

КОНТРОЛЬНО - ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ТЕРМОМЕТРИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ФАЗОВЫХ ПРЕВРАЩЕНИЙ ВО ВКЛЮЧЕНИЯХ В МИНЕРАЛАХ ПОД МИКРОСКОПОМ

Петрушин Е.И., Томас В.Г., Смирнов С.З., Лешко А.В.*

Институт геологии и минералогии СО РАН, *ООО Тайрус

petrushin@uiggm.nsc.ru; Тел.: (3832) 333-20-07

Ключевые слова: термометрический комплекс, микротермокамера, эксперимент, включения, фазовые переходы

Разработан новый контрольно-измерительный комплекс для термических (до 800°C) исследований, обеспечивающий возможность *in situ* визуального и компьютерного мониторинга за поведением включений (фазовыми переходами) в минералах происходящих при различных температурах. Он позволяет определять температуру гомогенизации различных фаз во включениях, контролировать их плавление и кристаллизацию и корректировать параметры эксперимента. По температурным параметрам она относится к среднетемпературному классу установок. Максимальная рабочая температура в первую очередь ограничивается материалом металлической, термовыравнивающей вставки, на которую помещается исследуемый образец. Авторы использовали вставку из серебра ($T_{пл.} 960,5^{\circ}\text{C}$), это позволяет проводить длительные эксперименты при температуре до 800°C. Эта установка, помимо качественной микротермокамеры, снабжена оригинальной электронной системой автоматического контроля и регулирования температуры, позволяющей непосредственно в ходе эксперимента задавать и контролировать температурно - кинетические параметры. Первичная информация, накопленная в эксперименте, записывается на жесткий диск компьютера, и представляет собой фильм и синхронизованный с ним файл с показаниями термодатчика. Цифровая видеокамера позволяет наблюдать изменения, происходящие во включениях, на мониторе компьютера. Использование такой установки избавляет исследователя от необходимости непрерывного наблюдения за изменениями включений под микроскопом.

Известны различные конструкции микротермокамер, используемые для исследования геохимических систем включений в минералах. Их разнообразие связано с необходимостью фиксации различных фазовых превращений, оценки Р-Т параметров кристаллизующихся фаз, а также минералотермических исследований включений с непосредственным наблюдением за процессами, протекающими во включениях при нагревании и охлаждении. Хороший обзор используемых и промышленно изготавливаемых конструкций микротермокамер сделан в [1]. Интерес представляет конструкции, описанные в [2,3], которые позволяют проводить исследования нуклеации, роста и растворения кристаллов непосредственно в процессе эксперимента. В последнее время все большее распространение получают герметичные микротермокамеры с контролируемой газовой атмосферой, которые позволяют не только предотвратить окислительное воздействие кислорода на минералы, но и задавать различные его fugitivности при высокотемпературных экспериментах [4].

Схема контрольно-измерительного комплекса представлена на блок-схеме (рис. 1). Она состоит из микротермокамеры (поз. 2, рис. 1) с рабочей температурой до 800°C, электронного блока, обеспечивающего питание нагревателя и регулирующего и контролирующего

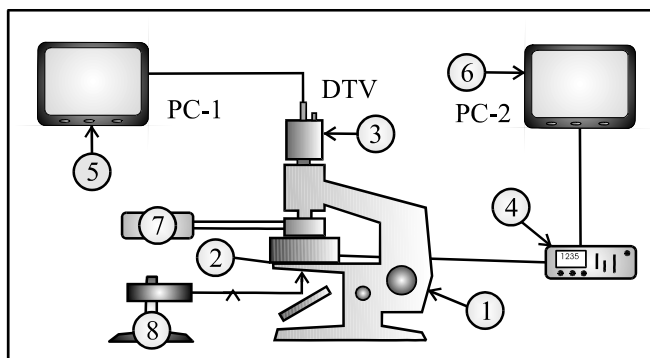


Рис.1. Блок-схема контрольно - измерительного комплекса для термометрических исследований.

температуру в микротермокамере (поз. 4, рис.1), системы водяного охлаждения объектива микроскопа (поз. 7, рис. 1), системы освещения и двух мониторов. Микротермокамера может располагаться на предметном столике микроскопа “Biolam” (поз 1, рис. 1) либо на микроскопах других моделей с применением длиннофокусных объективов с водяным охлаждением. Цифровая видеокамера (поз 3, рис. 1), присоединяемая к окуляру микроскопа, передаёт изображение на монитор компьютера (поз 5, рис. 1). Это позволяет записывать и воспроизводить особенности поведения флюидных включений для последующего изучения.

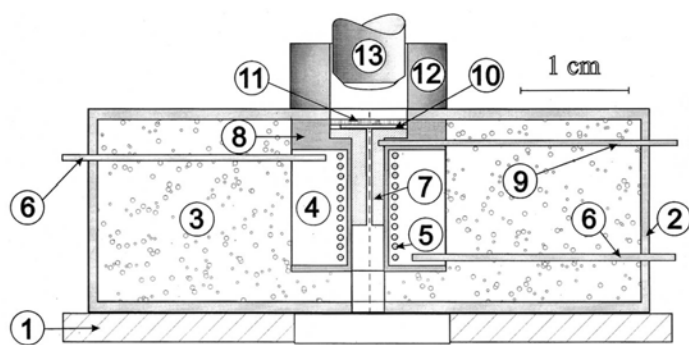


Рис.2. Схема микротермокамеры

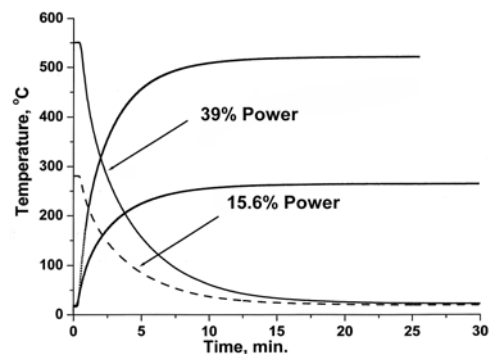


Рис.3. Динамика нагрева и охлаждения микротермокамеры.

Микротермокамера высотой 25 мм состоит из титанового корпуса цилиндрической формы диаметром 60 мм (2, рис. 2). Блок нагревателя (8, рис. 2), представляет собой вертикальную керамическую втулку с нагревателем из нихромовой проволоки диаметром 0,4 мм. (5, рис. 2), намотанным на внешнюю поверхность. Спираль нагревателя изолируется от термоизоляции корпуса каолиновой ватой (4, рис. 2). Внутри блока нагревателя помещается металлическая, тепловыравнивающая вставка (7, рис. 2). Тепловой поток от нагревателя равномерно распределяется по верхнему торцу вставки, на который помещается образец (10, рис. 2). Термоизоляция корпуса изготовлена из ультралегковесного шамота (3, рис. 2). Токовводы нагревателя помещены в керамическую соломку, проходящую через термоизоляцию и металлический корпус (6, рис. 2). Измерительно-регулирующая термопара из проволоки Pt-PtRh10 диаметром 0,2 мм подводится сбоку микротермокамеры через керамическую 2-х канальную соломку (9, рис. 2). Её спай находится внутри термовыравнивающей вставки, что позволяет с требуемой точностью ($\pm 0.5^\circ\text{C}$) контролировать температуру образца. Термопара эталонировалась по плавлению и кристаллизации $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (398°C) и NaCl (800.4°C), визуальная калибровка термопары по плавлению чистых веществ позволяет точно фиксировать температуру в рабочем объеме микротермокамеры. Показания э.д.с. термопары в ходе экспериментов регистрировались электронной системой управления. Для проведения термометрических исследований используются полированные с 2-х сторон, плоскопараллельные образцы толщиной 50-100 μm .

Установка может использоваться в термобарогеохимии, экспериментальной петрографии и других областях, изучающих фазовые превращения.

Работа выполнена при финансовой поддержке РФФИ (по проекту № 04-05-64358)

Литература

1. Рёддер Э. Флюидные включения в минералах // М.: Мир. -1987. 560 с. 632 с.
2. Sunagawa I. In situ investigation on nucleation, growth and dissolution of silicate crystals at high temperatures // Annu. Rev. Earth and Planet Sci. Palo Alto (Calif.). 1992. PP. 113-142.
3. Петрушин Е.И., Базаров Л.Ш., Гордеева В.И., Шарыгин В.В. Термокамера для петрологических исследований щелочных изверженных горных пород // Приборы и техника эксперимента. 2003. N. 2. PP. 108-112.
4. Запунный С.А., Соболев А.В., и др. Установка для высокотемпературных оптических исследований с контролируемой фугитивностью кислорода // Геохимия. 1988. N. 7. СС. 1044-1052.

Вестник Отделения наук о Земле РАН - №1(24) 2006

Информационный бюллетень Ежегодного семинара по экспериментальной минералогии, петрологии и геохимии 2004 года (ЕСЭМПГ-2006)

URL: http://www.scgis.ru/russian/cp1251/h_dgggms/1-2006/informbul-1_2006/elaborat-6.pdf

Опубликовано 1 июля 2006 г

© Вестник Отделения наук о Земле РАН, 1997 (год основания), 2006

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