

Дніпровський державний технічний університет, м. Кам'янське

**ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ РОЗПОДІЛУ ТЕМПЕРАТУР У ШИХТІ  
В ПРОЦЕСІ ОТРИМАННЯ ЦИРКОНІЮ ЯДЕРНОЇ ЧИСТОТИ  
В ІНДУКЦІЙНИХ ПЕЧАХ З ХОЛОДНИМ ТИГЛЕМ**

**Вступ.** З робіт [1, 2] випливає, що процес отримання зливків цирконію кальціє-термічним відновленням його тетрафториду характеризується напруженим тепловим балансом. Тому використання тигля зі стінками, що охолоджуються, не дозволяє безпосередньо перейти досвід проведення відновлювальних плавок в графітових тиглях, а вимагає знаходження умов для отримання компактних зливків металу.

Складність поставленого завдання полягає в тому, що індукційний метод нагріву матеріалів в електромагнітному полі використовується для переплаву матеріалів. Досвід же проведення процесів металотермічного відновлення в індукційній установці з холодним тиглем як у вітчизняній, так і в закордонній практиці відсутній.

Тому постановка даних досліджень, їх методика та технічне оснащення спрямовані на виявлення закономірностей процесу відновлення цирконію в індукційних печах з холодним тиглем і знаходження його оптимальних параметрів, а також одержання рекомендацій для апаратурного оформлення нової технології.

**Постановка задачі.** Першочерговою метою досліджень є експериментальне дослідження умов, що забезпечують попередній нагрів шихти, в процесі кальцієтермічного відновлення тетрафториду цирконію до металу ядерної чистоти.

**Методи дослідження.** Експериментальні дослідження процесу кальцієтермічного відновлення тетрафториду цирконію проводилися на установці ППХТ-200 [1], що являє собою вакуумну індукційну піч із холодним (мідним водоохолоджуваним) тиглем діаметром 200 мм. Основні технічні характеристики установки наведено в табл.1.

Таблиця 1 – Основні технічні характеристики установки ППХТ-200

Сумарна потужність 4-х перетворювачів типу ПВС-100, кВт	4x100 = 400
Висота індуктора, мм	400
Робоча напруга, В	780
Частота струму індуктора, Гц	2400
Розміри холодного тигля, мм:	
- висота	700
- внутрішній діаметр	200
Плавильний об'єм тигля, л	8

Холодний тигель виготовлений з U-подібних мідних профільованих трубок (рис.1), ізолюваних одна від одної міканітовими прокладками та спаяних у нижній частині в три секції по 5 U-подібних трубок у кожній.

Подача води на секції здійснюється через три колектори під тиском  $\sim 3$  атм. Виведення охолоджувальної води з кожної U-подібної трубки тигля здійснюється окремо.

Для одержання цирконію ядерної чистоти необхідно використовувати особливо чисті тетрафторид цирконію та металевий кальцій.

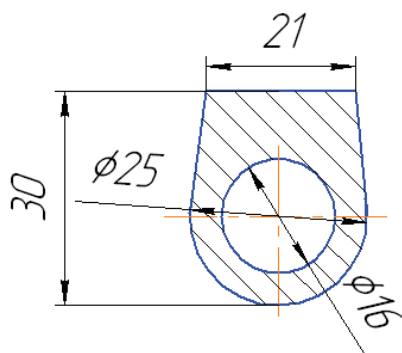


Рисунок 1 – Профіль мідних трубок холодного тигля установки ПХТ-200

Тетрафторид цирконію одержують зневоднюванням  $ZrF_4 \cdot H_2O$  у струмі безводного фтористого водню при температурі 550-650°C з наступним очищенням методом вакуумної сублімації при 850°C та залишковому тиску 1,33 Па (10-2 мм рт.ст.). Вміст кисню в тетрафториді цирконію знаходиться в межах 0,01-0,06% та азоту – 0,002-0,003%. Тетрафторид цирконію має насипну щільність 2400-2800 кг/м<sup>3</sup>.

Металевий кальцій за вмістом домішок відповідає технічним умовам ТУ 0 02.10-79. Його одержують у вигляді зливків. Із останніх на токарному верстаті з герметичною камерою, заповненою аргоном, нарізали стружку довжиною 4-14 мм і товщиною до 4 мм. Насипна щільність стружки кальцію становить 600-700 кг/м<sup>3</sup>.

Шихтовку вихідних компонентів здійснюють в атмосфері аргону із застосуванням мірних склянок. Шихта має насипну щільність ~ 1500 кг/м<sup>3</sup>.

Для одержання сплаву КТЦ-110 (сплав цирконію з 1% ніобію) на основі цирконію як легуюча добавка використовується порошок ніобію з вмістом домішок, що відповідають технічним умовам ТУ-48-4-284-73.

Оскільки, як згадувалося вище, тепловий баланс процесу кальцієтермічного відновлення тетрафториду цирконію є досить напруженим, тому для одержання компактного зливка металу необхідне попереднє нагрівання шихти.

Регулювання процесом попереднього нагрівання шихти в індукційній печі з холодним тиглем здійснюють за допомогою зміни вхідної потужності електромагнітного поля та взаємного розташування витків індуктора.

З метою виявлення ступеня впливу кожного із цих двох факторів на характер розподілу температур у шихті було проведено дослідження.

Для цього використано різні рівні вхідної потужності (від 40 до 220 кВт) та різні схеми розташування витків індуктора: рівномірно розтягнуті, стиснуті та нерівномірно розтягнуті. Максимальна потужність (220 кВт) обмежується перегрівом периферійних шарів шихти вище температури 500-550°C, що, в свою чергу, знижує вихід цирконію в зливки [3].

Експериментальне дослідження характеру зміни температурних полів у шихті при її нагріві на установці ПХТ-200 проводили в атмосфері аргону.

Зміна температури по об'єму шихти реєструвалася хромель-алюмелевими термомпарами в комплекті з потенціометрами КСП-4.

У попередніх експериментах було показано, що хромелеві та алюмелеві провідники термопар діаметрами 0,3-0,5 мм є прозорими для електромагнітного поля, внаслідок чого впливом останнього на показання приладів можна зневажити.

**Результати роботи.** Типові температурні профілі по висоті шихти для розтягнутих (а), стислих витків (в) та із трьома верхніми стислими витками індуктора (б) показано на рис.2.

Внаслідок неоднорідності електромагнітного поля та теплових втрат через верх та низ шихти найбільш прогрітою є центральна по висоті частина завантаження. Концентрування витків у верхній частині, як видно з рис.2, сприяє кращому прогріву верхніх шарів шихти.

Температурний профіль по перерізу шихти в основному відповідає закономірностям індукційного нагрівання металевих тіл [4] з поправкою на інтенсивний тепловідвід стінками тигля, що охолоджуються водою.

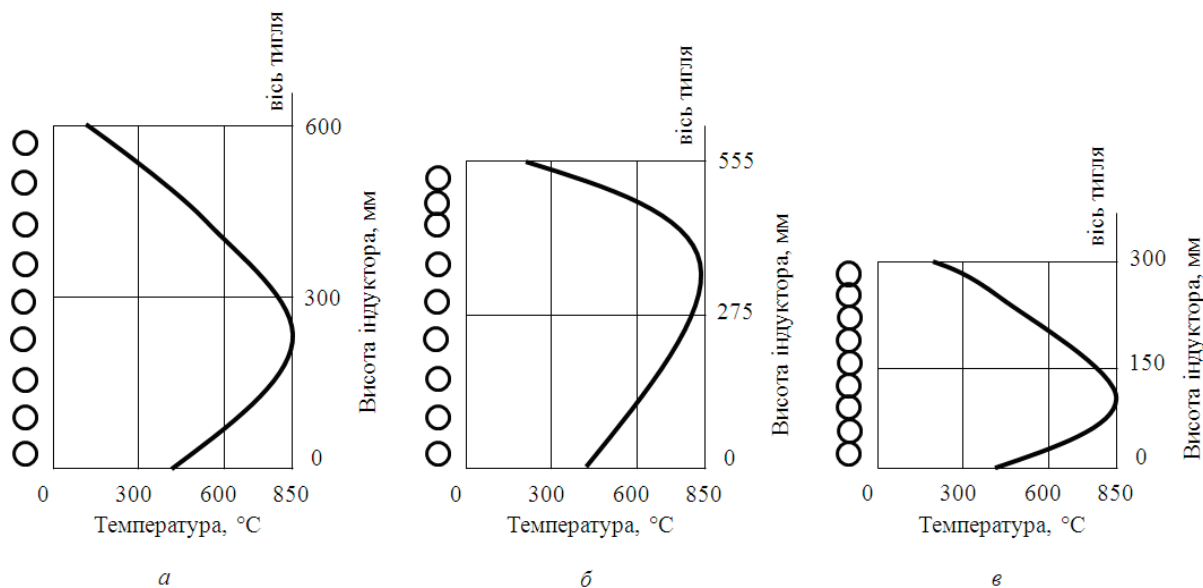


Рисунок 2 – Розподіл температур по висоті шихти при потужності 200 кВт та часі нагріву 65 с.

Максимальна температура розвивається на відстані 15-30 мм від стінки тигля, що відповідає глибині проникнення індукційного струму в шихту (рис.3).

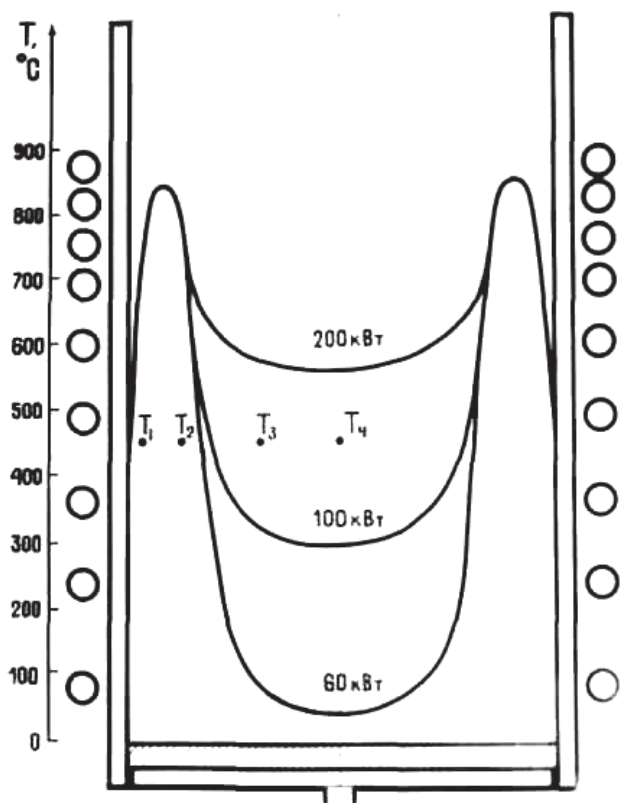


Рисунок 3 – Розподіл температурного поля по перерізу шихти до моменту ініціювання реакції

Як видно з рис.3. периферійні шари охолоджуються стінкою тигля. Малий час нагрівання шихти до початку взаємодії компонентів (~850°C) обумовлює запізнювання росту температури в центрі завантаження, оскільки перенос тепла за рахунок теплопровідності недостатньо інтенсивний.

З рис.3. випливає, що збільшення потужності електромагнітного поля, яке вводиться в систему, призводить до зниження градієнта температур по перерізу шихти.

Порівняння отриманих даних з температурним профілем по перерізу шихти при її нагріванні в печі опору [3] показує, що в останньому випадку перепад температур між стінкою тигля та центром завантаження істотно нижчий, ніж при індукційному нагріванні (рис.4).

Таким чином, застосування індукційного нагріву різко знижує час досягнення температури початку протікання реакції. При аналогічному масштабі завантаження час нагріву

шихти до ініціювання реакції в печі опору перевищує 8 год. [3], у той час як при індукційному нагріванні, наприклад, при потужності 200 кВт воно становить 60-70 с.

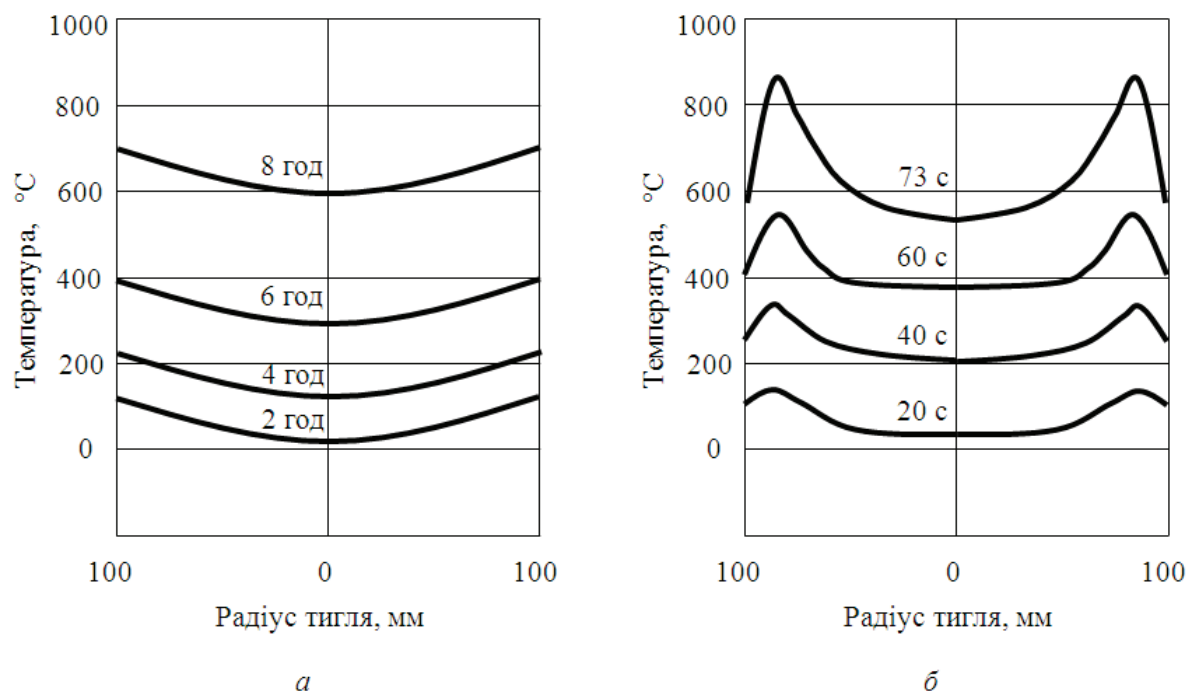


Рисунок 4 – Температурний профіль по перерізу шихти при її нагріванні в печі опору (а) та в індукційній печі (б)

У табл.2 наведено результати відновлювальних плавок цирконію в експериментальній установці з різною концентрацією витків індуктора.

Таблиця 2 – Вплив відносного розташування витків індуктора на вихід цирконію у зливок

№ досліджу	Потужність, кВт	Тривалість нагріву, с	Розташування витків індуктора	Вихід цирконію у зливок, %
1	40	114	Усі витки розтягнуті	50,0
2	60	95	3 верхні витки стиснуті, інші розтягнуті	88,8
3	90	180	Усі витки розтягнуті	76,7
4	120	75	Усі витки стиснуті	27,3
5	220	115	3 верхні витки стиснуті, інші розтягнуті	89,6

З табл.2 випливає, що використання концентрування витків індуктора у верхній частині при інших розтягнутих витках є ліпшим, ніж здійснення процесу з повністю стиснутими або розтягнутими витками, оскільки в першому випадку за рахунок концентрації витків має місце кращий прогрів верхніх шарів шихти.

У цьому випадку вихід металу в злинок має більш високі значення.

Подальші дослідження проводилися з використанням двох рівнів потужності, які можна умовно поділити на потужність, що вводиться для попереднього прогріву шихти, та потужність для ініціювання металотермічної реакції.

У цьому випадку, на відміну від проведення процесу в шахтних печах відновлення, ініціювання реакції відбувається не за допомогою запального пристрою, а самовільно по мірі прогріву завантаження на більш високих потужностях.

Результати відновлювальних плавок при використанні двох рівнів потужності наведено в табл.3.

Таблиця 3 – Результати відновлювальних плавок при використанні двох рівнів потужності

№ досліджу	Потужність, що використовується для попереднього прогріву шихти, кВт	Тривалість прогріву, с	Потужність, що використовується для ініціювання реакції, кВт	Вихід цирконію у зливок, %
1	80	60	180	76,3
2	80	60	180	86,5
3	60	90	220	76,8
4	60	90	220	83,4

**Висновки.** Проведені дослідження дозволяють виявити інтервал можливої зміни потужності для проведення процесу на лабораторній установці ПХТ-200 і оптимальну геометрію витків індуктора.

Так, використання потужності менше 60 кВт призводить до незначного прогріву центральної частини шихти (рис.3), а максимальна вхідна потужність 200-220 кВт обмежується перегрівом периферійних шарів шихти вище температури 500-550°C, що, в свою чергу, знижує вихід цирконію в злинок. Тому нагрів шихти необхідно проводити при потужності 60-220 кВт, причому потужність 200-220 кВт можна використовувати лише для швидкого досягнення температури початку взаємодії компонентів.

Для поліпшення нагріву шихти по висоті тигля доцільно стискати верхні витки індуктора при одночасному розтягуванні нижніх.

У результаті проведених досліджень показана можливість задовільного прогріву шихти (стружки металевого кальцію та порошку тетрафториду цирконію) в умовах індукційного нагріву. Одним з прийомів, що дозволяють поліпшити прогрівання, може служити використання двох рівнів потужності, які сприяють перерозподілу тепла від периферійних шарів шихти до центра.

#### ЛІТЕРАТУРА

1. Толлок А.О. Аналіз промислових методів відновлення сполук цирконію до металу ядерної чистоти / А.О.Толок, Р.Я.Романюк // Зб. наук. праць Дніпродзержинського державного технічного університету: (технічні науки). – Дніпродзержинськ: ДДТУ. – 2016. – Вип. 2(29). – С.26-33.
2. Совершенствование процесса кальциетермического восстановления тетрафторида циркония / К.А.Линдт, А.П.Мухачев, В.В.Шаталов [и др.]. // Вопросы атомной науки и техники. Серия: Физика радиационных повреждений и радиационное материаловедение (77). – Харьков: ННЦ ХФТИ. – 1999. – № 2. – С.3-8.
3. Шершнева С.А. Исследование и разработка процесса кальциетермического восстановления тетрафторида циркония: дис. на соискание уч. степени канд. техн. наук: спец. 05.17.02 „Технология редких, рассеянных и радиоактивных веществ” / С.А.Шершнева. – Днепропетровск, 1981. – 155с.
4. Тир Л.Л. Современные методы индукционной плавки / Л.Л.Тир. – М.: Энергия, 1975. – 112с.

Надійшла до редколегії 23.05.2017.