

グラファイト－FRP積層材ノズルの研究

小原 嗣朗・武藤 範雄

A Study on Layered Graphite-FRP Composites for Solid Rocket Nozzles

By

Shiro KOHARA and Norio MUTO

Abstract: Layered graphite-FRP composites for solid rocket nozzles were investigated. Phenolic resin was used as a binder and three types of fibers; glass fiber, silica fiber and carbon fiber, were used to reinforce the ablator (FRP layers in the composites). The rocket motor tests for evaluating the composites were performed with various solid propellants. The nozzles which were reinforced with carbon fiber or silica fiber were promising, but those with glass fiber were inferior to others. The nozzle materials applicable to the practical use were developed.

概 要

グラファイトノズルとFRPノズルの長所を合わせた性質をもつノズルとして、グラファイト－FRP積層材ノズルの研究を進めた。グラファイトおよびFRPの性質に関する基礎的な研究を行った後、小型の積層材ノズルを作り、テストスタンドで燃焼実験を行った。各種の推進剤を用い、種々な条件における燃焼実験を繰返して、実用に供し得る程度の性能をもつ積層材ノズルを開発した。

1. ま え が き

固体燃料ロケットのノズルの材料は、工業的な分野で最も過酷な条件で使用される材料であるといつてよいであろう。ノズル材料の場合、高温、高圧、高速の燃焼ガスに対する耐熱性、耐エロージョン性、および耐圧強度などが要求されるが、このうち最も厳しい条件は高温に対する耐熱性であろう。

このような高温で使用される材料に関しては、1) 耐熱性の高い材料を使用する、2) 材料表面における断熱を考える、3) 材料を冷却する、などの方法が対策として考えられる。2,000~3,000℃の温度で固体状態を保ち、さらにある程度の強度を失わない材料としては、炭化物、酸化物、窒化物などの無機化合物とグラファイトが考えられるが、加工性、耐熱衝撃性などの点も考慮すると、グラファイトが最も適しているといえる。このため、固体燃料ロケットのノズルには、グラファイトが多く使用されている。そして表面における断熱あるいはエロージョン防止などのために、無機化合物のコーティングが用いられている。つぎに、材料を冷却する方法としては、固体燃料ロケットのように特別に冷却装置を用いない場合は、アブレーションを応用した冷却効果をもつ、FRPなどの複合材料が用いられている。

グラファイトは、超高温用耐熱材料としては確かにすぐれた材料であるが、ノズル用材料としては、1) 機械的強度が弱い、2) 高温で耐酸化性に乏しい、3) 大型部品の製造が困難、などの欠点がある。一方、FRP製ノズルには、燃焼中にスロート径が拡大する、という欠点がある。このような点から、グラファイトとFRPを組合せて両者の長所を備えたノズル材料を作り出すことを考えた。グラファイトとFRPの組合せとしては、FRPをグラファイトノズルの内張りの形で用いた例はあるが、そのような例では、ある程度スロート径の増加を避けることはできない。ここでは、グラファイトとFRPの長所を損わないように利用するという点から、両者を積層した材料をノズルに用いることを試みた。このような組合せによって、1) 燃焼中のスロート径の拡大を、グラファイトの耐熱性とFRPのアブレーション効果によってある程度防ぐことができる、2) グラファイト単体の場合より強度が増大する、特に耐衝撃性が増大する、3) グラファイト製ノズルより軽くすることができる、などの利点が得られることが期待される。

2. 実験結果および考察

FRPは、強化材のせんいと母材の樹脂の組合せによって、その性質はひじょうに異なるが、この場合は、FRPは強度よりはむしろアブレーション効果の方を重視しているので、樹脂にはアブレーション性能がすぐれているとされているフェノール系の樹脂〔1〕、〔2〕、〔3〕のみを用いた。せんいは、ガラスせんい、シリカせんいおよびカーボンせんいを用いた。また、グラファイトは、市販されているものから高密度のものを選んだ。表1にこれらの素材の性質をまとめて示す。表1に示す各せんいと樹脂から製造したFRPの性質を表2に示す。これらのFRPは、今後それぞれGFRP (Glass Fiber Reinforced Plastic)、SFRP (Silica Fiber Reinforced Plastic)、CFRP (Carbon Fiber Reinforced Plastic)と略記して区別することにする。これらのFRPの製造条件は表3に示されている。つぎに、これらの各種のFRPとグラファイトの2mm厚の板を作り、交互に積層して接着した積層材を作った。その製造条件も表3に示す。以下には、積層材は組合せたFRPにしたがって、GFRP + G、SFRP + G、CFRP + Gなどの記号で示すこととする(ただし、特にせんいの種類を区別しない場合はFRP + Gと記す。)

2.1 予備実験

2.1.1 機械的強度

表1 実験に用いた各種素材

せんい	ガラスせんい	EMH 25 AH (目抜平織 1 mm)
		MG 252 (平織 0.22 mm)
	シリカせんい	EA 502 Q CH (綾織 0.6 mm)
		EA 5001 Q ₂ (綾織 0.4 mm)
	カーボンせんい	KGF 200 (目抜平織 { 0.2 mm 0.8 mm
		カーボロンZ 2-1 (一方向引揃え 0.14 mm)
トレカ 300 # 2002 (綾織 0.12 mm)		
樹脂	プライオーフェン5900	変性フェノール樹脂 (アルコール溶性)
グラファイト	ATJ	密度 1.73 g/cm ³ , 気孔率 20%

(数値はすべてカタログ値)

表2 グラファイト, FRPおよび積層材の性質

	曲げ強さ (kg/cm ²)	圧環強さ (kg/cm ²)	硬さ (H _R -31.2 kg)	密度 (kg/cm ³)
グラファイト	98	394	82	1.81
GFRP	252		120	1.94
SFRP	436		118	1.80
CFRP	240(K)		114(K)	1.33(K)
	358(N)		115(N)	1.37(N)
	341(T)		123(T)	1.49(T)
GFRP+G (//) (⊥)	193	825		
	249			
SFRP+G (//) (⊥)	141	699		1.59
	167			
CFRP+G (//) (⊥)	99(K)	536(K)		1.57(K)
	162(K)			

(K): KGF, (N): カーボロン, (T): トレカ

最初に、グラファイトおよびFRPの強度を測定し、つぎにグラファイトとFRPを積層した複合材料の強度を測定した。強度は、グラファイトの強度と比較するために、ぜい性材料の強度測定に使用される3点荷重式の抗折試験によって求めた。また、積層材の場合は、荷重方向によって強度が大きく変化するので、積層材に対して2通りの荷重方向について測定を行った(図1)。この場合、積層材の各試験片は、いずれも最外側に各層の $\frac{1}{2}$ のグラファイト板がくるようにした。グラファイトおよびFRPについては、硬度の測定も行った。

つぎに、ノズル材料として高圧に耐えるという点を考慮すると、円筒形試料の内圧による破壊強度を比較する必要がある。しかし、そのような試験は実行が困難であったので、環状

の試験片を作り、これに外部から圧縮荷重を加えて破壊する際の周方向の応力を求めた。表2に抗折および圧環強度、および硬度測定の結果を示す。

これらの、各種の材料の破壊に至る荷重-ひずみの変化を図2に示す。グラファイトの場合は、ひずみが少なく、直線的な変化を経て破壊に至る典型的なぜい性破壊を示すが、FRPの場合はかなりのひずみを生じた後に破壊する。さらに、グラファイトとFRPを積層した複合材料は、荷重-ひずみ曲線は幾つかの階段状の変化を経て破壊に至る。この変化は各層間の破壊に対応するもので、これは抗折試験の場合も、圧環試験の場合も同様である。このように、積層材の場合は、グラファイトのみの場合のようにぜい性破壊を示すことなく、破壊が徐々に進行し、また一箇所の破壊が直ちに全体の破壊を招くというような恐れはない。これは、複合化の効果が現われたといえるであろう。

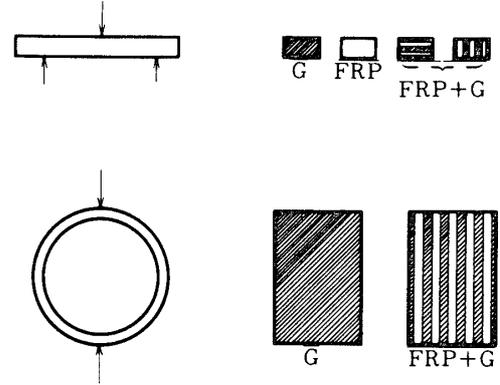


図1. 強度の測定方法

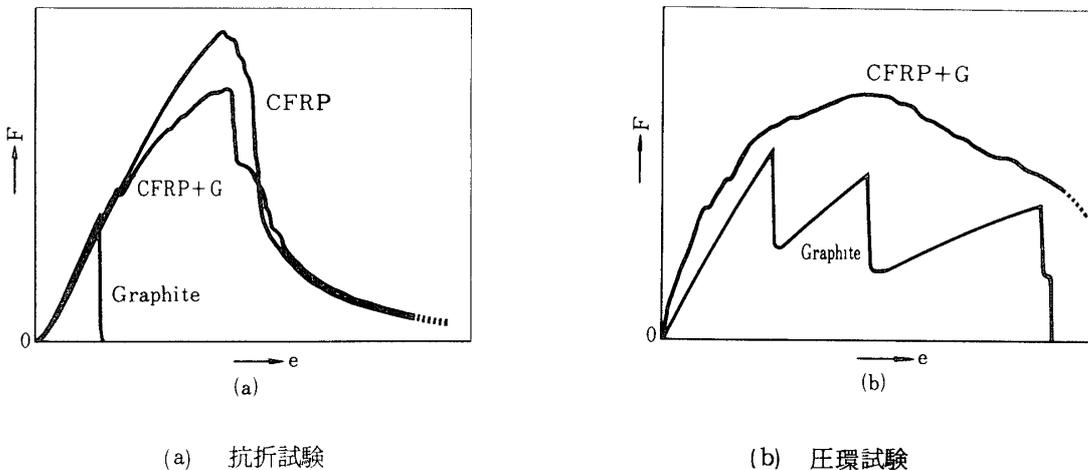


図2. 強度試験における荷重-ひずみ曲線

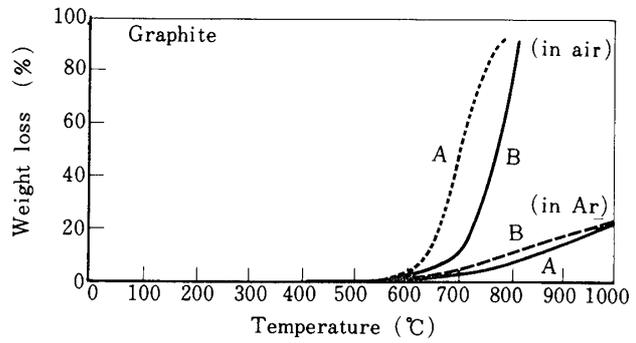
2.1.2 熱的性質

グラファイトおよびFRPの機械的性質は、前段で述べたとおりであるが、この研究においてはFRPに関しては、むしろアブレーション特性が重要であるから、熱的性質を明らかにしておく必要がある。このために、グラファイト、樹脂、せんいおよびFRPについて、温度上昇に伴う重量変化を測定した。測定は、酸化雰囲気（空气中）および非酸化雰囲気（Ar中）において行った。

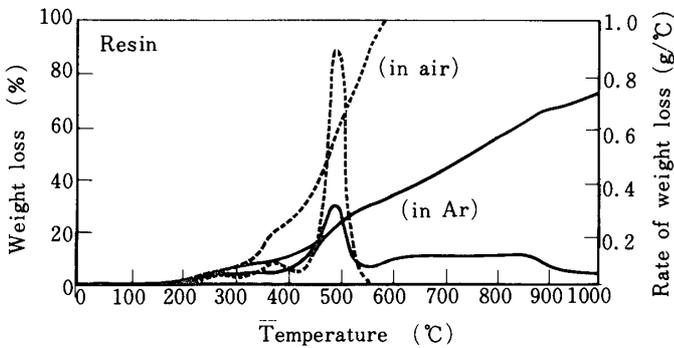
図3(a)にグラファイトの変化を、また(b)に樹脂の変化を、さらに(c)にFRPの変化を示す。これらの測定結果から、使用した樹脂は450~500℃で急激な分解が生じることが分る。し

たがって、この温度付近に加熱された場合に、アブレーション効果が著しくなるであろうと予想される。また、GFRPやSFRPに較べてCFRPの場合は、雰囲気によって重量変化が異なることに注意すべきである。すなわち、酸化雰囲気においては、CFRPはカーボンせいの急速な消耗が生じるので、アブレーション効果は他のFRPほど期待できないと思われる。

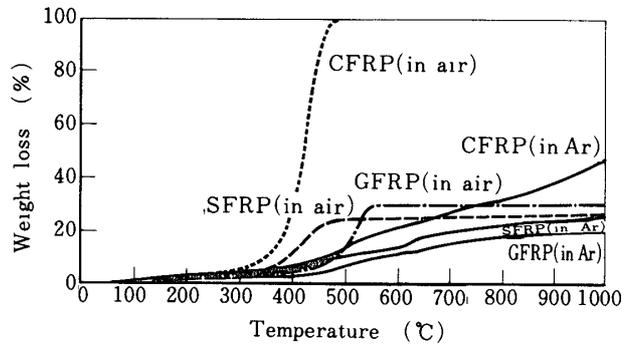
グラファイトとFRPを積層材にする効



(a) グラファイト



(b) 樹脂



(c) FRP

図3 素材およびFRPの熱重量分析

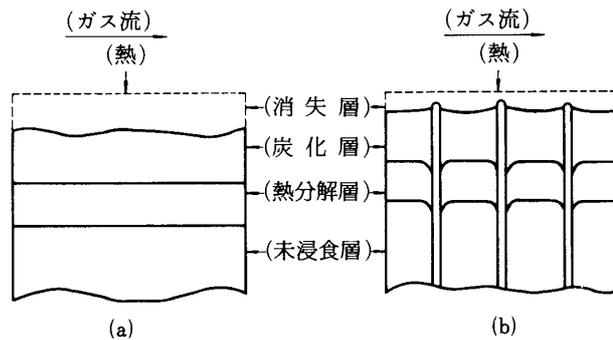


図4 アブレーションによるFRPの消失

果は、つぎのようである。高分子材料のアブレーション効果とは、図4(a)に示すように、材料の一部が加熱されることによって熱分解を生じる際に、直接気化、燃焼、あるいは液化後気化などの過程に伴って熱が吸収される効果である[4][5]。したがって、表面から材料がしだいに消失してゆくが、表面がガスの流れなどに接する場合は、アブレーションのみでなく

表面から削り取られることにより消失する部分が増大する。このため、アブレーション材料としては、せんいなどで補強したプラスチックの複合材料が用いられている。しかし、ノズルの材料の場合は、高温、高速、高圧のガス流に直接接触するため、表面から削り取られる部分が多いのでアブレーション効果は減少する。このためせんい自身の消耗を少なくするために、せんいをガス流の方向に対してある角度傾けた複合材料を作るといった方法が採られているが、そのような材料は、製造法が複雑になる。

いま、FRPのなかに高融点の物質を埋め込んだ場合を考えると、これはガス流による表面層の消失に対してある程度の抵抗となるであろう。そしてこの物質は、ノズル内のような強いガス流に対する抵抗となるためには、粒子やせんいなどよりはもっとマシなものではない。このため、FRPのなかにガス流の方向に対して直角に薄いグラファイトの板を並べること考えた。このようなFRPとグラファイトの組合せによって、ガス流による表面層の消失を少なくして、FRPによるアブレーション効果を増加させると共に、スロート径の増大を少しでも小さく保つことに効果があると思われる。この場合、グラファイトはFRPよりは熱伝導率がよいので、グラファイト層を通じて内部に熱が伝わり、FRPの未浸食層の温度を上げることになる。しかし、グラファイトの層が十分薄いならば、FRP層のアブレーション効果によってグラファイト層の端面における温度上昇は低くなり、また伝達される熱量も少ないので、積層材内部の温度上昇は低く押さえられる。この場合、FRP層内では、グラファイトに接する側面で、温度上昇が生じるので、熱分解層の分布は図4(b)のようになるであろう。一方、グラファイト層があまり薄いと、ガス流に対する抵抗の効果がなくなる。したがって、グラファイト層の厚さをどれ位にするかということが積層材ノズルにとって最も重要な問題である。この場合、グラファイト層の厚さは1 mm程度にすることが望ましいが、実際には加工の問題などで1 mmの厚さの板を入手できなかったため、この実験では厚さ2 mmのグラファイト板を用い、FRP層も厚さ2 mmとした。

2.2 燃焼実験

2.2.1 第一次実験

予備実験の結果、グラファイトとFRPの積層材は、グラファイトあるいはFRP単独の場合より破壊挙動が改善されることが明らかになった。それで、グラファイトとFRPの積層材から実際に小型のテストノズルを作り、燃焼実験を行って、グラファイト-FRP積層材のノズル材料としての適否を判定する実験を行った。ノズルは、最初に2 mm厚のFRPおよびグラファイトの円板を層状に積層し、そしてその両側にグラファイトの厚い円板を接着して、各ノズル毎に1個のブロックを作り、切削加工によってノズルを削り出した。積層材ブロックの製造条件および構造を表3に示す。これらの条件から、この方式のノズルを大型のノズルにスケールアップして製造することは、それほど困難なことではないと思われる。テストノズルの寸法および形状を図5に示す。図5の(A)および(C)の部分はグラファイトで、(B)の部分はグラファイトとFRPの積層材である。(B)の部分は、厚さ2 mmのグラファイトと同じ厚さのFRPの板を積層したものであるから、この部分には12枚のグラファイト板を含む(図10(b)参照)。この実験では、最も過酷な条件にさらされるスロート部分にのみ積層

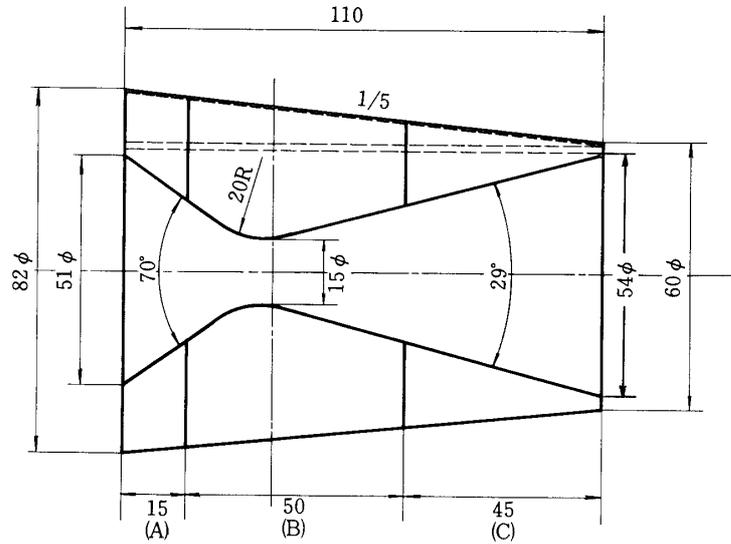


図5 テストノズルの構造および寸法

材を用い、その前後の部分にはグラファイトを用いた。また比較のために、(B)の部分全部FRPにしたノズル (No. 1, 2, 3), および(B)部のなかでもさらにスロート部中心に厚さ15mmのグラファイト板を用いて、その前後に積層材を用いたノズル (No. 7) も作った。この場合は、スロート部のグラファイトの前方に3層のFRP, また後方に6層のFRPの層が積層されている (図10(C)参照)。ノズルの重量を比較すると、GFRPを用いたノズルはグラファイトノズルより重く、SFRPを用いたノズルは、グラファイトと大体同じで、C

表3 ノズルの構造および製造条件

ノズル 番号	実験 番号	構 造			FRP			グラファイト			FRP	積層材
		(A)	(B)	(C)	せ ん い	樹 脂	樹 脂 含有率	(A)	(B)	(C)	製造条件	製造条件
											kg/cm ² °C hr	kg/cm ² °C hr
1	1-1	G	GFRP	G	EMH 25	プライオーフェン5900	35%				10 160 4	10 160 4
2	1-2	G	SFRP	G	EA 50	"	41				"	"
3	1-3	G	CFRP	G	KGF 200	"	46				"	"
4	1-4	G	GFRP+G(12)	G	EMH 25	"	35	ATJ	ATJ	ATJ	"	"
5	1-5	G	SFRP+G(12)	G	EA 50	"	41	"	"	"	"	"
6	1-6	G	CFRP+G(12)	G	KGF 200	"	46	"	"	"	"	"
7	1-7	G	(CFRP+G(12)) -G- (CFRP+G(5))	G	KGF 200	"	46	"	"	"	"	"
8	2-1	GFRP	GFRP+G(12)	GFRP	MG 252	"	35		"		10 160 4	10 165 4
9	2-2	SFRP	SFRP+G(12)	SFRP	EA 50	"	39		"		"	"
10	2-3	CFRP	CFRP+G(12)	CFRP	KGF 200	"	47		"		"	"
11	3-1	SFRP	SFRP+CFRP(17)	SFRP	EA 5001 (A,C) カーボンZ 2-1 (B)	"	40 38		"		10 165 4	1 165 4
12	3-2	CFRP	CFRP+G(13)	CFRP	カーボンZ 2-1	"	38		"		"	"
13	4-1	SFRP	SFRP+G(13)	SFRP	EA 5001	"	40		"		10 165 4	1 165 4
14	4-2	CFRP	CFRP+G(13)	CFRP	カーボンZ 2-1(A,C) トレカ300(B)	"	40		"		"	"

()の数字はグラファイト層の数を示す。

表4 燃焼実験の結果(a)

ノズル 番号	実験 番号	重 量	重量減 少率	スロート径 増加量	スロート径 増加率	スロート面 積増加量	スロート面 積増加率	スロート径 増加速度	スロート面 積増加速度
1	1-1	655 g (1.13)	2.0%	5.54 mm	37.6%	141 mm ²	82.6%	1.87 mm/sec	48 mm ² /sec
2	1-2	603 (1.04)	1.2	4.21	28.2	101	57.6	1.25	30
3	1-3	540 (0.93)	0.6	2.47	16.8	56	33.0	0.80	18
4	1-4	640 (1.10)		7.84	52.3	240	136.1	3.44	105
5	1-5	615 (1.06)	0.3	1.06	7.1	27	15.3	0.38	10
6	1-6	587 (1.01)	0.5	1.36	9.1	38	21.7	0.40	11
7	1-7	595 (1.02)		0.16	1.1	3	1.7	0.07	1
8	2-1	632 (1.09)	1.5	0.03	0.2	7	4.0	0.003	6
9	2-2	590 (1.01)	1.4	0.06	0.4	14	8.0	0.006	13
10	2-3	506 (0.87)	1.2	0.02	0.1	5	2.7	0.002	4
11	3-1	543 (0.93)	5.3	1.08	6.8	38	19.3	0.027	1
12	3-2	549 (0.94)	9.6	0.51	3.3	20	10.4	0.019	0.7
13	4-1	612 (1.05)	7.2	1.93	12.6	52	28.1	0.047	1.3
14	4-2	557 (0.96)	9.1	1.48	9.7	38	20.9	0.039	1

() はグラファイト製ノズルに対する重量比。

表5 燃焼実験の結果(b)

ノズル 番号	実験 番号	推 薬 組 成						燃 焼 方 式	燃 焼 温 度 K	燃 焼 速 度 cm/sec	作 動 時 間 (t _a) sec	平均圧力 (P _c) kg/cm ²	圧力・時間 (P _c ・t _a) kg・sec/cm ²	平均推力 (F) kg	推力・時間 (F・t _a) kg・sec						
		ポリウ レタン	ポリプ タンエ ン	過塩素 酸アン モニウム	アルミ ニウム 粉末	銅クロ ム触媒	銅ファ イバー														
1	1-1	5	1	0	74	3	16	8	3	6	0	端 面 燃 焼	3,368	3	71	2	96	30	3	89	8
2	1-2	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,398	3	11	3	38	38	8	131	2
3	1-3	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,425	3	70	3	08	49	6	152	7
4	1-4	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,412	3	92	2	28	43	0	97	9
5	1-5	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,435	4	05	2	82	54	0	152	2
6	1-6	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,412	3	64	3	38	45	9	155	1
7	1-7	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	"	3,452	4	67	2	42	64	0	154	9
8	2-1	0	25	75	10	2	10	"	2,781	1	65	11	8	19	7	232	8				
9	2-2	"	"	"	"	"	"	"	2,972	1	60	10	6	23	2	245	4				
10	2-3	"	"	"	"	"	"	"	2,859	1	61	11	7	20	3	238	0				
11	3-1	0	20	80	10	2	10	"	2,730	1	95	39	5	28	3	1119	4	77	9	3077	7
12	3-2	"	"	"	"	"	"	"	2,746	2	83	26	9	58	0	1559	9	147	7	3974	3
13	4-1	0	17	83	10	2	2	"	2,974	1	82	41	4	28	2	1167	8	67	3	2787	5
14	4-2	"	"	"	"	"	"	"	2,978	2	01	37	6	30	5	1147	6	79	4	2984	3

FRPを用いたノズルはグラファイトノズルより軽くなる。表4のノズルの重量の下の()内の数字は、同じサイズのグラファイト(ATJ)製ノズルの重量に対する比率を示す。

燃焼実験は、所内の小型ノズル用テストスタンドで固体推進剤を用いて行った。実験結果を表4および表5に示す。ノズル材料の性能の評価として、燃焼実験による重量減少率、スロート拡大率、スロート拡大速度を測定した。スロート拡大率は、写真によって燃焼実験前後のスロート部の形状を記録して、その直径および面積の変化からスロートの直径および面積増加率を求めた。また、燃焼時の圧力変化の記録から $P_c \text{ max}$ を求め、燃焼開始後 $0.1 \cdot P_c \text{ max}$ に達した時間から、 $P_c \text{ max}$ 経過後再び $0.1 \cdot P_c \text{ max}$ に達する時間を作動時間 $t_a[6]$ としてスロートの直径増加速度および面積増加速度を計算した。これらの測定結果は表4にまとめて示されている。推進剤の組成、燃焼温度(理論値)、作動時間などは表5に示されている。

燃焼実験における圧力変化を図6, 7, 8に示す。図6は、FRPノズル(No.1, 2, 3)の比較であるが、どのノズルも時間と共に圧力がしだいに減少している。これはスロートの

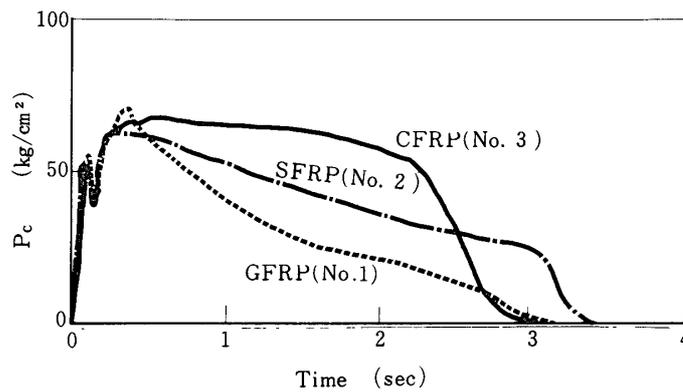


図6 第1次燃焼実験における圧力曲線 (1) FRPノズルの比較

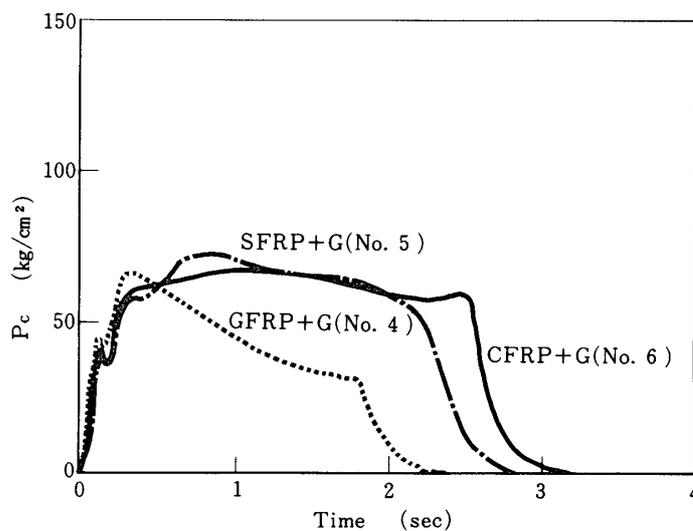


図7 第1次燃焼実験における圧力曲線 (2) FRP+Gノズルの比較

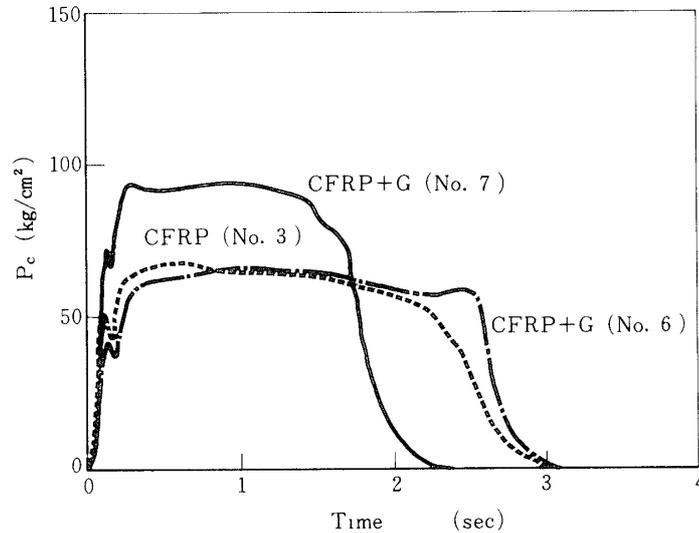


図8 第1次燃焼実験における圧力曲線 (3) CFRP基ノズルの比較

拡大によるものと思われるが、FRPノズルの欠点が表われている。ただ、CFRPノズル (No. 3) の場合は、他のGFRPノズル (No. 1) やSFRPノズル (No. 2) の場合より圧力低下は少なく、比較的良好である。図7は、FRP-グラファイト積層材ノズルの比較であるが、GFRP+Gノズル (No. 4) の場合を除き、いずれも燃焼の終わりまで圧力の低下はなく、よい結果が得られている。図8は、上記の例で比較的良好な性能を示したCFRPを主体にしたノズルの比較である。この場合、CFRPのみのノズル (No. 3) より、CFRP+G積層材ノズル (No. 6) の方がややすぐれているが、スロート部に厚いグラファイト板を用いたノズル (No. 7) は、さらにすぐれている。

これらのノズルのスロート拡大率およびスロート拡大速度は、表4に示されているが、さらに各ノズルのスロート部の形状変化を調べた結果を図9に示す。これによると、GFRPを主体にしたノズルが最も形状変化が著しく、つぎにSFRPを主体にしたものが変化が大きい。CFRPを主体にしたものの変化は小さい。しかし、SFRPおよびCFRPを主体にしたものは形状が円形のままで拡大している。ノズル材料としては好ましい拡大の仕方といえる。スロート部に厚いグラファイトを用いたノズル (No. 7) は、スロートの拡大も少なく、また、ほとんど原形が維持されているので、この点では最もすぐれたノズルであるといえる。

燃焼実験終了後、各ノズルを縦に切断してノズルの内面の状態を調べた。図10に断面の写真を示す。図10(a)はSFRPノズル (No. 2) であるが、SFRP部分の炭化層の分布がよく分る。ノズル内面に沿って一様な厚さの炭化層が形成されて、アブレーション効果を発揮していることが示されている。ただ、(A)、(B)両部分の接する面では、(A)部分のグラファイトの熱伝導がよいために、界面に沿って内部へ炭化が進行している。これは、(B)、(C)両部分の界面においても同様な傾向が認められる。図10(b)はSFRPにグラファイトを組合せたSF

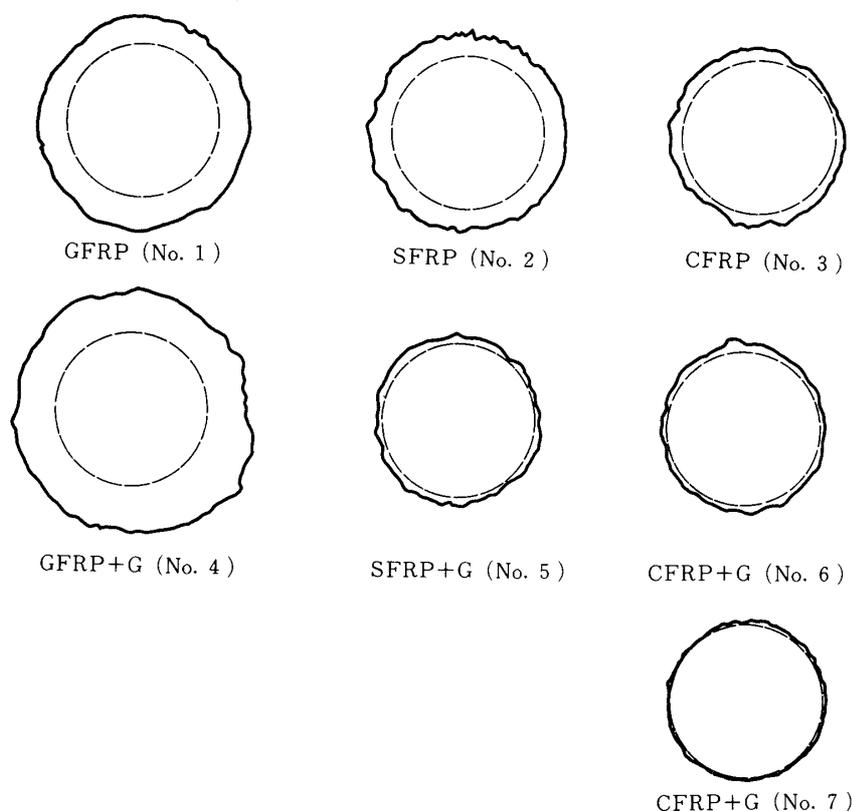
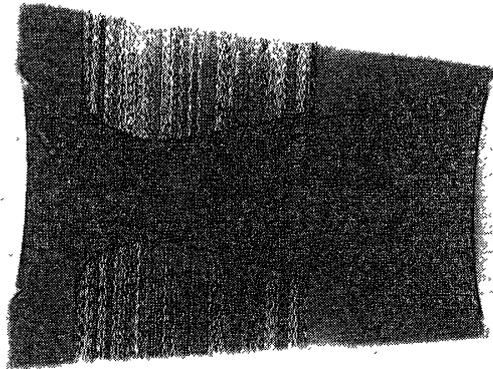


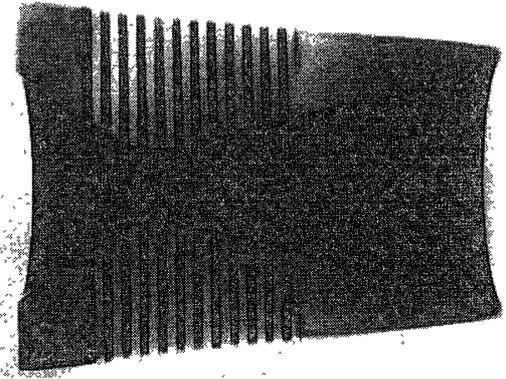
図9 第1次燃焼実験におけるスロート部の形状変化

R P + G ノズル (No. 5) であるが, (a) と比較してスロート部の消耗が少ない。また, グラファイト板の間の S F R P の層は, 図 4 (b) で推定したような炭化の進行を示している, グラファイトと F R P の複合の効果が認められる。このことは, 一部を拡大した写真 (図 10 (d)) では, もっと明瞭に示されている。図 10 (c) はスロート部に厚いグラファイト板を用いた積層材ノズル (No. 7) である。この例ではノズル内面の消耗はほとんどなく, また, C F R P 部分の炭化層が比較的深部にまで及んでいて, C F R P 層が少ないにもかかわらずアブレーションが効果的に起ったことを示している。ただ, この例では, (B), (C) 両部分の界面ではく離が生じた。これは, (B), (C) 間に F R P 層を入れなかったためグラファイト同志の接触面を作ってしまったという製造上のミスがあったことも原因ではあるが, このような構造のノズルでは, 内部にグラファイトの大きいブロックを含むものは, 界面に全面的な炭化を生じ, はく離する恐れがあるので, 避けるべきである。

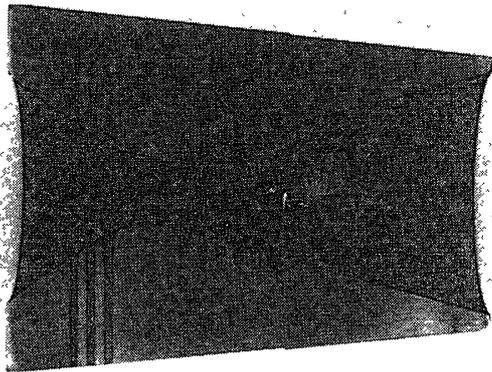
図11(a)(b) は, S F R P を主体にしたノズルの(B)部分の消耗を拡大して示した図である。この図からも明らかなように, S F R P にグラファイトを組合せることによってスロート部の消耗が著しく減少する。また, この図から, スロート部の消耗は, ほとんど(B)部分に限られるので, ノズル材料としてこれに相当する部分の強化あるいは保護を考えることが重要であることが分る。図 12 (a)(b) は, 各種ノズルの(B)部分の消耗を, 直径の拡大量で表わした図である。F R P ノズルは, (B) 部分を 2mm 厚の層に分けて, また, F R P + G ノズルは, 各



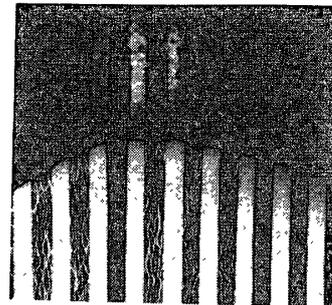
(a) SFRPノズル (No.2)



(b) SFRP+Gノズル (No.5)



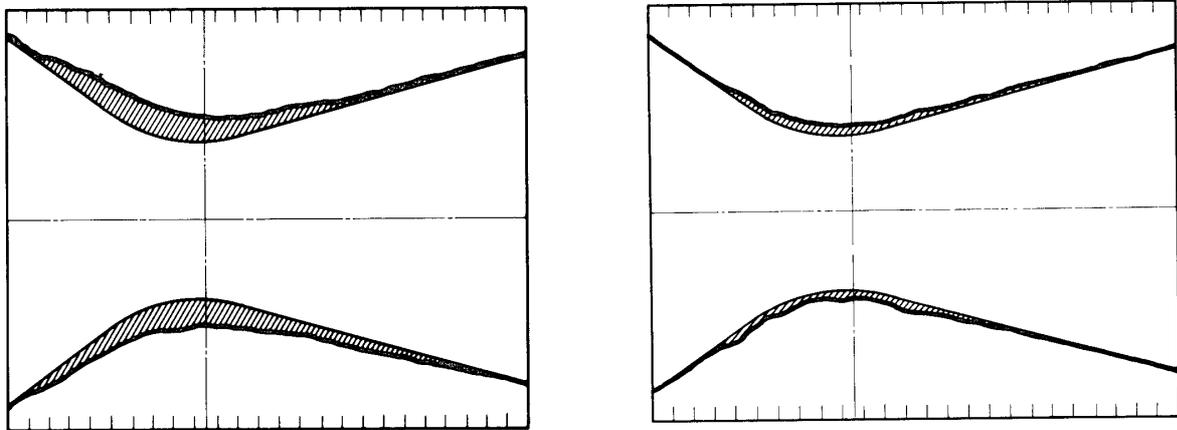
(c) CFRP+Gノズル (No.7)



(d) SFRP+Gノズル (No.5)

図10 ノズル断面写真

層毎に、直径の変化を測定した結果である。図12(a)は各種FRPノズルの比較であるが、この図によると、ノズル内面の消耗は、スロート部より前方に消耗のはげしい部分があることが分る。各FRPノズルのうちでは、GFRPノズル (No.1) が最も消耗が大きく、SFRPノズル (No.2) がこれにつき、CFRPノズル (No.3) が最も少ない。これは恐らくせんいの耐熱性の差によるものと思われる。図12(b)は、SFRPノズル (No.2) とSFRP+Gノズル (No.5) の比較である。SFRPにグラファイトを組合せることによってノズルのスロート部前方の消耗は著しく少なくなる。したがって、FRPのみのノズルでは、スロート部の前方の部分の消耗は主としてエロージョンによるもので、消耗部分がすべてアブレーション効果をもたらすとは考えられない。また、積層材ノズルの場合、消耗はFRP部分に集中し、アブレーション効果によってグラファイトの層が保護されていることが分る。



(a) SFRPノズル (No. 2)

(b) SFRP+Gノズル (No. 5)

図 11 燃焼実験によるテストノズルの(B)部分の内面の消耗

以上の実験の結果をまとめると、つぎのような結果が得られる。

(1) GFRPノズルは、強度は高いが、重量は重く、耐熱性も劣るので、他の2種のFRPノズルに較べてすぐれているとはいえない。また、これをGFRP+G積層ノズルにしても、これらの欠点はあまり改良されない。

(2) SFRPノズルとCFRPノズルは、GFRPノズルよりすぐれた性質を示したが、この実験条件では、CFRPノズルの方がすぐれている。これはFRP+G積層ノズルにした場合も同様である。

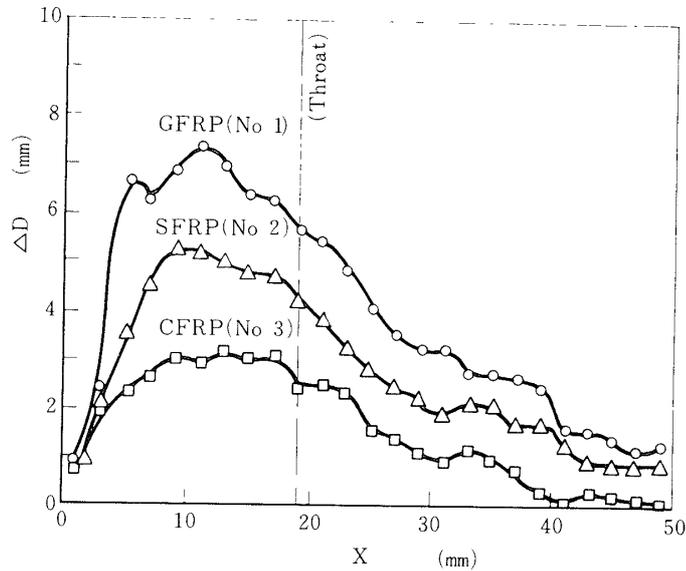
(3) グラファイトとFRPを積層したノズルは、FRPによるアブレーション効果と、グラファイトの耐熱性が複合されて、FRPのみのノズルよりすぐれた性能を示した。

(4) 積層ノズルは、内部にグラファイトの大きいブロックを含むような構造をもつノズルの場合、界面におけるはく離などを生じる恐れがあるので、そのような構造を採ることはできるだけ避けた方がよい。

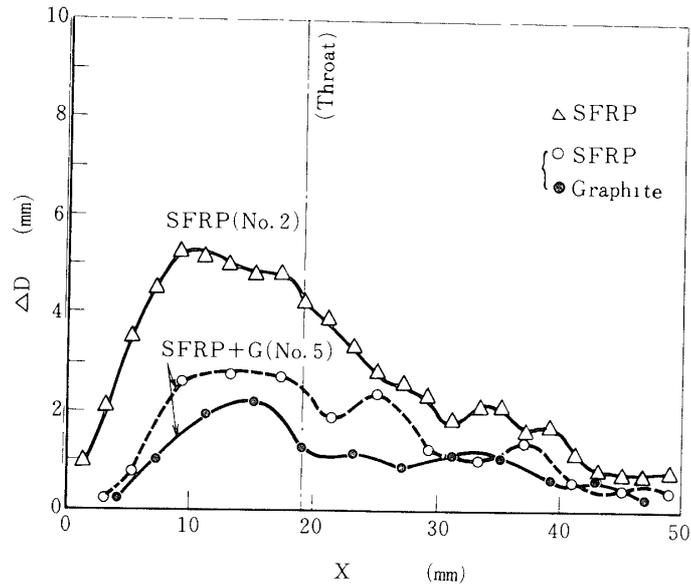
2.2.2 第2次実験

第1次実験の結果から、グラファイト-FRP積層材ノズルがすぐれた性能を示すことが明らかにされたが、一方、積層材にグラファイトの厚いブロックを含むものは、はく離などの欠点を生じることも分った。それで、ノズルの積層材の前後の部分をグラファイトからFRPに変更したものを作り、第2次の実験を行った。これは、最初はこの研究をグラファイトノズルの改良という方向で考えていたが、むしろFRPノズルの改良という方向に改めた方がよいと考えたからである。このような方針にしたがって3種類のノズルを作製し、燃焼実験を行った。ノズルの構造および製造条件などを表3に示す。

第2次燃焼実験における重量減少率、スロート径および面積増加率などは表4および5に示されている。また、燃焼時の圧力曲線を図13に、スロート部の形状の変化を図14に、縦断



(a) FRP ノズルの比較



(b) SFRP および SFRP + G ノズルの比較

図 12 燃焼実験による(B)部分各部の内径の変化

面の写真を図15に、各部の内径の変化を図16に示す。この場合も、やはり GFRP を用いたノズルは内面の消耗が著しかったが、スロート部の形状の変化は、他のノズルと較べてあまり大きくない。CFRP + G ノズル (No. 10) の場合、積層材の FRP 部分はほとんど形状の

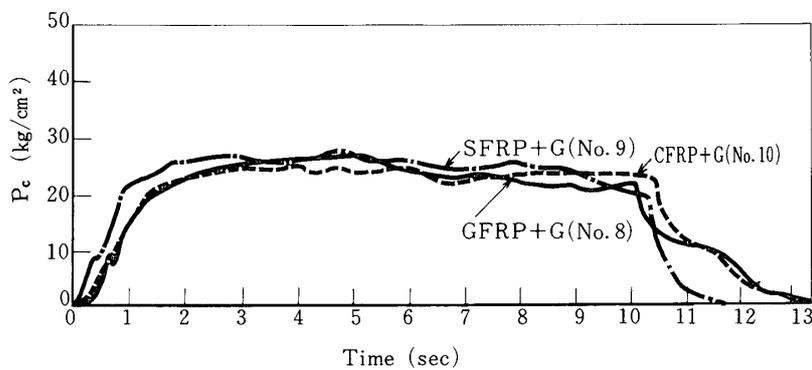


図 13 第 2 次燃焼実験における圧力曲線

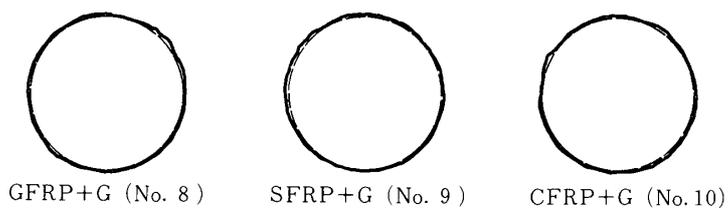
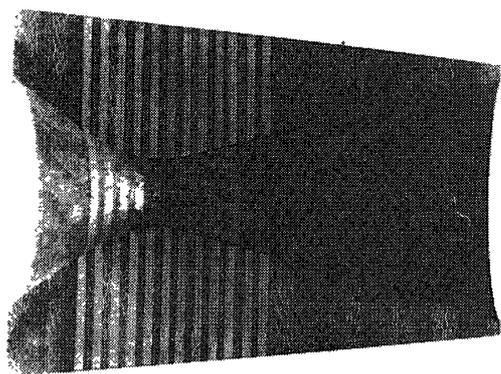
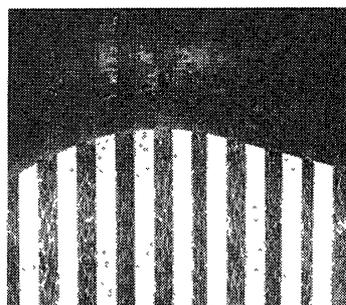


図 14 第 2 次燃焼実験におけるスロート部の形状変化

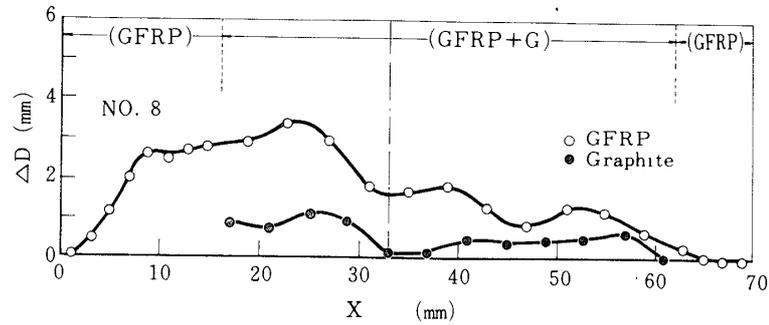


(a) C F R P + G ノズル (No. 10)

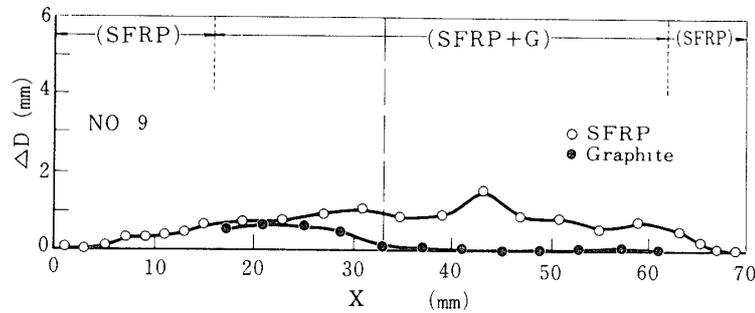


(b) C F R P + G ノズル (No. 10)

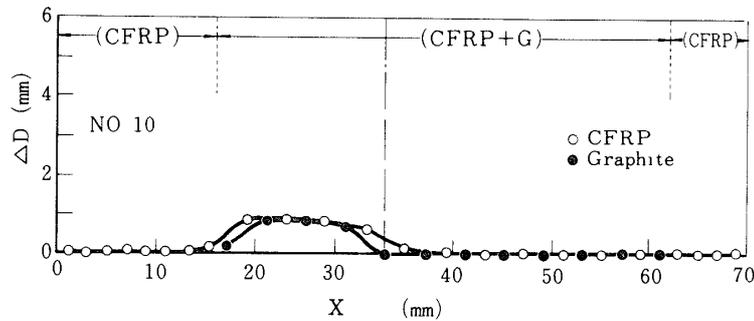
図 15 ノズルの断面写真



(a) GFRP+Gノズル (No. 8)



(b) SFRP+Gノズル (No. 9)



(c) CFRP+Gノズル (No. 10)

図16 燃焼実験によるノズル各部の内径の変化

変化を示していない(図15(b))。しかし、炭化層は認められるので、FRPによるアブレーション効果があったと考えられる。

このシリーズの実験は、第1次実験より燃焼温度の低い推進剤を用いたためか、燃焼時間は長くなったがスロート部の消耗は僅かで、各ノズルの性能の比較ではそれほど明瞭に差が表われなかった。しかし、ノズル全体としては一様な内面の消耗を示し、積層材としての構造的な欠陥は特に認められなかった。第2次実験の結論としていえることは、つぎのようであ

る。

(1) ノズル全体をFRP製として、一部消耗のはげしい部分をグラファイトとの積層材を使用する方式が、積層材ノズルに最も適した構造である。

(2) 積層材を構成するFRPとしては、SFRPまたはCFRPがすぐれている。

2.2.3 第3次実験

第3次実験は、前回の実験よりさらに燃焼時間を長くした条件に対するノズルの性能を試験することを目的とした。これまでの実験で、CFRP製のノズルが比較的良好な結果を示しているので、CFRP製のノズルを中心にして、1個はCFRPとSFRPの積層材ノズル (No.11)、もう1個はCFRPとグラファイトの積層材ノズル (No.12)を試験することにした。ノズルの構造および製造条件は表3に示す。CFRP-SFRP積層材ノズルは、このような2種の異なるFRPを複合させた場合、ノズルとしてどのような性能を示すかということと、ノズル内部で各FRP層がどのような挙動を示すかということを知ることが試験の目的である。このノズルは重量も軽く、SFRP層のアブレーション効果でCFRP層が保護されるため、CFRP単独のノズルよりスロートの拡大を防げるという利点がある。実際のノズルは、CFRP層の数を17と多くしたため、図5の(A)部分が12mm、(B)部分が66mm、(C)部分が32mmである。CFRP+G積層材ノズルは、従来のもと同じであるが、燃焼時間の増大に対応して、縦方向にSFRP製の細いピンを通して接着し、またノズルの外層にSFRPの薄い層を接着してノズルの補強を計った。補強部分は、図5に破線で示してある。また、今回は、(B)部分に炭素せんいとしてカーボンZ2-1を、(A)、(C)部分にはKGFを用いた点がこれまでのノズルと異なる点である。

第3次燃焼実験は、NTCの小型テストスタンドで行った。実験結果は、重量減少率、スロート径および面積増加率、増加速度などを表4、5に、また、燃焼時の圧力曲線を図17に、スロート部の形状変化を図18に、ノズルの断面写真を図19に、各部の内径の変化を図20に示す。

SFRP-CFRPノズル (No.11)は、第一次実験におけるSFRPあるいはCFRP単独のノズルと比較すると、スロート部の拡大率は減少していて、SFRP層のアブレーション効果によってCFRP層が保護されていることが分る。このようなFRP同志の積層材で

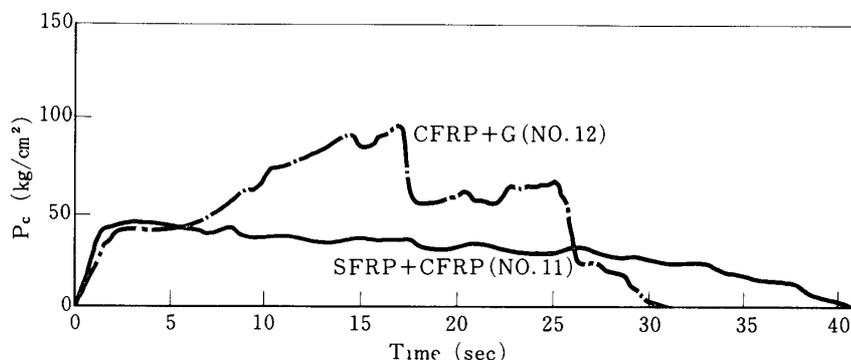


図17 第3次燃焼実験における圧力曲線

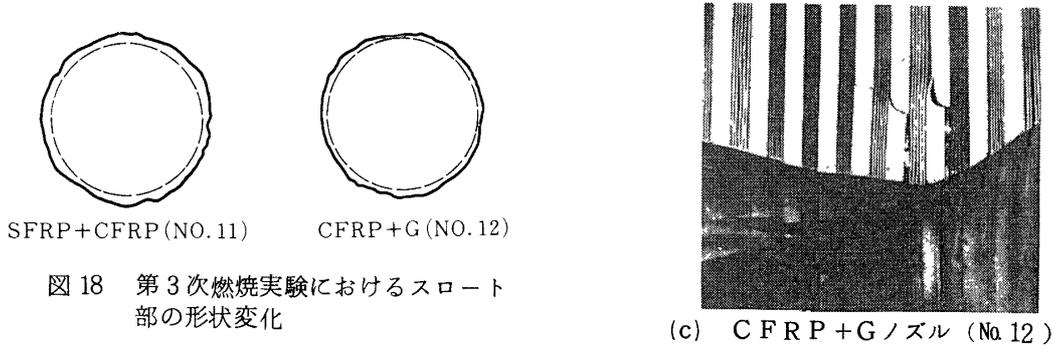
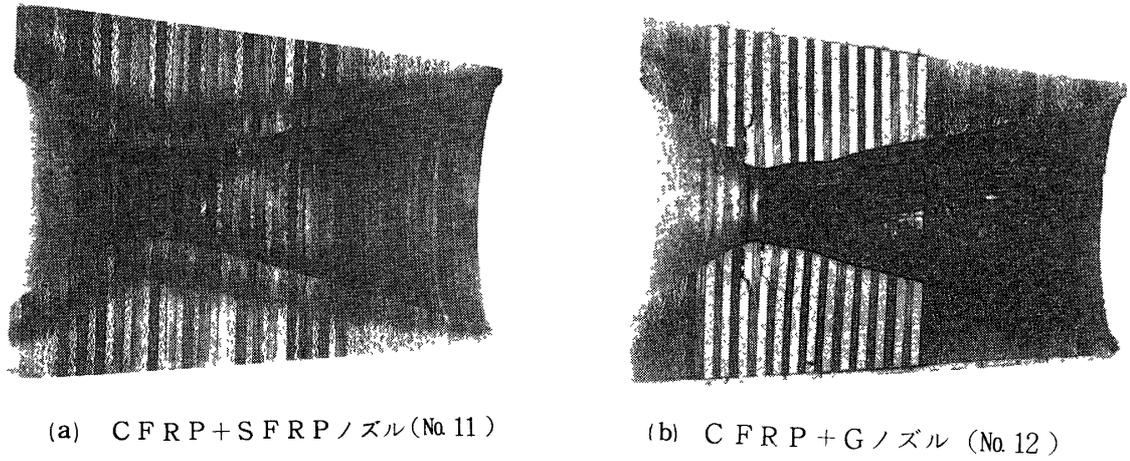


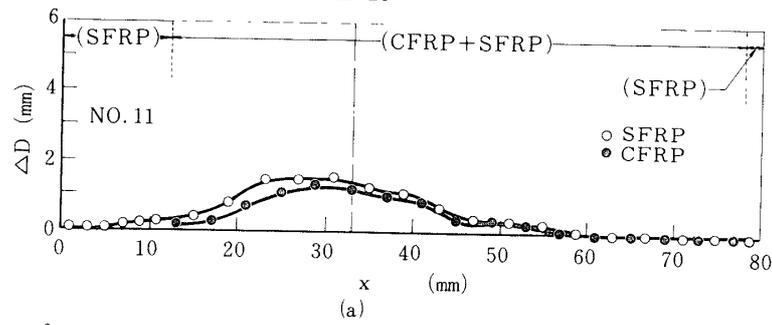
図18 第3次燃焼実験におけるスロート部の形状変化



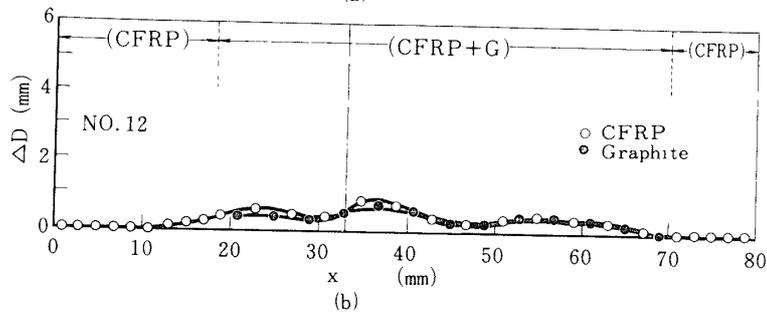
(a) CFRP+SFRPノズル (No. 11)

(b) CFRP+Gノズル (No. 12)

図19 ノズル断面写真



(a) CFRP+SFRPノズル (No. 11)



(b) CFRP+Gノズル (No. 12)

図20 燃焼実験による各部の内径の変化

あっても、各FRPの特性にしたがって、アブレーションによって他の層を保護する効果が現われることは、適当な組合せを選ぶならば、このような構造でももっとすぐれた性能のノズルを作り出せる可能性があることを示している。SFRP層の保護効果は、図20(a)によく示されている。すなわち、スロート部より前方では、CFRP層よりSFRP層の消耗が大きく、そのアブレーション効果によってCFRP層の消耗は低く保たれている。しかし、スロート部より後方では、CFRP層もSFRP層も消耗は少なく、大体同じように消耗している。図19の断面写真でスロート部附近では、CFRPの層の先端がガス流の圧力によって少し湾曲していることが認められる。これは、CFRP層のせいの織り方によっても異なるが、アブレーションによって樹脂成分が消失した部分は強度が極端に低下するため、このような層状の構造では、ガス流に対して十分な抵抗を示すことは難しいためであろう。この場合もやはり、CFRPとSFRPの層の厚さの間に最適な比率が存在すると思われるので、すぐれたノズルを作るためには、それを見いだすことが重要である。

CFRP+Gノズル(No.12)の場合は、実験中推葉が異常燃焼したため、圧力が100 kg/cm²程度に達し、ノズルはスロート部より後方で局部的に異常にえぐられている(図17, 19参照)。このノズルは、異常な圧力上昇を受けたため、グラファイトの一部に破損を生じているが、積層材構造のために、一部の破損が直ちに全体の破壊に至るようなこともなく、最後まで燃焼実験に耐えた。このことは、複合の効果があったと認められる。また、FRPのピンおよび外層による補強は、ひじょうに効果的であって、このように一部のグラファイトが破壊を生じるほどの圧力が加わっても、全体としてはかなりの強度を保つことが分った。

以上の実験結果から、つぎのような結論が導かれる。

(1) CFRP-SFRP積層材ノズルも、グラファイト-FRP積層材ノズルと同様な効果があることが認められた。したがって、このような構造でもすぐれたノズルを作り得る可能性が示された。しかし、CFRP層の強度が十分でないために、ガス流の圧力によって各層が曲げられる恐れのあることも分かった。より性能のすぐれたノズルを作るためには、CFRPとSFRPの層の厚さの間の適当な比率を見いだすための実験を行う必要がある。

(2) 積層材ノズルは、積層板と直角な方向にピンを通すとか、あるいは外周をFRP層で捲くなどの方法で補強することが、強度増加にとってひじょうに効果的である。ピンおよび外周の補強材としては、熱伝導率の低いSFRPが適している。

2.2.4 第4次実験

これまでの実験によって、グラファイト-FRP積層材ノズルがすぐれた性質を示すことが明らかになったので、第4次実験として、実際に用いる場合と同程度の条件の燃焼実験を行うことにした。ノズルは、これまでの実験でよい結果が得られた、SFRP+GおよびCFRP+Gの2つの方式を取り上げた。SFRP+Gノズル(No.13)は、これまでと全く同じ製造法で作ったもので、3本のピンと外層で補強したものである。CFRP+Gノズル

(No.14)は、構造はこれまでと全く同じであるが、前回の実験でスカート部に著しいえぐれを生じたので、この部分も強化するために、ノズルの(B)部分にはトレカ300、また(A)、(C)部分にはカーボンZ2-1の炭素せいをを用いた。これらのせいの方が、強度的にはそれぞれの部分に従来使用されたせいよりも強い。ノズル材料としては強度のみでは評価

できないが、これまでの実験結果と比較するために新しい素材を使用した。各ノズルの構造および製造条件は表3に示す。

第4次燃焼実験は、NTCの小型テストスタンドで行った。各種の実験結果は、表4および5に、燃焼時の圧力曲線および推力曲線を図21に、スロート部の形状変化を図22に、ノズルの断面写真を図23に、また、各部の内径変化を図24に示す。今回の実験は、燃焼時間

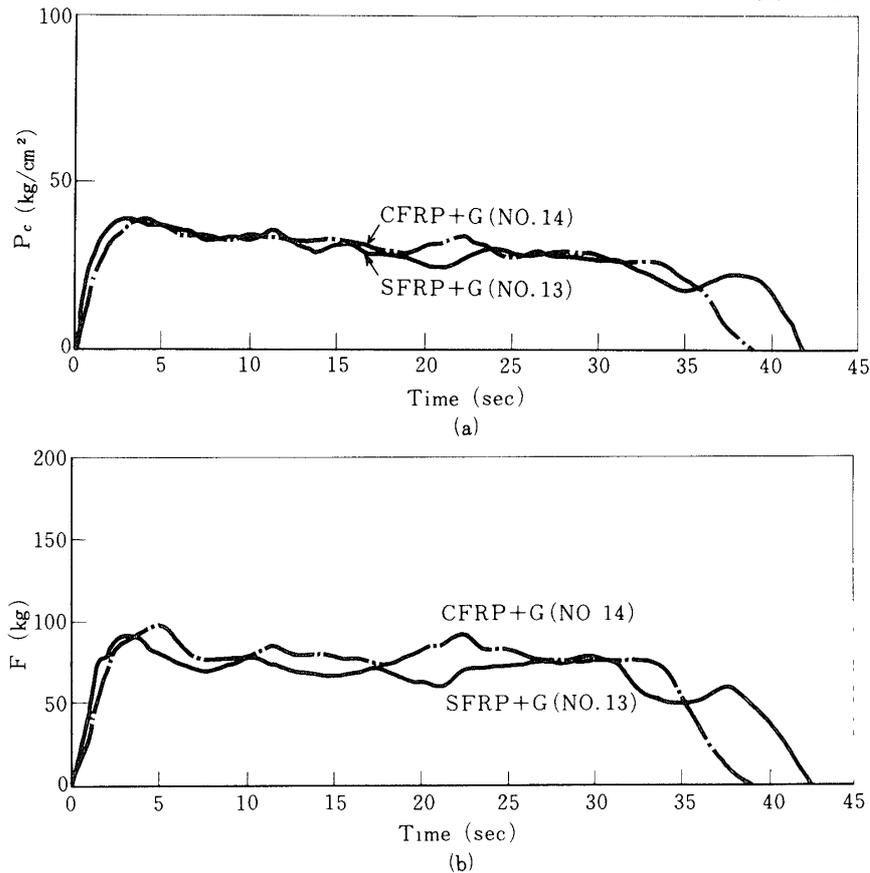


図21 第4次燃焼実験における圧力曲線(a)および推力曲線(b)

が約40 secと長かったにもかかわらず、スロート径の増加速度は、SFRP+Gノズル (No.13) が0.047 mm/sec, CFRP+Gノズル (No.14) が0.039 mm/secと比較的良好の結果を示している。スロート部の形状変化も、大体円形で望ましい変化といえる。ノズル内面のFRPおよびグラファイトの消耗の仕方をみると、図24に示されているように、SFRP+Gノズルの方が、FRP部分の消耗も、またグラファイト部分の消耗も大きいことが分る。これは、せいの耐熱性によって左右されるといえる。一

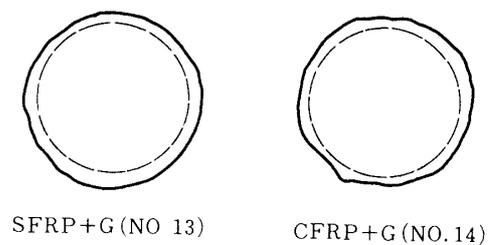
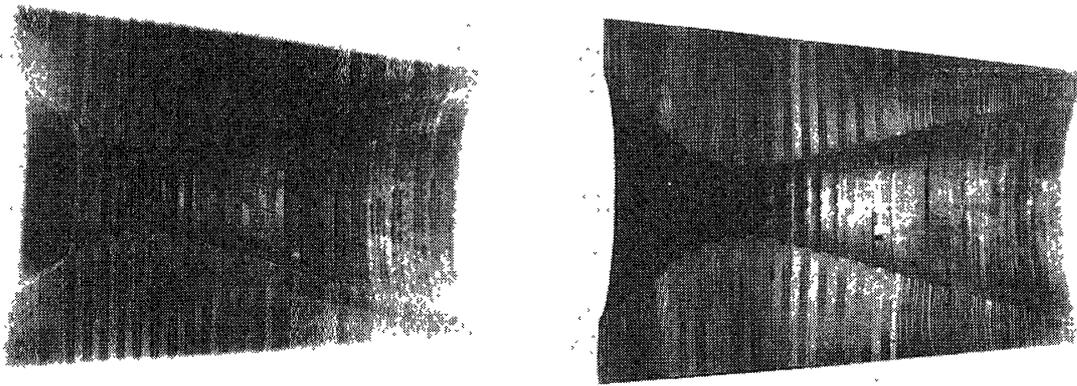


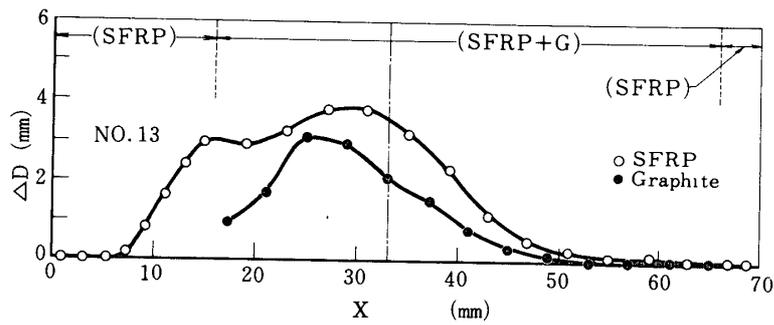
図22 第4次燃焼実験におけるスロート部の形状変化



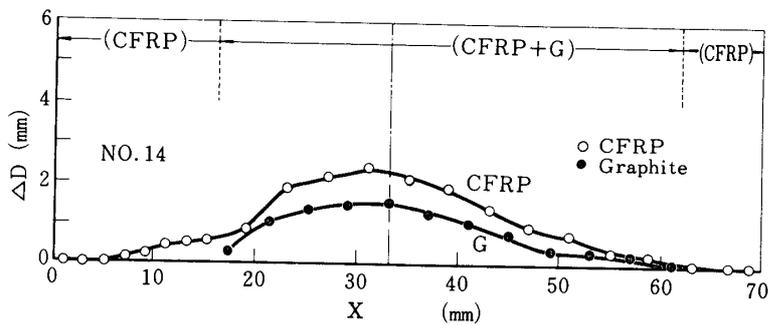
(a) SFRP+Gノズル (No. 13)

(b) CFRP+Gノズル (No. 14)

図23 ノズルの断面写真



(a) SFRP+Gノズル (No. 13)



(b) CFRP+Gノズル (No. 14)

図24 燃焼実験によるノズル各部の内径の変化

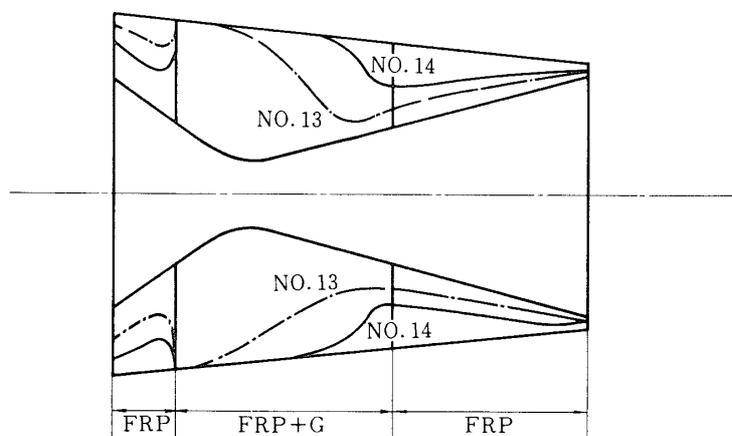


図 25 燃焼実験によるFRP層の炭化部分の分布

方，2つのノズルで，FRP部分の炭化層の深さを測定すると，図25のような分布を示す。これによると，CFRPの方が熱伝導率がよいため，炭化層は深部にまで及んでいる。このため，アブレーション効果はむしろCFRPの方が効果的であり，これによってグラファイトの消耗が妨げられているともいえる。グラファイトの最初の2層の附近では，SFRPの場合も最外側にまで炭化が及んでいるが，この附近はグラファイトを積層しないFRPのみのノズルでは消耗のはげしい部分であるから，グラファイト層を入れないと内面の消耗が大きく，入れれば熱伝導で外周までFRPの炭化が進行してしまうという点で，最も設計の難しい部分といえる。あまり，外周まで炭化が進行すると，強度は極端に低下して，ノズル全体の破壊を生じる恐れがある。CFRP+Gノズルの場合，この程度の燃焼条件まではSFRP+Gノズルよりすぐれているが，さらに燃焼時間が長くなれば，SFRP+Gノズルの方が全体としての強度が低下しないという点で，すぐれているかも知れない。CFRP+Gノズルの場合，CFRP中に含まれる炭素せんいはどのようなものが望ましいかという点は，まだ明らかではないが，これまでの実験結果からは，強度の高いせんいがよい結果をもたらしているようである。図26に，これまでの4次にわたる燃焼実験のうち，代表的なものの圧力曲線をまとめて，各実験の相対的な関係を比較して示した。

以上の実験結果から，つぎのように結論することができる。

(1) SFRP+GノズルとCFRP+Gノズルでは，CFRP+Gノズルの方がスロート径の増加は少ない。しかし，CFRPの方がSFRPより熱伝導率が高いため，FRP層の炭化範囲が広がる。このため，燃焼時間が長くなるときは，CFRP+Gの方がノズルの強度が低下する恐れがある。

(2) CFRPの性能は，炭素せんいによって変わるが，これまでのところでは，高強度のものの方がよい性能を示した。

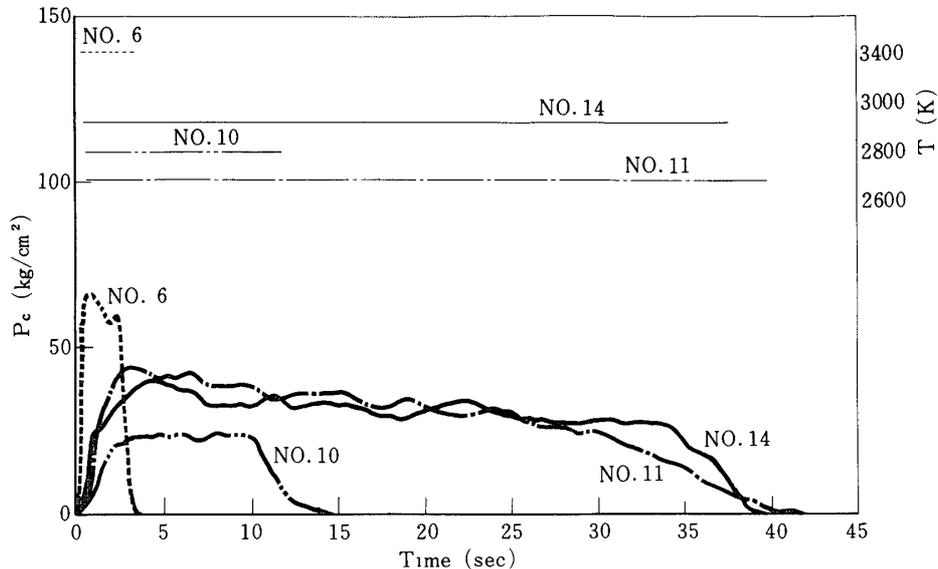


図 26 各燃焼実験の相対的比較

3. ま と め

FRP-グラファイト積層材に関する基礎的研究および小型ノズルを作製して、各種の固体推進剤を用いて種々な条件に対する燃焼実験を行った結果をすべてまとめると、つぎのような結論が得られる。

(1) FRPノズルの材料としては、重量、アブレーション効果なども考慮すると、GFRPは適当でなく、SFRPまたはCFRPが適している。一般の固体推進剤に対しては、CFRPが最もすぐれている。

(2) FRPノズルの場合、燃焼の際に消耗されるのは、スロート部の附近のみであり、特にスロート部の前方の部分の消耗が最もはげしい。この部分の消耗は、燃焼ガスによるエロージョンによって削り取られるため、消耗部分のすべてがアブレーション効果を生じているとは限らない。これに対して、スカート部分の消耗は僅かである。

(3) FRPノズルのスロート部附近の消耗は、この部分にグラファイトの薄い板とFRPの薄い板を積層した材料を使用することによって防ぐことができる。これは、グラファイトが燃焼ガスによるエロージョンに対する抵抗として働き、一方、FRPはアブレーション効果によってグラファイトの消耗を少なくする複合効果によるものである。

(4) 積層材ノズルは、SFRP-グラファイト、CFRP-グラファイト、いずれのノズルも、40 sec程度の燃焼実験では、スロート径の増加速度は0.04~5 mm/sec程度で良好な結果を示した。この範囲までであれば、CFRP-グラファイトノズルの方がすぐれているが、燃焼時間がさらに長くなると、SFRP-グラファイトノズルの方がすぐれていると思われる。

(5) この積層材ノズルの技術は、さらに大型のノズルに対してスケールアップして応用す

ることが可能である。

最後に、この研究における燃焼実験は、岩間助教授をはじめとして、岩間研究室の皆さんの御尽力によるものであり、燃焼に関するデータは、すべて岩間研究室から提供を受けたものであることを記して、感謝の意を表明致します。

1976年10月2日 材 料 部

参 考 文 献

- [1] W. Brenner : High Temperature Plastics , Reinhold Pub. Co. , 1962, 58.
- [2] A. J. Kennedy : The Materials Background to Space Technology , G. Newnes Ltd. , 1964, 154.
- [3] F. J. Konbek : Ablative Plastics , G. F. D' Alelio and J. A. Parker ed. , M. Dekker Inc. , 1971, 69.
- [4] D. L. Schmidt : Ablative Plastics, G. F. D' Alelio and J. A. Parker ed. , M. Dekker Inc. , 1971, 1.
- [5] 酒谷 : 新しい工業材料の科学, 複合材料 I , 金原出版, 1965, 301.
- [6] 千藤 : 火薬, 共立出版, 1969, 64.