



BADANIA DWUBAZOWEGO PALIWA RAKIETOWEGO ZA POMOCĄ DYNAMICZNEJ ANALIZY MECHANICZNEJ

Marcin CEGŁA

Wojskowy Instytut Techniczny Uzbrojenia

Janusz ZMYWACZYK, Piotr KONIORCZYK

Wojskowa Akademia Techniczna

Streszczenie: W artykule przedstawiono wyniki badań stałego dwubazowego paliwa raketowego za pomocą dynamicznej analizy mechanicznej (DMA). Autorzy wykonali badania właściwości mechanicznych takich jak dynamiczny moduł zachowawczy (E'), dynamiczny moduł stratności (E'') oraz $\tan\delta$ (E''/E'). Ich charakterystyki temperaturowe zostały wyznaczone za pomocą urządzenia Netzsch DMA 242C w zakresie temperatury od $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ do $+90\text{ }^{\circ}\text{C}$ przy szybkości ogrzewania wynoszącej 1K/min lub 2K/min. Próbka zamocowana była w uchwytych typu podwójny wspornik (dual-cantilever) i poddana obciążeniom o częstotliwości 1Hz. Szczególną uwagę poświęcono właściwemu doborowi parametrów i wymiarów próbki w celu otrzymania prawidłowych wyników badań DMA. Dla potwierdzenia wyników badań DMA jako materiał referencyjny przebadano PTFE (teflon) i porównano z wynikami literaturowymi.

Słowa kluczowe: stałe paliwa raketowe, dynamiczne właściwości mechaniczne

TESTING DOUBLE-BASE ROCKET PROPELLANT WITH THE USE OF DYNAMIC MECHANICAL ANALYSIS

Marcin CEGŁA

Military Institute of Armament Technology

Janusz ZMYWACZYK, Piotr KONIORCZYK

Military University of Technology

Abstract: The paper presents results of Dynamic Mechanical Analysis (DMA) of solid double-base rocket propellant. The authors investigated mechanical properties such as dynamic storage modulus (E'), dynamic loss modulus (E'') and $\tan\delta$ (E''/E'). Their temperature characteristics were measured with the use of Netzsch DMA 242C analyzer within temperature range from $-120\text{ }^{\circ}\text{C}$ up to $+90\text{ }^{\circ}\text{C}$ at 1K/min or 2K/min of heating rate, respectively. The sample was fixed in dual cantilever and subjected to 1Hz testing loads. Special attention was paid to the problem of proper selection of parameters of the analyzer as well as sample dimensions which were essential to obtain correct DMA results. To validate the results of DMA measurement polytetrafluoroethylene (PTFE) was tested as a reference material and compared with literature data.

Keywords: solid rocket propellants, dynamic mechanical properties

1. Wstęp

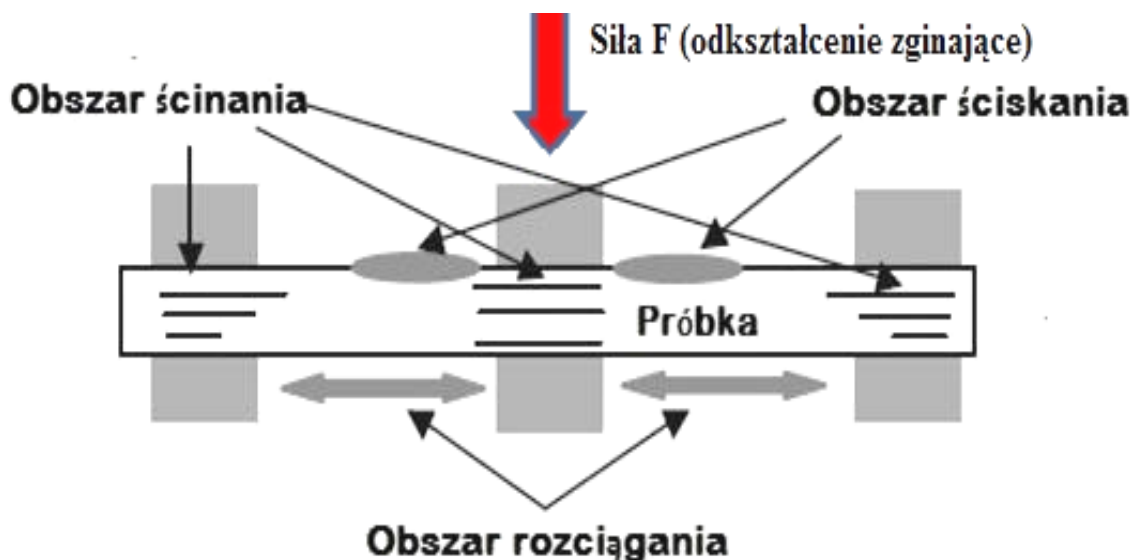
Stałe dwubazowe paliwa raketowe należą do grupy lepkosprężystych materiałów o właściwościach zbliżonych do właściwości polimerów [1]. Typowe dwubazowe paliwa raketowe zbudowane są głównie z nitrocelulozy (NC) 50-60% oraz nitrogliceryny (NG) 30-49% [2] wraz z dodatkami stabilizatorów, plastyfikatorów i nieorganicznych katalizatorów. Dla właściwego i bezpiecznego użytkowania stałych dwubazowych paliw raketowych, konieczna staje się znajomość ich własności cieplno-mechanicznych. Zmiany właściwości mechanicznych tych materiałów mogą być spowodowane procesami fizycznymi (dyfuzja składników, zawilgocenie), reakcjami chemicznymi (rozkład/degradacja azotanów) oraz w wyniku oddziaływań mechanicznych (wibracje, zmiany ciśnienia). Zmiany te mogą prowadzić do niekontrolowanych procesów zachodzących w silniku rakiety, a nawet do jego rozerwania podczas startu. Technika pozwalająca na jednoczesne określenie właściwości mechanicznych, takich jak dynamiczny moduł zachowawczy (E') reprezentujący własności sprężyste materiału, dynamiczny moduł stratności (E'') określający właściwości lepkościowe oraz $\tan\delta = (E''/E')$ mówiący o zdolności materiału do tłumienia drgań mechanicznych, jest dynamiczna analiza mechaniczna (DMA) [3,7]. W metodzie DMA sygnał wejściowy stanowi cyklicznie przyłożona siła F do badanej próbki, o amplitudzie kilku newtonów, która generuje w niej niewielkie odkształcenia rzędu mikrometrów. W wyniku tego badana próbka odkształca się w sposób cykliczny. Różnica faz pomiędzy przyłożonym naprężeniem, a wynikającym z niego odkształceniem, to kąt δ , tym większy, im materiał jest mniej sprężysty a bardziej plastyczny. Zastosowanie metody DMA pozwala na jednoczesne określenie zdolności materiału do oddawania energii (E'), do utraty energii (E'') oraz tłumienia mechanicznego (E''/E') [7]. Właściwości te mogą być mierzone w zależności od czasu, częstotliwości oraz temperatury. Badanie paliw raketowych za pomocą metody DMA pozwala określić wytrzymałość materiału na dynamiczne obciążenia, a także ich zdolność do nieodwracalnego rozproszenia energii mechanicznej dostarczanej podczas cyklicznego obciążania. Jest to szczególnie istotne do przewidywania zachowania się silnika raketowego podczas użytkowania. W literaturze [1, 4] znaleźć można informacje na temat wpływu wybranych parametrów pomiarowych (szybkości ogrzewania, częstotliwości) na wyniki badań DMA, brak jest jednak szczegółowych informacji dotyczących prawidłowego przebiegu eksperymentu. Celem tego artykułu jest częściowe wypełnienie tej luki.

2. Procedura eksperymentalna

Stałe dwubazowe paliwo raketowe o gęstości w temperaturze pokojowej wynoszącej $\rho=1,55 \text{ g/cm}^3$, zostało użyte do badań za pomocą metody DMA w zakresie temperatury od $-120 \text{ }^\circ\text{C}$ do $+90 \text{ }^\circ\text{C}$. Próbki pobrane zostały z ładunku napędowego w kształcie ścianki cylindrycznej i były obrabiane za pomocą papieru ściernego do osiągnięcia kształtów prostopadłościennych. Próbki o oznaczeniach S1, S2, S3, S4 wykonane zostały z tego samego paliwa raketowego. Dodatkowo do badań użyta została próbka porównawcza wykonana z teflonu. Do badań użyto urządzenie pomiarowe Netzsch DMA 242C wyposażone w uchwyt próbki typu podwójny wspornik o rozstawie chwytów $2 \times 16 \text{ mm}$.

Częstotliwość odkształcania zalecana przez odpowiednią normę [3] wynosiła $f = 1\text{Hz}$, szybkość ogrzewania natomiast 1K/min oraz 2K/min . Zastosowanie różnych szybkości ogrzewania może mieć nieznaczny wpływ na uzyskane wyniki. Większa szybkość ogrzewania powoduje wzrost wartości modułów E' i E'' oraz temperatury zeszklenia materiału.

Dla uzyskania dokładniejszych wyników stosuje się mniejsze szybkości ogrzewania [4]. W tabeli 1 zawarto parametry eksperymentu.



Rys. 1. Schemat uchwytu próbki typu podwójny wspornik

Zgodnie z zaleceniami instrukcji urządzenia DMA 242 suma statycznej i dynamicznej siły nie może przekraczać 8N, ale w przypadku wybranego sposobu mocowania próbki firma Netzsch zaleca stosowanie statycznej siły równej zero [5].

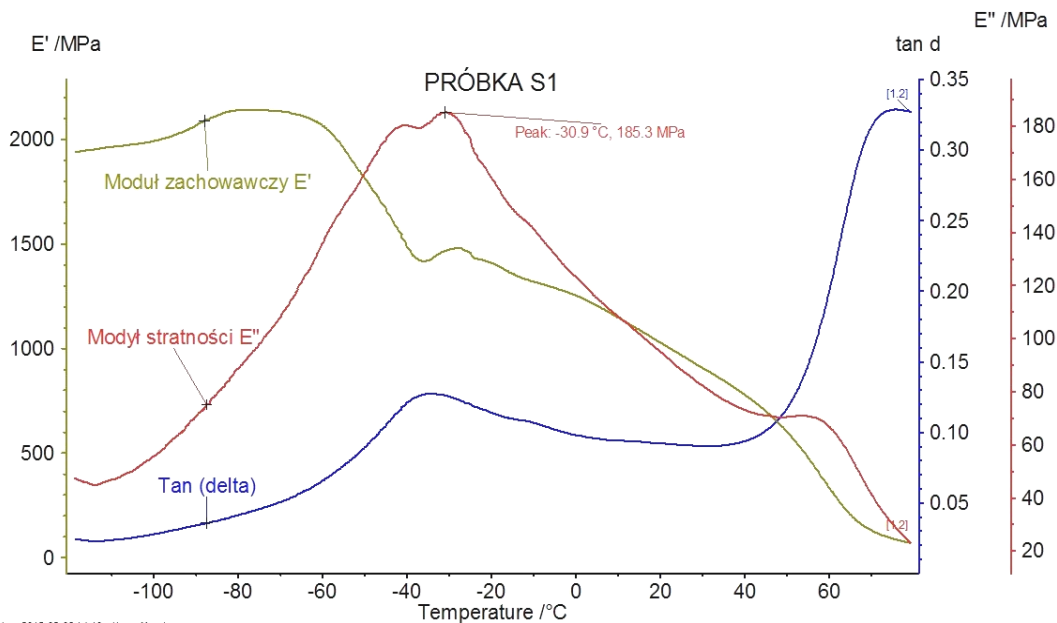
Tabela 1. Parametry eksperymentalne DMA

| Próbka | Grubość/ szerokość/ długość [mm] | Zakres temperatury [°C] | Szybkość ogrzewania [K/min] | Siła statyczna [N] | Siła dynamiczna [N] | Amplituda odkształcenia próbki [μm] |
|--------|---|-------------------------------|-----------------------------------|--------------------------|---------------------------|--|
| S1 | 4,28/10,0/60,0 | -120 - +80 | 2 | 0 | 7,5 | 40,0 |
| S2 | 2,74/10,0/60,0 | -120 - +80 | 2 | 0 | 7,5 | 30,0 |
| S3 | 1,15/10,0/60,0 | -120 - +80 | 1 | 0 | 7,5 | 30,0 |
| S4 | 1,15/10,0/60,0 | -120 - +80 | 1 | 0 | 7,5 | 50,0 |
| PTFE | 1,97/9,7/60,0 | -150 - +150 | 1 | 0 | 7,5 | 40,0 |

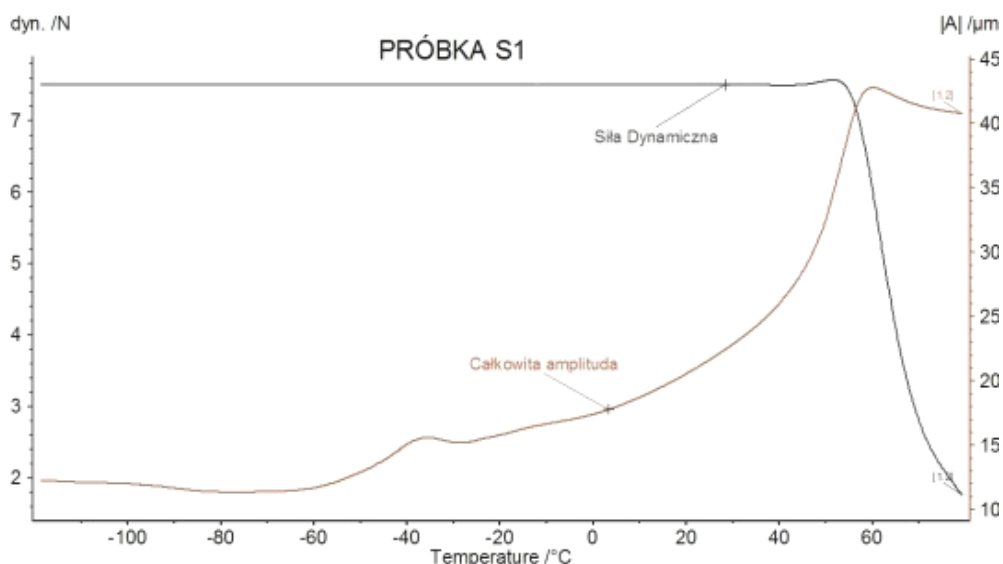
W ostatniej kolumnie tabeli 1 podano wartość amplitudy jaka powinna zostać osiągnięta przez próbkę w czasie badania w wyniku oddziaływania przyłożonego do niej cyklicznego wymuszenia o amplitudzie $|F|$ nie większej niż 7,5N. Uzyskanie dolnej temperatury próbki wynoszącej -120°C a nawet -150°C możliwe było dzięki zastosowaniu układu chłodzenia składającego się z naczynia Dewara wypełnionego ciekłym azotem zawierającego grzałkę elektryczną sterowaną w sposób automatyczny, która wymusza przepływ azotu przez komorę pieca z umieszczoną w niej próbką na specjalnym wsporniku.

3. Wyniki badań

Na rysunkach 2 i 3 pokazano zależności dynamicznych modułów E' , E'' , $\tan\delta$, a także amplitudy oraz siły dynamicznej od temperatury w czasie całego eksperymentu.

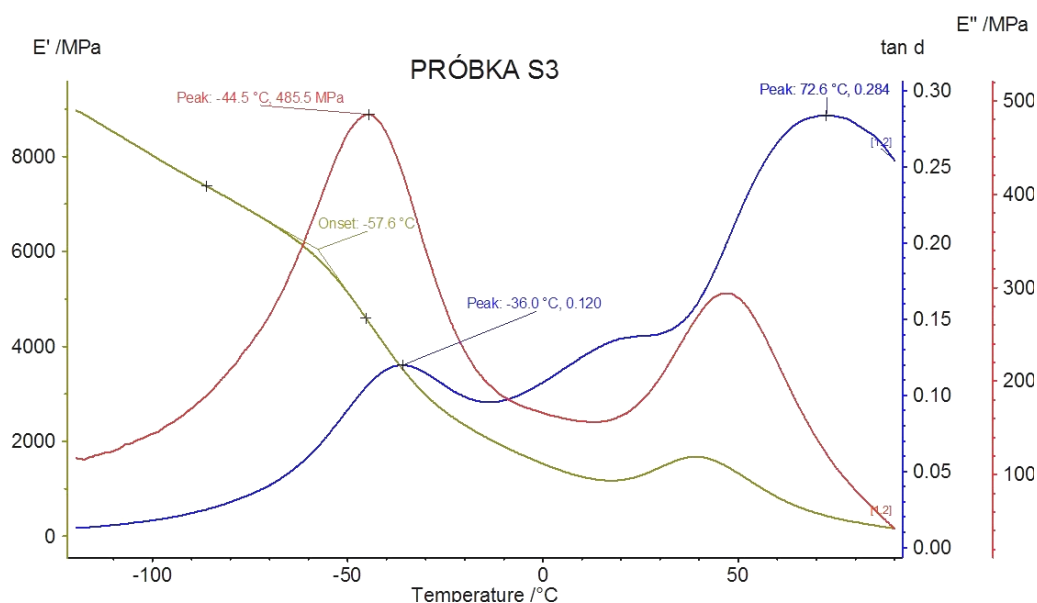


Rys. 2. Zależność modułu zachowawczego E' , modułu stratności E'' oraz $\tan\delta = (E''/E')$ od temperatury dla próbki S1

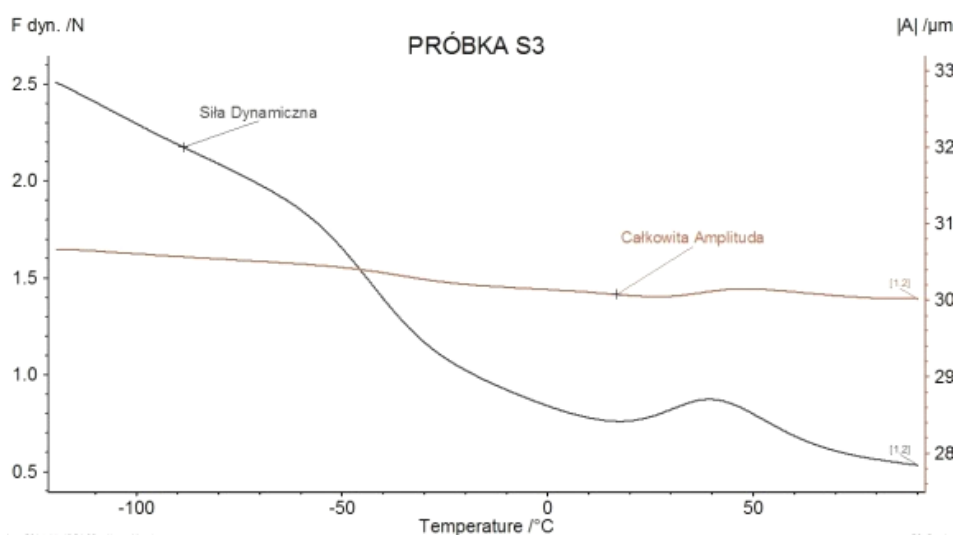


Rys. 3. Zależność siły dynamicznej i amplitudy odkształcenia od temperatury dla próbki S1

Można zaobserwować, że próbka S1 o grubości 4,28 mm wykazuje zbyt dużą sztywność, aby osiągnąć założoną amplitudę odkształcenia badanej próbki paliwa, wynoszącą 40 μm w zakresie temperatury od -120°C do $+58^{\circ}\text{C}$. Dla próbki S2 o grubości 2,74 mm oraz założonej amplitudy odkształcenia wynoszącej 30 μm zakres ten jest mniejszy i wynosi od -120°C do 0°C . Próbka jednak jest zbyt sztywna aby eksperyment można było traktować jako wiarygodny. Założone wartości amplitudy odkształcenia badanej próbki wynoszące 30 μm i 50 μm zostały osiągnięte jedynie dla próbek S3 i S4. W celu zwiększenia dokładności wyników zmniejszono szybkość ogrzewania do 1K/min. Łatwo zaobserwować, że w całym założonym zakresie temperatury, wyniki badań dla tych próbek można uznać za wiarygodne. Na rysunkach 4 i 5 pokazano wyniki badań dynamicznych właściwości mechanicznych próbki S3 dwubazowego paliwa raketowego.

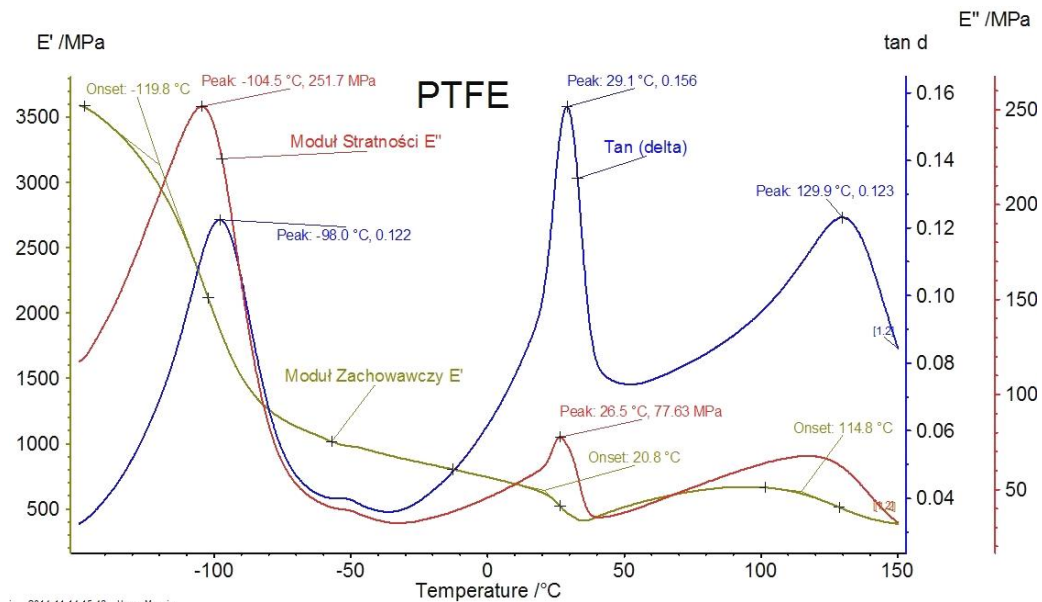


Rys. 4. Zależność modułu zachowawczego E' , modułu stratności E'' oraz $\tan\delta = (E''/E')$ od temperatury dla próbki S3

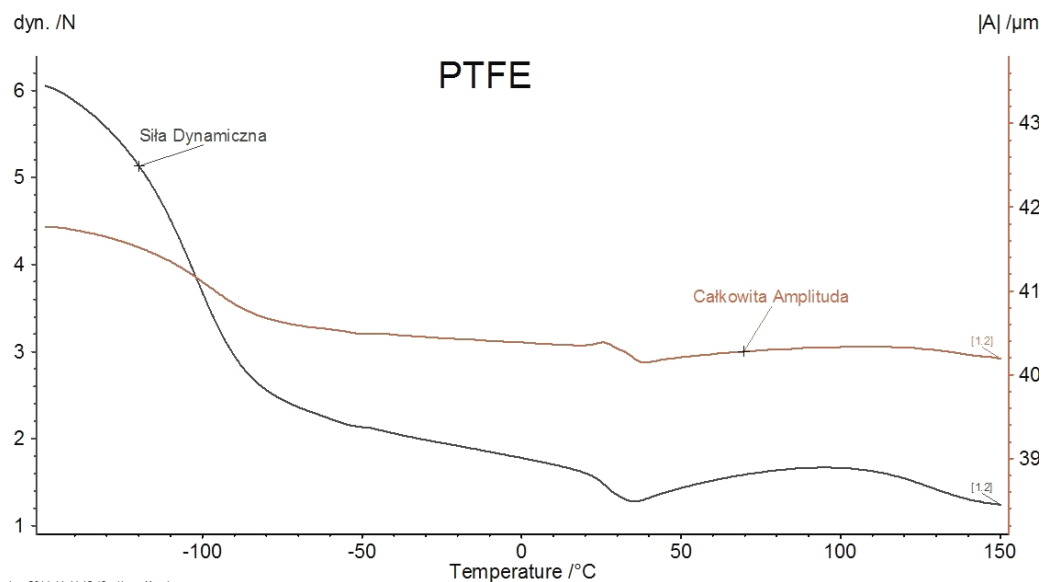


Rys. 5. Zależność siły dynamicznej oraz amplitudy odkształcenia od temperatury dla próbki S3

Wartość modułu zachowawczego E' spada gwałtownie przy osiągnięciu temperatury $57,6^{\circ}\text{C}$. Jest to wynikiem mięknięcia materiału. Maksimum jakie osiąga krzywa modułu stratności E'' w temperaturze $-44,2^{\circ}\text{C}$ odnosi się do temperatury zeszklenia materiału [6]. Krzywa $\tan(\delta)$ osiąga maksimum dwukrotnie, dla $-35,3^{\circ}\text{C}$ oraz $+73^{\circ}\text{C}$. Maksima te odpowiadają obszarom zeszklenia i mięknięcia materiału. Porównanie wartości temperatury zeszklenia odczytanej z maksimum krzywej modułu stratności dla próbek S1 i S3, potwierdza wpływ szybkości ogrzewania na wyniki eksperymentu. Wyraźne różnice w wartościach modułu zachowawczego dla próbek S1 i S3 są wynikiem braku uzyskania założonej amplitudy odkształcenia próbki w pełnym zakresie temperatury. W celu sprawdzenia procedury eksperymentalnej DMA stałych dwubazowych paliw raketowych użyta została próbka teflonu. Wykonane badania materiału referencyjnego zostały porównane z danymi literaturowymi [6]. Na rysunkach 6 i 7 pokazano wyniki badań DMA dla próbki teflonu.



Rys. 6. Zależność właściwości mechanicznych od temperatury dla próbki teflonu



Rys. 7. Zależność amplitudy oraz siły dynamicznej od temperatury dla próbki teflonu.

W tabeli 2 przedstawiono porównanie wyników badań własnych oraz literaturowych dla materiału referencyjnego, którym był teflon.

Tabela 2. Porównanie wyników badań DMA dla teflonu

| | Moduł zachowawczy E' Temperatury onset, endset | Moduł stratości E'' Wartości maksymalne | Tan δ Wartości maksymalne |
|-------------------------|---|--|----------------------------------|
| Literatura [6] | Onset, endset: -122,9/ +19,2/+39,0/+110,1 °C | Max: -104,7/ +27,8 °C | Max: -100,1/ +37,6/ +135,8 °C |
| Wyniki własne rys. 5 | Onset, endset: -119,8/+20,8/ +114,8 °C | Max: -104,5/ +26,5 °C | Max: -98,0/ +29,1/ +129,9 °C |

Wartości temperatury istotne z punktu widzenia badań DMA różnią się nieznacznie dla wyników badań własnych oraz danych literaturowych. Różnice te mogą być wynikiem użycia różnych rodzajów teflonu, różnych wymiarów próbki czy też zastosowania innego sposobu mocowania próbki [6].

4. Podsumowanie

W artykule przedstawiono wyniki badań DMA stałego dwubazowego paliwa raketowego. Otrzymano zależności od temperatury dynamicznych właściwości mechanicznych, takich jak dynamiczny moduł zachowawczy (E'), dynamiczny moduł stratności (E'') oraz $\tan\delta = (E''/E')$. Dodatkowo, w celu potwierdzenia wyników badań DMA paliw raketowych, przebadano oraz porównano z danymi literaturowymi próbkę teflonu [6]. Na podstawie przeprowadzonych badań można stwierdzić, że wyniki badań właściwości mechanicznych E' , E'' oraz $\tan\delta$ należy prezentować wraz z wynikami zależności amplitudy odkształcenia badanej próbki oraz siły dynamicznej od temperatury. Przedstawione w ten sposób wyniki można uznać za wiarygodne. Badania mają charakter wstępny i będą kontynuowane.

Praca była finansowana ze środków Europejskiego Funduszu Rozwoju Regionalnego w programie operacyjnym innowacyjna gospodarka 2007-2013, POIG.02.02.00-14-022/09.

Literatura

- [1] MUŠANIĆ, S.M.; SUĆESKA M., SANKO B., Influence of Testing Conditions on Results of Dynamic Mechanical Analysis of Double Base Rocket Propellants, *New Trends in Research of Energetic Materials* / Svatopluk Zeman (ed). - Pardubice : Univeristy of Pardubice , 2002. p. 223-234
- [2] FOLLY P., MADER P., Propellant Chemistry, *Chimia*, 2004, 58, No.6, p. 374-382.
- [3] NATO STANAG 4540, Edition 1, 2002.
- [4] MEHILAL V.W., PRAVEEN PRAKASH SINGH S.J., BHATTACHARYA B., Studies of the Influence of Testing Parameters on Dynamic and Transient Properties of Composite Solid Rocket Propellants Using a Dynamic Mechanical Analyzer, *J. Aerosp. Technol. Manag.*, Sao Jose dos Campos, 2012, Vol. 4, No 4, p.443-452.
- [5] Netzsch: Operating instructions DMA 242 ([http://dept.lamar.edu/zhanhu/icl/Manual_DMA242C_e\[1\].pdf](http://dept.lamar.edu/zhanhu/icl/Manual_DMA242C_e[1].pdf))
- [6] BLUMM, J. LINDEMANN, A. MEYER, M. STRASSER, C. Characterization of PTFE Using Advanced Thermal Analysis Techniques, *Int. J. Thermophysics*, 2010, Vol. 31, p.1919–1927.
- [7] MENARD K.P. *Dynamic Mechanical Analysis. A Practical Introduction*, 2nd ed., 2008 Taylor & Francis Group, LLC, Boca Raton London New York, ISBN 978-1-4200-5312-8.