

ЗАВОДСКАЯ ЛАБОРАТОРИЯ

ЕЖЕМЕСЯЧНЫЙ ЖУРНАЛ ПО АНАЛИТИЧЕСКОЙ ХИМИИ,
ФИЗИЧЕСКИМ И МЕХАНИЧЕСКИМ МЕТОДАМ
ИССЛЕДОВАНИЯ МАТЕРИАЛОВ

ОРГАН МИНИСТЕРСТВА
ЧЕРНОЙ МЕТАЛЛУРГИИ СССР

ФЕВРАЛЬ

17-й ГОД ИЗДАНИЯ

ТОМ
XVII

2

1951

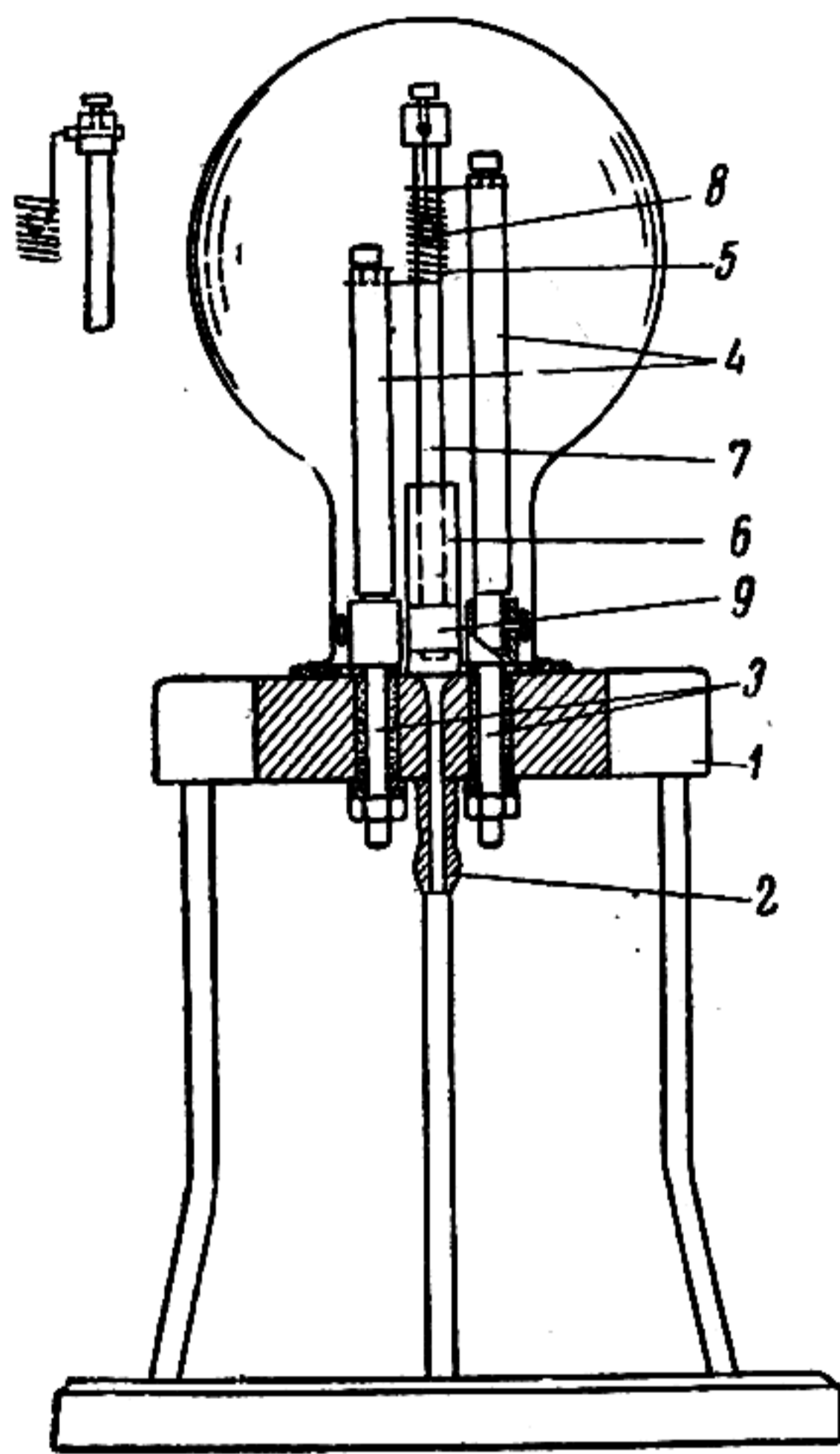
МЕТАЛЛУРГИЗДАТ

Ф. Я. ГАЛАХОВ

МИКРОПЕЧЬ НА ТЕМПЕРАТУРЫ ДО 2000°

(Институт химии силикатов Академии наук СССР)

В настоящее время лучшими лабораторными печами на температуры до 1500° С являются печи с платиновыми нагревателями. Однако дефицитность и высокая стоимость платины заставляют искать иные материалы для изготовления нагревателей. Существующие лабораторные печи на температуры выше 1500° (криптоловые, с графитовыми трубами и высокочастотные)



Схематический разрез микропечи:
 1 — алюминиевый диск; 2 — отводная трубка; 3 — латунные вводы электрического тока; 4 — железные стойки для спирали; 5 — вольфрамовая спираль; 6 — латунное гнездо для стойки; 7 — стойка для подвешивания образца; 8 — образец; 9 — стеклянная призма

либо требуют специального дорогого электрооборудования, либо громоздки и неудобны в работе. Все известные печи обладают большим рабочим пространством, часто во много раз превышающим нагреваемые образцы. По конструктивным соображениям и для уменьшения тепловых потерь эти печи несут огнеупорный припас и термоизолирующий материал, вызывающие замедленное разогревание; за исключением высокочастотных печей, все остальные требуют не менее 1,5—2 час. для достижения 1500°.

В ряде случаев лабораторной работы желательно иметь очень маленькую печь,

позволяющую быстро достигать температур до 2000°. Такая печь была нами сконструирована и построена и в продолжение полугода с успехом использовалась при изучении фазовых равновесий.

Печь, схематический разрез которой представлен на рисунке, состоит из алюминиевого диска 1 диаметром 120 мм и толщиной 25 мм на трех ножках. В центре диска имеется отводная трубка 2 с отверстием диаметром 3 мм. Диск с трубкой выточен из одного куска алюминия. По обе стороны от центра диска с помощью гаек закреплены два латунных ввода электрического тока 3, изолированные от диска эбонитовыми прокладками. Расстояние между центрами вводов 25 мм. Все неплотности крепления вводов залиты плицеином. Верхние концы их имеют гнезда для закрепления в них маленькими винтами железных стоек 4 диаметром 8 мм и длиной одна — 90 мм и другая — 75 мм. Стойки на верхних концах имеют отверстия диаметром 1 мм, в которых также с помощью маленьких винтов закрепляется вольфрамовая нагревательная спираль 5.

Толщина вольфрамовой проволоки для данной конструкции печи должна быть в пределах 0,4—0,6 мм; ее длина 23—30 мм. Проволока предварительно навивается вплотную, виток к витку, на металлический стержень диаметром 5,5—7 мм в холодном состоянии. Если проволока ломается, что бывает редко, то стержень следует нагреть до 100—200°. Концы проволоки длиной 10—12 мм не навиваются на стержень, а отгибаются в разные стороны по диаметру полученной спирали. Спираль закрепляется в железных стойках в вертикальном положении и при этом несколько растягивается. Рабочее пространство печи представляет собой цилиндр высотой 15—18 мм и диаметром 6—8 мм (спираль может быть закреплена и в горизонтальном положении).

Рядом с центральным отверстием диска ввинчено (не насквозь) латунное гнездо 6, более длинное, чем гнездо вводов. В нем на желаемой высоте закрепляется стойка 7 длиной 110 мм и диаметром 5 мм. На верхнем утолщенном конце стойки имеются отверстие и винт для закрепления в горизонтальном положении фарфоровой трубки длиной 25—30 мм. Трубка имеет очень тонкое отверстие, в которое вставляется изогнутая под прямым углом вольфрамовая проволока диаметром 0,3 мм; конец ее загибается в виде ушка с таким расчетом, чтобы на него можно было поместить кусочек испытуемого материала размером 3—4 мм. При опускании стойки образец 8 оказывается подвешенным в центре спирали.

Для измерения температуры с помощью оптического пирометра на удлиненном гнезде в специальной обойме закрепляется стеклянная призма 9 полного внутреннего отражения. Катет призмы равен ее ширине (10 мм). Нить пирометра через эту призму наводится непосредственно на нагреваемое тело.

На диск помещается кольцо, вырезанное из листа эластичной резины с наружным диаметром 60 мм. На это кольцо устанавливается стандартная круглодонная колба емкостью 0,5 л из стекла пирекс с низким широким горлом. Колба устанавливается горлом вниз. Отогнутый край горла предварительно шлифуется и смазывается вакуумной замазкой.

Воздух из колбы эвакуируется ротационным масляным и ртутным или масляным пароструйным насосами до 10^{-4} мм рт. ст. Воздухопровод вакуумной системы присоединяется к отводной трубке диска печи.

Для нагревания помещенного в печь образца до 2000° необходима сила тока в 20—25 а при напряжении до 20 в. Питание электрическим током лучше всего осуществлять через автотрансформатор «вариак», позволяющий плавно изменять напряжение от 0 до 240 в. Испытуемое тело может быть нагрето до 2000° в течение 1—2 мин. и также быстро охлаждено.

При серийных опытах, когда желательно быстро извлечь из печи один образец и снова нагреть другой, вакуумная система должна иметь соответствующие краны.

Высокая температура вызывает распыление вольфрама и осаждение его на стенках колбы и внутренних деталях печи. Однако этот налет не достигает горла колбы и легко удаляется при снятой колбе. Намотка и смена перегоревшей вольфрамовой спирали занимают не более 10 мин.