示す通りである。

表1 実験条件
Table 1 Experimental Condition

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	5mmφ(陽極)
電力	25W, 50W, 80W, 100W
ガス	ヘリウム
ガス圧力	1~60 Torr
ガス流量	0(閉管系)

2. 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、(1)反応容器系、(2)ガス循環系、(3)プラズマ電源系、(4)画像観察系、(5)発光スペクトル計測系、(6)基板温度計測系に大別される。尚、実験装置の概観を図2に示した。

(1) 反応容器系

SFU/EFFU/GDEF計画のBBMモデルである200mmφ×200mmの円筒状のアルミ製容器(NEC製)を使用した。容器内には6組の電極が設置されているが、航空機実験ではこのうち1組のみを使用した(図3)。

(2) ガス循環系

Heガスは小型ガスリザーバから供給し、減圧バルブを通して容器中に導いた。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ために使用できないので、微小重力フライト前の地上準備段階で反応容器内を完全に排気した後に、容器のバルブを閉じ、フライト中は常に容器中にガスを導き入れるような実験シーケンスを組み、フライト中は真空ポンプを使用しなかった。

(3) 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5~10mm上に配置)に約-500V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。電極の電圧値と電極間を流れる電流値は、それぞれモニターした。

(4) 画像観察系

接写用マクロレンズ付きCCDカメラにより、放電プラズマの実画像を観察した。尚、プラズマの発光強度が極めて強いため、実験の後半の日程ではカメラと容器との間にカラーフィルターを設置し減光して観察した。

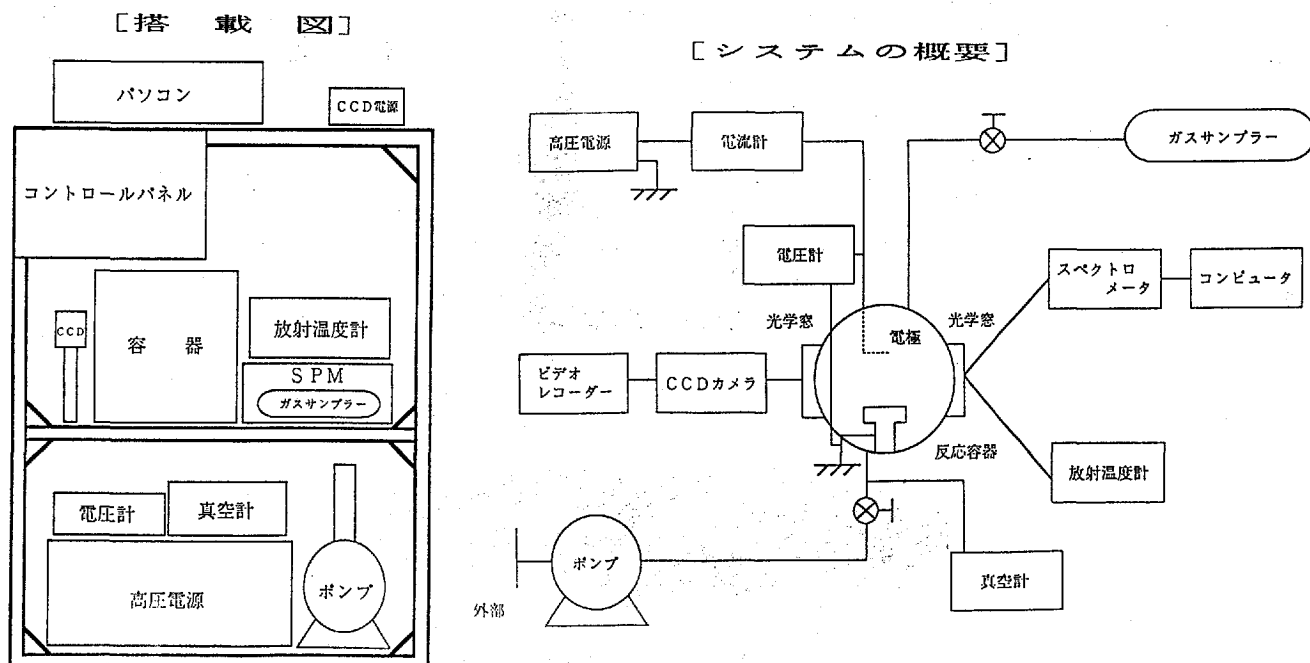


図1 実験装置の概要

Fig.1 Schematic Illustration of the Experimental Set-up



図2 実験装置外観図

Fig. 2 General view of the experimental apparatus

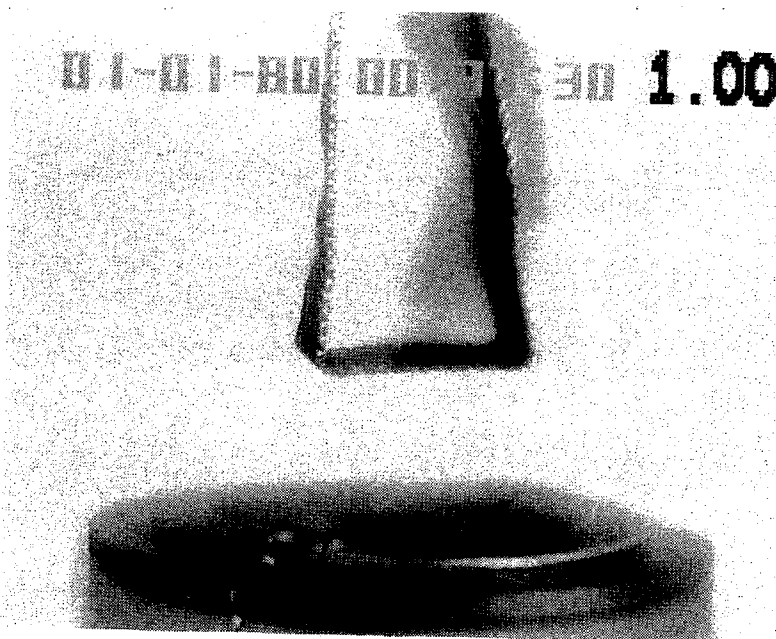


図3 電極部の拡大図

Fig. 3 Close-up view of the electrode parts

(5) 発光スペクトル計測系

放電プラズマからの発光を、島津製作所製のスペクトルメータ(SPM)により分光計測した。波長の測定範囲は400nm~700nmであり、その波長域を1013分割して計測した。計測データは、制御・記録用のパソコンに収録した。

(6) 基板温度計測系

基板の温度を計測するための放射温度計を設置した。

計測視野は約1~2mmφであり、600~1100℃の範囲で温度計測が可能である。計測データは、航空機実験システムに記録した。

3. 実験結果

3.1 プラズマの安定性

GDEFプロジェクトの地上実験として、水素ガスを用いて行ったプラズマCVD実験では、圧力が20~100Torr、電力で30~300Wの範囲でプラズマが安定に存在していた。本実験は、航空機の安全性の点から試料ガスをHeにしているため、プラズマの安定条件は、H₂とは異なることが予想される。

表2には、今回行った圧力および電力の範囲でのプラズマの安定性を示した。図の○は、実験の間中、プラズマが安定に点灯していたことを示し、△は、間欠的なスパークなどの不安定化が認められたものの点灯を続けていたものであり、×はプラズマが消失したことを示している。水素ガスを用いたプラズマ実験と比べると、高い電力領域では、プラズマが著しく不安定になる傾向があることがわかった。

図4には、プラズマへの投入電力がそれぞれ約25、50および80Wにおけるプラズマ画像を異なる反応容器内圧力(20~60Torr)について示した。

図4(a)より明らかなように、投入電力が約25W程度と低い場合には、容器内圧力の上昇によりプラズマの発光領域が縮小する。ゆえに圧力の比較的高くなる50~60Torrではプラズマ発光の維持が困難になり消失したものと考えられる。

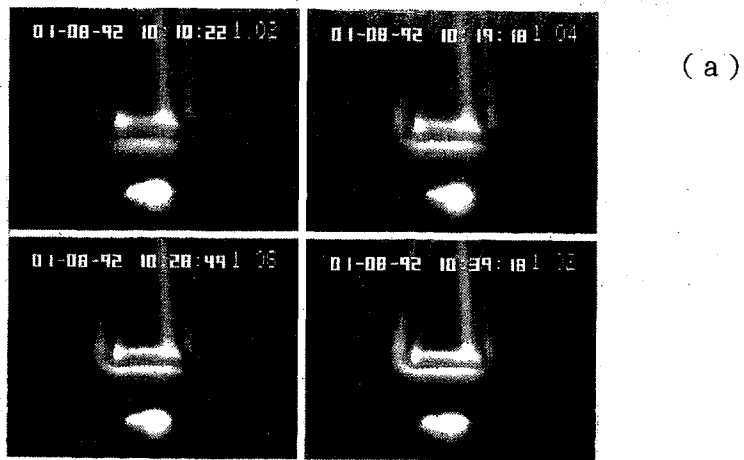
プラズマ投入電力が50Wの場合(図4(b))にはプラズマの空間的な拡がりへの圧力依存

表2 本実験におけるプラズマの安定性

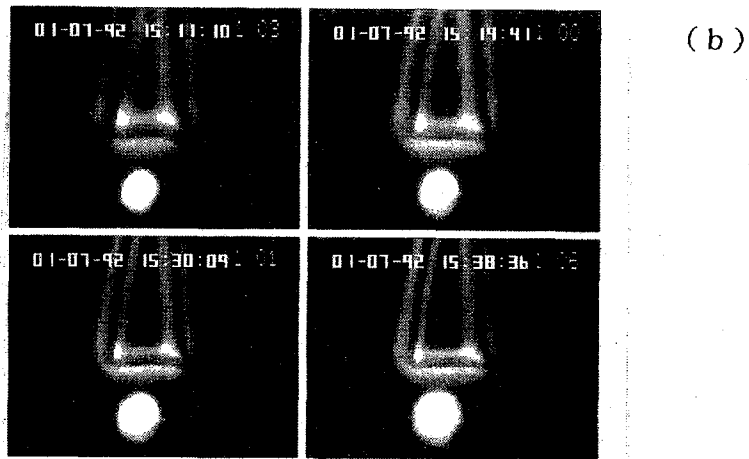
Table 2 Plasma Stability of plasma

電力(W) \ 圧力(Torr)	20	30	40	50	60	備考
25~27	○	○	○	×	-	12/27実施
	○	○	○	△	△	1/8実施
50	○	○	○	○	○	12/25実施
	○	○	○	○	○	1/7実施
80	○	○	×	-	-	12/27実施
	○	○	△	×	-	1/9実施
100	△	△	×	-	-	12/26実施
	△	×	-	-	-	1/9実施

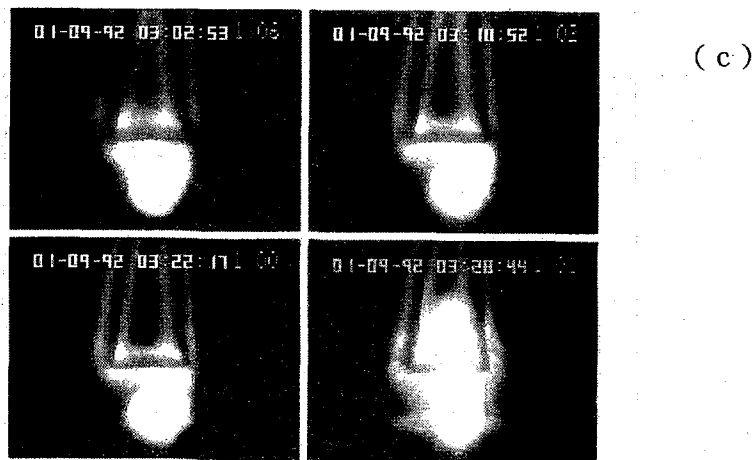
(○: 比較的安定に点灯、△: 不安定ながら点灯、×: 消失、-: データなし)



(a)



(b)



(c)

図4 プラズマ発光画像

(左上: 20Torr、右上: 30Torr、左下: 40Torr、右下: 50Torr、
カラーフィルターにより減光している)

(a)25W、(b)50W、(c)100W

Fig.4 Pictures of plasma

性は小さく、20~60Torrでの幅広い圧力領域でプラズマが安定に存在する。

さらに、プラズマ投入電力が大きい条件下(80~100W、図4(c))では、圧力の増加に伴いプラズマの高輝度部分が次第に拡大する傾向にあり、高い圧力領域ではこの活性な領域が陰極と陽極との間を縦断するような形となり、いわば絶縁破壊のような形でプラズマ放電が消失することがわかった。

航空機実験では、放物飛行により、その前後の水平飛行と合わせて $1g \rightarrow 2g \rightarrow \mu g$ (約 $0.01g$) $\rightarrow 1.5g \rightarrow 1g$ と重力環境が変化する。この重力変化によって(プラズマの消失などの)、極端なプラズマの不安定化は認められなかったが、重力の変化に伴って、高輝度の領域が変化したり、あるいはその位置が変化することを確認した。

図5は、投入電力80W、ヘリウムガスの圧力が20Torrにおける放物飛行中のプラズマ画像である。この間の変化を詳細に調べるために、水平飛行時の画像を原画像として、それとの差分画像を示したものが図6である。この差分画像から微小重力に入ったときプラズマが多少ふくらむ様子がわかる。この変化が画像取得系のブレ等でないことは、電極(陽極)が全くずれていないことから判断される。

一方、このような変化は、80Wという高い投入電力の場合に顕著で、20~50Wの領域では画像の変化はほとんど認められなかった(図7)。これは前述のように低電力の実験条件ではプラズマの維持に手一杯であり、高電力時のような拡大までに至らなかったためと考えられる。

3. 2 プラズマからの発光スペクトル

放電状態にあるヘリウムからの発光スペクトルは古くから研究されて代表的な輝線として表3が知られている。

放電プラズマの典型的な分光スペクトルを図8に示した。このスペクトルからわかるように、反応容器内には、ごく微量の N_2 が混入していたことがわかる。これは、航空機内でしかも限られた時間内で真空排気を行う必要があったために、十分排気できなかったためである。最も強度の大きいライン($\lambda = 667.8nm$)が $3^1D \rightarrow 2^1P$ の遷移に対応するものであり、587.6nmのラインは $3^3D \rightarrow 2^3P$ 、501.6nmが $3^1 \rightarrow 2^1S$ に対応している。また618nm付近のバンドは N_2 の $C^3\Pi_u \rightarrow B^3\Pi_g$ の遷移に伴うものである。

発光スペクトル強度は、プラズマの活性度の大きな指標である。今回は、668nmのライン強度(全発光強度)を目安にした。

航空機が放物飛行をしている間のHeガスの圧力が20Torr、電極間の消費電力が50Wの条件における668nmの発光ラインの強度の変化を図9に示した。時間は、微小重力開始1分前のパイロットからのコールを0sにとってある。40sから58sまでは発光強度が小さくなっているが、この間はz方向(鉛直方向)に約2gの重力がかかっている。55秒前から80秒が微小重力環境の領域であり、発光強度が約1割増加していることがわかる。80s後からは再び1.5gとなり発光強度も減少している。尚、図が全体に右下がりなのは本実験に共通しており、電極の劣化等の装置特性と考えられる。

このような重力環境によるスペクトル強度の変化は、587nmのラインにおいても同様の傾向がみられた。このように低圧力下では微小重力によりプラズマは活性化することがわかった。これは、昨年度の実験結果と合わせて考えると、微小重力時には、気体の流れが大幅に減少し、電極からの熱の散逸モードが伝導と放射のみに限定され、これにより電極

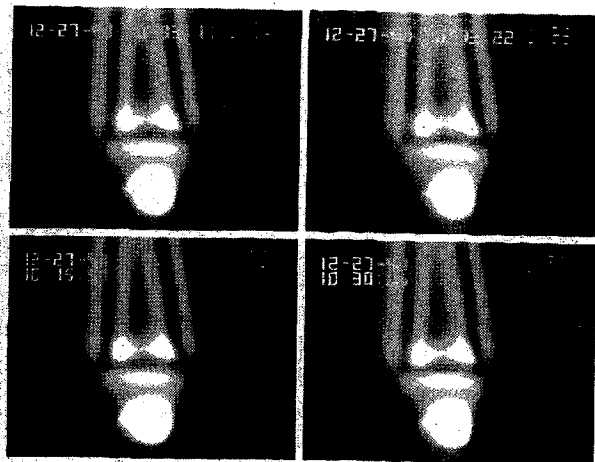


図5 放物飛行中の投入電力80W、ガス圧力20Torrのプラズマ画像
(左上: 1g、右上: 2g、左下: μg 、右下: 1.5g)

Fig.5 Picture of the gas plasma during a parabolic flite at high pawner (80W)

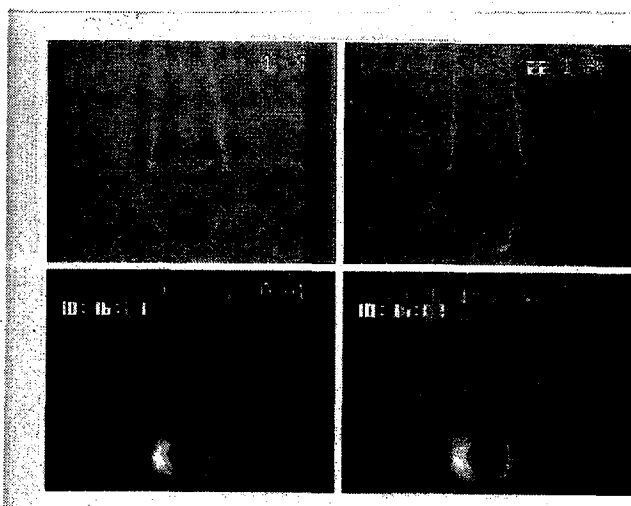


図6 放物飛行前の差分画像 (実験条件は図5に対応している)

Fig.6 Image processing analysis of Fig.5

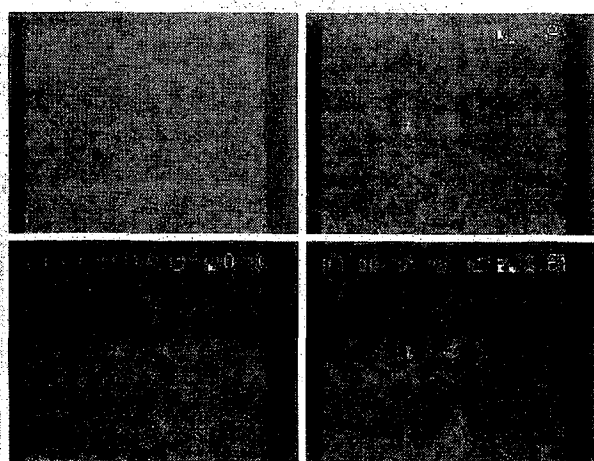


図7 投入電力25W、ガス圧力20Torrのプラズマ差分画像 (水平飛行時の画像との差分
左上: 1g、右上: 2g、左下: μg 、右下: 1.5g)

Fig.7 Image processing analysis at low power(25W)

温度が上昇し、放電がより容易になったためと考えられる。但し、このような発光強度の増加は数秒で定常状態に達し、上昇し続けるということではない。

表3 可視部にあるヘリウムのスペクトル線

Table 3 Spectrum lines of He

波 長 (nm)	帰 属
728.135	I
706.519	I
667.815	I
656.013	II
587.562	I
501.568	I
492.193	I
471.314	I
468.575	II
447.148	I
438.793	I
414.376	I
412.081	I
402.619	I
396.473	I
388.865*	I

(注) I : 中性原子、II : 第1イオン化原子、*は特に強い発光線

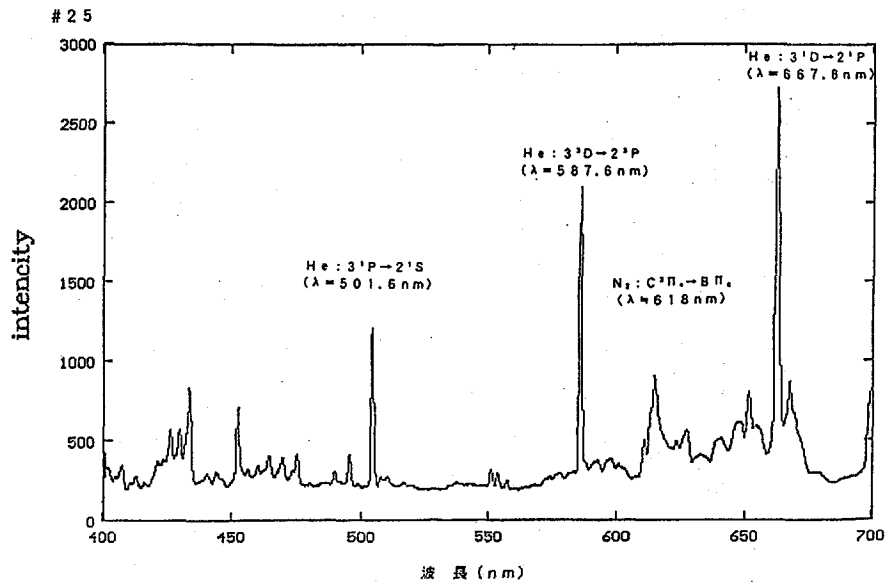


図8 Heの放電プラズマの発光スペクトル

Fig. 8 Spectrum of He plasma

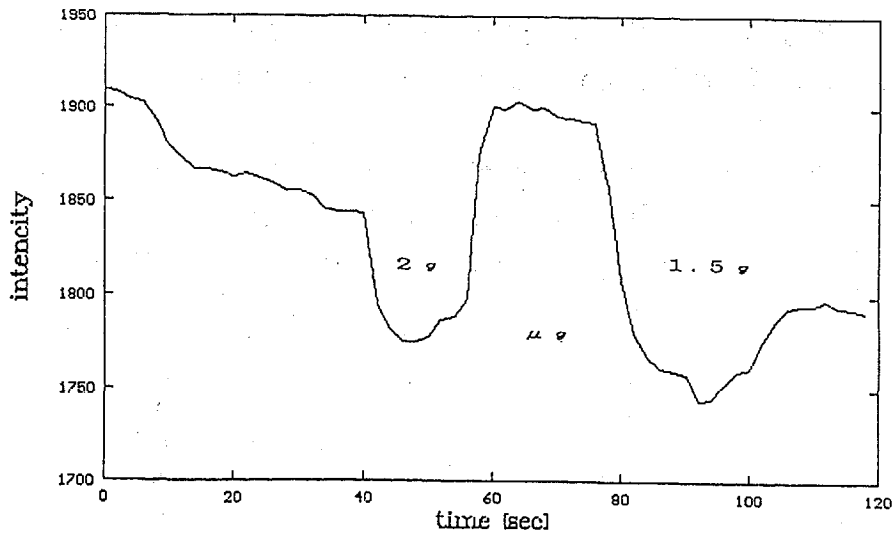


図9 668nmの発光ラインの重力依存性

Fig.9 Gravitational effect on the intensity of spectrum line, 656nm

3.3 電極温度

ダイヤモンドの気相合成では、基板の温度が極めて重要なパラメータである。BBMモデルにおいては、微小重力下で基板が一定の温度に保持できるような制御機構がないことから、微小重力下での温度データを得るため電極（タングステン製）の温度を放射温度計により計測した。

図10には、投入電力100W、ガスの圧力が40Torrの条件下での電極温度を示した。この図からもわかるように、微小重力環境下では、重力環境下と比べて、電極温度は約10~20℃だけ上昇することがわかった。この温度上昇は、ほぼ数秒で定常状態に達し、これはいずれの電力・圧力条件下でも同じであった。

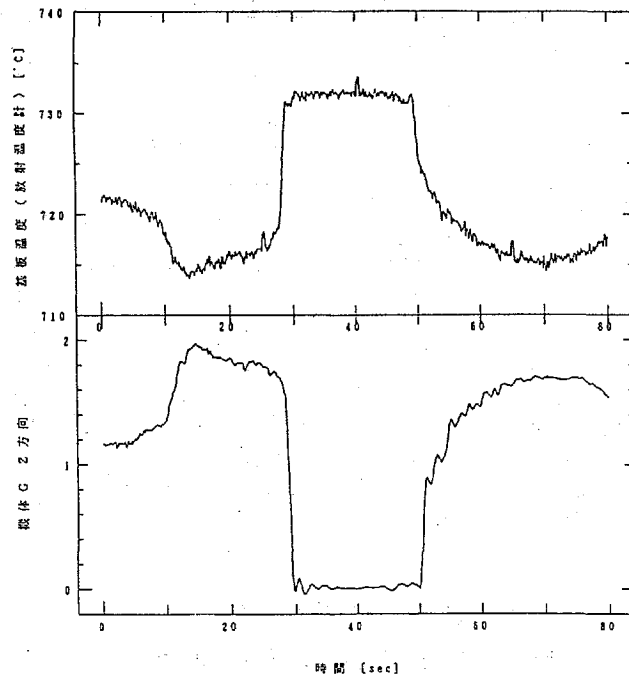


図10 放物飛行間での電極の温度の変化

Fig.10 Variation of the anode temperature with the value of gravity during a parabolic flight

ところで、ダイヤモンドの合成実験では、ダイヤモンドを堆積させる基板温度を800℃から900℃に保持する必要がある(これ以外ではダイヤモンドは合成できない)。本実験では重力変化による電極温度の上昇は30℃を越えることはなく、地上で800℃を多少越える条件に設定できれば、宇宙でも900℃以下の条件に保持し得る可能性が高いことがわかった。

4. 結 言

今回の航空機実験により、GDEF計画に向けて以下の知見を得ることができた。

- ① 重力の変化によりプラズマの特性や電極の温度が影響を受ける。すなわち、無重力下では電極温度は上昇し、プラズマは活性化する。
- ② 但し、このような変化は重力が変化した後数秒程度で定常状態に達することから、SFU/EFU/GDEF計画のような長時間の実験で、極端な温度上昇をもたらすものではないものと考えられる。

[謝 辞]

本実験を遂行するにあたり、実験装置の作製にあたっては日本研究開発工業株式会社のご協力をいただきました。また、航空機実験の実施に際してはダイヤモンドエアサービス株式会社および財団法人宇宙環境利用推進センターの方々にとにかくならぬご尽力をいただきました。ここに深く感謝いたします。

参考文献

- (1) 亀井信一、石川正道、渋谷喜和夫、村上敬司、太田進啓、藤森直治、犬塚直夫、佐藤洋一郎、日本マイクログラビティ応用学会誌、9, 57(1992).
- (2) 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報告書」(1986).
- (3) 石川正道、亀井信一、藤森直治、太田進啓、佐藤洋一郎、犬塚直夫、「ニューダイヤモンドフォーラム—ダイヤモンドCVDの反応機構とその制御」(JNDFTX分科-6-91)、12(1991).
- (4) 太田進啓、柴田隆行、藤森直治、渋谷喜和夫、村上敬司、佐藤洋一郎、犬塚直夫、石川正道、亀井信一、住友電気、137, 206(1990).