

## ГРАВИТАЦИЯ И МИКРОГРАВИТАЦИЯ В СВС-ПРОЦЕССАХ



**В.И. ЮХВИД**, д-р.техн.наук, проф; **В.Н. САНИН**, канд.техн.наук

*Институт структурной макрокинетики и  
проблем материаловедения РАН*

**In the work the basic experimental schemes and installations for realization of SHS process in conditions of artificial gravitation, and real space were considered. The influence of stretching (negative) and compressing (positive) overloads on combustion, formation of chemical composition, macro- and microstructure of final products was investigated on centrifugels. Influence of microgravity on SHS process was studied on «MIR» station. The results of experiments on the «MIR» have a good correlation with interpolated data of terrestrial experiments.**

Вопрос о протекании твердофазного горения в невесомости очень интересен, поскольку многие элементарные процессы в волне горения чувствительны к гравитации. Как только была запущена орбитальная станция, по инициативе А.Г.Мержанова было направлено предложение на имя акад. В.П. Глушко за подписью Н. Н. Семенова, в котором обоснована целесообразность проведения экспериментов по самораспространяющемуся высокотемпературному синтезу (СВС) в космосе. Тогда решение по этому вопросу не было принято, но уже в 90-м году по инициативе проф. А.С. Штейнберга были проведены эксперименты на самолете, летящем по параболической траектории, что обеспечивало микрогравитацию в  $10^{-2}g$  (где  $g$  – ускорение свободного падения) в течение 30 с. Успех был очевиден: получен образец карбида титана с такой высокой пористостью, которая в обычных условиях никогда не наблюдалась. Но целенаправленная работа по исследованию процесса горения в условиях микрогравитации началась после того, как Ю. А. Осипьян пригласил в ИСМАН делегацию NASA. Полученные результаты их заинтересовали, и проект, предложенный институтом, был включен в совместную программу Российского космического агентства и NASA. После предварительных лабораторных исследований, благодаря прямым контактам с РКК «Энергия», удалось выйти на космический эксперимент. Первый опыт по СВС в космосе проведен 14 июня 1997 г. космонавтом В.В.Циблиевым. После этого был длительный пе-

рерыв, обусловленный ремонтом станции, а затем эксперименты продолжены.

Суть проблемы можно пояснить двумя примерами. Если в волне горения образуется расплав и выделяются газообразные вещества, то возникают пузырьки, которые расширяются и образуют пену. Гравитация подавляет пенообразование, и пузырьки «лопаются». Предполагается, что в невесомости удастся получить высокопористые пеноматериалы и решить труднейшую и интересную проблему получения тугоплавкой пенокерамики. Второй пример связан с СВС-расплавами, состоящими из фаз разной плотности (карбид вольфрама и оксид алюминия). В поле тяжести Земли фазы разделяются по весу и образуется два разделенных продукта. В космосе можно получить целый ряд уникальных композиционных материалов, представляющих собой плавленную минералокерамику из веществ, принципиально не перемешиваемых в земных условиях. Есть и другие задачи, связанные с формообразованием расплавов в невесомости, использованием космического вакуума и т.п.

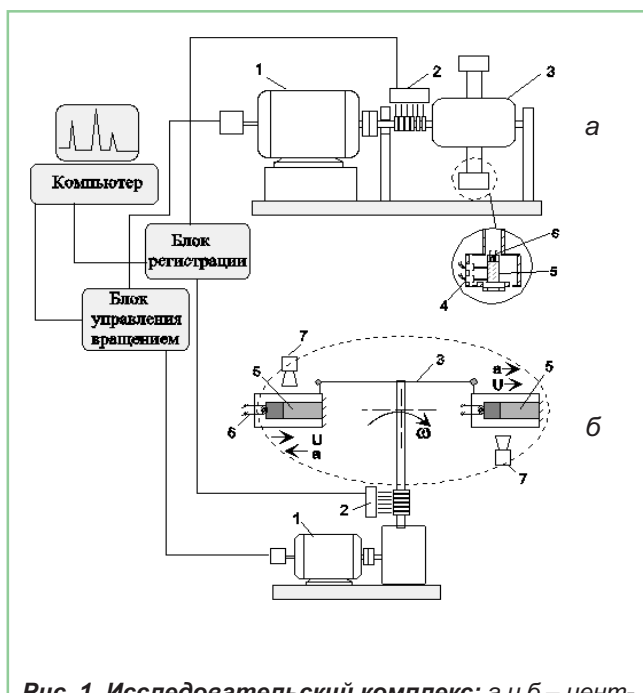
В это сложное для науки время успех работы был обусловлен несколькими причинами. Во-первых, в ИСМАН сложился дружный коллектив ученых под руководством акад. А.Г.Мержанова, в который вошли: один из авторов первого эксперимента по микрогравитационному СВС канд. физ.-мат. наук В.А.Щербаков, экспериментаторы канд. физ.-мат. наук А.Е.Сычев и канд. техн. наук В.Н.Саннин, профессора В.И.Юхвид и А.С.Рогачев, физик-теоретик д-р. физ.-мат. наук Э.Н.Руманов. Во-вторых, у коллектива установились хорошие деловые отношения с организаторами космических экспериментов: акад. Ю.А.Осипьяном (председателем Секции космического материаловедения), проф. В.П.Никитским (зам. генерального конструктора РКК «Энергия», генеральным директором МНТЦ полезных нагрузок космических объектов), с одним из координаторов экспериментов на станции «Мир» А.И.Ивановым. В-третьих, космонавты Т.А.Мусабаев, М.В.Бударин, С.В.Авдеев и А.И.Лазуткин во время посещения ИСМАН ознакомились с работами и у-

леклись «зажигательным» экспериментом. В-четвертых, удалось организовать эксперименты по СВС на установке «Оптисон-1», на которой космонавты выращивали монокристаллы. В этом очень помог один из создателей этой установки Е.В.Марков. Установить на станции обычное СВС-оборудование было, конечно, невозможно.

В статье рассмотрен один из подходов к исследованию гравитационной чувствительности процесса СВС, в рамках которого изучалось влияние искусственной гравитации в широком интервале перегрузок (невесомость является одной из точек этого интервала).

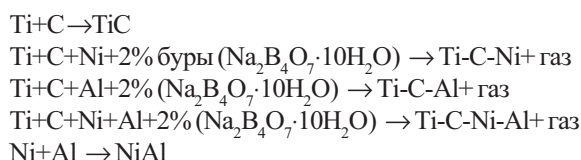
### Эксперименты в условиях искусственной гравитации

Исследования проводили на центробежных установках различных конструкций (рис. 1.). В экспериментах создавали «низкую» ( $-40 < n = a/g < 40$ ) и «высокую» ( $n = 10-1000$ ) гравитацию (где  $a$  – центробежное ускорение;  $g$  – ускорение свободного падения). Прилагали сжимающие (положительные) и растягивающие (отрицательные) перегрузки, а также ортогональные воздействия на образец, меняя угол между векторами скорости горений и центробежного ускорения от 0 до  $180^\circ$ .



**Рис. 1. Исследовательский комплекс:** а и б – центробежные установки для исследования в условиях соответственно «высокой» (рабочий диапазон создаваемой перегрузки  $10 < n = a/g < 1000$ ) и «низкой» гравитации ( $-40 < n = a/g < +40$ ); 1- электродвигатель; 2- коллекторный блок; 3- вращающийся ротор; 4- фотодиоды; 5- образец; 6- электрическая спираль; 7- видеокамера

Внешний вид конструкции центрифуги, обеспечивающей более близкий к невесомости интервал перегрузок, показан на рис. 1, б. Универсальная установка состоит из роторной системы, вращающегося плеча (длиной 2 м), исследовательских блоков (или блока с противовесом), видеокамеры и имеет две характерные особенности. Первая: исследовательский блок прикреплен к плечу центрифуги на шарнире и при вращении принимает наклонное положение, соответствующее вектору суммарного ускорения (горизонтальное центробежное ускорение плюс ускорение силы тяжести). Угол наклона дает дополнительную информацию о величине создаваемой перегрузки. Вторая: видеокамера вращается вместе с исследовательским блоком (при меньшем радиусе) и позволяет проводить непрерывную видеосъемку. Для исследований были выбраны следующие схемы синтеза:



Для получения продуктов горения в виде керамической пены в систему Ti+C вводили плавящиеся и газифицирующиеся добавки (табл. 1).

Таблица 1

### Влияние добавок на параметры таблеток после горения в обычных условиях ( $a = 1g$ )

| Исходные параметры систем  |            |               | Параметры после горения |   |
|--|------------|---------------|-------------------------|---|
| Исходный состав  | Высота, см | Пористость, % | Высота, см              | Фазовый состав  |
| Ti+0,8C  | 2,00       | 52            | 3,2                     | TiC <sub>0,8</sub>  |
| Ti+0,8C+15%Ni+2% (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O)       | 2,05       | 51            | 4,5                     | TiC <sub>x</sub> , Ni <sub>3</sub> Ti                     |
| Ti+0,8C+15%Al+2% (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O)       | 2,17       | 44            | 5,4                     | TiC <sub>x</sub> , Al, TiAl                               |
| Ti+0,8C+15% (Ni+Al)+2% (Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> ·10H <sub>2</sub> O) | 2,13       | 48            | 4,5                     | TiC <sub>x</sub> , Ni <sub>2</sub> Al <sub>3</sub> , TiAl |

В экспериментах измеряли скорость горения  $U_0$  (с помощью видеосъемки), относительное изменение длины  $\epsilon$  и конечную пористость образца  $\Pi_k$ , а также определяли химический, фазовый состав продуктов горения и их микроструктуру:

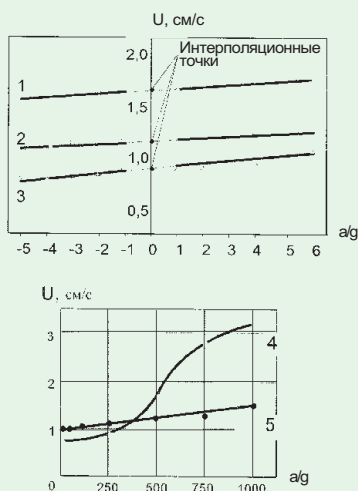
$$U_o = L_o / t_r; \varepsilon = \frac{L_k - L_o}{L_o}; \Pi_k = (1 - \rho_k / \rho_n) 100\%$$

где  $L_o$  и  $L_k$  – соответственно начальная и конечная длина образца;  $t_r$  – время его сгорания;  $\rho_k$  – плотность конечного образца;  $\rho_n$  – его пикнометрическая (экспериментальная) плотность. Диаметр образцов при горении практически не меняется.

### Влияние гравитации на горение

Исследования показали, что СВС – многостадийный процесс. В общем случае можно выделить три основные стадии: воспламенение, горение и формирование состава и структуры продуктов СВС; вторая и третья стадии могут быть разделены или слиты пространственно и во времени. На каждой из стадий протекают многие химические и физические процессы. Влияние гравитации на элементарные процессы на каждой из стадий может быть существенным.

Видеосъемка процесса горения элементных систем в интервале перегрузок  $-5g$  до  $+6g$  показала, что горение прессованных таблеток протекает с постоянной скоростью. Форма фронта горения близка к плоской. В области отрицательных перегрузок при достижении пороговой величины происходит отрыв слоя «горячих» продуктов. При этом горение систем на основе  $Ti + C$  продолжается, а системы  $Ni + Al$  затухает. Системы  $Ti + C$  сохраняют способность к горению за пороговой величиной перегрузки, но при этом происходит поочередный отрыв фрагментов примерно равной величины (по мере продвижения фронта горения).

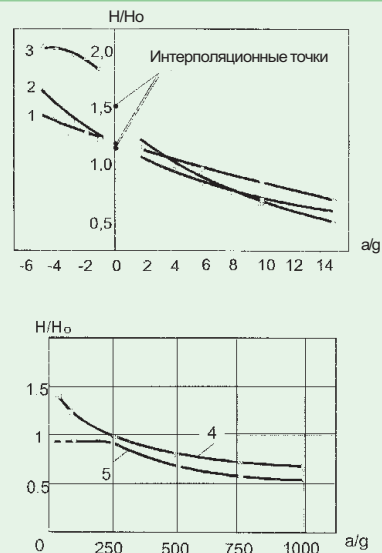


**Рис. 2. Зависимость скорости горения от величины перегрузки:** 1 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%(Ni+Al)+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 2 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%Ni+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 3 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%Al+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 4 –  $Ti+0,8C$ ; 5 –  $Ni+Al$

Из графиков (рис.2) видно, что влияние перегрузки на скорость горения определяется составом исходной смеси и величиной перегрузки. Анализ результатов и сопоставление с термодинамическим расчетом показывает, что гравитационная чувствительность сильно зависит от агрегатного состояния исходных и конечных продуктов горения. Например, для системы  $Ni + Al$ , исходные компоненты и конечные продукты в которой полностью плавятся, скорость горения возрастает в 4 раза.

### Влияние гравитации на формирование химического состава, макро- и микроструктуры продуктов СВС

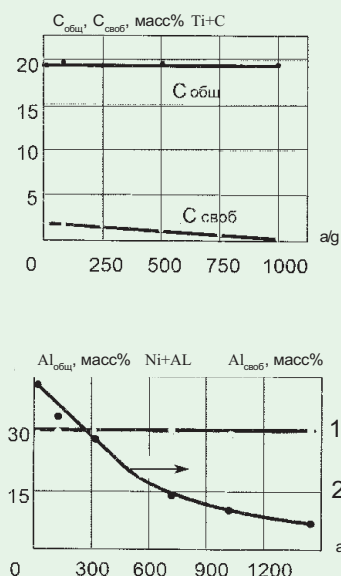
В экспериментах обнаружено, что гравитация сильно влияет на формирование макро- и микроструктуры, например увеличивает расширение образцов при отрицательных и уплотнение элементных систем при высоких положительных перегрузках (рис. 3). Наибо-



**Рис. 3. Влияние величины и направления перегрузки на относительное удлинение:** 1 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%(Ni+Al)+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 2 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%Ni+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 3 –  $Ti+C(TiC_{0,8})+15\%Al+2\%Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O$ ; 4 –  $Ti+0,8C$ ; 5 –  $Ni+Al$

лее сильно деформируются образцы с высоким содержанием жидких фаз в волне горения. Например, содержание расплава в продуктах горения системы  $Ni+Al$  составляет 40%. С ростом перегрузки от 1 до 1000  $a/g$  его средняя пористость уменьшается от 5 до 15%. Пористость неравномерно распределена в вертикальном сечении образца. В горизонтальном сечении поры формируются в виде кольцевых структур.

«Слабая» гравитация незначительно меняет химический состав продуктов горения. Большая положитель-



**Рис. 4. Влияние перегрузки на химический состав продуктов синтеза**

ная перегрузка эффективно влияет на содержание углерода и алюминия (рис. 4).

### **Интерполяционная методика определения параметров СВС в условиях невесомости**

Анализ тенденций параметров для элементных систем при положительных и отрицательных перегрузках позволяет предположить монотонное изменение параметров вблизи нулевой гравитации (см. рис. 2,3). С учетом этой гипотезы методом интерполяции в нулевую точку получены значения скорости горения  $U$ , относительной высоты образцов  $E$  и их пористости  $\Pi_k$ , для нулевой гравитации (табл. 2).

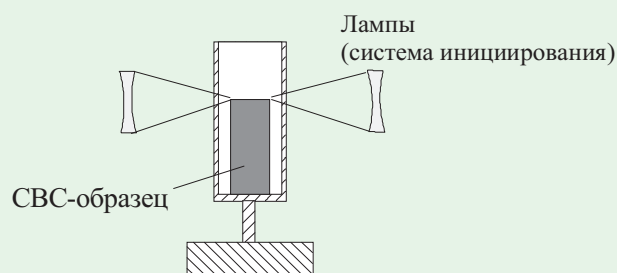
Таблица 2

### **Изменение скорости горения, относительной высоты образцов и их пористость и при нулевой гравитации**

| Добавки | Сравнительные условия | Интерполяционные данные | Ортогональный векторный эксперимент |
|---------|-----------------------|-------------------------|-------------------------------------|
| Al      | $U$ , см/с            | 0,9                     | 0,92                                |
|         | $\varepsilon$ , %     | 1,5                     | 2,5                                 |
|         | $\Pi_k$ , %           | 77                      | 78                                  |
| Ni      | $U$ , см/с            | 1,2                     | 1,1                                 |
|         | $\varepsilon$ , %     | 1,2                     | 2,2                                 |
|         | $\Pi_k$ , %           | 78                      | 78                                  |
| Ni+Al   | $U$ , см/с            | 1,6                     | 1,8                                 |
|         | $\varepsilon$ , %     | 1,2                     | 2,1                                 |
|         | $\Pi_k$ , %           | 76                      | 75                                  |

Следует отметить, что с этими результатами хорошо совпадают результаты ортогонального векторного эксперимента ( $a \perp U$ ) в условиях естественной гравитации.

Космические эксперименты проводились на станции «Мир» в установке «Оптизон» при давлении воздуха 400–530 Па. Для сравнения аналогичные эксперименты проводили на Земле (г. Зеленоград). Изучены процессы СВС в системах Ti + C, Ti + C + Ni. Схема проведения экспериментов показана на рис. 5.

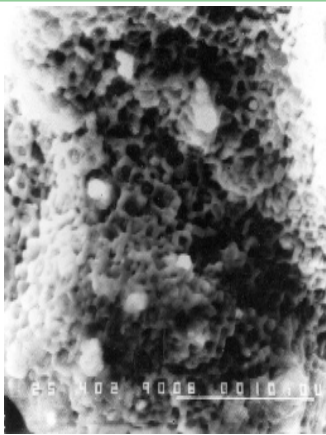


**Рис. 5. Схема проведения экспериментов на станции «Мир» в установке «Оптизон»**

### **Результаты экспериментов**

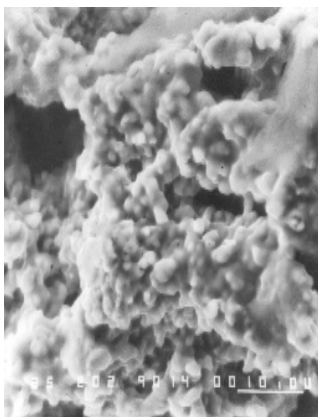
Эксперименты показали, что в условиях микрогравитации макроструктура формируется в виде чередующихся областей с высоким содержанием конденсированной фазы (чешуек) и полостей. Чешуйки содержат большое количество мелких пор с четко выраженной сферической симметрией. По данным локального рентгено-спектрального анализа конденсированная фаза состоит из зерен карбида титана, распределенных в никелевой матрице. В образцах, полученных в земных условиях, объем полых областей существенно уменьшается, толщина чешуек и размеры зерен карбида титана в них возрастают, при этом сферичность пор сохраняется. Относительное увеличение высоты космических образцов и их пористость существенно больше, чем у образцов, полученных на земле (рис. 6). Результаты находятся в хорошем соответствии с прогнозом интерполяционной методики.

Микроструктуры синтезированных образцов также сильно отличаются от полученных в земных условиях. В условиях невесомости микроструктура чешуек для системы Ti + C формируется в виде губчатой, ячеистой структуры (рис. 7). По-видимому, это является результатом взаимодействия газообразных продуктов горения с жидкими промежуточными продуктами горения. Следует отметить, что титан находится в жидкофазном состоянии в высокотемпературной



**Рис.6. Макроструктура исходного образца и продуктов его горения в условиях Земли и микрогравитации (ОС «Мир») для системы Ti - C**

части волны горения ограниченное время. Это время меньше или равно времени пребывания частиц титана в волне горения и составляет  $10^{-2} - 10^{-1}$  с. В это же время происходит выделение газа ( $H_2, N_2, CO$ ), который взаимодействует с расплавом титана, что приводит к формированию пены со сферической ячейкой. Последующая кристаллизация фиксирует это состояние. Напротив, ячеистая структура в земных условиях не формируется, поскольку гравитация быстро разрушает пену. Для системы Ti - C - Ni в условиях микрогравитации растекание Ni между зернами TiC менее выражено, чем в земных условиях, и ячеистая структура не образуется. Отсутствие ячеистой структуры связано с тем, что в системе Ti - C - Ni жидкая фаза существует как во фронте горения, так и долгое время за фронтом горения. Жидкая фаза состоит главным образом из Ni и эвтектик на его основе. Более



**Рис.7. Микроструктура продуктов СВС для системы Ti-C, полученных в условиях микрогравитации (ОС «Мир»)**

продолжительное время жизни жидкой фазы способствует удалению газа из порового пространства за счет перепада давления внутри и на поверхности таблетки.

**Деформационные процессы в волнах СВС (качественное моделирование, оценки)**

Из анализа экспериментальных данных следует, что гравитация вызывает сильную деформацию среды (растяжение или сжатие) в процессе СВС. В свою очередь деформация среды влияет на процесс горения. Механизм этих процессов можно представить в следующем виде. Разогрев среды в волне горения элементарных систем приводит к плавлению исходных компонентов (Ti, Ni, Al) и выделению газов ( $H_2, N_2, CO, CO_2, C_2H_2, CH_4$ ), паров  $H_2O$ . С образованием жидких фаз снижается прочность образцов. Давление газа  $P_{газ}$  и гидростатическое давление  $P_{рид}$  воздействуют на горячую зону, что приводит к расширению или уплотнению среды. Деформационный процесс начинается тогда, когда общее (результатирующее) давление  $P_{\Sigma}$  превышает прочность среды на растяжение или сжатие  $\sigma$ , а время  $t_{деф}$ , необходимое для деформации, больше времени существования жидких фаз  $t_{жид}$ . Эти необходимые условия деформации можно записать в виде:

$$T_{\Gamma} > T_{пл.,i}, \quad |\rho_{\Sigma}| > |\sigma|, \quad t_{деф} \leq t_{ж}$$

где  $T_{\Gamma}$  – температура горения;  $T_{пл.,i}$  – температура плавления i-го компонента. Для  $P_{\Sigma} < 0, \sigma < 0$  происходит расширение, а для  $P > 0, \sigma > 0$  – сжатие среды.

$P_{\Sigma}, t_{деф}, t_{жид}$  можно оценить, используя простые соотношения:

$$P_{\Sigma} = -P_{газ} \pm P_{рид};$$

$$t_{деф} = \mu P_{\Sigma}; \quad t_{жид} = d^2 / \chi,$$

где  $\mu$  – вязкость;  $d$  – диаметр образца;  $\chi$  – температуропроводность;  $P_{рид} = \rho a h$ ;  $P_{газ} = (n_1 - n_2)(RT_2 / V_{пор})$ ,  $R$  – универсальная газовая постоянная;  $n_1$  – число молей газа в зоне деформации;  $n_2 = f(U_{газовыд.})$  – число молей газа, отведенных из зоны деформации.

Вследствие изменения плотности разные участки волны горения движутся с различной скоростью. Для стационарного режима горения их массовые скорости одинаковы. Для этого случая можно получить связь между линейной скоростью различных точек температурного профиля перед зоной деформации ( $U_0$ ) и линейной скоростью фронта горения  $U^*$ .

$$U_0 \rho_0 = U^* \rho^*$$

$U_0 = L_0 / t_c$ ;  $U^*$  – скорость во фронте горения;  $\rho_0$  – исходная плотность смеси;  $\rho^*$  – плотность среды в реакционной зоне.

Используя эту связь мы можем получить выражение для скорости фронта в предельных случаях быстрой и медленной « деформации ». Предельные случаи:

□ быстрое прессование ( $t_D < \chi / U_0^2$ ,  $\rho^* = \rho_k$ ), где  $t_D$  – время деформации;  $\rho^*$  – плотность в волне горения;  $\rho_k$  – конечная плотность;

$U_* = U_0 \pm U_D$ ; где  $U_D = L_k - L_0 / t_c$  – скорость деформации;  $t_c$  – время горения;

□ медленное прессование ( $t_D \gg \chi / U_0^2$ ,  $\rho^* = \rho_0$ )

$$U_* = U_0.$$

В первом случае плотность изменяется полностью перед фронтом горения, который распространяется по среде с конечной плотностью. В последнем случае деформация происходит за фронтом горения, так что он распространяется с начальной плотностью. В общем случае решают совместно уравнения для горения и деформации в целях определения этих параметров.

Условия уплотнения, вязкость среды и давление в порах фронта горения можно оценить для элементарных систем, используя указанные выражения. Оценка перегрузок показывает, что горение системы Ti+C происходит в режиме медленной деформации. При «больших» положительных перегрузках деформация протекает в «промежуточном» режиме деформации.

Вязкость в волне горения составляет  $10^2$  Па·с. Давление в зоне деформации  $P_2$  составляет 0,1 МПа.

Влияние «большой» положительной перегрузки связано с увеличением скорости горения в 2-4 раза, что нельзя объяснить деформацией таблетки. Наиболее вероятной причиной увеличения может быть интенсификация конвективных процессов во фронте горения под действием гравитации, в первую очередь – это принудительная фильтрация в поры исходного вещества. Скорость фильтрации определяет эффективный коэффициент температуропроводности. Тенденции влияния перегрузки на коэффициенты и температуру горения прямо противоположны. В рассмотренных выше примерах влияние перегрузки на температуропроводность  $\chi$  преобладает.

Таким образом, изучение процесса СВС в широком интервале перегрузок позволяет лучше понять роль гравитации на базовых стадиях процесса и прогнозировать поведение СВС-систем в условиях микрогравитации. Результаты космических экспериментов и земных интерполяционных данных наиболее близки для СВС-систем с небольшим содержанием жидкой фазы в конечных продуктах.



Институт физики твердого тела  
Российской академии наук

## ЭКСТРАКЦИОННЫЙ КОМПЛЕКС ЭК-300

**ЭК-300** непрерывного действия предназначен для получения жидких, концентрированных товарных форм медицинского, ветеринарного, пищевого, косметического и технического назначения. **В качестве растворителей в экстракторе применяются:** спирт этиловый, вода, гексан, ацетон, петролейный эфир, дихлорэтан, растительные масла, животные масла и смеси вышеуказанных растворителей.

Экстракты готовятся из травы, листьев и цветов, корней, семян и плодов лекарственных растений и выжимки плодов, ягод и овощей.

**Конечными продуктами экстракционного комплекса являются:** экстракты густые и жидкие, водно-спиртовые, водные, спиртовые, эфирные масла и масла лекарственные, красители, витаминизированные напитки, полупродукты (сырье для пропосола и пропоциума), белок, пектин, леминарид (гранулы).

**Экстракционный комплекс позволяет:** готовить смесь экстракта с растворителем; удалять растворитель из обработанного шрота; фильтровать в непрерывном режиме жидкий экстрагент; упаривать жидкий экстрагент до получения готового продукта с влажностью менее 10%.

**Базовая модель экстракционного комплекса ЭК-300 включает 4 независимые технологические установки:** загрузочные емкости; экстрактор; упариватель с фильтрационной установкой; колонну для отгонки растворителя из обработанного шрота, связанные в единый комплекс.

142432, Черноголовка, Московская обл., Россия  
Телекс 412654 Шерна. Факс (096) 576-41-11. Тел. (096) 576-42-54  
E-mail: [klassen@issp.ac.ru](mailto:klassen@issp.ac.ru)