

二级 6—8 型大腔体装置的高压 发生效率机理研究^{*}

王文丹 贺端威[†] 王海阔 王福龙 董海妮 陈海花

李子扬 张 剑 王善民 寇自力 彭 放

(四川大学原子与分子物理研究所, 成都 610065)

(2009 年 8 月 20 日收到; 2009 年 9 月 3 日收到修改稿)

利用自行设计与集成的二级 6—8 型大腔体静高压装置, 研究了影响八面体压腔高压发生效率的主要因素及机理, 并提出了一种八面体压腔密封的简化力学模型. 针对于 10/4 (八面体传压介质边长为 10 mm, 二级 WC 立方体增压块截角边长为 4 mm) 组装的实验结果发现: 预密封边尺寸会显著影响八面体压腔的压力产生效率; 在腔体压力为 12 GPa 左右时, 高压发生效率随八面体 MgO 传压介质初始密度的增加而提高; 在 15 GPa 以上时, 影响压力产生效率的主要因素是 WC 增压立方块本身的强度以及加压过程中所形成密封边的尺寸及材料.

关键词: 6—8 型大腔体静高压装置, 压力产生效率

PACC: 0735, 0630N

1. 引 言

静态超高压装置主要分为两种: 金刚石对顶砧和以两面顶、四面顶及六面顶为代表的多面顶大腔体静高压装置^[1]. 金刚石对顶砧能产生数百 GPa 的压力^[2,3], 并可很好地与激光技术、拉曼光谱测量、同步辐射 X 射线、中子散射等现代测试技术相结合^[4-7], 在高压下对样品的行为进行原位观测, 是高压科学技术领域的重要研究手段之一. 但金刚石对顶砧的实验样品通常只有几十个微米大小.

大腔体静高压装置的样品尺寸一般大于 1 mm, 能在高压下合成可实际应用并进行全面物性表征的材料, 但一级多面顶大腔体静高压装置产生的最高压力只能达到约 12 GPa^[8,9]. 如在一级六面顶压腔内放入二级八面体增压单元, 可以获得更高的压力^[10-17], 通常称之为二级 6—8 型大腔体静高压装置. 二级增压单元由八个截角的立方块组成, 向内合围成八面体高压腔, 立方块一般选用 WC 材料, 最高能产生约 30 GPa 的压力^[11,13], 若采用聚晶金刚石立方块, 则可达到约 80 GPa 的压力^[18]. 自二级

6—8 型大腔体静高压装置使用以来^[10], 有关该装置的研究多集中在八面体传压介质边长与立方体增压块截角边长的比例优化^[13]、更大样品体积的获得^[15]、改变立方块材料以获得更高压力^[18]等方面, 而关于构成二级八面体压腔的其他要素 (如密封边尺寸与材料) 对压力产生效率影响的报道却很少, 尤其缺乏一个简明的力学模型对八面体压腔产生高压的机理及影响因素加以系统分析.

文献[19]报道了一种基于国产铰链式六面顶压机的二级 6—8 型大腔体静高压装置, 并获得了 10 GPa 以上的高压. 本工作结合该装置的使用情况, 提出了一种八面体压腔密封的简化力学模型, 并在此基础上分析了八面体压腔构成部件 (增压立方块、传压介质、密封边) 对腔体压力产生效率的影响机理. 通过对 10/4 (八面体传压介质边长为 10 mm, 二级 WC 立方体增压块截角边长为 4 mm) 组装进行实验的结果表明: 预密封边尺寸的优化有助于提高八面体压腔的压力产生效率; 在腔体压力为 12 GPa 左右时, 高压发生效率随八面体 MgO 传压介质初始密度的增加而提高; 压力在 15 GPa 以上时, 影响压力产生效率的主要因素是 WC 立方块本身的强

^{*} 广西科学研究与技术开发计划项目 (批准号: 桂科攻 0992002 - 15) 及国家自然科学基金 (批准号: 10772126) 资助的课题.

[†] 通讯联系人. E-mail: duanweihe@yahoo.com

度及加压过程中所形成密封边的材料组成与尺寸.

2. 八面体压腔密封的简化力学模型

第二级八面体压腔主要由 3 部分组成:用于增压的 8 个截角立方块,放置于立方块之间的预密封条,腔体内的八面体传压介质. 组装好的次级增压单元外形呈立方体状,见图 1.

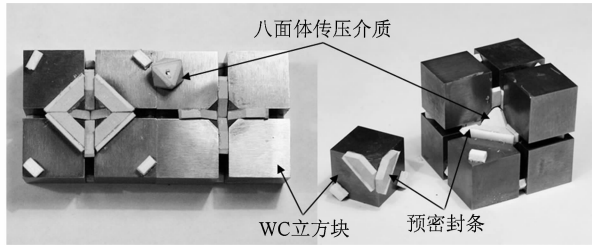


图1 八面体压腔部件实物照片

加载力从六个方向作用在次级增压单元的六个外表面(见图2),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之间的摩擦力共同构成对八面体压腔的密封. 八面体压腔的压力发生效率(即腔体压力与系统加载的比例关系)取决于直接作用在传压介质上的力所占系统加载的比例,因此,消耗在密封边上的加载越大,八面体压腔的压力发生效率就越低.

同金刚石压砧只在一个平面上进行压力密封不同,八面体压腔需要在三个相互垂直的平面上进行压力密封. 理想情况下(忽略实验中密封边形成差异的影响),由于加载的对称性,假设八面体压腔在三个相互正交平面上的密封情况完全相同,因此问题可简化为只讨论八面体压腔某一个平面上的密封情况.

观察加载后叶蜡石密封边的形状,发现同一平面上密封边的形状接近圆形,如图 3(a)中的虚线所示. 假定加载时八面体压腔内部为准静水压状态(中心与边缘压力相同),对某一平面上密封边的分析,可以简化成如下的模型:

圆心处带有半径为 r_g 的小孔(r_g 为八面体压腔

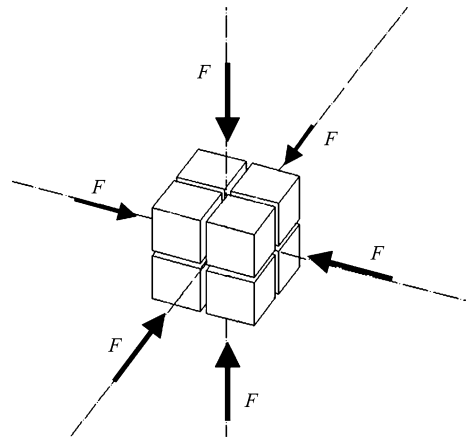


图2 次级增压单元受力示意图

内切球与外接球半径之平均值),密封边厚度为 h ,外半径为 r_0 的圆盘,受到轴向(垂直于纸面)的单轴加载作用,见图 3(b).

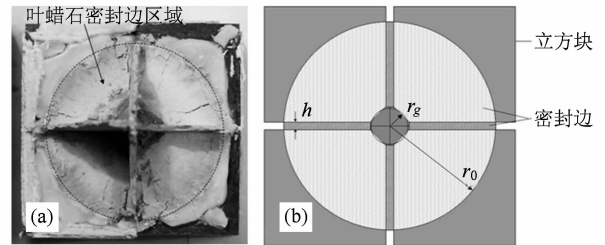


图3 卸压后八面体压腔密封边形状及简化模型 (a)卸载后的二级八面体压腔密封边照片,虚线表明密封边轮廓;(b)密封边简化模型示意图

该简化力学模型与金刚石对顶砧压腔相似. 根据 Dustan 对金刚石压腔密封状态的力学分析^[20],其腔体压力与密封边材料强度及尺寸存在以下的关系:

$$\sigma_n = (n + 1)k + \frac{2k}{\sqrt{3}}\left(\frac{r_0}{h} - \frac{r}{h}\right), \quad (1)$$

$$r_g \leq r \leq r_0,$$

其中 σ_n 是作用于密封边上的正应力,在假定高压腔体内处于准静水压状态的条件下, $\sigma_n(r_g)$ 等同于腔体内压力. K 为密封边材料的屈服强度, n 是与系统有关的常数, r 是密封边上的任意一点距腔体中心的距离, r_g 为八面体压腔内切球与外接球半径之平均值, r_0 为密封边外圆半径.

令 $L = r_0 - r_g$, 即密封边在径向上的长度,则在密封边与八面体高压腔接触处($r = r_g$) (1)式变为

$$\sigma_n(r_g) = (n + 1)k + \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{L}{h} k$$

$$= \left(n + 1 + \frac{2}{\sqrt{3}} \frac{L}{h} \right) k. \tag{2}$$

从式中可以得出,当密封材料的屈服强度 k 一定时,在 r_g 处的正应力 $\sigma_n(r_g)$ 与密封边长度 L 成正比,与密封边厚度 h 成反比. 加载过程中,当密封边厚度减小到一定程度时,密封边若继续减薄,其上的正应力将急剧增加,消耗在密封边上的加载也将急剧增加. 当密封边的尺寸(厚度与径向的长度)一定时, r_g 处的正应力 $\sigma_n(r_g)$ 与密封边材料的屈服强度 k 成正比,即密封边尺寸一定时,密封边上消耗的加载随密封材料的屈服强度增加而增大.

3. 实验方法

3.1. 实验设备

本实验所用高压装置为自行设计与集成的二级 6—8 型大腔体静高压装置,详细介绍请见文献[19]和专利[21]. 二级八面体增压单元所用 WC 立方块边长为 18 mm,切角为边长 4 mm 的正三角形(见图 4),购买自佛山市顺德区盈通硬质合金有限公司,产品牌号 K30-15,经测定其中钴所占的重量比约为 7%,在日产 FV-700 型维氏硬度计上进行硬度测试,得其平均维氏硬度为 15.5 GPa.

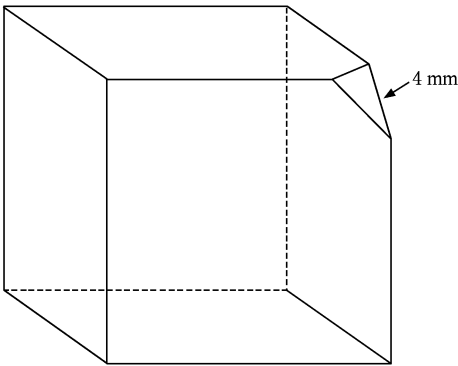


图 4 增压单元中的截角小正方体

3.2. 腔体压力测定与实验设计

实验采用原位电阻测量,利用 Bi (I - II , 2.55 GPa), Bi (III - IV , 7.7 GPa)^[22,23], ZnTe (I - II , 5 GPa), ZnTe (II - III , 8.9—9.5 GPa) 相转变以及 ZnTe (III - IV , 11.5—13 GPa), ZnS (I - II , 15.6 GPa)^[24—27] 半导体—金属转变过程中电阻的变化对腔体压力进行测定. 将不同密度的 MgO 烧结块磨制

成边长为 10 ± 0.05 mm 的正八面体,或磨去棱边,然后在其内部放入标压物质,由铜箔引入恒定电流和引出标压物质两端的电压,通过电压的变化反映待测物质电阻的变化. 标压物质的放置及电信号测量接线方式见图 5. 采用 AX-104-1—3 型多通道记录仪同时显示并记录油压及电信号. 在所有的压力标定实验中油压的升降速率均为 20 MPa/h,实验所用六面顶压机工作缸缸径为 320 mm. 为了研究构成八面体压腔的各要素对高压发生效率的影响,我们分别设计了下列实验.

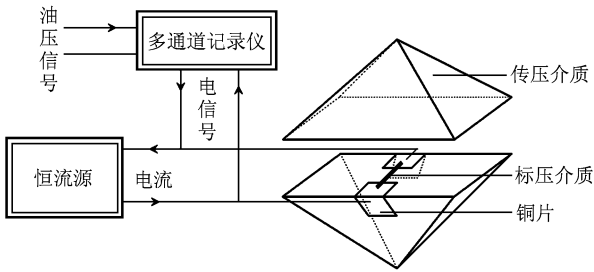


图 5 压力标定的电路连接示意图

实验 1 MgO 八面体传压介质密度为 2.4 ± 0.03 g/cm³;八面体边长 10 mm,未磨棱边;叶蜡石预密封条的长度和高度保持原尺寸不变(由系统组装决定),宽度分别改为 4 mm 和 3.2 mm,比较一定腔体压力下,不同预密封边宽度对加载的影响.

实验 2 MgO 密度为 2.4 ± 0.03 g/cm³;叶蜡石预密封条长、高保持不变,宽度为 3.2 mm;比较八面体传压介质磨去倒棱(倒棱宽度为 1.8 ± 0.2 mm,见图 6(b))与未磨倒棱对压力产生效率的影响.

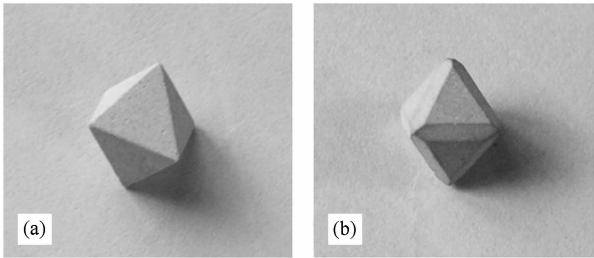


图 6 两种不同形状的八面体 (a) 八面体未磨棱边;(b) 磨去棱边的八面体

实验 3 八面体边长 10 mm,未磨棱边;叶蜡石预密封条长、高保持不变,宽度为 4 mm;比较 MgO 传压介质的密度分别为 2.1 ± 0.03 g/cm³, 2.2 ± 0.03 g/cm³, 2.4 ± 0.03 g/cm³, 2.6 ± 0.03 g/cm³, 3.2 ± 0.1 g/cm³ 时,对压力产生效率的影响.

实验 4 MgO 传压介质的密度 $2.4 \pm 0.03 \text{ g/cm}^3$; 边长 10 mm 的八面体传压介质磨去倒棱, 倒棱宽度为 $1.8 \pm 0.2 \text{ mm}$; 叶蜡石预密封条长、高保持不变, 宽度为 3.2 mm; 比较发生形变和未发生形变的 WC 立方块 (见图 7) 对腔体压力与加载关系的影响。

图 8, 9, 10 是本实验中 Bi, ZnTe, ZnS 电阻随加载变化的典型曲线。

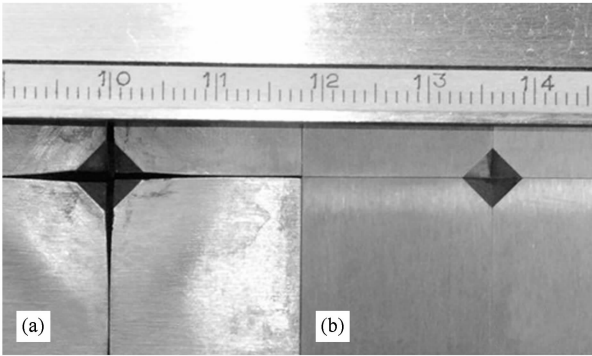


图 7 WC 立方块的形变比较 (a) 高压实验后形变的 WC 截角立方块的实物照片; (b) 实验前未形变的 WC 截角立方块的实物照片

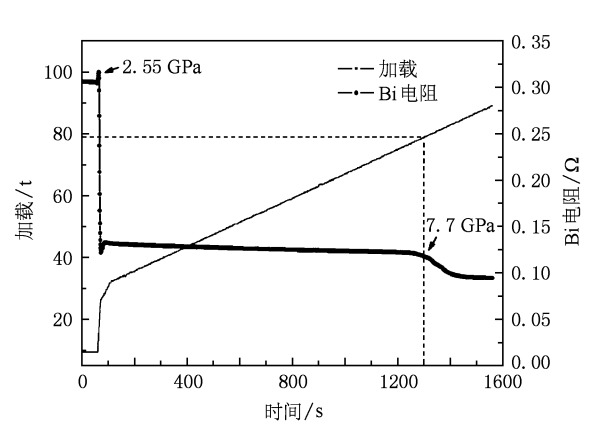


图 8 Bi 电阻随加载变化的曲线 (MgO 传压介质初始密度 $2.4 \pm 0.03 \text{ g/cm}^3$, 叶蜡石预密封条宽度 3.2 mm; 虚线表示 Bi (Ⅲ-Ⅳ, 7.7 GPa) 相变点相变发生时对应的加载力及加载时间)

4. 实验结果与讨论

4.1. 密封边尺寸及材料对高压产生效率的影响

实验一的结果如图 11 所示. 从图中的腔体压力与系统加载的关系曲线可以看出, 使用宽度为 3.2 mm 的预密封条时, 实验观测的压力产生效率明显

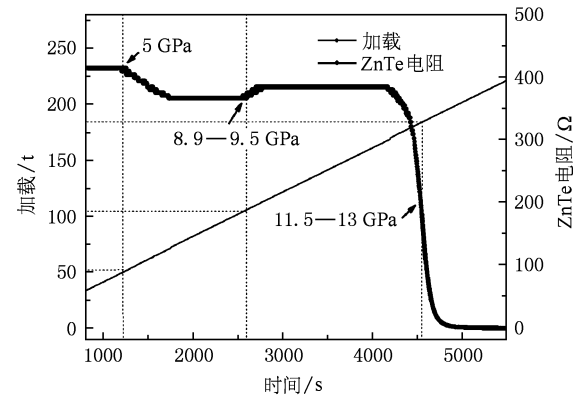


图 9 ZnTe 电阻随加载变化的曲线 (MgO 传压介质初始密度 $2.4 \pm 0.03 \text{ g/cm}^3$, 叶蜡石预密封条宽度 3.2 mm; 虚线表示 ZnTe (Ⅰ-Ⅱ, 5 GPa), ZnTe (Ⅱ-Ⅲ, 8.9—9.5 GPa), ZnTe (Ⅲ-Ⅳ, 11.5—13 GPa) 各相变点相变发生时对应的加载力及加载时间; 半导体—金属转变过程对应的加载等于相变开始的对应加载与结束的对应该加载的平均值)

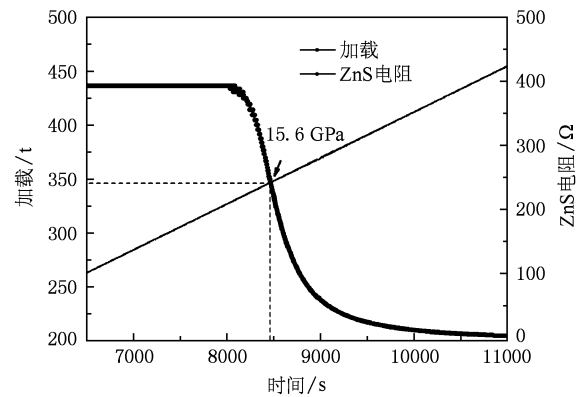


图 10 ZnS 电阻随加载变化的曲线 (MgO 传压介质初始密度 $2.4 \pm 0.03 \text{ g/cm}^3$, 叶蜡石预密封条宽度 3.2 mm; 虚线表示 ZnS (Ⅰ-Ⅱ, 15.6 GPa) 相变点相变发生时对应的加载力及加载时间; 半导体—金属转变过程对应的加载等于相变开始的对应加载与结束的对应该加载的平均值)

高于使用宽度为 4 mm 的预密封条组装, 且这种差距随腔体压力的增加而增大. 尤其是当腔体压力约为 12 GPa 时, 3.2 mm 宽的预密封条组装使 ZnTe (Ⅲ-Ⅳ, 11.5—13 GPa) 相变点出现的加载比 4.0 mm 宽的预密封条组装的相应加载降低了 91.78 t, 压力产生效率提高了约 36%.

采用两种不同尺寸的预密封条, 假定达到相同腔体压力 $\sigma_n(r_g)$ 时, 两种尺寸的预密封条形成的密封边厚度相同, 尺寸小的预密封条形成的密封边长度为 L_1 , 尺寸大的预密封条形成的密封边长度为 L_2 , 明显有 $L_2 > L_1$. 根据 (2) 式可知尺寸大的预密封

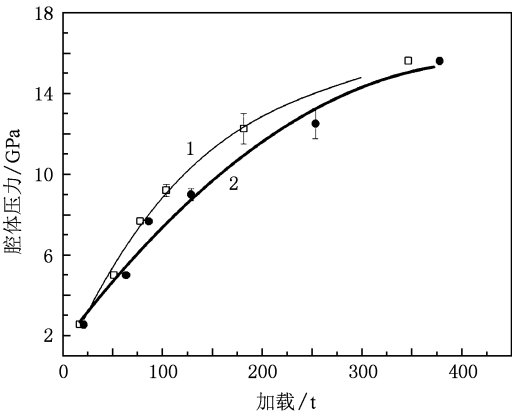


图 11 两种尺寸预密封边所对应压力产生效率的比较(□ 为密封边宽 3.2 mm 时实验测得的腔体压力与相应加载,对这些点进行二次项拟合得到曲线 1,即密封边宽 3.2 mm 时腔体压力与加载的关系曲线;● 为密封边宽 4.0 mm 时实验测得的腔体压力与相应加载,对这些点进行二次项拟合得到曲线 2,即密封边宽 4.0 mm 时腔体压力与加载的关系曲线;取 ZnTe (II-Ⅲ, 8.9—9.5 GPa) 相变点相变压力为 9.2 GPa,则腔体压力误差为 0.3 GPa,ZnTe (Ⅲ-Ⅳ, 11.5—13 GPa) 相变点相变压力为 12.25 GPa,则腔体压力误差为 0.75 GPa)

边在 r_g 处的 σ_n 大于尺寸小的预密封边在 r_g 处的 $\sigma_n(r_g)$,与假设矛盾.故增加预密封条的初始尺寸将导致密封边形成后,厚度和面积上都增大.加载时,消耗在密封边上的加载力 F 约等于密封边上的正应力 σ_n (随密封边上的位置变化而变化)对整个密封边所占区域面积的积分,即

$$F = \int_S \sigma_n dS, \tag{3}$$

S 是密封边的面积.

所以尺寸大的预密封条,将会导致最终密封边径向面积增大,如平均正应力相同或差别不大,则消耗在密封边上的加载力亦将增大,从而降低压力发生效率.

根据前面的分析可知,4.0 mm 宽的预密封条形成的密封边厚度和面积均大于 3.2 mm 宽的预密封条所形成的密封边.经实验观测,随着系统加载的增大,不同初始尺寸的预密封条形成的密封边厚度差异不明显 (<0.1 mm),但面积上的差别显著增大.所以对于宽分别为 4.0 mm 和 3.2 mm 的预密封条所形成的密封边,其正应力积分的面积差值将随加载的增加而增大,而平均正应力(近似为 $\sigma_n(r_g)/2$)在相同腔体压力下可认为接近,这将导致在密封边上消耗的加载随着系统加载的增大相差越来越大,表现出来即是我们观察到的实验现象.

腔体压力在 15 GPa 以上时(ZnS(I-Ⅱ 15.6 GPa)相变点出现),3.2 mm 宽的预密封边所需的加载与 4.0 mm 宽的预密封边所需的加载仅相差 30.4 t.出现这种在更高腔体压力时加载差距反而减小的现象,可能主要是由于腔体压力高于 15 GPa 时,WC 立方块塑性形变对压力产生效率的影响造成的(详细解释见 WC 立方块形变对高压发生效率的影响).

在设计预密封条尺寸时,需考虑其形成的密封边既能密封住腔体压力又能提高腔体的压力产生效率.如果预密封条尺寸太小,则容易导致腔体压力突然释放,造成装置的严重损坏;而预密封条尺寸太大,又会使密封材料充满立方块之间的空隙,后续加载基本消耗在密封边上,腔体压力难以再提高.根据前面的实验结果可知,预密封条尺寸应尽可能的小.所以理想的预密封条尺寸应该是在密封住腔体压力的前提下将预密封条尺寸减到最小.

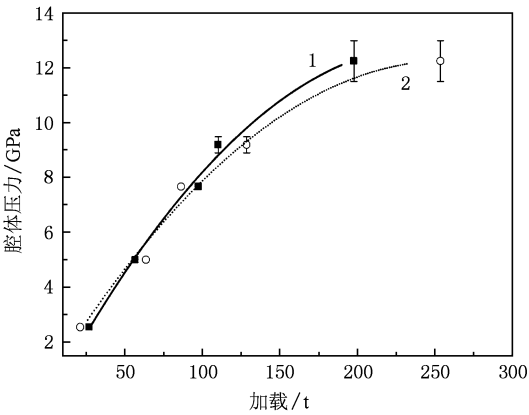


图 12 进入密封边的 MgO 量对压力产生效率的影响(■ 为使用磨去棱边的八面体时实验测得的腔体压力与相应加载,对这些点进行二次项拟合得到曲线 1;○ 为使用未磨去棱边的八面体时实验测得的腔体压力与相应加载,进行二次项拟合得到曲线 2;取 ZnTe (II-Ⅲ, 8.9—9.5 GPa) 相变点相变压力为 9.2 GPa,则腔体压力误差为 0.3 GPa,ZnTe (Ⅲ-Ⅳ, 11.5—13 GPa) 相变点相变压力为 12.25 GPa,则腔体压力误差为 0.75 GPa)

图 12 是八面体传压介质磨去倒棱与未磨倒棱对压力产生效率影响的实验结果.从图中可以看出,腔体压力较低时,八面体是否磨去棱边对压力产生效率影响不大.当腔体压力在 12 GPa 附近时,磨去棱边的 MgO 八面体传压效率有明显的提高.

实验前,MgO 传压介质八面体边长(10 mm)大于二级 WC 立方块增压块截角边长(4.0 mm),因此,高压下部分 MgO 将被挤入 WC 立方块表面间隙,并和叶蜡石预密封条共同形成八面体压腔的密

封边. 由于 MgO 的屈服强度高于叶蜡石的屈服强度^[28,29], 根据(2)式可知相同尺寸的 MgO 密封边上分布的正应力大于叶蜡石密封边上分布的正应力, 即 MgO 密封边上消耗的加载大于相同尺寸的叶蜡石密封边上消耗的加载. 观察形变后的 WC 立方块 (见图 7), 发现立方块与密封边内 MgO 接触的部分形变最为严重. 与磨去倒棱的 MgO 八面体相比, 未磨倒棱的 MgO 八面体受到挤压时, 流入密封边的 MgO 量增多, 形成更大范围的 MgO 密封边区域, 导致密封边上消耗更多的加载. 另外由于叶蜡石预密封边的尺寸相同, 流入密封边的 MgO 量越多, MgO 和叶蜡石共同形成密封边的面积将越大, 也会导致密封边上消耗的加载增加, 进而减少高压腔的压力发生效率. 尤其随着挤压的进行, 当密封边厚度减小到一定程度时, 密封边上的正应力在数值及分布面积上的差异将越来越明显.

根据以上的实验结果得出密封边的尺寸及材料是影响腔体压力产生效率的两个重要因素. 对于密封边材料的选取应遵循以下原则: 密封边材料应具有一定的剪切强度以及同 WC 立方块表面足够大的摩擦系数, 以达到密封腔体压力的要求; 同时密封边材料的剪切强度应当足够低, 使得密封边能够在高压下发生流动^[30]. 而对于密封边尺寸应该满足密封边最终成形的面积小于 WC 立方块单个表面面积的四分之三的要求, 以便密封边在更高压力下能有空间继续发生流动.

4.2. MgO 八面体传压介质密度对高压产生效率的影响

通过实验三所获得的 MgO 传压介质初始密度对压力产生效率影响的实验数据总结见图 13. 从图中可以看出, 腔体压力小于 9 GPa 时, 在实验误差范围 (3.5 t) 内, 产生一定腔体压力所需的加载基本没有随 MgO 初始密度的增大而发生变化; 但腔体压力在 12 GPa 附近时, ZnTe (Ⅲ-Ⅳ, 11.5—13 GPa) 相变点出现所对应的加载随 MgO 初始密度的增加而明显降低, 即 MgO 初始密度越大, 八面体压腔的高压发生效率越高.

在腔体压力达到约 12 GPa 的过程中, 考虑高初始密度和低初始密度的两种相同尺寸的传压介质, 如预密封条的尺寸亦相同, 高密度传压介质受到挤压, 即可在内部立即产生高压, 而低密度的传压介质由于内部存在有大量空隙, 在压缩时, 首先有一

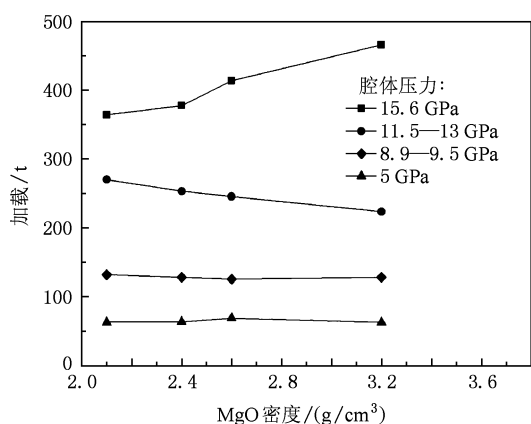


图 13 腔体压力一定时加载随 MgO 密度增大的变化情况

个致密化的阶段, 该阶段中传压介质的体积减小但内部几乎没有高压的产生. 传压介质内部达到相同压力时, 低初始密度传压介质的最终体积小于高初始密度传压介质的最终体积, 即达到相同的腔体压力, 低初始密度传压介质所形成的终态压腔体积更小. 由于八面体压腔只能通过减小密封边的厚度来获得更小体积的压腔, 所以对于低初始密度的传压介质, 要达到相同的腔体压力需要密封边厚度变得更小, 相应的密封边面积将变得更大. 根据之前对密封边上正应力分布的分析可知, 随着密封边厚度的减小、面积的增加, 密封边上消耗的加载将增大. 即低密度传压介质达到相同的腔体压力, 密封边上将消耗更多的加载. 随传压介质初始密度的减小, 密封边上消耗的加载将逐渐增大, 对应的腔体高压发生效率将进一步降低.

当腔体压力小于 9 GPa 时, 是传压介质完成致密化和密封边不断通过塑性流动而最终定形的过程, 该过程中密封边具有较好的流动性, 厚度容易减小; MgO 八面体能通过密封边的不断减薄而受到压缩, 至使不同初始密度的 MgO 传压介质内部在一定系统加载下均达到相同压力, 而不用在密封边上消耗更多的加载. 故 9 GPa 以前腔体压力与加载的关系随 MgO 初始密度的增加变化不大. 当腔体压力在 12 GPa 附近时, 传压介质致密化过程完成, 密封边成形厚度减到足够小. 根据之前的分析, 预密封条的尺寸相同时, 低初始密度的传压介质达到相同的腔体压力, 将在密封边上消耗更多的加载. 所以腔体压力在 12 GPa 附近时, 达到相同的腔体压力, 加载随 MgO 密度的增加反而减小. 至于腔体压力在 15 GPa 左右所出现的反常现象, 将在下一部分进行分析.

4.3. WC 立方块形变对高压发生效率的影响

以上关于密封边材料、尺寸和传压介质初始密度对高压发生效率影响的讨论都是以构成二级增压单元的 WC 立方块未发生形变为前提的,实际上,当腔体压力接近或大于 WC 立方块自身的屈服强度时,立方块将出现相当程度的弹性形变和塑性形变.此时,后续的加载被立方块的形变大量消耗,仅少部分用于提高腔体的压力,因此,WC 立方块的屈服强度将会最终限制八面体压腔所能达到的最高压力.

在实验三及图 13 中可看出,当腔体压力在 15 GPa 以上时, ZnS (I - II ,15.6 GPa) 相变点出现对应的加载随 MgO 初始密度的增加而显著增加,即腔体的高压发生效率随 MgO 初始密度的增加而降低,这一现象与 12 GPa 左右时系统加载随 MgO 初始密度增加而降低的现象相反.实验后,我们观察到构成二级增压单元的 WC 立方块有明显的形变(见图 7),说明腔体压力达到 15 GPa 左右时,加于 WC 立方块上的应力已经接近或达到其屈服强度,从而导致 WC 立方块出现相当程度的塑性形变.

构成二级增压单元的 WC 立方块形变的范围和程度越大,由此而导致在密封边处消耗的加载比例越高,此时,本文前面所提及的简单力学模型已不再适用.高压下 MgO 的屈服强度高于叶蜡石^[27,28],密封边内的 MgO 区域是密封边上应力最大的部位,也是 WC 首先发生形变的区域.随着 MgO 传压介质初始密度的增加,高压下流入密封边的 MgO 量相对增多,密封边内 MgO 的区域亦增大,WC 立方块发生形变的范围将进一步扩展,因立方块形变而消耗在密封边上的加载比例随之提高.故 WC 立方块的塑性形变和进入密封边的 MgO 量是造成 ZnS (I - II 15.6 GPa)相变点出现所对应的加载随 MgO 初始密度的增加而显著增加的主要因素.

结合实验四的结果(图 14)可以看出,使用没有形变的 WC 立方块时,各相变点对应的加载均小于使用形变 WC 立方块的相应加载,且随着腔体压力

的升高这种差别越来越大.腔体压力约为 12 GPa 时,未形变的 WC 立方块使 ZnTe (III-IV , 11.5—13 GPa)相变点出现的加载比形变 WC 立方块的相应加载低 98.8 t,压力产生效率提高 30%.造成这种差别的主要原因是形变后的 WC 立方块与密封边所围成的实际压腔体积要比为未形变的 WC 立方块与密封边所围成的实际压腔体积大,且密封边不再平整,相同的加载下,前端严重形变的 WC 立方块对八面体传压介质的压缩量将明显偏小.

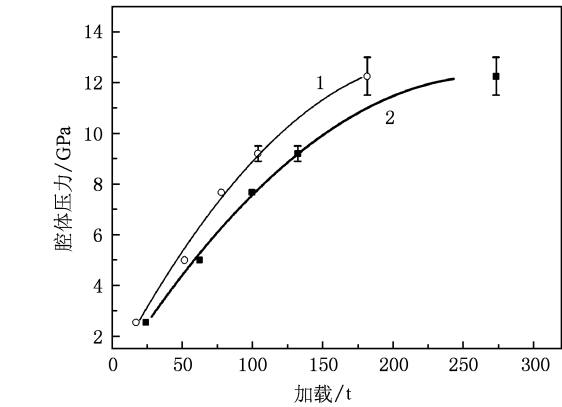


图 14 WC 立方块形变对压力产生效率的影响 (■ 为使用形变的 WC 立方块时实验测得的腔体压力与相应加载;○ 为使用未形变的 WC 立方块时实验测得的腔体压力与相应加载;取 ZnTe (II-III ,8.9—9.5 GPa) 相变点相变压力为 9.2 GPa,则腔体压力误差为 0.3 GPa,ZnTe (III-IV ,11.5—13 GPa) 相变点相变压力为 12.25 GPa,则腔体压力误差为 0.75 GPa)

5. 结 论

结合八面体压腔密封的简化力学模型,利用 10/4 组装的实验,研究了预密封条尺寸、传压介质初始密度、WC 立方块强度及形变对腔体压力产生效率的影响.实验结果及分析表明:在一定范围内,优化预密封边尺寸和增大传压介质初始密度均能有效提高八面体压腔的压力产生效率;腔体压力接近或高于 WC 立方块屈服强度时,WC 立方块的形变以及进入密封边的 MgO 量是影响压力产生效率的主要因素.

[1] Sung C M 1997 *High Temp. -High Pressure* **29** 253

[2] Greene R G, Luo H, Ruoff A L 1994 *Phys. Rev. Lett.* **73** 2075

[3] Singh A K, Liermann H P, Akahama Y, Saxena S K, Menéndez-Proupin E 2007 *J. Appl. Phys.* **101** 123526

[4] Jayaraman A 1986 *Rev. Sci. Instrum.* **57** 1013

[5] Andrault D, Fiquet G 2001 *Rev. Sci. Instrum.* **72** 1283

[6] Peiris S M, Butcher R, Pearson W 2005 *Joint 20th AIRAPT - 43th EHPRG Karlsruhe/Germany*, June 27 - July 1, 2005

- [7] Klotz S, Besson J M, Hamel G, Nelves R J, Loveday J S, Marshall W G, Wilson R M 1995 *Appl. Phys. Lett.* **66** 1735
- [8] Khvostantsev L G 1984 *High Temp. -High Pressure* **16** 165
- [9] Zhao Y S, He D W, Jiang Q, Pantea C, Lokshin K A, Zhang J Z, Daemen L L 2005 *Advances in High-Pressure Technology for Geophysical Applications* (Elsevier B. V.) p461
- [10] Kawai N, Endo S 1970 *Rev. Sci. Instrum.* **41** 1178
- [11] Wang Y B, Durham W B, Getting I C, Weidner D J 2003 *Rev. Sci. Instrum.* **74** 3002
- [12] Tomoo K, Ken-ichi F, Atsushi K, Norimasa N, Yoshinori T, Sueda Y, Tomoaki K, Wataru U 2004 *Phys. Earth Planet. Int.* **143** 497
- [13] Liebermann R C, Wang Y B 1992 *High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences* (Washington DC: AGU) p19
- [14] Cordier P, Rubie D C 2001 *Mater. Sci. Engineering A* **38** 309
- [15] Frost D J, Poe B T, Tronnes R G, Liebske C, Duba A, Rubie D C 2004 *Phys. Earth Planet. Int.* **143** 507
- [16] Reza A, Henry Z, Luo J T, Su L, Hu Y, Yuan C S, Carter C 2005 *Dia. Relat. Mater.* **14** 1916
- [17] Lü S J, Hong S M 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 6852 (in Chinese) [吕世杰、罗建太、苏 磊、胡 云、袁朝圣、洪时明 2009 物理学报 **58** 6852]
- [18] Tange Y, Irifune T, Funakoshi K 2008 *High Pressure Res.* **28** 245
- [19] Wang F L, He D W, Fang L M, Chen X F, Li Y J, Zhang W, Zhang J, Kou Z L, Peng F 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 5429 [王福龙、贺端威、房雷鸣、陈晓芳、李拥军、张 伟、张 剑、寇自力、彭 放 2008 物理学报 **57** 5429]
- [20] Dunstan D J 1989 *Rev. Sci. Instrum.* **60** 3789
- [21] He D W, Wang F L, Kou Z L, Peng F 2007 *Chinese Patent* 10048839. 2 [2009-05-13] (in Chinese) [贺端威、王福龙、寇自力 中国专利(专利号: ZL 2007 1 0048839. 2)]
- [22] Getting I C 1998 *Metrologia* **35** 119
- [23] Lloyd E C 1971 *Accurate characterization of the high-pressure environment NBS Special Publication No. 326* (WashingtonDC) p1
- [24] Jiang J Z, Gerward L, Frost D, Secco R, Peyronneau J, Olsen J S 1999 *J. Appl. Phys.* **86** 6608
- [25] Onodera A, Ohtani A 1980 *J. Appl. Phys.* **51** 2581
- [26] Ohtani A, Motobayashi M, Onodera A 1980 *Phys. Lett. A* **75** 435
- [27] Ovsyannikov S V, Shchennikov V V 2004 *Solid State Commun.* **132** 333
- [28] Meade C, Jeanloz R 1988 *J. Geophys. Res.* **93** 3261
- [29] Edmond J M, Paterson M S 1971 *Contr. Mineral and Petrol* **30** 141
- [30] Fontanari V, Bellin F, Visintainer M, Ischia G 2006 *Exp. Mech.* **46** 313

Research on pressure generation efficiency of 6—8 type multianvil high pressure apparatus^{*}

Wang Wen-Dan He Duan-Wei[†] Wang Hai-Kuo Wang Fu-Long Dong Hai-Ni Chen Hai-Hua

Li Zi-Yang Zhang Jian Wang Shan-Min Kou Zi-Li Peng Fang

(*Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, China*)

(Received 20 August 2009; revised manuscript received 3 September 2009)

Abstract

In the present study, we investigated the major factors and mechanisms of the pressure generation efficiency of the two-stage multianvils high pressure apparatus, which was recently designed and assembled in our laboratory. A simplified mechanical model of the pressure cell assembly was also proposed to interpret the experimental data. The results with the 10/4 (with octahedral edge-length of 10 mm, and WC cube truncation edge-length of 4 mm) cell assembly indicate that the pressure efficiency is very sensitive to the gaskets size and can be improved with the increased initial density of MgO pressure transmitting medium when cell pressure is about 12 GPa. Above 15 GPa, the pressure efficiency is mainly limited by the yield strength of the second stage WC cubes, as well as the composition and size of gaskets.

Keywords: 6—8 type large volume high pressure apparatus, pressure efficiency

PACC: 0735, 0630N

^{*} Project supported by the Guangxi Scientific Research and Technological Development Foundation (Grant No. 0992002 - 15) and the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 10772126).

[†] Corresponding author. E-mail: duanweihe@yahoo.com