

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



Latvijas Universitātes

Fizikas Institūts

EIROPAS REĢIONĀLĀS ATTĪSTĪBAS FONDS

**Elektrosārņu process labākai titāna
nogulsņējumu morfoloģijai**

**Projekts Nr. 1.1.1.1./16/A/85
(Progresā ziņojums - 6)**

2018

01.04. –31.07.

Projektā piedalās:

1. Platacis Ernests*
2. Kravalis Kalvis
3. Kārlis Gailītis
4. Linards Goldšteins
5. Mihails Majorovs
6. Blumbergs Ervīns
7. Kaļņickovs Vadims
8. Serga Vera
9. Krūmiņa Aija
10. Ivanovs Sergejs
11. Sudņikovičs Sergejs
12. Šints Viesturs
13. Andrejs Šiško
14. Kaldre Imants

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

e – pasts: erik@sal.lv

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

e – pasts: maija.broka@lu.lv

Projekta 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 8 ziņojumiem starptautiskās konferencēs.

Aktivitāte Nr. 1. Tehnoloģijas prototipa izstrāde, integrējot galvenās tehnoloģiskās komponentes.

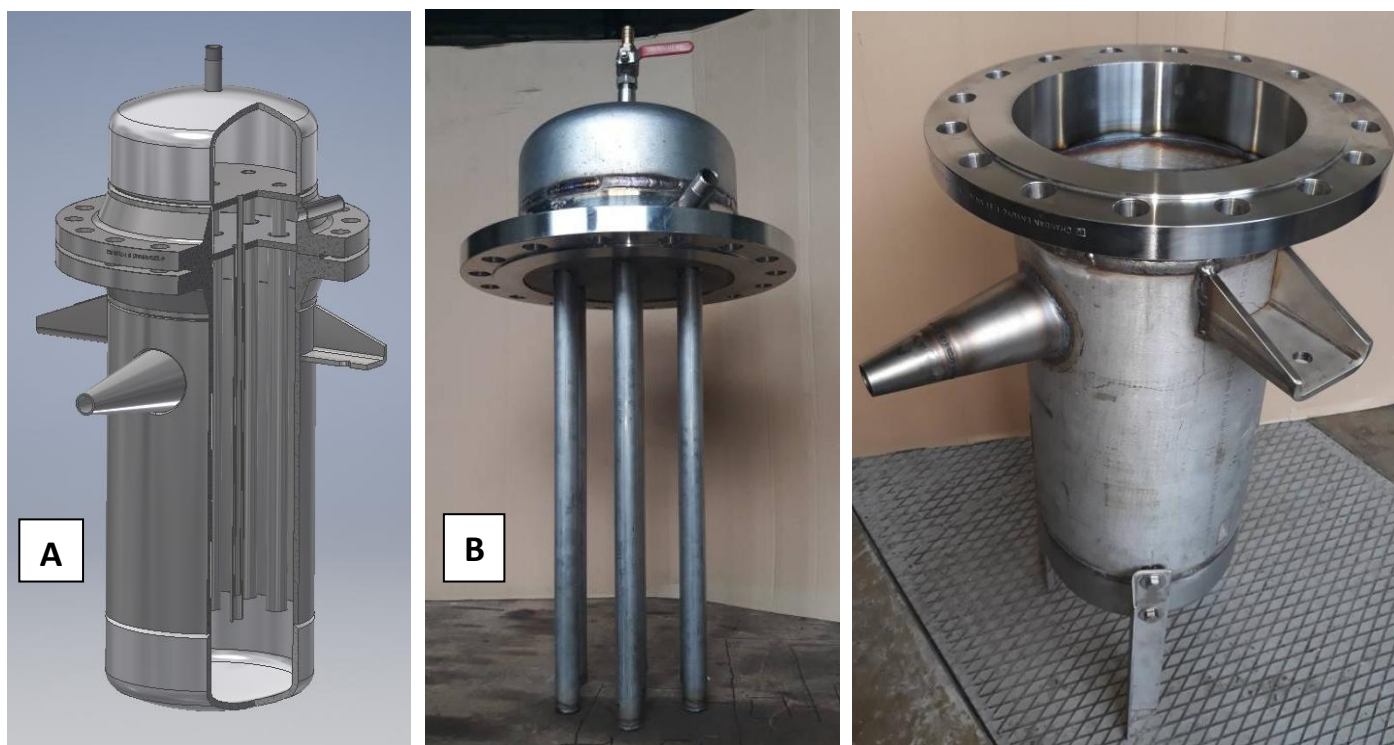
Projekta 6.etapa laikā praktiski tika veikta materiālu un komponentu iepirkumu lielākā daļa.

Tajā skaitā:

- konstrukcijas materiāli (nerūsējošā tērauda loksnes, profili, elementi; vara, niobija, alumīnija elementi);
- vakuumiekārtas un elementi (vakuumsūkņi, ventiļi, cauruļu savienojumelementi);
- rentgena fluorescences analizators EXPLORER 5000;
- LABVIEW komponentes (mērkartes);
- termopāri un kabeli u.c. materiāli un komponentes.

Tas deva iespēju uzsākt darbus pie elektrosārņu eksperimentālās iekārtas mezglu izgatavošanas un montāžas. Jāatzīmē, ka, izejot no saņemto materiālu un komponentu specifikācijas, bija daļēji jārevidē arī tehniskais projekts (stenda rāmis, kondensators, dozatori).

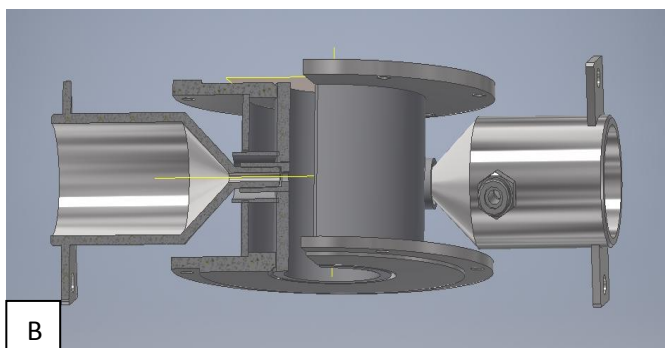
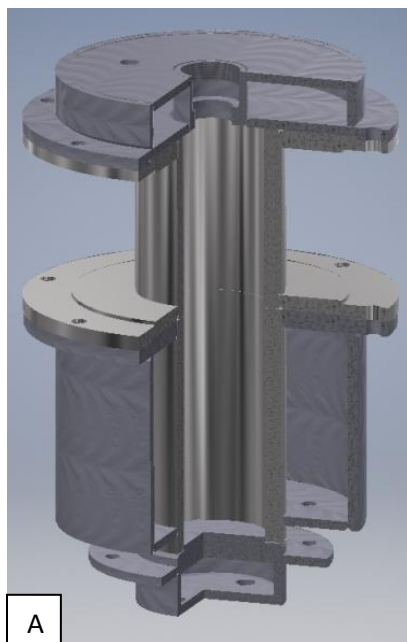
Pašlaik izgatavots un samontēts viens no darbietilpīgākajiem Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas prototipa mezgliem, proti – kondensators, zīm.1.1. 1.2., rekonstruēts reaktors eksperimentiem jau ar reālajām titāna iegūšanas komponentēm (Na (Mg), CaF_2 kušņiem un TiCl_4), zīm.1.3., Tiek montēts stenda rāmis un aprīkots barošanas bloks.



Zīm. 1.1. Kondensators; A- kondensatora principiālā shēma, B – kondensatora galvenie elementi – dzesēšanas dubultcauruļu sistēma un korpuss.



Zīm. 1.2. Kondensators montāžas procesā.



Zīm.1.3.Reaktors (A) ar papildus ieliktni (B) un dozatoru (C).

Aktivitāte Nr.3. Mērījumi, modelēšana un raksturošana. Titāna elektrosārņu kausēšanas matemātiskā modelēšana

Paralēli mehāniska rakstura darbiem uz eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa pēdējo triju mēnešu laikā tika veikti 6 eksperimenti (sk. aktivitāti 3) un turpināti aprēķini iekārtas matemātiskā modeļa aprakstam.

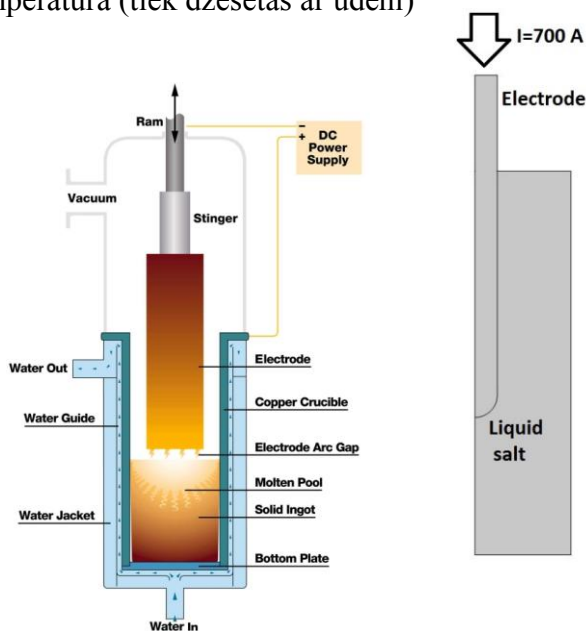
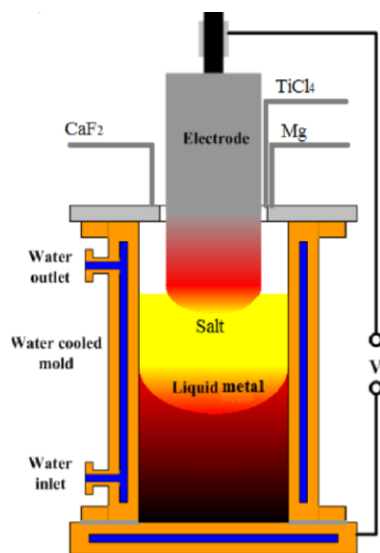
Imants Kaldre (06.2018)

3.1. Numerical model of electroslag melting

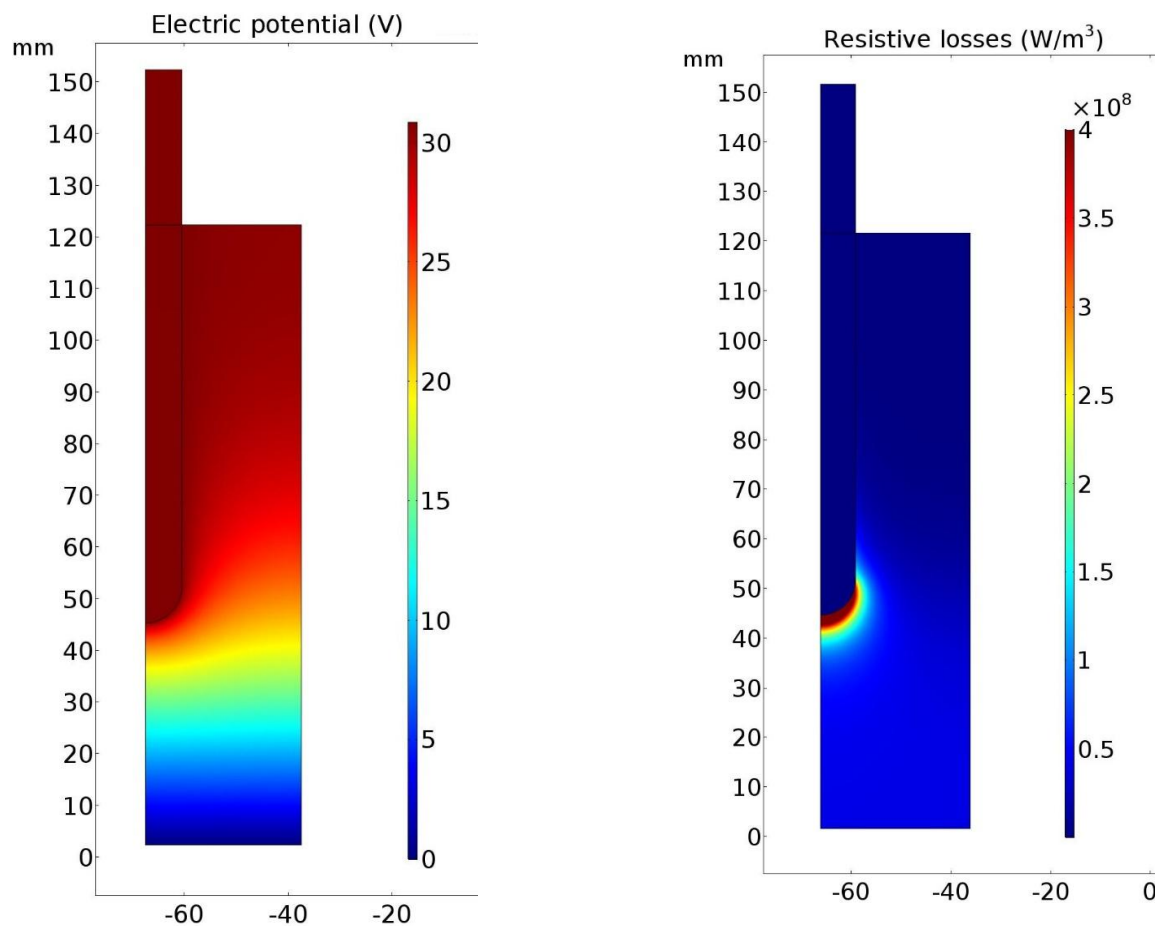
Veikti skaitliskie aprēķini ar programmu Comsol 5.3. Līdz šim izstrādāti skaitliskie modeļi maza mēroga modeļa eksperimentam. Iepriekš veiktie skaitliskie modeļi apraksta elektriskās strāvas un potenciāla sadalījumu reaktorā, kā arī izdalīto Džoula siltumu un temperatūras sadalījumu pie nosacījuma, ka fiksēta reaktora sienu temperatūra. Veikti arī aprēķini šķidro kušņu plūsmai reaktorā, kuru izraisa lokāla siltuma izdalīšanās elektroda tuvumā. Šī iemesla dēļ rodas ievērojamas temperatūras atšķirības, kuras izraisa intensīvu konvektīvo kustību. Tādēļ notiek temperatūras pārdalīšanās reaktora kamerā. Tāpat konvektīvās kustības galvenais cēlonis ir kušņu blīvuma izmaiņa atkarībā no temperatūras. Parādīts, ka jau pie samērā mazas šķidruma plūsmas konvektīvā siltuma pārnese ir dominējošais siltumpārnese mehānisms starp elektrodu un sienu. Ir arī citi mazāk nozīmīgi kustības cēloņi, kā piemēram kustība strāvas un tās radītā magnētiskā lauka mijiedarbības dēļ. Aprēķināts arī strāvas magnētiskais lauks un tā mijiedarbības spēks ar strāvu elektrodā un šķidrajos kušņos.

Skaitliskā modeļa pieņēmumi:

- Cilindriska kamera $D=60$ mm, $H=120$ mm pilnībā aizpildīta ar šķidriem kušņiem;
- Volframa elektrods $d=14$ mm iegremdēts kušņos 50 mm no kameras apakšas;
- Kameras ārējās sienās ir fiksētā 100 C temperatūra (tiek dzesētas ar ūdeni)

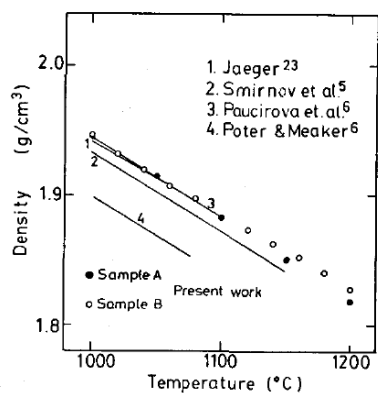


Zīm.3.1.1. Shematisks reaktora attēls. Aksiāli simetrisks šķērsgriezums, kas parāda šķidrajos kušņos iemērtu elektrodu

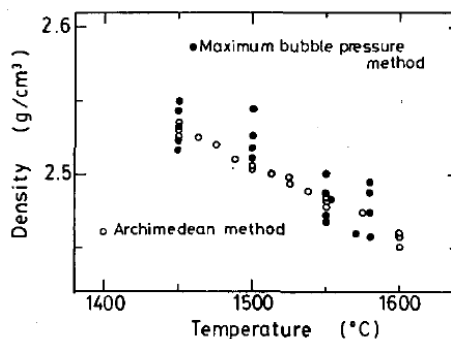


Zīm. 3.1.2. Elektriskā potenciāla sadalījums reaktorā un izdalītais siltuma jaudas blīvums pie elektroda strāvas 700A

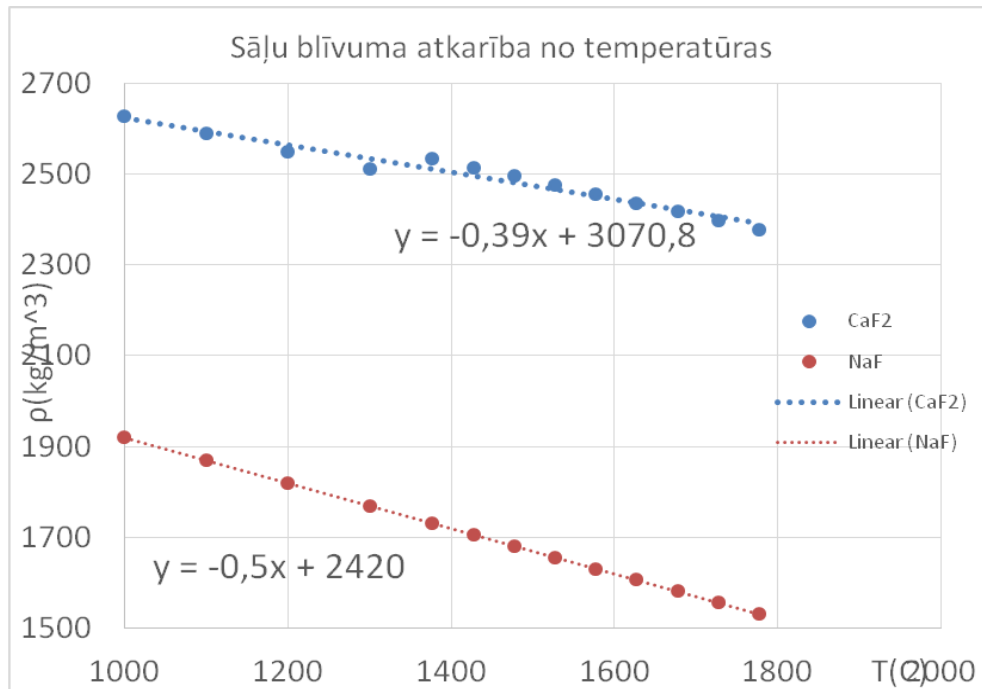
Kopējā izdalītā jauda saskaņā ar eksperimentāli nomērītajiem parametriem (700 A, 27 V) ir ap 20 kW. Jaudas blīvums ir lokalizēts tieši zem elektroda, jo kušņiem un elektrodam ir būtiski atšķirīgas elektrovadītspējas. Šāda jaudas sadalījuma dēļ temperatūras maksimums atrodas zem elektroda. Blīvums ir atkarīgs no temperatūras Zīm. 3.1.3



Comparison of density of molten NaF compared with available data.



Comparison of density of molten CaF_2 measured by the Archimedeian method with that by the maximum bubble method.



Zīm.3.1.3. Šķidro kušņu (sāļu) blīvuma atkarība no temperatūras. Modelī izmantotas lineāras aproksimācijas:

$$\text{CaF}_2 = 3070 - 0.39 \cdot T, \text{NaF} = 2420 - 0.5 \cdot T$$

Aprēķinātais ātruma sadalījums cilindriskā reaktorā parādīts Zīm.4. Redzams, ka neatkarīgi no elektroda izvietojuma šķidruma pacelšanās notiek gar elektrodu, tad tas atdziest un gar ārējo ūdens dzesējamo sienu atkal nogrimst. Kustības ātrums ir ap 6 mm/s, bet tas būtiski izmaina temperatūras sadalījumu kamerā un jau pie šāda ātruma konvektīvā siltumpārnese ir dominējošā. Kustību raksturojošais Reynoldsa skaitlis ir 23, tādēļ kustības precīzam aprakstam var tikt izmantots laminārais tuvinājums.

Attiecību starp konvektīvo un konduktīvo siltumpārnesei raksturo Nusselta skaitlis.

$$Nu_L = \frac{hL}{k}$$

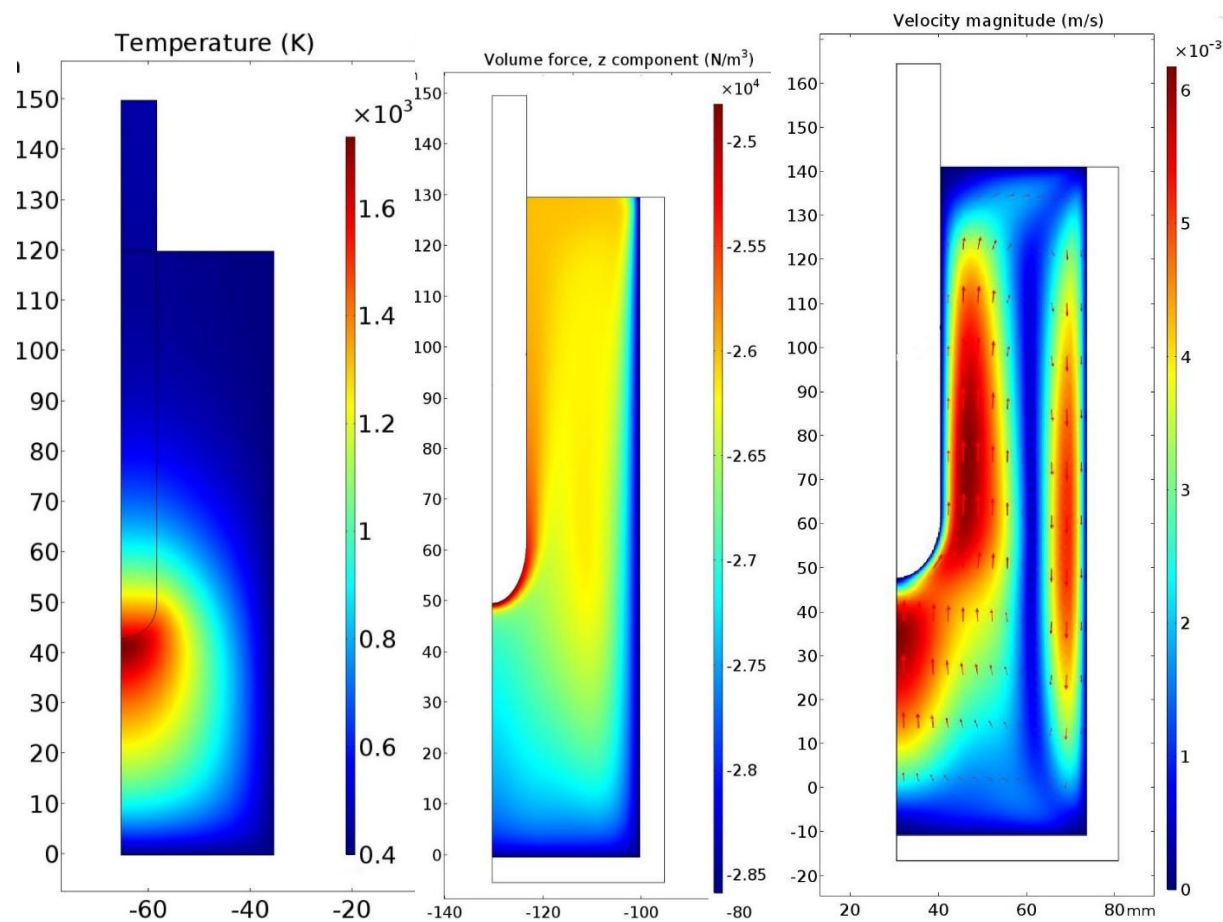
kur k ir siltumvadītības koeficients, h ir siltumpārnese koeficients. Nu brīvai konvekcijai var tuvināti izteikt ar Prandtla un Releja skaitļiem.

$$\overline{Nu}_L = 0.68 + \frac{0.67 Ra_L^{1/4}}{[1 + (0.492/Pr)^{9/16}]^{4/9}}$$

Prandtla skaitlis $Pr = c_p \mu / k = 1600 \cdot 0.02 / 1 = 32$

Releja skaitlis brīvai konvekcijai gar karstu sienu $Ra = \frac{gc\beta\Delta T\rho^2l^3}{\mu k} = 4 \cdot 10^6$

Nu=43, kas norāda, ka dominējoša ir konvektīvā siltumpārnese.

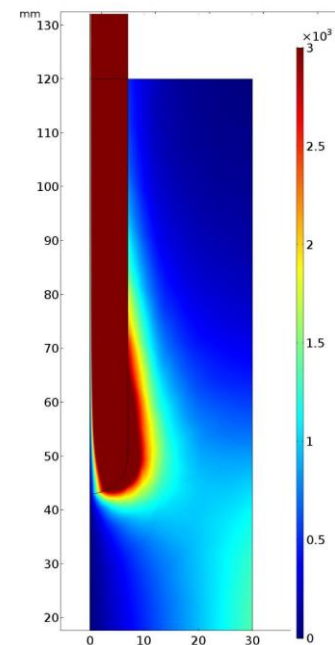
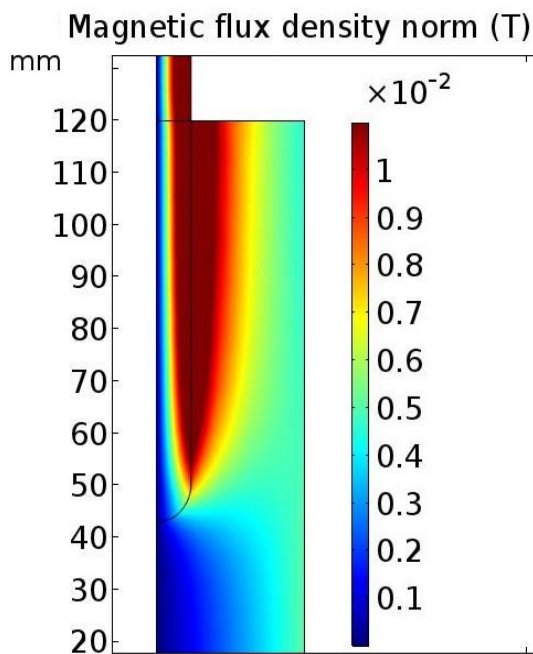


Zīm.3.1.4. Temperatūras sadalījums eksperimentālajā kamerā, spēka blīvuma sadalījums, ko rada dabīgā konvekcija. Ātruma sadalījums reaktora kamerā

Materiālu īpašības šķidrajiem sāļiem kušanas temperatūrā.

Tabula. 3.1.1.

Symbol		CaF2 (solid)	CaF2(liquid)	NaF (liquid)	Titanium	AISI304 steel	Unit
ρ	Density	3100	2500	1948	4500	7900	kg/m ³
c	Specific heat	1690	1280	1620	600	480	J/kg·K
k	Thermal conductivity	1	1	1.26	20	15	W/m·K
σ	Electric conductivity		150	500	$2.3 \cdot 10^6$	$1 \cdot 10^6$	Sim/m
μ	Viscosity		0.015	0.019			Pa·s
η	Surface tension		0.285				N/m
h	Heat of fusion				$3 \cdot 10^8$		J/kg



Zīm.3.1.5. Strāvas radītais magnētiskais lauks un spēka blīvums

Zīm.3.1.5. parādīts magnētiskā lauka sadalījums, ko ap sevi rada caur elektrodu un kušņiem plūstošā strāva. Magnētiskais lauks ir vērsts azimutālā virzienā apkārt strāvai. Magnētiskais lauks mijiedarbojoties ar strāvu rada papildus spēku, kurš var novest pie kušņu kustības (elektrovirpuļplūsma). Zīm.3.1.5b parādīts spēka sadalījums $\mathbf{j} \times \mathbf{B}$. Spēks šajā gadījumā ir vērsts radiāli uz centru. Maksimālais spēka blīvums ir 3000 N/m^3 , kas ir mazs salīdzinot ar gravitāciju un brīvās konvekcijas spēku, kuri ir apmēram 10 reizes lielāki.

3.2. Reaktora dzesēšanas sistēmas izvērtējums

Kārlis Gailītis, 04. 07.2018

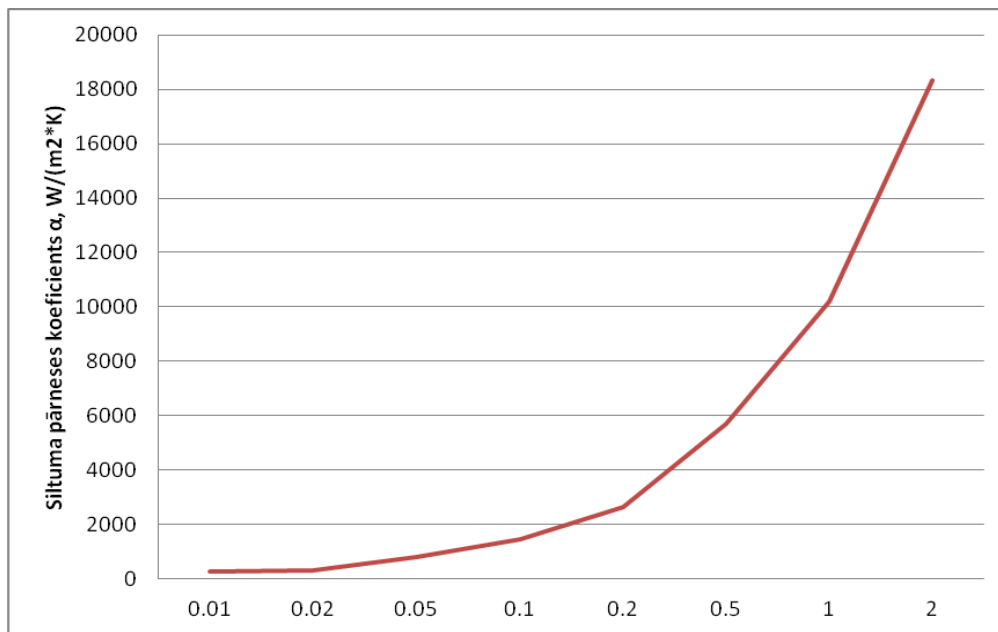
Elektrosārņu pārkausēšanas procesa COMSOL modelēšanas mērķiem tika apkopoti literatūrā pieejamie CaF_2 un NaCl kušņu fizikālo īpašību – siltumvadītspējas, siltumietilpības, blīvuma un elektrovadītspējas eksperimentos fiksētie dati un šo īpašību atkarību no temperatūras raksturojošās empīriskās formulas. Dažiem no elektrosārņu procesa modelēšanai būtiskiem parametriem, piemēram šķidra CaF_2 siltumvadītspējai dažādu autoru eksperimentos fiksēto mērījumu rezultāti atšķiras pat par vairākiem kārtas lielumiem – no 0,05 līdz $3 \text{ W/(m} \cdot \text{K)}$ [1].

Eksperimentāli noteiktās šķidrā CaF_2 siltumvadītspējas vērtības, kuras pārsniedz CaF_2 siltumvadītspēju cietā fāzē ($>1.. 2 \text{ W/m}^*\text{K}$) tiek interpretētas kā siltuma pārnese starošanas un konvekcijas veidā ietekme uz siltumvadītspējas mērījumu rezultātiem [1, 2]. Interesanti, ka elektrosārņu pārkausēšanas procesu aprēķinu modeļos daudzi pētnieki lieto vēl augstākas siltumvadītspējas vērtības šķidriem sārnēm uz CaF_2 bāzes, piemēram Kharicha $2,0 \text{ W/(m}^*\text{K)}$ [3] un Wang $10,46 \text{ W/(m}^*\text{K)}$ [4]. Daži autori [4] lieto jēdzienu „efektīvā siltumvadītspēja”, kurā ar vienu skaitli tiek raksturota gan izkusušo elektrosārņu siltumvadītspēja, gan konvektīvās siltum pārneses procesi šķidrā fāzē. Tiek atzīts, ka augstās temperatūrās dominējošais siltuma pārnese veids kušņu vannā ir konvekcija. Tāpēc „efektīvās siltumvadītspējas” vērtības, kurās ir ņemta vērā arī konvekcija ir ievērojami augstākas par klasisko siltumvadītspēju aprakstošo lielumu.

Iesāktajai sārnū konvekcijas plūsmu, temperatūru un strāvas blīvumu sadalījumu modelēšanai COMSOL (I. Kaldre) ir būtiska nozīme projekta turpmākajā attīstībā, īpaši ņemot vērā nenoteiktību par kušņu siltumvadītspējas faktiskajiem lielumiem tuvu kristalizācijas temperatūrai, komplektā ar grūtībām precīzi modelēt kušņu kristalizācijas frontes stāvokli reaktorā jeb sacietējušās kušņu „oderējuma” biezumu pie reaktora sienām.

Cits elektrosārņu pārkausēšanas procesa modelēšanas darbību virziens ir saistīts ar reaktora enerģijas bilances un darba režīmu raksturlīkņu sastādīšanu, izmantojot par pamatu rūpniecisko iekārtu aprēķinu pamatprincipus. Šādi aprēķini ir balstīti gan uz metalurģijas rokasgrāmatās apkopotām empīriskām formulām iekārtu ģeometrisko izmēru, siltuma un elektrisko parametru noteikšanai, gan arī uz vienkāršotiem viendimensionāliem vai divdimensionāliem elektrosārņu reaktorā notiekošo fizikālo procesu modeļiem.

Skaitliski novērtējot esošā elektrosārņu pārkausēšanas eksperimenta reaktora sānu dzesēšanas sistēmas parametrus, turbulenta plūsma ($\text{Re} > 2300$) iestājas jau pie salīdzinoši nelieliem ūdens plūsmas ātrumiem ap $0,02 \text{ m/s}$ vai caurplūdes 16 l/min . Ūdens plūsmas ātrumam pārsniedzot $0,5-1,0 \text{ m/s}$ vai reaktora sānu dzesēšanas sistēma jau „tīri teorētiski” varētu novadīt dzesēšanas ūdeni jau $14-24 \text{ kW}$ jaudu, kas aptuveni atbilstu eksperimentam pieejamā strāvas avota jaudai. Salīdzinot ar literatūras datiem, rūpnieciskās elektrosārņu pārkausēšanas iekārtās pietiekama reaktora dzesēšana tiek panākta ūdens ātrumam dzesēšanas kontūrā sasniedzot aptuveni $1-2 \text{ m/s}$.



Zīm.3.2.1. Siltuma pārneses koeficienta atkarība no ūdens plūsmas ātruma (m/s) reaktora sānu dzesēšanas sistēmā.

Nākošā etapa aprēķinu mērķis ir izstrādāt viendimensionālu siltuma pārneses modeli, lai ar skaitliskām metodēm MATLAB novērtētu pie reaktora sienām sacietējušo kušņu „oderējuma” iespējamo biezumu atkarībā no elektrosārņu pārkausēšanas procesa stadijas, pievadītās elektriskās jaudas un reaktora dzesēšanas sistēmas ūdens caurplūdes.

Literatūra

1. „Slag Atlas”, 2nd Edition, 1995, Verlag Stahleisen GmbH, Dusseldorf
2. K. C. Mills „Heat Transfer and Thermal Conductivity of Coal Slags”, ACS Symposium Series, April 1986, P. 166-182
3. A. Kharicha, M. Wu, A. Ludwig „MHD and multiphase phenomena in an industrial electroslag remelting process”, Proceedings of 8th International Conference on Multiphase Flow ICMF 2013, Jeju, Korea, May 26 - 31, 2013
4. Q. Wang, H. Cai, L. Pan, Z. He, S. Liu, B. Li „Numerical Investigation of Influence of Electrode Immersion Depth on Heat Transfer and Fluid Flow in Electroslag Remelting Process”, JOM, Vol. 68, No. 12, 2016, P. 3143.-3149.

3.3. Modeļeksperimenti uz Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa.

Modeļeksperimenta Nr.6 paraugu rentgena – fāžu un rentgena - fluorescences analīžu rezultātu protokols.

1. Eksperimenta mērķis:

- 1.1. Pārbaudīt un atstrādāt reaktora dzesēšanas sistēmas režīmus.
- 1.2. Pārbaudīt transformatora ТДФЖ 1002 darbību pie maksimālas noslodzes.
- 1.3. Atstrādāt šķidro kušņu padevi reaktorā.
- 1.4. Veikt uz reaktora uzstādīto termopāru kalibrēšanu.

2. Eksperimenta apstākļi:

Nātrija hlorīda (NaCl) kušņi;

Vara (Cu) ieliktnis;

Titāna (Ti) elektrods.

3. Eksperimentā izmantotie materiāli:

Titāna elektrods (376g, diametrs 14mm, garums 523mm);

Vara ieliktnis 412g;

Termopāri:

T1 – reaktora korpuss;

T2 – ieliktnis;

T3 – reaktora dibens (uz tā nedzesējamās daļas);

T4 - reaktora vāks.

4. Eksperimenta gaita:

1. Ieliktna dzesēšanas līnijas krāns aizvērts.
2. Uz transformatora tukšgaitas režīmā iestādīts spriegums – $U=50V$.
3. Atstarpe starp elektrodu un ieliktni – 3mm.
4. Sākotnējā ūdens temperatūra rezervuārā – $11.4^{\circ}C$
5. Ūdens beigu temperatūra rezervuārā - $12.4^{\circ}C$.
6. Elektriskie parametri loka režīmā $U = 25V$, $I=720A$

Uz reaktora uzstādīto termopāru temperatūra

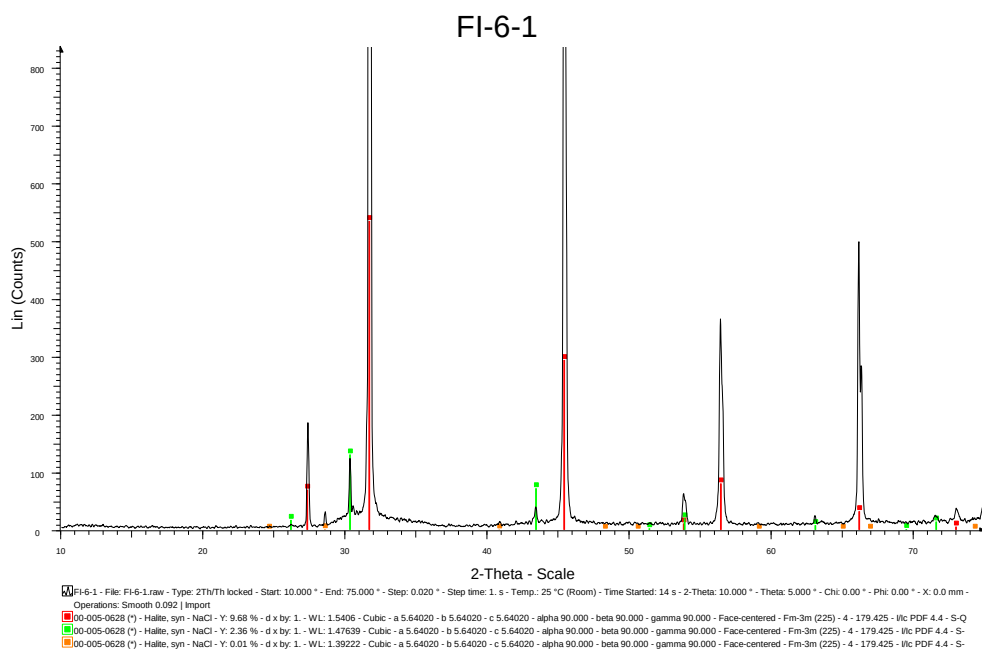
Tabula 3.3.1.

T1	T2	T3	T4	
11,4°C	14,4°C	11,3°C	11,3°C	Sākuma T ⁰ C
11,3°C	12,6°C	94,5°C	41,2°C	Beigu T ⁰ C

6. NaCl kušņu ($t = 970^{\circ}\text{C}$) iepildīšanas procesā tika pārsniegts reaktorā to optimālais līmenis. Tā rezultātā tika pārkarsēta un bojāta blīve elektroda fiksēšanas mezglā un līdz ar to izslēgta iespēja mainīt atstarpi starp elektrodu un ieliktni. Eksperiments tika veikts pie nemainīga transformatora režīma ($U = 25\text{V}$, $I = 720\text{A}$). Eksperimenta ilgums – 25min.

Pēc eksperimenta tika demontēts reaktors, noņemti paraugi un veikta to analīze.

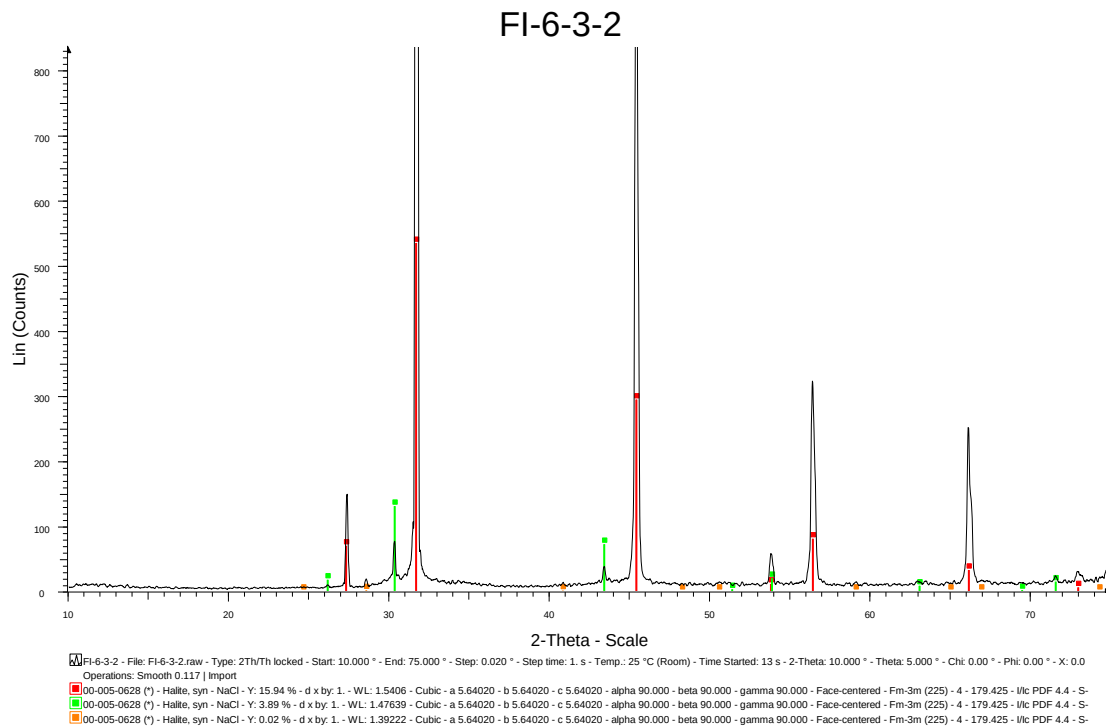
Paraugs 6/1 – kušņi starp ieliktni un elektroda galu



Zīm.3.3.1. Parauga 6/1 (NaCl) rentgena difraktogramma.

Analīžu rezultātā noteikts, ka parauga galvenās sastāvdaļas ir Na un Cl un dažas procenta simtdaļas Cu un Ti piemaisījumu.

Paraugs 6/3 – 2.- kušņu masa reaktorā



Zīm.3.3.2. Parauga 6/1 (NaCl) rentgena difraktogramma

Analīzes parādīja, ka kušņu galvenās sastāvdaļas ir Na un Cl. Konstatēta arī dzelzs Fe (0.2%), titāns Ti (0.1%) un neliels daudzums (dažas simtdaļas procenta) Cu, Pb, Cr un Ni.

Eksperimenta rezultātā sasniegtā NaCl kušņu vannas temperatūra ir augstāka par NaCl vārīšanās temperatūru, t.i. augstāka par $t=1465^{\circ}\text{C}$.

№ eksp..	Eksp. apstākļi	Kušņu paraugi							
		Starp elektroda galu un ieliktni		Reaktora apakšējā stūrī.		Reaktora augšējā stūrī		Uz elektroda virsmas	
		XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA
6	Kušņi NaCl, Ieliktnis Cu, Elektrods Ti	Galv. fāze – NaCl .	Piemaisī- jumi – Ti, Cu (dažas 100 daļas)	Galv. fāze – NaCl .	Piemai- sījumi Fe, Cu, Ti, Pb – 10- daļas %; Cr, Ni, Mo –100 daļas %	Galv. fāze – NaCl	Parauga augšdaļā Fe, Cu – 10 -daļas %; Ti, Pb – 100 daļas %. <u>Parauga pārējā daļā:</u> Piemai- sījumi Fe, Ti –10 daļas %; Cu, Pb, Cr, Ni - 100- daļas %.	Galv. fāze – NaCl, piemai- sītā- Ti ₂ O. .	Piemai- sījumi Ti (□2%); Fe, Cu, Pb –10 daļas %; Cr, Ni – 100 daļas %.

Modeļeksperimenta Nr.7 paraugu rentgena – fāžu un rentgena fluorescences analīžu rezultātu protokols

1. Eksperimenta mērķis:

- 1.1. Pārbaudīt elektrokušņu procesa elektrisko parametru regulēšanas iespējas.
- 1.2. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
- 1.3. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot NaCl kušņus.
- 1.4. Fiksēt elektrokušņu procesa temperatūras režīmus.

2. Eksperimenta apstākļi:

Nātrija hlorīda (NaCl) kušņi;

Vara (Cu) ieliktnis;

Titāna (Ti) elektrods.

3. Eksperimenta plāns:

3.1. Izkausēt NaCl kušņus (500g) līdz temperatūrai 900⁰C, t. i. augstāk par kušanas (800.8⁰C), bet zemāk par vārīšanās (1465⁰C) temperatūrām.

3.2. Uzpildīt reaktoru pie ieslēgta transformatora ar izkausētiem NaCl kušņiem (atstarpe starp Ti elektrodu un Cu ieliktni - 10mm).

- 3.3. Pēc kušņu uzpildīšanas palielināt atstarpi starp elektrodu un ieliktni līdz 20mm.
- 3.4. Pārbaudīt elektrokušņu procesa strāvas un sprieguma regulēšanas iespējas izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
- 3.5. Pārbaudīt reaktora un aizmetņa dzesēšanas sistēmu darbību.

4. Eksperimentā izmantotie materiāli:

Titāna elektrods - 360.81g;

Vara ieliktnis - 411.93g;

NaCl kušņi - 270g.

5. Eksperimenta gaita.

Cu ieliktna dzesēšanas sistēmas krāns aizvērts;

Uz transformatorā uzstādīts tukšgaitas spriegums $U = 70V$;

Atstarpe starp elektrodu un ieliktni – 10mm;

Argona padeve reaktorā – 4L/min.;

Ūdens sākumtemperatūra bākā - $t = 14.5^{\circ}C$;

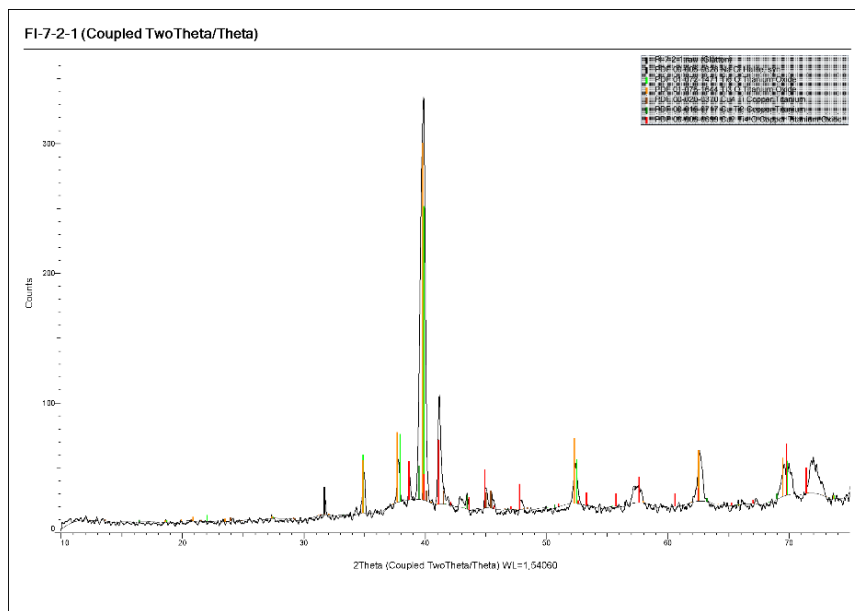
Reaktora sākumtemperatūra - $t = 15.7^{\circ}C$;

Titāna elektroda temperatūra - $16,6^{\circ}C$;

Ūdens beigu temperatūra bākā – $16.4^{\circ}C$;

Eksperimenta ilgums – 29 min.

Paraugs 7/2-1. Piemaisījumi uz reaktora sānu virsmām



Zīm.3.3.3. Parauga 7/2-1 rentgena difraktogramma.

Parauga pamatelements – Ti. Bez tam paraugā ir sastopami tādi elementi kā - Cu ($\approx 5\%$), Fe (4%), Cr ($\approx 1\%$), Cl ($\approx 1\%$), Ni ($\approx 0,5\%$), Mn ($\approx 0,3\%$), Pb ($\approx 0,3\%$) un ļoti mazā daudzumā - S un Mo ($\approx 0,1\%$).



Zīm.3.3.4. Vara ieliktnis + Ti

Paraugu ķīmiskās analīzes rezultāti

Tabula 3.3.3.

№	Kušņu paraugi							
	Uz reaktora vāka		Uz reaktora sānu malām		Raktora augšējā stūrī		Atstarpē starp elektrodu un ieliktni	
	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA
7	Galvenā fāze – NaCl.	Ti piemaisījumi % 10-daļas; Cu – % 100-daļas.	Galvenā fāze – NaCl; Piemaisījumi – Ti_6O .	Galvenā fāze – Ti, Cu – 5%, Fe – 4%, Cr, Ni, Pb – % 10-daļas Mo, Ni, Mn – % 100-daļas	Galvenā fāze – NaCl. Piemaisījumi – Cu_4Ti , Cu_3Ti_3O , TiO_2	Galvenā fāze – NaCl-Ti, Ni, Mo – % 10-daļas; Fe, Cu – % 100-daļas	Pie elektroda Galvenā fāze – NaCl, Piemaisījumi – TiC, TiO .	Galvenā fāze – NaCl, Piemaisījumi – Ti ($\leq 1\%$); Fe, Cu – % 10-daļas, Cr, Ni, Mo – % 100-daļas.

Eksperimenta rezultātā tika sasniegta NaCl kušņu vannas temperatūra augstāka par titāna kušanas temperatūru, t.i. augstāka par $1668^{\circ}C$, un tika nodrošināta izkusušā titāna nosēšanās no titāna elektroda uz vara aizmetņa, izkusušam titānam izejot cauri šķidrā NaCl kušņu vannai.

Modeļeksperimenta Nr.8 paraugu rentgena – fāžu un rentgena fluorescences analīžu rezultātu protokols.

Eksperimenta apstākļi.

(Kušņi: **NaCl + NaF(2%)**), vara aizmetnis, titāna elektrods

Eksperimenta mērķis.

1. Pārbaudīt elektrokušņu procesa elektrisko parametru regulēšanas iespējas.
2. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot transformatora ТДФЖ 1002 elektriskos parametrus.
3. **Pārbaudīt iespēju izkausēt reaktorā divkomponenšu kušņus, kuru ķīmiskais sastāvs ir: NaCl + NaF (2%).**
4. Fiksēt elektrokušņu procesa temperatūras režīmus.

Eksperimenta plāns.

1. Uzkarstēt NaCl + NaF (2%) kušņus, kuru masa – 300g, līdz temperatūrai 900⁰C, t. i. augstāk par NaCl kušanas temperatūru (800.8⁰C), bet zemāku par vārīšanās (900⁰C) temperatūru.
2. Iepildīt jau iepriekš izkausētus kušņus reaktorā.
3. Fiksēt elektrokušņu pārkausēšanas procesa parametrus izmainot atstarpi starp elektrodu un vara aizmetni no 10mm uz 20mm.
4. Pārbaudīt elektrokušņu procesa strāvas un sprieguma regulēšanas iespējas izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
5. Pārbaudīt reaktora un aizmetņa dzesēšanas sistēmu darbību.

Izmantojamie materiāli.

Titāna elektrods – 386g;

Vara aizmetnis – 382g;

Šķidri NaCl + NaF (2%) kūšņi – 300g.

Eksperimenta gaita.

1. Argona padeve reaktorā – 4L/min.
2. Aizmetņa dzesēšanas ventilis aizvērts.
3. Ūdens sākumtemperatūra bākā – t=17,4 °C.
4. Transformatora tukšgaitas spriegums – U = 35V.
5. Atstarpe – 10mm.
6. Ūdens beigu temperatūra bākā - t= 21,2°C.
7. Eksperimenta ilgums – 80min.

Reaktora temperatūras rādījumi (sākuma un beigu)

Tabula 3.3.4.

Laiks	T1 Reaktora korpusa temperatūra ārpusē	T2 Aizmetņa temperatūra	T3 Reaktora nedzesējamās apakšdaļas temperatūra	T4 Reaktora vāka temperatūra	Piezīmes
13:20	18.8°C	18.6°C	18.7°C	19.0°C	
13:48					Kušņu iepildīša- na reaktorā
14:00	19.0°C	24.8°C	23.4°C	33.7°C	
14:05	20.5°C	199.0°C	235.0°C	33.8°C	
14:10	20.9°C	160.7°C	247.0°C	34.0°C	
14:15	21.6°C	146.5°C	227.0°C	35.3°C	
14:20	22.1°C	133.7°C	200.0°C	36.1°C	
14:25	22.8°C	140.0°C	199.3°C	35.2°C	
14:30	23.5°C	134.6°C	216.0°C	35.5°C	
14:40	23.8°C	135.0°C	185.6°C	33.9°C	
14:45	24.7°C	130.6°C	229.0°C	33.9°C	
14:50	25.2°C	144.7°C	256.0°C	36.4°C	
15:00	26.7°C	242.0°C	266.0°C	37.9°C	
15:05	27.2°C	285.0°C	272.0°C	38.5°C	
15:08					Eksp. beigas

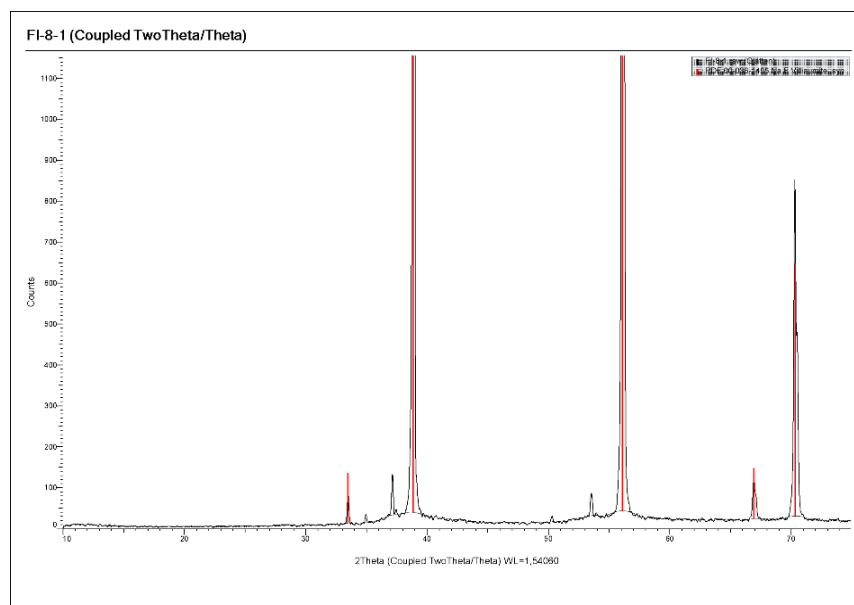
Transformatora elektrisko parametru izmaiņa eksperimenta laikā

Strāva - $I=500A \div 720^\circ$;

Spriegums - $U=8V \div 20V$.

Bija nodrošināta reaktorā $NaCl + NaF$ (2 %) kušņu maisījuma vārīšanās. Titāna elektroda masa eksperimenta laikā samazinājās par 4g.

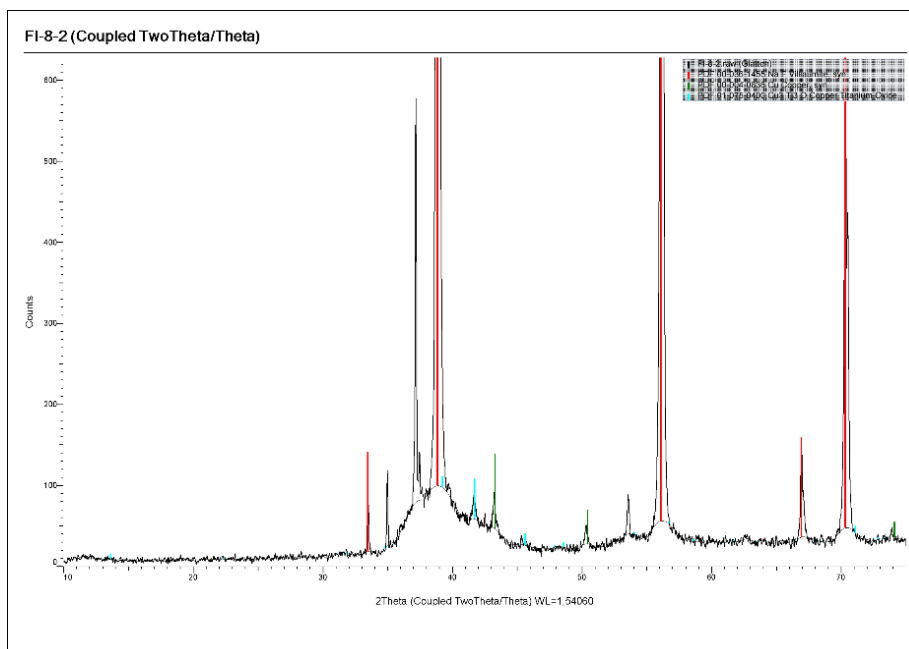
Paraugs 8/1 - Kušņi- reaktora augšējā daļā.



Zīm.3.3.5. Parauga 8/1 rentgena difraktograma : **NaF** (PDF 00-036-1455).

Ķīmiskās analīzes rezultāts – parauga galvenā sastāvdaļa NaF, nelielā daudzumā Cu kā arī nenožīmīgs daudzums hlorīda jonu.

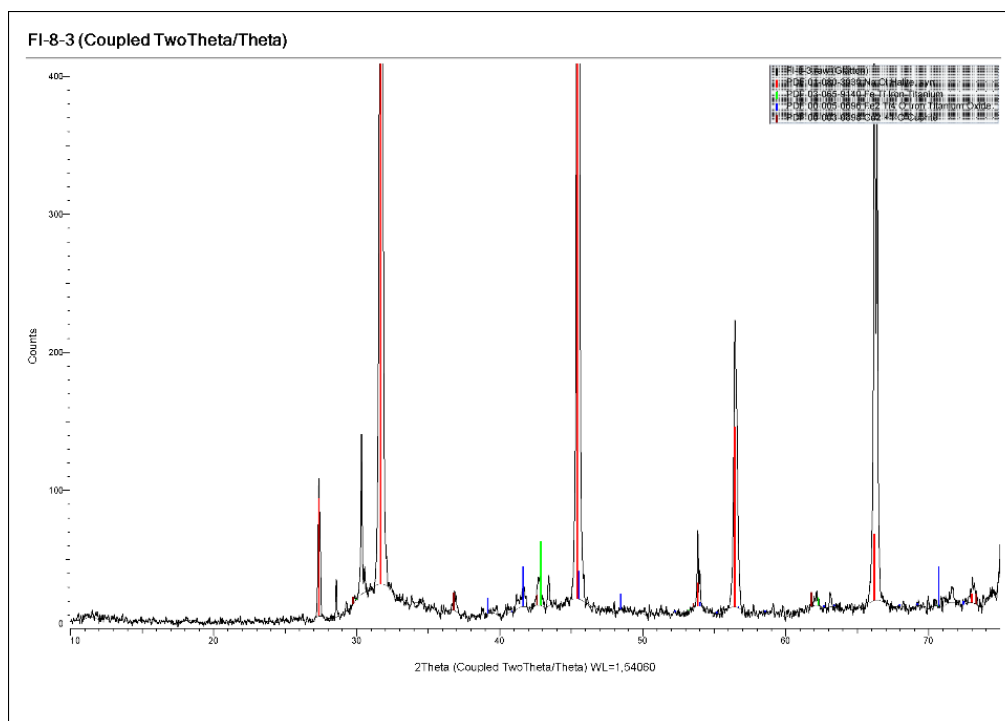
Paraugs 8/2 – Kušņi (nosēdumi) uz reaktora apakšējās daļas



Zīm.3.3.6. Parauga 8/2 rentgena difraktograma - **NaF** (PDF 00-036-1455); **Cu** (PDF 00-004-0836); **Cu₃Ti₃O** (PDF 01-075-0400).

Ķīmiskās analīzes rezultāts – pamatelements – NaF. Nelielos daudzumos konstatēta Cu (3%), Ti (2%), Fe (0,2%) klātbūtne, ka arī Cr un Ni piemaisījumi.

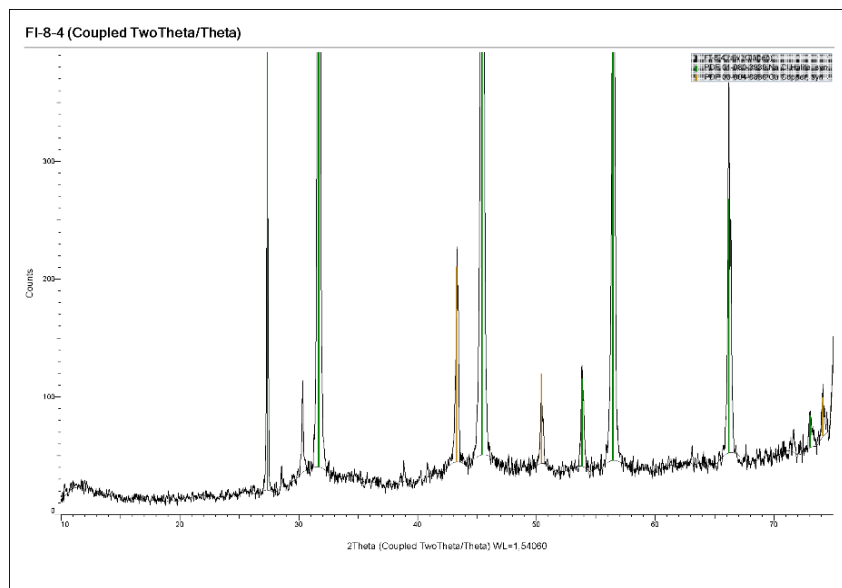
Paraugs 8/3. Kušņi no elektroda virsmas.



Zīm.3.3.7. Parauga 8/3 rentgens difraktograma - **NaCl** (PDF 01-080-3939); **FeTi** (PDF 03-065-9140); **Fe₂Ti₄O** (PDF 00-005-0696); **Cu₂O** (PDF 00-003-0898).

Elementu ķīmiskās analīzes rezultāts – pamatelementi - Na un Cl, ka arī konstatēta Ti (□6%), Fe (□2%), Cu, Ni, Cr, □ 0,2% и Mo (□0,1%) klātbūtne.

Paraugs 8/4. Uz aizmetņa virspuses



Zīm.3.3.8..Parauga 8/4 rentgena difraktograma - **NaCl** (PDF 01-080-3939); **Cu** (PDF 00-004-0836).

Ķīmiskās analīzes rezultāts – pamatelementi - Na и Cl, ka arī nelielos daudzumos konstatēta Cu (3%), Ti (0,3%), Fe (0,2%) un Cr un Ni % simtdaļas.



Zīm.3.3.9. Vara aizmetnis pēc parauga noņemšanas.

Tabula 3.3.5.

№	Paraugi							
	Kušņi reaktora augšdaļā		Nosēdumi no reaktora apakšdaļas		Nosēdumi uz elektroda virsmas		Nosēdumi uz aizmetnā	
	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA
8	Pamatfāze – NaF.	Piemaisījumi – Cu – % 100 daļas.	Pamatfāze – NaF; Piemaisījumi – Cu, Cu ₃ Ti ₃ O.	Piemaisījumi – Cu, Ti; Fe – % 10 daļas; Cr, Ni – % 100 daļas.	Pamatfāze – NaCl, Piemaisījumi – FeTi, Fe ₂ Ti ₄ O, Cu ₂ O.	Piemaisījumi – Ti, Fe; ; Cu, Ni, Cr, Mo – % 10 daļas	Pamatfāze – NaCl, Piemaisījumi – Cu.	Piemaisījumi – Cu. Ti, Fe – % 10 daļas; Cr, Ni – % 100 daļas

Eksperimenta rezultātā tika sasniegta 2 - komponentu NaF+ ($\approx 1-2\%$) NaCl kušņu vannas temperatūra augstāka par NaF+ ($\approx 1-2\%$) NaCl vārīšanās temperatūru, t.i. augstāka par $t=1695^{\circ}\text{C}$.

Modeļeksperimenta Nr.9 paraugu rentgena – fāžu un rentgena fluorescences analīžu rezultātu protokols

Eksperimenta apstākļi.

(Kušņi: NaF + Al₂O₃, nerūsējošā tērauda aizmetnis, titāna elektrods)

Eksperimenta mērķis.

1. Pārbaudīt elektrokušņu procesa elektrisko parametru regulēšanas iespējas pie „sausā” starta, t.i. ieberot kušņu pulveri reaktorā.
2. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot transformatora ТДФЖ 1002 elektriskos parametrus.
3. Pārbaudīt iespēju iztvaicēt reaktorā kušņus kuru ķīmiskais sastāvs ir NaF+Al₂O₃.
4. Fiksēt elektrokušņu procesa temperatūras režīmus.

Eksperimenta plāns.

1. Nosvērt 220g NaF+Al₂O₃ kušņus attiecībā 70% κ 30% un iebert reaktorā.
2. Fiksēt elektrokušņu pārkausēšanas procesa parametrus izmainot atstarpi starp elektrodu un vara aizmetni no 3mm uz 20mm.
3. Pārbaudīt elektrokušņu procesa strāvas un sprieguma regulēšanas iespējas izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
4. Pārbaudīt reaktora un aizmetņa dzesēšanas sistēmu darbību.

Izmantojamie materiāli.

Titāna elektrods – 265g;

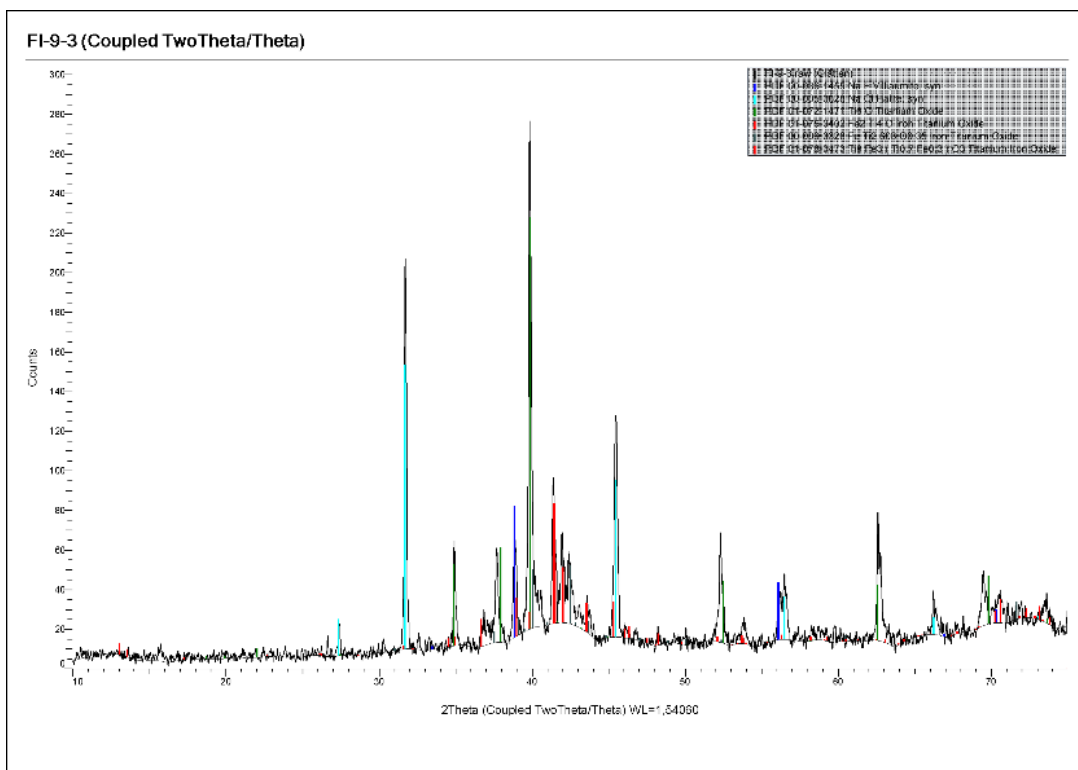
Nerūsējošā tērauda aizmetnis – 382g;
NaF+Al₂O₃ kušņi – 220g.

Eksperimenta gaita.

1. Argona padeve reaktorā – 4L/min.
2. Aizmetņa dzesēšanas ventilis aizvērts.
3. Ūdens sākumtemperatūra bākā – t=19.2 °C.
4. Transformatora tukšgaitas spriegums – U = 35V.
5. Atstarpe – 3mm.
6. Ūdens beigu temperatūra bākā - t= 19.3°C.
7. Eksperimenta ilgums – 18 min.

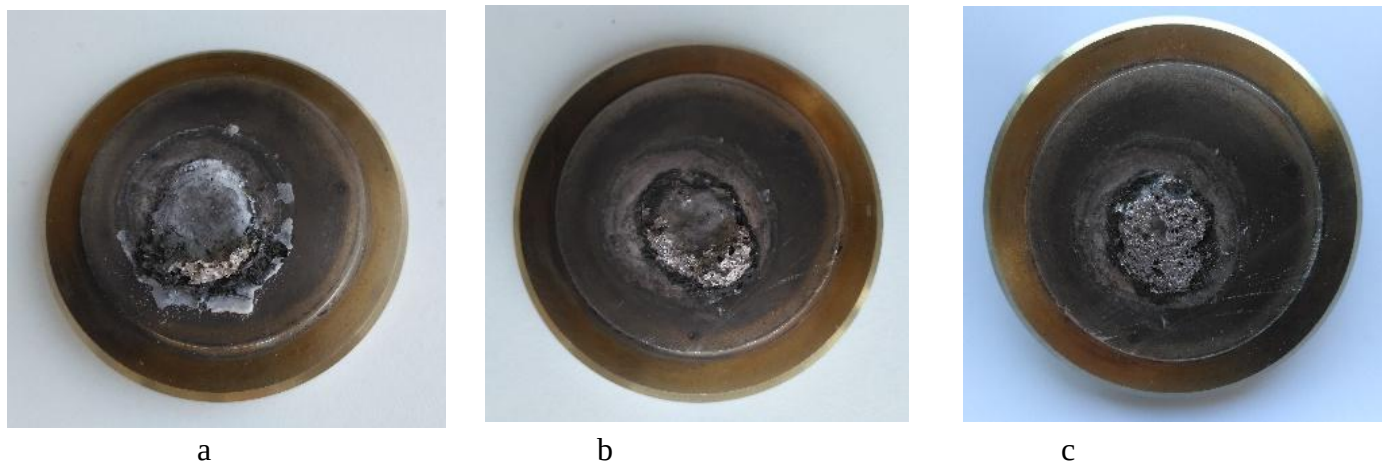
Eksperimenta gaitā tika izmainīta strāva no 500A uz 600A, spriegums – no 8V uz 16V un nodrošināta kušņu NaF+Al₂O₃ vārīšanās. Titāna elektrods “pazaudēja” 12 g.

Paraugs 9/3. Uz aizmetņa virspuses



Zīm.3.3.10. Parauga 9/3 rentgena difraktograma - NaF (PDF 00-036-1455) NaCl (PDF 00-005-0628); Ti₆O (PDF 01-072-1471); Fe₂Ti₄O (PDF 01-075-0402); FeTi₂O_{0.35} Iron Titanium Oxide (PDF 00-009-0320); Ti₃Fe₃O₃ (PDF 01-078-0473).

Ķīmiskās analīzes rezultāts – pamatelementi - Ti un Na; piemaisījumos - Cl (≈9%), Fe (≈7%), Al (≈ 4%), Cr (≈2%), Ni (≈1%), kā arī Si (≈0,6%), Mo (0,2%) un Cu (≈0,1%)



Zīm. 3.3.11. Aizmetnis pēc eksperimenta: a – pirms parauga noņemšanas; b – pēc kušņu notīrīšanas; c – pēc metāla parauga noņemšanas.

Kušņu ķīmiskās analīzes rezultāti

Tabula 3.3.6.

№	Kušņu paraugi							
	reaktora vāka elektroda tuvumā		No elektroda		Raktora augšējā stūrī		No reaktora sienām	
	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA	XRD	XFA
9	Galvenā fāze – NaF; piemaisījumos – NaCl, NaAlO ₂ , Ti ₆ O	Piemaisījumi – Al, Ti, Cl, Fe, Cr, Mo, % - 10 daļas Ni, Mn, Cu - % 100- daļas.	Galvenā fāze – NaF; Piemaisījumi – NaCl, Ti ₆ O, Na ₃ AlF ₆ , Na ₂ Al ₂₂ O ₃₄ , Na ₂ Ti ₉ O ₁₉ .	Pamatelementi – Ti, Na, piemaisījumos – Al, Cl, Fe, Cr, Ni, Mo - % 10- daļas, Cu, Mn – % 100 daļas	Galvenā fāze – NaF. Piemaisījumi – NaCl, Na ₁₄ Al ₄ O ₁₃ , Fe ₂ Ti ₄ O, Al ₃ Ti, Fe _{1,8} Ti _{0,2} O ₄ , Na ₂ FeAlF ₇	Piemaisījumi – Al, Ti, Cl, Fe, Cr, Ni; Mn – % 10- daļas; Cu - % - 100- daļas	Galvenā fāze – NaF, Piemaisījumi – Na ₃ AlF ₆ , NaCl, NaAl ₁₁ O ₇ , TiO.	Pamatelementi – Na, Al, Ti; Piemaisījumi – Cl, Fe, Cr, Mo, Ni - % - 10- daļas, Cu, Mn – % - 100- daļas..

Eksperimenta rezultātā tika sasniegta NaF+Al₂O₃ kušņu vannas temperatūra augstāka par titāna kušanas temperatūru, t.i. augstāka par t=1668°C, un tika nodrošināta izkusušā titāna nosēšanās no titāna elektroda uz nerūsējošā tērauda aizmetņa, izkusušam titānam izejot cauri šķidrā 2 – komponentu NaF+Al₂O₃ kušņu vannai.

Modeļeksperimenta Nr.10 paraugu rentgena – fāžu un rentgena fluorescences analīžu rezultātu protokols

Eksperimenta apstākļi.

Kušņi - NaCl, aizmetnis - Al, titāna elektrods

Eksperimenta mērķis.

1. Pārbaudīt elektrokušņu procesa elektrisko parametru regulēšanas iespēja.
2. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot transformatora ТДФЖ 1002 elektriskos parametrus.
3. Pārbaudīt iespēju iztvaicēt reaktorā NaCl kušņus, izmantojot Al aizmetni.
4. Fiksēt elektrokušņu procesa temperatūras režīmus.

Eksperimenta plāns.

1. Uzkarsēt NaCl, kuru masa – 300g, līdz temperatūrai 900°C , t. i. augstāk par NaCl kušanas temperatūru (800.8°C), bet zemāku par vārīšanās (1465°C) temperatūru.
2. Iepildīt jau iepriekš izkausētus kušņus reaktorā.
3. Fiksēt elektrokušņu pārkausēšanas procesa parametrus izmainot atstarpi starp elektrodu un Al aizmetni no 17mm uz 12mm.
4. Pārbaudīt elektrokušņu procesa strāvas un sprieguma regulēšanas iespējas izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
5. Pārbaudīt reaktora un aizmetņa dzesēšanas sistēmu darbību.

Izmantojamie materiāli.

Titāna elektrods – 360g;

Alumīnija aizmetnis – 154g;

Šķidri NaCl kušņi – 300g.

Eksperimenta gaita.

1. Argona padeve reaktorā – 8L/min.
2. Aizmetņa dzesēšanas ventilis aizvērts.
3. Ūdens sākumtemperatūra bākā – $t=19.5^{\circ}\text{C}$.
4. Transformatora tukšgaitas spriegums – $U = 30\text{V}$.
5. Atstarpe – 17mm.
6. Ūdens beigu temperatūra bākā - $t=29.1^{\circ}\text{C}$.
7. Eksperimenta ilgums – 106min.

Uz reaktora uzstādītu termopāru rādītāji, elektrodu temperatūra, elektriskās strāvas stipruma, sprieguma rādītāji, atstarpes lielums

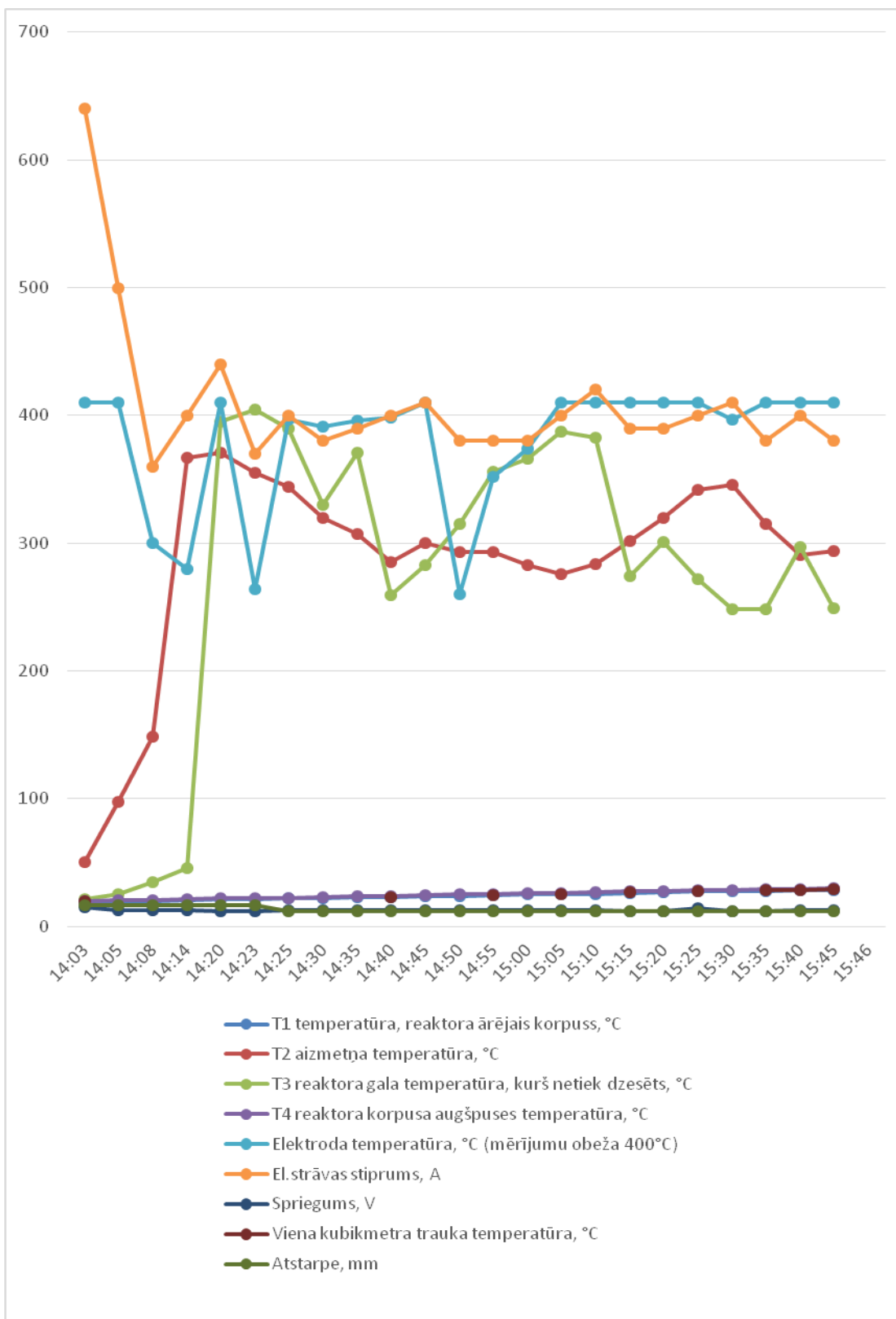
Tabula 3.3.7.

Laiks	T1 Reaktora korpusa (ārējā), T °C	T2 Aizmet- ņa, T °C	T3 Reaktora dibena (nedzesējams) T °C	T4 Reakto- ra vāka, T °C	Elektro- da T °C	Strāva , A	Spriegums , V	Ūdens T °C	Atstarpe ,mm	Piezīmes
14:00										Kušņu uzpildīšana
14:03	19.3	50.7	21.3	19.7	410	640	15.0	19.5	17	
14:05	19.3	97.7	25.3	20.7	410	500	13.0		17	
14:08	19.7	148.8	35.0	20.8	300	360	12.7		17	
14:14	20.9	367	45.7	21.5	280	400	12.8		17	
14:20	21.4	371	395	22.2	410	440	12.3		17	
14:23	21.5	355	405	22.3	264	370	12.3		17	
14:25	22.1	344	390	22.5	397	400	12.5		12	
14:30	22.2	320	330	22.9	391	380	12.5		12	
14:35	22.8	307	371	23.5	396	390	12.8		12	
14:40	23.2	285	259	23.9	398	400	13.0	23.3	12	
14:45	23.6	300	283	24.4	410	410	12.8		12	
14:50	23.9	293	315	25.2	260	380	12.8		12	
14:55	24.8	293	356	25.5	352	380	12.8	24.6	12	
15:00	25.1	283	366	26.0	374	380	13.0		12	
15:05	25.5	276	387	26.5	410	400	13.0	25.1	12	
15:10	25.7	284	383	27.0	410	420	12.8		12	

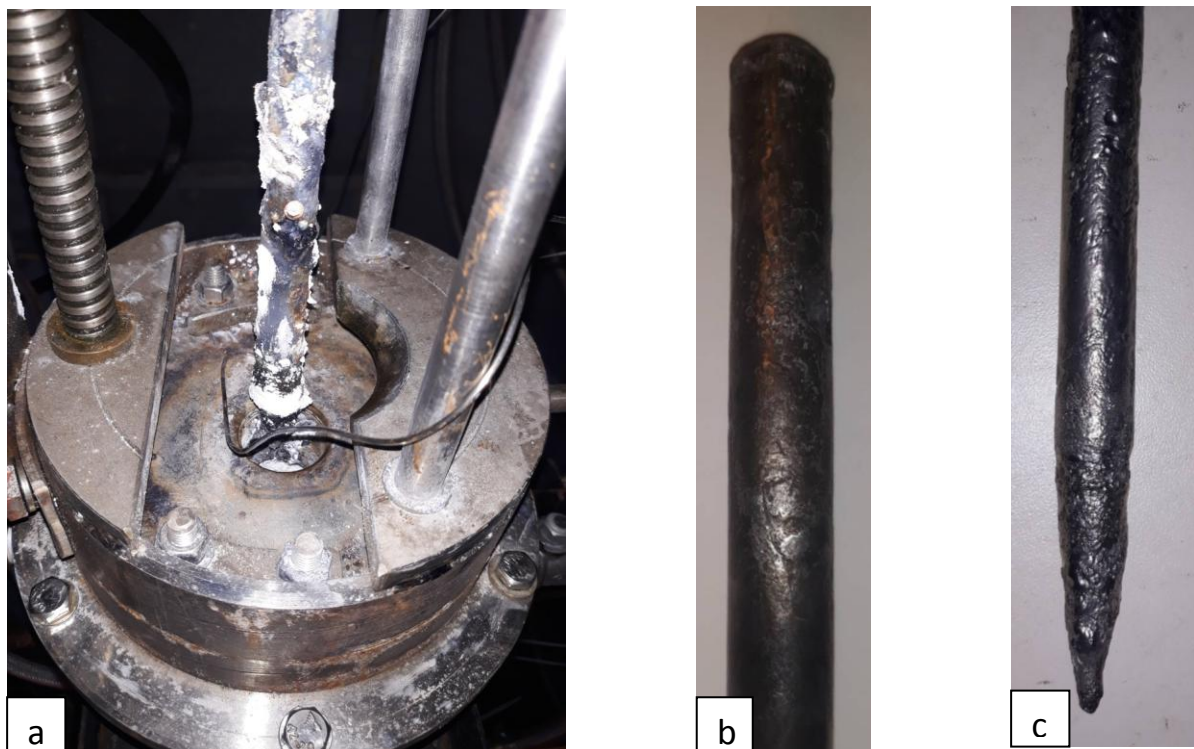
15:15	26.4	302	274	27.5	410	390	12.0	27.2	12	
15:20	27.1	320	301	28.0	410	390	12.0		12	
15:25	27.8	342	272	28.3	410	400	14.0	27.3	12	
15:30	27.8	346	248	28.6	397	410	12.0		12	
15:35	27.7	315	248	29.0	410	380	12.0	28.5	12	
15:40	28.3	291	297	29.5	410	400	13.0	28.8	12	
15:45	28.7	294	249	30.1	410	380	13.0	29.1	12	
15:46										Beigas



Zīm. 3.3.12. a – alumīnija aizmetnis, b – iztvaicētu NaCl kušņu nosēdumi uz reaktora sānu virsmas

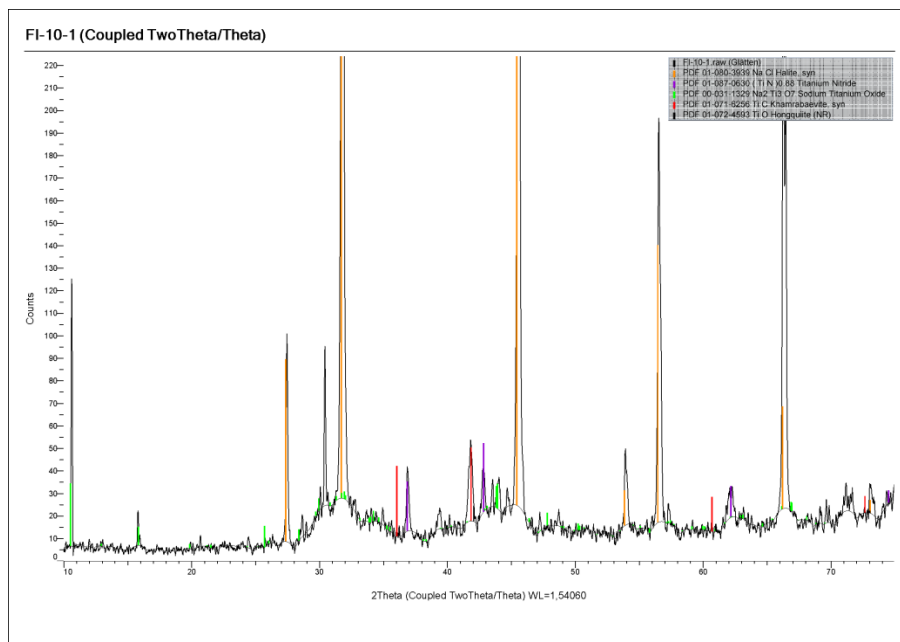


Zīm.3.3.13. Temperatūru sadalījuma grafiks, atkarībā no elektriskās strāvas, sprieguma un atstarpes



Zīm.3.3.14. Titāna elektrodas: a – pēc eksperimenta; b - pirms nosēdumu noņemšanas; c- pēc nosēdumu noņemšanas.

Paraugs 10/1 Nosēdumi uz titāna elektroda



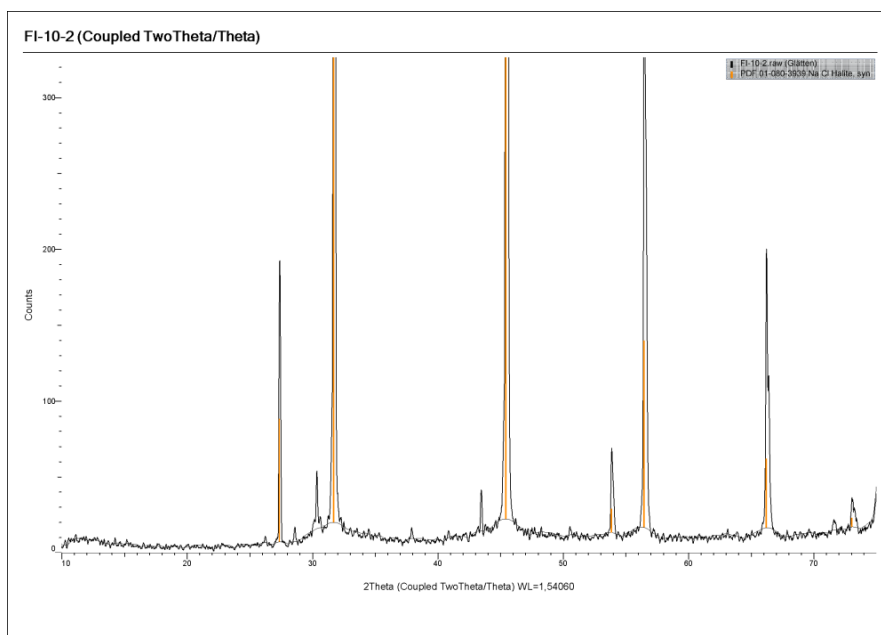
Zīm.3.3.15. Parauga 10/1 rentgena difraktograma - NaCl (PDF 01-080-3939); TiN (PDF 01-087-0630); $\text{Na}_2\text{Ti}_3\text{O}_7$ (PDF 00-031-1329); TiC (PDF 01-071-6256).

Ķīmiskās analīzes rezultāts- pamatelementi-Na un Cl; PiemaisījumosTi ($\approx 15\%$), Fe ($\approx 4\%$), Cr ($\approx 0,8\%$), Si и Ni ($\approx 0,5\%$) un nelielos daudzumos Mo, Cu, Mn ($\approx 0,1\%$) .

Paraugs 10/2 – kušņi uz reaktora vāka.



Zīm.3.3.16. Kušņi (nosēdumi) uz reaktora vāka .



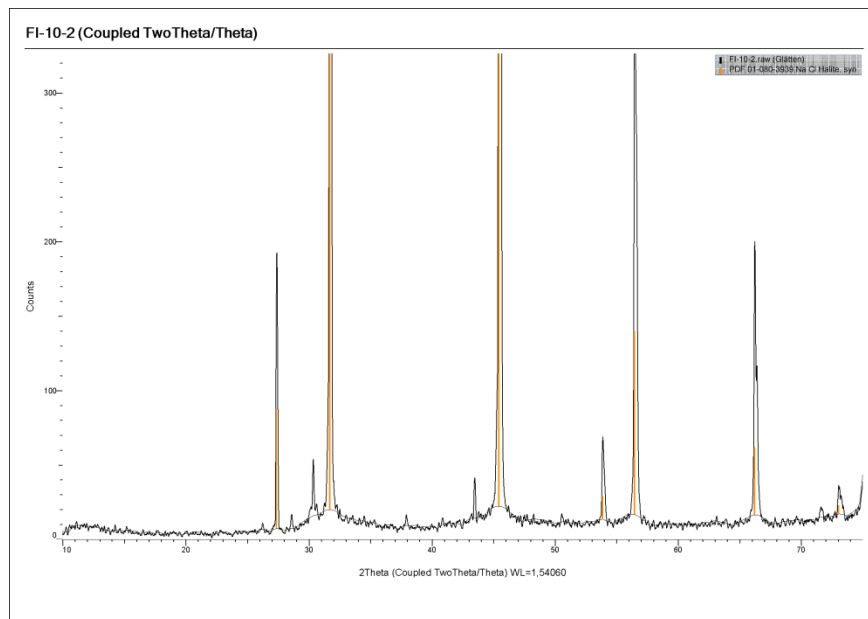
Zīm.3.3.17. Parauga 10/2 rentgena difraktograma; **NaCl** (PDF 01-080-3939).

Ķīmiskās analīzes rezultāts pamatelementi - Na и Cl. Nelielos daudzumos fiksēti piemaisījumi - Ti (~0,2 %) un Fe, Cu -% 100 daļas.

Paraugs 10/3 – kušņi uz reaktora sienīgas virs šķidrās frakcijas.



Zīm.3.3.18. Kušņi uz reaktora sienīgas virs šķidrās frakcijas pirms parauga noņemšanas.



Zīm.3.3.19. Parauga 10/3 rentgena difraktograma - **NaCl** (PDF 01-080-3939); **TiCl₂** (PDF 01-073-0751); **Na₂TiCl₄** (PDF 01-082-2453).

Ķīmiskās analīzes rezultāts – paraugā praktiski tikai Na un Cl; Ti un Cu - % 100 daļas.

Eksperimenta rezultātā tika sasniegta NaCl kušņu vannas temperatūra augstāka par titāna kušanas temperatūru, t.i. augstāka par $t=1668^{\circ}\text{C}$, un tika nodrošināta izkusušā titāna nosēšanās no titāna elektroda uz alumīnija aizmetņa, izkusušam titānam izejot cauri šķidrā NaCl kušņu vannai. Tika noteikta titāna elektroda temperatūra, izmantojot dažādas elektriskā sprieguma un

voltāžas kombinācijas. Vizuālās apskates rezultātā pēc eksperimenta tika noteikts kušņu pārklājuma veselums uz visas reaktora virsmas

Modeļeksperimenta Nr.11. paraugu rentgena – fāžu un rentgena fluorescences analīžu rezultātu protokols

1. Eksperimenta mērķis:

- 1.1. Pārbaudīt elektrokušņu procesa elektrisko parametru regulēšanas iespējas minimālā režīmā.
- 1.2. Pārbaudīt iespēju izkausēt titāna elektrodu izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002 minimālā režīmā
- 1.3. Pārbaudīt iespēju iztvaicēt reaktorā 2 – komponentu $\text{NaCl} + \text{CaF}_2$ kušņus, izmantojot nerūsējošā tērauda aizmetni minimālā režīmā
- 1.4. Fiksēt elektrokušņu procesa temperatūras režīmus.
5. Fiksēt titāna elektroda temperatūru minimālā režīmā

2. Eksperimenta apstākļi:

Kušņi - $\text{NaCl} + \text{CaF}_2$,
Nerūsējošā tērauda aizmetnis;
Titāna (Ti) elektrods.

3. Eksperimenta plāns:

- 3.1. Izkausēt NaCl kušņus (310g) līdz temperatūrai 820°C , t. i. augstāk par kušanas (800.8°C), bet zemāk par vārīšanās (1465°C) temperatūrām.
2. Iebērt reaktorā sausus CaF_2 kušņus un ieliet izkausētu NaCl
3. Fiksēt elektrokušņu procesa parametru izmaiņas, palielinot atstarpi starp tērauda aizmetni un elektrodu no 17mm līdz 30mm.
4. Pārbaudīt elektrokušņu procesa strāvas un sprieguma regulēšanas iespējas izmantojot transformatoru ТДФЖ 1002.
- 3.5. Pārbaudīt reaktora un aizmetņa dzesēšanas sistēmu darbību.

4. Eksperimentā izmantotie materiāli:

Titāna elektrods - 344g;
nerūsējošā tērauda aizmetnis - 312g;
Šķidri NaCl kušņi - 310g
 CaF_2 - 38g.

5. Eksperimenta gaita.

Argona padeve reaktorā 10L/min.
Aizmetņa dzesēšanas sistēmas krāns aizvērts;
Uz transformatora uzstādīts tukšgaitas spriegums $U = 30\text{V}$;
Atstarpe starp elektrodu un ieliktni – 12mm;
Ūdens sākumtemperatūra bākā - $t = 19.7^{\circ}\text{C}$;
Ūdens beigu temperatūra bākā – 23.0°C ; Ūdens patēriņš dzesējot reaktora korpusu (sūknis Nr.1,

termopārus T1, T3) - 2,41 m³.

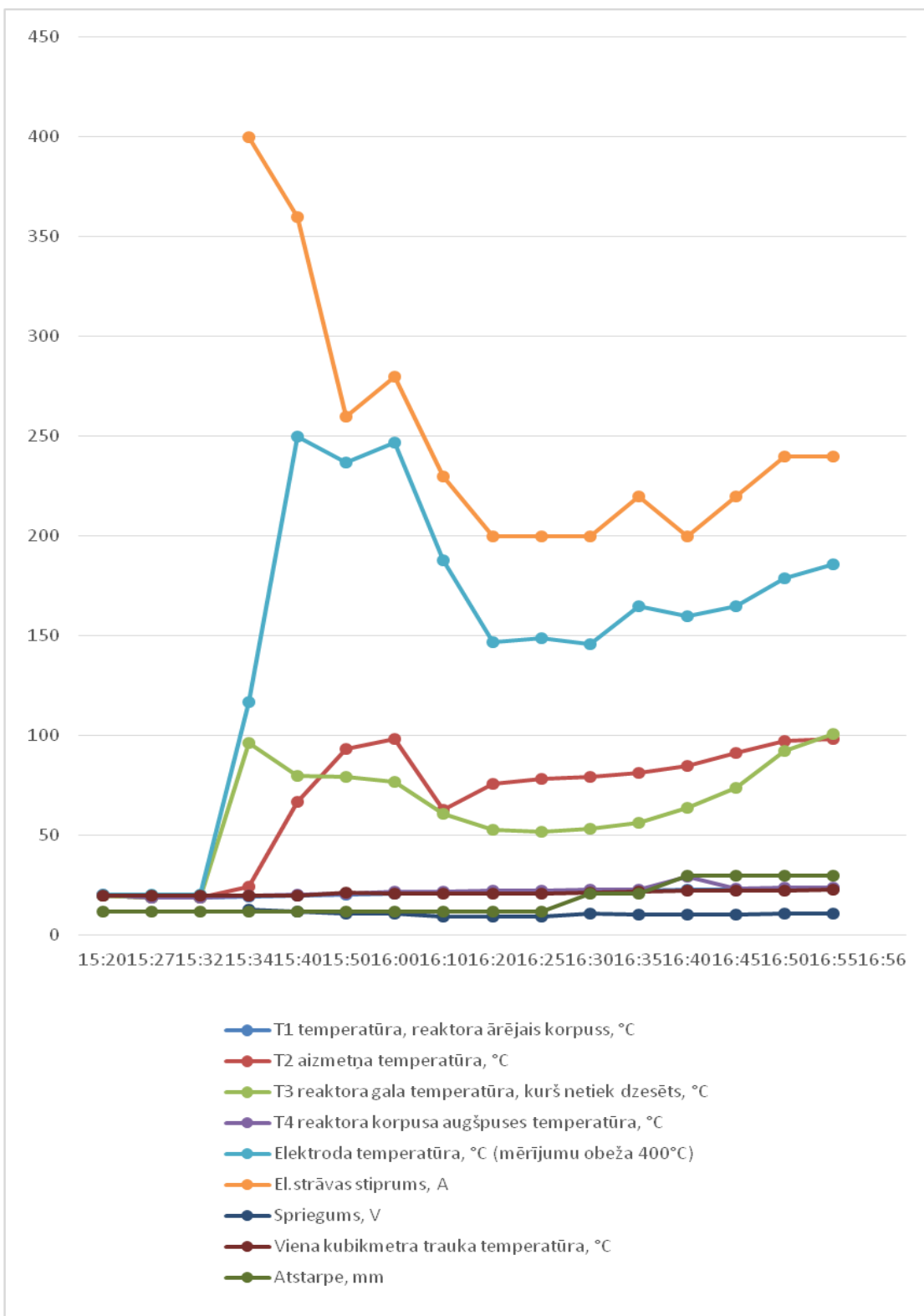
Ūdens patēriņš dzesējot reaktora vāku un aizmetni (sūknis Nr.2, termopārus T2, T4) - $1,43 \text{ m}^3$

Eksperimenta ilgums – 86 min.

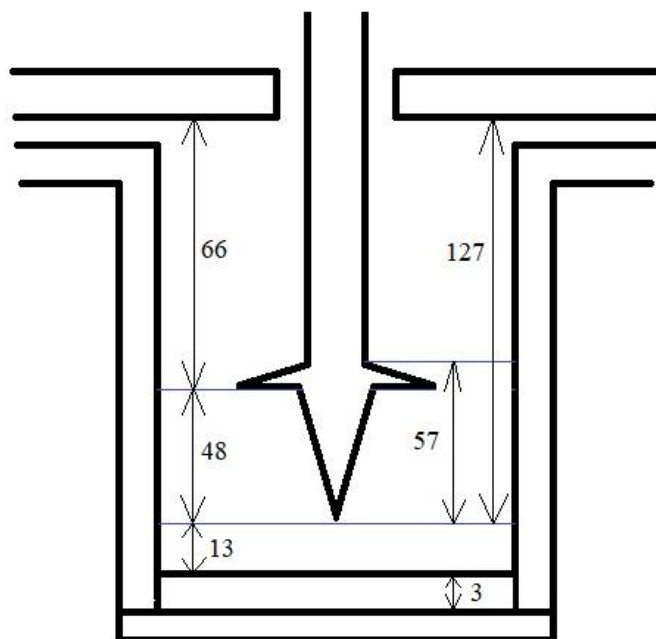
Uz reaktora uzstādītu termopāru rādītāji, elektrodu temperatūra, elektriskās strāvas stipruma, sprieguma rādītāji, atstarpes lielums

Tabula 3.3.8.

[illegible]



Zīm.3.3 20. Temperatūru sadalījuma grafiks, atkarībā no elektriskās strāvas, sprieguma un atstarpes

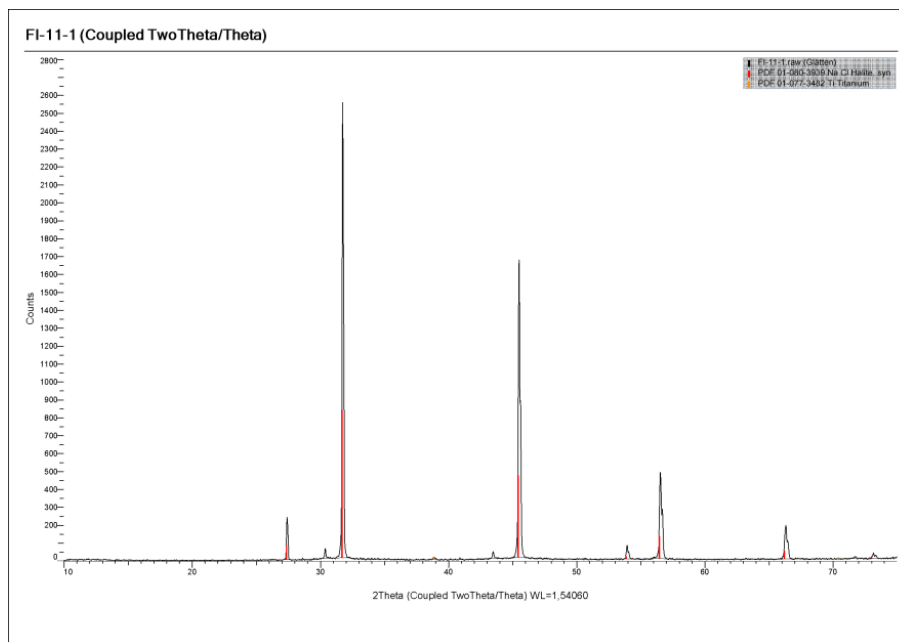


Zīm.3.3.21. Shematiskis reaktora šķērsriezums pēc kausēšanas

Paraugs 11/1 – kušņi uz reaktora sienīņas virs šķidrās fāzes



Zīm.3.3.22. Reaktora iekšpuse. Uz sānsienām kušņu nosēdumi.

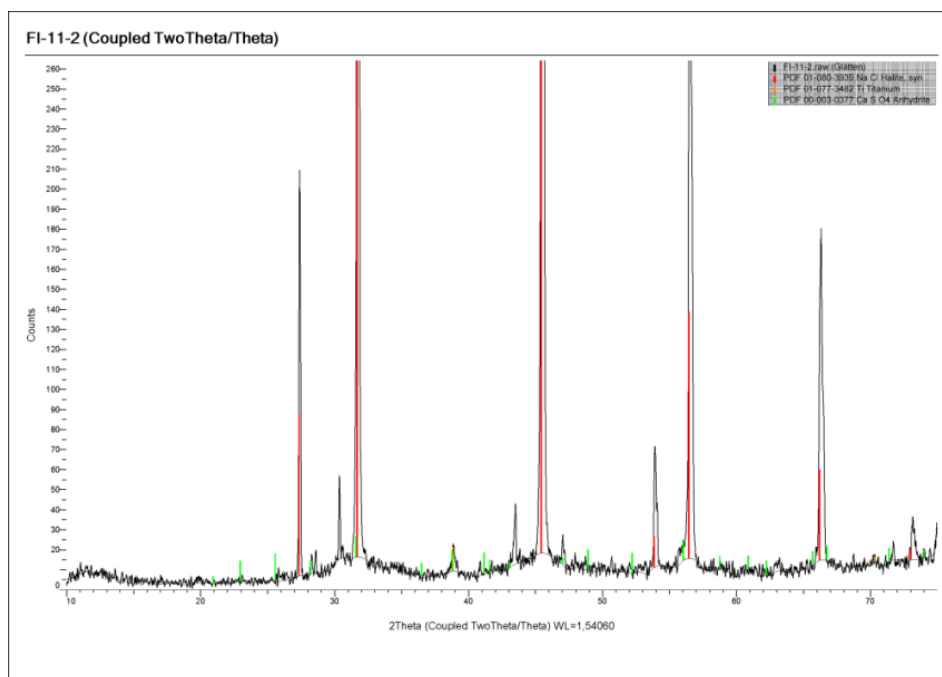


Zīm.3.3.23. Ķīmiskās analīzes rezultāts; pamatelementi kušņos - Na и Cl; piemaisījumos konstatēta S, Ca, Ti (по~0,1%); Mn, Fe, Cu (по~0,02%) klātbūtne

Paraugs 11/2– kušņi no reaktora.



Zīm.3.3.24. Nosēdumi uz reaktora apakšējās daļas un nerūsējošā tērauda aizmetņa.



Zīm.3.3.25. Parauga 11/2 rentgena difraktogramas. NaCl (PDF 01-080-3939), Ti (PDF 01-077-3482) un/vai CaSO₄ (PDF 00-003-0377).

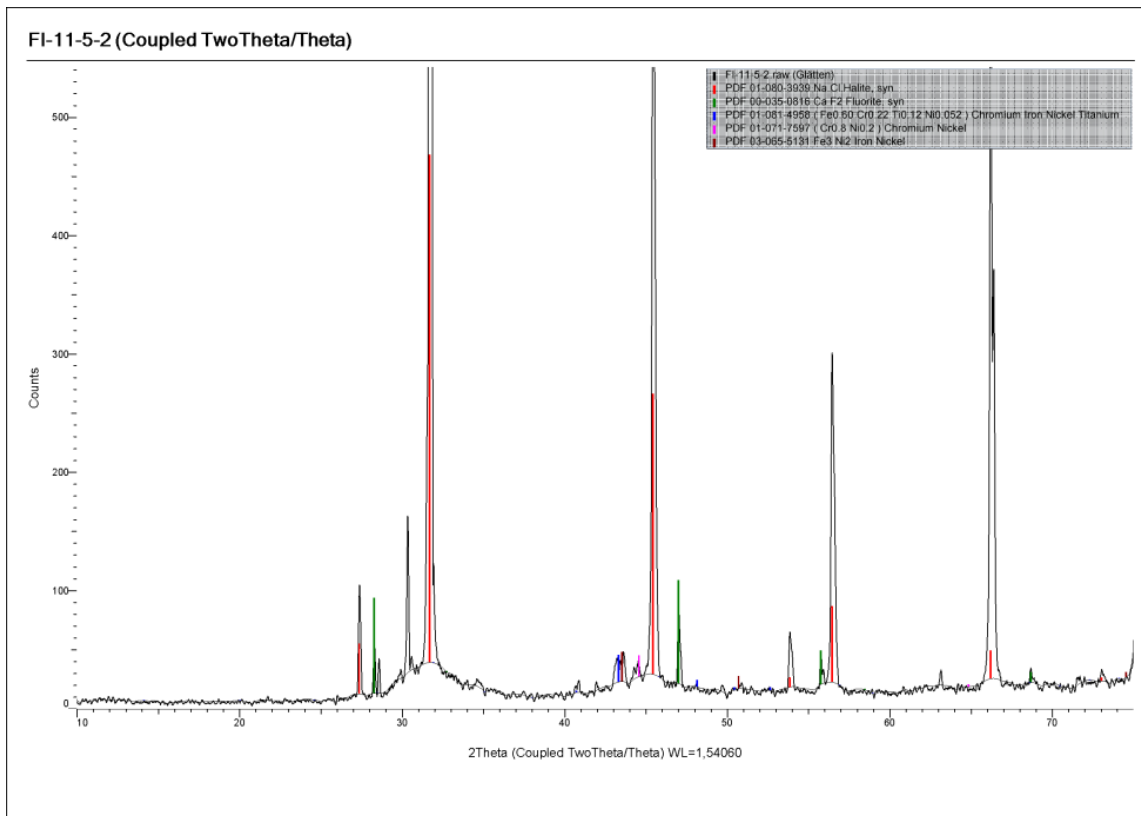
. Ķīmiskās analīzes rezultāts; pamatelementi kušņos - Na и Cl. Nelielā daudzumā Ca (~0,5%); S, Fe, Ti (~по 0,1 %) un Mn, Cu, Zn (% -100-daļas) piemaisījumi.

Paraugi no titāna elektroda



Zīm.3.3.26. a - elektrods pēc kausēšanas eksperimenta; b – analīzes paraugu noņemšanas shēma.

Paraugs 11/5-2- kušņi no elektroda vidējās daļas



Zīm.3.3.27. Parauga 11/5-2 rentgena difraktograma. **NaCl** (PDF 01-080-3939), **CaF₂** (PDF 00-035-0816), **FeCrTiNi** (PDF 01-081-4958), **Cr_{0.8}Ni_{0.2}** (PDF 01-071-7597), **Fe₃Ni₂** (PDF 03-065-5131).

Ķīmiskās analīzes rezultāts; pamatelementi kušņos - Na un Cl; piemaisījumos konstatēta Fe (~4 %), Ti (~3 %), Ca (~3 %), Cr (~1 %), Ni (~0.4 %), Mo (~0.1%), Cu (procenta 100-daļas)klātbūtne.

Eksperimenta rezultātā tika sasniegta NaCl + CaF₂ kušņu vannas temperatūra augstāka par titāna kušanas temperatūru, t.i. augstāka par t=1668°C. Tika noteikta titāna elektroda temperatūra, optimāla reaktora hermētiskuma nodrošināšanai elektrokušņu procesa veikšanai. Tika noteiktas nepieciešamās elektriskā sprieguma un strāvas kombinācijas. Vizuālās apskates rezultātā pēc eksperimenta tika noteikts kušņu pārklājuma veselums uz visas reaktora virsmas.

Elektrokušņu procesa laboratorijas pētījumos ar titāna elektrodu uz eksperimentālās Ti/TiAl iekārtas reaktora modeļa tika izmantotas vairākas kušņu sistēmas: vienkomenšu –NaCl un divkomeņu –NaCl +CaF₂, NaF + NaCl un NaF + Al₂O₃. Kā aizmetņa materiāls tika

izmantots nerūsējošais tērauds, varš un alumīnijs. Pēc stenda eksperimenta tika ņemti kušņu paraugi to ķīmiskai analīzei izmantojot rentgena – fāžu un rentgena fluorescences metodes. Lai izvērtētu kušņu komponentu un to produktu mijiedarbību ar reaktora, aizmetņa un elektroda materiāliem, paraugi tika ņemti no nosēdumiem uz reaktora sānu malām, reaktora vāka, elektroda, aizmetņa un kušņu vannas. Galvenās elektrokušņu procesa pamatsakarības, kuras iegūtas ķīmiskās kušņu analīzes rezultātā ir sekojošas:

- Kušņi uz reaktora sānu malām veido blīvu tumši-pelēku vai melnu kārtu, kura satur mijiedarbības produktus ar reaktora materiālu. Ķīmiskās analīzes rezultātā konstatēts, ka nosēdumos konstatēti tādu elementu klātbūtne kā Fe, Cr, Ni, Mo, Pb, Mn no dažām simtdaļām līdz dažām procenta desmitdaļām. Rentgena – fāžu analīze parādīja, ka kušņu pamatfāze ir galvenās kušņu komponentes, kuras var arī saturēt kā piemaisījumus cietus skābekļa šķīdumus titānā – Ti_6O , Ti_3O un/vai metālu titanītus (Cu_3TiO_3 , Fe_2TiO_4 un citus un/vai intermetalīdus (Cu_4Ti , $CuTi_2$, Ti_2Fe , $FeTi$) un/vai Na_3AlF_6 , $NaAl_{11}O_{17}$.
- Nosēdumi aizsargā kušņus reaktora iekšpusē no reaktora materiālu piemaisīšanas.
- Izmantojot vienkomponeņu kušņus ($NaCl$), pamatfāze ir $NaCl$, piemaisījumos – $TiCl_2$, Na_2TiCl_4 , bez tam paraugs var saturēt dažas procenta simtdaļas vara. Ja ir 2- komponentu kušņi ($NaCl + CaF_2$), tādā gadījumā paraugs satur tikai $NaCl$ kristāliskā formā. Lai gan kā parādīja analīzes, paraugā konstatēti tādi elementi kā S, Ca, Fe (0.1%) un procenta simtdaļas Mn, Fe, Cu.
- Veicot eksperimentu ar iztvaicētiem $NaCl$ kušņiem parauga, kas paņemts no reaktora vāka, analīze parādīja – paraugā ir tikai viena fāze – $NaCl$, lai gan tika konstatēta mazos daudzumos arī tādu elementu kā Ti (0.2%) un Fe un Cu procenta simtdaļas. Ja izmanto 2- komponentu kušņus ($NaCl + CaF_2$), tad analīzes uzrādīja, ka bez pamatfāzes – $NaCl$ konstatēti Ti un/vai $CaSO_4$, kā arī nelielos daudzumos S, Fe, Mn un Cu.
- Paraugu analīzes rezultātā no kušņu vannas vien-komponeņu gadījumā fiksēta pamatfāze – $NaCl$, piemaisījumos – dubultoksīdi – Fe_2Ti_4O , $FeTiO_2$, $Ti_9Fe_3O_3$ un intermetalīdi – Ti_2Fe , $FeTi$. 2 - komponentu kušņu gadījumā ($NaCl + CaF_2$) kā pamatfāzes ir $NaCl$ un CaF_2 un piemaisījumos Fe_3Ni_2 , Fe_2Ti , Ti_2O_3 , Cu_3TiO_4 .
- $NaCl$ kušņi no alumīnija aizmetņa paralēli pamatfāzei $NaCl$ satur fāzi Fe_2Ti_4O un nelielos daudzumos Ti_2O , $FeTiO$, kā arī tādos elementus kā Cr, Al, Ni, Mo, Mn un Cu.
- 2 - komponentu ($NaCl + NaF$) kušņu gadījumā, izmantojot vara aizmetni pamatfāze ir $NaCl$ ar vara piemaisījumiem. Ja ir nerūsējošā tērauda aizmetnis un 2 - komponentu kušņi ($NaF + Al_2O_3$, paraugā bez pamatfāzes NaF ir konstatēti dzelzs titanīta piemaisījumi.

Tādā veidā veiktie eksperimenti pierādīja, ka piemaisījumu ķīmiskais sastāvs, kas veidojas kušņos elektrokušņu procesā ir atkarīgs no aizmetņa materiāla un kušņu sākumsastāva.

Aktivitāte Nr. 4. Zināšanu un tehnoloģijas pārnese.

1. Tiek vākti un analizēti materiāli patenta iesniegšanai.
2. Tiek gatavoti materiāli konferencei.

6. Secinājumi.

1. Iepirkti konstrukcijas materiāli, vakuumsūkņi, vakuumelementi, komponentes un parametru monitoringa elementi un bloki, kas kopumā sastāda aptuveni 85% no projektā paredzētajiem finanšu līdzekļiem.
2. Uz Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa veikti 6 modeļeksperimenti, kuros izmantoti dažāda sastāva kušņi un aizmetņa materiāls (alumīnijs, varš un nerūsējošais tērauds).
3. Pārbaudīta un pierādīta eksperimentālās iekārtas reaktora modeļa un tā atsevišķu mezglu un sistēmu darbaspēja.
4. Rentgena-fāžu un rentgena – fluorescences kušņu paraugu (30 gab.) analīžu rezultātā pierādīts, ka piemaisījumu sastāvs galvenokārt atkarīgs no kušņu sastāva un aizmetņa materiāla. Vispiemērotākie pēc sastāva un īpašībām izrādījās nerūsējošā tērauds aizmetņi.
5. Praktiski veikts viens no eksperimentālajiem posmiem, kura rezultātā pierādīts, ka izvēlētais tehnoloģiskais process ir veiksmīgs. Iegūti pirmie titāna paraugi, kuru masa sastāda jau 4 – 10 gramus.
6. Turpinās teorētiskā elektrokušņu pārkausēšanas procesa apzināšana, proti elektriskā potenciāla sadalījums reaktorā, temperatūras un kušņu plūsmas ātruma sadalījums reaktorā ko rada dabīgā konvekcija.
7. Turpinās darbi pie Ti/TiAl eksperimentālās iekārtas prototipa montāžas.
8. Tiek gatavots eksperiments uz rekonstruēta reaktora modeļa jau ar reālām titāna iegūšanai elektrokušņu procesā materiālu komponentēm, t.i. Na + TiCl₄.