

## ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНАЯ КОМПРЕССИОННАЯ ПЕЧЬ

*С. А. Попов, Р. Ш. Насыров, А. С. Лебедев*

*Институт минералогии УрО РАН, г. Миасс*

Одним из критериев уровня развития научно-промышленного потенциала государств является объем использования высокочистых кварцевых продуктов и производимой из них продукции.

Чистота природного кварца, зачастую, не удовлетворяет современным требованиям высокотехнологичных производств аморфных и кристаллических материалов, а традиционные технологии обогащения кварцевого сырья не обеспечивают требуемой чистоты кварцевых концентратов, необходимых для их производства. В связи с этим, чрезвычайно актуальны исследования и работы по созданию новых технологий производства особо чистых кварцевых концентратов из природного высококремнеземистого сырья. Институт минералогии УрО РАН активно и целенаправленно проводит такие исследования и, помимо различных физических, химических, оптических исследований сырья, зачастую, проводит сравнительную аттестацию качества получаемого кварцевого концентрата выплавкой в вакуумной печи опытных слитков кварцевого стекла [Насыров и др., 2007]. Такие стекла, в зависимости от качества кварцевого сырья, эффективности применяемых способов их рафинирования, концентрации структурных и минеральных примесей природного и техногенного происхождения, могут иметь различные макродефекты; свиля, включения природных минералов, газовые пузыри (рис. 1 а). Вследствие высокой вязкости расплава кварцевого стекла, газовые пузыри не успевают всплыть на свободную поверхность расплава и остаются в его объеме [Черемисин и др., 1977]. Дефекты, в том числе газовые пузыри, снижают оптическую прозрачность стекол.

Газовые пузыри могут образовываться как вследствие испарения природных минеральных и газовой-жидких включений (ГЖВ) при температуре плавления стекла, (1725–1800) °С, так и в результате высокотемпературной диссоциации двуокиси кремния по реакции  $\text{SiO}_2(l) = \text{SiO}(g) + 1/2 \text{O}_2$  [Леко и др., 1985]. Последние, не являясь дефектами, возникшими вследствие низкой чистоты плавочного сырья, могут дискредитировать как качество сырья какого-либо месторождения, так и технологии, применяемые для обогащения сырья. Для повышения объективности структурной и оптической аттестации стекол применяют метод компремирования расплава. Отдельные виды пузырей, в частности, возникшие в результате диссоциации двуокиси кремния, исчезают при создании газового давления над расплавом стекла ( компремировании расплава) и последующем его затвердевании, т.к. такие пузыри, практически, вакуумные. После остужения стекла, в них не содержится какой-либо газ, т.к. монооксид кремния снова окисляется до двуокиси кремния. Пузыри, возникшие при испарении включений, могут иметь избыточное давление и, обычно, при компремировании сохраняются в объеме

стекла. В иных случаях такие пузыри также захлопываются, но на их месте возникает геометрически правильное, круг-

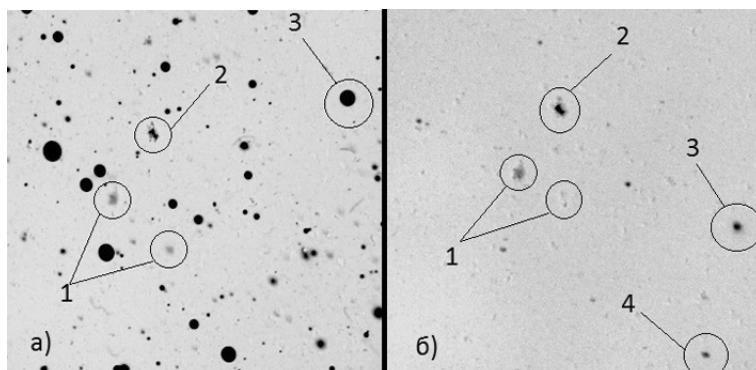


Рис. 1. а – выплавленный в вакууме, б – компремированный, 1 – свиля, 2 – включения природных минералов, 3 – газовый пузырь, 4 – захлопнутый газовый пузырь.

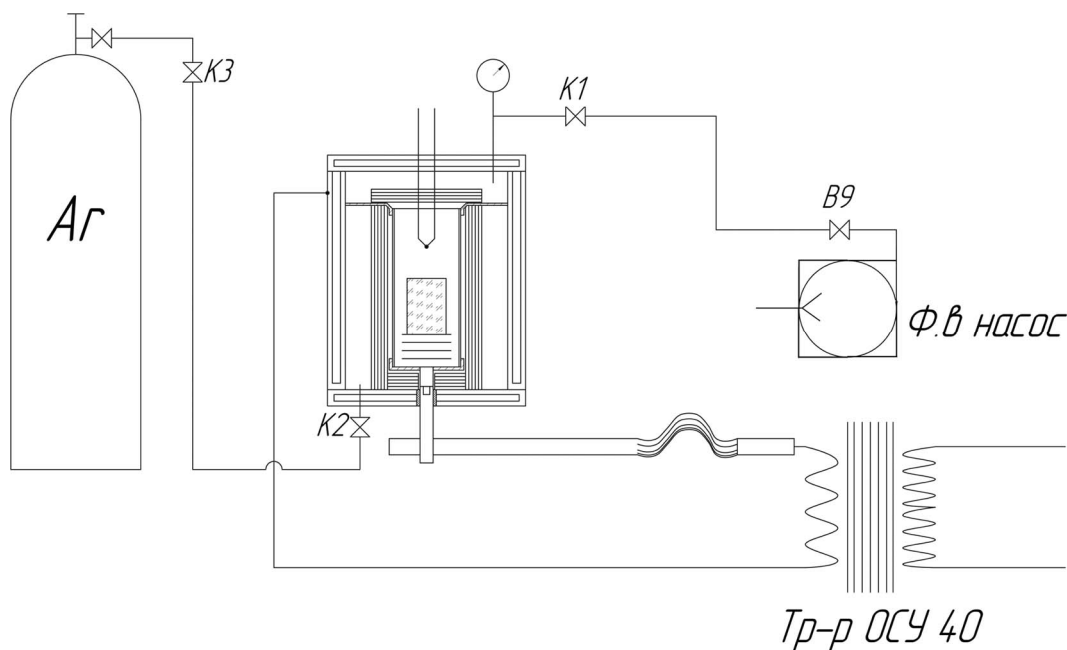


Рис. 2. Схема высокобарической высокотемпературной плавильной камеры.

лое, серовато окрашенное, плоское пятно (рис. 1 б). Эллиптический вид отдельных пятен связан с пространственным его расположением в объеме стекла и геометрией фотосъемки.

Таким образом, более корректное сравнение качества стекол из различных кварцевых концентраторов можно производить после воздействия изостатического давления на расплав.

Для решения такой задачи в Институте минералогии УрО РАН была разработана и изготовлена лабораторная вакуум-компрессионная печь, позволяющая после обезгаживающего вакуумного прогрева плавильной камеры и слитка стекла, расплавить кварцевое стекло и компремировать его аргоном при давлении до  $3 \cdot 10^6$  Па. По параметрам объема и предельного давления, ( $P \times V < 500$ ), камера печи не подлежат регистрации в органах Госгортехнадзора России, (утверждено Постановлением Госгортехнадзора России от 11.06.2003, N 91).

Камера печи выполнена в виде стального цилиндра с двуполостной, водоохлаждаемой стенкой, с такой же водоохлаждаемой крышкой и днищем. Крышка съемная, герметизирует камеру по способу «зуб-канавка» [Ашкенази, 1987] эластичной уплотнительной прокладкой. Крышка затягивается при помощи гаек, навинчиваемых на стяжные шпильки. На крышке смонтирован трехходовой кран, на котором установлен манометр для регистрации давления и имеется штуцер для вакуумной откачки камеры и сброса давления после проведения эксперимента. Контроль температуры внутри теплового узла плавильной камеры производится вольфрам-рениевой термопарой класса «А». Она введена в камеру через специальное уплотнительное устройство на крышке камеры. В днище, приваренном к корпусу камеры, имеется вентиль подачи газа и установлен медный, водоохлаждаемый сильноточный токоввод на токи до 1000А. Другим токоподводом является корпус камеры. Внутренний диаметр камеры 200 мм, высота рабочего объема 250 мм. Внутри камеры смонтирован тепловой узел, состоящий из многослойного теплового экрана из молибденовой жести, резистивного молибденового нагревателя, также изготовленного из жести, и шлейфовых молибденовых токоподводов к нагревателю. Свободный объем камеры, снаряженной тепловым узлом и токоподводами, составляет 7 дм<sup>3</sup>. Геометрические размеры цилиндрической рабочей зоны теплового узла составляют (O100 ? 110) мм. Рабочее давление камеры в процессе плавки до 3.0 МПа, предельное испытательное давление холодной камеры 4.5 МПа, предельная температура в рабочей зоне плавильной камеры 1950 °С. Регистрация и регулирование температуры

нагрева производится с помощью прибора «Термодат-17Е3» и силового тиристорного блока У-250, включенного в первичную обмотку силового трансформатора ОСУ-40. На рис. 2 приведено схематическое изображение высокобарической, высокотемпературной плавильной камеры. Для указанной установки разработаны инструкция по технике безопасности и пооперационный технологический регламент ведения плавки. Установка по акту принята в эксплуатацию и используется три года.

### Литература

*Насыров Р. Ш., Быков В. Н. Кораблев А. Г., Шакиров А. Р., Игуменцева М. А.* Тестовые наплавы кварцевого стекла как метод оценки качества кварцевых концентратов // Разведка и охрана недр. 2007. № 10. С. 47–48.

*Черемисин И. И., Боганов А. Г., Николаев С. А.* Исследование газосодержания жильного кварца и наплавленного из него кварцевого стекла // Электронная техника. 1977. Сер. Материалы. Вып. 3. С. 95–105.

*Леко В. К., Мурзин О. В.* Свойства кварцевого стекла. Л.: Наука, 1985.

*Ашкинази Л. А.* Вакуум для науки и техники. М.: Наука, 1987. 128 с.