文章编号：1000-5773(2011)04-0303-07

1 000 t Walker 型高温高压装置的使用与压力标定*

杨 斌，陆凤国，赵旭东，刘晓旸

（吉林大学无机合成与制备化学国家重点实验室，吉林长春 130012）

摘要：介绍了一种 6-8 型二级加压装置——1 000 t Walker 型大腔体高温高压装置中样品的组装方式、组装件材料和压力标定方法。采用碳化钨作为压砧时，获得的最高压力超过 20 GPa。压力标定方法采用相变点法，即利用 Bi、Tl、ZnTe、Pb、SnS、GaAs 等标准压力标定物质，通过测量其在室温高压下的电阻变化，确定相变点，进而获得高压腔体内的压力与外加载荷的关系。对具有不同二级压砧截角边长(4、6、8、12 mm)组装的内部实际压力进行标定，得到了外加载荷与内部压力的关系曲线，为今后在该装置上的实验样品组装及样品实际压力确定提供了准确的数据。

关键词：大腔体；高温高压；样品组装；压力标定

中图分类号：O521.3 **文献标识码**：A

1 引 言

大腔体压机(Large Volume Press，LVP)和金刚石对顶砧(Diamond Anvil Cell，DAC)是目前产生静高压的两种基本装置。DAC 能产生几百吉帕的极端压力[1-2]，通过激光加热可达到几千开的高温[3]，是高压研究领域应用较广泛的设备。但 DAC 中的样品尺寸一般为微米级[4]，采取原位测试，不能实现高温高压条件下大样品的合成与制备。LVP 所能达到的压力和温度条件相对较低，但是其样品尺寸能达到毫米级甚至厘米级，远大于 DAC 中的样品，并且实验时样品周围温度分布较均匀，可以直接进行大块样品材料的合成、测试及应用，这些特点使 LVP 成为合成新材料及特殊材料的理想工具[5]。

Walker 型高温高压装置是一种 6-8 型二级加压(一级压砧为 6 块，二级压砧为 8 块)多面顶大腔体高压装置[6-7]。当采用碳化钨(WC)压砧作为二级增压块时，工作压力可达 28 GPa[8-9]，最高工作温度可达 3 000 ℃。若使用烧结金刚石作为二级增压块，则压力可达 90 GPa 以上[10]，是目前大腔体压机所能得到的最高压力。本研究采用的 Walker 型高温高压装置(见图 1)是由美国 Rockland Research 公司生产的第 2 代产品，工作压力可超过 20 GPa。

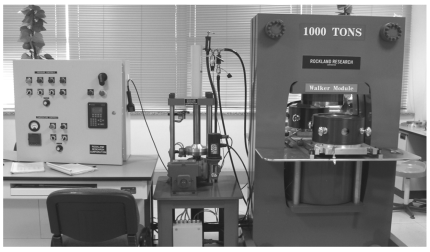


图 1 Rockland Research 高温高压装置照片

Fig. 1 Photograph of Rockland Research high temperature and high pressure apparatus

高压实验中，样品组装材料对压力和实验成功

* **收稿日期**：2010-01-24；**修回日期**：2010-04-01

基金项目：国家自然科学基金(20471022，40673051，20121103)；教育部新世纪优秀人才支持计划

作者简介：杨 斌(1981－)，男，博士研究生，主要从事大腔体超高压技术研究. E-mail：ybin07@mails.jlu.edu.cn

通讯作者：刘晓旸(1964－)，男，教授，博士生导师，主要从事高温高压化学研究. E-mail：liuxy@jlu.edu.cn

率等有着很大的影响。本工作依照 Walker 型高压装置的要求，选择合适的组装件材料和样品组装方式，通过测量 Bi、Tl、ZnTe、Pb、SnS、GaAs 等标准压力标定物质在室温高压下的电阻变化，确定相变点，进而完成 Walker 型高温高压装置样品腔内部的压力标定。实验结果将为今后在该装置上的样品组装及样品实际压力确定提供准确的数据。

2 压力的产生

Walker 型压机的一级增压装置由 6 个钢块组成。将 6 个钢块(上下各 3 个)组成圆柱形，安装在一个类活塞圆筒的不锈钢压腔内，采用 1 000 t 液压装置在圆筒的径向上施加载荷。每个钢块的顶端被截成正方形，6 个钢块就围成了一个立方体空间，且立方体的〈111〉方向平行于圆筒径向。在这个立方体空间内放置由 8 个截角立方体压砧组成的第 2 级加压装置，如图 2 所示。截角立方体即为切去一个顶角的立方体(见图 3)，其截面便是等边三角形压面。8 个压面向内围出一个八面体空间。在八面体空间中放置传压介质，构成八面体封装样品。

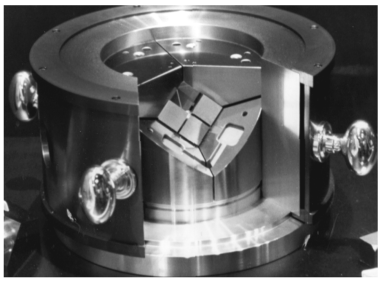


图 2 Walker 型高压模块内部结构照片

Fig. 2 Photo of inner structure of Walker module

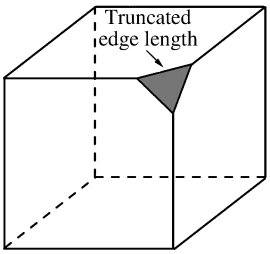


图 3 WC 压砧示意图

Fig. 3 Schematic of tungsten carbide cube

本研究所采用的 WC 立方体压砧的边长为 25.4 mm，截角边长有 4、6、8 和 12 mm 4 种尺寸。WC 立方体的截角边长不同，构成的八面体尺寸就不同，产生的压力范围也会有所差异。八面体各棱边都应有突出的垫片，以支撑立方体压砧，同时对样品腔也起到密封作用。

3 样品组装

图 4 为 Walker 型压机八面体内部的样品组装示意图。样品组装放在由传压介质组成的八面体内的钻孔中。整个样品组装包括：样品腔及样品，用于加热的石墨加热体，用于测温的热电偶线，对热电偶起保护和绝缘作用的 Al_2O_3 管，对 Al_2O_3 管起支撑保护作用以及对样品腔周围起保护、绝缘、传压、传热作用的六方 BN 等。样品处于整个组装的中心，这样可以减少压力和温度梯度对实验的影响。表 1 给出了不同截角边长组装中加热体及样品尺寸。其中：a_{tel} 为截角边长，a_o 为八面体棱边边长，h_g 为垫片厚度，p_{max} 为八面体空间对应的最大压力，D_o、D_i、L_f 为加热体外径、内径和长度，D_s、L_s 分别为样品的直径和长度。由表 1 可知，截角边长越小，所产生的压力越高，但获得的样品尺寸却越小。

表 1 不同尺寸的八面体对应的压力范围及内部组装件尺寸

Table 1 Specifications of the octahedral pressure cells and the sample assemblies

a_{tel}/(mm)	a_o/(mm)	h_g/(mm)	p_{max}/(GPa)	D_o/(mm)	D_i/(mm)	L_f/(mm)	D_s/(mm)	L_s/(mm)
12	21	3.2	6	6.0	5.0	13.5	4.0	5.0
8	18	2.6	10	4.0	3.0	9.0	2.0	4.0
6	16	2.4	15	4.0	3.0	8.0	2.0	3.5
4	14	2.4	28	3.0	2.5	7.0	1.8	2.5

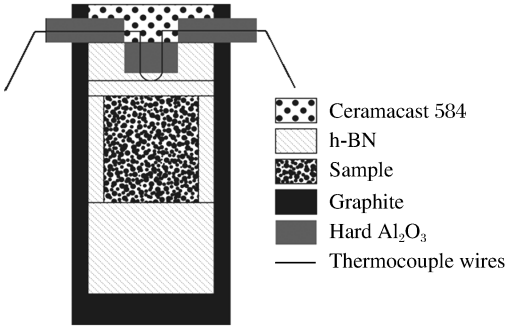


图 4(a)　样品组装示意图

Fig. 4(a)　Sketch of sample assembly

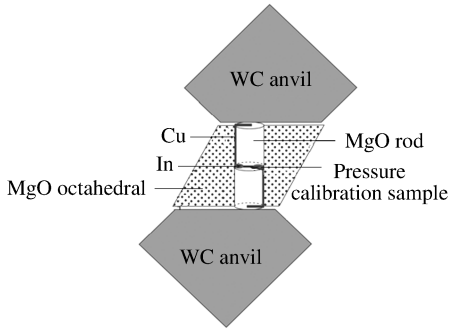


图 4(b)　压力标定组装示意图

Fig. 4(b)　Sketch of pressure calibration test

3.1　传压介质

大腔体高压装置中的传压介质同时起到密封和传压的作用。为了提高外加载荷产生压力的效率，同时使产生的压力尽量接近静水压力，传压介质材料的剪切强度要小(用于传压)，并且要具有一定的压缩率(用于封装支撑)，此外还要具有某些特殊性质，如绝缘、隔热、一定的空隙率、优良的化学稳定性等[11]。高压实验中常用的传压介质有叶蜡石、NaCl 以及半烧结的 MgO、ZrO_2、BeO 等陶瓷材料。需要根据实验压力和温度范围来选择合适的传压介质材料。常用的传压介质 NaCl 在温度达到 1 500 ℃时会与 WC 发生反应；叶蜡石是较理想的传压介质，但在高温及 10 GPa 以上的条件下，叶蜡石会分解为超石英和 Al_2O_3，造成压力骤降；空隙率为 40%～50%的半烧结陶瓷材料的增压效率比叶蜡石高，即传压性能稍逊于叶蜡石，但陶瓷材料可在几十吉帕的压力及 2 000 ℃以上的高温下仍能保持稳定，适用的温度和压力范围较广。

由于在 Walker 型高温高压装置中实验压力经常在 10 GPa 以上，所以本研究采用美国 Armeco Products 公司的 Ceramacast 584 陶瓷材料(空隙率为 40%)作为传压介质。该材料的主要成分为 MgO，由粉体和胶体构成，两者混合后成型煅烧，制成八面体后进行组装。

3.2　加热体

在大腔体压机中，加热体主要采用石墨和半烧结 $LaCrO_3$[12]，此外还可以采用 Re、Nb 等金属作为加热体。

石墨是最常见的加热体。在 Walker 型高压装置中，加热体的壁厚较薄，因此采用高纯石墨作为加热体。本实验采用 Alfa Aesar 公司生产的高纯石墨棒(质量分数为 99.999 5%)。利用这种质地均匀的石墨，可加工出壁厚为 0.2 mm 的加热体，进而增大样品腔的体积，提高发热效率。

采用石墨作为加热体时，当温度和压力超过某阈值时，石墨将金刚石化，此时需要使用 $LaCrO_3$ 加热。$LaCrO_3$ 是一种高温加热体，具有类钙钛矿结构，在 20 GPa 压力下仍能保持稳定，标准大气压下熔点超过 2 490 ℃[13]。在 0.1 MPa、25 ℃条件下 $LaCrO_3$ 的电阻率约为石墨的 1 000 倍；当温度升至 1 000 ℃时，$LaCrO_3$ 的电阻率会急剧下降到室温条件下的 1/10[14]；温度在 1 000 ℃以上时，电阻率只有微小的变化[15]。在使用 $LaCrO_3$ 加热时，需要在 $LaCrO_3$ 加热体外套上一层石墨加热体：在低温阶段，$LaCrO_3$ 的电阻很大，这时主要通过石墨发热；在高温阶段，石墨金刚石化，电阻变大，发热效率下降，$LaCrO_3$ 的电阻急剧下降，成为主要加热体。

石墨作为一种层状化合物具有良好的滑动性。在截角边长为 4 mm 和 6 mm 的组装中：八面体内的钻孔边缘超过了三角面，随着八面体边缘垫片的压缩延展，石墨和样品有时会顺着垫片挤到压砧间的缝隙中；此外，在这两种组装中样品的体积较小，为了增大样品量，可使用厚度为 0.1 mm 的 Re、Nb 等金属片作为加热体，但是金属片的传压性能较差，容易切断热电偶线，且价格昂贵，应用有一定局限。

3.3 样品腔

样品腔材料应具有很好的化学稳定型，不与样品反应，高温高压条件下不发生变化，同时还应具有很好的传压和传热性能。实验时，要注意保持样品腔与加热体之间的绝缘。常见的样品腔材料有 Pt、Mo、Re、六方 BN、石墨等。一般采用壁厚为 0.1 mm 的铂金(Pt)埚进行实验。铂金埚装入样品后，用激光焊接机(武汉楚天 JHM-1GY-200E)焊接密封，并在 200 MPa 压力下预压成型后组装进行实验。实验中，铂金埚与加热体间放入六方 BN 管套进行绝缘保护。

3.4 热电偶

本实验室常用的热电偶为 Pt10Rh-Pt(S 型)和 W3Re-W25Re(D 型)两种。S 型热电偶的测温上限为 1 736 ℃，D 型热电偶的测温上限为 2 399 ℃。热电偶正负极的连接方式一般有两种：(1)穿过两孔 Al_2O_3 管后焊接起来，见图 5(a)；(2)穿过四孔 Al_2O_3 管交叉相接，见图 5(b)。热电偶的热端与样品腔相邻，热电偶线穿过两孔或四孔 Al_2O_3 管后沿样品组装的轴向引到整个组装的上部，然后穿过单孔 Al_2O_3 管进入 MgO 八面体中(见图 4)，Al_2O_3 管外的热电偶线套上热缩管，埋入八面体边缘垫片中的凹槽内，如图 6 所示，最后从 WC 压砧的缝隙中以及一级钢块压砧间的缝隙中引出压腔。这样既保证了热电偶冷端温度为室温，又使压砧与热电偶彼此绝缘。由于 Al_2O_3 会与 $LaCrO_3$ 发生反应，在使用 $LaCrO_3$ 作为加热体时，要将 Al_2O_3 换成 MgO[10]。

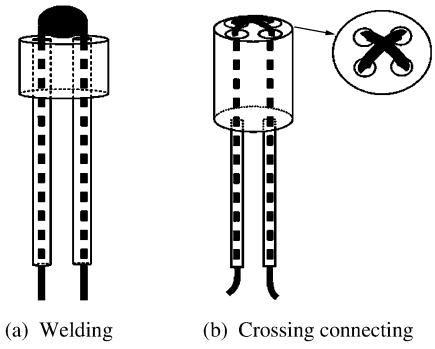


图 5 热电偶的两种连接方式

Fig. 5 Two connections of the thermocouples in the assembly

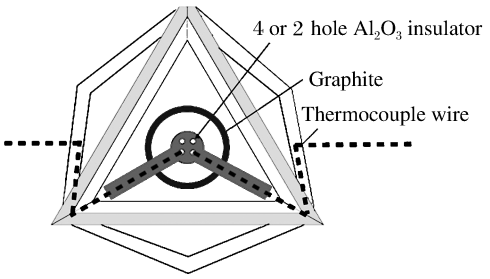


图 6 八面体内的热电偶示意图

Fig. 6 Schematic of the thermocouple wires in the octahedron

4 压力标定结果与讨论

本研究采用的压力标定方法为相变固定点法，即采用 Bi[16-17]、Tl[15]、ZnTe[18-20]、Pb[16]、ZnS[21]、GaAs[22]等标准物质进行压力标定。这些物质在室温高压下发生相变时电阻会发生明显突变，通过测量电阻变化可以确定相变点，由相变压力可标定出腔体内部的实际压力，进而拟合得到样品腔内部实际压力与 Walker 型高压装置施加载荷(载荷对应的是液压系统中的油压)的对应关系。本研究所用的压力标定物质及其相变点见表 2。根据不同截角边长压砧所能产生的压力上限，选择合适的标定物质进行压力标定。

表 2 室温下压力标定物质的相变压力点

Table 2 Phase transition pressures of the calibration materials at room temperature

Phase transition	Pressure/(GPa)	Phase transition	Pressure/(GPa)	Phase transition	Pressure/(GPa)
Bi Ⅰ-Ⅱ	2.55	Bi Ⅲ-Ⅴ	7.7	ZnS	15.5
Bi Ⅱ-Ⅲ	2.69	ZnTe	8.9	GaAs	18.3
Tl Ⅱ-Ⅲ	3.68	ZnTe	12.9		
ZnTe	6.6	Pb	13.4		

4.1　压力标定实验组装

压力标定实验中采用的样品组装如图 4(b)所示:在 MgO 八面体孔内设置两段等长的 MgO 柱,以保证传压的均匀;在每个 MgO 柱的侧面安装铜片(宽度为 1.5 mm,厚度为 0.1 mm,长度可根据不同实验进行调整);在其中一段 MgO 柱上刻一凹槽,放入标定物质(制成丝状),将标定物质与二级加压装置中的 WC 块相连。为了确保铜片与标定物质接触良好,采用导电性和延展性好的 In 粒(体积小于 1 mm^3)连接铜片和标定物质丝。通过两个相对的与铜片接触的 WC 压砧,将电信号引出,使用 Multi K2002 电压电流表(测量精度达 10^{-8})测量两个 WC 压砧间的电阻值。在压力标定过程中,缓慢施加载荷,记录不同载荷下的电阻值,最终可获得电阻随载荷的变化曲线。

为了提高实验结果的准确率,需要注意:(1)组装所用的八面体孔径须与正常高压实验样品组装的孔径相同;(2)等长的 MgO 柱可保证标定物质(正常实验时的样品位置)在组装的中心,进而减少孔洞轴向压力梯度的影响;(3)每种组装的压力定标实验都重复 3 次以上,以保证数据的可靠性。

4.2　压力标定结果讨论

图 7(a)为压力标定实验(截角边长为 8 mm)测得的标定物质 Bi 的电阻与载荷的关系曲线。从中可以明显看出金属 Bi 发生的 3 个相变,对应的相变压力分别为 2.55、2.69 和 7.70 GPa。若样品腔内部的压力分布存在一定梯度,则相变点电阻变化就会存在一定的压力区间。从图 7(a)中可以看出,相变点附近的电阻变化很陡,压力区间很小,说明样品腔内的压力梯度较小,整个样品腔压力接近静水压。

图 7(b)给出了实验测得的室温下不同截角边长组装中压力标定物质的相变点压力与负载的对应关系。对实验数据进行了二次多项式拟合,即

$$p_s = A + Bp_l + Cp_l^2 \tag{1}$$

式中:p_s 为样品的实际压力,p_l 为系统负载,A、B、C 为系数。对于具有不同截角边长的组装,实际压力与载荷的线性拟合结果见表 3,其中 Δ 项表示标准偏差,R 为相关系数。

对于截角边长为12 mm的组装,所能产生的压力范围较小,可供选择的压力标定物质和压力点较

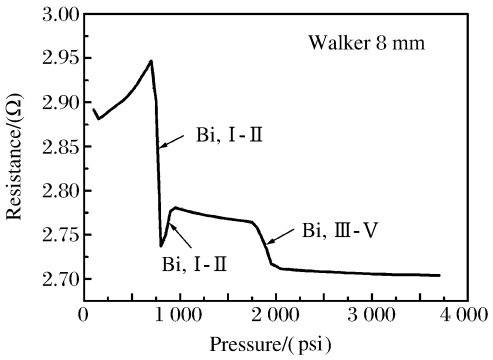


图 7(a)　截角边长为 8 mm 的组装中 Bi 的电阻随载荷变化的测量结果

Fig. 7(a)　Experimental curve of the resistance of Bi versus pressure in the anvil with truncated edge length of 8 mm

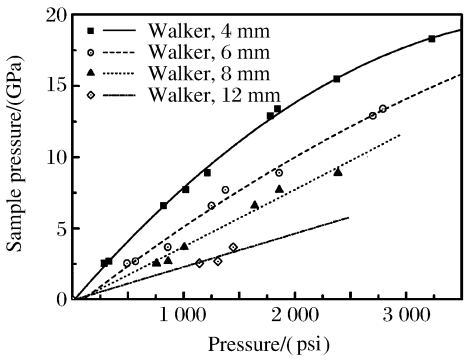


图 7(b)　截角边长为 4、6、8、12 mm 的组装中压力标定拟合曲线

Fig. 7(b)　Pressure calibration curves in anvils with four truncated edge lengths of 4, 6, 8 and 12 mm

表 3　不同组装中样品实际压力与系统负载的多项式拟合结果

Table 3　Polynomial fitting results of the sample pressure versus system pressure in different assemblies

a_{tel}/(mm)	A	ΔA	B	ΔB	C	ΔC	R/(%)
12	−0.046	0.334	2.34×10^{-3}	2.96×10^{-4}			95.35
8	−0.242	0.447	3.93×10^{-3}	7.95×10^{-4}	2.82×10^{-8}	3.12×10^{-7}	97.89
6	−0.590	0.754	6.09×10^{-3}	1.11×10^{-3}	-3.99×10^{-7}	3.26×10^{-7}	98.69
4	−0.159	0.273	9.03×10^{-3}	3.82×10^{-4}	1.02×10^{-6}	1.10×10^{-7}	99.74

少，线性拟合比多项式拟合的效果要好，但线性拟合结果的误差仍较大。

在理想状态下，样品压力 p、外加载荷 F 与载荷作用面积 S 满足 $p=F/S$，即随着载荷 F 的增大，样品内部的实际压力 p 线性增加。但是，实际上：在实验刚开始加压时，样品组装彼此之间存在一定的缝隙，组装件材料自身也存在空隙率，样品内部压力上升得非常缓慢，因此实际压力与载荷并不是线性关系；当整个样品组装压实后，由于八面体各边上的垫片与压砧之间的摩擦力未超过最大摩擦力，样品组装及垫片并不发生移动，样品的实际压力会随着载荷的增大而线性增加；当压力继续上升并超过了垫片的最大内摩擦力及垫片与压砧间的最大摩擦力时，垫片会在压砧缝隙中缓慢流动，垫片厚度变薄，垫片与压砧的接触面积增大，摩擦力变大，整个组装的内部压力重新平衡，这时样品的实际压力与外加载荷之间不再是原来的线性关系，而是比线性关系点略低；压力继续增大，垫片厚度越来越薄，压砧内部的应力逐渐增加，当应力超过 WC 的屈服强度时，WC 压砧发生碎裂致使实验失败，这时的压力就超过了该实验方法的极限值。

标定实验结果表明：在截角边长为 4 mm 的组装中，从 2.55 GPa(Bi Ⅰ-Ⅱ)到 15.5 GPa(ZnS)的压力范围内，样品实际压力与载荷基本为线性关系，当压力超过 18.3 GPa(GaAs)时，样品的实际压力已偏离线性关系；在截角边长为 6 mm 的组装中，2.55 GPa(Bi Ⅰ-Ⅱ)到 13.4 GPa(Pb)的压力范围内，样品实际压力与载荷呈线性关系；在截角边长为 8 mm 的组装中，2.55～7.7 GPa 压力范围内，样品实际压力与外加载荷基本呈线性关系，在压力超过 8.9 GPa 时样品压力比线性关系点略低；在截角边长为 12 mm的组装中，压力标定点较少，不能很好地确定线性关系。用最小二乘法拟合了各种尺寸组装中不同压力范围内样品实际压力与载荷的线性关系(拟合关系式为 $p_s=A+Bp_l$)，结果见表 4。可见，在选定的压力范围内，线性拟合结果非常好，说明组装方式及材料选择比较合理，标定实验结果比较准确。

表 4 不同组装中样品实际压力与系统负载的线性拟合结果

Table 4 Fitting results of the sample pressure versus system pressure in different assemblies by least square method

a_{tel}/(mm)	Pressure range/(GPa)	A	ΔA	B	ΔB	R/(%)	S
12	[2.55,3.68]	0.046	0.334	2.34×10^{-3}	2.96×10^{-4}	95.35	0.338
8	[2.55,7.7]	−1.200	0.204	4.77×10^{-3}	1.57×10^{-4}	99.83	0.155
6	[2.55,13.4]	0.226	0.367	4.76×10^{-3}	2.15×10^{-4}	99.39	0.510
4	[2.55,15.5]	0.953	0.356	6.47×10^{-3}	2.55×10^{-4}	99.54	0.504

5 结 论

确定了 1000 t Walker 型多压砧高压装置的样品组装，完成了室温下不同组装方式的样品压力标定实验，确定了样品实际压力与外加载荷的关系曲线，为今后采用 1000 t Walker 型高压装置进行实验时样品的压力标定提供了依据。

References:

[1] Jackson D D, Aracne-Ruddle C, Malba V, et al. Magnetic Susceptibility Measurements at High Pressure Using Designer Diamond Anvils [J]. Rev Sci Instrum, 2003, 74(4): 2467-2471.

[2] Xu J A, Mao H K, Bell P M. High-Pressure Ruby and Diamond Fluorescence: Observations at 0.21 to 0.55 Terapascal [J]. Science, 1986, 232(4756): 1404-1406.

[3] Ming L C, Bassett W A. Laser Heating in the Diamond Anvil Press up to 2000 ℃ Sustained and 3000 ℃ Pulsed at Pressures up to 260 Kilobars [J]. Rev Sci Instrum, 1974, 45(9): 1115-1118.

[4] Wang Y B, Durham W B, Getting I C, et al. The Deformation-DIA: A New Apparatus for High Temperature Triaxial Deformation to Pressures up to 15 GPa [J]. Rev Sci Instrum, 2003, 74(6): 3002-3011.

[5] Wang Y B. Combining the Large-Volume Press with Synchrotron Radiation: Applications to *in-Situ* Studies of Earth Materials under High Pressure and Temperature [J]. Earth Science Frontiers, 2006, 13(2): 1-37. (in Chinese)

王雁宾.地球内部物质物性的原位高温高压研究:大体积压机与同步辐射源的结合 [J].地学前缘,2006,13(2):1-37.
[6] Walker D,Carpenter M A,Hitch C M. Some Simplifications to Multianvil Devices for High Pressure Experiments [J]. Am Miner,1990,75(9-10):1020-1028.
[7] Walker D. Lubrication,Gasketing,and Precision in Multianvil Experiments [J]. Am Miner,1991,76(7-8):1092-1100.
[8] Ohtani E,Kagawa N,Shimomura O,et al. High-Pressure Generation by a Multiple Anvil System with Sintered Diamond Anvils [J]. Rev Sci Instrum,1989,60(5):922-925.
[9] Ito E. Sintered Diamond Multi Anvil Apparatus and Its Application to Mineral Physics [J]. J Miner Petrol Sci,2006,101(3):118-121.
[10] Tange Y,Irifune T,Funakoshi K I. Pressure Generation to 80 GPa Using Multianvil Apparatus with Sintered Diamond Anvils [J]. High Pressure Res,2008,28(3):245-254.
[11] Onodera A. Octahedral-Anvil High-Pressure Devices [J]. High Temp High Press,1987,19:579-609.
[12] Walter M J,Thibault Y,Wei K,et al. Characterizing Experimental Pressure and Temperature Conditions in Multi-Anvil Apparatus [J]. Can J Phys,1995,73(5-6):273-286.
[13] Akimoto S,Manghnani M H. High-Pressure Research in Geophysics [M]. Tokyo:Center for Academic Publications Japan,1982:259.
[14] Ohtani E. Melting Relation of Fe_2SiO_4 up to about 200 kbar [J]. J Phys Earth,1979,27(3):189-208.
[15] Takahashi E. Melting of a Dry Peridotite KLB-1 up to 14 GPa:Implications on the Origin of Peridotitic Upper Mantle [J]. J Geophys Res,1986,91(B9):9367-9382.
[16] Bean V E,Akimoto S,Bell P M,et al. Another Step Toward an International Practical Pressure Scale:2nd AIRAPT IPPS Task Group Report [J]. Physica,1986,139-140:52-54.
[17] Homan C G. Phase Diagram of Bi up to 140 kbars [J]. J Phys Chem Solids,1975,36(11):1249-1254.
[18] Ohtani A,Motobayashi M,Onodera A. Polymorphism of ZnTe at Elevated Pressure [J]. Phys Lett A,1980,75(5):435-437.
[19] Ohtani A,Onodera A,Kawai N. Pressure Apparatus of Split-Octahedron Type for X-Ray Diffraction Studies [J]. Rev Sci Instrum,1979,50(3):308-315.
[20] Kusaba K,Galoisy L,Wang Y B,et al. Determination of Phase Transition Pressures of ZnTe under Quasihydrostatic Conditions [J]. Pure Appl Phys,1993,141(2-4):643-652.
[21] Piermarini G J,Block S. Ultrahigh Pressure Diamond-Anvil Cell and Several Semiconductor Phase Transition Pressures in Relation to the Fixed Point Pressure Scale [J]. Rev Sci Instrum,1975,46(8):973-979.
[22] Onodera A,Ohtani A. Fixed Points for Pressure Calibration above 100 kbars Related to Semiconductor-Metal Transitions [J]. J Appl Phys,1980,51(5):2581-2585.

Use and Pressure Calibration of 1 000 Tons Walker Module High Pressure and High Temperature Apparatus

YANG Bin,LU Feng-Guo,ZHAO Xu-Dong,LIU Xiao-Yang

(*State Key Laboratory of Inorganic Synthesis and Preparative Chemistry, Jilin University, Changchun* 130012, *China*)

Abstract: The two-stage 1 000 tons Walker module large-volume high temperature and high pressure apparatus can generate different pressures with different truncated edge lengths of anvils (12, 8, 6, and 4 mm). If tungsten carbide is chosen as an anvil, the maximum pressure obtained is above 20 GPa. The sample assemblies of Walker module apparatus are determined. The pressure calibration is performed by the fixed points of phase transitions method for different truncated edge lengths. The phase transition pressures of standard materials of pressure calibration (Bi, Tl, ZnTe, Pb, ZnS, GaAs) are achieved by measuring the resistance change with oil load under high pressure. The calibration curve of the sample pressure versus load is obtained, which provides exact information for future high pressure experiments using this apparatus.

Key words: large-volume; high pressure and high temperature; sample assembly; pressure calibration