

بهینه‌سازی فرآیند استخراج منیزیم از دولومیت کلسینه شده به روش

احیای سیلیکوترمیک تحت خلأ*

غلامرضا خیاطی^(۱) ابوالقاسم عطایی^(۲) سعید حشمتی منش^(۳) سعید شبیبانی^(۴)

چکیده

در این تحقیق فلز منیزیم برای اولین بار در کشور به روش احیای سیلیکوترمیک تحت خلأ از دولومیت تکلیس شده (دولومی) استخراج شده است. در این روش، مواد اولیه بعد از مخلوط شدن به صورت بریکت تبدیل شده و سیلیسیم موجود در فروسیلیس باعث احیای دولومی می‌شود. محصول واکنش احیا، منیزیم فلزی است که به صورت فاز گازی در کندانسور جمع‌آوری می‌گردد. به منظور بهینه‌سازی فرآیند تولید و مدل‌سازی تأثیر پارامترهای عملیاتی مانند دما، زمان، دانسیته بریکت‌ها و میزان فروسیلیس مورد استفاده در ساخت بریکت‌ها بر راندمان احیا و راندمان سیلیسیم، از روش طراحی آزمایش‌ها استفاده شده است. داده‌های ورودی در این روش، مقادیر تجربی به‌دست آمده از فرآیندهای احیا متفاوت بوده که شرایط پارامترهای عملیاتی در آنها با استفاده از طراحی آزمایش‌ها مشخص شده است. به منظور بررسی صحت مدل استفاده شده، مقادیر محاسبه شده توسط مدل با نتایج عملی به دست آمده در احیا با پارامترهای عملیاتی متفاوت مقایسه و شرایط بهینه تولید منیزیم تعیین شده است.

طراحی آزمایش‌ها، احیای سیلیکوترمی، راندمان احیا، راندمان سیلیسیم.

Optimizing Vacuum Silicothermic Reduction of Calcined Dolomite

Gh. Khayyati

A. Ataie

S.Heshmati Manesh

S. Sheibani

Abstract

In production of magnesium by vacuum silicothermic reduction of calcined dolomite, Pidgeon process, experimental parameters such as temperature, time, density of briquettes and the ratio of stoichiometric requirement of silicon can be employed to control reduction efficiency and silicon efficiency. To model the effects of these parameters on reduction process, a basic statistical approach was utilized. Experimental data are inputs to the model. What about response of The model was compared with actual reduction data, in which temperature, time, density of briquettes and the ratio of stoichiometric requirement for reduction, were varied. A statistical "design of experiments" approach was undertaken in process experimentation and the optimum conditions of Pidgeon process were determined.

Key Words Experimental Design, Pidgeon Process, Reduction Efficiency, Silicon Efficiency.

* نسخه نخست مقاله در تاریخ ۸۷/۶/۳۱ و نسخه پایانی آن در تاریخ ۸۸/۷/۲۶ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) دانشجوی دکترای مهندسی مواد، دانشگاه شیراز

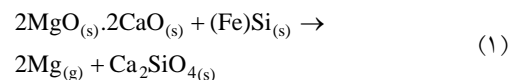
(۲) استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

(۳) استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

(۴) دانشجوی دکترای مهندسی مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران

مقدمه

منیزیم از لحاظ فراوانی عناصر موجود در پوسته زمین در رتبه هشتم قرار دارد. منابع و مواد اولیه‌ای که منیزیم از آنها استخراج می‌شود شامل آب دریا، کارنالیت (Carnallite)، دولومیت (Dolomite)، سرپنتین (Serpentine) و منیزیت (Magnesite) است. تولید صنعتی منیزیم به دو روش الکترولیز کلرید منیزیم تهیه شده از مواد اولیه و احیا سیلیکوترمی دولومیت تکلیس شده تحت خلأ فرآیند پیجن (Pidgeon Process) انجام می‌شود [1]. تقاضا برای مصرف منیزیم و آلیاژهای آن به خاطر داشتن مزایایی همچون چگالی کم، استحکام بالا، قابلیت شکل پذیری خوب و اینکه در مقایسه با مواد پلیمری دارای خواص مکانیکی بهتر، مقاومت به خستگی بالاتر، و هدایت الکتریکی و حرارتی بهتری هستند، در دهه اخیر به طور پیوسته افزایش یافته است. البته افزایش میزان تقاضا در صنایع خودروسازی و ساخت کالاهای الکتریکی از شدت بیشتری برخوردار بوده است [2]. همچنین طبق پیش‌بینی‌های صورت گرفته، به دلیل محدودیت‌های زیست محیطی اعمال شده به واحدهای تولید کننده منیزیم به روش الکترولیز، بیشترین منیزیم جهان در سال‌های آینده با این فرآیند تولید خواهد شد [3]. در فرآیند پیجن از دولومیت تکلیس شده (دولومی (Doloma) به عنوان ماده حاوی منیزیم و از فروسیلیس به عنوان عامل احیا کننده استفاده می‌شود. مواد اولیه پس از خریداری با یکدیگر مخلوط شده و به صورت بریکت برای احیا به لوله‌ای از جنس فولاد دیرگداز (ریتورت) منتقل می‌شوند. ریتورت مجهز به کندانسور بوده و به گونه‌ای طراحی شده است که امکان ایجاد خلأ در آن وجود دارد. واکنش کلی احیا به صورت زیر بیان می‌شود [4]:



منیزیم تولید شده به صورت فاز گازی بوده و در کندانسور جمع‌آوری می‌گردد. به منظور افزایش نرخ واکنش احیا از فلورید کلسیم در ساخت بریکت‌ها استفاده می‌شود. با توجه به اینکه هدف از این تحقیق، تعیین شرایط بهینه تولید منیزیم بوده است از این رو، لحاظ کردن مسائل اقتصادی از اهمیت ویژه‌ای برخوردار می‌باشد. در واحدهای تولیدی که به روش پیجن کار می‌کنند، هزینه‌های مصرفی مربوط به تأمین و خریداری فروسیلیس مورد نیاز برای احیای دولومی بعد از هزینه‌های مرتبط با تولید ریتورت احیا، بیشترین مقدار را دارند. بر این اساس، افزون بر راندمان احیا که در حقیقت بیانگر میزان توانمندی فرآیند تولید در استخراج منیزیم از دولومی می‌باشد، پارامتر دیگری تحت عنوان راندمان سیلیسیم نیز معرفی شده است که در حقیقت میزان شرکت سیلیسیم در فرآیند احیا را نشان می‌دهد. راندمان احیا و راندمان سیلیسیم به صورت زیر تعریف می‌شوند [5].

$$\text{راندمان احیا} (\%) = \frac{\text{Mg}_{\text{collected}}}{\text{Mg}_{\text{in briquettes}}} \times 100 \quad (2)$$

که در آن $\text{Mg}_{\text{collected}}$ برابر حاصل ضرب خلوص در وزن منیزیم جمع شده در کندانسور $\text{Mg}_{\text{in briquettes}}$ برابر مقدار منیزیم موجود در بریکت‌های ورودی به مرحله احیا به صورت MgO است [6].

$$\text{راندمان سیلیسیم} (\%) = \frac{\text{Mg}_{\text{collected}}}{\text{Mg}_{\text{equiv. of Si present}}} \times 100 \quad (3)$$

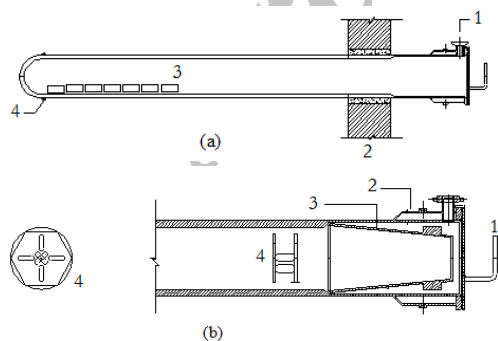
که $\text{Mg}_{\text{equiv. of Si present}}$ مقدار منیزیم معادل سیلیسیم موجود در بریکت‌های ورودی است که از رابطه (۱) تعیین می‌شود.

در تولید منیزیم با فرآیند پیجن افزایش دمای عملیاتی باعث کاهش زمان احیا می‌شود. با بررسی فرآیند احیا مشخص می‌گردد که حداکثر دمای عملیاتی تابعی از جنس ریتورت بوده و تنها گزینه ممکن در

جدول ۱ ترکیب شیمیایی دولومی و فروسیلیس

ترکیب شیمیایی	فروسیلیس %	ترکیب شیمیایی	دولومی %
Si	۷۶/۷۰	CaO	۵۹/۰۰
Fe	۲۰/۵۰	MgO	۲۵/۲۰
Ca	۱/۰۶	S	۰/۱۵
Al	۰/۹۱	Cl	۰/۰۷
S	۰/۳۱	H ₂ O	۵/۴۷
Ba	۰/۲۵	Fe ₂ O ₃	۰/۰۵
Ti	۰/۱۰	Al ₂ O ₃	۰/۰۳
P	۰/۰۹	La&Lu	۰/۰۲
La&Lu	۰/۰۸	MnO	۰/۰۱

این مواد پس از خردایش درون آسیاب گلوله‌ای با همدیگر مخلوط می‌شوند. در این مرحله فلورید کلسیم به میزان ۳/۵ درصد وزنی به عنوان کاتالیست به مواد اولیه اضافه می‌شود. از مخلوط پودری به دست آمده با استفاده از دستگاه پرس بریکت‌های استوانه‌ای با قطر تقریبی ۱ سانتی متر و ارتفاع ۲ سانتی متر ساخته شد. این بریکت‌ها وارد مرحله احیا می‌شوند. آزمایش‌های احیا در کوره تیوبی مجهز به ریتورت، کندانسور و پمپ خلأ انجام شده است. شکل (۱) شماتیک ریتورت ساخته شده برای انجام آزمایش‌های احیا را نشان می‌دهد.



شکل ۱ (a) نمای کلی ریتورت مورد استفاده؛ ۱- خروجی متصل به پمپ خلأ، ۲- جداره کوره تیوبی، ۳- محل قرار گرفتن بریکت‌ها ۴- محل قرار گرفتن انتهای ریتورت درون کوره تیوبی. (b) نمای ابتدای ریتورت با جزئیات؛ ۱- دسته، ۲- آبگرد، ۳- کندانسور، ۴- محافظ حرارتی.

این حالت تغییر جنس ریتورت است. انجام چنین تغییری مستلزم سرمایه‌گذاری قابل ملاحظه و استفاده از تجهیزات جدید است (به عنوان مثال استفاده از مواد جدید مانند سوپراآلیاژ برای ساخت ریتورت، تجهیزات مربوط به ریخته‌گری و جوشکاری و موارد مشابه). بنابراین تعیین حداکثر دمای عملیاتی قبل از هرگونه تغییر، بسیار مهم است. علاوه بر دما، افزایش زمان، دانسیته بریکت‌ها و نسبت استوکیومتری سیلیس مورد استفاده در ساخت بریکت‌ها نیز باعث افزایش راندمان تولید می‌شوند. نکته حائز اهمیت در این بین عدم مشخص بودن درجه تأثیرگذاری هر یک از این پارامترها بر فرآیند احیا است.

باید دانست که، علی‌رغم وجود معادن غنی دولومیت در ایران، منیزیم مورد نیاز در صنایع از خارج وارد می‌شود و تا کنون مطالعات سیستماتیک در خصوص امکان تهیه منیزیم از دولومیت انجام نشده است. در این تحقیق از روش استفاده شده در طراحی آزمایش‌ها برای مدل‌سازی تأثیر پارامترهای عملیاتی و برهم‌کنش آن‌ها به عنوان متغیرهای مستقل بر کمیت‌های راندمان احیا و راندمان سیلیسیم به عنوان متغیرهای وابسته استفاده شده است. ورودی این مدل، داده‌های تجربی به دست آمده از فرآیند احیا تحت شرایط متفاوتی است که شرایط پارامترهای عملیاتی در آنها با استفاده از طراحی آزمایش‌ها مشخص شده است. به منظور تأیید اعتبار مدل استفاده شده که در حقیقت همان راندمان احیا و راندمان سیلیسیم هستند، مقادیر محاسبه شده توسط آن با نتایج تجربی مقایسه شده است.

روش آزمایش‌ها

مواد اولیه مورد استفاده در این تحقیق شامل دولومی (محصول شرکت نسوز آذر اصفهان) و فروسیلیس (محصول شرکت فروسیلیس ایران) است که ترکیب شیمیایی آنها در جدول (۱) ارائه شده است.

حد امکان در بردارنده کلیه شرایط ایجاد شده حین احیا باشد. این شرایط در بررسی های قبلی مورد ارزیابی قرار گرفته است [۷].

نتایج به دست آمده از طراحی آزمایش ها

نتایج به دست آمده براساس روش استفاده شده در طراحی آزمایش ها در جداول (۳، ۴ و ۵) نشان داده شده است. در جدول (۳) مقادیر متغیرهای مستقل برای هر یک از آزمایش ها آورده شده است. دانسیته بریکت ها در این جدول به صورت میانگین دانسیته بریکت های ورودی به مرحله احیا ارائه شده است.

جدول ۳ مقدار متغیرهای مستقل در هر یک از آزمایش ها

متغیرهای مستقل				شماره
A	B	C	D	آزمایش ها
۱۱۵۰	۱/۲	۶۰	۱/۶۱	۱
۱۱۵۰	۱/۲	۶۰	۱/۸۸	۲
۱۱۵۰	۱/۲	۱۲۰	۱/۶۲	۳
۱۱۵۰	۱/۲	۱۲۰	۱/۸۷	۴
۱۱۵۰	۱/۴	۶۰	۱/۶۱	۵
۱۱۵۰	۱/۴	۶۰	۱/۸۷	۶
۱۱۵۰	۱/۴	۱۲۰	۱/۶۰	۷
۱۱۵۰	۱/۴	۱۲۰	۱/۸۵	۸
۱۲۰۰	۱/۲	۶۰	۱/۶۵	۹
۱۲۰۰	۱/۲	۶۰	۱/۸۸	۱۰
۱۲۰۰	۱/۲	۱۲۰	۱/۶۱	۱۱
۱۲۰۰	۱/۲	۱۲۰	۱/۸۹	۱۲
۱۲۰۰	۱/۴	۶۰	۱/۶۳	۱۳
۱۲۰۰	۱/۴	۶۰	۱/۸۷	۱۴
۱۲۰۰	۱/۴	۱۲۰	۱/۶۶	۱۵
۱۲۰۰	۱/۴	۱۲۰	۱/۸۱	۱۶

مقدار میانگین متغیرهای وابسته شامل راندمان احیا و راندمان سیلیسیم برای هر یک از آزمایش ها محاسبه و در جدول (۴) آورده شده است. برای محاسبه این مقادیر از روابط (۲) و (۳) استفاده شده است.

خلأ عملیاتی و وزن بریکت های احیا شده در کلیه آزمایش ها ثابت و به ترتیب برابر با ۰/۱ mbar و ۲۴۰ gr (حداکثر ظرفیت ریتورت طراحی شده) بوده است [۷]. برای تعیین خلوص منیزیم کندانس شده از آنالیز شیمی تر استفاده شده است. روش های متنوعی برای ارزیابی فرآیندهای متأثر از چند عامل که در آنها مطالعه اثر توأم عوامل نیز حائز اهمیت است، وجود دارند که از جمله می توان به فاکتور کامل ۲k اشاره نمود. در این روش، k فاکتور تثبیت شده، هر یک در دو سطح به صورت کاملاً تصادفی مقدار می گیرند و با توجه به کم بودن تعداد سطوح مورد بررسی، کمترین تعداد آزمایش مورد نیاز است. البته با توجه به اینکه هر عامل فقط در دو سطح مقدار می گیرد، باید تأثیر هر یک از این پارامترها در بازه مورد بررسی خطی فرض شود [۸]. در این تحلیل تأثیر ۴ متغیر مستقل (دما، زمان، نسبت استوکیومتری سیلیسیم و دانسیته بریکت ها) مورد بررسی قرار گرفته است. هر یک از این متغیرها در دو سطح بالا و پایین مقدار می گیرند. جدول (۲) این مقادیر را نشان می دهد. در تحلیل داده های تجربی از طراحی کامل پارامترها (Full Factorial Design) استفاده شده است [۹]. چنین تحلیلی اطلاعات به دست آمده از آزمایشات تجربی را افزایش داده و میزان تأثیر هر یک از متغیرهای مستقل و برهم کنش آنها را به صورت کمی بیان می کند.

جدول ۲ متغیرهای مستقل مورد استفاده در طراحی آزمایش ها

متغیرهای مستقل	علامت اختصاری	سطح پایین	سطح بالا
دما (°C)	A	۱۱۵۰	۱۲۰۰
کسر استوکیومتری Si	B	۱/۲	۱/۴
زمان (دقیقه)	C	۶۰	۱۲۰
دانسیته بریکت ها (gr/cm ³)	D	۱/۶	۱/۹

نحوه انتخاب متغیرهای مستقل به گونه ای است که تا

جدول ۴ میانگین متغیرهای وابسته برای هریک از آزمایش‌ها

متغیرهای وابسته		شماره آزمایش‌ها
راندمان احیا/%	راندمان سیلیسیم/%	
۷۰/۸۶	۵۹/۲۳	۱
۷۴/۳۶	۶۲/۱۶	۲
۷۳/۸۶	۶۱/۷۴	۳
۷۷/۳۶	۶۴/۶۶	۴
۷۲/۲۸	۵۲/۹۹	۵
۷۵/۷۸	۵۵/۵۴	۶
۷۵/۲۸	۵۵/۱۹	۷
۷۸/۷۸	۵۷/۷۶	۸
۷۹/۳۶	۶۶/۳۳	۹
۸۲/۸۶	۶۹/۲۶	۱۰
۸۲/۳۶	۶۸/۸۴	۱۱
۸۵/۸۶	۷۱/۷۷	۱۲
۸۰/۷۸	۵۹/۲۳	۱۳
۸۴/۲۸	۶۱/۸۰	۱۴
۸۳/۷۸	۶۱/۴۲	۱۵
۸۷/۲۸	۶۳/۹۹	۱۶

محاسبه شده برای هریک از متغیرهای مستقل و برهم‌کنش آن‌ها در جدول (۵) نشان داده شده است.

جدول ۵ مقدار تفاضل مجموع برای هریک از متغیرهای مستقل و برهم‌کنش آن‌ها

متغیرهای وابسته و برهم‌کنش آن‌ها	مقدار پارامتر تفاضل مجموع	
	راندمان احیا %	راندمان سیلیسیم %
A	۸/۵۰	۶/۶۷
B	۱/۴۲	-۷/۰۱
C	۳/۰۱	۲/۳۶
D	۳/۵۰	۲/۷۴
AB	۰	-۰/۴۴
AC	۰/۰۱	۰
AD	۰	۰
BC	۰/۰۳	-۰/۱۵
BD	۰	-۰/۱۹
CD	۰	۰
ABC	۰/۰۲	۰
ABD	۰	۰/۰۱
ACD	۰	۰
BDC	۰/۰۱	۰/۰۲
ABCD	۰/۰۱	۰

برای تعیین درجه تأثیرگذاری متغیرهای مستقل و برهم‌کنش آن‌ها بر متغیرهای وابسته از پارامتر تفاضل مجموع استفاده شده است [10].

$$(۴) \quad \text{تفاضل مجموع (Contrast-Sum)} = \sum y_+ - \sum y_-$$

بحث
نتایج به دست آمده نشان می‌دهد که دما مؤثرترین عامل بر راندمان احیا بوده و با افزایش آن راندمان احیا افزایش می‌یابد. با توجه به اینکه انتقال حرارت درون بریکت‌ها می‌تواند نرخ واکنش احیا را تحت تأثیر قرار دهد، افزایش دما باعث افزایش انتقال حرارت و بنابراین افزایش راندمان احیا می‌شود. افزون بر این، آنتالپی واکنش احیا (رابطه ۱) از رابطه زیر به دست می‌آید [3].

$$\Delta H = 115600 - 5.1T \quad (\text{kJ}) \quad (۵)$$

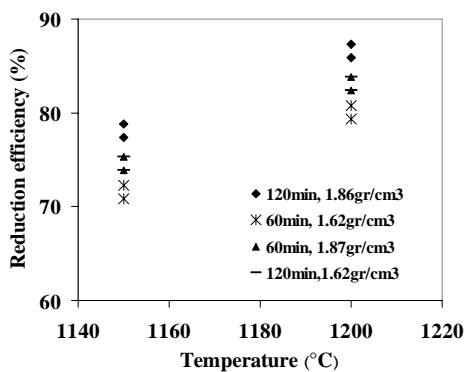
آنتالپی واکنش احیا در محدوده دمایی عملیاتی (۱۲۰۰-۱۱۵۰ درجه سانتی‌گراد) مثبت بوده و با

که در آن y مقدار متغیر وابسته برای حالتی است که متغیر مستقل مورد بررسی در سطح بالا (+) و پایین (-) مقدار می‌گیرد. قدر مطلق مقدار تفاضل مجموع بیانگر میزان تأثیرگذاری متغیرهای مستقل یا برهم‌کنش آن‌ها بر متغیرهای وابسته بوده و علامت آن بیانگر نحوه تغییر متغیر وابسته با تغییر متغیر مستقل است. به منظور اجتناب از خطاهای محاسباتی از نرم افزار Matlab استفاده شده است. مقادیر تفاضل مجموع

نمی‌کند. متغیرهای دما، دانسیته و مدت زمان احیا به ترتیب در درجه بعدی اهمیت بر راندمان سیلیسیم قرار دارند. عنوان شده است که در زمان بینهایت راندمان سیلیسیم به صددرصد خواهد رسید [6].

تأثیر برهم‌کنش متغیرهای مستقل بر راندمان احیا در تمامی موارد برابر صفر است. این در حالی است که در مورد راندمان سیلیسیم برهم‌کنش برخی از متغیرهای مستقل مخالف صفر بوده و برهم‌کنش دما و زمان بر راندمان سیلیسیم بیشترین مقدار را دارد.

در شکل‌های (۲ و ۳) مقادیر میانگین راندمان احیا و راندمان سیلیسیم در هر یک از مراحل احیا به صورت تابعی از دما نشان داده شده است. این شکل‌ها به نحوی بیان‌کننده کلیه نتایج به دست آمده از مراحل احیا هستند.



شکل ۲ تغییرات راندمان احیا بر حسب دما در زمان و دانسیته ثابت

شکل (۲) نشان می‌دهد که راندمان احیا در دمای ثابت برای حالتی که چگالی بریکت‌ها در سطح بالا (1.87gr/cm^3) و زمان واکنش در سطح پایین (60 دقیقه) قرار دارد، تقریباً برابر حالتی است که زمان در سطح بالا (1.62gr/cm^3) و چگالی در سطح پایین (1.62gr/cm^3) قرار دارد. بنابراین می‌توان با افزایش دانسیته در محدوده مورد بررسی، مدت زمان فرآیند را کاهش داد که در این حالت هزینه‌های مربوط به

افزایش دما تولید منیزیم افزایش می‌یابد. دانسیته بریکت‌ها دومین عامل مؤثر بر راندمان احیا بوده و با افزایش آن راندمان احیا افزایش می‌یابد. به عنوان مثال مقدار ضریب هدایت حرارتی مخلوط تشکیل دهنده بریکت (دولومی، فروسیلیس و فلورید کلسیم) برای نسبت استوکیومتری Si معادل $1/2$ و هوا در محدوده دمائی $1200-1000$ درجه سانتی‌گراد در جدول (۶) آورده شده است [3,11].

جدول ۶ مقدار ضریب هدایت حرارتی هوا و مخلوط تشکیل دهنده بریکت

ترکیب شیمیایی	K ($\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot^\circ\text{C}$)
مخلوط تشکیل دهنده بریکت	$0.13-0.16$
هوای موجود در تخلخل بسته بریکت	$0.0625-0.0759$

در مقادیر بالای دانسیته (حدود $1/9\text{ gr/cm}^3$) به علت فشردگی بیشتر بریکت‌ها، حباب‌های هوای موجود در بریکت‌ها کاهش یافته و با توجه به اینکه هدایت حرارتی مخلوط تشکیل دهنده بریکت بیشتر از ضریب هدایت حرارتی حباب‌هایی هوا است، در این حالت انتقال حرارت افزایش یافته و راندمان احیا افزایش می‌یابد. البته باید توجه داشت که افزایش بیش از حد دانسیته نیز به علت ممانعت از خروج محصولات گازی واکنش احیا، منجر به کاهش راندمان احیا شده و در حقیقت دانسیته دارای یک مقدار بهینه است. زمان و نسبت استوکیومتری فروسیلیس به ترتیب در درجه بعدی اهمیت قرار دارند. نکته قابل توجه در این حالت تأثیر ناچیز افزایش کسر Si از $1/2$ به $1/4$ بر افزایش راندمان احیا است.

راندمان سیلیسیم در درجه اول متأثر از نسبت استوکیومتری فروسیلیس مورد استفاده در ساخت بریکت‌ها بوده و با افزایش این نسبت از $1/2$ به $1/4$ راندمان سیلیس به شدت کاهش می‌یابد. علت آن افزایش مقدار سیلیسیومی است که در احیا شرکت

پارامتر مستقل i و z است. در رابطه (۶) مقدار -1 برای حالتی است که متغیرهای مستقل (A, B, C و D) و بر هم کنش مقدار آنها یعنی (AB, BC, BD) در سطح پایین مقدار گرفته‌اند و مقدار $+1$ برای حالتی است که هر یک از این متغیرها در سطح بالا قرار دارند. برای حالت‌هایی که متغیرهای مستقل و بر هم کنش آنها مقادیری بین سطح بالا و سطح پایین (بین -1 و $+1$) دارند، می‌بایست این مقادیر به مقدار واقعی (یا برعکس) تبدیل شوند. محاسبات لازم برای این کار به وسیله نرم‌افزارهایی مانند DOE target, Edge و RS/Discover انجام می‌شود [9].

براساس نتایج به دست آمده، روابط زیر برای محاسبه راندمان احیا (رابطه ۷) و راندمان سیلیسیم (رابطه ۸) ارائه شده است.

$$\begin{aligned} \text{Red}_{\text{efficiency}}(\%) &= 79.07 + 4.25(\pm 1)_A \\ &+ 0.71(\pm 1)_B + 1.51(\pm 1)_C + \\ &1.75(\pm 1)_D \end{aligned}$$

و (۷)

$$\begin{aligned} \text{Silicon}_{\text{efficiency}}(\%) &= 61.99 + 3.33(\pm 1)_A - 3.51(\pm 1)_B \\ &+ 1.18(\pm 1)_C + 1.37(\pm 1)_D - 0.22(\pm 1)_{AB} \\ &- 0.0075(\pm 1)_{BC} - 0.0095(\pm 1)_{BD} \end{aligned} \quad (8)$$

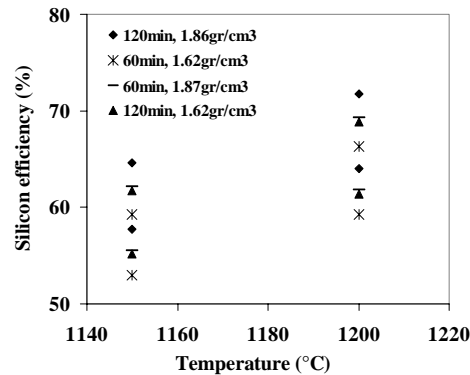
روش‌های متعددی برای قضاوت در مورد معنی دار بودن میزان تأثیرگذاری هر یک از عوامل و بر هم‌کنش آنها وجود دارند که از آن جمله می‌توان به مقایسه خطای معیار عوامل و مقادیر تفاضل مجموع اشاره نمود. اگر در فاکتور کامل γ_k ، n تکرار وجود داشته باشد و $y_{i1}, y_{i2}, \dots, y_{in}$ مشاهدات مربوط به i امین اجرا باشد، آنگاه مقدار میانگین مربع خطا (MSE Error) از رابطه (۹) به دست می‌آید [۸].

$$MS_{\text{Error}} = \frac{1}{2^k(n-1)} \sum_{i=1}^{2^k} \sum_{j=1}^n (y_{ij} - \bar{y}_i)^2 \quad (9)$$

خطای معیار تأثیر عوامل را می‌توان از رابطه (۱۰) محاسبه نمود [۷].

$$SE = \sqrt{\frac{1}{n2^{(k-1)}} MS_{\text{Error}}} \quad (10)$$

طولانی بودن فرآیند نظیر اکسیداسیون ریتورت به مقدار بسیار زیادی کاهش می‌یابد.



شکل ۳ تغییرات راندمان سیلیسیم بر حسب دما در زمان دانسیته ثابت

شکل (۳) ارتباطی مشابه بین دانسیته و مدت زمان احیا را برای راندمان سیلیسیم نشان می‌دهد؛ بدین معنی که در هر دمای کاری استفاده از بریکت‌هایی با دانسیته بیشتر باعث کاهش زمان عملیات می‌گردد.

بیان مدل استفاده شده بر مبنای نتایج به دست آمده از طراحی داده‌ها

بر اساس روش استفاده شده در طراحی آزمایش‌ها، ارتباط بین متغیرهای مستقل و وابسته را می‌توان با رابطه‌ای به صورت زیر بیان نمود [9]:

$$\begin{aligned} \hat{y} = \bar{y} &+ \left(\frac{\Delta_A}{2}\right)(\pm 1) + \left(\frac{\Delta_B}{2}\right)(\pm 1) + \left(\frac{\Delta_C}{2}\right)(\pm 1) + \\ &\left(\frac{\Delta_D}{2}\right)(\pm 1) + \left(\frac{\Delta_{AB}}{2}\right)(\pm 1) + \left(\frac{\Delta_{BC}}{2}\right)(\pm 1) + \\ &\left(\frac{\Delta_{BD}}{2}\right)(\pm 1) \end{aligned} \quad (6)$$

که در آن \hat{y} مقدار پیش‌بینی شده توسط مدل برای پارامترهای وابسته راندمان سیلیسیم و راندمان احیا، Δ_i مقدار پارامتر تفاضل مجموع به دست آمده برای هر یک از متغیرهای وابسته و Δ_{ij} مقدار پارامتر تفاضل مجموع به دست آمده برای بر هم کنش دو

نتیجه گیری

با توجه به بررسی های صورت گرفته نتایج زیر به دست آمده اند:

۱- پارامترهای عملیاتی دما، دانسیته بریکت ها، مدت زمان واکنش احیا و نسبت استوکیومتری سیلیسیم استفاده شده در ساخت بریکت ها، به ترتیب، مؤثرترین عوامل بر راندمان احیا بوده و با افزایش کلیه این پارامترها در محدوده مورد آزمایش راندمان احیا افزایش می یابد.

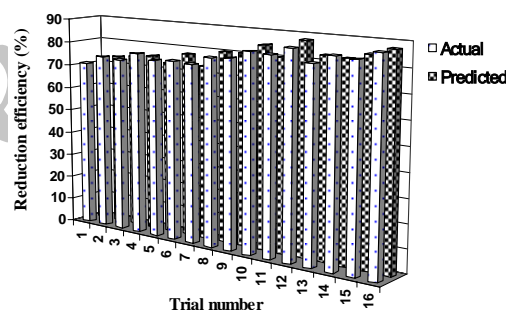
۲- در مورد راندمان سیلیسیم، پارامترهای مؤثر به ترتیب شامل نسبت استوکیومتری استفاده شده در ساخت بریکت ها، دما، دانسیته بریکت ها و زمان بوده و در این میان مقدار راندمان سیلیسیم با نسبت استوکیومتری سیلیسیم رابطه عکس دارد و با افزایش سایر پارامترهای عملیاتی افزایش می یابد.

۳- تأثیر برهم کنش متغیرهای مستقل بر راندمان احیا و راندمان سیلیسیم تقریباً ناچیز و یا، برابر با صفر بوده است.

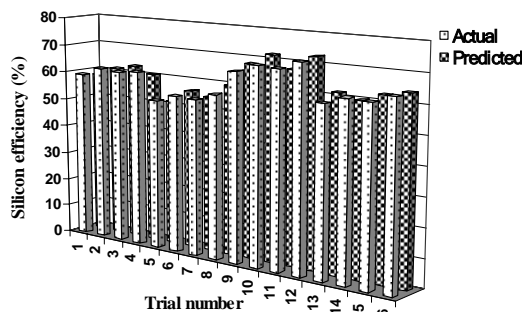
۴- بر اساس آزمایش های انجام شده در مرحله مدل سازی و آزمایش های صورت گرفته به منظور بررسی صحت مدل های استفاده شده، شرایط بهینه احیا به صورت دمای ۱۱۷۵ درجه سانتی گراد، بریکت هایی با دانسیته ۱/۹ گرم بر سانتی متر مکعب حاوی ۱/۲ مقدار استوکیومتری فروسیلیس و ۳/۵ درصد وزنی فلورید کلسیم در خلأ عملیاتی ۰/۱ میلی بار تعیین گردیده است. البته زمان بهینه زمانی است که راندمان احیا به بازه ۸۲ تا ۸۵ درصد رسیده باشد. این زمان تابع میزان شارژ ورودی بوده و باید برای هر فرآیند به طور مجزا تعیین گردد.

با توجه به بررسی های صورت گرفته در این تحقیق امکان تولید منیزیم از منابع داخل کشور فراهم گردیده است. تنها نکته قابل توجه این است که با

براساس محاسبات انجام گرفته، مقدار MS Error برای راندمان احیا و راندمان سیلیسیم به ترتیب ۰/۵۳۶ و ۰/۴۵۱ محاسبه شده و مقدار SE مربوط به تأثیر عوامل بر راندمان احیا و راندمان سیلیسیم به ترتیب برابر با ۰/۲۱ و ۰/۱۹ به دست آمده است. بنابراین در برآورد مقادیر پارامتر تفاضل مجموع محاسبه شده برای راندمان احیا و راندمان سیلیسیم (جدول ۵)، به ترتیب دو حد خطای معیار برابر با $\pm 0/42$ و $\pm 0/38$ بوده و مقادیر محاسبه شده در بازه اطمینان تقریبی ۹۵ درصد قرار دارند. به منظور تأیید مدل استفاده شده، آزمایش های متفاوتی در مقادیر مختلف متغیرهای مستقل در بازه مورد بررسی انجام شده و نتایج به دست آمده با مقادیر محاسبه شده توسط مدل مقایسه شده است. شکل های (۴ و ۵) مقایسه بین این مقادیر را نشان می دهد.



شکل ۴ مقایسه راندمان احیا بین مقادیر به دست آمده از مدل و آزمایش



شکل ۵ مقایسه راندمان سیلیسیم بین مقادیر به دست آمده از مدل و آزمایش

توجه به تغییر میزان شارژ ورودی در ریتورت مورد استفاده در مقیاس صنعتی (به دلیل ابعاد بزرگتر آن)، بایستی در انتخاب زمان احیا دقت شود و به گونه‌ای باشد که راندمان احیا به بازه ۸۲ تا ۸۵ درصد برسد.

مراجع

1. Stanley R. W., Berube M., Celik C., Oosaka Y., Percy J., and Avedesian M., "The Magnola Process for Magnesium Production", Proceedings of the International Magnesium Association 54: Magnesium Trends, Toronto Canada, pp. 58-65, (1997).
2. Mordike BL., and Ebert T., "Magnesium Properties-Application-Potential", Mater Sci Eng A, 302, pp. 37-45, (2001).
3. Alfred Yu., Henry Hu., and Naiyi Li., "Mathematical Modeling of Magnesium Reduction in a Novel Vertical Pidgeon Process", Modeling and Simulation in Materials Science and Engineering Mater. Sci. Eng. 10, pp. 413-423, (2002).
4. Ramakrishnan S., and Koltun P., "Global Warming Impact of the Magnesium Produced in China using the Pidgeon Process", Resources, Conservation and Recycling, Vol 42, pp. 49-64, (2004).
5. Morsi I. M. El., Barawy K. A., Morsi M. B., and Abdel-Gawad S. R., "Silicothermic Reduction of Dolomite Ore Under Inert Atmosphere", Canadian Metallurgical Quarterly, Vol. 41, No. 1, pp. 15-28, (2002).
6. Emley E. F., "Principles of Magnesium Technology", 1st ed. Pergamon Press Ltd., Oxford, pp.27-44, (1966).
۷. غلامرضا خیاطی، ابوالقاسم عطائی، سعید حشمتی منش و سعید شبیبانی، "ارزیابی آماری پارامترهای موثر بر خلوص منیزیم به روش احیای سیلیکوترمی تحت خلاء"، دهمین کنگره‌ی سالانه‌ی انجمن مهندسی متالورژی، (۱۳۸۶).
۸. مونت گمری، داگلاس سی؛ ترجمه غلامحسین شاهکار؛ "طراحی و تحلیل آزمایش‌ها"؛ مرکز نشر دانشگاهی تهران، صفحه ۳۳۶-۳۴۰، چاپ اول، (۱۳۸۰).
9. Schmit S. R., and Launsby R. G., "Understanding Industrial Designed Experiments", Fourth Edition, Colorado Springs, pp. 4.22-4.42, (1999).
10. Frank F., Kraft., and Chad, Powers., "Optimizing Extrusion through Effective Experimentation and Analysis", Aluminum Association and the Aluminum Extruders Council, pp. 43-49, (2002).
11. Gaskell D. R., "An Introduction to Transport Phenomena in Materials Engineering", New York: macmillan, pp. 615, (1992).