# Experimental and Numerical Study of Heat Transfer to Cylindrical Copper Models and HfB<sub>2</sub>–SiC Ceramic Samples in High-Enthalpy Air Jets Using RF-Plasmatron IPG-4

S.A Vasil'evskii<sup>1</sup>, A.N. Gordeev<sup>1</sup>, A.F. Kolesnikov<sup>1</sup>, V.I. Sakharov<sup>2</sup>, E.P. Simonenko<sup>3</sup>, N.P. Simonenko<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Ishlinskii Institute for Problems in Mechanics of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 119526, Russia

<sup>2</sup>Institute of Mechanics Moscow State University, Moscow, 119192, Russia <sup>3</sup> Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry of the Russian Academy of Sciences, Moscow, 119991, Russia

koles@ipmnet.ru, sakharov@imec.msu.ru, ep simonenko@mail.ru

#### Abstract

Heat transfer tests in high-enthalpy supersonic under-expanded air jets were performed using RF-plasmatron IPG-4. Stagnation point heat fluxes to water-cooled copper surface were measured along jet axes using 30-mm diameter models with different nose geometry: flat, hemispherical and hemi-spherical combined with flat stagnation point area. At the same test regimes stagnation pressures were measured using Pitot probe. The behavior of the two ultrahigh-temperature HfB<sub>2</sub>-SiC ceramic samples prepared in Kurnakov Institute of General and Inorganic Chemistry was studied in sub- and supersonic dissociated air jets through step-by-step heating in IPG-4 RF-plasmatron.

Keywords: RF-plasma torch, dissociated air, heat transfer, ultrahigh-temperature ceramic material HfB<sub>2</sub>-SiC



Model with ultrahigh-temperature HfB<sub>2</sub>-SiC ceramic sample in supersonic air plasma jet



General parameters of RF-plasmatron and HfB<sub>2</sub>-SiC sample surface temperatures versus time

УДК 533.6.011.8

# Экспериментальное и численное исследование теплообмена высокоэнтальпийных потоков воздуха с цилиндрическими моделями из меди и с образцами из керамики на ВЧ-плазмотроне ВГУ-4

С.А. Васильевский<sup>1</sup>, А.Н. Гордеев<sup>1</sup>, А.Ф. Колесников<sup>1</sup>, В.И. Сахаров<sup>2</sup>, Е.П. Симоненко<sup>3</sup>, Н.П. Симоненко<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Институт проблем механики имени А.Ю. Ишлинского Российской академии наук, Москва, 119526, проспект Вернадского, 100-1 <sup>2</sup>Институт механики МГУ имени М.В. Ломоносова, Москва, 119192, Мичуринский проспект, 1

<sup>3</sup>Институт общей и неорганической химии им. Н.С. Курнакова Российской академии наук, Москва, 119991, Ленинский проспект, 31 koles@ipmnet.ru, sakharov@imec.msu.ru, ep simonenko@mail.ru

#### Аннотация

На индукционном плазмотроне ВГУ-4 проведены эксперименты по теплообмену в недорасширенных сверхзвуковых струях высокоэнтальпийного воздуха при давлении в барокамере 8.5 гПа. При расходе газа 3.6 г/с и мощностях ВЧ-генератора 45, 64 кВт вдоль оси струй диссоциированного воздуха измерены тепловые потоки к поверхности меди в критической точке водоохлаждаемых цилиндрических моделей диаметром 30 мм с плоским торцом, а также со скругленным носком и плоским притуплением полусферическим носком. В этих же режимах измерены давления торможения с помощью трубок Пито, имеющих форму цилиндра диаметром 30 мм с плоским торцом и с полусферическим притуплением и приёмные отверстия диаметром 14 и 5 мм. В дозвуковых и сверхзвуковых потоках диссоциированного воздуха индукционного плазмотрона ВГУ-4 изучено поведение двух изготовленных в ИОНХ имени H.C. Курнакова РАН образцов ультравысокотемпературного керамического материала HfB<sub>2</sub>-SiC в условиях ступенчатого нагрева.

Ключевые слова: ВЧ-плазмотрон, диссоциированный воздух, теплообмен, тепловой поток, ультравысокотемпературный керамический материал HfB<sub>2</sub>-SiC

## 1. Введение

При входе в атмосферу Земли со скоростями до 9 км/с основная доля аэродинамического нагрева поверхности спускаемого аппарата обусловлена конвективными тепловыми потоками. Достоверность расчетов тепловых потоков в первую очередь зависит от полноты и точности физической модели поля течения неравновесного воздуха в ударном и пограничном слоях [1]. Наибольшую неопределенность в тепловой поток к поверхности затупленного тела вносит вклад гетерогенных каталитической рекомбинации атомов О и N. Понимание роли неравновесных процессов, протекающих в потоке и на поверхности, и их корректное количественное описание также важны для интерпретации данных экспериментов, полученных в высокоэнтальпийных газодинамических установках, и переноса этих данных на условия входа в атмосферу [2–5]. Широкие возможности исследований влияний кинетики газофазных и поверхностных реакций на теплообмен высокоэнтальпийных потоков газов с поверхностью и валидации компьютерных кодов предоставляют эксперименты в недорасширенных струях диссоциированного воздуха, азота и углекислого газа на 100-киловаттном индукционном ВЧ-плазмотроне ВГУ-4 (ИПМех РАН). При обтекании моделей такими сложными по газодинамической структуре струями молекулярных газов имеются области с расширением потока за звуковым соплом и области со сжатием газа в ударной волне перед моделью.

Теплообмен различных поверхностей с высокоэнтальпийными недорасширенными струями воздуха экспериментально и численно исследовался в [6–11]. Целью данной работы является получение новых экспериментальных данных по теплообмену на водоохлаждаемых моделях различной геометрии в сверхзвуковых недорасширенных струях частично диссоциированноговоздуха на ВГУ-4. Для двух сверхзвуковых режимов ВЧ-плазмотрона выполнены измерения давления торможения вдоль оси потока с помощью трех трубок Пито, имеющих формы цилиндров диаметром 30 мм с плоским и полусферическим носком, а также со скругленным носком и плоским притуплением. Для тех же режимов измерены тепловые потоки к водоохлаждаемым поверхностям меди в точках торможения для тех же трех моделей вдоль оси струй диссоциированного воздуха. Получены новые экспериментальные данные по ударно-волновым структурам, возникающим при обтекании водоохлаждаемых цилиндрических моделей различной геометрии недорасширенными сверхзвуковыми струями высокоэнтальпийного воздуха.

В дополнение к экспериментам с водоохлаждаемыми моделями в сверхзвуковых недорасширенных струях воздуха исследован теплообмен с поверхностью образцов из ультравысокотемпературной керамики. Реализован режим испытаний, в котором достигнута максимальная температура поверхности керамики выше 2600° С.

В целом данная работа является продолжением исследований теплообмена недорасширенных струй диссоциированных молекулярных газов с поверхностями различных металлов и кварца [6–11].

## 2. Экспериментальная установка

Эксперименты проводились в ИПМех РАН на высокочастотном индукционном плазмотроне ВГУ-4 мощностью ~100 кВт [11]. ВЧ-плазмотрон ВГУ-4 используется для исследований теплообмена высокоэнтальпийных потоков газов с поверхностью, изучения взаимодействия потоков плазмы с высокотемпературными материалами в условиях, моделирующих термохимическое воздействие плазмы ударного слоя на участки поверхности спускаемого аппарата, а также для отборочных испытаний теплозащитных материалов. Внешний вид установки ВГУ-4 показан на рис. 1, а основные технические характеристики приведены в таблице 1 (см. приложение).



Рис. 1. Внешний вид 100-киловаттного плазмотрона ВГУ-4 (ИПМех РАН)

Эксперименты по определению тепловых потоков и давлений торможения в сверхзвуковых режимах плазмотрона ВГУ-4 проводились в недорасширенных струях высокоэнтальпийного воздуха, истекающих из водоохлаждаемого конического сопла с диаметром выходного сечения D = 50 мм. Давление в затопленном пространстве составляло 8.5 гПа. Фотография недорасширенной сверхзвуковой струи высокоэнтальпийного воздуха, истекающей из водоохлаждаемого звукового сопла диаметром 50 мм при мощности анодного питания 64 кВт, расходе воздуха 3.6 г/с и давлении в барокамере 8.5 гПа, приведена на рис. 2.



Рис. 2. Фотография высокоэнтальпийной сверхзвуковой недорасширенной струи воздуха, истекающей из водоохлаждаемого звукового сопла диаметром выходного сечения 50 мм при мощности анодного питания 64 кВт, расходе воздуха 3.6 г/с и давлении в барокамере 8.5 гПа

## 3. Измерения давления торможения и тепловых потоков

Исследование теплообмена были выполнены на трёх типах водо-охлаждаемых цилиндрических моделей диаметром 30 мм с различными носками:

- плоский торец;
- полусферическое притупление;
  - полусферическое притупление с плоским носком диаметром 14 мм.

Последняя форма использовалась впоследствии для испытания образцов-таблеток из высокоплотной ультравысокотемпературной керамики HfB<sub>2</sub>-SiC в дозвуковом и сверхзвуковом потоках высокоэнтальпийного воздуха.

Теплообмен в критической точке моделей с высокоэнтальпийной недорасширенной струей воздуха, истекающей из звукового сопла диаметром 50 мм, экспериментально исследован в двух сверхзвуковых режимах установки ВГУ-4 при давлении в барокамере 8.5 гПа и расходе воздуха 3.6 г/с: 1)  $N_{ap} = 64$  кВт, 2)  $N_{ap} = 45$  кВт.

Давление торможения и тепловые потоки к охлаждаемой поверхности меди, предварительно окисленной в струе воздушной плазмы до установления постоянного теплового потока, измерялись вдоль оси струи с шагом 5 мм.

Тепловые потоки в критической точке моделей измерялись стационарными проточными калориметрами, изготовленными из монолитных кусков меди. Калориметры устанавливались в носовой части водоохлаждаемых моделей, выполненных из меди. Диаметр тепловоспринимающей поверхности калориметров как с плоской, так и полусферической рабочей поверхностью составлял 13.8 мм. Толщина тепловоспринимающей стенки калориметров составляла 1 мм. Перед каждым экспериментом рабочая поверхность датчика полировалась и промывалась спиртом. После введения модели в струю диссоциированного воздуха осуществлялась «тренировка» датчика, в ходе которой происходило повышение теплового потока. «Тренировка» прекращалась, когда рост теплового потока прекращался, после чего сразу же производились измерения.

Давление торможения измерялось водоохлаждаемыми трубками Пито, имеющими форму цилиндра с плоским торцом диаметром 30 мм с приемным отверстием диаметром 14 мм и цилиндров диаметром 30 мм с полусферическим притуплением с приёмными отверстиями диаметром 14 мм и 5 мм.

Данные измерений приведены в таблицах 2–6 (см. приложение) и на рис. 3–8. На этих же рисунках для сравнения приведены результаты расчетов давления торможения и тепловых потоков, выполненных В.И. Сахаровым (НИИМех МГУ) [11] на основе численного моделирования обтекания моделей недорасширенными струями диссоциированного воздуха для условий экспериментов на ВГУ-4 при температуре поверхности  $T_w = 300$  K и значении эффективного коэффициента рекомбинации атомов  $\gamma = 0.1$ .

На рис. 3 приведены измеренные давления торможения вдоль оси струи для двух режимов истечения диссоциированного воздуха из сопла с диаметром выходного сечения D=50мм при  $N_{ap} = 45$  кВт, G = 3.6 г/с и  $N_{ap} = 64$  кВт, G = 3.6 г/с. Измерения выполнены с помощью трубки Пито с плоским носком диаметром 30 мм и диаметром приёмного отверстия 14 мм. Как видно из рис. 3, имеет место хорошее согласие между экспериментальными и расчётными данными.



Рис. 3. Давление торможения как функция расстояния от среза сопла плазмотрона для двух режимов работы ВГУ-4 со звуковым соплом с диаметром выходного сечения 50 мм:  $N_{ap} = 45$  кВт и  $N_{ap} = 64$  кВт. Трубка Пито с плоским торцом диаметром 30 мм, диаметр приёмного отверстия 14 мм. Расход воздуха G = 3.6 г/с, давление в затопленном пространстве 8.5 гПа

На рис. 4 приведены измеренные давления торможения вдоль оси струи для режима истечения диссоциированного воздуха из сопла с диаметром выходного сечения D=50 мм:  $N_{ap}=64$  кВт, G=3.6 г/с. Первоначально измерения были выполнены трубкой Пито с полусферическим носком диаметром 30 мм и диаметром приёмного отверстия 14 мм. Плохое соответствие между экспериментальными и расчётными данными было объяснено слишком большим диаметром приёмного отверстия (так как неясно, каким образом в эксперименте происходит усреднение по площади приёмного отверстия). Поэтому была изготовлена новая трубка Пито с полусферическим носком диаметром 30 мм и диаметром приёмного отверстия 5 мм. Результаты, полученные с новой трубкой Пито, оказались неожиданными.



Рис. 4. Давление торможения как функция расстояния от среза сопла плазмотрона для режима работы ВГУ-4 со звуковым соплом с диаметром выходного сечения 50 мм при мощности 64 кВт. Трубки Пито с полусферическим притуплением диаметром 30 мм, диаметры приёмного отверстия 14 и 5 мм. Расход воздуха 3.6 г/с, давление в затопленном пространстве 8.5 гПа

При расстоянии 20 мм от среза сопла до модели экспериментальные данные совпадают с расчётными, но по мере удаления от среза сопла появляется расхождение, которое увеличивается и на расстоянии 50 мм от среза сопла полученные данные оказываются близки к данным, полученным ранее с помощью трубки Пито с большим диаметром приёмного отверстия.

На рис. 5 приведены измеренные давления торможения вдоль оси струи для режима истечения диссоциированного воздуха из сопла с диаметром выходного сечения D=50 мм:  $N_{ap}=45$  кВт, G=3.6 г/с. Результаты, полученные при мощности 45 кВт, качественно согласуются с данными, полученными при мощности 64 кВт. Давления торможения, измеренные трубкой Пито с большим диаметром приёмного отверстия, лежат значительно выше результатов расчёта, а данные, полученные с помощью трубки Пито с диаметром приёмного отверстия 5 мм при расстоянии 20 мм от среза сопла до модели совпадают с расчётными. Но по мере удаления от среза сопла появляется расхождение, которое увеличивается и на расстоянии 50 мм от среза сопла полученные данные оказываются близки к данным, полученным ранее с помощью трубки Пито с большим диаметром приёмного отверстия.

На рис. 6 приведены результаты измерений тепловых потоков к медной поверхности в критической точке водоохлаждаемой модели с плоским торцом диаметром 30 мм в зависимости от расстояния до звукового сопла диаметром D=50 мм. Измерения проводились в сверхзвуковом потоке чистого воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа. Результаты расчета для  $T_w = 300$  К и



Рис. 5. Давление торможения как функция расстояния от среза сопла плазмотрона для режима работы ВГУ-4 со звуковым соплом с диаметром выходного сечения 50 мм при мощности 45 кВт. Трубки Пито с полусферическим притуплением диаметром 30 мм, диаметры приёмного отверстия 14 и 5 мм. Расход воздуха 3.6 г/с, давление в затопленном пространстве 8.5 гПа



Рис. 6. Тепловой поток в критической точке водоохлаждаемой медной модели с плоским торцом как функция расстояния Z от среза сопла. Измерения проводились в сверхзвуковом потоке чистого воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Диаметр сопла 50 мм, расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа

На рис. 7 приведены результаты измерений тепловых потоков к медной поверхности в критической точке водоохлаждаемой модели с полусферическим притуплением диаметром 30 мм в зависимости от расстояния до звукового сопла диаметром D=50 мм. Измерения проводились в сверхзвуковом потоке чистого диссоциированного воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа. Результаты расчета для  $T_w = 300$  К и  $\gamma = 0.1$ , показанные черными точками, удовлетворительно согласуются с данными экспериментов для окисленной меди, причём при меньшей мощности различие между экспериментальными и расчётными данными больше.



Рис. 7 Тепловой поток в критической точке водоохлаждаемой медной модели с полусферическим притуплением как функция расстояния Z от среза сопла. Измерения проводились в сверхзву-ковом потоке чистого воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Диаметр сопла 50 мм, расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа

На рис. 8 приведены результаты измерений тепловых потоков к медной поверхности в критической точке водоохлаждаемой модели с полусферическим притуплением диаметром 30 мм и плоским носком диаметром 14 мм в зависимости от расстояния до звукового сопла диаметром D = 50 мм. Измерения проводились в сверхзвуковом потоке чистого диссоциированного воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа. Для сравнения на этом рисунке представлены экспериментальные данные с рис. 6 и 7 для модели с плоским торцом и модели с полусферическим притуплением. Полученные данные ожидаемо лежат выше, чем данные для модели с плоским торцом, и ниже, чем для модели с полусферическим притуплением, при этом располагаясь гораздо ближе к первым.

# 4. Изготовление и исследование ультравысокотемпературных керамических материалов HfB<sub>2</sub>-SiC

В рамках данной работы с применением оригинального метода, разработанного членами авторского коллектива [13, 14] в ИОНХ имени Н.С. Курнакова РАН, изготовлены два ультравысокотемпературных керамических образца состава HfB<sub>2</sub>-SiC (30 об. % SiC) – 30Vsh-5 и 30V-sh-7.



Рис. 8. Тепловые потоки к различным моделям как функция расстояния Z от среза сопла. Измерения проводились в сверхзвуковом потоке чистого воздуха для режимов работы ВГУ-4 при мощностях 45 и 64 кВт. Диаметр выходного сечения сопла 50 мм, расход воздуха 3.6 г/с, давление в барокамере 8.5 гПа. Красные точки – модель с плоским торцом, синие точки – модель с полусферическим притуплением, зелёные точки – модель с полусферическим притуплением и плоским носком диаметром 14 мм

Для этого с применением золь-гель технологии в результате контролируемого гидролиза тетраэтоксисилана в растворе полимерного источника углерода, в котором диспергирован порошок диборида гафния, изготовлен промежуточный продукт – композиционный порошок HfB<sub>2</sub>-(SiO<sub>2</sub>-C). Поскольку компоненты (диоксид кремния и углерод) являются высокодисперсными и максимально равномерно распределенными друг в друге, это приводит к значительному увеличению их реакционной способности в процессе синтеза SiC по реакции (1)

$$\operatorname{SiO}_{2}(T) + 3C(T) = \operatorname{SiC}(T) + 2CO(\Gamma)$$
(1)

Благодаря этому открылась возможность одновременного синтеза нанокристаллического карбида кремния непосредственно в результате горячего прессования порошка HfB<sub>2</sub>-(SiO<sub>2</sub>-C).

Горячее прессование выполнялось применением пресса горячего прессования Thermal Technology Inc. (модель HP20-3560-20); пресс-порошок загружался в графитовые прессформы (в качестве смазочного материала применялось небольшое количество нитрида бора), далее после уплотнения камера вакуумировалась, заполнялась аргоном, давление ступенчато повышалось до 30 МПа, скорость нагрева составляла 10°/мин, время выдержки составляло 15 мин.

Из графиков изменения усадки (изменение положения плунжеров) в зависимости от времени процесса, температуры и наложенного давления можно сделать вывод о том, что при достижении температуры 1500° С ещё без приложения давления 30 МПа наблюдается существенная усадка, вероятно, связанная как с протеканием синтеза карбида кремния (который осуществляется с уменьшением объёма системы), так и с достижением температуры расплавления непрореагировавшего пока аморфного диоксида кремния из высокодисперсного состава SiO<sub>2</sub>-C, что улучшает скольжение между зернами композиционного материала при его консолидации.

Следует отметить, что в ходе 15-минутной выдержки при температуре 1700° С и давлении 30 МПа продолжается значительное уплотнение, которое постепенно выходит на плато (рис. 9), что может свидетельствовать о завершении протекания карботермического синтеза SiC.



Рис. 9. Кинетические кривые усадки при горячем прессовании образцов в зависимости от температуры и давления

Значения плотности полученных керамических образцов  $HfB_2$ -SiC (30 об. % SiC) составили 7.61 (30V-sh-5) и 7.43 г/см<sup>3</sup> (30V-sh-7), что соответствует значениям расчетной пористости 13.5 и 15.5 %, соответственно.

Рентгенофазовый анализ свидетельствует о том, что использованные условия термической обработки позволили в ходе горячего прессования порошка  $HfB_2$ -(SiO<sub>2</sub>-C) получить ультравысокотемпературные керамические материалы, содержащие нанокристаллический карбид кремния (рис. 10). Средний размер кристаллитов синтезированного SiC, оцененный по формуле Шеррера, составляет  $37 \pm 2$  нм.



Рис. 10. Рентгенограммы образцов исходного порошка HfB<sub>2</sub>-(SiO<sub>2</sub>-C) (черная) и керамических образцов HfB<sub>2</sub>-30 об. % SiC (красная), полученных горячим прессованием при температуре 1700° C (необозначенные рефлексы относятся к фазе гексагонального диборида гафния)

Данные ИК-спектроскопии (ИК Фурье-спектрометр «ИнфраЛЮМ ФТ-08», суспензии в вазелиновом масле в стеклах КВг) подтверждают полное протекание процесса конверсии диоксида кремния в карбид – на спектрах в интервале волновых чисел 970-1200 см<sup>-1</sup> отсутствует уширенная интенсивная полоса поглощения валентных колебаний Si-O-групп, характерная для исходных пресспорошков состава HfB<sub>2</sub>-(SiO<sub>2</sub>-C), однако появилась полоса поглощения в интервале 800÷950 см<sup>-1</sup>, свойственная v (Si-C).

Предел прочности при сжатии полученных образцов керамики состава HfB<sub>2</sub>-30 об. % SiC, определенный на универсальной напольной испытательной машине AG-100kNXplus, составил 284 МПа.

Данные сканирующей электронной микроскопии (трехлучевая рабочая станция NVision 40, CarlZeiss) свидетельствуют, что для образцов HfB<sub>2</sub>-30 об. % SiC, полученных при температуре 1700°C, распределение компонентов – HfB<sub>2</sub> и SiC – достаточно равномерное (рис. 11). Данные детектора вторичных электронов при повышенном ускоряющем напряжении показали, что размер зерен диборида гафния в составе композиционного материала не превышает 2 мкм. При этом необходимо отметить, что это значение соответствует размеру частиц исходного порошка HfB<sub>2</sub>, агрегаты которых имели диаметр  $20 \div 30$  мкм, т.е. выбранная методика получения образцов позволяет разрушить данные агрегаты.



Рис. 11. Микроструктура образцов состава  $HfB_2$ -30 об. % SiC, полученных при температуре горячего прессования 1700° С: в режиме контраста по среднему атомному номеру (а) и по данным детектора вторичных электронов (б)

Таким образом, в рамках работы с применением горячего прессования при сравнительно низкой температуре 1700°С изготовлены ультравысокотемпературные керамические материалы состава HfB<sub>2</sub>-30 об. % SiC, в состав которых входит нанокристаллический карбид кремния (размер кристаллитов составляет  $37 \pm 2$  нм), с плотностью  $7.5 \pm 0.5$  г/см<sup>3</sup> (85.5 % от расчётной), что соответствует значению общей пористости  $14.5 \pm 1.4$ %. Предел прочности при сжатии составляет 284 МПа. Анализ микроструктуры (СЭМ) подтверждает отсутствие включений посторонних фаз (непрореагировавшего SiO<sub>2</sub>), размер зерен HfB<sub>2</sub> не превышает 2 мкм.

Испытания на высокочастотном индукционном плазмотроне ВГУ-4 образцов 30V-sh-5 и 30V-sh-7 в дозвуковых и сверхзвуковых потоках диссоциированного воздуха в режиме ступенчатого нагрева описаны в следующем разделе.

# 5. Исследование воздействия дозвуковых и сверхзвуковых потоков высокоэнтальпийного воздуха на образцы из ультравысокотемпературного керамического материала HfB<sub>2</sub>-SiC

Испытания образцов из ультравысокотемпературного керамического материала HfB<sub>2</sub>-SiC в дозвуковых и сверхзвуковых потоках высокоэнтальпийного воздуха проводились на высокочастотном индукционном плазмотроне BГУ-4 [15–18], описанного в разделе 2. Испытания в дозвуковом режиме проводились при давлении в барокамере 100 гПа и расходе воздуха 2.4 г/с с использованием конического водоохлаждаемого сопла с диаметром выходного сечения 30 мм. Расстояние от выходного сечения сопла до образца также составляло 30 мм.

На рис. 12 представлен схематический чертёж модели, в которую устанавливались образцы для проведения испытаний. Охлаждение оправки, в которую вставляется образец осуществляется за счёт её хорошего теплового контакта с водоохлаждаемой державкой, реализуемого за счёт того, что оправка вдвигается в державку по скользящей посадке. Тепловой контакт на торцевой поверхности гарантируется подпружиниваем стяжной шпильки. Дополнительное улучшение теплоотдачи реализуется за счёт смазывания контактных поверхностей компьютерной термопастой, применяемой для улучшения теплоотдачи от процессора к радиатору.



Рис. 12. Схематический чертёж модели, в которую устанавливались образцы для проведения испытаний

На рис.13 представлена фотография обтекания модели с установленным в ней образцом сверхзвуковым потоком высокоэнтальпийного воздуха.



Рис. 13. Обтекание модели с установленным в ней образцом сверхзвуковым потоком высокоэнтальпийного воздуха

Испытания в сверхзвуковом режиме проводились при давлении в барокамере 16 гПа и расходе воздуха 3.6 г/с с использованием конического водоохлааждаемого сопла с диаметром выходного сечения 30 мм. Расстояние от выходного сечения сопла до образца составляло 25 мм. Эксперимент 17-274 на плазмотроне ВГУ-4, образец №30V-sh-5 из ультравысокотемпературного керамического материала HfB<sub>2</sub>-SiC, имеющий форму диска диаметром 15 мм и толщиной 5 мм, дозвуковой режим обтекания, ступенчатый нагрев, рабочий газ: воздух.

Масса образца до испытания – 5.9030 г. Унос массы составил 0.0569 г. Зависимости от времени максимальной температуры на всей поверхности образца (розовая линия), средней температуры в окрестности критической точки (красная линия), цветовой температуры в окрестности критической точки (синяя линия), а также давления в барокамере (зелёная линия) и мощности ВЧ-генератора плазмотрона по анодному питанию (чёрная линия) приведены на рис. 14. При измерениях температуры лицевой поверхности образца термовизором использовалось предустановленное значение спектральной степени черноты 0.7 (на длине волны 0.9 мкм), которое в процессе испытания было заменено на 0.65, а впоследствии на 0.60.



Рис. 14. Зависимости от времени основных параметров работы плазмотрона и температур поверхности, измеренных пирометром спектрального отношения и термовизором

Термоизображения образца №30V-sh-5 на 749-й, 1450-й и 1560-й секундах испытания в эксперименте 17-274 представлены рис. 15 вместе с полученными из них распределениями температуры слева направо по горизонтальной линии сканирования (расстояние по горизонтали приведено в пикселах). Из рис. 15 видно, что первые 25 минут испытания на поверхности отсутствовали зоны локального перегрева и только на 26-й минуте испытания начался быстрый нагрев кромки лицевой поверхности со скоростью ~1000° С/мин. Такой эффект, обусловленный образованием на поверхности высококаталитического оксидного слоя наблюдался ранее в работах [19, 20] на керамических материалах ZrB<sub>2</sub>-SiC и HfB<sub>2</sub>-SiC соответственно.



Рис. 15. Термоизображения образца № 30V-sh-5 на 749-й (а), 1450-й (б) и 1560-й (в) секундах испытания в эксперименте 17-274. Распределения температуры даны слева направо по горизонтальной линии сканирования (расстояние по горизонтали приведено в пикселях)

Как видно из термоизображений, представленных на рис. 16, в дальнейшем зона высоких температур медленно расширяется вдоль кромки, а затем начинает захватывать и центральную часть поверхности, но к 40-й минуте испытания зона высоких температур ~2500÷2600° С так и не покрывает всю лицевую поверхность образца.



Рис. 16. Термоизображения образца №30V-sh-5 на 1746-й (а), 2026-й (б) и 2401-й (в), последней, секунде испытания в эксперименте 17-274. Распределения температуры даны слева направо по горизонтальной линии сканирования (расстояние по горизонтали приведено в пикселях)

На рис. 17 представлены фотографии образца №30V-sh-5 до и после испытания. Как видно из рис. 17, лицевая поверхность до испытания тёмно-серая, на ней видны следы механической обработки, на тыльной поверхности также видны следы механической обработки и светлые остатки смазки, используемой при высокотемпературном прессовании. Образец после испытания «прикипел» к державке и поэтому лицевую сторону, покрытую оксидным слоем, сфотографировали до его извлечения из державки. При извлечении из державки образец треснул, что видно на фотографии тыльной поверхности. При растрескивании значительная часть тыльной поверхности откололась.



Рис. 17. Фотографии образца №30V-sh-5 до и после испытания: а – лицевая поверхность до испытания; б – тыльная поверхность до испытания; в – лицевая поверхность после испытания; г – тыльная поверхность после испытания

Эксперимент 17-285 на плазмотроне ВГУ-4, образец №30V-sh-7 из ультравысокотемпературного керамического материала HfB<sub>2</sub>-SiC, имеющий форму диска диаметром 15 мм и толщиной 5 мм, сверхзвуковой режим обтекания, ступенчатый нагрев, рабочий газ: воздух.

Масса образца до испытания – 5.8858 г. Унос массы составил 0.0020 г. Зависимости от времени максимальной температуры на всей поверхности образца (розовая линия), средней температуры в окрестности критической точки (красная линия), цветовой температуры в окрестности критической точки (синяя линия), а также давления в барокамере (зелёная линия) и мощности ВЧ-генератора плазмотрона по анодному питанию (чёрная линия) приведены на рис. 18. При измерениях температуры лицевой поверхности образца термовизором использовалось предустановленное значение спектральной степени черноты 0.7 (на длине волны 0.9 мкм.

Дополнительно на рис. 18 приведены расчётные давления торможения (тёмно-зелёная линия), которые были определены следующим образом. В отдельном эксперименте при давлении в барокамере 16 гПа с помощью трубки Пито с полусферическим носком и диаметром

приёмного отверстия 14 мм была определена зависимость давления торможения от мощности и по этим экспериментальным данным получена аппроксимация зависимости давления торможения от мощности. Эта аппроксимация была использована для вычисления давления торможения по измеренной мощности анодного питания ВЧ-генератора. В единичном эксперименте это было выполнено после проведения испытания, но в дальнейшем целесообразно создать дополнительный расчётный канал в программе регистрации параметров эксперимента и получать данные в реальном времени.



Рис. 18. Зависимости от времени основных параметров работы плазмотрона и температур поверхности, измеренных пирометром спектрального отношения и термовизором

Рост цветовой температуры в окрестности критической точки при постоянной яркостной температуре, наблюдавшийся на последних трёх ступенях нагрева указывает на уменьшение спектральной степени черноты, которое может быть обусловлено только образованием на поверхности всё более толстого слоя диоксида гафния.

Как видно из рис. 18, на 12-й минуте испытания по непонятной причине при мощности 40 кВт произошёл срыв разряда, но разряд был зажжён вновь, образец повторно введён в струю в том же режиме, на котором произошёл срыв разряда, и эксперимент был продолжен, причём его время было увеличено на время вынужденного перерыва.

Термоизображения образца №30V-sh-7 на 1114-й, 1673-й и 2458-й, последней, секунде секундах испытания в эксперименте 17-285 представлены на рис. 19, из которого видно, что в течение всего испытания распределение температуры по лицевой поверхности образца было недостаточно однородно, что, скорее всего, было обусловлено неточной установкой образца в модель. Область локального перегрева, которая видна на рис. 19, а представляет собой несгоревший фрагмент одного из трёх жгутиков из ваты на основе нитевидных кристаллов карбида кремния, использовавшихся при установке образца в модель. В дальнейшем остатки этого жгутика догорели, и зона локального перегрева исчезла.



Рис. 19. Термоизображения образца №30V-sh-7 на 1114-й (а), 1673-й (б) и 2458-й (в), последней, секунде испытания в эксперименте 17-285. Распределения температуры даны слева направо по горизонтальной линии сканирования (расстояние по горизонтали приведено в пикселях)

На рис. 20 представлены фотографии образца №30V-sh-7 до и после испытания. Как видно из рис. 20, лицевая поверхность до испытания тёмно-серая, разнотонная, на ней видны следы механической обработки, на тыльной поверхности также видны следы механической обработки, используемой при высокотемпературном прессовании.



В

Г

Рис. 20. Фотографии образца №30V-sh-7 до и после испытания: а – лицевая поверхность до испытания; б – тыльная поверхность до испытания; в – лицевая поверхность после испытания; г – тыльная поверхность после испытания

Образец после испытания «прикипел» к державке и поэтому лицевую сторону, покрытую оксидным слоем, сфотографировали до его извлечения из державки. На тыльной стороне образца после испытания сохранились остатки смазки, использовавшейся при горячем прессовании.

# 6. Заключение

На индукционном плазмотроне ВГУ-4 при мощностях ВЧ-генератора по анодному питанию 45 и 64 кВт, расходе газа 3.6 г/с проведены эксперименты по измерению давления торможения в высокоэнтальпийных недорасширенных сверхзвуковых струях воздуха, истекающих из звукового сопла диаметром 50 мм при давлении в барокамере 8.5 гПа.

Измерены тепловые потоки к водоохлаждаемым поверхностям меди в критической точке цилиндрических моделей диаметром 30 мм с плоским торцом, полусферическим носком и полусферическим притуплением с плоским носком диаметром 30 мм. Измерения выполнены вдоль оси высокоэнтальпийных сверхзвуковых недорасширенных струй воздуха, истекающих из водоохлаждаемого конического сопла с диаметром выходного сечения 50 мм при давлении в барокамере 8.5 гПа, мощностях ВЧ-генератора по анодному питанию 45 и 64 кВт, и расходе газа 3.6 г/с. Экспериментальные данные при сравнении с расчетными показали хорошее согласие.

Методом горячего прессования при сравнительно низкой температуре 1700° С изготовлены образцы ультравысокотемпературных керамических материалов HfB<sub>2</sub>-30 об. % SiC, в состав которых входит нанокристаллический карбид кремния с плотностью 7.5±0.5 г/см<sup>3</sup>. Предел прочности при сжатии составляет 284 МПа. Анализ микроструктуры (СЭМ) подтверждает отсутствие включений посторонних фаз (непрореагировавшего SiO<sub>2</sub>).

В дозвуковых и сверхзвуковых потоках диссоциированного воздуха индукционного плазмотрона ВГУ-4 изучено поведение двух изготовленных образцов керамических материалов  $HfB_2$ -30 об. % SiC.

Работа выполнена в рамках Программы фундаментальных исследований Российской академии наук при поддержке гранта РФФИ 17-01-00054 с использованием Суперкомпьютерного комплекса МГУ.

# Литература

- 1. Park C., Nonequilibrium Hypersonic Aerothermodynamics, Wiley, New York, 1990.
- Kolesnikov A.F. The Aerothermodynamic Simulation in Sub- and Supersonic High-Enthalpy Jets: Experiment and Theory. // Proc. 2nd European Symposium on Aerothermodynamics for Space Vehicles. ESA Publication Division, European Space Agency, Noordwijk, The Netherlands. ESA SP-367, 1995. pp. 583–590.
- 3. Колесников А.Ф. Условия моделирования в дозвуковых течениях теплопередачи от высокоэнтальпийного потока к критической точке затупленного тела // Изв. РАН. МЖГ. 1993. № 1. С. 172–180.
- 4. Kolesnikov A.F. The Concept of Local Simulation for Stagnation Point Heat Transfer in Hypersonic Flows: Application and Validation. AIAA Paper 2000-2515, 2000.
- 5. Колесников А.Ф. Условия локального подобия термохимического взаимодействия высокоэнтальпийных потоков газов с неразрушаемой поверхностью // Теплофизика высоких температур. 2014. Т. 52. № 1. С. 118–125.
- 6. Афонина Н.Е., Васильевский С.А., Громов В.Г., Колесников А.Ф., Першин И.С., Сахаров В.И., Якушин М.И. Течение и теплообмен в недорасширенных струях воздуха, истекающих из звукового сопла плазмотрона // Изв. РАН. МЖГ. 2002. № 5. С. 156–168.
- Колесников А.Ф., Гордеев А.Н., Сахаров В.И. Течение и теплообмен в сверхзвуковых струях воздушной плазмы: эксперимент на ВЧ-плазмотроне и численное моделирование. Всероссийская школа-семинар «Аэрофизика и физическая механика классических и квантовых систем». АФМ-2007. Сборник научных трудов. Москва, ИПМех РАН, 2007. С. 23–28.
- 8. Гордеев А.Н., Колесников А.Ф., Сахаров В.И. Течение и теплообмен в недорасширенных струях индукционного плазмотрона // Известия РАН, Механика жидкости и газа. 2011, № 4. Изд-во «Наука». Москва. С. 130–142.
- Колесников А.Ф., Гордеев А.Н., Сахаров В.И. Теплообмен в недорасширенных неравновесных струях углекислого газа: эксперимент на индукционном плазмотроне численное моделирование и экстраполяция на условия входа в атмосферу Mapca//Физико-химическая кинетика в газовой динамике 2014. Т. 15. Вып. 4. http://chemphys.edu.ru/issues/2014-15-4/articles/238/
- 10. Гордеев А.Н., Колесников А.Ф., Сахаров В.И. Течение и теплообмен в недорасширенных неравновесных струях углекислого газа: эксперимент и численное моделирование // Теплофизика высоких температур. 2015, Т. 53, № 2, С. 284–290.
- 11. Сахаров В.И. Численное моделирование термически и химически неравновесных течений и теплообмена в недорасширенных струях индукционного плазмоторона // Известия РАН. Механика жидкости и газа. 2007. № 6. С. 157–168.

- Гордеев А.Н., Колесников А.Ф. Индукционные плазмотроны серии ВГУ. В сб.: Актуальные проблемы механики. Физико-химическая механика жидкостей и газов. М., Наука, 2010. С.151– 177.
- Кузнецов Н.Т., Севастьянов В.Г., Симоненко Е.П., Симоненко Н.П. Способ получения ультравысокотемпературного керамического композита MB2-SiC, где M=Zr, Hf // Патент RU 2618567 от 04.05.2017.
- Simonenko E.P., Simonenko N.P., Papynov E.K., Gridasova E.A., Sevastyanov V.G., Kuznetsov N.T. Production of HfB<sub>2</sub>–SiC (10–65 vol % SiC) Ultra-High-Temperature Ceramics by Hot Pressing of HfB<sub>2</sub>–(SiO<sub>2</sub>–C) Composite Powder Synthesized by the Sol–Gel Method // Russian Journal of Inorganic Chemistry. 2018. v. 63. № 1. Pp. 1–15. DOI: 10.1134/S0036023618010187
- Simonenko E.P., Gordeev A.N., Simonenko N.P., Vasilevskii S.A., Kolesnikov A.F., Papynov E.K., Shichalin O.O., Avramenko V.A., Sevastyanov V.G., Kuznetsov N.T. Behavior of HfB2-SiC (10, 15, and 20 vol %) Ceramic Materials in High-Enthalpy Air Flows // Russian Journal of Inorganic Chemistry. 2016. v. 61. № 10. Pp. 1203–1218. DOI: 10.1134/S003602361610017X
- Sevastyanov V.G., Simonenko E.P., Gordeev A.N., Simonenko N.P., Kolesnikov A.F., Papynov E.K., Shichalin O.O., Avramenko V.A., Kuznetsov N.T. Behavior of a Sample of the Ceramic Material HfB<sub>2</sub>–SiC (45 vol %) in the Flow of Dissociated Air and the Analysis of the Emission Spectrum of the Boundary Layer above Its Surface // Russian Journal of Inorganic Chemistry. 2015. v. 60. № 11. Pp. 1360–1373. DOI: 10.1134/S0036023615110133
- Sevastyanov V.G., Simonenko E.P., Gordeev A.N., Simonenko N.P., Kolesnikov A.F., Papynov E.K., Shichalin O.O., Avramenko V.A., Kuznetsov N.T. HfB<sub>2</sub>-SiC (10–20 vol %) Ceramic Materials: Manufacture and Behavior under Long-Term Exposure to Dissociated Air Streams // Russian Journal of Inorganic Chemistry. 2014. v. 59. № 12. Pp. 1361–1382, DOI: 10.1134/S0036023614120250
- Sevast'yanov V.G., Simonenko E.P., Gordeev A.N., Simonenko N.P., Kolesnikov A.F., Papynov E.K., Shichalin O.O., Avramenko V.A., Kuznetsov N.T. Production of Ultrahigh Temperature Composite Materials HfB2–SiC and the Study of Their Behavior under the Action of a Dissociated Air Flow // Russian Journal of Inorganic Chemistry. 2013. V. 58. № 11. Pp. 1269–1276, DOI: 10.1134/S003602361311017X
- 19. Marschall J., Pejaković D. A., Fahrenholtz W. G., Hilmas G. E., Panerai F., Chazot O. Temperature Jump Phenomenon During Plasmatron Testing of ZrB2-SiC at Ultrahigh-Temperature. // Journal of Thermophysics and Heat Transfer. Vol. 26, No. 4, October–December 2012.
- Sevastyanov V.G., Simonenko E.P., Gordeev A.N., Simonenko N.P., Kolesnikov A.F., Papynov E.K., Shichalin O.O., Avramenko V.A., Kuznetsov N.T. HfB2-SiC (45 vol %) Ceramic Material: Manufacture and Behavior under Long-Term Exposure to Dissociated Air Jet Flow // Russian Journal of Inorganic Chemistry, 2014, Vol. 59, No. 11, pp. 1298–1311, DOI: 10.1134/S0036023614110217

Статья поступила в редакцию 22 февраля 2018 г.

# Приложение

#### Таблица 1

#### Основные технические характеристики ВЧ-плазмотрона ВГУ-4

Мощность по анодному питанию, кВт	12÷85
Частота, МГц	1.76
Давление в барокамере, гПа	$6 \div 1000$
Расход воздуха, г/с	$2\div 6$
Длина разрядного канала, мм	400
Внутренний диаметр разрядного канала, мм	80
Рабочие газы	воздух, воздух, аргон, угле- кислый газ и их смеси
Режимы работы	дозвуковой, сверхзвуковой

#### Таблица 2

Давление торможения (гПа), измеренное трубкой Пито с плоским торцом диаметром 30 мм и приёмным отверстием диаметром 14 мм

<i>Z</i> , мм	N64	N45
20	33.8	29.7
25	32.9	28.8
30	30.9	27.7
40	26.9	24.6
50	23.4	22.4
Экспер.	17÷160	17÷161

#### Таблица 3

Давление торможения (гПа), измеренное трубкой Пито с полусферическим притуплением диаметром 30 мм и приёмными отверстиями диаметром 14 мм и 5 мм

7	Пито 30/14			Пито 30/5					
<b>Z</b> , ММ	N64	N45	N64	N45	N64	N45	N64	N45	N45
20	33.3	29.9	33.2	28.8	32.2	28.1	30.0	24.6	25.4
25	31.5	28.4	31.0	27	30.1	26.7	28.5	23.8	24.3
30	29.15	26.7	28.8	25.4	27.9	25.2	26.8	23.0	23.3
35					25.8	23.8	25.1	22.3	22.5
40	25	23.5	24.9	22.8	24.1	22.6	23.9	21.9	21.9
45					22.9	22.0	23.2	21.9	21.9
50	22.5	21.8	22.8	21.8	22.3	21.8	22.6	21.9	21.9
Экспер.	17÷166	17÷166	17÷271	17÷271	17÷293	17÷293	17÷291	17÷291	17÷292

#### Таблица 4

<i>Z</i> , мм	N64	N45
20	338.7	224.0
25	327.9	218.6
30	317.2	209.7
35	292.1	198.9
40	270.6	184.6
45	241.9	168.4
50	216.8	152.3
Экспер.	17÷289	17÷289

Тепловые потоки (Bт/см<sup>2</sup>) для модели с плоским торцом  $(D=50 \text{ мм}, G=3.6 \text{ г/с}, P_{\infty}=8.5 \text{ гПа})$ 

#### Таблица 5

Тепловые потоки (Вт/см<sup>2</sup>) для модели с полусферическим притуплением (D=50 мм, G=3.6 г/с,  $P_{\infty}=8.5$  гПа)

<i>Z</i> , мм	N64	N64	N45
20	493.2	508.4	342.1
25		478.2	323.2
30	437.9	453.6	308.1
35		419.6	285.4
40	375	389.3	257.0
45		357.2	228.7
50	324.5	334.5	207.9
Экспер.	17÷094	17÷282	17÷282

Таблица б

# Тепловые потоки (Bт/см<sup>2</sup>) для модели с полусферическим притуплением и плоским носком (D=50 мм, G=3.6 г/с, $P_{\infty}$ =8.5 гПа)

<i>Z</i> , мм	N64	N45
20	401.8	256.7
25	385.5	249.4
30	360.1	234.9
35	334.7	222.2
40	305.7	207.7
45	280.3	195.0
50	256.7	184.1
Экспер.	17÷290	17÷290