

ALMA MATER STUDIORUM - UNIVERSITÁ DI BOLOGNA
SECONDA FACOLTÁ DI INGEGNERIA
CON SEDE A CESENA

CORSO DI LAUREA
IN INGEGNERIA AEROSPAZIALE
Classe 10

Sede di Forlí

TESI DI LAUREA IN
Propulsione Aerospaziale L:
**Analisi di campioni inerti di propellente solido
mediante microtomografia ad X**

CANDIDATO
Mattia Straccia

RELATORE
Prof. Fabrizio Ponti
CORRELATORE
Ing. Roberto Bertacin

Anno Accademico 2011/2012
Sessione III

INDICE

1. <i>Introduzione</i>	9
2. <i>Motori a propellente solido</i>	11
2.1 <i>Compenenti principali</i>	11
2.1.1 <i>Case</i>	12
2.1.2 <i>Ugello</i>	13
2.1.3 <i>Ignitore</i>	13
2.1.4 <i>Grano</i>	14
2.2 <i>Metodologie di Produzione</i>	21
2.3 <i>Problematiche legate alla lavorazione del propellente</i>	23
2.4 <i>Migrazione e segregazione delle particelle in sospensione all'interno del fluido viscoelastico</i>	25
2.4.1 <i>Forze agenti sulle particelle in sospensione.</i>	26
2.4.2 <i>Moto di Poiseuille e migrazione delle particelle.</i>	26
2.4.3 <i>Stratificazione e segregazione delle particelle in flussi polimodali</i>	29
2.5 <i>Burning Rate</i>	32
3. <i>Microtomografie e Trasformata di Radon</i>	35
3.1 <i>Tomografia</i>	35
3.2 <i>Trasformata di Radon</i>	36
4. <i>Implementazione programma di analisi microtomografie</i>	39
4.1 <i>Microtomografie</i>	39
4.2 <i>Algoritmo di studio</i>	41
4.3 <i>Interfaccia Programma di Analisi</i>	45
5. <i>Risultati e Conclusioni</i>	49
5.1 <i>Determinazione parametri di studio</i>	49
5.2 <i>Risultati nel 2D</i>	55
5.3 <i>Risultati nel 3D</i>	59
5.3.1 <i>Dati volumetrici</i>	59
5.3.2 <i>Orientazione particelle</i>	62

5.4 Conclusioni	65
<i>Appendice</i>	69

ELENCO DELLE FIGURE

1.1	Space Shuttle allo sgancio dei booster laterale	9
2.1	Semplice modello di un razzo a solido	11
2.2	Involucro esterno razzo,[1]	13
2.3	Sezione ugello di scarico,[1]	13
2.4	Ignitore,[1]	14
2.5	Varie configurazioni del grano e relativa spinta	15
2.6	Rappresentazione composizioni propellente:	17
2.7	Varie configurazioni del grano	21
2.8	Simulazione computerizzata del colaggio,[2]	22
2.9	Sistema di colaggio a 3 bocche a 120 gradi [8]	23
2.10	Illustrazione dell'avanzamento dei fronti di colata, [8]	24
2.11	Curve di flusso per i vari tipi di fluidi	26
2.12	Traiettorie particelle:	27
2.13	Distribuzione particelle:	28
2.14	Distribuzione particelle:	28
2.15	In figura vediamo confrontati le immagini della disposizione delle particelle lungo la colata[7]	30
2.16	In figura vediamo confrontati le immagini della disposizione delle particelle,[2]	31
2.17	Variazione dei valori di rateo di combustione in base al rapporto tra particelle grossolane e fini di ossidante,[1]	34
3.1	immagine di un macchinario per tomografie computerizzata.	35
4.1	Due delle microtomografie analizzate	40
4.2	Immagine binaria a contrasti diversi	46
4.3	Determinazione orientazione particelle	46
4.4	Immagine trattato con fill	46
4.5	Dilata-Erodi	47
4.6	GUI1	47
4.7	GUI2	48
5.1	Confronto immagini tra frame incompleti e completi	49

5.2	Variazione dei risultati al variare dei parametri di studio	50
5.3	Collocazione ROI di studio	51
5.4	Confronto tra dati ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi all'interfaccia	51
5.5	Confronto tra dati ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi al centro	52
5.6	Confronto tra i dati delle aree ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi all'interfaccia	52
5.7	Confronto tra dati delle aree ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi al centro	53
5.8	Confronto delle grandezze caratteristiche tra i due campioni	56
5.9	Orientazione particelle nei due campioni	57
5.10	Plottaggio volume di ogni particella dell'interfaccia (rosse) e del centro(blu)	60
5.11	Distribuzione dei diametri lungo le particelle nei due campioni	60
5.12	Distribuzione percentuale del volume lungo i diversi diametri delle particelle	61
5.13	Distribuzione percentuale del volume lungo diversi i diametri delle particelle attraverso interpolazione Gaussiana	61
5.14	Orientazione spaziale particelle	63
5.15	Rappresentazione 3D dell'orientazione delle particelle nel piano XY	64
5.16	Rappresentazione 3D dell'orientazione lungo l'asse perpendicolare ai frame	64

RINGRAZIAMENTI

Finalmente completata un'altra tappa di questo viaggio, non posso che ringraziare tutte le persone conosciute in questi anni, compagni ed amici con cui ho vissuto le migliori esperienze della mia vita. Un grazie a Fede, Gerry, Marco, Giovanni, Davide e tutti gli altri.

Ringrazio Roberto e Domenico, fantastici compagni di lavoro, per la loro infinita pazienza nei miei confronti ed il loro sostegno in questi mesi.

Ringrazio di cuore la mia famiglia, che ha sempre creduto in me nonostante le difficoltà, incoraggiandomi e supportandomi.

Ed infine ringrazio la mia ragazza, Ester, la più grande fortuna capitatami di incontrare, che mi ha dato la forza di andare dritto fino alle meta.

*” Siamo polvere di stelle
e guardiamo al cielo in cerca delle nostre origini”*

1. INTRODUZIONE

Fin da quando l'uomo ha alzato lo sguardo al cielo, ha sempre sentito la necessità di raggiungere quel luogo tanto ambito e misterioso allo stesso tempo, dietro al quale si nasconde un universo infinitamente vasto e totalmente nuovo, che aspetta solo di essere esplorato. Solo a partire dalla seconda metà del XXesimo secolo l'uomo è riuscito a raggiungere tale luogo, grazie al progresso della tecnologia e della ricerca scientifica, progresso che ha dato il via ad una sempre più preponderante attività nel campo della conquista dello spazio, partendo dalla semplice messa in orbita di satelliti artificiali, fino al 1969 quando, Neil Armstrong, divenne il primo uomo ad aver toccato materialmente il suolo di un pianeta diverso da quello terrestre. Obiettivo che venne raggiunto successivamente più e più volte, attraverso lo sviluppo e la realizzazione di sempre più innovativi ed efficienti sistemi di lancio, capaci di vincere la forza di gravità e portare là, dove solo gli occhi un tempo potevano portarci, mezzi, componenti di stazioni orbitanti, satelliti per le telecomunicazioni, per lo studio dell'universo che ci circonda, ed anche l'uomo. I più moderni sistemi di lancio, che oggi portano nello spazio tali mezzi, tra cui il più famoso è lo Space Shuttle, sono i razzi, sistemi di lancio che riescono a spionare energia e spinta tali da raggiungere la velocità di fuga dalla superficie terrestre e portarli in orbita intorno alla terra. Tali razzi si distinguono in due categorie principali, a seconda di quali tipo di propellente essi utilizzano, a propellente solido od a propellente liquido,



Fig. 1.1: Space Shuttle allo sgancio dei booster laterale

differenziazione che si ha poi anche nelle prestazioni e nelle caratteristiche di spinta delle due tipologie di razzi, ma tali diversità portano usualmente alla coordinata collaborazione delle due categorie.

In questo trattato studieremo il primo tipo, quelli a solido, fornendo prima una descrizione generale della loro composizione, ed in particolare le caratteristiche del grano propellente, ovvero la parte del razzo da cui scaturisce tutta l'energia del motore. Nonostante l'esponenziale sviluppo in campo tecnologico e scientifico, la realizzazione del grano presenta ancora problematiche e fenomenologie, non ancora perfettamente studiate e comprese, che modificano la balistica interna del razzo, e le sue prestazioni.

Il programma elaborato in ambiente Matlab avrà il compito di analizzare le immagini tomografiche di due provini di propellente solido inerte, provenienti da due diverse zone della colata, al fine di evidenziare i teorizzati differenti comportamenti delle particelle all'interno del propellente, a seconda della loro dimensione, durante il processo di colaggio, estraendo tutte le informazioni necessarie per poter determinare le caratteristiche interne del grano, in particolare delle particelle solide di ossidante in sospensione. Da tali proprietà dipende direttamente ed in maniera fondamentale un parametro importantissimo nella balistica interna del razzo, ovvero il *Rateo di Combustione* cioè la velocità con cui la superficie di combustione interna al razzo regredisce, o in termini semplificati la velocità di avanzamento della fiamma in direzione radiale al razzo in camera di combustione.

L'idea di tale lavoro nasce all'interno di un progetto molto più esteso e finalizzato allo studio, e alla determinazione mediante simulazioni virtuali, della balistica dei razzi a propellente solido, gestita dall'Ing. Roberto Bertacin.

2. MOTORI A PROPELENTE SOLIDO

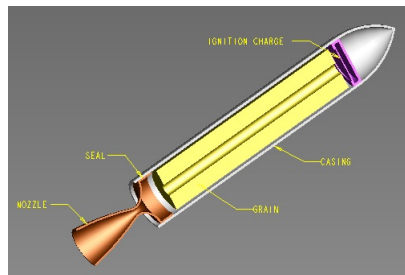


Fig. 2.1: Semplice modello di un razzo a solido

2.1 Componenti principali

I motori, detti anche Endoreattori a propellente solido sono un sistema di propulsione aerospaziale molto usato per le caratteristiche di minor peso e maggior compattezza semplicità di realizzazione¹, meno dispendiosi ma una volta accesi non possono essere spenti senza compromettere la funzionalità del razzo. Subiscono un forte sviluppo nel campo della ricerca e della produzione nel corso della seconda metà del XX secolo, trovando impiego in campo bellico (missili e munizioni), pirotecnico e propulsione aerospaziale, dove solitamente, grazie alle elevate spinte generate in tempi ristretti (ordine di secondi), sono adatti come motori di spinta in fase di decollo, li troviamo quindi nei primi stadi dei lanciatori spaziali multi-stadio, e i due booster laterali costituenti il sistema di lancio dello Space Shuttle.

La struttura degli endoreattori può essere suddivisa in 4 componenti chiave, ovvero:

- il contenitore (case).
- il grano (grain).
- l'ugello di scarico (nozzle).

¹ non richiede sistemi di alimentazione come pompe, necessari invece nei razzi a liquido

- l'ignitore (igniter).

2.1.1 Case

Il case é l'involucro adibito a contenere il grano di propellente, costituisce la cosiddetta camera a pressione all'interno del quale avviene la combustione del propellente quindi deve presentare resistenze a tensioni e stress termici di elevate intensità. Progressi tecnologici di progetto e fabbricazione hanno portato alla produzione in ogni ambito applicativo dei razzi a combustibile solido efficienti ed affidabili. Molto spesso costituisce anche l'involucro esterno del veicolo, e per questo la sua progettazione è un compromesso tra parametri di resistenza e parametri di veicolo, ovvero aerodinamica, forma, strutture di sostegno, oltre che alle caratteristiche di assemblaggio, che possono incidere sul progetto. All'interno del case troviamo un'interfaccia che fa da tramite tra il grano propellente e la parte interna del case, ovvero uno strato isolante di materiale ignifugo, altamente resistente a stress termici, erosione ed alte temperature, che riduce il più possibile gli scambi di calore tra propellente e contenitore durante la fase di combustione. Oltre agli isolanti spesso vengono utilizzati gli inibitori, che spruzzati o posti sulla superficie del propellente, gli impediscono di bruciare.

Il case è sottoposto a condizioni di carico dettate dall'ambiente in cui esso si trova ad operare, e tipicamente troviamo condizioni di :

- Temperatura : riscaldamento interno, riscaldamento aerodinamico dovuto all'attrito, cicli di temperatura durante lo stoccaggio del carburante, tensioni e stress termici.
- Corrosione: galvanica, chimica, corrosione da stress.
- Condizioni nello spazio: vuoto e radiazioni

Vengono quindi usati 3 tipi di materiali per la sua realizzazione:

- Metalli ad alta resistenza agli sforzi come acciaio, alluminio, o leghe di titanio.
- Materiali plastici con fibre di rinforzo avvolgenti di carbonio , vetro o kevlar.
- La combinazione dei due elencati sopra, aventi una maggior resistenza a parità di massa rispetto ai due menzionati.

La forma del contenitore viene solitamente scelta in base alla configurazione del grano o la geometria del velivolo in cui esso è contenuto, se non costituisce il velivolo stesso. Le forme variano da quelle cilindre allungate a quelle sferiche o semisferiche che danno la minor massa di contenitore per unità di volume racchiuso.

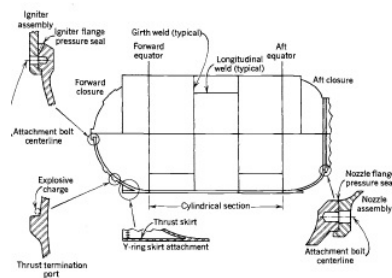


Fig. 2.2: Involucro esterno razzo,[1]

2.1.2 Ugello

Nell'ugello avviene l'espansione e l'accelerazione dei gas caldi supersonici, continuamente sottoposto a elevati scambi di calore e erosioni. Nel corso del tempo, ha subito una sostanziale diminuzione in termini di massa ed un aumento delle performance con le piú avanzate tecnologie e materiali da costruzione, viene classificato in cinque tipi principali, a seconda delle caratteristiche di montaggio, ovvero: fisso, direzionabile, sommerso, estendibile o blast-tube-mounted. La parte esterna, l'alloggiamento dell'ugello, solitamente é realizzato con gli stessi materiali del contenitore, quindi acciaio, alluminio o leghe di materiali plastici, mentre la parte interna é rivestita con materiali come Grafite policristallina, Grafite pirolitica con caratteristiche di resistenza a temperature estremamente elevate, stress termici e scambi di calore. Il materiale di piú recente generazione é il *Carbon-Carbon*, materiale nato dalla precisa orientazione delle fibre di carbonio in una matrice in carbonio, il tutto legato da una resina liquida inorganica, e sottoposto ad intensi cicli di pressurizzazione.



Fig. 2.3: Sezione ugello di scarico,[1]

2.1.3 Ignitore

L'ignitore é una carica pirotecnica inserita all'interno del grano con il preciso compito di avviare la combustione del propellente al momento dell'accensione del motore, una sorta di razzo in miniatura, che compone meno dell'1% della

massa totale del propellente, e brucia nei primi istanti iniziali, quindi a basse temperature tali per cui non da alcun tipo di contributo all'impulso totale del motore. Viene posto solitamente o nella parte opposta all'ugello di scarico, quindi in testa alla camera di combustione ricavata all'interno del grano, in modo che i gas di scarica scaturita dalla sua combustione favoriscano l'accensione delle pareti interne del propellente, oppure nella parte finale vicino alla bocca dell'ugello. L'ignitore si differenzia in due tipi base: ignitori pirotecnici, da cui fuoriescono le scintille che accenderanno l'endoreattore, e gli ignitori pirogeni², ovvero che si scaldano fino ad accendere il propellente.

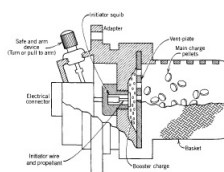


Fig. 2.4: Ignitore,[1]

2.1.4 Grano

Per Grano si intende il corpo del propellente solido lavorato ed inserito all'interno del motore del razzo, un composto altamente energetico, che costituendo da solo il combustibile del motore, dovrà contenere al suo interno sia il reagente ossidante che il riducente della reazione di combustione. Caratteristica principale del grano, è l'Impulso I_s che genera sul razzo, definito come:

$$I_s = \frac{S}{\dot{m} * g_0} \quad (2.1)$$

dove \dot{m} è la portata massica dei gas combusti in uscita dalla camera di combustione, $g_0 = 9,816 \frac{m}{s^2}$ l'accelerazione di gravità e S è la spinta generata che si definisce come:

$$S = \dot{m}_{gas}(w_{gas}) \quad (2.2)$$

dove w_{gas} è la velocità di uscita dei gas dal razzo, e la spinta massima varia in funzione della geometria interna della camera di combustione, Fig.2.5. .

Vediamo quindi che alti impulsi I_s si hanno per elevate temperature e bassi pesi molecolari dei gas prodotti dalla combustione, risultato ottenibile solo con composti altamente energetici formati principalmente da elementi chimici leggeri [1]. Elencando tutte le caratteristiche richieste ad un propellente solido, troviamo principalmente:

² detti anche a torcia".

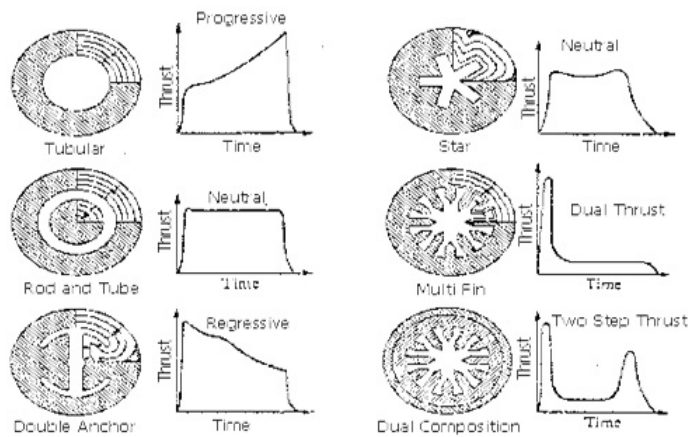


Fig. 2.5: Varie configurazioni del grano e relativa spinta

- Alte prestazioni o alti impulsi specifici come già citato.
- Possibilità di riprodurre, prevedere e modificare il rateo di combustione del propellente così da rispettare parametri di progetto imposti.
- Adeguate proprietà fisiche che permettano al propellente di non degradarsi durante la combustione, quando è sottoposto a tensioni e stress termici, oltre alle elevate temperature.
- Elevata densità (permettendo quindi un volume ridotto del motore).
- Prevedibilità e riproducibilità delle caratteristiche di accensione.
- Ottime caratteristiche di invecchiamento e lunga conservazione delle caratteristiche fisiche nel tempo, affinché durante lo stoccaggio il razzo non perda le caratteristiche fisiche di progetto.
- Basso assorbimento di umidità.
- Sicurezza, riducendo il più possibile i rischi nella lavorazione, lato estremamente curato dato che i prodotti chimici usualmente usati sono soggetti facilmente a esplosioni o autocombustioni .
- Relativa insensibilità alle sollecitazioni energetiche esterne, in modo che il razzo possa essere spostato senza rischio di esplosioni.
- Non tossicità dei gas di scarico.
- Non tendente ad a presentare instabilità di combustione.

I vari tipi di grano vengono classificati rispetto a diverse basi, come il rischio, il materiale, la forma, la tossicità, il tipo di missione e così via, ma la classificazione più utilizzata, è rispetto quella eseguita rispetto alla composizione del propellente, suddividendoli in due classi principali:

- Propellenti multi-base omogenei o *Double-base*.
- Propellenti compositi.

Propellenti multi-base omogenei o Double-base. In un propellente omogeneo sia ossidante che riducente appartengono alla stessa molecola. Vengono definiti doppia base perché solitamente viene usato un mix di nitrocellulosa, un ingrediente solido capace di assorbire la nitroglicerina (liquida), secondo elemento della base. Gli ingredienti principali sono due, altamente esplosivi e sono una funzione combinata di carburante-ossidante. Aggiungendo cristalli di ossidante inorganico si ottengono variazioni di prestazione e densità del grano. Un'ulteriore soluzione è quella di aggiungere un legante elastomerico (materiali plastici, come le fibre di polibutadiene), che incrementa le proprietà fisiche permettendo un quantitativo maggiore di nitramina e quindi migliori prestazioni in proporzione. Si possono aggiungere anche polvere di Alluminio (Al) o di Magnesio (Mg). Tali tipi di propellenti multibase vengono ottenuti o attraverso l'estrusione o il colaggio, trovando applicazione soprattutto in ambito missilistico di vecchia generazione. Prestazioni e densità più basse, diametri minori e rischio nella creazione per estrusione, ma di contro, ha bassi costi di produzione, gas di scarico non tossici, buon rateo di combustione, semplicità di costruzione [1].

Propellenti Compositi. Nei propellenti composti il grano è un composto eterogeneo di ingredienti solidi e liquidi separati che vengono mischiati accuratamente, dove cristalli di ossidante (Perclorato di Ammonio) e il carburante in polvere (solitamente Alluminio) vengono miscelati all'interno di una matrice di legante sintetico gommoso o plastico, come ad esempio il polibutadiene. Il carburante è rinforzato da fasci di fibre avvolgenti o agenti indurenti diluiti all'interno del legante polimerico liquido. Lo sviluppo tecnologico nel corso degli anni ha portato alla creazione di più tipi di propellenti compositi, tra cui, [1]:

1. Propellenti compositi convenzionali, in cui troviamo una percentuale che varia tra il 60% e il 72% di Perclorato di Ammonio (AP) come ossidante cristallino, un 22% di Alluminio in polvere come comburente, e dal 8% al 16% di legante elastomerico diluito con plasticizzanti.
2. Compositi modificati con l'aggiunta di composti esplosivi altamente energetici, che ne aumentano le prestazioni.

3. Compositi modificati con plasticizzanti energetici come la nitroglicerina e la nitrocellulosa, relativo aumento delle prestazioni.
4. Compositi *altamente energetici* dove parte del legante e dal perclorato di ammonio vengono sostituiti in da composti esplosivi, sono propellenti di tipo sperimentale, con un impulso specifico che si aggira tra i 270 e i 275 sec in condizioni standard.
5. Compositi *a bassa energia* dove l'ossidante cristallino è il Nitrato di Ammonio (NA).

Double-Base (JPN Propellant)		Composite (PBAN Propellant)		Composite Double-Base (CMDDB Propellant)	
Ingredient	Wt %	Ingredient	Wt %	Ingredient	Wt %
Nitrocellulose	51.5	Ammonium perchlorate	70.0	Ammonium perchlorate	20.4
Nitroglycerine	43.0	Aluminum powder	16.0	Aluminum powder	21.1
Diethyl phthalate	3.2	Polybutadiene-acrylic acid-acrylonitrile	11.78	Nitrocellulose	21.9
Ethyl centralite	1.0	Epoxy curative	2.22	Nitroglycerine	29.0
Potassium sulfate	1.2			Triacetin	5.1
Carbon black	< 1%			Stabilizers	2.5
Candelilla wax	< 1%				

Source: Courtesy of Air Force Phillips Laboratory, Edwards, California.

Fig. 2.6: I due tipi di composizione del grano più il tipo composito-doppia base,[1]

I propellenti compositi hanno alte prestazioni, alta densità, stabilità di combustione, affidabilità, buone proprietà meccaniche, di contro, elevata pericolosità nella lavorazione, gas di scarico tossici, sensibili all'umidità, alte temperature di combustione.

Ingredienti. Diversi sono gli ingredienti comunemente usati nella creazione del grano e possono essere categorizzati in base alla loro funzione principale (come fatto sin ora), ovvero in *ossidanti*, *riducenti* o detti anche *combustibili*, *leganti*, *plasticizzanti*, *agenti indurenti*, anche se spesso lo stesso ingrediente può essere caratterizzato da più funzioni. La moderna classificazione dei propellenti, insieme a i nuovi prototipi sperimentali, crea una lista di oltre 200 ingredienti; vediamo quali sono quelli principalmente utilizzati tra le varie categorie [1]:

- **Ossidanti:** il **Perclorato di Ammonio** (NH_4ClO_4) è il più usato, grazie alle sue buone caratteristiche in termini di prestazioni, qualità, disponibilità, compatibilità con gli altri ingredienti, oltre a presentare un elevato potenziale ossidante, il quale porta ad avere un elevato impulso specifico. I cristalli di Perclorato di Ammonio vengono tagliati in varie dimensioni, in modo da ottenere nel posaggio del materiale all'interno del grano, la

migliore concentrazione volumetrica, variando il diametro delle particelle da $600\mu\text{m}$ a $2\mu\text{m}$. I perclorati, come anche quello di Potassio, sostituito in alcune applicazioni di quello d'Ammonio, producono residui altamente tossici. In sostituzione si possono usare i nitrati inorganici, come il *Nitrato d'Ammonio*, ossidanti dalle basse prestazioni e fortemente soggetti a deterioramento per assorbimento di umidità, ma costi contenuti e non producono gas di scarico tossici. Hanno l'inconveniente che le particelle di nitrato, a causa dei vari cicli di temperatura a cui viene sottoposto il grano, tende ad espandere il proprio volume creando dei vuoti all'interno del grano stesso, modificando le caratteristiche del grano e quindi il rateo di combustione; per evitare il fenomeno si aggiungono agenti stabilizzanti come l'ossido di Nichel o il nitrato di potassio.

- Riducenti o combustibili: la *Polvere sferica di Alluminio* è l'ingrediente maggiormente utilizzato nella costruzione dei motori compositi, consiste in piccole particelle sferiche del diametro di $5-60\mu\text{m}$. L'Alluminio aumenta il calore prodotto e la temperatura di combustione, la densità del propellente, di conseguenza anche l'impulso prodotto dal motore. Il *Boro* è un altro elemento ad alta energia come l'Alluminio, con un'elevata temperatura di fusione, (2304°C), rendendolo quindi difficile da bruciare con efficienza, ma si ossida facilmente se ridotto in particelle di diametro molto piccolo. Solitamente il Boro si usa nei motori in cui c'è elevata presenza di aria, fattore che permette elevate temperature di combustione. Il *Berillio*, brucia più facilmente del Boro, ed apporta un leggero aumento nell'impulso specifico del razzo, usualmente intorno a i 15 sec, ma i suoi residui ossidati, polveri, sono estremamente tossici per gli esseri viventi. Viene usato solo a livello sperimentale. Sia gli Idrossidi di Alluminio e Berillio sono soggetti a studi date le loro caratteristiche di elevato rilascio di calore e contributo di gas sprigionati durante la combustione, anche se sono di difficile lavorazione.
- Leganti: I leganti sono il collante o la matrice all'interno del quale gli ingredienti granulari possono essere tenuti insieme nel propellente composito. Solitamente materiali liquidi composti da polimeri o monomeri. Agli albori venivano usati il Polivinilcloride (PVC) e il Poliuretano (PU), oggi sono stati rimpiazzati dai moderni Poliesteri, Polibutadieni e Polieteri. I leganti, una volta trattati, formano una sostanza resistente simile alla gomma, che mantiene unito il grano. La presenza dei leganti permette anche che il propellente possa essere colato nel case durante la preparazione, modificando le caratteristiche del motore, come affidabilità, proprietà meccaniche, stoccabilità, resistenza all'invecchiamento e costi, comples-

sità di costruzione. Il più utilizzato è l'HTPB (Hidroxyl-terminated-PolyButadiene), perché permette la più alta concentrazione di particolato solido (Ossidante e Riducente) in sospensione, circa l'88-90%, mantenendo buone caratteristiche fisiche alle temperature critiche.

- Modificatori di rateo di combustione: Sono i così detti **Catalizzatori di Combustione**, che cambiano la velocità del rateo di combustione del propellente, aumentando o diminuendo la velocità di combustione sulla superficie della camera interna del razzo. I più comuni sono l'Ossido di Ferro, che aumenta il rateo, o il Fluoruro di Litio, che diminuisce il rateo di combustione.
- Plasticizzanti: Sono degli ingredienti liquidi poco viscosi che fungono allo stesso tempo anche da riducente. Abbassano la viscosità del propellente quando viene colato, e permette una sua migliore conservazione nel tempo. Spesso i materiali usati come leganti, grazie alle loro caratteristiche chimiche, fungono anche da Plasticizzanti.
- Agenti Indurenti: Essi agiscono sui polimeri del leganti, facendo sì che si aggroviglino tra loro, formando delle catene di elevata massa molecolare, che a loro volta si combinano tra loro, formando dei veri e propri reticolati. Questi ingredienti sono responsabili dell'indurimento dei leganti, e modificano in base alla percentuale in cui sono presenti (0.2 a 3%) le proprietà fisiche, di lavorabilità e di invecchiamento del propellente.
- Leganti e Plasticizzanti Organici: Posseggono le caratteristiche delle specie organiche, aggiungendo energia alla reazione di combustione, con un aumento modesto delle prestazioni del motore.
- Ossidanti Organici ed Esplosivi: gli ossidanti organici sono composti esplosivi che presentano nella molecola il radicale $-NO_2$ o altri radicali ossidanti. Sono materiali altamente esplosivi e quindi difficilmente lavorabili, per questo vengono immessi nel grano con una percentuale massima del 60% del propellente. Possono presentarsi sottoforma di cristalli solidi come l'**HMX** o l'**RDX**(vedi tabella) ,fibra solida come l'NC o sotto forma liquida come l'NG. Quest'ultimo, la **Nitroglicerina (NG)**, un elemento altamente sensibili agli impulsi energetici, quali shock, urti o frizioni, e quindi soggetto facilmente ad esplosioni, presenta di contro ottime caratteristiche plasticizzanti e può essere combinato con la Nitrocellulosa che ne abbassa la sensibilità. La stessa **Nitrocellulosa(NC)** è l'ingrediente chiave dei propellenti muti-base, ottenuta dall'Acidazione Nitrica delle fibre naturali della cellulosa, del legno o del cotone, combinate con nitrati

organici. Sebbene cristallina presenta, essa mantiene le strutture fibrose caratteristiche della cellulosa. Solitamente presente all'interno del propellente in percentuali comprese tra il 12.2 ed il 13.1 %, il contenuto di Nitrati in essa, determina le proprietà e prestazioni del composto finale.

- Additivi: presenti nella percentuale più piccola all'interno del propellente, conferiscono a quest'ultimo caratteristiche di resistenza contro l'invecchiamento, o modificandone le proprietà reologiche così da facilitare le operazioni di colaggio del materiale. Fungono anche da stabilizzanti degli elementi chimici altamente esplosivi, e da catalizzatori nella combustione.

Particolare attenzione va posta alla concentrazione e dimensione delle particelle degli ingredienti solidi che compongono il propellente (quali Perclorato d'Ammonio, Alluminio o HMX) perché proprio la dimensione caratterizza in maniera altamente significativa le proprietà del propellente, le sue prestazioni ed in termini pratici l'impulso da esso scaturito³. Il taglio dei cristalli suddivide in quattro categorie le particelle ottenute a seconda del diametro,[1]:

- Grossolane da 600 a 400 μm
- Medie da 200 a 50 μm
- Fine da 15 a 5 μm
- Ultra-fine al di sotto dei 5 μm

Le particelle di Perclorato di Ammonio delle dimensioni fine ed ultra-fine sono soggetto facilmente ad esplosione, motivo per il quale spesso vengono prodotte direttamente in sede di produzione a partire dalle particelle grossolane e medie. La scelta della grandezza delle particelle da utilizzare nella creazione del propellente è fatta in base alle caratteristiche balistiche interne del razzo richieste in fase di progetto, e diversificando i tipi di colata in 3 categorie a seconda quanti tipi di inerti di grandezza diversa si utilizzano, ovvero: *Mono-modali* se nel propellente le particelle solide che hanno tutte lo stesso diametro, *Bimodali* se vengono utilizzate particelle di due diametri diversi e *Trimodali* se si utilizzano 3 diversi diametri di particelle, quest'ultima permette la maggior concentrazione di particolato solido all'interno del propellente perché le particelle più piccole vanno a ricoprire gli spazi lasciati che esistono tra le particelle grandi.

³ E lo scopo di quest'elaborato è proprio studiare tali caratteristiche delle particelle solide

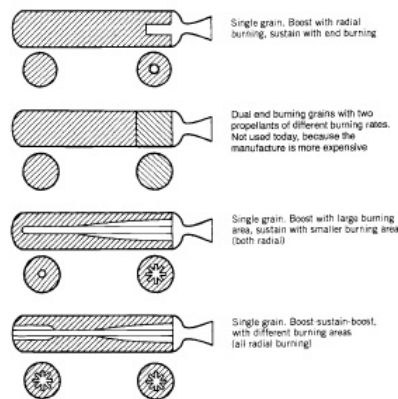


Fig. 2.7: Varie configurazioni del grano

2.2 Metodologie di Produzione

Le metodologie di produzione dei motori a propellente solido, sono principalmente due:

ESTRUSIONE Si ricava l'intero grano propellente attraverso la lavorazione di un volume dello stesso materiale ma più grande, utilizzando enormi presse e macchinari costosi; tale tipo di lavorazione pone dei limiti alla grandezza del grano che si può ottenere e richiede che il propellente sia abbastanza duttile per sottoporsi a tali trattamenti. Solitamente è un sistema produttivo utilizzato in campo militare per la produzione di munizioni o razzi di piccolo taglio, e per lo più per le produzioni in serie.

COLAGGIO É la metodologia più usata nella produzione dei lanciatori spaziali, perché non ha teoricamente limiti di grandezza nella creazione dei grani, oltre ad essere un processo relativamente economico e permette di lavorare tutte le tipologie di propellente, indipendentemente dalle loro caratteristiche fisiche e reologiche. Il grano propellente può essere creato o esternamente in un cilindro apposito e poi caricato nel case⁴, oppure si può sfruttare direttamente la forma del case per produrre il grano propellente.

La tecnologia impiegata nel processo di colaggio dipende solo dalla dimensione del grano che si sta producendo. La colata all'interno del cilindro che darà la forma al grano, viene chiamata in gergo "Batch", e si riferisce al quantitativo colato in un singolo processo, ovvero in colata continua. Nel caso in cui tale processo si suddivida in più colate a cause delle elevate quantità di propellente

⁴ in questo caso si definisce a cartuccia"

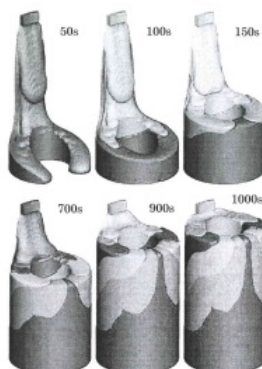


Fig. 2.8: Simulazione computerizzata del colaggio,[2]

da utilizzare⁵, il processo viene detto "Multi-Batch", che permette la creazione di grani di dimensioni considerevoli ma ha l'inconveniente di creare delle anomalie all'interno del grano, comportando quindi un approccio diverso allo studio e ai test di verifica del prodotto finale, in quanto le varie colate, a cause di vari fattori, possono presentare proprietà caratteristiche differenti, aspetto che si cerca il più possibile di evitare. Nel processo di colaggio del propellente si determina anche la configurazione interna del grano, ovvero la forma della camera di combustione, attraverso l'inserimento all'interno dello stampo di una spina della forma desiderata. Le configurazioni interne vengono scelte in base al tipo di missione del razzo, alle caratteristiche in termini di spinta ed impulso specifico che si vogliono ottenere durante lo svolgimento della missione e la geometria stessa del grano, ovvero a seconda dello spessore e della sua lunghezza. La combinazione di queste caratteristiche ha fatto sì che siano nate svariate tipologie di configurazioni interne, tra le quali troviamo le più utilizzate, ovvero la configurazione cilindrica, a stella, a Dogbone o multi-porta. A seconda del tipo di prestazioni che vogliamo ricavare dal razzo, il grano può presentare anche diversi tipi di configurazioni al suo interno, che variano longitudinalmente al razzo, ovvero dalla testa fino alla gola dell'ugello.

Tali configurazioni incidono quindi sul processo di colaggio, infatti nel caso di configurazione a stella, principalmente usata per ottenere una maggiore estensione nella superficie di combustione, le bocche di colata all'interno del razzo sono pari al numero di punte della stella, mentre nel caso di configurazione cilindrica, possiamo avere una o più bocche disposte simmetricamente⁶.

⁵ Tonnellate nel caso dei Booster dei lanciatori spaziali.

⁶ solitamente 3 disposte a 120°

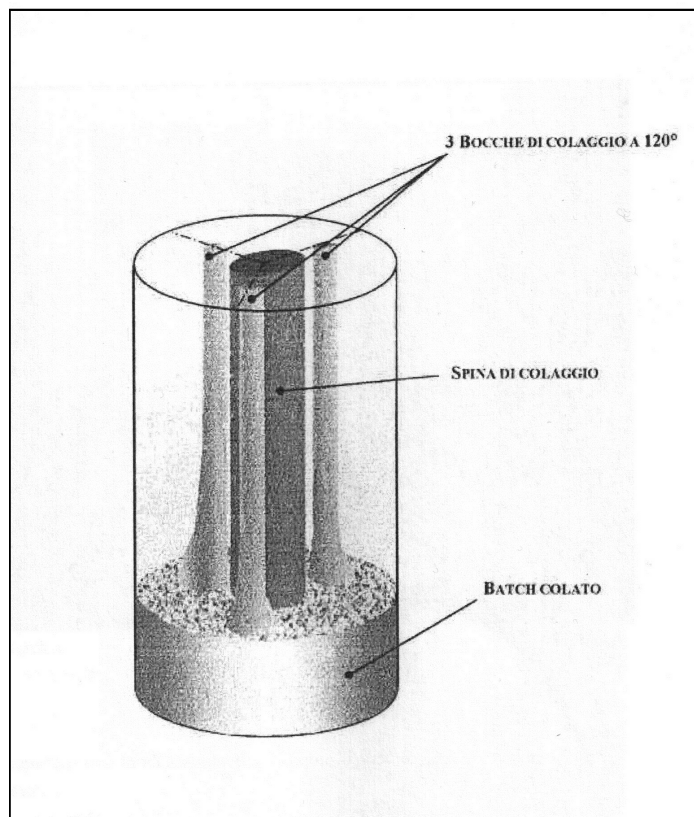


Fig. 2.9: Sistema di colaggio a 3 bocche a 120 gradi [8]

2.3 Problematiche legate alla lavorazione del propellente

Le procedure di produzione del grano risultano generare delle problematiche per quanto riguarda le caratteristiche finali del propellente colato i cui effetti si ripercuotono sulle caratteristiche balistiche del grano come difetti che modificano il *Burning rate* e la struttura interna del Batch. Due in particolare sono i fenomeni di maggior interesse, tanto più preponderanti quanto maggiori sono le dimensioni del grano in questione:

- Problematiche dovute ai campi tensoriali che si creano durante la colata e che portano alla formazione di striature all'interno del batch.
- Migrazione e segregazione del particolato solido in sospensione (Perclorato di Ammonio, polvere di Alluminio) all'interno di un fluido viscoelastico (legante).

Striature presenti tra i vari strati di propellente adiacenti. Durante il processo di colaggio a 3 bocche disposte simmetricamente a 120° tendono a sor-

gere dei fenomeni di stratificazione tra i vari batch, che colati in tempi differenti rimangono immiscibili tra loro, dato che l'indurimento che avviene a poche ore dalla deposizione del propellente all'interno del contenitore. Inoltre i tre fronti fluidi che fuoriescono dalle bocche di colaggio e che si spandono in maniera simmetrica, fino a che non si incontrano in tre interfacce poste anch'esse simmetricamente a 120° circa. Naturalmente tale fenomenologia sovviene anche per metodi di colaggio ad $-N$ bocche. A causa della natura polimerica del propellente, la struttura molecolare è caratterizzata da lunghe catene che durante la fase di colaggio tendono ad attorcigliarsi. Per cui all'interfaccia di due fronti fluidi vengono a contatto tali catene interferiscono tra loro creando delle *striature* della superficie interfacciale. Tali striature costituiscono delle discontinuità all'interno del propellente che rimarranno anche dopo cottura e formeranno delle micro-zone di vuoto o piene d'aria, le quali sono responsabili dell'aumento della velocità di combustione a livello locale, infatti, quando il fronte di fiamma giunge in prossimità di uno di questi difetti, non trovando altro propellente da bruciare, in modo discontinuo salta tale regione con una velocità teoricamente infinita, per riprendere poi la combustione sulla superficie immediatamente adiacente di propellente. In tal modo la fiamma si troverà molto più vicina alla superficie esterna del batch e quindi danneggiando il mantello esterno a causa degli elevati stress termici. Tali difetti si evidenziano a causa delle anomale oscillazione delle pressioni in camera di combustione.

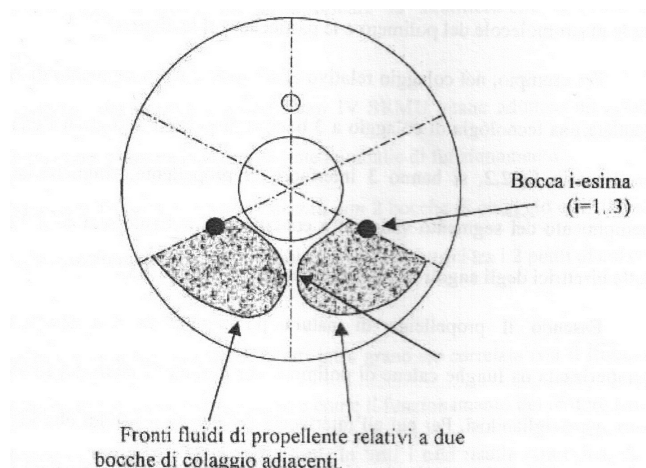


Fig. 2.10: Illustrazione dell'avanzamento dei fronti di colata, [8]

2.4 Migrazione e segregazione delle particelle in sospensione all'interno del fluido viscoelastico

La Migrazione e la Segregazione delle particelle in sospensione all'interno di un fluido viscoelastico sono tutt'oggi argomento approfondito di studi, a causa della complessità del problema, ed i risultati ottenuti sono differenti a seconda del tipo di sospensione studiata. Tale tipo di fenomeno si ripercuote solo sulle particelle di dimensione maggiore ai $5\mu\text{m}$, mentre quelle al di sotto tendono a risentire dei cosiddetti **Moti Browniani**, ovvero dei moti impressi alle particelle di traiettoria casuale e dovuti agli urti tra le molecole del fluido e le particelle stesse, che le mantengono costante in movimento, quasi a sembrare che tali particelle << godano di vita propria >>⁷. Per fluido viscoelastico si intende un fluido viscoso non Newtoniano, dove l'andamento della legge di viscosità ha andamento non lineare ed il fluido può assumere un comportamento anomalo a causa del campo di velocità, temperatura e stress di taglio a cui esso è sottoposto. Tra i fluidi non Newtoniani annoveriamo i fluidi **Bingham**, i fluidi **dilatanti** e gli **Pseudo-Plastici**, governati dalla legge specifica data da Hershel-Bulkley, che ha la seguente espressione[8]:

$$\tau = \tau_0 + \mu_0 * \dot{\gamma}^n \quad (2.3)$$

dove τ_0 = è lo sforzo di snervamento, ovvero una sorta di sforzo di primo distacco, dipendente dal tempo secondo

$$\tau_0 = \tau_0 * (e^\alpha)^t \quad (2.4)$$

μ_0 = viscosità dinamica dipendente dal tempo secondo

$$\mu_0 = \bar{\mu}_0 * (e^\beta)^t \quad (2.5)$$

n = esponente, vale $n > 1$ per i fluidi dilatanti, $n < 1$ per i fluidi pseudo-plastici e $n = 1$ per i fluidi Bingham .

Tale tipo di problematica, che coinvolge un campo decisamente vasto della fluidodinamica riguardante i fluidi viscoelastici e la dispersione della particelle solide al loro interno, porta ad una differenziazione della densità del propellente nella varie zone del batch, a causa della colata stessa che versando il fluido sempre nello stesso punto tende a diversificare la distribuzione delle particelle all'interno del batch e la loro orientazione. Tali teorie sono sviluppate a partire dallo studio dei fluidi viscoelastici soggetti al moto di Poiseuille, allo studio delle

⁷ Teoria per prima avanzata dal botanico britannico Robert Brown (1773-1858), e dallo stesso smentita, studiando la sospensione del polline in soluzione acquosa.

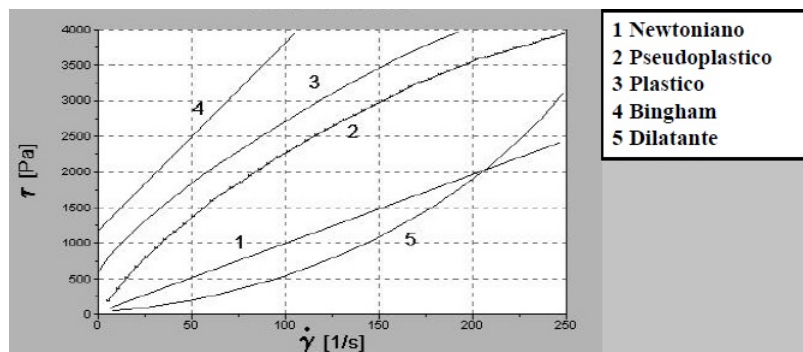


Fig. 2.11: Curve di flusso per i vari tipi di fluidi

interazione tra le particelle all'interno del fluido, le forze a cui esse sono soggette e come la loro disposizione sia condizionata dai gradienti degli sforzi di taglio interni al fluido contenente le particelle.

2.4.1 Forze agenti sulle particelle in sospensione.

Le particelle in sospensione all'interno di un fluido sono soggette ad una diversa serie di forze che vengono riassunte in[3]:

- **Forze di massa** le forze centrifughe dovute al moto del fluido, la forza di gravità e le forze d'inerzia.
- **Forze d'urto** tra le varie particelle, che nel moto tendono a scontrarsi tra loro, interagendo a livello locale, creando campi di sforzo normale e di taglio all'interno del fluido interstiziale presente tra le particelle stesse.
- **Forze idrodinamiche** le forze esercitate dal fluido sulle particelle, quindi la spinta di Archimede, e le forze di resistenza viscosa causate dal moto relativo tra particelle e fluido.

2.4.2 Moto di Poiseuille e migrazione delle particelle.

Per moto di Poiseuille si intende il moto di un fluido all'interno di una sezione circolare di diametro e lunghezza prestabilite, e da cui il medico, fisiologo e fisico francese Jean Louis Marie Poiseuille formulò la legge⁸ fluidodinamica che dimostra come la conducibilità idraulica di un fluido non è costante ma aumenta con la sezione della condotta. Svariati studi sono stati fatti sulla migrazione delle particelle all'interno di un fluido non Newtoniano soggetto a moto di Poiseuille, ottenendo importanti risultati sia per le sospensioni monomodali che bimodali. La viscosità dei fluidi è l'unica causa della migrazione delle particelle nel

⁸ Legge di Poiseuille, o anche di Hagen-Poiseuille.

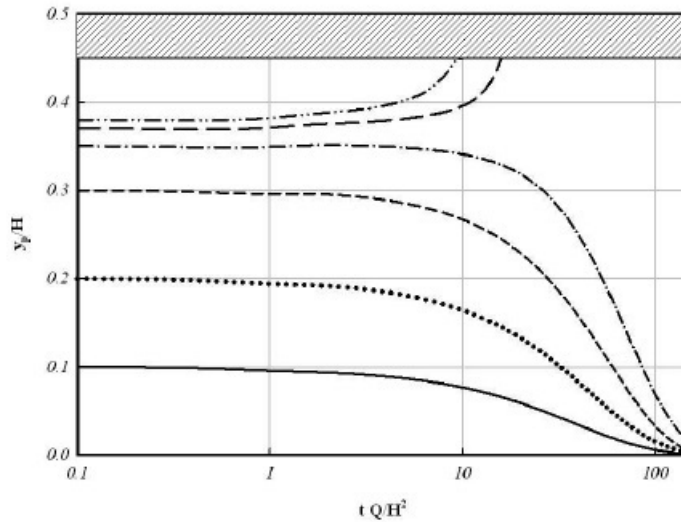


Fig. 2.12: Rappresentazione delle traiettorie delle particelle in una semi-sezione del condotto circolare in cui scorre il fluido

caso in cui le condizioni al contorno di tali formulazioni trascurino le forze di massa, e tale viscosità varia tra sospensioni bimodali (o trimodali) che risultano essere meno viscosi di quelle monomodali grazie alla presenza delle particelle più piccole che si insinuano tra quelle più grandi creando una sorta di “effetto cuscinetto” tra le altre particelle. Il comportamento, osservato dagli studi, del particolato in sospensione è quello di migrazione in direzione ortogonale alla risultante del moto del flusso, mentre il verso è determinato dalla velocità del flusso e dalla posizione iniziale delle particelle. Notiamo infatti che in Fig. 2.12, le traiettorie tendono a dirigersi verso il centro ed oltre una certa distanza dal centro del flusso circolare, che in una visione radiale del condotto definiremo come la quota y_N , le particelle tendono a dirigersi verso la parete del condotto; tale soglia y_N è definita zona neutrale e le particelle che vi si trovano affrontano un transitorio oscillante prima di dirigersi verso una delle due zone stabili, parete o centro del flusso, e tale zona tende ad avvicinarsi alla parete con l'aumentare del numero di Reynolds[3]. La velocità di migrazione è determinata invece dal gradiente degli sforzi di taglio all'interno del flusso, tanto più esso tende ad assottigliarsi spostandosi verso il centro, tanto maggiore sarà la velocità di spostamento. Per le sospensioni bimodali è stato verificato l'importante risultato, illustrato in Fig.2.13, di determinare come si suddividono le particelle piccole da quelle grandi, mostrando propriamente che le particelle più grandi tendono a spostarsi verso il centro, mentre quelle più piccole verso l'esterno

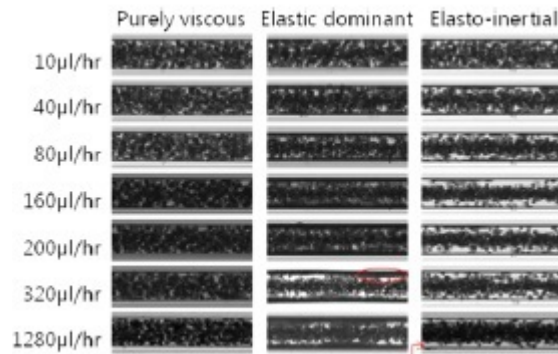


Fig. 2.13: In figura vediamo confrontati le immagini della disposizione delle particelle,[6]

del flusso, quindi verso la parete. Tale formulazione può essere estesa anche ai

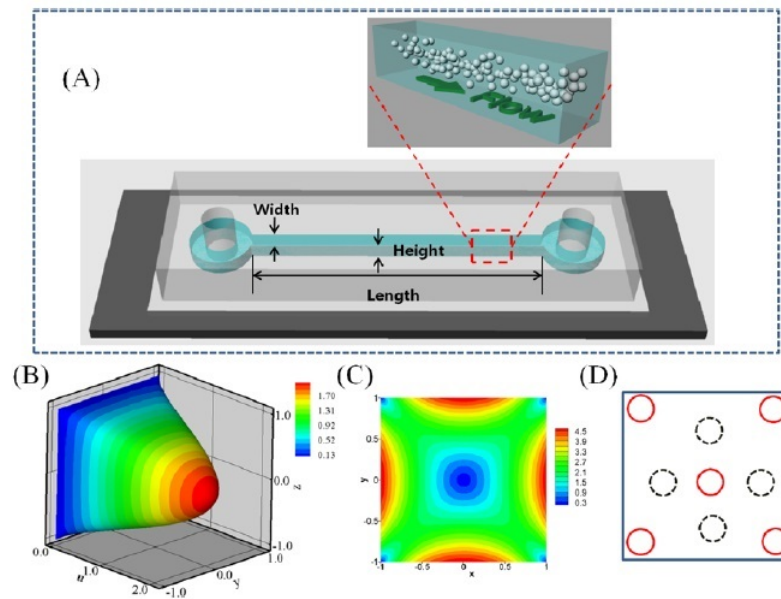


Fig. 2.14: In figura vediamo: (A) schematizzazione del canale attraversato dalla composto in sospensione; (B) profilo di velocità all'interno del condotto rettangolare; (C) distribuzione delle variazioni degli sforzi di taglio all'interno del condotto; (D) le posizioni che vengono ad essere occupate dalla particelle che migrano in un flusso viscoelastico (cerchietti rossi) e le posizioni che tendono ad essere occupate per i flussi inerziali dominanti (cerchietti neri tratteggiati),[3]

casi in cui le forze inerziali non sono trascurate, portando a dedurre che le particelle di diametro maggiore tendono a concentrarsi nelle zone in cui il gradiente

degli sforzi di taglio ha valore più basso, come possiamo notare nella Fig.2.14, dove, in questo caso, il condotto è di sezione rettangolare, ma la sostanza dei risultati rimane invariata. Tale effetto può essere dedotto dal fatto che sia per i fluidi newtoniani che non, la forza viscosa che il fluido esercita sulle particelle è proporzionale al gradiente dello sforzo di taglio, tale per cui tale gradiente “tende a spingere” le particelle nelle zone dove tale forza è minore⁹. È stato inoltre riscontrato che la migrazione delle particelle è influenzata anche dal gradiente di concentrazione delle particelle all'interno del flusso, ovvero le particelle tendono a migrare verso le zone dove la concentrazione di particolato disperso è minore. Le forze inerziali apportano un effetto rilevante nell'indurre la migrazione delle particelle quando le dimensioni di queste ultime scendono sotto un valore di $\phi = 0.06$ ¹⁰ avendo però di contro una crescita della frazione volumetrica delle particelle all'interno del fluido. Dai risultati sperimentali si evince che l'effetto migratorio dovuto a causa del campo degli sforzi all'interno del flusso verso le zone di minor gradiente agiscono sulle particelle più grandi mentre quelle piccole tendono ad essere allontanate da queste zone di equilibrio dove i gradienti di sforzo sono minimi nel flusso a causa delle forze inerziali su di esse agenti[6].

2.4.3 Stratificazione e segregazione delle particelle in flussi polimodali

Tale fenomeno viene a presentarsi ovunque ci siano dei fluidi con particolato in sospensione, pochi studi sono stati fatti su di esso ma la sua metodologia di attuazione è stata compresa. La segregazione delle particelle viene comunemente sperimentata ogni qual volta si crei un miscuglio con differenti tipi di particelle. Risulta estremamente difficile riuscire ad ottenere un fluido che sia perfettamente omogeneo, infatti generalmente si osserva come il comportamento delle particelle differisce a seconda del diametro di queste ultime, portando sul fondo e nelle zone in prossimità del punto di colata le particelle più piccole, mentre le particelle più grandi tendono ad essere trasportate dalle correnti di flusso che si formano all'interno del fluido in movimento durante la colata, andando quindi ad occupare le zone in prossimità del fronte di avanzamento del fluido versato e nella parte centrale ed alta del deposito colato, diminuendo in numero man mano che ci avviciniamo al punto di colata. Una simulazione di moto di un fluido granulare bimodale, quindi con elevato contenuto di particelle ci permette di determinare a grandi linee il comportamento delle particelle all'interno, mostrando che durante il moto del fluido, a causa del movimento delle particelle grandi, combinato con il campo degli sforzi interni al fluido, si vengono a creare delle zone di vuoto delle particelle, e tali zone sono solitamente

⁹ al centro nel condotto a sezione circolare, mentre in quello rettangolare bisogna tener conto anche dei quattro spigoli, quindi ci troviamo ad avere 5 zone di equilibrio.

¹⁰ per ϕ si intende il diametro della particella

piccole e tendono a richiudersi in fretta, quindi è più elevata la probabilità che le particelle di dimensione minore tendano a cadervi dentro trascinate dalla forza di gravità, mentre le particelle più grandi vengono trascinate dalle correnti di flusso verso la zona più lontana dal punto di colaggio e depositandosi ai bordi di questa, sia sul fondo che nello strato intermedio e superficiale. Ovviamente tale fenomeno non porta ad una separazione netta delle particelle, ma ad una variazione percentuale della concentrazione di particelle all'interno della fluido colato[4].

Studi fatti sul comportamento di un fluido in sospensione come il cemento attraverso un'analisi distruttiva di campioni di materiale colato, mostrano verosimilmente che le particelle hanno un comportamento simile a quello dei fluidi granulari ma le particelle con il diametro maggiore tendono a concentrarsi nella strato basso e centrale della colata, accumulandosi comunque vicino al fronte di espansione del fluido, mentre quelle piccole tendono a rimanere più vicine alla sorgente e nella zona superiore della colata, Fig.2.15. Durante il moto, le par-

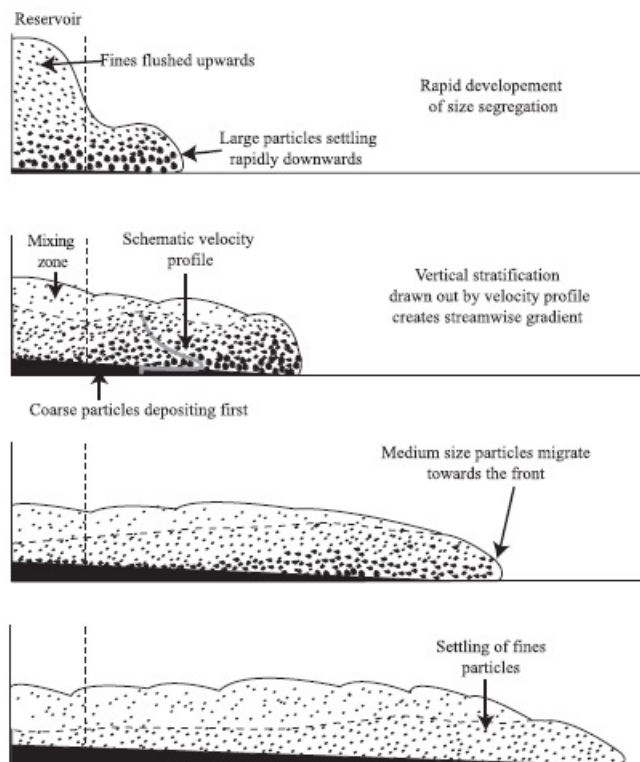


Fig. 2.15: In figura vediamo confrontati le immagini della disposizione delle particelle lungo la colata[7]

ticelle trasportate dal flusso interno del fluido in movimento tendono a subire

proprio a causa di correnti, il fenomeno, seppur attenuato, della migrazione del particolato più grande verso le zone di minor tensione interna[7]. Inoltre come si può notare ancora dall'immagine 1 in Fig.2.15, le particelle più grandi insieme al liquido in cui sono in sospensione che per primi fuoriescono dal punto di colaggio, a causa del campo di pressione e della vicinanza al punto di versaggio, tendono ad addensarsi sul fondo, formando una sorta di strato impenetrabile alle particelle solide sovrastanti, che diminuisce di spessore man mano che ci allontaniamo dal punto di colaggio. Su tale strato le particelle tendono a "slittare" al di sopra di esso, non riuscendo a penetrarvi a causa della sua più elevata densità[7].

Da quanto abbiamo detto in precedenza e cercando di riportare tali risultati sperimentali al nostro fluido, ovvero propellente solido, deduciamo che esso sarà soggetto ai fenomeni di migrazione e segregazione delle particelle, anche se ciò sarà molto attenuato perché la concentrazione di particelle solide, quindi di Perclorato di Ammonio nei compositi varia tra il 60 ed il 72% mentre nei cementi la concentrazione di particolato è del solo 13-20%, quindi il fenomeno della segregazione non porterà ad una netta separazione delle particelle, ma più ad una leggera diversificazione del tipo di particelle che troveremo tra le zone più esterne e quelle al centro del batch. Anche il fenomeno della migrazione sarà molto piccolo a causa dei piccoli numeri di Reynolds a cui il flusso è soggetto durante la sua deposizione e della sua elevata densità, facendo sì che il gradiente del campo degli sforzi di taglio sia abbastanza omogeneo lungo tutto il fluido.

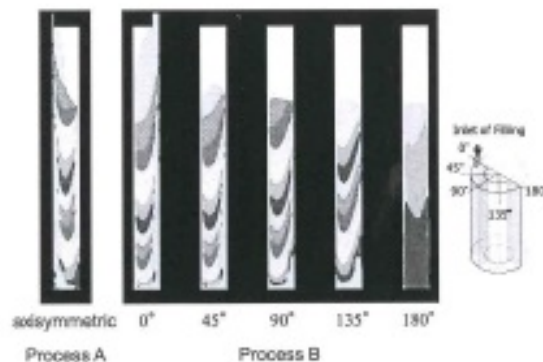


Fig. 2.16: In figura vediamo confrontati le immagini della disposizione delle particelle,[2]

La formazione, nella parte più bassa della colata, dello strato di densità maggiore, non sembra essere presente nei batch dato che essi, nonostante le diverse colate fatte in tempi diversi siano praticamente immiscibile perché proprio tra un tempo di colata e l'altro, il propellente all'interno del contenitore va via

via sempre di più ad indurirsi rendendosi impenetrabile alle colate successive, ma non abbastanza dure da evitare di essere deformate dai batch successivi, concentrandosi al centro e spingendo il fluido sottostante ai lati del case. Scopo di questo trattato è proprio capire se tali ipotesi siano veritiere oppure si dimostreranno completamente inesatte.

2.5 Burning Rate

Caratteristica fondamentale per la determinazione delle prestazioni del razzo, il *Burning Rate*, o Rateo di Combustione¹¹, è un parametro di progettazione del razzo e appartiene alle proprietà *balistiche interne* del grano, così come lo sono la sua geometria, la composizione chimica e la superficie di combustione. Per rateo di combustione si intende la velocità di regressione de grano interno alla camera di combustione all'interno del grano, che viene generalmente espresso in termini di [mm/sec.] o [in./sec.]. Dalla conoscenza del burning rate sotto tutte le condizioni di funzionamento limite dipendono profondamente il successo del progetto ed il suo sviluppo.

I metodi di studio del rateo di combustione sono 3 :

1. Bruciatori Crawford, piccoli contenitori a pressione dove vengono inseriti filamenti o barre di combustibile di seguito e bruciati, osservando il comportamento della combustione attraverso metodi ad ultrasuoni, ottici e segnali elettrici provenienti dai sensori immersi nel combustibile.
2. Valutazione balistica dei motori in scala ridotta detti *Baria*, attraverso la ricreazione in scala di un motore di cui poi si studieranno tutti i vari parametri balistici interni in diverse simulazioni, riportando poi attraverso fattori di scala, tali risultati alle caratteristiche dei motori reali.
3. Valutazioni dei motori durante il funzionamento, ovvero test su motori veri e propri in dimensioni e caratteristiche.

Esso incide in maniera direttamente proporzionale sulla spinta ed sull'impulso specifico del razzo, andando a modificare la portata massica dei gas di propellente entranti in camera di combustione a seguito della combustione, infatti [1] :

$$\dot{m} = A_b r \rho_b \quad (2.6)$$

con A_b che coincide con l'area di combustione del grano propellente ρ_b densità del propellente prima dell'accensione del motore¹² r è il nostro rateo di combustione.

¹¹ all'interno del trattato userò indistintamente i due nomi

¹² quindi influenzato da tutti i parametri di circostanza come temperatura esterna, stagionatura, umidità, e così via.

Funzione diretta della composizione del propellente, il valore del burning rate può essere influenzato anche da:

1. Pressione in camera di combustione: per la maggior parte dei propellenti prodotti, il rateo di combustione viene espresso a temperatura pari a 294 K e 6.895MPa di pressione,[1]. Una formula empirica, utilizzata per la maggior parte dei tipi prodotti ci permette di calcolare il burning rate [1] :

$$r_b = ap_1^n [\text{Legge di Vieille}] \quad (2.7)$$

dove r_b è il rateo espresso o in centimetri o pollici, al secondo, p_1 è la pressione in camera di combustione, a è una costante empirica influenzata dalla temperatura ambiente, chiamata anche *coefficiente di temperatura*, mentre n chiamato *indice di combustione* determina l'influenza della pressione in camera di combustione sul rateo. Per la maggior parte dei propellenti i valori di rateo ricavato variano da 0.05mm fino a 75 mm/-sec¹³, ma raggiungere i valori più elevati presume anche di avere pressioni in camera dell'ordine dei 14MPa, quindi difficili da ottenere.

2. Temperatura del propellente solido prima dell'accensione: La temperatura influenza l'andamento delle reazioni chimiche, quindi modificando il rateo di combustione; infatti dagli studi fatti su motori che usano principalmente grani compositi la variazione di temperatura all'interno del grano porta a variazioni di burning rate dell'ordine del 20 - 30%. La sensibilità del rateo alla temperatura iniziale prima dell'accensione viene determinata attraverso l'equazione [1] :

$$\sigma_p = \left(\frac{\delta \ln r}{\delta T} \right)_p = \frac{1}{r} \left(\frac{\delta r}{\delta T} \right)_p \quad (2.8)$$

dove σ_p è conosciuto come *sensibilità alla temperatura del rateo di combustione*, espresso in percentuale di variazione del rateo sulla variazione percentuale dei gradi di temperatura.

3. Temperatura gas di combustione, incide direttamente sulle reazioni chimiche che avvengono sulla superficie di combustione, modificando il rateo di combustione.
4. Velocità dei gas che spazzano la superficie di combustione uscendo dalla camera, interagendo con le reazioni che avvengono nella zona di combustione variando il campo di flusso in prossimità della superficie di combustione ed erodendola a causa degli attriti.

¹³ o da 0.02 a 3 pollici/sec.

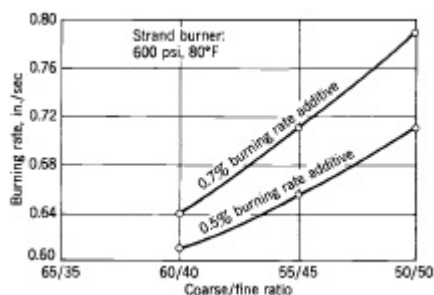


Fig. 2.17: Variazione dei valori di rateo di combustione in base al rapporto tra particelle grossolane e fini di ossidante,[1]

5. Accelerazione e rotazioni indotte al grano durante il moto del razzo, che possono portare a sforzi sulla struttura, stress interni e possibile creazione di cricche interne.

in particolare nei propellenti composti il rateo di combustione varia in valori cambiando le caratteristiche del propellente:

1. Aggiungendo catalizzatori di combustione si può modificare la velocità di combustione, rallentandola o aumentandola a seconda dei parametri di progetto che si vogliono raggiungere.
2. Variando la dimensione delle particelle di ossidante, variamo la velocità di combustione, in particolare, essa tende ad aumentare man mano che la presenza di particelle fini sia sempre più elevata, abbassando quindi il diametro medio delle particelle Fig.2.17.
3. Incremento della percentuale di ossidante all'interno del composto.
4. Incremento del calore prodotto dalla combustione del legante e/o dei plasticizzanti.
5. Immersione all'interno del composto propellente di fili o basi metalliche, aumentando quindi l'energia rilasciata durante la combustione e uniformare il più possibile il rateo di combustione lungo le varie direzioni.
6. Angolo di orientazione della colata e Striature sulla superficie, nelle zone di incontro tra due interfacce o tra un batch e l'altro.

Vediamo subito quindi che lo studio della concentrazione e della distribuzione delle particelle di Ossidante incide molto sulle caratteristiche balistiche del razzo, modificandone le prestazioni, fornendo le basi per questo elaborato, che si prefigge lo studio di tali caratteristiche fisiche del grano propellente.

3. MICROTOMOGRAFIE E TRASFORMATA DI RADON

3.1 Tomografia

La Tomografia computerizzata, indicata con l'acronimo TC, è una metodica di diagnostica per immagini, che sfrutta radiazioni ionizzanti¹ e che consente di riprodurre sezioni o strati degli oggetti scansionati e da questi ottenere una loro elaborazione tridimensionale, naturalmente effettuata tramite calcolatore elettronico.

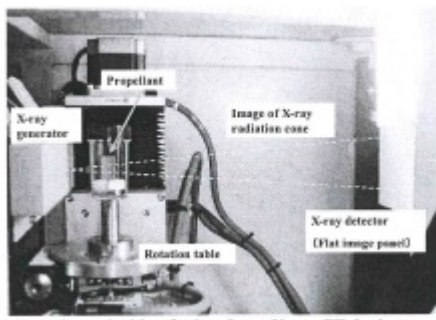


Fig. 3.1: immagine di un macchinario per tomografie computerizzata.

Nasce agli inizi dei primi anni '30, grazie ad un'intuizione di Alessandro Vallebona, radiologo italiano, sviluppandosi nella metodica e nell'utilizzo fino ad essere perfezionata dall'ingegnere Godfrey Hounsfield e dal fisico Allan Cormack nel 1971², per essere utilizzata da quel momento in poi come mezzo principale di introspezione non invasiva in campo medico.

Trova il suo principale impiego nel campo medico, ma può essere tranquillamente usata per l'analisi non distruttiva dei materiali. Per lo studio dei materiali propellenti viene utilizzato tale metodo, a livelli millimetrico, attraverso lo studio.

La metodica di funzionamento sfrutta la legge dell'assorbimento dei raggi X, ovvero

$$I(t) = I_0 * ((e^{-})^\mu)^t \quad (3.1)$$

dove μ è il coefficiente di attenuazione di massa, che dipende dalla densità del corpo attraversato;

t è il cammino percorso ;

I_0 è l'intensità di partenza del raggio dalla macchina ;

¹ i cosiddetti raggi X.

² questo li portò alla vittoria del Premio Nobel per la medicina nel 1971.

$I(t)$ è l'intensità del raggio dopo aver attraversato il corpo ;

il fascio in uscita quindi avrà un'intensità inversamente esponenziale alla densità e alla distanza percorsa all'interno dell'elemento considerato. La ricostruzione dell'immagine avviene attraverso l'utilizzo di tante radiografie acquisite da angolazioni diverse, in pratica, il meccanismo emettitore e raccogliatore ruotano attorno ad un asse dell'oggetto emettendo una serie elevatissima di scansioni, da cui attraverso l'utilizzo della *Trasformata di Radon* si estrapola la terza dimensione dalle immagini riuscendo a ricreare una ricostruzione tridimensionale dell'oggetto. Per poter applicare l'algoritmo matematico per la ricostruzione è necessario che la immagini siano sotto forma digitale, come matrice di numeri organizzata, il cui numero più piccolo è detto *pixel* e il suo valore interno è un numero in scala di grigi da 0 a 255 +che indica il grado di attenuazione del fascio di raggi X in quel punto. Dopo aver applicato gli algoritmi si ottiene la ricostruzione un'immagine digitale che rappresenta la distribuzione di densità in una sezione dell'oggetto ed il cui elemento più piccolo è il *Voxel*, un elemento volumetrico. Il numero all'interno del Voxel è detto **numero CT** che rappresenta la densità dell'oggetto in quel punto.

3.2 Trasformata di Radon

La Trasformata di Radon è una trasformata integrale la cui inversa è utilizzata per ricostruire le immagini ricavate da macchinari per le tomografie. Tale metodologia matematica viene utilizzata anche per ricostruire la mappa delle zone polari di un pianeta osservato ai raggi X da satelliti orbitanti o telescopi. e trasformate integrali sono utili per ridurre equazioni differenziali lineari a equazioni algebriche e per l'analisi dei segnali. La trasformata di definisce come:

$$R(\rho, \tau)[f(x, y)] = \int_{-\infty}^{+\infty} f(x, \tau + px)dx = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x, y)\delta[y - (\tau + px)]dydx \quad (3.2)$$

dove p è la pendenza della generica linea di scansione

τ è la sua intercetta

l'inversa, ovvero l'antitrasformata, la funzione che ci permette di ricreare le immagini a partire dalla scansioni monodimensionali, si definisce come :

$$f(x, y) = \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{d}{dy} H[U(py - px)]dp \quad (3.3)$$

dove H è la trasformata di Hilbert che può essere definita come un'applicazione generalmente lineare, di uno spazio di funzioni su un'altro spazio di funzioni,

realizzata con un integrale, ed essa si definisce come :

$$H(u)(t) = p.v. \int_{-\infty}^{+\infty} u(\tau)h(t - \tau)d\tau = \frac{1}{\pi}p.v. \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{u(\tau)}{t - \tau}d\tau \quad (3.4)$$

dove $u(\tau)$ è la funzione o segnale trasformato

p.v. indica che l'integrale deve esistere come valore principale di Cauchy.

Conoscere la trasformata di Radon di un oggetto permette di ricostruire la struttura di tale oggetto, e questo ci viene assicurato dal *teorema delle proiezioni*, che ci dimostra che se abbiamo un numero infinito³ di proiezioni monodimensionali di un oggetto fatte da infiniti angoli diversi, $U(m,q)$, possiamo ricostruire perfettamente la geometria dell'oggetto originale $f(x,y)$ ed il processo di ricostruzione consiste nell'applicazione dell'anti-trasformata.

L'antitrasformata di Radon presenta lo svantaggio di essere decisamente instabile ai rumori nelle misurazioni, ma grazie ad un corollario del teorema delle proiezioni ci dice che la Trasformata di Radon della convoluzione bidimensionale di due funzioni è uguale alla convoluzione monodimensionale della loro trasformata di Radon. Con ciò possiamo praticamente dimostrare che per eliminare il rumore che riduce la qualità delle misurazioni è sufficiente filtrare matematicamente queste ultime prima di eseguire la ricostruzione.

In ultimo, si presenta di seguito una forma alternativa della Trasformata di Radon:

$$R'(r, \alpha)[f(x, y)] = \int_{-\infty}^{+\infty} \int_{-\infty}^{+\infty} f(x, y)\delta(r - x\cos\alpha - y\sin\alpha)dx dy \quad (3.5)$$

dove r è la distanza minima tra l'origine e la retta di studio

α è l'angolo formato dal vettore distanza con la retta.

³ nel nostro caso si intende un numero decisamente elevato.

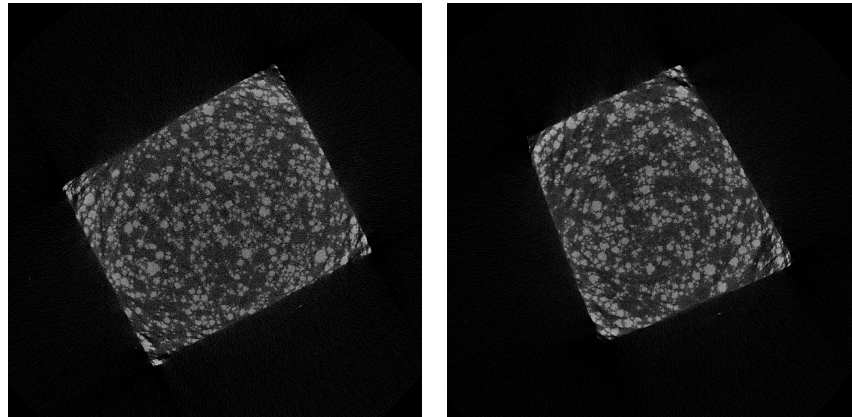
4. IMPLEMENTAZIONE PROGRAMMA DI ANALISI MICROTOMOGRAFIE

Lo scopo di questo elaborato risulta quindi evidente dopo aver descritto le problematiche legate alla produzione dei grani propellenti e delle caratteristiche che influenzano il rateo di combustione di questo, in particolare la disposizione, la grandezza e la concentrazione delle particelle di ossidante all'interno di ogni batch. L'utilizzo della microtomografia ci permette di effettuare analisi non distruttive sul campione preso in considerazione, fornendoci una elevata serie di sezione del provino sotto forma di immagini computerizzate.

4.1 *Microtomografie*

Le microtomografie Fig.4.1 sono state eseguite presso i laboratori dell'Istituto Ortopedico Rizzoli in collaborazione con il Dipartimento di Chimica Industriale, analizzando due provini cubici di propellente solido **monomodale**¹ di lato medio di 11 mm, appartenenti ad un singolo batch, ma presi uno nella parte centrale della colata, quindi vicino al punto di versaggio ed uno nell'interfaccia ovvero nel punto di contatto tra due fronti di avanzamento di colate distinte, e tutti e due riferiti ad un grano propellente colato con il metodo delle tre bocche simmetriche a 120 gradi.

¹ come vedremo successivamente nei risultati



(a) Immagine centro.

(b) Immagine interfaccia.

Fig. 4.1: Due delle microtomografie analizzate

Dati macchinario tomografie	
Source Type	Hamamatsu 100/250
Camera	Hamamatsu 10Mp camera
Camera Pixel Size (um)	11.51
CameraXYRatio	1.0040
Number of Rows	2096
Number of Columns	4000
Image Pixel Size (um)	6.43
Object to Source (mm)	119.180
Camera to Source (mm)	213.354
Vertical Object Position (mm)	44.297
Optical Axis (line)	990
Filter	Al 0.5 mm
Image Format	TIFF
Geometrical Correction	ON
Camera Offset	OFF
Exposure (ms)	1178
Median Filtering	ON
Flat Field Correction	ON
Rotation Direction	CC
Scanning Trajectory	ROUND
Type Of Motion	STEP AND SHOOT
Study Date and Time	Sep 25, 2012 11:56:22
Scanduration	01:00:57

I campioni sono stati scansionati dal macchinario per la tomografia compu-

terizzata e ricostruiti in 2000 immagini per ogni campione, ogni immagine è distanziato dall'altra per una lunghezza pari allo spessore di un pixel ($6.43\mu\text{m}$).

Dati ricostruzioni immagini	
Result File Type	JPG
Result Image Width (pixels)	3216
Result Image Height (pixels)	3216
Pixel Size (um)	6.42711
Reconstruction Angular Range (deg)	204.40

4.2 Algoritmo di studio

L'analisi viene effettuata a partire dal 2D, dove si studiano composizioni e distribuzioni delle particelle frame per frame, passando poi a ricavare le informazioni nel 3D, come volumi e distribuzioni particelle nello spazio, concentrazioni e diametri medi, basandosi sullo studio delle immagini tomografiche in JPG, che matlab acquisisce, attraverso la funzione: **imread** come immagini *rgb*, ovvero degli array $m \times n \times 3$ dove m e n sono le dimensioni in pixel dell'immagine, e nella profondità troviamo un numero che indica l'intensità dei 3 colori primari in quel punto. Lavorare con tali tipi di array implica un costo computazionale eccessivamente oneroso, quindi si converte l'array in una matrice binaria delle dimensioni $m \times n$ attraverso la funzione

$$Ibw = \mathbf{im2bw}(\text{array } rgb, \text{soglia di contrasto}) \quad (4.1)$$

funzione che riceve in ingresso il nome dell'immagine da convertire ed in uscita si ottiene la matrice binaria *Ibw*. Il parametro *soglia di contrasto* è un parametro che varia da 0 a 1, fondamentale per la conversione dell'immagine perché determina sotto quale soglia i pixel possono essere considerati accesi o spenti, ovvero, la funzione di conversione in binaria legge l'array in *rgb* e fa una media delle intensità dei colori nei vari pixel, se tale intensità è minore della soglia stabilita dall'utente tale pixel viene considerato spento e quindi indicato con uno zero nella matrice binaria, in Fig.4.2, o acceso se si trova sopra tale soglia.

L'algoritmo che si occupa di studiare i vari frame presi in considerazione si divide in due componenti principali, l'individuazione delle caratteristiche volumetriche di ogni particella che man mano la si rileva nell'analisi, e lo studio delle proprietà del frame bidimensionale. La prima parte classifica le particelle presenti nel frame che si stà analizzando, racchiudendo in una *cella* tutte le caratteristiche delle particelle rilevate, ovvero:

- il numero di particelle presenti nell'immagine analizzata. (*CC.NumObjects*)

- il numero di pixel che la compongono.
- l'indice di ogni pixel della particella in questione. (*CC.PixelIdxList*)

Tale compito viene svolto dalla funzione

$$CC = \mathbf{bwconncomp}(Ibw); \quad (4.2)$$

Dove *Ibw* rappresenta la matrice logica associata al ROI che studiato, *CC* è la *cella* in cui vengono racchiusi i dati legati alle particelle del frame. Dopo di che a partire da tali dati ci si costruiscono:

- Un vettore di dati, in cui andiamo a racchiudere il numero di pixel bianchi appartenenti alle particelle, ovvero **dim Part**, in cui ogni elemento del vettore corrisponde alla particella, ed al suo interno contiene il numero di pixel bianchi appartenenti a tale particella
- Una cella in cui ogni componente corrisponde ad una particella, e contiene le coordinate cartesiane tridimensionali dei pixel appartenenti alla particella stessa.

Tale procedimento viene implementato al primo ciclo dal seguente script:

```

if ii==1
    matrice=zeros(size(Ibw));
    N_part=CC.NumObjects;
    for oo=1:CC.NumObjects
        %analisi dimensione singolo elemento
        aux(oo)=numel(CC.PixelIdxList{oo});
        matrice(CC.PixelIdxList{oo})=oo;
        [row,col] = ind2sub(size(matrice),CC.PixelIdxList{oo});
        Part_pix_coords{oo,1}=[row,col,ii+0*row];
    end
    vect_N_pix_w(ii)=sum(aux);

    dim.Part=aux;

```

else

mentre nei cicli successivi varia, dato che si deve tener conto delle particelle già rilevate e quindi non contarle due volte nella classificazione. Ciò avviene attraverso il confronto delle matrici binarie corrispondenti ai due ROI dei frame

consecutivi analizzati, che messe a confronto e sovrapposte, mostrano se la particella rilevata nel frame in analisi, è stata rilevata anche nel frame precedente, allora i pixel di tale particella vanno a sommarsi nel vettore **dim Part** agli altri già assegnati nel precedente studio; nel caso in cui invece tale particella non risulti essere sovrapposta o semi-coincidente con una del frame precedente, allora essa viene rilevata come una nuova particella e quindi viene aggiunto un nuovo elemento al vettore **dim Part** in cui saranno salvati i pixel di questa.

```

else
    matrice_new=zeros(size(matrice));
    for oo=1:CC.NumObjects
        % analisi dimensione singolo elemento
        aux(oo)=numel(CC.PixelIdxList{oo});
        [row,col]=ind2sub(size(matrice),CC.PixelIdxList{oo});
        %la particella era presente nel precedente frame
        if any(Ibw_old(CC.PixelIdxList{oo}))
            % indice particella precedente
            ind=max(matrice(CC.PixelIdxList{oo}));
            dim_Part(ind)=dim_Part(ind)+aux(oo);
            matrice_new(CC.PixelIdxList{oo})=ind;
            % cella che immagazzina le coordinate di ogni singolo pixel
            Part_pix_coords{ind,1}=cat(1,Part_pix_coords{ind,1},...
                [row,col,ii+0*row]);
        else
            N_part=N_part+1;
            dim_Part=cat(1,dim_Part,aux(oo));
            matrice_new(CC.PixelIdxList{oo})=N_part;
            Part_pix_coords{N_part,1}=[row,col,ii+0*row];
        end
    end
end

vect_N_pix_w(ii)=sum(aux); % numero pixel bianchi
matrice=matrice_new;
end

Ibw_old=Ibw;
CC_old=CC;
vect_perc_A(ii)=100*(vect_N_pix_w(ii)/numel(Ibw));

```

In questo modo si ottiene un conteggio su più frame dei pixel di una particella e sapendo che la distanza tra un frame e l'altro è di un pixel allora possiamo calcolare il volume nello spazio della singola particella, sapendo che il pixel cubo, o meglio il *Voxel*, occupa $(6,43\mu\text{m})^3$; l'analisi calcola il volume di ogni particella trovata ed immagazzina l'informazione nel vettore **Volume particella**:

```
for ii=1:numel(dim_Part)
    Volume_particella(ii)=dim_Part(ii)*(pixel_size^3);
    R_medio_equivalente(ii)=...
        ((3*Volume_particella(ii))/(4*pi))^(1/3);
end
```

oltre a calcolare il raggio medio della particella, ed immagazzinare il dato in **R medio equivalente**.

Per quanto riguarda invece lo studio del frame nel bidimensionale, a tale compito è adibita la funzione **novapacccomp**:

$$[\textit{Proprietà, numero particelle, coordinate centroidi}] = \text{novapacccomp}(CC) \quad (4.3)$$

dove *CC* è la cella sopraccitata, contenente le informazioni delle particelle del frame

Proprietà consiste in una matrice $n \times 9$ dove sono racchiuse le 9 proprietà delle n particelle studiate, di particolare importanza, l'area delle particelle, il perimetro, l'eccentricità e l'orientazione nel piano.

Tale analisi dimensionale di avvale dell'utilizzo della funzione **regionprop** che studia le principali caratteristiche delle matrici logiche (o binarie). Dallo studio bidimensionale, si ricavano parametri come l'area massima, media e minima delle particelle del frame 2D, la loro concentrazione ed il diametro medio, che vengono poi salvati in celle contenenti tali parametri per ogni parametro studiato.

Per la ricostruzione 3D dei frame studiati per determinare l'orientazione delle particelle si è usata la cella contenente le coordinate dei pixel, da cui si sono ricavate sia le coordinate del centro di massa in coordinate cartesiane, che l'orientazione della particella. Il centro di massa è stato calcolato attraverso la formula:

$$(X_{\text{Cdm}}, Y_{\text{Cdm}}, Z_{\text{Cdm}}) = \frac{\sum_{i=1}^N m_i(x_i, y_i, z_i)}{\sum_{i=1}^N m_i} \quad (4.4)$$

dove N corrisponde al numero di *Voxel* appartenenti alla particella;

m_i è la massa del voxel;

(x_i, y_i, z_i) sono le coordinate cartesiane del voxel. Ipotizzando che le particelle in sospensione nel fluido abbiano tutte la stessa densità, abbiamo che tutti i

Voxel hanno lo stesso peso, quindi il nostro centro di massa coinciderà con il baricentro della particelle, inoltre ipotizzando che gli stessi voxel abbiano tutti massa unitaria, la formula 4.4 si semplifica nella formula:

$$(X_{\text{Cdm}}, Y_{\text{Cdm}}, Z_{\text{Cdm}}) = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i, y_i, z_i)}{\sum_{i=1}^N m_i} \quad (4.5)$$

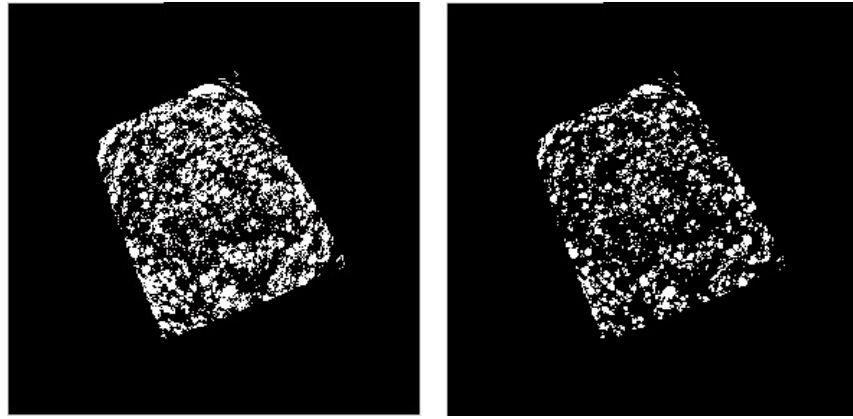
Per determinare l'orientazione spaziale, ci si è serviti nuovamente del vettore delle coordinate delle particelle, questa volta individuando il voxel più lontano dal centro di massa appena calcolato, ed identificando nel vettore congiungente i due punti lo stesso vettore orientazione, da cui abbiamo estrapolato i tre angoli di orientazione *Alpha*, *Theta* e *Iota* della particella. Lo script di tale procedimento si trova in *Appendice* sotto la voce **Script: ANALISI ORIENTAZIONE PARTICELLE**.

4.3 Interfaccia Programma di Analisi

L'utente che utilizza il programma di analisi immagini, si interfacerà ad esso attraverso l'utilizzo di due GUI (Graphical User Interface), che ne facilitano l'uso e la comprensione. Nella prima GUI l'utente imposta tutti i parametri di analisi, dal tipo di slide da considerare, alla grandezza del pixel, ed il tipo di contrasto desiderato. Le immagini visualizzate si riferiscono all'immagine dell'array rgb a sinistra e della matrice binaria al centro. Dopo aver scelto il contrasto, si definisce il ROI (Rectangular of interest) da analizzare che può essere impostato sia in automatico, creando un quadrato di lato e centro prestabiliti, oppure manualmente selezionandolo sulla figura, come vediamo in Fig.4.6.

Troviamo inoltre le opzioni:

- *Riempimento buchi*: ovvero durante l'analisi si vanno a riempire tutti i pori presenti all'interno delle particelle; tale processo va a modificare il valore all'interno dei pixel dell'immagine binaria trasformando in pixel accesi, tutti i pixel spenti ma che sono circondati da tutti pixel accesi. Tale lavoro viene svolto dalla funzione **imfill**, e ne vediamo gli effetti in Fig.4.4. Per individuare i pixel che si trovano adiacenti a quello spento si usa la funzione **neighbors** che individua i pixel adiacenti al pixel di interesse.
- *Ciclo dilata-erodi*: Il ciclo prende in considerazione tutti i gruppi di elementi accesi isolati nell'immagine, in pratica le particelle, e le sottopone alle operazioni di dilatazione ed erosione, aumentando prima l'area della particella rendendola più rotondeggiante e richiudendo tutte le fessurazioni



(a) Immagine binaria contrasto 0.27. (b) Immagine binaria contrasto 0.35.

Fig. 4.2: Immagine binaria a contrasti diversi

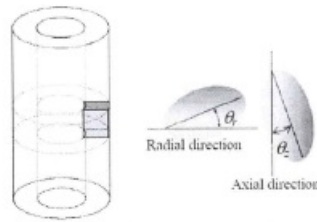


Fig. 4.3: Determinazione orientazione particelle

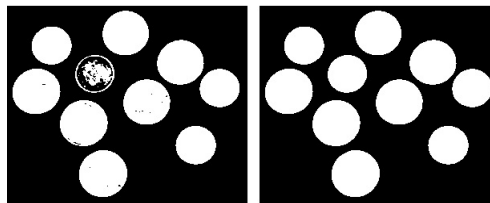


Fig. 4.4: Immagine trattato con fill

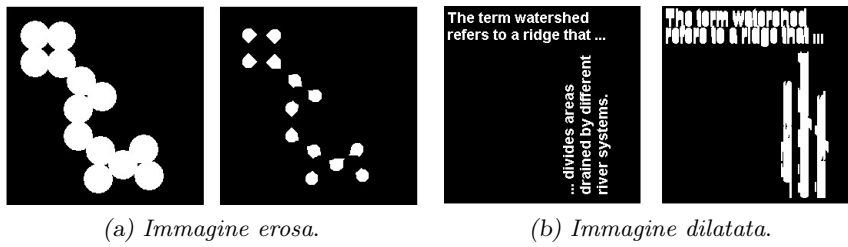


Fig. 4.5: Dilata-Erodi

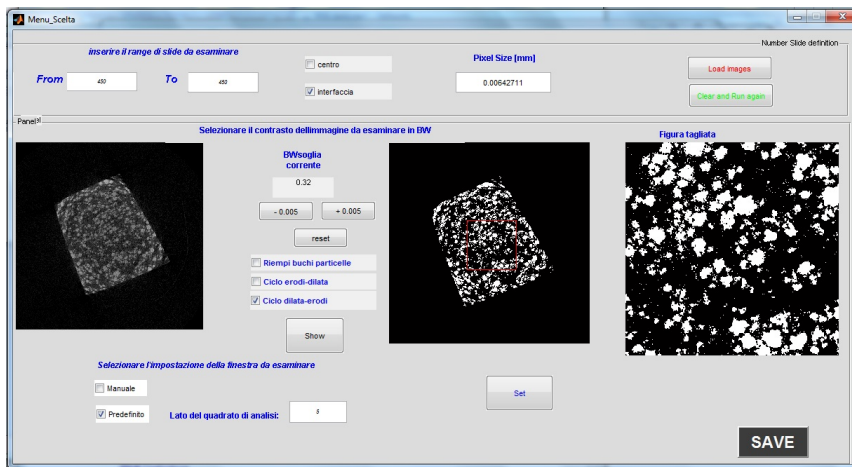


Fig. 4.6: GUI

al suo interno, poi erodendola nei contorni. Tale ciclo tende ad arrotondare le particelle e distinguerle in maniera più netta, ma ha lo svantaggio di portare ad una sovrastima della loro area oltre ad una loro deformazione, variandone quindi l'orientazione effettiva in taluni casi.

- *Ciclo erodi-dilata*: svolge le stesse funzioni del ciclo precedente, con la differenza che questa volta si tende a sottostimare le aree delle particelle.

Dopo aver definito tutte le specifiche di studio, si passa al lancio della seconda GUI, Fig.4.7, quella che effettuerà l'analisi a tutte le particelle immagini desiderate con i parametri richiesti. Notiamo che in alto vi è presente una casella che riporta la dicitura "Numero Pixel da filtrare", tale parametro è stato immesso nel nostro caso specificamente al fine di eliminare la presenza di particelle con dimensioni estremamente piccole quindi trascurabili e che inoltre rallentano il tempo di elaborazione dell'analisi. Il filtraggio avviene facendo passare la

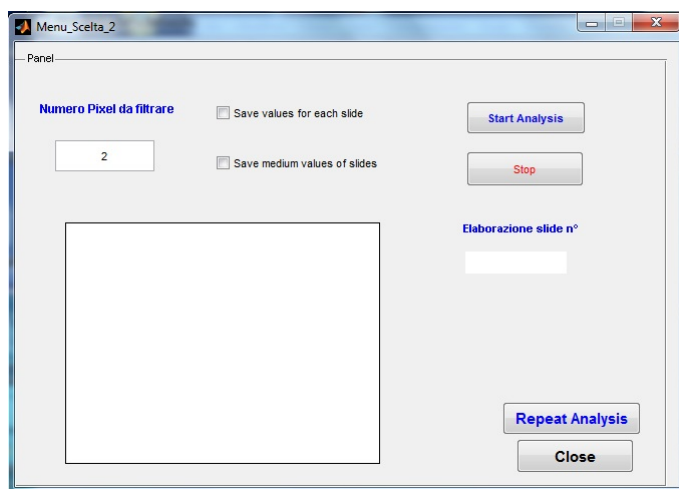


Fig. 4.7: GUI2

nostra matrice binaria attraverso la funzione:

$$Ibw = \mathbf{bwareaopen}(\text{matrice binaria}, \text{soglia pixel da eliminare}) \quad (4.6)$$

che individua tutti i gruppi di pixel accesi il cui numero di componenti non supera la soglia imposta dall'utente e li spegne, trasformandoli in zeri. In uscita si avrà quindi una matrice in cui i gruppi di pixel accesi sono maggiori di una certa grandezza, ma avendo però ridotto di una frazione percentuale trascurabile l'area totale. Il numero di pixel, dato che esso è l'unità minima delle immagini, deve essere forzatamente intero.

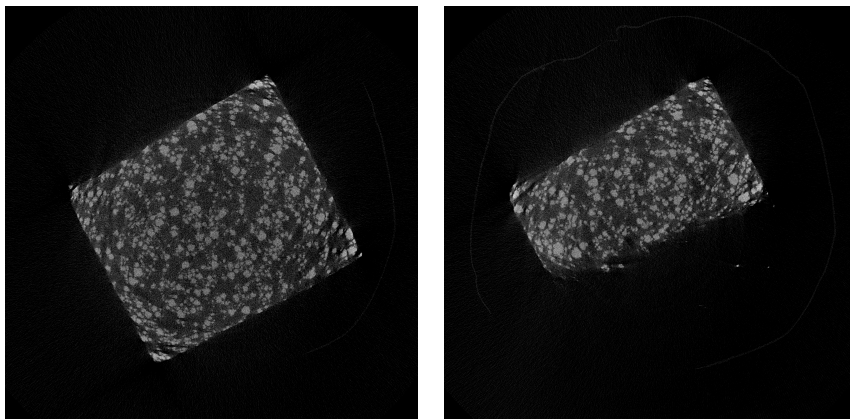
Il ciclo di analisi una volta avviato, può essere stoppato, comportando l'uscita alla slide successiva a quella che il programma sta elaborando, ma salvando tutti i dati ricavati fino a quel momento. I dati trovati, saranno dati in output sia sotto forma di file.mat che sotto forma di dati in Excel, a scelta dell'utente.

Infine si porta in evidenza un piccolo accenno alla velocità computazionale ed ai requisiti di sistema richiesti; infatti, il programma di analisi ha costi computazionali non trascurabili, pretendendo una memoria di RAM pari ad almeno 4 o 8 GB, così da poter immagazzinare l'elevata mole di dati flottanti che vengono estrapolati ad ogni ciclo, altrimenti si incorre in un crash del sistema e la relativa perdita dei dati. Per ovviare a quest'ultima problematica, si è inserito nel processo di analisi una serie di sistemi di salvataggio in file .mat o . excel così da salvare i dati prodotti fin al momento del crash. La velocità di computazione dei dati è dell'ordine delle ore, ma cioè varia da macchina a macchina.

5. RISULTATI E CONCLUSIONI

5.1 Determinazione parametri di studio

Primo obiettivo dello studio è determinare i parametri di contrasto con cui convertire l'immagine da **rgb** a binaria e il numero di pixel da filtrare al fine di avere un'analisi pulita e non falsata dalla presenza di elementi caotici. Ciò viene fatto confrontando i valori ricavati nel 2D attraverso il nostro programma di analisi con i dati forniti dai laboratori dell'Istituto Rizzoli, effettuando una serie iterata di analisi a parametri diversi su un ROI di lato 5mm centrato nell'immagine. Le grandezze confrontate si riferiscono all'area totale calcolata nella slide, all'area media ed al numero di particelle, da cui si sono ricavati i parametri di studio. Nel particolare si è scelto di analizzare il frame numero 370 perché sia nell'interfaccia che nel centro, le immagini precedenti non risultano complete causa la non complanarità tra le facce del cubetto e il piano di sezione dell'apparecchiatura tomografica, come vediamo in Fig.5.1. Tale problematica si presenta anche per le slide superiori alle 1800, comportando la scrematura del numero di immagini da analizzare, che scendono da 2000 a circa 1300-1400.



(a) Immagine completa.

(b) Immagine incompleta.

Fig. 5.1: Confronto immagini tra frame incompleti e completi

Nelle Fig.5.2 vediamo come variano le tre grandezze prese in considerazione al variare dei parametri **contrasto** e **numero pixel da filtrare**. I piani corri-

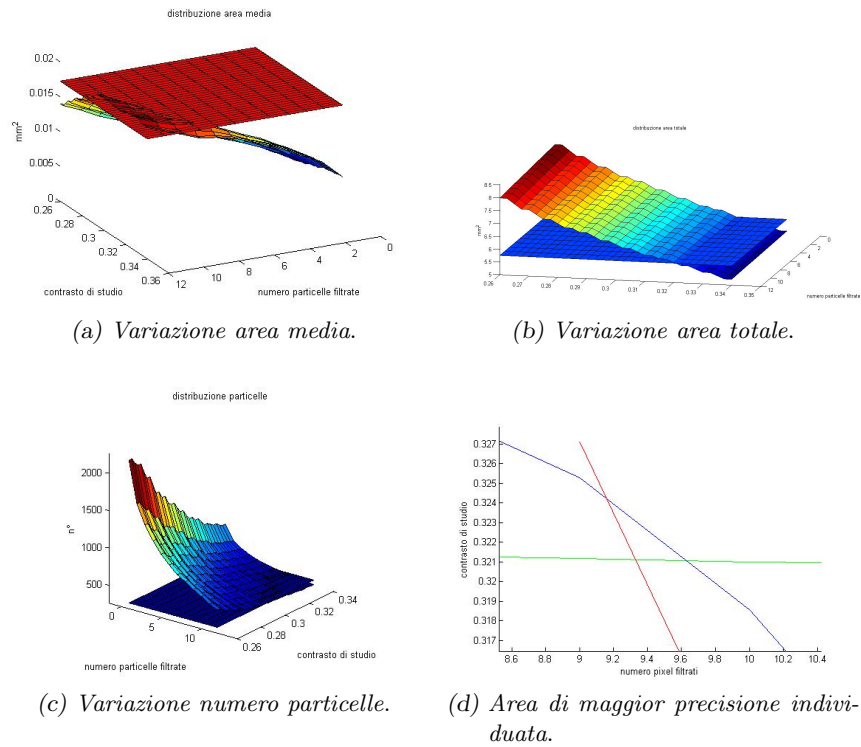


Fig. 5.2: Variazione dei risultati al variare dei parametri di studio

spondono con i valori forniti dai laboratori, di cui non conoscevamo i parametri di studio.

Individuati i parametri con cui convertire in matrice binaria l'immagine, si passa al confronto di tali proprietà con i dati forniti dai laboratori lungo un range di 230¹ frame per verificare l'effettiva precisione dei parametri di studio ricavati, il tutto rimanendo sempre nel 2D. Per tale confronto si sono scelte 6 grandezze:

- *Numero particelle*
- *diametro equivalente*
- *Area totale particelle nel frame*
- *Area massima particella nel frame*
- *Area minima particella nel frame*
- *Area media particelle nel frame*

ed andando ad analizzare un ROI di dimensioni 5x5 mm, corrispondenti a 779x779 pixel² posizionato nella zona centrale del frame Fig.5.3(a),(b). Notiamo

¹ purtroppo tali dati si riferivano a questo piccolo range di frame

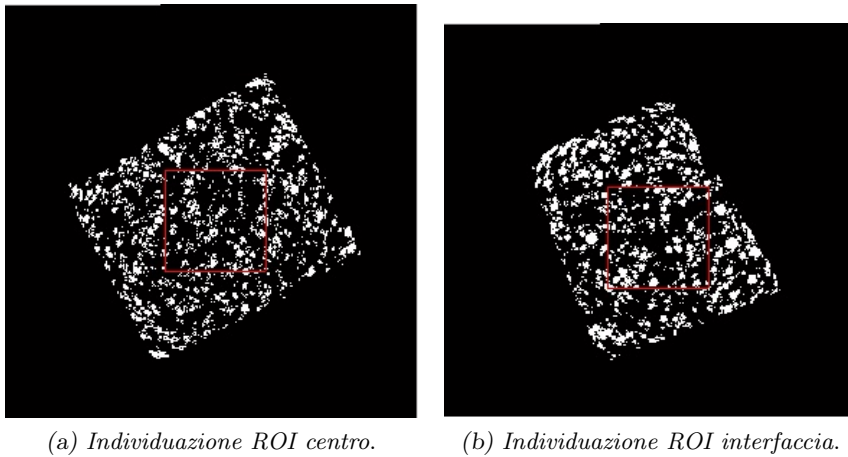


Fig. 5.3: Collocazione ROI di studio

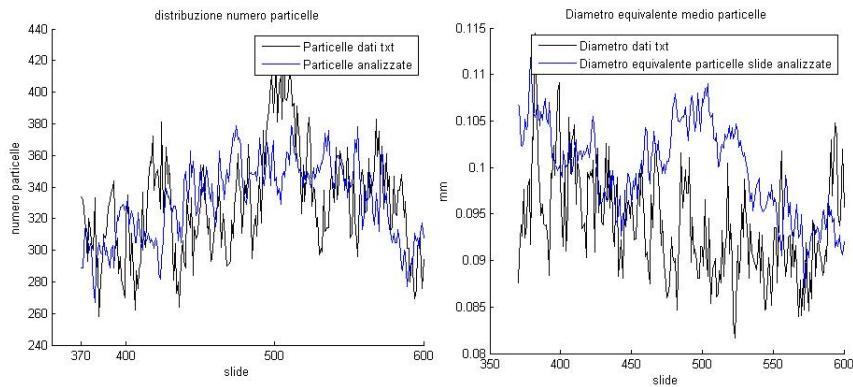


Fig. 5.4: Confronto tra dati ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi all'interfaccia

subito dai grafici nelle Fig.5.4, 5.5 che l'andamento medio del *numero di particelle* e del *diametro equivalente medio* ricalcano in maniera soddisfacente i dati forniti dal Rizzoli.

Stessa osservazione si può fare la si fa per quanto riguarda il confronto delle aree nelle Fig. 5.6, 5.7, dove l'unico valore che apparentemente sembra discostarsi dai dati di riferimento riguardano l'area minima, questo perché tale valore è direttamente al numero minimo di pixel che la particella deve avere dopo il filtraggio, ma non potendoci conformare perfettamente ai valori riportati in Fig.5.2(d) perché la soglia minima di pixel sotto la quale la particella viene filtrata deve essere intero, si ha un leggero discostamento dai dati forniti.

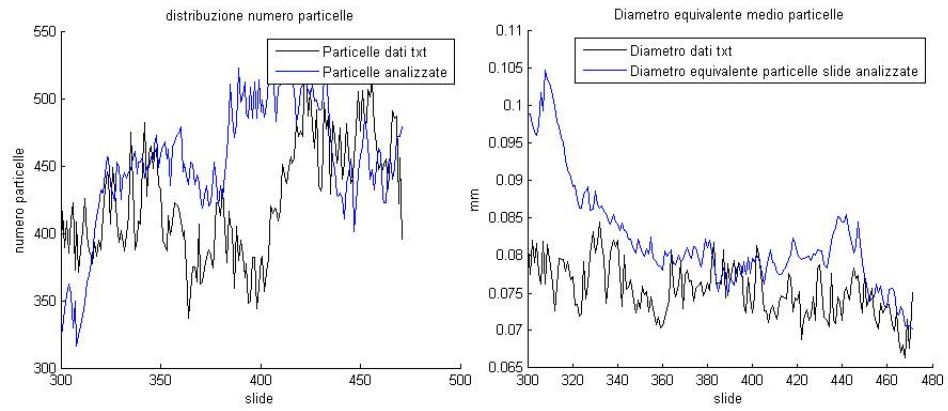


Fig. 5.5: Confronto tra dati ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi al centro

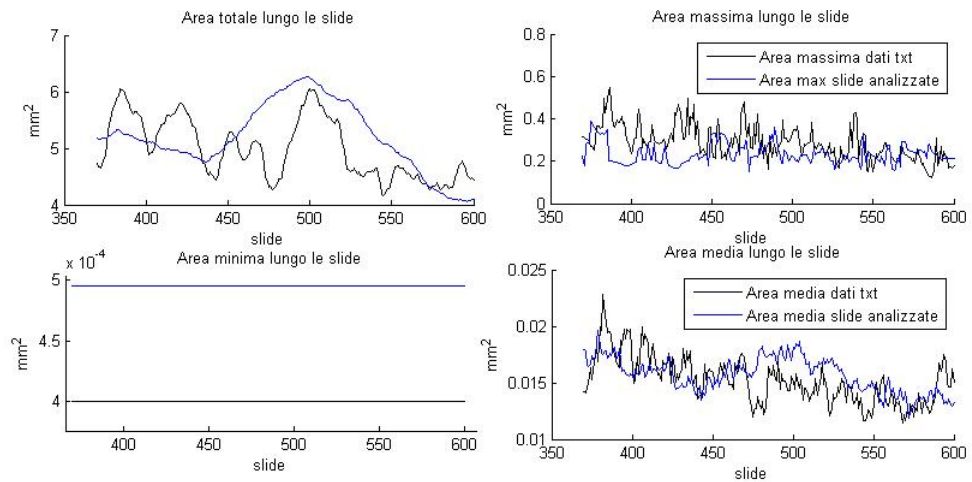


Fig. 5.6: Confronto tra i dati delle aree ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi all'interfaccia

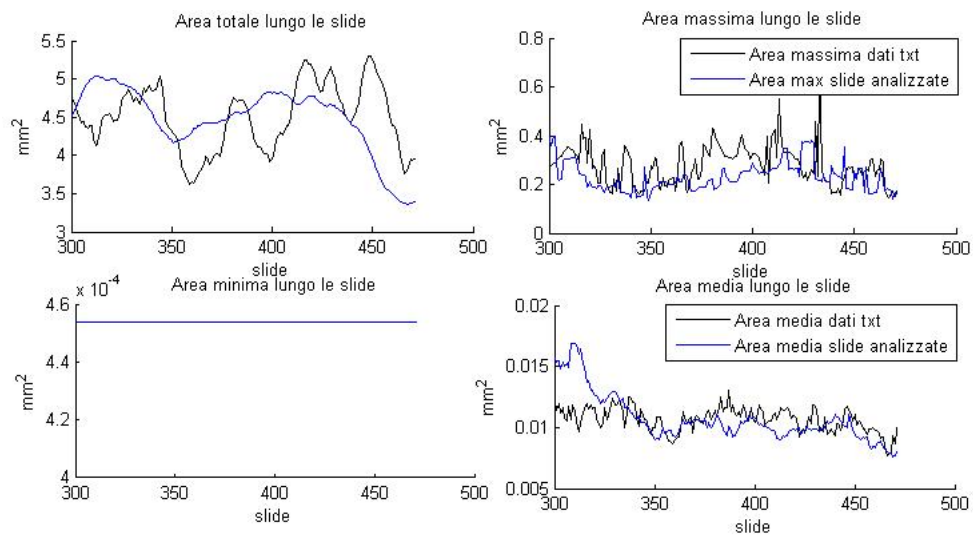


Fig. 5.7: Confronto tra dati delle aree ricavati e quelli forniti dal laboratorio relativi al centro

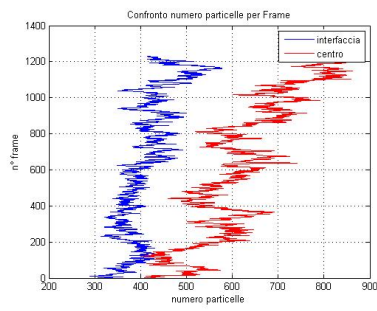
5.2 Risultati nel 2D

Stabiliti i parametri di studio si passa al confronto vero e proprio, dove ci aspettiamo di trovare delle differenze, come anticipato dalla teoria, nella composizione delle particelle e concentrazione. Vengono analizzati i frame secondo i seguenti parametri:

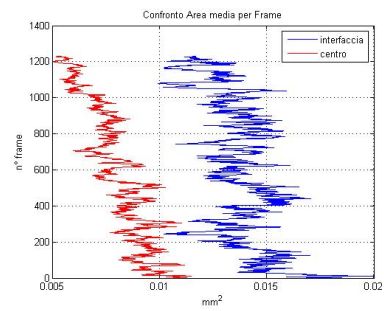
	frame interfaccia	frame centro
Frame analizzati	da 370 a 1600	da 370 a 1600
Contrasto di conversione	0.325	0.325
Soglia Pixel filtrati	12	12
Dimensioni ROI	5x5 mm	5x5 mm

Confrontando i principali risultati ottenuti dai due provini, interfaccia e centro, vediamo un concretizzarsi di quanto già ipotizzato in fase teorica, ovvero che nel provino proveniente dal centro del batch il diametro medio delle particelle è più piccolo, in concordanza con la teoria che le particelle più piccole tendono a rimanere più vicine punto di colata, mentre le particelle più grandi tendono a raggiungere il fronte di avanzamento del fluido, quindi allontanarsi dal punto di versaggio, infatti il diametro medio nell'interfaccia ha valore più elevato, andamento rispecchiato anche per l'area media delle particelle, in interfaccia più elevata come vediamo nelle Fig.5.8(d),(b). L'area totale delle particelle nei singoli frame dei due provini, Fig.5.8(c), tendono spesso ad assumere lo stesso valore, essendo il ROI della stessa grandezza per i due casi, la concentrazione di particelle nell'immagine studiata è simile. Il numero di particelle naturalmente è più elevato nel centro e più basso nell'interfaccia come vediamo nettamente in Fig.5.8(a), dato che l'area totale è simile ma l'area media è più bassa nel centro, quindi particelle più numerose ma di dimensioni minori, mentre nell'interfaccia numero di particelle più basso ma più grandi.

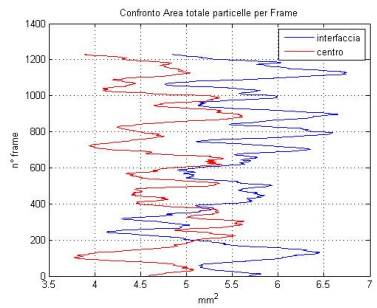
Lo studio dell'orientazione delle particelle nel piano di sezione della tomografia non rivela alcuna direzione preferenziale, come vediamo dall'istogramma degli angoli di orientazione delle particelle, quindi nel 2D si suppone una casuale orientazione delle particelle appartenenti ad un batch monomodale colato. In particolare in Fig.5.9 si studiano i casi di 3 frame in entrambi i provini, ovvero i frame 370, 750 e 1500.



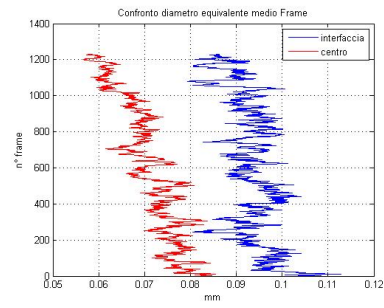
(a) Confronto numero particelle.



(b) Confronto area media particelle.

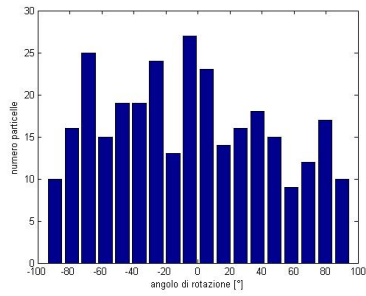


(c) Confronto area totale delle particelle.

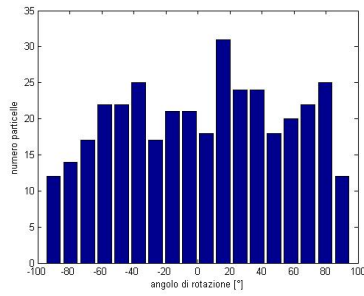


(d) Confronto diametro medio particelle.

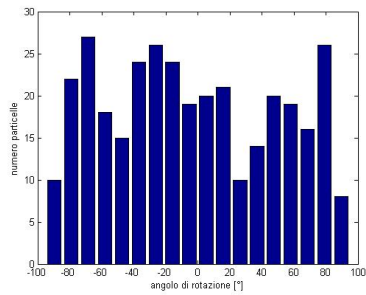
Fig. 5.8: Confronto delle grandezze caratteristiche tra i due campioni



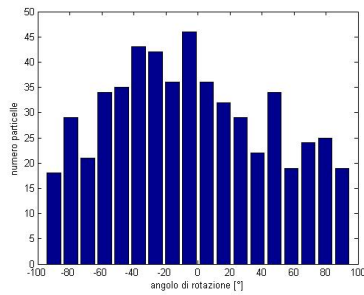
(a) Orientazione particelle interfaccia



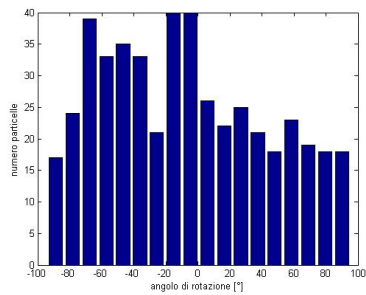
(b) Orientazione particelle centro frame 370.



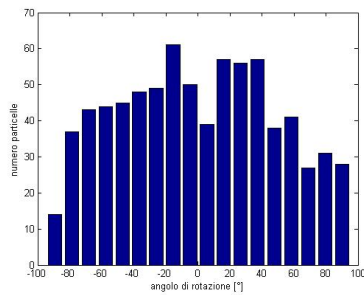
(c) Orientazione particelle interfaccia



(d) Orientazione particelle centro frame 750.



(e) Orientazione particelle interfaccia



(f) Orientazione particelle centro frame 1500.

Fig. 5.9: Orientazione particelle nei due campioni

5.3 Risultati nel 3D

5.3.1 Dati volumetrici

Il propellente studiato, come detto nel capitolo precedente, è del tipo **mono-modale**, quindi le particelle sia nel centro che nell'interfaccia avranno diametri appartenenti allo stesso ordine di grandezza, ma nonostante ciò si riesce ad evidenziare una variazione netta nelle dimensioni delle particelle tra l'uno e l'altro campione.

Le informazioni raccolte nel vettore **Volume particella** riguardano i volumi di ogni particella presente nel provino dell'interfaccia o nel provino del centro del batch, e da tale vettore ricaviamo subito le informazioni più interessanti nello studio della composizione dei campioni:

	interfaccia	centro
Numero particelle campione	61969	105651
Volume medio particelle[mm^3]	7.0967e-004	3.5788e-004
Diametro medio[mm]	0.065	0.053
Volume totale particelle[mm^3]	43.9773	37.8100
Concentrazione volumetrica[%] percentuale nel VOI ²	22.17	19.06

tali grandezze sono riferite all'interno del VOI che ha dimensioni $5x5xh$, dove h viene determinato dal numero di frame analizzati, e nel nostro caso corrisponde a:

$$h = (pixel\ size) * (range\ frame) = 0.00643 * (1600 - 370 + 1) = 7.9153mm \quad (5.1)$$

Graficando il volume delle singole particelle, Fig.5.10, si evidenzia una elevata differenziazione nella composizione dei provini, infatti:

- In *Interfaccia* il numero di particelle è minore, ma tali particelle hanno un volume medio più elevato rispetto alla controparte del centro ed una concentrazione del 22% all'interno del VOI, quindi: particelle grandi ma non numerose Fig.5.11(a) e Fig5.10(rosso).
- Nel *Centro* il numero di particelle tende quasi a raddoppiare rispetto all'interfaccia, ma i diametri e volumi scendono, in tendenza coerente con i risultati bidimensionali, con una concentrazione del 19% all'interno del VOI, quindi: particelle piccole ma molto numerose Fig.5.11(b) e Fig5.10(blù).

Riscrivendo la distribuzione della percentuale di volume lungo i diversi diametri delle particelle, possiamo notare come la percentuale più elevata di volume

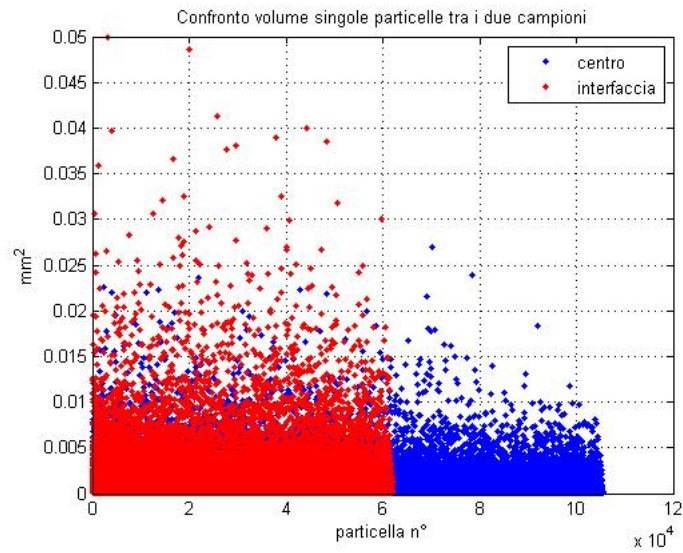
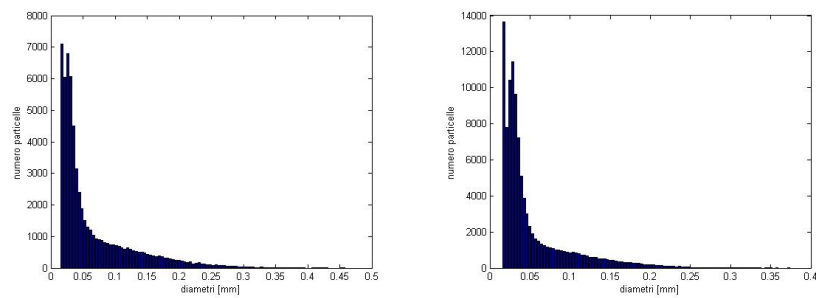


Fig. 5.10: Plottaggio volume di ogni particella dell'interfaccia (rosse) e del centro (blu)



(a) Distribuzione diametri nelle particelle caso interfaccia. (b) Distribuzione diametri nelle particelle caso centro.

Fig. 5.11: Distribuzione dei diametri lungo le particelle nei due campioni

è data dalle particelle che hanno un diametro nell'intorno del valore 0.08 mm nel campione del centro, mentre tale soglia si alza fino al valore 0.1 mm nel campione interfaccia, Fig.5.12 e Fig.5.13.

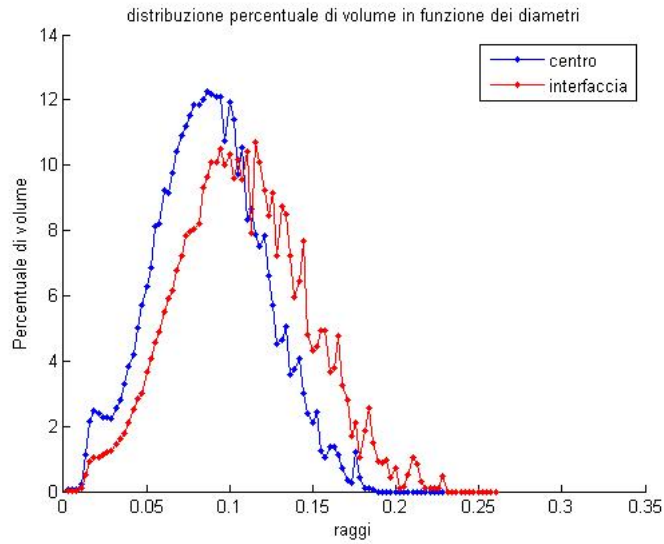


Fig. 5.12: Distribuzione percentuale del volume lungo i diversi diametri delle particelle

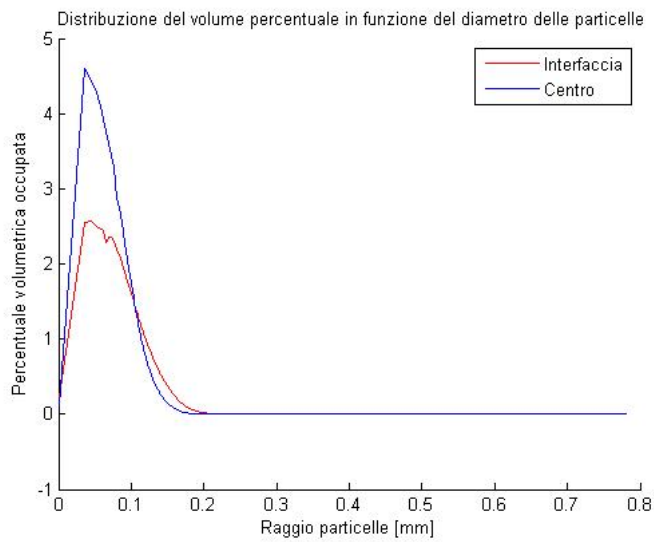


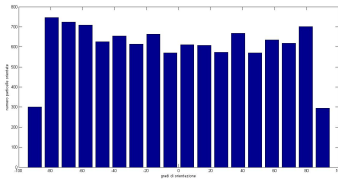
Fig. 5.13: Distribuzione percentuale del volume lungo diversi i diametri delle particelle attraverso interpolazione Gaussiana

5.3.2 Orientazione particelle

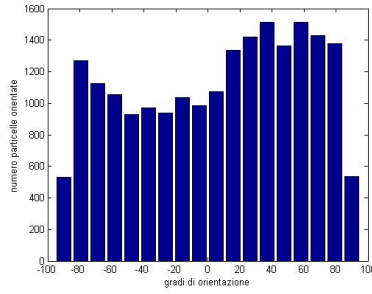
L'orientazione delle particelle è stata ricavata dai dati immagazzinati nella cella **Part pix coords**³, avendo quindi a disposizione tutte le coordinate dei vari Voxel che costituiscono le particelle. Da tali dati si nota immediatamente come l'orientazione lungo l'asse z tenda ad essere simile, o comunque entro un range contenuto, per tutte le particelle come si nota in Fig.5.14(b),(c), mentre nel piano xy non vi sono direzioni di orientazione preferenziale, anzi sembra che le particelle tendano a distribuirsi nelle varie direzioni in maniera casuale ed abbastanza uniforme, tali osservazioni si riscontrano in entrambi i campioni.

Rappresentando i risultati nel tridimensionale vediamo come tale ipotesi sembra consolidarsi; vediamo che nel piano xy in tutti e due i casi le particelle hanno orientazione completamente casuale, quindi la mesh in uscita presenta valori caotici che variano da -90 a +90 gradi, che non portano ad ipotizzare nessun tipo di direzione preferenziale di orientazione su quel piano Fig5.15. Mentre osservando le mesh lungo z, notiamo immediatamente la presenza di un piano principale su cui poggiano tutti gli altri picchi discostanti, ciò ad indicare che la maggior parte delle particelle ha una orientazione quasi parallela all'asse Z di studio, o che si discosta da questa di più o meno dieci gradi. Si può affermare che nei due campioni studiati vi è una direzione di orientazione preferenziale lungo l'asse Z dei provini.

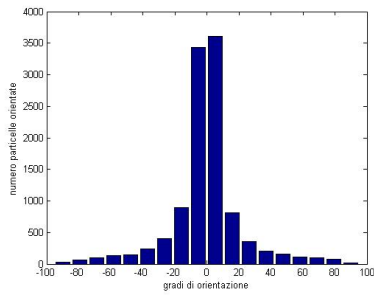
³ vedere script: ANALISI IMMAGINI



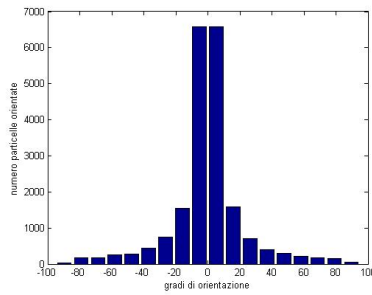
(a) *Interfaccia : Orientazione particelle piano xy .*



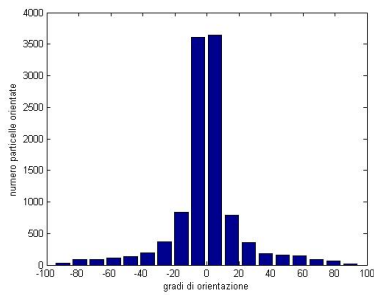
(b) *Centro: Orientazione particelle piano xy.*



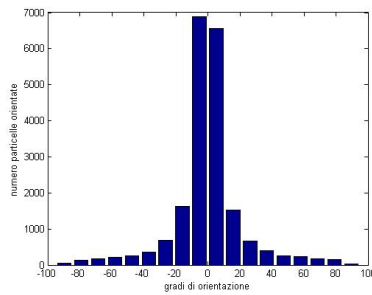
(c) *Interfaccia : Orientazione particelle piano xz.*



(d) *Centro: Orientazione particelle piano xz.*

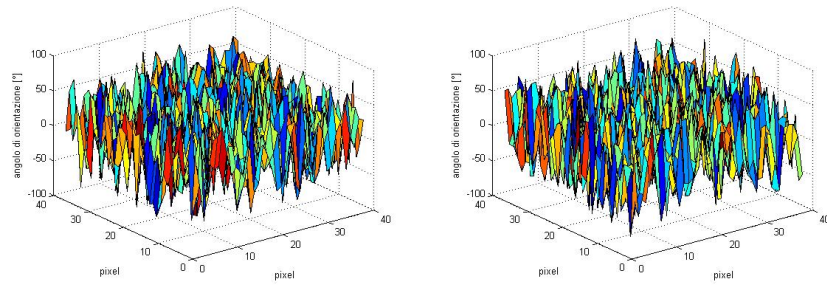


(e) *Interfaccia : Orientazione particelle piano yz.*



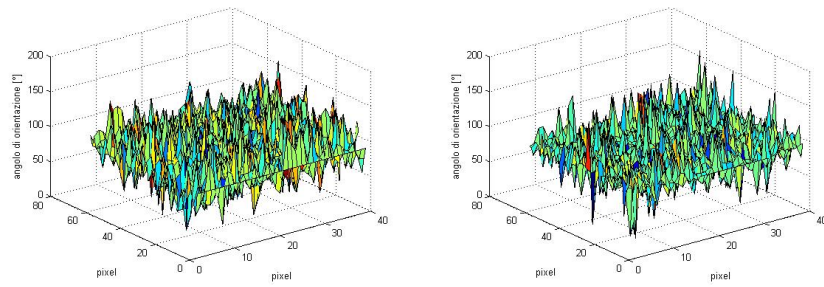
(f) *Centro: Orientazione particelle piano yz.*

Fig. 5.14: Orientazione spaziale particelle



(a) *Interfaccia : Mesh di orientazione particelle piano xy .* (b) *Centro: Mesh di orientazione particelle piano xy.*

Fig. 5.15: Rappresentazione 3D dell'orientazione delle particelle nel piano XY



(a) *Interfaccia : Mesh di orientazione particelle lungo l'asse Z .* (b) *Centro: Mesh di orientazione particelle lungo l'asse Z .*

Fig. 5.16: Rappresentazione 3D dell'orientazione lungo l'asse perpendicolare ai frame

5.4 Conclusioni

Il programma di analisi studiato e sviluppato presso i laboratori dell'hangar, ha ottenuto ottimi risultati nei test di validazione, rispecchiando nel complesso i risultati forniti dai laboratori dell'Istituto Rizzoli e fornendo una vasta gamma di dati e caratteristiche fisiche del propellente, da cui poi è partita l'analisi vera e propria per stabilire le caratteristiche reologiche ed il comportamento del fluido propellente durante la fase di colaggio. L'elaborato è perfettamente funzionante e facilmente adattabile a condizioni di studio diverse da quelle presentate, dando la possibilità di espandere l'analisi anche ad altri campi della ricerca scientifica, le analisi e i dati in uscita possono essere variati a seconda delle necessità dell'operatore. Le uniche problematiche riscontrate sono dovute alla elevata mole di memoria richiesta per immagazzinare i dati flottanti trovati durante i cicli di analisi, pretendendo calcolatori elettronici dotati di almeno 4 o 8 GB di RAM al fine di non incorrere in un crash del programma. Tali problematiche si possono ovviare tramite cicli costanti di salvataggio e svuotamento memoria, portando di avere un elevato numero di file salvati dei vari dati che dovranno poi essere ricompattati per lo studio. Un possibile sviluppo per aumentare la velocità computazionale del programma consiste nell'annettere nell'algoritmo funzioni che lavorino sulla GPU, trasformando il vettore o matrice di studio in un `gpuarray`, così da spostare la computazione dell'immagine su questa.

Studiando e confrontando i risultati ottenuti dallo studio 2D e 3D dei due campioni, si deduce come la teoria della segregazione delle particelle durante le fasi di colaggio trovi riscontro nella realtà, diversificando la tipologia di particelle che compongono i due campioni di propellente; infatti troviamo particelle più piccole e numerose vicino al centro della colata, ovvero nel punto di versaggio, ma una percentuale di concentrazione più bassa, al contrario di ciò che vediamo invece nel campione dell'interfaccia, ovvero particelle più grandi e meno numerose, ma con una concentrazione volumetrica più elevata rispetto al centro. Le differenze rilevate tra i due campioni non mostrano discrepanze estreme, ovvero una nettissima separazione delle particelle grandi, nonostante sia chiara la presenza del fenomeno della migrazione, perché elementi come la viscosità e la concentrazione di particelle sono diverse dai fluidi trattati nella teoria, differenze che si aggirano intorno al 30-40%; I dati ci permettono comunque di verificare il fenomeno e di tenerne conto in fase di colaggio del propellente data la sua influenza sul rateo di combustione.

Il fenomeno della migrazione delle particelle sembra non avere riscontri fisici evidenti nonostante sia presente durante la fase di colaggio a causa del moto del

fluido propellente, e una dimostrazione più chiara di tale fenomeno si avrebbe solo in caso si studio su vasta scala del batch colato, potendo studiare correttamente i campi di flusso all'interno di questo, mentre nel nostro caso ci troviamo ad analizzare campioni di dimensioni eccessivamente ridotte per poter esprimere con sicurezza la presenza di migrazione. Stesso discorso possiamo avanzarlo per quanto riguarda l'orientazione delle particelle all'interno dei provini, dove vediamo che, in entrambi, le particelle tendano ad avere una direzione di studio preferenziale lungo l'asse Z, ovvero lungo la direzione perpendicolare ai frame di studio. Tale fenomeno potrebbe essere attribuito alle linee di flusso del propellente, ovvero le particelle tendono ad allinearsi lungo la direzione del moto del fluido in colata, ma anche qui non si possono teorizzare delle vere e proprie ipotesi di comportamento perché il materiale studiato in questo trattato non è sufficiente a tale scopo, ma ricerche future potrebbero protendersi verso tale direzione ed approfondire l'argomento attraverso lo studio di un numero più elevato di campioni.

BIBLIOGRAFIA

- [1] George P. Sutton, Oscar Biblarz (2001) *Rocket Propulsion Elements*, seventh edition, JOHN WILEY AND SONS, INC.
- [2] T. Shimada, K. Kitagawa, H. Hasegawa, M. Fukunaga, H. Asakawa, *DEVELOPMENT OF ADVANCED COMPUTER SCIENCE FOR SOLID-ROCKET-MOTOR INTERNAL BALLISTICS: ACSSIB*, 61 International Astronautical Congress, Prague.
- [3] Ah Reum Kang, Sung Won Ahn, Seong Jae Lee, Byunghwan Lee, Sun Sik Lee and Ju Min Kim, (2011) *Medium viscoelastic effect on particle segregation in concentrated suspensions under rectangular microchannel flows*, Korea-Australia Rheology Journal.
- [4] Giovanni B. Crosta, Francesco Calvetti, Silvia Imposimato, Dennis Rodeman, Paolo Frattini, Federico Agliardi, *GRANULAR FLOWS AND NUMERICAL MODELLING OF LANDSLIDES*, (1999), Politecnico di Milano.
- [5] A. Davenas, J. Thépenier (1999), *RECENT PROGRESS IN THE PREDICTION AND ANALYSIS OF THE OPERATION OF SOLID ROCKET MOTORS*, Acta Astronautica Vol.44, Nos.7-12, pp.461-469, 1998 International Astronautical Federation Published by Elsevier Science Ltd, Great Britain.
- [6] M.M. Villone, G. D'Avino, M.A. Hulsen, F. Greco, P.L. Maffettone, (2010), *Numerical simulations of particle migration in a viscoelastic fluid subjected to Poiseuille flow* Dipartimento ingegneria chimica, Università degli studi di Napoli.
- [7] Caroline Choux, Tim Druitt, Nathalie Thomas, (2004), *Stratification and particle segregation in flowing polydisperse suspensions, with applications to the transport and sedimentation of pyroclastic density currents*, Laboratoire Magmas et Volcans, Université Blaise Pascal and CNRS, France.
- [8] Damiani Francesco, 1996/97, *SIMULAZIONE FLUIDODINAMICA DEL COLAGGIO DI PROPELLENTE IN ENDOREATTORE A PROPEL-*

LENTE SOLIDO, Facoltà di ingegneria, Univerità degli studi di Roma
TOR VERGATA.

APPENDICE

Script: DEFINIZIONE ROI MANUALE

```
%===== DEFINIZIONE finestra immagine: =====

clear coords
global Ibw
global coords
global pixel_size

        set(gcf, 'currentaxes', findobj('Tag', 'immagine_con_contrasto'))
        imshow(Ibw)
        cla
        drawnow
        H=imrect;
        coords=getPosition(H);
        set(gcf, 'currentaxes', findobj('Tag', 'immagine_con_contrasto'))

% position has the form [xmin ymin width height].

        coords=round(coords);
        [r,c]=size(Ibw);
        Ibw1=Ibw(:, coords(1):(coords(1)+coords(3)-1));
        Ibw1=Ibw1(coords(2):coords(2)+coords(4),:);

set(gcf, 'currentaxes', findobj('Tag', 'Figure_section'))
imshow(Ibw1);
set(gcf, 'currentaxes', findobj('Tag', 'Figure_section'))
XYdim=size(Ibw)*pixel_size; % dimensioni fisiche immagine
```

Script: DEFINIZIONE ROI QUADRATO AUTOMATICO

```

% ===== DEFINIZIONE finestra immagine predefinito =====

clear coords
global r c
global Ibw
global coords
global pixel_size
global Semilato

kk=0;
while kk==0
    Lato=str2double(get(findobj('tag','Input_semilato'),'String'));
    if isnan(Lato)
        set(findobj('Tag','warning_wind'),'String','impostare valore!')
        kk=0;
    else
        kk=1;
    end
end

Semilato=(Lato/2);
set(gcf,'currentaxes',findobj('Tag','immagine_con_contrasto'))
imshow(Ibw)
% [um] dimensioni porzione
wind=round((Semilato)/pixel_size);
[x,y]=ginput(1);
coords=round([ y-wind, x-wind; y+wind, x+wind]);
coords2=round([ x-wind, y-wind; x+wind, y+wind]);

hold on
plot(coords2(:,1),coords2(1,2)*ones(2,1),'r',...
      coords2(2,1)*ones(2,1),coords2(:,2),'r',...
      coords2(:,1),coords2(2,2)*ones(2,1),'r',...
      coords2(1,1)*ones(2,1),coords2(:,2),'r');

Ibw1=Ibw(coords(1,1):coords(2,1), coords(1,2):coords(2,2));
set(gcf,'currentaxes',findobj('Tag','immagine_con_contrasto'))
hold off

```

```
[r,c]=size(Ibw);  
clear Figure_section  
set(gcf,'currentaxes',findobj('Tag','Figure_section'))  
hold on  
imshow(Ibw1)  
set(gcf,'currentaxes',findobj('Tag','Figure_section'))  
XYdim=size(Ibw)*pixel_size;
```

Script : ANALISI IMMAGINI

```
clc
clear all

load XXX

global sss zLim coords sel_caso
global pixel_size
global scelta
global foldname
global Bwsoglia
global slidein
global Semilato
global ciclo
global buchi ciclo2

contrasto=Bwsoglia*1000;

Ahist=linspace(0,1000,501);

Npix_min=str2double(get(findobj('tag','N_pixel'),'String'));

% Analisi immagini tomografie:
distrPart=zeros(length(zLim),length(Ahist));
vect_N_pix_w=zeros(length(zLim),1);
vect_perc_A=[];
Volume_particella=[];
R_medio_equivalente=[];
Aspect_ratio=[];
Nome=[];
slidein=slidein-1;
Amax=[];
Amin=[];
Amean=[];
Atot=[];
Perimeter_mean=[];
Perimeter_tot=[];
Percentuale_area=[];
```

```
Equivalent_diameter=[];
Eccentricity_mean_slide=[];
num_particelle_totale=[];
AreaBW=[];

Part_pix_coords={};      %<===      MATRICE MEMORIZZAZIONE PIXELS

it=0;
Lato=(Semilato*2);
disp('-Lettura immagini TOMOGRAFIE...'); disp(' ');
disp(['-Studio immagine ROI di lato ',num2str(Lato), '[mm]']);
disp(['- Slide considerate, dalla',num2str(zLim(1)), ' alla ',num2str(zLim(end))]);
for ii=1:length(zLim)
    tic
    set(findobj('tag','finestra_di_lavoro_in_corso'),'String',num2str(zLim(ii)))
    if (get(findobj('Tag','stop_toggle_button'),'Value')==1)
        break
    end

    if zLim(ii)<1000
        name=[sss,'__rec0',num2str(zLim(ii)),'.jpg'];
    else
        name=[sss,'__rec',num2str(zLim(ii)),'.jpg'];
    end

    Ibw = im2bw(imread([foldname,'\',name]),BWsoglia);

    if scelta==2
        Ibw=Ibw(:,coords(1):(coords(1)+coords(3)-1));
        Ibw=Ibw(coords(2):coords(2)+coords(4),:);
    elseif scelta==1
        Ibw=Ibw(coords(1,1):coords(2,1), coords(1,2):coords(2,2));
    end

    [altezza,base]=size(Ibw);
    altezza=altezza*pixel_size;
    base=base*pixel_size;
```

```
% rimozione elementi con meno pixel del numero definito
Ibw = bwareaopen(Ibw,Npix_min);

if buchi==1
    Ibw=imfill(Ibw,'holes');
    Ibw=bwmorph(Ibw,'diag');
end

if ciclo==1
    Ibw=bwmorph(Ibw,'open');

end
if ciclo2==1
    Ibw=bwmorph(Ibw,'close');
end

clear immagine_slide_considerata
set(gcf,'currentaxes',findobj('tag','immagine_slide_considerata'))
hold on
imshow(Ibw)
drawnow
set(gcf,'currentaxes',findobj('tag','immagine_slide_considerata'))

% individuazione singole particelle
CC=bwconncomp(Ibw);
aux=zeros(CC.NumObjects,1);

if ii==1
    matrice=zeros(size(Ibw));
    N_part=CC.NumObjects;
    for oo=1:CC.NumObjects
        % analisi dimensione singolo elemento
        aux(oo)=numel(CC.PixelIdxList{oo});
        matrice(CC.PixelIdxList{oo})=oo;
    end
end
```

```

        [row,col] = ind2sub(size(matrice),CC.PixelIdxList{oo});
        Part_pix_coords{oo,1}=[row,col,ii+0*row];
    end
    distrPart(ii,:)=hist(aux,Ahist);
    % numero pixel bianchi
    vect_N_pix_w(ii)=sum(aux);
    % vettore id particelle e loro dimensione (pixels)
    dim_Part=aux;

else
matrice_new=zeros(size(matrice));
for oo=1:CC.NumObjects
    % analisi dimensione singolo elemento
    aux(oo)=numel(CC.PixelIdxList{oo});
    [row,col] = ind2sub(size(matrice), CC.PixelIdxList{oo});
    % la particella era presente nel precedente frame
    if any(Ibw_old(CC.PixelIdxList{oo}))
        % indice particella precedente
        ind=max(matrice(CC.PixelIdxList{oo}));
        dim_Part(ind)= dim_Part(ind)+aux(oo);
        matrice_new(CC.PixelIdxList{oo})=ind;
        Part_pix_coords{ind,1}=cat(1, Part_pix_coords{ind,1},[row,col,ii+0*row]);

    else
        % inizia una nuova particella
        N_part=N_part+1;
        dim_Part=cat(1,dim_Part,aux(oo));
        matrice_new(CC.PixelIdxList{oo})=N_part;
        Part_pix_coords{N_part,1}=[row,col,ii+0*row];

    end
end

distrPart(ii,:)=hist(aux,Ahist);
vect_N_pix_w(ii)=sum(aux);    % numero pixel bianchi
matrice=matrice_new;
end

slidein=slidein+1;

```

```

Nome(ii)=slidein;

[Properties,num_part,centro]=novapacccomp(CC);
if(get(findobj('Tag','Salvataggio_singola_slide'),'Value')==1)

H={'results of individual 2D analysis '};
H1={'Filename:', 'interfaccia_roi5x5mm_slide0370.jpg'};
V={'particella n°', ' Area [mm^2] ', 'Perimeter [mm]', ' Eccentricity',...
  ' EquivDiameter [mm]', 'MinorAxisLength [mm] ', ' MajorAxisLength [mm]',...
  ' Orientation [°]', ' Solidity', ' EulerNumber', 'Centroids x', 'Centroid y'};
R=[(num_part)', Properties(:,1), Properties(:,2), Properties(:,3),...
  Properties(:,4), Properties(:,5), Properties(:,6), Properties(:,7),...
  Properties(:,8), Properties(:,9), centro(:,1), centro(:,2)];
nome=['parametri_interfaccia_slide', num2str(zLim(ii)), '.xls'];
xlswrite(nome,H , 'newparameters', 'A1')
xlswrite(nome,H1 , 'newparameters', 'A2')
xlswrite(nome,R, 'newparameters', 'C4')
xlswrite(nome,V, 'newparameters', 'C3')

nespa= ['Dati_filtro', num2str(Npix_min), '_contrasto_0', num2str(contrasto),...
        'slide', num2str(slidein), 'pixel_size', num2str(peta)];
save(nespa, Properties, centro, num_part)
end

num_particelle_totale(ii)=length(num_part);

AreaBW(ii)=(bwarea(Ibw))*(pixel_size^2);

Atot(ii)=sum(Properties(:,1));
Amax(ii)=max(Properties(:,1));
Amin(ii)=min(Properties(:,1));
Amean(ii)=mean(Properties(:,1));
Perimeter_tot(ii)=sum(Properties(:,2));
Perimeter_mean(ii)=mean(Properties(:,2));
Equivalent_diameter(ii)=sqrt((Amean(ii)*2)/pi);
Eccentricity_mean_slide(ii)=mean(Properties(:,3));
Aspect_ratio(ii)= (Perimeter_tot(ii)/Atot(ii));
if scelta==1
    Percentuale_area(ii)=((Atot(ii)./((Semilato*2).^2))*100) ;

```

```

elseif scelta==2
    Percentuale_area(ii)=(Atot(ii)./(base*altezza))*100 ;
end

Cella_centroidi_orientazione{ii,1}=[centro];
Cella_centroidi_orientazione{ii,2}=[Properties(:,7)];

Ibw_old=Ibw;
CC_old=CC;
% percentuale area pixel w su tot
vect_perc_A(ii)=100*(vect_N_pix_w(ii)/numel(Ibw));

disp(' ')
disp(['slide numero: ',num2str(slidein),' tempo di elaborazione:',num2str(toc)]);
disp(' ');
disp(['Numero particelle slide :',num2str(num_particelle_totale(ii))]);
disp(' ');
disp(['Area totale particelle: ',num2str(Atot(ii)), ' [mm^2]']);
disp(['Area media particelle: ',num2str(Amean(ii)), ' [mm^2]']);
disp(['Area massima particelle: ',num2str(Amax(ii)), ' [mm^2]']);
disp(['Area minima particelle: ',num2str(Amin(ii)), ' [mm^2]']);
disp(' ');
disp(['Diametro equivalente medio delle particelle: ',...
      num2str(Equivalent_diameter(ii)), ' [mm]']);
disp(['Percentuale Area :',num2str(Percentuale_area(ii)),' [%]']);
end
for ii=1:numel(dim_Part)

    Volume_particella(ii)=dim_Part(ii)*(pixel_size^3);
    R_medio_equivalente(ii)=((3*Volume_particella(ii))/(4*pi))^(1/3);

end

Num_part_medio=(N_part/length(zLim));
NUM_PART_TOT=length(dim_Part);
Volume_max=max(Volume_particella);
Volume_min=min(Volume_particella);
Volume_medio=mean(Volume_particella);
% percentuale volume pixel w su tot
perc_V_tot=100*sum(vect_N_pix_w)/(numel(Ibw)*length(zLim));

```

```

Eccentricity_mean=mean(Eccentricity_mean_slide);
raggio_sfera_medio_equ = mean(R_medio_equivalente);

disp(' ')
disp(['Valori VOLUMETRICI riscontrati nell analisi dalla slide: ',num2str(zLim(1)
' alla slide ',num2str(slidein))]);
disp(['Numero particelle rilevate:', num2str(NUM_PART_TOT)]);
disp(' ');
disp(['Volume massimo riscontrato:',num2str(Volume_max), ' [mm^3]']);
disp(['Volume medio particelle:',num2str(Volume_medio), ' [mm^3]']);
disp(['Volume minimo riscontrato:', num2str(Volume_min), ' [mm^3]']);

disp(' ');
disp(['Concentrazione volumetrica rilevata:', num2str(perc_V_tot), ' [ %\%$ ]'])
disp(['Raggio medio sfera equivalente:', num2str(raggio_sfera_medio_equ), ' [mm]']

%Definizione struttura

Parametri_contrasto=struct('Nome',Nome, 'Num_part_medio',Num_part_medio,...
'Volume_medio', Volume_medio,'num_particelle_totale',num_particelle_totale,...
'Amean',Amean,'Atot',Atot,'BWAarea',AreaBW,...
'Perimeter_tot',Perimeter_tot,'Perimeter_mean',Perimeter_mean,...
'Equivalent_diameter',Equivalent_diameter,'Percentuale_area',...
Percentuale_area,'Volume_particella',Volume_particella,...
'Eccentricity_mean_slide',Eccentricity_mean_slide,...
'Concentrazione_slide',vect_perc_A,'Concentrazione_Volumetrica',...
perc_V_tot);

if sel_caso==1
    vvv=['centro'];
elseif sel_caso==2
    vvv=['interfaccia'];
end

peta=round(pixel_size*10000);

if Npix_min==0
    assignin('base', ['Parametri_contrasto_0',num2str(contrasto)],...

```

```

        Parametri_contrasto);
filename=['Dati_',vkv,'_contrasto_0',num2str(contrasto),'slide',...
        num2str(zLim(1)),'-', num2str(slidein),'pixel_size',...
        num2str(peta)];

elseif Npix_min~=0

    assignin('base',['Parametri_filtrati_contrasto_0',num2str(contrasto)],...
    Parametri_contrasto);
filename=['Dati_',vkv,'_filtro',num2str(Npix_min),'_contrasto_0',...
        num2str(contrasto),'slide',num2str(zLim(1)),'-',...
        num2str(slidein),'pixel_size',num2str(peta)];
end

    save (filename)

    % ===== salvataggio Excel

if(get(findobj('Tag','checkbox2'),'Value')==1)

V={'Volume medio particelle';'Volume Massimo';'Volume minimo';...
    'Media particelle per slide'; 'Numero particelle totali rilevate dall analisi';...
    'eccentricità media';'raggio medio sfera equivalente'};
P={'concentrazione volumetrica'};
Q={'Sliden°','Atot','Percentuale area','Amax', 'Amin','Amean',...
    'Perimetro totale particelle','perimetro medio particelle','Aspect ratio',...
    'Concentrazione','numero particelle','raggio medio','eccentricità media slide'};
ZZ=[(Nome)',(Atot)',(Percentuale_area)',(Amax)',(Amin)',(Amean)',(Perimeter_tot)',...
    (Perimeter_mean)',(Aspect_ratio)',(vect_perc_A)',(num_particelle_totale)',...
    (Equivalent_diameter)',(Eccentricity_mean_slide)'];
NN={'Analisi 2D slide selezionate'};

xlswrite(filename,NN,'newparameters','A1')
xlswrite(filename,perc_V_tot,'newparameters','C2')
xlswrite(filename,Volume_medio,'newparameters','C3')
xlswrite(filename,Volume_max,'newparameters','C4')
xlswrite(filename,Volume_min,'newparameters','C5')
xlswrite(filename,Num_part_medio,'newparameters','C6')
xlswrite(filename,NUM_PART_TOT,'newparameters','C7')

```

```
xlswrite(filename,Eccentricity_mean,'newparameters','C8')
xlswrite(filename,raggio_sfera_medio_equ,'newparameters','C9')
xlswrite(filename,ZZ,'newparameters','D13')
xlswrite(filename,Q,'newparameters','D12')
xlswrite(filename,P , 'newparameters','B2')
xlswrite(filename,V,'newparameters','B3')
```

```
end
```

```
set(findobj('tag','finish_window'),'String','FINISH!')
```

Script: ANALISI ORIENTAZIONE PARTICELLE

```
clc
clear all
close all
f=0;
rr=0;
for j=1:6
    nome=['Pixel_coord_part_',num2str(j)];
    load (nome)
    A=zeros(length(Pix_coords),3);

    for ii=1:length(Pix_coords)

        if (length(Pix_coords{ii})>10000)
            A=(Pix_coords{ii});
            rr=rr+1;
            [r,c]=size(A);
            Xp=0;
            Yp=0;
            Zp=0;
            Tot=0;
            for kk=1:r
                Xp=Xp+A(kk,1);
                Yp=Yp+A(kk,2);
                Zp=Zp+A(kk,3);
                Tot=Tot+1;
            end
            Xb=Xp/Tot;
            Yb=Yp/Tot;
            Zb=Zp/Tot;

            Coordinate_baricentri_particelle{rr+f}={Xb,Yb,Zb};
            D_max=0;
            jj=0;
            for kk=1:r
                D=sqrt((Xb-A(kk,1))^2+(Yb-A(kk,2))^2+(Zb-A(kk,3))^2);
                if D>D_max
                    D_max=D;
                    jj=kk;
                end
            end
        end
    end
end
```

```

        end
    end
    Coordinate_pixel_piu_distante{rr+f}={A(jj,:),D_max};
end

end
% f=f+length(Pix_coords);
clear Pix_coords
end

% calcolo angoli di orientazione Alpha e Theta
A=[];
B=[];
for p=1:length(Coordinate_baricentri_particelle)

    A(1,:)=cell2mat(Coordinate_baricentri_particelle{p});
    B(1,:)=cell2mat(Coordinate_pixel_piu_distante{p});

    Alpha=atan((B(2)-A(2))/(B(1)-A(1)));
    Theta=atan((B(3)-A(3))/(B(1)-A(1)));
    Iota=atan((B(3)-A(3))/(B(2)-A(2)));
    Distanza=B(4);

    Parametri_orientazioni_particelle{p}={Alpha,Theta,Distanza};
    Parametri_orientazioni_particelle2{p}={Alpha,Theta,Iota,Distanza};
end

% plottazione dei vettori direttori
% figure (1)
% clf;
A=[];
B=[];
% C=[];
% for l=1:length(Coordinate_baricentri_particelle)
%
%     A(1,:)=cell2mat(Coordinate_baricentri_particelle{l});
%     B(1,:)=cell2mat(Coordinate_pixel_piu_distante{l});
%     hold on
%     plot3([A(1),C(1)],[A(2),C(2)],[A(3),C(3)],'-b')

```



```
% plot3(A(1),A(2),A(3),'or')
% plot3(B(1),B(2),B(3),'og')
% hold off
% end

for l=1:length(Coordinate_baricentri_particelle)

    A(l,:)=cell2mat(Parametri_orientazioni_particelle{l});
    B(l,:)=cell2mat(Coordinate_baricentri_particelle{l});

end
xi=B(:,1);
yi=B(:,2);
zi=B(:,3);
a=((A(:,1).*180)./pi);
T=((A(:,2).*180)./pi);
d=A(:,3);

CC=1:10:800;
[XI,YI]=meshgrid(CC,CC);
ZZ=1:10:1231;
[X0,Z0]=meshgrid(CC,ZZ);
ZI=griddata(xi,yi,a,XI,YI);
Xv=griddata(xi,zi,T,X0,Z0);

figure (1)
surf(ZI)

figure(2)
surf(Xv)
```