



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105911230 B

(45)授权公告日 2017. 10. 17

(21)申请号 201610496443.3

G01N 21/65(2006.01)

(22)申请日 2016.06.30

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 105911230 A

CN 104596907 A, 2015.05.06, 说明书第
[0003]-[0078]段, 图1-10.

(43)申请公布日 2016.08.31

CN 103406070 A, 2013.11.27, 说明书第
[0003]-[0013]段, 图1.

(73)专利权人 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

CN 205786559 U, 2016.12.07, 权利要求1-
8.

(72)发明人 李和平 李胜斌 陈琳 周宏斌
杨美琪 徐惠刚

US 6401523 B1, 2002.06.11, 全文.

CN 104459055 A, 2015.03.25, 全文.

CN 105259092 A, 2016.01.20, 全文.

(74)专利代理机构 贵阳中新专利商标事务所
52100

审查员 潘艺茗

代理人 商小川

(51) Int. Cl.

G01N 33/00(2006.01)

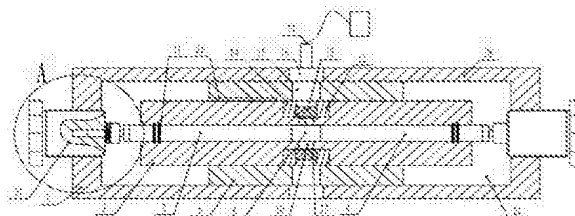
权利要求书2页 说明书6页 附图2页

(54)发明名称

一种高温高压流体-固体相互作用的试验装
置和试验方法

(57)摘要

本发明公开了一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置和试验方法,包括压力容器,压力容器内设置有两轴向压杆,两压杆间放置试样,一压杆外端连接加载装置以及布置有位移检测装置,另一压杆外端连接压力传感器,加载装置、位移检测装置和压力传感器固定连接到底座上,压力容器外套接有加热装置,其表面设置有压液口和光学窗口,加热装置置于底座的凹槽内,与压力容器接触面设置有温度传感器,压液口连通到试样放置处,光学窗口正对试样中心,且安装有观察试样光谱的光学测量系统。本发明测量数据更加接近实际,综合性更好,测得数据更加精确可靠,更有利于指导试样的正确实践使用分析。



1. 一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,其特征在於:包括压力容器(2),所述压力容器(2)水平方向内设置有对称密封的两轴向压杆(3,4),所述两压杆(3,4)间放置试样(5),一压杆(3)外端连接加载装置(7)以及布置有位移检测装置(22),另一压杆(4)外端连接压力传感器(8)以及布置有另一位移检测装置(22),所述加载装置(7)、位移检测装置(22)和压力传感器(8)固定连接到底座(1)上,所述压力容器(2)外套接有加热试样(5)的加热装置(6),其表面设置有压液口(9)和光学窗口(10),所述加热装置(6)置于底座(1)的凹槽(26)内,与压力容器(2)接触面设置有温度传感器(29),所述压液口(9)连通到试样(5)放置处,所述光学窗口(10)正对试样(5)中心,且安装有观察试样(5)显微白光像和显微光谱的光学测量系统(30);加载装置(7)包括加力螺钉(18)和转接件(19),所述加力螺钉(18)可螺旋移动地连接在底座(1)侧壁上,其螺纹端部中心连接有转接件(19),转接件(19)端部设置有万向球头(20),万向球头(20)将力传递到左侧压杆(3),位移检测装置(22)结构包括位移传感器(32,24)和刚性薄片条(33,23),所述刚性薄片条(33,23)一端连接在压杆(3,4)端部,其另一端接触有位移传感器(32,24)探头,所述位移传感器(32,24)固定连接在底座(1)侧壁上。

2. 根据权利要求1所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,其特征在於:所述位移检测装置(22)、压力传感器(8)、温度传感器(29)、加热装置(6)、光学测量系统(30)连接到控制器,控制器还连接有液压传感器和液压泵,并通过导线连接到上位机,压液口(9)通过管道连接到液压泵(37),所述液压泵(37)通过管道连接到储液箱(36),压液口(9)与液压泵(37)连接管道上安装有四通阀(38)以及流量截止阀一(41),四通阀(38)另两端口分别连接液压传感器(39)和泄压阀(40),液压泵(37)与储液箱(36)连接的管道间安装有流量截止阀二(42)。

3. 根据权利要求1所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,其特征在於:所述转接件(19)为台阶轴,其小轴(34)插入加力螺钉(18)中部的盲孔(35)内,并在小轴(34)上套接有压缩弹簧(21),压缩弹簧(21)一端抵靠在加力螺钉(18)端面上,其另一端抵靠在转接件(19)大轴端面上。

4. 根据权利要求1所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,其特征在於:压力传感器(8)通过调整螺钉(25)连接到底座(1)上,其连接右侧压杆(4)一端设置有球头(43)。

5. 根据权利要求1所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,其特征在於:光学窗口(10)包括正对相通第一通孔(14)、第二通孔(15)、透明部(13)和第三通孔(16),所述第一通孔(14)设置在压力容器(2)上,所述第二通孔(15)设置在加热装置(6)上,所述第三通孔(16)设置在底座(1)侧壁上,所述透明部(13)通过压块(12)安装在第一通孔(14)处,其设置在压块(12)凹槽内,压块(12)凹槽内设置有透光孔,其外表面紧贴在第一通孔(14)处,设置在压力容器(2)凹槽内。

6. 根据权利要求1所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置的试验方法,其特征在於:该方法包括以下步骤:

- (1) 将试样装入压力容器内,通过两对称压杆初始按压;
- (2) 通过压液口向试样处通入有压力的化学溶液;
- (3) 加热装置将通过加热压力容器将试样和流体进行加热;

(4) 固体试样与不同温度压力及不同物质组分和浓度的流体反应时测试轴向压力和位移变化,并通过光学测量系统观察试样在高温高压和轴向压力下的显微白光像和显微光谱图。

7. 根据权利要求6所述的一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置的试验方法,其特征在于:步骤(4)中位移测试方法包括以下步骤:

(1) 对固体样品在一定的温度压力条件下测量,通过压杆左侧位移检测装置的位移传感器测得的左侧位移 X_1 ,压杆右侧位移检测装置的位移传感器测得的右侧位移 X_2 ,则两刚性薄片条间的总变形位移量为 $X=X_1+X_2$;

(2) 用与固体样品尺寸一样的碳化钨试样在相同温度、压力、流体条件下进行测试,测量两个刚性薄片条之间的总位移量为 X' ;

(3) 试样的变形量为 $Y=X-X'$ 。

一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置和试验方法

技术领域

[0001] 本发明涉及一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置和试验方法,属于高温高压实验技术领域。

背景技术

[0002] 高温高压实验是许多科学领域,如行星和地球科学、凝聚态物理学、化学、材料科学等研究领域的重要研究手段,并已经取得了许多重要研究成果。在地球科学中,高温高压实验为人们认识地球内部的物质组成和状态以及成岩成矿作用等提供了大量的实验数据。例如,通过对地幔岩石的高温高压实验研究,人们认识到地幔约650km的地震波不连续面是由于橄榄石/辉石-钙钛矿结构的相转变所致。在物理和化学领域,超高压可以使原子之间的距离缩短而发生电子层之间的相互作用,并使电子层结构发生改变而形成完全不同于常压下物质的化学键。例如,至今已经认识到在足够高的压力下任何物质都会发生非金属与金属态之间的转变。其中,钠和锂在高压下不仅发生金属态向绝缘体的转变,而且在室温和100万个大气压下发生熔化的现象至今仍无法理解和解释。在材料科学中,高压实验研究使人们认识到常压低温下为非超导体物质在高压低温下具有超导性质。例如,除了已知23种元素在常压低温下具有超导性质外,还发现有29种元素在高压下具有超导性质。除纯物质外,在高压条件下获得的Hg-Ba-Ca铜酸盐是至今具有最高超导温度的材料(在30Pa压力下的超导转变温度达164K)。这为寻找和合成超导物质指引了一条新的途径。另外,高温高压还可以将元素合成为许多具有重要或优良性质的新材料,如氮化硼等超硬材料、磁性材料、热电材料、储氢材料及太阳能材料等。近些年,高压(高温)实验也已经在油气成因以及生物学领域中得到应用。

[0003] 在自然界(如地球内部、海底和水体)、工程技术(如机械、地质、海洋、火电、核电、锅炉、建筑、采掘、湿法冶金、化工、材料的水热合成与改性等)、科学探测(如超声钻探和海洋探测)和科学实验中,广泛存在高温/高压(静水压/差异应力)流体与固体间的相互作用。相互作用过程中的力学-化学耦合作用则使得相互作用过程变得复杂多样。一方面,在高温高压下,流体作用于固体样品时可使固体样品的组成(包括化学组成和物相组成)、结构(包括微观、介观和宏观)和性质(包括热力学性质,力学、声学、电学、热学、光谱学等物理性质,以及吸附、解吸、溶解、结晶、蚀变和电化学等化学性质)发生显著改变;而另一方面,处于高温高压的固体样品反过来又对流体的组成(包括化学组成、赋存品种和相态组成)、微观结构和性质(包括热力学性质,各种物理性质,以及氢逸度/活度、氧逸度/活度、水逸度/活度、Eh值和pH值等化学性质)产生重要影响。因此,高温高压流体-固体相互作用的实验研究即成了诸多科学技术领域极为重要的研究工作。然而,目前用于高温高压流体-固体相互作用实验研究的实验设备普遍存在工作温度压力较低、功能局限单一、集成度不高和体重过大而缺少灵活性等缺陷,严重阻碍了各领域在该方面的进展。

[0004] 目前,根据加压方法,高温高压试验装置可分为静高压装置和动高压装置。静高压加压装置可以通过以下几种途径实现高温高压条件或环境:①高压釜装置,可以实现的温

度和压力有限,一般低于800℃和200MPa;②大压力机,主要有多面顶式压力机和活塞-圆筒式压力机两种装置,多面顶压机可以产生三轴等压的静水压和三轴向不等压的压力场,可以实现的最高温度达到2000℃,最高压力达到10GPa,活塞圆筒式压力机可以形成0~5GPa的准静水压,工作温度最高达1600℃;③金刚石压腔装置,可以实现超过6000℃的高温 and 500GPa压力的实验,几乎可进行地球内部所有物质的高温高压实验研究。动高压装置主要是冲击波和激光加压装置。可以进行压力达1000GPa的高温高压实验研究。

[0005] 上述高压装置存在的问题主要有:

[0006] (1)地壳中的岩石,所承受的上覆岩层的压力和构造应力为差异应力环境,而现有的大多数用于研究水岩相互作用的高温压力容器,给固体试样施加的围压为静水压,因此,在实验中加入轴向应力,模拟的实验条件更接近于真实环境。无法给固体样品单独加载轴向载荷,并原位测量固体样品的应力和应变;(2)现有高压釜系统体积较大,难以与显微镜和各种光谱仪对接,无法原位观测固体样品的表面形貌特征和无法用光谱等手段原位测量反应产物;(3)现有测量应变的方法大多采用应变片的方式,但是能用于高温条件下的应变片价格比较高,且高温条件下应变片的温度补偿比较难处理,在高温高围压的水流体条件下,应变片的绝缘问题也较难处理,而且应变片直接贴在固体试样的表面,对固体-流体界面反应的研究有影响。

发明内容

[0007] 本发明要解决的技术问题是:提供一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置和试验方法,该试验装置可以独立测量和控制温度、流体压力和轴向载荷,并原位测量固体的应力应变,原位观测固体的表面显微形貌特征并测量固体表面及溶液中的反应产物,其中工作温度(室温到700℃)与压力(静水压0~200MPa上叠加任意轴压)较高,能与力学、声学、电学、热学、拉曼、同步辐射、电化学及组合化学传感器(氢、氧及水逸度/活度、Eh值和pH值传感器组合)等原位测量系统对接的便携式小型高温/高压流体-固体相互作用试验装置,以解决目前国内外同类试验装置中存在的上述各种问题。

[0008] 本发明采取的技术方案为:一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,包括压力容器,所述压力容器水平方向内设置有对称密封的两轴向压杆,所述两压杆间放置试样,一压杆外端连接加载装置以及布置有位移检测装置,另一压杆外端连接压力传感器,所述加载装置、位移检测装置和压力传感器固定连接到底座上,所述压力容器外套接有加热试样的加热装置,其表面设置有压液口和光学窗口,所述加热装置置于底座的凹槽内,与压力容器接触面设置有温度传感器,所述压液口连通到试样放置处,所述光学窗口正对试样中心,且安装有观察试样显微白光像和显微光谱的光学测量系统。

[0009] 优选的,上述位移检测装置、压力传感器、温度传感器、加热装置、光学测量系统连接到控制器,控制器还连接有液压传感器和液压泵,并通过导线连接到上位机。

[0010] 优选的,上述位移检测装置设置两个,分别分布在两压杆的两外端,其结构包括位移传感器和刚性薄片条,所述刚性薄片条一端连接在压杆端部,其另一端接触有位移传感器探头,所述位移传感器固定连接在底座侧壁上。

[0011] 优选的,上述加载装置包括加力螺钉和转接件,所述加力螺钉可螺旋移动地连接在底座侧壁上,其螺纹端部中心连接有转接件,转接件端部设置有万向球头,万向球头将力

传递到左侧压杆。

[0012] 优选的,上述所述转接件为台阶轴,其小轴插入加力螺钉中部的盲孔内,并在小轴上套接有压缩弹簧,压缩弹簧一端抵靠在加力螺钉端面上,其另一端抵靠在转接件大轴端面上。

[0013] 优选的,上述压液口通过管道连接到液压泵,所述液压泵通过管道连接到储液箱,压液口与液压泵连接管道上安装有四通阀以及流量截止阀一,四通阀另两端口分别连接液压传感器和泄压阀,液压泵与储液箱连接的管道间安装有流量截止阀二。

[0014] 优选的,上述压力传感器通过调整螺钉连接到底座上,其连接右侧压杆一端设置有球头。

[0015] 优选的,上述光学窗口包括正对相通第一通孔、第二通孔、透明部和第三通孔,第一通孔设置在压力容器上,第二通孔设置在加热装置上,所述第三通孔设置在底座侧壁上,所述透明部通过压块安装在第一通孔处,其设置在压块凹槽内,压块凹槽内设置有透光孔,其外表面紧贴在第一通孔处,设置在压力容器凹槽内。

[0016] 一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置的试验方法,该方法包括以下步骤:

[0017] (1) 将试样装入压力容器内,通过两对称压杆初始按压;

[0018] (2) 根据不同温度、围压条件和压力容器容积计算填充度,通过压液口向压力容器内通入一定量的流体;

[0019] (3) 加热装置将通过加热压力容器将试样和流体进行加热;

[0020] (4) 固体试样与不同温度压力及不同物质组分和浓度的流体反应时测试轴向压力和位移变化,并通过光学测量系统观察试样在高温高围压和轴向压力下的显微白光像和显微光谱图。

[0021] 步骤(4)中位移测试方法包括以下步骤:

[0022] (1) 对固体样品在一定的温度压力条件下测量,通过压杆左侧位移检测装置的位移传感器测得的左侧位移 X_1 ,压杆右侧位移检测装置的位移传感器测得的右侧位移 X_2 ,则两刚性薄片条间的总变形位移量为 $X=X_1+X_2$;

[0023] (2) 用与固体样品尺寸一样的碳化钨试样在相同温度、压力、流体条件下进行测试,测量两个刚性薄片条之间的总位移量为 X' ;

[0024] (3) 试样的变形量为 $Y=X-X'$ 。

[0025] 本发明的有益效果:与现有技术相比,本发明效果如下:

[0026] (1) 本发明采用针对试样在高温高围压和轴向压力条件下进行应力应变和光谱测量,能够在高温高压的流体条件下原位测量固体样品的应力应变,并原位测量固体与流体相互作用的产物,测量数据更加接近实际,综合性更好,测得数据更加精确可靠,更有利于指导试样的正确实践使用分析;

[0027] (2) 本发明安装有光学窗口,可以原位观测试样表面的显微图像,这样就可以在高温高围压和轴向压力下,利用显微镜直接观测试样表面的微观结构(如应力条件下表面的裂纹)及其动态变化;

[0028] (3) 本发明安装有光学窗口,并能原位观测试样的显微光谱,如测量各种具有拉曼活性材料的拉曼光谱,拉曼光谱可精确测量材料的晶格振动能量。当材料受到不同温度、围压和轴向应力作用时,其晶格结构就会产生变化,晶格振动能量也将发生改变,拉曼频移也

将发生改变,根据应力与相对拉曼频移之间的关系可精确计算出晶体内部的应力,显微拉曼光谱法用于力学测量,具有非接触、无损、空间分辨率高和可以深度聚焦等特点,可以在不同温度压力和轴向应力条件下,系统的测量固体样品的应力应变与拉曼光谱,并建立拉曼频移与应力的理论关系模型,为科研工作及工程技术提供基础数据支持;

[0029] (4) 本发明测量变形的的方法采用相对的两个位移传感器测量样品两端的位移,从而得出固体样品的应变,由于位移传感器在压力容器和加热装置的外部,不受温度波动和围压的影响,因此测量固体试样的应变数据更精确也更经济;

[0030] (5) 本发明测量变形的位移传感器安装方式,其测量精度达到 $0.5\mu\text{m}$,分辨率达到 $0.01\mu\text{m}$,能够更精确地测量固体样品的微小应变变量;

[0031] (6) 本试验装置也能够进行独立的轴压、围压或高温条件下的轴压、围压以及化学药剂的表面腐蚀试验,功能性强,且结构简单,并具有体积小,重量轻的特点。

[0032] (7) 本发明采用压缩弹簧置于转接件和加力螺钉间,因弹簧的弹性缓冲作用,让加载的轴向力变化缓慢,更加均匀,更加便于控制加载力的变化,进一步提高数据测试精度和测试可靠性,操作更加方便容易,避免瞬时冲击力带来的测试数据效果差和不可靠以及传感器的损坏,大大提高了使用安全性。

[0033] (8) 本发明结构简单,并具有体积小,重量轻的特点。

附图说明

[0034] 图1为本发明的结构示意图的布置图;

[0035] 图2为图1的前视结构示意图;

[0036] 图3为图1中的局部放大示意图A;

[0037] 图4为本发明的液压系统结构示意图。

具体实施方式

[0038] 下面结合附图及具体的实施例对本发明进行进一步介绍。

[0039] 实施例1:如图1-图4所示,一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置,包括压力容器2,压力容器2水平方向内设置有对称密封的两轴向左侧压杆3和右侧压杆4,左侧压杆3和右侧压杆4间放置试样5,左侧压杆3外端连接加载装置7以及布置有位移检测装置22,右侧压杆4外端连接压力传感器8,所述加载装置7、位移检测装置22和压力传感器8固定连接到底座1上,压力容器2外套接有加热流体和试样5的加热装置6,其表面设置有压液口9和光学窗口10,加热装置6置于底座1的凹槽26内,与压力容器2接触面设置有温度传感器29,压液口9连通到试样5放置处,光学窗口10正对试样5中心,且安装有观察试样5显微白光像和显微光谱的光学测量系统30。

[0040] 优选的,上述位移检测装置22、压力传感器8、温度传感器29、加热装置6、光学测量系统30连接到控制器,控制器还连接有液压传感器和液压泵,并通过导线连接到上位机,可实现独立控制温度和压力,控制更加精确。

[0041] 优选的,上述位移检测装置22设置两个,分别分布在左侧压杆3和右侧压杆4的两外端,其结构包括左位移传感器32、右位移传感器24和左刚性薄片条33、右刚性薄片条23,左刚性薄片条33和右刚性薄片条23一端分别连接在左侧压杆3和右侧压杆4端部,其另一端

分别接触有左位移传感器32和右位移传感器24探头,左位移传感器32和右位移传感器24探头分别固定连接在底座1左、右侧壁上,通过两个位移传感器安装在压杆两端,对试样进行轴向变形的检测,检测出来后利用位移差,能够大大提高检测位移的精度和数据可靠性,大大降低检测误差。

[0042] 优选的,上述加载装置7包括加力螺钉18和转接件19,加力螺钉18可螺旋移动地连接在底座1侧壁上,其螺纹端部中心连接有转接件19,转接件19端部设置有万向球头20,万向球头20将力传递到左侧压杆3,通过加力螺钉旋转将轴向力传递到转接件上,转接件推动压杆实现试样的轴向加载,万向球头的接触能够减少接触面,防止压杆转动对试样测试数据的影响,减少非轴向分力对轴向载荷的影响,大大提高轴向加载力的稳定性以及可靠性,提高试验测试精度。

[0043] 优选的,上述转接件19为台阶轴,其小轴34插入加力螺钉18中部的盲孔35内,并在小轴34上套接有压缩弹簧21,压缩弹簧21一端抵靠在加力螺钉18端面上,其另一端抵靠在转接件19大轴端面上,采用压缩弹簧置于转接件和加力螺钉间,因弹簧的弹性缓冲作用,让加载的轴向力变化缓慢,更加均匀,更加便于控制加载力的变化,进一步提高数据测试精度和测试可靠性,操作更加方便容易,避免瞬时冲击力带来的测试数据效果差和不可靠以及传感器的损坏,大大提高了使用安全性。

[0044] 优选的,上述压液口9通过管道连接到液压泵37,液压泵37通过管道连接到储液箱36,压液口9与液压泵37连接管道上安装有四通阀38以及流量截止阀一41,四通阀38另两端口分别连接液压传感器39和泄压阀40,液压泵37与储液箱36连接的管道间安装有流量截止阀二42。

[0045] 优选的,上述压力传感器8通过调整螺钉25连接到底座1上,其连接右侧压杆4一端设置有球头43,通过调整螺钉25结合上述的加力螺钉18,实现左右侧压杆的移动,从而保证试样能够居于正中位置正对光学窗口,便于光学测试系统采集的数据更加精确和更加可靠,且通过调整螺钉和加力螺钉的拧动,调节方便快捷。

[0046] 优选的,上述光学窗口10包括正对相通第一通孔14、第二通孔15、透明部13和第三通孔16,第一通孔14设置在压力容器2上,第二通孔15设置在加热装置6上,所述第三通孔16设置在底座1侧壁上,透明部13通过压块12安装在第一通孔14处,其设置在压块12凹槽内,压块12凹槽内设置有透光孔,其外表面紧贴在第一通孔14处,设置在压力容器2凹槽内并通过螺钉17固定连接,透明部13与压力容器2接触面处设置有密封圈27。

[0047] 实施例2:一种高温高压流体-固体相互作用的试验装置的试验方法,该方法包括以下步骤:

[0048] (1) 将试样装入压力容器内,通过两对称压杆初始按压;

[0049] (2) 根据不同温度、围压条件和压力容器容积计算填充度,通过压液口向压力容器内通入一定量的流体;;

[0050] (3) 加热装置将通过加热压力容器将试样和流体进行加热;

[0051] (4) 固体试样与不同温度压力及不同物质组分和浓度的流体反应时测试轴向压力和位移变化,并通过光学测量系统观察试样在高温高围压和轴向压力下的显微白光像和显微光谱图。

[0052] 步骤(4)中位移测试方法包括以下步骤:

[0053] (1)对固体样品在一定的温度压力条件下测量,通过压杆左侧位移检测装置的位移传感器测得的左侧位移 X_1 ,压杆右侧位移检测装置的位移传感器测得的右侧位移 X_2 ,则两刚性薄片条间的总变形位移量为 $X=X_1+X_2$;

[0054] (2)用与固体样品尺寸一样的碳化钨试样在相同温度、压力、流体条件下进行测试,测量两个刚性薄片条之间的总位移量为 X' ;

[0055] (3)试样的变形量为 $Y=X-X'$ 。

[0056] 以上所述,仅为本发明的具体实施方式,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以所述权利要求的保护范围为准。

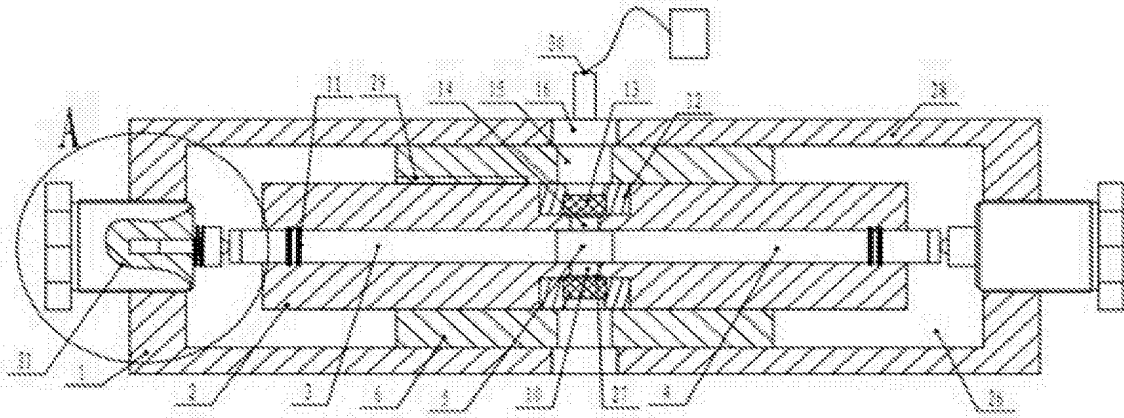


图 1

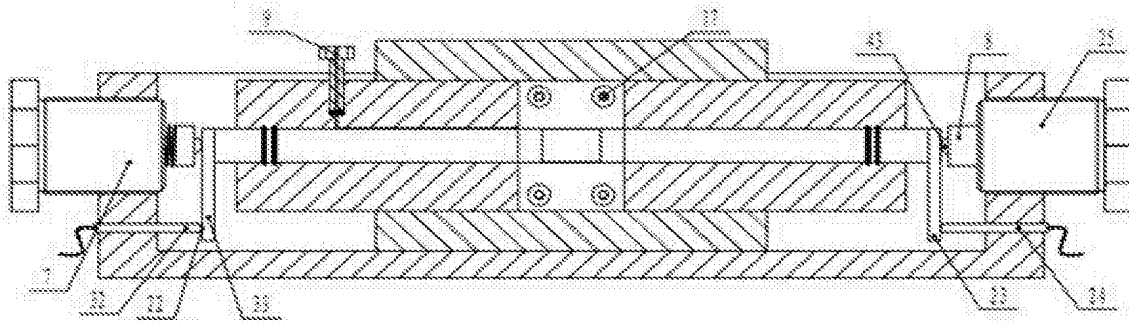


图 2

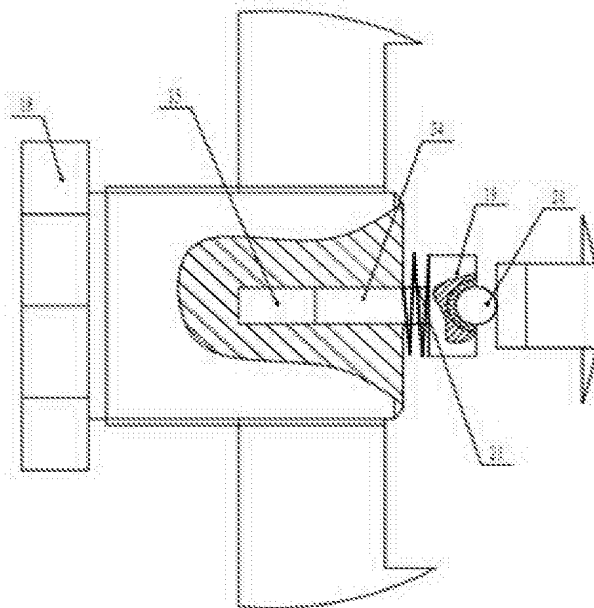


图 3

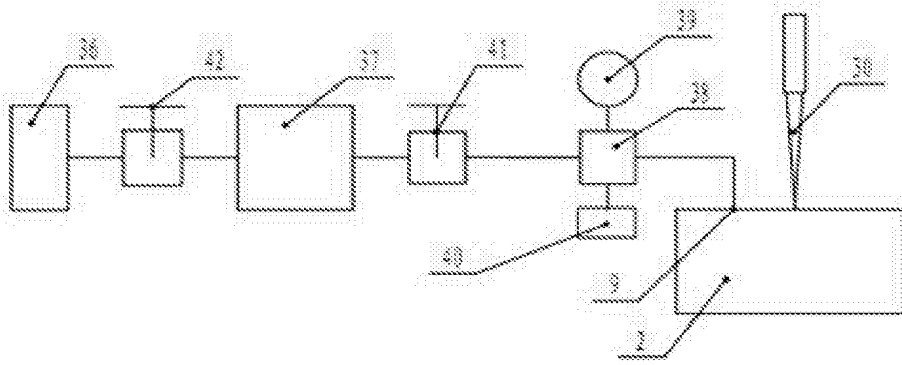


图 4