

真空感应熔炼炉氧化铝材质坩埚的制备

成建强, 胡显军, 顾 晔, 姜彩伟

(江苏省(沙钢)钢铁研究院, 江苏张家港 215625)

摘要: 描述了氧化铝材质作为坩埚耐材的性能优势, 列举出适用的真空感应熔炼炉氧化铝坩埚耐材成分及相关性能要求, 详细阐述了氧化铝材质坩埚的捣打过程工艺控制, 并给出了一种氧化铝材质坩埚非真空烘烤与真空烧结相结合的工艺。实践表明, 采用本工艺制备的氧化铝材质坩埚, 规避了传统工艺所带来的缺点, 坩埚耐材得到充分的烘烤与烧结, 在后续熔炼的炉次中, 坩埚很快便处于一个低放气量的水平, 有利于纯净钢种的熔炼。

关键词: 真空感应熔炼炉; 氧化铝坩埚; 捣打和烧结

氧化铝材质坩埚烧结后, 会在坩埚内壁得到一层铝镁尖晶石, 因铝镁尖晶石属于热稳定性好、易于烧结的材料^[1], 使得最终烧结后的坩埚具有良好的抗热震性及较长使用寿命。又因用铝镁尖晶石坩埚熔炼精密合金、高温合金和特殊钢, 不产生增铝现象和其他有害作用, 许多特钢熔炼厂家都在选用氧化铝材质作为真空感应熔炼炉的炉衬材料。理论研究方面, 开展比较多, 时间也较早: 吕洪风^[2]早在1981年便提出了电熔铝镁尖晶石及其作为感应电炉炉衬耐材的应用; 李景仁^[3]在1991年研究了适用于炼钢和炼铁的不同成分的高铝矾土, 通过不同的粒度配比和烧结工艺试验, 最终获得良好的感应电炉炉衬寿命。

不过在真空感应熔炼炉坩埚捣打和烧结方面的研究目前尚不多。因真空感应熔炼炉具备自身独特的可抽真空的特性, 本研究将以一台VIDP-1000型4.5吨真空感应熔炼炉为例, 使用氧化铝耐材捣打坩埚, 采用非真空氛围下低温烘烤及真空氛围下高温烧结相结合的工艺, 制备一个具备良好使用性能的氧化铝材质坩埚。

1 坩埚捣打

1.1 耐材选用

感应电炉靠电磁感应传递热量, 炉衬壁内外温度差很大, 由于受钢液、加料和停炉的影响。炉壁温度不断变化, 产生体积膨胀和收缩, 因为受热不均匀产生裂纹, 因此炉衬材料要有良好的热态稳定性^[4]。故氧化铝材质坩埚耐材的选取, 需要根据感应电炉工作的特点^[5], 以及在坩埚不同部位而选取不同物化标准, 即渣线以下需选用烧结温度较高的耐材, 后期会更耐用; 渣线以上由于钢液无法有效到达, 不易进行高温烧结, 选用耐材的烧结温度应稍低。根据使用部位的不同, 真空感应熔炼炉坩埚耐材通常可以划分为炉衬耐材(渣线以下的耐材)、封口耐材(渣线以上的耐材)和炉嘴耐材等三类, 具体需符合表1要求。

1.2 捣打制备

在坩埚打结制备时, 首先使用云母纸对坩埚内壁及炉底进行铺设, 然后使用炉衬耐材捣打炉底, 在炉底捣打结束后, 将炉底耐材料刮平, 再将以坩埚内腔尺寸作为外形尺寸制作的铁模芯在炉底水平居中放置, 上端采取适当固定措施, 再分层捣打炉壁, 每层耐材厚度控制在5~10 cm, 使用振动器夯实, 使层与层之间连接紧密,

作者简介:

成建强(1986-), 男, 工程师, 主要从事真空感应熔炼方面的工作。E-mail: chengjq1986@aliyun.com

通讯作者:

胡显军, 男, 研究员级高级工程师。E-mail: huxj-iris@shasteel.cn

中图分类号: TG232

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2022)

11-1431-04

收稿日期:

2022-03-02 收到初稿,

2022-04-13 收到修订稿。

表1 真空感应熔炼炉氧化铝材质坩埚耐材类别及物化指标

Table 1 The refractory classification and physicochemical index of alumina-crucible for vacuum induction melting furnace

| 耐材种类 | $w_B/\%$ | | | | | | 密度/($g \cdot cm^{-3}$) | 粒度/mm | 耐温/ $^{\circ}C$ |
|------|-------------|-------------|------------|------------|------------|------------|--------------------------|----------|-----------------|
| | Al_2O_3 | MgO | SiO_2 | CaO | TiO_2 | 其他 | | | |
| 炉衬耐材 | ≥ 84.0 | ≤ 15.0 | ≤ 0.5 | ≤ 0.3 | | ≤ 0.2 | ≥ 3.0 | ≤ 7 | 1 800 |
| 封口耐材 | ≥ 91.4 | ≤ 4.0 | | | ≥ 1.4 | | ≥ 3.04 | ≤ 4 | 1 650 |
| 炉嘴耐材 | ≥ 93.0 | | ≤ 4.0 | | | | ≥ 2.4 | ≤ 3 | 1 750 |

夯实之后使用叉棒将夯实层表面1~3 cm厚度的耐材划散，之后再倒入另一层的氧化铝炉衬料，再重复振动夯实和叉棒划散的步骤，如图1所示，如此反复，直至渣线以下的炉壁捣打结束；渣线以上的炉壁使用封口耐材，打结方法与前面相同；炉嘴采用成型砖或湿打料进行，若是后者，需将炉嘴耐材与水按一定比例混合搅拌均匀，在炉嘴位置夯实后，采用工具做型，含内侧倒角和流道底部弧度的处理。至此，坩埚捣打完成。

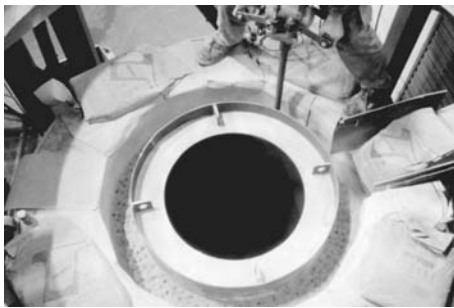


图1 坩埚捣打

Fig. 1 Crucible ramming

1.3 放料阶段

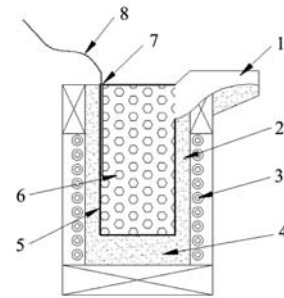
选用熔点高的工业纯铁作为炉料，放入铁模芯内，布料以下紧上松为原则，炉料放置尽量与坩埚上端面持平，不能低于坩埚上端面，以防烘烤烧结不到位。

1.4 放置测温装置

选用内径为 $\Phi 8 \sim 12$ mm的无缝管作为炉壁热电偶的保护管，焊接在铁模芯内壁，无缝管上端与铁模芯上端持平，无缝管长度根据坩埚深度而定，一般选取坩埚中部偏下一点作为无缝管插入的深度。将炉壁热电偶的探测端插入无缝管内，插入深度与无缝管一致即可，炉壁热电偶另一端连接数显仪及电源。布置完以后，坩埚示意图如图2所示。

2 坩埚烘烤烧结

通电烘烤，真空感应熔炼炉在送电状态下，铁模



1.炉嘴 2.炉壁 3.线圈 4.炉底 5.铁模芯
6.炉料 7.保护管 8.炉壁热电偶

图2 坩埚示意图

Fig. 2 The schematic diagram of crucible

芯内的纯铁炉料会被感应加热，从室温缓慢加热，加热速度取决于送电功率大小。操作时，按照烘烤工艺及温度显示仪的温度，对送电功率大小进行调节，从而使整个加热过程按照烘烤工艺进行。烘炉烧结要视炉子种类与大小及炉衬料品种制定烘烤烧结制度，必须按制度进行。要求低温缓慢烘烤，高温满炉烧结，使其形成高强度的致密烧结层^[6]。

炉衬耐材是由江苏省镇江某耐材厂供应，根据该耐材厂提供的烘烤制度建议和设备实际工况，最终确定了坩埚的烘烤烧结工艺，具体如图3所示。

如图3所示，按照烘烤烧结氛围条件不同，整个

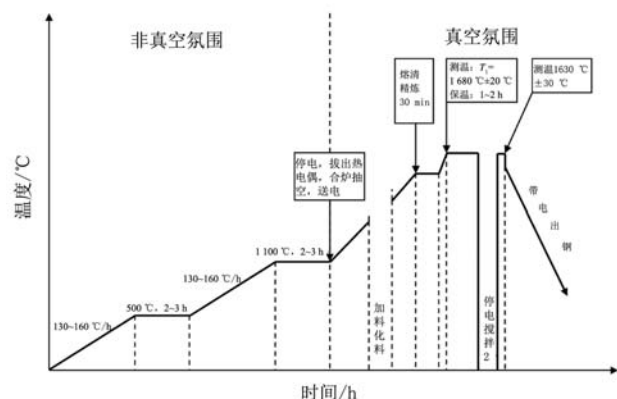
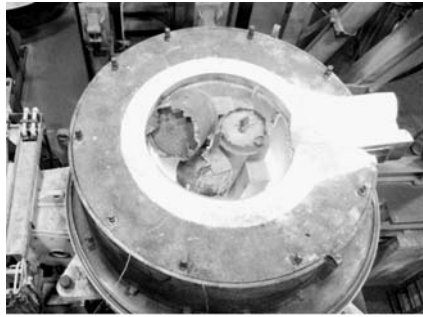


图3 真空感应熔炼炉氧化铝材质坩埚烧结工艺

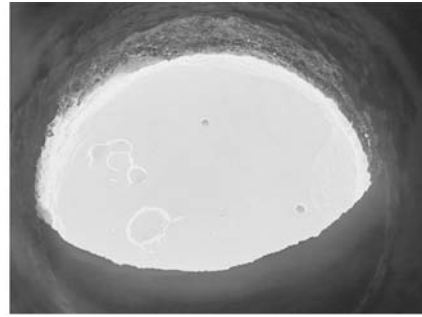
Fig. 3 Sintering process of alumina-crucible of vacuum induction melting furnace

烘烤烧结过程分为2个阶段，从开始室温送电烘烤到1 100 ℃保温结束，是非真空烘烤阶段，升温速度控制在130~160 ℃/h，其中500 ℃和1 100 ℃附近各保温2~3 h，此阶段的坩埚处于大气氛围下进行送电烘烤，如图4a所示；1 100 ℃保温结束后，将进入真空烧结阶段，目的是为了加快耐材排气速度，同时避免后期熔化的炉料被严重氧化，以致影响后续炉次的钢种熔炼。操作上需先停电，拔出炉壁热电偶，然后合炉抽

空并送电，逐渐提高送电功率，直至炉料及铁模芯全部在真空状态下完成熔化，如图4b所示，使用设备的热电偶测温装置，将铁液温度控制在 $1\ 680\ \text{℃} \pm 20\ \text{℃}$ ，保温1.5~2 h，使坩埚得到充分烧结。保温结束后，调整铁液温度至 $1\ 630\ \text{℃} \pm 30\ \text{℃}$ ，带电浇注。真空冷却至次日，坩埚状态如图5所示。坩埚状态良好，内壁整体光滑，未有明显裂纹出现。



(a) 非真空氛围烘烤



(b) 真空氛围烧结

图4 不同氛围下的坩埚烘烤与烧结

Fig. 4 Crucible baking and sintering in different atmospheres



图5 烧结后的坩埚

Fig. 5 The crucible after sintering

3 坩埚使用状况

目前，烧结后的坩埚在生产中，已使用21炉次（含纯铁烘炉），每炉炉中的熔炼室最高真空度和精炼期真空度信息如图6所示。

从图6柱状图可看出，在第一炉纯铁烘炉时，最高真空度只有20 Pa，而精炼期，由于坩埚烧结的需要，铁液温度升高，排气速度加快，此时熔炼室真空度降至33 Pa；第二炉熔炼精密合金1J50，真空度明显改善，熔炼过程中熔炼室最高真空度升至6.5 Pa，并在后续炉次熔炼4J36、4J29和GH4169等钢种时有逐渐升高的趋势，为防止在热加工环节出现开裂等问题，这些精密合金和高温合金都对气体含量和夹杂物有较高要

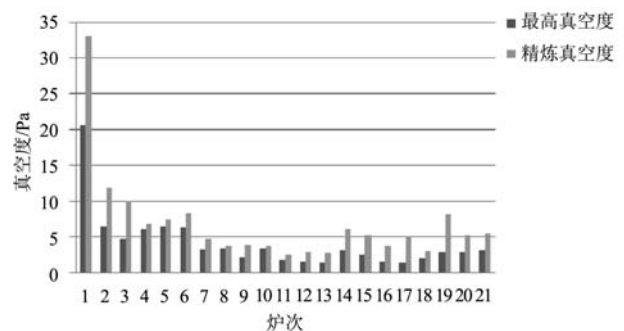


图6 坩埚寿命周期内的熔炼室真空度变化

Fig. 6 Vacuum change during crucible service cycle

求，而同等条件下，若坩埚排气量少，熔炼室真空度高，将有利于钢种熔炼过程中钢液脱气。其中在第6、10、14和19炉次时，真空度略有降低，是由于在熔炼该炉次前，有停炉1~2天和破空清炉，坩埚耐材出现一定程度吸潮，造成下一炉次熔炼时，熔炼室真空度会略有降低，属于正常现象。

4 分析讨论

(1) 排除水分。整个工艺前半段为大气状态下中低温缓慢烘烤，主要是为了将坩埚耐材吸附的大量水分蒸发到空气中，避免坩埚内表面因大量水分的排出导致开裂；工艺后半段是处于真空状态的中高温烧结，目的有几个方面：利用设备真空泵组对腔室的抽力抽空，可进一步有力去除坩埚耐材中的水分；真空可隔离空气，避免炉料在化料过程中被严重氧化；减

少现场烟尘的挥发并降低现场高温作业危险。

(2) 温度监测。本工艺在非真空烘烤阶段, 采用炉壁热电偶实时监测坩埚内炉料烘烤温度; 在合炉抽空, 进入真空烧结阶段时, 熔炼炉设备处于关闭密封状态, 可使用真空感应熔炼炉上的光学测温装置或浸入式热电偶对铁液进行测温, 保证了整个工艺的有效执行。

(3) 无损坏和污染坩埚的风险。工艺过程使用的铁模芯和炉料都会在真空烧结阶段全部熔化为铁液, 待坩埚完成烧结后浇注出来即可; 此外, 因工艺在 1 100 °C 保温结束后, 会进入到真空状态烧结直到工艺

结束, 有效杜绝铁液被高温氧化的风险, 不会出现铁液严重氧化并污染到坩埚, 影响后续钢种的熔炼。

5 结束语

经过以上坩埚制备流程和烧结工艺得到的真空感应熔炼炉氧化铝材质坩埚, 在坩埚底及内壁得到一层厚度合适的铝镁尖晶石烧结层, 使坩埚具有良好的抗侵蚀、热震稳定性、耐高温性能等优点, 为后续的稳定使用和长炉龄奠定基础。

参考文献:

- [1] 邱义伦, 张兴臣. 铝镁尖晶石熟料在中频感应炉上的应用 [J]. 铸造, 1996 (6): 34-35.
- [2] 吕洪风. 电熔铝镁尖晶石及其应用 [J]. 耐火材料, 1981 (5): 39-42.
- [3] 李景仁. 高铝矾土感应炉坩埚的致密化烧结 [J]. 铸造, 1991 (3): 37-41.
- [4] 周立刚, 承明泽, 王贺, 等. 中频感应电炉中性炉衬湿法筑炉经验 [J]. 铸造, 2006 (12): 1302-1304.
- [5] 何剑雄. 提高碱性炉衬寿命的实践 [J]. 特种铸造及有色合金, 1993 (6): 38.
- [6] 李广太. 感应电炉炉衬材料的选择与筑炉操作 [J]. 铸造, 2005 (10): 101-103.

Preparation of Alumina-Crucible for Vacuum Induction Melting Furnace

CHENG Jian-qiang, HU Xian-jun, GU Ye, JIANG Cai-wei
(Institute of Research of Iron and Steel of Shasteel, Zhangjiagang 215625, Jiangsu, China)

Abstract:

The performance advantages of alumina as crucible refractory are described. The applicable components and relevant performance requirements of alumina crucible refractory in vacuum induction melting furnace were listed. The process control of ramming alumina crucible is expounded in detail, and a process combining non vacuum baking and vacuum sintering of alumina crucible is given. The practice shows that the alumina crucible prepared by this process avoids the shortcomings brought by the traditional process, and the refractory of the crucible is fully baked and sintered. In the subsequent smelting furnace, the crucible will soon be at a level of low gas discharge, which is conducive to the smelting of pure steel.

Key words: vacuum induction melting furnace; alumina-crucible; ramming and sintering