

Г. А. ФРОЛОВ¹, Ю. И. ЕВДОКИМЕНКО¹, В. М. КИСЕЛЬ¹, И. А. ГУСАРОВА²¹ *Институт проблем материаловедения им. И. Н. Францевича**Национальной Академии наук Украины, Киев, Украина*² *Государственное конструкторское бюро «Южное» им. М. К. Янгеля, Днепр, Украина*

ТЕПЛОФИЗИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ ТЕПЛОЗАЩИТНОГО МАТЕРИАЛА КОРПУСА РАКЕТНОГО ДВИГАТЕЛЯ ПРИ ТЕМПЕРАТУРАХ ДО 1000 °С

Выполнено экспериментальное определение температурных зависимостей удельной теплоёмкости и коэффициента теплопроводности многофункционального покрытия МФП-92 при температурах до 1000 °С. При температурах до 450 °С для определения удельной теплоемкости использовали прибор ИТ-с-400, для определения теплопроводности – ИТ-λ-400. При более высоких температурах определение теплофизических характеристик (ТФХ) проводили методом решения обратной задачи теплопроводности (ОЗТ) в плоской пластине в условиях одностороннего нагрева в муфельной печи. Композиционный материал МФП-92 представляет собой многослойную конструкцию, с верхними слоями на основе кремнеземной ткани и хромфосфатного связующего и нижними слоями на основе муллитокремнеземной ткани и алюмосиликатного связующего. Очевидно, что и ТФХ слоев различаются между собой, и, соответственно, свойства этого материала в целом могут быть определены лишь в виде их эффективных значений, осредненных тем или иным образом по толщине покрытия. Кроме того, в процессе нагрева материал претерпевает существенные физико-химические превращения, связанные с термической деструкцией его компонентов, проявляющиеся в виде обильного газовыделения, и уменьшением плотности материала, которые значительно меняют его ТФХ и определяют их зависимость от темпа нагрева. Поэтому исследования теплофизических характеристик материала МФП-92 проводили при нескольких (2–5) последовательных циклах нагрева. Уставлено, что в четырех циклах нагрева материала МФП-92 до 450 °С в течение 75 минут при измерениях удельной теплоёмкости на приборе ИТ-с-400, её температурная зависимость значительно изменяется качественно и количественно. При печном нагреве до 1000 °С температурные зависимости ТФХ материала, определенные в первом и втором циклах нагрева, имеют различный вид, но в последующих циклах нагрева изменяются незначительно. Это позволяет приписать материалу МФП-92 комплект из двух наборов ТФХ, относящихся к его исходному (фаза А) и отожженному после нагрева до 1000 °С (фаза Б) состояниям. Используя полученные ТФХ фазы А (включая величину теплового эффекта необратимого эндотермического фазового перехода при 100 °С) и фазы Б, было получено хорошее совпадение расчетных и экспериментальных температурных полей в образцах в условиях печного нагрева.

Ключевые слова: многофункциональное покрытие; теплофизические характеристики; высокотемпературные испытания; жаростойкость; муфельная печь.

Введение

Исследования теплофизических характеристик материала многофункционального покрытия (МФП-92), которое применяется для тепловой защиты корпуса ракетных двигателей, включают определение удельной теплоемкости и коэффициента эффективной теплопроводности материала МФП-92 в рабочем температурном диапазоне.

Достаточно полный анализ стационарных и нестационарных методов измерения теплопроводности выполнен в [1].

В статье представлены результаты определения температурной зависимости теплофизических характеристик материала МФП-92, которые определялись на установках ИТ-с-400 и ИТ-λ-400 в диапа-

зоне температур от минус 50 °С до +400 °С, а также при печном нагреве – в диапазоне температур от комнатной до 1000 °С. При обработке результатов применялись методики решения обратной и прямой задач теплопроводности [2, 3].

Экспериментальные температурные поля в образцах МФП-92 получали при нагреве в муфельной печи при температурах до 1150 °С.

Для определения теплопроводности необходима информация о температурной зависимости удельной теплоемкости исследуемого материала, которую получали экстраполяцией данных, полученных с помощью прибора ИТ-с-400.

В слоистом материале МФП-92 могут быть выделены три примерно равных по толщине слоя – наружные, на рабочей и тыльной поверхностях, и

внутренний между ними, которые существенно отличаются между собой как внешним видом, так и структурой. Очевидно, что и ТФХ слоев различаются между собой, и, соответственно, свойства МФП-92 в целом могут быть определены лишь в виде их эффективных значений, осредненных тем или иным образом по толщине покрытия.

Известно, что рассматриваемый материал МФП-92 планируется применять в эксплуатационных условиях, что обязательно требует дополнительных экспериментов при программированном нагреве, которые будут представлены при дальнейших исследованиях.

1. Объекты исследования

Композиционный материал МФП-92 представляет собой многослойную конструкцию, с верхними слоями на основе кремнеземной ткани и хромфосфатного связующего и нижними слоями на основе муллитокремнеземной ткани и алюмосиликатного связующего. Для исследований материал был поставлен пластинами 80×80 мм с толщиной порядка 8 мм со штатным лакокрасочным покрытием на верхней стороне, которое механически удаляли шлифованием.

Образцы для определения удельной теплоемкости на установке ИТ-с-400 представляют собой цилиндры диаметром 15 мм и высотой 10 мм. Так, как толщина плиток, из которых вырезали образцы, меньше её, их составляли из двух частей.

Образцы для определения коэффициента теплопроводности на установке ИТ-λ-400 имеют форму дисков диаметром 15 мм и толщиной до 2,5 мм. Их вырезали из верхнего, среднего и нижнего слоев пластин.

Образцы для определения коэффициента теплопроводности материала МФП-92 в диапазоне температур 20...1000 °С методом печного нагрева представляют собой пластины МФП-92 без подложки размером 80×80 мм и толщиной 7,8... 8,3 мм.

2. Методики определения теплофизических характеристик материала МФП-92

Оборудование и приборы ИТ-с-400, ИТ-λ-400, а также методики измерений на них в указанном диапазоне температур описаны в [4, 5].

Определение теплопроводности материала МФП-92 при температурах до 1000 °С проводилось путем решения обратной задачи теплопроводности (ОЗТ) по температурным полям в плоских образцах, полученным при одностороннем печном нагреве.

Образцы с закрепленными на них термопарами попарно собирались в пакет, как показано на рис. 1, и помещались в предварительно разогретую до требуемой температуры муфельную печь.

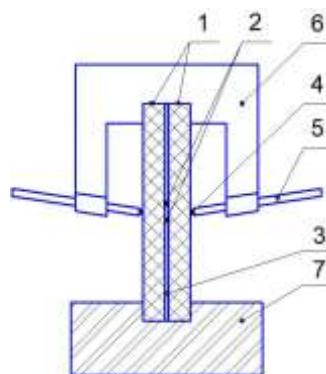


Рис. 1. Схема модели для определения коэффициента теплопроводности образцов МФП-92 при печном нагреве:

- 1 – пластина-образец,
- 2 – внутренняя термопара, 3 – теплоизоляция,
- 4 – наружная термопара, 5 – чехол термопары,
- 6 – крепление термопар, 7 – подставка

В процессе регистрации температурных полей в образцах при печном нагреве температуры нагреваемой и тыльной поверхностей образца покрытия МФП-92 измерялись термоэлектрическими преобразователями (ТЭП) типа К (хромель-алюмель). Показания термопар регистрировались аналоговым преобразователем АКОН-Т [6].

Методика определения теплопроводности материала МФП-92 основана на компьютерном моделировании различных условий одностороннего нагрева образцов и последующих расчетах на полученных моделях зависимости коэффициента теплопроводности от температуры с использованием экспериментальных данных о температурах на нагреваемой T_{hotex} и тыльной («холодной») T_{coldex} поверхностях образца. В расчетах начальная температура образца является начальным условием, экспериментальные зависимости температур его поверхностей от времени нагрева и тепловой поток от холодной поверхности – граничными условиями, также для расчета необходимо знание плотности образца ρ_0 и зависимости его удельной теплоемкости от температуры $C_p(T)$. Указанный набор данных позволяет однозначно определить зависимость коэффициента теплопроводности исследуемого материала от температуры в диапазоне от начальной температуры до максимальной, достигнутой на нагреваемой поверхности в процессе эксперимента.

Определение коэффициента теплопроводности МФП-92 проводится при следующих допущениях:

- 1) материал в процессе нагрева в исследуемом

диапазоне температур претерпевает физико-химические превращения и после охлаждения его теплофизические свойства имеют другие значения;

2) влияние температурного расширения материала и уменьшения его плотности на значения коэффициента теплопроводности принимается незначительным и не учитывается в расчетах;

3) влияние окисления поверхности на определяемые теплофизические свойства при нагреве в воздушной среде не учитывается;

4) структурная неоднородность материала не учитывается, всем его элементарным объемам приписываются средние по всему объему значения теплофизических свойств.

Определение коэффициента теплопроводности проводится подбором в компьютерной модели его значений, обеспечивающих выполнение граничного условия на холодной поверхности. Подбор проводится автоматически управляющей программой до совпадения экспериментальной (T_{coldex}) и расчетной (T_{coldcalc}) температур с заданной точностью на протяжении всего времени нагрева. Обычно точности (σ) совпадения на уровне $\sigma = T_{\text{coldex}} - T_{\text{coldcalc}} = \pm 1^\circ$ при температурах до 200°C , $\sigma = \pm 2^\circ$ – до 700°C , $\sigma = \pm 5^\circ$ – до 1100°C и $\sigma = \pm 10^\circ$ при температурах выше 1100°C оказывается вполне достаточно, т. к. она соответствует точности измерения самих температур в процессе нагрева.

Основными условиями обеспечения необходимой надежности определения коэффициента теплопроводности являются точность измерения температур поверхности и адекватность применяемой компьютерной модели условиям эксперимента. Последняя может достигаться двумя способами: либо эксперимент строится под существующую стандартную модель теплопередачи, либо разрабатывается модель, максимально полно описывающая условия эксперимента. В данной методике в условиях печного нагрева до температуры $\sim 1150^\circ\text{C}$ реализуется одномерная модель одностороннего прогрева бесконечной пластины заданной толщины с теплоизолированной холодной стенкой.

Математической моделью одностороннего прогрева бесконечной теплоизолированной пластины является решение уравнения теплопроводности в наиболее простой его нелинейной форме – однородного уравнения теплопроводности с однородными начальными и граничными условиями. С этой целью в эксперименте должны быть обеспечены односторонний нагрев пластины с равномерным распределением теплового потока по нагреваемой поверхности и теплоизоляция её холодной поверхности с измерениями температур обеих поверхностей в процессе нагрева. Это достигается печным нагревом пакета из двух пластин-образцов, что позволяет

полностью исключить тепловые потери с их холодных (внутренних поверхностей). Схема экспериментальной модели для определения коэффициента теплопроводности МФП-92 приведена на рис. 1.

Как показали тестовые расчеты, даже при отсутствии тепловой изоляции боковых граней образцов в виде квадратных пластин с шириной, превышающей толщину на порядок, температурное поле в их центральной части имеет одномерный характер.

3. Результаты экспериментов

Определение удельной теплоемкости материала МФП-92 в диапазоне температур $30\ldots 460^\circ\text{C}$ было выполнено на трех образцах прибором ИТ-с-400. Измерения проводились в четырех циклах нагрева для определения влияния на теплоемкость материала тепловых эффектов реакций деструкции и газификации части компонентов материала, причем после измерения в третьем цикле нагрева был проведен отжиг образцов в печи на воздухе при температуре 650°C в течение одного часа. Результаты измерений в первом цикле нагрева представлены на рис. 2, средние значения в четырех циклах – на рис. 3.

Как следует из рис. 3, в первом цикле нагрева в диапазоне температур $100\text{--}170^\circ\text{C}$ происходит резкий подъем удельной теплоемкости материала МФП-92 с уровня $1250\text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$ до почти $3000\text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$, очевидно вызванный эндотермическими реакциями разложения компонентов материала (вероятно, выделения связанной воды). Выше 170°C происходит постоянное снижение удельной теплоемкости. Возврат к первоначальному значению достигается при 250°C . При 300°C кажущееся значение удельной теплоемкости становится равным нулю, а при более высоких температурах принимает отрицательные значения, что однозначно указывает на протекание экзотермических реакций (вероятно, окисления). В процессе первого цикла нагрева потеря массы образцов МФП-92 составляет около 10 %.

Во втором и третьем циклах нагрева пик удельной теплоемкости в диапазоне температур $170\text{--}250^\circ\text{C}$ отсутствует, что свидетельствует о завершении эндотермических превращений, а кажущееся снижение в область отрицательных значений при температурах более 280°C сохраняется, постепенно смещаясь в область более высоких температур. Потеря массы образцов при этом составляет около 2,5 % и 0,9 %, соответственно.

В процессе последующего отжига (650°C , 1 час) образцы теряют ещё около 0,5 % первоначальной массы. В четвертом цикле нагрева удельная теплоемкость остается практически неизменной на уровне $1000\text{ Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$, потеря массы не превышает 0,2 %.

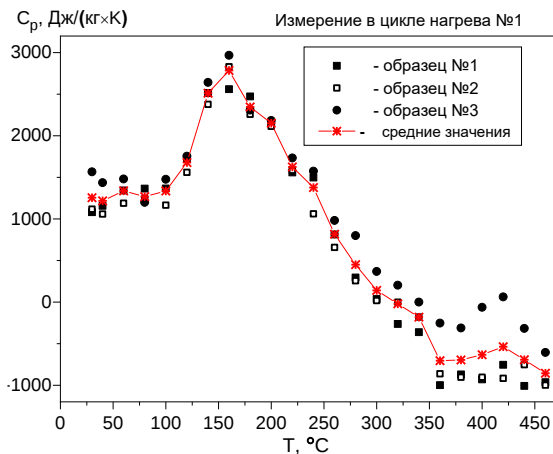


Рис. 2. Зависимость удельной теплоемкости материала МФП-92 от температуры в первом цикле нагрева (экспериментальные значения для трех образцов, полученные на приборе ИТ-с-400, и их средние значения)

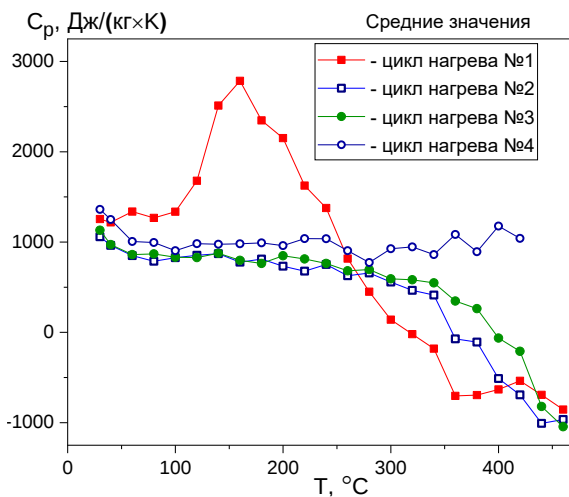


Рис. 3. Температурные зависимости удельной теплоемкости материала МФП-92 для четырех циклов нагрева при температурах до 460 °C

Наблюдающееся в большинстве измерений относительно резкое снижение удельной теплоемкости на начальной стадии нагрева (менее 50 °C), вероятнее всего, связано с гигроскопичностью материала МФП-92 и хемосорбцией воды, адсорбированной из атмосферы подготовленными образцами, лишенными на большей части своей поверхности защитного гидрофобного покрытия.

Таким образом, для расчета коэффициента теплопроводности может быть принято постоянное значение удельной теплоемкости материала МФП-92, равное $C_p = 1000 \text{ Дж/(кг·К)}$, при этом все эффекты реакций деструкции могут быть описаны либо дополнительными членами в функции зависимости удельной теплоемкости от температуры, либо удельной теплотой химических реакций и фазовых переходов.

Определение коэффициента теплопроводности материала МФП-92 было проведено на трех образцах в диапазоне температур минус 60...+280 °C прибором ИТ-λ-400. Так как МФП-92 имеет толщину около 7,5 мм (без защитного покрытия), а для измерений этим прибором толщина образца материала с теплопроводностью в диапазоне 0,1-1 Вт/(м·К) не должна превышать 2 мм, материал МФП-92 разделяли на три слоя (верхний, внутренний и нижний) примерно такой толщины, прибором ИТ-λ-400 определяли тепловое сопротивление каждого, пересчитывали его на толщину слоя 2,5 мм, затем полученные тепловые сопротивления складывали и таким образом определяли тепловое сопротивление всего пакета, по которому рассчитывали среднюю теплопроводность материала. Результаты и их средние значения приведены на рис. 4. Там же приведена аппроксимация результатов функцией второго порядка:

$$T \in [-60 \text{ °C}, 280 \text{ °C}]: \lambda(T) = 0,3755 + 0,7389 T/1000 + 0,2755 (T/1000)^2$$

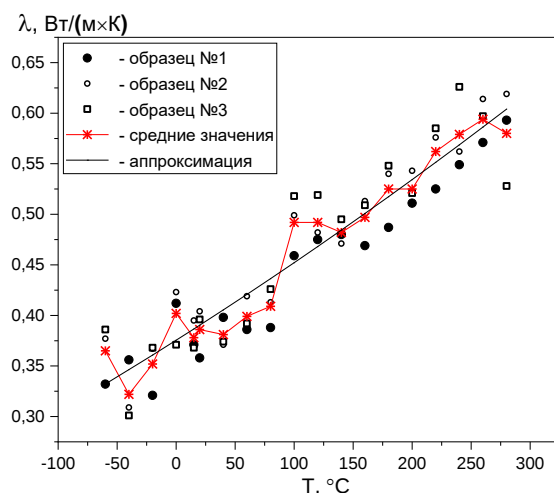


Рис. 4. Зависимость коэффициента теплопроводности материала МФП-92 от температуры (экспериментальные значения, их средние значения и аппроксимация)

При определении коэффициента теплопроводности материала МФП-92 при температурах до 1000 °C методом печного нагрева образцы с закрепленными на них термопарами попарно собирались в пакет, как показано на рис. 1. Они размещались в оправке, обеспечивающей теплоизоляцию боковых граней, и помещались в предварительно разогретую до требуемой температуры муфельную печь. Такая схема нагрева образцов позволяет полностью устранить тепловые потери с их холодной поверхности и обеспечивает полное соответствие условий в эксперименте компьютерной модели одностороннего нагрева теплоизолированной пластины. Для обеспе-

чения максимального подобия тепловых процессов в образцах в пакете устанавливали пластины одной толщины.

В процессе эксперимента регистрировали температуры на обеих поверхностях образцов, получая в качестве результата набор из двух комплектов данных, практически – идентичных. Регистрацию температур осуществляли на ПК системой АЦП АКОН.

Всего были испытаны четыре пары образцов. Пара (комплект) образцов №2/№3 была подвергнута 5 циклам нагрева при температурах до 800 °С при последовательно повышаемых температурах печи. Комплекты №4/№5 и №6/7 прошли по два цикла при температурах печи 950 °С и 1070 °С, соответственно. Комплект №8/№9 испытывали при максимальной температуре муфельной печи 1150 °С, в процессе первого цикла нагрева оба образца разрушились (расслоились). Температурные поля №1 – №5 были записаны при испытании комплекта №2/№3, поля № 9 и № 10 – комплекта №4/№5, поля № 12 и № 13 – комплекта №7/№8. Полученные температурные поля и результаты расчета зависимости коэффициента теплопроводности материала МФП-92 в исходном (фаза А) и отожженном (фаза Б) состояниях от температуры приведены на рис. 5 и 6. На рисунках λ_1 , λ_4 , λ_9 , λ_{10} , λ_{12} и λ_{13} соответствуют теплопроводностям, определенным по одноименным температурным полям, а λ_{av} – их среднему значению.

Задаваемые в расчетах зависимости удельной теплоемкости от температуры приведены в табл. 1.

Таблица 1

Задаваемая в расчете удельная теплоемкость материала МФП-92 в исходном (фаза А) и отожженном (фаза Б) состояниях (Дж/(кг·К))

T, °C	0	20	40	60	80	100	1200
Фаза А	1400	1380	1250	1010	995	910	1120
Фаза Б	960	—	—	—	—	—	1120

Расчет проводился с использованием программного комплекса COMSOL Multiphysics, в котором решалась прямая задача теплопроводности в теплоизолированной плоской пластине в одномерной постановке с краевыми условия первого рода на нагреваемой поверхности (температура на ней в процессе нагрева) и второго рода – на холодной стенке (отсутствие теплового потока). В процессе расчета при заданных теплоемкости и теплопроводности рассчитывали временную зависимость температуры на холодной стенке, которую сравнивали с экспериментальной. В ходе итерационного процесса при неизменной теплоемкости варьировали значениями

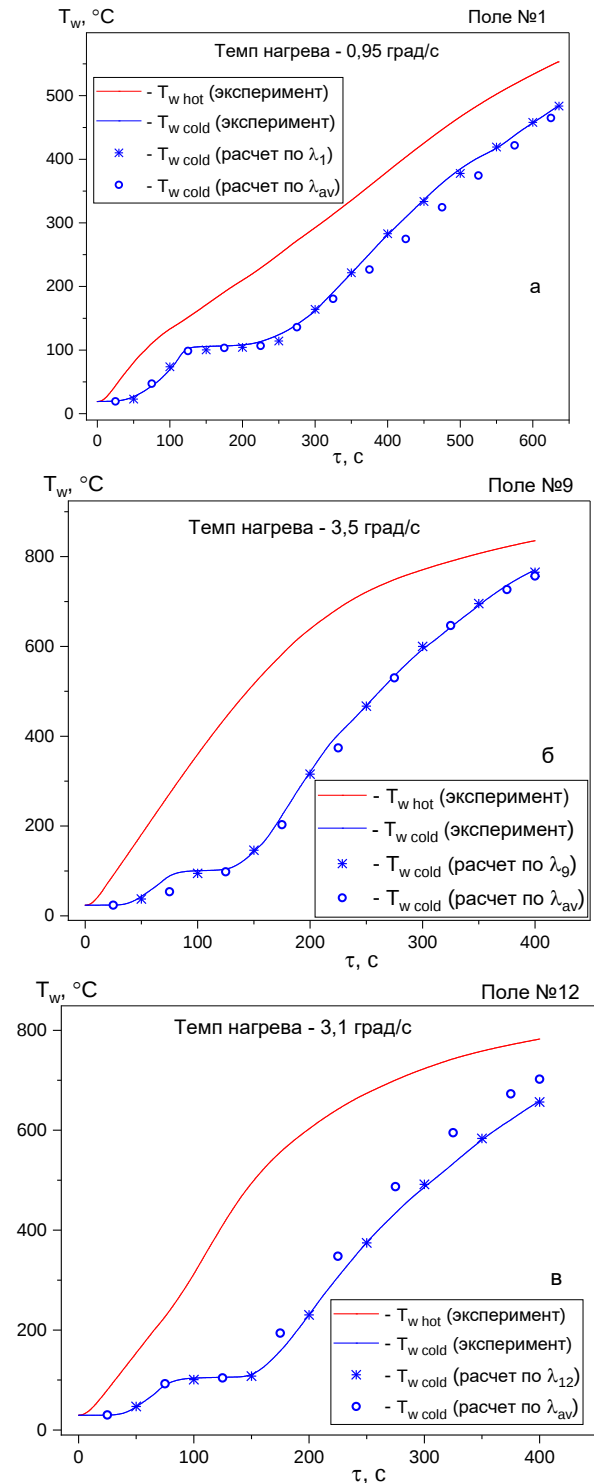


Рис. 5. Экспериментальные температурные поля в материале МФП-92 в первом цикле печного нагрева: а, б и в – темпы нагрева 0,95; 3,5 и 3,1 град/с, соответственно

коэффициента теплопроводности до совпадения расчетной и экспериментальной температур с заданной точностью (как правило, $\pm 5^\circ$).

В ходе расчетов была так же определена величина теплового эффекта необратимого эндотермического фазового перехода, происходящего в фазе А

материала МФП-92 при температуре 100 °С. Его среднее значение по трем полям первого цикла нагрева составило $\Delta H_{100} = 46 \pm 6$ кДж/кг. Действие этого эффекта задерживает распространение тепла в материале и проявляется в виде «полочек» на кривых температуры тыльной поверхности МФП-92. Наиболее вероятной причиной этого эффекта является освобождение химически связанной воды, на что указывает очень точная привязка его к температуре кипения.

Еще один фазовый переход происходит в исходной фазе А материала в диапазоне температур 50...90 °С с выделением тепла, но описать его в модели фазовым переходом пока не удастся в виду его близости к существенно более мощному переходу ΔH_{100} . Поэтому он учитывается пятикратным увеличением теплопроводности в этом температурном диапазоне (рис. 6). На рис. 7 представлено сравнение экспериментальных полей с расчетом по ТФХ, а на рис. 8 – теплопроводность МФП-92 для фазы Б.

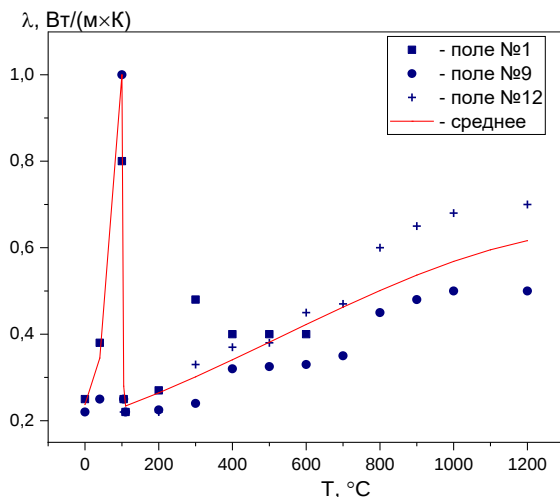


Рис. 6. Зависимость коэффициента теплопроводности фазы А материала МФП-92 от температуры

Заключение

Разработана методика определения коэффициента теплопроводности материала МФП-92 при печном нагреве. Обнаружен резкий рост «эффективной» теплопроводности в первом цикле нагрева (фаза А) для диапазона температур 50...90 °С, что, по-видимому, связано с каким-то фазовым переходом.

В связи с тем, что при исследованиях образцов материала МФП-92 установлено значительное различие ТФХ в исходном (фаза А) и в отожженном (фаза Б) состояниях при расчетах в эксплуатационных условиях надо учитывать различный характер теплофизических характеристик. При таком подходе получено хорошее совпадение расчетных и экспериментальных температурных полей.

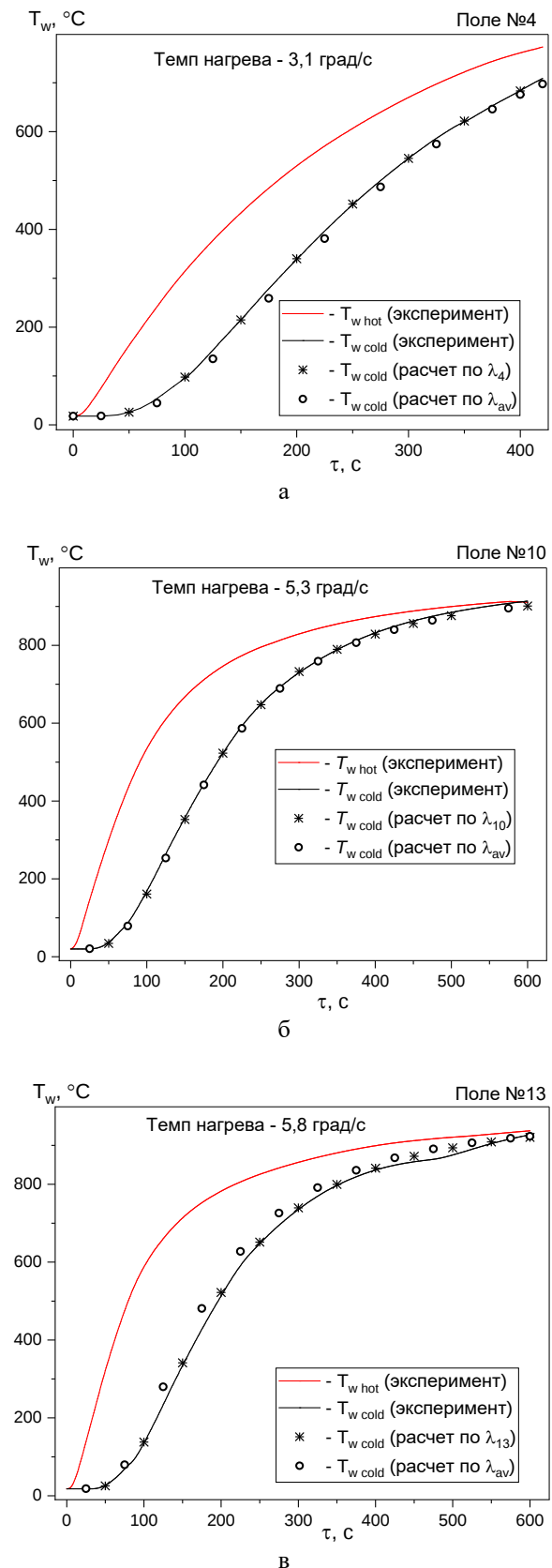


Рис. 7. Экспериментальные температурные поля в материале МФП-92 во втором цикле печного нагрева: а, б и в темпы нагрева 3,1; 5,3 и 5,8 град/с, соответственно

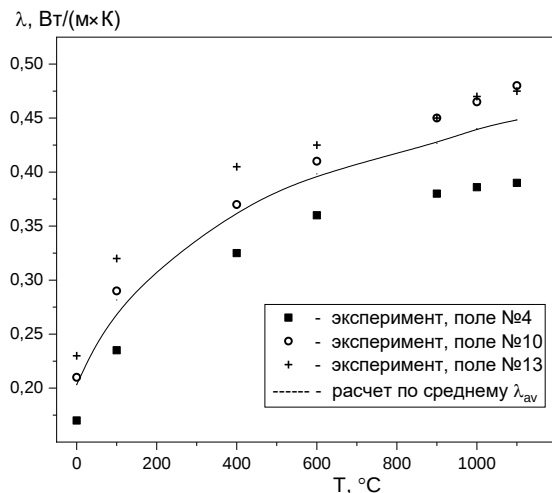


Рис. 8. Зависимость коэффициента теплопроводности фазы Б материала МФП-92 от температуры нагрева

Литература

1. Исаев, К. Б. Теплофизические характеристики материалов в широких диапазонах температур и скоростей нагрева [Текст] / К. Б. Исаев. – К. : Куприянова. – 2008. – 240 с.
2. Круковский, П. Г. Обратные задачи тепло-массопереноса (общий инженерный подход) [Текст] / П. Г. Круковский. – К. : ИТТФ НАНУ, 1998. – 224 с.
3. Просунцов, П. В. Определение теплофизических свойств полупрозрачных материалов / П. В. Просунцов, С. В. Резник // Инж.-физ. журн. – 1985. – Т. 49, № 6. – С. 977–982.
4. Волков, Д. П. Приборы и методы для измерения теплофизических свойств веществ [Текст] : метод. указ. / Д. П. Волков, В. А. Кораблев, Ю. П. Заричняк. – СПб : СПб ГУ ИТМО, 2006. – 66 с.
5. Денисова, Э. И. Измерение теплопроводности на измерителе ИТ-λ-400. Учебное электронное текстовое издание [Текст] / Э. И. Денисова, А. В. Шак ; под ред. проф. Е. Л. Фурмана. – Екатеринбург : ГОУ-ВПО УГТУ-УПИ, 2006. – 35 с.

6. Техническое описание модуля преобразования сигналов расходомера WAD-RS-BUS(USB) ТУ У 33.2-33056998-001:2009 АКОН.422500.003 [Электронный ресурс]. Режим доступа: <http://www.akon.com.ua>. – 10.05.2021.

References

1. Isayev, K. B. *Teplofizicheskiye kharakteristiki materialov v shirokikh diapazonakh temperatur i skorostey nagreva* [Thermophysical characteristics of materials in a wide range of temperatures and heating rates], Kiyev, Kupriyanova publ., 2008. 240 p.
2. Krukovskiy, P. G. *Obratnyye zadachi teplo-massopere-nosa (obshchiy inzhenernyy podkhod)* [Inverse problems of heat and mass transfer (general engineering approach)], Kiyev, ITTF NANU Publ., 1998. 224 p.
3. Prosuntsov, P. V., Reznik, S. V. *Opre-deleniye teplofizicheskikh svoystv poluprozrachnykh materialov* [Determination of thermophysical properties of semitransparent materials]. *Inzh.-fiz. zhurn.*, 1985, vol. 49, no. 6, pp. 977–982.
4. Volkov, D. P., Korablev, V. K., Zarichnyak, Yu. P. *Pribory i metody dlya izmereniya teplofizicheskikh svoystv veshchestv. Metod. ukaz* [Devices and methods for measuring the thermophysical properties of substances]. SPb, SPb GU ITMO Publ., 2006. 66 p.
5. Denisova, E. I., Shak, A. V. *Izmereniye teploprovodnosti na izmeritele IT-λ-400. Uchebnoye elektronnoye tekstovoye izdaniye*. Pod red. Prof. Ye. L. Furmana [Measurement of thermal conductivity on the IT-λ-400 meter. Educational electronic text edition]. Yekaterinburg, GOU-VPO UGTU-UPI Publ., 2006. 35 p.
6. *Tekhnicheskoye opisaniye modulya preobrazovaniya signalov raskhodomera WAD-RS-BUS(USB) ТУ У 33.2-33056998-001:2009 АКОН.422500.003* [Technical description of the WAD-RS-BUS (USB) flow meter signal conversion module]. Available at: <http://www.akon.com.ua>. (accessed 10.05.2021).

Поступила в редакцию 15.05.2021, рассмотрена на редколлегии 16.08.2021

ТЕПЛОФІЗИЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ МАТЕРІАЛУ ТЕПЛООВОГО ЗАХИСТУ КОРПУСУ РАКЕТНОГО ДВИГУНА ПРИ ТЕМПЕРАТУРІ ДО 1000 °С

Г. О. Фролов, Ю. І. Євдокименко, В. М. Кисіль, І. О. Гусарова

Виконано експериментальне визначення температурних залежностей питомої теплоємності і коефіцієнта теплопровідності багатофункціонального покриття МФП-92 при температурах до 1000 °С. При температурах до 450 °С для визначення питомої теплоємності використовували прилад ІТ-с-400, для визначення теплопровідності – ІТ-λ-400. При більш високих температурах визначення теплофізичних характеристик (ТФХ) проводили методом розв'язання оберненої задачі теплопровідності (ОЗТ) в плоскій пластині в умовах одностороннього нагріву в муфельній печі. Композиційний матеріал МФП-92 являє собою багатошарову конструкцію, з верхніми шарами на основі кремнеземної тканини і хромфосфатного сполучного і нижніми шарами на основі мулітокремнеземної тканини і алюмосилікатного сполучного. Очевидно, що і ТФХ шарів розрізняються між собою, і, відповідно, властивості цього матеріалу в цілому можуть бути визначені лише у вигляді їх ефективних значень, усереднених тим чи іншим чином по товщині покриття. Крім того, в процесі нагрівання матеріал зазнає істотні фізико-хімічні перетворення, пов'язані з термічною деструкцією його ком-

понентів, які проявляються у вигляді різного газовиділення, і зменшенням щільності матеріалу, які значно змінюють його ТФХ і визначають їх залежність від темпу нагрівання. Тому дослідження теплофізичних характеристик матеріалу МФП-92 проводили при декількох (2-5) послідовних циклах нагрівання. Встановлено, що в чотирьох циклах нагрівання матеріалу МФП-92 до 450 °С протягом 75 хвилин при вимірах питомої теплоємності на приладі ІТ-с-400, її температурна залежність значно змінюється якісно і кількісно. При пічному нагріванні до 1000 °С температурні залежності ТФХ матеріалу, певні в першому і другому циклах нагрівання, має різний вигляд, але в наступних циклах нагрівання змінюються незначно. Це дозволяє приписати матеріалу МФП-92 комплект з двох наборів ТФХ, що відносяться до його вихідного (фаза А) і відпаленого після нагрівання до 1000 °С (фаза Б) станів. Використовуючи отримані ТФХ фази А (включаючи величину теплового ефекту незворотного ендотермічного фазового переходу при 100 °С) і фази Б, було отримано хороший збіг розрахункових і експериментальних температурних полів в зразках в умовах пічного нагріву.

Ключові слова: багатофункціональний покриття; теплофізичні характеристики; високотемпературні випробування; жаростійкість; муфельна піч.

THERMAL CHARACTERISTICS OF THE THERMAL PROTECTION MATERIAL OF THE ROCKET MOTOR CASE AT TEMPERATURES UP TO 1000 °C

G. Frolov, Yu. Evdokimenko, V. Kisel, I. Gusarova

An experimental determination of the temperature dependences of the specific heat capacity and the thermal conductivity coefficient of the multifunctional coating MFP-92 at temperatures up to 1000 °C has been carried out. At temperatures up to 450 °C, an IT-c-400 device was used to determine the specific heat capacity. IT-l-400 device was used for the determination of thermal conductivity. At higher temperatures, the determination of the thermophysical characteristics (TPC) was carried out by solving the inverse problem of thermal conductivity (IPT) in a flat plate under conditions of one-sided heating in a muffle furnace. Composite material MFP-92 is a multilayer structure with upper layers based on silica fabric and chromophosphate binder and lower layers based on mullite-silica fabric and aluminosilicate binder. The TPC of the layers also differ from each other, and, accordingly, the properties of this material as a whole can be determined only in the form of their effective values, averaged in one way or another over the thickness of the coating. In addition, during heating, the material undergoes significant physicochemical transformations associated with the thermal destruction of its components, manifested in the form of abundant gas release, and a decrease in the density of the material, which significantly changes its TPC and determines its dependence on the heating rate. Therefore, studies of the thermophysical characteristics of the MFP-92 material were carried out with several (2-5) consecutive heating cycles. It was found that in four heating cycles of the MFP-92 material up to 450 °C for 75 minutes when measuring the specific heat on the IT-c-400 device, its temperature dependence significantly changes qualitatively and quantitatively. With furnace heating to 1000 °C, the temperature dependences of the TPC of the material, determined in the first and second heating cycles, have a different form, but change insignificantly in subsequent heating cycles. This makes it possible to ascribe to the MFP-92 material a set of two sets of TPC related to its initial (phase A) and annealed after heating to 1000 °C (phase B) states. Using the obtained TPC of phase A (including the magnitude of the thermal effect of irreversible endothermic phase transition at 100 °C) and phase B, good agreement was obtained between the calculated and experimental temperature fields in the samples under furnace heating conditions.

Keywords: multifunctional coating; thermophysical characteristics; high-temperature tests; heat resistance; muffle furnace.

Фролов Геннадий Александрович – д-р техн. наук, заведующий отделом Института проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев, Украина.

Евдокименко Юрий Игоревич – научный сотрудник Института проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев, Украина.

Кисель Вячеслав Михайлович – старший научный сотрудник Института проблем материаловедения им. И.Н. Францевича НАН Украины, Киев, Украина.

Гусарова Ирина Александровна – канд. тех. наук, начальник отдела Государственного предприятия КБ «Южное», Днепр, Украина.

Gannadii Frolov – doctor of technical sciences, head of department of Frantsevich Institute for Problems of Materials Science NAS of Ukraine, Kiev, Ukraine, e-mail: g_frolov@ukr.net, ORCID: 0000-0001-7045-310X.

Yuri Yevdokimenko – researcher of Frantsevich Institute for Problems of Materials Science NAS of Ukraine, Kiev, Ukraine, e-mail: yevd@meta.ua, ORCID: 0000-0002-3344-798X.

Viacheslav Kysil – senior researcher of Frantsevich Institute for Problems of Materials Science NAS of Ukraine, Kiev, Ukraine, e-mail: vyacheslav.kysil@gmail.com, ORCID: 0000-0002-5762-9227.

Irina Gusarova - candidate of technical sciences, head of department of Yuzhnoye State Design Office named after M. K. Yangel, e-mail: iragusarova58@gmail.com, ORCID: 0000-0002-6117-6953.