

Коаксиальная криптоловая печь

С.В.Кухтецкий
Институт химии и химической технологии, СО РАН, г. Красноярск
ku_@mail.ru

Введение.....	1
Предупреждение об опасности.....	2
Источник питания	2
Коаксиальная криптоловая печь	4
Схема печи.....	4
Процесс сборки печи	4
Выводы и обсуждение.....	6
Литература.....	8

Криптоловые печи, довольно широко применявшиеся в первой половине прошлого столетия, в настоящее время почти неизвестны экспериментаторам. Тем не менее, такие печи – очень простой, быстрый и эффективный способ получения высоких (1500-2000 градусов и выше) температур в лабораторных условиях, если по каким-то причинам нет возможности использовать современное специальное оборудование (индукционные, дуговые или другие высокотемпературные печи). В данной статье в очень краткой форме (фотографии с минимальными комментариями) показана конструкция и порядок сборки коаксиальной криптоловой печи. Особенность этой печи в том, что ток течет радиально, концентрируясь около центрального цилиндрического графитового электрода. Этот электрод выполняет и роль тигля. Внешний коаксиальный электрод большего диаметра изготовлен из стали и играет дополнительную роль - боковой стенки печи. Помимо замыкания тока, внешние слои криптола, примыкающие к внешнему электроду, служат теплоизоляцией. При достаточном большом отношении радиусов внешнего и внутреннего электродов перегревная неустойчивость не возникает, высокотемпературная зона окружает только внутренний электрод, и печь работает устойчиво.

Введение

Когда у экспериментатора возникают разовые задачи, связанные с нагревом до температур выше 1100-1200 градусов, начинаются проблемы. Промышленные печи на такой температурный диапазон резко возрастают в цене по сравнению со штатными муфельными печами, а изготовление даже небольшой печи собственными силами «упирается» в проблему поиска подходящих материалов. Печи сопротивления с металлическими нагревателями требуют применения либо дорогих благородных металлов (например, платины), либо использования инертной или восстановительной атмосферы. Если же требуемые температуры превышают 1500 градусов, то практически единственным приемлемым вариантом является применение графитовых нагревателей с какой-нибудь подходящей защитой графита от окисления атмосферным воздухом. Абсолютная герметизация графита в таких печах обычно не нужна. Достаточно исключить поступление свежего воздуха, содержащего много кислорода, непосредственно к нагревательному элементу. При этом удается достичь ресурса графитового нагревателя от нескольких десятков до сотни часов, в зависимости от рабочей температуры. Такой ресурс вполне удовлетворителен для единичных лабораторных экспериментов.

К сожалению, физико-химические свойства графита не способствуют изготовлению высокоомных графитовых нагревателей. Его хрупкость не дает возможности делать тонкие длинные спиральные нагреватели, а неустойчивость графита к окислению при высоких температурах заставляет делать нагреватели как можно толще для достижения приемлемого ресурса. Поэтому обычно применяют трубчатые графитовые нагреватели, которые имеют очень низкое сопротивление и требуют для своего питания специальные низковольтные сильноточные источники. Естественно, при этом обостряется проблема контактов и мощных токовыводов в герметичную зону.

Электрическое сопротивление нагревателя можно легко увеличить, если использовать в качестве нагревателя не монолитный кусок графита, а некий объем, заполненный графитовыми гранулами размером 2-5 мм. Такая графитовая «крупа» называется криптолом и обладает рядом замечательных свойств, очень полезных для создания высокотемпературных нагревателей. А именно:

1. Графит (углерод) не образует нелетучих, непроводящих окислов. Поэтому приемлемое электрическое сопротивление контактов между гранулами сохраняется при любых температурах и степени окисления графита.
2. Электрическое сопротивление объема, заполненного криптолом, велико по сравнению с сопротивлением монолитного графита. Это дает возможность питать криптоловые печи более простыми и дешевыми источниками питания. Как будет показано ниже, при использовании тиристорных регуляторов возможно

питание криптоловых печей вообще непосредственно от сети 220 вольт, без использования дорогих и громоздких трансформаторов.

3. Из-за того, что напряжение питания криптоловых печей получается достаточно высоким, начальная стадия разогрева криптола существенно облегчается за счет возникновения большого количества микроразрядов в зонах контакта зерен криптола друг с другом.
4. Использование толстых слоев криптола препятствует свободному поступлению кислорода воздуха в высокотемпературную зону. Это способствует увеличению ресурса нагревателя. По этой же причине, периферийные зоны криптола служат неплохим теплоизолятором для горячих центральных зон.

Благодаря этим замечательным свойствам криптоловые печи широко использовались в лабораторной практике в первой половине прошлого века [1-4]. К недостаткам же криптоловых печей можно отнести следующие.

1. Сравнительно малый ресурс. Обычно это несколько десятков (до сотни) часов в зависимости от рабочей температуры и степени герметизации криптола. С другой стороны, замена выгоревшего криптола – очень простая операция (простота зависит, конечно, от конструкции печи), связанная с выгрузкой старого и насыпкой свежего криптола.
2. Определенная «капризность» криптоловых печей, требующих постоянного контроля за их работой. Сопротивление криптолового нагревателя может заметно и самопроизвольно изменяться в широких пределах как из-за вибраций и ударов, так и от выгорания гранул криптола. Это затрудняет достижение стабильных, повторяемых режимов нагрева.
3. Выделение продуктов окисления криптола и восстановительная атмосфера в печи. Поэтому с такими печами необходимо работать под тягой (для небольших печей) или в хорошо проветриваемом помещении.

По мере развития высокочастотной преобразовательной техники и технологий индукционного нагрева, к настоящему времени криптоловые печи практически полностью вытеснены индукционными и преданы забвению. Достаточно «подробный» поиск в Сети дал всего две (!) современные статьи, так или иначе связанные с криптоловыми печами [5, 6]. Похоже, действительно, для промышленных и массовых лабораторных задач время криптоловых печей безвозвратно ушло. Тем не менее, в ряде случаев такие печи могут оказаться востребованными. К таким случаям относятся разовые недорогие эксперименты, связанные с нагревом до высоких температур, или малобюджетные проекты при отсутствии оборудования для индукционного нагрева. Поэтому я решил описать одну, на мой взгляд, удобную конструкцию коаксиальной криптоловой печи. Она не требует дефицитных материалов, очень проста в изготовлении и вполне надежна в работе.

Примечание. Наши отцы-деды-прадеды изобрели много разных вариантов криптоловых печей. Возможно и такая конструкция, о которой пойдет речь ниже, тоже уже была. К сожалению, мне не удалось найти какого-то близкого прототипа описываемой здесь печи. Поэтому был бы очень признателен за ссылки на такую конструкцию, если она кому-нибудь встречалась.

Предупреждение об опасности

Элементы конструкций, рассматриваемых в данной статье, находятся под высоким напряжением и не имеют гальванической развязки от питающей сети. Поэтому при работе с ними нужно соблюдать предельную осторожность. ВСЕ МАНИПУЛЯЦИИ с этими печами можно проводить ТОЛЬКО ПОСЛЕ ВЫКЛЮЧЕНИЯ ПИТАНИЯ И ПОЛНОГО ОТКЛЮЧЕНИЯ ИХ ОТ СЕТИ!

Источник питания

Традиционные криптоловые печи имели достаточно большое поперечное току сечение. Сопротивление нагревателя составляло величину десятые доли Ома и ниже, в зависимости от конструкции печи, качества криптола и плотности набивки. Поэтому для их питания обычно использовались понижающие трансформаторы. Типичные режимы питания – токи от 50 до 150 А, напряжения 40-60 В. В данной работе мы будем иметь дело с менее мощными печами (до 10 кВт). Рабочее пространство организовано так, что сопротивление криптоловой засыпки составляет 10-20 Ом. Поэтому такие печи можно питать непосредственно от сети, используя какой-нибудь простой регулятор для управления мощностью печи. В данном случае был выбран простейший вариант симисторного регулятора с управлением на базе отечественной микросхемы фазового регулятора KP1182ПМ1. Схема регулятора взята из статьи [7] (рис.12 в [7]) практически без изменений. Она изображена на рис.1.

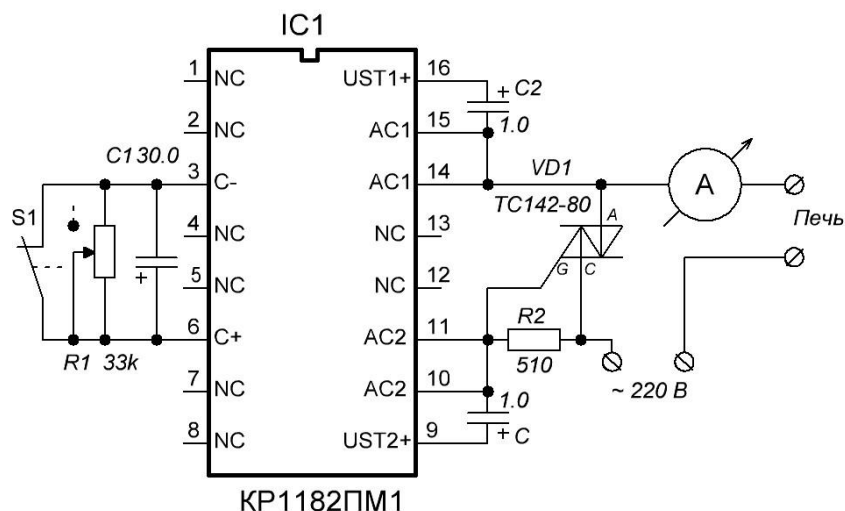


Рис.1. Схема простейшего регулятора мощности печи

Резистор R1 лучше выбрать с выключателем, но можно и обойтись без него. Подключать регулятор к сети (да и отключать тоже) необходимо при таком положении ручки, чтобы ножки 3 и 6 микросхемы были «замкнуты». Конденсатор C1 уменьшит бросок тока, если вы забудете это сделать. Марка симистора зависит от предполагаемой мощности печи и возможностей питающей сети. У меня под рукой оказался TC142-80. 80A хватит с огромным запасом. Для контроля среднего тока, потребляемого печью, желательно поставить какой-нибудь измеритель переменного тока.

Никаких особых требований к монтажу регулятора нет. Еще раз напомним, что радиатор симистора находится под высоким напряжением. Будьте предельно осторожны при работе! Правильно собранный регулятор обычно работает сразу. Испытаем его, подключив мощную лампу накаливания вместо печи (рис.2). Проверим плавность регулировки – яркость свечения должна плавно изменяться с поворотом ручки резистора. Также плавно должен изменяться и потребляемый ток.



Рис.2 Собранный регулятор в процессе испытания

Теперь мы можем перейти к рассмотрению конструкции коаксиальной криптолоевой печи.

Коаксиальная криптоловая печь

Схема печи

Схема коаксиальной криптоловой печи представлена на рис.3.

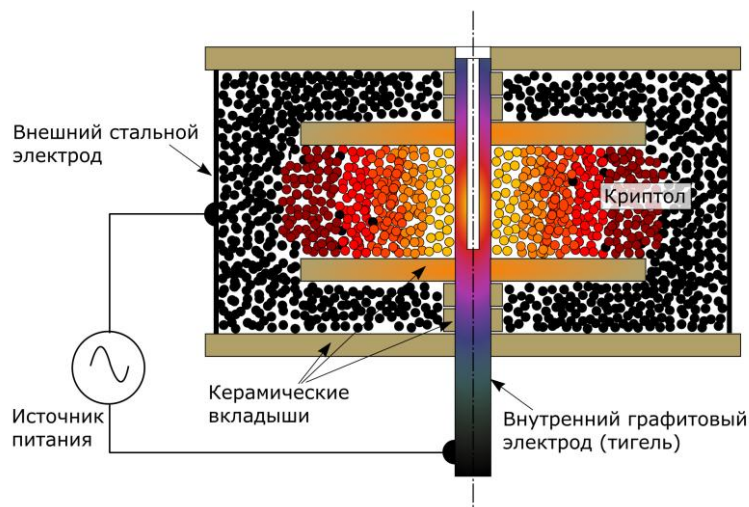


Рис.3. Схема коаксиальной криптоловой печи

Центральный электрод выполнен из графита. В верхней части этого электрода просверлено отверстие, которое представляет собой рабочую камеру печи (тигель). Внешний коаксиальный электрод выполнен из листовой стали и служит внешней стенкой. На центральный электрод, как на детскую пирамидку, надеваются керамические кольцевые вкладыши. Остальное пространство внутри печи заполнено криптолом.

Форма и количество керамических вкладышей может выбираться из различных соображений. Один из вариантов показан на рис.3. В этой конструкции верхний, нижний и боковой слои криптола (на рисунке – черные гранулы) выполняют функцию теплоизоляции. Заметно нагреваются только внутренние слои криптола (обозначены цветными гранулами). При этом, за счет радиального направления тока, максимальный нагрев происходит в центральной зоне вблизи графитового электрода, где плотность тока максимальна.

Процесс сборки печи

На серии следующих ниже рисунков показан процесс сборки и подготовки печи к работе. Все детали печи показаны на рис. 4.



Рис.4. Детали печи

Сборку начнем с установки дна печи, центрального графитового электрода и нижних керамических вкладышей (рис.5).



Рис.5. Начало сборки печи

После этого устанавливаем внешний электрод и засыпаем нижнюю часть печки криптолом (рис.6).



Рис.6. Нижняя часть печи готова

Толщина слоя криптола над верхним вкладышем нижней группы составляет около 20 мм. Этот слой по сути дела и является нагревателем. На заднем плане рис.6. можно видеть зеркало, расположенное таким образом, чтобы через него было видно изображение печи сверху.

Можно продолжить сборку печи: поставить остальные керамические вкладыши и досыпать криптол. Мы это сделаем чуть позже. А пока посмотрим работу криптола в качестве нагревателя. Это позволит представить, как будем происходить процесс нагрева криптола в уже полностью собранной печи.

Подключаем регулятор к сети и начинаем плавно увеличивать R1 (рис.1). Начиная с какого-то уровня станет слышно характерное потрескивание и вокруг центрального электрода можно будет наблюдать множество микроразрядов между гранулами криптола (рис.7).



Рис.7. Иллюстрация «работы» криптола

По ссылке [8] можно посмотреть видео, на котором представлена начальная стадия разогрева криптола. На рис.8. мы видим, что область нагрева сосредоточена в области центрального графитового электрода.



Рис.8. Вид печи после испытаний

После остывания криптола можно закончить сборку печи: устанавливаем верхнюю группу керамических вкладышей и засыпаем оставшееся пространство криптолом. Полностью собранная печь (без верхней крышки) показана на рис.9.

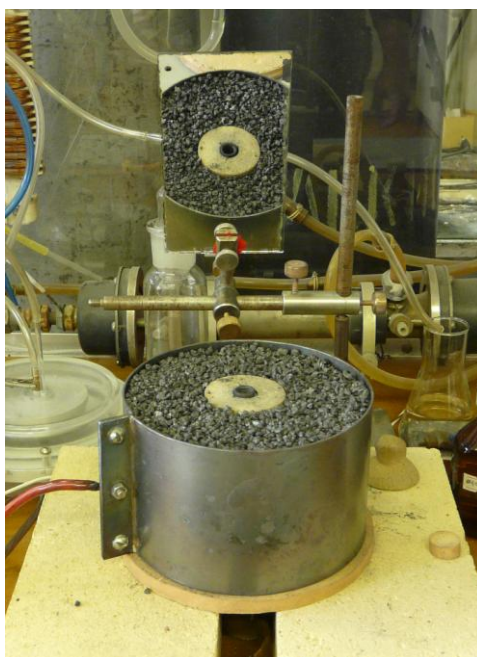


Рис.9. Полностью собранная печь

Выводы и обсуждение

Итак, в данной статье мы рассмотрели конструкцию коаксиальной криптоловой печи и процесс ее сборки. Конечно, по ресурсу и удобству работы, криптоловые печи не идут ни в какое сравнение с печами, используемыми, например, индукционный нагрев. Тем не менее, главное достоинство криптоловых печей заключается именно в простоте их изготовления и дешевизне. Для разовых лабораторных экспериментов, связанных с высокими температурами, эти факторы могут оказаться определяющими.

Важнейшая особенность печи, представленной в данной статье, заключается в том, что ток течет радиально между двумя коаксиальными электродами, концентрируясь около внутреннего графитового электрода. Важнейший безразмерный параметр этой печи – отношение диаметра внешнего электрода D к диаметру внутреннего d . Т.е. параметр D/d . Детальное исследование характера работы печи при различных значениях этого параметра не проводилось, но некоторые качественные наблюдения изложены ниже.

При достаточно большом значении этого параметра ($D/d > 8-10$) печь работает довольно устойчиво, и высокотемпературная зона сосредоточена вокруг центрального электрода. Именно такой вариант рассматривался выше (см. рис.7 и рис.8).

При меньших отношениях диаметров возможен несимметричный нагрев центрального электрода (рис.10 слева) в начале работы, который исчезает при дальнейшем нагреве (рис.10 справа). В этом случае печь работает тоже довольно устойчиво.



Рис.10. Варианты работы печи с небольшим отношением диаметров электродов ($D/d \sim 4$)

При еще меньших отношениях диаметров электродов ($D/d < 2-3$) начальный несимметричный нагрев криптола может развиваться в перегревную неустойчивость. При этом высокотемпературная зона занимает довольно узкую область между центральным и внешним электродами. Практически весь ток печи протекает через эту зону. Далее начинает спекаться криптол, плавиться керамические вкладыши и печь выходит из строя. Схематично такой режим работы показан на рис.11.

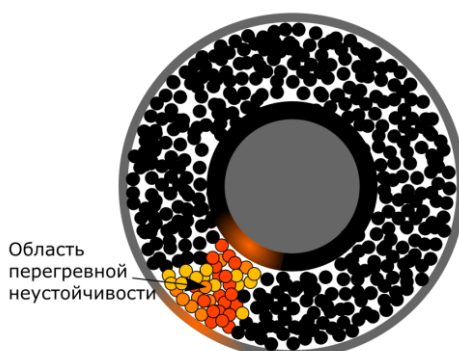


Рис.11. Схема неустойчивой работы криптовой печи

Коаксиальные печи с малым отношением диаметров электродов требуют постоянного внимания и контроля. Поскольку конструкция печи полностью закрыта, уследить за локальным перегревом не всегда удастся. Поэтому, для устойчивой и надежной работы коаксиальной криптовой печи, отношение диаметров электродов не следует брать меньше 5-6 без серьезных на то причин.

Второй аргумент в пользу большого отношения диаметров электродов заключается в том, что внешние слои криптола греются слабо и служат хорошим теплоизолятором. В результате внешний стальной электрод не перегревается и не требует дополнительной теплоизоляции снаружи.

Ну и, наконец, третий и последний довод в пользу большого отношения диаметров электродов – возрастание электросопротивления слоя криптола с ростом этого отношения $R = (\rho / (2 * \pi * h)) * \ln(D/d)$, где ρ – удельное сопротивление криптола, h – высота слоя криптола. Большое отношение D/d позволяет отказаться от громоздких и дорогих трансформаторов и питать печь непосредственно от сети (естественно, с использованием регулятора мощности).

Литература

1. Веселовский, Шманенков И.В. Нагревательные приборы в лабораторной практике. ГНТИХЛ, М.-Л., 1947. Про криптоловые печи - стр.53-60. Книгу в формате djvu можно посмотреть здесь: http://ku.nextmail.ru/lib/01_Veselovskij.djvu.
2. Чмутов К.В. Техника физико-химического исследования. ГНТИХЛ, М., 1954. Фрагмент про криптоловые печи. Стр.29-32 можно посмотреть здесь: http://ku.nextmail.ru/lib/02_Chmutov.djvu.
3. Базилевич А.С. Криптоловые печи. ГРСЛ, М.-Л., 1935, с.68. Книгу в формате djvu можно посмотреть здесь: http://ku.nextmail.ru/lib/03_Bazilevich.djvu.
4. Зикеев Т.А., Корелин А.И. Анализ энергетического топлива. ГЭИ, М.-Л.,1948. Фрагмент про монтаж криптоловой печи. Стр.253-255 можно посмотреть здесь: http://ku.nextmail.ru/lib/04_Zikeev.djvu.
5. Попов А. Настольная плавильня. <http://www.mirsamodelok.ru/news/2008-05-29-264>.
6. Иванова А.В., Михайлова Н.А. Технологические испытания глин. ГОУ ВПО УГТУ-УПИ, 2005. http://window.edu.ru/window_catalog/redirect?id=28761&file=ustu368.pdf.
7. Немич А. Микросхема КР1182ПМ1 – фазовый регулятор мощности. Радио, 1999, N.7, С.44-46
8. Демонстрация процесса нагрева криптола: <http://www.youtube.com/watch?v=VUz84ogPs-c> и http://www.youtube.com/watch?v=f_jkq3PNTrw

11.04.11.21.35