ISSN1349－113X
JAXA－SP－06－021

## 宇宙航空研究開発機構特別資料 JAXA Special Publication

# 国際宇宙ステーション ロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験 回収試料評価結果第2回中間報告会 講演集 



## 写真1．国際宇宙ステーション

 （STS－114 ミッションにて撮影）© CASA


写真2．ロシアサービスモジュール （ズヴェズダ）拡大図

図中の矢印は，第2回実験装置回収後の SM／MPAC\＆SEED3 式目
（C）NASA


写真3．SM／MPAC\＆SEED 拡大図 （第2回実験装置回収前）
© RSC／Energia，©NASA

宇宙航空研究開発機構（JAXA）は，国際宇宙ステーションの初期利用として，ロシアサー ビスモジュールを利用した微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験を行った。本実験では，同じ試料を搭載した実験装置3式を2001年8月にロシアのソユーズロケットで打上げ，同年10月に宇宙飛行士による船外活動によりロシアサービスモジュール外壁に 3 式を同時に設置し て曝露実験を開始した。1式目の試料は2002年8月に船内に回収され，11月に地上に帰還 した。 2 式目の試料は 2004 年 2 月に回収， 4 月に地上帰還，そして最後の 3 式目の試料は 2005年 8 月に回収され， 10 月に地上に帰還し，すべての試料が成功裹に回収された。

微小粒子捕獲実験では，スペースデブリ，マイクロメテオロイド等の宇宙空間に存在する微小粒子を捕獲し，その起源や存在•分布量を把握することを目的としており，微小粒子に関する宇宙環境モデルの構築にもデータは生かされる。材料曝露実験では，宇宙用の材料を宇宙環境に曝露し，その耐性，劣化挙動及び劣化メカニズムを評価•解明することを目的と しており，大学，研究機関，民間企業など計 7 機関から提案され選定された試料を宇宙環境 に曝露した。同じ試料を曝露期間を変化させて回収した今回の実験は世界でも初めての試み であり，新たな知見が得られることが期待される。
宇宙曝露実験といら性格上，将来の宇宙開発あるいは関連の科学技術の発展に貢献できる かどらかは，回収した試料の分析•評価にかかっていると言っても過言ではなく，試料提案研究者間あるいは関連研究者との情報や意見交換が重要である。2004年3月に，第1回の回収試料の分析•評価結果について意見交換する場として第1回中間報告会を開催した。2006年 2 月には第 2 回の回収試料の分析•評俩結果について議論するために第 2 回中間報告会を開催した。本講演集は，第2回の中間報告会の講演前刷をまとめたものである。

第1回，第2回の中間報告会での活発な討議を通して，宇宙環境が材料に及ぼす影響がか なり明確に捉えられつつあるが，一方，相反する結果やコンタミネーションの影響など，新 たな課題も明らかとなってきた。現在，第3回目の回収試料の分析•評価が進められており， その研究成果は逐次報告されている。2008年3月に全3回の回収試料の評価解析結果を総合 した研究成果を報告する予定でいるが，宇宙開発だけでなく関連科学技術の発展に大きく寄与する成果が公表されるものと確信している。

2007年3月
宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部
部品•材料•機構技術グループ
鈴木 峰男

# 国際宇宙ステーション ロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験 回収試料評価結果第2回中間報告会 講演集 

## 目 次

まえがき
第2回中間報告会プログラム ..... 1
第2回中間報告会開催結果概要 ..... 2
第2回中間報告会ポスター ..... 3
実験概要•現状説明 ..... 5
軌道上曝露環境について ..... 11
微小粒子捕獲実験（MPAC 実験）の評価結果報告 ..... 15
材料曝露実験（SEED 実験）試料提案機関による報告 ..... 23
北海道大学 ..... 25
東北大学 ..... 27
富士重工業株式会社 ..... 29
東京工業大学 ..... 31
（独）物質•材料研究機構 ..... 33
株式会社 IHI エアロスペース ..... 35
（独）宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ ..... 37

国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED 実験）

第2回中間報告会

日 時：2006年2月21日（火）13：30～17：50
会 場：宇宙航空研究開発機構 筑波宇宙センター総合開発推進棟 2 階中会議室 $A$
プログラム

13：30－13：35 開会挨拶
JAXA 総合技術研究本部 参与 狼 嘉彰
13：35－13：50 実験概要•現状説明
JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ 山県 —郎 13：50－14：10 軌道上曝露環境について

JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ 木本 雄吾
14：10－14：50 微小粒子捕獲実験（MPAC 実験）の評価結果報告
（発表： 15 分，質疑応答：5分）
14：10－14：30 IHI／ISAS 北澤 幸人
14：30－14：50 茨城大学 野口 高明
14：50－17：20 材料曝露実験（SEED 実験）試料提案機関による報告
（発表： 15 分，質疑応答：5分）
14：50－15：10 北海道大学 中村 孝
15：10－15：30 東北大学 足立 幸志
15：30－15：40 休憩
15：40－16：00 富士重工業株式会社 荒川 陽司
16：00－16：20 東京工業大学 小田原 修
16：20－16：40 独立行政法人物質•材料研究機構 土佐 正弘
16：40－17：00 株式会社IHIエアロスペース 秋山 正雄
17：00－17：20 JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ
JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ 山県 —郎
17：20－17：40 全体質疑応答
17：40－17：45 今後の予定
JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ 山県 一郎

## 17：45－17：50 閉会挨拶

JAXA 総合技術研究本部 部品•材料•機構技術グループ 鈴木 峰男

国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED 実験）第2回中間報告会

開催結果概要

1．開催日時•会場
日 時：平成 18 年 2 月 21 日（火）13：30～17：50
会 場：独立行政法人 宇宙航空研究開発機構 筑波宇宙センター総合開発推進棟2階 中会議室A

2．参加者数
○プロジェクト関係者 ..... 27 名（試料提案者，選定チームメンバ，等）○プロジェクト関係者以外のJAXA 職員17 名
○一般参加者
（大学，民間企業等） ..... 18名
合計 ..... 62 名


実験概要•現状説明

# 国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED）の実験概要 

宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部

木本雄吾，鈴木峰男，山県一郎，宮崎英治，石澤淳一郎，馬場尚子，森一之，島村宏之

1．はじめに
国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験装置（Service Module／Micro－Particles Capturer and Space Environment Exposure Device：SM／MPAC\＆SEED）の実験概要，目的等について述べる。

## 2．SM／MPAC\＆SEED 実験の目的

宇宙環境下に曝露された部品•材料は宇宙放射線，原子状酸素，紫外線等の影響を受け，劣化する。宇宙機の長寿命化，高信頼性化のためには，これら実影響を把握する必要がある。また地上で試験評価する手法，各種パ ラメータの把握等については，徐々に確立されつつある技術ではあるが，まだ完全には確立されていない。宇宙材料曝露実験は，宇宙空間に部品•材料を一定期間曝露する実験であるが，宇宙空間に曝露された材料を地上で解析することで，宇宙での実証することだけではなく，宇宙環境の影響の把握，地上評価手法の確立等，今後の宇宙用機器の開発に資する実験である。SM／MPAC\＆SEED は微小粒子捕獲実験装置（MPAC）と材料曝露実験装置（SEED） から構成される。MPAC はスペースデブリ，マイクロメテオロイド等の宇宙空間に存在する微小粒子を捕獲し，そ の起源や存在•分布量を把握する実験であり，微小粒子に関する宇宙環璄モデルの構築にもデータは生かされる。 SEED は宇宙用部品•材料を直接宇宙環境に曝露し，その而性，劣化挙動及び劣化メカニズムを評価•解明するた めの実験である。SM／MPAC\＆SEEDは同じ試料を搭載したコンポーネントが 3 式あり，打上げから約 1 年，約 2 年， そして 3 年後にそれぞれ地上へ回収されるシステムである。同じ試料を約 $1, ~ 2, ~ 3$ 年毎に回収し評価を行うこと で材料の経時変化評価を行ちことができる。JAXA（旧 NASDA）は1992年のEOIM－III（Evaluation of Oxygen Interaction with Materials－III）ミッションへの参加，1997年 STS－85 フライトのMFD（Manipulator Flight Demonstration）の一部としての ESEM（Evaluation of Space Environment and effects on Materials：材料曝露実験），SFU（Space Flyer Unit：1995年3月打上げ，1996年1月回収）のEFFU（Exposed Facility Flyer Unit： SFU 搭載実験機器部）を通じ，材料曝露実験を行ってきた。

## 3．SM／MPAC\＆SEED の構成と搭載試料

SM／MPAC\＆SEED は同じ試料を搭載したコンポーネントが 3 式あるが，それぞれのコンポーネントは 4 つのサンプ ルホルダーとそのケースから構成される。サンプルホルダーのNo． 3 と 4 はRAM面と WAKE面に試料を搭載してい る。サンプルホルダーを図3－1に，搭載材料について表3－1に示す。

SM／MPAC\＆SEED は同じくNASDA（当時）の実験装置である高精細度デレビジョン（HDTV）カメラシステムと共に，日本時間 2001 年 8 月 21 日午後 6 時 23 分バイコヌール宇宙基地（カザフスタン共和国）からソユーズロケットによ り打ち上げられた。その後，同年10月15日の船外活動（EVA）にて国際宇宙ステーションロシアサービスモジュ ール船壁SM／MPAC\＆SEED は設置され，曝露実験が開始された。図3－2 にEVAによる取り付け作業の様子と軌道上の運用状態（第一回回収前）を示す。


|  | 搭載実験試料名 | 実験試料提案機関 | 主な用途 |
| :---: | :---: | :---: | :---: |
| 1 | CF／Polycyanate |  |  |
| 2 | CF／PIXA |  |  |
| 3 | PEEK（張力負荷） | 北海道大学 大学院 | 宇宙用膜構造物用構造材料 |
| 4 | Aln |  |  |
| 5 | SiC（反応焼結） |  |  |
| 6 | SiC（HP） | 東京工業大学 大学院 | 宇宙用構造材料•機能材料 |
| 7 | TiN coated Al |  |  |
| 8 | TiN coated $\mathrm{Al}_{2} \mathrm{O}_{3}$ |  |  |
| 9 | Ball Bearing－1 |  |  |
| 10 | Ball Bearing－2 | 東北大学 大学院 | 宇宙用機構部品 |
| 11 | Ball Bearing－3 |  |  |
| 12 | SUS304 |  |  |
| 13 | Cu coated SUS304 |  |  |
| 14 | CuBN coated SUS304 | （独）物質•材料研究機構 | 宇宙用固体潤滑膜 |
| 15 | TiN coated SUS304 |  |  |
| 16 | MoS2 coated SUS304 |  |  |
| 17 | MoS2 coated Ti alloy | $\begin{aligned} & \text { (株) アイ・エイチ・アイ } \\ & \text { エアロスペース } \end{aligned}$ | 宇宙用固体眭滑剤 |
| 18 | 張力負荷ポリイミドフィルム（UPILEX－S） |  | 宇宙用膜構造物用構造材料 |
| 19 | 耐原子状酸素性向上型ポリイミドフィルム |  | 宇宙用熱制御材料（フイルム） |
| 20 | フレキシブル 太陽光反射素子 |  |  |
| 21 | 白色銼料 | ， | 宇宙用熱制御材料（塗料） |
| 22 | シリコーン系接着剤 |  | 宇宙用接着剤 |
| 23 | シリコーン系ポッティング剤 |  | 宇宙用ポッティング材 |
| MPAC |  |  |  |
| 1 | シリカエアロジェル | （独）宇宙航空研究開発機構 | 微小粒子捕獲 |
| 2 | ポリイミドフォーム |  |  |
| 3 | アルミニウムプレート |  | 衝突痕計測 |



図 3－2 MPAC\＆SEED 取付船外活動（2001 年 10 月）

第 1 式目のSM／MPAC\＆SEED は2002年8月26日に，2式目の実験装置は2004年2月27日にそれぞれ ISS 内に回収 された。第 1 式目の曝露期間は約 10 ヶ月間（ 315 日間），第 2 式目は約 28 ヶ月間（ 865 日間）であった。曝露期間等スケジュールについて表3－2 に示す。第3式目のISS 内への回収は2005年8月19日に行われ，無事地上へ回収された。

| 200102 | 0304 | 0506 | 07 |
| :---: | :---: | :---: | :---: |
| SM1 $\square$ 曝露期間 10 ヶ月 <br> SM2 $\square$期間 28 ヶ月 |  |  |  |
|  |  |  |  |
|  |  |  |  |
| $\begin{aligned} & \text { 船外活動 } \\ & \text { 曝露開始 } \\ & 10 / 15 \end{aligned}$ | 船外活動 SM1 改収 8／26 | 船外活動 SM2 改収 $2 / 27$ | 船外活動 SM3 改収 8／19 |
| $\begin{aligned} & \text { 打上げ } \\ & 8 / 21 \end{aligned}$ | $\begin{aligned} & \text { 地上 } \\ & 11 / 10 \end{aligned}$ | $\begin{aligned} & \text { 地上 } \\ & 4 / 30 \end{aligned}$ | $\begin{aligned} & \text { 地上 } \\ & 10 / 11 \end{aligned}$ |

5．研究発表リスト
1）I．Yamagata，et al．，＂OVERVIEW OF THE MICRO－PARTICLES CAPTURER AND SPACE ENVIRONMENT EXPOSURE DEVICE （MPAC\＆SEED）EXPERIMENT＂，The 10th International Symposium on＂Materials in a Space Environment＂，ISMSE 2006，Collioure（France），June 2004 （ to be published）．

2）T．Inoue，et al．，＂Evaluation and Analysis of the First－Retrieved Specimens of the Space Environment Exposure Device（SM／MPAC\＆SEED）＂，24th ISTS，June 2004.
3）井上利彦ら，＂国際宇宙ステーション ロシアサービスモジュール利用材料曝露実験（SM／SEED 実験）第 1 回回収試料の評価解析＂，日本マイクログラビティ応用学会 第 20 回学術講演会（JASMAC－20），福井，2004年．

4）F．Imai and K．Imagawa，＂NASDA＇S Space Environment Exposure Experiment on ISS－First Retrieval of SM／MPAC\＆SEED＂，9th International Symposium on Materials in a Space Environment，ESA SP－540，pp．589－594， European Space Agency，Noordwijk，The Netherlands， 2003.
5）今川吉郎ら，＂NASDA における宇宙用材料に関する研究概要＂，日本金属学会 2003 年春期（第 132 回）大会，千葉， 2003 年．

軌道上曝露環境について

## 軌道上曝露環境の解析結果

宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部 木本雄吾，山県一郎，宮崎英治，石澤淳一郎，鉿木峰男

1．はじめに
国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED）に おいて，第2式目回収品が曝露された期間の宇宙環境について，環境モ二タ材を基に解析した結果を報告する。

## 2．曝露期間と ISS の軌道条件

SM／MPAC\＆SEED は同じくNASDA（当時）の実験装置である高精細度テレビジョン（HDTV）カメラシステムと共に，日本時間2001年8月21日午後6時23分バイコヌール宇宙基地（カザフスタン共和国）からソユーズロケットによ り打ち上げられた。その後，同年10月15日の船外活動（EVA）にて国際宇宙ステーションロシアサービスモジュ ール船壁SM／MPAC\＆SEED は設置され，曝露実験が開始された。SM／MPAC\＆SEED は同一サンプルを搭載したものが 3 式 あり，宇宙空間への曝露期間をずらして，1 式ずつ地上へ回収される。第1式目のSM／MPAC\＆SEEDは2002年8月 26 日に， 2 式目の実験装置は2004年2月27日にそれぞれISS内に回収された。第 1 式目の曝露期間は約 10 ヶ月間（315日間），第2式目は約28ヶ月間（865日間）であった。

ロシア，エネルギア社提供の実フライトデータとNORAD Two－Line Element Set Historical Archiveからの軌道六要素から算出したISS の軌道傾斜角（平均）は 51.6 度，飛行高度（平均）は 385 km であった。ISS飛行姿勢 は，XPOP（X－axis Per－pendicular on Orbit Plane：ISS のX軸が軌道面に垂直となる飛行姿勢）とXVV（X－Axis toward the Velocity Vector：ISS のX軸が進行方向を向く飛行姿勢）とが交互に運用されている。そのため，進行方向に対して試料面は常に垂直とはなっていない。XVVとXPOP の割合は第2回回収品の曝露期間においては， それぞれ $54 \%$ と $46 \%$ であった（第 1 回回収品の期間においては， $59 \%$ と $41 \%$ ）。

## 3．環境モニタ材とその解析結果

SM／MPAC\＆SEED は電力及び通信を必要としないパッシブな実験のため，曝露された期閒におけるその場の宇宙環境情報はリアルタイムにはモニタできない。そのため，材料へ及ぼす影響が大きい因子と考えられる，原子状酸素，紫外線，及び宇宙放射線（主に捕捉電子と捕捉陽子）の被曝総量をモ二タする材料を環境モニタ材として搭載し，地上で回収後解析し，それら環境因子を評価した。原子状酸素モニタ用としては，ポリイミド樹脂（ベス ペル）とカーボンフィルム（PAMDEC：Passive Atomic Oxygen Monitoring Device Equipped with Carbon Film） を使用した。紫外線モ二タ用としては，ポリウレタン樹脂を使用した。宇宙放射線による放射線吸収線量モ二タ用として，TLD（Thermo Luminescent Dosimetry），アラニン線量計（アミノグレイ）及び RADFET（Radiation Sensitive Field Effect Transistor）を使用した。また軌道上温度については，各4つのサンプルホルダの裏側に設置した サーモラベルによって到達最高温度のみをモニタした。搭載場所について図 3－1 に示す。

環境モニタ材の評価結果について表3－1に示す。またJAXAの宇宙環境計測情報システムSEES
（http：／／sees．tksc．jaxa．jp／）にある各種モデルを用いて，原子状酸素，紫外線，放射線吸収線量の計算を行い，環境モニタ材の評価結果と比較した。原子状酸素について，ベスペルはモデル計算値，PAMIDECより1桁小さかつ た。一方でPAMDECは第2回回収品データが第 1 回回収品データより減少したデータであった。紫外線について， WAKE 面の値は宇尘環境モデルからの値の 1.3 倍であった。一方，RAM面の値は宇宙環境モデルからの値の 8 倍だ

った。RAM面は，第2回回収品データが第 1 回回収品データより少ない値となり，RAM面については，信頼性が乏 しい結果となった。放射線吸収線量について，第一回回収時のデータはモデルとの乘離が大きいが，第2回回収時の場合は，その差が小さくなった。3つの環境モニタ材料のシールド厚 $\left[\mathrm{g} / \mathrm{cm}^{2}\right]$ と放射線吸収線量 $[\mathrm{Gy}]$ の関係で比較した結果も，第2回回収時のデータは宇宙環境モデルの値へ近づいていた。


図 3－1 環境モニタ材の搭載場所
表 3－1 環境モニタ材の評価結果

|  | モニタ | 解析結果 | 備考 |
| :---: | :---: | :---: | :---: |
| 到達最高温度 | サーモラベル | $\begin{aligned} & 50\left[{ }^{\circ} \mathrm{C}\right] \\ & 90\left[{ }^{\circ} \mathrm{C}\right] \end{aligned}$ | サンプルホルダ No．1， 2 の裏面 サンプルホルダ No．3， 4 の裏面 |
| 原子状酸素 | ベスペル | $2.9 \times 10^{20}\left[\mathrm{atoms} / \mathrm{cm}^{2}\right]$ （RAM 面） <br> $4.2 \times 10^{20}\left[\mathrm{atoms} / \mathrm{cm}^{2}\right]$ （WAKE 面） |  |
|  | PAMDEC | $1 \times 10^{21}$［atoms／cm ${ }^{2}$ ］ |  |
| 紫外線 | ポリウレタン | 15.8 ［ESD］（RAM 面） 201．0［ESD］（WAKE 面） |  |
| 放射線吸収線量 | アミノグレイ | $\begin{aligned} & \text { 15.3 [Gy] (RAM 面) } \\ & 21.9 \text { [mGy] (WAKE 面) } \end{aligned}$ | Al 換算 0.15 mm シールド厚 |
|  | RADFET | $\begin{aligned} & 5.99 \text { [Gy] (RAM面) } \\ & 4.29 \text { [mGy] (WAKE 面) } \\ & \hline \end{aligned}$ | Al 換算 0.8 mm シールド厚 |
|  | TLD | $\begin{aligned} & \text { 115.86[mGy] (RAM 面) } \\ & 92.27 \text { [mGy] (WAKE 面) } \end{aligned}$ | Al 換算 4.5 mm シールド厚 |

## 4．評価結果と考察

原子状酸素フルエンスやトータルの紫外線量は第 1 回目回時に比較すると減少した結果が得られた。ベスペル， PAMDEC については，表面へのコンタミネーションによる影響によって計測原理の基となる侵食が妨げられたこと が一因であると考えられる。また，WAKE 面ポリウレタンについては，保護カバーガラス表面への汚染量の増加の影響等があり，減少した計測結果が得られたと考えられる。放射線吸収線量については，ほぼ妥当な結果が得ら れたと考えられる。第 3 回目回収の環境モニタ材の解析結果を基に総合的な解析を今後行う。

5．研究発表リスト
1）Y．Kimoto，et al．，＂Measurement of Atomic 0xygen，UV Fluence and Radiation Effect on the ISS Using SEED Experiment＂，The 10th ISMSE，Collioure（France），19－23 June 2006 （in printing）．

# 微小粒子捕獲実験（MPAC 実験）の <br> 評価結果報告 

## SM／MPAC1 次評価（初期分析）報告

石川島播磨重工業森）北澤幸人，（森エイ・イー・エス Michael J．Neish，茨城大学 野口高明宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部 山県一郎，木本雄吾，石澤淳一郎，鈴木峰男宇宙航空研究開発機構 宇宙科学研究本部 藤原顯

## 1．はじめに

「ダスト捕獲実験」（MPAC：Micro－Particle Capturer）は，ISS 軌道上の宇宙ダスト（メテオロイド\＆デブリ） の存在量や組成等の調査を目的とする。この実験により，宇宙環境モデルの最新化に貢献するとともに，ISS の安全な宇宙活動に支障をきたす恐れのある微小粒子環境の把握，搭載機器や機構•部品等へダスト衝突の影響，ISS から放出されるダスト（2 次デブリを含む）等の評価が可能と考えられる。ここでは1次評価（初期分析）の中間結果として，全体目視観察及びダスト捕獲材として「シリカェアロジェル」を用いた実験を中心に報告する。

## 2． $\mathrm{SM} / \mathrm{MPAC1}$ 次評価（初期分析）の目的

1 次評価（初期分析）では，MPAC 試料並びに構体の衝突孔や衝突痕（もしくはそれらの可能性がある痕跡）を詳細評価（2 次分析）に供するための基本データの取得，及び代表的な衝突孔や捕獲物の分析を行ら。具体的に は，次を主目的とする；1）構体を含む MPAC\＆SEED 全体（SEED 試料を除く）の目視観察による，衝突孔（痕）候補 の位置，形状，画像の記載，2）CCD スコープ等を用いたMPAC試料の全面光学調査による衝突孔（痕）侯補の位置，形状，画像の記載，3）シリカエアロジェルで検出された代表的な衝突孔•捕獲ダストの組成分析

## 3．MPAC\＆SEED 実験装置の全体構成及び MPAC 実験装置の構成

MPAC\＆SEED 実験装置の全体構成については，本中間報告会の鈴木ほかの講演を参照されたい。MPAC\＆SEED 構体の材質は7075－T7352アルミニウム合金，構体サンプル固定用のパネル（厚さ 1 mm ）は 6061－T6アルミニウム合金であ る。MPAC 実験装置はパッシブ型のダストコレクタであり，ダスト捕獲材には，シリカエアロジェル，ポリイミド フォーム（厚さ $12.5 \mu \mathrm{~m}$ のアルミ蒸着ポリイミドフィルム付），及び 6061 － T 6 アルミニウム合金板の三種類を用 いた。

## 4． 1 次評価（初期分析）の実施手順

4． 1 MPAC\＆SEED 構体の全体観察
8 倍のルーペを使用して，サンプルホルダの曝露面（6面／1 式）全面の目視調査を行い，衝突孔•衝突痕の可能性がある痕跡の有無を確認した。確認した痕跡について，部品 ID，位置座標，CCD スコープによる拡大画像（写真，スケッチ），痕跡の概略寸法の記録を行った。

4． 2 MPAC 試料（ダスト捕獲材）の分析
（1）6061－T6アルミニウム合金板，及びポリイミドフォームの分析
CCD スコープ，レーザー顕微鏡を用いて全面サーベイを行い，衝突孔•衝突痕の位置座計測と画像取得を行った。
（2）シリカェアロジェルの分析
MPAC\＆SEED 全体の外観目視検査後，構体からエアロジェルを取外し，次の手順で分析を行った；1）エアロジェ ル 1 個（曝露面： $3.7 \mathrm{~cm} \times 3.7 \mathrm{~cm}$ ）毎に 150 倍の CCD スコープ（FOV： $1 \mathrm{~mm} \times 1 \mathrm{~mm}$ ）で全面を目視検查， 2 ）衝突孔（も

しくは類似の痕跡）の座標位置記録，及び写真撮影，スケッチの実施（なお，地上対照試験［超高速度衝突試験］ での実績から，T／D $\mathrm{D}_{\text {ent }}$（孔の長さ／孔の入り口径）$>1$ を記録対象とした。），3）衝突孔の形状パラメータ（長さ，深さ，孔径等）の計測及び捕獲物の調查，4）顕著な衝突孔や捕獲物について，周囲エアロジェルの切断及び捕獲物の抽出，5）衝突孔内壁や捕獲物に対し，SEM，EDS，ラマン分光分析等を用いた分析の実施。

## 5．実施結果

5．1 MPAC\＆SEED 構体の全体観察，アルミニウム合金板，及びポリイミドフォームの分析詳細評価（2 次分析）に供する位置•画像データを取得し，所期の作業目標を達成した。

5． 2 シリカェアロジェルの分析
シリカェアロジェルの WAKE 面は黄色に変色し，無数の細かなひび割れが確認できた。また，黄色化の濃度・ひ び割れの細かさは，第2回回収試料（以下，「SM\＃2」）は，第1回回収試料（以下，「SM\＃1」）より顕著になってい る。RAM面は白濁化しており，SM\＃1 では入り口径が $20 \mu \mathrm{~m}$ 程度以下，長さ $300 \mu \mathrm{~m}$ 程度以下の衝突孔がエアロジェ ル 1 個あたり最大数十個みられた。一方，SM\＃ 2 では，「孔」に代わって乳白色状の楕円体状の異物（大きさ：平均 $100 \mu \mathrm{~m}$ 程度）がエアジェル 1 個あたり数千個みられた。エアジェルの表面の変質関わらず，入り口径が $100 \mu \mathrm{~m}$ 以上の衝突孔の形状は，地上対照陚験と良く一致し，また，孔内からは捕獲物や残留物が回収できた。

## 6．考察

1）シリカエアロジェルによるダストフラックス実測値は，MASTER－2001 環境モデルの計算値より，大きな値を示す。 この理由としては，MASTER－2001 の不確実性，過去のミッション（LDEF やODC 等）でみられたものと同様な dust swarms（ダスト雲）の衝突，ISS やソユーズ，シヤトルから放出されるデブリ（コンタミ）や二次デブリの影響等が考えられる。

2）シリカェアロジェル WAKE 面の変質は，シリカェアロジェル表面に金属蒸着を $\mu \mathrm{m}$ オーダーの厚さで施した時に発生した変質と類似している。また，SM\＃2 のRAM面の異物は，シリカエアロジェルにアルコール（IPA）を噴霧 した際に発生する異物と酷似している。変質原因特定のためには，コンタミネーションに関する詳細な情報が必要である。

3）エアロジェル表面の変質に関わらず，主要な衝突孔の形状は，地上対照試験と良く一致し，衝突孔形状からダ スト衝突パラメータを推定可能と判断できた。また，捕獲物や残留物も検出できた。

4）金属アルミニウムや，酸化銀と硫化銀の混合物等，主として「スペースデブリ」が捕獲された。また，二次デ ブリと推定される捕獲物（直径 $20 \mu \mathrm{~m}$ の酸化銀と硫化銀の混合体に，直径 $1 \mu \mathrm{~m}$ 程度の輝石粒子を含む今）も存在 した。捕獲物の組成分析の詳細は，本中間報告会の野口ほかの講演を参照されたい。

## 7．研究発表リスト

1）T．Noguchi，Y．Kitazawa，M．J．Neish，I．Yamagata，Y．Kimoto，J．Ishizawa，M．Suzuki，A．Fujiwara， Y．Yamaura，S．Yamane ；Passive measurement of dust particles on the ISS（MPAC）：Third report on aerogel dust collectors，European Geosciences Union，General Assembly 2006 Vienna，Austria， 02 － 07 April 2006 （Abstract）（in printing），（2006）．
2）北澤幸人，Michae1 J．Neish，野口高明，山県一郎，木本雄吾，石澤淳一郎，藤原顯，鈴木峰男；国際宇宙ス テーションにおけるダスト捕獲実験（MPAC），日本金属学会2006年春期大会講演概要，2006年3月21－23日（印刷中），（2006）
3）北澤幸人，Michael J．Neish，野口高明，山県一郎，今川吉郎；国際宇宙ステーションにおけるダスト捕獲実験（MPAC），第 2 回スペースデブリワークショップ講演資料集，独立行政法人宇宙航空研究開発機構（JAXA）2005年12月8日－9日，78－90，2005，（2005）．
4）M．J．Neish，Y．Kitazawa，T．Noguchi，T．Inoue，K．Imagawa，T．Goka，Y．Ochi；PASSIVE MEASUREMENT OF DUST PARTICLES ON THE ISS USING MPAC：EXPERIMENT SUMMARY，PARTICLE FLUXES AND CHEMICAL ANALYSIS， Proceedings of the Fourth European Conference on Space Debris，Darmstadt，Germany，18－20 April 2005 （ESA SP－587，August 2005），（2005）．
5）北澤幸人；宇宙開発と宇宙の‘塵，港区ロータリークラブ講演集：国際ロータリー第 2750 地区東京新南ロータ リークラブ $2004 ~ 2005$ 年度卓話抄録集，32－34，（2005）．
6）Y．Kitazawa，T．Noguchi，M．J．Neish，T．Inoue，J．Ishizawa，A．Fujiwara，K．Imagawa，Y．Yamaura，Y． Watanabe，A．Murakami ；First Year Mission Results of Passive Measurement Experiment of Dust Particles on ISS（MPAC），Preprints of 24 th Int．Symp．on Space Technology and Science，Miyazaki，Japan， 30 May to 6 June 2004 （CD－R0M），（2004）．
7）Y．Kitazawa，M．J．Neish，T．Inoue，K．Imagawa，A．Fujiwara；First Year Mission Results of Passive Measurement Experiment of Dust Particles on ISS（MPAC），the 35 th COSPAR Assembly，Paris，France，17－25 July 2004，（Abstract），（2004）．
8）M．J．Neish，K．Imagawa，T．Inoue，J．Ishizawa，Y．Kitazawa，Y．Yamaura，A Murakami and Y，Ochi， Microparticle capture on the International Space Station using aerogel and polyimide foam；Proceeding of 9 th International Symposium on Materials in a Space Environment，Noordwijk，The Netherlands，16－20 June 2003，ESA SP－540，431－435，（2003）．
9）宇宙開発事業団；宇宙開発事業団技術報告 MFD 材料曝露実験 成果報告書，NASDA－TMR－000011，ISSN1345－7888，宇宙開発事業団，2001年3月，（2001）。
10）Y．Kitazawa，K．Kawachi，K．Fukasawa，Y．Yamaura，T．Miyadera，R．Nakamura，K．Imagawa，C．Kamakura， Y．Nakayama，and Y．Tachi；MPAC：Passive Measurement Experiment of Dust Particles on ISS，Proceedings of the twenty－second international symposium on space technology and science，2077－2082，（2000）．
11）北澤幸人；宇宙ダスト研究の現状 一宇宙実験の観点から一，日本マイタログラビティ応用学会誌，Vol．17， No．2，104－113，（2000）．
12）北澤幸人；宇宙を創る『塵』，日産アーク Monthly，Vol．9，No．9，（2000）。
13）北涬幸人，藤原顯，門野敏彦，今川吉郎，鎌倉千秋，岡田豊，上松和夫；シリカエアロジェルヘの宇宙ダストの超高速度衝突に関する実験的研究，日本惑星科学会秋季講演会 講演予稿集，305，（1999）。
14）北澤幸人，河内啓輔，荻原和広，宮寺 岳仁，中村 龍太，今川吉郎，鎌倉千秋，中山陽一，舘 義昭；国際宇宙ステ ーション（ISS）に於けるダスト捕獲実験（MPAC）の概要，日本惑星科学会秋季講演会 講演予稿集，306，（1999）。
15）鎌倉千秋，今川吉郎，中山陽一，舘義昭，河内啓輔，北澤幸人，荻原和広，宮寺岳人，中村龍太；国際宇宙ステーシ ヨン（ISS）に於ける微小粒子捕獲実験／材料曝露実験の概要，第43回宇宙科学技術連合講演会（日本航空宇宙学会主催）講演論文，神戸，10月20－22日，（1999）。
16）Y．Kitazawa，A．Fujiwara，T．Kadono，K．Imagawa，Y．Okada and K．Uematsu；Hypervelocity Impact Experiments on Aerogel Dust－Collector，Journal of Geophysical Research，Vol． 104 E9，22035－22052，（1999）．
17）北澤 幸人，天方 雷太，河内 啓輔，伏木 克美，今川吉郎，岡田豊；J EM曝露部搭載用微小粒子捕獲装置の開発，第14回宇宙ステーション講演会講演集，105－106，（1998）
18）北澤幸人，今川吉郎，岡田豊，藤原顕，門野敏彦；エアロジェルを用いたダストコレクタの超高速衝突実験，太陽系科学シンポジウム，53－56，（1998）．
19）Y．Kitazawa，K．Imagawa，Y．Okada，A．Fujiwara，T．Kadono，and R．Amagata：Hypervelocity Impact Tests and Post－Flight Analysis on MFD Dust Collectors，Proceeding of the 21 th International Symposium on Space Technology and Science，1842－1847，（1998）．
20）NASDA ESEM Final Report，Evaluation of Space Environment and Effects on Materials（ESEM）Archive System， NASA Langley Research Center，NASA Home Page，1998，http：／／setas－www．larc．nasa．gov／esem／AOE．html， （1998）．
21）大橋英雄，北澤幸人，矢野創；宇宙空間でのダストの直接計測／捕集，日本惑星科学会誌，1997年12月号， 312－325（1997）。
22）矢野創，北澤幸人，木部勢至朗，野上謙一：JEM曝露部を用いたメテオロイド及びスペースデブリの直接捕集•

連続計測の研究，第13回宇宙ステーション講演会 講演集，（1997）
23）M．J．Neish，S．P．Deshpande，S．Kibe，H．Yano，Y．Kitazawa，and S．Yamamoto：Micrometeoroid and space debris impacts on the Space Flyer Unit and hypervelocity impact calibration of its materials，Proc．Second European Conf．on Space Debris，ESA－SP－393，177－182，（1997）．

24）M．J Neish，H．Yano，S．Kibe，S．P．Deshpande，Y．Kitazawa，and S．Yamamoto：Hypervelocity impact damage to Space Flyer Unit multi－layer insulation，Proc．Int＇ 1 Symp．on Materials in Space Environment，Toulouse， France，（1997）．
25）M．J．Neish，S．Kibe，H．Yano and Y．Kitazawa：Impact calibration of SFU surfaces，第 17 回衝撃波シ ンポジウム講演論文集，衝撃波研究会•文部省宇宙科学研究所•東北大学流体力学研究所，p233－236，（1997）．
26）北澤幸人，今川吉郎，藤原顯，岡田豊；MFD材料曝露実験用ダストコレクタの開発；第17回衝撃波シンポジウ ム講演論文集，衝撃波研究会•文部省宇宙科学 研究所•東北大学流体力学研究所，（1997）．
27）H．Yoshida，H．Hoshi，K．Uematsu and Y．itazawa；A single，small particle launch system by electrothermal gun and microsabot，Review of Scientific Instruments Vol．68，No．1，Part 1，178－183，（1997）．
28）Y．Kitazawa，K．Imagawa，A．Fujiwara，H．Yoshida，K．Fusegi；Preliminary Study on Development of Dust Collector Using Low Density Material， 20 th International Symposium on Space Technology and Science （Abstract），（1996）．
29）北澤幸人，上松和夫；微小デブリの衝突試験技術と計測技術，平成 6 年度衝撃波シンポジウム 講演集，衝撃波研究会•文部省宇宙科学 研究所•東北大学流体力学研究所，（1995）。
30）北澤幸人；宇宙ステーション軌道上での微小デブリ計測の検討 第 11 回宇宙ステーショシン講演会講演集， p73－74，（1995）．
31）Y．Kitazawa，A．Fujiwara，H．Yoshida，and K．Uematsu；Preliminary Study of Dust Impact onto Low Density Material International Astronomical Union（150th Colloquium）（Abstract），（1995）．
32）北澤幸人，今川吉郎，藤原顯，岡田豊；低密度物質を用いたダストコレクターの開発，日本惑星科学会，秋季講演会講演集，（1995）
33）北澤幸人，上松和夫；微小デブリの衝突試験技術と計測技術，石川島播磨技報Vo1．35，No．2，143－149，（1995）。
34）北澤幸人：微小デブリ観測／捕獲一体型計測器の検討，第38回宇宙科学技術連合講演会講演集，（1994）
35）北澤幸人，上松和夫，吉田博夫；MLI への微小デブリ衝突試験，第38回宇宙科学技術連合講演会講演集，（1994）
36）上松和夫，吉田博夫，北澤幸人，ET ガンを用いた徽小デブリ衝突試験，第 37 回宇宙科学技術連合講演会講演集，（1993）。
37）航空宇宙学会編：スペース・デブリ研究会報告書（刊行物），日本航空宇宙学会，（1993）．
38）木元健一，森初男，佐藤恵一，北澤幸人，三好孝一：ブブリ観測／捕獲実験衛星の概念検討，将来の宇宙活動ワー クショップ／月面基地ワークショップ 92，（1992）．

# SM／MPAC\＆SEED 第2回回収試料に含まれる 2 次デブリの詳細分析 

茨城大学 野口高明，九州大学 中村智植，石川島播磨重工業休 北澤幸人

## 1．はじめに

国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験 （SM／MPAC\＆SEED）の 2 回の回収エアロジェルの 1 次評価概要については，北澤ら ${ }^{1)}$ ，Neish et al．${ }^{2)}$ において報告されている。本発表では，我々は第2回回収のエアロジェルに観察された顕著な試料捕獲トラックのひとつから捕獲された粒子の詳細分析について報告する。実際に大気圏外にお いて曝露を行ったエアロジェルから捕獲粒子を取り出して分析を行った研究は，最近までMirに搭載したエアロジェルから捕獲粒子を取り出して分析した例（Hörz et al．，2000）などわずかで あった。しかし，Stardust 探査機に搭載したエアロジェルで捕獲した研究例が今後爆発的に増加 すると考えられる。この場合，捕獲粒子に各種非破壊分析を行うのでは，捕獲粒子について誤つ た結論を導く可能性があるため3，エアロジェルから粒子を取り出しての分析は重要である。

## 2．分析した試料と作業手順について

第 2 回回収のSM／MPAC\＆SEED に搭載されていたISS のWake面側シリカエアロジェルのひとつに見られたキャロット状のトラックに捕獲されていた黒括よび透明の粒子を，茨城大学理学部のク リーンルームにおいて，実体顕微鏡下で鋭利なタングステン針を用いてエアロジェルから取り出 した。取り出した試料は，直径 $5 \mu \mathrm{~m}$ のグラスファイバーにアセトンに可溶な接着剤を極少量用い て取り付け，高エネルギー加速器研究機構の放射光実験施設において，X 線回折を行なった。透明な粒子はシリカェアロジェルの融けたものであったが，黒い粒子は銀の酸化物と硫化物の混合物であると同定された。この粒子について，さらに茨城大学機器分析センターの透過電子顕微鏡
（TEM）を用いて詳細観察を行った。TEM 試料は，超薄切片法を用いて作成した。また，超薄切片 を切り出した残りの試料断面を同センターの走査電子顕微鏡（SEM）で観察した。

## 3．結果と議論

捕獲粒子の主要構成物質は， $\mathrm{Ag}_{2} \mathrm{O}$（立方晶系）と $\mathrm{Ag}_{2} \mathrm{~S}$（単斜晶系，鉱物の）arcanthiteと同結晶構造）である。超薄切片を観察すると，捕獲粒子の表面 $0.2 \mu \mathrm{~m}$ は連続的なりム構造を持つ ている。リムは，捕獲粒子全体の内部に比べて粗粒（直径 $50-100 \mathrm{~nm}$ ）の $\mathrm{Ag}_{2} \mathrm{~S}$ と酸化銀，これら の粒子の粒間を埋めるS を含むァアモルファスな物質からなる。このSを含むアアモルファス物質は非常に不安定で，電子線が照射されるとすぐに分解が始まりSが失われる。電子線回折によると，捕獲粒子表面の酸化銀は，複雑な双晶を持つものも多く， $\mathrm{Ag}_{2} \mathrm{O}$ 以外の酸化銀も含まれている。そ れに対して内部は極細粒（直径く 30 nm ）の $\mathrm{Ag}_{2} \mathrm{O}$ 結晶のゆるい集合体である。捕獲粒子の断面試料のSEM 観察からも，内部には大きな空隙があることが分かる。しかし，このような物質が人工衛星やロケットのどのようなところで用いられていた物質であるかは現状では明らかではない。

捕獲粒子の超薄切片のひとつからは，捕獲粒子のリムにCaに乏しい輝石（直径く1．5 $\mu \mathrm{m}$ ）が見出された。その電子線回折パターンは斜方輝石であることを示している。TEM に取り付けたエ ネルギー分散型スペクトロメータ（EDS）によって， $\mathrm{Wo}_{1} \mathrm{En}_{85} \mathrm{Fs}_{14}\left(\mathrm{Ca}_{0.02} \mathrm{Mg}_{1.70} \mathrm{Fe}_{0.28} \mathrm{Si}_{2} \mathrm{O}_{6}\right)$ という化学組成を持つことが分かった。輝石は隕石や宇宙塵に一般的な鉱物である。地球上で回収あるい は捕集された地球外物質ばかりでなく，Mir においてエアロジェルを用いて捕獲されたマイクロ メテオロイドにもCaに乏しい輝石が確認されている。このように一般的な鉱物であることから， この輝石粒子は，このスペースデブリを発生させたメテオロイドの残留物ではないかと考えられ る。言い換えると，このスペースデブリは 2 次デブリである可能性が高い。

残留鉱物粒子はただ一粒発見されただけなので，その起源に対する不確定性は大きい。しかし ながら，地球上で捕獲•採集される各種の宇宙塵や隕石の中では，化学組成の均一な $\mathrm{Fs}_{15}$ から $\mathrm{Fs}_{20}$程度の斜方輝石を多く含むものは比較的限られている。隕石の中では普通コンドライトといらも つとも数の多い隕石のグループに属する H コンドライトが代表的なものである。H コンドライト は地球上で回収された隕石の $31 \%$ を占める一般的な物質である（Grady，2000）が，数百 $\mu \mathrm{m}$ 以下 の宇宙塵にはほとんど存在しないことが知られている（Beckerling and Bischoff，1995）。この ことを考慮すると，2 次デブリを発生させる元となったメテオロイドは H コンドライト的物質で あり，約 1 mm 以上ある隕石的なサイズを持った物質であった可能性が高いと考えられる。

## 4．エアロジェルからの粒子取出しについて

本報告において捕獲粒子の掘り出しは実体鏡下でフリーハンドで行ったが，フリーハンドでは直径約 $20 \mu \mathrm{~m}$ 以下の捕獲粒子の回収の成功率は相当低い。より小さな捕獲粒子の取り出しを確実 に行えるようにするため，本年度の科研費で駿河精機製電動マイクロマニピュレータを導入し， エアロジェル捕獲実験によって捕獲された微小粒子の掘り出しを試みている。角膜手術用の小型 メスを用いているがエアロジェルを滑らかに切り出すことは困難である。最近，エアロジェルの切り出しにはピエゾアクチュエータを取り付けた小型メスが非常に有効であるといら論文が出た （Ishii et a1．，2005）。この論文によると，アクチュエータの振動数（ $50-60 \mathrm{~Hz}$ 程度）をコント ロールすると滑らかに切り出すことが可能である。次年度のJAXAのMPAC分析にあったつては， ピエゾアクチュエーターを導入し，捕獲粒子の取り出しの確実性を向上させるとともに，より小 さな捕獲粒子の取り出し・分析を可能にすることが適切である。

## 5．研究発表リスト

1）北澤幸人，Neisch，野口高明，山県一郎，木本雄吾，石澤淳一郎，鈴木峰男，藤原顕 SM／MPAC 1 次評価（初期分析）報告．本報告書．

2）M．J．Neish，Y．Kitazawa，T．Noguchi，T．Inoue，K．Imagawa，T．Goka，Y．Ochi；PASSIVE MEASUREMENT OF dUST PARTICLES ON THE ISS USING MPAC：EXPERIMENT SUMMARY，PARTICLE FLUXES AND CHEMICAL ANALYSIS， Proceedings of the Fourth European Conference on Space Debris，Darmstadt，Germany，18－20 April 2005 （ESA SP－587，August 2005），（2005）．

3）T．Noguchi，T．Nakamura，K．Okudaira，H．Yano，S．Sugita，and M．J．Burchell（投稿中）Thermal alteration of hydrated minerals during hypervolocity capture to silica aerogel at the flyby speed of STARDUST． Meteoritics and Planetary Science．

## 材料曝露実験（SEED 実験）

試料提案機関による報告

# PEEK 膜材の張力負荷宇宙環境曝露実験 

北海道大学大学院工学研究科機械宇宙工学専攻<br>中村 孝，藤田 修

## 1．はじめに

国際宇宙ステーション（ISS）や多くの人工衛星が飛行する高度 $100 \sim 1000 \mathrm{~km}$ の低地球軌道（LEO） は，原子状酸素（AO），紫外線（UV），各種放射線が作用する過酷な環境である。特に高分子材料を宇宙機の構造部材に使用するためには，これらの環境因子が材料強度に与える影響を明確にして おく必要がある。そこで本研究では，耐熱高分子ポリエーテルエーテルケトン（PEEK）の膜材を張力を加えた状態で ISS 軌道に曝露する実験を行なった。 さらに，この結果を地上対照実験（試料へのAO，UV，および電子線（EB）の照射実験）の結果と比較することで，PEEK の強度特性に与え る LEO の環境因子を明らかにした。

## 2．実験方法

供試材は厚さ 0.4 mm の PEEK シート（住友ベークライト製 FS－1100C）である。試料形状は長さ $97 \sim 100 \mathrm{~mm}$ ，平行部幅 $30,18,6 \mathrm{~mm}$ の 3 種類であり，それぞれに $0 \mathrm{MPa}, 1.6 \mathrm{MPa}, ~ 4.7 \mathrm{MPa}$ の引張応力が生じるようにスプリングを用いて張力を加えた。この 3 種類の試料を 1 式として，合計 3式を ISS 軌道に曝露した。本報告では軌道上に315日曝露した第1回回収試料と， 865 日曝露し た第2回回収試料の分析を行った。曝露前後の試料について，表面観察および質量計測を行った。 その後，曝露試料から，幅 $1 \mathrm{~mm} \times$ 長さ 80 mm の試験片を切り出し，温度 $23 \pm 2^{\circ} \mathrm{C}$ ，湿度 $50 \pm 5 \%$ に 48時間保持した後，同一環境で引張試験を行った。引張試験は，無負荷材，低負荷材，高負荷材そ れぞれ 3 回ずつ，ASTM－D882－95aに従って実施した。

## 3．実験結果

3． 1 材料劣化とその影響因子 Fig． 1 に無負荷 の曝露試料を示す。同図中央の矩形部が曝露領域であ る．この領域は茶色に変色し，周囲と比べて光沢を失 っていた。曝露期間や負荷応力に関わらず，全ての試料にこの特徴が認められた。地上での AO，UV，EB 照射実験のうち，茶色の変色をもたらしたのはUV のみ であり，光沢を消失させたのはAO だけであった。し たがって，この領域はA0 とUVに同時に曝されたもの と判断できる．質量測定の結果，全ての試料において曝露後 に質量の減少が認められた。地上実験のうち質量損失が確認 されたのはAO照射実験に限られることから，この理由はAO が曝露部表面を退行させたためと判断される。質量減少量を曝露面積と試料の密度で除して，平均的な膜厚減少量を求め た．その結果を Fig． 2 に示す。膜厚減少量は第 1 回回収試料 で $4 \sim 6 \mu \mathrm{~m}$ ，第 2 回回収試料で $7 \sim 10 \mu \mathrm{~m}$ となり，曝露期間 の増加に伴い増大している。この膜厚減少量と曝露中の負荷応力の間に明瞭な傾向は認められなかった。
膜厚減少を考慮して，曝露後の断面積で引張試験結果を整理したところ，曝露期間や負荷応力に関わらず，弾性率，お よび降伏強さに変化は生じないことが示された。これに対し，

Exposed area
20 mm


Fig． 1 Test piece surface
（2nd retrieved sample，stress：0MPa）


Fig． 2 Relation between thickness decrease and exposure period

破断伸びは曝露後に減少した。Fig． 3 に破断伸びに及ぼす曝露期間と負荷応力の関係を示す。同一の負荷応力 で比較すれば，曝露期間の長いほど破断伸びは小さくなっている。特に第2回回収試料の破断伸びは曝露前 の $20 ~ 60 \%$ に低下した。地上実験の中 で試料の破断伸びを減少させたのは UV だけであったことから，この挙動 は軌道上のUV に起因すると判断でき る。また，第 1 回回収試料，第 2 回回収試料ともに，応力を加えた試料


Fig． 3 Elongation at break before and after exposure の破断伸びは無負荷のそれに比べて大きな値を示しており，機械特性に及ぼす環境と応力の相乗効果が確認された。

## 3． 2 コンタミネーションの影響 前節では材料劣化とその

影響因子を定性的に示したが，宇宙環境の計測値と材料劣化量 の整合性は必ずしも得られていない。JAXA 技術資料 GDZ－05005 によれば，第 2 回回収試料の A0 フルエンスは $1 \times 10^{21}\left(\mathrm{atoms} / \mathrm{cm}^{2}\right)$ のオーダーである。地上で同程度のA0（ $\left.1.31 \times 10^{21}\left(\mathrm{atoms} / \mathrm{cm}^{2}\right)\right)$ を照射した場合の膜厚減少量は約 $45 \mu \mathrm{~m}$ であったのに対し，第 2回回収試料の膜厚減少量（ $7 \sim 10 \mu \mathrm{~m}$ ）は，この値の約 $20 \%$ に過ぎな い。また，同資料において UV フルエンスは約 $200 \mathrm{ESD} \fallingdotseq 2 \times$ $10^{5}\left(\mathrm{~J} / \mathrm{cm}^{2}\right)$ の値と報告されている．地上でこの約 $1 / 6$ の UV（3． 47 $\left.\times 10^{4}\left(\mathrm{~J} / \mathrm{cm}^{2}\right)\right)$ を照射した試料の破断伸びが照射前の $3 \sim 5 \%$ にま で低下したのに対し，第2回回収試料の破断伸びは曝露前の 20

Fig． 4 High magnification view of the exposed area（2nd retrieved sample，stress： 1.5 MPa ） ～ $60 \%$ に留まっている。つまり，曝露試料が受けた実際のA0 およびUV 量は宇宙環境計測値より小 さい可能性がある。この要因を調べるために，試料表面のコンタミネーションについて検討した。
Fig． 4 に曝露部の拡大写真を示す。表面には，白く明るく見える領域が認められ，一部に暗い部分が観察された。この白い領域の曝露部面積に対する割合は，負荷応力や曝露期間に関わらず， $70 ~ 80 \%$ であった。また，元素分析の結果，曝露前に比べSi と 0 の検出強度の増加が認められた。以上からFig． 4 の白い領域は酸化ケイ素系の化合物と考えられる。酸化ケイ素はA0 との反応性が低く，また，光の透過率も低いことを考えると，曝露試料の劣化はこのような化合物によって妨 げられていた可能性が高い。

4．研究発表リスト
（1）Nakamura，H．，Nakamura，T．，Noguchi，T．，Imagawa，K．，＂Photodegradation of PEEK sheets under tensile stress＂，Polymer Degradation and Stability，Vol．91，pp740－746，（2006）
（2）中村 寛，中村 孝，野口 徹，藤田 修，今川吉郎，井上利彦，＂原子状酸素を照射した PEEK 膜材の機械特性＂，日本機械学会論文集（A 編）， 71 巻， 710 号，pp1327－1332，（2005）
（3）Nakamura，T．，Nakamura，H．，Fujita，O．，Noguchi，T．and Imagawa，K．，＂The Space Exposure Experiment of PEEK Sheets Under Tensile Stress＂，JSME International Journal，Ser．A．， Vol．47，No．3，pp 365－370，（2004）
（4）Nakamura，T．，Nakamura，H．，Fujita，0．，Imagawa，K．，Noguchi，T．，and Inoue，T．，＂The Space Exposure Experiment of Tension Loaded PEEK Sheets Utilizing the International Space Station＂，Proceedings of the 24th International Symposium on Space Technology and Science （Selected Papers），pp756－759，（2004）
（5）Nakamura，T．，Nakamura，H．，Fujita，0．，Noguchi，T．，Imagawa，K．and Inoue，T．，＂Damage Properties of PEEK Films Irradiated by Atomic Oxygen＂，Key Engineering Materials， Vols．261－263，pp 1617－1622，（2003）
（6）Nakamura，T．，Nakamura，H．，Fujita，O．，Noguchi，T．and Imagawa，K．，＂The Degradation of PEEK Sheets Accelerated by Stress in a Real Space Environment Based on the Space Exposure Experiment＂， Proceedings of the International Conference on Advanced Technology in Experimental Mechanics， CD－ROM，（2003）

# 宇宙用固体㵎滑剤（トライボコーティング膜を施した玉軸受）の曝露実験 －曝露環境下の宇宙機器のための新固体潤滑膜形成法－ 

東北大学大学院工学研究科
機械システムデザイン工学専攻 足立 幸志

## 1．はじめに

しゅう動部における「摩擦制御」は，宇宙機器の信頼性と耐久性を保証するためのキーテクノ ロジーである。宇宙機器に代表される真空環境下における機器のしゅう動部の多くは，固体潤滑剤を用いて潤滑される，しかし固体潤滑は，液体を用いた潤滑と比較し「高摩擦であり潤滑剤の摩耗による寿命が存在する」などの本質的に避けられない欠点を有している。

これに対し，従来使用されている軟質金属薄膜より低い摩擦係数を半永久的に持続することの できる固体潤滑法として In－situトライボコーティング潤滑法が提案され，すべり摩擦試験及び玉軸受試験においてその有効性が実証されている ${ }^{(1)}$ 。
本プロジェクトでは，このトライボコーティングを施した玉軸受と一般的に使用される既存の真空玉軸受を曝露実験に供し，宇宙環境への曝露によるこれら潤滑膜の材料特性および軸受の摩擦特性の変化より，トライボコーティング膜の曝露環境下の宇宙機器のための新固体潤滑膜形成法としての可能性を明らかにすることを主たる目的とする．

## 2．成膜及び実験装置

トライボコーティングシステムを有する玉軸受摩擦試験機の概略を図 1 に示す。スラスト荷重 は錘によって外輪のみに与られ，軸受の内輪はモータにより直接駆動される。軸受に発生する摩擦力は外輪の回転を抑える板ばねに貼り付けたひずみゲージの出力から算出した。潤滑剤（インジ ウム：In）を内蔵しモリブデン（ Mo）線を巻きつけたセラミック製の坩堝が，玉軸受の下部に設置さ れ，Mo 線に通電加熱することより被膜材料を蒸発させ，トライボコーティング膜を形成する。 これらの装置は， $10^{-6} \mathrm{~Pa}$ の真空下に設置された。

トライボコーティングを施した 2 種類の玉軸受と一般的に使用される既存の真空玉軸受の合計 3 種類を曝露実験に供した。試験片の仕様を表1に示す。

表13種類の試験片の仕様


図1 成膜•摩擦実験装置の概略図

| 内外輪 | SUS440C |  |  |
| :---: | :---: | :---: | :---: |
| 玉 | $\mathrm{Si}_{3} \mathrm{~N}_{4}$ |  | SUS440C（ $\mathrm{MoS}_{2}$ ） |
| 保持器 | － | SUS440C | フッ素樹脂 |
| 润滑剤 | Tribo－coated In |  | $\mathrm{MoS}_{2}$ フッ素樹脂 |
| 質量 | 17.32 g | 18.21 g | 18.00 g |
| ID | BR1 | BR2 | BR3 |
| $\begin{gathered} \text { 形状 } \\ \text { (厚さ } 8 \mathrm{~mm} \text { ) } \end{gathered}$ |  |  |  |



図2 曝露試験片の摩擦特性


図3 曝露試験片の再トライボコーティング

## 3．曝露実験結果

図 2 に， 1,2 年間宇宙空間に曝露させた玉軸受（BR1）の摩擦特性を示す。 1 年間宇宙環境に曝露 した玉軸受の摩擦特性は，初期の低い摩擦状態を維持しているのに対し， 2 年間宇宙環境に曝露し た玉軸受では，相対的に高い摩擦特性を示している。2年間宇宙環境に曝露させた BR3 の摩擦特性 も同様に高い特性を示しており，いずれの試験片においても，宇宙環境下において潤滑膜の特性 が劣化したことを示唆している。

図 3 に BR2 の試験片（ 1 年間曝露）において，摩擦係数の急増が見られた地点での再トライボコ ーティングの結果を示す。 $1 \times 10^{5}$ cycle の低摩擦の後に䦌滑膜の消失に伴ら摩擦係数の上昇が観測 されたが，再トライボコーティングにより，再び当初の低い摩擦に修復することに成功している。 これは，宇宙環境に曝露した試験片であっても，軸受使用中の再トライボコーティングにより潤滑膜の修復が可能であることを実証した結果といえる．

## 4．おわりに

2 年間，宇宙空間に曝露した試験片においてはいずれの試験片においても相対的に高い摩擦特性 を示した。また， 1 年間宇宙空間に曝露した試験片であっても， $1 \times 10^{5}$ cycle での摩擦の急増が見 られ寿命の低下を示した。これらは宇宙環境における曝露の影響と考えられるが，本実験のもつ特異性を考慮した場合，現時点で曝露による潤滑剤の劣化のみの影響であるとの判断は困難であ る．これらの点に関しては， 3 年間宇宙環境に曝露された試験片の結果を含め総合的に判断する予定である。

一方，宇宙環境に曝露された試験片であってもトライボコーティング法による㵎滑膜のその場修復の可能性を示せたことは大きな意義を持つ．現在，研究室にて進行中のその場トライボコー ティングのためのマイクロユニットを導入し，宇宙環境に曝露されるような環境であっても，潤滑特性の変化を感知，診断そして修復し，常に低い摩擦を実現できる自己修復軸受実現の可能性 を意味している。

## 参考文献

（1）K．Adachi，H．Shibuya，S．Obara，K．Kato，Film formation mechanisms of indium by tribo－coating on ball bearing in UHV，Synopses of the International Tribology Conference， Kobe， 2005 82005）P－44．

# 宇宙機構造用複合材料曝露試験評価 

富士重工業株式会社<br>航空宇宙カンパニー<br>航空機設計部<br>荒川陽司

## 1．はじめに

現在，多くの宇宙機に軽量化を目的として炭素繊維強化プラスチックを初めとする複合材料 が適用されている。複合村料の宇宙空間での適用が増加するとともに，複合材料の宇宙環境因子（電子線，紫外線，熱サイクル，超真空，原子状酸素）による影響に関する宇宙環境を模擬 した地上での研究が数多く実施されてきた。しかし，その結果では，複合宇宙環境の影響は，単一環境の単なる足し算とはならないことが知られており，複合材料の宇宙環境での耐久性を正確に知るために，すべての宇宙環境因子を同時に負荷する総合環境での評価が必要である。 しかし現実的には，地上ですべての宇宙環境因子を同時に負荷することは困難であるため，宇宙での曝露実験による実証が大きな意味を持つ。つまり，宇宙曝露実験により複合材料への影響を知ると共に，地上対照試験との対応を明らかにすることにより，材料スクリーニング，初期設計段階で適切な材料選定が可能となる。

2．供試材料
今回の宇宙曝露試験に供した複合材料は，今後宇宙機に適用が想定される構造材料用炭素綫維強化複合材である 2 種の材料を選定した。一方はピッチ系高弹性炭素繊維とポリシアネート系複合材（Y S 90 A／R S－3）であり，ポリシアネート樹脂は吸湿，アウトガスが少なく，複合材成型時にマイクロクラックの発生も少ないことが特徴である。もう一方はPAN 系炭素繊維と耐熱熱可塑ポリイミド系複合材料（IM600／PIXA）であり，耐熱性，耐放射線性に優 れ，成形性も良いことが特徴である。

3．これまでの試験結果及び評価
3． 1 試験方法
軌道上環境曝露，宇宙環境因子負荷（原子状酸素曝露，電子線照射，紫外線照射）及び無負荷（バージン材）を経た供試体について反射法による超音波探傷試験及び断面観察を実施した。超音波探傷試験と断面観察では複合材料の特徴的な微小破㙹形態であるデラミネーション やトランスバースクラック等を評価することで，繊維と樹脂との界面劣化状況についてデータ を蓄積することを目的としている。

## 3． 2 評価

超音波探傷試験により，軌道上環境曝露，宇宙環境因子負荷，無負荷を経た供試体について，

それぞれ，剥離，ボイド，クラックと推定される信号が検出されたが，環境負荷による差は明確ではなかった。特に本試験では繊維方向に生じる信号が多く認められたため，劣化か繊維か の見極める必要がある。

また，断面観察については各環境負荷供試体のうち，軌道上環境曝露，及び各種宇宙環境因子負荷が $0 \sim 1$ のクラック数だったのに対して，無負荷（バージン材）が $3^{\sim} 4$ 個と最も多い観察結果となった。

以上の試験結果より，第1回回収，第2回回収で複合材としての明確な劣化は認められなか つたが，第3回回収供試体を含めた総合的な評価が必要である。
図 $1 \sim 4$ に超音波探傷試験及び断面観察結果を 1 例として示す。


図1 第2回回収熱可塑ポリイミド系複合材超音波探傷試験結果

図3 第2回回収熱可塑ポリイミド系複合材断面観察結果



図2 第2回回収ポリシアネート系複合材超音波探傷試験結果


図4 第2回回収ポリシアネート系複合材断面観察結果

# セラミック材料曝露実験－第1回及び第2回回収試料の結果 

東京工業大学 大学院総合理工学研究科<br>物質科学創造専攻 小田原修

1．はじめに
これからの宇宙開発•宇宙環境利用では長期飛行／長期有人活動が必須であり，ミッションを信頼性高く安心に遂行するためには，利用材料の寿命評価，特に地上では考えなくても良い数百 キロメートルの環境に豊富な原子状酸素との共存性について，材料曝露試験を通して十分検討す ることが必要である。我が国の従来の実績としては，宇宙実験•観測フリーフライヤーの搭載実験機器部を用いて行った約 10 カ月間の材料曝露実験，STS－85シャトルミッションによる 12 日間 の材料曝露実験，宇宙環境信頼性実証システムプロジェクトの一環としての宇宙実証試験，など がある。米国では，1986年より6カ年間，長期曝露実験衛星でセラミック材料も含めた材料曝露実験を行っている。
2001年10月15日より，国際宇宙ステーション（ISS）のロシアサービスモジュール（SM）の曝露部に材料曝露実験装置（SEED）を配置して，非酸化物系セラミック材料の材料曝露実験（SM／SEED） を3年計画で行っている。長期滞在が必須の状況では，「その場資源」と「宇宙エネルギー環境」 が大きな活用対象であり，比強度の高い軽量材料としての本実験試料類の寿命評価は重要である。特に，炭化ケイ素は構造材としての重要性ばかりでなく，今後のエネルギー利用の高利用効率化 （限られた資源を最大限に利用する）に重要なパワーデバイスとして注目されている。本発表で は，2002年8月26日に回収した315日間の曝露結果と2004年2月26日に回収した865日間の曝露結果について報告する。

## 2．実験条件

ISS は，約 400 km の高度を 51.6 度の軌道傾斜角で周回するので，約 90 分で地球を一周する。着目する環境因子として，原子状酸素，熱履歴，宇宙放射線，紫外線，真空が考えられる。原子状酸素には高度との相関があり，ISS では $10^{13} / \mathrm{cm}^{2} \mathrm{~s}$ 程度と考えられる。熱履歴については， 90分間に昼と夜が来ると考えて，その間に現れる 100 K から 400 K 程度の温度差を周回しながら繰り返すという，一種の熱疲労試験の環境となる。放射線と紫外線については，太陽に影響される条件が強く，これから数年は太陽活動が落ち着く方向であるので，条件的には緩く，加速材料試験 としては望ましくない環境と言えるかもしれない。原子状酸素の濃度に関しても太陽フレアの影響が強く，フルエンスで一桁の差は現れる。したがって，現状の数値はあくまでも予測であり，実際には実験近傍で環境の値を測定しなければいけない。紫外線のエネルギーとしては，1．4kW／m² を目安として考える。試料は炭化物と窒化物試料であり，炭化ケイ素（ SiC ）と窒化アルミニウムと窒化チタン（TiN）O 3 化合物について，SiCとTiNについてはそれぞれ 2 種類選び，全部で 5 つの異なる試料条件とした。試料の形状は，17mm x $17 \mathrm{~mm} \times 2 \mathrm{~mm}$ である。

## 3．実験結果

本実験で採用した SiC は，結晶粒径が均一なホットプレス焼結品（HP－SiC）と結晶粒径が不均一 で組成が不均質である反応焼結品（RS－SiC）である。非酸化物である本実験試料は，長時間曝露に よる酸化反応が起こり，特に粒界での酸化物層の形成は試料の特性の劣化に大きく影響する。図 1 （a）及び図 1 （b）は，二次イオン質量分析法（SIMS）によるHP－SiCとRS－SiCの深さ分析結果である。 それぞれの試料の曝露面からの質量数 16 の量の質量数 28 の量に対する比率として表している。

HP－SiC に比べ RS－SIC の酸素量は総じて少なくなっているが，深さ方向への分布から判断した侵入深さはいずれも同等であり，曝露時間が長くなるほど原子状酸素の侵入長は深くなると判断で きた。このような結果は原子状酸素との試料の酸化反応に起因すると考えられる。地上実験とし ての原子状酸素照射試験での表面粗さ変化の結果から判断すると，表面でのエロージョンによる も作用すると考えられる。すなわち，原子状酸素の照射だけでの影響は試料表面が最も大きくな ったが，曝露環境の場合には複合効果として酸化反応の進展で内部まで酸素の侵入が見られたと考えられる。


図 1 SM／SEED 炭化ケイ素試料内の酸素分布（質量数 16 ／質量数 28）としての SIMS 深さ方向分析結果
（1）：未照射材，（2）：原子状酸素照射材（半年間），（3）：SM／SEED 材（315 日間），
（4）：原子状酸素照射材（一年間），（5）：SM／SEED 材（865 日間）

4．研究発表リスト
1）Osamu Odawara and Eiji Miyazaki，＂Space Exposure Tests of Carbide and Nitride Ceramics Carried out on ISS＂，J．Jpn．Soc．Microgravity Appl．18［S］，37， 2001.
2）Eiji Miyazaki and Osamu Odawara，＂Space Exposure Tests of Ceramic Materials on International Space Station＂，2nd Pan－Pacific Basin Workshop Proceedings on Microgravity Science，PaperET－1038， 2001.

3）Osamu Odawara and Eiji Miyazaki，＂Material Exposure Tests on ISS＂，J．Jpn．Soc．Microgravity Appl． 19［S］，19， 2002.
4）Osamu Odawara，Eiji Miyazaki，Masami Imai and Toyohiko Yano，＂Material Exposure Tests for the First One Year on ISS＂，J．Jpn．Soc．Microgravity Appl．，20［S］，43， 2003.
5）Osamu Odawara，Eiji Miyazaki，Masami Imai and Toyohiko Yano，＂Exposure Tests of Carbide and Nitride Ceramics with SM／SEED on ISS＂，Proc．24th Int＇l．Symp．Space Tech．Sci．，765－769， 2004.
6）Osamu Odawara，Eiji Miyazaki，Masami Imai and Toyohiko Yano，＂ISS SM／SEED Exposure Tests of Ceramic Materials＂，J．Jpn．Soc．Microgravity Appl． $21[\mathrm{~S}], 59,2004$.
7）Toshihide Tobitsuka，Masamitsu Imai，Osamu Odawara and Toyohiko Yano，＂Property Change of Non－Oxide Ceramics Exposed in a Space Environment＂，The 3rd Int＇l．Workshop for Advanced Ceramics，74， 2005.
8）Toshihide Tobitsuka，Masamitsu Imai，Osamu Odawara and Toyohiko Yano，＂Property Evaluation of Ceramic Specimens Exposed in a Space Environment for One Year＂，The 6th Japan／China Workshop on Microgravity Sciences，91－92， 2005.
9）Toshihide Tobitsuka，Masamitsu Imai，Toyohiko Yano and Osamu Odawara ，＂Change of the Material Surface Properties during the ISS SM／SEED Materials Exposure Test＂，J．Jpn．Soc． Microgravity Appl．22（4），294， 2005.

# 材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED）による固体潤滑材被膜の摩擦特性変化 

物質•材料研究機構 笠原章 後藤真宏 太田悟志 木村隆 福島整 土佐正弘宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部 井上利彦 宮崎英治 今川吉郎

1．はじめに
宇宙軌道環境では，原子状酸素，紫外線，電子線，放射線，宇宙塵，熱変化等複合因子により摩擦係数の増大や摩耗量の増加の問題が懸念され固体澗滑材料にとって過酷な環境であり，したがっ て，駆動部材料はそのままでは摩擦増大の他に酸化や照射損傷によって一層摩擦が増大する可能性 があるために高性能固体潤滑剂の被覆により長期にわたって円滑な駆動が保証されることが望ま れている。
そこで，TiNをはどめとする 4 種類の異なる摩擦特性を持つ固体潤滑材料をステンレス鋼に被覆 した試料を軌道上に打ち上げ設置しこの軌道上において 1 年ならびに 1 年以上の長期間わたって軌道環境で曝露し地上に回収した後，摩擦特性，表面構造，ならびに組織組成等を分析して軌道用固体潤滑被覆膜の軌道環境曝露の影響について検討し，特に，曝露試料，および地上保管比較試料 とで，摩擦特性，加熱処理による効果，荷重依存性摩擦測定による凝着力，表面形状など基本的特性変化について報告したい。

## 2．方 法

基板には，市販のSUS304 オーステナイト系ステンレス鋼（ $14 \times 14 \times 1 \mathrm{~mm}^{3}$ ）を用い，高周波マグネ トロンスパッタ蒸着装置を用いて単層膜のCu，化合物膜のTiN，MoS2，および，Cu＋BN 混合膜をそ れぞれ被覆した。SUS304 基板，TiN／SUS，MoS2／SUS，Cu／SUS，Cu＋BN／SUS の計5試料を 1 組とし，地上保管用試料 $\mathbf{1}$ 組，軌道懪露試料 3 組さらに，地上対照試料 3 組の総計 7 組， 35 枚の試料を作製した。
国際共同宇宙ステーションのロシアモジュール（SM／MPAC\＆SEED）における宇宙軌道曝露環境は，平均軌道高度約 400 km ，曝露日数 315 日および 865 日，真空度 $10-5 \mathrm{~Pa}$ 台，また，飛行軸に対して直交曝露59\％，平行曝露41\％であった。さらに，地上対照試料3組はそれぞれ原子状酸素，紫外線，電子線照射を軌道空間での照射量の0．5年，および1 年相当量分模擬照射した。

超高真空対応バウレンレーベン型摩擦試験器を用いた摩擦（ $\mu$ ）測定の主な条件として，荷重 0.48 N ，摩擦距離 5 mm ，測定回数 5 回，測定圧子 $1 / 8$ イン于径SUS304 球を用い， N 2 大気圧雰囲気下 および真空中（ $10^{-5} \mathrm{~Pa}$ ）での両測定を行った。また，凝着力変化のための荷重依存性の測定は荷重 $0.98 \mathrm{mN}, ~ 0.19 \mathrm{~N}, ~$ 摩擦距離 5 mm ，測定回数 5 回，測定圧子 $1 / 8$ インチ径サファイア球を用いて N 2 大気圧雾囲気下で測定した。さらに，真空中で加熱することにより被膜の摩擦特性に対する安定性を評価した。

試料表面形状の変化は，表面原子間力顕微鏡を用いて観察し，さらに，表面における化学組成や化学結合状態の変化はX線光電子分光分析器を用いて測定した。

## 3．結 果

図 1 に軌道環境曝露（ 1 年及び 2 年間）試料の摩擦係数（ベースライン破線），ならびに加熱後 の真空中摩擦の時間変化を示す。曝露しないステンレス鋼の測定では粗さによる差異はあるものの

一般に加熱により摩擦係数が増大し（ $\mu: 0.3 \sim 0.4$ ），なかなか減少していかないが（ $10^{6} \mathrm{sec}$ 後 で $\mu: ~ 0.2 \sim 0.3$ ）， 1 年間曝露したステンレス鋼試料では，加熱による摩擦係数の上昇が小さく， また，冷却後低い値に短時間で戻ることが示された。さらに，他の曝露試料についても同様の傾向 が見られ，特に， Cu 試料， TiN 試料， $\mathrm{MoS}_{2}$ 試料，およびCu＋BN混合膜試料についても加熱によ っても真空摩擦の上昇はほとんど観察されなかった。また，2年間曝露した試料では $\mathrm{MoS}_{2}$ 試料以外若干の摩擦増加傾向にあることが示された。
4．研究発表リスト


1）軌道環境曝露による固体潤滑材料の摩擦特性変化，日本真空協会第46回真空に関する連合講演会，東京， 2005 年．
2）Lubricative Coating for Space Orbit，The 4th International Symposium on Electrochemical Processing of tailored Materials（EPTM2005），京都， 2005 年．
3）Effect of Exposure in Orbit on Friction of Lubricative Coating ，The International Astronautical Federation 56th International Astronautical Congress ，福岡，2005年．
4）Effect of orbit environmental condition on friction of surface modified stainless steels，日本トライボロジー学会International Tribology Conference Kobe 2005 ，神戸， 2005 年．
5）Frictional change in lubricant coating by exposure in orbit，International Symposium on Space Technology and Science（24th ISTS），宮崎，2004年。
6）潤滑被膜の軌道環境曝露試験後の表面特性変化，日本マイクログラビティ応用学会第20回学術講演会（JASMAC－20），福井，2004 年。
7）潤滑被覆膜の摩擦に及ぼす軌道環境の影響，日本真空協会第45回真空に関する連合講演会，大阪， 2004年。
8）軌道曝露材の摩擦特性変化，日本トライボロジー学会トライボロジー会議2004，鳥取，2004年．
9）潤滑被膜の軌道環境曝露試験による特性変化，日本真空協会第44回真空に関する連合講演会，東京，2003年．
10）低軌道飛翔体用潤滑被覆，「きぼう」船外実験プラットホーム利用材料曝露実験公開ワークシ ョップ，つくば，2002 年

国際宇宙ステーション ロシアサービスモジュール利用
微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験 第2回中間報告会（2006．2．21）

国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用材料曝露実験（SM／SEED実験）
回収試料評価結果 第二回中間報告会
$-\mathrm{MoS}_{2}$ 焼成膜—

| （株）アイ・エイチ・アイ・エアロスペース | 秋山 正雄 |
| :--- | :--- |
|  | 岸 克宏 |
| 神戸大学 工学部 | 田川 雅人 |
| 宇宙航空研究開発機構 | 松本 康司 |

1．はじめに
今後の宇宙開発•宇宙環境利用では，長期運用／長期有人活動が必須であり，それらのミッションの信頼性を確保するためには，使用する材料の寿命評価，特に低地球軌道特有の宇宙環境下での材料の耐久性を十分に検討することが必要である。 本研究では宇宙用固体潤滑剤として最も多用されている有機バインダー結合二硫化モリブデン焼成膜が長期間低地球軌道環境に曝された場合の影響を明らかに するために，実際に Service Module／Space Environment Exposure Device（ SM／SEED）ミッション で国際宇宙ステーョンのロシアサービスモジュール・ズヴェズダに 2 年間搭載され，宇宙環境に曝露さ れた二硫化モリブデン焼成膜について，その表面解析結果を報告する。

2．供試体
2年曝露供試体を図－ 1 に示す。

3．評価
3． 1 密着性試験結果
地上対照試験供試体では，紫外線•電子線2年分照射供試体の被膜の密着性に関しては実用上問題となるような挙動は認められなかった。

また，実環境においてもフライト2年程度では，被膜の密着性に関し実用上問題となるような挙動は認められな かった。

3．2 摩擦摩耗試験結果
表－ 1 に試験結果を示す。
紫外線照射供試体における摩擦係数 の低減は，ポリイミドの紫外線による硬化に起因すると判断しており，紫外線照射供試体以外は，摩擦係数が，
$0.03 \sim 0.06$ となっている。
軌道上 1 年曝露， 2 年曝露供試体で は，表面の $\mathrm{SiO}_{2}$ による汚染に対しても有機系バインダMoS潤滑膜として十
分機能することが確認できた。


図－1 供試体
表－1 摩擦摩耗試験結果

| Sample | Initlal friction <br> coefficlent | Steady－state <br> friction coefficient |
| :--- | :---: | :---: |
| Control | 0.059 | 0.033 |
| UV－exposed <br> Atomic oxygen－ <br> exposed | 0.039 | 0.018 |
| Flight sample <br> （1 year In orblt） | 0.063 | 0.031 |
| Flight sample <br> （2 years In orbit） | 0.062 | 0.024 |

国際宇宙ステーション ロシアサービスモジュール利用微小粒子捕
獲実験及び材料曝露実験 第2回中間報告会（2006．2．21）
3.3 表面分析結果

表面分析としては，SEMによる表面観察，XPS，EDSによる表面組成分析を実施し た。
SEMによる表面観察では，無負荷供試体 を含め，地上対照試験供試体に対し， 2 年曝露供試体では，表面のMoS2が，図－2の様 に，滑らかになったような状態であった。

一方，1年曝露供試体から懸念されていた Siによる汚染に対しては，XPS，EDS双方に おいて計測されており，表一2に示す様に， 2 年曝露供試体において，そのSiが増加して いることが計測された。

4． 2 年目曝露実験での結論
1 年曝露供試体， 2 年曝露供試体及び， それに対応した地上対照試験供試体による密着性，摩擦摩耗及び表面分析結果より得

（地上；A0照射）

（軌道上；2年曝露）
SEM写真
表—2 EDSによる表面分析結果

| Sample | C | o | s | Mo | Sb | Si |
| :--- | :---: | :---: | :---: | :---: | :---: | :---: |
| Control | 68.2 | 11.8 | 10.9 | 7.2 | 1.9 | 0 |
| Flight sample <br> （1 year in orbit） | 52.9 | 21.7 | 11.3 | 9.8 | 3.7 | 0.5 |
| Flight sample <br> （2 years in orbit） | 29.8 | 36.8 | 16.5 | 10.8 | 4.0 | 2.3 | られた結果を以下に整理する。

（1）地上対照試験供試体及び，フライト品（2 年曝露相当）に対し，密着性，摩擦抵抗，表面分析 を行い， $\mathrm{MOS}_{2}$ 焼成膜への影響を評価し，1年目曝露供試体とほぼ同様な傾向であることを確認 できた。
（2）軌道上曝露 2 年においても，下記現象を確認した。
○摩擦摩耗においては， 1 年曝露に対し， 2 年曝露では，初期摩擦は，変化しない。 （定常摩擦では，やや低下する傾向は継続している。）
○表面に $\mathrm{SiO}_{2}$ の付着が確認され，表面分析に対し，影響を及ぼしている。
（3）1年曝露供試体において， $\mathrm{SiO}_{2}$ による潤滑特性への影響が懸念されたが，2年曝露供試体で は，表面の $\mathrm{SiO}_{2}$ による汚染に対しても有機系バインダMoS2潤滑膜として十分機能することが確認 でき，JEM用に選定した有機系バインダMoS2焼成膜が，JEM10年運用に対し，十分機能性能を維持 できる可能性が高いことが期待できそうである。（最終的な判断は，3年嚗露供試体での結果で総合的に判断する。）

5．研究発表リスト
1）Masahito Tagawa，Koji Matsumoto，Hidetoshi Asada，Kunitaka Ochi，Kumiko Yokota，Masao Akiyama， European Space Mechanism and Tribology Conference：ESMATS－11，＂SURFACE aND TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF THE MoS 2 －BASED LUBRICANTSRETRIEVED FROM REAL LEO SPACE ENVIRONMENT：THE FIRST AND SECOND YEAR RESULTS OBTAINED BY SM／SEED＂
2）Koji MATSUMOTO，Kichiro IMAGAWA，Masahito TAGAWA，Masao AKIYAMA，World Tribology Congress III September 12－16，2005，WTC2005－64029，＂CHANGES IN TRIBOLOGICAL PROPERTIES OF MOS 2 FILM EXPOSED TO LEO ON SM／SEED＂

# 国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験および材料曝露実験（SM／MPAC\＆SEED 実験） JAXA 提案 SEED 試料評価結果 

宇宙航空研究開発機構 総合技術研究本部
部品•材料•機構技術グループ
山県 一郎，宮崎 英治，石澤 淳一郎，島村 宏之，森 一之，鈴木 峰男

1．はじめに
軌道上宇宙環境の把握，宇宙用部品•材料の耐宇宙環境性評価，高性能•長寿命材料の開発，JAXA認定部品•材料の宇宙実証を目的として，国際宇宙ステーション（ISS ：International Space Station） を利用した宇宙実験である，「国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用微小粒子捕獲実験及び材料曝露実験」（SM／MPAC\＆SEED 実験：Service Module／Micro－Particle Capturer and Space Environment Exposure Device）を，2001年8月より開始している。本実験は，同一試料構成の実験装置3式を同時に ISS 外壁で宇宙空間に曝露開始し，約1年間隔で 1 式ずつ地上に回収するというも のである。本材料曝露実験に供している試料は，JAXA のほか，大学，研究機関，メーカから提案を受け， 23 種類の試料が選定されている。
本稿では，JAXAから提案した宇宙用材料について，第 2 式目回収試料（曝露期間約 28 ヶ月）を中心 に報告する。

## 2．実験概要

本実験は，図1に示すハードウェアに表1に示すJAXA提案試料を搭載した。本実験装置は両面に曝露面を有し，ISS 進行方向に正対する面を「RAM面」，その董面を「WAKE 面」と呼んでいる。張力負荷 ポリイミドフィルム（UPILEX－S）を除く 5 試料は，それぞれ 2 枚ずつ，隣接する位置に搭載した。張力負荷ポリイミドフィルムについては，125 $\mu \mathrm{m}$ フィルムを 4 枚重ねたものを 1 組として，引張荷重 $0 N$ ， 4． 12 N および 20.59 N についてそれぞれ 2 組ずつ搭載した。

また，地上対照試験として，紫外線，電子線および原子状酸素を，上記曝露実験と同等の試料に照射した。

曝露実験および地上対照試験後の試料は，基礎評価として外観観察，質量測定，太陽光吸収率およ び垂直赤外放射率の測定を行い，必要に応じて原子間力顕微鏡（AFM）観察やフーリエ変換赤外分光分析（FT－IR）などの詳細分析を行った。また，ポリイミドフィルム（UPILEX－S）およびシリコーン系接着剤については，引張試験を実施した。

## 3．実験結果

3．1．張力負荷ポリイミドフィルム（UPILEX－S）
曝露実験後の外観観察では，4枚重ねの試料のうち，最表層の1枚目だけ著しい変色が見られた。原子間力顕微鏡（AFM）では，表面に細かな凹凸が多数観察された。

質量減少については，地上対照試験結果から原子状酸素の影響が大きいと考えられるが，フライト

品について見ると，1回目，2回目回収試料ともに同程度となっていた。引張強度は，地上対照試験結果では，原子状酸素のみ照射量に伴ら明らかな引張強度の低下が認められた。これは，原子状酸素が フィルム表面を侵食して生じた凹凸が，破断の起点になっている可能性が考えられる。一方，フライ ト品の引張試験結果では，曝露期間による大きな差異は認められなかった。

3．2．耐原子状酸素性向上型ポリイミドフィルム（UPILEX－R）
同種フィルムは，低軌道で原子状酸素による重量減少（侵食）が大きい問題があったが，2回目回収試料からは，ほとんど質量減少が見られなかった。

耐原子状酸素性向上のため表面に付与したポリイミドシロキサン層において，表層に均質な層が形成されていること，また，同層が変性シリカ層であることが，断面観察及び FT－IR によって確認され たことから，期待通りの耐原子上酸素性膜の形成がなされたと判断できる。

一方で，太陽光吸収率の増加が見られたが，地上対照試験との比較から，主に紫外線による影響と判断できる。

3．2．フレキシブル太陽光反射素子（F－0SR）
フライト前後の質量測定結果では，質量が増加する傾向が見られた。28ヶ月間で 0.08 mg 程度増加 していた。太陽光吸収率および垂直赤外放射率はそれぞれ，0．16，0．81 でほぼ一定の結果となった。表面を FT－IR 分析したところ，主に SiOx で覆われたことがわかった。さらに，図 6 に示す断面 TEM画像から，付着物層の厚さは $10 \sim 20 \mathrm{~nm}$ となり， $\mathrm{SiO}_{2}$ の密度を用いて付着物の質量を算出すると，増加質量と概ね一致することがわかった。F－OSR 試料の成分には Si が含まれていないことから，この付着物は Si を含む外来物質によるものと考えられる。

フライト前後の質量測定結果では，質量が増加する傾向が見られた。28ヶ月間で 0.08 mg 程度増加していた。太陽光吸収率および垂直赤外放射率はそれぞれ，0．16，0．81でほぼ一定の結果と なった。表面を FT－IR 分析したところ，主に SiOx で覆われたことがわかった。さらに，図 6 に示す断面TEM画像から，付着物層の厚さは $10 \sim 20 \mathrm{~nm}$ となり， $\mathrm{SiO}_{2}$ の密度を用いて付着物の質量を算出すると，増加質量と概ね一致することがわかった。F－OSR 試料の成分には Si が含まれ ていないことから，この付着物は Si を含む外来物質によるものと考えられる。

## 3．3．白色塗料

白色塗料については，28ヶ月間で 0.35 mg 程度減少しており，質量が減少する傾向が見られた。ま た，太陽光吸収率は増加しており，フライト前からの増加量は 1 式目で $1.8 \%$ ， 2 式目で $16 \%$ となった。一方，垂直赤外放射率は，ほぼ一定の結果であった。

1 式目， 2 式目相当の地上対照試験の結果では，原子状酸素，電子線照射による影響変化が頭打ち になるのに対し，紫外線照射試験では，照射量の増加に従い，徐々に太陽光吸収率も増加していた。 そのため，太陽光吸収率の変化は，紫外線若しくは外部污染の影響と考える。

3．4．シリコーン系接着剤およびポッティング材
フライト前後の外観観察および質量測定では，顕著な変化は見られなかった。シリコーン系接着剤 の引張せん断試験結果では，フライト期間に従って，破断荷重およびせん断強さが若干低下ずる傾向 が見られた。ポッティング材については，外観観察において大きな変化は見られなかったが，電界放

射形走査型電子顕微鏡（FE－SEM）観察では，フライト後試料に亀裂が多数観察された。原子状酸素 の地上対照試験でも類似した組織が観察されていることから，ポッティング材表面の亀裂は原子状酸素の影響が大きいと考えられる。しかしながら，第2回目回収試料にはこのような亀裂は観察されて おらず，今後実施する第3回目回収試料の観察結果を含めて検討する予定である。

4．研究発表リスト
1）F．Imai and K．Imagawa，＂NASDA＇S Space Environment Exposure Experiment on ISS－First Retrieval of SM／MPAC\＆SEED＂，9th International Symposium on Materials in a Space Environment，ESA SP－540，pp．589－594，European Space Agency，Noordwijk，The Netherlands， 2003.

2）井上利彦ら，＂国際宇宙ステーションロシアサービスモジュール利用材料曝露実験（SM／SEED 実験）第1回回収試料の評価解析＂，日本マイクログラビティ応用学会 第 20 回学術講演会（JASMAC－20），福井，2004年．
3）今川吉郎ら，＂NASDA における宇宙用材料に関する研究概要＂，日本金属学会 2003 年春期（第 132回）大会，千葉，2003年．

表1．材料曝露実験（SEED 実験）JAXA 提案試料一覧

|  | 搭載実験試料名 | 主な用途 |
| :---: | :--- | :--- |
| 1 | 張力負荷 ポリイミドフィルム（UPILEX－S） | 宇宙用膜構造物用構造材料 |
| 2 | 耐原子状酸素性向上型ポリイミドフィルム |  |
| 3 | フレキシブル太陽光反射素子（F－OSR） | 宙用熱制御材料（フイルム） |
| 4 | 白色塗料 | 宁宙用熱制御材料（塗料） |
| 5 | シリコーン系 接着剤 | 宇宙用接着剤 |
| 6 | シリコーン系ポッティング剤 | 宇宙用ポッティイング材 |



図 1．JAXA 提案試料搭載位置

宇宙航空研究開発機構特別資料 JAXA－SP－06－021

発 行 日 平成19年3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
（C） 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。
－部


