

高温プラズマ流中の炭化ケイ素アブレーションの分光測定

Spectroscopic Measurements of SiC Ablations in High-temperature Plasma Freejets

群馬大院工・院 斧澤 良太
群馬大院工・院 小澤 正裕
群馬大工・学 川田 光宏
群馬大院工 船津 賢人
群馬大工 高草木 文雄

Abstract

In order to understand the behavior of SiC ablations, radiation measurements were performed at three positions around ablating SiC test piece in air plasma freejets, namely just upstream point of the ablating tip of the test piece, side point just off the surface of the test piece, and a point in the ablation gas at a distance from the flow axis. In each point, characteristic continuum radiation, atomic Si lines and CN molecular band were observed in common. In addition, C₂ molecular band were also observed around the test piece. These chemical species were thought to be caused from ablation and chemical reactions following it. From the video camera image using an optical filter, dominated areas of the C₂ radiation were observed in the ablation gas around the test piece.

1. はじめに

宇宙往還機が地球大気圏に再突入する際、機体は著しい空力加熱を受ける。この加熱から機体を守る熱防御法の一つにアブレーション法がある。しかし、アブレーション時の材料の特性には不明な点が多く、これらに関する研究は重要である。

著者らの研究室では、次世代のアブレーション材料として耐熱性に優れる炭化ケイ素に着目し、空気プラズマフリージェットを用いた炭化ケイ素のアブレーション試験を系統的に行っている^{1)~3)}。

以前の研究において、ビデオカメラを用いた試験中の観察では、試料先端は強く発光し、その後方では青白い発光が観察された^{2), 3)}。これらの発光は熱分解ガスとプラズマジェットの反応によるものと考えられ、発光を分光測定し、放射特性を調べることで多くの情報を得ることができる。

そこで、本研究では炭化ケイ素アブレーションの放射特性を調べるため、アブレーション中の試料周りで観察された発光を3ヶ所で分光測定した。同時にビデオカメラを用いて試験中の撮影を行った。また、狭帯域フィルターを用いて特定波長の放射を空間的に撮影した。得られた分光スペクトルと試験中の動画から、アブレーション中の反応や分光スペクトルと発光の様子を考察した。

2. 実験装置

図1に実験装置概略を示す。実験装置は、アブレーション試験部と分光測定部からなる。アブレーション試験部は、空気プラズマフリージェット発生装置、熱流束計、自動試料送り装置から構成される。空気プラズマフリージェット発生装置はトーチ内部に陰極を持

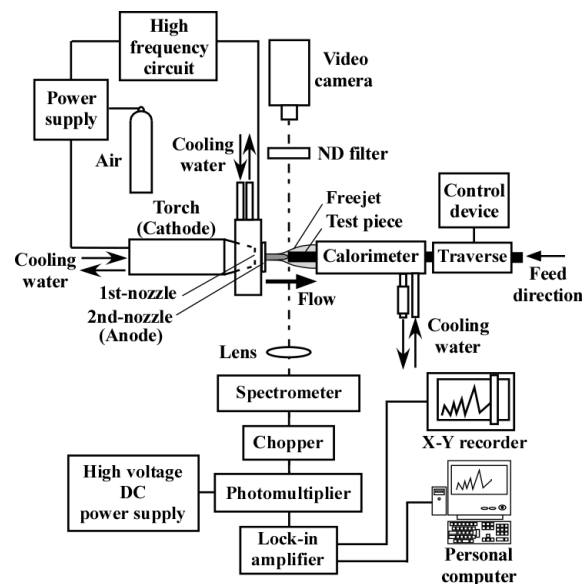


Fig. 1 Schematic view of experimental setup

ち、その先端に出口直径0.7mmの一次ノズルを持つ。一次ノズルと二次ノズル間の距離は3.0mmに設定し、この間に発生させた極小プラズマジェットを出口直径2.0mmの二次ノズル出口から噴出させ、空気プラズマフリージェットを発生させた。試料ホルダーを兼ねた熱流束計は三重円管構造であり、ホルダー内部に水を流して冷却した。試料は空気プラズマフリージェットの中心軸上の二次ノズル出口から5.0mm位置に設置した。試料の先端位置はアブレーションの進行に伴い後退するため、自動試料送り装置を用いて試料を一定速度で送った。また、ジェットの流れと垂直方向にビデオカメラを設置して試験中の試料周辺の観察を行った。試験中は試料からの発光が強いため、NDフィルターを

用いて減光した。本実験に用いた試料は直径2.0mmの丸棒形状の炭化ケイ素である。分光測定部では試料周りの像を石英レンズにより拡大し、1,200grooves/mmの回折格子を持つ分光器（浜松ホトニクス製C5095）のスリット上に結像させた。分光された光は光電子増倍管により電気信号に変換し、ロックインアンプにより増幅して、X-Yレコーダーとパーソナルコンピューターに出力させた。空間的な放射測定では、高速度ビデオカメラをジェットの流れに対して垂直方向に設置して狭帯域フィルターにより特定波長のみの発光を空間的に撮影した。その際、試料の手前に試料と同形状のスクリーンを設置し、試料からの強い発光を遮光した。空気プラズマフリージェットの発生条件は、放電電流10A、放電電圧180~185V、貯気室圧力は絶対圧力で0.6MPa、雰囲気圧力は大気圧（0.1MPa）である。

3. 分光測定位置

図2に炭化ケイ素アブレーションのビデオ画像と分光測定位置を示す。画像は透過率 10^{-3} のNDフィルターを用いて減光したものである。ジェットは二次ノズル出口から左から右に噴出しており、加熱により試料先端は強く発光していることがわかる。炭化ケイ素アブレーションでは試験開始から数秒後に試料先端から約1mm後方で半透明のリング状物質が堆積する²⁾、³⁾。このリング状物質は以前の研究からSiの酸化物であることがわかっている²⁾。これをまわりこんで径方向に膨張したジェットが試料の後方側面で弱い発光を帯びている様子がわかる。分光測定はジェットの中心軸上で試料とは重ならない(a)位置 ($x = 4.0\text{mm}$)、ジェットの中心軸上で試料が存在する(b)位置 ($x = 7.0\text{mm}$)、試料の後方でジェットが径方向に広がっている(c)位置 ($x = 8.5\text{mm}, y = 1.5\text{mm}$) の3ヶ所で行った。

4. 実験結果および考察

図3に(a)位置における炭化ケイ素アブレーションの分光スペクトルを示す。横軸は波長、縦軸は相対強度である。実線が炭化ケイ素アブレーション、破線が試料を挿入しないフリージェットのみの分光スペクトルである。両者のスペクトル分布は類似しており、強度の弱い連続スペクトルが観察された。また、300~500nmの波長領域ではOH 3064Å(0,0)、 N_2 Second Positive ($\text{N}_2^+ 2+$) (0,0)、 N_2^+ First Negative ($\text{N}_2^+ 1-$) (5,4)、CN Violet (0,0)、 $\text{N}_2^+ 1-(0,0)$ の分子バンドが観察された。OHの分子バンドは大気または作動気体中の成分に起因するものと考えられる。 N_2 、CNの分子バンドはプラズマジェット中の成分に起因するものと考えられる。Cu、Pb、Znの原子線がみられるが、これらは黄銅性の二次ノズルがジェットの熱により溶融・蒸発したことによるものである。炭化ケイ素アブレーションでは短波長領域においてSiの原子線が観察された。(a)位置は試料先端

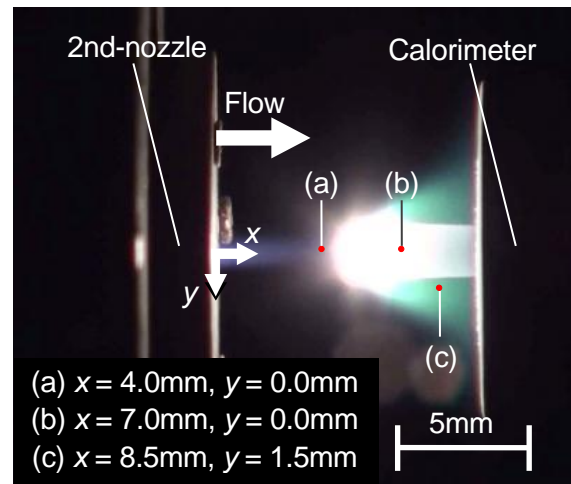


Fig. 2 Video camera image of SiC ablation and measuring positions

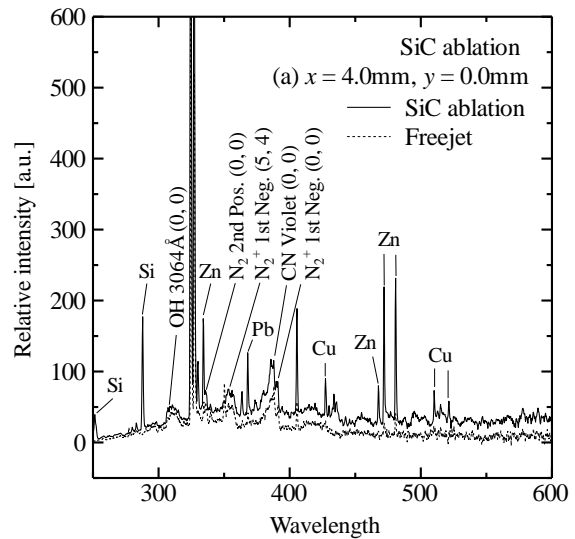


Fig. 3 Experimental spectra of SiC ablations at $x = 4.0\text{mm}$ on flow axis

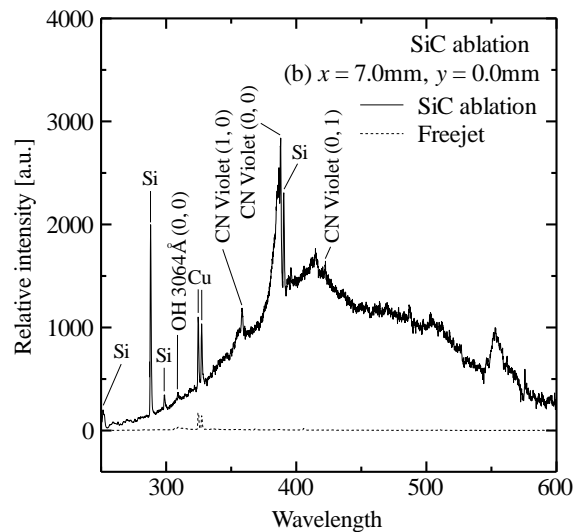


Fig. 4 Experimental spectra of SiC ablations at $x = 7.0\text{mm}$ on flow axis

より前方であることから、熱分解により発生したSi原子が試料の前方に噴出していると考えられる。

図4に(b)位置における分光スペクトルを示す。縦軸の数値は全ての図に対して共通であることから、この位置では、(a)位置やフリージェットのみのスペクトルと比較して強度の強い連続スペクトルが現われていることがわかる。これは試料周りの高温ガスからの発光に試料からの発光が重畳しているためであると考えられる。また、250nm~350nmの波長範囲において、Si, Cuの原子線およびOHの分子バンドが観察された。Siの原子線は400nm付近でも観察され、350nm~450nmの波長範囲ではCN Violet (0, 0), CN Violet (1, 0), CN Violet (0, 1)バンドが観察された。Si, CNの放射が複数観察され、その強度は(a)位置よりもはるかに強い。CN V (0, 0)の放射強度が(a)位置よりもはるかに強いことは、アブレーションで発生したC原子が空気プラズマ中のN原子と盛んに再結合反応していることを示す。(b)位置は、炭化ケイ素アブレーションで発生した熱分解ガス(特にC原子)がジェット下流部の温度が相対的に低くなる領域で他の化学種と反応し、その存在を顕在化している領域といえる。

図5に(c)位置における分光スペクトルを示す。この位置においても測定した波長領域で連続スペクトルおよびSiの原子線とOH, CNの分子バンドが観察された。また、この位置のスペクトルの分布形状は他の測定位置と比較して異なっていることがわかる。長波長側では連続スペクトルの強度が高く、他の測定位置ではみられないC₂ Swan (0, 0)などの分子バンドが観察された。C₂の放射が観察されたことから、C原子の再結合反応が起きていることがわかる。この位置では、試料上に堆積したSiの酸化物をまわり込んで径方向に広がったジェットの温度が下がることで、熱分解ガスに含まれる種々の化学種の再結合反応が起きていると考えられる。

試料周りの気流の発光について詳しく調査するために、高速度ビデオカメラと狭帯域フィルターを用いて発光の空間的な放射測定を試験的に行った。今回用いた狭帯域フィルター(MC520)は、中心波長521.00nm、透過率83%(中心波長)、半値全幅10.00nmであり、(c)位置の分光スペクトルにおいて観察されたC₂ Swan (0, 0)の放射波長に対応している。図6にO.D.=3のNDフィルターを用いて撮影したビデオ画像とMC520を用いて撮影したアブレーション領域の放射強度分布をそれぞれ示す。MC520を用いて撮影した画像は発光強度を256階調で示しており、その階調は画像下のカラーバーに対応している。画像において、白の破線で示す領域はスクリーンの範囲を示している。ジェットの発光強度はノズル出口からの距離が離れるにつれて弱くなるが、径方向に広がったジェットは比較的強い発光強度であることがわかる。スクリーン先端より約1mm後方と熱流束計側面には強い発光領域が存在する。これらはア

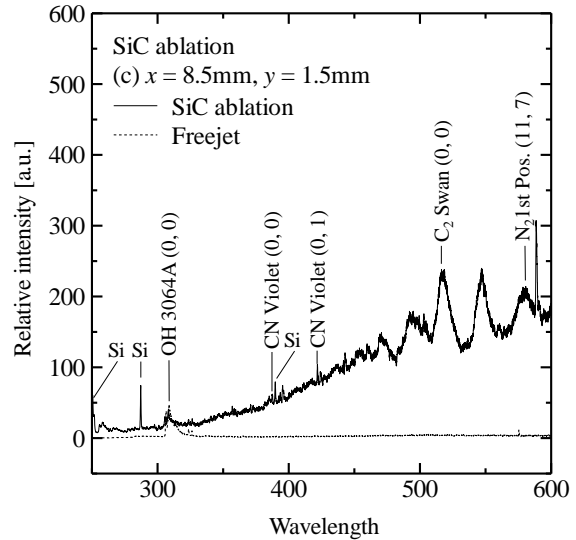


Fig. 5 Experimental spectra of SiC ablations at $x = 8.5\text{mm}$ and $y = 1.5\text{mm}$

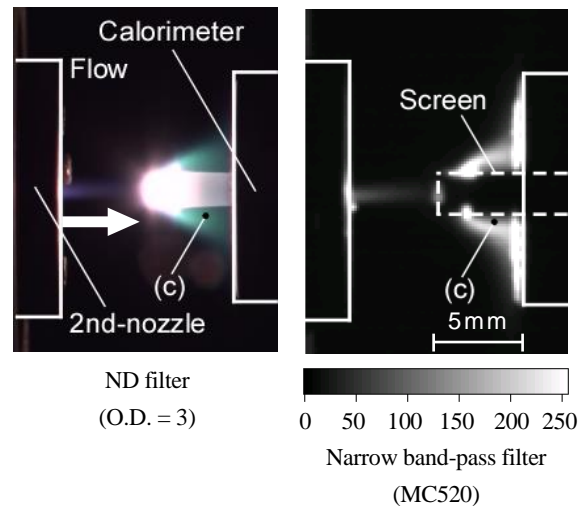


Fig. 6 Video camera images of SiC ablations with optical filters

ブレーションの進行に伴い試料表面および熱流束計側面に堆積したSiの酸化物が強く発光しているためである。Siの酸化物をまわり込んで流れる気流中の強度分布は、ジェットの中心軸を中心としてほぼ上下対称に分布しており、(c)位置よりも少し下方において強度の強い領域が存在する。この領域ではC₂ Swan (0, 0)の放射が盛んに起こっていると考えられる。

図7は(a), (b), (c)位置における炭化ケイ素アブレーションのスペクトル分布を相互に比較したものである。横軸は波長、縦軸は対数表示で相対強度をとっている。各測定位置により強度に差はあるが位置によらず連続スペクトルが観察され、Siの原子線とOH 3064Åバンド、CN Violetバンドなどが観察された。また、位置による分布と連続スペクトルの形状、観察される化学種に違いがあることから発光スペクトルの性質に違いがあることがわかった。これらは、ジェットによる加熱環境および流れ場の違いなどが原因として考えられる。

図8に各測定位置における分光測定結果および図6のO.D. = 3のビデオ画像から類推した炭化ケイ素アブレーションのモデル図を示す。図において、ジェットは左から右へ流れており、図中の灰、黒、白の丸はそれぞれC原子、N原子、Si原子を表している。試料周りの薄い色で示す領域は、O.D. = 3のビデオ画像において観察されたジェットの径方向への拡がりを表している。

炭化ケイ素アブレーションでは、試料先端でのジェットによる加熱が大きいと、炭化ケイ素の熱分解が起こり、熱分解ガスが前方に噴出したため、(a)位置でSiの放射が観察されたと考えられる。前方に噴出した熱分解ガスはその後ジェットによって後方に流れる。後方に流れた熱分解ガス中のSi原子はプラズマジェット中のO原子と反応し、Siの酸化物を形成する。Siの酸化物は試料先端から約1mm後方の試料表面上にリング状に堆積する。試料表面にリング状に堆積したSiの酸化物背後では、熱分解により発生したC原子とジェット中のN原子の反応が起こり、CNが生成される。(b)位置ではSiの原子線、CN Violetバンドの放射の強度が他の位置と比較すると強く、他の位置では観察されない遷移確率の低い準位の放射も観察された。これは、(b)位置が熱分解ガスの噴出する試料先端のすぐ後方であり、ジェットの温度が比較的高い位置であることが原因として考えられる。また、さらに下流では、リング状物質をまわり込んだジェットの温度が急激に低下することで、C原子の再結合反応が盛んになり、生成されたC₂が、その領域で放射したと考えられる。

5. 結論

本研究では炭化ケイ素アブレーションの放射特性を調べるため、アブレーション中の試料周りで観察された発光を3ヶ所で分光測定した。同時にビデオカメラを用いて試験中の撮影を行った。また、狭帯域フィルターを用いて特定波長の放射を空間的に撮影した。得られた分光スペクトルと試験中の動画から、アブレーション中の反応や分光スペクトルと発光の様子の関係を考察した。以下に主な結論を示す。

- (1) 測定位置によらず、連続スペクトルおよびSi, OH, CNの放射が観察された。
- (2) ノズル出口からの距離 $x = 4.0\text{mm}$ 位置において、Siの原子線が観察されたことから、試料先端より上流に熱分解したSiが噴き出していると考えられる。
- (3) ノズル出口からの距離 $x = 7.0\text{mm}$ 位置では強度の強い連続スペクトルが観察された。また、CNの放射強度が強いことから、アブレーションにより生成したC原子がジェット中のN原子と反応していると考えられる。
- (4) 試料の後方でジェットが径方向に拡がる領域では、アブレーションで発生したC原子が盛んに再

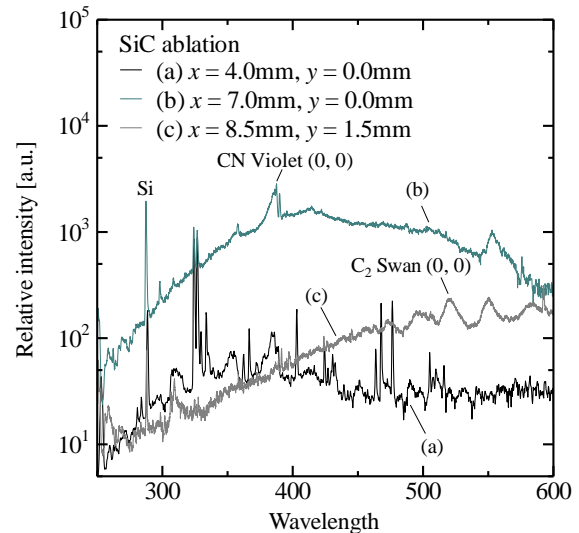


Fig. 7 Comparison of experimental spectra at three measuring positions

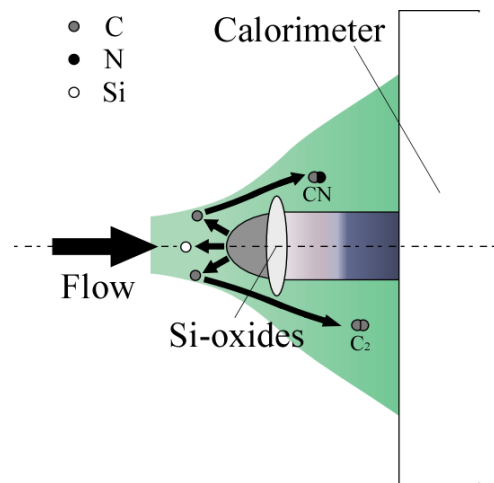


Fig. 8 Model of SiC ablation

結合しており、これらは径方向に拡がったジェットの温度の低下が原因であると考えられる。

参考文献

- 1) Funatsu, M., Ozawa M., Shirai, H., and Takakusagi, F., "Experimental Study of Ablation Processes of SiC-based Materials in Air Plasma Freejets," *Trans. JSASS Aerospace Technology Japan*, Vol. 8, No. ists27, pp. Pe_41-Pe_46, 2011.
- 2) Ozawa, M., Funatsu, M., Onozawa, R., Shibata, R., Shirai, H., and Takakusagi, F., "Spectroscopic Measurements of SiC Ablations in Air Plasma Freejets," *Trans. JSASS Aerospace Technology Japan*, Vol. 10, No. ists28, pp. Pe_41-Pe_47, 2012.
- 3) 斧澤良太, 小澤正裕, 船津賢人, 白井紘行, 高草木文雄, 「空気プラズマフリージェット中の炭化ケイ素アブレーションの放射測定」, 平成23年度衝撃波シンポジウム講演論文集, pp. 373-376, 2012.