

dr inż. Bogdan FLORCZAK*
ppłk rez. dr inż. Maciej MISZCZAK**
ppłk dr inż. Jacek BORKOWSKI**
* Instytut Przemysłu Organicznego
** Wojskowy Instytut Techniczny Uzbrojenia

BADANIA DYNAMICZNO-MECHANICZNO-TERMICZNE STAŁYCH, HOMOGENICZNYCH-DWUBAZOWYCH PALIW RAKIETOWYCH

Streszczenie: W artykule przedstawiono badania stałych, homogenicznych paliw raketowych-dwubazowych, których podstawowymi składnikami są nitroceluloza i nitrogliceryna. Badania dynamiczno-mechaniczno-termiczne (określane skrótem DMA albo DMTA) paliw raketowych realizowano za pomocą analizatora DMA Q800 brytyjskiej firmy „TA Instruments”. Próbka materiałowa zamocowana była na jednym końcu do nieruchomego, zaś na drugim - do ruchomego uchwytu, poprzez który poddawana była dynamicznemu obciążeniu okresowemu o częstotliwości 1 Hz, przy kontrolowanej deformacji wynoszącej 0,2 mm. Jednocześnie próbka znajdowała się w komorze termostatującej, ogrzewanej z szybkością 2 °C/min. Analizę DMA prowadzono w zakresie temperatur od 30 °C do 100 °C, określając dynamiczny moduł sprężystości paliwa raketowego, jego dynamiczny moduł stratności, tangens kąta przesunięcia fazowego między obu modułami oraz względne odkształcenie dynamiczne. Znajomość ww. parametrów umożliwia min. ocenę wytrzymałości paliwa na mechaniczne obciążenia dynamiczne w badanym zakresie temperaturowym oraz temperaturę mięknienia paliwa.

DYNAMIC-MECHANICAL-THERMAL INVESTIGATIONS OF HOMOGENEOUS, SOLID, DOUBLE-BASE ROCKET PROPELLANTS

Abstract: Investigations of solid, homogeneous, double-base, rocket propellants composed of two main ingredients i.e. – nitrocellulose and nitroglycerine, by means of Dynamic-Mechanical-Thermal Analysis (determined by abbreviation DMA or DMTA) were presented in this paper. The tests of solid rocket propellant samples were conducted with usage of DMA Q800 Analyser of british “TA Instruments” Company. The tested sample was mounted in single cantilever clamp system i.e. the sample was fixed at one end, and through the second end the sample was subjected to mechanical dynamic cyclic loads of frequency 1 Hz, at controlled sample deformation of 0.2 mm. Simultaneously the sample was heated in the apparatus conditioning chamber with the rate of temperature rise of 2 °C/min. DMA analyses for tested samples were realised in the range of temperature from 30 °C to 100 °C. By means of DMA analysis dynamic loss modulus, dynamic storage modulus, tangent of angle of phase shift between these moduli and relative dynamic strain of tested samples were determined. Knowledge about above mentioned parameters makes possible int. al. assessment of solid rocket propellant specimens strength towards dynamic loads subjected to them in the given temperature region and also allows to determine the solid rocket propellant specimens softening point.

1. Wstęp

Badania dynamiczno-mechaniczno-termiczne (określane skrótem DMA lub DMTA) stałych homogenicznych paliw raketowych należących do grupy tworzyw termoplastycznych dostarczają istotnych informacji w zakresie ich właściwości, zwłaszcza takich charakterystyk materiałowych, jak dynamiczny moduł sprężystości, dynamiczny moduł stratności, tangens kąta przesunięcia fazowego między tymi modułami, zwany często współczynnikiem tłumienia oraz względne odkształcenie dynamiczne [1-11]. Pomiar wartości powyższych parametrów próbek materiałowych stałych paliw raketowych w funkcji zmian ich temperatury (i środowiska, w którym się znajdują) pozwala ocenić bardzo ważne z punktu eksploatacji paliw raketowych właściwości, takie jak wytrzymałość na obciążenia dynamiczne, zdolność do nieodwracalnego rozpraszania i zachowania energii mechanicznej dostarczanej podczas okresowego obciążenia. Z powyższych rozważań wynika, że pomiary z wykorzystaniem DMA dostarczają cennych informacji przydatnych w fazie opracowywania/projektowania i badań, w tym podczas zmęczeniowych badań stałych paliw raketowych. Badania za pomocą DMA umożliwiają dokonanie analizy temperaturowej, częstotliwościowej i strukturalnej, w tym morfologicznej polimerów krystalicznych występujących w stałych paliwach raketowych, charakteryzując ich własności lepkosprężyste. Powyższe charakterystyki umożliwiają diagnozę/ocenę zachowania paliwa raketowego podczas eksploatacji w ramach układu napędowego (silnika raketowego), gdy ładunek paliwa raketowego narażony jest na okresowe obciążenia dynamiczne podczas transportu, zabiegów obsługowych, konserwacyjnych oraz podczas spalania w komorze silnika raketowego, zwłaszcza podczas spalania niestacjonarnego, w tym rezonansowego. Mechaniczna – dynamiczna odpowiedź stałych paliw raketowych na okresowe obciążenie (odkształcenie/naprężenie) jest szczególnie wrażliwa na zmiany fizykochemiczne zachodzące w polimerach, zwłaszcza przemiany fazowe, stając się niezwykle przydatną do określania temperatury zeszklenia i mięknięcia.

2. Badania DMA stałych, homogenicznych, dwubazowych paliw raketowych

Do badań techniką DMA przygotowano sześć próbek stałego paliwa raketowego – dwubazowego, oznaczonych DBP1 (trzy sztuki) oraz DBP2 (trzy sztuki), pobranych odpowiednio z dwóch różnych ładunków napędowych o podobnym składzie chemicznym. Próbkę te poddano obróbce mechanicznej przygotowując je w postaci prostopadłościanów o wymiarach :18,50 mm (długość), 10 mm (szerokość) i 2,50 mm (grubość).

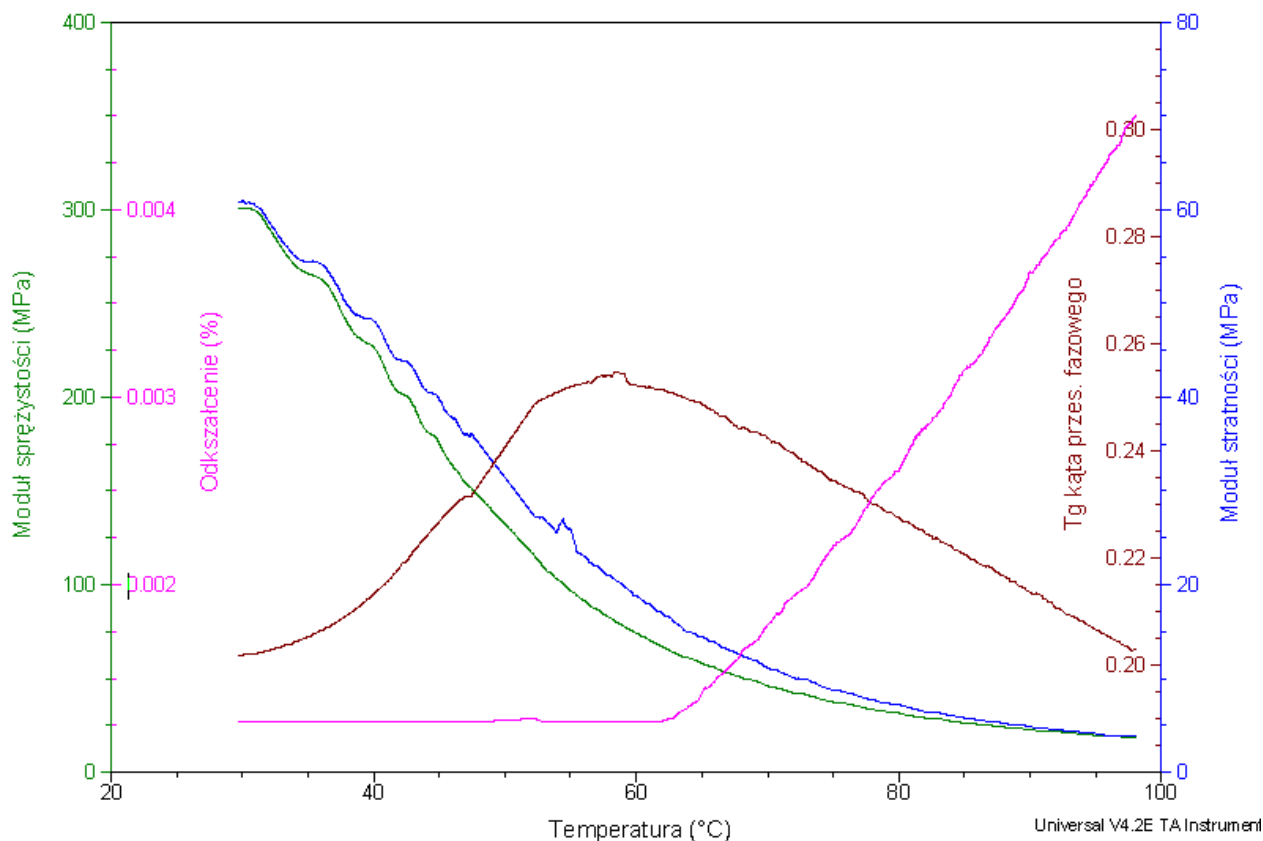
Podczas badań realizowanych za pomocą analizatora dynamiczno-mechanicznego typu DMA Q800 brytyjskiej firmy „TA Instruments”, końce próbek mocowane były w dwóch uchwytach, znajdujących się od siebie w ustalonej odległości wynoszącej 17,70 mm. Jeden z uchwytów był nieruchomy, zaś drugi poddawany był okresowemu – sinusoidalnemu obciążeniu zginającemu, o częstotliwości 1 Hz oraz kontrolowanej amplitudzie deformacji wynoszącej 0,2 mm, poprzez wibracyjny ruch napędzanego pneumatycznie wałka przemieszczającego się w pionowej prowadnicy, usytuowanej pod ruchomym końcem próbki. Przed przyłożeniem obciążenia dynamicznego, próbka poddana była kondycjonowaniu przez 15 minut w temperaturze początkowej pomiaru, wynoszącej 30 °C. Po kondycjonowaniu, podczas obciążenia dynamicznego temperaturę komory termostatującej aparatu DMA, w której znajdowała się próbka zwiększano z szybkością 2 °C/min do uzyskania temperatury 100 °C. Podczas analiz DMA określano dynamiczny moduł sprężystości, dynamiczny moduł

stratności, tangens kąta przesunięcia fazowego między obu modułami oraz względne odkształcenie dynamiczne.

Wyniki badań próbek paliw raketowych za pomocą techniki DMA przedstawiono poniżej w Tabeli, zaś charakterystyczny, przykładowy zbiór wykresów modułu sprężystości, modułu stratności, tangensa kąta przesunięcia fazowego między obu modułami oraz odkształcenia względnego w funkcji zmian temperatury ogrzewania przedstawiono na Rysunku.

Tabela. Wyniki analiz DMA próbek DBP1 (trzy sztuki) oraz DBP2 (trzy sztuki) stałych paliw raketowych - dwubazowych

Analizowany parametr	Temperatura odpowiadająca początkowi szybkiego spadku wartości dynamicznego modułu T_{onset} [°C]	Temperatura odpowiadająca maksymalnej szybkości spadku wartości dynamicznego modułu T_{mid} [°C]	Temperatura odpowiadająca końcowi szybkiego spadku wartości dynamicznego modułu T_{endset} [°C]
Dynamiczny moduł sprężystości [MPa]	DBP1 _{śr} 40,14	DBP1 _{śr} 44,71	DBP1 _{śr} 59,93
	DBP2 _{śr} 39,01	DBP2 _{śr} 44,97	DBP2 _{śr} 60,02
Dynamiczny moduł stratności [MPa]	DBP1 _{śr} 39,90	DBP1 _{śr} 46,63	DBP1 _{śr} 64,30
	DBP2 _{śr} 40,90	DBP2 _{śr} 44,33	DBP2 _{śr} 60,45
Tangens kąta przesunięcia fazowego między modułem sprężystości a modułem stratności	Temperatura odpowiadająca maksymalnej wartości tangensa kąta przesunięcia fazowego między modułem sprężystości a modułem stratności [°C]		
	DBP1 _{śr} 57,73	DBP2 _{śr} 58,47	
Odkształcenie względne [%]	Temperatura odpowiadająca początkowi wzrostu odkształcenia T_{onset} [°C]	Temperatura odpowiadająca maksymalnej wartości szybkości wzrostu odkształcenia T_{mid} [°C]	Temperatura odpowiadająca końcowi pomiaru wzrostu odkształcenia T_{endset} [°C]
	DBP1 _{śr} 58,31	DBP1 _{śr} 86,23	DBP1 _{śr} 89,03
	DBP2 _{śr} 58,47	DBP2 _{śr} 84,33	DBP2 _{śr} 88,33



Rysunek. Typowy przebieg zmian wartości dynamicznego modułu sprężystości, modułu stratności, tangensa kąta przesunięcia fazowego między obu modułami oraz względnego odkształcenia stałego paliwa raketowego – dwubazowego w funkcji zmian temperatury jego ogrzewania.

3. Wnioski

Na podstawie powyżej przedstawionych wyników (Tabela, Rysunek) można stwierdzić, że proces mięknięcia/uplastycznienia badanych stałych homogenicznych paliw raketowych na bazie nitrocelulozy i nitrogliceryny zachodzi w zakresie temperatur od ok. 40 °C do ok. 60 °C. Graniczne wartości zakresu temperatur mięknięcia odpowiadają $Temp_{onset}$, $Temp_{endset}$ dynamicznych modułów sprężystości i stratności, zaś temperatury charakterystyczne tego zakresu mieszczące się w przedziale 44 - 47 °C, przy których zachodzi najszybszy spadek wartości ww. modułów, odpowiadają $Temp_{mid}$. Mimo, iż moduł sprężystości obu rodzajów paliw obniża się z wartości ok. 250-300 MPa do ok. 50-100 MPa w ww. temperaturowym zakresie mięknięcia, to paliwa te zachowują właściwości lepkosprężyste, w tym kształt oraz wytrzymałość, co przejawia się utrzymaniem względnego odkształcenia postaciowego zazwyczaj nie przekraczającego 0,01% do temperatury ok. 60 °C.

Największe wartości tangensa kąta przesunięcia fazowego między dynamicznym modułem sprężystości i stratności odpowiadają zakresowi temperatur od ok. 57 °C do ok. 59 °C, czyli końcowej fazie mięknięcia paliw i początkowemu etapowi przechodzenia w stan plastyczny, a więc - kolejnej przemianie fazowej. Z powyższego wynika, że badane próbki paliw

rakietowych wykazują największe zdolności tłumienia okresowych obciążeń dynamicznych w temp. z zakresu od ok. 57 °C do ok. 59 °C, co świadczy o zwiększonej wytrzymałości paliw na mechaniczne obciążenie udarowe w tym przedziale temperatur.

Praca naukowa finansowana ze środków na naukę w latach 2006-2009 jako projekt badawczy rozwojowy nr R 00 003 01.

Literatura

- [1] S. Krishnan, S.R. Chakravarthy, S.K. Athithan „Propellants and Explosives Technology”, Allied Publishers Limited; New Delhi, Mumbai, Calcutta, Lucknow, Chennai, Nagpur, Bangalore, Hyderabad, Ahmedabad, 1998 r., pp.181-182
- [2] STANdardization AGreement STANAG NATO Nr 4540 (Edition 1; 2002); Explosives, Procedures for dynamic mechanical analysis (DMA) and determination of glass transition temperature
- [3] T. Broniewski, J. Kapko, W. Płaczek, J. Thomalla, „Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych”, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2000, pp.117-123
- [4] W. P.C. de Klerk, G. Herder, F.P. Weterings, “Mechanical analysis on rocket propellants”, Journal of Thermal Analysis and Calorimetry, vol. 72, 2003, pp. 921-929.
- [5] S. Musanic, M. Sucaska, M.R. Linaric, B. Sanko, R. Culjak, “Changes of dynamic mechanic properties of double based rocket propellant during artificial ageing”, Proceedings of 7th International Seminar on New Trends in Research of Energetic Materials, Pardubice, Czech Republic, 2004, pp. 570-583
- [6] S. Musanic, M. Sucaska, S. Bakija, “Application of dynamic mechanical and thermal methods in investigation of ageing processes of double based rocket propellant”, Proceedings of 9th International Seminar on New Trends in Research of Energetic Materials, Pardubice, Czech Republic, 2006, pp. 214-230
- [7] S. Musanic, M. Sucaska, S. Bakija, “Influence of testing conditions on results of Dynamic Mechanical Analysis of double based rocket propellant”; Proceedings of 5th International Seminar on New Trends in Research of Energetic Materials, Pardubice, Czech Republic, 2002, pp. 223-233
- [8] DMA Dynamic Mechanical Analyzer – Q Series Getting Started Guide; Revision F; January 2004; TA Instruments – Waters LLC; New Castle; Great Britain
- [9] K. P. Menard, “Dynamic Mechanical Analysis. A practical introduction”, CRC Press, Taylor and Francis Group, Boca Raton, London, New York, 2008
- [10] M.T. Shaw, W.J. MacKnight, “Introduction to polymer viscoelasticity”, John Wiley & Sons Inc. Publication, 2005, Hoboken, New Jersey, pp. 129-133
- [11] P. Gabbott, “Principles and Applications of Thermal Analysis”, Blackwell Publishing, 2008, Ltd, UK, USA, Australia, pp. 119-155.