

УДК 662.351:66.099.2  
КП  
№ держреєстрації 0115U001948  
Інв. №

Міністерство освіти і науки України  
СУМСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ УНІВЕРСИТЕТ  
40007, Суми, вул. Римського-Корсакова, 2; тел. +38(0542) 33-40-58

ЗАТВЕРДЖУЮ  
Проректор з наукової роботи СумДУ  
д-р фіз.-мат. наук, проф.

\_\_\_\_\_ А.М.Чорноус

\_\_\_ \_\_\_\_\_ 2016 р.

### ЗВІТ

#### ПРО НАУКОВО-ТЕХНІЧНУ РОБОТУ

за договором №ДЗ/42-2015 від 30 жовтня 2015 р.

**“Розроблення технології виробництва високоефективних порохів лакового типу до  
стрілецької зброї”**

(заключний)

Начальник НДЧ  
к.ф.-.м.н., с.н.с.

Д.І. Курбатов

Керівник НТР  
д-р техн. наук, проф.

В.К. Лукашов

Рукопис закінчено 10.12.2016 р.

Результати роботи розглянуті науково-технічною радою СумДУ протокол від 2016.12.15 № 4

2016

**ПЕРЕЛІК АВТОРІВ ЗВІТУ**

Науковий керівник зав. кафедри ХТВМС, д-р техн. наук, проф.	В.К. Лукашов (вступ, п.п. 3.1.1, розділ 3, висновки)
Відповідальний виконавець викладач кафедри ХТВМС, канд. техн. наук	В.І. Онда (реферат, розділ 2)
Виконавці: Ст. викладач кафедри ХТВМС, канд. хім. наук	С.В. Тимофіїв (п.п. 3.2, розділ 3)
Ст. викладач кафедри ХТВМС, канд. техн. наук	Р.В. Закусило (п.п. 1.2, п.п. 1.3, розділ 1 )
Викладач кафедри ХТВМС, канд. техн. наук	Т.М. Шевцова (п.п. 1.1, п.п. 1.4, розділ 1)
Зав. лабораторії кафедри ХТВМС, аспірант	С.М. Романько (п.3.3. розділу 3)

## РЕФЕРАТ

**Звіт про ДТР: 77 с., 30 рис., 7 табл., 22 джерела.**

**Об'єкт дослідження – технологія порохів лакового типу до стрілецької зброї.**

**Мета роботи – розроблення технології одержання пороху лакового типу на підставі вивчення закономірностей гранулювання і модифікації піроксилінового пороху.**

**Метод дослідження – фізичне моделювання процесів гранулювання пороху лаковим способом та модифікації порохових гранул на лабораторному обладнанні, аналіз отриманого пороху спектрофотометричним, калориметричним, ситовим, манометричним методами; випробування пороху у гладкоствольній балістичній зброї.**

**Проведені дослідження з установлення закономірностей гранулоутворення пороху при лаковому способі гранулювання: впливу температурно-часових і гідродинамічних умов на формування порохових гранул; визначення структурно-щільнісних та балістичних (швидкість горіння) характеристик пороху. Сформовані технічні вимоги до дослідницького стенду, призначеного для визначення балістичних характеристик порохів, стенд складений та налагоджений. Визначені технологічні режими процесу гранулювання пороху лаковим способом.**

**Проведені дослідження флегматизуючої модифікації гранульованого пороху: встановлені закономірності насичення порохових гранул флегматизуючими пластифікаторами; встановлений характер розподілу флегматизатору в порохових гранулах, визначені структурно-щільнісні та балістичні (швидкість горіння) характеристики пороху після модифікації. На підставі отриманих результатів визначені технологічні режими модифікації порохових гранул, що забезпечує прогресивність горіння пороху.**

**Досліджені екстракційно-сорбційні закономірності модифікації порохових гранул насиченням нітрогліцерином, що підвищує енергетичні**

характеристики пороху: загальні закономірності екстрагування нітрогліцерину із балістичного складу; екстрагування з використанням водного середовища; сорбційне насичення порохових гранул нітрогліцерином у водному середовищі. Встановлені закономірності горіння пороху, насиченого нітрогліцерином.

На підставі результатів досліджень закономірностей гранулювання і модифікації піроксилінового пороху розроблений проект технологічного регламенту дослідно-промислового виробництва лакового (сферичного) пороху, яке планується створити на підприємствах ДК «Укроборонпрому», виготовлені та випробувані дослідні зразки пороху лакового типу до стрілецької зброї, які відповідають вимогам технічного завдання.

Одержаний порох має наступні фізико-хімічні характеристики:

питома теплота горіння, МДж/кг (ккал/кг), не менше 3,69 (880)

хімічна стійкість за манометричним методом, кПа (мм.рт.ст) 29,3 (220)

фракційний склад, масова доля, %

- фракція, що пройшла через сітку № 063 та залишилась на сітці

№ 04 (ГОСТ 6613), не менше 75

- фракція, що пройшла через сітку № 04 та залишилась на сітці

№ 0315 (ГОСТ 6613), не більше 20

- інші фракції, не більше

Балістичні характеристики, що встановлені при випробуванні гладкоствольної зброї, повинні відповідати наступним вимогам:

- маса заряду, г, не більше

- максимальний тиск порохових газів, МПа (кгс/см<sup>2</sup>), не більше 67(680)

- швидкість польоту дробу, м/с, не менше 320

- розкид між найбільшим та найменшим значенням швидкості, м/с 25

**ЛАКОВИЙ ПОРОХ, ГРАНУЛЮВАННЯ, НІТРАТИ ЦЕЛЮЛОЗИ, ВІДГОНКА ЕТИЛАЦЕТАТУ, ШВИДКІСТЬ ГОРІННЯ, НАСИЧЕННЯ, ЕКСТРАКЦІЯ, СОРБЦІЯ, НІТРОГЛІЦЕРИН.**

## ЗМІСТ

Вступ	7
1. Проведення досліджень з установаження закономірностей гранулоутворення. Визначення технологічних режимів процесу гранулювання порошу лаковим способом	10
1.1 Встановлення закономірностей гранулювання при лаковому способі гранулювання порошу	10
1.2 Визначення швидкості горіння порошу лакового типу	17
1.3 Дослідницький стенд для визначення балістичних характеристик	20
1.4 Визначення технологічних режимів процесу гранулювання порошу лаковим способом	21
2 Дослідження та відпрацювання технологічних режимів модифікації гранульованого порошу	25
2.1 Встановлення закономірностей насичення порохових гранул флегматизуючи ми пластифікаторами	25
2.2 Зв'язок швидкості горіння порошу з вмістом в ньому флегматизатора	30
2.3 Визначення технологічних режимів модифікації порохових гранул, що забезпечує прогресивність горіння порошу	33
3 Розблення проекту технологічного регламенту виробництва порошу лакового типу. Виготовлення та випробування дослідних зразків гранульованого порошу для стрілецької зброї. Відпрацювання технологічних режимів модифікації піроксилінового порошу, що підвищує його енергетичні характеристики	35
3.1 Екстракційно-сорбційні закономірності модифікації порохових гранул насиченням нітрогліцерином	36
3.1.1 Загальні закономірності екстрагування нітрогліцерину із	

балістичного складу	37
3.1.1.1 Перехід нітрогліцерину із балістичного пороху у водне середовище	50
3.1.1.2 Сорбційне насичення порохових гранул нітрогліцерином у водному середовищі	53
3.2 Відпрацювання технологічних режимів модифікації піроксилінового пороху, що підвищує його енергетичні характеристики	59
3.2.1 Закономірності горіння пороху, насиченого нітрогліцерином	59
3.2.2 Підвищення енергетичних характеристик пороху насиченням нітрогліцерину	64
3.3 Виготовлення та випробування дослідного зразка гранульованого пороху для стрілецької зброї	69
3.3.1 Виготовлення порохових гранул	69
3.3.2 Модифікація і підготовка пороху до випробувань	70
3.3.3 Фізико-хімічні випробування дослідного зразка пороху	71
3.3.4 Балістичні випробування дослідного зразка пороху	72
Висновки	74
Перелік посилань	75
Додаток А. Акт складання та налагодження стенду для вимірювання балістичних характеристик порохів	78
Додаток Б. Акти про виготовлення та про відповідність дослідних зразків порохів для стрілецької зброї вимогам ТЗ	80
Додаток В. Протоколи випробувань	84
Додаток Г. Проект технологічного регламенту виробництва пороху лакового типу. Надіслано на адресу МОН спецпоштою	92

## ВСТУП

В зарядах патронів до стрілецької зброї використовуються дрібнозеренені порохи, основою яких є високоазотні нітрати целюлози (піроксиліни). В Україні такі порохи можуть виготовлюватись за технологією, заснованою на пресовому способі гранулювання. Сутність цієї технології заключається в пластифікації піроксиліну спирто-ефірним розчинником, формуванні із приготованої пластичної маси порохових шнурів методом прохідного пресування (екструзії), їх різки та подальшим видаленням із отриманих порохових елементів розчинника. Така технологія є трудомісткою, має тривалий технологічний цикл, небезпечна і для дрібнозерених марок не забезпечує стійке отримання необхідних характеристик пороху.

Зважаючи на вказані недоліки за кордоном у виробництві дрібнозерених піроксилінових порохів пресова технологія замінюється на більш прогресивну технологію, засновану на лаковому способі гранулювання. Різниця цієї технології заключається в повному розчиненні нітратів целюлози (піроксиліну) та диспергуванні отриманого лаку в водному середовищі з утворенням грубодисперсної емульсії. Подальша відгонка розчинника з дисперсного середовища емульсії приводить до його видалення із дисперсної фази, в результаті чого краплини лаку тверднуть з утворенням порохових гранул, які мають форму близьку до сферичної. Для цієї технології характерні низькі трудовитрати, в декілька разів більш короткий, ніж у пресовій технології, технологічний цикл, відносна безпека основних операцій технологічного процесу, так як вони проводяться в водному середовищі. Отриманий в цьому випадку порох має ряд достоїнств за порівнянням зі штатним піроксиліновим порохом. Він характеризується більш високою сипучістю та насипною щільністю, що дозволяє підвищити точність дозування при споряджанні патронів та зменшити їх габарити або збільшити масу заряду при заданих габаритах патрону, більш високою стабільністю, в тому числі в умовах

температурного градієнту. Порохи, виготовлені за цією технологією, отримали назву лакових порохів.

Технологія, заснована на лаковому способі гранулювання, дозволяє використовувати порохи різних марок з боєприпасів, що утилізуються, в якості сировини для дрібнозернистих порохів, що використовуються в стрілецькій зброї.

Проте піроксилінові порохи, як просто гранульовані нітрати целюлози, з однієї сторони мають обмежене застосування, вони використовуються тільки в гладко ствольній і коротко ствольній зброї. З іншої сторони, маючи ряд переваг у порівнянні з іншими порохами (баліститний, димний), таких як велика механічна міцність, низький температурний градієнт, відносно невисока розгарно-ерозійна дія на канал ствола, можливість отримання тонкошарових ( $2e_1 < 10^{-3}$  м) порохових елементів, для піроксилінового порошу характерні і недоліки. В першу чергу до них відноситься обмеженість енергетичних характеристик значенням питомої теплоти горіння піроксиліну, що недостатньо для деяких систем зброї. Для усунення цих недоліків піроксилінові порохи піддаються модифікації.

Науково-технічна робота, що виконана за договором ДЗ/42-2015 вирішує вказані вище задачі, включаючи гранулювання порошу лаковим способом та модифікації порохових гранул.

На першому етапі календарного плану були виконані дослідження з установлення закономірностей грануло утворення порошу лаковим способом та визначенням структурно-щільнісних та балістичних характеристик. За даними цих досліджень визначені технологічні режими процесу гранулювання порошу лаковим способом. Результати робіт за перший етап викладені у звіті про науково-технічну роботу, номер держреєстрації 0215U009325.

Другий етап науково-технічної роботи присвячений флегматизуючій модифікації, яка заключається в насиченні поверхневих шарів порохових гранул речовинами, що зменшують швидкість горіння. Такий порох є порохом, що прогресивно горить, і використовується у довгоствольній нарізній зброї. На



підставі отриманих результатів визначені технологічні режими модифікації порохових гранул, що забезпечують прогресивність горіння порошу. Результати робіт за другий етап викладені у науково-технічному звіті, номер держреєстрації 0216U010041.

На третьому етапі науково-технічної роботи був розроблений проект технологічного регламенту, виготовлені та випробувані дослідні зразки гранульованого порошу для стрілецької зброї, встановлені екстракційно-сорбційні закономірності модифікації порохових гранул насиченням нітроєфіром, відпрацьовані технологічні режими модифікації піроксилінового порошу, що підвищує його енергетичні характеристики, визначені балістичні характеристики виготовлених дослідних зразків модифікованого порошу. Детальний опис роботи відповідно до завдань третього етапу календарного плану поданий нижче.

# **1 ПРОВЕДЕННЯ ДОСЛІДЖЕНЬ З УСТАНОВЛЕННЯ ЗАКОНОМІРНОСТЕЙ ГРАНУЛОУТВОРЕННЯ. ВИЗНАЧЕННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ РЕЖИМІВ ПРОЦЕСУ ГРАНУЛЮВАННЯ ПОРОХУ ЛАКОВИМ СПОСОБОМ**

## **1.1 Встановлення закономірностей гранулювання при лаковому способі гранулювання порошу**

Гранулювання порошу лаковим способом передбачає диспергування розчину нітратів целюлози у етилацетаті (лаку) в водному середовищі за допомогою механічного перемішуючого устрою з послідуочим затвердженням крапель, що утворилися, в результаті відгонки розчинника. Відповідно процес формування гранул визначається температурно-часовими умовами диспергування лаку, гідродинамічними умовами в змішувачі, а також властивостями лакової композиції і дисперсійного середовища емульсії, що утворюється.

Експериментальне дослідження процесу формування крапель у часі проводили при диспергуванні лаку у водному середовищі за допомогою пропелерної мішалки. Проби емульсії, яка утворилася, відбирали склянню пробовідбірною трубкою і фотографували під мікроскопом з виведенням на комп'ютер. Досліди проводили у порівняльних умовах при різній частоті обертання мішалки, концентрації лаку, температури емульсії, модулі емульсії (масове відношення дисперсійного середовища і лаку).

Результати дослідження показали якісну картину процесу диспергування лаку. Наприклад, при модулі емульсії  $m > 1$  він проходить у кілька стадій. До початку перемішування лак і дисперсійне середовище знаходяться в розшарованому стані. Із запуском мішалки шар лаку ділиться на частини довільної форми, які потім дробляться на краплі з утворенням грубодисперсної емульсії типу "масло у воді". З продовженням перемішування краплі

зменшуються і набувають форму, близьку до сферичної. Подальше диспергування лаку практично не впливає на розмір крапель, що свідчить про вихід процесу в рівноважний стан. Час виходу крапель на сталий розмір порівняно невеликий і залежить від умов диспергування. Експериментально встановлено, що при значеннях модуля емульсії, які наближаються до  $m=1$ , утворюється зворотна емульсія води в лаку, що не представляє інтересу для даної задачі.

На рисунку 1.1 наведені мікрофотографії крапель у часі при різній частоті обертання мішалки (інші параметри були постійними і рівними  $C=9\%$ ,  $\mu=2$ ,  $\kappa=1,2\%$ ,  $\gamma=0$ , де  $C$  – концентрація лаку;  $\mu$  – модуль емульсії;  $\kappa$  і  $\gamma$  відповідно концентрація емульгатора і солі в дисперсійному середовищі).

З цих мікрофотографій випливає, що при малій частоті обертання мішалки ( $n = 200$  об/хв) час виходу крапель на сталий розмір становить 6 – 8 хвилин (рис. 1.1 а). Із збільшенням частоти обертання воно зменшується. При  $n = 600$  об/хв (рис. 1.1 в) вже в першу хвилину проглядається наявність крапель, а через 2 хвилини розмір крапель практично не змінюється. Величина встановленого розміру крапель зі зростанням числа обертів мішалки зменшується.

Температурні умови формування гранул пов'язані з видаленням розчинника із дисперсної фази емульсії, що утворюється при диспергуванні лаку. Очевидно, що етилацетат з дисперсної фази в дисперсійне середовище починає переходити ще при диспергуванні лаку. У воді етилацетат хоча і обмежено, але розчиняється (6,5 г на 100 мл при температурі  $t=50^{\circ}\text{C}$ ), тому його перехід в ізотермічних умовах відбувається до насичення водного дисперсійного середовища. Для подальшого видалення етилацетату з дисперсної фази необхідний його відгін з дисперсійного середовища, що забезпечує зниження в ній концентрації етилацетату щодо концентрації насиченого розчину.

На підставі експериментальних досліджень було встановлено два температурних режими відгонки при затвердінні крапель лаку: перший – при температурі, рівній температурі кипіння азеотропної суміші етилацетату з водою ( $t_{\text{відг}}=t_{\text{кип}}$ ); другий – при температурі нижче температури кипіння азеотропної ( $t_{\text{відг}}<t_{\text{кип}}$ ), що досягається в результаті потоку інертного по

відношенню до розчинника газу через вільний простір змішувача. В якості такого газу використовували повітря.

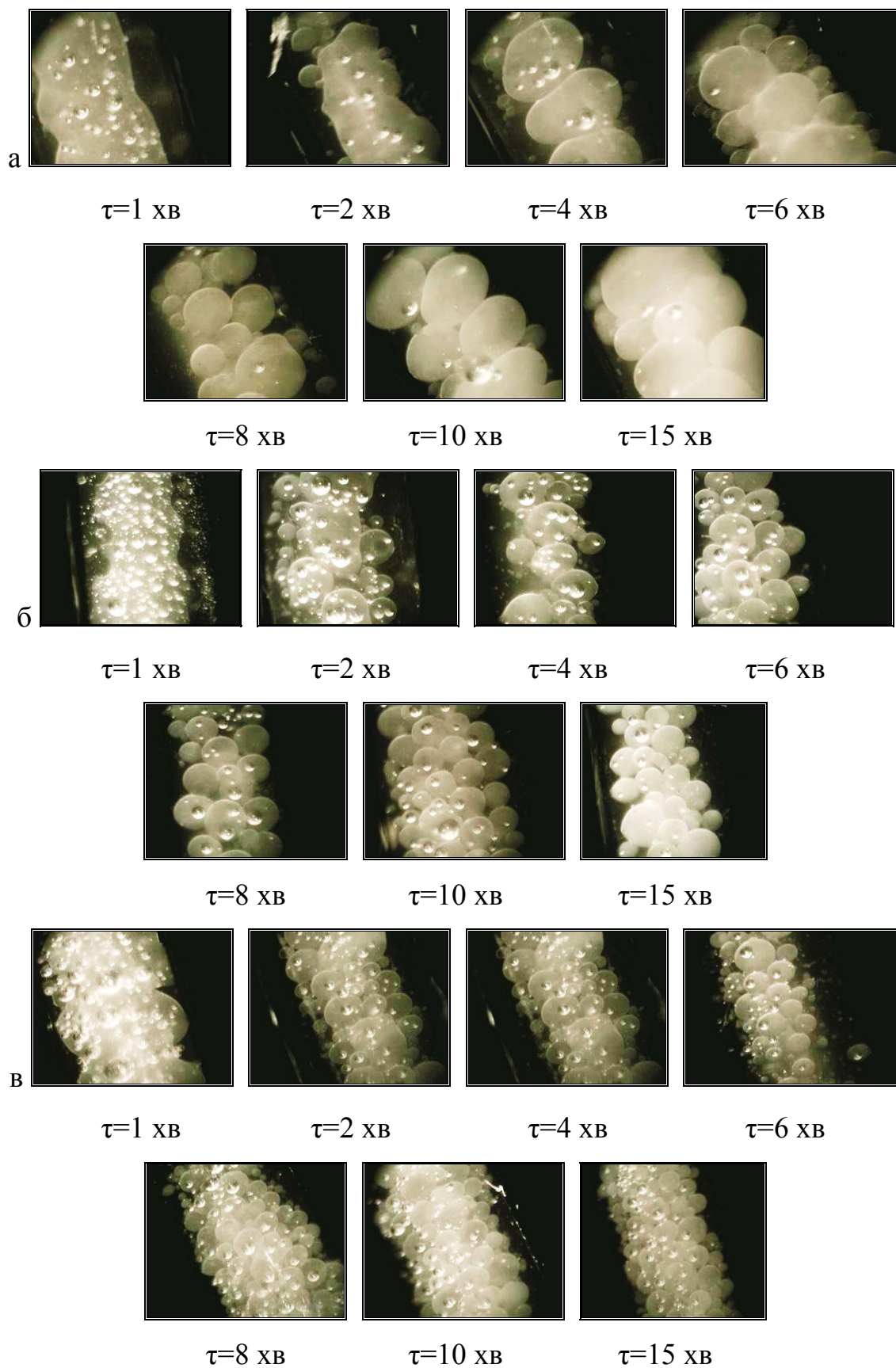


Рисунок 1.1 – Формування крапель лаку в часі при різній частоті обертання мішалки: а – 200 об/ хв; б – 400 об/ хв; в – 600 об/ хв.

Вплив умов відгонки на форму і структуру гранул визначали за мікрофотографіями проб дисперсної фази, відібраних в процесі відгонки і готових гранул після відгонки етилацетату (рис.1.2).

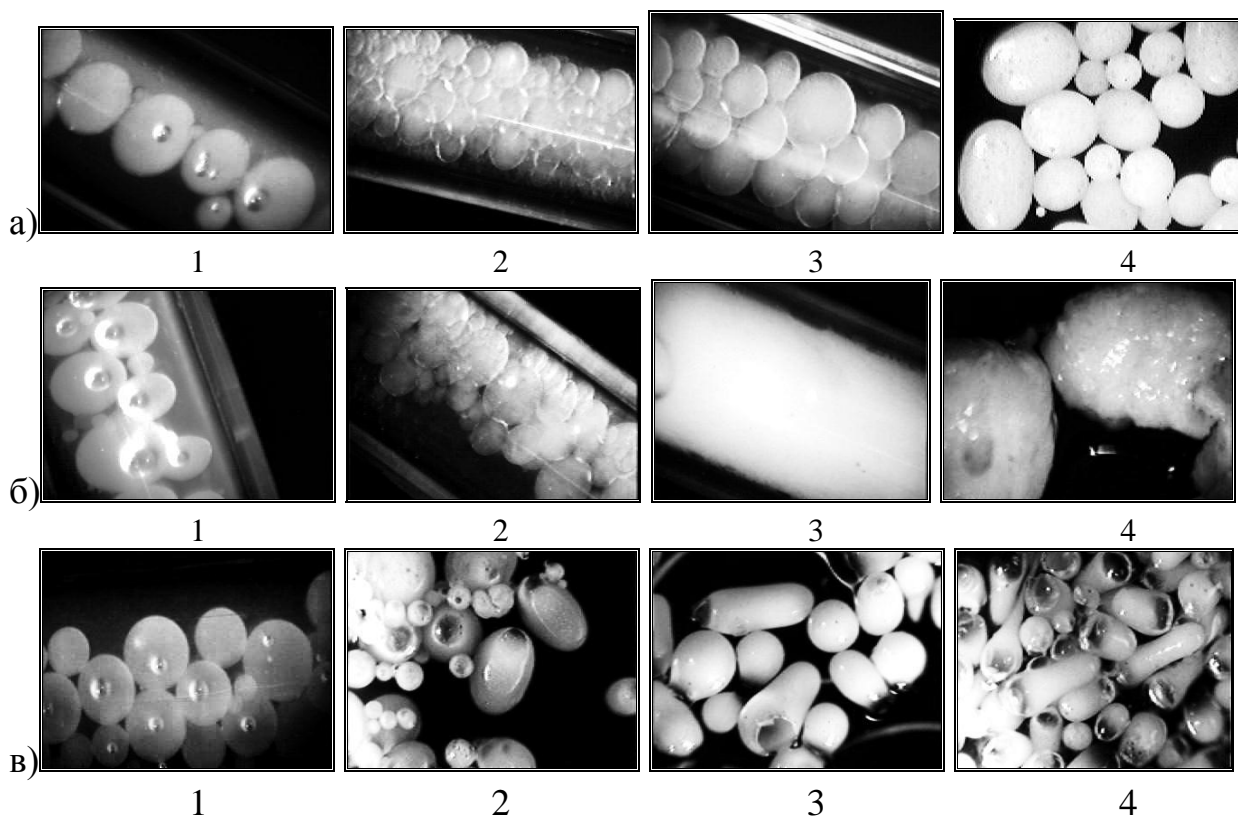


Рисунок 1.2– Утворення гранул при різних умовах відгонки етилацетатових гранул після відгонки етилацетату:

а) звичайна відгонка при поступовому нагріві емульсії (1 – 25°C; 2 – 50°C; 3 – 70°C; 4 – після завершення відгонки);

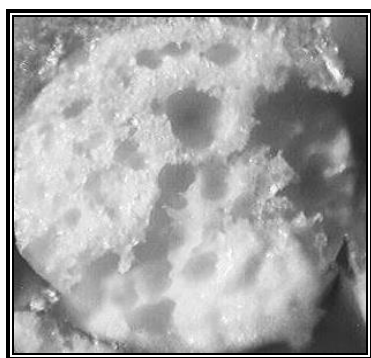
б) звичайна відгонка при інтенсивному нагріві емульсії (1 – 20°C; 2 – 50°C; 3 – 70°C; 4 – після завершення відгонки);

в) низькотемпературна відгонка в умовах потоку повітря (1 – перед відгонкою; 2 – в процесі відгонки; 3 – після завершення відгонки, фракція, що осіла; 4 – після завершення відгонки, фракція, що плаває)

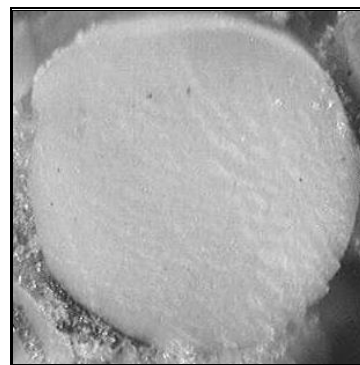
Дослідження показало, що на вказані характеристики гранул здійснює інтенсивність нагріву емульсії при відгонці. При поступовому нагріві на початку

відгонки ( $t=25^{\circ}\text{C}$ ) дисперсна фаза являє собою краплі лаку, які мають форму, близьку до сферичної. Вони стійкі і тривалий час не зливаються в пробовідбірній трубці. Такий стан дисперсна фаза зберігає до температури приблизно  $50\text{-}60^{\circ}\text{C}$ . При досягненні цієї температури різко збільшується інтенсивність злиття крапель, що, можна припустити, пов'язане з порушенням адсорбційного захисного шару, створеного емульгатором на поверхні крапель, в результаті руху розчинника з крапель в дисперсійне середовище. Коли температура емульсії досягає приблизно  $70^{\circ}\text{C}$ , злиття крапель припиняється, що свідчить про початок їх затвердіння. Із завершенням відгонки етилацетату краплі повністю твердіють з утворенням гранул, що мають гладку глянсову поверхню (рис. 1.2 а). Середній розмір таких гранул при зазначених вище технологічних параметрах знаходиться в межах  $0,8\text{-}1,0 \cdot 10^{-3}$  м.

Однак, як показав мікроскопічний аналіз зрізів цих гранул, для них характерна пориста внутрішня структура, пори якої являють собою систему газових включень (бульбашок) (рис. 1.3 а). Уявна щільність таких гранул знаходиться на рівні  $300 \text{ кг/м}^3$ . Пояснити утворення такої структури можна раніше виявленим явищем спінювання дисперсної фази (крапель лаку) в момент початку відгону.



а)



б)

Рисунок 1.3 – Структура гранул при різних режимах відгонки розчинника: а) звичайна відгін ( $t_{\text{відг}} = t_{\text{кип}}$ ); б) низькотемпературна відгін ( $t_{\text{відг}} < t_{\text{кип}}$ )

Гідродинамічні умови в загальному випадку характеризуються полем швидкостей середовища, яке в змішувачі з механічним перемішуючим устроєм є дуже складним і викликає великі труднощі для виміру. В зв'язку з цим в

даному дослідженні гідродинамічні умови формування гранул задавались типом (конструкцією) мішалки та частотою її обертання.

Відомо, що конструкція мішалки визначає структуру потоку рідкого середовища, що рухається в змішувачі. Відповідно через структуру потоку вона впливає на диспергування лаку і формування гранул. У зв'язку з цим в даній роботі були використані три типи мішалок, що формують різні структури потоку рідкого середовища: лопатева, турбінна і пропелерна.

При використанні лопатевої мішалки основною складовою потоку є тангенціальний (круговий) рух рідини, турбінної – радіальний, пропелерної – осьовий (вертикальний вздовж вісі апарата). Нахил лопатей в турбінній і лопатевій мішалках сприяє додатково до основного потоку утворенню осьової складової. Таким чином, зазначені типи мішалок забезпечують всі основні варіанти структури потоку рідкого середовища, що реалізуються в змішувачі.

Експериментальні дослідження впливу структури рідкого середовища, що рухається в змішувачі, на диспергування лаку і відповідно на формування гранул проводили в лабораторних умовах з мішалками, що мають близькі до стандартних співвідношення геометричних характеристик. Враховуючи, що на формування гранул в значній мірі впливають також умови відгонки розчинника, досліді проводили в умовах звичайної відгонки, так і з протоком повітря ( $t_{\text{відг}} < t_{\text{кип}}$ ).

Результати досліджень у вигляді графіка залежності середнього еквівалентного діаметру гранул від частоти обертання мішалки для різних типів мішалок та умов відгонки розчинника наведено на рисунку 1.4. Якісні закономірності зміни розміру і форми гранул, що відповідають кривій на рисунку 1.4, показані на рисунку 1.5 у вигляді мікрофотографій при збільшенні в 50 разів.

Аналіз цих даних показує, що характер зміни розміру і форми гранул залежить від типу мішалки, а відповідно від структури потоку рідкого середовища в змішувачі, і підтверджує вплив способу відгонки розчинника (рис. 1.4). Так, наприклад, криві зміни середнього еквівалентного діаметра зі збільшенням частоти обертання пропелерної мішалки (крива 1 рис. 1.4) і турбінної з прямими лопатками (крива 2 рис. 1.4) при звичайній відгонці ( $t_{\text{відг}} =$

$t_{кип}$ ) розташовуються в різних діапазонах їх частоти обертання. Як впливає з мікрофотографій гранул для пропелерної мішалки характерне утворення гранул овальної форми при значенні частоти обертання між  $n=200$  об/хв і  $n=300$  об/хв. При  $n=200$  об/хв процес диспергування лаку в потоці дисперсійного середовища порушений (утворюється безформна крихта). Можна припустити, що мішалка в цьому випадку виконує роль механічної дробарки.

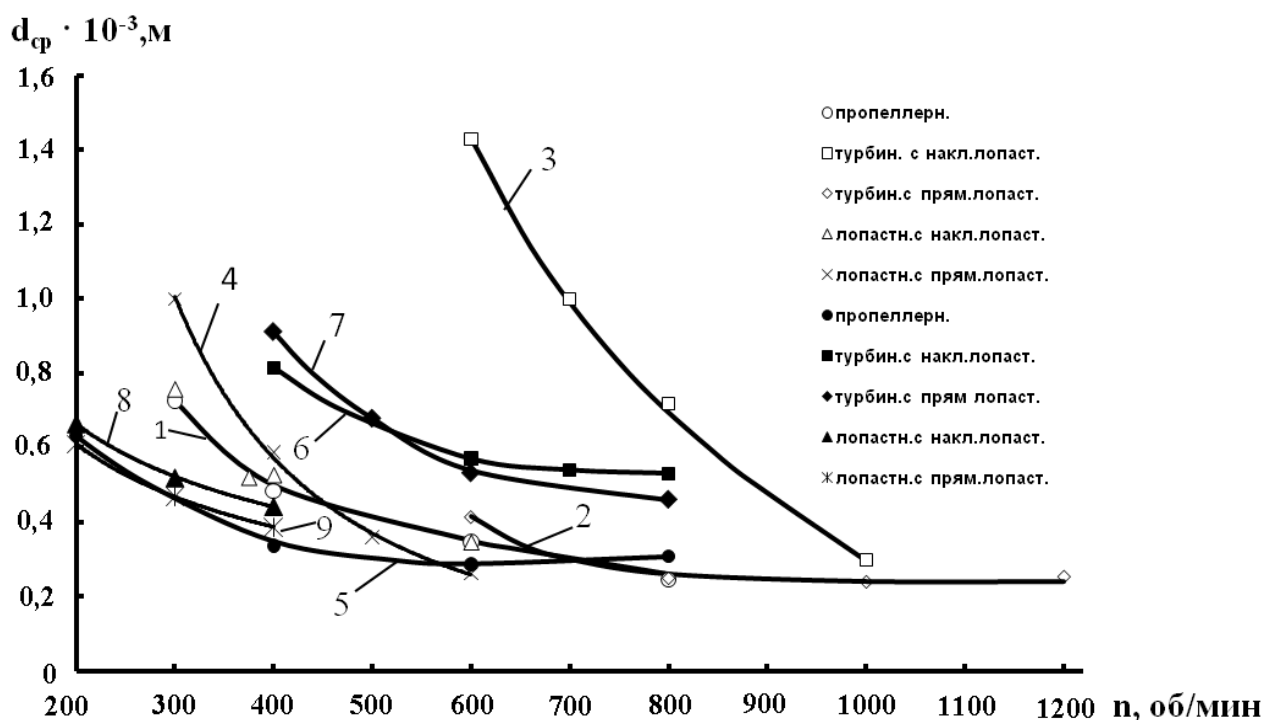
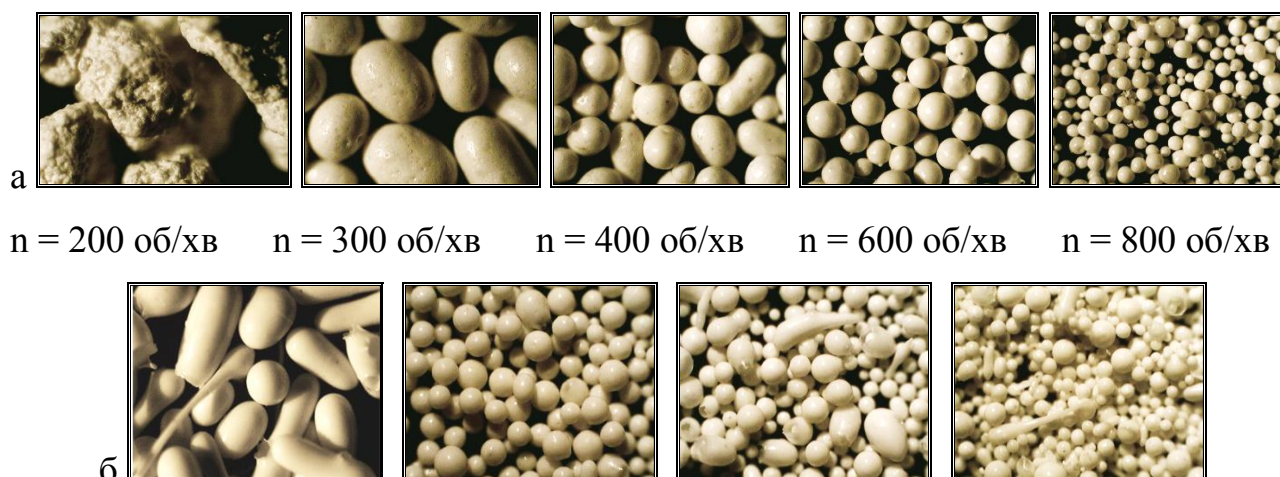


Рисунок 1.4 – Залежність середнього еквівалентного діаметру гранул від типу мішалки:  $t_{відг} = t_{кип}$ : 1 – пропелерна, 2 – турбінна з прямими лопатями; 3 – турбінна з похилими лопатями, 4 – лопатева з прямими лопатями;  $t_{відг} < t_{кип}$ : 5 – пропелерна, 6 – турбінна з похилими лопатями, 7 – турбінна з прямими лопатями, 8 – лопатева з похилими лопатями, 9 – лопатева з прямими лопатями.





n = 200 об/хв

n = 400 об/хв

n = 600 об/хв

n = 800 об/хв

Рисунок 1.5 – Зміна форми гранул від частоти обертання при використанні пропелерної мішалки: а)  $t_{\text{відг}} = t_{\text{кип}}$ ; б)  $t_{\text{відг}} < t_{\text{кип}}$ .

## 1.2 Визначення швидкості горіння порошу лакового типу

Для лакового способу гранулювання характерне вільне формування внутрішньої структури порохових гранул. Одержувані порохи в залежності від технологічних режимів, що задовольняють іншим їх характеристикам, можуть мати різну щільність. Тому для практичного застосування таких порохів представляв інтерес встановити залежність коефіцієнта швидкості горіння  $u_l$  від щільності порохових гранул. Для цього були виготовлені і випробувані в манометричній установці зразки лакового порошу з різною щільністю (пористістю). Характеристики цих зразків і умови їх манометричних випробувань наведені в таблиці 1.1.

Таблиця 1.1 - Умови манометричних випробувань і характеристики зразків порошу.

Найменування параметрів	Од. вим.	Значення параметрів			
		зразок 1	зразок 2	зразок 3	зразок 4
1	2	3	4	5	6
Наважка зразка	г	2,500	2,500	2,500	2,500
Щільність зразка	г/см <sup>3</sup>	0,868	1,134	1,218	1,312
Щільність заряджання	г/см <sup>3</sup>	0,098	0,098	0,098	0,098
Сила порошу	кгс·дм/кг	987949	998176	1004101	988404
Калорійність (газ)	кал/г	878,696	895,117	904,730	879,421
Калорійність (рід.)	кал/г	984,139	1002,531	1013,298	879,421
Температура горіння	град К	2737,03	2779,68	2804,61	2738,92
Вміст нітрогену	% (мас)	12,906	13,039	13,117	12,912
Питомий об'єм газів	дм <sup>3</sup> /кг	886,222	879,715	875,932	885,933

Ступінь нітрації	см <sup>3</sup> /Г	206,264	208,399	209,640	206,359
Коволюм газів	см <sup>3</sup> /Г	1,179	1,175	1,173	1,179
Показник адіабати	-	1,239	1,238	1,237	1,239

Продовження таблиці 1.1

1	2	3	4	5	6
Теплоємність газів	кал/Г·К	0,357	0,357	0,357	0,357
Імпульс при $\Psi = 0,9$	кПа·с	116,00	125,65	131,59	131,71
Імпульс при $\Psi = 1,0$	кПа·с	140,83	152,65	159,93	159,58
Максимальна інтенсивність газоутворення	1/МПа·с	12,6	11,38	11,60	11,30
Максимальний тиск	МПа	93,40	94,04	94,10	92,86
Коефіцієнт тепловіддачі	Вт/м <sup>2</sup> гр	250,00	250,00	250,00	250,00
Коефіцієнт посилення	-	1,00	1,00	1,00	1,00
Середній розмір гранул	мм	0,445	0,441	0,448	0,452
Коефіцієнт швидкості горіння	дм/с : кгс/дм <sup>2</sup>				

Результати випробувань у вигляді залежностей інтенсивності газоутворення і імпульсу тиску порохових газів від відносного об'єму згорілої частини порохових елементів представлені на рисунку 1.6.

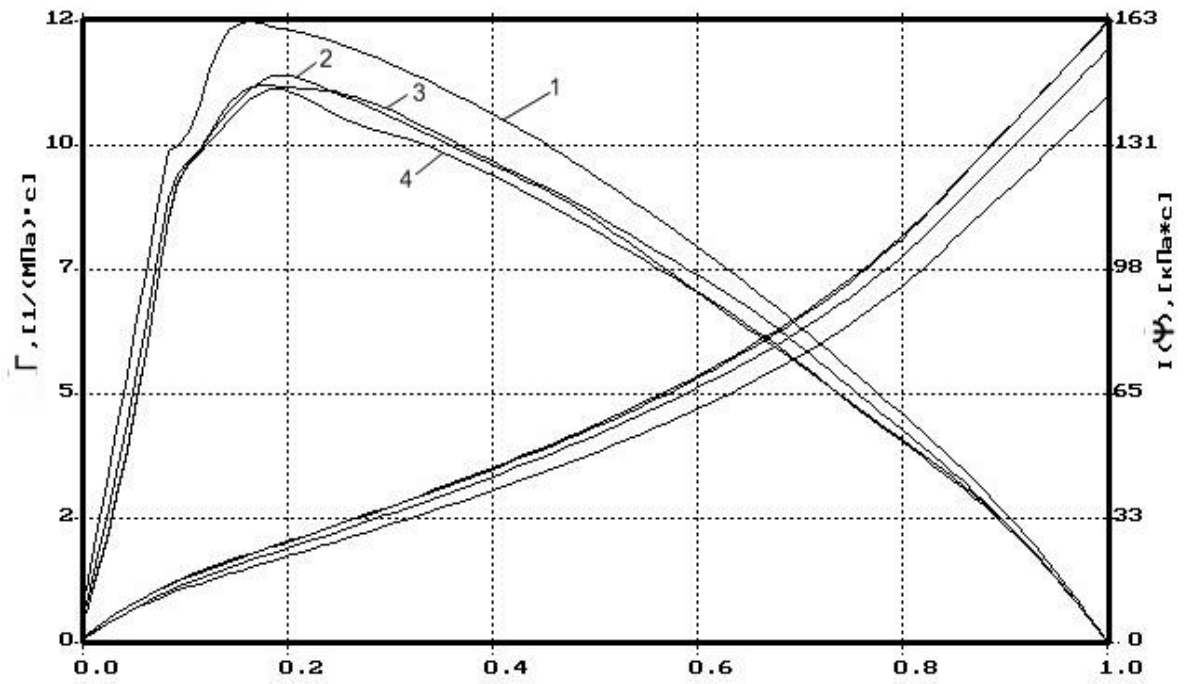


Рисунок 1.6 - Залежність інтенсивності газоутворення (P) і імпульсу порохових газів (I) від відносного об'єму ( $\Psi$ ).

Отримані дані були використані для розрахунку коефіцієнта швидкості горіння зразків порошу, залежність від щільності порохових гранул якого наведена на рисунку 1.7

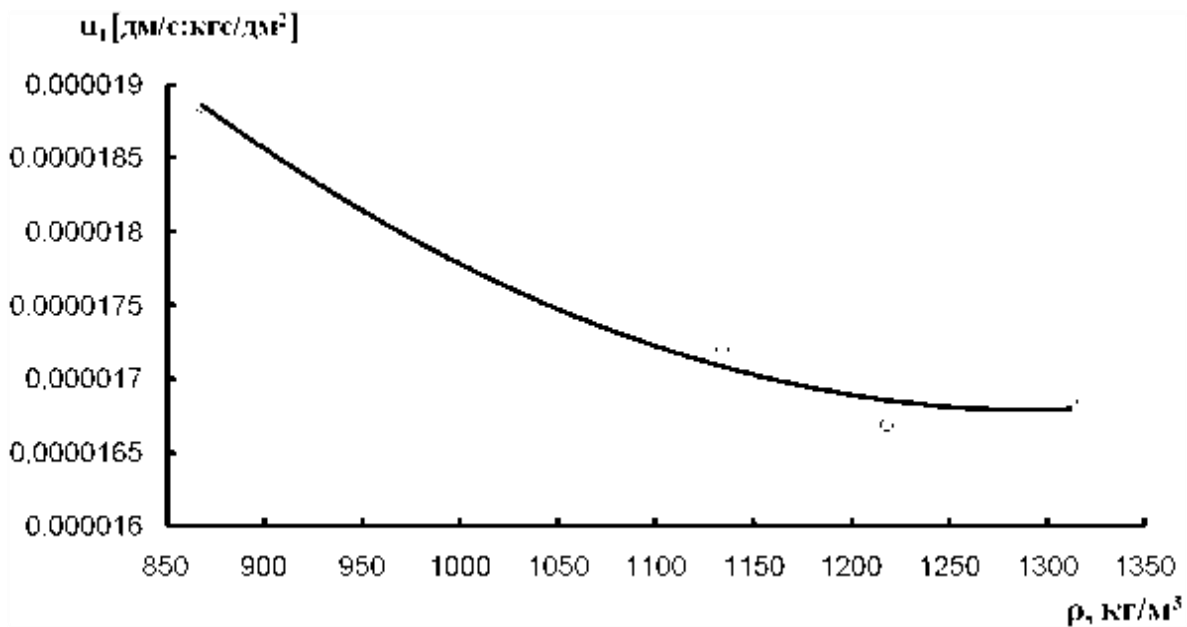


Рисунок 1.7 - Залежність коефіцієнта швидкості горіння порошу від щільності гранул.

При побудові в логарифмічних координатах ця залежність являє собою пряму лінію, що дозволило одержати рівняння, що зв'язує коефіцієнт швидкості горіння з дійсною щільністю порошу (щільність виражена в  $\text{кг/м}^3$ ; коефіцієнт швидкості горіння в  $[\text{дм/с} : \text{кгс/дм}^2]$ )

$$u_1 = 0,189 \cdot 10^{-3} \rho^{-0,34}.$$

При розрахунках дане рівняння може використовуватися для коригування швидкості горіння лакового порошу зі зміною дійсної щільності порошу. Вона застосовується в межах значень  $860 \leq \rho \leq 1312 \text{ кг/м}^3$ .

### **1.3 Дослідницький стенд для визначення балістичних характеристик**

Швидкість горіння порошу визначали за результатами досліджень на дослідницькому стенді, який призначений для визначення внутрішньо балістичних характеристик порошу. Ці дослідження полягали в спалюванні порошу в манометричній камері (бомбі) з визначенням наростання в часі тиску газів, що утворилися  $P(\tau)$ . Для забезпечення безпеки манометрична камера розміщується в кабіні, що виготовлена із листової сталі товщиною 8 мм.

При проведенні досліджень датчик генерує електричний заряд пропорційний вимірюваному тиску, який поступає в п'єзоелектричний сенсор для визначення балістичних характеристик порохів.

Манометрична камера представляє собою товстостінний сталевий циліндр з різьбовим отвором в боковій стінці, в яке установлюється датчик тиску. З одного торця камера закривається різьбовою пробкою, в якій закріплені електроди, з другого – установлюються устрій для стравлювання

газів. На електродах закріплений міст накаливання із ніхромового дротику, який служить для запалювання пороху.

В результаті комп'ютерної обробки залежності  $P(\tau)$  в межах від  $\tau=0$  до часу повного згорання зразка пороху визначали інтенсивність газоутворення  $\Gamma$  і імпульс порохових газів  $I$ . Відповідно із співвідношення  $I = \frac{e_1}{u_1}$ , де  $e_1$  - половина товщини палаючого склепіння порохового елементу (для гранули сферичної форми її радіус), розраховували швидкість горіння  $u_1$  при  $P=1$  кгс/см<sup>2</sup> ( $9,8 \cdot 10^{-2}$  Па) (коефіцієнт швидкості горіння). Залежності інтенсивності газоутворення  $\Gamma(\psi)$  і імпульсу порохових газів  $I(\psi)$  від відносного об'єму частини порохового зерна, що згоріла,  $\psi$  дають оцінку балістичних властивостей пороху.

### **Перелік технічних вимог до дослідницького стенду, що призначений для визначення балістичних характеристик порохів**

Стенд повинен задовольняти наступним технічним вимогам:

- реєструвати зміни тиску порохових газів в часі від 0 до 350 МПа.
- опрацьовувати данні за зміною тиску з визначенням балістичних характеристик (інтенсивності газоутворення при горінні пороху, імпульсу тиску порохових газів, швидкості горіння пороху) з наданням інформації у вигляді таблиць, графіків та оперативних даних, а також зберігати результати у виді текстового файлу;
- мати межу допустимої відносної похибки за тиском 2 %;
- мати час запису в ОЗУ після подолання пороху за тиском не менше 1с;
- допускати віддалене з'єднання з ПЕОМ до 25 м;
- працювати при температурі навколишнього повітря від плюс 10 до плюс 30 °С; відносної вологості до 87 % при температурі 25 °С;
- живлення від мережі змінного струму напругою 198-242 В, а частота 49,8-50,2 Гц.

## 1.4 Визначення технологічних режимів процесу гранулювання порошу лаковим способом

Процес гранулювання порошу лаковим способом з використанням в якості вихідної сировини застарілих порохів із утилізованих боєприпасів включає наступні технологічні операції:

- приготування лакової композиції на основі розчину нітратів целюлози в етилацетаті, який за складом відповідає порошу, що одержують;
- приготування дисперсійного середовища;
- диспергування порохового лаку в дисперсійному середовищі з отриманням емульсії, розмір дисперсійної фази якої забезпечує необхідні розміри порохових гранул;
- затвердіння дисперсної фази емульсії в результаті відгонки етилацетату із дисперсійної фази;
- відокремлення гранул від дисперсійного середовища та їх промивка;
- сушка та сортування порохових гранул.

На підставі результатів проведених досліджень закономірностей гранулоутворення при гранулюванні порошу лаковим способом були запропоновані режими вищевказаних технологічних операцій.

### Приготування порохового лаку

Пороховий лак готується в герметичному ємнісному змішувачі низькооборотною лопатевою (якірною) мішалкою, в який загрузають утилізований порох та заливають етилацетат з подальшим перемішуванням.

Наважки завантажувальних компонентів розраховуються за заданою концентрацією лаку. В якості вихідної сировини може бути використаний піроксилін. В цьому випадку в лак вводиться дифеніламін.

#### Приготування дисперсійного середовища

Дисперсійне середовище готуються в ємнісному змішувачі з лопатевою мішалкою, в який заливається вода, завантажуються міздровий клей та сірчаноокислий натрій. Дисперсійне середовище переміщується в умовах нагріву до повного розчинення твердих компонентів.

#### Диспергування лаку

Диспергування порохового лаку здійснюють в змішувачі - випарнику за допомогою пропелерної мішалки. Для цього в змішувач завантажують порцію лаку, заливають розрахункову кількість дисперсійного середовища та перемішують протягом заданого часу.

#### Відгонка етилацетату

Відгонку етилацетату проводять після завершення процесу диспергування лаку. В залежності від необхідної щільності отриманого порошу може використовуватись два види відгонки: звичайна ( $t_{\text{відг}}=t_{\text{кип}}$ ) та з протоком повітря ( $t_{\text{відг}}<t_{\text{кип}}$ ). При звичайній відгонці емульсію в змішувачі-випарнику нагрівають до температури кипіння азеотропної суміші етилацетату та води. Другий вид відгонки проводять при температурі нижче температури кипіння азеотропної суміші, для чого через вільний простір змішувачі-випарника здійснюють проток повітря з даними витратами.

В обох випадках пари розчинника, які виходять зі змішувача-випарника конденсуються в холодильнику та накопичуються в збірнику. Після припинення прибуття етилацетату збірник піднімають температуру суспензії порохових гранул, що утворилися в змішувачі-випарнику, з метою зниження в них залишкового розчинника.

Відокремлення гранул від дисперсійного середовища та їх промивка

Утворену після відгонки етилацетату суспензію порохових гранул в дисперсійному середовищі зливають через тканинний фільтр. Після відокремлення дисперсійного середовища порохові гранули, що залишились на тканинному фільтрі промивають спочатку теплою, потім холодною водою.

Сушка пороху

Порохові гранули сушаться до вологості 5-8 %, достатньої для подальшої їх обробки, потім охолоджуються до нормальної температури.

Сортування порохових гранул

Дана операція проводиться для виділення необхідної фракції розмірів гранул. Вона здійснюється на наборі сит за ГОСТ 3584-73 з розміром вічок 0,315-0,4 мм та 0,4-0,63. Отримані товарні фракції направляються на подальшу обробку, дрібна та крупна фракції є зворотними відходами. Вони направляються на переробку (додаються в лак при його приготуванні).

Конкретні параметри технологічних режимів приведені в окремому документі «Рекомендації щодо режимів процесу гранулювання пороху лаковим способом»



**Результати виконання першого етапу календарного плану договору № ДЗ/42-2015 від 30.10.2015 полягають в наступному.**

1 Встановлено, що стійке диспергування порохового лаку в водному середовищі при механічному перемішуванні відбувається при наявності осьової складової, у зв'язку з цим найбільш ефективною для диспергування є пропелерна мішалка при частоті обертання більше 200 об/хв.

2 Після попереднього порівняно тривалого (20-30 хв.) диспергування лаку, подальше його диспергування до початку відгонки етилацетату не впливає на процес гранулоутворення.

3 Вид відгонки визначається температурним режимом формування гранул. При звичайній відгонці основний об'єм етилацетату видаляється при температурі кипіння азеотропної суміші етилацетату з водою (68-72°C). Гранули, що утворилися в цьому випадку, мають пористу структуру в результаті скипання лаку в краплях дисперсної фази. Відгонка з протоком повітря відбувається при температурі нижче кипіння азеотропної суміші з утворенням щільних гранул за виключенням тих випадків, коли в гранулах фіксуються бульбашки повітря, який захоплюється лаком при його диспергуванні. Загальна тривалість відгонки складає 4-6 годин.

4 Розміри гранул залежать від частоти обертання мішалки, концентрації лаку і характеристик дисперсійного середовища. Існує критична концентрація лаку, при якій він не диспергується та гранули не утворюються, що дорівнює для високо азотних нітратів целюлози (піроксиліну) приблизно 20 % (мас.).

5 Пористість гранул визначається видом відгонки, також залежить від частоти обертання мішалки, концентрації лаку, характеристик дисперсійного середовища, інтенсивності нагріву водно-лакової емульсії, а для відгонки з протоком повітря та від швидкості повітря. Отримане емпіричне рівняння, що пов'язує пористість гранул з параметрами процесу грануло утворення, а також рівняння, яке дозволяє при відомій пористості оцінити швидкість горіння порошу.

6 Розроблені рекомендації щодо режимів процесу гранулювання пороху  
лакового типу.

## **2 ДОСЛІДЖЕННЯ ТА ВІДПРАЦЮВАННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ РЕЖИМІВ МОДИФІКАЦІЇ ГРАНУЛЬОВАНОГО ПОРОХУ**

Одним з найважливіших видів модифікації піроксилінового пороху є його флегматизація – насичення поверхневих шарів порохових елементів речовинами, що знижують швидкість горіння. Такий технологічний прийом дозволяє задавати характер зміни швидкості горіння порохових елементів за товщиною сгоряючого шару, а відповідно, керувати газопритоком при пострілі.

В загальному випадку ефективність пострілу визначається початковою швидкістю снаряда (кулі), від якої залежить далекобійність (бронепробивальність) ствольної зброї. Збільшення початкової швидкості безпосередньо пов'язане з підвищенням тиску порохових газів. Проте цей тиск для конкретної системи зброї обмежений максимальним значенням  $P_{max}$ , яке залежить від конструкції зброї.

Підвищити початкову швидкість кулі в межах значення  $P_{max}$  можна за рахунок прогресивності горіння пороху, тобто зростання припливу порохових газів у процесі горіння заряду. При відповідній закономірності зміни швидкості горіння порохових елементів зростання припливу газів компенсує збільшення заснарядного простору при русі снаряду, що дозволяє збільшити його початкову швидкість.

### **2.1 Встановлення закономірностей насичення порохових гранул флегматизуючими пластифікаторами**

В промисловості використовують два способи флегматизації порохів. В першому з них флегматизатор розчиняють у відповідному розчиннику та отриманий розчин наносять на поверхню порохових елементів. Розчинник при

цьому видаляється на стадії сушіння. При використанні іншого способу порох обробляють водною емульсією флегматизатора або його розчина в ємнісному апараті з мішалкою. В цьому випадку порохові елементи контактують з дисперсною фазою емульсії і флегматизатор проникає і їх поверхневі шари. Очевидно, що здійснити такий спосіб можливо, коли флегматизуючий склад не змішується з водою.

Обидва розглянутих способи поєднує те, що дифузія флегматизатора відбувається через поверхню порохових елементів, в результаті чого в них формується флегматизаційна зона з визначеним концентраційним профілем розподілу флегматизатора. Цей профіль визначає закономірність зміни швидкості горіння пороху, яка повинна відповідати необхідним балістичним параметрам пострілу. Проте забезпечення такої відповідності представляє складну задачу.

Зважаючи на те, що флегматизуюча речовина, якою насичуються поверхневі шари порохових гранул, повинна проникати в полімерну матрицю пороху, флегматизатором може бути тільки речовина, що володіє пластифікуючою дією на нітрати целюлози. З таких пластифікаторів нітратів целюлози найбільш доступними є камфора, що розчиняється в етиловому спирті, та дидутилфталат, що утворює емульсію з водою.

Найбільш повну характеристику процесу насичення дають кінетичні залежності, що подаються у вигляді кривих зміни в часі кількості флегматизатора, що міститься в поросі. Дані дослідження включали експериментальне визначення цих залежностей при різних умовах його проведення.

Досліди з насичення порохових гранул камфорою рідинним способом проводили шляхом занурення наважки порохового заряду в розчин флегматизатора. При цьому визначали вплив на кінетичні залежності насичення наступних параметрів: концентрації флегматизатора в розчині, температури процесу, модуля флегматизації (відношення маси розчину до маси пороху), щільності порохових гранул, виду флегматизатора. Розмір гранул в дослідях був постійним,

використовувався порошок вузького фракційного складу: 0,315-0,4 мм - 25 мас. %; 0,4-0,63 мм - 75 мас. %, який відповідає штатному лаковому порошку.

На рисунку 2.1 наведені кінетичні криві насичення порохових гранул камфорою з розчину, отримані при температурі  $t = 50^{\circ}\text{C}$ , щільності гранул  $\rho_d = 1500 \text{ кг / м}^3$  і різним вмістом камфори в розчині.

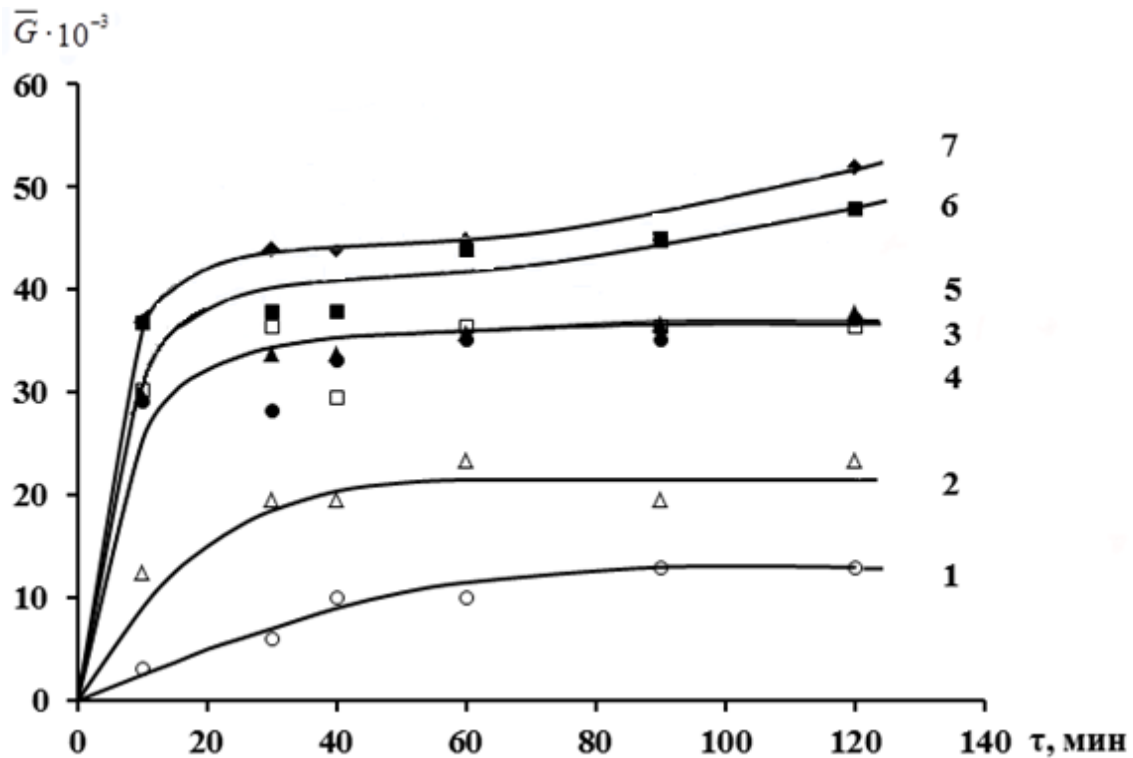


Рисунок 2.1 - Кінетичні криві насичення порохових гранул камфорою при різному початковому її вмісті в розчині: 1 -  $C_n = 1\%$ ; 2 -  $5\%$ ; 3 -  $10\%$ ; 4 -  $15\%$ ; 5 -  $20\%$ ; 6 -  $25\%$ ; 7 -  $30\%$

Тут і далі в якості характеристики насичення використовувалася відносна кількість флегматизатора, який перейшов в порошок

$$\bar{G} = G/M,$$

де  $G$  - маса флегматизатора, який перейшов в порошок;

$M$  - маса зразка вихідного (до флегматизації) порошку.

Аналогічним чином були побудовані кінетичні криві при зміні інших параметрів процесу насичення порошку камфорою. З їх аналізу випливає, що в

розглянутих умовах процес насичення піроксилінового порошу камфорою практично досягає рівноважного стану при використанні розчинів з її початковою масовою часткою від 1% до 20%. Для розчинів, що мають початкову масову частку більше 20% характерний подальший підйом кривих при продовженні насичення (криві 6, 7 на рисунку 2.1. Можна припустити, що при дуже великому часі витримки гранул в розчині ( $\tau \rightarrow \infty$ ) зростання вмісту камфори в них після досягнення рівноваги буде спостерігатися і при малих концентраціях камфори в розчині.

Таким чином, кінетичні криві насичення порохових гранул флегматизатором при великих концентраціях розчину, мають два перегини і можуть бути віднесені до кінетичних кривих двустадійного типу: на першій стадії відбувається досить швидке досягнення рівноважного стану, на другій - більш повільне підвищення вмісту флегматизатора в гранулах, що виражається в підйомі кривої.

Такий тип кінетичних кривих свідчить про аномалії процесу насичення, яка характерна для дифузії низькомолекулярних речовин в деяких полімерних матеріалах.

Розроблена фізична модель процесу насичення на підставі процесів адсорбції та дифузії флегматизатора. Особливість такої моделі полягає в тому, що досягнення на поверхні гранул концентрації флегматизатора, при якій температура склування нітрату целюлози стає рівній температурі процесу, призводить до пластифікації цієї поверхні та прилягаючих до неї шарів з утворенням пластифікованої зони.

Такі ж закономірності спостерігаються при використанні в якості флегматизатора дибутилфталату, що вказує на однаковий механізм сорбційного насичення піроксилінового порошу незалежно від флегматизатора та способу флегматизації.

При цьому на підставі експериментальних даних було показано, що при сорбційному насиченні відбувається зміна фізичного стану порохових гранул з утворенням пластифікованої зони.

На рисунку 2.2 представлені мікрофотографії порохових гранул, оброблених розчинами з різним вмістом камфори при температурі 50°C (мікроскопічний аналіз проводили при збільшенні в 45 разів також при температурі 50°C). Ці мікрофотографії відповідають експериментальним точкам на кривих 1, 4 і 6, наведених на рисунку 2.1 (аналізували проби відповідних зразків гранул).

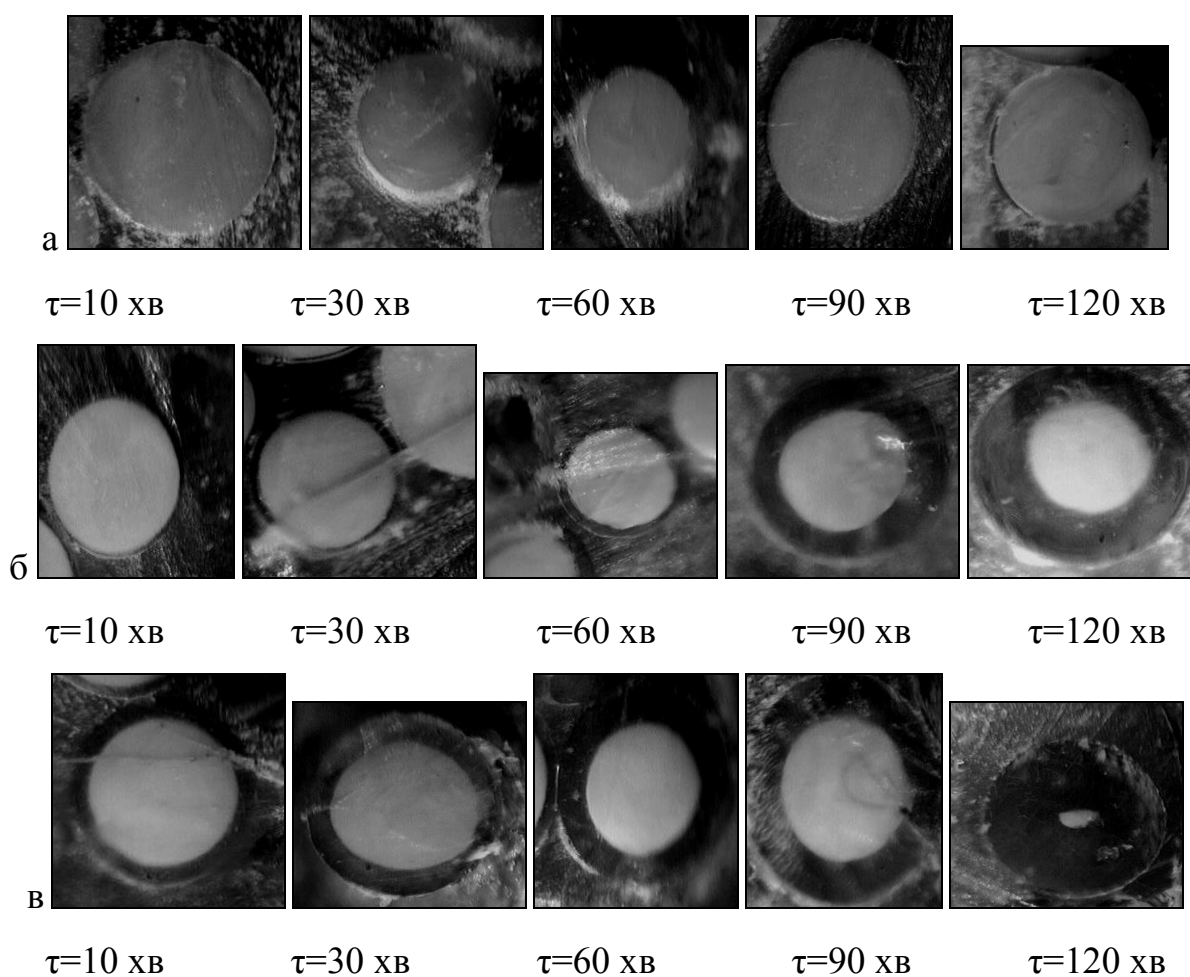


Рисунок 2.2 - Зрізи порохових гранул з різними часом насичення і початковим вмістом камфори в розчині (зб.  $\times 45$ ): а –  $C_n = 1\%$ ; б –  $15\%$ ; в –  $25\%$

З цих мікрофотографій випливає, що при концентрації камфори в розчині 1 мас. % і насиченні протягом 120 хв (рис. 2.2а) пластифікована зона в гранулах відсутня. Це свідчить, що за цих умов концентрація камфори, що сорбується на поверхні, не досягає значення, при якому відбувається «розклування» нітрату целюлози (температура склування вище температури процесу насичення). Зі збільшенням концентрації розчину до 15 мас. % вже через 60 хв в гранулах

виявляється пластифікована зона (рис.2.2б), що дозволяє припустити про досягнення зазначеної концентрації. При масовій частці камфори в розчині 25% пластифікована зона є вже через 10 хв (рис. 2.2в). Час витримки гранул в розчині визначає величину цієї зони, наприклад, при масовій частці камфори в розчині 25% і насиченні 120 хв гранула майже повністю «розсклована» (рис. 2.2в).

Отримані експериментальні дані також показали, що при введенні в порошок гранули приблизно 10% (мас.) камфори або дибутилфталату досягається максимальне ущільнення їх полімерної основи, для чого слід очікувати зменшення швидкості горіння порошу.

## **2.2 Зв'язок швидкості горіння порошу з вмістом в ньому флегматизатора**

З причини того, що швидкість горіння флегматизованого порошу змінюється за радіусом порохівих гранул відповідно до розподілу в них флегматизатора, для розрахунку характеристик горіння порошу необхідно мати в своєму розпорядженні зв'язок між швидкістю горіння і концентрацією флегматизатора. У даній роботі такий зв'язок був встановлений на підставі манометричних випробувань зразків порошу.

Зазначені дослідження включали підготовку зразків порошу, що містять всередині гранул задану кількість камфори або дибутилфталату. Для цього готували нітрат целюлозний лак, в який вводили одну із зазначених речовин, лак ретельно перемішували і гранулювали за вищеописаною методикою (розділ 2). Така підготовка зразків дозволяє припускати, що речовина, яка вводиться, рівномірно розподілена за об'ємом гранул. Отримані зразки випробовували в манометричній установці (розділ 2). Результати манометричних випробувань порошу з різним вмістом камфори всередині гранул були представлені у вигляді кривих  $\Gamma = f(\psi)$  і  $I = f(\psi)$ .

Аналіз представлених результатів показує, що введення флегматизатора в порох, навіть при рівномірному його розподілі в гранулах, призводить до



зниження максимального значення інтенсивності газоутворення з деяким розтягуванням і зміщенням вправо кривих  $\Gamma = f(\psi)$ , а також до підвищення імпульсу порохових газів, тобто призводить до ефекту флегматизації. Особливо явно такий ефект проявляється при введенні в порохові гранули дибутилфталата (рис. 2.3).

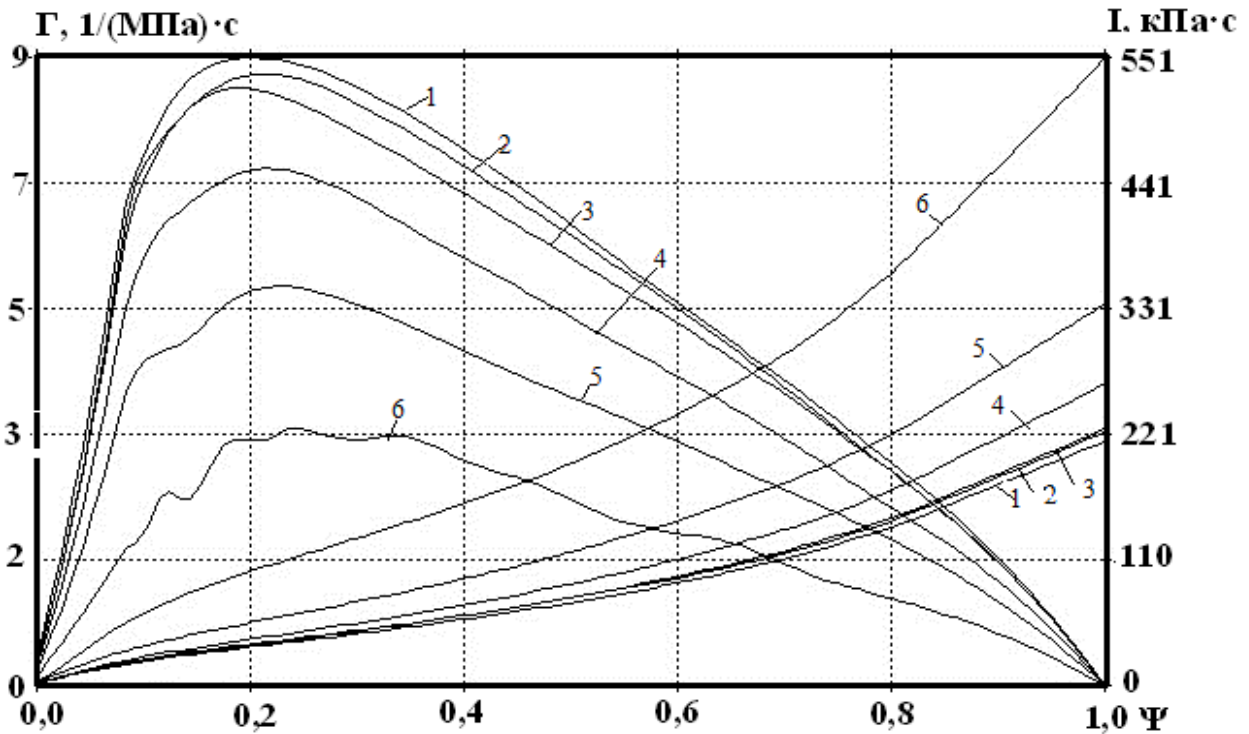


Рисунок 2.3 - Експериментальні залежності  $\Gamma = f(\psi)$  і  $I = f(\psi)$ , отримані для порохових гранул, що містять всередині дибутилфталат: 1 –  $\bar{a}=0$  мас. %; 2 – 1 %; 3 – 2 %; 4 – 5 %; 5 – 10 %; 6 – 20 %

На підставі манометричних випробувань були визначені швидкості горіння порохових гранул, що містять всередині різну кількість флегматизатора, і побудовані графіки їх залежності від об'ємно-масової концентрації флегматизатора в гранулах (рис. 2.4).

Ці дані показують, що зі збільшенням вмісту флегматизатора в гранулах швидкість горіння пороху зменшується, причому отримана залежність носить лінійний характер. Якщо припустити, що такий характер вона зберігає при екстраполюванні прямої на весь діапазон зміни коефіцієнта швидкості горіння,

то очевидно є значення концентрації флегматизатора в гранулах, при якому  $u_1=0$ , тобто порошок не горить.

Перехід до відносного коефіцієнту швидкості горіння  $u_1/u_{1n}$ , де  $u_{1n}$  - коефіцієнт швидкості горіння порошу без флегматизатора, дозволяє узагальнити експериментальні дані для таких флегматизаторів, як камфора і дибутилфталат, що мають різну хімічну природу. Це впливає з рисунка 2.4, на якому експериментальні точки для обох флегматизаторів досить добре укладаються на одну пряму, що описується рівнянням

$$u_1 = u_{1n}(1 - 0,00306a) \quad (2.1)$$

Це рівняння дозволяє при відомій концентрації флегматизатора в поросі розрахувати його швидкість горіння.

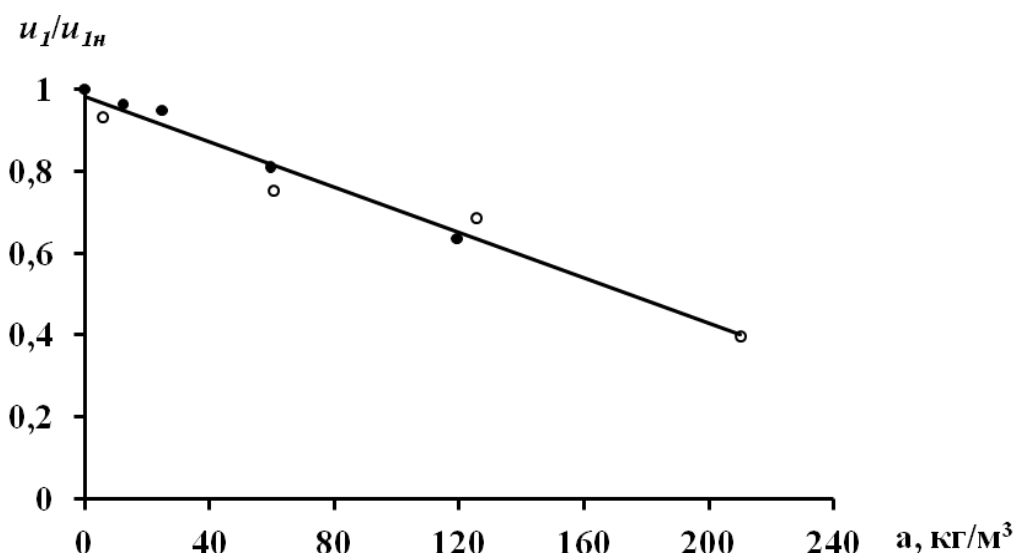


Рисунок 2.4 - Узагальнена залежність швидкості горіння порохових гранул від концентрації флегматизаторів, що вводяться всередину гранул

Для випадку, коли через великий вміст флегматизатора порошок не горить ( $u_1 = 0$ ) з рівняння (2.1) впливає критичне значення концентрації  $a_k = 326,9$  кг/м<sup>3</sup> (усереднене для обох флегматизаторів). Випробування в манометричній бомбі зразка порошу, гранульованого лаковим способом, зі вмістом флегматизатора більше зазначеного значення  $a = 459,6$  кг/м<sup>3</sup> (масова частка

40%) показало, що цей зразок не запалюється при штатній наважці запальника (ДРП), що підтверджує наявність критичного значення концентрації флегматизатора.

### **2.3 Визначення технологічних режимів модифікації порохових гранул, що забезпечує прогресивність горіння пороху**

В результаті проведених досліджень були визначені технологічні режими флегматизуючої модифікації гранульованого пороху, що забезпечує прогресивне горіння, які представлені в окремих протоколах з грифом (протокол №1, дм.6т; протокол №2, дм.7т).

**Результати виконання другого етапу календарного плану договору № ДЗ/42-2015 від 30.10.2015 «Дослідження та відпрацювання технологічних режимів модифікації гранульованого пороху» полягають в наступному.**

1. Встановлено, що кінетичні криві насичення піроксилінового пороху флегматизатором відносяться до двостадійного типу. Такий тип кінетичних кривих свідчить про аномалії процесу насичення, яка характерна для дифузії низькомолекулярних речовин в деяких полімерних матеріалах. Для розрахунку кінетики процесу насичення виведені емпіричні рівняння.

2. Розроблена фізична модель процесу насичення на підставі процесів адсорбції та дифузії флегматизатора. Особливість даної моделі полягає в тому, що досягнення на поверхні гранул концентрації флегматизатора, при якій температура склування нітрату целюлози стає рівній температурі процесу, призводить до пластифікації цієї поверхні та прилягаючих до неї шарів з утворенням пластифікованої зони.

3. Встановлений розподіл концентрації флегматизатора за радіусом порохових гранул, отриманих лаковим способом. Характер розподілу флегматизатора залежить від режимних параметрів процесу. Запропонована залежність для його математичного опису, основний параметр якої визначається за середнім вмістом флегматизатора в гранулах. Отримане емпіричне рівняння, яке дозволяє пов'язати швидкість горіння пороху з концентрацією флегматизатора в ньому.

4. Визначені структурно-щільнісні та балістичні (швидкість горіння) характеристик пороху після його модифікації.

5. Визначені технологічні режими флегматизуючої модифікації гранульованого пороху, що забезпечує прогресивне горіння.

### **З РОЗРОБЛЕННЯ ПРОЕКТУ ТЕХНОЛОГІЧНОГО РЕГЛАМЕНТУ ВИРОБНИЦТВА ПОРОХУ ЛАКОВОГО ТИПУ. ВИГОТОВЛЕННЯ ТА ВИПРОБУВАННЯ ДОСЛІДНИХ ЗРАЗКІВ ГРАНУЛЬОВАНОГО ПОРОХУ ДЛЯ СТРІЛЕЦЬКОЇ ЗБРОЇ. ВІДПРАЦЮВАННЯ ТЕХНОЛОГІЧНИХ РЕЖИМІВ МОДИФІКАЦІЇ ПІРОКСИЛІНОВОГО ПОРОХУ, ЩО ПІДВИЩУЄ ЙОГО ЕНЕРГЕТИЧНІ ХАРАКТЕРИСТИКИ**

З метою підвищення енергетичних характеристик піроксилінового пороху звичайно вводять вибухові компоненти, що мають більш ніж піроксилін питому теплоту горіння (нітроєфіри, гексоген та інше) [1,2]. З урахуванням наявності сировинної бази, а також набуття порохом комплексу необхідних фізико-хімічних характеристик найбільш вигідною добавкою в теперішній час є нітроєфіри, у тому числі нітрогліцерин [3]. Його введення може здійснюватися, наприклад, при приготуванні порохової маси або лаку, використовуваних у виробництві баліститних і окремих видів лакових (сферичних) порохів. Але при цьому втрачаються багато із зазначених вище переваг піроксилінових порохів.

Одним із ефективних способів модифікації піроксилінового пороху є насичення його елементів нітрогліцерином через їх зовнішню поверхню (сорбційне насичення). На відміну від введення нітрогліцерину при приготуванні порохової маси (лаку) цей спосіб дозволяє не тільки підвищити його енергетичні характеристики, але і знизити гігроскопічність, а також отримати ефект, з точки зору газоутворення при горінні, близькій до флегматизації [4-6].

Перші відомості про такий спосіб модифікації були представлені в патенті США № 3637444 [7]. Згідно цього патенту, з метою підвищення енергетики піроксилінового пороху, його насичують нітрогліцерином, для чого готують водну суспензію порохових гранул, в яку добавляють попередньо приготований нітрогліцерин. На відміну від розглянутого способу в працях [8,9] пропонується в якості джерела нітрогліцерину для насичення

піроксилінового порошу використовують утилізуємий баліститний порох. Цей варіант насичення використаний в даній роботі, так як він спрощує технологію модифікації піроксилінового порошу лакового типу і робить її доступною через те, що в теперішній час в Україні відсутнє виробництво нітрогліцерину, але маються запаси балістичного порошу, що підлягає утилізації.

Насичення піроксилінового порошу нітрогліцерином при використанні балістичного порошу представляє собою складний масообмінний процес. Він полягає в екстрагуванні нітрогліцерину із балістичного порошу в рідинне середовище і обробки нею піроксилінового порошу. В результаті нітрогліцерин сорбується поверхнею порохових елементів (гранул) з послідуною дифузією вглиб. Відомості досліджень цього процесу в літературі відсутні. Цьому в даній роботі для обґрунтування технологічних режимів модифікації піроксилінового порошу лакового типу була поставлена задача встановити екстракційно-сорбційні закономірності модифікації порохових гранул при використанні баліститного порошу. Ці режими були відпрацьовані в лабораторних умовах з виготовленням та випробуванням дослідних зразків порошу.

### **3.1 Екстракційно-сорбційні закономірності модифікації порохових гранул насиченням нітрогліцерином**

Однією із стадій модифікації піроксилінового порошу, в тому числі і лакового типу, поверхневим насиченням його нітрогліцерином, що вилучається із балістичного складу (пороху або твердого ракетного палива), є процес екстрагування. Під екстрагуванням в даному випадку розуміється переведення нітрогліцерину із балістичного складу в розчин. При насиченні порошу ця стадія організовується таким чином, щоб розчин яким оброблюють порох мав максимальний вміст нітрогліцерину.

### 3.1.1 Загальні закономірності екстрагування нітрогліцерину із баліститного складу

На відміну від досить добре вивчених процесів екстрагування речовин із твердих тіл, у яких речовина, що вилучається, розташовується у вигляді окремої фази в порах матеріалу, інертного по відношенню до екстрагенту (екстрагування корисних копалин з руди, різних речовин з рослинної сировини) [10, 11], у випадку, що розглядається, нітрогліцерин, який екстрагується, входить в полімерну матрицю баліститного складу і, як внутрішньоструктурний пластифікатор, утворює з нею міжмолекулярні зв'язки.

Більшість досліджень, присвячених екстрагуванню пластифікаторів з полімерних матеріалів, пов'язані з визначенням стійкості полівінілхлоридних пластиків до бензинів та інших вуглеводневих середовищ, а також міграції пластифікаторів в харчові продукти з полімерної упаковки [12]. У них показано, що здатність пластифікаторів до екстрагування залежить від багатьох факторів: типу і кількості пластифікатору, характеристик полімеру, умов протікання процесу, природи екстрагента. Для системи нітрогліцерин – баліститний склад такі дослідження практично відсутні.

В даному дослідженні будемо виходити з того, що нітрогліцерин обмежено сумісний з нітратом целюлози, у зв'язку з чим частина його молекул сольватована полімером, інша частина є надлишковою (вільною) і має велику рухливість порівняно з пов'язаною [13]. В момент контакту екстрагента з баліститним складом в розчин спочатку переходить нітрогліцерин, що знаходиться на поверхні елементів складу, в першу чергу молекули, що не пов'язані з нітратом целюлози. В результаті концентрація цих молекул на поверхні зменшується, що сприяє його дифузії з внутрішніх шарів. Екстрагування завершується в результаті досягнення рівноважного стану. Необхідно враховувати, що в якості екстрагентів можуть бути використані

розчинники з різною розчинювальною здатністю по відношенню до нітрогліцерину. У даному випадку будемо розглядати як екстрагенти, які необмежено, так і обмежено розчиняють нітрогліцерин, але не розчиняють нітрати целюлози (принцип екстрагування з твердого тіла). Якщо екстрагент не проникає всередину полімерного матеріалу, то можна припустити, що екстрагування на цій стадії значною мірою визначається процесом утворення розчину, особливо для екстрагентів, які обмежено розчиняються нітрогліцерином, коли рівноважний стан досягається при насиченні екстрагента.

При проникненні екстрагента всередину полімерної матриці його молекули взаємодіють з нітратом целюлози. У тому випадку, коли енергія міжмолекулярної взаємодії екстрагента з нітратом целюлози перевищує енергію зв'язку молекул нітрогліцерину з макромолекулами нітрату целюлози, відбувається порушення цих зв'язків і нітрогліцерин переходить з твердої фази в розчин у вигляді молекул, що звільнилися, (молекулярних комплексів з екстрагентом) за вищеописаним механізмом. На цій стадії екстрагування має сорбційно (десорбційно) – дифузійний характер, який може визначати процес у цілому, особливо при необмеженій розчинності нітрогліцерину в екстрагентах.

Експериментальне дослідження екстрагування ТНГ з баліститних складів проводили в умовах перемішування екстрагента з елементами баліститного порошку за допомогою магнітної мішалки у лабораторному змішувачі. Процес вели при заданих температурі, завантаженні баліститного складу, розмірі його елементів (часток), об'ємі екстрагенту, часу екстрагування. В якості екстрагентів, що необмежено розчиняють нітрогліцерин, застосовували: метиленхлорид, діетиловий ефір, бензол; обмежено розчиняють – етиловий спирт (розчинність при 20°C 31.6 г/100см<sup>3</sup>), воду (розчинність при 20°C 0.138 г/100см<sup>3</sup>). Всі вони практично не розчиняють нітрат целюлози, що застосовується у баліститних пороху. По закінченню кожного досвіду отриманий екстракт відокремлювали від твердої фази і визначали в ньому вміст нітрогліцерину. При великому вмісті ТНГ і добре летючому екстрагенті для



цього використовували ваговий метод з попереднім випарюванням екстрагента. У випадку малого вмісту або слаболетючого екстрагента – спектрофотометричний метод (спектрофотометр UNICO 2100). Всі досліди проводили при постійних розмірах часток баліститного складу, мали форму паралелепіпеда з розмірами граней  $0.7 \times 1.0 \times 7.5$  мм (нарізали з пластинчастих елементів). Результати дослідження представляли у вигляді графіків залежностей концентрації нітрогліцерину в екстрагентів і утримання його в баліститному поросі від часу екстрагування (кінетичних кривих) для різних умов проведення процесу.

На рисунку 3.1 представлені кінетичні криві екстрагування для різних розчинників, що використовувалися в якості екстрагентів, і однакових умов проведення процесу.

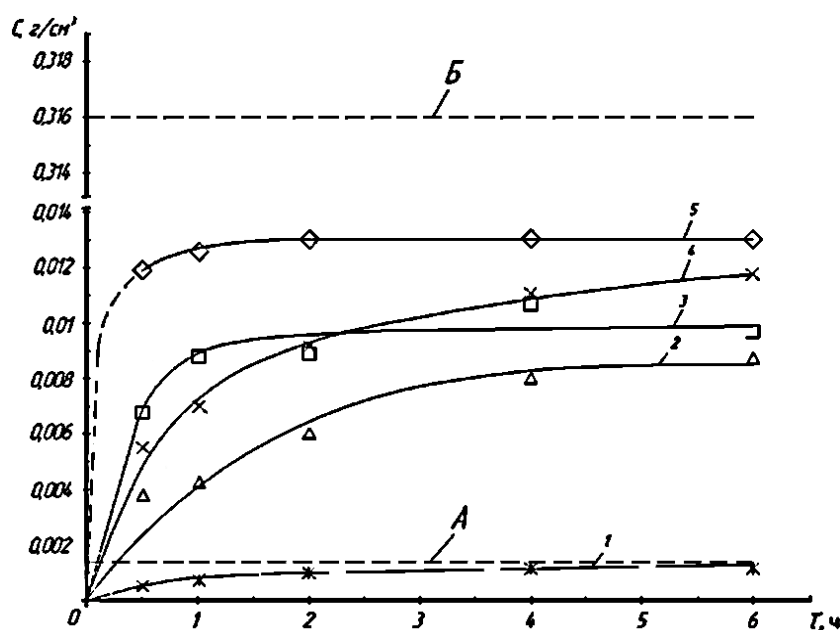


Рисунок 3.1 - Кінетичні криві екстрагування різними розчинниками: 1 – вода, 2 – бензол, 3 – діетиловий ефір, 4 – етиловий спирт, 5 – метиленхлорид; А – лінія для насичення води; Б – для етилового спирту.

З наведених даних випливає, що отримані залежності для екстрагентів, що обмежено та необмежено розчиняють нітрогліцерин, мають різний характер. У першому випадку концентрація нітрогліцерину в екстрагенті росте повільно, наближаючись до концентрації насиченого розчину (криві 1 і 4),

причому при меншій розчинності нітрогліцерину ця концентрація досягається швидше (вода – крива 1), ніж при більшій (етиловий спирт – крива 4). Відповідно ступінь вилучення нітрогліцерину з баліститного складу тут обмежується насиченням екстрагента.

У другому випадку відбувається досить швидко досягнення рівноважного стану (криві 2, 3, 5), рівень (значення рівноважної концентрації  $C_{\text{рав}}$ ), якого залежить від хімічної природи екстрагента. Тут процес екстрагування визначається сорбційно-дифузійними явищами, що протікають при взаємодії екстрагента з полімерною матрицею баліститного складу, а нітрогліцерин розподіляється між фазами за певним законом, який виражається кривою десорбційної рівноваги (рис. 3.2 для метиленхлориду, де  $m$  – маса нітрогліцерину в метиленхлориді,  $G$  – маса нітрогліцерину в баліститному складі в умовах рівноваги при різних режимах екстрагування).

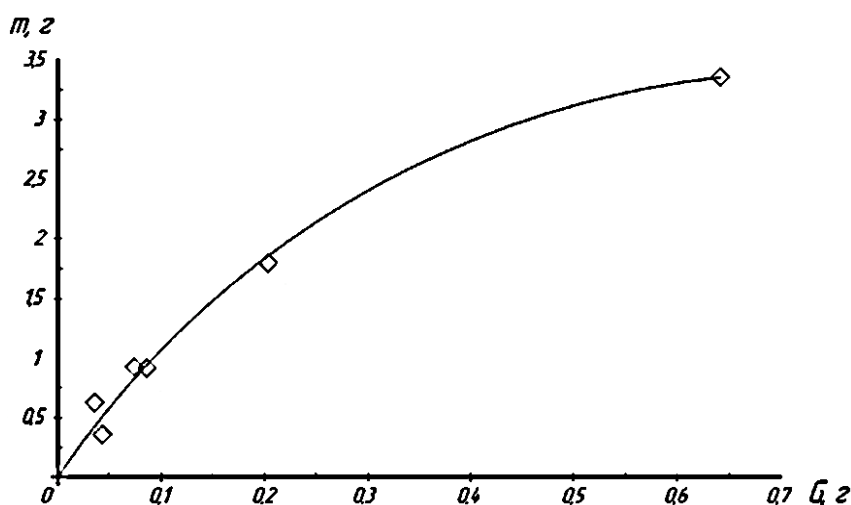


Рисунок 3.2 - Крива десорбційної рівноваги нітрогліцерину між баліститним складом та метиленхлоридом при  $t=20^{\circ}\text{C}$ .

Дані на рисунку 3.1 також показують, що рівень рівноважного стану для екстрагентів, що необмежено розчиняють нітрогліцерин, може бути значно менше рівня насичення екстрагентів, що обмежено розчиняють, при достатній розчинності нітрогліцерину (наприклад, криві 5 і 4).

Експериментально встановлено, що крім виду екстрагенту на інтенсивність досягнення рівноваги (насичення), а при необмеженій розчинності нітрогліцерину і на значення  $C_{рав}$ , впливає також маса баліститного складу, що завантажується в змішувач, вміст у ньому нітрогліцерину і обсяг екстрагенту. Ці фактори можна узагальнити одним параметром, вводячи умовну концентрацію, за фізичному змістом відповідну максимально можливій (потенційній) концентрації нітрогліцерину в екстрагенті (концентрація, яка досягалася б при повному вилученні нітрогліцерину з баліститного складу). Дана концентрація виражається

$$C_{nom} = \frac{ma_0}{V}, \quad (3.1)$$

де  $m$  - маса баліститного складу, що завантажується в змішувач;  $a_0$  - масова частка нітрогліцерину в баліститному складі на початку екстрагування;  $V$  - об'єм екстрагенту.

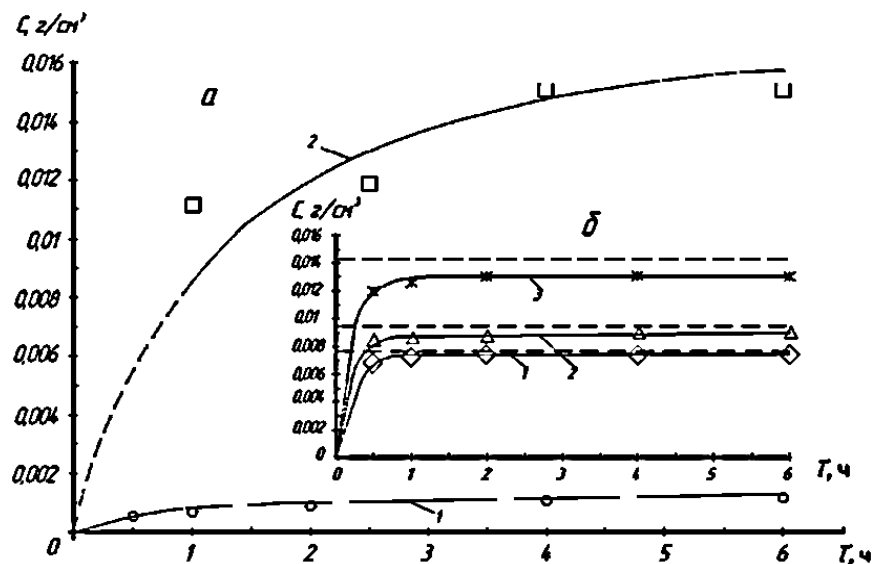


Рисунок 3.3 - Вплив потенційної концентрації нітрогліцерину на кінетику екстрагування: а – для екстрагенту, що обмежено розчиняє нітрогліцерин (етиловий спирт: 1 –  $C_{nom}=0,0143$  г/см<sup>3</sup>; 2 –  $C_{nom}=0,343$  г/см<sup>3</sup>); б – для

екстрагенту, що необмежено розчиняє нітрогліцерин – метиленхлорид — (пунктирні лінії відповідають значенню  $C_{nom}$ ): 1 –  $C_{nom}=0,0080$  г/см<sup>3</sup>; 2 –  $C_{nom}=0,00946$  г/см<sup>3</sup>; 3 –  $C_{nom}=0,0143$  г/см<sup>3</sup>.

Експериментальні дані, отримані при різних значеннях величин, що входять у вираз (1), показують (рисунок 3.3), що з підвищенням  $C_{nom}$  інтенсивність досягнення рівноваги (насичення) зростає, також збільшується значення  $C_{рав}$  для екстрагентів, що необмежено розчиняють нітрогліцерин (рисунок 3.3б). Причому при використанні екстрагента, що обмежено розчиняє нітрогліцерин  $C_{nom}$  може бути менше (крива 1 на рисунку 3.3а) або більше (крива 2) концентрації насиченого розчину  $C_{нас}$ . При  $C_{нас} \geq C_{nom}$  відбувається повне вилучення нітрогліцерину. У разі необмеженого розчинення нітрогліцерин зі зменшенням  $C_{nom}$  (збільшенням об'єму розчинника і зменшенням кількості нітрогліцерину, що знаходиться в екстракційній системі), значення  $C_{рав}$  і  $C_{nom}$  зближуються. Умовою повного вилучення нітрогліцерину в цьому випадку є  $C_{рав} = C_{nom}$ . Отримані дані вказують на можливість повного вилучення нітрогліцерину з баліститного складу не тільки розчинниками, що необмежено розчиняють, а й обмежено розчиняють пластифікатор.

Вплив температури на кінетику екстрагування нітрогліцерину показано на рисунку 3.4.

З цих даних випливає, що характер кінетичних залежностей від температури також різний для екстрагентів, що обмежено і необмежено розчиняють нітрогліцерин. У першому випадку має місце передбачуваний вплив температури (криві 1 і 2 для води при температурі 20° С і 50° С на рисунку 3.4а). Особливістю його впливу в другому випадку є залежність інтенсивності досягнення рівноваги від температури (криві 3 і 4 для метиленхлориду при 20° С і 35° С на рисунку 3.4а), в той час як на рівень рівноваги (значення  $C_{рав}$ ) вплив температури, в межах її зміни від 20° С до

40°C, знаходиться в межах похибки досліду (рисунок 3.4а, а також рисунок 3.4б). Аналогічне явище спостерігалось при сорбційно-дифузійному насиченні пластифікаторами гранульованих нітратів целюлози [14].

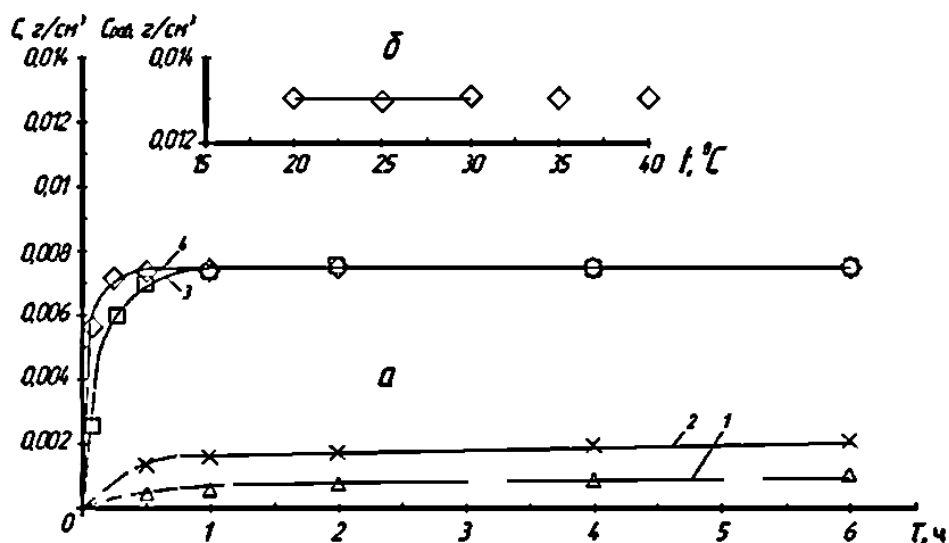


Рисунок 3.4 - Вплив температури на кінетику екстрагування: а – кінетичні залежності для екстрагентів, що обмежено та необмежено розчиняють нітрогліцерин (вода: 1 –  $t=20^\circ\text{C}$ ; 2 –  $t=50^\circ\text{C}$ ; метиленхлорид: 3 –  $20^\circ\text{C}$ ; 4 –  $40^\circ\text{C}$ ); б – залежність концентрації нітрогліцерину в метиленхлориді від температури в рівноважних умовах (при  $\tau=2$  години).

Узагальнення результатів експериментального дослідження для екстрагента, що необмежено розчиняє нітрогліцерин - метиленхлориду, в даній роботі проводили за вмістом нітрогліцерину в баліститному складі. Виходячи з уявлень про сорбційно-дифузійний механізм екстрагування, в цьому випадку можна використовувати залежність за структурою відповідну рішенням рівняння дифузії [12, 13]

$$\frac{G}{G_{рав}} \sim \tau^\gamma \quad (3.2)$$

де  $G$  і  $G_{рав}$  - відповідно поточний і рівноважний вміст нітрогліцерину в баліститному поросі, вираженому в одиницях маси;  $\gamma$  - кінетичний параметр.

При обробці експериментальних даних залежність (3.2) представляли у вигляді рівняння

$$\frac{G}{G_{рав}} \sim AT^\gamma \quad (3.3)$$

де  $A$  - дослідний коефіцієнт;  $T = \tau/\tau_1$  - безрозмірний час;  $\tau_1$  - характерний час процесу.

Логарифмуючи рівняння (3.3) і виходячи з того, що при досягненні рівноважного стану екстрагування  $G/G_{рав} = 1$ , можна отримати формулу для розрахунку часу досягнення цього стану

$$\tau_p = \tau_1 \cdot e^{\frac{\ln A}{\gamma}} \quad (3.4)$$

Параметри рівняння (3.3)  $\gamma$  і  $A$  мають певний фізичний зміст. Масоперенос низькомолекулярної речовини в полімерному матеріалі часто розглядається з точки зору фізичної (Фіковської) дифузії, при якій кінетичний параметр  $\gamma = 0.5$  [15, 16]. Така дифузія спостерігається в матеріалах, структура яких не змінюється в часі або змінюється дуже швидко в порівнянні зі швидкістю дифузії. Якщо такі умови не забезпечуються, то  $\gamma \neq 0.5$ . Таким чином, можна припустити, що параметр  $\gamma$  пов'язаний зі структурою полімерного матеріалу, зі швидкістю її релаксації. З огляду на те, що нітрогліцерин утворює міжмолекулярні зв'язки з нітратом целюлози, а багато екстрагентів володіють спорідненістю до останніх, в нашому випадку слід очікувати відхилення параметра  $\gamma$  від теоретичного значення.

Що стосується коефіцієнта  $A$ , то, розглядаючи початкову стадію масопереносу в полімерному матеріалі ( $G/G_{\text{рав}} \leq 0.6$ ), для його частинок з поверхнею  $S$  і об'ємом  $V$ , можна записати [16]

$$\frac{G}{G_p} = \frac{2S}{V} \cdot \left( \frac{D\tau}{\pi} \right)^{0.5}, \quad (3.5)$$

де  $D$  - коефіцієнт дифузії низькомолекулярних речовин в полімерному матеріалі.

Замінивши в рівнянні (3.5) показник ступеня 0.5 на  $\gamma$  і перейшовши до безрозмірного часу, а потім, прирівнявши праві частини рівнянь (3.3) і (3.5) легко показати, що

$$A \sim D^\gamma,$$

тобто коефіцієнт  $A$  пов'язаний з дифузійними властивостями даної системи.

Рівняння (3.3) при логарифмуванні лінеаризується, що дозволило, представляючи експериментальні кінетичні залежності в логарифмічних координатах (рисунок 3.5), визначити значення  $\gamma$  і  $A$ . Для зручності такої обробки час екстрагування виражався в годинах, а характерний час процесу приймався  $\tau_1 = 1$  година ( $\ln \tau_1 = 0$ ;  $G/G_{\text{рав}} = A$ ).

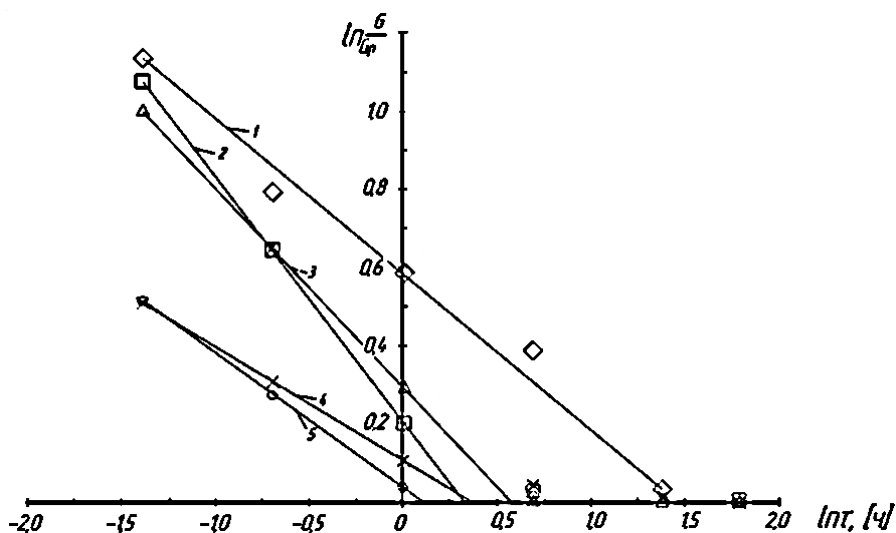


Рисунок 3.5 - Кінетика зміни вмісту нітрогліцерину в баліститному складі при різних умовах екстрагування метиленхлоридом: 1 – ( $m=2,5$  г;  $a_0=0,265$ ;  $V=70$  см<sup>3</sup>;  $t=20^\circ\text{C}$ ); 2 – ( $m=2,5$  г;  $a_0=0,4$ ;  $V=125$  см<sup>3</sup>;  $t=20^\circ\text{C}$ ); 3 – ( $m=2,5$  г;  $a_0=0,4$ ;  $V=70$  см<sup>3</sup>;  $t=20^\circ\text{C}$ ); 4 – ( $m=10$ г;  $a_0=0,4$ ;  $V=70$  см<sup>3</sup>;  $t=20^\circ\text{C}$ ); 5 – ( $m=2,5$  г;  $a_0=0,4$ ;  $V=70$  см<sup>3</sup>;  $t=35^\circ\text{C}$ ).

Вибір такого масштабу часу пов'язаний також з тим, що при малих значеннях часу обробки баліститного складу екстрагентом ( $\tau < 10$  хвилин), в умовах нестійкості процесу екстрагування на початковій стадії (завантаження зразка в екстрагент, змочування твердої фази, її відокремлення від екстракту), виникає невизначеність з оцінкою часу екстрагування.

Результати експериментальної оцінки параметра  $\gamma$  при різних екстрагентах і режимах екстрагування наведені в таблиці (знак «мінус» перед  $\gamma$  вказує на зменшення нітрогліцерину в баліститному складі).

Вони показують, що  $\gamma$  може бути близьким до значення 0.5 і відхилятися від нього в залежності від виду екстрагента, кількості нітрогліцерину, введеного в систему, об'єму екстрагента. Можна припустити, що таке відхилення пов'язано зі зміною структури полімерного матеріалу під впливом зазначених факторів.



Таблиця 3.1 - Значення параметра  $\gamma$  при різних умовах екстрагування

Екстрагент	$C_{nom} \cdot 10^{-3}, \text{г/см}^3$	$m \cdot 10^3, \text{г}$	$a_0$	$V \cdot 10^{-6}, \text{см}^3$	$T, ^\circ\text{C}$	$\gamma$
1	2	3	4	5	6	7
Метиленхлорид	0,01429	2,5	0,4	70	20	-0,500
	0,008	2,5	0,4	125	20	-0,629
	0,00946	2,5	0,265	70	20	-0,590
	0,005714	1,0	0,4	70	20	-0,561
	0,02857	5,0	0,4	70	20	-0,391
	0,05714	10,0	0,4	70	20	-0,293
	0,01429	2,5	0,4	70	25	-0,600
	0,01429	2,5	0,4	70	30	-0,449
	0,01429	2,5	0,4	70	35	-0,500
Діетиловий ефір	0,01429	2,5	0,4	70	20	-0,438
	0,01429	2,5	0,4	70	17,2	-0,550
Бензол	0,01429	2,5	0,4	70	20	-0,328
	0,01429	2,5	0,4	70	40	-0,458
Етиловий спирт	0,01429	2,5	0,4	70	20	-0,531
	0,34286	60,0	0,4	70	20	-0,1435
Вода	0,01429	2,5	0,4	70	20	-0,0267
	0,010	2,5	0,4	100	20	-0,0240
	0,010	2,5	0,4	100	50	-0,0408

Коефіцієнт  $A$  також залежить від цих чинників, причому як впливає з рисунка 3.6, на якому представлена залежність  $A = f(C_{nom})$  для метиленхлориду, зі збільшенням  $C_{nom}$  (що узагальнює зазначені режимні параметри) ця залежність проходить через максимум. Його наявність свідчить, що при певному співвідношенні кількості нітрогліцерину в системі і об'ємі екстрагента відбувається зміна механізму масопереносу, що може бути пов'язано зі зміною фізичного стану полімерної матриці при досягненні певного вмісту нітрогліцерину, а відповідно і дифузійних властивостей баліститного порошу.

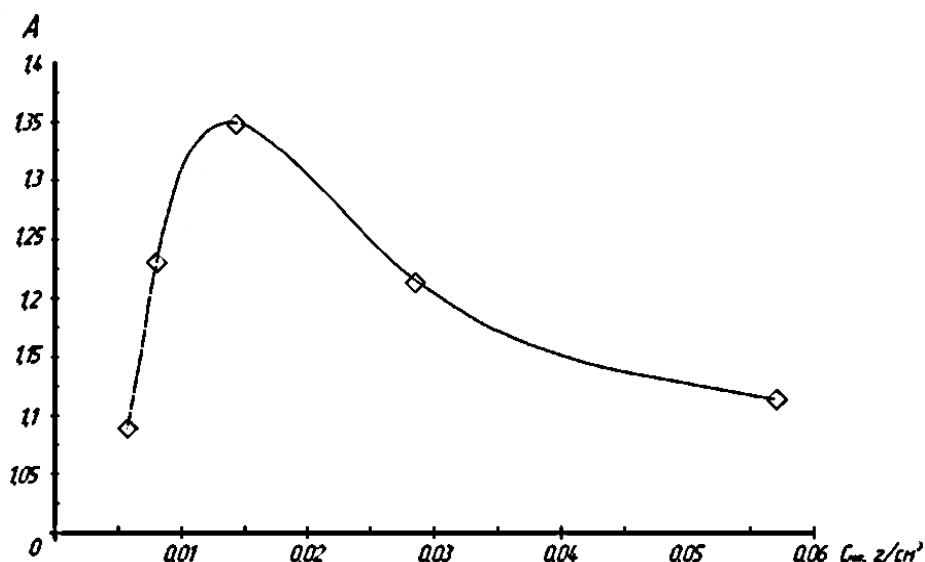


Рисунок 3.6 - Залежність коефіцієнту  $A$  от  $C_{\text{пот}}$ .

Використання рівняння (3.3) для практичних розрахунків ускладнено через те, що  $G_{\text{рав}}$ , як правило, є невідомою величиною. У зв'язку з цим в даному рівнянні вміст нітрогліцерину в баліститному поросі віднесемо до його початкового вмісту  $G_0 = ma_0$  і об'єднаємо  $G_{\text{рав}}$  в комплекс з коефіцієнтом  $A$ , який представимо як  $B = A \cdot G_{\text{рав}}/G_0$ . Рівняння (3.5) в цьому випадку буде мати вигляд

$$\frac{G}{G_0} = BT^\gamma, \quad (3.6)$$

де комплекс  $B$  визначається на підставі експериментальних даних.

Виражаючи концентрацію нітрогліцерину в екстрагенті як  $C = (G_0 - G)/V$ , з рівняння (3.6) можна отримати залежність зміни цієї концентрації в часі

$$C = C_{\text{ном}}(1 - BT^\gamma). \quad (3.7)$$

В результаті обробки експериментальних даних для випадку використання метиленхлориду як екстрагента були отримані емпіричні залежності для визначення параметрів рівняння (3.6):

$$\text{при } C_{nom} \geq 0.868 \cdot 10^{-2}; \quad \gamma = -0.0866 \cdot \mu^{-0.39}; \quad B = 0.322 \cdot \theta^{-0.69} \mu^{0.34};$$

$$\text{при } C_{nom} < 0.868 \cdot 10^{-2}; \quad \gamma = -0.5; \quad B = 0.2015 \cdot \theta^{-0.69} \mu^{-0.34},$$

де  $\mu$  - безрозмірний аналог  $C_{пот}$ , рівний відношенню маси нітрогліцерину в вихідному баліститному складі до маси екстрагенту  $\mu = ma_0 / V\rho_{екс}$ ;  $\theta$  - безрозмірна температура екстрагування, рівна  $\theta = t/t_{кип}$ ;  $\rho_{екс}$  - щільність екстрагента;  $t_{кип}$  - температура кипіння екстрагента.

На рисунку 3.7 представлено зіставлення розрахункової зміни концентрації в часі при екстрагуванні нітрогліцерину з баліститного складу метиленхлоридом з експериментальними даними при різних завантаженнях баліститного складу в змішувач.

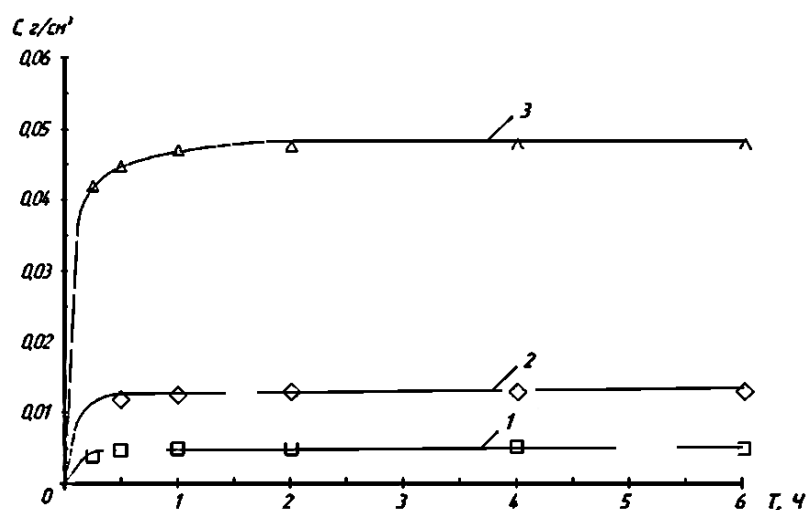


Рисунок 3.7 - Зіставлення розрахункових і експериментальних кінетичних кривих екстрагування нітрогліцерину метиленхлоридом: 1 –  $m=1,0$  г; 2 – 2,5 г; 3 – 10 г.

Це зіставлення показує досить гарну їх відповідність (розбіжність не перевищує 5%), що дозволяє для близьких до використаних в даному дослідженні розмірів частинок баліститного складу застосовувати отримані математичні вирази для практичних розрахунків в межах зміни безрозмірних параметрів  $0.004 \leq \mu \leq 0.04$ ;  $0.45 \leq \theta \leq 0.9$ , приймаючи за характерний час процесу  $\tau l = 1$  година.

Можна припустити, що отримані закономірності якісно можуть проявлятися і в інших системах полімер-пластифікатор-екстрагент.

### **3.1.1.1 Перехід нітрогліцерину із балістичного пороху у водне середовище**

В застосуванні до модифікації піроксилінового пороху насиченням його нітрогліцерином практичне значення має використання в якості екстрагента води. На відміну від органічних розчинників вода нетоксична, пар не утворює вибухових сумішей з повітрям, вона знижує небезпеку загоряння і вибуху пороху, має досить низьку вартість.

В той же час, як показали дані, приведені вище (п.3.1), вода має більш низьку дію екстрагування по відношенню до нітрогліцерину, ніж органічні екстрагенти. Це можливо пояснити відсутністю достатньої спорідненості до нітратів целюлози, що не дозволяє їй проникати в полімерну матрицю балістичного пороху.

На практиці при насиченні піроксилінового пороху нітрогліцерином, що вилучається з балістичного пороху використовують водне середовище, що містить визначену кількість органічного розчинника – етилацетату [8]. В цьому випадку етилацетат, проникаючи в балістичний порох, порушує міжмолекулярні зв'язки нітрогліцерину з нітратом целюлози, та в результаті набухання частин пороху, полегшує перехід нітрогліцерину із пороху у водне середовище.

Може використовуватись і інший спосіб насичення, коли балістичний порох розчиняють в етилацетаті і отриманий лак диспергують у водному середовищі за допомогою перемішувачого устрою [18]. На рисунку 3.8 приведено зіставлення кінетичних кривих екстрагування нітрогліцерину із балістичного пороху цими способами при однаковій кількості етилацетату, що вводиться в систему «балістичний порох – водне середовище».

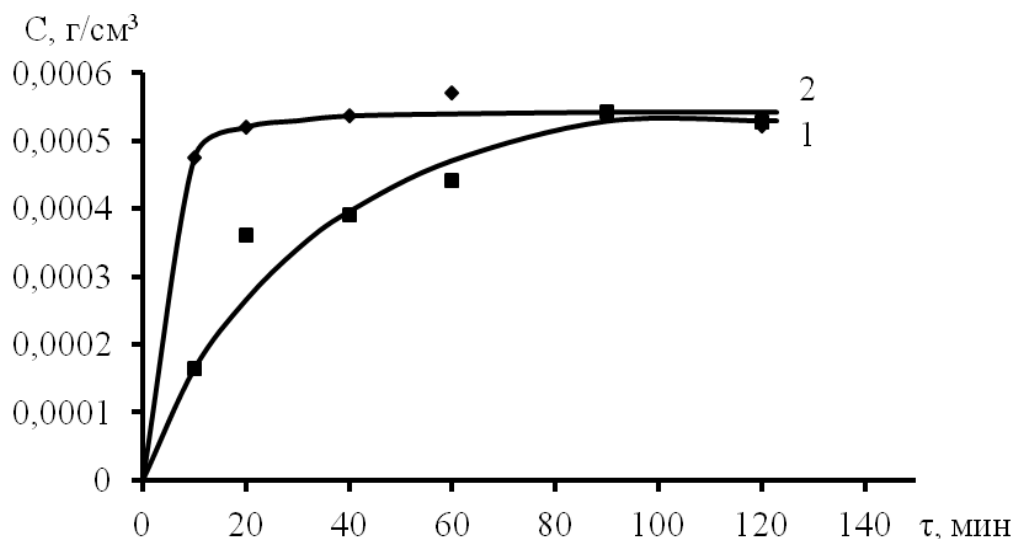
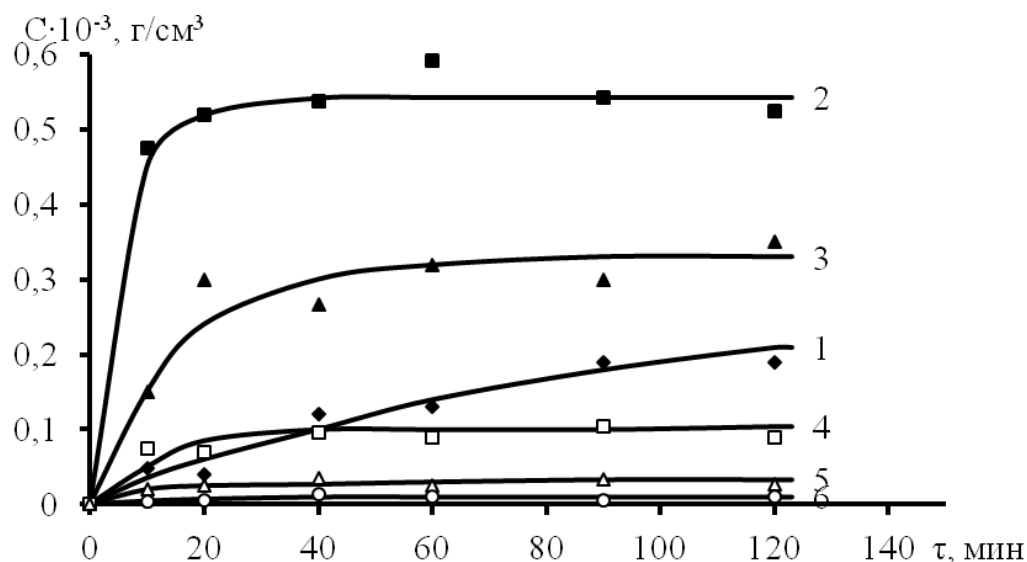


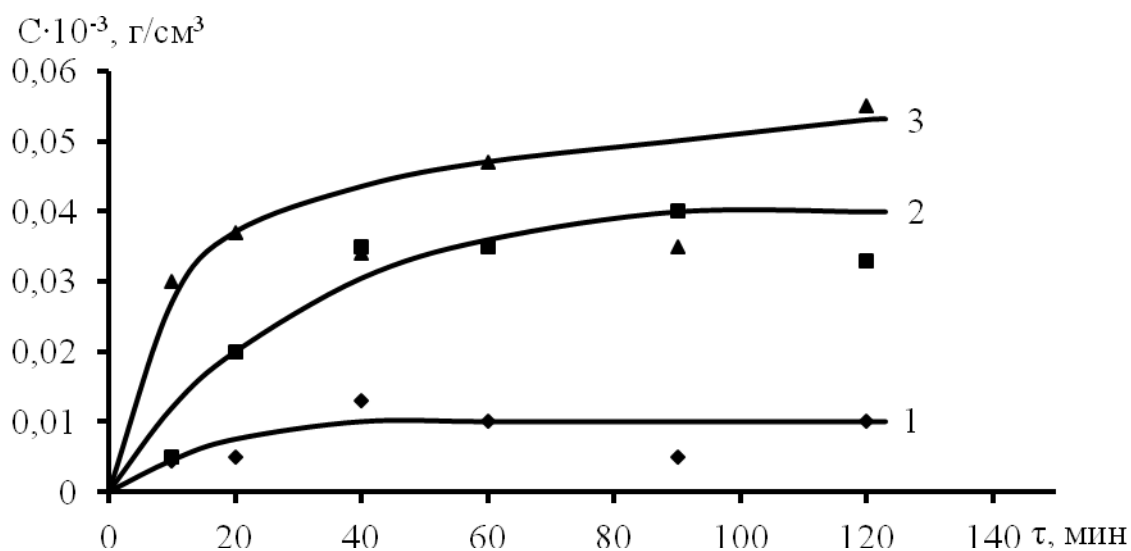
Рисунок 3.8 – Зіставлення кінетичних кривих екстрагування нітрогліцерину із часток балістичного пороху (крива 1) та його лаку (крива 2) ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $V=400$   $\text{cm}^3$ ;  $k=4,3\%$ ;  $t=20^\circ\text{C}$ ;  $n=400$  об/хв.)

Із даного зіставлення випливає, що інтенсивність екстрагування нітрогліцерину із порохових частинок (крива 1) спочатку нижче, ніж з частинок лаку (крива 2), потім через визначений проміжок часу криві зближуються. Це можна пояснити наявністю в першому випадку стадії адсорбції і дифузії етилацетату вглиб твердого пороху. Після її завершення процес екстракції в обох випадках протікає за єдиним механізмом, описаним вище (п.1.1) і в результаті досягається однаковий рівень концентрації нітрогліцерину у водному середовищі.

Дослідження впливу кількості етилацетату, що вводиться в екстракційну систему, на зміну концентрації нітрогліцерину у водному середовищі показало складний характер такої залежності (рисунок 3.9).



а



б

Рисунок 3.9 – Кінетичні криві екстрагування нітрогліцерину при різному вмісті етилацетату у водному середовищі ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $t=20^{\circ}\text{C}$ ):

а – в діапазоні зміни масової частки етилацетату 0-15,2 % (1 –  $k=0\%$ ; 2 – 4,3 %; 3 – 5,7 %; 4 – 8,3 %; 5 – 12,0 %; 6 – 15,2 %);

б - в діапазоні зміни масової частки етилацетату 15,2-25 % (1 –  $k=15,2\%$ ; 2 – 20,0 %; 3 – 25,0 %)

При відсутності етилацетату в системі концентрація нітрогліцерину у водному середовищі росте повільно і за час проведення дослідження процес не досягає рівноважного складу (крива 1). Присутність навіть невеликої кількості

етилацетату (4,3 мас.% по відношенню до води) приводить до швидкого росту концентрації з досягненням рівноваги (крива 2), як і у випадку використання чистого органічного екстрагента (п.3.1.1). Збільшення кількості етилацетату в системі веде до зниження рівня концентрації нітрогліцерину у водному середовищі (криві 3, 4, 5 та 6 на рисунку 3.9а). Це зниження відбувається до масової частки етилацетату у воді рівній 15,2 % (крива 6 на рисунку 3.9а та крива 1 на рисунку 3.9б), після досягнення якої рівень концентрації нітрогліцерину у водному середовищі росте зі збільшенням кількості етилацетату в системі (крива 2 та 3 на рисунку 3.9б). Така залежність концентрації нітрогліцерину у водному середовищі від вмісту етилацетату в екстракційній системі, мабуть, пов'язана з обмеженістю розчинення етилацетату у воді) 12 мас.% при 20 °С [19]). При його вмісті, що перевищує розчинність, утворюється дисперсна фаза, що представляє собою розбавлений розчин компонентів порошу в етилацетаті, що полегшує з неї дифузю нітрогліцерину. Проте рівень концентрації нітрогліцерину у водному середовищі, що досягається, при більшому вмісті етилацетату значно менше, ніж при малому. Це дозволяє рахувати, що найбільша концентрація нітрогліцерину у водному середовищі досягається при вмісті етилацетату в екстрагуючій системі «баліститний порох – водне середовище» 3-6 %, коли баліститний порох набухає без переходу у в'язкотекучий стан.

### **3.1.1.2 Сорбційне насичення порохових гранул нітрогліцерином у водному середовищі**

Модифікацію піроксилінового порошу сорбційним насиченням нітрогліцерином у водному середовищі проводили на описаній вище лабораторній установці, що застосовувалась для екстрагування нітрогліцерину із балістичного порошу (п.3.1.2). В цьому випадку в змішувач поряд з баліститним порохом завантажували наважку гранул піроксилінового порошу

обробляли водним середовищем, в яке переходив нітрогліцерин із баліститного порошу. Після такої обробки протягом заданого часу водне середовище відокремлювали від твердої фази, яку потім розділяли на баліститний і піроксиліновий порошок, що розрізняються розміром частинок. Водне середовище і піроксиліновий порошок, а в окремих дослідах і баліститний порошок, аналізували на вміст нітрогліцерину. Для аналізу водного середовища використовували спектрофотометричний метод. При аналізі порошу його спочатку піддавали екстрагуванню метиленхлоридом на апараті Сокслета, потім в отриманому екстракті визначали вміст нітрогліцерину: при малому його вмісті – спектрофотометричним методом, при великому – ваговим, після попереднього випаровування метиленхлориду.

Експериментальні дані зі вмісту нітрогліцерину у водному середовищі показали, що, в умовах насичення гранул піроксилінового порошу, він також залежить від масової частки етилацетату у водному середовищі (рисунок 3.10).

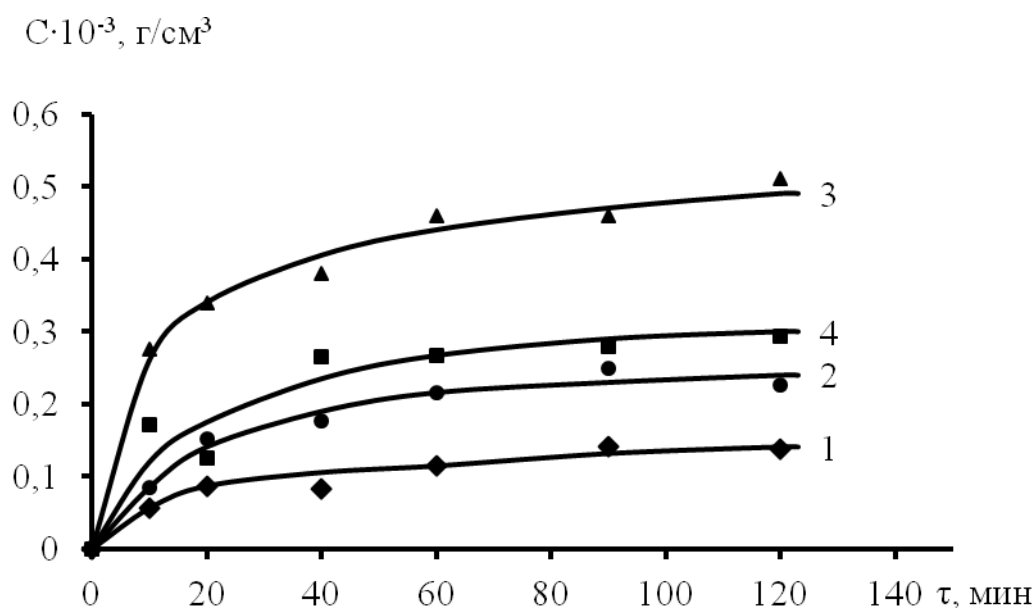


Рисунок 3.10 – Зміна в часі концентрації нітрогліцерину у водному середовищі в умовах насичення порохових гранул при різному вмісті в ньому етилацетату: ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $m_{\text{ПП}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $t=20^{\circ}\text{C}$ ;  $n=400$  об/хв.):

1 –  $k=0\%$ ; 2 –  $1,0\%$ ; 3 –  $3,0\%$ ; 4 –  $4,3\%$



Але отримані криві зміни концентрації нітрогліцерину у водному середовищі в часі є пологими, що свідчить про більш повільний вихід системи в рівноважний стан. При малому вмісті етилацетату у водному середовищі (масова частка 0-1%) концентрація нітрогліцерину в ньому росте зі збільшенням масової частки етилацетату (криві 1 та 2), досягає максимуму при масовій частці приблизно рівній 3% (крива 3), потім починає падати (масова частка 4,3 % - крива 4).

Результати з насичення нітрогліцерином піроксилінового порошу представлені на рисунку 3.11

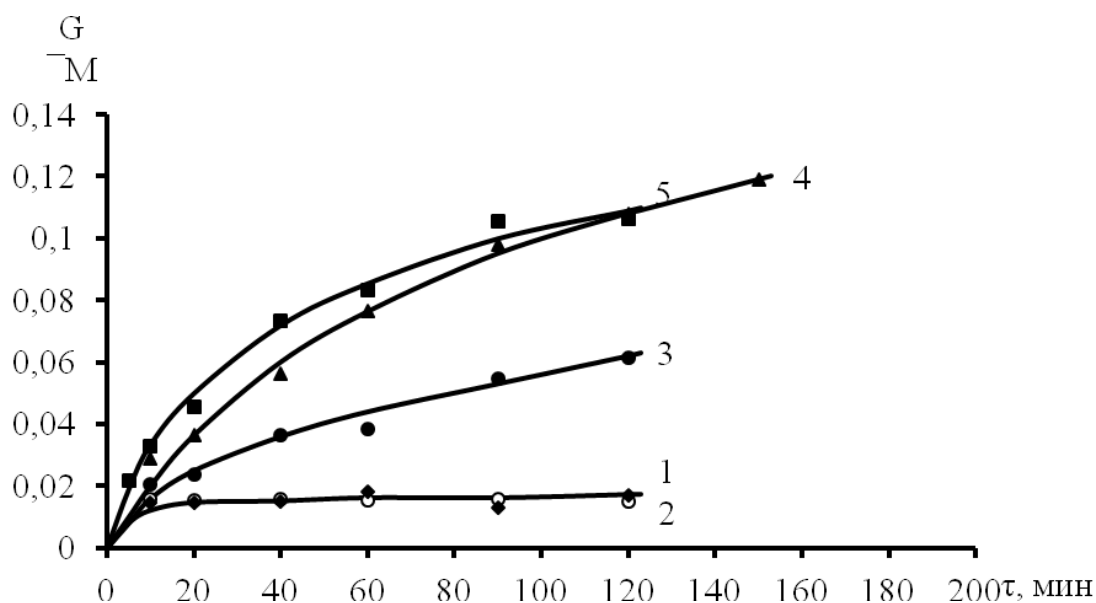


Рисунок 3.11 – Зміна в часі вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі при різній масовій частці етилацетату у водному середовищі ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $m_{\text{ПП}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $t=20^{\circ}\text{C}$ ;  $n=400$  об/хв.): 1 –  $k=0\%$ ; 2 – 1,0 %; 3 – 3,0 %; 4 – 4,3 %; 5 – 5,7%.

В якості характеристики насичення в даному випадку, як і при флегматизації [20], використовували відносний вміст нітрогліцерину, що поступив в піроксиліновий порошок із водного середовища ( $G/M$ , де маса нітрогліцерину в піроксиліновому поросі;  $M$  - маса вихідного порошу). На відміну від концентрації нітрогліцерину у водному середовищі його відносний вміст в поросі росте монотонно зі збільшенням масової частки етилацетату у

водному середовищі. При чому в діапазоні, що досліджується, ця залежність має лінійний характер (рисунок 3.12).

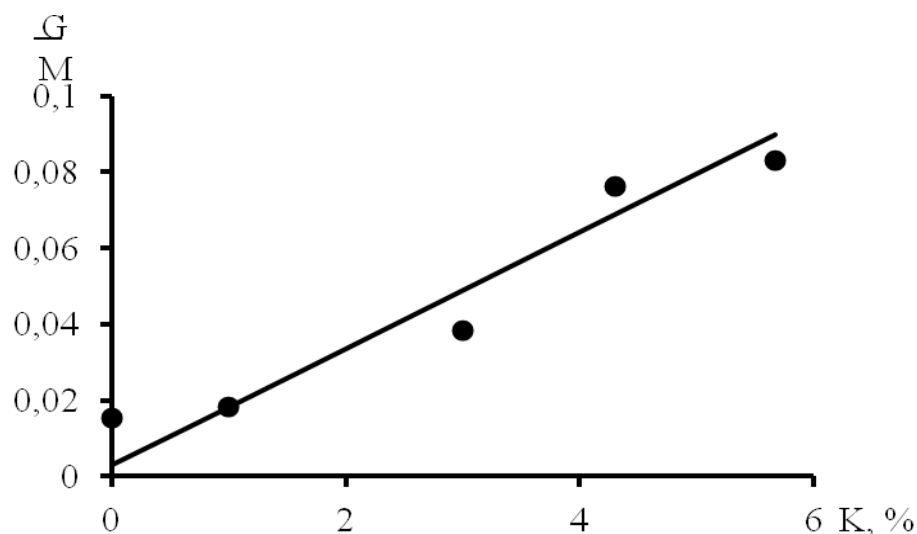


Рисунок 3.12 – Залежність вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі від масової частки етилацетату у водному середовищі при  $\tau=60$  хвилин

Вміст нітрогліцерину в порохових гранулах росте також зі збільшенням маси баліститного пороху, що завантажується у змішувач, тобто кількості нітрогліцерину, що вводиться в систему (криві 1 та 2 на рисунку 3.13).

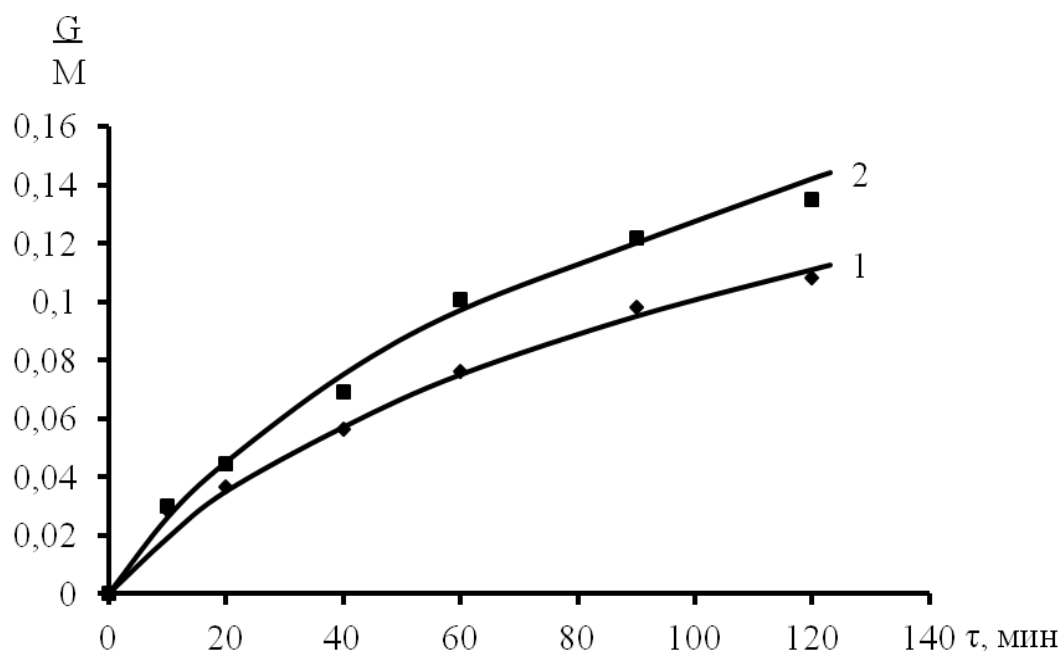


Рисунок 3.13 – Зміна в часі вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі ( $m_{\text{ПП}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $k=4,3\%$ ;  $n=400$  об/хв.): 1-  $m_{\text{БП}}=2,67$  г; 2 -  $m_{\text{БП}}=8,9$

г

Але ця залежність має екстремальний характер в умовах постійної концентрації етилацетату у водному середовищі. Вміст нітрогліцерину в поросі зі збільшенням маси баліститного порошу спочатку росте в піроксиліновому поросі, а потім при досягненні визначеного значення (в даному випадку рівного приблизно 23 г) починає зменшуватись (рисунок 3.14).

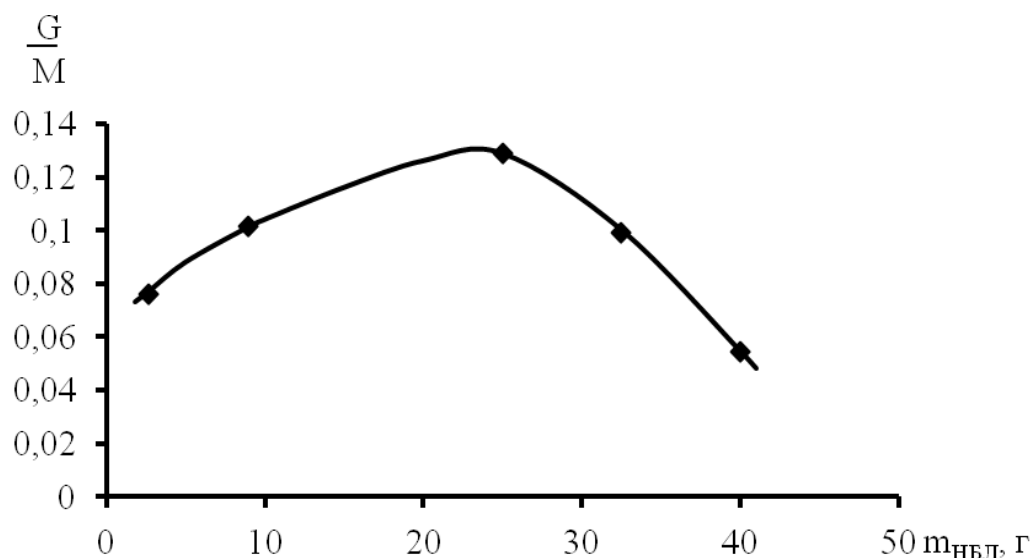


Рисунок 3.14 – Залежність вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі від маси баліститного порошу при  $\tau=60$  хвилин ( $m_{\text{III}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $k=4,3\%$ ;  $t=20^{\circ}\text{C}$ ;  $n=400$  об/хв.)

Це можна пояснити недостатністю етилацетату для набухання баліститного порошу при великій кількості, що ускладнює дифузію нітрогліцерину. Зі збільшенням температури швидкість насичення піроксилінового порошу нітрогліцерином росте, проте незалежно від температури порох насичується до визначеного значення відносно вмісту нітрогліцерину, в умовах проведення даного експерименту рівного  $G/M \approx 0,13$  (рисунок 3.15).

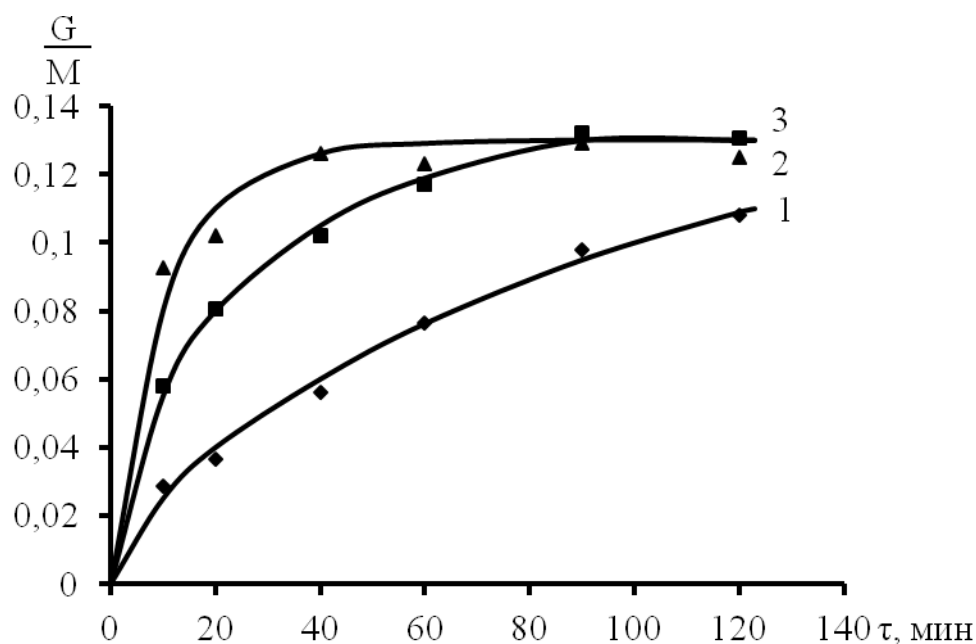


Рисунок 3.15 – Зміна в часі вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі при різній температурі водного середовища ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $m_{\text{ПП}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $k=4,3\%$ ;  $n=400$  об/хв.): 1- $t=20^{\circ}\text{C}$ ; 2 -  $35^{\circ}\text{C}$ ; 3 -  $50^{\circ}\text{C}$

Таке ж явище спостерігається і при насиченні піроксилінового порошку інертними флегматизаторами [20], що, мабуть, визвано здатністю пластифікаторів нітратів целюлози утворювати з останніми міжмолекулярні зв'язки (насичення відбувається до тих пір, поки нітрат целюлози здатний утворювати такі зв'язки).

Ріст відносного вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі має місце і зі збільшенням частоти обертів мішалки (рисунок 3.16).

При цьому змінюється характер кінетичних кривих насичення, при меншій частоті обертання кінетичні криві мають більш виражений двустадійний характер насичення [14].

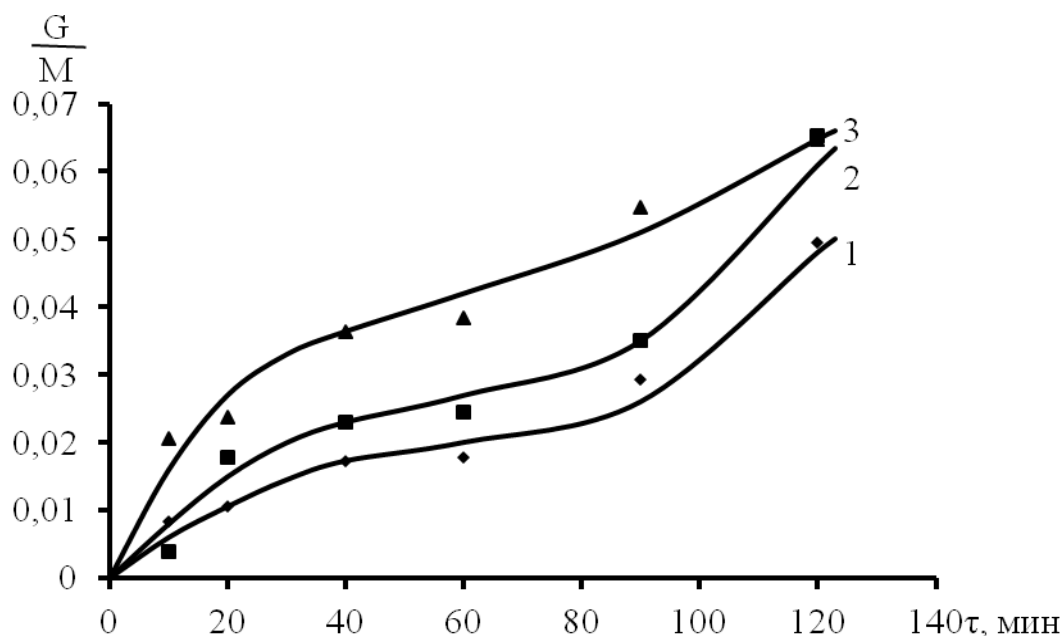


Рисунок 3.16 – Зміна в часі вмісту нітрогліцерину в піроксиліновому поросі при різній частоті обертання мішалки ( $m_{\text{БП}}=2,67$  г;  $m_{\text{ПН}}=3,0$  г;  $V=400$  см<sup>3</sup>;  $k=3,0$  %;  $t=20^{\circ}\text{C}$ ;  $n=400$  об/хв.): 1- $n=100$  об/хв; 2 - 200 об/хв; 3 - 400 об/хв.

Таким чином, отримані дані показують, що підбираючи режимні параметри процесу насичення можна регулювати вміст нітрогліцерину в піроксиліновому поросі і швидкість насичення.

## 3.2 Відпрацювання технологічних режимів модифікації піроксилінового порошу, що підвищує його енергетичні характеристики

### 3.2.1 Закономірності горіння порошу, насиченого нітрогліцерином

Експериментальне дослідження горіння піроксилінового порошу, насиченого нітрогліцерином, проводили на манометричній установці, описаній в раніше представленому звіті [20]. Для цього були підготовлені зразки гранул піроксилінового порошу з різним часом обробки водним середовищем, в яке екстрагувався нітрогліцерин з балістичного порошу, що знаходився в ньому.

Характеристики зразків гранул, умови та результати їх досліджень приведені в таблиці 3.2.

За результатами манометричних випробувань зразків порохових гранул з часом обробки  $\tau=5; 10; 60; 90$  хвилин (з вмістом нітрогліцерину відповідно 2,1; 3,5; 8,7; 10,5 мас.%) і необробленого зразка ( $\tau=0$ ) були побудовані графіки залежностей інтенсивності газоутворення  $\Gamma = f(\psi)$  та імпульсу порохових газів  $I = f(\psi)$  від відносного об'єму частини порохових елементів, що згоріла,  $\psi$ , які приведені на рисунку 3.17.

Аналіз отриманих кривих на рисунку 3.17 показує, що зі збільшенням часу насичення в діапазоні від 5 до 60 хвилин ці криві дещо зміщуються управо, а положення максимуму на них стає нижче відносно кривої без нітрогліцерину ( $\tau=0$ ). Тільки крива, отримана при часі насичення 90 хвилин розташовується вище кривої без нітрогліцерину.

Це свідчить про флегматизуючий ефект нітрогліцерину при певному вмісті його в поросі, що підтверджується також зростанням імпульсу тиску порохових газів. Положення кривої 5 (при 90 хвилин насичення) пояснюється термохімічною дією нітрогліцерину при великому його вмісті в поросі.

Таблиця 3.2 – Характеристики зразків порохових гранул та умови їх випробування

Характеристики зразків порохових гранул та умови їх випробування	Одиниці виміру	Значення параметрів				
		$\tau=0$ хв	$\tau=5$ хв	$\tau=10$ хв	$\tau=60$ хв	$\tau=90$ хв
Густина зразка	г/см <sup>3</sup>	1.293	1.293	1.293	1.293	1.35
Щільність заряджання	г/см <sup>3</sup>	0.098	0.098	0.098	0.098	0.098
Сила пороху	кгс·дм/кг	988937.4	988937.4	978934	1017597.3	1011127.4
Калорійність (пар)	кал/г	880.314	880.314	864.475	926.516	916.085
Калорійність (рід.)	кал/г	985.952	985.952	968.212	1037.698	1026.015
Температура горіння	<sup>0</sup> К	2741.22	2741.22	2700.02	2863.29	2838.78
Питомий об'єм газу	дм <sup>3</sup> /кг	885.59	885.59	891.92	867.09	870.91
Коволюм газів	см <sup>3</sup> /г	1.179	1.179	1.182	1.186	1.210
Показник адіабати		1.23923	1.23923	1.24073	1.24364	1.25484
Теплоємність газів	кал/(г· <sup>0</sup> К)	0.35666	0.35666	0.35618	0.35769	0.35701
Імпульс при ПСІ=0.9	МПа·с	0.17263	0.17263	0.16823	0.15210	0.14412
Імпульс при ПСІ=1.0	МПа·с	0.21265	0.21265	0.20702	0.18490	0.17508
Максимальний тиск	МПа	92.02	92.02	91.15	97.18	97.30

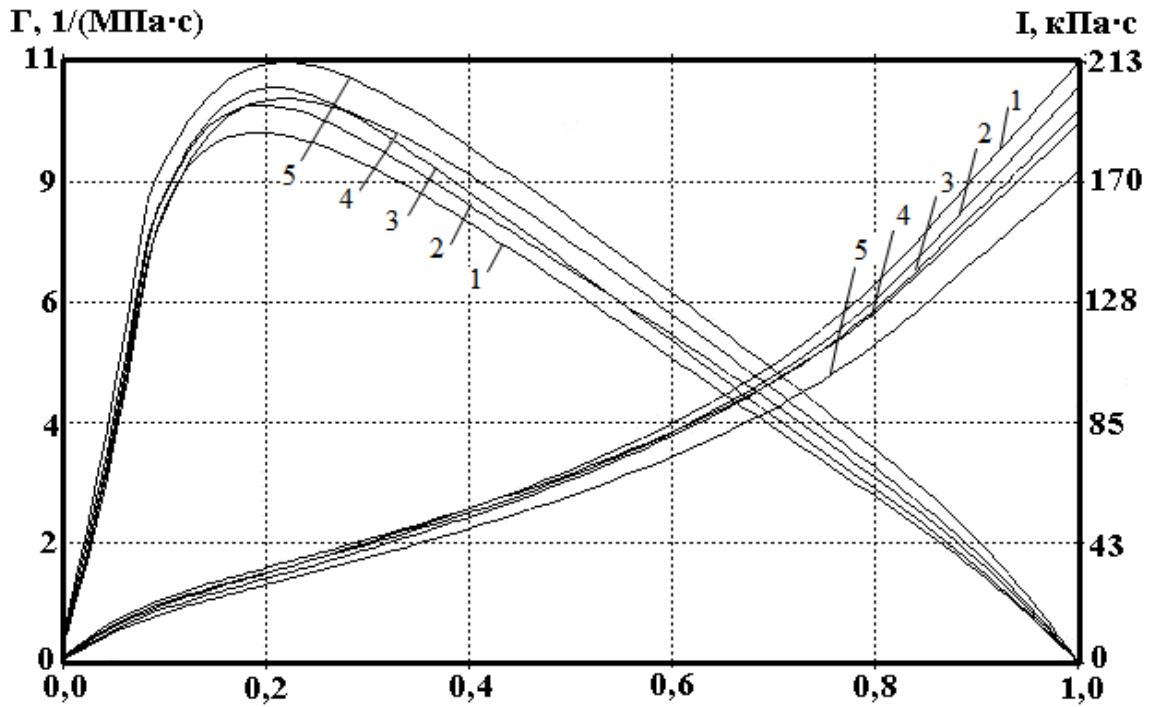


Рисунок 3.17 – Експериментальні залежності  $\Gamma=f(\psi)$  і  $I=f(\psi)$  для зразків порохових гранул, насичених нітрогліцерином при різному часі насичення: 1 –  $\tau=5$  хв; 2 – 10 хв; 3 – 0 хв; 4 – 60 хв; 5 – 90 хв

Обробка залежностей  $\Gamma=f(\psi)$  з використанням відомого співвідношення [21]

$$u_1 = \frac{\Gamma(\psi)}{\Gamma_0(\psi)} u_{10}, \quad (3.8)$$

де  $u_1$  - коефіцієнт швидкості горіння обробленого порошу, м/Па·с;  $u_{10}$  - коефіцієнт швидкості горіння необробленого порошу, м/Па·с;  $\Gamma(\psi)$  - інтенсивність газоутворення при горінні обробленого порошу, 1/Па·с;  $\Gamma_0(\psi)$  - інтенсивність газоутворення при горінні необробленого порошу, 1/Па·с, і з урахуванням зв'язку відносного об'єму згорілої частини гранул  $\psi$  з їх поточним радіусом  $r$  [22], дозволила побудувати графіки зміни коефіцієнту швидкості горіння за радіусом гранул (рисунок 3.18).



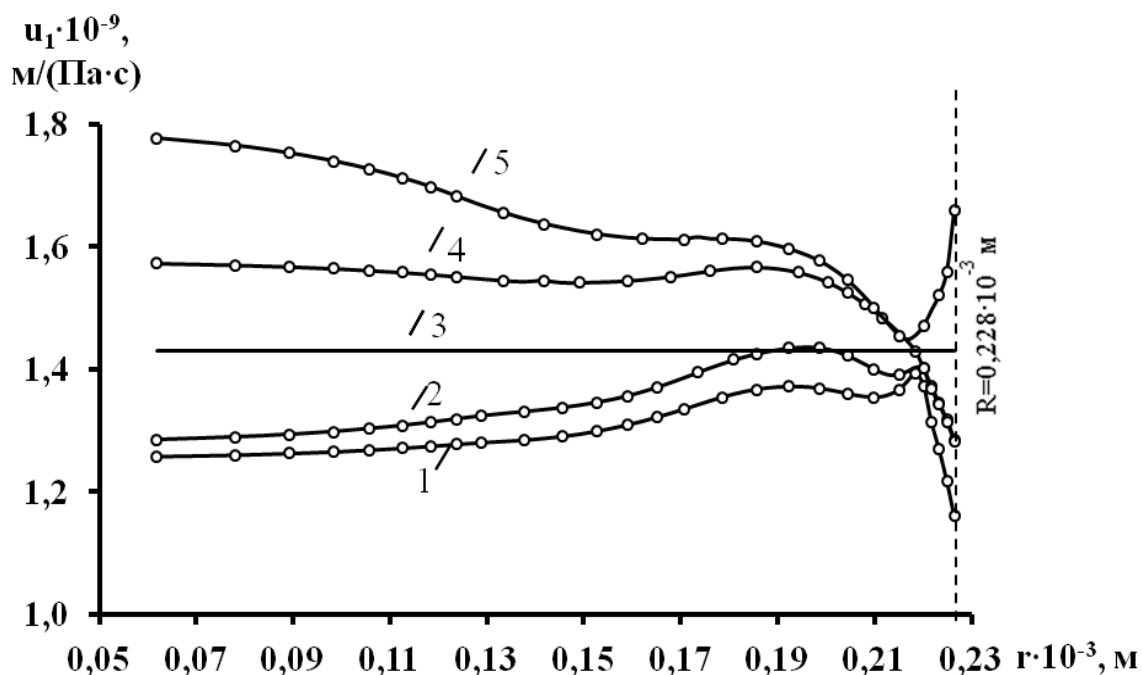


Рисунок 3.18 – Зміна швидкості горіння за радіусом гранул, насичених нітрогліцерином: 1 –  $\tau=5$  хв; 2 – 10 хв; 3 – 0 хв; 4 – 60 хв; 5 – 90 хв

Ця зміна має складний характер. На початковій стадії горіння порохових гранул в даному випадку також як і при використанні інертних ( $\beta < 0$ ) флегматизаторів, наприклад камфори [20], на кривих зміни швидкості горіння виявляється зона дії запальника. Характер горіння в цій зоні нестійкий, що, мабуть, пов'язано з горінням запальника і накладенням на нього активного горіння порохових шарів, насичених нітрогліцерином.

За межами зони дії запальника (рисунок 3.18) зміна швидкості горіння має характер типовий для флегматизованої зони, тобто зростання швидкості горіння до певного значення. В ідеальному випадку горіння флегматизованого порошу після досягнення найбільшого значення швидкість горіння має бути постійною, рівною швидкості горіння нефлегматизованого порошу (співпадати з прямою 3). Проте як впливає з рисунку 3.18, експериментальні криві відрізняються від ідеальної. Можна припустити, що в даному випадку це пов'язано з ущільненням структури в результаті пластифікуючої дії нітрогліцерину, а також з додатковою кількістю залишкового розчинника (етилацетату) і вологи, що проявляється в зниженні швидкості горіння і її

меншому значенні, ніж при горінні необроблених гранул (криві 1 і 2). Це має місце при малому часі насичення, коли вміст нітрогліцерину не визначає процес горіння, за рахунок термохімічного ефекту.

Для кривих зміни швидкості горіння, отриманих при великому часі насичення ( $\tau=60$  хвилин і 90 хвилин), після досягнення її найбільшого значення характерний другий перегин, незначний (крива 4) або з великим підйомом (крива 5). Такий перегин характеризується переходом до майже постійного значення швидкості горіння, яке значно перевищує швидкість горіння необробленого порошу, що можна пояснити переважанням термохімічного ефекту над вищезгаданими чинниками при великому вмісті нітрогліцерину.

З наведеного вище аналізу виходить, що, незважаючи на різний характер зміни швидкості горіння на видаленні від поверхні гранул і невідповідність його ідеальної кривої горіння флегматизованого порошу, поблизу поверхні у всіх випадках існує зона росту швидкості горіння, що аналогічна флегматизованій зоні. Наявність такої зони можна пояснити ущільненням структури порохових гранул при певному вмісті в них нітрогліцерину.

Таким чином, насичення піроксилінового порошу нітрогліцерином при визначеному вмісті (3-5 мас.%) в поросі, має флегматизуючий ефект, що забезпечує деяке підвищення прогресивності горіння порохових елементів.

### **3.2.2 Підвищення енергетичних характеристик порошу насиченням нітрогліцерину**

Основною енергетичною характеристикою порошу є його питома теплота горіння (калорійність), тобто максимальна теплота, що виділяється при повному згорянні одиниці маси порошу. Вона визначається розрахунковим шляхом або експериментально з використанням калориметричної установки.

Для розрахунку питомої теплоти горіння балістичного порошу часто використовують просту адитивну залежність

$$Q = \sum_{i=1}^k n_i \beta_i, \quad (3.9)$$

де  $n_i$  – масова частка  $i$ -того компонента пороху, враховуючи нітрогліцерин, % (мас.);  $\beta_i$  – термохімічний коефіцієнт цього компонента (зміна питомої теплоти горіння пороху, що викликається присутністю в ньому одного відсотка даного компонента), кДж/кг;  $i$  – номер компонента ( $i=1,2\dots k$ ).

При насиченні пороху нітрогліцерином залежність (3.9) можна записати в більш зручному вигляді

$$Q = Q_0 + n_n \beta_n, \quad (3.10)$$

де  $Q_0$  – питома теплота горіння пороху до насичення, кДж/кг;  $n_n$  – масова частка нітрогліцерину в поросі, %;  $\beta_n=17,0$  – термохімічний коефіцієнт нітрогліцерину.

Зв'язок між масовою часткою нітрогліцерину  $n_n$ , що перейшов в піроксиліновий порох із баліститного при насиченні, та відносним вмістом нітрогліцерину в поросі  $\bar{G} = G/M$ , виражається як

$$n_n = \frac{\bar{G}}{1 + \bar{G}} 100 \quad (3.11)$$

Для визначення технологічного режиму виготовлення дослідного зразка модифікованого піроксилінового пороху необхідно було відпрацювати режими модифікації пороху, що забезпечують заданий вміст в нітрогліцерину з отриманням необхідних баліститних показників. Враховуючи, що поряд з підвищенням енергетики пороху в даному випадку представляє інтерес флегматизуючий ефект нітрогліцерину, що спостерігається при порівняно низькому його вмісті в поросі, були прийняті значення масової частки нітрогліцерину в поросі в достатньо широкому діапазоні від 0 до 10 %. За цим

значенням масової частки за допомогою співвідношення (3.11) розраховували відносний вміст нітрогліцерину в гранулах  $\bar{G}$  і за приведеними вище (п.3.1.3) експериментальними даними обрані режими насичення порохових гранул. В таблиці 3.3 приведені результати такого розрахунку та вибрані режими, за якими були виготовлені пробні зразки модифікованого порошу. Для цього були використані попередньо сгранульовані зразки піроксилінового порошу з насипною щільністю  $\rho_n=930 \text{ кг/м}^3$  фракційного складу: 0,63-0,4 – 75%; 0,4-0,315 – 20%; інші фракції – 5%.

Таблиця 3.3 – Технологічні режими модифікації пробних зразків порошу

№ зразка	Задана масова частка нітрогліцерину в порохових гранулах, %	Відносний вміст нітрогліцерину в порохових гранулах	Розрахункова питома теплота горіння, кДж/кг	Режими модифікації
1	0	0	3603,4	Не модифікований
2	2,0	0,0204	3637,4	$m_{\text{БП}}=2,67 \text{ г}$ ; $m_{\text{ПП}}=10,0 \text{ г}$ ; $V=1335 \text{ см}^3$ ; $k=4,3 \%$ ; $t=20^\circ\text{C}$ ; $\tau=40 \text{ хвилин}$
3	6,0	0,0638	3705,4	$m_{\text{БП}}=8,9 \text{ г}$ ; $m_{\text{ПП}}=10,0 \text{ г}$ ; $V=1335 \text{ см}^3$ ; $k=4,3 \%$ ; $t=20^\circ\text{C}$ ; $\tau=60 \text{ хвилин}$
4	10	0,1110	3773,4	$m_{\text{БП}}=25 \text{ г}$ ; $m_{\text{ПП}}=10,0 \text{ г}$ ; $V=1335 \text{ см}^3$ ; $k=4,3 \%$ ; $t=20^\circ\text{C}$ ; $\tau=60 \text{ хвилин}$

Отримані пробні зразки модифікованого порошу з метою визначення вмісту нітрогліцерину та питомої теплоти горіння були випробувані в умовах аналітичної лабораторії ДержНДІХП. Результати випробувань приведені в таблиці 3.4. Для визначення балістичних показників зразки були випробувані в гладкоствольній зброї (балістичному стволі 12-го калібру в умовах

випробувальної станції КП Шосткинського казенного заводу «Імпульс») при різній масі заряду наважки пороху. Результати випробувань приведені в таблиці 3.4.

Таблиця 3.4 – Результати балістичних випробувань пробних зразків пороху з різним вмістом нітрогліцерину

№ зразку	Масова частка нітрогліцерину в порохових гранулах, %	Маса заряду, г	Максимальний тиск, Р <sub>m</sub> , кгс/см <sup>2</sup>	Швидкість дробового снаряду V <sub>0</sub> , м/с
1	0	1,7	79	185,0
		1,9	63	186,5
		2,1	127	229,4
		2,3	193	256,1
		2,5	188	264,4
2	1,5	1,7	57	179
		1,9	91	210
		2,1	61	-
		2,3	116	233,2
		2,5	76	220,7
3	5,9	1,7	8	222,0
		1,9	112	235,3
		2,1	157	238,2
		2,3	229	272,2
		2,5	247	289,4
4	10,2	1,7	196	254,5
		1,9	193	254,9
		2,1	317	289,9
		2,3	294	297,1
		2,5	385	324,2
		2,5	674	338,9
		2,5	485	330,0

Представлені в таблиці 3.4 дані показують тенденцію росту тиску порохових газів в стволі зі збільшенням вмісту в поросі нітрогліцерину, що свідчить про підвищення енергетики пороху. Із графічного аналізу цих даних (рисунок 3.19) також випливає, що крива залежності тиску порохових газів від маси заряду (крива 2) в діапазоні підвищених значень маси заряду, що відповідає масовій частці нітрогліцерину в поросі 3%, розташовується нижче кривої, отриманої для пороху без нітрогліцерину (крива 1).

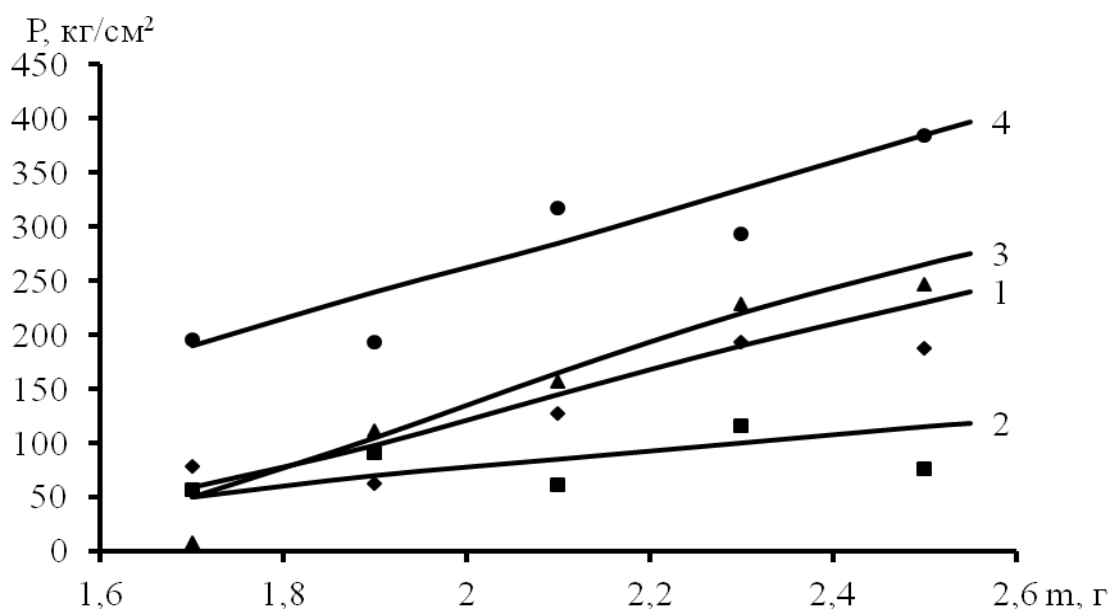


Рисунок 3.19 – Залежність тиску порохових газів від маси: 1 – 0 %; 2 – 3 %; 3 – 8 %; 4 – 19 %.

Подальше підвищення вмісту нітрогліцерину в поросі приводить до підвищення тиску в стволі та відповідному розташуванню кривих вказаних залежностей (криві 3 та 4). Це підтверджує встановлений при манометричних випробуваннях (п.3.2.1) флегматизуючий ефект нітрогліцерину при невеликому його вмісті в поросі, коли дії нітрогліцерину підвернені поверхневі шари порохових гранул.

Із таблиці 3.4 також видно, що досить висока швидкість дробового снаряду досягається при порівняно низькому тиску порохових газів в стволі. Це свідчить про резерв з тиску, тобто про можливе підвищення тиску до допустимого значення та відповідне збільшення маси заряду, енергетики

пороху, підбору розміру порохових гранул (товщини шару, що горить), їх щільності (швидкості горіння). Проте в проведених дослідженнях необхідна технічним завданням швидкість дробового снаряду (більше 320 м/с) досягнута при масі заряду 2,5 г, що більше необхідного значення за технічним завданням (не більше 2,3 г). Змінювати розмір гранул в даному випадку не представляється можливим, так як фракційний склад пробних зразків відповідає технічному завданню. Тому зменшити масу заряду і забезпечити необхідний тиск порохових газів в стволі, а також необхідну швидкість дробового снаряду в даному випадку можливо за рахунок зменшення щільності пороху (підвищення швидкості горіння) або вмісту нітрогліцерину.

### **3.3 Виготовлення та випробування дослідного зразка гранульованого пороху для стрілецької зброї**

На підставі дослідження процесів гранулювання і модифікації пороху лакового типу з метою оцінки фізико-хімічних і балістичних характеристик був виготовлений та випробуваний дослідний зразок такого пороху виготовлення дослідного зразку включало виготовлення порохових гранул, їх модифікацію насиченням нітрогліцерином і підготовку пороху до випробувань. З огляду на те, що зразок випробувався в гладко ствольній рушниці порох не флегматизувався.

#### **3.3.1 Виготовлення порохових гранул**

Порохові гранули для дослідного зразка виготовляли в лабораторних умовах на установці, описаній в звіті за етап 1 календарного плану договору Дз/42-2015 від 30.10.2015 р.

Процес гранулювання включав наступні технологічні операції:

- приготування порохового лаку на основі розчину нітратів целюлози в етилацетаті;
- приготування дисперсійного середовища;
- диспергування порохового лаку у дисперсійному середовищі з отриманням лакової емульсії;
- затвердіння дисперсної фази емульсії в результаті відгонки етилацетату із дисперсійної фази;
- відокремлення гранул від дисперсійного середовища та їх промивка;
- сушка та сортування порохових гранул.

В якості вихідної сировини був використаний піроксиліновий порошок на основі піроксиліну марки ВА із утилізованих боєприпасів. Технологічний режим виготовлення зразка відповідав режиму, приведеному в раніше представленому документі «Рекомендації щодо режимів процесу гранулювання порошу лаковим способом».

### **3.3.2 Модифікація і підготовка порошу до випробувань**

Модифікування зразку гранульованого порошу нітрогліцерином проводили в лабораторному змішувачі (см. п. 3.1.2). Процес модифікації включав наступні операції: приготування модифікуючого складу; обробка порошу цим складом; відокремлення піроксилінового порошу від модифікуючого складу та балістичного порошу.

При приготуванні модифікуючого складу в змішувач заливали порцію води та відповідну кількість етилацетату, завантажували наважку балістичного порошу марки НБЛ. Вміст змішувача перемішували визначений час при заданій температурі. Результатом цієї операції є перехід нітрогліцерину із балістичного порошу у водне середовище.

Обробка зразку порошу модифікуючим складом заключалась в завантаженні гранульованого порошу в змішувач з модифікуючим складом і



перемішуванні впродовж визначеного часу, при цьому порох, що оброблювався, насичувався нітрогліцерином.

Після обробки гранульований порох відокремлювали від модифікуючого складу на фільтрувальній сітці і від балістичного пороху на ситі, розмір ячійки якого більше розміру гранул пороху, що оброблюється, та менше балістичного пороху.

Режимні параметри модифікації дослідного зразка відповідали режимним параметрам модифікації попереднього зразка № 4 (таблиця 3.4) за винятком температури. З метою підвищення вмісту нітрогліцерину для забезпечення вимог технічного завдання за масою заряду (не більше 2,3 г) температуру модифікуючого складу в даному випадку підвищували до 35°C.

Модифікований перед випробуваннями сушили до постійної маси в сушильній шафі, потім змішували з невеликою кількістю тонко дисперсного графіту з метою зняття заряду статичної електрики, який накопичується в сухому поросі. Отриманий таким чином дослідний зразок пороху був переданий на фізико-хімічні та балістичні випробування.

### **3.3.3 Фізико-хімічні випробування дослідного зразка пороху**

Фізико-хімічні дослідження дослідного зразка пороху включали визначення питомої теплоти горіння пороху у відповідності з ОСТ В 84-2401-88, його хімічної стійкості (ОСТ В 84-2085-83); фракційного складу (ОСТ В 84-874-89); масової частки залишкового розчинника (етилацетату) в поросі (ОСТ В 84-869-78); масової частки нітрогліцерину (ОСТ В 84-2432-89, п. 5.4, метод А), введеного в порох в результаті його модифікації.

Результати визначення вказаних характеристик дослідного зразка приведені в таблиці 3.5.

Таблиця 3.5 – Результати фізико-хімічних досліджень дослідного зразка

Найменування характеристик	Значення характеристик
Питома теплота горіння, МДж/кг (ккал/кг)	4,42 (1054)
Хімічна стійкість, кПа (мм.рт.ст.)	16,0 (120)
Масова частка етилацетату, %	0,2
Масова частка нітрогліцерину, %	11,6
Фракційний склад пороху, масова частка %	
- фракція пороху, яка пройшла скрізь сітку №063 і залишилась на сітці №04	76,3
- фракція пороху, яка пройшла скрізь сітку №04 і залишилась на сітці №0315	19,2
- інші фракції (сума великої фракції пороху, яка залишилась на сітці №063, і дрібної фракції, яка пройшла скрізь сітку №0315	4,5

### 3.3.4 Балістичні випробування дослідного зразка пороху

Дані дослідження проводили в балістичному стволі гладкоствольної зброї 12-го калібру з використанням патронів (виробів 214 Шосткинського казенного заводу «Імпульс»), споряджених порохом дослідного зразка згідно технологічного процесу інв. № 1403-т Шосткинського заводу «Імпульс». Порох містив 11,6 % нітрогліцерину, введеного поверхневою обробкою порохових гранул.

Для виготовлення патронів використовували комплектуючі деталі (гільзи, пижі, капсюлі-запальники марки КЗ-21 та дріб марки ШОТ-3 ГОСТ 7837-76, що використовуються у поточному виробництві. Маса дробового снаряду у всіх патронах була однаковою, рівна 33 г.

Виготовлені вироби були випробувані згідно ТУ У 29.6-14314452-005-2002 за балістичними показниками: максимальним тиском порохових газів та

швидкістю польоту дробового снаряду. Отримані результати випробувань зведені в таблицю 3.6.

Таблиця 3.6 – Результати балістичних випробувань

Маса заряду, т, г	Максимальний тиск, $P_{\max}$ , кгс/см <sup>2</sup>	Швидкість польоту дробу, $V_0$ , м/с	Примітка
2,1	-	348,0	Підбор маси заряду
2,1	485	341,0	
2,2	635	358,0	
2,2	518	359,0	Контрольні випробування
2,2	444	347,2	
2,2	477	353,5	
2,2	464	348,0	
2,2	558	355,1	
2,2	530	352,7	
2,2	527	356,7	

$$P_{\max \text{ ср}} = 502,6 \text{ кгс/см}^2; V_{0 \text{ ср}} = 353,2 \text{ м/с}; \Delta V = 11,8 \text{ м/с}$$

Згідно даним, приведеним в таблиці 6 дослідний зразок пороху лакового типу повністю задовольняє норми вимог ТЗ договору № ДЗ/42-2015 від 30.10.2015 р. (маса заряду не більше 2,3; максимальний тиск – не більше 680 кгс/см<sup>2</sup>, швидкість польоту дробу – не менше 320 м/с; різниця між найбільшим та найменшим значенням швидкості польоту дробу – не більше 25 м/с).

## ВИСНОВКИ

1. Встановлені закономірності екстрагування нітрогліцерину з баліститних складів, які обґрунтовують можливість використовувати ці склади із утилізуємих боеприпасів в якості джерела нітрогліцерину зважаючи, що в теперішній час його виробництво в Україні відсутньо.
2. Найбільш ефективним екстрагентом нітрогліцерину в даному випадку є водне середовище, що містить 3-5 % мас. етилацетату. Визначені умови, які забезпечують вилучення нітрогліцерину з балістичного складу.
3. В результаті досліджень процесу модифікації піроксилінового порошу лакового типу сорбційним насиченням нітрогліцерином, що вилучається з балістичного складу, встановлені умови, які забезпечують заданий вміст нітрогліцерину в поросі. Це дозволяє регулювати енергетичні характеристики порошу, а також закономірності його горіння.
4. В лабораторних умовах відпрацьовані технологічні режими модифікації піроксилінового порошу лакового типу, яка підвищує його енергетичні характеристики, та розроблений проект технологічного регламенту виробництва такого порошу для стрілецької зброї.
5. Виготовлені дослідні зразки модифікованого порошу лакового типу. Фізико-хімічні і балістичні випробування цих зразків дозволили встановити необхідний вміст нітрогліцерину в поросі, який забезпечує вимоги технічного завдання договору ДЗ/42-2015 від 30.10.2015 р.

## ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Фиошина М.А. Основы химии и технологии порохов и твердых ракетных топлив: учеб. пособие / М.А. Фиошина, Д.Л. Русин. – М.: РХТУ им. Д.И. Менделеева, 2001. – 316 с.
2. Изготовление сферических порохов с кристаллическим наполнителем из утилизируемых ВВ: материалы VI Международной научн.– техн. Конф. [«Комплексная утилизация обычных видов боеприпасов»], (Москва, 21-23 сент. 2005 г.) / Издательский дом «Оружие и технологии». – Красноармейск: докл. - Издательский дом «Оружие и технологии», 2005. - 185-188.
3. Сухова Н.В. Современные активные пластификаторы порохов и твердых ракетных топлив / Н.В. Сухова, С.А. Котельников // Вестн. Пермского госуд. технич. ун-та. – 2007. - № 5 (28). – С. 44-49.
4. Ингибиторы горения (флегматизаторы) нитроцеллюлозных порохов / Н.М. Ляпин, Н.С. Латфуллин, Т.А. Енейкина [и др.] // Химия и компьютерное моделирование. Бутлеровские сообщения. – 2003. – Т.4, № 1. – С. 37-40.
5. Онда В.И. Закономерности флегматизации пироксилинового пороха, гранулированного лаковым способом: дис. на соискание научн. степени канд. техн. наук: 05.17.07 / Онда Вита Ивановна. – Шостка, 2013.- 220 с.
6. Получение высокопористых сферических порохов для спортивных охотничьих патронов к гладкоствольному оружию / Е.И. Староверова, А.С. Арутюнян, В.Б. Грольман [и др.] // Вестн. Казанского технолог. ун-та. – 2010. - № 8. – С. 381 – 382.
7. Пат. 3637444 США, МПК С 06 В 19/02. Process of making deterrent-coated and Graphite – Glazed Smokeless Powder / John O. Bonyata;

- заявитель и патентообладатель Hercules Incorporated. – № 1969816023; заявл. 14.04.1969; опубл. 25.01.1972.
8. Пат. 2382020 Российская Федерация, МПК С 06 В 25/24, С 06 В 21/60. Способ получения двухосновного пороха / Латфуллин Н.С., Енейкина Т.А., Сопин В.Ф., Хацринов А.И., Шутова И.В., Гайрутдинов М.И.; заявитель и патентообладатель ФГУП "Государственный научно-исследовательский институт химических продуктов" (ФГУП "ГосНИИХП"). – № 2007127401/02; заявл. 17.07.2007; опубл. 20.02.2010.
9. Баллиститные пороха – как доноры нитроглицерина при получении двухосновных порохов: материалы Всерос. науч.-техн. конф. [«Современные проблемы технической химии», (Казань, 26-28 сент. 2002 г.) / Казанск. гос. техн. ун-т. – Казань: КГТУ, 2002. – С. 190.
10. Аксельруд Г.А. Экстрагирование (система твердое тело-жидкость) / Г.А. Аксельруд, В.М. Лисянский. Л.: Химия, 1974. – 256 с.
11. Иванов Е.В. Экстрагирование / Иванов Е.В. // Новый справочник химика и технолога. Процессы и аппараты химической технологии. Т.2. – СПб: МПО «Профессионал», 2006. – С. 456.
12. Барштейн И.Н. Пластификаторы для полимеров / И.Н. Барштейн, В.И. Кирилович, Ю.Е. Носовский. – М.: Химия, 1982. – 200 с.
13. Молекулярное движение в системе нитрат целлюлозы – тринитрат глицерина / В.С. Дериковский, А.И. Маклаков, М.М. Зоммер [и др.] // Высокомолекулярные соединения А. – 1974. – Т.16, № 6. – С. 1306-1311.
14. Лукашев В.К. Насыщение камфорой нитратцеллюлозных гранул, изготовленных лаковым способом / В.К. Лукашев, В.И. Онда // Пластические массы, 2012. – №6. – С.43-46.
15. Попова Е.Ф. Массоперенос в системе нитрат целлюлозы – этилацетат / Е.Ф. Попова, А.Е. Чалых // Высокомолекулярные соединения А. – 1991. – Т.33, № 12. – С. 2574-2584.

16. Малкин А.Я. Диффузия и вязкость полимеров. Методы исследования / А.Я. Малкин, А.Е. Чалых. – М.: Химия, 1979. – 301 с.
17. Переработка артиллерийских порохов для использования в качестве промышленных взрывчатых веществ / В.Н. Филимонов, В.В. Щербань, В.К. Лукашев [и др.] // Артиллерийское и стрелковое вооружение. Спец. выпуск. – 2003. – С. 38-40.
18. Лукашов В.К., Онда В.І., Веренич О.О., Спосіб модифікації піроксилінового пороху, Патент на винахід (секретна корисна модель) №49 від 09.12.2013 р.
19. Химическая энциклопедия. – М.: Науч. изд-во «Большая Российская Энциклопедия», 1998. – Т.5. – С. 979.
20. Розроблення технології високоефективних порохів лакового типу до стрілецької зброї: звіт про НДР (проміжний): Сумський державний університет; кер. Лукашов В.К.; вик.: Онда В.І. [та ін.]. – Суми., 2016. – 74 с. Библиогр.: с.71-74. - №ДР 0115U001948
21. Серебряков М.Е. Внутренняя баллистика ствольных систем и пороховых ракет / Серебряков М.Е. – М.: Оборонгиз, 1962. – 703 с.
22. Лукашев В.К. Анализ пиростатических характеристик сферического пороха / В.К. Лукашев // Артиллерийское и стрелковое вооружение. – 2006. – № 1 (18). – С. 17-23.

## **ДОДАТОК А**

**Акт складання та налагодження стенду  
для вимірювання балістичних характеристик порохів**





## **ДОДАТОК Б**

**Акти про виготовлення та про відповідність дослідних зразків порохів для  
стрілецької зброї вимогам ТЗ**



Затверджую  
Проректор з наукової роботи  
Сумського державного університету  
д-р фіз.-мат. наук, проф.

А.М. Черноус

« \_\_\_ » \_\_\_\_\_ 2016 р.

### Акт

про виготовлення дослідних зразків порохів для стрілецької зброї

Ми, що нижче підписалися, представники Сумського державного університету завідувач кафедри хімічної технології високомолекулярних сполук (ХТВМС) Лукашов В.К., викладач кафедри ХТВМС Онда В.І., завідувач лабораторії кафедри ХТВМС Романько С.М.

Склали цей акт про те, що відповідно до Технічного завдання до договору № ДЗ/42-2015 від 30.10.2015 р., в лабораторних умовах виготовлені та використані для фізико-хімічних і балістичних випробувань дослідні зразки модифікованого нітрогліцерином пороху лакового типу для стрілецької зброї з метою встановлення екстракційно-сорбційних закономірностей модифікації порохових гранул насиченням нітроефіром та відпрацювання технологічних режимів модифікації піроксилінового пороху, що підвищує його енергетичні характеристики, зокрема:

- 4 експериментальні зразки з різним вмістом нітрогліцерину, загальною масою 136,8 г, для підбору вмісту нітрогліцерину в поросі;
- дослідний зразок, призначений для підтвердження відповідності характеристик пороху вимогам технічного завдання договору, масою 52,3 г.

Завідувач кафедри ХТВМС

В.К. Лукашов

Викладач кафедри ХТВМС

В.І. Онда

Завідувач лабораторії  
кафедри ХТВМС

С.М. Романько



Затверджую  
Проректор з наукової роботи  
Сумського державного університету  
д-р фіз.-мат. наук, проф.

А.М. Чорноус

2016 р.

### Акт

про відповідність дослідного зразка пороху для стрілецької зброї вимогам  
технічного завдання

Даним актом підтверджується, що характеристики дослідного зразка пороху лакового типу для стрілецької зброї, встановлених на підставі фізико-хімічних (протокол випробувань від 15.11.2016 р. ДержНДІХП) та балістичних (протокол випробувань від 24.11.2016 р. ШКЗ «Імпульс») випробувань, відповідає вимогам технічного завдання договору № ДЗ/42-2015 від 30.10.2015.

Зіставлення фізико-хімічних та балістичних характеристик з вимогами технічного завдання приведено в таблиці.

Таблиця – Зіставлення характеристик дослідного зразку з вимогами технічного завдання


Найменування характеристик	Значення характеристик	
	Результати випробувань	Вимоги технічного завдання
Питома теплота горіння, МДж/кг(ккал/кг)	4,42 (1054)	Не менше 3,69 (880)
Хімічна стійкість за манометричним методом, кПа (мм.рт.ст)	16,0 (120)	Не більше 29,3 (220)
Фракційний склад, масова доля %		
- фракція, що пройшла через сітку №063 та залишилась на сітці №04 (ГОСТ 6613)	76,3	не менше 75
- фракція, що пройшла через сітку №04 та залишилась на сітці №0315 (ГОСТ 6613)	19,2	не більше 20
- інші фракції	4,5	не більше 5
Маса заряду, г	2,2	не більше 2,3

Максимальний тиск порохових газів, МПа (кгс/см <sup>2</sup> )	502,6	не більше 67 (680)
Швидкість польоту дробу, м/с	353,2	не менше 320
Розкид між найбільшим та найменшим значеннями швидкості, м/с	11,8	не більше 25

Завідувач кафедри ХТВМС СумДУ

 В.К. Лукашов

Викладач кафедри ХТВМС СумДУ

 В.І. Онда

Представник ДержНДІХП  
начальник відділу 04

 С.П. Ярманова

Представник ШКЗ «Імпульс»  
головний технолог

 М.Г. Войнаренко

## **ДОДАТОК В**

### **Протоколи випробувань**

ЗАТВЕРДЖУЮ

Директор ДержНДІХП

В.В.Щербань

**ПРОТОКОЛ № 282-04-2016**

проведення фізико-хімічних випробувань  
дослідного зразка лакового порошу  
від 06.06.2016р.

1. Об'єкт досліджень - 4 зразки лакового порошу.
2. Мета досліджень - визначення показників «питома теплота згоряння», «масова частка нітрогліцерину».
3. Умови і порядок проведення досліджень
  - 3.1 Роботи проводилися відповідно дог.№ 2173 від 04.12.2015р. у відділі 04 ДержНДІХП.
  - 3.2 Визначення питомої теплоти згоряння проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-2401-88.
  - 3.3 Визначення масової частки нітрогліцерину проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-2432-89, п.5.4, метод А.
4. Результати випробувань  
Результати випробувань наведені в таблиці.

Таблиця

Найменування зразка	Результат випробувань			
	Зразок 1	Зразок 2	Зразок 3	Зразок 4
Масова частка нітрогліцерину, %	0	1,5	5,9	10,2
Питома теплота згоряння, ккал/кг	886	925	976	1053

Начальник відділу 04

С.П.Ярманова

ЗАТВЕРДЖУЮ

Директор ДержНДІХП

В.В.Щербань

**ПРОТОКОЛ № 294-04-2016**

проведення фізико-хімічних випробувань

дослідного зразка лакового порошу

від 15.11.2016р.

1. Об'єкт досліджень - дослідний зразок лакового порошу.
2. Мета досліджень - визначення показників «питома теплота згоряння», «хімічна стійкість манометричним методом», «фракційний склад», «масова частка етилацетату», «масова частка нітрогліцерину».
3. Умови і порядок проведення досліджень
  - 3.1 Роботи проводилися відповідно дог.№ 2173 від 04.12.2015р. у відділі 04 ДержНДІХП.
  - 3.2 Визначення питомої теплоти згоряння проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-2401-88.
  - 3.3 Визначення хімічної стійкості проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-2085-83.
  - 3.4 Визначення фракційного складу проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-874-89.
  - 3.5 Визначення масової частки етилацетату проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-869-78.
  - 3.6 Визначення масової частки нітрогліцерину проводили у відповідності з вимогами ОСТ В84-2432-89, п.5.4, метод А.
4. Результати випробувань
 

Результати випробувань наведені в таблиці.

Таблиця

Найменування показника	Результат випробувань
Питома теплота згоряння, ккал/кг	1054
Хімічна стійкість, кПа (мм рт.ст.)	16,0 (120)
Масова частка етилацетату, %	0,2
Масова частка нітрогліцерину, %	11,6



Фракційний склад, масова частка, %	
- фракція пороху, яка пройшла скрізь сітку №063 і залишилась на сітки №04	76,3
- фракція пороху, яка пройшла скрізь сітку №04 і залишилась на сітки №0315	19,2
- сума великої фракції пороху, яка залишилась на сітки №063, і дрібної фракції, яка пройшла скрізь сітку №0315 і залишилась на сітки №016	4,5

Начальник відділу 04



С.П.Ярманова

ЗАТВЕРДЖУЮ  
Головний інженер КП ШКЗ «Імпульс»  
А.Р. Сафронов  
«22» червня 2016 р.



**Протокол  
випробувань виробів 214, споряджених зразками порошу,  
наданого ШСумДУ**

1. У відповідності з розпорядженням № 77 від 10.05.16 були виготовлені вироби 214 калібру 12 відповідно т/п інв. № 1403-Т та чинного креслення РИШБ. 771828.001.

Для спорядження виробів використовувались 4 зразка по 20 г порошу з різним відсотковим вмістом енергетичного компонента (активного пластифікатора), введеного поверхневою обробкою гранул.

Для виготовлення виробів 214 використані комплектуючі деталі (імпорتنі польські гільзи, що відповідають вимогам креслення РИШБ.77375.001-20, пижі), капсуль - запальник КЗ-21/97 та дріб, що використовуються в поточному виробництві виробів 214.

Для кожного зразка виробів спорядження вироблено з використанням дробу ШОТ-3 ГОСТ 7837-76 масою 33 г і поліетиленових пижів кресл. РИШБ.773476.013-01.

Прокладки кресл. РИШБ. 754151.512-05 та кресл. РИШБ.754.151.512-04 не використовувались, що допускається відповідно кресл. РИШБ.771828.001, так як спорядження було щільним і не було висипань дробу в пиж-контейнер. На дріб була покладена прокладка кресл. РИШБ.754151.516.01.

Підбір маси заряду проведений з використанням 5 наважок порошу для кожного зразка: 1,7 г; 1,9 г; 2,1 г; 2,3 г; 2,5 г.

Було споряджено по одному патрону для кожного значення наважки.

2. Виготовлені вироби 214 були перевірені за розміром глибини занурення КЗ на відповідність вимогам креслення. Отримані значення в межах 0,2-0,35 мм, що відповідає вимогам креслення 0,4 (max).

Вироби 214 були перевірені за висотою, отримані значення в межах (60,7-61,9) мм, що допускається згідно кресл. РИШБ.771828.001 для

патроннику довжиною 70 мм (нижнє граничне значення висоти повинно бути рівним 61 мм). Причиною заниженої висоти виробів є більш висока насипна щільність пороху, що випробовується, ніж пороху «Сокіл».

3. Виготовлені вироби були випробувані згідно ТУ У 29.6-14314452-005-2002 за балістичними показниками: тиском порохових газів та швидкістю польоту дробового снаряду. Отримані результати випробувань зведені в таблицю.

Таблиця – Результати випробувань

Вміст енергетичного компоненту, %	Маса заряду, m, г	Максимальний тиск, $P_{max}$ , кгс/см <sup>2</sup>	Швидкість польоту дробу, $V_0$ , м/с
1	2	3	4
0	1,7	79	185,0
	1,9	63	186,5
	2,1	127	229,4
	2,3	193	256,1
	2,5	188	264,4
1,5	1,7	57	179
	1,9	91	210
	2,1	61	-
	2,3	116	233,2
	2,5	76	220,7
5,9	1,7	8	222,0
	1,9	112	235,3
	2,1	157	238,2
	2,3	229	272,2
	2,5	247	289,4
10,2	1,7	196	254,5
	1,9	193	254,9
	2,1	317	289,9
	2,3	294	297,1
	2,5	385	324,2
	2,5	674	338,9
	2,5	485	330,3

Оцінка результатів випробувань проведена згідно нормативним вимогам (ШСумДУ): m – не більше 2,3 г;  $P_{max}$ , - не більше 680 кгс/см<sup>2</sup>;  $V_0$  – не менше 320 м/с;  $\Delta V$  – не більше 25 м/с (визначається на підібраній масі заряду).

ВИСНОВОК: За балістичними показниками: тиску порохових газів та швидкості польоту дробового снаряду – вимоги ШІСумДУ задовольняють зразки виробів № 4 (зі вмістом активного компоненту 10,2 %) з масою заряду 2,5 г, тобто зразки з найбільшою масою заряду та найбільшим %-вим вмістом активного компоненту в поросі.

Головний технолог



М.Г. Войнаренко

Начальник ВТК



В.І. Баранов

Начальник випробувальної станції



В.Ф. Афанасьєв

Представник ШІ СумДУ



В.І. Онда

ЗАТВЕРДЖУЮ  
Головний інженер КП ЦКЗ «Імпульс»  
А.Р. Сафонов  
«24» листопада 2016 р.



**Протокол**  
**випробувань дослідного зразку пороху,**  
**наданого ШІ СумДУ, у виробках 214**

1. У відповідності з розпорядженням № 77 від 10.05.16 були виготовлені вироби 214 калібру 12 відповідно т/п інв. № 1403-Т та чинного креслення РИШБ.771828.001.

Для спорядження виробів використовувався дослідний зразок пороху масою 32 г з вмістом 11,9 % енергетичного компоненту (активного пластифікатору), введеного поверхневою обробкою гранул.

Для виготовлення виробів 214 використані комплектуючі деталі (імпорتنі польські гільзи, що відповідають вимогам креслення РИШБ.77375.001-20, пижі), капсуль - запальник КЗ-21/97 та дріб, що використовуються в поточному виробництві виробів 214.

Для кожного зразка виробів спорядження вироблено з використанням дробу ШОТ-3 ГОСТ 7837-76 масою 33 г і поліетиленових пижів кресл. РИШБ.773476.013-01.

Прокладки кресл. РИШБ.754151.512-05 та кресл. РИШБ.754.151.512-04 не використовувались, що допускається відповідно кресл. РИШБ.771828.001, так як спорядження було щільним і не було висипань дробу в пиж-контейнер. На дріб була покладена прокладка кресл. РИШБ.754151.516.01.

Підбір маси заряду проведений з використанням 2 наважок: 2,1 г; 2,2 г.  
Було споряджено по одному патрону для кожного значення наважки.

2. Виготовлені вироби 214 були перевірені за розміром глибини занурення КЗ на відповідність вимогам креслення. Отримані значення в межах 0,2-0,35 мм, що відповідає вимогам креслення 0,4 (max).

Вироби 214 були перевірені за висотою, отримані значення в межах (60,7-61,9) мм, що допускається згідно кресл. РИШБ.771828.001 для патроннику довжиною 70 мм (нижнє граничне значення висоти повинно бути

## **ДОДАТОК Г**

**Проект технологічного регламенту виробництва пороху лакового типу.**

**Надіслано на адресу МОН спецпоштою**