

## $\alpha$ -SiC の超音速アーク加熱実験

[研究代表者] 北川一敬 (工学部機械学科)

[共同研究者] 高木 誠 (工学部機械学科)

### 研究成果の概要

Huels 型アーク風洞を用いて、空気アークプラズマ気流中における多結晶と単結晶の  $\alpha$ -SiC のアーク加熱実験を行った。実験後の供試体の変化を見るために、表面観察と成分分析、硬度の計測を行い以下のような結果を得た。

多結晶と単結晶 SiC の 6000s 長時間加熱実験に成功した。加熱後の SiC は、アークプラズマ気流印可中心から、ボウル状に損耗が発生した。SiC の黒体放射温度は約 1500K と推算された。加熱後はどの部分においても硬度が上昇することが確認されたことから、SiC の硬度上昇は、アークプラズマ気流の高酸素分圧や衝撃波による影響は少ない。TEM による結晶構造の分析により、加熱後の単結晶 SiC では、結晶構造の変化が確認されなかった。また、酸化膜などが発生している形跡も確認できない。そのため、硬度が上昇した原因の特定には至らなかった。

本研究から、 $\alpha$ -SiC は空気アークプラズマ気流中の高温下において、耐熱材料として耐えることが確認された。

研究分野：熱流体力学

キーワード：High Enthalpy Flow, Silicon Carbide, Thermal protection system, Scanning Electron Microscope, Transmission Electron Microscope, Spectroscopic Measurement

### 1. 研究開始当初の背景

近年、スペースデブリ問題などからなる環境保護の観点、莫大な打ち上げコストの問題から再使用可能なロケットの研究開発や、超音速で天体の上空を長時間飛行する無着陸サンプルリターン計画が行われている。宇宙機は、大気圏を通過するため高温・高圧・衝撃波などの非常に過酷な環境下に晒される。そこで、地上試験により苛酷な環境に耐えられる耐熱材料の開発を行う必要がある<sup>(1)</sup>。

### 2. 研究の目的

本研究では、高耐熱性、高硬度、高耐酸化性を有する炭化珪素(SiC)に注目し、アーク加熱風洞による加熱特性の評価を行った。地球の大気圏再突入を模擬するため、作動ガス Air を用いて超音速ノズルの上流側における分光計測による気流温度推算、耐熱材の黒体放射温度推算、加熱後の供試体の硬度変化や組成分析の結果を報告する。

### 3. 研究の方法

#### (1) アークプラズマ風洞

Fig.1 は、本研究で使用した Huels 型アークプラズマ風洞の加熱部である、アークヒータの概略図を示す。

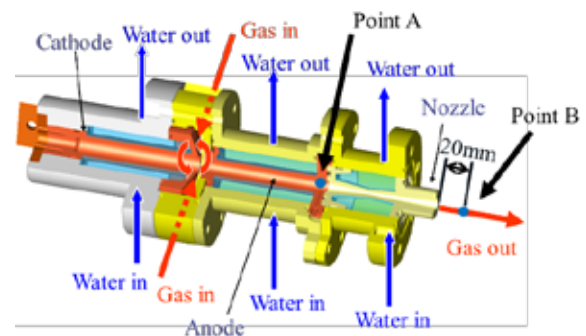


Fig.1 Schematic view of Huels type arc heater.

アーク加熱風洞は地球や他の惑星への大気圏突入下における高温・高圧・衝撃波の高エンタルピー気流を形成し、航空宇宙材料の加熱試験を再現可能である<sup>(2)</sup>。

アーク加熱風洞は、アークヒータ（加熱部）、電源、真空タンクで構成されており、アークヒータは放電出力 12.6kW、水冷式中空電極型である。上流側電極を陰極、下流側電極を陽極とした。材質は熱伝導性や電気伝導性を考慮して無酸素銅を使用している。放電電流値は入力

180A, 作動ガスは Air を用いて地球の大気圏突入状態を模擬した。材料加熱時の放電電圧は約 70V。放電時の作動条件は、質量流量 0.52g/s, 風洞 Re 数 1900 真空タンク内圧力は約 60Pa.abs, 点 A でのプレナム室圧力は 0.1213MPa.abs とした。Kn 数は  $5.9 \times 10^{-5}$  であり, アークプラズマ気流は連続流として取り扱えることを示す。

SiI(0,0)(767.8448nm)を基準に相対値を算出した。

(2) 供試体

SiC は, 6H の結晶構造<sup>(4)</sup>を持つ  $\alpha$ -SiC を直径 10mm, 長さ 10mm の形状のものを, 単結晶と単結晶の 2 種類を使用した。この 2 種を比較し, 結晶構造の違いによる影響を調査する。超音速ノズル出口から供試体端部までの距離を 20mm とした。真空タンクと供試体固定冶具は絶縁されており, 供試体は電氣的に中立である。

4. 研究成果

材料加熱中は, プラントル・マイヤー膨張波が確認されたことから, アークプラズマ気流は不足膨張状態の流れ場であった。また, 照射面から離脱衝撃波が形成されたことが確認された。材料加熱開始直後から, 供試体の照射面が赤熱し, 黒体放射が観測された。

Fig.2 は放電開始から 600s 後の分光計測による黒体放射温度の算出と理論曲線を示す。分光計測結果は, 1700K の理論曲線とほぼ一致し, 黒体放射温度は約 1700K と推定される。加熱開始 600s 後から加熱終了までの 600s 毎の黒体放射温度の平均は 1500K となった。SiC の分解温度は 2818K であり, 分解温度以下で加熱されている。

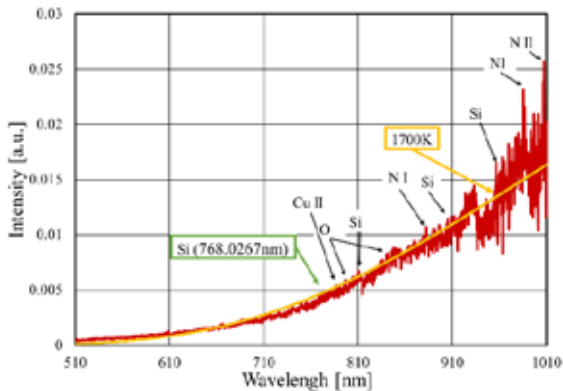
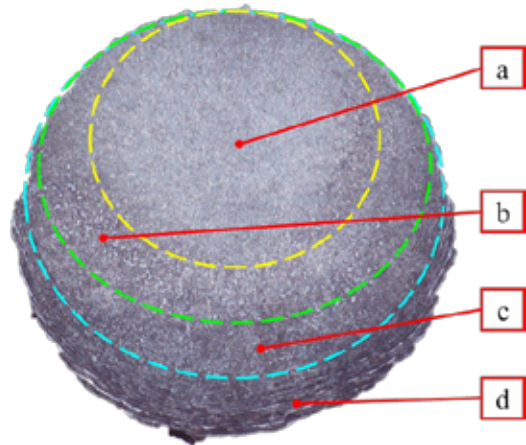
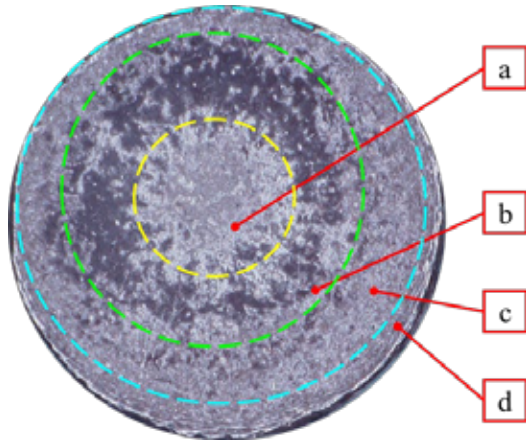


Fig.2 Comparison of experimental spectra with black body radiation function

Fig.3 (a) と Fig.3 (b) はそれぞれ加熱後の多結晶と単結晶の  $\alpha$ -SiC の表面を示す。どちらの表面も損耗状況が大きく分けて 4 つに分けられるので, それぞれの代表的な表面形状がある部分を領域 a, b, c, d とする。領域 a は, 他の面と比較して平滑であることが確認された。領域 b は, 直径約 100 $\mu$ m の白色で円形の損耗が確認された。EDS の成分分析から, SEM で確認された白色の物質は, Si と O が検出されたことから SiO<sub>2</sub> である可能性がある。領域 c は, b と比較して直径約 20 $\mu$ m の微細な損耗が確認された。成分分析から, 領域 c では SEM 像の全体から O が検出されたため, 均一に酸化したと考えられる。また, 凹凸は全く平滑であった。領域 d では, 波状の凹凸が確認された。これは領域 d において, 気流が剥離と再付着をくり返したため, 局所的に熱流束が集中したためと考えられる。領域 a から d でそれぞれ異なる損耗形状が現れたのは, アークプラズマ気流の圧力や衝撃波が, SiC の酸化に影響を及ぼしたことで, 表面形状が変化したと考えられる。



(a) Polycrystalline  $\alpha$ -SiC



(b) Monocrystalline  $\alpha$ -SiC

Fig.3 Observation of surface in  $\alpha$ -SiC after arc heating test

Fig.4 は加熱後の多結晶 SiC と単結晶 SiC におけるビッカース硬さを示す。ビッカース硬さは、多結晶 SiC, 単結晶 SiC とともに加熱後全ての位置でビッカース硬さは上昇した。アークプラズマ気流の直射を受けていない非加熱面においても硬度の上昇が見られたのは、硬度の上昇が熱の影響によるものであると考えられる。結晶構造が硬度上昇に影響するかを確認するため、ナノスケールの分析を行う。

Fig.5 は加熱後の単結晶 SiC の TEM 像を示す。画像左側がアークプラズマ気流印加方向である。左側端面には矢印で示した TEM サンプルを作成する際に形成するカーボン保護膜であるため除外対象である。

SiC 表面では、転移や欠陥が確認できなかった。また、EDX の結果から、酸化の影響も特にみられなかった。

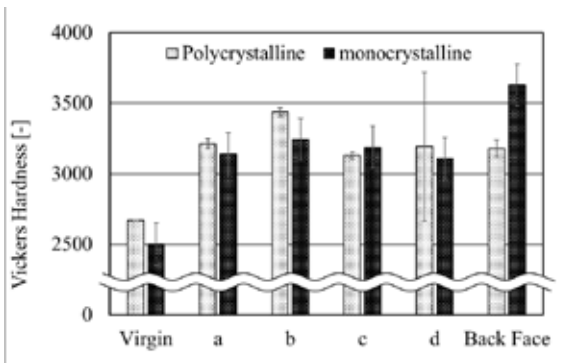


Fig.4 Vickers hardness of  $\alpha$ -SiC

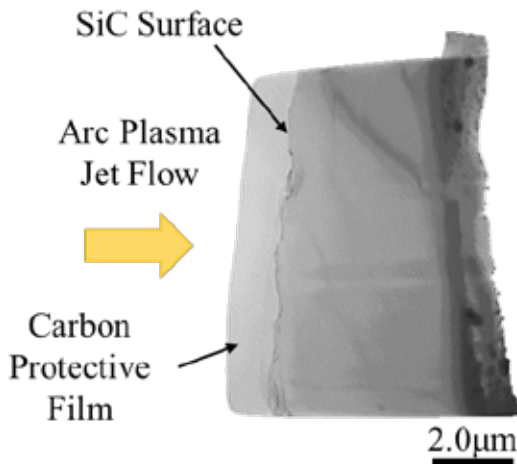


Fig.5 TEM image on monocrystalline  $\alpha$ -SiC

参考文献

1) Vérant, J. L., Perron, N., Gerasimova, O., Balat-Pichelin, M., Sakharov, V., Kolesnikov, A., Chazot, O. and Omal,

P.: Microscopic and Macroscopic Analysis for TPS SiC Material under Earth and Mars Reentry Conditions, 14th AIAA/AHI Space Planes and Hypersonic Systems and Technologies Conference, AIAA 2006-7947, 2006

2) Yakushin, M., Gordeev, A., Vennemann D. and Novelli, A.: Mass loss of SiC sample surfaces under different flow conditions, AIAA Paper 98-2605, 1998.

3) Herzberg, G.: Molecular Spectra and Molecular Structure, IV. Constants of Diatomic Molecules”, D.Van Nostrand Co., Princeton, NJ, 1979.

4) 内田老鶴圃: SiC 系セラミックス新材料 最近の展開, 日本学術振興会高温セラミックス材料第 124 委員会編 , p.3-8, 13-15, 119-129, 219, 2001.