

## 固体ロケットモータにおける加圧硬化法の研究

荒井敬司\*, 小田淳一\*, 城田賢正\*

加藤一成\*\* 山本昭飛己\*\*, 清水治昭\*\*

高橋道夫\*\*\*, 江口昭裕\*\*\*, 佐野昇\*\*\*, 斉藤紀男\*\*\*

固体ロケットモータの製造時において、推進薬グレインに発生する熱応力を除去することを目的とした加圧硬化法について検討した。

予備的検討として、推進薬物理特性に及ぼす加圧硬化の影響を調べた結果、機械的特性は加圧硬化によって若干の影響を受けゼイ化する傾向にあるが実用性に問題はない。また、インシュレータとの接着性は強化される傾向にある。燃焼速度は加圧硬化によって殆んど影響を受けず安定していることが明らかになった。

加圧硬化法の基本硬化を確認する為にモータ製造試験を実施し、グレイン内部応力、モータケース至等の実測により加圧硬化法による効果を定量的に確認した。

加圧硬化法によって製造されたモータの燃焼試験の結果では、燃焼は安定しており、燃焼性能への影響は見られなかった。

これらの検討結果により、加圧硬化法は実用可能と判断される。

### 1. 諸言

固体ロケットモータの製造法として現在の主流は直塲法であるが、この製法は推進薬の高充塲化、製造コストの低減化等の種々の利点を有している。

しかしながら、直塲式モータにおいてはいくつかの技術的問題があり、その1つは製造時において推進薬グレイン（以下グレインと略称）に生ずる熱応力を主とした残留応力の問題である。

本来、固体推進薬は機械的強度が低く耐負荷能力に乏しいため、これ等の残留応力はモータの信頼性に著しい影響を及ぼす。

直塲式モータにおける熱応力の発生は基本的には次の3つの要因に依る。(1) 推進薬硬化温度とモータ実用温度との温度差、(2) 推進薬とモータケース材との熱膨張係数の差、(3) グレイン外周面が剛なモータケース内面に接着されることに依る変位の拘束。これ等

の要因に従い、体積効果として推進薬の充塲率が高い程、また変位拘束面（接着面）の広い程応力は増大する。

これ等の諸要因は、推進薬の高性能化に伴う物性低下の問題と相まってモータの高性能化における主要な制約条件の1つとなっており、残留応力の低減化が重要な課題となっている。ここに述べる加圧硬化法は、モータ製造段階においてグレインに生ずる熱応力を除去することを目的として実用化の検討を進めてきた。

ここでは、推進薬諸特性に及ぼす効果及びモータ適用性について検討結果を報告する。

### 2. 加圧硬化法の基本効果及び概要

グレインに生ずる熱応力を除去するには、基本的にはグレイン外周面に生じる変位の拘束を解除することによって達せられるが、ここでは熱負荷によって生ずる内部エネルギー（歪エネルギー）を相殺するに等価な外部荷重を付与する方法によった。

加圧硬化法の概要は、硬化時に推進薬スラリーを加圧することによりモータケースを弾性的に膨張変形せしめ、推進薬硬化後の徐冷時に圧力を解放することによって生ずる圧縮力を利用する。これ等の圧縮力は、冷却によってグレイン系内に生じ引張力として作用する熱応力を相殺する効果が期待できる。

これ等一連の作用は、グレイン外周面における変位拘束境界条件を自動的に解除することを意味し、この

昭和57年10月13日受理

\*日産自動車㈱ 宇宙航空事業部  
〒350 埼玉県川越市越の場新町 1990  
TEL 0492-31-1111

\*\*日本油脂㈱武豊工場  
〒470-23 愛知県知多郡武豊町字西門 82  
TEL 05697-2-1221

\*\*\*宇宙開発事業団エンジン開発グループ  
〒105 東京都港区浜松町 2-4-1  
TEL 03-435-6235

場合加圧すべき圧力は次の平衡条件によって求まる。

$$U_T + U_P = 0 \quad (1)$$

ここに、 $U_T$ は、冷却によるモータケース半径方向熱変位であり、 $U_P$ は、加圧によるモータケース半径方向変位である。

### 3. 実験方法及び考察

#### 3.1 推進薬物理特性に及ぼす加圧硬化の影響

予備的検討として、推進薬を主とした材料物理特性に及ぼす加圧硬化の影響を評価した。

##### 3.1.1 推進薬

使用した推進薬は、重量割合として粘結剤11%、過塩素酸アンモニウム (AP) 73%、Al 16%で構成された推進薬 (以下推進薬 A と略称) 及び粘結剤12%、AP, Al を各々70, 18%で構成した推進薬 (以下推進薬 B と略称) の2種類で、粘結剤ポリマーには HTPB<sup>®</sup> を使用したコンポジット系推進薬である。

加圧硬化容器は、内径 200 mm、深さ 300 mm の Al 合金製円筒型耐圧容器を使用し、容器内面には接着性を評価する為に現用のインシュレータである EPDM ゴムを貼付けた。

推進薬は、スラリーを減圧下で注型した後、所定の圧力に加圧し 60°C、170 時間の条件下で硬化せしめた。

##### 3.2.2 加圧方法の検討

加圧方法として、(1)スラリーをゴム膜を介して加圧する方式 (以下ゴム膜加圧と略称) (2)密着ガスにより直接スラリーを加圧する方式 (以下直接加圧と略称) の2方式を採用し、各々の方式における推進薬硬化物の機械的特性、密度及びインシュレータ (EPDM) との接着性を評価することにより適当な方法を選択する。尚、(1)の方式におけるゴム膜には、ガス透過性の低いことで知られる IIR ゴムを採用し厚さは 3 mm とした。

Fig. 1 には、ゴム膜加圧方式による単軸引張試験結果及び密度測定結果を示す。引張試験は、物性試験会型試験片を使用し、室温下において引張速度 50mm/min で実施し、密度は 20°C において実測した。図中における試験点は、3~5回の試験による平均値の無加圧試料に対する相対値である。

これ等の結果から、大気圧~25kgf/cm<sup>2</sup>Gの加圧力範囲において、推進薬 A, B 共に弾性率 (初期接線弾性率) は増大し、極限強度 (引張強さ  $\sigma_m$  及び伸び  $\epsilon_m$ ) はわずかに漸減する傾向にあり、推進薬が加圧硬化によってゼイ化する傾向を示している。密度は両推進薬共に殆んど変化していない。

Fig. 2 には、直接加圧法による結果を示す。試験法はゴム膜加圧法の場合と同一である。

この結果では、弾性率、極限強度共に加圧による効果はゴム膜加圧法 (Fig. 1) の場合と定性的にはほぼ

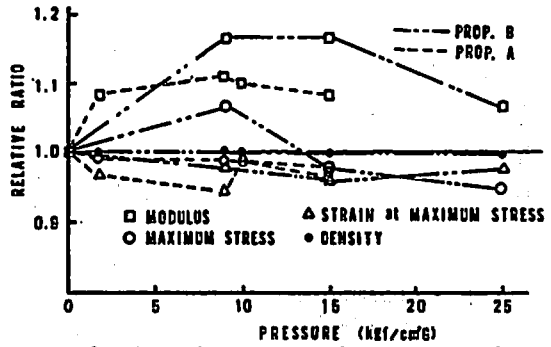


Fig. 1 Physical properties of pressure cured propellants by Rubber film pressurization.

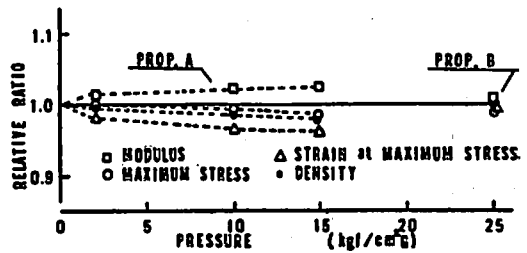


Fig. 2 Physical properties of pressure cured propellants by Direct pressurization.

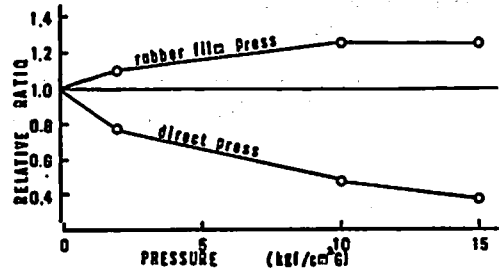


Fig. 3 Peel adhesive strength of propellant adhesive system by pressure curing.

似であるが、これ等の効果はゴム膜加圧の場合に対し見掛け上少ない。一方、密度は、推進薬 A の場合、大気圧~15kgf/cm<sup>2</sup>Gの加圧力範囲において加圧力に応じて若干漸減する傾向が認められる。これに対し、推進薬 B においては、加圧力 25kgf/cm<sup>2</sup>G の条件下においても見掛け上変化はない。AP 等の充填割合に応じてこれ等の効果の度合いが異なるものと考えられる。

Fig. 3 には、インシュレータ~推進薬間のハク離強度を評価した結果を示す。推進薬 A のみを使用し、巾 25mm、長さ 100mm のピール試験片を使用し、引張試験は室温下で引張速度 50mm/min の条件下において 90° ピーリング法 (JIS-K 6301-1962 準拠) により実

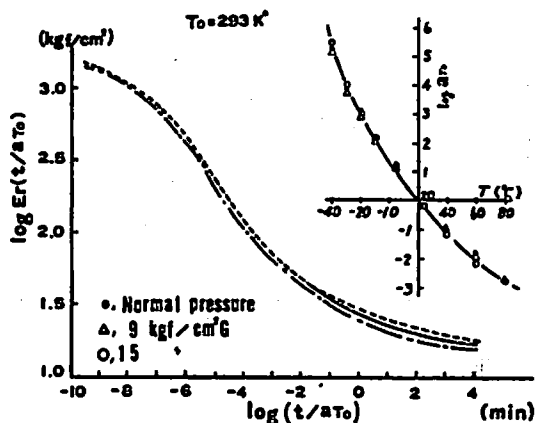


Fig. 4 Relaxation Modulus Master Curve of pressure cured propellant.

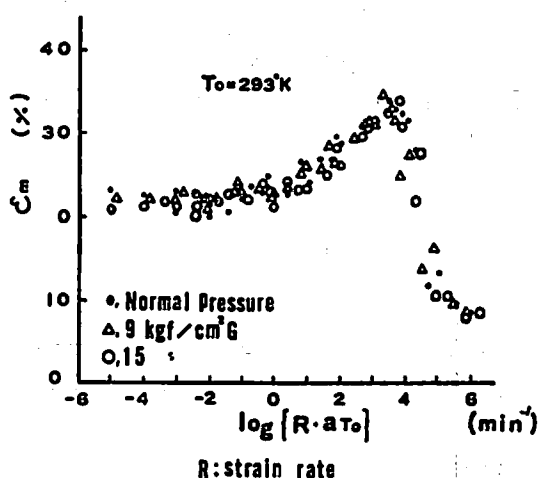


Fig. 5 Ultimate Strain Failure Envelope of pressure cured propellant.

施した。図中の試験点はいずれも5点平均である。

これ等の結果から、ゴム膜加圧法においては、ピール強度は加圧力の増すに従って漸次増大する傾向にあるのに対して、直接加圧法においては極端に減少する傾向が認められる。

直接加圧法における接着力の低下現象の原因は明らかではない。しかし、Fig. 2における密度低下等の効果を考え合わせるならば、加圧ガスのスラリー中への浸透そしてインシュレータ接着界面において停留することによる気泡の形成等の要因は一応考えられる。

推進薬密度及び接着力の低下等の不安定要因を考慮してガスの浸透を阻止することを目的としたゴム膜加圧方式が適当と判断された。後述するモータ試作試験においてはゴム膜加圧法を採用した。

### 3.1.3 ゴム膜加圧法における推進薬物性の安定性

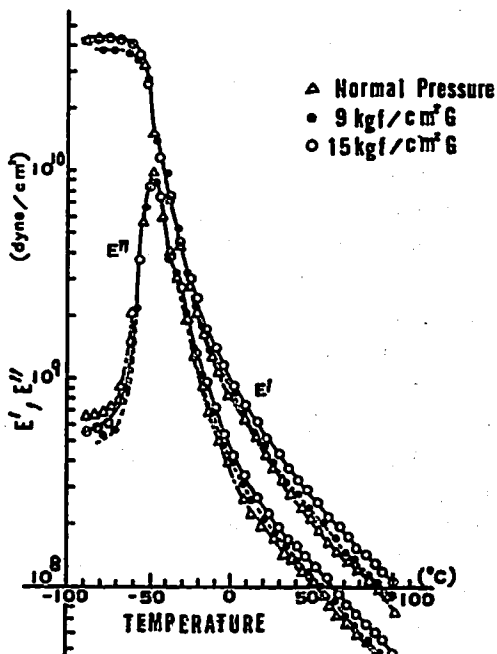


Fig. 6 Dynamic Viscoelasticity at 110HZ of pressure cured propellant.

ゴム膜加圧法における加圧硬化推進薬の粘弾性及び充填剤効果を評価することにより安定性を検討した。尚、推進薬種はAタイプのみを使用した。

#### (1) 静的粘弾性

Fig. 4及びFig. 5にはそれぞれ緩和弾性率  $E_r$  及び最大伸び  $\epsilon_m$  のマスター・カーブを示す。これ等のカーブは試験温度  $-40^{\circ}\text{C} \sim 80^{\circ}\text{C}$ 、引張速度  $5 \sim 500 \text{ mm/min}$  の単軸引張試験において実験的に求めた換算係数  $a_r$  を使用し換算変数法<sup>2)</sup>により基準温度  $293^{\circ}\text{K}$  において整理したものである。

これ等の結果によれば、推進薬機械的特性的温度依存性及び速度(時間)依存性に関しては加圧硬化の影響が残んど認められない。しかしながら、Fig. 4における  $E_r$  は加圧力の増すに従って若干増大し、又、Fig. 5における  $\epsilon_m$  は広範囲の歪速度範囲に亘って低下する傾向が認められずかではあるがゼイ化の傾向にある。これ等の結果は先の予備試験(Fig. 1)の結果に一致する。

#### (2) 動的粘弾性

換算係数  $a_r$  の温度依存性が加圧効果に対して不感であることは  $a_r$  に密接に関与するガラス転移温度  $T_g$ <sup>2)</sup> の不感をも意味する。一般に、 $T_g$  は分子構造の変化に対しては敏感に反映することが知られており<sup>2)</sup>、従って、 $T_g$  は粘結剤分子構造の安定性を評価する

上で1つの尺度になり得る。ここでは、 $T_g$ を評価する為に動的粘弾性を測定した。試験器は東洋ボールドウィン製パイロンⅢC型試験器を使用した。

駆動周波数 110 Hzにおける動的粘弾性の温度分散を Fig. 6 に示す。この結果に依れば、110 Hz 観測タイムスケールにおいて  $T_g$  に対応する主分散は  $-50^\circ\text{C}$  附近に発現しているが、 $T_g$  は加圧硬化によって全く変化していない。

この結果から、加圧硬化推進薬の材料組織は基本的には安定であると判断される。

$T_g$  以下の低温域における結晶化領域において  $E'$ 、 $E''$  共に若干のバラツキが認められるが、この原因が結晶化度が異なると判断するには  $T_g$  の等価性から推して困難で、恐らく、試験器の最大加振力に近いことによる測定誤差と思われる。

### (3) 充填剤効果

加圧による機械的效果として充填剤補強性に及ぼす影響を評価した。結果を Fig. 7 に示す。この結果はいわゆる dewetting に依る体積変化の歪依存性を示す。推進薬試料形状は 10mm 角、長さ 100mm の角柱試料である。体積変化は、これ等の試料を引張試験機に取付けたディラトメータ中にセットし引張速度 5 mm/min、室温下において実測したものである。

これ等の結果に依れば、無加圧硬化推進薬と加圧硬化のそれでは体積変化の歪依存性に明らかに差異が認められる。即ち、dewetting による体積変化の開始は無加圧推進薬では比較的早く、6~7% 引張歪下で開始するのに対し、加圧硬化推進薬では大略 10% 程度まで発現していない。これ等の現象は、加圧に依って充填剤と粘結剤との結合が強化されていることを意味するものと考えられる。これ等の事象は体積変化に対応する応力-歪曲線にも反映されており、加圧硬化推進薬(加圧力 15 kgf/cm<sup>2</sup>G)では明らかに初期勾配が急で初期弾性率は高い。加圧硬化による物性ゼイ化の原因が充填剤補強効果に起因することは可能性として考えられる。

### (4) 燃焼速度特性

燃焼速度の加圧硬化による影響を Fig. 8 に示す。推進薬は B タイプのみを使用した。燃焼速度はストランド燃焼器により室温下で測定した。

この結果、燃焼速度及び圧力感度の加圧硬化による影響は殆んど認められない。

### 4. 試験用モータによる加圧硬化試験

加圧硬化法による基本効果を確認する為に、試験用モータを加圧硬化法により試作し製造工程を通じてモータ各部における主要な応力、歪を実測した。

#### 4.1 試験用モータ構造

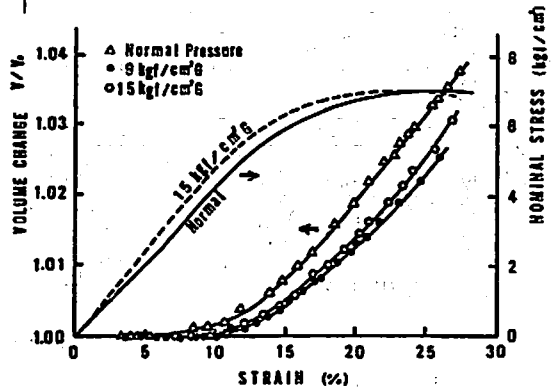


Fig. 7 Volume changed and stress-strain trace during stretching of cured propellant.

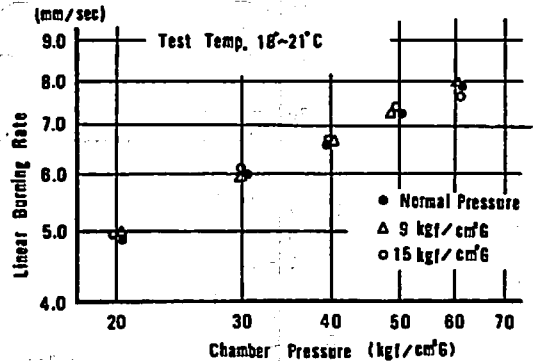


Fig. 8 Effect of burning rate on pressure curing.

試作したモータの構造を Fig. 9 に示す。2種類(供試体 A 及び B) のモータを試作した。モータケース材は  $T_i$  合金とし肉厚は平行部において 1.5mm である。インシュレータには EPDM ゴムを使用した。推進薬は CTPB 粘結剤 14% Wt をベースとして、ガラスビーズ及びその他の充填剤で構成されたダミー推進薬である。尚、供試体 B は、実際のモータ・システムにおけるフランジ構造部を模擬する為に巾 20mm、厚さ 3mm のバンドをモータ中央部外周に溶接している。

### 4.2 実験

供試体 A、B は同時に注型し加圧硬化せしめた。加圧は窒素ガスによりゴム膜を介して 14 kgf/cm<sup>2</sup>G に加圧し、推進薬硬化条件は 60°C、170 時間である。硬化後、 $-0.5^\circ\text{C}/\text{h}$  の冷却速度で室温にまで徐冷した。徐冷終了までの全期間を通じて、供試体 A では、グレイン内孔面近傍の接線方向応力をグレイン内に埋込んだ小型圧力センサーにより測定し、同じくモータケー

におけるモータケースの各荷重条件下での変位を推定する為に、ケース接線方向表面歪を有限要素法による数値解析により算出した。結果を Fig. 10 にモータケース外周面における接線歪の機軸方向分布として表す。尚、計算に使用したモータケース材料定数は予備試験により求め、ヤング率  $11500 \text{ kgf/cm}^2$ 、ポアソン比 0.31、熱膨張係数  $9.4 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$  とし、ダミー推進薬の熱膨張係数は  $1.2 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$  とした。加圧力は温度差  $50^\circ\text{C}$  に比例する熱応力を相殺するに等価な圧力として供試体 A (バンド無し) のモータケース機軸方向中央部表面の接線歪を基準に算出し、同じ圧力を供試体 B にも適用した。

#### 4.4 結果及び検討

供試体 A の実験結果を Fig. 11 に示す。グレイン内孔面近傍における接線応力は硬化過程では加圧力に対応し、又、機軸方向に沿って 3 箇所測定したケース接線歪は Fig. 10 の計算値にほぼ一致している。徐冷過程では、各応力、歪成分共に加圧力の減圧に従って急速に回復していることが認められるが、これ等の回復挙動は加圧力の変化に比例せず非線型的である。この非線型挙動はモータ構造の力学的非線型特性に起因するものと考えられるが原因は明らかではない。

加圧力が完全に除荷された時点では、モータケース歪及びグレイン内部応力はほぼ完全に消失していることが認められる。しかし、この時点においては温度差は約  $35^\circ\text{C}$  であって、加圧力を設定する際的前提条件である温度差  $50^\circ\text{C}$  に一致させることは出来なかった。これ等の条件の差により理論予測値に対する厳密な比較は困難であるが、しかし、温度差  $35^\circ \sim 40^\circ\text{C}$  に比例するグレイン熱応力はほぼ完全に消失しており、加圧硬化法の基本効果は一応確認されたものと判断される。

ちなみに、予備的検討では、無加圧におけるグレイン熱応力は、内孔光芒先端接線応力について、温度差  $40^\circ\text{C}$  においては約  $8.5 \text{ kgf/cm}^2$  と推定される。

供試体 B における実験結果を Fig. 12 に示す。硬化過程においては各応力、歪の実測値はほぼ計算値に一致しモータは正常な加圧状態下にあることが認められる。しかしながら、加圧力が完全に解放された室温状態にあっても、グレイン熱応力は完全に消失しておらず残留応力が認められる。グレイン外周接着層半径方向応力に関してはこの時点において (温度差約  $37^\circ\text{C}$ ) 約  $1 \text{ kgf/cm}^2$  の引張応力が残留している (Fig. 12 の中段図)。予備的検討によって求めた無加圧状態における理論熱応力を図中に鎖線で示した。無加圧時における理論接着層半径方向熱応力は温度差  $37^\circ\text{C}$  の冷却において約  $2.2 \text{ kgf/cm}^2$  と推定される。従って、当該モータの加圧硬化 (加圧力  $14 \text{ kgf/cm}^2 \text{ G}$ ) による効果は、モ

Table 1 Firing test result of pressure cured motors.

Motor type	Normal pressure cured	9kgf/cm <sup>2</sup> G Pressure cured	15kgf/cm <sup>2</sup> G Pressure cured
Test Temp	28°C	21°C	30°C
Propellant Weight	23.4kg	23.6kg	23.6kg
Initial Kn	110	110	110
Maximum Pressure	26.1 kgf/cm <sup>2</sup>	25.7 kgf/cm <sup>2</sup>	25.7 kgf/cm <sup>2</sup>
Effective Pressure	21.4 kgf/cm <sup>2</sup>	21.2 kgf/cm <sup>2</sup>	22.2 kgf/cm <sup>2</sup>
Total Burn Time	12.5sec	12.7sec	12.3sec
Effective Burn Time	11.3sec	11.4sec	11.3sec
Isp	212sec	211sec	210sec

ータ中央部において、無加圧時の理論熱応力の約 54% を除去したに過ぎない。

これ等の結果はモータケース表面接線歪 (Fig. 12 下図) にも反映されており、徐冷後の室温状態においては冷却による収縮歪が生じ式 (1) の平衡条件を明らかに満足していない。

以上の結果は明らかに中央部のバンドの影響と思われる、実際のモータ・システムにおける加圧力の設定に際しては、局所的な構造をも厳密に考慮した解析法の確立が必要と考えられる。

#### 4.5 モータ燃焼性

加圧硬化法により製造したモータの燃焼試験を実施し燃焼安定性を確認した。モータ形状は外径  $200 \phi$  グレイン長さ  $500 \text{ mm}$ 、推進薬 B を使用した円筒モータである。モータケースに Ti 合金、インシュレータに EPDM ゴムを使用した。

結果を Table 1 に、代表的な燃焼カーブ (加圧力  $15 \text{ kgf/cm}^2$ ) を Fig. 13 に示す。燃焼は安定しており燃焼性能は加圧硬化の影響を受けていないことが確認された。

#### 5. 結論

加圧硬化法は米国等においては既に多数の上段用モータ等に適用されていると言われる<sup>4) 5)</sup>。しかし、その詳細技術は公表されていない。ここでは、これ等の基本効果を実験的に検討することに依り実用性を確認した。ここで得られた結論を以下に要約する。

- (1) 推進薬物性は加圧硬化により若干ゼイ化する傾向にあるが実用性に問題はない。
  - (2) モータ構造試験により加圧硬化法の基本効果を定量的に確認した。
  - (3) 燃焼性は安定しており加圧硬化による影響は認められない。
- 若干の問題点を残すものの実用化の見通しを得た。

文 献

- 1) 福間, 他, 工火協誌, 41 No. 3, 156 (1980)

- 2) M. L. Williams, R. F. Landel and J. D. Farry, J. Am. Chem Soc 77, 3710 (1955)
- 3) A. J. Champff, S. Newman, Polymer Networks Structural and Mechanical Properties, Plenum Press (1971)
- 4) Failure Analysis of Solid Rocket Apogee Motors, NASA-CR-128354, N72-33742 (1972)
- 5) C. A. Chase, Development Status of The IUS Motor, AIAA Paper, No. 80-1267

---

**Study on Pressurized Curing of Solid Propellant Motor**

by Keiji ARAI\*, Junichi ODA\*, Kensho SHIROTA\* Kazushige KATOH\*\*,  
Akihiko YAMAMOTO\*\*, Haruaki SHIMIZU\*\* Michio TAKAHASHI\*\*\*,  
Akihiro EGUCHI\*\*\*, Noboru SANO\*\*\* and Norio SAITOH\*\*\*

The thermal stress induced in solid propellant grains during the curing process have remarkable affects upon the structural integrity of motor system. The pressurized curing process is one of the effective methods in order to reduce the residual stress in the propellant grains.

The results of preliminary experiments of pressurized cure effect on the propellant physical properties show that the tensile modulus has been slightly increased, the adhesive strength to the insulation has been reinforced and the burning characteristics have not been affected.

The remarkable reductions of the residual stress and strain observed in the test motor grains denote that the pressurized curing process provides most favorable effect on a producing the highly reliable solid rocket motor with high performances.

( Aeronautical & Space Division, Nissan Motor Co, Ltd. Matoba  
shinmachi, Kawagoe-city, Saitama Japan

\*\*Taketoyo Factory, Nippon Oil & Fats Co, Ltd.

Taketoyo machi Chita-gun Aichi Japan

\*\*\*Engine Development Group, National Space Development Agency  
of Japan, 2-4-1 Hamamatsu-cho Minato-ku Tokyo Japan)