# 水素還元による月土壌からの水製造

渡辺隆行(東京工業大学),金森洋史(NASDA),青木 滋(清水建設),吉田哲二(清水建設),内藤 均 (NAL),荻原裟千男(NAL),中村嘉宏(法政大学)

## 1. 緒言

将来の月面における有人活動を考えると、特に水と 酸素の供給は重要な課題である。酸素は水の電気分 解より容易に得られることや、生成した水そのものも 様々な用途が考えられる点から,水製造には大きなメ リットがある。水製造は、水素を還元剤として使用する 場合がもっとも簡単で、輸送コストのかからないプロセ スとなる。

月土壌の特徴として、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> を全く含まない一方、 FeO を 15 %程度含んでいることが挙げられる。なお、 地球の土壌においては、FeO は 5 6 %である。月土壌 成分の水素還元による自由エネルギー変化を Fig. 1 に示す。Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> および FeO の還元反応が容易に進行 することを確認した。

本研究では水素還元による月土壌からの水製造 を行い、水製造の可能性、最適条件および反応機 構の検討を目的とした。



Fig. 1 Free energy change of hydrogen reduction with metal oxides.

### 2. 実験装置および方法

本研究で用いた実験装置図を Fig. 2 に示す。還 元反応器の部分は月面実験を想定し設計した。実 験装置は、主に反応炉部、ガス供給・制御部、そし て計測部で構成されている。温度は黒丸で示した 位置において、圧力は反応器の入口および出口に おいて計測した。反応器を出た水素中に含まれる 水分量は、管路に設置した相対湿度計にて測定し た。

反応器は試料の装着のため、二重構造になって おり、外管と内管で構成される。材質はいずれも Inconel600 であり、気密性は保たれている。反応器 図を Fig. 3 に示す。水素は外管の入口より反応器 内に流入し、外管と内管の隙間をらせん状に上昇 する。その間に所定温度に加熱され、上部より内管 に流入し、内管に設置された試料と還元反応を起こ す。

試料は、月土壌と同等の成分を含む月土壌シミュ ラントと呼ばれる模擬試料を用い、粒径(75 μm を境 に分級した二種類、および試料そのもの)による違 いを比較した。また本研究では、水素流量は 4 I/min 一定とし、試料量、反応温度、試料粒径、圧



Fig. 2 Schematic diagram of experimental apparatus.

カの水生成速度に対する影響を調べた。実験条件を Table 1 に示す。



Fig. 3 Schematic diagram of the cross section of the reactor.



可能性が考えられる。

#### Table 1 Experimental Conditions.

Hydrogen Flow Rate Sample Weight	[ l/min ] [ g ]	4 20, 40, 60
Reaction Temperature	[K]	1173, 1223, 1273, 1323
Particle Size	[ µm ]	Entire, Under75µm, Over75µm
Inlet Pressure	[ kPa ]	303, 404, 505

### 3. 実験結果

水生成速度に対する温度の影響を Fig. 4 に示す。 1273 K 以下では温度上昇によりピークが高くなり、 水分発生量は増加する。それ以上の温度では逆に 低くなり水分発生量は減少する。これは、試料粒子 のアルカリ成分の溶融によって反応表面積が減少 し、還元反応を妨げていることが原因である。

水生成速度に対する試料粒径の影響を Fig. 5 に 示す。粒径の小さい試料が水生成速度は速く、累 積水分量も多い。これは粒子の表面積の影響を受 けているからである。また、粒径の大きい試料は完

## 4. 月土壌シミュラントの分析結果

月土壌シミュラントの還元前と還元後の化学組成 分析結果をTable 2 に示す。FeO および Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> に大 きな変動が見られ、他の成分には特に目立つ変化 はなかった。これにより、水製造に関わる成分は FeO および Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>のみであることがわかる。

還元前と還元後の粒子の断面観察を走査型電子 顕微鏡(SEM)を用いて行った。結果を Fig. 6 に示す。 白色部分は Fe および Ti を多く含む部分、灰色部 分は Si、Ca、Na、AI 等の多種の酸化物を含む部分、 そして濃い灰色部分は Si を多く含む部分である。

Table 2 Chemical composition of lunar soil simulant before and after reduction.

	0	Concentration [ wt% ]		
	Lunar Soil	Lunar Soil Simulant		
Oxide	Before	After		
SiO <sub>2</sub>	50.3	50.9		
TiO <sub>2</sub>	2.0	2.0		
$Al_2\tilde{O_3}$	16.3	16.4		
$Cr_2O_3$	-	-		
FeO	8.7	12.3		
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	4.4	0.4		
MnO	0.2	0.2		
MgO	4.4	4.4		
CaO	9.4	9.5		
Na <sub>2</sub> O	2.4	2.3		
K,O	1.1	1.1		
$P_2O_5$	0.4	0.4		
<b>้</b> ร	-	-		
$H_2O$	0.5	0.1		
Total	100.0	100.0		



(a)



(b)

Fig. 6 SEM photographs of the cross section of the particle.

- (a) Before Reduction
- (b) After Reduction at 1273 K

#### Table 3 Results of classification by nature.

	Total Fe	Fe	FeO	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Before	9.61	0.11	8.47	4.25
2 min	9.72	1.56	9.53	1.07
6 min	9.70	3.47	7.95	0.07
8 min	9.77	3.57	7.65	0.36
After	10.34	3.86	8.15	0.07

還元後の写真の白色部分に多数の細孔が生成し ていることが分かる。これは、白色部分を構成する酸 化鉄中の酸素分が水素還元により抽出され、構造 に変化が生じたことを示している。

含有される鉄成分の態別分析の結果を Table 3 に 示す。月土壌シミュラントの水素還元は、2段階の反 応機構をもつことがわかる。第一段階で、Eq.(1)で 示す Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>の FeO への還元が即座に進行する。第 二段階で、Eq.(2)で示すFeOのFeへの還元が緩や かに進行することがわかった。

 $Fe_2O_3 + H_2 \rightarrow 2FeO + H_2O$ (1)

 $FeO+H_2 \rightarrow Fe+H_2O$ (2)

# 5. 結言

実験結果および数値解析より月面における固定 床水素還元による月土壌からの水製造は可能であ ることが示された。

実験より明らかになったことを以下に示す。

- 試料量に比例して、累積生成水量は増大す る。
- 1273 K 以上ではアルカリ成分の溶融により細 孔が塞がれるため、水生成が妨げられる。
- 粒径が小さい試料の場合には、反応表面積の 増大により、累積生成水量が増大する。
- 水製造の最適反応条件として、反応温度 1273 K、粒径は小さいもの、圧力は低圧、還元時間 10 15 min という条件下で最適な水製造ができ ることが分った。
- 水素還元の反応機構の検討の結果、粒子内 部の生成物層拡散過程が律速段階であること が分った。