

中华人民共和国建材行业标准

JC/T 2633—XXXX

高模量碳纤维生产用石墨化炉技术条件

Technical specifications of graphing furnace for high modulus carbon fiber
production

(报批稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出并归口。

本文件负责起草单位：威海光威精密机械有限公司、建筑材料工业技术监督研究中心。

本文件参加起草单位：威海光威复合材料股份有限公司、威海拓展纤维有限公司、山东光威碳纤维产业技术研究院、北京化工大学、工业和信息化部威海电子信息技术综合研究中心、威海市计量所。

本文件主要起草人：张洪池、王文义、高岩、卢涛、李松峰、张顺、王桓、高爱君、阮熙仑、孙海铭、郭辉、于洋、李世辉、宫汝燕。

高模量碳纤维生产用石墨化炉技术条件

1 范围

本文件规定了高模量碳纤维生产用石墨化炉的术语和定义、分类和标记、一般要求、要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于最高温度标称值在 1 800℃~3 000℃的高模量碳纤维连续制备的石墨化炉。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1429 炭素材料灰分含量的测定方法

GB/T 3003 耐火纤维及制品

GB/T 3074.1 石墨电极抗折强度测定方法

GB/T 3074.2 石墨电极弹性模量测定方法

GB/T 3074.4 石墨电极热膨胀系数(CTE)测定方法

GB/T 8722 碳素材料导热系数测定方法

GB/T 10066.1—2019 电热和电磁处理装置的试验方法 第1部分:通用部分

GB/T 10066.4—2004 电热设备的试验方法 第4部分:间接电阻炉

GB/T 10067.1—2019 电热和电磁处理装置基本技术条件 第1部分:通用部分

GB/T 10067.4—2005 电热装置基本技术条件 第4部分:间接电阻炉

GB/T 24525 炭素材料电阻率测定方法

GB/T 24528 炭素材料体积密度测定方法

3 术语和定义

GB/T 10066.4—2004 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石墨化炉 graphing furnace

在保护气体低正压条件下,满足碳纤维连续石墨化工艺要求的电加热装置。

3.2

石墨腔 graphite cavity

设置在石墨化炉腔内部,以石墨为材料,将碳纤维与炉腔内其它元件间隔开的腔体。

3.3

有效宽度 effective width

石墨化炉设计时规定并在图样上标明的石墨腔宽度空间尺寸。

3.4

工作区尺寸 **dimensions of working zone**

指石墨腔内部的标称加热范围。加热区长度为石墨化炉设计时规定并在图样上标明的炉内布置加热元件的纵向范围，宽度为石墨腔的内宽度尺寸，高度为石墨腔的内高度尺寸。

4 分类和标记

4.1 分类

石墨化炉（SML）按最高温度标称值和有效宽度分类，常见炉型见表 1，特殊规格尺寸由供需双方协商确定。

表 1 常见炉型

序号	最高温度标称值 ℃	有效宽度 mm
1	2 200	500
2		1000
3		1500
4	2 500	500
5		1 000
6		1 500
7	3 000	500
8		1 000
9		1 500

4.2 标记

石墨化炉的标记按产品名称、最高温度标称值、有效宽度和本文件号的顺序依次标记。

示例：最高温度标称值 2 500℃，有效宽度 500 mm，产品符合 JC/T XXXX—20XX 的石墨化炉标记为：

SML-2500-500-JC/T XXXX—20XX

5 一般要求

5.1 材料

5.1.1 石墨化炉的电热装置应符合 GB/T 10067.4—2005 中 5.1 和 5.2 的规定。

5.1.2 耐火材料选材应满足设计要求，正常工作条件下，耐火纤维制品的性能应不低于 GB/T 3003 中的级别 120 的性能，使用期限应不小于 500 d；碳素纤维隔热材料的使用寿命期限应不小于 300 d。

5.1.3 满足设计要求的正常工作条件下，加热元件的使用期限应符合表 2 的规定。

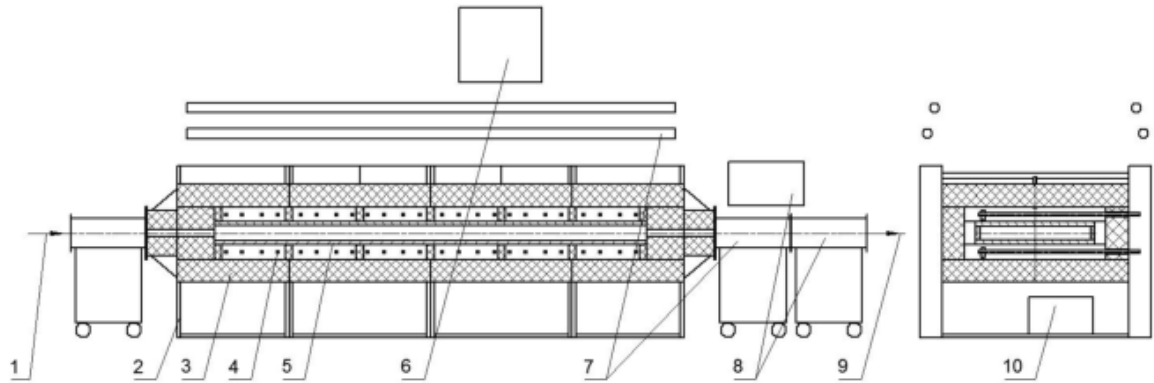
表 2 加热元件使用期限

序号	最高工作温度 ℃	使用期限 h
1	$\geq 1800, \leq 2200$	≥ 6000
2	$> 2200, \leq 2500$	≥ 4000
3	$> 2500, \leq 2800$	≥ 2000
4	$> 2800, \leq 3000$	≥ 1400

5.2 结构

5.2.1 结构

石墨化炉主要由炉体和控制器组成(见图 1)。炉体为卧式结构,由炉壳、炉衬、加热元件、石墨腔、冷却系统、变压器和保护气体系统等部分组成。控制器由测量、控制和记录部分组成。



标引序号说明:

- 1——输入纤维;
- 2——炉壳;
- 3——炉衬;
- 4——加热元件;
- 5——石墨腔;
- 6——控制器;
- 7——冷却系统;
- 8——保护气体系统;
- 9——输出碳纤维;
- 10——变压器。

图 1 石墨化炉示意图

5.2.2 通则

- 5.2.2.1 石墨化炉的结构应该设计成加热元件及其它易损件能迅速又经济的维修。
- 5.2.2.2 与炉体连接的各种装置应设计成可随炉体的热膨胀而自由移动的结构,或者在装置与炉体连接的部位采用柔性连接方式。

- 5.2.2.3 石墨化炉按照在 50Hz、三相四线 380V 交流电网工作环境运行下设计。控制电路按照供电电压不超过 220 V。
- 5.2.2.4 石墨化炉每个区段应根据其有效宽度分别设置不同数量的测温传感器来实时监控炉内温度。各区段除设置低温阶段测温热电偶外，还应根据有效宽度设置若干红外测温传感器，根据有效宽度的不同，每区段设置热电偶的数量见表 3。

表 3 热电偶及红外测温传感器设置数量

序号	有效宽度 mm	每区段热电偶数量 个	每区段红外测温传感器数量 个
1	≤500	1	1
2	>500, ≤1000	1	1
3	>1000, ≤1500	1	2

5.3 制造

5.3.1 炉壳

炉壳由型钢、管材和钢板焊接而成。有气密性要求的部位应采用连续焊焊接，钢板拼接处采用双面焊或单面焊双面成型。密封焊缝应进行渗透检测(PT)，所有缺陷应修补。整个炉壳应结构稳定，有足够的强度和刚度。在炉壳内壁上不应使用穿透炉衬的非石墨材料的紧固件。

炉壳除采用不锈钢板或经表面处理的钢板制造的部分外，其内表面应喷涂耐热防锈漆，外表面喷涂防锈漆及面漆。

5.3.2 炉衬

炉衬的材料和结构应能满足对石墨化炉的性能要求(见 6.1)。

各区段内层应采用碳素纤维隔热材料作为内衬，外层可采用其它耐火隔热材料作为炉衬，工作状态下，两种炉衬接触面的温度应不超过 1 200℃。

5.3.3 加热元件

5.3.3.1 加热元件理化指标应符合表 4 的规定。

表 4 石墨材料理化性能指标

序号	项目	指标	检测方法
1	电阻率/ $\mu\Omega \cdot m$	≤12	GB/T 24525
2	体积密度 / (g/cm ³)	≥1.70	GB/T 24528
3	抗折强度 /MPa	≥15	GB/T 3074.1
4	弹性模量/ MPa	≤16	GB/T 3074.2
5	热导率 /[W/(m·K)]	≥100	GB/T 8722
6	热膨胀系数/(10 ⁻⁶ /℃)	≤6	GB/T 3074.4
7	灰分	≤0.4%	GB/T 1429

5.3.3.2 加热元件的表面功率及电流负荷应符合表 5 的规定。

表 5 加热元件表面功率及电流负荷

序号	炉内温度 ℃	表面功率 W/cm ²	电流负荷 A/mm ²
1	≥2 200, ≤2 500	≤20	≤5
2	>2 500, ≤3 000	≤15	≤5

5.3.3.3 加热元件的设计应满足石墨化炉的加热要求，加热元件不应与炉内各部件接触。穿过炉壁的加热元件接头应设计有气密性和绝缘性结构。

5.3.3.4 加热元件中的加热管与石墨腔的最短距离宜为加热管直径的 3 倍，相邻加热管的间距宜为加热管直径的 5 倍。

5.3.4 石墨腔

5.3.4.1 石墨腔宽度小于 400 mm 可采用石墨整体加工，宽度不小于 400 mm 宜采用多石墨板拼接而成。

5.3.4.2 沿炉体长度方向上的拼接石墨之间应预留膨胀缝，膨胀缝宽度应不小于 20mm/m。石墨拼接时，相邻两石墨板之间的搭接宽度宜不小于 40 mm。

5.3.5 冷却系统

5.3.5.1 冷却系统采用水作为冷却液，冷却水的水质应符合 GB/T 10067.1—2019 中 5.1.4.4 的要求。

5.3.5.2 冷却系统应根据电热装置的使用要求采用循环给水系统，循环给水系统有单回路循环给水系统和双回路循环给水系统两种方式。

5.3.5.3 冷却系统应设置适当支路，并能集中控制、分别调节和便于检测各支路的出水情况。石墨化炉各需要冷却的部分应能均匀冷却。各部分进出水接管的位置要适当，以保证通水后系统中不存在空气层。

5.3.5.4 冷却系统采用闭路循环，且应在闭路循环管路最高点设置排气阀。闭路循环系统安装完毕后应对系统进行清理、吹扫，按 1.25 倍设计压力进行水压试验。

5.3.5.5 冷却系统主要参数见表 6。

表 6 冷却系统参数

参数	单回路循环给水系统	双回路循环给水系统	
		外回路	内回路
工作压力/MPa	0.2~0.3(表压)		0.2~0.5(表压)
进水温度/℃	10~35	5~35	10~35
出水温度/℃	≤55		
允许温升/℃	≤20(在最高进水温度下)		
总硬度(CaO/H ₂ O)/(mg/L)	<10(对带电体) <60(对不带电体)	<60	<2.5

5.3.5.6 冷却循环水在石墨化炉工作中应可靠供应，意外中断的情况下，应有相应的设备和措施提供冷却水，以保证石墨化炉的安全。

5.3.6 保护气体系统

- 5.3.6.1 最高工作温度不大于 2 500℃时,可采用氮气作为保护气体;最高工作温度大于 2 500℃时,应采用氩气作为保护气体;气源中保护气体的体积分数应不低于 99.999%;气源中氧气的体积含量应低于 2 $\mu\text{L/L}$,露点应低于-40℃。
- 5.3.6.2 保护气体管路宜采用不锈钢管或铜管。
- 5.3.6.3 保护气体管路安装完毕后应对管路进行清理、吹扫,按 1.1 倍设计压力进行气压试验。
- 5.3.6.4 每区段宜设置不少于 1 路的保护气体进入接口,每处接口均应配备流量控制装置。
- 5.3.6.5 炉体两端应配备气体密封装置,阻止炉外及夹杂在纤维中的氧气和水分进入炉内。

5.3.7 测量、控制和记录

石墨化炉的测量、控制和记录应符合 GB/T 10067.4—2005 中 5.2.9 除 5.2.9.3 和 5.2.9.14 以外各条的规定还应满足以下条件:

- 石墨化炉应配备准确度不低于 0.2 级的仪表,仪表中应具有热电偶基准端温度的自动补偿;
- 石墨化炉应配备分辨力不低于 1℃的带有微处理器的数字显示程序控温仪表。数字显示应清晰可见。仪表应有连接记录仪或打印机的外接接口;
- 石墨化炉应配备测量精度不低于 0.2 $\mu\text{L/L}$ 的微氧仪和精度不低于 0.2℃的露点仪,宜配备精度不低于 1 $\mu\text{L/L}$ 的一氧化碳(CO)分析仪对炉内气氛进行监测。

6 要求

6.1 外观和尺寸偏差

- 石墨化炉外表面应平整光滑、无裂缝、无毛刺、无锈蚀,无明显划痕、碰伤和凹凸不平缺陷。
- 面板上的装配件应布局合理,调节旋钮及开关应灵活可靠,指示或显示装置应清晰。
- 炉口有效宽度、炉口高度和炉体长度的允许偏差应符合表 7 的规定。

表 7 炉口有效宽度、炉口高度和炉体长度的允许偏差

序号	名称		允许偏差
1	炉口有效宽度/(mm/m)		± 3
2	炉口高度/(mm)		± 2
3	炉体长度	mm/m	± 5
		mm	± 25

6.2 最高温度标称值

最高温度标称值应符合标牌标称值。

6.3 有效宽度

有效宽度应符合标称值。

6.4 石墨化区有效宽度允许偏差

石墨化区有效宽度允许偏差应符合表 7 的规定。

6.5 炉温稳定度

石墨化炉的炉温稳定度应符合表 8 规定的规定。

表 8 炉温稳定度

序号	最高工作温度 ℃	炉温稳定度 ℃
1	≤2 500	±5
2	>2 500, ≤3 000	±10

6.6 表面温升

石墨化炉在最高工作温度下的热稳定状态时，炉壳和炉门的表面温升应符合表 9 的规定。操作手柄或手轮等操作件的表面温升应不超过 25℃。

表 9 表面温升 单位为摄氏度

序号	最高工作温度	指标	
		炉壳	炉门
1	≤2500	≤50	≤60
2	>2500, ≤3000	≤70	≤100

6.7 炉内含氧量

炉内含氧量不大于 15 μL/L。

6.8 炉内露点

炉内露点不大于-20℃。

6.9 变压器噪声

变压器噪声不大于 85 dB。

6.10 绝缘电阻

按 GB/T 10066.1—2019 中 9.3 的规定，石墨化炉的炉衬经室温下充分干燥后，各相加热元件对炉壳、炉衬、石墨腔和各相之间的绝缘电阻不应低于 0.5 MΩ。控制电路对地(在电路不直接接地时)的绝缘电阻应不低于 1 MΩ。

7 试验方法

7.1 外观和尺寸偏差

7.1.1 外观采用目测法，自然光线下，视距 1.0 m。

7.1.2 尺寸允许偏差用最小分度值不大于 1 mm 的钢卷尺测量，精确到 1 mm。

7.2 最高温度标称值

按 GB/T 10066.4—2004 中 6.9 的规定进行。

7.3 有效宽度

用最小分度值不大于 1 mm 的钢卷尺测量，精确到 1 mm。

7.4 石墨化区有效宽度允许偏差

用最小分度值不大于 1 mm 的钢卷尺测量，精确到 1 mm。

7.5 炉温稳定度

各区段的温度上升至试验温度并恒温 24 h 后，每 20 min 记录 1 次炉内各温度传感器的测量值，对于设置多个温度传感器的区段，以 2h 范围内各点所测温度的算术平均值作为基准。

7.6 表面温升

在石墨化炉最高工作温度下的热稳定状态时按 GB/T 10066.1—2019 中 7.2.1 的规定用精度为 1℃ 的表面温度计或其它能给出可靠读数的测温装置，先测出石墨化炉的表面温度，然后减去测量时的环境温度即得到表面温升。

测量点应在炉壳、炉门、操作手柄等外表面的任意点上，但炉口附件，以及距加热元件和热电偶引出孔边缘 100 mm 的范围内除外。

7.7 炉内含氧量

用测量精度不低于 0.2 μL/L 的微氧仪测定。

7.8 炉内露点

用精度不低于 0.2℃ 的露点仪测定。

7.9 变压器噪声

噪声测量应使用 2 型或性能优于 2 型的声级计或性能相当的其他声学仪器。将声级计置于人耳位置高度且距离炉体表面 1 m。测量时，声级计应指向影响较大的声源；若难于判别声源方位，则应将声级计竖直向上。

7.10 绝缘电阻

按 GB/T 10066.1—2019 中 9.3 进行。

8 验收

8.1 一般规定

8.1.1 石墨化炉的检验应按 GB/T 10067.1—2005 中第 7 章和 **本标准 8.2、8.3、8.4 的规定进行。**

8.1.2 石墨化炉的验收形式和要求由制造厂和用户商定。

8.2 出厂检验

8.2.1 石墨化炉的出厂检验项目可分为一、二两级。一级检验项目在制造厂内进行，二级检验项目在现场进行。

8.2.2 制造厂内检验项目（一级）如下：

- a) 一般检查；
- b) 安全检查；
- c) 石墨腔制造质量的检查；
- d) 炉衬质量的检查；
- e) 加热元件制造质量的检查；
- f) 运动机构动作情况的检查；
- g) 配套件的检查，包括型号、规格、出厂合格证件的检查；
- h) 供货范围，包括出厂技术文件完整性的检查；
- i) 包装检查。

8.2.3 用户现场检验项目（二级）如下：

- a) 工作区尺寸的检查；
- b) 加热元件对炉壳短路的检查；
- c) 绝缘电阻的测量；
- d) 炉体气密性检验；
- e) 水路、气路的检验。
- f) 电路试验；
- g) 最高标称温度的测量；
- h) 炉温稳定度的测量；
- i) 表面温升的测量；
- j) 噪声的测量。

8.3 工艺运行检验

8.3.1 工艺运行检验只在用户要求按工艺检验结果验收产品时进行，其目的在于确定产品是否符合用户使用工艺要求。

8.3.2 工艺运行检验由设计单位、制造厂和用户协商进行。

有关工艺运行检验的工艺要求、工艺过程、纤维的状态以及检验结果认定等，由上述三方商定。。

8.4 工业运行检验

8.4.1 石墨化炉应根据用户要求进行工业运行检验。工业运行检验的目的在于考验石墨化炉在较长时间的实际运行中的适用性和可靠性。

8.4.2 工业运行检验应在石墨化炉的正常使用条件下进行，或按用户与制造厂的协议进行。除非在产品标准中另有规定或制造厂和用户另有协议，石墨化炉应累计运行 360h 以上。

8.5 判定规则

在检验结果中，若检验项目完全符合本文件的要求，则判该批产品合格；若绝缘电阻、最高工作温度和炉内含氧量中有任一项指标不合格时，判该批产品不合格，若有两项或两项以下指标不合格时，应对不合格项一次性调整并复验，复验结果若仍不符合要求，则判该批产品不合格，若有两项以上指标不合格时，即判该批产品不合格，不予复检。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 石墨化炉的标志、包装、运输和贮存应符合 GB/T 10067.1-2005 中第 8 章的规定。

9.2 石墨化炉铭牌上应标出下列内容：

- a) 产品的型号和名称；
 - b) 电源电压，单位为伏特(V)；
 - c) 电源频率，单位为赫兹(Hz)；
 - d) 电源相数；
 - e) 工作电压，单位为伏特(V)；
 - f) 额定功率，单位为千瓦(kW)；
 - g) 加热元件接法；
 - h) 工作温度，单位为摄氏度(℃)；
 - i) 工作区尺寸，单位为毫米(mm)；
 - j) 炉体重量，单位为吨(t)；
 - k) 产品编号；
 - l) 制造日期；
 - m) 制造厂名称。
-