DOI: 10.11858/gywlxb.20230807

大腔体压机腔体压强 28 GPa 的标定方法

葛雨非,由 存,王星淋,连 敏,赵鑫宇,丰丙涛,马孝慈,
陶 强,胡 阔,刘兆东,周 强,朱品文

(吉林大学物理学院, 超硬材料国家重点实验室, 综合极端条件高压科学中心, 吉林 长春 130012)

摘要: 在大腔体压机中,一般利用压标物质相变时的电阻变化进行腔体压强标定,但目前仍缺少在 22.5～34.5 GPa 区间的相变压标物质。地球深部矿物 50%$MgSiO_3$-50%Al_2O_3 ($En_{50}Cor_{50}$) 在高温高压下转变为钙钛矿结构,且在 27 GPa 以上钙钛矿结构 $MgSiO_3$ 中溶解的 Al_2O_3 含量随压力升高而增加。为此,选取 $En_{50}Cor_{50}$ 作为大腔体压机中 28 GPa 的压标物质进行高压腔体压强的间接标定。首先,利用常用压标物质的相变进行腔体压强标定,得到低压区系统油压-腔体压强的校正曲线 (6.0～22.5 GPa);随后,根据低压区校正曲线及前人对 $En_{50}Cor_{50}$ 的研究结果,估算 28 GPa 腔体压强对应的系统油压;将 $En_{50}Cor_{50}$ 在预估油压、2 000 K温度条件下保温 3～7 h;最后,利用 X 射线衍射、拉曼光谱、电子探针等手段对 $En_{50}Cor_{50}$ 进行测试分析。结果表明:在该条件下成功合成了布里奇曼石,且 Al_2O_3 的溶解度大于 13.7%,对照前人的研究结果,确定样品腔体压强约为 29 GPa。该方法成功标定了大腔体压机在 28 GPa 附近的腔体压强,填补了大腔体压机在该压强范围的标定空白。

关键词: 大腔体压机;压力标定;28 GPa;高温高压

中图分类号: O521.2; O521.3 **文献标志码:** A

大腔体压机(large-volume press, LVP)分为活塞-圆筒高压产生装置和多压砧高压产生装置[1]。相较于金刚石对顶砧(diamond anvil cell, DAC)压机, LVP 的样品腔体容积更大,有利于大体积材料的科学研究。根据压腔形状,多压砧高压产生装置分为正四面体、正六面体、正八面体装置等[2]。目前,正六面体装置腔体压强通过一级传压能够达到 10 GPa 左右,广泛应用于金刚石生产[3]。想要实现在更高压强下研究材料的变化,则需要二级传压加载的正八面体装置(6-8 型 LVP)。6-8 型 LVP 是通过正六面体压腔的一级压砧推动二级压砧,从而在八面体压腔中产生高压。通过改变二级压砧材料和砧面截角尺寸以及组装件的材料和尺寸,可以使 6-8 型 LVP 实现不同压强范围的超高压诉求[4–6]。

LVP 是将驱动载荷(液压系统中的油压)间接转换为腔体压强,普遍采用压标材料的相变点进行压力标定。表 1 列出了不同压标材料的压力相变点。LVP 加载时通过测量原位电阻,可以获得压标材料的电阻随系统油压的变化,压标材料相变时伴随电阻的突变,在该系统油压下,腔体压强对应压标材料的相变压力(压强),这是一种原位直接标定腔体压强的方法。随着 LVP 的发展以及地质材料和物理科

* **收稿日期:** 2023-12-08; **修回日期:** 2023-12-20

基金项目: 国家自然科学基金(11974131);国家重点研发计划项目(2018YFA0703400);“综合极端条件实验装置”国家重大科技基础设施项目(发改投资〔2017〕1597 号)

作者简介: 葛雨非(1994—),男,博士,助理研究员,主要从事高温高压超硬/硬质功能材料制备及物性研究. E-mail: yufeige@jlu.edu.cn

通信作者: 陶 强(1988—),男,博士,副教授,主要从事高温高压合成新结构以及新型超硬材料研究. E-mail: qiangtao@jlu.edu.cn

朱品文(1972—),男,博士,教授,主要从事高温高压下新型多功能超硬材料的制备与物性研究. E-mail: zhupw@jlu.edu.cn

学研究的深入，许多研究工作需要更高的压强条件（超过 23 GPa），如：下地幔矿物成分和物性研究（高于 23 GPa）、次晶超硬金刚石合成（不低于 25 GPa）[7−9]。因此，23 GPa 以上的腔体压强标定极为重要。从表 1 可知，金属 Zr 是 34.5 GPa 的压标材料，但其相变时的电阻变化微小，容易被系统电阻干扰，标压实验的成功率极低[10]，目前仍缺少 22.5～34.5 GPa 区间合适的压标材料。因此，寻找 22.5～34.5 GPa 区间的标压物质和标压方法是 LVP 研究中亟需解决的技术难题。

表 1　压标材料及其相变压力

Table 1　Pressure calibration materials and their phase transition pressure

Pressure calibration material	Phase transition pressure/GPa
Bi (Ⅰ-Ⅱ)	2.6
Bi (Ⅱ-Ⅲ)	2.7
Tl (Ⅱ-Ⅲ)	3.7
Ba	5.5
ZnTe (Ⅰ-Ⅱ)	6.6
Bi (Ⅲ-Ⅳ)	7.7
ZnTe (Ⅱ-Ⅲ)	8.9−9.5
ZnTe (Ⅲ-Ⅳ)	11.5−13.0
ZnS	15.6
GaAs	18.9
GaP	22.5
Zr	34.5

矿物标压是根据矿物相变和特性对腔体压强标定的一种方法。不同于电阻相变标压方法，矿物标压方法是将矿物淬火后进行测试，根据矿物特征标定腔体压强。这种方法能够弥补常规标压方法无法在高温下进行压强标定的不足，实现在高温下对腔体压强的精确标定。研究表明，$MgSiO_3$-Al_2O_3 矿物体系具有高温高压相变以及不同组分在高温高压下互溶的特点[11−13]。其中，50%$MgSiO_3$-50%Al_2O_3（摩尔分数，也称 $En_{50}Cor_{50}$）在 2 000 K、压力大于 27 GPa 的条件下相变为布里奇曼石（钙钛矿结构 $MgSiO_3$）及刚玉固溶体，且溶解在布里奇曼石中的 Al_2O_3（Al 含量）随压力升高而增加。Al_2O_3 在 $MgSiO_3$ 中的溶解度为（12.2±0.3）% ～（21.9±0.3）%，对应的压强为 27.0～42.3 GPa[13]。根据 $En_{50}Cor_{50}$ 在高温高压下的特性，可将其选作 28 GPa 腔体压强的标压物质。

本研究首先利用常见压标物质进行低压区的压强标定，拟合系统的油压-腔体压强校正曲线（6.0～22.5 GPa），从而估算腔体压强为 28 GPa 所需的系统油压。选取 50%$MgSiO_3$-50%Al_2O_3（$En_{50}Cor_{50}$）矿物在估算的系统油压、2 000 K 温度下开展腔体压强标定实验。通过拉曼光谱、扫描电子显微镜（scanning electron microscope, SEM）以及电子探针对样品结构以及 Al_2O_3 在 $MgSiO_3$ 中的溶解度进行测定，通过溶解度标定对应的腔体实际压强，弥补 LVP 在该压强标定范围的空白。

1　压强标定的高压装置

1.1　LVP 设备

压强标定设备采用八面体高压腔高温高压产生装置（6-8 型 LVP），属于吉林大学综合极端条件高压科学中心的固体环境高温高压极端条件实验子系统。如图 1 所示，八面体高压腔高温高压产生装置的最大吨位为 3 000 t，配备 Kawai 型高压模具，拥有精确对准的滑块系统。该设备通过油路控制系统驱动液压加载单轴压力，压力上限为 30 MN。油压通过压力控制模块系统最高可以加载到 200 MPa，可视化控制软件中可设置 13 段分段控制程序，分别设定压力、时间参数，生成压力曲线，同时传输实际压力

等设备参数，通过伺服器调节实际压力，从而达到设定压力，控制精度为±0.01 MPa。导向块内配有6 个 100 mm 的硬质合金钢一级压砧，通过转换垫块可以将 100 mm 边长的一级压砧转换为 60 mm 砧面，配合 32 mm 的二级碳化钨硬质合金立方块进行传压，使腔体压力得到极大提升。加热系统拥有5 和 40 V 两个电压档位，通过系统软件设置功率（最大功率 2000 W，控制精度±0.1W），通过恒电压模式为加热体提供交流电流。因此，加热体应该选择石墨、高熔点金属、铬酸镧和掺硼金刚石等材料，能够使其电阻产生热量从而提升腔体温度，实现稳定的高温高压极端实验条件。

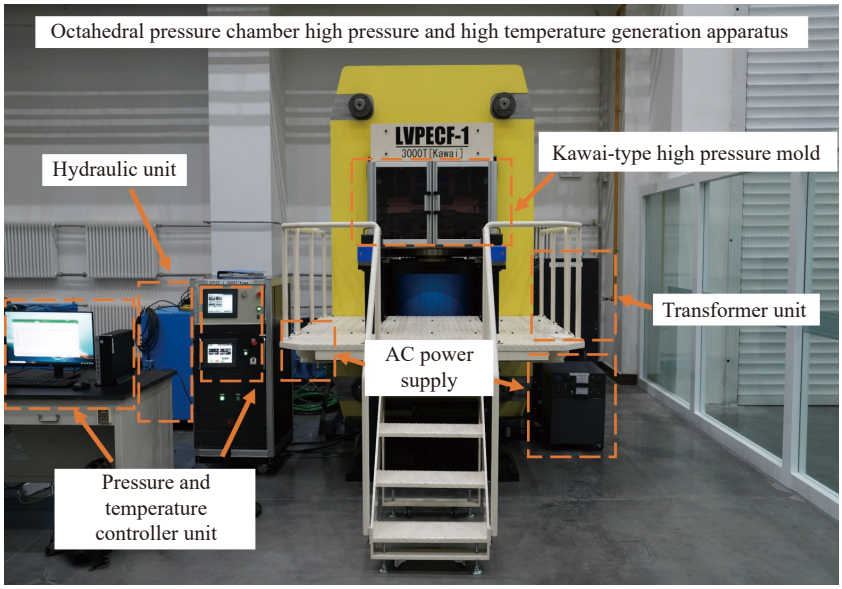


图 1　3000 t Kawai 型 LVP
Fig. 1　3000 t Kawai-type LVP

1.2　配套组装

减小压砧截角边长能够有效提升腔体的压强。目前，LVP 实验普遍采用 6.0/1.5（八面体边长/碳化钨压砧截角边长）型组装进行高于 28 GPa 的高温高压实验[4, 10]。为了满足更大的压腔容积、提升样品尺寸，选用 8/3 型组装进行高于 28 GPa 腔体压强的标定。二级压砧选用 TF05 型碳化钨压砧[10]，这种压砧的硬度较高，能够有效提升腔体压力；八面体传压介质选用边长为 8 mm 的掺 Cr_2O_3 的烧结 MgO 八面体，Cr_2O_3 的掺杂增加了传压介质的流动性，从而提升传压效率；选取叶蜡石作为传压介质的密封边材料，有效密封腔体压强；选取铼片作为加热体材料，其熔点较高且性质稳定，能够作为 2000 K 以上温度高压实验的加热体；选取 C 型热电偶（正极 $W_{95}Re_5$-负极 $W_{74}Re_{26}$）检测腔体温度。

2　28 GPa 下 LVP 腔体压强标定实验

2.1　系统油压预测

28 GPa 腔体压强对应的系统油压是未知的。因此，在标定 28 GPa 的腔体压强前，需要对低于28 GPa 的腔体压强进行标定，利用已有的压标物质标定腔体压强。

选取相变点在 6 GPa 以上、相变伴随电阻突变的压标物质进行压强标定：碲化锌 ZnTe（Ⅰ-Ⅱ相变点 6.6 GPa、Ⅱ-Ⅲ相变点 8.9 GPa、Ⅲ-Ⅳ相变点 12.9 GPa）、硫化锌 ZnS（相变点 15.6 GPa）、砷化镓 GaAs（相变点 18.9 GPa）和磷化镓 GaP（相变点 22.5 GPa）[14]。采用两线法测试实验样品的电阻随油压的变化，压力校正组装为 8/3 组装。如图 2(a) 所示，ZnTe 在压力加载下实现了 3 次电阻突变，说明 ZnTe 发生了 3 次相变。通过曲线确认油压 4.6 MPa 下对应 ZnTe 的Ⅰ-Ⅱ相变点为 6.6 GPa，油压 7.1 MPa 下对应 ZnTe 的Ⅱ-Ⅲ相变点为 8.9 GPa。在图 2(b)～图 2(d) 中，油压 14.2、19.0 和 28.1 MPa 分别对应 ZnS、GaAs、GaP 的相变点为 15.6、18.9 和 22.5 GPa。

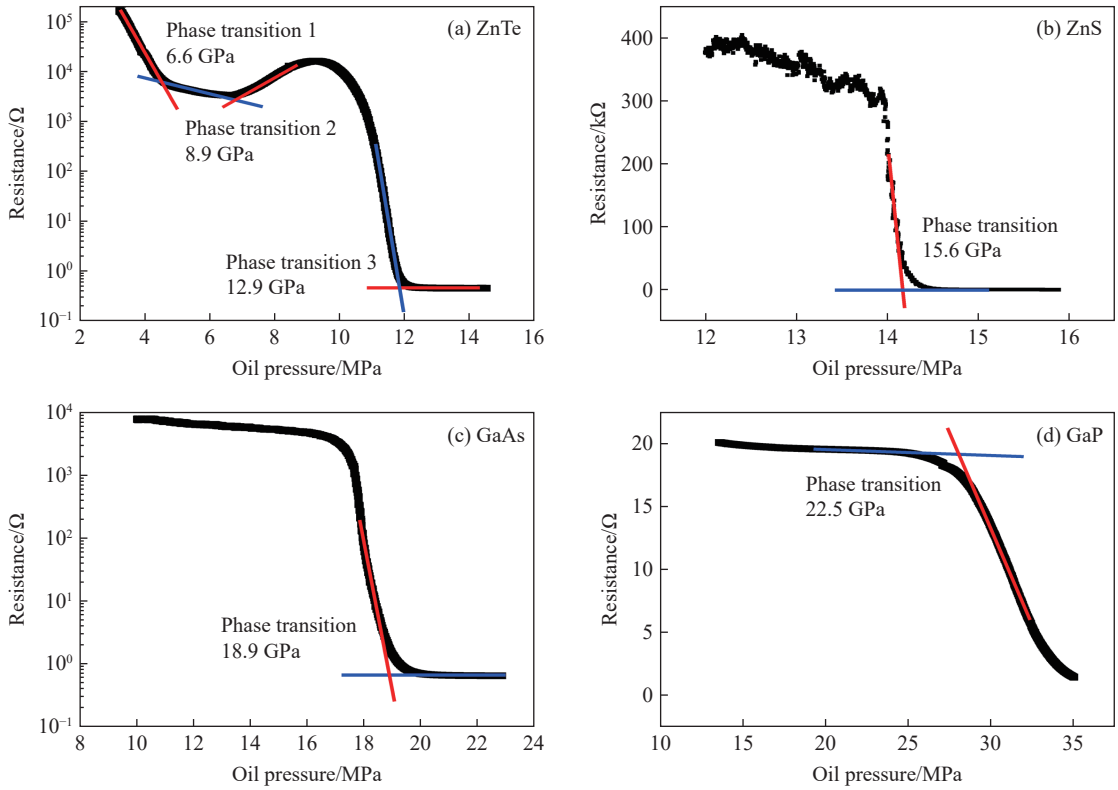


图 2　压标物质 ZnTe、ZnS、GaAs 和 GaP 的电阻-油压曲线

Fig. 2　Electrical resistance-oil pressure curves of pressure calibration materials: ZnTe, ZnS, GaAs and GaP

通过系统油压对应的相变压力点拟合得到低于 28 GPa 的系统油压-腔体压强标定曲线。延长标定曲线可粗略判断约 55 MPa 系统油压对应 28 GPa 的腔体压强。利用矿物标定腔体压强是高温下的标定实验，由于硬质合金压砧在高温下发生软化导致压力传递效率下降，因此在高温下达到 28 GPa 的腔体压强需要大于 55 MPa 的系统油压。根据文献 [13] 报道，在 DIA 型 LVP 的 3 mm 截角 WC 压砧中，利用矿物在 2 000 K 温度下进行腔体压强标定，需要 15 MN 单轴推力产生 28 GPa 的腔体压强。Kawai 和 DIA 型的理想传压分别是单轴压力的 1/ $\sqrt{3}$和 1/3，Kawai 的传压效率是 DIA 型的 $\sqrt{3}$倍，因此，理想状态下，28 GPa 对应了 Kawai 型的 8.8 MN 单轴推力，考虑到压砧与压砧之间的摩擦力导致加载损失 10% 左右[15]，因此，设定 9.8 MN 作为在高温下产生 28 GPa 腔体压强的系统推力，此单轴推力对应 65 MPa 的系统油压，推测高温下产生 28 GPa 腔体压强的系统油压为 65 MPa。

2.2　高温高压实验及样品测试条件

实验样品为 50%$MgSiO_3$-50%Al_2O_3（$En_{50}Cor_{50}$），En 代表 $MgSiO_3$，Cor 代表 Al_2O_3[13]；压力标定组装为 8/3 组装。实验油压为 65 MPa，温度设定 2 000 K，保温时间 3～7 h，淬火得到样品。将样品抛光减薄后进行性质表征。

通过 LabRAM HR Evolution 高分辨拉曼光谱仪进行拉曼光谱测试；通过 R-AXIS RAPID Ⅱ微区 X 射线衍射（XRD）仪进行样品的 XRD 测试；通过 Magellan 400 场发射 SEM 进行二次电子成像以及背散射电子（BSE）衍射成像分析；利用能谱仪（EDS）进行微区成分元素种类及含量分析；利用 JEOL JXA-8230 电子探针 X 射线显微分析仪（EMPA）进行显微成像分析，工作电压为 15 kV，电流为 5×10^{-10} A，束斑分辨率为 5 μm。

3　实验结果及讨论

根据 Liu 等[12−13] 的报道，在 27 GPa 以上压力、1 600 K 以上温度条件下，$En_{50}Cor_{50}$ 将解离为钙钛矿

结构 $MgSiO_3$ 的布里奇曼石与刚玉的固溶体，并伴随 Al_2O_3 中的 Al 溶解。

图 3 为合成样品的拉曼光谱和 XRD 谱。通过对比拉曼光谱中的峰位找到了含 Al 布里奇曼石 Al-Brg 的拉曼峰（黑色圆形标注）以及刚玉 Cor 的拉曼峰（黑色菱形标注）[16]。在 XRD 谱中已经标出了比对后的主要峰位，对应含铝布里奇曼石 Brg 和刚玉 Cor。实验结果表明：在 2 000 K、65 MPa 系统油压的高温高压条件下，$En_{50}Cor_{50}$ 实验样品转变为 Al-Brg 和 Cor 的固溶体，与 Liu 等[13] 的报道一致，证实了 65 MPa 系统油压对应的腔体压强大于 25 GPa。

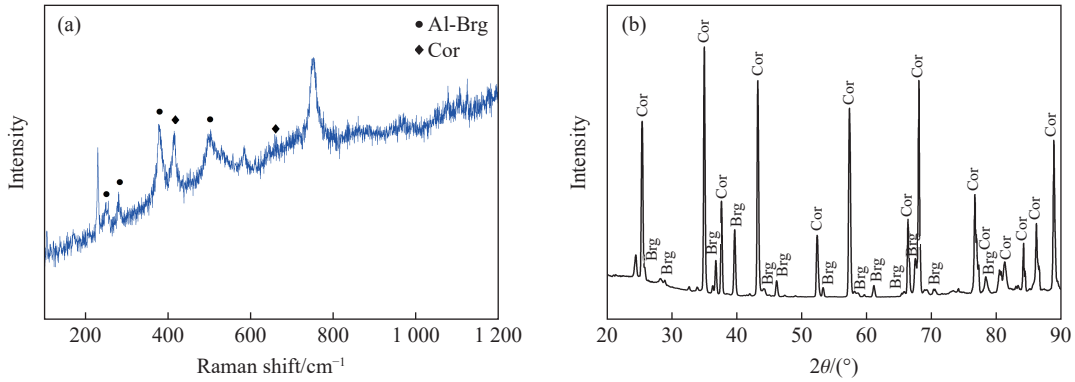


图 3　矿物标压实验样品的拉曼光谱 (a) 和 XRD 谱 (b)

Fig. 3　Raman spectra (a) and XRD pattern (b) of pressure calibration mineral sample

为进一步确认样品的腔体压强，通过 EDS 对溶解在钙钛矿结构 $MgSiO_3$ 中的 Al_2O_3 含量（随压力升高而增加）进行初步测定。在图 4(a) 所示的 SEM 图像中选取 EDS 点，图 4(b) 所示的能谱图中显示了其含有 Mg、Si、O 共 3 种主要元素，结合表 2 样品中 Mg 和 Si 元素的摩尔比基本为 1∶1，可以确认选取的

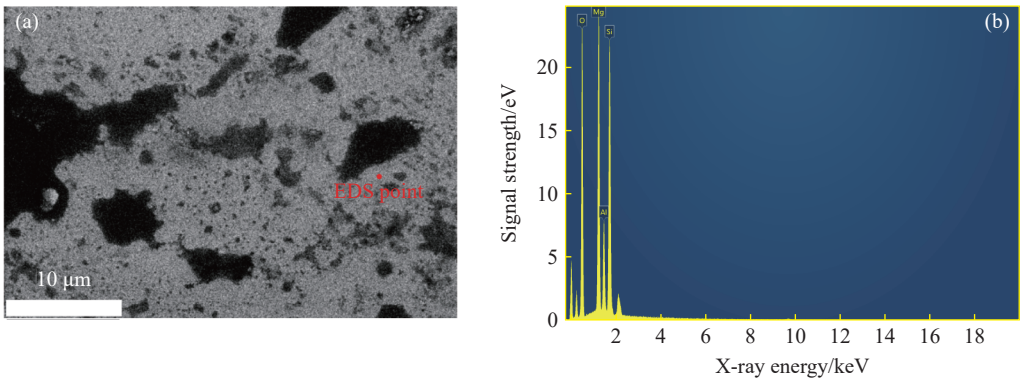


图 4　样品的 EDS 元素含量分析：(a) 扫描图像，(b) 元素能谱

Fig. 4　EDS element content analysis at sample selection point: (a) SEM image; (b) elemental spectrum

表 2　EDS 选点测试得到的 $En_{50}Cor_{50}$ 样品内各成分的摩尔分数

Table 2　Molar fraction of each component obtained by EDS measurement in $En_{50}Cor_{50}$ sample

Element	Molar fraction/%
Mg	21.67
Si	23.13
Al	7.71
MgO	35.94
SiO_2	49.49
Al_2O_3	14.58

EDS 点为 $MgSiO_3$(布里奇曼石)，同时得到 $MgSiO_3$ 中 Al_2O_3 的摩尔分数。通过对比文献 [13] 中的数据可得，$En_{50}Cor_{50}$ 样品在 2 000 K、65 MPa 的高温高压条件下溶解在 $MgSiO_3$ 中的 Al_2O_3 的摩尔分数高于 14.5%，证明 65 MPa 系统油压对应的腔体压力高于 28 GPa。

随后，通过 BSE 测试观察布里奇曼石的晶粒尺寸是否满足 EMPA 的分辨条件。如图 5 中 BSE 图像所示，红色圈内位置为布里奇曼石。保温 3 h 的样品晶粒尺寸小于 5 μm，不能满足 EMPA 的束斑分辨条件(5 μm)；保温 7 h 的样品中，布里奇曼石晶粒生长至 5 μm 以上，满足 EMPA 分辨条件，能够对布里奇曼石中的 Al_2O_3 含量进行精确测定。

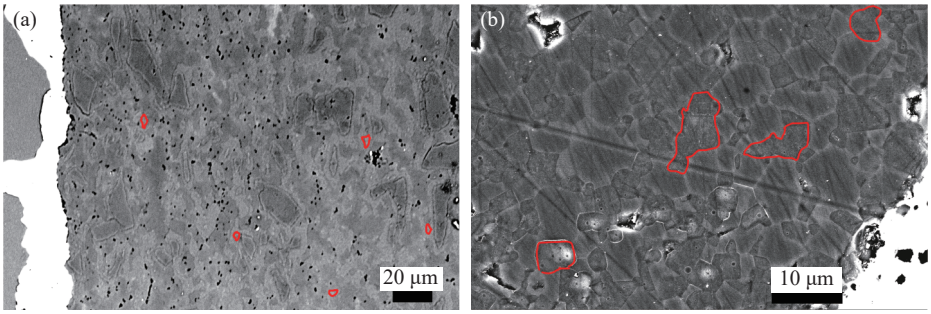


图 5　BSE 图像：(a) 保温 3 h 样品，(b) 保温 7 h 样品

Fig. 5　BSE images: (a) sample held for 3 h; (b) sample held for 7 h

选取高温高压实验样品中布里奇曼石所在位置进行 EMPA 测试。通过多组 EMPA 测试，选取 8 组有效数据取平均值，得到的各组分摩尔分数见表 3。布里奇曼石中 Al_2O_3 的摩尔分数为 13.74%，平均误差为 1.05%。如图 6 所示，对比文献 [13] 可以得出，此摩尔分数($MgSiO_3$-Al_2O_3 相图中 Al_2O_3 的摩尔分数为(13.74±1.05)%)对应的腔体压强约为 29.7 GPa，误差约为 1.5 GPa，证明 2 000 K、65 MPa 系统油压对应的腔体压强高于 28 GPa。

表 3　EMPA 测试的样品内布里奇曼石中各组分的摩尔分数

Table 3　Molar fraction of each component obtained by EMPA in bridgmanite of sample

Composition	Molar fraction/%
MgO	34.67
SiO_2	51.61
Al_2O_3	13.74

综上所述，通过对 $En_{50}Cor_{50}$ 矿物高温高压实验淬火获得样品，并对样品进行结构表征及成分摩尔分数测定分析。结果显示，本研究实现了 2000 K 高温下、28 GPa 以上的腔体压强(对应 65 MPa 系统油压)标定。高温下腔体压强标定方法的难点是，需要将压标物质淬火，进行离位测定结构和相含量后再分析对应的腔体压强，过程相对常温压强标定方法更为复杂，周期更长。但是，多数 LVP 实验是在高温高压下进行的，高温下压砧软化会导致腔体压强下降，从而使得常温标压的准确性下降，而高温腔体压强标定可以修正高温实验的腔体压强，比常温压强标定更为准确。

通过对本次实验获得的多组系统油压与对应

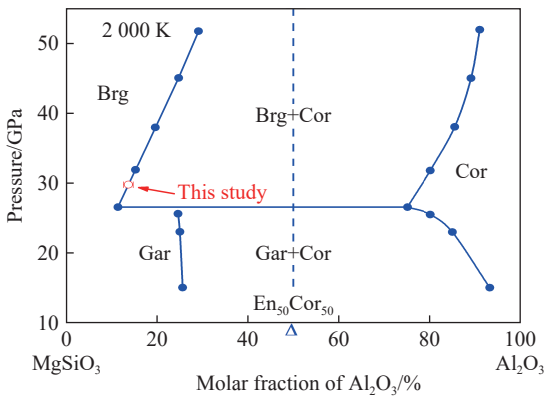


图 6　2000 K 下 $MgSiO_3$-Al_2O_3 体系中各相的关系[12–13]

Fig. 6　Phase relations in the $MgSiO_3$-Al_2O_3 system at 2 000 K[12–13]

腔体压强数据点进行拟合，得到压力标定校正曲线，如图 7 所示。通过该曲线可以判断，0～28 GPa 腔体压强范围内对应的系统油压可以进行相应的高温高压实验。

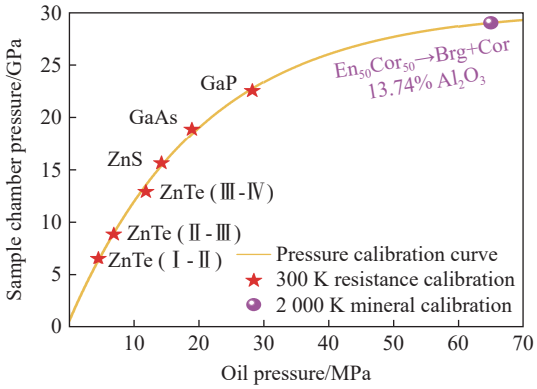


图 7　腔体压强标定曲线

Fig. 7　High pressure chamber pressure calibration curve

4　结论与展望

通过常规标压方法和矿物标压方法，得到了 8/3 组装中八面体高压腔的系统油压-样品腔体压强校正曲线，实现了高温下 28 GPa 以上腔体压强的标定，相较于常温标压更为准确，为大体积材料在 28 GPa 及以上腔体压强的标定提供了新的压标物质和标定方法。随着高压科学的发展，继续探索在 22.5～34.5 GPa 区间发生相变且伴有电阻突变的压标材料，将有助于降低此区间内 LVP 标压的难度和可执行性，弥补 LVP 超高压下依赖同步辐射压力校准的不足，对 LVP 实验技术的发展和科学研究具有重要意义。

参考文献：

[1] 刘志国, 千正男. 高压技术 [M]. 哈尔滨: 哈尔滨工业大学出版社, 2012: 113–114.
LIU Z G, QIAN Z N. High pressure technology [M]. Harbin: Harbin Institute of Technology Press, 2012: 113–114.

[2] LIEBERMANN R C. Multi-anvil, high pressure apparatus: a half-century of development and progress [J]. High Pressure Research, 2011, 31(4): 493–532.

[3] 彭放, 贺端威. 应用于高压科学研究的国产铰链式六面顶压机技术发展历程 [J]. 高压物理学报, 2018, 32(1): 010105.
PENG F, HE D W. Development of domestic hinge-type cubic presses based on high pressure scientific research [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2018, 32(1): 010105.

[4] ISHII T, SHI L L, HUANG R, et al. Generation of pressures over 40 GPa using Kawai-type multi-anvil press with tungsten carbide anvils [J]. Review of Scientific Instruments, 2016, 87(2): 024501.

[5] YAMAZAKI D, SHINMEI T, INOUE T, et al. Generation of pressures to ～60 GPa in Kawai-type apparatus and stability of $MnGeO_3$ perovskite at high pressure and high temperature [J]. American Mineralogist, 2006, 91(8/9): 1342–1345.

[6] TANGE Y, IRIFUNE T, FUNAKOSHI K I. Pressure generation to 80 GPa using multianvil apparatus with sintered diamond anvils [J]. High Pressure Research, 2008, 28(3): 245–254.

[7] HOUSER C. Earth's rugged lower mantle [J]. Science, 2019, 363(6428): 696–697.

[8] TANG H, YUAN X H, CHENG Y, et al. Synthesis of paracrystalline diamond [J]. Nature, 2021, 599(7886): 605–610.

[9] YAMAZAKI D, KATO T, OHTANI E, et al. Grain growth rates of $MgSiO_3$ perovskite and periclase under lower mantle conditions [J]. Science, 1996, 274(5295): 2052–2054.

[10] SHANG Y C, SHEN F R, HOU X Y, et al. Pressure generation above 35 GPa in a Walker-type large-volume press [J]. Chinese Physics Letters, 2020, 37(8): 080701.

[11] KUBO A, AKAOGI M. Post-garnet transitions in the system $Mg_4Si_4O_{12}$-$Mg_3Al_2Si_3O_{12}$ up to 28 GPa: phase relations of garnet,

ilmenite and perovskite [J]. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 2000, 121(1/2): 85–102.

［12］LIU Z D, IRIFUNE T, NISHI M, et al. Phase relations in the system $MgSiO_3$-Al_2O_3 up to 52 GPa and 2 000 K [J]. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 2016, 257: 18–27.

［13］LIU Z D, NISHI M, ISHII T, et al. Phase relations in the system $MgSiO_3$-Al_2O_3 up to 2 300 K at lower mantle pressures [J]. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 2017, 122(10): 7775–7788.

［14］ONODERA A, OHTANI A. Fixed points for pressure calibration above 100 kbars related to semiconductor-metal transitions [J]. Journal of Applied Physics, 2008, 51(5): 2581–2585.

［15］ITO E, KATSURA T, YAMAZAKI D, et al. A new 6-axis apparatus to squeeze the Kawai-cell of sintered diamond cubes [J]. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 2009, 174(1): 264–269.

［16］AMULELE G, KARATO S I, GIRARD J. Melting of bridgmanite under hydrous shallow lower mantle conditions [J]. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 2021, 126(9): e2021JB022222.

Pressure Calibration Method of 28 GPa for Large-Volume Press

GE Yufei, YOU Cun, WANG Xinglin, LIAN Min, ZHAO Xinyu, FENG Bingtao,
MA Xiaoci, TAO Qiang, HU Kuo, LIU Zhaodong, ZHOU Qiang, ZHU Pinwen

（*Synergetic Extreme Condition High-Pressure Science Center*, *State Key Laboratory of Superhard Materials*, *College of Physics*, *Jilin University*, *Changchun* 130012, *Jilin*, *China*）

Abstract: In the large-volume press (LVP), the pressure calibration for the sample chamber is generally carried out by using phase transitions of specific materials with resistance changes. But there are no suitable materials for pressure calibration in the range of 22.5−34.5 GPa. As we know, the mineral 50 mol%$MgSiO_3$-50 mol%Al_2O_3 ($En_{50}Cor_{50}$) systems in deep earth undergo structural transition to perovskite phase under high pressure and high temperature (HPHT) conditions. Moreover, the content of Al_2O_3 dissolved in perovskite $MgSiO_3$ increases gradually with raised pressure above 27 GPa. Therefore, $En_{50}Cor_{50}$ was selected as the pressure calibration material for further calibrating 28 GPa in the LVP in this study, and this is an indirect pressure calibration method. First, the low-pressure calibration curve (6.0−22.5 GPa) of system oil pressure versus chamber pressure was obtained by using the phase transitions of different pressure calibration materials. Then, based on the low-pressure calibration curve and previous research results $En_{50}Cor_{50}$, the estimated system oil pressure corresponding to the 28 GPa of chamber pressure is 65 MPa. At the estimated oil pressure, the $En_{50}Cor_{50}$ samples were heated to 2 000 K and maintained for 3−7 h. The results of X-ray diffraction, Raman, and electron probe measurements indicate that bridgmanite has been successfully synthesized, and the dissolved Al_2O_3 molar fraction is greater than 13.7%. According to the previous research results, the corresponding sample chamber pressure is about 29 GPa. This method successfully calibrated the sample chamber pressure around 28 GPa in the LVP, which fill in the blanks for calibrating this pressure range.

Keywords: large-volume press; pressure calibration; 28 GPa; high pressure and high temperature