



Камерная печь НТК 400 GR/22
(максимальная рабочая температура 2200 °C) с полностью автоматическим управлением от ПЛК



Камерная печь НТК 8 GR/22
(максимальная рабочая температура 2200 °C) с полуавтоматическим управлением



Камерная печь НТК 25 GR/30
(максимальная рабочая температура 3000 °C) с полностью автоматическим управлением от ПЛК и дополнительным оборудованием для пиролиза

ООО "Вердер Сайнтифик"
190020, г. Санкт-Петербург
ул. Бумажная, д.17, Россия

Тел. +7-812-777-11-07
Сайт +7-812-325-60-73

info@verder-scientific.ru
www.verder-scientific.ru

part of **VERDER**
scientific

Области применения печей для графитизации с рабочей температурой до 3000 °C

Графит - это мягкий, гладкий на ощупь материал серо-черного цвета. Обладает металлическим блеском и светонепроницаем. Отличается хорошей тепло- и электропроводностью. В обиходе графит часто называется просто углем. Поскольку в инертной среде или в вакууме графит демонстрирует **превосходную термостойкость**, он отлично подходит для применения в сфере высокотемпературной термообработки.

Нагревая графит до температуры 3000 °C, можно оптимизировать его свойства. Благодаря этому **термообработка графита приобретает всё большую популярность** во всем мире, открывая новые возможности использования этого материала. В частности, графит входит в состав композиционных материалов.

В **автомобильной промышленности** графит используется при изготовлении компонентов тормозной системы, тормозных колодок, фрикционных накладок диска сцепления, компонентов двигателя, компонентов фрикционных систем, механических уплотнений, а также в качестве замены стали и алюминия в составе несущих каркасов автомобилей.

Одна из самых передовых областей применения графита - **производство литий-ионных аккумуляторов** для ноутбуков, мобильных устройств, электроинструмента и электромобилей, а также щелочных аккумуляторов.

Менее известная широкой общественности, но ключевая для тяжелой промышленности сфера применения графита - производство алмазного инструмента / специализированной керамики, а также использование в качестве добавки к противокоррозионным покрытиям.

Напротив, об использовании графита высокой чистоты для производства **искусственных бриллиантов**, должно быть, слышали все. Графит меньшей чистоты используется для изготовления угольных электродов - ключевого компонента оборудования для **производства алюминия**.

Другие нестандартные, но широко известные области применения графита - производство тормозных дисков из композитных материалов для **болидов чемпионата Формула-1** или деталей из так называемого упрочненного углерода, используемых в качестве абляционной защиты и **крыльев космических шаттлов** от воздействия огромных температур при входе в атмосферу.



Рис. 1: Применение графита и углерода в сфере высоких технологий

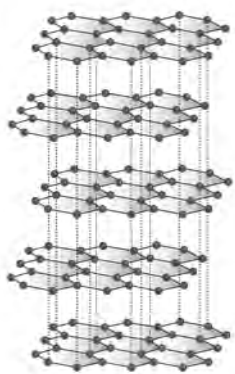


Рис. 2: Монослои графена в кристаллической решетке графита

Изменение свойств материалов при термообработке

Графитизацией называется изменение пространственной структуры атомов углерода с неупорядоченной или плохо упорядоченной на идеальную кристаллическую решетку (**чистый графит**). В идеале кристаллическая решетка графита должна состоять из множества монослоев, каждый из которых представляет собой отдельную супрамолекулу вещества, называемого графеном (см. рис. 2).

Процесс упорядочения пространственной структуры атомов углерода происходит при температуре 3000°C в инертной среде. В углеродной кристаллической решетке образуется множество небольших вкраплений графена, называемых базовыми структурными единицами. В процессе термообработки размер этих вкраплений увеличивается, пространственная ориентация монослоев выравнивается и в результате **формируются большие монослои графена** (см. рис. 3 и 4).

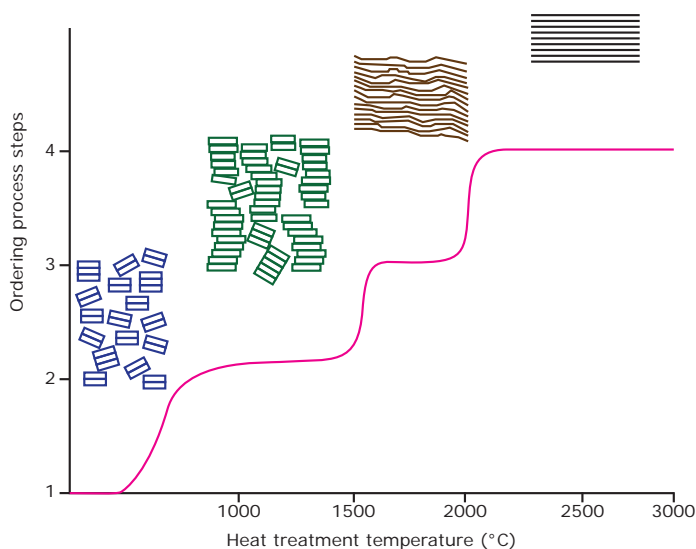
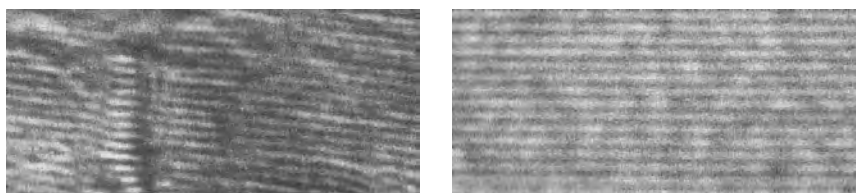


Рис. 3: Схема процесса графитизации с образованием базовых структурных единиц по мере увеличения температуры

Кристаллическая решетка атомов углерода, сформировавшаяся после карбонизации, очень плохо упорядочена, и такой материал не обладает нужными полезными свойствами. Для того чтобы атомы образовали пространственную структуру, близкую к идеальной (см. рис. 3), **необходимо воздействие высокой или сверхвысокой температуры - в последнем случае можно получить материал, обладающий свойствами идеального графена**. Точная температура, при которой образуется идеальный графен, пока еще предмет дискуссий.

Процесс графитизации начинается при температурах от 1900 до 2000°C, когда расстояние между слоями больше 3,42 Å (см. рис. 4). Чем более упорядочивается пространственная структура материала, тем меньше становится расстояние между слоями.

Рис. 4: Изображение, полученное с помощью электронного микроскопа: слева - слои графита до термообработки (неупорядоченная пространственная структура), справа - слои графита после термообработки при температуре до 2200°C (слои расположены почти идеально)



Печи Carbolite Gero с рабочей температурой до 3000°C позволяют выполнять термообработку графита, после которой его свойства максимально близки к идеальным, **материал обладает высокой гомогенностью, а результаты воспроизводимы**. Полученный материал можно использовать в качестве сырья для высокотехнологичных областей применения (см. выше).

Способы термообработки при температурах до 3000°C для осуществления процесса графитизации

По способу термообработки печи Carbolite Gero для графитизации разделяются на два типа. Первый способ - термообработка чистого углерода с минимальными инородными включениями, выполняемая в печах LHTG или НТК с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита (максимальная температура 3000°C).

Рис. 5: Печи Carbolite Gero для карбонизации и графитизации

Способ нагрева <small>(может потребоваться дополнительное оборудование)</small>	Диапазон рабочих температур и рабочая среда <small>(в т. ч. вакуум)</small>		
	до 1100°C	до 2200°C	до 3000°C
Камерные печи GLO с ретортой из сплава инконель и нагревательными элементами из сплава фехраль (CrFeAl)	N ₂ , Ar, H ₂ , вакуум, кислород или воздух		
Камерные печи НТК для термообработки в вакууме с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита	N ₂ , Ar, H ₂ , вакуум <small>(термообработка в среде кислорода/воздуха невозможна)</small>		Ar

К сожалению, нередко исходный материал содержит значительные примеси органического или неизвестного происхождения. В этом случае рекомендуется **предварительная карбонизация образца при низких температурах, выполняемая в печах GLO с неохлаждаемой ретортой (максимальная температура 1100°C)** в инертной среде. Очищенный таким образом образец пригоден для высокотемпературной термообработки (см. рис. 6 и 7).

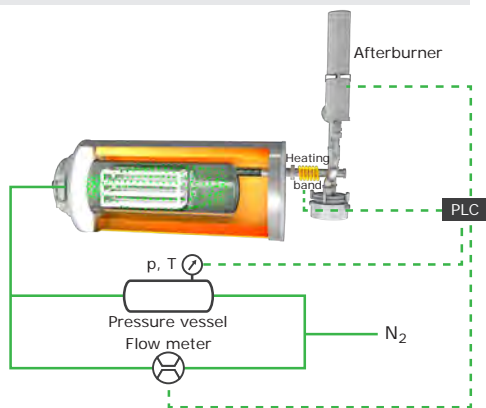


Рис. 6: Схема печи GLO (вид сбоку) с неохлаждаемым кожухом, оснащенной камерой дожигания для сжигания ЛОС и пиролиза при температуре до 1100°C



Рис. 7: Печь GLO 120/11 с камерой дожигания для сжигания ЛОС и пиролиза

После очистки в печи GLO при температуре до 1100°C, образец обрабатывается в печи для графитизации при температуре до 3000°C.

Если образец содержит лишь незначительные инородные включения, компания Carbolite Gero предлагает **специализированные печи НТК с охлаждаемой ретортой и дополнительной камерой дожигания**, в которых могут выполняться оба процесса - карбонизации и графитизации. Данные печи оснащаются ретортой и сложной системой управления рабочими газами для надежного отведения летучих соединений, образующихся при термообработке, в камеру дожигания.



Рис. 8: Схема реторты печи НТК с газовыпускным отверстием в нижней части

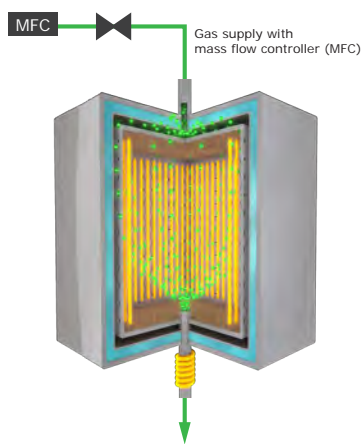


Рис. 10: Схема камерной печи НТК с охлаждаемым кожухом, ретортой, системой управления рабочими газами, подогреваемой линией отвода газов и камерой дожига

Первый этап термообработки - нагрев с низкой скоростью до 800°C с подачей инертного газа в реторту через небольшое газовпускное отверстие. Для отвода газов предусмотрено газовыпускное отверстие, расположенное в центре реторты. Все летучие соединения принудительно отводятся через это отверстие, при этом линия отвода газа имеет подогрев для предотвращения образования конденсата (см. рис. 8 и 10). **Таким образом, риск загрязнения материала в рабочей камере печи минимален и затраты на производство значительно снижены.**



Рис. 9: Печь НТК 25 GR/30 с максимальной температурой 3000°C, оснащенная камерой дожига

Летучие органические соединения отводятся в камеру дожига (см. рис. 9). Как правило, сжигание выполняется в контролируемой инертной среде при температуре ниже 800°C в несколько циклов для эффективного сжигания различных типов ЛОС. **По завершении процесса карбонизации печь автоматически нагревается до 3000°C (в зависимости от модели), и начинается процесс графитизации.** На рис. 12 показан стандартный процесс сжигания ЛОС при температуре ниже 800°C, выполняемый в несколько циклов, после которого выполняется графитизация при температуре до 2800°C с быстрым нагревом.

Передовые системы контроля температуры в диапазоне до 3000°C

Эффективный процесс графитизации (при высоких и низких температурах) невозможен без высокоточного контроля температуры. Однако, поскольку пирометры, предназначенные для измерения высоких температур, не отличаются точностью при низких температурах, а термопары, напротив, непригодны для работы при высоких температурах, КОМПАНИЯ CARBOLITE GERO использует подвижную термопару типа S (опция), расположенную в зоне нагрева печи, для измерений в диапазоне от комнатной температуры до 1200°C (см. значения, выделенные синим цветом, на рис. 12).

При температуре 1200°C подвижная термопара выводится из зоны нагрева, и далее ее функцию выполняет пирометр (см. значения, выделенные красным цветом, на рис. 12). Кроме этого, сравнивая показания пирометра и термопары, можно выполнять предварительную калибровку и проверку точности пирометра в общем для обоих приборов температурном диапазоне от 1000 до 1200°C.

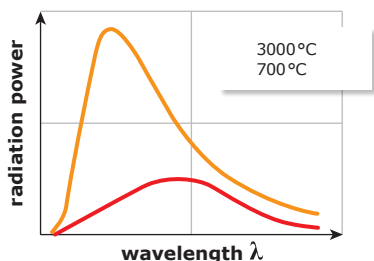


Рис. 11: Сравнение интенсивности теплоизлучения при температуре 700 и 3000°C внутри рабочей камеры печей Carbolite Gero (измерение с помощью пирометра)

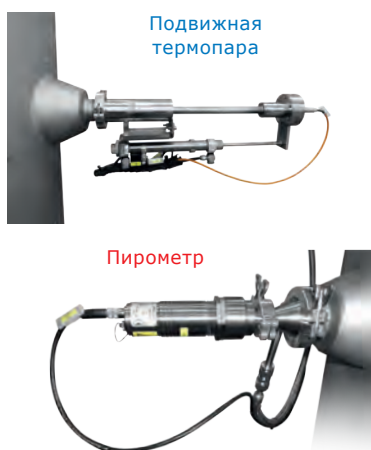
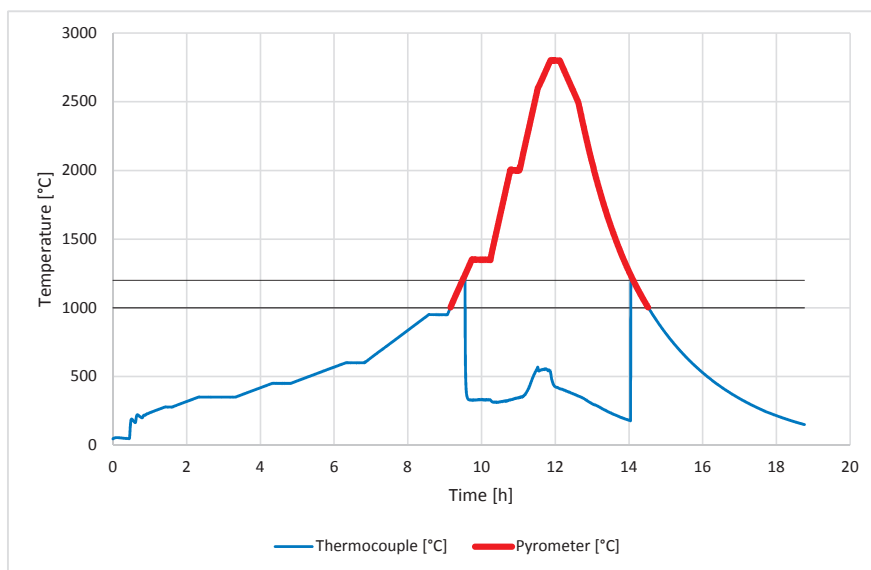


Рис. 12: Значения температуры, измеренные подвижной термопарой (синий) и пирометром (красный) в процессе графитизации при температуре до 2800°C. Одновременное измерение температуры обоими приборами (1000-1200°C).



После короткого периода удержания максимальной температуры 2800°C выполняется естественное охлаждение печи до температуры, когда можно будет открыть дверцу (ниже 200°C).

Не рекомендуется оставлять печь работать при температуре выше 2800°C на длительное время, так как в этом случае процесс графитизации протекает слишком быстро.

Высококачественные нагревательные элементы и теплоизоляционные панели обеспечивают высокую однородность температуры



Рис. 13: Схема зоны нагрева печи с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита (реторта с водяным охлаждением)

Для обеспечения максимальной эффективности графитизации все компоненты печи, вступающие в контакт с образцом, должны быть максимально чистыми. Нагревательные элементы и теплоизоляция в зоне нагрева всех печей **CARBOLITE GERO** изготавливаются из графита высокой степени чистоты.

Для обеспечения высокой механической прочности графитовых компонентов реторта печи, изготовленная из нержавеющей стали, имеет водяное охлаждение. Графитовые нагревательные элементы закрыты теплоизоляцией из высококачественного графитового войлока - такая схема обеспечивает максимально возможную однородность температуры (см. рис. 13 и 17). В качестве опции предлагается графитовая реторта, продлевающая срок службы нагревательных элементов, если при термообработке образца активно образуются летучие соединения (см. выше).

Печи LHTG с верхней загрузкой (см. рис. 14) оснащаются **кольцевым нагревательным элементом, зигзагообразно охватывающим всю боковую поверхность рабочей камеры.** Таким образом, образец равномерно нагревается со всех сторон, а сверху и снизу рабочей камеры предусмотрены герметичные уплотнения из графитового войлока.



Рис. 15: Кольцевой нагревательный элемент (вид сверху) печи LHTG, в центре пода печи расположено газовыпускное отверстие



Рис. 14: Печь LHTG с верхней загрузкой (максимальная температура 3000°C)

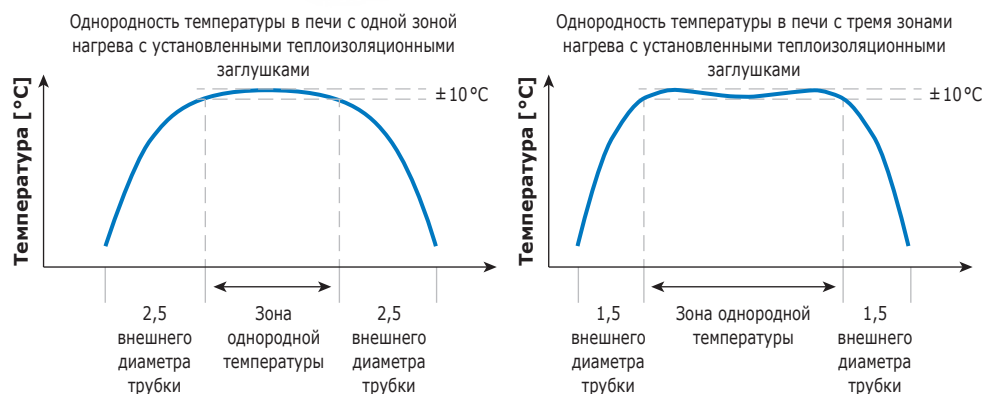


Рис. 16: Сравнение однородности температуры печей с одной и тремя зонами нагрева

Печи НТК компании Carbolite Gero с фронтальной загрузкой оснащаются нагревательными элементами в задней части рабочей камеры и на дверце. Для увеличения однородности температуры печи могут иметь три зоны нагрева (опция) (см. рис. 18). Каждая дополнительная зона нагрева имеет собственную термопару или пирометр. Как правило, передняя и задняя зоны нагрева имеют несколько большую температуру для достижения еще лучшей однородности (см. рис. 16).

- 1 рама
- 2 кожух с водяным охлаждением
- 3 нагревательная кассета
- 4 желоб для герметичного уплотнения
- 5 передняя дверца
- 6 графитовая теплоизоляция

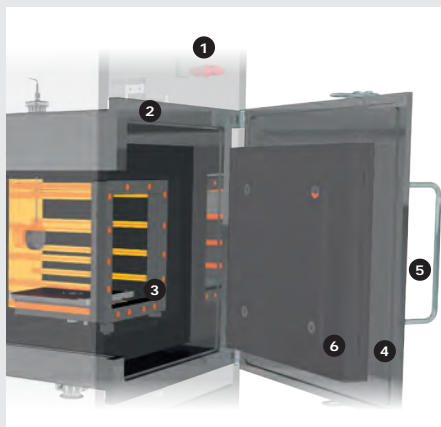


Рис. 17: Камерная НТК печь с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита (вид изнутри)



Рис. 18: Нагревательный элемент на дверце печи НТК

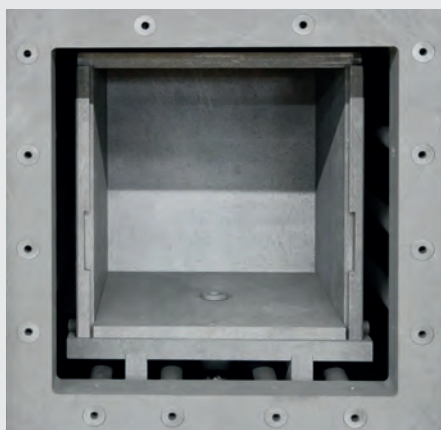


Рис. 19: Кольцевой нагревательный элемент печи НТК 8 (реторта открыта)

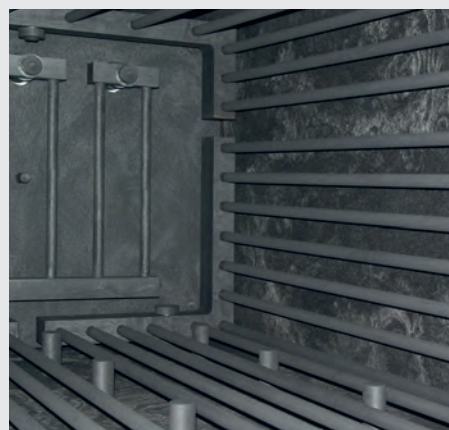


Рис. 20: Рабочая камера печи НТК 400, вид изнутри: кольцевой нагревательный элемент и графитовые опоры для установки реторты, облегчающие загрузку и разгрузку печи

Печи НТК с фронтальной загрузкой в стандартной комплектации оснащаются кольцевым нагревательным элементом, симметрично охватывающим все четырех стороны рабочей камеры (левую, правую, нижнюю и верхнюю). Для термообработки небольших образцов может быть предусмотрена одна зона нагрева вокруг образца. Однако если объем рабочей камеры печи достаточно большой, необходимы несколько зон нагрева (см. рис. 16).

Печи Carbolite Gero для термообработки в регулируемой газовой среде, при пониженном давлении и в вакууме

Компания Carbolite Gero предлагает печи для графитизации, подходящие для работы практически с любой рабочей средой. **Примечание: при температурах выше 2200 °С настоятельно рекомендуется работать только в среде аргона при атмосферном давлении.**

Основным требованием к термообработке в регулируемой среде является обеспечение чистоты инертных (N_2 или аргон) или активных газов (например, H_2 , CO , CO_2 и др. под заказ), подаваемых в рабочую камеру (см. рис. 21).

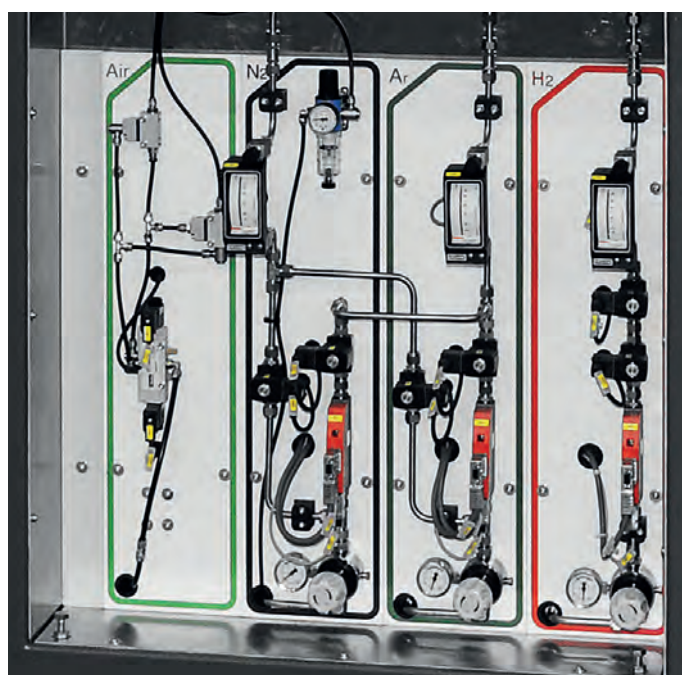


Рис. 21: Полностью автоматическая система управления рабочими газами с регулятором массового расхода, устанавливаемая на печи Carbolite Gero с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита. Работа в воздушной среде возможна только при использовании пневматических клапанов

Сначала выполняется продувка рабочей камеры при небольшом избыточном давлении, после чего давление снова сбрасывается до атмосферного. Перед началом термообработки выполняется вакуумирование рабочей камеры с помощью вакуумного насоса. затем выполняется продувка инертным газом для обеспечения максимальной чистоты рабочей среды. Чтобы сменить рабочую среду, можно просто подать в рабочую камеру инертный газ без необходимости вакуумирования. Это особенно удобно для трубчатых печей. Однако для печей с нагревательными элементами и теплоизоляцией из графита вакуумирование обязательно.

Основное требование к термообработке при пониженном давлении: необходимо поддерживать заданный расход и давление инертного газа (см. рис. 22).

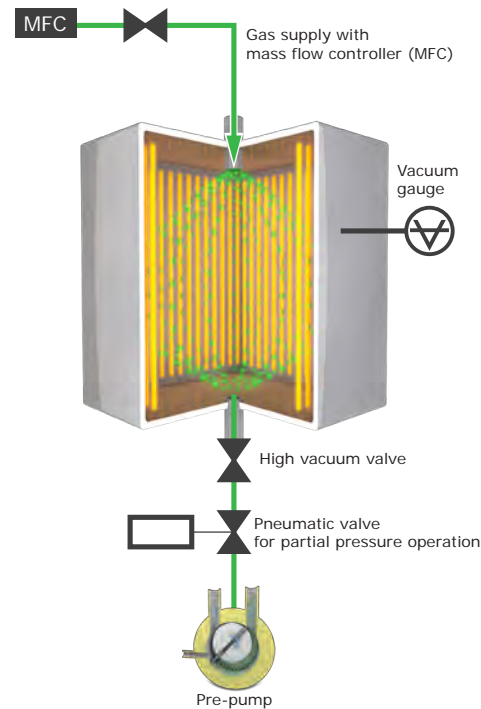


Рис. 22: Схема оборудования для подачи рабочих газов при пониженном давлении с полностью автоматическим управлением от ПЛК

Нужный расход и давление инертного газа, поддерживаемые регулятором массового расхода, задаются с помощью рабочих программ. Высокоточный пневматический клапан с индикатором состояния (перед вакуумным насосом) автоматически открывается и закрывается, поддерживая заданное пониженное давление в рабочей камере. **Рабочий диапазон давления: 10-1000 мбар** (см. рис. 23). Как правило, для создания пониженного давления инертного газа используются одноступенчатые или двухступенчатые роторно-лопастные насосы.

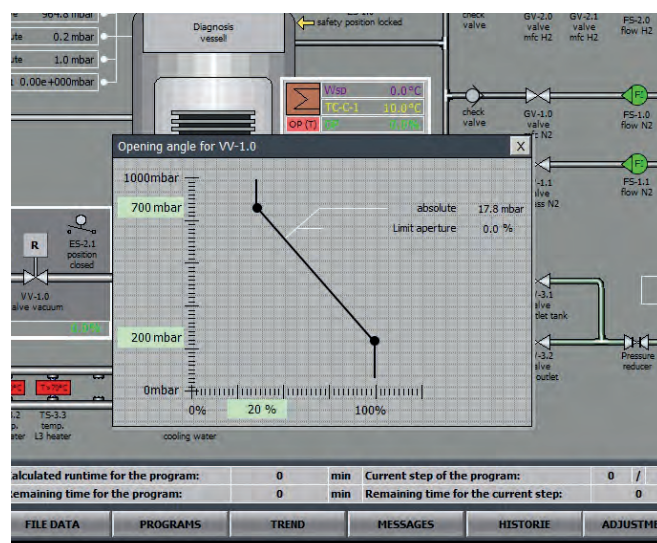


Рис. 23: С помощью программ, загружаемых в ПЛК, можно управлять открытием/закрытием пневматического шарового клапана и регулятором массового расхода, поддерживая заданное пониженное давление в рабочей камере

В зависимости от требуемого конечного давления могут использоваться различные **вакуумные насосы (опция)**. Требования к давлению установлены стандартом PNEUROP. На примерах, рассматриваемых в стандарте, давление измерялось со стороны закрытого фланца насоса. Однако при подключении насоса к оборудованию, например печи, ситуация меняется. Необходимое рабочее давление, достигаемое по прошествии определенного времени, зависит от ряда факторов: скорости утечки рабочей камеры, интенсивности десорбции внутренних поверхностей, высвобождения летучих соединений при термообработке. Компания CARBOLITE GERO измеряет и устанавливает требования к скорости утечки рабочей камеры своих печей. Все используемые уплотнения отличаются минимальной интенсивностью десорбции. Все компоненты оборудования для вакуумирования проходят тщательную очистку перед сборкой. Единственными факторами, которые крайне трудно контролировать, остаются высвобождение летучих соединений при термообработке образца, стерильность рабочих условий и влажность окружающего воздуха.

Оборудование для вакуумирования, разработанное компанией CARBOLITE GERO, обеспечивает поддержание вакуума в течение длительного времени в чистой, холодной, сухой и пустой рабочей камере. При соблюдении этих условий гарантируются заявленные характеристики любого вакуумного насоса, указанного выше. Печи для термообработки в высоком вакууме должны всегда продуваться инертным газом. Время воздействия на компоненты рабочей камеры печи окружающего воздуха, то есть время, когда печь остается открытой, должно быть по возможности минимальным.

Заключение

Рассмотренный ассортимент оборудования ПОЗВОЛЯЕТ ПО ПРАВУ НАЗВАТЬ КОМПАНИЮ CARBOLITE GERO ведущим поставщиком решений для графитизации при температурах до 3000 °С. Используемые материалы и конструкция печей, а также более 30 лет опыта в сфере высокотемпературной термообработки - залог успеха любого проекта наших заказчиков.

По вопросам специализированного оборудования обратитесь к специалистам нашей компании.

Краткое описание печей для графитизации при температуре до 3000 °С.

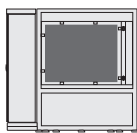


ПЕЧИ CARBOLITE GERO ДЛЯ ГРАФИТИЗАЦИИ ПРИ ТЕМПЕРАТУРЕ ДО 3000°C

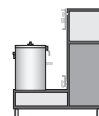


Модель

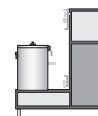
Печи для графитизации



HTK 80 GR/30-1G



LHTG 100-200/30-1G



LHTG 200-300/30-1G

Габаритные размеры

В x Ш x Г [мм]

2500 x 2400 x 2500

1800 x 1600 x 1000

1800 x 1600 x 1000

Вес с упаковкой

Вес всей системы [кг]

4000

1000

1500

Полезный объем

Объем [л]

80

1.5

9.4

ВхШхГ, полезный объем без реторты [мм]

400 x 400 x 500

–

–

Ø x В, полезный объем без реторты [мм]

–

100 x 200

200 x 300

ВхШхГ, полезный объем с ретортой [мм]

380 x 380 x 480

–

–

Ø x В, полезный объем с ретортой [мм]

90 x 200

180 x 300

Рабочая температура

Тмакс, вакуум [°C]

2200

2200

2200

Тмакс, атмосферное давление [°C]

3000

3000

3000

ΔТ, от 500 до 2200°C [K] (в соответствии с DIN 17052)

± 10

± 10

± 10

Макс. скорость нагрева (K/мин)

10

20

20

Время охлаждения [ч]

8

5

7

Характеристики питания

Потребляемая мощность [кВт]

250

40

85

Напряжение [В]

400 (3P)

400 (3P)

400 (3P)

Ток [А]

3 x 362

3 x 310

3 x 85

Плавкие предохранители, установленные последовательно [А]

3 x 400

3 x 125

3 x 100

Вакуум (опция)

Скорость утечки (чистая, холодная, пустая камера) [мбар л/с]

$< 5 \times 10^{-3}$

Уровень вакуума, в зависимости от насоса

низкий или средний вакуум

Охлаждающая вода

Расход [л/мин]

200

30

75

Макс. температура на входе (°C)

23

23

23

Расход подаваемого газа

Азот или аргон, другие газы доступны по запросу [л/ч]

200–2000

50–500

50–500

Контроллер

Ручное управление

Контроллеры Eurotherm с панелью оператора KP 300

Автоматическое управление

Siemens