

改进座滴法测量 Fe-0.2S 钢与 CaO 接触角

马天浩¹ 任强² 张立峰^{3*}

(1. 燕山大学亚稳材料科学与技术国家重点实验室, 秦皇岛 066004; 2. 燕山大学机械工程学院, 秦皇岛 066004; 3. 北方工业大学机械与材料工程学院, 北京 100144)

摘要: 本文采用改进座滴法, 测量了 Fe-0.2S 钢与 CaO 基片的接触角。该方法有效避免了钢样在加热阶段与基片发生反应导致接触角测量不准的问题, 确保钢液滴能够以球形形态与 CaO 基片发生接触。在 1600°C 下 Fe-0.2S 钢滴与 CaO 基片的初始接触角为 100°, 在 8 分钟内逐渐升高至 123° 并保持不变。通过 SEM-EDS 分析发现钢滴与 CaO 基片界面生成了 50 μ m 厚的 CaS 层, 这导致钢滴中的硫含量降低, 从而使钢滴与 CaO 基片的接触角升高。

关键词: 改进座滴法 接触角 润湿性 CaO 含硫钢

Improved Sessile Drop Method Measure The Contact Angle Between Fe-0.2S Steel With CaO

Ma Tianhao¹ Ren Qiang² Zhang Lifeng^{3*}

(1. State Key Lab of Metastable Materials Science and Technology, Yanshan University, Qinhuangdao, 066004; 2. School of Mechanical Engineering, Yanshan University, Qinhuangdao 066004; 3. School of Mechanical and Materials Engineering, North China University of Technology, Beijing 100144)

Abstract: The contact angle between Fe-0.2S steel with CaO was measured by improved sessile drop method. This method effectively avoids the problem of inaccurate contact angle measurement caused by the reaction between steel sample and substrate during the heating stage, and ensures the steel drop can wet the substrate with a spherical shape. The results show that liquid steel can react with CaO substrate directly by spherical droplets. The initial contact angle between the steel drop and the substrate was 100°, which gradually increased to 123° within 8 minutes and maintained unchanged. SEM-EDS results show that CaS layer with thickness of 50 μ m was formed at the interface between the steel drops and the substrate, which resulted in the decrease of sulfur content in steel drops and the increase of contact angle between steel drops and CaO substrate.

Key words: improved sessile drop, contact angle, wettability, CaO, Sulfur containing steel

1 前言

座滴法由于操作简单, 适用温度广泛, 是高温测量钢液与耐材接触角最常用的方法^[1]。传统座滴法测试试样时, 在加热阶段直接接触, 无法避免加热过程钢样与基片之间发生反应导致测量精度不高的问题^[2]。若加热阶段发生界面反应形成反应层, 会导致钢滴在熔化过程中未必能够铺展形成球形, 接触角测量角度在纵横方向差异过大。由于改进座滴法在加热阶段钢块不与基板接触, 因此避免了加热过程中两相接触影响的精度问题。此外钢块在基板上方的坩埚熔化后以液滴形式与基板接触, 可以保证钢液是球形与基片接触^[3]。脱硫反应速率通常较快, 且在工业实践中用时也较短^[4], 使用传统座滴法测量含硫钢与 CaO 基板接触角误差较大。因此本文采用改进座滴法, 测量了 Fe-0.2%S 与 CaO 的接触角。

2 实验方法

含硫钢在 Ar 气氛下通过熔化电解铁后加入硫磺制备而成。含硫钢成分如表 1 所示。钢锭冷却后切割成 $\phi=3.5$ mm、 $h=5$ mm 试样进行打磨保证试样质量= 0.365 ± 0.005 g, 最后用无水乙醇超声波震荡清洗。CaO 基板采用纯度 99.99%CaO 粉末施加 1.5t 压力压制成 $\phi=20$ mm 的基板, 在 1600°C 下 Ar 气氛中烧结 2h, 冷却后用无水乙醇打磨并进行无水乙醇超声波震荡清洗。

表 1 含硫钢的成分 (wt%)

Table 1 Composition of sulfur containing steel (wt%)				
C	S	O	N	Si
0.0005	0.22%	0.0070	0.0005	0.0001

本文采用改进座滴法的钢液滴落过程如图 7 所示。将钢块放入基片上方的坩埚中，在 Ar 气体环境下将钢块加热至熔化温度。通过控制坩埚中的耐材棒将钢液旋挤出坩埚，滴落到 CaO 基板上与基板反应。为保证钢液与基板充分反应保温 40 min，期间每分钟测量一次接触角。接触角测量实验结束后，对钢滴表面进行观测，之后将钢滴与基板冷镶，沿钢滴中心线切割打磨出反应界面进行抛光与离子镀膜，最后放入电镜下对反应界面进行观测。

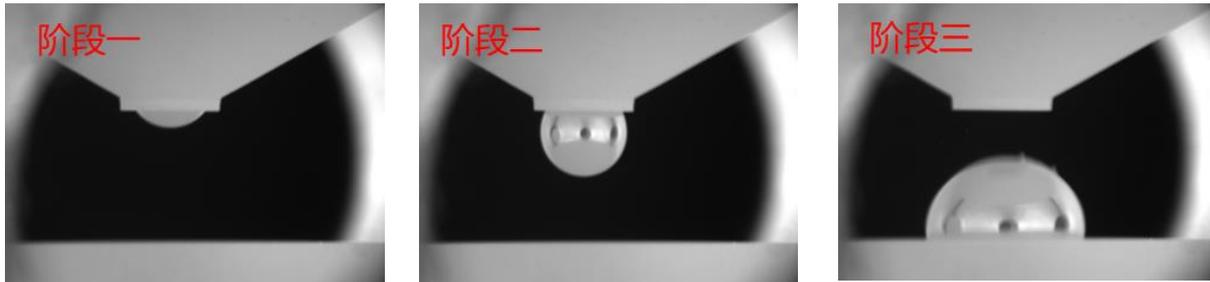


图 7 钢液滴落过程

Fig 1. The process of liquid steel dropping

3 接触角测量与界面观测

由于 CaO 基板和与工作台很难保证完全水平，因此本文测量了钢滴左右两侧接触角的均值作为接触角的测量结果，结果如图 8 所示。钢液与基板的初始接触角为 100° ，在之后的八分钟内快速上升至 123° 并保持不变。文献表明钢中 S 含量是影响钢液表面张力的主要因素，钢中的 S 含量随接触角的增加而减少^[5-7]。由于钢液与基板发生了脱硫反应，钢液中的 S 含量减少引起钢液表面张力增加，因此接触角会随时间增加而增大。

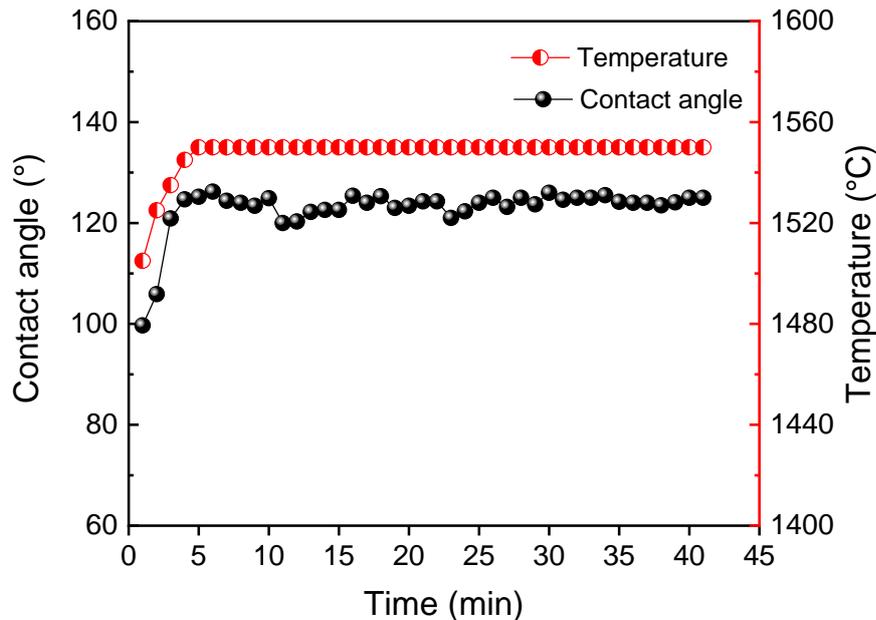


图 8 Fe-S 钢液和 CaO 接触角测量结果

Fig 2. The contact angle between Fe-S droplet and CaO substrate

钢滴表面形貌如图 3 所示，钢滴表面没有发现新产物和杂质。钢滴横截面形貌如图 4 所示，钢滴与基板界面处形成了明显的 CaS 界面，厚度约为 $50\mu\text{m}$ 。该结果证实了钢滴与基板发生了脱硫反应，验证了接触角结果。

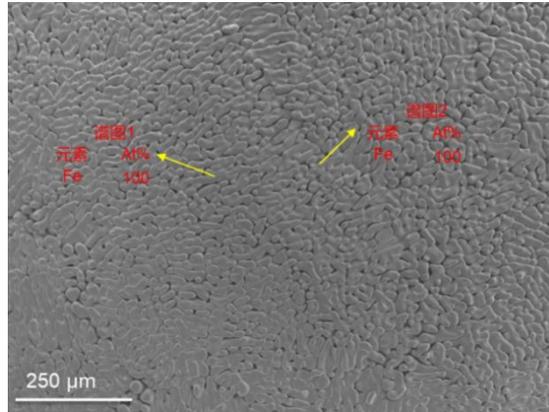


图 3 Fe-0.2S 钢滴表面形貌

Fig 3. Morphology of the surface of the Fe-S droplet

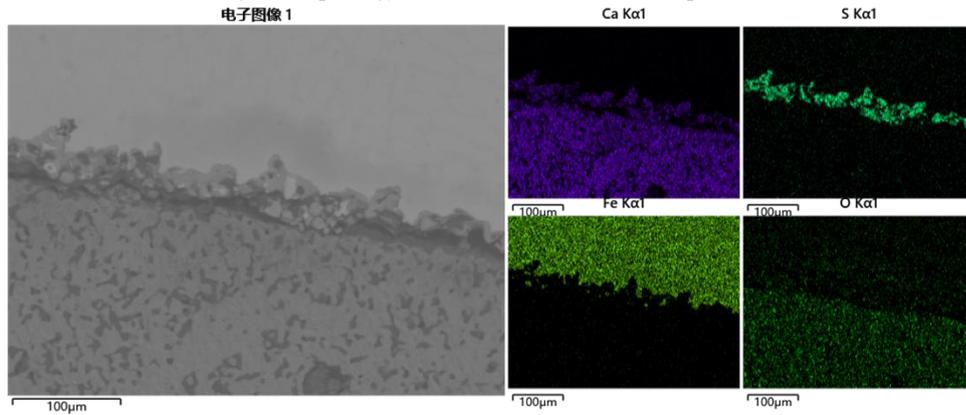


图 4 Fe-0.2S 钢滴与 CaO 界面形貌与面扫描结果

Fig 4. Morphology and elemental mapping of the cross-section of the interface between the Fe-S droplet and CaO

4 结论

(1) 采用改进座滴法发现钢液与基板接触时为球形，且加热阶段不会与基板反应。CaO 与 Fe-0.2%S 钢液的初始接触角为 100° ，平衡接触角为 123° 。由于发生了脱硫反应，钢中 S 含量减少导致接触角逐渐增大。

(2) 钢液与 CaO 基板界面发生了明显的脱硫反应，生成了一层厚度约为 $50\mu\text{m}$ 的硫化钙，证实了接触角测量结果。

致谢

本文作者感谢燕山大学高钢中心（HSC）的支持。

参考文献

- [1] 程礼梅, 张立峰, 沈平. 钢铁冶金过程中的界面润湿性的基础[J]. 北京科技大学学报, 2018, 040(012): 1434-1453.
- [2] 钱健行. 润湿角测定装置设计及其应用研究[D]. 东北大学, 2014.
- [3] 刘振刚, 姚广春, 刘宜汉. 镀铜石墨与铝熔体的润湿性[J]. 材料导报, 2009, 23(2): 3.
- [4] 刘飞, 邹长东, 马建超. 铁水温度和硅含量对搅拌法脱硫的影响[J]. 上海金属, 2014.
- [5] Yoshinori Taniguchi, Seshadri Seetharaman. Interfacial phenomena among liquid iron-carbon alloy, liquid slag, and solid CaO[J]. Metallurgical and Materials Transactions B, 2012, 43(3): 587-597.
- [6] Toshihiro Tanaka, Yumi Ogiso, Mitsuru Ueda, Joonho Lee. Trial on the application of capillary phenomenon of solid CaO to desulfurization of liquid Fe[J]. ISIJ international, 2010, 50(8): 1071-1077.
- [7] J. Lee, K. Morita. Dynamic Interfacial Phenomena between Gas, Liquid Iron and Solid CaO during Desulfurization[J]. ISIJ International, 2004, 44(2): 235-242.