

QCM を用いたマイクロ波放電式中和器内部でのスパッタリング測定

Measurement of Sputtering Yields inside a Microeave Discharge Neutralizer using QCM

○森田 駿也・谷 義隆・神田 大樹(東大・院)・月崎 竜童・西山 和孝・國中 均 (宇宙航空研究開発機構)

○Shunya Morita・Yoshitaka Tani・Daiki Koda (The University of Tokyo)・Ryudo Tsukizaki・Kazutaka Nishiyama・Hitoshi Kuninaka (JAXA)

Abstract (概要)

Neutralizer is a main factor determining the life of ion engine. It is considered that the deterioration of the neutralizer is caused by sputtering by internal ions. Sputtered atomic detachment from the inner wall of the neutralizer by sputtering makes flake or causes contamination around the antenna. Flakes and contamination reduce microwave transmission efficiency. In order to prevent deterioration of the neutralizer, the inner wall should be coated with the material difficult to sputter. The state inside the neutralizer is unknown, so the sputtering test needs to be performed in the neutralizer. Material testing will be possible in a short time by QCM able to measure low mass change. In this paper, it showed that QCM inserted inside the neutralizer can measure its frequency even after neutralizer operation.

記号の説明

- dF : 周波数変化
- F_0 : QCM の基本周波数
- A : QCM 電極面積
- μ : 水晶のせん断応力
- ρ : 水晶の密度
- dm : 質量変化量
- f : 周波数
- t : 中和器稼働時間

1. 緒言

現在のイオンエンジンは正イオンを加速させ、放出する方法が主流であり、その性質上、イオンエンジン単体では放出するプラズマが正に帯電し、逆に宇宙機本体が負に帯電してしまう。こうした現象は、内部機器の不具合の発生、および放出したイオンが逆流し宇宙機に衝突という不具合を引き起こす。そのため、イオンエンジンには中和器と呼ばれる電子放出機構が付随する。一般的にはホローカソードが用いられるが、ホローカソード点火のためにはヒーターによる高温加熱が必要となり、ヒーターの寿命に制限されてしまう。それに対し、マイクロ波放電式中和器は、ヒーター電極を用いないため、長寿命性能が期待できる。

小惑星探査機「はやぶさ」に搭載された $\mu 10$ イオンエンジンに付随したマイクロ波放電式中和器は、地上耐久試験

で約 20,000 時間の寿命性能を実証した。しかしながら、実際の運用では 10,000~15,000 時間ほどで中和器は寿命を迎えた^{1,2)}。マイクロ波放電式中和器は放出する電子電流と同量のイオン電流が放電室内壁面に流入するため、イオンによる壁面のスパッタリング損耗が生じる。大道らの研究では、中和器の内壁でスパッタされた原子が放電室内で離脱と再付着を繰り返し、その過程でアンテナ周囲の絶縁体を汚染することに加え、再付着により生成されたフレークの壁面からの離脱してしまうことで、中和器内部のマイクロ波伝達効率を低下させ、それが中和器の劣化要因であるというマイクロ波放電式中和器劣化メカニズムが報告されている³⁾。また、過去の谷らの研究で、実際の運用時に行われた、ノミナル作動点よりも低い流量でのスロットリング運用時には、2 価イオンの 1 価イオンに対する存在比が増加することが明らかになった⁴⁾。スパッタリング現象は低エネルギー帯において、イオンのエネルギーが大きいほど統計的にスパッタされやすいことが判明している⁵⁾。そのため、実際の運用では、地上試験時よりも 2 価イオン電流の総量が大きかったために、中和器劣化速度が早まったと考えられている。

従来研究より、マイクロ波放電式中和器寿命を延ばすためにはスパッタリングによる放電室内壁の損耗を防ぐことが必須である。スパッタリング現象は入射粒子のエネルギーだけでなく、入射粒子の種類やターゲット粒子自体にも依存する⁵⁾。そのため、中和器内壁表面を耐スパッタ性の高い物質でコーティングすることで、表面の損耗を防ぐ、あ

るいは損耗速度を遅らせることが可能と考える。

しかしながら、そのコーティング材の選定は、通常のスパッタリング試験では不十分である。中和器内部でのプラズマについては判明していないことが多く、どのエネルギー帯をもった粒子がどの程度存在するか不明であり、なおかつ離脱と再付着を繰り返す放電室内の現象はとても複雑であると思われる。また、直接中和器内壁にコーティング材を塗布して、その質量減少量から耐スパッタ性を導く手法も考えられるが、従来研究では質量損耗をみるために、1,000時間級の耐久試験を行っており、複数のコーティング材で耐スパッタ性を評価するためには時間が大幅にかかってしまう³⁾。

本研究では、微小質量測定が可能な QCM を中和器内部に入れることで、中和器内部の特殊な環境下でのスパッタリング試験を行う方法を提唱し、その実験の是非を示すことを目的とする。

2. 実験装置および実験方法

2.1 QCM 中和器内部に挿入するうえで、その小ささと低質量測定が可能な点から図 1 のような QCM(Quartz Crystal Microbalance)を質量測定センサとして採用した。

QCM とは、水晶振動子の電極表面に物質が付着すると、その質量増加分に応じて共振周波数が変動する性質を利用した質量センサのことである。本研究で使用した 9MHz QCM は外径 8.7mm、電極径 5.0mm と小型であり、十分に中和器内部に挿入できる大きさである。質量測定感度は電極上の水晶を挟んだ反対側にも電極がある部分にのみ存在し、質量変化が周波数変化として出力される。その関係は次に示す Sauerbrey の式によって示されている。

$$dF = -\frac{2F_0^2}{A\sqrt{\mu\rho}} dm \quad (1)$$

本研究で用いた QCM は基本周波数が 9MHz であるから、1Hz 当たりの質量変化量は、

$$dm = \left| \frac{A\sqrt{\mu\rho}}{2F_0^2} \cdot 1 \right| = 1.07 [ng/Hz] \quad (2)$$

となる。このように ng オーダーで質量測定が可能であることは、測定可能な質量損耗量に至るまでの時間を短縮することができ、結果従来よりも短時間に中和器内部での耐スパッタ性を調べることができる。

QCM のさらなる利点として、電極面の水晶接触部が導電性であれば基本的に稼働可能である点がある。そのため QCM の電極面上に特定の材質をコーティングしても、質量測定が可能である。このことから、QCM 電極面に候補となるコーティング材を塗布することで、測定したいターゲット材質と衝突するイオンによるスパッタリングの影響を調べることが可能となる。本研究では中和器稼働前後でも QCM が作動するかを調べることを目的としているため、電極面の材質に大きな制約がない。そのため、手に入りやすい Au 電極 QCM を実験に用いた。Au は Xe イオンに対して比

較的スパッタされやすい材質であり、検査に用いる材質として申し分ないと考える。



図 1 QCM

2.2 中和器 図 2 に実験に用いた中和器の概要図を示す。本研究の対象となるマイクロ波放電式中和器は、中和器外部に配置した磁石による磁場と上流ヨーク中央に配したアンテナから送られるマイクロ波によって放電室内部の偶存電子を電子サイクロトロン共鳴によって加熱し、放電室内の Xe ガスと衝突させることでプラズマ生成を行う。こうして得られたプラズマによりオリフィスからのびるプラズマジェットを発生させ、外部には電子を放出し、内壁にはイオンを衝突させることで電流ループによる安定した電子放出を実現させる。

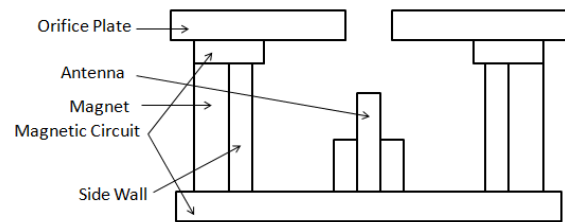


図 2 中和器の概要図

2.3 実験方法 図 3 に実験系の概略を示す。オリフィスに貫通穴をあけ、そこから QCM を挿入する。QCM は中和器の側壁の正面に配置され、アンテナから 5.5mm の位置にある。さらに QCM には、図 4 のようなアンテナ側のみ直径 1mm の穴をあけたアルミ製の保護カバーを取り付けた。QCM はその性質上、水晶の両面に質量感度を有するという特徴がある。しかしながら、中和器内部ではアンテナ側から壁面方向へのベクトルを持つイオンによってスパッタリングが生じているはずである。カバーを取り付けることにより、壁面側からアンテナ側へのベクトルを持つイオンによるスパッタリングから保護し、本来測定したいアンテナ側から入射するイオンによるスパッタリング現象のみを測定することが可能となる。本研究ではイオンエンジンとのカップリング運転は行わず、中和器単体で稼働させる。電流ループを形成するために中和器の正面にアノードプレートを配置し、電圧を加えることで中和器から電子を引き出した。中和器は接地させ実験を行ったため、アノード電位が中和器の引き出し電圧に相当する。

中和器は「はやぶさ 2」のノミナルに従い、マイクロ波

電力を 8W、マイクロ波周波数を 4.25GHz、作動ガスを Xe、ガス流量を 0.7sccm、中和器電流 180mA の定電流稼働として実験を行った。

QCM は中和器稼働前後でのみ周波数測定を行い、中和器稼働中には作動させていない。また、QCM には温度依存性があるため、伝熱による冷却がなされ、周波数の変動が ±1Hz/min まで収束した時の値を測定値とした。

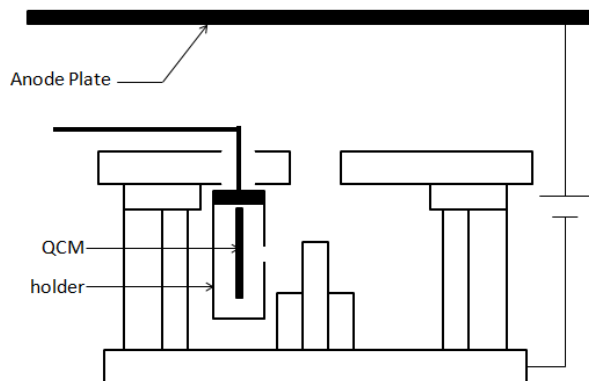


図3 QCM 内部挿入時の概要図



図4 QCM 用保護ホルダー

3. 実験結果

中和器を断続的に稼働させ、停止した時点でそれぞれ QCM の周波数測定を行った。中和器は累計 10,000 秒稼働させた。まず 7,500 秒稼働させた後に中和器を停止、QCM の周波数測定後、中和器を 2,500 秒稼働させた。中和器の引き出し電圧は 37~42V であった。QCM の周波数推移と式(1)より求めた質量変化量の累計値を図5に示す。中和器稼働前後でも QCM の周波数測定は継続して可能であり、中和器の稼働により QCM 表面の質量が増加したことが分かる。

図6は実験後の QCM の写真である。カバーに穴が開けられていた側の面には円形上の汚染がみられ、カバーによって保護されていた側の面では電極面の広い範囲まで銀色の汚染が広がっていることが見て取れる。

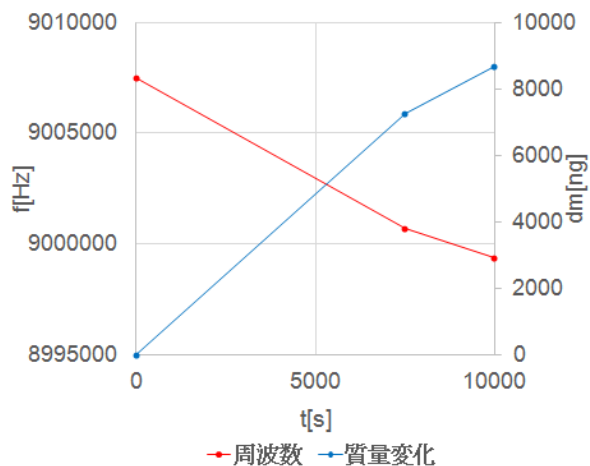


図5 内部挿入QCMの周波数変化と換算質量変化



図6 内部挿入QCM (左:壁面側, 右:アンテナ側)

4. 考察

本来スパッタリングによる損耗が生じた場合、QCM の質量は減少するはずであるが、本実験においては質量増加の傾向が見られた。質量増加、つまり物質の付着の要因としては、QCM 外部由来と QCM 由来のものが考えられる。外部由来としては、中和器内壁がスパッタされて離脱した粒子が QCM 表面に付着する場合と QCM 周囲の保護カバーがスパッタされて生じた Al 原子が付着する場合が考えられる。しかしながら、それではプラズマから保護されていた電極面の銀色汚染の説明ができない。そのため、今回の実験では QCM 由来の質量増加が大きな要因であると考えられる。

本実験で用いた QCM には電極面に電圧を加えるため、バネ止め導線が用いられているが、QCM の保持をより強固にするために、バネ止め部に導電性接着剤であるドータイトが使用されていた。今回使用されたドータイトは 150 度付近で溶解してしまう。中和器内部ではマイクロ波とプラズマによる加熱が起こってしまう。この加熱によってバネ止め部に使用されたドータイトが溶解したのである。その場合、ドータイトは QCM の両面のバネ止め部に使われているため、電極面への流入も両面で生じていると考えられる。それにもかかわらず、両面では大きな違いが目視で確認できる。その差異は、ホルダーに穴が開けられて、プラズマが衝突しているかどうかによって依存すると考える。プラズマから保護された側は、熱によるドータイトの溶解現象のみが生じ

るため、ドータイトの損失がほぼなく、目視で確認できるほど十分に汚染している。一方で、アンテナ側はホルダーに直径 1mm の穴が開いており、プラズマが QCM 表面に到達することができる。そのため、アンテナ側のほうがプラズマ衝突による温度上昇を受けやすく、ドータイトが蒸発した可能性が一つ考えられる。さらに、今まで議論してきたように、イオンの衝突にはスパッタリング現象が付き従う。つまり、本来予定していた Au 電極面ではなくドータイトがイオンによりスパッタリングされ、QCM 上から離脱した影響も大きいと考える。

この現象から、なぜ質量増加が生じたのかも説明できる。ドータイトは QCM 上にあったものであり、QCM そのものの質量においてはドータイトによる質量増加は起こらないだろう。しかしながら、周波数変化から得られる質量変化は、QCM 全体の質量変化ではなく、あくまで電極面の測定感度を持つ範囲上（電極面の円形部分）の質量変化である。スパッタリングが生じるアンテナ側ではドータイトが Au 面をスパッタから保護したために、質量減少量が乏しく、なおかつ壁面側の測定領域内にドータイトが侵入したことで質量増加が生じてしまい、その差分が質量増加として今回の結果に表れたのだと考えられる。

5. 結 言

本実験より、中和器内部に挿入した QCM は、中和器稼働後でも周波数測定が可能であり、今後の内部質量測定方法の一つとして有効であることが示された。一方で、中和器のような高温になる環境の中で QCM を使用する場合、QCM 周囲および表面に低温で溶解するドータイトのような導電性接着剤は使用するべきではない。ただ、この点については、あくまで導電性接着剤は QCM 保持の補助的な要素であり、ドータイトを使用しない QCM、本実験でいえばバネ止めにより保持された QCM を使用すればよく、注意すべき点ではあれども大きな課題ではない。

QCM の大きな特徴の一つとして、電極は水晶接触面との間に導電性があれば基本的にどのような材質でも対応できる点がある。そのため、QCM 上にさまざまなコーティング材を塗布して試験することは容易である。

また、中和器に実際にコーティングを施す際には、中和器壁面材質との適合性も考える必要がある。というのも、コーティング材は、その成膜方法や材質特性から、ターゲット金属に対してコーティングすることに向き不向きが存在するからである。耐スパッタ性がある材質でも、中和器内壁に用いられる Mo や Fe 上にコーティングすることができなければ実用性は乏しい。しかし、その点も QCM の特性を生かせば検証可能である。例えば、導電性を持ち、中和器側壁に用いられている Mo を QCM の電極にし、そのうえにコーティングを施すことで、そのコーティング材が実際に中和器側壁にコーティング可能な材質かどうかと、耐スパッタ性がどの程度であるかを同時に調べることもできる。今後は内部挿入する QCM の電極材質、あるいは電極面上に施すコーテ

ィング材を変更することで、耐スパッタ性を比較し、中和器劣化を防ぐ材質を選定することが可能である。

参考文献

- 1) Satoshi Hosoda, Hitoshi Kuninaka, The Homeward Journey of Asteroid Explorer “Hayabusa” Powered by the Ion Engines, Journal of Plasma Fusion, Vol.86 No.5, pp. 282-292, 2010. (in Japanese)1) Hainds, F. D. and Keyes, J. W. : Shock Interference in Hypersonic Flows, AIAA J., **10** (1972), pp.1441-1447.
- 2) Hitoshi Kuninaka, Kazutaka Nishiyama, et al., Powered Flight of Electron Cyclotron Resonance Ion Engines on Hayabusa Explorer, Journal of Propulsion and Power, Vol.23 No.3, May-June 2007.
- 3) Wataru Ohmich, A Study on the Degradation Mechanism and Lifetime Enhancement of Microwave Discharge Neutralizers, Ph.D. dissertation, University of Tokyo, 2014.
- 4) Yoshitaka Tani, Ryudo Tsukizaki, et al., Propellant Flow Rate Dependence of Sputtering Yield by Doubly-ionized Xenon in Microwave Discharge Neutralizer, Proceedings of Space Transportation Symposium FY2014, STEP-2014-064, 2015.
- 5) Ryuichi Shimizu, Yasumichi Yamamura, et al., Sputtering: Particle -Induced Surface Erosion, The Japan Society of Applied Physics, Vol.50, pp.470-488, 1981.