

Laboratorní a výpočetní technika

LABORATÓRNA PEC PRE TEPLoty DO 2 200 K

MILAN LONGAUER, JAROMÍR HAVLICA, VLADIMÍR AMBRÚZ

Ústav anorganické chémie CCHV SAV, Dúbravská cesta 5, 842 36 Bratislava

Došlo 29. 6. 1983

Princíp funkcie navrhnutej a skonštruovanej pece je vo využití rozdielnych teplotných závislostí elektrickej vodivosti keramického vyhrievacieho elementu na báze oxidu zirkoničitého stabilizovaného oxidom vápenatým a paralelne zapojeného kovového vinutia. Toto usporiadanie umožňuje dosiahnutie štartovacej teploty keramického vodiča, pričom významnú úlohu v dosahovaní maximálnej teploty hrajú teplotné gradienty v radiálnom a axiálnom smere.

ÚVOD

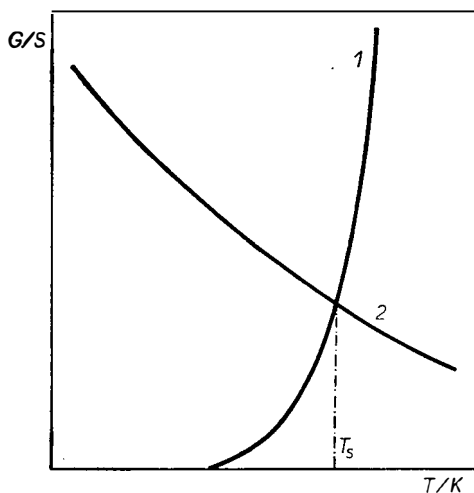
Problémom pri použití keramických vodičov vo funkcii vyhrievacích elementov je dosiahnutie štartovacej teploty, zabezpečenie keramického elementu pri chladnutí pece a vytvorenie predpokladov pre dosiahnutie maximálnej teploty voľbou vhodných teplotných pomerov v peci dovoľujúcimi použitie vhodných kontaktov. Štartovanie sa obyčajne rieši použitím nezávislého odporového vinutia alebo indukčného ohrevu a po prekročení štartovacej teploty (cca 1 000 K) sa pohyblivý element z priestoru pece vyberá. Podobne pri chladení keramického vyhrievacieho elementu citlivého na teplotné rázy je treba zabezpečiť približne rovnakú teplotu pomocného vyhrievacieho zariadenia dovoľujúceho pokles teploty v systéme na izbovú teplotu. Nakoľko typ pecí s keramickým vyhrievacím elementom umožňuje dosiahnutie vysokých teplôt aj v oxidačnej atmosfére, hľadajú sa spôsoby [1, 2], ako zabezpečiť prevádzku takéhoto zariadenia s minimálnym nebezpečím poškodenia keramického vyhrievacieho elementu. Jedným z príspevkov k tejto problematike je aj táto práca.

PRINCÍP FUNKCIE NAVRHNUTEJ PECE

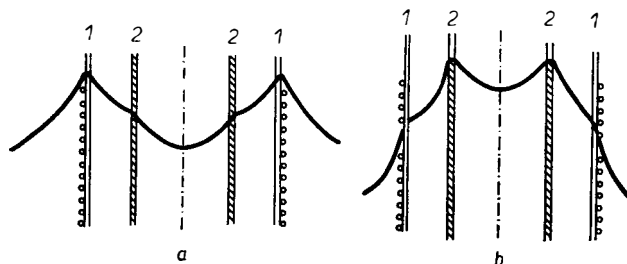
Princíp správnej funkcie navrhnutej a skonštruovanej pece je vo využití rozdielnych teplotných závislostí elektrickej vodivosti stabilne zabudovaného kovového vinutia a keramického vyhrievacieho elementu a ďalej vo využití teplotných gradientov v peci. Ako ukazuje obr. 1, kde sú schematicky znázornené grafické priebehy hodnoty elektrickej vodivosti obidvoch vyhrievacích elementov ako funkcie teploty, v prípade paralelného zapojenia pri nižších teplotách prechádza prúd prednostne kovovým vinutím a po prekročení teploty T_s je uprednostnený keramický vodič. Dá sa predpokladať, že tvar teplotného profilu v radiálnom smere (pozri obr. 2a, b) má v oblasti pod štartovacou teplotou maximum na kovovom vinutí, ako to ukazuje obr. 2a. Pri teplotách vyšších je maximum na keramickom vyhrievacom elemente. V prípade vzostupu teploty je zrejme štartovacia teplota v dôsledku teplotného gradientu posunutá k vyšším teplotám na kovovom vinutí a pri poklese je tomu naopak. So vzrastajúcou teplotou v pracovnom priestore

pece pri $T > T_s$ sa nezvyšuje výraznejšie teplota kovového vinutia a tento element funguje ako tienidlo tepelného toku.

Dosiahnutie maximálnej teploty pri vhodnej vzdialenosti keramikého a kovového vyhrievacieho elementu je limitované teplotou prívodov ku keramikému vyhrievaciemu elementu a teplotou kontaktov. Dostatočný teplotný spád od



Obr. 1. Typy teplotných závislostí elektrickej vodivosti keramikého vyhrievacieho elementu 1 a kovového vinutia 2



Obr. 2. Teplotné profily v navrhnuvej peci v radiálnom smere pod štartovacou teplotou (2a) a nad štartovacou teplotou (2b); 1 — keramiký nosič s kovovým vinutím, 2 — keramiký vyhrievací element (ZrO_2 stab. CaO)

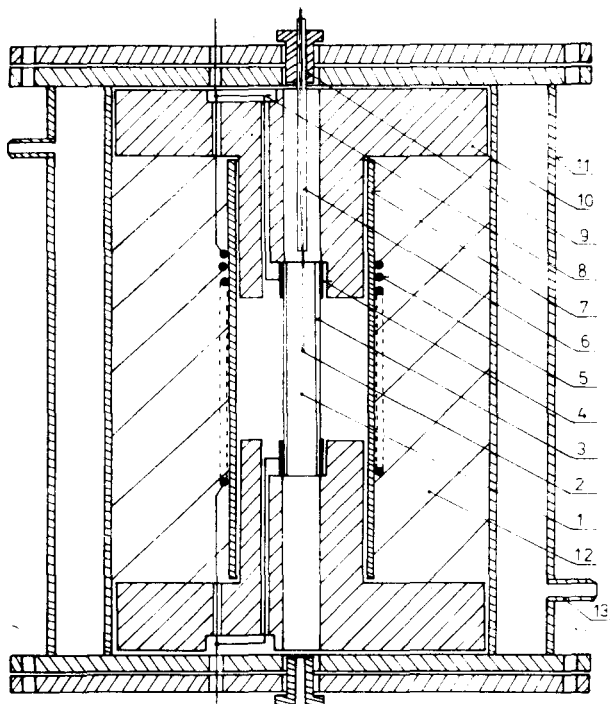
stredy pece, kde je teplotné maximum, smerom ku kontaktom dT/dz je možno zabezpečiť zvýšením hustoty tepelného toku q pri danej tepelnej vodivosti λ

$$q = \lambda \frac{dT}{dz}, \quad (1)$$

napríklad zosilnením prívodov alebo ich chladením. Takýto zásah do tepelného režimu však musí rešpektovať teplotné rozťažnosti materiálov, aby nedošlo k deštrukcii keramikého vyhrievacieho elementu následkom mechanických napätí v tuhom telese.

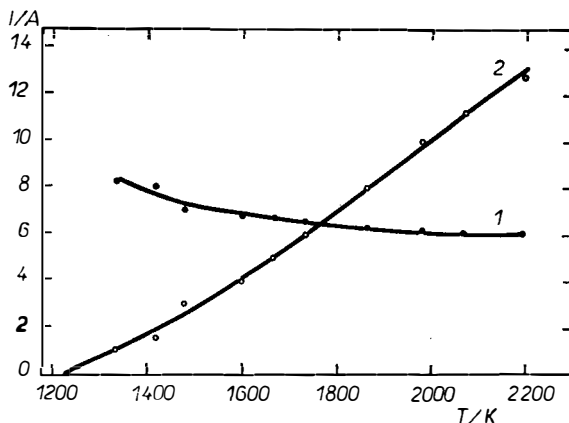
OPIS EXPERIMENTÁLNEHO ZARIADENIA
A DOSIAHNUTÉ VÝSLEDKY

Skonštruovalo sa zariadenie, ktorého schéma sa uvádza na obr. 3. Základným článkom pece je keramický vyhrievací element 3 zhotovený zo stabilizovaného oxidu zirkoničitého. Je to trubka s vnútorným priemerom 10 mm, dĺžky 50 mm. Na koncoch vyhrievacieho elementu sa nachádzajú dva prstence kontaktov 4 zo zliatiny Pt70%Rh30%. Lepší kontakt a vylúčenie vzniku prechodových odporov medzi keramickým materiálom a kovovými prívodmi sa v prvých experimentoch zabezpečil náterom platinovej pasty. Kovové vinutie 5 pozostávajúce z drôtu zo zliatiny Pt70%Rh30% priemeru 0,7 mm na korundovom nosiči vinutia 7, bolo zapojené paralelne ku keramickému vyhrievaciemu elementu 3. Vyhrievací blok je fixovaný alundovými prírubami 10, cez ktoré prechádzajú aj prívody 8 elektrického prúdu. Celok je uložený do ocelového plášťa pece 11 o priemere 130 mm a výške 180 mm, ktorý je chladený vodou cez prívody 13. Ako zdroj sa využila sústava tyristorového spínača ČKD n. p. typ BS 1, 2 F 001 a regulátora teploty TRS 97 (ZPA). Meranie teploty sa realizovalo termočlánkom Ir—Ir40%Rh60% (Heraeus). Kalibrácia termočlánku sa vykonala na teploty topenia zlata, paládia a platiny s presnosťou ± 10 K.



Obr. 3. Schéma pece; 1 — pracovný priestor pece, 2 — termočlánok, 3 — keramický vyhrievací element, 4 — kontakty, 5 — kovové vinutie, 6 — korundový držiak termočlánku, 7 — korundový nosič vinutia, 8 — prívody, 9 — horný uzáver pece, 10 — alundová príruha, 11 — plášť pece, 12 — izolačná vrstva (guličkový korund), 13 — prívod chladiacej vody.

V testovacích experimentoch sa sledovali základné elektrické charakteristiky zariadenia pri rôznych teplotách a odskúšala sa maximálna zafaržiteľnosť pokusnej pece. Sledoval sa prúd prechádzajúci vyhrievacími elementami pri teplotách nad 1 300 K. Získané výsledky sa uvádzajú na obr. 4. Krivka 1 je závislosť prúdu od teploty kovového vinutia a krivka 2 patrí keramickému vyhrievaciemu elementu.



Obr. 4. Teplotná závislosť prúdu keramického a kovového vyhrievacieho elementu (○ — keramický vyhrievací element, ● — kovové vinutie).

DISKUSIA

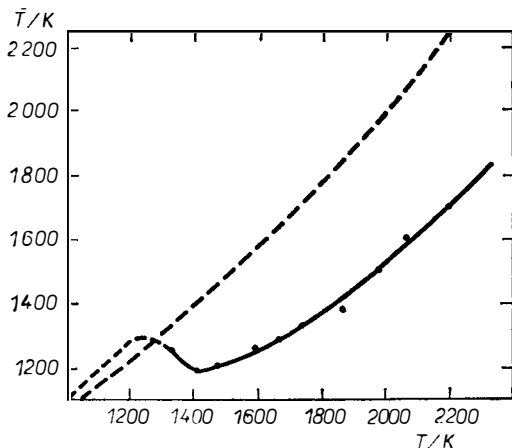
Zo získaných závislostí prúdu od teploty na kovovom a keramickom vyhrievacom elemente, ktoré sa uvádzajú na obr. 4 je zrejmé, že v prípade paralelného zapojenia dochádza pri teplote okolo 1 300 K k počiatku vzrastu prúdu na keramickom vodiči, pričom prúd na kovovom vinutí zaznamenal pokles z pôvodných 9 A na cca 6 A pri maximálnej teplote 2 200 K. Treba poznamenať, že skutočná teplota na vyhrievacích elementoch je vyššia ako teplota v strede pece, kde je umiestnený merací termočlánok. Nakoľko vzdialenosť termočlánku od keramického vyhrievacieho elementu je cca 5 mm, predpokladali sme pomerne malý rozdiel v teplotách, zatiaľ čo v prípade kovového vinutia je vzdialenosť väčšia a teda bude i teplotný rozdiel väčší. Informácie o teplotných pomeroch v zariadení sú dôležité pre hodnotenie tepelného namáhania jednotlivých častí. Z týchto dôvodov sme sa pomocou vzťahu pre teplotnú závislosť odporu pokúsili vypočítať strednú teplotu kovového vinutia pri rôznych teplotách v pracovnom priestore pece.

$$T = \frac{1}{0,0013} \left(\frac{R}{R_{293}} - 1 \right) + 293, \quad (2)$$

kde T je stredná teplota, R je odpor vinutia pri danej teplote, R_{293} odpor vinutia pri 293 K. Hodnota teplotného súčiniteľa odporu sa prevzala z práce [3]. Aj keď je zrejmé, že na kovovom vinutí je teplotný spád v smere od stredu pece ku koncu, predsa sa dá pomocou získanej závislosti na obr. 5 odhadnúť, že na kovovom vinutí je teplota cca o 500 K nižšia pri teplotách pracovného priestoru okolo 2 200 K.

Pre dosiahnutie vyšších teplôt je limitujúcim činiteľom vyriešenie teplotnej odolnosti prívodov a kontaktov. Za riešenie pokladáme zväčšovanie dĺžky vy-

Laboratorná pec pre teploty do 2 200 K



Obr. 5. Závislosť stredných teplôt kovového vyhrievacieho elementu na teplote v pracovnom priestore pece (●). Čiarkovane je vyznačený pravdepodobný priebeh teplotnej závislosti T keramického vyhrievacieho elementu.

hrievacieho elementu, čím sa dosiahne vyšší rozdiel medzi teplotami pracovnej časti pece a teplotami kontaktov. Východiskom môže byť aj chladenie kontaktov, prípadne použitie kovov s vyššou teplotou topenia.

Ako tepelná izolácia sa použil guličkový korund. Uvedená pec dovoľuje použiť aj modernejšie vláknité materiály domácej produkcie („Resistex“). Výsledkom bude zníženie tepelných strát, prípadne odstránenie chladenia vodou.

Literatúra

- [1] Devanport W. H., Kistler S. S., Whiledon W. M., Whitmoore O. J. Jr.: J. Am. Ceram. Soc. 33, 333 (1950).
- [2] Lang. S. M., Geller R. F.: J. Am. Ceram. Soc. 34, 193 (1951).
- [3] Zysk E. D.: v knihe *Temperature, Its Measurement and Control in Science and Industry Vol. 3* (Ed. Herzfeld C. M.), Reinhol Publishing Corporation, New York 1962.

ЛАБОРАТОРНАЯ ПЕЧЬ ДЛЯ ТЕМПЕРАТУРЫ ДО 2200 К

Милан Лонгауер, Яромир Гавлица, Владимир Амбруз

Институт неорганической химии ЦХН САН, 842 36 Братислава

Была разработана лабораторная печь для температуры до 2200 К, где стартовая температура обеспечивается кроме нагревающего элемента (см. рис. 3), основывающегося на оксиде четырехвалентного циркония, параллельно включенной металлической обмоткой 5. Принцип работы описываемой установки заключается в отличающихся зависимостях электропроводности от температуры, как это видно на рис. 1. В случае металлической обмотки 2 электропроводность в зависимости от температуры понижается, в то время как керамический нагревающий элемент повышает свою проводимость. Этот факт отражается также в формах температурных профилей в радиальном направлении (рис. 2). Свидетельством понижения тока в металлической обмотке является также зависимость данной величины от температуры для обоих нагревающих элементов, приводимая на рис. 4. Характер изменения температурных режимов в печи можно выводить также из зависимости средней температуры \bar{T} , рассчитанной на основании отношения (2). Для получения более высоких температур в приводимом конструктивном упорядочении лимитирующим фактором является решение температуроустойчивости и пригодности подводов и контактов.

- Рис. 1. Типы температурных зависимостей электропроводности керамического нагревающего элемента 1 и металлической обмотки 2.
- Рис. 2. Температурные профили в проектируемой печи в радиальном направлении ниже стартовой температуры (2a) и выше ее (2b); 1 — керамический носитель с металлической обмоткой, 2 — керамический нагревающий элемент (ZrO_2 стаб. CaO).
- Рис. 3. Схема печи; 1 — рабочее пространство печи, 2 — термоэлемент, 3 — керамический нагревающий элемент, 4 — контакты, 5 — металлические обмотки, 6 — корундовая держалка термоэлемента, 7 — корундовый носитель, обмотки, 8 — подводы, 9 — верхний затвор печи, 10 — алундовый фланец, 11 — рубашка печи, 12 — изоляционный слой (шариковый корунд), 13 — подводка охлаждающей воды.
- Рис. 4. Температурная зависимость керамического и металлического нагревающего элемента (○ — керамический нагревающий элемент, ● — металлическая обмотка).
- Рис. 5. Зависимость средних температур металлического нагревающего элемента от температуры в рабочем пространстве печи (●). Штрихами обозначается правдоподобный ход температурной зависимости T керамического нагревающего элемента.

LABORATORY FURNACE FOR TEMPERATURES UP TO 2 200 K

Milan Longauer, Jaromír Havlica, Vladimír Ambrúz

Institute of Inorganic Chemistry, Slovak Academy of Sciences, 842 36 Bratislava

The newly developed laboratory furnace for temperatures up to 2 200 K is provided with heating element 3 (cf. Fig. 3), based on stabilized zirconium dioxide, and additional metal winding 5, which is connected parallel and ensures attainment of the starting temperature. The principle of the combination is based on the different dependence of electrical conductivity on temperature, as shown in Fig. 1. Whereas with metal winding 2 the electrical conductivity decreases with temperature, the ceramic heating element shows rising conductivity. This phenomenon influences the shape of the temperature profiles in the radial direction (Fig. 2). A decrease of current in the metallic winding is likewise indicated by the temperature dependence of current for both heating elements plotted in Fig. 4. The character in the change in the temperature conditions in the furnace can further be followed according to the dependence of mean temperature T calculated from equation (2). Availability of suitable heat resistant leads and contacts is a limiting factor for attaining higher temperatures with the given design arrangement.

- Fig. 1. The types of temperature dependence of electrical conductivity for the ceramic heating element 1 and the metallic winding 2.
- Fig. 2. Temperature profiles in the furnace in radial direction below the starting temperature (2a) and above the starting temperature (2b); 1 — ceramic carrier with metallic winding, 2 — ceramic heating element (ZrO_2 stabilized with CaO).
- Fig. 3. Schematic diagram of the furnace; 1 — working space of the furnace, 2 — thermocouple, 3 — ceramic heating element, 4 — contacts, 5 — metallic winding, 6 — corundum thermocouple holder, 7 — corundum winding carrier, 8 — supply leads, 9 — top furnace closure, 10 — alund flange, 11 — furnace jacket, 12 — insulating layer (bead corundum), 13 — cooling water supply.
- Fig. 4. Temperature dependence of current passing through the ceramic and the metallic heating element (○ — ceramic heating element, ● — metallic winding).
- Fig. 5. Temperature dependence of the mean temperatures of the metallic heating elements in the working furnace space (●). Dashed line — probable course of the temperature dependence T of the ceramic heating element.