

X線CTを用いた固体推進薬内のAP粒子 / ボイド分散評価手法

岩崎 祥大^{*1}, 松本 幸太郎^{*2}, 細見 直正^{*3}, 大竹 加那^{*4}, 山口 聡一朗^{*3}, 羽生 宏人^{*2}

Dispersibility Evaluating Method of AP particles and Voids in Solid Propellant by X-ray CT

Akihiro Iwasaki^{*1}, Kotaro Matsumoto^{*2}, Naomasa Hosomi^{*3}, Kana Otake^{*4},
Soichiro Yamaguchi^{*3} and Hiroto Habu^{*2}

ABSTRACT

In this study, dispersibility evaluating method of particles and voids in solid propellant is considered. This method is need for the optimization of solid propellant slurry mixer. The inside structure was imaged by X-ray CT and the luminance histograms of this image was analyzed. Their distribution shapes were changed by the texture of AP particles and the presence of voids. Therefore, those changes are used for the dispersibility evaluating method.

Keywords: Solid Propellant, X-ray CT, Particle, Void, Dispersion

概 要

本研究では固体推進薬スラリー連続捏和装置の最適化に必要な固体推進薬内の粒子 / ボイド分散評価手法を検討している。X線CTによって固体推進薬の内部構造を撮像し、その画像の輝度ヒストグラム解析を行った。このヒストグラムでは、AP粒子の粗密・ボイドの有無によって、分布形状の変化が見られ、AP粒子 / ボイド分散評価として有効であることが示された。

* 平成27年12月9日受付 (Received December 9, 2015)

*1 総合研究大学院大学 物理科学研究科 宇宙科学専攻
(The Graduate University for Advanced Studies, School of Physical Sciences, Space and Astronautical Science)

*2 宇宙科学研究所 宇宙飛行工学系
(Division for Space Flight Systems, Institute of Space and Astronautical Science)

*3 関西大学 システム理工学部 物理・応用物理学科
(Kansai University, Faculty of Engineering Science, Department of Pure and Applied Physics)

*4 関西大学 理工学研究科 システム理工学専攻
(Kansai University, Graduate School of Science and Engineering, System Science and Engineering)

1. 緒言

固体推進薬の組成は、固体ロケットの飛翔計画に合わせて設計されている¹⁾。しかし、固体推進薬組成を設計したとしても、固体ロケットの飛翔を的確に把握し、飛翔計画を実現するためには、固体推進薬製造プロセスの詳細な制御が必要となる。イプシロンロケットに代表される世界に誇る性能を持つ固体ロケット技術を保持する日本が、さらなるブレイクスルーを狙うとすれば、この固体推進薬製造プロセスの刷新である。固体ロケットの信頼性向上へ重要な役割を担う固体推進薬製造プロセスに着目し、全く新しい信頼性担保方法を持つプロセスの提案とそのプロセスを定量的に評価・効率化に挑戦することで、製造段階の大幅な低コスト化に加えて従来を上回る固体ロケット飛翔精度を獲得できるなど、既存の常識を打ち破る抜本的な固体ロケットの低コスト化が可能となる。岩崎らは蠕動運動ポンプを用いて AP (Ammonium Perchlorate: 過塩素酸アンモニウム) 系コンポジット固体推進薬の連続製造に取り組んでおり²⁾、その中で重要となっているのはプロセスを構成する各操作、特に固体推進薬の捏和操作における固体推進薬内の粒子/ボイドの分散評価である。現在世界の固体推進薬の主流である AP 系コンポジット固体推進薬では、AP 粒子充填率とその均一性、ボイドによる異常燃焼の防止が固体ロケットモータの燃焼制御・信頼性・製造性に直結しているからである^{3,4)}。

AP 系固体推進薬は少量のバインダの中に大量の AP 粒子を分散させ、さらに一般的には性能向上のために金属燃料である Al 粒子を 20% 程度しているため、可視光では内部の状態をうかがい知ることはできない。このような固体推進薬内の粒子状態把握、固体推進薬内の可視化手法として、S. Gallier らの発表⁵⁾以来急激に注目されているのが X 線 CT を用いた固体推進薬の内部構造撮像である。長谷川らは X 線 CT による固体推進薬内の AP 粒子を可視化することで、固体推進薬スラリの固体ロケットモータケース注型操作による AP 粒子の配向性が固体ロケットモータ燃焼に及ぼす影響を検討した⁶⁾。このように、固体推進薬内部を詳細に把握する方法として X 線 CT は非常に優れている。

2. 研究目的

本研究の目的は X 線 CT を用いて、固体推進薬内の AP 粒子/ボイドの分散を評価することである。具体的には、固体推進薬の X 線 CT 撮像画像をヒストグラム解析し、AP 粒子・ボイド分散の依存性を検討する。

3. 実験

X線CT撮像装置として nano3DX (リガク製) を用いた。X線発生装置の管電圧は 40 kV, 管電流は 30 mA, 銅ターゲットを用いてエネルギー 8 keV の特性 X 線を光源とする。CT のピクセルサイズは 4.32 μm , 実効的な空間分解能は 10 μm である。

実験試料は固体推進薬スラリを手で捏和, 硬化させたものをラミネート加工し, 試料を作製した (Fig.1)。固体推進薬は材料に HTPB (末端水酸基ポリブタジエン) プレポリマーと粒径 5 μm Al 粉末, 粒径 400, 200, 50 μm AP 粉末, DOA (アジピン酸ジオクチル), IPDI (イソホロンジイソシアネート) を用いた。組成は HTPB: Al: AP: DOA: IPDI = 12: 18: 68: 1: 1 とした。AP 各粒径の配合比は粒径 400 μm : 粒径 200 μm : 粒径 50 μm = 60: 15: 25 とした。

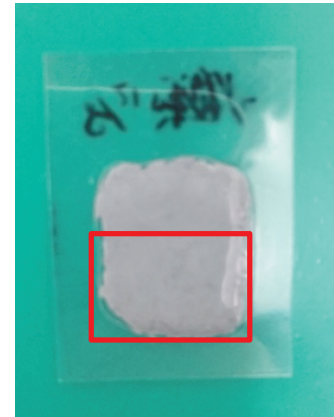


Fig.1 実験試料

4. 結果と考察

4.1 固体推進薬の輝度ヒストグラム

X線CT撮像した試料内部断面画像が Fig.2 である。画像では AP の粒子形状がはっきりと確認でき, Al 粒子に関しては粒径 5 μm に対して分解能 10 μm が大きいいため, HTPB・DOA・IPDI と合わせ分散媒成分として画像では捉えられた。また画像の試料中に見られる輝度の低い部分は X 線吸収係数の低いポイドだと考えられる。この画像の枠内で輝度ヒストグラムを取ると Fig.3 のようになった。グラフは縦軸に画素数, 横軸に輝度値を取った片対数グラフである。ピーク位置を輝度値 139 とする分布形状が得られた。輝度は成分の質量密度によるため, 固体成分である AP と Al は高輝度域にそれぞれ別の輝度を持つ。しかし, 粒子径が小さい Al 粒子はバインダ成分の輝度と平均化されて分散媒成分 (Al とバインダ成分が平均化されたもの) としてふるまい, 結果として Fig.3 のグラフは AP と分散媒成分の分布が重ね合わさっている。以上の輝度ヒストグラムの特徴から, 次のことが推察された。

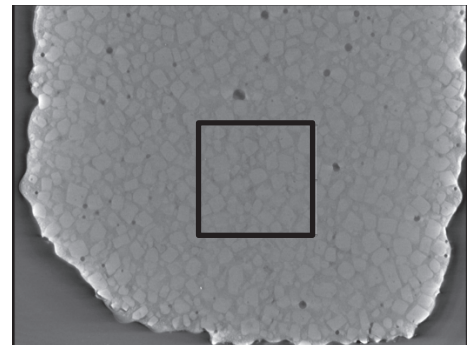


Fig.2 固体推進薬の断面 CT 画像

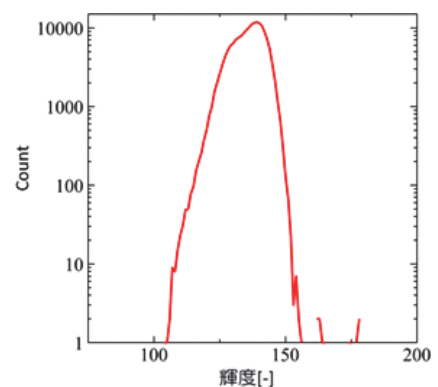


Fig.3 輝度ヒストグラム

- ・ AP の分散が悪い，すなわち分散媒成分が多い部分では AP の輝度域を示す画素数が減り，分散媒成分を示す画素数が増えるため，分布形状が変化する。
- ・ ボイドが存在する場合，低輝度域に分布が現れる。

以下，この二つに関して検討を行った。

4.2 AP 分散評価

Fig.4 は AP 粒子の粗密の画像比較である。左は AP 粒子分散が密なもの，右は AP 粒子分散が粗なものとなっている。比較的輝度の高い AP 粒子が隙間なく分散している左の画像に比べて，右は比較的輝度の低いバインダ成分の領域が多くなった。実際に両画像の輝度ヒストグラムを比較すると Fig.5 のようになった。分布形状を比較すると，AP 粒子が粗に分布している場合，AP 粒子が密な場合と比較して 4.1 項の推察の通り，AP が減り分散媒成分が増えているため，輝度値 110 ～ 130 付近の画素数が増え，輝度値 130 ～ 150 付近の画素数が減っている。このように，分布形状に着目すれば AP の分散評価ができることが分かった。

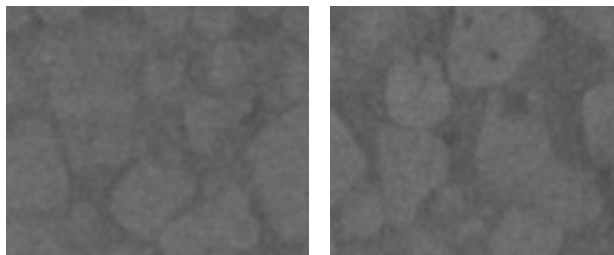


Fig.4 AP 粒子粗密の比較 (左:密, 右:粗)

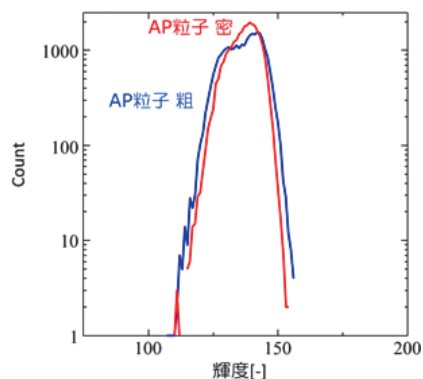


Fig.5 AP 粒子粗密のヒストグラム比較

4.3 ボイド分散評価

Fig.6 はボイドの有無による画像の比較である。左がボイドの無い部分，右がボイドの多数見られる部分である。左のボイドが無い画像は Fig.3 のものを用いた。それぞれの画像の輝度ヒストグラムを比較すると Fig.7 のようになった。ボイドの有る画像でも同様のシャープなピークが現れたが，低輝度域（輝度値 80 ～ 120）にも分布が生じた。

この輝度域は 4.2 項で考察した分散媒成分よりも輝度が低いため，確かに固体推進薬成分によらない低輝度物質，すなわちボイドである。このように，ボイドが存在している場合，ヒストグラムによってボイドの検出が可能である。

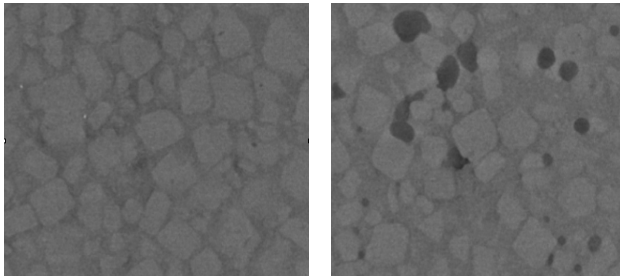


Fig.6 ボイド有無の比較
(左: ボイド有, 右: ボイド無)

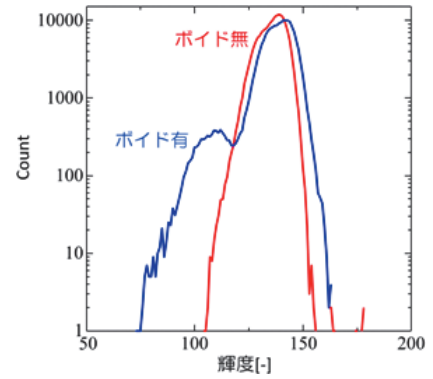


Fig.7 ボイド有無のヒストグラム比較

5. 研究目的

X線CTによるAP/Al/HTPB系固体推進薬断面画像に関して、輝度ヒストグラムへのAP粒子・ボイドの分散依存性を検討した。断面画像の輝度分布はAP粒子と分散媒成分の二つの分布の重ねあわせで構成されることが分かった。AP粒子低分散状態では、APの画素数が減り、分散媒の画素数が増えた。また固体推進薬中にボイドが存在した場合、輝度値80～120の低輝度域に分布を持つヒストグラムが得られた。以上の結果より、固体推進薬断面のX線CT撮像画像の輝度ヒストグラムを解析することによって、これまで検出することが困難であったAP粒子・ボイド分散それぞれを同時かつ独立に評価できる。この手法は固体推進薬製造プロセスの各操作評価手法として、既存の粘度を評価関数に用いた評価手法では不可能であった固体推進薬の内部構造を把握することが期待できる。

今後はこの評価手法をさらに追及し、定量評価手法として確立させることを目指す。そのためには、相対値である輝度に関する検討に加え、各固体推進薬成分のX線吸収係数を求め、絶対値であるCT値を用いたヒストグラムで解析を進める予定である。

6. 謝辞

本研究では関西大学 山縣准教授のX線顕微鏡 nano3DX を使用して実験を行いました。ご協力を下さいました山縣准教授、山本研究員に感謝いたします。

参考文献

- 1) 甲賀誠：“AP/HTPB 系コンポジット推進薬設計のための一考察”，日本航空宇宙学会論文集，55 (2007), 182-187
- 2) A. Iwasaki, K. Matsumoto, R. Ban, S. Yoshihama, T. Nakamura, H Habu: “The Continuous Mixing Process of Composite Solid Propellant Slurry by the Artificial Muscle Actuator”, 30th International Symposium on Space Technology and Science, paper No. 2015-a-03 (2015)
- 3) 山谷寿夫, 岩間彬, 得猪治輔：“多泡性推進薬の燃焼および爆轟性に関する研究 (1)”，工業火薬，43 (1982), 381-386
- 4) M. Kohga, Y. Hagihara: “Rheology of Concentrated AP/HTPB Suspensions Prepared at the Upper Limit of AP Content”, Propellants, Explosives, Pyrotechnics, 25 (2000), 199-202
- 5) S. Gallier, F. Hiernard: “Microstructure of Composite Propellants Using Simulated Packings and X-Ray Tomography”, Journal of Propulsion and Power, 24 (2008), 147-150
- 6) 長谷川宏, 加藤一成, 宮地英生, 小林敏彦, 福永美保子, 矢島雄三, 平岡克己, 坪井伸幸, 大門優, 嶋田徹：“固体推進薬内部の AP 粒子分布の可視化”，平成 21 年度宇宙輸送シンポジウム講演集 (2010)