

航空宇宙技術研究所報告

TECHNICAL REPORT OF NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

TR-1268

C/C複合材のロケット燃焼器への適用 (その2) ロケット燃焼器の試作および評価試験

佐藤政裕・只野真・植田修一
黒田行郎・日下和夫・末光毅
長谷川聰・久手幸徳

1995年5月

航空宇宙技術研究所
NATIONAL AEROSPACE LABORATORY

目 次

1. ま え が き	2
2. 試験装置	3
2.1 推進剤供給装置	3
2.2 インジェクタ(噴射器)	3
3. 試験方法	3
4. C/C材燃焼器供試体製造方法	4
4.1 従来型燃焼器供試体	5
4.2 マトリックス改質型燃焼器供試体	6
4.3 FGMコーティング型燃焼器供試体	7
5. C/C材およびマトリックス改質材の物性値	8
6. 水冷分割燃焼器予備試験	9
7. 試験結果	10
7.1 気密試験	10
7.2 従来型燃焼器供試体燃焼試験	11
7.3 マトリックス改質型燃焼器供試体燃焼試験	14
7.4 FGMコーティング型燃焼器供試体燃焼試験	15
8. ま と め	16
参考文献	17

C/C複合材のロケット燃焼器への適用 (その2)

ロケット燃焼器の試作および評価試験*

佐藤 政裕^{*1} 只野 真^{*1} 植田 修一^{*1}
黒田 行郎^{*1} 日下 和夫^{*1} 末光 毅^{*2}
長谷川 聡^{*2} 久手 幸徳^{*3}

C/C Composites for Rocket Chamber Applications part 2

Fabrication and Evaluation Tests of Rocket Chamber

Masahiro Sato^{*1}, Makoto Tadano^{*1}, Shuichi Ueda^{*1},
Yukio Kuroda^{*1}, Kazuo Kusaka^{*1}, Takeshi Suemitsu^{*2},
Satoshi Hasegawa^{*2} and Yukinori Kude^{*3}

ABSTRACT

Carbon fiber-reinforced carbon matrix (C/C) composites coated with SiC are promising candidates for use in the main structural materials of the body of spaceplanes and combustion chambers of rocket engines, because of their superior properties of high specific strength, specific modulus, and fracture strength at high temperatures. However, C/C composite has poor resistance to oxidation, and protection from the oxidizing environment is crucial.

Conventional C/C composites for use in the high-temperature components of rocket engines are coated with SiC. However, due to the difference in the thermal expansion rates of the SiC coating layer and the base materials, cracks occur in the SiC coating layer during the coating process, and oxygen diffuses to the base material through the cracks during repeated temperature cycling in the rocket combustion environment. To protect the base materials from oxidation at high temperatures, we have employed SiC C/C-coated composites with a modified matrix and also developed SiC C/C functionally gradient materials (FGMs). In this test series, three kinds of combustion chambers were constructed for the Reaction Control System (RCS) subscale engine of H-II Orbiting Plane (HOPE): (1) Conventional C/C composites, (2) SiC C/C-coated composites with a modified matrix, and (3) SiC C/C FGMs. Firing tests were performed at sea level at a temperature around 2000K using nitrogen tetroxide (NTO)/monomethyl hydrazine (MMH) propellant to evaluate the durability of these chambers.

This test series showed that conventional C/C composite developed no microcracks and delamination in the coating layer at 1940K. Modified matrix C/C composite also did not suffer microcracks

* 平成7年3月17日 受付(received 18 March 1995)

* 1 角田宇宙推進技術研究センター
(Kakuda Research Center)

* 2 川崎重工業(株)
(Kawasaki Heavy Industries, Ltd.)

* 3 日本石油(株)
(Nippon Oil Company, Ltd.)

and delamination at the boundary between the SiC and the base materials when the inner surface temperature was 1875K. However, microcracks were observed at injector flange surface after these test cycles. In the test series of FGMs chamber, it was shown that coating with FGMs seemed to effectively prevent permeation by the combustion gases after 2 cycles of 1940K and that the FGMs chamber is a promising candidate for low thrust storable bipropellant engines. Graphite packing coupled with Gramet, which applied to the injector sealing also seemed to be effective at assuring gas tightness in the test conditions.

Key words : C/C composite, RCS subscale engine, FGMs chamber

概 要

HOPE, スペースプレーン等の宇宙往還機用構造材や、ロケット燃焼器材には、熱的、機械的に厳しい環境下で耐えることに加え、軽量であることが要求される。炭素繊維強化炭素複合材(C/C材)は、このような条件を満足する材料として非常に有望なもののひとつである。

C/C材を酸化雰囲気中で使用するときは、耐酸化コーティングが不可欠である。しかし、これまでの耐酸化コーティングでは、ロケット燃焼器のような高温環境で使用する場合、C/C材とコーティング材との熱膨張率の差により、コーティング層に亀裂、剥離が生じ易く、信頼性、耐久性に問題があった。

本研究では、HOPE等で姿勢制御用として作動するRCS(Reaction Control System)用ロケット燃焼器に対するC/C材の適用性を実証することを目的に、(1)従来型、(2)マトリックス改質型、(3)傾斜機能コーティング型の3種類のC/C材燃焼器供試体を製作し、燃焼器としての気密性、コーティング層の耐熱、耐食性、インジェクタとの接合等を調べるため、RCS推進剤として有力なモノメチルヒドラジン(MMH)/四酸化二窒素(NTO)の貯蔵性二液推進剤を用い、燃焼評価試験を行った。

この結果、従来型燃焼器供試体は、内壁温度1940Kでコーティング層に侵食、剥離等の損傷は認められなかった。マトリックス改質型燃焼器供試体は、内壁温度1875Kでコーティング層に侵食、剥離等の損傷は認められなかったものの、インジェクタフランジの一部に亀裂が発生した。傾斜機能コーティング型燃焼器供試体は、内壁温度1940K 2回の試験でコーティング層に侵食、剥離等の損傷はなく健全であることが確認された。インジェクタと燃焼器間のシール材として、グラメット付グラファイトパッキンが有効であることが示された。

1. まえがき

炭素繊維強化炭素複合材(以下C/C材と称す)は、炭素繊維で強化された炭素材料であり、その優れた耐熱性に加え、高比強度を有するため、熱的・強度的に厳しい環境での軽量構造材料として、大きな期待が寄せられている。特に航空宇宙分野では、H-IIロケット打ち上げ型有翼回収機(HOPE)等の宇宙往還機の構造材や、ロケット燃焼器等への応用が有望である。C/C材を、ロケット燃焼器へ応用しようとした例としては、米国ジェット推進研究所が、宇宙探査機の推進用に研究を行ったヒドラジン/フッ素の燃焼器がある^{1),2)}。C/SiC, SiC/SiC系の複合材に関しては、フランスのSEP社が精力的に開発を行っているが、強度・耐熱性・耐久性の点で優れているC/C材燃焼器について、本格的な実用化の例は報告されていない³⁾。

本研究の目的は、HOPE等で姿勢制御用として作動す

るエンジン(Reaction Control System: 以下RCSと称す)と呼ばれるロケット燃焼器の材料に対する、C/C材の適用性を実証することである。C/C材を酸化雰囲気中使用するには、耐酸化コーティングが不可欠である。しかし従来のコーティング法では、高温環境になるとC/C材とコーティング材の熱膨張率の差により、コーティング層に亀裂・剥離が生じ易く、実用化への障害となっている。これらの障害を克服する適切な耐酸化コーティング法を確立すれば、耐熱性の向上により、従来の燃焼器材料を用いたエンジン性能を越える高効率のエンジンが可能になる。貯蔵性二液推進剤のフィルム冷却式エンジンの燃焼器材には、コロンビウム合金C103にケイ化物コーティングを施したものが用いられているが、使用上限温度は1500~1700Kである。このため、燃焼器内壁面の溶融を防止するために、多量の燃料をフィルム冷却として使用する必要がある。エンジンの比推力性能は、フィルム冷却用の燃料流量に大きく依存するため、より高温に

耐える材料があれば、このフィルム冷却流量を低減することにより、高い比推力を達成できる可能性がある。

本報では、直径30mm C/C材円板供試体と同じ製造法で(1)従来型、(2)マトリックス改質型、(3)傾斜機能概念に基づく組成傾斜(以下FGMと称す)コーティング型の3種類のC/C材燃焼器供試体を製作し、燃焼器としての気密性、コーティング層の耐熱、耐食性、インジェクタ(噴射器)との接合等を調べるため、RCS推進剤として有力な貯蔵性二液推進剤を用い、燃焼試験による評価を行ったのでその結果について報告する。

2. 試験装置

2.1 推進剤供給装置

推進剤供給装置⁴⁾の系統を図1に示す。貯蔵性二液推進剤は、燃料としてモノメチルヒドラジン(CH₃HNNH₂; 以下MMHと称す)、酸化剤には四酸化二窒素(N₂O₄; 以下NTOと称す)の自燃性推進剤を用いた。燃料、酸化剤ともにタンクの容量は6リットル、最大使用圧力は4MPaで、タンクから加圧、圧送され始動弁を通過してインジェクタに供給される。試験可能時間は推進剤量で決められ、タンクの容量を最大限に使用すると、評価に供するに十分な最高60秒の燃焼試験が可能である。

2.2 インジェクタ(噴射器)

試験では、インジェクタCダッシュ(以下C'と称す)を用いた^{4),5)}。このインジェクタC'は、異種2噴流衝突マル

チエレメントで、2つの同芯リングにそれぞれ4及び8対のエレメントを配置したものであり、フィルム冷却用としてのオリフィスは設けられていない。このため、フィルム冷却に代る冷却法として、別に窒素ガスによるフィルム冷却リング(以下GN₂冷却リングと称す)を設け、窒素ガスの流量を変化させることによって、燃焼器内壁温度をコントロールすることとした。GN₂冷却リングとインジェクタC'との組合せを図2に示す。

3. 試験方法

3種類のC/C材燃焼器供試体について、RCSエンジン推進剤として有力な、MMH/NTOの貯蔵性二液推進剤を用いた燃焼試験による評価を行う。

試験は、予備試験と本試験に分け、予備試験としてC/C材燃焼器供試体の試験条件(燃焼圧、GN₂量)を確認するため、水冷分割燃焼器による試験を行う。本試験では、熱負荷分布を取得しC/C材燃焼器供試体の試験時における壁温を予測するとともに、GN₂冷却リングのGN₂量を変えることによる熱負荷コントロールの可能性を調べる。またこの方法によって、内壁温度2000Kが達成できるか確認し、SiCの酸化雰囲気耐熱限界である2000Kでの燃焼試験が可能であるかどうかを確認する。

この試験結果に基づき、従来型および直径30mm円板供試体の評価試験で良好な耐熱、耐食性が確認されている⁶⁾マトリックス改質型、またFGMコーティング型の3種類のC/C材燃焼器を製作し、燃焼試験を実施する。本試

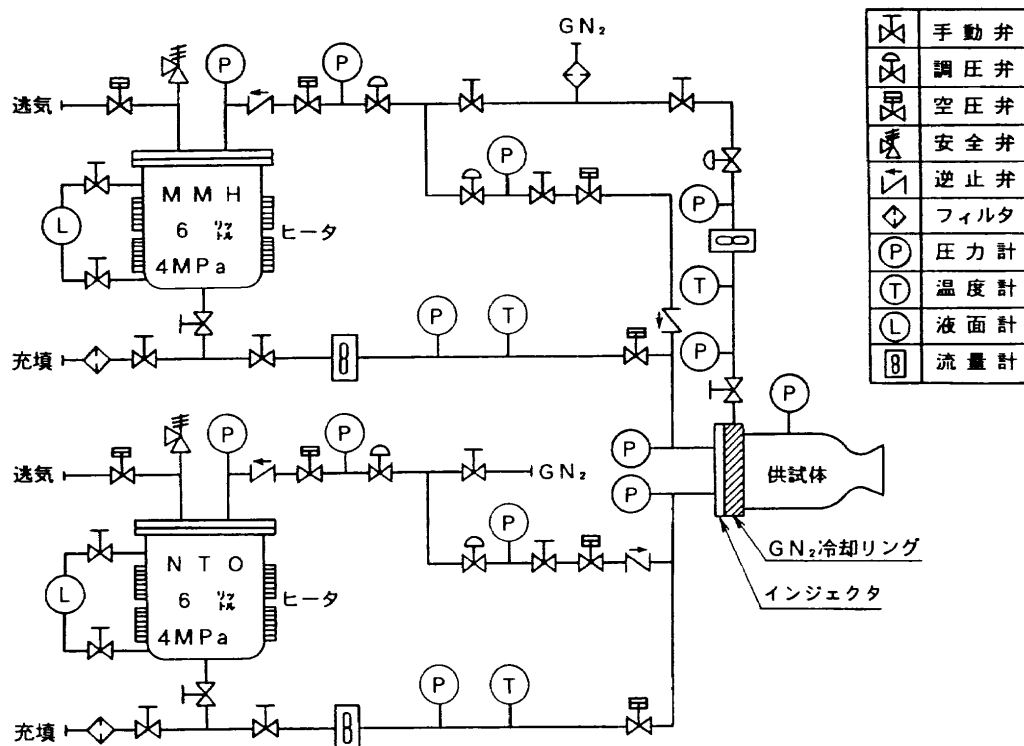
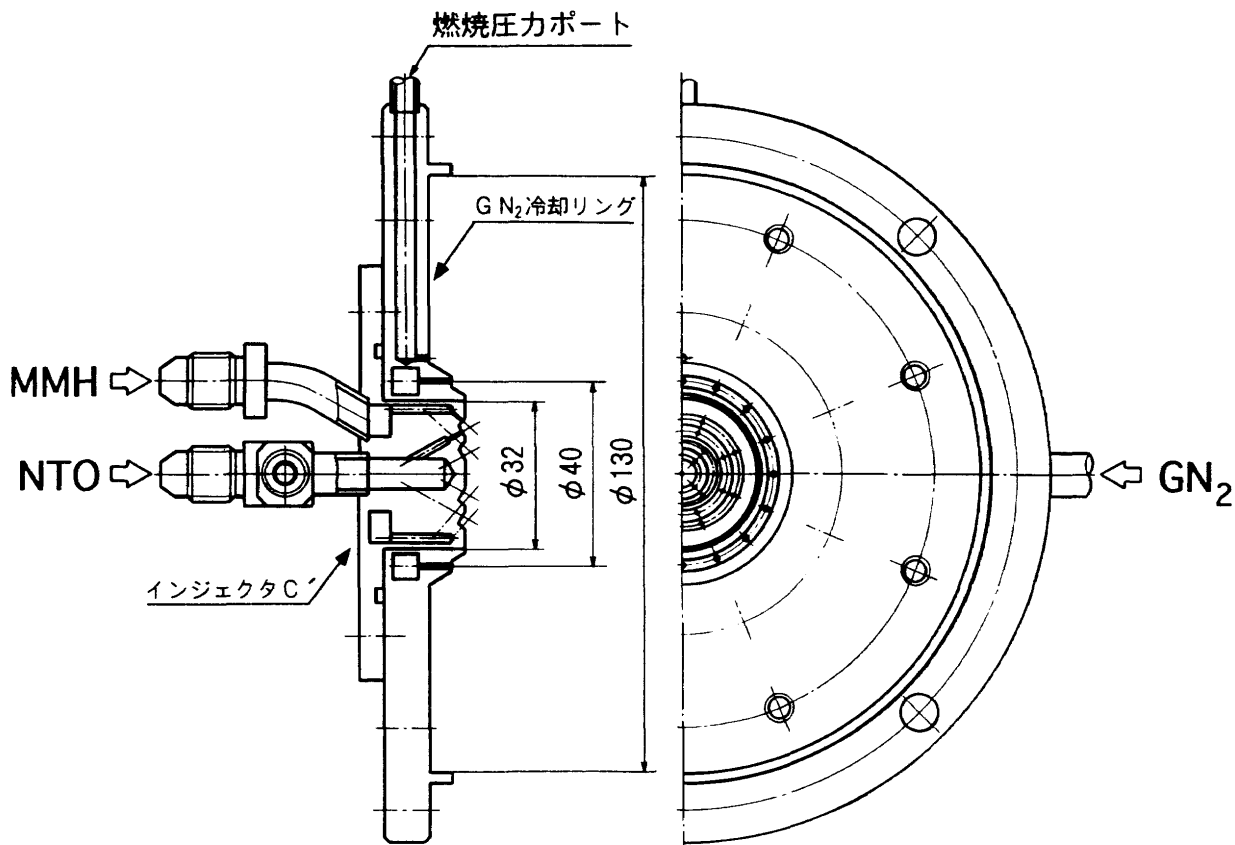


図1 推進剤供給装置

図2 GN₂冷却リングとインジェクタC

験により、コーティング層の耐熱、耐食性等を評価する。
また燃焼試験では、シール材として、グラメット付グラ
ファイトパッキンの有効性も確認する。

4. C/C材燃焼器供試体製造方法

3種類のC/C材燃焼器供試体は、全て同じ寸法で製作
した。C/C材燃焼器供試体の形状と表面処理の概念を図

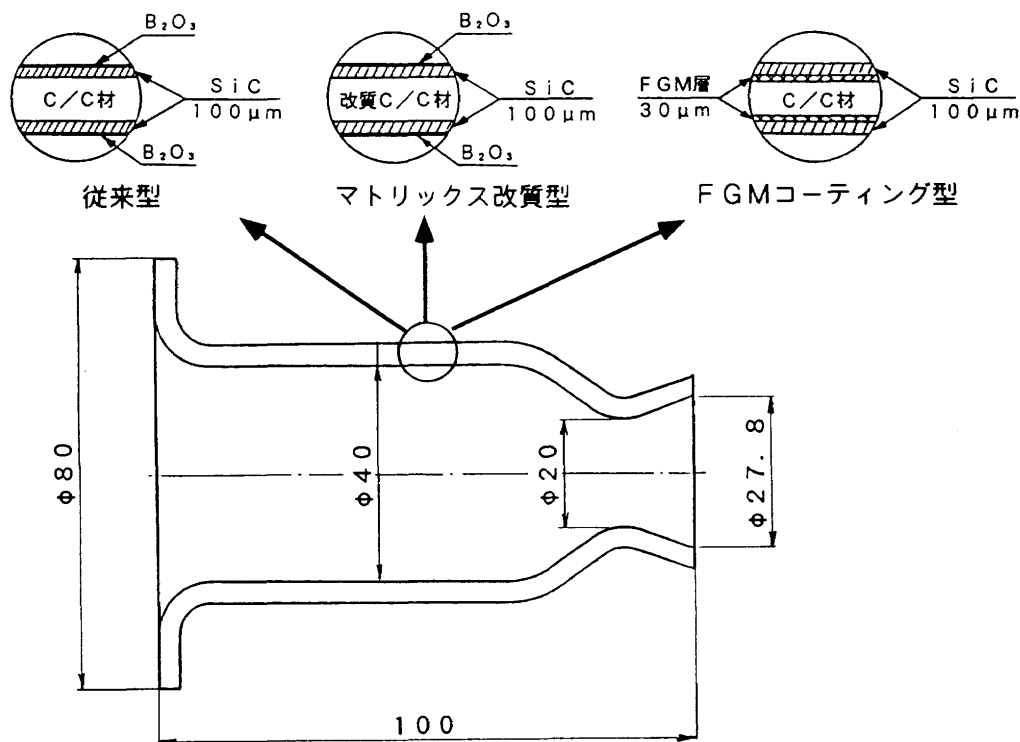


図3 C/C材燃焼器供試体及び表面処理概念

表1 C/C材燃焼器供試体の構造概略

C/C材 燃焼器供試体	基材	HIP 回数	コーティング	厚さ (mm)
			内面, 外面	
従来型	C/C 2次元織	8回	SiC(CVD)100 μ m+B ₂ O ₃	4.6
マトリックス改質型	C/C 2次元織 マトリックス改質	3回	SiC(CVD)100 μ m+B ₂ O ₃	4.8
FGMコーティング型	C/C 2次元織	8回	C \rightarrow SiC(FGM)30 μ m + SiC(CVD)100 μ m	4.0

3に示す。推力は500N級のもので、燃焼器の長さは100mm、スロート内径20mm、平行部の内径は40mmで、フランジ部(インジェクタ接合部)外径は、80mmとした。従来型燃焼器供試体は、直径30mm円板供試体の従来型(C型)と同じ製造法で製作したものであり、本供試体ではC/C基材の肉厚を厚くすると共に、熱間静水圧加圧(Hot Isostatic Pressing: 以下HIPと称す)回数を多くすることにより緻密化を図った。マトリックス改質型燃焼器供試体は、直径30mm C/C材円板供試体の評価試験で良好な耐熱、耐食性が確認された⁶⁾K2型と同じマトリックス改質法により製作したものである。FGMコーティング型燃焼器供試体は、同様に良好な耐熱、耐食性が確認されたF6型(3次元織物)と同じ製造法で製作を検討したが、燃焼器寸法精度の面から今回はF5型(2次元織物)と同じ製造法により製作した。それぞれのC/C材燃焼器供試体の構造概略を表1に示す。以下に、各C/C材燃焼器供試体の製造方法について述べる。

4.1 従来型燃焼器供試体

製造方法及び製造工程を図4、5に示す。ピッチ系炭素繊維 Granoc XN-40の2次元織物(以下2Dと称す)に、フェノール系樹脂を含浸したプリプレグを型に巻き付け、外型を用いた一軸加圧下で加熱硬化させ、1次成形体である炭素繊維強化プラスチック(CFRP)を成形する。この成形体を常圧にて炭化、高温焼成しC/C材を得る。この段階のC/C材は、極めてポーラスで強度は低い状態である。強度を向上させるため、石油ピッチの真空加圧含浸、HIPを用いた加圧炭化及び常圧下での高温焼成という緻密化処理(HIP炭化法⁷⁾)を、十分な密度になるまで繰り返す。これにより燃焼試験(燃焼圧力約1MPa)に耐えられる耐圧、気密性をもった高密度C/Cを得る。本燃焼器供試体では、緻密化処理を8回繰り返した。更に耐酸化性を付与するため、燃焼器の内外面に100 μ m厚さのSiC層を化学気相析出(以下CVDと称す)によりコーティングした。またC/C基材(熱膨張率: 約 $1 \times 10^{-6}/K$)とSiC層(約 $4.5 \times 10^{-6}/K$)の熱膨張率差によってSiC層に亀

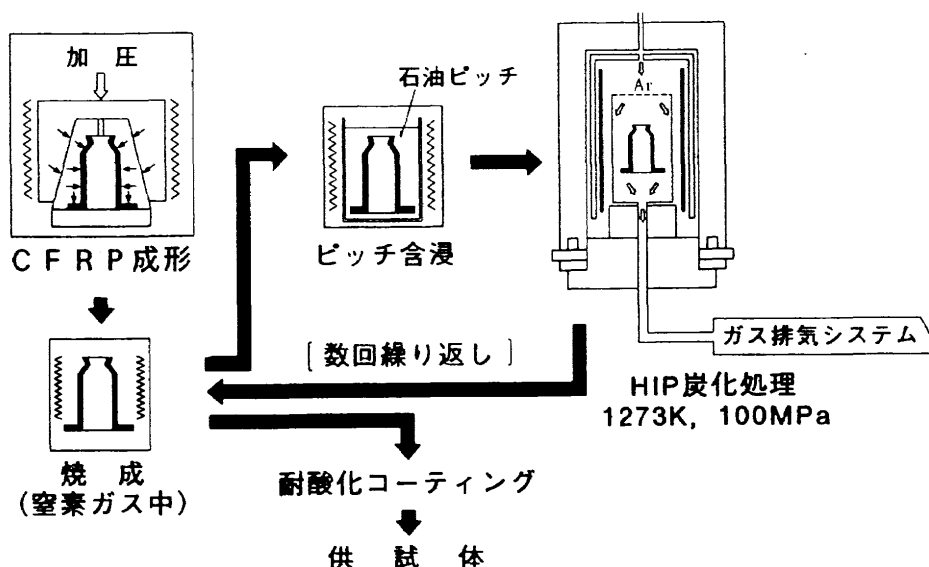


図4 C/C材燃焼器供試体の製造方法

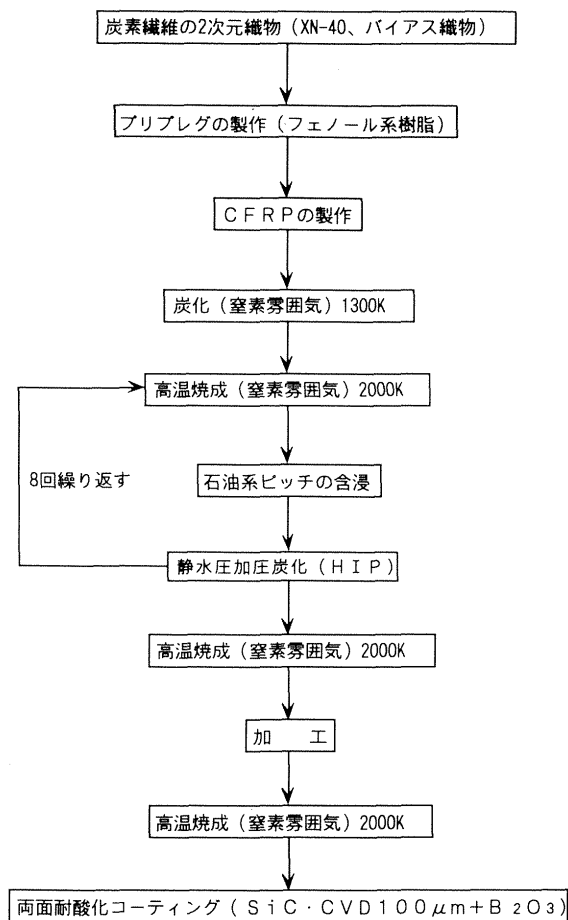


図5 従来型燃焼器製造工程



図6 従来型燃焼器外観状況

裂が発生する。これを防ぐためのクラックシールとして、ガラス状の酸化ホウ素(以下 B_2O_3 と称す)をコーティングした。製造後の外観状況を図6に示す。また、本燃焼器供試体と同じ製造方法で製作した平板供試片の断面を、走査型電子顕微鏡(以下SEMと称す)で観察したものを図7に示す。SiC層に亀裂が観察され、図からわかるように切断箇所によっては、C/C基材とSiC層の界面の一部に剥離が観察される。

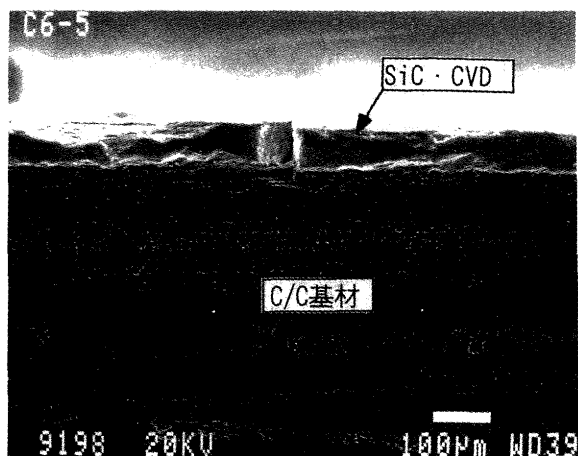


図7 従来型断面SEM写真

4.2 マトリックス改質型燃焼器供試体

製造工程を図8に示す。マトリックス改質とは、C/C材のマトリックスの一部又は全てをSiC化することにより、C/C材とSiCコーティング層の熱膨張率の差を小さくして、CVD処理の時の熱応力を緩和することにより、SiCコ

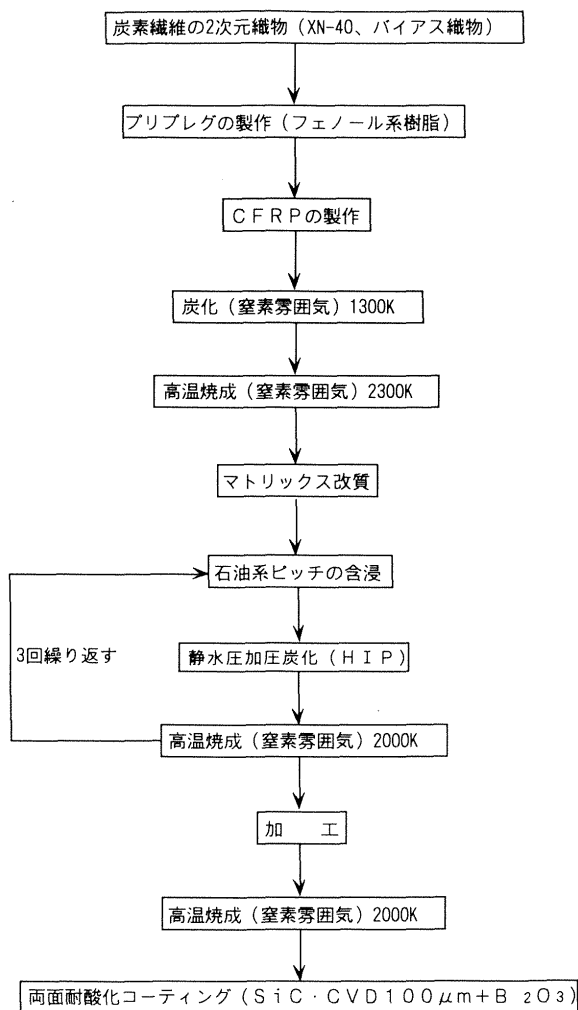


図8 マトリックス改質型燃焼器製造工程



図9 マトリックス改質型燃焼器外観状況



図10 マトリックス改質型断面SEM写真

ーティング層の亀裂の減少を目的としたものである。製造法は、比較的ポーラスなC/C基材を真空中で熔融Siと反応させて、炭素マトリックスの一部または全てをSiC化させる。マトリックス改質により、SiC・CVD層の熱膨張率(約 $4.5 \times 10^{-6}/K$)に近くなる。この結果、C/C基材に直接SiC・CVDをコーティングした従来型に比べて、SiC層の亀裂が大幅に減少する。更に、C/C基材とSiC・CVD層の密着性も高く、耐酸化性及び熱衝撃性が向上する⁹⁾。本燃焼器供試体では、マトリックスの全てをSiC化し、気密性を高めるために緻密化処理を3回行った。耐酸化コーティングは、従来型と同様に $100\mu m$ 厚さのSiC・CVDコーティングし、SiC表面に B_2O_3 をコーティングした。製造後の外観状況を図9に示す。また本燃焼器供試体と同じ製造方法で製作した、平板供試体の断面をSEMで観察したものを図10に示す。図より、マトリックス改質C/C材とSiC層との密着性は良好であり、界面での剥離は観察されない。

4.3 FGMコーティング型燃焼器供試体

製造工程を図11に示す。SiC/C系でFGMコーティングするには、基材として3次元織物(以下3Dと称す)強化の

C/C材を用いることが有効である。しかし燃焼器として用いる場合、燃焼器寸法の正確さが重要であり寸法精度の面から3D織物よりも精度維持の容易な従来型燃焼器供試体と同じ方法でC/C材を製作した。C/C基材とSiCコーティング層との間に生じる熱応力を緩和するため、C/C基材とSiC層との界面に炭素(C)からSiCに徐々に組成を変化させるFGMコーティング法を採用した。コーティング装置は気相浸透型熱CVD装置で、原料ガスにはメタン(CH_4)、四塩化珪素($SiCl_4$)、水素(H_2)を用い、基板温

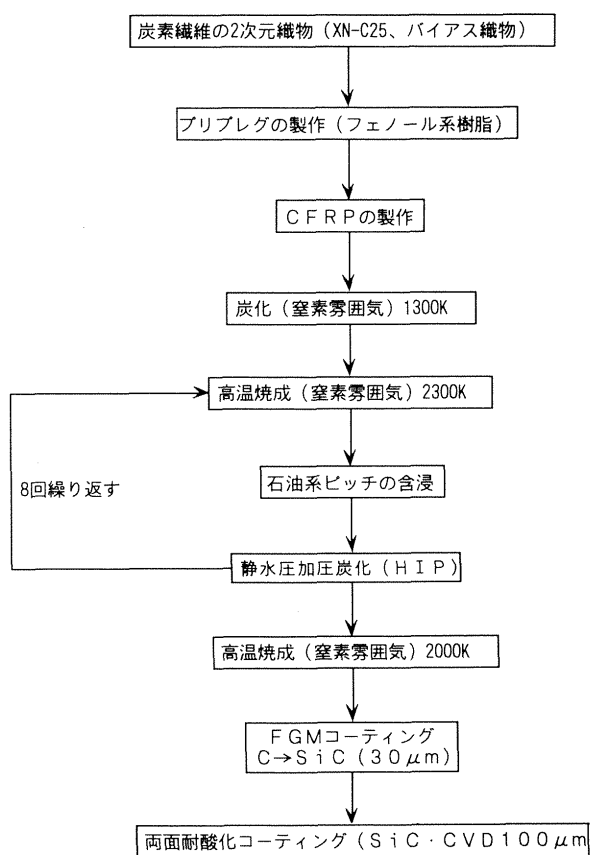


図11 FGMコーティング型燃焼器製造工程

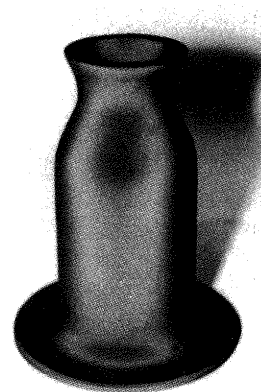


図12 FGMコーティング型燃焼器外観状況

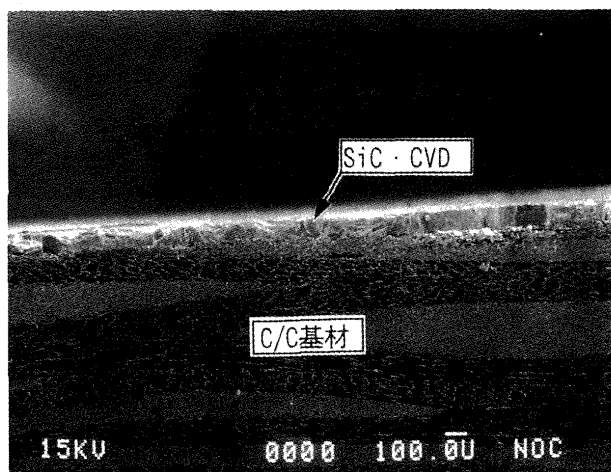


図13 FGMコーティング型断面SEM写真

度約1300~1800K, 圧力1.33~13.3KPa(10~100Torr)の条件でコーティングした。FGM化は、C/C基材両面の原料ガス供給量をコントロールすることにより、CからSiCまで連続的に組成を制御し、30 μ mのFGMコーティング層を形成した。気相浸透法によりFGMを合成する場合には、C/C基材の内部からFGM化されることになる。FGMコーティングに加えて耐酸化コーティングとして、100 μ m厚さのSiC・CVDコーティングした。製造後の外観状況を図12に示す。また本燃焼器供試体と同じ製造方法で製作した、平板供試体の断面をSEMで観察したものを図13に示す。図より、マトリックス改質型と同様にC/C基材とSiC層との密着性は良好であり、界面での剥離は観察されない。

5. C/C材およびマトリックス改質材の物性値

C/C材及びマトリックス改質材について、実際のC/C材燃焼器供試体と同じ製法で製作した平板供試片を用いて、各物性値を測定した。測定したデータは、面内方向の熱膨張率及び厚さ方向(積層方向)の熱定数(熱拡散率, 比熱, 熱伝導率)である。

熱膨張率は、押棒式熱膨張計を用いてアルゴン雰囲気下、室温~1773K(1500 $^{\circ}$ C)にて測定した。測定方向は、面内方向の繊維に対して平行方向と45度方向とした。厚さ方向の拡散率は、レーザーフラッシュ法、比熱はドロップカロリメータ法で測定し、熱伝導率は、得られた熱拡散率と比熱を用いて算出した。測定条件は、無酸素雰囲気

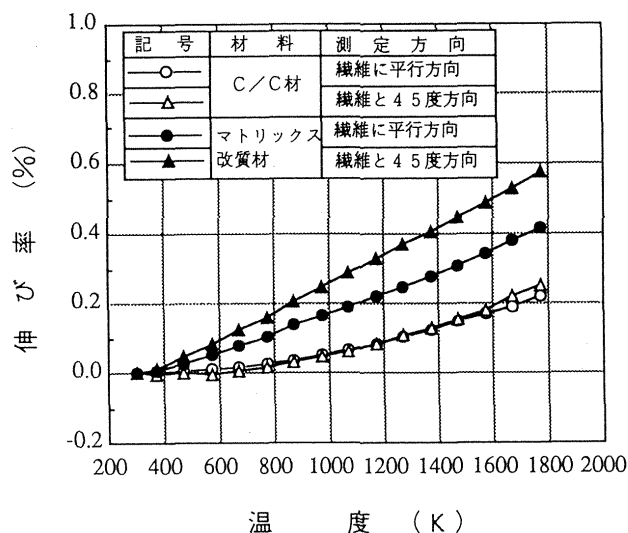


図14 燃焼器材料の熱膨張測定結果

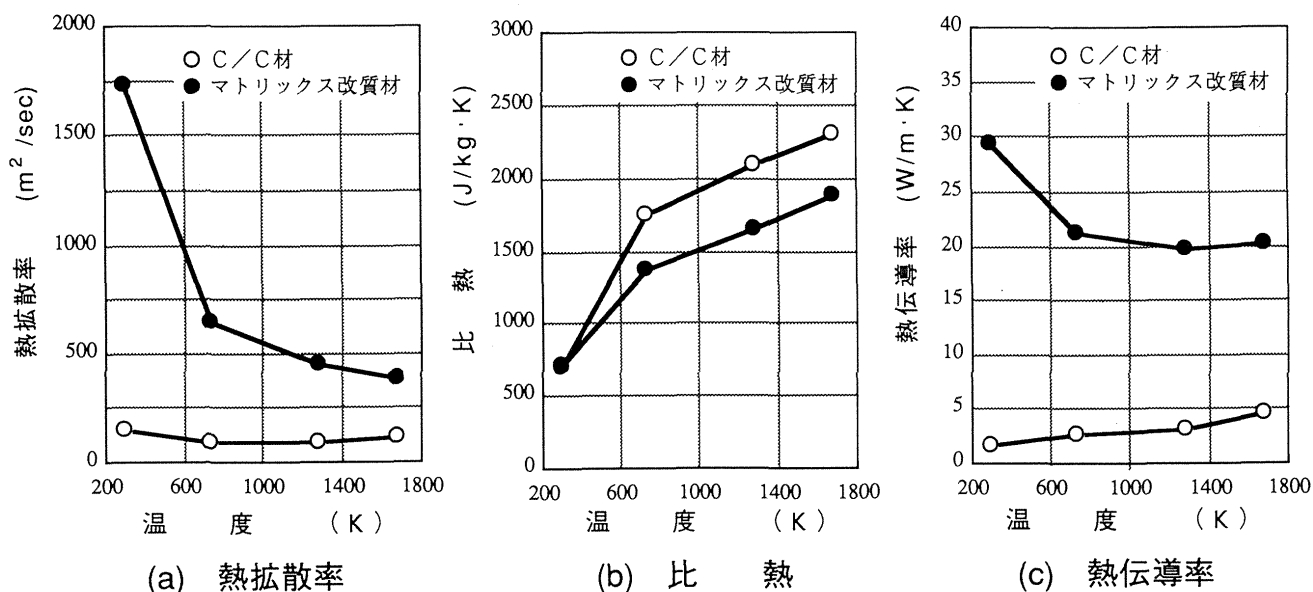


図15 熱拡散率, 比熱及び熱伝導率

気下で、室温、773K(500℃)、1273K(1000℃)、1673K(1400℃)の4温度点で測定した。熱膨張測定結果を図14に示す。室温から1773K間の平均熱膨張率は、C/C材の繊維方向及び45度方向で各々 $1.5 \times 10^{-6}/K$ 及び $1.7 \times 10^{-6}/K$ であり、面内方向での異方性は小さい。マトリックス改質材では、C/C材に比べて高い熱膨張率を示し、前述の平均熱膨張率で繊維方向及び45度方向で各々 $2.84 \times 10^{-6}/K$ 及び $3.90 \times 10^{-6}/K$ であり、面内方向での異方性が若干みられる。熱拡散率、比熱及び熱伝導率を図15に示す。C/C材と比較して、マトリックス改質材は高い熱拡散率と低い比熱を示し、高い熱伝導率を持つ。

6. 水冷分割燃焼器予備試験

C/C材燃焼器供試体の燃焼試験に使用するインジェクタC'は既存のものであり、その性能特性は取得済であるが、インジェクタC'の設計条件に対してC/C材燃焼器供試体のスロート径が小さく、インジェクタ近傍の燃焼器形状が特殊である。このことから、水冷分割燃焼器を使用し燃焼器の熱流束分布を測定して、C/C材燃焼器供試体の試験条件を決定することとした。水冷燃焼器の形状を図16に示す。燃焼器内壁の形状は、C/C材燃焼器供試体と同一設計であり燃焼器の周方向に7本の冷却通路をもつものである。本燃焼器は、熱設計上核沸騰領域で冷却を行う。この領域では冷却面の過熱度(ΔT_{sat})=冷却壁温度(T_{wi})－飽和温度(T_{sat})は、流れの条件によらず冷却側熱流束(q_l)のみで表されるため、壁温の測定を行わなくても実測のガス側熱流束(q_g)より燃焼器内壁温度を求めることができる。

本燃焼器は冷却効果を高めるため、冷却面に鋸歯状のフィン列⁹⁾を設けている。 q_l は核沸騰領域では ΔT_{sat} の関数として

$$q_l = 0.327 \Delta T_{sat}^{0.53} \quad (1)$$

と表される⁹⁾。(1)式より T_{wi} が求められ、さらに一次元熱伝導式によりガス側壁温(T_{wg})が求められる。このガス側壁温に加えて、断熱壁温(T_{ad})またはガス側熱伝達率(h_g)が高精度で推定できれば、燃焼試験時のC/C材燃焼器供試体の輻射平衡温度を推定することが可能である。しかし、燃焼試験に用いられるインジェクタは、C/C材燃焼器供試体の壁温のコントロールのためにGN₂によるフィルム冷却を行っており、断熱壁温は燃焼温度(T_c)より大幅に低いことが予想される。また、一般的に用いられているBartzのガス側熱伝達率推算式¹⁰⁾に関しても、燃焼ガスの状態に不安定な要素が多く、十分な精度で推定を行うことが困難であることから、C/C材燃焼器試験時の輻射平衡温度を直接に求めることはせず、GN₂流量を調整することにより壁温を除々に上げて行くことによって目標の2000Kに近づけていくこととした。試験での

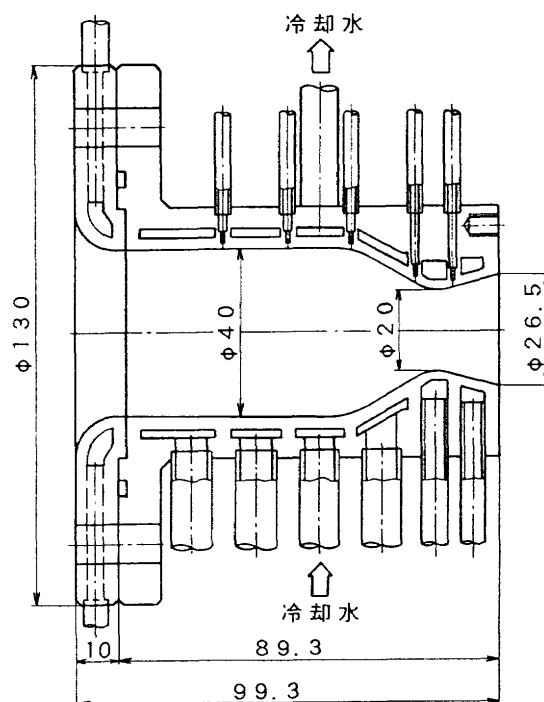


図16 水冷燃焼器形状

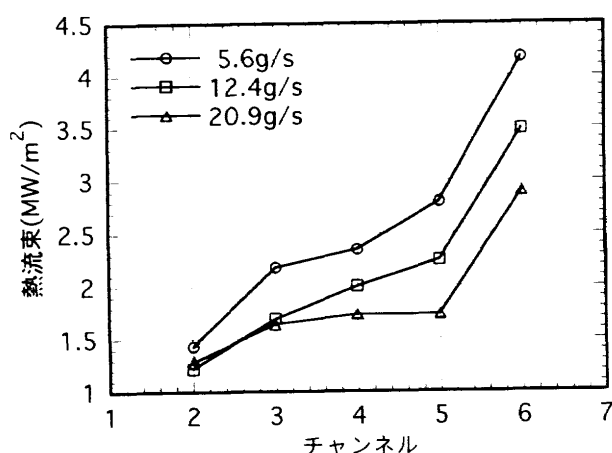


図17 GN₂の熱流束に対する影響

混合比(酸化剤質量流量/燃料質量流量)は、インジェクタの設計点である1.8とし、燃焼圧0.6~1.2MPa, GN₂流量は供給系の限界流量である20g/sまで調整し行った。

燃焼圧1MPaの条件で行った、GN₂流量の熱流束に対する影響を図17に示す。1cHはインジェクタ側、7cHはスロート出口側である。図より、GN₂流量を調整することにより、熱負荷のコントロールが可能であることが確認できた。C/C材燃焼器供試体の燃焼試験では、GN₂の限界流量でC/C材燃焼器供試体の壁温を確認し、その量を減らすことで壁温を上げていくこととした。

7. 試験結果

7.1 気密試験

C/C材を燃焼器として採用する場合、気密性は重要な問題であり、できるだけ正確にリーク量を把握する必要がある。製作したC/C材燃焼器気密試験治具を図18に示す。インジェクタ面には大きめのフランジを取り付け、中央にはガスを導入する配管を設けた。ノズル出口側は、シリコンを塗ったゴムパッキンをあて、その上からアルミ板で抑え、フランジ部と一体で締めつける構造とした。燃焼試験では、インジェクタと燃焼器間のシール材として、メタルOリングの長所を生かしたグラメット(SUS304)付グラファイトパッキンを選定した。構造と外観を図19に示す。燃焼ガスは、グラメットでシールされる構造となっており、シール材として十分期待できる。気密試験治具を用い、グラメット付グラファイトパッキンとゴムパッキンによる単体及びテストスタンドにセットした状態で気密試験を行った。エタノールに浸して実施している単体気密試験状況および結果を各々図20および図21に示す。C/C材燃焼器供試体単体では、グラメット

付グラファイトパッキンは、ほとんど漏れが無くゴムパッキンと同等のシール性を示す良好な結果が得られた。テストスタンドにセットした状態では、推進剤供給装置の始動弁から若干の漏れが生じたが、ゴムパッキンで行った結果と同等のシール性を示している。

3種類のC/C材燃焼器供試体の、試験前単体気密試験

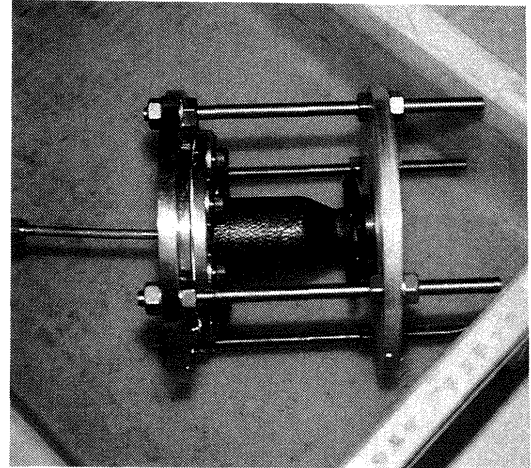


図20 単体気密試験状況

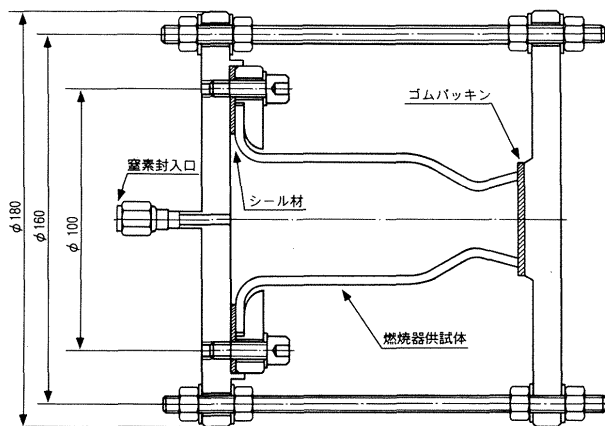


図18 C/C材燃焼器供試体単体気密試験治具概略

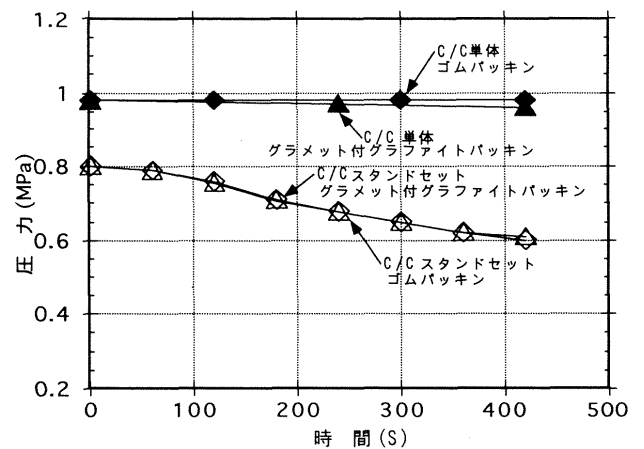


図21 気密試験結果

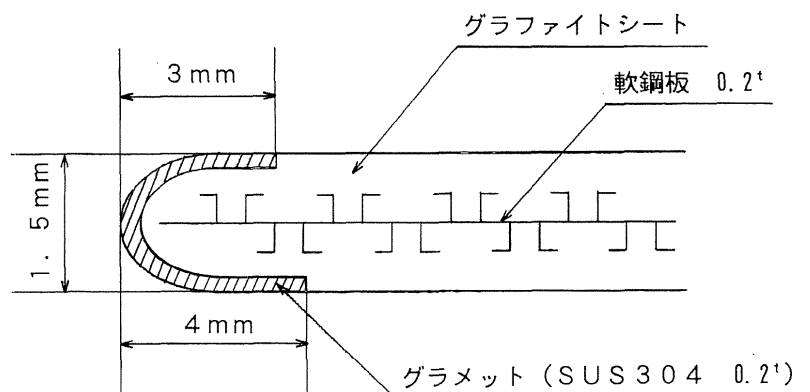
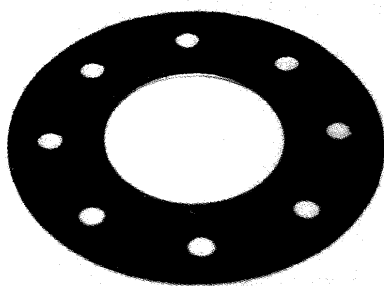


図19 グラメット付グラファイトパッキンの構造と外観

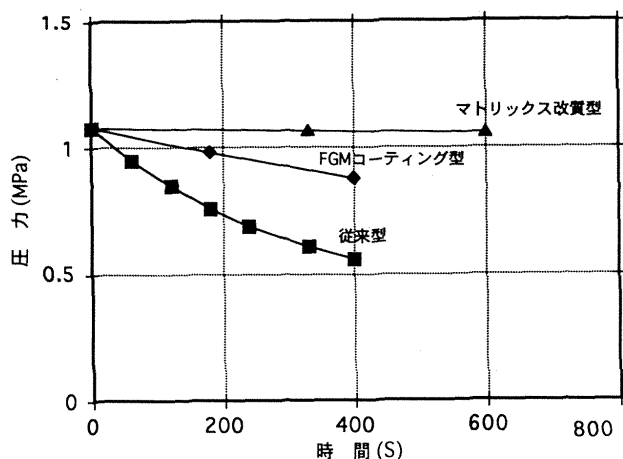


図22 試験前の単体気密試験結果

結果を図22に示す。従来型燃焼器供試体は、他の供試体と比較し気密性に差が生じているが、これは気密試験を繰返し行った影響で、ノズル出口部の B_2O_3 に剥がれが発生したため、気密性が保たれなかったと思われる。このことから、燃焼試験は可能であると判断し試験を行った。マトリックス改質型燃焼器供試体、FGMコーティング型燃焼器供試体は、ほぼ良好な結果が得られ試験に供した。

7.2 従来型燃焼器供試体燃焼試験

GN_2 冷却リングとインジェクタC'および、C/C材燃焼器供試体の組立状況を図23に示す。C/C材燃焼器供試体とインジェクタの接合法は、金属板で押さえつける方法とした。試験でのC/C材燃焼器供試体の外壁温度測定には、放射温度計(日本アビオニクス(株)製TVS-2200)を使用した。放射温度計を用いた温度測定で重要なことは、放射率(以下 ϵ と称す)を正確に把握することである。平

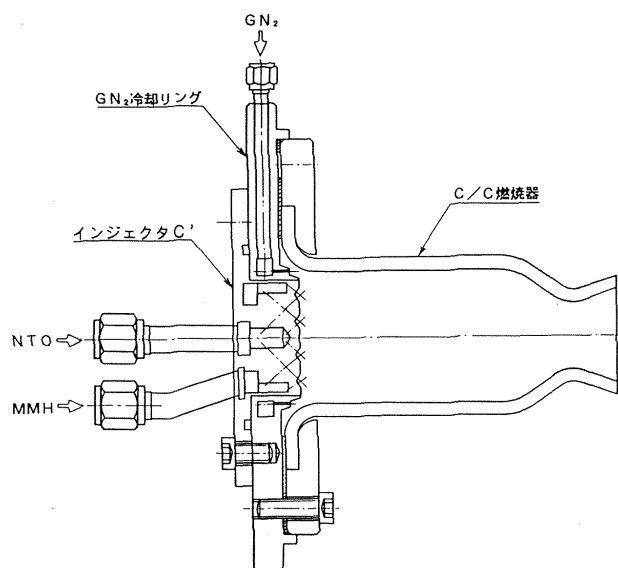


図23 インジェクタ、C/C材燃焼器供試体組立図

板試験片を用いて行った放射率測定試験の結果⁶⁾を図24に示す。図中の○印は、試験片表面がSiCの試験結果で、◇印は、SiC表面に B_2O_3 をコーティングした試験片の結果である。ハッチングで示すSiCの文献値¹¹⁾の範囲と良く対応する結果となっている。この結果を参考に ϵ は0.85とした。燃焼試験では、とりあえず ϵ は1.0で測定

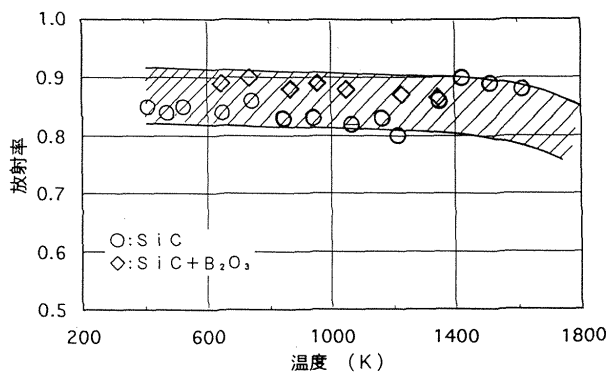


図24 温度と放射率

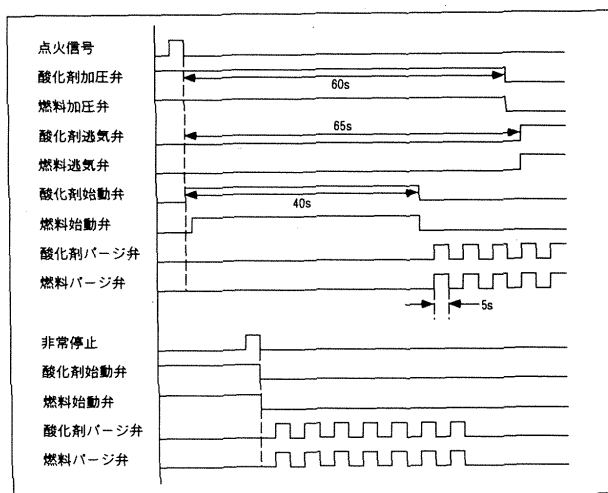


図25 燃焼シーケンス(40S)

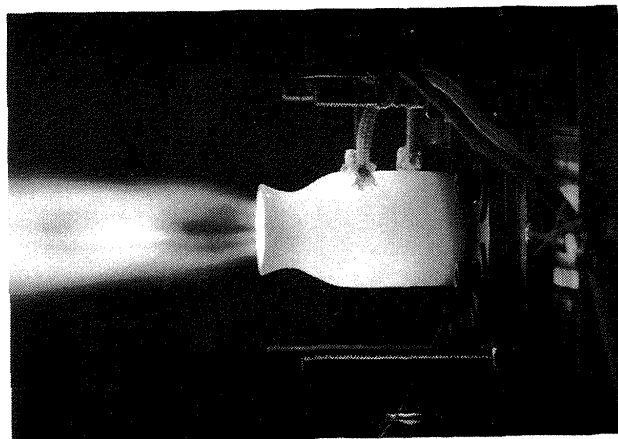


図26 燃焼試験状況(従来型)

し、後に0.85で補正することとした。また比較のために、JIS-RとB型の直径0.5mmの熱電対素線をネジで押さえつける方法でも測定を行うこととした。

初回の試験条件は、GN₂量の限界流量である20g/sとし、燃焼圧力は0.9MPa、混合比はインジェクタの設計条件である1.8とし、燃焼時間40秒の設定で行った。燃焼シーケンスを図25に、燃焼試験状況を図26に示す。

燃焼試験中、インジェクタと本燃焼器供試体間のシール部からの漏れは認められず、シール材グラメット付グラファイトパッキンの有効性が示された。放射温度計で測定した外壁温度最高部($\epsilon=0.85$ で補正)の燃焼時間変化を図27に示す。図より、40秒の燃焼ではまだ定常温度に達していない。熱電対で測定した箇所と、放射温度計で同箇所の値を比較した結果、熱電対の温度が若干低い値を示した。これは、接触による熱流出等の影響を考えれば、放射温度計で測定した温度は妥当な値を示しているものと考えられる。燃焼停止直前の39秒で外壁最高温度は1415Kであった。この温度から、一次元熱伝導解析で求めた内壁温度は、1610Kとなった。試験後の本燃焼器供試体を、スロート出口側から観察した結果を図28に示す。目視観察では、図でもわかるように、供試体外壁のB₂O₃

は全てしま模様になっていた。試験中、カメラで監視を行っているが、B₂O₃は着火後数秒で溶融することがわかった。内壁のSiC・CVD層の表面に、帯状の青－黄緑色の模様が観察されたが剥離、侵食は認められなかった。

2回目の試験条件は、燃焼圧、混合比とも初回の試験と同条件とし、燃焼器供試体の温度を上げるため、GN₂量を10g/sに減少して行うこととした。燃焼時間は、初回の試験で供試体温度が定常とならなかったため、60秒に設定した。

1回目と同様に、放射温度計で測定した外壁温度最高部($\epsilon=0.85$ で補正)の燃焼時間変化を図29に示す。図より温度は、40秒以降ではほぼ定常に達しているのがわかる。燃焼停止直前の59秒での外壁最高温度は、1555Kであった。この温度から、一次元熱伝導解析で求めた内壁温度は、1940Kとなった。試験後の本燃焼器供試体を、スロート出口側から観察した結果を図30に示す。目視観察では、SiC・CVD層の表面には、帯状の青－黄緑色の模様が幾分増加したのが観察されたが、1回目の試験後と同じ様に剥離、侵食は認められなかった。

3回目の試験条件は、燃焼圧、混合比を同条件とし、GN₂量は0g/sで行った。燃焼時間は、2回目試験と同じ

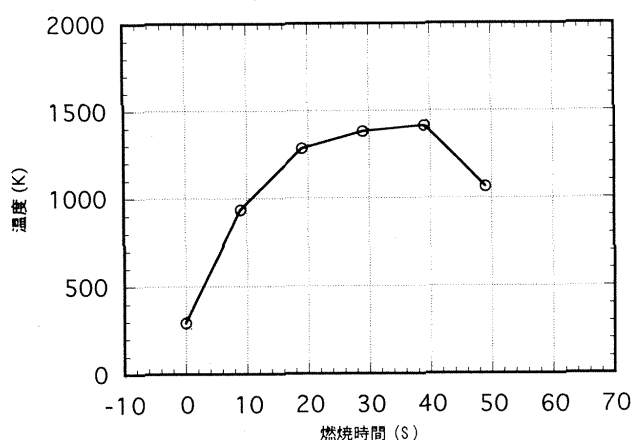


図27 燃焼器外壁温度最高部の変化
(従来型燃焼試験 1 回目)

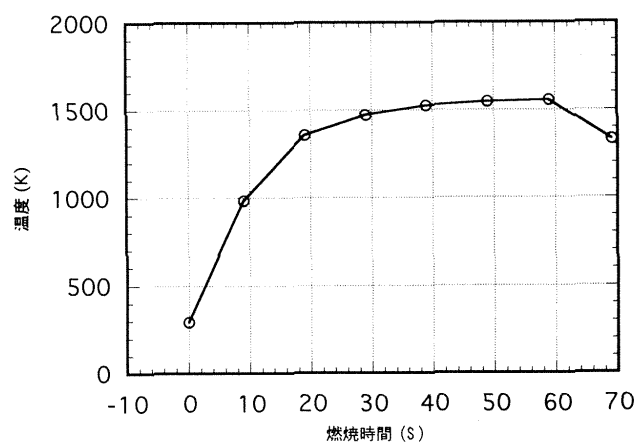


図29 燃焼器外壁温度最高部の変化
(従来型燃焼試験 2 回目)



図28 燃焼試験 1 回後の従来型供試体外観

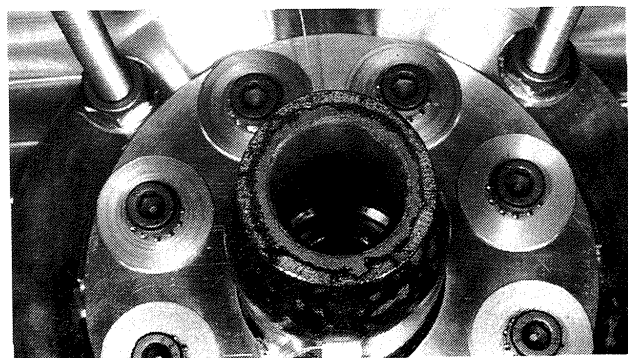


図30 燃焼試験 2 回後の従来型供試体外観

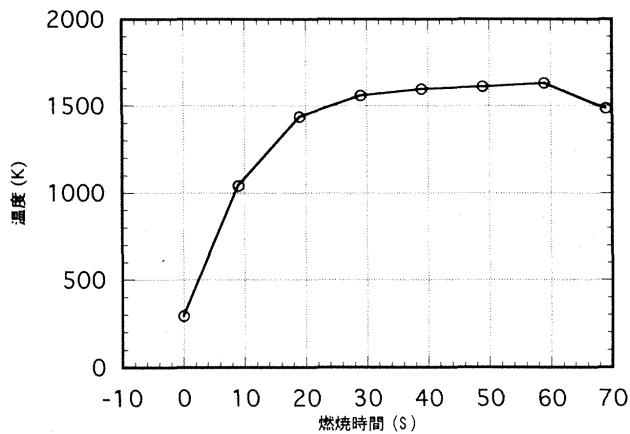


図31 燃焼器外壁温度最高部の変化
(従来型燃焼試験 3 回目)

60秒の設定とした。

放射温度計で測定した、外壁温度最高部($\epsilon=0.85$ で補正)の燃焼時間変化を図31に示す。燃焼停止直前の59秒での外壁最高温度は1630Kで、この温度から、一次元熱伝導解析で求めた内壁温度は、2300KとなりSiCの酸化雰囲気での耐熱限界温度とされる2000Kを越える結果となった。試験後の本燃焼器供試体を、スロート出口側から観察した結果を図32に示す。図からわかるように、スロート上部のSiC・CVDコーティング層に深いスジ状の侵食が、燃焼器軸方向に沿って2箇所認められた。侵食部をSEMで観察した結果を図33に示す。これは、SiCの酸化雰囲気での耐熱限界温度2000Kを大幅に越えたため、SiC・CVDコーティング層が剥がれ、これによって酸化が急激に進みC/C基材(図左下)まで侵食されたものと思われる。本燃焼器供試体のスロート出口部から見て、右下30度の位置から燃焼停止直前の59秒目を放射温度計で測定した外壁

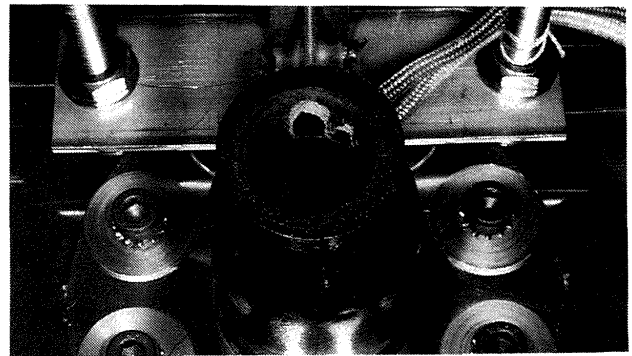


図32 燃焼試験 3 回後の従来型供試体外観

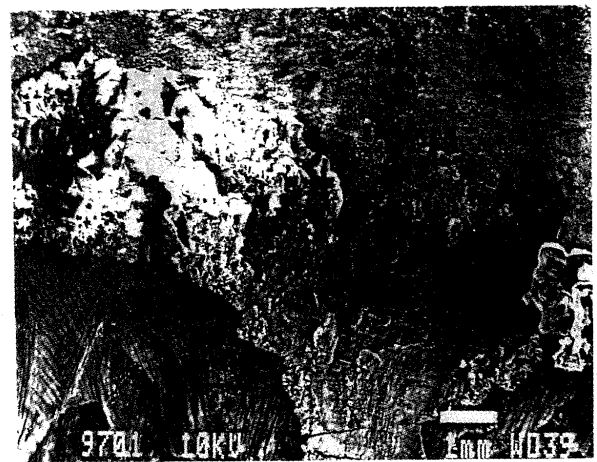
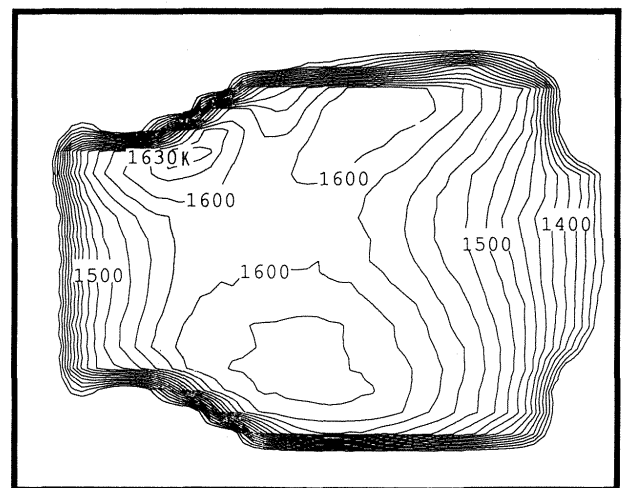


図33 スロートSEM写真(損傷部)

温度と、外壁温度分布($\epsilon=0.85$ で補正)を図34のA, Bに示す。図中のA, Bとも右がインジェクタ側、左がノズル出口側である。Bの温度分布から、最高外壁温度部がスロート上部であることが判り、これは図32で示したスロ



A. 放射温度計($\epsilon=1.0$)



B. 温度分布($\epsilon=0.85$)

図34 放射温度計で測定した外壁温度および温度分布

ト部のSiC・CVDコーティング層に侵食が認められた箇所とはば一致している。各燃焼試験後に、供給系にセットした状態で気密試験を行ったが、試験前と比べ試験回数が増えるに従って、気密性が悪くなっていく傾向を示した。これは、クラックシール材 B_2O_3 が試験回数の増加とともに減少し、更に3回目の試験では、スロート部に侵食が発生したためである。このことからクラックシール材 B_2O_3 は、高温になった場合あまり効果が認められず、更に検討する必要があることがわかった。

以上、従来型燃焼器供試体を用いて行った3回の試験から、内壁温度1940K(2回目の燃焼試験)までは内壁のSiC・CVDコーティング層に損傷が認められず健全であることが確認された。3回目の燃焼試験では、内壁温度2300Kとなり、SiCの酸化雰囲気耐熱温度を越える結果となったため、スロート部のSiC・CVDコーティング層に侵食が認められた。GN₂冷却リングとインジェクタC'を組合せて用いることにより、GN₂の流量を調整することで、内壁温度コントロールが可能であることが確認できた。これによって目標内壁温度2000Kの設定が可能であることが示された。

7.3 マトリックス改質型燃焼器供試体燃焼試験

試験条件は、燃焼圧力1.0MPaとし、従来型燃焼器供試体の燃焼試験よりも幾分高めの設定とした。混合比は1.8, GN₂流量は10g/sとし、燃焼時間は55秒を目標に行った。燃焼試験状況を図35に示す。

放射温度計で測定した外壁温度最高部($\epsilon=0.85$ で補正)の燃焼時間変化を図36に示す。図より温度は、35秒以降ではほぼ定常に達しているのがわかる。燃焼停止直前の54秒での外壁最高温度は、1750Kであった。放射温度計を

従来型の燃焼試験と同じ位置にセットし、測定した外壁温度(燃焼停止直前の54秒目)と、外壁温度分布($\epsilon=0.85$ で補正)を図37のA, Bに示す。この外壁最高温度から、

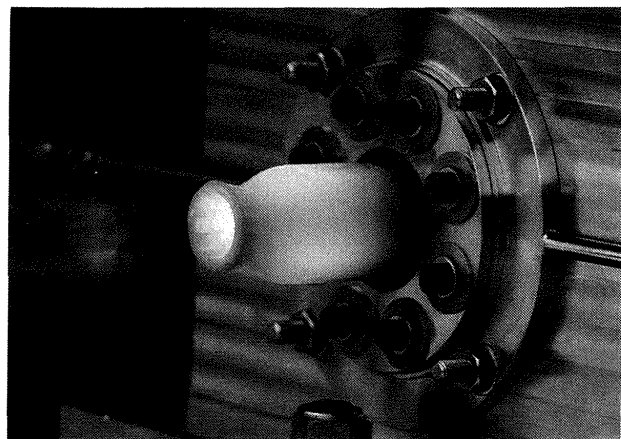


図35 燃焼試験状況(マトリックス改質型)

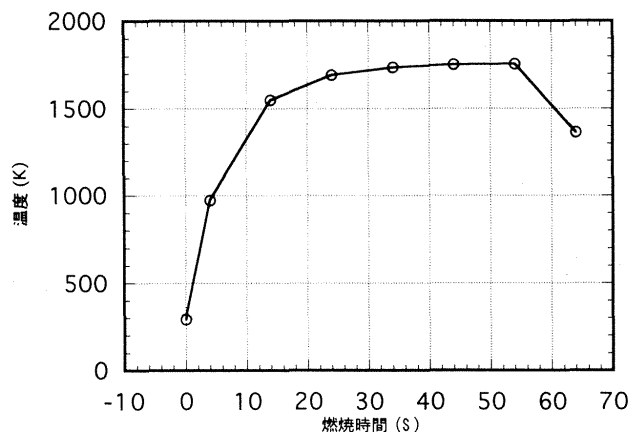
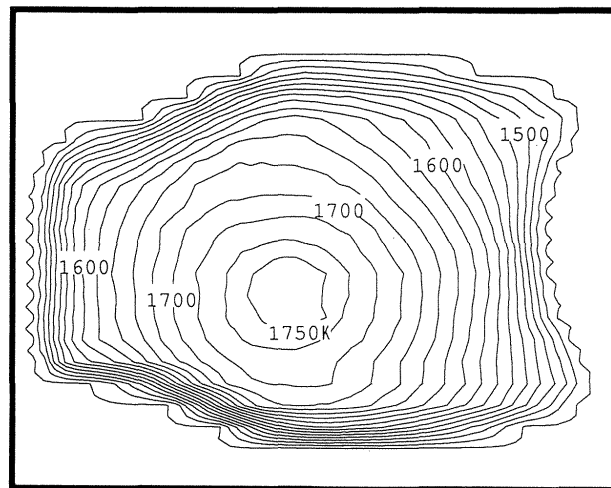


図36 燃焼器外壁温度最高部の変化
(マトリックス改質型燃焼試験)



A. 放射温度計($\epsilon=1.0$)



B. 温度分布($\epsilon=0.85$)

図37 放射温度計で測定した外壁温度および温度分布

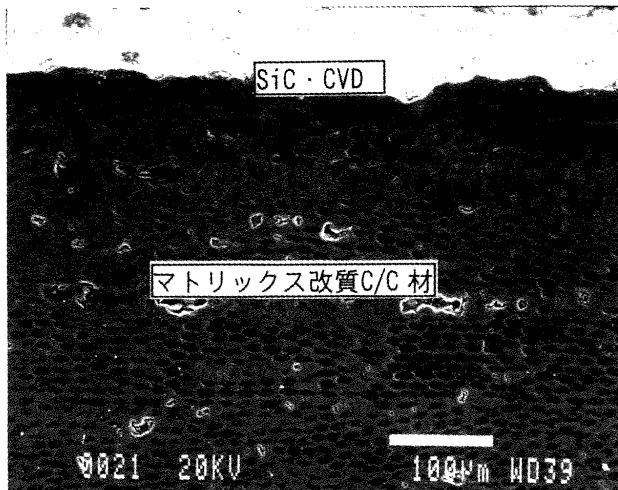


図38 燃焼試験後のマトリックス改質型供試体断面SEM写真

一次元熱伝導解析で求めた内壁温度は、1875Kとなった。試験後の目視観察では、 B_2O_3 は従来型の試験結果と同じ様に溶融していたが剥離、侵食は認められなかった。インジェクタから本燃焼器供試体を取外して、内壁面を観察しようとしたところ、フランジの一部で亀裂が確認された。この原因としては、熱応力あるいは締めつけ方法に起因するものなのか特定はできない。このため、試験後の気密試験は実施していない。試験後の断面をSEMで観察した結果を図38に示す。図からわかるように、本燃焼器供試体内壁面のSiC・CVDコーティング層と、マトリックス改質C/C材界面での剥離、損傷は見られない。本試験からマトリックス改質型燃焼器供試体は、内壁温度1875Kにおいてコーティング層には剥離、侵食等は認められず健全であったが、フランジの一部に亀裂が発生した。

7.4 FGMコーティング型燃焼器供試体燃焼試験

燃焼試験条件は、燃焼圧、混合比および GN_2 流量ともマトリックス改質型燃焼器供試体の燃焼試験と同条件の設定で、燃焼時間55秒を目標に行った。試験状況を図39に示す。

放射温度計で測定した外壁温度最高部($\epsilon=0.85$ で補正)の燃焼時間変化を図40に示す。図より温度は、25秒以降でほぼ定常に達しているのがわかる。燃焼停止直前の54秒での外壁最高温度は1640Kであった。放射温度計を同じ位置にセットし、測定した外壁温度(燃焼停止直前の54秒目)と、外壁温度分布($\epsilon=0.85$ で補正)を図41のA、Bに示す。この最高部外壁温度から、一次元熱伝導解析で求めた内壁温度は、1940Kとなった。試験後の目視観察では、SiC層の表面が一部青色に変色した部分が見られたが、フランジ部の亀裂、SiC層の剥離、侵食等の損傷は全

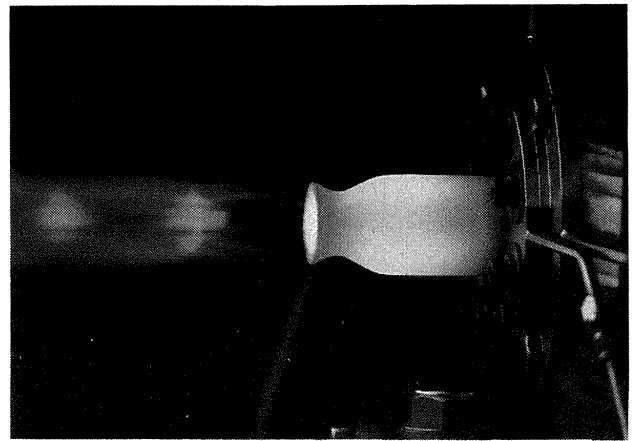


図39 燃焼試験状況(FGMコーティング型)

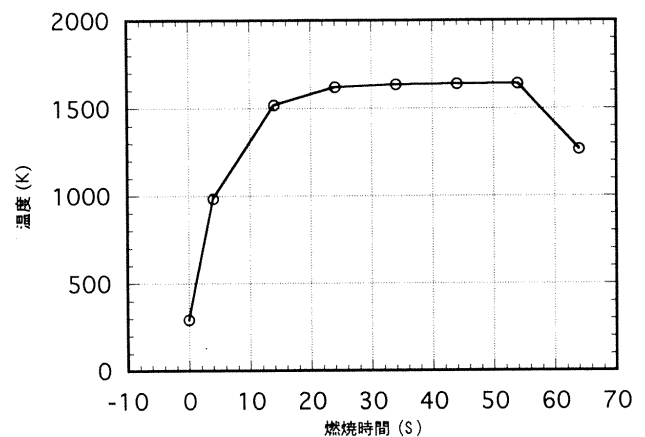


図40 燃焼器外壁温度最高部の変化
(FGMコーティング型燃焼試験1回目)

く認められず健全であった。

2回目の試験条件も、1回目と同じ試験条件で行った。本燃焼試験結果からも、1回目と同じ結果が得られた。試験後の供試体のノズル出口部、インジェクタフランジ部を図42のA、Bに示す。目視観察では、1回目の試験後と、SiC層の表面はほとんど変化がなく、またSiC層の剥離、侵食等の損傷は全く認められなかった。試験後の本燃焼器供試体の断面をSEMで観察した結果を図43に示す。C/C基材とSiC層の密着性は良好であり、界面での剥離は観測されず健全であるのが確認された。試験後の気密試験を行った結果では、試験前に比べ若干低下はしていたものの、従来型と比較するとリーク量は十分低い値を示していた。

本試験から、FGMコーティング型燃焼器供試体は、内壁温度1940Kの2回の燃焼試験において、SiC層の剥離、侵食等の損傷は全く認められず健全であることが確認された。

以上3種類の、C/C材燃焼器供試体の試験条件と試験

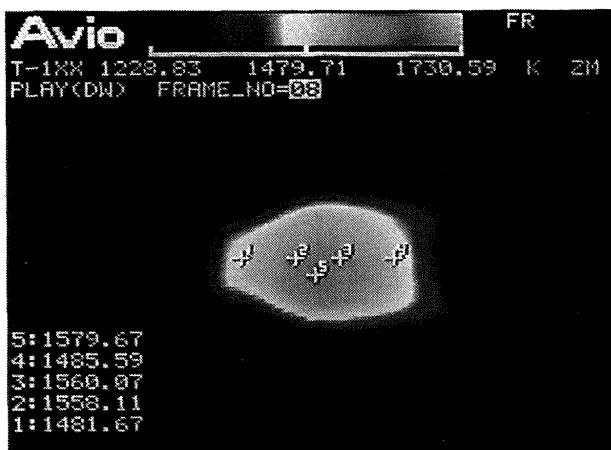
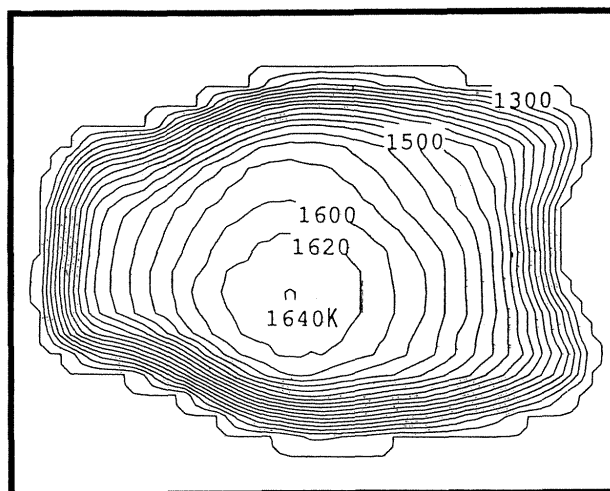
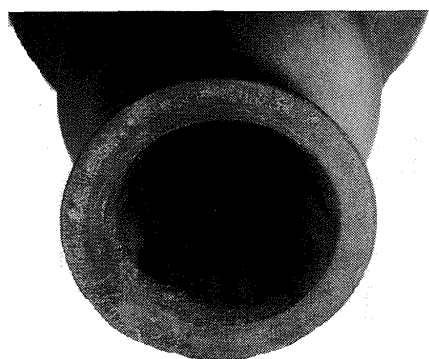
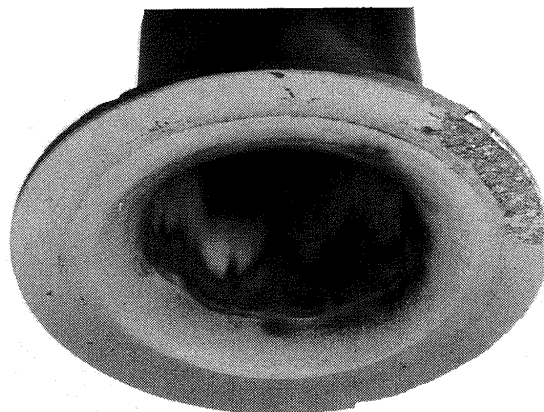
A. 放射温度計($\epsilon=1.0$)B. 温度分布($\epsilon=0.85$)

図41 放射温度計で測定した外壁温度および温度分布



A. ノズル出口部



B. インジェクタフランジ部

図42 燃焼試験 2 回後のFGMコーティング供試体外観

結果をまとめたものを表 2 に示す。

8. まとめ

3 種類のC/C材燃焼器供試体を製作し、RCS推進剤として有力なNTO/MMHの貯蔵性二液推進剤を用いた燃焼試験を行った。得られた結果を以下に記す。

- 1) インジェクタC'とGN₂冷却リングの組合せにより、燃焼器内壁温度をコントロールすることが可能であることが確認できた。また、SiCの酸化雰囲気での耐熱限界である2000Kでの燃焼試験が可能であることも示された。
- 2) 従来型燃焼器供試体を用いて行った 3 回の試験結果から、内壁温度1940Kでは、内壁のSiC・CVDコーティング層に損傷は認められなかった。
- 3) マトリックス改質型燃焼器供試体を用いて行った試

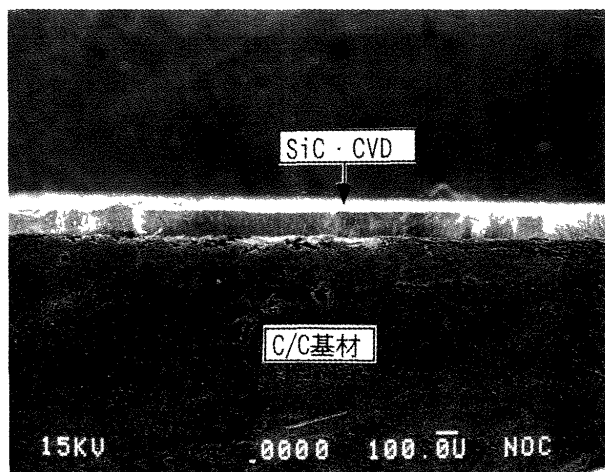


図43 燃焼試験 2 回後のFGMコーティング供試体断面SEM写真

表2 各C/C材燃焼器供試体の試験条件と試験結果

C/C材 燃焼器供試体	試験条件				試験結果		
	燃焼圧 (MPa)	混合比 (－)	GN ₂ 量 (g/s)	燃焼時間 (S)	最高外壁温度 (K)	最高内壁温度 (K)	コーティング層 剥離・浸食
従来型	0.9	1.8	20	40	1415	1610	○
			10	60	1555	1940	○
			0		1630	2300	×
マトリックス改質型	1.0		10	55	1750	1875	○
FGMコーティング型					1640	1940	○

験結果から、内壁温度1875Kにおいて剥離、侵食等の損傷は認められなかったが、インジェクタフランジの一部に亀裂が発生した。

- 4) FGMコーティング型燃焼器供試体を用いて行った2回の試験結果から、内壁温度1940Kにおいて剥離、侵食等の損傷はなく健全であることが確認された。
- 5) インジェクタと燃焼器間のシール材として、グラメット付グラファイトパッキンが有効であった。
- 6) 気密性に関しては、従来型燃焼器供試体に比べマトリックス改質型およびFGMコーティング型燃焼器供試体の方が有効である。

今後、今回の試験結果を基に使用環境である真空環境下で、短秒時の繰り返し燃焼試験および長秒時の燃焼試験を行って性能確認を行い、C/C材燃焼器としての有用性を実証していく必要がある。

現在、宇宙往還技術試験機の開発が進められており、その中でRCSスラスタの開発も行われている。本研究での成果と課題を更におし進めれば、実機用燃焼器として、従来の材料を使用した燃焼器に比べ、軽量、且つ高耐熱性、高性能のスラスタの実現が期待できるであろう。

参考文献

- 1) D. L. Bond; Technology Status of a Fluorine-Hydrazine Propulsion System for Planetary Spacecraft, AIAA paper 79-0907, 1979
- 2) M. A. Appel and G. W. Kruger; Technology Status of a Liquid Fluorine-Hydrazine Rocket Engine for a Planetary Spacecraft Propulsion System, AIAA paper 80-1171, June 1980
- 3) A. Melcher; A New Bipropellant Rocket Engine For Orbital Maneuvering, AIAA paper 90-2052, July 1990
- 4) H. Miyajima, Y. Kuroda; Bipropellant Performance Comparison of N₂H₄, MMH, and N₂H₄/MMH Mixed Fuels, AIAA paper 86-1704, June 1986
- 5) 日下, 黒田, 佐藤他; 低推力貯蔵性推進薬エンジンの高空性能, NAL-TR-853, 1985
- 6) 只野, 佐藤, 黒田他; C/C複合材のロケット燃焼器への適用その1 C/C複合材のロケット燃焼ガス加熱評価試験, NAL-TR-1264, 1995
- 7) T. Suemitsu, S. Minakata, J. Fujioka, T. Nakamura, S. Uemura, Y. Sohda, Y. Ido and N. Kawamata; Development of a New Process for Manufacturing Advanced Carbon-Carbon Composites Utilizing Hot Isostatic Pressing, Proceedings of the 5th International Symposium of the Japan Welding Society, April. 1990 pp. 417-422
- 8) 竹中, 中村, 藤岡他; マトリックス改質C/Cコンポジットの燃焼器への適用研究, ガスタービン秋期講演会, 1990. 11
- 9) 新野, 熊川, 八柳他; 小型溝構造液水冷却燃焼器の研究(II), NAL-TR-708
- 10) Barts, D. R.; Jet Propulsion 27 (1957) 49.
- 11) Y. S. Touloukian; Thermal Radiative Properties Nonmetallic Solids, Thermophysical Properties of Matter Vol. 8, IFI/PLENUM・NEW YORK-WASHINGTON. 1972 pp. 792-794

航空宇宙技術研究所報告1268号

平成 7 年 5 月 発行

発行所 航空宇宙技術研究所
東京都調布市深大寺東町 7 - 44 - 1
電話 三鷹(0422)47-5911(大代表) 〒182
印刷所 株式会社 実業公報社
東京都千代田区九段北 1 - 7 - 8

Printed in Japan