

Экспериментальное исследование геометрических характеристик монодисперсных гранул

В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников, В.А. Рыжков
Москва, Московский энергетический институт (НИУ «МЭИ»), ank_ud@mail.ru

Проведено экспериментальное исследование геометрических характеристик гранул, образующихся при разных режимах распада струи. Показано, что наиболее качественные гранулы можно получить при гранулировании в режиме вынужденного капиллярного распада струи расплава с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5d$.

Experimental study of the geometric characteristics of monodispersed granules. V.B. Ankudinov, Y.A. Marukhin, V.P. Ogorodnikov, V.A. Rygkov. The geometric characteristics of granules formed under different regimes of jet disintegration are experimentally investigated. It is shown that the most qualitative granules can be obtained by granulation in the regime of forced capillary disintegration of a melt jet with a perturbation wavelength in the area $\lambda = 4,5d$.

В Центре высоких технологий Московского энергетического института производятся монодисперсные сферические гранулы из сплавов редкоземельных металлов и свинца, легированного сурьмой. Эти гранулы используются при изготовлении регенеративных теплообменников криогенных газовых машин. Технология производства основана на физическом эффекте вынужденного капиллярного распада струи (ВКРС) [1,2]. Разброс значения диаметра гранул относительно среднего не превышает 5%. Этот разброс определяется различными причинами: изменением диаметра струи расплава металла, связанного с эрозией материала фильеры при длительном процессе гранулирования, изменением условий смачивания расплавом поверхности фильеры, приводящей к искажению профиля скорости на начальном участке струи, отклонением режимных параметров от заданного значения и т.д. При изготовлении насадки теплообменника криогенной газовой машины такого качества гранул более чем достаточно. Однако, представляет интерес изучение вопроса о предельных возможностях технологии производства монодисперсных гранул, который может быть актуальным в случае использования ее при прецизионном гранулировании.

Исследования проводились на экспериментальной установке, описание которой приведено [3]. В качестве диспергируемых материалов использовались сплав гольмия и меди HoCu2 и свинец, легированный сурьмой 95Pb5Sb. Гранулы получались при распаде ламинарной струи расплава на капли, и последующей их кристаллизации при падении в теплообменной камере, заполненной гелием высокой чистоты (количество примесей не превышало 10^{-5} %). В нижней части теплообменной камеры находился сборник гранул. Кроме того, был сделан зонд, позволяющий оперативно осуществлять отбор проб падающих в камеру гранул. Анализ геометрических характеристик гранул проводилось на измерительном микроскопе с разрешающей способностью на уровне 1 мкм.

Исследования проводились для трех режимов распада струи. Иллюстрация этих режимов приведена на фотографии (рис. 1), полученной в случае истечения струи воды.

Струя жидкости представляет собой неустойчивый объект, который стремясь к устойчивому состоянию распадается на капли. Распад струи происходит под действием возмущений поверхности, возникающих на ее начальном участке. При спонтанном распаде струи они создаются за счет естественных гидравлических шумов, а в режиме ВКРС – искусственным путем. Амплитуда возмущений растет по длине струи и в конечном итоге происходит образование капель. Ламинарная струя неустойчива при воздействии на нее возмущений с относительно большой длиной волны $\lambda > \pi d$ (λ - длина волны возмущений, d - диаметр струи). Максимальная неустойчивость струи наблюдается в области длины волны $\lambda = 4,5 d$ [1].

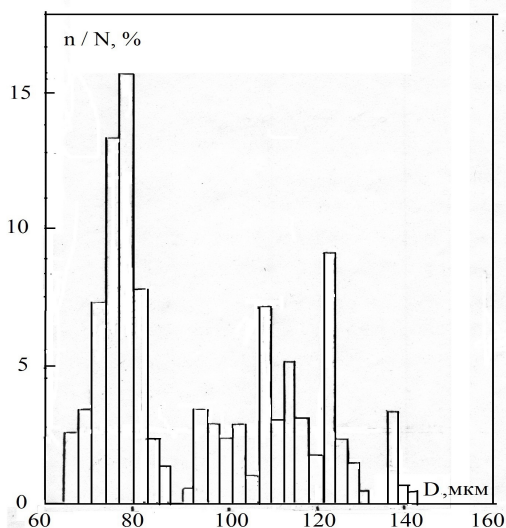


Рис.1. Распад ламинарной струи воды:
а – режим спонтанного распада; б – режим ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5 d$; в – режим ВКРС с каплями "спутниками" в длинноволновой области $\lambda .> 4.5 d$.

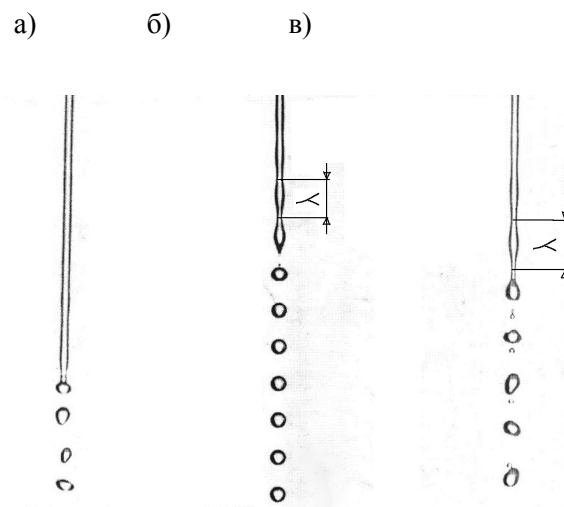


Рис. 2. Распределение по диаметру гранул, полученных при спонтанном распаде струи.

Характерный вид распределения по диаметру гранул полученный при спонтанном распаде струи показан на рис. 2. Результат получен при истечении струи легированного свинца 95Pb5Sb диаметром $d = 45$ мкм. Следует отметить, что при спонтанном распаде лишь только часть диспергируемого материала превращается в сферические гранулы. Основная масса диспергируемого материала, представляющая собой результат коагуляции капель не имеет сферической формы. Сферические гранулы можно выделить из общей массы путем откатки на наклонной плоскости. Их доля от общей массы материала составляет менее 30%. Как видно из данных рис.2, распределение имеет "пик" в области диаметра гранул $D = 80$ мкм. Это значение соответствует распаду струи на длине волны $\lambda=4,5 d$. Наличие этого "пика" является подтверждением того, что струя сильнее всего усиливает шумы с длиной волны в области $\lambda=4,5d$. Кроме того, данные рис..2 показывают, что если использовать спонтанный режим при гранулировании, то диаметр гранул будет отличаться в 2- 3 раза. Такой разброс характерен для гранул, производимых фирмой Toshiba, использующей технологии спонтанного распада струи.

Другая картина наблюдается при вынужденном капиллярном распаде струи расплава. На рис.3 показано распределение по диаметру монодисперсных гранул HoCu_2 , полученных в режиме вынужденного капиллярного распада струи расплава диаметром $d = 110$ мкм при возбуждении в области максимальной неустойчивости $\lambda = 4,5 d$.

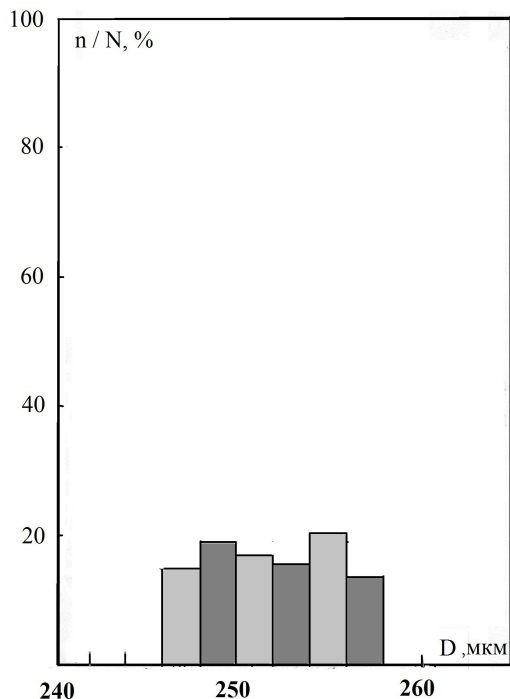


Рис. 3. Распределение по диаметру моно-дисперсных гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5d$.

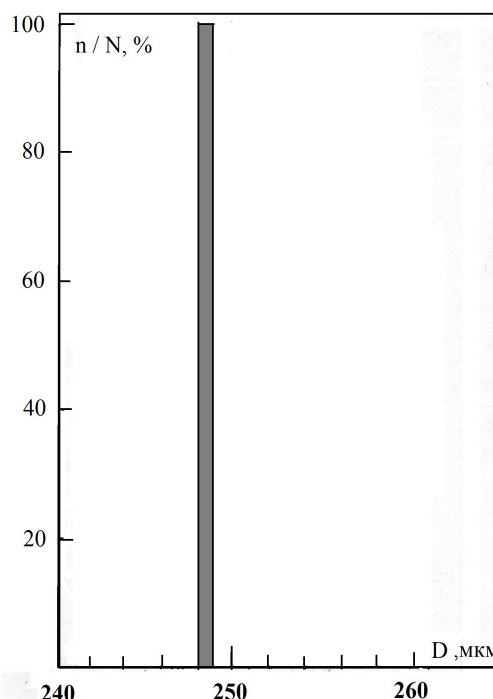


Рис.4. Локальное распределение по диаметру монодисперсных гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda = 4,5 d$.

Частота возбуждающего сигнала в этом опыте была равна $f = 17$ кГц. При указанной частоте возбуждения струи количество образующихся за одну секунду монодисперсных гранул составляет 17000 шт. Для измерения были взяты гранулы из сборника гранул, в котором они накапливались в течение нескольких часов. Видно, что отклонение диаметров гранул от среднего значения не превышает 3%. Плотность вероятности значений диаметра гранул в диапазоне разброса примерно одинаковая. Это объясняется условиями технологического процесса. Контроль диаметров гранул при работе гранулятора производится через определенные промежутки времени. В случае его отклонения от заданного значения на величину 2-3 % корректируются режимные параметры гранулятора (скорость струи или частота возбуждения) после чего значение диаметра гранул случайным образом устанавливается в диапазоне разброса.

На рис. 4 показаны результаты измерения локального распределения по размерам монодисперсных гранул NiCu_2 , полученных в том же режиме гранулирования. Отличие состоит лишь в том, что отбор образца гранул для измерений проводился кратковременно в течение 1-2 секунд при помощи зонда, находящегося в нижней части теплообменной камеры. Видно, что разброс по диаметру у гранул не превышает разрешающей способности микроскопа, т.е. менее 1 мкм (отклонение от локального среднего значения не более 0,2%). Дефект сферичности формы у гранул обнаружить не удалось. Для детального исследования локальных геометрических характеристик монодисперсных гранул необходимо использовать более чувствительные методы измерения.

На рис. 5 показаны результаты измерения распределения по размерам гранул $95\text{Pb}5\text{Sb}$, полученных в режиме гранулирования с каплями "спутниками".

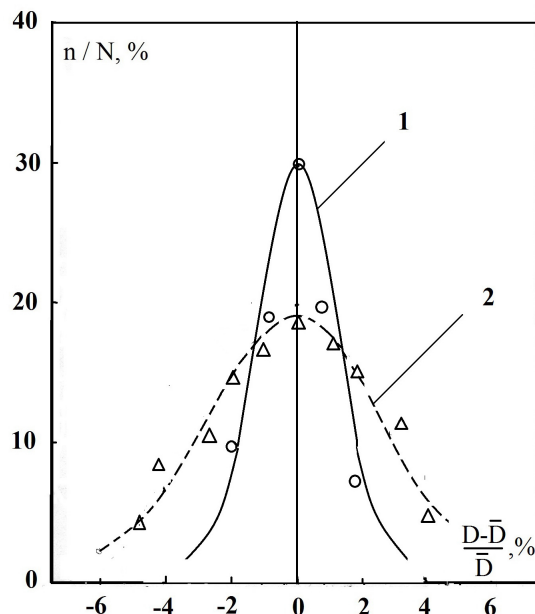


Рис.5. Распределение по диаметру гранул в режиме ВКРС с длиной волны возмущения в области $\lambda > 4,5d$: 1 – основная фракция со средним диаметром 155 мкм; 2 – дополнительная фракция со средним диаметром 40 мкм.

Наряду с образованием основных капель, в этом случае, при обрыве перемычки между ними возникают капли "спутники". Диаметр этих капель может быть в несколько раз меньше, чем у основных. Видно, что гранулы мелкой фракции, полученные при кристаллизации капель "спутников" и основные гранулы обладают высоким уровнем монодисперсности. Таким образом, полученные результаты свидетельствуют о возможности расширения рабочего диапазона технологии гранулирования ВКРС в мелкодисперсной области и эффективности ее использования при прецизионном гранулировании.

Литература

1. Рэлей Д. Теория звука. М.: Гостехиздат, 1955.
2. Способ получения монодисперсных сферических гранул. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, В.П. Огородников. Патент РФ 2015117107, 2016.
3. Получение монодисперсных сферических гранул из различных металлов. В.Б. Анкудинов, Ю.А. Марухин, О.А. Мезенцев В.П. Огородников, В.А. Рыжков. *Металлург*, № 7, 2011, с. 70-75.