

## روش‌های جدید در ارزیابی و پیش‌بینی کهولت پیشراندهای جامد مرکب

مهدی عبدالزاده<sup>۱</sup>، مرتضی غفوری<sup>۲\*</sup>

۱- کارشناسی ارشد ۲- استادیار دانشگاه جامع امام حسین (ع)

\*Email: dr.mghafoori@gmail.com

(تاریخ وصول: ۹۶/۷/۱۹، تاریخ پذیرش: ۹۶/۹/۲۵)

### چکیده

برای بررسی کهولت پیشراندهای جامد مرکب معمولاً تغییرات خواص پیشرانه در طی مدت انبارداری و ذخیره سازی، اندازه‌گیری و سپس طول عمر آن پیش‌تخمین می‌گردد. بدین منظور اغلب با بکارگیری روش‌های متداول مبتنی بر آزمون‌های مکانیکی، شیمیایی و آنالیز حرارتی، خواص پیشرانه در اثر کهولت و مرور زمان اندازه‌گیری می‌شوند. در این مقاله ابتدا به روش‌های مرسوم و متداول از جمله آزمون‌های تنش/کرنش، آنالیز حرارتی گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)، آنالیز حرارتی تفاضلی (DTA) و آنالیز وزن‌سنجی حرارتی (TGA) اشاره شده و سپس تعدادی روش‌ها و آزمون‌های جدید شامل روش‌های طیف‌سنجی NMR و IR، تعیین میزان انبساط حرارتی، میزان اکسیژن مصرفی، میزان حساسیت به اصطکاک (آزمون BAM)، سرعت رشد ترک، خواص بالستیکی و مطالعه‌ی میکروسکوپی معرفی شده‌اند که با استفاده از این آزمون‌ها می‌توان تغییر خواص پیشرانه را با گذشت زمان اندازه‌گیری کرده و بر مبنای آن‌ها، کهولت پیشراندهای جامد مرکب را مطالعه و طول عمر مفید آن‌ها را پیش‌بینی نمود.

واژه‌های کلیدی: کهولت، پیشرانه جامد مرکب، ارزیابی خواص، طیف‌بینی، انبساط حرارتی.

## New Methods in Assessment and Prediction of Composite Solid Propellant Aging

M. Abdolzadeh, M. Ghafouri\*

Imam Hossein University, Tehran, Iran

(Received: 10/11/2017, Accepted: 12/16/2017)

### Abstract

In order to aging study of the composite solid propellants, usually the changes in propellant properties during warehousing and storage are measured, and then the shelf life of them estimated. In this regard, by applying the common methods based on mechanical tests, chemical and thermal analysis, the propellant properties due to aging and time lapse are measured. In this paper, first we remark to conventional methods such as stress/strain test, and differential scanning calorimetry, differential thermal analysis and thermogravimetric analysis, and then some of new methods and tests including NMR and IR spectroscopy, determination the amount of dilatation, oxygen consumption, the friction sensitivity (BAM test), crack growth rate, ballistic properties, and microscopic study are presented that by applying these tests, it is possible to measure the changes of propellant properties over the time and realized the aging of composite solid propellants and predicting their shelf life.

**Keyword:** Aging, Composite Solid Propellant, Properties Assessment, Spectroscopy, Dilatation.

## ۱- مقدمه

استحکام ضربه‌ای و ۵- آزمون دینامیکی / مکانیکی، خواص مکانیکی پیش‌رانه تعیین و تغییرات آنها در طی زمان دنبال و بررسی می‌شود [۴] و [۵].

آنالیز حرارتی نیز روشی برای بدست آوردن اطلاعات کیفی و کمی در مورد تأثیر حرارت بر خواص مکانیکی، فیزیکی و یا شیمیایی انواع مواد شیمیایی و پلیمرها (لاستیک، پلاستیک و کامپوزیت) می‌باشد که می‌تواند برای مطالعه خواص (فیزیکی، مکانیکی و یا شیمیایی) پیش‌رانه‌های جامد مرکب بکار گرفته شود. این روش، گروهی از روش‌های تجزیه و تحلیل حرارتی است که در آن خواص فیزیکی یک ماده و یا محصولات واکنش آن به‌عنوان تابعی از دما در شرایطی که ماده تحت یک برنامه‌ی دمایی کنترل شده قرار دارد، اندازه‌گیری می‌شود. متداول‌ترین روش‌های آنالیز حرارتی مورد استفاده در مطالعات کهولت مواد پزانرژی، شامل گرماسنجی روبشی تفاضلی<sup>۱</sup> (DSC)، آنالیز حرارتی تفاضلی<sup>۲</sup> (DTA) و آنالیز وزن سنجی حرارتی<sup>۳</sup> (TGA) می‌باشند [۵ و ۶].

همچنین می‌توان از آزمون‌های شیمیایی در تعیین و بررسی برخی خواص پیش‌رانه جامد مرکب و سپس تعیین میزان کهولت یا طول عمر آنها استفاده نمود. این آزمون‌ها شامل تعیین جزء محلول و تغییرات دانسیته می‌باشند. اندازه‌گیری جزء محلول از طریق استخراج سوکسله امکان‌پذیر است به این ترتیب که مقدار معینی از نمونه را به‌مدت مشخص در یک دمای معین به‌وسیله‌ی یک حلال آلی (دی‌کلرو متان یا تولوئن) تحت استخراج قرار می‌دهند و زنجیره‌های آزاد پلیمری وارد فاز آلی می‌شود. با توجه به اینکه فلورکزاک و همکارانش بین درصد ژل و دانسیته اتصالات عرضی رابطه‌ی مستقیمی یافته‌اند، می‌توان مستقیماً از این کمیت به‌عنوان مبنای اندازه‌گیری خواص کهولت استفاده نمود [۷]. دانسیته نیز یکی از خواصی است که به‌منظور تعیین خواص پیش‌رانه متداول است. با شبکه‌ای شدن پلیمر در طول مدت انبارداری کاهش دانسیته آمیزه به‌وجود می‌آید. این کاهش برای بایندر<sup>۴</sup> HTPB در طول مدت عمر آن، معمولاً در حدود ۰/۲ می‌باشد و اگر بتوان تغییرات دانسیته را به‌طور دقیق اندازه‌گیری نمود، می‌توان از آن به‌عنوان معیاری از میزان تخریب ترکیب استفاده کرد [۸].

### ۳- روش‌های جدید مورد استفاده در ارزیابی و پیش‌بینی کهولت

روشهای جدید جهت پیش‌بینی و تعیین کهولت در پیش‌رانه‌های جامد مرکب با ایده گرفتن از تجربیات قبلی و روش‌های متداول ایجاد شده‌اند. در این روش‌ها نیز خواص و مشخصات پیش‌رانه‌ی جامد مرکب

مواد با گذشت زمان شرایط نگهداری و انبارداری مختلفی را می‌گذرانند که در اثر آن تغییرات قابل توجهی در خواص مکانیکی و بالستیکی آن‌ها رخ می‌دهد. تغییرات خواص با زمان، کهولت نامیده می‌شود و معمولاً زیان‌بار می‌باشد و در حین آن، پیش‌رانه فرآیندهای تخریبی متفاوتی را می‌گذراند [۱]. تغییر در قابلیت‌های مکانیکی پیش‌رانه جامد ممکن است به‌دلیل فرآیندهای فیزیکی، شیمیایی و یا مکانیکی باشد و معمولاً به‌از دست رفتن یکپارچگی ساختاری گرین منجر می‌شود که استفاده از چنین پیش‌رانه‌ای را خطرناک و غیرعملی می‌سازد [۲].

عمر مفید پیش‌رانه جامد مرکب توسط چندین عامل محدود می‌شود که تعیین مکانیسم دقیق آن بسیار مشکل است. یک روش جامع و البته بسیار وقت‌گیر برای پیش‌بینی عمر مفید، قرار دادن سامانه تحت شرایط ذخیره‌سازی واقعی برای مدت زمان طولانی و اندازه‌گیری به‌طور مرتب یک یا چند خاصیت پیش‌رانه‌ی جامد برای اطمینان از عمر مفید واقعی آن‌هاست. از آنجا که ارزیابی کهولت و تخمین عمر تحت شرایط طبیعی مستلزم صرف زمان بسیار طولانی می‌باشد و عملاً غیرممکن است، لذا معمولاً از روش بررسی کهولت تسریع یافته در دمای بالا و سپس پیش‌بینی طول عمر در دمای ذخیره‌سازی استفاده می‌شود. در واقع این روش یک کوشش برای کاهش مقیاس زمان است که با نگهداری پیش‌رانه در دماهای بالاتر انجام می‌گیرد به‌طوری‌که بتوان رفتار طولانی مدت پیش‌رانه را در زمان‌های کوتاه پیش‌بینی نمود [۳].

### ۲- روش‌های متداول ارزیابی و پیش‌بینی کهولت در پیش‌رانه‌های جامد مرکب

به‌منظور بررسی کهولت پیش‌رانه، تغییرات خواص آن در اثر کهولت و مرور زمان اندازه‌گیری می‌شوند و بدین منظور معمولاً از آزمون‌های مکانیکی، شیمیایی و آنالیز حرارتی استفاده می‌شود. در این مقاله ابتدا بطور خیلی مختصر به روش‌های مرسوم و متداول اشاره شده و در ادامه روش‌های جدیدی برای ارزیابی و پیش‌بینی کهولت پیش‌رانه‌های جامد مرکب بیان می‌گردد.

پیش‌رانه‌ی جامد مرکب یک ماده ویسکوالاستیک بوده و رفتار غیرخطی ویسکوالاستیک از خود نشان می‌دهد؛ یعنی با وارد کردن تناوبی یک نیروی ثابت و سپس برداشتن آن نیرو، بیشینه‌ی تنش و ازدیاد طول در هر چرخه کاهش می‌یابد و بدین ترتیب پیش‌رانه در هر چرخه‌ی دمایی (که با چرخه‌ی اعمال تنش متناظر است) متحمل مقداری آسیب شده و ضعیف‌تر می‌شود. از همین موضوع برای تعیین کهولت پیش‌رانه جامد مرکب استفاده می‌شود، به‌طوری‌که به کمک آزمون‌های مختلف مانند: ۱- تنش / کرنش، ۲- تنش / آسایش، ۳- خزش، ۴-

1- Differential Scanning Calorimetry

2- Differential Thermal Analysis

3- Thermogravimetric Analysis

4- Hydroxyl-Terminated Polybutadiene

یا اجزاء آن به کمک آزمون‌هایی بررسی می‌گردد. آزمون‌های جدید که در اینجا بررسی شده اند عبارتند از:

۱- روش‌های طیف‌سنجی، ۲- آزمون انبساط، ۳- تعیین میزان اکسیژن مصرفی، ۴- آزمون BAM (تعیین میزان حساسیت به اصطکاک)، ۵- تعیین سرعت رشد ترک، ۶- تعیین خواص بالستیکی، ۷- بررسی میکروسکوپی و ۸- آنالیز تعیین مقدار فلزات واسطه بوسیله طیف‌سنجی نشر اتمی القایی پلاسما- آرگون جفت شده.

### ۳-۱- روش‌های طیف‌سنجی

روش‌های طیف‌سنجی که برای مطالعه رفتار کھولت پیش‌رانه‌های جامد مرکب بکار گرفته شده‌اند شامل: رزونانس مغناطیسی هسته (NMR) و مادون قرمز<sup>۱</sup> (IR) می‌باشند.

#### ۳-۱-۱- رزونانس مغناطیسی هسته

رزونانس مغناطیسی هسته تکنیکی است که از امواج رادیویی برای شناسایی ساختار و تعیین مقدار ترکیبات استفاده می‌کند. ددز و کاواناگ استفاده از NMR را برای ارزیابی پیش‌رانه‌های کھولت یافته‌ی حاوی بایندر بر پایه‌ی PEG<sup>۲</sup> را گزارش دادند [۹]. این محققین تخریب اتصالات عرضی بایندر را با استفاده از NMR نشان داده و از آن به عنوان معیاری برای کھولت پیش‌رانه جامد مرکب استفاده کردند. پیش‌رانه‌ها در یک حلال استخراج شده و مقدار آزاد بایندر PEG<sup>۲</sup>‌های بدون اتصال عرضی اندازه‌گیری شد. نتایج نشان داد که هنگامی که مواد دستخوش کھولت می‌شوند یک افزایش در مقدار بایندرهای اتصال عرضی نشده وجود دارد. نتایج NMR با داده‌های آنالیز مکانیکی همبسته است که نشان می‌دهد مدول برشی پیش‌رانه با کھولت کاهش یافته و این نشان دهنده‌ی نرم شدن مواد است و این به علت هیدرولیز بایندر PEG می‌باشد که موجب شکسته شدن آن به قسمت‌های کوچکتر می‌شود.

#### ۳-۱-۲- مادون قرمز

فردریکس و ناگل [۱۰] به منظور بررسی کھولت پیش‌رانه جامد مرکب با استفاده از طیف‌سنجی مادون قرمز، تخریب دمایی-اکسایشی یک پلی‌اورتان بر پایه‌ی HTPB/IPDI<sup>۳</sup> را بررسی نمودند و با استفاده از طیف‌های نمونه‌ی قبل و بعد از کھولت نشان دادند که بیشترین تغییر در قسمت بوتادی‌ان پلیمر رخ داده است و قسمت اورتان اساساً بدون تغییر بوده است. نتایج طیف‌سنجی IR نشان می‌دهد که ایزومر ترانس پلی‌بوتادی‌ان سریع‌تر از ایزومر وینیل تخریب شده است؛ اما این تکنیک اطلاعات قابل توجهی در رابطه با ایزومر سیس نمی‌دهد.

محاسبه‌ی قسمت‌های تخریب شده از نسبت مساحت پیوندها، نشان دهنده‌ی نتایجی مشابه اکسیداسیون است که از طریق شیمیایی به-دست می‌آید. افزایش زمان کھولت و دمای پلی‌اورتان منجر به افزایش غلظت محصولات تخریب شده می‌شود.

### ۳-۲- آزمون انبساط حرارتی

در این آزمون میزان انبساط حرارتی<sup>۴</sup> نمونه‌ها در طول آزمایش کشش جهت ارزیابی پاسخ مکانیکی شبکه‌های آمورف<sup>۵</sup> (بی‌نظم) که با ذرات در حالت شیشه‌ای (سخت) پر شده‌اند، اندازه‌گیری می‌شود. از آنجا که پیش‌رانه جامد مرکب یک نوع کامپوزیت (شامل بایندر پر شده با ذرات جامد سوخت فلزی و اکسیدایزر می‌باشد) یکی از روش‌های اطمینان از استحکام پیش‌رانه جامد مرکب و عدم واپاشی آن در طی زمان کھولت، می‌تواند اطلاع از میزان چسبندگی بین ذرات جامد و بایندر در پیش‌رانه‌ها باشد. هنگامی که این مواد در اثر کھولت تحت تنش قرار می‌گیرند در فرایندی که واخیزی<sup>۶</sup> نامیده می‌شود، ذرات شروع به جدا شدن از بایندر می‌کنند و حباب‌ها شروع به تشکیل می‌کنند. با بکارگیری روش‌های ریاضی، تعیین تعداد حباب‌های تشکیل شده و سرعت گسترش آن‌ها در اثر کرنش ماده امکان‌پذیر می‌باشد. در یک تحقیق انجام شده توسط بیلمازر و فریس [۱۱] بر روی کامپوزیت‌های پر شده با دو نوع ذرات پوشش داده شده و بدون پوشش، پاسخ تنش-کرنش کامپوزیت‌ها با دانه‌های شیشه‌ای بدون پوشش، غیرخطی و تسلیم‌شدگی بعدی<sup>۸</sup> آن به علت واخیزی ذرات زمینه را نشان می‌دهد. در مقابل، کامپوزیت‌های حاوی ذرات پوشش داده شده با شکست عامل اتصال دهنده در یک فرایند ترد و شکننده، هیچ حالت غیرخطی و واخیزی قابل توجهی را نشان نداد. ذرات پوشش داده شده دارای قدرت کششی بیشتر اما تنش شکست کمتری نسبت به ذرات بدون پوشش بودند. کسر حجمی پرکننده بر روی مدول یانگ تاثیر می‌گذارد که مستقل از میزان اتصال بین ماتریس و پرکننده است. با افزایش مقدار پرکننده برای ذرات پوشش داده شده و بدون پوشش، استحکام کششی و کرنش در شکست کاهش می‌یابد. در ذرات با محدوده قطر ۲۵pm تا ۱۶۰pm اثر قابل توجهی بر روی مدول کششی یا رفتار انبساط حرارتی مشاهده نشد، اما کرنش در شکست با افزایش اندازه ذرات افزایش می‌یابد. هنگامی که دانسیته اتصالات عرضی بزرگتر است، واخیزی و پدیده‌های مرتبط با آن به سمت تنش‌های کوچکتر جابجا می‌شوند و در دانسیته اتصالات عرضی بالا، یک انتقال به شکست ترد رخ می‌دهد.

آزمون انبساط حرارتی معمولاً در یک دیلاتومترگازی فریس<sup>۹</sup> انجام می‌شود. این اساساً اختلاف فشار بین محفظه‌های نمونه و مرجع را از

5- Dilatation Testing  
6- Amorphous  
7- Dewetting  
8- Subsequent Yielding  
9- Farris

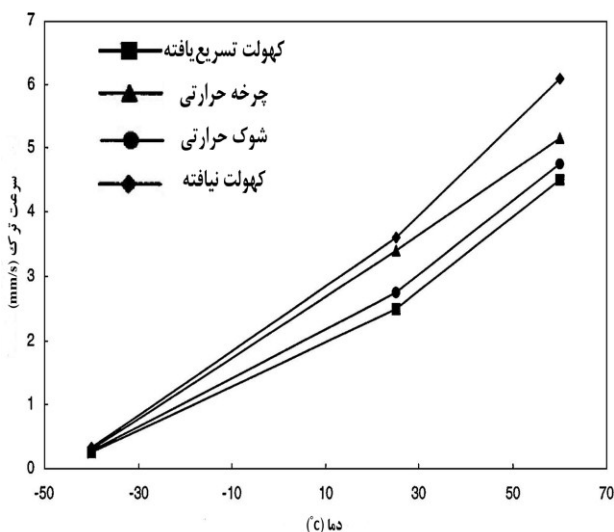
1- Nuclear Magnetic Resonance  
2- Infrared  
3- Polyethylene Glycol  
4- Isophorone Diisocyanate

مانند به نمونه ضربه وارد می‌کند و انرژی شکسته شدن نمونه از اتلاف انرژی سنتیکی وزنه محاسبه می‌شود [۱۶].

به‌طور کلی با گذشت زمان، حساسیت ماده مرکب پُرانرژی به ضربه و اصطکاک افزایش می‌یابد، لذا این آزمون می‌تواند به‌عنوان یک روش برای بررسی کهولت پیش‌رانه جامد مرکب بکار گرفته شود [۱].

### ۳-۵- تعیین سرعت رشد ترک

ویلیامز و همکارانش [۱۷] متوسط سرعت رشد ترک برای نمونه‌های پیش‌رانه را تحت شرایط مختلف کهولت مورد بررسی قرار دادند. بدین ترتیب که نمونه‌ها در ابعاد مشخصی برش داده شدند و سپس تیغه‌ی ۱۰ میلی‌متری در لبه‌ی نمونه‌ها قرار داده شد تا شکاف اولیه ایجاد شود. سپس با دستگاه تست کشش طول مشخص و برابری از نمونه‌ها برای بررسی سرعت رشد ترک در راستای شکاف اولیه کشیده شد. نتایج نشان داد، شکل (۱)، که سرعت ترک نمونه‌ی تحت شوک حرارتی کمی بیشتر از نمونه بدون کهولت است ( $4/75 \text{ mm/s}^{-1}$  در مقایسه با  $4/50 \text{ mm/s}^{-1}$  در  $60^\circ\text{C}$ ). سرعت ترک برای نمونه‌ی تحت چرخه حرارتی به‌میزان بیشتری افزایش یافته است (تا  $5/17 \text{ mm/s}^{-1}$ ). برای نمونه‌های کهولت تسریع‌یافته حداکثر سرعت ترک مشاهده شد که برابر است با  $6/10 \text{ mm/s}^{-1}$ .



شکل ۱- سرعت ترک در نمونه‌های پیش‌رانه ( $\epsilon = 0.002 \text{ s}^{-1}$ ) [۱۷].

سرعت ترک برای نمونه با کهولت تسریع‌یافته بیش از سایر نمونه‌ها بود، سپس سرعت ترک نمونه با چرخه‌ی حرارتی و سپس سرعت ترک نمونه با شوک حرارتی بیشترین مقدار را داشتند و سرعت ترک نمونه‌ی بدون کهولت کمترین مقدار بود؛ بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که سرعت رشد ترک معیاری از کهولت پیش‌رانه می‌باشد و هر چه سرعت رشد ترک بیشتر باشد میزان کهولت نیز بیشتر است.

طریق یک مبدل فشار اندازه‌گیری می‌نماید. هنگامی که نمونه منبسط می‌شود، ممکن است حجم محفظه نمونه در اثر واخیزی تغییر کند و این سپس با محفظه مرجع مقایسه می‌شود [۱۲].

داویس [۱۳] از آزمون انبساط حرارتی برای درک رفتار کهولت پیش‌رانه جامد مرکب بر پایه‌ی HTPB/AP/Al استفاده کرد. نتایج وی نشان داد که تغییرات در انبساط فقط به‌علت تغییر در شبکه‌ی پلیمری است و به‌عنوان یک نتیجه از برهم‌کنش بایندر/پرکننده نیست. نویسنده فکر کرد که داده‌ها بیانگر این هستند که کهولت در حضور رطوبت بر روی رفتار انبساط تاثیر نمی‌گذارد که مجدداً نشانگر این است که رطوبت بر برهم‌کنش بایندر/پرکننده به‌طور مستقیم تاثیر گذار نیست.

### ۳-۳- اندازه‌گیری اکسیژن مصرفی

پیش‌رانه‌های جامد مرکب ممکن است در اثر مرور زمان دستخوش تخریب اکسیداسیون شوند. یکی از راه‌های درک این موضوع اندازه‌گیری نرخ مصرف اکسیژن پیش‌رانه‌های کهولت یافته با استفاده از حسگر اکسیژن کولومتری<sup>۱</sup> است. سلینا و مینیر [۱۴] کهولت حرارتی اکسایشی لاستیک اورتانی HTPB/IPDI را در دمای بین  $25^\circ\text{C}$  تا  $125^\circ\text{C}$  بررسی و تغییرات در ازدیاد طول، سختی مکانیکی، خواص شبکه‌ی پلیمری، تراکم نفوذ  $\text{O}_2$  و دینامیک زنجیره مولکولی را به‌عنوان تابعی از طول عمر مورد بررسی قرار دادند. نرخ اکسیداسیون نمونه‌های پیش‌رانه‌ی کهولت یافته اندازه‌گیری شده و از داده‌های بدست آمده انرژی فعال‌سازی برای فرآیند را در دماهای بالا و پایین به‌منظور پیش‌بینی نرخ اکسیداسیون در یک محدوده‌ی دمایی در سال‌های آینده را محاسبه کردند. داده‌های آن‌ها نشان داد که عامل فرآیندهای شکست مکانیکی کاملاً وابسته به اکسیداسیون کل می‌باشد.

### ۳-۴- آزمون BAM

دستگاه حساسیت به اصطکاک یا دستگاه BAM<sup>۲</sup> توسط یک شرکت آلمانی برای اندازه‌گیری حساسیت مواد پُرانرژی نظامی به اصطکاک، پیش‌رانه و پیروتکنیک توسعه یافت [۱۵]. این آزمون انرژی لازم جهت شکستن ماده را اندازه‌گیری می‌کند. حساسیت ضربه‌ای در مورد مواد پُرانرژی مانند پیش‌رانه‌ی جامد موشک بر مبنای انفجار ۵۰ درصد از مقدار مشخصی از پودر کاملاً ریز شده‌ی پیش‌رانه می‌باشد. امروزه این آزمون به سه روش با دستگاه‌های تجاری انجام می‌شود: آزمایشگر چارپی<sup>۳</sup>، آزمایشگر پرتاب گلوله و آزمایشگر ایزود<sup>۴</sup>. در آزمایشگر پرتاب گلوله، انرژی لازم جهت شکستن نمونه از روی ارتفاع و وزن گلوله‌ی پرتابی تعیین می‌شود. در آزمایشگر ایزود و چارپی، پاندول چکش

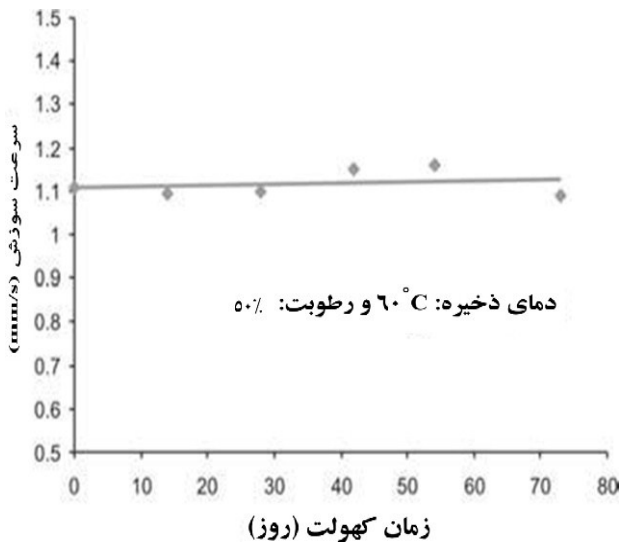
1- Coulometric  
2- Bundesanstalt für Caterialprüfung  
3- Charpy Tester  
4- Izod Tester

## ۳-۶-آزمون خواص بالستیکی

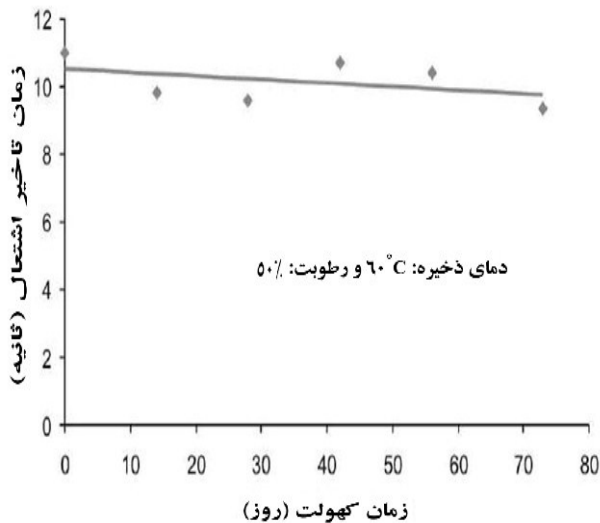
پیش‌رانه باید بتواند در طول انبارداری دراز مدت خواص بالستیکی (همانند فشار محفظه و سرعت دهانه) خود را حفظ نماید، که این به مفهوم پایداری بالستیکی است اما طی کِهولت پیش‌رانه، خواص بالستیکی (هر چند به میزان کم) تغییر می‌کنند [۱۸].

## ۳-۶-۱- نرخ سوزش

یکی از مهمترین خواص بالستیکی پیش‌رانه جامد مرکب، نرخ سوزش آن می‌باشد. آزمون استرند برنر<sup>۱</sup> به‌طور گسترده به‌عنوان یک روش استاندارد جهت اندازه‌گیری سرعت سوزش پیش‌رانه جامد مرکب مورد استفاده قرار می‌گیرد [۱۹]. کادربیش و اسریدهار [۱۸] با استفاده از این روش نمودار فشار نرخ سوزش را برای پیش‌رانه‌ی کِهولت‌یافته و کِهولت‌نیافته‌ی برپایه HTPB/AP/Al بدست آوردند (دمای آزمون  $60^{\circ}\text{C}$  و زمان کِهولت ۷۳ روز می‌باشد).



شکل ۳- تغییرات نرخ سوزش در مقابل کِهولت در فشار یک اتمسفر [۱۸].

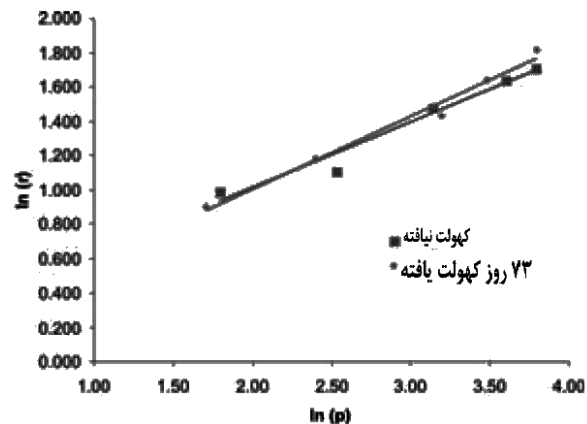


شکل ۴- تغییرات تاخیر اشتعال در مقابل کِهولت [۱۸].

همانطور که ملاحظه می‌شود کِهولت تاثیر قابل توجهی بر تاخیر اشتعال ندارد (کمتر از ۵٪) [۱۸].

در آزمایش دیگری کادربیش و اسریدهار [۲۰] تغییرات در خواص بالستیکی مانند تاخیر اشتعال را با فشار اندازه‌گیری نمودند. دمای کِهولت تسریع‌یافته در  $60^{\circ}\text{C}$  و رطوبت در ۵۰٪ ثابت نگه داشته شد. نتایج مؤید این قضیه بود که تفاوت قابل توجهی در گرمای احتراق و نیز ضریب انتشار حرارتی (۲٪ تفاوت) بین نمونه‌ی کِهولت‌یافته و کِهولت‌نیافته وجود ندارد (شکل ۵).

## ۳-۶-۲- تعیین زمان تاخیر اشتعال



شکل ۲- تغییرات در نرخ سوزش با فشار در مقیاس لگاریتمی برای پیش‌رانه‌ی کِهولت یافته و کِهولت نیافته [۱۸].

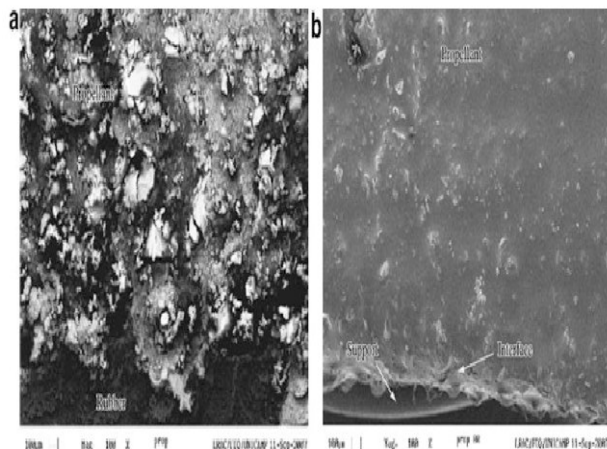
همانطور که در شکل (۲) ملاحظه می‌شود توان نرخ سوزش برای پیش‌رانه‌ی کِهولت‌یافته کمی بالاتر است (حدود ۱۰٪)، اما در فشارهای پایین‌تر (کمتر از ۱۰ اتمسفر) نسبتاً بی‌تاثیر است.

در شکل (۳) تغییرات نرخ سوزش با گذشت زمان در فشار یک اتمسفر و دمای ذخیره‌ی  $60^{\circ}\text{C}$  و رطوبت ۵۰٪ رسم شده است. ملاحظه می‌شود که تغییرات در نرخ سوزش کمتر از ۱۰٪ است و در طی کِهولت نرخ سوزش پیش‌رانه جامد مرکب تغییرات قابل توجهی ندارد [۱۸].

آزمون‌های تاخیر اشتعال با استفاده از روش میکروتروموکوپل<sup>۲</sup> انجام می‌شود. در شکل (۴) تغییرات زمان تاخیر اشتعال در مقابل کِهولت در دمای ذخیره‌ی  $60^{\circ}\text{C}$  و رطوبت ۵۰٪ نشان داده شده است.

۳-۷- مطالعه میکروسکوپی  
لیباردی و مورباس [۲۱] با مطالعه‌ی میزان نفوذ نرم کننده، کِهولت یک پیش‌رانه‌ی جامد مرکب بر پایه‌ی HTPB را که در تماس با مواد

1- Strand Burner  
2- Micro Thermocouple



شکل ۷ - ریزنگار SEM (۱۰۰×) از لایه بین پیشرانه و لاینر بدست آمده پس از ۵۴ روز از پایان دوره پخت کپهولت یافته در: (a) دمای اتاق، (b) دمای ۸۰°C.

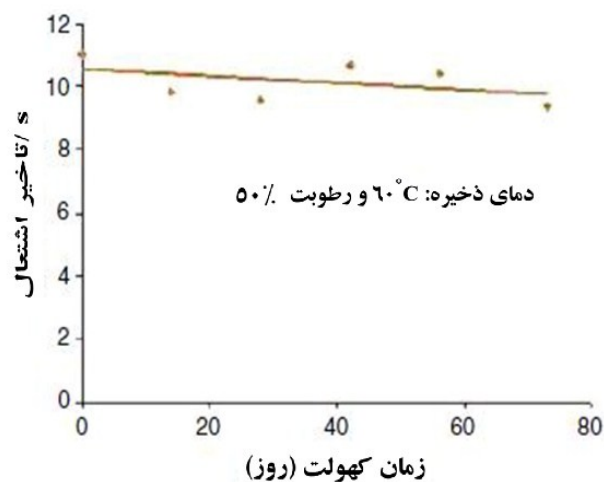
شکل (۶) نشان می‌دهد که ذرات آلومینیوم تمایل به نشست بر روی سطح دارند و می‌توانند تحت اکسیداسیون قرار گیرند تا اکسید آلومینیوم را تشکیل دهند که یک ترکیب سفید است. با مقایسه تصاویر در شکل‌های (۶) و (۷) لیباردی و مورياس قادر بودند اثبات کنند که تغییرات در سطح ریخت‌شناسی نمونه‌های پیشرانه در مقایسه با هر دو حالت اولیه و پس از کپهولت وجود دارد. پس از کپهولت در ۸۰°C، تغییرات قابل توجهی در پرتونگاری سطحی<sup>۳</sup> ذرات جامد که در ماتریس پلیمری قرار می‌گیرند، وجود دارد. این امر به افزایش فرآیند انتشار نرم‌کننده‌ها در دمای بالا منجر شد که باعث ایجاد تغییرات ساختاری در پلیمر و افزایش برهم‌کنش بین ذرات جامد و ماتریکس شد. در نهایت نتیجه‌گیری شد که ارتباطی بین تصاویر SEM و پرتونگاری مقطعی<sup>۴</sup> پیشرانه و نتایج تست سختی وجود دارد [۲۱].

به‌منظور مطالعه‌ی ساختار فیزیکی پیشرانه‌ها به‌عنوان یک نتیجه از کپهولت، نمونه‌ها می‌توانند تحت بررسی میکروسکوپی قرار گیرند. اگر یک بررسی دقیق‌تر از پرتونگاری لازم باشد، در آن صورت معمولاً SEM مورد استفاده قرار می‌گیرد و گاهی اوقات با اشعه ایکس پراکنش انرژی<sup>۵</sup> (EDX) جفت می‌شود که اطلاعات مربوط به ترکیب نمونه را فراهم می‌کند. SEM اغلب در رابطه با دیگر تکنیک‌های تحلیلی برای درک اینکه چه چیزی برای ساختار ظاهری پیشرانه تحت کپهولت اتفاق افتاده استفاده می‌شود [۲۲].

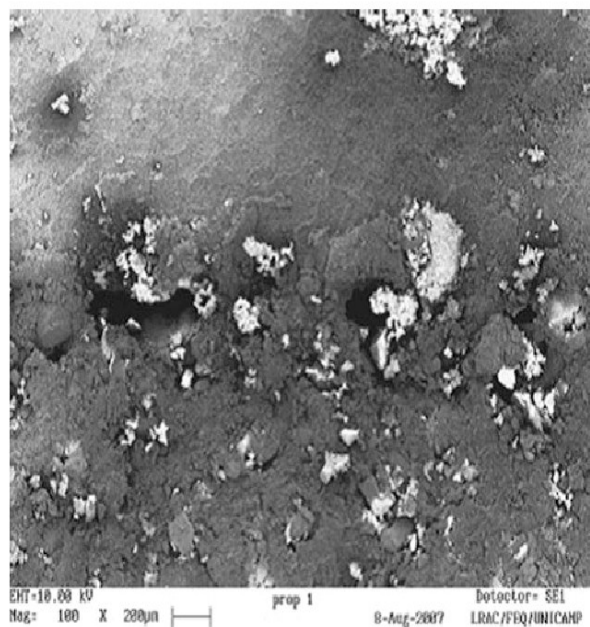
### ۳-۸ - آنالیز مقدار فلزات واسطه بوسیله‌ی طیف‌سنجی نشر اتمی القایی پلاسما - آرگون جفت شده

حضور فلزات واسطه مانند آهن ممکن است درهم شکستن بایندر

لاینر<sup>۱</sup> بود، مورد بررسی قرار دادند و از روش میکروسکوپی الکترونی<sup>۲</sup> (SEM) برای مشاهده‌ی تغییرات در ریخت‌شناسی سطحی پیشرانه استفاده کردند. تصاویر نمونه‌ای از تحقیقات آن‌ها در شکل‌های (۶) و (۷) نشان داده شده است. شکل (۶) لایه بین پیشرانه و لاینر را بعد از ۲۰ روز در دمای اتاق نشان می‌دهد، در حالی که شکل (۷) نشان دهنده‌ی لایه‌ی بین این دو پس از ۵۴ روز در دمای اتاق و دمای ۸۰°C می‌باشد.



شکل ۵ - اثر کپهولت بر روی تاخیر اشتعال [۲۰].



شکل ۶ - ریزنگار SEM (۱۰۰×) از لایه بین پیشرانه و لاینر بدست آمده پس از ۲۰ روز از دوره پخت در دمای اتاق.

3- Topography  
4- Tomography  
5- Energy Dispersive X-Ray

1- Liner  
2- Scanning Electron Microscopy

اجتناب ناپذیر در بکارگیری عملیات پیشران جامد می‌باشد. معمولاً روش‌های متداول مبتنی بر آزمون‌های مکانیکی، شیمیایی و آنالیز حرارتی برای تعیین خواص و مشخصات پیشران و تغییرات آن‌ها در طی زمان بکار گرفته می‌شوند. در این مقاله سعی گردید تعدادی روش‌ها و آزمون‌های جدید شامل روش‌های طیف‌سنجی IR و NMR، تعیین میزان انبساط حرارتی، میزان اکسیژن مصرفی، میزان حساسیت، آزمون BAM، تعیین سرعت رشد ترک، خواص بالستیکی و مطالعه‌ی میکروسکوپی معرفی گردند که با استفاده از این آزمون‌ها می‌توان تغییر خواص پیشران را با گذشت زمان اندازه‌گیری کرده و به طول عمر پیشران پی‌برد و در ارزیابی و پیش‌بینی کهنلت پیشران‌های جامد مرکب استفاده نمود.

پلیمری را در حین پیر شدن کاتالیز نمایند و منجر به ترک خوردن ماده شود. بنابر این چنانچه فلزات واسطه حضور دارند، یک آنالیز از مواد توصیه می‌شود. طیف‌سنجی نشر اتمی القایی جفت پلاسما- همراه آرگون یک روش آنالیزی مناسب برای تعیین فلزات واسطه است اما سایر روش‌ها نیز می‌تواند در نظر گرفته شوند [۲۳].

#### ۴- نتیجه‌گیری

برای پیش‌بینی رفتار پیشران جامد مرکب در طی مدت انبارداری و ذخیره‌سازی و تخمین طول عمر آن، معمولاً خواص فیزیکی- مکانیکی پیشران بررسی و تاثیر کهنلت بر آن‌ها مشخص می‌شود. از طرف دیگر شناخت فرایند کهنلت و عوامل موثر بر آن یک ضرورت

#### مراجع

- [1] Cerri, S.; Bohn, M. A.; Menke, K.; Galfetti, L. "Ageing Behaviour of HTPB Based Rocket Propellant Formulations"; CEJEM. 2009, 6(2), 149-65.
- [2] Yıldırım, H. C.; Özüpek, Ş. "Structural Assessment of a Solid Propellant Rocket Motor: Effects of Aging and Damage"; AEROSP SCI TECHNOL. 2011, 31,15(8), 635-41.
- [3] Shekhar, H. "Prediction and Comparison of Shelf Life of Solid Rocket Propellants Using Arrhenius and Berthelot Equations"; PEP. 2011, 1, 36(4), 356-9.
- [4] Sutton, G. P.; Biblarz, O. "Rocket Propulsion Elements"; John Wiley & Sons, New York, 2001.
- [5] وجدی، محمد رضا؛ دهنوی، محمد علی "بررسی پارامترهای موثر بر کهنلت پیشران‌های جامد مرکب بر پایه‌ی HTPB"; مجله علمی ترویجی مواد پرتانژی، سال دهم، شماره ۳، صفحه ۴۱، ۱۳۹۳.
- [6] علی‌برزی، وحید رضا؛ پوراعتدال، حمید رضا؛ قربانی‌فراز، محمد و کشاورز، محمد حسین "مزایا و معایب روشهای تخمین طول عمر پیشران جامد مرکب"; هفتمین همایش سراسری مواد منفجره، پیروتکنیک و پیشران، دانشگاه صنعتی مالک اشتر، صفحه ۲۹۵، ۱۳۹۳.
- [7] Sanecka, P. W.; Florczak, B.; Maranda, A. "Investigation of Properties of Heterogeneous Solid Rocket Propellants after Accelerated Aging"; Chemik Nauka-Technika-Rynek, 2016, 1, 70.
- [8] مادرام، علیرضا؛ کریمی، مه‌رمان و مرادپور، محمد "بررسی شیوه‌های ارزیابی طول عمر سوخت جامد کامپوزیتی و عوامل موثر بر کهنلت آن"; اولین کنفرانس انجمن پیشران‌ها هوافضایی ایران، دانشگاه صنعتی اصفهان؛ ۱۳۹۱.
- [9] Dodds, J.; Kavanagh G.; Theobald, J.; Tod, D. "Assessment of High Energy / High Elongation Propellant"; QinetiQ. Future Systems Technology Division. Fort Halstead, Sevenoaks. Kent, TN14 7BP. UNITED., 2002.
- [10] Nagle, D. J.; Celina, M.; Rintoul, L.; Fredericks, P. M. "Infrared Microspectroscopic Study of the Thermo-Oxidative Degradation of Hydroxy-Terminated Polybutadiene/Isophorone Diisocyanate Polyurethane Rubber"; POLYM DEGRAD STABIL. 2007, 92, 8, 1446-1454.
- [11] Yilmazer, U.; Farris, R. J. "Mechanical Behavior and Dilatation of Particulate-Filled Thermosets in the Glassy State"; POLYM POLYM COMPOS 1983, 4, no.1, 1-8.
- [12] Farris, R. J. "Dilatation of Granular Filled Elastomers under High Rates of Strain"; Applied Polymer Science 1964, 8, no. 1, 25-35.
- [13] Davis, D.D. "Use of Dilatation in Understanding Composite Propellant Aging"; In37th American Institute of Aeronautics and Astronautics, Society of Automotive Engineers and American Society of Mechanical Engineers joint Propulsion Conference and Exhibition, Salt Lake City, US 2001, 8, pp. 8-11.
- [14] Celina, M.; Minier, L.; Assink, R. "Development and Application of Tools to Characterize the Oxidative Degradation of AP/HTPB/Al Propellants in a Propellant Reliability Study"; THERMOCHIM ACTA 2002, 384, no. 1, 343-349.
- [15] Simpson, L. R.; Foltz, M.F. "LLNL Small-Scale Friction Sensitivity (BAM) Test"; Lawrence Livermore National Lab., CA (United States); 1996.
- [16] Safri, S. N. A.; Sultan, M. T. H.; Yidris, N.; Mustapha, F. "Low Velocity and High Velocity Impact Test on Composite Materials-a Review"; Int. J. Eng. Sci. 2014. 50-60.
- [17] Ide, K. M.; Ho, S. Y.; Williams, D. R.G. "Fracture Behaviour of Accelerated Aged Solid Rocket Propellants"; MATER SCI 1999, 34, no. 17, 4209-4218.
- [18] Kadiresh, P. N.; Sridhar, B. T. N. "Mechanical and Ballistic Property Variations of a Solid Propellant During Accelerated Ageing"; ADV MAT RES 2007, 1,1, 71-73.

- [19] Song, S. J.; Kim, H. J.; Ko, S. F.; Oh, H. T.; Kim, I. C.; Yoo, J. C.; Jung, J. Y. "Measurement of solid Propellant Burning Rates by Analysis of Ultrasonic full Waveforms"; MECH SCI TEC 2009, 23, no. 4, 1112-1117.
- [20] Kadiresh, P. N.; Sridhar, B. T. N. "Experimental Study on Ballistic Behaviour of an Aluminised AP/HTPB Propellant During Accelerated Aging"; Thermal Analysis and Calorimetry 2010,100,1 , 331-335.
- [21] Libardi, J.; Ravagnani, S. P.; Morais, A. M.F.; Cardoso, A. R.; "Diffusion of Plasticizer in a Solid Propellant Based on Hydroxyl-Terminated Polybutadiene"; Polímeros 2010,20, no. 4 , 241-245.
- [22] Goldstein, J.; Newbury, D. E.; Joy, D.C.; Lyman, C.E.; Echlin, P.; Lifshin, E.; Sawyer, L.; Michael, J. R. "Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis"; 3rd edn. Springer, Berlin, NewYork,2003.
- [23] STANAG 4581 (NATO): 2006.