文章编号：1000-5773(2006)03-0331-06

六面顶压机上常温高压超声测量的样品组装设计*

王青松，王志刚，毕 延

（中国工程物理研究院流体物理研究所冲击波物理与爆轰物理实验室，四川绵阳 621900）

摘要：简要介绍了高压超声测试技术中样品组装的设计原则。设计了一套新的样品组装，并测量了纯 Al 和纯 Cu 在常温下的等温状态方程。实验结果表明，新的组装能够实现较理想的准静水压加载，同时也能够测试出良好的超声信号。分析了六面顶压机上常温超声测量的主要误差来源。

关键词：样品组装；超声测试技术；六面顶压机

中图分类号：O521.3 **文献标识码**：A

1 引 言

超声脉冲回波法是静高压实验中的重要测试技术之一[1]，目前在大多数静高压加载装置中，可以利用这种测试技术从事材料高压物性的研究，如：活塞-圆筒、六面顶压机、八面顶压机[2]，以及近年来比较流行的金刚石对顶压机(DAC)等[3]。在这些装置中，活塞-圆筒装置可以用液体作传压介质[4]，实验中的静水压最好，但产生的最高压力比较低(一般不超过 1 GPa)，因此这种装置目前很少使用。在 DAC 装置上进行超声测量是近几年发展起来的实验方法[5-6]，目前尚处于探索阶段。而六面顶压机是国内最常见的静高压设备，在大腔体加载装置中，该设备操作相对简单，对实验条件的要求比较低。因此在六面顶压机上用超声脉冲回波法进行超声测量，是目前国内测量材料等温状态方程的主要方法之一。

不过，在六面顶压机上用液体作传压介质一直是实验技术中的障碍，而用固体作传压介质，在实验中非静水压的问题则是无法避免的，这将取决于实验样品组装设计，它是高压超声测试技术中的重点，也是难点。合理的样品组装设计，不仅可以减小非静水压对实验结果的影响，同时也是实验系统具有良好的声学通道的关键。本工作根据六面顶压机装置的特点，并汲取 Li 等人[7]所设计的样品组装的优点，设计了一套适用于六面顶压机中测量金属样品常温状态方程的样品组装，并测量了纯 Al 和纯 Cu 在常温下的状态方程。实验结果表明，样品组装设计是合理的，可以借鉴到其它材料高压等温状态方程的研究中。

2 样品组装设计

在高压超声测试技术中，样品组装的设计必须遵循一个基本原则，即样品组装要确保测试系统有良好的声学通道，这是实验得到稳定可靠的测试信号的关键。同时样品组装要适用于状态方程测量，需要考虑非静水压的影响，其设计要保证在高压下样品的塑性形变尽可能小。

声学通道的设计必须确保在可控制的高温高压环境下，能精确地测定超声在已知长度的样品中传播的时间，至少要满足三个条件：(1) 有足够强度的超声波能够传输到样品上；(2) 样品界面上的反射波能无扰地被检测到；(3) 能基本上克服高温高压环境给信号带来的干扰。因此样品组装中用于作声

* **收稿日期**：2005-05-27；**修回日期**：2005-09-05

作者简介：王青松(1974—)，男，硕士，助理研究员，主要从事实验加载技术研究.

学通道的缓冲棒材料需有良好的声学品质,其弹性强度与样品周围传压介质的相差不大。

在实验中要减小非静水压的影响,其关键在于样品组装中传压介质的选取。一般理想的固体传压介质应符合以下几个要求:(1) 具备传递压力的流体静压特性,实际选取时是按剪切强度的大小来选择材料,传压介质的剪切强度越小,压力梯度越低,传压效果越接近静水压;(2) 可压缩性尽量低,这样传压介质的内摩擦消耗少,传压效率高;(3) 应具有化学惰性。

Li 等人[7]所设计的组装比较合理,其设计有几点是可取的:(1) 选取铅作主要的内传压介质,一般说来,金属材料的压缩率小于非金属材料,选用金属材料作传压介质是合适的,而铅的剪切模量为 5.6 GPa[8],在常用的金属材料中是最小的,高压下,其流动性是其它常用金属无法比拟的,因此铅是非常理想的传压介质;(2) 在样品上界面和压砧之间设置了一块 2 μm 厚的金箔,它不仅有透声的作用,同时在一定程度上减小了界面的压力差;(3) 样品的下界面用聚四氟乙烯作传压介质,这种材料不仅传压效果好,同时其声阻抗很小,可以大大加强样品下界面的回波信号。总体来说,Li 等人设计的组装适用于八面顶压机上的超声测量,但要适用于六面顶压机,其设计需要做一定的修改。从 Li 等人的压力标定实验中可以看出,样品上表面的压力大于下表面,主要是由于金箔过薄,没有实现理想的缓冲效果。不过八面顶压机的腔体较小,压砧的行程短,表面的应力差给样品造成的塑性形变不明显。但在六面顶压机中,由于样品的尺寸相对较大,同时压砧的行程长,样品和压砧间需要设置缓冲棒,以尽量减小表面应力差的影响。张婷[9]设计的样品组装忽略了这一点。

根据上述分析,我们设计了一套新的样品组装,如图 1 所示。与 Li、张等人设计的组装相比,其主要有以下不同之处。

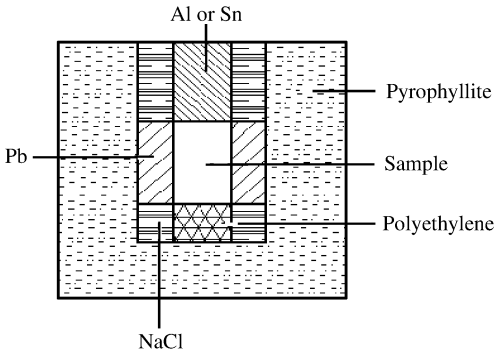


图 1 新的样品组装设计

Fig. 1 New sample assembly

(1) 样品在组装的中心。六面顶压机装置是中心对称的,实验中样品适合置于加载装置的中心,以满足各压砧同步压缩的要求。

(2) 样品上界面和压砧之间设置较长的缓冲棒。原则上讲,应该选用 Au、Ag、Pb 等材料作缓冲棒。但 Pb 的声衰减比较大,而 Au、Ag 等材料比较昂贵,不适合作耗材。从经济角度考虑,选用 Al、Sn 等材料作缓冲棒,它们的强度与 Pb 相差不大,但压缩率较大,其传压效果不及 Pb。在高压下,这种设计使得样品在长度方向的塑性形变比其它两个方向较为明显。

(3) 组装中没有钢套管。钢套管的主要作用是防止内传压介质泄漏,但钢套管的强度比较大,可能会影响传压效率。由于样品在组装的中心,即使没有钢套管,实验中也不会出现内传压介质外泄的情况。

(4) 高压聚乙烯作为样品下界面的传压介质,在高压下它的特性与聚四氟乙烯是类似的。

下面通过实验来验证这套组装的合理性。

3 实验方法

实验系统包括六面顶压机、脉冲发生/接收器、超声换能器和数字示波器等,测量系统示意图如 2 所示。六面顶压机的型号是 YJ75-800D,其压力由压力程控系统控制,脉冲发生/接收测量仪的型号是 Panametrics 5077PR,超声换能器由中国科学院声学研究所研制,纵波换能器谐振频率为 5 MHz,横波换能器谐振频率为 2 MHz,数字示波器的时间测量精度可达 1 ns。样品的尺寸为∅12 mm×6 mm,叶蜡石的尺寸为 32 mm×32 mm×32 mm。测量 Al 的声速时用 Sn 作缓冲棒,测量 Cu 的声速时用 Al 作缓冲棒。实验压力由 Bi、Ba、Tl 等压标材料标定,其误差估计为 5%。

具体的实验方法是:(1) 用千分尺测量样品的初始长度,声速测量完成后,回收样品并测量其长度,

通过样品长度的变化,来判定实验是否在准静水压下进行;(2) 加压后,记录压力表上的油压,并利用数字示波器测量出不同压力下超声波在样品中的走时。

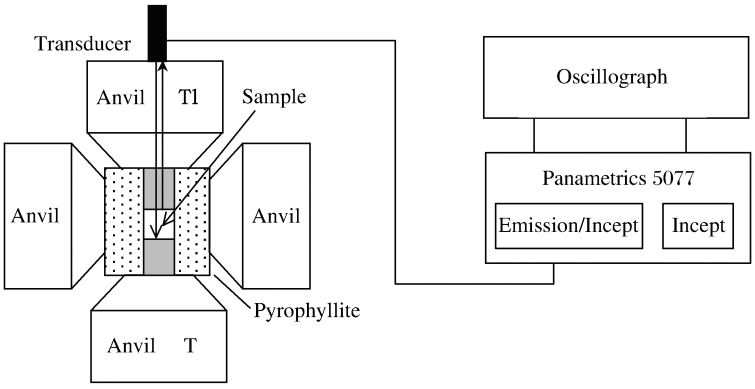


图 2　多压砧弹性波速度测量系统示意图

Fig. 2　Schematic of elastic wave velocity measurement

4　实验结果与分析

4.1　准静水压

目前国内外对高压超声测试技术中准静水压没有统一的定义,我们拟定实验是在准静水压下进行的,必须满足以下几点:

(1) 叶蜡石块外形完整,六面压缩均匀,内传压介质无泄露;

(2) 样品无明显形变,上下表面保持平行;

(3) 实验前后样品长度变化小于 2%。由于样品长度方向的介质传压效果不及侧面,因此长度方向的塑性形变明显大于其它两个方向,这两个方向的塑性形变可以认为是相等的。如果长度的变化小于 2%,则其它两个方向的变化小于 1%。

我们选取 Al 和 Cu 两种材料进行了 14 次声速测量实验,主要观察实验前后样品长度变化,以判定是否实现准静水压。具体的实验数据列入表 1 和表 2 中,实验的压力范围为 2.0～4.1 GPa。

表 1　Al 样品长度变化

Table 1　Changes of Al sample length

Al sample	Initial length /(mm)	Last length /(mm)	Length change /(%)
Al-p1	6.090	6.106	0.26
Al-p2	6.082	6.045	0.61
Al-p3	6.105	5.975	2.13
Al-p4	6.083	5.983	1.64
Al-s1	6.069	5.892	2.92
Al-s2	6.051	6.140	1.47
Al-s3	6.106	6.188	1.34

表 2　Cu 样品长度变化

Table 2　Changes of Cu sample length

Cu sample	Initial length /(mm)	Last length /(mm)	Length change /(%)
Cu-p1	6.081	6.028	0.87
Cu-p2	6.067	6.055	0.20
Cu-p3	6.085	6.103	0.30
Cu-p4	6.105	6.115	0.16
Cu-s1	6.046	5.999	0.78
Cu-s2	6.085	6.083	0.03
Cu-s3	6.125	6.078	0.77

表 1 中,Al-p1～Al-p4 为 1#～4# Al 样品纵波声速测量,Al-s1～Al-s3 为 5#～7# Al 样品横波声速测量;表 2 中,Cu-p1～Cu-p4 为 1#～4# Cu 样品纵波声速测量,Cu-s1～Cu-s3 为 5#～7# Cu 样品横波声速测量。表 1 和表 2 中的初始长度为未受压的样品长度,最终长度为回收样品长度,每个样品的长度测量只进行一次。从表 1 和表 2 中可以看出,有 12 个样品的长度变化在 2%以内,这些实验实现了准静水压。另外,在有的实验过程中,6 个压砧没有做到同步压缩,使得有些回收样品出现长度增长的情况。

需要说明的是，由于没有 X 光机，实验中无法测量样品在高压下的变化，只能通过实验前后的形状变化来大致判断实验是否在准静水压下进行。

4.2 回波信号

高压下纯 Al 和纯 Cu 样品中横波和纵波的测试波形如图 3、图 4 所示。

图 3、图 4 为在 3.0 GPa 压力下的超声回波信号，标识“1”和“2”分别为样品上、下界面的回波信号，从波形中很容易判读出超声波在样品内的走时，说明样品组装中的声道设计是非常理想的。值得一提的是，超声波在样品内传播的过程中，其幅度存在一定的衰减，其后果是超声波在样品下界面的回波强度一般比较小，接收器接收到的波形很差，超声波在样品中的走时不易判读。而在上述波形中，不存在这种情况，原因是样品的声阻抗远大于其下界面的传压介质。

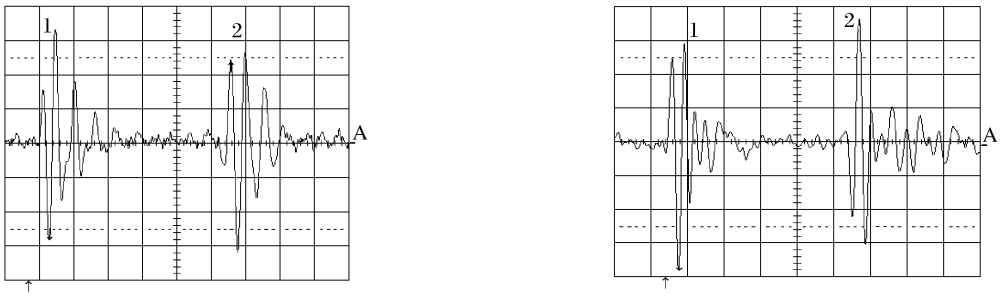


图 3 纯 Al 中横波(左)和纵波(右)的回波信号

Fig. 3 Acoustic of transverse (left) and longitudinal wave (right) in Al samples

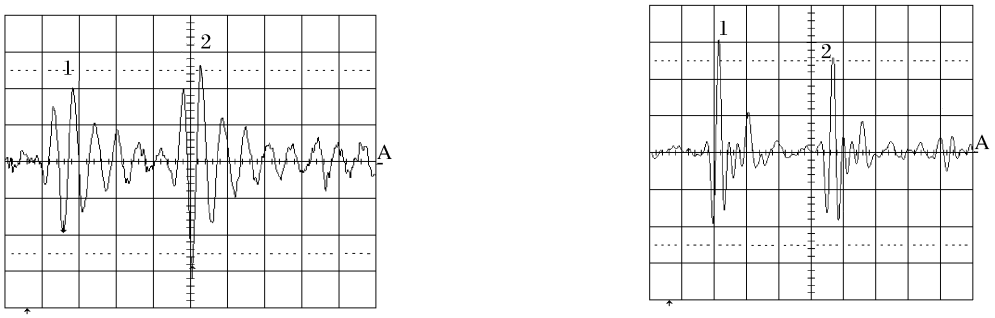


图 4 纯 Cu 中横波(左)和纵波(右)的回波信号

Fig. 4 Acoustic of transverse (left) and longitudinal wave (right) in Cu samples

4.3 Al、Cu 等温状态方程

利用这套组装测量 Al、Cu 的等温状态方程，其超声波数据列入表 3 中。v_p、v_s 分别表示纵波和横波速度。用文献[10]中的方法进行数据处理，可以得到纯 Al 和纯 Cu 在常温下的等温状态方程，其常温状态方程参数 K_{T0}、K'_{T0} 列入表 4 中。

表 3 高压下横波与纵波速度测量数据

Table 3 Experimental data of transverse wave and longitudinal wave under pressure

p/(GPa)	Al		Cu	
	v_p/(km/s)	v_s/(km/s)	v_p/(km/s)	v_s/(km/s)
2.1	6.80	3.39	4.97	2.26
2.4	6.88	3.44	5.00	2.27
2.7	6.96	3.49	5.03	2.78
3.1	7.03	3.53	5.06	2.29
3.4	7.11	3.58	5.09	2.30
3.7	7.18	3.62	5.12	2.30
4.1	7.24	3.66	5.14	2.31

表 4　纯 Al 和纯 Cu 在常温下的等温状态方程参数

Table 4　Parameters of isothermal compression of Al and Cu at 300 K

Parameter	Al	Cu	Parameter	Al	Cu
K_{T0}/(GPa)	73.1	143	K_{T0}/(GPa)	72.7[11]	137[12]
K'_{T0}	4.16	5.60	K'_{T0}	4.42[11]	4.77[12]

在上述实验中主要存在几个方面的问题。(1) 实验无法在一个样品中同时测得纵波和横波速度。要计算出样品的体模量 K_{T0} 以及其对压力的偏量 K'_{T0},必须同时测量出超声波在样品内传播时的纵波和横波速度,但这套样品组装无法做到这一点,只能分别测出同种材料两个样品中的纵波和横波速度。这种方法在理论上是没问题的,但由于用固体作传压介质,实验的重复性比较差,即使两次实验的技术状态是相同的,实验在两个样品内实现的压力还是有差异的。(2) 压力标定。这是实验最大的误差来源,实验每采用一种新的样品组装,都必须重新进行油压-压力曲线标定。目前国内外通用的方法是,用 Bi、Tl、Ba 等金属在高压下发生结构相变时的压力点作为参考点[13],而这些参考点的误差在 3% 以上,再加上实验系统误差,所以实验标定的压力曲线其误差在 5% 左右。(3) 高压下样品长度的计算。受到实验设备的限制,实验中无法测量出样品在高压下的长度,只能根据 Cook[14] 公式近似求出样品在各压力点下的长度,在准静水压下,会带来一定的误差。因此表 4 中的实验结果存在一定的偏差是正常的。另外,上述问题的存在,使得实验结果的误差分析非常困难。从理论上讲,超声测量的精度可达 0.1%,但是不同的实验装置、数据处理方法均会给实验结果带来一定的误差,通过对比不同来源的超声测量数据,不难发现,它们存在一定的分散性,尤其是 K'_{T0} 的分散性非常大。因此,在数据处理中,通常的做法是将不同来源的超声测量数据汇集在一起,通过综合对比分析,大致给出实验结果的误差范围。不过,这已经超出了本工作所研究的内容。

总之,通过上述实验结果分析说明,本工作中所设计的样品组装是合理的。

5　结　论

在静高压实验中,非静水压的问题是客观存在的。人们一方面试图建立相应的理论来解决这个问题[15];另一方面,在实验上设计合理的组装结构来减小样品在高压下的塑性形变,这也是一个有效的途径。本工作所设计的样品组装虽然没有完全解决静水压的问题,但大大减小了样品在高压下的塑性形变。实验结果表明,这套组装不仅可以实现准静水压,得到清晰的超声回波信号,同时,Al、Cu 的等温状态方程与其它测量方法的测试结果是一致的,说明这套组装设计是比较合理的。需要补充的是,虽然在超声测试技术中,样品组装的设计基本原则是一致的,但组装的设计还必须考虑实验设备条件以及所研究的内容,因此所有的组装均有一定的适用范围。本工作设计的组装只适用于六面顶压机,用于一般金属材料的等温状态方程测量,并不一定适用于其它超声测量实验。

References:

[1] Li B S, Gwanmesia G D, Liebermann R C. Sound Velocities of Olivine and Beta Polymorphs of Mg_2SiO_4 at Earth's Transition Zone Pressures [J]. Geophys Res Lett, 1994, 23(17): 2259-2262.

[2] Houck J G, Hutton U O. High Pressure Measurement [M]. London: Butterworths & Co, 1983: 221.

[3] Mao H K, Bell P M. High-Pressure Physics: Sustained Static Generation of 1.33 to 1.72 Megabars [J]. Science, 1978, 200: 1145-1147.

[4] Christensen N I. Fabric, Seismic Anisotropy, and Tectonic History of the Twin Sisters Dunite, Washington [J]. Geological Society Am Bull, 1997, 78: 301-317.

[5] Steven D J, Hartmust S, Hans J R. Shear Waves in the Diamond-Anvil Cell Reveal Pressure-Induced Instability in (Mg, Fe)O [J]. PNAS, 2004, 101: 5867-5871.

[6] Steven D J, Joseph R S, Hartmut S. Sound Velocities and Elastic Constants of Iron-Bearing Hydrous Ringwoodite [J]. Phys Earth Planetary Interiors, 2004, 47: 143-144.

[7] Li B S, Jackson I, Gasparik T. Elastic Wave Velocity Measurement in Multi-Anvil Apparatus to 10 GPa Using Ultrasonic Interferometry [J]. Phys Earth Planetary Interiors, 1996, 98: 79-91.

[8] Feng R. Ultrasonic handbook [M]. Nanjing: Nanjing University Press, 1999: 112. (in Chinese)
冯 若. 超声手册 [M]. 南京: 南京大学出版社, 1999: 112.

[9] Zhang T. Ultrasonic Measurements and Isothermal Equation of State for Three FCC Metals under Static Pressure [D]. Chengdu: Sichuan Normal University, 2003: 35-38. (in Chinese)
张 婷. 静高压加载下几种面心立方金属的超声测量与等温状态方程研究 [D]. 成都: 四川师范大学, 2003: 35-38.

[10] Anderson O L. The Use of Ultrasonic Measurements under Modest Pressure to Estimate Compression at High Pressure [J]. J Phys Chem Solids, 1966, 27: 547-565.

[11] Syassen K. Isothermal Compression of Al and Ag to 12 GPa [J]. J Appl Phys, 1978, 49: 212-219.

[12] Duffy T D, Steven D J, Hartmut A S, et al. Sound Velocities at High Pressure and Temperature and Their Geophysical Implications [J]. J Geophy Res, 1992, 97: 4503-4520.

[13] Li B S, Chen G L, Gabriel D. Sound Velocity Measurements at Mantle Transition Zone Conditions of Pressure and Temperature Using Ultrasonic Interferometry in a Multianvil Apparatus [J]. Phys Earth Planetary Interiors, 1998, 101: 41-59.

[14] Xie H S. Introduce of Earth Interiors [M]. Beijing: Science Press, 1997: 21(in Chinese)
谢鸿森. 地球深部物质科学导论 [M]. 北京: 科学出版社, 1997: 21.

[15] Uchida T, Funamori N, Yagi T. Lattice Strain in Crystals under Uniaxial Stress Field [J]. J Appl Phys, 1996, 80: 739-746.

Design of the Sample Assembly for Ultrasonic Measurement at High Pressure and 300 K in Six-Side Anvil Cell

WANG Qing-Song, WANG Zhi-Gang, BI Yan

(*Laboratory for Shock Wave and Detonation Physics Research, Institute of Fluid Physics, CAEP, Mianyang* 621900, *China*)

Abstract: We introduced briefly the principle of design of sample assembly for ultrasonic measurements at high pressure, and designed a new kind of sample assembly to measure the isothermal compression of Al and Cu at 300 K. Ideal quasi-hydrostatic loading was realized, and high-quality ultrasonic signals were obtained under high pressure. It was indicated that the design of sample assembly was reasonable. We analyzed in brief main uncertainty of ultrasonic measurement in six-side anvil cell at 300 K.

Key words: sample assembly; ultrasonic measurement; six-side anvil cell