

[21045]

次世代衛星・航空機の高信頼化に資するプロトン照射衛星材料の 帯電物性に関する研究

Study of charge accumulation phenomena on proton irradiated materials for progressing of high reliability of next generation satellite and aircraft

三宅 弘晃^{#,A)}, 榎 海星^{A)}, 田中 康寛^{A)},
Hiroaki Miyake^{#,A)}, Kaisei Enoki^{A)}, Yasuhiro Tanaka^{A)}
^{A)} Tokyo City University

Abstract

It is necessary to evaluate the reliability of insulation materials used for high altitude equipment, such as e-plane, because the deterioration of the materials due to the radio-active rays is concerned. Such deterioration is related to the charge accumulation in the bulk of irradiated materials under DC stress. In this paper, we report the experimental results of space charge distribution in the proton irradiated dielectric material under DC stress and physicochemical analysis to evaluate the modification of molecular structure of proton irradiated materials for identifying the origin of charge accumulation and deterioration of oxidization.

Keyword: radiation, proton, power electronics, insulation materials, space charge, physicochemical analysis

1. はじめに

近年、パワーエレクトロニクス機器の高性能化、高信頼化に向けた研究が盛んに行われている。特に高信頼化に関し、様々な環境下で使用されることから、例えば低気圧環境下における放電の発生、放射線による材料劣化等が懸念される。そこで、本研究では放射線、特に陽子線による絶縁材料の絶縁性能の低下に注目し、パルス静電応力 (pulsed electroacoustic: PEA) 法を用いて、陽子線照射された当該機器に使用される絶縁材料内の空間電荷分布測定を行い、絶縁特性評価を行った。さらに、照射試料において物理化学分析を行うことで、照射試料における分子構造の劣化変化の検討を行った。今回は特に XPS と NMR による分析結果について、以下に報告する。

2. 実験条件

2.1 測定試料及び実験条件

測定試料として厚さ 100 μm の ETFE (Fluon®, AGC Inc.)を用いた。図 1 に ETFE の分子構造を示す。QST 高崎量子応用研究所の 3 MV タンデム加速器を用いて加速エネルギーは 2 MeV、照射電流密度は 30 nA/cm²、で 30 分陽子線を照射した。この条件において試料内の計算飛程は約 51 μm である^[1]。

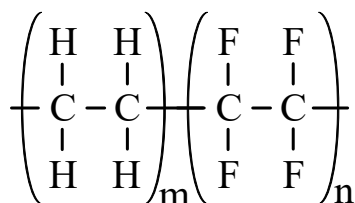


Fig. 1. Molecular chain of ETFE

厚さ約 200 μm の板状に加工した PPS を用いた。陽子線照射は加速エネルギーを 2 MeV、照射電流密度を 0.3、30 nA/cm²、照射時間を 30 分とした。空間電荷分布測定は電界 20 kV/mm に相当する直流電圧を 30 分印加し、5 秒間隔で印加 30 分、短絡 30 分の計 60 分間行った。測定装置には当研究室で開発をしたパルス静電応力法による空間電荷測定装置を用いた^[1]。

(a) XPS による分子構造分析

本学ナノテクノロジー研究推進センターの SURFACE SCIENCE INSTRUMENTS 社製 SSX-100 を用いた。X 線源は回転陽極 Al K α 線(1487 eV)、検出エネルギー範囲は 0~1100 eV、FWHM は 0.58 eV とした。また、本論では照射 1 日後の試料の照射面側の C_{1s}に着目し解析を行った。

(b) NMR による分子構造分析

NMR 測定は JEOL RESONANCE ECA600II を用いて行った。NMR スペクトルは共振 600 MHz、繰り返し待ち時間は 1.5 s、試料回転数は 20 kHz で計測を行った。本測定での測定各種は ¹H であり、3.2 mm MAS プローブを使用した。照射 1 日後の 30 x 30 mm に照射された試料を適切な大きさに切断し計測した。

3. 実験結果

3.1 XPS による分析結果

図 2 に 陽子線照射 1 日後における C_{1s} の計測結果を示す。同図(a)(b)に陽子線未照射試料、陽子線照射試料の結果をそれぞれ示す。ピークの既存は分子構造から C-C、F-C-F、C-F、C-O、-CF₃-の 5 つに焦点を当て、分析を行った。図中黒線は測定波形であり、橙、青、紫、緑、ピンクの線はそれぞれ、C-C、F-C-F、C-F、C-O、-CF₃-を示し、赤線は各成分のピークの和を示している。

[21045]

同図より、未照射 ETFE では、主に 281.9 eV と 286.8 eV の 2 つのピークが観測され、陽子線照射 ETFE では、5 つのピークが観測された。未照射試料の計測結果は ETFE の基本分子構造と一致していることが分かる。照射試料においては、F-C-F のピークが減少し、C-F と C-O のピークが増加していることが分かる。これにより、F-C-F の分子鎖で C-F が切断されていると推察される。C-O ピークについては、本試料が大気保管のため、切断部に酸素が結合し酸化が進んだためと推察される。

試料内部に関しては、酸化は発生していないと考えると、切断された結合はラジカルとして残存もしくは照射された陽子と結合してエチレンを形成している可能性が考えられる。このエチレンの増加については、FT-IR を用いた測定結果により報告されている^[2]。ラジカルが生成されると、自由電子の増加により、試料内導電率の増加が考えられ、帯電状態に影響を及ぼすと考えられる。

3.2 NMR による分析結果

図 3 に陽子線未照射試料及び陽子線照射 1 日後における ^1H における計測スペクトルを示す。同図の縦軸は測定強度を示しており、強度は 2.8 ppm のピークを基準とし、規格化を行っている。同図より、陽子線照射により、6.9 ppm の位置にピークが観測された。さらに既報の ETFE の ^{13}C に関する NMR スペクトル計測結果より、陽子線照射試料と未照射試料で H-C-H のピーク幅が広くなり、F-C-F のピーク強度が低下していることが分かる^[2]。これらの結果より、F-C-F の結合が切断され、照射陽子 H^+ が結合していることが示唆された。この結果は XPS や FT-IR の結果と一致する^[2, 3]。

4. まとめ

今年度の研究成果として、陽子線を照射した ETFE において分子構造の解析を行い、試料内でどのような分解・結合反応が発生しているかを理解した。この結果より、試料内の分子構造における電荷の補足位置について考察を行い、帯電現象の把握を進めることで、陽子線照射環境下で帯電抑制が可能な材料構造の検討を行う。

参考文献

- [1] J. F. Ziegler, J. P. Biersack and U. Littmark, "The stopping and range of ions in solids", Pergamon Press, New York, 1985.
- [2] H. Miyake, V. Griseri, U. Chiba, K. Enoki, Y. Tanaka and G. Teyssedre, "Analysis of charge accumulation phenomena by physicochemical analysis for fluorinated polymer films irradiated by proton", Proc. 15th SCTC, 2018.
- [3] H. Miyake, V. Griseri, T. Mori, Y. Tanaka, G. Teyssedre and C. Laurent, "Physicochemical analysis for fluorinated polymer films irradiated by proton", Proc. IEEE CEIDP, pp. 106-109, 2017.

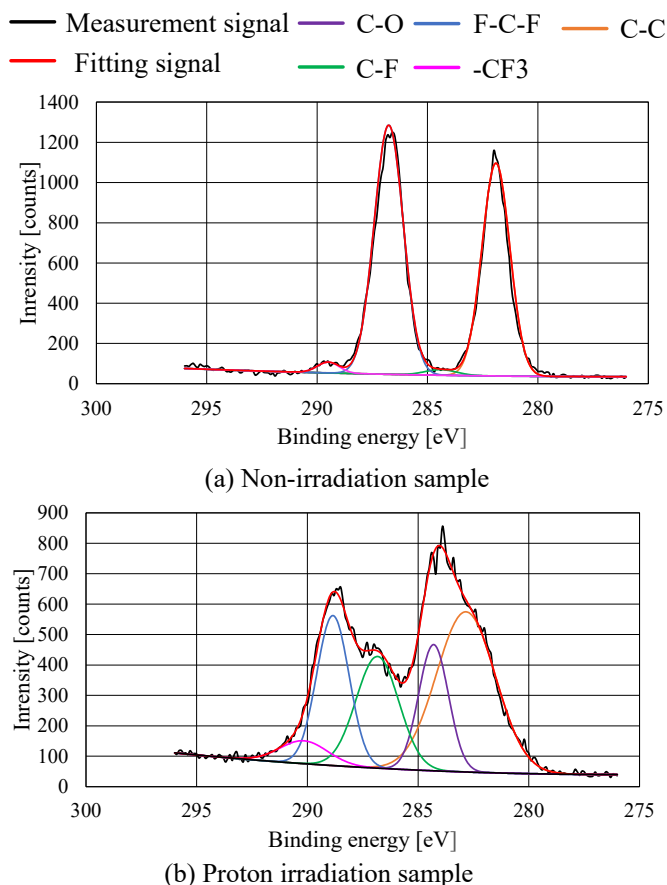


Fig. 2 Measurement results of the molecular binding energy at C_{1s} on ETFE using XPS

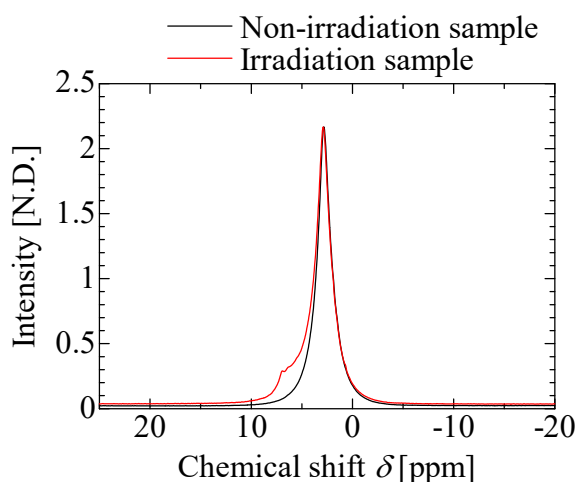


Fig. 3. Measurement results of ^1H on ETFE using NMR