

宇宙航空研究開発機構研究開発資料  
JAXA Research and Development Memorandum

宇宙機用材料由来放出ガス成分分析チャンバ  
研究開発報告

Report on the Research and the Development of  
*In-situ* Contamination Spectroscopic Analysis Chamber

山中 理代, 馬場 勸, 松山 淳子, 宮崎 英治, 田村 高志

Riyo YAMANAKA, Susumu BABA, Junko MATSUYAMA  
Eiji MIYAZAKI and Takashi TAMURA

研究開発本部 電子部品・デバイス・材料グループ

Electronic Devices and Materials Group,  
Aerospace Research and Development Directorate

2012 年 3 月

March 2012

宇宙航空研究開発機構  
Japan Aerospace Exploration Agency

## 目次

1.	はじめに.....	1
2.	装置概要.....	2
2.1.	整備の背景と本装置の特徴.....	2
2.2.	性能.....	4
2.3.	構造.....	4
2.3.1.	機能ブロック概要.....	4
2.3.2.	各機能ブロック詳細.....	6
2.3.2.1.	試料加熱系（真空チャンバ内）.....	6
2.3.2.2.	付着系（真空チャンバ内）.....	7
2.3.2.3.	FT-IR 本体（赤外光源）.....	8
2.3.2.4.	赤外透過窓.....	8
2.3.2.5.	赤外光検出部.....	8
2.3.2.6.	真空排気系.....	9
2.3.2.7.	温度・真空度計測系.....	9
2.3.2.8.	赤外分光データ処理系.....	9
3.	実験.....	10
3.1.	実験概要.....	10
3.2.	コンタミ物質の定性分析および光学的影響確認実験.....	10
3.2.1.	実験条件.....	10
3.2.2.	実験結果.....	10
3.2.3.	考察.....	17
3.3.	試料加熱温度に対する依存性確認実験.....	18
3.3.1.	実験条件.....	18
3.3.2.	実験結果.....	18
3.3.3.	考察.....	24
3.4.	付着物の再放出の挙動確認実験.....	25
3.4.1.	実験条件.....	25
3.4.2.	実験データ処理方法とその結果.....	25
3.4.3.	考察.....	27
3.5.	定量評価の試み.....	27
3.5.1.	実験条件.....	27
3.5.2.	実験データ処理方法とその結果.....	28
3.5.3.	考察.....	30
4.	課題と発展.....	32

5.	おわりに.....	3 2
	参考文献.....	3 3
	謝辞 .....	3 3

## 1. はじめに

人工衛星の長寿命化、光学機器をはじめとした搭載機器の高機能化に伴い、コンタミネーションの影響が人工衛星開発における重要な課題の一つになっている。ここでの「コンタミネーション」とは、軌道上の宇宙機材料から放出されるアウトガス<sup>※1</sup>やスラスト噴射によるスラストプルーム<sup>※2</sup>の付着による汚染を指す。それにより、宇宙機の観測性能などの低下を引き起こすことはよく知られている。コンタミネーションの発生を抑制するために、材料のアウトガス測定試験やアウトガスレート測定試験を実施し、材料選定のスクリーニングが行われている。また、特にコンタミネーションの影響に敏感なミッションでは、独自のコンタミネーション管理がなされるケースがある。一方、宇宙機がフライトしている時にさらされる実宇宙環境<sup>※3</sup>においては、コンタミネーションの影響が生じていることは確認できるものの、十分な理解には至っていない。研究開発本部 電子部品・デバイス・材料グループでは、プロジェクトと連携してコンタミネーション管理支援業務を行っている。それらの支援業務を進めている中で、搭載センサの表面に付着するコンタミネーション成分と、影響を及ぼす波長域の把握が特に重要であると認識した。そこで、コンタミネーションの発生、付着を真空環境下で生じさせ、搭載センサの観測部表面を模擬した面の分光測定評価を可能とする、「宇宙機用材料由来放出ガス成分分析チャンバ」（以下、「コンタミ成分分析チャンバ」という）の開発を進めてきた。

本資料では、コンタミ成分分析チャンバの仕様及び実験取得データを紹介する。本装置で取得したデータが各種宇宙機プロジェクトのコンタミネーション管理に活用されることを望む。

※1 真空環境下で有機材料などから放出されるガス。

※2 スラスト噴射による燃焼物や未燃焼物。

※3 真空、熱サイクル・熱負荷、放射線、紫外線、原子状酸素など多くの環境因子が存在する環境。

## 2. 装置概要

### 2.1. 整備の背景と本装置の特徴

近年、人工衛星などの宇宙機自体の長寿命化や、宇宙機に搭載されるセンサの高機能化が進んできた。それに伴い、コンタミネーションの影響に対する感受性も高くなってきており、搭載センサや熱制御材料の寿命評価における汚染解析の重要性が増加している。しかしながら、これまでの汚染解析技術では、コンタミ物質の「付着量」を主として考えているものが中心となっており、その物質の持つ「特性」についての考慮が必ずしも十分ではないため、コンタミ物質自体の特徴や性質を反映した形での影響評価があまりできていないという課題がある。つまり、宇宙機から発生する放出ガスの内、搭載センサ表面に付着するコンタミ物質について、その搭載センサの観測波長域との相関を含めていないというのが、汚染解析技術の実状である。

コンタミ物質と観測波長域の相関について一例を示す。図 2-1 に、材料の可塑剤として広く使われているフタル酸ジオクチル (DOP) の吸収波長を示す。例えば、温室効果ガス観測技術衛星「いぶき」(GOSAT) に搭載された温室効果ガス観測センサ (TANSO-FTS: Fourier Transform Spectrometer) では、観測対象に合わせて観測波長域を 4 つの波長域で使い分けている(表 2-1)。図 2-1 に示した DOP の吸収波長と表 2-1 に示した TANSO-FTS の観測波長域から、仮に DOP が TANSO-FTS 表面に付着した場合、DOP が Band4 の観測波長域 (5.56~14.3  $\mu\text{m}$ ) に吸収ピークを多数持つことから、Band4 における観測データに劣化が生じることが予測される。

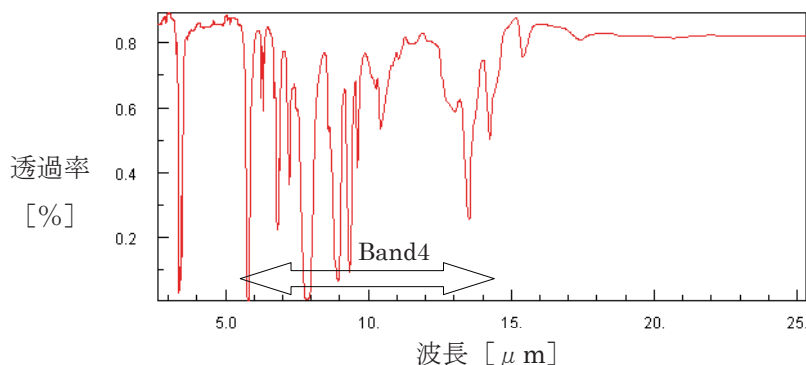


図 2-1 フタル酸ジオクチル (DOP) の吸収波長と TANSO-FTS の Band4 波長域

表 2-1 TANSO-FTS 観測波長

	Band1	Band2	Band3	Band4
波長 [ $\mu\text{m}$ ]	0.758~0.775	1.56~1.72	1.92~2.08	5.56~14.3
瞬時視野 [k m]	10.5	10.5	10.5	10.5
観測対象	酸素	二酸化炭素 メタン	二酸化炭素 水蒸気	二酸化炭素 メタン

以上のことから、今後、汚染解析技術を向上させていく上で、コンタミ物質の持つ光学的特性を把握することがより重要になっていくと考えられる。そこで、実宇宙環境を模擬した真空環境中で宇宙機用材料（熱制御フィルム、塗料、接着剤など）から放出されるガスが、付着した面でどのような分光スペクトルを持つか実測することを目的として、コンタミ成分分析チャンバの整備を進めてきた。

コンタミ成分分析チャンバは、宇宙機用材料（以下、試料）から発生するアウトガスが、宇宙機の熱制御材表面や搭載センサ表面の様な、光学的清クリティカル面（以下、付着面）にどのように付着するのか、また付着面がどのような光学的影響を受けるのか、フライト環境（真空環境および熱環境）に準じて調べることができる装置である。

上記条件を満たすために必要となる機能は、

- ① 試料から発生するアウトガスの、発生・輸送・付着を全て真空環境中で再現すること
  - ② ガスの付着した付着面の光学的特性を、大気に曝すことなく真空環境中で取得すること
  - ③ 試料および付着面の温度が任意に設定可能であること
- である。

コンタミ成分分析チャンバは真空チャンバと分光器を組み合わせることで、前述の機能を実現した。図 2-2 にコンタミ成分分析チャンバの全体外観写真、および分光スペクトル測定時のチャンバ内部の概念図を示す。

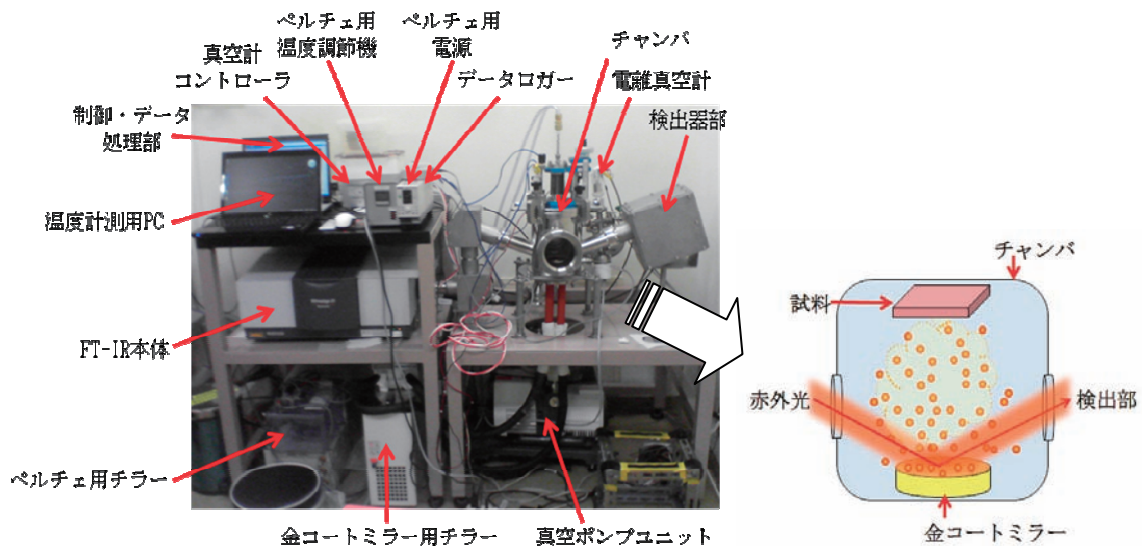


図 2-2 コンタミ成分分析チャンバ全体外観写真および分光スペクトル測定時のチャンバ内部の概念図（右図）

## 2.2. 性能

表 2-2 にコンタミ成分分析チャンバの性能を示す。

表 2-2 コンタミ成分分析チャンバ性能

測定波長範囲	7800～350cm <sup>-1</sup> (1.28 μ m～28.57 μ m) <sup>※</sup>
測定分解能	0.5,1,2,4,8,16 cm <sup>-1</sup> から選択
S/N 比	1/40000
スペクトル連続取得間隔	60 秒以下
試料加熱温度	最高 140℃
付着面温度	最低 -10℃
チャンバ真空度（試験未実施時）	1×10 <sup>-3</sup> Pa

※KRS-5 を赤外透過窓として設置した場合の性能。

## 2.3. 構造

### 2.3.1. 機能ブロック概要

図 2-3 にコンタミ成分分析チャンバの機能ブロック図およびデータ取得の流れを示す。なお、コンタミ成分分析チャンバは、以下の機能ブロックにより構成される。

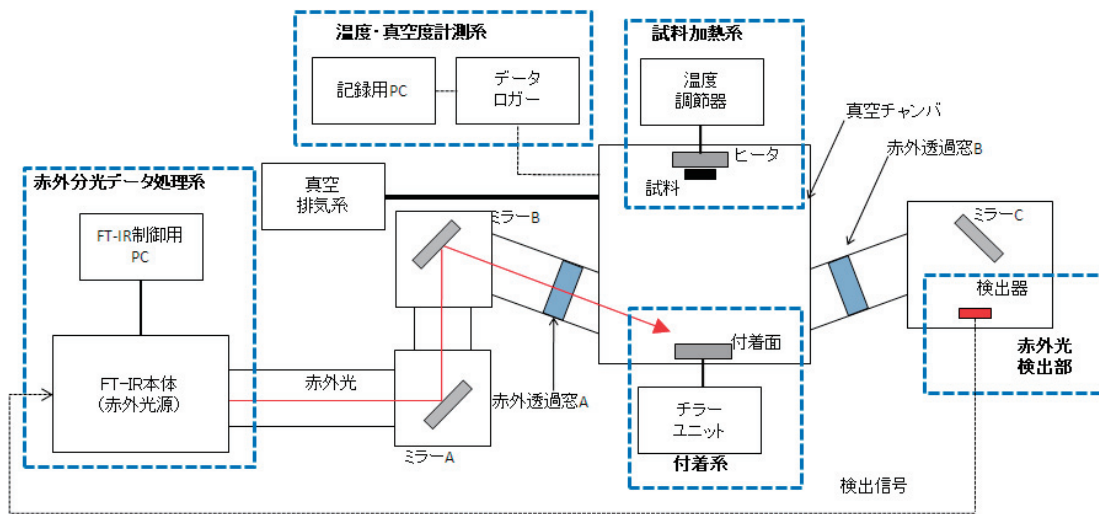
- ① 試料加熱系（真空チャンバ内）
- ② 付着系（真空チャンバ内）
- ③ FT-IR 本体（赤外光源）
- ④ 赤外透過窓 A,B
- ⑤ 赤外光検出部
- ⑥ 真空排気系
- ⑦ 温度・真空度計測系
- ⑧ 赤外分光データ処理系

データ取得の流れは、次の通りである。

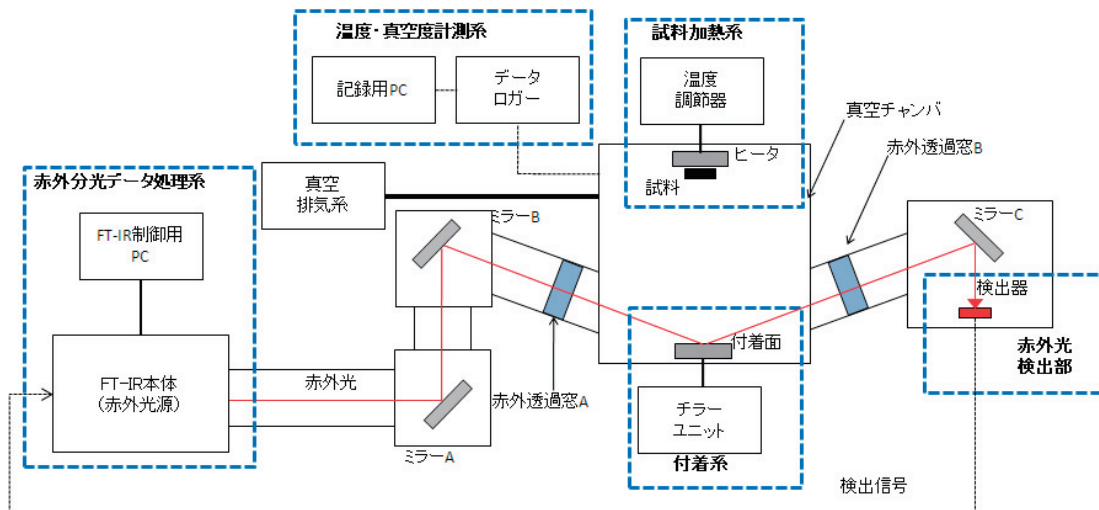
- 1) FT-IR 内の赤外光源から発せられた赤外光は、FT-IR 本体外部に誘導され、ミラーA、ミラーB、赤外透過窓 A を通過して、付着面に入射する（図 2-3（A））。
- 2) 赤外光は付着面で反射（水平に近い角度で赤外光を入射せる「高感度反射法」を使用）し、赤外透過窓 B、ミラーC を通過して赤外光検出部に誘導され、赤外反射スペクトルを得る（図 2-3（B））。
- 3) 真空チャンバ内では、試料加熱系にて任意の温度で試料が加熱される（図 2-3（C））。
- 4) 加熱された試料から発生したアウトガスが、任意の温度に設定された付着系に入射し、

付着する（図 2-3 (C)）。

- 5) 付着したガスの成分及び付着量に応じた吸収を受けた赤外光が付着系で反射される（図 2-3 (D)）。
- 6) 赤外分光データ処理系では、赤外光検出部に入射した赤外光のスペクトルを一定間隔で記録する。
- 7) 記録された赤外光のスペクトル（分光スペクトル）の時間推移を見ることにより、付着面に付着した成分と付着量の時間推移を確認することができる。

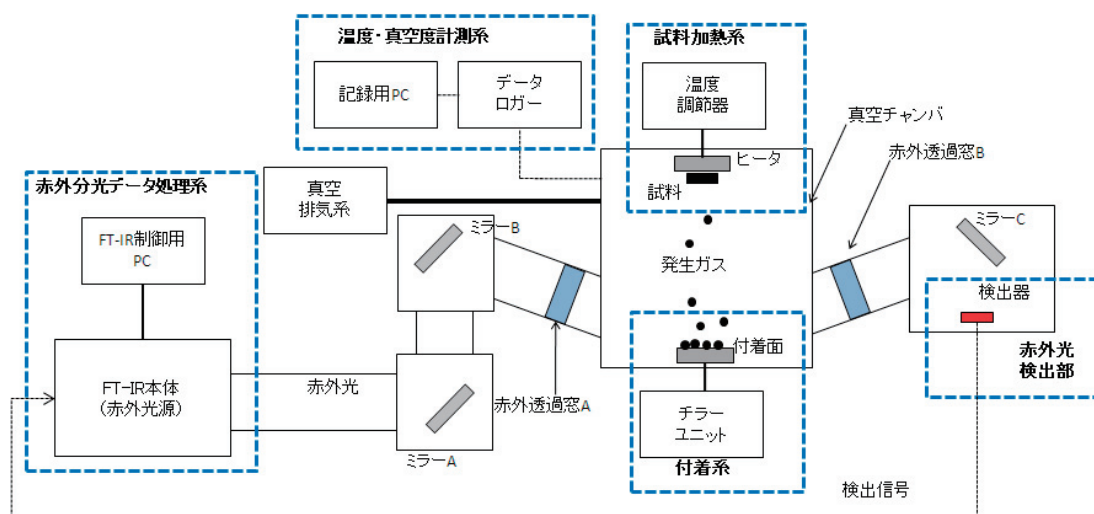


(A) 赤外光の付着面入射

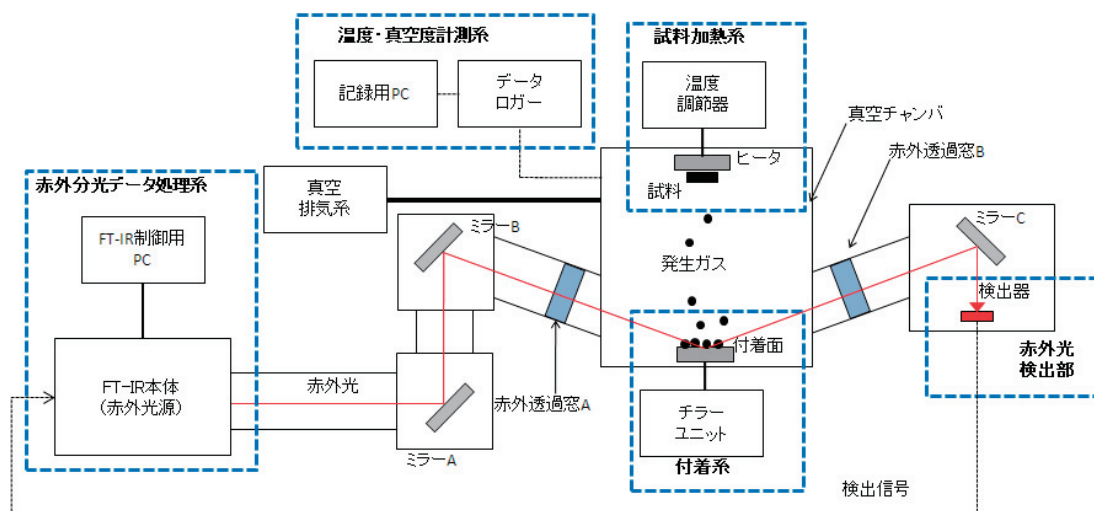


(B) 赤外光の付着面での反射と赤外反射スペクトルの検出





(C) 試料の加熱と付着系へのアウトガスの付着



(D) 付着したガス成分の分析

図 2-3 コンタミ成分分析チャンバ機能ブロック図およびデータ取得の流れ

## 2.3.2. 各機能ブロック詳細

各機能ブロックの詳細について以下に示す。

### 2.3.2.1. 試料加熱系（真空チャンバ内）

図 2-4 に試料加熱部外観を示す。試料の加熱にはペルチェヒータ（PU-50WH、高木製作所製）を使用している。ペルチェヒータは、真空チャンバ上部蓋内部に取り付けられており、大気側（電源）とはベローズ付きのフィードスルーを介して接続される。

試料は、 $t=1\text{mm}$  のアルミ板上に塗布または搭載する。試料を搭載したアルミ板は、ボルト止めによってペルチェヒータに密着・固定する。

なお、ベローズ機構を用いてペルチェヒータの位置を上下に調整することで、試料から付着面までの距離を任意に設定することが可能である。

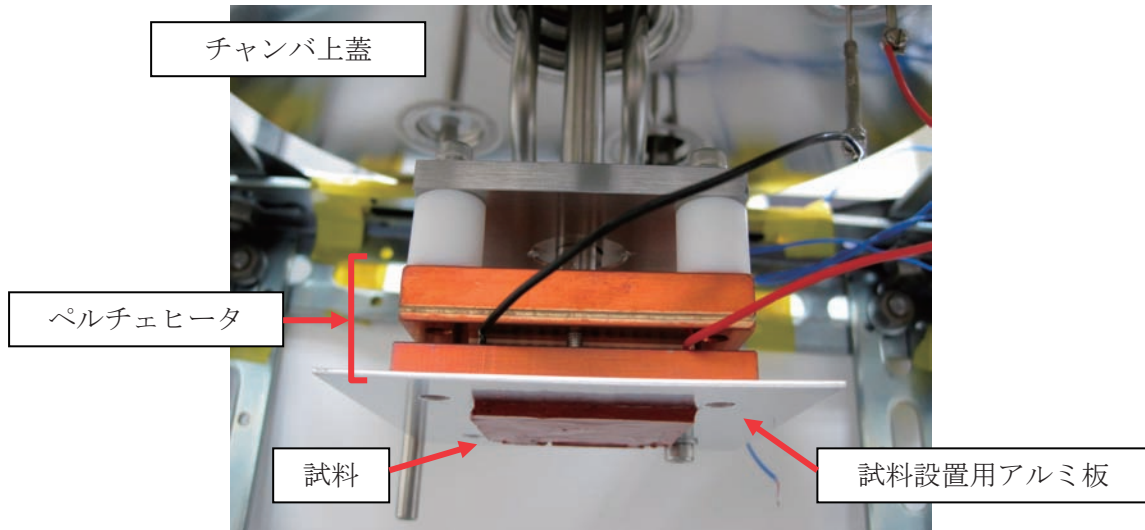


図 2-4 試料加熱系外観

#### 2.3.2.2. 付着系（真空チャンバ内）

図 2-5 に付着系外観を示す。

真空チャンバ底部に、温度制御可能なミラー設置ホルダが組み込まれており、このホルダに直径 50mm φ、厚さ 10mm の光学ミラーを設置する。ミラー設置ホルダの温度は、大気側に設置したチラーユニットによって制御される。

光学ミラーとミラー設置ホルダとの熱伝導性を向上させるため、光学ミラーの裏には、厚さ 1mm の In シートを挿入している。In を採用したのは以下の理由による。

- ① 柔軟性がある（ミラーとホルダの密着性向上=熱伝達量向上）
- ② 熱伝導率が高い（熱伝達量向上）
- ③ 金属である（自身からのアウトガスは極微量=付着面を汚染しない）

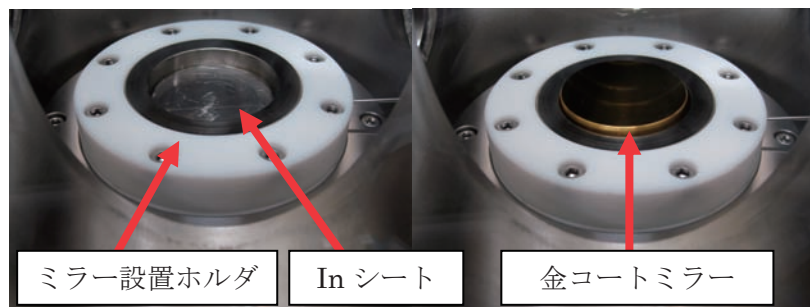


図 2-5 付着系外観（右は金コートミラーを設置した状態）

### 2.3.2.3. FT-IR 本体（赤外光源）

赤外光源となる FT-IR 装置は、島津製作所製の IRPrestige-21®である。表 2-3 に仕様を示す。

表 2-3 IRPrestige-21®光学系仕様

光源	セラミック光源
干渉計	30° 入射マイケルソン型干渉計
光学系	シングルビーム
ビームスプリッタ	Ge 蒸着 KBr

### 2.3.2.4. 赤外透過窓

赤外透過窓 A,B は以下の要素を考慮して KRS-5 (φ 50mm, t5mm) を採用した。図 2-6 に KRS-5 の光学特性を示す。

- ① 測定波長領域（赤外領域）における透過率が高いこと
- ② 真空-大気の圧力差に耐えうる機械的強度を持つこと
- ③ 潮解性がないこと

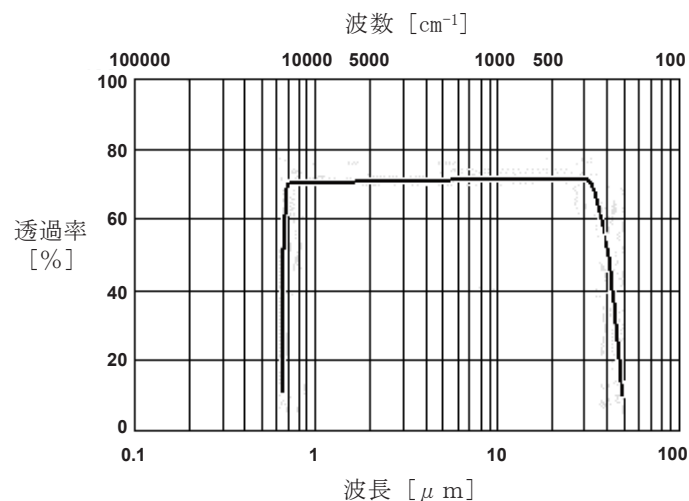


図 2-6 KRS-5 の光学特性

### 2.3.2.5. 赤外光検出部

赤外光検出器は、2.3.2.3 項の IRPrestige-21®の IR 外部検出器を使用している。検出器の種類は、DLATGS である。

#### 2.3.2.6. 真空排気系

真空排気は、ターボ分子ポンプ及びロータリポンプを使用している。

#### 2.3.2.7. 温度・真空度計測系

試験中の試料温度、付着面温度は、真空チャンバのフィードスルーより導入した T 型熱電対を用いて計測する。

試験中真空度は、コールドカソードピラニーゲージ「M-360CP-SP/N25 (ANELVA 製)」を用いて計測する。

上記の素子で計測した温度・真空度は、データロガー「NR-1000 (キーエンス製)」を介して PC に記録される。

#### 2.3.2.8. 赤外分光データ処理系

赤外分光データ処理系は、専用の連続測定ソフトウェアを用いて、赤外分光測定の条件設定（分解能、測定波長域、測定間隔等の設定）などのコントロールと、取得した連続スペクトルの記録、表示を行う。

### 3. 実験

#### 3.1. 実験概要

本章では、コンタミ成分分析チャンバの特性・能力を理解するために実施した実験の結果を示す。実験には2種類の試料、RTV S691 (WACKER CHEMICAL 社製) と EA9309NA (Henkel 社製) を使用した。いずれも宇宙機の製作時に多く使用される材料として知られている接着剤である。

まず、本装置の基本性能を確認するための「コンタミ物質の定性分析及び光学的影響確認実験」を行った。次に、本装置の大きな特徴の一つである、試料及び付着面の温度可変機能を用いた「試料加熱温度に対する依存性確認実験」および「付着物の再放出の挙動確認実験」を行った。最後に、取得したデータを処理することによる、定量的評価を試みた。

#### 3.2. コンタミ物質の定性分析及び光学的影響確認実験

##### 3.2.1. 実験条件

試料由来のコンタミ物質固有の吸収ピークとその光学的影響（コンタミ物質の付着により影響する波数領域）を調べることを目的として、本実験を行った。試料を 125℃で加熱し、付着面を-10℃に冷却して、付着したコンタミ物質の分光スペクトルデータを取得した。また、分光スペクトルデータの時間変化についてもデータを取得した。

表 3-1 に実験条件を示す。

表 3-1 コンタミ物質の定性分析及び光学的影響確認実験条件

項目	条件
試料	RTV S691、EA9309NA
試料加熱温度	125℃
被着面温度条件	-10℃
観測波数領域	4500～500cm <sup>-1</sup>
加熱時間	24 時間

##### 3.2.2. 実験結果

###### (1) RTV-S691

図 3-1 から図 3-5 に、経過時間毎（1、2、6、12、24 時間経過時）の分光スペクトルデータを示す。

1 時間経過時（図 3-1）には、波数 2950cm<sup>-1</sup> (①)、1250cm<sup>-1</sup> (②)、1100cm<sup>-1</sup> (③) および 800cm<sup>-1</sup> (④) 付近に吸収ピークが現れることが確認された。低波数側（750cm<sup>-1</sup> 以下）および高波数側（3000cm<sup>-1</sup> 以上）の領域には、その他の領域に比較し、ノイズが多く見られた。

また、時間が経過するに従い、特徴的な吸収ピーク以外の吸光度（ベースライン）が増加してくる現象が見られた。6 時間経過時までは、吸収ピークおよびベースラインの吸光度が徐々に増加した（図 3-1 から図 3-3）。しかし、12 時間経過時および 24 時間経過時では、吸収ピークおよびベースラインの吸光度の増加は止まり、減少し始める様子が見られた（図 3-4、図 3-5）。

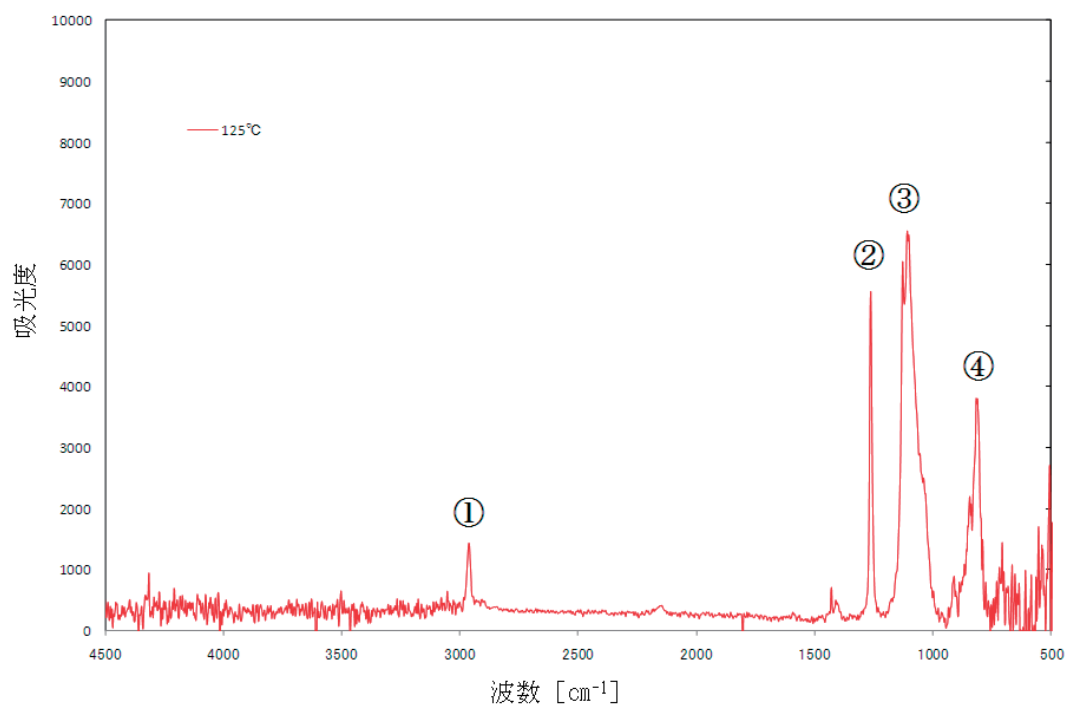


図 3-1 1 時間経過時の分光スペクトル

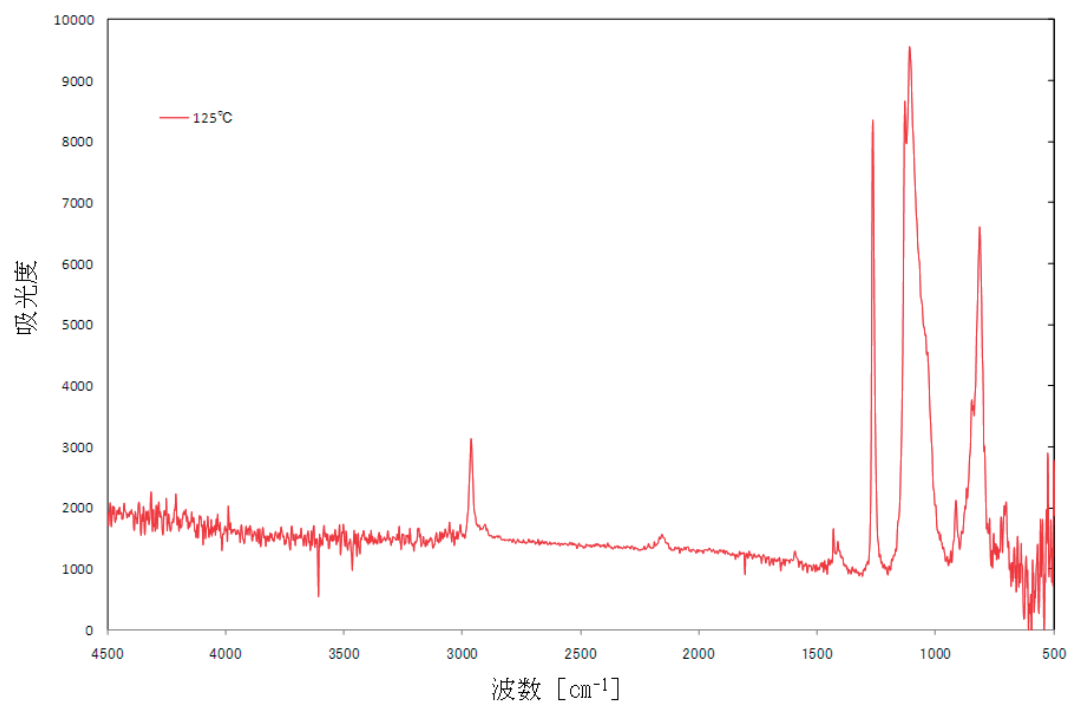


図 3-2 2 時間経過時の分光スペクトル

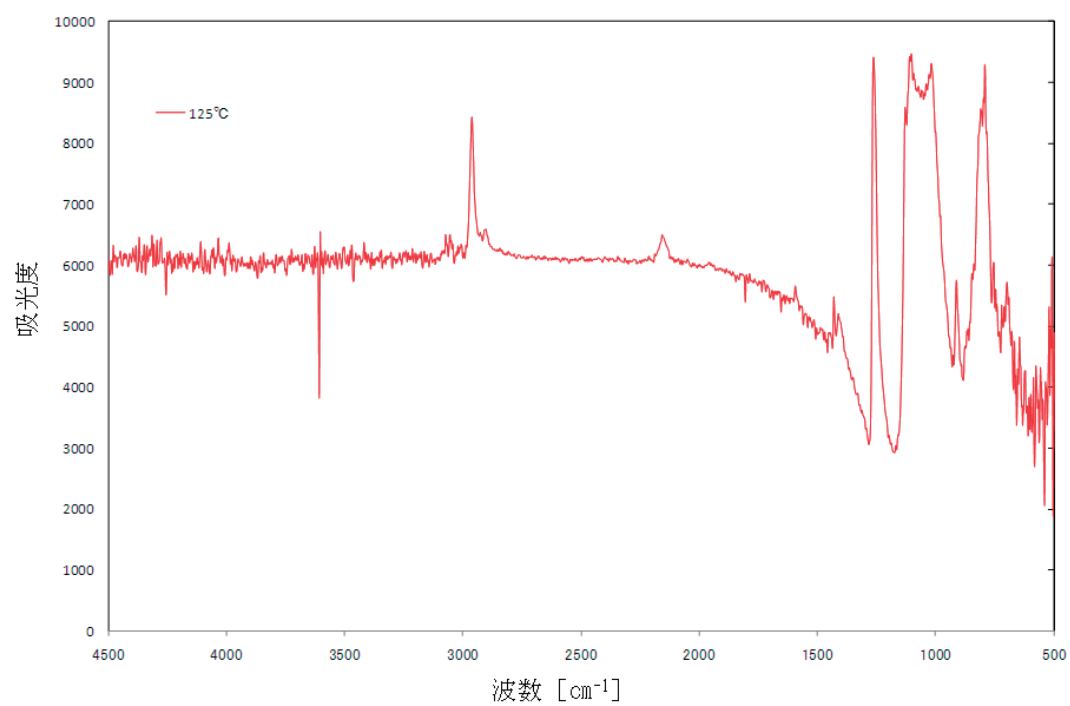


図 3-3 6 時間経過時の分光スペクトル

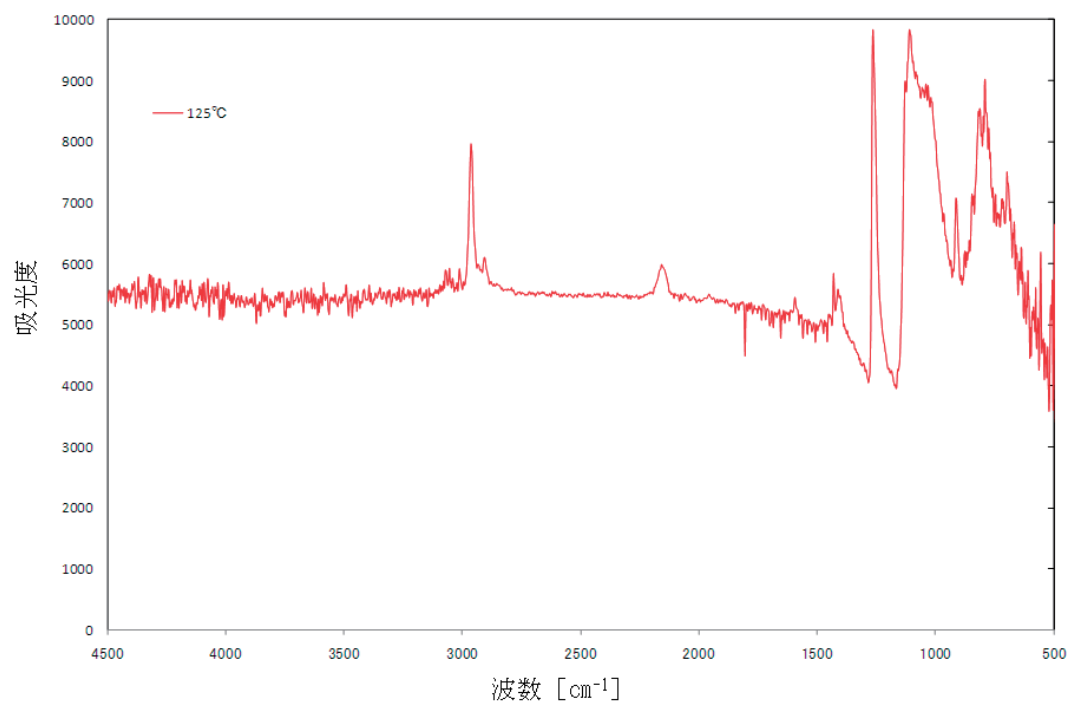


図 3-4 12 時間経過時の分光スペクトル

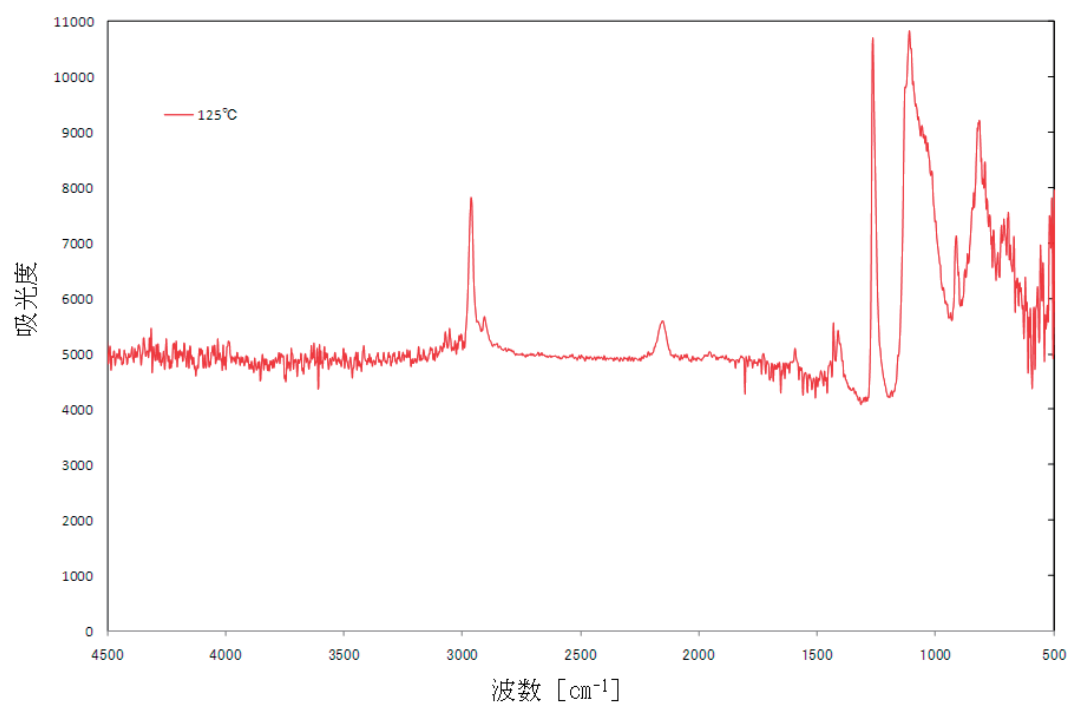


図 3-5 24 時間経過時の分光スペクトル



## (2) EA9309NA

図 3-6 から図 3-10 に、経過時間毎（1、2、6、12、24 時間経過時）の分光スペクトルデータを示す。

1 時間経過時（図 3-6）には、波数  $2950\text{cm}^{-1}$  (①)、 $1600\text{cm}^{-1}$  (②)、 $1500\text{cm}^{-1}$  (③) および  $1100\text{cm}^{-1}$  (④) 付近などに吸収ピークが現れた。

また、RTV-S691 と比較して吸光度が短時間のうちに増加し、その後加熱時間の経過に伴い徐々に減少する様子が見られた（図 3-6 から図 3-10）。なお、ベースラインの吸光度の増加については特に高波数側で顕著であった。

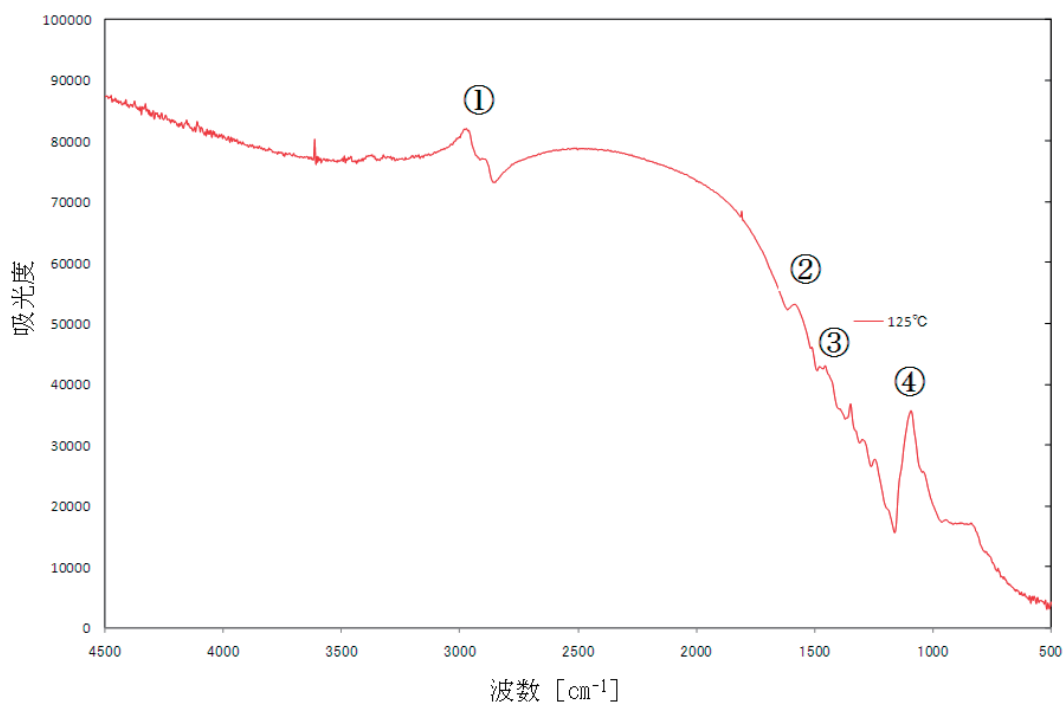


図 3-6 1 時間経過時の分光スペクトル

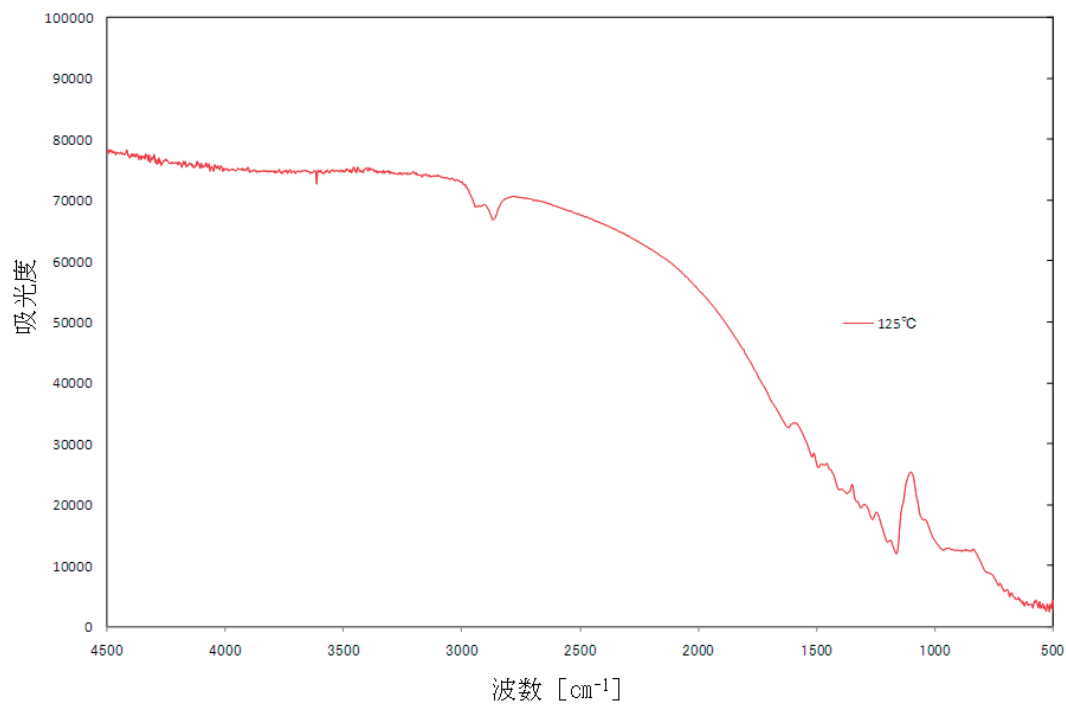


図 3-7 2 時間経過時の分光スペクトル

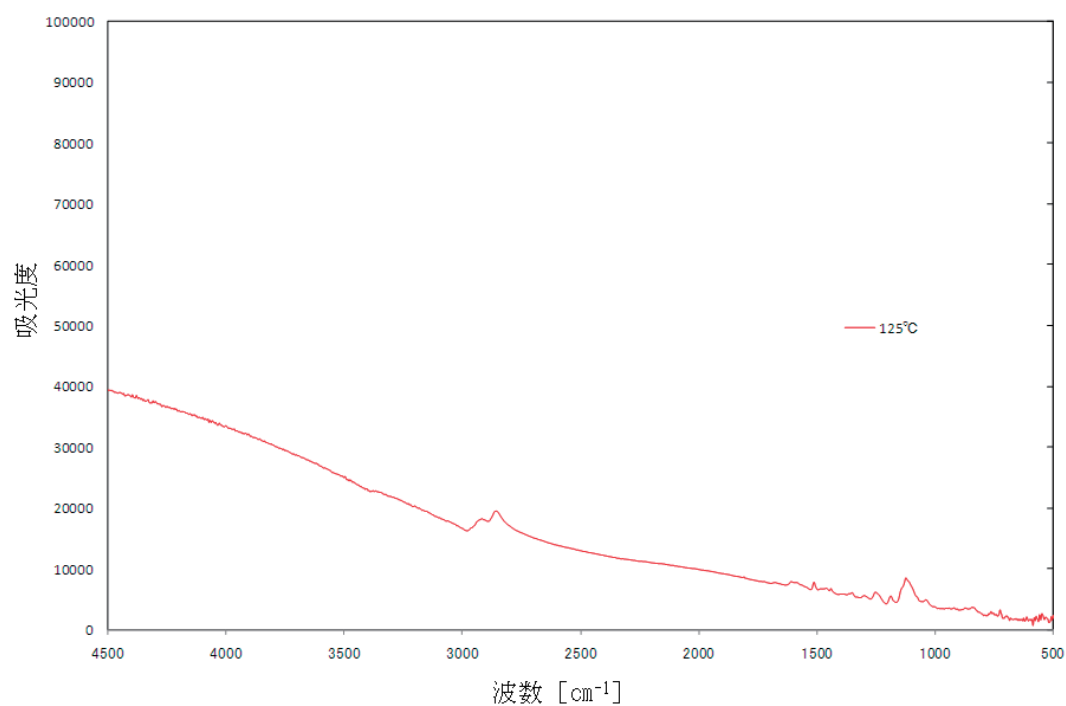


図 3-8 6 時間経過時の分光スペクトル

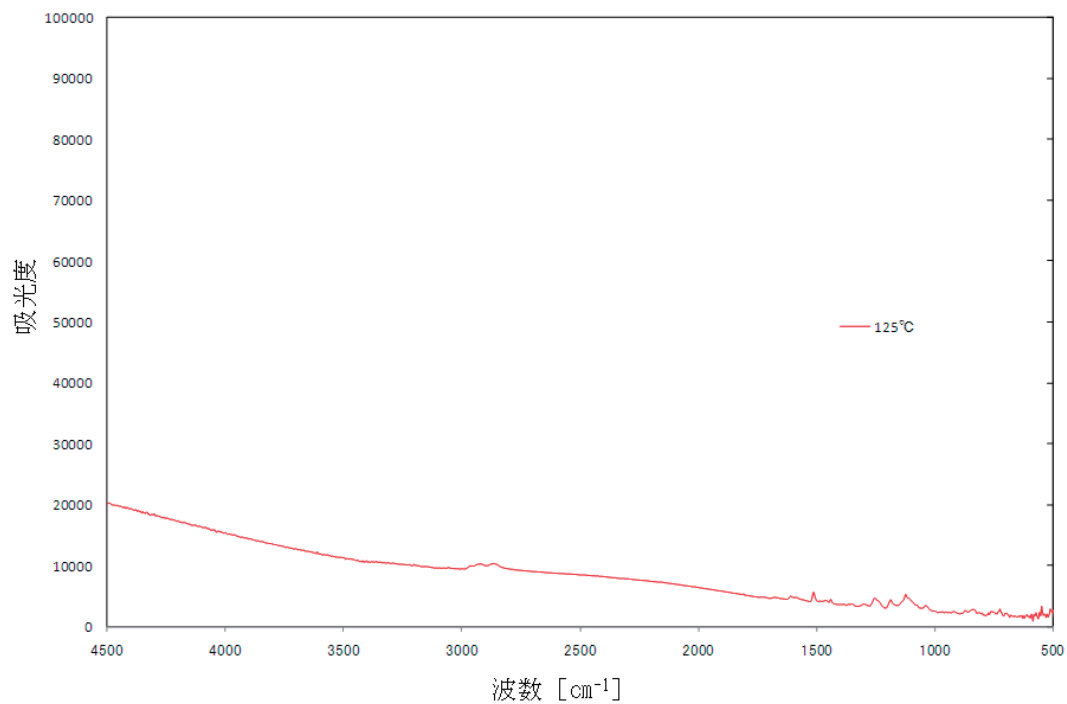


図 3-9 12 時間経過時の分光スペクトル

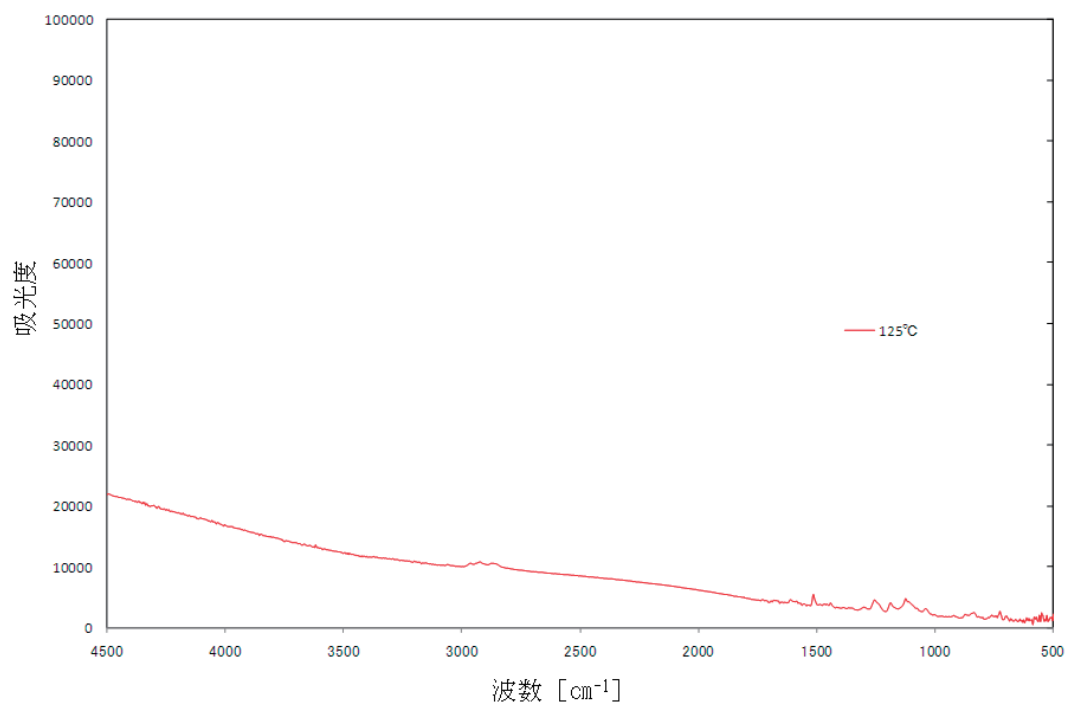


図 3-10 24 時間経過時の分光スペクトル

### 3.2.3 考察

#### (1) RTV S691

本実験の結果から、RTV S691 由来のコンタミ物質は、主に波数  $2950\text{cm}^{-1}$  (①)、 $1250\text{cm}^{-1}$  (②)、 $1100\text{cm}^{-1}$  (③) および  $800\text{cm}^{-1}$  (④) 付近に吸収ピークを持つことが確認された。そこで、参考文献<sup>1-3)</sup>を使ってそれら吸収ピークの帰属を行った。その結果、①の吸収ピークは C-H 結合に、②の吸収ピークは Si-CH<sub>3</sub> 結合に、③の吸収ピークは Si-O-Si 結合に、④の吸収ピークは Si-(CH<sub>3</sub>)<sub>n</sub> 結合によるものであることがわかった。RTV S691 はシリコーン系の接着剤であり、これらの吸収ピークは、シリコーン系成分の主骨格であるシロキサン結合に由来していると考えられる。

また、特に②、③、④の吸収ピークの吸光度は、試料の加熱時間とともに増加していくが、ある程度の時間が経過すると、その後は徐々にその減少していくことが確認された。これは②、③、④の波数に吸収ピークを持つ試料中に含まれるアウトガス成分が、ある程度の時間加熱され続けることで枯渇したためと考えられる。

なお、本実験で使用した試料の量、試料加熱温度、および付着面温度では、コンタミ物質の付着により吸収スペクトルのベースライン自体が上昇し、全波数域において光学的な影響が出る様子が確認された。これは、コンタミ物質の付着量がある量を越えた場合、入射した赤外光が散乱などを起こし、分光スペクトルのベースラインに影響を及ぼす可能性があることを示唆していると考えられる。本事象については、今後、コンタミ物質の付着量と吸収スペクトルとの関係を実験的に調べることで、明らかにしていきたいと考えている。

#### (2) EA9309NA

本実験の結果から、EA9309NA 由来のコンタミ物質は、主に波数  $2950\text{cm}^{-1}$  (①)、 $1600\text{cm}^{-1}$  (②)、 $1500\text{cm}^{-1}$  (③) および  $1100\text{cm}^{-1}$  (④) 付近に吸収ピークを持つことが確認された。参考文献<sup>1-3)</sup>による帰属の結果、①の吸収ピークは C-H 結合に、②の吸収ピークは NH<sub>2</sub> 結合に、③の吸収ピークは C-H 結合に、④の吸収ピークは C-N 結合によるもので、主にアミン系の成分であることが確認された。EA9309NA は、主剤と硬化剤を混合して硬化させるタイプのエポキシ系接着剤であり、アミン系を主成分とする硬化剤が使用されている。以上のことから、硬化剤の主成分であるアミン系の成分がアウトガスとして EA9309NA から放出され、付着面に付着したと考えられる。

また、コンタミ物質の付着によって、特に高波数側の吸収スペクトルのベースライン自体の吸光度が増加する様子も確認された。これは、RTV S691 を試料とした実験で生じた現象と類似した現象であると考えられる。

### 3.3. 試料加熱温度に対する依存性確認実験

#### 3.3.1. 実験条件

本実験は、試料加熱温度の違いが、試料加熱一定時間経過後の分光スペクトルの吸光度の変化に与える影響を確認する目的で行った。4条件の加熱温度での実験を行い、分光スペクトルの結果を比較した。

表 3-2 に試験条件を示す。

表 3-2 試料加熱温度に対する依存性確認試験の試験条件

項目	条件
試料	RTV S691、EA9309NA
試料加熱温度	60℃、75℃、100℃、125℃
被着面温度条件	-10℃
観測波数領域	4500～500cm <sup>-1</sup>
加熱時間	24 時間

#### 3.3.2. 実験結果

##### (1)RTV-S691

図 3-11 から図 3-15 に、経過時間毎（1, 2, 6, 12, 24 時間経過時）の分光スペクトルデータを示す。

2 時間経過時まで（図 3-11、図 3-12）は、全波数領域において、試料の加熱温度が高温であるほど吸光度が増加していることが確認できる。しかし、6 時間経過時（図 3-13）には、1100cm<sup>-1</sup> 付近において、試料加熱温度 125℃と 100℃の吸収ピークの吸光度が同程度となり、それ以降（図 3-14、図 3-15）では、試料加熱温度 100℃の吸収ピークの吸光度が試料加熱温度 125℃の吸収ピークの吸光度を上回っている様子が見られた。また、2200cm<sup>-1</sup> 付近の吸収ピークは、試料の加熱温度が 125℃、100℃、75℃の分光スペクトルでは確認できるものの、試料の加熱温度 60℃の分光スペクトルデータでは 24 時間経過後（図 3-15）も吸収ピークを確認することができなかった。

試料の加熱温度が 60℃、75℃、100℃の分光スペクトルのベースラインは、時間経過に伴って吸光度が増加していく傾向を示すが、試料の加熱温度が 125℃の分光スペクトルデータでは 6 時間経過時以降は吸光度が減少していく様子が見られた（図 3-11 から図 3-15）。

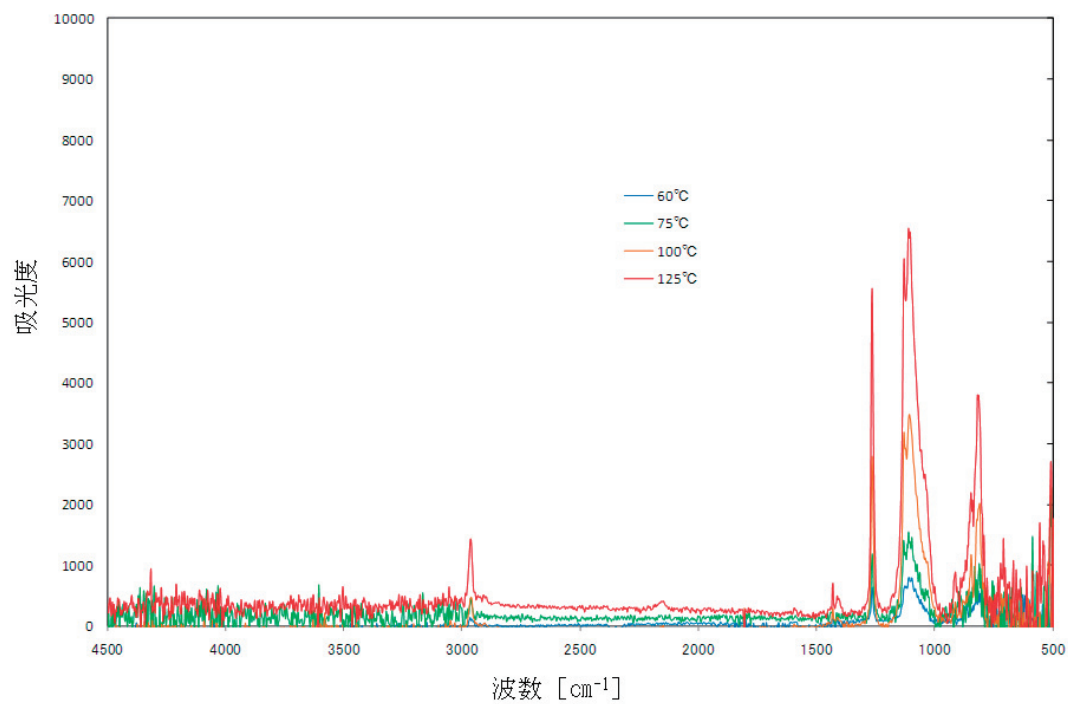


図 3-11 1 時間経過時の分光スペクトル

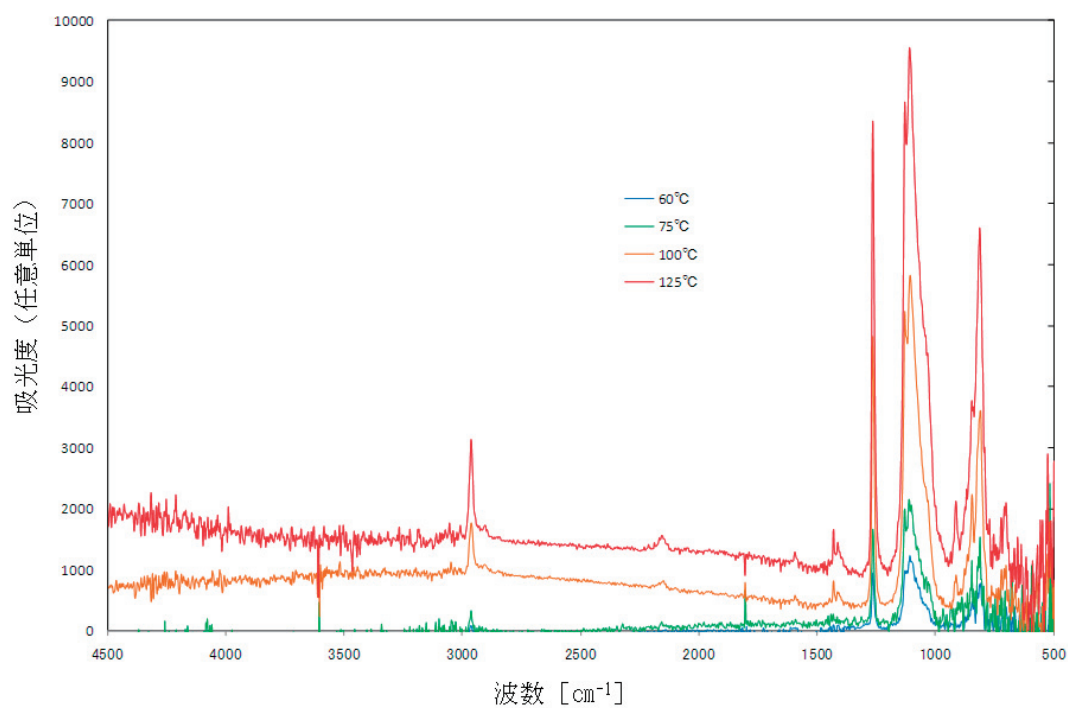


図 3-12 2 時間経過時の分光スペクトル

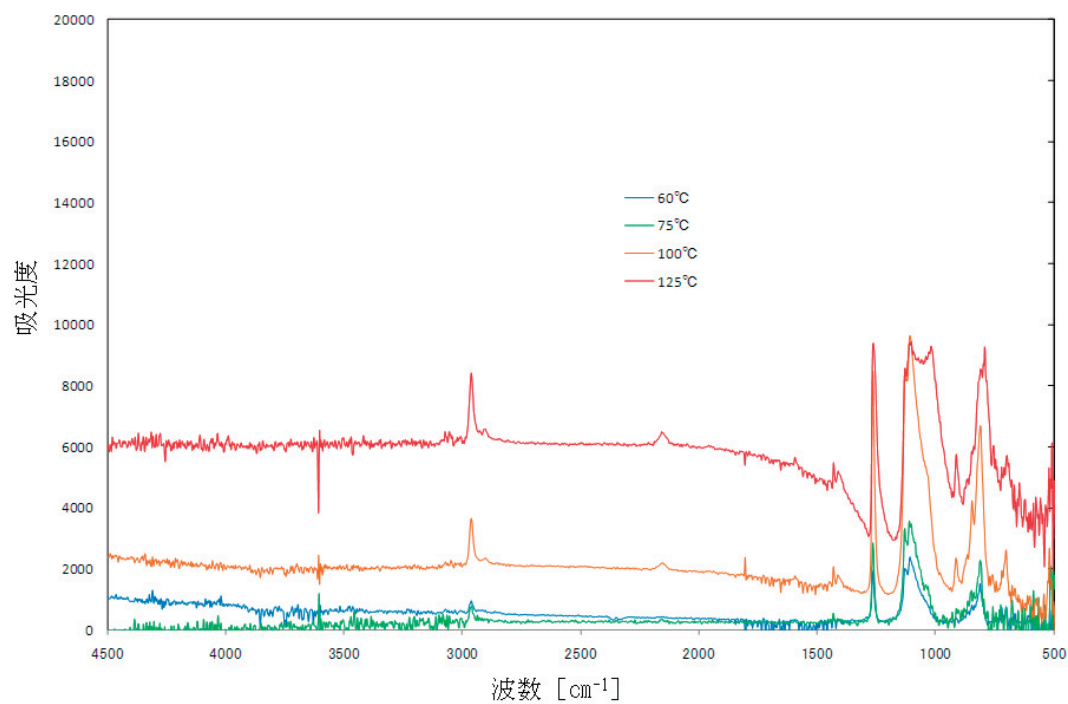


図 3-13 6 時間経過時の分光スペクトル

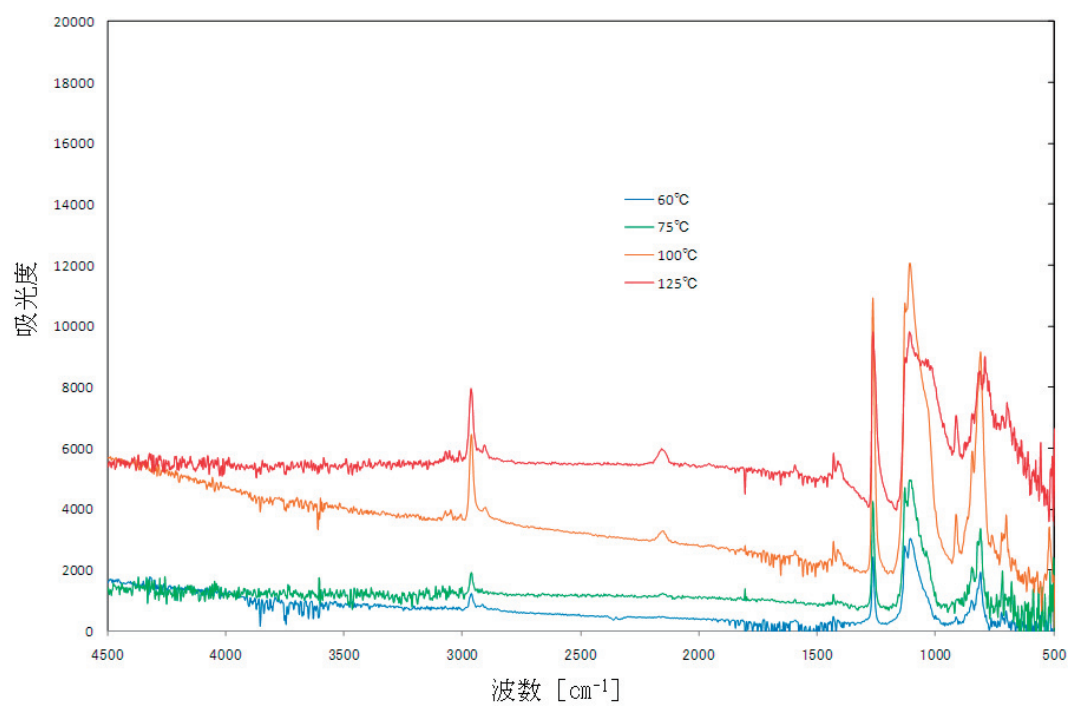


図 3-14 12 時間経過時の分光スペクトル

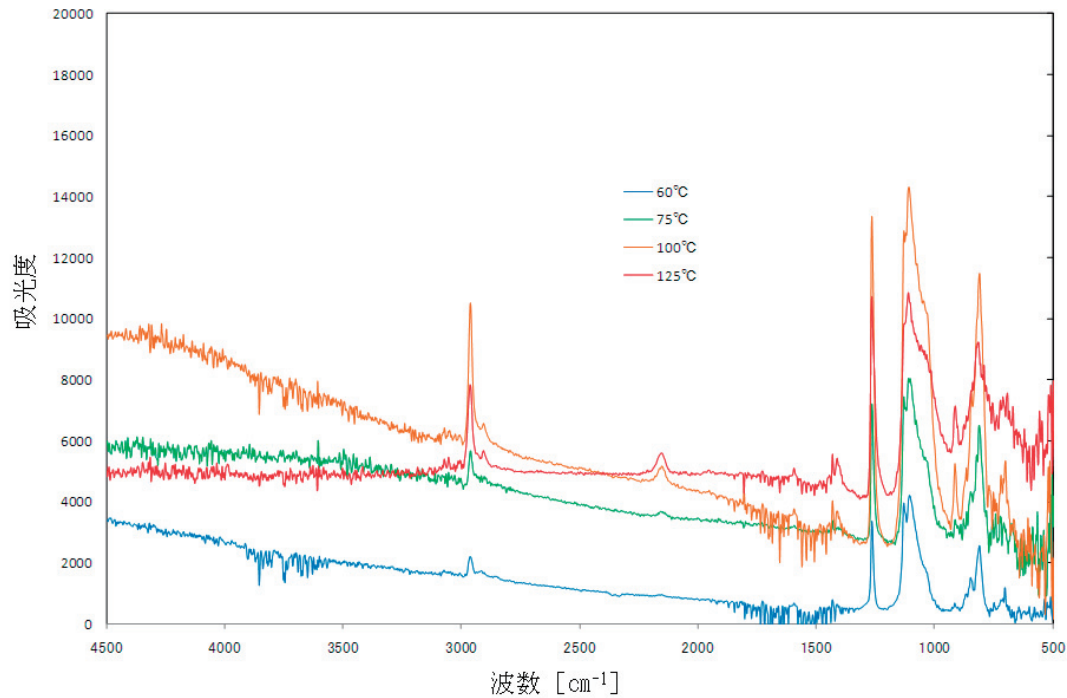


図 3-15 24 時間経過時の分光スペクトル

## (2) EA9309NA

図 3-16 から図 3-20 に経過時間毎 (1, 2, 6, 12, 24 時間経過時) の分光スペクトルデータを示す。

全ての試料加熱温度条件の分光スペクトルにおいて、比較的短時間 (2 時間以内) に全体的な吸光度が最大となり、その後、減少していく様子が確認された (図 3-16 から図 3-20)。また、その様子は、試料加熱温度が高い程、短時間のうちに現れることがわかった。分光スペクトルのベースラインの吸光度が高波数側から増加していく様子についても見られた。

なお、24 時間後 (図 3-20) の各試料加熱温度の分光スペクトルを比較すると、試料の加熱温度 125°C の分光スペクトルの場合にのみ、1500cm<sup>-1</sup> 付近に吸収ピークがあることが確認できた。



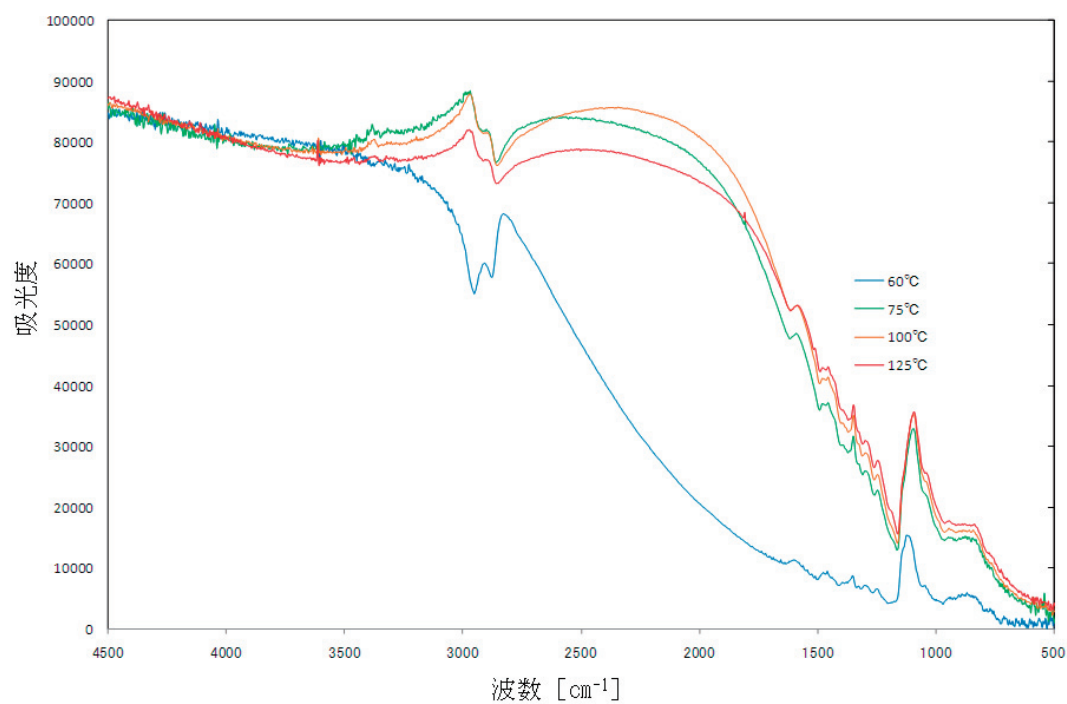


図 3-16 1 時間経過時の分光スペクトル

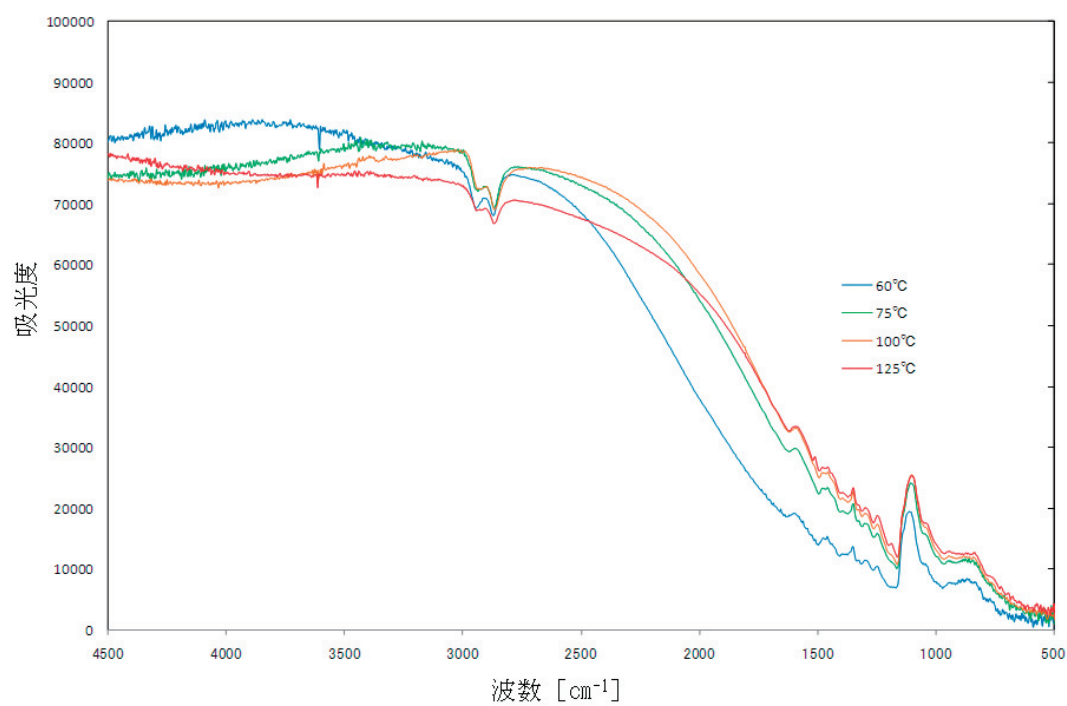


図 3-17 2 時間経過時の分光スペクトル

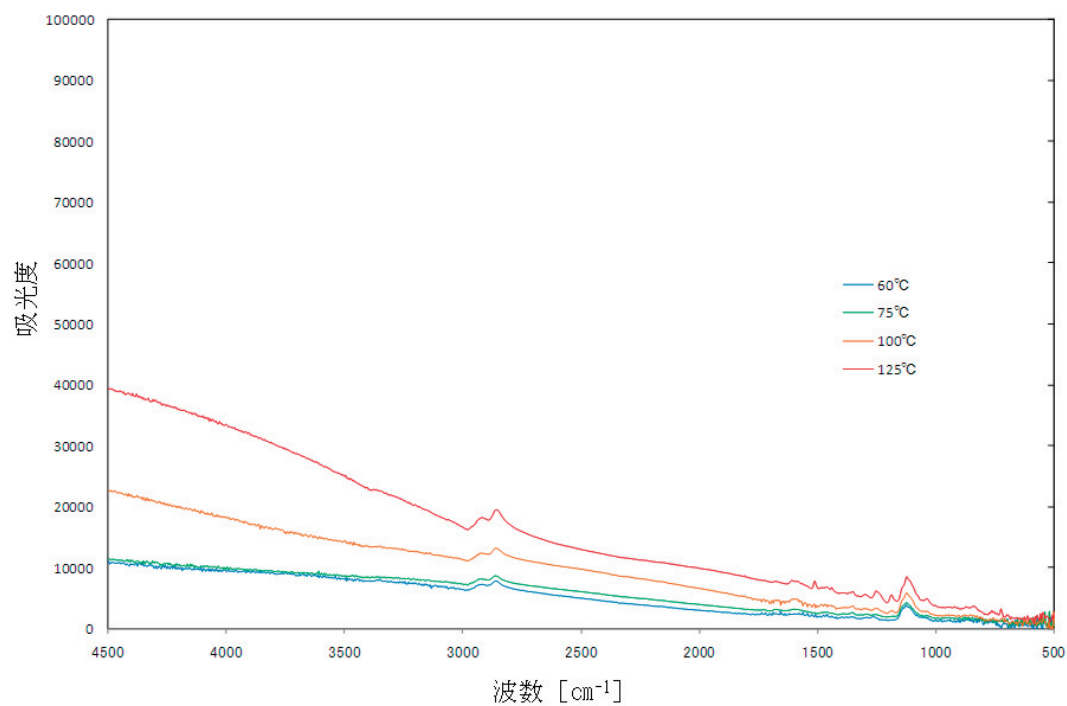


図 3-18 6 時間経過時の分光スペクトル

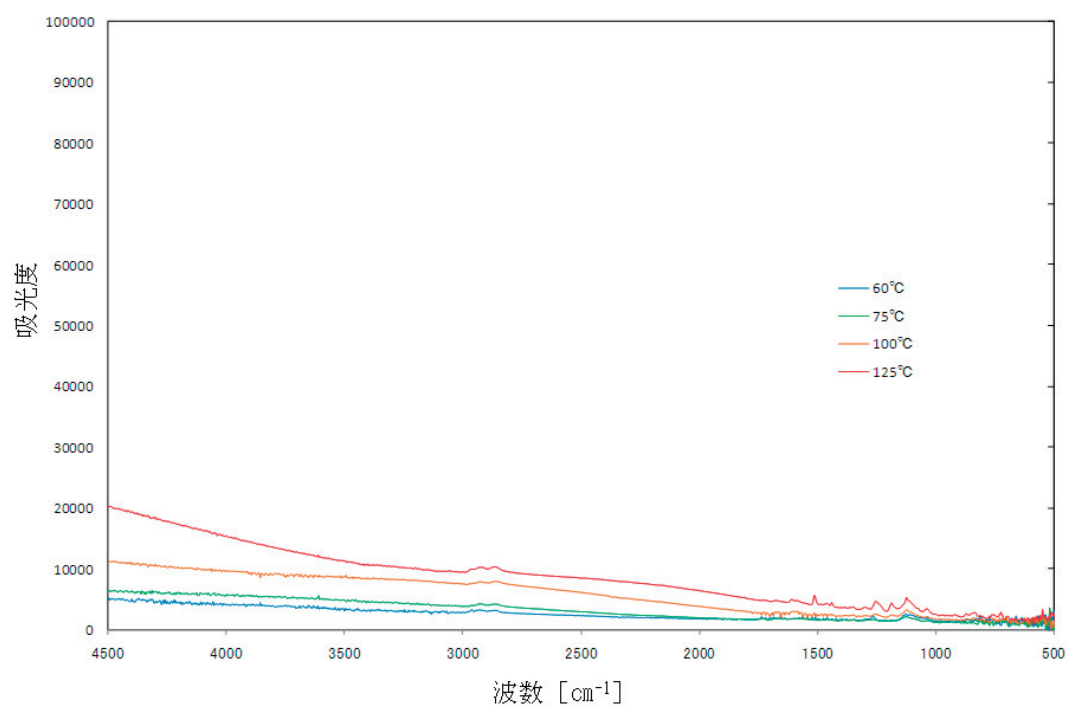


図 3-19 12 時間経過時の分光スペクトル

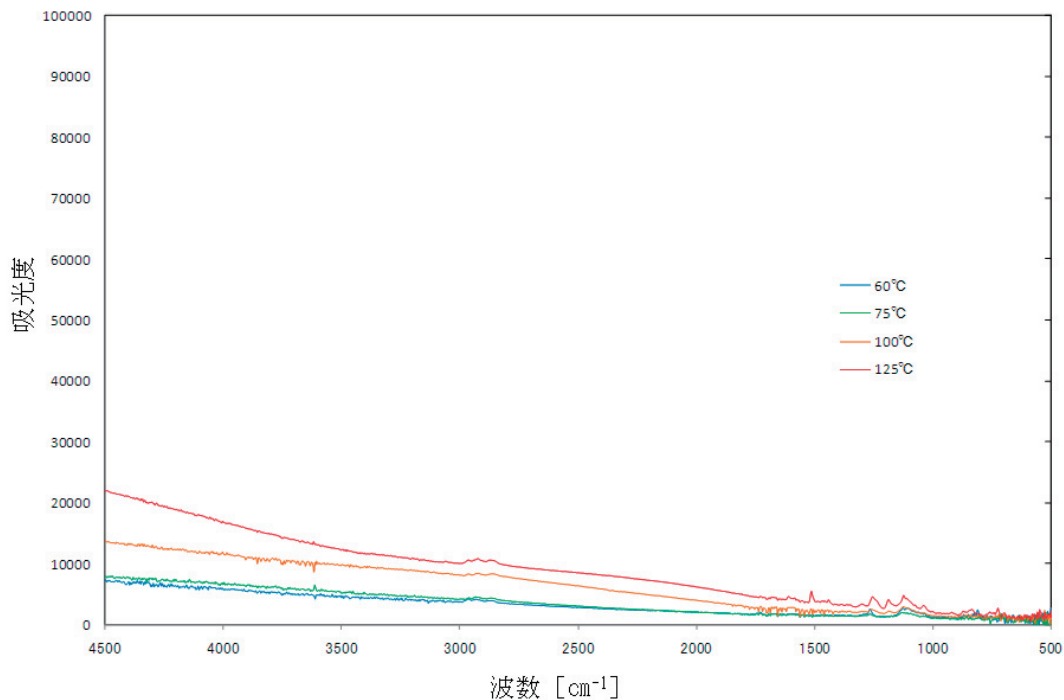


図 3-20 24 時間経過時の分光スペクトル

### 3.3.3 考察

#### (1) RTV S691

本実験の結果から、2 時間経過時までは、全波数領域において、試料の加熱温度が高温であるほど吸光度が増加したが、6 時間経過時には、 $1100\text{cm}^{-1}$  付近の分光スペクトルにおいて、試料加熱温度  $125^{\circ}\text{C}$  と  $100^{\circ}\text{C}$  の吸収ピークの吸光度が同値となり、それ以降では、試料加熱温度  $100^{\circ}\text{C}$  の吸収ピークの吸光度が試料加熱温度  $125^{\circ}\text{C}$  の吸収ピークの吸光度を上回った。本実験で使用した試料の量で、かつ、試料を  $125^{\circ}\text{C}$  に加熱すると、試料中の主要なアウトガス成分が他の試料加熱温度条件の場合よりも早期に放出され、試料中のアウトガス成分が枯渇してしまうためと考えられる。このことは、同一成分がアウトガスとして試料から放出される場合、試料の加熱温度によって、その放出速度が異なることに起因している。

また、 $2200\text{cm}^{-1}$  付近の吸収スペクトルは、試料の加熱温度  $60^{\circ}\text{C}$  の分光スペクトルデータでは確認することができなかった。これは、RTV S691 中のこの波数に吸収スペクトルを持つコンタミ物質がアウトガスとして放出されるには、 $75^{\circ}\text{C}$  以上の温度で加熱される必要があるためと考えられる。つまり、RTV S691 を宇宙機で使用する場合、 $60^{\circ}\text{C}$  未満の温度環境中での使用であれば、 $2200\text{cm}^{-1}$  付近の波数領域におけるコンタミネーションによる影響は考慮しなくてよい可能性が高いと考えられる。

## (2) EA9309NA

本実験の結果から、全ての試料加熱温度条件の分光スペクトルにおいて、比較的短時間（2 時間以内）に全体的な吸光度が最大となり、その後、減少していく様子が確認された。また、その様子は、試料加熱温度が高い程、短時間のうちに現れた。これは、EA9309NA から放出される主なアウトガス成分は、RTV S691 から放出される主なアウトガス成分と比較して低い温度で放出される特性を持つ成分であることに起因していると考えられる。

また、24 時間後の分光スペクトルをみると、試料加熱温度が 125℃の分光スペクトルでのみ、1500cm<sup>-1</sup> 付近にピークがみられていることから、EA9309NA には、125℃以上の加熱温度で加熱した場合にのみ放出されるアウトガス成分が存在していることが考えられる。

### 3.4. 付着物の再放出の挙動確認実験

#### 3.4.1. 実験条件

本実験は、付着面に一旦付着したコンタミ物質を加熱により再放出（すなわちベーキング）させることで、どのような光学的な効果が得られるのかを確認するために行った。試料を 125℃で 24 時間加熱し、試料の加熱終了後、-10℃に設定していた付着面の温度を段階的に昇温させ、分光スペクトルデータを取得した。

表 3-3 に実験条件を示す。

表 3-3 付着物の再放出の挙動確認実験の試験条件

項目	条件
試料	RTV S691
試料加熱温度・時間	125℃、24 時間
付着面温度条件	-10℃→40℃
観測波数領域	4500～500cm <sup>-1</sup>
データ取得時間	約 40 時間

#### 3.4.2. 実験データ処理方法とその結果

試料加熱終了後、コンタミ物質の吸収ピーク（Si-O-Si、-CH）に着目し、図 3-21 に示す方法で規格化した吸光度を求め、図 3-22 にその時間推移をグラフ化した。

その結果（、吸収ピークの吸光度は、付着面の温度が上昇するのに伴って、減少する傾向を示すことが確認された。また、付着面温度を段階的に昇温させる度に、しばらくその温度を維持したところ、吸収ピークの吸光度の減少傾向は徐々に緩やかになる様子も見られた。

-CH 結合に由来する吸収ピークの吸光度は、付着面温度が 15℃付近まで上昇すると急激

に減少し、付着面温度を 40℃まで上昇させた状態では、吸収ピークの吸光度の約数%が残存することがわかった。一方、Si-O-Si 結合に由来する吸収ピークの吸光度は、付着面温度を 30℃付近まで上昇させると、急激な減少傾向を示すが、付着面温度が 40℃まで上昇した時点で減少傾向は止まり、吸光度の最大値の 20%程度の吸光度を示す吸収ピークが残存することがわかった。

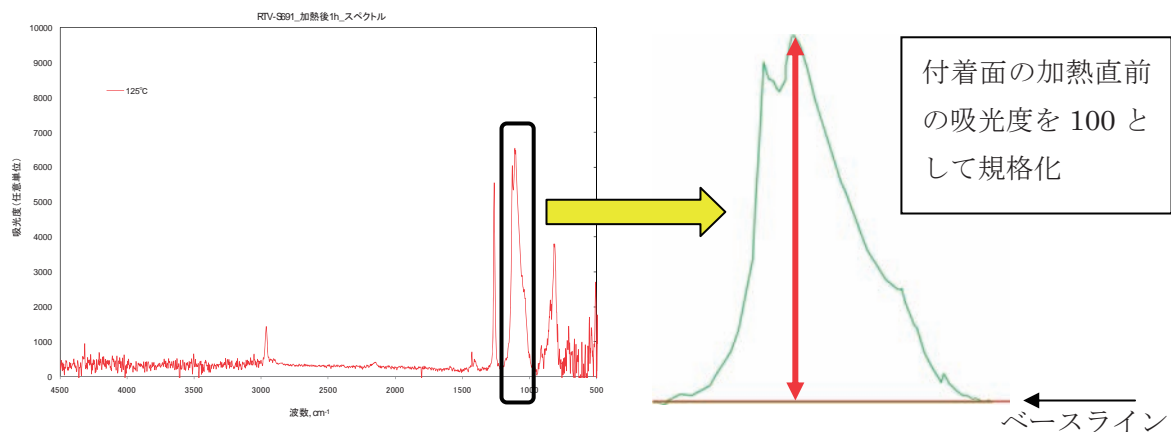


図 3-21 Si-O-Si 吸収ピークの吸光度の規格化方法

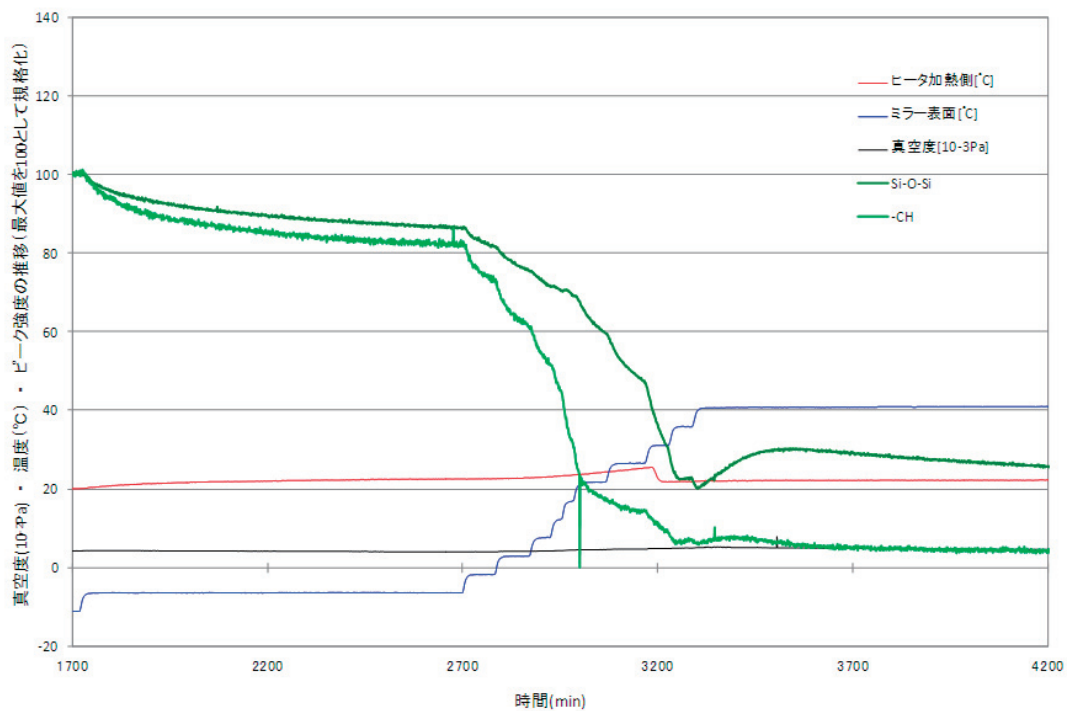


図 3-22 特徴的な吸収ピークの規格化した吸光度の時間推移

### 3.4.3 考察

本実験の結果から、付着したコンタミ物質を加熱により再放出（ベーキング）させた場合、その吸光度の変化は、吸収ピーク毎に異なることがわかった。これは、吸収ピークはコンタミ物質を構成する成分それぞれの持つ化学結合に由来しているため、成分毎の化学組成や分子量、特性の違いによって、各温度における放出速度が異なるためと考えられる。例えば、本実験の結果から、RTV S691 を 125℃で加熱した際に-10℃の付着面に付着するコンタミ物質の場合、-CH 結合に由来する吸収ピークを持つ成分よりも Si-O-Si 結合に由来する吸収ピークを持つ成分の方が、同じ温度における再放出の速度が遅い（＝再放出されにくい）という結果が得られた。これはその分子量の違い（Si-O-Si > -CH）からも理解することができる。

また、本実験の結果から、-CH 結合に由来する吸収ピークを持つ成分による汚染は 40℃程度の加熱で低いレベルまで低減できることがわかった。一方で、Si-O-Si 結合に由来する吸収ピークを持つ成分は、40℃程度の加熱では残存してしまうということもわかった。このことは、本装置がコンタミ物質の持つ各吸収スペクトルに応じたベーキング条件を見出すのに資するデータを取得できることを示唆するものである。

## 3.5. 定量評価の試み

### 3.5.1. 実験条件

本項では、付着面に付着したコンタミ物質の吸収ピークを処理することで、定量評価を試みた結果を示す。本検討では、3.3 項で取得した分光スペクトルデータの内、試料加熱時間 5 時間経過時までのデータを用いた。定量評価の対象とした吸収ピークは表 3-4 に示した通りである。

表 3-4 定量評価の実験条件

項目	条件
試料	RTV S691、EA9309NA
試料加熱温度	60℃、75℃、100℃、125℃
付着面温度条件	-10℃
定量化した吸収ピーク	Si-O-Si ピーク（RTV S691 由来） C-N ピーク（EA9309NA 由来）
加熱時間	5 時間

### 3.5.2. 実験データ処理方法とその結果

図 3-23 に示す方法により、吸収ピークの定量化を行った。定量評価の対象とした吸収ピークのピーク面積は、ベースラインと吸収ピークのラインで囲まれた面積を算出することによる。

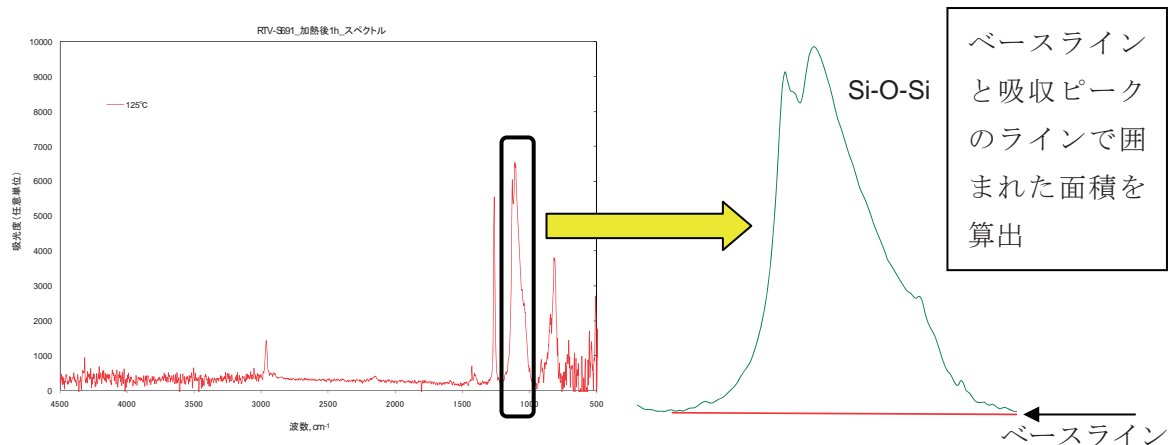


図 3-23 Si-O-Si 吸収ピークの定量化方法

#### (1) RTV-S691

図 3-24 に Si-O-Si 結合に由来するピーク面積の時間推移を示す。試料の加熱温度が高いほど、加熱開始の立ち上がりが大きく、ピーク面積の増加も大きくなることが確認された。一方、100 分経過後以降では、試料加熱温度 60°C と 75°C のカーブはほぼ平行となり、ピーク面積の増加速度が概ね等しくなったと考えられる。参考までにこれらの傾向を関数であらわすためカーブフィットしたデータについても図 3-24 に示す。

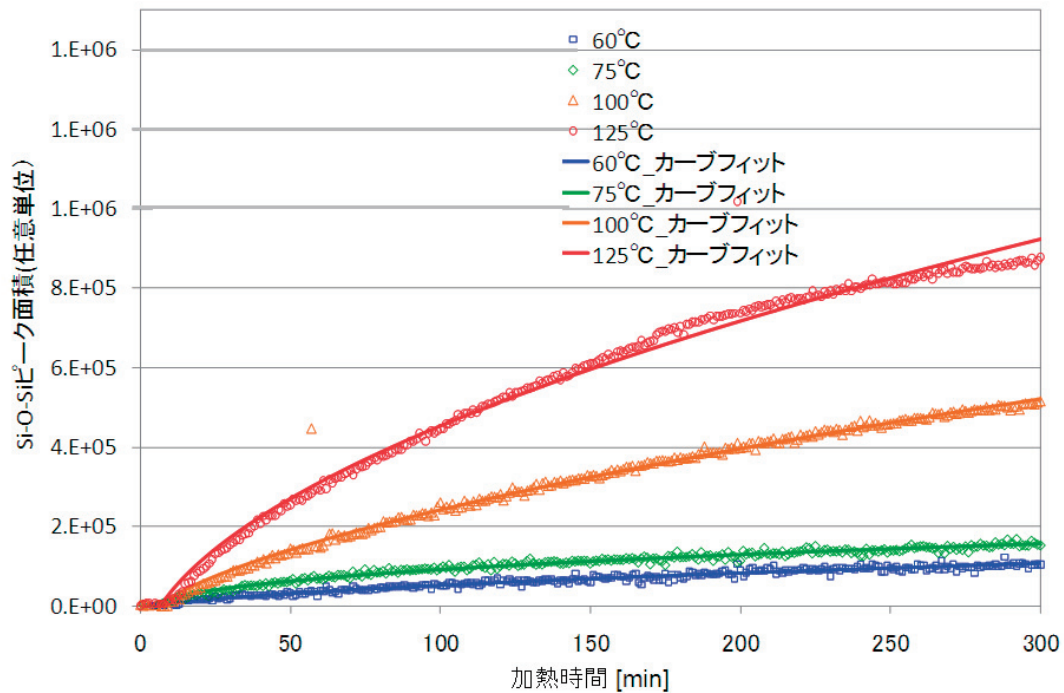


図 3-24 Si-O-Si 結合由来のピーク面積の時間推移

## (2) EA9309NA

図 3-25 に、C-N 結合に由来するピーク面積の時間推移を示す。RTV-S691 の実験取得データから得られたグラフと同様に、試料の加熱温度が高いほど、加熱時の立ち上がりが大きく、ピーク面積の増加も大きくなることが確認された。

一方、RTV-S691 の実験取得データから得られた結果と大きく異なる様子も観察された。それは、全ての温度において 2 時間以内にピーク面積が極大となり、その後減少傾向を示した点である。



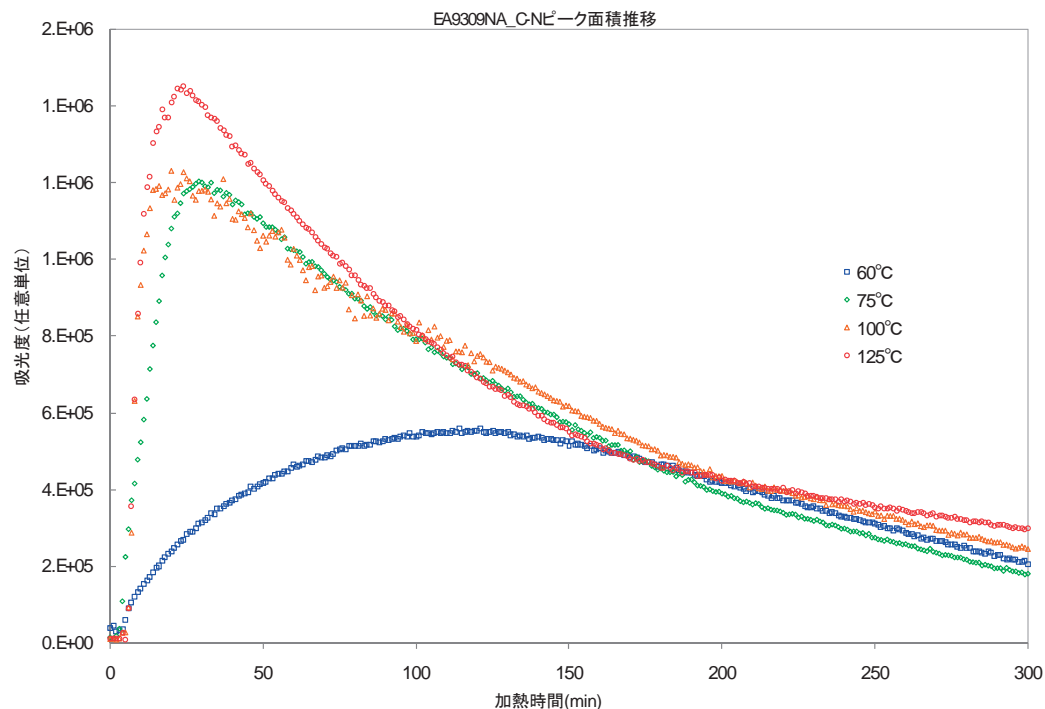


図 3-25 C-N 結合由来のピーク面積の時間推移

### 3.5.3 考察

#### (1)RTV S691

図 3-23 に示した吸収ピークの定量化方法を使用して、定量評価の対象とした吸収ピークのピーク面積の時間推移についてグラフ化（図 3-24）し、ピーク面積について、試料加熱経過時間および試料加熱温度との関係を、関数として表すことを試みた。その結果、試料加熱温度が高いほど、加熱温度到達後、急な放物線を描く関数が得られた。これは、試料加熱温度が高いほど試料中のアウトガス成分が放出され易く、かつ、時間経過に伴って、試料中のアウトガス成分が減少するためと考えられる。この結果は、通常のアウトガスレート測定試験の結果が、時間とともに小さくなる傾向を示す<sup>4)</sup>のと同様の傾向を示すデータを、コンタミ成分分析チャンバを使って得ることができたことを示唆している。つまり、ある特定の吸収ピークを持つコンタミ物質に着目したアウトガスレートのデータが、コンタミ成分分析チャンバのデータから導ける可能性があると考えられる。

#### (2)EA9309NA

RTV S691 由来のコンタミ物質の持つ Si-O-Si 結合に由来する吸収ピークから求めたピーク面積の推移とは異なり、全ての試料加熱温度において 2 時間以内に C-N 結合に由来する吸収ピークから求めたピーク面積は最大となり、その後、減少する傾向であることが確認された。つまり、C-N 結合に由来する吸収ピークから求めたピーク面積について試料加熱時

間および試料加熱温度との関係を開数として表すことを試みたところ、ピーク面積がある時間で極大を示すという結果が得られた。これは、アウトガスレートと蒸発レートのバランスが、時間とともに変化した結果、ある時点で蒸発レートがアウトガスレートを上回ったためと考えられる。

通常、アウトガスレートは、時間とともに小さくなる。また、一度付着面に付着したアウトガス成分は、ある蒸発レートで付着面から蒸発する。蒸発レートは、成分の種類と温度に依存するが、時間に依存しないと考えられる。アウトガスレートと蒸発レートの関係をモデル化した図を図 3-26 に示す。

RTV S691 のコンタミ物質の持つ Si-O-Si 結合に由来する吸収ピークの場合（図 3-26 左側）は、常にアウトガスレートが付着面からの蒸発レートを上回っていたと考えられる。一方、EA9309NA のコンタミ物質の持つ C-N 結合に由来する吸収ピークの場合（図 3-26 右側）、試料加熱初期はアウトガスレートが付着面からの蒸発レートを上回っていたが、ある時点でアウトガスレートよりも蒸発レートが上回り、そのためピーク面積の推移が減少傾向に転じたと考えられる。

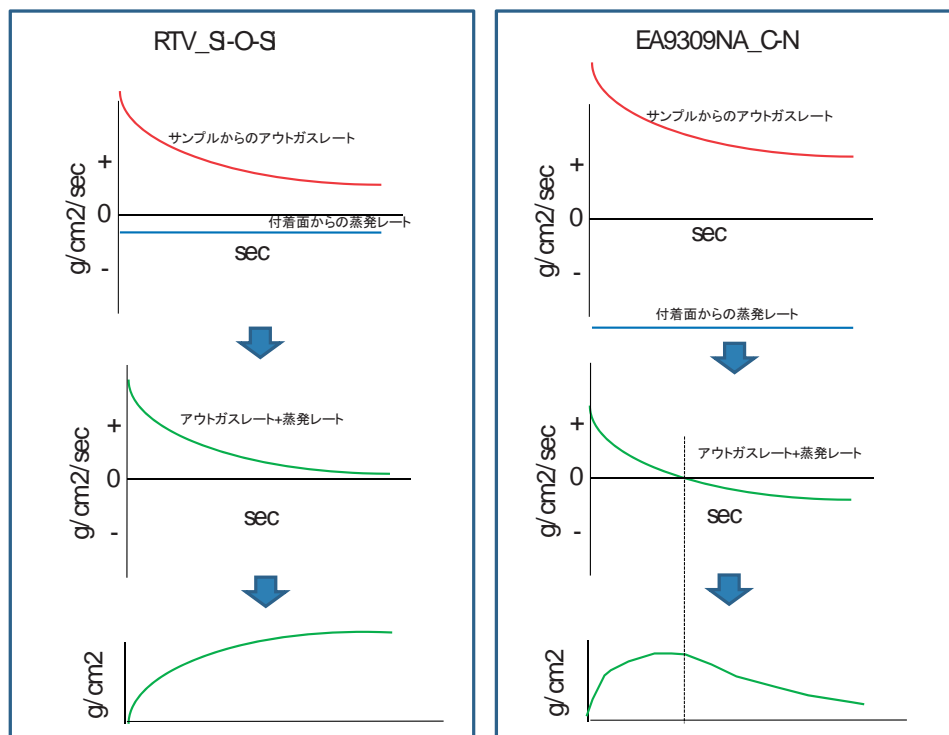


図 3-26 アウトガスレートと蒸発レートの関係

## 4. 課題と発展

宇宙機用材料に由来するコンタミ物質の吸収スペクトルを取得し、その光学的影響と時間経過による変化、および付着・再放出における温度依存性のデータ取得がコンタミ成分分析チャンバを使用することで実現できた。

本装置における分光特性の測定可能波数領域は、 $500\sim 4500\text{cm}^{-1}$  と近赤外から赤外領域までとなっている。このことから、本装置は、赤外領域の観測を行う光学センサに対するコンタミ物質の影響評価に有効であると考ええる。一方、紫外～可視領域や遠赤外領域の観測を行う光学センサに対するコンタミ物質の影響評価を行うためには、別途分光器を組み込むなど、更に工夫が必要である。

今後は、コンタミ物質の光学的特性の把握だけではなく、付着量と光学的特性の相関関係についても把握することが、汚染予測技術確立のために重要な課題と考える。そこで、コンタミ成分分析チャンバでのコンタミ物質の定量測定を可能とするため、水晶振動子マイクロ天秤（QCM：Quartz Crystal Microbalance）の設置に向けた検討作業を進めている。さらに、コンタミ成分分析チャンバのチャンバ壁に液体窒素で冷却したシュラウドを装備することで、より実宇宙環境に近い環境を模擬することも併せて検討中である。

コンタミネーションにはまだわからない現象が多い。汚染予測解析技術の確立に向けて、本装置で得られた知見を応用、発展させ、早期に汚染予測解析技術を確立し、将来の宇宙機の高機能・高性能化に貢献したい。

## 5. おわりに

本資料では、コンタミ成分分析チャンバの仕様、実験取得データ、今後の課題と発展等について述べた。本資料が、今後、各種宇宙機プロジェクトなどとの有意義な議論の礎となることを願う。また、本装置は今後も、より宇宙環境に近いコンタミネーション環境を模擬し、その影響を把握するための改善・改修を進めていく所存である。様々な立場からのコンタミネーション管理に必要な実験データの要望、本装置についての改善提案など、きたんのないご意見をいただけると幸いである。

### 参考文献

- 1) 堀口博, 赤外吸光図説総覧 - 有機構造化学の基礎と実際 - (三共出版株式会社)
- 2) R. M. SILVERSTEIN, F. X. WEBSTER, 有機化合物のスペクトルによる同定法 - MS, IR, NMR の併用 - (東京化学同人)
- 3) 泉美治 他, 第2版機器分析のてびき (化学同人)
- 4) 材料データベース ([http://matdb.jaxa.jp/main\\_j.html](http://matdb.jaxa.jp/main_j.html))

### 謝辞

本資料に掲載したデータ取得において、株式会社エイ・イー・エス宇宙基盤技術部の宮川芳布殿、蓮實聖華殿、美浦由佳殿の多大なる支援をいただいた。また、装置の導入にあたっては、日本電気航空宇宙システム株式会社宇宙・情報システム事業部第一技術部の大貫弘和殿、西精機株式会社の宮崎靖廣殿、大谷明広殿、株式会社島津製作所の太田宏殿、並びに株式会社松見科学計測の藤田世界殿の多大なる支援をいただいた。ここに、関係各位への謝意を表する。