

微重力条件下晶体生长的实验研究*

金蔚青 刘照华 潘志雷

(中国科学院上海硅酸盐研究所 上海 200050)

摘 要

本文提供了在空间晶体生长观察装置上,实时观察记录了空间高温氧化物晶体生长过程的新方法.该装置具有自动光电调焦、多工位、自动图像记录等特点,通过设置不同的温控程序,利用该装置测定了高温熔体内的温度分布,同时对高温氧化物晶体材料界面形貌变化及其周围的熔体流动状态进行了分析,并首次观察到空间高温溶质的均匀扩散现象和空间高温溶液内均匀胞状结构的形成过程,最后对比空间和地面的实验结果,阐述重力对流和表面张力对流在微重力条件下对晶体生长的影响机制.

关 键 词 空间,实时观察,对流,扩散,胞状

分 类 号 O 78

1 引言

1996年10月20日,我国成功地发射了一颗科学技术探测卫星,在这颗卫星上,我们进行了空间晶体生长观察装置搭载实验,并就不同生长工艺条件、不同组份的材料进行了科学实验.在空间对高温氧化物晶体材料生长过程的界面形貌变化及其周围的流体运动状态、溶液中胞状结构的形成和发展过程进行了实录,并对比了空间与地面的实验结果,从而找出微重力环境下晶体生长的特点.

2 实验装置

在地面二维高温休伦(Schlieren)-微分(DIM)干涉显微镜实时观察记录仪^[1]的基础上,提出了空间晶体生长观察装置的设想,见图1所示.

3 结果和讨论

3.1 溶液内的温度测量

该实验在第一工位进行,材料为 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ($T_m=917^\circ\text{C}$).由于空间和地面的热对流状态不一,在热偶控制的同温度条件下,二种状态溶液内同一位置的温度可能不一样,而材料的熔点是一个恒定值(空间和地面装置中大气压相同),温度又是晶体生长最重要的生长参数

* 1998-05-25 收到初稿, 1998-07-01 收到修改稿

· 国家科学技术委员会攀登计划资助(攀 95-34-3),国家自然科学基金重点项目资助(5983080)

之一,为了确保空间晶体生长的顺利进行,必须了解二种状态下溶液内的温度分布,这是第一工位的实验目的。

经数据处理,图 2 是二种状态下实验测得的生长炉圈内的溶液温度分布曲线,由图 2 知:二种状态下,溶液内同一位置的温度偏差不大于 8°C 。

这个实验结果表明,我们设计的温控程序完全适合空间实验的要求,这一点在下面几个工位的实验结果中也得到充分的反映。

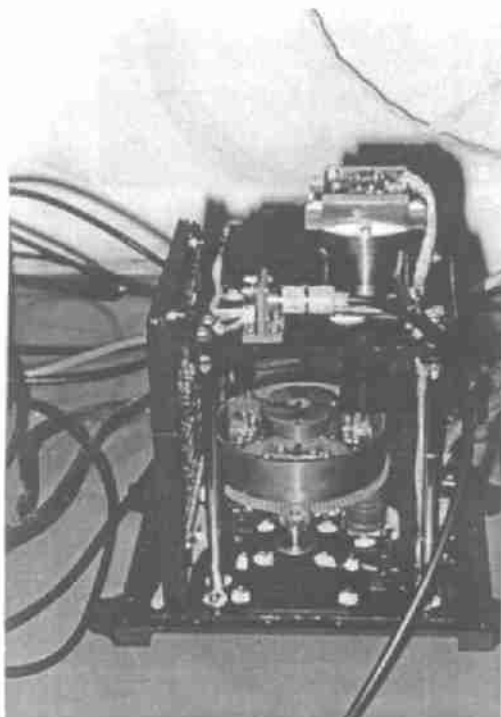


图 1 空间晶体生长观察装置

Fig. 1 Space high temperature in-situ observation facility

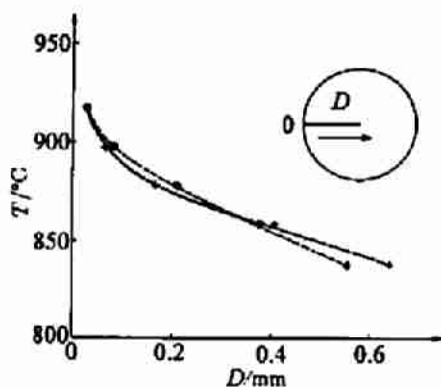


图 2 $g(+)$ 和 $g(0)$ 条件下,生长炉圈内的溶液温度分布

Fig. 2 Temperature distribution diagram within the melt of the growth loop

+ : Under microgravity 0 : At 1g

3.2 材料溶解时界面变化及其周围溶液流体运动状态的研究

该实验在第二工位进行,材料选用 $\text{KNbO}_3(10\text{wt}\%)$ 和 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 的混合物。图 3 在空间状态下,溶液升温时溶质的溶解形貌。溶质界面呈较规则的圆形,并均匀地向外流动(图 3)。这表明溶质的流动是以扩散为主,其扩散区在 $100\sim 200\mu\text{m}$ 范围内。这是空

间流体的主要特点。当温度增大时($T=847^{\circ}\text{C}$),由于表面张力对流的增强,扩散效应减弱(见图 3b)。

图 4 是同样材料在同样温控程序下,在地面时溶质的溶解形貌。由于重力对流的作用,溶质 KNbO_3 呈扇形显微结构,分布不均匀,明显地反映了重力对流的轨迹。但在空间,由于重力对流作用的减少,就不能观察到扇状的显微结构,材料均匀变黑(见图 3)。

3.3 晶体胞状结构的形成和发展

自从 Henri Benard 发现了胞状结构以来^[2,3],实验集中在低温溶液内进行^[4],并有两种机理(即重力和表面张力)被用来解释它的形成^[5,6]。我们选用高温 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 和 $\text{KNbO}_3(20\text{wt}\%)$ 混合物,研究重力和表面张力溶质对流效应,实验被安排在第四工位进行。如图 5 所示,当溶液升至 923°C 时(图 5a),开始以 7°C/s 的速度降温。在溶液中心区 A 的溶质微晶,在表

面张力对流的作用下以抛物线状的形态,由中心流向坩埚边缘.图7是采用DVS-1000型图象分析仪处理后得到的表面张力动态对流图象.在表面张力对流的作用下,溶质微粒逐渐均匀地分布在溶液区内(见图5b),最后形成胞状组织.

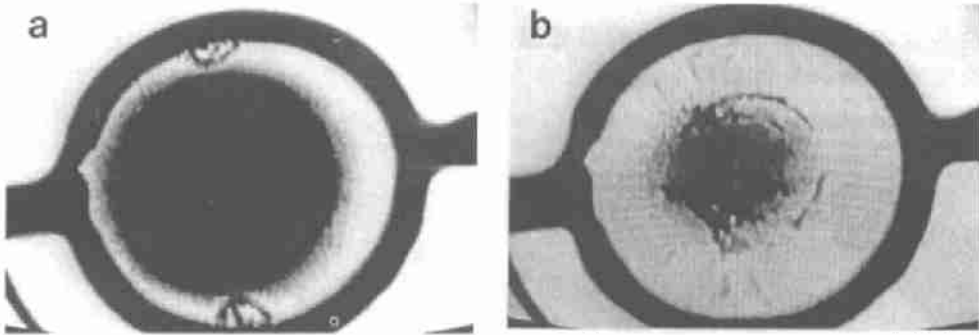


图3 空间 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液升温时, KNbO_3 溶质 (10wt%) 的溶解形貌
Fig. 3 Dissolving shape of solute (10wt%) when the solution temperature raised in space
(a) $T=757^\circ\text{C}$; (b) $T=847^\circ\text{C}$

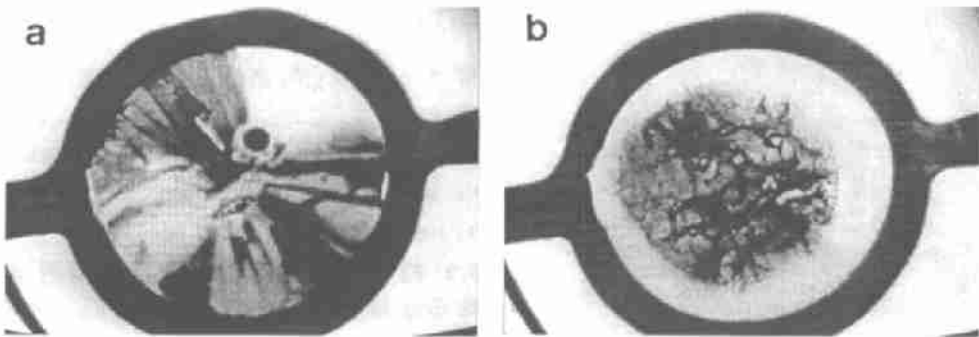


图4 地面 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液升温时, KNbO_3 溶质 (10wt%) 的溶解形貌
Fig. 4 Dissolving shape of solute (10wt%) when the solution temperature raised on the ground
(a) $T=756^\circ\text{C}$; (b) $T=849^\circ\text{C}$

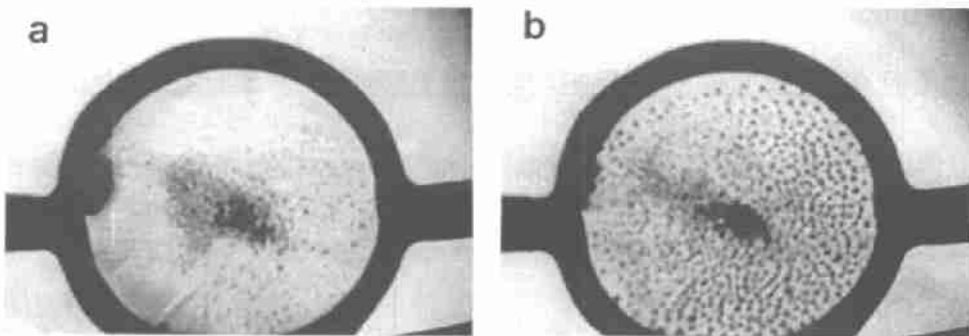


图5 空间 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液里溶质 KNbO_3 (20wt%) 构成胞状结构的形成和发展
Fig. 5 Formation and growth process of the crystal cellulation in space
(a) $T=923^\circ\text{C}$; (b) $T=875^\circ\text{C}$

但在同一条件下,地面的溶质分布很不均匀,图6显示了它的实验结果.由于受到重力对流的作用,阻碍了溶质微晶的均匀分布,不能构成胞状结构.这个实验明确地表明,表面张力对流是形成完整胞状结构的主要因素.

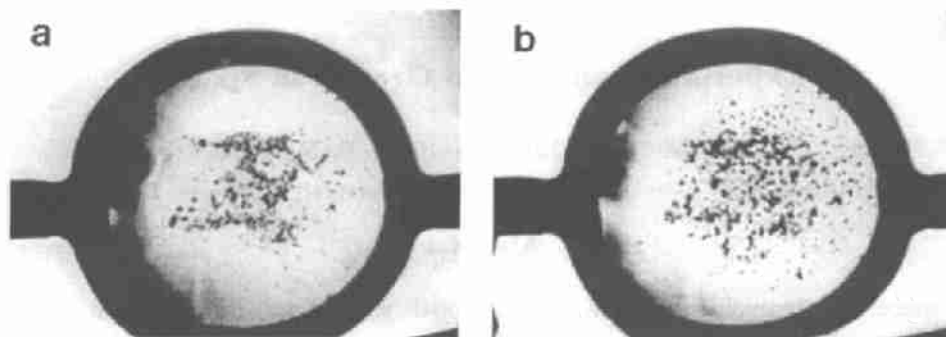


图6 地面 $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 溶液里溶质 KNbO_3 (20wt%) 构成胞状结构的形成和发展
Fig. 6 Formation and growth process of the crystal cellulation on the ground
(a) $T=926^\circ\text{C}$; (b) $T=877^\circ\text{C}$

4 结论

科学实验选用 KNbO_3 高温熔体晶体生长和高温溶液 ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$) 中 KNbO_3 晶体生长等二种方法,在同样生长工艺条件下,对比地面和空间的实验结果,得到以下几个结论:

1. 实验证实:在空间和地面的二种状态下,溶液内同一位置的温度偏差不大于 8°C . 因此,可采用相同的温控程序进行二种状态下的晶体生长.

2. 首次观察到空间高温熔质的均匀扩散现象和表面张力对流现象.

3. 首次观察到空间均匀分配的胞状结构的形成和发展.

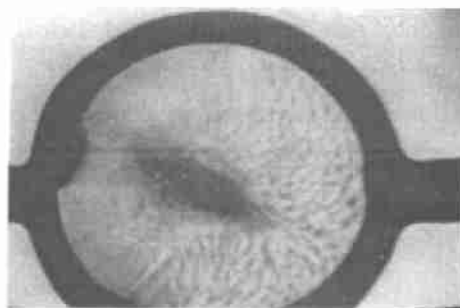


图7 经 DVS-1000 型号图象分析仪处理后的表面张力对流图

Fig. 7 Dynamic convection photograph of the surface tension dealt with the DVS-1000 image improvement system

参 考 文 献

- 1 Jin W Q, Chen J Y, Li W S, et al. *Ferroelectrics*, 1993, 142: 13-18
- 2 Benard H. *Rev. Gen. Sci. Pure Appl.* 1900, 11: 1261-1265
- 3 Benard H. *Ann. Chim. Phys.*, 1901, 23: 62-65

- 4 Chai A T, Zhang N. Proc. 3rd Microgravity Fluid Physics Conf., NASA Conference Publication-3338, 1996. 521-527
- 5 Rayleigh L. *Phil. Mag.*, 1916, **32**: 529-531
- 6 Block M J. *Nature*, 1956, **178**: 650-652

Experiment on Crystal Growth in Space

JIN Wei-Qing LIU Zhao-Hua PAN Zhi-Lei

(*Shanghai Institute of Ceramics, Chinese Academy of Sciences Shanghai 200050 China*)

Abstract

The space high temperature oxide crystal growth process was observed and recorded real-timely by means of the space high temperature in-situ observation facility. This facility has a lot of prominent characteristics, such as automatically photo-focusing lens, multi-working position, automatically recording image etc. The temperature distribution in high temperature melt was measured by setting different control-temperature procedure, in the meantime, the boundary shape varying of high temperature oxide crystal and the fluid state of melt in its ambience were analysed, it was the first time that the even diffuse phenomenon of high temperature solute and the complete cellulation formation in high temperature solution in space were visualized. In the last, the space experimental results were compared with the ground experimental results under the same growth condition of technology, for explaining the effect of gravitational convection and surface tension convection under micro-gravity conditions on the crystal growth in space.

Key words space, In-situ observation, convection, diffuse, cellulation