

2303 空気プラズマフリージェットを用いた

炭化ケイ素系材料のアブレーション試験

Ablation Experiments of SiC-based Materials in Air Plasma Freejets

○学 小澤 正裕 (群馬大工・学) 正 舩津 賢人 (群馬大院工) 島田 憲吾 (群馬大院工・院)
 正 茂木 学 (IHI エアロスペースエンジニアリング) 正 久保田 聖 (群馬県立前橋工業高校)
 正 白井 紘行 (群馬大) 高草木 文雄 (群馬大工)

OZAWA Masahiro, School of Engineering, Gunma University, 1-5-1 Tenjin-cho, Kiryu, Gunma 376-8515, JAPAN

FUNATSU Masato, Graduate School of Engineering, Gunma University

SIMADA Kengo, Graduate School of Engineering, Gunma University

MOTEKI Manabu, IHI Aerospace Engineering Co., Ltd.

KUBOTA Kiyoshi, Gunma Prefectural Maebashi Technical High School

SHIRAI Hiroyuki, Gunma University

TAKAKUSAGI Fumio, School of Engineering, Gunma University

Key Words : Ablation Experiment, SiC-based Material, Air Plasma Freejet, Weight Loss, SEM, EPMA

1. はじめに

宇宙往還機などが地球大気圏に再突入する際、その機体前方には強い衝撃波が発生し、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1つにアブレーション法がある。しかし、アブレーション法に関する研究はいまだ十分とは言えず、機体材料の耐熱性向上に関する研究は依然として重要である。筆者等の研究室では空気プラズマジェットを用いて炭化ケイ素系材料および炭素系材料のアブレーション試験を系統的に行っている^{1)~3)}。

本研究では、空気プラズマフリージェットを用いて炭化ケイ素、炭素、炭素複合材料の3つの材料のアブレーション試験を行い、材料の質量損失量を測定し、試料の加熱時間およびノズル出口からの距離の違いによる損失量の変化を比較検討した。また、アブレーション試験後の炭化ケイ素材料表面の微視的観察、および成分分析を電子プローブマイクロアナライザー (EPMA) を使用して行った。

2. 実験装置

図1に実験装置の概略³⁾を示す。実験装置は、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なる。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ち、その先端に一次ノズルを持つ。また外部に二次ノズルを設置し陽極とした。この電極間に発生させた極小空気プラズマジェットを、二次ノズルから噴出させることにより空気プラズマフリージェットを得た。実験は、一次ノズル直径0.7mm、二次ノズル直径2.0mm、電極間距離3.0mm、放電電流10A、放電電圧160~175V、雰囲気圧力は大気圧の条件で行った。熱流束計は三重円管構造であり、冷却水を流し、データロガーにより記録した温度上昇値から熱流束値を算出した。熱流束計は試料ホルダーとしての機能も持つ。図1に示すように空気プラズマフリージェットの中心軸上に試料を設置した。試料の熔融や気化により試料位置が後退するため、自動試料送り装置を用いて、二次ノズルから試料先端までの距離を一定に制御した。本実験に用いた試料の寸法は、炭化ケイ素 (SiC) が直径2.0×100mmの丸棒であり、炭素 (C) および炭素複合材料 (C/C) は、2.0×2.0×100mmの角棒である。試験前後の試料の質量は、電子天秤を用いて測

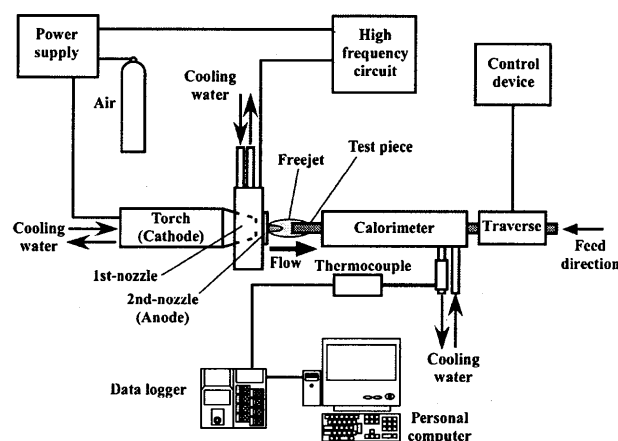


Fig. 1 Schematic view of experimental setup

定した。また、試料のSEM像の取得や成分分析は、EPMA (島津製作所製EPMA-1610) を使用した。

3. アブレーション試験

アブレーション試験では、各試料の単位面積当たりの質量損失量を求めた。質量損失量 W は式 (1) のように定義した。

$$W = \frac{w_1 - w_2}{A} \quad \dots (1)$$

式 (1) において、 w_1 は試験前の試料の質量、 w_2 は試験後の試料の質量、 A は試料の断面積である。

図2に単位面積当たりの質量損失量とノズル出口からの距離 x の関係を示す。ノズル出口からの距離 x は、空気プラズマフリージェット発生装置の二次ノズルから試料先端までの距離である。 $x = 1, 3, 5$ mm位置における空気プラズマフリージェットの熱流束値はそれぞれ5.92, 5.24, 4.56MW/m²である³⁾。そこで $x = 1, 3, 5$ mm位置で、加熱時間 $t = 3, 5, 10$ secの質量損失量を測定した。図2の(a), (b), (c)は試料の加熱時間 $t = 3, 5, 10$ secにそれぞれ対応する。図ではプロット点が重なってしまうため、CとSiCのプロット点を実際の測定

位置からそれぞれ0.1mm, -0.1mmずつずらしてある。図2から、炭化ケイ素および炭素系材料は、 $t = 3, 5\text{sec}$ の炭化ケイ素の結果を除き、 x が増加するにしたがい質量損失量が減少する結果が得られた。これは、ノズル出口からの距離に応じて熱流束値や温度が低下する空気プラズマフリージェットの特性³⁾によるものである。 $t = 3, 5\text{sec}$ の炭化ケイ素の結果は x に依存せず、ほぼ一定の値を示した。また、各試料の質量損失量の差異に着目すると、 $t = 3\text{sec}$ では炭素系材料よりも炭化ケイ素の質量損失量の値が低く、 $t = 5, 10\text{sec}$ においては炭化ケイ素の方が高い傾向にあることがわかる。

4. 表面観察および成分分析

図3, 4にアブレーション試験後のSiC試料の写真とSiC表面のSEM像をそれぞれ示す。両図には、ノズル出口からの距離5mm, 加熱時間5secにおける試験後のSiCを一例として示す。図3中の矢印はジェットの流れ方向を示す。アブレーション試験後の各試料の形状は図3に示すSiCとほぼ同様であったが、SiCは試料の先端から3.2~5.7mm位置にかけて白い物質が表面に付着していた。そこで図3の付着開始部(a)と付着部(b)の中心位置においてSEM像を取得した。図3の(a)に対応するSEM像(図4(A))から液体がそのまま固化したようにみえる物質(以下、ガラス状物質)と粒子状物質が観察されたが、図3の(b)に対応するSEM像(図4(B))では粒子状物質のみが観察された。(a)と(b)の最大粒子径を比較すると、それぞれ約80 μm , 約50 μm であった。

次に、アブレーション試験前のSiC(表中のbefore)および図3(a), (b)の中心位置(図4(A), (B)の中心位置)における定量分析結果を表1にモル分率[%]で示す。表1より、試験前ではCとSiがほぼ同じ値であり、Oはほとんど含まれていない。これに比べて(a)と(b)にOが多く含まれ、Oの含有割合は(a)より(b)の方が低く、Cは確認できなかった。これより、白い付着物質は酸化により生じた SiO_2 であると考えられる。

以上のSEM像と成分分析の結果から、加熱により生成された SiO_2 は下流へ流れていくにつれて分裂して小さくなり、またOが抜けてSiとなって試料表面の SiO_2 に付着すると考えられる。

5. 結論

空気プラズマフリージェットを用いて、炭化ケイ素および炭素系材料のアブレーション試験を行った。また、EPMAにより、試験後の炭化ケイ素材料表面の微視的観察と成分分析を行った。以下に主な結論をまとめる。

- (1) 炭化ケイ素, 炭素, 炭素複合材料の質量損失量は、加熱時間10secにおいて、ノズル出口からの距離が大きくなるにしたがい減少した。
- (2) 試験後のSiC表面に付着した白い物質は SiO_2 であると考えられ、加熱により生成されたガラス状物質は下流へ流れていくにつれて、粒子状物質へと変化していく。

参考文献

- 1) 伊東一磨, 船津賢人, 白井紘行, 茂木学, 高草木文雄, 極小空気プラズマジェットによる炭化ケイ素材料のアブレーション試験, 平成17年度衝撃波シンポジウム講演論文集, pp. 211-214, 2006.
- 2) Funatsu, M., Ito, K., Shirai, H., Moteki, M., and Takakusagi, F., Heat-resistance Experiments of SiC-based Ceramics in High-temperature Air Plasma-jets, Proc. 25th Int'l Sympo. Space Technology and Science (Selected Papers), pp. 750-755,

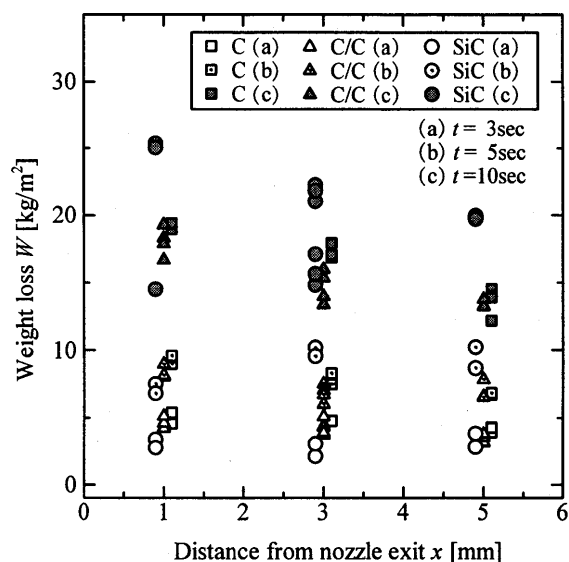


Fig. 2 Weight loss as a function of distance from nozzle exit

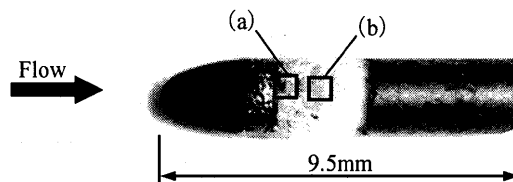


Fig. 3 Photograph of SiC test piece after ablation experiment ($x = 5\text{mm}$, $t = 5\text{sec}$)

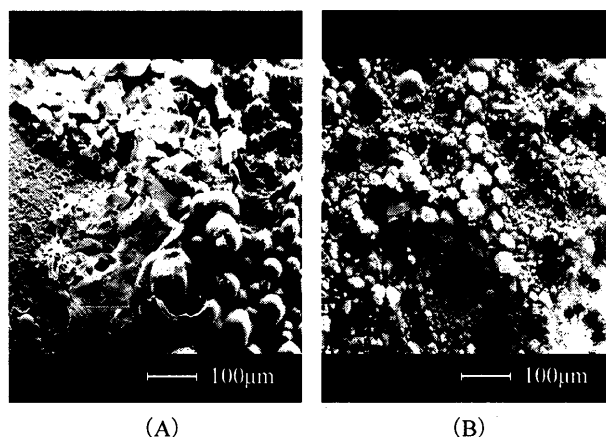


Fig. 4 SEM images of SiC surface after ablation experiment

Table 1 Compositions of SiC surface analyzed by EPMA

	Mole fraction [%]				
	C	N	O	Si	Cu
before	46.141	0.000	0.541	53.315	0.004
(a)	0.000	0.000	72.038	27.962	0.000
(b)	0.000	0.000	20.663	79.276	0.060

2006.

- 3) 島田憲吾, 茂木学, 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系材料の耐熱試験, 第40回流体力学講演会/航空宇宙シミュレーション技術シンポジウム2008講演集, pp.213-216, 2008.