

烧结气氛净化装置

张德明

(机械电子工业部上海材料研究所)

[摘要]介绍了作为烧结气氛净化装置主要部件的脱水器和除氧器及其设计计算。也介绍了净化装置的电加热系统和管路系统。分解氨气体或瓶装氢气配用本装置，净化后保护气体的纯度为：残余氨气和水汽 $<10\text{ppm}$ ，露点 $<-60^\circ\text{C}$ 。

关键词：烧结气氛 净化装置 脱水器 除氧器

粉末不锈钢、镍铬耐热合金等高铬合金钢都含有铬、锰等与氧亲合力大的合金元素，对烧结保护气体有严格要求。烧结制品的最终物理力学性能与烧结气氛的种类、成分和纯净度有很大关系。

目前常用的分解氨气体，往往含有 $0.01\sim0.1\%$ 的残氨和约 $2\text{g}/\text{m}^3$ 水汽。瓶装氢气的露点在 $-40^\circ\text{C}\sim-10^\circ\text{C}$ 之间，在缓慢放气时，随着瓶内氢气压力的下降，露点上升。这样的气氛必须经过净化才能用于粉末不锈钢等高铬合金钢的烧结。

用于分解氨和瓶装氢气的净化装置，主要是降低露点，除去残余氨气、微量氧和水汽，使水汽含量下降到几个ppm。从 $\text{H}_2/\text{H}_2\text{O}$ 混合体系中金属—金属氧化物平衡图(图1)中可以看出，当气氛中的水分为几个ppm时，即露点达到 -60°C 以下时，粉末不锈钢、镍铬耐热合金等高铬合金钢中的 MnO 、 Cr_2O_3 等在 1000°C 以上的高温下均可被还原为金属。

该装置(示意图2)主要由脱水器和除氧器组成，一台装置由两组相同的筒体组成，一组工作，一组再生，循环交替，连续使用。

一、脱水器

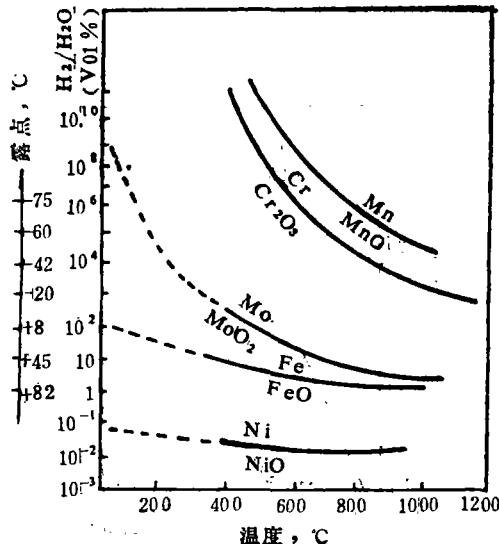


图1 金属—金属氧化物平衡图

1. 分子筛

脱水器里装有5 A分子筛。分子筛是一种新型吸附剂，分子筛晶体内的孔穴相互连通，孔径与分子大小相当且大小均匀，能吸附小于其孔径的分子。5 A分子筛对水分子亲合力很高。由图3可见，当气体相对湿度为40%时，能吸附约为本身重量22%的水分；当相对湿度为1%时，仍能吸附约为本身重量18%的水分。可见，在低湿度条件下，5 A分子筛吸水能力强。5 A分子筛是

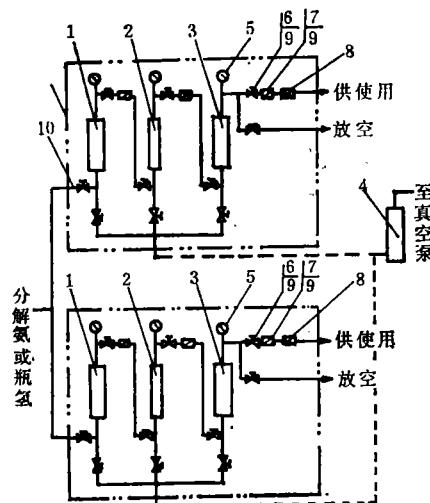


图2 气体净化装置示意图

1. 脱水器 2. 除氧器 3. 脱水器 4. 冷凝器
 5. 真空压力表 6. 不锈钢截止阀 7. 浮子流量计
 8. 阻火器 9. 流量计及截止阀接头体 10. 管路

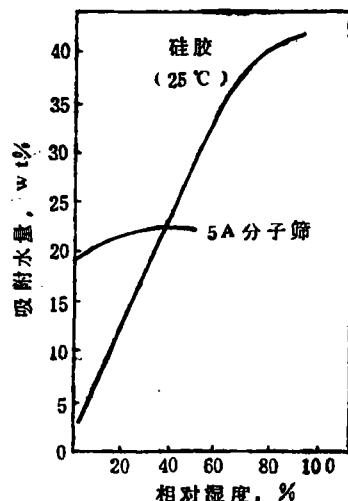


图3 吸附量与气体相对湿度的关系

高温吸附剂，由图4可见，在较高温度下，仍能吸附相当数量的水分。5 A分子筛对高速气体亦有较好的干燥性能(图5)。5 A分子筛如果使用正确，其寿命可达三年以上。

2. 脱水器设计计算

当需要净化的分解氨量为 $8 \text{ m}^3/\text{h}$ 时，按 $10 \text{ m}^3/\text{h}$ 设计。设进口处气体露点为 -10°C 左右(含水量 2 g/m^3)，脱水器工作周期为

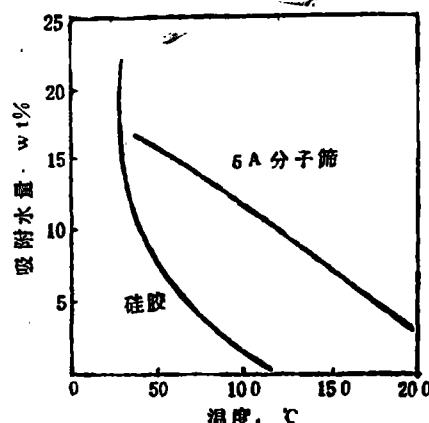


图4 高温吸附性

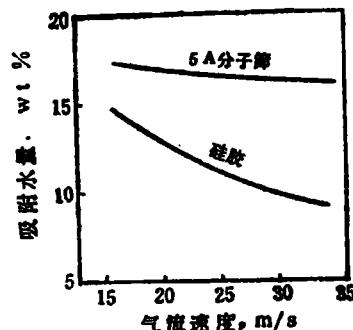


图5 气流速度对吸附量的影响

25h ，5 A分子筛吸附量按8%计，再生时间(电加热并抽真空、自然冷却)为8 h。

通过计算得到：

(1) 所需分子筛重量为 6.5 kg (堆密度 800 kg/m^3)，体积为 8125 cm^3 。

(2) 采用 $\phi 127 \times 5\text{ mm}$ 的不锈钢管作为脱水器筒体。电加热管、热电偶管均插入分子筛中间。脱水器高径比必须大于5。

(3) 再生所需的热量和功率：

再生温度为 375°C 。水的显热为 1631 kJ 。分子筛中水的脱附热为 1992 kJ 。分子筛的比热为 $1047\text{ kJ/kg} \cdot ^\circ\text{C}$ 。吸附剂的显热为 2551 kJ ，钢的比热为 $502\text{ J/kg} \cdot ^\circ\text{C}$ ，外壳显热为 2920 kJ ，外壳散热为 2763 kJ/h 。经计算，再生时需要热量为 3902 kJ/h ，则再生功率为 1.5 kW 。

(4) 保温层用矿渣棉。

二、除氧器

1. 除氧催化剂

常用的除氧催化剂如表 1 所示。

表 1 除氧催化剂及其主要性能

	活性氧化铜	镍铬催化剂	钯型分子筛	钯氧化铝
粒度, mm	Φ6×6	Φ5×5	Φ3×5	Φ3×5
堆比重, kg/L	0.95~1.0	1.1~1.2	0.05~0.7	0.90~0.95
除氧温度, ℃	80~250	常温~80	常温~120	50~80
除氧空速, h ⁻¹	800~3000	3000~5000	5000~10000	4000~8800
除氧效果, ppm	<10	<5	<0.4	<0.2

本装置选用钯型分子筛。钯型分子筛是一种高效常温脱氧剂。钯型分子筛常温时空速为 5000h^{-1} ，加温后空速可达 10000h^{-1} ，在 $20\sim120^\circ\text{C}$ ，有良好的除氧效果。钯型分子筛再生工艺简单。在真空条件下(真空度为 $1.333\sim13.332\text{Pa}$)，把钯型分子筛加热到 350°C ，保温 $4\sim6\text{ h}$ ，冷却到室温，即可重复使用。

需要处理的气体量为 $8\text{ m}^3/\text{h}$ ，设计按 $10\text{ m}^3/\text{h}$ 计。钯型分子筛的空速为 3000h^{-1} ，堆密度为 700kg/m^3 ，再生温度为 375°C ，吸附水量按5%计算。

通过计算得到：

(1) 所需钯型分子筛重量为 2.5kg ，体积为 3400cm^3 。

(2) 采用 $\Phi90\times5\text{ mm}$ 不锈钢管作为除氧器筒体。电加热、热电偶管均插入钯分子筛中间。除氧器高径比必须大于5。

(3) 再生所需热量及功率：

水的显热为 392kJ 。钯型分子筛脱附热为 523kJ ，显热为 981kJ 。外壳显热为 2826kJ ，外壳散热为 3768kJ/h ，再生时所需热量为 4358kJ/h 。因此再生功率为 1.5kW 。

三、电加热系统

功率均采用 1.5kW ，工作温度 550°C 左

右。选用 $\text{Cr}15\text{Ni}60$ 电热丝作为发热元件，电热丝直径为 1.2mm 。

电热丝表面功率为 1.29W/cm^2 。

此值小于 $\text{Cr}15\text{Ni}60$ 材料允许的表面负荷功率值(600°C 时为 2.5W/cm^2 ， 700°C 时为 2.0W/cm^2)，因此可以使用 1.2mm 直径的 $\text{Cr}15\text{Ni}60$ 电热丝作为加热元件。

本装置的电路系统采用自动控温加热，以XCT—101为控温仪表，以铜—康铜热电偶为测温元件。

四、管路系统

本装置管路采用 $1\text{ Cr}18\text{Ni}9\text{Ti}$ 材料，直径为 12mm ，壁厚为 1.5mm 的无缝钢管。由于 5A 分子筛、钯型分子筛均采用真空加热再生，因此，本装置对管路有较严格的密封要求。接头用法兰连接或焊接，密封垫圈采用真空橡胶，针型阀阀杆密封用真空橡胶或聚四氟乙烯。真空管路的试压，以 10MPa 的气压进行密封试验。

五、适用性

典型的粉末不锈钢中均含有铬、锰、硅等合金元素，对烧结气氛要求严格。通常采用真空炉烧结，真空度在 $0.133\sim1.333\text{Pa}$ (相当于进入烧结炉的分解氨或氢气的露点低于 -60°C)时，零件不会氧化。

分解氨气体或瓶装氢气配用本装置，使净化后的保护气体露点低于 -60°C ，残余氨气和水汽减少到 10ppm 以下，可作为粉末不锈钢等高铬合金钢、结构零件烧结时的保护气氛。

本装置与分解氨装置联用，还可作为进行粉末不锈钢等高铬合金烧结零件光亮热处理的保护气氛装置。

此外，在各种形状复杂的导磁零件等粉末冶金软磁材料，铝镍钴烧结磁钢等粉末冶金硬磁材料的氢气烧结中，本装置也同样适用。