электронный научно-технический журнал
ИНЖЕНЕРНЫЙ ВЕСТНИК
Издатель ФГБОУ ВПО "МГТУ им. Н.Э. Баумана". Эл No. ФС77-51036. ISSN 2307-0595

Результаты морфологического, химического и дисперсного анализа конденсированных продуктов сгорания пиротехнических составов

 # 11, ноябрь 2014

Ягодников Д. А., Лапицкий В. И., Сухов А. В., Томак В. И.

УДК: 536.46

Россия, МГТУ им. Н.Э. Баумана
daj@bmstu.ru

Введение

Оптимизация параметров рабочего процесса в ракетных двигателях возможна только на основе изучения закономерностей всех стадий внутрикамерных процессов. В частности при использовании частиц легких металлов и сплавов в качестве горючего различных твердых пиротехнических составов (ТПС) в продуктах сгорания образуется конденсированная фаза (к-фаза), которая не позволяет полностью реализовать их энергетический потенциал. В связи с этим проводятся экспериментальные исследования процессов образования к-фазы (морфологический, дисперсный, химический анализы), которые дают возможность оценить возникающие двухфазные потери, провести математическое моделирование внутрикамерных процессов как с использованием собственных компьютерных кодов, так и CAD – пакетов, а также разработать рекомендации для конструирования газодинамического тракта ракетного двигателя. Как правило, такие исследования выполняются на одиночных частицах металлов [1, 2], аэровзвесях [3] или на металлсодержащих твердотопливных композициях [4]. Однако аналогичные исследования применительно к ТПС, используемые в воздушно - и гидрореактивных двигателях, выполнены в небольшом количестве работ, например, [5, 6]. Причем, в большинстве этих работ использовались традиционные для XX века методы анализа, например электронный и оптические микроскопы. В настоящее время в распоряжение исследователей стали поступать современные приборы дисперсного и химического анализов, использующие передовые информационные технологии, которые позволяют получать больше полезной и точной информации с меньшими затратами времени.

В связи с изложенным целью данной работы является проведение морфологического, химического и дисперсного анализов конденсированных продуктов сгорания твердого

пиротехнического состава, отобранных в различных участках камеры сгорания после огневых испытаний модельного газогенератора.

Морфологический анализ

Экспериментальные исследования проведены на модельном газогенераторе (ГГ), состоящем из камеры сгорания, систем электровоспламенения образца ТПС и регистрации давления и температуры в камере (системы измерения и регистрации), а также системы визуализации рабочего процесса. Подробное описание ГГ и методики проведения огневого стендового испытания более подробно приведены в работе [7].

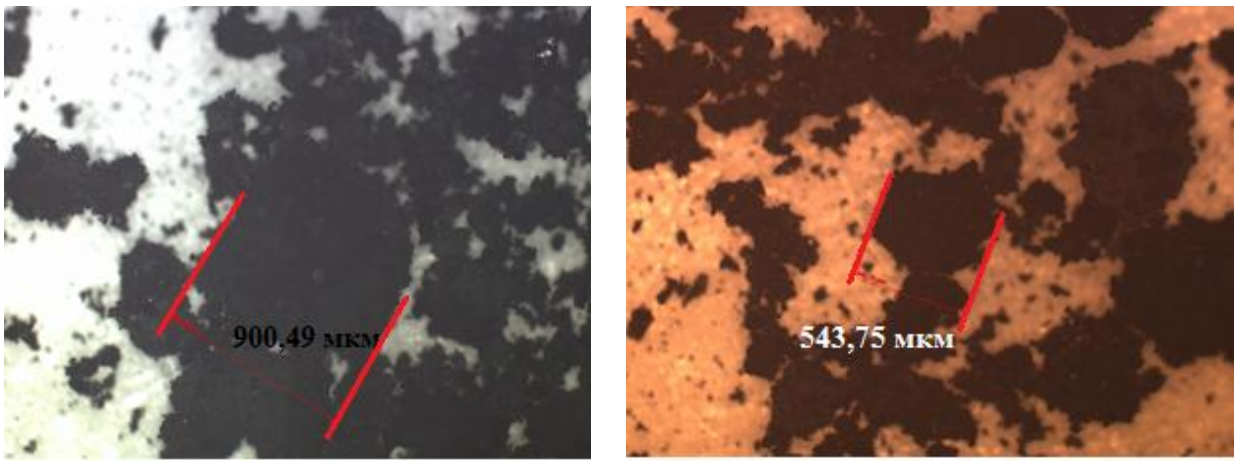
В таблице 1 приведены условные обозначения исследуемых проб и места их отбора.

Таблица 1. Анализируемые образцы к-фазы

№ об-разца	13-1	13-2	20-3	20-4	20-5	20-6
$p_к$, МПа	22,0		1,0			
Место отбора	За соплом	За соплом	За соплом	Внутри бронировки	Перед соплом	Перед ВУ

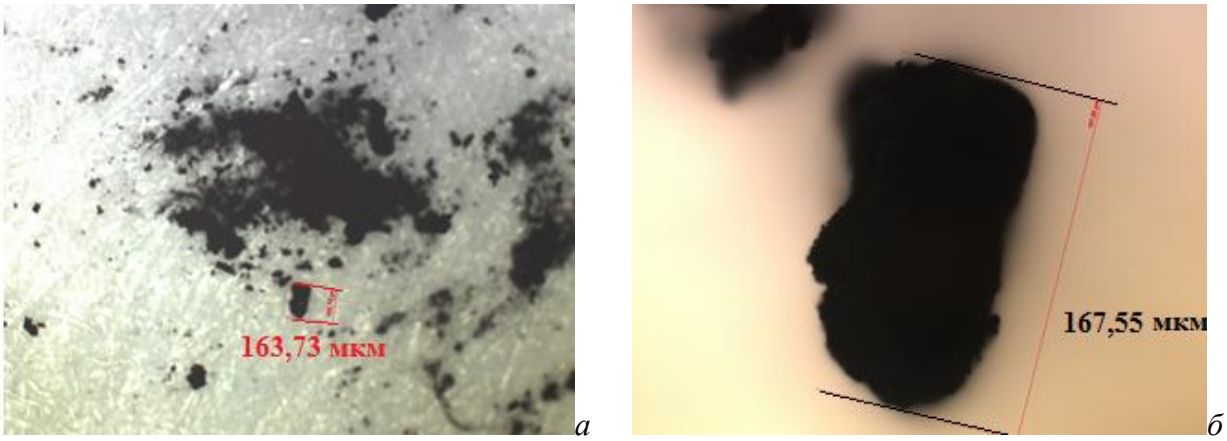
На рисунках 1- 3 представлены фотографии частиц, полученные с помощью цифрового оптического микроскопа фирмы Karl Zeiss при различном увеличении. Анализ изображений к-фазы свидетельствует, что в процессе горения ТПС образуются крупные конгломераты и спеки (рисунок 1), локализованные в застойных зонах ГГ, в частности внутри бронировки и у соплового блока. За срезом сопла газогенератора (рисунок 2) частицы к-фазы имеют меньшие размеры, значения которых определенные с помощью аппаратно-программных средств цифрового оптического микроскопа Karl Zeiss не превышают 160-170 мкм.

Интерес с точки зрения полноты преобразования химической энергии ТПС в кинетическую энергию истекающей струи продуктов сгорания представляют фотографии частиц к-фазы, зафиксированные на рисунке 3. Видно, что к-фаза представлена конгломератами белого цвета и при большем увеличении удалось зарегистрировать отдельные частицы с характерным размером ~6,6 мкм. Причем, в случае использования, например, атомно-силовых методов увеличения ультра- и нанодисперсных объектов, по все вероятности можно будет зарегистрировать и более мелкие отдельные частицы к-фазы.



а *б*

Рисунок 1. Фотографии частиц к-фазы, отобранных внутри бронировки (образец 20-4) (*а*) и перед ВУ (образец 20-6) (*б*)



а *б*

Рисунок 2. Фотографии частиц к-фазы, отобранных за соплом (образец 20-3) при различном увеличении (*а*), (*б*)



Рисунок 3. Фотографии частиц к-фазы, отобранных перед соплом (образец 20-5) при различном увеличении (*а*), (*б*)

Химический анализ

Рассмотрим далее результаты исследования элементного состава продуктов горения ТПТ, полученные с помощью Оже-электронного спектрометра Specs, который позволяет определять атомную концентрацию химических элементов (кроме H и He). Данный прибор обеспечивает достоверное определение наличия элементов при их концентрации в объеме не менее 0,1 ат. %. Режимы измерения приняты следующими: электронный пучок с энергией 5 кэВ, диаметр пучка 100 мкм.

Пример представления результатов исследования на мониторе спектрометра Specs представлен на рисунке 4 в виде спектров химических элементов. Полные результаты анализа образцов № 20-4, 20-5, 20-6 методом Оже-спектроскопии приведены в таблице 2.

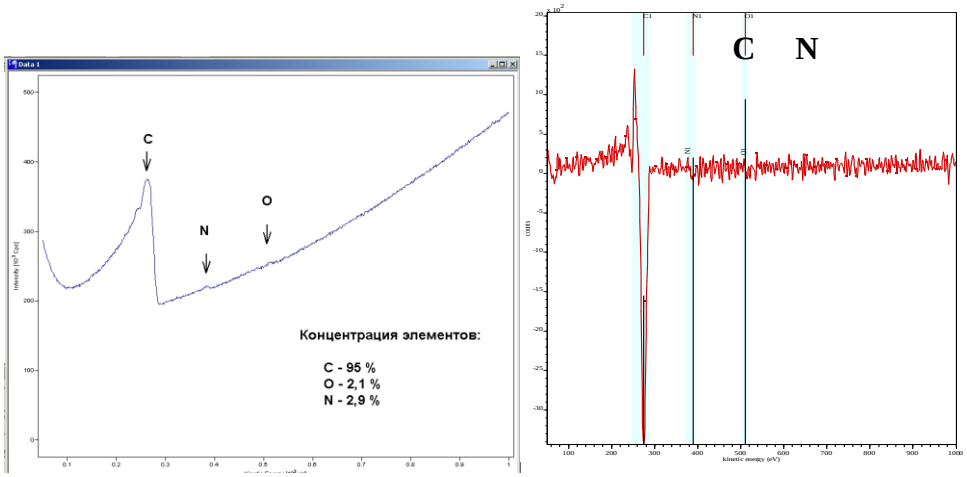


Рисунок 4. Спектры измерений с линиями химических элементов C, N, O на Оже-спектрометре. Образец № 20-4

Таблица 2. Элементный состав образцов, полученный методом Оже-спектроскопии

Образец \ Содержание элемента, %	**Образец № 20-4**		**Образец № 20-5**		**Образец № 20-6**	
	а	б	а	б	а	б
C	95	96	95	94,5	96	94,8
O	2,1	1,8	2,2	1,6	2,1	2,1
N	2,9	2,2	2,8	3,9	1,9	3,1

Приведенные данные свидетельствуют о зависимости результатов химического анализа одних и тех же образцов к-фазы от выбранного места отбора. Однако их общими особенностями является значительное преобладание в к-фазе углерода, что также подтверждается черным цветом отобранных проб (рисунки 1 - 2) и согласуется с химическим составом ЭКС (таблица 2).

Дисперсный анализ

Исследование дисперсности продуктов сгорания ТПС проводились на анализаторе размеров частиц Microtrac Bluewave производства США, который при соответствующей настройке позволяет идентифицировать размеры частиц в диапазоне от 0,010 мкм до 2000 мкм (10 нм – 2 мм).

Измерения выполнялись с помощью патентованной мульти-детекторной оптической системы трех лазеров, которая обеспечивает высокое разрешение в широком диапазоне измерений, что достигается благодаря использованию красного и синих лазеров. Действие анализатора Microtrac Bluewave основано, кроме дифракции Фраунгофера, на эффекте рассеяния Ми для сферических частиц. В нем также используется патентованная модификация расчетов Ми для несферических частиц – большинства макрообъектов реального мира. Измерения проводились в жидкой среде, не реагирующей с исследуемой пробой.

Результаты дисперсного анализа к-фазы, отобранной за срезом сопла газогенератора с наружной поверхности выхлопной трубы приведены на рисунках 5, 6 в виде скриншотов с монитора анализатора Microtrac Bluewave, где содержатся статистические данные полученных дискретных распределений и данные вторичной обработки в виде интегральных и дифференциальных распределений количества n_j измеренных частиц по их диаметру d_k. Среднестатистические диаметры, в частности

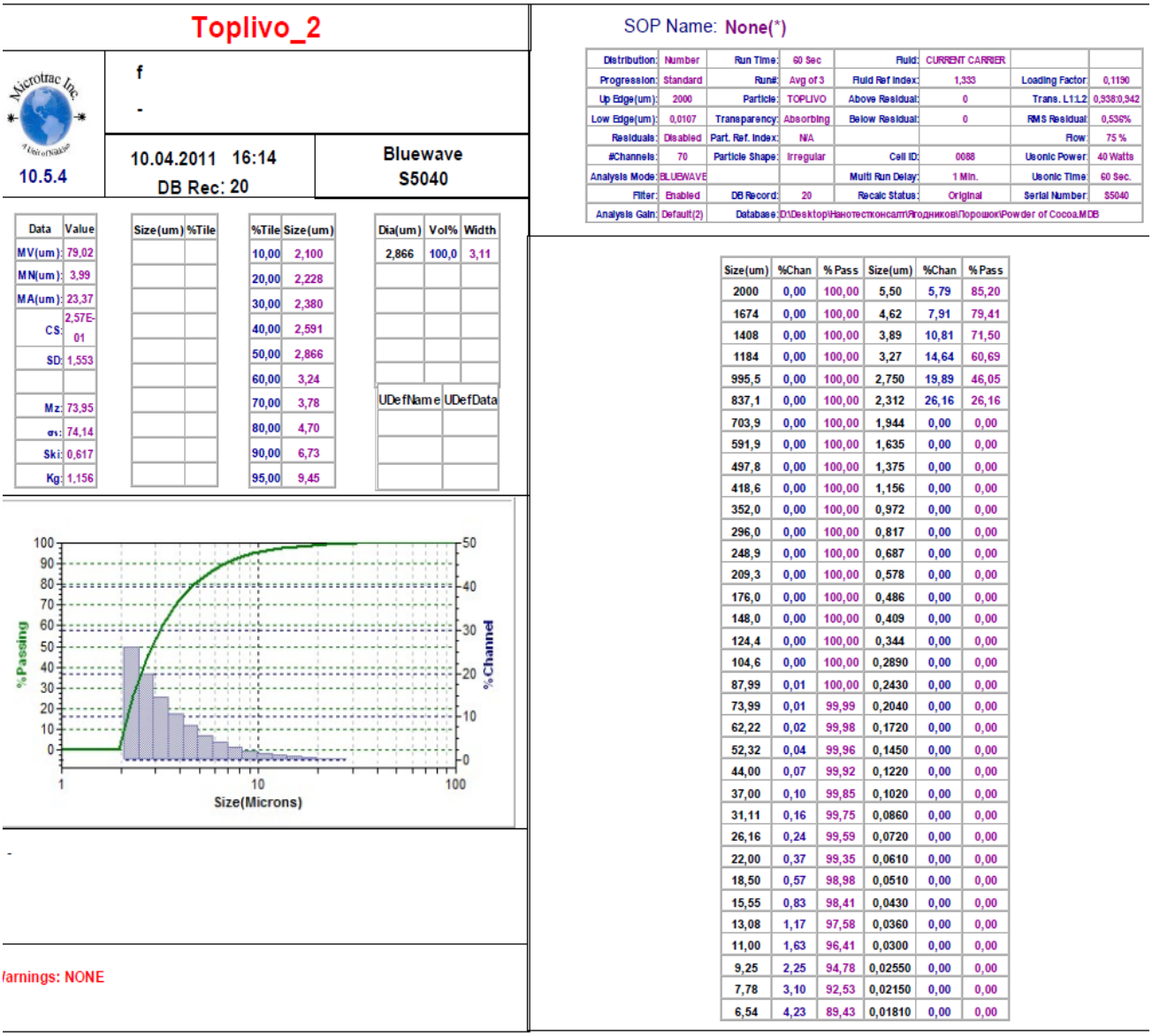
среднеобъемный диаметр $d_{30} = \left(\frac{\sum n_j (d_k)_j^3}{\sum n_j}\right)^{1/3}$ и среднеповерхностный, $d_{32} = \frac{\sum n_j (d_k)_j^3}{\sum n_j (d_k)_j^2}$ исследованных частиц к-фазы приведены в таблице 3.

Анализ полученных данных позволяет заключить следующее.

1. Для образца № 13-2 диаметр наименьший частицы составил 2,312 мкм, а для образца № 20-3 составил 6,54 мкм. Причем в обоих случаях дифференциальное распределение (смотри гистограммы на рисунках в левом нижнем углу) является одномодовым и частиц субдисперсного диапазона ~0,1 мкм не обнаружено.

2. Для к-фазы образца №13-2 характерно наличие более мелких частиц, чем у образца №20-3 (среднесчетные диаметры соответственно равны 3,99 мкм и 11,69 мкм), что и определяет более узкое распределение: среднее квадратичное отклонение составляет 1,553 и 4,72 соответственно.

3. Меньшие размеры частиц образца №13-2 могут быть обусловлены большим достигнутым давлением в газогенераторе в данном испытании (в 20 раз), поскольку, в соответствии с известными положениями [8], при прочих равных условиях увеличение давления при горении пиротехнических и смесевых конденсированных систем приводит к увеличению их линейной скорости горения и, соответственно, к подавлению процесса образования агломератов.



Toplivo_2

f

-

10.5.4

10.04.2011 16:14
DB Rec: 20

Bluewave
S5040

SOP Name: None(*)

Distribution:	Number	Run Time:	60 Sec	Fluid:	CURRENT CARRIER		
Progression:	Standard	Runs:	Avg of 3	Fluid Ref Index:	1,333	Loading Factor:	0,1190
Up Edge(um):	2000	Particle:	TOPLIVO	Above Residual:	0	Trans. L1\L2:	0,338\0,342
Low Edge(um):	0,0107	Transparency:	Absorbing	Below Residual:	0	RMS Residual:	0,536%
Residuals:	Disabled	Part. Ref. Index:	N/A			Flow:	75 %
#Channels:	70	Particle Shape:	Irregular	Cell ID:	0088	Usonic Power:	40 Watts
Analysis Mode:	BLUEWAVE			Multi Run Delay:	1 Min.	Usonic Time:	60 Sec.
Filter:	Enabled	DB Record:	20	Recalc Status:	Original	Serial Number:	S5040
Analysis Gain:	Default(2)	Database:	D:\Desktop\Нанотестконсалт\Ягодников\Порошок\Powder of Cocoa.MDB				

Data	Value
MV(um):	79,02
MN(um):	3,99
MA(um):	23,37
CS:	2,57E-01
SD:	1,553
Mz:	73,95
σ1:	74,14
Ski:	0,617
Kg:	1,156

Size(um)	%Tile

%Tile	Size(um)
10,00	2,100
20,00	2,228
30,00	2,380
40,00	2,591
50,00	2,866
60,00	3,24
70,00	3,78
80,00	4,70
90,00	6,73
95,00	9,45

Dia(um)	Vol%	Width
2,866	100,0	3,11

UDefName	UDefData

-

Warnings: NONE

Size(um)	%Chan	% Pass	Size(um)	%Chan	% Pass
2000	0,00	100,00	5,50	5,79	85,20
1674	0,00	100,00	4,62	7,91	79,41
1408	0,00	100,00	3,89	10,81	71,50
1184	0,00	100,00	3,27	14,64	60,69
995,5	0,00	100,00	2,750	19,89	46,05
837,1	0,00	100,00	2,312	26,16	26,16
703,9	0,00	100,00	1,944	0,00	0,00
591,9	0,00	100,00	1,635	0,00	0,00
497,8	0,00	100,00	1,375	0,00	0,00
418,6	0,00	100,00	1,156	0,00	0,00
352,0	0,00	100,00	0,972	0,00	0,00
296,0	0,00	100,00	0,817	0,00	0,00
248,9	0,00	100,00	0,687	0,00	0,00
209,3	0,00	100,00	0,578	0,00	0,00
176,0	0,00	100,00	0,486	0,00	0,00
148,0	0,00	100,00	0,409	0,00	0,00
124,4	0,00	100,00	0,344	0,00	0,00
104,6	0,00	100,00	0,2890	0,00	0,00
87,99	0,01	100,00	0,2430	0,00	0,00
73,99	0,01	99,99	0,2040	0,00	0,00
62,22	0,02	99,98	0,1720	0,00	0,00
52,32	0,04	99,96	0,1450	0,00	0,00
44,00	0,07	99,92	0,1220	0,00	0,00
37,00	0,10	99,85	0,1020	0,00	0,00
31,11	0,16	99,75	0,0860	0,00	0,00
26,16	0,24	99,59	0,0720	0,00	0,00
22,00	0,37	99,35	0,0610	0,00	0,00
18,50	0,57	98,98	0,0510	0,00	0,00
15,55	0,83	98,41	0,0430	0,00	0,00
13,08	1,17	97,58	0,0360	0,00	0,00
11,00	1,63	96,41	0,0300	0,00	0,00
9,25	2,25	94,78	0,02550	0,00	0,00
7,78	3,10	92,53	0,02150	0,00	0,00
6,54	4,23	89,43	0,01810	0,00	0,00

Рисунок 5. Результаты дисперсного анализа образца № 13–2

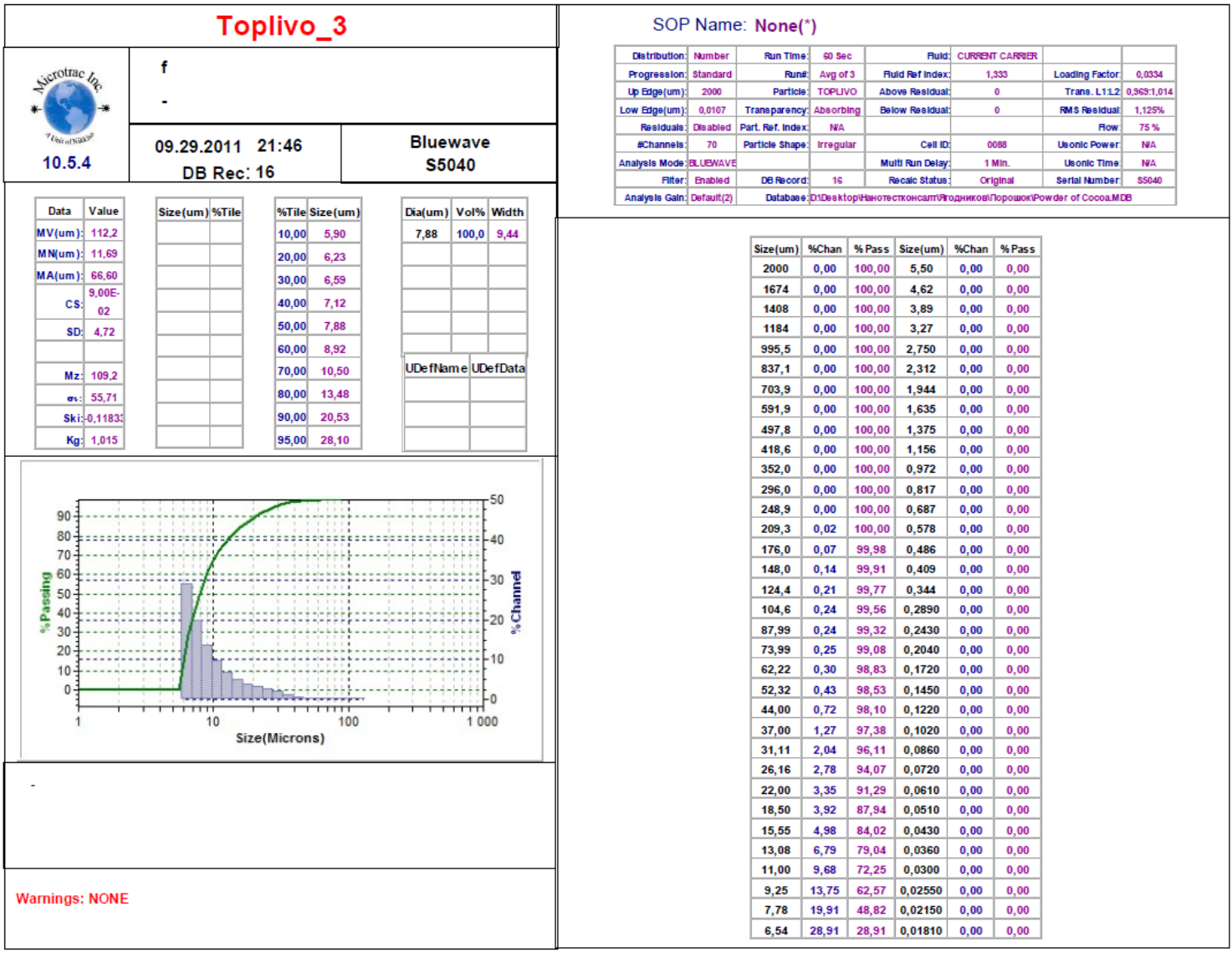


Рисунок 6. Результаты дисперсного анализа образца № 20 - 3

Таблица 3. Статистические диаметры образцов

Образец \Размер	**Образец №13-2**	**Образец № 20-3**
	мкм	**мкм**
Средний диаметр по количеству, d_{10}	3,99	11,69
Среднеобъемный диаметр, d_{30}	79,02	112,2
Среднеповерхностный, d_{32}	23,37	66,6

Заключение

Резюмируя приведенные результаты можно заключить следующее. Химический анализ к-фазы из различных зон ГГ, выполненный методом Оже-спектроскопии, устано-

вил, что основным химическим элементом в к-фазе является углерод. Дисперсный анализ конденсированных продуктов, отобранных за срезом сопла ГГ, установил одномодовое распределение частиц к-фазы по диаметру со среднесчетными диаметрами 3,99 мкм и 11,69 мкм. Полученные результаты дисперсного анализа могут быть использованы при моделировании рабочего процесса в камере дожигания, использующих в качестве горючего продукты газогенерации ТПС.

В заключении авторы выражают признательность В.М. Божкову за помощь в проведении химического и дисперсного анализов.

Список литературы

1. Бружстовский Т., Глассмен И. Спектроскопическое исследование горения металлов // Гетерогенное горение / Под ред. А.В.Ильинского; Пер. с англ. И.Н.Садовского.- М.: Мир, 1967.- С. 59-90.
2. Образование наночастиц оксида металла при горении частиц титана и алюминия / В.В. Косарев [и др.] // Физика горения и взрыва.- 2006.- Т. 42, № 6.- С. 33 – 47.
3. Ягодников Д.А., Гусаченко Е.И. Экспериментальное исследование дисперсности конденсированных продуктов сгорания аэровзвеси частиц алюминия // Физика горения и взрыва.- 2004.- Т. 40, № 2.- С. 33 – 41.
4. Горение порошкообразных металлов в активных средах / Похил П.Ф., Беляев А.Ф., Фролов Ю.В. и др. - М. : Наука, 1972.
5. Ягодников Д.А., Игнатов А.В., Гусаченко Е.И. К вопросу использования нанодисперсных частиц алюминия в пиротехнических составах // Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Сер. Машиностроение.- 2008, №1.- С. 108-113.
6. Особенности использования нано- и ультрадисперсных порошков диборида алюминия в пиротехнических составах / Д.А.Ягодников, Д.Ю.Девятуха, А.В.Воронецкий и др. // Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Серия Машиностроение.- 2009, № 2.- С.115-122.
7. Ягодников Д.А., Хомяков И.И., Бурков А.С., Артюхова О.А. Визуализация и анализ изображений процесса истечения продуктов сгорания пиротехнического состава из модельного газогенератора // Вестник МГТУ им. Н.Э.Баумана. Серия "Машиностроение" 2014 .- № 3 .- С. 101 - 109 http://vestnikmach.bmstu.…wgen/hidden/488.html.
8. Glotov O. G., Zarko V. E., Yagodnikov D.A. Study of the Effect of Polymer Coating on Aluminum Agglomeration // Energetic materials. Ignition, Combustion and Detonation: Proc. 32th International Annual Conference of ICT.- Karlsruhe, Germany, 2001.- P. 115-1 - 115-14.