

Sektor gekorrigiert wird.

Die Umkehrungen werden durch die Spektroskop beobachtet bei den Verbrennungen der Sprengstoffe mit blossen Augen, und bei Verpuffungen der Initialsprengstoffe mit einer Lichtelektrischen Zelle und einer Oscillograph.

Vier Rechnungen für Korrekturen sind folgende:

(1) die effektive Wellenlänge des roten Filters des optische Pyrometer, (2) die Helligkeitsveränderung des Wolframbandes

infolge der Emissivitätsveränderung nach der Wellenlänge, (3) die Absorption der Licht durch ein Fenster des Verbrennungsgefässes, (4) der Helligkeiterniederung nach dem Verluste infolge "Flare" der Linse.

Die Verbrennungsspektren werden in Photo. 1 reproduziert.

Die Schema des Apparat wird in Bild 3 gezeichnet.

Die erhaltene Daten der Flammentemperaturen werden in Tab. 4 gegeben.

## 延時薬に関する研究

### (第1報) 延時薬の燃焼温度測定

(昭和34年9月2日 受理)

中原正二・足田 強

(日本化薬株式会社, 東大総合試験所)

(東京大学総合試験所)

#### I. 緒 言

燃焼温度測定は圧力測定と共に延時薬の燃焼機構を知る上で重要な実験であるが、同時に種々むずかしい問題を含んでいる。われわれは延時薬の燃焼温度-時間曲線を求める方法として白金-白金ロジウム(ロジウム10%)熱電対による測定法を採用し、試料にはわが国で広く使用されている珪素鉄(珪素92%)—鉛丹延時薬を選んでその燃焼温度測定方法を確立すると共に燃焼波面の特徴を求めた。

延時薬柱内部の燃焼過程における過渡的な温度を測定する方法として熱電対は最も適当であるが、一方次の様な制約もある。

(1) 白金-白金ロジウム熱電対の測定可能な温度はせいぜい1,600°Cであるが延時薬の燃焼温度にはそれ以上のものもある。この場合スペクトルによつて測定する方法もあるが、延時薬柱内部と外周部分とでは温度の異なる場合があるので測定には色々注意を要する。

(2) 酸化剤の熱分解などによる気体発生量の多い延時薬では燃焼圧力が大きく、熱電対が切れてしまうので細い熱電対による正確な温度-時間曲線の測定は困難である。

この為、熱電対で測定できない延時薬も少くないが、幸い珪素鉄—鉛丹延時薬は測定可能で、しかもかなり細い熱電対まで使用できた。

#### II. 実験方法

実験装置のブロックダイアグラムを Fig. 1 に示した。図には熱電対は1本しか使用していない様に書いてあるが、実際には直流増幅器が3台あり、同時に3本の熱電対で3点の測定ができるようにした。点火には6V蓄電池を使用し、オートマチック・スイッチによつて行つた。熱起電力の校正は1.5V乾電池と摺動抵抗器により5mV又は10mVを出して増幅器を通してオシログラフに入れた。電圧はミリボルトメーターに切換スイッチでつないで予め読んでおく、図のボルト・メーターは3台の増幅器の増幅率が一致する

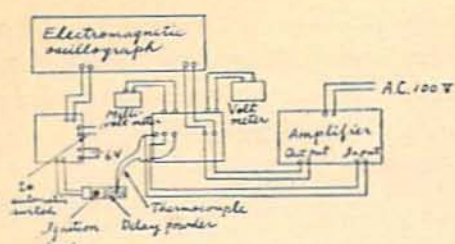


Fig. 1 Diagram of the arrangement used

よう Gain を調節するのに使用した。オシログラフには現象、50サイクル交流、点火信号及び校正電圧を記録したが、現象及び校正電圧にはH型バイプレーターを使用した。

試料延時薬は長さ40mmの平底6号鋼管体に直接充填し80kg (305kg/cm<sup>2</sup>)で加圧して薬高10mmにした。熱電対は管体の底から5mmの位置に小孔を開けて挿入し、接点を中心軸に来る様にした。熱電対挿入後もう一度80kgで加圧しているため熱電対の周囲は所定の装填比重になっている。

使用した注薬鉄は日本カーリット製品で自動粒度測定器(島津製品)によるメジアン粒径鉛4.8 $\mu$ 、鉛丹は試薬一級品で5.0 $\mu$ であった。

### III. 実験結果

#### 3-1 熱電対の径及びコーティングの影響

注薬鉄-鉛丹(50/50)延時薬について熱電対の径を120 $\mu$ から20 $\mu$ まで変化させ、熱電対には弗化カルシウム又は絶縁塗料をコーティングして最終温度及び温度上昇開始から最終温度になる迄の時間(ここでは温度上昇期間という)がどう変わるか試験した。

Table 1 に5~6回の実験の平均値を示した。

Table 1 Influence of diameter and coating materials of thermocouples on temperature profiles of FeSi-Pb<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (50/50) delay powder.

Diameter of thermocouples	Coating materials	Final temperature	Temperature-rising periods
120 $\mu$	CaF <sub>2</sub>	1,185°C	235ms
120	Insulating paint	1,130	262
80	CaF <sub>2</sub>	1,090	128
80	Insulating paint	1,170	227
30	CaF <sub>2</sub>	1,140	85
30	Insulating paint	1,190	127
20	CaF <sub>2</sub>	1,170	77

Table 1 からわかる様に温度上昇期間は熱電対の径が細くなるほど短くなり、弗化カルシウムの場合に

ついて径を零まで外挿したときの温度上昇期間は74msとなる。コーティングは絶縁塗料の方が弗化カルシウムより温度上昇期間が長くなったが、前者の場合どうしても熱電対の周囲に厚く塗布されるのに対して後者では殆んど径を増さないで、このような差が出たのであろう。両材料とも触媒作用による温度-時間曲線の異常は認められなかった。最終温度は熱電対の径及びコーティングの如何にかかわらずほぼ一定で平均1,170°Cを示した。これは最終温度に達してから当分その温度が持続するためであろう。

以後の実験では熱電対の径30 $\mu$ 、弗化カルシウム・コーティングのものを使用した。なお測定値のパラッキの一例をFig. 2に示した。他の実験のパラッキもこれと大同小異である。Fig. 2の時間座標は各測定における最終温度の1/2の温度に対応する時間を零とした。

#### 3-2 延時薬端面からの距離による温度-時間曲線の変化

熱電対挿入部の延時薬点火側端面からの距離を色々に変えて温度時間曲線を求めどの位の距離から定常波面が得られるか注薬鉄-鉛丹(50/50)について調べた。5~6回の実験からHill<sup>1)</sup>の行った方法により平均の温度時間曲線を求めたのがFig. 3である。Fig. 3では点火のスイッチ・インを時間座標の零とした。これから次の結論を得る。

2mm位からS字型曲線になり、最終温度も一定値に達する。端面から1mm位の厚さが殆んど同時に着火する。端面は800°C位まで温度が上昇するがその後急速に冷却してゆく。これは熱電対接点の半分が空間部分に露出しているからであろう。(或は延時薬から僅かに離れたかも知れない。)この延時薬では5mmの位置で測定すれば十分定常波面が得られる。

#### 3-3 管壁から1mmの場所の温度-時間曲線

これまでではすべて中心軸に熱電対の接点を置いて温度測定を行つたが、管壁附近では熱損失の影響で温度時間曲線が変つてくることが予想されるので接点を管

Table 2 Effect of Measuring positions of thermocouples in FeSi-P<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (50/50) on measured data.

Position of the junction.	Final temperature	Temperature-rising period	Time between ignition and beginning of temperature-rise
1mm. inner from the wall	1,210°C	75ms	114ms
centre of the powder core.	1,170	74	58

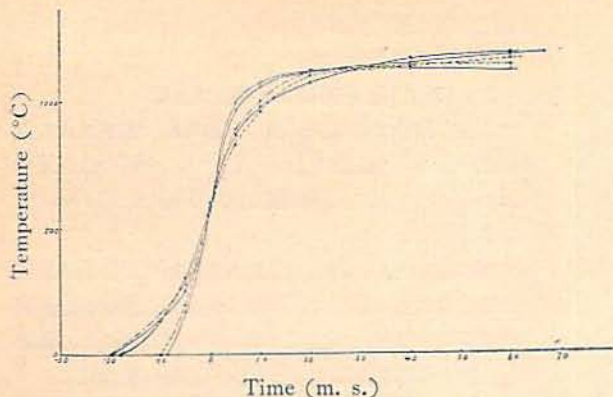


Fig. 2 Observed temperature profiles of FeSi-Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (50/50) delay powder, as an example of the dispersion of data.

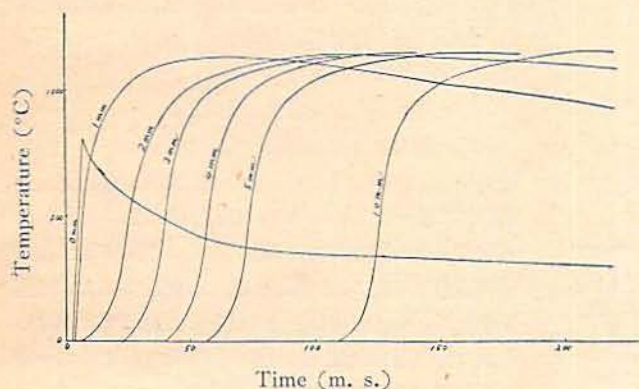


Fig. 3 Effect of the position of thermocouple junction in FeSi-Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (50/50) delay powder on the temperature profile.

壁から 1mm の場所に置いて珪素鉄—鉛丹 (50/50) について測定した。結果は中心軸に接点を置いた場合と比較して Table 2 に示した。

最終温度及び温度上昇期間では両者に差がないが、点火から温度上昇開始迄の時間には差があり波面が凸形であることを示している。従つてこの延時薬では温度—時間曲線の形状は熱電対接点の位置が中心から多少ずれても一定であるが、燃焼秒時の測定にこの方法を用いることは出来ない。又前項では一次元的に燃焼波をとらえてその定常、非定常を論じたが、実際には三次元的に考えなくてはならない。それには端面及び管壁からの距離を色々に変えて測定すれば最も直接的であるが、非常に手間がかかるので写真機による撮影又は秒時測定による方がよ

い。

### 3・4 装填圧力の影響

装填圧力を 20kg(76kg/cm<sup>2</sup>)~262.6kg(1,000kg/cm<sup>2</sup>) に変えて温度測定を行なつたが、Fig. 4 のように圧力が上がるほど温度が低くなつた。燃焼伝播速度は装填圧力が高くなるほど遅くなる事が知られているが、温度にも同じ傾向がみられる。

### 3・5 還元剤の粒度の影響

燃焼伝播速度は酸化剤の粒度によつて殆んど変わらないが、還元剤の粒度が細くなるほど速くなる事が知られている。燃焼温度がこの場合どうなるか実験した。使用した珪素鉄は同一ロットの試料を風篩によつて分けたものであるが、その粒度を自働粒度測定器で測定し、Fig. 5 に図示した。そのメジアン粒度及び恒圧通気式粉体比表面積測定装置(島津製品)による平均粒度は次の通りである。

	自働粒度測定器によるメジアン粒度	恒圧通気式粉体比表面積測定装置による平均粒度
珪素鉄 No. 1	4.6 μ	2.78 μ
No. 2	4.0	1.80
No. 3	3.64	1.54
No. 4	3.58	1.30
鉛丹	5.6	2.91

温度測定結果は Fig. 6 の通りで還元剤の粒度が細

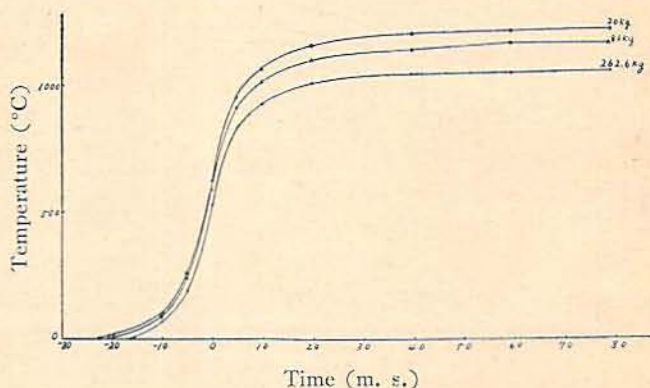


Fig. 4 The relation between roading pressure and temperature profile in FeSi-Pb<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (50/50) delay powder.

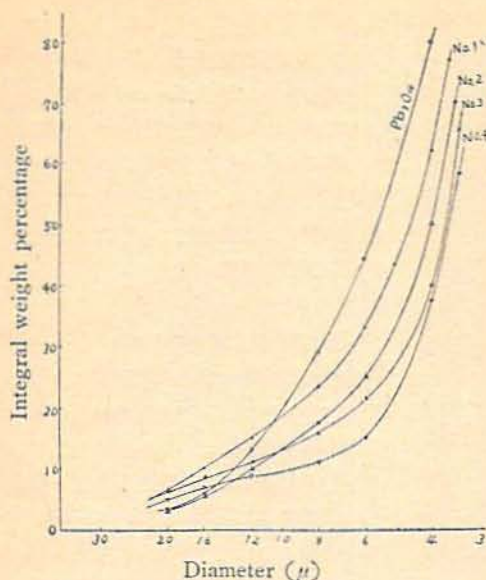


Fig. 5 Particle size distribution of ferrosilicons and red lead.

Table 3 Temperature profiles of  $\text{FeSi-Pb}_2\text{O}_4$  delay powders and the burning velocities.

Composition		Final temperature °C	Temperature-rising periods ms	Distance for temperature-rise mm	Burning Velocity cm/sec
Ferrosilicon %	Red lead %				
30	70	1,560	18	5.2	23.6
40	60	1,320	25	5.0	20.0
50	50	1,170	74	7.9	10.7
60	40	730	230	7.6	3.3

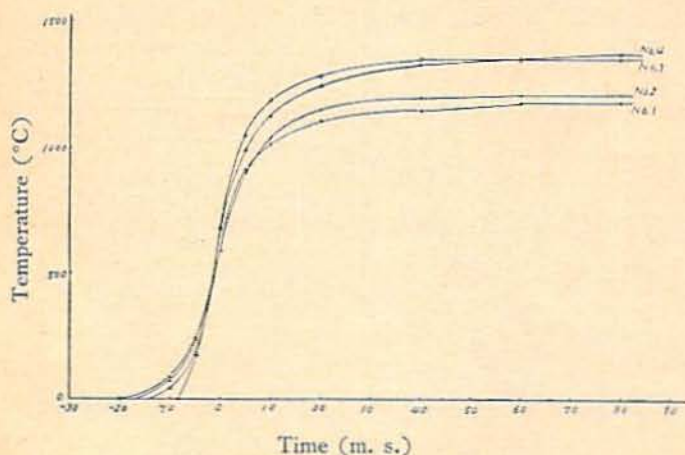


Fig. 6 The relation between particle size of ferrosilicon and temperature profile of the  $\text{FeSi-Pb}_2\text{O}_4$  (50/50) delay powders.

かくなる程最終温度は高くなる。しかも粒度に対して非常に敏感に変化する。

### 3.6 珪素鉄鉛丹系延時薬の燃焼温度

以上の実験で珪素鉄—鉛丹系延時薬の燃焼波面の特徴がわかり、測定法もわかつたのでこの系の他の配合比のものについて同様に温度測定を行ない Table 3 にまとめた。

表の温度上昇距離とは温度上昇開始点から最終温度に達した点迄の距離で、温度上昇期間と燃焼伝播速度（遅発電気雷管に組立ててオシログラフにより測定した）とから計算した。温度上昇距離は配合比によってあまり異ならず何れも数mmである。

## IV. 考 察

かくして珪素鉄—鉛丹系延時薬の燃焼温度が測定され、燃焼波面の特徴がわかつたが、尚次の事項が問題点として残っている。

- (1) 延時薬の燃焼温度とは何か。
- (2) 熱電対は何を測定しているのか。

延時薬空隙中の気体、成分中の酸化剤及び還元剤は最終的には同一温度になるが、温度上昇期間中にはそれぞれの温度は異なっている筈である。次報で示す様に延時薬燃焼の際には気体が発生し燃焼圧力によつて流動するが、発生気体は前方に流動して粒子を加熱すると共に燃焼帯では還元剤粒子から加熱されるので一番温度勾配がゆるやかである。還元剤はその表面層で激しい発熱反応が行われるので一番勾配が急である。熱電対は直径30μのものを主として使用したが、成分粒子の粒径は平均4~6μで空隙率は40数%であるから熱

電対の接点は何の影響を最もよく受けるかによつて温度時間曲線の形状は異なつて来るわけである。従つて Fig. 1 に示した温度—時間曲線におけるバラツキと一見みられるものは単なるバラツキの外に延時薬の燃焼温度におけるもつと本質的なものを示している様にも思える。L. Green 等<sup>2)</sup>はロケット燃焼の際の硝安と樹脂の温度が異なることを実験的に示しているが、延時薬についてこれを求めることが今後の課題である。

一方熱電対接点における熱起電力は周囲からの熱伝達によるものであるから、動的温度測定の場合には特

に問題が多い。熱電対の熱容量、熱伝達速度、表面における接触反応による温度上昇、輻射の影響、気体の流速の速い場合の運動エネルギーの影響等種々の因子の影響については従来の成書に論じられているが、そのうちには未だ量的に明確になつていないものもある。温度上昇期間の正確な値は従つて熱電対の径を零迄外挿することによつて近似する以外に現在のところ手がないが、温度-時間曲線の形状はS字型で最初の温度上昇は比較的急で最終温度附近でゆるやかになり、最終温度に達してからは当分の温度が続くという大体結得のゆく形状である。又最終温度は熱電対の径及びコーティングの如何に拘らずほぼ一定であることから考えてこれは正確に測定されていると云つてよいであらう。

V. 総 括

珪素鉄-鉛丹系延時薬の燃焼温度を測定し次の結果を得た。

- (1) 熱電対の径及びコーティングによつて温度上昇期間は変るが、最終温度は変らない。
- (2) 延時薬点火側端面から1mm位の厚さが点火玉により殆んど同時に着火し、中心軸では2mm乃至

3mm位から定常波面になる。

- (3) 管壁から1mmの場所でも中心軸と同じ最終温度及び温度上昇期間を示すが、点火から温度上昇開始までの時間には差があり、波面が凸形であることを示している。
- (4) 装填圧力が高くなる程最終温度は低くなる。
- (5) 還元剤の粒度が細くなる程最終温度は高くなる。
- (9) 珪素鉄鉛丹系延時薬の温度上昇開始点から最終温度に達した点迄の距離は配合比によつてあまり変りなく、何れも数mmである。
- (7) 延時薬の各成分及び空隙中の気体は温度上昇期間中それぞれ温度が異なつており、異なつた温度時間曲線を描く筈であるから、これを区別して測定することが今後の課題である。

文 献

- 1) R. A. W. Hill: Proc. Roy. Soc. A 226 455 (1954).
- 2) R. Schultz, L. Green, & S. S. Penner: "Combustion and Propulsion Third AGARD Colloquium" Pergamon Press. (1958) p. 367.

Studies on Delay Powders (I)

Measurements of Combustion Temperatures of Delay Powders.

Shoji Nakahara and Tsutomu Hikita

A delay powder consisting of a mixture of ferrosilicon and red lead(minium) was charged in a copper capsule under pressure and its temprature profile in the combustion process was measured with thermocouples of platinum and platinum-rhodium embeded in the delay powder as functions of loading density and the particle size of ferrosilicon. Here the effect of coating materials for the thermocouples on the measurements was also

examined. Nearly one millimeter thickness of the surface layer of delay powder seems to inflame almost simultaneously after receiving the flame of ignition head, then combustion wave becomes steady in the depth of about two millimeter from the surface. The measurements show also that the combustion wave front is convex and that the lower the loading pressure, the higher the combustion temperatures become.