

宇宙航空研究開発機構研究開発資料

アウトガスレート測定試験装置における 極低温シュラウドの効果について

2004年3月

宇宙航空研究開発機構

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

アウトガスレート測定試験装置における
極低温シュラウドの効果について

Effects of Cryogenic Shroud for Outgassing Rate
Measurement Test Facility

今川 吉郎、馬場 尚子

Kichiro IMAGAWA, Naoko BABA

総合技術研究本部 マテリアル・機構技術グループ
Mechanical and Materials Engineering Group
Institute of Space Technology and Aeronautics

2004 年 3 月
March 2004

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

和 文 抄 録	本文書は、アウトガスレート測定試験装置（スペースチャンバ）付帯の極低温シュラウドの使用有無による試験データへの影響を把握するために実施した試験結果をまとめるとともに、極低温シュラウドの必要性について考察するものである。
和文キーワード	アウトガスレート測定試験、試験装置、極低温、シュラウド スペースチャンバ、ASTM E1559

目 次

1. 目的.....	1
2. 試験条件	1
2.1 設定条件.....	1
2.2 試験条件.....	2
2.3 試験手順.....	3
3. 試験結果	3
3.1 QCM のノイズレベル	4
3.2 チャンバ内の真空度	5
3.3 昇華現象の確認.....	6
3.4 シュラウドからの放出ガス	7
3.5 セルからの放出ガス	8
4. 真空度についての考察	10
5. まとめ.....	11
試験チャンバー内のシュラウドを冷却してのバックグラウンド測定試験実施結果	13
添付資料 1 周波数レート計測区間の周波数レート計算結果	
02-E-019 (Blank Test Effusion Cell No Heating).....	23
添付資料 2 周波数レート計測区間の周波数レート計算結果	
02-E-020 (Blank Test Effusion Cell 125℃ Heating)	31

1. 目的

平成 14 年 11 月に開催された NASA/NASDA ISS JEM 外部コンタミネーション TIM において、NASA/Boeing から NASDA が整備した ASTM E1559 準拠アウトガスレート測定試験装置で取得した試験結果について、QCM のノイズが大きいこと、真空度が $10^4 \sim 10^5$ 程度高いこと、及びアウトガス付着量が試験初期段階で上昇し、その後減少する昇華現象が問題であると指摘があり、それらは液体窒素を用いてシュラウドの冷却を行っていないことが原因であると推定した。また、Kevlar のような高アウトガス性材料ではシュラウドを冷却していないことによる影響は分かりにくい、低アウトガス性材料ではシュラウド等から発生する放出ガスが問題となる旨が指摘された。

そこで、アウトガスレート測定試験装置（スペースチャンバ）に付随する極低温シュラウド使用の有無がアウトガスレートデータに与える影響を把握するために、各種の試験を実施した。本文書はそれらの試験結果をまとめるとともに、極低温シュラウドの必要性について考察するために作成した。

把握すべき項目及びその目的のために実施した試験は以下の通りである。なお、いずれの試験も、シュラウド非冷却時及びシュラウド冷却時を比較することとした。

把握すべき項目	実施した試験
QCM のノイズレベル	・ 空のセルを加熱する／しない試験 ・ セル内に試料を入れた試験
チャンバ内の真空度	・ シュラウド非冷却時から冷却へ連続的に切替える試験
昇華現象の確認	・ シュラウド非冷却時に本現象が生じた試験条件でシュラウドを冷却しての試験
シュラウドからの放出ガス	・ 空のセルを加熱しない試験 ・ シュラウド冷却時から非冷却に切替える試験
セルからの放出ガス	・ 空のセルを加熱する試験

なお、本文書では小型スペースチャンバ内の温度制御箱とシュラウドを合わせて、「シュラウド」と呼んでいる。また、「シュラウド冷却」とは温度制御箱と本来のシュラウドの両方を冷却することを指している。

2. 試験条件

2.1 設定条件

設定条件として、QCM 温度は ASTM E1559 で規定する最低温度 ($<-183^{\circ}\text{C}$, QCM1) 及び JEM プロジェクトチームから依頼のあった最低温度 (-40°C , QCM2 及び QCM3) とした。

加熱温度は、Run G を除いて同チーム依頼の最高温度である 125℃を設定した。

Run A から Run F については、他目的の試験の都合上、-40℃に設定した QCM2 を添付 1 に示すように、通常の状態からアームを側面（シュラウド）方向に 45° 回転させ、さらに QCM の向きが外側になるよう取り付けた。QCM の番号と温度及び状態等についてまとめると、表-1 のようになる。

ただし、下記試験番号 Run G については、昇華現象を確認するため表-2 の条件とした。

表 1 設定条件 (Run A～Run F)

QCM 番号	型式	設定温度	状態
QCM1	MK24	-183℃以下*	通常
QCM2	MK20	-40℃	45° 側面方向に回転
QCM3	MK20	-40℃	通常

* 測定温度は-183℃以上となった。

表-2 設定条件 (Run G)

QCM 番号	型式	設定温度	状態
QCM1	MK24	-183℃以下*	通常
QCM2	MK20	-40℃	通常
QCM3	MK20	25℃	通常

* 測定温度は-183℃以上となった。

2.2 試験条件

各試験の試料名、試験時間、その他の条件は表-3 の通りである。

Run A 及び Run B は所定時間経過後、シュラウドの冷却を行い、その前後でのアウトガスレートの変化を確認した。Run C 及び Run E では、まずシュラウドの冷却を行い、シュラウド温度安定後にセルの加熱を行った。Run D ではシュラウドの冷却後にセルの加熱を行い、10 時間試験を行った後、加熱を終了し、その 10 時間後に再度、同様の試験を行った。Run F ではシュラウドの冷却は行っていない。Run G はシュラウド冷却及び試験時間を除いては、JEM プロジェクトチーム依頼の試験条件と同一である。

表-3 試験条件

試験番号	試料名	加熱温度	シュラウド冷却	試験時間	備考
Run A	なし	加熱なし	なし	72h	72h 後にシュラウドを冷却
			あり	14h	
Run B	なし	125℃	なし	90h	90h 後にシュラウドを冷却
			あり	14h	
Run C	なし	125℃	あり	10h	
Run D	なし	125℃	あり	9h	加熱終了 12h 後に再度加熱
			あり	9h	
Run E	KE-3497	125℃	あり	28h	9h 後にシュラウド冷却を中止
Run F	KE-3497	125℃	なし	65h	
Run G	Cable N1064	50℃	あり	12h	JEM プロジェクト 依頼材料

2.3 試験手順

2.1 項及び 2.2 項で記述した手順以外に関しては、「アウトガスレート測定試験手順書」に従い試験を実施した。シュラウド冷却のための液体窒素の使用に関しては、「小型スペースチャンバ操作手順書」に則って作業を行った。

3. 試験結果

Run A から Run G の試験報告書を添付 2 に示す。3.1 項以下の試験結果には QCM の周波数（または、単位時間当たりの周波数の変化（以下、「周波数レート」という））で示している箇所もあるが、付着量に換算する際には QCM の型式に応じて次式を用いる必要がある。

$$m = 4.43 \times 10^{-9} \cdot f \text{ (MK24)}$$

$$m = 1.97 \times 10^{-9} \cdot f \text{ (MK20)}$$

ここで、 m ：付着量 (g/cm^2)、 f ：周波数 (Hz)

把握すべく項目毎に試験結果をまとめると表-4 のようになる。以下、項目毎に結果を示す。

表-4 把握すべき項目と関連する試験

項	把握すべき項目	関連する試験						
		Run A	Run B	Run C	Run D	Run E	Run F	Run G
3.1	QCM のノイズレベル	△	△			○	○	
3.2	チャンバ内の真空度	○	○					
3.3	昇華現象の確認							○
3.4	シュラウドからの放出ガス	△				○		
3.5	セルからの放出ガス		△	○	○			

○：把握すべき項目に関連する試験

△：把握すべき項目に関連するが、評価を行えなかった試験

3.1 QCM のノイズレベル

QCM のノイズレベルを評価する指標として、近似式の相関係数及び近似式計算範囲における近似式による計算値と実測値の差の標準偏差を使用することとした。本項目に関連する試験である Run A と Run B については、シュラウド冷却後のデータを近似計算できなかったために、評価から除くこととした。また、Run E 及び Run F についても温度変動が周波数に影響するため、ペルチェ素子で温度コントロールができていない QCM2 及び QCM3 の試験初期段階でのデータを評価することとした。

Run E と Run F の評価結果を表-5 に示す。また、図-1 及び図-2 にそれぞれ Run E と Run F における各 QCM の近似式による計算値と実測値の偏差を示す。

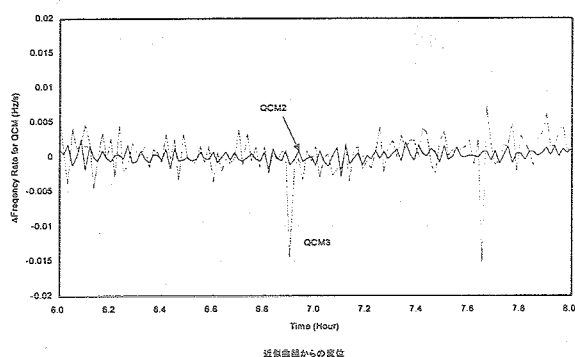


図-1 Run E の結果

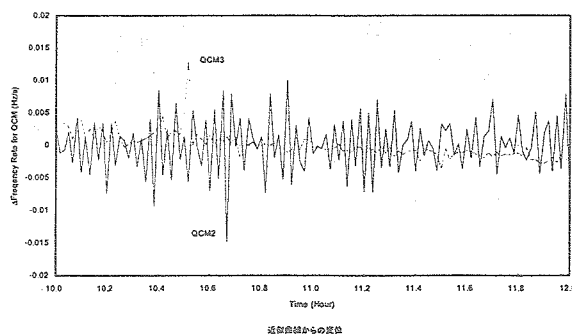


図-2 Run F の結果

表-5 QCM のノイズレベル

試験番号	QCM2		QCM3	
	近似式の相関係数	近似式による計算値と実測値の差の標準偏差	近似式の相関係数	近似式による計算値と実測値の差の標準偏差
Run E	0.999998	0.000901	0.999995	0.003101
Run F	0.999991	0.004403	0.999970	0.002043
比率*	1.000007	0.204633	1.000025	1.517866

* : Run E の数値 ÷ Run F の数値

QCM2 はシュラウドを冷却した試験 (Run E) の方がばらつきは小さかった。一方、QCM3 については近似式による計算値と実測値の差の標準偏差は Run E の方が大きかったが、近似式の相関係数は両試験でほぼ同一であった。QCM2 はシュラウド面に近い位置に設置されていたので、シュラウドからの放出ガスの影響を受けやすいと考えられる。これらの結果から、シュラウド周辺では QCM のノイズレベルにシュラウド冷却の影響が若干見受けられるが、シュラウドから距離をおいた位置では影響がないように見える。従って、QCM 及び拡散セルの配置について ASTM E1559 に準拠していれば、シュラウド冷却を行わないことにより QCM のノイズレベルが上昇するということは認められない。

3.2 チャンバ内の真空度

連続的に真空度のデータを取得しながら、シュラウドを冷却せず真空引きを続け、その後ある時点でシュラウドの冷却を開始する試験 (Run A 及び Run B) を実施した。シュラウド冷却開始前後での真空度の変化を評価することにより、シュラウドの影響を確認した。

図-3 及び図-4 に、それぞれ Run A と Run B 試験におけるシュラウド温度と真空度の関係を示す。

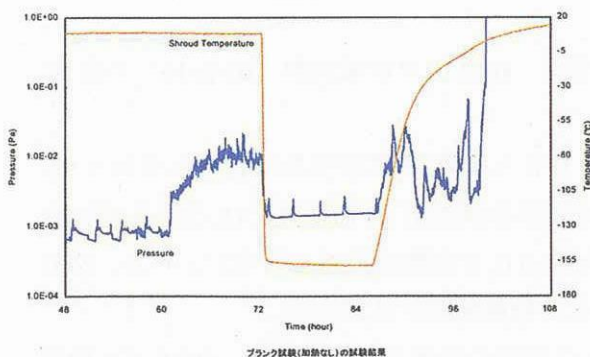


図-3 Run A の結果

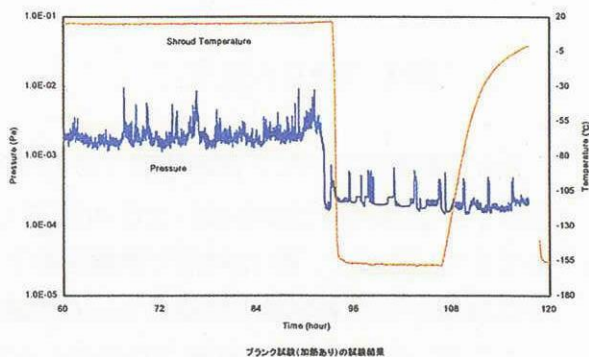


図-4 Run B の結果

いずれの結果も、シュラウド冷却を行った直後に約 10^{-1} 真空度がよくなった。Run A 試験では、シュラウド冷却前にリーク等の何らかの原因で真空度が悪くなっていたが、冷却を行った後に真空度がよくなった。しかし、冷却を中止した後は再び真空度が悪化した。一方、Run B 試験は、冷却を中止した後も真空度は保たれ、僅かながら時間とともに真空度が上昇する傾向を見せた。

シュラウドの効果により真空度はよくなることが判明したが、NASA/Boeing が述べていたように大幅 (10^4 程度) な改善は見られなかった。チャンバの気密性が保たれていれば、一度シュラウド冷却を行っておけば真空度は保たれることも判明した。従って、真空度のみに着目すれば、少なくとも試料加熱前に一度はチャンバを冷却するべきである。

3.3 昇華現象の確認

JEM プロの依頼により実施した試験の内、ブランク試験や低アウトガス性の試料 (N-1064 Cable 等) において、QCM の出力が一旦上昇した後、低下する現象が見られた。これは QCM のクリスタル上に付着した再凝縮物が時間とともに QCM を脱離し昇華する現象であると思われる。そこで、シュラウドを冷却した場合にもこの現象が生じるかを検証するため、JEM プロ依頼時と同様の試験条件で、シュラウドを冷却して試験を行った。その試験結果を、図-5 に示す。また、JEM プロ依頼試験 (02-E-10) の結果も図-6 に示す。

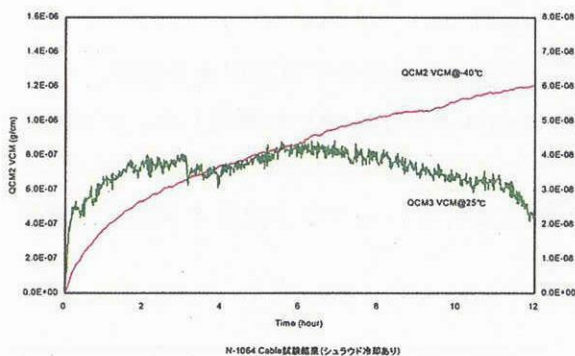


図-5 Run G の結果

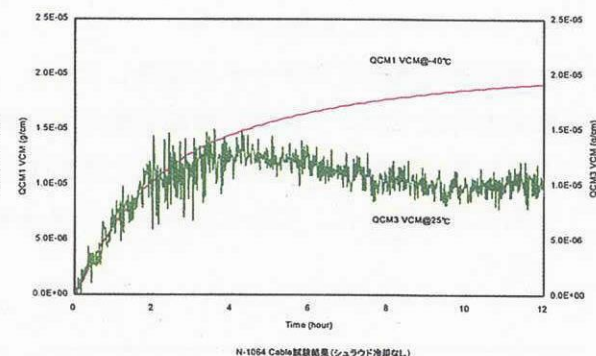


図-6 JEM プロ依頼試験 (02-E-10) の結果

Run G 試験において、試験時間 (約 12 時間) 中には -40°C で昇華現象は見られなかった。JEM プロ依頼試験 (02-E-10) では -40°C の QCM は試験開始約 24 時間後に出力が下がり始めてきていたので、約 12 時間で試験を終了した Run G と直接比較はできない。一方、 25°C では JEM プロ依頼試験と同様に Run G 試験でも、昇華現象が見られた。

ここで、JEM プロ依頼試験 (02-E-10) と Run G 試験の結果を比較すると、JEM プロ依頼試験 (02-E-10) は、両 QCM とも付着量が著しく多く、特に、 25°C の付着量が -10°C の付着量より多く、 -40°C と同じオーダーであり、且つノイズが非常に大きかった。このことから、JEM プロ依頼試験 (02-E-10) では試料以外からの放出ガスの影響があった可能性が高く、また、 25°C の QCM においては、何らかの不具合状態にあったことが推察される (2002 年

12 月に修理依頼)。

従って、昇華現象はシュラウド冷却の有無に関係なく、低アウトガス性試料や高温度の被汚染表面で発生するものと考えられる。ただし、シュラウド（雰囲気）の状態により昇華の程度が異なると推察されるが、本試験では定量的に把握するには至っていない。

3.4 シュラウドからの放出ガス

拡散セルを加熱せず、且つシュラウドを冷却せずに QCM の周波数（付着量）のモニタを行い、周波数が安定（飽和状態）になった後にシュラウド冷却し、その前後での周波数レートの変化を確認するために Run A の試験を実施したが、予想に反して、シュラウド冷却後の周波数の変動が大きく、また、周波数レートがマイナスの値となり正確な評価はできなかった。そこで、拡散セルを加熱した試験（Run E）において、試験開始から約 9 時間後にシュラウドの冷却を中断し、シュラウドの温度を常温に戻す際、拡散セル温度と QCM 温度を設定温度に維持した。常温復帰時における測定データと、シュラウド冷却時のアウトガスレートの近似曲線から得られる推算値を比較することにより、シュラウドからの放出ガスを評価することとした。

Run E のシュラウド冷却終了前後の QCM1（液体窒素温度）と QCM3（-40℃）のデータを、それぞれ図-7 及び図-8 に示す。また、常温復帰後（試験開始から 26 から 28 時間の間）の周波数レートとその推算値を表-6 に示す。

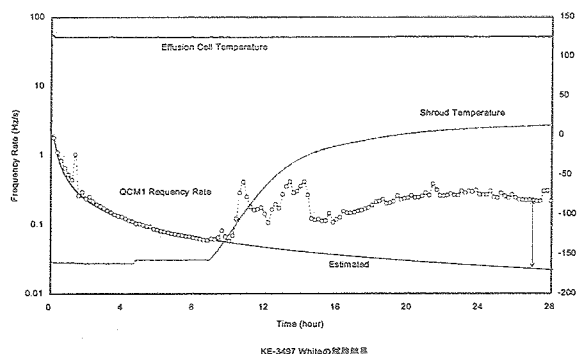


図-7 Run E 試験 QCM1 の結果

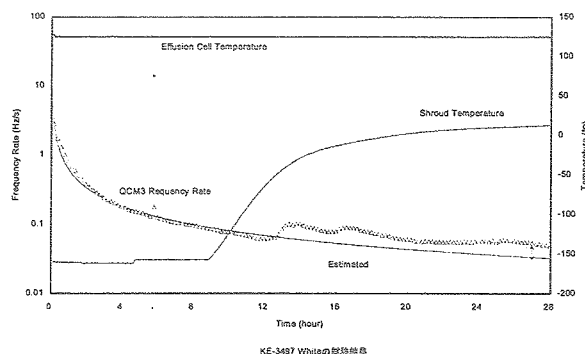


図-8 Run E 試験 QCM3 の結果

表-6 Run E 試験における周波数レート

(試験開始 26～28 時間の平均, 単位 Hz/s)

	QCM1	QCM3
周波数レート (測定値)	0.2829	0.0536
周波数レート (推算値)	0.0229	0.0334
差	0.2600	0.0202

QCM1 はシュラウド温度を上昇させると、周波数レートが増大しながら激しい変化を見せ、シュラウド温度が安定する約 16 時間あたりから、周波数レートは緩やかに上昇し、24 時間を過ぎたところに周波数レートが安定する傾向が見られる。一方、QCM3 はシュラウド温度が-40℃になる時間及び 0℃になる時間に大きな上昇があり、その時間にシュラウドから放出されたガスが QCM に付着したことが分かる。

シュラウド温度の常温安定後でも、いずれの QCM においても測定値と推算値に差異が見られることから、シュラウドを常温にした場合にはシュラウドからの放出ガスの影響があることが判明した。特に、液体窒素温度に保持した QCM1 に顕著な影響を与え、推算値をシグナル、上記差異をノイズとすると、S/N 比は-21dB とノイズ多加の状態にある。また、-40℃に保持した QCM3 のノイズは QCM1 より 1 桁少ないが、S/N 比=4.4dB とノイズと信号が同レベルにある。

JEM プロジェクト依頼試験では、シュラウドを温度制御できない鏡面処理したステンレスを用い、極力シュラウドからの放出ガスを少なくした上でブランクの影響を差引く処理を行い、試験結果をまとめていたが、アウトガスが少ないサンプルの場合には S/N 比が悪くなるとの NASA/Boeing からの指摘は的を射たものであったと言える。なお、アウトガス分子がシュラウド面等で反射する現象も生じていると推定されるが、シュラウドからの放出ガスと区別して評価することはできなかった。

従って、ASTM E1559 試験に準拠したデータを取得するためには、シュラウド温度を QCM 温度より下げる必要がある。ただし、スペースシャープ 2 号機の既存のシュラウドを使用した場合には、開口面を冷却できないのでその影響をキャンセルすることはできない。

3.5 セルからの放出ガス

シュラウドを冷却しない状態で、空の拡散セルを加熱し QCM の周波数のモニタを行い、周波数が安定した後にシュラウド冷却し、その前後での周波数レートの変化を確認するため、Run B の試験を実施したが、Run A と同様にシュラウド冷却後の周波数の変動が大きく、また、周波数レートがマイナスの値となり正確な評価はできなかった。そこで、シュラウド冷却を行った状態で、空の拡散セルの加熱のみを行い、QCM の周波数の増加量を確認するブランク試験 (Run C) を行うこととした。

Run C の試験結果を図-9 及び図-10 に示す。Run C 試験ではブランク試験としてはこれまでの実績よりも付着量が非常に大きかった。試験実施前に加熱セルのベーキングを行っていたが、真空オープンでベーキング実施後、真空状態のまま常温で約 2 週間放置され、そのままブランク試験に供していた。Run C 試験で付着量が多かった原因は、真空オープン内で発生した放出ガスが常温になって加熱セルに付着していたためと推定された。

そこで、真空オープン内を溶剤で十分に洗浄し、且つ、真空オープンを空ベーキングした後に、加熱セルのベーキングを実施し、ベーキング完了後直ちにブランク試験 (Run D) を行うこととした。本試験では、試験開始時からシュラウド冷却を行い、約 9 時間後一旦シュラウド冷却を中断し、その後 12 時間の時点で再度シュラウド冷却を実施した。

Run D 試験の試験開始時と試験終了前の結果を、それぞれ図-11 及び図-12 に示す。

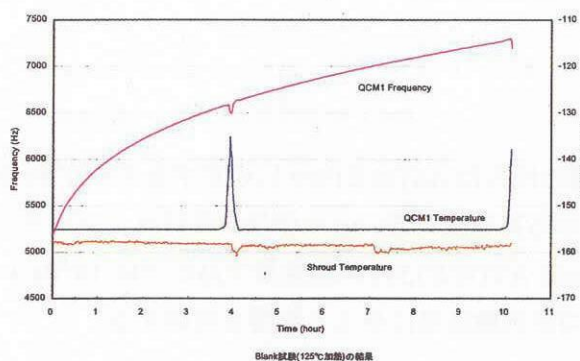


図-9 Run C 試験 QCM1 の結果

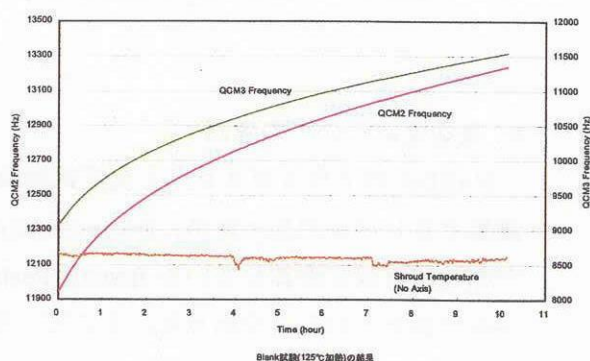


図-10 Run C 試験 QCM2 と 3 の結果

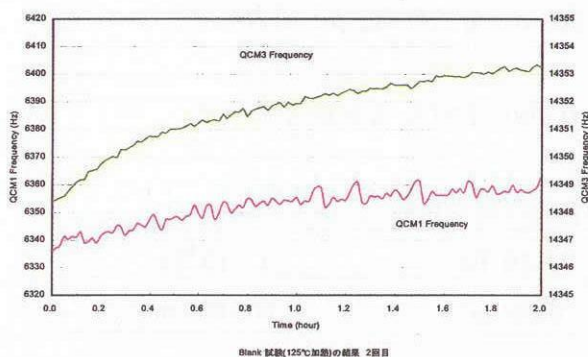


図-11 Run D 試験開始時 2 時間

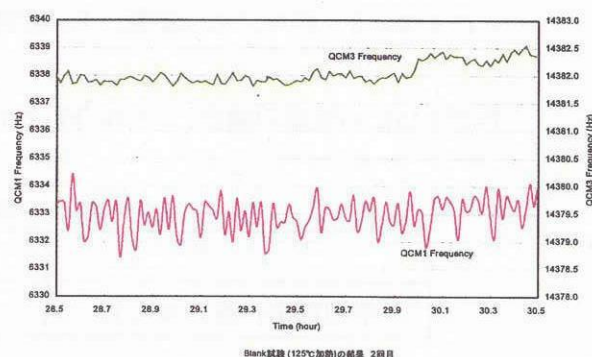


図-12 Run D 試験終了前 2 時間

表-7 Run D 試験結果

		QCM1	QCM3
試験開始時 (0～2 時間)	増加周波数(Hz)	26.65	4.880
	レート換算(Hz/s)	2.76×10^{-3}	5.81×10^{-4}
試験終了前 (28.5～30.5 時間)	増加周波数(Hz)	0.709	0.350
	レート換算(Hz/s)	5.49×10^{-5}	6.91×10^{-5}

また、試験開始時と試験終了前の周波数の増分量と、当該 2 時間のみの回帰直線の傾きから周波数レートに換算した値を表-7 に示す。

この結果から、拡散セルの前処理を適切に行えば拡散セルからの放出ガスを低減できることが判明した。約 30 時間 125℃に加熱した後の周波数増加量は、1 日あたりに換算するといずれの温度も約 5Hz/day となり、目標とする 1Hz/day (10MHz QCM) にかかなり近い値となった。逆に、Run C のように加熱セルの前処理が不適切であると、ブランクを著しく増加させる原因となることが判明した。

加熱セルからの放出ガスをさらに低減させるためには、真空中で加熱セルのみのベーキングや加熱セル上面の不活性処理化等を行う必要がある。

4. 真空度についての考察

NASDA のアウトガスレート測定試験設備の圧力は ASTM E1559 に規定する $7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ を満足するレベルであったが、Boeing/NASA から真空度が低いとの指摘を受けた。シュラウドを液体窒素で冷却している Boeing (Seattle) の ASTM E1559 試験装置では圧力は 10^{-8}Pa レベルであるとのことであった。そこで、圧力が試験結果に与える影響を考察する。

真空状態での分子の平均自由行程 λ (m) は以下の式で表される。

$$\lambda = \frac{kT}{\sqrt{2}\pi d^2 p}$$

ここで、 k : ボルツマン定数、 T : 絶対温度、 d : 分子半径、 p : 圧力

$T=273.15\text{K}$ の窒素の場合、 $7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ と $1 \times 10^{-8} \text{Pa}$ における λ を表 8 に示す。

表 8 平均自由行程の比較

	$7 \times 10^{-3} \text{Pa}$	$1 \times 10^{-8} \text{Pa}$
平均自由行程 (0℃)	0.861 m	603,000 m

$7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ では、 $\lambda = 0.861 \text{m} < 0.15 \text{m}$ となり拡散セルと QCM との距離より平均自由行程がわずかに長い。しかし、スペースチャンバ内部の拡散セル近傍の圧力は、スペースチャンバの真空計がある場所より圧力が高いことが懸念される。 $4.0 \times 10^{-2} \text{Pa}$ 以下になると、 $\lambda < 0.15 \text{m}$ となり拡散セルと QCM との距離より平均自由行程が短くなり、拡散セルから放出されたアウトガス分子が QCM に届く前に他の分子と衝突し、方向が変えられる確率が多くなる。従って、平均自由行程を確保するためには、拡散セル近傍の状態を考慮して、試験中の圧力を ASTM E1559 が規定する圧力よりさらに下げる方が望ましい。

一方、真空中の分子の入射頻度 Γ (気体中にある物体や容器の壁に衝突する気体分子の数、個/ m^2/s) は、以下の式で表させる。

$$\Gamma = \frac{p}{\sqrt{2\pi m k T}}$$

ここで、 m : 気体分子の質量

$T=273.15\text{K}$ の窒素の場合、 $7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ と $1 \times 10^{-8} \text{Pa}$ における入射頻度を表 9 に示す。

表 9 入射頻度の比較

	$7 \times 10^{-3} \text{Pa}$	$1 \times 10^{-8} \text{Pa}$
入射頻度 (0℃)	$2.11 \times 10^{20} \text{ 個/m}^2/\text{s}$	$3.01 \times 10^{14} \text{ 個/m}^2/\text{s}$
上記を質量に換算	$9.81 \times 10^{-7} \text{ g/cm}^2/\text{s}$	$1.40 \times 10^{-12} \text{ g/cm}^2/\text{s}$

ここで、仮に 80K の QCM 付着量 (=QCM 周波数×感度) が $10^{-10} \text{ g/cm}^2/\text{s}$ であったとすると、 $7 \times 10^{-3} \text{Pa}$ の場合、およそ 10^4 倍の残留ガス分子が QCM 表面に入射していることとなる。窒素や酸素分子の場合には吸着と脱離を繰り返しているため、入射した分子がそのまま付着するわけではないが、比較的高沸点のガスが残留している場合にはノイズとなる可能性がある。特に、298K の QCM 付着量は $10^{-14} \text{ g/cm}^2/\text{s}$ レベル以下なので、残留ガスの影響は大きいものと思われる。従って、残留ガスの影響を小さくするためには、圧力をさらに低下させる必要がある。

5. まとめ

上記試験結果を、NASA/Boeing からのコメント毎にまとめると以下のようになる。

(1) QCM のノイズレベル

シュラウド冷却と QCM のノイズには直接関係はなかった。ただし、高真空にすることにより QCM のノイズは低減できることが予想される。

(2) チャンバ内の真空度

シュラウドを冷却することにより、真空度はよくなることが判明したが、大幅な改善は見られなかった。さらに真空度を上げるためには、到達圧力の高い真空ポンプへの交換や、チャンバの小型化が有効であると考えられる。

(3) 昇華現象

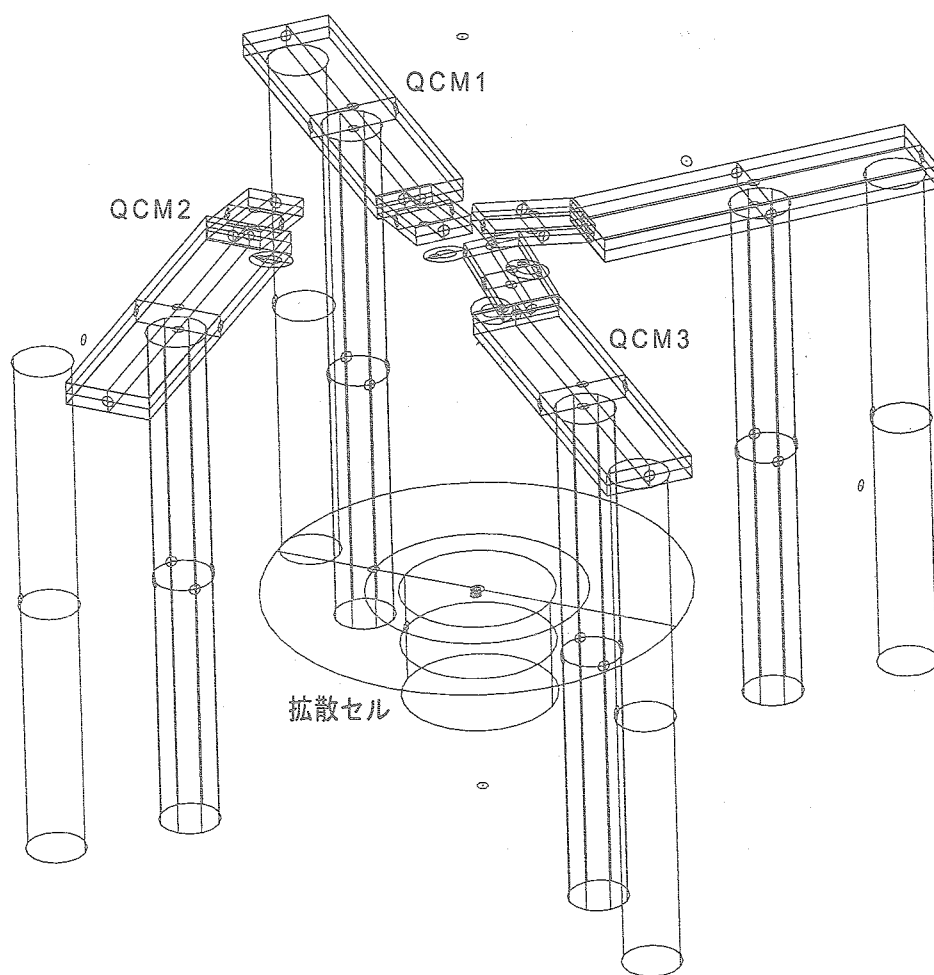
シュラウド冷却を行った場合にも、昇華現象は見られた。

(4) シュラウド等から放出ガス

シュラウド冷却を行わない場合、シュラウド等からの放出ガスの影響により QCM 付着量の増大を招くことになった。特に、低アウトガス性材料を評価する際には致命的な問題となることが判明した。

また、セルからの放出ガスは適切な前処理によって低減できることが分かったが、アウトガスレート測定試験装置にインターロックチャンバがあれば、真空中での確実なベーキングが容易にできるものと思われる。

以上から、ASTM E1559 に準拠したアウトガスレート測定試験装置には、極低温シュラウドによる冷却が必要であり、また、高真空にする方が望ましいと結論づけられる。



試験チャンバー内のシュラウドを冷却してのバックグラウンド測定試験

実施結果

1. 概要

02-E-018(Blank Test Effusion Cell No Heating)および02-E-019(Blank Test Effusion Cell 125℃ Heating)について、試験報告書とは別にその結果をまとめました。

① 02-E-019(Blank Test Effusion Cell No Heating)について。

試験依頼書に基づき各 QCM 温度を表 1 のようにセットし、試験チャンバー内の圧力が ASTM E-1559 の要求を満たす雰囲気にあることを確認した後に試験データの取得を開始する。

試験データの取得は 72 時間以上とし、試験開始から約 48 時間経過後に QCM 1 の周波数の変化が安定したところでシュラウドの冷却を開始する。なお、シュラウドの冷却については高圧ガス保安管理上 9:00 から 23:00 の間とする。

試料セルについては試験中加熱は行わずにチャンバー内の雰囲気温度のまま試験を行う。

試験番号	QCM1 温度	QCM2 温度	QCM3 温度	QCM4 温度	試料セル温度
02-E-018 ⁰¹⁹	-183℃	-40℃	-40℃	25℃ ※1	加熱なし
02-E-019 ⁰²⁰	-183℃	-40℃	-40℃	25℃ ※1	125℃

表-1 各 QCM・試料セルの設定温度

※1 QCM4 は修理につき未使用。

② 02-E-020(Blank Test Effusion Cell 125℃ Heating)について。

02-E-019 試験同様に各 QCM 温度を表 1 のようにセットし、試験チャンバー内の圧力が ASTM E-1559 の要求を満たす雰囲気にあることを確認した後に試料セルを試験依頼書の指示温度 (125℃) に加熱を開始する。試料セルが指示温度±0.5℃に達した直後を試験データの取得開始時間とし 72 時間以上のデータを取得する。

試験開始から約 48 時間経過後に QCM 1 の周波数の変化が安定したところでシュラウドの冷却を開始する。なお、シュラウドの冷却については高圧ガス保安管理上 9:00 から 23:00 の間とする。

③ QCM 3 の視野方向の変更について。

QCM 1 および QCM 3 については、通常通り試料セルの中心を向いた方向にセンサーのクリスタル表面を向けるが、QCM 2 はそれとは異なる方向に向け、シュラウド表面に反射され跳ね返ったガス分子等が QCM の周波数に影響を与えるかを調べる。

2. 試験結果

02-E-018 および 02-E-019 試験において、取得した QCM 周波数を示します。

- ・ 表-2 02-E-019 試験において、QCM 1 の周波数変化を示します。
- ・ 表-3 02-E-019 試験において、QCM2 および QCM3 の周波数変化を示します。
- ・ 表-4 02-E-020 試験において、QCM 1 の周波数変化を示します。
- ・ 表-5 02-E-020 試験において、QCM2 および QCM3 の周波数変化を示します。
- ・ 表-6 02-E-019 試験および 02-E-020 試験においてそれぞれ取得した QCM 1 の周波数をある区間ごとに線形近似させ、その近似曲線から求めた周波数レートを試料セルを加熱した場合と加熱しない場合、またシュラウドの冷却を行った状況と行っていない状況での周波数レートの変化を示します。
- ・ 表-7 02-E-019 試験および 02-E-020 試験においてそれぞれ取得した QCM2 および QCM3 の周波数をある区間ごとに線形近似させ、その近似曲線から求めた周波数レートを試料セルを加熱した場合と加熱しない場合、またシュラウドの冷却を行った状況と行っていない状況での周波数レートの変化を示します。

3. 試験結果からの検討

- ① 表-6 より QCM1 の試験結果を 02-E-019 試験および 02-E-020 試験において比較すると周波数レートは試料セルを加熱しない場合また加熱した場合を問わずにシュラウドを冷却することで小さくすることができる。

シュラウドの冷却を行うことでシュラウド表面は液体窒素温度(-183℃)まで冷やされ試験チャンバー内雰囲気も-60℃付近まで低下すると同時に試料セルや QCM 固定アーム等も-60℃付近まで冷やされることから、試料セルを加熱しない状況でシュラウドを冷やした際に得た周波数レート $8.28 \times 10^{-4}(\text{Hz/s})$ は純粋にチャンバー内部全体の清浄度を示し、試料セルを加熱した時の周波数レート $3.99 \times 10^{-3}(\text{Hz/s})$ との差が試料セルの清浄度を示す指標となると思われる。

- ② 表-7 より試料セルに対し正常な視野方向を向いている QCM3 は試験開始から 30 時間程度経過すると周波数レートの変化も小さくなり安定した状況と言える。

視野方向を変え試料セルの中心からずれた方向を見ている QCM2 の周波数変化は視野方向のずれた分小さい周波数レートを示している。仮説だがシュラウドの冷却を行っていない状態では正常な視野方向を向いていない分 QCM2 にはチャンバー内全体から発生するアウトガスの影響を受け QCM3 よりも大きな周波数レートを示すと思っていたが逆の結果となり、チャンバー内から発生するアウトガスの影響は-40℃に設定した QCM の周波数に影響を与えることないと単純に考えてしまってよいのか？現在のところ理解できない。

シュラウドの冷却を行うことにより-40℃に設定した QCM にもその効果ははっきりと見る事ができるが02-E-020試験では試験開始から試料セルを加熱し約85時間経過した所からシュラウドの冷却を行った為か？QCM 周波数が減少していく方向に変化し、周波数レートもマイナスの値（表-5 参照）となったために、明確なシュラウドの冷却による効果を得ることができなかったの
で再試験を実施する必要があると思われる。

4. まとめ

QCM1では、シュラウドの冷却による周波数レートの効果は、はっきりと現れたと思われるが、-40℃にセットした QCM では現状ではその効果は明確でなくいくつかの追試験が必要と思われる。

以前、JEM プロジェクトより試験依頼を受け、実施した際に取得した BLANK データより低い値の周波数レートを得ることができた。ただし、試料セルを 125℃に加熱しての値が現状では得られていないため明確な効果は不明であり、この点での追試験が必要と思われる。

また、今回の試験ではシュラウドを初めて冷却することで設備上の問題点、運用上の新たに浮かび上がった問題点をいくつか示す。

＜ 運用上の問題 ＞

- ・ 液体窒素使用量 シュラウドを冷却しその表面を液体窒素温度に保つには1時間当たり
およそ 100L の液体窒素を消費する。屋外に設置された大型タンクでも
2 日で消費してしまい、ランニングコストが極大。
- ・ 高圧ガス保安係員 保安係員の常駐問題。

＜ 設備上の問題 ＞

- ・ 試験開始までの装置立ち上げの時間が長い。
シュラウドの冷却のための時間が約 1 時間必要となる。
チャンバーの減圧開始から試験開始までに 2 時間半から 3 時間必要。
- ・ QCM1 の温度維持が難しい。
シュラウドの冷却によりチャンバー内部も約-60℃まで冷やされるために
チャンバー内部に設置した液体窒素サーバータンク内で液体窒素が
気化しないために、液体窒素が内部配管の勾配だけでは流れにくい状
況になり QCM1 の温度を-183℃に保つことが難しい。

その他、多数。

以上。

表-2 02-E-019 Blank Sample Test (Effusion Cell Non Heating)

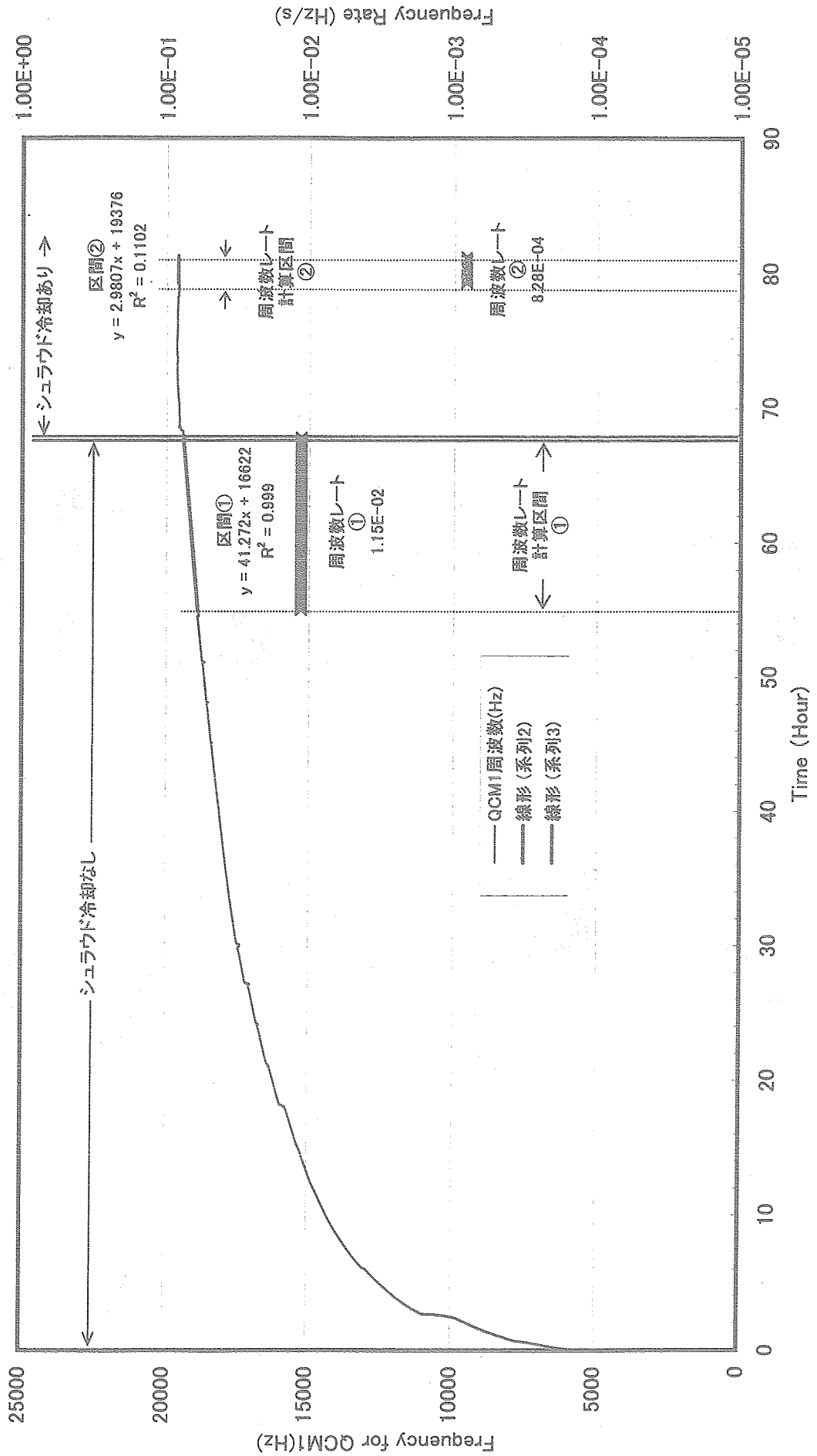


表-3 02-E-019 Blank Sample Test (Effusion cell Non Heating)

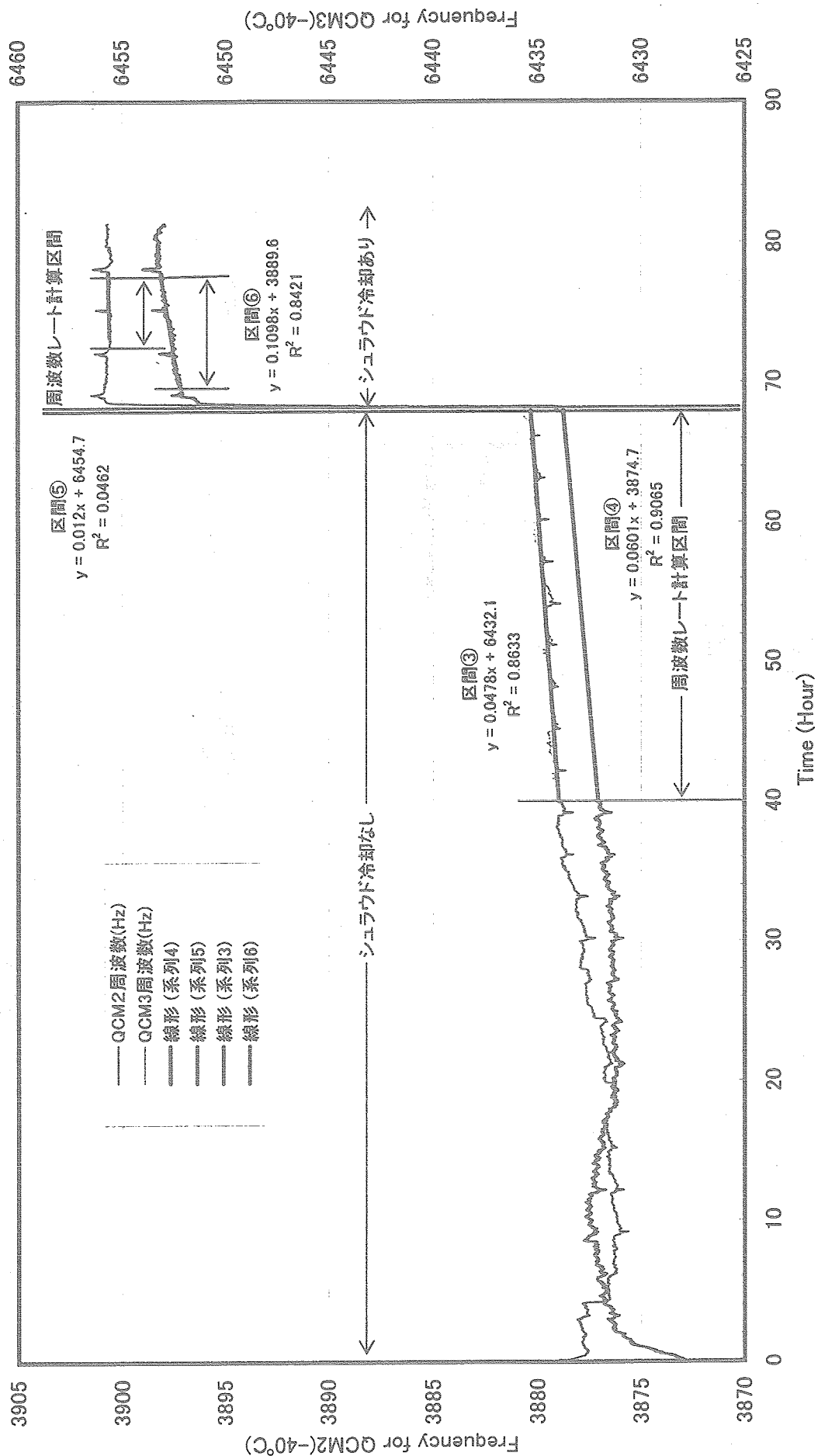


表-4 02-E-020 Blank Sample Test (Effusion Cell 125°C Heating)

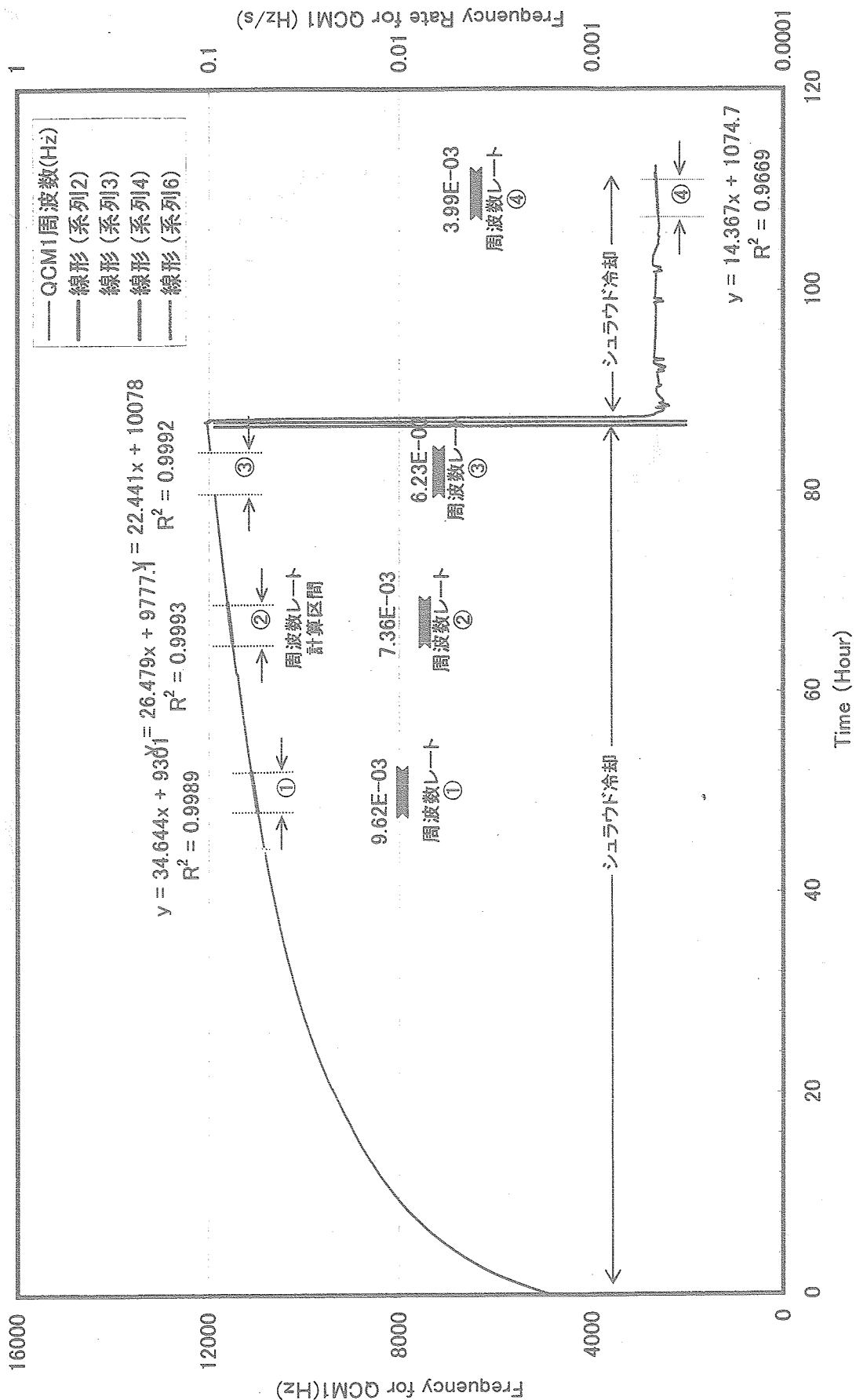


表-5 02-E-020 Blank Sample Test (Effusion cell 125°C Heating)

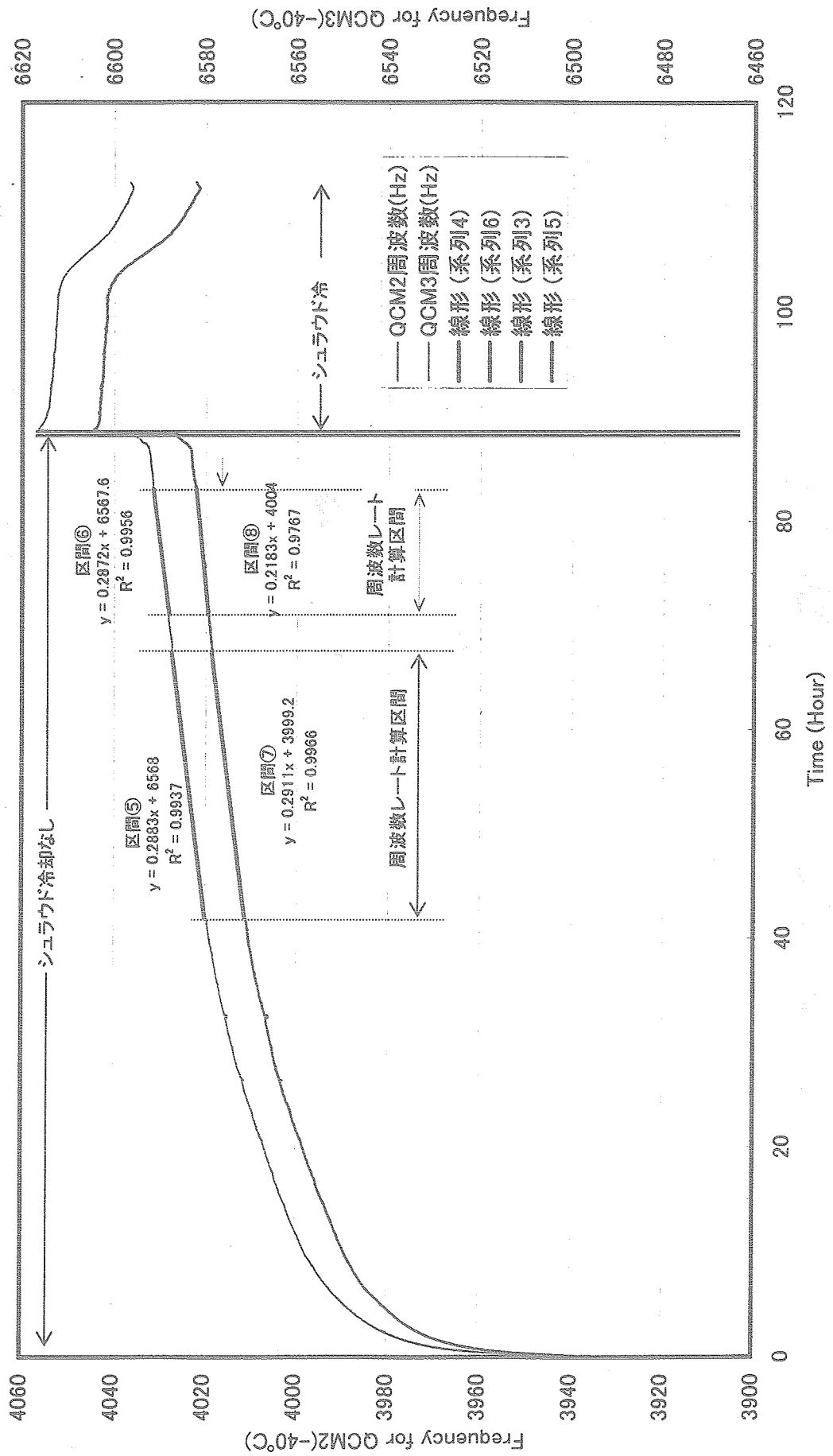


表-6 QCM1(-183℃)周波数レートと比較

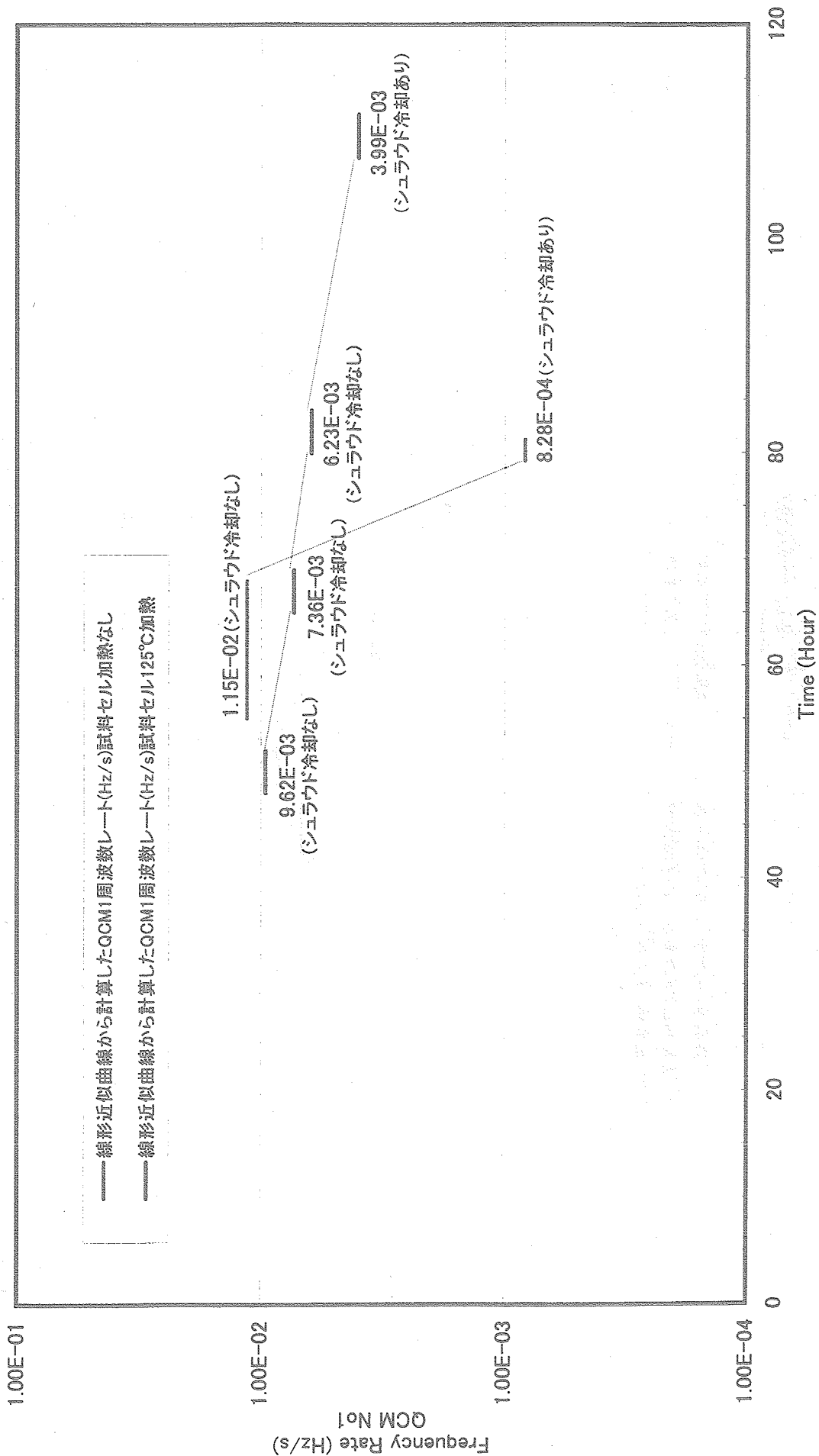
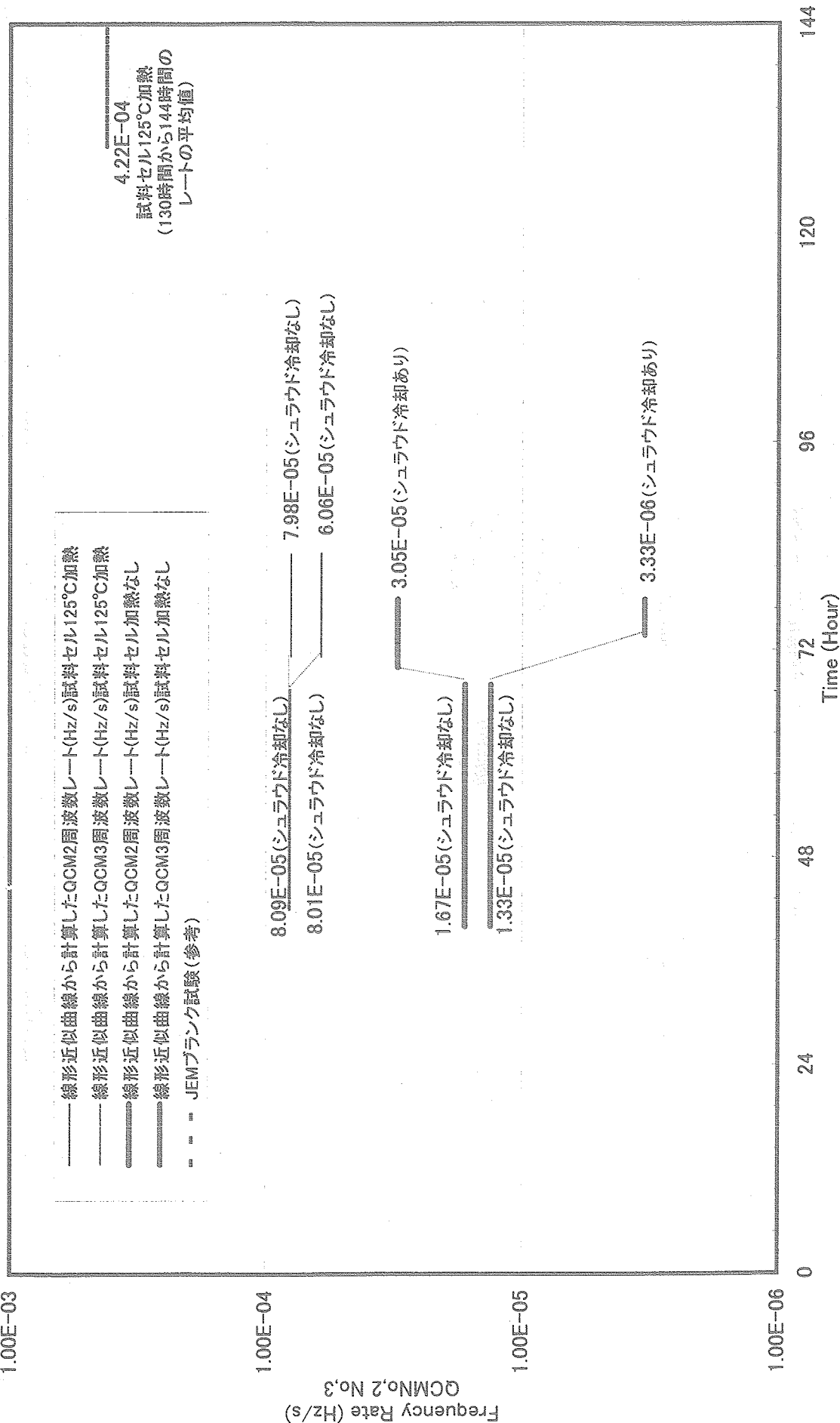
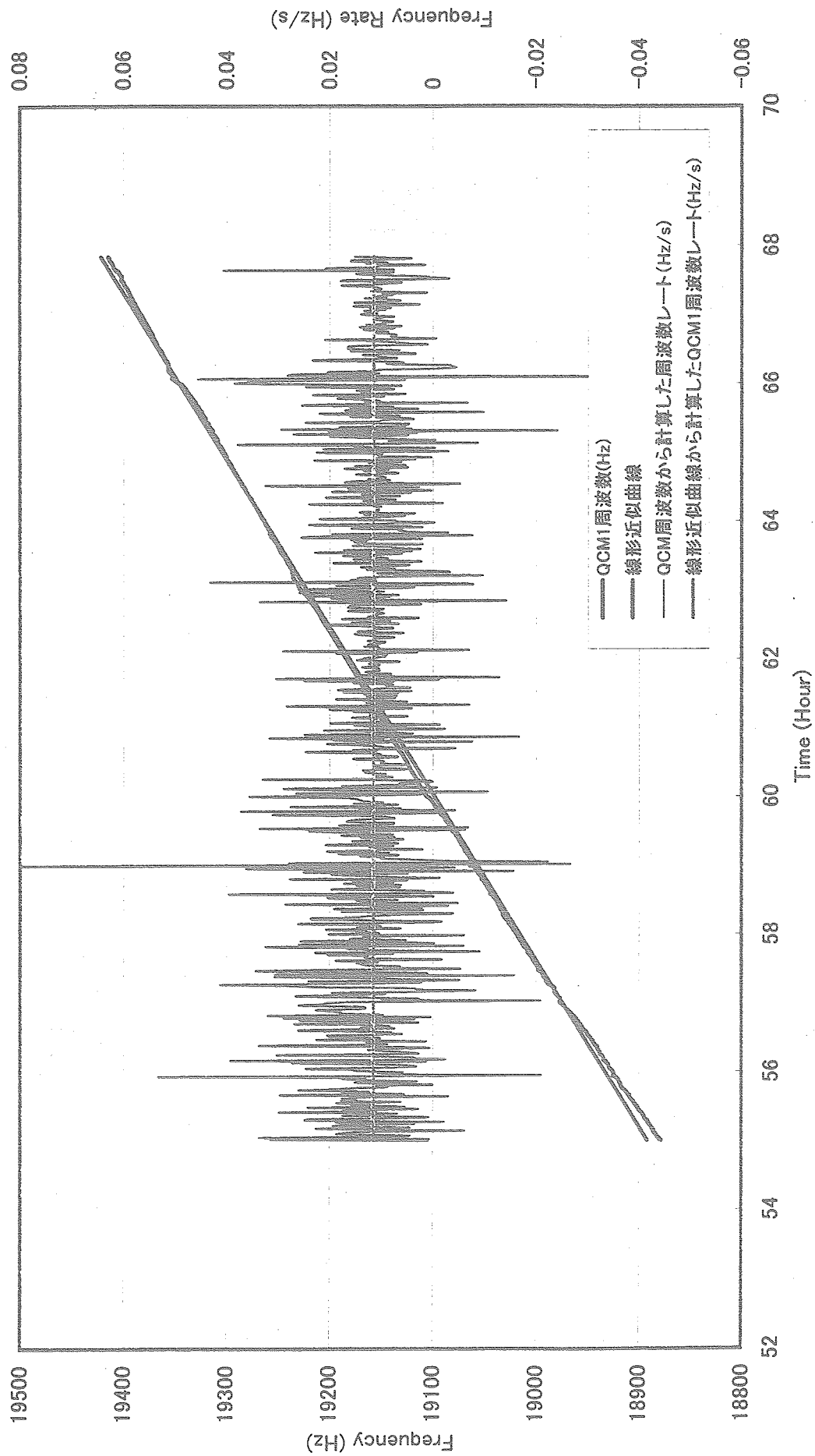


表-7 QCM2・3(−40℃)周波数レートと比較

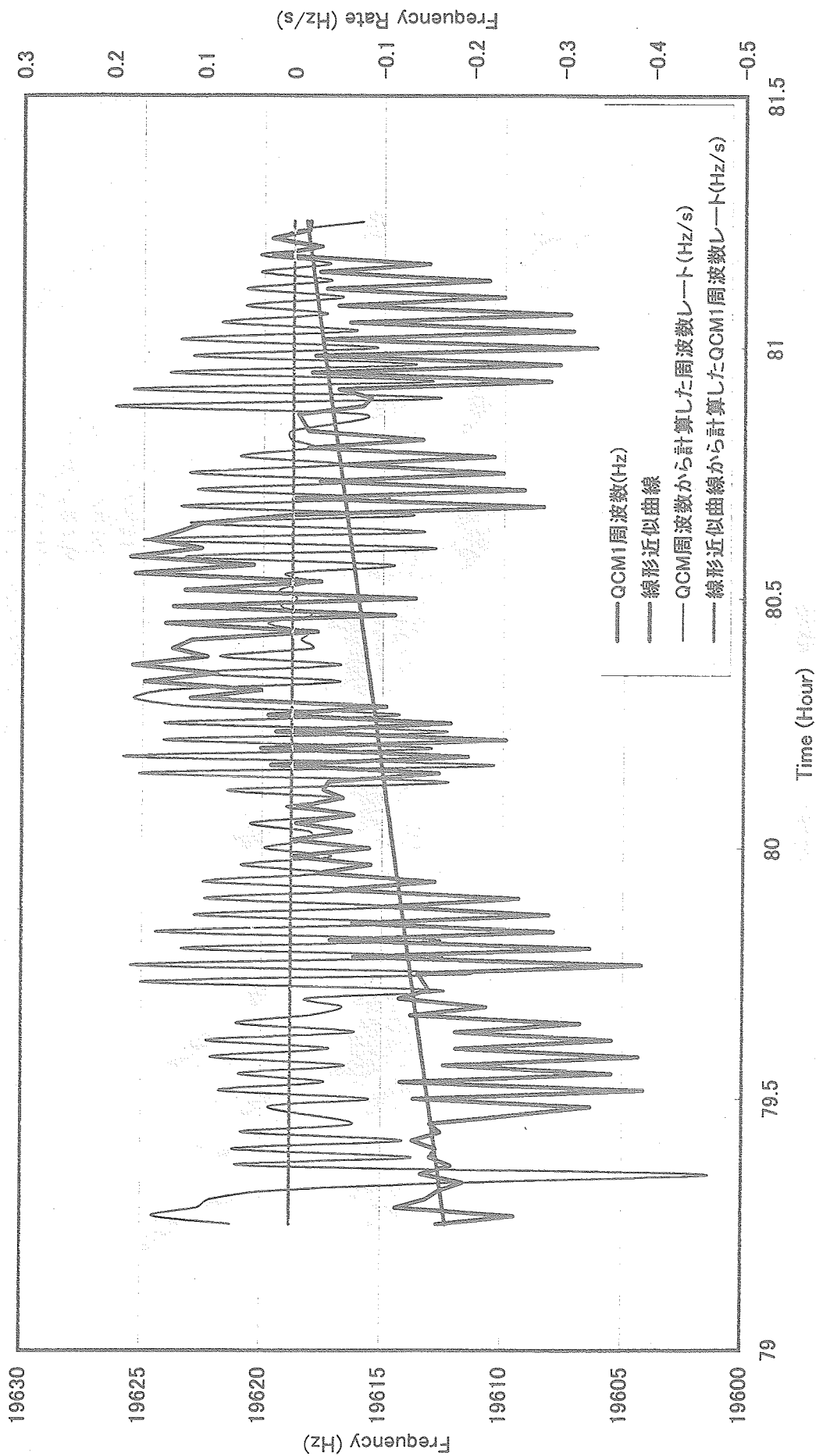


周波数レート計測区間の周波数レート計算結果。
02-E-019(Blank Test Effusion Cell No Heating)

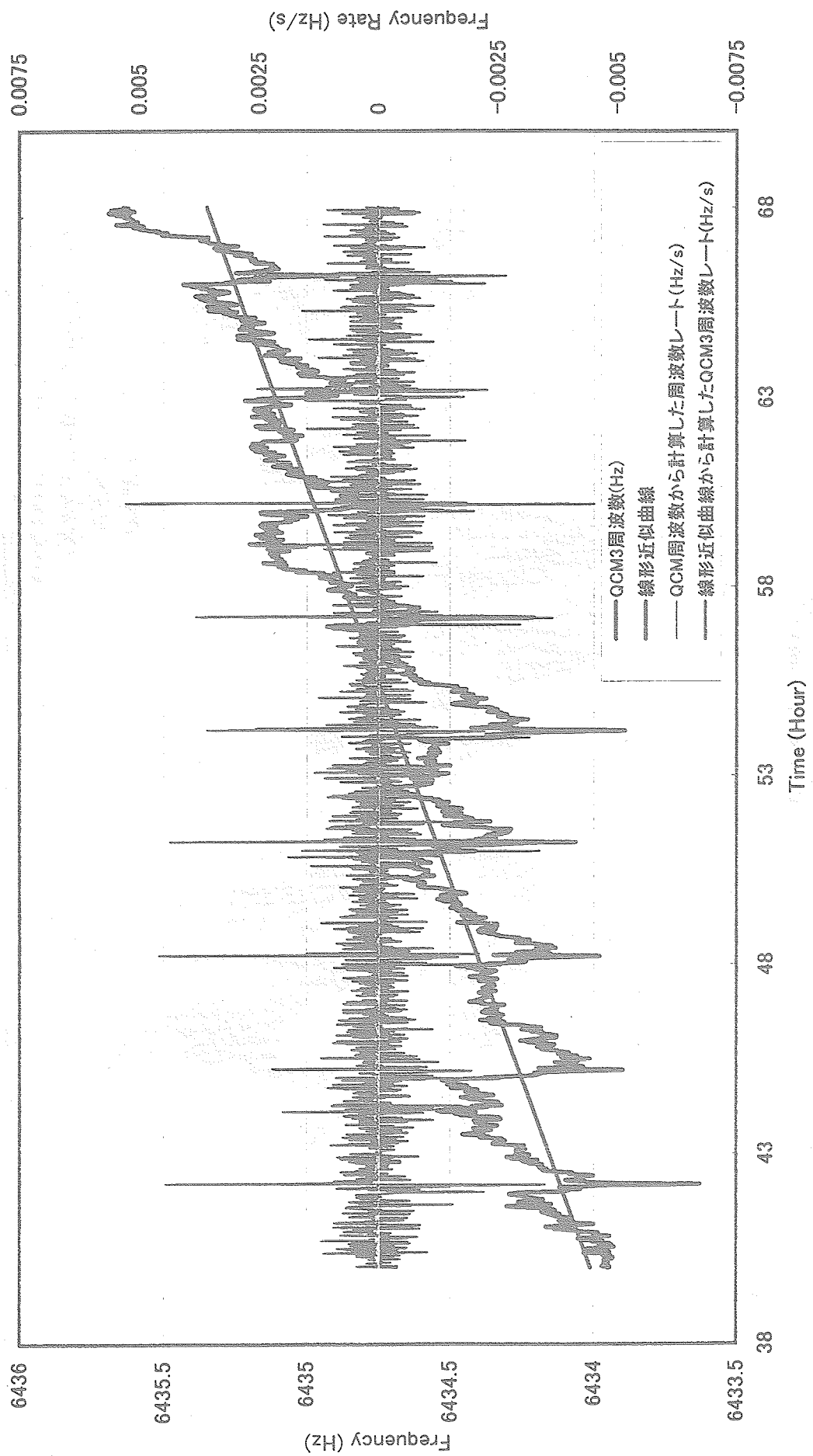
周波数シート(区間①)



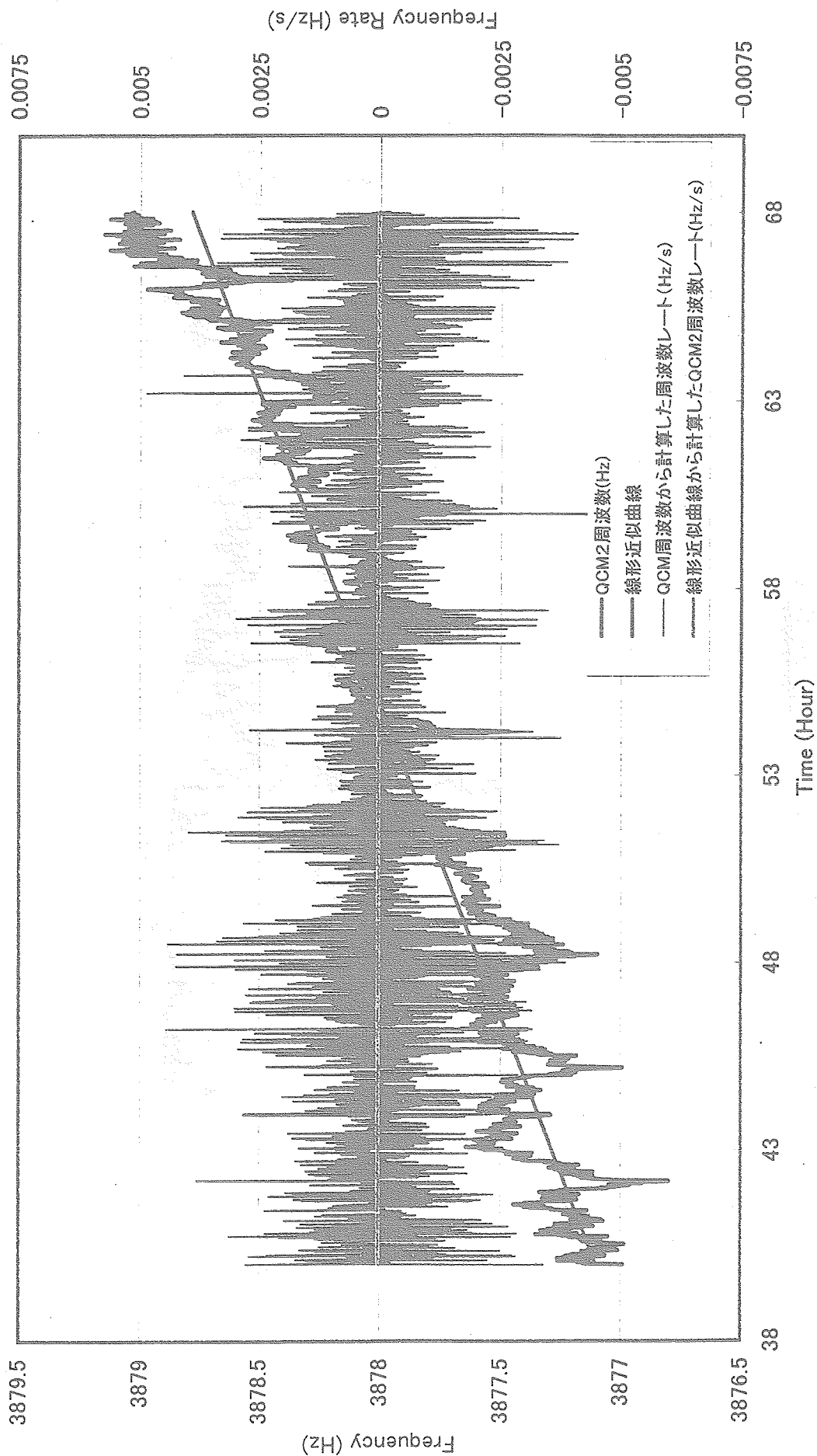
周波数の計算 (区間②)



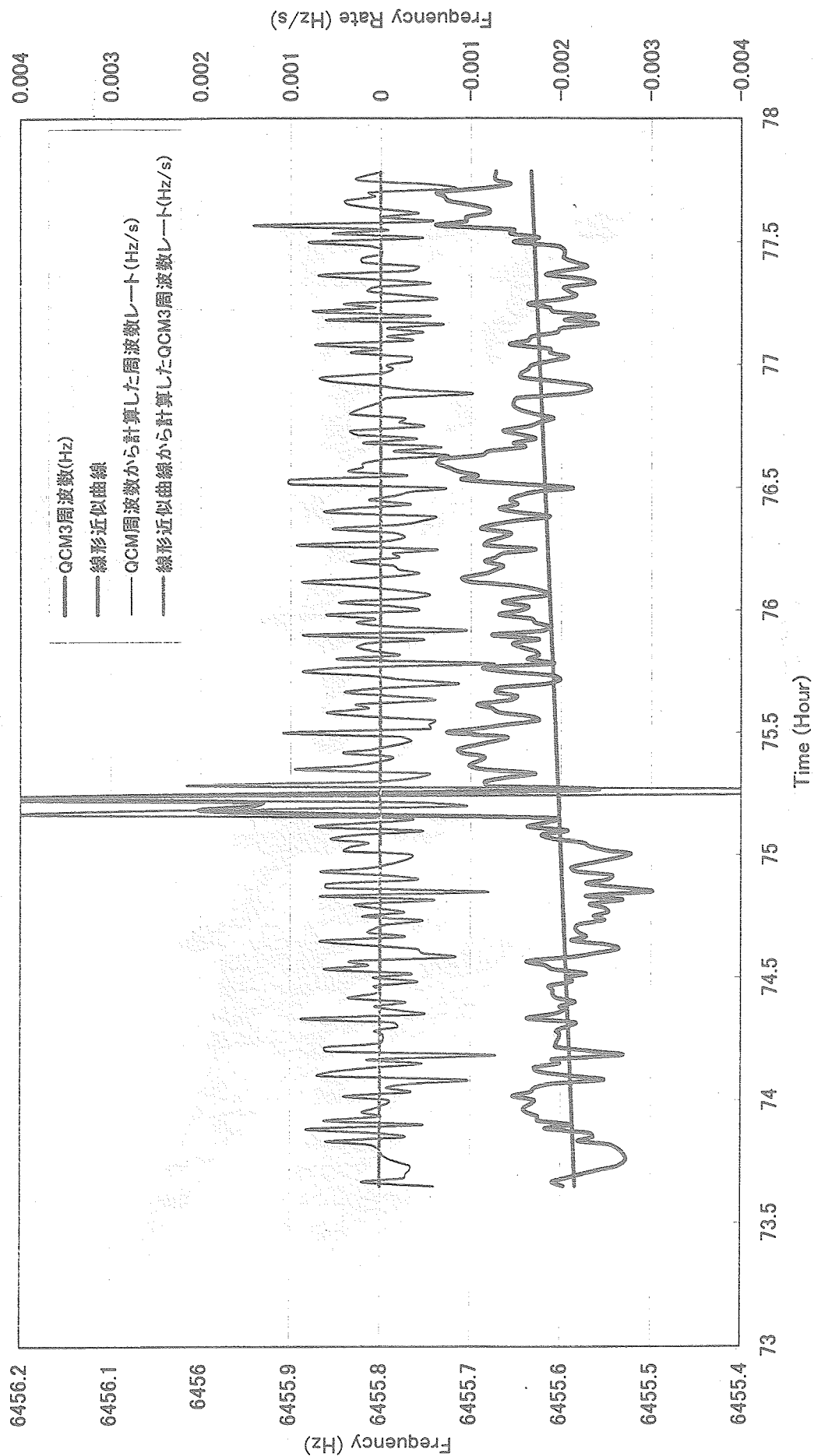
周波数シートの計算(区間③)



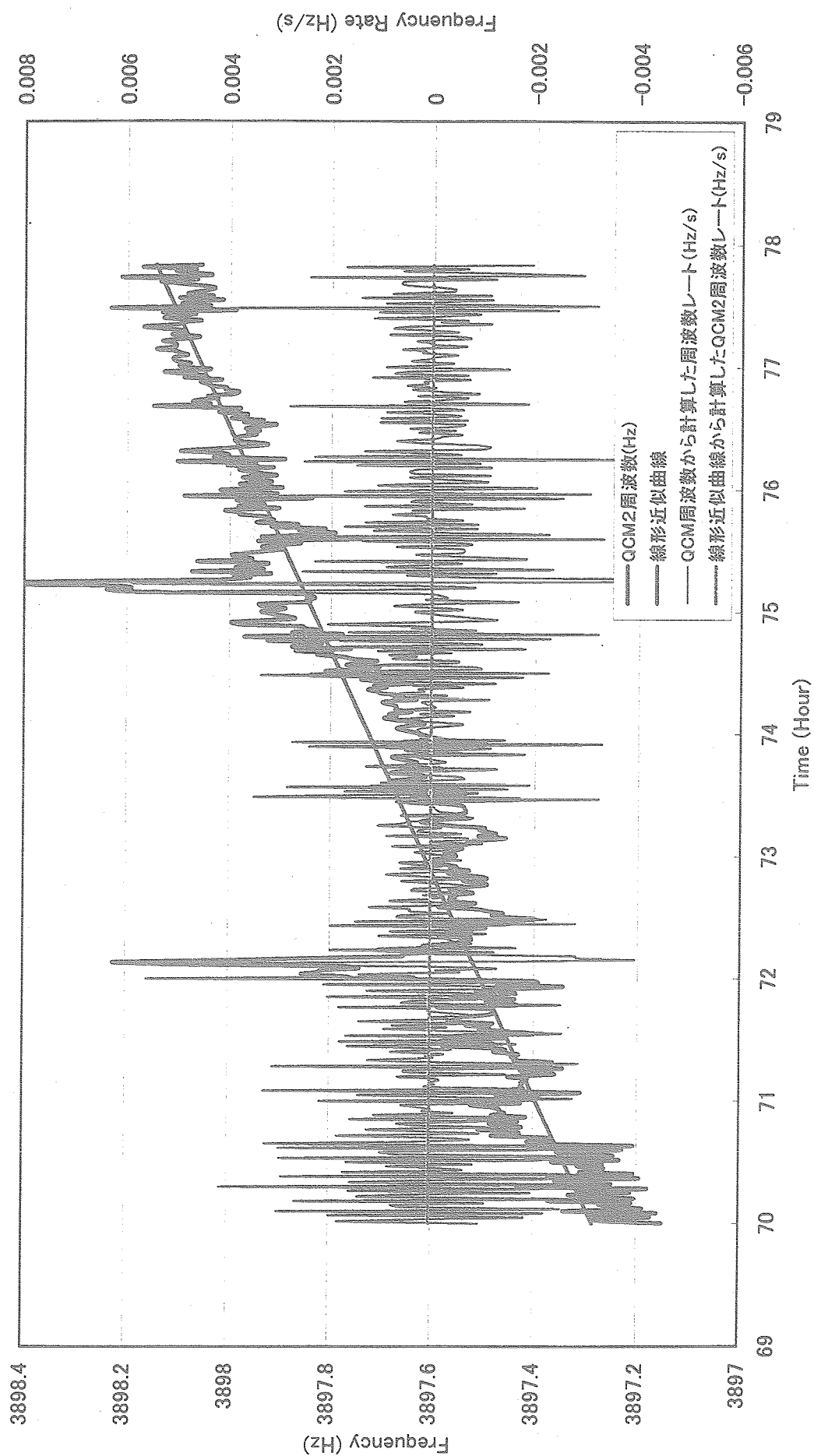
周波数シートの計算(区間④)



周波数レートの計算(区間⑤)

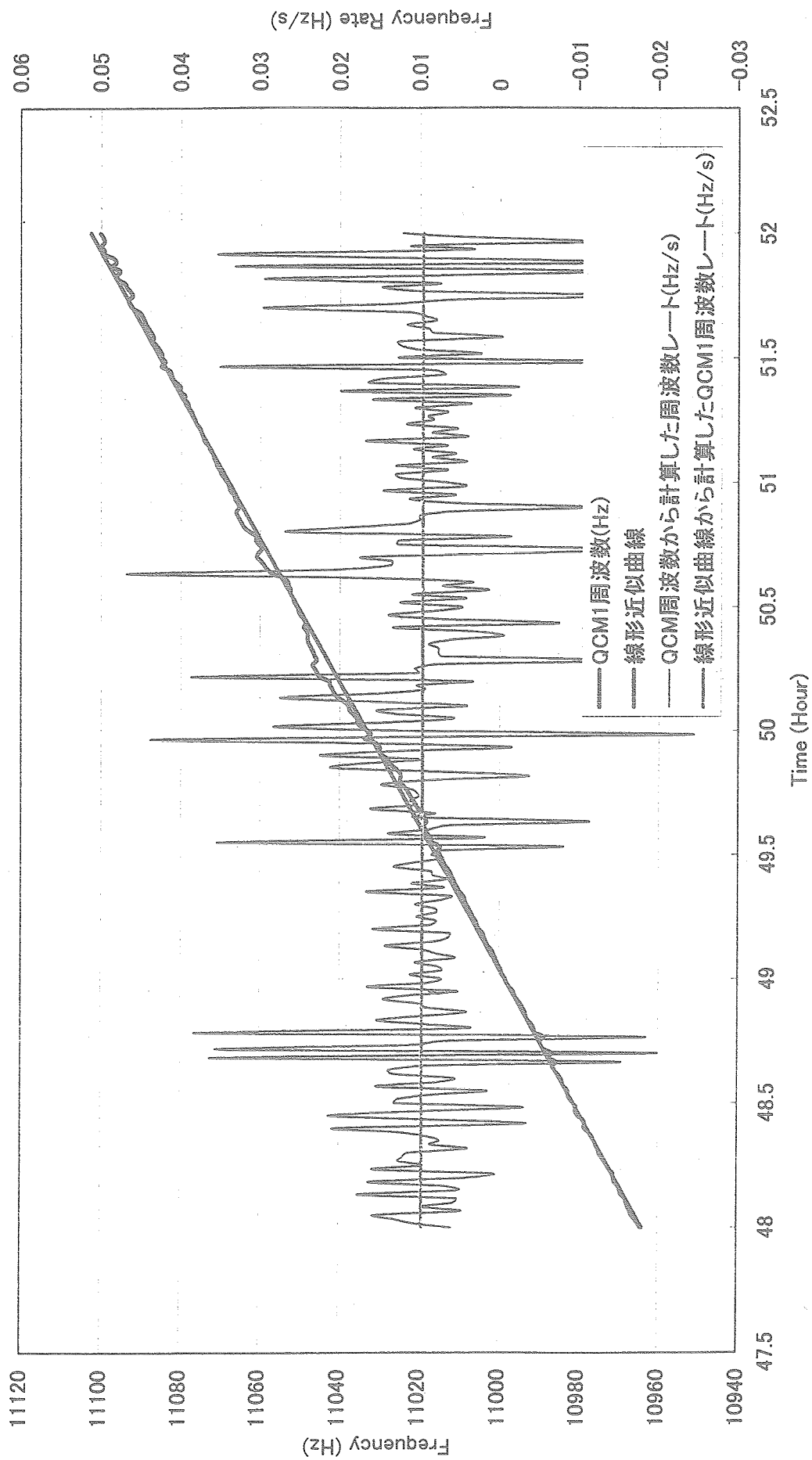


周波数レートの計算(区間⑥)

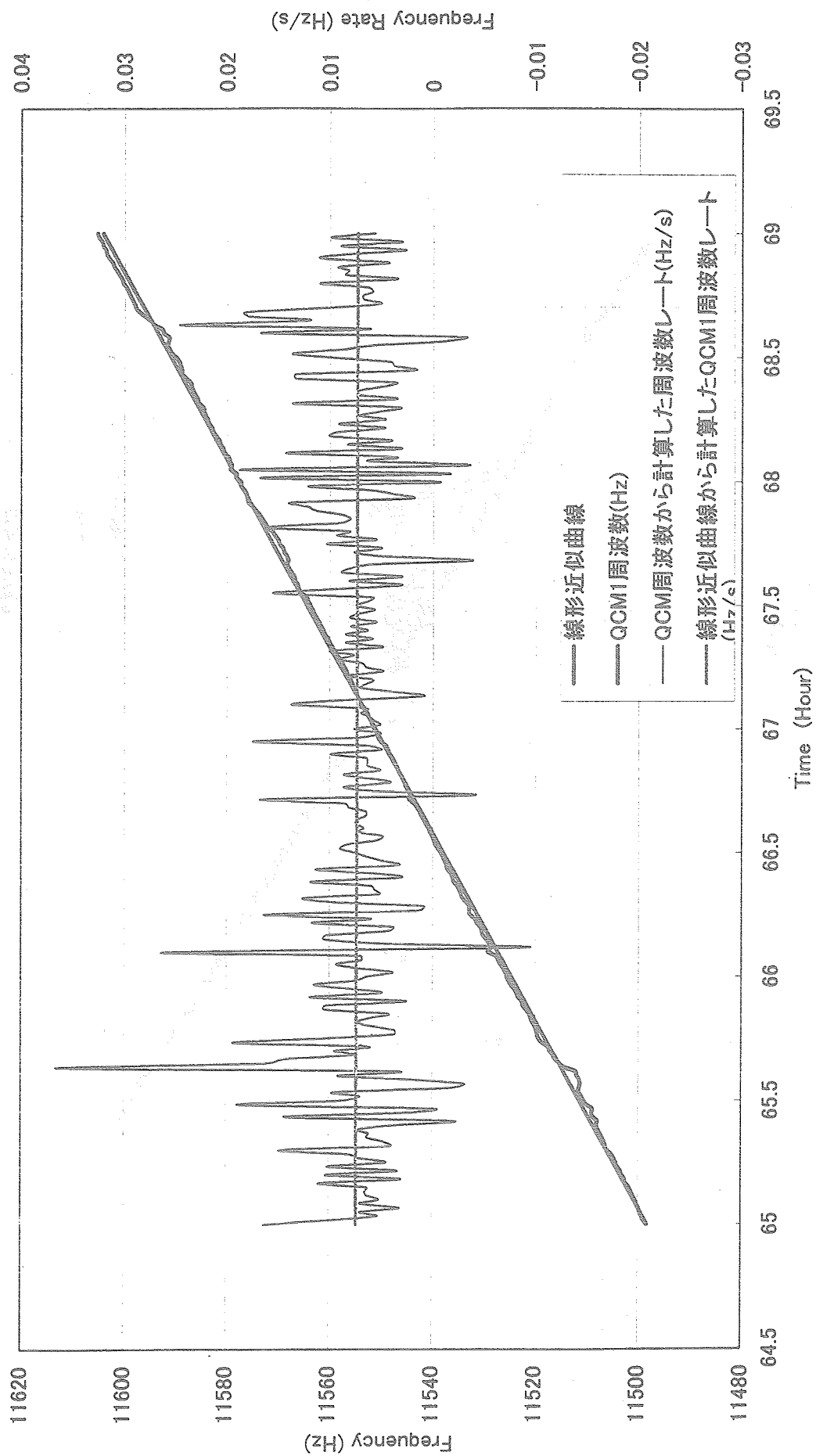


周波数レート計測区間の周波数レート計算結果。
02-E-020(Blank Test Effusion Cell 125℃ Heating)

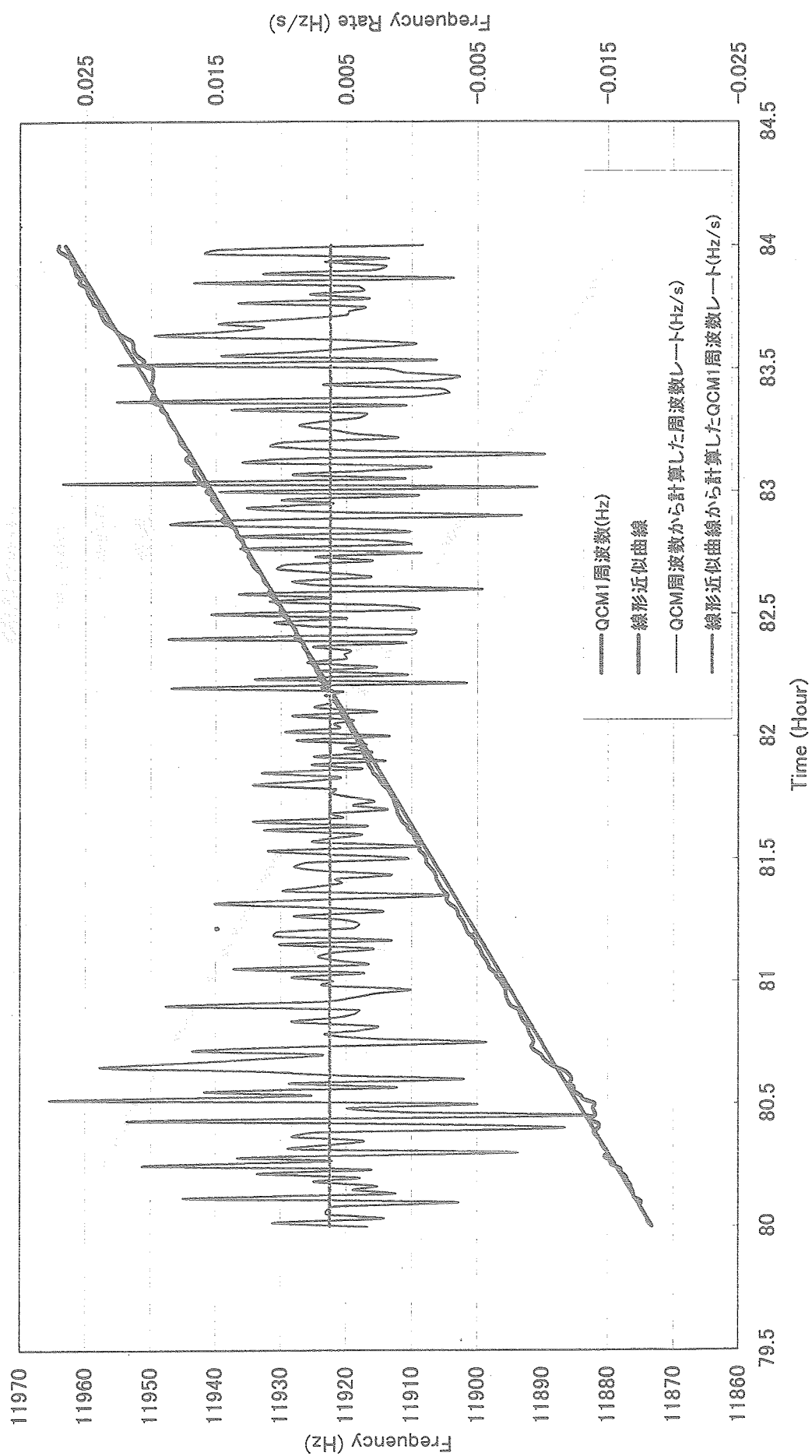
周波数シートの計算(QCM1 区間①)



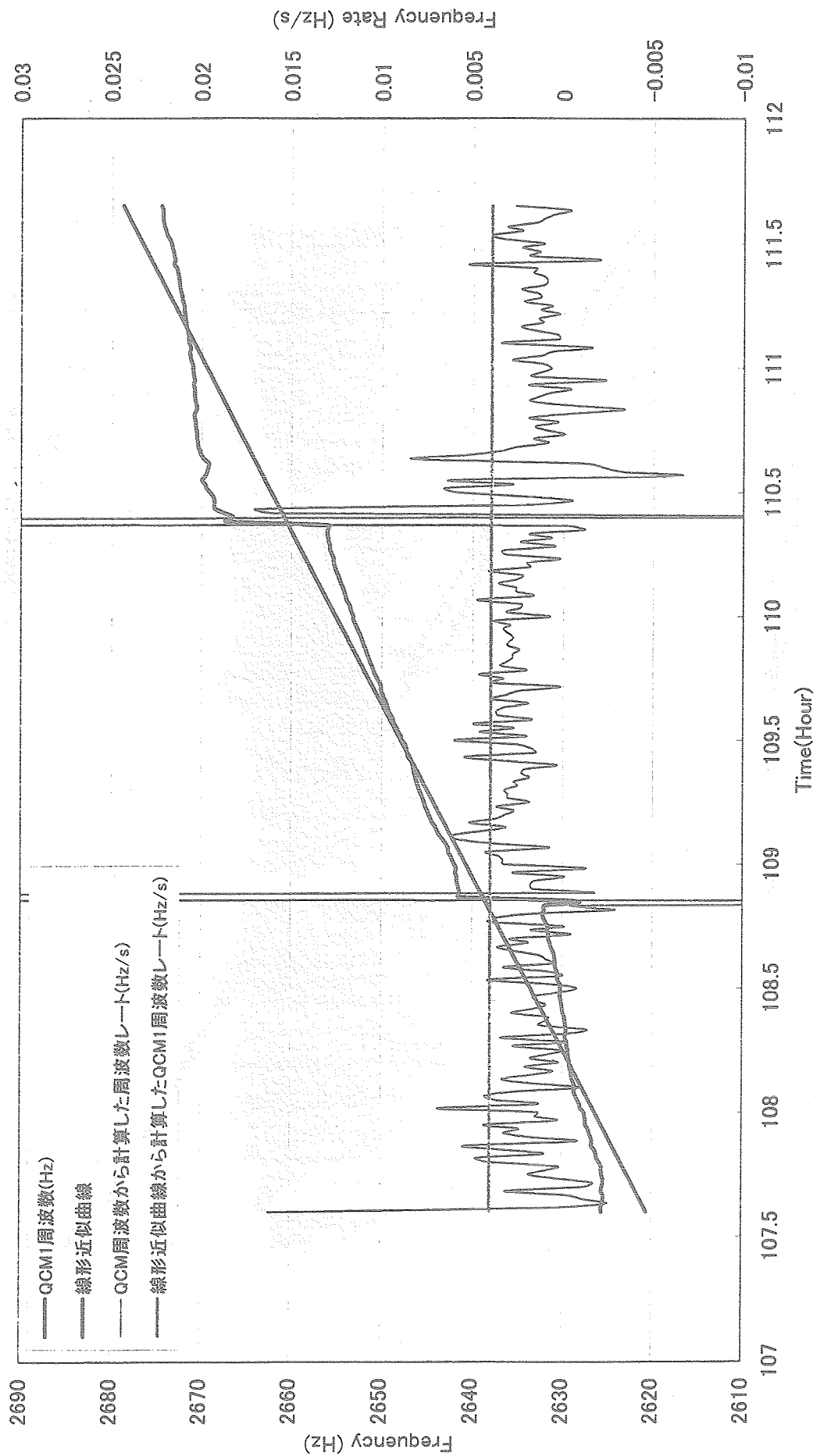
周波数レートの計算(QCM1区間②)



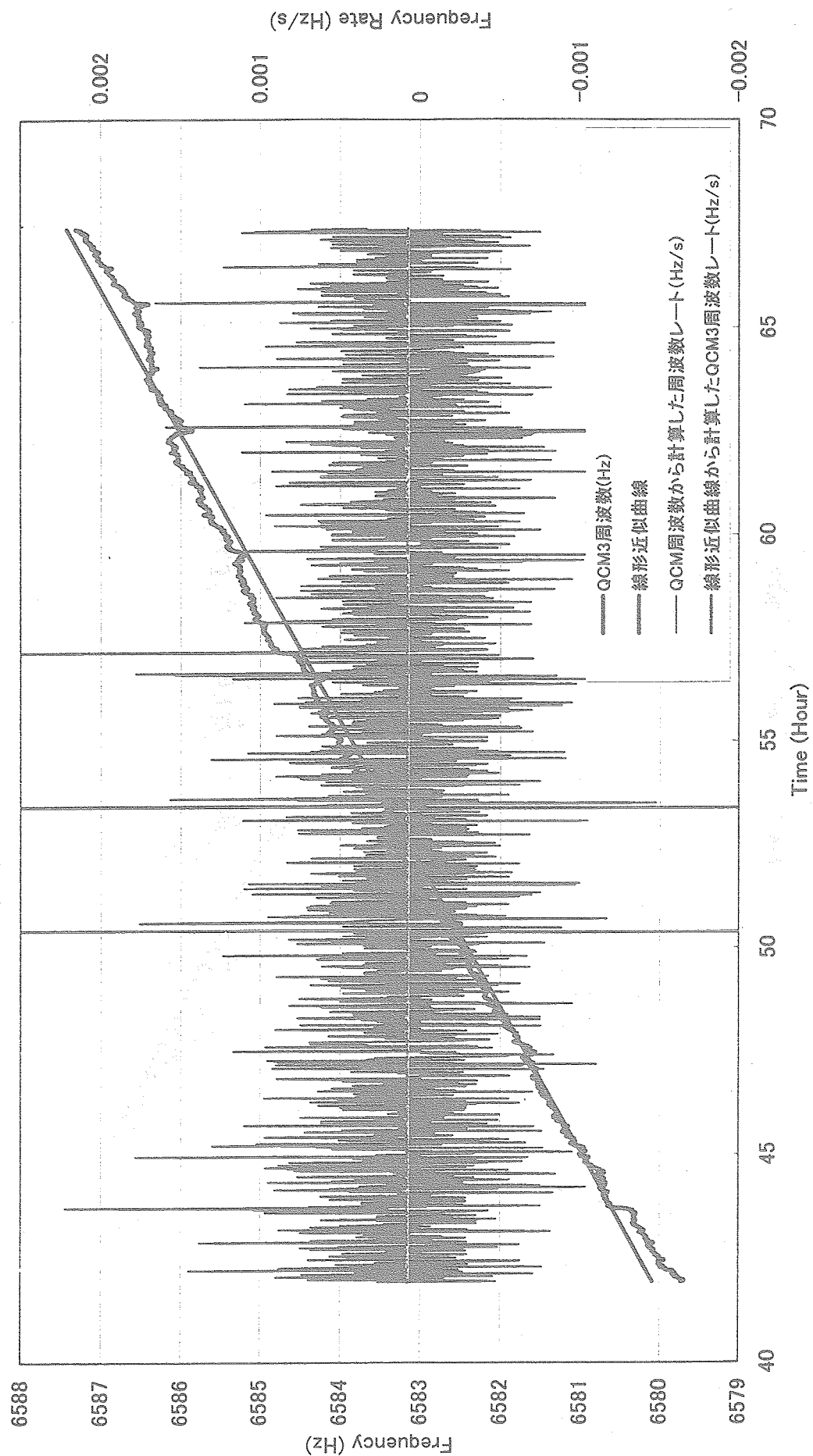
周波数シートの計算(QCM1区間③)



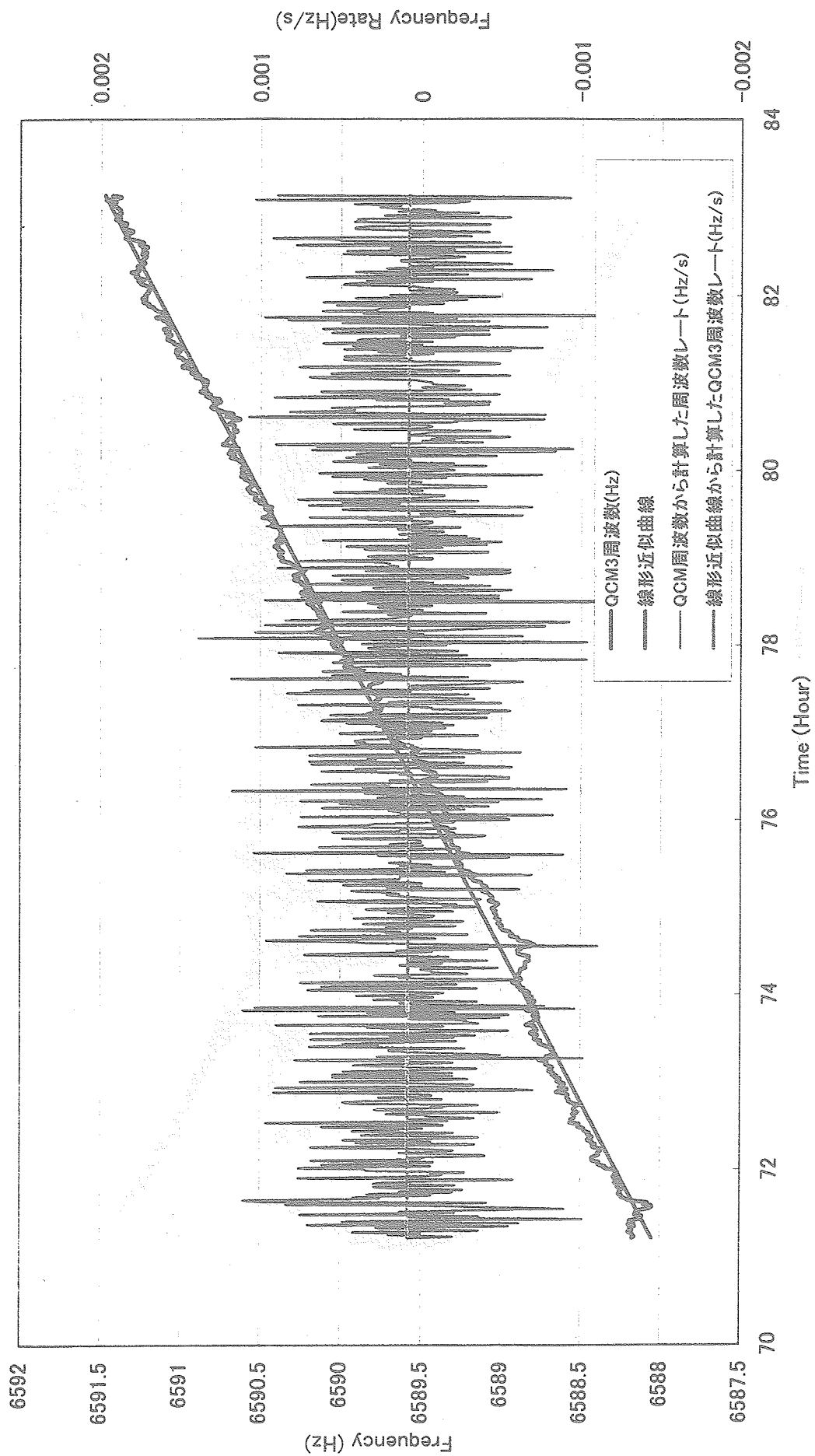
周波数レートの計算(QCM1区間④)



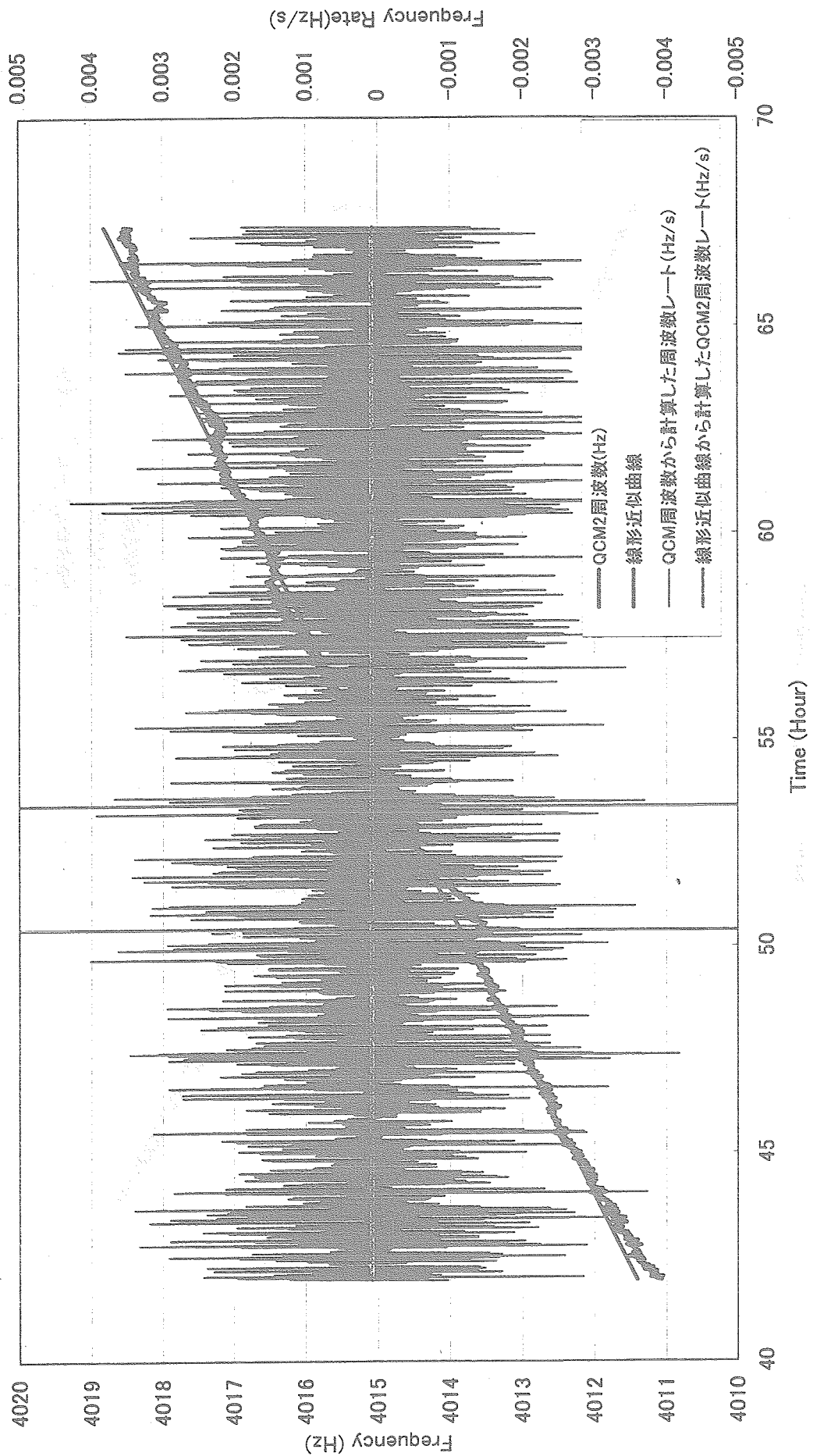
周波数レートの計算(QCM3区間⑤)



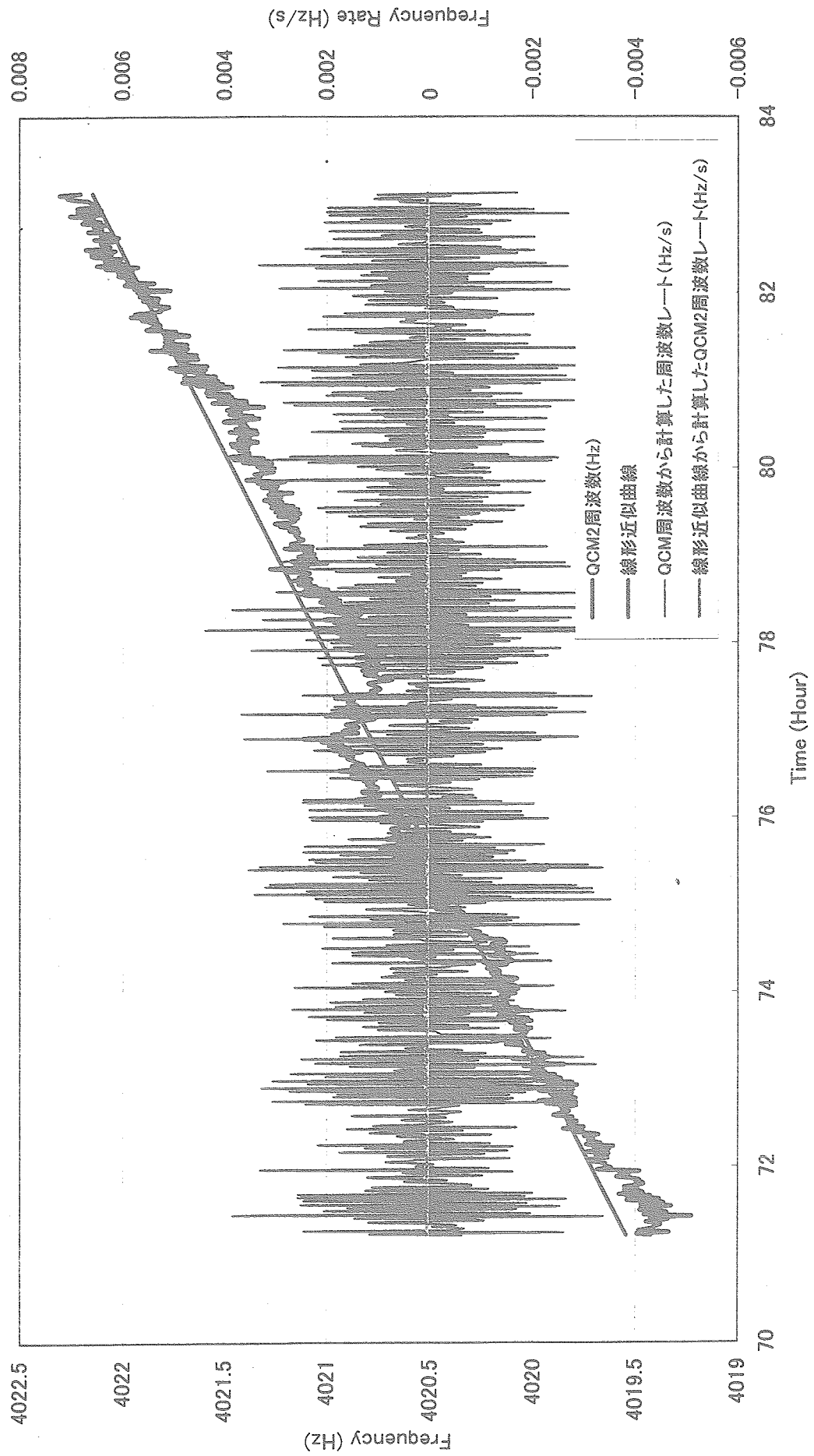
周波数シートの計算(QCM3区間⑥)



周波数レートの計算(QCM2区間⑦)



周波数レートの計算 (QCM2区間③)



宇宙航空研究開発機構研究開発資料 JAXA-RM-03-018

発行日 2004年3月25日
編集・発行 独立行政法人 宇宙航空研究開発機構
〒182-8522
東京都調布市深大寺東町七丁目4番地1
TEL 0422-40-3000 (代表)
印刷所 株式会社 ビー・シー・シー・
東京都港区浜松町2-4-1

©2004 JAXA

※本書(誌)の一部または全部を著作権法の定める範囲を超え、無断で複写、複製、転載、テープ化およびファイル化することを禁じます。

※本書(誌)からの複写、転載等を希望される場合は、下記にご連絡ください。

※本書(誌)中、本文については再生紙を使用しております。

<本資料に関するお問い合わせ先>

独立行政法人 宇宙航空研究開発機構 情報化推進部 宇宙航空文献資料センター



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

