

高温高压对顶压砧

何毅 王松涛 秦志成 王尧基 王文魁

(中国科学院物理研究所)

静态高温高压技术是研究固态相变、材料合成的一个重要手段,目前已有多种类型的装置用于进行不同的高温高压实验.布里奇曼型硬质合金对顶压砧结构简单,能承受100kbar以上的高压,并能用内热法加热达到1000°C左右的温度,高压腔体积也较大.因此国外许多实验室备有这种装置.为了进行高压下非晶态合金结构变态等方面的研究,往往需要100kbar左右压力的高压条件,以期获得更大的压力效应.为此我们建立了这种高温高压装置.

一、压机的选择及容器设计

压机是高压容器产生高压的压力源,对压机的要求是结构简单,操作方便,加压平稳,保压性能好,平行度高等.根据上述要求,我们选择了自行设计的200t四立柱压机,其机架采用三梁四柱式,中间活动梁与机架绝缘,工作台面积为 $320 \times 320\text{mm}^2$,开挡高度270mm,使用YQ200型油压千斤顶手动加压,柱塞顶部有球铰以保持台面平行.这种压机的设计、加工、调整都比较简单,并且容易操作,加压速度可自由控制,不同于某些压机启动升压时造成瞬时冲击力;100t加载时即可达到150kbar,这时的漏压率每昼夜小于1%.

压砧采用国产YG-6硬质合金制成,其截锥圆砧面直径为20mm,顶面与锥面成 10° 角.压砧用两层钢箍保护,其配合锥度为 1.5° ,钢箍外加水套,以便加热时进行水冷,同时还对箍有保护作用.图1为该装置的结构图及钢箍的应力分布.

容器设计时按照胡克定律及厚壁筒公式进

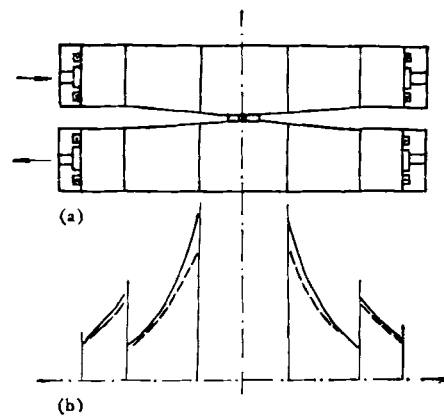


图 1

(a) 装置的结构; (b) 应力分布.
—— 计算值; ----- 实测值

行强度计算.具体计算步骤及结果已在第二届全国高压学术讨论会上报告过.

容器压配后用电阻应变法进行应力测量,测量所用元件为北京钢铁学院制的 $4 \times 8\text{mm}^2$ 胶基箔式电阻应变片及YJ-5型应变仪.电测结果说明计算值与实测值符合较好.

二、高压腔的结构及压力的产生

在一对压砧之间放置圆盘状叶腊石封垫,封垫中心钻直径为5mm的孔构成高压腔,其结构如图2所示.孔两端的叶腊石垫片起绝缘、绝热及传压作用.内加热的加热元件为片状金属加热器,通常选用Pt, Ta等电阻率较高、耐高温、易成型的材料制成,利用金箔作为电极及电引线,采用低电压大电流加热.所用传压介质为BN,它的内摩擦系数较小,可改善压力的均匀性.样品靠近热电偶热端,以保证测温的

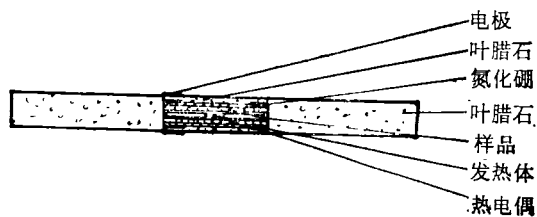


图2 高压样品室的结构

精度。常用的热电偶为 NiCr-NiSi。加温时，使用直流马达带动升温变压器，以使升温平衡。

在加压过程中封垫向外挤流，当剪应力与叶腊石的内摩擦及叶腊石与硬质合金间的摩擦力相平衡时，封垫停止向外流动，封住样品室的压力并产生增压效应，中心部分压力高于平均压力。增压效率与封垫厚度等因素有关，当达到临界厚度时，增压比最大，继续增加厚度时，增压比不再增加，用不同厚度的封垫进行压缩实验，可找出临界厚度。本工作采用经 650℃，1h 热处理后的国产叶腊石做封垫材料，当压力为 100kbar 时，临界厚度约为 1.6mm。

三、压力校正

高压腔内压力用 Bi, Ba 等金属标准压力点标定，这些金属的相变点分别是 Bi(I-II) 25.5 kbar, Ba (I-II) 55kbar, Bi(III-V) 77kbar, Ba (II-III) 120kbar。以上相变均伴随着电阻跳跃，因此本工作用电阻法进行压力检测。

校压时，高压腔内除没有放置加热及测温系统以及在定标金属周围放置氯化银薄片做传压介质外，腔内放置的所有其他元件都与高温高压实验时相同，这样可以尽量接近使用状态。通过金属箔及硬质合金将电信号引出，样品内通以恒定电流，当压力达到使该金属样品产生相变时，其电阻发生突变，造成样品两端电位差改变。信号经放大器放大后由国产 LZ3-204 型 X-Y 记录仪记录，记录仪的 X 轴接 ACY5-7 型压力传感器输出端，接收千斤顶油缸油压的变化信号。

由测量得到的金属样品的电阻随压机载荷变化曲线，可得出加载时高压腔内压力与千斤

顶油缸内油压的关系曲线，如图 3 所示。

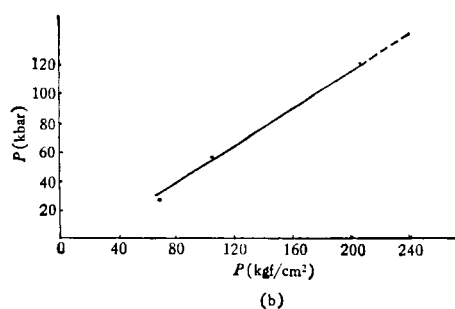
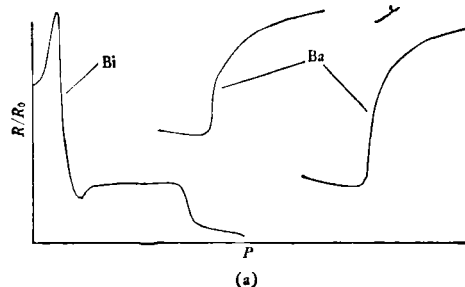


图 3

四、容器的使用

为获得较高的加热温度，一般使用极薄的金属加热片。此外，为防止热量通过热电偶丝散失，热电偶丝制得很细，但这样在加压过程中容易将电偶丝挤成椭圆甚至剪断，所以使用时要缓慢加压。当加压速度与叶腊石封垫挤流速度保持一致时，加热器与电偶丝能均匀延伸变形而不致影响使用，而且缓慢加压还可以避免压力分布的突变。

经长时间使用表明，这种装置可以保持基本不漏压，可进行数小时乃至数天的保压实验，并可在 100kbar 左右的压力及 850℃ 以下的高温连续工作，适用于进行与时间有关的高压过程的研究。如果采用国产优质硬质合金压砧，最高工作压力可达到 150kbar；如采用超薄石墨片做加热元件，其使用温度也可有较大提高。

经验表明，一对压砧基面的平行度对容器的使用是十分重要的，它可以通过压机梁和柱的设计及加工精度来保证。