

Электрически обогреваемые печи для работы в среде защитного газа и вакуума

Авторы: Р. Вайтц, д-р. П. Вюббен, Б. Гайс, В. Мюллер

В этой статье описаны виды печей для термообработки материалов в среде защитного газа и вакуума. В начале дается краткое описание об основе использования защитного газа и вакуума. Отдельные виды печей представлены в блок-схемах и с помощью самых важных областей применения. Также упоминаются необходимые системы безопасности для работы с горючими и ядовитыми газами.

Большинство термообработок, все еще, проводят на воздухе, например, дисперсионное твердение алюминия, закалка и отпуск большинства сталей или спекание многих оксидных керамик.

Обычный воздух содержит 78 % азота, 21 % кислорода и 1 % аргона. Наряду с этим, встречается еще газ, содержащийся в малых количествах, например, углекислый газ. Часто забывается о большом содержании водяного пара. Так, например, 1 м³ воздуха при 30 °С и абсолютной насыщенности содержит в тропическом климате более 30 гр. влажности, что соответствует примерно 3 процентам по массе. Водяной пар, прежде всего, при высоких температурах всегда оказывает окисляющее действие и его доля в защитных газах является решающей. Указание влажности, чаще всего, осуществляется за счет температуры конденсации, т.е температура в градусах °С, до которой следует охладить газ, пока сконденсируется вода. Этот процесс можно сравнить с образованием росы в природе днем или вечером. Другое, чаще всего, используемое в диаграммах изображение является логарифмическим соотношением H_2O/H_2 . Оба показателя можно беспрепятственно преобразовать.

Для того, чтобы плавить металлы из руды, уже около 6000 лет тому назад, а именно сначала медного века, люди начали использовать защитный газ. При этом, на протяжении тысячелетий главными «действующими лицами» остались углерод и руда. Атмосфера защитного газа образуется в результате неполного сгорания углерода в оксиде углерода. Он восстанавливает руду, согласно уравнению $CO + MeO_x = Me + CO_2$ в металл.

Современные области применения, например, как паяние без применения флюса, спекание металлокерамических деталей, карбида кремния и керамики нитрида кремния, а также для производства графита необходима бескислородная атмосфера защитного газа. Для специальных методов при термообработке стали (н-р, при азотировании или нитроцементации) применяют реактивные газы, как аммиак. Переход от защитного и реактивного газа является плавным и определяется температурой и обрабатываемым материалом.

Однако, существуют незначительные отличия между горючими, взрывоопасными и негорючими или нейтральными газами и горючими смесями. Наряду с этим, в некоторых специальных областях применения, применяют углекислый газ или защитную атмосферу, которые по сравнению с воздухом имеют ослабленное окисляющее воздействие.

Основной причиной применения защитных газов является уменьшение или избежание ненужных оксидных слоев, которые затрудняют или делают невозможным пайку или спекание соединения металлов. Они должны также предотвращать, например, горение

материала при производстве пиролиза графита. Специально при спекании небольших размеров зерен исходного материала и, тем самым, большей специфической поверхности, означало бы в кислородосодержащей атмосфере абсолютное преобразование оксида.

Какая будет использована защитная атмосфера и при какой чистоте, зависит от желаемого эффекта и материала. Решающим при этом является стабильность соответствующего оксида или его химическое сродство к водороду или оксиду углерода, являющихся самыми важными восстановительными газами. В обоих случаях равновесие реакции смешивается с повышающейся температурой на стороне металла. Материалы, как хром или кремний, при комнатной температуре в технически выполнимых атмосферах всегда покрыты оксидным слоем. Оксид хрома даже при 900 °С в водороде с температурой конденсации – 80 °С, все еще, является стабильным, однако, при температуре 1200 °С он восстанавливается в водороде с температурой конденсации – 50 °С в хром. Самая простая форма печи с защитной газовой атмосферой заключается в том, чтобы традиционную печь дополнительно продувать желаемым газом. В зависимости от затрат для дополнительной изоляции, например, в области двери или корпуса, даже с помощью не слишком чувствительных материалов можно достигнуть эффективные результаты, например, при закалке стали. Однако, следует рассчитывать на остаточное содержание кислорода в однозначном процентном соотношении и относительно высокое потребление защитного газа, для того получить в печи незначительное избыточное давление. С точки зрения технической безопасности возможен запрет на использование ядовитых и горючих газов.

Фактическими печами с защитной газовой атмосферой являются, в принципе, печи двух конструктивных исполнений: печь с обогреваемыми и холодными стенками. Что касается второй печи, то следует различать между классической формой экранных листов или графитом, волокнистой изоляцией или изоляцией кирпичом. Все виды конструктивного исполнения можно также комбинировать в зависимости от случая необходимости.

А. Технологии для печей

1. Принцип обогреваемой стены

В камерной печи используют инертнонепроницаемую и вакуумплотную реторту (муфель). Изоляция и нагревательные элементы расположены за пределами реторты, т.е. они не подвержены атмосфере защитного газа (Рис.1-3). Для нагревательных элементов и изоляции можно использовать те же материалы, которые также используют для соответствующего диапазона температуры на воздухе.

Печь с обогреваемыми стенками, печь с защитной газовой атмосферой / вакуумная печь

Isolation
Heizelemente
Gasdichte Kammer

Рис.1 Печь с обогреваемыми стенами для работы в среде защитного газа и вакуума



Рис. 2 Печь с защитной газовой атмосферой типа KS- S 160 со стойкой и двойной дверью для режима рециркуляции до 950 °С или высокотемпературного режима до 1150 °С.



Рис. 3 Печь с защитной газовой атмосферой, изолированная волокном типа KF-240S до 1200 °С для установок высокой чистоты. Режим работы в водороде и обратное охлаждение газа за счет газового/водного теплообменника для быстрого охлаждения. Восстановление и спекание гранулятов благородного металла.

Реторта

Реторта может быть цилиндровой или прямоугольной и состоять из металла, кварцевого стекла или керамики. Для кварца и керамики больших размеров лишь цилиндрические формы (реторта) являются практичными. Цена, специально для больших размеров, по сравнению с металлом очень высокая.

Основная область применения для керамики является высокотемпературный диапазон выше 1200 °С, для кварца при сверхчистых процессах до 1150 °С, например, в полупроводниковой промышленности.

Недостатками керамики является чувствительность к тепловому удару газоплотных качеств (максимальная скорость нагрева составляет в зависимости от качества, размера, толщины стены и температурного диапазона 120 К/ч и 400 К/ч) и ограниченное наличие больших размеров.

При температурах выше 1550 °С керамика больше не является механически формоустойчивой и вакуумплотной. Реторты из монокристаллического сапфира оксида алюминия до 1850 °С являются вакуумплотными, но в настоящее время возможна поставка реторт лишь со следующими размерами (диаметр максимально до 40 мм, длина 1 м).

Кварц, в аморфном стеклообразном состоянии, наоборот располагает превосходной термической переменной прочностью, но при температуре выше 1050 °С склонен к рекристаллизации, которая при коротком или длительном охлаждении приводит к разрушению. Для того чтобы по возможности достичь длительный срок службы, следует обратить внимание на тщательную чистоту во время изготовления и работы установки (использование хлопчатобумажных перчаток). Кварц можно использовать практически до 1350 °С без деформации, но в этом случае его следует постоянно удерживать при температуре выше 300 °С.

Кристаллизация в виде β-кристоболита образуется на поверхности и, оказывает непосредственное влияние, например, на водяной пар. При температурах < 275 °С кубическая β-форма преобразуется в четырехугольную кристаллическую структуру с незначительной плотностью, что может привести к откалыванию и образованию трещин. В результате регулярного «травления» фторовой и фосфорной кислотами можно избежать «откристаллизацию». Однако, во время каждой обработки уменьшают толщину материала.

В опакном материале, изготовленном благодаря спеканию, эта проблема проявляется лишь в незначительной степени. Изделие из плавленного кварца, как правило, имеет больше примесей. Возможно изготовление реторты лишь определенных размеров. В настоящее время можно приобрести промышленным способом реторты следующих размеров: диаметром до 570 мм из плавленного кварца и диаметром 1000 мм из плавленного кварца длиной до 4 м.

Металл является самым распространенным материалом для реторты защитного газа. Используемое качество легирующих материалов должно соответствовать применяемой температуре и процессу. В основном, используют аустенитные стали, например, как 1.4541, с режимом работы до 850 °С, 1.4841 до 1100 °С, инконель в качестве сварочной конструкции до 1150 °С, жидкий металл до 1250 °С, АРМ™ (только в качестве реторты) до 1300 °С.

Для использования при максимальной температуре преимущество отдается цилиндрическим формам, так как в результате этого образуется незначительное напряжение. Также в результате того, что гарантируется лучшее распределение давления в вакуумном режиме. В зависимости от размера и затрат (толщины материала, гофрированной формы) можно изготавливать вакуумные печи с применением конструкций обогреваемых стенок до 1100 °С. При этом следует обратить внимание на то, что прочность всех распространенных металлических материалов значительно понижается при температуре от 500 до 800 °С. При определенных обстоятельствах, можно использовать в печи опорный вакуум в размере от 80 до 90 % вакуума реторты. Как правило, выпуск газа в камеру осуществляется благодаря реторте с множеством отверстий. В результате этого газ равномерно распределяется в камере печи. Во время, большого газового потока, например, если он необходим для испытания катализаторов или компонентов топливного элемента, выпускную трубу наращивают в форме меандра. В этом случае, её применяют для предварительного нагрева газа.

Дверь

Особое внимание следует уделить конструкции двери.

Область уплотнения двери из-за используемого уплотняющего материала, в большинстве случаев, это силикон и вайкон (максимально 280 °С) должны находиться в холодном состоянии и поэтому, согласно своей конструкции она соответствует скорее печи с холодными стенками. Область двери является слабым звеном конструкции. Потери, как правило, необогреваемой стороны двери должны по возможности быть незначительными, а также переход температуры от уплотнения к внутренней части печи не должен быть обрывистым. Идеальным решением является небольшая, очень низкая дверь. В классической трубчатой печи это является действительностью, однако, загрузка и разгрузка является сложной и возможна с использованием небольших деталей. Предполагаемым решением является толстая изолирующая набивка в двери, в результате за счет высоких градиентов температуры наступает поломка керамических труб и искривление или трещины металлических муфелей. Идеальным решением являются экраны вплоть до горячего режима, которые обеспечивают умеренные перепады температуры в материале муфеля и последующую изолирующую набивку для падения избыточной температуры, и горизонтально выводимый муфельный венец, который благодаря теплопроводности муфельного материала обусловлено сокращает напряжение. Тем не менее, возможно охлаждение водой поверхностей уплотнения при температурах печи выше 400 °С. В некоторых специальных случаях (например, газовые реакторы) возможно применение металлических уплотнений в горячих режимах. Однако, их можно использовать всего

лишь один раз или использовать вторично с большими затратами. По-прежнему, следует обращать внимание на проблему конденсации в холодной части двери. Охлаждение уплотнения двери с помощью термостата, находящейся под давлением воды ($T < 130\text{ }^{\circ}\text{C}$) или теплоносущее масло ($< 220\text{ }^{\circ}\text{C}$) в качестве флюида помогает уменьшить или полностью избежать конденсацию.

Нагревательные элементы

Выбор нагревателей для печей с обогреваемыми стенками является скорее неproblemатичным. Как уже было упомянуто, используют тот же материал, что и для печи с воздухом. Не следует учитывать химические реакции с применением защитного газа. В трубчатых печах с максимальной температурой $> 1350\text{ }^{\circ}\text{C}$ используют молибденовые двухкремнистые нагреватели (MoSi_2) до $1850\text{ }^{\circ}\text{C}$, иначе нагреватель из FeCrAl , как Kanthal A1TM ($1400\text{ }^{\circ}\text{C}$) или APMTM ($1420\text{ }^{\circ}\text{C}$). Простым правилом для всех печей является то, что максимально достигаемая температура печи ок. $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ должна быть ниже максимальной температуры нагревательного элемента, для того чтобы достичь «достойный» срок службы. Максимальная температура в муфеле защитного газа составляет ок. $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ вплоть до максимальной температуры $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ ниже температуры печи.

Изоляция

Не существует идеальной изоляции для печи с защитной газовой атмосферой. С одной стороны, потери тепла при нагреве и времени выдержки по возможности должны быть незначительными, чтобы сэкономить энергию, и для того чтобы величина потребляемой мощности была незначительной, а с другой стороны, материал садки, в большинстве случаев, должен быстро охлаждаться, в общем, за короткое время потерять накопленную энергию.

Первое требование идеально осуществляется с помощью изоляции из керамических волокон или микроскопического материала. Оба материала имеют очень незначительную теплопроводность и способность аккумулировать тепло. Способность аккумулировать тепло также способствует быстрому охлаждению, однако, это охлаждение блокирует хорошее изоляционное влияние. Цена на волокнистую изоляцию для температуры выше $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$ относительно высока. Поэтому размещение теплоизоляции в печах с обогреваемыми стенками всегда является «шпагатом» между потреблением энергии, продолжительностью цикла и ценой на печь. Решающим в конечном итоге является безопасность процесса, которая задает границы, в пределах которых печь может экономически оптимально работать.

Хорошим компромиссом является комбинированная изоляция из огнеупорных легковесных кирпичей с тыловой изоляцией из волокнистого или микропористого материала. Дополнительно с помощью компрессора может подаваться холодный свежий воздух через распределительное устройство в область между изоляцией и муфель защитного газа и, таким образом, печь охлаждается активно. Дорогостоящая, но очень эффективная возможность циркулировать и повторно охлаждать атмосферу печи с помощью компрессора с боковым каналом за счет внешнего теплообменника воды и газа.

При этом, компрессор или компрессор с боковым каналом можно регулировать с помощью зависящего от температуры частотного преобразователя. Полученное время охлаждения зависит от начальной температуры, садки (веса, специального тепла) и потребляемой температуры. Чаще всего, оно находится в диапазоне от 1 до 10 ч.

Еще более эффективное охлаждение достигается за счет извлечения муфеля защитного газа из печи, и его размещение в системе охлаждения, например, в колпаковой печи.

Распределение температуры

Распределение и однородность температуры определяется геометрией, радиационными условиями, конвекцией или теплопроводностью газа.

В печах с обогреваемыми стенками, как правило, предпочтение отдается низкой конструкции. Чаще всего, нагрев осуществляется по 4 или 5 сторонам. В ненагрываемой двери наблюдается резкий перепад температуры, который достигает объема печи, и увеличивается от поверхности двери.

Теплопроводность в газу (вплоть до водорода/гелия), чаще всего, остается без внимания. Главными «действующими лицами» являются конвекция и излучение. Во время естественной конвекции она является определенным фактором примерно до 200 °С, затем излучение уступает теплообмену. Если усиленная конвекция принудительно образуется за счет газового вентилятора в системе рециркуляции, то она остается определенной примерно до 400 °С, а до 800 °С значительно эффективной. Тем временем, излучение «господствует» над теплообменом и температурой. Если необходимо точное распределение температуры по большому объему, то при температуре до 400 °С следует использовать циркуляцию газа, выше 800 °С целесообразен многозонный нагрев между 400 °С и 800 °С, но лучше всего использовать два варианта. Циркуляцию газа можно применять до 900 °С. Если в зависимости от процесса необходима эксплуатация при максимальной температуре до 1050 °С; (например, удаление вяжущего при 300 °С и предварительное спекание при 1100 °С) с хорошим распределением температуры, или регулировать в сторону уменьшения вентилятор газового теплоносителя с помощью специального вентилятора до минимального числа оборотов, например, 1/сек., чтобы не быть разрушенным. Однако, необходимо вращение колеса вентилятора, так как приводной вал может деформироваться.

При многозонном нагреве используют 2 или 3 регулируемых объекта, которые распределены по всей длине печи (область двери, средняя часть, задняя стена). Благодаря описанным методам можно достичь отклонение температуры от +/-3 до +/-7 К по всему объему печи. В результате более крупных затрат, например, нагрева с шести сторон и возможности балансировки для зон нагрева, для специальных областей применения также возможна более высокая точность. Однако, чаще всего, проще ограничить используемый объем печи по отношению к размеру муфеля, чтобы достичь хорошее распределение температуры.

Управление и регулирование

Размещение установки управления и регулирования, в основном, размещение термоэлементов требует в печах с обогреваемыми стенками некоторые предварительные соображения, которые должны принять во внимание режим температуры и времени процесса. В стандартных областях применения фирмы LINN HIGH THERM использует программный регулятор SE-402 фирмы Stange (Рис.4), который отличается своим простым управлением. Программный регулятор типа SE-402 имеет память для 25 программ до 50 шагов. К устройству напрямую подключают термоэлементы, которые затем могут быть использованы для точного регулирования или записи данных. С помощью одного ПК с установленной системой управления производственным процессом можно через программный интерфейс RS 422 управлять регулятором. Таким образом, все значащие данные можно архивировать и производить дополнительную обработку на ПК.



Рис.4 Программный регулятор SE-402

Практичным решением является точка измерения, которая находится в заваренной трубе камеры защитного газа. В результате этого ее можно легко заменить снаружи и она также не подвергается атмосфере в печи. Это является важным при использовании PtRh термоэлементов в режиме работы с водородом. Этот элемент подводится к регулятору.

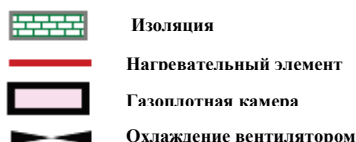
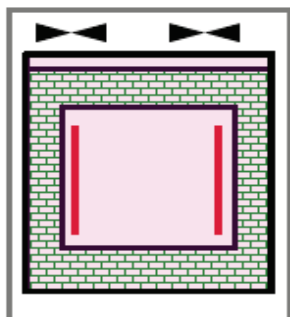
Предохранительный регулятор контролирует температуру в промежуточном пространстве от нагревателя к камере защитного газа. В результате этого, гарантируется то, что быстрый нагрев и высокая масса садки не приведут к перегреву (перебегу печи) и, тем самым, к разрушению муфеля защитного газа.

Дополнительный гибкий буксирный элемент в печном пространстве, который подводят к индикатору и /или самопишущему термометру, во многих случаях является целесообразным, так как он может измерять и регистрировать действительную температуру на садке.

Если термоэлемент размещен в камере, то он при вводе в эксплуатацию более или менее реагирует инертно, в зависимости от садки и муфеля. Особенно быстрый нагрев и время выдержки при низких температурах могут привести к „захлёсту“ печи. Сначала тепло должно проникнуть через муфель и достичь термоэлемента; в это время нагрев продолжается с полной мощностью, что может привести к перегреву печной установки. Не смотря на отключение нагрева температура в камера поднимается и дальше, этот эффект можно избежать в результате медленного ввода в эксплуатацию и выбора подходящего ПИД параметра регулирования. Размещение термоэлемента за пределами камеры приводит к линейному нагреву без отклонения от установленного значения, однако, для начала необходимо опытным путем вычислить на сколько большой будет разница между печью и камерой защитного газа в соответствующем температурном диапазоне. Эту проблему можно решить с помощью современных разностных регуляторов, если внутренний элемент является направляющей, а элемент снаружи является регулирующей переменной в установленном несовпадении.

2. Принцип холодной стенки

Изолированная волокном



Экран

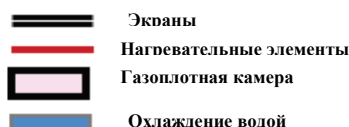
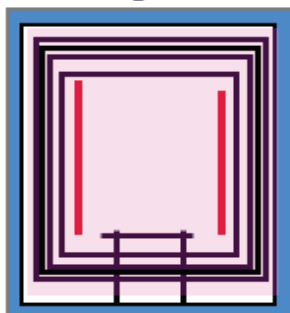


Рис. 5 Конструкция печей с холодными стенками с волокнистой изоляцией или экранами

В печах с холодными стенками нагреватель и изоляция находятся в газоплотной / вакуумплотной камере (Рис.5). Это значит, что уплотняющая стенка камеры не имеет температуру печного пространства. К материалу относительно жаропрочности и термостойкости не ставят особые требования, однако, чаще всего, используют нержавеющую сталь, чтобы избежать коррозию и печи могли работать при избыточном давлении, поэтому прибегают к этой технологии. Печи высокого давления для спекания (Рис.6) используют для производства беспористых металлокерамических деталей и керамики. При разработке высокотемпературных сверхпроводников и термообработке рубинов для улучшения цвета работают в кислородной атмосфере с давлением в размере 1000 бар. При необходимости, например, для печей высокого вакуума или для избежания заражения в ядерной области материал можно дополнительно полировать электрически.

В отличие от этого изоляция и нагревательный элемент подвергаются атмосфере в печи и температуре и на это следует обратить внимание при выборе материала, и может в зависимости от вида садки и процесса термообработки привести к различным схемам печи.



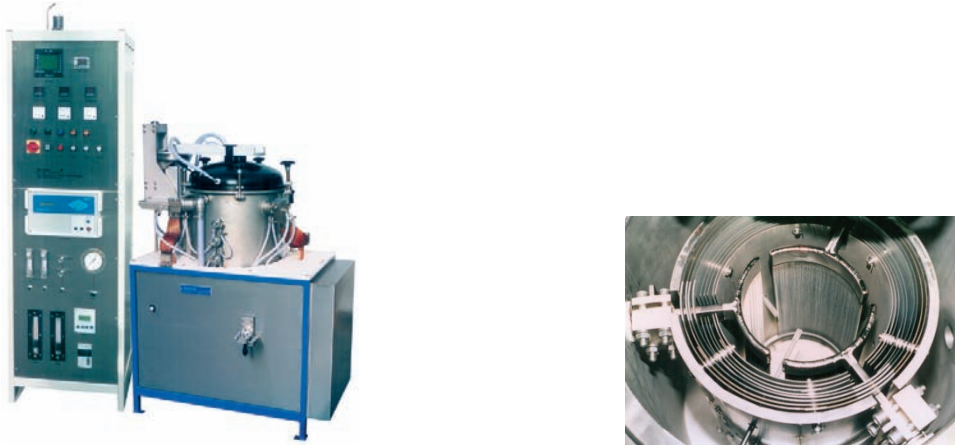
Рис. 6 Печь высокого давления до 1000 °С с максимальным режимом работы кислорода до 100 бар.
Нагрев дисилицидом молибдена для
разработки высокотемпературных сверхпроводников

Материалы нагревательных элементов

Общепринятыми материалами нагревательных элементов для печей с защитной газовой атмосферой, также как и в случае с печами с обогреваемыми стенками являются сплавы на основе железа, хрома и алюминия, дисилицид молибдена, молибден, вольфрам и графит. В исключительных случаях в связи с химическим поведением также применяют танталовые нагреватели. Максимальные температуры применения в различных газах указаны в нижестоящей таблице. Для комбинированного режима работы с защитным газом и воздухом подходят лишь сплавы на основе FeCrAl и MoSi₂. Классическое производство печей с холодными стенками с экранами из подобного материала, как и нагреватели, не может быть реализовано с применением MoSi₂, так как тонкостенные листы изготавливают из MoSi₂.

Atmosphere	Chem. formula	APM (A1) FeCrAl	Kanthal Super 1700/1800/1900	Molybden Mo	Tungsten W	Graphit C
air	N ₂ ,O ₂ ,Ar	1400 °C	1700/1800/1850°C	400°C	500°C	400°C
oxigen	O ₂	1300 °C	1700/1800/1850°C	<400°C	<500°C	<400°C
nitrogen	N ₂	1200 °C	1600/1700/1800°C	~ 1480°C	~ 1480°C	1700°C
argon	Ar	1400 °C	1600/1700/1800°C	2000°C	3000°C	3000°C
amonia	NH ₃	1200 °C	<1400°C	1100°C	<1480°C	<1700°C
Hydrogene dry Dew point -60°C	H ₂	1400 °C	1150/1150/1150°C	1800°C DP< -28°C	3000°C	1700°C (2400°C)
Hydrogen wet Dew point +20°C	H ₂	1400 °C	1450/1450/1450°C	<1400°C	<1350°C	
water vapor	H ₂ O	1200 °C	1600/1700/1800°C	700	700°C	
Exogas 10%CO ₂ , 5%CO,15%H ₂		1150 °C	1600/1700/1700°C	<1200°C (CO ₂)	900°C	
Endogas 40%H ₂ ,20%CO		1050 °C	1400/1450/1450°C	<1400°C (CO)	900°C	2500°C
Vacuum < 10-3mbar		1150 °C	1150/1150/1150°C s.Dia	1500°C	2200°C	2200°C

Таблица. 1 Максимальная температура нагревательных элементов



*Рис. 7 Печь с холодными стенками типа KKV-140/270/2000 до 2200 °С.
Вертикальное положение с сетчатым вольфрамовым нагревателем, турбовакуумная установка до 10⁻⁵ мбар, барботер и устройства сжигания в факеле для режима работы в водороде*

2а. Печи с экранной изоляцией

Печи с холодными стенками с экранами (Рис.7) применяют в качестве высоковакуумных печей до 10⁻⁷ мбар, вакуумных термических печей с быстрой газовой закалкой, для термообработки и спекания чувствительных сплавов, например, с содержанием ниобия или хрома, а также для активной пайки.

Камера печи

Камера печи состоит из нержавеющей стали и, чаще всего, она требует охлаждения водой. Она может быть исполнена в качестве двойной рубашки или наваренного охлаждающего змеевика. В двойной рубашке необходимо обратить внимание на то, чтобы была гарантирована направленная подача воды и, чтобы не образовывались участки затененной зоны потока или мертвого пространства, в которых могут образовываться газовые пузыри. В основном, газовые пузыри в результате перегрева могут привести к разрушению емкости. При использовании охлаждающего змеевика следует обратить внимание на достаточный теплообмен и абсолютное охлаждение всей емкости, прежде всего, в области двери.

Измерение и регулировка температуры

Измерение максимально до 2100 °С может осуществляться с помощью термоэлементов на основе вольфрама и рения.

При высоких температурах используют пирометр. Комбинация этих обоих методов является целесообразной. С помощью термоэлемента можно точно регулировать нижний температурный диапазон. Простые пирометры начинают работать примерно от 800 °С. В перекрывающем участке термоэлементов и области измерения пирометром можно контролировать позиционирование пирометра (фактор эмиссии, геометрическое расположение). При более высоких температурах термоэлемент выводится в изоляцию. Настоятельно рекомендуется установить тепловое реле с дополнительными пирометрами.

Изоляция

Плохая эффективность радиационной защиты приводит к высокому потреблению энергии. Для печи с сетчатым вольфрамовым нагревателем с диаметром 200 мм и высотой 350 мм, температурой до 2000 °С и 5 экранами необходима общая потребляемая мощность в размере ок. 36 кВт, в вакуумном режиме работы, в аргоне следует рассчитывать на более высокую мощность примерно на 6 %, в азоте примерно на 8 % и для работы в среде водорода примерно на 50 %.

Количество экранов адаптировано максимальной температуре печи. Обычно это от 6 до 9 экранов в диапазоне температуры от 1600 до 2800 °С.

Потери в вакууме с небольшим экранным интервалом можно приблизительно рассчитать с помощью следующей формулы

$$\frac{E}{\sigma T_p^4 - T_a^4} = \frac{1}{\epsilon_n}$$

E :	потери	[Вт/м ²]
	постоянная Больцмана	[5,67x10 ⁻⁸ Вт/м ²]
T_p :	температура печи	[К]
T_a :	температура корпуса	[К]
n :	число экранов из листового металла	
ϵ_n :	фактор эмиссии нагреватель; ϵ_a : фактор эмиссии корпус, ϵ_s : фактор эмиссии экран	

В чистых вакуумных печах расстояние отдельных экранов из листового металла может быть очень незначительным, в газовых атмосферах можно оптимизировать изоляционное воздействие с помощью изменения расстояний, снаружи оно увеличивается, а внутри уменьшается. Расстояние устанавливается так, чтобы потери в результате теплопроводности были сведены к минимуму, но были достаточными, чтобы не образовалась конвекция газовой атмосферы.

Самые внутренние экраны из листового металла, чаще всего, изготавливают из того же металла, что и нагреватели. При изготовлении наружных частей печи можно переходить на недорогие материалы, например, использовать нержавеющую сталь на основе вольфрама, молибдена и инконеля.

По сравнению с волокнистым материалом плохое изоляционное воздействие так называемого пакета экранов, все же, имеет преимущества, если речь идет о том, чтобы достичь высокую скорость охлаждения. Этому способствует незначительная удельная теплота используемых материалов (M_o : 0.251 дж/гр°К при удельном весе 10.22 гр/см³ по сравнению со сталью 0.449 дж/гр°К при 7.8 гр/см³).

Нагрев:

Самыми распространенными материалами нагревательных элементов являются молибден примерно до 1600 °С и вольфрам до 2400 °С. Если печь эксплуатируют при более высоких температурах, то следует рассчитывать на более короткий срок службы (доля отработавшего пара M_o при 1800 °С составляет 3×10^{-2} мг/см² ч). В вольфраме такая доля отработавшего пара достигается лишь при 2400 °С.

Нагревательные элементы могут быть изготовлены из листовой стали, без отверстий, с отверстиями или лент (Рис. 9), из проволоки или решетчатой структуры (Рис.8). Листовую сталь используют, прежде всего, в молибденовых нагревателях, ткани вольфрама.

Из-за низкого сопротивления нагревательных элементов необходим очень высокий ток нагрева, который может составлять до 1000 А.



Рис. 8 Решетчатый нагреватель из вольфрама
максимальная температура 2300 °С с экранами

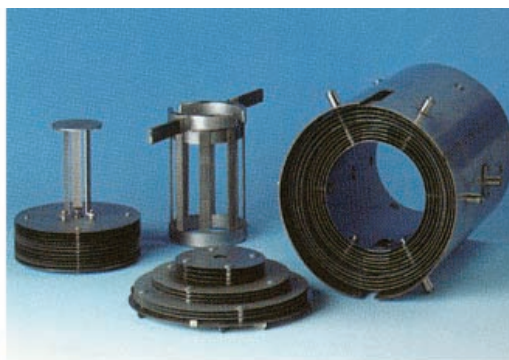


Рис. 9 Полосковый нагреватель из вольфрама
максимальная температура 3000 °С с
экранами и столом прерывистого
действия

2б. Печи с волокнистой или кирпичной изоляцией

Если поставлены не очень высокие требования к вакууму и точке таяния атмосферы в печи (вакуум максимально до 10^{-2} до 10^{-3} мбар), то для изоляции можно использовать керамические волокна, графитовый войлок (до 10^{-4} мбар, с очень мощными насосами до 10^{-5} мбар) или облицовку (Рис.11-12).

Распространенными керамическими волокнистыми материалами являются материалы до 1800 °С, которые используют в печах для работы на воздухе.

Если необходимо работать с восстановительными газами, специально с водородом при температурах выше 1600 °С, то используют специальный высококачественный волокнистый материал с незначительным содержанием SiO_2 и высоким содержанием Al_2O_3 . Традиционный волокнистый материал распался бы в результате реакции восстановления. Если печь часто эксплуатируют, например, как в ядерной промышленности выше 1700 °С, внутренний изоляционный слой заменяют облицовкой полового корундового кирпича, тем самым, даже при экстремальных условиях гарантируется длительный срок службы.

Изоляцию из графитового войлока можно приобрести высокого качества, которое в комбинации с нагревателями графита допускают температуру в печи выше 2800 °С.

Однако, доля отработавшего пара углерода является очень высокой. На эффективности изоляции, которая вступает в контакт с рабочим газом, большое влияние оказывает теплопроводность. Она составляет в водороде или гелии в зависимости от температуры седьмую часть от воздуха. Это следует учитывать во время прокладывания изоляции и нагревателя.

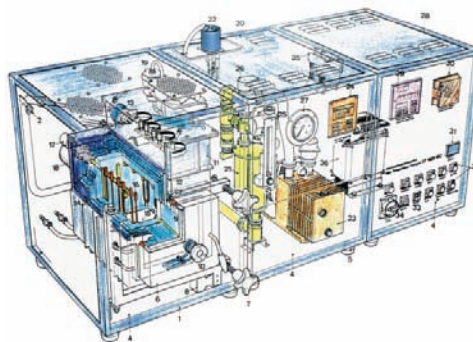


Рис. 11 Печь с защитной газовой атмосферой /

вакуумом типа HT 1400 GT Vac до 1400°C с тремя зонами регулирования.

Рис. 12 Схема печи типа HT 1600 Vac с барботером и факельным приспособлением для работы в водороде

Так как печи с защитной газовой атмосферой, вследствие применения материала нагрева и продуктов горения, можно открыть лишь при относительно незначительных температурах, а охлаждение камеры с помощью защитного газа (потребление газа) или обратным охлаждением газом является очень дорогостоящим, следует найти компромисс между незначительным потреблением энергии и еще допустимым временем охлаждения при размещении изоляции. Также от горячего корпуса печи не должна исходить опасность для пользователя. Зарекомендовали себя: отклонение от строгого принципа холодной стенки и облицовка снаружи газоплотной камеры печи с помощью второго корпуса. Толщину изоляции выбирают следующим способом, чтобы внутренний корпус достигал максимальной температуры в 200 °С. Это тепло быстро отводится за счет вентиляторов, а воздух подается через промежуточное пространство во внешний корпус. Таким образом, можно достичь время охлаждения ок. 1 ч от 1400 °С до 600 °С, одновременно температура поверхности печи остается максимально при 40 °С выше температуры окружающей среды.

Преимущество этого печного принципа заключается в незначительном диапазоне мощностей пятого фактора, в отличие от печи с холодными стенками с экранами и возможностью нагревателей из MoSi_2 во время эксплуатации печи также при температурах выше 1400 °С переходит от окисляющей в восстановительную атмосферу. Покупают их, однако, с ограничениями в вакууме и точке таяния. Ответственным за это является большая поверхность используемых керамических волокон. В частности, керамические волокна являются сильно гигроскопическими. В то время, когда печь открывают, влажность окружающего воздуха осаждается тонким водяным слоем на поверхность волокна, и во время следующего нагрева прогрессивно выделяется изнутри наружу. По этой причине не следует оставлять печь на протяжении длительного времени открытой, так как иначе значительное количество воды конденсируется. Во время повторного пуска печи в эксплуатацию, это становится заметным в результате быстрой скорости нагрева, а также более плохого предельного вакуума и более высокой точки таяния.

В. Техника безопасности

Все релевантные системы с точки зрения технической безопасности системы должны быть резервными.

Опасностью, которая может исходить во время применения защитных газов, прежде всего, может быть отравление, удушье, воспламенение и взрыв.

Удушье

Во время использования нейтральных газов, например, как азота или аргона в общепринятых количествах и при хорошем проветривании помещения не может образоваться опасная концентрация газа, даже если отработавший газ непосредственно поступает в помещение. Следует обратить внимание на то, что аргон (1,784 кг/м³) значительно тяжелее, а азот немного легче воздуха. В случае с аргоном, это может привести к проблемам в плохо проветриваемых помещениях.

Двуокись углерода (1,977 кг/м³) следует, как правило, выводить через вытяжку или непосредственно на свежий воздух. В общем, действует следующее правило, что те помещения в которых работают с защитными газами, следует хорошо проветривать. Производитель печи и конечный покупатель должны поэтому вместе разработать концепт проветривания помещения.

Отравление

Газы, применяемые в печах с защитной газовой атмосферой, прежде всего, смеси защитной атмосферы и защитной атмосферы с содержанием СО содержат оксид углерода (СО), опасны. Показатель предельно допустимой концентрации рабочей зоны (ПДК) для СО размером в 30 мг/кг, является низким показателем, установленный законодателем. Особенно опасным является то, что СО не имеет запаха и даже при незначительной концентрации вдыхаемого воздуха при длительном влиянии, в результате своей высокой близости к гемоглабину (красный пигмент крови) накапливается в крови.

Даже при незначительной концентрации можно определить, что речь идет о аммиаке (ПДК: 20 мг/кг) за счет его резкого запаха.

Опасность отравления и взрыва

Газы можно разделить на • восстанавливающие-экзотермические: воздух, водяной пар, двуокись углерода, • нейтральные: азот, аргон, гелий, • восстанавливающие и экзотермические: водород, оксид углерода, метан, аммиак и.т.д. Смеси водорода и азота с содержанием Н₂ < 5 % являются восстанавливающими, но не горючими. Поэтому с точки зрения технической безопасности с ними можно обращаться как и с нейтральными газами.

Предел взрываемости и температура воспламенения газов при 20 °С и 1013 мбар

Предел взрываемости и температура воспламенения газов при 20 °С и 1013 мбар

Газ	Формула	Удельный вес (-) < Воздух (+) > Воздух	Нижний предел взрываемости % 20 °С 1013 мбар	Верхний предел взрываемости % 20 °С 1013 мбар	Температура воспламенения газов	опасность взрывчатый вещество (Ex) (G) (E)
Аммиак	NH ₃	0.72 kg/m ³ (-)	15%	27%	690°C	Ex,G,E
Водород	H ₂	0.084 kg/m ³ (-)	4%	74%	570°C	Ex,E
Метан	CH ₄	0.671 kg/m ³ (-)	5%	15%	580°C	Ex,E
Оксид углерода	CO	1.17kg/m ³ (-)	12.5%	74%	630°C	Ex,G,E
Пропан	C ₃ H ₈	1.88 kg/m ³ (+)	2.2%	9.5%	480°C	Ex,E
Защитная атмосфера с содержанием СО I C ₂ H ₆	31% H ₂ , 23%CO 46% N ₂	0.89 kg/m ³ (-)	7%	72%	560°C	Ex,G,E
Защитная атмосфера с содержанием СО 2I CH ₄	40% H ₂ , 23%CO 37% N ₂	0.79 kg/m ³ (-)	7%	72%	560°C	Ex,G,E
Защитная атмосфера	14% H ₂ , 7%CO 5% CO ₂	1.12 kg/m ³ (-)	17%	72%	560°C	Ex,G,E
Пиролизный газ	25%N ₂ , 75% H ₂	0.38 kg/m ³ (-)	3%	72%	530°C	Ex,,E

Таблица. 2 Предел взрываемости и температура воспламенения газов при 20°C и 1013 мбар

Для того чтобы наполнить печное пространство горючими газами, оно не должно содержать кислород. Для этого существует три различных способа:

1. Медленный пуск горючего газа при температуре выше 750 °С
2. Продувка инертным газом
3. Вакуумизация, в заключении наполнение защитным газом

1. Пуск горючего газа

Этот способ требует меньших затрат, однако, имеет два решающих недостатка: как правило, его применяют лишь в печах непрерывного действия или в печах со шлюзами, так как иначе продукт горения следует сначала нагреть на воздухе примерно до 750 °С.

В камере сгорания температура горения не должна превышать 750 °С. Если образуется невыгодное объемное отношение от холодной в горючую область, например, если теплоизоляция находится за пределами камеры защитного газа или в печах непрерывного действия, в выпускных отверстиях которых, чаще всего, находится участок охлаждения, то такие печи, при необходимости, отдельно продувают нейтральным газом.

Процесс наполнения исключают, если газы, выходящие из печи, являются горючими. Перед тем, как открыть печь, следует повторить процесс еще раз с помощью подачи воздуха. Проблемы те же, которые были упомянуты выше. Дополнительно следует длительное время продувать печь воздухом, чтобы, при случае, разредить выходящий из изоляции газ.

2. Продувка инертным газом

Это самый распространенный метод. Перед подачей горючего газа, кислород в печи в результате продувки азотом и аргоном доводят до показателя < 1 %.

Расчет остаточного содержания газа в зависимости от начальной концентрации K_0 и фактора продувки $S=V/V_0$:

V_0 = объем камеры

V_s = объем газа для продувки

K_0 = начальная концентрация

K = конечная концентрация

Если имеется заданный поток газа для продувки $V_s(t)$, рассчитывается необходимое время продувки для достижения остаточного содержания кислорода 1 %: —

** $\ln [\frac{K_0}{K}] = \frac{V_s}{V_0} \cdot t$ —*

Теоретически для такой печи с внутренним объемом в 1 м³ V_0 необходимо 3 м³ объема газа продувки V (это не соответствует полезному объему, а общему объему, включая изоляцию в области обогреваемой стенки или экрана с листовым металлом в печи с холодными стенками). Это соответствует фактору продувки 3 степени. Из соображений безопасности (мертвый угол, изоляция) работают, однако, с фактором продувки 5 степени, хотя следует обращать внимание на небольшое избыточное давление. После этого можно подавать горючий защитный газ.

Место подачи газа продувки следует выбирать или конструировать, таким образом, чтобы продувалось все пространство печи, а также предвключенные и последовательно подключенные внутренние устройства (трубы, барботер, конденсатотводчик).

В конце эксплуатации печи следует повторить процесс, чтобы продуть печь. При этом, следует принять во внимание, что содержание горючих газов содержит всего лишь 100 %, а не 21 % (остаточное содержание кислорода, воздуха). Поэтому следует увеличить фактор продувки примерно до 6,5.

Для того чтобы контролировать процесс и совершенно точно его сконструировать, следует интегрировать следующие устройства или функции контроля в барботер:

- a. Контроль времени продувки, потока газа продувки и запаса газа продувки (в баллонах). В результате индукционного контроля минимального потока газа (G_{min}) в расходомере и минимального времени продувки (S_{min}) может гарантироваться достаточная продувка благодаря заранее определенным показателям ($S_{min} \times G_{min} > 5 \times \text{объем}$) с помощью контрольного устройства. С помощью давления газа в баллоне контролируют запас газа продувки, который содержит минимум двенадцатую часть объема камеры, чтобы вновь продуть печь после применения защитного газа.
- b. Измерение остаточного содержания кислорода в печи (заданное значение $< 1\%$) также предохраняет от возможной утечки или сильной дегазации кислорода.
- c. Благодаря управляемому обратному клапану на выходе газа в печи образуется незначительное избыточное давление от 5 до 50 мбар, которое препятствует тому, чтобы воздух смог проникнуть в камеру.
- d. Также контролируется поток защитного газа. Если, например, во время охлаждения прекращается подача защитного газа, то в камере образуется избыточное давление, которое может привести к разрушению или всасыванию воздуха в камеру. В обоих случаях могут образоваться воспламеняющиеся горючие смеси.
- e. Запирание двери до запуска защитного газа и до окончания процесса продувки.
- f. Газовые сенсоры на местах, потенциально находящихся под угрозой (уплотнение двери, барботер, перекрытие помещения).
- g. Аварийное водоснабжение, чтобы при отключении охлаждающей воды не нагревались уплотнения.

Фактор продувки	Остаточное содержание кислорода (%)	Вакуум (мбар)
0	21	1031
1	7.7	378
2	2.8	137
3*	1	45*
4	0.38	18
5	0.14	6.9
6	0.05	2.4
7	0.019	1
8	0.0007	3×10^{-1}
9	0.0025	1×10^{-1}
10	0.0009	5×10^{-2}
16	0.000006	3×10^{-4}

Таблица. 3 Остаточное содержание кислорода в зависимости от фактора продувки или вакуума, которое вырабатывает парциальное давление кислорода

3. Вакуумизация и последующее наполнение защитным газом

Эту технологию можно использовать в печах, которые работают как с защитным, так и с вакуумным газом, например, если в печном процессе комбинируют газ или вакуум

или требуется сверхчистая атмосфера (парциальное давление $O_2 < 10^{-6}$ мбар). Горючие смеси еще перед созданием форвакуума в печи доводят до 45 мбар. На практике вакуумируют, чаще всего, до диапазона в размере 10^{-1} мбар, который можно ещё легче и быстрее достичь с помощью одноступенчатого ротационного насоса. В качестве дополнительной безопасности насос отключают и регистрируют повышение давления (автоматический тест на герметичность). Если давление выше заданного показателя, то систему можно закрыть до утечки, которую можно устранить до поступления защитного газа. Для разрядки, следует продуть печь инертным газом, так как было описано ранее. В единичных случаях можно прибегнуть к повторной вакуумизации, в этом случае поступление балластного газа вакуумного насоса следует подключить к инертному газу. Количество подаваемого материала насосом следует сократить, таким образом, чтобы его можно было беспрепятственно сжигать факелом.

Предварительную вакуумизацию камеры печи рекомендуется использовать во время обработки плотных сыпучих материалов или намотанную на катушки проволоку, так как полое пространство можно продуть лишь с большой затратой времени и газа.

Электрически нагреваемые печи с защитной газовой атмосферой и вакуумные печи используют сегодня в температурном диапазоне от 100 °С до 3000 °С. Область применения распространяется от сушки в полупроводниковой промышленности, до производства специального графита. В промежутке находится вторая рабочая зона термообработки медной проволоки, других цветных металлов, нержавеющей стали и платиновых и жаропрочных металлов. Для производства люминесцирующего материала, нанопорошков, сверхчистого кремния, неокисляемой керамики и многих других химических процессов, печь с защитной газовой атмосферой является незаменимой. Печи с защитной газовой атмосферой и вакуумные печи являются, тем самым, одной из ключевой технологии нашего века, даже если она является не самой известной.

Р. Вайтц

Год рождения: 12.5.1958.

1978-1984 высшее образование геофизика в Мюнхенском университете Людвиг-Максимилиана.

1985 дипломная работа „Гравиметрия в геофизике“.

1986-1987 предварительное изучение континентального глубокого бурения.

Магнитометрия и радиометрия.

С 1987 инженер отдела сбыта на фирме Firma Linn High Therm, в Эшенфельден.

Кандидат технических наук П. Вюббен

Год рождения: 14.10.1956

1976 - 1982 высшее образование, получение инженерных знаний в области горючего вещества при Рейнско-Вестфальском техническом университете Ахена (RWTH)

1983 - 1987 докторант в области исследования горнодобывающей промышленности г. Эссен

1987 защита докторской диссертации в университете г. Эссен

1987 - 1995 инженер-технолог, ведущий инженер, руководитель филиала фирмы Airoil Flaregas

1995 - 1998 руководитель отдела фирмы Wistra

1998 - 2010 специалист по установкам специального назначения на фирме Elinor (производитель промышленных печей)

С 2010 ведущий инженер на фирме Linn High Therm