

## Техника эксперимента по исследованию энерготехнологического процесса конденсации азота в титане

© А.Л. Лысенко

КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана, Калуга, 248000, Россия

*Описана конструкция устройства для конденсации азота в титане. Рассмотрены варианты конденсации сухого и влажного азота. Показаны основные этапы техники проведения эксперимента.*

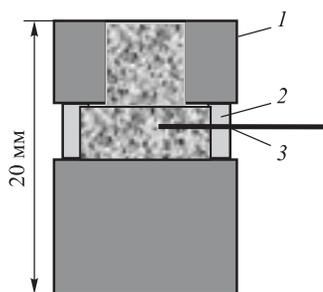
**Ключевые слова:** энерготехнологические процессы, конденсация азота, транспортно-кинетические процессы.

**Конструкция устройства.** Устройство для конденсации азота содержит внутренний объем, который представляет собой кольцевой зазор, образованный стальными трубами. Положение труб между собой фиксируется фланцами. На одном из фланцев имеются три отверстия для подвода азота к газопоглощающему картриджу, помещаемому внутри кольцевого зазора, два из которых используются также для вывода контактных электропроводов от инициатора, расположенного внутри картриджа. Помещаемый внутри устройства картридж с газопоглотителем представляет собой цилиндрическую корзину с кольцевым сечением, изготовленную из коррозионно-стойкой стальной сетки (диаметр проволоки 0,3 мм, размер ячейки 1,25 × 1,25 мм) и заполненную газопоглощающими таблетками. Дно корзины расположено на 8...10 мм выше нижней кромки боковой стенки корзины, что обеспечивает газовый зазор между торцевым фланцем и дном корзины [1].

Газопоглощающие элементы, выполненные из порошка титана марки ПТС или из смеси порошков титана и сажи в расчете на конечный состав  $TiC_{0,4}$ , подвергали предварительной термовакuumной обработке в печи с выдержкой при температуре 750...850 °С для удаления адсорбированных и растворенных в частицах порошка газов.

Конструкция иницирующего устройства (рис. 1) включает в себя:

- двухканальную керамическую соломку диаметром 7 мм или две одноканальные соломки диаметром 4,3 мм;
- втулку из нитрида бора толщиной 5 мм и диаметром, соответствующим диаметру таблетки;



**Рис. 1.** Конструкция иницирующего устройства: 1 — втулка и таблетка из  $Ti + C$ ; 2 — втулка из нитрида бора; 3 — вольфрамовая нить

- инициатор из вольфрамовой проволоки диаметром 0,3 мм;
- отожженную шихту Ti + C насыпной массой 1,4 г;
- отожженную таблетку из Ti + C массой 4 г, высотой 11,6 мм и диаметром 15 мм;
- обойму из алюминиевой фольги толщиной 50 мкм в два оборота.

Внутренний объем засыпан порошком Ti + C массой 0,5 г. Длину токоподводящих проводов и соответственно керамической соломки, в которую их вставляли для обеспечения электроизоляции, варьировали в зависимости от места расположения инициатора в корпусе устройства (примерно 350 мм). Иницирование осуществляли путем подачи П-образного импульса максимальной амплитуды от источника постоянного напряжения 17 В.

Собранное устройство и емкость с водой помещали в рабочую камеру вместимостью 30 дм<sup>3</sup>, электропровода от воспламенителя подсоединяли к тоководам на корпусе камеры, во внутреннюю трубу устройства вставляли сборку из термопар и камеру герметично закрывали.

С помощью вакуумного шланга с внутренним диаметром 10 мм через штуцер в затворе к камере подсоединяли дополнительную емкость (баллон вместимостью 40 дм<sup>3</sup>), таким образом суммарный объем, из которого поглощался газ, составлял 70 дм<sup>3</sup>. Весь объем предварительно вакуумировали и заполняли азотом до давления 1 Па.

Экспериментальная установка оснащена компьютерной измерительной системой, позволяющей регистрировать изменения давления и температуры в рабочей камере в процессе поглощения азота, а также наблюдать на мониторе за показаниями датчиков в виде графических зависимостей от времени.

Устройство срабатывало от нажатия кнопки — подачи кратковременного импульса напряжения на воспламенитель, который инициировал химическую реакцию между титаном и азотом. Азот поглощался, и давление в рабочей камере падало. В ходе реакции выделялась теплота, и температура в рабочей камере возрастала. После окончания процесса газопоглощения и остывания устройство разбирали, внутреннюю сборку взвешивали.

Кинетические задачи азота в описанной конструкции решали по кинетическим кривым изменения давления и по привесу сгоревшего титана, транспортные — оценивали по изменению температурного режима элементов конструкции во времени [2].

**Исходные данные.** Пластины получали методом прокатки порошка титана марки ПТС, а также смесей 80Ti + 20Nb и 80Ti + 20TiN<sub>x</sub>. Толщина получаемых пластин  $\delta = 0,32...0,36$  мм, ширина  $b = 15...17$  мм, плотность отожженных пластин  $\gamma = 2,67$  г/см<sup>3</sup>. Пластины устанавливали в стеклянной колбе вертикально, поджог осуществляли сверху, число пластин в сборке  $N = 10$  шт, зазор между пластинами  $\Delta = 0,55...1,2$  мм. Данные исследования горения пластин в сухом азоте приведены далее:

Материал.....	Ti	Ti	80Ti+20Nb	80Ti+20TiN <sub>x</sub>	Ti
<i>N</i> , шт.....	10	10	10	10	10
$\Delta$ , мм.....	1,2	1,2	1,2	1,2	0,55
<i>p</i> <sub>0</sub> , кПа.....	101	50,5	101	101	101
<i>m</i> <sub>0</sub> , г.....	10,865	10,865	11,975	12,35	14,305
<i>m</i> <sub>г</sub> , г.....	11,93	11,725	13,09	13,565	15,475
$\Delta m$ , г.....	1,065	0,86	1,115	1,215	1,17
$\Delta m/m_0$ .....	0,098	0,079	0,093	0,102	0,082
<i>p</i> <sub>г</sub> , кПа.....	48	3,5	46,5	37	42
$\Delta p$ , кПа.....	53	47	54,5	64	59
<i>V</i> , дм <sup>3</sup> .....	0,876	0,773*	0,896	1,048	0,963
<i>V/m</i> <sub>0</sub> , дм <sup>3</sup> /г.....	0,081	0,071	0,075	0,085	0,067
<i>u</i> , мм/с.....	5,75	3,8	5,4	4,7	4,7
$\Delta V$ , дм <sup>3</sup> .....	-0,024	-0,085	-0,004	-0,076	-0,027
$\Delta P/m_0$ , кПа/кг.....	5	4,3	4,5	5,2	4

Примечание. Здесь *p*<sub>0</sub> — начальное давление в реакторе; *m*<sub>0</sub> — исходная масса пластин; *m*<sub>г</sub> — масса пластин после горения;  $\Delta m$  — привес массы пластин после горения;  $\Delta m/m_0$  — относительное увеличение массы пластин; *p*<sub>г</sub> — давление в сосуде после горения;  $\Delta p$  — изменение давления в ходе реакции; *V* — объем поглощенного газа; *u* — скорость горения;  $\Delta V$  — разность между объемами поглощенного газа, рассчитанными по изменению давления и по привесу массы пластин;  $\Delta P/m_0$  — изменение давления в сосуде на единицу массы пластин.

\* Объем, приведенный к нормальным условиям.

Для исследования процесса конденсации влажного азота в реакционный сосуд помещали поддон с водой. При вакуумировании сосуда вода вскипала, и в нем устанавливалось давление 2,6 кПа. После этого в сосуд напускали азот до давления 101 кПа.

Параметры горения пластин во влажном азоте приведены ниже:

Материал.....	Ti
Температура отжига, °С.....	750
<i>N</i> , шт.....	10
$\Delta$ , мм.....	1,2
<i>p</i> <sub>0</sub> , кПа.....	101
<i>m</i> <sub>0</sub> , г.....	15,065
<i>m</i> <sub>г</sub> , г.....	16,405
$\Delta m$ , г.....	1,34
$\Delta m/m_0$ .....	0,089
<i>p</i> <sub>г</sub> , кПа.....	38
$\Delta p$ , кПа.....	63
<i>V</i> , дм <sup>3</sup> .....	1,035
<i>V/m</i> <sub>0</sub> , дм <sup>3</sup> /г.....	0,069

$u$ , мм/с .....	4,71
$\Delta V$ , дм <sup>3</sup> .....	0,037
$V/m_0$ , дм <sup>3</sup> /кг .....	2,46
$\Delta p/m_0$ , Па/кг .....	4,2

Примечание. Здесь  $V/m_0$  — объем поглощенного газа на единицу массы пластин.

Сравнительный анализ приведенных данных показывает, что влага в азоте не влияет на кинетику горения титана.

**Техника эксперимента.** Для проведения масштабированных экспериментов было изготовлено специальное устройство в виде стального стакана, который закрывается крышкой с патрубком для подвода азота к находящемуся внутри стакана поглощающему материалу. На крышке стакана смонтированы электровводы для крепления иницирующей спирали и токоподводящих проводов.

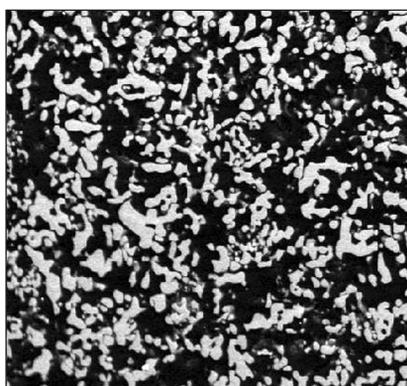
Поглощающий азот материал представлял собой порошок титана марки ПТС, спрессованный в таблетки диаметром 15 мм, высотой 25 мм и массой 7,5 г. Таблетки помещали в корзину из стальной сетки и подвергали предварительной термовакуумной обработке в печи с выдержкой в течение 30 мин при температуре 750 °С. После термовакуумной обработки корзину с таблетками извлекали из печи, закрывали сетчатой крышкой с вмонтированной в нее иницирующей вольфрамовой спиралью и помещали внутрь устройства. Провода от иницирующей спирали подсоединяли к тоководам на крышке и с помощью винтов прикрепляли крышку к стакану. Собранный таким образом прибор и емкость с водой помещали в рабочую камеру вместимостью 30 дм<sup>3</sup>. Соединив изолированными проводами токовводы прибора и рабочей камеры и установив термодпары, рабочую камеру герметично закрывали, вакуумировали и заполняли азотом до давления 100 Па. Экспериментальная установка была оснащена компьютерной измерительной системой, позволяющей регистрировать изменения давления и температуры в рабочей камере в процессе поглощения азота и наблюдать на мониторе за показаниями датчиков. Температуру внутри камеры измеряли в четырех точках (таблица).

**Данные измерения давления и температуры в рабочей камере в процессе поглощения азота**

Масса титана, г	Давление $p_{\min}$ , кПа	Время достижения $p_{\min}$ , с	Объем поглощенного азота, дм <sup>3</sup>	Количество выделенной теплоты, кДж	Максимальные температуры в четырех точках, °С
313	30	47	20,3	612	5; 74; 6; 10
405	3	263	25,9	784	8; 32; 58; 32
455	1	288	26,5	800	2; 81; 78; 70

После подачи на спираль кратковременного импульса напряжения инициировалась химическая реакция между титаном и азотом. Азот транспортировался в зону горения, и на экране монитора наблюдали падение давления в рабочей камере. В ходе реакции выделялась теплота, и температура в рабочей камере возрастала. Минимальное достигаемое давление и температура в рабочей камере зависят от массы титановых таблеток, помещенных в устройство (см. таблицу). Видно, что чем больше масса загружаемого в устройство титана, тем ниже конечное давление и выше уровень температур в рабочей камере. Часть воды, находившейся в рабочей камере, в ходе процесса испарилась (примерно 10...15 г из 275 г).

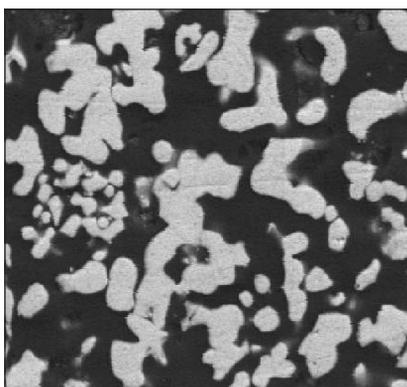
**Структура и прочность образцов.** При отжиге образцов происходит спекание частиц титана, в результате которого уменьшается эффективная поверхность реагирования, но увеличивается прочность образцов (рис. 2).



200  $\mu\text{m}$

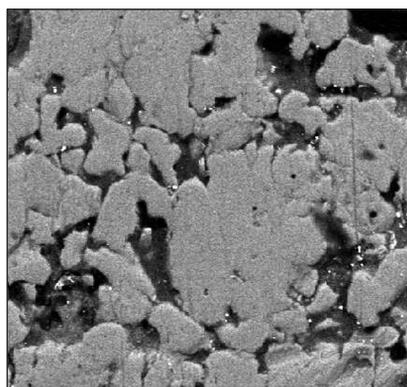
Electron Image 1

*a*



70  $\mu\text{m}$

Electron Image 1



70  $\mu\text{m}$

Electron Image 1

*b*

**Рис. 2.** Макроструктуры исходных (*a*) и отожженных (*b*) образцов

Для оценки прочности цилиндрических образцов проводили их испытания на сжатие на приборе Instron 1295. Диаметр образцов составлял 15,2 мм, высота 25 мм, средняя плотность 1,65 г/см<sup>3</sup>, скорость нагружения 1 мм/мин. Установлено, что при отжиге прочность образцов в результате спекания частиц титана возрастает примерно в 2 раза.

**Состав газа в рабочей камере.** Для исследования состава газов, остающихся в рабочей камере после срабатывания устройства, к камере подсоединяли предварительно откачанную до давления 1Па стеклянную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>.

После горения титана и уменьшении давления в камере до 50... 60 Па колбу открывали и в нее напускали газ из рабочей камеры. Затем из колбы отбирали пробы газа для анализа хроматографическим и масс-спектрометрическим методами. Анализ газов проводили в экспериментах в присутствии паров воды. Хроматографический анализ показал наличие в пробах менее 0,3 % (мас.) O<sub>2</sub>, количество водорода было ниже чувствительности прибора. Данные масс-спектрометрического анализа по данным двух экспериментов приведены ниже, % (мас.):

Номер эксперимента	1	2
H <sub>2</sub> .....	0,02	0,03
O <sub>2</sub> .....	0,05	0,29
CO <sub>2</sub> .....	0,09	0,13
Ar .....	0,136	0,17
Σ .....	0,29	0,62
N <sub>2</sub> .....	Остальное	Остальное

**Оценка качества титанового порошка.** В качестве исходного материала использовали титановый порошок марки ПТС (ТУ 14-22-57-92), имеющий следующие сертификационные параметры:

гранулометрический состав: 85 % — остаток на сите 0,045; 100 % — проход через сито 0,28; 15 % — проход через сито 0,045; насыпной вес 800 кг/м<sup>3</sup>;

химический состав, % (мас.): < 0,1 Fe; < 0,1 Ni; < 0,03 C<sub>2</sub>; < 0,08 Si; < 0,05 Ca; < 0,08 N<sub>2</sub>; < 0,32 H<sub>2</sub>.

На основании проведенных экспериментов можно сделать вывод, что за 26 с конденсируется не менее 80 % (об.) N<sub>2</sub>. Достигнутые транспортно-кинетические характеристики могут быть улучшены путем оптимизации состава и формы элементов газопоглотителя, а также способа инициирования [3].

## ЛИТЕРАТУРА

- [1] Лысенко А.Л. *Физические процессы, протекающие при сжигании титана в среде азота, и разработка на их основе технологии вакуумирования.* Автореф. дис. ... канд. техн. наук, Москва, 2008.

- [2] Лысенко А.Л., Горбунов А.К., Грачев В.В., Буланов А.В. *Физико-химические процессы в технологии вакуумирования при сжигании порошка титана в среде азота*. Москва, Научно-технологические технологии, 2008.
- [3] Лысенко Л.В., Буланов А.В., Лысенко А.Л. Оценка кинетики энерготехнологических процессов. *Сб. ст. Энерготехнологические процессы. Проблемы и перспективы*. Москва, Изд-во МГТУ им. Н.Э. Баумана, 2004.

Статья поступила в редакцию 03.04.2014

Ссылку на эту статью просим оформлять следующим образом:

Лысенко А.Л. Техника эксперимента по исследованию энерготехнологического процесса конденсации азота в титане. *Инженерный журнал: наука и инновации*, 2014, вып. 9. URL: <http://engjournal.ru/catalog/machin/crigen/1255.html>

**Лысенко Андрей Леонидович** родился в 1974 г., окончил КФ им. Н.Э. Баумана в 1993 г. Канд. техн. наук, доцент кафедры «Физика» КФ МГТУ им. Н.Э. Баумана. Область научных интересов: исследование энерготехнологических процессов.

# Experimental technique in investigating the energotechnological process of nitrogen condensation in titanium

© A.L. Lysenko

Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University, Kaluga, 248000, Russia

*This paper describes the design of the device to condense nitrogen in titanium. The author considers the variants of condensation of wet and dry nitrogen. The main stages of carrying out the experiment are demonstrated.*

**Keywords:** *energotechnological processes, nitrogen condensation, transport and kinetic processes.*

## REFERENCES

- [1] Lysenko A.L. Fizicheskie protsessy protekayushchie pri szhiganii titana v srede azota, i razrabotka na ikh osnove tekhnologii vakuumirovaniya. [Physical processes occurring during the combustion of titanium in nitrogen, and the development of technology based on their evacuation]. *Avtoreferat dissertatsii na soiskanie uchenoi stepeni kandidata tekhnicheskikh nauk* [Author's abstract of PhD diss.]. Moscow, 2008.
- [2] Lysenko A.L., Gorbunov A.K., Grachev V.V., Bulanov A.V. *Fiziko-khimicheskie protsessy v tekhnologii vakuumirovaniya pri szhiganii poroshka titana v srede azota* [Physico-chemical processes in vacuum technology for burning titanium powder in nitrogen]. Moscow, Naukoemkie tekhnologii Publ., 2008.
- [3] Lysenko L.V., Bulanov A.V., Lysenko A.L. Otsenka kinetiki energotekhnologicheskikh protsessov [Evaluating the kinetics of energotechnological processes]. *V sbornike: Energotekhnologicheskie protsessy. Problemy i perspektivy* [Coll. Articles. Energotechnological processes. Problems and prospects]. Moscow, BMSTU Publ., 2004.

**Lysenko A.L.** (b. 1974) graduated from Kaluga Branch of Bauman Moscow State Technical University. Ph.D., Assoc. Professor of the Physics Department, Kaluga Branch of BMSTU. Scientific interests include investigation of energotechnological processes.