

ТЕХНИКА ГИДРОТЕРМАЛЬНОГО ЭКСПЕРИМЕНТА В УСЛОВИЯХ НЕОДНОРОДНОГО ЦИКЛИЧЕСКИ ИЗМЕНЯЮЩЕГОСЯ ТЕПЛОВОГО ПОЛЯ

Кох А.Е., Беккер Т.Б., Кох К.А.

Институт минералогии и петрографии СО РАН, г.Новосибирск
kokh@mail.ru факс/тел.: (3832)33-39-47

Традиционным подходом при проведении экспериментов в гидротермальных условиях является создание стационарного максимально стабильного теплового поля. Тем не менее, в силу особенности гидродинамики в автоклаве возникают самопроизвольные колебания температуры непредсказуемым образом влияющие на протекание как процессов растворения, так и перекристаллизации. С целью регуляризации конвективных процессов внутри автоклава был предложен подход, основанный на создании на внешних стенках автоклава неоднородного циклически изменяющегося (вращающегося) теплового поля [1].

Схема установки показана на рис.1а. Стальной авто-клав с наружным диаметром 80 мм, внутренней полостью диаметром 30 мм и высотой 450 мм помещается в цилиндрическую нагревательную печь, состоящую из верхней и нижней зон нагрева. Каждая зона состоит из 15 равномерно распределенных по окружности нагревательных элементов (НЭ), разделенных на пять групп по 3 соседних последовательно соединенных НЭ. Каждая из зон управляется отдельным регулятором температуры, что позволяет создавать необходимый перепад температуры между зонами роста (верхняя зона) и растворения (нижняя зона) - рис.1с. В качестве датчика температуры используется параллельная Pt-Pt/10%Rh термopара, состоящая из пяти рабочих спаев, помещенных в каждую из пяти групп НЭ. В системе терморегулирования используются коммутаторы нагрузки, обеспечивающие подключение групп НЭ по заданной программе [2]. В частном случае при последовательном переключении групп НЭ 1-2-3 → 2-3-4 → 3-4-5 и т.д. на внешних стенках автоклава будет реализовано вращающееся тепловое поле с симметрией $rotL_1$ (рис.1б). При малых периодах переключения (τ) групп НЭ колебания температуры внутри автоклава не регистрируются и сохраняется цилиндрическая (L_∞) симметрия теплового поля, как при равномерном нагреве всех НЭ. На рис.1с представлены результаты измерения температуры вдоль оси T_o и вблизи внутренней стенки T_c при $\tau=90$ с. Горизонтальные отрезки показывают амплитуду колебаний температуры в каждой точке измерения в обеих зонах нагрева. В работе [2] представлены результаты измерения амплитудных значений колебаний температуры в центре и вблизи внутренней стенки автоклава в зависимости от τ . Ощутимые колебания температуры величиной около 0.5°C возникают внутри автоклава при $\tau \geq 25$ с.

Эксперименты по выращиванию кристаллов изумруда осуществлялись при перекристаллизации в гидротермальных условиях шихты природного берилла из месторождения Изумрудные Копи. Максимальные температуры ($640-650^\circ\text{C}$) в нижней зоне растворения определялись прочностными свойствами автоклавов. Кристаллизационная среда состояла из кислых фторидных и хлоридных растворов сложного химического состава. Давление в диапазоне 1200-1500 атм было обусловлено заполнением автоклава расчетным количеством водного раствора. Затравочные пластины из синтетического изумруда и природного берилла были ориентированы по (5.5.-10.6). В первых опытах при вращении теплового поля вокруг нижней зоны было показано, что процесс растворения шихты протекает в 1.5 раза быстрее, чем в стационарном однородном тепловом поле [1].

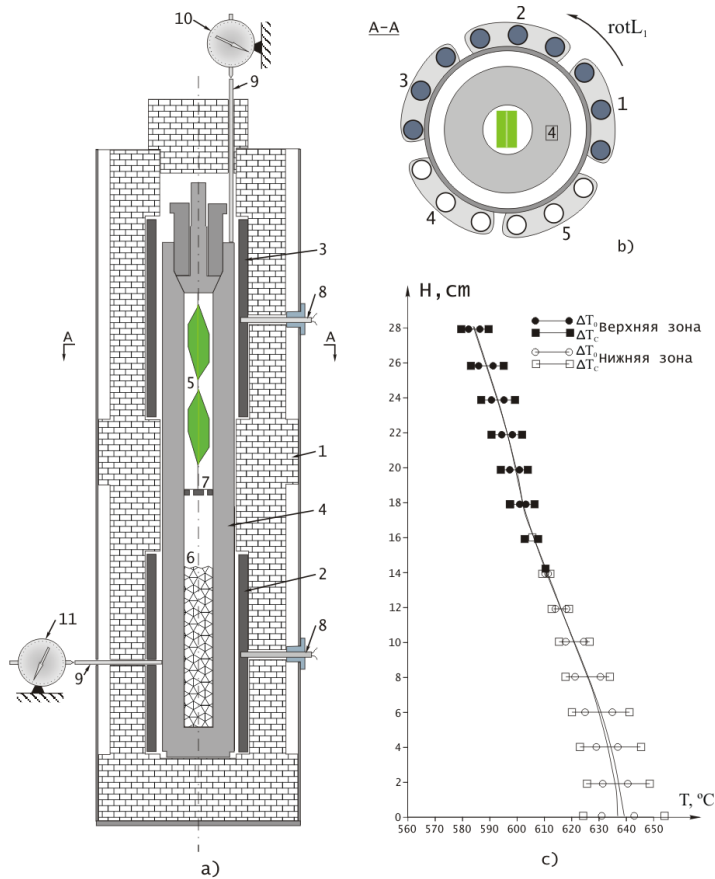


Рис.1. а) Схема установки: (1) теплоизоляционный каркас нагревательной печи из шамотного кирпича, (2) и (3) нагреватели нижней и верхней зоны, соответственно, (4) автоклав, (5) зона роста кристаллов, (6) зона растворения шихты, (7) диафрагма, (8) регулирующие термопары, (9) кварцевые стержни, (10) микрометр удлинения (11) микрометр расширения автоклава; б) реализация вращающегося теплового поля с симметрией $rotL_1$; в) распределение температуры в автоклаве при $\tau=90\text{с}$ вдоль центральной оси T_0 и вблизи внутренней стенки T_c .

Для косвенного контроля РТ условий *in situ* в установке укреплены два микрометрических индикатора (см.рис.1а), которые через толкатели из кварцевых стержней регистрируют изменение линейных размеров автоклава (удлинение и расширение) - рис.2. Расширение автоклава измеряется на высоте 90 мм от нижнего торца - в этом месте происходит максимальное изменение радиального размера автоклава.

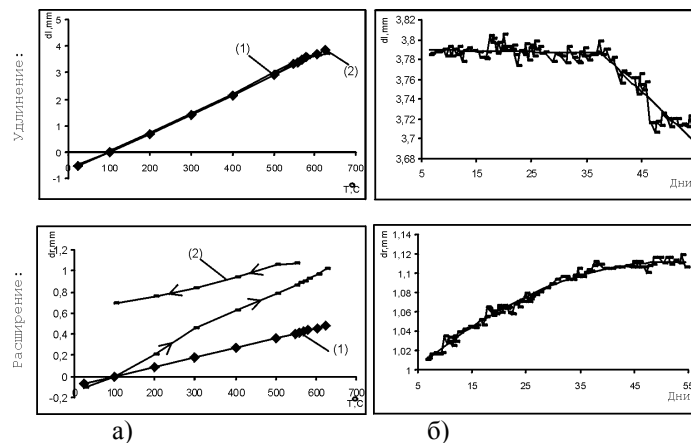


Рис.2. Показания микрометрических датчиков а) при разогреве и охлаждении пустого (1) и заполненного (2) автоклава; б) в процессе ростового эксперимента.

Из анализа данных на рис.2 следует, что по величине удлинения можно оценивать некую средне-интегральную температуру автоклава с точностью около $\pm 1^\circ\text{C}$, что соответствует разрешению измерения величины удлинения ± 5 мкм. Излом на линии удлинения (рис.2б) соответствует включению охлаждения со скоростью $1^\circ\text{C}/\text{сут}$ на 37 день ростового эксперимента. Регистрация величины расширения показывает, что в данной зоне автоклав работает в режиме температурной ползучести [3], и контроль за этим параметром дает важную информацию о безопасном давлении внутри автоклава. Следует контролировать расширение таким образом, чтобы его остаточное значение после окончания опыта не превышало 0.15-0.20 мм.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (по проекту № 02-05-64280)

Литература

1. А.Е.Кох. Гидротермальный рост кристаллов изумруда в условиях вращающегося теплового поля. – В кн.: Труды V Межд. конф. “Кристаллы: рост, свойства, реальная структура, применение”, т. 1, 2001, Александров, ВНИИСИМС, с. 153-163.
2. А.Е.Кох, В.А.Влезко, К.А.Кох. Установка для выращивания кристаллов гидротермальным методом в условиях вращающихся тепловых полей. - ПТЭ, 2003, №3, в печати.
3. Д.Г.Малова и др. Промышленные сосуды гидротермального синтеза на повышенные температуры до 500°C . - Труды ВНИИСИМС, том XIV, 1997, с. 396-410.

Вестник Отделения наук о Земле РАН - №1(21) 2003

Информационный бюллетень Ежегодного семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии 2003 года (ЕСЭМПГ-2003)

URL: http://www.scgis.ru/russian/cp1251/h_dgggms/1-2003/informbul-1/hydroterm-23.pdf

Опубликовано 15 июля 2003 г.

© Отделение наук о Земле РАН, 1997 (год основания), 2003

При полном или частичном использовании материалов публикаций журнала, ссылка на "Вестник Отделения наук о Земле РАН" обязательна