

Diplomarbeit



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

# Untersuchung der Infiltrationsneigung von flüssigem Stahl in Spülkanäle



Vorgelegt von

**Katharina Schwarz**

DIFK- Deutsches Institut für Feuerfest und Keramik GmbH- in Bonn  
PAHAGE feuerfeste Erzeugnisse GmbH & Co. KG in Viersen  
SS 2009

# Inhaltsverzeichnis



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

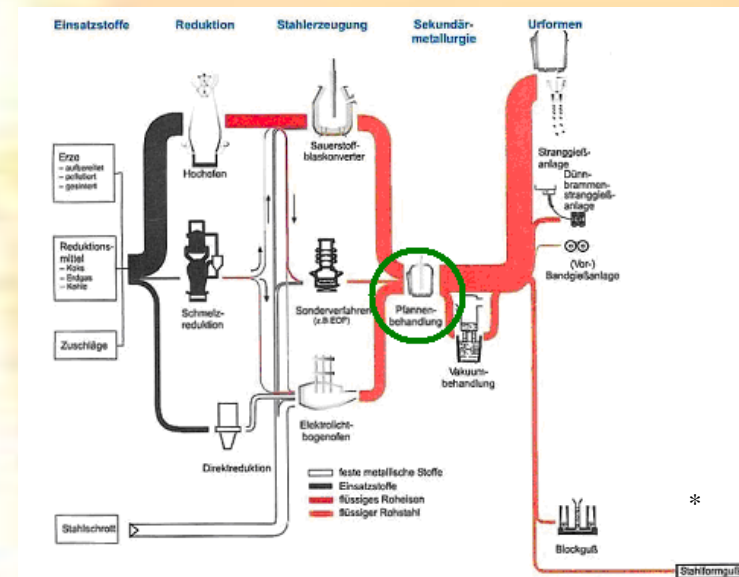
- Einleitung
- Infiltrationsursachen
- Aufbau der Tests
- Untersuchungen
- Ergebnisse
- Diskussion

# Einleitung



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Die Sekundärmetallurgie ist entscheidend für die Stahlherstellung
- Die sekundärmetallurgische Behandlung erfolgt in Stahlgießpfannen
- Dazu werden Spülsteine benutzt (ohne Spülsteine keine Stahlherstellung)
- Einbau des Spülsteins in den Boden der Stahlgießpfannen  
→ Einleiten von Argon, Stickstoff



<http://www.krause-refractories.com>

# Problem



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Ausfall von Gasspülsteinen durch Infiltration von flüssigem Stahl
- Stahl erstarrt durch Temperaturgradient in Schlitzen
- Verstopfen der Schlitz
- Verringerung oder Ausfall der Spüleistung
- Verringerung der Spüleistung
  - Qualitätsabfall des Stahls
- Ausfall bedingt Wechsel
  - Erhöhung der Betriebskosten

# Aufgabenstellung



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Entwicklung einer Prüfmethode zur Simulation der Infiltration in Spülkanäle
- Einfacher Aufbau ohne spezielle Aggregate
- Durchführung an Tiegeln mit Schlitz

# Infiltrationsursachen und -einflüsse



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Mögliche Ursachen der Infiltration:
  - Unterdruck im Spüler durch Trennen der Gaszufuhr
  - Querrisse im Gasspülstein und Falschströmung
  - Freibrennen ohne ausreichenden Gegendruck
  - Zugabe von Legierungselementen
  - Ferrostatischer Druck
  - Fehlerhafte Feuerfestzustellung

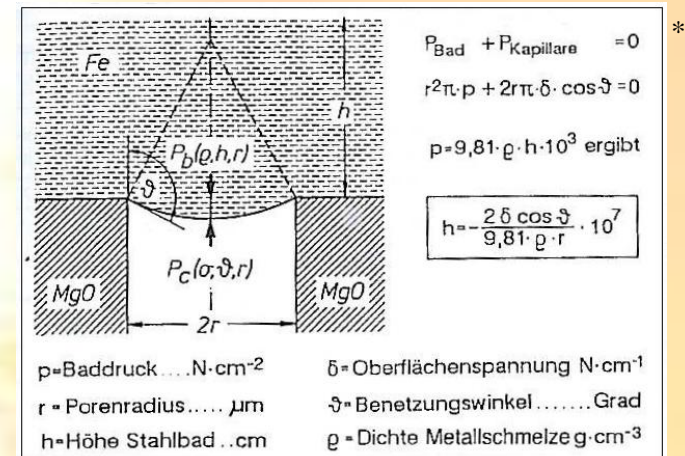
# Infiltrationsursachen und -einflüsse



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Infiltrationseinflüsse:

- Einfluss von Oberflächenspannung, Benetzungswinkel, Porengröße, ferrostatischem Druck
- Viskosität, Einfluss auf Infiltrationstiefe und Geschwindigkeit
- Alle Größen abhängig von Temperatur

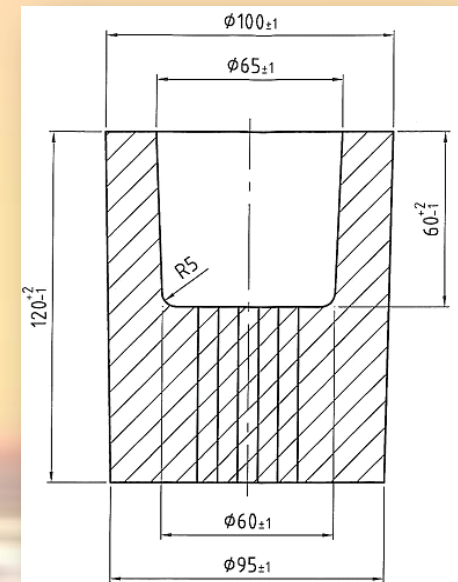


# Tiegel



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Einbringen der Schlitze durch Einspannen von Plastikstreifen
- Tiegel aus Korund-Spinell-Feuerbeton
- Schlitzdicken basieren auf Berechnung der kritischen Schlitzdicke (Folie 13)
  - Simulation eines ferrostatischen Drucks
- Schlitzdicken 0,5- 0,6- 0,7- 0,8- 0,9 mm
- Zusätzlich 1 mm bei Test in Elektroofen
- Berechnet für Stahlbadhöhe von 3 cm

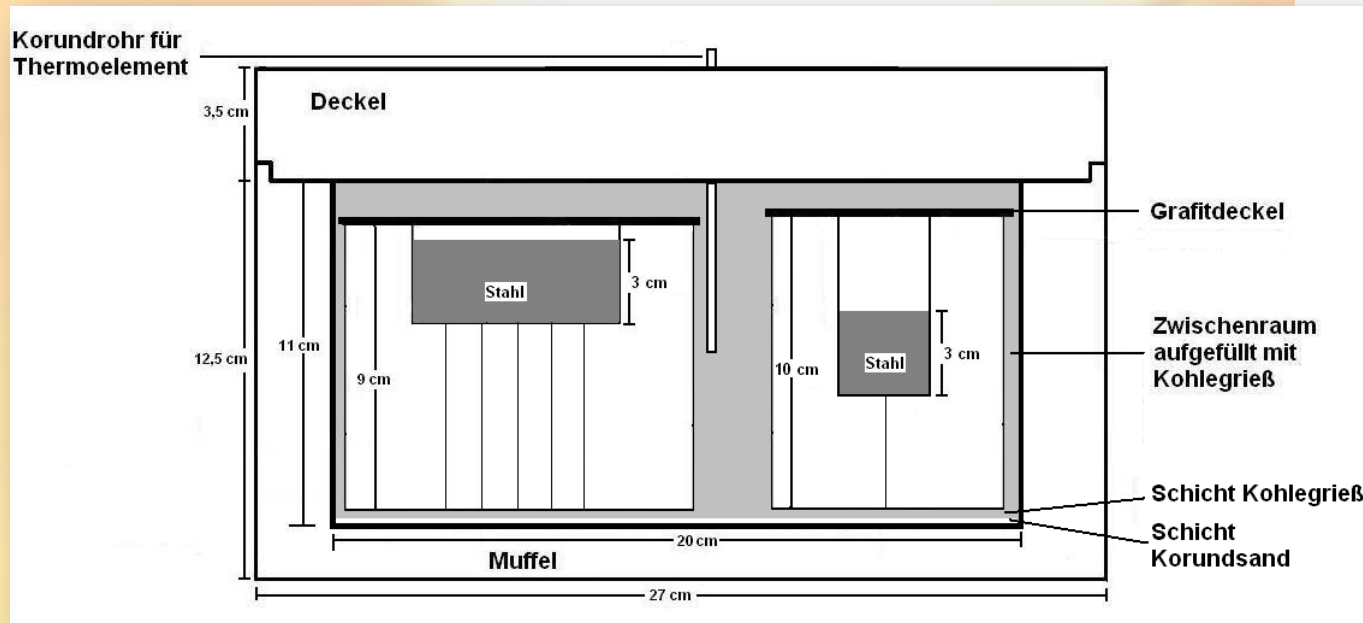


Skizze eines Tiegels

# Test im Elektroofen



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences



Skizze des Versuchsaufbaus

- **Stahlmenge für 3 cm Stahlbadhöhe**
- **Aufheizen auf 1700°C, um eine Temperatur von 1600°C im Inneren der Muffel zu gewährleisten**

# Test in VISA



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- VISA = Vakuum-Induktions-Schmelz-Anlage
- 25 mbar Unterdruck
- Einstellen verschiedener Atmosphären  
(CO, Argon, Varigon(Ar/H<sub>2</sub>))
- Stahlmenge für 3 cm Stahlbadhöhe
- Aufheizen auf 1600°C



Außenansicht der Kammer einer VISA



Innenansicht: der Tiegel befindet sich umhüllt von Trockenvibrationsmasse in der Spule (gelb)

# Untersuchungen



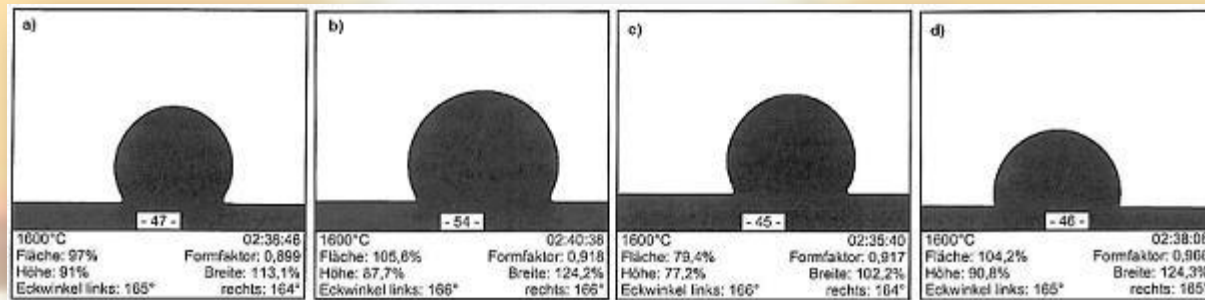
FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Benetzungswinkel (EMA) unter verschiedenen Gesichtspunkten
- Theoretische Berechnungen zur Schlitzdicke und Infiltrationstiefe
- Mikroskopie an Tiegeln

# Benetzungswinkel (EMA)



- Benetzungswinkel zwischen Werkstoff/Stahl immer über  $90^\circ$
- Keine Veränderung bei:
  - Alterung des Feuerfestmaterials
  - Einzelnen Komponenten des Werkstoffs
  - Verschiedenen Atmosphären (CO, Varigon (Ar/H<sub>2</sub>), Argon)
  - Bei korrodiertem Werkstoff



Benetzungswinkel zwischen Stahl und Werkstoff: a) bei 450°C getempert, b) bei 1600°C 2h gesintert, c) bei 1600°C 20h gesintert, d) mit Stahl korrodiert. Es ergab sich kein signifikanter Unterschied im Benetzungswinkel, der eine Infiltration verursachen könnte

# Berechnung zur Schlitzdicke

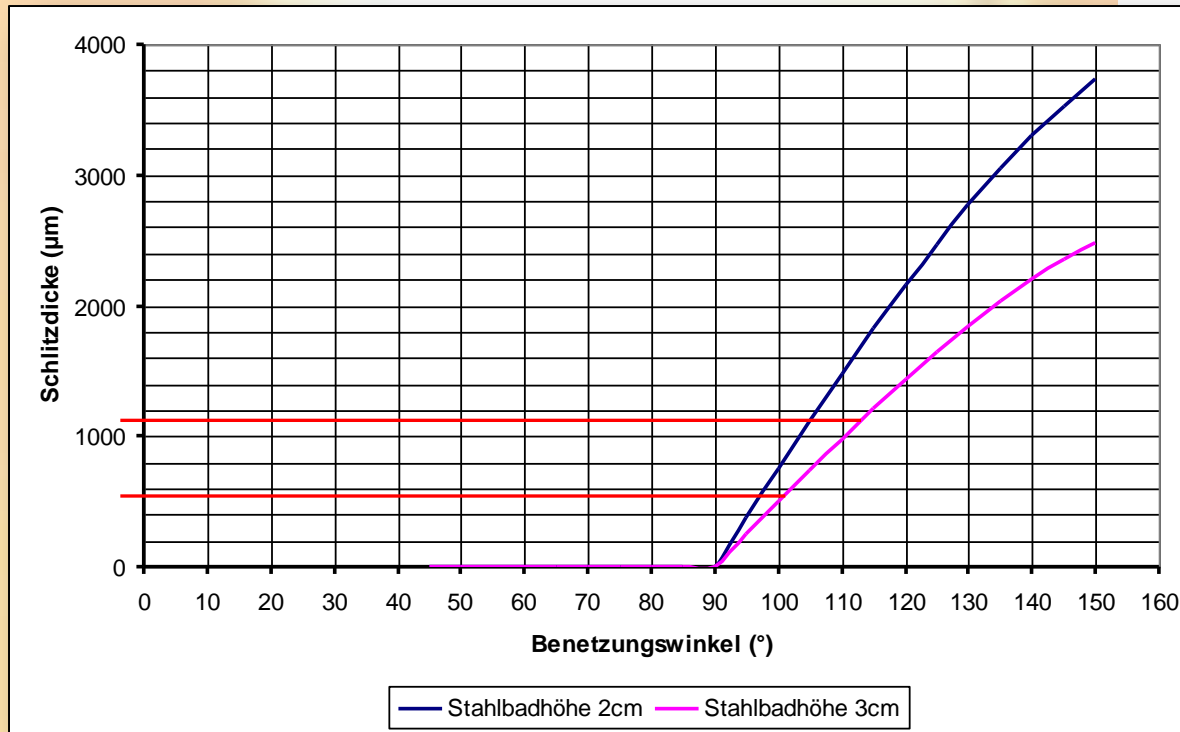


- Berechnung der kritischen Schlitzdicke nach Gleichung

$$d = -\frac{4 \cdot \sigma_s \cdot \cos \theta}{\rho_s \cdot g \cdot h} \cdot 1000000 *$$

- d kritischer Porendurchmesser ( $\mu\text{m}$ )
  - $\sigma_s$  Oberflächenspannung Festkörper/Stahl ( $\text{mN/m}$ )
  - $\theta$  Benetzungswinkel ( $^\circ$ )
  - $\rho_s$  Dichte Stahl ( $\text{kg/m}^3$ )
  - g Erdbeschleunigung ( $\text{m/s}^2$ )
  - h Höhe der Stahlsäule (m)
- Benetzungswinkel  $< 90^\circ$  führt zu Eindringen des Stahls ohne äußeren Einfluss (negative Werte bei Berechnung)
  - Benetzungswinkel  $102 \pm 10^\circ$  als Grundlage für Schlitzgröße

# Schlitzdicke bei 3 cm Stahlbad



- Für eine Stahlbadhöhe von 3 cm ergibt sich nach der Berechnung eine Schlitzgröße zwischen 0,6 und 1,2 cm
- Herstellungsbedingt war nur eine Schlitzgröße bis 1 mm in den Tiegel möglich

# Schlitzdicke bei 3 m Stahlbad



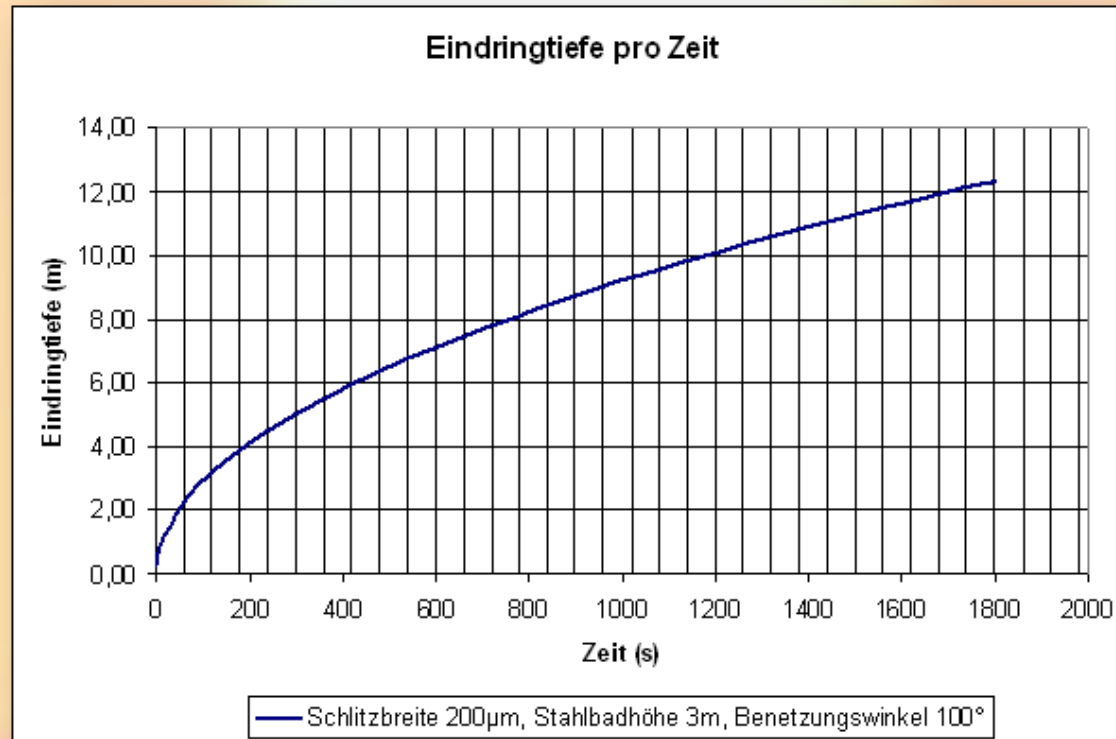
FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Für eine Stahlbadhöhe von 3 m (wie in Stahlgießpfannen) ist die kritische Schlitzgröße  $< 50\mu\text{m}$ 
  - Dies sind nur 25 % der eingesetzten Schlitzgrößen in Gasspülsteinen (ca. 0,2-0,25 mm)

# Berechnung der Infiltrationstiefe

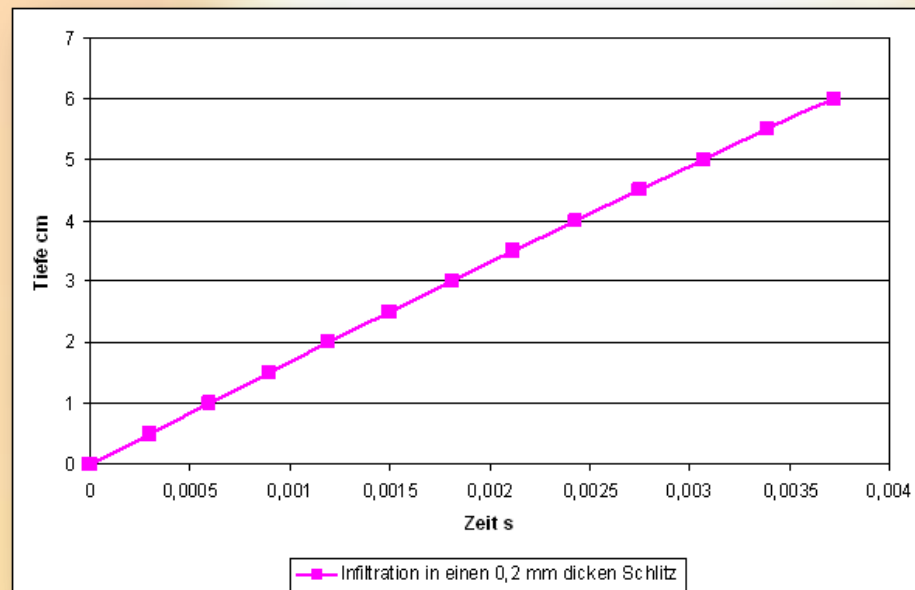


- Berechnung beruht auf einem isothermen System



→ Sobald der Stahl in die Spülschlitze eingedrungen ist ergibt sich eine sehr schnelle Infiltration

# Berechnung der Infiltrationstiefe



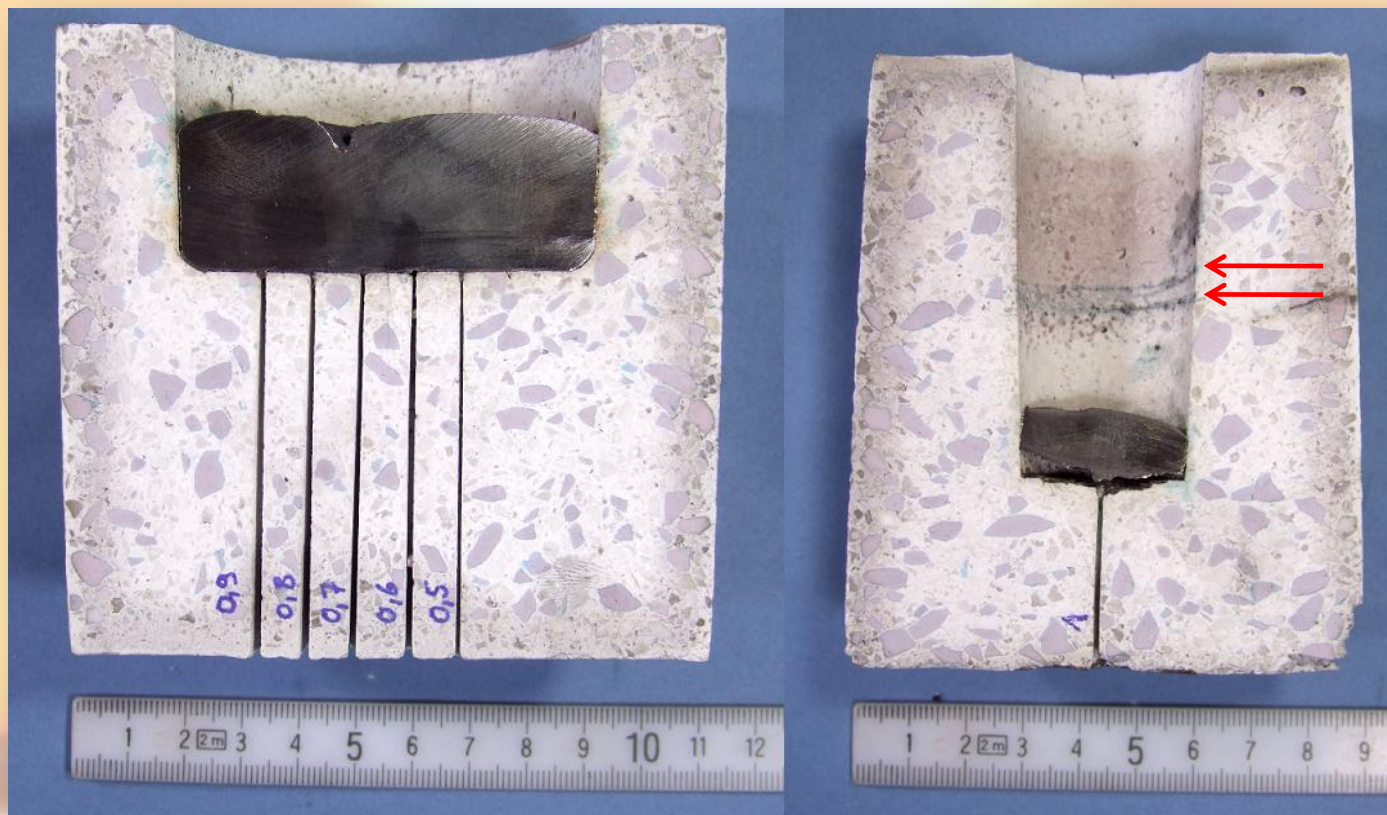
- Zur Berechnung wurden berücksichtigt:
  - Wärmedehnung des Schlitzes und Viskositätsveränderungen des Stahls mit der Temperatur
  - Im Stein liegt ein Temperaturgradient von 10K/cm vor- ausgehend von der Annahme einer Hibonitbildung (1300-1400°C) in 20 cm Tiefe \*

# Test im Elektroofen



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Tiegel nach Aufheizen auf 1600°C und 1 Stunde Haltezeit



# Test im Elektroofen



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

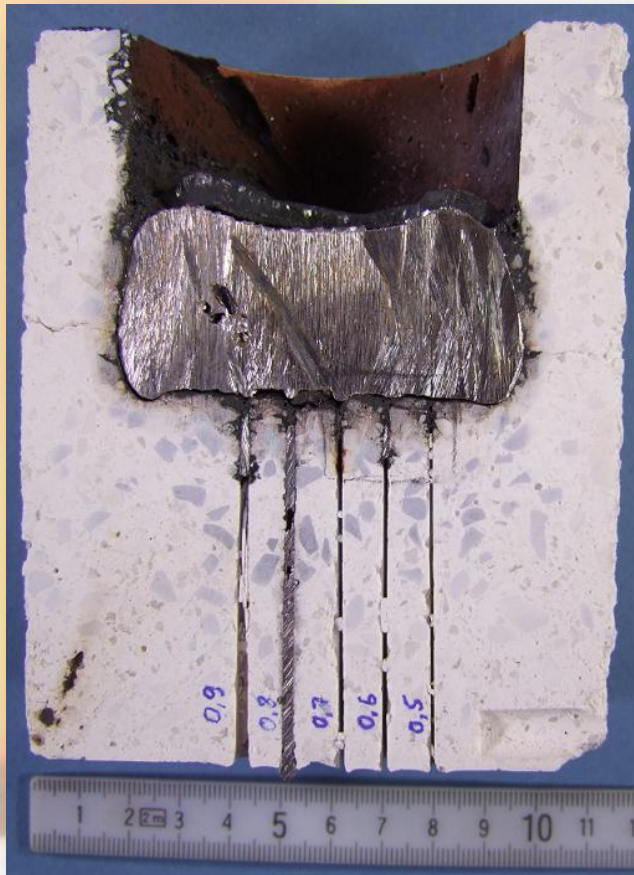
- Isotherme Bedingungen
- Keine Infiltration in die Schlitze 0,5 bis 0,9 mm
- Nur Infiltration in den 1 mm dicken Schlitz
- Keine Reaktion zwischen Feuerfestmaterial und Stahl
- Stahl läuft nicht kontinuierlich aus (rote Pfeile s. Bild)

# Test in VISA



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

- Tiegel nach Aufheizen auf 1600°C und 1 Stunde Haltezeit



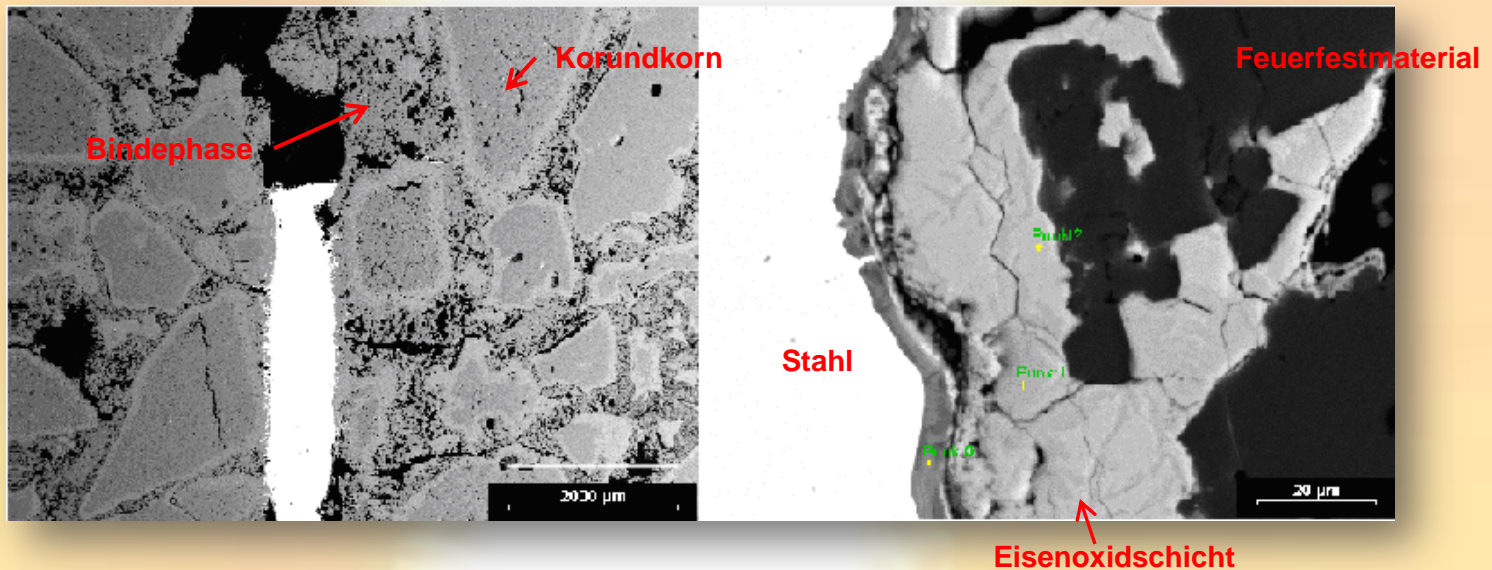
# Test in VISA



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

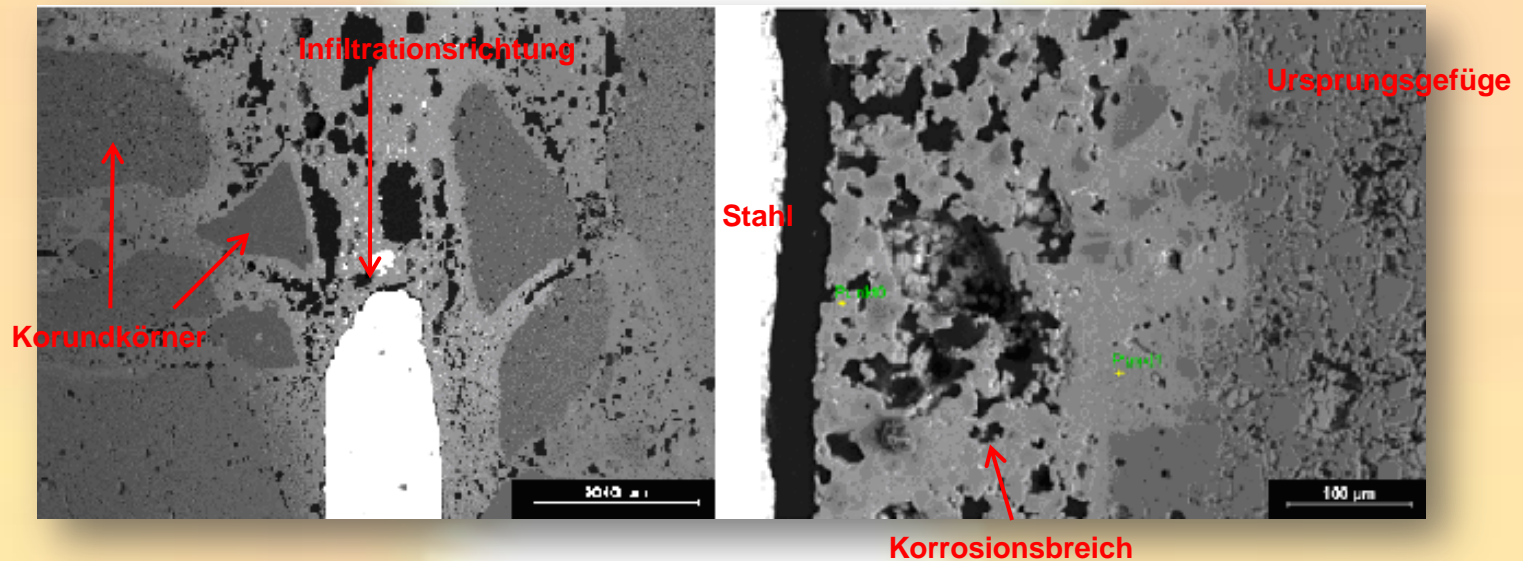
- Praxisnähere Bedingungen
  - Temperaturgefälle von Stahl zugewandter Seite zu Tiegelboden
  - Badbewegung durch induktives Aufheizen
- Infiltration in alle Schlitze
- Abstufung der Infiltrationstiefe von engen zu breiteren Schlitzen
- Reaktion zwischen Feuerfestmaterial und Stahl
- Auflösen des Feuerfestmaterials durch Badbewegung

- Test im Elektroofen



- Es findet keine Reaktion zwischen Werkstoff und Stahl statt
- Es bildet sich eine Eisenoxidschicht an der Grenzfläche Werkstoff/Stahl aus

- Test in VISA



→ Der Werkstoff wird vom Stahl korrodiert unter Bildung von Hercynit ( $\text{FeO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ ) und im oberen Teil des Schlitzes zusätzlich Galaxit ( $\text{MnO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$ )



- Vergrößerung der Schlitze zur Simulation des ferrostatischen Drucks in kleinem Maßstab nötig
- Test im Elektroofen keine praxisnahen Bedingungen
- Test in VISA praxisnäher, da Temperaturgradient und Badbewegung
- Theoretische Berechnungen nicht auf Gasspülsteine anwendbar (siehe Schlitzgröße)



- Aspekte zum Einfluss auf Infiltration:
  - Ferrostatischer Druck hat keinen signifikanten Einfluss
  - Benetzungswinkel hat keinen Einfluss auf Infiltration, da  $> 90^\circ$
  - Alterung des Werkstoffs hat keinen Einfluss
  - Bereits korrodierter Werkstoff hat keinen Einfluss
  - Temperaturgradient hat möglicherweise Einfluss auf Infiltration



- Klärung der Infiltrationsursachen erforderlich, um einen Infiltrationstest entwickeln zu können
- Weitere Untersuchungen
  - Einfluss des Temperaturgradienten genauer untersuchen
  - Größere Tiegel für größere Stahlmengen und längere Schlitze
  - Einfluss der Schlitzbreiten

# Fazit



FACHHOCHSCHULE  
KOBLENZ  
University of Applied Sciences

Test mit einfachen Aufbau nicht zu realisieren!