

Министерство образования и науки Российской Федерации  
Национальный исследовательский Томский политехнический университет  
Физико-технический институт  
Кафедра технической физики

УТВЕРЖДАЮ  
Директор ФТИ  
О.Ю. Долматов  
«\_\_» \_\_\_\_\_ 2016г.

## **ПЛАЗМОХИМИЧЕСКОЕ ВСКРЫТИЕ РУДНЫХ КОНЦЕНТРАТОВ**

Методические указания к лабораторному практикуму по курсу  
**Плазменные технологии переработки веществ**  
для студентов направления 14.03.02 «Ядерная физика и технологии»  
Физико-технического института

## 1. Цель работы

1. Ознакомление с устройством, принципом действия и режимами работы плазмохимической установки (ПЗХУ) для вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ).
2. Расчет плазмохимического процесса вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда).
3. Экспериментальное изучение режимов вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда.
4. Обработка и анализ полученных результатов, выбор оптимальных режимов плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда.

## 2. ПЕРЕРАБОТКА ТВЕРДОГО СЫРЬЯ

### Переработка в плазменном потоке

Вещества в виде дисперсных порошков вводятся в поток низкотемпературной плазмы, являющейся высокоэнтальпийным теплоносителем, а в отдельных случаях и реагентом. В плазме протекают процессы образования новых соединений. Газовый поток охлаждают, твердые частицы отделяют в циклонах и фильтрах, а смесь газов направляют на выброс или, если в ней содержатся полезные газообразные продукты, на последующую переработку. Таким образом осуществляют вскрытие природных руд, восстановление оксидов водородом и углеводородами, азотирование и карбидизацию металлов, а также их оксидов.

В плазмохимическом реакторе протекают следующие основные процессы: смешение порошкообразного сырья с потоком плазмы, нагрев частиц, их испарение, химические реакции, конденсация продуктов, приводящая к формированию порошков. Часто для управления процессом формирования порошков используют закалку холодным газом.

Рассмотрим несколько типичных примеров.

В мировой практике имеется опыт промышленного применения процессов вскрытия руд в плазме. Так, фирма «ТАФА» (США) уже более 10 лет эксплуатирует установку по термическому вскрытию циркона  $ZrSiO_4$ . Диссоциация его на оксиды циркония (IV) и кремния (IV) происходит уже при 1960 К. Продукт представляет собой высокодисперсный порошок. Оксид кремния (IV) легко из него выщелачивается, и чистота оксида циркония (IV) составляет 99,9 мас. доли, %. Степень диссоциации циркона 92,3—99,1 %, производительность установки может быть доведена до 270 кг/ч, мощность — до 300 кВт.

Диссоциация при нагреве в потоке плазмы используется для вскрытия ильменита, содержащего титан; родонита, содержащего марганец; содержащих никель пирохлора и серпентина. После разложения в плазме получают оксиды указанных металлов.

Некоторые процессы вскрытия руд осуществляют восстановительным хлорированием. Этим способом получают хлориды циркония и бериллия из их оксидов. Хлориды значительно легче подвергаются глубокой очистке от примесей, чем оксиды, и это создает определенные преимущества при получении из них веществ высокой чистоты.

Другой пример применения метода — в процессах получения высокодисперсных порошков тугоплавких металлов восстановлением их оксидов плазмой водорода.

Особенности процессов восстановления оксидов в плазме изложены в работах Н. Н. Рыкалина, Ю. В. Цветкова, С. А. Панфилова и их сотрудников. Рассматривая возможность проведения процессов восстановления в потоке

плазмы, отметим, что эти процессы можно осуществить двумя путями: гетерогенно и гомогенно. Гетерогенные реакции, протекающие по схеме газ — твердое тело или газ — жидкость, идут на поверхности и часто лимитируются диффузией. Поскольку энергия активации таких реакций невелика, то вряд ли следует ожидать значительного (на несколько порядков) увеличения их скорости за счет высокой температуры плазмы. Кроме того, гетерогенные реакции зачастую тормозятся образованием плотного слоя продукта, блокирующего поверхность. Кроме того, после перевода исходного сырья в газовую фазу скорости восстановительных реакций резко возрастают, что несомненно может значительно интенсифицировать процесс. Например, для полного протекания гетерогенной реакции восстановления оксида вольфрама (VI) водородом до металла при 2000 К необходимо время порядка  $10^2$  с. После перевода исходного сырья в газовую фазу время реакции не превышает  $10^{-4}$  с. Результаты термодинамического расчета этого процесса, приведенные на рис. 74, показывают, что при высоких температурах обеспечивается полная переработка оксида в газовой фазе. Таким образом, одно из важнейших требований — чистота продукта — в этом случае обеспечено.

Опираясь на результаты исследования кинетики восстановления, оказалось возможным высказать обобщающее положение о лимитировании процесса плазменного восстановления степенью перехода оксидов в газовую фазу. Размеры частиц сырья, подаваемого в плазму, составляют обычно 50—150 мкм, оценки показывают, что их нагрев до температур испарения происходит за 0,02—0,1 полного времени пребывания, т. е. можно считать, что процесс в целом определяется скоростью испарения частиц. Результаты теоретических расчетов времени испарения частиц  $WO_3$  ( $T_{ис} = 1630$  К) приведены на рис. 75. Как видим, длительность процесса испарения зависит от размера частиц, температуры плазмы и вида плазмообразующего газа. В реальных процессах на скорость взаимодействия влияют природа исходного сырья, а также время перемешивания холодного потока с плазмой и траектория движения частиц.

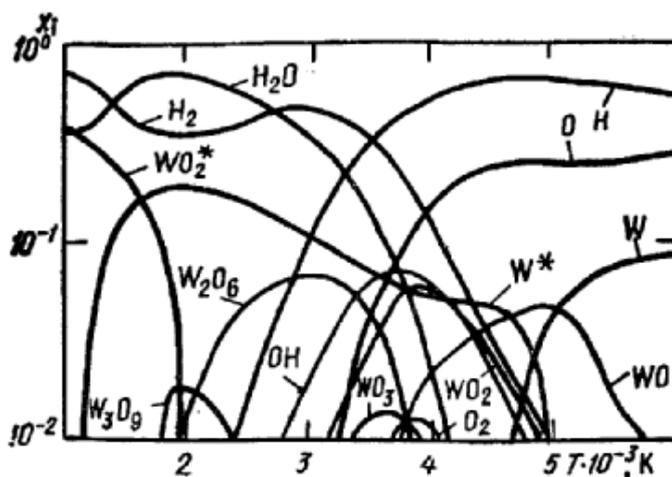


Рис. 74. равновесный состав системы W – O – H ; соотношение  $WO_3$  ; H – стехиометрическое (\* - соответствует конденсированной фазе).

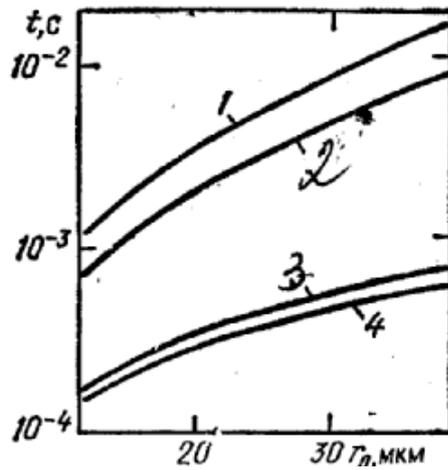


Рис. 75. Время испарения частиц  $WO_2$  при 3000К (1,3) и 3500К (2,4) в струе аргона (1,2) и водорода (3,4).

Расчетные временные характеристики процесса восстановления  $WO_3$  в водородной плазме приведены на рис. 76. Как видно, конструкция реакторов для осуществления таких процессов должна обеспечивать достаточно большое время пребывания частиц в высокотемпературном потоке. Выше мы уже рассматривали применение для этого многоструйных реакторов. Проведенные исследования показали, что хорошие результаты могут быть получены и при боковом вводе сырья в реактор с одним плазмотроном. Схема такой установки, предназначенной для получения вольфрама путем восстановления оксидов в водородной плазме, приведена на рис. 77. Порошкообразные оксиды вводили под срез сопла диаметром 30 мм под углом  $15-20^\circ$  к оси струи через один или два канала диаметром 4 мм. Расход плазмообразующего газа составлял  $0,5-0,7$  г/с, транспортирующего —  $0,05-0,1$  г/с, расход оксидов меняли в пределах  $1,3-7,0$  г/с. Размер частиц сырья  $2-60$  мкм (в основном  $25-35$  мкм). Продукт накапливали в бункере и на выносных фильтрах из металлоткани. На этих фильтрах производили также отжиг порошка до извлечения его из установки. Время пребывания частиц на участке струи с температурами  $2500-3300$  К составляло около  $0,005$  с и было достаточно для переработки порошков крупностью до  $50$  мкм.

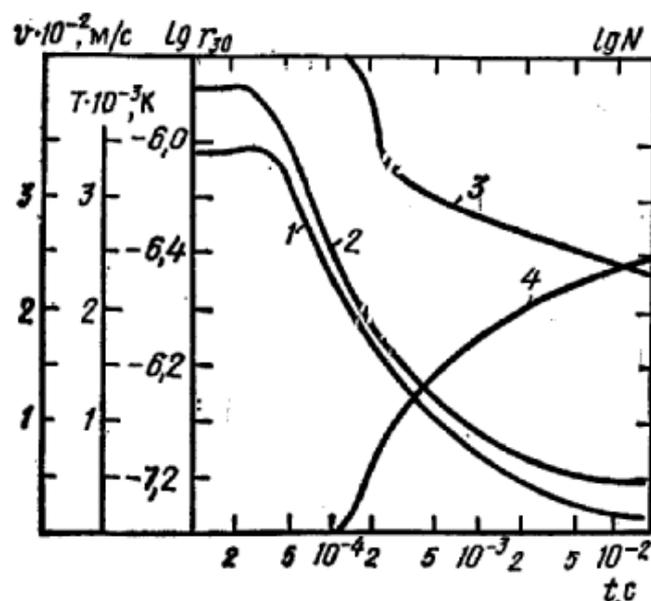


Рис. 76. Зависимость скорости (1), температуры (2), концентрации (3), и среднекубического радиуса (4), конденсированных частиц вольфрама в рабочем объеме плазменной струи водорода (исходный размер частиц – 40 мкм).

Полученный продукт представляет собой порошок вольфрама, размеры частиц которого не превышают 0,1 мкм. Площадь удельной поверхности извлеченного из фильтров порошка зависит от температуры плазмы и от расхода сырья и составляет от 6 до 10 м<sup>2</sup>/г. Массовая доля кислорода в нем составляет 0,6—2,0 %. В бункере под реактором продукт имеет площадь удельной поверхности 2—5 м<sup>2</sup>/г и содержит после выгрузки от 1 до 8 % кислорода. Повышенное содержание кислорода в порошке обусловлено тем, что обладая высокой удельной поверхностью, при выгрузке порошок адсорбирует кислород и водяной пар из воздуха. Кратковременный отжиг порошка в среде водорода при 973—1073 К в печах сопротивления значительно снижает содержание в нем кислорода.

Прямые энергозатраты на получение порошков вольфрама, содержащих до 3 % кислорода и имеющих площадь удельной поверхности 4—8 м<sup>2</sup>/г, составляют 22—30 МДж/кг. Высокая дисперсность, характерная для этих порошков, может значительно улучшить структурно-чувствительные свойства получаемых из них изделий. Эффект от улучшения этих свойств может намного превысить несколько повышенные затраты при их получении.

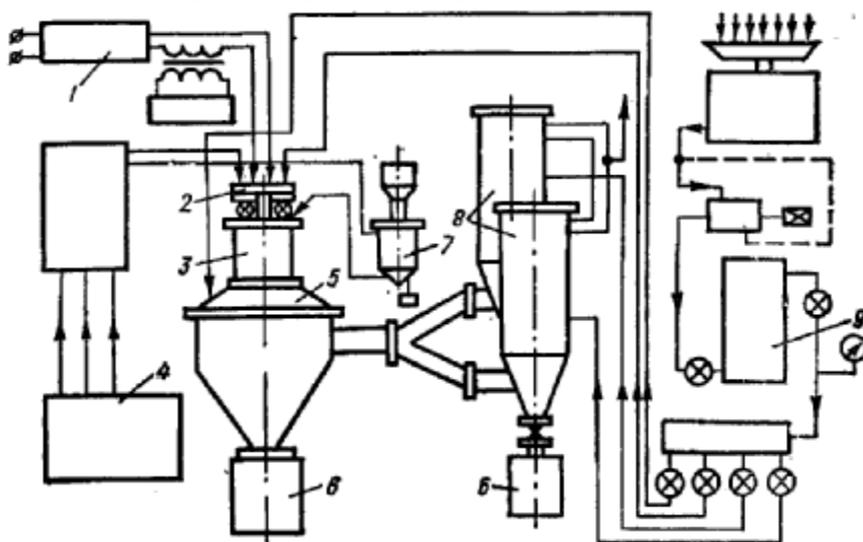


Рис 77. Схема плазменно-дуговой установки мощностью 120 кВт для восстановления WO<sub>3</sub>

1-источник питания, 2-плазмотрон, 3-реактор, 4-система газообеспечения, 5-осадительная камера, 6-приемный бункер, 7-дозатор сырья, 8-фильтры, 9-система водоснабжения.

Если в зону реакции вводят восстановительный газ, содержащий углерод, например, природный газ или пропан-бутановую смесь, то продуктами реакции являются карбиды металлов. Этим способом получены карбиды кремния, титана, вольфрама, тантала и других элементов. Трудность получения заключается в том, что далеко не во всех случаях удается создать условия для достаточно длительной высокотемпературной обработки оксидного сырья восстановительным газом. Неполная переработка исходного сырья снижает качество продукции.

### Переработка в стационарном или движущемся слое

Смесь исходных веществ, находящихся в твердом состоянии, обрабатывают потоком низкотемпературной плазмы. Взаимодействуя друг с другом и с

плазмой, реагенты образуют твердые продукты (рис. 79). Устройство для переработки включает шахту 1, образованную футеровкой из тугоплавкого материала, внутри шахты имеются контейнеры 2 с отверстиями для прохода газа. В нижней части шахты расположены плазмотроны 4. К устройству присоединяется теплообменник 5.

Исходная шихта 3 загружается в контейнеры и, перемещаясь сверху вниз вдоль реактора, обрабатывается потоком плазмы, генерируемым плазмотронами. Плазма при этом является одновременно и теплоносителем, и реагентом. Вещества, образовавшиеся в результате взаимодействия, охлаждаются в теплообменнике 5 и вместе с контейнером выгружаются из реактора. Продукты представляют собой слегка спеченные конгломераты, при измельчении которых получают нужные вещества в виде порошков микронных размеров. Температура в зоне реакции не должна превышать температуру плавления продуктов, поэтому этим методом целесообразно получать тугоплавкие порошки.

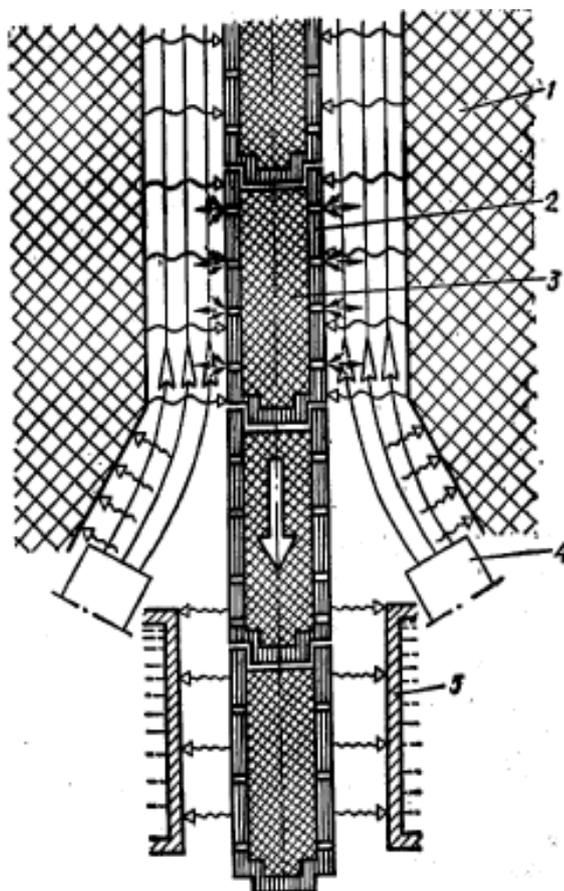


Рис. 79. Схема устройства непрерывного действия для переработки медленно движущегося слоя реагентов.

Возможности метода достаточно широки. На его базе можно реализовать многочисленные восстановительные процессы, проведение которых требует высоких температур. В качестве восстановителей используют углерод, бор, алюминий, титан и кремний. Весьма эффективны синтезы тугоплавких соединений этих элементов, а также процессы разложения сложных веществ, приводящие к образованию более простых тугоплавких соединений. Рассмотрим особенности метода на примере получения гексагонального нитрида бора.

На рис. 80 приведен равновесный состав системы В — N — С — О. Эта система соответствует процессу карботермического восстановления борного ангидрида в азотной плазме. Учтено, что в ней возможно сосуществование следующих компонентов: В(Т), В(Ж), В(Г), В<sub>2</sub>О<sub>3</sub>(Ж), В<sub>2</sub>О<sub>3</sub>(Г), В<sub>2</sub>О<sub>2</sub>, О, О<sub>2</sub>, С(Т), С<sub>2</sub>, С<sub>3</sub>, С<sub>4</sub>, С<sub>5</sub>, В(Т), ВN (Ж), ВN (Г), В<sub>4</sub>С(Т), В<sub>4</sub>С(Ж), ВС, ВО, ВО<sub>2</sub>, СО, СО<sub>2</sub>, С<sub>2</sub>N, NO. Однако, как видно из рис. 80, концентрации лишь некоторых

из них достигают заметного значения, молярные доли остальных веществ не превышают  $10^{-4}\%$ . Газовая фаза при высоких температурах состоит в основном из оксида углерода (II) и молекулярного азота, примеси  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CN}$  и  $\text{BO}$  не превышают 0,25 % (по объему). Циан и газообразный бор появляются лишь при температурах, превышающих 2500 К, за счет разложения продуктов реакции, следы  $\text{BC}$  наблюдаются выше 3500 К.

Нитрид бора в газовой фазе не образуется, он накапливается лишь в конденсированной фазе при температурах свыше 1200 К. В диапазоне 1550—2450 К нитрид бора вполне устойчив, твердая фаза состоит из чистого нитрида, и только выше 2450 К начинается его разложение на конденсированные бор и азот.

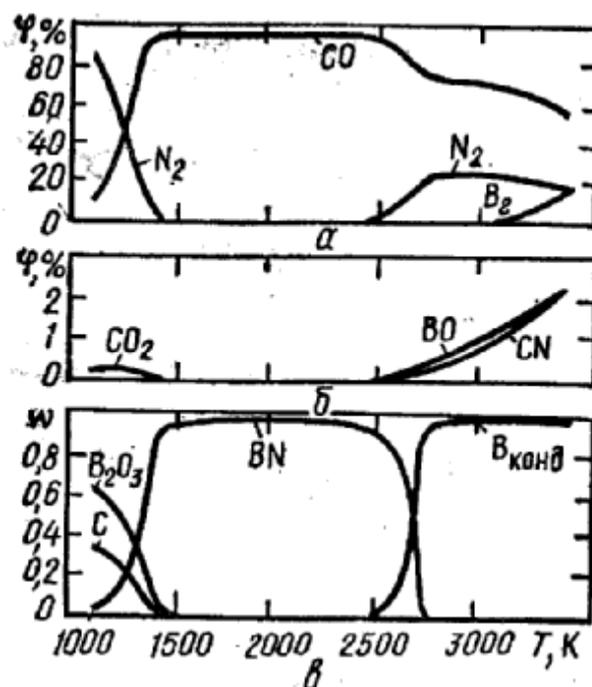


Рис. 80. Равновесный состав системы  $\text{B} - \text{N} - \text{C} - \text{O}$ , при  $P = 10^5$  Па и соотношении  $\text{N} : \text{B} = 1:1$ ,  $\text{C} : \text{B} = 1 : 1,5$ ; а, б – газовые фазы, в – конденсированная фаза.

Таким образом, анализ равновесного состава показывает, что целевой продукт образуется только в конденсированной фазе. Значения оптимальных соотношений к затратам сырья и энергии параметров для шести систем получения нитрида бора при высоких температурах найдены расчетным путем (табл. 13).

Эти данные позволяют выбрать для промышленной реализации наиболее приемлемый с теоретической точки зрения процесс. Как видим, наибольший выход и максимальная степень конверсии сырья отвечают синтезу из элементов (система 1), однако элементарный бор — дорогостоящее сырье и его использование приведет к повышению стоимости продукции.

**Таблица 13.** Результаты термодинамических расчетов по определению оптимальных параметров процесса получения нитрида бора в плазме

систем	Система	Режимные параметры	Показатель

		Соотношение компонентов сырья			Температура, К	Выход нитрида, г/кг смеси	Степень конверсии, %	Э, кДж/кг
		N:B	H:B	C:B				
1	B-N	3	-	-	2000	469,75	100	-508
2	B-N-H	5	3	-	2000	299,5	100	-3410
3	B-N-H-Cl	1	5	-	2000	140,5	100	-13000
4	B-N-H-O	5	30	-	1800	17,59	13,1	110500
5	B-N-C-O	1	-	1,5	1900	340,25	99,79	-5516
6	B-N-C-O-H	1	6	1,5	2000	338,7	99,42	-4384

Аналогичные рассуждения применимы и к системе 2, где в качестве сырья используются гидриды бора. В системе 3, где сырьем служит газообразный хлорид, выход продукта значительно ниже, чем в первых двух, а исходное сырье также отличается высокой стоимостью. Использованию в качестве сырья борного ангидрида, а в качестве восстановителя и азотирующего агента аммиака и водорода отвечает система 4. В ней применяется доступное и относительно недорогое сырье, но выход нитрида и степень конверсии сырья малы. И только системы 5 и 6, где сырьем являются борный ангидрид или борная кислота, в качестве восстановителя — углерод или углеводороды, а в качестве азотирующего агента — азот, обладают суммой положительных показателей, подтверждающих целесообразность их промышленного использования.

На опытной установке осуществлен процесс получения нитрида бора путем карботермического восстановления его оксида в потоке плазмы. Ниже приведены результаты исследований.

**Таблица 14.** Химические составы товарного и плазмохимического гексагональных нитридов бора

Продукт	Содержание основного вещества, мас.доля, %	Содержание примесей, мас. доля, %						
		B <sub>своб</sub>	B <sub>прим</sub>	CaO	MgO	Al <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
Товарный	94,37	0,55	4,21	0,1	0,12	0,11	0,2	0,34
Плазмохимический	97,06	0,32	1,31	0,25	0,43	0,09	0,12	0,28

Одно из важнейших требований, предъявляемых к нитриду бора, — количество посторонних примесей (борного ангидрида, углерода, бора, карбида бора) должно быть минимальным, а соотношение между азотом и бором в продукте должно быть близко к стехиометрическому. Это означает, что в нитриде должно содержаться не менее 55—56 % мас. азота. На рис. 81 показано влияние температуры и длительности обработки плазмой на содержание связанного азота  $\omega_N$ . Количество продукта зависит от обеих режимных параметров. Если процесс длится 90 мин, то желаемый результат достигается уже при 2070 К, если 45 мин, то необходимое качество нитрида достигается только при 2270 К. Из табл. 14 видно, что плазмохимический нитрид наравне с товарным пригоден для использования в народном хозяйстве.

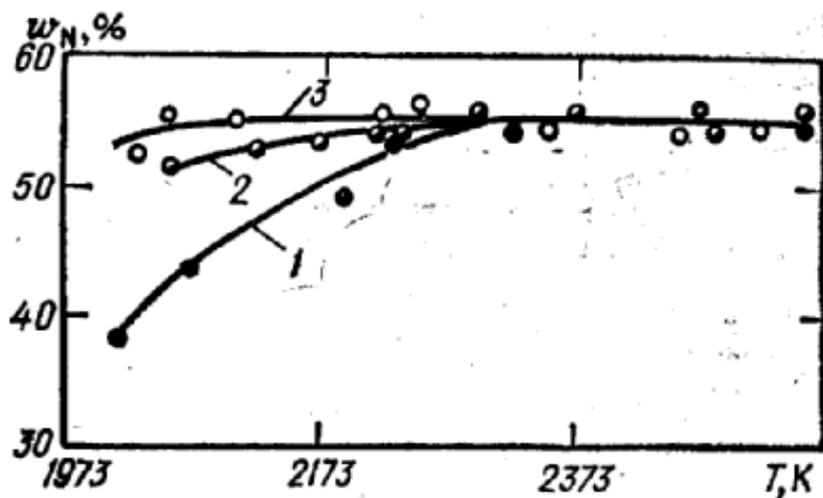


Рис. 81. Зависимость содержания связанного азота в нитриде бора от температуры и времени взаимодействия, мин: 1 – 45, 2 – 70, 3 – 90.

Другая особенность этого процесса состоит в том, что кристаллическая структура гексагонального нитрида бора может иметь различную степень упорядоченности, характеризующую «индексом графитизации»  $G$  (последний определяется на основании рентгенографических исследований).

Если величина  $G$  близка к 1,2, то кристаллическая решетка нитрида имеет высокую степень упорядоченности, если она превышает 3,5, то структура кристаллической решетки разупорядоченная. На рис. 82 показано влияние температуры и длительности процесса на этот показатель. Изменяя температуру, можно управлять степенью упорядоченности кристаллической решетки.

Технологические параметры влияют и на дисперсность порошков. На рис. 83 приведены графики распределения частиц нитрида бора по размерам в зависимости от времени и температуры процесса.

Прямая зависимость технологических параметров от свойств производственных порошков наблюдается для карбида, нитрида и карбонитрида титана, карбонитридов ниобия и других продуктов, полученных этим методом.

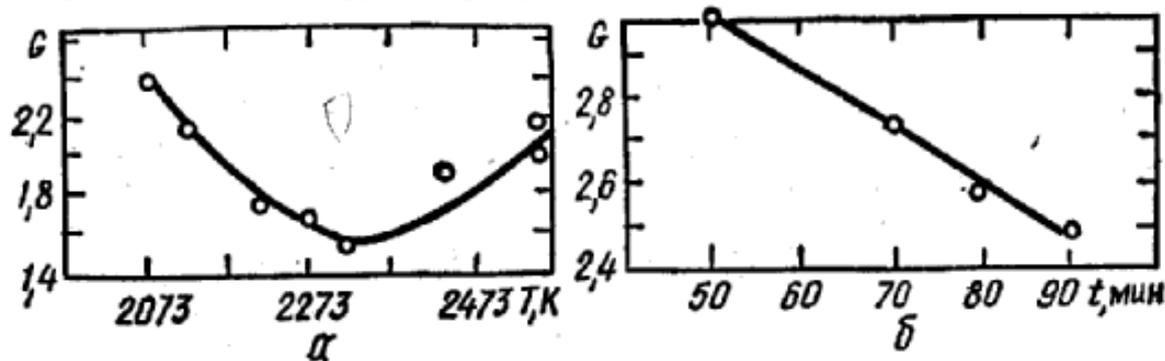


Рис. 82. Зависимость «индекса графитизации»  $G$  нитрида бора от температуры (а) и длительности (б) процесса.

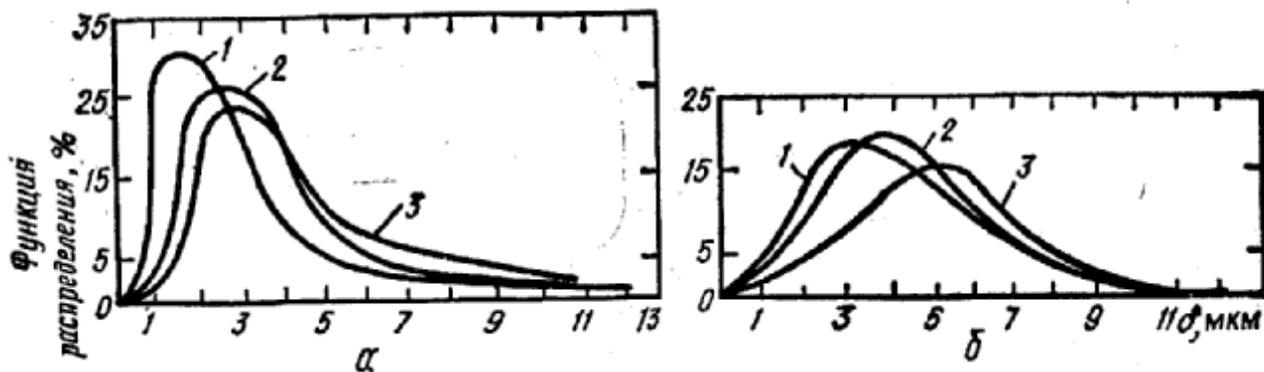


Рис. 83. Зависимость распределения частиц порошка нитрида бора по размерам от длительности и температуры процесса:  
 а – длительность процесса, мин (1 – 45, 2 – 70, 3 – 90);  
 б – температура процесса, К (1 – 2133, 2 – 2273, 3 – 2373).

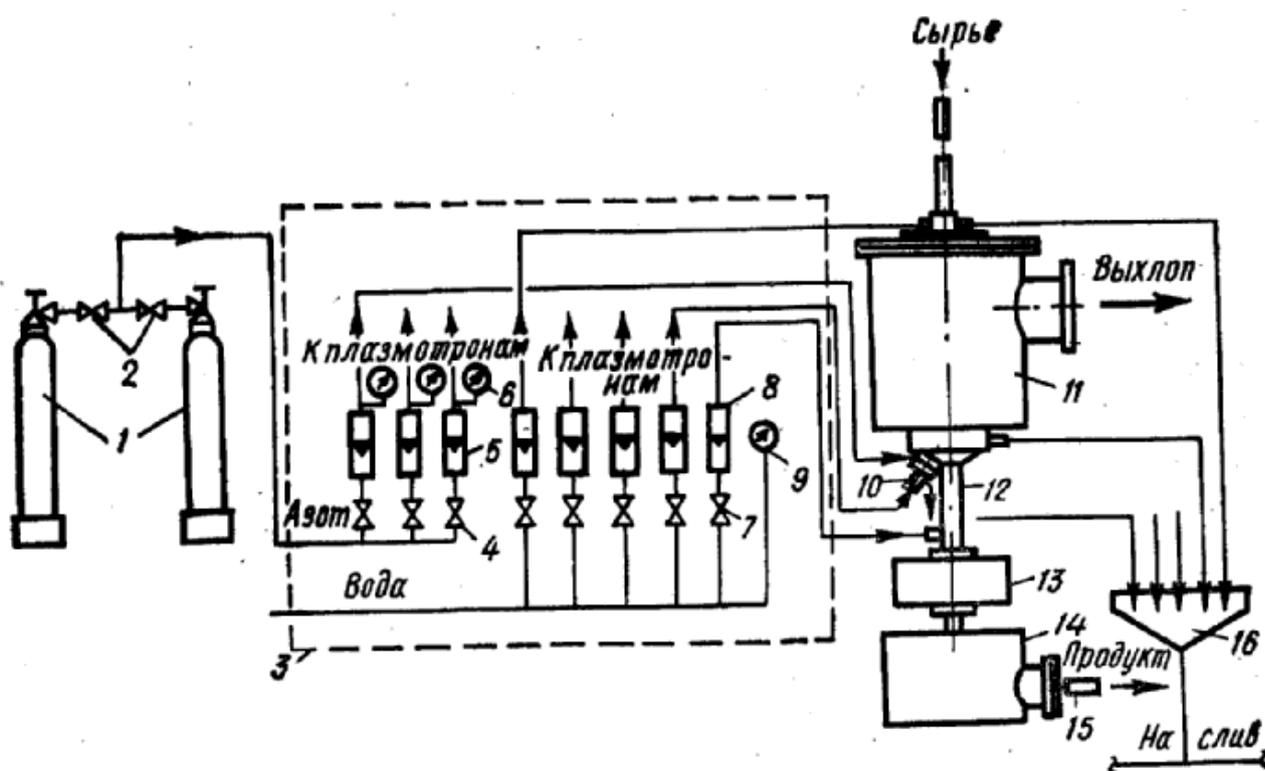


Рис. 84. Схема установки для получения тугоплавких соединений путем обработки конденсированных веществ в движущемся слое частиц.

Технологическая схема универсальной установки для получения тугоплавких соединений приведена на рис. 84.

Установка состоит из баллонов для сжатого газа 1, системы вентиля и редукторов для подачи газа в реактор 2, Щита управления 3, в состав которого входят вентили регулирования подачи газа 4 и воды 7, ротаметры для измерения их количества 5, 8, манометры для измерения давления 6 и 9. Процессы осуществляются в плазменном реакторе 11. Это вертикальный аппарат шахтного типа, в нижней части которого установлены электродуговые плазмотроны 10. К реактору присоединены устройства для охлаждения продукта 12 и его перемещения 13, а также накопитель продукта 14. Контейнеры из тугоплавкого материала 15 предназначены для транспортировки сырья и продукта через реактор. Детали реактора, подверженные действию высоких температур, охлаждаются оборотной водой, которая сливается в воронку 16. Реактор

функционирует в непрерывном режиме. Конструкция плазмотронов и источников питания их электроэнергией обеспечивает длительную круглосуточную работу установки. Ресурс работы катодов 50—70 ч, катодные вставки заменяют без остановки процесса.

Температура в зоне реакции регулируется изменением подведенной к плазмотронам мощности. На рис. 85 приведена взаимосвязь между этими двумя параметрами для установки малой мощности.

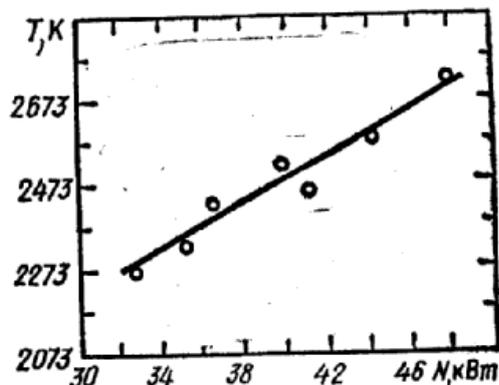


Рис. 85. Зависимость температуры в плазменном реакторе от подведенной к нему электрической мощности.

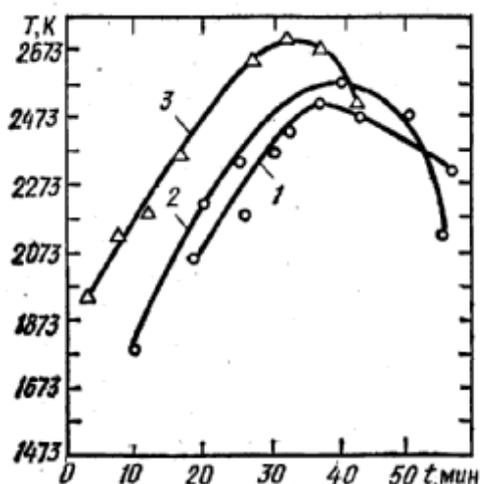


Рис. 86. Изменение температуры шихты во времени в зависимости от мощности  $N$  (кВт), подведенной к плазмотронам, и скорости перемещения контейнеров  $v$  (м/ч):

1 —  $N = 39,5$ ,  $v = 0,49$ ; 2 —  $N = 44,1$ ,  $v = 0,69$ ; 3 —  $N = 47,9$ ,  $v = 1,36$

Другой параметр управления процессом — скорость перемещения транспортных контейнеров. На рис. 86 приведено изменение температуры шихты по длине зоны реакции при различных значениях скорости перемещения контейнеров. Гибкое управление этими параметрами позволяет получать порошки с заранее заданными свойствами (табл. 15).

Метод переработки частиц в стационарном или движущемся слое позволяет проводить в плазме химические процессы, требующие длительного времени пребывания в зоне высоких температур, например, карботермическое получение нитридов и карбидов, разложение некоторых веществ и др. Частицы производственных порошков имеют размеры микрометров, а их дисперсностью и степенью упорядоченности кристаллической структуры можно управлять. Этот процесс

целесообразен, когда предъявляются повышенные требования к чистоте, химическому составу, дисперсности и кристаллической структуре порошков.

**Таблица 15.** Характеристики некоторых порошков полученных, переработкой в стационарном слое

Продукт	Содержание основного вещества, мас. доля, % (не менее)	Средний размер частиц, мкм
Гексагональный нитрид бора с высокоупорядоченной кристаллической структурой	97,3	1 - 3
Гексагональный нитрид бора с разупорядоченной кристаллической структурой	99	0,200 – 0,600
Нитрид титана	96	0,100 - 5
Карбид титана	98	1 - 10
Карбонитрид титана	99	0,910

### 3. Описание плазмохимической установки.

Установка для плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда. (см. рис. 6) состоит из высокочастотного генератора ВЧГ8-60/13 (источника питания) **1** и технологического блока **2**.

Высокочастотный генератор ВЧГ8-60/13 размещён в экранированном металлическом шкафу, обеспечивающем надёжную защиту от электромагнитного излучения. Основные технические характеристики генератора ВЧГ8-60/13 приведены в таблице 1.

Табл. 1. Технические характеристики ВЧГ 8-60/13.

ВЕЛИЧИНА	Ед. изм.	Значение
Напряжение питающей сети	В	380
Частота питающей сети	Гц	50
Потребляемая мощность	кВт	90
Колебательная мощность	кВт	60±6
Рабочая частота	МГц	13,56±0,13
Коэффициент полезного действия	%	не менее 75
Напряжение анодное	кВ	10,4÷10,5
Ток анодный	А	7,6÷7,7
Ток сеточный	А	1,8
Расход охлаждающей воды	м <sup>3</sup> /ч	не менее 1,4

Технологический блок **2**, также как и генератор, выполнен в виде экранированного металлического шкафа, обеспечивающего надёжную защиту от электромагнитного излучения, включает следующие основные узлы: высокочастотный плазмотрон факельного типа **3**, плазмохимический реактор **4**, узлы «сухой» **5** и «мокрой» **6** очистки отходящих газов.

Высокочастотный плазмотрон **3** факельного типа предназначен для генерирования потоков воздушной плазмы с температурой до 4000К.

Узел «сухой» очистки **5** отходящих газов от высокодисперсных механических примесей (пыль) включает прямоточные циклоны и обеспечивает очистку отходящих газов от этих примесей до 96 ÷ 98 %.

Узел «мокрой» очистки **6**, включающий центробежно-барботажный аппарат, погружной водяной насос и вытяжной вентилятор, обеспечивает доочистку отходящих газов от высокодисперсных механических примесей (пыль) и вредных газообразных веществ.

Компрессор **7** предназначен для дозированной подачи плазмообразующего газа в высокочастотный факельный плазмотрон **3**.

## 4. ИНСТРУКЦИЯ

### по охране труда при работе на плазмохимической установке на базе высокочастотного генератора ВЧГ8-60/13

#### 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ.

1.1. К работе на плазмохимической установке (далее установка) допускаются лица, не моложе 18-ти лет, прошедшие медосмотр, инструктаж на рабочем месте, имеющие профессиональную подготовку, соответствующую характеру работ, прошедшие проверку знаний по вопросам охраны труда.

Периодичность повторного инструктажа один раз в квартал.

1.2. Работники, осуществляющие пуско-наладочные, ремонтные работы, периодические плановые осмотры, а также отработку плазмохимической технологии в электроустановках выше 1000 В, должны иметь IV группу по электробезопасности, остальные работники – группу III.

1.3. Все виды работ на установке производятся группой не менее 2-х человек, один из которых имеет IV квалификационную группу по электробезопасности (напряжение выше 1000 В).

1.3.1. ЗАПРЕЩАЕТСЯ работать на установке одному человеку и оставлять включенную установку без присмотра.

**1.3.2. Лабораторные работы со студентами проводятся только в присутствии и под руководством преподавателя**

1.4. Работы по наладке, настройке и регулированию технологических режимов работы установки производятся работниками в соответствии с настоящей инструкцией.

1.5. Все работы по наладке и настройке генератора производятся по письменному распоряжению и в соответствии с «Программой пуско-наладочных работ для генератора ВЧГ8-60/13».

1.6. Установка для плазмохимической утилизации нефтешламов состоит из высокочастотного генератора 1 (источника питания) и технологического блока 2, которые размещены в металлических корпусах. Технологический блок включает следующие основные узлы: высокочастотный плазмотрон факельного типа, реактор, узлы «сухой» и «мокрой» очистки отходящих газов. Работа установки автоматизирована, управление работой всего технологического оборудования производится с пульта управления и контроля за технологическим процессом, питание которого производится от сети переменного тока напряжением 380В.

1.7. Все работники должны соблюдать правила внутреннего трудового распорядка.

1.8. На рабочем месте возле установки должна быть вывешена краткая инструкция по охране труда, в которой для работников указываются основные требования по безопасным приемам работы, а также требования к защитным, предохранительным и блокировочным устройствам.

1.9. Работа на установке характеризуется следующими вредными и опасными факторами, воздействие которых на работников может привести к несчастному случаю:

- а) высокое напряжение;
- б) электромагнитное излучение;
- в) ультрафиолетовое излучение;
- г) световое излучение;
- д) воздействие вредных веществ (например, окислов азота, серы, углерода и т. п.)

Во избежание несчастных случаев каждый работник должен строго соблюдать требования правил, норм и инструкций.

Для создания безопасных условий труда предусмотрены следующие меры защиты:

1.9.1. Токоведущие части установки изолированы, в результате чего находятся в недоступных для работающих местах. «Поджиг» высокочастотного электрического разряда в плазмотроне, требующий прикосновения проводником к электроду, автоматизирован, что исключает случайное прикосновение персонала к электроду.

Металлические части установки, которые могут вследствие повреждения изоляции оказаться под напряжением, заземлены. Замер сопротивления контура заземления производится ежегодно.

1.9.2. Установка размещена в металлических корпусах, экранирующих электромагнитное и ультрафиолетовое излучение. ЗАПРЕЩЕНО во время работы установки, открывать двери генератора и технологического блока. При соблюдении указанных мер излучение не превышает допустимого.

1.9.3. Смотровое окно на дверях технологического блока установки должно быть оснащено экранирующей металлической сеткой.

1.9.4. Установка оснащена вытяжной системой вентиляции, системой очистки отходящих газов, защищающих работников от вредных газообразных и конденсированных веществ, образующихся в процессе работы.

1.10. Защитные ограждения (открывающиеся и съёмные) должны иметь электромеханические блокировки, автоматически отключающие подачу напряжения на установку при их открывании.

ЗАПРЕЩАЕТСЯ работать на установке при неисправных дверных блокировках, открытых дверях генератора и технологического блока установки.

1.11. Крепление блокировочных устройств должно быть надёжным, исключающим случаи самооткрывания.

1.12. В случае прекращения подачи электроэнергии, во время перерыва в работе или в аварийной ситуации установка должна быть отключена от питающей сети.

1.13. Периодические осмотры и планово-предупредительные ремонты генератора, производятся по графикам, утверждённым руководителем работ.

1.14. Осмотр и ремонтные работы на установке производить при её полном отключении от источников питания. При этом необходимы:

а) видимый разрыв в виде отключения разъединителя входного рубильника с последующим снятием предохранителей;

б) на приводах (рукоятках приводов) коммутационных аппаратов во избежание подачи напряжения на рабочее место должны быть вывешены плакаты «НЕ ВКЛЮЧАТЬ, РАБОТАЮТ ЛЮДИ»;

г) проверка отсутствия напряжения на отходящих кабельных линиях питающих установку;

д) заземление конденсаторных установок.

1.15. Установка должна быть обеспечена следующими защитными средствами:

а) штанга оперативная на напряжение до 35 кВ – 1 шт.;

б) указатель напряжения УВН-110 на напряжение до 20 кВ – 1 шт.;

в) клещи токоизмерительные К4570/1Ц – 1 шт.;

г) диэлектрические перчатки – 2 пары;

д) диэлектрические боты – 1 пара;

е) диэлектрические коврики 2 шт.;

ж) переносное заземление ЗПП-15 – 1 шт.;

з) защитные очки – 2 пары;

и) щипцы (пассатижи) – 1 шт.;

к) халаты – 2 шт.

1.16. Все работники обеспечиваются спецодеждой, спецобувью и средствами индивидуальной защиты.

1.17. В случае травмирования работников необходимо оказать доврачебную помощь, если необходимо, вызвать скорую помощь по тел. 03, сообщить руководителю работ.

1.18. Запрещено принимать пищу на рабочем месте.

1.19. Лица, виновные в нарушении требований инструкций по охране труда, несут ответственность в соответствии с законодательством РФ.

## 2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПЕРЕД НАЧАЛОМ РАБОТЫ.

2.1. Привести в порядок рабочую одежду, застегнуть рукава, провести внешний осмотр установки, проверить наличие и надёжность заземления и защитных средств.

2.2. Проверить наличие и исправность:

- а) предохранительных устройств;
- б) блокирующих устройств;
- в) наличие напора воды в водопроводе;
- г) работу компрессоров;
- д) системы мокрой очистки отходящих газов;

2.3. Результаты осмотра и принятые меры по ликвидации выявленных нарушений техники безопасности заносятся в рабочий журнал установки.

При осмотре обращать внимание:

- а) на безотказность работы всех блокирующих устройств, обеспечивающих безопасные условия работы персонала, необходимую чёткость и очерёдность включения всех элементов генератора и установки в целом;
- б) на надёжность экранирования и заземления корпуса генератора и технологического блока и компрессора;
- в) на чистоту контактов пускорегулирующей аппаратуры;
- г) на отсутствие пыли на токоведущих частях и изоляторах.

При обнаружении неисправностей блокировочных устройств до их устранения установку включать категорически ЗАПРЕЩАЕТСЯ.

2.4. Запрещается работать на установке при обнаружении каких-либо неисправностей работы оборудования, отсутствии защитных средств или истечении сроков их годности.

2.5. Необходимо внимательно ознакомиться с плановым заданием на проведение работ на установке, наличием и состоянием исходных материалов (сырья) и безопасным обращением с ними.

2.6. Персоналу до полного ознакомления с плановым заданием работ на установке категорически ЗАПРЕЩАЕТСЯ включать и выключать рубильники, выключатели, открывать и закрывать вентили, краны, открывать крышки приборов, крутить рукоятки и т.п.

## 3. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ВО ВРЕМЯ РАБОТЫ.

3.1. Для исключения аварийных ситуаций, для безопасного выполнения работ необходимо строго соблюдать указанную последовательность запуска установки:

3.1.1. Включить в генераторе автоматические выключатели **F1, F2**.

3.1.2. Поставить в генераторе переключатель мощности в положение 50 или 100 % (в соответствии с плановым заданием).

3.1.3. Закрыть все двери генератора и технологического блока.

3.1.4. Включить рубильник **Q1** на генераторном блоке.

3.1.5. Включить рубильник на питающем щите, при этом включается вентилятор воздушного охлаждения генераторной лампы.

3.1.6. Подать охлаждающую воду общим краном на водяном коллекторе, при этом на генераторе загорится сигнальная лампа «ОХЛАЖДЕНИЕ».

3.1.7. Включить на генераторе первую ступень накала кнопкой **S2**. Через 40 сек кнопкой **S1** включить вторую ступень накала. Загорается белая сигнальная лампа «БЛОКИРОВКА АНОДНОГО НАПРЯЖЕНИЯ».

3.1.8. Поставить на генераторе тумблер **S10** на генераторном блоке в положение «РУЧНАЯ РАБОТА».

3.1.9. Включить систему «мокрой» очистки отходящих из реактора газов **6**.

3.1.10. Включить компрессор **7** и подать в плазмотрон **3** плазмообразующий газ.

3.1.11. Нажатием кнопки **S3** на генераторе включить «НАГРЕВ» и подать высокое напряжение на электрод плазмотрона, одновременно «поджечь» разряд в плазмотроне **7** с помощью автоматического устройства.

3.2. Во время работы установки запрещается открывать, снимать ограждения, отключать предохранительные и блокирующие устройства. Все работы производить при закрытых дверях генератора и технологического блока.

3.3. Во время работы установки следить за индикаторными лампами «ОХЛАЖДЕНИЕ», «НАКАЛ», «НАГРЕВ» на генераторе и датчиками расхода плазмообразующего газа, охлаждающей воды на пульте управления технологического блока.

3.4. Периодически снимать режимные параметры работы установки и заносить их в рабочий журнал. При необходимости производить корректировку этих параметров в соответствии с плановым заданием.

3.5. Во время работы установки следить за сигнальной лампой режима «РАБОТА», расположенной на пульте управления и контроля за технологическим процессом, при сбое технологического режима, автоматически выключается режим «НАГРЕВ» генератора и электроприводы подачи шлама, что сопровождается сигналом звонка.

3.6. В случае возникновения аварийной ситуации: локальный прогар стенок реактора при «закорачивании» высокотемпературного канала высокочастотного факельного разряда на металлическую поверхность внутренних стенок реактора, – термомпара показывает всплеск температуры, необходимо выполнить требования п.4.

#### 4. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ В АВАРИЙНЫХ СИТУАЦИЯХ.

4.1 В случае возникновения аварийной ситуации необходимо незамедлительно кнопкой **S5** отключить подачу высокого напряжения на установку.

4.2 Кнопкой **S4** отключить накал генераторной лампы.

4.3. Не менее, чем через 10 минут после отключения накала, перекрыть кран на водяном коллекторе, подающим охлаждающую воду.

4.4. Не менее, чем через 10 минут после отключения накала, отключить вентилятор обдува генераторной лампы рубильником **Q1**.

4.5. Отключить компрессор **7** и прекратить подачу плазмообразующего газа в плазмотрон **3**.

4.6. Не менее, чем через 10 минут после отключения накала, отключить систему мокрой очистки отходящих из реактора газов **6**.

4.7. Отключить трёхфазный рубильник на питающем щите.

4.9. Принять меры по ликвидации аварии, немедленно сообщить руководителю работ.

4.10. В случае травмирования работников, немедленно после вызова скорой помощи по тел. 03, приступить к оказанию доврачебной помощи, сообщить руководителю работ.

4.11. Устранить воздействие на организм пострадавшего повреждающих факторов, угрожающих его здоровью и жизни (освободить от действия электрического тока, погасить горящую одежду); вывести пострадавшего на свежий воздух, обеспечить полный покой, усадить в удобное кресло или уложить, предохраняя от охлаждения.

4.12. При поражении электрическим током необходимо как можно скорее освободить пострадавшего от действия электрического тока, так как от продолжительности этого действия зависит тяжесть электротравмы, поэтому необходимо немедленно отключить ту часть установки, которой касается пострадавший.

Если невозможно произвести быстрое отключение установки, то необходимо отделить пострадавшего от токоведущих частей (палкой, доской, оттянуть за полы пиджака, руками, обмотанными шарфом и т. п.)

4.13. После освобождения пострадавшего от действия повреждающих факторов необходимо оценить его состояние:

- а) сознание: ясное, отсутствует;
- б) дыхание: нормальное, отсутствует;
- в) пульс на сонных артериях: хорошо определяется, плохо определяется.

4.14. Если пострадавший находится в сознании, но до этого был в обмороке с сохранившимся устойчивым дыханием и пульсом, следует выполнить следующие действия:

- а) уложить пострадавшего на подстилку, например из одежды;

- б) расстегнуть одежду, стесняющую дыхание;
- в) обеспечить приток свежего воздуха;
- г) освободить помещение от посторонних людей и создать полный покой, наблюдая за пульсом и дыханием.

4.15. Если пострадавший дышит очень редко и судорожно, но у него прощупывается пульс, необходимо сразу же начать делать искусственное дыхание. Для этого, прежде всего, необходимо обеспечить проходимость верхних дыхательных путей (пальцем, обвёрнутым бинтом или тканью удалить из полости рта инородное содержание). Затем оказывающий помощь располагается сбоку от головы пострадавшего, одну руку подсовывает под пострадавшего, а ладонью другой руки надавливает на его лоб, запрокидывая голову. Оказывающий помощь делает глубокий вдох открытым ртом, плотно охватывает губами открытый рот пострадавшего и делает энергичный выдох, с некоторым усилием вдувая воздух в его рот; одновременно он закрывает нос пострадавшего щекой. Как только грудная клетка поднялась, нагнетание воздуха приостанавливают.

4.16. Если у пострадавшего отсутствует сознание, дыхание, пульс, кожный покров синюшный, необходимо немедленно кроме искусственного дыхания делать наружный массаж сердца.

Оказывающий помощь располагается сбоку от пострадавшего, и, наклонившись, делает два быстрых вдувания, затем поднимается, оставаясь на этой же стороне от пострадавшего, ладонь одной руки кладёт на нижнюю половину грудины (отступив на два пальца выше от её нижнего края), а пальцы приподнимает. Ладонь второй руки он кладёт поверх первой, поперёк или вдоль и надавливает, помогая наклоном своего корпуса.

Надавливание следует производить быстрыми толчками, так чтобы смещать грудину на 4 - 5 см, продолжительность надавливания не более 0,5 с. За 1 минуту необходимо сделать не менее 60 надавливаний и 12 вдуваний.

4.17. *Первая помощь при ожогах:* на обожжённый участок кожи наложить стерильную повязку. Нельзя обожжённый участок кожи смазывать мазями, присыпать питьевой содой, вскрывать пузыри, удалять прилипшие вещества. Обожжённое лицо необходимо закрывать стерильной марлей.

При ожогах глаз ультрафиолетовым излучением разряда следует делать холодные примочки из раствора борной кислоты (½ чайной ложки на 1 стакан воды).

При обширных ожогах кожи пострадавшего необходимо завернуть в чистую простынь, не раздевая, напоить тёплым чаем и создать покой до прибытия врача.

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ ПО ОКОНЧАНИИ РАБОТ.

5.1. Через 5 – 10 минут кнопкой **S5** отключить подачу высокого напряжения на установку.

5.2. Кнопкой **S4** отключить накал генераторной лампы.

5.3. Не менее, чем через 10 минут после выключения накала, перекрыть кран на водяном коллекторе, подающим охлаждающую воду.

5.4. Не менее, чем через 10 минут после выключения накала, выключить вентилятор обдува генераторной лампы рубильником **Q1**.

5.5. Отключить компрессор **7** и прекратить подачу плазмообразующего газа в плазмотрон **3**.

5.6. Не менее, чем через 10 минут после выключения накала, отключить работу системы «мокрой» очистки отходящих из реактора газов **6**.

5.7. Поставить в исходное положение все переключатели.

5.8. Выключить трёхфазный рубильник на питающем щите.

5.9. Привести в порядок рабочее место.

5.10. О замеченных неисправностях сообщить руководителю работ и занести в рабочий журнал.

## 5. Требования к содержанию отчета

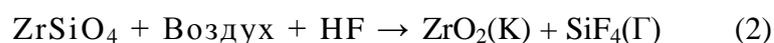
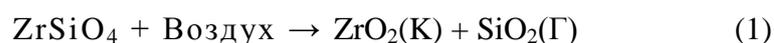
Отчет по лабораторной работе должен содержать:

1. Цель проведения работы.
2. Краткое описание промышленных термических способов вскрытия рудных концентратов.
3. Структурную схему лабораторной плазмохимической установки для плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда.
4. Графические результаты расчетов равновесных составов продуктов плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда.
5. Табличные и графические результаты расчетов удельных энергозатрат на процесс плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда.
6. Табличные и графические результаты экспериментального изучения режимов плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда. Обработка и анализ полученных результатов. Выбор оптимальных режимов проведения процесса.
7. Выводы.

## 6. Порядок выполнения работы.

### Теоретическая часть.

### Основные уравнения



1. При помощи программного комплекса «Астра-3» определить равновесные составы продуктов плазмохимического вскрытия циркона ( $ZrSiO_4$ ) в условиях плазмы ВЧ-факельного разряда при следующих исходных значениях:

Плазмообразующий газ: воздух, воздух + HF.

Интервал рабочих температур: 300 ... 4000 К

Давление: 0.1 МПа

2. Определить :

а) режимы, при которых по уравнению (1) в качестве целевых продуктов получатся  $ZrO_2(K)$  и  $SiO_2(\Gamma)$  с целью их последующего разделения на высокотемпературных фильтрах.

б) режимы, при которых по уравнению (2) в качестве целевых продуктов получатся  $ZrO_2(K)$  и  $SiF_4(\Gamma)$ , с целью их последующего разделения на высокотемпературных фильтрах.

Таблица 2. Состав смеси

ZrSiO <sub>4</sub>	Воздух	HF	N	O
65	35	0	0.79	0.21
65	30	5	23.7	6.3
65	25	10	19.75	5.25
65	20	15	15.8	4.2
65	5	30	3.95	1.05
65	35	0	27.65	7.35
40	5	55	3.95	1.05

3. Определить общие  $\mathcal{E}_{\text{общ}}$  и удельные  $\mathcal{E}_{\text{уд}}$  теоретические энергозатраты на исследуемый процесс.:

$$\mathcal{E}_{\text{общ}} = H_{\Gamma} - H_{300}$$
$$\mathcal{E}_{\text{уд}} = \frac{\mathcal{E}_{\text{общ}}}{C_{\text{NO}}}$$

3. Полученные данные ( $\mathcal{E}_{\text{общ}} = f(T)$ ) и ( $\mathcal{E}_{\text{уд}} = f(T)$ ) представить в виде таблиц и графиков.

4. Определить оптимальные условия проведения процесса.

### Практическая часть

Навеску порошка  $\text{ZrSiO}_4$  с  $m_0 = 50\text{г.}$  обработать потоком воздушной плазмы в течении 1...10 минут. В результате произойдет частичное или полное разложение  $\text{ZrSiO}_4$  на  $\text{ZrO}_2$  и  $\text{SiO}_2$ . Затем эти порошки под вытяжкой обработать плавиковой кислотой. В результате взаимодействия  $\text{SiO}_2$  с  $\text{HF}$  образуется летучее соединение в виде  $\text{SiF}_4(\text{Г.})$ . После этого определить потерю веса образцов порошка. Результаты опытов свести в таблицу и построить зависимость потери веса образцов  $\text{ZrSiO}_4$  от времени обработки потоком воздушной плазмы.

Математическая обработка и представление результатов экспериментальных исследований процесса плазмохимического вскрытия циркона ( $\text{ZrSiO}_4$ ).

1. Определить среднюю квадратичную погрешность серии измерений ( $n = 7$ ) по следующей формуле:

$$S_x = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [\Delta(\Delta m_i)]^2}{n(n-1)}},$$

где  $\Delta(\Delta m_i) = \Delta m_{\text{ср}} - \Delta m_i$  - абсолютная погрешность измерения потери веса образца.

Величина доверительного интервала при измерении потери веса образца определяется соотношением:

$$\Delta m = K_a \cdot S_x \cdot K_a = 4,4.$$

Провести анализ полученных результатов. Определить оптимальные условия проведения процесса плазмохимического вскрытия циркона ( $\text{ZrSiO}_4$ ). Сделать выводы.

### ЛИТЕРАТУРА:

1. Пархоменко В.Д., Цыбулев П.Н., Краснокутский Ю.И. Технология плазмохимических производств. – Киев: Выща школа, 1991. – 253с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).

2. Туманов Ю.Н. Низкотемпературная плазма и ВЧ электромагнитные поля в процессах получения материалов для ядерной энергетики – М.: Атомиздат, 1989. – 276с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).

3. Давыдов В.И., Гамрекели М.Н., Добрыгин Л.Г. Термические процессы и аппараты для получения окислов редких и радиоактивных металлов. – М.: Атомиздат, 1977. – 270с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).

4. Крапивина С.А. Плазмохимические технологические процессы – Л.: Химия, 1981. – 248с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).

5. Каренгин А.Г. Диссертация на спецтему. – Томск: ТПИ, 1980. – 184с. (кафедра ТФ – 1 экз. инв.№3592).

6. Артамонов А.Г., Володин В.М., Авдеев В.Г. Математическое моделирование и оптимизация плазмохимических процессов.– М.: Химия, 1989. – 224с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).
8. Сабуров В.П., Черепанов А.И., Жуков М.Ф. Плазмохимический синтез ультрадисперсных порошков и их применение. – Новосибирск: Наука, 1995. т.12–339с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).
9. Физикохимия ультрадисперсных систем. // Сборник научных трудов IV Всероссийской конференции. – М.: МИФИ, 1999. – 336с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).
10. Туманов Ю.Н. Электротермические реакции в современной химической технологии – М.: Наука, 1981. – 230с. (НТБ – 2 экз., кафедра ТФ – 1 экз.).
11. Бабарицкий А.И., Баранов И.Е., Демкин С.А. и др. Плазменный катализ процессов конверсии углеводородов // Химия высоких энергий. – 1999. – том 33. - №6. – стр. 458-462
12. Яковлев Е.А., Пластинин Б.Г., Полак Л.С., Попов В.Т. Высокотемпературная конверсия жидкого углеводородного сырья в паровоздушной среде // Химия высоких энергий. – 1982. – том 16. - №5. – стр. 454-457.
13. Попов А.Н., Волохонский Л.А. Использование электрометаллургических технологий для переработки твердых бытовых, медицинских и промышленных отходов // Сталь. – 1995. -№9. – стр. 69-71
14. Жуков М.Ф., Багрянцев Г.И., Ващенко С.П., Пак Х.С. и др. Плазмотермическая переработка твердых отходов // Нетрадиционные технологии в строительстве. Материалы международного научно-технического семинара. Часть 1. – Томск. – 1999.- стр. 72-74
15. Шиляев А.М., Волокитин Г.Г., Луков В.А. Плазменный розжиг пылевоздушного топлива в печах сушильных агрегатов // Нетрадиционные технологии в строительстве. Материалы международного научно-технического семинара. Часть 1. – Томск. – 1999.- стр. 78-81
16. Ефименко В.Н., Чарыков Ю.М. и др. Плазменная установка для термоукрепления глиняных гранул // Нетрадиционные технологии в строительстве. Материалы международного научно-технического семинара. Часть 1. – Томск. – 1999.- стр. 135-146.