



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 116791185 A

(43) 申请公布日 2023. 09. 22

(21) 申请号 202310846363.6

(22) 申请日 2023.07.11

(71) 申请人 中国科学院地球化学研究所
地址 550081 贵州省贵阳市观山湖区林城西路99号

(72) 发明人 范大伟 许金贵 周文戈

(74) 专利代理机构 北京东方盛凡知识产权代理有限公司 11562
专利代理师 向离山

(51) Int. Cl.
C30B 1/12 (2006.01)
C30B 1/10 (2006.01)
C30B 29/34 (2006.01)

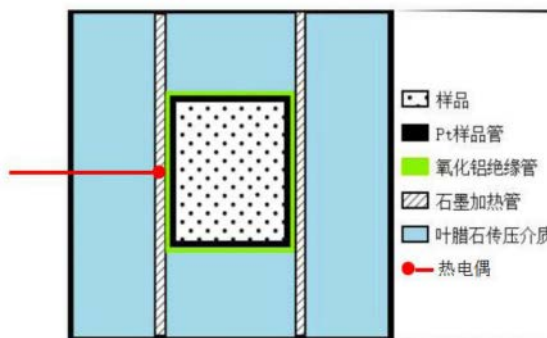
权利要求书1页 说明书7页 附图3页

(54) 发明名称

一种在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法

(57) 摘要

本发明公开了一种在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,属于矿物单晶样品合成技术领域,包括以下步骤:以分析纯二氧化硅粉末、三氧化二铝粉末、氧化镁粉末、氯化钾粉末和硼酸溶液作为起始原料,按化学计量摩尔比12:7:4:1:6研磨混合均匀,得到混合物,将混合物制成圆柱形产品,然后将圆柱形产品装入铂金管中,两端密封,组装在高温高压合成组装块中,放置在六面顶压机中进行高温高压反应;打开铂金管,将反应后的产物取出,在显微镜下挑选出丸山电气石单晶。本发明方法环境纯净,试样处于密封环境中,不与杂质接触,得到的丸山电气石单晶为纯净物,化学稳定性好,解决了目前丸山电气石大颗粒单晶样品生长困难的技术问题。



1. 一种在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 以二氧化硅粉末、三氧化二铝粉末、氧化镁粉末、氯化钾粉末和硼酸溶液作为起始原料,按化学计量摩尔比研磨混合均匀,得到混合物;

(2) 将所述混合物制成圆柱形产品,然后将所述圆柱形产品装入铂金管中,两端密封;

(3) 将所述铂金管组装在高温高压合成组装块中;

(4) 将组装有铂金管的高温高压合成组装块放置在六面顶压机中进行高温高压反应;

(5) 打开铂金管,将反应后的产物取出,在显微镜下挑选出丸山电气石单晶。

2. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(1)中,所述二氧化硅粉末、三氧化二铝粉末、氧化镁粉末和氯化钾粉末的纯度均 $>99.99\%$;所述硼酸溶液的纯度 $>99.95\%$ 。

3. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(2)中,两端使用焊枪密封。

4. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(3)中,组装过程为:在车床上将叶蜡石块中心钻一个孔,然后先将圆形石墨加热管装入孔中,接着将氧化铝绝缘管装入圆形石墨加热管中,再接着将所述铂金管装入氧化铝绝缘管的内部,最后在圆形石墨加热管上下两端用叶蜡石堵头密封。

5. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(3)中,所述高温高压合成组装块内放置有热电偶。

6. 根据权利要求5所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,所述热电偶为K型热电偶。

7. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(4)中,高温高压反应的最高温度为 $700^{\circ}\text{C}\sim 850^{\circ}\text{C}$,最高压力为 $2.0\sim 4.0\text{GPa}$,反应时间为 $50\sim 80$ 个小时。

8. 根据权利要求7所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,所述高温高压反应过程为:先以 $0.2\text{GPa}/20$ 分钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力 $2.0\sim 4.0\text{GPa}$,然后阶梯加温,步骤如下:以 $100^{\circ}\text{C}/\text{分钟}$ 的升温速率,将温度分别升至 600°C 和最高温度 $700^{\circ}\text{C}\sim 850^{\circ}\text{C}$,在 600°C 温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应 $50\sim 80$ 小时。

9. 根据权利要求1所述的在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法,其特征在于,步骤(5)中,在显微镜下挑选出单一物相、无杂质相的丸山电气石单晶。

10. 一种丸山电气石单晶,其特征在于,根据权利要求1-8任一项所述的方法合成,其为三方晶系结构,空间群为 $R\bar{3}m$,晶胞参数 $a = 15.9379(16)\text{ \AA}$, $c = 7.2109(21)\text{ \AA}$, $V = 1586.29(44)\text{ \AA}^3$,晶体呈现柱状,平均尺寸 $300\mu\text{m}$,最大尺寸 $500\mu\text{m}$ 。

一种在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法

技术领域

[0001] 本发明属于矿物单晶样品合成技术领域,尤其涉及一种在高温高压下合成丸山电气石单晶的方法。

背景技术

[0002] 电气石又称碧玺,是电气石族矿物的总称,化学成分复杂,是以含硼为特征的铝、钠、铁、镁、锂、钾的环状结构硅酸盐矿物。电气石的结构通式可表示为 $XY_3Z_6[T_6O_{18}](BO_3)_3V_3W$,其中, $X=(Na,Ca,K,空位等)$, $Y=(Fe,Mg,Mn,Al,Li,Cr,V等)$, $Z=(Mg,Fe,Al,Cr,V等)$, $T=(Si,Al,B等)$, $V=(OH,O等)$, $W=(OH,F,O等)$ 。其中X,Y,Z三位置的原子或离子种类不同会影响电气石的物理性质。电气石的晶体结构的对称性为R3m。

[0003] 电气石具有压电性、热释电性、导电性、远红外辐射和释放负离子性等独特性能,通过物理或化学方法与其他材料复合,可制得多种功能材料,被广泛应用于环保、电子、医药、化工、轻工、建材等领域。

[0004] 电气石广泛出露于沉积岩、岩浆岩和变质岩中。该矿物具有复杂的成分替换特征,并含有大量的微量元素。虽然成分的多变性使电气石族矿物体系显得复杂,但同时我们也给我们提供了丰富的化学信息去研究围岩和流体的特征。由于较慢的晶内扩散作用,电气石通常保存有完好的生长环带,这是研究变质过程中流体化学演变的重要手段。

[0005] 丸山电气石(富钾电气石)是由Shimizu和Ogasawara在哈萨克斯坦Kokchetav地块的电气石-钾长石-石英岩石中首次在天然样品中发现的。这种电气石的特征是内部含有极小的金刚石,金刚石是在压力很大的地球深处形成的,而电气石的形成又必须有在地球表层富集的B元素,因此,丸山电气石(富钾电气石)成为认识地球表层和内部物质循环的重要线索。

[0006] 钾元素:元素符号K,原子序数为19,位于元素周期表第四周期IA族,属于碱金属元素。单质是一种银白色的软质金属,蜡状,可用小刀切割,熔沸点低,密度比水小,化学性质极度活泼。钾在自然界没有单质形态存在,钾元素以盐的形式广泛分布于陆地和海洋中,也是人体肌肉组织和神经组织中的重要成分之一。

[0007] 钾是热和电的良导体,具有较好的导磁性,质量分数77.2%的钾和22.8%的钠形成的钾钠合金熔点只有12℃,是核反应堆导热剂。钾单质还具有良好的延展性,硬度也低,能够溶于汞和液态氨,溶于液氨形成蓝色溶液。

[0008] 钾的化学性质比钠还要活泼,仅比铯、铷活动性弱。暴露在空气中,表面迅速覆盖一层氧化钾和碳酸钾,使它失去金属光泽(表面显蓝紫色)。金属钾溶于液氨生成深蓝色液体,可导电。钾与水剧烈反应,甚至在冰上也能着火,生成氢氧化钾和氢气,反应时放出的热量能使金属钾熔化,并引起钾和氢气燃烧。

[0009] 前人对丸山电气石(富钾电气石)的形成机制研究较少,并且关于人工合成丸山电气石(富钾电气石)单晶的生长及其晶体结构数据的相关报道也很少。前人合成的丸山电气石(富钾电气石)样品的平均粒径为1-10μm,无法满足高温高压实验模拟的实验样品要求。

因此,探索人工合成高纯度、大颗粒丸山电气石(富钾电气石)单晶的方法是进一步深入研究丸山电气石(富钾电气石)的晶体结构特征及形成机制的重要前提和基础。

发明内容

[0010] 本发明提供一种在高温高压下生长丸山电气石(富钾电气石)单晶的方法,以解决目前富钾电气石大颗粒单晶生长困难的技术问题,同时,该方法具有实验操作简单、实验条件易控制、合成单晶颗粒尺寸大等明显优点。

[0011] 为实现上述目的,本发明提供了一种在高温高压下合成丸山电气石(富钾电气石)单晶的方法,包括以下步骤:

[0012] (1)以二氧化硅(SiO_2)粉末、三氧化二铝(Al_2O_3)粉末、氧化镁(MgO)粉末、氯化钾(KCl)粉末和硼酸溶液(H_3BO_3 溶液)作为起始原料,按化学计量摩尔比12:7:4:1:6研磨混合均匀,得到混合物,所述 SiO_2 粉末、 Al_2O_3 粉末、 MgO 粉末和 KCl 粉末均为分析纯;

[0013] (2)将所述混合物制成圆柱形产品,然后将所述圆柱形产品装入铂金管中,两端密封;

[0014] (3)将所述铂金管组装在高温高压合成组装块中;

[0015] (4)将组装有铂金管的高温高压合成组装块放置在六面顶压机中进行高温高压反应;本发明合成丸山电气石(富钾电气石)单晶所需的实验压力条件达到了GPa级别,普通的水热高压釜并不能提供如此高的实验压力条件,因此需要在六面顶压机中进行,且六面顶压机采用滑块式加压方式为样品腔加压,可以为样品腔提供非常均一稳定且相对高的静水压的实验压力环境;(5)打开铂金管,将反应后的产物取出,在显微镜下挑选出丸山电气石(富钾电气石)单晶,优选在体视显微镜下挑选出丸山电气石(富钾电气石)单晶。

[0016] 进一步地,步骤(1)中,所述 SiO_2 粉末、 Al_2O_3 粉末、 MgO 粉末和 KCl 粉末的纯度均>99.99%;所述硼酸溶液的纯度>99.95%。

[0017] 进一步地,步骤(2)中,两端使用焊枪密封。铂金是一种惰性贵金属,其在高温高压及水热条件下不会与实验化合物样品发生反应,保证了样品腔内实验样品的纯度。铂金管两端密封,可以保证在高温高压实验合成过程中化合物样品不会发生挤出及其他杂质物质混入等情况,保证样品的纯度。

[0018] 进一步地,步骤(3)中,组装过程为:在车床上将叶蜡石块中心钻一个孔,然后先将圆形石墨加热管装入孔中,接着将氧化铝绝缘管装入圆形石墨加热管中,再接着将所述铂金管装入氧化铝绝缘管的内部,最后在圆形石墨加热管上下两端用叶蜡石堵头密封。组装块是采用叶蜡石加工制成的,将为样品腔提供均一的高压实验环境,保证合成均一的固溶体单晶。石墨管的作用是为铂金样品管提供热源,使样品腔内处于高温环境;氧化铝管的作用是将铂金管与石墨管绝缘开,避免加热过程中发生短路等情况;叶蜡石堵头的作用是避免在高压实验过程中合成组装块发生挤压变形,避免破坏样品管,保证样品腔的压力均一性。进一步地,步骤(3)中,所述高温高压合成组装块内放置有热电偶。

[0019] 进一步地,所述热电偶为K型热电偶。K型热电偶作为一种温度传感器,K型热电偶通常和显示仪表、记录仪表和电子调节器配套使用。K型热电偶可以直接测量各种生产中从 0°C 到 1300°C 范围的液体蒸汽和气体介质以及固体的表面温度。正极(KP)的名义化学成分为: $\text{Ni}:\text{Cr}=90:10$,负极(KN)的名义化学成分为: $\text{Ni}:\text{Si}=97:3$,其使用温度为 $-200^\circ\text{C}\sim 1300$

℃。K型热电偶具有线性度好,热电动势较大,灵敏度高,稳定性和均匀性较好,抗氧化性能强,价格便宜等优点,被广泛使用。将每一组K型热电偶对称放置在样品腔外壁的中间,即实现样品腔内的温度标定。

[0020] 进一步地,步骤(4)中,高温高压反应的最高温度为700℃~850℃,最高压力为2.0~4.0GPa,反应时间为50~80个小时。

[0021] 进一步地,所述高温高压反应过程为:先以0.2GPa/20分钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力2.0~4.0GPa,然后阶梯加温,步骤如下:以100℃/分钟的升温速率,将温度分别升至600℃和最高温度700℃~850℃,在600℃温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应50~80小时。在此条件下,为样品腔内部提供均一稳定的实验温度和压力环境,为样品腔内部的化合物在相应的温度和压力条件下发生相应的化合反应提供充足的反应时间。

[0022] 进一步地,步骤(5)中,使用金刚石切刀打开铂金管;在显微镜下挑选出单一物相、无杂质相的丸山电气石(富钾电气石)单晶。

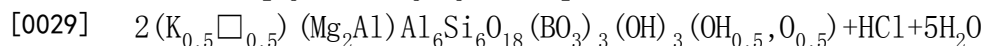
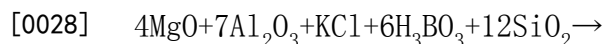
[0023] 一种根据上述方法合成的丸山电气石(富钾电气石)单晶,其为三方晶系结构,空间群为R3m,晶胞参数 $a = 15.9379(16) \text{ \AA}$, $c = 7.2109(21) \text{ \AA}$, $V = 1586.29(44) \text{ \AA}^3$,晶体呈现柱状,平均尺寸300μm,最大尺寸500μm。

[0024] 1、通常情况下,电气石样品一般处于压力比较低的地球浅部,比如说地壳等,所有说类似K元素等大离子半径的元素很难进入电气石晶格中赋存;但目前天然发现了富钾的电气石样品,研究认为是来自压力比较高的地球深部,比如说地幔等。因此,本发明在模拟地幔高温高压条件下,将大离子的K元素合成进入了电气石的晶格中,并且是作为最主要的X位的金属元素存在。

[0025] 2、在本发明中,模拟了在地幔富钾条件下,在相对较高温度和压力条件下,生长丸山电气石(富钾电气石)单晶的形成过程,即在较高的压力条件下,将大离子的K元素添加进入电气石的晶格中,从而形成相应的富钾电气石单晶样品。

[0026] 与现有技术相比,本发明具有如下优点和技术效果:

[0027] 本发明结合晶体化学、地球化学、结晶学与矿物学、晶体光学、光性矿物学、晶体材料学等相关学科背景,即在地球内部氧化还原条件下缓慢形成丸山电气石(富钾电气石)的原理,采用实验室大腔体压机实验设备,在高温高压条件下模拟丸山电气石(富钾电气石)单晶的形成过程,本发明涉及的主要化学反应方程式为:



[0030] 注:上述方程式中的“□”代表空位。

[0031] 本发明在高温高压条件下,所选的初始原料固体的氯化钾(KCl)提供了合成丸山电气石(富钾电气石)单晶必不可少的钾元素。初始原料固体的氧化镁(MgO)提供了合成丸山电气石(富钾电气石)单晶必不可少的镁元素。初始原料固体的三氧化二铝(Al_2O_3)提供了合成丸山电气石(富钾电气石)单晶必不可少的铝元素。初始原料固体的二氧化硅(SiO_2)提供了合成丸山电气石(富钾电气石)单晶必不可少的硅元素。初始原料的硼酸溶液(H_3BO_3)提供了合成丸山电气石(富钾电气石)单晶必不可少的硼元素。

[0032] 天然的丸山电气石(富钾电气石),因其含有其他杂质(如Ca、Na、Fe等其他元素),

现有报道检测出天然的丸山电气石(富钾电气石)纯净度很难达到60%。本发明在生长丸山电气石(富钾电气石)单晶的过程,实验室环境纯净,试样处于密封环境中,不与杂质接触,得到的丸山电气石(富钾电气石)单晶为纯净物,化学稳定性好,解决了目前丸山电气石(富钾电气石)单晶生长困难的技术问题。另外,本发明的方法具有操作过程简单、实验条件容易控制等优势。

附图说明

[0033] 构成本发明的一部分的附图用来提供对本发明的进一步理解,本发明的示意性实施例及其说明用于解释本发明,并不构成对本发明的不当限定。在附图中:

[0034] 图1为本发明在高温高压下合成丸山电气石(富钾电气石)单晶的组装示意图;

[0035] 图2为本发明实施例1合成的丸山电气石(富钾电气石)单晶样品显微照片;

[0036] 图3为本发明实施例2合成的丸山电气石(富钾电气石)单晶样品显微照片;

[0037] 图4为本发明实施例1合成的丸山电气石(富钾电气石)的拉曼图谱;

[0038] 图5为本发明实施例1合成的丸山电气石(富钾电气石)的同步辐射XRD图谱;

[0039] 图6为本发明对比例1合成样品的显微照片。

具体实施方式

[0040] 现详细说明本发明的多种示例性实施方式,该详细说明不应认为是对本发明的限制,而应理解为是对本发明的某些方面、特性和实施方案的更详细的描述。

[0041] 应理解本发明中所述的术语仅仅是为描述特别的实施方式,并非用于限制本发明。另外,对于本发明中的数值范围,应理解为还具体公开了该范围的上限和下限之间的每个中间值。在任何陈述值或陈述范围内的中间值,以及任何其他陈述值或在所述范围内的中间值之间的每个较小的范围也包括在本发明内。这些较小范围的上限和下限可独立地包括或排除在范围内。

[0042] 除非另有说明,否则本文使用的所有技术和科学术语具有本发明所述领域的常规技术人员通常理解的相同含义。虽然本发明仅描述了优选的方法和材料,但是在本发明的实施或测试中也可以使用与本文所述相似或等同的任何方法和材料。本说明书中提到的所有文献通过引用并入,用以公开和描述与所述文献相关的方法和/或材料。在与任何并入的文献冲突时,以本说明书的内容为准。

[0043] 在不背离本发明的范围或精神的情况下,可对本发明说明书的具体实施方式做多种改进和变化,这对本领域技术人员而言是显而易见的。由本发明的说明书得到的其他实施方式对技术人员而言是显而易见的。本发明说明书和实施例仅是示例性的。

[0044] 关于本文中所使用的“包含”、“包括”、“具有”、“含有”等等,均为开放性的用语,即意指包含但不限于。

[0045] 本发明实施例中的原料均通过购买得到,其中 SiO_2 粉末、 Al_2O_3 粉末、 MgO 粉末和 KCl 粉末的纯度均 $>99.99\%$;硼酸溶液的纯度 $>99.95\%$ 。

[0046] 本发明在高温高压下合成丸山电气石(富钾电气石)单晶的组装示意图见图1,其中的Pt样品管即为铂金管,样品指的是丸山电气石(富钾电气石)单晶样品。

[0047] 实施例1

[0048] 以分析纯的 SiO_2 粉末、 Al_2O_3 粉末、 MgO 粉末、 KCl 粉末和 H_3BO_3 溶液作为起始原料按化学计量摩尔比12:7:4:1:6配料,在玛瑙研钵中充分研磨混合均匀,得到混合物,作为起始原料,将混合物制成圆柱体($\Phi 4.5\text{mm} \times 4.5\text{mm}$),将样品装入 $\Phi 4.5\text{mm}$ 、高4mm、壁厚0.1mm的铂金管中,两端使用焊枪密封。将铂金管组装在高温高压合成组装块中,组装方式具体为:

[0049] ①在车床上将 $32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm}$ 的叶蜡石块中心钻一个直径为8mm的圆形通孔;

[0050] ②在叶蜡石块的圆形通孔里面套一个外径为8mm,内径为6mm的石墨加热管;

[0051] ③在石墨加热管内放置一个外径为6mm,内径为4.5mm的氧化铝绝缘管;

[0052] ④氧化铝绝缘管内部放置铂金管,上下为用直径为4.5mm的叶蜡石堵头进行密封。

[0053] 至此,高温高压合成组装块完成,其中高温高压合成组装块涉及到的尺寸可根据装在铂金管中的样品的尺寸来具体确定;该高温高压合成组装块中,叶蜡石作传压介质,石墨管作加热炉,K型热电偶作控温装置。本发明高温高压合成组装块的优点是:①使用K型热电偶控温,加热系统通过K型热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;②叶蜡石作为传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性;③石墨管作为加热炉,温度均匀性高。

[0054] 将高温高压合成组装块放入六面顶压机中进行高温高压反应,先以0.2GPa/20分钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力2.0GPa,然后阶梯加温,步骤如下:以 $100^\circ\text{C}/\text{分钟}$ 的升温速率,将温度分别升至 600°C 和最高温度 700°C ,在 600°C 温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应80小时。高温高压反应完成后,将得到的样品取出,使用金刚石切刀打开铂金管,将样品自然风干后,在体视显微镜下挑选单一物相、无杂质相的丸山电气石(富钾电气石)单晶。实施例1合成的丸山电气石(富钾电气石)单晶样品显微照片见图2,拉曼图谱见图4,同步辐射XRD图谱见图5。

[0055] 实施例2

[0056] 以分析纯的 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 KCl 粉末和 H_3BO_3 溶液作为起始原料按化学计量摩尔比12:7:4:1:6配料研磨混合均匀作为起始原料,将混合物粉末制成圆柱体($\Phi 4.5\text{mm} \times 4.5\text{mm}$),将样品装入 $\Phi 4.5\text{mm}$ 、高4mm、壁厚0.1mm的铂金管中,两端使用焊枪密封。将铂金管组装在高温高压合成组装块中,组装方式具体为:

[0057] ①在车床上将 $32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm}$ 的叶蜡石块中心钻一个直径为8mm的圆形通孔;

[0058] ②在叶蜡石块的圆形通孔里面套一个外径为8mm,内径为6mm的石墨加热管;

[0059] ③在石墨加热管内放置一个外径为6mm,内径为4.5mm的氧化铝绝缘管;

[0060] ④氧化铝绝缘管内部放置铂金管,上下为用直径为4.5mm的叶蜡石堵头进行密封。

[0061] 至此,高温高压合成组装块完成,其中高温高压合成组装块涉及到的尺寸可根据装在铂金管中的样品的尺寸来具体确定;该高温高压合成组装块中,叶蜡石作传压介质,石墨管作加热炉,K型热电偶作控温装置。本发明高温高压合成组装块的优点是:①使用K型热电偶控温,加热系统通过K型热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;②叶蜡石作为传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性;③石墨管作为加热炉,温度均匀性高。

[0062] 将高温高压合成组装块放入六面顶压机中进行高温高压反应,先以0.2GPa/20分

钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力2.5GPa,然后阶梯加温,步骤如下:以100℃/分钟的升温速率,将温度分别升至600℃和最高温度750℃,在600℃温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应70小时。高温高压反应完成后,将得到的样品取出,使用金刚石切刀打开铂金管,将样品自然风干后,在体视显微镜下挑选单一物相、无杂质相的丸山电气石(富钾电气石)单晶。实施例2合成的丸山电气石(富钾电气石)单晶样品显微照片见图3。

[0063] 实施例3

[0064] 以分析纯的 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 KCl 粉末和 H_3BO_3 溶液作为起始原料按化学计量摩尔比12:7:4:1:6配料研磨混合均匀作为起始原料,将混合物粉末制成圆柱体($\Phi 4.5\text{mm} \times 4.5\text{mm}$),将样品装入 $\Phi 4.5\text{mm}$ 、高4mm、壁厚0.1mm的铂金管中,两端使用焊枪密封。将铂金管组装在高温高压合成组装块中,组装方式具体为:

[0065] ①在车床上将 $32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm}$ 的叶蜡石块中心钻一个直径为8mm的圆形通孔;

[0066] ②在叶蜡石块的圆形通孔里面套一个外径为8mm,内径为6mm的石墨加热管;

[0067] ③在石墨加热管内放置一个外径为6mm,内径为4.5mm的氧化铝绝缘管;

[0068] ④氧化铝绝缘管内部放置铂金管,上下为用直径为4.5mm的叶蜡石堵头进行密封。

[0069] 至此,高温高压合成组装块完成,其中高温高压合成组装块涉及到的尺寸可根据装在铂金管中的样品的尺寸来具体确定;该高温高压合成组装块中,叶蜡石作传压介质,石墨管作加热炉,K型热电偶作控温装置。本发明高温高压合成组装块的优点是:①使用K型热电偶控温,加热系统通过K型热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;②叶蜡石作为传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性;③石墨管作为加热炉,温度均匀性高。

[0070] 将高温高压合成组装块放入六面顶压机中进行高温高压反应,先以0.2GPa/20分钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力3.0GPa,然后阶梯加温,步骤如下:以100℃/分钟的升温速率,将温度分别升至600℃和最高温度800℃,在600℃温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应60小时。高温高压反应完成后,将得到的样品取出,使用金刚石切刀打开铂金管,将样品自然风干后,在体视显微镜下挑选单一物相、无杂质相的丸山电气石(富钾电气石)单晶。

[0071] 实施例4

[0072] 以分析纯的 SiO_2 、 Al_2O_3 、 MgO 、 KCl 粉末和 H_3BO_3 溶液作为起始原料按化学计量摩尔比12:7:4:1:6配料研磨混合均匀作为起始原料,将混合物粉末制成圆柱体($\Phi 4.5\text{mm} \times 4.5\text{mm}$),将样品装入 $\Phi 4.5\text{mm}$ 、高4mm、壁厚0.1mm的铂金管中,两端使用焊枪密封。将铂金管组装在高温高压合成组装块中,组装方式具体为:

[0073] ①在车床上将 $32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm} \times 32.5\text{mm}$ 的叶蜡石块中心钻一个直径为8mm的圆形通孔;

[0074] ②在叶蜡石块的圆形通孔里面套一个外径为8mm,内径为6mm的石墨加热管;

[0075] ③在石墨加热管内放置一个外径为6mm,内径为4.5mm的氧化铝绝缘管;

[0076] ④氧化铝绝缘管内部放置铂金管,上下为用直径为4.5mm的叶蜡石堵头进行密封。

[0077] 至此,高温高压合成组装块完成,其中高温高压合成组装块涉及到的尺寸可根据

装在铂金管中的样品的尺寸来具体确定;该高温高压合成组装块中,叶蜡石作传压介质,石墨管作加热炉,K型热电偶作控温装置。本发明高温高压合成组装块的优点是:①使用K型热电偶控温,加热系统通过K型热电偶反馈的温度调节加热功率,从而改变温度,该方法可以实现对温度的即时监控,适用于对温度测量精度要求高的实验;②叶蜡石作为传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性;③石墨管作为加热炉,温度均匀性高。

[0078] 将高温高压合成组装块放入六面顶压机中进行高温高压反应,先以0.2GPa/20分钟的升压速率,将压力升高到预设最高压力4.0GPa,然后阶梯加温,步骤如下:以100°C/分钟的升温速率,将温度分别升至600°C和最高温度850°C,在600°C温度下保温10分钟,在最高温度和最高压力条件下反应50小时。高温高压反应完成后,将得到的样品取出,使用金刚石切刀打开铂金管,将样品自然风干后,在体视显微镜下挑选单一物相、无杂质相的丸山电气石(富钾电气石)单晶。

[0079] 对比例1

[0080] 与实施例1相比,区别仅在于,高温高压反应的参数设置调整为:压力设置为以0.2GPa/20分钟的升压速率升至2.0GPa,温度设定为以10°C/分钟的速率升700°C,反应80h。

[0081] 对比例1合成样品的显微照片见图6,可以观察到的是,在该条件下,不能合成得到丸山电气石(富钾电气石)单晶。

[0082] 对比例2

[0083] 与实施例1相比,区别仅在于,在700°C的反应时间为10h。

[0084] 可以观察到的是,在该条件下,不能合成得到丸山电气石(富钾电气石)单晶。

[0085] 以上,仅为本发明较佳的具体实施方式,但本发明的保护范围并不局限于此,任何熟悉本技术领域的技术人员在本发明揭露的技术范围内,可轻易想到的变化或替换,都应涵盖在本发明的保护范围之内。因此,本发明的保护范围应该以权利要求的保护范围为准。

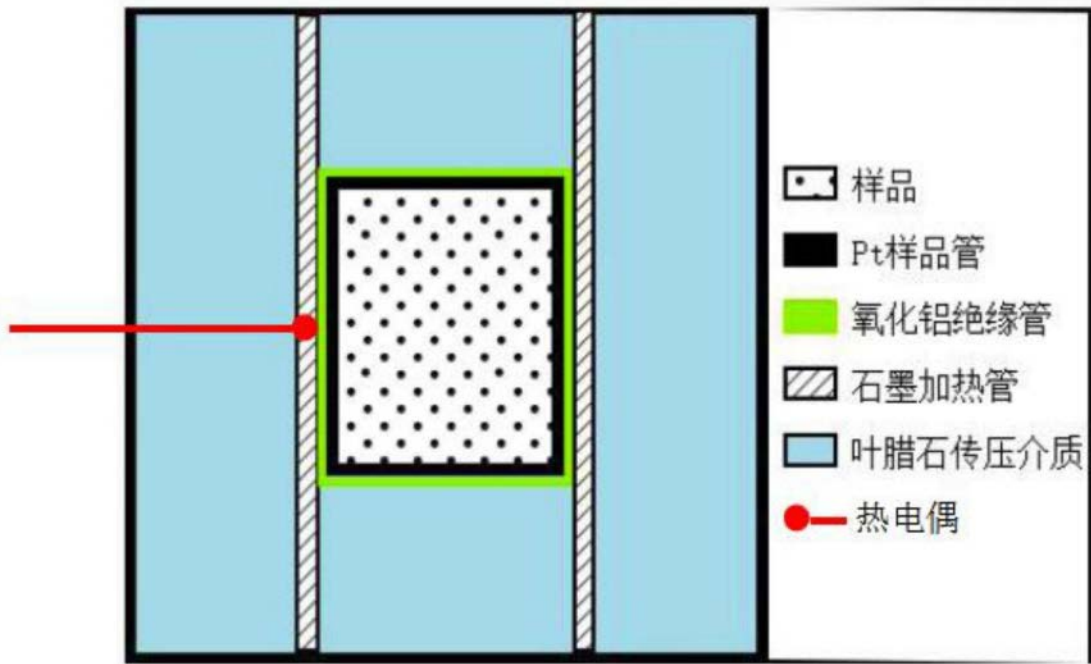


图1

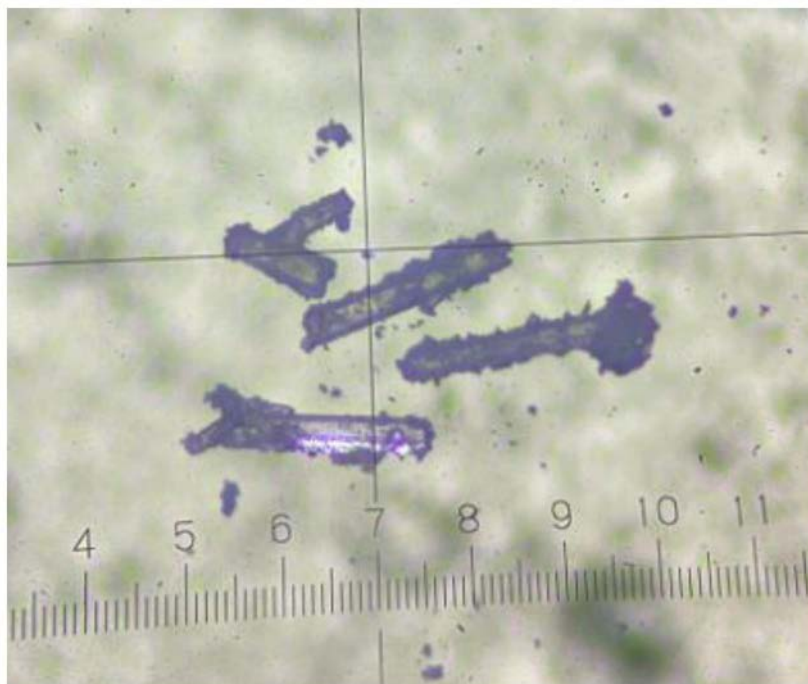


图2



图3

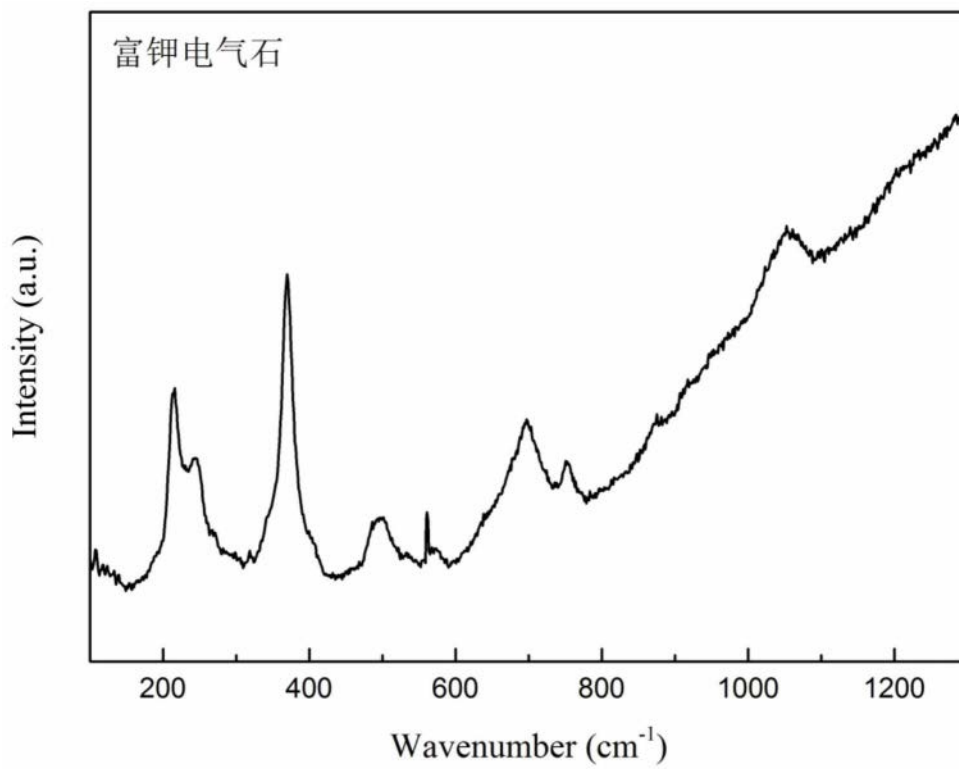


图4

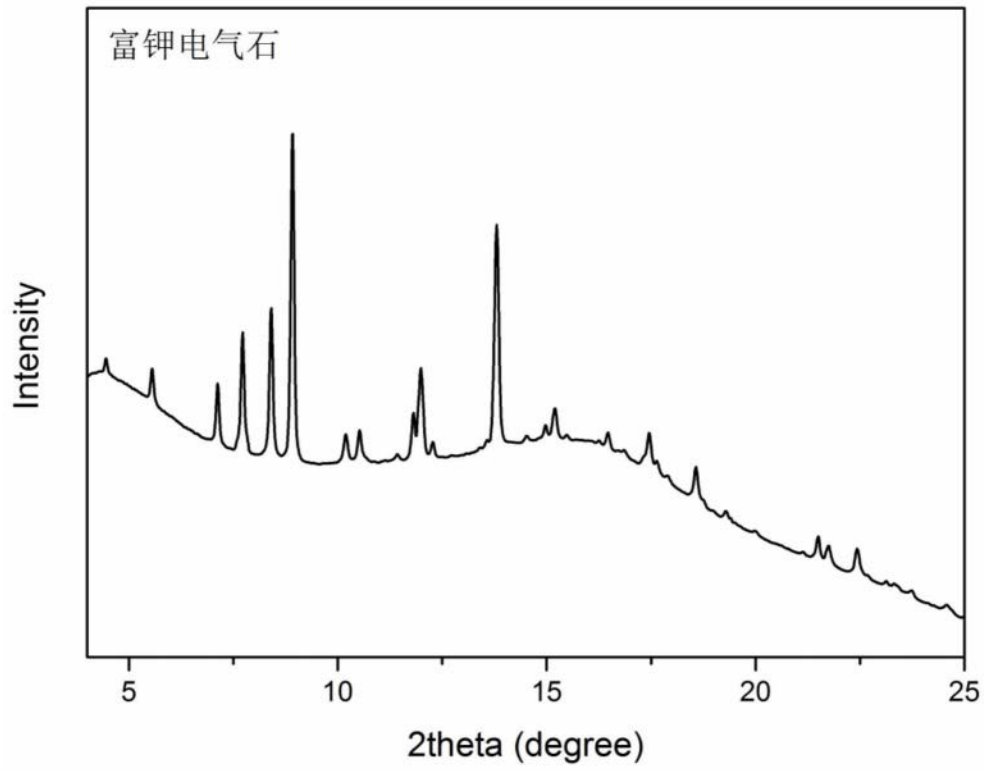


图5



图6