

Ю.И. Евдокименко, В.М. Кисель, Г.А. Фролов, С.В. Бучаков, Д.В. Боровик

Институт проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев

МЕТОДИКИ И РЕЗУЛЬТАТЫ ИЗМЕРЕНИЯ ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИХ ХАРАКТЕРИСТИК ВНУТРЕННЕГО ТЕПЛОЗАЩИТНОГО ПОКРЫТИЯ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО 250 °С

В работе представлены методики и результаты исследования теплозащитных покрытий, которые используются в качестве внутреннего теплоизоляционного слоя многофункциональных покрытий изделий ракетно-космической техники. Основная задача такого слоя заключается не допустить перегрева основной конструкции выше 200 °С и его максимальная рабочая температура, как правило, не должна превышать 250 °С. Определен коэффициент удельной теплоемкости образцов модельного материала с низкой теплопроводностью в диапазоне температур от 20 до 200 °С с использованием прибора ИТ-с-400 при темпе нагрева 0,1 К/с. Разработана оригинальная методика определения коэффициента теплопроводности, которая позволяет одновременно определять коэффициент теплопроводности 3-х образцов при моделировании эксплуатационного темпа нагрева. Его теплопроводность в указанном диапазоне температур составляет 0,12-0,14 Вт/(м·К). Оценка ошибок показала очень хорошее совпадение расчетных и экспериментальных результатов.

Ключевые слова: теплозащитный материал, теплоемкость, теплопроводность, моделирование

Ю.І. Євдокименко, В.М. Кисіль, Г.О. Фролов, С.В. Бучаков, Д.В. Боровік

МЕТОДИКИ І РЕЗУЛЬТАТИ ВИМІРЮВАННЯ ТЕПЛОФІЗИЧНИХ ХАРАКТЕРИСТИК ВНУТРІШНЬОГО ТЕПЛОЗАХИСНОГО ПОКРИТТЯ ПРИ ТЕМПЕРАТУРІ НЕ ВИЩЕ 250 °С

В роботі представлені методики і результати дослідження теплозахисних покриттів, які використовуються в якості внутрішнього теплоізоляційного шару багатофункціональних покриттів виробів ракетно-космічної техніки. Основне завдання такого шару полягає не допустити перегріву основної конструкції вище 200 °С і його максимальна робоча температура, як правило, не повинна перевищувати 250 °С. Визначено коефіцієнт питомої теплоємності зразків модельного матеріалу з низькою теплопровідністю в діапазоні температур від 20 до 200 °С з використанням приладу ІТ-с-400 при темпі нагріву 0,1 К/с. Розроблено оригінальну методику визначення коефіцієнта теплопровідності, яка дозволяє одночасно визначати коефіцієнт теплопровідності 3-х зразків при моделюванні експлуатаційного темпу нагріву. Його теплопровідність в зазначеному діапазоні температур становить 0,12-0,14 Вт/(м·К). Оцінка помилок показала дуже хороший збіг розрахункових і експериментальних результатів.

Ключові слова: теплозахисний матеріал; теплоємність; теплопровідність; моделювання

Yu.I. Evdokimenko, V.M. Kysil, G.A. Frolov, S.V. Buchagov, D.V. Borovik

METHODS AND RESULTS OF MEASURING THERMOPHYSICAL CHARACTERISTICS OF THE INTERNAL HEAT-PROTECTIVE COATING AT TEMPERATURES UP TO 250 °C

The paper presents the methods and results of the study of heat-protective coatings, which are used as an internal heat-insulating layer of multifunctional coatings for rocket and space technology products. The main task of such a layer is to prevent overheating of the main structure above 200 °C and its maximum operating temperature, as a rule, should not exceed 250 °C. The coefficient of specific heat of the model material samples with low thermal conductivity in the temperature range from 20 to 200 °C using the IT-c-400 device at a heating rate of 0.1 K/s. An original method for determining the thermal conductivity coefficient has been developed, which makes it possible to simultaneously determine the thermal conductivity coefficient of 3 samples when simulating the operational heating rate. Its thermal conductivity in the specified temperature range is 0.12-0.14 W/(m·K). The estimation of the errors showed very good agreement between the calculated and experimental results.

Key words: heat-shielding material, heat capacity, and thermal conductivity, modeling

Постановка проблеми. Для защиты от теплового воздействия конструкций летательных аппаратов, как правило, применяются разрушающиеся (аблирующие) теплозащитные материалы, которые претерпевают при эксплуатации фазовые переходы (плавление, испарение, горение, термическое разложение). Разрушающиеся теплозащитные материалы (ТЗМ) в основном являются композитами, в которых в роли армирующей основы (наполнителя) выступают волокна из асбеста, стекла и углеволокна, а связующим – органические смолы. В свою очередь в зависимости от механизма разрушения в условиях высокотемпературного воздействия эти материалы делятся на разлагающиеся, сублимирующие, плавящиеся и коксующиеся [1, 2].

© Ю.И. Евдокименко, В.М. Кисель, Г.А. Фролов, С.В. Бучаков, Д.В. Боровик

Однако, теплопроводность этих покрытий довольно высокая, что, требует либо увеличения толщины защитного слоя, что приводит к повышению веса конструкции, либо установки промежуточного слоя между основной, как правило, металлической конструкции и термозероустойчивого теплозащитного материала. Например, наиболее термостойкие теплозащитные материалы, такие как асботекстолит, стеклопластик, кварцевая стеклокерамика и углепластик имеют теплопроводность в среднем 0,5 Вт/(м·К), а на металлической конструкции, которая в основном изготавливается из алюминиевых сплавов допустимая температура не должна превышать 200 °С.

Анализ последних исследований и публикаций. Работы в области разработки и испытаний ТЗП опубликовано много литературы, например, [1-3]. К относительно последним можно отнести такие как [4-8]. Одним из наиболее эффективных материалов для абляционной теплозащиты является углеродный аблятор с фенольной пропиткой (РІСА-Х), применяемый для защиты возвращаемого корабля SpaceX's Dragon. Материал был успешно испытан на электродуговой установке при температурах до 1850 °С. Испытания моделировали условия нагрева при входе в атмосферу, которые будет испытывать капсула Dragon. Панели из высококачественного углеродного материала защитят груз и экипаж во время возвращения космического корабля с околоземной орбиты [8].

Однако, в ряде случаев наружное покрытие кроме теплозащитной функции, должно обеспечивать другие параметры изделия, например, заданные оптические или радиационные характеристики на протяжении всего времени работы. В таком случае, покрытие должно быть неуносимым и иметь промежуточные слои с низкой теплопроводностью и малым удельным весом, защищающие основную металлическую конструкцию от перегрева.

Постановка задачи. Для измерения теплофизических характеристик тепловой защиты с низкими удельным весом и теплопроводностью необходимо разработать методики и показать их работоспособность на модельном материале. Разработку методики проводили на модельном теплозащитном материале, имеющим более низкие теплопроводность и удельный вес, предоставленном ГП КБ "Южное" (сокращенно ТЗПНМ).

Изложение основного материала.

Определение теплофизических характеристик материала ТЗПНМ.

Измерение удельной теплоемкости проводилось на приборе ИТ-с-400 по методике [9]. В основу работы измерителя положен сравнительный метод динамического с-калориметра с тепломером и адиабатической оболочкой.

При проведении экспериментов также использовались следующие устройства:

- персональный компьютер (ПК);
- аналоговый преобразователь АКОН-Т, который состоит из преобразователя интерфейсов WAD-RS-232/USB/485-BUS и двух четырех канальных модулей аналогового ввода с поканальной гальванической развязкой входных каналов и интерфейсом RS-485-WAD-AIK-USB. Аналоговый преобразователь Акон-Т WAD-RS-232/USB/485-BUS применяется практически во всех экспериментах по определению теплоемкости и записи температурных измерений образцов[10].

Определение удельной теплоемкости материала ТЗПНМ в диапазоне температур 20 °С – 200 °С было проведено на 4-х образцах. Полученные результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты измерения удельной теплоемкости материала покрытия ТЗПНМ

Температура, °С	Удельная теплоемкость, Дж/(кг·К)				
	Образец №1	Образец №2	Образец №3	Образец №4	Среднее значение
20	1710	1690	1990	1851	1810
40	1886	1841	2030	1827	1896
60	2024	2157	2090	1894	2041
80	2024	2069	2209	1827	2032
100	2186	2342	2243	2041	2203

120	2381	2229	2456	1899	2241
140	2432	2456	2339	2225	2363
160	2366	2209	2402	2192	2292
180	2078	2104	2026	1974	2046
200	1787	1987	2026	2059	1965

Температура експеримента була обмежена 200 °С, так як темп нагріву на приборі ИТ-с-400 рівен 0,1 К/с. При такому темпе нагріву матеріал ТЗПНМ при 250 °С втрачає свою первинну форму (розм'якшується, в ньому починаються процеси деструкції), рис. 1.

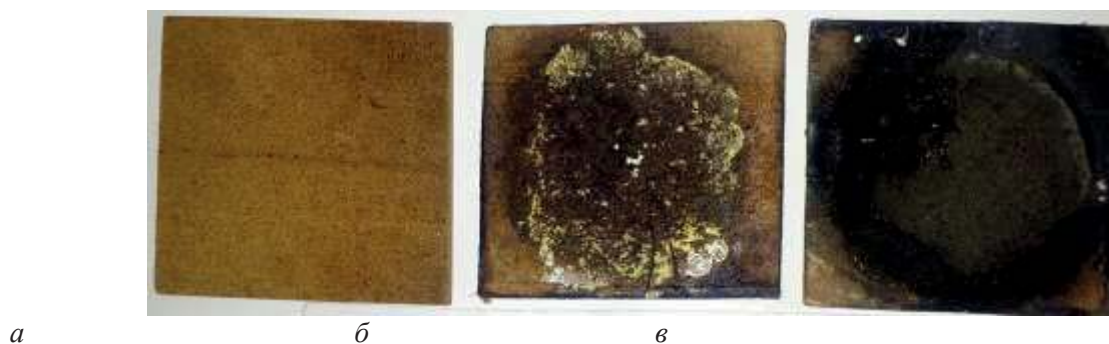


Рис. 1. Внешний вид образцов материала ТЗПНМ до и после испытаний при разных температурах: а– до испытаний; б – после испытаний при температуре ~ 200 °С; в– после испытаний при температуре > 350 °С

На рисунке 2 показана зависимость теплоемкости от температуры, а в табл. 2 приведено отличие измеренных значений от средней величины.

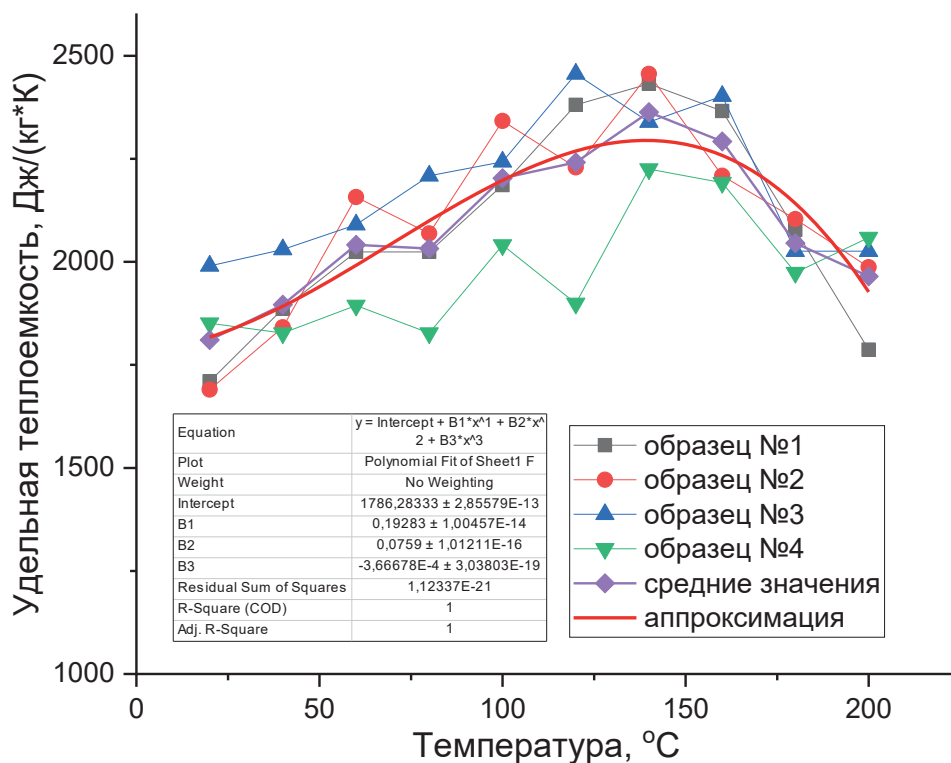


Рис. 2. Зависимость удельной теплоемкости материала ТЗПНМ от температуры, определенная на приборе ИТ-с-400: экспериментальные значения (точки), их средние значения (кривая), линия – аппроксимация (1)

Полученные средние значения удельной теплоемкости аппроксимируются полиномом 3-й степени:

$$T \text{ 20 } ^\circ\text{C, 200 } ^\circ\text{C}: C_p(T) = 1786,3 + 0,193T + 0,076T^2 - 3,64 \cdot 10^{-4}T^3 \quad (1)$$

Таблица 2

Результаты аппроксимации зависимости удельной теплоемкости покрытия ТЗПНМот температуры и относительные отклонения средних значений от значений аппроксимации

Температура, °С	Удельная теплоемкость (аппроксимация), Дж/(кг·К)	Среднее значение, рассчитанное по 4-ем образцам	Относительные отклонения среднего значения от значений аппроксимации, %
20	1818	1810	0,41
40	1892	1896	-0,19
60	1993	2041	-2,43
80	2102	2032	3,31
100	2202	2203	-0,06
120	2275	2241	1,48
140	2304	2363	-2,56
160	2272	2292	-0,90
180	2161	2046	5,33
200	1953	1965	-0,61

Из таблицы 2 видно, что максимальное отличие значений удельной теплоемкости от среднего значения, полученного при аппроксимации, не превышает 6 %.

Определение коэффициента теплопроводности при темпах нагрева, моделирующих эксплуатационные условия. Для испытаний были представлены образцы материала ТЗПНМ в форме квадратных пластин с размерами сторон А х В, приведенных в табл. 3.

Таблица 3

Характеристики образцов для определения коэффициента теплопроводности материала ТЗПНМв условиях, приближенных к эксплуатационным

Номер образца	№ поля	Высота, мм	Размер А, мм	Размер В, мм	Масса, г	Плотность, г/см ³
1	1	3,1	48,6	47,8	5,272	0,7321
2		2,9	49,5	47,6	5,036	0,7370
3		3,4	49,2	47,2	5,583	0,7071
4	2	3,3	49,2	50,0	5,960	0,7342
5		3,2	49,6	50,3	5,741	0,7191
6		3,1	50,3	48,6	5,502	0,7260
7	3	3,4	49,9	50,3	6,083	0,7128
8		3,4	50,0	50,2	6,231	0,7301
9		3,5	49,6	50,2	6,317	0,7249

На рисунке 3 показана экспериментальная модель, которая использовалась при определении коэффициента теплопроводности образцов ТЗПМН.

В экспериментальной модели пакет из четырех образцов (1) толщиной до 3,5 мм с размещенными между ними термопарами (2) располагается между керамическим корпусом (3) и нагревателем (4) (четвертый образец выполняет роль теплоизоляции). Нагреватель представляет собой стальной корпус с запрессованными в торцы медными пластинами, которые служат для выравнивания температур на его нижней поверхности. Ячейка закрывается крышкой с отверстием из ТЗМ (7), которая стальным прижимом (8) сжимается вместе с пакетом нагреватель-образцы-корпус (3), сводя к минимуму влияние термических сопротивлений между ними. В силу малости теплопроводности и объемной теплоемкости материала ТЗПМН по сравнению с таковыми для стали и меди в условиях эксперимента можно пренебречь. Для теплоизоляции боковых поверхностей нагревателя и образца используется внутренняя теплоизоляция из базальтового волокна (9). Снизу образцы теплоизолированы от керамического корпуса (3) листовой асбестовой теплоизоляцией (10). Нагреватель имеет толщину 20 мм и снабжен двумя термопарами, установленными на его верхней и нижней поверхностях под медными пластинами. Это позволяет использовать его нижнюю термопару в качестве датчика температуры верхней (горячей) поверхности образца. В качестве источника нагрева использовалась стандартная сварочная кислородно-пропановая горелка 11.

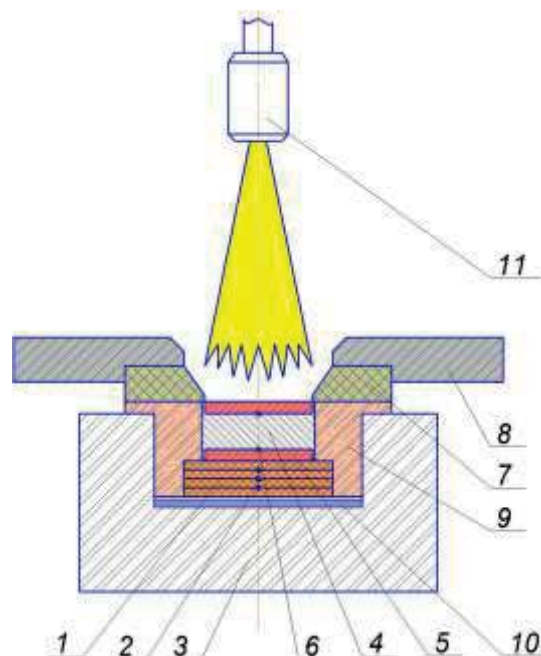


Рис. 3. Модель для определения теплопроводности образцов ТЗПМН в условиях, моделирующих эксплуатационные: 1 – пакет из четырех образцов; 2 – термопары (3 шт.); 3 – корпус (огнеупорный кирпич); 4 – нагреватель (нерж. сталь); 5 – медная пластина (2 шт.); 6 – термопара (2 шт.); 7 – крышка (ТЗМ); 8 – стальной экран-прижим; 9 – теплоизоляция (базальтовая вата); 10 – теплоизоляция (листовой асбест); 11 – кислород-пропановая сварочная горелка

Математической моделью одностороннего прогрева теплоизолированной пластины конечной толщины является решение уравнения теплопроводности в наиболее простой его нелинейной форме – однородного уравнения теплопроводности с однородными начальными и граничными условиями:

$$\frac{\partial T}{\partial t} = a^2 \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right), \quad (2)$$

$$x \in (0, L), t \in (0, +\infty) \\ (= \rho c,$$

где α – температуропроводность, λ – коэффициент теплопроводности, ρ – плотность, c – теплоемкость

$$T(0, t) = F_1(t), t \in (0, t_{\text{end}});$$

граничные условия: $T(L, t) = F_2(t), t \in (0, t_{\text{end}});$

начальное условие: $T(x, 0) = T_0, x \in (0, L).$

В эксперименте должны быть обеспечены односторонний нагрев пластины однородным тепловым потоком и измерения в процессе нагрева температур обеих её поверхностей и теплового потока. Задача решается численно с использованием программного комплекса COMSOL.

Расчет коэффициента теплопроводности представленных материалов проводится на основании следующих данных об образце: размеры сторон квадрата $A \times B$, высота h_{sam} , масса m_{sam} (табл. 3)

Эксперименты проводятся с использованием датчика (рис. 3). Для теплоизоляции образца применяется материал образца ТЗПНМ. Устанавливаются четыре образца, между которыми находятся термодатчики. Последний образец используется в качестве теплоизоляции. В этом случае соблюдается модель полубесконечного тела, изолированного снизу четвертым образцом. Предварительные эксперименты показали, что температура поверхности 4-го образца возрастает за время нагрева не больше, чем на 3 °С.

Следует отметить, что при расчетах использовались граничные условия 1-го рода, т. е. температура нагреваемой поверхности первого образца. Тепловой поток, входящий в первый образец в пакете, переменный. Например, для первого образца поля №1 он возрастает от 0 до максимального значения (11538 Вт/м²), которое достигается на 350 с нагрева.

На рисунке 4 показана зависимость коэффициента теплопроводности от температуры, полученная в условиях темпа, приближенного к эксплуатационному.

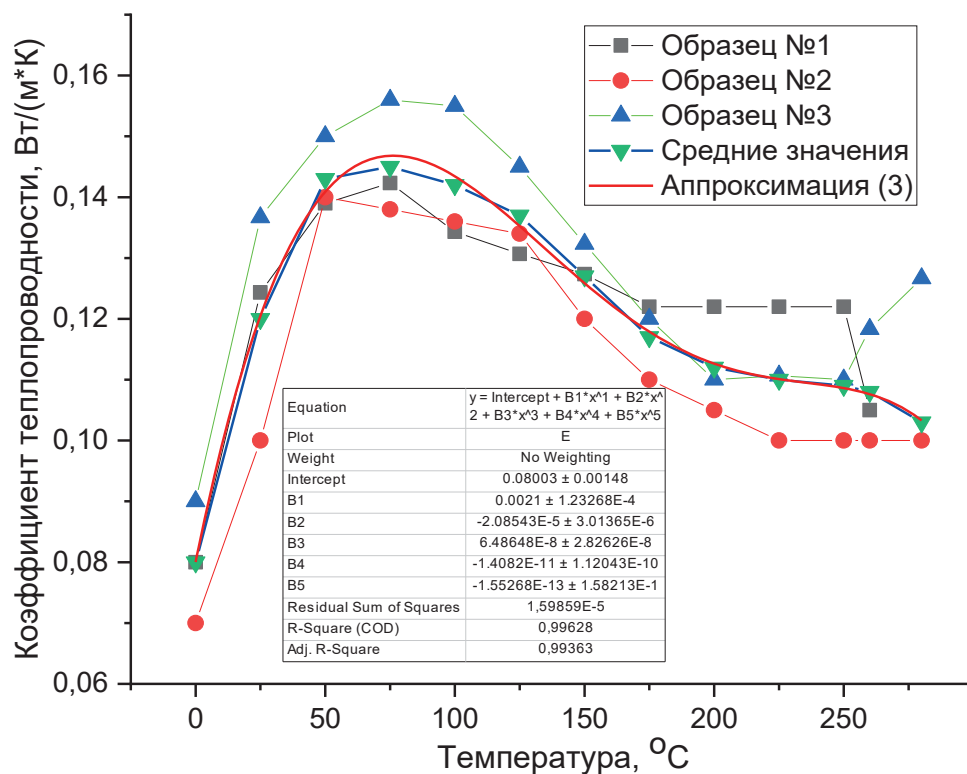


Рис. 4. Зависимость коэффициента теплопроводности материала ТЗПНМ от температуры в условиях, моделирующих эксплуатационные

Полученные результаты аппроксимированы полиномом 5-й степени: $T \in [0^\circ\text{C}, 250^\circ\text{C}]$:

$$\lambda = 0,08 + 0,0021 \cdot T - 2,085 \cdot 10^{-5} \cdot T^2 + 6,486 \cdot 10^{-8} \cdot T^3 - 1,408 \cdot 10^{-11} \cdot T^4 - 1,553 \cdot 10^{-13} \cdot T^5 \quad (3)$$

На рисунках 5 – 7 показаны экспериментальные и расчетные температурные поля, определенные по показаниям термопар 2 (рис. 3) и коэффициентам теплопроводности, полученными для каждого температурного поля. На рисунках 8 – 10 эти же экспериментальные температурные поля сравниваются с расчетом по средним значениям коэффициентов теплопроводности, приведенным в табл. 4. При определении коэффициентов теплопроводности использовались средние значения удельной теплоемкости из табл. 1.

Таблица 4

Зависимость коэффициента теплопроводности материала ТЗПНМ от температуры, полученная в условиях, моделирующих эксплуатационные

Температура, °С	Коэффициент теплопроводности, Вт/(м·К)			
	Поле №1	Поле №2	Поле №3	Средние значения
0	0,080	0,070	0,090	0,08
25	0,124	0,100	0,137	0,12
50	0,139	0,140	0,150	0,143
75	0,142	0,138	0,156	0,145
100	0,134	0,136	0,155	0,142
125	0,131	0,134	0,145	0,137
150	0,127	0,120	0,132	0,127
175	0,122	0,110	0,120	0,117
200	0,122	0,105	0,110	0,112
225	0,122	0,100	0,111	0,11
250	0,122	0,100	0,110	0,109
260	0,105	0,100	0,118	0,108
280	0,081	0,100	0,127	0,103

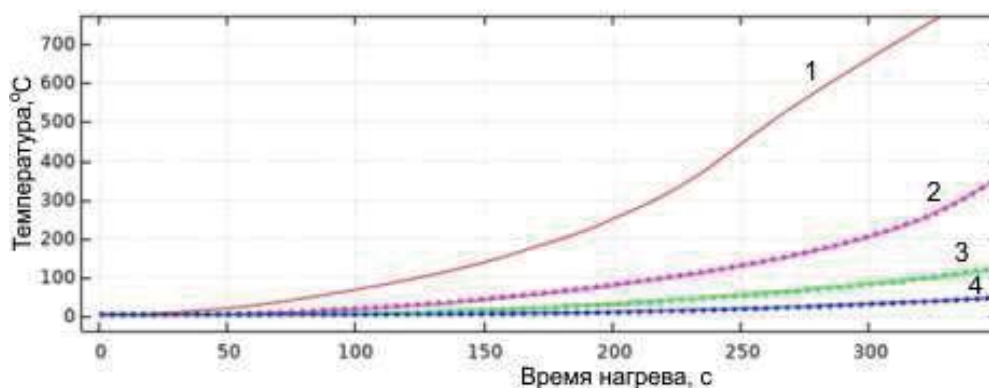


Рис. 5. Температурное поле № 1: 1 – температура нагреваемой поверхности пакета в первом эксперименте; 2 – температура холодной поверхности 1-го образца; 3 – температура холодной поверхности 2-го образца; 4 – температура холодной поверхности 3-го образца; линии – эксперимент; точки – расчет по данным табл. 4

Следует отметить, что материал ТЗПНМ начинает интенсивно разрушаться при температуре ~ 300 °С, а при температуре 200 °С становится пластичным и сохранение первоначальной толщины образцов не гарантировано. Поэтому с этой температуры на рисунках наблюдается

большее расхождение расчетных и экспериментальных данных. По-видимому, связанное с процессами разложения материала.

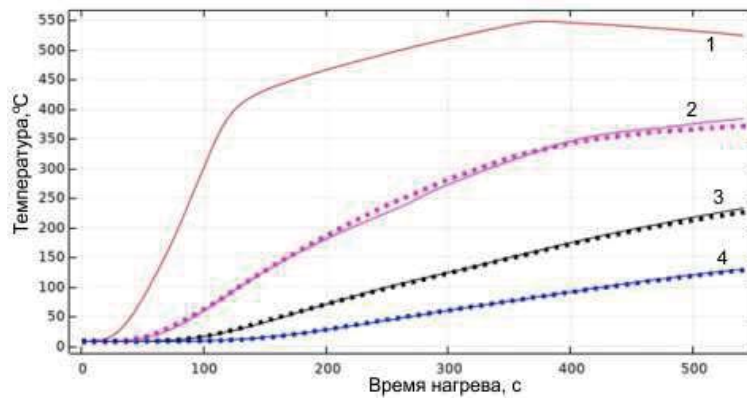


Рис.6. Температурное поле № 2: 1 – температура нагреваемой поверхности пакета во втором эксперименте; 2 – температура холодной поверхности 1-го образца; 3 – температура холодной поверхности 2-го образца; 4 – температура холодной поверхности 3-го образца; линии – эксперимент; точки – расчет по данным табл. 4

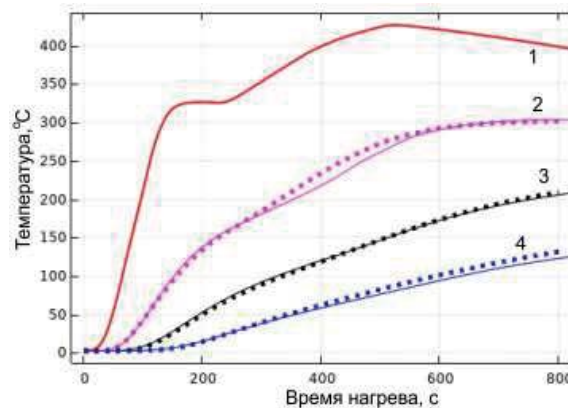


Рис. 7. Температурное поле № 3: 1 – температура нагреваемой поверхности пакета в третьем эксперименте; 2 – температура холодной поверхности 1-го образца; 3 – температура холодной поверхности 2-го образца; 4 – температура холодной поверхности 3-го образца; линии – эксперимент; точки – расчет по данным табл. 4

Результаты статистического анализа погрешности расчета температурных полей в экспериментальных пакетах из трех образцов материала ТЗПНМ по определенным значениям его ТФХ приведены в табл. 1 и 4. В таблице 5 показаны среднеквадратичные отклонения расчетных температурных полей (ТП) в пакете образцов из материала ТЗПНМ от экспериментальных в зависимости от достигнутой температуры нагреваемой поверхности пакета.

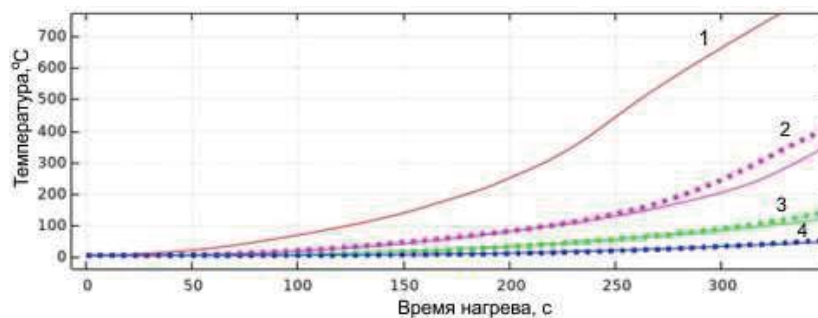


Рис. 8. Температурное поле № 1 то же, что и на рис. 5: точки – расчет по среднему значению коэффициентов теплопроводности из табл. 4

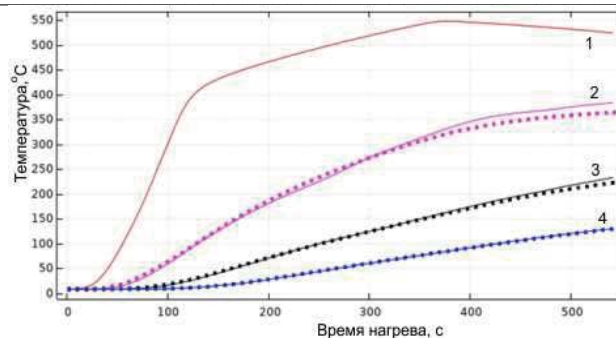


Рис. 9. Температурное поле № 2 то же, что и на рис. 6: точки – расчет по среднему значению коэффициентов теплопроводности из табл. 4

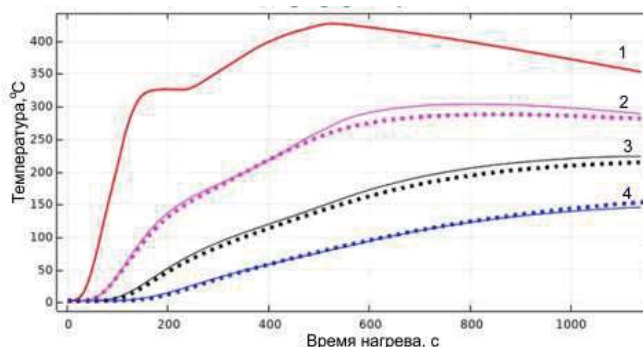


Рис. 10. Температурное поле № 3 то же, что и на рис. 7: точки – расчет по среднему значению коэффициентов теплопроводности из табл. 4

Полученное совпадение экспериментальных и расчетных температурных полей можно считать хорошим.

Выводы: С помощью прибора ИТ-с-400 определена удельная теплоемкость образцов ТЗПНМ. Полученные результаты использованы при определении коэффициента теплопроводности с применением разработанного датчика (рис. 3) и программного комплекса COMSOL.

Таблица 5

Среднеквадратичные отклонения расчетных температурных полей в пакете образцов из материала ТЗПНМ от экспериментальных в зависимости от достигнутой температуры нагреваемой поверхности пакета

№ поля	Время, с	Температура нагреваемой поверхности пакета, °C	Среднеквадратичное отклонение, °C		
			ТП №1	ТП №2	ТП №3
1	2	3	4	5	6
1	203	259	3,25	0,28	0,46
	217	302	3,21	0,27	0,53
	241	400	3,22	0,26	0,61
	261	498	3,76	0,29	0,63
	284	600	6,23	0,55	0,60
1	2	3	4	5	6
2	91	259	3,43	0,77	0,13
	100	302	3,52	0,90	0,16
	126	401	3,39	1,16	0,17

	262	500	4,73	0,72	0,39
3	115	260	0,96	1,00	0,09
	134	301	1,85	1,59	0,27
	403	400	4,02	5,20	1,64

Разработана оригинальная методика определения коэффициента теплопроводности, позволяющая одновременно определять коэффициент теплопроводности 3-х образцов при моделировании эксплуатационного темпа нагрева. Сравнение расчетных и экспериментальных результатов показало хорошее совпадение.

Список использованных источников:

1. Полежаев, Ю. В. Тепловая защита [Текст] / Ю.В. Полежаев, Ф.Б. Юревич. – М.: Энергия. – 1976. – 392 с.
2. Полежаев, Ю.В. Тепловое разрушение материалов [Текст] / Ю.В. Полежаев, Г.А. Фролов. – Киев: Академперіодика. – 2006. – 352 с.
3. Исаев, К.Б. Теплофизические характеристики материалов в широких диапазонах температур и скоростей нагрева [Текст]. – Киев: Куприянова. – 2008. – 240 с.
4. Frolov, G.A. Criteria of thermal destruction for the estimation of quality of heat-protective materials in various heating conditions [Text] / G.A. Frolov, V.G. Tykhyu and A.M. Potapov // Acta Astronautica. – 2009. – 64(1). – P. 41–48.
5. Shanklin, E. SpaceX Manufactured Heat Shield Material Passes High Temperature Tests Simulating Reentry Heating Conditions of Dragon Spacecraft [Electronic resource] – <http://www.spacex.com/press.php?page=20090223>. February 23, 2009.
6. Christian, Gogu. Comparison of Materials for an Integrated Thermal Protection System for Spacecraft Reentry / Gogu Christian, K. Satish, S.K. Varanapalli, T. Raphael, R.T. Haftka, B.V. Sankar [Text] // Journal of Spacecraft and Rockets. – 2009. – Vol. 46, No. 3, May–June.
7. Евдокименко, Ю.И. Исследование термоэрозионных характеристик ультравысокотемпературной керамики в условиях высокотемпературного нагрева в сверхзвуковом потоке продуктов сгорания [Текст] / Ю.И. Евдокименко, В.М. Кисель, Г.А. Фролов, О.Н. Григорьев, С.В. Бучаков, И.П. Нешпор, Т.В. Мосина, А.В. Коротеев, Н.Д. Бега // Наукові нотатки. Міжвузівський збірник (за галузями знань «Технічні науки»). – Луцьк: Изд-во Луцького національного техн. ун-ту, 2017. – Випуск 58. – С. 145-152.
8. Yevdokimenko, Yu. Thermoerozion tests of ultra-high-temperature ceramic coatings on carbon-carbon composite substrates [Text] / Yu. Yevdokimenko, G. Frolov, V. Kisel, S. Buchakov, O. Grigoriev, I. Podchernyaeva, I. Neshpor, V. Tsuganenko // Proceedings of III Scientific Congress “INNOVETION 2017”, 19-22.06.2017, Varna, Bulgaria. P. 216-219.
9. Волков, Д.П. Приборы и методы для измерения теплофизических свойств веществ [Текст] / Д.П. Волков, В.А. Кораблев, Ю.П. Заричняк: метод. указ. – СПб: СПб ГУ ИТМО, 2006. – 66 с.
10. Техническое описание WAD-AIK12-BUS ТУ У 33.2-33056998-001:2009 АКОН.426431.001. Компания Акон. – 2015. [Электронный ресурс] – Режим доступа: https://www.akon.com.ua/download/products/teh_op/teh_op

Рецензенты

Панарин В.Е., ведущий научный сотрудник ИМФ НАН Украины, доктор технических наук
Баглюк Г.А., заместитель директора ИПМ НАН Украины, доктор технических наук, профессор