

NACIONĀLAIS
ATTĪSTĪBAS
PLĀNS 2020



EIROPAS SAVIENĪBA

Eiropas Reģionālās
attīstības fonds

I E G U L D Ī J U M S T A V Ā N Ā K O T N Ē

Elektrosārņu process labākai titāna nogulsņējumu morfoloģijai

**Projekts Nr. 1.1.1.1./16/A/85
(Progresā ziņojums – 1 (saīsināts))**

**2017
01.03. – 31.05.**

Projektā
piedalās:

1	*Platacis	Ernests
2	Kravalis	Kalvis
3	Zablockis	Dmitrijs
4	Goldšteins	Linards
5	Majorovs	Mihails
6	Blumbergs	Ervīns
7	Kagaļņickovs	Vadims
8	Serga	Vera
9	Ivanovs	Sergejs
10	Krūmiņa	Aija
11	Puķina	Lāsma
12	Šints	Viesturs
13	Sudnikovičs	Sergejs

*Projekta zinātniskais vadītājs: **E.Platacis** tel. 67944700; mob. 26513424.

e – pasts: ernests.platacis@lu.lv

Projekta administratīvā vadītāja: **M. Broka**; tel. 67944700. mob. 29166326

e – pasts: maija.broka@lu.lv

Projekt a uzdevums :

- Veikt rūpnieciskos pētījumus ar mērķi izstrādāt jaunu tehnoloģiju, kas balstīta uz Krola un elektrosārņu procesiem un tehnoloģijas prototipu Ti/TiAl sakausējumu iegūšanai.

Projekta rezultāti:

- Jābūt izveidotam jaunas Ti/TiAl sakausējumu iegūšanas tehnoloģijas prototipam;
- Jābūt apstiprinātai un aizstāvētai projekta izpildes gaitā izstrādātajai tehnoloģijai patenta formā, publicētiem 4 oriģināliem zinātniskiem rakstiem un 6 ziņojumiem starptautiskās konferencēs.

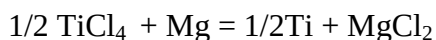
Saturs.

1. Ievads.
2. Literatūras apskats.
- 2.1. Pētāmā procesa matemātiskā modeļa izstrādāšana.
3. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas blokshēma.
4. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas principiālā shēma.
5. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa izstrādāšana
- 5.1. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa principiālā shēma.
- 5.2. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa siltumaprēķins.
- 5.3. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa tehniskais projekts.
6. Ti/TiAl paraugu sastāva analīžu metodikas izstrādāšana.
7. Secinājumi.
8. Literatūras saraksts.

1. Ievads.

Tradicionālā titāna ražošanas metode pamatojas uz titāna sūkļa iegūšanu tērauda reaktorā. Kopumā tas ir garš, dārgs un darbietilpīgs ražošanas process. Tas paredz kā izejvielu izmantot titāna rūdu un starpposmā ražojot titāna sūkli, kuru atdzesē, izvāc no reaktora, attīra no sārņiem, veic divkārtēju pārkausēšanu, šķiro, pako utt.

Faktiski titāna ražošanas procesa pamatā ir titāna tetrahlorīda reakcija ar magniju (Krola process).



$$94.86 + 24.32 \rightarrow 23.95 + 95.23 \text{ (molekulu masas)}$$

Rūpniecībā tiek izmantotas iekārtas, kuru ražība viena cikla laikā sastāda 3 – 5 tonnas titāna. Dažādas iekārtas var atšķirties ar nelielām tehniska rakstura niansēm, tomēr visu iekārtu pamatā ir sekojošas galvenās sastāvdaļas un mezgli: krāsns, reaktors (retorte). Titāna tetrahlorīda ievadīšanas mezgls, magnija ievadīšanas mezgls un magnija dihlorīda izvadīšanas mezgls, kā arī ražošanas procesa kontroles un regulēšanas sistēma.

Ražošanas process sastāv no atsevišķā operācijām, kuras atkārtojas katrā atsevišķā ciklā. Hermētisku reaktoru (retorti) ievieto uzkarstētā krāsnī, vakuumē un uzpilda ar neitrālu argona gāzi, pievieno minētos uzpildīšanas mezglus.

Reaktoru uzpilda ar noteiktu magnija daudzumu, uzkarstē līdz temperatūrai 800 – 850⁰ C un ievada titāna tetrahlorīdu. Procesam beidzoties reaktoru atdzesē, izceļ no krāsns un nodod nākošai operācijai, proti, iegūto titāna sūkli atdala no magnija un hlorīda paliekām to sadalot vakuuma apstākļos. Jāatzīmē, ka procesa gaitā stingri jāseko temperatūras režīmam reaktorā, jo pie augstām temperatūrām titāns un dzelzs /Fe/ veido sakausējumu ar kušanas temperatūru 1085⁰ C. Tas var izsaukt reaktora sienu bojāšanos, kas savukārt var novest pie avārijas.

Apskatītais titāna iegūšanas process ir ciklisks un tā praktiskā realizācija izsauc nopietnas neērtības.

Realizējamā projektā paredzēts izstrādāt Krola procesa modifikāciju titāna, titāna- alumīnija sakausējumu un intermetālisku savienojumu iegūšanai. Piedāvātās metodes pamatā ir titānā tetrahlorīda metāltermiskā reducēšana izmantojot kausētu kušņu slāni, kurš darbojas kā viedā puscaurlaidīga šķidrā membrāna. Tiks izstrādāts tehnoloģijas prototips, lai apstiprinātu kušņu slāņa spēju fiziski atdalīt reducēšanas zonu ar temperatūru 1200 – 1400⁰ C no karstās zonas, kuras temperatūra pārsniedz titāna/titāna sakausējumu kušanas punktu. Kušņu slānis ļauj titāna nogulsņējiem nolaisties karstā zonā un aiztur reducēšanas blakus produktus- hlorīdu sālū-reakcijas zonā, kā arī vienlaicīgi pievada titāna pārkausēšanai nepieciešamo papildus termisko enerģiju, izmantojot elektrosārņu procesu.

Projekta realizācijas pirmajos trijos mēnešos paveikts sekojošais:

- Izanalizētas metodes un paņēmieni titāna un tā sakausējumu iegūšanai;
- Izstrādātas titāna titāna - alumīnija (Ti/TiAl) eksperimentālās iekārtas blokshēma un principiālā shēma;
- Izstrādāta Ti/TiAl iekārtas reaktora moduļa principiālās shēmas tehniskais projekts un darba rasējumi;
- Veikts Ti/TiAl iekārtas reaktora moduļa siltuma tuvināts balansa aprēķins;
- Izskatītas iespējas veikt titāna, titāna sakausējumu paraugu sastāva ķīmiskās analīzes.

2.Literatūras apskats.

Sākta literatūras izpēte par titāna ekstrakcijas industriālām tehnoloģijām. Apskatīti titāna iegūšanas tehnoloģiju varianti izmantojot metātermisko reducēšanu. Apskatīti titāna iegūšanas eksperimentālo tehnoloģiju varianti izmantojot VPR reducēšanu, rutila reducēšanu, elektrisko reducēšanu, gara diapazona elektronu pastarpināto reakciju, īsa diapazona elektronu pastarpināto reakciju, KIT procesu, GTT procesu, sagatavju procesu, dalīto reakciju procesu, burbuļošanas procesu, plazmas procesu, ko-reducēšanu, ūdeņraža procesu, mehāniski termisko reducēšanu, verdošā slāņa procesu u.c. Veikta perspektīvo titāna iegūšanas tehnoloģiju salīdzinoša analīze. Apzināti literatūrā aprakstīto eksperimentālo tehnoloģiju priekšrocības un trūkumi. Veikts literatūras pētījums par titāna tetrahlorīda reducēšanas fizikāli-ķīmiskiem pamatiem, pielietojot metātermisko reducēšanu līdz metāliskam titānam. Izmantojot pieejamus literatūras avotus, apskatīta magnijtermiskās reducēšanas, nātrijtermiskās reducēšanas, kalcijtermiskās reducēšanas, alumīnijtermiskās reducēšanas varianti industriālos un eksperimentālos reaktoros. Apzināta iegūšanas procesa dinamika dažādās stadijās, procesa raksturīgie parametri, procesa veikšanas iespējamie režīmi. Industriālā titāna sūkļa iegūšanai izmanto Krola hlorīdu procesu, pārsvarā titāna saturs mainās intervālā no 99.2 līdz 99.8%. Tālāk titāna sūklis tiek pārstrādāts lietišķos un plāksnēs.

Sākta detalizēta literatūras izpēte par titāna industriālās ekstrakcijas procesu materiāltehnisko aprikojumu un tehniskās realizācijas variantiem. Apskatīti noslēgto sistēmu realizēšanas varianti. Apskatīti vielu ievadīšanas un izvadīšanas iespējamie varianti. Apskatīti reakcijas produktu pārstrādes varianti atkarībā no morfoloģijas. Veikta literatūras izpēte par siltuma un masas pārnesei iezīmēm titāna industriālās iegūšanas procesā (Krola procesā). No pieejamiem literatūras avotiem iegūta vērtīga informācija par reaģentu cirkulāciju procesa ietvaros. Šeit zemāko hlorīdu veidošanās nosaka daudzfāžu reakcijas procesa kinētiku. Magnija dihlorīds veidojas šķidrā formā, līdz ar to, hlorīdu izvadīšana sarežģī procesa tehnisko realizāciju. Magnija hlorīdu pārpalikumu atsūknē no reaktora, atlikumu destilē vai kodina. Tādejādi, Krola process nav piemērots nepārtrauktai reducēšanas reakcijas veikšanai. Turklāt, reducēšanas procesā nogulsņējumi pielīp pie reakcijas konteinera. Titāna sūkļa augšana, savukārt, ir lēns process ar zemu enerģētisku efektivitāti. Tā kinētiku, galvenokārt, nosaka pozitīva atgriezeniskā saite un prekursora padeves režīms. Centrālā loma ir aktivācijas enerģijas padeves mehānismam, kurš nosaka sūkļa veidošanas procesa stabilitāti un ir atkarīgs no izmantojama prekursora tipa. Savukārt, Hantera procesā veidojas titāna pulveris nātrijtermiskā reakcijā.

Veikts literatūras meklējums par elektrosārņu pārkausēšanas procesa pamatiem, tehnoloģijā izmantojamo sārņu sastāvu, siltumfizikālām un fizikāli ķīmiskām īpašībām. Titānu, titāna sakausējumus, intermetaliskus savienojumus plaši izmanto augstas temperatūras pielietojumiem, lidmašīnās un automobiļos. Elektrosārņu process tiek pielietots daudzu sakausējumu pārkausēšanai ar kontrolējamo sacietēšanas fronti. Maiņstrāva vai līdzstrāva tiek pievadīta elektrodam, kuru izgatavo izmantojot, piem. VIM procesu, vai pēc parastās metodes. Izveidotā šķidra metāla vanna pakāpeniski sacietē kristalizatorā. Šeit svarīgi, ka virsmas spraiguma efekti ir samērā lieli un lielu lomu fāžu atdalīšanas procesā spēlē specifiskās blīvuma starpības. Kā viena no priekšrocībām vērtējams tas, ka sārņu reakcijas ietekmē deoksidācijas līdzsvaru. Alumīnija oksīda klātbūtnē samazinās silīcija saturs iegūtā produktā. Fluorīdu sārņi, t. sk. kalcija fluorīds, veido lietni ar minimālo ķīmisko segregāciju, izšķīdina sēru, veicina lietņa lubrikāciju un pasargā no metālu kontaminācijas ar skābekli. Veicot literatūras meklējumu, no pieejamiem

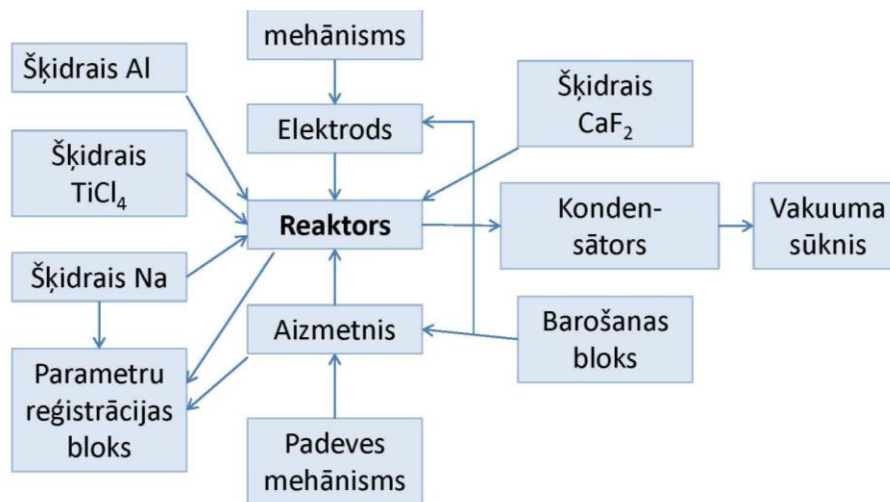
avotiem ir apzināts elektrosārņu procesa realizēšanai laboratorijas vidē nepieciešamais tehniskais aprīkojums. Apskatītas elektroda padeves sistēmas un turētāju konstrukcijas. Aplūkoti elektriskās strāvas plūšanas ceļi un mehānismi. Veikta jaudas sistēmas konstrukciju un nepieciešamo režīmu, kā arī jaudas pārvēršanas paņēmieni salīdzinoša analīze. Iegūtā informācija izmantota materiālu un aprīkojuma iepirkumu sagatavošanai. Noskaidrots, ka atsevišķos mezglos nepieciešams pielietot izolāciju ar biezumu līdz 1mm, kas arī samazina siltuma zudumus. Apskatīti paņēmieni „gaiss” spraugas efekta novēršanai, kurš ir iespējams atsevišķos gadījumos. Apzināti elektrosārņu procesa optimālie darbības režīmi, apskatīta pieejama informācija par esošo pieredzi dažādu frekvenču izmantošanā. Apzinātas elektrosārņu procesa pielietošanas iespējas titāna nogulsņējumu morfoloģijas uzlabošanai vienotā iegūšanas procesa ietvaros. Elektrosārņu procesus daudzus gadus izmanto industriāla tērauda iegūšanai, augstās veiktspējas sakausējumu un tērauda lietņu ražošanai. Tāpat kā VAR process, tas sākas ar elektroda formēšanu. Izšķīroša loma ir sārņu sastāvam. Pārkausējot notiek nemetālisko savienojumu reakcija ar sārņiem. Sacietēšana notiek vienvirzienā bez centrālā dobuma, ar uzlabotu homogenitāti. Iespējama ķīmiska attīrīšana, piemēram, izmantojot kalciju saturošus aktīvus sārņus, kā arī CP titāna deoksidācija, mainot sārņu sastāvu. Slāpekļa piemaisījumu strukturāla attīrīšana var tikt panākta pielietojot elektrosārņu pārkausēšanu. Apzinātas industriāli pielietojamas sārņu sistēmas elektrosārņu pārkausēšanas procesos, veikta sārņu kompozīciju sākotnēja atlase turpmākam darbam.

Titāna iegūšanas no TiCl_4 paņēmieniem un metodēm, izņemot Krola metodi, kuri ir uzskaitīti literatūras apskatā, netika atrasts praktiskais pielietojums, tāpēc mums šajā projektā ir iespēja izstrādāt titāna iegūšanas no TiCl_4 paņēmieni, kā alternatīvu Krola metodei.

3. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas blokshēma.

Saskaņā ar projekta plānu 1. aktivitātes realizēšanai jāizstrādā Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas prototips. Lai to veiktu tika apzinātas esošās Ti iegūšanas tehnoloģijas un iekārtas.

Ņemot par pamatu visplašāk pielietojamo Krola procesu tika izstrādāta eksperimentālās iekārtas blokshēma, zīm.3.1.



Zīm. 3.1. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas blokshēma.

Ti/TiA, eksperimentālās iekārtas blokshēma ietver sevī sekojošus mezglus un mehānismus:

Reaktors – tas ir ūdens dzesējamais kristalizators ar atverēm elektroda un aizmetņa padevei tajā, TiCl_4 iesmidzināšanai un šķidrā *flux* (CaF_2), šķidrā magnija vai nātrija un alumīnija ievadīšanai tajā.

Elektrods – ūdensdzesējams, nomaināms, atkarībā no eksperimenta mērķiem izlietojams titāna elektrods (var tikt nomainīts uz neizlietojamu volframa).

Elektroda padeves mehānisms ļauj pārvietot elektrodu reaktorā, nodrošinot drošu elektrisko kontaktu ar *flux* un aizmetni.

Aizmetnis ir titāna stienis, kas hermētiski ievietots reaktorā.

Aizmetņa padeves mehānisms ļauj pārvietot aizmetni, mainot aizmetņa līmeni reaktorā.

Šķidrā alumīnija – tiek padots reaktorā ar dozatora palīdzību TiAl sakausējuma iegūšanai.

Šķidrā TiCl_4 tiek padots reaktorā ar dozatora palīdzību lai reducētu reaktorā titānu no TiCl_4 ar metāla reducētāja palīdzību.

Šķidrā nātrijs vai magnijs tiek padots reaktorā ar dozatora palīdzību lai reducēt reaktorā titānu no TiCl_4 kā metāls reducētājs.

Parametru reģistrēšanas bloks ir – mērīšanas lineāls ar datoru, uz kura tiek izvadīti eksperimentālā procesa parametri (temperatūra, spiediens, vakuums, patēriņš).

Šķidrā CaF_2 – *flux* tiek padots reaktorā elektrosārņu pārkausējuma procesa sākumā lai nodrošināt *flux* vannu.

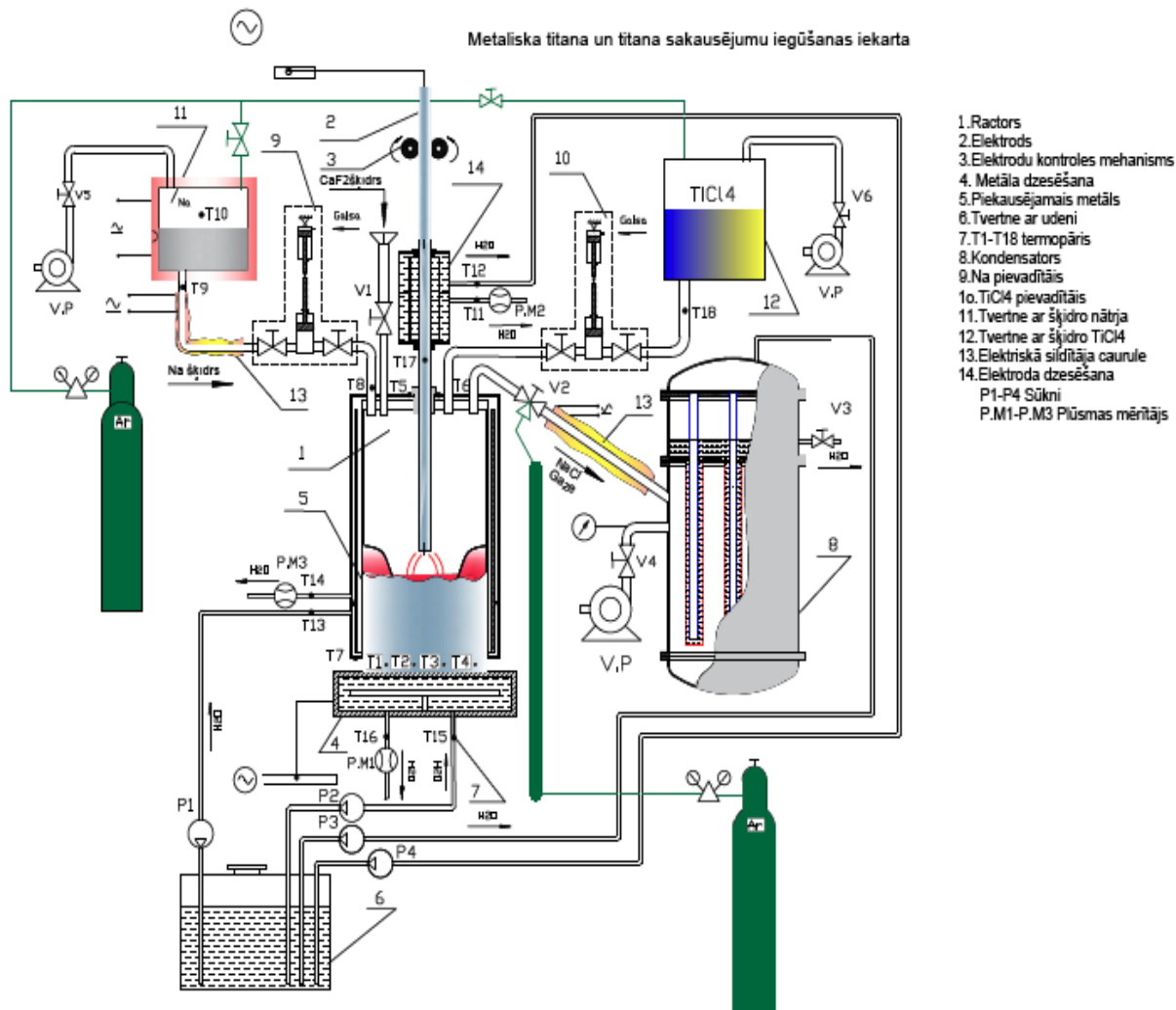
Kondensātors – ir savienots ar reaktoru lai nodrošinātu periodisku atsūkņēšanu no reaktora TiCl_4 un metāla reducētāja reakcijas produktu – metāla reducētāja hlorīdu.

Vakuuma sūkņš nodrošina kondensatorā vakuumu, kas ir nepieciešams TiCl_4 un metāla reducētāja reakcijas produktu atsūkņēšanai no reaktora kondensatorā.

Barošanas bloks – ir elektriskās strāvas transformators, kas nodrošina elektrosārņu pārkausēšanas procesu reaktorā.

4. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas principiālā shēma.

Lai veiktu attiecīgus rūpnieciskos pētījumus un izstrādātu jaunu tehnoloģiju titāna un tā sakausējumu iegūšanai, kas balstīta uz Krola un elektrosārņu pārkausēšanas procesiem, ir jāizprojektē un jāizgatavo eksperimentālā iekārta. Pirms iekārtas tehniskā projekta izstrādāšanas, ņemot par pamatu blokshēmu, izstrādāta eksperimentālās iekārtas principiālā shēma, zīm.4.1. kurā ietvertas visas galvenās pamatsistēmas.



Zīm. 4.1. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas principiālā shēma.

Iekārta tiek projektēta morfoloģisko nogulsējumu izpētei, kas veidojas iegūstot Ti vai TiAl sakausējumu ar elektrosārņu pārkausēšanas palīdzību, kas ir reducēts no titāna tetrahlorīda ar metāla reducētāja palīdzību, vai TiAl sakausējuma gadījumā, Al tiek ievadīts reaktorā cietā vai šķidrā veidā.

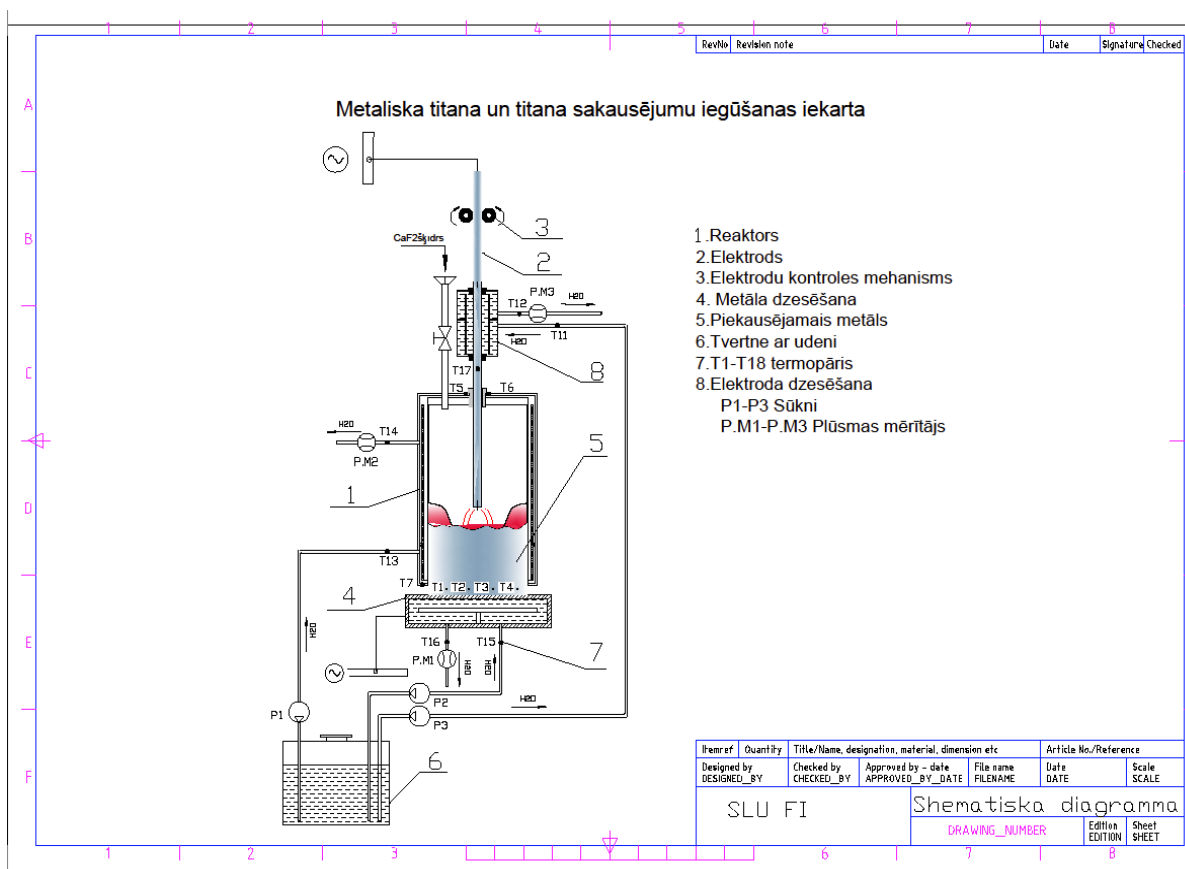
Iekārta sastāv no vairākām neatkarīgām sistēmām, kas darbojas kopā lai veidotu kopējo Ti vai TiAl sakausējuma iegūšanas procesa ķēdi.

Iekārtas pamatā ir ūdensdzesējamais reaktors, kurā tiek ievietots Ti aizmetnis, ievadīti vai iebērti virs titāna aizmetņa kušņi (*flux*), kuri tiek uzkarsti līdz vajadzīgai temperatūrai kopā ar Ti aizmetņa izkušānu. Pēc tam Ti vai TiAl sakausējuma iegūšanai reaktora tiek iesmidzināts TiCl₄ un ievadīts metāla reducētājs, bet atjaunošanas reakcijas produkts – metāla reducētāja hlorīds tiek izvadīts no reaktora. Reaktorā notiekošie procesi tiek uzturēti ar elektroda palīdzību. Tas pakāpeniski tiek ievadīts reaktorā. Strāvu elektrodam pievada no jaudīga (10kW) barošanas avota. Tādā veidā reaktorā tiek realizēta divu procesu (Krola un elektrosārņu pārkausēšanas) kombinācija, kuras rezultātā tiek iegūts titāns vai papildus ievadot alumīniju, titāna – alumīnija sakausējumu. Būtisku lomu spēlē reaktora ūdens dzesēšanas sistēma. Tās uzdevums ir uzturēt reaktoru, elektrodu un kristalizatoru darba stāvoklī pie vajadzīgās temperatūras un nepieļaut atsevišķu mezglu pārkaršanu.

5. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa izstrādāšana.

Kā redzams no iepriekšējās sadaļas Ti/TiAl iekārtas principiālā shēma ir ļoti sarežģīta. Pie tam, lai elektrosārņu pārkausēšanas process noritētu, reaktorā jānodrošina temperatūra $1600 - 1700^{\circ}\text{C}$ un jāievada tanī attiecīgas reaģējamo materiālu komponentes. Tāpēc, pirms galīgas iekārtas tehniskā projekta izstrādāšanas, paredzēts izgatavot reaktora modeli un uz tā atstrādāt pamatrežīmus titāna un tā sakausējumu iegūšanai ar mērķi ienest attiecīgas korekcijas iekārtas tehniskajā projektā pirms tās realizēšanas metāla izstrādājumā.

Izejot no iepriekš teiktā tika izstrādāta vienkāršota reaktora modeļa principiālā shēma, zīm. 2.1. un attiecīgs eksperimentu plāns.



Zīm. 5.1. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa principiālā shēma.

Kā redzams no zīm. 5.1. reaktors ietver sevī elektrodu ar tā padeves mehānismu, kušņu ievadīšanas sistēmu, ūdens dzesēšanas sistēmu, un barošanas un kontroles blokus. Eksperimentu mērķis ir izpētīt un atrast optimālus režīmus titāna pilienu (kuri atdalījušies no elektroda), caurplūdei cauri izkausētam un uzkarsētam līdz 1700°C kušņu (flux) slānim un to nosēšanos uz izkausētās titāna aizmetņa virsmas, kas atrodas zem izkausētās kušņu - *flux* kārtas.

5.2. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa siltumaprēķins.

Tika veikts tuvināts siltumaprēķins. Tā rezultātā tika noteikts siltuma daudzums, kas nepieciešams titāna sagataves, daļas titāna elektroda uzsildīšanai un izkausēšanai, kā arī kušņa CaF_2 izkausēšanu, lai radītu reaktorā kušņu vannu. To nodrošina elektrokausēšanas procesa barošanas avots. Siltumapmaiņas (starp izkusušo titāna sagatavi, šķidro kušņu masu un kristalizatora sienām) rezultātā šo procesu pavada visa kristalizatora uzsildīšana. Uzsildīšanas intensitāte samazinās, veidojoties uz kristalizatora sienām cietam kušņa CaF_2 slānim, kā arī temperatūru starpībai starp izkusušo CaF_2 slāni un dzesējamo reaktora sienīgu. Tas ļauj ar samērā nelielu kristalizatora dzesēšanai izmantojamo ūdens daudzumu uzturēt kristalizatora sienīgu temperatūru drošās robežās - 500°C .

Izvērtēsim barošanas avota jaudu 1 sekundē pie strāvas 500A un sprieguma 20V un izteiksim džoulus - J kilokalorijās - kkal.

$$P = I * U$$

$$P = 500\text{A} * 20\text{V} = 10000\text{W} = 10\text{kW}$$

$$T = 1\text{s}$$

$$Q = P * T = 10\text{kW} * 1\text{s} = 10\text{kJ}$$

$$Q = 10\text{kJ} = 2,386\text{kkal}$$

$$Q = 2,386\text{kkal} = 2386\text{ kal},$$

t. i. – 1 sekundē barošanas avots uzsilda 2386 g ūdens H_2O par 1°C .

No tā izriet secinājums, ka maksimālais kristalizatoram pievadāmais ūdens daudzums ir 2386 g sekundē vai 14,28 litri minūtē. Tik liela ir maksimālā nepieciešamā ūdens sūkņa jauda titāna elektrokausēšanas procesam šķidra kušņa vannā. Reālajā procesā ūdens sūkņa jauda 14.28 litri minūtē būs par lielu. To vajadzēs regulēt samazināšanas virzienā, lai novērstu titāna un CaF_2 sacietēšanu reaktorā.

Novērtēsim elektrokausēšanas procesa ilgumu līdz uzdotās temperatūras sasniegšanas brīdim.

$$Q_{\text{barošanas avota}} = 10\text{kJ}$$

$$Q_{\text{sild}} = Q_{\text{titāna}} + Q_{\text{CaF}_2} + Q_{\text{kristalizatora}}$$

$$T_{\text{sild, s}} = Q_{\text{barošanas avota}} * X_{Ts}$$

$$Q_{\text{sild}} = 289,77\text{kJ} + 683\text{kJ} + 2808,88\text{kJ} = 3781,65\text{kJ}$$

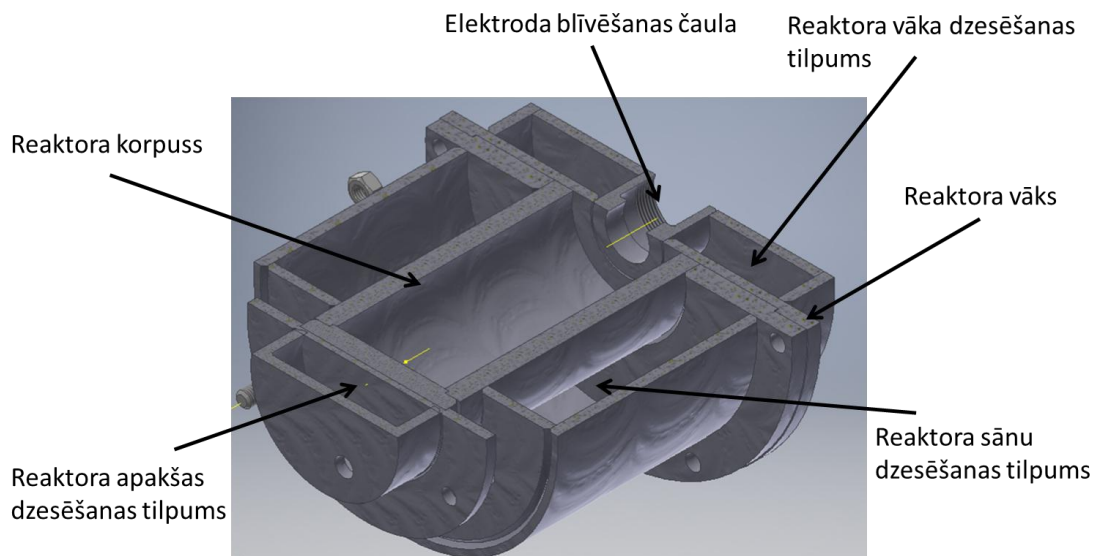
$$T_{\text{sild}} = 3781,65\text{kJ}/10\text{kJ} = 378\text{ s}$$

$$T_{\text{sild}} = 6,3\text{ min.}$$

Tā kā mēs aprēķinos neņemam vērā kristalizatora siltumatdevi caur gāzi, t.i. – uzsildīšanas aprēķins veikts procesam vakuumā, reālais laiks titāna sagataves, titāna elektroda, kušņu vannas un reaktora novešanai līdz norādītajām temperatūrām palielināsies. Par cik? Tas tiks izvērtēts plānotos termodinamiskos aprēķinos, ka arī noiteikts eksperimentāli.

5.3. Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa tehniskais projekts.

Kā jau iepriekš minēts, sākotnējā eksperimentā tiks atstrādāti pārkausēšanas režīmi, pārkausējot definētu pārkausējamā Ti elektroda daļu un tā filtrāciju cauri kušņu slānim. Ta realizēšanai tika izstrādāts Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa tehniskais projekts. Modeļa galvenās sastāvdaļas parādītas zīm. 5.1.



Zīm. 5.1. Salikts reaktora korpus ar dzesēšanas tilpumiem

Eksperimenta laikā reaktorā atradīsies inertā gāze Ar, kas aizsargās eksperimenta reaģentus no oksidēšanās. Pēc eksperimenta reaktors tiks atdzesēts, izjaukts un tiks izņemta pārkausētā sagatave un veikta parauga un kušņu ķīmiskā un metalogrāfiskā analīze, lai noteiktu piemērotāko kušņu materiālu, elektriskā loka parametrus un dzesēšanas sistēmas darbības parametrus. Tālāk reaktors tiks modificēts, lai tajā varētu ievadīt reaģentus Ti nepārtarukta iegūšanas procesam – Mg vai Na un TiCl_4 .

6. Ti/TiAl paraugu sastāva analīžu metodikas izstrādāšana.

6.1. Modelēšanas eksperimentu sagatavošana

Sākta modelēšanas eksperimentu plānošana un sagatavošana materiālu raksturlielumu un siltuma un masas pārnese procesu izpētei sārņu vannā. Tika veikta rīcībā esoša materiāltehniskā aprīkojuma apzināšana un sagatavošana darbam, nepieciešama aprīkojuma atkonservēšana un iepirkumu sagatavošana. Uzsākta mufelkrāsns MII-2YM atkonservēšana un sagatavošana siltuma un masas pārnese eksperimentu veikšanai. Modelēšanas eksperimenta sagatavošanas gaitā procesu izpētei veikta MII-2YM darba vietas sagatavošana, ventilācijas sistēmas, komunikāciju plānošana. Sāktā digitālā regulatora uzstādīšana. Inertās gāzes padeves/vakuuma nodrošināšanai modelēšanas eksperimentos, uzsākta vakuumiekārtas BYII-4 atkonservēšana, tās pieslēgumu komunikācijām plānošana un sagatavošana, pieslēgšana un iekārtas palaišana, veikta BYII-4 iekārtas vakuuma sensoru pārbaude. Veikta termostata SSVT diagnostika, parauga temperatūras regulēšanas laboratorijas ierīces sagatavošana darbam, laboratorijas ierīces temperatūras sensora pārbaude, parauga temperatūras regulēšanas laboratorijas ierīces darbības analīze.

Veikta projekta paraugu analīzēm nepieciešamās aparatūras – rentgendifraktometra un rentgenfluorescences spektrometra apkope, kalibrēšana un sagatavošana darbam ar projekta paraugiem. Sagatavoti rentgendifraktometra galvenie funkcionālie elementi - paraugu turētājs, darba kameras iekšpuse, sliede. Pārbaudīta dzesēšanas ūdens sistēma, rezervuāri un pievadi. Pārbaudīta aparāta gatavība darbam, uzņemot rentgenogrammu sagatavotām kalibrēšanas

paraugu sērijām – SRM, identificētās sārņu kompozīcijas uz kalcija fluorīda pamata, titāna pulveri, variējot relevantu piemaisījumu saturu, hlorīdu paraugi, tērauda un volframa paraugi u.c. Noteiktās kalibrēšanas parametru sērijas darbam ar paraugiem projekta ietvaros. Veikta rentgenfluorescences spektrometra SA PIONEER (Bruker AXS GmbH) darbības pārbaude un sagatavošana darbam, tā ārējo funkcionālo mezglu – mērīšanas kameras, paraugu ievietošanas bloka sakopšana.

Tā kā paredzētajos modeļeksperimentos ir ļoti svarīgi noskaidrot piemaisījumu un oksīdu izcelsmi reakcijas produktos, veikta kušņu izejvielu (tehnisko produktu) kalcija fluorīda, nātrija hlorīda un magnija hlorīda elementanalīze. Lai izslēgtu kristālhidrātu klātbūtnes iespēju, kā arī droši identificētu kalcija fluorīdu kā individuālu savienojumu (elementanalīzē elementu fluoru pulverveida paraugiem nevar noteikt aparātūras konstrukcijas ierobežojumu dēļ), uz difraktometra D8ADVANCE (Bruker AXS GmbH) uzņemtas pulveru difraktogrammas minētajiem izejvielu paraugiem. Veikta difraktogrammu atšifrēšana un analīze, balstoties uz ICDD PDF2 datu bāzes.

Sagatavotas vairākas modeļparaugu sērijas mērījumu un datu analīzes metodiku atstrādāšanai,

6.2. Zināšanu pārnese.

Iegūtie rezultāti, literatūras avoti, darbs projekta aktivitātēs regulāri apspriesti projekta semināros un sēdēs, apspriešana tiek protokolēta. Notiek ziņojumu sagatavošana starptautiskām konferencēm lai nodrošinātu projekta iznākuma rādītāja Nr. 13 „Citi pētījuma specifiskai atbilstoši projekta rezultāti (t.sk. dati), kas papildina rezultātu rādītājos Nr. 2., 3.1., 4., 5. minēto rezultātu” sasniegšanu. Projekta pirmo 3 mēnešu rezultāti tiks prezentēti „Modelling for Materials Processing” MMP-2017 konferencē, kur pieteikti 2 zinātniskie referāti, kā arī ziņoti „Materials Science and Applied Chemistry” MSAC-2017 konferencē (1 referāts).

7. Secinājumi.

- Veikts plašs literatūras apskats, kurā atainotas vairākas (Krola, Hantera u.c.) metodes un tehnoloģijas metāliskā titāna iegūšanai;
- Dota ieskice statisko un dinamisko modelēšanas situāciju izpētes matemātiskā modeļa formulēšanai;
- Izstrādātas Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas blok- un principiālās shēmas;
- Izstrādātas Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa principiālā shēma, tehniskais projekts un veikts tā tuvināts siltumaprēķins;
- Apzināta iespēja un veikta attiecīgas aparātūras un iekārtu profilakse Ti paraugu, kušņu, elektroda ķīmiskā sastāva analīzei;
- Tiek gatavotas trīs prezentācijas starptautiskās konferencēs.

8. Literatūras saraksts.

Šajā periodā analizēta literatūra:

1. G. Lutjering J.C.Williams. Titanium. Springen, 2003.
2. Sandler V.A. VAMI Reports, 1961, no. 47, p. 106.

3. Garmata V.A., et al. Titanium. (Moscow, Metallurgiya, 1983, 559 p.).
4. Sergeev V.V., et al. Titanium Metallurgy. (Moscow, Metallurgiya, 1971, 320 p.).
5. Tarasov A.V. Titanium Metallurgy. Moscow, Academkniga, 2003, 328 p., ill.
6. JANAF Thermochemical Tables Third Edition. M. W. Chase, Jr., C. A. Davies, J. R. Downey, Jr., D. J. Frurip, R. A. McDonald, and A. N. Syverud. J. Phys. Chem. Ref. Data, Vol. 14, Suppl. 1, 1985
7. Kroll W. J., Transactions of the American Electrochemical Society, 78, 36, 1940, Titanium. German Patent 674625, April 18, 1939, "Production of Pure Titanium from Titanium Tetrachloride".
8. Pafemovs O. u.c., Metalurģijas aktuālās problēmas, Novosibirska, Zin. Akad. Izd. 2008, 87-155
9. Efremovs B. u.c., Metalurģijas mūsdienų paņēmieni, Maskava, Jaun. tehn. 2004, 140-156
10. Kalanis A. u.c., Titāna aerosola reaktora modelēšana un vadība, Aer. Zin. Tehn. 32, 2000, 369
11. Pačeders J. u.c., Plazmas ierosināta titāna nitrīda nogulsnešana no titāna tetrahlorīda līdzstrāvas mirdzizlādē – hlora satura pārbaude un gāzes stāvokļa sabiezēšana, Pl. Ķīm. Pl. Apstr. 16, 1996, 341
12. Dufo D. u.c., Nanomēroga nesalīpušas neoksidētas daļiņas no nātrija līdztecēšanas liesmas, Degšana u. Liesma 100, 1995, 350
13. Ahtars M. u.c., Titāna pulveru ar alumīnija piemaisījumiem gāzes stāvokļa sintēze, Mat. Pēt. Žurn. 9, 1994, 1241
14. Ahtars M. u.c., Titāna pulveru gāzes stāvokļa sintēze pielietojot titāna tetrahlorīda oksidēšanu, Aer. Zin. Žurn. 22, 1991, 35
15. Kubiševskis O. u.c., Veidošanas siltumi titāna-alumīnija un titāna-dzelzs sistēmās, Met. Mat. 3, 1955, 339
16. Dakuort U., Hoil D., Elektrošlakovij pereplav, Moskva, „Metalurgija”, 1973, 173 lpp.
17. Marmer E.N., Gurvič O.C., Maljceva L.F., Visokotemperaturnije materiali, Moskva, „Metalurgija”, 1967, 205 lpp.
18. Lebedev V.A., Rogožnikov D.A. Titāna metalurģija. Ekaterinburg, UMC UPI, 2015, 194, nod.1, lpp. 7- 61.
19. Evdokimiv V.I., Krenev V.A. Nepārtrauktā titāna ražošana magnijtermiskā procesā. Krāsainie metāli, 2002, 9, lpp. 69-72.
20. Thomas M., Bacos M. P. Processing and characterization of TiAl-based alloys: towards an industrial scale. J. Aerospace Lab, 2011, 3, pp. 1-11.
21. Withers J.C., Shapovalov V., Storm R., Loutfy R.O. The production of Titanium alloy powder. Key Eng. Mater., 2013, 551, pp. 32-36.
22. Sohn H.Y. and Paldey S. Synthesis of Ultrafine Particles of Intermetallic Compounds by the Vapor-Phase Magnesium Reduction of Chloride Mixtures: Part I. Titanium Aluminides. Metallurgical and Materials Transactions B, 1998, 29B, pp.457-464.
23. K. C. Millls, B.J. Keene, Physicochemical properties of molten CaF₂-based slags, International metals. Reviews, 1981, 1, pp.21-69.