

УДК 53.085.33;536.46

## ОПТИЧЕСКОЕ ДЕТЕКТИРОВАНИЕ ДВИЖЕНИЯ ЗОНЫ ГОРЕНИЯ В ТВЕРДЫХ ГОРЮЧИХ МАТЕРИАЛАХ

М. Мищак, В. Свидерский

Военный институт технологии вооружений, 05-220 Зилонка, Польша, waldemar.swiderski@wp.pl

Представлены оптические методы, использующие ИК- и видимый (VIS) диапазоны для исследования распространения зоны горения твердых горючих материалов, таких как пиротехнические составы, помещенные в пиролитические графитовые (пирографитовые) трубки и инициируемые с одного конца пучком CO<sub>2</sub>-лазера. Пирографитовая трубка используется в качестве теплового управляющего передатчика, который дает возможность детектировать перемещение зоны горения благодаря уникальной анизотропии теплопроводности пирографита, приводящей к низкой теплопроводности трубки вдоль ее оси и высокой теплопроводности вдоль ее радиуса. В первом методе тепловая (ИК) камера применялась для детектирования движения тепловой зоны, индуцируемой на внешней поверхности пирографитовой трубки зоной горения, распространяющейся внутри трубки. Во втором методе VIS-камера и термохромный слой, покрывающий наружную боковую поверхность пирографитовой трубки, используются для визуализации перемещения тепловой зоны, которое регистрируется в виде границы изменения цвета, перемещающейся вдоль термохромного слоя. Изменение цвета вызвано откликом термохромного вещества в слое на воздействие тепла, поступающего из горячей зоны. В качестве термохромного вещества использовались лейкокрасители или хиральные нематические жидкие кристаллы. Рассмотренные методы представляются перспективными, в частности, для непрерывного измерения скорости горения твердых горючих материалов, таких как ракетное топливо и пиротехнические соединения.

Ключевые слова: распространение зоны горения, ИК-детектирование, VIS-детектирование, твердые горючие материалы, пирографит, термохромные вещества.

### ВВЕДЕНИЕ

Оптический, в видимом диапазоне длин волн (VIS) метод исследования быстропротекающих и стационарных процессов горения твердых горючих материалов, главным образом ракетного топлива, включая детектирование и регистрацию перемещения зоны горения через окна прозрачности, традиционно имеет большое значение [1–5]. Несколько лет назад было предложено использовать другой спектральный диапазон — инфракрасный (ИК) — для детектирования распространения зоны горения в твердых горючих материалах [6, 7]. Суть ИК-метода заключается в следующем. Твердое двухкомпонентное ракетное топливо подается в пиролитическую графитовую (пирографитовую) трубку и зажигается с одного конца пучком CO<sub>2</sub>-лазера. Пирографитовая трубка, помимо роли терморезистентной камеры горения, открытой с обоих концов, прежде все-

го выполняет функцию термопередатчика, особым образом проводящего через стенки тепловые потоки, генерируемые в зоне горения этих материалов. Такая передача тепла обусловлена в первую очередь уникальной тепловой анизотропией пирографита. Она является результатом низкой теплопроводности вдоль оси пирографитовой трубки и высокой теплопроводности вдоль ее радиуса. Благодаря анизотропии и прямому контакту пирографитовой трубки с тестируемым горючим материалом возможны эффективное детектирование и регистрация ИК-камерой перемещения зоны тепловыделения на внешней поверхности трубки, вызванного распространением горения на новые зоны горючего материала.

Точность в определении позиции зоны горения или зоны тепла указанными выше оптическими методами, VIS или ИК, главным образом зависит от временного и пространственного разрешения детектирующей системы, а также от обработки изображений. Для ИК-метода точность определения зависит еще и от разрешения по температуре. Если принять во внима-

ние, что пространственное и временное разрешение последних VIS-детекторов и систем регистрации выше, чем у ИК-метода, и учесть дополнительные требования к разрешению по температуре для ИК-систем, следует ожидать, что ИК-метод имеет больше ограничений по точности определения положения зоны тепловыделения. Однако оба метода дают одинаковую ошибку в 1 пиксел при определении положения зоны горения и тепловыделения.

## ЭКСПЕРИМЕНТ

Модернизация ИК-метода для более точного определения положения горячей зоны, перемещающейся по наружной поверхности пирографитовой трубки, заключалась в попытках улучшить качество визуализации этой зоны на стадии обработки изображений.

В основе улучшения метода визуализации лежал отбор подходящей изотермы из семейства изотерм, описывающих тепловую зону на внешней поверхности пирографитовой трубки, и выбор контрастных цветов для маркировки изотермы и ее температурного окружения. И хотя изотерма выбирается произвольно, она должна быть близка к начальной (окружающей) температуре внешней боковой поверхности пирографитовой трубки, чтобы минимизировать время отклика детектирующей системы на тепло, поставляемое зоной горения.

Применение пирографита в качестве терморегулирующего, терморезистивного материала приводит к развитию новых опций VIS-метода: движение тепловой зоны на внешней поверхности пирографитовой трубки, соответствующее распространению горения, детектируется как движение границы изменения цвета в термохромном слое, покрывающем наружную боковую поверхность трубки. Основания, которыми руководствуются при выборе температуры изменения цвета в VIS-методе, аналогичны принципам выбора изотерм в ИК-методе — минимизация времени отклика системы детектирования на тепло, поставляемое из зоны горения.

Исследовали цилиндрические, поджигаемые с концов заряды с пиротехническим замедлителем, в основе которых либо черный порох, либо смеси на основе окислителей — хромат бария, хромат свинца и хлорат калия (VII), со скоростями горения  $1.5 \div 10$  мм/с при обычных условиях. Все тестируемые пиротехнические образцы помещали в трубки, состоящие

из пирографитовых колец внутреннего диаметра 5 мм и внешнего диаметра 11 мм. Высота каждого пирографитового кольца  $4.0 \div 6.0$  мм. Кольца приклеивались друг к другу с торцов терморезистивным клеем, выдерживающим температуру до  $200$  °С. Цилиндрическая поверхность тестируемого горючего материала соединялась тонким слоем клея (2%-й раствор (по массе) нитроцеллюлозного лака в смеси этилацетата с ацетоном в объемном соотношении 1/1) с внутренней стенкой пирографитовой трубки, чтобы избежать попадания продуктов горения из течения между поверхностью трубки и неизрасходованной (несгоревшей) частью горючего материала. Длина трубки варьировалась в интервале  $15.0 \div 20.0$  мм. Длина заряда горючих материалов, помещаемых в трубки, была такой же.

Плотность пиролитического графита, используемого для трубок, составляла  $2.19$  г/см<sup>3</sup>, расстояние между смежными главными кристаллографическими плоскостями (межплоскостное расстояние)  $0.342$  нм. Теплопроводность пиролитического графита равнялась  $350$  и  $1.77$  Вт/(м·К) соответственно вдоль главных плоскостей и перпендикулярно им. Излучательная способность в ИК-диапазоне внешней поверхности пирографитовой трубки лежала в интервале  $0.95 \div 0.97$ .

Горючие материалы, помещенные в пирографитовые трубки, поджигались с одного конца CO<sub>2</sub>-лазером с длиной волны излучения  $10.6$  мкм и мощностью  $7.0$  Вт. Излучение отсекалось сразу после начала зажигания. Конфигурация оптической системы, включающей в себя линзы, с расстоянием между выходной апертурой лазера и поджигаемой поверхностью горючего материала  $800$  мм, обеспечивала на торцевой поверхности горючего материала лазерное пятно диаметром  $3.0$  мм.

В экспериментальной установке для детектирования и регистрации распространения зоны горения ИК-методом (рис. 1) применялась ИК-камера Agema 900 LW, работающая в спектральном диапазоне  $8 \div 12$  мкм со скоростью регистрации  $5$  кадр/с. Камера была направлена на внешнюю поверхность пирографитовой трубки.

При регистрации процесса с использованием термохромного вещества (рис. 2) распространение зоны горения детектируется и записывается VIS-камерой как движение границы изменения цвета вдоль термохромного слоя,

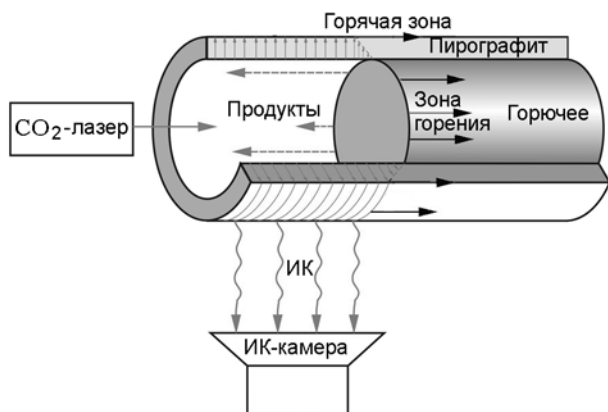


Рис. 1. Схема экспериментальной установки для детектирования в ИК-диапазоне движения горячей зоны по внешней поверхности пирографитовой трубки

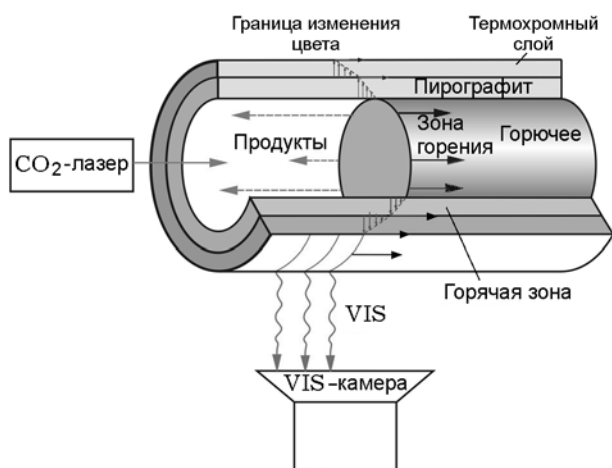


Рис. 2. Схема экспериментальной установки для регистрации в видимом диапазоне границы изменения цвета, движущейся вдоль термохромного слоя, покрывающего пирографитовую трубку

покрывающего наружную поверхность пирографитовой трубки. Движение границы вызвано непосредственно перемещением тепловой зоны по наружной поверхности пирографитовой трубки. В методе VIS применялись два типа детектирующих систем с термохромным слоем.

Система первого типа с термохромным детектирующим слоем Chromatic Technologies Inc., CO, USA включала в себя термохромные чернила (соединение краски на основе лака), меняющие цвет с красного на бесцветный при  $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Чернилами пропитывали белую бумагу,

нанесенную на полиэтиленовую полосу с силиконовой основой. Однородный термохромный состав с микрокапсулами помещали в каретку для чернил. Микрокапсулы содержали обратимую цветоформирующую смесь, состоящую из растворителя, проявителя (кислоты и пигмента) — спиролактона, существующего в виде двух таутомеров. Один таутомер — бесцветный лактон с закрытым кольцом, другой — цветной (красный) лактон с открытым кольцом. Открытие и закрытие отвечающего за цветность кольца управляется растворителем и проявителем следующим образом. При температуре растворителя выше точки его плавления ( $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) проявитель не может быть донором протонов для пигмента, так как он растворен в растворителе, поэтому пигмент существует в бесцветной таутомерической форме. После охлаждения растворитель застывает в микрокапсулах и проявитель способен поставлять протоны, открывая кольцо пигмента, который трансформируется в цветовую (красную) таутомерную форму, выступая индикатором усиления связывания в смеси. Силикон в основании слоя белой бумаги, находящийся в контакте с внешней поверхностью пирографитовой трубки, способствовал улучшению цветового контраста при смене цвета термохромного вещества.

Второй тип термохромного слоя был клейкий, молочного цвета и представлял собой жидкокристаллическую смесь 4-алкилбензоат-4-пентилфенила, двух гомологов алкилоксибензоат-4-пентилфенила с добавкой хирального азосоединения с двухбензольным кольцом. Смесь была приготовлена научно-исследовательской группой под руководством проф. Р. Дабровского из Военного университета технологий в Варшаве. Это жидкокристаллическое соединение имеет два фазовых перехода. Первый, кодируемый как  $\text{SmA}28\text{N}^*46.8\text{Iso}$ , переход из состояния смектического типа А ( $\text{SmA}$ ) в хиральное нематическое ( $\text{N}^*$ ) начинается при  $28\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Второй фазовый переход из хирально-нематического состояния ( $\text{N}^*$ ) в изотропное ( $\text{Iso}$ ) начинается при  $46.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Жидкокристаллическое вещество имеет обратимый VIS-отклик по цвету в диапазоне температур  $28 \div 46.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ , состоящий из следующих интервалов: красный — между  $28$  и  $29\text{ }^{\circ}\text{C}$ , зеленый — от  $29$  до  $31\text{ }^{\circ}\text{C}$ , светло-голубой — от  $31$  до  $34\text{ }^{\circ}\text{C}$ , темно-голубой — от  $34$  до  $46.8\text{ }^{\circ}\text{C}$ . В диапазоне температур ниже  $28\text{ }^{\circ}\text{C}$  и выше  $46\text{ }^{\circ}\text{C}$  слой жид-

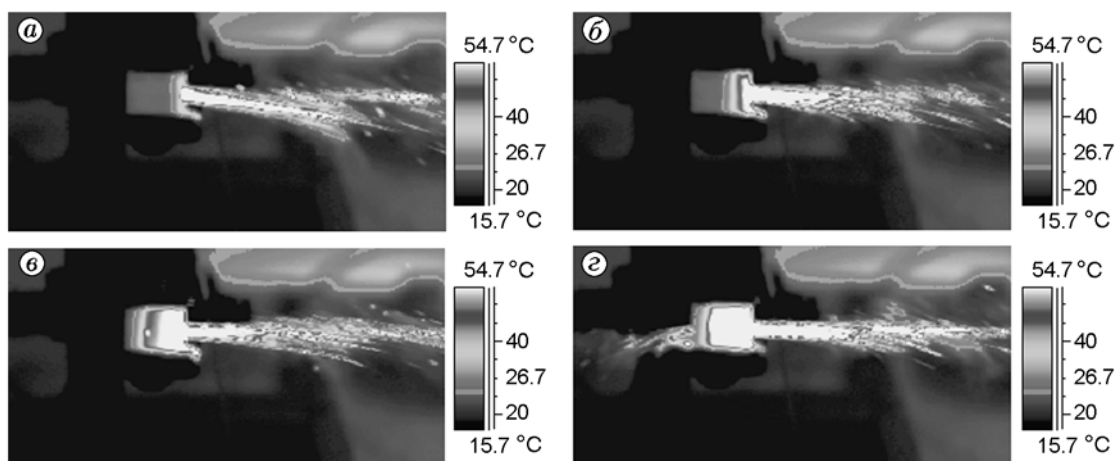


Рис. 3. Регистрация распространения зоны горения

кого кристалла прозрачен. Тонкий слой жидкого кристалла наносили непосредственно на внешнюю боковую поверхность пирографитовой трубки.

### РЕЗУЛЬТАТЫ ТЕСТА И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

На рис. 3 представлены типичные картины распространения горения как тепловой зоны, перемещающейся по внешней поверхности пирографитовой трубки. Запись ИК-камеры представляет собой последовательность ИК-снимков тепловой зоны, движущейся вдоль оси трубки (длиной 15 мм) во время зажигания состава с пиротехническим замедлителем, в основе которого хромат бария, хлорат калия (VII) и сульфид сурьмы ( $SbS_5$ ). Для достижения цветовой контрастности выбранную изотерму ( $26.7\text{ }^\circ\text{C}$ ) выделяли ярким светло-зеленым цветом, а соседние температуры — заметно более темными цветами.

При регистрации VIS-методом зона горения визуализировалась как граница изменения цвета, движущаяся вдоль оси через тонкий термохромный слой (рис. 2, 4).

Если использовался термохромный слой на основе лейкокрасителя, тепловая зона визуализировалась как граница между красной и белой зонами (вследствие наличия нижнего белого слоя силиконовой бумаги), перемещающаяся параллельно продольной оси пирографитовой трубки с одновременным увеличением длины белой зоны и уменьшением красной зоны (нижняя часть рис. 4).

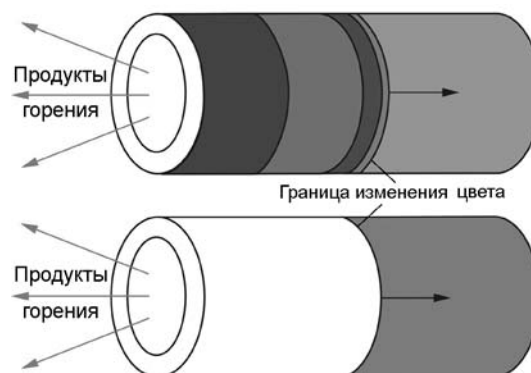


Рис. 4. Упрощенная схема визуализации движения зоны горения по движению границ изменения цвета в термохромном слое, покрывающем пирографитовую трубку:

верхняя граница изменения цвета формируется благодаря термохромному отклику хирального нематического жидкого кристалла, нижняя — вследствие отклика лейкокрасителя

Если применяли термохромный детектирующий слой на основе хирального нематического жидкого кристалла, распространение горячей зоны визуализировалось в виде относительно узких (отчетливых) красной и зеленой полос на фронте, за которыми располагались широкие светло-голубая и темно-голубая области, движущиеся вдоль оси пирографитовой трубки от точки зажигания к противоположному концу трубки, на черном фоне пирографита (верхняя часть рис. 4), видимого под прозрачным слоем жидкого кристалла, перед границей изменения цвета. Черный цвет очень по-

лезен для детектирующего жидкокристаллического фона, так как имеет исключительно высокую ИК (тепловую) излучательную способность (черное тело) и не вносит собственных шумов в область детектирования.

Во всех представленных методах детектируемое положение движущейся зоны тепла (границы изменения цвета) перемещалось с задержкой по отношению к зоне горения (см. рис. 1, 2). В случае ИК-методов время задержки визуализации зоны горения зависит от времени, необходимого для того, чтобы тепловой поток из зоны горения достиг внешней поверхности пирографитовой трубки, пройдя через слой клея между горючим материалом и трубкой и затем радиально через стенку трубки. В случае VIS-метода задержка визуализации продолжается несколько дольше из-за дополнительного времени, которое необходимо для отклика в изменении цвета термочувствительного вещества на тепло, поступающее из горячей зоны на поверхности пирографитовой трубки.

Термочувствительные материалы, находящиеся в контакте с внешней цилиндрической поверхностью пирографитовой трубки (термохромный лейкокраситель или жидкий кристалл), экспонировались при относительно низких тепловых напряжениях в процессе горения, которые не вызывали их механического старения или разрушения. Это означает, что пирографитовые трубки могут применяться как камеры горения многократного использования в экспериментах по сжиганию твердых горючих материалов.

Сравнение визуальных откликов термохромных детекторов с лейкокрасителем и жидкокристаллических детекторов показывает, что больше информации о распределении температуры на внешней поверхности пирографитовой трубки дает жидкокристаллический детектор. Принимая во внимание все представленные экспериментальные условия, заключаем, что больше данных по распределению температуры получают при исследовании ИК-методом, чем термохромными (VIS). Распределение температуры на внешней поверхности пирографитовой трубки, визуализируемое ИК-методом, применимо не только для детектирования распространения зоны горения твердых горючих материалов, но и может быть полезно при оценке тепловых напряжений, испытываемых этими трубками при тепловом ударе при горении.

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Неинвазивные (ИК) и термохромные (VIS) экспериментальные методы позволяют регистрировать движение зоны горения квазинепрерывно путем детектирования горячей зоны или границы изменения цвета, движущихся вне исследуемой зоны горючего твердого материала в процессе его сжигания.

Визуализация ИК-методом движения зоны горения твердых горючих материалов возможна при выполнении следующих условий:

- прямой контакт боковой поверхности горючего материала с внутренней поверхностью пирографитовой трубки, т. е. с поверхностью с высокой теплопроводностью;

- ориентация параллельных главных кристаллографических плоскостей пирографитовой трубки по отношению к направлению распространения зоны горения: главные плоскости должны быть поперек, в лучшем случае — перпендикулярны этому направлению;

- постоянная толщина стенки пирографитовой трубки и как можно более тонкий слой клея между горючим материалом и внутренней поверхностью пирографитовой трубки, обеспечивающий постоянный сдвиг в пространстве и во времени между (текущим) положением зоны горения и положением ИК-следа на внешней поверхности пирографитовой трубки, регистрируемой тепловой ИК-камерой.

В случае применения термохромного (VIS) метода детектирования визуализация движения зоны горения возможна, если, кроме указанных выше, выполняются два дополнительных требования:

- контакт детектирующей системы, покрытой термохромным материалом, с внешней поверхностью пирографитовой трубки, т. е. с поверхностью с большей теплопроводностью;

- постоянная толщина и однородность термохромного слоя, покрывающего внешнюю поверхность пирографитовой трубки, чтобы обеспечить постоянный сдвиг в пространстве и во времени между положением зоны горения и ее VIS-следом (граница изменения цвета).

Авторы выражают искреннюю благодарность проф. Р. Дабровскому (Военный университет технологий в Варшаве) за разработку специального состава термохромного хирального нематического жидкого кристалла и Т. Рокицкому (SIEGWERK Poland Corporation) за предоставленные ленты термохромного лейкокрасителя Chromatic

Technologies Inc., которые применялись в VIS-системах для детектирования распространения зон горения тестируемых твердых горючих материалов.

#### ЛИТЕРАТУРА

1. Шелухин Г. Г., Булдаков В. Ф., Белов В. П. Экспериментальное исследование процесса горения конденсированных систем // Физика горения и взрыва. — 1969. — Т. 5, № 1. — С. 42–51.
2. Рождественский Ю. В. Методика и техника исследования процессов горения в ракетных двигателях // Ракетные топлива / под ред. Я. М. Паушкина, А. З. Чулкова. — М.: Мир, 1975. — С. 171–187.
3. Архипов В. А., Бондарчук С. С., Коротких А. Г. Сравнительный анализ методов измерения нестационарной скорости горения. I. Методы исследования // Физика горения и взрыва. — 2010. — Т. 46, № 5. — С. 82–87.
4. Архипов В. А., Бондарчук С. С., Коротких А. Г. Сравнительный анализ методов измерения нестационарной скорости горения. II. Результаты исследования // Физика горения и взрыва. — 2010. — Т. 46, № 5. — С. 88–96.
5. Eisenreich N., Kugler H. P., Sinn F. An optical system for measuring the burning rate of solid propellant strands // Propel., Explos., Pyrotech. — 1987. — V. 12, N 2. — P. 78–80.
6. Miszczak M., Panas A., Swiderski W. A new method for continuous measurements of solid rocket propellant burning rate with use of IR camera // Measurement, Automation and Monitoring. — 2009. — V. 55, N 11. — P. 950–953.
7. Swiderski W., Miszczak M. A novel technique for the continuous evaluation of burning rate of solid rocket propellant by using IR Thermography // QIRT Journal. — 2011. — V. 8, N 1. — P. 111–114.

*Поступила в редакцию 9/IX 2012 г.,  
в окончательном варианте — 15/V 2013 г.*

---