

TT-500A型ロケット8号機による
宇宙材料実験についての中間成果報告

昭和55年12月10日

宇宙開発事業団

金属材料技術研究所

理化学研究所

目 次

1.	まえがき	ページ 3
2.	ロケットの打上げについて	4
3.	ニッケル系複合金の製造実験について	9
4.	アモルファス半導体の製造実験について	16
5.	むすび	21

1. ま え が き

宇宙開発事業団は、昭和55年9月14日にTT-500A型ロケット8号機を種子島宇宙センター竹崎射場において打ち上げ、同日、待機していた回収船により宇宙材料実験装置（電気炉3個）を搭載した頭胴部を回収した。

金属材料技術研究所（材料強度研究部 第一研究室長高橋仙之助博士）及び理化学研究所（鳴誌、大阪大学基礎工学部 沢川至弘教授）は、宇宙開発事業団との共同研究により、その後、ニッケル（Ni）-チタンカーバイド（TiC）合金製造実験用電気炉No.1とNo.2及びアモルファス半導体製造実験用電気炉No.3で製造された試料の分析を行っている。

この中間成果報告は、昭和56年1・2月期に予定されているTT-500A型ロケット9号機による打上げ（8号機と同様の実験）の前に、現在まで行ったロケット無行解析及び各試料の分析についての中間報告という形でとりまとめたものである。

この実験は、科学技術庁の昭和52、53、54年度特別研究促進調整費による「宇宙空間を用いた新材料製造のための地上実験に関する総合研究」の成果をふまえて準備され実施されている。

なお、最終報告は更に試料分析を進め9号機の成果をも考慮してとりまとめる予定である。

2. ロケットの打上げについて

2.1 打上げの目的

TT-500 A型ロケット8号機の打上げは、宇宙材料実験用搭載実験装置及び回収システムの機能確認等を行うことを目的とした。

2.2 打上げの概要

TT-500 A型ロケット8号機は、昭和55年9月14日午前7時00分に種子島宇宙センター竹崎射場から打ち上げられた。

オ1段及びオ2段固体ロケットの燃焼は正常であり、オ1・2段分離及びオ2段・頭胴部分離も正常に行われた。

引き続き、宇宙材料実験用搭載実験装置等を搭載した頭胴部の姿勢角速度の制御を行い、発射後72.5秒から485.8秒までの間に宇宙材料実験を実施した。

所定の宇宙材料実験を終えた頭胴部は、パラシュートを開傘して種子島の東方約500 kmの海面に落下し回収船により午前11時38分に回収された。

この打上げ及び回収の結果の概要を表2.1, 2.2に示す。

2.3 打上げ結果の検討

(1) 飛行経路

TT-500 A型ロケット8号機の飛行経路を図2.1に示す。最高到達高度が予想値より約40 km低くなったが、材料実験終了時(発射後485.8秒)の頭胴部の高度は100 km以上あり、材料実験への影響はなかった。

(2) シーケンス・オブ・イベント

表2.1中に主要なイベントを示す。シーケンス・オブ・イベントは正常であった。

(3) 搭載実験装置作動状況

図3.3, 図3.4及び図4.5に電気炉温度データを示す。電気炉No. 1 (Ni 系合金) 及びNo. 3 (アモルファス半導体) の温度データは、ほぼ正常である。No. 2 (Ni 系合金) は、発射後3.5秒付近で $1,900^{\circ}\text{C}$ と異常に上昇している。

(4) 加速度環境

慣性飛行中は、機軸方向 $7.5 \times 10^{-4}G$, ピッチ, ヨー軸方向 $6.0 \times 10^{-2} \sim 8.0 \times 10^{-2}G$ 程度の低重力環境が得られた。

2.4 次号機への反映事項

- (1) 電気炉No. 2の温度の異常上昇の原因については、温度電力制御装置のサイリスタにノイズへのり、電力遮断が不可能になったためである。よって次号機以降に対しては、ノイズ対策を実施した。
- (2) 最高到達高度が予想値より低かった原因については、計算に使用した空力抵抗係数が実際より低かったこと、及び風により機体の上下角がノミナル値より低くなったことによるものである。
よって、次号機に対しては、空力抵抗係数を見直し、飛行経路を再計算してシーケンス・オブ・イベントの見直しを行った。

表2-1 TT-500A型ロケット8号機打上り結果の概要

(1) 発射日時及び天候

発射日時	昭和55年9月14日(日) 7時00分00.124秒
発射時の天候	天候 快晴, 地上風 北々東の風3.0 m/s 雲量 0, 気温 23.3°C, 気圧 1,011 mb

(2) 発射角

項 目	基準角	設定角	備 考
発射方位角	95°	105.7°	
発射上下角	78°	77.0°	

(3) 主要イベント

イ ベ ント	リフトオフ後の時間		備 考
	ノミナル値(秒)	実測値(秒)	
1段燃焼終了	21.2	21.3	
1・2段分離	24.0	23.9	
2段点火	27.0	26.8	
2段燃焼終了	50.0	49.7	
2段・頭胴部分離	70.0	69.8	
真空排気弁“開”	72.0	72.5	材料実験開始
電気炉加熱制御開始	73.0	73.6	材料実験Ni-Ti合金
ヨーヨー・デスロ作動	84.0	84.8	火薬点火
3軸レート制御開始	85.0	85.8	
3軸レート制御終了	105.0	105.8	
電気炉加熱制御開始	105.0	105.8	材料実験Al-Li材料体
電気炉加熱制御停止	350.0	350.9	
冷却ガス排気弁“開”	350.0	350.8	
冷却ガス排気弁“閉”	485.0	485.8	材料実験終了
バロースイッチイネーブル	600.0	600.5	
ドローク・パラシュート放出	7	600.6	尤: 高度約6000mに達した時間
メイン・パラシュート放出	7+10	610.9	
回収船テレメータ受信終了	—	768.1	

表2.2 頭胴部の回収状況

(1) 回収の主要イベント

項 目	機 材	時 刻
① テレメータ (295.0 MHz) 電波受信開始	回収船	07時00分34秒
② ビーコン (296.2 MHz) 電波受信開始 (メイン・パラシュート 開傘と推定)	航空機	07時10分
③ テレメータ (295.0 MHz) 電波受信終了 (頭胴部着水と推定)	回収船	07時12分48秒
④ シーマーカ確認	航空機	07時20分
⑤ フローテーションバッグ発見	航空機	07時25分
⑥ 回収船フローテーションバッグ浮遊位置着	回収船	11時10分
⑦ 回収船により頭胴部船内収容	回収船	11時38分

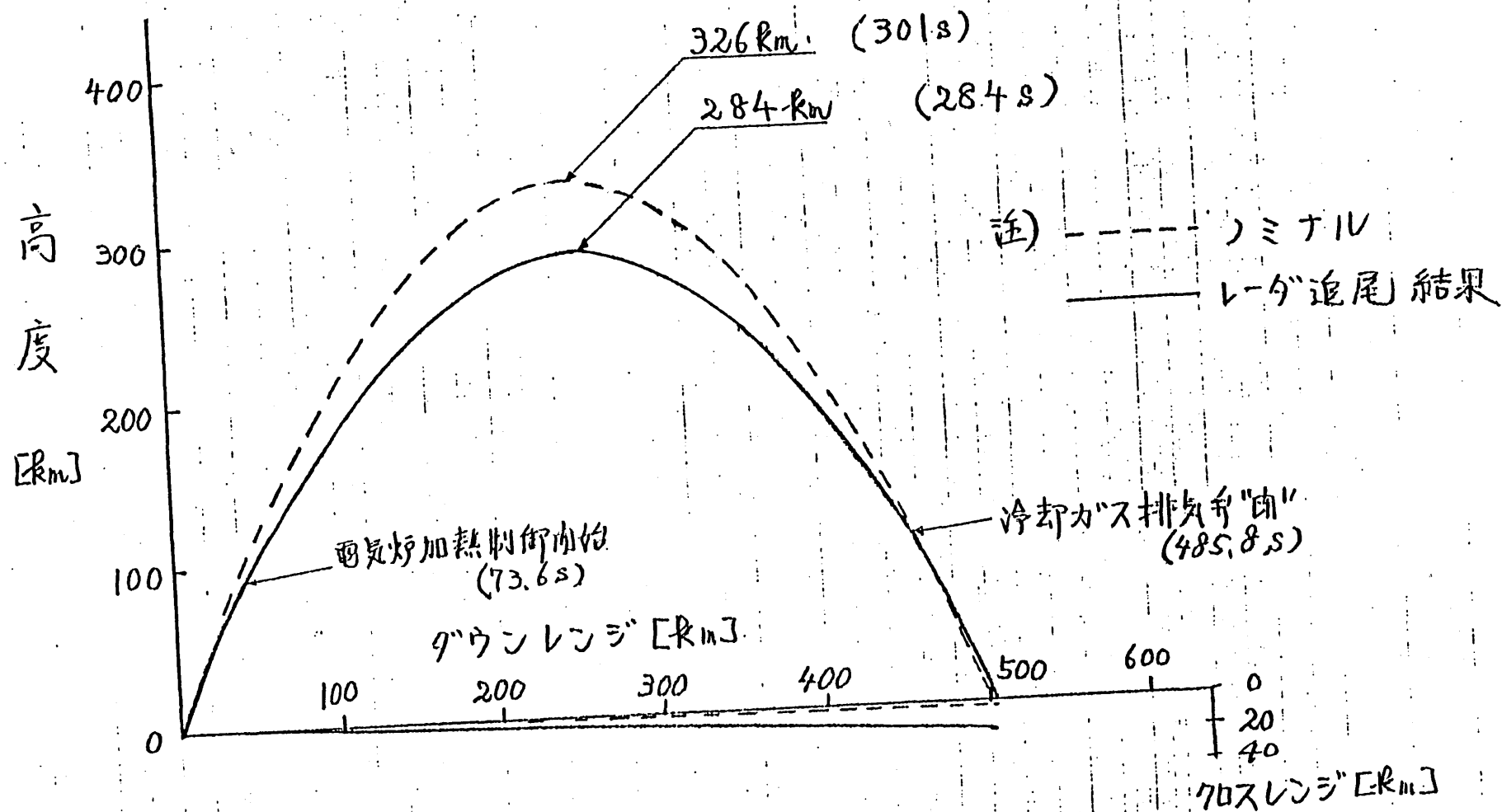
(2) 回収海域の天候

晴, 北東の風 8 m/s, 気温 29.0°C, 気圧 1,012.5 mb
波高 0.5 m, 雲量 2,

(3) 回収位置

種子島の東方約 500 km
(29°41' N; 136°15' E)

図 2.1 TT-500A型ロケット 8号機 の飛行経路



3. ニッケル系複合合金の製造実験について

3.1 実験の目的

この研究の目的は、低い重力条件の下で焼結試料を溶融状態にしてから、これに圧力を加えて試料の密度比を高め、急速に冷却して、TiCのウイスキー及び粒子が均一に分散したNi-TiC系複合合金を作製することである。

TiCウイスキー及び粒子の分散したNi系合金は、硬度が大きく、耐磨耗性、耐熱性が良好である。地上におけるこの型の合金の作製は、母相金属とTiCとの密度の差異のため、粉末状態で混合し、成形し、焼結するという方法をとっている。この方法からくる欠点は、合金内部にボイドが残っていることである。また合金の融点以上に加熱できないことからくる残留ガスの影響も無視できない。特にウイスキーを強化素材として使用した場合にそのような傾向が大きい。

低重力の環境下の溶融合金試料は、熱対流による攪拌や、TiCと母相Ni合金との密度差による分離現象を起さない。したがって、短時間の低重力実験条件ではあるが、良好な複合合金試料が得られるものと期待した。

3.2 実験材料

実験には、平均長さ1mm、太さ数 μm のTiCウイスキー及び1 μm のTiC粒子と2 μm のNi及びモリブデン(Mo)微粒子を使用した。

これらの素材を使用して、TiCのウイスキー及び粒子などの成分が、表3.1のようなフライト実験用試料を混合、成形、焼結などの処理により準備した。なお使用したTiCウイスキーは、大阪工業技術試験所から提供されたものである。図3.1にそのTiCウイスキーを示した。

フライト実験用試料の種類、組織、寸法、重さを表3.1に示した。

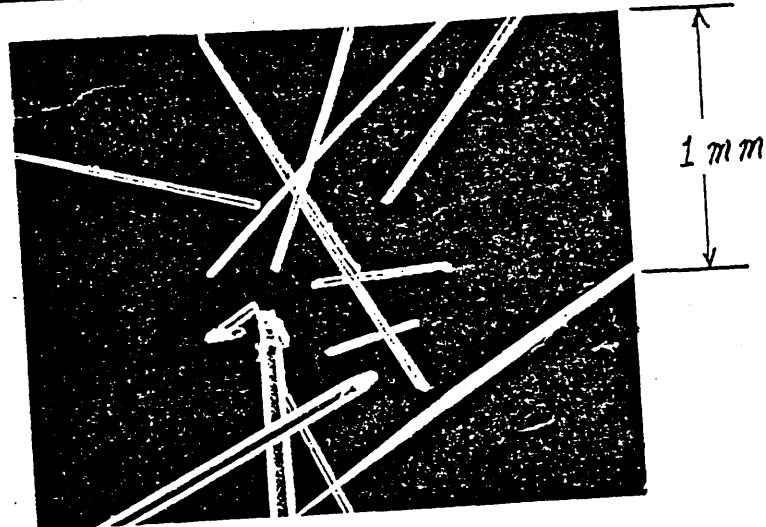


図 3.1 TiC ウィスカー

表 3.1 フライト実験試料

電気炉	組成 (重量%)			寸法 (mm)	重さ (g)
No. 1	TiC	Mo	Ni	$9.7^{\phi} \times 6.6$ (1個)	3.13
	30 (ウィスカー)	10	60	$2.9^{\phi} \times 18.3$ (3個)	0.72
No. 2	25 (粒子)	10	65	$(9.7^{\phi} \times 14.7)$	(5.9)

3.3 実験データ

(1) 電気炉内温度

電気炉 No. 1 及び No. 2 の温度データを図 3.3, 3.4 に示す。

(2) 低重力環境

既述 2.3 (4) 項参照

(3) 試料への加圧

熔融状態の試料への加圧は、加熱開始 4 分後に行った。
加圧は約 20 kg/cm^2 であった。電気炉 No. 1 の加圧動作は
限られた試料の寸法の縮小から、予定どおり約 10 mm の
ストロークで行われた。(図 3.2 参照)

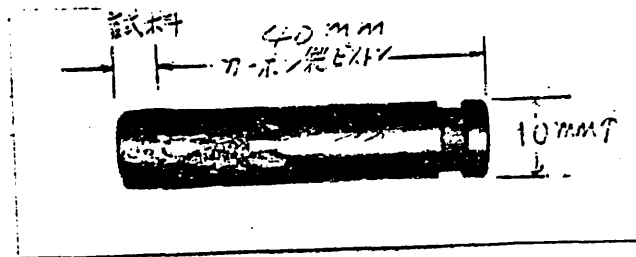


図3.2 フライト実験で得られたTiCウイスキー強化複合金試料 No.1 とカーボン製ピストン棒。

電気炉 No.2 については、試料が容器からもれたため、加圧効果の確認はできなかった。

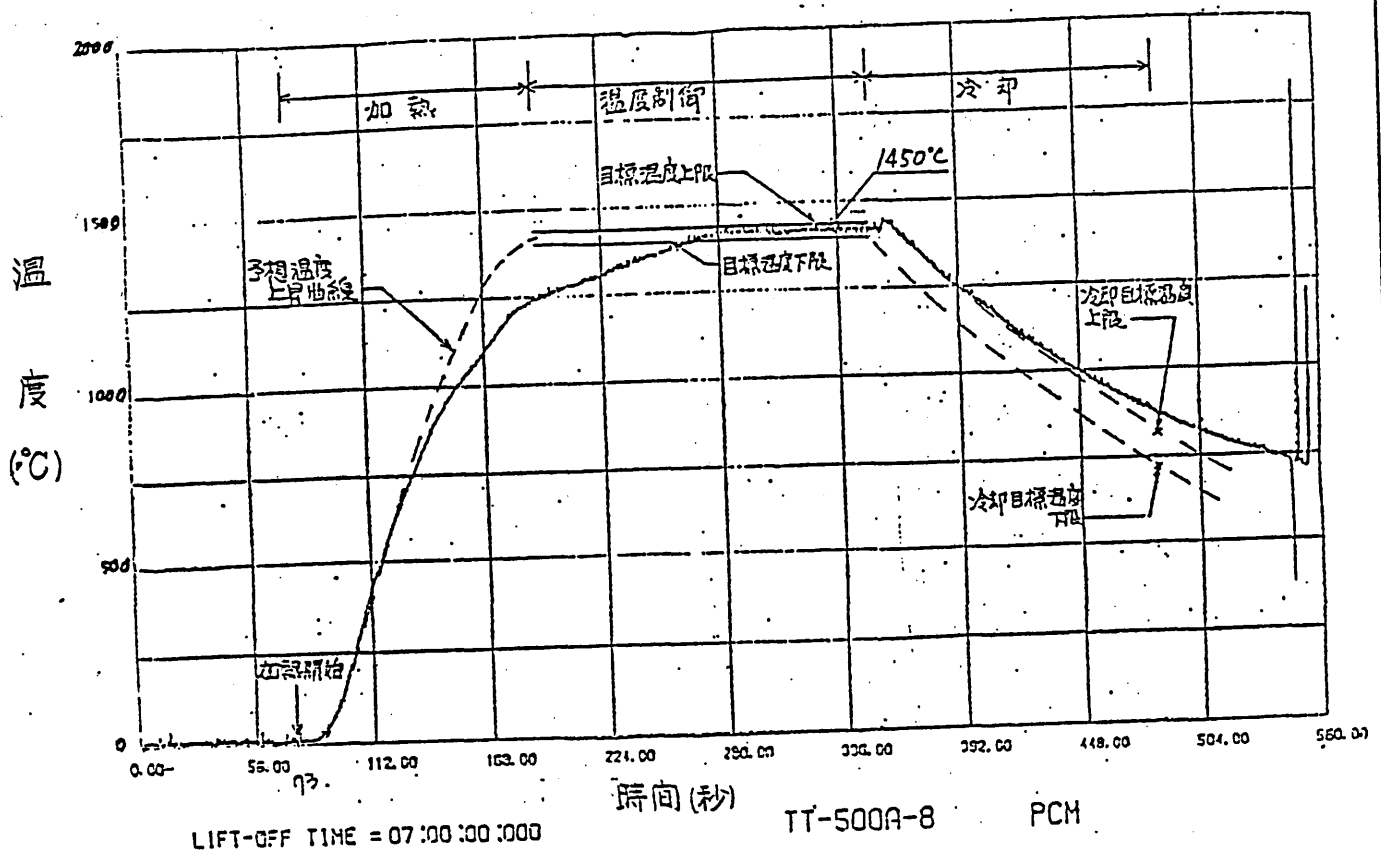


図3.3 電気炉 No.1 温度～時間曲線

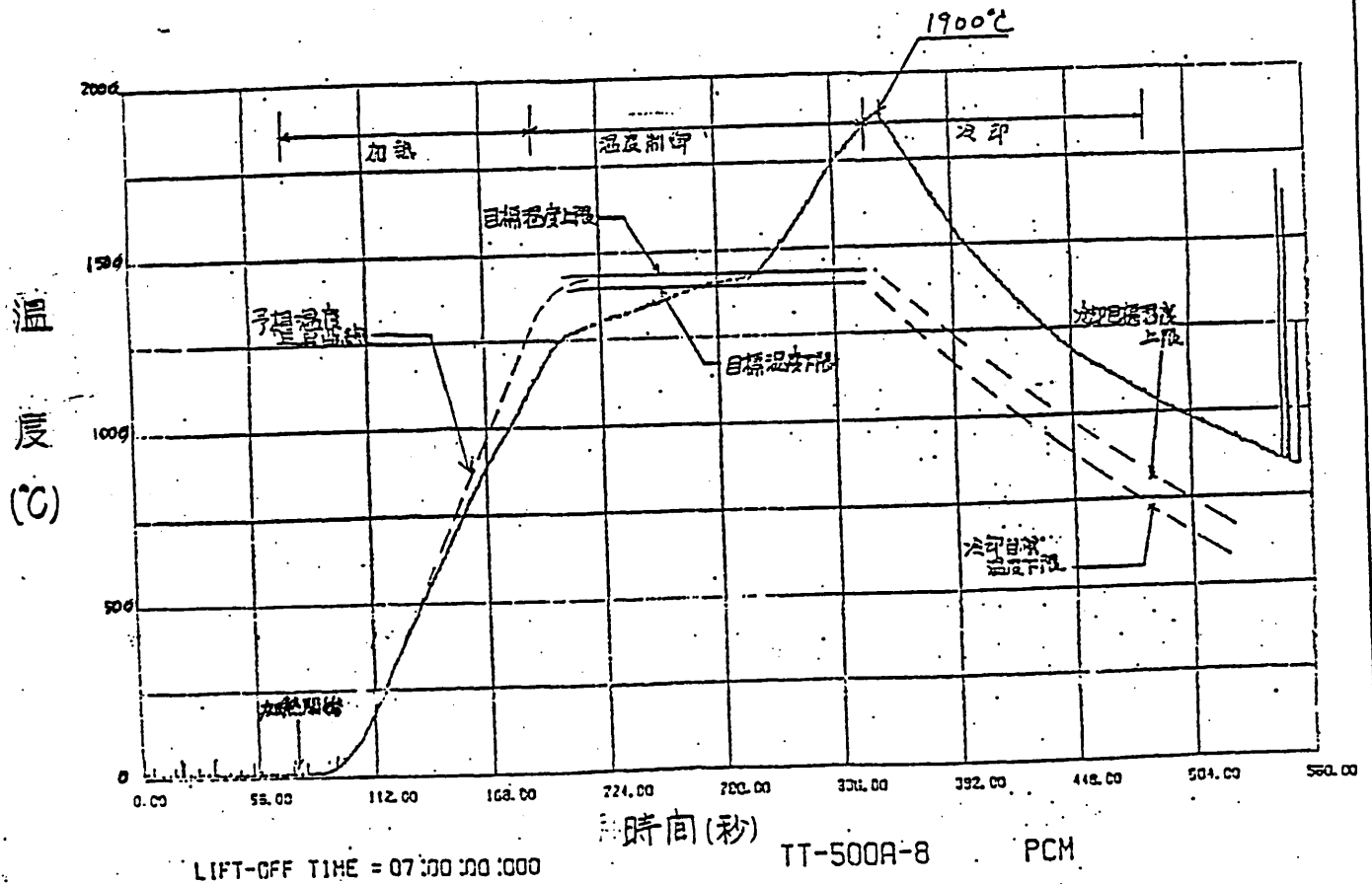


図3.4電気炉No.2 温度～時間曲線

3.4 試料の解析

(1) 顕微鏡組織

図3.5に電気炉No.1試料の横断面の顕微鏡組織を示した。ウイスキーは、図の面に対してほぼ垂直に配列しているののでウイスキーの端面が現われている。このような良好な組織をもったウイスキー強化型合金を溶融法で作製できたのは、低重力環境を利用したからであり、地上ではこのような合金はできない。

図3.6には、電気炉No.2試料の顕微鏡組織を示した。TiC微粒子が均一に分散した良好な組織である。この組織は、容器内に少量残存した試料について得られたものである。なお、図3.7に同じ電気炉No.2試料の地上実験

による顕微鏡組織を示したが、地上実験では、この図に示すような局部的微小偏析とともにマクロな偏析も顕著に現われ、均一に分散した良好な組織は得られない。

(2) 硬さ及び密度

電気炉 No. 1 試料のマイクロビッカース硬さは、平均 350 程度の硬度値が測定された。この硬度は、鋳造用超耐熱合金に相当している。また密度は、フライト前の試料の 2.55 g/cm^3 がフライト実験後は、 6.43 g/cm^3 に増えた。

(3) 低重力環境に関する考察

重力加速度が $8 \times 10^{-2} G$ 程度になったにもかかわらず良好な組織が得られたのは、次の理由によるものと考察される。

一般に半径 r 、密度 ρ_d の球状分散粒子が、密度 ρ_m 、粘度 η_m のマトリックスの液中を速度 v で移動するとき、ストークスの式から

$$v = \frac{2r^2 G (\rho_d - \rho_m)}{9 \eta_m}$$

の関係が得られる。分散粒子の半径 r に種々の値を入れてやると、それぞれの大きさの粒子の速度 v が求まる。ここで G は重力の加速度である。 G が 8×10^{-2} 程度の場合、TiC が約 $1 \mu\text{m}$ の粒子の際には、粒子の移動速度 v は小さく、影響を考えなくてよいが、ウイスキーのように大きな繊維材となると、影響が無視できなくなる。しかし、No. 1 の電気炉の試料は昇温速度の遅れのため完全に溶融状態にあった時間がきわめて短時間であったと推定されるので、 G が 10^{-2} 程度にまでなったための影響は、大きくなかったものと考えられる。



図3.5 電気炉 No.1 試料の顕微鏡組織 (約700倍)

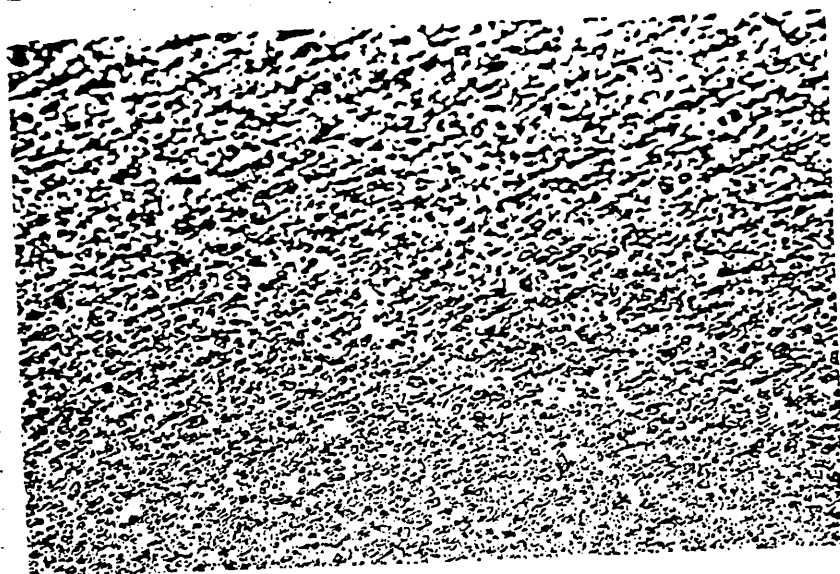


図3.6 電気炉 No.2 試料の顕微鏡組織 (約700倍)

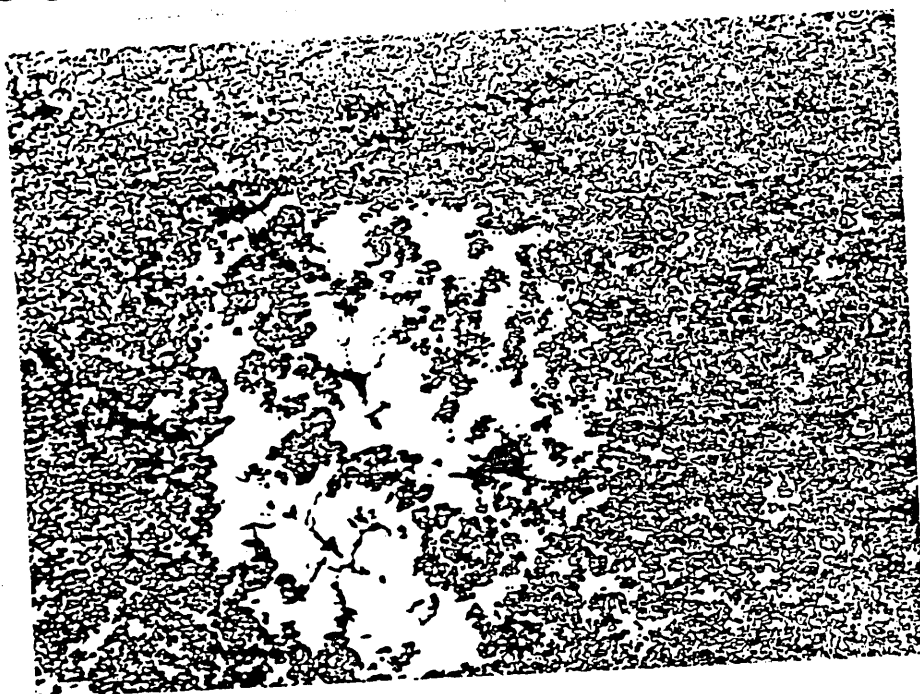


図3.7 地上実験で得られた同上試料の顕微鏡組織 (約300倍)

3.5 まとめ

Ni-TiC系電気炉NO.2試料では、実験の後半で温度の異常上昇があったものの、電気炉NO.1, NO.2の両試料とも地上実験のものとは比べて良好な組織が得られた。

更に電気炉NO.1試料については、鑄造用超耐熱合金に相当する硬度が得られ、また密度も加圧により約2.5倍に増えた。

低重力環境が試料に与える効果については、今回のみでは十分な解析ができなかったが、その効果は合金の組織に顕著に現われているので今後更に分析を進めることとしている。

また、昭和56年1・2月期に打上げを予定しているTT-500A型ロケット9号機では、8号機での成果を踏まえて必要な処置を行い、ニッケル系合金作製のために3個の電気炉を使用して本格的な実験を行う予定である。

4. アモルファス半導体の製造実験について

4.1 実験の目的

Si-As-Te系カルコゲンアモルファス半導体を電気炉 No. 3 内で加熱、溶融、冷却処理して、無重力効果を用いて三元素が均質に混合し、合金化された理想状態に近いアモルファス組織をもった半導体を製作する。

Si-As-Te系アモルファス半導体はそれぞれ 4, 3, 2 配位の結合腕で構成されたカルコゲナイドガラスであるために、図4-1 に示すようにギブスの三角形中に広いガラス化領域を持ち、図4-2 および図4-3 にその電気的、光学的性質の測定例を示すように、例えば電気的禁帯幅は 0.6 eV から 2.0 eV と、単結晶 Ge から Si、そして GeAs に匹敵する物性定数をカバーし、電子デバイス、及びオプトエレクトロニクス材料としても応用範囲の広い基本的性質を保有している。

ところが、この材料は表4-1 に各構成元素の比重と融点を示すように、1412 °C という高融点で比重が 2.33 という軽い Si をそれより低い融点で、しかも比重の重い Te や As と混合して作られることから、三者の共晶温度 1100 °C 以上で 20 時間加熱混合してもなかなか均質な材料が得られない欠点を有し、従来のアンフル中におけるメルトクエンチ法でのガラス化にも果して十分なガラス化組織となっているか？ など、いろいろ技術的に問題が残されていた。本研究は均質混合が可能な宇宙空間の無重力下で、理想的なアモルファス半導体組織の試作と、これに Ni, Mn などの不純物を入れて価電子制御の可能性を向うと云

表4.1. Si-As-Te 原材料の融点と比重

	Si	As	Te
melting point (°C)	1412	817	449
density (g/cm ³)	2.33	5.72	6.24

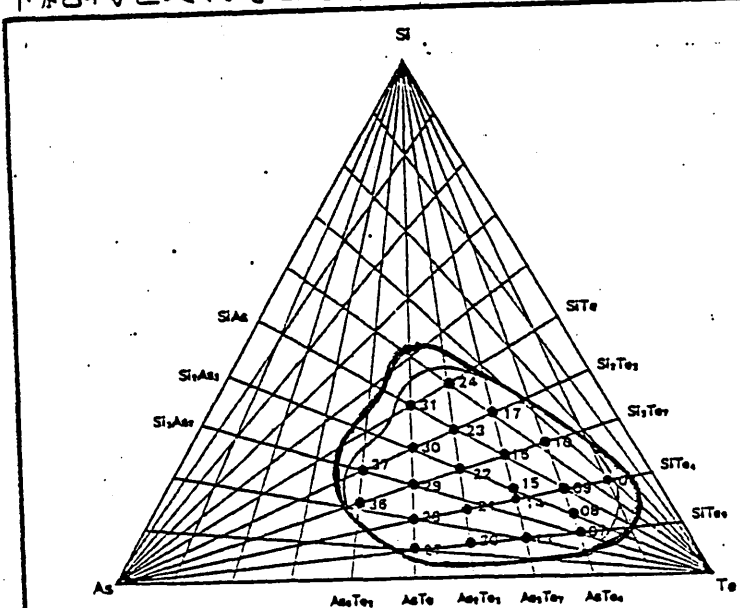


図4-1. カルコゲンガラスのガラス化領域 Si, As, Te を混ぜ合わせた3成分系ガラス化範囲を示したもので、この領域外では、ふつう3成分から成る固溶体が存在せず、多くの場合2成分元素からなる結晶が適当に混じり合った多結晶が出来てしまう。またガラス化範囲は高温の溶融状態からの冷却の速さによって多少変化し、急冷するほど広がる。図には空気中(太線)と水中(細線)でのクエンチを示した。

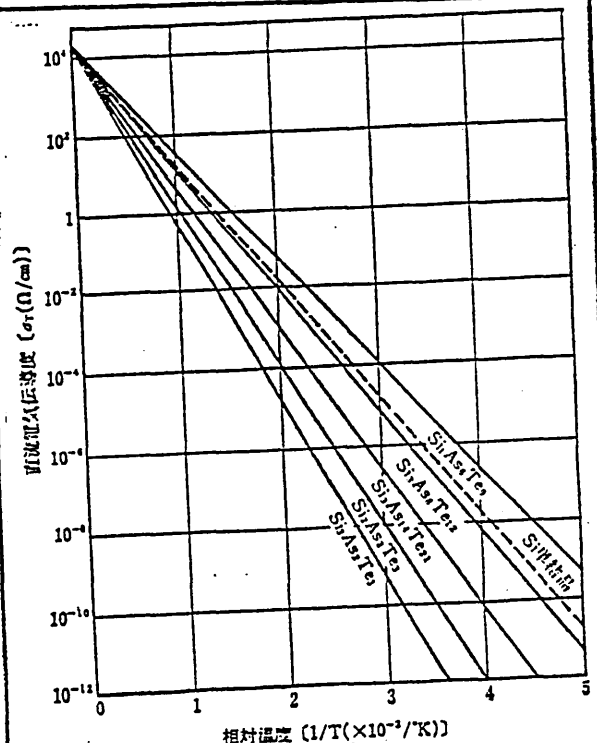
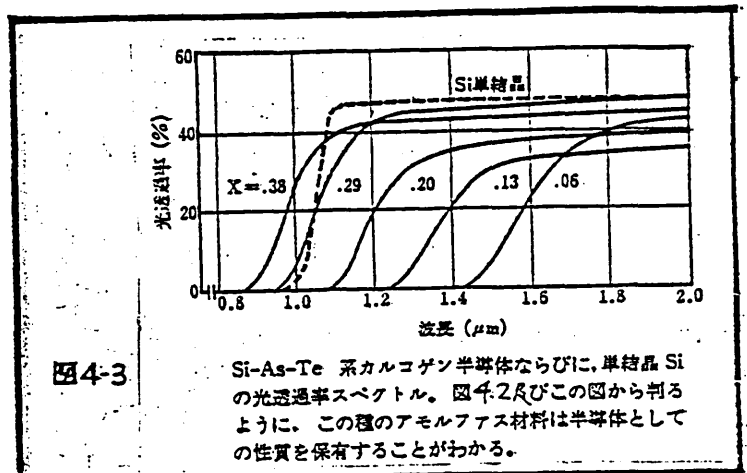


図4-2 Si-As-Te 系カルコゲン半導体の直流電気伝導度の温度依存性。図の破線は Si 単結晶のそれを比較のため示したものである。

く、固体物理学の重大課題の研究着目のほかに、こうしたこの材料の広域有用性、物性的性質の広域制御性、15びに無重力効果のメリットが大きいと期待できる点などを考慮して計画されたものである。

4.2 試料



今回の実験に試供したサンプルは、原子モル比で $\text{Si}(9) = \text{As}(14) - \text{Te}(21)$ の比率に秤量した図4-1のギブス三角形座標で No. 22 に相当する組成比のものである。こうして準備したサンプルは、そのまゝアンパルに封じて加熱溶解すると、As の蒸気圧が 1 気圧以上となるので、あらかじめ直径 5 cm、長さ 8 cm の大きなアンパルで溶解し合金したものを再び粉末にして、ロケット実験用アンパルに真空封じした。アンパル

の大きさは図4-4に示すような形で、外径 9.5 mm (内径 7.5 mm)、長さ 38 mm (内長 33 mm) である。封じたサンプルの重量は 2 g である。

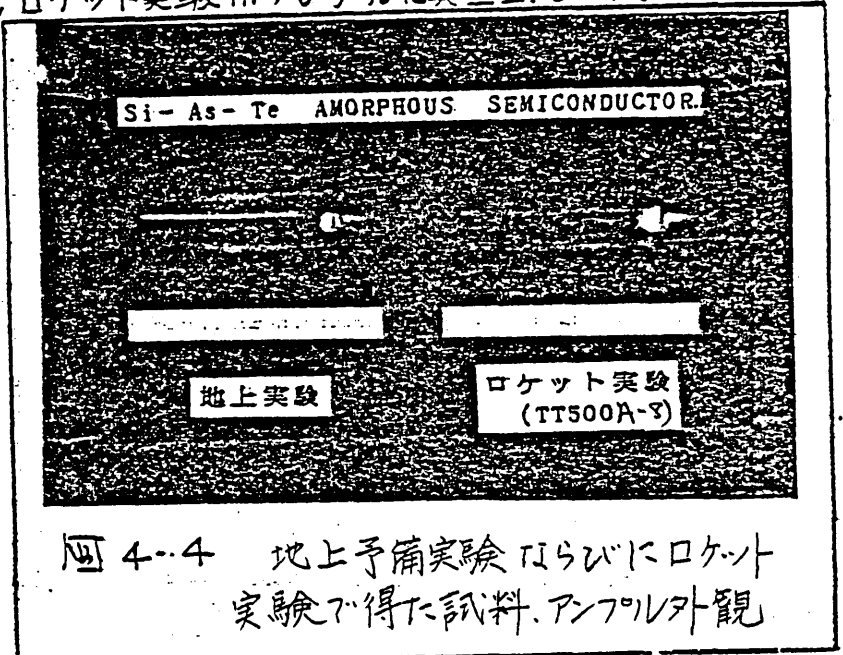


図4-4 地上予備実験ならびにロケット実験で得た試料、アンパル外観

4.3 実験データ

(1) 電気炉内温度

炉内の温度プロファイルは図4-5に示すように、微少重力下での炉内到達温度 $T_p = 1230^\circ\text{C}$ 、加熱時間 $t_p = 170$ 秒で、目標温度上限 1260°C 、下限 1160°C 以内であった。

(2) 低重力環境

既述の 2.3.(4) 項を参照。

(3) 試料の取り出し 及び 結晶組織

試料は先ずアンパルをダイヤモンドカッターで慎重にカットして取り出した。カット直後の様子は図4-6に示すように、地上予備実験で溶解したアンパルでは底に試料が固まっているのに対し、ロケット実験の試料ではアンパル壁面に一様に附着して、かつ、アンパルの先(ヘソ)の方にドロップ(水滴)状に固まっていた。

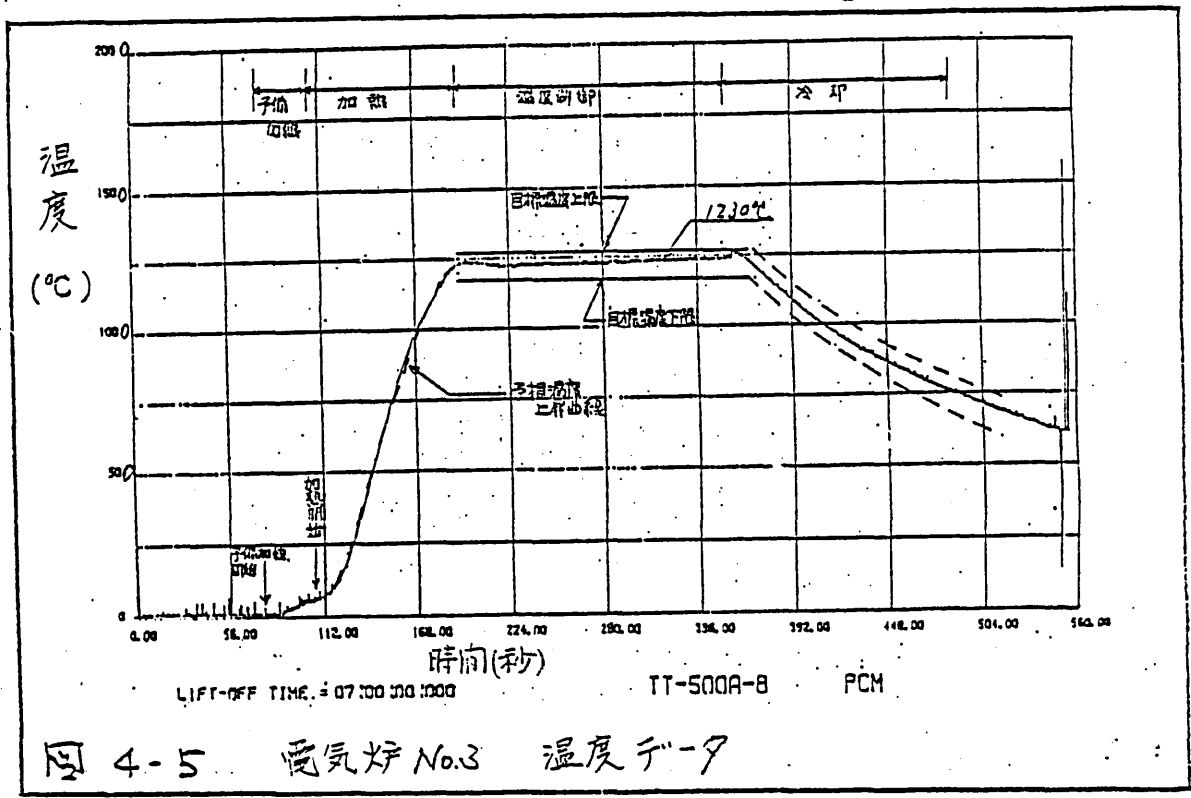


図 4-5 電気炉 No.3 温度データ

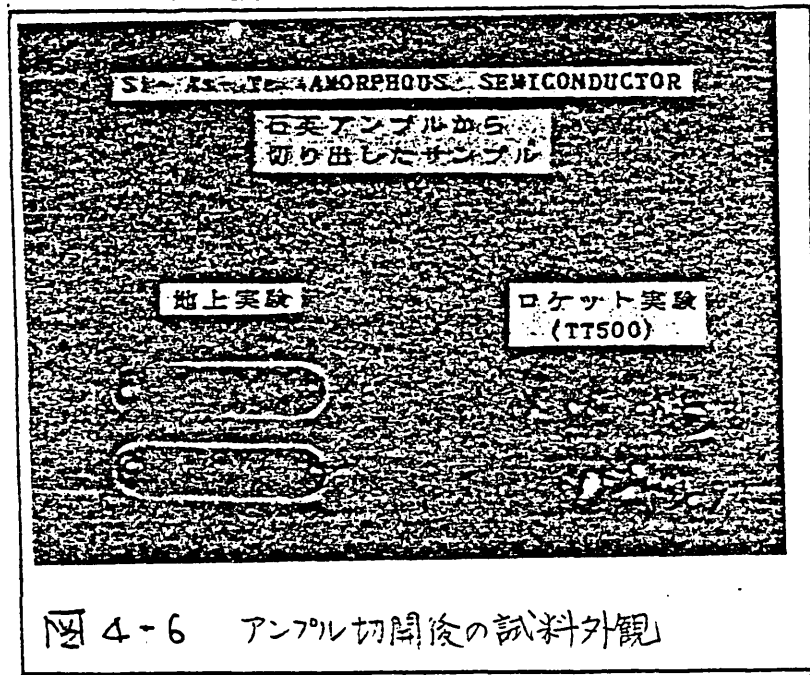
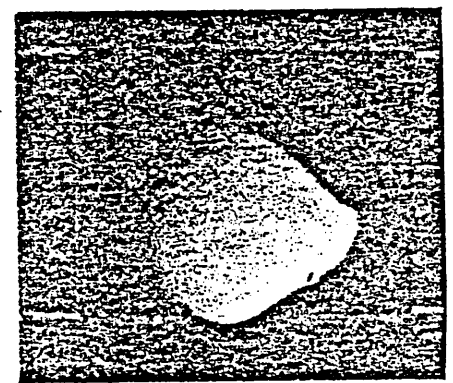


図 4-6 アンブル切開後の試料外観

図4-7は、地上実験で試作した試料とロケット実験で作った試料の研産面の顕微鏡写真(5倍)を比較したもので、地上実験で得た試料が粗い面を有するのに対して、ロケット実験で得た試料は見事に均質な滑らかな鏡面となっている。

原子組織がどの程度完全なモルファス組織になっているかについては、一般的にX線のハロー像の程度を用いて判定させるが、試作した試料は地上およびロケット実験ともほぼ完全なハロー像を示



(a) ロケット実験試料



(b) 地上実験試料

図 4-7 試料表面の金属顕微鏡写真(約5倍)宇宙実験の試料表面は滑らかである。

しており、微細な判定法とはいえない。そこで Si-As-Te 系で一歩アモルファス組織となり難い Si 元素の X 線回折線 (111) に注目して、これを判定した。図 4-8 は地上実験、ロケット実験は5びに研究室で長い時間をかけて試作した3種類の試料の X 線回折パターンをスペクトルにして出したものである。結晶不完全性の程度を判定する量として、図の ΔA という量を定義し、その大きさも比較した。その結果は表 4-2 に示す通りで、地上実験で2日間溶解した試料が $\Delta A = 32$ であるのに対し、ロケット実験の試料では $\Delta A = 17$ であった。これに対し、地上実験で18時間以上かけて溶解した試料でも ΔA が 21 程度であることから、ロケット実験で得た試料がいかに理想に近いアモルファス化が実現されたかをよく物語っている。

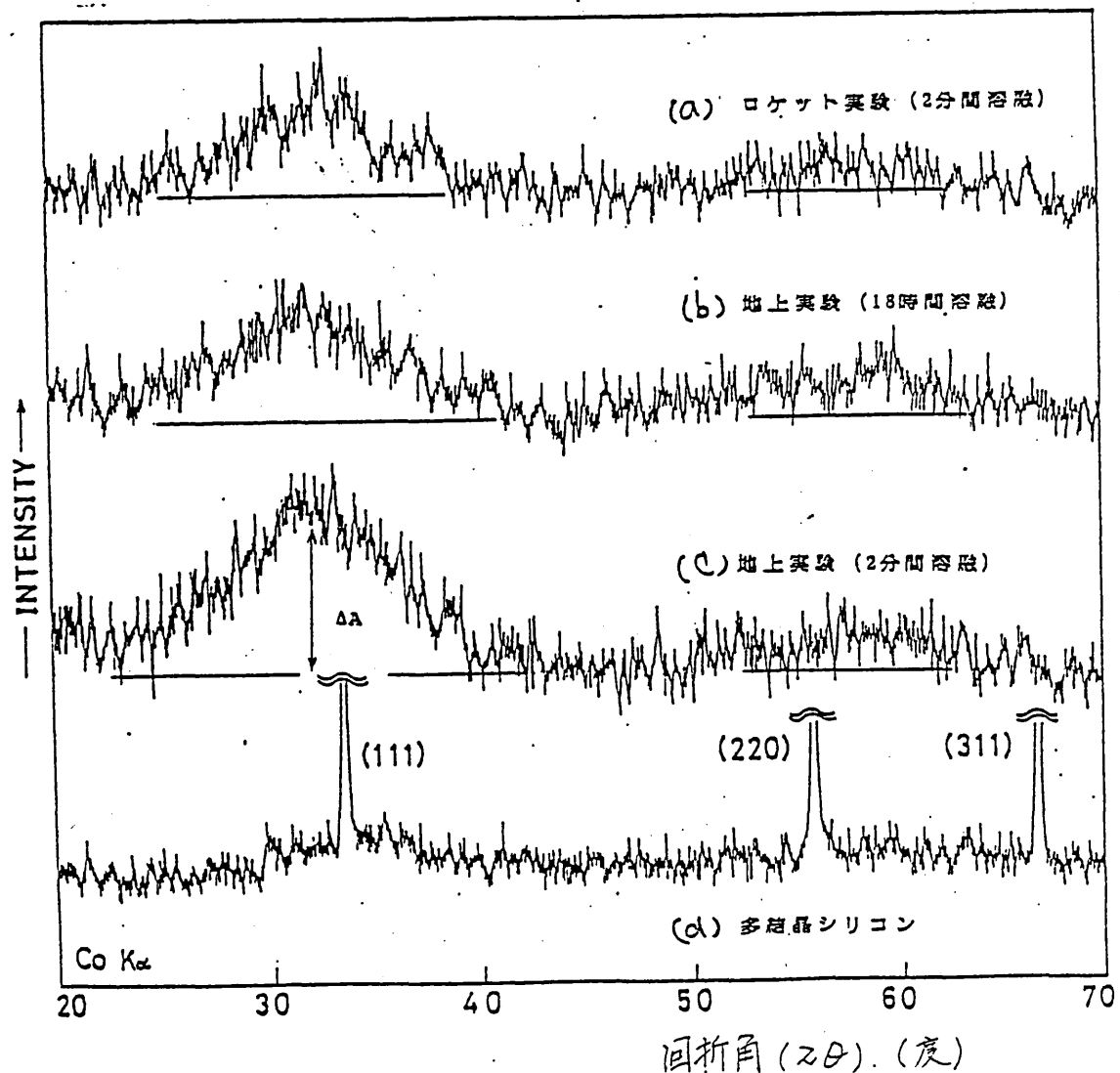


図 4-8 回折角 33.19° の Si (111) 構造のまわりの X 線回折スペクトルの比較。
図に示すようにロケット実験試料が最もアモルファスに近いスペクトルを示している。

表4.2 X線回折スペクトル構造ならびに電気的・光学的性質の比較

	ΔA (mm)	σ_{25} ($\Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$)	$\Delta\epsilon_{\sigma}$ (eV)	$\epsilon_{g(\text{opt})}$ (eV)
地上実験 (2分間溶融)	32	1.58×10^{-7}	0.613	1.00
地上実験 (18時間溶融)	21	2.05×10^{-8}	0.710	1.02
ロケット実験 (2分間溶融)	17	1.35×10^{-7}	0.615	1.01

4.4. 電気的 及び 光学的性質

アモルファス半導体の特性はその電気的ならびに光学的性質の判定で最も敏感に判別できる。しかしながら今回のロケット実験では、1個の資料による分析を行うため、この組成による電気的・光学的性質の詳しい特性の解析は、今しばらく時間を要する。

現在までに、室温における直流電気伝導度 σ_{25} 、その温度依存の活性化エネルギー $\Delta\epsilon_{\sigma}$ 及び光学的禁止帯幅 $\epsilon_{g(\text{opt})}$ を測定した。これらの結果を地上実験の試料と比較したのが、表4-2である。この結果からいえることは、2分間の溶融では地上実験の試料と比べて明らかに良質のアモルファス半導体となっているということである。しかしながら組成比の不均一性とかうんで、このままのデータでは明確な結論を出すのは早計といえる。今後、光伝導度、光学吸収スペクトル、ラマン散乱など詳しい実験データが出された後、明らかにしたいと思う。

4.5 まとめ

ロケット実験によって低真空環境で溶融合金化したアモルファス半導体は、その金属化組織ならびにX線回折パターンの両方から地上実験で2分間溶融の試料は無論のこと、18時間溶融の試料と比べてより完全なアモルファス組織となっていることが明らかにされた。

電気的 及び 光学的性質の分析結果からは溶融時間等しい地上実験試料と比べて、ロケット実験の試料が優れていることが判ったが、より詳しい解析は光伝導度、光吸収スペクトル 及び ラマン散乱などの実験結果が出るのを待ってさらに明確にしたい。

5. おすこ

以上、TT-500A型ロケット8号機による宇宙材料実験の中間成果をとりまとめた。今回の打上げの目的は、宇宙材料実験用搭載実験装置の機能確認試験であったが、その初期の目的はほぼ達成したと考える。また、この過程で我が国初めての小型ロケットによる宇宙材料実験を行い、地上では得られないNi-Ti-C系複合合金を作り、地上で作製するよりもはるかに短時間で良質のアモルファス半導体を作ることができた。

現在、これまでの成果及び検討結果をふまえ、次のTT-500A型ロケット9号機による本格的な実験を準備中である。

なお、9号機には、電気炉を4個（ニッケル系合金用3個とアモルファス半導体用1個）搭載することになっている。

以 上