



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 112147414 B

(45) 授权公告日 2021. 10. 01

(21) 申请号 202011035505.3

CN 110095505 A, 2019.08.06

(22) 申请日 2020.09.27

张成伟. 高压下铁碳合金电导率以及碳对地核热导率的影响.《中国优秀硕士学位论文全文数据库 基础科学辑》. 2020, (第01期), A011-236.

(65) 同一申请的已公布的文献号
申请公布号 CN 112147414 A

高春杨 等. 高温高压下上地幔岩石电导率实验研究.《地球物理学报》. 2020, 第63卷(第9期), 3409-3419.

(43) 申请公布日 2020.12.29

Zuzana Konôpková et al.. Direct measurement of thermal conductivity in solid iron at planetary core conditions.《Nature》. 2016, 第534卷(第7605期), 99-101.

(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

刘兵兵 等. 高温高压下碳酸盐熔体对地幔岩电导率的影响.《地球物理学报》. 2019, 第62卷(第2期), 544-557.

(72) 发明人 尹远 王林 翟双猛

Hitoshi Gomi et al.. The high conductivity of iron and thermal evolution of the Earth's core.《Physics of the Earth and Planetary Interiors》. 2013, 88-103.

(74) 专利代理机构 贵阳易博皓专利代理事务所
(普通合伙) 52116

代理人 田常娟

(51) Int. Cl.

G01R 27/08 (2006.01)

G01B 21/08 (2006.01)

G01K 7/02 (2021.01)

(56) 对比文件

CN 110672926 A, 2020.01.10

CN 101900762 A, 2010.12.01

CN 103399044 A, 2013.11.20

审查员 唐睿婕

权利要求书2页 说明书5页 附图2页

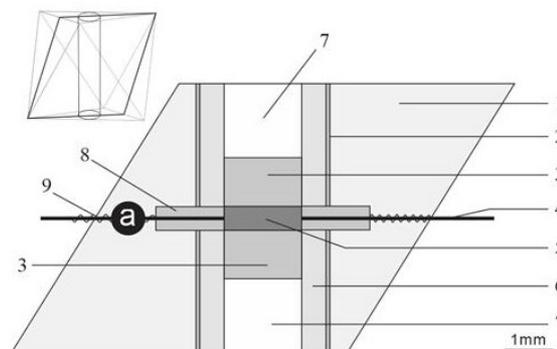
(54) 发明名称

一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法

量不准确, 测量导线相互接触, 电阻率计算参数过多、误差大的问题。

(57) 摘要

本发明公开了一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法, 它包括: 使用激光切割机将高纯度铁片和铼片分别加工成圆形样品和长方形部件; 将铼片作为加热器, 并把圆形铁片与三根钨丝和一根钨铼合金丝放入超高压测试装置中组装; 将测试组装块放置在六面顶大压机内, 加载到指定的压力和温度, 对样品的电阻率采用四探针范德堡原理进行电阻率测量并记录; 完成加热和数据记录后, 卸载压力; 将圆形铁片样品取出后, 用环氧树脂固定, 然后切割研磨抛光出圆形铁片的纵切面, 测量厚度, 利用范德堡测量法公式计算得到不同温度和压力条件下金属铁片的电阻率值; 解决了现有技术温度梯度大、温度测



CN 112147414 B

1. 一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,其特征在于,它包括如下步骤:

步骤1:使用激光切割机将高纯度铁片(5)和铼片分别加工成圆形样品和长方形部件,并将该长方形部件卷成中空的圆柱形状的铼管加热器(2);

步骤2:准备好三根99.9%高纯度直径0.2mm钨丝和一根含26wt%铼的钨铼合金丝,并分别将其一头敲扁,敲扁那端用陶瓷氧化铝管(8)和铜丝线圈(9)包裹保护;

步骤3:组装超高压测试块;

步骤4:将步骤3的超高压测试块放置在六面顶大压机内,预热后冷却至室温,再加载到指定的压力和温度范围,所述指定的压力和温度范围是10-20GPa,25-440°C;

步骤5:在不同的温度和压力下,对铁片(5)样品的电阻率采用四探针范德堡原理进行电阻率测量并记录;步骤5所述的电阻率测量的方法包括:

步骤5.1、将步骤2中的一根钨铼合金导线①和相邻的一根高纯度钨丝导线②连接上一个恒定电流源装置;以导线①向铁片(5)中输入100-300毫安的稳定电流,导线②输出;

步骤5.2、将剩余的两根高纯度钨丝导线连接到高精度万用表上,靠近导线①的标记为导线④,另一根标记为导线③,测量输入电流前后两次,得到铁片(5)样品两端的电势值差值;消除样品背景电势的影响;

步骤5.3、保持输入电流的钨铼合金导线①不变,电流输出端接上另一根相邻的高纯度钨丝导线④上,然后重复步骤5.2,再次记录电流,电势数据,其中电势测量由导线②和导线③完成;

步骤6:完成数据记录后,卸载压力;

步骤7:将铁片(5)样品取出后,用环氧树脂固定,然后切割研磨抛光出铁片(5)的纵切面,测量厚度,利用范德堡测量法公式计算得到不同温度和压力条件下,铁片(5)的电阻率值。

2. 根据权利要求1所述的一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,其特征在于:步骤1所述圆形样品为厚度0.5mm,直径为0.8-1.5mm的99.9%高纯度铁片;所述长方形部件为厚度0.2mm,长度8.5mm、宽度7.5mm的99.9%高纯度金属铼片。

3. 根据权利要求1所述的一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,其特征在于:步骤3所述组装超高压测试块的方法包括:

步骤3.1、选取一个含铬氧化镁八面体(1),在八面体中心打一个圆柱形通孔,向圆柱形通孔中套入铼管加热器(2),铼管加热器(2)中间位置的四周预留4个穿孔,八面体块与加热器上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

步骤3.2、在铼管加热器(2)筒内套入一个氮化硼圆筒(6),所述氮化硼圆筒(6)与铼管加热器(2)上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

步骤3.3、将步骤1中切割好的铁片(5)放入氮化硼圆筒(6)中间;

步骤3.4、将步骤2中的三根高纯度钨丝和一根钨铼合金丝水平穿过八面体块的穿孔,与铁片(5)样品四个方向的截面直接接触,作为导线;

步骤3.5、将氮化硼圆筒(6)上下端先用烧结的氧化铝陶瓷棒(3)密封,氧化铝陶瓷棒(3)外再用脆性氧化镁棒(7)密封;

步骤3.6、将含有测试样品的组装的八面体块与八个立方碳化钨块拼合好,做好各处导线的绝缘,得到超高压测试块。

4. 根据权利要求3所述的一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,其特征在于:所述超高压测试块内设置有热电偶。

5. 根据权利要求1所述的一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,其特征在于:所述步骤5.1和步骤5.4中连接恒定电流源装置的导线可通过温度-电阻转换器同时连接恒定电流源装置和测温装置,实现测温与通电流的切换。

一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法

技术领域

[0001] 本发明属于测试装置领域,尤其涉及一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法。

背景技术

[0002] 常见金属,比如铁、镍、铜、铝等的电阻率很低,都在十的负八次方、负七次方欧姆每米左右。精确测量这些金属的电阻率显得尤为困难。在常压下,已经有很多商业化的金属电阻率测量平台和工具被广泛地在实验室和工业中使用。但是,在超高压和高温条件下,缺少测量金属电阻率的办法。因为在高温高压发生装置内,待测试样品的体积有限,电极导线的布置复杂,并且面临着极端温度压力条件下失败率高的风险。

[0003] 常压下,测量金属导线或者导电薄膜的电阻率的常规方法是:针对线状样品,使用开尔文四线法原理;针对片状或薄膜状样品,使用四探针范德堡原理。它们只能获得高电导率样品在常压低温,常压高温范围内的电阻率,无法获得高压高温条件下的电阻率数据。

[0004] 现有的高温高压下金属的电阻率测量方法包括针对柱状样品的四导线法,其原理是开尔文四线法原理,但是存在样品高度过高,造成的温度梯度大;测量导线相互接触,无法避免热电势的影响;求解电阻率的参数包括了柱状样品的直径和高度,参数过多引起误差过大(误差在7-15%之间)等问题。

发明内容

[0005] 本发明要解决的技术问题是:提供一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,以解决在超高压条件下,纯金属的电阻率测量结果误差大,温度梯度大,无法测试片状样品等技术问题。

[0006] 本发明的技术方案是:一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,它包括如下步骤:

[0007] 步骤1:使用激光切割机将高纯度铁片和铼片分别加工成圆形样品和长方形部件,并将该长方形部件卷成中空的圆柱形状的铼管加热器;

[0008] 步骤2:准备好三根99.9%高纯度直径0.2mm钨丝和一根含26wt%铼的钨铼合金丝,并分别将其一头敲扁,敲扁那端用陶瓷氧化铝管和铜丝线圈包裹保护;

[0009] 步骤3:组装超高压测试块;

[0010] 步骤4:将步骤3的超高压测试块放置在六面顶大压机内,预热后冷却至室温,再加载到指定的压力和温度范围;

[0011] 步骤5:在不同的温度和压力下,对铁片样品的电阻率采用四探针范德堡原理进行电阻率测量并记录;

[0012] 步骤6:完成数据记录后,卸载压力;

[0013] 步骤7:将圆形铁片样品取出后,用环氧树脂固定,然后切割研磨抛光出圆形铁片的纵切面,测量厚度,利用范德堡测量法公式计算得到不同温度和压力条件下,金属铁片的电阻率值。

[0014] 进一步的,步骤1所述圆形样品为厚度0.5mm,直径为0.8-1.5mm的99.9%高纯度铁片;所述长方形部件为厚度0.2mm,长度8.5mm、宽度7.5mm的99.9%高纯度金属铼片。

[0015] 进一步的,步骤3所述组装超高压测试块的方法包括:

[0016] 步骤3.1、选取一个含铬氧化镁八面体,在八面体中心打一个圆柱形通孔,向圆柱形通孔中套入铼管加热器,铼管加热器中间位置的四周预留4个穿孔,八面体块与加热器上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

[0017] 步骤3.2、在铼管加热器筒内套入一个氮化硼圆筒,所述氮化硼圆筒与铼管加热器上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

[0018] 步骤3.3、将步骤1中切割好的铁片放入氮化硼圆筒中间;

[0019] 步骤3.4、将步骤2中的三根高纯度钨丝和一根钨铼合金丝水平穿过高压测试组装块中的穿孔,与铁片样品四个方向的截面直接接触,作为导线;

[0020] 步骤3.5、将氮化硼圆筒上下端先用烧结的氧化铝陶瓷棒密封,氧化铝陶瓷棒外用脆性氧化镁棒密封;

[0021] 步骤3.6、将含有测试样品的八面体组装块与八个立方碳化钨块拼合好,做好各处导线的绝缘。

[0022] 进一步的,步骤4所述指定的压力和温度范围是10-20GPa,25-440℃。

[0023] 进一步的,步骤5所述的电阻率测量的方法包括:

[0024] 步骤5.1、将步骤2中的一根钨铼合金导线①和相邻的一根高纯度钨丝导线②连接上一个恒定电流源装置;以导线①向圆形铁片中输入100-300毫安的稳定电流,导线②输出;

[0025] 步骤5.2、将剩余的两根高纯度钨丝导线连接到高精度万用表上,靠近导线①的标记为导线④,另一根标记为导线③,测量输入电流前后两次,得到圆形铁片样品两端的电势值差值;消除样品背景电势的影响;

[0026] 步骤5.3、保持输入电流的钨铼合金导线①不变,电流输出端接上另一根相邻的高纯度钨丝导线④上,然后重复步骤5.2,再次记录电流,电势数据,其中电势测量由导线②和导线③完成;

[0027] 进一步的,所述高压测试组装块内设置有热电偶。

[0028] 进一步的,所述步骤5.1和步骤5.4中连接恒定电流源装置的导线可通过温度-电阻转换器同时连接恒定电流源装置和测温装置,实现测温与通电流的切换。

[0029] 本发明通过在超高压和高温的条件下,采用三根受保护的金属钨丝和一根含26wt%铼钨铼合金丝与金属铁片样品四周接触,测量温度的同时,测量了样品的电阻率,并避免了导线间的直接接触。本方法使用四探针范德堡法原理测量电阻率,只需要知道样品的厚度这一单一的参数,就能计算样品的电阻率。相对于高温高压下使用柱状样品,该方法使用的是圆片形样品,具有更小的高度,减小了高温高压装置内样品温度梯度对测量结果的影响。该方法将四根导线在同一个水平面隔开,避免了互相接触产生干扰。

[0030] 相比已报道的针对高温高压条件下柱状样品的四导线测量方法,该方法具有测量温度准确、测量的电阻率更精确等技术优点,为在高温高压下测量金属及合金电阻率的研究提供了重要保障。本方法可以将实验误差降低到<3%,提高测量精度,是由于使用对称的陶瓷氧化铝堵头固定片状样品形状,控制样品在高压压缩过程中的厚度变化,氧化镁堵头

材质比金属铁软,在超高压下易于压缩,从而保证样品不被过分压缩,实验误差主要取决于厚度的误差,试验后测量左中右三个位置的厚度后,可以给出厚度的均值和误差,误差 $< 3\%$ 。

[0031] 本发明高压组装块中,含铬氧化镁八面体和氮化硼套管作传压介质,金属铯管作加热炉,热电偶作为测温装置,氮化硼套管作为绝缘装置。本发明高压组装块的优点是:①使用分隔开的两根导线作为热电偶测温,在测量电阻率的同时也可以进行测温,避免了热电偶导线直接接触造成的热电势对电阻测量的影响;②含铬氧化镁八面体作为一级传压介质,具有很好的传压性、机械加工性、耐热保温性和绝缘性;③金属铯管作为加热炉,温度均匀,加热效率高,不会流动与样品发生短路。

附图说明:

[0032] 图1是本发明步骤3所制备高压测试组装块纵切面结构示意图;

[0033] 图2是本发明步骤5所述电阻率测量的电路布置示意图;

[0034] 图3是本发明步骤7所制备样品纵切面抛光后的扫描电镜图;

[0035] 图4是本发明实施例2在超高压和高温下测得的纯铁电阻率数据图。

[0036] 图中,1、含铬氧化镁八面体,2、铯管加热器,3、氧化铝陶瓷棒,4、钨丝,5、铁片,6、氮化硼圆筒,7、脆性氧化镁棒,8、陶瓷氧化铝管,9、铜丝线圈。

具体实施方式:

[0037] 一种在超高压下测量金属铁电阻率的方法,它包括:

[0038] 步骤1:使用激光切割机将高纯度铁片5和铯片分别加工成圆形样品和长方形部件,并将该长方形部件卷成中空的圆柱形状的铯管加热器2;

[0039] 步骤2:准备好三根99.9%高纯度直径0.2mm钨丝和一根含26wt%铯的钨铯合金丝,并分别将其一头敲扁,敲扁那端用陶瓷氧化铝管8和铜丝线圈9包裹保护;

[0040] 步骤3:组装超高压测试块,组装方法包括:

[0041] 步骤3.1、选取一个含铬氧化镁八面体1,在八面体中心打一个圆柱形通孔,向圆柱形通孔中套入铯管加热器2,铯管加热器2中间位置的四周预留4个穿孔,八面体块与加热器上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

[0042] 步骤3.2、在铯管加热器2筒内套入一个氮化硼圆筒6,所述氮化硼圆筒6与铯管加热器2上4个穿孔位置对应出预留4个穿孔;

[0043] 步骤3.3、将步骤1中切割好的铁片5放入氮化硼圆筒6中间;

[0044] 步骤3.4、将步骤2中的三根高纯度钨丝和一根钨铯合金丝水平穿过高压测试组装块中的穿孔,与铁片5样品四个方向的截面直接接触,作为导线;

[0045] 步骤3.5、将氮化硼圆筒6上下端先用烧结的氧化铝陶瓷棒3密封,氧化铝陶瓷棒3外用脆性氧化镁棒7密封;

[0046] 步骤3.6、将含有测试样品的八面体组装块与八个立方碳化钨块拼合好,做好各处导线的绝缘。

[0047] 步骤4:将步骤3所完成的高压测试组装块放置在六面顶大压机内,预热保温2小时后冷却至室温,再加载到指定的压力和温度范围10-20GPa,25-440 $^{\circ}$ C,具体参数参见实施例

1-2;预热的温度和压力与指定的压力和温度相同,是为了消除各组装部件之间的预应力,使得后续的加压和加温过程更加均匀。

[0048] 步骤5:在不同的温度和压力下,对样品的电阻率采用四探针范德堡原理进行电阻率测量并记录;步骤5所述的电阻率测量的方法包括:

[0049] 步骤5.1、将步骤2中的一根钨铼合金导线①和相邻的一根高纯度钨丝导线②连接上一个恒定电流源装置;以导线①向圆形铁片5中输入100-300毫安的稳定电流,导线②输出;

[0050] 步骤5.2、将剩余的两根高纯度钨丝导线连接到高精度万用表上,靠近导线①的标记为导线④,另一根标记为导线③,测量输入电流前后两次,得到圆形铁片样品两端的电势值差值;消除样品背景电势的影响;

[0051] 步骤5.3、保持输入电流的钨铼合金导线①不变,电流输出端接上另一根相邻的高纯度钨丝导线④上,然后重复步骤5.2,再次记录电流,电势数据,其中电势测量由导线②和导线③完成;

[0052] 所述的高压测试组装块内设置有热电偶。所述步骤5.1和步骤5.4中连接恒定电流源装置的导线可通过温度-电阻转换器同时连接恒定电流源装置和测温装置,实现测温于通电流的切换。

[0053] 步骤6:以大约50-100℃为间隔完成数据记录后,卸载压力;

[0054] 步骤7:将圆形铁片样品取出后,用环氧树脂固定,然后切割研磨抛光出圆形铁片的纵切面,测量平均厚度d,利用范德堡测量法公式计算得到不同温度和压力条件下,金属铁片的电阻率值。

[0055]

序号	压力	最高温度	固定电流	平均厚度d
实施例1	10GPa	300℃	100mA	0.482mm
实施例2	20GPa	440℃	300mA	0.463mm

[0056] 实施例1的记录电流和电势

[0057]

	温度(℃)	热电偶电势(mV)	通电流前样品电势(mV)	通电流后样品电势(mV)	电势差(mV)	电阻率值($\Omega \cdot m$)
步骤5.2	23	0.002	0.0051	0.0018	0.0033	8.9157E-08
步骤 5.3	23	0.002	-0.0048	0.0266	0.0314	
步骤5.2	100	0.22	0.0102	0.0054	0.0048	1.2662E-07
步骤 5.3	100	0.22	0.0860	0.0420	0.0440	
步骤5.2	204	0.884	0.1400	0.1310	0.0090	2.2055E-07
步骤 5.3	204	0.884	0.0950	0.1710	0.0760	
步骤5.2	310	1.88	0.4520	0.4370	0.0150	3.6596E-07
步骤 5.3	310	1.88	0.9400	0.8200	0.1200	

[0058] 实施例2的记录电流和电势

	温度 (°C)	热电偶电 势 (mV)	通电流前 样品电势 (mV)	通电流后 样品电势 (mV)	样品的电 势差(mV)	电阻率值 ($\Omega\cdot m$)
[0059]	步骤5.2	30	0.071	0.024	0.073	0.049
	步骤 5.3	30	0.071	0.044	0.061	0.017
	步骤5.2	50	-0.063	0.127	0.181	0.054
	步骤 5.3	50	-0.063	0.343	0.325	0.018
	步骤5.2	100	-0.063	0.650	0.716	0.066
	步骤 5.3	100	-0.063	0.170	0.192	0.022
	步骤5.2	140	1.14	1.224	1.304	0.080
	步骤 5.3	140	1.14	0.760	0.785	0.025
	步骤5.2	230	2.59	2.492	2.602	0.110
	步骤 5.3	230	2.59	2.093	2.125	0.032
	步骤5.2	350	4.67	4.466	4.322	0.144
	步骤 5.3	350	4.67	4.112	4.071	0.041
	步骤5.2	440	6.65	5.890	6.062	0.172
	步骤 5.3	440	6.65	6.145	6.095	0.050

[0060] 以上内容是结合具体的优选实施方式对本发明所作的进一步详细说明,不能认定本发明的具体实施只局限于这些说明。对于本发明所属技术领域的普通技术人员来说,在不脱离本发明构思的前提下,还可以做出若干简单推演或替换,都应当视为属于本发明的保护范围。

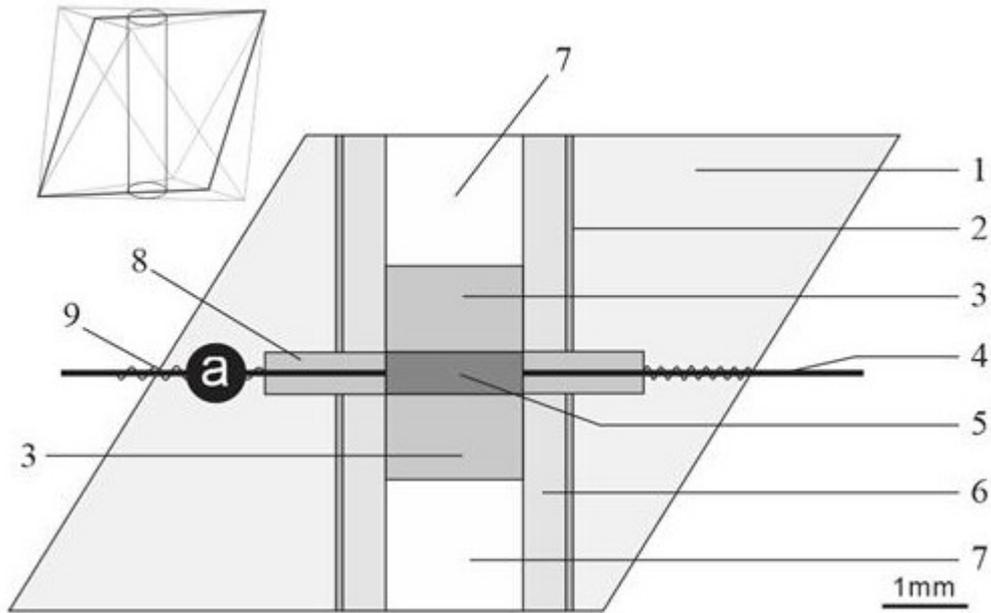


图 1

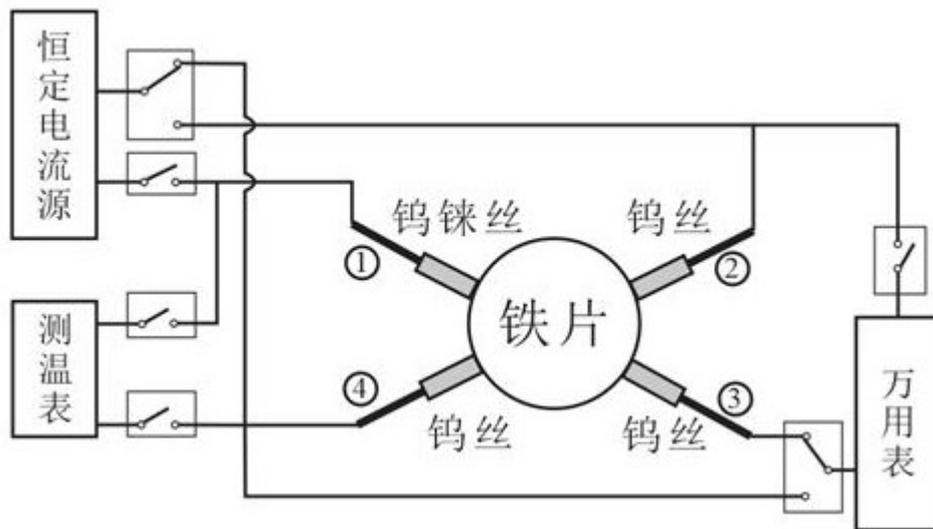


图 2

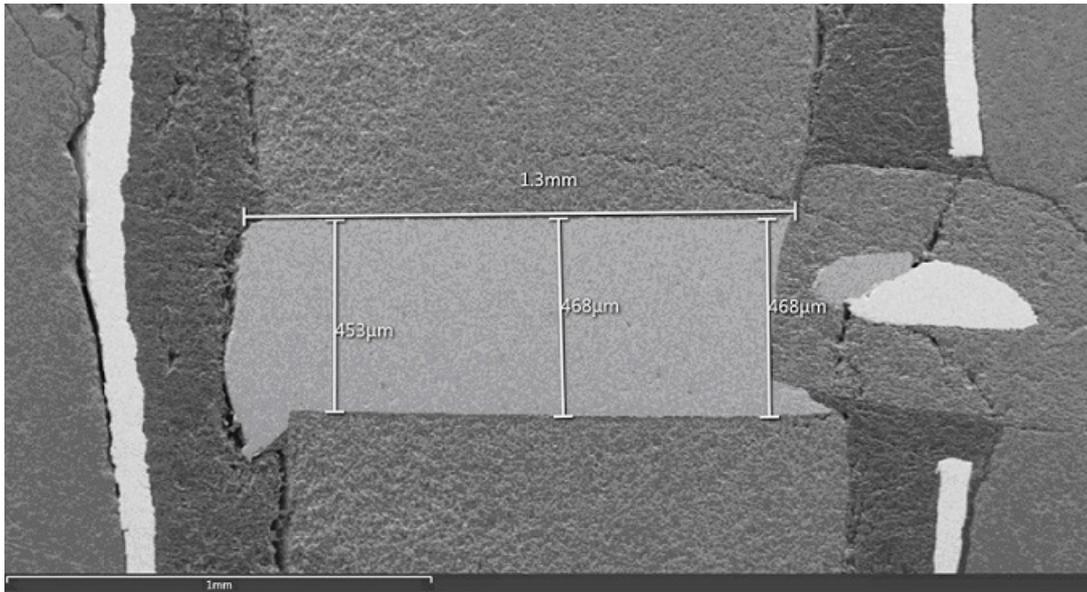


图 3

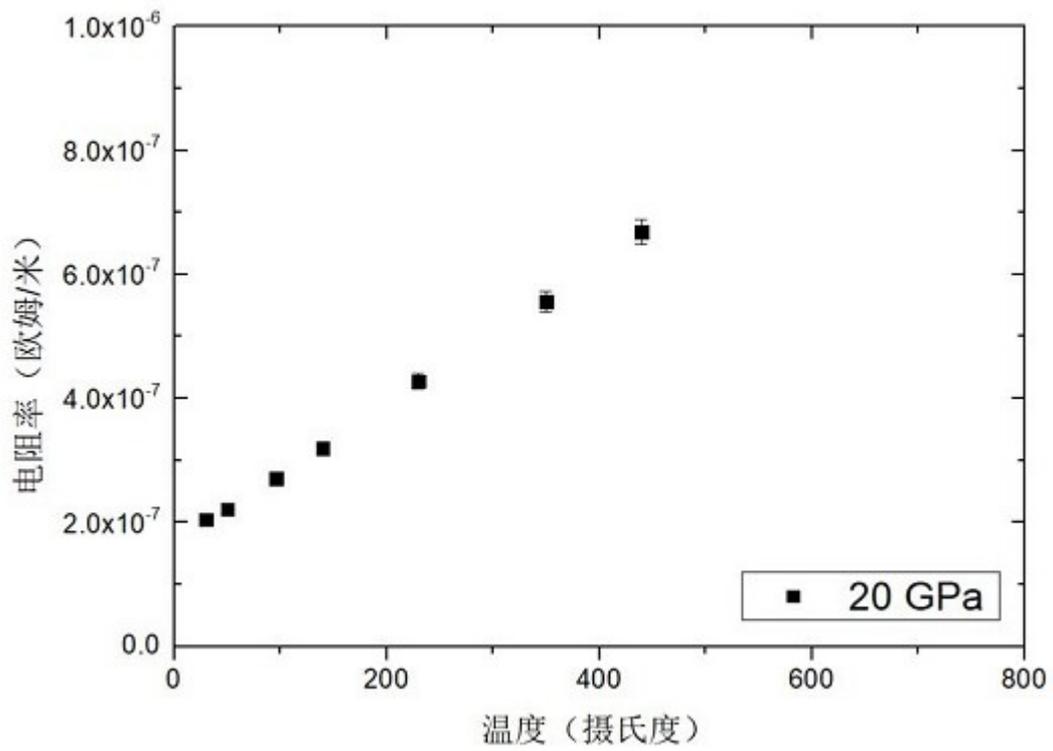


图 4