

Laboratorní a výpočetní technika

PEC S MANIPULÁTOREM PRO IZOTERMNÍ VÝPALY LABORATORNÍCH VZORKŮ

STANISLAV CHROMÝ, MILAN ZAVADIL

Výzkumný ústav stavebních hmot, Hněvkovského 65, 617 00 Brno

Došlo 2. 12. 1980

V článku je popsána konstrukce elektrické odporové pece, opatřené zařízením pro manipulaci se vzorkem, určené pro izotermní výpaly malých vzorků do teploty 1600 °C s vysokými rychlostmi ohřevu i chlazení. Manipulátor a elektronická ovládací jednotka umožňují samočinné vkládání a vyjímání vzorku ze žárového pásma pece s programovatelnou dobou výpalu.

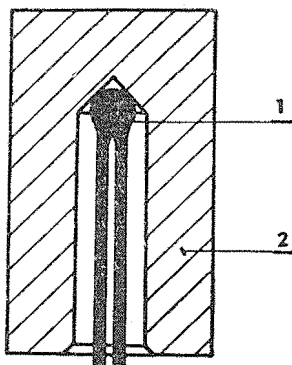
ÚVOD

Studium izotermní kinetiky procesů vzniku silikátových látek vyžaduje zařízení, pomocí kterého lze vzorky vystavit stálým teplotám za definovaných a reprodukovatelných podmínek. Procesy vkládání a vyjímání vzorků z vypalovacího zařízení musí být co nejkratší, aby chyba, způsobená procesem výpalu byla při kinetickém hodnocení minimální. Pro velmi krátké doby izotermních prodlév nelze tyto požadavky splnit obvyklou ruční manipulací se vzorkem. Proto byl po zkušenostech s přístrojem DTA [1], [2] vyvinut postup úpravy práškového vzorku a zařízení, které uvedené požadavky do značné míry splňují, přičemž manipulace se vzorkem je plně automatizována.

EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

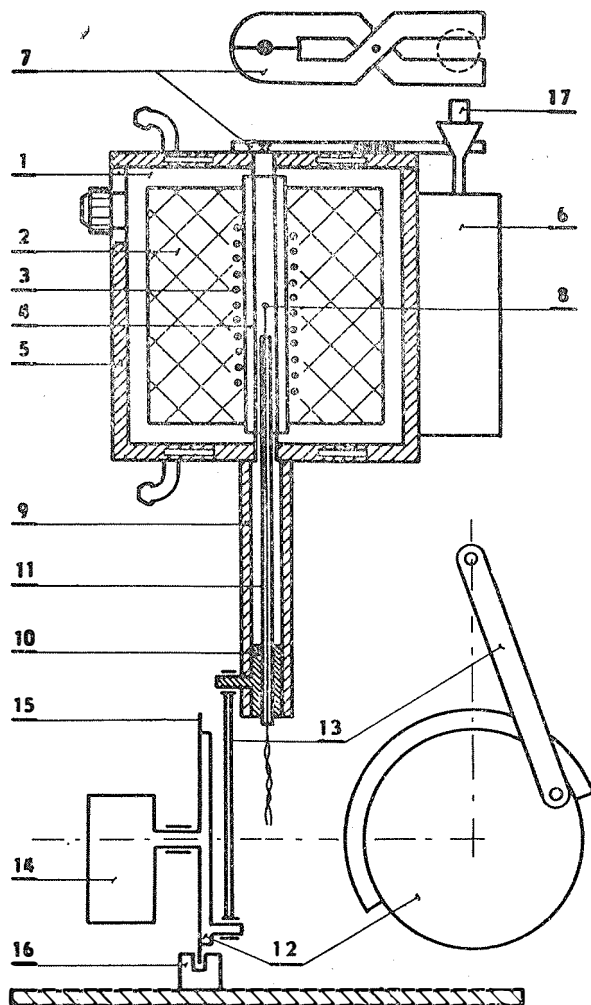
Příprava vzorku

Z práškové suroviny se vzorek pro výpal zhotoví vytlisováním válečné tabletky s otvorem pro zavěšení na svar termočládku, jak je znázorněno na obr. 1 ($\varnothing 3 \times 5$ mm)



Obr. 1. Řez vzorkem, zavěšeným na svaru termočládku; 1 — svar termočládku, 2 — výtlisk.

Lisovací forma [2] s tvarovaným pístem je vyrobena z kalené oceli a zabroušena s vysokou přesností, aby nedocházelo k jejímu zadírání a ztrátám hmoty vzorku, což umožňuje přesnou navážku a zatlačením pístu formy „na doraz“ dodržení konstantní objemové hmotnosti výlisku.



Obr. 2. Řez pece s manipulátorem; 1 — plášť pece, 2 — výplň pece (práškový Al_2O_3), 3 — odporové vinutí, 4 — korundová trubka, 5 — vnější plášť pece s vodou chlazenými čely, 6 — elektromagnet, 7 — uzávěrka pece, 8 — svar termočlásku, 9 — vedení, 10 — vložka, 11 — korundová dvojkapilára, 12 — kolo s čepem, 13 — ojnice, 14 — elektromotor, 15 — clona polohového snímače, 16 — polohový snímač, 17 — tlačítko ručního ovládní uzávěrky.

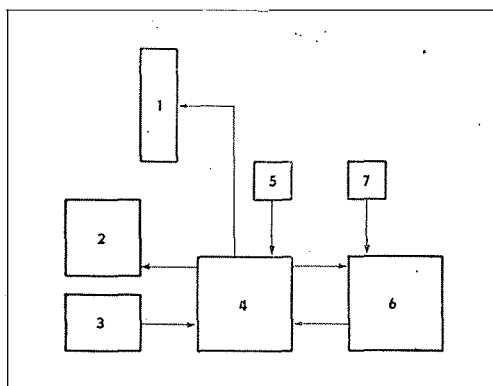
Pec s manipulátorem

Trubková odporová pec (obr. 2, 1—4) s Pt-Rh (40 %) vinutím ($\varnothing 90 \times 90$ mm) je vložena do vodou chlazeného pláště 5, na jehož boku je upevněn elektromagnet 6, který rozevírá nůžkovitou uzávěrku pece 7. V této uzávěrce je v sevřené poloze malý otvor pro průchod svaru termočlánku 8 a jamka pro uložení vzorku. Ve spodním čele pláště pece je přípevněno vedení 9, ve kterém se pohybuje vložka 10 s korundovou dvojkapilárou 11 a termočlánkem 8. Vložka 10 se ve vedení 9 pohybuje pomocí klikového mechanismu, sestávajícího z kola 12 a ojnice 13, poháněného synchronním elektromotorkem s převodovkou 14 (1 ot s⁻¹). Kolo 12 unáší clonu 15 polohového snímače 16. Blokové schéma zapojení ovládajícího systému je na obr. 3. Elektromagnet a klikový mechanismus pece jsou ovládány výstupy řídicí jednotky 4, která je svými vstupy spojena s polohovým spínačem 3, startovacím tlačítkem 5 a výstupem časového snímače 6. Vstupy časového snímače 6 jsou spojeny s řídicí jednotkou 4 a přepínačem časové základny 7.

Teplota v peci je nastavována triakovým regulátorem a stabilizována na požadované teplotě termostatem, který využívá napětí termočlánku, umístěného v blízkosti odporového vinutí pece.

Činnost zařízení

Po dosažení zvolené teploty v peci a její stabilizaci se vloží vzorek do jamky v uzávěrce pece a na panelu ovládací jednotky se nastaví zvolená doba setrvání vzorku v peci. Po stisknutí startovacího tlačítka proběhne celý výpal automaticky. Během jedné otáčky kliky (obr. 2, 12) se vysune svar termočlánku 8 malým otvorem v uzávěrce 7 a nadzvedne vzorek, uzávěrka se rozevře, termočlánek se vzorkem se vrátí do středu žárového pásma pece a uzávěrka se zavře. Po uplynutí nastavené doby výpalu (opět v průběhu jedné otáčky klikového mechanismu) se vzorek na termočlánku vysune otevřenou uzávěrkou do horní polohy, uzávěrka se zavře a při zpětném pohybu termočlánku zůstane vzorek v jamce uzávěrky v proudu vzduchu ventilátoru. Grafickým záznamem napětí termočlánku 8 je zajištěna kontrola stability teploty výpalu.



Obr. 3. Blokové schéma ovládací jednotky pece; 1 — elektromagnet, 2 — elektromotor, 3 — polohový snímač, 4 — řídicí jednotka, 5 — startovací tlačítko, 6 — časový snímač, 7 — přepínač časové základny.

Пříklad použití

Teplota v peci je udržována v rozpětí $\pm 2^\circ\text{C}$ a vzorek inertního materiálu (Al_2O_3) dosáhne teploty 1500°C v tomto rozpětí přibližně za 60 s, což odpovídá střední rychlosti ohřevu $1500^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ a s přibližně stejnými parametry proběhne i chlazení do teploty 100°C . Tepelné zabarvení reakcí ve vzorku uvedené rychlosti ovlivňuje, takže např. vzorek cementářské surovinové moučky dosáhne teploty 1500°C za 20 s střední rychlostí $4500^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$ a chlazení slínku do teploty tuhnutí kapalné fáze (cca 1250°C) probíhá rychlostí $7500^\circ\text{C} \cdot \text{min}^{-1}$.

Pec byla použita k výpalům slínků portlandského cementu, které byly mikroskopicky kvantitativně analyzovány. V žádném případě nedošlo k destrukci vzorku v průběhu rychlého ohřevu. Vzorek se ohřívá převážně absorpcí tepelného záření a rozklad minerálů postupuje od povrchu, a tím se postupně vytváří dostatek spojitého prostoru pro odvod plynů. Pro mikroskopický kvantitativní fázový rozbor tvořily nábrus vždy tři samostatně vypálené slínky [3], čímž se značně snížila chyba odběru surovinové moučky i tepelného zpracování.

ZÁVĚR

Popsaná elektrická odporová pec s manipulátorem je vhodná pro izotermní výpaly látek, ve kterých probíhají reakce v pevné fázi nebo jen s částečným podílem taveniny. Celý cyklus výpalu je plně automatizován, což zaručuje vysokou reprodukovatelnost tepelného zpracování a přesné dodržení požadovaných parametrů výpalu.

Literatura

- [1] Chromý S.: Zborník VI. celoštátnej konferencie o termickej analýze „Termanal 73“, P-49.
- [2] Chromý S.: 6th. Intern. Congr. Chemistry of Cement, III, 268 (Moscow 1974).
- [3] Chromý S.: Silikáty 22, 215 (1978).

ПЕЧЬ С МАНИПУЛЯТОРОМ ДЛЯ ИЗОТЕРМИЧЕСКИХ ОБЖИГОВ ЛАБОРАТОРНЫХ ОБРАЗЦОВ

Станислав Хромы, Милан Завадил

Научно-исследовательский институт строительных материалов Брно

Электрическая печь сопротивления с манипулятором предназначена для изотермических обжигов, при которых протекают реакции в твердой фазе или только с частичной долей расплава. Весь цикл обжига вполне автоматизирован, что обеспечивает высокую воспроизводимость термической обработки и точное соблюдение требуемых параметров обжига.

Трубчатая электрическая печь с обмоткой из проволоки Pt—Rh (40 %) (рис. 2, 1—4) в охлаждаемом водой кожухе 5 оснащена манипулятором с колебательным механизмом 9—14, который приводит в движение термоэлемент 8, служащий одновременно как носитель специально формованного образца, отштампованного из сухого порошка (рис. 1). В течение одного оборота кривошипа (1 об. с^{-1}) подвешится образец, установленный в выемке затвора печи (рис. 2, 7), на сварочный шов термоэлемента и переместится в центр зоны спекания печи, причем затвор времени закроется. После времени обжига, установленного переключателем развертки времени (рис. 3, 7) управляющей единицы, образец пройдет через открытое отверстие затвора печи, где захватывается и охлаждается

в струе воздуха. Шов термоэлемента через небольшое отверстие в закрытом затворе опять перемещается в центр печи. Затвор управляется электромагнитом 17 (рис. 2) посредством датчика положения 16. Температура печи устанавливается триаковым регулятором и стабилизируется на требуемой температуре (макс. 1600 °C) термостатом с подобным термоэлементом, расположенным вблизи обмотки печи. Нагрев и охлаждение образца проводится с высокой скоростью, которая напр. у цементной муки-сырца составляет 4500 °C. мин⁻¹, или 7500 °C. мин⁻¹.

Рис. 1. Сечение образцом, подвешенным на шве термоэлемента; 1 — шов термоэлемента, 2 — штампованное изделие.

Рис. 2. Сечение печи с манипулятором; 1 — кожух печи, 2 — насадка печи (порошковая Al_2O_3), 3 — сопротивительная обмотка, 4 — корундовая трубка, 5 — внешний кожух печи с бортами, охлаждаемыми водой, 6 — электромагнит, 7 — затвор печи, 8 — шов термоэлемента, 9 — проводка, 10 — прокладка, 11 — корундовый двойной капилляр, 12 — колесо с цинфой, 13 — шатун, 14 — электродвигатель, 15 — диафрагма датчика положения, 16 — датчик положения, 17 — кнопка ручного управления затвором.

Рис. 3. Блок-схема единицы управления печью; 1 — электромагнит, 2 — электродвигатель, 3 — датчик положения, 4 — управляющая единица, 5 — пусковая кнопка, 6 — датчик времени, 7 — переключатель разгрузки времени.

A MANIPULATOR-EQUIPPED FURNACE FOR ISOTHERMAL FIRING OF LABORATORY SAMPLES

Stanislav Chromý, Milan Zavadil

Research Institute of Building Materials, Brno

The manipulator-equipped electric resistance furnace has been designed for isothermal firing of materials involving solid-phase reactions or reactions involving a low proportion of flux. The entire firing cycle is fully automated, which ensures a high reproducibility of the heat treatment and precise maintenance of the required firing parameters.

The tubular electric resistance furnace with a winding of Pt-Rh (40%) wire (Fig. 2, 1—4) in a water-cooled jacket 5 is equipped with a manipulator with a lever gear 9—14 moving thermocouple 8 which at the same time serves as support of a specially shaped sample pressed from dry powder (Fig. 1). During one lever revolution 1 r.p.s. the sample placed in the furnace closure recess (Fig. 2, 7) is suspended into the thermocouple joint and transferred to the centre of the heat furnace zone, while opening the closure for a certain period of time. After the time of firing preset by the control unit time switch (Fig. 3, 7) has elapsed, the specimen is shifted through the open furnace closure, where it is fixed and cooled in an air stream. The thermocouple joint will then be replaced to the furnace centre through a small opening in the shut closure. The closure is controlled with an electromagnet through a position scanner 16. The furnace temperature is adjusted with a triak controller and stabilized at the required temperature (max. 1600 °C) with a thermostat using an auxiliary thermocouple situated close to the furnace winding. Both heating and cooling of the specimen proceed at high rates, e.g. at 4500 °C min⁻¹ or 7500 °C min⁻¹ with cement raw-material powder.

Fig. 1. Sectional view of specimen suspended on the thermocouple joint; 1 — thermocouple joint, 2 — compacted specimen.

Fig. 2. Sectional view of the manipulator-equipped furnace; 1 — furnace jacket, 2 — furnace packing (powdered Al_2O_3), 3 — resistance winding, 4 — corundum tube, 5 — external furnace jacket with water-cooled faces, 6 — electromagnet, 7 — furnace closure, 8 — thermocouple joint, 9 — guide, 10 — insert, 11 — corundum twin capillary, 12 — wheel with journal, 13 — crankshaft, 14 — electric motor, 15 — position scanner shutter, 16 — position scanner, 17 — push-button of manual closure control.

Fig. 3. Block diagram of the furnace control unit; 1 — electromagnet, 2 — electric motor, 3 — position scanner, 4 — control unit, 5 — starting button, 6 — timing scanner, 7 — time control switch.