

# 宇宙機推進系用酸化剤用推薬弁の洗浄方法に関する研究\*<sup>1</sup>

## Study on Cleaning Method for Oxidizer Thrust Valve of Space Propulsion System

道上啓亮\*<sup>2,\*3</sup>・森 治\*<sup>3</sup>・香河英史\*<sup>3</sup>・澤井秀次郎\*<sup>3</sup>  
Keisuke MICHIGAMI, Osamu MORI, Hideshi KAGAWA and Shujiro SAWAI

**Key Words:** Bipropellant Propulsion System, Reaction Control System (RCS), MON-3, Oxidizer, Thrust Valve

**Abstract:** After tests using actual oxidizer, for example firing tests, the valves for propulsion system should be enough cleaned. If the cleaning was not appropriate, it would be able to cause of problems such as a leaking by corrosion cracking. But now, valve cleaning methods are based on the experiences of each manufacturer and those are not unified. We conducted some tests to verify the efficiency of cleanings method for oxidizer valves. Especially, we focus on the method to remove residual oxidizer from polymer for seals inside valve. In this paper, we describe our results and propose a policy for efficient valve cleaning methods.

### 1. はじめに

宇宙機用推進系は、コンタミネーションによる漏洩や作動不良の不具合の発生を防ぐために、厳しい清浄度管理が要求されている。しかし、不具合事例は地上試験時のみならず軌道上不具合としても多く、都度、対策を実施し、改善が図られているものの、根絶には至っていない<sup>1)</sup>。コンタミネーションによる不具合には微細なゴミの噛みこみのような形態のみならず、試験に使用した残留燃料が影響するものも多い。そのため、燃焼試験など実液を使用した試験を実施した後は、次回の試験使用やフライトモデルの機装に向け、不具合の発生を防ぐために、推進薬が接触した、配管、バルブ等を適切に洗浄、乾燥した上で保管をする必要がある。特に、探査機等の宇宙機に搭載される多くの二液式推進系では、水と反応して硝酸を生じる NTO (Nitrogen Tetroxide) 系の酸化剤が使用されているため、腐食等不具合発生を招きやすく、試験後の適切な洗浄および乾燥作業が不可欠である。さらに、推薬弁などのバルブ類は機能上、他の配管部材に比べて内部構造が複雑で、また、シール材として高分子材を使用しているために、洗浄が不十分になりやすい。過去の推進系の開発においても、燃焼試験で使用した酸化剤が、不適切な洗浄により推薬弁内部に残留してしまい、その硝酸成分の影響により推薬弁金属材が水素脆化し割れた結果、リークに至ったと推定される不具合が発生している<sup>2)</sup>。

一方で、現在バルブの洗浄方法には統一的な作業指針は無く、それぞれのバルブメーカーや推進系システムメーカーの経験に基づき実施している状況である<sup>3)</sup>。

そこで、本研究では定量的なデータから効率的な酸化剤バルブの洗浄および乾燥工程の指針を確立することを目的とする。上述の不具合に係る原因調査の中で、バルブ内部の残留酸化剤はバルブシート材等に使用される高分子材に吸収されていたものである可能性が高いことが、示唆されたことを踏まえ、本試験においては、代表的な高分子シール材の一つである PTFE 材を用い、洗浄水温度や時間、乾燥方法などをパラメータとした酸化剤除去に関する洗浄力評価試験を実施した。

### 2. 試験方法

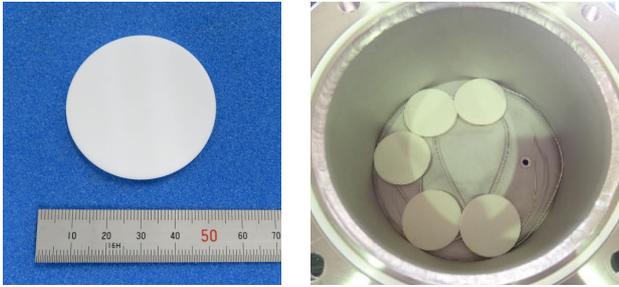
**2.1 洗浄力評価試験用試験片** 洗浄力評価に向けて、汚染状態を再現するため、PTFE 製試験片を加圧状態で酸化剤に浸漬し、十分に内部まで吸収させた状態に準備した上で、洗浄力評価試験を実施した。第 1 表に試験片に関する形状仕様などをまとめる。また、第 1 図に試験片の外観写真および浸漬状況を示す。

**2.2 洗浄力評価試験実施条件** 実際の洗浄、乾燥作業への転用を見据えた場合、その作業上の制約を考慮した範囲内での洗浄環境条件で比較、評価を実施する必要がある。具体的な制約として、推薬弁の洗浄に関しては洗浄液がコンタミ源になるような洗浄剤等の使用はできず、また、特殊な装置を用いるような洗浄方法は望ましくない。その他、温度条件としてもバルブの使用条件範囲内にする必要が有ることなども制約となる。そこで、国内メーカーの典型的な洗浄乾燥作業をベースに洗浄水の温度、洗浄時間、および乾燥時の雰囲気ガス温度等を試験パラメータとして、洗浄

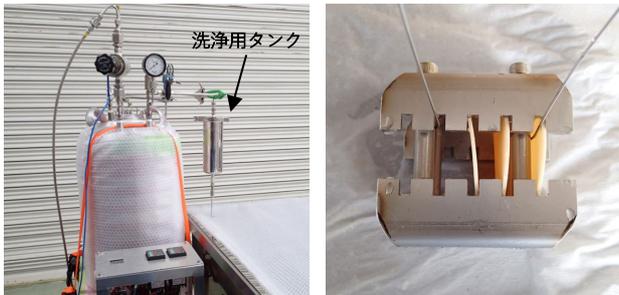
\*<sup>1</sup> © 2021 日本航空宇宙学会  
2021 年 3 月 15 日原稿受付, 2021 年 6 月 4 日最終改訂稿受付,  
2021 年 7 月 28 日原稿受理  
\*<sup>2</sup> 連絡先著者 (Corresponding author): michigami.keisuke@jaxa.jp  
\*<sup>3</sup> 宇宙航空研究開発機構宇宙科学研究所

第 1 表 洗浄力評価試験用試験片仕様

材質	PTFE
形状および寸法	円形シート材 外形 47.0 mm 厚み 1.0 mm
浸漬条件	加圧容器内で、酸化剤に沈め、0.2MPaG 以上の加圧状態で 24 時間保持
使用酸化剤	MON-3 (3 wt%の NO を含有する NTO)



第 1 図 左：試験片外観，右：24 時間酸化剤浸漬後



第 2 図 左：洗浄作業セットアップ，右：洗浄前 TP 外観

力評価試験の条件を定めた。なお、本試験における浸漬および洗浄、乾燥に係る時間は実洗浄作業の時間を考慮しつつ、その洗浄能力の差異が有意に確認、評価できる時間として設定した。第 2 表に試験条件の一覧を示す。なお、洗浄時間などは異なるものの、試験条件 No. 4 が国内メーカーで採用されている典型的な洗浄、乾燥工程に該当する。No. 10 では、過去の研究の中で高い洗浄効果が期待されたマイクロバブルを発生させた洗浄液を使用した。

2.3 洗浄力評価、検証方法 実際の洗浄、乾燥作業は第 2 表の試験条件に基づき、第 1 表で示した試験片に対して洗浄、もしくは洗浄・乾燥作業を実施した。洗浄作業は、加圧用タンク内に充填した脱イオン水を圧送することで、TP (テストピース) をセットした洗浄用タンク内に流し、洗浄する形になっている。なお、洗浄用 TP は洗浄用タンク内で治具に固定された状態で置かれている。第 2 図に洗浄用セットアップおよび TP の治具への設置状態外観を示す。条件 No. 1 では試験片の酸化剤への浸漬作業後、洗浄等を実施しない状態のまま、PTFE 試験片に残留した硝酸基の量をイオンクロマトグラフィ法により測定した。条件 No. 2, 3, および No. 11~14 は洗浄作業終了後、No. 4~10 は乾燥作業終了後に同様に試験片の残留硝酸基を測定し

第 2 表 洗浄力評価試験条件一覧

条件 No.	洗浄					乾燥		
	洗浄液		液温		洗浄時間 (分)	雰囲気条件		
	脱イオン水	脱イオン水 (マイクロバブルあり)	常温 ※	高温 ※		窒素		真空
					常温 ※	高温 ※		
1	洗浄・乾燥なし							
2	○		○		2	乾燥なし		
3	○			○		○		
4	○		○				○	
5	○		○					○
6	○		○					
7	○			○		○		
8	○			○			○	
9	○			○				○
10		○		○				○
11	○			○	4	乾燥なし		
12	○			○	10			
13	○			○	20			
14	○			○	50			
備考	洗浄水を 0.4MPaG の圧力で加圧して流し、所定の時間洗浄を行う。No.13 のマイクロバブル発生洗浄水については事前に 0.7MPa で加圧しておくことで、洗浄時に放圧、マイクロバブルを発生させる。					各乾燥条件において乾燥時間は共通とし、10 分間の乾燥を実施する。なお、通常手順にならない、乾燥作業前には IPA による拭きあげ乾燥作業を実施する。		

※ 常温は約 20℃、高温は 50℃~60℃

た。各条件での硝酸基の結果の比較により、それぞれの洗浄作業および乾燥作業の効果を検証した。PTFE に吸収された硝酸基は時間経過と共に、外部へ散逸していく傾向にあるため、浸漬後から洗浄直前までは TP をビニール袋にて密封し外気との直接の接触を防いだ。また、洗浄/乾燥後は速やかに硝酸基測定用の容器内の脱イオン水へ入れることで、外部への散逸を防いだ。

### 3. 試験結果および考察

3.1 酸化剤残差測定結果 各試験条件での洗浄、乾燥作業実施後に取得した PTFE 試験片内の残留硝酸基量について第 3 表にまとめる。

3.2 各工程パラメータの効果差について 第 3 表に示した試験条件 No. 1~No. 9 の結果について、各工程の差異を評価するために残留硝酸基量を比較した。なお、ここでは評価を容易にするために平均値を用いて比較しているが、第 3 表に示した結果の通り、そのバラツキは比較評価するにあたっては十分に小さい。なお、今回の検査方法の性質上、同一の試験片で 2 度以上のデータ取得ができない (初期量を計測後に、洗浄し結果を再計測するということができない) ため、第 2 表の試験条件 No. 1 を酸化剤浸漬後の初期状態の硝酸基量のデータとして以降の比較評価を実施している。平均値を比較したものを第 3 図に示す。

第3表 洗浄力評価試験結果一覧

試験 No.	試験片 1	試験片 2	平均
1	84	71	77.5
2	66	—	66
3	65	59	62
4	35	32	33.5
5	40	39	39.5
6	48	50	49
7	34	35	34.5
8	39	33	36
9	38	41	39.5
10	45	40	42.5
11	56	—	56
12	42	—	42
13	32	34	33
14	19	—	19

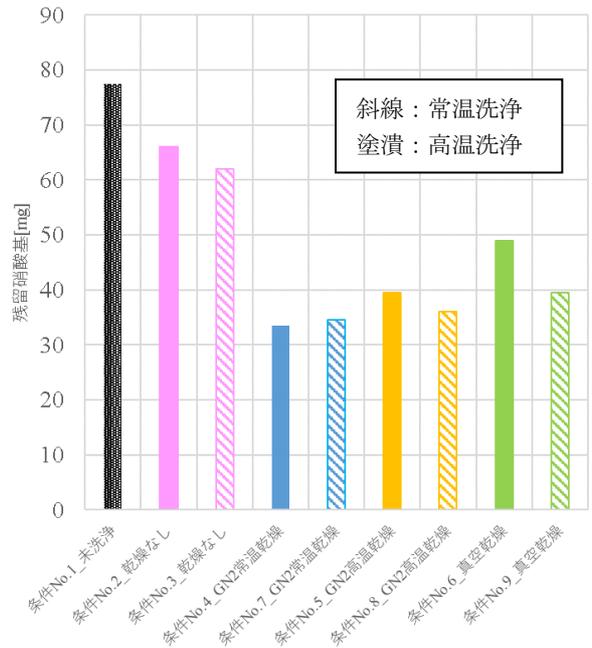
数値の単位は mg、検出限界は 1mg 以下。

試験条件 No.2 と No.3 のように、同じ乾燥条件ごとに比較した場合、高温水による洗浄の方が、より残留酸化剤の除去効果が高いことが分かる。また、第3表の試験結果から、試験条件 No.8 と同条件でマイクロバブルを発生させている No.10 を比較すると、No.10 は洗浄効果が低くなっていることが分かる。高分子材に浸透した残留酸化剤の除去は、試験片内深部に浸透した酸化剤を除去することが重要だが、今回の試験ではマイクロバブルが試験片表面に付着し洗浄水の接触面積を減らし試験片内深部分の洗浄不良につながった可能性が考えられる。

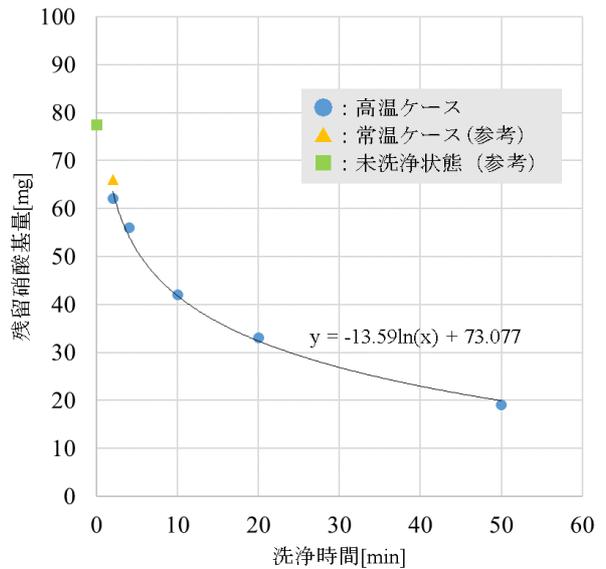
洗浄水の温度変化の影響としては、No.4 と No.7 では常温洗浄の方が良好な結果を示しているが、その差は 1mg と小さくその他の条件の差異を踏まえて評価した場合、高温の洗浄水を利用することで、内部洗浄の効果が高まると考えられる。

乾燥条件による違いを比較した場合、「常温乾燥 > 高温乾燥 > 真空乾燥」の順に残留酸化剤の除去効果が高い結果となり、一般的に乾燥能力だけを考慮した場合と真逆の結果となった。今回の乾燥工程のコンフィギュレーションを踏まえると、窒素ガスによる乾燥は真空乾燥に比べ、残留酸化剤が溶け込んだ洗浄水を吹き飛ばす効果が大きく、逆に乾燥能力が高い方法では酸化剤成分が飛ばずに、内部に残留したものと推測される。上記を踏まえると、実際の洗浄、乾燥工程においては、金属部分の洗浄・乾燥と高分子材の洗浄・乾燥を同時に実施する必要があるため、洗浄工程において、十分に残留酸化剤を除去した上で、適切な乾燥方法を設定する必要があるといえる。

3.3 各工程パラメータの効果差について 前項までの結果から、バルブ洗浄作業においては、高分子内に吸収された酸化剤乾燥作業前に十分な洗浄を施しておくことが重要であり、その洗浄工程においては洗浄水の温度を高めることで、洗浄効果が高まることが明らかとなった。そこで、第2表に示す試験条件 No.11~14 を実施し、温水による洗浄作業の時間的な酸化剤の除去効果を確認した。第4図にその結果を示す。第4図に示されるように、洗浄時間が長くなるにつれて、洗浄効果が高まるものの、その効果の変



第3図 洗浄・乾燥工程の違いによる残留硝酸基量比較



第4図 高温洗浄時間経過による残留硝酸基の変化

化は対数関数的に減少していくことが分かる。本試験条件において、残留硝酸基成分が検出限界である 1mg 以下となるには約 3 時間以上の時間が必要となる。なお、一例として、国内探査機にて使用された推葉弁で使用される PTFE 製シートは台形断面をもつ円盤形状をしており、直径 3mm 程度、厚み 1.5mm 程度である。表面積としては今回使用した試験片に比べて小さいが、残留酸化剤の除去の観点から、内部への浸透した酸化剤の洗浄が必要になることを考えると、シート厚みが同程度であることから、同程度の洗浄時間が必要になる可能性がある。国内メーカーの洗浄工程を例にとると、10分から20分程度の洗浄時間として手順設定されており、本結果を踏まえると、1項で述べた不具

合では、洗浄時間の確保が不十分なために酸化剤が残留し、水素脆化を引き起こした可能性があると考えられる。このことから、高分子材内部の酸化剤除去の観点ではバルブの洗浄工程においては十分な洗浄効果を得るために、数時間オーダーの洗浄時間が確保されることが推奨される。

#### 4. ま と め

宇宙機推進系用酸化剤バルブの洗浄方法指針確立に向けて、高分子材内に吸収された酸化剤除去に着目し、試験片を用いた洗浄力評価試験を実施した。試験の結果、温水を用いた洗浄が残留酸化剤除去に効果的であるが、数時間程度の時間をかけて洗浄することが望ましいことが分かった。また、本試験結果では真空乾燥による酸化剤除去効果が一

番悪い結果となったが、これは酸化剤を含んだ水分が吹き飛ばされることなく残差として残ったためと考えられる。金属分の残水分除去の観点では真空乾燥が有効であるため、洗浄と乾燥の両方の効果を最大限に発揮する作業工程の設定が重要であると考えられる。

#### 参 考 文 献

- 1) 香河英史, 齋藤憲吉, 梶原堅一: 推進系のコンタミネーションの影響と対策, 第55回宇宙科学技術連合講演会, 2B08, 2011.
- 2) 森 治, 榎木賢一, 成尾芳博, 澤井秀次郎, 志田真樹, 丸 祐介, 道上啓亮, 中塚潤一, 高見剛史, 浦町 光: はやぶさ2の化学推進系の開発と往路運用, 航空宇宙技術, **18** (2019), pp. 19-35.
- 3) 中塚潤一, 澤井秀次郎, 森 治, 成尾芳博: 科学衛星・探査機推進系の信頼性向上活動最終報告書, 宇宙航空研究開発機構研究開発資料, JAXA RM-15-0, 2016.