

宇宙航空研究開発機構研究開発資料

JAXA Research and Development Memorandum

真空複合環境試験設備の現状の能力と課題

宮崎 英治, 島村 宏之

2007年11月

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

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

真空複合環境試験設備の現状の能力と課題
Current Performance and Issues of the Combined Space Effects Test Facility

宮崎 英治、島村 宏之
Eiji MIYAZAKI and Hiroyuki SHIMAMURA

総合技術研究本部 部品・材料・機構技術グループ
Electronic, Mechanical Components and Materials Engineering Group
Institute of Aerospace Technology

2007 年 11 月
November 2007

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

目 次

1	はじめに	2
1.1	本資料の目的	2
1.2	背景	2
2	真空複合環境試験設備の概要	3
2.1	全体像、仕様	3
2.2	サンプルホルダ	4
2.3	真空排気サブシステム	4
2.4	温度制御サブシステム	4
3	AO 照射	5
3.1	生成原理	5
3.2	計測	5
3.3	サンプルホルダ内のビーム強度分布	6
3.4	課題	6
4	EB 照射	7
4.1	線源	7
4.2	計測	7
4.3	サンプルホルダ内のビーム強度分布	7
4.4	課題	7
5	VUV 照射	8
5.1	光源	8
5.2	計測	8
5.3	サンプルホルダでのスペクトル推定とフラックス計算	9
5.4	課題	9
6	複合照射	10
6.1	AO+EB 同時照射	10
6.1.1	AO フルエンス計測手法	10
6.1.2	EB フルエンス計測手法	10
6.1.3	評価例	11
6.1.4	課題	12
6.2	AO+VUV 同時照射	12
6.2.1	AO フルエンス計測手法	12
6.2.2	VUV フルエンス計測手法	12
6.2.3	評価例	13
6.2.4	課題	16
6.3	EB+VUV 同時照射	16
6.4	AO+EB+VUV 同時照射	16
7	おわりに	16
	参考文献	17
	付録 真空複合環境試験設備の使用実績	

真空複合環境試験設備の現状の能力と課題*

宮崎英治^{*1} 島村宏之^{*1}

Current Performance and Issues of the Combined Space Effects Test Facility

Eiji MIYAZAKI^{*1} and Hiroyuki SHIMAMURA^{*1}

ABSTRACT

The Combined Space Effects Test Facility, placed at Tsukuba Space Center, JAXA, has vacuum chamber and three beam sources, i.e., Atomic Oxygen (AO), Electron Beam (EB) and Vacuum Ultraviolet ray (VUV), generating a simulated space environment on the ground. The beams can be irradiated into the chamber either as single beam or as combined beam of any combination. This facility is used in order to investigate the tolerance of space materials to space environment. In this research and development memorandum, the specifications, the current performance and issues of the facility are summarized. Then, developed measurement techniques of each beam under combined irradiation are described. Some evaluation results of combined irradiation tests using the facility are also described.

Keywords: atomic oxygen, electron beam, vacuum ultraviolet ray, space environment, materials, irradiation test, combined irradiation, synergistic effect

概要

宇宙航空研究開発機構筑波宇宙センターに設置されている真空複合環境試験設備は、宇宙環境を模擬し、材料が宇宙環境に曝されることによる影響評価を行う試験設備である。同設備は、平成10年度に整備され、真空下で原子状酸素、電子線、紫外線の各ビームを単独あるいは同時に照射することが可能である。同設備では、これまで多くの試験を実施するとともに、顕在化した設備の課題の解決や能力向上のための技術検討及び改良を行ってきた。本研究開発資料では、真空複合環境試験設備の全体及び各サブシステムの概要をまとめ、照射装置の現状の能力・課題について述べる。また、大きな特徴である複数線種の同時複合照射試験について、実施する上で重要な技術である照射量測定手法の技術開発状況及び課題をまとめるとともに、これまでに実施した材料評価試験の例を紹介する。

*平成19年8月29日受付(received 29 August, 2007)

*1 総合技術研究本部 部品・材料・機構技術グループ

(Electronic, Mechanical Components and Materials Engineering Group, Institute of Aerospace Technology)

1 はじめに

1.1 本資料の目的

本資料は、宇宙航空研究開発機構(JAXA)筑波宇宙センターにある「真空複合環境試験設備」の現状の能力と課題を整理したものである。平成 10 年度に整備された本設備は、多くの宇宙用材料の耐宇宙環境性評価試験に用いられてきた。また、試験実施に並行して、試験設備として顕在化した課題を解決することや、能力のさらなる向上を目指して様々な技術検討並びに改良を行ってきた。その結果として到達した現在の能力、また、新たに顕在化した課題をまとめることとした。

なお、本資料は、主に本設備を使用することを計画しているユーザに対し、本設備に関する基礎知識を理解していただくことを目的として作成した。さらに、本設備に限らず宇宙環境模擬試験に関心がある方にも理解を深めていただけるよう、わかりやすく記述することを心がけた。また、参考として、これまでに本設備を使用した実績を付録としてまとめた。

1.2 背景

宇宙で使用される材料は、紫外線(UV: Ultraviolet)、電子線(EB: Electron Beam)、陽子線、温度サイクル、高真空等の宇宙環境によりダメージを受け、その物理的、化学的性質が変化する。その結果、期待していた特性の低下や喪失を招くことがある。さらに、高度数百 km の低軌道環境には原子状酸素(AO: Atomic Oxygen)が存在し、AO と宇宙機が高速で衝突することにより、宇宙機表面に使用された高分子材料は強い浸食を受ける。これら材料劣化現象は、スペースシャトルにより宇宙空間に曝露した材料を再突入時の影響を受けることなく地上に持ち帰ることができるようになったことで明確化¹⁾、宇宙環境における材料劣化の程度の把握、及び、材料寿命の予測が重要視されるようになった。以後、各国の宇宙機関、大学、衛星メーカーは、AO、UV、EB、陽子線等の照射設備を利用した宇宙環境模擬試験により、材料劣化評価、及び、劣化に対する抑制法に関する研究開発を実施してきた。

前述の宇宙環境因子の中でも、特に宇宙環境ユニークなAO照射を実施できる設備は、全世界で 20 台程度あり、主な所有国は日本の他、アメリカ、ロシア、ヨーロッパ、カナダ、中国、イスラエルなどである。JAXA の真空複合環境試験設備は、AO に加え EB、UV の計 3 つの線源を有しており、これらビームの同時複合照射試験を実現できる、世界的に見ても希少な設備である。

2 真空複合環境試験設備の概要

2.1 全体像、仕様

真空複合環境試験設備は、真空下における材料サンプルへの AO、EB、真空紫外線 (VUV: Vacuum Ultraviolet) の照射によって宇宙環境を模擬し、宇宙用材料の宇宙環境曝露による劣化特性を明らかにすることを目的とした設備で、平成 10 年に筑波宇宙センター研究開発棟地下に整備された。図 1 に設備全体外観を、図 2 に主要な設備構成の概略図をそれぞれ示す。

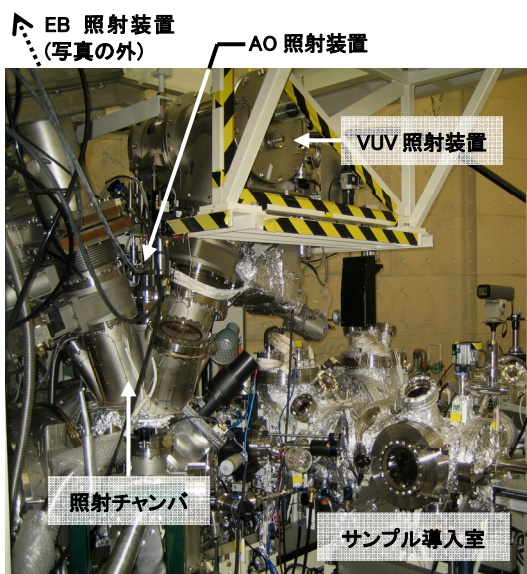


図 1 真空複合環境試験設備外観

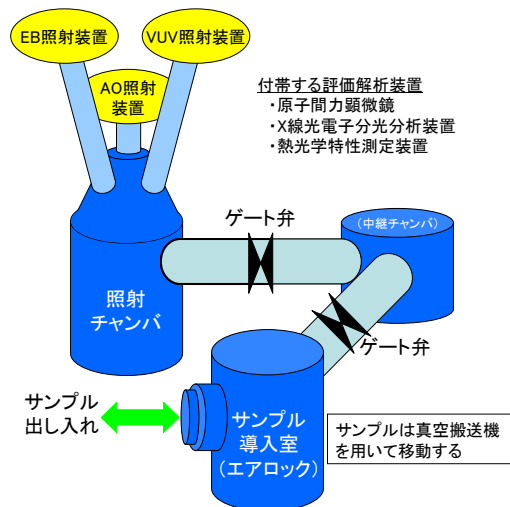


図 2 主要構成概略図

「照射チャンバ」には、AO、EB、VUV の各照射装置がサブシステムとして接続されており、試験サンプルを照射チャンバ内に設置して、照射を行う。照射チャンバの断面概要図を図 3 に示す。照射サンプルは、本設備の専用治具「サンプルホルダ」に搭載し、「サンプル導入室」から真空搬送機を用いて照射チャンバの規定位置にセットされる。それぞれの照射装置から発せられたビームは、当該位置にセットされたサンプルホルダに向けて、単独または複合(組み合わせは任意)ビームとして照射される。本設備の仕様一覧を表 1 に示す。

なお、各サブシステムの詳細については次項以降に記述する。

表 1 真空複合環境試験設備の主な仕様一覧

項目	仕様
照射チャンバ 真空度	10 ⁻⁵ Pa 以下 (AO 照射時: 10 ⁻³ ~ 10 ⁻² Pa)
サンプル	標準寸法: 直径 25 mm × 最大厚さ 3 mm 有効照射範囲: 直径 20 mm (1 サンプルにつき) サンプルホルダ搭載可能最大数: 18 サンプル (モニタ材も数量に含む)
AO 照射装置	方式: レーザデトネーション法 レーザ装置: パルス CO ₂ レーザ レーザ光波長: 10.6 μm レーザ出力: ~10 J/pulse パルスレート: 12 Hz AO ビーム速度: ~8 km/s (並進エネルギー: ~5 eV) フラックス (照射率): ~5 × 10 ¹⁵ atoms/cm ² s
VUV 照射装置	光源: 30 W 重水素ランプ ランプ数: 48 本 ランプ電流: 250 ~ 350 mA 管電圧: 70 ~ 90 V フラックス (照射率): 0.3 ~ 0.5 mW/cm ² (120 ~ 200 nm の積分強度)
EB 照射装置	ビーム走査: X-Y 走査 加速電圧: 200 ~ 500 kV 線源電流: 0.1 ~ 2.0 mA フラックス (照射率): 1 kGy/min*
サンプル 温度制御	温度制御範囲: -150 ~ 80 °C 温度制御点: 温度制御ブロック

*: 加速電圧 500kV、線源電流 0.2mA 照射時の線量計指示値

2.2 サンプルホルダ

図 4 にサンプルホルダ外観を示す。サンプルホルダに搭載する試料は標準で、直径 25 mm×最大厚 3 mm、同時搭載最大数量 18 枚である。18 枚分の搭載位置には、照射量計測等のモニタ材も搭載するため、試料搭載可能数量は(18－モニタ材枚数)となる。サンプルは、キャップ(袋ナット状で、照射源側に直径 20 mm の窓が開いている)で固定する。従って、有効照射面積は 3.14 cm²であり、サンプルの外周は未照射部として残る。

2.3 真空排気サブシステム

本設備は、10⁻⁵ Pa 以下の超高真空下で照射試験を行うことが可能であり、それに対応した真空排気サブシステムを構築している。照射チャンバを除く各チャンバはいずれも、ターボ分子照射ポンプとロータリーポンプにより真空排気を行っている。

AO 照射時には、多量の酸素が照射チャンバ内に導入されるため、高い排気能力が必要となる。そこで、照射チャンバには、ターボ分子ポンプとロータリーポンプに加え、2 台のクライオポンプを備え付けている。これにより、AO 照射中の真空度は、10⁻³～10⁻² Pa 程度に維持される。

サンプル導入室は、サンプルホルダを照射チャンバに出し入れする際のエアロックとして機能する。すなわち、サンプル導入室を他のチャンバと真空ゲート弁(室間ゲート弁)で仕切り、サンプル導入室だけを大気圧に戻してサンプルホルダを出し入れする。導入時には、サンプル導入室を真空排気し、他のチャンバと同等の真空度になった後、室間ゲート弁を開放して真空搬送機で照射チャンバまで輸送する。従って、照射チャンバは、常時超高真空状態を維持することが可能となっている。

2.4 温度制御サブシステム

真空複合環境試験設備では、照射試験中のサンプルホルダの温度を制御することができる。サンプルホルダの温度制御には、サンプルホルダと接触する温度制御ブロックからの熱伝導を利用している。温度制御ブロックの加熱/冷却には窒素ガスを使用してお

り、加温機出力と窒素ガス流量を自動制御することにより目的の温度を達成する。

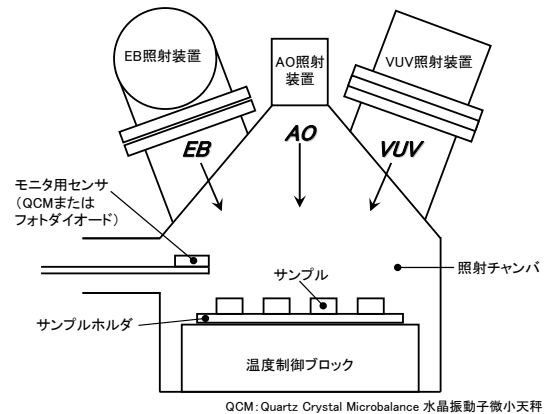


図 3 照射チャンバ断面模式図

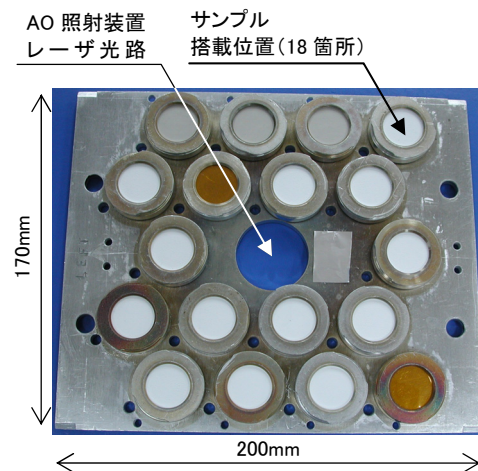


図 4 サンプルホルダ外観図

3 AO 照射

$$F = \Delta m / E_k \rho_k A \text{ (atoms/cm}^2\text{)} \quad (3.1)$$

3.1 生成原理

AO 照射装置は、レーザ脱ネーション方式²で AO を生成する米国 PSI 社製 FAST-II が組み込まれている。図 5 に概要図を示す。真空チャンバの上部、サンプルホルダに正対するノズルから酸素ガスを導入し(図 5①)、そこへガス導入と同期させた炭酸ガスレーザ光(波長 10.6 μm、パルス状)を集光して入射する(図 5②)。それにより、プラズマブレイクダウンが発生し、酸素ガスの分子が酸素原子に解離するとともに、秒速 8 km の速度を持ったビームとなり、サンプルホルダに到達する(図 5③)。炭酸ガスレーザ光は、サンプルホルダの下部より導入されるため、サンプルホルダ中央には光路確保のための丸穴があいている(図 4 参照)。

本設備のノミナルフラックス(照射率)は、レーザの最大発振繰返し数(12 Hz)で運転する場合で、約 5×10^{15} atoms/cm² s である。

3.2 計測

AO 照射における計測項目は、ビーム速度とフラックス(照射率)及びフルエンス(照射量)である。

ビーム速度計測は、AO ビームから発せられる放射光(波長 777 nm)を照射源-サンプルホルダ間の異なる 2 点で観測し、その観測地点間距離と観測時間差から算出する TOF(Time of Flight)法によって行っている。この手法は、レーザ脱ネーション法で生成した AO ビームの副生成物を利用したものである。通常の運用では、約 8 km/s(並進エネルギー約 5 eV)に調整して照射する。この速度調整は、酸素ガス導入と炭酸ガスレーザ光入射のタイミングにより行う。

フラックス及びフルエンス計測は、サンプルホルダに搭載した、モニタ用カプトンにより行っている。カプトンは、AO との衝突によって浸食され質量減少することが知られており、その質量減少率(正しくは「反応効率」と言い、AO1 個が衝突した時に浸食される体積で表される)が 3.0×10^{-24} cm³/atom であることを利用している³。フルエンス F は、以下の式で表される。

ここで、 Δm はカプトンの質量変化量(mg)、 E_k はカプトンの反応効率(3.0×10^{-24} cm³/atom)、 ρ_k はカプトンの密度(1420 mg/cm³)、A は有効照射面積(3.14 cm²)である。従って、質量減少量を計測し、3.1 式を用いることにより AO のフルエンスを算出することができる。フラックスは、算出されたフルエンスを照射時間で除することにより求めることができる。

本設備運用上は、ポリイミドをコートした水晶振動子微小天秤(QCM: Quartz Crystal Microbalance)を利用してリアルタイム計測も行っている⁴。これは、コーティングされたポリイミドの質量減少に伴って、QCM の振動数が増加することを利用したもので、AO 照射中、QCM の振動数は増加していく。すなわち、QCM にコーティングしたポリイミドが AO により浸食され、質量が徐々に減少することをリアルタイムで観測していることになる。しかし、本設備における QCM は、サンプルホルダ面から離れた箇所に設置しているため、正式の照射量はサンプルと共に搭載したカプトンの質量減少量から算出した値を採用し、QCM の出力データは異常検出等に限定して用いている。

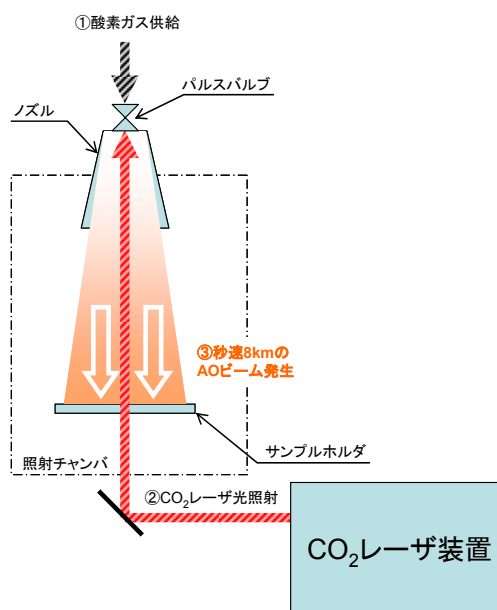


図 5 AO 照射装置概要図

3.3 サンプルホルダ内のビーム強度分布

本設備で使用している AO 照射装置は、サンプルホルダ内でビーム強度（フラックス）分布が生じる。レーザドネーション方式による AO 照射装置のフラックスは、図 6 に示すように、照射源（ノズル）からの距離及びビーム軸からの距離に依存する⁵。前者については、本設備の場合サンプルホルダと照射源との距離 D は 70cm で固定されている。一方、後者については、サンプルホルダの照射エリアが約 150 mm 角と広いいため、ホルダ内での照射強度分布の存在を考慮する必要がある。

図 7 に実測した照射量の分布図を示す。本図では強度が最も低いホルダ 18 を 100 とした相対量として示している。各ホルダ中で最も強度が高いホルダ 6 は、ホルダ 18 での強度に比べ約 133% の照射量となることわかる。通常、モニター用カプトンは最も強度が低いホルダ 18 に設置し、サンプルには当該照射量よりも多くの AO が照射されているとみなしている。

3.4 課題

レーザドネーション法は、大フラックスの AO 照射方式としては実用的であるものの、課題として、副生成物 (UV) の発生がある。プラズマブレイクダウンを生じる際に発生すると言われており⁶、これによる UV と AO の複合効果が原因と思われる劣化も認められている⁷。当該副生成物の定量的評価や遮蔽手法に関する研究が進められているものの、実用段階には至っていない。

また、レーザドネーション法では、酸素ガスのパルスバルブと照射チャンバを接続するフランジの浸食も問題となる。真空フランジは一般にステンレス鋼が使用されており、浸食を受けることで、鉄、クロム、ニッケル等が汚染物質として照射後のサンプル表面から検出される場合がある。本設備では当該部を金でコーティングすることにより浸食を防いでおり、極めてクリーンなビームの照射が可能となっている。

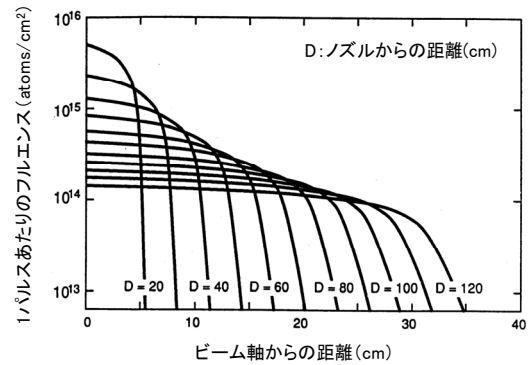


図 6 レーザドネーション方式 AO 照射装置におけるノズルからの距離及び AO ビーム軸からの距離と AO フルエンスの関係⁵

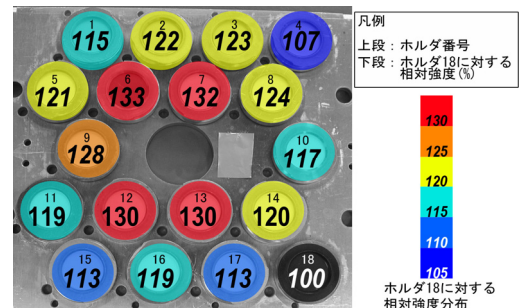


図 7 真空複合環境試験設備の AO 照射強度分布 (右下のホルダ 18 を 100 とした相対値で表示)

4 EB 照射

4.1 線源

EB 照射装置は、日新電機製 EPS-500 をベースとした線源が組み込まれている。加熱された電子源から発生した熱電子を加速し、照射チャンバ上部のポートから入射することで、線源から約 2 m 離れたサンプルホルダに照射する。また、EB は X-Y 走査によりサンプルホルダ全面に照射される。加速電圧は 200~500 kV 可変、線源電子流は 0.1~2.0 mA 可変であり、照射率を一定の範囲で調整することができる。EB 照射装置と照射チャンバは別の真空チャンバとなっており、ビーム経路上には、真空の隔壁となる金属箔がある。また、金属箔間には大気層がある。従って、2 枚の箔及び大気層によりビームは散乱・減衰などするため、線源での加速電圧とサンプルホルダ面でのエネルギーは、一致しない。ビーム経路上の減衰を考慮して算出したサンプルホルダ面での推定ビームエネルギーを表 2 に示す。

4.2 計測

加速電圧及び電流は、線源制御系のモニタ値によっており、サンプルホルダ側での測定は、フィルム線量計によるフルエンス計測である。

フルエンス(照射量)計測は、サンプルホルダに搭載した CTA フィルム線量計により行っている。CTA フィルム線量計は、吸収線量の増加に対して、特定波長の吸光度が線形的に変化する性質を利用した線量計である⁸⁾。本設備で使用している CTA フィルム線量計の測定範囲は、5~300 kGy である。線量計の測

定範囲外の照射は、低照射量側は過去の照射実績に基づいて算出した照射時間制御による推定照射となり、また高照射量側は測定範囲内照射毎に線量計を交換し、積算することによって行っている。

4.3 サンプルホルダ内のビーム強度分布

本設備で使用している EB 照射装置は、サンプルホルダ内でビーム強度分布が生じることがわかっている。実測した照射量の分布を図 8 に示す。本図からわかるように、加速電圧が 500 kV の場合は±10%程度の分布となっている。当該分布は、加速電圧設定が同一であれば、概ね同様の分布を示す。

通常はホルダ 10 の位置に CTA フィルム線量計を搭載し、吸収線量を測定する。ホルダからの影響を低減するため、CTA フィルムは複数枚積層してセットし、測定には最も線源に近い側の 1 枚のみ用いている。ホルダ 10 での照射強度は、全ホルダ照射量の平均値とほぼ一致しており、当該測定値から各ホルダでの照射量を推定できる。

4.4 課題

現在の設備コンフィギュレーションでは、電子フラックス(単位: electrons/m² s)を測定することができない。軌道上環境は、通常、電子フラックスで規定されることから、サンプルホルダにおける電子フラックス測定手法の確立が必要である。しかし、照射チャンバ内の空間や配線経路等の課題が多いため、実現していない。また、サンプルホルダに到達している電子ビームのエネルギー分布についても測定が必要であるが、電子フラックスと同様に、限られた照射チャンバ

表 2 サンプルホルダ面での推定ビームエネルギー

線源加速電圧(kV)	サンプルホルダ面での推定ビームエネルギー(keV)
200	144
300	254
400	358
500	460

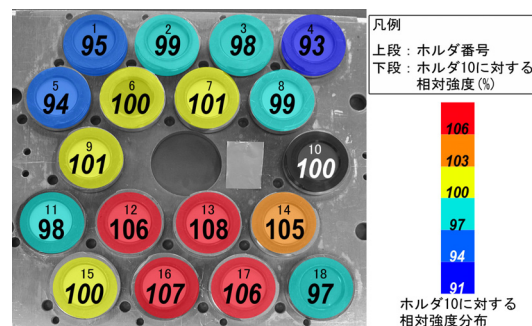


図 8 真空複合環境試験設備の EB 照射強度分布 (加速電圧 500kV の場合。3 段目右のホルダ 10 を 100 とした相対値で表示)

の空間で精度良く測定するのは難しい。以上の理由から、課題を把握した上でフィルム線量計の吸収線量による計測を採用しているものである。

また、現在の照射率は、宇宙環境に比べ加速率が非常に高い。宇宙環境データベース「SEES」(Space Environments and Effects System)⁹を用いてトータルドーズの時間変化の解析値と比較すると、加速電圧 500 kV、線源電流 0.2 mA で 1000 倍～2000 倍程度、同 200 kV、0.2 mA で 400 倍～800 倍程度である。試験期間短縮の観点からは望ましいとも言えるが、本設備の特徴である同時複合照射においては、他のビームの加速率と大幅に乖離するという問題がある。線源での電流低減は、装置の仕様上できないため、減衰板を挿入するなどの方策を今後検討する必要がある。なお、複合照射については、第 6 章で述べる。

5 VUV 照射

5.1 光源

VUV 照射装置は、光源として 30 W 重水素 (D_2) ランプ L2581 (浜松ホトニクス株式会社) を使用している。VUV 照射装置の概要を図 9 に示す。 D_2 ランプは合計で 48 本設置されており、ランプより放射された VUV は、 CaF_2 レンズ及び $Al+MgF_2$ ミラーにより反射・集光され、 MgF_2 窓を通してサンプルホルダに照射される。VUV 波長域 (120～200 nm) における D_2 ランプのスペクトル¹⁰ 及び AM0 (Air Mass 0) 太陽光スペクトル¹¹ を図 10 に示す。VUV 波長域では、 D_2 ランプの強度が太陽光に比べて十分に大きく、加速率の大きな照射試験が実施可能である。

5.2 計測

照射試験中の VUV 強度は、フォトダイオードにより計測する。フォトダイオードは、サンプルホルダ面より約 5 cm 上を移動可能な直線導入機に設置されている。照射時間に対する VUV 強度変化を図 11 に示す。照射開始から約 25000 秒後においても、VUV 強度は照射開始時とほぼ同等であり、長時間安定していることが分かる。

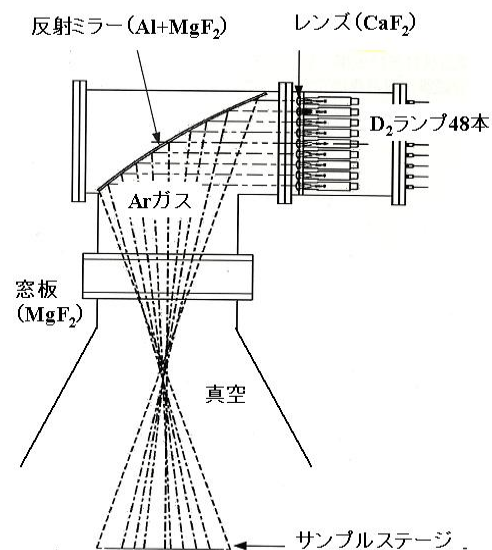


図 9 VUV 照射装置概要図

フォトダイオードは、VUV 計測を長期間行くと徐々に劣化し、感度が低下することが知られている。そのため、定期的に校正する必要がある。本装置では、毎照射試験開始前に波長 150~170 nm に感度を有する光電管を用いてサンプルホルダ上の VUV 強度を測定する。光電管の出力値と、同じ位置で計測したフォトダイオードの出力値を比較することにより、フォトダイオードを校正する。

5.3 サンプルホルダでのスペクトル推定とフラックス計算

VUV の波長域が 10~200 nm であること及び D₂ ランプの放射波長が約 120~400 nm であることから、本装置では、波長 120~200 nm における積分強度を VUV フラックスと定義する。VUV フラックスを計算するには、サンプルホルダに照射される波長 120~200 nm の VUV スペクトルが必要となる。

サンプルホルダ上の VUV スペクトルは、光源のスペクトルに、CaF₂ レンズ透過率、Ar ガス透過率、Al+MgF₂ ミラー反射率、MgF₂ 窓板透過率を掛け、さらに、直線導入にセットしたフォトダイオードで測定したサンプルホルダ近傍の VUV 強度 (150~170 nm) で補正することにより求める。図 12 に D₂ ランプ (48 本分) のスペクトル、及び、補正後の VUV スペクトルを示す。

通常の照射試験では、ランプ電流を 300 mA に設定する。このときの VUV フラックスは 0.4 mW/cm² であり、10 ESD (1 ESD=8.7 x 10² mJ/cm²) 照射するのに必要な時間は、5.7 h である。さらに、本照射装置は、D₂ ランプ電流を 250~350 mA の範囲で変化させることができることから、VUV フラックスは 0.3~0.5 mW/cm² の範囲で調整可能である。

5.4 課題

5.3 項で説明したように、VUV フラックスは、光路中でのスペクトル変化及びフォトダイオードで計測したサンプルホルダ上での VUV 強度で補正したスペクトルより計算している。しかし、サンプルに照射される正確な VUV フラックスを得るには、実際にサンプルに照射される VUV の分光強度を計測し、波長 120~200 nm における積分強度を計算する必要がある。

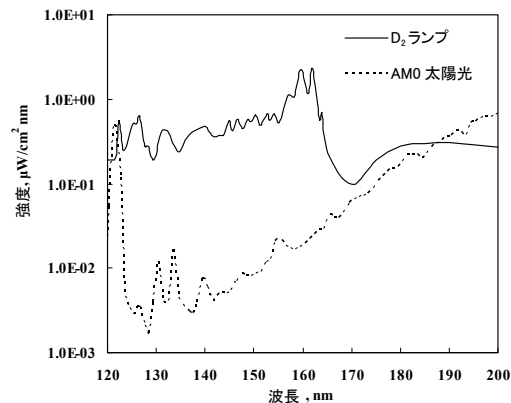


図 10 D₂ ランプ及び AMO 太陽光スペクトル^{8,9}

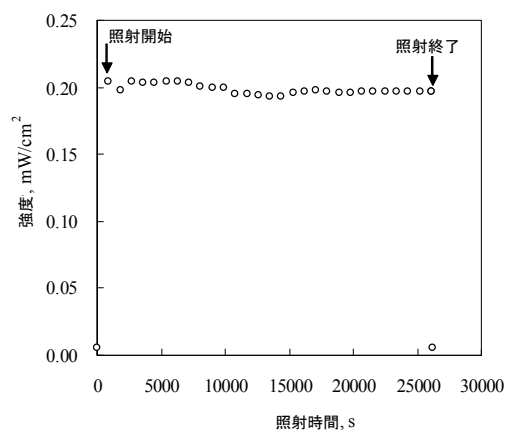


図 11 照射時間に対する VUV 強度変化

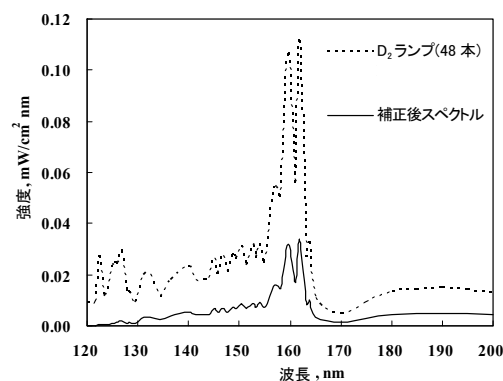


図 12 D₂ ランプ (48 本) 及びサンプルホルダ上における補正後のスペクトル

VUV 波長域における分光測定は極めて難しく、さらな

る技術検討を要する。

また、AO 及び EB 照射と同様、VUV 照射においてもサンプルホルダ内において強度に分布があると推測される。VUV フルエンスのバラツキを把握するため、強度分布を評価する必要がある。

6 複合照射

6.1 AO+EB 同時照射¹²

6.1.1 AO フルエンス計測手法

AO+EB 同時照射において、カプトンの質量減少より AO の照射量を正確に算出するには、AO による質量減少に対する EB の影響を確認する必要がある。

図 13 に、AO+EB 照射下におけるポリイミドをコーティングした QCM の振動数、及び、振動数変化率を示す。EB 照射開始および終了時において、QCM 振動数の増加挙動に顕著な変化がないことから、EB 照射はポリイミドの質量減少に影響しないと言える。以上より、AO+EB 同時照射下における AO フルエンス計測は、AO 単独照射試験と同様、サンプルホルダに設置したカプトンの質量減少より算出できることがわかる。

6.1.2 EB フルエンス計測手法

AO+EB 同時照射では、EB モニタである CTA フィルムの表面が AO により浸食されるため、CTA の吸光度が大きく変化してしまう。よって、AO+EB 同時照射における EB フルエンスを計測するには、AO による浸食を防ぎ、かつ、EB を透過するカバーを CTA フィルムに施す必要がある。

AO 及び EB 照射後における、CTA の吸光度変化

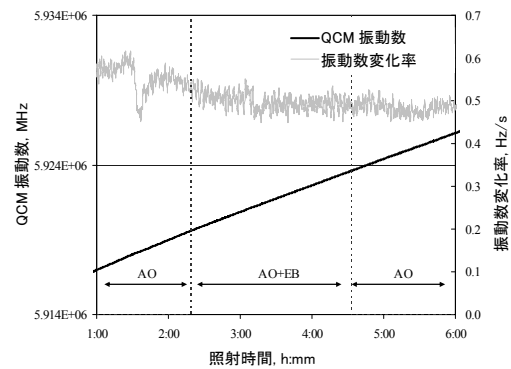


図 13 AO+EB 同時照射下におけるポリイミドをコーティングした QCM の振動数及び振動数変化率

から求めた吸収線量を図 14 に示す。ここで、CTA はカバーのないものと Al フォイル (厚さ: $5 \mu\text{m}$) でカバーしたものを使用した。EB 照射後において、カバーのない CTA と Al フォイルでカバーした CTA の吸収線量はほぼ等しく、Al フォイルは EB を十分に透過すると考えられる。一方、AO 照射後では、カバーのない CTA の吸収線量が大きくなっている。しかし、これは見かけの吸収線量であり、AO 照射により表面が浸食されたことに起因する。Al フォイルでカバーされた CTA の吸光度は、ほとんど変化しておらず、CTA は AO による浸食を受けていないと言える。以上より、Al フォイルでカバーした CTA をサンプルホルダにセットし、照射前後での吸光度変化を計測することにより、同時照射中の EB フルエンスを求めることができる。

6.1.3 評価例

カプトン (厚さ: $25 \mu\text{m}$) 及び AgFEP フィルム (厚さ: $25 \mu\text{m}$) に対し、AO 及び EB の単独照射、AO+EB 同時照射試験を実施し、照射試験前後における質量、熱光学特性の変化を評価した。AO、EB のフルエンスはそれぞれ $1.2 \times 10^{19} \text{ atoms/cm}^2$ 、 30 kGy とした。このフルエンスは、SEES⁷によると高度 800 km、曝露期間 17 年に相当する。

カプトン、AgFEP の両サンプルにおいて、AO 単独照射及び AO+EB 複合照射試験後で質量が減少し、EB 単独照射では変化がなかったことから、AO による浸食が質量減少の主な原因であると考えられる。質量減少より計算した反応効率を図 15 に示す。両サンプルにおいて、AO 単独照射と同時照射の反応効率はほぼ等しく、本照射条件における質量減少に対する複合効果の影響は小さいと言える。

各照射試験による太陽光吸収率 (α_S)、垂直赤外放射率 (ϵ_N) の変化を図 16 に示す。図 16 では、 ± 0.02 程度の変化が見られるが、この変化量は測定器誤差範囲内である。よって、単独照射と同時照射で顕著な違いはなく、 α_S 及び ϵ_N に対する AO+EB の複合効果は確認されなかった。

AO+EB 複合照射による材料劣化評価は例が少な

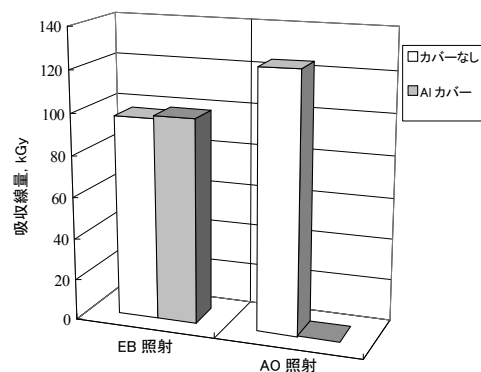


図 14 AO 及び EB 照射後における、CTA の吸光度変化から求めた吸収線量 (カバーなし AO 照射のデータは、見かけの吸収線量である。)

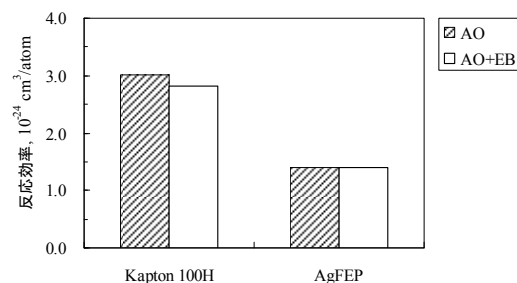
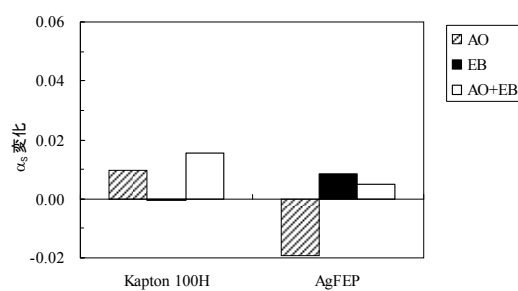
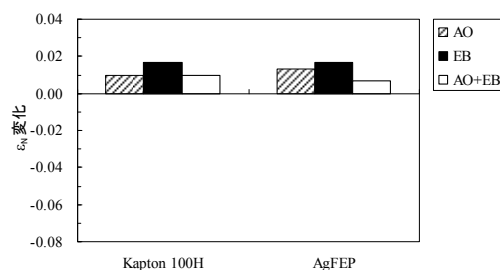


図 15 AO 単独照射及び AO+EB 同時照射におけるカプトン及び AgFEP の反応効率



(a)



(b)

図 16 AO、EB 単独照射及び AO+EB 同時照射によるカプトン及び AgFEP の (a) 太陽光吸収率 (α_S) 変化、(b) 垂直赤外放射率 (ϵ_N) 変化

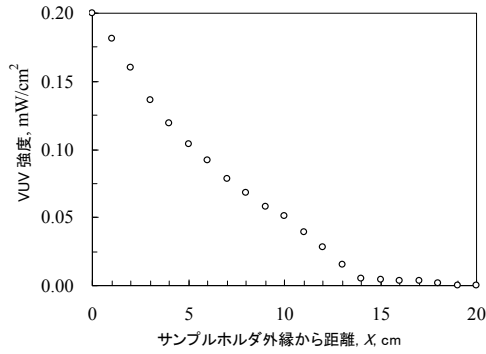


図 17 サンプルホルダ外縁より距離 X cm 離れた位置における VUV 強度

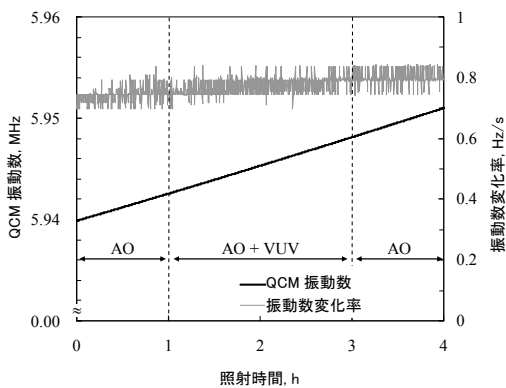


図 18 AO+VUV 同時照射中におけるポリイミドをコーティングした QCM の振動数、及び、振動数変化率

く、今後、塗料など他材料での評価試験を実施し、複合効果の有無を確認していく予定である。

6.1.4 課題

同時照射試験によりある軌道環境を模擬する場合、それぞれのビームの加速率を同等にする必要がある。しかし、現状では、AO フラックスに比べ EB フラックスが極端に大きく、低軌道環境を模擬することが出来ない。加速電圧を下げる、または、遮蔽板の利用等の対策により、サンプルに照射される EB フラックスを下げることを検討する必要がある。

6.2 AO+VUV 同時照射

6.2.1 AO フルエンス計測手法

AO モニタであるカプトンの質量減少は、AO+UV 同時照射により、AO 単独照射の場合と比較し質量減少

が加速することが知られている¹³。カプトンの質量減少より AO フルエンスを正確に算出するには、カプトンに対する VUV の影響を排除しなければならない。そこで、同時照射中、VUV の影響を受けず、かつ、十分に AO 照射される位置を探し、その位置に設置したカプトンの質量減少より AO フルエンスを求める。

図 17 は、サンプルホルダ外縁よりさらに外側に距離 X cm 離れた位置における VUV 強度を示している。 $X > 14$ では、VUV 強度がサンプルホルダ外縁 ($X = 0$) における強度の数%まで低下する。

AO 単独照射、及び、AO+VUV 同時照射中におけるポリイミドをコーティングした QCM の振動数、及び振動数変化率を図 18 に示す。QCM は、サンプルホルダ外縁より 16 cm 離れた位置 ($X \cong 16$ cm) に設置した。AO 照射中、AO によりポリイミドが浸食されるため QCM 振動数は増加する。その増加挙動は AO+VUV 同時照射中においても顕著な変化は見られない。よって、 $X \cong 16$ cm の位置における VUV 強度は十分に小さく、AO によるポリイミドの質量減少に影響しないと言える。

$X \cong 16$ cm に設置したカプトンと、サンプルホルダのホルダ 18 に設置したカプトンの AO 単独照射後の質量減少を比較した結果、サンプルホルダに設置したカプトンの質量減少は、 $X \cong 16$ cm での質量減少の 2.38 倍であった。以上より、AO+VUV 同時照射における AO フルエンスは、 $X \cong 16$ cm に設置したカプトンより算出した AO フルエンスを 2.38 倍することにより求められる。

6.2.2 VUV フルエンス計測手法

AO 照射がフォトダイオードに与える影響は不明であり、フォトダイオード検出が AO に照射されれば、故障の原因になり得る。よって、AO+VUV 同時照射中、フォトダイオード検出部には VUV を透過し、かつ、AO を防ぐカバーを施す必要がある。また、3.4 項で述べたように、レーザドネーション方式による AO 生成では、副生成物として UV が発生する。AO+VUV 同時照射において、光源からの VUV 強度を正確に測定するには、フォトダイオードの出力値に対する当該 UV の

影響を考慮する必要がある。

VUV 単独照射及び AO+VUV 同時照射中におけるフォトダイオードで測定した VUV 強度を図 19 に示す。同時照射中の VUV 強度は、VUV 単独照射時より増加する。そして、このときの増加量は、AO 単独照射時における VUV 強度とほぼ一致した。従って、複合照射による VUV 強度の増加は、AO 生成に伴う UV の発生に起因すると考えられる。以上より、AO+VUV 同時照射における光源からの VUV 強度は、同時照射中のフォトダイオード出力値から、AO 単独照射時の値を差し引くことで求めることができる。

同時照射中の VUV フルエンスは、以上により得られた光源からの VUV 強度で補正したスペクトル(5.2 参照)より算出される。

6.2.3 評価例

カプトン(厚さ: 25 μm)及び AgFEP フィルム(厚さ: 25 μm)に対し、AO 及び VUV の単独照射、AO+VUV 同時照射試験を実施し、照射試験前後における質量、熱光学特性、表面形態の変化を評価した。AO、VUV 単独照射試験における各ビームフルエンスはそれぞれ $1.9\sim 2.3 \times 10^{20}$ atoms/cm²、 1.1×10^4 mJ/cm²とした。また、AO+VUV 同時照射における AO、UV のフルエンスは $2.7\sim 3.0 \times 10^{20}$ atoms/cm²、 1.1×10^4 mJ/cm²とした。同時照射では、UV 単独照射と UV フルエンスを同等にするよう照射時間を調整した。そのため、同時照射における AO フルエンスは AO 単独照射より若干大きくなった。これらフルエンスは、SEES⁷によると高度 400 km、曝露期間 3 ヶ月に相当する。

カプトン、AgFEP の両サンプルにおいて、AO 単独照射、及び、AO+VUV 同時照射により質量減少が生じ、UV 照射では質量の変化はほとんど見られなかった。質量減少より算出した反応効率を図 20 に示す。両サンプルにおいて、AO 単独照射と AO+VUV 同時照射の反応効率に大きな差はなく、明確な複合効果は確認されなかった。質量減少に対し AO+VUV 複合効果が現れなかったのは、AO に対する VUV の相対強度が小さいことが原因だと考えられる¹³。

照射試験前後におけるカプトン及び AgFEP の熱光

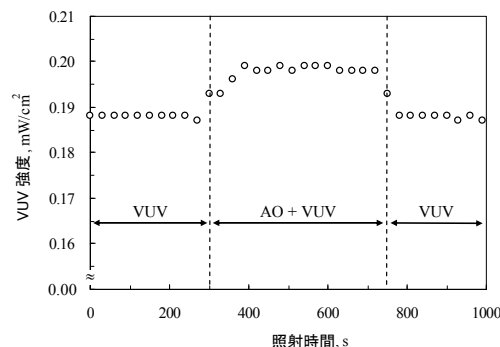


図 19 VUV 単独照射及び AO+VUV 同時照射中における VUV 強度

学特性 (α_s , ϵ_N) 変化を図 21 に示す。カプトンの α_s は、AO 単独照射、及び、AO+VUV 同時照射により変化した。また、それらの変化量はほぼ等しく、複合効果は確認されなかった。一方、 ϵ_N では、単独照射より AO+VUV 同時照射の方が大きく変化した。しかし、質量減少から計算した膜厚減少量で ϵ_N の変化を規格化すると、照射方法による顕著な違いは見られない(図 22)。よって、AO+VUV 同時照射で ϵ_N の変化量が大きいのは、複合効果によるものではなく、AO+VUV 同時照射における AO フルエンスが、AO 単独照射に比べ大きいことが原因だと考えられる。AgFEP の α_s 及び ϵ_N は、いずれの照射試験後においても顕著な変化は現れなかった。

図 23、24 に、照射試験前後におけるカプトン及び AgFEP の AFM 観察結果を示す。AO 単独照射後のカプトンでは、針状に浸食された表面が形成された。AO 単独照射、AO+VUV 同時照射後の表面形態に顕著な違いは見られなかった。AO 照射後の AgFEP では、カプトンと同様、先の尖ったコーンが多く存在する針状表面が形成された。一方、VUV 照射後では、未照射サンプルより平滑な面を呈した。FEP は VUV の影響を受けやすい材料であり¹⁴、特に凸部は VUV による分解が優先的に進行する可能性があるのではないかと考えている。そのため、VUV 照射後に平滑な面が形成されたと推察している。AO+VUV 同時照射では、AO による浸食と VUV による凸部の分解が競

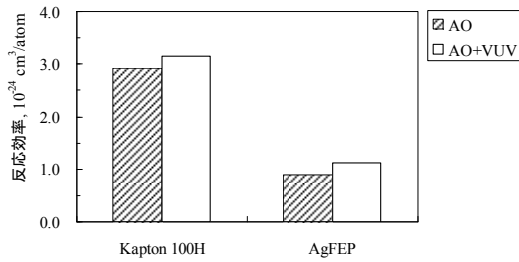
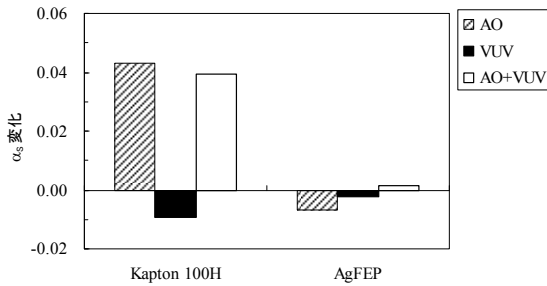


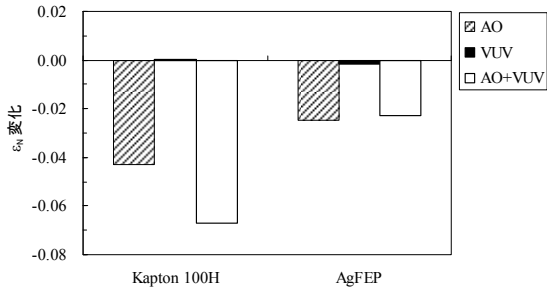
図 20 AO 単独照射及び AO+VUV 同時照射におけるカプトン及び AgFEP の反応効率

合する結果、背が低く先の丸いコーンが照射面に形成された。

以上より、本実験条件では、カプトンの質量減少、 α_S 、 ϵ_N 、表面形態変化のいずれに対しても、複合効果は確認されなかった。一方、AgFEP は、表面形態変化にのみ複合効果が現れるという結果であった。



(a)



(b)

図 21 AO、VUV 単独照射及び AO+VUV 同時照射によるカプトン及び AgFEP の (a) 太陽光吸収率 (α_S) 変化、(b) 垂直赤外放射率 (ϵ_N) 変化

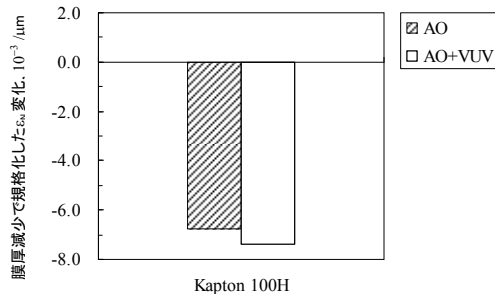


図 22 AO 単独照射及び AO+VUV 同時照射によるカプトン垂直赤外放射率 (ϵ_N) 変化 (膜厚減少量で規格化)

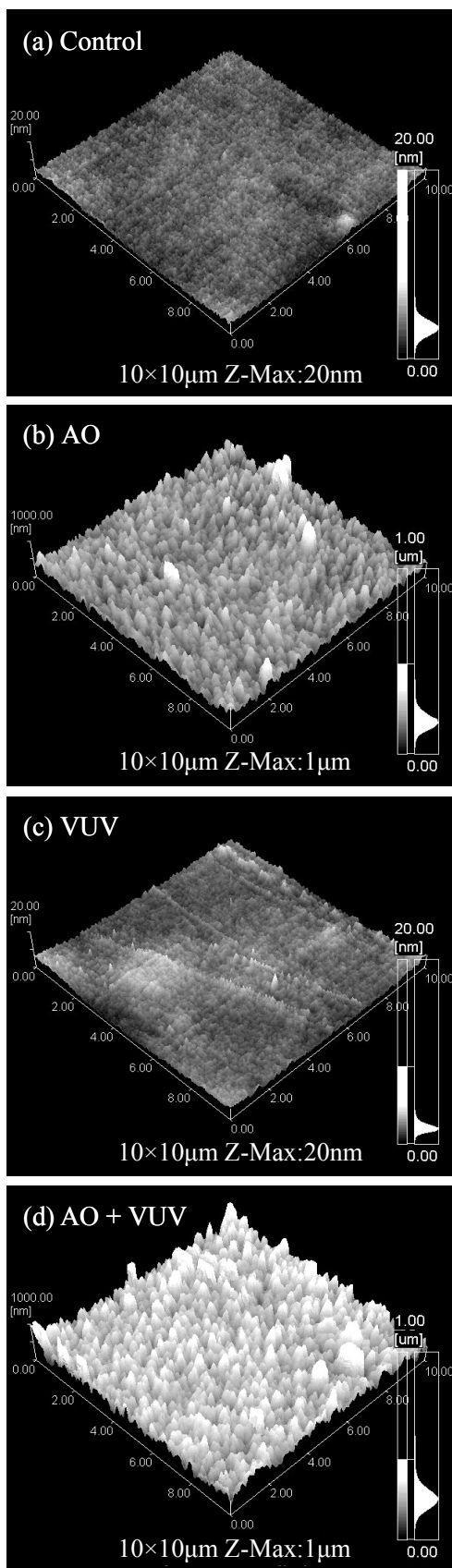


図 23 AO、VUV 単独照射及び AO+VUV 同時照射前後のカプトン表面の原子間力顕微鏡(AFM)観察結果 : (a)未照射、(b)AO 単独照射後、(c)VUV 単独照射後、(d)AO+VUV 複合照射後

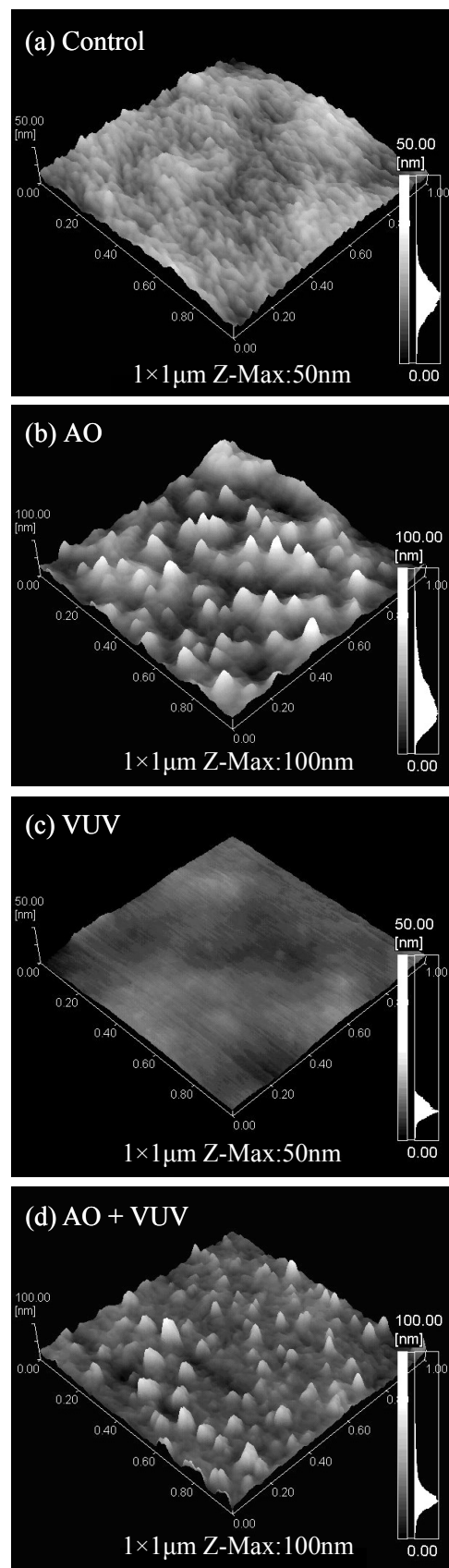


図 24 AO、VUV 単独照射及び AO+VUV 同時照射前後の AgFEP 表面の原子間力顕微鏡(AFM)観察結果 : (a)未照射、(b)AO 単独照射後、(c)VUV 単独照射後、(d)AO+VUV 複合照射後

6.2.4 課題

AO+VUV 同時照射における VUV フラックス(120～200 nm)は、同時照射中のフォトダイオードの出力値から AO 単独照射中の出力値を差し引くことによりサンプルホルダ上の VUV 強度(150～170 nm)を求め、この VUV 強度で補正したスペクトルから計算される。正確な VUV フラックスを求めるには、同時照射中の実際にサンプルに照射される VUV スペクトルを計測し、120～200 nm の積分強度を計算する必要がある。ただし、前述した通り、短波長域での分光測定は難しく、技術課題が残っている。

6.3 EB+VUV 同時照射

EB+VUV 同時照射については、これまでに実績がなく、今後、各ビームのフルエンス計測手法等の確立を目指す。

6.1.4 項で述べたように、同時照射で、ある軌道環境を模擬しようとした場合、その軌道環境に対する各ビームの加速率を揃えることが重要となる。しかし、現在のフルエンス調整範囲では、EB フラックスが大きく、EB と VUV の加速率は一致しない。軌道環境を性格に模擬するためには、更なる検討が必要である。

6.4 AO+EB+VUV 同時照射

AO+EB+VUV 同時照射の実績はこれまでにない。他複合照射と同様、同時照射中の各ビームのフルエンス計測、フラックス調整範囲の拡大が主な課題である。

7 おわりに

本資料では、真空複合環境試験設備の現状の能力と課題について述べた。今後、課題を解決するべく測定技術の向上や照射率調整手法に関する研究開発を継続して行きたい。また、複合照射試験について多くの試験例を積み重ねて知見を蓄積して行くと共に、標準的な試験手順の策定を進めたいと考えている。

これからも、本設備を使用した材料試験が宇宙で使用される材料の選定/設計に活用できるデータ取得に貢献するとともに、材料に対する宇宙環境の影響に関する科学的な理解を深める一助となるよう願っている。

参考文献

- ¹ L. J. Leger, "Oxygen Atom Reaction with Shuttle Materials at Orbital Altitudes", *NASA TM-58246*, 1982
- ² G. E. Caledonia, et al., "A High Flux Source of Energetic Oxygen Atoms for Material Degradation Studies", *AIAA Journal*, Vol. 25, No. 1, pp. 59, 1987
- ³ ASTM E2089, "Standard Practices for Ground Laboratory Atomic Oxygen Interaction Evaluation of Materials for Space Applications", ASTM International
- ⁴ M. Tagawa, et al., "Use of Quartz Microbalance on the Polymer Degradation Studies Regarding Atomic Oxygen Activities in Low Earth Orbit", *Proceedings of the 9th International Symposium on Materials in a Space Environment*, ESA-SP540, pp. 247, 2003
- ⁵ G. E. Caledonia, et al., "Studies of the Interaction of 8 km/s Oxygen Atoms with Selected Materials", *Society of Automotive Engineers technical paper series*, 901411, 1990
- ⁶ B. Weihs, et al., "Secondary VUV Erosion Effects on Polymers in the ATOX Atomic Oxygen Exposure Facility", *Proceedings of the 6th International Symposium on Materials in a Space Environment*, ESA-SP368, pp. 277, 1994
- ⁷ Tighe A. P., van Eesbeek M. R. J., and Wernham D., "Spacecraft Materials Test Techniques Utilizing High Power Lasers," *Proceedings of the 10th International Symposium on "Materials in a Space Environment" & the 8th International Conference on "Protection of Materials and Structures in a Space Environment"* [CD-ROM], Colliure, France, 19-23 June, 2006
- ⁸ Tanaka R., et al., "Manual of CTA Dose Meter", Japan Atomic Energy Research Institute, JAERI-M-82-033, 1982
- ⁹ <http://sees.tksc.jaxa.jp/>
- ¹⁰ K.-I. Oyama, K. Suzuki, N. Kawashima, K. S. Zalpuri, S. Teii and Y. Nakamura, "An Extreme Ultraviolet Radiation Source for the Simulation of Ionosphere," *Rev. Sci. Instrum.*, Vol. 62, No. 7, 1991, pp. 1721-1726
- ¹¹ ASTM E490, "Standard Solar Constant and Zero Air Mass Solar Spectral Irradiance Tables," ASTM International
- ¹² Eiji Miyazaki and Hiroyuki Shimamura, "Investigations into Ground Simulation Tests Used to Evaluate Synergistic Effects on Materials," *Proceedings of the 10th International Symposium on "Materials in a Space Environment" & the 8th International Conference on "Protection of Materials and Structures in a Space Environment"* [CD-ROM], Colliure, France, 19-23 June, 2006
- ¹³ Kumiko Yokota, Nobuo Ohmae and Masahito Tagawa, "Effect of Relative Intensity of 5 eV Atomic Oxygen and 172 nm Vacuum Ultraviolet in the Synergism of Polyimide Erosion," *High Performance Polymers*, Vol. 16, No. 2, 2004, pp. 221-234
- ¹⁴ Graeme A. George, David J. T. Hill, James H. O'Donnell, Peter J. Pomery and Firas A. Rasoul, "A Study of the UV and VUV Degradation of FEP," *Proceedings of LDEF- 69 Months in Space Second Post-Retrieval Symposium*, San Diego, California, 1-5 June, 1992. pp. 867-876

付録
真空複合環境試験設備の使用実績

実施年度	照射線種	対象サンプル	結果提供先*1	備考
平成 12 年度	A0	Si 注入ポリイミドフィルム	技研	
	A0	耐宇宙環境性向上型フィルム試作品	技研、共同研究先	
	EB	Al 付 PMMA	大学	
	A0、EB	熱制御フィルム	宇環	
	A0、EB	白色塗料	宇環	
	A0、EB	シリコーン系接着剤及びポッティング剤	技研	
	A0、EB	塗料 (5 色)	技研	
	A0	PAMDEC (AO モニタ)	技研	
平成 13 年度	A0、EB	SM/MPAC&SEED 搭載試料	技研、共同研究先	
	A0	TEEK	技研	
	A0	ミラー	衛星プロジェクト	
	A0	CIGS 薄膜太陽電池	技研	
	A0	白色塗料	技研	
	EB	ガラス、プリント基板、カプトン	大学	
	A0	PTFE 及び X-PTFE	技研	
	A0	Be 箔	宇環	
	A0、EB	耐宇宙環境性向上型フィルム試作品	技研、共同研究先	
	A0	ベスペル及びカプトン (ポリイミド)	技研、共同研究先	
平成 14 年度	A0、EB	SM/MPAC&SEED 搭載試料	技研、共同研究先	
	A0	コンタミネーション付白色塗料	技研	
	A0	耐宇宙環境性向上型フィルム試作品	技研、共同研究先	
	EB	シール材 (O リング)	宇環	
	A0	耐原子状酸素性向上型フィルム試作品	技研	
	A0	白色塗料試作品	技研、共同研究先	
平成 15 年度	A0	ポリイミド系試料	宇宙科学研究所	
	A0	耐原子状酸素性向上型フィルム試作品	総研	
	A0	SiO ₂ 付及び ITO 付ポリイミドフィルム	衛星プロジェクト	
	A0+VUV	ETFE フィルム付太陽電池	総研	
	A0	ミラー	衛星プロジェクト	
	EB	C/C コンポジット	宇宙ベンチャー	
	EB	レイケム 55 電線	衛星プロジェクト	
	A0	PEEK 及びポリイミド	宇宙ベンチャー	
平成 16 年度	A0、EB	SM/MPAC&SEED 搭載試料	総研、共同研究先	
	A0	ITO コート PET フィルム	総研	
	A0	SiO ₂ 付及び ITO 付ポリイミドフィルム	衛星プロジェクト	
	A0	耐原子状酸素性向上型フィルム試作品	総研	
	A0	ITO コートポリイミドフィルム	総研	
	A0	レイケム 55 電線	総研	
	A0、EB	エポキシ接着剤、シリコーン接着剤他	科学本部	
	EB	レイケム 55 電線被覆材	科学本部	

実施年度	照射線種	対象サンプル	結果提供先 ^{*1}	備考
平成 17 年度	A0、EB	SM/MPAC&SEED 搭載試料	総研、共同研究先	
	A0	耐紫外線性向上型白色塗料	総研	
	EB	熱蛍光ルミネッセンス線量計	総研	
	A0、EB	耐原子状酸素性向上型フィルム試作品	総研	
	EB	レイケム 55 電線	衛星プロジェクト	
	A0、EB	ETFE フィルム	総研	
	A0	組成傾斜ポリイミドフィルム	総研	
	EB	絶縁材料	衛星設計標準 WG	
	A0	マーキング	有人プログラム	
	A0	ガラス基材エポキシ樹脂	総研	
	A0、EB、A0+EB	ポリイミドフィルム及び Ag/FEP	総研	
平成 18 年度	A0	カーボンナノチューブシート	総研	
	A0、EB	張力負荷ポリイミドフィルム	総研	
	A0	A0 モニタ材 Vespel	総研	
	A0	白色塗料及び電子材料	衛星プロジェクト	
	EB	絶縁材料	衛星設計標準 WG	
	EB	MoS ₂	総研	
	A0	薄膜太陽電池セル用フィルム候補材	総研	
	A0	CTA フィルム	総研	
	A0	光学用塗料及び ITO 付ポリイミドフィルム	衛星プロジェクト	
	EB	民生品 LED 照明基板	有人プログラム	
	A0、EB	白色塗料	衛星プロジェクト	
	A0	カバーガラス、ETFE 及び CIGS 太陽電池	総研	
	EB	PMMA	総研	
	EB	フレキシブルヒータ	総研	
	A0	テフロン AF2400 フィルム	総研	
	A0	ベスペル (ポリイミド)	総研	
	A0	CNT エミッタ	総研	
	EB	電力ケーブル	有人プログラム	
	A0	導電性ベルクロ	有人プログラム	
	A0	ITO 付ポリウレタン	総研	
A0、VUV、A0+VUV	ポリイミドフィルム及び Ag/FEP	総研		
A0	ITO 薄膜	総研		
平成 19 年度 ^{*2}	A0	張力負荷ポリイミドフィルム	総研	
	A0	ITO 付ポリイミドフィルム	総研	
	A0	白色塗料及び熱制御フィルム	総研、CNES	
	A0	シロキサン変性ポリイミドフィルム	総研	
	A0	ベータクロス	総研	
	A0	ブラックカプトン	総研	
	A0	導電性ベルクロ	有人プログラム	
	A0	エアロジェル	総研	

*1) 略語は次のとおり。技研：NASDA 技術研究本部、宇環：NASDA 宇宙環境利用システム本部、総研：JAXA 総合技術研究本部

*2) 平成 19 年 7 月末日完了分まで掲載

宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-07-004

発行日 2007年11月30日
編集・発行 宇宙航空研究開発機構
〒182-8522 東京都調布市深大寺東町 7-44-1
URL: <http://www.jaxa.jp/>
印刷・製本 ケーティエス情報株式会社

本書及び内容についてのお問い合わせは、下記にお願いいたします。

宇宙航空研究開発機構 情報システム部 研究開発情報センター

〒305-8505 茨城県つくば市千現 2-1-1

TEL: 029-868-2079 FAX: 029-868-2956

© 2007 宇宙航空研究開発機構

※本書の一部または全部を無断複写・転載・電子媒体等に加工することを禁じます。

R100 この用紙は地球環境・森林資源のため再生紙を使用しています。

