



八面腔压机中一定尺寸的二级压砧上运行的最大组装

戴逸 王文丹 法志湘 王路 王菊 梁策 李星翰

Maximum multianvil cell assembly running on WC anvils with certain size

Dai Yi Wang Wen-Dan Fa Zhi-Xiang Wang Lu Wang Ju Liang Ce Li Xing-Han

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 70, 144702 (2021) DOI: 10.7498/aps.70.20210006

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.70.20210006>

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

基于巴黎-爱丁堡压机的高压中子衍射技术

High-pressure neutron diffraction techniques based on Paris-Edinburgh press

物理学报. 2019, 68(11): 116101 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190179>

六面顶压机立方压腔内压强的定量测量及受力分析

Force analysis and pressure quantitative measurement for the high pressure cubic cell

物理学报. 2017, 66(9): 090702 <https://doi.org/10.7498/aps.66.090702>

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>

基于同步光解的OH自由基标定方法

Calibration source for OH radical based on synchronous photolysis

物理学报. 2020, 69(9): 090701 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200153>

高压下非铅双钙钛矿 Cs_2TeCl_6 的结构和光学性质

Evolutions of structural and optical properties of lead-free double perovskite Cs_2TeCl_6 under high pressure

物理学报. 2020, 69(21): 218801 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200988>

铷-氙气室原子磁力仪系统磁场测量能力的标定

Calibration of magnetic field measurement capability of rubidium-xenon vapor cell atomic magnetometer

物理学报. 2019, 68(16): 160701 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190868>

八面腔压机中一定尺寸的二级压砧上运行的最大组装*

戴逸 王文丹[†] 法志湘 王路 王菊 梁策 李星翰

(西南交通大学物理科学与技术学院, 高温高压研究所, 成都 610031)

(2021 年 1 月 2 日收到; 2021 年 2 月 16 日收到修改稿)

自八面腔静高压装置问世以来, 一定尺寸的二级压砧上可获得的最大腔体体积一直是一个被忽略的问题. 本工作通过八面体压腔的密封简化模型, 计算出加载后密封边可流动空间的最大体积, 进而确定出一定尺寸的二级压砧上可运行的最大腔体组装, 并以边长为 25.4 mm 的二级压砧为例, 计算了不同八面体边长与立方块截角边长的组合 (八面体传压介质边长/二级压砧截角边长为 18/11 和 25/17 组装), 不同八面体初始形状 (八面体倒棱与否) 加载后的密封边可流动空间的最大体积, 并根据计算结果选定预密封条尺寸. 在边长为 25.4 mm 的碳化钨立方块上, 以叶腊石八面体为传压介质, 对 18/11 和 25/17 组装进行压力标定实验. 实验结果表明本工作中关于密封边体积的计算结果成立, 同时在 25.4 mm 的碳化钨二级压砧上实现了 25/17 组装的稳定运行, 获得接近厘米级的样品腔尺寸.

关键词: 八面腔静高压装置, 密封边, 压力标定

PACS: 47.80.Fg, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.70.20210006

1 引言

八面腔静高压装置可以实现数十 GPa 的高压和厘米级的样品, 目前被广泛用于地球行星科学、高压科学、材料学等领域和新型超硬材料的工业生产中. 球分割八面腔静高压装置最早由 Kawai 和 Endo^[1] 报道. 1987 年 Ohtani 等^[2] 将球分割装置改为 8 个带截角的立方块所组成的二级增压单元, 然后放入整体外形为圆柱状的一级压砧所围成的立方体空间中, 整个装置采用两面顶压机进行加载; 1992 年 Irifune 等^[3] 在该装置上采用碳化钨材质的压砧, 产生了约 30 GPa 的腔体压力. 1990 年 Walker 等^[4] 将一级压砧改为分裂型圆筒状装置, 最近 Shang 等^[5] 在 Walker 型压机上利用国产新型碳化

钨压砧产生了约 35 GPa 以上的压力. 王福龙等^[6,7] 将二级增压单元移植到铰链式六面顶压机上, 将之前基于两面顶的单轴加载改进为三轴加载. 此外在更换二级压砧的材质以获得更高腔体压力的研究方面, Ohtani 等^[8] 曾使用聚晶金刚石材质的二级压砧获得了约 41 GPa 的腔体压力, 之后 Yamazaki 等^[9] 又将聚晶金刚石材质的二级压砧组成的八面腔压机的腔体压力提高至 100 GPa 以上. 2019 年 Irifune 等^[10] 使用纳米聚晶金刚石材质的二级压砧获得了约 88 GPa 的腔体压力.

在更高压力下获得更大尺寸的样品是高压装置技术发展的一贯目标. 对于八面腔静高压装置而言, 大的样品体积意味着更大尺寸的二级压砧. 目前有报道的大尺寸八面腔组装并不多. 2004 年 Frost 等^[11] 在边长为 54 mm 的碳化钨二级压砧

* 国家自然科学基金 (批准号: 51402245, 11902276) 和冲击波物理与爆炸物理国防科技重点实验室基金 (批准号: JCKYS2019212007) 资助的课题.

[†] 通信作者. E-mail: wendan.wang@yahoo.com

上, 对 18/8, 18/11, 25/15, 25/17(八面体传压介质边长/二级压砧截角边长) 等组装进行了压力标定, 并获得直径约为 5 mm 的样品腔体. 2011 年 Shatskiy 等^[12,13]在边长为 47 mm 的二级压砧上, 对 18/11 等组装进行压力标定, 并获得约 60 mm³ 的样品体积. 近几年四川大学采用较大尺寸的二级压砧在 36/20 组装上获得直径大于 1 cm 的样品^[14–16].

在大腔体压机上获得更大的样品尺寸会受到多种因素的制约, 这一点在八面腔静高压装置上尤为明显. 例如: 压机加载吨位, 二级压砧尺寸, 二级压砧立方块的截角尺寸, 传压介质的材料、尺寸、致密度, 预密封条的材料、尺寸等各种因素. 以碳化钨材质为二级压砧的八面腔压机通过使用更大尺寸的二级压砧可实现较大的腔体体积. 但是大尺寸碳化钨二级压砧的价格是小尺寸二级压砧价格的数倍以上, 并且大尺寸二级压砧还有使用寿命的问题. 一般通过粉末烧结制成的碳化钨二级压砧, 尺寸越大, 其使用寿命越短. 这极大限制了大尺寸腔体的八面腔压机在工业生产中的运用. 此外聚晶金刚石材质的二级压砧能产生更高的腔体压力^[8,9], 但是由于制造工艺和成本的限制, 很难获得较大尺寸的聚晶金刚石二级压砧. 通常聚晶金刚石材质的

二级压砧的价格是同尺寸碳化钨二级压砧的 10 倍左右. 八面腔压机的加载吨位, 二级压砧的边长、截角边长和八面体传压介质的尺寸直接决定了样品腔的体积. 在压机加载吨位和二级压砧边长都确定的情况下, 如何利用八面腔压机现有的加载能力, 以及在有限的二级压砧尺寸下获得较大的样品腔体积一直是一个被忽略的问题. 基于此我们提出一种在小尺寸二级压砧上实现较大腔体的方法. 结合八面体压腔密封边的简化模型, 计算出加载后八面腔密封边可流动空间的最大体积, 进而确定出一定尺寸的二级压砧上可运行的最大腔体组装. 采用增大二级压砧的截角边长, 优化相应组装的预留密封条尺寸和对八面体传压介质进行磨倒棱处理等方法, 在小尺寸的二级压砧上获得较大的样品腔体积. 实验验证时, 在边长为 25.4 mm 的碳化钨立方块上利用 25/17 组装实现了接近厘米级的样品腔尺寸. 这一结果将有助于在聚晶金刚石材质的二级压砧上发展相应的组装技术, 在更高压力条件下获得更大尺寸的样品.

2 关于密封边体积、预密封条尺寸的计算

文中使用的符号及其含义如表 1 所列.

表 1 各符号及其含义
Table 1. Symbols and the meaning of the symbols.

符号	符号的含义
a	八面体初始边长
b	碳化钨立方块截角边长
l	立方块二级压砧的边长
R_{\max}	一个密封平面上密封边形成的圆形区域的最大半径, $R_{\max} = l + t/2$
S_1	加载结束后八面腔内剩余的八面体传压介质在一个密封平面上的投影面积, $S_1 = b^2 + t^2 + 2\sqrt{2}bt$
S_2	部分八面体传压介质流入一个密封平面内形成的区域, $S_2t = \Delta V/3 = (0.9V_0 - V_{\text{八面体}})/3$
S_3	一个密封平面内预先放置的叶腊石预密封条受挤压形成的区域, $S_3 = \pi R^2 - S_1 - S_2$
t_0	叶腊石预密封条的初始厚度, $t_0 = \sqrt{2}(a - b)/3$ ^[12]
t	加载结束后密封边的厚度
V_0	八面体传压介质的初始体积, $V_0 = \sqrt{2}a^3/3$
$V_{\text{八面体}}$	加载结束后八面腔内剩余的八面体传压介质的体积, $V_{\text{八面体}} = \sqrt{2}b^3/3 + 3b^2t + 3\sqrt{2}bt^2 + t^3$ ^[12]
ΔV	加载结束后流入相互垂直的 3 个密封平面内的部分八面体传压介质的总体积, $\Delta V = 0.9V_0 - V_{\text{八面体}}$
$V_{\text{叶腊石密封边}}$	一个密封平面上叶腊石预密封条形成的密封边的体积, $V_{\text{叶腊石密封边}} = S_3t = (\pi R^2 - S_1 - S_2) \times t$
$V_{\max\text{叶腊石密封边}}$	一个密封平面上叶腊石预密封条形成的密封边的最大体积, $V_{\max\text{叶腊石密封边}} = [\pi(l + t/2)^2 - S_1 - S_2] \times t$
$V_{\text{预密封条}}$	一个预密封条的体积, $V_{\text{预密封条}} = S_{\text{梯形}} \times t_0 = (a + w)w \times t_0$
$V_{\max\text{预密封条}}$	一个密封平面上叶腊石预密封条的最大体积, $V_{\max\text{预密封条}} = 4V_{\text{预密封条}} = 4(a + w)w \times t_0 = V_{\max\text{叶腊石密封边}}/0.9$
w	预密封条宽度
w_{\max}	预密封条的最大宽度

2.1 八面腔密封的简化模型

根据文献 [7] 中提出的八面体压腔的密封简化模型, 理想情况下八面体压腔在相互垂直的 3 个密封平面上的情况是一致的. 因此八面体压腔的密封问题可以简化为只讨论八面体压腔在某一个密封平面上的密封情况. 加载前一个密封平面上的预密封条形态示意图如图 1(a) 所示. 加载结束后单个密封平面上的密封边形状可近似看成圆形. 整个圆形区由三个区域组成, 分别为: 加载结束后的八面体在该平面上的投影面积 S_1 、部分八面体传压介质流入该密封平面形成的区域 S_2 和预先放置的叶腊石预密封条受挤压后形成的区域 S_3 , 如图 1(b) 所示.

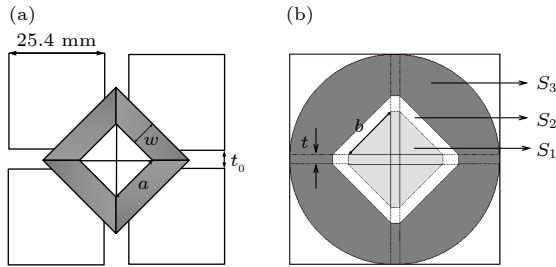


图 1 加载前后八面腔压机密封边的形态示意图 (a) 加载前的预密封条; (b) 加载后预密封条受挤压流动形成的密封边区域

Fig. 1. Schematic diagram of the gaskets before and after loading: (a) The gaskets before loading; (b) the flowing area of gaskets after loading.

2.2 加载结束后 S_3 及该区域对应体积的最大值

由几何关系可得, 卸压后八面体在一个密封平面上的投影面积为

$$S_1 = b^2 + t^2 + 2\sqrt{2}bt, \quad (1)$$

其中, b 是立方块二级压砧的截角边长, t 是加载结束后密封边的厚度.

由于加载前后叶腊石的密度变化较大, 因此需考虑加载前后叶腊石八面体传压介质及叶腊石预密封条的密度变化引起的体积变化. 根据室温下叶腊石的状态方程, 在约 6 GPa 的压力作用下, 叶腊石的体积减小量约为初始体积的 10% [17]. 此外对叶腊石进行冷压处理 (室温下加载至高压再卸压至常压), 发现当处理压力超过 2 GPa 后叶腊石的密度变化很小 [18]. 由于本实验室的叶腊石在试验前未经过预压处理, 叶腊石处于非完全致密状态. 此处

结合 Palwey 等 [17] 给出的叶腊石室温状态方程, 对加载后叶腊石的体积变化进行估算, 即加载结束后叶腊石体积从初始体积 V_0 变为 $0.9V_0$. 进入密封边的部分八面体传压介质的体积 ΔV 等于加载结束后八面体传压介质的体积 ($0.9V_0$) 减去加载结束后八面腔内剩余的传压介质的体积 $V_{\text{八面体}}$. ΔV 是加载后流入相互垂直的三个密封平面内的部分八面体传压介质的总体积. 根据八面腔密封的几何结构, 以及对一个密封平面上密封边交叉重叠区域与非交叉重叠区域的分析, 发现一个密封平面上流入的八面体传压介质的体积为 ΔV 的 1/3, 即:

$$S_2 t = \frac{\Delta V}{3} = \frac{0.9V_0 - V_{\text{八面体}}}{3}, \quad (2)$$

其中: S_2 是一个密封平面内被挤入的八面体传压介质所占区域的面积, $S_2 t$ 是一个密封平面上分摊流入密封边的八面体传压介质的体积, V_0 是八面体的初始体积, 可根据八面体的边长计算得出. $V_{\text{八面体}}$ 是加载结束后八面腔内剩余的八面体传压介质的体积, 根据文献 [12] 可得:

$$V_{\text{八面体}} = \frac{\sqrt{2}b^3}{3} + 3b^2 t + 3\sqrt{2}bt^2 + t^3. \quad (3)$$

加载结束后一个密封平面上叶腊石预密封条形成的密封边的体积为

$$V_{\text{叶腊石密封边}} = S_3 t = (\pi R^2 - S_1 - S_2) \times t. \quad (4)$$

其中, R 是一个密封平面上密封边形成的圆形区域的半径. 根据几何结构 (图 1(b)), 一个密封平面上密封边形成的圆形的最大半径为:

$$R_{\text{max}} = l + t/2, \quad (5)$$

其中, l 是立方块二级压砧的边长.

一个密封平面上叶腊石预密封条形成的密封边的最大体积为:

$$V_{\text{max叶腊石密封边}} = [\pi(l + t/2)^2 - S_1 - S_2] \times t, \quad (6)$$

考虑到加载前后叶腊石密封边材料密度变化引起的体积变化, 该体积在数值上等于一个密封平面上叶腊石预密封条最大体积的 0.9 倍. 因此可通过该体积来确定叶腊石预密封条的最大初始体积.

2.3 加载前叶腊石预密封条的体积和预密封条宽度的最大值 w_{max}

当八面体的边长 a 和二级压砧的截角边长 b 确定后, 梯形预密封条的厚度 t_0 和上底边长度

表 2 几种组装的初始参数

Table 2. Initial parameters of the assembly used in this work.

组装类型	预留密封条厚度 t_0/mm	八面体初始边长 a/mm	八面体初积 V_0/mm^3	二级压砧截角边长 b/mm	八面体倒棱宽度 mm	二级压砧边长 l/mm
18/11磨倒棱	3.3	15.66	1900.6	11	3.3	25.4
18/11未磨倒棱	3.3	18	2748.8	11	0	25.4
25/17磨倒棱	3.8	22.31	5464.6	17	3.8	25.4
25/17未磨倒棱	3.8	25	7364.6	17	0	25.4

注: 表中预密封条初始厚度 t_0 的具体计算方法可参考文献[12]; 倒棱八面体见图3, 倒棱八面体的初始体积 V_0 通过构建数学几何模型计算得出.

a 即被确定^[12], 但是预密封条的宽度 w 不确定, 因此可以且只可以通过调整预密封条的宽度 w 来改变预密封条的初始体积及加载后密封边的面积, 以获得八面体压腔的稳定运行.

单个预密封条的体积等于预密封条的梯形面积乘以厚度 t_0 , 即

$$\begin{aligned} V_{\text{预密封条}} &= S_{\text{梯形}} \times t_0 \\ &= (a + w)w \times t_0. \end{aligned} \quad (7)$$

如图 1(a) 所示, 一个密封平面需要 4 个叶腊石预密封条, 相应的一个密封平面上叶腊石预密封条的体积为 $4V_{\text{预密封条}}$. 该体积最大值的 0.9 倍应与加载后的叶腊石密封边的最大体积 $V_{\text{max叶腊石}}$ 相同, 即:

$$\begin{aligned} V_{\text{max预密封条}} &= 4V_{\text{预密封条}} \\ &= 4(a + w)w \times t_0 \\ &= V_{\text{max叶腊石密封边}}/0.9. \end{aligned} \quad (8)$$

二级压砧的尺寸一定时, $V_{\text{max叶腊石密封边}}$ 的大小取决于加载后密封边的厚度 t . 如果给加载后的密封边厚度 t 设定一个确定值, 则可以根据上面的计算得出叶腊石预密封条宽度的最大值 w_{max} .

为确定加载后密封边的厚度, 本工作对 18/11 组装进行了压力标定, 并测得 18/11 组装加载后的密封边厚度约在 1.6—1.8 mm 之间变化. 通常情况更大尺寸的组装加载后形成的密封边厚度会偏厚一点. 所以将更大尺寸的组装加载后的密封边厚度设定稍大于 1.8 mm. 鉴于初始八面体是否倒棱对腔体压力的产生效率^[7]及腔体可获得的最大压力^[2]有很大影响, 根据各组装的几何结构, 对 18/11 和 25/17 组装设定了合理的倒棱宽度. 表 2 是本工作中使用的几种组装的初始参数. 根据设定的密封边厚度 t , 结合前面的计算过程, 表 3 列出了在 25.4 mm 的二级压砧上不同组装、不同密封边厚度

对应的叶腊石预密封条宽度的最大值 w_{max} .

根据 18/11 组装的实验情况以及已有的报道^[11–13,19], 当八面腔压机采用更大组装 (大于 18/11 组装) 时, 预密封条的宽度至少应大于 5 mm, 否则加载过程中会出现压力突然释放的情况. 结合表 3 的计算结果, 如果八面体不倒棱, 计算得出 25/17 组装的预密封条最大宽度为 4—6 mm 左右, 与预密封条的安全宽度 5 mm 交叠, 组装处于稳定运行临界点. 如果八面体倒棱, 计算得出八面体倒棱的 18/11 组装的预密封条最大宽度大于 5 mm 较多, 说明还可以采用更大尺寸的组装. 当八面体边长为 25 mm 时, 计算得出八面体倒棱的 25/17 组装的预密封条最大宽度为 6—7 mm 左右, 略大于 5 mm 的预密封条安全宽度, 说明在边长为 25.4 mm 的二级压砧上能稳定运行的最大组装为八面体倒棱的 25/17 组装.

表 3 各种组装加载后的密封边厚度 t 与预密封条最大宽度 w_{max} 的对应关系Table 3. The calculated maximum width w_{max} of the gaskets before loading, corresponding to the thickness t of loaded gaskets in different assemblies.

组装类型	加载后密封边的厚度 t/mm	对应的预密封条最大宽度 w_{max}/mm
18/11磨倒棱	1.4	8.03
	1.6	9.05
	1.8	10.03
18/11未磨倒棱	1.4	6.86
	1.6	7.89
	1.8	8.87
25/17磨倒棱	1.8	6.37
	2.0	7.19
	2.2	7.98
25/17未磨倒棱	1.8	4.74
	2.0	5.57
	2.2	6.38

3 实验过程

本工作中各组装的压力和温度标定实验是在本实验室的 15 MN 三柱式两面顶压机上完成的^[20,21]. 其中一级压砧为边长 48 mm 的碳化钨顶锤, 二级压砧由八个带截角的碳化钨立方块 (型号: HR-12, 戴阳钨钢制品有限公司, 广东佛山) 组成. 每个立方块的边长为 25.4 mm, 带一个正三角形的截角, 截角边长分 11 mm 和 17 mm 两种. 实验使用的八面体传压介质的原料取自产于北京门头沟的原矿叶腊石, 经加工成型后, 叶腊石八面体在 240, 650, 920 °C 的温度下分别焙烧 2 h, 去除叶腊石内部的吸附水和部分结晶水. 焙烧后叶腊石八面体传压介质的密度约为 (2.8 ± 0.02) g/cm³. 室温环境下, 通过原位观测 Bi (2.55, 2.75, 7.7 GPa)^[22,23], PbSe (4.2 GPa)^[24,25], PbTe (5.2 GPa)^[24,25], Ba (5.5 GPa)^[22], ZnTe (5.0, 9.2 GPa)^[26] 等物质相变时引起的电阻突变对腔体压力和加载进行标定. 压力标定时, 放置于八面体中心的标压物质通过导电铜片外接入一恒流源的回路中. 使用多通道记录仪同时记录加载油压信号和标压物质两端的电压信号. 标压物质两端电压信号的变化反映其电阻随压力的变化情况. 压力标定电路连接示意图如图 2 所示.

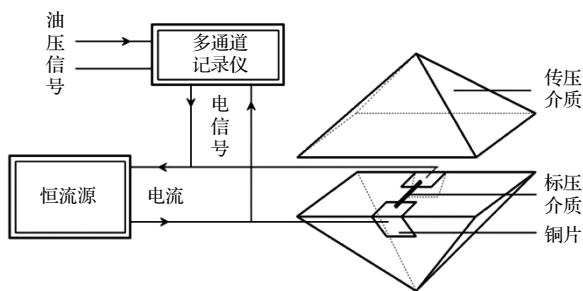


图 2 压力标定的电路连接示意图^[7]

Fig. 2. Schematic diagram of circuit connection for pressure calibration^[7].

实验 1 14/8 组装两种不同八面体传压介质 (叶腊石和氧化镁) 的压力标定. 碳化钨立方块边长为 25.4 mm, 截角边长为 8 mm, 八面体传压介质边长为 14 mm. 南非叶腊石预密封条的厚度为 2.9 mm, 宽度为 5 mm, 上底边由八面体边长决定.

实验 2 18/11 组装八面体倒棱和不倒棱两种情况的压力标定. 碳化钨立方块边长为 25.4 mm, 截角边长为 11 mm. 八面体传压介质边长为

18 mm; 八面体倒棱的宽度为 3.3 mm, 倒棱后八面体边长为 15.66 mm. 南非叶腊石预密封条的厚度为 3.3 mm, 宽度为 5 mm, 上底边由八面体边长决定.

实验 3 八面体倒棱的 25/17 组装的压力标定. 碳化钨立方块边长为 25.4 mm, 截角边长为 17 mm. 倒棱前八面体传压介质的边长为 25 mm, 倒棱后八面体边长为 22.31 mm, 倒棱宽度为 3.8 mm. 南非叶腊石预密封条的厚度为 3.8 mm, 宽度为 5 mm, 上底边由八面体边长决定. 由于 14/8 加热组装与 18/11 加热组装具有相同的加热结构, 所以此处只展示 18/11 和 25/17 加热组装结构, 如图 4 所示. 使用石墨管作为发热元件, 用 W_{3%}Re-W_{25%}Re 型热电偶对腔体温度进行测量, 标定腔体温度和加热功率之间的关系, 如图 7 所示.



图 3 磨倒棱 (左) 和未磨倒棱的八面体 (右)

Fig. 3. Chamfered (left) and unchamfered octahedron (right).

图 5 是对 18/11 八面体倒棱的组装进行标压时记录的 Bi 的电阻随荷载的变化曲线, 以及对 25/17 八面体倒棱组装进行压力标定时记录的 PbSe 的电阻随荷载的变化曲线. 图 6 给出了 18/11 组装八面体倒棱和未倒棱及 25/17 组装八面体倒棱的腔体压力标定结果. 插图是为证明氧化镁八面体传压介质比叶腊石八面体传压介质在超过 10 GPa 的高压时具有更好的传压性能, 而在 14/8 组装上进行的压力标定实验. 在碳化钨二级压砧和叶腊石预密封条的材料和尺寸都相同的条件下, 14/8 组装分别以叶腊石和氧化镁为八面体传压介质的压力标定结果如图 6 的插图所示. 插图中的压力标定结果表明当腔体压力高于 7.7 GPa 后, 氧化镁八面体的传压性能明显高于叶腊石八面体. 作为对比, 图中还列出了 Frost 等^[11]和 Shatskiy 等^[12]之前的

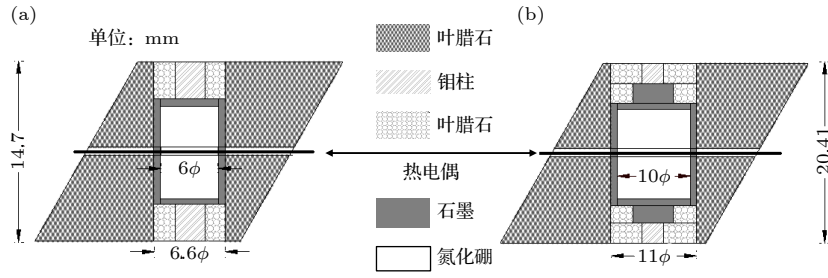


图 4 加热组装示意图 (a) 18/11 组装; (b) 25/17 组装

Fig. 4. Schematic diagram of heating assemblies: (a) 18/11 assembly; (b) 25/17 assembly.

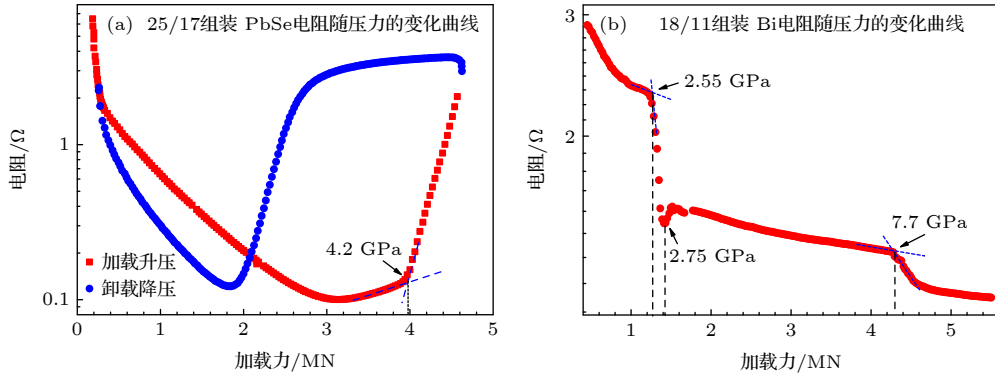


图 5 实验使用的部分标压物质 (a) PbSe 和 (b) Bi 的电阻随荷载变化的曲线

Fig. 5. Representative recorded resistances of (a) PbSe and (b) Bi respectively, as a function of press load.

工作中相同组装的压力标定结果. 从图中可以看出, 腔体压力低于 10 GPa 时, 本工作中八面体倒棱的 18/11 组装的压力发生效率最高, 明显高于之前相同组装的压力发生效率. 虽然压力标定曲线显示八面体倒棱的 25/17 组装的腔体压力上限约为 6 GPa, 但是腔体压力低于 6 GPa 时该组装的压力

发生效率仍然高于之前的同类组装. 根据前面的计算, 加载后部分八面体传压介质进入密封边形成面积为 S_2 的区域, 八面体倒棱能有效减少进入密封边的八面体传压介质, 缩小 S_2 区域的面积, 使总的密封边面积减小, 减少消耗在密封边上的加载, 从而提高腔体的压力发生效率. 这是导致本工作中各组装压力发生效率较高的主要原因 [7].

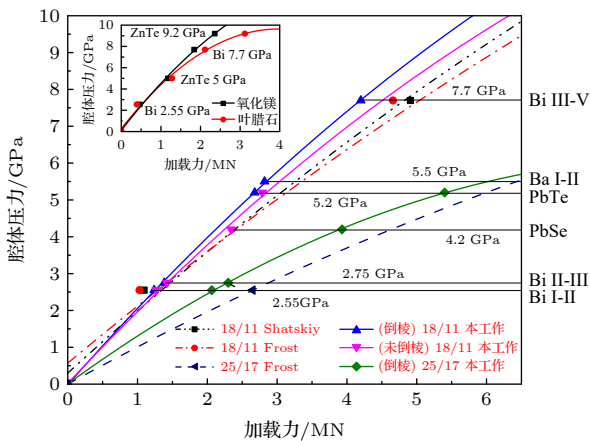


图 6 不同组装腔体的压力标定结果, 插图为碳化钨二级压砧和叶腊石预密封条都相同的条件下, 14/8 组装分别以叶腊石和氧化镁为八面体传压介质的压力标定结果

Fig. 6. Pressure calibration of different assemblies. Insert is the pressure calibration of 14/8 assembly with different octahedron of pyrophyllite and semi-sintered magnesia.

4 实验结果与讨论

选用较高硬度的碳化钨二级压砧和掺杂的氧化镁八面体作为传压介质, Frost 等 [11] 和 Shatskiy 等 [12] 分别在边长为 54 mm 和 47 mm 的二级压砧上利用 18/11 组装产生约 19 GPa 的腔体压力, 以及利用 25/17 组装产生约 7.7 GPa 的腔体压力 [11]. 本工作中压力标定实验的主要目的是验证之前关于一定尺寸的二级压砧上可运行的最大腔体组装的计算, 因此压力标定实验中没有测试每个组装能产生的最高腔体压力. 在边长为 25.4 mm 的二级压砧上进行的全部三种组装的压力标定实验均能平稳运行, 在升、卸压过程中没有出现压力突然释放的现象. 表明 25/17 组装可以在边长为 25.4 mm

的二级压砧上稳定运行, 同时表明之前关于一定尺寸二级压砧对应的最大腔体组装的计算结果是成立的. 图 6 中插图的实验结果表明叶腊石八面体的传压性能远低于氧化镁八面体. 因此可推断当用氧化镁八面体传压介质替换叶腊石八面体传压介质后, 18/11 和 25/17 组装在边长为 25.4 mm 的二级压砧上也能产生与之前报道相当的腔体压力.

此外, 已有的报道中^[11–13,19]选用大尺寸二级压砧来实现较大尺寸的腔体组装, 一个主要原因是这些工作中的一级压砧由特殊钢材制成. 相比碳化钨材质的一级压砧, 钢材的一级压砧的强度会低很多. 因此只能通过增大二级压砧的尺寸来降低一级压砧锤面上的应力, 以保护一级压砧在实验过程中不会出现被压屈服的情况. 而在本工作中一级压砧是由碳化钨制成的, 不存在一级压砧被压屈服的问题, 因此可以采用较小尺寸的二级压砧来实现较大尺寸的腔体组装. 这一结果将十分有助于后续发展聚晶金刚石材质的二级压砧的组装技术, 在更高压力条件下获得较大尺寸的样品. 图 7 是八面体未倒棱的 14/8 加热组装、八面体倒棱的 18/11 和 25/17 加热组装的温度标定结果, 各加热组装的加热碳管的内径分别为 4, 6 和 9 mm.

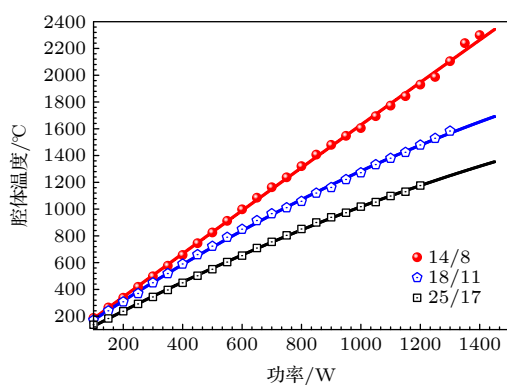


图 7 三种加热组装的腔体温度与功率的关系曲线. 14/8, 18/11, 25/17 加热组装进行加温测试的腔体压力分别约为 10, 7.7, 5.2 GPa.

Fig. 7. Temperature calibration of 14/8, 18/11 and 25/17 assemblies. The cell pressures for heating test were approximate 10, 7.7, and 5.2 GPa respectively.

加载后三种组装的密封边流动区域如图 8 所示. 其中八面体磨倒棱的 18/11 组装经历腔体压力约 8 GPa 的加载后, 密封边厚度在 1.55—1.60 mm 之间, 密封边外沿与二级压砧外边沿的距离约为 3—4 mm, 如图 8(a) 所示; 八面体未磨倒棱的

18/11 组装经历腔体压力约 5.5 GPa 的加载后, 密封边厚度约为 1.6 mm, 几乎刚流到二级压砧的外边沿处, 如图 8(b) 所示; 八面体磨倒棱的 25/17 组装经历腔体压力约 5.2 GPa 的加载后, 密封边的厚度约为 2.0 mm, 密封边完全流到二级压砧的外边沿处, 如图 8(c) 所示. 根据前面的计算, 密封边厚度为 1.6 mm 时, 18/11 组装八面体磨倒棱和未磨倒棱的最大预密封条宽度分别为 9.05 和 7.89 mm; 密封边厚度为 2.0 mm 时, 25/17 组装八面体磨倒棱的最大预密封条宽度为 7.19 mm. 而实验采用的预密封条宽度为 5 mm, 比八面体磨倒棱的 18/11 组装允许的预密封条最大宽度小较多, 所以该组装加载后的密封边实际面积比允许的最大面积小较多, 还有很大的流动空间. 而对于 18/11 组装八面体未磨倒棱和 25/17 组装八面体磨倒棱两个组装, 实验使用的预密封条宽度与允许的最大预密封条宽度较为接近, 加载后密封边的实际面积也接近或达到该二级压砧尺寸允许的最大面积, 密封边没有更多的流动空间. 对于 25/17 组装八面体未磨倒棱的情况, 根据计算结果, 密封边厚度为 2.0 mm 时最大预密封条宽度为 5.57 mm, 这一数值与实验采用的预密封条宽度 5 mm 非常接近.

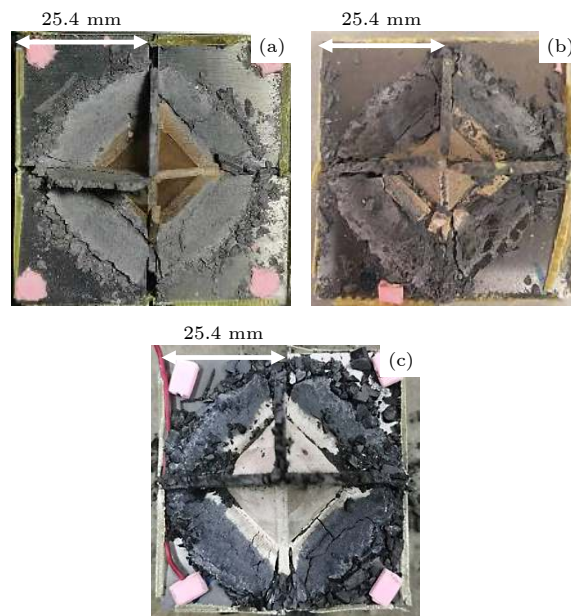


图 8 加载后三种组装的密封边流动区域 (a) 18/11 组装八面体磨倒棱; (b) 18/11 组装八面体未磨倒棱; (c) 25/17 组装八面体磨倒棱

Fig. 8. The areas of loaded gaskets in different assembly: (a) 18/11 assembly with chamfered octahedron; (b) 18/11 assembly with unchamfered octahedron; (c) 25/17 assembly with chamfered octahedron.

考虑到实际实验加载过程中各密封边的差异, 某些密封平面上的密封边面积有可能大于该二级压砧尺寸允许的最大密封边面积, 导致组装无法稳定运行. 因此在压力标定实验中没有对八面体未磨倒棱的 25/17 组装进行压力标定.

5 结 论

通过八面腔压机密封边的简化模型提出加载后密封边可流动空间的最大体积概念; 并根据该最大体积计算出一定尺寸的二级压砧及组装对应的预密封条最大宽度, 进而确定出在该二级压砧上稳定运行的最大腔体组装. 同时以叶腊石为传压介质在边长为 25.4 mm 的碳化钨立方块上, 对 18/11 和 25/17 组装进行压力标定实验以验证上述计算结果. 实验结果表明该计算结果成立, 并在 25.4 mm 的碳化钨二级压砧上实现了八面体倒棱的 25/17 组装的稳定运行, 获得接近厘米级的样品腔尺寸.

参考文献

- [1] Kawai N, Endo S 1970 *Rev. Sci. Instrum.* **41** 1178
- [2] Ohtani E, Irifune T, Hibberson W O, Ringwood A E 1987 *High Temperature High Pressure* **19** 523
- [3] Irifune T, Adachi Y, Fujino K, Ohtani E, Yoneda A, Sawamoto H 1992 *High Pressure Res.* **67** 43
- [4] Walker D, Carpenter M A, Hirsch C M 1990 *Amer. Miner.* **75** 1020
- [5] Shang Y S, Sheng F R, Hou X Y, Cheng L Y, Hu K 2020 *Chin. Phys. Lett.* **37** 30
- [6] 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]
- [7] 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]
- [8] Ohtani E, Kagawa N, Shimomura O, Togaya M, Suito K, Onodera A, Sawamoto H, Ito E, Kikegawa T 1989 *Rev. Sci. Instrum.* **60** 922
- [9] Yamazaki D, Ito E, Yoshino T, Tsujino N, Yoneda A, Guo X, Xu F, Higo Y, Funakoshi K 2014 *Phys. Earth Planet. Int.* **228** 262
- [10] Irifune T, Kunimoto T, Shinmei T 2019 *C. R. Geosci.* **351** 260
- [11] Frost D J, Poe B T, Trnnes R G, Liebske C, Duba A, Rubie D C 2004 *Phys. Earth Planet. Int.* **143** 507
- [12] Shatskiy A, Katsura T, Litasov K D, Shcherbakova A V, Ito E 2011 *Phys. Earth Planet. Int.* **189** 92
- [13] Shatskiy A, Borzdov Y M, Litasov K D, Ohtani E, Khokhryakov A F 2011 *Am. Mineral.* **96** 541
- [14] He F, He D W, Ma Y G, Yan X Z, Liu F M, Peng F 2015 *Chin. J. High Pressure Phys.* **3** 161 (in Chinese) [何飞, 贺端威, 马迎功, 晏小智, 刘方明, 彭放 2015 *高压物理学报* **3** 161]
- [15] Ma Y G, He D W, Han J J, Wang Q, Liu J, Wang Y H, Liu F M, Ding W, Kou Z L 2017 *Chin. J. High Pressure Phys.* **1** 61 (in Chinese) [马迎功, 贺端威, 韩晶晶, 王强, 刘进, 王永华, 刘方明, 丁未, 寇自力 2017 *高压物理学报* **1** 61]
- [16] Wang 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.* **5** 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* **5** 511]
- [17] Pawley A R, Clark S M, Chinnery N J 2002 *Amer. Miner.* **87** 1172
- [18] Fang L M, He D W, Chen C, Ding L Y, Luo X J 2007 *High Pressure Res.* **27** 367
- [19] Stoyanov E, Usseermann U, Leinenweber K 2010 *High Pressure Res.* **30** 175
- [20] Lv S J, Luo J T, Su L, Hu Y, Yuan C S, 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]
- [21] Liu S J 2007 *Ph. D. Dissertation* (Chengdu: Southwest Jiaotong University) (in Chinese) [吕世杰 2007 博士学位论文 (成都: 西南交通大学)]
- [22] Yoneda A, Endo S 1980 *J. Appl. Phys.* **51** 3216
- [23] Getting I C 1998 *Metrologia.* **35** 119
- [24] Chattopadhyay T, Schnering H G V, Grosshans W A 1986 *Phys. B+C.* **139** 356
- [25] Ovsyannikov S V, Shchennikov V V, Popova S V 2010 *Phys. Status Solidi.* **235** 521
- [26] Ovsyannikov S V, Shchennikov V V 2004 *Solid State Commun.* **132** 333

Maximum multianvil cell assembly running on WC anvils with certain size^{*}

Dai Yi Wang Wen-Dan[†] Fa Zhi-Xiang Wang Lu
Wang Ju Liang Ce Li Xing-Han

(*Institute of High Temperature and High Pressure, School of Physical Science and Technology,
Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China*)

(Received 2 January 2021; revised manuscript received 16 February 2021)

Abstract

Since the invention of split sphere multianvil apparatus, the maximum sample size that can be obtained on tungsten carbide (WC) anvils with a certain size has always been a neglected issue. The maximum volume of loaded gaskets and the maximum multianvil cell assembly operating on given size WC anvils are calculated by a simplified geometric model. As a concrete example, the maximum volume of loaded gaskets in different assemblies (18/11, 25/17 (octahedral edge-length/anvil truncation edge-length, in millimetre)) and different initial shapes of octahedrons (octahedron chamfered or not) running on WC anvils with 25.4 mm edge-length are calculated. The maximum initial sizes of gaskets in different assemblies are also calculated according to the maximum volume of loaded gaskets. Using the pyrophyllite octahedron as the pressure transmission medium, the pressure calibration of 14/8, 18/11, and 25/17 assembly are carried out on WC cubes, of which the edge-length is 25.4 mm, to verify the calculated results. The cell pressure is calibrated by in situ observing resistance change caused by phase transition of pressure calibration material at high pressure. All assemblies run stably and no blow-out phenomenon occurs. The experimental results show that the pressure transfer efficiency of 18/11 and 25/17 assembly with chamfered octahedron are better than previous reported results in the same pressure range. The experimental results also indicate that the calculations of the gasket in this work are valid. And the 25/17 assembly with chamfered octahedron can run stably on WC cube with 25.4 mm edge-length. In addition, using graphite tubes as heater, heating structure designs of different assemblies (14/8, 18/11, 25/17) are completed, in which the 14/8 assembly can achieve the highest temperature of 2300 °C. The diameter of sample chamber is almost one centimeter in 25/17 assembly. This work contributes to the development of assembly techniques for secondary anvil made of polycrystalline diamond materials to obtain larger sample volumes under higher pressure conditions.

Keywords: multianvil apparatus, gasket, pressure calibration

PACS: 47.80.Fg, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.70.20210006

^{*} Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51402245, 11902276) and the National Key Laboratory for Shock Wave and Detonation Physics of China (Grant No. JCKYS2019212007).

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