

ПРИМЕНЕНИЕ ЛОПАСТНЫХ МЕШАЛОК В РЕАКТОРЕ ДЛЯ МЕТАЛЛОТЕРМИЧЕСКОГО ПОЛУЧЕНИЯ ТИТАНОВЫХ ПОРОШКОВ

Л.П.ДОРФМАН, В.П.ОЗИМОВ,
М.Б.ГЕЙЛИКМАН, Г.П.СНИСАРЬ

Осложняющими условиями высокотемпературного ($700-900^{\circ}\text{C}$) процесса получения титановых порошков металлургическим восстановлением хлоридов титана из расплавов в реакторе с перемешиванием является повышенная склонность свежесформованных металлических частиц спекаться между собой и привариваться к деталям технологической аппаратуры [2]. В этих условиях заведомо нецелесообразно применение перемешивающих устройств со статическими приспособлениями для организации направленного потока жидкости (диффузоры, направляющие аппараты) и наличие в объеме реактора тихоходных (шнеки) или неподвижных (отражательные перегородки, сифоны, термпарные чехлы) конструктивных элементов, вызывающих образование застойных зон. Работая в агрессивной высокотемпературной среде мешалка должна отличаться простотой, быть достаточно жесткой при возможно меньшей металлоемкости и обеспечивать эффективное перемешивание при умеренной частоте вращения вала (2-6 об/с), что облегчает герметизацию реактора.

Выполненными в ЛТИ им.Ленсовета исследованиями [5] выявлены общие закономерности процесса перемешивания не имеющими направляющего аппарата мешалками всех обычно применяемых типов [3,6,7] в сосудах без отражательных перегородок. Установлено, что тип мешалки не оказывает решающего влияния на структуру потока перемешиваемой жидкости. Это делает нерациональным усложнение конструкции перемешивающего устройства, работающего в аппарате с гладкими стенками. При указанном аппаратном оформлении интенсивность перемешивания зависит только от частоты вращения используемой мешалки.

Из числа известных типов механических мешалок к одним из наиболее простых в конструктивном отношении и дешевых в изготовлении относятся наклоннолопастные ($30-45^{\circ}$). При перемешивании умеренно вязких (до 100 сП) жидкостей наклоннолопастные мешалки обеспечивают значительную осевую составляющую потока перемешиваемой жидкости и хорошую турбулизацию во всем объеме аппарата [3, 6, 7]. Вязкость и плотность титаносодержащих пульп рассчитаны по методике [3]. Учитывая невысокую вязкость (1,6-4,1 сП) расплавов хлоридов щелочных металлов с содержанием по массе дисперсного

металлического титана 10-20% и возможность эффективного перемешивания таких расплавов с помощью наклоннолопастных мешалок, этот тип перемешивающих устройств был принят для экспериментальной проверки.

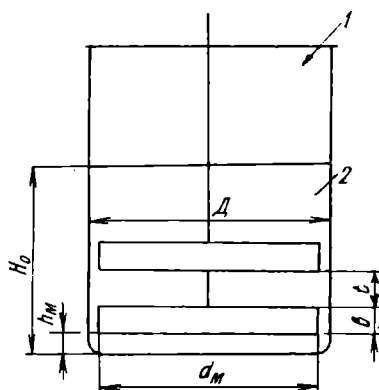


Рис. 1. Схема процесса перемешивания
1 - жидкий натрий или гранулированный магний; 2 - титаносодержащий хлоридный расплав

Исследования металлургического процесса получения титановых порошков из расплавленных сред в условиях механического перемешивания материалов выполнены в лабораторном масштабе, обеспечивающем получение 350-400 г титана в отдельном технологическом опыте. Технологический процесс заключался в регламентированной подаче восстановителя (жидкий натрий или гранулированный магний) на поверхность титаносодержащего хлоридного расплава при регулировании интенсивности перемешивания последнего (рис. 1). Опыты были проведены в заполненном аргоном герметичном реакторе с вставным реакционным стаканом ($d = 112$ мм, $h = 200$ мм). Продукты в реакционном стакане перемешивали одно- или двухряд-

ной наклоннолопастной (30°) мешалкой. Лопасти двухрядной мешалки были расположены друг относительно друга под углом 90° . Материал аппаратуры - нержавеющая сталь Х18Н9Т. Вал мешалки вводили в реактор через центр крышки и уплотняли сальником из фторопластовой стружки и графитового порошка.

Для моделирования процесса перемешивания в укрупненном масштабе размеры перемешивающих устройств выбраны в соответствии с литературными рекомендациями для лопастных мешалок (табл. I). Исходными материала-

Т а б л и ц а 1

Симплексы геометрического подобия

Обозначение	Соотношение (см. рис. 1)	Рекомендуемое в [3,7]	Принятое
Γ_1	d_M/D	0,66-0,9	0,85
Γ_2	b/D	0,1-0,2	0,20
Γ_3	h_M/d_M	0,0-0,3	0,05
Γ_4	H_0/D	0,8-1,3	1,00
Γ_5	t/d_M	0,3-0,8	0,40

ми предварительных опытов служили расплав низших хлоридов титана на основе хлористого натрия с содержанием растворенного титана по массе 22-22,5% и натрий металлический (ТУ 1664-50). Температура опытов $840-850^\circ\text{C}$, расход натрия в расчете на единицу площади поперечного сечения реакционного стакана $4 \text{ г}/(\text{см}^2 \cdot \text{ч})$. Металлический титан из конечных продуктов процесса извлекали методами гидрометаллургии.

Установлено, что при частоте вращения мешалок менее 100 об/мин не удается предотвратить спекание получаемого металла в блок. Повышение частоты вращения двухрядной мешалки до 200 об/мин сопровождалось опасностью перелива расплава через край реакционного стакана и не позволило избавиться от блочных образований титана на лопастях верхнего ряда. По-видимому, верхние лопасти, как армирующий элемент, способствовали образованию блока. Гидрометаллургическую переработку реакционных масс опытов 1 и 2 (табл. 2) возможно было произвести лишь после предварительного дробления материала в цековой дробилке. Для этих опытов характерен большой выход агрегатов спеченного титана крупностью более 10 мм. Вследствие этого от применения двухрядных мешалок в дальнейшем отказались.

Т а б л и ц а 2

Результаты поисковых опытов получения титановых порошков
из перемешиваемых расплавов

Опыт	Мешалка	Частота вращения мешалки, об/мин	Состояние полученного металла	Выход фракций металла крупностью (мм), %		
				<0,1	0,1-0,5	>0,5
1	Двухрядная	100	Блочные образования титана на лопастях мешалки	36,8	9,51	53,69
2		200		57,48	17,56	24,96
3	Однорядная	240	Однородная смесь металла с солью	74,78	13,71	11,51
4		240		71,04	17,65	11,31

Использование однорядной мешалки позволило при определенных режимах уменьшить, а затем и исключить (опыты 3,4) образование спеченных агрегатов титана; весь полученный металл в этом случае представлен мелкими частицами, равномерно распределенными в хлористой соли. Гидрометаллургическую переработку реакционных масс опытов 3 и 4 проводили непосредственно после извлечения из реакционного стакана, минуя дробление. Полное исключение агломерирования металла в этих опытах и равномерное распределение порошкообразных частиц в блоке реакционной массы указывали на то, что при достижении соответствующей степени турбулизации расплава образующиеся кристаллы титана находятся в расплаве в течение всего опыта во взвешенном состоянии. Фракционный состав металла опытов 3 и 4 свидетельствует также об удовлетворительной воспроизводимости результатов исследований в условиях принятого аппаратного оформления процесса.

Предварительные опыты позволили сделать вывод о принципиальной возможности осуществления металлотермического процесса получения титановых порошков в реакторе с механическим перемешиванием продуктов однорядной наклоннолопастной мешалкой.

Определяющие факторы натриетермического восстановления низших хлоридов титана из перемешиваемого расплава на основе отработанных карналито-

вого электролита магниевого производства выявлены методом многофакторного эксперимента. Технологические параметры восстановительного процесса изменяли в следующих пределах: частота вращения мешалки 240–440 об/мин, удельный расход натрия 4–12 г/(см²·ч), температура восстановления 700–860°C, концентрация растворенного титана в исходном расплаве по массе 10–20%. Расчеты значений критерия Рейнольдса показали, что принятые условия экспериментирования предопределяют возможность получения в качестве конечных продуктов процесса ньютоновских жидкостей [3] и реализацию устойчивого турбулентного режима потока перемешиваемой жидкости в реакционном аппарате ($Re_M \gg 10^4$).

Максимальный выход металла порошковых фракций (<0,5 мм) в многофакторных опытах составил 84–88%. Выявлено соответствие определяющих закономерностей процесса основным положениям теории процессов массовой кристаллизации в аппаратах с перемешиванием [1,4]. Сильнодействующими технологическими параметрами являются удельный расход натрия, концентрация титана в исходном расплаве, частота вращения мешалки. Увеличение частоты вращения мешалки до 240–390 об/мин приводит к повышению выхода металла порошковых фракций, дальнейшее повышение числа оборотов мешалки вызывает снижение выхода титанового порошка. По-видимому, превышение допустимого числа оборотов мешалки приводит к возрастанию скорости кругового вращения расплава и снижению интенсивности перемешивания. Экспериментальные данные (рис. 2) свидетельствуют о том, что одним из определяющих факторов металлотермического процес-

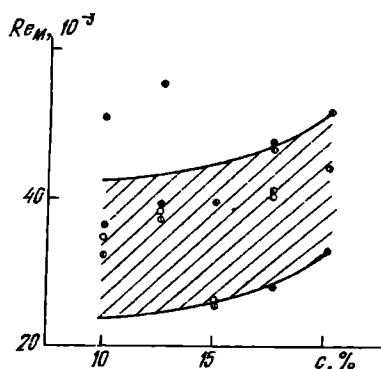


Рис. 2. Зависимость критерия гидродинамического режима, обеспечивающего наибольший выход металла крупностью менее 2 мм, от исходной концентрации титана c в расплаве
Температура многофакторных опытов, °C:
○ — 700; ◐ — 740; ● — 780; ● — 820;
● — 860

са получения титановых порошков из перемешиваемых расплавленных сред является соответствие между концентрацией титана в расплаве и степенью турбулизации расплава. Эти данные позволили выявить интервал значений частоты вращения мешалки (300–400 об/мин), при которых достигается оптимальный гидродинамический режим потока перемешиваемого расплава в реакторе.

Магнетермическое восстановление хлоридов титана в реакторе с наклонно-лопастной мешалкой исследовано с использованием расплава на основе отработанного карналитового электролита ($\sum Ti_p = 19,5\%$ по массе, температура 740–760°C). Среднюю крупность гранул магния изменяли в пределах 1,0–7,5 мм. Во всех опытах достигнуто полное восстановление низших хлоридов титана при стехиометрическом расходе магния и оптимальном гидродинамическом режиме, выявленном многофакторными экспериментами.

Выполненные исследования позволили определить тип наиболее простого перемешивающего устройства и получить исходные данные для моделирования в

укрупненном масштабе процесса перемешивания продуктов металлотермического получения титановых порошков. В качестве таких данных могут быть использованы симплексы геометрического подобия $\Gamma_1 - \Gamma_4$ (см. табл. I) и экспериментально выявленная (рис. 2) область рабочих значений критерия Рейнольдса $Re_M = (3+5) \cdot 10^4$. Поскольку для геометрически подобных мешалок и аппаратов в случае соблюдения подобия структуры потоков перемешиваемой жидкости в аппаратах мощность, затрачиваемая на перемешивание, зависит только от критерия Рейнольдса [3], на основании полученных значений Re_M возможно рассчитать мощность, потребную для перемешивания в укрупненном аппарате.

Л и т е р а т у р а

1. Бэмфорт А.В. Промышленная кристаллизация. М., Металлургия, 1965.
2. Гармата В.А., Гуляницкий Б.С., Крамнин В.Ю. и др. Металлургия титана. М., Металлургия, 1968.
3. Касаткин А.Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. М., Химия, 1971.
4. Матусевич Л.Н. Кристаллизация из растворов в химической промышленности. Химия, 1968.
5. Павлушенко И.С., Демьянова Е.М. ЖПХ, 1963, т.39, вып. 7, с.1492-1493.
6. Плановский А.Н., Рамм В.М., Каган С.З. Процессы и аппараты химической технологии. М., Химия, 1968.
7. Штербачек З., Тауск П. Перемешивание в химической промышленности. М., Госхимиздат, 1963.