研究成果報告書 高エネルギー物質を用いた高性能固体推 進薬に関する実験的研究

令和6年5月

学校法人千葉工業大学

本報告書は、防衛装備庁の安全保障技術研究 推進制度による委託業務として、学校法人千葉 工業大学が実施した令和5年度「高エネルギ 一物質を用いた高性能固体推進薬に関する実 験的研究」の成果を取りまとめたものです. 1. 委託業務の目的

1.1 研究課題の最終目標

より高性能かつ高機能化された GAP 系推進薬を使用し、超小型ロケットモータの提案、ノズル レスロケットの提案、高真空下での優れた着火性を有する推進薬の提案、につなげていくことで ある。

本研究課題の具体的な最終目標は以下の通りである。

- ・ GAP 系推進薬の燃焼速度コントロールが可能な正燃焼触媒と負燃焼触媒の発見
- ・ 超高圧対応チムニ燃焼器を用いて線燃焼速度、温度感度変化を広い燃焼圧力範囲(~30 MPa) で測定
- ノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s@5 MPa)以上を有する高燃焼速度 推進薬の開発
- AI 添加 GAP 系推進薬のスラグ微粒子化とそのメカニズムの提案
- 各推進薬の燃焼メカニズムの提案と燃焼シミュレーションの実施
- 高圧(~30 MPa)及び低圧(高真空下)での推進薬燃焼特性を精度よく評価できる試験装置 及び試験方法の確立
- 1. 2 最終目標を実現するために克服又は解明すべき要素課題

 GAP 系推進薬の燃焼速度測定 推進薬製造時に添加することで燃焼速度コントロールが可能な正燃焼触媒と負燃焼触媒 の発見と添加量に対する燃焼速度、温度感度変化を広い燃焼圧力範囲(~30 MPa)で定量 的に取得する。各種ロケットモータの設計に対応できる製造条件を確立するとともに、ノ ズルレスロケットが成立可能な高燃焼速度推進薬の製造条件を確立する。

- AI添加 GAP 系推進薬によるスラグの微粒子化メカニズムの解明
 各種条件で製造した AI添加 GAP 系推進薬ついて、燃焼後のスラグを回収して粒度分布 を計測、火炎の光学的な観察等を実施することで、スラグの微粒子化メカニズムを解明する。
- 推進薬の燃焼メカニズムの解明と燃焼シミュレーションの達成 推進薬の燃焼特性、熱分解特性等を計測し、化学反応等を考慮したシミュレーションを 実施することで燃焼メカニズムを解明する。特に圧力による燃焼メカニズムの変化を解明 することで、低圧で着火しやすい推進薬を検討する。
- 燃焼実験実施設備関連の設計と製造
 30MPa レベルまでの燃焼圧力を達成するための窒素ガス供給設備の開発と運用、真空環 境下での着火特性評価のための試験設備の設置と運用を実施する。
- 1.3 要素課題に対する実施項目及び体制

①GAP 系推進薬の燃焼速度測定(担当:千葉エ大)(要素課題1に対応)

- ここでは、従来の固体推進薬に用いられている触媒をベースとして GAP 系推進薬に添加し 実際にチムニ型燃焼器を用いて燃焼実験を実施し、線燃焼速度の測定を行う。チムニ型燃焼 器では、棒状に加工した推進薬を燃焼器内にセットし、不活性ガス雰囲気下でニクロム線な どを用いて上面に着火し燃焼速度を測定する。点火すると燃焼器内の圧力が上昇し、燃焼が 終了すると圧力が降下する。試料高さをその区間の燃焼時間で除することで燃焼速度を得る。 これら、高燃焼後退速度を有する試料の線燃焼速度を正しく計測し、かつ高圧力下での線 燃焼速度を得られるようにするために、新たな燃焼器の設計製造が必要である。燃焼触媒と しては、これまでに HTPB 系推進薬での研究実績がある以下の分類から選択し網羅的に実験 を実施する。
- ・金属、金属酸化物及び金属複合酸化物触媒
 Cu0、Cr203、Fe203、Co203、Al203、Ti02 など
 ・有機金属化合物触媒
- サリチル酸、クエン酸、プログレソ酸、2,4-ジヒドロキシ安息香酸,没食子酸など ・エネルギー含有燃焼速触媒
- ゾール類、芳香族類、ピリジン類、ジン類、フェロセン及びエネルギー含有誘導体と窒素 直鎖化合物及びその誘導体など
- 炭素材料燃焼触媒

グラファイト、カーボンブラック(CB)、フラーレン(C60)、炭素繊維、カーボンナノチュー ブ(CNTs)など

またここに上げていない触媒についても年次進行で調査を行い推進薬に添加し実験をして いく予定である。さらに、単一触媒のみならず、複合的に触媒を用いることでその効果が向 上することも報告されている。有望な触媒について単一での効果が確認された後、複合的に 添加することでその変化を確認する。

達成すべき主要なマイルストンは以下の通りである。

- ・GAP/AP 系推進薬の燃焼速度を 30 mm/s@5 MPa を達成する
- ・GAP/AP 系推進薬の正触媒、負触媒を体系的にまとめる
- ・10 MPa 以上の高圧力下における燃焼速度を得る

②AI 添加 GAP 系推進薬によるスラグの微粒子化メカニズムの解明(担当:千葉工大)(要素 課題2に対応)

GAP は自己発熱分解をする特徴を有している。繰り返し単位鎖中のアジド基から窒素が脱 離する際に発熱反応を伴うため、周囲圧力が7気圧以上になると表面で発生した熱エネルギ -が次の窒素の脱離を促すため連鎖的な自己発熱分解が継続する。これまでの研究から、 GAP/AP 推進薬の表面では小さくなった AP 粒子が GAP 由来の窒素ガスによって表面から吹き 飛ばされている現象が撮影されている。AIのスラグ化は主に 2 種類のスキームで生成され る。一つはノズル付近に融解した AI がたまりスラグプールと呼ばれる状態が形成され、燃焼 終了間際にプールから多量のスラグがノズルを通り外部へ放出される。もう一つは、燃焼表 面上で溶融した AI が凝集しある一定の大きさに成長しスラグとなるケースがある。従って、 燃焼表面での凝集を防ぐことがスラグの微粒子化につながると考えられている。GAP は燃焼 表面から窒素が噴出しているため、AIの凝集を阻害し微粒子化が達成できることが期待され る。実験ではサブミクロンサイズからナノサイズの AI 粒子を用いて推進薬を製造する。様々 な AIの粒径と配合比率の推進薬に対して所有設備である燃焼生成物粒子捕集装置 (QPCB)を 用いた燃焼生成物の粒度分布解析を実施し配合比と燃焼特性距離をパラメタとして生成され るスラグ粒子分布を定量化する。また、燃焼表面近傍を可視化し、燃焼表面上における AIの 挙動を観察する。さらに、高輝度の燃焼火炎を鮮明に撮影し、燃焼表面挙動の観察が行える 技術を所有している。さらに、熱分析装置を用いて熱分解特性を取得し、それらの結果をも って微粒子化のメカニズムの解明を目指す。

- 達成すべき主要なマイルストンは以下の通りである。
- ・燃焼生成物粒子捕集装置(QPCB)を用いて燃焼生成物の粒度分布解析を実施する
- ・燃焼表面近傍の AI の挙動を光学的に観察する
- AIの燃焼メカニズムの提案を行う

③推進薬の燃焼メカニズムの解明と燃焼シミュレーションの達成(担当:千葉工大)(要素 課題3に対応)

推進薬の線燃焼速度、温度依存性、機械的物性などの基礎的なデータに加え、熱分析、燃 焼温度場計測などを実施する。線燃焼速度は高圧燃焼器を用いて広範囲の高圧まで測定し、 同時に温度感度も測定する。燃焼温度場の計測には、線径 2.5 μm の極細熱電対を 使用する。熱電対を推進薬中に埋め込んだ状態で製造し、ストランド試験によって燃焼表面 の温度場履歴を取得する。熱分析では、昇温中の試料片の様子をリアルタイムで観察可能な 観察窓付き DSC を所有しており、吸熱、発熱反応や重量減少のデータに加え、試料片の光学 的な変化から熱分解プロセスの推定を実施することが可能である。また、イオン付着質量分 析装置を所有しているため、急速加熱を行い発生気体の状態を壊すことなく分子量の測定が 可能であるこれらの実験を通して熱分解挙動と発生ガスや熱分解物質の同定を行い化学反応 ステップについて検討する。これらの結果を踏まえ、固相から凝縮相、気相に至る化学反応 プロセスを考慮した化学反応計算を実施することで、燃焼メカニズムの解明と、設計に必要 となる詳細なシミュレーションを可能とする。シミュレーションには気相の素反応を計算す ることが可能な Chemk in-pro をベースとして、固相領域から気相領域までの温度場履歴と線 達成すべき主要なマイルストンは以下の通りである。

- 熱分析、温度場計測の実施
- ・熱分解プロセスの解明
- 熱分析装置を用いた熱分解特性を取得
- ・機械的物性の取得
- ・燃焼シミュレーションの実施

④燃焼実験実施設備関連の設計と製造(担当:千葉工業大学)(要素課題4に対応)

- 一般的なチムニ型燃焼器は工業用高圧ガスボンベから不活性ガスを導入するため加圧可能 圧力は 10 MPa 程度までだが、本研究では、触媒の有効性の調査するため、より広い圧力領域 における線燃焼速度を測定する必要がある。そこで新たに高圧力対応チムニ燃焼器(高圧燃 焼器)を設計し運用する。30 MPa の高圧の不活性ガスは液体窒素から熱交換機を通して製造 または高圧コンプレッサーなどを用いて製造することを検討する。

ー方固体推進薬は、推進薬ごとに固有の低圧着火限界が存在する。そのため、着火特性を評価しておくことは宇宙空間での確実な点火には必須となる知見である。そこで、簡易高空試験設備 (簡易 HATS)を用いて燃焼実験を実施し、着火特性を評価するとともに、燃焼性能についても評価する。

達成すべき主要なマイルストンは以下の通りである。

- ・高圧用チムニ型燃焼器の設計・開発
- ・高圧不活性ガス製造設備の設計・開発
- ・ 簡易 HATS の設計・ 開発

を推進する。

- ⑤自発的な研究活動等(担当:千葉工大) 自発的な研究活動等に関する実施方針に基づき、所属機関が認めた範囲で自発的な研究活動等
- ⑥プロジェクトの総合的推進(担当:千葉エ大)

各要素課題に関する研究の進捗を管理し、各年度にクリアすべきマイルストンの達成を目指す。 実験、解析は千葉工大内で完結するため、プロジェクトの推進方法は従来通り研究室のゼミをベ ースとして進めていく。また、本事業には博士課程2名、修士課程4名が主体的にかかわることで 計画的な推進と国内外での学会発表を実施する。また、実験設備の外注先である植松電機とも同 様に毎月打ち合わせを行うことで進捗を管理する予定である。

2. 研究開始時に設定した研究目標の達成度

GAP 系推進薬の燃焼速度コントロールが可能な正燃焼触媒と負燃焼触媒の発見
 正燃焼触媒として酸化鉄(以後 Fe203 と表記)、酸化銅(以後 Cu0 と表記)が効果的である
 こと、また、負触媒として尿素(以後 Urea と表記)、アゾジカルボンアミド(以後 ADCD と
 表記)が高い燃焼圧カ中において効果を発揮することを発見した。

超高圧対応チムニ燃焼器を用いて線燃焼速度,温度感度変化を広い燃焼圧力範囲(~30 MPa)
 で測定

30MPa までの幅広い燃焼圧力範囲において GAP/AP 推進薬の線燃焼速度の測定に成功し、 15 MPa 以上において圧力指数が増加する傾向を得た。

- ノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s@5 MPa)以上を有する高燃焼速度 推進薬の開発 GAP25/AP75 に Fe203 を 5 part 添加した推進薬を用いて、5 MPa の燃焼圧力で 40 mm/s の 線燃焼速度を得た。
- AI添加 GAP 系推進薬のスラグ微粒子化とそのメカニズムの提案 粒子捕獲実験と詳細な燃焼表面観察により、推進薬固相内に含まれる AI 粒子が、先行的 に分解する GAP の分解ガスにより AI 粒子が吹き飛ばされや少なることでアルミナ凝集体の 巨大化を防げることを明らかにした。
- 各推進薬の燃焼メカニズムの提案と燃焼シミュレーションの実施 AP30/AP70の燃焼メカニズムは GAP 単体の燃焼速度が支配的であり、Fe203 を添加した推 進薬の燃焼メカニズムに関しては、Fe203 により AP の分解速度が速まり、 GAP の分解ガス との混合が促進されたことで熱のフィードバック量が増えて燃焼表面温度が高まり、燃焼速 度が向上したことを明らかにした。
- 高圧(~30 MPa)及び低圧(高真空下)での推進薬燃焼特性を精度よく評価できる試験装置 及び試験方法の確立
 超高圧対応チムニ燃焼器並びに簡易的な低圧燃焼環境試験設備の設計・製造・運用を行い、

3. 委託業務における研究の方法及び成果

GAP系推進薬の燃焼速度測定(担当:千葉エ大)

本実験では、自転公転ミキサー「あわとり練太郎ARV-310P」(以下,あわとり練太郎)を用いて各 種触媒候補を添加した推進薬の製造を試した。その結果、推進薬中の粒子割合と回転数に応じて回転 混錬中の推進薬スラリ温度が上昇することが判明した。そこで、非接触の温度計を用いることで、回 転混錬中のスラリ温度をリアルタイムで監視することにより、回転数を制御しスラリ温度のコントロ ールを達成した。また、安全のため防炎と消火構造を備えた防護壁を設置し、その中で混錬ができる ように整備を行い、安全に安定した品質の推進薬の製造を行うことができるようになった。

各種触媒候補を添加した推進薬を混錬し、高圧チムニ型燃焼器を用いて燃焼速度を評価した。まず、 GAP系推進薬の基本特性を探るために、GAP、GAP30/AP70、GAP30/AP70にFe203の正触媒を0.1, 1.0 parts加えた推進薬(以後Prop.F0.1, Prop.F1.0と表記)、GAP25/AP75、GAP20/AP80の燃焼速度を比較 した¹⁾.

図3-11にGAPとGAP30/AP70の線燃焼速度を比較した。その結果,約2.4 MPa未満ではGAPとGAP30/AP70 は同等の燃焼速度を有していることを明らかにした。2.4 MPa以上では輝炎を伴わないGAPの燃焼速度 の方が輝炎を伴うGAP30/AP70より高い結果となった。これは、GAP/AP推進薬の輝炎からの熱のフィー ドバックが線燃焼速度へ影響を及ぼさず、GAP単体の燃焼速度が支配的であることを示唆した。図3-2に はGAP/AP推進薬の線燃焼速度を比較した。GAPの割合による線燃焼速度の大きな違いはGAP30/AP70と GAP20/AP80から見られなかった。確認のため中間の組成割合となるGAP25/AP75についても5 MPaでの線 燃焼速度を測定したが同程度の線燃焼速度となった。図3-3には、GAP30AP70系推進薬の線燃焼速度を 比較した。Fe203の添加量増加に伴い線燃焼速度の上昇が確認された。また圧力指数は、GAP30/AP70、 Prop. F0.1、Prop. F1.0において変化することを確認した。表3-1に実験より得られた圧力指数を示す。





図3-2 GAP/AP系推進薬の線燃焼速度比較

表 3-1 各推進薬の圧力指数 圧力範囲 r=aPⁿ [mm/s] Propellant [MPa] 1-9r=4.72P0.71 r=4.99P0.72 <3.0 **GAP30/AP70** 3.0> r=7.39P0.35 < 5.0r=5.50P0.66 5.0> r=11.09P0.22 < 2.0r=7.21P0.68

2.0>

r=11.80P0.28



1

Pressure [MPa]

1

0.1

また、Fe203以外の触媒系に着目し、各種推進薬の燃焼速度を測定した。本研究では正触媒として酸 化銅(以後Cu0と表記),負触媒に尿素(以後Ureaと表記)およびアゾジカルボンアミド(以後ADCDと表 記)をGAP30/AP70推進薬に各種外割5partsずつ添加し実験を実施した。表3-2に各種推進薬組成を示す。

10

Prop.F1.0

Propellant	GAP [wt%]	AP [wt%]	HMDI [wt%]	DBTDL	Fe2O3 [parts]	CuO [parts]	Urea [parts]	ADCD [parts]
GAP	91	0	9	trace	-	-	-	-
GAP30/AP70	27.3	70	2.7	"	-	-	-	-
Prop. F0. 1	"	"	"	"	0.1	-	-	-
Prop. F1. 0	"	"	"	"	1.0	-	-	-
Prop. Cu05	"	"	"	"	_	5.0	_	-
Prop.Urea5	"	"	"	"	_	-	5.0	-
Prop. ADCD5	"	"	"	"	_	_	_	5.0

表3-2 推進薬組成

チムニ型燃焼器を用いて、窒素ガス加圧環境下により燃焼速度を計測した。推進薬片に10 mm間隔の ヒューズ線を計4本取り付け、Break Wire(BW)法により線燃焼速度を測定した。燃焼器内圧力は約0.1-9.0 MPaである。図3-4、図3-5および表3-2にGAP30/AP70とGAP30/AP70に各触媒を添加した推進薬の燃 速比較図と圧力指数を示す。ここでは圧力指数の変化が確認される特性圧力に対して、特性圧力以下 をLOW、特性圧力以上をHIGHと表記している。正触媒のFe203とCuOでは、約2 MPa付近を境に圧力指数 の変化が見られた。低圧側および高圧側の圧力指数(n)はそれぞれ概ね等しい結果となった。また、負 触媒のADCDとUreaでは、約4 MPa付近を境に圧力指数の変化が見られた。低圧側および高圧側のnはこ ちらも正触媒と同様にそれぞれ概ね等しく、燃焼速度の特性はGAPが支配していると考えられる。また、 それぞれの特性圧力はGAP30/AP70の2.3MPaに対して正触媒では約2 MPaと低くなり、負触媒では約 4 MPaと高くなった。

この研究より、GAP/AP推進薬の触媒ごとの燃焼速度を体系的にまとめた。また、本研究の最終目標 にかがけるノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s @5 MPa以上)を有する高燃焼速 度推進薬の開発のために、正触媒としてFe203が最有力候補であることが判明した。

Propellant	圧力範囲 [MPa]	r=aP ⁿ [mm/s]
	<2.4	r=4.64P ^{0.98}
GAP ^{2/}	2.4<	r=6.76P ^{0.53}
	<2.3	r=4. 99P ^{0. 72}
UAP 30/ AP 70-	2.3<	r=7. 39P ^{0. 33}
Duen FO 1	<2.0	r=5.45P ^{0.65}
Prop. PU. I	2. 0<	r=7.67P ^{0.40}
Duen El O	<1.9	r=7. 21P ^{0.68}
Prop. F1. 0	1.9<	r=11.80P ^{0.28}
	<1.9	r=8. 20P ^{0. 71}
Prop. 6005. 0	1.9<	r=11.00P ^{0.23}
	<3.8	r=4. 82P ^{0.61}
Prop. ureab. U	3.8<	r=7.67P ^{0.25}
	<3.9	r=4.64P ^{0.60}
Prop. ADGD5. U	3.9<	r=7. 98P ^{0.23}

表3-2 実験より得られた圧力指数



次に、ノズルレスロケット実現のための高燃焼速度を有するGAP系推進薬の組成探求に関して述べる。令和4年度に実施したノズルレスロケットの開発過程において、ノズルレス推進薬内部に0.5 mm~ 1.0 mmの気泡および3.0 mm~6.0 mmの空隙が確認され、これが燃焼実験における爆発の原因であると 考えた。推進薬の断面を図3-6に示す。以上のことから、ノズルレス推進薬の製造過程の改善や組成変 更を行い、最終目標であるノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s@5 MPa)以上を有 する高燃焼速度推進薬の開発を実施した。正触媒である酸化鉄を含まないGAP/AP推進薬の高燃焼速度 化を目的としてAP粒子の粒度平均を変更させ推進薬製造及び燃焼速度測定試験を実施した。変更前と 変更後の推進薬組成を表3-3に示す。ロケットモータ再設計において燃焼圧力を5 MPaに設定した際、 最大比推力となる酸化剤-燃料質量比0/Fが3であった。そのため、新たな組成としてGAP25/AP75を採用 した。また、より高燃焼速度化を目的として、令和5年度には粒度平均直径を変更した。

推進薬の混錬にはあわとり練太郎を用いた。本装置を用いることで、手練りによる撹拌時間を 短縮し、脱泡を促進して高品質な推進薬が製造可能となる。推進薬製造の改善に伴い、あわとり 練太郎の撹拌工程の見直しを実施した。令和4年度の推進薬製造で用いた撹拌工程および変更し た撹拌工程を、以下の表3-4に示す。令和4年度の撹拌工程ではステップ数を2つに設定し、最初の ステップ1では推進薬が入った撹拌容器内部を回転せずに減圧して脱泡を図り、次のステップ2で 撹拌と減圧を実施した。また硬化剤と硬化触媒を入れた際の混錬では、これらの揮発によって推 進薬の製造不良を防止するためにある一定以下の減圧は実施しなかった。令和5年度の製造方法で はより気泡を含まない工程を試行錯誤し、令和4年度で行っていた混練手順とは異なる手順で実施して いる。令和5年度の新たな推進薬組成での製造に関しては、すべての混錬手順においてステップ数 を1にし、撹拌と減圧の両方を実施した。硬化剤および硬化触媒の混錬の際にある程度の減圧をし たが、その後推進薬に硬化不良といった製造不良は見られず気泡が無い推進薬を製造できるよう になった。また、ステップ数を1つ減らすことで製造時間の短縮を図ったが推進薬の仕上がりに変 化は見られなかった。



쿻	長3-3 GAP/AP推進薬	の組成変更	
	要素	割合 [%]	粒径の種 類
	バインダー (GAP+HMDI)	20	_
R4年度	酸化剤(AP)	80	3粒径
P5年度	バインダー (GAP+HMDI)	25	_
10千度	酸化剤(AP)	75	2粒径
	表3-4 ミキサ	一の設定値	

		旧体土顺	→ →*+	混錬時間	回転数	
			ステッノ剱 	[s]	[rpm]	
		1	1	300	2000	
		2	1	120	0	
		2	2	180	2000	
		2	1	60	0	
R4年度	3	2	240	1200		
	Λ	1	60	0		
		4	2	300	1500	
	5	1	180	1100		
	6		200	1400		
		1		300	2000	
R5年度	2					
	R5年度	3	1	190	1200	
		4		100		
	5					

新たな撹拌工程で推進薬を製造し、ストランドバーナ試験を実施した。本試験で使用した試料を図 3-7に、試料を試験装置に設置した様子を図3-8に示す。



ノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s @5 MPa以上)を有する高燃焼速度推進薬を開発するため、Fe203の添加量を増加した。GAP25/AP75と比較し、GAP25/AP75にFe203を5 parts追加することで、雰囲気圧力1 MPa~5 MPaの範囲にて線燃焼速度の向上を確認した。ストランドバーナ試験の結果を図3-9に示す。1 MPaにおいては1.7倍、5 MPaにおいては2.3倍の線燃焼速度の向上が確認できる。またGAP25/AP75/Fe203 5partsのVieille式は $r_b = 8.67P_c^{0.5}$ であり、圧力指数が0.2~0.8の範囲内であることから安定した燃焼性能を有している。



また、表3-4の新たな製造撹拌工程を用いてノズルレス推進薬を製造し、断面の気泡の有無を確認した。推進薬断面の様子を図3-10に示す。図3-6と比較した際に、新たな製造撹拌工程で作成したノズルレスロケットモータの断面には気泡や空隙は見られなかった。また断面に黒色の斑点が見られるが、これらはAP(粗粒)であった。これらの結果より、ノズルレスロケットに必要な5MPaノズルレスロケットモータmm/s以上の推進薬組成を発見できたとともに、その製造に必要な製造条件の探求も達成できた。



次に、10 MPaから30 MPaまでの燃焼速度を測定した。本実験ではGAP30/AP70推進薬の燃焼速度を測 定した。T.L.Boggsらに行われた研究では、APは2.1 MPa~14.7 MPaの圧力領域では分解速度が上がり 続けるが、図3-11に示すように14.7 MPa~27.5 MPaの圧力領域では最終的に2.5 mm/sまで燃焼速度が 低下することが報告されている²。



図 3-11 各圧力における AP の分解速度²⁾

10 MPaから30 MPaまでの燃焼速度測定に関しても、10 MPa以下での燃焼速度測定試験と同様に推進 薬片に10 mm間隔のヒューズ線をA,B,C,Dの計4本取り付け、BW法により測定した。また燃焼速度を測定 する際、高速度カメラによる燃焼表面が後退する様子を観察し、一部後退速度から燃焼速度を求めた。 表3-5にBW法による線燃焼速度結果と高速度カメラによる燃焼速度結果の表を示す。また、表3-6に各 圧力における各推進薬の圧力指数を,図3-12に線燃焼速度のグラフを示す。BW法にて15,20 MPa時の線 燃焼速度では、BW線のDの接触不良により、3区間目の線燃焼速度測定が不良であったが、CのBW線が切 れた時間に対し、高速度カメラからDのBW線が切れた時間分を加算し、線燃焼速度とした。その結果、 BW法による線燃焼速度と高速度カメラによる線燃焼速度差は最大でも0.8 mm/sであり、良好な一致を 示していた。

30 MPaまでの圧力領域での燃焼速度試験では、15.1 MPaで圧力指数が向上していることが新たに確認された。これにより、線燃焼速度は大気圧~2.3 MPa(Pb1)までのフェーズI、2.3~15.1 MPa(Pb2)までのフェーズI、15.1~30 MPaのフェーズIIと、3つの圧力領域で圧力指数が分けられることが分かった。

圧力	線燃焼速度 [mm/s]		
[MPa]	Break Wire	高速度カメラ	
	33.4	33. 5	
26	31.5	31.8	
	35.0	35.0	
	25.6	25.8	
20	24. 2	24. 6	
	(25.3)	25.3	
	18.83	18.48	
15	22.99	22. 15	
	(19. 38)	19. 18	

表 3-5 各測定法における線燃焼速度結果

表3-6 各圧力領域における圧力指数

Propellant	Pb	r=aP ⁿ
	[MPa]	[mm/s]
CAD	<2. 4	r=4. 64P ^{0. 98} 1)
UAF	2. 4<	r=6. 76P ^{0. 53} 1)
	<2.3	r=4. 99P ^{0. 72} 1)
GAP30/AP70	2. 3~15. 1	r=7. 39P ^{0. 35} 1)
	15. 1<	r=1. 73P ^{0. 90}



参考文献

- 1). Takasago.T, Experimental Study of GAP/AP Propellants Combustion (I), 13th ISICP, 130, Gjøvik, Norway (2023).
- 2). T.L.Boggs, DECOMPOSITION AND DEFLAGRATION OF AMMONIUM PERCHLORATE, NAVAL WEAPONS CENTER CHINA LAKE CA, Progress rept. Oct 1967-Mar 1968

② AI添加GAP系推進薬によるスラグの微粒子化メカニズムの解明(担当:千葉工大) 燃焼表面におけるAI粒子の微粒子化の効果を定量的に観察するため、燃焼生成物粒子捕集装置(QPCB 装置)の再稼働に向けた不足物品等の洗い出し作業を実施した。QPCBは過去に、ISAS/JAXAにて考案され製造された試験装置であり、主要な推進薬の粒子データを得たのち、複数の企業が企業研究として 利用していた。その後、利用者が不在となり千葉工業大学が譲り受けた装置である。図3-13にQPCB図 面を示す。全部品44項目のうち、9項目が欠品していることが判明した。そのうち、6項目は消耗品で あり、購入を行った。残り3項目については、独自規格品のためリバースエンジニアリングを行う必要 があることが分かった。また、装置に使用していたDCモータが廃版となっていたため、同規格のDCモ ータを購入し利用した。



図3-13 QPCB装置の図面

加圧用窒素ガス配管並びにキャッチタンクを設置し、QPBC燃焼試験を実施した。図3-14に実験概要 図を示す。推進薬にはGAP/AP/AIを用いた。ニクロム線での着火時にAIの凝集に変化が生じないよう、 予燃焼用アルミレス推進薬(GAP/AP)を用いた。実験手順は、アルミレス推進薬にニクロム線の赤熱で 着火し、α-シアノアクリレートを主成分とした接着剤で接着させたGAP/AP/AIを燃焼させた。図3-15 に燃焼台にセットした予燃焼用推進薬とGAP/AP/AI推進薬を示す。捕集液には蒸留水100 mlに炭酸水素 ナトリウム(NaHCO2)8 gを用いた。燃焼により発生する塩化水素と未燃焼のAIを反応させることが無い よう中和させることを目的としてNaHCO2を使用した。

本実験では、試料と捕集面の位置を変化させた実験を実施した。図3-16に資料と捕集面の関係図を 示す。捕集液の入った容器はモータにより回転され、捕集液が壁面にせり上がる仕組みとなっている. これは燃焼生成物が局所的に捕集されないようにするためである. 捕集液面から試料までの距離を初 期燃焼表面距離Diとし、燃焼終了時の距離をDfとする。その平均を平均燃焼距離Daとした。表3-7に推 進薬燃焼表面から液面までの平均距離を示す。今回は、実験装置の再立ち上げを行った最初の実験で あるため、安全を考慮し、燃焼圧力は窒素ガス雰囲気中の大気圧とした。燃焼が終了後、残留液体中 の燃焼生成物を捕集し、超音波洗浄機とエタノールを用いて脱水乾燥を行った。図3-17に燃焼後の捕 集液と、脱水乾燥させた燃焼生成物の様子を示す。

燃焼後の燃焼生成物を千葉工業大学が所有するISEM-EPMAにより観察した。図3-18に捕集後のSEM 画像を示す。40倍の倍率で観察を行ったところ、Diの増加に伴い、大きな粒径(200 µm程度)が確認 された。また、EPMAにより残渣物はAI残差であることが確認できた。







図 3-16 試料と捕集面の関係



図 3-15 試料片の設置の様子

表 3-7 推進薬燃焼表面から捕集 液面までの平均距離

設置位置	А	В
初期燃焼表面距離 Di [mm]	40	150
燃焼終了時の距離 Df [mm]	45	155
平均燃焼距離 Da [mm]	42.5	152.5





図 3-17 残留液体中のダマを超音波洗浄器を用いて解消後, エタノールにて脱水乾燥



捕集後 GAP27/AP70/AI3 @大気圧, Di=40, 倍率=40 倍



捕集後 GAP27/AP70/A13 @大気圧, Di=150,倍率= 40 倍

図 3-18 捕集後の SEM 画像

次に、後述する「③推進薬の燃焼メカニズムの解明と燃焼シミュレーション」でのGAP/AP推進薬の 燃焼メカニズムと比較する形でGAP/AP/AI推進薬での燃焼表面観察を実施した。ここでは、燃焼表面に おけるAI粒子の吹き飛びのメカニズムを提案する。 使用した推進薬は以下のとおりである。

- 1. M-Vロケット(HTPB/AP/AI=12/68/20)と同様に燃焼室圧5MPaで最大比推力(Isp)となる GAP25/AP55/AI20 wt%の推進薬
- M-Vロケットに使用されている推進薬と同IspかつAl含有量が最も少なくなるGAP27/AP70/Al3 wt% の推進薬

表3-8に5 MPaにおいてM-Vロケットに使用された推進薬・GAP25/AP55/A120・GAP27/AP70/A13でのIsp、 密度比推力(以後 p Ispと表記)、断熱火炎温度(以後Tfと表記)を示す。

表3-8 各推進薬の5MPaにおける理論燃焼性能							
	HTPB/AP/A1	GAP/AP/AI	GAP/AP/A1				
	12/68/20	25/55/20	27/70/3				
Isp [m/s]	2510	2526	2494				
ρlsp [kg/m²・s]	4940 × 10 ³	4895 × 10 ³	4482×10^{3}				
Tf [K]	3540	3574	3222				

図3-19に燃焼表面観察装置の概要図を示す。カメラ条件としては5000-10000 fps、シャッタースピードを25-111 μs、レンズではF値4とし、輝炎による燃焼表面観察をクリアにするため近赤外光カットフィルターを用いた。



燃焼雰囲気圧力1 MPaにおける燃焼表面観察結果を以下に示す。図3-20にGAP27/AP70/Al3での燃焼表面観察結果を、図3-21にGAP25/AP55/Al20での燃焼表面観察結果を示す。



図3-20 燃焼表面観察結果(GAP27/AP70/Al3 @1 MPa)



図3-21 燃焼表面観察結果(GAP25/AP55/AI20 @1 MPa)

また図3-22に3 MPaにおけるGAP27/AP70/AI3での燃焼表面観察結果を、図3-23に3 MPaにおけるGAP25/AP55/AI20での燃焼表面観察結果を示す。



図3-22 燃焼表面観察結果(GAP27/AP70/A13 @3 MPa)



図3-23 燃焼表面観察結果(GAP25/AP55/A120 @3 MPa)

1 MPaにおいて、アルミナの凝集体はGAP25/AP55/A120に比べGAP27AP70/A13が小さかった。また発生したアルミナの凝集体の数はGAP27/AP70/A13よりGAP25/AP55/A120が多かった。

これはGAP25/AP55/AI20は燃焼表面においてAIの数密度が大きいためにアルミナが凝集する確率が 高く、対してGAP27/AP70/AI3はAIの数密度が小さいためアルミナが凝集する確率が低いことが考えら れる。また、後述するGAP30/AP70の燃焼表面観察結果と比較すると、GAP25/AP55/AI20および GAP27AP70/AI3ともにAP細粒の吹き飛び量が少なく、アルミナ凝集体により燃焼表面に存在するAP細粒 の分解を促進させていることが分かった。

3 MPaにおいても同様に、アルミナの凝集体はGAP25/AP55/A120に比べGAP27AP70/A13が小さかった。 これもGAP25/AP55/A120は燃焼表面においてAIの数密度が大きいためアルミナが凝集する確率が高く、 対してGAP27/AP70/A13はAIの数密度が小さいためアルミナが凝集する確率が低いことが考えられる。 また、後述するGAP30/AP70の燃焼表面観察結果と比較すると、1 MPaと同様にGAP25/AP55/A120および GAP27AP70/A13ともにAP細粒の吹き飛び量が少なく、アルミナ凝集体により燃焼表面に存在するAP細粒 の分解を促進させていることが分かった。

これら結果より、GAP/AP/AI推進薬の燃焼メカニズムとして以下のことが判明した。

- 推進薬固相内に含まれるAI粒子は、先行的に分解するGAPの分解ガスによりAI粒子が吹き飛ばされ や少なることでアルミナ凝集体の巨大化を防げる
- アルミナの存在によりAP細粒が吹き飛びにくくなることで固相から燃焼表面のAP細粒がGAPの分 解ガスにより吹き飛ばされる前に、凝集体の有する熱により分解され、燃焼表面近傍での燃焼完 結性が向上する

③ 推進薬の燃焼メカニズムの解明と燃焼シミュレーションの達成(担当:千葉工大)

推進薬の機械的物性の取得を実施した。GAP/AP推進薬に金属燃料としてAIを添加したものを作成し、 引張試験機を用いて、1,30 mm/minの2種類の引張速度で試験を実施した。引張試験の結果、従来推進 薬と比較し大幅に機械的物性が変化する場合、構成物質の割合の変更やボンディング剤の添加などが 必要となり、燃焼メカニズムに変化をもたらす可能性が考えられる。そこで、ここでは、事前に機械 的物性の評価を行った。推進薬組成はGAP25/AP55/AI20、GAP27/AP70/AI3の2種類とした。 GAP25/AP55/AI20ではAIを添加した場合に比推力が最大となる組成、GAP27/AP70/AI3はAIレス推進薬を 想定しているが、燃焼振動などの発生を抑制するためわずかにAIを添加した組成である。表3-9に試験 結果を示す。試験時の温度は25℃であり、試験装置、試験片温度ともに同温度である。また調湿は実 施しておらず、エアコンにより室内温度を一定に保っている環境下で実施した。

	引張速度	サンプルNo.	最大応力 MPa	最大歪み %	最大伸び mm
	20 mm/min	1	0. 642	88.4	0.88
	50 mm/mm	平均	0. 642	88.4	0.88
-25/55/20		1	0. 411	36.6	0.36
-25/55/20	1 mm/min	2	0. 488	42. 7	0. 42
		平均	0. 449	39.6	0.40
GAP/AP/A1 =27/70/3		1	0. 615	58.3	0. 58
	30 mm/min	2	0. 631	79.9	0.80
		平均	0. 623	69.1	0.69
		1	0. 398	30. 3	0.30
	1 mm/min	2	0. 480	41.3	0. 41
		平均	0. 439	35.8	0.36

表3-9 GAP/AP/AI系推進薬の引張試験結果

表3-9より、AIの含有量が多い推進薬の方が最大ひずみが大きく、最大応力はどちらも同程度となる ことが分かった。また、従来のHTPB/AP/AI系推進薬と比較すると、ひずみ40%の時点ではHTPB/AP/AIの 応力が1.7 MPaであるのに対し、GAP25/AP55/AI20では0.62 MPa、GAP27/AP70/AI3では0.64 MPaとなっ た。どちらも従来推進薬と比較して低い応力となったため、破断面をSEMにて観察を行った。図3-24に AI20の推進薬の破断面を、図3-25にAI3の推進薬の破断面を示す。



図3-24 GAP25/AP55/A120破断面



図3-25 GAP27/AP70/A13破断面

剥離箇所

どちらのSEM画像からもGAPバインダーとAPとの剥離した様子が観察できる。APが抜けたと思われる 凹面は滑らかであり、破断面に残ったAP表面にバインダー等の残留も見られないため、バインダーと APとの界面の接着が弱く、バインダーとAPが弱い応力で剥離して破断が生じたものと考えられる。今 後、バインダーとAP界面の接着についても評価していく必要がある。

続いて、推進薬の熱分析として高圧DTAの実施結果について説明する。表3-10に本実験で用いた高圧 DTAの詳細と、実験条件を示す。圧力は1と5 MPaで実施し、雰囲気ガスは窒素とした。窒素ガスの流量 は、1 MPaで1 L/min、5 MPaで2.5 L/minとした。サンプル質量は5 mgである。昇温レートは20 K/min であり、温度範囲は23~350℃とした。実験に用いたサンプルは、GAP100、GAP30/AP70、GAP30/AP70に Fe203を1parts加えた試料にて実施した。

1	
実験装置	Rigaku HP-TG-DTA
圧力	1 MPa, 5 MPa
雰囲気ガス	窒素
流量	1 L/min (1 MPa), 2.5 L/min (5 MPa)
サンプル質量	5 g
昇温レート	20 K/min
温度範囲	23-350°C
サンプル	GAP, GAP30/AP70, GAP30/AP70+Fe203_1parts

表3-10 高圧DTA実験装置及び実験条件

1 MPaでの結果を図3-26に示す。APが加わることにより、発熱ピーク及び重量減少の開始温度は高 温側に約20℃シフトすることが分かった。またFe203の添加により、発熱ピーク及び重量減少の開始 温度が低温側に8-9℃シフトすることが分かった。





(b) GAP30/AP70





図3-26 1 MPalcおける各TG/DTAの結果



5 MPaでの結果を図3-27に示す。こちらもAPが加わることで、発熱ピーク及び重量減少の開始温度が 高温側に約20℃シフトすることが分かった。また、Fe203が加わることで、それらが低温側に約10℃シ フトすることが明らかとなった。どちらも圧力による傾向は変わらない結果となった。燃焼速度の結 果からもGAPとGAP30/AP70とではGAPの燃焼速度が高い.図3-2の燃焼速度に関して述べたように、通常、 酸化剤粒子を含むことで気相火炎からの熱のフィードバックにより燃焼速度が向上するが、GAP/APの 場合、気相火炎からの熱のフィードバックがほとんど効果なく、AP粒子が不活性物質のように振る舞 う可能性が分かった。この不活性物質のようにふるまうAP粒子に対して、Fe203はAP粒子の分解に対し て正触媒であることが良く知られており、TG/DTAの結果からもFe203を加えることで発熱ピーク及び重 量減少は低温側にシフトしたが、GAPの発熱ピーク及び重量減少よりかは高い値となり、Fe203入り GAP/AP推進薬においてもAP粒子が依然として不活性物質として作用している可能性が示唆された. TG/DTA結果からGAPの分解が先行して始まることが示唆された.

堀らにより行われた研究では、GAPの線燃焼速度と燃焼表面温度の測定により、GAPの窒素脱離過程 が線燃焼速度に大きな影響を与え、2.3MPaにおいて圧力指数が低下することを見出した。また、GAPは 固相と気相のほか、分解表面に厚さ10 um程度の気液二相領域を持ち、3層で構成される特殊な分解表 面構造をとることが分かった¹⁾。

和田らにより行われた過去の研究では、GAPは1 MPaにおける分解時に約60%がガスとなり、31%がHVR、 9%がPowderになり、5 MPaにおいては75%がガス、18%がHVR、6%がPowderの燃焼生成物となることが報 告されている(図3-28)²⁾。

図 3-28 各圧力での GAP 燃焼生成物割合²⁾

過去の研究³⁾で実施した各種推進薬の燃焼表面観察結果を図3-29~3-32に示す。これら結果より、以下のことが判明している。

分解前

図 3-29 燃焼表面観察結果 (GAP @1MPa)

分解前

※GAPガスが多量のため、HVRの形状は不明

図 3-30 燃焼表面観察結果 (GAP @5MPa)

図 3-31 燃焼表面観察結果 (GAP30/AP70 @1MPa)

図 3-32 燃焼表面観察結果 (GAP30/AP70 @5MPa)

- GAP
 - ➢ GAP単体では輝炎を伴わず分解する
 - MPaでは分解表面にて繊維状物質が発生し、高粘性残渣物(High-Velocity Residue:以後 HVRと表記)となり、GAPの分解時発生ガスにより吹き飛ぶ
 - 5 MPaでは分解表面にて繊維状物質が発生せずに分解直後黒いHVRとなり、GAPの分解時発生ガ スにより吹き飛ぶ
- GAP30/AP70
 - ➢ GAP/AP推進薬では輝炎を伴い燃焼する
 - GAPの分解時発生ガスにより吹き飛ぶ発光体には2種類存在し、GAPから発生したHVRが燃焼し ながら吹き飛ぶものと、AP細粒が燃焼しながら吹き飛ぶ2種類存在する

GAP30/AP70に正触媒Fe203を1parts加えたProp.F1.0、正触媒Cu0を5parts加えたProp.Cu05、負触媒 Ureaを5parts加えたProp.Urea5、負触媒ADCDを5parts加えたProp.ADCD5の計4つの表面観察を実施した。 図3-33~3-40に各種推進薬の1 MPaおよび5 MPa時の燃焼表面観察結果を示す。それぞれ時系列に3つ のグラフを示している。また、一つの画像には左側に撮影映像、右側にはエッジ処理をかけた画像を 示している。エッジ処理を施すことでGAP Flakeの形状を読み取りやすくした。すべて燃焼表面を撮影 しており、約下半分は未燃の推進薬である。

図 3-33 燃焼表面観察結果 (Prop. F1.0 @1 MPa)

図 3-34 燃焼表面観察結果 (Prop. F1.0 @5 MPa)

図 3-35 燃焼表面観察結果 (Prop. Cu05 @1 MPa)

図 3-36 燃焼表面観察結果 (Prop. Cu05 @5 MPa)

図 3-37 燃焼表面観察結果 (Prop. Urea5 @1 MPa)

図 3-38 燃焼表面観察結果 (Prop. Urea5 @5 MPa)

図 3-39 燃焼表面観察結果 (Prop. ADCD5 @1 MPa)

図 3-40 燃焼表面観察結果 (Prop. ADCD5 @5 MPa)

Prop. F1.0、Prop. CuO5、Prop. Urea5、Prop. ADCD5のすべての表面近傍においてGAPから発生したHVR が燃焼しながら吹き飛ぶ様子が確認された。このことより、正触媒・負触媒の有無にかかわらずGAP/AP 推進薬の燃焼形態と大きく変わることはないことが分かった。

次に25 um素線径R型熱電対を用いて固相~燃焼表面近傍の燃焼表面温度測定を実施した。本実験で はGAP30/AP70と,触媒効果の優れたProp.F1.0の燃焼表面温度を測定した。表3-11に温度場測定から得 た燃焼表面温度を示す。1,5MPaともに燃焼表面温度の高いGAP30/AP70よりGAP単体のほうが、燃焼速度 が速い結果を得た。これはAP粒子がGAPの分解を阻害する物質となっており、APを含めたことによる GAP/AP推進薬の輝炎の熱のフィードバックは燃焼速度に影響しておらず、GAPの分解速度が支配的であ ることが分かった。一方でProp.F1.0とGAP30/AP70を比較すると、燃焼表面温度はGAP30/AP70より Prop.F1.0のほうが1 & 5 MPaともに高い結果となった。またGAP単体と比べると燃焼表面温度も燃焼 速度も高い結果となった。予備実験としてGAP単体にFe203を加えた試料の燃焼速度も測定したが、GAP 単体と変わらない燃焼速度結果となった。このことより、Fe203を加えたことにより、輝炎からの熱の フィードバック量が燃焼速度を向上させていることが分かった。

表3-11 各推進薬における燃焼表面温度						
	燃焼表面温度 [℃]					
	1 MPa	5 MPa				
GAP	507	567				
GAP30/AP70	555	722				
Prop. F1. 0	739	877				

ここで、令和4年度に行った高圧TG-DTAを用いた各推進薬のピーク温度を表3-12に示す.

- 衣3-12 向圧10-DIALの10 る谷推進条の先款に一ク温度	€3-12 高圧TG-DTAにおける各推進薬の発熱	ピーク温度
------------------------------------	---------------------------	-------

		GAP	GAP30/AP70	Prop. F1. 0	
発熱ピーク温度	1MPa	231.5	258. 7	246.9	
[°C]	5MPa	229.9	255. 5	243.9	

1, 5 MPaともに、燃焼速度の遅いGAP30/AP70は温度場測定試験と同様に発熱ピーク温度も他の推進 薬より高い結果となった.対してProp.F1.0はGAPよりも15℃ほど高く、GAP30/AP70よりも12℃程低い結 果となった.これら結果より、GAP30/AP70の燃焼メカニズムはGAP単体の燃焼速度が支配的であること が分かった.またProp.F1.0の燃焼メカニズムに関しては、正触媒Fe203の存在によりAPの分解速度が速 まり、 GAPの分解ガスとの混合が促進されたことで熱のフィードバック量が増えて燃焼表面温度が高 まり、燃焼速度が向上したと考えられる.

次に10~30 MPaにおける燃焼速度測定実験での燃焼メカニズムを考える.図3-28より圧力が高くなるとGAPの燃焼残渣発生量が低下するため、フェーズⅡ以降ではGAPの圧力指数が変化しないと仮定すると、フェーズⅢにおけるGAP30/AP70推進薬は、APの分解速度が低下する圧力領域(図3-11)であり、GAPの線燃焼速度に近づいたと考えられる.

参考文献

- 1). Hori, K, & Kimura, M. Combustion Mechanism of Glycidyl Azide Polymer. Propellants, Explosives, Pyrotechnics, 21(3), 160–165
- 2). Wada, Combustion model of tetra-ol glycidyl azide polymer, Proceedings of the Combustion Institute, Volume 32, Issue 2, p. 2005-2012, 2009
- 3). Takasago.T, Experimental Study of GAP/AP Propellants Combustion (I), 13th ISICP, 130, Gjøvik, Norway (2023).

④ 燃焼実験実施設備関連の設計と製造(担当:千葉工大)

高圧チムニ型燃焼器の設計と製造を行った。最高使用圧力は30 MPaとし、推進薬の燃焼によって発 生する燃焼ガスにより燃焼器内圧力が大きく変動しないよう、内部容積を4.2 Lとした。これらの制約 から安全率2をとして設計したところ燃焼器重量約200 kgとなった。図3-41に設計した燃焼器図面を示 す。燃焼器には最大7か所に観察窓を設けることができるようになっており、様々な角度と方向から燃 焼中の推進薬を観察可能な仕様とした。燃焼速度測定方式はブレークワイヤ法を採用した。燃焼時は 横向きにした状態でも実験ができるよう、燃焼架台を工夫している。加圧のための窒素ガスは2か所か ら燃焼器に流入することが可能である。

図3-41 高圧チムニ型燃焼器図面

昨年度導入した高圧チムニ型燃焼器の設置と運用に必要な防護壁の設置と高圧不活性ガスの供給設 備の設計、および導入を行った。同時に燃焼器までの配管の敷設、制御用バルブの取り付けとそれら の制御装置の設置、さらに、各種センサからのデータを収集し解析するための設備を敷設した。図3-42に防護壁に囲まれたチムニ燃焼器を示す。高圧チムニ型燃焼器は、高圧窒素ガスによって最大30 MPa に加圧される。その際、窒素ガスは常に燃焼器上部のオリフィス弁から圧力に応じて一定量が排出さ れ、供給量と排出量のつり合いで燃焼器内圧力が決定される。排出量は試料片を燃焼させた場合に生 じる燃焼ガスを燃焼器内から速やかに排出し燃焼状況の光学観察が可能となるように設定される。実 験時に想定される予期せぬ圧力上昇としては、最も狭窄しているオリフィス部が詰まることにより生 じることが想定される。その際、最も弱い観察窓部である石英ガラス部が50 MPaにて破損し、燃焼器 内部のガスが外部に放出される。石英ガラスは破損時にはサブミクロンオーダーで微細化し周囲に飛 び散るため、それらを周囲の防護壁で受け止めることで周囲の作業員への飛散を防ぐことができる。 防護壁である燃焼室内は厚さ15 mmの石膏ボードからなり、これらの石膏ボードの曲げ応力はJIS規格 では220 N以上である。石英ガラスが1 mm程度に微細化し50 MPaで燃焼器から飛び出し石膏ボードに 衝突した場合、飛散中のエネルギー損失分を考慮しない場合でも40 N程度であるため、石膏ボードの 曲げ応力は十分な強度を有しているため貫通することはない。

30 MPaの高圧窒素ガスを供給する窒素ガス供給設備として高圧窒素供給機器フローシートを図3-43 に示す。ボンベには最大充填圧力42.1MPaに対応した、超高圧窒素ボンベを準備し、4本連結させるこ とで流量を確保することとした。図3-44に本実験のために設計・製造した充填圧力42.1 MPa対応ガス ボンベを示す。高圧窒素ガス供給設備として当初は昇圧器による高圧窒素ガスの製造や液体窒素を熱 交換し高圧窒素ガスの製造を行うことを検討した。高圧ガス施工業者との協議を重ね、昇圧器や液体 窒素による高圧ガス製造は、非常に時間がかかり24時間体制で製造を続けた場合でも窒素ガスボンベ に必要量を充填するためには約1週間を要することが明らかとなった。大学において、このような製造 設備を24時間稼働させることは安全上困難であること、設備の維持管理を今後も継続していくことが 予算上も困難であることから、本試験設備では、42.1 MPaに充填された特殊高圧ガスボンベを製造し、 高圧ガス充てん作業は協力業者が実施することで充填時の安全性の確保と、高圧ガスボンベの再接続 時に協力業者が配管の取り付けを行うことで運用時の安全が確保できるような供給系とした。また、 ボンベ最大充填圧力を42.1 MPaとした理由は、30 MPaの最大燃焼器内圧力を確保するために30 MPa以 上の窒素ガス圧力が必要であることに加え、45 MPaを超える高圧ガス配管は既製品でそろえることが 困難となり、設備が非常に高額となってしまうため、45 MPaを超えない範囲で供給系を設計する必要 があり、充填圧力を 42.1 MPaとした。

図3-42 防護壁内に設置したチムニ燃焼器

図3-43 高圧窒素供給機器フローシート図

図3-44 充填圧力42.1MPa対応ボンベ

超高圧ガスボンベからチムニ燃焼器内へ30 MPaの窒素ガスを供給し、燃焼ガスの排出を受け止める キャッチタンクは塩ビ管を用いて製造した。本実験装置を用いた線燃焼速度の測定は正常に実施され、 その結果は図3-12に報告済みである。 次に、小型簡易高空燃焼試験設備(HATS:High Altitude Test Stand)の仕様を確定するため、 JAXAあきる野実験施設に設置されているのHATSを参考にするため見学を行った。あきる野実験施設に は排ガス用バッファタンク(60 m³)(図3-45)と小型真空槽(11 m³)(図3-46)が設置されており、それら の内部を防爆対応のロータリーポンプにて20 torrまで減圧することが可能となっている。

図3-45 あきる野実験施設のバッファタンク

図3-46 小型真空槽

あきる野実験施設ではAP系推進薬の燃焼ガス中に含まれる塩素ガスを処理するための、可燃性・有害 ガスなどの処理設備が設置されている。本事業で導入を検討しているHATSはより小型であり、排出さ れるガス量が少ないことから、排気ガスに対する対応は行わず大気放出式とし、目指すHATSの仕様を 以下の通りとした。

- 目標真空度: 20torr(約2.7 kPa)
- ・ AP系推進薬の燃焼ガスを想定
- ・ 小型真空層内へのケーブルは多治見、BNCコネクタにて引き込み

簡易HATSの仕様に基づき、基礎設計を実施した。容器内部にロケットモータを設置し、燃焼実験を 実施することが可能な装置として、次の項目を達成することを目的とする。

- ✓ 低圧環境下におけるロケットモータの性能評価
- ✓ 燃料に着火を行うためのイグナイタの点火性能評価
- ✓ 燃焼後に発生した残渣物の量、大きさ、組成の調査

HATSの大きさ及び設計に対する要求は、以下の3つである。

- ✓ 20フィートコンテナ内部に設置することが可能であること
 - 設置場所は御宿ロケット実験場となる。御宿ロケット実験場は海岸沿いにあり、塩害が 発生するため、塩害から装置を守るための覆いが必要となる。また、強風地帯でもある ため。質量の軽いテントなどでは吹き飛ばされる恐れがありこれまでの設置運用実績が ある20フィートコンテナ内に格納することとした。
- ✓ 実験および運用することが可能な大きさを基本とすること
 - 20フィートコンテナ内において実験運用が可能な大きさを基本とし、設計を実施している。フォークリフトなどの重機は所有していないため、設置後は人力のみで運用が可能な体制を基本として検討した。
- ✓ 外径およびボディ肉厚の設計は、「JIS G 3457-1988 STPY規格」に従うこと。

現在の検討段階におけるHATSの諸元を、以下の図3-47および表3-13に示す。

図3-47 HATSの外観寸法の表記

表 3-13 外観寸法の諸元

項目	值	備考
全長 L [mm]	2,000 mm	20feet コンテナに収まり、回転時にコンテナ内で回転で きる最大の全長とする
高さ H [mm]	1,708 mm	_
横幅 W [mm]	2,000 mm	_
外径 D [mm]	ϕ 1,000 mm	JIS G 3457-1988 STPY規格に従う場合、φ1,016 mmと なる.
ボディ長さ [mm]	1,300 mm	_
ボディ肉厚 t [mm]	10.0 mm	JIS G 3457-1988 STPY 規格に従う場合、10.3 mm となる.

HATS外部の構成部品を図3-48に、HATS内部の構成部品を図3-49に示す。また、構成部品の詳細を表 3-13に示す。

部品番号	部品名称	個数	材料	サイズ
0-1	推進	2	SS400	
0-2	ボディ支え	2	SS400	
0-3	ボディ	1	SS400	
0-4	底板	1	SS400	
I-1	ガスハイロケットモータ	1	SS400	
I-2	モータ下の板	1	SS400	
I-3	推力受け	1	SS400	
I-4	アルミフレーム	4	アルミニウム	
I-5	レール	2	SS400	
I-6	スライダー	2	SS400	
I-7	スライダー支え	2	SS400	

表 3-13 構成部品一覧

HATSの到達真空度に対する要求は以下の通りである。

- ✓ ポンプは、燃焼実験を実施する真空度(10 torr)まで真空引きが可能な性能を有すること。
 ▶ 令和3年度に視察したJAXAあきる野実験施設が保有するHATSが有する真空到達度が 20 torrであり、その真空度でJAXAらは宇宙空間での着火特性を評価し、これまで問題な く実証している実績を有している。そこで、本装置ではさらにその1/2の真空度を目指し た要求とした。
- ✓ ポンプは、最高到達真空度(5 torr)まで真空引きが可能な性能を有すること。
 - ▶ 10 torrの要求に対して、余裕をもってさらに1/2となる5 torrの最高到達真空度を設定した。
- ✓ ポンプは、2時間以内(TBD)に燃焼実験を実施する真空度(10 torr)に達する性能を有する こと。

HATS内部や燃焼実験の様子は、ボディに施された8つの丸型窓から観察を行う。観察窓の場所を図3-50の黄色枠で示す。

図3-50 容器片側における観察窓の位置(黄色枠)

以上の基礎設計に基づき、令和5年度ではその詳細設計・製造・敷設を実施した。詳細設計でのHATS の外観および断面(横うち,縦うち)を図3-51に、敷設後の外観を図3-52に示す。HATSの敷設場所は 千葉県御宿町にある「千葉工業大学惑星探査研究センター御宿ロケット実験場」である。HATSボデ ィを横型燃焼実験から縦型燃焼実験にした際、ボディの回転角度は最大90°であり、ボディは縦型 燃焼実験専用の固定脚2本によって固定される。

図3-52 敷設後のHATS外観(左:横型燃焼実験 右:縦型燃焼実験)

HATS内部の真空引きにはアネスト岩田株式会社製の「ドライ真空ポンプ DVSL-500E」を、HATSボ ディを横型燃焼実験から縦型燃焼実験に回転するために株式会社ニッセイ製の「GTRインダクショ ンギアモータ FS45N15X-MM02TNNTB2」を用いる。真空ポンプおよびモータを図3-53に示す。またHATS、 真空ポンプ、モータそれぞれの諸元を表3-13~表3-16に示す。

表3-14 HATS諸元

	-
全長 [mm]	1900
ボディ外径 [mm]	992
ボディ重量 [kg]	1400
最高到達圧力 [Pa]	300

表3-15 真空ポンプ DVSL-500E諸元				
	設計排気速度 [L/min]	433		
	到達圧力 [Pa]	<i>≤</i> 30		
	エアフラッシュ量 [L/min]	10		
	冷却方式	空冷,冷却ファン		

表3-16 GTRインダクションギアモータ諸元

定格電力 [kW]	0. 2
定格電圧 [V]	200
定格電流 [A]	1.1
回転数 [rpm]	1400
カ率 [-]	0. 75

以上の実験装置を用いて、真空引き試験を実施した。HATS内部の圧力測定には株式会社共和電業 製の「絶対圧力センサ PAB-A-200KP」を用いた。真空引き試験から取得したHATS内部の圧力履歴を 図3-54に、300 Pa到達時の圧力履歴を図3-55に示す。試験の結果、真空ポンプの運転を開始した27 分後に最低到達圧力である300 Paに到達した。300 Paに到達後は、HATSと真空ポンプを接続するバ ルブを閉めて真空ポンプを停止した。その後、内部圧力は0.03 Pa/minで上昇した。

HATS を用いて真空環境下での固体モータ燃焼実験を実施した。使用した固体モータの断面を図 3-56 に、HATS 内部に固体モータを設置した様子を図 3-57 に示す。モータに使用する推進薬は GAP27/AP73 である。また固体ロケットモータの燃焼形式には端面燃焼式を採用した。燃焼実験では圧力センサお よびロードセルを用いて固体モータの燃焼圧力および推力を測定した。推進薬の点火には点火薬およ び点火線を使用する。図 3-58 に示した推進薬端面に十字の溝を施し、溝に点火薬を接着した。その後、 推進薬中央に点火線を接着し、マスキングテープによって固定した。点火線はニクロム線およびスピ ーカーケーブルを用いて作成し、ニクロム線が赤熱することによって周囲の点火薬に着火、推進薬表 面を着火する。

実験条件を表 3-17 に示す。すべての実験において、固体モータの燃焼圧力は 5 MPa となるように設計した。またノズルの開口比も 14.3 とした。表 3-17 に示した雰囲気圧力は、点火時における HATS 内部圧力である。

		点火線		
点火薬	-	マスキングテ	ープ	
図 3-58 点火薬の配置および点火線の固定方法				
表 3-17 実験条件				
雰囲気圧力 [Pa]	実験1回目 400	実験2回目 460	実験3回目 930	-
燃焼圧力 [MPa]		5.0		
開日比して		14. 0		_

燃焼実験の結果を図 3-59~3-60 に示す。図 3-59 は固体モータの燃焼圧力履歴、図 3-60 は推力履歴 である。実験2回目に関しては、点火した2.4 s後に安全機構が作動した。安全機構が作動したこと によりモータ内部圧力が開放され、急激な燃焼圧力低下が確認できる。実験2回目で安全機構が作動 した原因として、安全機構ボルトの有効径が設計値の φ1.8 mm 以下であったことが考えられる。安全 機構ボルトはステンレス製の M3 を使用しており、安全機構が7 MPa で作動するために旋盤を用いて ボルト有効径を φ1.8 mm に加工している。しかし有効径を φ1.8 mm 以下に加工したため、7 MPa に 到達前に安全機構が作動したと考える。ただし、実験1回目と3回目に関しては燃焼終了時まで HATS 内での推力取得に成功した。また、すべての燃焼実験おいて、点火と同時に圧力の立ち上がりを確認 できたため真空環境下において GAP/AP 推進薬への着火が確認できた。推進薬に着火後、約1 s後に設 計圧力5 MPa に到達した。このことより、GAP/AP 推進薬は高空環境下においても安定的に着火するこ とが判明した。

⑤ 自発的な研究活動等(担当:千葉エ大)

自発的な研究活動の一環として、混錬中の推進薬による燃焼の危険性の検討と、消火実験を実施し た。推進薬の作製(撹拌・混錬)中にあわとり練太郎内にて、試料温度が上昇し、未硬化の推進薬が 発火する可能性を考え、その際に生じる燃焼生成物について詳細を検討した。ここでは、NASA-CEAに より、燃焼後の生成物を計算した。図3-61、3-62にGAP27/AP73とGAP27/AP70/AI3の各推進薬の燃焼生 成物のモル分率を示す。図より、どちらも生成物の半分強が水と窒素ガスとなっているが、一酸化炭 素や塩化水素が次いで発生していることが分かる。これらは人体には有害なガスであり、推進薬作成中の燃焼は有毒ガスを発生することが分かった。そこで、未硬化の推進薬に着火した場合、消火が可 能かどうかについて実験的に検証を行った。GAPの自己発熱分解は凝縮相における発熱反応が支配的で あるが、単体では窒素の脱離時に生じる窒素ガスの噴出によって熱が大気へ拡散し、自己発熱分解を 継続することが困難である。しかし、APが入ることにより、APが分解され酸化剤成分により輝炎が生 じるため、輝炎から表面への熱のフィードバックが大きくなることで大気圧下においても燃焼が継続 すると考えられる。実際に、大気圧下で未硬化のGAP/AP系推進薬にニクロム線で着火しところ、火柱 を立てて燃焼する様子が観察された。その様子を図3-63に示す。したがって、気相での燃焼反応を抑 制することができれば、消炎に至ると考え、気相で生じている燃焼ラジカルを安定化させ消炎させる ことが可能なヤマトプロテック社製の消火設備「K/SMOKE」を用いた消火実験を試みた。K/SMOKEは、 ガス中に含まれるカリウムが燃焼ラジカルと結びつき燃焼の連鎖反応を抑制し鎮圧・消火するガス系 消火設備である。図3-64にK/SMOKEの消火メカニズムを示す。消火実験では、GAP27/AP73、質量4 gの 推進薬を細長い丸型の筒に詰め、上端から着火を行い、火炎が生じたところへK/SMOKEの消炎ガスを吹 き付けた。図3-65に一連の写真を示す。その結果、消炎ガス発生中は推進薬の火炎は観察されなかっ たものの、K/SMOKEの消炎ガスがなくなると同時に、再び火炎が発生した。このことから、消炎ガス中 に含まれるカリウムにより消炎に成功しているが、その間も凝縮相での反応は継続していることが分 かった。以上のことから、K/SMOKEによる消炎効果は認められるため、推進薬の燃焼時間よりも長い時 間消火剤を作動させておくことができれば火炎を生じさせず、推進薬の凝縮相における分解反応のみ で抑えられることが分かった。今後、その際に生じている分解ガスの成分についても調査の必要があ ると考えている。

図3-61 GAP27/AP73の燃焼生成物

図3-63 未硬化のGAP/AP系推進薬の燃焼

図3-62 GAP27/AP70/AI3の燃焼生成物

図3-64 K/SMOKEの消炎原理

(a) 推進薬へ着火

(b) 消炎ガス噴霧中 図3-65 K/SMOKEによる消火実験の様子

(c) 噴霧後に現れた火炎

自発的な研究活動等に関する実施方針に基づき、令和4年度に触媒入りGAP/AP推進薬を用いたノズ ルレス固体ロケットモータの開発を実施した成果について報告する。近年、大学やベンチャー企業に おいて小型衛星の研究開発が活発化している。衛星は運用終了後に軌道離脱を行い大気圏で燃え尽き るが、推進系に使用されているノズルは耐熱性であるため地上に落下する恐れがある。このことから、 ノズルレス固体ロケットモータ(以下、NLRM)に着目した。本研究は、NLRMを軌道制御用スラスタと して6U小型衛星に搭載することを目的とする。6U衛星では軌道制御用スラスタは3U(10 cm×10 cm× 30 cm)分の空間が必要であり、3Uの空間に収まるよう設計することを目指す。

まず NLRM 内部弾道モデルの製作において 3U の空間に収まる適切な設計パラメタを設定した設計結 果を表 3-18 に示す。今回の推進薬の設計ではポート直径,推進薬外径,推進薬全長,出口コーン 直径等を事前に設定し,推進薬の性能(圧力や推力)を予測した.圧力変化を図 3-66 に、推力変 化を図 3-67 に示す。

その後、モデルから取得した最高燃焼圧力の値を用いてモータの強度計算を実施し、制作した。 そして、構築したモデルと同様の性能が発揮されることを確認するために、燃焼実験を実施した。 本研究は、①モデル構築、②モータ製作、③燃焼実験の流れで実施した。

表 3-18. 設計結果

<u>2.2</u> 53.4

燃焼圧力 [MPa]

最高推力 [N]

新規に製作したノズルレス用モータを用いて、燃焼実験を実施する。推進薬の出口コーンとは反対の内孔端を、ニクロム線を赤熱することにより着火する。推進薬内孔を確実に着火するために、ニクロム線の周囲に点火薬を接着する。燃焼実験の実施前および実施後の様子を図3-68に示す。2回の燃焼実験の両方で、NLRMは推進薬の着火とともに爆発を起こした。

図3-68 NLRMの実験前と実験後の様子

爆発の原因として、推進薬の気泡が考えられる。推進薬の表面および内部に気泡が混在したことに より、燃焼表面積が増加した結果、圧力が急上昇しモータが破壊されたと推測される。保管用ノズル レス推進薬の断面を図 3-69 に示す。推進薬の断面には 0.5 mm~1.0 mm の気泡および 3.0 mm~ 6.0 mm の空隙が確認された。気泡および空隙の混入の原因として、製造上の問題が挙げられる。 推進薬を紙筒に投入後、常温にて脱泡作業を実施した。常温では推進薬の粘度が高く、十分に脱 泡することができなかったと考える。今後の対策として、脱泡作業中は推進薬を加温することが 挙げられる。推進薬を加温することで粘度を低くし、推進薬内部の気泡や空隙を除去できると思 われる。また、CT スキャン装置を用いることで、推進薬内部の気泡の有無を確実に確認できると 考える.

図 3-69 ノズルレス推進薬の断面

次に、モータ断面を図 3-70 に示す。モータにはスペーサと呼ばれる中空状の部品が使用されて おり、中心には推進薬ポート直径と同様の φ 5mm の穴があいている。今回の実験では、スペーサ の穴の大きさが爆発の原因であると考えている。スペーサの穴が小さいことでモータ内部容積が 小さくなり、内部圧力が上昇しやすい環境となり爆発に至ったと考えている。

モータ構造の対策として、スペーサの穴を推進薬外径と等しくすることが挙げられる。これに より、内部容積が増加し、内部圧力がモータの破壊圧力に到達することを防ぐことができると考 える。今後は、スペーサを含むモータの内部構造の再検討を踏まえて、内部弾道モデルの再構築 を実施する。

他の原因として、モータ出口をアルミテープで塞いだことが挙げられる。モータの内部圧力を 上昇させ、推進薬を容易に着火する目的でアルミテープを使用した。

今後は、アルミテープでモータ出口を塞がずに大気圧下での燃焼実験を検討する。さらに、爆 発した際の飛翔体による事故や怪我を防ぐため、モータ周辺に壁を設置し、防止する。

図 3-70 モータの断面およびスペーサの位置

また、推進薬と安全機構の間には空間があり、点火薬の点火によって空間内圧力が上昇し、モータの破壊に寄与したと思われる。燃焼実験において圧力および推力測定は実施できなかったが、NLRM内 部弾道モデルの構築および今後の燃焼実験で使用可能なノズルレス用モータの製作を行った。

以上の結果を受け、令和5年度では気泡が混入しない推進薬の混練手順を模索し、改善した混練手順 については表3-4にまとめた。また、図3-10には新たな手順にて製造した気泡の無いノズルレス推進薬 を示した。令和6年度から、気泡のない推進薬を用いたノズルレスモータの燃焼実験を実施していく要 諦である。

⑥ プロジェクトの総合的推進(担当:千葉工大)

各要素課題に関する研究の進捗を管理し、今年度にクリアすべきマイルストンの達成を目指した.本 委託業務の実施により得られた成果について、学会等において積極的に発表し、本研究のさらなる進展 に努めた。2年度目に30 MPaチムニ型燃焼器の製造が完了し、最終年度に運用を開始した。その成果は 2件の学会発表にて報告済みである。小型簡易HATSについては、最終年度に製造が完了し、今後多くの 実験を行い成果を報告する予定である。燃焼メカニズムについては、査読付き論文3報分としてまとめ るため、追実験を実施しつつ執筆を進めている。

4. 委託業務全体の成果

4. 1 計画時に想定していなかった成果(副次的成果)や、目標を超える成果 ノズルレスロケットとして成立可能な高燃焼速度(30 mm/s@5 MPa)以上を有する高燃焼速度 推進薬の開発を目標としていたところ、正触媒の適正量の添加に加え、AP粒径を調整すること により当初の目標を上回る40 mm/s@5 MPaを達成することができた。

HATS開発においては、目標圧力20 torr(約2.7 kPa)を大幅に上回る5 torrの低圧環境をメー カーとの詳細な設計会議を経て実現し、点火実験まで成功することができた。また、作業性向 上のために装置の横と縦を変更できる設計としたが、その結果、内部での燃焼実験を横型での 実験と、縦型での実験の両方を実施することが可能な回転式HATSとすることができた。今後、 横置きでの燃焼実験と縦方向での燃焼実験を比較し、軸方向推力だけではなく、横推力や回転 方向推力の測定を行う。これは、宇宙空間でスラスタを作動させる際に地上からの打ち上げと 異なり、周囲に大気がないため、横推力や回転方向推力により姿勢の乱れや進行方向のズレな どの要因となりやすい。今回、横と縦を回転できる仕組みを導入したことの副次的効果として、 縦置きでの燃焼実験も可能となり、宇宙機に搭載するスラスタの試験にも活用できる装置とな った。

4.2 研究課題の発展性(間接的成果を含む)

推進薬単体でのアルミ燃焼挙動を観察するQPCB装置がJAXA宇宙科学研究所から移管、また、 本防衛装備庁安全保障技術研究推進制度「高エネルギー物質を用いた高性能固体推進薬に関す る実験的研究」(2021~2023年度、研究代表者和田)にて高圧(~30MPa)ストランドバーナ、 簡易高空燃焼試験設備(HATS)が構築、科研費基盤B「高加熱燃焼場のガス計測と反応解析に基 づくハイブリッドロケット燃料の高性能化(2021~2023年度、研究代表者堀)」により高圧・ 瞬間加熱熱分析装置が導入された。

またこれらの設備導入を受け、先端的な研究を支援する目的で千葉工業大学予算にて、観測窓付きTG/DSC装置(NEXTA STA200RV)、引張試験器(島津製作所EZ-LX)が導入されており、当 引張試験器はオプション装置(TCR-2A-P)の追加により広範囲な温度域での計測が可能となる。 また、大学共通装置として二色温度計付き高速ビデオカメラ(FASTCAM NOVA Type TKPD-NV)の 利用が可能で、推進薬燃焼時の温度場観察が可能である。さらには工作室が非常に充実してい ること、千葉県御宿町の千葉工大御宿ロケット実験場に小型ロケット燃焼試験設備が整備され ている。

また、和田研究室の学生がGAP系推進薬の研究と並行して熱可塑性固体推進薬の燃焼機構も研 究テーマとして取り組んでいる。既に昨年度、火薬学会秋季研究発表会に於いて学生賞を受賞、 年度末には発表論文賞を受賞しており高い研究レベルを発揮できるようになった。今後、小規 模ではあるものの、固体推進薬研究を一気通貫で実施できる環境としては高いレベルにあり、 貴重な研究環境が整備されたことが、関連する学術・産業分野の発展に寄与していると考えら れる。

4.3 研究成果の発表・発信に関する活動 特になし

- 5. プロジェクトの総合的推進
 - 5.1 研究実施体制とマネジメント

研究室という単位で学生等と協業しながらスケジュールに沿って進めていくことができた。 メーカーとの連携も1~2週間に1度の打ち合わせのペースで実施することで、進捗管理を行い、 研究に必要なかゆいところに手が届く実験装置を設計・製造することができた。

5.2 経費の効率的執行

メーカーとの密な連携により計画的に執行することができた。

6. まとめ、今後の予定

令和3年度では、高性能な固体推進薬の基礎研究を進めていくうえで必要となる推進薬製造装置の導入と整備を行った。推進薬の基礎検討として、GAP/AP系推進薬の燃焼速度の評価、機械的物性の評価、燃焼生成物の危険性についての検討、未硬化推進薬の消炎実験などを実施した。

燃焼速度の評価では、従来推進薬に対して効果が認められている正/負触媒をそれぞれ添加し た推進薬を作成し、燃焼速度を評価した。その結果、従来推進薬と同じ傾向を得ることができ、 触媒としての機能を確認することができた。燃焼生成物の危険性評価については、主たる発生ガ スは水と窒素であることが明らかとなったが、組成によっては、塩化水素や一酸化炭素などがそ れらに次いで発生することも分かった。発生したガスの有害成分を処理する必要があることが示 された。未硬化推進薬の消炎実験では、カリウムを主成分としたガス系消火剤は輝炎の発生を抑 制することが明らかとなった。従って、未硬化推進薬が着火してしまう場合はガス系消火剤を推 進薬の燃焼時間よりも長い間散布し続けることで周囲への延焼を防ぐ効果が期待できる。高圧チ ムニ型燃焼器については、設計と製造を完了させ、窒素ガスの流入配管、操作系についての検討 を行った。最終年度に製作する簡易HATSの仕様を検討するために、JAXAあきる野施設の見学を行 い、設計に対する方針を策定することができた。

令和4年度では、GAP系推進薬の燃焼速度測定として、あわとり練太郎を用いた安全な推進薬の 製造を実施し、触媒入りの推進薬の線燃焼速度の取得を行った。AI添加GAP系推進薬によるスラグ の微粒子化メカニズムの解明では、QPCB装置の再立ち上げを実施し、捕集面距離を変更した2種類 の実験を実施し、捕集した燃焼生成物のSEM画像を取得、同時にEPMA分析を行い、残渣がAIに由来 するものであることを明らかにした。推進薬の燃焼メカニズムの解明については、機械的物性の 取得を行い、GAPとAP界面の破断が低い機械物性の原因となっていることを明らかにした。また、 高圧DTAによる熱分析を実施し、1 MPaと5 MPaの窒素ガス雰囲気下に置いてTG-DTAを行ったとこ ろ、圧力に寄らず、APを入れると重量減少並びに発熱ピークが高温側に20℃程度シフトし、Fe203 を入れるとそれらが低温側に数度程度シフトすることを明らかにした。燃焼実験実施設備関連の 設計と製造では、高圧チムニ燃焼器に供給する30 MPaの窒素ガス供給設備の設計と製造を行い、 設置が完了した。また、簡易HATSの基礎設計を行い、20 feetコンテナ内に導入可能なHATSの本体、 内部構造について設計を完了した。自発的な研究活動では、正の燃焼触媒を添加した推進薬を用 いたノズルレスロケットモータの地上燃焼実験を実施した。内部弾道設計を行い、推進薬の内部 形状を確定させ、燃焼実験を実施したところ、推進薬内部の気泡によると思われる点火直後の急 激な圧力ピークが観察され、正常燃焼には至らなかった。

令和5年度では、GAP/APに対する各種触媒の燃焼速度への効果に関して網羅的にまとめた。また 温度場測定や燃焼表面観察を実施した。このことより、GAP/AP系推進薬は燃焼表面にてGAPと同様 にHVRが発生しGAPの分解ガスによって吹き飛ぶことが確認され、従来のHTPB系推進薬では見受け られなかった燃焼形態であることを突き止めた。GAP/AP推進薬の燃焼プロセス・メカニズムを提 案することができた。10~30 MPaの燃焼速度測定実験においては、15 MPa以上におけるAPの分解 速度の低下によりGAP単体の燃焼速度に近づくことが判明した。GAP/AP/AI推進薬では、燃焼表面 観察実験を行い、HTPB系推進薬よりアルミナの粒径が小さくなる組成を発見できたとともに、GAP 分解時の窒素脱離ガスによりアルミナが吹き飛ばされやすいことも判明した。またGAP/AP系推進 薬の粒度平均直径を変更させたことで、5 MPaにて30 mm/s以上を有する推進薬の組成探求と製造 方法も確立させることができた。HATSに関しては設計・製造した装置を御宿実験場に設置し、端 面燃焼型GAP/AP推進薬個体モータでの高空試験を実施、高空環境下でもGAP/AP推進薬を使用した 固体モータは正常に着火するとともに推力カーブも取得することができた。自発的な研究活動で は、GAPバインダーでの効果反応に関して、硬化触媒の添加量ごとに年度測定および動的粘弾性測 定を行い、DBTDL添加量の増加がゲル化点での機械的性質の向上に寄与する可能性があることが 判明した。

今後の展望として、触媒添加させたGAP/AP推進薬の30MPa高圧環境下における燃焼速度データを 拡充させるとともに、5 MPa 40 mm/sを有する推進薬組成での気泡の混入のない推進薬を用いて ノズルレスロケットの大気圧レベル燃焼試験・HATSを用いた高空環境レベル試験を横方向と縦方 向の両方向で実施し、早期にGAP系推進薬の軌道上実証の機会を狙っていく。

- 7. 研究発表,知的財産権等の状況
- (1)研究発表等の状況

種別	件数
学術論文	該当なし
学会発表	2件
展示・講演	該当なし
雑誌・図書	該当なし
プレス	該当なし
その他	該当なし

(2)知的財産権等の状況

該当なし

(3)その他特記事項

該当なし