

真空紫外共鳴散乱法による原子状酸素密度測定の精度向上に関する研究（1）

栗原 純一¹, 林 克郎², 金 秀榮³, 渡部 重十¹, 山本 真行⁴, 岩上 直幹⁵

1. 北海道大学 大学院理学研究院
2. 東京工業大学 応用セラミックス研究所
3. 東京工業大学 大学院総合理工学研究科
4. 高知工科大学 工学部
5. 東京大学 理学部

1. はじめに

原子状酸素（または酸素原子）は高度 200-700 km の地球超高層大気における主成分であり、この高度領域を飛翔する地球低軌道衛星（LEO）や宇宙ステーションに対する大気ドラッグの主役である。また、原子状酸素は化学的活性が強いため、宇宙機の表面材料が劣化する要因としても重要な研究対象である。原子状酸素の密度は太陽活動に伴う時間的変動が大きいことが知られており、太陽フレアに伴う磁気嵐などの突発的現象の際には原子状酸素密度が数時間で数倍以上に増加することがある。長期的には、約 11 年周期の太陽活動の最大期と最小期とを比較すると平均密度が 1 桁以上異なる。このように多様な時間スケールをもつ原子状酸素の密度変動を正確に捉えるためには、高精度・高時間分解能かつ長期間にわたって安定的に観測を行う必要がある。その目的において、真空紫外光を用いた共鳴散乱法は原子状酸素密度の観測に有効と考えられる。

一方、宇宙開発の材料分野では各種宇宙用材料の原子状酸素に対する耐性を測定・評価する研究が盛んに行われているが、地上の実験室では従来用いられてきたレーザーデトネーション法の様にパルス状で間欠的に発生させるか、高周波放電法の様に大量の希ガスと混合させないと原子状酸素を発生できないことが、共鳴散乱法で定量的な測定や較正を行う上で問題となっていた。これに対して、東工大の林克郎准教授のグループが新たに開発したセラミックスを用いた原子状酸素放出源 [Ojima *et al.*, 2012] は、連続的に原子状酸素のみを発生できるという点で大きなメリットがある。さらに、測定誤差の源となる真空紫外光や原子状酸素以外の気体種が発生しないことも重要である。本研究では、この放出源を用いて原子状酸素を発生させ、真空紫外共鳴散乱法を用いても従来と比較して高い精度で較正が行えることを検証し、宇宙空間における原子状酸素密度測定の精度を大幅に向上させることを目的とする。

2. 実験方法と装置

本研究では、高温に加熱したジルコニアセラミックスから原子状酸素が放出される現象を利用し、宇宙空間に相当する高真空の真空容器内で原子状酸素を発生させる。真空容器

内の原子状酸素の密度を、真空紫外光源であるフローランプから発生させる酸素原子共鳴線を用いた共鳴散乱法および吸光法によって測定する。

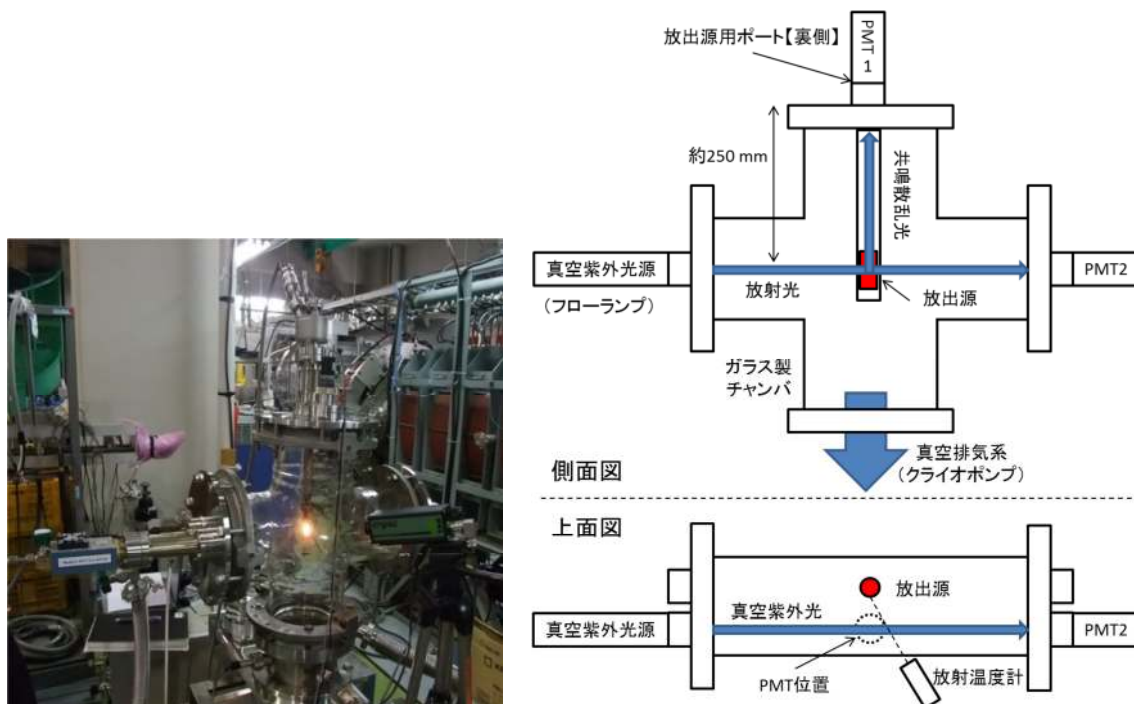


図 1. 実験に用いたガラス製チャンバ（左）および実験装置の模式図（右）

実験には特殊実験棟（D棟）1階のガラス製チャンバを利用した。図1に示したように、このチャンバは十字型をしており、上下左右の4方向にフランジが取り付け可能である。下側のフランジはクライオポンプによる真空排気系に接続されており、 5×10^{-5} Pa 以下の高真空に到達できる。上側と左右両側のフランジには ICF-70 のポートが各2個あり、上側のフランジから原子状酸素放出源を挿入した。

原子状酸素放出源は金属製ロッドの先端部分に、外径 2 mm、内径 1.2 mm、長さ 10 mm の円筒型ジルコニアセラミックスが取り付けられており、円筒内部にはマスフローコントローラにより一定圧力に調整された酸素ガス (O_2) がロッドを通じて供給されている。このジルコニアセラミックスの両端に電圧を印加して 1400-1800 °C に加熱すると、円筒の内側から酸素ガスが取り込まれ、セラミックス中を O_2^+ のイオンとして移動し、ホールを獲得して原子状酸素として円筒外側から離脱する。これまでの研究から、放出される原子状酸素の量は加熱温度と酸素ガス圧力に依存することがわかっている [Ojima et al., 2012]。今回の実験では加熱温度は 1600 °C で一定となるようにガラス製チャンバの外から放射温度計で測定して制御している。また、加熱に伴ってジルコニアセラミックスが白熱して輝く（図1左写真参照）が、この際に真空紫外光が発生することはないため、高周波放電法で原子状酸素を発生させた場合の様に真空紫外光の混入を心配する必要はない。

左側のフランジにはフローランプを用いた真空紫外光源が取付けられている。フローランプは約1%の酸素ガスを混合したヘリウムガスに高周波放電によって真空紫外光を発生させている。フローランプに取付けられたMgF₂製の窓によって真空紫外光のみが放射され、放電ガスがチャンバ内に流入することはない。放射される真空紫外光のスペクトルには原子状酸素の共鳴散乱光(130 nm)が含まれる。真空紫外光の一部は原子状酸素放出源の近傍において原子状酸素による共鳴散乱を受け、その共鳴散乱光が上側フランジに取付けた真空紫外用光電子増倍管(PMT1)によって検出できる。また、共鳴散乱を受けなかった真空紫外光は右側フランジの光電子増倍管(PMT2)によって検出される。

3. 実験結果

図2に放出源へ供給する酸素ガスの圧力に対する、ガラス製チャンバの容器内圧力の変化を示す。放出源への供給圧力を0-10 kPaに変化させた場合に、容器内の圧力がそれに対してほぼ線形に増加していることがわかる。すなわち、原子状酸素の放出量が調整可能であることを示している。なお、容器内の圧力は右側フランジに取付けた電離真空計によって計測しているが、容器内では原子状酸素の容器壁面への吸着・離脱や、再結合による酸素分子・オゾンの生成、さらにそれらの空間的な不均質があるため、容器内圧力から原子状酸素の密度を導出することは困難である。

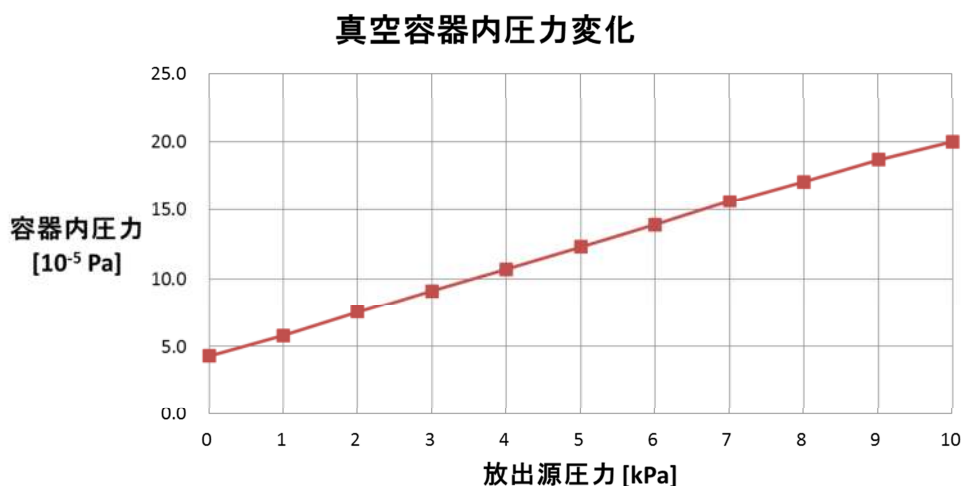


図2. 放出源供給圧力と真空容器内圧力の関係

図3に放出源へ供給する酸素ガスの圧力に対する、光電子増倍管(PMT1)によって検出された共鳴散乱光の強度変化を示す。原子状酸素の放出量に比例して、共鳴散乱光の強度が増えていることが確認できるが、測定された共鳴散乱光強度にはばらつきがある。その一因として、真空紫外光源(フローランプ)の放射光強度が不安定であることがあげられる。フローランプに流す酸素・ヘリウム混合ガスは、別の保存容器で混合した後に流して

いるが、保存容器内の圧力減少に伴って混合ガスの流量が変化するため、放射光強度が一定ではない。これはマスフローコントローラ等の圧力調整器を用いることで改善できると期待される。一方、原子状酸素が放出されていない状態（放出源圧力がゼロの状態）であっても、共鳴散乱光を検出していることは大きな問題である。これは真空紫外光源からの放射光が容器内で散乱した迷光と考えられる。迷光の強度が時間的に一定ならば問題ないが、真空紫外光源の放射光強度に依存して迷光の強度も不安定と推測されるため、迷光は可能な限り除去しなくてはならない。これに対しては真空紫外光源に絞りを設けるなどの対策を講じる必要がある。

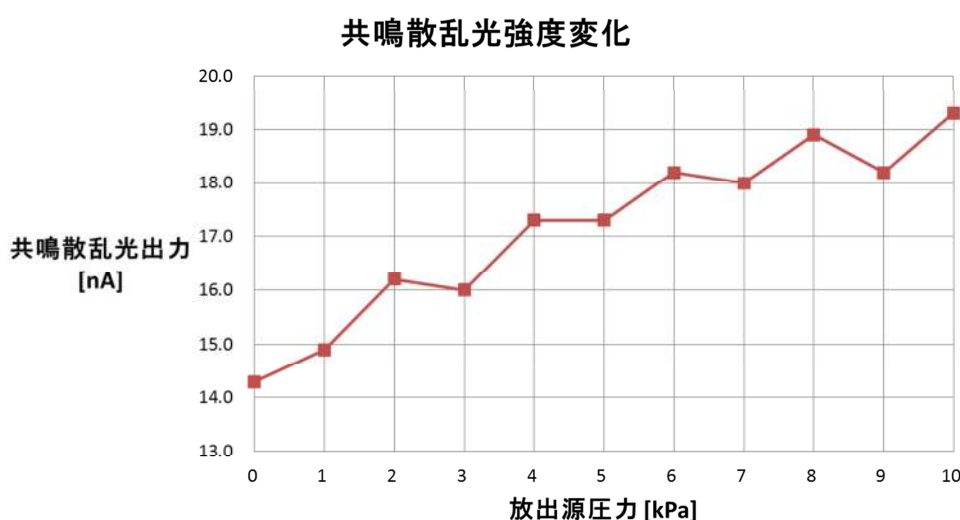


図3. 放出源供給圧力と共鳴散乱光強度の関係

4. まとめ

本研究課題は平成24年度スペースプラズマ共同利用に年度途中から採択された関係で実験準備期間が限られていたが、今回の実験の前提であるジルコニアセラミックスを用いた原子状酸素放出源によって原子状酸素を連続的に発生させることができ、なおかつ放出量が調整可能であることを確認できた。また、発生させた原子状酸素の真空紫外共鳴散乱光を検出できたが、測定精度には向上の余地がある。今後は真空紫外光源の放射光強度の安定化と迷光対策が測定精度向上のための課題となる。

参考文献

Daiki Ojima, Tetsuya Chiba, Kazunari Shima, Hidenori Hiramatsu, Hideo Hosono, and Katsuro Hayashi, Solid-state source of atomic oxygen for low-temperature oxidation processes: Application to pulsed laser deposition of TiO₂:N films, *Rev. Sci. Instrum.* 83, 023903 (2012); doi: 10.1063/1.3683571.