

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ЗАПОРІЗЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

ІНЖЕНЕРНИЙ НАВЧАЛЬНО-НАУКОВИЙ ІНСТИТУТ ІМ. Ю.М.ПОТЕБНИ

Кафедра металургії
(повна назва кафедри)

Кваліфікаційна робота / проект

першої (бакалаврський)
(рівень вищої освіти)

на тему технологічні особливості скрапінгів та розчинення блоку цукрового титану

Виконав: студент V курсу, групи МЕТ-17-153
спеціальності 136 „металургія“
(код і назва спеціальності)
освітньої програми металургія
(код і назва освітньої програми)
спеціалізації _____
(код і назва спеціалізації)

Рішич А.В.
(ініціали та прізвище)

Керівник ст. вейска Лізконенко Н.В.
(посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)

Рецензент доц. ктн. доц. Верещка О.Р.
(посада, вчене звання, науковий ступінь, прізвище та ініціали)

Запоріжжя

2022

ЗАВДАННЯ

НА КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ БАКАЛАВРА

ДНУ ім. Ю. М. Потемкі

(повне найменування вищого навчального закладу)

Факультет металургії

Кафедра металургії

Освітньо-кваліфікаційний рівень бакалавр

Галузь знань 136 металургія

(шифр назва)

Спеціальність 136 металургія

(шифр назва)

ЗАТВЕРДЖУЮ

Завідувач кафедри

Кириленко О. І.

"20" січня 2022 року

ЗАВДАННЯ

НА ВИПУСКНУ КВАЛІФІКАЦІЙНУ РОБОТУ БАКАЛАВРА

Рісун А. В.

(прізвище, ім'я, по батькові)

1. Тема роботи Технологія особливості

сепарації та розділення блоку

цирконію титану

керівник роботи С. В. Миколенко Н. В.

(прізвище, ім'я, по батькові, науковий ступінь, вчене звання)

затверджені наказом вищого навчального закладу від "03" 02 2022 року № 233-С

2. Строк подання студентом роботи 20.05.2022 р.

3. Вихідні дані до роботи технологічна інструкція,

наукові статті, патенти.

4. Зміст розрахунково-пояснювальної записки (перелік питань, які потрібно розробити) Теорет. Вступ. Загальне гасіння.

Вибір та розрахунок головних параметрів

матеріального балансу, тепловий розрахунок

апарату сепарації, технологічне гасіння, Введення











5. Перелік графічного матеріалу (з точним зазначенням обов'язкових креслень)

Характер цирконію титану виробництва ІТ

в світлі скани кошик. вакуум. сепарац. кінетична

вакуум. сепарац. мат. баланс пр. сепарац. теплов.

6. Консультанти розділів кваліфікаційної роботи

Розділ	Прізвище, ініціали та посада консультанта	Підпис, дата	
		завдання видав	завдання прийняв
Загалом 2.	ст. викл. Мішкокевич Н.В.		
розр. магі. бака.	ст. викл. Мішкокевич Н.В.		
техн. розр. адм. сектор	ст. викл. Мішкокевич Н.В.		
техн. 2.	ст. викл. Мішкокевич Н.В.		
висновки	ст. викл. Мішкокевич Н.В.		

7. Дата видачі завдання _____

КАЛЕНДАРНИЙ ПЛАН

№ з/п	Назва етапів кваліфікаційної роботи	Строк виконання етапів бакалаврської роботи	Примітка
1.	Загальне застосування	01.04.22	
2.	розрахунок магі. бакалавра	11.04.22	
3.	технологічний розр. адм. сектор	18.04.22	
4.	технологічне застосування	25.04.22	
5.	висновки	05.05.22	

Студент  Писеч А.В.
(підпис) (прізвище та ініціали)

Керівник кваліфікаційної роботи  ст. викл. Мішкокевич Н.В.
(підпис) (прізвище та ініціали)

РЕФЕРАТ

Розрахунково-пояснювальна записка: 64 сторінки, 15 рисунків, 4 таблиці, 24 джерела.

ГУБЧАСТИЙ ТИТАН, ВАКУУМНА СЕПАРАЦІЯ, МАГНІЙ, РЕАКЦІЙНА МАСА, МАТЕРІАЛЬНИЙ БАЛАНС, ТЕПЛОВИЙ РОЗРАХУНОК, РЕТОРТА, РОЗДІЛЕННЯ, ТЕХНОЛОГІЯ

Тема бакалаврської роботи: Технологічні особливості сепарації та розділення блоку губчастого титану.

Мета роботи – аналіз елементів технології вакуумної сепарації та розділення блоку губчастого титану, визначення напрямів подальшої оптимізації технології магнієтермічного відновлення титану з його тетрахлориду.

У розділі «Загальна частина» розглянуто сортамент та призначення губчастого титану, вимоги до якості, розглянуті існуючі технології виробництва, обґрунтовано оптимальність виробництва губчастого титану магнієтермічним способом, проаналізовано фізико-хімічні закономірності процесу вакуумної сепарації.

У розділі «Розрахунок матеріального балансу» зроблено розрахунок складу сировинних матеріалів та продуктів для процесів відновлення та вакуумної сепарації, складено матеріальні баланси процесів.

У розділі «Тепловий розрахунок апарату сепарації» зроблено тепловий розрахунок апарату сепарації і печі сепарації.

У розділі «Технологічна частина» описано технологію вакуумної сепарації та розділення блоку титанової губки в умовах ТОВ «ЗТМК». Розглянуто технологічні особливості, проаналізовано можливості вдосконалення цих процесів.

ЗМІСТ

УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ	6
ВСТУП	7
1 ЗАГАЛЬНА ЧАСТИНА	9
1.1 Характеристика губчастого титану	9
1.2 Стан виробництва губчастого титану в світі та в Україні	11
1.3 Способи виробництва губчастого титану	12
1.4 Формування блоку губчастого титану	16
1.5 Методи переробки губчастого титану	18
1.6 Фізико-хімічні основи вакуумної сепарації	19
1.7 Схеми вакуумної сепарації	22
2 РОЗРАХУНОК МАТЕРІАЛЬНОГО БАЛАНСУ	26
3 ТЕПЛОВИЙ РОЗРАХУНОК АПАРАТУ СЕПАРАЦІЇ	33
3.1 Тепловий розрахунок реторти	33
3.2 Тепловий розрахунок печі сепарації	36
4 ТЕХНОЛОГІЧНА ЧАСТИНА	42
4.1 Апаратурно-технологічна схема вакуумної сепарації	42
4.2 Технологічні особливості вакуумної сепарації	44
4.3 Апаратурно-технологічна схема розділення блоку губчастого титану	47
4.4 Технологічні особливості розділення блоку губчастого титану	52
ВИСНОВКИ	60
ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	62

УМОВНІ ПОЗНАЧЕННЯ

ВС – вакуумна сепарація

ЗТМК – Запорізький титано-магнієвий комбінат

РМ – реакційна маса

ТГ – титан губчастий

ТХТ – тетрахлорид титану

ВСТУП

Титан є одним з найважливіших конструкційних матеріалів. Завдяки своїм властивостям титан використовується в багатьох галузях промисловості. Але висока ціна на титан є причиною того, що його застосовують переважно для виробництва продукції військового та аерокосмічного призначення. Мала питома вага і висока міцність титану і його сплавів, що зберігається при підвищених температурах, роблять їх дуже цінними авіаційними матеріалами. В галузі літакобудування та виробництва авіаційних двигунів титан все більше витісняє алюміній і неіржавіючу сталь [1-3].

Важливою перевагою титану також є висока корозійна стійкість у морській воді, кислотах, що обумовлює його використання у суднобудівництві, хімічній, харчовій, нафтовій промисловостях. Велике значення також має біосумісність титану [2].

Титан входить до складу приблизно вісімдесяти мінералів, в основному, у вигляді оксиду титана та солей титанової кислоти. Однак внаслідок високої спорідненості титана до кисню отримати титан прийнятної якості прямим відновленням його оксиду дуже складно. Високі вимоги до якості титану обумовлюють застосування особливих технологічних заходів у процесі його виробництва.

У світовій практиці переважний розвиток одержав магністермічний спосіб одержання титану з його тетрахлориду, відомий як процес Кролла [4, 5]. Титан за цим процесом утворюється у вигляді металеві губки. Спосіб є дуже енергоємним і дорогим, але дозволяє отримати метал досить високої якості. Питання інтенсифікації технологічного процесу, зниження енергозатрат на всіх стадіях виробництва, підвищення якості титанової губки на сьогоднішній день залишаються актуальними, що відображено великою кількістю наукових робіт (наприклад, [6-11]).

Одним з основних переділів виробництва титанової губки є вакуумна

сепарація, яка призначена для очищення металу від вкраплень до рівнів, регламентованих сортаментом, тобто до сотих і тисячних часток проценту [12]. Вакуумна сепарація має безпосередній вплив на якість кінцевого продукту. У той же час вона є одним з найбільш енергоємних стадій у процесі магнієтермічного відновлення титану. Можливість покращення техніко-економічних показників процесу представляє значний інтерес [13-14]. Тому важливим є аналіз технологічних особливостей існуючої технології ведення процесу вакуумної сепарації.

Отримані блоки титанової губки для подальшого зручного зберігання, транспортування та використання за умови збереження якості подрібнюють на куски, розмір яких регламентовано стандартом [12]. Якість металу по об'єму блоку неоднорідна і може змінюватися від блоку до блоку навіть при однакових умовах виробництва [15]. Висока ціна на титан вищих сортів призводить до необхідності розділення і сортування кусків титану за категоріями якості з ретельним контролем їхньої якості. Тому особливості технології розділення блоків титанової губки також мають великий вплив на результат усього процесу вироблення товарного титану.

1 ЗАГАЛЬНА ЧАСТИНА

1.1 Характеристика губчастого титану

Титан губчастий (ТГ) є основним матеріалом для виготовлення металевого титану. Галузі використання титану надають свої вимоги до якості. Відомо, що навіть незначна кількість домішок призводить до збільшення його твердості й крихкості (рис. 1.1). Головними домішками є кисень, азот, залізо, хлор, магній, кремній, вуглець, нікель, водень.

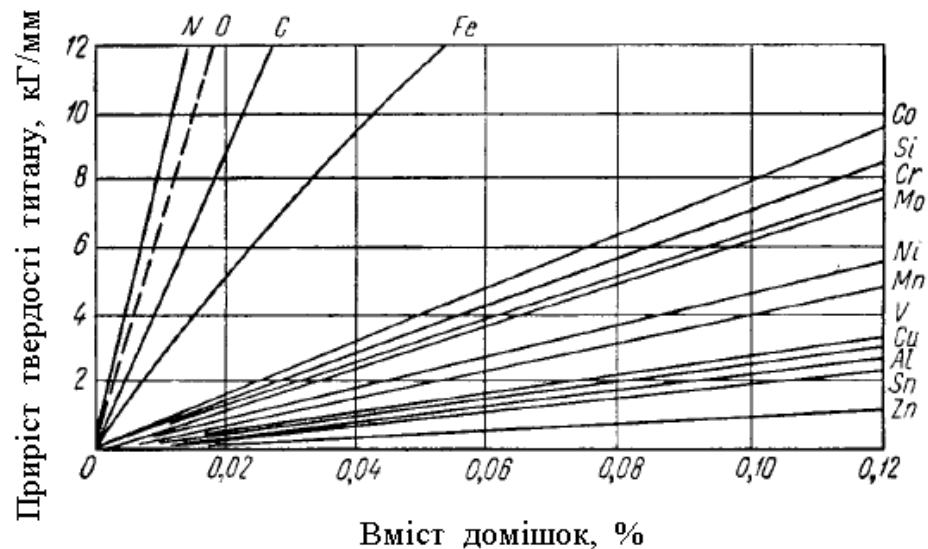


Рисунок 1 – Збільшення твердості титану в залежності від вмісту домішок [1]

Основним параметром якості титану є твердість. Чим вища твердість, тим якість титану нижча. Залежно від хімічного складу і твердості по Бринеллю виділяють наступні марки губчастого титану (ДСТУ 3079-95) (табл. 1.1) [12].

Сорти від ТГ-90 до ТГ-150 відносять до вищих. Титанова губка марки ТГ-Тв містить забагато домішок і не придатна для виготовлення виробів відповідального призначення. Вона використовується для виготовлення вторинних титанових сплавів або у чорній металургії для виплавки сталей,

ЛЕГОВАНИХ ТИТАНОМ.

Таблиця 1.1 – Сортамент губчастого титану

Марка ТГ	Ti	Fe	Si	Ni	C	Cl	O	N	Твердість НВ
ТГ-90	99,74	0,05	0,01	0,04	0,02	0,08	0,04	0,02	90
ТГ-100	99,72	0,06	0,01	0,04	0,03	0,08	0,04	0,02	100
ТГ-110	99,67	0,09	0,02	0,04	0,03	0,08	0,05	0,02	110
ТГ-120	99,64	0,11	0,02	0,04	0,03	0,08	0,06	0,02	120
ТГ-130	99,56	0,13	0,03	0,04	0,03	0,1	0,08	0,03	130
ТГ-150	99,45	0,2	0,03	0,04	0,03	0,12	0,1	0,03	150
ТГ- Тв	97,75	1,9	-	-	0,10	0,15	-	0,10	-

ТГ представляє собою пористий блок зростків кристалів титану. Для виявлення внутрішніх дефектів губку подрібнюють з отриманням фракцій 12-30 мм, 12-25 мм, 2-12 мм. Шматочки проходять суворий контроль на предмет дефектів та сторонніх домішок.

Титанова губка завдяки великій площі поверхні (0,1-0,4 м²/г) поглинає гази з повітря. Головними є реакції взаємодії з киснем, азотом та водяною парою. Степінь реагування титана з цими газами залежить від величини питомої поверхні і від температури. Також в процесах реагування приймають участь хлориди, розташовані на поверхні губки.

Титан взаємодіє з киснем при усіх температурах. В умовах нестачі кисню утворюються також нижчі оксиди. При температурах нижче 573 К на поверхні утворюється оксидна плівка, яка перешкоджає подальшому окисленню, а також взаємодії з азотом та іншими газами, бо має захисні властивості. При температурі вище 673 К структура плівки порушується, швидкість окислення зростає. Присутність азоту сприяє утворенню дефектів в решітці оксиду і збільшує швидкість окислення. Дифузія азоту вглиб металу різко зростає при температурі вище 973 К [2].

При взаємодії з водяною парою йде як окислення титану, так й поглинання водню. Титан здатний поглинати до 30% (ат.) водню. Цей процес зворотній, і при температурі вище 1073 К водень може бути повністю видалено з титану. Окислення титану в воді йде більш активно. У зв'язку з цим, всі операції, пов'язані із обробкою, зберіганням та транспортуванням

ТГ, бажано виконувати у повітрі з мінімальною вологістю. Присутність у ТГ навіть 0,01 % води перед плавою приводить до збільшення твердості титану на 5 НВ [1] і потребує проведення дегазації.

У зв'язку з цим, пакуванню та правильному зберіганню ТГ приділяється велика увага. Для усунення можливості окислення ТГ упаковують в герметичні сталеві бочки. ТГ на експорт упаковується в герметичні сталеві бочки з еластичним мішком всередині. Після пакування і герметизації титанової губки бочки вакуумують і заповнюють аргоном до надлишкового тиску. Згідно із стандартом, зберігати ТГ в таких умовах можна до 7 років. Але є повідомлення, що тривалість зберігання ТГ не має перевищувати три роки і навіть один рік [2]. Тому, якщо не оговорено інше, ТГ переплавляють на злитки.

1.2 Стан виробництва губчастого титану в світі і в Україні

Головними виробниками губчастого титану в світі є США, Китай, Японія, Казахстан, РФ, Україна та ін. (рис.1.2).



Рисунок 1.2 – Світове виробництво ТГ у 2015 році [13]

Світове виробництво ТГ має стійку тенденцію зростання (рис.1.3). Відкриваються нові потужності в Китаї, Саудівській Аравії [13].

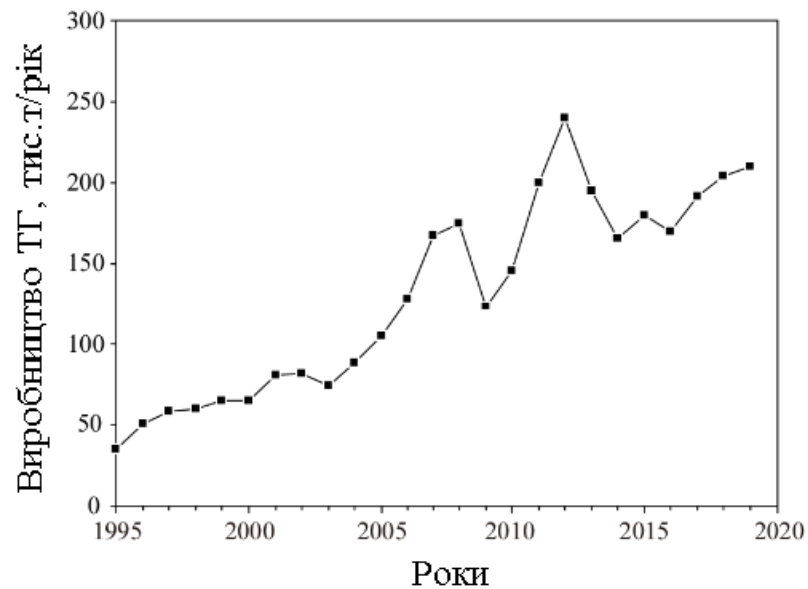


Рисунок 1.3 – Об'єми виробництва ТГ в світі [13]

Абсолютна більшість підприємств у світі, які виробляють титан неаерокосмічного призначення, використовують процес Кролла: Китай (Zunyi, Fishnun), Україна (ТОВ “ЗТМК”), Казахстан (УКТМК), РФ (ВСМПО АВІСМА), Японія (Toho Titanium Company Ltd., Osaka Titanium Company), США (ATI, Timet Corp.) та ін.

Особливістю магнеїстермічного способу є те, що економічно й технологічно доцільним він є тільки при комбінуванні титанового та магнеїєвого виробництв, що забезпечує регенерацію продуктів (магнію і хлору), а також переробку відходів (хлориду магнію).

Через те, що процес дуже енергоємний і має досить низьку продуктивність, в усіх країнах-виробниках титану триває пошук шляхів для вдосконалення існуючої технології [6-11, 13-14].

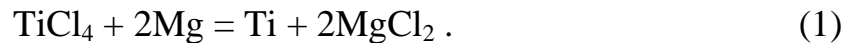
1.3 Способи виробництва губчастого титану

Найбільший інтерес для виробництва ТГ представляють наступні способи:

- відновлення тетрахлориду титану магнієм або натрієм;

- відновлення діоксиду титану кальцієм або гідридом кальцію;
- електролітичний спосіб.

Магнієтермічний спосіб отримання титану (процес Кролла) заснований на наступній реакції:



Тетрахлорид титану отримують хлоруванням титанового шлаку (ТОВ «ЗТМК») [2] або рутилу (на більшості закордонних підприємств) [4]. Титановий шлак отримують у рудо-термічних печах плавкою ільменітового концентрату в суміші з вуглецевим відновлювачем при температурі 1923-2073 К. Далі шлак піддають хлоруванню в розплаві солей у сольових хлораторах (рутил – в хлораторах киплячого шару), в результаті чого утворюється тетрахлорид титану (ТХТ) технічної чистоти. Для очищення від домішок ТХТ використовують ректифікацією.

Відновлення титану із ТХТ магнієм проводиться в сталевих герметичних апаратах в атмосфері аргону. Реакція відновлення екзотермічна, і кількості тепла, що виділяється, досить для мимовільного перебігу процесу. В процесі взаємодії утворюється хлорид магнію, який періодично зливається в ківш і направляється на електроліз на регенерацію магнію, а також реакційна маса (РМ) – титанова губка, забруднена реагентами та продуктами реакції. Для очищення ТГ використовують вакуумну сепарацію (ВС), яка заснована на відносно високій пружності парів Mg і MgCl₂ при температурі порядку 1273 К. Пари магнію і дихлориду магнію відганяються і конденсуються в конденсаторі. Блок очищеної ТГ направляють на переробку.

Відновлення тетрахлориду титану натрієм (процес Хантера) ведуть в інтервалі температур 1073-1153 К в атмосфері аргону. Процес йде за рахунок теплоти хімічної реакції, надлишок тепла відводять.

Спосіб заснований на реакції:

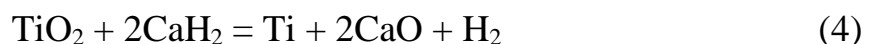


Процес ведуть в атмосфері аргону при температурі 1123-1153 К. Відновлення йде переважно в газовій фазі. При цьому утворюються кристали титану та нижчі хлориди титану. Їхнє подальше відновлення натрієм ведуть при температурі 1223-1273 К. Реакційну масу, що утворюється, вирізають з реторти, подрібнюють, вилуговують розчином соляної кислоти. Титановий порошок відділяють за допомогою центрифуги, промивають і висушують в вакуумній сушарці [3, 13].

Натрієстермічний спосіб має ряд переваг перед магнієстермічним: легкість транспортування розплаву натрію внаслідок низької температури (371 К) його плавлення, висока швидкість відновлення, 100% використання натрію, можливість ведення напівбезперервного процесу, висока степінь чистоти титану. Титан утворюється у вигляді порошку, що дає переваги для виготовлення компактного титану. Разом з тим, у цього способу є і недоліки: більші енерговитрати, висока активність натрію, висока екзотермічність реакції відновлення, великі об'єми відновника та продуктів реакції, що призводить до використання громіздкої апаратури. Через ці недоліки натрієстермічний спосіб не отримав поширення [13].

Відновлення діоксиду титану кальцієм або гідридом кальцію дає дрібнозернисті порошки титану, що дає перевагу при впровадженні 3D порошкових технологій.

Відновлення діоксиду титану йде по реакціям:



Процес відновлення ведуть в атмосфері аргону при температурах 1273-1373 К в герметичних апаратах. Незважаючи на значні виділення тепла, для самовільного протікання процесу необхідно постійно підігрівати реактор.

Відновник не має містити азоту та кисню, тому він підлягає попередній обробці. Отриманий титановий порошок промивають від CaO, розчином соляної кислоти, промивають і сушать в вакуумі. Він містить 0,2-0,3 % кисню [3].

За допомогою йодидного методу отримують високочистий титан. Йодидний спосіб очищення титану заснований на оборотності реакції:



Титан взаємодіє з йодом при температурі 373-473 К. Газоподібний йодид титану, що утворюється, розкладається на розігрітій до 1573-1773 К проволочці. Титан осідає, а йод знову реагує з титаном, що рафінується, при низьких температурах.

Чистота титану, отриманого цим способом, пов'язана з тим, що оксиди, нітриди чи карбіди не реагують з йодом. В результаті вміст домішок виходить на один-два порядки нижчий ніж для магнієтермічного відновлення. Але продуктивність цього способу наднизька [3].

Перспективним є також електролітичний спосіб отримання титану. Головною його перевагою є відсутність металевого відновника.

Всі ці способи застосовуються обмежено і за своїми масштабами значно поступаються магнієтермічному способу.

Вибір способу виробництва ТГ залежить від наявності ресурсів в конкретній країні, співвідношення їхньої вартості, створених потужностей з того чи іншого методу, наявність енергоресурсів та ін. В Україні розвиток магнієтермічного процесу обумовлений наявністю родовищ титанових руд та відпрацьованої технології виробництва титанвмісної сировини у вигляді титанових шлаків.

Слід зазначити, що за останніх років зростає інтерес отримання титану у вигляді порошку для потреб 3D-технологій безпосередньо з рудної

сировини, без виробництва ТГ [16]. Але ТГ досі залишається головним матеріалом для виробництва металевого титану як в Україні, так і закордоном. Для зменшення недоліків процесу були запропоновані такі варіанти процесу, як магнієтермія в сольовому розплаві, магнієтермія в ожигеному шарі (процес TIRO) та ін. [3, 13].

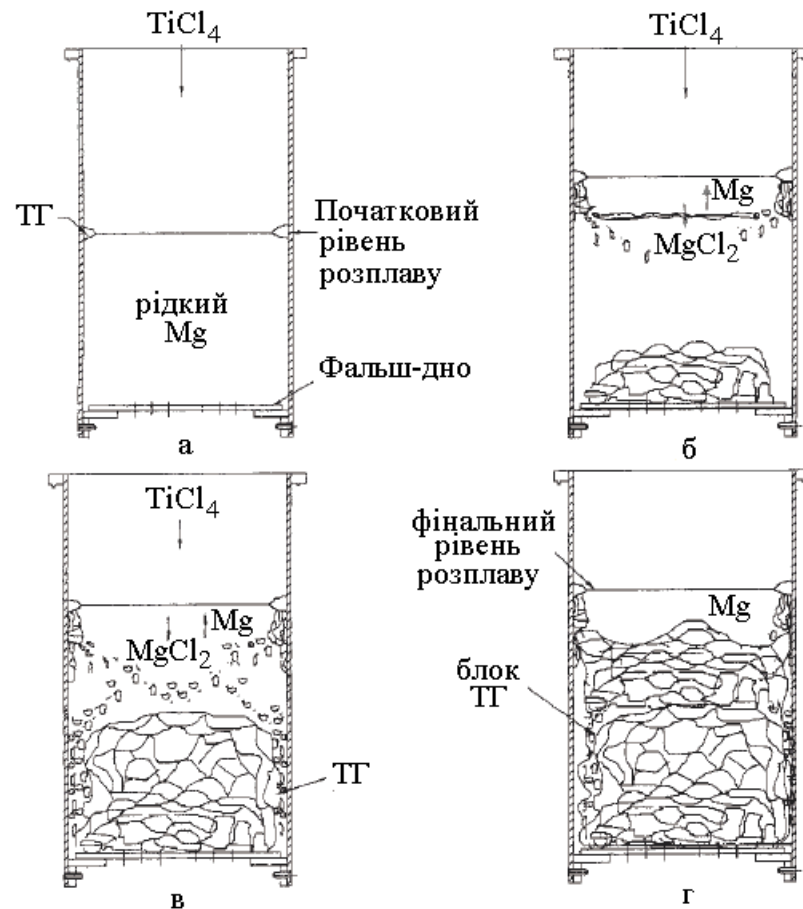
1.4 Формування блоку губчастого титану

Блок ТГ формується на першому переділі магнієтермічного процесу, в апараті відновлення. Механізм формування блоку ТГ можна представити наступним чином (рис. 1.4) [17]. ТХТ, перебуваючи на поверхні розплаву магнію у вигляді крапель, випаровуючись, вступає у взаємодію з газоподібним магнієм. Двохлористий титан, що утворюється, конденсується на поверхні розплаву й відновлюється до металу.

У перший період ТГ утворюється в основному на поверхні розплаву і опускається на дно разом із хлористим магнієм. Формування фази титану сприяє подальшому прискоренню процесу. По мірі ущільнення губки в результаті вторинної реакції доступ магнію в зону реакції утрудняється, і процес поступово уповільнюється.

У процесі відновлення всі домішки з ТХТ та магнію практично повністю переходять у ТГ. Основні домішки, що утримуються в магнії, забираються першими порціями кристалів титану, і накопичуються у нижній частині блоку і частково на стінках. Домішки з ТХТ (VOCl_3 , SiCl_4 , AlCl_3 , FeCl_3) розподіляються по всьому блоку рівномірно, тому попередньому очищенню ТХТ приділяється велика увага. Шар ТГ, що граничить зі стінками реторти, забруднюється залізом та адсорбованими на поверхні газами. Верхня частина блоку під час сепарації поглинає гази з повітря, що натікає. В результаті утворюється блок ТГ, в якому домішки розподілені нерівномірно. Центральна частина блоку характеризується найвищою якістю металу. Подальша переробка ТГ полягає в відділенні більш якісного металу

від менш якісного.



Рисун
ок 1.4 –

Формування ТГ в реторті відновлення [17]

Утворюючись на поверхні, ТГ вбирає в себе і магній, і хлорид магнію, що конденсується внаслідок інтенсивного відведення тепла губкою в розплав. У разі виникнення нестачі відновника ТГ вбирає і дихлорид титану. Магній відновлює дихлорид титану і витісняє хлорид магнію з дрібних пор. Формується дрібнопориста губка. Пори в середній зоні заповнені в основному магнієм, а у верхній зоні хлоридом магнію. У міру ущільнення губки в результаті вторинної реакції доступ магнію в зону реакції ускладнюється, і процес поступово сповільнюється.

Блок ТГ займає майже усі перерізи реактора. У центрі це монолітна маса, у стінок більше рихла, шарувата через менше потрапляння магнію. Тут розташовані основні русла, по яких стікає хлорид магнію. Під час деяких зливань структура блоку порушується (губка осідає та ін.). Внаслідок цього

на периферії утворюються також русла, по яких магній інтенсивно поступає до поверхні губки [3].

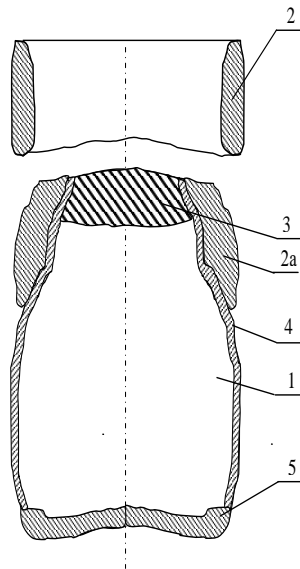
1.5 Методи переробки губчастого титану

Метою переробки є розділення ТГ на партії, в яких склад металу найбільш однорідний. Переробка блоків ГТ полягає у виконанні наступних основних операцій [15, 17]:

- а) підрізання гарнісажу і вибивання блоку з реторти, з визначенням його якості;
- б) поділ блоку на складові частини: крицю і гарнісаж;
- в) очищення криці від поверхневих забруднень з виділенням низькоякісних складових частин: низовий обруб, бічний обруб;
- г) визначення категорії якості криці і гарнісажу та поділ за категоріями для їх подальшої роздільної переробки;
- д) дроблення криці та гарнісажу на пресі та в дробарках;
- е) розсівання дробленого ТГ з виділенням товарних фракцій;
- ж) сортування товарних фракцій титану губчастого з вилученням шматків з дефектами;
- з) відбір проб, пакування, зважування, маркування, пломбування.

В першу чергу від блоку видаляють нижню та бокову частини, в яких метал забруднений домішками і тому менш якісний (рис. 1.5).

Подрібнення також є прийомом, який дозволяє підвищити якість: найбільш забруднений метал більш крихкий і тому утворює дрібні фракції, які видаляють.



- 1 – криця ТГ; 2 – гарнісаж ТГ;
 2а – гарнісаж ТГ, що не відділився від блоку під час видалення з реторти;
 3 – верхня частина блоку ТГ; 4 – обруб боковий; 5 – обруб низовий

Рисунок 1.5 – Схема блоку ТГ

Для подрібнення використовують гідравлічний прес, клинові, дискові та шокові дробарки.

Розділення подрібненого ТГ на фракції ведуть за допомогою барабанних та вібраційних грохотів. Для досягнення однорідності за хімічним та фракційним складом використовують усереднювачі.

На всіх операціях, у тому числі при подачі реторти з блоком ТГ і під час пакування в тару, виконується контроль щодо уникнення потрапляння в готову продукцію шматків ТГ з дефектами, сторонніх предметів і механічних домішок.

1.6 Фізико-хімічні основи вакуумної сепарації

Після процесу відновлення в реакторі залишається спечений блок реакційної маси, що представляє собою ТГ, просочену магнієм і хлоридом магнію приблизно наступного складу: 55-60% титану, 25-35% магнію, 8-12%

хлориду магнію, 0,01-0,1% нижчих хлоридів титану [3]. Для очищення титану блок ТГ піддають вакуумній сепарації.

Вакуумна сепарація ТГ базується на відмінності леткості титану та магнію і його хлориду (рис. 1.6).

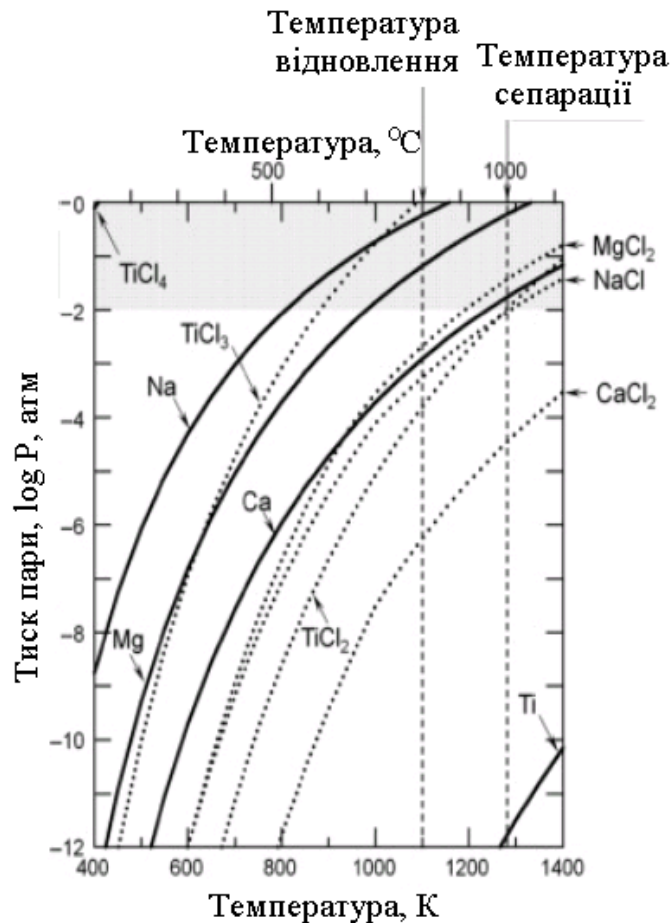


Рисунок 1.6 – Тиск парів речовин в залежності від температури [18]

При атмосферному тиску температури кипіння титану, магнію та хлориду магнію дорівнюють відповідно 3533 К, 1380 К та 1690 К [1]. З рис.1.6 видно, що тиск парів титану менший за тиск парів магнію і його хлориду при всіх значеннях тиску та температури. Але вже при 1358 К починається взаємодія титану та заліза стінки реактора з утворенням легкоплавкої евтектики [1], тому верхня температура процесу сепарації обмежена. Для зниження робочих температур використовують вакуум. Процес ведуть при температурі близько 1273-1293 К. Тепло підводиться

безперервно і регулюється з високою точністю.

В умовах виробництва магній може бути в рідкій та в газовій фазі, титан може бути лише в твердому стані, $MgCl_2$ є рідиною, $TiCl_2$ може бути твердим або рідким (температура плавлення 1003 К), а $TiCl_3$ лише як газ.

Густина розплавленого магнію $1,55 \text{ г/см}^3$, а $MgCl_2$ – $1,68 \text{ г/см}^3$, тобто рідкий магній “плаває” на поверхні хлориду, а високий поверхневий натяг сприяє розділенню цих фаз.

Якщо пари магнію та хлориду магнію, а також інші гази, видаляти, то з РМ випаровуються нові порції.

З рисунку 1.7 видно, що випаровування магнію та хлориду магнію починається одночасно, але швидкість випаровування магнію (відрізок ab) приблизно в 20 разів швидше. На відрізку bc випаровується тільки хлорид титану. Швидкість поступово знижується. Це призводить до необхідності робити витримку. На практиці витримка триває, доки вміст хлору не знизиться до 0,05-0,12%.

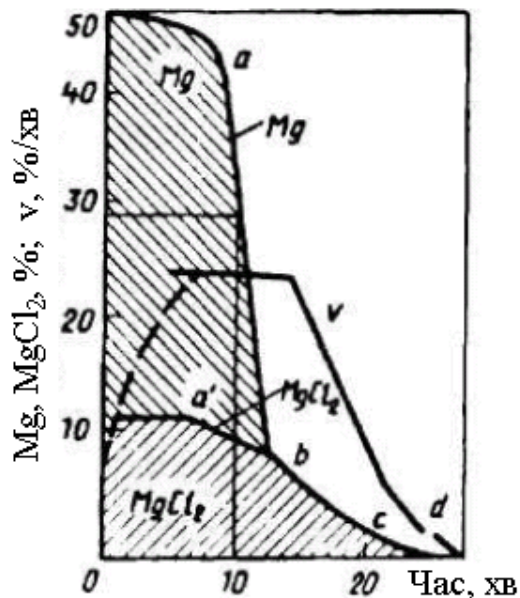


Рисунок 1.7 – Зміни концентрації магнію та хлориду магнію, а також швидкості сепарації з часом [3]

Випаровування включає такі стадії:

1) випаровування з поверхні, крупних пор – спостерігається на початку процесу, йде з постійною швидкістю;

2) дифузія парів крізь дрібні пори до поверхні – швидкість випаровування падає. Для самих дрібних пор (капілярів) довжина вільного пробігу молекули хлориду магнію стає більше ніж діаметр капіляру, внаслідок чого змінюється характер перенесення пари, а саме з об'ємного на тепловий рух.

Довжина вільного пробігу молекул $MgCl_2$ при 1223 К становить 7 мкм для тиску насиченої пари 2 кПа, 20 мкм для 0,7 кПа та 100 мкм для 0,1 кПа [2]. В ТГ значна кількість пор менше 7 мкм.

Таким чином, тривалість сепарації залежить від температури, тиску, розміру блоку та структури ТГ. Чим більше поверхня, тим швидше йде випаровування. Можливими шляхами зменшення тривалості сепарації є зменшення довжини пробігу для молекул пари хлориду магнію, наприклад формуванням під час відновлення структури ТГ з крупними порами. Тобто, особливості технології і конструктивного оформлення процесу сепарації обумовлюються і безпосередньо пов'язані з параметрами відновлення.

1.7 Схеми вакуумної сепарації

Основними елементами апарата сепарації є електропіч, реторта, конденсатор та тепловий екран (рис. 1.8). Потужність печі має забезпечити нагрівання стінки реторти до температури витримки за найменший час. Температура забезпечується максимально рівномірною за всією поверхнею реторти. Зручними для роботи з вакуумом є печі з електрообігрівом.

Процес сепарації 1 т ТГ теоретично потребує використання 1500 кВт [2] електроенергії, але звичайно витрачається в рази більше через дуже повільне видалення останніх порцій хлориду магнію, яке потребує постійного відновлення тепловтрат через футерівку та конденсатор. Для зменшення витрат тепла в конденсатор використовують тепловий екран. Але

при цьому верхня частина екрану має бути достатньо нагрітою щоб уникнути заростання конденсатом. На практиці екран розташовують на висоті приблизно півдіаметру реторти від її верхнього краю.

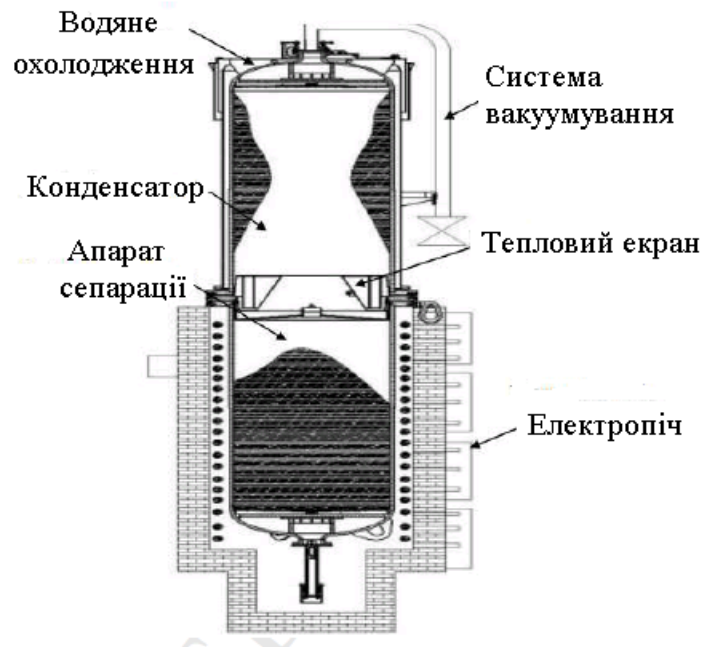


Рисунок 1.8 – Схема апарату сепарації [19]

Конденсатор може бути розташований зверху (рис. 1.8), знизу або збоку до реторти (рис. 1.9). В кожного варіанта є переваги і недоліки.

За схемою з окремими апаратами процеси відновлення і сепарації проводять в окремих апаратах: після відновлення реактор охолоджують і встановлюють в піч сепарації. Після закінчення сепарації і охолодження реторту з ТГ демонтують і блок відправляють на переробку. Недоліком схеми з конденсатором, розташованим збоку є необхідність обігріву паропровіду, по якому пари магнію і хлориду магнію повинні поступати в конденсатор. Вакуумні ущільнення мають також обігріватися, що ускладнює конструкцію конденсатора.

За суміщеною схемою процеси відновлення і сепарації проводяться в одному апараті, проте послідовно в різних печах. При цьому РМ не охолоджується і витрати енергії знижуються, тривалість циклу також

скорочується. Недоліками є складність апарату і різні вимоги до кожного переділу. В апараті з нижнім конденсатором ТГ не забруднюється конденсатом під час розвантаження, менше витрати електроенергії. Але вони потребують використання ковпакових печей, що є незручним при роботі. На практиці поширення отримав варіант апарату з верхнім конденсатором.

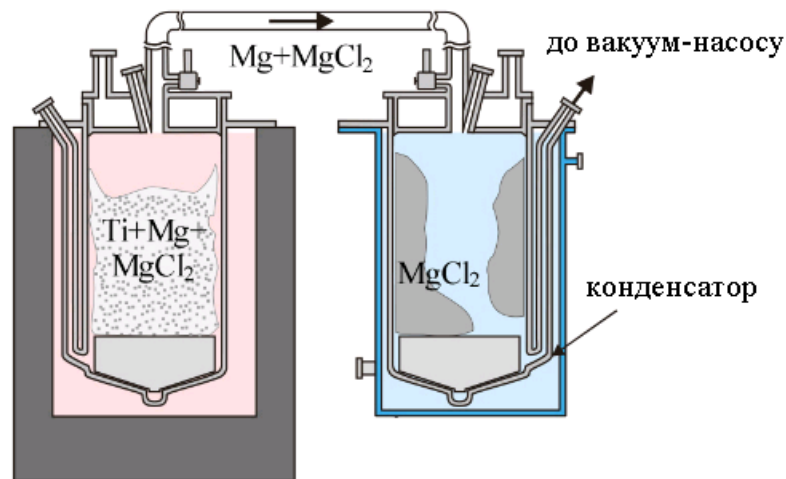


Рисунок 1.8 – Схема апарату сепарації з боковим розміщенням конденсатора [18]

Продуктивність апарату сепарації визначається кількістю ТГ та тривалістю циклу. Із збільшенням ємності апаратів росте частка процесу сепарації і зменшується частка вспоміжних операцій. Для апарату заданої продуктивності резервом підвищення ефективності роботи є можливість скорочення тривалості високотемпературної витримки, наприклад. За рахунок свердлення блоку РМ або проведення неповної сепарації з наступною очисткою ТГ гідрометалургійними способами та ін. [20].

За схемою із свердленням, РМ висвердлюють з охолодженого реактора і сепарують у вигляді стружки. Продуктивність сепарації покращується, але всі операції з РМ потребують особливих умов, особливо сухого повітря. Використання процесів вилуговування для очищення ТГ дешевше ніж сепарація, але й якість отриманого ТГ нижча.

До технологічних заходів, за допомогою яких можна інтенсифікувати процес сепарації, можна віднести також просвердлення блоку реакційної маси в центрі після відновлення [8, 14], отримання при відновленні великопористої губки.

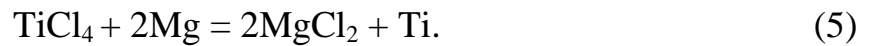
Якість ТГ є основним параметром при виборі технології. Практика показала, що повна сепарація моноліту ТГ є найбільш доцільною.

2 РОЗРАХУНОК МАТЕРІАЛЬНОГО БАЛАНСУ

Розрахунок матеріального балансу процесу вакуумної сепарації вимагає попереднього розрахунку складу реакційної маси, що утворюється під час відновлення ТХТ магнієм.

3.1 Матеріальний баланс процесу відновлення

Основна реакція відновлення титану магнієм має вигляд:



Розрахунок ведеться на 1 т титану.

Використовуються сировинні матеріали наступного складу, %:

а) ТХТ: TiCl_4 – 99,986; SiCl_4 – 0,005; AlCl_3 – 0,005; VOCl_3 – 0,0034; O – 0,0006;

б) магній МВ-1: Mg – 99,953; O – 0,005; Fe – 0,03; N – 0,003; Si – 0,004; Cl – 0,005;

в) аргон сорту І: Ar – 99,988; O – 0,002; N – 0,01.

Згідно зі стехіометрією реакції (5) на утворення 1000 кг титану буде потрібно TiCl_4 , кг:

$$m_{\text{TiCl}_4} = M_{\text{TiCl}_4}/M_{\text{Ti}} \cdot m_{\text{ТХТ}} = 189,67/47,87 \cdot 1000 = 3962,189,$$

де M – мольна маса, г/моль.

З урахуванням домішок маса ТХТ буде, кг:

$$m_{\text{ТХТ}} = 3962,189/0,99986 = 3962,744.$$

У тому числі маси домішок дорівнюватимуть, кг:

$$m_{\text{SiCl}_4} = m_{\text{TXT}} \cdot \% \text{ SiCl}_4 / 100 = 3962,744 \cdot 0,005 / 100 = 0,198;$$

$$m_{\text{AlCl}_3} = m_{\text{TXT}} \cdot \% \text{ AlCl}_3 / 100 = 3962,744 \cdot 0,005 / 100 = 0,198;$$

$$m_{\text{VOCl}_3} = m_{\text{TXT}} \cdot \% \text{ VOCl}_3 / 100 = 3962,744 \cdot 0,0034 / 100 = 0,135;$$

$$m_{\text{O}} = m_{\text{TXT}} \cdot \% \text{ O} / 100 = 3962,744 \cdot 0,0006 / 100 = 0,024.$$

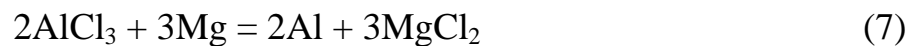
На відновлення хлоридів витрачається магнію, кг:

За реакцією (5):

$$m_{\text{Mg (5)}} = 2M_{\text{Mg}}/M_{\text{TiCl}_4} \cdot m_{\text{TXT}} = 2 \cdot 24,31 / 189,67 \cdot 3962,744 = 1015,810;$$



$$m_{\text{Mg (6)}} = 2M_{\text{Mg}}/M_{\text{SiCl}_4} \cdot m_{\text{SiCl}_4} = 2 \cdot 24,31 / 169,89 \cdot 0,198 = 0,057;$$



$$m_{\text{Mg (7)}} = 3M_{\text{Mg}}/(2M_{\text{AlCl}_3}) \cdot m_{\text{AlCl}_3} = 3 \cdot 24,31 / (2 \cdot 133,33) \cdot 0,198 = 0,054;$$



$$m_{\text{Mg (8)}} = M_{\text{Mg}}/(2M_{\text{VOCl}_3}) \cdot m_{\text{VOCl}_3} = 24,31 / (2 \cdot 173,29) \cdot 0,135 = 0,009.$$

$$\begin{aligned} m_{\text{Mg}} &= m_{\text{Mg (5)}} + m_{\text{Mg (6)}} + m_{\text{Mg (7)}} + m_{\text{Mg (8)}} = 1015,810 + 0,057 + 0,054 + \\ &0,009 = \\ &= 1015,930 \text{ кг.} \end{aligned}$$

З урахуванням загального вмісту домішок буде потрібно магнію, кг:

$$m_{\text{Mg}} = 1015,93 / 0,99953 = 1016,408.$$

Коефіцієнт використання магнію за даними практики лежить в інтервалі 56-61 %. Приймаємо 60 %. Тоді остаточна кількість магнію, потрібна на процеси відновлення буде, кг:

$$\Sigma m_{Mg} = 1016,408 / 0,6 = 1694,013.$$

Тобто, надлишок магнію складе: $1694,013 - 1016,408 = 677,605$ кг.

Магній внесе елементів, кг:

$$m_{Mg} = \Sigma m_{Mg} \cdot \%Mg / 100 = 1694,013 \cdot 99,953 / 100 = 1693,217 \text{ кг},$$

$$m_{Fe} = \Sigma m_{Mg} \cdot \%Fe / 100 = 1694,013 \cdot 0,03 / 100 = 0,508 \text{ кг},$$

$$m_O = \Sigma m_{Mg} \cdot \%O / 100 = 1694,013 \cdot 0,005 / 100 = 0,085 \text{ кг},$$

$$m_N = \Sigma m_{Mg} \cdot \%N / 100 = 1694,013 \cdot 0,003 / 100 = 0,051 \text{ кг},$$

$$m_{Si} = \Sigma m_{Mg} \cdot \%Si / 100 = 1694,013 \cdot 0,004 / 100 = 0,068 \text{ кг},$$

$$m_{Cl} = \Sigma m_{Mg} \cdot \%Cl / 100 = 1694,013 \cdot 0,005 / 100 = 0,085 \text{ кг}.$$

Кількість $MgCl_2$, що утворюється за реакціями відновлення (5)-(8), кг:

$$m_{MgCl_2 (5)} = 2 \cdot 95,21 / 189,67 \cdot 3962,189 = 3977,856;$$

$$m_{MgCl_2 (6)} = 2 \cdot 95,21 / 169,89 \cdot 0,198 = 0,222;$$

$$m_{MgCl_2 (7)} = 3 \cdot 95,21 / (2 \cdot 133,33) \cdot 0,198 = 0,212;$$

$$m_{MgCl_2 (8)} = 95,21 / (2 \cdot 173,29) \cdot 0,135 = 0,037;$$

$$\Sigma m_{MgCl_2} = 3977,856 + 0,222 + 0,212 + 0,037 = 3978,327.$$

За даними практики приймаємо, що витрата аргону на 1 т РМ становить 7 м^3 . Знайдемо кількість домішок, що вносить аргон за формулою:

$$E_i = V \cdot \%E_{Ar} \cdot M_i / (22,4 \cdot 10^4),$$

де E_i – кількість відповідного елемента, кг;

V – витрата аргону на 1 т РМ;

$\%E_{Ar}$ – вміст домішки в аргоні, %;

M_i – мольна маса домішки, г/моль.

$$N = 7 \cdot 10^3 \cdot 0,010 \cdot 28 / (22,4 \cdot 10^4) = 0,009 \text{ кг};$$

$$O = 7 \cdot 10^3 \cdot 0,002 \cdot 32 / (22,4 \cdot 10^4) = 0,002 \text{ кг.}$$

Загальна кількість домішок, що перейде до РМ, кг:

$$\begin{aligned} & (N_{\text{Mg}} + N_{\text{Ar}}) + (O_{\text{Mg}} + O_{\text{ТХТ}} + O_{\text{Ar}}) + (Si_{\text{Mg}} + Si_{\text{ТХТ}}) + Cl_{\text{Mg}} + Fe_{\text{Mg}} + Al_{\text{ТХТ}} = \\ & = (0,051 + 0,009) + (0,085 + 0,024 + 0,002) + (0,068 + 0,033) + 0,085 + \\ & \quad + 0,508 + 0,020 = 0,885 \text{ кг.} \end{aligned}$$

Отримуємо масу РМ з урахуванням домішок, кг:

$$m'_{\text{PM}} = 1000 + 0,885 = 1000,885.$$

З урахуванням того, що під час відновлення зливають близько 96% MgCl_2 , тобто $3978,327 \cdot 0,96 = 3819,194$ кг, в готовій реакційній масі залишиться $3978,327 - 3819,194 = 159,133$ кг MgCl_2 . Звідси:

$$m_{\text{PM}} = 1000,885 + 159,133 = 1160,018 \text{ кг.}$$

Отримана реакційна маса передається на сепарацію для отримання титанової губки марки ТГ-90 наступного складу, %: Ti – 99,82; Fe – 0,05; Cl – 0,08; N_2 – 0,005; O_2 – 0,04; Si – 0,005.

В перерахунку з маси титану, утвориться ТГ-90:

$$m_{\text{ТГ}} = 1000 \cdot 100 / 99,82 = 1001,803 \text{ кг.}$$

Склад ТГ-90 після сепарації, кг:

$$m_{\text{Ti}} = 1001,803 \cdot 0,9982 = 1000,000$$

$$m_{\text{Fe}} = 1001,803 \cdot 0,00005 = 0,500$$

$$m_{\text{Cl}} = 1001,803 \cdot 0,0008 = 0,801$$

$$m_{\text{N}} = 1001,803 \cdot 0,00005 = 0,050$$

$$m_O = 1001,803 \cdot 0,0004 = 0,401$$

$$m_{Si} = 1001,803 \cdot 0,00005 = 0,050.$$

Вважаємо, що процес сепарації пройшов до кінця. Магній і алюміній повністю переходять у конденсат. Склад конденсату після сепарації буде, кг:

$$m_{Mg_k} = 677,605 + 40,631 = 718,236;$$

$$m_{Cl_k} = 0,085 + 118,502 = 118,587,$$

$$m_{Al_k} = 0,02,$$

$$m_{Fe_k} = 0,508 - 0,500 = 0,008,$$

$$m_{N_k} = 0,060 - 0,050 = 0,010,$$

$$m_{Si_k} = 0,068 - 0,50 = 0,018.$$

Разом утвориться конденсату: 836,878 кг.

Матеріальний баланс вакуумної сепарації надано в табл. 2.1.

Для складання циклового матеріального балансу процесу сепарації для апарату продуктивністю 3,8 т за цикл визначимо коефіцієнт перерахунку:

$$3800/1001,803 = 3,7931609.$$

Цикловий матеріальний баланс представлений в табл. 2.2.

Таблиця 2.1 - Матеріальний баланс вакуумної сепарації

Прихід			Вихід		
Найменування	кількість		Найменування	кількість	
	кг	%		кг	%
Реакційна маса, в тому числі:	1837,623	100	Губчастий титан, в тому числі:	1001,803	100
Ti	1000	54,41	Ti	1000	99,82
N	0,06	8	Fe	0,500	0,050
O	0,111	0,003	Cl	0,801	0,080
Si	0,068	0,006	N	0,050	0,005
Cl	0,085	0,004	O	0,401	0,040
Fe	0,508	0,005	Si	0,050	0,005
Al	0,020	0,028	Конденсат, в тому числі:	836,878	100
MgCl ₂	159,133	0,001	Mg	718,236	85,823
надлишок Mg	677,605	8,660	Cl	118,587	14,170
		36,87	Fe	0,007	0,001
		4	N	0,010	0,001
			Si	0,018	0,002
			Al	0,020	0,002
Нев'язка	1,058	0,06			
Разом, кг	1837,623		Разом, кг	1838,681	

Таблиця 2.2 – Цикловий матеріальний баланс вакуумної сепарації

Прихід			Вихід		
Найменування	Кількість		Найменування	Кількість	
	кг	%		кг	%
Реакційна маса	6964,817	100	Губчастий титан.	3800	100
В тому числі:			В тому числі:		
Ti	3790,123	54,418	Ti	3793,161	99,82
N	0,227	0,003	Fe	1,897	0,050
O	0,421	0,006	Cl	3,038	0,080
Si	0,258	0,004	N	0,190	0,005
Cl	0,322	0,005	O	1,521	0,040
Fe	1,925	0,028	Si	0,190	0,005
Al	0,076	0,001	Конденсат	3174,41	100
MgCl ₂	603,134	8,660	В тому числі:		
надлишок Mg	2568,206	36,874	Mg	2724,385	85,823
			Cl	449,820	14,170
			Fe	0,027	0,001
			N	0,038	0,001
			Si	0,068	0,002
			Al	0,076	0,002
Нев'язка	9,593	0,13			
Разом, кг	6964,817		Разом, кг	6974,410	

3 ТЕПЛОВИЙ РОЗРАХУНОК АПАРАТА СЕПАРАЦІЇ

Тепловий розрахунок апарату сепарації ведеться за методикою, викладеною в роботі [21].

3.1 Тепловий розрахунок реторти

Вихідні дані:

Склад РМ: 3790 кг титану, 2568 кг магнію, 603 кг хлориду магнію.

Температура апарату початкова: 600 °С.

Температура ТГ початкова: 700 °С.

Температура витримки: 1010 °С.

Температура стінки конденсатора максимальна: 100 °С.

Температури плавлення: Mg – 651 °С, MgCl₂ – 718 °С,

Температури кипіння: Mg – 1102 °С, MgCl₂ – 1410 °С.

Кількість тепла, необхідна для випаровування магнію, кДж:

$$Q_{Mg} = G \cdot [C_{Mg(ТВ)} \cdot (t_{пл} - t_{в}) + \alpha_{пл} + Q' + C_{Mg(ж)} \cdot (t_{пр} - t_{пл})],$$

де Q' - теплота випаровування магнію, $Q' = 5606,5$ кДж/кг;

$\alpha_{пл}'$ - теплота плавлення магнію, $\alpha_{пл} = 361,9$ кДж/кг;

C - теплоємність магнію, кДж/(кг·°С);

G - вага магнію, кг.

$$Q_{Mg} = 2568 \cdot [1,1 \cdot (651 - 20) + 361,9 + 5606,5 + 1,4 \cdot (1010 - 651)] = 18397408 \text{ кДж.}$$

Кількість тепла, необхідна для випаровування MgCl₂, кДж:

$$Q_{MgCl_2} = G_{MgCl_2} \cdot [C_{Mg(ТВ)} \cdot (t_{пл} - t_{в}) + \alpha_{пл} + Q'' + C_{Mg(ж)} \cdot (t_{пр} - t_{пл})],$$

де Q'' - теплота випаровування $MgCl_2$, $Q'' = 1368$ кДж/кг;

$\alpha_{пл}''$ - теплота плавлення $MgCl_2$, $\alpha_{пл}'' = 452$ кДж/кг;

C - теплоємність $MgCl_2$, Дж/(кг·°C);

G_{MgCl_2} - вага $MgCl_2$, кг.

$$Q_{MgCl_2} = 603 \cdot [0,84 \cdot (718-20) + 452 + 1368 + 0,97 \cdot (1010-718)] = 1621804 \text{ кДж}$$

Кількість тепла, що витрачається на нагрівання ТГ, кДж:

$$Q_{ТГ} = G_{ТГ} \cdot C \cdot (t_{випр} - t_{ТГ}),$$

де C - теплоємність титану, $C = 0,67$ кДж/(кг·°C);

$G_{ТГ}$ - вага титану, кг;

$$Q_{ТГ} = 3790 \cdot 0,67 \cdot (1010-700) = 787183 \text{ кДж.}$$

Кількість тепла, що витрачається на нагрівання реторти, кДж:

$$Q_p = G \cdot C \cdot (t_{нр} - t_p),$$

де C – теплоємність нержавіючої сталі, $C = 0,62$ кДж/(кг·°C);

G – вага реторти.

$$G = \frac{\pi}{4} \cdot (d_3^2 - d_{вн}^2) \cdot H \cdot \rho$$

де d_3 – зовнішній діаметр реторти, м;

$d_{вн}$ – внутрішній діаметр реторти, м;

H – висота реторти, м;

ρ – щільність матеріалу реторти, $\rho = 7200$ кг/м².

$$G = 3,14 \cdot (1,55^2 - 1,50^2) \cdot 3,5 \cdot 7200 / 4 = 3017 \text{ кг.}$$

$$Q_p = 3017 \cdot 0,62 \cdot (1010 - 600) = 766921 \text{ кДж.}$$

Втрати тепла в конденсатор:

- втрати крізь кришку реторти:

$$Q_{кр} = \varepsilon_{кр} \cdot C_0 \cdot F \cdot \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right],$$

де $\varepsilon_{кр}$ - степінь чорноти кришки;

C_0 - коефіцієнт випромінювання абсолютно чорного тіла, $C_0 = 20,7$ кДж/(год·К).

$$\varepsilon_{кр} = \frac{1}{(n+1) \cdot \left(\frac{1}{F} + 1 \right)} = \frac{1}{(1+1) \cdot \left(\frac{1}{0,9} + 1 \right)} = 0,23.$$

де n - кількість екранів;

F - площа екранів кришки, $F = 1,56 \text{ м}^2$.

$$Q_{кр} = 0,23 \cdot 20,7 \cdot 1,56 \cdot \left[\left(\frac{1010+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{100+273}{100} \right)^4 \right] = 199809 \text{ кДж};$$

- втрати крізь центральний патрубок:

$$Q_{цп} = 0,9 \cdot 20,7 \cdot 0,018 \cdot \left[\left(\frac{1010+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{100+273}{100} \right)^4 \right] = 9021 \text{ кДж};$$

Загальні втрати в конденсатор:

$$Q_{конд} = Q_{кр} + Q_{цп},$$

$$Q_{конд} = 199809 + 9021 = 208830 \text{ кДж.}$$

3.2 Тепловий розрахунок печі сепарації

Вихідні дані: температура печі $t_{п} = 1010$ °С; температура навколишнього середовища $t_{пов} = 20$ °С; товщина шамоту легковагового ШЛБ-10 $d_1 = 0,12$ м; коефіцієнт теплопровідності шамоту $\lambda_1 = \text{кДж/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К}$; товщина пенодіатоміту ПД-350 $d_2 = 0,38$ м; коефіцієнт теплопровідності пенодіатоміту $\lambda_2 = 0,62 \text{ кДж/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К}$; товщина металічного кожуха $d_3 = 0,02$ м; коефіцієнт теплопровідності сталі $\lambda_3 = 185,3 \text{ кДж/м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К}$.

Площі поверхні шарів футерівки та кожуха визначаються за формулою:

$$F = \pi d_{\text{ср}} \cdot H, \text{ м}^2.$$

Середня поверхня шару шамоту: $F_1 = 3,14 \cdot 2,0 \cdot 4,85 = 30,46 \text{ м}^2$.

Середня поверхня шару пенодіатоміту: $F_2 = 3,14 \cdot 2,36 \cdot 4,99 = 36,98 \text{ м}^2$.

Зовнішня поверхня кожуха: $F_3 = 3,14 \cdot 2,40 \cdot 5,04 = 37,98 \text{ м}^2$.

Визначимо температуру зовнішньої поверхні кожуха печі. Для цього задаємося температурами зовнішньої стінки 50, 70 і 90 °С. Коефіцієнти тепловіддачі для цих температур:

$$\alpha_{\text{к}} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{t_{\text{ст}} - t_{\text{навк}}}$$

$$\alpha_{\text{к}}^{50} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{50 - 20} = 21,53 \text{ кДж/(м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К)};$$

$$\alpha_{\text{к}}^{70} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{70 - 20} = 24,5 \text{ кДж/(м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К)};$$

$$\alpha_{\text{к}}^{90} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{90 - 20} = 26,6 \text{ кДж/(м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К)}.$$

Втрати тепла в навколишнє середовище, кДж:

$$Q_{\text{к+випр}} = \alpha_{\text{к}} \cdot F \cdot (t_{\text{ст}} - t_3) + \varepsilon \cdot C_0 \cdot F \cdot \left[\left(\frac{T_1}{100} \right)^4 - \left(\frac{T_2}{100} \right)^4 \right].$$

$$Q_{\text{к+випр}}^{50} = 21,53 \cdot 55,62 \cdot (50 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 55,62 \cdot \left[\left(\frac{50+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = \text{?}$$

$$= 60893,1 \text{ кДж};$$

$$Q_{\text{к+випр}}^{70} = 21,53 \cdot 55,62 \cdot (70 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 55,62 \cdot \left[\left(\frac{70+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = \text{?}$$

$$= 115933,2 \text{ кДж};$$

$$Q_{\text{к+випр}}^{90} = 21,53 \cdot 55,62 \cdot (90 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 55,62 \cdot \left[\left(\frac{90+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = \text{?}$$

$$= 177376,2 \text{ кДж}.$$

Втрати тепла теплопровідністю, кДж:

$$Q_T = F \cdot k \cdot (t_{\text{вн.ст}} - t_{\text{з.ст}}),$$

де $k = \frac{1}{\sum \frac{\delta}{\alpha}}$.

$$k = \frac{1}{\frac{0,12}{2,5} + \frac{0,38}{0,62} + \frac{0,02}{185,3}} = 1,5$$

$$Q_T^{50} = 1,5 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 50) = 80927,1 ;$$

$$Q_T^{70} = 1,5 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 70) = 79258,5 ;$$

$$Q_T^{90} = 1,5 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 90) = 77589,9 .$$

Графічним способом знаходимо, що температура зовнішньої стінки печі становить 57 °С.

Коефіцієнти тепловіддачі конвекцією та випромінюванням, кДж/(м²·год·К):

$$\alpha_k^{57} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{57 - 20} = 22,7 ;$$

$$\alpha_{\text{випр}}^{57} = \frac{20,75 \cdot \left[\left(\frac{57+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right]}{57 - 20} = 26,0 .$$

Сумарний коефіцієнт тепловіддачі становить:

$$\Sigma \alpha = \alpha_{\kappa} + \alpha_{\text{випр}} = 22,7 + 26,0 = 48,7$$

Втрати тепла через бокову поверхню кожуха печі сепарації, кДж:

$$Q_{\text{бок}} = \frac{t_{\text{зовн.ст}} - t}{\frac{\delta_1}{\lambda_1 \cdot F_1} + \frac{\delta_2}{\lambda_2 \cdot F_2} + \frac{\delta_3}{\lambda_3 \cdot F_3} + \frac{1}{\alpha \cdot F_3}}$$

$$Q_{\text{бок}} = \frac{1010 - 20}{\frac{0,012}{2,5 \cdot 30,46} + \frac{0,38}{0,62 \cdot 36,98} + \frac{0,02}{185,3 \cdot 37,98} + \frac{1}{46,8 \cdot 37,98}} = 57225,1 \text{ кДж}$$

Розрахуємо втрати тепла через низ печі.

Вихідні дані: товщина шару шамоту легковагового ШЛБ-1 $\delta_1=0,2$ м; товщина шару пенодіатомиту $\delta_1=0,6$ м; товщина металічного кожуха $\delta_3 = 0,02$ м; коефіцієнти теплопровідності, кДж/м²·год·К: шамоту $\lambda_1=2,5$; пенодіатомиту $\lambda_2=0,62$; сталі $\lambda_3=185,3$.

Знайдемо площу поверхні шарів футерівки й кожуха:

$$F_1 = \pi/4 \cdot d^2 = 3,14 \cdot 1,2^2 = 1,13 \text{ м}^2;$$

$$F_2 = 3,14 \cdot 1,66^2 = 2,16 \text{ м}^2;$$

$$F_3 = 3,14 \cdot 2,66^2 = 5,55 \text{ м}^2.$$

Для визначення температури зовнішньої поверхні низу печі задаємося температурами стінки 60, 70 та 80 °С. Визначимо коефіцієнти теплопередачі через низ печі для цих температур, кДж/(м²·год·К):

$$\alpha_3 = 5,85 \cdot \sqrt[4]{t_{\text{ст}} - t_{\text{навк}}}$$

$$\alpha_{\kappa}^{60} = 5,85 \cdot \sqrt[4]{60 - 20} = 14,7$$

$$\alpha_3^{70} = 5,85 \cdot \sqrt[4]{70 - 20} = 15,1$$

$$\alpha_3^{80} = 5,85 \cdot \sqrt[4]{80 - 20} = 16,3$$

Втрати тепла конвенцією та випромінюванням, кДж:

$$Q_{\text{к+випр}}^{60} = 14,7 \cdot 5,55 \cdot (60 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 5,55 \cdot \left[\left(\frac{60+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = 6894,3$$

$$Q_{\text{к+випр}}^{70} = 15,5 \cdot 5,55 \cdot (70 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 5,55 \cdot \left[\left(\frac{70+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = 9070,8$$

$$Q_{\text{к+л}}^{80} = 16,3 \cdot 5,55 \cdot (80 - 20) + 0,80 \cdot 16,6 \cdot 5,55 \cdot \left[\left(\frac{80+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right] = 11386,0$$

Втрати тепла теплопровідністю, кДж:

$$Q_{\text{т}} = F \cdot k \cdot (t_{\text{вн.}} - t_3),$$

$$k = \frac{1}{\frac{0,2}{2,5} + \frac{0,6}{0,62} + \frac{0,02}{185,3}} = 0,95$$

$$Q_{\text{т}}^{60} = 0,95 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 60) = 5061,6$$

$$Q_{\text{т}}^{70} = 0,95 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 70) = 5008,9$$

$$Q_{\text{т}}^{80} = 0,95 \cdot 55,62 \cdot (1020 - 80) = 4956,2 .$$

Графічним шляхом визначаємо, що температура стінки буде 53 °С.

Знайдемо коефіцієнти тепловіддачі конвекцією й випромінюванням, кДж/(м²·год·К):

$$\alpha_{\text{к}}^{53} = 9,2 \cdot \sqrt[4]{53 - 20} = 22,1 ,$$

$$\alpha_{\text{випр}}^{53} = \frac{20,75 \cdot \left[\left(\frac{53+273}{100} \right)^4 - \left(\frac{20+273}{100} \right)^4 \right]}{53 - 20} = 24,7.$$

$$\Sigma \alpha = \alpha_{\text{к}}^{53} + \alpha_{\text{випр}}^{53} = 22,1 + 24,7 = 46,8 \text{ кДж/(м}^2 \cdot \text{год} \cdot \text{К)}.$$

Втрати тепла нижньою поверхнею печі, кДж:

$$Q_{\text{низ}} = \frac{1010 - 20}{\frac{0,2}{2,5 \cdot 1,13} + \frac{0,60}{0,62 \cdot 2,16} + \frac{0,02}{185,3 \cdot 5,55} + \frac{1}{46,8 \cdot 5,55}} = 1893,6$$

Загальні втрати тепла поверхнею печі сепарації складуть, кДж:

$$Q_{\text{заг}} = Q_{\text{бок}} + Q_{\text{низ}} = 57225,1 + 1893,6 = 59118,7 .$$

Для нагрівання футерівки печі від 20 °С до 1010 °С знадобиться тепла, кДж:

$$Q_{\phi} = G \cdot C \cdot (t_1 - t_2) ,$$

де G – вага шару футерівки, кг;

C_1 – питома теплоємність шару футерівки, кДж/кг·°С.

- на нагрівання шамоту:

$$Q_1 = 1150 \cdot 1,04 \cdot (1010 - 20) = 1184040;$$

- на нагрівання пенодіатоміту:

$$Q_2 = 1300 \cdot 0,96 \cdot (1010 - 20) = 1235520;$$

$$Q_{\phi} = Q_1 + Q_2 = 2419560 \text{ кДж.}$$

Результати теплового розрахунку апарату сепарації зведені в табл. 3.1.

З розрахунку видно, що найбільшою статтею тепловитрат є тепло, що йде на випаровування. Це пов'язано із складнощами видалення останніх порцій магнію і його хлориду з дрібних пор ТГ. Формування більш крупнопористої структури ТГ під час відновлення ТХТ магнієм дозволяє дещо знизити витрати, але ця проблема потребує подальшого вдосконалення

технології як сепарації, так і відновлення. Також резервом деякого зниження тепловитрат є використання більш ефективних вогнетривів в апараті сепарації.

Таблиця 3.1 – Тепловий розрахунок апарату сепарації

Витрати	кДж	%
Тепло на випаровування магнію	18397408	75,8
Тепло на випаровування $MgCl_2$	1621804	6,7
Тепло на нагрівання ТГ	787183	3,2
Тепло на нагрівання реторти	766921	3,2
Тепло на нагрівання футерівки	2419560	10,0
Втрати тепла в конденсатор через кришку реторти	208830	0,9
Втрати тепла поверхнею печі	59119	0,2
Разом	24260825	100

4 ТЕХНОЛОГІЧНА ЧАСТИНА

4.1 Апаратурно-технологічна схема вакуумної сепарації ТГ

Суміщений процес ВС порівняно з роздільним потребує менших енерговитрат, трудовитрат, якість титану також зростає. Це є головні чинники щодо доцільності використання такої схеми. Як було показано вище, раціональним є розміщення конденсатору зверху.

В умовах ТОВ “ЗТМК” працює наступна схема (рис. 4.1) [17].

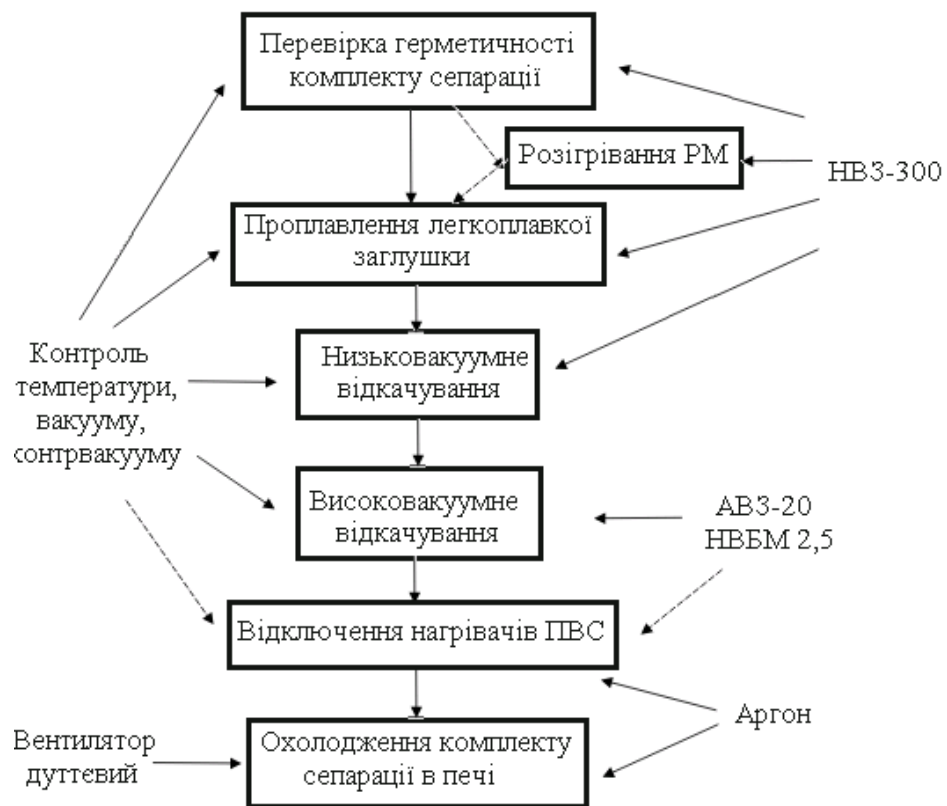


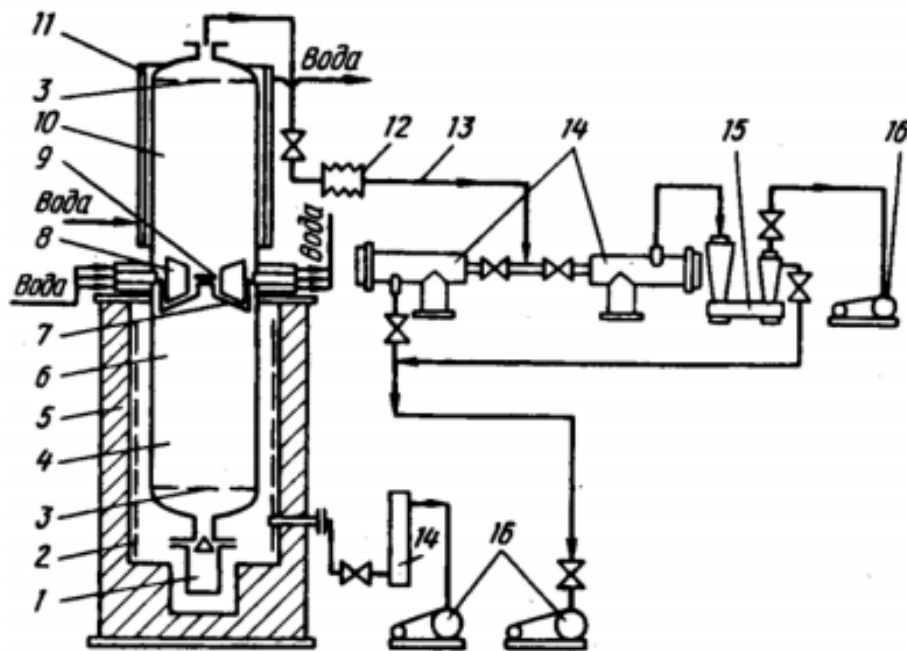
Рисунок 4.1 – Схема процесу вакуумної дисоціації

Схема апарату сепарації представлена на рис. 4.2.

Монтаж комплекту сепарації провести має бути виконаний впродовж не більше 3 год з моменту закінчення фінального зливу хлориду магнію з комплекту відновлення.

Використовуються реторти діаметром 1500 мм. Комплект сепарації

встановлюють в шахтну електропіч ПВС потужністю 410 кВт. Тривалість процесу сепарації 96-105 год.



- 1 – вакуумний ковпак; 2 – нагрівачі печі; 3 – фальшднище; 4 – реакційна маса; 5 – електропіч; 6 – реактор; 7 – кришка реактора; 8 – теплоізоляційний екран; 9 – легкоплавка заглушка; 10 – конденсатор; 11 – охолоджувач конденсатора; 12 – компенсатор трубопроводу; 13 – вакуумпровод; 14 – вакуумна пастка; 15 – бустерний вакуумний насос; 16 – золотниковий вакуумний насос

Рисунок 4.2 – Схема апарату вакуумної сепарації [17]

Вакуумування комплекту сепарації ведуть насосами НВЗ-300 та/або НВЗ-500, пічний простір – контрвакуумною системою насосом ВВН 1-1. По досягненні залишкового тиску в конденсаторі не більше 40 Па (0,30 мм.рт.ст), но не раніше 20 год з моменту руйнування легкоплавкої заглушки, а також при досягненні заданої температури по зонам печі, вакуумування продовжують насосом НВБМ-2,5 або БНМ-2000 разом з

насосом АВЗ-20Д.

Регулювання і реєстрація параметрів процесів відновлення і вакуумної сепарації здійснюється автоматично з використанням АСУТП «Титан 4».

Технологічний цикл процесу ВС включає:

- обслуговування вакуумних систем й вакуумних насосів;
- монтаж комплекту сепарації;
- проведення процесу ВС;
- перестановку комплекту сепарації з печи ПВС в холодильник.

Після закінчення сепарації процеси охолодження і демонтажу можуть проводитися за двома варіантами: з охолодженням в печі і роботою одним мостовим краном і з охолодженням в холодильнику після перестановки двома кранами.

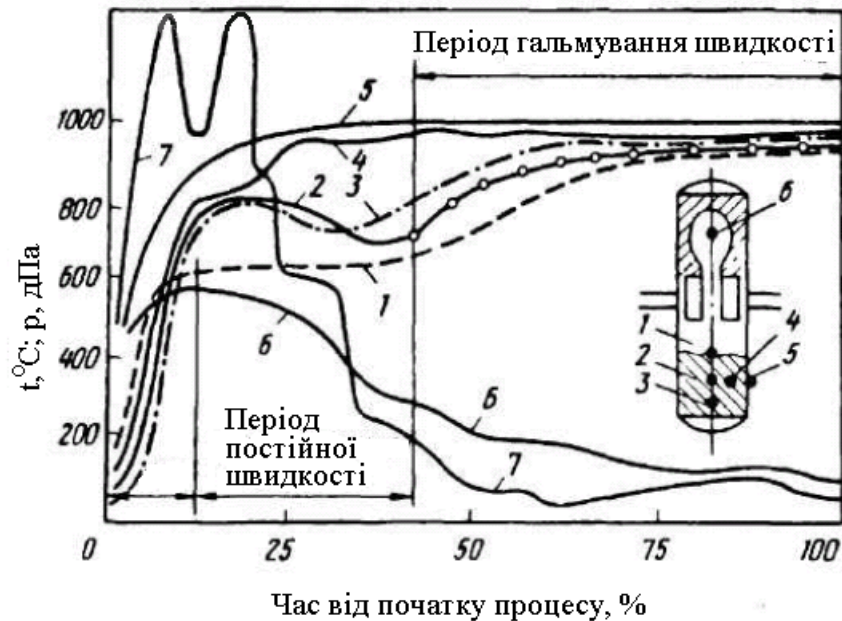
4.2 Технологічні особливості вакуумної сепарації ТГ

Параметрами, що регулюються під час сепарації, є температура, залишковий тиск, витрата води на охолодження. Температура вимірюється в 3-4 точках стінки реторти. РМ протягом процесу має змінну температуру, бо прогрівається від стінки до центру, тому за температуру сепарації приймають температуру зовнішньої стінки реторти. Тиск вимірюється на виході з конденсатору, при цьому в значення тиску не входить тиск парів магнію та хлориду магнію, так як вони ще до ділянки заміру переходять в конденсований стан. Швидкість конденсації контролюється температурою стінки конденсатора.

З рисунку 4.3 видно, що спочатку блок розігрівається рівномірно і досить швидко через значну кількість магнію в порах РМ, який має добру теплопровідність. Із зменшенням частки магнію виникає термічний опір і як наслідок, градієнт температури як за висотою, так і за діаметром блоку.

Завдяки низькій теплопровідності блоку ТГ швидкість процесу обмежується швидкістю прогрівання центральної частини блоку до

температури відгонки.



Рисун

ок 4.3 – Зміни температури (1-6) і тиску (7) в апараті ВС [3]

На початку відгонки переважно йде видалення магнію (на порядок швидше ніж хлориду магнію). Далі швидкість постійно знижується до досягнення вмісту домішок 1-2%. Подальше видалення хлориду магнію до вмісту хлору в товарному продукті до 0,06-0,12% є дуже ускладненим.

У період постійної температури перенос тепла в блоці здійснюється в основному шляхом теплопровідності. Теплопередача конвекцією та випромінюванням незначна. Але від поверхні блоку в конденсатор теплопередача йде за рахунок конвекції та випромінювання.

Особливістю процесу сепарації є те, що чим більше підводиться тепла, тим вище стає температура і тим більше швидкість випаровування. Разом з видаленням летких компонентів тиск парів знижується і отже зменшується швидкість випаровування. Це призводить знову до росту температури. В результаті процес випаровування саморегулюється, тобто стає автотермічним. В період зниження швидкості теплопередача в блоці РМ лімітується теплопровідністю ТГ. Частка випромінювання різко зростає при досягненні 1173 К.

Реторту-конденсатор для конденсації пар магнію і хлористого магнію охолоджують ззовні й забезпечують в ній більш низький тиск пари магнію та хлориду магнію, ніж у реторті-реакторі. Возгонка пари від реактора до конденсатора відбувається завдяки різниці тиску в них. Щоб виключити деформацію реторти, в печі підтримується контрвакуум.

Процес сепарації відбувається в два етапи. На першій стадії йде розігрівання й вакуумування. При досягненні в конденсаторі тиску менше 0,8мм.рт.ст і температури реторти 1073-1173 К, систему вакуумують до залишкового тиску від мінус 0,8 кгс/см² до мінус 1 кгс/см². При цьому проплавляється легкоплавка заглушка. З цього моменту реторту розігрівують до температур 1253-1303 К, а на конденсаторі регулюють подачу води так, щоб температура води на виході була 333-358 К.

На другій стадії здійснюють високотемпературну витримку і зменшують тиск до глибокого вакууму .

Закінчення процесу сепарації визначають, головним чином, за стійкістю тиску: менше 30 мкм.рт.ст в конденсаторі і менше 50 мкм.рт.ст в реторті. Змінення тиску допускається не більше 3 мкм.рт.ст./хв, заміри здійснюють кожну годину протягом останніх трьох годин процесу.

Тривалість сепарації визначають також за фіксованим, визначеним експериментально, часом витримки після досягнення температури стінки реторти порядку 1253 К у всіх зонах. Але слід зауважити, що тривалість процесу може відмінюватися для кожної окремої реторти, що пов'язано з відмінною пористістю ТГ. Тому важливе значення мають питання визначення закінчення процесу сепарації для уникнення перевитрати електроенергії і зростання собівартості ТГ [22].

По закінченні процесу сепарації обігрівачі вимикають, в комплекті наводять надлишковий тиск аргону 0,1-0,3 кгс/см². Одночасно в піч подають повітря для утворення перепаду тиску не більше 7,99 кПа (60 мм.рт.ст.). Комплект охолоджують не менше 30 годин за допомогою вентиляторів обдуву. В теплий період року конденсатор додатково охолоджують водою

протягом 15-20 год. Охолодження ведуть до температури 423 К, далі конденсатор демонтують.

Для пасивації продуктів реакції конденсатор привідкривають і витримують на повітрі 5-10 хв. При цьому можливе возгоряння нижчих хлоридів титану на кришці і стінках теплового екрану. У цьому разі конденсатор опускають, в комплект задають аргон. Через 5-10 хв пасивацію повторюють. На базі реторти з конденсатом монтують комплект відновлення. Час знаходження конденсату у повітрі має бути не більше 30 хв.

Реторту-реактор с ТГ в супроводі технологічної карти транспортують на монтажну ділянку, демонтують кришку і проводять пасивацію. Возгоряння ТГ використовують сухий карналіт і знову проводять пасивацію.

Далі реторту встановлюють на горизонтальний стенд для чистки реторт й видаляють продукти реакції з фланця та внутрішньої поверхні обечайки реторти. Знімають захисний екран і ручним інструментом очищають гарнісаж від дефектів.

На основі записів в технологічних картах процесів відновлення і сепарації, огляду щодо дефектних включень, блоку ТГ присвоюють буквенний індекс категорії якості. Після цього блок ТГ вивільняють з реторти і направляють на переробку.

Апаратурно-технологічна схема вакуумної сепарації представлена на рис. 4.4.

4.3 Апаратурно-технологічна схема розділення титанової губки

Технологічний процес розділення ТГ включає вивільнення блоків ТГ з реторт з наступним розділенням на дробарно-пресовому устаткуванні до крупності кусків менше 30 мм, ручне сортування, усереднення, відбирання проб, пакування, маркування передачу на склад готової продукції.

Блоки ТГ дістають з реторт за допомогою виштовхуючих пресів або механічних захватів.

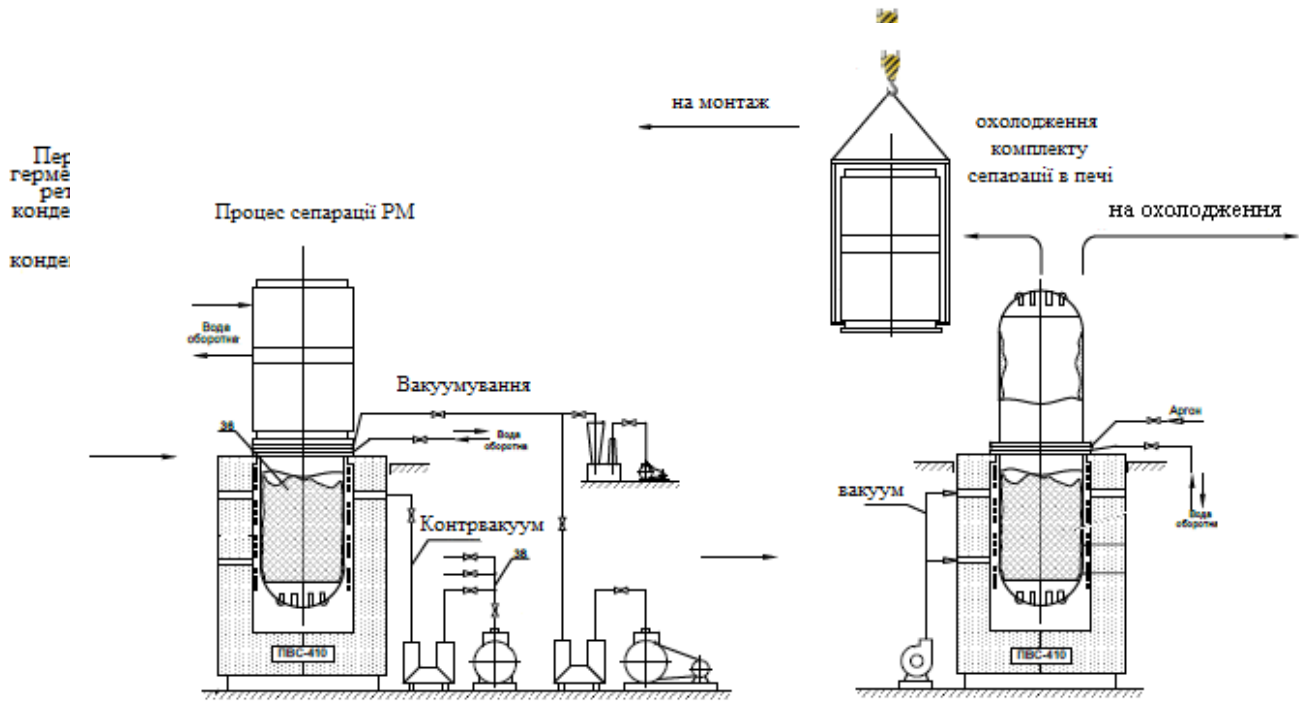


Рисунок 4.4 – Апаратурно-технологічна схема вакуумної сепарації

При розділенні блоків ТГ приймають до уваги здатність швидко окислюватися у повітрі, низьку теплопровідність, нерівну міцність і щільність та ін. Враховуючи такі властивості, для подрібнення ТГ найбільш придатними є схеми багатостадійного подрібнення.

Для подрібнення до шматків крупніших ніж 300 мм використовують обрізні і ковочні гідравлічні преси. Отримані шматки подрібнюють в дробарках ударної дії. Подрібнену губку розсівають на грохотах. Важливою технологічною операцією є також усереднення, тобто приготування однорідних за хімічним складом товарних партій ТГ. Для цього використовують барабанні, бункерні, лоткові та інші змішувачі. Схема виготовлення партії товарного ТГ на основному технологічному потоці представлена на рис. 4.5.



Рисунок 4.5 – Схема дроблення блоків ТГ і комплектації марок ТГ (окрім ТГ-Тв)

Гарнісаж сортують і окремо накопичують в промаркованій тарі за категоріями «без дефектів», «з дефектами» та/або «без категорії» для подальшого сортування. Куски подають на прес НАО-242 и дроблять до розміру не більше 300 мм, після чого також сортують. Майданчик, стіл і скліз пресу НАО-242 очищають від залишків ТГ після різки гарнісажу і пред'являють контролеру ВТК для контролю технологічної чистоти та дефектонебезпеки. Гарнісаж «без дефектів» переробляють на основному технологічному потоку, а з дефектами» направляють на переробку на допоміжному технологічному потоці.

Далі проводять візуальний контроль необробленої криці і привласнюють їй індекс якості.

Бокову поверхню криці обробляють пневмоінструментом (або у складних випадках на пресі), видаляючи дефектні вкраплення і місця дотику з ретортою. З нижньої частини криці, що стикалася з фальш-днищем, видаляють шар не менше 10 мм. Боковий і низовий обруб направляють окремо на переробку на допоміжному технологічному потоці.

Для подрібнення ТГ використовують гідравлічний прес НАО-242, клинову і дискові дробарки. Очищену крицю дроблять до кусків розміром не більше 300 мм. В процесі дроблення виконують візуальний контроль щодо дефектів. У разі переходу на дроблення криці більш високої категорії якості конвеєри, дробарки і грохоти очищають від залишків ТГ.

Далі куски ТГ направляють в клинову дробарку, де вони дробляться до розміру не більше 150 мм і на дискову дробарку з отриманням кусків не більше 70 мм.

Подрібнений ТГ по транспортерам поступає в барабанний грохот, де розсівається на фракції: +30 (+70) мм, (-30+25) мм або (-70+25) мм, -25+12) мм, (-12+0) мм. Додатково на вібраційному столі відділяються фракції (-12+2) мм и (-2+0) мм.

Куски більше 30мм або 70мм відправляють в дискову дробарку на повторне дроблення і потім на повторне розсівання.

Фракції ТГ (-30+25) мм або (-70+25) мм, (-25+12) мм, (-12+2) мм поступають на конвеєри для сортування і візуального контролю, причому матеріал представляє собою моношар. Також здійснюється магнітна сепарація. Дефектні куски відправляють на переробку на допоміжному потоці. Якщо знайдено сторонні предмети, переробку зупиняють до з'ясування та усунення причин.

Після первісного сортування ТГ поступає на усереднення в барабанний усереднювач. Береться середня проба партії ТГ. Контейнери з партією ТГ закривають кришками і зберігають до повторного сортування та візуального контролю.

Окрім партій з криць формують партії з верхніх, нижніх частин криць та гарнісажів без дефектів.

Після хіманалізу і визначення твердості партії ТГ присвоюють марку. Якщо результати хіманалізу незадовільні, партію направляють на розшитковку з іншою партією з низьким вмістом аналогічних домішок, виконують усереднення, аналіз і присвоюють партії новий номер.

Перед пакуванням партію направляють на повторне сортування, візуальний контроль і магнітну сепарацію.

Порядок пакування наступний: в бочку кладуть поліетиленовий мішок, визначають масу тари, заповнюють ТГ, визначають масу нетто, закривають кінці пакета, закривають кришкою, визначають масу брутто, вакуумують і заповнюють аргоном, пломбують і наносять маркування.

Схема формування партії ТГ-Тв на допоміжному технологічному потоці представлена на рис. 13. Партії ТГ виробляють в брикетах діаметром 150 мм \pm 5 мм, висотою 150 мм \pm 50 мм, масою 5 кг \pm 2 кг. Брикетування здійснюють за допомогою брикетувального гідравлічного пресу типу Б-6238. Візуальний контроль для брикетів представляє собою відбирання брикетів з дефектами, видимими сторонніми предметами й механічними домішками.

Брикету пакують в бочки, які на вимогу споживача заповнюють аргоном.



Рисунок 4.6 – Схема виготовлення й комплектації партії ТГ-Тв

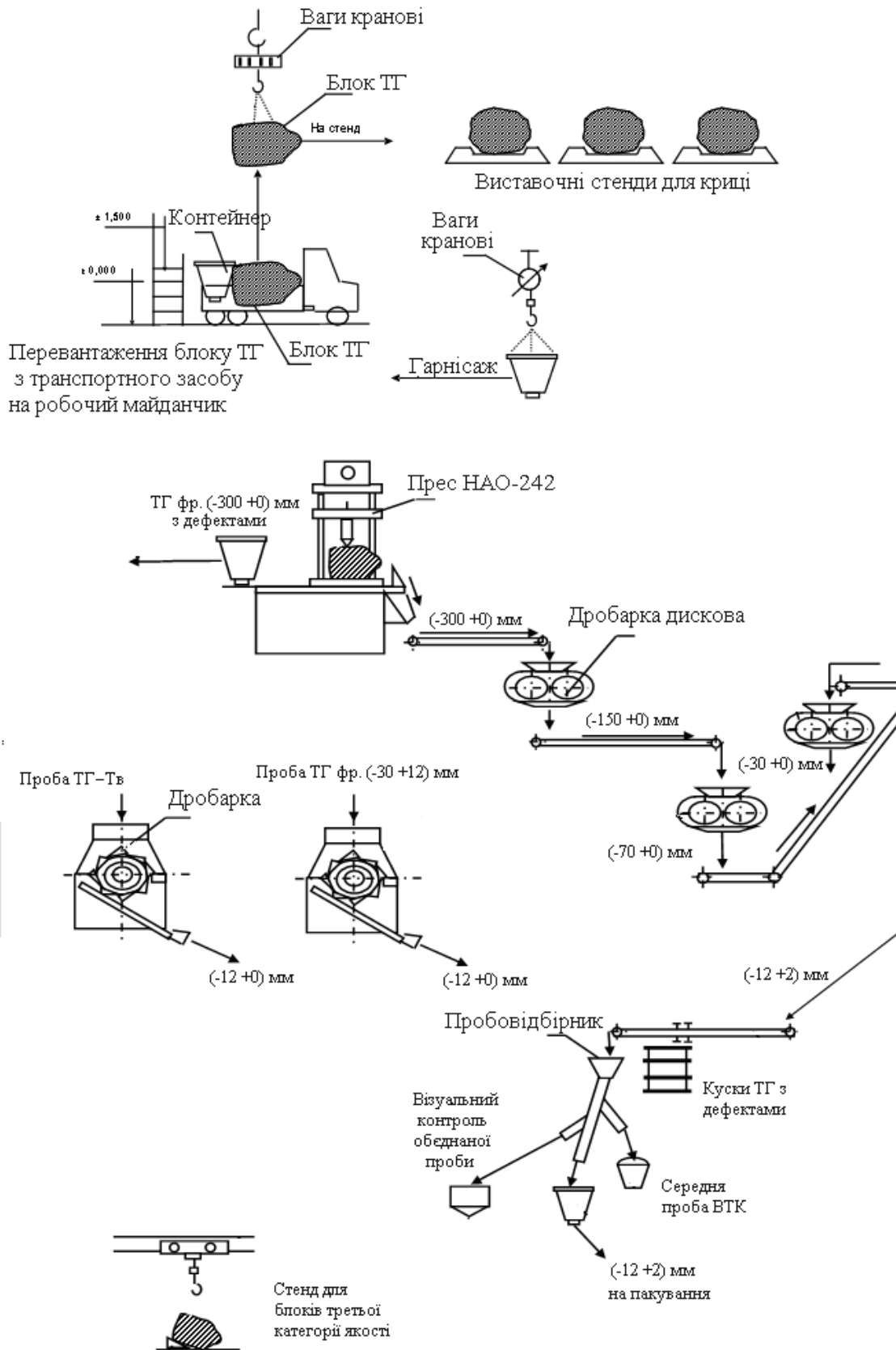
Апаратурно-технологічна схема переробки ТГ представлена на рис. 4.7.

4.4 Технологічні особливості розділення ТГ

В блоці ТГ утворюються зони з вкрапленнями металу більш низької якості. В донній частині накопичуються оксиди магнію, титану, заліза, кремнію та ін. В верхній частині – кисень, азот, хлор.

Явні шари ТГ з підвищеною концентрацією домішок дозволяють при розділенні та сортуванні ТГ виділити метал високої якості. Шматки, збагачені домішками та ті, що мають вкраплення, мають бути видалені з готової продукції [23].

Хоча ТГ має пористу структуру, блок має велику міцність і потребує значних зусиль для його подрібнення. По здатності до механообробки ТГ займає проміжне положення серед компактного та порошкового титану [2]. Ударна в'язкість ТГ приблизно на порядок нижча за ударну в'язкість титану. Обробка ТГ різанням є складною через велику кількість частинок, що викрошуються, і які чіпляються до різця, нагріваються і окислюються.



Р

исунок 4.7 – Апаратурно-технологічна схема переробки ТГ (початок)

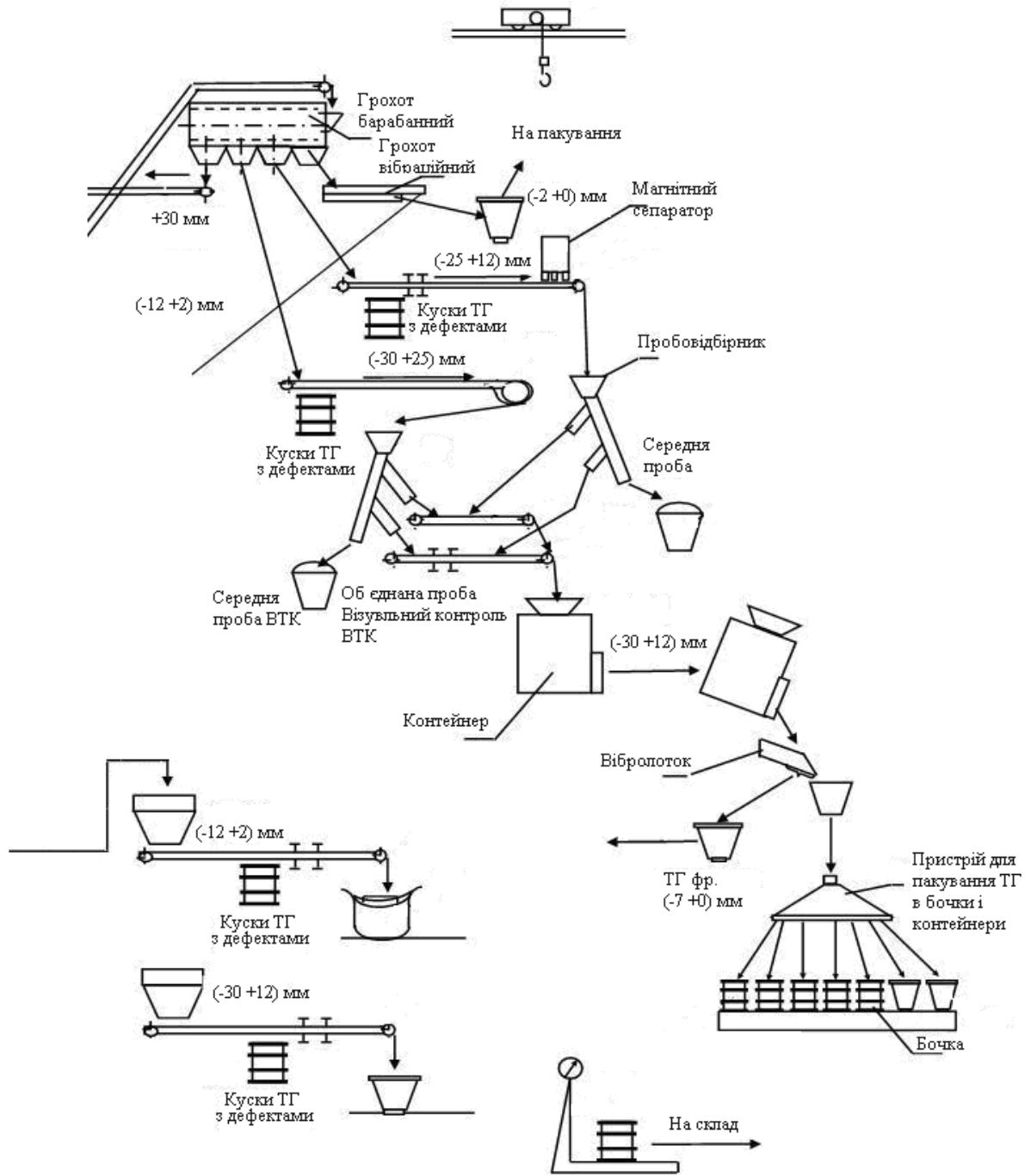


Рисунок 4.7 – Апаратурно-технологічна схема переробки ТГ (продовження)

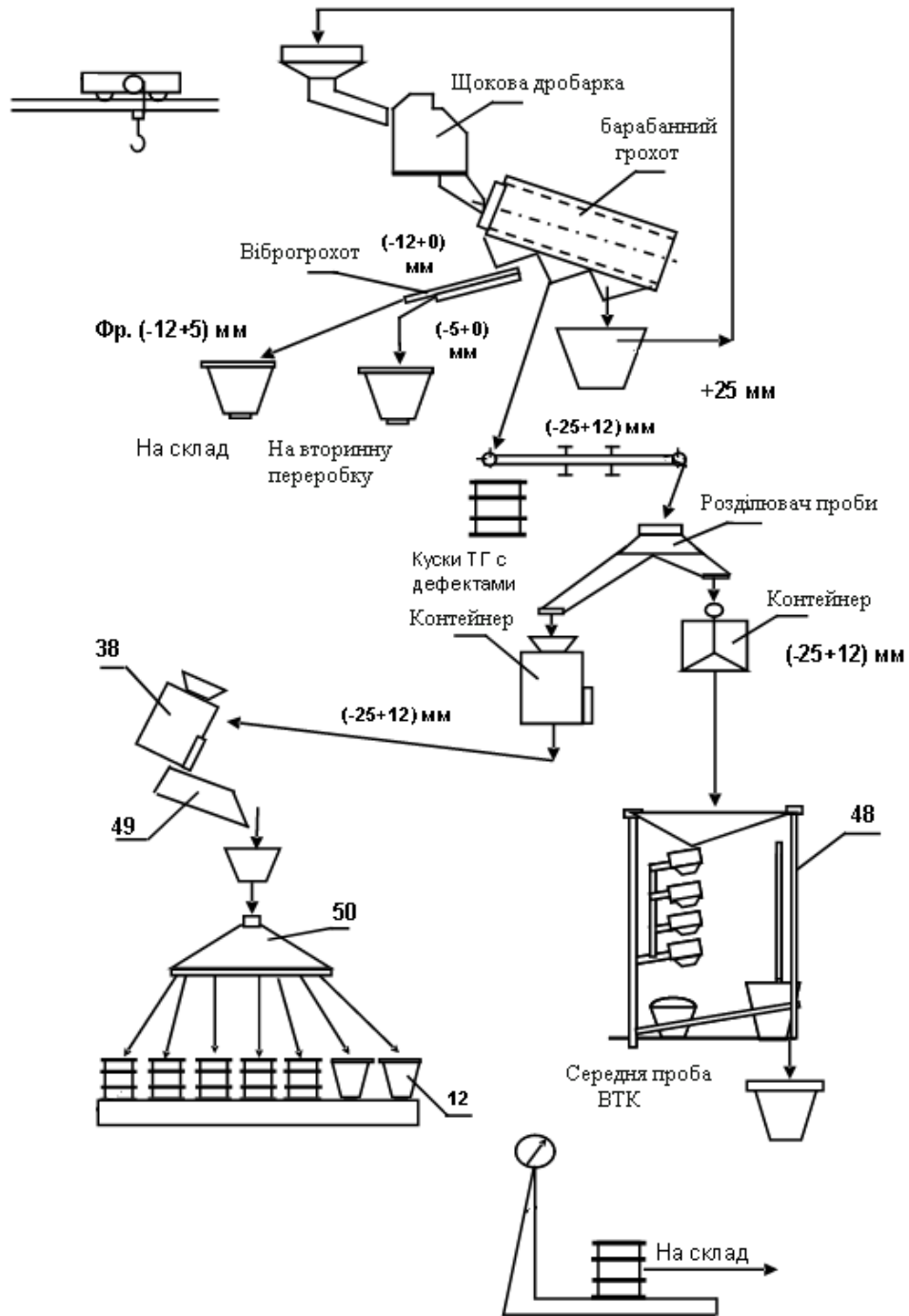


Рисунок 4.7 – Апаратурно-технологічна схема переробки ТГ (продовження)

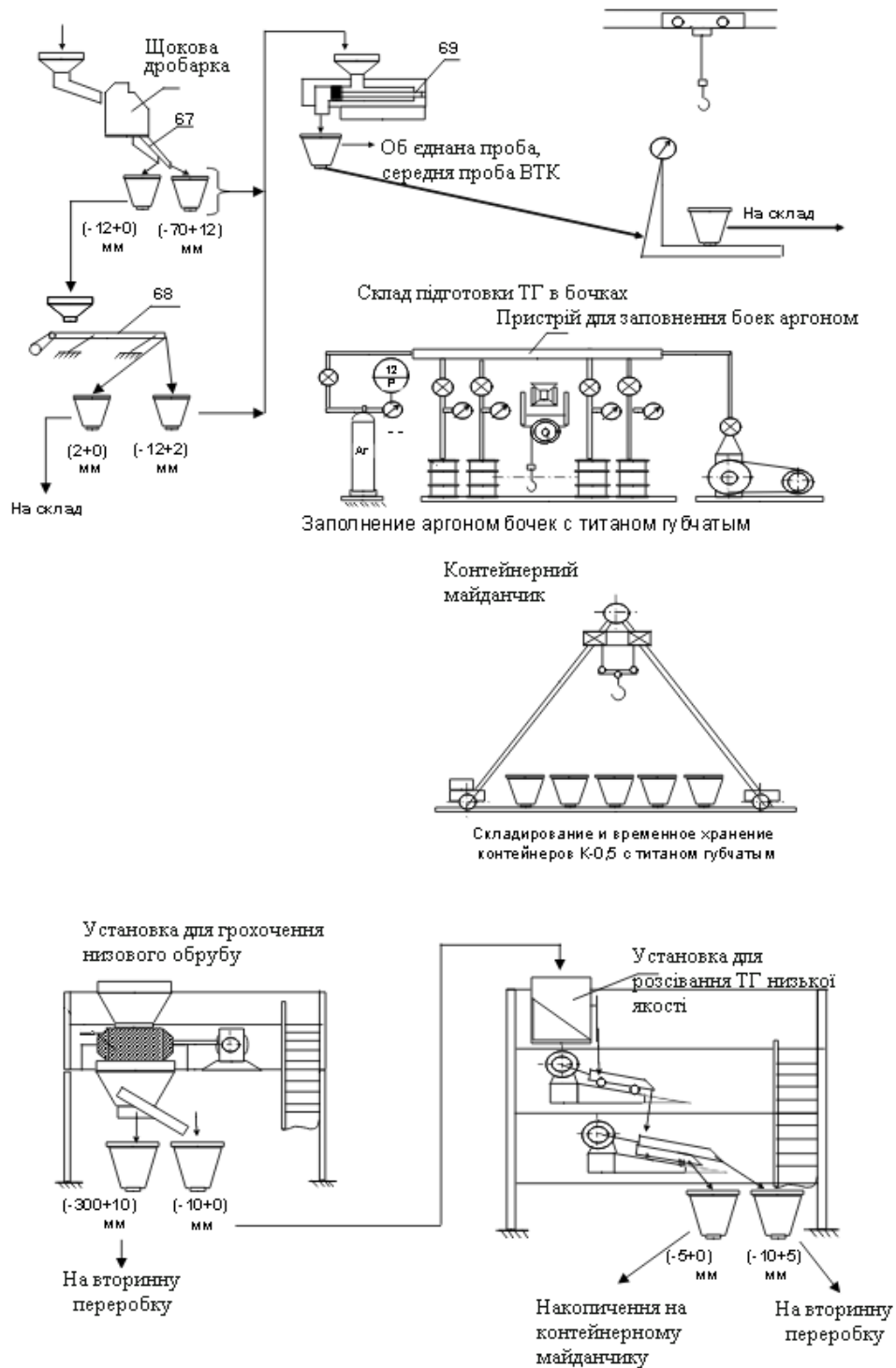


Рисунок 4.7 – Апаратурно-технологічна схема переробки ТГ (закінчення)

Під час переробки ТГ мають виконуватися такі умови, як відсутність контактів ТГ з джерелами забруднення (масло, бруд, окалина та ін.); уникнення змішування ТГ різних категорій.

На підприємстві діють жорсткі вимоги щодо дефектобезпеки.

За характером дефектних вкраплень блоки ТГ підрозділяються на: горілі, окиснені, хлоридні, шламісті, збагачені залізом, із сторонніми предметами і механічними домішками.

Привласнення категорії якості блоку ТГ і гарнісажу ТГ виконують окремо. Верхній частині, низовому і боковому обрубам, штифтам з реторти категорія якості не надається.

Категорію якості блоку ТГ і гарнісажу ТГ привласнюють за результатами візуального контролю. Категорію якості гарнісажу ТГ після видалення з реторти не привласнюють.

Контроль якості криці ТГ здійснюють на всіх технологічних операціях, включаючи крупне дроблення, з метою своєчасного виявлення скритих дефектних включень і виведення їх з технологічного потоку.

Категорію якості криці ТГ привласнюють після розділення блоку ТГ і наступної очистки від можливих забруднень за результатами візуального контролю.

Існують такі категорії якості:

- категорія А – немає відхилень від заданих параметрів процесів відновлення і сепарації;
- категорія А0 – немає дефектів в місцях дотику блоку зі стінками, після вивільнення з реторти;
- категорія А2 – наявність дефектів на поверхні (ділянки зі шламом, хлоридні плівки) після вивільнення з реторти;
- категорія А3 – наявність ділянок горілого титану, ділянок окисненого і збагаченого азотом титану після вивільнення з реторти;
- категорії А00, А20, А30 – відсутність дефектів після механічної обробки;

- категорії A02, A22, A32 – після механічної обробки присутні ділянки ТГ з хлоридами і ділянки зі шламами;
- категорії A03, A23, A33 – після механічної обробки присутні ділянки горілого титану, ділянки окисненого і збагаченого азотом титану;
- категорії A000, A002, A003 – після обробки на пресі, відповідно, немає дефектів, є ділянки з нальотами хлоридів і є ділянки горілого титану і ділянки окисненого і збагаченого азотом титану;
- категорія В – присутні відхилення від заданих параметрів процесів відновлення і сепарації, але контактів продуктів відновлення і сепарації з атмосферним повітрям до вивільнення блоку і гарнісажу з реторти не було;
- категорія В0 – немає дефектів в місцях дотику блоку зі стінками після вивільнення з реторти;
- категорія В2 – наявність дефектів на поверхні (ділянки зі шламом, хлоридні плівки) після вивільнення з реторти;
- категорія В3 – наявність ділянок горілого титану, ділянок окисненого і збагаченого азотом титану після вивільнення з реторти;
- категорії В00, В20, В30 – відсутність дефектів після механічної обробки;
- категорії В02, В22, В32 – після механічної обробки присутні ділянки ТГ з хлоридами і ділянки зі шламами;
- категорії В03, В23, В33 – після механічної обробки присутні ділянки горілого титану, ділянки окисненого і збагаченого азотом титану;
- категорія С – присутні відхилення від заданих параметрів процесів відновлення і сепарації, які не гарантують відсутності контакту продуктів з повітрям до вивільнення блоку і гарнісажу з реторти;
- категорія С3 – наявність ділянок горілого титану, ділянок окисненого і збагаченого азотом титану після вивільнення з реторти;
- категорія С30 – відсутність дефектів після механічної обробки;
- категорії С02, С22, С32 – після механічної обробки присутні ділянки ТГ з хлоридами і ділянки зі шламами;

– категорії C03, C23, C33 – після механічної обробки присутні ділянки горілого титану, ділянки окисненого і збагаченого азотом титану.

Таким чином, контроль якості на кожній стадії переробки ТГ дозволяє досягти максимальної ефективності виробництва ТГ за рахунок диференціювання продукту за якістю відповідно до галузей застосування. Недоліки візуального контролю за відсутності можливості автоматизації компенсуються методикою ретельної уваги до усунення будь-яких механізмів порушення якості ТГ.

ВИСНОВКИ

1. Титан є дуже цінним конструкційним матеріалом, який за експлуатаційними характеристиками має перевагу перед легованою сталлю та алюмінієм. Використання титану в великих об'ємах стримується його високою вартістю.

2. Головним матеріалом для виробництва титану є титанова губка. Найпоширенішим способом її виробництва в світі є магнієтермічне відновлення титану з його тетрахлориду. Не зважаючи на недоліки цього способу, він має переваги перед іншими за рахунок порівняно простих конструктивних рішень, відносно недорогої сировини і вдалого поєднання властивостей речовин у системі $\text{Ti-TiCl}_4\text{-Mg-MgCl}_2$.

3. Вакуумна сепарація є найбільш енергоємним переділом виробництва ТГ. Проте також має переваги перед альтернативними способами очищення ТГ з погляду чистоти та виходу металу. Показано, що оптимальним є суміщена схема сепарації з верхнім розташуванням конденсатору.

4. В роботі розглянуті фізико-хімічні закономірності процесу вакуумної сепарації. Показано, що тиск парів титану завжди менший за тиск парів магнію і хлориду магнію при будь-яких температурах, що виключає втрати титану через випаровування і робить можливим очищення титану і від магнію, і від хлориду магнію. Додатковою перевагою є взаємна нерозчинність магнію і титану. Із зростанням температури процес відгонки має покращуватися. Але на практиці температура процесу обмежується (1358 K) через реагування титану з залізом стінки реактора з утворенням легкоплавкої евтектики. Для зниження робочих температур використовують вакуум нижче 10 Па.

Можливими шляхами зменшення тривалості сепарації є зменшення довжини пробігу для молекул пари хлориду магнію, наприклад формуванням під час відновлення структури ТГ з крупними порами. Тобто, особливості технології і конструктивного оформлення процесу сепарації обумовлюються

і безпосередньо пов'язані з параметрами відновлення.

5. Розрахунок матеріального балансу для виробництва ТГ-90 показав, що за існуючою технологією в процесі сепарації на 1 т титану утворюється 837 кг конденсату, що містить 85,8 % магнію.

6. Тепловий розрахунок апарату сепарації показав, що найбільшою статтею тепловитрат (76 %) є тепло, що йде на випаровування. Це пов'язано з випаровуванням останніх порцій магнію та його хлориду з дрібних пор центральної частини блоку РМ. Формування більш крупнопористої структури ТГ під час відновлення ТХТ магнієм дозволить дещо знизити витрати, але ця проблема потребує подальшого вдосконалення технології як сепарації, так і відновлення. Також резервом деякого зниження тепловитрат є використання більш ефективних вогнетривів в апараті сепарації. Аналіз існуючого способу виробництва ТГ показав, що відомі методи (підвищення температури і загального тиску в апараті відновлення) не дозволяють підвищити пористість і прискорити відгонку летючих продуктів реакції з блоку ТГ.

6. В роботі розглянуто технологічні особливості переробки блоків ТГ. Показано, що відділення криці центральної частини блоку від поверхневих шарів, що містять збільшену кількість дефектів, дозволяє покращити сортність товарної ТГ, а також раціонально переробити метал нижчої якості.

Показано, що контроль якості на кожній стадії переробки ТГ дозволяє досягти максимальної ефективності виробництва ТГ за рахунок диференціювання продукту за якістю відповідно до галузей застосування. Недоліки візуального контролю за відсутності можливості у сучасних реаліях автоматизації процесу компенсуються ретельністю і багаторазовістю контролю якості на усіх етапах переробки, що мінімізує можливість будь-якого зниження якості готового продукту.

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Сергеев В. В., Галицкий Н. В., Киселев В. П., Козлов В. М. *Металлургия титана*. Москва : Metallurgy, 1971. 320 с.
2. Тарасов А. В. *Металлургия титана*. Москва : Академкнига, 2003. 328 с.
3. Лебедев В. А., Рогожников Д. А. *Металлургия титана : учеб. пособие*. Екатеринбург : Издательство УМЦ УПИ, 2015. 194 с.
4. Kosemura S., Fukusawa E., Ampo Sh. et al. Technology trend of titanium sponge and ingot production. *Nippon Steel technical report*. 2002. No. 85. P.31-35.
5. Червоный И. Ф., Листопад Д. А., Ивашенко В. И., Воляр Р. Н. Обзор технологий производства титана. *Металургія. Збірник наукових праць ЗДІА. Запоріжжя* : ЗДІА, 2009. Вип. 19. С. 24-28.
6. Теслевич С. М. *Нові технології та устаткування для отримання титанової губки і переплавки її в зливки* : автореф. дис. канд. техн. наук. Ін-т електрозварювання ім. Є.О.Патона, НАН України. Київ. 2006. 19 с.
7. Кирич Ю. П., Беккер В. Ф., Затонский А. В. Некоторые результаты совершенствования процесса получения губчатого титана. *Цветные металлы*. 2009. № 12. С. 91-94.
8. Листопад Д. О. *Вдосконалення магнієтермічного процесу отримання титану губчастого з метою зниження надходження домішок* : автореф. дис. канд. техн. наук : ЗДІА. Запоріжжя. 2011. 21 с.
9. Лупинос С. М., Грищенко С. Б., Прутцков Д. В. и др. Станет ли титан дешевле завтра? О перспективах разработки непрерывной технологии магниетермического производства титана. *Титан*. 2015. № 3. С.14-21.
10. Давыдов С. И., Овчинников А. В. Разработка ресурсосберегающей технологии получения титана губчатого. *Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні*. 2006. № 1. С. 138-142.
11. Zhang Y., Fang Zh., Xia Y. et al. A novel chemical pathway for energy

efficient production of Ti metal from upgraded titanium slag. *Chemical Engineering Journal*. 2016. Vol. 286. P. 517-527.

12. ДСТУ 3079-95. Титан губчастий. Технічні умови : стандарт. Київ : Держстандарт, 1998. 12 с.

13. Takeda O., Ouchi T., Okabe T. H. Recent progress in titanium extraction and recycling. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2020. Vol. 51B. P. 1315-1328.

14. Листопад Д. А., Червоный И. Ф. Исследование процесса вакуумной сепарации титана. *Металургія. Збірник наукових праць ЗДІА*. Запоріжжя : ЗДІА, 2010. Вип. 21. С. 20-25.

15. Сандлер Р. А., Петрунько А. Н., Лихтерман В. А., Павлюченко А. Н. Переработка блоков губчатого титана. Москва : Металлургия. 1987. 168 с.

16. Дуб А. В., Логинов Ю. Н., Попов А.А. и др. Аддитивные технологии в титановом производстве. *Титан*. 2018. №4. С.31-36.

17. ТИ 07.002-2017. Виробництво титану губчастого : технологічна інструкція. ЗТМК. 2017.

18. Nagesh Ch.R.V.S., Sridhar Rao Ch., Ballal N. B., Krishna Rao P. Mechanism of titanium sponge formation in the Kroll reduction reactor. *Metallurgical and Materials Transactions B*. 2004. Vol.35 B. P. 66-74.

19. Liang L., Dachun L., Heli W., et al. Removal of chloride impurities from titanium sponge by vacuum distillation. *Vacuum*. 2018. Vol. 152. P. 166-172.

20. Червоный И. Ф., Листопад Д. А. Альтернативные технологии производства титана. *Металургія. Збірник наукових праць ЗДІА*. Запоріжжя : ЗДІА, 2010. Вип. 22. С. 23-27.

21. Надольский А. П. Расчеты процессов и аппаратов производства тугоплавких металлов. Учеб.пос. Москва : Металлургия, 1980. 127 с.

22. Петрунько А. Н., Рушникова З. И., Горба Н. И., Арутюнов Э. А., Масленников И. П. Усовершенствование метода определения оптимальной продолжительности процесса вакуумной сепарации при магниетермическом получении титановой губки : научные труды тинститута титана. Запорожье,

1990. С. 40-47.

23. Соболевская Т. Д., Гишкина В. И., Коваленко Т. А. Влияние качества губчатого титана на наличие дефектов в полуфабрикатах и деталях из титановых сплавов. *Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні*. 2009. № 2. С. 50-54.

24. Аджеев С. А., Осипенко А. В., Алексеенко А. В., Пампушко Т. А. Методика отбора качественного губчатого титана после сортировки товарных партий. *Нові матеріали і технології в металургії та машинобудуванні*. 2009. № 2. С. 136-140.