

УДК 54.084,662.612.12

Установка и методика для автоматизированного определения температуры воспламенения порошков металлов

**А. А. Бородовский, И. В. Дудоров, К. В. Коршунов,
А. Г. Лещинская, А. А. Стеньгач, В. В. Ярошенко**

РФЯЦ-Всероссийский НИИ экспериментальной физики,
Саров, Нижегородская обл., Россия
korshunov@vniief.ru

Температура воспламенения – одна из важнейших характеристик порошков металлов. Определение температуры воспламенения проводится при изготовлении и перепроверке партий металлических порошков. Разработаны установка и методика для автоматизированного определения температуры воспламенения порошков металлов, имеющая улучшенные показатели точности.

Введение

В процессе разработки технологии изготовления российского порошка натриетермического циркония и ее внедрения в производство был выполнен большой объем работ, связанных, в том числе, с контролем температуры воспламенения порошка циркония [1]. В ходе их проведения были выявлены существенные отличия результатов, получаемых на предприятии изготовителя и на заводе ВНИИЭФ при определении температуры воспламенения порошка циркония одних и тех же партий, а позже – установлены и экспериментально подтверждены множественные факторы, влияющие на значения температуры воспламенения порошка циркония, получаемые при его контроле по действующей в производстве методике. В частности, было сделано заключение о том, что методика, используемая в производстве начиная с 70-х годов прошлого века до настоящего времени, является достаточно грубой и не содержит ряда требований к лабораторному оборудованию, месту проведения и технике выполнения измерений, которые необходимо регламентировать для повышения точности результатов.

Методический подход к измерению температуры воспламенения порошка циркония по действующей методике

Прибор для определения температуры воспламенения порошка циркония по методике, применяемой в производстве, представлен на рис. 1. Нагрев испытуемых проб порошка циркония проводится с помощью печи, которая состоит из нихромового нагревателя, навитого на кварцевую втулку наружным диаметром 84 мм и внутренним диаметром 76 мм, помещенную в металлический кожух. Между нагревателем и кожухом имеется асбестовая теплоизоляция. Пространство внутри кварцевой втулки заполнено прокаленным кварцевым песком. В верхнюю часть камеры с кварцевым песком вставлен бронзовый сердечник диаметром 55 мм и высотой 40 мм, в котором имеются два симметричных цилиндрических гнезда диаметром 8 мм и глубиной 10 мм каждое. Одно из гнезд предназначено для термометра, другое – для испытуемого порошка.

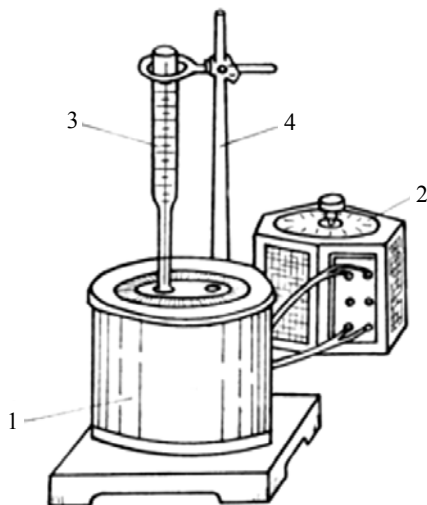


Рис. 1. Прибор для определения температуры воспламенения: 1 – нагревательная печь, 2 – лабораторный автотрансформатор ЛАТР-1 на 9А, 3 – термометр, 4 – штатив

Перед проведением измерений из пробы порошка циркония, высушенной до постоянной массы, отбирают на кальку навески массой $(0,05 \pm 0,001)$ г. Печь нагревают до температуры 260°C и приступают к определению температуры воспламенения порошка циркония, при этом пробы помещают в измерительное гнездо печи в процессе ее непрерывного нагревания со скоростью $(2-6)^\circ\text{C}/\text{мин}$. Подготовленные навески с кальки поочередно засыпают в гнездо прибора и одновременно для каждой навески включают секундомер. Время выдержки навески в приборе должно быть не более 6 секунд с момента засыпки. Если воспламенение порошка за это время не произошло, фиксируют отказ.

Результаты регистрируют, начиная с получения 2–3 отказов. Далее при повышающейся температуре получают 5–7 последовательных воспламенений, между которыми отказов не должно быть. За температуру воспламенения в одном определении принимают минимальную температуру, с которой начинается 100 % воспламенение навесок.

Анализ действующей методики

В ходе анализа применяемой в производстве методики определения температуры воспламенения порошка циркония было показано, что факторами, влияющими на получаемые значения температуры воспламенения, могут быть [2]:

- особенности исполнения лабораторного оборудования и лабораторных измерительных инструментов (например, термометры по одному ГОСТу имеют различную геометрию «носика», колба термометра может по-разному размещаться в гнезде печи);

- техника выполнения анализа по существующей методике (скорость и способ засыпки навески порошка циркония оператором, геометрическая форма пробы порошка в измерительном гнезде прибора и, следовательно, площадь поверхности пробы, способ удаления шлаков сгоревшего циркония и т. д.);

- сила воздушных потоков при работе вентиляционных систем и др.

Совместные экспериментальные работы сотрудников РФЯЦ-ВНИИЭФ и предприятия изготовителя по определению температуры воспламенения порошка циркония в разных лабораториях, а также сравнительный анализ полученных результатов подтвердили предположение о том, что указанные выше факторы могут являться причиной имеющихся расхождений межлабораторных результатов анализа температуры воспламенения. В частности, были проведены эксперименты, подтверждающие влияние положения термометра в гнезде печи и воздушных потоков, создаваемых системой вентиляции, на температуру воспламенения порошка циркония. Проведенные эксперименты показали, что разница в значениях температуры воспламенения порошка циркония, получаемая в различных вариантах исполнения таких экспериментов, может достигать более 30 °С.

Кроме того, изучалась зависимость получаемых значений температуры воспламенения порошка циркония от способа подготовки образцов, в частности от площади поверхности пробы (навески) порошка циркония в измерительной ячейке [2]. Из результатов проведенных экспериментов был сделан вывод о том, что на получаемые значения температуры воспламенения порошка циркония значительное влияние оказывает площадь поверхности пробы исследуемого материала в измерительной ячейке прибора, которая может варьироваться вследствие индивидуальных особенностей выполнения измерения разными исполнителями. Обеспечить одинаковую геометрию проб порошка в измерительной ячейке в условиях выполнения данной операции по существующей методике (засыпка оператором навески порошка в измерительную ячейку) практически невозможно.

Анализ действующей методики, выявление и экспериментальное подтверждение факторов, влияющих на определяемые значения температуры воспламенения порошка циркония, позволили сделать вывод о необходимости разработки новой автоматизированной установки и методики, в основе которых лежит новый методический подход (способ) для определения температуры воспламенения порошка металла, позволяющий максимально исключить негативное воздействие вышеперечисленных факторов.

Разработка автоматизированной установки для определения температуры воспламенения порошка металла

Важнейшей задачей при разработке новой установки и методики являлось увеличение точности измерения температуры воспламенения порошка металла. Данную задачу предлагалось решать путем применения новых методических подходов, изложенных, в том числе, в изобретении «Способ определения температуры самовоспламенения порошка металла» [3].

В соответствии с разработанным способом определения температуры воспламенения пробы анализируемого порошка металла помещают в печь и фиксируют момент их воспламенения. При этом печь, предварительно нагретую до температуры, превышающей температуру воспламенения порошка металла, опускают на четыре тигля с пробами, закрепленных на кабельных термопарах. Момент воспламенения пробы фиксируют с помощью фотоэлектрического преобразователя и одновременно измеряют температуру порошка металла. Для устранения влияния конструктивных особенностей используемой установки по определению температуры воспламенения порошка, например, таких как тип устройства измерения температуры, массогабаритные параметры измерительных тиглей и нагревательной печи и т. д., производят ее предварительную градуировку с использованием контрольного образца с известной температурой фазового перехода, близкой к предполагаемой температуре воспламенения порошка металла.

За счет одновременного проведения четырех параллельных определений и сокращения количества и массы проб достигается существенное сокращение трудозатрат и уменьшение расхода дорогостоящего порошка.

Кроме того, по сравнению с методическим подходом, используемым в существующей методике, предложенный способ позволяет уменьшить влияние на получаемые значения температуры воспламенения следующих факторов:

- различий в скорости нагрева анализируемой пробы порошка, возникающих вследствие использования регулирующего устройства ЛАТР, а также различий в конструктивном исполнении печи;

- различий воздушных потоков вентиляционных систем вытяжного шкафа, в котором размещается прибор (установка) для определения температуры воспламенения;

- различной геометрической формы проб порошка за счет укладки с помощью приспособления-дозатора;
- человеческого фактора за счет автоматизированного выполнения анализа.

Конструкция установки

Разработанная установка, получившая название «Феникс», конструктивно представляет собой металлический корпус 1 с установленными в нем контроллерами движения шаговых двигателей, драйверами, блоками питания, аналого-цифровым преобразователем, измерителем-регулятором температуры 2, прибором контроля влажности и температуры внешней среды 3. На корпусе установки располагается печь 4, которая в зависимости от режима работы может находиться как в исходном положении 5, так и на рабочей площадке 8. Перемещение печи из исходного положения 5 на рабочую площадку 8 осуществляется автоматически при помощи модулей линейного перемещения 6 и шаговых двигателей 7. На рабочей площадке 8 установлены измерительные термопары 9 и тигли для проб порошка металла 10.

Схема установки представлена на рис. 2.

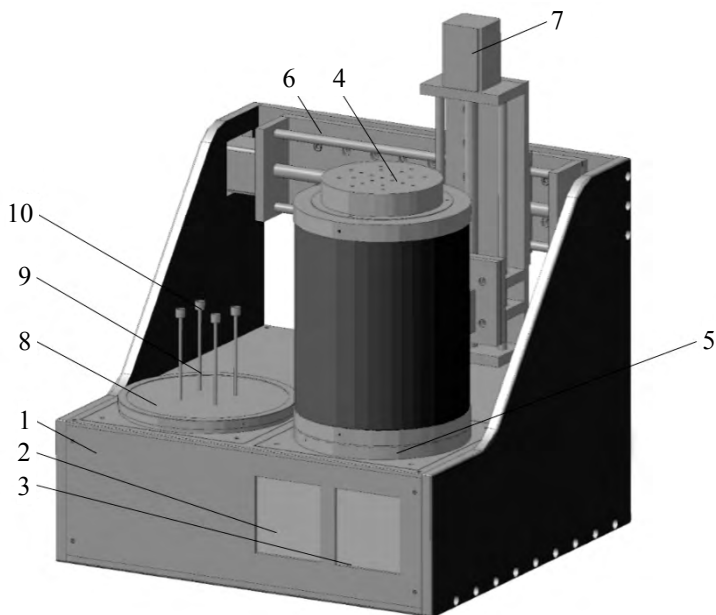


Рис. 2. Схема установки «Феникс»

Принципиальная схема установки «Феникс» приведена на рис. 3. Установка состоит из 4 функциональных блоков:

- блок управления нагревом печи;
- блок системы перемещений печи;

- блок регистрации данных;
- блок сбора и обработки данных.

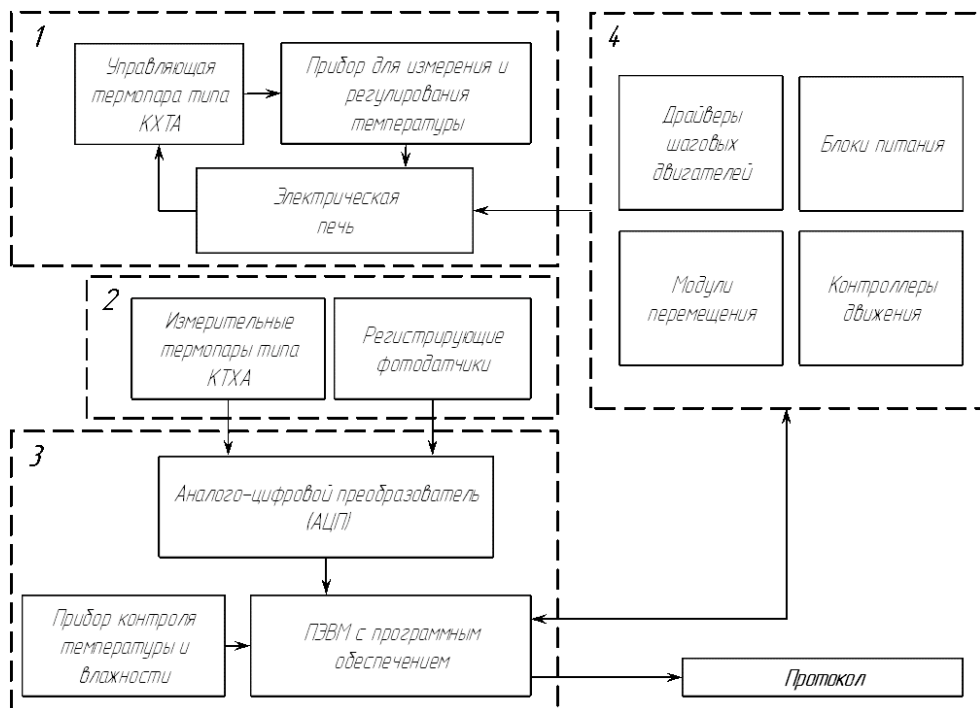


Рис. 3. Принципиальная схема установки «Феникс»: 1 – блок управления нагревом печи, 2 – блок регистрации данных, 3 – блок сбора и обработки данных, 4 – блок системы перемещения печи

Блок управления нагревом печи

Блок управления нагревом печи состоит из следующих основных частей:

- электрическая печь;
- управляющая термопара типа КТХА;
- прибор для измерения и регулирования температуры «Термодат».

Печь представляет собой цилиндрический нагревательный элемент с многослойной теплоизоляцией, заключенный в металлический корпус.

Управление и термостатирование печи осуществляется с помощью прибора для измерения и регулирования температуры «Термодат».

Блок регистрации

Блок регистрации состоит из следующих основных частей:

- измерительные термопары типа КТХА;
- регистрирующие фотодатчики.

На четырех измерительных термopарax закреплены четыре тигля для исследуемого порошка металла. Над тиглями располагаются светопроводящие стержни с закрепленными на них четырьмя фотодатчиками. С помощью термopар измеряют динамически температуру тиглей с расположенными в них пробами исследуемого материала. Факт воспламенения фиксируется фотодатчиками.

Блок сбора и обработки данных

Блок сбора и обработки данных состоит из следующих основных частей:

- аналого-цифровой преобразователь (АЦП);
- прибор контроля температуры и влажности «Гигротерм»;
- персональный компьютер с установленным программным обеспечением «Феникс».

С помощью АЦП производится сбор сигналов с термopар и фотодатчиков с последующей обработкой данных в программном обеспечении «Феникс». Контроль температуры и влажности помещения осуществляется с помощью прибора «Гигротерм».

Блок системы перемещений печи

Блок системы перемещений печи состоит из следующих основных частей:

- модули линейного перемещения с шаговыми двигателями;
- контроллеры движения;
- драйверы шаговых двигателей;
- блоки питания;
- емкостные концевые датчики.

По команде программы «Феникс» контроллеры движения по заранее запрограммированному алгоритму управляют движением печи в рабочее положение и в исходное положение после завершения измерения.

Технические решения, реализованные в установке

В ходе разработки установки был решен ряд задач:

- исключение взаимного влияния измерительных тиглей друг на друга при воспламенении проб порошка в процессе одновременного проведения четырех параллельных определений. Проблема решена с помощью использования в конструкции печи экранов, выполненных из жаропрочной стали, исключающих улавливание фотодатчиком светового потока вспышки порошка соседних тиглей;
- снижение ударной нагрузки при автоматическом опускании печи на опорные поверхности съемных конструкций, а также минимизация теплового

воздействия печи на элементы систем автоматики и измерений, расположенные в корпусе установки. Проблема решена путем использования пружин сжатия (буферного элемента), позволяющих обеспечить необходимый воздушный зазор между опорными площадками (для размещения печи) съемных конструкций и корпусом установки, а также минимизировать площадь контакта подвижных опорных площадок съемных конструкций с корпусом установки;

– исключение механического разрушения светопроводящих стержней (световодов) из кварцевого стекла, имеющих высокую хрупкость, в результате температурной деформации элементов конструкции. Проблема решена с помощью реализации гарантированных зазоров между световодами и примыкающими к ним металлическими деталями, а также закреплением световодов путем их равномерного обжатия ограниченным усилием;

– обеспечение температурного режима внутри корпуса установки с элементами систем автоматики и измерений в диапазоне, близком к температуре окружающей среды. Проблема решена с помощью применения нескольких вентиляторов охлаждения, создающих необходимый для охлаждения воздушный поток, а также компоновкой элементов систем автоматики и измерений, которая позволила эффективно использовать охлаждающий воздушный поток за счет размещения наиболее нагреваемых элементов в местах с наибольшим обдувом охлаждающего воздуха.

Основные технические характеристики установки для определения температуры воспламенения порошка металла приведены в табл. 1.

Таблица 1

Основные технические характеристики установки

Наименование параметра	Значение
Максимальная рабочая температура печи, °С	550
Количество измерительных каналов для проведения параллельных измерений температуры воспламенения	4
Регулирование нагрева печи	По пропорционально-интегрально-дифференциальному закону
Перемещение печи	Автоматическое
Тип измерительных термопреобразователей (термопар)	Кабельные термопары с хромель-алюмелевой парой термоэлектродов
Компенсация температуры холодного спая термопар	Есть
Показатель тепловой инерции измерительных термопреобразователей, с	0,25
Фиксация факта воспламенения	Оптическая, датчик
Масса изделия, не более, кг	70
Габаритные размеры, высота/ширина/длина, мм	750/530/500

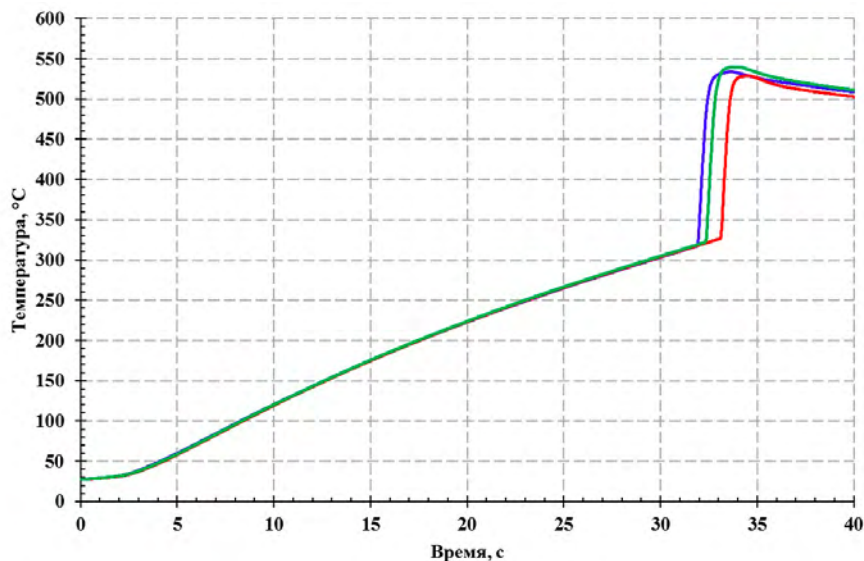


Рис. 5. Типичный вид термограммы при определении температуры воспламенения

Методика измерений. Сравнительный анализ результатов, получаемых по действующей и разработанной методике

Разработка и создание установки «Феникс», в которой реализован способ определения температуры самовоспламенения порошка металла [3], стали основой для разработки методики измерений для автоматизированного определения температуры воспламенения порошка металла. Сравнение некоторых наиболее важных характеристик новой и действующей методик представлены в табл. 2.

Таблица 2

Сравнение некоторых характеристик методик

Характеристика	Действующая методика	Разработанная методика
Абсолютная погрешность измерения, °С	9,0	5,2
Время анализа	~7 ч	~5 мин
Масса материала, г	3	~ 0,2
Фиксация факта воспламенения	Визуально, оператором	Фотодатчик, обработка АЦП
Обработка результата	Оператором	Автоматически (ПО)
Формирование протокола	Оператором	Автоматически (ПО)

Для проведения предварительного сравнительного анализа результатов определения температуры воспламенения порошка металла, получаемых на автоматизированной установке по разработанной методике и по методике, действующей в производстве, был проведен набор экспериментальных данных на установке «Феникс» с использованием ряда партий порошка циркония. Выбор партий порошка циркония определялся значениями их температуры воспламенения, полученными по действующей методике, а именно: были выбраны порошки циркония с минимальной и максимальной температурой воспламенения из имеющихся, с температурой воспламенения, близкой к предельным значениям температурного диапазона, нормируемого требованиями технической документации, а также к среднему значению данного диапазона. Результаты испытаний представлены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты определения температуры воспламенения порошка циркония

№ эксперимента	Температура воспламенения по действующей методике, T_1 , °C	Температура воспламенения по разработанной методике, T_2 , °C	$T_2 - T_1$, °C
1	235	235	0
2	346	349	3
3	>350*	384	<34
4	238	239	1
5	267	271	4
6	287	290	2
7	311	310	-1

*Максимальная температура, регистрируемая по действующей методике.

Представленные результаты, полученные для имеющихся в нашем распоряжении партий порошка циркония, позволяют сделать предварительное заключение о существовании корреляции между значениями температуры воспламенения, определяемой по действующей и по новой методикам. По мере изготовления новых партий порошка циркония с требуемыми параметрами работа, направленная на получение статистических данных по определению температуры воспламенения порошка циркония с использованием двух методик и их анализ, будет продолжена.

Заключение

Разработанная методика измерений для автоматизированного определения температуры воспламенения порошка металла на установке «Феникс» по сравнению с методикой, действующей на производстве, позволяет:

– повысить точность измерения температуры воспламенения (показатель абсолютной погрешности измерения снижен с 9,0 до 5,2 °C);

– исключить воздействие на оператора вредных производственных факторов, в частности, предотвратить возможность термического ожога рук и негативного влияния на органы зрения яркой вспышки воспламеняемого порошка, визуальная фиксация которой является неотъемлемой частью действующей методики измерения;

– значительно сократить трудозатраты – время, требуемое для проведения измерения, снижено с 7 ч до 5 мин;

– уменьшить расход дорогостоящего порошка металла за счет сокращения массы анализируемых проб порошка и количества проб, необходимых для одного определения.

Установка «Феникс» и методика измерений для автоматизированного определения температуры воспламенения порошка металла проходят апробацию с целью внедрения в производство.

Список литературы

1. Валеев С. М.-А., Гусев П. Т., Левченкова О. Н., Лещинская А. Г., Орлов В. М., Федорова Л. А., Ярошенко В. В. Технология порошка циркония: проблемы и решения // Труды КНЦ РАН, 2018, т. 1, с. 242–247.
2. Бородовский А. А., Дудоров И. В. Исследование влияния способа подготовки образцов порошка циркония на его температуру воспламенения // Доклад на НТК «Молодежь в науке». Саров. 2017.
3. Дудоров И. В., Бородовский А. А., Коршунов К. В., Лещинская А. Г., Ярошенко В. В. Способ определения температуры самовоспламенения порошка металла. Изобретение. Патент РФ № 692399. 2019.

The development of facility for an automated determination of metal powders ignition temperature

A. A. Borodovskiy, I. V. Dudorov, K. V. Korshunov,
A. G. Leshchinskaya, A. A. Stengach, V. V. Yaroshenko

Russian Federal Nuclear Center – All-Russian Research Institute
of Experimental Physics, Sarov, Nizhny Novgorod region, Russia
korshunov@vniief.ru

The temperature of ignition is one of the most important parameter of metal powders. Determination of ignition temperature is carried out in production and control of metal powder lots. The facility and method for automatized determination of metal powder temperature have been developed. The method has the advanced precision parameters.