

令和 2 年 6 月 29 日現在

機関番号：32678

研究種目：基盤研究(C) (一般)

研究期間：2016～2019

課題番号：16K06892

研究課題名(和文) 小型アーク加熱風洞を用いた再使用型宇宙往還機熱防御システムの動的酸化試験

研究課題名(英文) Dynamic oxidation of TPS materials for reusable space vehicles using arc-heated wind tunnel

研究代表者

桃沢 愛 (MOMOZAWA, Ai)

東京都市大学・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) 3,700,000円

研究成果の概要(和文)：宇宙往還機の熱防御システム開発に必要な酸化実験装置としてのコンストリクタ型アーク加熱風洞の開発を行った。クリーンなプラズマ流を目指して、陽極についてはコールドスプレー法を用いて銅表面上に銅-クロム合金のコーティングを試みた。陰極についてはイオンプレーティング法を用いてジルコニウム陰極にコーティングを行い、またレーザーを直接運転前の陰極に照射することで電極表面を加熱することで損耗を抑制した。アーク加熱風洞と同様に動的酸化実験可能なレーザープラズマ風洞を用いて、炭化ケイ素とホウ化物を混合した耐熱タイルの酸化実験を行った。

研究成果の学術的意義や社会的意義

本研究成果によって、実験室レベルで宇宙往還機の耐熱タイルの再突入による酸化の模擬が可能となる。それに伴い熱防御システムの開発が進み、大気圏再突入ミッションの発展に大きく貢献することが予想される。それに伴い、宇宙空間を利用した長距離極超音速旅客機の実現性も高まる。また、本研究で開発した装置により大気圏再突入環境模擬のみならず、火星などCO<sub>2</sub>を大気として持つ惑星ミッションに応用可能である。

研究成果の概要(英文)：In order to investigate the oxidation behaviors of Thermal Protection System (TPS) for space planes, the development of the arc-heated wind tunnel was conducted. ZrN, TiN, TiCN coatings were applied on the Zr cathode using ion plating method and Cu-Cr alloy was coated on the Cu anode expecting for reducing of the electrodes erosion. Pre-heating of the cathode with laser was also effective for preventing the erosion. Dynamic oxidation of the TPS were conducted using laser driven plasma wind tunnel.

研究分野：航空宇宙工学，材料工学

キーワード：アーク加熱風洞 再突入環境 熱防御システム 動的酸化

## 様式 C - 19、F - 19 - 1、Z - 19 (共通)

### 1. 研究開始当初の背景

スペースシャトルに代表される大気圏再突入を伴うミッションでは、秒速約 8 km の高速度で大気圏に再突入するため、機体前面の衝撃波による圧力と温度上昇で生じる対流や輻射によって厳しい空力加熱にさらされ、機体先端部は 1900K 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）ではオゾンや酸素が太陽赤外線によって乖離した原子状酸素が主成分となっているため、機体は非常に強い酸化環境に曝される。これらの厳しい環境から機体や再突入力パセル等を保護するのが、熱防御システム(TPS)である。現在 SiC や  $ZrB_2$ -SiC を代表とする超高温耐熱セラミックス(UHTC:Ultra High Temperature Ceramics)は、その優れた耐酸化性から再使用型宇宙往還機用 TPS の候補として研究が盛んに行われている。SiC は Active 酸化、Passive 酸化の 2 種類の酸化挙動を持ち、TPS 材料として利用するためには酸化保護被膜となる  $SiO_2$  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。これまで様々な研究者によって A/P 遷移境界についての研究が行われてきたが、大半は気流のない環境下での酸化(静的酸化)実験であるため、対流や拡散の影響のため、結果にばらつきが生じてしまうことが問題となっている。また、動的酸化に特徴的な超音速気流の影響も無視できない。それゆえ、TPS の実用化には、大気圏突入を想定した酸化(動的酸化)実験が必要である。

再突入環境を模擬する装置として、アーク加熱風洞がある。アーク加熱風洞とは、ガスを電気アークの間に通すことにより加熱するアーク放電現象を利用したアークジェットを地上利用のために応用したものである。日本にも JAXA 調布センター等に装置があるが、大規模であり、作動やメンテナンスに時間的・人的コストがかかるため TPS 開発の実験は殆ど実施出来ていない。そんな中、コンストリクタ型アーク加熱風洞は小規模構造、長時間作動、メンテナンスの容易さ、小電力での安定作動が可能であることから、低コストで実験室レベルでの動的酸化実験が期待できる。しかし、再突入環境の再現には電極の損耗による作動時間の短縮や気流の汚染や、気流状態により試料表面温度が支配されるため、再突入環境の再現には非常に大きな電力が必要、といった問題がある。

### 2. 研究の目的

本研究の目的は、宇宙往還機の熱防御システム (TPS) 開発に用いる、小型コンストリクタ型アーク加熱風洞の開発を行い、超高温耐熱セラミックス(UHTC)の動的酸化試験をすることである。

コンストリクタ型アーク加熱風洞については、電極部分を耐酸化性のあるものに替え、酸素を作動流体としても汚染のないプラズマ流の実現を目指す。UHTC の開発については、SiC およびその複合セラミックスについての動的酸化を行い、その酸化挙動について観察する。

### 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。用いる電極材料は、陰極にジルコニウム (Zr) を用い、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、耐酸化性を持たせた。本研究では、マイクロ波放電管により作製した  $ZrN$  コーティングカソードの他に、新たにイオンプレーティング法により  $TiN$  及び  $TiCN$  コーティング陰極の作成を行い、両陰極の損耗を比較した。イオンプレーティング法はコーティング回数を変えることでコーティング厚さを変化させた。陽極は純銅 (Cu) を用いて、表面に銅とクロム(Cr)を混合した粉末を表面にコーティングする。コールドスプレー方式について試した。

TPS 材料の酸化実験 (図 1 (b)) について、SiC の他に  $ZrB_2$ -SiC および  $ZrB_2$ -SiC-ZrC を用いた。TPS に用いるサンプルは、放電プラズマ装置を用いて焼結を行った。

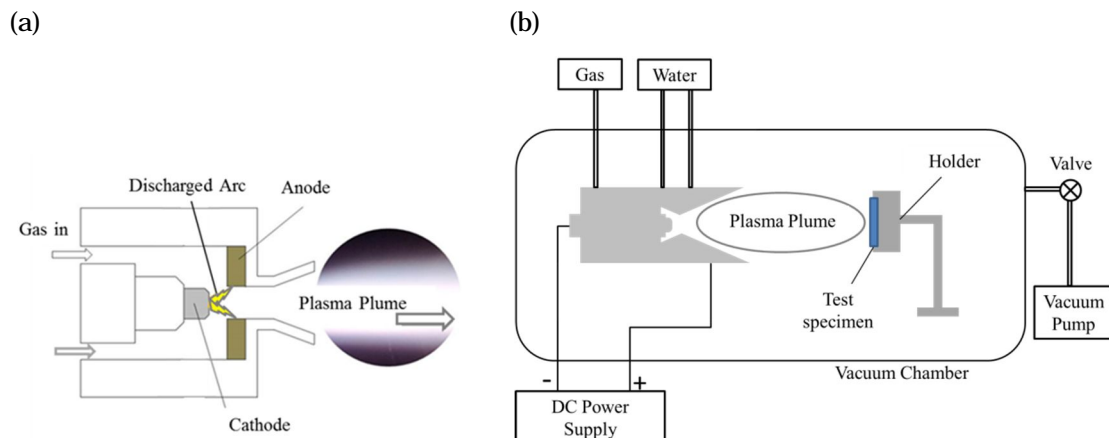


図 1 (a) コンストリクタ型アーク加熱風洞の作動原理 (b) TPS の動的酸化実験模式図

アーク点火時において極めて破壊的なコールドカソード放電が発生し、点火直後に被膜が剥離し母相が露出してしまふ恐れがあるため、定常作動前からカソードを予熱することで損耗抑制を試みた。

TPS の動的酸化実験については、最大電力 1.8kW、比エンタルピー3.0 MJ/kg、作動時間 1800s 程度に設定する。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する。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。

#### 4. 研究成果

(1) マイクロ波放電管によって作製された ZrN 被膜は、厚みが約 10 μm と限られることから、膜厚を変えられるイオンプレATING法を用いて、膜厚と損耗量の関係の評価を行った。ZrN コーティングは不可能であったことから、Ti を用いた TiN 及び TiCN コーティングを行った。一度の被膜形成処理では TiN の場合 3-4 μm、TiCN は 2.5-3.5 μm の被膜が形成された。被膜処理を複数回行うことにより被膜厚さを大きくすることが可能であり、本研究では TiN、TiCN の両コーティングにおいて 1, 2, 3 回行ったものを実験に用いた。

その結果、TiN の 3 層コーティングが最も損耗量が少なく、TiCN の 3 層コーティングでは損耗量が突出して大きかった。ZrN コーティングは TiN の 3 層コーティングについて少ない損耗量を示した (図 2)。いずれのカソードも Zr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層を形成し、Zr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 層は予め成膜していた ZrN、TiN、TiCN コーティングの 5 倍以上の厚みを持っていた。

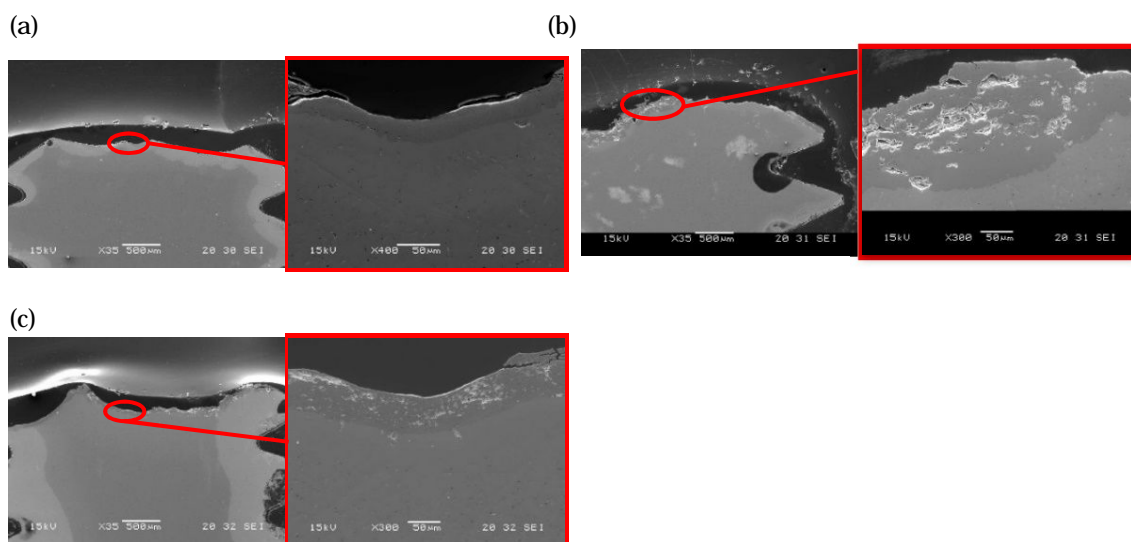


図 2 電極酸化損耗試験後のカソード、切断面拡大図(a) ZrN (b) 3 層 TiN (c) 3 層 TiCN

(2) コールドスプレー法によってコーティングされた陽極は、コーティングなしの場合と比べて、Cu-80wt%Cr コーティングを施したアノードの方で多い損耗量を示した。しかし、SEM による観察では、コーティングをした場合の方が、損耗抑制に効果があることが示唆された (図 3)。この結果の差異は、作動時間の違いの他に陽極表面へのコーティングの密着性が悪かった可能性が考えられる。

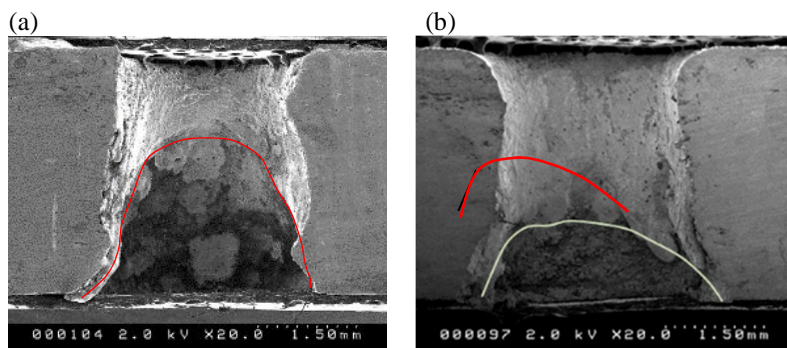


図 3 純銅アノード (a) および Cu-80wt%Cr コーティングアノード (b) の切断面 SEM 画像

(3) アーク加熱風洞の電極の損耗抑制方法について、その損耗メカニズムに注目して特に点火時のコールドカソード損耗を抑制する方法の検討を行った。本研究ではレーザーを直接運転前の陰極に照射することで電極表面を加熱した。この手法は、レーザーパワーを変えることで表面温度の制御が可能、レーザーパワーを上げればヒーター以上の表面温度を達成でき、理論的には定常作動時の温度まで引き上げることも可能。陰極側に特殊な加工等が不要といったメリットが挙げられる。

レーザーによるカソード予加熱によりコールドカソード損耗がレーザーを用いない場合の 1/3 程度に抑えられた。更にレーザー予加熱をした場合、従来のアークで発生していた点火ミス、即ち絶縁破壊が起きず、激しい火花の発生とそれによる多大な損耗、異常放電などが見られなくなった。これに加え、レーザー無しではコールドカソード損耗の値が、標準誤差が  $\pm 0.3$  mg と幅広く分布しているのに対し、レーザーを用いた場合は  $\pm 0.03$  mg とほぼ値は非常に近い値を取っていた。これらの事実から、レーザー予加熱によりコールドカソード損耗が減少しただけではなく、点火に安定性を得たと言える。しかし、レーザー出力を 50 W から 100 W へと倍にし、表面温度を 400 K 程度上昇させた際の影響は表面状態共に見られなかった。また、レーザー無しでも従来のアークに比べコールドカソードは 1/10 まで減っており、これには原因として電極形状の違い、レーザー用の横穴による放電室形状の変化とそれに伴う気流・電界の変化が考えられる。この点については更なる検討が必要である。

(4) 放電プラズマ加工による TPS 加熱試料の作製条件の最適化について 50 MPa で加圧し、1800 - 1850°C で 15 分程度焼結することによって相対密度が SiC においては 95 % 程度、SiC と複合化した ZrB<sub>2</sub>-SiC では 99 % まで至ることが明らかになった。

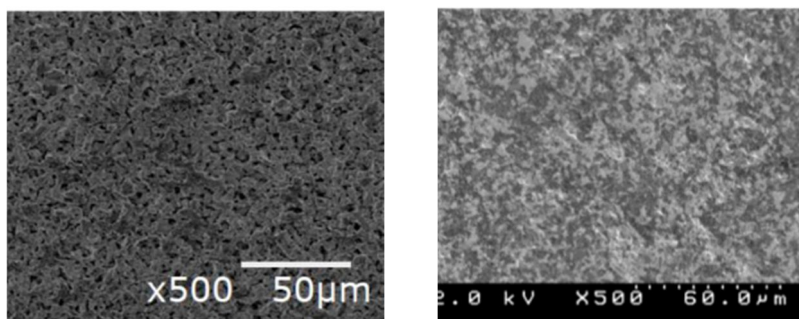


図 4 SiC 及び ZrB<sub>2</sub>-SiC の放電プラズマ焼結後の SEM 画像

(5) TPS 材料の動的酸化についての研究についてはアーク加熱風洞の研究に代わり、レーザー駆動風洞（図 5）を用いて行った。レーザー吸収分光によってレーザー駆動風洞のアルゴン酸素流の気流診断を行い、直径 10 mm のサンプルに対しては十分なエンタルピーを供給できることが分かった。また、様々な酸素分圧下で実験を行うために、LSP の維持条件をについて新たに研究を行った。レーザー維持プラズマ（LSP）の維持条件を明らかにすることを目的としてレーザー駆動風洞を用いて供給する作動ガスの総流量は 9.0 slm に保ち、酸素の割合を変更した場合と総流量を変更した場合の LSP 維持の評価実験を行った。その結果、図 6 の通り作動ガスの総流量を変更した場合は、O<sub>2</sub> の割合 4.5% と 10.0 % のとき 1300 W まで LSP を維持することが出来たが、1200 W で消滅した。

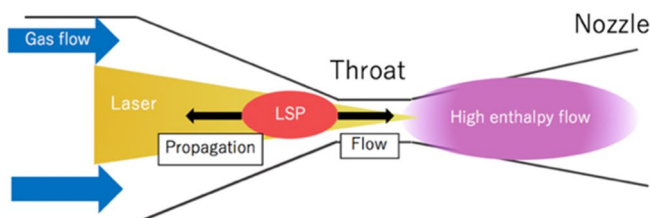


図 5 レーザー駆動風洞の概念図

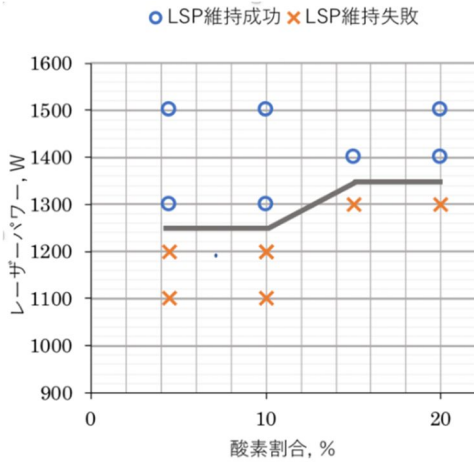


図 6 酸素の割合を変化させた場合の LSP 維持実験結果

また  $O_2$  の割合 15.6 % と 20.0 % は 1400 W まで LSP を維持することが出来たが、1300 W で消滅した。それぞれ 100 W 刻みでの測定であるため、LSP 維持成功と失敗の境界は明確に評価できなかったものの  $O_2$  の割合が小さい方がレーザーパワーの出力が小さくても LSP が維持することがわかった。

(6) 酸素混合率 20 % の条件で  $ZrB_2$ -SiC 系セラミックの耐熱耐酸化試験を行った。半導体レーザーで TPS 材料の表面温度を変化させて試験したところ、SiC 系セラミックと比べると、Passive 酸化領域は大きく広がり、再使用型 TPS 材料として有望な材料であるということが明らかになった。今後、酸素分圧を高めて作動させることで、より広い範囲で A/P 酸化試験を行うことが期待される結果となった。

また、 $ZrB_2$ -SiC の耐酸化性改善のために ZrC を加えた 3 元系の場合において、表面温度は  $1730^{\circ}C$  で 5 分間の動的酸化実験の結果、 $ZrB_2$ -25%SiC-12%ZrC と  $ZrB_2$ -20%SiC-40% ZrC をサンプルでは、 $ZrB_2$ -20%SiC-40%ZrC の方が耐酸化性において優れた性質を持つことが示唆された。こちらについては今後も継続して実験を行う必要がある。

## 5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕 計5件（うち査読付論文 1件/うち国際共著 2件/うちオープンアクセス 0件）

1. 著者名 Daniel A. Galla, Georg Herdrich, Kimiya Komurasaki, Bartomeu Massuti-Ballester, Ai Momozawa, Adam S. Pagan, Ryota Soga	4. 巻 4
2. 論文標題 Investigation of Passive to Active Oxidation Transition on Ultra High Temperature Ceramics	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Proceedings of the International Astronautical Congress	6. 最初と最後の頁 1-9
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	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 該当する
1. 著者名 Ai Momozawa, Daniel Galla, Seiya Tanaka, Daigo Terutsuki, Kimiya Komurasaki	4. 巻 28
2. 論文標題 Preliminary experiments on ZrB <sub>2</sub> -SiC Oxidation with Laser Driven Plasma Wind Tunnel	5. 発行年 2019年
3. 雑誌名 Plasma Application and Hybrid Functionally Materials	6. 最初と最後の頁 39-40
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	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 該当する
1. 著者名 桃沢 愛	4. 巻 94
2. 論文標題 電気推進ロケットエンジン技術の他分野への応用	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 プラズマ・核融合学会誌	6. 最初と最後の頁 81-84
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	査読の有無 有
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 A Momozawa, J Tran, S Sano, D Terutsuki, K Komurasaki	4. 巻 27
2. 論文標題 Investigation of Electrode Coating of an Arc Heated Wind Tunnel Operating with Air	5. 発行年 2018年
3. 雑誌名 Plasma Application and Hybrid Functionally Materials	6. 最初と最後の頁 35,36
掲載論文のDOI（デジタルオブジェクト識別子） なし	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 Ai MOMOZAWA, Soichiro Sano, Daigo Terutsuki, Kimiya KOMURASAKI	4. 巻 26
2. 論文標題 Reduction of Cathode Erosion of Arc Heater Wind Tunnel by Use of Ion Plating	5. 発行年 2017年
3. 雑誌名 Plasma Application and Hybrid Functionally Materials	6. 最初と最後の頁 33,34
掲載論文のDOI (デジタルオブジェクト識別子) なし	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7件 (うち招待講演 0件 / うち国際学会 3件)

1. 発表者名 Daniel Galla, Bartomeu Massuti-Ballester, Georg Herdrich, Kimiya Komurasaki, Ryota Soga, Ai Momozawa
2. 発表標題 Investigation of Passive to Active Oxidation Transition on Ultra High Temperature Ceramics
3. 学会等名 68th International Astronautical Congress (IAC 2018) (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 Ai Momozawa, Daniel Galla, Seiya Tanaka, Daigo Terutsuki, Kimiya Komurasaki
2. 発表標題 Preliminary experiments on ZrB <sub>2</sub> -SiC Oxidation with Laser Driven Plasma Wind Tunnel
3. 学会等名 10th International Workshop on Plasma Application and Hybrid Functionally Materials (国際学会)
4. 発表年 2019年

1. 発表者名 A Momozawa
2. 発表標題 Investigation of Electrode Coating of an Arc Heated Wind Tunnel Operating with Air
3. 学会等名 IAPS Meeting 2018 (国際学会)
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 曾我 遼太, ガラ ダニエル, 小紫 公也, 松井 信, 桃沢 愛, 小泉 宏之
2. 発表標題 連続発振 CO <sub>2</sub> レーザーによるプラズマ風洞開発と TPS 試験
3. 学会等名 レーザー学会学術講演会 第 38 回年次大会
4. 発表年 2018年

1. 発表者名 佐野宗一郎, 桃沢愛, 曾我遼太, 小紫公也, 小泉宏之
2. 発表標題 酸素を用いたアーク加熱風洞の電極損耗抑制に関する研究
3. 学会等名 宇宙科学技術連合講演会
4. 発表年 2016年

1. 発表者名 佐野宗一郎, 桃沢愛, 照月大悟, Tran Jintin, 小紫公也, 小泉宏之
2. 発表標題 耐酸化コーティングによる再突入環境模擬用アーク加熱風洞の電極酸化抑制に関する研究
3. 学会等名 宇宙輸送シンポジウム
4. 発表年 2017年

1. 発表者名 Ai MOMOZAWA, Soichiro Sano, Daigo Terutsuki, Kimiya KOMURASAKI
2. 発表標題 Reduction of Cathode Erosion of Arc Heater Wind Tunnel by Use of Ion Plating
3. 学会等名 IAPS Meeting 2017 / International Workshop '17
4. 発表年 2017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
--	---------------------------	-----------------------	----