

# 立方大腔体静高压装置中叶腊石的传压及密封性能研究

田毅<sup>#</sup> 杜明浩<sup>#</sup> 张佳威 贺端威<sup>†</sup>

(四川大学原子与分子物理研究所, 成都 610065)

(2023 年 7 月 3 日收到; 2023 年 9 月 8 日收到修改稿)

本文基于高压研究及超硬材料生产所用的静高压立方大腔体(六面顶)压机的需要, 制备了源于南非叶腊石矿的两种(A和B)叶腊石粉压块, 并与同工艺国产(北京门头沟)黄色叶腊石粉压块进行比较, 以此建立评估叶腊石传压及密封性能的实验方法与物理判据. 采用Bi, Tl, Ba等标压物质原位标定了以上3种叶腊石压腔中心位置及密封边处的压力; 同时, 采用银熔点法分别获得了3种叶腊石作传压密封材料时高温下腔体压力与系统加载的对应关系. 结果表明, 在相同加载油压下南非叶腊石B粉压块和国内叶腊石粉压块中心位置的压差值不超过0.1 GPa, 在升压和降压过程中叶腊石块中心位置与密封边位置的压差值也更为相近. 相比于南非叶腊石A粉压块, B粉压块在高温传压和密封性能上更接近国产叶腊石粉压块.

**关键词:** 立方大腔体静高压装置, 高温高压, 叶腊石, 密封性能, 传压效率

**PACS:** 91.60.Gf, 62.50.-p, 07.05.Fb, 73.43.Fj

**DOI:** 10.7498/aps.73.20231087

## 1 引言

立方大腔体静高压装置(国产铰链式六面顶压机)可以提供大尺寸的样品腔以及相对均匀的温度压力环境, 在我国的超硬材料工业生产及高压科学与技术研究中具有不可替代的作用<sup>[1,2]</sup>. 目前, 国产铰链式六面顶压机已经成为我国金刚石、立方氮化硼等超硬材料生产的主流高压设备<sup>[2,3]</sup>, 包括一级压腔及二级压腔高压技术与装置<sup>[2,4-19]</sup>. 得益于对高温高压装置技术和金刚石、立方氮化硼等超硬材料高压合成工艺的持续研究与发展, 我国正从超硬材料制造大国转变为超硬材料制造强国<sup>[3,20,21]</sup>. 在国内人造金刚石等超硬材料行业上, 国产铰链式六面顶压机是合成这类材料的主流设备, 其一级压腔所能达到的压力范围与合成这类材料所需压力区间(约为4—7 GPa)相重叠<sup>[3]</sup>, 因而具有低生产成

本和高生产效率的优势. 通常一级压腔以WC-Co作为压砧材料, 利用分层组装的方式将部分低摩擦系数的固态传压介质及一些具有保温效果和加热作用的材料相互匹配, 用于实现超硬材料制备所需的温度压力条件. 目前用于六面顶压机中的固体传压介质有叶腊石、滑石、白云石、石灰石、氯化钠、氧化镁、氮化硼等<sup>[22]</sup>, 其中叶腊石因具有优良的耐热、保温、绝缘、内摩擦性能以及较低的剪切强度, 常被用作超硬材料合成过程的围压材料, 实现向腔体内部的传压和对腔体内部压力的密封<sup>[23-27]</sup>. 近年来, 因国内环保政策对叶腊石矿的开发限制愈加严格和工业上对叶腊石的大量消耗使优质叶腊石矿源逐渐减少, 国内用于高压合成的叶腊石购买成本逐渐增高, 这对超硬材料行业产生了极大的影响<sup>[23,26,28]</sup>. 叶腊石作为目前超硬材料生产工艺中高压压腔的最外层传压和密封材料, 其压力传递效率和压力密封性能对压腔极限压力的提升和压机设

<sup>#</sup> 同等贡献作者.

<sup>†</sup> 通信作者. E-mail: duanweihe@scu.edu.cn

备的稳定运行具有重要的影响<sup>[29,30]</sup>. 前人基于国产铰链六面顶压机对一级压腔内部压力传递与密封情况进行了系列研究, 包括压腔内部压力分布的理论模拟<sup>[31]</sup>; 采用 Bi, Tl, Ba 等标压物质原位测量压腔内部压力梯度<sup>[30]</sup>; 对叶腊石密封边流变行为和受力情况的模拟分析<sup>[28,32]</sup>; 采用粉末电极法原位测量密封边压力在加载及卸载过程中的变化情况<sup>[33]</sup>; 对叶腊石高压加热相变的研究等<sup>[34]</sup>. 但到目前为止, 对一级压腔中围压材料的传压效率和密封性能的评估依旧缺乏系统的实验方法和定量的物理判据. 因此, 建立一套评估围压材料传压效率与密封性能的实验方法和物理判据, 有利于进一步发展国产铰链式六面顶压机一级压腔技术, 同时也有助于降低叶腊石矿源紧缺导致的相关行业风险<sup>[35]</sup>.

在两面顶大腔体静高压装置中, 南非叶腊石常被用作人造金刚石等超硬材料生产工艺中的传压介质和密封材料<sup>[22]</sup>. 由于生产工艺不同和设备性能的差异, 南非叶腊石原矿难以直接应用在基于国产铰链式六面顶压机的超硬材料生产工艺中, 本文按照国内(门头沟)叶腊石粉压块的成型工艺, 制备出了两种南非叶腊石粉压块(A和B), 并通过系列实验测试, 比较了3种叶腊石粉压块(国产门头沟叶腊石粉压块、南非叶腊石粉压块A及B)的传压效率与密封性能. 实验结果表明, 本工作所用测试方法可以有效评估立方型大腔体高压装置中围压材料的传压效率和密封性能, 获得了一种能与国内叶腊石粉压块传压效率和密封性能相当的替代材料, 并分析讨论了立方型大腔体压机中的压力发生效率和密封的力学机理.

## 2 实验方法

### 2.1 实验设备及叶腊石粉压块的制备与表征

实验所用国产铰链式六面顶压机, 缸径为420 mm, 单个液压缸最大油压时加载力为14 MN, 压砧在叶腊石上的作用面边长为23.5 mm. 实验前按照相同工艺压制出同尺寸的立方型叶腊石粉压块, 立方块边长为32.5 mm. 国产黄色叶腊石粉压块(以下统称黄色叶腊石), 块体密度为2.61 g/cm<sup>3</sup>(由密度公式 $\rho = M/V$ 计算得到), 原料产自北京门头沟; 南非叶腊石A粉压块(以下统称南非A), 块体密度: 2.67 g/cm<sup>3</sup>, 原矿购自南非; 南非叶腊石

B粉压块(以下统称南非B), 块体密度: 2.61 g/cm<sup>3</sup>, 购自南非与南非A不同的矿源. 实验前, 所有的叶腊石粉压块均被置于120 °C的温度下在空气中烘烤8 h, 图1(a)—(c)展示了以上3种叶腊石粉压块的断面扫描电子显微镜(SEM)图和光学照片, 图1(d)为实验前这3种叶腊石粉压块的X射线衍射(XRD)图谱. 从叶腊石的断面SEM图可以看出: 这3种叶腊石粉压块颗粒之间的结合致密, 没有大的孔隙出现. 从XRD图谱可知黄色叶腊石、南非A、南非B的成分基本相同, 其中黄色叶腊石与南非B的相组成更为接近.

### 2.2 常温下叶腊石传压效率的测量方法

在高温高压装置中, 传压介质的压力传递效率可定义为传入腔体内部的压力与外部加载力的比值. 因固态传压介质的弹塑性行为以及高压腔体的力学结构, 作用于高压腔体的部分外部机械加载力会被传压介质耗散, 所以在相同几何形状的压腔中, 不同围压材料因弹性与流变行为的不同, 其压力传递效率存有差别. 但是由于高压腔体力学结构的不规则以及传压介质复杂的流变行为, 难以通过模拟计算得出围压材料的真实压力传递效率. 国产铰链式六面顶压机是通过控制6个工作油缸中的油压使WC-Co压砧从6个方向同时向三维笛卡尔坐标系原点推进来实现压力加载<sup>[30]</sup>, 6个工作油缸具有相同油压且油压值能精确测量, 所以可以将外部的机械加载力简化为单个油缸的油压加载值, 通过比较相同的加载油压下高压腔中叶腊石内部同一位置的应力, 以此对比出不同叶腊石的传压效率. 实验采用Bi, Tl, Ba等标压物质结合四线法对3种同尺寸的叶腊石立方块中心位置压力( $P_c$ )进行原位标定, Bi, Tl, Ba被制成长约5 mm, 宽约0.5 mm, 厚约0.04 mm的金属丝. 叶腊石立方块的边长为32.5 mm, 将两个相同的叶腊石立方块切割加工成高度为16.25 mm的一对叶腊石块, 并在其中一个叶腊石块表面布上电极, 如图2(a)所示, 叶腊石内部的导电极为两块尺寸相同且带直角的铜质薄片, 铜片的厚度为0.2 mm, 标压物质被放在叶腊石的中心位置处且与铜片的直角处接触. 铜片另一端与顶锤(与压机机体电绝缘)接触后连接至外部电路, 图2(b)为外部电路连接示意图. 恒流源用于向标压物质输入持续稳定的电流, 多通道记录仪用于监测标压物质两端的电压信号. 随着设备压缸加载油压的增大, 叶腊石被挤压至致

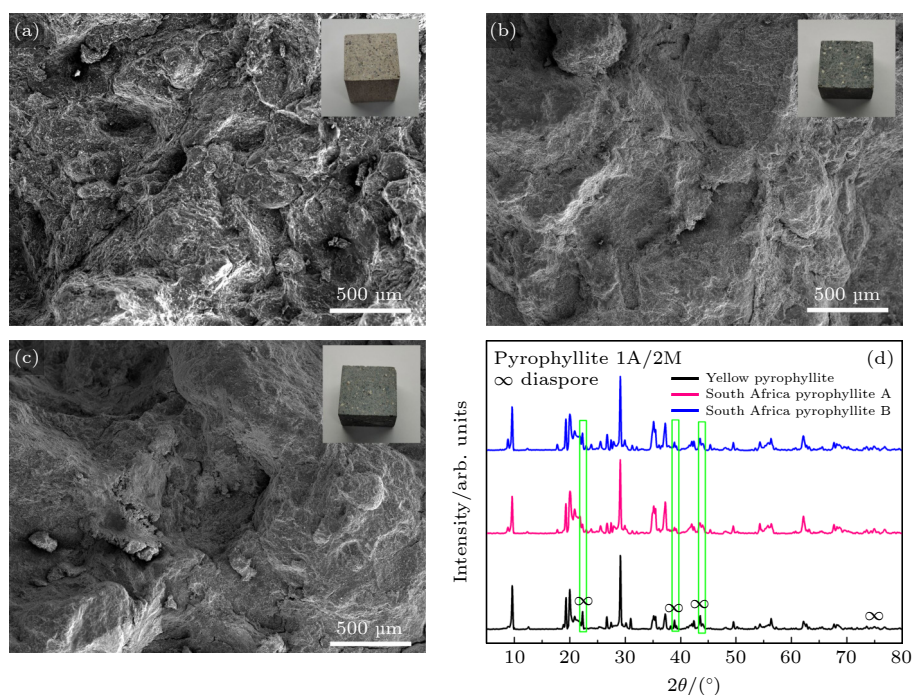


图 1 叶腊石粉压立方块的光学照片、断面 SEM 图及 XRD 衍射谱 (a) 黄色叶腊石; (b) 南非 A; (c) 南非 B; (d) 3 种叶腊石的 XRD 检测结果

Fig. 1. Optical photos, cross section SEM and XRD spectrum of pyrophyllite powder pressing block: (a) Yellow pyrophyllite; (b) South Africa pyrophyllite A; (c) South Africa pyrophyllite B; (d) XRD results of three pyrophyllite powder pressing block.

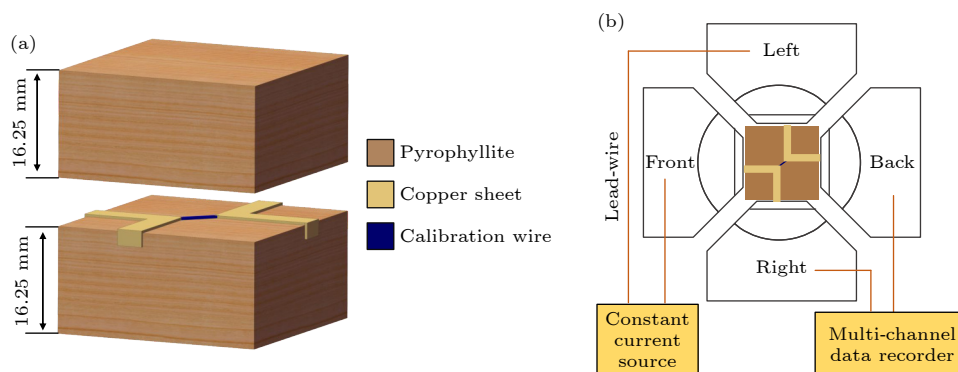


图 2 常温压力标定实验组装示意图及电路图 (a) 内部电路图及实验组装示意图; (b) 外部电路图

Fig. 2. Assembly diagram and circuit diagram of the normal temperature pressure calibration experiment: (a) Internal circuit and schematic diagram of assembly; (b) external circuit.

密化的同时将压力传递至叶腊石块的中心位置, 标压物质受到压力作用产生相变并伴随有电阻突变的现象. 多通道记录仪可记录下因电阻突变导致的电压信号变化情况和此时的油压加载值, 因 Bi, Tl, Ba 等物质的相变压力点已由前人测出 [36-38], 由此便可建立加载油压与叶腊石立方块中心位置压力的对应关系.

### 2.3 高温下叶腊石传压效率的测量方法

叶腊石在高温高压的环境下会产生不可逆相变, 具有较复杂的加热相变过程 [34,39]. 在人造金刚

石的高温组装内常放置白云石套管用于保温和传压, 在高压合成过程中腔体内的部分热量会溢出, 并在叶腊石内形成不均匀的温度场 [40]. 叶腊石在高压及不均匀温度场下相变生成不同的产物, 这些相变产物往往具有不同的热膨胀系数和硬度, 进而导致高压腔内的压力产生变化, 影响到高压合成 [34,39,41]. 因此叶腊石的高温传压性能也是评估叶腊石使用性能的重要参数. 本实验采用银熔点法标定不同叶腊石作密封材料时高温腔体中心位置处的压力, 并在每次压力标定实验中使腔体中心最高温度达到

( $1650 \pm 10$ ) °C. 银的熔点是压力的函数, 其随压力变化的实验数据已通过高压原位差热分析法获得<sup>[38,42]</sup>, 银熔化时会产生相变潜热使其固-液转变过程中内部温度保持恒定, 因此结合热电偶原位测温技术可以获得不同加载油压下腔体中心压力. 图 3(a) 展示了压力标定组装的示意图, 银粉被压制成圆柱形块体置于样品腔中心, B 型热电偶 (Pt6%Rh-Pt30%Rh) 被  $\text{Al}_2\text{O}_3$  包裹用于测量银样品中心处的温度. 温度值及温度变化曲线通过多通道记录仪进行记录. 实验时, 首先将设备的加载油压升至某个固定值并保压, 然后通过上下的 WC-Co 顶锤向碳质组装件输入恒定增长的功率, 利用碳管的发热实现对合成腔体的加热, 最后通过已有的银熔点与压力对应关系, 建立起加载油压与腔体中心压力的对应关系. 图 3(b) 展示了 50 MPa 油压加载下黄色叶腊石作密封材料时所得到的银样品中心的温度变化曲线, 可以看出银的熔化温度为 1230 °C, 对应的

腔体中心压力为 5 GPa<sup>[24]</sup>.

### 2.4 原位测量叶腊石密封边压力的方法

实验采用粉末电极法对叶腊石密封边的压力 ( $P_g$ ) 进行原位标定<sup>[12,25]</sup>. 图 4 是密封边压力标定的原理示意图. 将边长为 32.5 mm 的叶腊石立方块加工成不同尺寸的叶腊石块体, 如图 4(b) 所示. 在垂直于中间叶腊石块的斜切面打 4 个孔, 将铜线和铜粉放入孔里作为导电电极, 在中间的两个孔之间放置标压物质, 标压物质通过铜片与内部导电电极相连, 内部电路图如图 4(c) 所示. 每个孔中铜柱的一端与铜粉相接触, 另一端与叶腊石底部的铜片相接触, 铜片再与外部的 WC 顶锤相接触形成回路, 其外部电路图如图 4(a) 所示. 完成内部电路的布置后, 将 3 个叶腊石块合在一起形成完整的立方块, 然后置于铰链式六面顶压机的压腔中进行实验. 该电阻测量方法中铜粉会随叶腊石密封边一起流变,

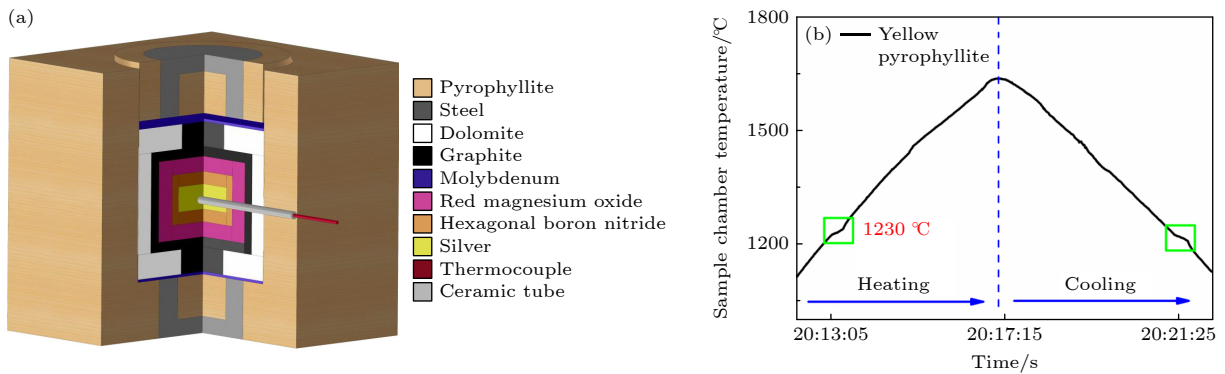


图 3 高温压力标定实验组装示意图及标定结果 (a) 实验组装; (b) 50 MPa 油压加载下黄色叶腊石作密封材料时的压力标定结果  
Fig. 3. Assembly diagram and calibration results of high-temperature pressure calibration experiment: (a) Assembly diagram; (b) pressure calibration results of yellow pyrophyllite as sealing material under 50 MPa oil pressure loading.

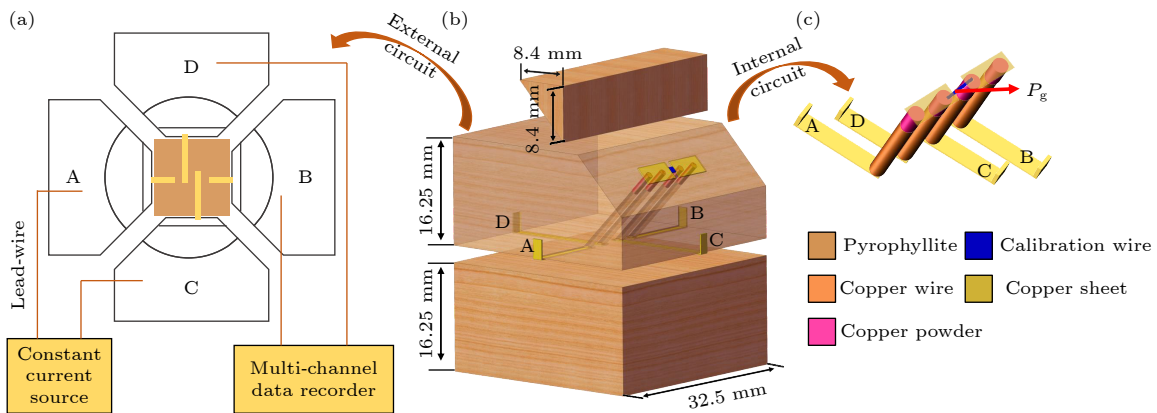


图 4 密封边压力标定实验原理图 (a) 外部电路图; (b) 实验组装示意图; (c) 内部电路图

Fig. 4. Schematic diagram of sealing edge pressure calibration experiment: (a) External circuit; (b) experimental assembly diagram; (c) internal circuit.

有效地保证整个电路的导通. 所用标压物质为 Bi, Tl, Ba, 本实验利用此方法原位标定了以上 3 种叶腊石密封边同一位置处的压力.

### 3 结果与讨论

#### 3.1 叶腊石的压力传递效率对比

图 5(a) 展示了常温下黄色叶腊石、南非 A、南非 B 中心位置处压力与加载油压的对应关系. 随着加载油压的升高, 这 3 种叶腊石粉压块中心位置处的压力都在不断增大, 并且其上升趋势逐渐变缓. 相同的加载油压值, 不同叶腊石粉压块中心位置处的压力相近, 它们之间的差值都小于 0.1 GPa, 这说明在室温环境下它们的压力传递效率非常相近. 图 5(b) 展示了有高温作用时不同叶腊石粉压块作传压密封材料腔体中心位置处的压力测量结

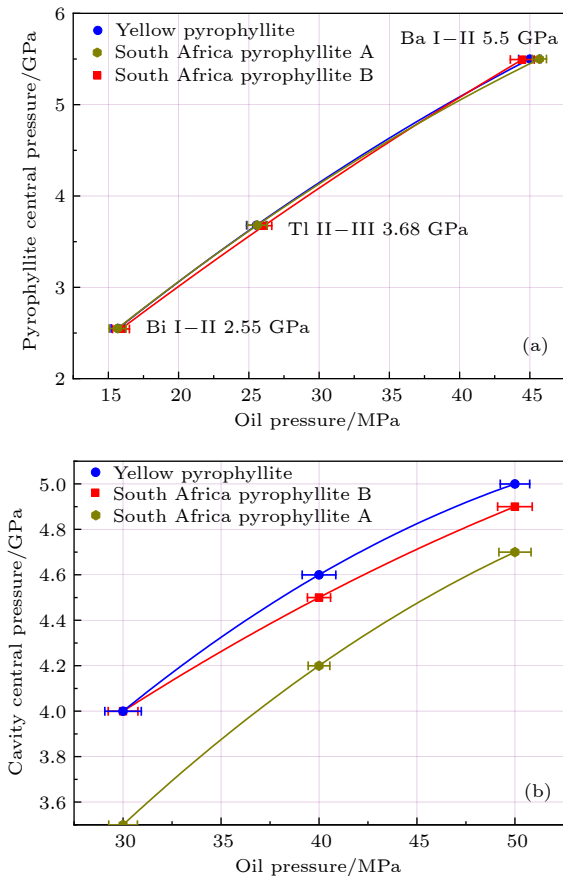


图 5 叶腊石立方块中心压力与加载油压之间的对应关系 (a) 室温压力标定结果; (b) 高温压力标定结果

Fig. 5. Corresponding relationship between central pressure and loading oil pressure of pyrophyllite cube: (a) Pressure calibration results at room temperature; (b) pressure calibration results at high temperature.

果. 可以看出, 在相同的油压加载下南非 A 作外层传压密封材料时腔体中心位置的压力低于黄色叶腊石作外层传压密封材料时腔体中心位置的压力, 它们最大的压力差值达到 0.5 GPa. 而南非 B 作外层传压密封材料时, 腔体中心位置的压力与黄色叶腊石作外层传压密封材料时腔体中心位置的压力差值相对较小, 其最大差值为 0.1 GPa, 表明黄色叶腊石与南非 B 在有高温作用下传压性能相差较小, 且两者在有高温作用时传压性能皆优于南非 A. 这可能是因为相比于其他两种叶腊石, 南非 A 中的硬水铝石含量较低 (见图 1(d) XRD 图). 硬水铝石的硬度大于叶腊石, 高含量硬水铝石更利于高温下压力的传递.

#### 3.2 叶腊石的密封性能对比

在国产铰链式六面顶压机中, 叶腊石的压力传递和密封的过程: 随着设备油压的加载, 6 个立方砧面顶锤从不同方向同时挤压叶腊石块, 叶腊石受到挤压力后会产生体积塌缩和挤压流变等力学行为, 此时与顶锤砧面接触的叶腊石体积被压缩逐步致密化进而实现压力向内的传递, 未与顶锤砧面接触的叶腊石受挤压后流变到顶锤之间形成密封边, 实现对压腔内部压力的密封. 图 6(a), (b) 分别为在六面顶压机中加压前后叶腊石流变行为的原理示意图 [25].

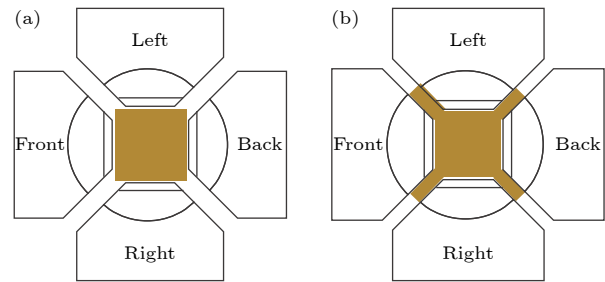


图 6 加压前后叶腊石流变行为的原理示意图 (a) 加压前; (b) 加压后

Fig. 6. Schematic diagram of the rheological behavior of pyrophyllite before and after compression: (a) Before compression; (b) after compression.

图 7(a), (b) 展示了用 Bi, Tl, Ba 标定升降阶段黄色叶腊石中心位置压力 ( $P_c$ ) 与密封边处的压力 ( $P_g$ ) 的结果. 从图 7(a) 可知升压过程压力的传递可分为两个阶段: 第 1 个阶段为高效压力传输阶段, 该阶段从油压刚开始加载起到叶腊石密封边压力增大到与中心位置处的压力相等为止, 随着顶锤

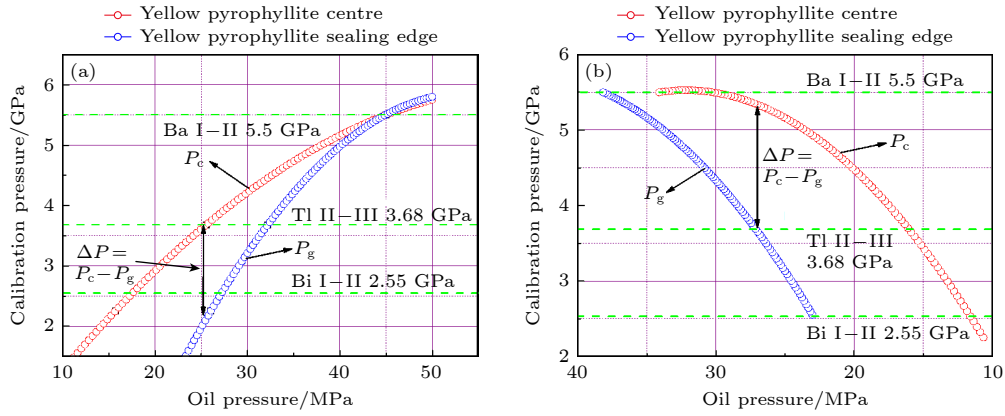


图 7 黄色叶腊石中心位置的压力 ( $P_c$ ) 和密封边处的压力 ( $P_g$ ) 与加载油压的对应关系 (a) 升压过程; (b) 降压过程  
 Fig. 7. Pressure ( $P_c$ ) at the center and the sealing edge ( $P_g$ ) of yellow pyrophyllite correspond to the loading oil pressure: (a) Compress; (b) decompression.

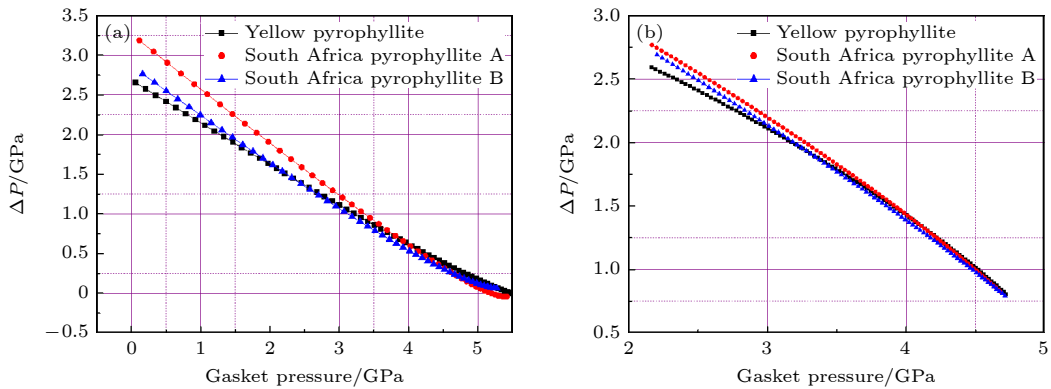


图 8  $\Delta P$  随密封边压力的变化曲线 (a) 升压过程; (b) 降压过程  
 Fig. 8. Variation curve of  $\Delta P$  with gasket pressure: (a) Compress; (b) decompression.

的持续推进中心位置处的压力始终大于密封边处的压力, 外部加载力能不断传入叶腊石的内部, 但是  $\Delta P$  ( $\Delta P = P_c - P_g$ ) 在逐渐减小, 这说明外部的加载力越来越难以传入腔体内部. 第 2 个阶段为低效传压阶段, 该阶段为叶腊石密封边压力与中心位置处的压力相等之后的阶段, 在该阶段  $\Delta P < 0$ , 随着加载油压的上升,  $P_g$  上升速度远大于  $P_c$ , 此时外部加载力主要作用在密封边上, 用于抵消叶腊石与顶锤的静摩擦力以及叶腊石密封边内部的内摩擦力, 外部的机械加载力大部分耗散在叶腊石密封边处, 使得  $P_c$  难以继续提升. 图 7(b) 展示了卸压过程中黄色叶腊石  $P_c$  与  $P_g$  随油压的变化情况, 卸压过程中当密封边压力值下降到 2.55 GPa 之前,  $P_g$  的下降速度远大于  $P_c$ , 随着油压的下降,  $\Delta P$  逐渐增大.

根据以上分析可知, 在升压和降压过程中, 压力差值  $\Delta P$  可用于判定叶腊石的密封性能. 升压过程中  $\Delta P$  逐渐减小, 密封边压力快速增大, 当  $\Delta P$

变为负值时, 密封边的压力大于中心的压力, 腔体内压力虽难以进一步提升, 但此时更有利于对腔体压力密封, 但同时也影响到高压腔体的压力极限. 降压过程中  $\Delta P$  逐渐增大, 此时腔体内部的压力远大于密封边处的压力,  $\Delta P$  越大越易造成压力密封失效. 图 8 展示了升降压过程三种叶腊石粉末块中心位置处与密封边位置处的压力差值  $\Delta P$  随密封边压力变化的情况, 无论是升压过程还是降压过程, 南非 B 作围压密封材料时  $\Delta P$  变化情况 (蓝色线) 与黄色叶腊石作围压密封材料时  $\Delta P$  变化情况 (黑色线) 更相近. 这说明南非 B 与黄色叶腊石的密封性能更相近.

## 4 结 论

本文针对立方大腔体压机所用的叶腊石, 以自制的 3 种叶腊石作为样品, 建立了一套系统实验评估方法, 该套方法能有效地获得定量物理判据去评估立方型大腔体静高压装置中围压密封材料的传

压效率及密封性能. 该方法包括采用 Bi, Tl, Ba 等标压物质结合四线法及粉末电极法原理, 原位标定叶腊石作围压密封材料时腔体中心位置处和密封边位置处的压力, 用于判定叶腊石的常温传压效率与密封性能; 采用银熔点法标定高温作用时叶腊石的传压效率, 用于判定叶腊石的高温传压效率. 实验结果表明, 相比于南非 A, 南非 B 与黄色叶腊石具有相当的常温/高温传压效率和密封性能, 南非 B 具有替代国内叶腊石且不改变国内现有超硬材料合成工艺成为传压介质和密封材料的潜力.

## 参考文献

- [1] Wang H K, He D W, Xu C, Guan J W, Wang W D, Kou Z L, Peng F 2013 *Chin. J. High Pressure Phys.* **27** 633 (in Chinese) [王海阔, 贺端威, 许超, 管俊伟, 王文丹, 寇自力, 彭放 2013 高压物理学报 **27** 633]
- [2] Peng F, He D W 2018 *Chin. J. High Pressure Phys.* **32** 010105 (in Chinese) [彭放, 贺端威 2018 高压物理学报 **32** 010105]
- [3] Cui X R, Fang X H, Xing Y 2021 *Superhard Mater. Eng.* **33** 39 (in Chinese) [崔祥仁, 方啸虎, 邢英 2021 超硬材料工程 **33** 39]
- [4] He D W, Zhao Y S, Sheng T D, et al. 2003 *Rev. Sci. Instrum.* **74** 3012
- [5] Yan X Z, He D W, Xu C, Ren X T, Zhou X L, Liu S Z 2012 *High Press. Res.* **32** 482
- [6] Fang L M, He D W, Chen C, Ding L, Luo X J 2007 *High Press. Res.* **27** 367
- [7] Liu X, Chen J L, Tang J J, He Q, Li S C, Peng F, He D W, Zhang L F, Fei Y W 2012 *High Press. Res.* **32** 239
- [8] Hu Q W, Fang L M, Li Q, et al. 2019 *High Press. Res.* **39** 655
- [9] Wang H K, Ren Y, He D W, Xu C 2017 *Acta Phys. Sin.* **66** 090702 (in Chinese) [王海阔, 任瑛, 贺端威, 许超 2017 物理学报 **66** 090702]
- [10] Wang H K, He D W 2012 *High Press. Res.* **32** 186
- [11] Wang Y P, Kou Z L, Zhang J W, Chen S J, Zhang L, Peng B, Zhao M X, Jiang M L, Yin X S, He D W 2020 *Rev. Sci. Instrum.* **91** 035119.
- [12] Yan X Z, Ren X T, He D W 2016 *Rev. Sci. Instrum.* **87** 125006
- [13] Li S Q, He D W, Zhang J W 2022 *Physics* **51** 228 (in Chinese) [李帅琦, 贺端威, 张佳威 2022 物理 **51** 228]
- [14] Zhang J W, Li Q, Wang J P, He D W 2019 *Chin. J. High Pressure Phys.* **33** 020105 (in Chinese) [张佳威, 李强, 王俊普, 贺端威 2019 高压物理学报 **33** 020105]
- [15] Wan Q, He D W, Liu J, Liu F M, Ding W, Ma Y G, Liu T, Li Y Y, Wu J J, Zhang J W, Kou Z L 2017 *Chin. J. High Pressure Phys.* **31** 511 (in Chinese) [王强, 贺端威, 刘进, 刘方明, 丁未, 马迎功, 刘腾, 李媛媛, 吴京军, 张佳威, 寇自力 2017 高压物理学报 **31** 511]
- [16] Wang W D, He D W, Wang H K, Wang F L, Dong H N, Chen H H, Li Z Y, Zhang J, Wang S M, Kou Z L, Peng F 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 3107 (in Chinese) [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 2010 物理学报 **59** 3107]
- [17] 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 (in Chinese) [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]
- [18] He Q, Tang J J, Wang F, Liu X 2014 *Chin. J. High Pressure Phys.* **28** 145 (in Chinese) [何强, 唐俊杰, 王霏, 刘曦 2014 高压物理学报 **28** 145]
- [19] Guan J W, He D W, Wang H K, Peng F, Xu C, Wang W D, Wang K X, He K 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 100701 (in Chinese) [管俊伟, 贺端威, 王海阔, 彭放, 许超, 王文丹, 王凯雪, 贺凯 2012 物理学报 **61** 100701]
- [20] Zhang W X, Liang B Y, Li Q Q 2021 *Superhard Mater. Eng.* **33** 30 (in Chinese) [张旺玺, 梁宝岩, 李启泉 2021 超硬材料工程 **33** 30]
- [21] Wang M Z 2020 *Diamond Abrasives Eng.* **40** 1 (in Chinese) [王明智 2020 金刚石与磨料磨具工程 **40** 1]
- [22] Xie G Z, Wang S B, Li B, Wu R L, Chen L F, Xu S H 1998 *Diamond Abrasives Eng.* **3** 7 (in Chinese) [谢光灼, 王绍斌, 李波, 吴瑞良, 陈立舫, 徐珊慧 1998 金刚石与磨料磨具工程 **3** 7]
- [23] Shi B, Liu X, Xin M M, Lin Y H, Zhao Y P, Liu Q F 2017 *Coal Geol. Explor.* **45** 25 (in Chinese) [史斌, 刘鑫, 辛蜜蜜, 林元惠, 赵云鹏, 刘钦甫 2017 煤田地质与勘探 **45** 25]
- [24] Xu Y H, Zhao M Y 1995 *J. Guangdong Univ. Technol.* **12** 72 (in Chinese) [许钦豪, 赵美玉 1995 广东工学院学报 **12** 72]
- [25] Gatta G D, Lotti P, Merlini M, Liermann H P, Lausi A, Valdrè G, Pavese A 2014 *Phys. Chem. Miner.* **42** 309
- [26] Chen L Y, Liu X R, Wu X H, Su L, Hong S M 2004 *Jewelry Science and Technology* **16** 6 (in Chinese) [陈丽英, 刘秀茹, 吴学华, 苏磊, 洪时明 2004 珠宝科技 **16** 6]
- [27] Zhang W 2017 *Met. Mine* **8** 1 (in Chinese) [张巍 2017 金属矿山 **8** 1]
- [28] Zheng R S, Wang D W, Fang X H 2011 *Nonferrous Metals* **63** 219 (in Chinese) [郑日升, 王大伟, 方啸虎 2011 有色金属工程 **63** 219]
- [29] Jia P, Liu Q K, Zhang F L, Hu L Y, Wu D Y, Wang F F, Ding J 2015 *Superhard Mater. Eng.* **27** 34 (in Chinese) [贾攀, 刘乾坤, 张凤莲, 胡来运, 吴定雨, 王飞飞, 丁建 2015 超硬材料工程 **27** 34]
- [30] Wang H K, He D W, Yan X Z, Xu C, Guan J W, Tan N, Wang W D 2011 *High Press. Res.* **31** 581
- [31] Li R, Xu B J, Zhang Q C, Gu X, Zheng G L, Ma H A, Jia X P 2016 *High Press. Res.* **36** 575
- [32] Liu Q K, Zhao P, Wu D Y, Zan Y N, Wu Z J, Wang W K 2019 *Superhard Mater. Eng.* **31** 16 (in Chinese) [刘乾坤, 赵鹏, 吴定雨, 咎亚男, 武周军, 王卫康 2019 超硬材料工程 **31** 16]
- [33] Zhang J W, Liu F M, Wu J J, et al. 2018 *Rev. Sci. Instrum.* **89** 075106
- [34] Wei C D, Zhao F, Ma H W, Li J H, Yang D F, San G Z 2005 *J. Jilin Univ., Earth Sci. Ed.* **35** 150 (in Chinese) [魏存弟, 赵峰, 马鸿文, 李金洪, 杨殿范, 三国彰 2005 吉林大学学报(地球科学版) **35** 150]
- [35] Xu W X, Li H, Guo T Z, Guo H 2003 *Mineral Resources and Geology* **17** 242 (in Chinese) [徐文焯, 李衡, 郭陀珠, 郭桦 2003 矿产与地质 **17** 242]
- [36] Boren M D, Babb S E, Scott G J 1965 *Rev. Sci. Instrum.* **36** 1456
- [37] Decker D L, Bassett W A, Merrill L, Hall H T, Barnett J D 1972 *J. Phys. Chem. Ref. Data* **1** 773
- [38] Cohen L H, Klement W, Kennedy G C 1966 *Phys. Rev.* **145** 519
- [39] Zhang Z Y, Wang L 1998 *J. Chin. Silic. Soc.* **26** 618 (in Chinese) [张振禹, 汪灵 1998 硅酸盐学报 **26** 618]
- [40] Xu Y, Chen X D, Hao Z Y 2007 *Diamond Abrasives Eng.* **6** 76 (in Chinese) [徐跃, 陈晓东, 郝兆印 2007 金刚石与磨料磨具工程 **6** 76]
- [41] Chen D M, Jiang Z C, Zhang H F 1991 *J. Mineral. Petrol.* **2** 45 [陈大梅, 姜泽春, 张惠芬 1991 矿物岩石 **2** 45]
- [42] Akella J, Kennedy G C 1971 *J. Geophys. Res.* **76** 496

# Research on pressure transmission and sealing performance of pyrophyllite in a cubic large chamber static high-pressure device

Tian Yi #    Du Ming-Hao #    Zhang Jia-Wei    He Duan-Wei †

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

( Received 3 July 2023; revised manuscript received 8 September 2023 )

## Abstract

Owing to the need for a hydrostatic high-pressure cubic large cavity (hexahedral top) press used in high-pressure research and production of superhard material, two kinds of pyrophyllite powder compacts (A and B) from pyrophyllite mine in South Africa are prepared, and compared with the domestic yellow pyrophyllite powder compacts (Mentougou, Beijing) produced by the same process, to establish experimental methods and physical criteria for evaluating the pressure transmission and sealing performance of pyrophyllite. During the experiment, standard pressure materials such as Bi, Tl, and Ba are used to *in-situ* calibrate the pressure at the central positions and sealing edges of the pyrophyllite pressure chambers from the three aforementioned compacts under normal pressure conditions. Additionally, the silver melting point method is employed to obtain the corresponding relationship between chamber pressure at high temperature and system loading when using these three types of pyrophyllite as load-transmitting sealing materials. The results show that under the same hydraulic pressure loading, the difference in pressure at the central position between South African pyrophyllite B powder blocks and domestically produced pyrophyllite powder blocks does not exceed 0.1 GPa. Furthermore, in pressurization process and depressurization processes, the differences in pressure between the central position and the sealing edge of the pyrophyllite blocks are notably similar. Compared with South African pyrophyllite A powder blocks, pyrophyllite B powder blocks exhibit a closer resemblance to domestically produced pyrophyllite powder blocks in terms of high-temperature load transmission and sealing performance. Pyrophyllite B powder blocks from South Africa have the potential to serve as a substitute for domestically produced pyrophyllite without changing the existing superhard material synthesis process, making them promising candidates for use as load-transmitting media and sealing materials. These research findings hold significant academic importance in the realms of high-pressure research and superhard material production. They provide valuable insights into the selection of suitable transmission and sealing materials and the optimization of high-pressure experimental conditions. Additionally, this study presents robust method and criteria for experimental procedures and performance assessment.

**Keywords:** large-volume cubic static high-pressure apparatus, high temperature and high pressure, pyrophyllite, sealing performance, pressure transmission efficiency

**PACS:** 91.60.Gf, 62.50.-p, 07.05.Fb, 73.43.Fj

**DOI:** [10.7498/aps.73.20231087](https://doi.org/10.7498/aps.73.20231087)

# These authors contributed equally.

† Corresponding author. E-mail: [duanweibe@scu.edu.cn](mailto:duanweibe@scu.edu.cn)

## 立方大腔体静高压装置中叶腊石的传压及密封性能研究

田毅 杜明浩 张佳威 贺端威

### Research on pressure transmission and sealing performance of pyrophyllite in a cubic large chamber static high-pressure device

Tian Yi Du Ming-Hao Zhang Jia-Wei He Duan-Wei

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 73, 019101 (2024) DOI: 10.7498/aps.73.20231087

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.73.20231087>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn>

### 您可能感兴趣的其他文章

#### Articles you may be interested in

#### 稠密流体氮高温高压相变及物态方程

Phase transition and equation of state of dense liquid nitrogen at high temperature and high pressure

物理学报. 2022, 71(15): 158701 <https://doi.org/10.7498/aps.71.20220124>

#### 高温高压下金刚石大单晶研究进展

Research progress of large diamond single crystals under high pressure and high temperature

物理学报. 2020, 69(23): 238101 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200692>

#### 巴黎-爱丁堡压机中子衍射高压下温度加载实验

Experimental study of simultaneous high-temperature and high-pressure assembly of Paris-Edinburgh press for neutron diffraction

物理学报. 2022, 71(15): 156101 <https://doi.org/10.7498/aps.71.20220419>

#### 基于PE型压机中子衍射高温高压组装的优化设计与实验验证

Optimal design and experimental verification of high-temperature and high-pressure assembly of neutron diffraction based on PE-type press

物理学报. 2020, 69(22): 226101 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200832>

#### 方镁石高压结构预测和高温结构稳定性研究

High-pressure structure prediction and high-temperature structural stability of periclase

物理学报. 2019, 68(12): 126201 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190204>

#### 硼硫协同掺杂金刚石的高压合成与电学性能研究

Synthesis of diamond co-doped with B and S under high pressure and high temperature and electrical properties of the synthesized diamond

物理学报. 2019, 68(9): 098101 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190133>