

Ф. Я. ГАЛАХОВ

## ЗАКАЛОЧНАЯ МИКРОПЕЧЬ НА ТЕМПЕРАТУРУ ДО 2500°

В исследованиях, связанных с нагреванием разнообразных веществ до высоких температур, возможны случаи, когда образцы этих веществ могут иметь очень маленькие размеры. Например, если препарат после нагревания подвергается изучению под микроскопом или рентгеновской съемке по методу порошков, то достаточно иметь кусочек размером 2—3 мм в поперечнике.

Для таких работ нами в 1951 г. была сконструирована микропечь на температуры до 2000° [1]. За прошедшие пять лет печь использовалась в физико-химической лаборатории Института химии силикатов АН СССР при изучении силикатных систем. Такая же печь была построена и в некоторых других институтах. В результате длительного опыта работы с печью оказалось возможным улучшить ее конструкцию. В настоящее время в печи достигается температура 2500°, нагревание проводится не только в вакууме, но и в инертном газе, и образец может подвергаться закалке.

Схематический разрез микропечи представлен на прилагаемом рисунке. Печь состоит из металлического, охлаждаемого водой диска, укрепленного на трех ножках. В диске имеется три отверстия. Одно из них с ввинченным штуцером (на рисунке последний не показан) служит для откачивания воздуха и наполнения газом. В два другие отверстия вставлены электроды, изолированные от диска слюдяными прокладками и с наружной стороны залитые пицеином. В стойках электродов закрепляется нагревательная спираль, изготовленная из вольфрамовой проволоки толщиной 0,8 мм. Во время свивания спирали проволока подогревается на горелке или на спиртовке. Готовая спираль имеет около двадцати витков. Рабочее пространство печи представляет собой цилиндр высотой 20-22 мм и диаметром 5,5-6 мм. Спираль защищается 3-5 танталовыми или молибденовыми экранами, укрепленными на одной из стоек. Сверху экраном служит лист молибдена, помещенный на цилиндрические экраны. В этом листе делается отверстие для наблюдения за образцом.

Для помещения образца в печь и для его сбрасывания служит специальное приспособление. На расстоянии 25 мм от центра диска ввинчено гнездо с втулкой. Во втулке горизонтально закреплена фарфоровая трубка, в которой помещен железный стержень со шляпкой. К горизонтальной фарфоровой трубке при помощи вырезанного углом куса жести прикреплен вертикально металлическая трубка. Испытуемый образец размером около 2 мм в поперечнике помещается в «ушке» вольфрамовой проволоки толщиной 0,3 мм. Эта проволока предварительно вводится в фарфоровую трубку с очень маленьким отверстием. Конец проволоки, вводимый в трубку, слегка изгибается, вследствие чего проволока прочно закрепляется в трубке. Эта фарфоровая трубка с вольфрамовой проволокой, несущей образец, вставляется в вертикальную металлическую трубку и опирается на конец железного стержня, находящегося в горизонтальной фарфоровой трубке. Длина несущей проволоки должна обеспечить расположение образца в центре нагревательной спирали. Сбрасывание образца из горячей зоны печи производится смещением опорного железного стержня при помощи магнита.

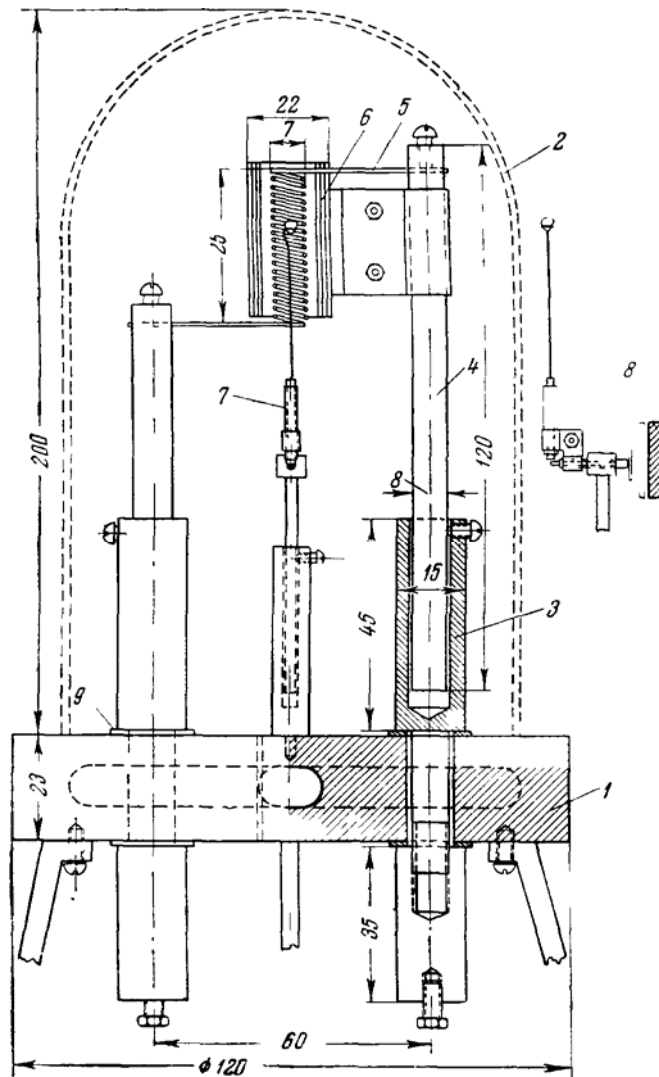


Рис. 1. Схематический разрез закалочной микропечи на 2500°:  
 1 - металлический диск; 2 - стеклянный колпак; 3 - гнезда для электродов; 4 - электроды; 5 - вольфрамовая нагревательная спираль, 6 - экраны молибденовые; 7 - держатель образца; 8 - магнит; 9 - слюдяная прокладка.

Печь изолируется от окружающей среды стеклянным колпаком. Последний делается из молибденового или кварцевого стекла или из стекла пирекс. Верхняя центральная часть колпака должна быть прозрачной, так как через нее производится наблюдение за образцом. Края колпака шлифуются. Между колпаком и диском кладется резиновая прокладка. При нагреве в инертном газе колпак прижимается к диску специальным кольцом с тремя оттяжками, которые привинчиваются к лапкам, закрепленным по краям диска (кольцо с оттяжками и лапки на чертеже не показаны).

Если опыты проводятся в вакууме, то применяются форвакуумный и диффузионный насосы. Для работы в инертном газе предварительная эвакуация производится только форвакуумным насосом с последующей промывкой инертным газом. При нагревании образца до 2500° требуется сила тока до 40 а и напряжение 25 в. Плавное изменение напряжения достигается при помощи автотрансформатора на 9 а, питающего низковольтный 40-амперный трансформатор, соединенный непосредственно с печью.

Температура измеряется оптическим пирометром с исчезающей нитью. Пирометр градуируется по веществам с известной температурой плавления ( $\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$  - 1600°,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  - 2050°,  $\text{Ba}_2\text{O}_3$  - 2320°,  $\text{BeO}$  - 2520°).

Можно также использовать пирометр для наблюдения за плавлением образцов, а

пользуясь теми же веществами с известной температурой плавления отградуировать вольтметр, показывающий напряжение на нагревательной спирали и на нем нанести температурную шкалу.

Образец может нагреваться до максимальной температуры за 30 - 60 сек. или постепенно с любой скоростью. Охлаждение также производится либо плавно, либо быстро для закалки образца. Хотя при сбрасывании образца он не погружается в ртуть или воду, тем не менее, вследствие малого размера, его охлаждение от температуры отжига до температуры ниже 500- 600° происходит за 2-3 сек.

Если выдержка при наибольшей температуре ограничивается несколькими минутами, а подъем и снижение температуры производятся быстро, то весь опыт, включая установку образца, откачку воздуха, промывание и наполнение инертным газом длится не более 15 мин.

## ЛИТЕРАТУРА

1. Ф. Я. Галахов. «Зав лаб», № 2, 254, 1951.