

## 科学研究費助成事業 研究成果報告書

令和 6 年 6 月 28 日現在

機関番号：32678

研究種目：基盤研究(C)（一般）

研究期間：2020～2023

課題番号：20K04926

研究課題名（和文）動的酸化試験による再使用型宇宙往還機熱防御システム（TPS）の開発

研究課題名（英文）Development of Thermal Protection System (TPS) for Reusable Space Vehicles by Dynamic Oxidation Test

研究代表者

桃沢 愛 (Momozawa, Ai)

東京都市大学・理工学部・准教授

研究者番号：70575597

交付決定額（研究期間全体）：（直接経費） 3,300,000円

研究成果の概要（和文）：宇宙往還機の熱防御システム(TPS)開発に用いるアーク加熱風洞の開発と、超高温耐熱セラミックスの作製とその酸化試験を行った。  
アーク加熱風洞の開発では、誘導加熱炉を用いて表面窒化を行ったZrカソードを用いて酸素を含む気流での30分以上の作動に成功した。  
TPS開発では、アーク加熱風洞によるSiCの動的酸化試験を行い、再突入環境下でTPSとして使える範囲を確定させた。ZrB<sub>2</sub>-SiCについては、放電プラズマ焼結法を用いた最適な焼結条件を見出した。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究の目的は、地球への再突入時や大気のある惑星・衛星への着陸時にロケット本体を保護するために必要な耐熱タイルの開発と、再突入時の模擬酸化実験装置の開発である。  
本研究の成果は、空気を主流動体とする超音速気流を実験室レベルで長時間運転することが可能にしたことから、信頼性の高い耐熱タイルの開発を加速するものである。また、アークジェットのエレクトロードは耐酸化性に優れているため、アークジェット推進剤の選択肢が大きく広がり、宇宙開発や人工衛星のエンジン開発にも大いに役立つ。

研究成果の概要（英文）：Development of an arc-heated wind tunnel for use in the development of a thermal protection system (TPS) for a space plane, and fabrication of ultra-high temperature heat-resistant ceramics and their oxidation tests were conducted.

In the development of the arc-heated wind tunnel, Zr cathode with surface nitriding using an induction furnace was successfully operated in an oxygen-containing air stream for more than 30 minutes.

In the development of TPS, dynamic oxidation tests of SiC using an arc-heated wind tunnel were conducted to establish the range where it can be used as TPS in a re-entry environment; for ZrB<sub>2</sub>-SiC, optimal sintering conditions were found using the discharge plasma sintering method.

研究分野：航空宇宙工学、セラミックス材料工学

キーワード：熱防御システム アーク加熱風洞 窒化ジルコニウム カソード SiC ZrB<sub>2</sub> 耐酸化性

## 様式 C - 19、F - 19 - 1 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

スペースシャトルなどの宇宙往還機が大気圏再突入する際、その速度は約 8 km/s 以上に達し、機体は厳しい空力加熱にさらされ、機体先端部は 1600°C 以上の高温まで加熱される。同時に、大気圏高層 (高度 200~600 km) では反応性ガスである酸素や窒素は解離し、表面材料に影響を及ぼす。これらの厳しい環境から機体を守るために、熱防御システム (TPS: Thermal Protection System) の開発が必要である。現在は SiC や SiC と他のセラミックスを複合させた超高温耐熱セラミックス (UHTC: Ultra High Temperature Ceramics) が、再使用型宇宙往還機用 TPS の候補として研究が行われている。

SiC は耐熱衝撃抵抗や耐酸化性に優れることから、宇宙往還機の TPS 材料としてスペースシャトルなどの耐熱タイルに使用されている。SiC の耐酸化性は、保護性の SiO<sub>2</sub> 酸化皮膜が表面に形成されることによる。TPS 材料として利用するためには材料の表面上に酸化保護被膜となる SiO<sub>2</sub> が生成される Passive 酸化条件下で使用することが必要であり、Active 酸化から Passive 酸化へ遷移する条件 (A/P 遷移境界) を見極めることは不可欠である。さらに、TPS の実用化には大気圏突入を想定した高速気流下での酸化実験 (動的酸化) によって求められた A/P 遷移境界の確定が必須である。

これまで動的酸化実験装置として、コンストリクタ型アーク加熱風洞の開発を行ってきた。コンストリクタ型アーク加熱風洞は、構造が単純なため、実験室レベルの実験、かつ長期の使用に適する。しかし、酸素を含むガスを作動流体として流した場合、電極に損耗がおり、それによって十分な作動時間が確保できなかったり、気流汚染が起こったりすることが欠点である。

この問題を解決すべく、我々は各電極に耐酸化性被膜を施すことで損耗を減らす試みを行った。本研究でも取り組む陰極の損耗については、陰極をタングステンから高融点の窒化物、酸化物を生成するジルコニウム (Zr) に替え、Microwave plasma generator (MPG) を用いてその表面を酸化または窒化して、導電性のセラミックスへと改質させることで陰極の電気伝導性を保ちつつ、耐酸化性を持たせることに成功した。しかし、作動ガスとして主に Ar が使用され、酸素流量は非常に少なく、作動時間は最大でも 10 分程度しかなかった。この装置を用いて、より実際の再突入環境に近づけるためには、酸素流量を増やす必要がある。その実現のためにカソードのさらなる改良が必要である。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、他に殆ど実績のない動的酸化試験によって再使用型宇宙往還機の TPS の開発を行うことである。より高速な再突入ミッションの実現に向け、アーク加熱プラズマ風洞の作動ガスの酸素濃度を高め、安定運転時間を延長することを目的として、Zr カソードのさらなる改良を行い、ZrN コートカソードの作製方法の検討を行う。また、開発したアーク加熱風洞を用いて UHTC の動的酸化実験を行い、TPS の A/P 遷移境界を確定させることで使用可能温度 T<sub>max</sub> を求め、高速流下で起こる酸化のメカニズムを解明する。

### 3. 研究の方法

コンストリクタ型アーク加熱風洞の作動原理は図 1 (a) の通りである。電極について、カソードは、表面を窒化処理した直径 6mm のジルコニウム (Zr) 製カソードスパイクを、銅製ソケットにねじ込んで使用した。アノードは、本研究では純銅アノードを用いた。

ジルコニウムカソード表面の窒化処理には、高周波誘導加熱炉を使用した。その表面を加工して導電性セラミックスへと改質させることで陰極の電気伝導性を保ちつつ、耐酸化性を持たせるために、窒素を封入した石英管の中にジルコニウムを入れ、窒化温度を 1200°C から 1600°C まで変化させた。加熱時間は 1 h に固定した。

試料の相を同定するために、X 線回折 (XRD) 分析を用いた。微細構造分析は、走査型電子顕微鏡および電界放出型走査電子顕微鏡を用いて行った。

また、TPS に用いるサンプルは、放電プラズマ装置 (SPS) を用いて焼結を行った。TPS 材料の酸化実験 (図 1 (b)) について、アーク加熱風洞を用いて SiC の動的酸化を行った。最大電力 1.8 kW、比エンタルピー 3.0 MJ/kg、作動時間 1800 s 程度に設定した。作動ガスは Ar と O<sub>2</sub> を用い、予め混合することで高密度の原子状酸素を含む高エンタルピー流を生成した。試験片表面温度は、半導体レーザーの照射によってアーク加熱不足分を上昇させ、1200~2200°C の温度域になるよう調整した。

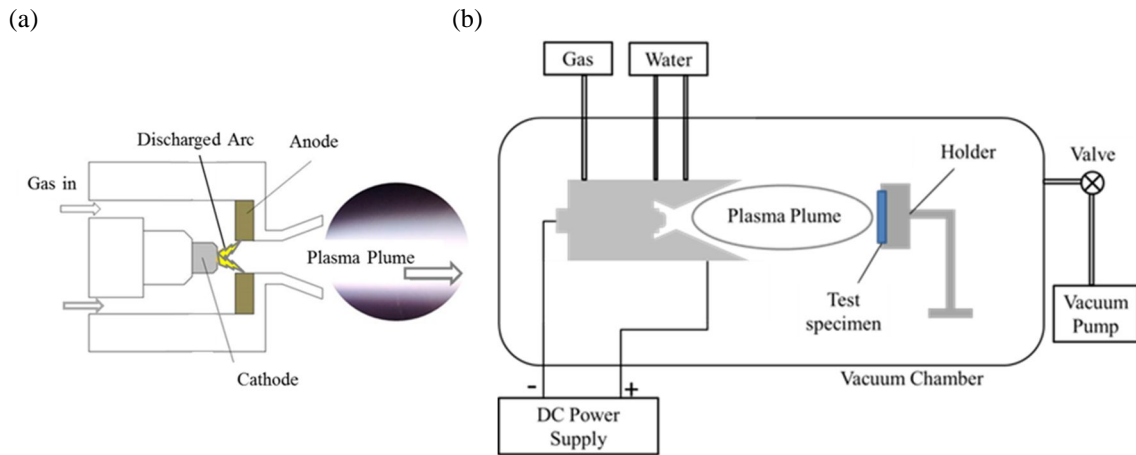


図1 (a) コンストリクタ型アーク加熱風洞の作動原理 (b) TPS の動的酸化実験模式図

#### 4. 研究成果

##### (1) カソードの表面窒化

図2 に窒化処理後のカソードを示す。過去の実験では、MPG で窒化した試料の表面が黒くなっていたのに対し、今回の実験では、すべての実験条件でカソードの表面が黄金色に変化した。試料の表面をよく観察すると、スパイクの先端は 1200°C で鮮やかな黄金色になり、スパイクの根元は茶色っぽくなっていた。1300°C 以上では、カソード全体が美しい黄金色を呈していたが、1600°C では赤褐色に変化した。

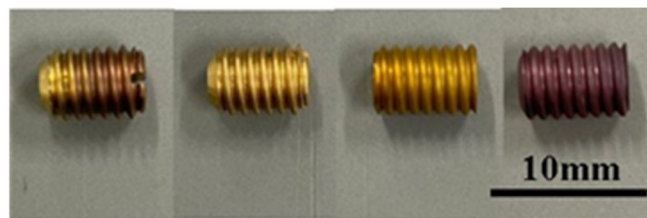


図2 各温度での窒化後のジルコニウムカソード：1200、1300、1450、1600°C (左から右へ)

##### (2) アーク加熱風洞作動実験

本研究では実際の再突入雰囲気成分に合わせるため、空気をメインの作動ガスとして用いて、アルゴンは安定作動の補助および電極損耗のために少量使用した。電圧は 20 ~ 40 V で、電極間の距離、作動ガスの種類、風洞内のガス圧、アーク放電のポイントによって変化した。

1200°C で窒化したカソードを使用した場合、従来よりも大幅に長い 30 分以上の安定した運転が可能となり、アーク加熱風洞作動後の電極にはどちらもアークスポットの痕が 1 つだけ観察され(図3)。このことは、作動中のプラズマの流れが非常に安定していたことを説明している。アノード、カソードともに損失は 1 mg オーダーと非常にわずかだった。図4に、作動状態の写真を示す

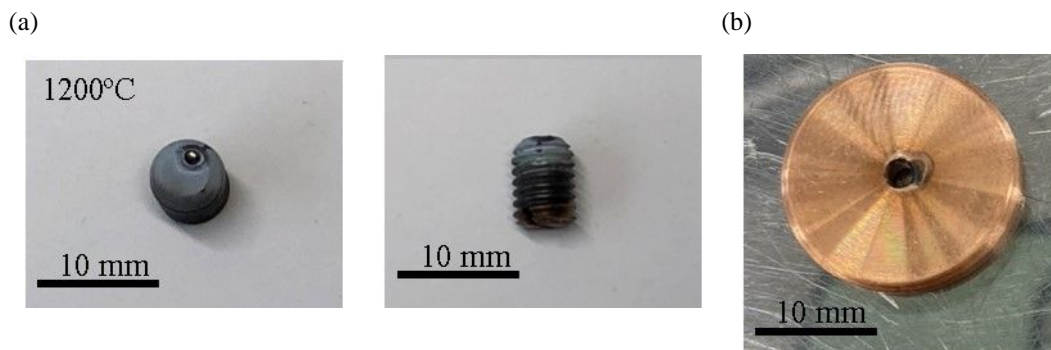


図3 1200°C で窒化した Zr カソード使用後の電極写真

(a) カソード (b) アノード

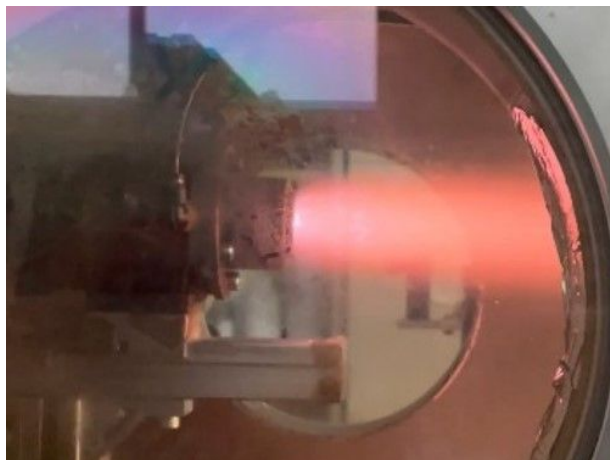


図4 1200°Cで1時間窒化した Zr カソードを用いて作動させたアーク加熱風洞

(3) SiC の動的酸化実験

再突入状態を模擬するため、アーク加熱プラズマ風洞を開発した。SiC の動的酸化を初めて試みた。SiC の Active/Passive 遷移の境界は、酸素分圧 100-1000 Pa 領域で 1700-1800 K であることが示唆された(図5)。動的酸化の場合の遷移境界は、静的酸化と比較して、より高い酸素分圧、より低い温度にシフトした。得られた A/P 遷移境界は、実際の再突入条件に近いと考えられ、再突入条件を模擬した高解離・微電離酸素ガス流の状態での酸化が起こる。SiC の試料表面は、酸化中に高速の原子状酸素(O)流に晒された。

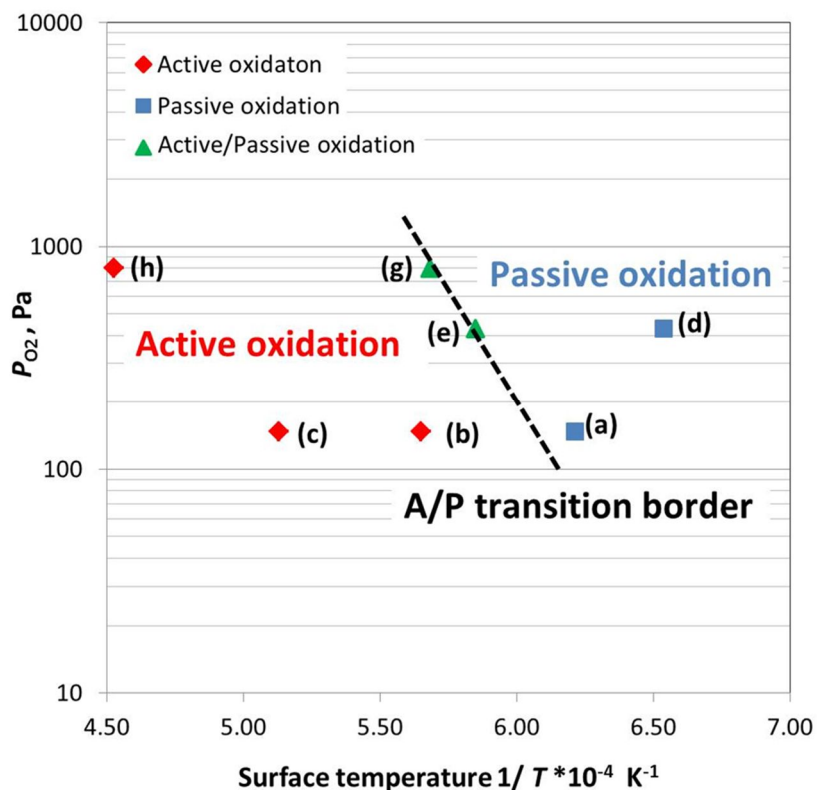


図5 酸素分圧の違いによる SiC 酸化の Active/Passive 遷移

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計2件（うち査読付論文 0件／うち国際共著 0件／うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Iizuka Shogo, Momozawa Ai, Miyazaki Shogo, Ikeda Tomoyuki, Naito Yuki, Morishita Honoka, Kobayashi Ryota, Maruyama Satofumi, Komurasaki Kimiya	4. 巻 218
2. 論文標題 Surface nirtiding process of zirconium cathode for arc-heated plasma wind tunnel	5. 発行年 2023年
3. 雑誌名 Vacuum	6. 最初と最後の頁 112539 ~ 112539
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.vacuum.2023.112539	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

1. 著者名 Momozawa Ai, Yokote Norihiro, Terutsuki Daigo, Komurasaki Kimiya	4. 巻 185
2. 論文標題 Dynamic oxidation of SiC with arc-heated plasma wind tunnel and laser heating	5. 発行年 2021年
3. 雑誌名 Vacuum	6. 最初と最後の頁 109899 ~ 109899
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） 10.1016/j.vacuum.2020.109899	査読の有無 無
オープンアクセス オープンアクセスではない、又はオープンアクセスが困難	国際共著 -

〔学会発表〕 計3件（うち招待講演 0件／うち国際学会 3件）

1. 発表者名 Shogo IIZUKA, Ai MOMOZAWA, Tomoyuki IKEDA, Kimiya KOMURASAKI
2. 発表標題 Surface Nirtiding of Zr Cathode Using Induction Heating Furnace
3. 学会等名 The 30th Annual meeting of IAPS（国際学会）
4. 発表年 2023年

1. 発表者名 K. Anazawa, A. Momozawa, S. Iizuka, T. Ikeda, D. Terutsuki, K. Komurasaki
2. 発表標題 Erosion Reduction of Electrodes of Arc Heater Wind Tunnel for Atmospheric re-entry environment simulation
3. 学会等名 Annual meeting of IAPS（国際学会）
4. 発表年 2022年

1. 発表者名 Ai Momozawa
2. 発表標題 Dynamic oxidation of SiC with arc-heated plasma wind tunnel and laser heating
3. 学会等名 Annual meeting of IAPS (国際学会)
4. 発表年 2021年

〔図書〕 計0件

〔産業財産権〕

〔その他〕

-

6. 研究組織

氏名 (ローマ字氏名) (研究者番号)	所属研究機関・部局・職 (機関番号)	備考
---------------------------	-----------------------	----

7. 科研費を使用して開催した国際研究集会

〔国際研究集会〕 計0件

8. 本研究に関連して実施した国際共同研究の実施状況

共同研究相手国	相手方研究機関
---------	---------