

УДК 661.183.2; 66.041

© И. Р. Ахмедов, М. М. Гафуров, М. Г. Какагасанов,
Д. А. Свешникова, Д. И. Рабаданова

ЛАБОРАТОРНАЯ ПЕЧЬ С КВАРЦЕВЫМ РЕАКТОРОМ

Представлена конструкция лабораторной печи, предназначенной для получения углеродных сорбентов из природного сырья, в том числе из сырья, модифицированного агрессивными химическими соединениями. Рассмотрена работа печи при термической обработке сырья в среде различных газов и в вакууме. Из древесины персикового дерева, модифицированной хлоридом цинка, получены активированные угли. Представлены результаты исследования сорбционных характеристик углей.

Кл. сл.: вращательные печи, угольные сорбенты, активация

ВВЕДЕНИЕ

Пористые углеродные материалы (ПУМ) благодаря своей высокой сорбционной активности широко используются в медицине, в хроматографии, в различных технологических процессах, при охране окружающей среды, при создании углеродных композитных материалов и т. д. [1, 2]. Отличительные особенности ПУМ — высокая специфическая адсорбционная и каталитическая активность, возможность варьирования удельной поверхности в диапазоне от 0.1 до $3 \cdot 10^5$ м²/г [3]. Разработанные к настоящему времени вопросы теории и практики получения пористых углеродных материалов имеют главным образом отношение к микропористым материалам, в то время как вопросы целенаправленного синтеза и регулирования пористой структуры мезо- и макропористых материалов мало изучены и не нашли широкой практической реализации. В связи с этим разработка новых типов углеродных материалов, а также технологии их получения является весьма актуальной задачей. Особый интерес представляет разработка технологии получения углеродных сорбентов медицинского назначения и сорбентов для экологических целей [3].

Оборудование для получения ПУМ в лабораторных условиях поставляют на рынок нашей страны главным образом зарубежные фирмы (фирмы Nabertherm, Xerion из Германии и др.). Как правило, стоимость импортного оборудования довольно высока. К сожалению, рынок относительно дешевого научного и технологического оборудования отечественного производства, в том числе и оборудования для получения ПУМ в лабораторных условиях, развит очень слабо. Это не способствует развитию технологий синтеза

и изучению свойств ПУМ в научных организациях и вузах страны. В этой связи нами разработана и изготовлена лабораторная печь (ЛП) с вращающимся кварцевым реактором, которая предназначена для получения ПУМ в лабораторных условиях. Она может быть использована также для отжига и термической обработки различных материалов в атмосфере реакционных газов или в условиях вакуума.

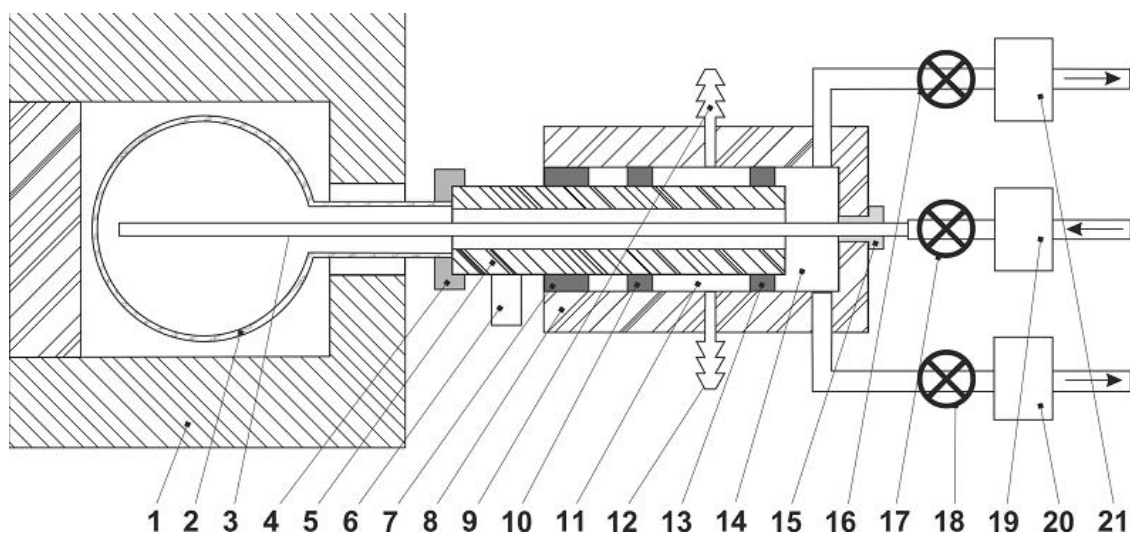
КОНСТРУКЦИЯ ЛП

Блок-схема ЛП представлена на рисунке. В состав входят: муфельная печь 1, реактор 2, узел вращения (элементы схемы 4, 5, 7–15), механизм вращения 6, система подачи газа (трубка подачи газа 3, клапан подачи газа 17, ротаметр 19), система удаления отработанных газов (запорный клапан 18, приемник конденсата 20), система откачки (клапан вакуумной откачки 16, вакуумный насос 21).

Муфель печи 1 выполнен в виде трубы (труба МКР) с намотанным на нее нагревателем из фехрала. Внутренние размеры муфеля: диаметр 150 мм и длина 250 мм. Управление нагревом муфельной печи осуществляется температурным процессором ТРМ 251.

В качестве рабочего тела реактора использована стандартная круглодонная кварцевая колба КД-1000, 320 мм. Для загрузки и опорожнения реактор вынимается из муфельной печи.

Узел вращения представляет собой цилиндрический охлаждаемый подшипниковый корпус 8, внутри которого на двухрядном подшипнике 7 установлен полый вал 5. Сальники 10 и 13 обеспечивают герметичность отсека 11, предназначен-



Блок-схема ЛП.

1 — муфельная печь; 2 — реактор; 3 — трубка подачи газа; 4 — быстросъемное соединение; 5 — полый вал; 6 — механизм вращения; 7 — двухрядный подшипник; 8 — корпус узла вращения; 9 — штуцер подачи хладагента; 10 — сальник; 11 — отсек хладагента; 12 — штуцер слива хладагента; 13 — сальник; 14 — отсек отвода газов; 15 — уплотнитель; 16 — клапан вакуумной откачки; 17 — клапан подачи газа; 18 — запорный клапан; 19 — ротаметр; 20 — приемник конденсата; 21 — вакуумный насос

ного для протока хладагента между корпусом и полым валом. Подача и слив хладагента осуществляется через штуцеры 9 и 12. Сальник 13 и уплотнение 15 обеспечивают герметичность отсека 14, предназначенного для подключения к узлу вращения системы удаления отработанных газов и системы откачки. Узел вращения изготовлен из высококачественной нержавеющей стали 15Х25Т.

Механизм вращения включает в себя цепной привод, редуктор и электродвигатель.

Кварцевый реактор 2 помещен в муфельную печь 1 и закреплен с помощью быстросъемного соединения 4 к полному валу 5 узла вращения. Диаметр внутренней полости вала равен 12 мм. Внутренняя полость горловины колбы реактора 2 и внутренняя полость вала 5 установлены коакси-

ально. Они изолированы от остальной части ЛП газонепроницаемым уплотнением быстросъемного соединения. Сквозь полый вал в реактор введена кварцевая трубка подачи реакционного газа 3 внешним диаметром 6 мм. Длина ее подобрана таким образом, чтобы расстояние от конца трубки до дна колбы составляло 15–20 мм. Трубка 3 с помощью уплотнительного соединения 15 жестко закреплена на корпусе узла вращения 8. К трубке 3 гибким шлангом подключены клапан подачи газа 17 и ротаметр 19 системы подачи газа. К отсеку 14 узла вращения подключены клапан вакуумной откачки 16 и запорный клапан 18 системы удаления отработанных газов. К штуцерам 9 и 12 подключены шланги подачи и отвода хладагента.

Органы контроля работой ЛП расположены на единой панели управления.

ОСНОВНЫЕ ТЕХНИЧЕСКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ

Кратковременная допустимая температура до	1200 °С
Максимальная рабочая температура	1000 °С
Объем муфеля	4.2 л
Управление нагревом	микропроцессорное
Материал нагревателя	фехраль
Физический объем кварцевого реактора	1 л

Полезный объем кварцевого реактора	0.2 л
Частота вращения кварцевого реактора	0–10 об./мин
Глубина вакуума (в зависимости от насоса) до	10^{-2} мбар
Давление газа в реакторе не более	0.5 бар
Сеть	220 В, 50 Гц
Мощность нагревателя муфеля	2.2 кВт
Полная потребляемая мощность ЛП	2.8 кВт
Габариты	350×700×320 мм
Масса	52 кг

ЭКСПЛУАТАЦИЯ ЛП

Сырье для получения ПУМ либо образцы, предназначенные для отжига, загружаются в кварцевый реактор 2 (см. рисунок). Реактор устанавливается в муфельную печь 1 и закрепляется с помощью быстросъемного соединения 4 к узлу вращения. На панели управления включается кнопка "Электродвигатель". Реактор начинает вращаться.

При эксплуатации ЛП в режиме напуска в рабочую зону реактора реакционного газа на панели управления включается кнопка "Газ". Клапан 16 закрыт, а клапаны 17 и 18 открыты. Из ротаметра 19 через клапан 17 по трубке 3 в реактор 2 под давлением подается реакционный газ (пар). Газ заполняет внутреннюю полость реактора, движется по горловине реактора к узлу вращения во внутреннюю полость вала 5 и отсек 14, далее через клапан 18 поступает в приемник конденсата 20 и уходит в систему вентиляции. В микропроцессор ТРМ 251 вводятся параметры термообработки сырья. Нажимается кнопка "Пуск". Включается нагрев муфельной печи. В реакторе происходит взаимодействие сырья с поступающим в колбу реакционным газом. Летучие вещества, выделяемые из сырья в ходе термической обработки, смешиваются с остатками реакционного газа и выводятся через приемник конденсата в систему вентиляции. Отключение муфельной печи происходит автоматически по истечении запрограммированного времени. Время отключения электродвигателя зависит от особенностей термообработки материала и подбирается для каждого технологического процесса индивидуально. Извлечение реактора из зоны нагрева выполняется при полной остановке электродвигателя и при полном остывании муфельной печи до комнатной температуры.

При эксплуатации ЛП в режимах, близких к критическим (высокая температура термообработки с интенсивным напуском газа (пара) в рабочую зону реактора), для предотвращения перегрева деталей узла вращения следует включить кнопку "Охлаждение" на панели управления.

При эксплуатации ЛП в режиме вакуумной откачки реактора на панели управления включается

кнопка "Вакуум". Клапан 16 открыт, а клапаны 17 и 18 закрыты. Включается вакуумный насос 21. В реакторе 2, внутренней полости вала 5 и в отсеке 14 создается вакуум. На ТРМ 251 выставляются режимы работы муфельной печи. Кнопкой "Пуск" включается нагрев муфельной печи. По истечении запрограммированного времени муфельная печь отключается от сети. Извлечение реактора из ЛП осуществляется так же, как и при работе с газами.

ДОСТОИНСТВА ЛП

Кварцевый реактор и узел вращения из нержавеющей стали позволяет обрабатывать сырье, модифицированное агрессивными химическими соединениями, при температурах до 1000 °С.

При вращении реактора происходит перемешивание сырья. Это позволяет предотвратить спекание образцов обрабатываемого материала и равномерно воздействовать реакционным газом на весь объем сырья в реакторе. Для лучшего перемешивания исходного сырья в реакторе на внутренней поверхности колбы имеются небольшие выступы.

В ЛП реализована коаксиальная схема подачи и отвода газов: подвод реакционного газа или пара и отвод продуктов реакции осуществляются в противотоке — вдоль полого вала и горловины колбы кварцевого реактора. Это, во-первых, упрощает конструкцию прибора и соответственно уменьшает ее стоимость. Во-вторых, такое конструктивное решение позволяет провести предварительный подогрев реакционного газа теплом от продуктов выброса и тем самым повысить энергоэффективность ЛП.

ЛП позволяет проводить термообработку материалов как при вакуумной откачке реактора, так и при напуске в его рабочую зону различных газов.

ЛП имеет микропроцессорное управление режимом нагрева. Это позволяет использовать его в научных лабораториях в качестве муфельной или плавильной печи с программируемым режимом нагревания исследуемого или синтезируемого материала.

ПРИМЕНЕНИЕ ЛП ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ АКТИВИРОВАННЫХ УГЛЕЙ

С помощью ЛП в токе аргона при различных технологических режимах получены угли из древесины персикового дерева. Величины удельной поверхности $S_{уд}$, удельного общего объема пор $V_{об}$, удельного объема микропор $V_{мик}$ и удельного объема мезопор $V_{мез}$ твердых продуктов, полученных

при различных температурах T карбонизации немодифицированных и модифицированных образцов древесины, приведены в таблице.

При активации углекислым газом углей из модифицированной $ZnCl_2$ древесины получены ПУМ со следующими параметрами:

$$S_{уд} = 1370 \text{ м}^2/\text{г}, \quad V_{под} = 570 \text{ см}^3/\text{г}, \quad V_{мик} = 0.490 \text{ см}^3/\text{г}.$$

Зависимость величины удельной поверхности твердых продуктов, полученных из немодифицированной и модифицированной $ZnCl_2$ древесины персика, от температуры термообработки

№ п/п	Активатор	T , °C	$S_{уд}$ м ² /г	$V_{об}$ см ³ /г	$V_{мик}$ см ³ /г	$V_{мез}$ см ³ /г
1	Нет	600	289.7 ±4	0.137	0.014	0.123
2	ZnCl ₂ — 5 %	400	24.5 ±2.9	0.023	—	—
3		500	371.6 ±3	0.206	0.113	0.093
4		600	420.9 ±12	0.163	0.144	0.019
5		700	393.3 ±1	0.231	0.148	0.083
6		800	506.3 ±3	0.248	0.176	0.072
7		ZnCl ₂ — 10 %	500	423 ±1	0.223	0.141
8	600		518.7 ±3	0.203	0.176	0.027
9	700		450.3 ±2	0.212	0.155	0.057
10	800		526.3 ±04	0.200	0.181	0.019

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Мухин В.М. Клушин В.Н. Производство и применение углеродных адсорбентов: учебное пособие. М.: Российский химико-технологический университет им. М.В. Менделеева, 2012. 308 с.
2. Лыгина Т.З., Михайлова О.А., Хаудинов А.И., Конюхова Т.П. Технологии химической активации неорганических природных минеральных сорбентов: монография. Казань: Изд-во Казанского гос. технол. ун-та, 2009. 120 с.
3. Кузнецов Б.Н., Чесноков Н.В., Иванов И.П., Веприкова Е.В., Иванченко Н.М. Методы получения пористых материалов из лигнина и древесной коры (обзор) // Журнал Сибирского федерального университета. Серия: химия. 2015. Т. 8, № 2. С. 232–255.

Дагестанский научный центр РАН, Аналитический центр коллективного пользования, Махачкала

Контакты: *Ахмедов Иса Расулович*,
analit0@mail.ru

Материал поступил в редакцию 26.06.2018

LABORATORY FURNACE WITH QUARTZ REACTOR

**I. R. Akhmedov, M. M. Gafurov, M. G. Kakagasanov,
D. A. Sveshnikova, J. I. Rabadanova**

*Dagestan Scientific Centre, Russian Academy of Sciences,
Analytical Center of Collective Use. Makhachkala, Dagestan, Russia*

The design of a laboratory furnace which used for obtaining carbon sorbents from natural raw materials, including raw materials modified with aggressive chemical compounds, is presented. The work of the furnace during heat treatment of raw materials is considered in a medium of various gases and in vacuum. Activated carbons have been prepared from the peach wood modified with zinc chloride. The results of the research of sorption characteristics of coals are presented.

Keywords: rotary furnace, sorbents, activation

REFERENCES

1. Muhin V.M. Klushin V.N. *Proizvodstvo i primeneniye ugle-rodnykh adsorbentov: uchebnoye posobie* [Production and use of carbon adsorbents: manual]. Moscow, Dmitry Mendeleev University of Chemical Technology of Russia, 2012. 308 p. (In Russ.).
2. Lygina T.Z., Mihailova O.A., Hacrinov A.I., Konyuhova T.P. *Tekhnologii himicheskoy aktivacii neorganicheskikh prirodnykh mineral'nykh sorbentov* [Technologies of chemical activation of inorganic natural mineral sorbents]. Kazan, Kazan National Research Technological University, 2009. 120 p. (In Russ.).
3. Kuznetsov B.N., Chesnokov N.V., Ivanov I.P., Veprikova E.V., Ivanchenko N.M. [Methods of Porous Materials Obtaining from Lignin and Wood Bark]. *Zhurnal Sibirskogo Federal'nogo universiteta. Seriya: himiya* [Journal of Siberian Federal University. Chemistry], 2015, vol. 8, no. 2, pp. 232–255. (In Russ.).

Contacts: *Akhmedov Isa Rasulovitch*,
analit0@mail.ru

Article received in edition: 26.06.2018