

# АВТОНОМНАЯ СИСТЕМА ВАКУУМИРОВАНИЯ НА ОСНОВЕ ПРОЦЕССА ФИЛЬТРАЦИОННОГО ГОРЕНИЯ

И.А. Студеникин, В.В. Грачев\*, А.В. Линде, А.А. Кондаков, В.С. Вишняков,  
Б.Н. Шаталов

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт структурной макрокинетики и проблем материаловедения Российской академии наук, Черноголовка, Россия

\*[grachev@ism.ac.ru](mailto:grachev@ism.ac.ru)

Термин фильтрационное горение впервые появился [1] в связи с развитием работ по СВС (самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу) в системах газ–твердое, т.е. когда один из исходных реагентов является твердым, а другой газообразным. В механизме горения таких систем важную роль играет процесс фильтрации газообразного реагента через пористое вещество к фронту реакции, отсюда и название – фильтрационное горение. В практике СВС эта разновидность горения рассматривалась как способ синтеза ценных неорганических соединений (нитридов, гидридов), газ вступает в реакцию с твердым реагентом и образуются твердые продукты реакции. В исследованиях по СВС акцент был сделан на получении продукта горения требуемого химического и фазового состава. Тот факт, что в процессе фильтрационного горения происходит поглощение газа, долгое время оставался без внимания исследователей и ему не придавали должного значения. Но именно эта особенность процесса стала главной при решении технической проблемы по разработке автономных систем вакуумирования специального назначения. Решение этой технической проблемы осуществлялось в рамках договорных отношений ИСМАН с ООО «Ядерные технологии», НИЦ «Курчатовский институт», ОАО «Калужский турбинный завод» и ЦКБ «Морской техники «Рубин».

Техническая задача состояла в создании автономной системы вакуумирования, работающей на принципе фильтрационного горения и удовлетворяющей требованиям технического задания. С точки зрения процесса главными требованиями были следующие: из объема, заданной величины и заполненного газообразным азотом при начальном давлении в 1 атм и начальной комнатной температуре, время поглощения азота с момента инициирования процесса горения до момента достижения давления 0,5 атм не должно превышать 20 секунд, т.е. за первые 20 с надо поглотить половину массы газа. Конечное давление газа в вакуумируемом объеме не должно превышать 0,3–0,4 атм. Система состоит из единичных модулей, которые должны обеспечить достижение вышеуказанных значений параметров из расчета 100 л начального объема

газа на один модуль, объем которого должен быть примерно 1 л, т.е. на два порядка меньше. В зависимости от величины начального объема газа в систему устанавливается соответствующее число единичных модулей, которые в дальнейшем получили название кассета. Кассета представляет собой металлический стакан с газонепроницаемыми боковыми стенками, в котором размещаются газопоглотитель и электроинициатор. Стакан закрывается крышкой, в которой имеются отверстия определенного диаметра, через которые должен втекать газ.

Из этих требований сразу были видны сложности в решении поставленной задачи. Первая сложность – низкое начальное давление, немного найдется систем газ–твердое, которые устойчиво горят при давлениях ниже атмосферного. Вторая сложность – скорости горения при таких давлениях низкие, и непонятно можно ли обеспечить требуемую скорость откачки (пол-атмосферы за 20 с). Третья сложность – сможет ли система устойчиво гореть до давления 0,3 атм, или потухнет раньше, не достигнув требуемого конечного давления? И четвертая сложность – конструкция кассеты, газонепроницаемые боковые стенки и маленькие отверстия для доступа газа ограничивают скорость подвода азота в зону реакции. Образно говоря, проблема заключалась в том, как из большого объема загнать газ через бутылочное горлышко в маленькую кассету и там быстро его упаковать в твердофазном продукте горения.

Первым шагом в решении поставленной задачи было показать на примере одной кассеты принципиальную возможность достижения значений параметров процесса, указанных в техническом задании. В качестве газопоглотителя был выбран порошок титана. Выбор титана был обусловлен несколькими причинами. Во-первых, он горит в азоте при давлении ниже атмосферного [2]. Во-вторых, у него достаточно высокий стехиометрический коэффициент поглощения азота по сравнению с другими переходными металлами, (например, цирконий – 0,15, а титан – 0,29). В третьих, титан достаточно легкий металл (например, по сравнению с гафнием или танталом). В-четвертых, это доступность сырья и его цена. Из порошка титана прессовались таблетки, затем их подвергали термовакuumной обработке, которая играла двойную роль. С одной стороны при термовакuumной обработке удалялись адсорбированные и растворенные в титане газы. Как известно, адсорбированные газы снижают скорость горения систем газ–твердое, это влияние особенно заметно при низких давлениях [3]. Вторая роль термообработки, заключалась в том, что при этом увеличивалась механическая прочность таблеток, а это важно, поскольку одно из требований технического задания было сохранение целостности и работоспособности кассеты

после вибрационных нагрузок. Прессованные титановые таблетки после термообработки укладывались в кассету, в нее же помещался инициатор (таблетка с электрической спиралью накаливания и иницирующим составом), и кассета закрывалась крышкой. Провода от инициатора выводились наружу для подсоединения к источнику электрического тока.

Процесс газопоглощения изучали на специально собранном экспериментальном стенде, оснащенный датчиками температуры и давления. За основу стенда взяли СВС-реактор объемом 30 л, к которому с помощью вакуумных шлангов были подсоединены вакуумный насос и две дополнительные емкости – два баллона, каждый объемом 40 л. Таким образом, суммарный объем, из которого осуществлялось газопоглощение в данном случае, составлял 110 л. Собранную кассету помещали в реактор. Весь объем предварительно вакуумировался и заполнялся азотом до давления 1 атм. Экспериментальная установка оснащена компьютерной измерительной системой, позволяющей регистрировать изменения давления и температуры в рабочей камере в процессе поглощения азота и наблюдать на мониторе за показаниями датчиков в виде графических зависимостей от времени.

Была проведена целая серия экспериментов с элементами газопоглотителя разной формы: со сплошными цилиндрами, с полыми цилиндрами, с пластинами. При этом варьировались начальная пористость и диаметр цилиндров. В результате по совокупности показателей наиболее эффективными оказались газопоглотительные элементы в форме сплошных цилиндров с определенной плотностью и размерами, с которыми удалось удовлетворить все требования технического задания и по времени достижения давления 0,5 атм и по величине конечного давления. Таким образом, на примере одной кассеты была подтверждена принципиальная возможность технического решения поставленной задачи. Данный способ вакуумирования был запатентован [4], и данная разработка вошла в «100 лучших изобретений России», награждена дипломом Федеральной службы по интеллектуальной собственности, патентам и товарным знакам. Несмотря на достигнутый успех, работы были остановлены из-за отсутствия финансирования.

Второй этап работ начался только через 4 года после возобновления финансирования. На этом этапе ИСМАНу была поставлена задача отработать опытную технологию изготовления кассет, провести с ними дополнительные серии экспериментов по определению значений ряда параметров и изготовить партии кассет для поставки ОАО «Калужский турбинный завод» для проведения крупномасштабных

испытаний. Для увеличения производительности труда и замены ручных операций были закуплены автоматический таблет-пресс, который автоматизировал операции дозирование порошка титана и прессование при изготовлении таблеток, а также вакуумная печь с большой камерой для увеличения массы партии таблеток при одновременной термовакуумной обработке. Все оборудование было смонтировано, запущено в эксплуатацию и на нем были отработаны технологические режимы получения газопоглощающих титановых таблеток. Требуемое по договору количество таблеток было изготовлено, их использовали для проведения экспериментов в ИСМАН и для поставки партий кассет на ОАО «Калужский турбинный завод» (КТЗ). Первые крупномасштабные эксперименты на КТЗ выявили ненадежность системы электропитания инициаторов в кассетах при запуске процесса вакуумирования.

После анализа причин неудачного эксперимента на КТЗ было решено поручить ИСМАН отработать систему вакуумирования в целом (до этого момента ИСМАН отвечал только за изготовление и поставку партий кассет), что фактически означало для ИСМАН новый третий этап работ. На этом этапе в ИСМАНе был спроектирован, изготовлен и выполнен монтаж стенда комплексной отработки (СКО) системы вакуумирования объемом 2,5 м<sup>3</sup>. СКО предназначался для проведения экспериментальных исследований и испытаний уже не одной кассеты, а пакетов кассет, которые представляли собой набор кассет, скрепленных в единое изделие с единой электрической цепью питания инициаторов. Согласно новым условиям договора ИСМАН должен теперь изготавливать не только кассеты, но и производить сборку пакетов кассет, и поставлять готовые пакеты кассет.

Поскольку первоначальная схема электропитания инициаторов в цепи пакетов кассет оказалась непригодной, то основная трудность на данном этапе заключалась в разработке новой электрической схемы, определение ее параметров и экспериментальной проверки надежности ее срабатывания. Это повлекло за собой создание специального стенда для экспериментального тестирования цепи электроинициаторов. После теоретических расчетов и их экспериментальной проверки было найдено техническое решение по электропитанию инициаторов, удовлетворяющее требованиям технического задания. С определенными, таким образом, электрическими параметрами была изготовлена партия электроинициаторов, которые затем использовались при сборке партии кассет, после чего была отработана технология сборки пакетов кассет.

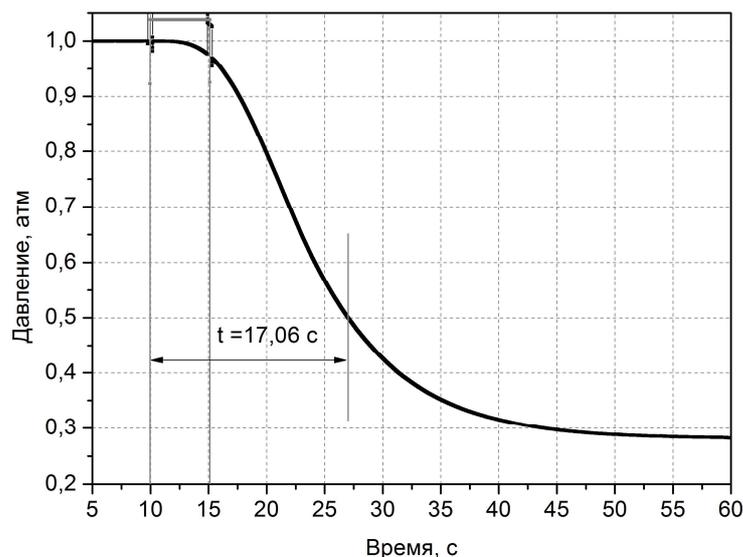


Рис. 1. Изменение давления в процессе функционирования системы.

В декабре 2016 года в ИСМАН на стенде комплексной отработки в присутствии межведомственной комиссии с участием военного представителя МО РФ успешно проведены испытания опытного образца системы вакуумирования. На рисунке 1 показано изменение давления газа в камере в ходе испытания, начальный объем, занимаемый газом в камере, составлял  $2 \text{ м}^3$ . П-образная кривая на рисунке 1 соответствует моментам времени включения и выключения источника электропитания цепи инициаторов, длительность подачи напряжения в цепь была 5 с. Время от момента нажатия кнопки для подачи напряжения в цепь до момента достижения давления 0,5 атм составило 17,06 с (требование технического задания  $< 20 \text{ с}$ ). Давление газа менее 0,3 атм (требование технического задания) было достигнуто через 25 с. По результатам испытания комиссия в акте отметила, что опытный образец системы и технология его изготовления соответствует всем требованиям технического задания, и рекомендовала присвоение РКД литеры «О».

### Литература

1. А.П. Алдушин, А.Г. Мержанов, Б.И. Хайкин. *Доклады АН СССР*, 1974, т. 215, № 3, стр. 612–615.
2. А.К. Филоненко. *ФГВ*, 1991, т.27, № 6, стр. 41–45.
3. А.С. Мукасян, В.Л. Шугаев, П.В. Кирьяков. *ФГВ*, 1993, т.29, № 1, стр. 9–13.
4. Ю.М. Пустовойт, А.В. Буланов, Л.В. Лысенко, С.Г. Вадченко, В.В. Грачев, Патент RU 2269838, 2006.