

活塞-圆筒型高温高压容器的端面保护和加温方法的改进

沈中毅 殷岫君 张 云 何寿安 储少岩 姚玉书 王松涛

(中国科学院物理研究所)

活塞-圆筒型高温高压容器在原理上是自由活塞压力计的变型,其工作压力可由外加载荷中扣除摩擦损耗后直接定出,故在高温高压研究中得到广泛的应用^[1]。但是这种容器的端面保护很不完善,容易使容器内衬出现横向开裂。

早期的活塞-圆筒容器使用时只有径向保护并无端面保护^[2]。Hall 指出,要进一步提高工作压力,容器内衬的所有自由面均须加保护。Boyd 与 England 曾采用固定的端面保护^[3]。接着 Kennedy 等提出另一种端面保护力可变的设计^[4]。但是这两种设计的不足之处,在于端面保护力不能随工作压力的升降按某一定的比例而增减。

我们的新设计(称作“差动油缸”)的加载机构从原理上克服了上述装置的缺点,它能随高压容器内压力的升降,自动地、按比例地增减容器端面的保护力。

一、差动油缸的结构

如图 1 所示,差动油缸内部由同轴的可以自由上下运动的活塞 3 和空心活塞 5 组成。活塞 3 的推力用以在圆筒容器中产生工作压力,空心活塞 5 产生的推力通过桥状压块 6 对圆筒容器施加端面保护力。差动油缸中的油压可以通过泵阀系统产生,这时它和圆筒容器可以直接放在框架中工作;也可以把它们放在另一个压机的工作台上,通过压机对差动油缸及圆筒容器施加压力,进行工作。我们采用了后一种方式。这时被密封在差动油缸内的油的数量不

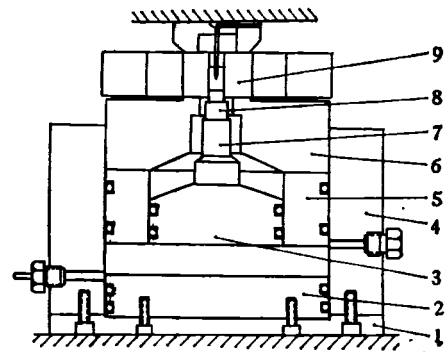


图 1

1—底板; 2—油缸底; 3—内活塞;
4—油缸缸体; 5—外活塞; 6—桥
状压块; 7—顶柱; 8—高压活塞;
9—圆筒容器

变。当压机压缩圆筒容器和差动油缸时,缸内升高的油压作用在活塞 3 和 5 上的力(即工作压力和端面保护推力)即随活塞 3 与 5 的截面积比而增加。

在我们的设计中,活塞 3 和 5 的外径分别为 180mm 和 300mm,因此端面保护力和工作推力之比约为 3 比 2。究竟怎样的比值最好,很难用计算方法来确定,只能通过实际使用来摸索。实验表明,上述的设计在高压腔内径为 20mm 的容器中可以达到 40 kbar 的工作压力。

二、高压下的升、降温程式可控装置

高压下的温度控制,特别是升、降温程式的控制,由于高压腔体中环境复杂,一般较难精确实现其自动控制。但是对一些需要建立较为精确和较为复杂的加热制度的高温高压研究,却

要求温度的升、降能精确地按指定的程式进行。例如用连续加热法测定相变时，需要有确定的加热速度^[5]；而为了取得有关相变动力学的信息，又要求测定各不同加热速度下相变温度的推移^[6-8]，这用手工控制法是无法满足要求的，尤其是高压下的高温实验往往采用大电流低电压的加热技术，手工控制更难满足要求。

我们采取从高压腔内直接引出紧贴试样的温差电偶作为检测元件，并以可控硅调压器作为输出功率可调的被控加热电源，在装有管状发热体的样品为组装形式的上述活塞-圆筒容器中实现了低电压(0—8V)大电流(0—1200A)加热下的升、降温程式控制，收到很好的效果。所用的程式给定器是碳膜板式的，其优点是可以作任意函数形的加热程式控制，加热速度的设置范围是0.12°C/min到60°C/min。图2是该装置的方框图。

图3是15kbar压力下以60°C/min速度加热的实际温度-时间曲线。曲线表明，在150°C以上，实际加热曲线是严格的线性，温度偏离小于±2°C。只是在100°C以下才出现温度失去控

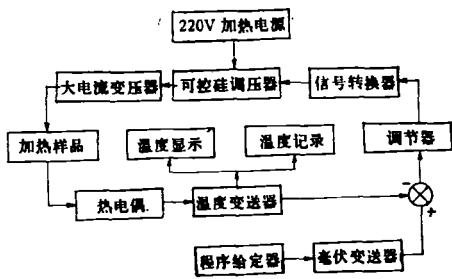


图 2

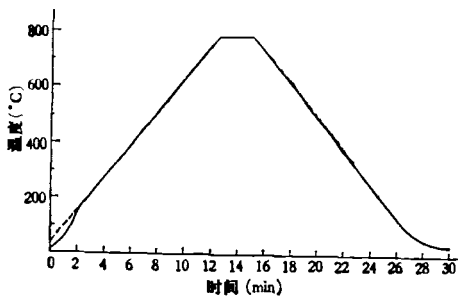


图 3 (加热速度为 60°C/min)

制而偏离线性的情况。

我们在上述的高压高温装置中用四探针法测量了高压下 $(\text{Fe}_{0.1}\text{Co}_{0.55}\text{Ni}_{0.35})_{78}\text{Si}_8\text{B}_{14}$ 非晶态合金带在不同加热速度下晶化过程中的电阻变化，得到如图4所示的曲线。利用 Kissinger^[6]

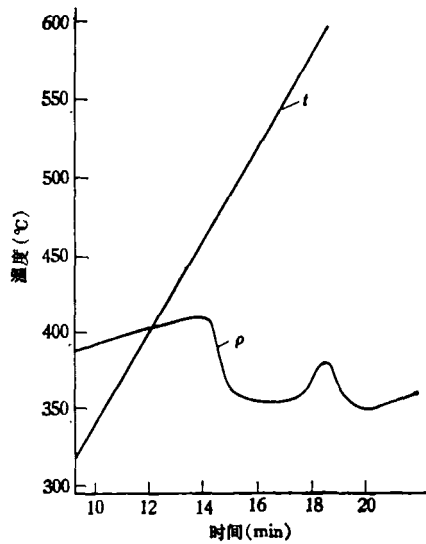


图 4 (加热速度为 60°C/min)

与 Chen (陈鹤寿)^[9]推导的有关连续升温时晶化温度 T_x 与加热速度 R 的函数关系

$$\ln(T_x^2 R^{-1}) = \frac{\Delta E}{k T_x} + \text{const.},$$

得到了首批的高压下非晶态合金的晶化激活能

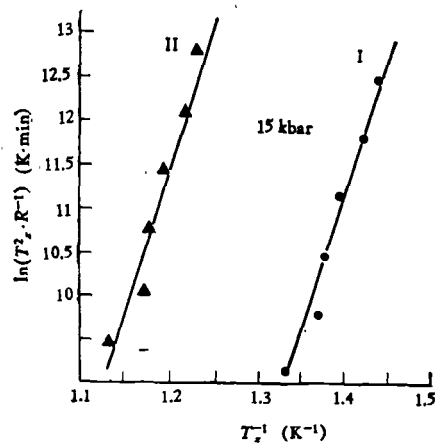


图 5

ΔE 的数据。Cedergren 等^[10]也测过非晶态合

(下转第 510 页)