

研究工作报道

静态超高压容器中温度、压力等参数的测试*

傅慧芳 朱成明

(中国科学院贵阳地球化学研究所)

本文对以叶蜡石为固体压力介质，石墨为发热体的立方体型超高压容器进行了温度、压力测定，给出了高温下的压力标定曲线和求解腔内温度的经验公式；对热电偶热电势的压力效应也进行了测定，并给出了近似的计算公式。实验中压力测至 61.5 千巴，温度测至 1600℃。

一、高温下的压力标定

本实验用金的熔融曲线对立方体型的超高压容器进行了高温下的压力标定。实验是在 DS-29A 型铰链式液压机上进行的。

实验方法是把套有氮化硼绝缘保护管的热电偶丝和黄金丝从叶蜡石(传压介质)的对角边插入，并垂直穿过合金片，使热结点在腔体中心部位。用电桥观察黄金丝熔融时所产生的电阻变化不连续现象，记下此时 Pt-PtRh₁₀ 热电偶的热电势读数，查分度表得知此时黄金丝的熔点，再根据黄金熔融曲线^[1]求出高压容器中的压力。在历次实验中组装试块各元件的材料、尺寸均需标准化。图 1 和图 2 分别为测试组装图和测量示意图。

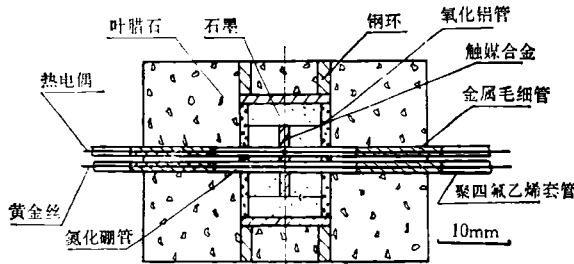


图 1 温度、压力测试组装图

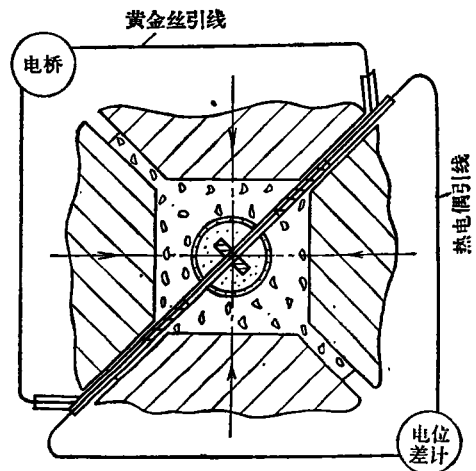


图 2 温度、压力测量示意图

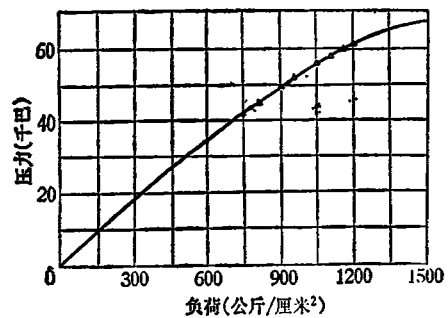


图 3 压力标定曲线

本高压装置在不同载荷(该载荷用工作缸中油压表示)下的压力标定结果绘于图 3。压力标定曲线的斜率随着载荷的增加而减小，说明压力效率随着腔内压力的增高而降低。

* 1978 年 9 月 4 日收到。

二、超高压下的温度测量

目前, 试图通过建立高压容器的热传导方程来精确地求解高压容器各点温度是困难的。我们采用数理统计的方法, 希望得到较为满意的经验公式来定量地描述高压容器的中心温度。

温度测量时试块的组装形式、尺寸大小和主要测量仪器如前所述。各次测量值是在恒定加热功率和加热时间足够长后量取的。对实验结果的回归分析表明, 高压容器中心温度 T 可以用下面的经验方程来表达:

$$T(^\circ\text{C}) = 250 + 462.95W - 2.93p + 5.31T_0 + 2.19T_1 - 2.69Q,$$

式中 W , p , T_0 , T_1 , Q 分别表示加热功率 (千瓦)、压机负荷 (公斤/厘米², 以油压表示)、室温 (°C)、冷却水温度 (°C)、冷却水流量 (公升/小时)。

此方程的全相关系数 $R = 0.91$, 标准离差 $r = 43$ 。

对于不同类型的超高压装置和不同组装形式的试块, 采用本实验的方法所得到的经验公式如果仍然是各因素线性迭加的形式, 则可能出现功率的二次项或更高次项, 可由实验者根据对具体问题的精度要求而定。

三、热电偶热电势的压力效应测定

受压热电偶的热电势与压力的关系曾有过不少的研究^[2-6]。一般认为 Pt-PtRh₁₀ 热电偶的热电势随压力升高而降低, 因此, 在高压下用 Pt-PtRh₁₀ 热电偶量得之温度值均需作压力效应修正。

本实验用 Pt-PtRh₁₀ 对 PtRh₆-PtRh₃₀ 以压力和温度为自变量作相对温度修正。PtRh₆-PtRh₃₀ 热电偶被认为是无压力效应的。测定结果见表 1。

由表 1 得到压力效应修正值的近似公式为 $\Delta T = 0.24P + 5 \times 10^{-5}P^2 + 4 \times 10^{-5}PT$ 。

表 1 PtRh₆-PtRh₃₀ 对 Pt-PtRh₁₀ 的相对温度修正

压力 (千巴)	$T_1(^\circ\text{C})$ Pt-PtRh ₁₀	$T_2(^\circ\text{C})$ PtRh ₆ - PtRh ₃₀	$\Delta T_{\text{实验}}$ ($T_2 - T_1$) °C	$\Delta T_{\text{理论}}$ (°C)	$\Delta T_{\text{理论}} - \Delta T_{\text{实验}}$ (°C)
44.9	891	907	16	16.9	+0.9
44.9	1270	1287	17	17.6	+0.6
49.7	1267	1288	21	20.6	-0.4
49.7	1528	1551	23	21.1	-1.9
56.4	1238	1264	26	25.3	-0.7
56.4	1479	1504	25	25.8	+0.8

当压力为 60 千巴, 温度为 1600°C 时, 我们的压力修正值 $\Delta T = 29.0^\circ\text{C}$ 。Hanneman 和 Strong (1965) 曾认为在 50 千巴和 1300°C 时, ΔT 值可大于 40°C^[2]。Getting 和 Kennedy (1970) 在 60 千巴, 1373°C 时得到 $\Delta T = 12^\circ\text{C}$ ^[5]。我们的修正值介于[2]和[5]之间。

本文中凡是用 Pt-PtRh₁₀ 测量的温度值都用作者测定的压力效应修正值进行了修正。

四、高温超高压绝缘问题

防止热电偶丝和黄金丝在高压时被压断, 及其与周围物质(主要是导电的石墨发热体)的绝缘问题是高压测试工作中两个重要的技术问题。对前一个问题本实验用金属毛细管作危险地段(热电偶或黄金丝在试块受压时可能被剪切、挤压、拉伸断裂的部位)的加强筋得到了较好的解决。

本实验用六方氮化硼管做热电偶的绝缘保护套, 氮化硼是良好的绝缘体, 其性能超过氧化铝。但是随着温度和压力的升高, 由于碳向氮化硼管的扩散能力增加, 也会使绝缘性能降低。另外, 在超压过程中, 有时由于三轴向压力不等而造成氮化硼管微细破裂, 碳沿裂缝渗透使氮化硼管内外壁短路, 这些都可使热电偶与通电的石墨发热体导通, 引起热电势漂移或下降。实验中凡是热电势漂移的数据均不能采用。

将热压成型的六方氮化硼圆柱(纯度高于 98%, 密度为 2.2 克/厘米³)加工制成细管, 再经 1000°C 以上的高温烧结, 可增加致密度, 使其在高温高压下能较长时间地抵抗碳的污染,

提高绝缘性能,从而增加试验的可靠性。

参 考 文 献

- [1] J. Akella, G. C. Kennedy, *J. Geophys. Res.*, **76**-20(1971), 4969—4977.
- [2] R. E. Hanneman, H. M. Strong, *J. Appl. Phys.*, **36**(1965), 523—528.
- [3] R. E. Hanneman, H. M. Strong, *J. Appl. Phys.*, **37**(1966), 612—614.
- [4] E. T. Peters, J. J. Ryan, *J. Appl. Phys.*, **37**(1966), 933.
- [5] I. C. Getting, G. C. Kennedy, *J. Appl. Phys.*, **41**(1970), 4552—4562.
- [6] M. Waxman, J. R. Hastings, *J. Appl. Phys.*, **43-6**(1972), 2629—2635.

钆镓石榴石单晶缺陷的 X 射线形貌观测*

白迺智 崔树范 葛培文 刘海润 张乐涛

(中国科学院物理研究所)

一、引 言

作为电子计算机的逻辑运算和记忆元件的磁泡器件是在非磁性石榴石材料上外延生长一层磁性石榴石膜而制成。在这样的磁性膜上,可通过适当的手段使磁泡很容易产生、传递和消失。钆镓石榴石晶体(以下简称 GGG)已成为这种磁泡器件的重要的基底材料。外延生长磁膜时,基底晶体的不完整性会影响外延膜的质量,特别是磁泡在膜内的快速运动,更要求外延膜有极高的完整性。如果单晶衬底中存在缺陷,特别是当暴露在表面上的缺陷延伸到外延膜中时,那么磁泡的运动将受到更严重的阻碍。因而提高 GGG 晶体的完整性就有着特别重要的意义。GGG 单晶中的主要缺陷有生长条纹、位错、包裹物和核心^[1]。

应用 X 射线形貌方法可以观察 GGG 中位错及生长条纹等缺陷^[2]。也有采用双晶反射形貌术观察 GGG 基片外延膜缺陷的报道^[3]。由于磨抛技术的发展,制备几十微米厚的表面光洁的晶片已不很困难,这为用 Lang 透射形貌术研究 GGG 这类吸收很强的晶体的缺陷创造了重要的条件。本文用 Lang 透射法研究 GGG 单晶横切片和纵切片上的生长条纹和位错,并确定了位错的 Burgers 矢量的方向。

二、实验简述

用于 X 射线形貌观测的 GGG 晶体是采用提拉法沿 [111] 轴生长的。晶体没有核心或小面应力。将此种晶体定向后,得到晶片表面平行于 {111}, {211} 和 {110} 的三种切片,厚度为 1 毫米。将晶片两面用 280 号金刚砂粗磨,302, 303 号金刚砂细磨,再经过 Cr_2O_3 抛光,能够得到厚度为 80—120 微米的晶片,且最后均经过超声清洗。

样品用日本理学电机公司产的 Lang 相机,并选用 Ru-1000 大功率转靶 X 光机发生的 $\text{AgK}\alpha_1$ 辐射做透射照相,也用了 $\text{MoK}\alpha_1$ 辐射。

三、结果和讨论

1. 生长条纹的形貌图

用光学方法观测 GGG 晶体的生长条纹,通常应用正交偏光法。用这种方法可在平行于 [111] 生长轴的纵切片上观察到生长条纹(通常是用 {110} 切片),见图 1。而在垂直于生长轴的横切片即(111)切片上就较难看到生长条纹。当生长是以自然对流为主,界面为凸界面时,只

* 1979 年 5 月 14 日收到。