

文章编号: 1000-4734( 2018) 03-0355-04

# DS 6×1400 t 二级 6-8 型大腔体高压装置压力标定

任东升<sup>1,2</sup> 李和平<sup>1\*</sup>

(1. 中国科学院 地球化学研究所 地球内部物质高温高压重点实验室, 贵州 贵阳 550081; 2. 中国科学院大学, 北京 100049)

**摘 要:** 本文介绍了一种新型二级 6-8 型大腔体静高压装置。此装置基于国产 DS 6×1400 t 铰链式六面顶压机, 在六面体压腔中直接放入 10/4(八面体传压介质边长 10 mm/末级压砧正三角形截面的边长 4 mm) 类型二级 6-8 型增压装置产生压力。在室温下利用 ZnTe( I - II 5 GPa; II - III 8.9~9.5 GPa; 半导体-金属, 11.5~13 GPa) ZnS( 半导体-金属, 15.6 GPa) 和 GaAs( 半导体-金属, 18.8 GPa) 的相变点标定了腔体压力。结果表明, 该装置在油压为 18 MPa 时可以产生 19 GPa 的腔体压力, 样品尺寸可以达到 2 mm<sup>3</sup>。

**关键词:** 二级增压装置; 压力标定; 相变

中图分类号: P599

文献标识码: A

doi: 10.16461/j.cnki.1000-4734.2018.040

作者简介: 任东升, 男, 1992 年生, 硕士, 固体地球物理学专业。E-mail: dongshengren@foxmail.com

## Pressure calibration for two-stage 6-8 type large-volume multi-anvil high pressure apparatus

REN Dong-sheng<sup>1,2</sup> , LI He-ping<sup>1\*</sup>

(1. Key Laboratory of High-temperature and High-pressure Study of the Earth's Interior, Institute of Geochemistry, Chinese Academy of Sciences, Guiyang 550081, China; 2. University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract:** A new two stage 6-8 type large-volume multi-anvil high pressure apparatus was reported in this paper. This system is directly placed in the hinge type cubic press, and the 10/4( octahedral edge-length/anvil truncation edge-length, in millimeter) type two stage pressure apparatus is used. Phase transitions of ZnTe I - II 5 GPa, ZnTe II - III 8.9~9.5 GPa, ZnTe Semiconductor/metal 11.5~13 GPa, ZnS Semiconductor/metal 15.6 GPa, and GaAs Semiconductor/metal 18.8 GPa were used in this research. Result shows that the practical pressure in the cell can reach to 19 GPa with the corresponding oil pressure 18 Mpa, and the sample size can reach 2 mm<sup>3</sup>.

**Keywords:** 6-8 type apparatus; pressure calibration; phase transition

二级 6-8 型大腔体静高压装置自 1970 年首次推出, 现在已经发展到腔体压力、温度能达到数十 GPa 和 2000 °C 以上, 并能与同步 X 射线衍射技术相结合实现腔体高温高压原位测量, 是研究高压地球科学、物理学以及材料学等领域的重要实验设备之一<sup>[1]</sup>。到目前为止, 6-8 型大腔体高压装置的技术已经成熟地应用到各大实验室, 但是国内还处于起步阶段。压力标定是高温高压实验研究的基础, 压力标定结果可为今后该设备上类似实验组装中样品腔内实际压力的估算提供方

便准确的压力标<sup>[2]</sup>。1970 年 Kawai 和 Endo 将球分割装置的压砧改进为顶部是碳化钨(WC)材料, 底部是钢的复合压砧, 设计出最早被承认的二级 6-8 型大腔体高压装置, 应用此装置可实现 30 GPa 的超高压。1987 年 Ohtani 用圆柱状的一级压砧代替分割球体。1990 年 Walker 提出分裂型圆筒状装置, 结构极大简化的二级 6-8 型大腔体静高压装置具有更强的操作性和实用性, 被广泛应用到许多领域。Ohtani 首次采用聚晶金刚石材质的二级压砧并与同步辐射相结合, 获得了 41

收稿日期: 2017-04-19

\*通讯作者, E-mail: liheping@vip.skleg.cn

GPa 的腔体压力<sup>[3]</sup>。2014 年 Yamazaki 利用聚晶金刚石二级压砧获得了 100 GPa 的超高压<sup>[4]</sup>。

在我国, 六面顶铰链式压机以其结构简单、造价低、安装方便等优点被广泛使用, 但是其常规一级压腔所能产生的最高压力不超过 6 GPa<sup>[3]</sup>。前人结合二级 6-8 型大腔体静高压装置和国产铰链式六面顶压机的优点, 设计出基于六面顶压机构架下的二级 6-8 型大腔体静高压装置。此装置主要由一级压砧和二级压砧两部分构成, 其中一级压砧由 6 个砧面为正方形的顶砧组成, 二级顶砧由 8 个截面为正三角形的截角 WC 立方块组成, 二级顶砧主要起增压作用。本实验室的 6-8 型大腔体静态超高压设备由液压机、6-8 型超高压模具、加热系统、液压及电磁控制系统、操作台等部分构成的。由二级压砧组成的次级增压单元主要由用于增压的 8 个截角立方块、放置于立方块之间的密封条和腔体内的八面体传压介质 3 部分组成, 组装好的二级八面体压腔外形呈立方体状。八面体传压介质多采用高密度的纯 MgO 块或含 5% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 的掺杂 MgO 块磨制而成<sup>[6]</sup>。为了缩小装配后腔体内部空隙, 必要时还应对八面体进行倒棱处理, 增加八面体传压介质、顶砧、预密封条三者间的配合度。一级顶砧从 6 个方向作用在次级增压单元的 6 个外表面, 推动 8 个立方块前进, 挤压八面体传压介质, 在腔体内部建立高压。加载过程中, 放置于立方块之间的预密封条及八面体传压介质受到挤压发生流动, 形成密封边。外部加载力一部分直接作用在传压介质上以产生样品腔的高压, 另一部分作用在密封边, 通过密封边材料的内摩擦力及与立方体增压单元外表面的摩擦力共同构成对八面体压腔的密封。腔体的实际压力由 ZnTe I-II 5 GPa, ZnTe II-III 8.9~9.5 GPa, ZnTe 半导体/金属 11.5~13 GPa, ZnS 半导体/金属 15.6 GPa, GaAs 半导体/金属 18.8 GPa 相变点标压法对腔体压力进行标定。

## 1 实验

实验在国产 DS6×1400 t 六面顶铰链式压机中进行, 一级压砧材料为碳化钨硬质合金, 端面边长 44.5 mm, 二级压砧材质亦为碳化钨硬质合金, 单个立方体边长 24 mm, 截角正三角形边长 4 mm。八面体传压介质材质是 MgO + 5% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 边长 10 mm, 密封边呈梯形, 厚度 2.83 mm。间隔块为正方体, 主要作用是组装样品时支撑各压

砧并在高压下保持压砧间的空隙和绝缘, 零部件经过 1000 °C 高温煅烧 1 h 方可使用。正八面体传压介质沿任意 2 个平行的三角形表面中心打通 1 个直径 1 mm 的圆孔, 以 Cu 棒做电极。在组装好的碳化钨周围包裹绝缘片, 由铜片作为导电电极引出腔体中的电流信号(图 1、图 2)。由于 ZnTe、ZnS 和 GaAs 会随着压力的逐渐增加而发生相变, 电阻也会发生突变, 因此, 通过测量电阻变化可以确定相变点, 由相变压力可标定出腔体内部的实际压力, 进而拟合得到样品腔内部实际压力与油压的关系。由铜片引入恒定电流通过 ZnTe、ZnS 和 GaAs 并引出电压信号, 以测量高压下标压物质的电阻变化。

将样品按照组装图组装好, 按照以下步骤操作: 将组装放入大腔体压力机中, 将组装与外外表导线相连接, 设定升压程序并开启万用表, 观察万用表电阻变化, 记录电阻变化值, 实验数据处理。

将组装好的 ZnTe、ZnS 和 GaAs 样品, 分别重复以上实验步骤。

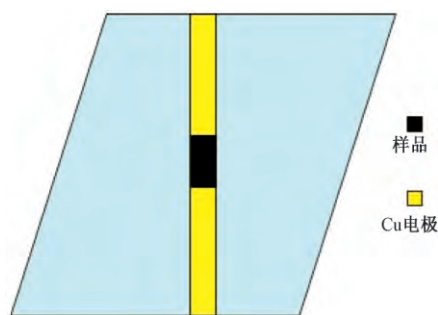


图 1 样品组装示意图

Fig.1. Sample assembly diagram.



图 2 样品组装实物图

Fig.2. Sample assembly physical diagram.

### 2 压力标定结果

电阻测量结果如图 3、图 4 和图 5 所示。数据分析表明,当油压在 3.0 MPa 时,ZnTe 发生第 1 次相变,电阻随油压升高而升高,当油压达到 4.88 MPa 时发生第 2 次相变,之后电阻随油压升高逐渐降低,在油压达到 5.6 MPa 时发生非金属为金属的相变。ZnS 在油压达到 11.51 MPa 时发生非金属为金属的相变,GaAs 在油压达到 18.01 MPa 时发生非金属为金属的相变。标准物质的相变压力及对应的实验中的油压如表 1 所示。

根据实验数据建立腔体压力与油压的函数关系,得到压力标定结果(图 6)。虽然之后压力效率随着油压增加而逐渐下降,但在测试最高点压力仍保持一定的上升趋势,这种在较低油压下产生较高腔内压力的特性很有利于高压的稳定控制<sup>[7-9]</sup>。

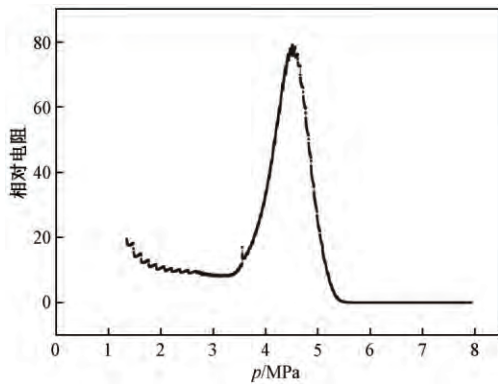


图 3 ZnTe 相对电阻和围压变化

Fig.3. Variational diagram for relative resistance and pressure of ZnTe.

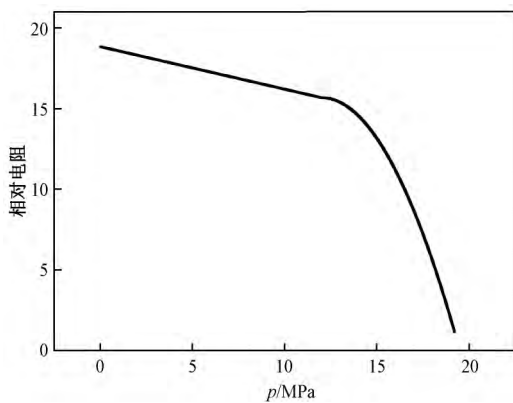


图 4 ZnS 相对电阻和围压变化

Fig.4. Variational diagram for relative resistance and pressure of ZnS.

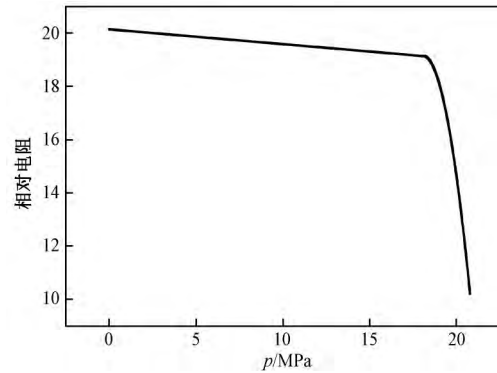


图 5 GaAs 相对电阻和围压变化

Fig.5. Variational diagram for relative resistance and pressure of GaAs.

表 1 10/4 型组装的标压数据

Table 1. Data of pressure calibration for assembly 10/4

样品	相变压力/GPa	p/MPa
ZnTe I-II	5.0	2.68
ZnTe II-III	9.2	4.88
Zn Te 非金属-金属	12.2	6.20
ZnS 非金属-金属	15.6	11.51
GaAs 非金属-金属	18.8	18.01

注:  $p_{相}$  - 相变压力;  $p_{油}$  - 相变油压.

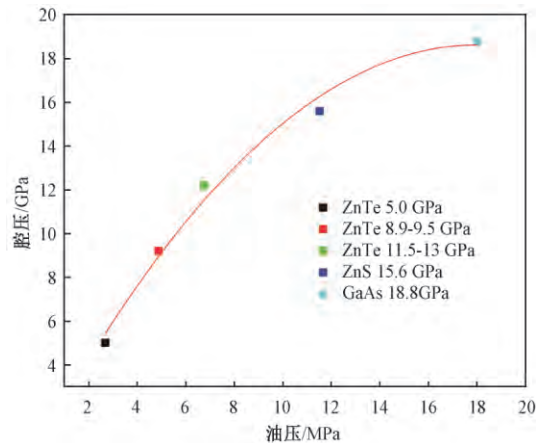


图 6 10/4 型组装的压力标定拟合曲线

Fig.6. Pressure calibration curves of assembly 10/4.

### 3 结论

实验中使用的 10/4 类型(八面体传压介质边长/立方块切角边长)二级 6-8 型增压装置是基于国产铰链式六面顶压机中并在室温下进行的,并采用相变法标定腔体中的压力。实验结果表明,在二级 6-8 型增压装置中,实际压力可以达到 19 GPa,与其对应的油压是 18 MPa,实验结果与四川大学的类似装置获得的结果相类似。随着二级压砧切割面边长减小,压力效率还可以进

一步提高<sup>[10-11]</sup>。预计本高压装置有获得 20 GPa 以上压力的能力,这将为开展新材料合成及高压矿物物性研究提供更宽广的压力条件。

#### 参 考 文 献:

- [1] Kawai N, Endo S. The generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus [J]. *Review of Scientific Instruments*, 1970, 41(8): 1178-1181.
- [2] 单双明,汪日平,郭捷,等. YJ-3000t 型紧装式六面顶大腔体高温高压实验装置样品室的压力标定 [J]. *高压物理学报*, 2007, 21(4): 367-372.
- [3] 杜建国,贺端威,高春晓,等. 矿物岩石高温高压实验与理论研究 [M]. 北京: 地震出版社, 2011: 1-5.
- [4] Yamazaki D, Ito E, Yoshino T, et al. Over 1 Mbar generation in the Kawai-type multianvil apparatus and its application to compression of ( $\text{Mg}_{0.92}\text{Fe}_{0.08}$ )  $\text{SiO}_3$  perovskite and stishovite [J]. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 2014, 228: 262-267.
- [5] 张剑,寇自力,贺端威,等. 用锰铜电阻法标定基于国产较链式六面顶压机的二级 6-8 型大腔体高压装置的压力 [J]. *工具技术*, 2009, 43(4): 37-41.
- [6] He D W, Zhao Y S, Daemen L L, et al. Thermoelastic and texture behavior of aluminum at high pressure and high temperature investigated by *in situ* neutron diffraction [J]. *Journal of Applied Physics*, 2004, 95(9): 4645-4650.
- [7] 吕世杰, 罗建太, 苏磊, 等. 滑块式六含八超高压实验装置及其压力温度标定 [J]. *物理学报*, 2009, 58(10): 6852-6857.
- [8] Fang L M, He D W, Chen C, et al. Effect of precompression on pressure-transmitting efficiency of pyrophyllite gaskets [J]. *High Pressure Research*, 2007, 27(3): 367-374.
- [9] 王海阔, 贺端威. 基于国产六面顶压机的二级 6-8 型大腔体静高压装置(上) [J]. *超硬材料工程*, 2015, 27(2): 6-10.
- [10] Katsura T, Yokoshi S, Kawabe K, et al. P-V-T relations of  $\text{MgSiO}_3$  perovskite determined by *in situ* X-ray diffraction using a large-volume high-pressure apparatus [J]. *Geophysical Research Letters*, 2009, 36(1): L01305.