

ELISABETH BEMM, JOHN DE FLON, MARTIN JOHANSSON,  
ÅKE PETTERSSON, MARITA WANHATALO, NIKLAS WINGBORG



FOI är en huvudsakligen uppdragsfinansierad myndighet under Försvarsdepartementet. Kärnverksamheten är forskning, metod- och teknikutveckling till nytta för försvar och säkerhet. Organisationen har cirka 1000 anställda varav ungefär 800 är forskare. Detta gör organisationen till Sveriges största forskningsinstitut. FOI ger kunderna tillgång till ledande expertis inom ett stort antal tillämpningsområden såsom säkerhetspolitiska studier och analyser inom försvar och säkerhet, bedömning av olika typer av hot, system för ledning och hantering av kriser, skydd mot och hantering av farliga ämnen, IT-säkerhet och nya sensorers möjligheter.

Elisabeth Bemm, John de Flon,  
Martin Johansson, Åke Pettersson,  
Marita Wanhatalo, Niklas Wingborg

# Formulering av raketkrut och framställning av aktiverat aluminium - slutrapport

Rapportnr/Report no	FOI-R--2331--SE
Rapporttyp Report Type	Teknisk rapport Technical report
Utgivningsår/Year	2007
Antal sidor/Pages	16 p
ISSN	ISSN 1650-1942
Kund/Customer	FMV
Forskningsområde Programme area	5. Bekämpning och skydd 5. Strike and Protection
Delområde Subcategory	51 VVS med styrda vapen 51 Weapons and Protection
Projektnr/Project no	E26121
Godkänd av/Approved by	Carina Eldsäter

Totalförsvarets Forskningsinstitut FOI  
Avdelningen för Försvars- och säkerhetssystem  
Grindsjöns forskningscentrum  
147 25 Tumba

## Innehållsförteckning

Sammanfattning	4
Summary	5
1 Inledning	7
2 Material	8
3 Framställning och analys av aktiverat aluminium	9
3.1 Uppskalning av metod för aktivering av aluminium	9
3.2 Framställning av aktiverat aluminium	10
3.3 Analys av aktiverat aluminium	11
4 Formulering och tillverkning av AP/HTPB/Al-krut	12
4.1 Formulering	12
4.2 Tillverkning av strängförbränningsstavar och krutmotorer	13
5 Slutsatser	15
6 Referenser	16

## Sammanfattning

Det är vanligt att aluminium tillsätts raketkrut för att ge en ökad specifik impuls. Vanligt aluminium har dock ett ytskikt av aluminiumoxid, vilket leder till ofullständig omsättning vid förbränning. FOI har därför utvecklat en metod där ytan på aluminiumpartiklarna modifieras för att få en effektivare förbränning. Förhoppningen är att raketkrut med aktiverat aluminium skall erhålla en högre specifik impuls än krut med vanligt aluminium. Man har tidigare sett att man erhåller en högre brinnhastighet hos raketkrut som innehåller aktiverat aluminium.

Rapporten beskriver arbetet med att framställa och analysera aktiverat aluminium samt den nyutvecklade utrustningen för uppskalning av aktiverat aluminium. Det ges också en beskrivning av arbetet med att ta fram en gjutbar formulering av ammoniumperklorat, polybutadien och vanligt/aktiverat aluminium samt tillverkning av strängförbränningsstavar och isolerade krutladdningar till motor 3 av dessa formuleringar.

I ett senare skede skall strängförbränningsstavar och krutmotorer brännas för att kunna studera effekten av att använda aktiverat aluminium i krut.

Nyckelord: Raketkrut, aktiverat aluminium, ammoniumperklorat

## Summary

Aluminium is often added in rocket propellants to get an increased specific impulse. Common aluminium powder has however a surface layer of aluminium oxide, which results in incomplete combustion. FOI has therefore developed a method where the surface of the aluminium particles is modified to get a more effective combustion. The aim is to achieve a higher specific impulse when using activated aluminium than using common aluminium powder in rocket propellants. Preliminary studies have shown that by using activated aluminium the burning rate for rocket propellants is increased.

A new equipment for up-scaling of the activation process as well as production and analysis of activated aluminium is described in the report. A description of the work related to formulation of a castable blend of ammonium perchlorate, poly butadiene and common/activated aluminium is also given. Rocket motors and strands for Crawford Bomb have been manufactured and will be analysed later on.

Keyword: Rocket propellant, activated aluminium, ammonium perchlorate



# 1 Inledning

För att åstadkomma en ökad specifik impuls är det vanligt att tillsätta aluminiumpulver i raketkrut. Ett problem är dock att allt aluminiumpulver inte hinner förbrännas i motorns brännkammare, utan kastas ut oförbränt genom dysan. Det är därför önskvärt att öka reaktiviteten på Al-pulvret för att erhålla en högre förbränningsverkningsgrad och därmed en högre specifik impuls.

Det är sedan tidigare känt att fluor, eller fluorinnehållande föreningar, kan öka reaktiviteten av blandningar med aluminiumpulver. Blandningar av teflon och aluminiumpulver brinner t ex intensivt. Även mekaniska blandningar av aluminiumpulver och kryolit brinner på liknande sätt. Vid FOI har metoder tidigare utvecklats för att belägga aluminiumpulver med olika fluor/metall/aluminiumföreningar. Aluminiumpulver med en sådan ytbeläggning benämns *aktiverat aluminium*, och metoden för att bereda sådant pulver för *aktivering*. Aktiverat aluminium antänds lättare och brinner betydligt häftigare än vanligt aluminium.

En tidigare studie vid FOI har visat att brinnhastigheten för AP/Al/HTPB-krut ökar med upp till 25 % om aluminiumet aktiverats [1]. För att studera hur den specifika impulsen påverkas av aktiveringen, krävs raketmotorbränningar. Raketmotorladdningar kunde dock inte tillverkas i ovan nämnda studie eftersom formuleringen inte var möjlig att gjuta på grund av för hög viskositet.

Syftet med detta projekt är därför att utveckla en gjutbar formulering baserad på AP/Al/HTPB med en hög halt av aluminium (18 %) samt att tillverka strängförbränningsstavar och krutladdningar med både vanligt aluminium och aktiverat aluminium. I ett senare skede skall dessa brännas och effekten av att använda aktiverat aluminiumpulver utvärderas.



## 2 Material

För formuleringsarbetet användes material som finns redovisat i Tabell 1 nedan.

**Tabell 1.** Material som använts vid formuleringsarbetet.

Material	Beskrivning	Tillverkare
Aluminiumpulver	A-100	Carlfors bruk, Sverige
Ammoniumperklorat	Turgi (d(0.5) =160µm), Partinr. 075127	Frankrike
Ammoniumperklorat	Trona (d(0.5) = 40µm) Partinr. 5491, (Bearb. till ca d(0.5) = 3.8µm)	Kerr-McGee Chemical Corp., USA
Järnoxid (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	Partinr. 912246A	Fisher Chemical, USA.
Hydroxylterminerad polybutadien (HTPB)	R45-HT, Partinr. M080829/0512,	Chematex AB, Sverige
2,2'-metylenbis(4-metyl-6- tertiär-butylfenol) (BKF)		Bayer AG, Tyskland
Isophorone diisocyanat (IPDI)		Bayer Material Science, Tyskland
Aerosil 200		Degussa AG, Tyskland
Dimeryl diisocyanat (DDI 1410)		Henkel Kemi, Sverige
Desmodur RE (lösning av trifenylmetan-4,4', 4''- triisocyanat i etylacetat)		Bayer Material Science, Tyskland
Kimrök		Severn Valley Chemical Industries LTD Bristol England

### 3 Framställning och analys av aktiverat aluminium

#### 3.1 Uppskalning av metod för aktivering av aluminium

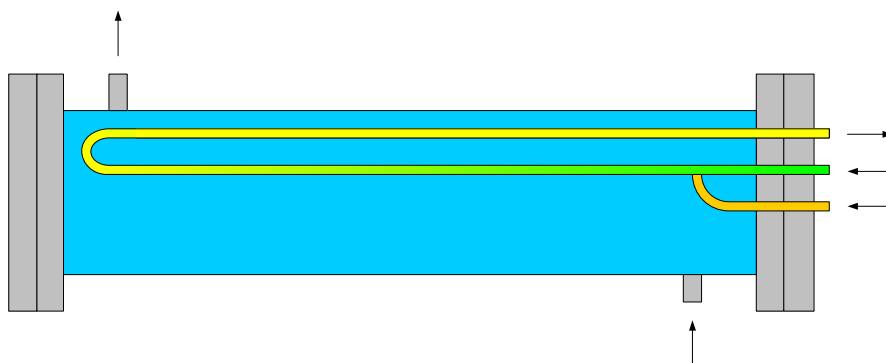
Aktivering av aluminium är en snabb och kraftigt exoterm reaktion. Vid höga temperaturer faller dock de föreningar som bildats vid aktiveringen på ytan ut i lösningen igen. En effektiv kylning av processen är därför mycket viktig.



*Figur 1. Tubreaktor för aktivering av aluminium.*

Vid försök att aktivera 1 kg aluminium i vanlig batchreaktor, har en ojämn kvalitet på den aktiverade produkten erhållits. Reaktorns kylkapacitet räckte i detta fall inte till för att hålla en tillräckligt låg temperatur vid den höga värmeutvecklingen under processen. Vid användning av en tubreaktor kan en effektivare kylning erhållas samtidigt som mängden reaktionslösningar och tillsatser enkelt kan varieras. En utrustning med tubreaktor har därför utvecklats för att erhålla en jämnare kvalitet på de aktiverade aluminiumpartiklarna (se Figur 1).

Röret där reaktionen sker är modifierat så att strömningen skall bli turbulent och därmed leda till en ökad omblandning. Omblandningen påverkar reaktionshastigheten eftersom antalet kollisioner mellan olika reaktanter per tidsenhet ökas och därmed också sannolikheten för att en kemisk reaktion skall ske. En schematisk bild över hur reaktorn fungerar kan ses i Figur 2.



Figur 2. Schematisk bild av tubreaktor för aktivering av aluminium.

### 3.2 Framställning av aktiverat aluminium

Aluminiumpulver av sorten A-100, med en partikelstorlek på ca 38  $\mu\text{m}$ , har använts eftersom detta material är billigt och har en hög halt av metalliskt aluminium (ca 99 %, se Tabell 6).

Två olika metoder för att aktivera aluminium har utvecklats vid FOI som benämns Hahmas och Gohs metoder. Dessa metoder är väl beskrivna i referens [2-4] och beskrivs därför inte ytterligare här. Vid framställningen av det aktiverade aluminiumet som använts vid formulering av raketkrut har tubreaktorn som beskrivs i avsnitt 3.1 använts. Tre olika batcher framställdes enligt Gohs metod. Ungefär två kilo aktiverat aluminium kunde erhållas vid varje batch. En batch framställdes även enligt Hahmas metod men kvalitén på den erhållna produkten blev dålig och användes därför inte vidare.

### 3.3 Analys av aktiverat aluminium

Mängden metalliskt aluminium i aluminiumpulver typ A-100 och aktiverat aluminium har analyserats med en metod som närmare beskrivs i Bilaga A i referens [2].

Termogravimetrisk analys (TGA) utfördes med en Mettler TGA 850. Analyserna utfördes i syrgas med en uppvärmningshastighet på 20 °C/minut från 100 till 1100 °C. Alla prover hade en vikt på nära 10 mg (9-11 mg) för att minska inverkan av provstorleken på analysresultatet. Viktökningen har registrerats som funktion av tid/temperatur och provvikten vid begynnelsestemperaturen har definierats som 100 %. Fullständig teoretisk oxidation av allt Al till Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ger en slutvikt på 189 %. Den temperatur där provvikten har ökat till 105 % har valts som definition på när oxidationen av aluminiumet startar. En låg temperatur antas vara en indikation på hög reaktivitet hos det aktiverade aluminiumpulvret.

I tabell 2 ges analysresultat från de tre batcherna av aktiverat aluminium samt av obehandlat aluminiumpulver av typen A-100 som referens. Det aktiverade aluminiumet från batch 1 var av ojämn kvalitet och analyserades därför inte vidare. Aluminiumhalten ökade från 81 till 86 % mellan batch 2 och batch 3.

**Tabell 2.** Analysresultat från tre olika batcher av aktiverat aluminium samt vanligt aluminiumpulver (A-100) som referens. Alla batcher av aktiverat aluminium är tillverkade enligt Gohs metod.

Batchnummer	% Al	Temperatur vid 105 % viktsökning (°C)
A-100	99	1030
1	-	600
2	81	620
3	86	420

Endast aluminiumpulver från batch 3 användes för vidare tillverkning av strängförbränningsstavar och krutmotorer eftersom aluminiumhalten där var högst.

## 4 Formulering och tillverkning av AP/HTPB/Al-krut

Två gjutbara formuleringar av ammoniumperklorat (AP), hydroxylterminerad polybutadien (HTPB) och aluminium har tagits fram. I den ena har aluminium av typen A-100 använts medan aktiverat aluminium från batch 3 använts i den andra. Av dessa formuleringar har ett antal strängförbränningsstavar samt laddningar till FOI standard provraketmotorer av typ 3 (motor 3 eller M3) tillverkats.

### 4.1 Formulering

Sammansättningen av formuleringen som använts vid tillverkningen av strängförbränningsstavarna och krutmotorerna ges i tabell 3.

Tabell 3. *Sammansättning för formulering.*

Komponent	Vikt %
AP (Turgi, 160 $\mu\text{m}$ )	50,6
AP (Trona, 4 $\mu\text{m}$ )	16,9
Al	18
$\text{Fe}_2\text{O}_3$	0,5
HTPB	12,6
BKF	0,3
IPDI	1,1

I formuleringarna har två olika partikelstorlekar på AP använts, AP (Turgi,  $d(0,5) = 160 \mu\text{m}$ ) och riven AP (Trona  $d(0,5) = 3,8 \mu\text{m}$ ). Vid tidigare försök att formulera AP/Al/HTPB-krut [1] användes bimodal AP med partikelstorlekarna 160  $\mu\text{m}$  respektive 40  $\mu\text{m}$ . Detta gav en formulering som inte var gjutbar. Eftersom även Al A-100 har en partikelstorlek på ca 40  $\mu\text{m}$ , kan svårigheten att erhålla en gjutbar formulering ha berott på att partikelstorlekar med alltför likartad storlek användes. Genom att ersätta AP fraktionen med partikelstorleken  $d(0,5) = 40 \mu\text{m}$  med 4  $\mu\text{m}$  erhöles en bättre spridning mellan olika partikelstorlekar och därmed blev formuleringen gjutbar.

## 4.2 Tillverkning av strängförbränningsstavar och krutmotorer

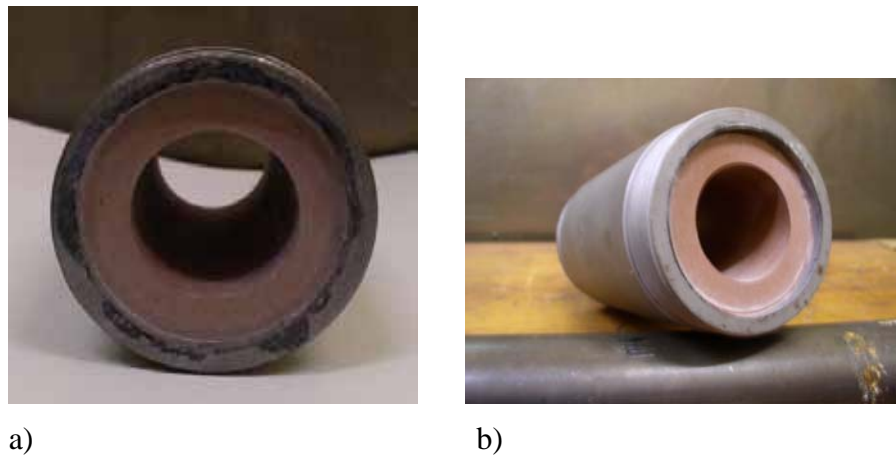
För tillverkning av gjutmassa till strängförbränningsstavar användes en FEMIX-blandare (200 g gjutmassa) medan gjutmassan för krutmotorerna tillverkades i en BQ 5 blandare (4,5 kg gjutmassa). Gjutmassan till strängförbränningsstavarna överfördes till teflonformar där massan fick härda. Strängförbränningsstavar skars sedan till från de härdade krutplattorna.

För tillverkning av krutmotorerna användes gjutformar till M3 (ytterdiameter 92 mm, innerdiameter 72 mm och längd 150 mm). Insidan av gjutformarna blåstrades först och täcktes sedan av ett tunt lager med Desmodur RE samt belades med ett lager av isolering som härdades i två dygn vid 70°C. En cylindrisk gjutkärna med diametern 46 mm monterades i gjutformarna. Sammansättningen av isoleringen ges i tabell 4.

Tabell 4. *Sammansättning av isolering.*

Komponent	Vikt %
HTPB	56,7
BKF	1,2
DDI	17,7
Kimrök	22,2
Aerosil 200	2,2

Gjutmassan till krutmotorerna trycktes upp i gjutformarna (M3) med hjälp av ett tryckluftsdrevet upptryckningsrör. Motorerna härdades sedan under 7 dygn vid 50-65 °C. Efter härdningen togs gjutkärnan bort och ändarna på laddningarna svarvades ned 5 mm från kanten (se Figur 3).



**Figur 3. Motorhylsa innehållande HTPB/AP/Al-krut efter att formuleringen härdat, kärnan tagits bort och ändytan svarvats ned. I a) har vanligt aluminium använts medan aktiverat aluminium har använts i b).**

En mera detaljerad beskrivning av tillverkningen av strängförbränningsstavar och krutmotorer ges i referens [2].

## 5 Slutsatser

En ny utrustning med tubreaktor har konstruerats för att åstadkomma en aktiveringsprocess som ger jämnare kvalitet på det aktiverade aluminiumpulvret. Det är framförallt en effektivare kylning som förväntas ge en förbättrad produkt. Utrustningen har testats och tre olika batcher av aktiverat aluminium har tillverkats enligt Gohs metod. Metallhalt och teoretisk reaktivitet har analyserats för dessa batcher. Metallhalten visade sig inte ha ökat för dessa batcher jämfört med batcher tillverkade enligt tidigare framställningsmetoder utan tubreaktor. Processen har dock ännu inte optimerats och metallhalten kommer sannolikt att öka ytterligare vid en optimering.

Två gjutbara formuleringar av AP/Al/HTPB har tagits fram. I den ena har aluminium av typen A-100 använts medan aktiverat aluminium från batch 3 använts i den andra. En fyllnadsgrad av AP, Al och  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  på 86 % kunde uppnås. Gjutmassan var mjuk och lättrinnande. Ett antal strängförbränningsstavar och fyra krutmotorer tillverkades av vardera formulering.

I ett senare skede kommer strängförbränningsstavarna och krutmotorerna att brännas. Effekten av att använda aktiverat aluminium i krut kan då studeras genom att jämföra resultaten från bränningar med krut som innehåller vanligt aluminium respektive aktiverat aluminium. Eftersom aktiveringsprocessen ännu inte är optimerad, kommer det dock inte gå att utvärdera vad den exakta effekten på impuls och brinnegenskaper skulle kunna bli då aktiverat aluminium med maximal aluminiumhalt används.



## 6 Referenser

1. Wanhatalo M., Pettersson Å., Wingborg N., *Solid Propellants Containing Activated Aluminium*, FOI-R--1926--SE, Technical Report, **2006**.
2. Bemm E., Johansson M., Pettersson Å., Wanhatalo M., Wingborg N., *Formulering av raketkrut och framställning av aktiverat aluminium*, FOI-RH--0634--SE, Teknisk rapport, **2007**.
3. Svenskt patent nr. 0203520-2, publ.nr. 524253.
4. A. Hahma, A. Gany, K. Palovuori, Comb. Flame 145 **2006** 464-480.