

УДК 669.296.04

EDN HGWTDX

Алгоритм автоматизированного управления процессом магниетермического восстановления циркония

**Н.К. Филатова¹, Н.А. Матюшкин¹, И.О. Чернявский¹, А.С. Заводчиков¹, М.В. Иванова¹
А.Г. Зиганшин², А.В. Коробков², В.В. Терешин²**

¹АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов имени академика А.А. Бочвара», Москва

²АО Чепецкий Механический завод, Глазов

¹NKFilatova@bochvar.ru, NAMatyushkin@bochvar.ru, IOChernyavsky@bochvar.ru,
ASZavodchikov@bochvar.ru, MariVikIvanova@bochvar.ru

²AGZiganshin@rosatom.ru, AIVKorobkov@rosatom.ru, VaVTereshin@rosatom.ru

До 2021 г. предприятие АО ЧМЗ производило в качестве исходного шихтового материала для своих изделий только электролитический порошок по фторидной технологии. В мировой практике циркониевые конструкционные материалы для АЭС на тепловых нейтронах производятся из циркониевой губки.

По сравнению с фторидной технологией производство циркониевой губки содержит меньше технологических операций, снижается потребление сырья, материалов, энергоресурсов, уменьшается объём отходов, а также обеспечивается высокая чистота от примеси гафния, поэтому было принято решение о разработке российского производства циркониевой губки на предприятии АО ЧМЗ. В работе представлены результаты исследований по определению основных управляющих параметров процесса магниетермического восстановления циркония и разработке алгоритма автоматизированного управления процессом магниетермического получения циркония. Показано, что алгоритм автоматизированного управления параметрами процесса магниетермического восстановления циркония позволяет в среднем поддерживать заданное значение скорости подачи тетраоксида циркония в испаритель.

Ключевые слова: автоматизация, магниетермическое восстановление, циркониевая губка, дозирование, шнек

Algorithm for automated control of the magnesiothermic reduction of zirconium

**N.K. Filatova¹, N.A. Matyushkin¹, I.O. Chernyavskiy¹, A.S. Zavodchikov¹, M.V. Ivanova¹
A.G. Ziganshin², A.V. Korobkov², V.V. Tereshin²**

¹JSC « A. A. Bochvar High-tech Research Institute of Inorganic Materials», Moscow

²SC Chepetsky Mechanical Plant, Joint-Stock Company, Glazov

«Chepetsky Mechanical Plant, Joint-Stock Company» produced only zirconium powder using fluoride technology as an initial charge material for its products until 2021. In a world - wide practice, zirconium constructional materials for NPP using thermal neutrons are made of zirconium sponge.

Compared to fluoride technology, the production of zirconium sponge contains fewer technological operations. The consumption of raw materials, materials, energy resources, the volume of waste are reduced, and also it ensures high purity from hafnium impurities, so it was decided to develop Russian production of zirconium sponge at the ChMP, JSC enterprise.

The paper presents the results of research performed to determine the main control parameters of the magnesiothermic reduction process of zirconium and to develop an algorithm for the automated control of the magnesiothermic production of zirconium. It is shown that the algorithm for automated control of the parameters of the magnesiothermic reduction process of zirconium allows, on average, to maintain the set value of the feed rate of zirconium tetrachloride into the evaporator.

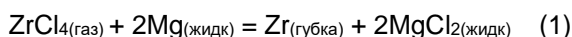
Keywords: automation, magnesiothermic reduction, zirconium sponge, dosing, screw feeder

Введение

До 2021 г. циркониевая губка для производства циркониевых сплавов закупалась за рубежом. В 2021 г. на предприятии АО ЧМЗ было освоено производство собственной циркониевой губки (ЦГ). Полный технологический цикл и всё оборудование производства циркониевой губки разработано и изготовлено российскими организациями [1], что соответствует полному импортозамещению технологии.

В основе получения ЦГ лежит процесс магниетермического восстановления Кролля [2].

Реакция восстановления описывается уравнением:



Реакция между парами тетрахлорида циркония (ТХЦ) и расплавленным магнием происходит на поверхности магния; скорость ее определяется концентрацией ТХЦ и величиной открытой поверхности магния. Скорости реакции зависят от скорости подачи ТХЦ. Слишком низкая скорость уменьшает количество получаемой губки в единицу времени, а слишком высокая – приводит к перегреву реактора (что является причиной дополнительного загрязнения циркониевой губки материалом реактора) [3].

Также магний хорошо смачивает цирконий и за счет капиллярных сил поднимается вверх по циркониевой губке и на ее сильно развитой поверхности реагирует с парами ТХЦ. Таким образом происходит постепенный и непрерывный рост циркониевой губки вверх. В этом процессе принимают некоторое участие и стенки тигля, но только после того, как они покроются тонким слоем циркония. В дальнейшем магний поднимается уже по циркониевой губке [4].

Магниетермический способ получения губчатого циркония (рисунок 1) включает шнековую подачу порошкообразного ТХЦ из бункера в испаритель, нагрев его в испарителе до температуры, выше температуры испарения ТХЦ, подачу паров ТХЦ в аппарат восстановления на расплавленный магний в зону температур 700-800 °С, поддержание избыточного давления 0,5-0,6 атм в аппарате восстановления и проведение реакции восстановления с получением губчатого циркония [5].

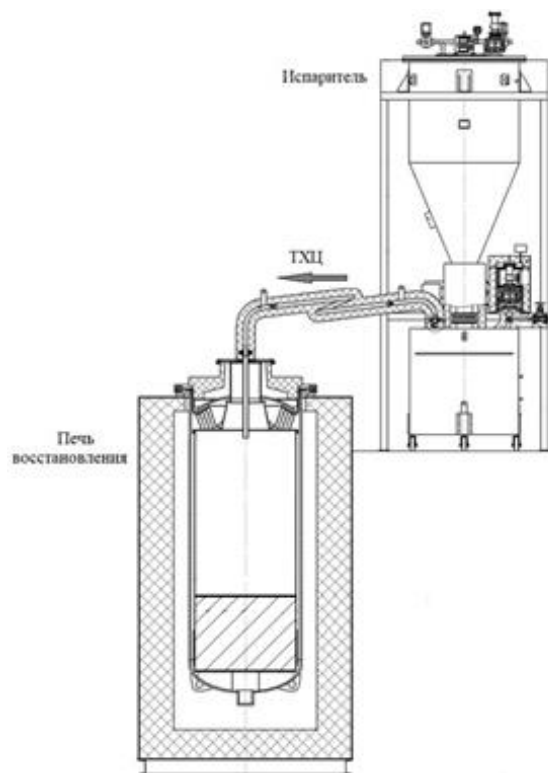


Рис. 1. Схема установки для проведения процесса магниетермического восстановления циркония

Существующая автоматизированная система контроля и управления технологическим процессом магниетермического восстановления циркония позволяет в основном производить автоматизированный контроль технологических параметров. При этом управление технологическими параметрами, как правило, осуществляется в ручном режиме или осуществляется позиционное регулирование, что не позволяет достаточно точно поддерживать технологический режим, при котором достигается получение циркониевой губки со стабильно высоким качеством и выходом годного продукта.

Разработка автоматизированной системы контроля и управления технологическим процессом магниетермического восстановления циркония с использованием алгоритмов управления, построенных на основе накопленных эмпирических данных, позволят уменьшить влияние человеческого фактора и повысить показатели технологического процесса.

Определение управляющих параметров

Основными управляющими параметрами процесса магнетермического восстановления циркония являются средняя скорость дозирования ТХЦ в испаритель ($\bar{P}_{ш}$), максимальная температура в печи восстановления ($T_{ПВм}$).

Оценить влияние управляющих параметров процесса магнетермического восстановления циркония на показатели процесса магнетермического восстановления циркония можно с помощью математического моделирования. Учитывая, что за время эксплуатации процесса магнетермического восстановления циркония накоплен большой объем технологических данных, было принято решение о построении вероятностной модели зависимости выхода годного от управляющих параметров процесса магнетермического восстановления циркония. Выборка состояла из данных 57 процессов магнетермического восстановления циркония.

В качестве вида вероятностной модели была выбрана линейная функция:

$$\alpha_{Zr} = b_1 \cdot \bar{P}_{ш} + b_2 \cdot T_{ПВм} \quad (2)$$

где α_{Zr} – выход в годное, %;

b_1, b_2 – коэффициенты

$\bar{P}_{ш}$ – средняя скорость дозирования ТХЦ, кг/ч;

$T_{ПВм}$ – максимальная температура в печи восстановления, °С.

Найти искомую зависимость можно с помощью регрессионного анализа [6]. При регрессионном анализе коэффициенты в уравнении (2) определяются с помощью метода наименьших квадратов, когда минимизируется сумма квадратов отклонений реально наблюдаемых α_{Zr} от их оценок $\hat{\alpha}_{Zr}$:

$$\sum_{k=1}^M (\alpha_{Zr} - \hat{\alpha}_{Zr})^2 \rightarrow \min, \quad (3)$$

где M – объем выборки;

α_{Zr} – выход в годное, %;

$\hat{\alpha}_{Zr}$ – оценка выхода в годное, %;

Методами регрессионного анализа получена зависимость выхода годного от управляющих параметров процесса магнетермического восстановления циркония:

$$\alpha_{Zr} = -0,1279 \cdot \bar{P}_{ш} + 0,1065 \cdot T_{ПВм}, \quad (4)$$

Величина достоверности аппроксимации для зависимости (4) 0,9 близка к 1, что говорит

о высокой сходимости данной математической модели. Стандартные значения ошибок для коэффициентов уравнения (4) 0,0457, 0,0025 близки к нулю, следовательно, все коэффициенты уравнения (4) значимы. Математическая модель (4) действительна в области штатных значений параметров процесса магнетермического восстановления циркония. Как видно из зависимости (4), скорость дозирования ТХЦ и температура в печи восстановления оказывают большое влияние на выход в годное и автоматизированное управление этими параметрами позволит существенно повысить показатели процесса восстановления циркония.

Описание алгоритма автоматизированного управления

Производительность шнека подачи ТХЦ в испаритель зависит от плотности ТХЦ и от степени износа шнека. В процессе промышленной эксплуатации часто бывают случаи, когда дозирование ТХЦ в испаритель с заданной производительностью шнека не соответствует реальному изменению массы ТХЦ в загрузочном бункере испарителя (ЗБИ). Необходимо в автоматическом режиме осуществлять корректировку заданной производительности шнека в зависимости от изменения массы ТХЦ в ЗБИ.

В процессе восстановления в ЗБИ периодически включается вибровстряхиватель, который работает с заданным периодом простоя и включения. Во время включения вибровстряхивателя наблюдается резкое снижение массы соли в ЗБИ. С целью более точного определения массы дозированной соли, период принятия решения об изменении заданий по производительности шнека и температуре в разных зонах печи восстановления выбирается кратным периоду работы вибровстряхивателя. Производится расчет поправки задания по производительности шнека, вызванной несоответствием задания фактическому изменению массы ТХЦ в ЗБИ.

Для увеличения стабильности системы происходит проверка – больше или меньше поправка задания по производительности шнека граничных значений (10 кг/ч или -10 кг/ч соответственно). При выполнении данных условий поправка задания по производительности шнека приравнивается граничным значениям.

С целью недопущения взаимодействия материала стенки реакционного стакана с ЦГ необходимо предусмотреть автоматическое снижение скорости загрузки ТХЦ в испаритель и температуры в печи восстановления при

определенной температуре стенки реакционного стакана.

Перед началом дозирования ТХЦ в испаритель система выводит на экран монитора:

– уставки по производительности шнека и температуре в печи восстановления в зависимости от периода времени, прошедшего с момента начала дозирования ТХЦ (P_{III}^{Ui} , T_{PVI}^{Ui} , T_{PVII}^{Ui} , T_{PVIII}^{Ui} , T_{PVIIV}^{Ui});

– период времени от начала до конца дозирования ТХЦ в испаритель с заданными уставками по производительности шнека и температурам в разных зонах печи восстановления (T_n).

Оператор или соглашается с системой или вводит корректировку данных параметров и дает команду – запустить автоматизированное управление параметрами процесса магнетермического восстановления циркония.

После окончания T_n в ЗБИ может оставаться ТХЦ, что вызвано возможным уменьшением производительности шнека в случае увеличения температуры стенки реакционного стакана более критической. Предполагается, что этот остаток не будет превышать нормированного значения. Данный остаток дозируется в автома-

тическом режиме со значениями по производительности шнека и температурам в разных зонах печи восстановления, установленными на последнем периоде времени. Время дозирования остатка не будет превышать 1 – 2 ч.

Испытания алгоритма автоматизированного управления

Испытания алгоритма проводилось на трех установках. Пример графика изменения параметров работы шнека для одного процесса восстановления приведен на рис. 2.

Как видно из рис. 2, алгоритм автоматизированного управления параметрами процесса магнетермического восстановления циркония позволяет поддерживать заданное значение производительности шнеков в среднем в пределах $\pm 10\%$. Алгоритм автоматизированного управления параметрами процесса магнетермического восстановления циркония введен в промышленную эксплуатацию. Применение данного алгоритма при промышленном производстве ЦГ позволило сократить среднюю продолжительность процесса восстановления при штатном выходе годного.

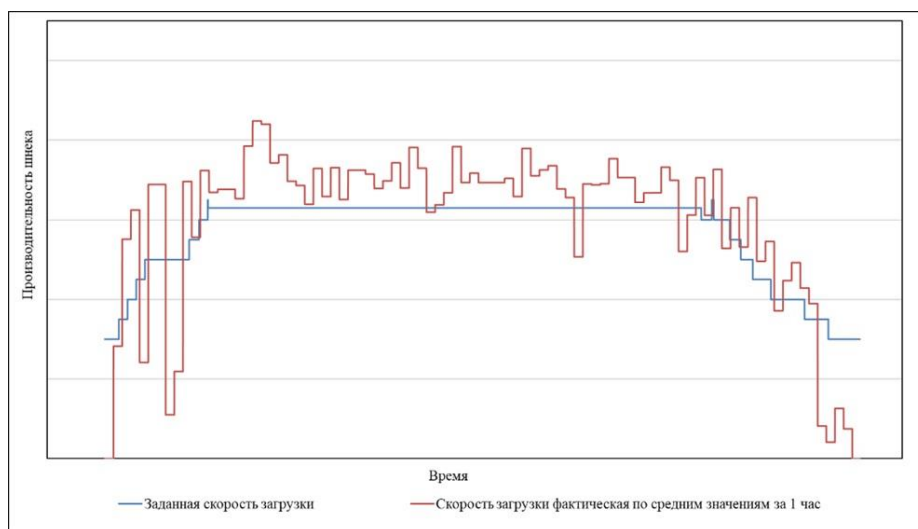


Рис. 2. График изменения параметров работы шнека

Выводы

Определены основные управляющие параметры процесса магнетермического восстановления циркония: средняя скорость дозирования ТХЦ в испаритель и максимальная температура в печи восстановления.

Получена математическая модель зависимости выхода годного от параметров процесса магнетермического восстановления циркония.

Разработан алгоритм автоматизированного контроля и управления технологического процесса магнетермического восстановления циркония, позволяющий в автоматическом режиме осуществлять корректировку заданной производительности шнека в зависимости от изменения массы ТХЦ в ЗБИ и минимизировать влияние человеческого фактора.

Проведенные испытания показали, что применение алгоритма автоматизированного

управления параметрами процесса магнитермического восстановления циркония позволяет в среднем поддерживать заданное значение производительности шнека.

Алгоритм автоматизированного управления параметрами процесса магнитермического

восстановления циркония введен в промышленную эксплуатацию.

Применение данного алгоритма при промышленном производстве ЦГ позволило сократить среднюю продолжительность процесса восстановления при штатном выходе годного.

Список литературы

1. Росатом / ТВЭЛ / АО ЧМЗ / Пресс-центр / Новости предприятия [Электронный ресурс]. Режим доступа: <https://www.chmz.net/press/news-chmz/detail.php?ID=11194> (дата обращения 02.04.2024 г.)
2. Б. Ластман, Ф. Керзе. *Металлургия циркония* / Пер. с англ. / Под ред. Г.А Меерсона. М.: Изд-во иностр. лит-ры, 1959. – 215 с.
3. В.М. Ажажа, П.Н. Вьюгов, С.Д. Лавриненко, К.А. Линдт, А.П. Мухачев, Н.Н. Пилипенко. *Цирконий и его сплавы: технологии производства, области применения. Обзор.* Харьков: ННЦ ХФТИ, 1998. – 89 с.
4. Ф.Г. Решетников, Е.Н. Обломеев *О механизме образования циркониевой губки при магнитермическом процессе получения циркония* // *Атомная энергия* Том 2, № 5 (1957).
5. Патент РФ № RU 2012148832 А, 16.11.2012. *МАГНИТЕРМИЧЕСКИЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГУБЧАТОГО ЦИРКОНИЯ* // Патент России № 2012148832 А. 2014. Бюл. № 15. / Безумов В.Н. , Батаев С. В., и другие. АО "Чепецкий механический завод"
6. В.В. Налимов, Н.А. Чернова. *Статистические методы планирования экстремальных экспериментов.* М: НАУКА, 1965. – 340 с.

Поступила в редакцию / Received 12.12.2025

Поступила после рецензирования / Revised 15.12.2025

Принята к публикации / Accepted 15.12.2025