

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

---

Инженерная школа ядерных технологий

Специальность: 18.05.02 Химическая технология материалов современной энергетики

Кафедра: «Химическая технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»

**ДИПЛОМНАЯ РАБОТА**

Тема работы
<b>Исследование процесса химического травления титана во фторсодержащих средах</b>

УДК 621.794.4:661.88:546.16

Студент

Группа	ФИО	Подпись	Дата
0421	Павлюк Ульяна Валерьевна		

Руководитель

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Леонова Л.А.	К.Т.Н.		

**КОНСУЛЬТАНТЫ:**

По разделу «Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Тухватулина Л.Р.	к.ф.н.		

По разделу «Социальная ответственность»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Ассистент	Акимов Д.В.			

По разделу «Автоматизация процесса»

Должность	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Вильнина А.В.	К.Т.Н.		

**ДОПУСТИТЬ К ЗАЩИТЕ:**

Нормоконтролер	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Старший преподаватель	Петлин И.В.	К.Т.Н.		
Зав. кафедрой	ФИО	Ученая степень, звание	Подпись	Дата
Доцент	Крайденко Р.И.	Д.Х.Н.		

Томск – 2018 г.

**ПЛАНИРУЕМЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ОБУЧЕНИЯ ООП 18.05.02  
«Химическая технология материалов современной энергетики»,**

Код результата	Результат обучения (выпускник должен быть готов)
<i>Профессиональные компетенции</i>	
P1	Демонстрировать глубокие естественно научные, математические и инженерные знания и детальное понимание научных принципов профессиональной деятельности
P2	Ставить и решать инновационные задачи, связанные с получением и переработкой материалов и изделий ядерного топливного цикла, с использованием моделирования объектов и процессов химической технологии материалов современной энергетики
P3	Эксплуатировать и совершенствовать действующие, разрабатывать и внедрять новые современные высокотехнологичные процессы и линии автоматизированного производства, обеспечивать их высокую эффективность, контролировать расходование сырья, материалов, энергетических затрат
P4	Обеспечивать радиационную безопасность, соблюдать правила охраны здоровья и труда при проведении работ, выполнять требования по защите окружающей среды; оценивать радиационную обстановку; осуществлять контроль за сбором, хранением и переработкой радиоактивных отходов различного уровня активности с использованием передовых методов обращения с РАО
P5	Уметь планировать и проводить аналитические, имитационные и экспериментальные исследования в области изучения свойств и технологии материалов современной энергетики с использованием новейших достижений науки и техники, уметь обрабатывать и критически оценивать полученные данные, делать выводы, формулировать практические рекомендации по их применению; использовать основы изобретательства, правовые основы в области интеллектуальной собственности
P6	Разрабатывать новые технологические схемы, рассчитывать и выбирать оборудование, применять средства автоматизации, анализировать технические задания и проекты с учетом ядерного законодательства
<i>Универсальные компетенции</i>	
P7	Представлять современную картину мира на основе целостной системы естественнонаучных и математических знаний, ориентироваться в ценностях бытия, жизни, культуры; иметь широкую эрудицию, в том числе знание и понимание современных общественных и политических проблем
P8	Воспринимать, обрабатывать, анализировать и обобщать научно-техническую информацию, передовой отечественный и зарубежный опыт в области изучения свойств, методов и технологий получения и переработки материалов современной энергетики

P9	Применять иностранный язык в сфере коммуникаций и профессиональной деятельности, представлять результаты научных исследований и разработок в виде отчетов, публикаций, публичных обсуждений
P10	Уметь эффективно работать индивидуально, в качестве члена команды по междисциплинарной тематике, руководить командой, быть способным оценивать, принимать организационно-управленческие решения и нести за них ответственность; следовать корпоративной культуре организации, кодексу профессиональной этики, ответственности и нормам инженерной деятельности
P11	Понимать необходимость и уметь самостоятельно учиться и повышать квалификацию в течение всего периода профессиональной деятельности

**Министерство образования и науки Российской Федерации**  
 Федеральное государственное автономное образовательное учреждение  
 высшего образования  
**«НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ  
 ТОМСКИЙ ПОЛИТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Инженерная школа ядерных технологий

Направление подготовки (специальность): 18.05.02 Химическая технология материалов современной энергетики

Кафедра: «Химическая технология редких, рассеянных и радиоактивных элементов»

УТВЕРЖДАЮ:

Зав. кафедрой

\_\_\_\_\_  
 (Подпись) (Дата) Р.И. Крайденко

**ЗАДАНИЕ**

**на выполнение выпускной квалификационной работы**

В форме:

дипломной работы
------------------

Студенту:

Группа	ФИО
0421	Павлюк Ульяна Валерьевна

Тема работы:

Исследование процесса химического травления титана во фторсодержащих средах	
Утверждена приказом директора (дата, номер)	

Срок сдачи студентом выполненной работы:

30.12.2017

**ТЕХНИЧЕСКОЕ ЗАДАНИЕ:**

<p><b>Исходные данные к работе</b>  <i>(наименование объекта исследования или проектирования; производительность или нагрузка; режим работы (непрерывный, периодический, циклический и т. д.); вид сырья или материал изделия; требования к продукту, изделию или процессу; особые требования к особенностям функционирования (эксплуатации) объекта или изделия в плане безопасности эксплуатации, влияния на окружающую среду, энергозатратам; экономический анализ и т. д.).</i></p>	<p>Необходимо разработать полирующий травитель для титана ВТ1-0, позволяющий сглаживать рельеф до 10 класса шероховатости. Исследовать закономерности процесса кислотного травления титана во фторсодержащих средах.</p>
---	--

<p><b>Перечень подлежащих исследованию, проектированию и разработке вопросов</b></p>	<p><b>1. Введение</b>  <b>2. Обзор литературы</b>  <b>3. Объект и методы исследования</b>  3.1. Объект исследования  3.2. Описание экспериментальных установок  3.3. Методики проведения исследований  3.4. Приборы и методы анализа  <b>4. Результаты проведенного исследования</b>  <b>5. Расчеты и аналитика</b>  5.1. Теория процесса  5.2. Разработка и описание аппаратурно-технологической схемы.  5.3. Расчет материального баланса исследуемого процесса  5.4. Расчет теплового баланса исследуемого процесса  5.5. Расчет основного аппарата.  5.5.1. Расчет геометрии и габаритов основного аппарата.  5.5.2. Механический расчет основного аппарата.  5.5.3. Гидравлический расчет основного аппарата.  5.5.4. Энергетический расчет основного аппарата.  <b>6. Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</b>  <b>7. Социальная ответственность</b>  <b>8. Автоматизация процесса</b>  <b>9. Заключение</b>  <b>10. Список использованных источников</b></p>
<p><b>Перечень графического материала</b> <i>(с точным указанием обязательных чертежей)</i></p>	<p>1. Сборочный чертеж основного аппарата А1 (ГОСТ 2.001-93.2.034-83)  2. Аппаратурно-технологическая схема  3. Презентация Power Point Presentation</p>
<p><b>Консультанты по разделам выпускной квалификационной работы</b></p>	
<p><b>Раздел</b></p>	<p><b>Консультант</b></p>
<p>Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение</p>	<p>к.ф.н., доцент кафедры менеджмента <b>Тухватулина Л.Р.</b></p>
<p>Социальная ответственность</p>	<p>ассистент кафедры ХТРЭ <b>Акимов Д. В.</b></p>
<p>Автоматизация процесса</p>	<p>к.т.н., доцент кафедры ЭАФУ, <b>Вильнина А. В.</b></p>
<p>Нормоконтролер</p>	<p>к.т.н., старший преподаватель кафедры ХТРЭ, <b>Петлин И. В.</b></p>
<p><b>Названия разделов, которые должны быть написаны на русском и иностранном языках:</b></p>	
<p>Все разделы должны быть написаны на русском языке. Реферат – на русском и английском языках.</p>	

<p><b>Дата выдачи задания на выполнение выпускной квалификационной работы по линейному графику</b></p>	<p>16.10.2017</p>
--	-------------------

**Задание выдал руководитель:**

<p>Должность</p>	<p>ФИО</p>	<p>Ученая степень, звание</p>	<p>Подпись</p>	<p>Дата</p>
<p>Доцент кафедры ХТРЭ</p>	<p>Леонова Л.А.</p>	<p>к.т.н.</p>		

## **Реферат**

Выпускная квалификационная работа 112 с., 11 рис., 37 табл., 97 источников, 2 прил.

Ключевые слова: титан, травление, полирующий травитель, фторсодержащий травитель, сглаживание рельефа.

Объект исследования – титан марки ВТ1-0.

Цель дипломной работы: разработка полирующего травителя для сплава титана ВТ1-0, позволяющий сглаживать рельеф до 10 класса шероховатости.

В результате исследования был предложен полирующий фторсодержащий травитель и определены условия травления.

Спроектирована принципиальная технологическая схема для травления титана с производительностью 2 л/ч.

Область применения: обработка титана для изделий медицинского назначения.

Рассчитаны основные затраты на опытные испытания, которые составили 7254362,84 руб.

## **Определения, обозначения, сокращения, нормативные ссылки**

В настоящей работе используются ссылки на следующие стандарты:

- ГОСТ Р ИСО 10993-12-2009. Изделия медицинские. Приготовление проб и контрольные образцы;
- ГОСТ 9931-85. Корпуса цилиндрические стальных сварных сосудов и аппаратов. Типы, основные параметры и размеры;
- ГОСТ 6533-78. Днища эллиптические отбортованные стальные для сосудов, аппаратов и котлов. Основные размеры;
- ГОСТ 10007-80. Фторопласт-4. Технические условия;
- ГОСТ 14249-89. Сосуды и аппараты. Нормы и методы расчета на прочность;
- ГОСТ 1255-67. Фланцы с соединительным выступом стальные плоские приварные на  $R_y$  от 1 до 25 кгс/см кв. Конструкция, размеры и технические требования;
- ГОСТ 12.0.003-2015. Система стандартов по безопасности труда. Опасные и вредные производственные факторы. Классификация;
- ГОСТ 2184-2013. Кислота серная техническая. Технические условия;
- ГОСТ 4461-77. Реактивы. Кислота азотная. Технические условия;
- ГОСТ 20288-74. Углерод четыреххлористый. Технические условия;
- ГОСТ 20848-75. Реактивы. Калий фтористый 2-водный. Технические условия;
- ГОСТ 12.4.153-85. Очки защитные. Номенклатура показателей качества;
- ГОСТ 12.4.029-76. Фартуки специальные. Технические условия;
- ГОСТ 12.4.100-80. Комбинезоны мужские для защиты от нетоксичной пыли, механических воздействий и общих производственных загрязнений. Технические условия;
- ГОСТ Р 12.4.248-2008. Одежда специальная для защиты от растворов кислот. Технические требования;

- ГОСТ 27653-88. Костюмы мужские для защиты от механических воздействий, воды и щелочей. Технические условия;
- ГОСТ 12.4.252-2013. Система стандартов безопасности труда. Средства индивидуальной защиты рук. Перчатки. Общие технические требования;
- ГОСТ 12.4.010-75 ССБТ. Средства индивидуальной защиты. Рукавицы специальные. Технические условия;
- ГОСТ 12.4.028-76. Респираторы ШБ-1 "Лепесток". Технические условия;
- ГОСТ 12.4.296-2015. Респираторы фильтрующие газопылезащитные;
- ГОСТ 12.4.121-2015. Противогазы промышленные фильтрующие. Технические условия;
- ГОСТ 12.1.003-83. ССБТ. Шум. Общие требования безопасности;
- ГОСТ 12.4.011-89. Средства защиты работающих. Общие требования и классификация;
- ГОСТ Р 12.1.009-2009. Межгосударственный стандарт система стандартов безопасности труда. Термины и определения;
- ГОСТ Р 53691-2009. Ресурсосбережение. Обращение с отходами. Паспорт отхода I-IV класса опасности. Основные требования;
- ГОСТ Р 22.0.02-2016. Безопасность в чрезвычайных ситуациях. Термины и определения.

В данной работе применены следующие термины с соответствующими определениями:

**Травление:** обработка металла кислотными реагентами с целью очистки поверхности.

**Фторопласт:** полимер, пластмасса, обладающая редкими физическими и химическими свойствами и широко применяемая в технике.

**Автоматизация технологического процесса:** совокупность методов и средств, предназначенная для реализации системы или систем, позволяющих



осуществлять управление самим технологическим процессом без непосредственного участия человека.

**Амортизация:** процесс переноса стоимости основных средств на стоимость произведенной и проданной конечной продукции по мере их износа, как материального, так и морального.

Перечень условных обозначений:

АСУТП – автоматизированная система управления технологическими процессами;

ПДК – предельно допустимая концентрация;

ТБ – техника безопасности;

ЭВМ – электронно-вычислительная машина.

## Оглавление

Введение.....	13
1 Обзор литературы .....	15
1.1 Характеристики титана.....	15
1.2 Физические и химические свойства титана .....	16
1.3 Применение титана .....	20
1.5 Подготовка металлов к нанесению покрытий.....	23
1.6 Травильные растворы .....	25
1.7 Травление титана.....	26
1.8 Оценка качества.....	27
1.9 Аппаратурное оформление .....	28
2 Объект и методы исследования .....	31
2.1 Объект исследования .....	31
2.2 Описание экспериментальных установок .....	31
2.3 Методика проведения исследования.....	32
2.4 Приборы и методы анализа .....	35
3 Результаты проведенного исследования .....	38
3.1 Выбор режима травления .....	38
3.2 Результаты первой серии опытов .....	43
3.2 Результаты второй серии опытов .....	46
3.3 Результаты третьей серии опытов.....	47
3.4 Кинетика процесса травления.....	49
4 Расчеты и аналитика .....	52
4.1 Термодинамика процесса .....	52
4.2 Разработка и описание аппаратурно-технологической схемы.....	54
4.3 Расчет материального баланса исследуемого процесса.....	55
4.4 Расчет теплового баланса исследуемого процесса .....	59
4.5 Расчет основного аппарата.....	62

4.5.1 Расчет геометрии и габаритов основного аппарата.....	63
4.5.2 Механический расчет основного аппарата.....	64
4.5.3 Гидравлический расчет основного аппарата.....	70
4.5.4 Энергетический расчет основного аппарата .....	71
5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение.....	72
5.1 SWOT-анализ.....	72
5.2 Определение баланса времени одного рабочего.....	74
5.3 Расчет годового фонда заработной платы основных рабочих цеха .....	77
5.4 Расчет годового фонда заработной платы вспомогательных рабочих цеха .	78
5.5 Расчет капитальных затрат на опытные испытания.....	80
5.6 Заключение по разделу .....	82
6 Социальная ответственность .....	83
6.1 Описание технологического процесса и оборудования.....	83
6.2 Анализ выявленных вредных факторов в цехе.....	84
6.2.1 Опасность поражения химически токсичными веществами.....	84
6.2.2 Микроклимат .....	85
6.2.3 Производственное освещение.....	86
6.2.4 Шум .....	87
6.3.1 Электробезопасность .....	87
6.3.2 Пожарная безопасность .....	88
6.4 Охрана окружающей среды .....	89
7 Автоматизация процесса .....	92
7.1 Описание функциональной схемы автоматизации.....	92
7.2 Перечни технологических параметров, подлежащих контролю, регулированию, сигнализации.....	94
7.3 Подбор контрольно-измерительных приборов.....	96
7.4 Заключение по разделу .....	97
Заключение .....	98

Список публикаций студента.....	100
Список использованных источников .....	109
Приложение А.....	110
Приложение Б.....	112

Графический материал на отдельных листах:

ДР ФЮРА.061511.001 Сборочный чертеж

ДР ФЮРА.061511.002 Аппаратурно-технологическая схема

ДР ФЮРА.061511.003 Спецификация

## **Введение**

Титан и его сплавы обладают высокой коррозионной стойкостью и уникальными техническими свойствами, что позволяет их применять во многих отраслях промышленности. Например, в медицине благодаря низкой биологической активности из титана изготавливают имплантаты для восстановительной и сердечно-сосудистой хирургии [1-3].

Во время пребывания имплантата в среде организма, может начаться процесс коррозии, т.е. нарушение биосовместимости. Для увеличения срока службы медицинских предметов на имплантат из титана наносят специальные защитные покрытия (кальций-фосфатные, оксидные пленки) [4, 5]. На сегодняшний день наиболее перспективными являются материалы с покрытием из оксинитрида титана.

Качество покрытия в большей мере зависит от предварительной подготовки поверхности металла. Оксинитридное покрытие титана напыляется на ровную поверхность (без шероховатостей). Соответственно, для жесткого сцепления оксинитридного покрытия с подложкой, поверхность титана должна быть подготовлена. Подготовка металла – это совокупность методов очистки от примесей путем шлифования, механической очистки, обезжиривания, травления [6, 7]. Устойчивую оксидную пленку с поверхности титана возможно удалить лишь на этапе травления. Согласно [7], травление эффективно проводить во фторсодержащих средах с применением кислот.

Данная тема работы актуальна, так как на сегодняшний день сглаживание рельефа поверхности титана до 10 класса шероховатости возможно проводить при помощи электролиза расплава или в среде плавиковой кислоты [6, 8]. Существующие методы небезопасны, токсичны и требуют специального дорогостоящего оборудования.

Целью данной работы является разработка полирующего травителя (фторсодержащего) для сплава титана ВТ1-0, позволяющий сглаживать рельеф до 10 класса шероховатости.

Практическая значимость результатов ВКР. Областью применения данного проекта является обработка титана. Данная обработка используется перед нанесением оксинитридных покрытий. Данные полученные при исследовании, рассчитанные и приведенные в дипломной работе указывают на перспективность разработанной технологии и при дальнейшем усовершенствовании возможность ее внедрения и реализации.

Реализация и апробация работы. Проведенные исследования апробированы в лабораторных условиях. Выбраны оптимальные условия для процесса травления титана сплава ВТ1-0. Результаты, полученные в ходе исследований и отдельные положения работы, были опубликованы.

## 1 Обзор литературы

### 1.1 Характеристики титана

Элемент титан был открыт в 1791 году английским минерологом Грегором в титанистом железнике в менакенисте – новый элемент был назван менакеном. Немецкий химик Клапрот в 1795 году открыл новый элемент в минерале рутил, который был назван титаном. Спустя несколько лет было установлено, что менакен и титан идентичны.

До 1849 года за металлический титан принимали карбонитрид титана, найденный в лаках доменных печей. Однако металлический титан был получен в 1910 году американским химиком Хантером. Титан был получен восстановлением тетрахлорида титана натрием.

Применение титана в виде химических соединений и сплавах началось в первые десятилетия XX века. Промышленное производство титана началось в начале 50-х годов в связи с необходимостью новых конструктивных материалов для реактивной авиации, ракетной техники и атомной энергетики [9].

Титан является перспективным металлом благодаря его качествам и запасам в земной коре. Содержание титана в земной коре составляет 0,57 % масс, в морской воде 0,001 мг/л [10]. Титан является одним из наиболее распространенным элементом земной коры. По распространенности в природе титан занимает 9 место, а среди конструкционных металлов 4 место после железа, алюминия и магния [11].

В свободном виде титан не встречается, а входит в состав минералов. Для титана известно 67 минералов. Основной титановой рудой является ильменит, содержащий до 36 % титана, самой богатой титановой рудой является рутил, содержание титана в ней до 60 %. Среди других руд для производства титана и его соединений промышленное значение имеют титаномагнетиты, лопариты, титаниты [12].

Крупные карьерные месторождения ильменита и титаномагнетитов находятся в Канаде, США, Норвегии, Швеции, ЮАР, Египте, Индии, Австралии, страны СНГ. Общие запасы коренных месторождений оцениваются в 600 млн. т. по содержанию титана. Россыпные месторождения находятся в Индии, США, Бразилии, Австралии [13].

## 1.2 Физические и химические свойства титана

Титан относится к d-элементам IV группы периодической системы Д.И. Менделеева. Электронная формула титана:  ${}_{22}\text{Ti} - 1s^2 2s^2 2p^6 3s^2 3p^6 3d^2 4s^2$  [9].

Валентными являются 3d- и 4s-электроны, но только в возбужденном состоянии, которому соответствует формула  $3d^3 4s^1$ . Наиболее устойчивая степень окисления IV, в том состоянии титан имеет устойчивую конфигурацию, которая соответствует конфигурации аргона (инертный газ). Низшие степени окисления возможны только при определенных условиях, например, на воздухе или в водных растворах существует Ti (II) и Ti (III), которые быстро окисляются до Ti (IV) [9, 12].

Известно большое число соединений титана – простых и комплексных. Наиболее характерная степень окисления +4, что соответствует его положению в группе. Известны соединения, в которых титан проявляет степень окисления +3, +2, но и устойчивость невелика.

Титан имеет пять природных изотопов с массовыми числами 46, 47, 48, 49 и 50. В таблице 1.1 приведены изотопы титана [14].

Таблица 1.1 – Содержание изотопов титана в природной смеси

Изотоп титана	Процентное содержание, %
${}^{46}\text{Ti}$	7,95
${}^{47}\text{Ti}$	7,75
${}^{48}\text{Ti}$	79,45
${}^{49}\text{Ti}$	5,51
${}^{50}\text{Ti}$	5,34



Так же известны искусственные радиоактивные изотопы  $^{45}\text{Ti}$  ( $T_{1/2}=3,09$  ч) и  $^{51}\text{Ti}$  ( $T_{1/2}=5,79$  мин) [12].

Титан – серебристо-белый металл, относится к легким металлам. Чистый металл очень пластичен. В свободном состоянии титан – металл, по внешнему виду похожий на сталь. При обычных условиях поверхность титана покрыта тонкой оксидной пленкой, которая является защитной. Зеркального блеска на металле не имеется из-за защитной пленки [9 – 11].

Кристаллический титан имеет две модификации: низкотемпературная –  $\alpha$ -титан и высокотемпературная –  $\beta$ -титан. Низкотемпературная модификация имеет плотноупакованную гексагональную кубическую решетку, высокотемпературная имеет объемно-центрированную кубическую решетку. Температура полиморфного превращения  $\alpha\text{-Ti} \leftrightarrow \beta\text{-Ti}$  составляет  $882,5\text{ }^\circ\text{C}$  ( $\Delta H=3,36$  кДж/моль) [12].

Основные характеристики титана: плотность –  $4,50\text{ г/см}^3$ , температура плавления –  $1668\text{ }^\circ\text{C}$ , температура кипения –  $3330\text{ }^\circ\text{C}$ . Титан обладает парамагнитными свойствами [9 – 11].

Химическая активность титана зависит от чистоты. Титан коррозионно-устойчив на воздухе при низких и не очень высоких температурах. Это свойство объясняется наличием на поверхности металла защитной пленки –  $\text{TiO}_2$ . Титановая стружка и порошок взрывоопасны [11,13].

Элементарные вещества по их отношению к титану можно разделить на группы:

1) Галогены и халькогены, образуют с металлом соединения ковалентного или ионного характера.

2) Бериллий, элементарные вещества групп бора, углерода, азота и других металлов образуют с титаном интерметаллические соединения и ограниченные растворы.

3) Титан и металлы с близкими по свойствам с титаном, образуют твердые растворы. К таким металлам относятся цирконий, гафний, скандий, ванадий, тантал, молибден, вольфрам и другие.

4) Благородные газы, щелочные, щелочно-земельные и редкоземельные (исключая скандий) металлы не образуют с титаном соединений.

Хлор и фтор начинают взаимодействовать с титаном при низких температурах, бром и йод – при температуре выше 250 °С. Со всеми галогенами титан реагирует с образованием тетрагалогенидов:



Титан при повышенных температурах становится химически активным – взаимодействует кислородом, серой, углеродом, азотом и другими элементами. С водородом титан бурно реагирует при температуре от 1200 до 1300 °С, реакция сопровождается ярким свечением:



В атмосфере чистого кислорода горение происходит при 500 °С.

При комнатной температуре титан по отношению к азоту устойчив, но при высоких температурах вступает в реакцию. Титан один из немногих металлов, который способен гореть в атмосфере азота. В результате реакции азота и титана образуется нитрид – TiN и ряд твердых растворов.

Водород поглощается титаном в значительных количествах при комнатной температуре (1 г титана может поглотить 400 см<sup>3</sup> водорода). При поглощении водорода титан становится хрупким металлом, то есть изменяются механические свойства.

С углеродом реакция начинается при высоких температурах с образованием сплавов, содержащих карбид титана – TiC. Так же при высоких температурах одновременно взаимодействует с азотом и углеродом с образованием карбонитрида титана Ti<sub>5</sub>CN<sub>4</sub>.

Стандартный электродный потенциал титана составляет 1,630 В. Титан электрохимически активный металл. Поверхность титана покрыта оксидной

пленкой, поэтому при обычной температуре вода на титан не действует. Взаимодействие начинается при повышенных температурах.

Газообразный фтороводород действует на титан при нагревании с образованием тетрафторида:



Безводный жидкий фтороводород образует на поверхности титана пленку тетрафторида титана. Получившаяся пленка защищает от дальнейшего действия фтороводорода на более глубокие слои. Водные растворы фтороводородной кислоты активно растворяют титан (реакция особенно активна в присутствии окислителей):



Титан химически устойчив во многих агрессивных средах. Устойчив против растворов сульфатов, хлоридов, морской воды и др. Не взаимодействует с разбавленными растворами серной и соляной кислотами, щелочами.

Действие азотной кислоты зависит от состояния поверхности: на гладкой поверхности титан стойкий, если поверхность пленки нарушено, то происходит пассивация.

Реагирует с концентрированными соляной и серной кислотами при комнатной температуре. Фтороводородная кислота разбавленная и концентрированная реагирует с титаном при комнатной температуре. С концентрированными щелочами порошок титана растворяется с выделением водорода и образованием солей ортотитановой кислоты. Царская водка (смесь азотной и соляной кислот с водой) растворяет титан с образованием дихлороксида.

С оксидами металлов титан вступает в обратимые реакции при высоких температурах:



Водные растворы аммиака при обычных условия на титан не действует. Газообразный аммиак при комнатной температуре не реагирует, но при высоких температурах реакция протекает:



Металлическому титану всегда сопутствует оксидная пленка, которую крайне сложно разрушить, необходимо описать ее поведение в растворах кислот, щелочах.

Оксидная пленка представляет собой оксид титана (IV) –  $\text{TiO}_2$ . Из всех оксидов  $\text{TiO}_2$  является устойчивым. Диоксид титана – тугоплавкое вещество, нерастворимое в воде. Термодинамические свойства диоксида титана: энтропия минус 994 Дж/К·моль, энтальпия 50,3 кДж/моль, энергия Гиббса минус 886,6 Дж/моль (при температуре 298 К).

Это амфотерный оксид, основные и кислотные свойства которого выражены слабо (реагирует с концентрированными кислотами). Диоксид титана медленно растворяется с образованием сульфата титана (IV). В других кислотах любой концентрации при комнатной температуре не растворяется. В концентрированных щелочах или при сплавлении образуются титанаты. При длительном нагревании оксид титана (IV) взаимодействует с кислотами, а при сплавлении – со щелочью [9 – 11, 15 – 18].

### **1.3 Применение титана**

В начале 50-х годов началось производство титана и его сплавов для реактивной авиации и ракетной техники. Сплавы титана обладают высокой удельной прочностью. В таблице 1.2 приведены сплавы титана и их свойства [19].

Таблица 1.2 – Сплавы титана

Название сплава	Примеси	Основные свойства
BT5	Fe, C, Si, Mo, V, N, Al, Zr, O, H	Большая прочность, жаропрочность
ПТ-7М	Fe, C, Si, N, Al, Zr, O, H	Подвергаясь сварки сварные детали обладают такой же прочностью, что и основной металл
BT1-0	Fe, C, Si, N, O, H	Высокая технологическая пластичность
OT4-1	Fe, C, Si, Mn, N, Al, Zr, O, H	Допускает штамповку, хорошо сваривается
BT-18	Fe, C, Si, Mo, N, Nb, Al, Zr, O, H	Жаропрочный

Из сплавов на основе титана изготавливают детали для реактивных двигателей и корпуса летательных аппаратов. Сплавы используют в морском судостроении, в автомобильном и железнодорожном транспорте.

Для увеличения удельной прочности и сопротивления изготавливают сплавы титана с легированными добавками (Al, Cr, V, Mo, Mn). В ракетостроении из легированного сплава титана изготавливают корпуса двигателей, емкости для реагентов и другие [1, 3].

Благодаря стойкости к азотной кислоте любых концентраций, к разбавленной серной кислоте, к атмосфере влажного хлора титан нашел применение в химическом машиностроении. Температурный предел его применения составляет от 600 до 650 °С.

Титан хорошо куется, сваривается, штампуется. Титан используется для изготовления целых аппаратов и отдельных деталей. Титановая аппаратура примерно в десять раз дороже, чем аппаратура из углеродистой стали [20 – 23].

Титан никогда не рассматривался канцерогенным и мутагенным веществом для человека. Ряд соединений титана используется в качестве добавок в косметике, лекарствах без отрицательных воздействий. Из титана для медицины изготавливают зубные протезы, хирургические инструменты,

ортопедические фиксаторы, стенты для расширения сосудов и другие. Титан и его сплавы в медицине используется благодаря физико-механическим, химическим и биологическим свойствам. Технически чистый титан содержит гораздо меньше примесей, чем другие используемые в медицине сплавы. Является инертным, биосовместимым металлом по отношению к биологической среде [2, 24 – 28].

Детали из специальных титановых сплавов хорошо переносятся человеческим организмом. Металл практически не корродирует в среде человеческого организма. Для увеличения срока службы на титан наносят различные покрытия, такие как кальций-фосфатные покрытия [4], оксидные пленки [5].

На данный момент перспективными считаются оксинитридные покрытия титана, в которых кислород технологически замещается на атомы азота. Проведены исследования, доказывающие их био- и гемосовместимость [29].

При имплантации главная проблема состоит в необходимом обеспечении сцепления костной ткани с металлом. Для увеличения площади контактирования, необходимой стерильности осуществляют подготовку поверхностей титановых имплантатов непосредственно перед внедрением в организм.

Покрытия на основе оксидов и оксинитридов титана применяются во многих отраслях промышленности, например, в микроэлектронике, машиностроении, авиастроении и медицине. Покрытия медицинских имплантатов, которые получают путем оксидирования, способны защищать металлическую подложку-титан от коррозионного воздействия благодаря электрохимическому защитному действию. Таким образом оксинитридное покрытие снижает предрасположенность готовых имплантатов к коррозии [30].

Оксинитридные покрытия титана наносятся методом реактивного магнетронного распыления [31]. Исследования показали, что основная проблема при нанесении оксинитридных покрытий – это малое сцепление

подложки-металла и покрытия, то есть покрытие может «слететь» с металла за счет окисления поверхностных слоев и образования окалина. Эксперименты показали, наилучшая адгезия достигается при идеально отполированной, гладкой поверхности металлической подложки. А значит, перед нанесением покрытия необходимо подготовить подложку-титан [32, 33].

### **1.5 Подготовка металлов к нанесению покрытий**

Качество покрытия в большей мере зависит от предварительной подготовки поверхности металла-подложки. Продукты коррозии, жировые пленки, пыль препятствуют равномерному осаждению покрытия и прочному сцеплению их с металлом. Поэтому очистка поверхности металла от загрязнения имеет большое значение. Кроме того, важно выбрать правильную подготовку.

К операциям подготовки металла к покрытиям относят шлифование, полирование, обезжиривание, травление [34 – 36].

Шлифование относится к механической обработке металла и заключается в снятии тонкого слоя металла на участках микровыступов. Уменьшение микровыступов происходит за счет срезания их абразивными зернами. Высоты срезания металла примерно составляет от 0,01 до 0,03 мм.

Шлифование производят при помощи твердых и эластичных кругов. Наиболее универсальным инструментом являются эластичные круги их войлока, фетра, сукна, кожи и других специальных материалов. Режим обработки и продолжительность определяется опытным путем.

Полирование существенно отличается от шлифования. При полировании наблюдается небольшой съем металла. Повышение чистоты поверхности происходит не за счет срезания микровыступов частицами абразива, а благодаря перераспределению металла на поверхности и втиранию его в микровпадины. Наиболее распространенным инструментом для полирования служат эластичные круги, на которые наносят полировочные пасты.

Поверхность металла под действием окружающей среды и содержащихся в пастах активных компонентов покрывается тонкими солевыми пленками.

В состав паст входят тонкие абразивные порошки, жировые связки и специальные добавки. Абразивным материалом служат крокус (окись железа), окись хрома, окись кремния, тальк. В качестве связок в пастах используется стеарин, парафин, воск и другие. Наиболее высокими полирующими свойствами характеризуются хромовые пасты, разработанные в Государственным оптическим институтом. Такие пасты получили название – пасты ГОИ. Присутствие в них поверхностно-активных веществ способствует ускорению и повышению качества полирования. Состав паст подбирается индивидуально с учетом полирующего изделия и материала круга, на который наносится паста. А так же важную роль играет на сколько легко паста будет удаляться с изделия.

Следующий этап подготовки металла к нанесению покрытия – это обезжиривание. Оставшиеся загрязнения на металле могут быть различными по природе и свойствам. Загрязнения внесены извне – это следы жиров, абразивов, полировочных паст. Такие загрязнения убираются в результате разрушения механической связи жирового слоя с поверхности металла [6].

Жиры практически не растворимы в воде и для удаления их с поверхности металла-подложки необходимо применять специальные реагенты – органические растворители, щелочные растворы, эмульсии [37, 38]. При подготовке титана на данной стадии на поверхности остаются минеральные масла, полировочные пасты удаляются при помощи промывки металла в органических растворителях. Обработка деталей небольших деталей может происходить простым погружением деталей в ванную с органическим раствором, например, бензол, четыреххлористый углерод, толуол. Так же обработку можно проводить струйным способом и в парах растворителя [37].

После обезжиривания на поверхности металла остаются ржавчина, окалина, окисные пленки, которые имеют прочную связь с металлом-подложкой. Удалить данные соединения возможно при помощи травления.



Травление – обработка металла кислотными реагентами с целью очистки поверхности. Очистка проходит за счет взаимодействия кислот с окислами металла и последующем образовании растворимых солей в воде. Так как слой окарины неравномерен по толщине, а на некоторых участках металла вовсе отсутствует, то при травлении происходит растворение металла-подложки [6, 35].

## **1.6 Травильные растворы**

Существует три способа травления: химическое, электрохимическое и ионное. Химическое травление заключается в обработке поверхности металла-подложки в травильном растворе соответствующей концентрации в течении определенного времени и при определенной температуре. Химическое травление производится многократным погружением металла в травильную смесь с последующей промывкой в воде [39]. Может происходить как в жидкой среде – в водных и безводных растворах, расплавах солей и металлов, так и в газовой. Единственное условие, которое должно соблюдаться – достаточная легкость образования и удаления с поверхности продуктов взаимодействия [40]. Химическая обработка заключается в направленном и контролируемом разрушении окарины и металла под действие травильных растворов. Травильные растворы могут быть кислотные или щелочные, так же применяется комбинированный метод [7].

Электрохимический способ проводится под действием подвода электрического тока к смеси реагентов для травления. Данный способ травления, по сравнению с химическим, уменьшает продолжительность очистки, снижает расход реагентов. Скорость травления не зависит от изменения концентрации в электролите кислоты, чем при химическом травлении. К недостаткам электрохимическое травление относится необходимость питания ванн электролитическим током. Кроме того, низкая рассеивающая способность электролитов затрудняет травление металла.

Электрохимический способ травления титана не получил широкого применения, применяется для черных металлов и сплавов [7, 41].

Ионное травление происходит в кристалле, служащем катодом, в тлеющем разряде в вакууме. Удаление вещества с поверхности осуществляется за счет энергии бомбардирующих ионов, например, ионов аргона. В первую очередь вытравливаются участки с нарушенными и ослабленными связями [7, 41].

Для травления металлов эффективны все способы. Обычно отдают предпочтение химическому травлению благодаря доступности, простоте выполнения, несложном оборудовании [40]. В данной работе будет использоваться химическое травление.

Существует два вида травителей – селективный, полирующий. Селективный – это травитель, в котором самой медленной стадией служит химическая реакция. При том скорость травления зависит от температуры, от структуры поверхности, от ее ориентации, но не зависит от перемешивания, вязкости. Полирующий травитель заключается в сглаживании шероховатостей, нечувствительности к физическим и химическим неоднородностям поверхности [42].

## **1.7 Травление титана**

Особенностью травления титана является удаление не только окислы, но и газонасыщенных слоев. Травление для титана довольно сложный процесс, так как окислы прочно связана с металлом и обладает стойкостью по отношению к агрессивным средам. Кроме того при снятии окислы для титана характерно наводороживание поверхности, которое приводит к охрупчиванию титана.

Таким образом, для осуществления кислотного травления необходимо соблюдение ряда условий: кислотный травильный раствор должен достаточно

быстро и равномерно растворят титан, удалять окалину и газонасыщенный слой с поверхности титана и не вызывать повышенного наводороживания.

Для титана используют кислотные травители – растворы минеральных кислоты, смеси растворов минеральных кислот. Титан и его сплавы растворяются в минеральных кислотах ( $\text{HCl}$ ,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) при определенных концентрациях и температурах. Для плавиковой кислоты таких ограничений не имеется, кислота растворяет титан уже при комнатной температуре. Растворение титана в неокислительных минеральных кислотах сопровождается выделением водорода, то есть происходит наводороживание поверхности металла. Таким образом, травлению сопутствуют процессы разряда ионов водорода и его сорбции в металл. Титан обладает свойством поглощать водород, что в дальнейшем отрицательно влияет на механические свойства изделия. Поэтому необходим травитель, который будет выполнять функцию полирования, но при том не изменять механические свойства титана [7].

Этому условию удовлетворяют кислотные растворы, в которые добавляется плавиковая кислота или ее соли. Проанализировав литературу [7, 41], был сделан вывод, что фторсодержащие добавки ускоряют процесс травления и одновременно снижают содержание водорода. Такой процесс наблюдается при введении плавиковой кислоты, что делает эту добавку наиболее эффективной. Ближе всего к  $\text{HF}$  подходит фтористый аммоний. Используемая кислота в зависимости от аниона влияет на степень травления. При наличии анионов в растворе наиболее эффективно снимает окалину в присутствии  $\text{Cl}^-$ , затем следует  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$  [7].

## 1.8 Оценка качества

Обрабатываемые детали проходят технологический контроль после выполнения всех операций. Но помимо этого необходимо следить за качеством выполнения отдельных операций. К таким операциям относятся механическая

подготовка поверхности металла, обезжиривание, травление. Способы контроля зависят от требований, которые предъявляются к деталям.

Требования в отношении шероховатости или чистоты поверхности оговариваются в стандартах предприятия. Под шероховатостью понимают совокупность неровностей относительно малого шага, образующих рельеф поверхности, рассматриваемых в пределах участка металла определенной длины. В соответствии с [43] предусмотрено 14 классов шероховатости (чистоты), которые охватывают диапазон высоты неровностей от 320 мкм (1 класс) до 0,05 мкм (14 класс).

Чистоту поверхности контролируют при помощи специальных приборов – микроскоп, микроинтерферометры, профилометры, профилографы и другие [44]. Приборы позволяют визуально и графически определить характеристики шероховатости поверхности. Оценкой качества обработки поверхности металла (деталей) занимаются заводские лаборатории.

Качество выполнения операций проверяются внимательным образом. Делали, недостаточно хорошо прошедшие операции обезжиривания и травления должны быть возвращены на повторную обработку.

## **1.9 Аппаратурное оформление**

Травление различных полуфабрикатов из титановых сплавов проводится в стационарных ваннах, оборудованных в соответствии с применяемыми составами травильных сред и температурными режимами. Габариты ванн должны соответствовать размерам обрабатываемых изделий. Часто при травлении необходим подогрев (газовый, электрический), который зависит от условий производства и стоимости. Чаще используют газовый подогрев, так как он наиболее экономичный.

В промышленности используют ванны из стали, внутреннюю поверхность которых облицовывают химически стойкими материалами, например, кислотостойкими пластиками. Облицовочным материалом служат

графитовые блоки, винипласт и другие. Все ванны должны быть снабжены бортовой вентиляцией и иметь крышки. Для загрузки изделий для ванн травления изготавливают корзины различной конструкции. На рисунке 1.1 приведена схема травильной ванны.

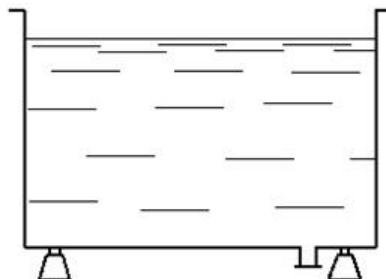


Рисунок 1.1 – Схема травильной ванны

Процессы травления бывают периодическими и непрерывными. В периодическом процессе после заданного времени из ванны удаляют травильный раствор и вместо него заливают свежий раствор. Недостаток периодического – ухудшение условий травления, так как происходит изменение химического состава. Это приводит к замедлению процесса травления. Это неблагоприятное явление можно нейтрализовать добавлением в травильный раствор определенного количества свежей кислоты или повышением температуры смеси, то есть инициировать реакцию. При непрерывном процессе химический состав непрерывно.

В больших травильных отделениях используют трехванную систему с противотоком травильного раствора, которая приведена на рисунке 1.2.

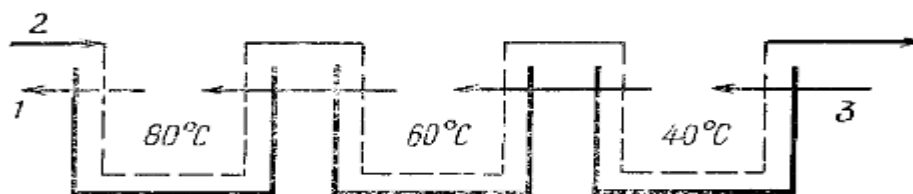


Рисунок 1.2 – Травление в ванне с противоточной подачей травильного раствора: 1 – отработанный травильный раствор; 2 – травимый материал; 3 – свежий травильный раствор

Указанная система позволяет перемещать обрабатываемый материал с постоянной скоростью благодаря поддержанию в каждой ванне почти одинаковых условий травления.

После травления детали подвергают сушке в сушильных камерах. Температура подогрева 100 °С [45].

## 2 Объект и методы исследования

### 2.1 Объект исследования

В данной работе исследовали процесс травления титана. В качестве исходных образцов использовали титан марки ВТ1-0 размерами 10x10x1 мм. Кроме основного компонента (титана) в составе присутствуют добавки – железо, углерод, кремний, азот, кислород и водород. В таблице 2.1 приведен химический состав титана марки ВТ1-0 [19].

Таблица 2.1 – Химический состав (в процентах) титана марки ВТ1-0

Ti	Fe	C	Si	N	O	H
98,61-99,7	до 0,18	до 0,07	до 0,1	до 0,04	до 0,12	до 0,01

В работе в качестве травителей были выбраны три раствора:

1. Смесь HCl, NH<sub>4</sub>F и H<sub>2</sub>O;
2. Смесь H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, HNO<sub>3</sub>, NH<sub>4</sub>F и H<sub>2</sub>O;
3. Смесь H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, NH<sub>4</sub>F и H<sub>2</sub>O

Используемые реагенты: серная кислота (ГОСТ 2184-2013), азотная кислота (ГОСТ 4461-77), соляная кислота (ГОСТ 3118-77), фторид аммония (ГОСТ 20848-75), вода дистиллированная (ГОСТ 6709-72) [47 – 51].

### 2.2 Описание экспериментальных установок

Экспериментальная установка представлена на рисунке 2.1.

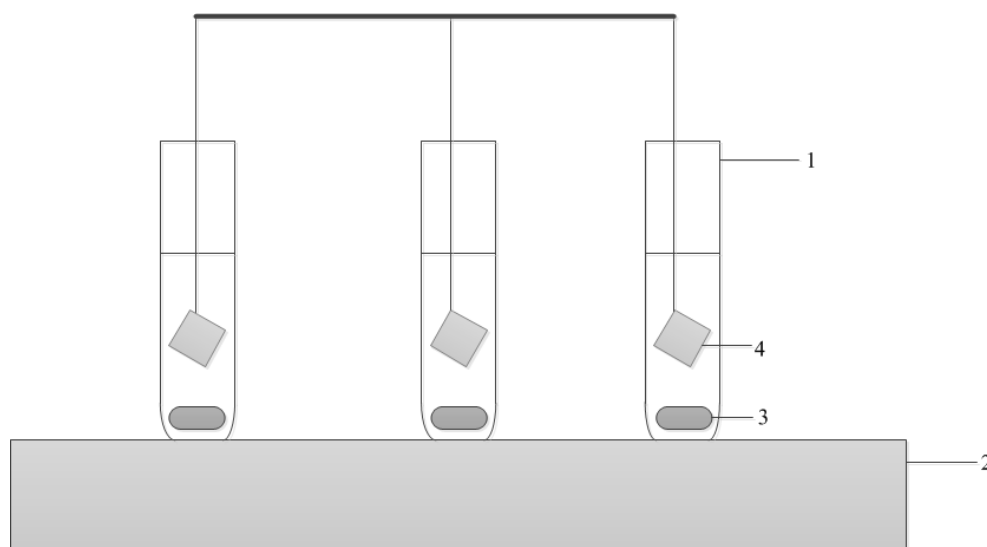


Рисунок 2.1 – Экспериментальная установка: 1 – емкости, 2 – магнитная мешалка, 3 – якорь, 4 – образцы титана

Экспериментальная установка состоит из емкостей, в которых находится травитель. Образцы титана сплава ВТ1-0 подвешиваются и помещаются в травильный раствор. Для перемешивания в емкости помещается якорь. В зависимости от условий проведения опытов:

- для динамических условий – емкости размещаются на магнитную мешалку;
- для динамических условий при нагревании – емкости размещаются на магнитную мешалку и включается подогрев (от 35 до 40 °С);
- для статических условий, магнитная мешалка и якорь не используются.

### 2.3 Методика проведения исследования

Исходные образцы титана марки ВТ1-0 с размерами 10x10x1 мм перед травлением готовили. Первый этап подготовки титана – шлифование, которое осуществлялось при помощи войлочного материала. Шлифование проходило механическим сглаживанием микрошероховатостей с поверхности титана.



Второй этап – полирование. При полировании использовался войлочный материал, с которым работали при шлифовании (на этом этапе важно, чтобы войлок был эластичным и хорошо удерживал частицы полировочной пасты). В работе была использована паста ГОИ, так как она обладает наиболее высокими полировочными свойствами. А активные вещества, присутствующие в ее составе, способствуют быстрому и качественному полированию. На материал войлока наносили пасту ГОИ (следует избегать ее избытка) и начинали обработку материала. Сначала смазанным войлоком полировали материал наклонно влево и вправо, а затем продольно. Именно такой обработкой добились заданного полирования и глянцевого покрытия.

Следующий этап – обезжиривание, которое состояло в погружении образцов в раствор обезжиривателя (четырёххлористый углерод). Этап обезжиривания состоит в погружении металла в жидкую фазу, следовательно, необходимо металл высушить. Сушка деталей проходила путем погружения их в изопропиловый спирт. При извлечении деталей из спирта, спирт испарялся, и поверхность детали становилась сухой [7].

Стадия травления состояла в подготовке травильного раствора и травления титана. Составы травителей: 1 – соляная кислота и фторид аммония; 2 – серная и азотная кислоты, фторид аммония; 3 – серная кислота и фторид аммония.

В готовые травильные растворы заданного объема помещаются образцы титана для последующего травления. По истечению заданного времени образцы доставались из травильного раствора и опускали в воду для очистки от продуктов реакции, далее сушили. Сушка образцов проходила путем погружения их в изопропиловый спирт.

Согласно [46], объем травителя для изделий площадью  $1 \text{ см}^2$ , которые могут использоваться в медицине, составляет 4 мл.

**Первая серия опытов.** Выбрать условия травления: динамические, динамические с подогревом или статические. Нужно выбрать (смесь  $\text{HCl}$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$

и  $\text{H}_2\text{O}$ , смесь  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$  и  $\text{H}_2\text{O}$ , смесь  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{NH}_4\text{F}$  и  $\text{H}_2\text{O}$ ) тот травитель, который будет делать поверхность металла отполированной. До проведения опытов провести измерение массы каждого образца и с помощью металлографического микроскопа посмотреть микроструктуру поверхности. Далее, в готовый травитель поместить образцы титана. Опыты проводить в статических, динамических (при перемешивание), динамических при нагревании условиях в течение 20 минут. По истечении времени, образцы титана извлечь, промыть в дистиллированной воде и высушить. Во избежание ошибок, нужно провести три параллельных опыта.

После травления провести измерение массы образцов и посмотреть изменение его микроструктуры на поверхности. Все измерения необходимо сравнить. Для выбранного режима растворы травителей, собрать в специальные емкости, для проведения анализов на обнаружение ионов титана. По окончании необходимо сделать вывод – какой травитель работает как полирующий и какие условия эффективней.

**Вторая серия опытов.** В первой серии опытов выбрав травитель, во второй серии опытов нужно установить какой концентрации должны быть реагенты. Для того необходимо приготовить три травителя разного количественного состава и провести эксперименты.

До проведения опытов провести измерение массы каждого образца и с помощью металлографического микроскопа посмотреть микроструктуру поверхности. Далее, в готовый травитель, объемом 4 мл, поместить образцы титана. Опыты проводить в выбранном режиме. По истечении времени, образцы титана извлечь, промыть в дистиллированной воде и высушить.

После травления провести измерение массы образцов и посмотреть изменение его микроструктуры на поверхности. Все измерения необходимо сравнить. Растворы травителей, собрать в специальные емкости, для проведения анализов на обнаружение ионов титана. Во избежание ошибок, нужно провести три параллельных опыта. По окончании необходимо сделать

вывод – какая концентрация травителя делает поверхность наиболее отполированной и глянцевой.

**Третья серия опытов.** Опытным путем установить максимальное время травления, то есть через какое время травитель на покрытие перестанет действовать. Опыты проводить в выбранных условиях.

Перед началом измерить массы каждого образца и с помощью металлографического микроскопа посмотреть микроструктуру поверхности.

По истечению каждого отрезка времени образцы извлечь, изучить структуру при помощи металлографического микроскопа. Далее образец титана снова поместить в тот же травитель. Опыт продолжается до тех пор, пока на поверхности титана не начнется прирост массы или степень травления начнет уменьшаться.

Все измерения необходимо сравнить. Во избежание ошибок, нужно провести три параллельных опыта. По окончании опытов сделать вывод – какое максимальное время образец травится (выявиться конечное время травления).

## **2.4 Приборы и методы анализа**

В вышеперечисленных опытах использовались: мешалка магнитная ПЭ-6110 с подогревом для создания динамических условий и нагрева, лабораторные весы CAS CAUW-120D для взвешивания образцов до/после травления, металлографический микроскоп МЕТАМ РВ-22 для изучения и сравнения структуры поверхности титана, таймер.

В качестве анализов использовали: гравиметрический, атомно-эмиссионный (атомно-эмиссионный спектрометр THERMO SCIENTIFIC ICAP), металлографический (МЕТАМ РВ-22) анализы. Анализы на приборах на кафедре ХТРЭ НИ ТПУ.

**Гравиметрический (весовой) анализ** заключался в точном измерении массы при помощи аналитически весов [52 – 55]. Для данной работы измерение

массы образца проводилось до травления и после травления для выявления потери массы:

$$\Delta m = m_H - m_K, \quad (2.1)$$

где  $\Delta m$  – разность масс, г;

$m_H$  – масса до травления, г;

$m_K$  – масса после травления, г.

В данном случае гравиметрический анализ используется в качестве количественной оценки. Показывает, какую массу потерял образец, то есть какое количество перешло в раствор травителя или промывочный раствор.

**Атомно-эмиссионный анализ** – совокупность методов элементного анализа, основанных на изучении спектров испускания свободных атомов и ионов в газовой фазе [52-56]. Если к атому подвести достаточное количество энергии (например, термической), то один или несколько электронов данного атома могут перейти с низкоэнергетического уровня (основное состояние) на более высокоэнергетический уровень (возбуждённое состояние). Такое явление называется абсорбцией. Однако нахождение электрона в возбуждённом состоянии не является устойчивым, поэтому через какое-то время он переходит обратно в основное состояние с выделением избыточной энергии в виде излучения. Такой переход называется эмиссией.

Электронные оболочки каждого элемента индивидуальны, поэтому атомно-эмиссионные спектры индивидуальны – это основа качественного анализа. При качественном АЭА спектры проб сравнивают со спектрами известных элементов, приведенных в соответствующих атласах и таблицах спектральных линий, и таким образом устанавливают элементный состав анализируемого вещества. А интенсивность спектральных линий пропорциональна количеству атомов, которые могут испускать фотоны – это основа количественного анализа. При количественном анализе определяют количество (концентрацию) искомого элемента в анализируемом веществе по зависимости величины аналитического сигнала искомого элемента от его содержания в пробе [56].

Для работы нужно было определить количество титана, которое перешло в раствор после травления.

**Металлографический анализ** заключается в изучении микроструктуры при помощи специального оптического оборудования. Основным инструментом металлографического анализа являются микроскопы, позволяющие рассмотреть микроструктуру при увеличении [52 – 56]. Увеличение металлографического микроскопа в 500 раз позволило отследить изменение микрорельефа поверхности металла до травления и после. Именно сравнение микроструктур при одном увеличении позволяет объективно судить об изменении микроструктуры поверхности.

**Атомно-силовая микроскопия** принцип работы на регистрации силового взаимодействия между поверхностью исследуемого образца и зондом. В качестве зонда используется наноразмерное остриё, располагающееся на конце упругой консоли, называемой кантилевером. Сила, действующая на зонд со стороны поверхности, приводит к изгибу консоли. Появление возвышенностей или впадин под остриём приводит к изменению силы, действующей на зонд, а значит, и изменению величины изгиба кантилевера. Таким образом, регистрируя величину изгиба, можно сделать вывод о рельефе поверхности.

Под силами, действующими между зондом и образцом, в первую очередь подразумевают дальнедействующие силы Ван-дер-Ваальса, которые сначала являются силами притяжения, а при дальнейшем сближении переходят в силы отталкивания [53 – 55].

## **5 Финансовый менеджмент, ресурсоэффективность и ресурсосбережение**

Целью экономического расчёта данной работы является экономическое обоснование применения метода травления титана и представление экономической оценки эффективности метода.

### **5.1 SWOT-анализ**

SWOT (с англ. Strengths, Weaknesses , Opportunities and Threats – сильные и слабые стороны, возможности и угрозы) представляет собой комплексный анализ инженерного проекта. SWOT-анализ применяют для того, чтобы перед организацией или менеджером проекта появилась отчетливая картина, состоящая из лучшей возможной информации и данных, а также сложилось понимание внешних сил, тенденций и подводных камней. Эти дополнительные сведения затем используются для того, чтобы сделать осознанный выбор относительно областей широкого спектра действия, который учитывает конкурентное и коммерческое преимущества проекта и увеличивает вероятность достижения его целей и задач.

SWOT-анализ проводится в несколько этапов. Первый этап заключается в описании сильных и слабых сторон проекта, в выявлении возможностей и угроз для реализации проекта, которые проявились или могут появиться в его внешней среде (таблица 5.1) [66].

Таблица 5.1 – Матрица SWOT

<b>Сильные стороны научно-исследовательской работы</b>	<b>Слабые стороны научно-исследовательской работы</b>
С1. Экономичность разработки С2. Менее токсичные реагенты (в сравнении с другими технологиями) С3. Быстрая поставка материалов и комплектующих, используемых при проведении научного исследования С4. Наличие бюджетного финансирования. С5. Квалифицированный персонал.	Сл1.Отсутствие необходимого оборудования для проведения испытания опытного образца Сл2. Высокое требование к аппаратуре Сл3. Низкая производительность Сл4. Дополнительное количество работников Сл5. Недостаточный уровень автоматизации процесса
<b>Возможности:</b>	<b>Угрозы:</b>
В1. Повышение стоимости конкурентных разработок В2. Появление новой технологии обработки В3. Появление дополнительного спроса на новый продукт В4. Использование инновационной инфраструктуры ТПУ В5. Использование инфраструктуры ОЭЗ ТВТ Томск	У1. Отсутствие спроса на новые технологии У2. Развитие альтернативных технологий У3. Введения дополнительных государственных требований к сертификации продукции У4. Несвоевременное финансовое обеспечение научного исследования со стороны государства У5. Ограничения на экспорт технологии

Данная таблица представляет сильные и слабые стороны предприятия, а также возможности и угрозы со стороны внешней среды.

Второй этап состоит в выявлении соответствия сильных и слабых сторон научно-исследовательского проекта внешним условиям окружающей среды – таблица 5.3.

Таблица 5.3 – Интерактивная матрица работы

		<b>Сильные стороны работы</b>				
		<b>С1</b>	<b>С2</b>	<b>С3</b>	<b>С4</b>	<b>С5</b>
<b>Возможности проекта</b>	<b>В1</b>	+	-	0	+	+
	<b>В2</b>	-	-	0	-	-
	<b>В3</b>	+	0	+	0	0
	<b>В4</b>	+	+	0	-	-
	<b>В5</b>	+	+	0	-	-

На третьем этапе составлена итоговая матрица SWOT-анализа, представленная в приложении А.

В данной таблице представлены результаты сравнение сильных и слабых сторон работы с возможностью и угрозами. В ходе чего определили, что для повышения работы участка нужно:

1. Стать основным поставщиком в данной отрасли;
2. Разработать новых продуктов по данной технологии для завоевания рынка;
3. Продвигать продукции на акцентировании достоинств;
4. Доработать проект;
5. Усилить конкуренции;
6. Внедрить инноваций в технологии развития;
7. Снизить цены за счет увеличения объема производств

При помощи SWOT-анализа были определены возможные причины эффективной/неэффективной работы участка и предложены варианты повышения эффективности. Работая над слабыми сторонами внутри участка, появится возможность избежать угрозы из внешней среды.

## **5.2 Определение баланса времени одного рабочего**

Баланс времени одного рабочего устанавливает число дней подлежащих отработке одним среднесуточным рабочим в год, в зависимости от принятого режима работы цеха и продолжительности работы участка и продолжительности рабочего дня. Участок будет работать в одну смену продолжительностью 8 часов 5 дней в неделю. Работа производится одной производственной бригадой.

Длительность сменоборота:

$$T_{\text{см.о.}} = n_{\sigma} \cdot T_{\text{н}}, \quad (5.1)$$

где  $n_{\sigma}$  – число бригад;



$T_H$  – количество дней, в которые бригада ходит в смену.

$$T_{см.о.} = 1 \cdot 5 = 5 \text{ дней.}$$

За неделю бригада работает 5 дней и отдыхает 2 дня, то есть за год 104 дня.

По данному графику на одного среднесуточного рабочего приходится 104 выходных дня. В таблице 5.4 представлен баланс рабочего времени среднесуточного рабочего.

Таблица 5.4 – Баланс рабочего времени среднесписочного рабочего

№	Элементы времени	Количество	
		Дней	часов
1	Календарное число дней	365	8760
2	Нерабочие дни: выходные	104	2496
3	Номинальный фонд рабочего времени	261	6264
4	Планируемые выходные:		
	а) очередные отпуска	35	840
	б) невыходы по болезни	12	288
	в) выполнение общественных обязанностей	1	24
	г) отпуск в связи с учебой без отрыва от производства	3	72
	Итого:	51	1224
5	Эффективный фонд рабочего времени	210	5304

Эффективный фонд рабочего времени составит:

$$T_{эф} = 261 - 51 = 210 \text{ дня} = 5040 \text{ часа.}$$

Определим явочную численность основных рабочих в сутки:

$$N_{яв} = \frac{1}{N_{обс}} \cdot F \cdot C, \quad (5.2)$$

где  $N_{яв}$  – явочная численность рабочих в сутки, чел.;

$N_{обс}$  – количество аппаратов, которое может обслуживать один аппаратчик;

$F$  – количество установок;

$C$  – количество смен в сутки.

$$N_{\text{яв}} = \frac{1}{7} \cdot 13 \cdot 1 = 2 \text{ чел.}$$

Небольшое количество технологического персонала участка обусловлено особенностями работы, которая заключается в основном в наблюдении за ходом процесса, это связано с высоким уровнем автоматизации оборудования участка.

Определим списочное число основных рабочих:

$$N_{\text{сп}} = N_{\text{яв}} \cdot \frac{T_{\text{эф.обор}}}{T_{\text{эф.раб}}}, \quad (5.3)$$

где  $N_{\text{сп}}$  – списочная численность основных рабочих, чел.;

$T_{\text{эф.обор}}$  – проектируемое число дней работы оборудования в год;

$T_{\text{эф.раб}}$  – проектируемое число дней работы в год одного рабочего.

$$N_{\text{сп}} = 2 \cdot \frac{261}{261} = 2 \text{ чел.}$$

Принимаем 2 человека в штат основных рабочих данного участка. В таблице 5.5 приведена численность основных рабочих.

Таблица 5.5 – Численность основных рабочих

№	Наименование профессий	Тариф. разряд	Число рабочих в смену	Число смен в сутки	$N_{\text{яв.}}$ в сутки	$N_{\text{сп.}}$ в сутки
1	Аппаратчик	5	1	1	1	1
2	Оператор	6	1	1	1	1

Комплектуем участок вспомогательным персоналом, который будет заниматься обслуживанием данного участка: дежурный механик – 1, дежурный электрик – 1, дежурный КИПиА – 1.

$$N_{\text{яв}} = 3 \cdot 1 = 3 \text{ чел.},$$

$$N_{\text{сп}} = \frac{3 \cdot 261}{261} = 3 \text{ чел.}$$

Принимаем 3 человек в штат дежурного персонала, осуществляющего обслуживание данного цеха.

Сведем число дежурного персонала в таблицу 5.6.

Таблица 5.6 – Количество дежурного персонала

Профессия	Разряд	Число рабочих в смену	Число Смен	Н <sub>яв</sub>	Н <sub>сп</sub>	Число рабочих дней оборуд.
Слесарь	5	1	1	1	1	261
Электрик	5	1	1	1	1	261
Сл. КИПиА	5	1	1	1	1	261

При необходимости к работе будут привлекаться дежурные из других отделений, исполняющие данные обязанности по совместительству.

### 5.3 Расчет годового фонда заработной платы основных рабочих цеха

Расчетный фонд вычисляется по формуле:

$$Z_{\text{осн.}} = Z_{\text{тар.}} + D_{\text{пр.}} + D_{\text{вред.}}, \quad (5.4)$$

где  $Z_{\text{год}}$  – расчетный фонд заработной платы, руб/г;

$Z_{\text{осн.}}$  – основная заработная плата, руб/г;

$Z_{\text{доп.}}$  – дополнительная заработная плата, руб/г.

Основной фонд заработной платы вычисляется по формуле:

$$Z_{\text{осн.}} = Z_{\text{тар.}} + D_{\text{пр.}} + D_{\text{вред.}}, \quad (5.5)$$

где  $Z_{\text{тар.}}$  – тарифный фонд, руб/г;

$D_{\text{пр.}}$  – доплата премий (30 % от  $Z_{\text{тар.}}$ );

$D_{\text{вред.}}$  – доплата за вредность (12 % от  $Z_{\text{тар.}}$ ).

Тарифный фонд заработной платы рассчитывается по тарифным ставкам, исходя из отработанного времени:

$$Z_{\text{тар.}}^i = N_{\text{сп.}}^i \cdot T_{\text{эф.раб.}} \cdot T_{\text{ст.}}^i, \quad (5.6)$$

где  $Z_{\text{тар.}}^i$  – тарифный фонд заработной платы рабочих  $i$ -ой квалификации;

$N_{\text{сп.}}^i$  – списочная численность рабочих  $i$ -ой квалификации в сутки;

$T_{\text{эф.раб.}}$  – эффективное время работы одного среднесписочного рабочего;

$T_{\text{ст.}}^i$  – тарифная часовая ставка рабочего  $i$ -ой квалификации.

Для проектируемого участка к работе будут привлекаться аппаратчики 5-го разряда в связи с высокой ответственностью производимых работ. Часовая тарифная ставка аппаратчиков 5-го разряда составляет – 141 руб/ч, оператора 6-го разряда составляет – 170 руб/ч.

$$З_{\text{тар.}}^5 = 1 \cdot 5040 \cdot 141 = 710640 \text{ руб/г.}$$

$$З_{\text{тар.}}^6 = 1 \cdot 5040 \cdot 170 = 856800 \text{ руб/г.}$$

Доплата премий составляет 30 % от тарифной ЗП:

$$Д_{\text{пр.}} = 710640 \cdot 0,3 = 213192 \text{ руб/г.}$$

$$Д_{\text{пр.}} = 856800 \cdot 0,3 = 257040 \text{ руб./г.}$$

Доплата за вредность составляет 12 % от тарифной ЗП:

$$Д_{\text{вред.}} = 710640 \cdot 0,12 = 85276,8 \text{ руб/г.}$$

$$Д_{\text{вред.}} = 856800 \cdot 0,12 = 102816 \text{ руб/г}$$

Таким образом, основной фонд ЗП составит:

$$З_{\text{осн.}} = 710640 + 856800 + 213192 + 257040 + 85276,8 + 102816 = 2225764,8 \text{ руб/г.}$$

Дополнительный фонд ЗП рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{доп.}} = З_{\text{осн.}} \cdot П_{\text{д.зп}}, \quad (5.7)$$

где  $П_{\text{д.зп}}$  – процент доплаты (принимается 10 %).

$$З_{\text{доп.}} = 2225764,8 \cdot 0,1 = 222576,48 \text{ руб/г.}$$

Расчетный годовой фонд ЗП таким образом составит:

$$З_{\text{год}} = 2225764,8 + 222576,48 = 2448341,28 \text{ руб/г.}$$

#### **5.4 Расчет годового фонда заработной платы вспомогательных рабочих цеха**

Тарифный фонд вспомогательного персонала рассчитывается по формуле:

$$З_{\text{тар.}}^i = N_{\text{сп.}}^i \cdot T_{\text{эф.раб.}} \cdot T_{\text{ст.}}^i, \quad (5.8)$$

где  $З_{\text{тар.}}^i$  – тарифный фонд заработной платы рабочих  $i$ -ой квалификации;

$N_{\text{сп.}}^i$  – списочная численность рабочих  $i$ -ой квалификации в сутки;

$T_{\text{эф.раб.}}$  – эффективное время работы одного среднесписочного рабочего;

$T_{\text{ст.}}^i$  – тарифная часовая ставка рабочего  $i$ -ой квалификации.

Часовая тарифная ставка вспомогательного персонала – 234 руб/ч.

Основная заработная плата служащих и прочего персонала рассчитывается по формуле:

$$Z_{\text{осн.}} = Z_{\text{тар.}} + D_{\text{вред.}}, \quad (5.9)$$

Дополнительная заработная плата вспомогательного и прочего персонала принимается 10 % от  $Z_{\text{тар.}}$ .

Для вспомогательного и прочего персонала:

$$Z_{\text{тар.}} = 3 \cdot 5040 \cdot 234 = 3538080 \text{ руб/г};$$

$$D_{\text{вред.}} = 3538080 \cdot 0,12 = 424569,6 \text{ руб/г};$$

$$Z_{\text{осн.}} = 3538080 + 424569,6 = 3962649,6 \text{ руб/г};$$

$$Z_{\text{доп.}} = 3962649,6 \cdot 0,1 = 396264,96 \text{ руб/г};$$

$$Z_{\text{год}} = 3962649,6 + 396264,96 = 4358914,56 \text{ руб/г}.$$

Так как вспомогательный персонал задействован к работам не только на проектируемом участке, ЗП вычисляется с учетом коэффициента полезного участия равным 0,5 [67].

$$Z_{\text{год}} = 4358914,56 \cdot 0,5 = 2179457,28 \text{ руб/г}.$$

Полный годовой фонд заработной платы составляет:

$$\Phi_{\text{зп}} = 2448341,28 + 2179457,28 = 4627798,56 \text{ руб.}$$

Затраты, связанные с организацией труда и техникой безопасности, принимаются как 5% от полного годового фонда заработной платы:

$$Z_{\text{ОТиТБ}} = 4627798,56 \cdot 0,05 = 231389,928 \text{ руб/год}.$$

Прочие затраты составляют 15% от общих затрат на основные средства:

$$Z_{\text{проч}} = 4627798,56 \cdot 0,15 = 694169,784 \text{ руб/год}.$$

Размер отчислений на социальные нужды составляет 30 % от полного годового фонда заработной платы:

$$Z_{\text{соц}} = 4627798,56 \cdot 0,3 = 1388339,568 \text{ руб/год}.$$

## 5.5 Расчет капитальных затрат на опытные испытания

Расчет капитальных затрат будет складываться из затрат на приобретение и монтаж оборудования. В таблице 5.7 приведены затраты на основное оборудование.

Таблица 5.7 – Затраты на основное оборудование

Наименование	Количество, шт	Цена за шт., руб.	Цена, руб
Реактор с коническим днищем	1	7000	7000
Кассета	1	1000	1000
Емкости для жидкостей	7	8000	56000
Теплообменник	2	65000	130000
Компрессор	1	32000	32000
Насос	19	6000	114000
Ванная	4	9000	36000
Итого			376000

В таблице 5.8 приведены расходы на наладку и монтаж оборудования.

Таблица 5.8 – Расходы на наладку и монтаж оборудования

Затраты	% от стоимости оборудования	Цена, руб
Устройство фундаментов	10	37600
Технологические трубопроводы	20	75200
Кабельные разводки	5	18000
КИПиА	10	37600
Монтаж оборудования	22	82720
Вспомогательное оборудование	5	18000
Итого	72	270720

Капитальные затраты на оборудование составят:

$$C_{\text{кап}} = C_{\text{обор.}} + \Sigma C_{\text{затр.}}, \quad (5.10)$$

$$C_{\text{кап}} = 376000 + 270720 = 646720 \text{ руб.}$$

Расходы на содержание и эксплуатацию оборудования:

Ремонтный фонд составляет 15 % от стоимости оборудования:

$$\Phi_{\text{т.р.}} = 646720 \cdot 0,15 = 97008 \text{ руб/г.}$$

Расходы на содержание составляет 5 % от стоимости оборудования:

$$З_{\text{сод.}} = 646720 \cdot 0,05 = 32336 \text{ руб/г.}$$

Отчисления на амортизацию оборудования (10 % от стоимости):

$$A_{\text{об.}} = 646720 \cdot 0,1 = 64672 \text{ руб/г.}$$

Сумма расходов на содержание и эксплуатацию оборудования:

$$\Sigma З = \Phi_{\text{т.р.}} + З_{\text{сод.}} + A_{\text{об.}}, \quad (5.11)$$

$$\Sigma З = 97008 + 32336 + 64672 = 194016 \text{ руб/г.}$$

В таблице 5.9 приведены затраты на опытные испытания проектируемого процесса.

Таблица 5.9 – Калькуляция затрат на опытные испытания

Статья	Ед. изм.	Цена, руб.	Норма в год	Сумма руб./год
Реагент:				
– H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	кг	1640	3,0	4920,0
– HNO <sub>3</sub>	кг	245	248,2	60809,0
– NH <sub>4</sub> F	кг	215	155,2	33368,0
– H <sub>2</sub> O	кг	16	22,0	352,0
Затраты на эл. энергию	кВт	3,25	6000	19500
Итого условно-переменные затраты				118649,0
Фонд ЗП	руб.			4627798,56
Отчисление на социальные нужды	руб.			1388339,568
Расходы на содержание и эксплуатацию оборудования:				
– амортизация оборудования	руб.			64672
– тек. и кап. ремонты	руб.			97008
– содержание оборудования	руб.			32336

Продолжение таблицы 5.10

Цеховые расходы: – расходы на ОТ и ТБ – прочее	руб. руб.			231389,928 694169,784
Итого условно-постоянные затраты	руб.			7135713,84
Итого затраты	руб.			7254362,84

Таким образом, условно-переменные затраты составили 118649,0 руб/год, расходы на заработную плату и содержание/эксплуатацию оборудования в совокупности составили 7135713,84 руб/год. Затраты на опытные испытания составили 7254362,84 руб/год. Стоимость травления 1 кг титана составляет 2735,43 руб.

### 5.6 Заключение по разделу

В данном разделе рассмотрены возможности предприятия на рынке. Затраты на опытные испытания составили 7254362,84 руб/год. Данная технология разработана для медицины, то открыв данный участок уже в имеющемся цехе, предприятие может рассчитывать на новые возможности. Данная разработка может рассчитывать на бюджетное финансирование. Разрабатываемый участок не наносит вред окружающей среде и является наиболее безопасным относительно аналогов.



## **7. Автоматизация процесса**

В химической промышленности комплексной механизации и автоматизации уделяется большое внимание. Это объясняется сложностью и высокой скоростью протекания технологических процессов, а также чувствительностью их к нарушению режима работы, вредностью условий работы, взрыво- и пожароопасностью перерабатываемых и получаемых веществ и т.д.

При автоматизации химико-технологических процессов техническое оборудование оснащается приборами, регуляторами, управляющими машинами и другими устройствами. Для этого тщательно изучается технологический процесс, выявляются величины, влияющие на его протекание.

Автоматизация позволяет улучшить основные показатели эффективности производства: увеличение количества, улучшение качества и снижение себестоимости выпускаемой продукции, повышение производительности труда. Внедрение автоматических устройств обеспечивает высокое качество продукции, сокращение брака и отходов, уменьшение затрат сырья и энергии, уменьшение численности основных рабочих, удлинение сроков межремонтного пробега оборудования [93].

В данном разделе разработана схема автоматизации процесса травления титана. Процесс состоит из следующих стадий: обезжиривание, промывка, травление, промывка, сушка.

### **7.1 Описание функциональной схемы автоматизации**

Схема автоматизации представлена в приложении Б.

Процесс травления начинается с обезжиривание поверхности титановых образцов в аппарате А1. Из емкости четыреххлористый углерод ( $CCl_4$ ) подается насосом (позиция 3) в аппарат А1, расход вещества регистрируется расходомером (2-1). Емкость с  $CCl_4$  оснащена уровнемером по верхнему и

нижнему пределу. Процесс обезжиривания проходит при нагревании (5-1) при помощи ТЭНов, температура контролируется термопарой (4-1). Процесс длится 10 минут. По окончании кипячения титановые образцы направляются в аппарат А2.

Во время процесса пары  $CCl_4$  направляется при помощи исполнительного механизма (7) в теплообменник Т1, где конденсируются и перекачиваются с помощью насоса (46) в емкость с  $CCl_4$ . Использованный жидкий четыреххлористый углерод из аппарата А1 перекачивается насосом (6) в слив органических веществ.

В аппарате А2 проходит промывка проточной водой. Аппарат А2 при помощи насоса (10) заполняется водой, уровень контролируется уровнемером (18-1). После отмывки водой, титановое изделие поступает в аппарат А3. Использованная вода перекачивается через насос (9) в неорганический слив.

Травильный раствор готовится в емкости Б1, куда поступает при помощи насосов (33, 35, 37, 39) серная (0,199 кг/ч) и азотная (0,177 кг/ч) кислоты, фторид аммония (0,065 кг/ч) и вода (1,837 кг/ч). Расход реагентов регулируется расходомерами (32-1, 34-1, 36-1, 38-1), а уровни контролируются расходомерами (28-1, 29-1, 30-1, 31-1). Емкость Б1 оснащена уровнемером по верхнему и нижнему пределу (40-1). Из емкости Б1 в аппарат А3 при помощи насоса (42) поступает готовый травильный раствор. Проходит процесс травления в течение 8 минут. Титановые изделия направляю в аппарат А4. В процессе выделяется газ – водород, который перекачивается компрессором (12) в вытяжку. Использованная смесь реагентов перекачивается насосом (13) в слив неорганических веществ.

В аппарате А4 проходит промывка проточной водой, которая направляется при помощи насоса (14). Аппарат А4 снабжен уровнемером (15-1) во избежание перелива. По окончании процесса титановые образцы направляются в аппарат А5, а использованная вода перекачивается насосом (16) в неорганический слив.

В аппарате А5 проходит процесс сушки. Для этого из емкости изопропиловый спирт ( $C_3H_8O$ ) поступает при помощи насоса (27) в аппарат А5. Емкость с  $C_3H_8O$  снабжена уровнемером (25-1). Процесс сушки проходит при нагревании (26) при помощи ТЭНов, температура контролируется термопарой (18-1). Процесс длится 10 минут. По окончании кипячения готовые титановые образцы направляются на контроль качества.

Образовавшиеся пары спирта направляются через исполнительный механизм (20) в теплообменник Т2 для конденсации. Подача воды в теплообменник через нанос (22) регулируется в зависимости от температуры (21-1). После конденсации спирт с помощью насоса (24) перекачиваются в бункер с  $C_3H_8O$ . Оставшийся раствор в аппарате А5 перекачивается насосом (19) в неорганический слив. Аппарат А5 снабжен уровнемером (17-1).

## **7.2 Перечни технологических параметров, подлежащих контролю, регулированию, сигнализации**

Контролю подлежат, прежде всего, те параметры, знание которых облегчает пуск, наладку и нормальное ведение технологического процесса. К таким параметрам относятся все регулируемые величины, нерегулируемые внутренние параметры, входные и выходные параметры, при изменении которых в объект могут поступать возмущающие воздействия.

Контролю подлежат следующие параметры:

- Уровень в емкости с  $CCl_4$ ;
- Уровень в емкости с  $H_2SO_4$ ;
- Уровень в емкости с  $HNO_3$ ;
- Уровень в емкости с  $NH_4F$ ;
- Уровень в емкости с  $H_2O$ ;
- Уровень в емкости с  $C_3H_8O$ ;

- Уровень в аппаратах, в которых проходят технологических процессы (A2, A3, A4, A5);

- Расход  $\text{CCl}_4$ ;
- Расход  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;
- Расход  $\text{HNO}_3$ ;
- Расход  $\text{NH}_4\text{F}$ ;
- Расход  $\text{H}_2\text{O}$ ;
- Расход  $\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$ .
- Температура протекания процесса в аппарате A1 по времени;
- Температура протекания процесса в аппарате A2 по времени;

Регулированию подлежат:

- Температура протекания процесса в аппарате A1 по времени;
- Температура протекания процесса в аппарате A2 по времени;
- Расход  $\text{CCl}_4$ ;
- Расход  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ;
- Расход  $\text{HNO}_3$ ;
- Расход  $\text{NH}_4\text{F}$ ;
- Расход  $\text{H}_2\text{O}$ ;

Сигнализации подлежат все параметры, изменения которых могут привести к аварии, несчастным случаям или серьезному нарушению технологического режима. Основным назначением устройств сигнализации является оповещение обслуживающего персонала о нарушениях технологического процесса.

Сигнализации подлежат следующие параметры:

- Уровень растворов в аппаратах и емкостях.

### 7.3 Подбор контрольно-измерительных приборов

Для получения информации о состоянии объекта и условиях работы служат устройства – контрольно-измерительные приборы. Контрольно-измерительные приборы устанавливаются непосредственно у технологических аппаратов (местный контроль) или на центральных щитах управления (дистанционный контроль) [94].

В данной функциональной схеме используются следующие контрольно-измерительные приборы:

1) Электромагнитный расходомер ЭМИС-МАГ 270 предназначен для измерения объема расхода воды и агрессивных сред.

– Предел измерения, м<sup>3</sup>/час: от 0,11 до 200;

– Погрешность измерения:  $\pm 0,5\%$ ;

– Температура измеряемой среды: от минус 40 до плюс 130 °С;

– Температура окружающей среды: от 0 до плюс 100°С;

– Выходной сигнал: 4-20 мА;

– Работоспособность при высоких давлениях среды – до 32 МПа;

– Позиции: 2-1, 32-1, 34-1, 36-1, 36-1, 38-1 [95].

2) Измеритель-сигнализатор уровня ИСУ-100U предназначен для непрерывного измерения уровня различных жидких и сыпучих сред контроля двух заданных предельных уровней в емкостях:

– допустимый максимальный уровень: 1,5 м;

– допустимый минимальный уровень: 0,3 м;

– погрешность:  $\pm 1\%$ ;

– диапазон измерения: от 0,1 до 10 м;

– выходной сигнал: 4-20 мА;

– позиции: 1-1, 8-1, 11-1, 15-1, 17-1, 25-1, 28-1, 29-1, 30-1, 31-1, 40-1 [96].

3) Преобразователи термоэлектрические хромель-копелевые ТХК 9206 предназначен для измерения температуры:

– диапазон измеряемых температур от минус 40 до плюс 200°С;

- материал защитной арматуры Ст.12Х18Н10Т;
- диапазон условных давлений 0,6 мПа;
- погрешность:  $\pm 1\%$ ;
- позиции: 4-1, 18-1, 21-1, 42-1 [97].

#### **7.4 Заключение по разделу**

При проектировании системы автоматического регулирования для процесса травления титана были определены параметры технологического процесса, подлежащие контролю, регулированию, сигнализации. Для данного процесса была разработана функциональная схема автоматизации, подобраны первичные преобразователи для проведения процесса.

Автоматизация данного процесса позволяет уменьшить количество обслуживающего персонала, что в свою очередь, приведет к снижению себестоимости готовой продукции.

### Список публикаций студента:

1. Павлюк У. В. Выбор полирующего травителя для металлического / У.В. Павлюк, Л. А. Леонова // Химия и химическая технология в XXI веке материалы XVIII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва, 2017. – Томск: Издательство ТПУ, 2017. – С. 368-369.

2. Павлюк У.В. Травление титановой подложки перед нанесением биосовместимых покрытий на основе оксинитрида титана / У.В. Павлюк, Л.А. Леонова // Третий междисциплинарный молодежный научный форум с международным участием «Новые материалы», 2017. – М.: ООО «Буки Веди», 2017. – С. 794-795.

3. Павлюк У.В. Новые биосовместимые покрытия стентов / У.В. Павлюк, Л.А. Леонова, Е.Л. Бойцова // Новые материалы сборник материалов второго междисциплинарного молодежного научного форума с международным участием, 2016. – М.: Интерконтактнаука, 2016. – № 1 – С. 187-188.

4. Павлюк У.В. Исследование растворимости образцов пленок оксинитридов титана, используемых в сердечно-сосудистой хирургии / У.В. Павлюк, Е.Л. Бойцова, Л. А. Леонова // Химия и химическая технология в XXI веке материалы XVII Международной научно-практической конференции студентов и молодых ученых имени профессора Л.П. Кулёва, посвященной 120-летию Томского политехнического университета, 2016. – Томск: Издательство ТПУ, 2016. – С. 46-47.

5. Павлюк У. В. Термодинамический анализ синтеза гидроксиапатита с ЭДТА / У.В. Павлюк, Л.А. Леонова, А.В. Бурачевская (Пасынкова). – М.: В мире научных открытий, 2015. – № 8 (68). – С. 112-124.

6. Павлюк У.В. Новые покрытия для сердечнососудистой хирургии / У. В. Павлюк, Л. А. Леонова, Е. Л. Бойцова // Инновационно-технологическое сотрудничество в области химии для развития Северо-Западного Региона

России» - "INNO-TECH 2016" тезисы докладов региональной конференции - научной школы молодых ученых для научно-исследовательских институтов и высших учебных заведений, 2016. – СПб: Лема , 2016. – С. 74-75.