

# H-IIA ロケットフェアリング断熱材の施工工程改善

Process Improvement for Thermal Insulator on the Fairing of H-IIA Launch Vehicle

マテリアル・機構技術グループ

(Mechanical and Materials Engineering Group)

馬場 尚子、石澤 淳一郎、南 伸太郎、島村 宏之、今川 吉郎

Naoko Baba, Junichiro Ishizawa, Shintaro Minami, Hiroyuki Shimamura, Kichiro Imagawa

宇宙基幹システム本部 H-IIA プロジェクトチーム

(Office of Space Flight and Operations H-IIA Project Team)

宇治野 功、松永 浩史、土橋 昭彦、大坊 俊彰

Takumi Ujino, Hiroshi Matsunaga, Akihiko Tsuchihashi, Toshiaki Daibo

## Abstract

H-IIA launch vehicle general review revealed reduction in strength of thermal insulator on the fairing. Sealant which adhere sheet insulator was found incurable also. Mechanical tests and SEM (Scanning Electron Microscope) observations suggested that incomplete mixing of the raw materials was the reason of lower strength due to degraded uniformity of the insulator. By improving mixing process, well perform, firm insulator was achieved. Evaluation of cure processes proved that alcohol released during insulator cure obstructed hardening of sealant resulting in insufficient cure time. Adequate cure time assured reduced alcohol release and mature vulcanization of sealant. The process was improved based on these findings, and this resulted in more reliable insulator.

## 1 はじめに

H-IIA ロケットの信頼性向上活動の一環として行われたフェアリングカットモデルに対する熱真空試験において、フェアリング断熱材の部分的な剥離が発生した。フラットワイズ引張試験(以下FW試験)では一部の試料の断熱材強度低下が確認された。また、断熱材シート貼付試験において、貼付用シリコンシーラントの硬化不良が発生した。これら事象の原因を究明し、安定した材料特性を実現する施工方法の確立を目的として、各種材料試験及び評価を実施した。

評価の結果、断熱材強度低下は断熱材の攪拌不足による材料の分散不良によるものと推定され、攪拌工程を改良することによって高い材料強度が得られることを確認した。シリコンシーラントの硬化不良は、断熱材の硬化に伴って発生するアルコール成分による架橋反応阻害であることが判明し、断熱材の硬化時間を規定することにより回避できることを確認した。

## 2 フェアリング断熱材概要

### 2.1 H-IIA ロケットフェアリング断熱材の構造

H-IIA ロケットフェアリングコーン部の断熱材<sup>1)</sup>は、室温硬化型シリコン系接着剤にシリカマイクロバルーン、ガラス繊維等の骨材を加えたものである。基材である接着剤は接着力と可撓性に優れた縮合型ポリシロキサン重合体を使用しており、骨材を保持すると共に被施工体に対して良好な接着性を示す。シリカマイクロバルーンは耐熱衝撃性に優れた珪酸シリカの中空粒子であり、断熱材に耐熱性・断熱性及び形状保持性を与えると共に、重量軽減に大きく寄与している。また、補強のため長・短2種のガラス繊維を混合している。打上げ後に回収されたフェアリングのコーン部断面を Figure 1 に示す。

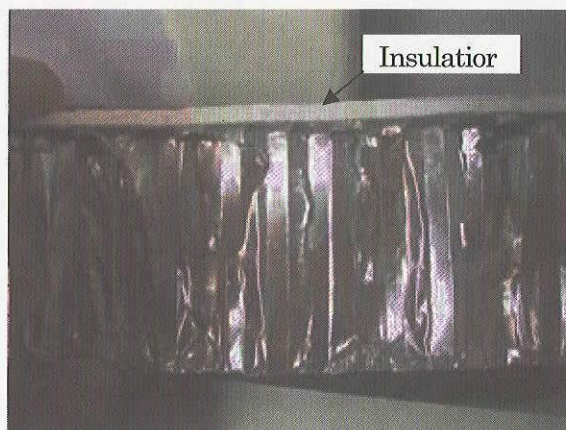


Figure 1 Crosscut of Retrieved Fairing

## 2. 2 吹付け施工部

フェアリングを覆う断熱材の大半は、原料を攪拌し、溶剤で粘度調整後、スプレーで構体外面に吹付施工している。アルミハニカム製構体は表面をアロジン処理した後、プライマを塗布して断熱材基材である接着剤との接合を確保している。

## 2. 3 シート貼付施工部

分離機構周辺等、スプレー吹付が困難な部位は、平板上に吹付けて製造した断熱材シートを施工面形状に合わせてカットし、シリコーン系シーラントで貼付施工している。

## 2. 4 トップコート

フェアリング最表面は、射場及び打上時における断熱材内部への水浸入、及び雨滴との衝突によるレインエロージョンを防ぐため、シリコーン系のトップコートをスプレー塗布している。

## 3 要改善点の抽出

### 3. 1 断熱材強度低下

フェアリングカットモデルに対して行われた熱真空試験において、トップコートで密封された断熱材内部の圧力上昇による断熱材の剥離が発生した。断熱材強度が充分であれば、トップコートに微小な開口が発生するのみで断熱材の剥離には至らない。

また、同時に施工した試験片のFW試験において、引張強度が要求値以下となるものが発生した。そこで全面をタッピング検査したところ、断熱材内部の剥離が検出された。剥離状況は、断熱材内部が破断する凝集破壊、及びアルミ面と断熱材との界面が分離する界面剥離の両ケースであった。

### 3. 2 シート貼付部での接着力不足

貼付部のタッピング検査において、広範囲に亘る不連続面が検出された。シート断熱材を剥がして接着用シリコーンシーラントを観察したところ、十分な硬化時間を取っていたにも拘らず、シーラントが未硬化であった。

## 4 成果の概要

### 4. 1 熱真空試験剥離面の特定

界面剥離では、剥離の起きている層を特定することで、強度低下の原因となる工程及び材料を推定できる。

剥離面	想定される強度低下要因	可能性	検証
アルミ構体表面 /プライマ間	アルミ表面処理不良 アルミとプライマの接着不良	×	アルミ構体側剥離面にプライマ成分を検出
プライマ内	プライマ塗布厚過大	×	アルミ構体側剥離面に断熱材成分を検出
プライマ /断熱材間	プライマ活性喪失 断熱材とプライマの接着不良	×	アルミ構体側剥離面に断熱材構成物を検出
断熱材内部	断熱材強度不足	○	

界面剥離部アルミ構体側の蛍光X線分析によると、プライマ及び断熱材の成分であるSi及びCの存在が確認されている。プライマと断熱材は構成元素の多くが共通であり、断熱材のみに含まれる微量成分がアルミ構体側より検出されているが、検出下限に近く定量は困難である。そこで、CCDカメラを使用してアルミ側表面を観察したところ、全面にプライマの存在が認められ、かつマイクロバルーン等、断熱材構成物の付着が確認された。

以上により、界面剥離の剥離面はアルミ/プライマ間ではなく、プライマ近傍の断熱材内部と推定され、強度低下の原因及び対策の検討対象が断熱材に絞られた。

### 4. 2 組成分布の確認

強度低下及び剥離の原因として、骨材の凝集による局所的な接着剤の欠乏、または骨材の不足といった組成のマクロ的偏向が疑われた。そこで、フェアリング各部から採取したサンプルを加熱して有機成分を分離し、重量減少を計測することにより、断熱材各部の接着剤含有率を推測した。

断熱材製造元の出荷検査時試験片、要素確認試験供試体及び剥離の発生した部位からのサンプルをそれぞれ0.01g程度(5mm立方程度)ずつ切り出し、大気中において800℃で30分加熱した。結果をFigure 2に示す。

各サンプルの質量減少平均値は28～35%であったが、個々の質量減少率データは20%～43%に分布していた。この結果から、局所的な無機物の偏在、及び接着剤リッチ部位の存在が推測される。

接着剤実成分の相違・有機難燃剤の分離如何等による誤差を含むことに注意する必要があるが、フェアリング各部から採取したサンプルは、製造元出荷検査時や要素確認試験時供試体と比較し、有機成分が有意に低い傾向にある。

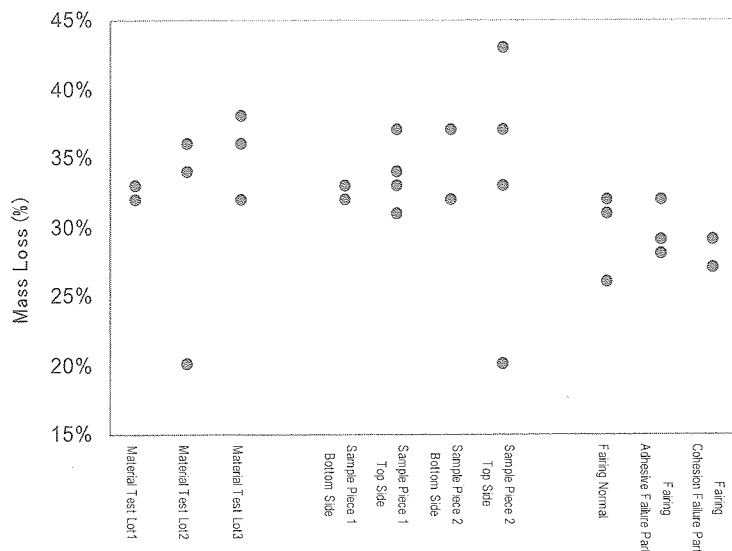


Figure 2 Thermal Test Mass Loss

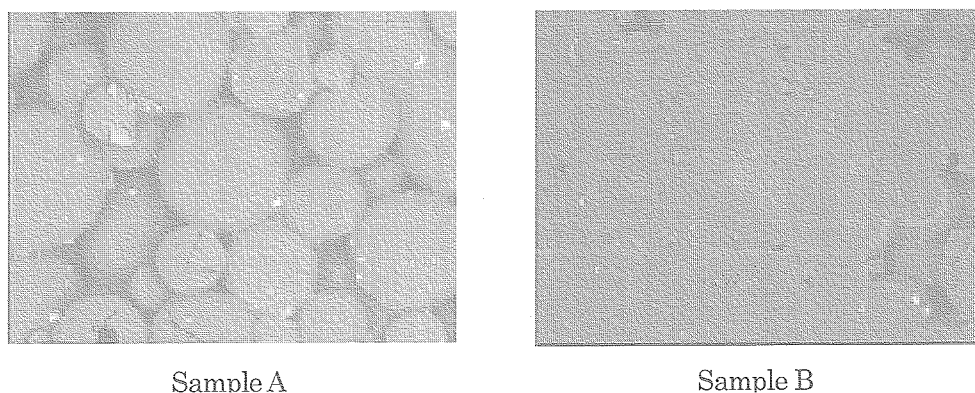
#### 4. 3 断熱材強度低下の評価

FW試験で引張強度の低下が見られた供試体の破壊部は、(1)プライマ近傍の断熱材内部破壊と(2)断熱材内部の2種類であった。これらの供試体について、CCDカメラ及び走査型電子顕微鏡(SEM)による観察を行い、その強度低下原因を分析した。

##### (1) プライマ近傍の断熱材内部破壊

FW強度低下が大きかった供試体Aと、健全品としてH-IIAロケット2号機回収フェアリング断熱材から採取した供試体Bの断熱材側破断面に対するSEM観察結果をFigure 3に示す。供試体Aでは、シリカマイクロバルーンが直接観察されたのに対し、供試体Bは全面に接着剤層と考えられる成分が観察された。供試体Aにおけるプライマ/断熱材間の接合は、シリカマイクロバルーン頂点付近での点接触となるため、界面の接着強度が低下したものと考えられる。

また、同観察面中央部での元素分析をEPMA(電子線マイクロアナライザ)にて実施した。プライマ面に含まれる元素aに着目した測定データをFigure 4に示す。供試体Aでは元素aがほとんど検出されなかった他、同様の分析により接着剤に含まれる樹脂成分の存在量が少ないことが分かった。さらに外観観察によってプライマがアルミ構体表面に残っていることが確認されたため、強度低下を起こしたプライマ/断熱材間破壊供試体は、プライマ成分を含む金属面と断熱材層の有効接触面積低下によるものであり、接着面への接着剤成分の供給が不足したことが原因であると結論した。



Sample A

Sample B

Figure 3 SEM Images of Sample A and B Surface

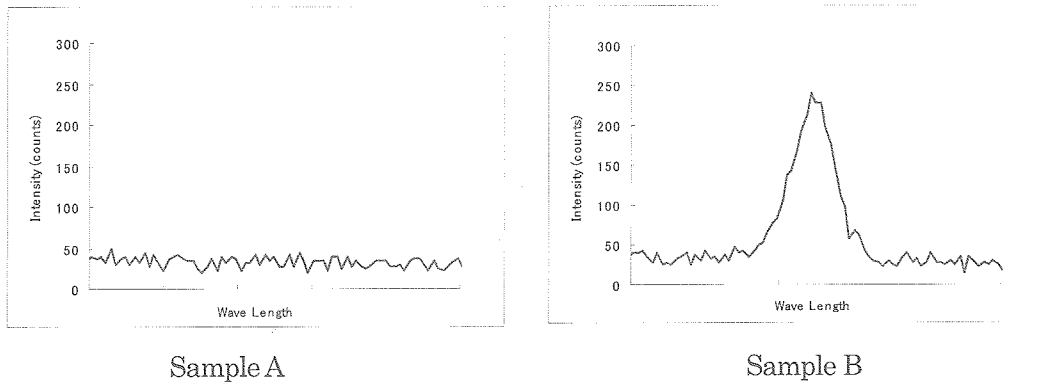


Figure 4 Element a EPMA Profiles of Sample A and B

(2) 断熱材中心部破壊

前項のプライマ面破壊を生じたもの以外は、断熱材中心部での内部破壊である。断熱材内部破壊のFW試験破面に対し、CCDカメラによるマクロ観察を実施した。観察結果をFigure 5に示す。FW試験での破壊強度低下が大きかったものは破断面の凹凸が大きいこと、またその凹部には断熱材の強化に用いられているガラス繊維が多く存在していることが分かった。

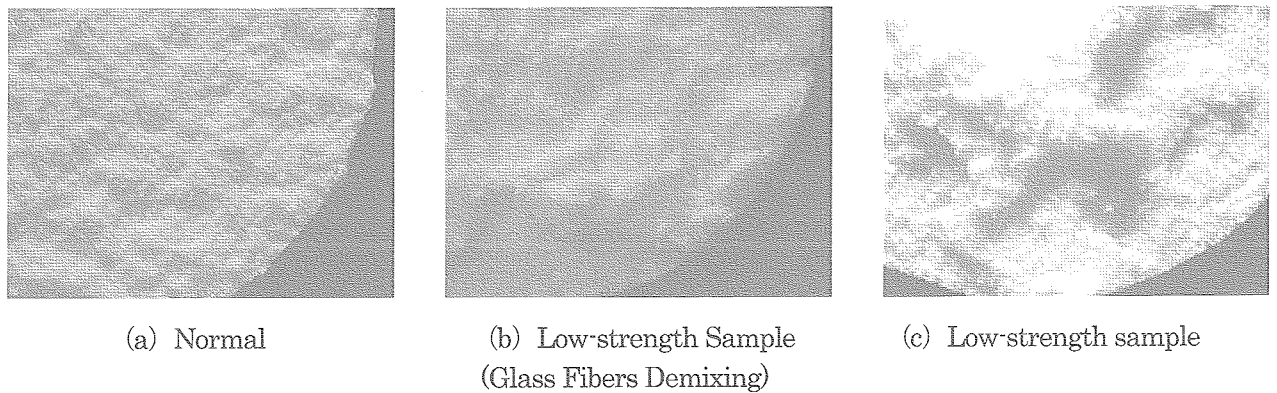


Figure 5 Fracture Surfaces of Insulator Cohesion Failure

さらに破壊強度低下品の組織観察のため、供試体垂直断面に対するSEM観察を実施した。その観察結果の一例をFigure 6に示す。シリカマイクロバルーンがブドウの房状に凝集し、その周囲にボイド（空隙）が存在する様子や、ボイドでのガラス繊維の存在が観察された。断熱材強度はシリカマイクロバルーンを接合する接着剤が担うため、断熱材内のボイドが多くなれば、荷重負荷部の減少、応力集中によって破壊が発生しやすくなる。

ボイド低減による破壊強度改善のためには、シリカマイクロバルーンの凝集を少なくし、均一な組織とする必要がある。このためには、断熱材吹付施工時の工程改善が有効と考えた。

なお、破壊強度低下品の断面組織で観察されたブドウ房状のシリカマイクロバルーンの凝集やボイドについては、CCDカメラによるマクロ観察で見られた凹凸の大きな破面の形成を良く説明するものである。

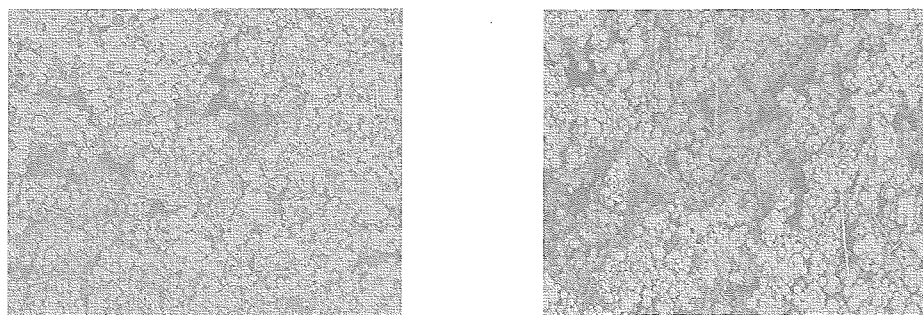


Figure 6 Micro-structures of Low-strength Samples

## (3) 強度低下原因の分析と対策

(1)、(2) の分析から、いずれの強度低下も断熱材に起因するものと考え、その強度低下の原因を考察した。

断熱材の破面及び組織観察により、(1) プライマ近傍の断熱材内部破壊では、断熱材の接着力を担う接着剤の供給不足が、(2) 断熱材中心部破壊では、ブドウ房状の断熱材凝集、ガラス繊維の偏在が観察されたことから、断熱材吹付施工時の成分偏在が原因であると推察した。その概念図を Figure 7 に示す。すなわち、断熱材の攪拌、粘度調整から吹付に至る工程において材料の均一性が悪く、マイクロバルーンがブドウ房状に凝集し、接着成分となる接着剤層はその内部に偏在する。凝集状態で吹付けられる断熱材は、密な組織を形成することができずボイドの多い構造となる。また、マイクロバルーンの凝集によってガラス繊維も分散性が悪くなって偏在し、吹付けの際にボイドへのマイクロバルーンの供給を妨げるものと考察した。

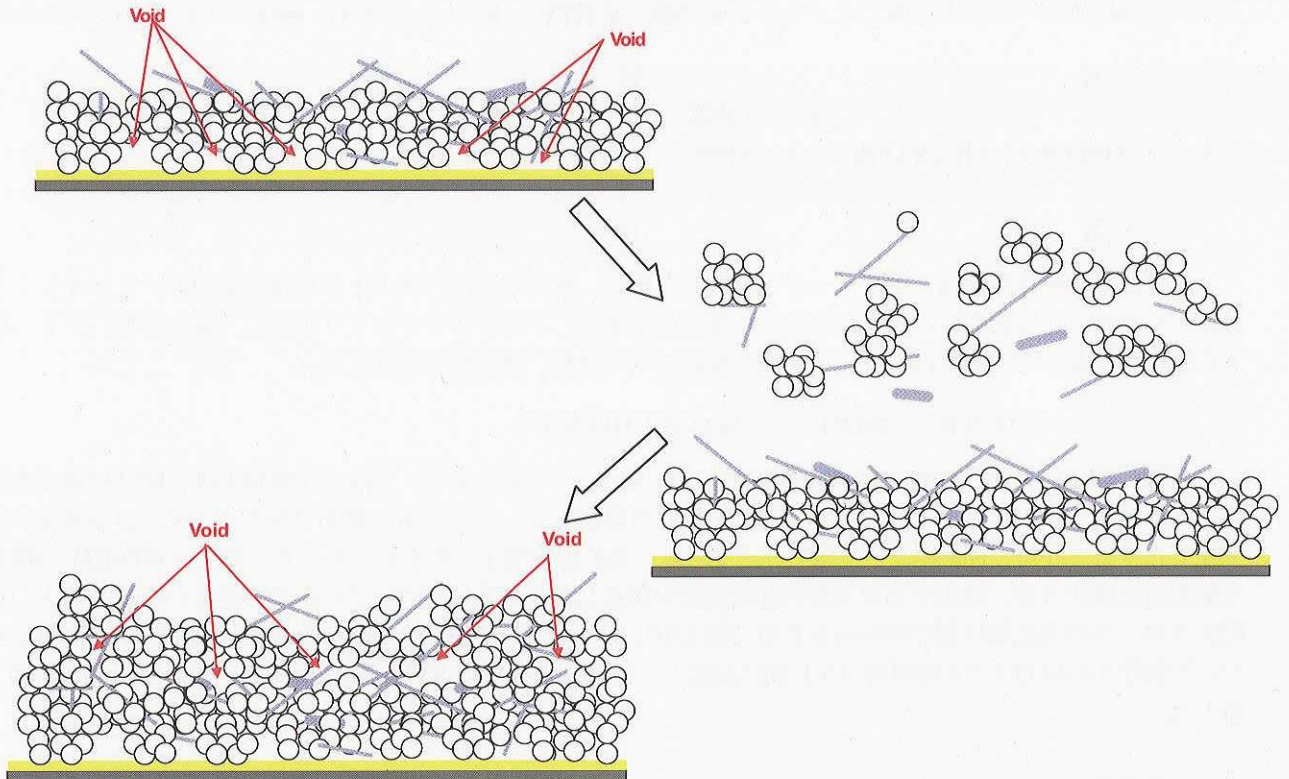


Figure 7 Schematic diagram of void formation mechanism

そのため、断熱材強度向上のためには、吹付け時における材料（シリカマイクロバルーン、ガラス繊維、接着剤、希釈剤）の均一性改善が有効であると判断した。そこで、H-IIA プロジェクトチーム、断熱材施工メーカ、原料メーカと共同で原料の希釈及び攪拌工程をパラメータ毎に評価し、改善された工程による断熱材吹付施工を実施した。これら改善工程は実機への適用性を十分考慮して検討を行ったものである。

改善された工程により製造された断熱材の断面組織観察結果を Figure 8 に示す。非常に密な構造であり、破壊強度低下品で見られたブドウ房状体やこれに伴うボイド等、欠陥組織はほとんど観察されなかった。また、同断熱材に対して行った FW 試験でも、非常に高強度であることが確認された。

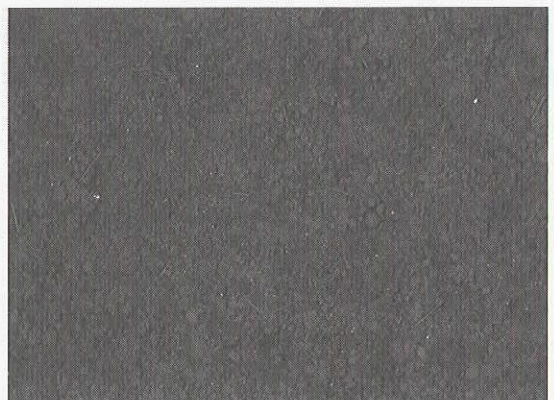
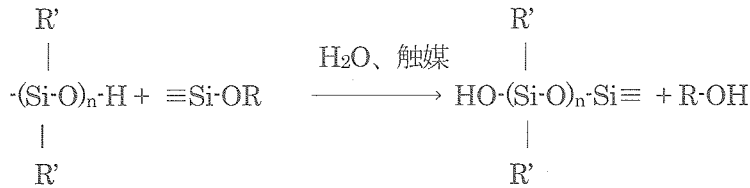


Figure 8 Micro-structures of Insulators Applied Improvement Process

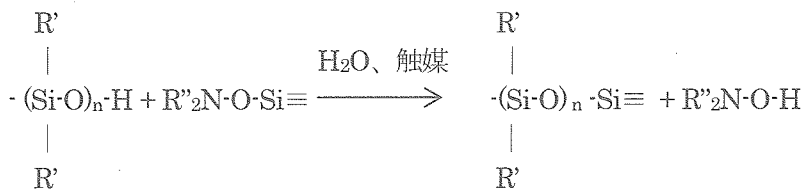
#### 4. 4 シート断熱材貼付工程の検証

断熱材シート貼付用シーラント硬化不良に関する FTA の一環として、断熱材からの放出ガスによる硬化阻害の可能性を検討した。

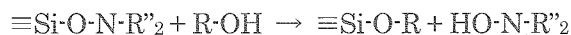
断熱材の接着剤は、空気中の水分を取り込んで架橋し、その際アルコールを遊離する脱アルコール 2 成分縮合型 RTV シリコンである。断熱材の硬化プロセスを以下に示す。



シート貼付用シーラントは脱アミノキシ 2 成分縮合型 RTV シリコンである。硬化プロセスを以下に示す。



シーラントの硬化雰囲気アルコールが存在した場合、次に示す反応式のとおり硬化剤中のアミノキシシリル基がアルコールと反応し、アルコキシシリル基に変化する。このアルコキシシリル基は、錫化合物、アミン類などの触媒が存在しない場合はシラノール基と反応しないため、硬化阻害が起こる。



接着剤の硬化に要する時間は雰囲気温度及び湿度によって変化する。一般に接着剤の硬化時間は強度を評定に示されるが、所定の強度に達していても硬化反応は継続していることが一般的である。シーラント硬化不良の発生したサンプルは、断熱材シート製作より 3~4 日後に貼付施工したものであった。23°C×50%RH の環境下で断熱材を硬化させ、発生するガス量の経時変化を測定したところ、プロパノールやエタノールを主体とした遊離アルコールの発生量は製作時から 5 日後で約 1/10、15 日後で 1/30 程度に減少し、以降は漸減した。これより、シート製作から貼付までの期間を 15 日間に設定し、確認用供試体の FW 試験によって、この期間の妥当性を検証した。

#### 5 まとめ

H-IIA ロケットフェアリング断熱材の強度低下について、材料試験、破面観察等により原因究明を実施した。

断熱材の加熱試験により、マクロ組成の偏析及び接着剤成分比の低下が推測された。CCD カメラ及び電子顕微鏡を用いて断面及び破断面を詳細に観察したところ、強度低下品に特徴的に、空隙、骨材の凝集、接着剤含浸不足等の各異常組織の存在が確認された。剥離面が断熱材内部であることを確認し、異常組織発生の直接原因が吹付施工時の骨材分散不良にあるとの結論を導いた。十分に攪拌し、施工時の原料状態を均一に保った断熱材では、密な組織が観察され、かつ FW 試験においても高強度であることが確認された。

材料の調査により、断熱材シート貼付時のシーラント硬化不良は、断熱材基材のシリコン系接着剤硬化に伴うアルコール発生が継続し、シーラントの硬化を阻害したものと分析した。断熱材シート硬化時のアルコール発生量を測定することにより、断熱材の硬化に必要な期間を設定し、要素確認試験にてこの期間の妥当性を確認した。

これらの評価、対策の実施によって、H-IIA ロケットフェアリング断熱材強度に十分な設計余裕が確保され、更なる信頼性向上が実現できたものといえる。今後も、各プロジェクトの信頼性向上を目的として、材料及び工程に関する技術支援を積極的に行っていきたい。

本評価試験の実施にあたり(株)エイ・イー・エス、有人宇宙システム(株)及び(株)アミルの皆様のご尽力を頂いた。記して感謝する。

(参考文献) 1) 特許情報 第 2990534 号 軽量断熱性ゴム組成物