

科学研究費助成事業（学術研究助成基金助成金）研究成果報告書

平成 25 年 5 月 22 日現在

機関番号：13701

研究種目：若手研究（B）

研究期間：2011～2012

課題番号：23760654

研究課題名（和文） 固体ロケットノズル用 CFRP 断熱構造部材の開発

研究課題名（英文） Development of CFRP Heat-insulated Structural Materials for Solid Rocket nozzles

研究代表者

大谷 章夫（Ohtani Akio）

岐阜大学・複合材料研究センター・特任准教授

研究者番号：80569533

研究成果の概要（和文）：

本研究では、固体ロケットの性能を向上できるロケットのノズルに用いられている繊維強化複合材料製の断熱構造部材の軽量化を目的として、構造部材としての力学的特性を有しながら、軽量で熱伝導率が小さく、燃焼ガスによる表面後退の少ないライナー材料の開発を達成した。また、完成した技術を発展させ、極低温タンク用や衛星用の、より低密度な高機能断熱材兼構造部材開発の知見を得ることができた。

研究成果の概要（英文）：

In this study, in order to reduce weight of CFRP nozzle liner for solid rocket motors, reinforcements with 3D carbon fiber structure and new foamed resin impregnation method were examined. Several kinds of process condition were examined through the bending test, measurement of thermal conductivities, and erosion test. Finally better fabrication method for light weight nozzle liner could be established.

交付決定額

（金額単位：円）

	直接経費	間接経費	合計
交付決定額	2,900,000	870,000	3,770,000

研究分野：工学

科研費の分科・細目：材料工学、複合材料

キーワード：断熱構造部材、繊維強化複合材料、発泡成形、長繊維強化

1. 研究開始当初の背景

固体ロケットの衛星軌道投入能力を向上させるには、構造重量の軽減が最も近道である。特に、上段モータに対する軽量化による衛星軌道投入能力の向上の寄与は非常に大きく、これまでも様々な部分の軽量化が図られてきている。モータケース材料も、鉄鋼材料からチタン、フィラメントワインディングによる炭素繊維強化プラスチック（CFRP）へと、より密度が小さく、比強度の大きい素材に移行してきている。同様に段間継ぎ手についても、スキンストリングやハニカムサンドイッチパネルを使用するなどの軽量化が図られてきているため、現状モータケース、段間継ぎ手、ノーズフェアリングなどにおい

て、今以上に大幅な構造重量を軽減するのは困難な状況になっている。

一方で、ノズルについては耐熱性と燃焼ガスによる表面後退特性が設計の大きな着眼点であり、これらについて軽量化の概念はこれまで取り入れられてこなかった。この部分については熱分解を利用したアブレーション材料が使用されており、軽量化できる余地が残されている。

固体ロケットのノズルは、無冷却で 3000 を超える燃焼ガスにさらされるため非常に高い耐熱性能が要求される。金属系材料やセラミックス材料は融点以上では使用できないため、耐熱性、耐環境性が最も高い炭素系複合材料を酸化、昇華損耗しながら使用され

ている。M-V4 号機の事故を受けて、ノズルスロートを始め、ノズルの構成材料にはより信頼性の高い複合材料が使用されている。最も熱的環境が厳しく、表面後退特性要求が厳しいノズルスロートにはより密度が高く表面後退の小さい炭素繊維強化炭素複合材料を、より熱入力の小さい後流では表面後退がやや大きいフェノール樹脂を使用した CFRP を樹脂の熱分解を伴いながら使用している。この部位はノズルの重量のかなりの部分を占めており、この部位を軽量にすることで固体ロケットの構造重量の軽減につながり特に上段モータの軌道投入能力の向上に大きく寄与する。

2. 研究の目的

固体ロケットの性能を向上できるライナー材料の軽量化を実現するためには、軽量で、熱伝導率が小さく、表面後退の少ないライナー材料を開発する必要がある。また、同時に構造部材として優れた特性を有し、熱分解後においても、ある一定の力学的特性を保持することができれば、構造部材の減少が期待でき、より一層の軽量化が計れる。そこで本研究においては、固体ロケットの性能を向上できるライナー材料の軽量化を目的として、軽量で熱伝導率が小さく、表面後退の少ない断熱材兼構造部材を、CFRP を用いて開発することを目指す。これまで用いられてきた炭素繊維織物積層型 CFRP の密度を大幅に低下させるため、構成材料である強化基材と母材樹脂の双方の低密度化を試みる。強化基材にはこれまでの二次元織物から、三次元中空編物技術を適用した基材に転換することにより、曲げ剛性や層間強度の向上と低密度化が期待できる。母材樹脂には、断熱特性の向上と低密度化が期待できる発泡技術を適用する。しかし、三次元中空編物技術および発泡技術ともに確立されていないのが現状である。そこで本研究においては、これらの技術と複合材料の成形技術の確立を一つの目的とする。そして、開発した技術を用いて作製した三次元炭素繊維中空編物強化発泡プラスチックの断熱材兼構造部材としての適正を、断熱特性、力学的特性、および表面後退特性等に関して検討し、設計指針を得ることをもう一つの目的とする。

本研究の学術的な特色・独創的な点は、まず、強化形態に三次元中空編物技術を用いるところにある。三次元中空編物技術は、軽量かつ力学的特性に優れた三次元中空構造をもつ積層コスト削減が可能なテキスタイルを実現する繊維加工技術である。表面層、裏面層の編構造や、連結系の密度、構造、長さを設計可能であるため、様々な特性を有する三次元中空繊維構造体の作製が可能となる技術である。しかしこれまで、三次元中空編機の問題により、FRP に良く用いられている脆

性的なガラス繊維や炭素繊維は製編時の繊維の損傷により作製ができず、これまでは有機繊維モノフィラメントで作製された三次元中空構造体が、自動車の座席やベッドパッド等のクッション材として用いられてきた。しかし現在、製編技術の向上により、ガラス繊維を用いた三次元中空編物を製編する技術が確立されつつある。しかし、ガラス繊維は、力学的特性や耐熱性が低いため、使用用途が限られる。一方、炭素繊維はガラス繊維と比較して、力学的特性、耐熱性に優れ、より軽量であるが、繊維同士および繊維機械との摩擦による損傷がガラス繊維よりも激しく、製編することが技術的に困難である。本研究において、この優れた繊維加工技術を改良することにより、高性能な炭素繊維に広げ、三次元中空構造体の特徴を最大限に活かした軽量、高剛性、断熱特性にも優れる複合材料の作製が可能となる。さらに、この基材に樹脂の発泡含浸技術を組み合わせることにより、これまでにない超低密度断熱構造部材を開発する。この断熱構造部材は、三次元中空編物の構造や発泡状態の制御により、特性の制御が可能となる。この最適設計を実現することにより、固体ロケットの性能を最大限に活かすことができ、軌道投入能力が飛躍的に向上すると考えられる。また、この技術を発展させることにより、より低密度な断熱構造部材の開発も可能になると考える。それにより、各種（建築材料、鉄道車両、航空機、自動車など）の断熱材兼構造部材として広く展開できるため、現在伸び悩んでいる複合材料の使用用途が拡大され、省エネルギー、低炭素化社会の実現により近づけるため、非常に有意義な研究であるといえる。

3. 研究の方法

(1)高性能繊維を用いた三次元中空編物技術の開発（23年度）

よこ編物機械は、たて編物機械と比較すると、その作製機構上、繊維に対して与える損傷が少ない。そこでまず、よこ編物機械を用いて高弾性・耐熱繊維の製編技術を確立する。市販されているよこ編機を改良することで、炭素繊維やアルミナ繊維を用いたよこ編物を作製できるように改良する。実施内容として、下記の項目を実施する。

(i) 編み針の改良：べら針からスライドニードルに変更する

(ii) 糸送り装置の開発

(iii) 巻き下げ装置の開発

(iv) 糸ガイドの改良

得られた知見をもとに、三次元中空編物作製用たて編物機械を改良することで、炭素繊維やアルミナ繊維を用いたたて編物を作製できるようにする。ゲージが荒くなれば、スプーンガイドよりさらに摩擦抵抗が少ないパイプガイドの使用が可能になる。要求性能

に応じて、組織の一部に特殊繊維が入ればいいのであれば、整経等の準備工程を省きクリルスタンドから挿入して製編する。テンション管理をさらに強化させるために、テンション板の厚みの調整だけでなく、ダブルテンションや、強制送りの方法をEBC（電子制御積極送出）も視野に入れる。

また、炭素繊維を用いた際に、繊維の損傷を最少にするために、繊維表面処理剤の最適選定および最適量の検討を行う。

(2)三次元プリフォームへの難燃性樹脂の発泡含浸技術の開発（23年度、24年度）

発泡含浸・成形する技術を確立するため、既存のガラス繊維を用いて作製された3次元中空編物を使用し、発泡剤を用いて様々な成形条件の下で難燃性樹脂の発泡含浸成形を行う。樹脂の発泡は、用いる発泡剤、樹脂、硬化剤、温度条件により、発泡状態が大きく左右されてしまうため、うまく制御することが非常にむずかしい。本研究では、（ ）加熱により体積膨張するマイクロバルーンタイプ、および（ ）加熱によりガスが発生するタイプ、の2種類の異なる発泡剤を実際に樹脂に混ぜ、樹脂の量、硬化剤の量、発泡剤の量、温度条件が発泡にどのように影響するかについて検討を行う。特に、発泡樹脂の密度、泡の不均質性、形状、大きさ、発泡倍率、の制御について十分な検討を行う。

その後、得られた知見を元に、実際に3次元中空編物に樹脂を含浸させ、基材内部における発泡倍率、発泡密度、泡の形状と異方性、含浸状態、開・閉気孔等を制御するための成形条件や含浸手法について検討する。含浸成形後の密度は1.0g/cm³以下、熱伝導率は0.6W/m・K以下を目標に設定しバランスを考えた材料設計を行う。

(3)断熱構造部材の製作および評価（24年度）

さまざまな発泡状態（密度、含浸状態、開・閉気孔の違い）が断熱性、力学的特性にどのように影響しているのかについて曲げ試験、衝撃試験、断熱性の特性を実施し、検討する。炭素繊維を使用したプリフォームに関しては、順次成形を行い、プリフォーム内部の構造や繊維密度が断熱性や力学的特性に関して評価する。燃焼試験による表面後退特性も随時行う。

プリフォームの表面層および中間層の密度や構造が、全体の密度、力学的特性、断熱特性、表面後退特性に及ぼす影響について検討する。また、結果を考慮し、熱特性、力学的特性予測が可能となる有限要素法解析モデルを確立する。

4. 研究成果

(1)高性能繊維を用いた三次元中空編物技術の開発（23年度）

摩擦により損傷しやすい炭素繊維やアルミナ繊維などに表面処理剤を施し、製編時の

摩擦による損傷にどのような影響があるかについて検討した。表面処理機を用いて、炭素繊維・アルミナ繊維・シリカ繊維にシリコン樹脂・テフロン樹脂を温度条件を変えて塗布し、その後に横編み機において編製し、繊維を取り出して強度低下率を測定した。その結果、アルミナ繊維、炭素繊維にシリコン樹脂を用いて表面処理を施した試験片において強度低下が減少し、目標値である強度低下率5%を達成した。

次に炭素繊維などを用いた三次元中空編物を作製することを目的とし、たて編物機械の改良を行った。繊維が直接接する編み針、糸送り装置、巻き下げ装置、糸ガイド、のそれぞれに対して損傷しにくい部品に改良、交換を行った。また、実際に様々な編み地を作製し、それぞれの繊維強度低下について調査を行った。その結果、編み方、ガイドの種類、織度、の組み合わせを変えた場合のそれぞれで、編むことが可能か、繊維の損傷がどれくらいになるか、の知見を得ることができた。

以上の検討により、損傷しやすい繊維材料の製編に関して、表面処理技術と製編技術の両方の観点より、製編の可能性が見いだせた。(2)三次元プリフォームへの難燃性樹脂の発泡含浸技術の開発（23年度、24年度）

本研究では厚さの異なるガラス繊維製三次元中空編物（Double-needle Bar Raschel (DNR)）を強化形態として用い、中空成形および発泡含浸成形により三次元中空編物複合材料を作製した。成形方法および厚さの違いが力学的特性および断熱特性に及ぼす影響について検討した。

図1にDNRの模式図を示す。強化基材にはガラス繊維（日東紡（株）製、137.4tex, 800filament）を用いてDNRを作製した。DNRは、表面と裏面のガラス繊維製たて編物が、厚さ方向に配向したパイルヤーンと呼ばれる繊維で連結されている。本研究で用いたDNRにおいて、パイルヤーンはたて方向（Course）から見た場合、厚さ方向に対してまっすぐなものと斜めに交差して配向しているものが組み合わされている。よこ方向（Wale）から見た場合は、すべての繊維束が弓形に配向している。パイルヤーンの長さを変えると、厚さの制御が可能となる。本研究では4mm、8mm、12mmと異なる3種類のパイルヤーン長さを有したDNRを作製した。このDNRに対して、母材樹脂に耐熱性能に優れるフラン樹脂（ヒタフランVF302、日立化成（株））を用い、硬化剤（エチレングリコールモノエチルエーテル、日立化成（株））を0.7%入れ、ハンドレイアップ法によりDNRに樹脂を含浸させて、中空構造を有する三次元中空編物複合材料を成形した。このとき母材樹脂は強化基材の1.3倍の重量を使用した。硬化は、40、60、80の温度でそれぞれ2時

間処理することにより行った。発泡含浸成形は、上述の樹脂に5%の発泡剤（セルマイクA、三協化成(株)製）を溶かして、中空試験片と同様に強化基材に含浸させた後、200の温度で処理することにより発泡と硬化処理を同時に行った。発泡試験片において、パイルヤーンの間には空洞が形成されている中空試験片と比較して、空洞部分が発泡した樹脂の気泡により充填されていることが観察された。成形後の密度は、中空試験片で約0.36g/cm³、発泡試験片で約0.45g/cm³であった。

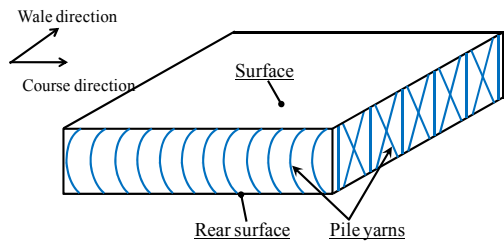


Fig.1 DNRの模式図

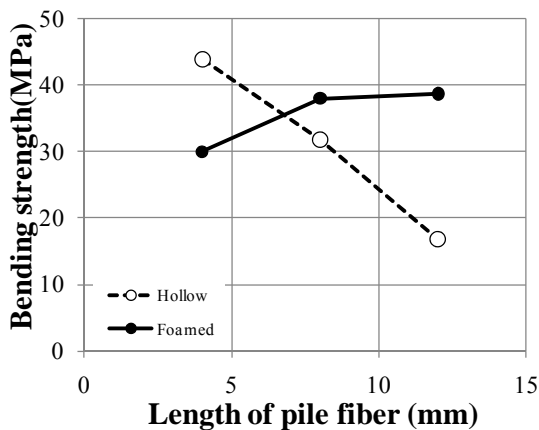
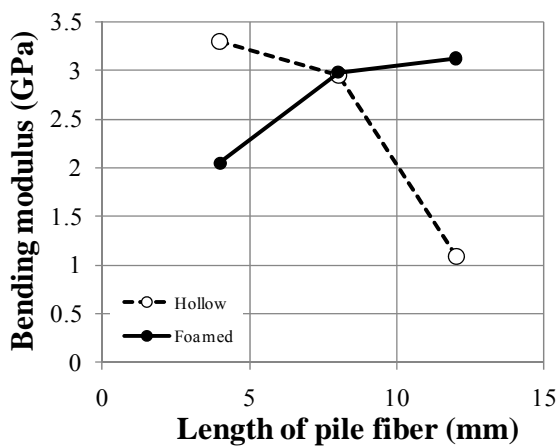
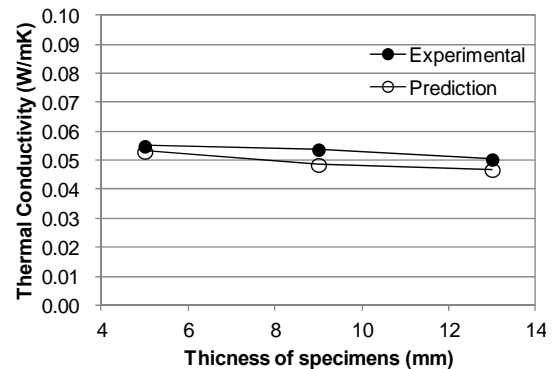


図2 中空試験片と発泡試験片の弾性率および強度とパイル糸長さとの関係

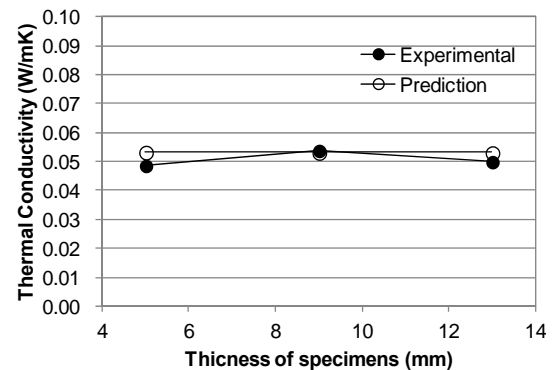
図2に、各試験編の曲げ弾性率および曲げ強度とパイル長さとの関係を示す。曲げ弾性率において、中空試験片はパイル長さの増加に伴って低下していくのに対して、発泡試験片においては逆に増加していることがわかる。曲げ強度の結果においても同様に、パイル長さの増加に伴って中空試験片では低下し、発泡試験片においては増加する結果となった。8mm、12mmの試験片では、発泡含浸を行うことにより曲げ特性が向上したが、4mmでは逆に低下することが明らかとなった。

測定した中空試験片と発泡試験片それぞれの熱伝導率とパイル長さとの関係を図3に示す。また、各試験片の熱伝導率の予測が可能かどうかを検討するために、図4に示すように試験片の構造を考慮して、表面層とコア層とのそれぞれに積層複合材料の予測式から算出した値も同様に示した。この結果、中空試験片と発泡試験片の断熱特性はほぼ同じであることがわかった。また、実測値と予測値とはほぼ同等の値となっていることから、図4の予測式を表面層とコア層に使い分けることにより、熱伝導率の予測が可能であることが明らかとなった。

以上の結果より、発泡含浸を行った複合材料の内部構造、密度、力学的特性および熱伝導率等の基礎的特性を確認することができた。



(a) Hollow specimen



(b) Foamed specimen

図3 熱伝導率と試験片厚さとの関係

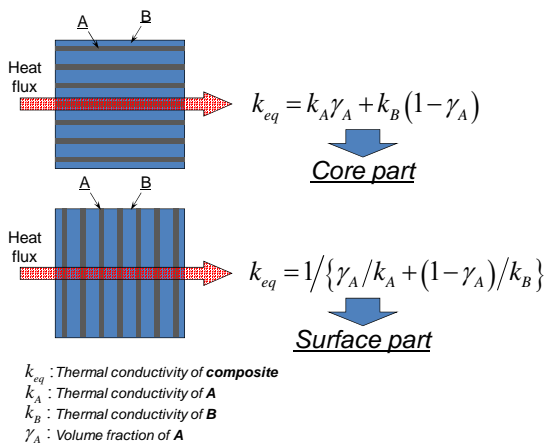


図4 積層型複合材料の熱伝導率予測式

(3)断熱構造部材の製作および評価(24年度)

(2)で得られた発泡含浸の知見を生かして、本研究においては、固体ロケットの性能を向上できるライナー材料の軽量化を目的として、軽量で熱伝導率が小さく、表面後退の少ない断熱材兼構造部材を、CFRPを用いて開発することを目指した。これまで用いられてきた炭素繊維織物積層型FRPの密度を大幅に低下させるため、構成材料である強化基材と母材樹脂の双方の低密度化を試みた。また、エロージョン特性を取得することを目的とし、平板試験片を用いた矩形ノズル燃焼試験を行い、水性ガス反応に伴う表面後退量を取得した。得られた結果をもとにTM-250モータの地上燃焼試験に供する新型軽量ノズル高開口部用CFRPライナーの製作条件を決定し、その燃焼試験結果について検討した。

強化形態には炭素繊維織物を積層し、炭素繊維を使用して5mmピッチでスティッチした厚さ約10mmの3次元強化基材を用いた。母材樹脂にはフェノール樹脂(住友ベークライト(株)スミライトレジンPR-9480)を用いた。母材樹脂を低密度化させるため、樹脂にエチレングリコール(和光純薬工業 エチレングリコール99.5%)を母材樹脂と同質量混合し、強化基材に真空含浸した後、110にて樹脂の硬化処理後、200まで昇温しエチレングリコールを揮発させた。また、180雰囲気にて窒素ガスを発生するセルマイクAを発泡剤として5%添加した。アブレーション材料としての表面後退性、残炭率の向上を目的として、カーボンブラック(三菱化学(株)製カーボンブラック#85)の添加も行った。含浸用の材料をTable1に作製した試験片の名前、含浸に用いた材料の比率、およびそれぞれの成形品の密度を示す。

表1 各試験片の含浸材料構成と成形品密度

試験片名	含浸材料構成比率				密度 (g/cm ³)	備考
	フェノール	HG	セルマイクA	CB		
N	1	1	0.05	-	1.05	
N-C/C	1	1	0.05	-	1.02	C/C化
N-CB20	1	1	0.05	0.2	1.11	
N-CB70	1	1	0.05	0.7	1.09	

Nを標準とし、それに20wt%、70wt%のカーボンブラック(CB)を添加したものをそれぞれN-CB20、N-CB70とした。N-C/Cは一度含浸した後、不活性雰囲気中で1500にてC/C化したのち、もう一度含浸処理を行った試験片である。密度はすべての試験片で1.0~1.1g/cm³付近となり、従来(1.3~1.4g/cm³)と比較して十分に軽量となった。標準試験片では1.05g/cm³で、C/C化試験片は若干低密度となった。N-CB20、N-CB70は、CBを添加したことにより標準試験片より高密度となった。

矩形ノズル燃焼試験方法はガス水素(GH₂)/ガス酸素(GO₂)系の燃焼ガス発生装置(ガスジェネレータ)を用い、矩形形状のノズル部に50x100x10mmの平板形状の成形品を配置し、高開口比部(進展部)におけるライナーの化学的/機械的エロージョン環境を模擬した。エロージョン試験を実施し、試験片背面の温度および表面後退量の計測を実施した。加熱率は0.2MW/m²、加熱時間は10秒とした。

燃焼試験後の標準試験片のエロージョン部の写真を図5に示す。試験片の幅方向中央部が燃焼ガスによりエロージョンしていることがわかる。幅方向中央部の試験片厚さを上流側から下流側へ10mm毎に11点測定し、初期厚さを差し引く事によりエロージョン量を定量化した。その結果を図6に示す。この結果より、上流部と下流部で各試験片のエロージョン量が大きく異なっている事が分かる。上流部は、N>N-C/C>N-CB20>N-CB70の順で、下流部はN-CB20>N-C/C>N-CB70>Nの順でエロージョン量が多かった。



図5 燃焼試験後の試験片

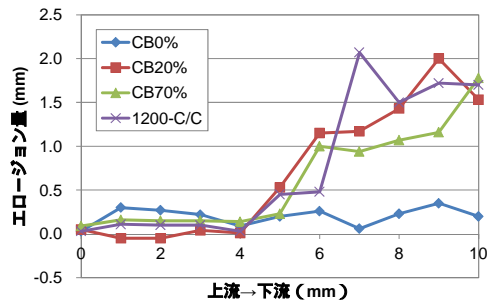


図6 エロージョン量

また、燃焼試験後の試験片裏側中央部の最高温度はN、N-C/Cでそれぞれ69、128であった(N-CB20、N-CB70は測定できなかったが、Nとほとんど変わらない値であると考えられる)。以上の結果より、上流、下流ともエロージョン量が少なく、背面温度も低いN-CB70が一番良い結果であると結論づけた。

次にTM-250真空燃焼試験を行い、実際のノズル形状にした際のエロージョン量について検討した。炭素繊維織物をノズル形状に成形、炭素繊維でスティッチしたものを強化基材として、N-CB70の作製方法を用いて、樹脂を含浸、成形した。その後、機械加工により所定の寸法に削りだし、TM-250固体ロケットモータ真空燃焼試験用試験片とした。試験片の写真を図7に示す。また、燃焼試験後のノズル形状試験片の平均エロージョン量を図8に示す。最大エロージョン量は0.10~0.15mmであった。この結果より、RTM法により作製した軽量ノズルライナーは、固体ロケット用アブレーション材料として必要な表面後退性能、断熱性能を有している事が明らかとなった。



図7 TM-250用ノズルライナー

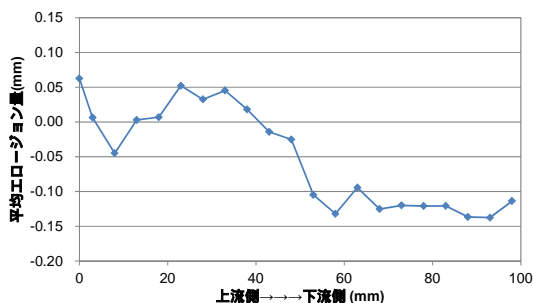


図8 平均エロージョン量

5. 主な発表論文等

〔雑誌論文〕(計0件)

〔学会発表〕(計5件)

(1) 大谷 章夫、戸島 英貴、後藤 健、米山 聡、山内 宏、平井 研一、川原 太一、佐藤 彰洋、軽量、低コストCFRPライナーの創製、第56回宇宙科学技術連合講演会、2012年11月20日、別府国際コンベンションセンター

(2) A. Ohtani, S. Okumura, K. Hirobe, M. Kitamura, A. Nakai, K. Goto, Investigation in Mechanical and Thermal Properties for Three-dimensional Hollow Knitted Fabric Composites, 15th European Conference on Composite Materials, June 28, 2012, Venice Italy

(3) 大谷 章夫、廣部 晋彦、北村 雅之、仲井朝美、後藤 健、三次元中空編物複合材料の基礎的力学的特性および断熱特性、第3回日本複合材料合同会議、平成24年3月7日、キャンパスプラザ京都

(4) 大谷 章夫、後藤 健、廣部 晋彦、北村 雅之、奥村 怜史、仲井 朝美、三次元中空編物複合材料の力学的特性および断熱特性、第27回宇宙構造・材料シンポジウム、平成23年12月8日、宇宙航空研究開発機構

(5) A. Ohtani, S. Okumura, K. Hirobe, M. Kitamura, A. Nakai, K. Goto, Mechanical and Thermal Properties of Three-Dimensional Hollow Knitted fabric composite, 12th Japan International SAMPE Symposium & Exhibition (JISSE-12), Nov.11, 2011, 東京ファッションタウンビル(TFT)

〔産業財産権〕

○出願状況(計0件)

○取得状況(計0件)

〔その他〕

なし

6. 研究組織

(1)研究代表者

大谷 章夫(OHTANI AKIO)

岐阜大学・複合材料研究センター・

特任准教授

研究者番号: 80569533

(2)研究協力者

仲井 朝美(NAKAI ASAMI)

岐阜大学・工学部機械システム工学科・教授

研究者番号: 10324724

後藤 健(GOTO KEN)

宇宙航空研究開発機構・宇宙科学研究所・准教授

研究者番号: 40300701

北村 雅之(KITAMURA MASAYUKI)

北陸ファイバークラス株式会社・代表取締役

研究者番号: なし