

钽材高真空退火炉

李世珍

(兰州真空设备有限责任公司, 甘肃 兰州 730050)

摘 要: 介绍了钽材退火炉的设计计算、结构特点以及工艺方面的分析。论述了测试结果及应用实例。

关键词: 钽材退火; 钽加热器; 真空设备

中图分类号: TG155.1⁺6

文献标识码: A

文章编号: 1006-7086(2002)03-0170-04

VACUUM TANTALUM ANNEALING FURNACE

LI Shi-zhen

(Lanzhou Vacuum Equipment Co Ltd, Lanzhou 730050, China)

Abstract: The design calculation, structural feature and processing analysis, the test result and application example of the vacuum tantalum annealing furnace are discussed.

Key words: tantalum annealing; tantalum heater; vacuum system

1 引 言

真空退火是最早在工业上得到应用的真空热处理工艺。对金属材料及零件进行真空退火,除了要达到改变晶粒结构、细化组织、消除应力和软化材料等一般的目的以外,还可以达到防止氧化、除气、脱脂、使氧化物蒸发,以及提高表面光亮度和机械性能的作用。在高真空中加热难熔金属是使其表面氧化物产生蒸发、除气及提高塑性的有效方法。

第VB族元素钽属于难熔金属,已广泛地用于尖端工业中。其中在电子工业中可用于制造钽电容器和发射管电极等;在高真空电阻炉中可作为加热元件、隔热屏;在化学工业中可作为耐腐蚀的各种容器。钽材在压力加工后必须进行高真空退火处理。一是改善表面质量,二是消除加工应力,提高物理性能。

多年以来,钽材真空退火炉一直依赖进口,费用相当昂贵。兰州真空设备有限责任公司于1998年,成功地研制出一种新型的ZR-200-15W高真空退火炉,该炉最高使用温度1550℃,采用了全金属加热、保温结构。工作时炉内气氛清洁,不存在因炉内加热器等材料蒸发而产生的污染问题,可满足各种规格钽材的高真空退火处理。同时ZR-200-15W高真空退火炉是一种通用型高真空电阻炉。不仅可用于难熔金属的退火处理,而且还可用于难熔金属的真空钎焊、脱气等其他热工工艺。在冶金行业及有色金属、稀有金属、难熔金属加工业中使用非常广泛,有很好的应用前景。

2 设备的主要技术参数

设备型号:ZR-200-15W;均温区尺寸:Φ800×L900/mm;最高工作温度:1550℃;温度均匀性:≤±5℃;额定工作温度:1450℃;恢复真空时间:≤15min;极限真空度:1×10⁻⁴Pa;压升率:≤0.40Pa/h;工作真空度:1×10⁻³Pa;额定加热容量:200kVA。

收稿日期:2000-09-02

作者简介:李世珍(1965—),男,甘肃省民勤县人,工程师,从事真空设备的研制、开发工作。

3 关键技术的理论分析和计算

3.1 加热元件所需功率的热工计算

在热平衡状态下加热元件的总热量等于炉室、工件消耗的热量及各项损失热量,其表达式为

$$Q_1 = Q_2 + Q_3 \quad (1)$$

式中 Q_1 为加热元件的总热量(kW); Q_2 为加热炉料的总热量(kW); Q_3 为总损失热量(kW)。加热炉料的总热量 Q_2 又包括工件消耗热量 Q_{21} 、炉衬消耗热量 Q_{22} 、支撑消耗热量 Q_{23} 、工件盘消耗热量 Q_{24} , 则加热炉料的总热量 Q_2 经计算后为

$$Q_2 = Q_{22} + Q_{23} + Q_{24} = 79.30(\text{kW}) \quad (2)$$

各项消耗热量由下式计算

$$Q = G(C_2 T_2 - C_1 T_1) \quad (3)$$

式中 G 为单位时间内加热材料的重量(kg/h); T_1 、 T_2 为材料加热前、后的温度($^{\circ}\text{C}$); C_1 和 C_2 为材料在 T_1 和 T_2 温度下的比热(J/kg· $^{\circ}\text{C}$)。

总损失热量 Q_3 可分为辐射热损失 Q_{31} 、电极热损失 Q_{32} 、其他热损失 Q_{33} , 即

$$Q_3 = Q_{31} + Q_{32} + Q_{33} + Q_{34} \quad (4)$$

根据斯蒂芬-波尔茨曼定律, 物体的辐射能力与其本身绝对温度的四次方成正比, 则辐射热损失 Q_{31} 可由下式计算

$$Q_{31} = C_H[(T_f/100)^4 - (T_7/100)^4] = 69.6(\text{kW}) \quad (5)$$

$$Q_H = 1/[1/(F_f \cdot C_{f1}) + 1/(F_1 \cdot C_{12}) + 1/(F_2 \cdot C_{23}) \cdots + 1/(F_6 \cdot C_{67})] \quad (6)$$

式中 C_H 为总导来系数[W/($\text{m}^2 \cdot \text{K}^4$)]; F 为各层屏辐射交换面积(m^2); $C_{f1} \cdots C_{67}$ 为各相邻两物体的导来系数[W/($\text{m}^2 \cdot \text{K}^4$)]。

电极热损失 Q_{32} 可由冷却水带走的热量计算

$$Q_{32} = n(T_2 - T_1) \cdot F \cdot C \cdot v = 78(\text{kW}) \quad (7)$$

式中 n 为电极数量; T_2 、 T_1 为进、出水温度($^{\circ}\text{C}$); F 为冷却水管截面(m^2); C 为比热容(J/kg· $^{\circ}\text{C}$); v 为流速(m/h)。

其他热损失 Q_{33} 按经验取辐射热损失 Q_{31} 的 5%, $Q_{33} = 3.48(\text{kW})$, 总损失热量 $Q_3 = 80.88(\text{kW})$ 。

加热元件的总热量 $Q_1 = Q_2 + Q_3 = 79.30 + 80.88 = 160.18(\text{kW})$ 。

由于考虑计算误差及未计入因素和余量, 加热元件所需功率 P 取

$$P = K Q_1 \quad (8)$$

式中 K 一般取 1.2~1.3, 则 $P = 192.22 \sim 208.23(\text{kW})$, 选取 $P = 200.00(\text{kW})$ 。

3.2 真空系统气体负荷的计算和主泵的配置

真空系统气体负荷的总放气量 Q 可表达为

$$Q = Q_1 + Q_2 + Q_3 \quad (9)$$

式中 Q_1 为工作过程中产生的气体量(Pa·L/s); Q_2 为真空室及元件的放气量(Pa·L/s); Q_3 为真空室漏气量(Pa·L/s)。经计算得真空室及元件的总放气量 $Q = 2.085(\text{Pa} \cdot \text{L/s})$ 。

根据极限真空度 $1 \times 10^{-4} \text{Pa}$ 要求, 选取油扩散泵为主泵。泵的有效抽速 S 可用下式计算

$$S = Q/p_g = 2085(\text{L/s})$$

式中 Q 为真空室及元件的总放气量(Pa·L/s); p_g 为工作真空度 $1 \times 10^{-3}(\text{Pa})$ 。

接管流导由下式计算

$$U = 12.1d^3/L \{1/[1 + 1.33d/L(1 - d^2/d_0^2)]\} = 14430(\text{L/s}) \quad (11)$$

主泵抽速的确定

$$S_p = SU/(U - S) = 2437(\text{L/s}) \quad (12)$$

考虑因极限真空为 $1 \times 10^{-4} \text{Pa}$, 水冷挡板的流导损失及计算误差等因素, 作者选用兰州真空设备有限责

任公司生产的 K-600T 机组,有效抽速为 S_p 为 5 600 L/s。

4 设备的结构特点

本设备由真空系统、炉体、冷却水系统、强制冷却系统、加热电源系统以及电气控制系统等几部分组成(图1为设备系统原理图)。真空系统是根据设备工作真空度的要求,采用了1台 K-600T 扩散泵、1台 ZJ-

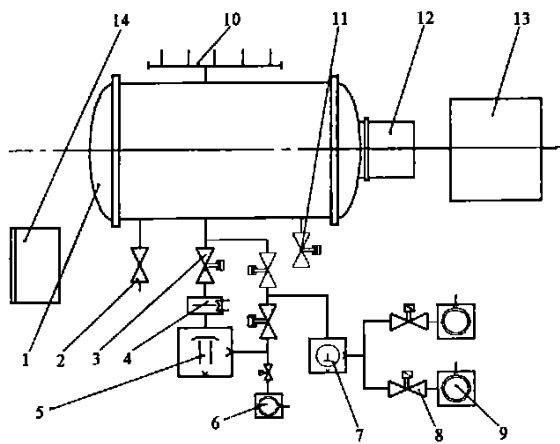


图1 设备系统原理图

1. 炉体;2. 充气阀;3. 高阀;4. 冷阱;5. 扩散泵;6. 维持泵;
7. 罗茨泵;8. 电磁阀;9. 机械泵;10. 水系统;11. 回填阀;
12. 强冷系统;13. 磁调;14. 电控柜。

600 罗茨泵、2 台 2X-70 机械泵组成的三级抽气系统。为了避免炉室高温对系统的影响,扩散泵油采用 275 硅油,并且在炉体与系统之间增加了可转动水冷挡板。高真空挡板阀、前级阀和预抽阀均采用了气动挡板结构,以实现断电时自动关闭。各级泵口均设有真空检漏点和氦质谱仪接口,可方便检测各级泵的工作性能和系统泄漏。

炉体由炉壳、炉胆、加热器、工件支撑等组成。为了保证炉体内高真空,减小放气量,炉壳内壁、法兰均选用不锈钢材质。隔热屏采用全金属反射屏,共 8 层金属反射屏,其中内侧 4 层钼屏,外侧 4 层不锈钢屏。隔热屏围成圆柱型空间,结构留有充分的抽空强冷通道,采用相互屏蔽式,避免了热损失现象。加热器围成圆筒形,前后门无加热器,端部温度靠加热器增长予以弥补。由于加热器的温度最高,也是在高真空中最容易挥发的材料元件,国外一般采用合金钼质加热器。因用户对被处理的材料纯度要求很高,为了减小挥发,选用了

宽钼带式加热器,三角形连接方式。由于在大型高温炉中使用钼带加热尚属首例,设计时在结构上进行了滚筋补强(图2为加热器结构示意图)。该加热器在 1 500 °C 的条件下,挥发量极小,且挥发物不会对工件质量造成影响。加热器绝缘子采用优质 99 瓷,并设计了可靠的防沉积结构,保证了绝缘元件能够长期稳定工作。工件支撑为金属钼质支撑。炉体上设置了温区测试口、惰性气体净化口。

强制冷却系统是为了提高生产效率,缩短工作周期。它由铜质换热器、高温风机、惰性气体回填阀和磁流体密封传动装置等组成。该系统充分利用了炉室内的无效空间,冷却效果比较理想。

冷却水的合理配给是真空炉设计的一个较关键的因素,扩散泵、冷阶的冷却效果直接影响到扩散泵的抽速和炉体的真空度,炉壁、水冷电极、热交换器及罗茨泵、机械泵等要求有充分的冷却水进行冷却。为方便用户,该设备配备了完善的进、回水系统。对于扩散泵、水冷电极、热交换器等关键部位设置了水压和流量监测,并有断水报警及联锁控制。

设备的加热主电源为 200 kVA 油浸式磁性调压器,输出电压 7~70 V,具有无级调压功能。调压是靠桥式整流电路和可控硅控制器等电路实现的。温度控制采用欧陆 818P4 智能控温仪,具有手动、自动、自调谐、自适应、曲线设定及存储等功能。记录仪负责记录工作过程的真空度、温度。设置了 2 只钨铼热电偶,1 只用于控温,1 只用于超温报警。真空阀门设掉电保护和安全联锁;回填、风机设启动压力联锁。电器控制柜上有设备运行过程的模拟显示,操作非常简单、安全。

5 设备的测试

经过甘肃省技术监督局和用户代表等在现场对该设备进行了空载运行测试,其主要技术指标测试结果如表 1 所列。通过测试结果可知,该设备的主要技术指标已完全达到和超过了设计技术指标。

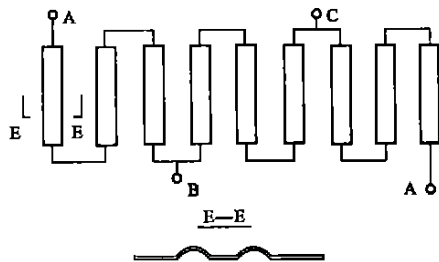


图2 钼加热器结构示意图

表 1 设备主要技术指标实测值

序号	测试项目	设计值	实测值	备注
1	均温区尺寸/mm	$\Phi 00 \times L 900$	$\Phi 00 \times L 900$	符合设计值
2	最高工作温度/℃	1 550	1 550	符合设计值
3	极限真空度/Pa	1.0×10^{-4}	7.5×10^{-5}	优于设计值
4	压升率/Pa · h ⁻¹	≤0.40	0.12	优于设计值
5	恢复真空时间/min	≤15	7	优于设计值
6	温度均匀性/℃	±15	±4	优于设计值

6 设备的应用

6.1 工艺实验

将 300 kg 钽板试样放入该炉,进行高温真空脱气、退火处理。其工艺过程如下:① 炉内真空度抽至 5×10^{-3} Pa 时开始进行加温操作;② 以 30 ℃/min 的速度升温至 800 ℃(快速升温段,真空度最低 8×10^{-3} Pa);③ 800 ℃恒温 30 min(此时钽板开始大量放气);④ 以 10 ℃/min 的速度升温至 1 200 ℃(真空度最低至 2×10^{-2} Pa);⑤ 1 200 ℃恒温 20 min(真空度恢复至 8×10^{-3} Pa);⑥ 以 20 ℃/min 速度升温至 1 450 ℃(真空度最低至 3×10^{-2} Pa);⑦ 1 450 ℃恒温 20 min,加热工艺结束(真空度恢复至 1×10^{-2} Pa);⑧ 随炉冷却至 500 ℃(真空度恢复至 1×10^{-4} Pa);⑨ 充入 99.99%的高纯氮气,启动强冷系统;⑩ 强冷 1.5 h 至 60 ℃后关机,工艺结束。

处理后的材料经过检验,其物理性能、杂质含量、表面光洁度均达到用户要求。

6.2 应用效果

该设备经过 3 年多的使用,用户反映该设备真空退火处理的工件质量与该公司进口设备处理的工件质量相同,效果比较理想。表 2 对照了该设备与 Abar-Ipsen VVFC-2636 型真空电阻炉主要技术指标和性能。

表 2 设备主要技术指标、性能对照

序号	测试项目	ZR-200-15W	VVFC-2636	序号	测试项目	ZR-200-15W	VVFC-2636
1	均温区尺寸/mm	$\Phi 00 \times L 900$	$\Phi 20 \times L 920$	8	温度均匀性/℃	±5	±5
2	最高工作温度/℃	1 550	1 600	9	加热功率/kW	200	195
3	额定工作温度/℃	1 450	1 500	10	强制冷却功率/kW	30	45
4	极限真空度/Pa	1×10^{-4}	1×10^{-4}	11	强制冷却时间/min	90	60
5	工作真空度/Pa	1×10^{-3}	1×10^{-3}	12	加热器材质	金属 Ta	合金 Mo
6	压升率/Pa · h ⁻¹	≤0.40	0.67	13	隔热屏材质	Mo	合金 Mo
7	恢复真空时间/min	≤15	20	14	主真空泵型号	K-600T	HS-20

7 结 论

经过 3 年多的使用,证明该设备的研制和应用是成功的,工作稳定、性能可靠,能满足钽材真空退火、脱气处理的要求。该设备是高纯钽材真空退火、脱气处理的专用设备,解决了因加热元件在真空中高温蒸发而造成的污染问题。从查到的技术资料来看,设备与国外同类设备相比较,其技术指标和使用性能已达到国际先进水平,而设备费用仅为进口设备的四分之一,完全可以代替进口。但设备使用的是宽钽带式加热器,材料费用较高,在被处理材料要求不是很高的情况时,可以采用高温合金钼或纯钼加热器,以降低制造成本。

参考文献:

[1] 江尧忠·工业电炉[M]·北京:清华大学出版社,1993.
[2] 马登杰,韩立民·真空热处理原理与工艺[M]·北京:机械工业出版社,1988.
[3] 阎承沛·真空热处理工艺与设备设计[M]·北京:机械工业出版社,1998.