

ГЕРМЕТИЧНОЕ УПЛОТНЕНИЕ ТЕРМОЭЛЕМЕНТОВ, СОСТОЯЩИХ ИЗ ТОНКИХ ПРОВОЛОК, СПОСОБНОЕ ВЫДЕРЖИВАТЬ ВЫСОКИЕ ДАВЛЕНИЯ И НИЗКИЕ ТЕМПЕРАТУРЫ

Н. П. Курин

Проводимая нами в настоящее время работа, связанная с калориметрическими исследованиями газов, поставила задачу по отысканию герметичного способа уплотнения как простых, так и сложных термоэлементов, состоящих из тонких медных и константановых проволок ($d = 0,07 - 0,15$ мм). К уплотняющему веществу были предъявлены следующие требования: оно должно выдерживать 1) высокие давления (150 атм.), 2) низкие температуры (вплоть до температур жидкого воздуха), 3) быть неэлектропроводным, так как в противном случае проволоки термоэлемента будут замкнуты друг на друга и 4) длина уплотняющей пробки не должна превышать 12 мм (последнее требование определяется размерами нашей аппаратуры).

В литературе по этому вопросу имеется лишь чрезвычайно скудный материал (в особенности о прочности замазок при высоких давлениях и низких температурах), поэтому нам пришлось экспериментально опробовать

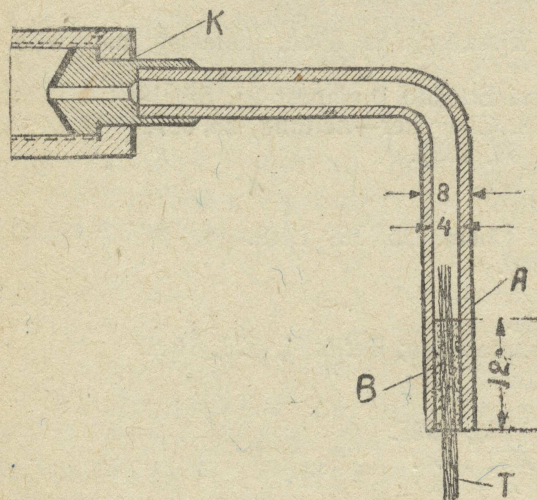


Рис. 1.

значительное количество веществ, способных с точки зрения электроизоляции быть пригодными в качестве уплотняющего материала. Исследование замазок проводилось следующим образом: в металлическую трубку (рис. 1), с внутренним диаметром 4 мм, вводились 20 тонких проволок и заливалось исследуемое вещество на глубину 12 мм. После затвердевания уплотнения, трубка посредством гайки (К) присоединялась к воздушному компрессору и затем уплотнение (В) испытывалось на герметичность при различных давлениях и пониженных температурах (20,0, —10, —20°C и в некоторых случаях при температурах жидкого воздуха). Для приобретения желаемой температуры трубка

погружалась при комнатной температуре в воду, при 0°C в воду и лёд, при 10 и 20°C в смесь льда с поваренной солью и при 185°C в жидкий воздух.

Таким способом были испытаны следующие вещества.

ПЛАВКИЕ ЗАМАЗКИ

Смолы. Были испробованы в качестве уплотняющего вещества обыкновенная канифоль, дамара, зензибар, новолачная смола, красный и голубой сургуч, пуговичный и обыкновенный шеллак. Канифоль в расплав-

ленном состоянии—подвижная жидкость хорошо заливала трубочку и введенные в нее отдельные проволочки термоэлемента, но при охлаждении и затвердевании трескалось так, что уплотнение нарушалось.

Дамара и зензибар при нагревании в расплавленном состоянии вследствие перегонки сильно пузырятся, в результате этого при застывании получается ноздреватая пористая газопроницаемая пробка. Новолачная смола (из пластмасс), красный и голубой сургуч также оказались непригодными вследствие явления растрескивания при охлаждении.

Испытание пуговичного шеллака показало, что он менее подвержен растрескиванию при охлаждении (по сравнению, например, с канифолью), обладает большой механической прочностью, но неприменим вследствие его способности к разложению с выделением газовой фазы при плавлении и большой вязкости шеллачного плава. Последние два обстоятельства неизменно приводили к тому, что свободные пространства между 20 отдельными проволочками сложного термоэлемента недостаточно хорошо заливались расплавленным шеллаком и получаемое таким образом уплотнение не было герметичным. При попытках создать хорошую герметичность уплотнения путем неоднократного повторного нагревания и расплавления шеллака уже залитого в трубочку было установлено, что шеллак постепенно густеет, перестает плавиться (повидимому полимеризуется) и при попытке, путем дальнейшего нагревания его, расплавить, совершенно разрушается, образуя коркообразную, пористую хрупкую массу.

Обыкновенный шеллак по тем же причинам, что и пуговичный шеллак, не давал герметичного уплотнения.

Битумы. В качестве замазки для уплотнения термоэлементов были испытаны несколько сортов бахилловских битумов.

Битум бахилловский с температурой плавления 175°C и содержанием 10% минеральных добавок дал хорошее уплотнение при комнатной температуре (оно выдерживало 150 атм), но при охлаждении до 0°C и ниже уплотнение переставало быть герметичным.

Битум бахилловский с температурой плавления 100°C и наполнителем в виде тонкого кварцевого песка хорошо держит давление до 100 атм при комнатной температуре, но уплотнение разрушается при охлаждении до 0°C .

Битум бахилловский низкоплавкий (температура плавления $+35^{\circ}\text{C}$), как и предыдущие два, в расплавленном состоянии легкоподвижная жидкость хорошо пристаёт к металлу и полностью заливает пространство между отдельными проволочками термоэлемента.

Уплотнение, изготовленное из этого вещества, оставалось герметичным при 0°C до 100 атм., с увеличением давления до 150 атм. уплотнение начинает пропускать газ сначала медленно, затем быстрее. При температуре 20°C герметичность нарушалась при значительно более низких давлениях (50 атм.).

Пеки. В качестве уплотняющих веществ было также опробовано несколько сортов каменно-угольных пеков. Все они в расплавленном состоянии подвижные жидкости, хорошо заливающие промежуточные пространства между отдельными проволочками и стенками трубки. При комнатной температуре пробка из данного материала не пропускала газа до 50 атм., с превышением этого давления герметичность нарушалась, в особенности это имело место при охлаждении до 0°C .

Была сделана попытка пластифицирования, т. е. придания большой эластичности описанных каменноугольных пеков. С этой целью, последние сплавлялись с небольшим количеством (несколько процентов) пластификаторов. В качестве пластификаторов использовывались трифенил-фосфат и трикрезил-фосфат. Путем прибавления различных количеств пластификаторов удалось получить различной степени твердости и эластично-

сти (при комнатной температуре) материалы, но все они не выдерживали высоких давлений, в особенности при пониженных температурах. В общем пластифицированные пеки по исследованным нами свойствам напоминают битумы.

Пицеин. Уплотнение, изготовленное из вакуумной замазки—пицеина, при комнатной температуре оставалось герметичным до 100 атм., при 0°С герметичность сохранялась лишь до 30 атм.

В качестве уплотняющих веществ были также опробованы элементарная сера и хлористое серебро.

Расплавленная сера хорошо заливала все пустоты в уплотняемом пространстве, но при затвердевании так же, как и канифоль трескалась и герметичность нарушалась.

Хлористое серебро в расплавленном состоянии легко подвижная жидкость (температура плавления 444°С), после затвердевания напоминает твердую рогообразную массу.

Предварительными опытами было установлено, что в твердом состоянии AgCl неэлектропроводно. Изготовленное из хлористого серебра уплотнение также оказалось непригодным, так как в жидком состоянии оно плохо пристает к изолированным проводникам и стенкам трубки.

Таким образом из плавких замазок нам не удалось найти нужное уплотняющее вещество. Однако перспективы такого уплотнения заманчивы, ибо нарушенную по каким-либо причинам герметичность уплотнения можно было бы легко восстановить при сохранности термоэлементов путем простого повторного нагревания и расплавления замазки.

Однако необходимо заметить, если по условиям эксперимента длину уплотнения можно увеличить больше 12 мм, то такие вещества как пицеин, бахилловские битумы и пластифицированные пеки могут быть с успехом применены для означенной цели. Так при длине уплотнения 60 мм и диаметре 4 мм указанные вещества свободно выдерживали 150 атм.

НЕПЛАВКИЕ ЗАМАЗКИ

Жидкое стекло. В литературе¹⁾ имеются указания о чрезвычайной температурной устойчивости замазок, состоящих из жидкого стекла и различных наполнителей. В частности хорошо переносит как высокие, так и низкие температуры (температура жидкого воздуха) замазка, состоящая из жидкого стекла и талька. Паста, состоящая из 70% жидкого стекла и 30% талька, продолжительно растиралась в агатовой ступке. Полученной тестообразной массой заполнялось уплотняемое пространство в трубочке, через которую был пропущен пучок проволок термоэлемента, предварительно смазанных этой же пастой. После укупорки уплотнение оставалось при комнатной температуре в течение 10 суток и, несмотря на такой продолжительный период времени, паста лишь сильно загустела, но не стала совершенно твердой.

Для окончательного затвердевания пасты уплотнение сушилось в течение 3 суток в шкафу при температуре 80°С.

Испытание показало, что подобная замазка не может служить в качестве газонепроницаемого уплотняющего вещества. Даже при давлении в 5 атм. газ проходил как у проволок термоэлемента и стенок трубки, так и через саму толщу пробки, что указывает на пористость последней.

Аналогичные результаты были получены при испытании уплотнения, изготовленного из 50% жидкого стекла и 50% специальной шихты. Состав шихты: кварц—75%, полевой шпат—22%, Na_2SiF_6 —1,5%, CaCO_3 —1,5%. Затвердевание замазки происходило несколько быстрее, чем в первом случае (при комнатной температуре 4 суток и при 75°С—3 суток), но

полученное уплотнение было так же непригодным, как и в случае употребления замазки из жидкого стекла и талька.

Бакелит. Для уплотнения термоэлементов в газовых трубках был также использован бакелит. С этой целью проволоки термоэлемента помещались в опытную трубочку и заливались жидким бакелитом, находящимся в стадии А, смешанным с контактом Петрова.

Для получения монолитной пробки уплотнение выдерживалось при комнатной температуре в течение 12—18 часов; при этом происходила частичная полимеризация бакелита, связанная с переходом его из стадии А в стадию В. Затем температура повышалась до 30—40°C и по истечении 8 часов постепенно доводилась до 75—80°C. При этой температуре уплотнение выдерживалось в продолжении 8 часов. В результате такого температурного режима жидкий бакелит под влиянием контакта, полимеризуясь, постепенно переходил из стадии А в стадию В и, наконец, в стадию С. Последняя характеризуется тем, что бакелит, находясь в этой стадии, почти не растворяется в кислотах и щелочах, а также не плавится и представляет собой твердую с относительно большой механической прочностью массу.

При испытании полученного уплотнения даже при низких давлениях (10 атм.) газ интенсивно проходил между бакелитовой пробкой и стенками металлической трубки. Это указывало на то, что при полимеризации бакелит уменьшается в объеме и тело пробки отстает от стенок трубки, образуя при этом свободное для прохождения газа пространство. Таким образом, для цилиндрической трубки бакелит нельзя использовать в качестве уплотняющего вещества.

Значительная механическая прочность бакелитовой пробки навела на мысль использовать ее для уплотнения термоэлементов, изменив конструкцию трубочек, в которых производится уплотнение. Новая форма этих трубочек представлена на рис. 2. Здесь—К—трубка, по которой идет газ, А—конусная трубка, в которой производится уплотнение термоэлемента посредством бакелитовой пробки С. Для уничтожения зазора, образованного во время бакелитизации между стенками конусной трубки А и телом пробки С, последняя прижимается к конусу гайкой В.

Испытание этого уплотнения дало положительные результаты: система оставалась герметичной при давлении 150 атм. и температурах $= 20^{\circ}, 0^{\circ} - 10 - 20$ и температуре жидкого воздуха. Таким образом, данный способ положительно разрешает вопрос вполне герметичного уплотнения сложного и простых термоэлементов при высоких давлениях и низких температурах.

Необходимо отметить, что описанное уплотнение, несмотря на простоту, связано с тонкой механической и монтажной работой, вызываемой незначительностью размеров отдельных деталей.

Кроме указанного, нами был найден второй способ герметичного уп-

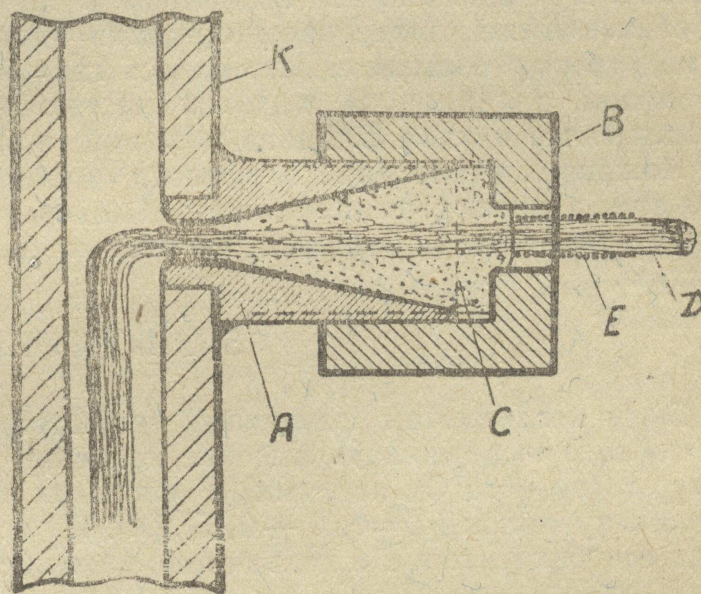


Рис. 2.

лотнения термоэлементов. Именно, бакелитовая пробка С (рис. 2) была заменена на кожаную. С этой целью из полувальной кожи вырезывалась несколько больших размеров, чем размеры конуса А, пробка, в последней высверливалось отверстие ($d \approx 1$ мм), после чего заготовка проваривалась в течение 15-ти минут в расплавленной смазке для вакуумных кранов, состоящей из каучука, вазелина и парафина, и затем внешняя поверхность ее тщательно обрабатывалась тонким напильником. Для заливки всех пор в шелковой изоляции, проволоки термоэлемента проваривались в течение 15—20 минут в расплавленном плицине, после чего избыток последнего удалялся и проволоки в виде жгута вводились в отверстие пробки. После тщательной обжимки пробка С помещалась в конус А и в подогретом состоянии зажималась гайкой В. Для исключения замыкания проволок с гайкой В и узкой частью конуса А, термоэлемент плотно обматывался ниткой Е. Длина кожаной (и бакелитовой) пробки = 12 мм.

Кожаное уплотнение оказалось вполне герметичным при давлении 150 атм. и низких температурах. По сравнению с бакелитовым оно выгодно отличается большей скоростью изготовления и меньшей хрупкостью.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Были исследованы различные вещества для герметичного уплотнения, способного выдерживать высокие давления (150 атм. газа) и низкие температуры (до -185°C), простых и сложных термоэлементов, состоящих из тонких проволок ($d = 0,07 - 0,15$ мм). Из всех испытанных оказались пригодными бакелитовое и сальниково-кожаное уплотнения.

ЛИТЕРАТУРА

- 1) Под редакцией академ. Иоффе, „Техника физического эксперимента“, Госиздат, 1929.
Оствальд Лютер, Дрюкер, „Физико-химические измерения“, ОНТИ, часть 1, 1935.
Ангерер, „Лабораторная техника“. ГТТИ. 1934.
- 2) Zintl и Goubeau, Z. anorg. Chem. 163, 105, 1927.