文章编号：1000-5773(2013)01-0019-10

3 GPa 熔融盐固体介质三轴高温压力容器的轴压摩擦力标定*

刘照星[1]，周永胜[1]，刘　贵[1]，何昌荣[1]，钟　柯[2]，姚文明[1]，韩　亮[1]，党嘉祥[1]

（1.中国地震局地质研究所地震动力学国家重点实验室，北京　100029；
2.中国地质大学(北京)，北京　100083）

摘要：在温度标定和围压标定的基础上，采用轴压循环方法，对3 GPa固体介质三轴高温高压实验系统的轴压摩擦力进行了标定，分析了围压、温度、轴向位移速率、装样方式(盐套类型)等实验条件对轴压摩擦力的影响。结果表明：静摩擦力、挤压摩擦力和滑动摩擦力3种轴压摩擦力对轴向应力的影响不同，其中静摩擦力和挤压摩擦力对轴向应力的影响很小，影响应力精度的主要是滑动摩擦力。静摩擦力及滑动摩擦力与围压正相关；静摩擦力与轴向位移速率正相关，但受其影响较小，滑动摩擦力不受其影响；静摩擦力和滑动摩擦力与温度负相关，并且受其影响较显著；盐套类型对轴压摩擦力的影响较大，当实验条件接近盐套熔点时，轴压摩擦力显著降低，当样品周围的盐套处于熔融状态时，轴压摩擦力最小。基于此，确定了标定轴压摩擦力的具体步骤，并对角闪岩的应力-应变曲线进行了轴压摩擦力标定。对比轴压摩擦力校正前、后的应力-应变曲线发现，经过轴压摩擦力校正的应力-应变曲线能更好地反映样品的实际变形情况。

关键词：摩擦力标定；压力容器；熔融盐；高温高压；轴压摩擦力
中图分类号：O521.3　　**文献标识码**：A

1　引　言

高温高压岩石力学实验是研究地球内部岩石力学性质最直接的手段之一。根据围压传压介质的类型，高温压力容器可分为固体介质、气体介质和液体介质3种，其中：液体介质高温压力容器由于温度和围压都比较低，通常应用于地壳浅部温度压力条件；气体介质高温压力容器不仅可以达到1 300 ℃的高温，而且具有低摩擦和高应力精度等优点，但其围压受到了限制；圆桶-活塞式固体介质高温压力容器的围压能够达到2～4 GPa，温度达到1 300 ℃，但由于具有较高的摩擦力和温度梯度，需要对温度分布、围压和轴压摩擦力进行标定[1-3]。

在固体介质高温压力容器中，为了改善容器内部的温度和压力均匀性、降低摩擦力，通常在加温炉内样品和轴压杆外侧增设盐套。高温下，这些盐套会发生熔融[1,3-5]。对比增加熔融盐套前、后获得的摩擦力、应力及流变参数时发现[6-7]，熔融盐套可使摩擦力降低至约5 MPa。通过在熔融盐固体介质高温压力容器和气体介质高温压力容器中进行的对比实验发现：当实验温度达到或超过盐套熔点时，熔融盐固体介质压力容器的轴压摩擦力有效降低，接近气体介质高温压力容器获得的数据；当温度低于熔融盐

* **收稿日期**：2011-05-19；**修回日期**：2012-01-16
基金项目：国家自然科学基金(40972146)；地震动力学国家重点实验室自主课题(LED2009A01，LED2010B05)
作者简介：刘照星(1987－)，男，硕士研究生，主要从事高温高压岩石力学研究. E-mail：liuzhaoxing@yeah.net
通讯作者：周永胜(1969－)，男，研究员，主要从事高温高压岩石力学研究. E-mail：zhouysh@ies.ac.cn

的熔点时，摩擦力约为±50 MPa[3,7-8]。

本研究针对中国地震局地质研究所地震动力学国家重点实验室新研制的“3 GPa 熔融盐固体介质三轴高温高压实验系统”[9]，在温度标定[10]和围压标定[11]的基础上，对系统的轴压摩擦力进行标定，探讨影响轴压摩擦力的主要因素。

2 轴压摩擦力的标定方法

2.1 装样方式

固体介质高温高压三轴压力容器有多种装样方式，本研究主要涉及其中 3 种，如图 1 所示。第 1 种装样方式(1#，见图 1(a))中，加温炉内部没有盐套[9,12]，传压介质为固态 NaCl，其优点是能够在较高的压力和温度下长时间保持稳定[8]，但其轴压摩擦力较大，因此目前很少使用。第 2 种装样方式(2#，见图 1(b))是在加温炉内部增加盐套，从而减小轴压摩擦力，使样品受到的围压更加均匀，这里选用等摩尔的 NaCl 和 KCl 混合盐套(当围压为 800 MPa 时，混合盐的熔点约为 700～750 ℃[1,12-13])。在本实验条件(600～900 MPa，400～800 ℃)下，NaCl/KCl 混合盐处于部分熔融状态，因此 2# 装样方式也可称为部分熔融盐套装样方式。第 3 种装样方式(3#，见图 1(c))与前两种装样方式的主要区别在于，传压盐套改用熔点更低的 E4 盐套(K-Na-Ca-Ba-Cl，当围压为 400～800 MPa 时，熔点约为 450～600 ℃)或 LiCl/KCl 混合盐套(当围压 400～800 MPa 时，熔点约为 350～500 ℃)，并且在样品与刚玉柱压杆之间增加一个小盐垫，用以减少样品在加温过程中产生的变形。采用 3# 装样方式进行实验时，盐套能够完全熔融，在样品周围以液态形式存在，因此可以进一步减小轴压摩擦力，大大提高实验精度，但是该装样方式对盐的密封要求较高。为此，在下刚玉柱、热电偶等与叶蜡石套之间用高温水泥(Al_2O_3＋粘合剂)密封，以防止熔融盐将热电偶挤出。此外，在上刚玉柱压杆上部使用熔点较高的 KCl/NaCl 盐套，采用高温水泥将样品固定在下刚玉柱上，以保证实验中上刚玉柱压杆与样品中心对齐。

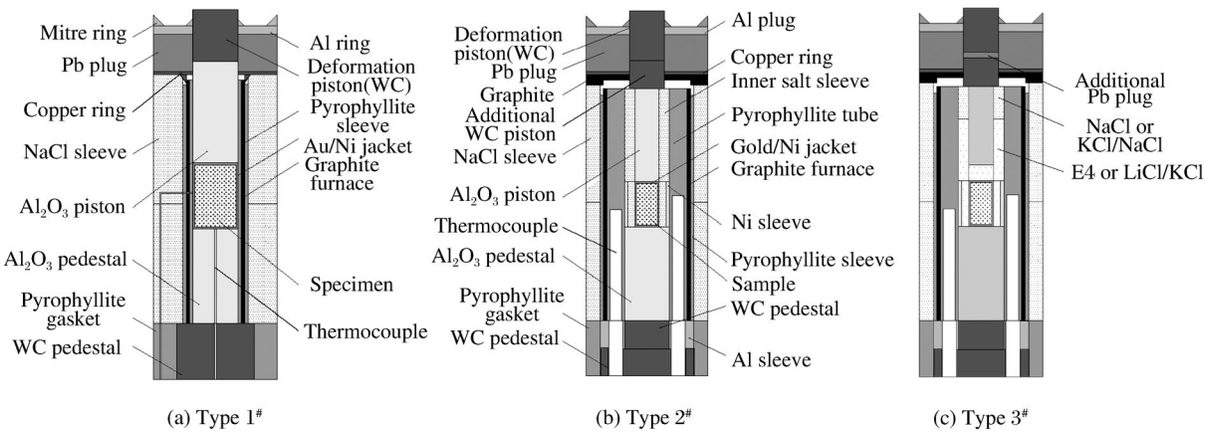


图 1 固体介质高温高压三轴压力容器的 3 种装样方式

Fig. 1 Three assembly types of solid medium pressure vessel under high pressure and high temperature

2.2 轴压摩擦标定方法

在高温高压实验中，把视载压力与作用在样品上的实际压力之差统称为摩擦力[1,4,8]。概括来说，固体介质高温压力容器的轴压摩擦力可分为静摩擦力、挤压软金属和盐套产生的挤压摩擦力以及轴压杆与各配件之间的滑动摩擦力[1,8,12]。

为保存实验样品变形后的微观结构，轴压摩擦力标定应在样品变形前进行[14]。对于部分熔融和完全熔融盐套装样方式(2#、3#)，可以通过轴压循环方式标定系统的轴压摩擦力[1,12]。图 2 给出了轴压摩擦力标定过程中轴压和轴向位移变化曲线，其中图 2(a)对应部分熔融盐套装样方式(2#)，图 2(b)对

应熔融盐套装样方式(3#)。

对于熔融盐套装样方式,如图 2(b)所示:当加载轴压时,轴压系统克服静摩擦力后,碳化钨压杆与刚玉柱之间的铅首先被挤出,此时轴压曲线较平缓,反映了铅的强度以及碳化钨压杆与顶端配件的滑动摩擦力;当压力传递至样品时,轴压曲线开始变陡,此时轴压包含了样品的强度、包裹样品的软金属镍的强度、样品顶端盐的强度以及刚玉柱与盐套之间的滑动摩擦力。铅、镍、盐等软物质在样品变形前都已经被挤出,因此对样品强度没有影响。当刚玉柱四周的盐完全熔融时,后退轴向位移,则熔融盐很容易填充到样品与刚玉柱之间,轴压基本保持稳定或缓慢下降。此时,碳化钨轴压杆及其下方的刚玉柱作为一个整体后退,在之后的变形中,它们一直保持着这种连接状态,共同前进或后退。当再次加载轴压时,由于轴压杆与刚玉柱之间的铅以及刚玉柱与样品之间的金属套已经在第一次轴压加载时挤出,此时挤压摩擦消失,只有滑动摩擦力。在滑动摩擦力影响下,轴压缓慢增加,当样品变形时,轴压迅速增大,轴压杆与样品的接触点非常明显。接触点之前,斜率较小的直线段表示滑动摩擦力随轴向位移线性增加。通过外推,得到样品变形过程中的滑动摩擦力,进而得到样品受到的真实轴压(差应力)。

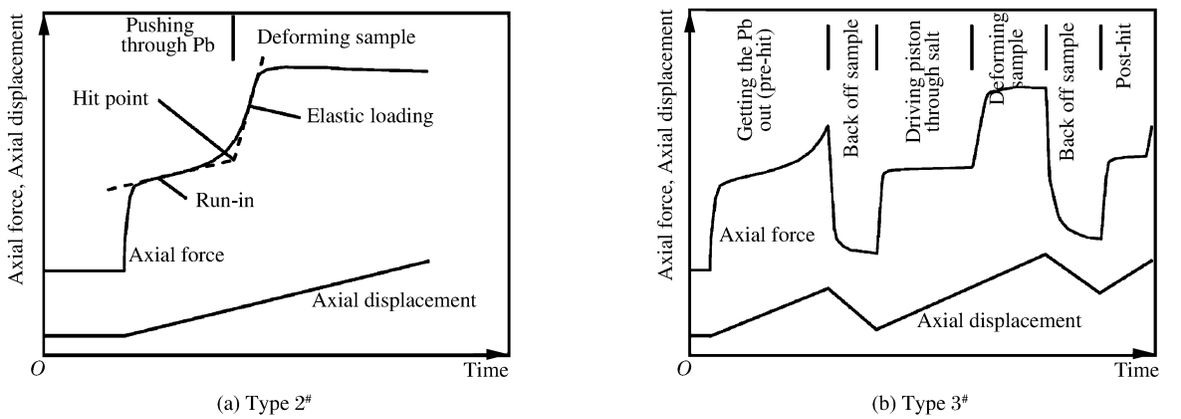


图 2 固体介质压力容器中轴压和轴向位移变化曲线[8]

Fig. 2 Variations of axial force and displacement during an experiment by solid medium pressure apparatus[8]

对于部分熔融盐装样方式,如图 2(a)所示,很难通过轴压循环区分挤压摩擦力和滑动摩擦力的影响。假设在初始加载轴压过程中,刚玉柱没有移动,那么在样品变形之前的轴压曲线缓慢上升段反映了轴压杆与密封环、铅垫和金属环的滑动摩擦力以及铅的挤压摩擦力。若后退轴向位移,由于刚玉柱与盐套之间的摩擦力较大,刚玉柱不会随着轴压杆同步后退,因此通过轴压循环不能确定刚玉柱与盐套的滑动摩擦力。如果将推进轴压活塞过程中轴压线性增加部分认为是轴压摩擦力,求出的轴压摩擦力显然偏小。通过与熔融盐套装样方式下得到的轴压摩擦力进行对比,可以估算出刚玉柱与盐套之间的摩擦力,进而提高校正结果的准确性。

滑动摩擦力随轴向位移的线性变化[15]可用直线方程表示(见图 3),即

$$f = kx + b \tag{1}$$

式中:f 为轴压摩擦力(MPa);x 为轴压位移(mm);k 和 b 分别为轴压摩擦力-轴向位移曲线的斜率和截距。(1)式中的斜率 k 反映了滑动摩擦力的大小,截距 b 与静摩擦力有关[12]。

对轴压摩擦力进行标定,主要是校正摩擦力随轴向位移的变化规律,即求取 k,然后以轴压杆与样

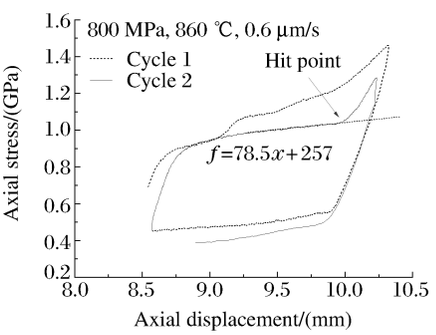


图 3 轴压循环法得到的轴压-轴向位移曲线

Fig. 3 Axial stress-axial displacement curves obtained by axial load cycles

品的接触点为原点，扣除随轴向位移变化的滑动摩擦力，从而获得样品受到的差应力。在实验数据处理过程中，静摩擦力可通过寻找轴压杆与样品的接触点直接扣除，考虑到只有滑动摩擦力影响样品的真实强度，因此以下讨论的摩擦力大小均为(1)式中斜率 k 的大小。

由上述实验加载过程可得出：静摩擦力不影响样品强度；挤压摩擦力会改变压力接触点之前的曲线形状，使接触点难以判断，但对样品强度的影响不大；滑动摩擦力则对实验得到的样品强度产生影响。

3 轴压摩擦力标定结果

3.1 滑动摩擦力标定结果

在大量实验的基础上，对实验中所遇到的轴压摩擦问题进行系统总结，实验条件和轴压摩擦力随位移的变化方程列于表 1，其中 p 为围压，T 为温度，v_a 为轴向位移速率。采用熔融盐装样方式(3#)的样品中，除 S11-76 采用 NaCl/KCl 混合盐套外，其余样品均为 E4 盐套；采用部分熔融盐装样方式的样品均为 NaCl/KCl 混合盐套。在 800 MPa 压力下，E4 盐套的熔点约为 600 ℃[1]，在表 1 所列实验条件下为熔融状态；NaCl/KCl 混合盐套的熔点约为 800 ℃，由于与加温炉紧密接触的盐套局部温度高，实验后检查发现，盐套内侧局部出现了熔融重结晶，表明在表 1 所列实验条件下 NaCl/KCl 混合盐套出现了部分熔融。

表 1 不同实验条件下的轴压摩擦力

Table 1 Axial friction under different conditions

Sample	p/(MPa)	T/(℃)	v_a/(μm/s)	Assembly type	Salt sleeve	Equation of axial contact friction
S11-66	800	600	0.6	3#	E4	$f=67.7x+287$
S11-76	800	860	0.6	3#	NaCl/KCl	$f=78.5x+257$
S11-75	925	724	0.6	3#	E4	$f=50.0x+413$
L11-4	800	800	6.0	3#	E4	$f=48.4x+528$
S10-44	635	30	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=100.0x-82$
S10-46	634	521	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=21.2x+582$
S11-67	800	600	6.0	2#	NaCl/KCl	$f=50.0x+450$
S10-54	922	625	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=45.0x+441$
S10-50	800	700	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=23.8x+680$
S10-43	800	700	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=67.0x-120$
S10-51	634	728	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=23.9x+491$
S10-55	800	800	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=34.5x+600$
S11-72	800	800	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=17.6x+700$
S11-71	800	800	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=12.9x+765$
S10-52	634	832	0.6	2#	NaCl/KCl	$f=48.3x+216$
Z-1[12]	500	820	40	1#		$f=50x+357.6$
Z-2[12]	500	820	10	1#		$f=50x+323.7$
Z-3[12]	1 000	25	40	1#		$f=275x+68$
Z-4[12]	1 000	25	1	1#		$f=275x+60$
Z-5[12]	1 000	900	1	1#		$f=275x-120$
Z-6[12]	500	1 000	4	1#		$f=54x+657$

对不同的装样方式，其轴压摩擦力的标定方法是不同的，采用熔融盐套装样方式(3#)能够比较准确地得到轴压摩擦力的大小。摩擦力的大小受围压、温度和轴向位移速率影响。比较 S11-66 和 L11-4 的轴压摩擦力数据可知，k 在 600 ℃时为 67.7，在 800 ℃时为 48.4，即轴压摩擦力随温度的升高而降低。

比较 S11-76 和 L11-4 可知,盐套类型对轴压摩擦力有较大影响,S11-76 使用了 NaCl/KCl 盐套,而 L11-4 使用了 E4 盐套,在相同温度下低熔点的 E4 盐套具有更低的轴压摩擦力。Tingle 等人[4]认为,当实验温度高于盐的熔点(200 ℃)以上时,盐套充分熔融,轴压摩擦力最小,与本实验结果相符合。综合表 1 数据,当围压为 600～900 MPa、温度为 600～800 ℃时,熔融盐装样方式的 k 约为 50～80。

部分熔融盐套装样方式(2#)和固体叶蜡石装样方式(1#)都不能通过轴压循环方法得到刚玉柱与盐套的摩擦力,因此所测的摩擦力通常会小于采用熔融盐套装样方式(3#)时测定的摩擦力,并且测量结果因包含挤压摩擦力而具有一定的不确定性。在部分熔融盐装样方式下,求得的 k 约为 20～70,比熔融盐套装样方式(3#)得到的 k 小 20 左右。因此,可以认为单个盐套对刚玉柱的摩擦力 k 为 20。当使用熔融盐套装样方式(3#)进行实验时,刚玉柱下半部盐套发生熔融,上半部盐套依旧保持固态或熔融状态,此时刚玉柱与盐套的接触面积约为部分熔融盐套装样方式(2#)中刚玉柱与盐套接触面积的一半,因此熔融盐套装样方式(3#)中刚玉柱与盐套的滑动摩擦力应为部分熔融盐套装样方式(2#)的一半,即部分熔融盐套对刚玉柱的摩擦力 k 约为 40。经修正后,部分熔融盐套装样方式中 k 为 60～110。

摩擦力标定时,应正确区分盐套熔融时以及未熔融或部分熔融时的轴压变化曲线,否则求出的轴压摩擦力将存在较大偏差。可以从轴压循环曲线区分出盐套的不同状态:盐套熔融时,后退轴向位移,轴压迅速下降,继而缓慢下降,下降直线的斜率与轴压位移前进时基本一致(见图 3);若盐套未充分熔融,则轴压迅速下降后,会有 50 MPa 左右的压力上升,之后轴压保持不变或者缓慢上升(见图 4)。

3.2　最大静摩擦力

在实验开始阶段,轴压杆首先克服密封环、软金属等的最大静摩擦力,将轴压杆与小碳化钨压柱之间的铅挤出,轴压通过轴压杆、小碳化钨压柱、刚玉柱作用在样品和包裹样品的软金属上,待软金属挤出后样品开始变形。Rybacki 等人[1]介绍了一种标定最大静摩擦力及摩擦系数的方法。轴压摩擦力的方向与轴压杆运动方向(或运动趋势方向)相反,在样品开始变形前,轴压杆前进或后退时,样品受到的真实压力不变,因此,轴压杆前进时与后退时的视载轴压差为最大静摩擦力的两倍。根据围压大小,可以计算出密封环、金属垫等的摩擦系数。Rybacki 等人[1]使用熔点很低的金属垫,得到密封环对轴压杆的摩擦系数为 0.04±0.01,进而得到铅垫的摩擦系数为 0.02±0.01;将轴压杆与刚玉柱粘接起来进行实验,得到刚玉柱与周围盐套的摩擦系数为 0.06±0.03,这一数值与盐的熔融程度有关。本实验采用的部分熔融盐套装样方式与 Rybacki 等人的装样方式相似,因此,也应有类似结果。由摩擦系数可见,盐套和密封环的摩擦力是轴压滑动摩擦力的主要来源。

最大静摩擦力随实验条件不同变化较大,特别是随温度和轴向位移速率的变化明显。最大静摩擦力随温度的升高和轴向位移速率的降低而减小。按照 Rybacki 等人[1]的标定方法,测得轴压杆与周围介质的摩擦系数约为 0.13～0.21,高于 Rybacki 等人的测定值,这可能是由实验材料和实验条件的差异造成的。

4　轴压摩擦力的影响因素分析

影响轴压摩擦力的因素有很多,如围压,温度,轴向位移速率,密封环、铅垫、金属环、盐套的摩擦系数,铅、盐以及包裹样品的软金属的强度,都会对摩擦力造成影响。由于装样方式非常复杂,要弄清楚每个部件对摩擦力的影响非常困难。考虑到挤压摩擦力对样品强度的影响不大,因此本研究着重分析滑动摩擦力的影响因素。

4.1　轴向位移和循环次数对摩擦力的影响

在进行轴压摩擦力校正时,应当选用合理的轴压摩擦力-轴向位移曲线斜率。图 4 为角闪岩在 521 ℃条件下的轴压摩擦力-轴向位移变化曲线。从图 4 可以看出:在初始加压阶段,曲线较陡,斜率较大,随后曲线(AB 段)斜率变化较缓和;在轴压循环Ⅰ中,开始时曲线(CD 段)斜率逐渐增大,随后曲线(DE 段)斜率略微变小;在轴压循环Ⅱ中,起初曲线(FG 段)斜率也是逐渐增大,随后曲线陡增。虽然 AB 段、DE 段、FG 段的轴压摩擦力均随轴向位移的增加而缓慢增大,但是轴压循环Ⅱ中的 FG 段并不

能真实代表摩擦力的大小。图 4 中，AB 段斜率为 150，DE 段为 20，FG 段为 220，根据 3.1 节的标定结果，选取 DE 段进行轴压摩擦力计算较合理。根据以上分析，采用轴压循环法进行摩擦力校正时，轴向位移的后退距离一般为 2 mm 左右[1,4]，并且校正曲线部分的选取应当避开斜率较大的初始段。

当轴向位移速率较慢时，进行轴压循环是一项非常耗时的工作(有时会超过 4 h)，但是只有在后退较大的轴向位移时，才能得到比较准确的轴压摩擦力。在实际的实验中，轴压杆前进挤出铅的过程以及进行第一次轴压循环的过程都可以采用较快的轴向位移速率，进行最后一次轴压循环确定轴压摩擦力时则应按照预定的实验速率进行。

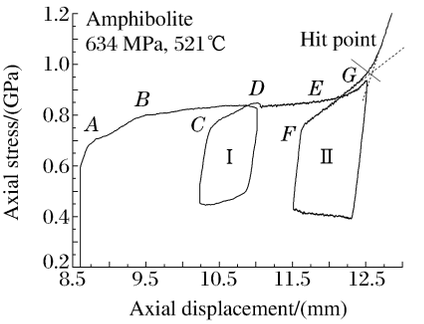


图 4 轴压摩擦力校正中曲线斜率的选择

Fig. 4 Choice of the reasonable slope for axial friction correction

4.2 围压、温度、轴向位移速率对摩擦力的影响

图 5 给出了采用不同装样方式、在不同实验条件下得到的轴压摩擦力-轴向位移变化曲线，其中图 5(a)对应熔融盐套装样方式，图 5(b)对应部分熔融盐套装样方式。可以看出：轴压摩擦力的大小受围压、温度和轴向位移速率的影响，静摩擦力和滑动摩擦力与围压正相关。由图 5(a)可知，当轴向位移速率增加时，静摩擦力随之增加，但影响较小，轴向位移速率对滑动摩擦力的影响也不明显；由图 5(b)可知，轴向位移速率对轴压杆与密封环、铅垫之间的滑动摩擦力基本没有影响，对静摩擦力影响较小，但温度对静摩擦力和滑动摩擦力的影响较大，摩擦力随温度的增加而降低。此外，从图 5 中还可以看出，两种不同熔融盐装样方式获得的摩擦力随实验条件的变化规律一致，与党嘉祥等人[12]得到的没有熔融盐时的结果相同。这表明：在给定实验条件下，影响实验数据精确度的主要因素是滑动摩擦力随轴向位移的变化，即 k 的大小反映了滑动摩擦力的大小，可以通过 k 校正摩擦力。

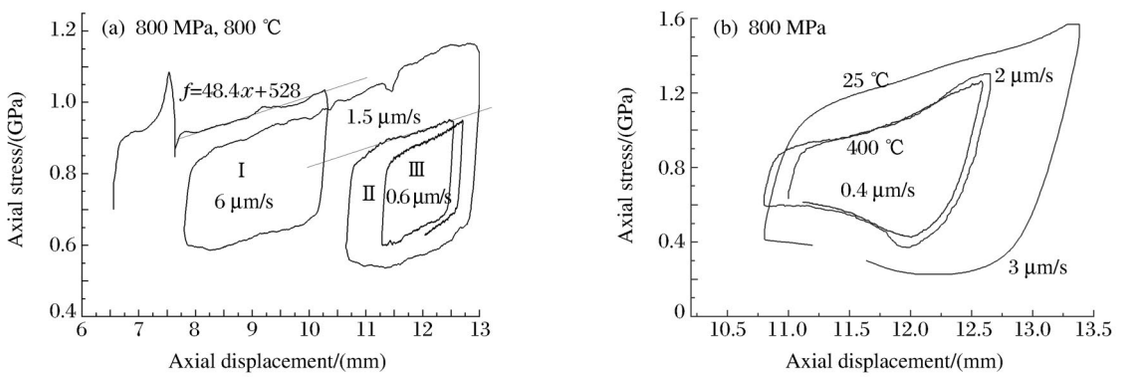


图 5 不同实验条件下的轴压摩擦力循环

Fig. 5 Axial force cycles under different experimental conditions

4.3 盐套类型对摩擦力的影响

盐套类型对轴压摩擦力的影响较大，特别是在实验条件接近盐的熔点时。当样品周围的盐套处于熔融状态时，摩擦力最小[4]。Rybacki 等人[1]比较了盐套类型、轴向位移速率、温度等对轴压摩擦力的影响，结果表明，使用低熔点的盐套，在较低的轴向位移速率和较高的温度下，轴压摩擦力小，得到的实验曲线也更准确，如图 6 所示。比较图 6 与图 5(a)中轴向位移速率对轴压摩擦力的影响时发现：当盐套充分熔融时，轴向位移速率对摩擦力的影响较小；未充分熔融时，对摩擦力的影响较大。

显然,实验条件、轴向位移速率、盐套类型都会影响摩擦力的大小,但是很难像温度和围压标定那样,给出它们的影响规律。因此,对于特定的实验条件和装样方式,特别是不同的围压和温度条件,每类实验都要在样品实际变形前进行轴压摩擦力标定。在开展变形实验时,如果实验样品强度比较低,则需选择熔点低的盐套类型,并且要在高于盐套熔点温度时进行变形实验,只有在样品强度远大于盐套强度时,才能得到准确的样品强度数据。

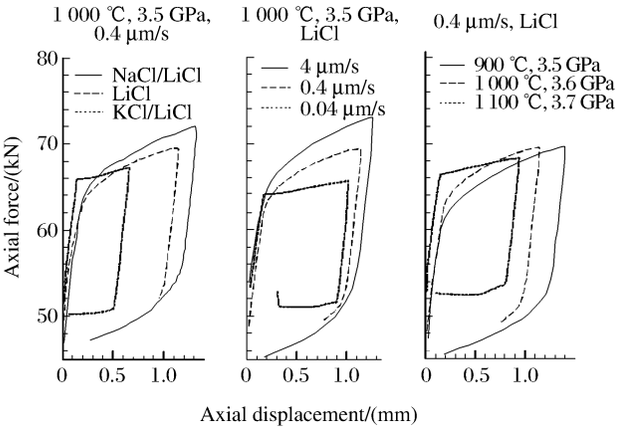


图 6　不同实验条件下的轴压摩擦力变化[1]

Fig. 6　Hysteresis loops of axial force under different experimental conditions[1]

5　应力-应变曲线的摩擦力校正

根据第 2 节和第 3 节确定的摩擦力标定方法和原则,对大量实验进行了摩擦力标定,以角闪岩变形实验为例,对比摩擦力校正前、后轴压-轴向位移曲线的变化。

轴压摩擦力校正分 3 步:(1) 确定滑动摩擦力随轴向位移变化的斜率 k;(2) 确定轴压杆与样品的接触点,即斜率为 k 的直线(由第(1)步确定)与样品弹性变形段的角分线与轴压-轴向位移实验曲线的交点(即图 7 中 B 点),然后从接触点开始,按斜率 k 扣除滑动摩擦力的影响;(3) 样品塑性变形阶段的面积校正。在塑性变形过程中,样品的横截面积变大,而数据采集程序中的样品横截面是固定值,为样品初始面积,因此应对实验结果进行面积校正。假设在整个变形过程中,样品的体积不发生变化,而且样品横截面积的变化主要发生在塑性变形阶段[16],则根据轴向应变,可计算样品横截面积的变化,进而计算作用在其上的应力大小。

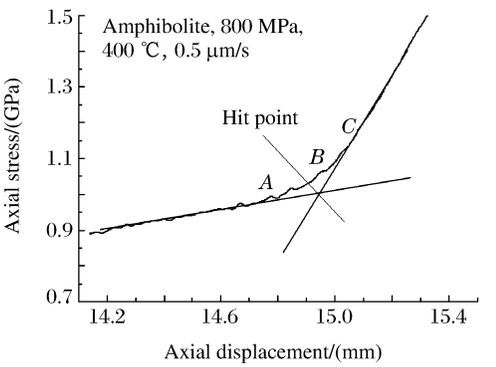


图 7　接触点确定方法

Fig. 7　Determination method of hit point

图 8 给出了校正前、后角闪岩的轴压-轴向位移曲线。可见,经摩擦力校正和面积校正后,轴压-轴向位移曲线发生明显变化,其中原始曲线和摩擦力校正后的曲线都表现出应变强化特征,而经过面积校正后的曲线则显示出微弱的应变弱化特征。

运用上述方法,对角闪岩实验后的数据进行校正,实验条件及所采用的轴压摩擦力的斜率见表 1。根据温度标定[10]和围压标定[11]结果,实验中的真实围压和温度列于表 2。表 1、表 2 中围压 p 和温度 T 实际上是设备显示的压力和温度,表 2 中的 p_{real} 和 T_{real} 为样品受到的实际围压和实际温度。对比表 2 数据可以看出,作用在样品上的围压和温度与设备显示数值存在较大差异。

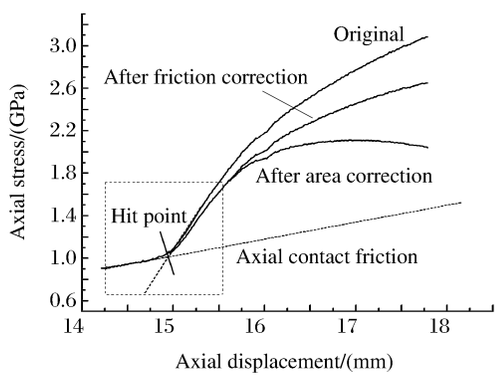


图 8　校正前、后轴向应力-轴向位移曲线的比较

Fig. 8　Comparison of axial stress-axial displacement curves before and after correction

表 2 角闪岩变形实验条件

Table 2 Experimental conditions for amphibolite deformation

Sample	p/(MPa)	T/(℃)	p_{real}/(MPa)	T_{real}/(℃)	Axial strain rate/(10^{-4})
S10-44	635	30	500	30	1
S10-46	634	521	500	500	1
S10-51	634	728	500	700	1
S10-52	634	832	500	800	1
S10-54	922	625	800	600	1

轴压摩擦力校正后，角闪岩的应力-应变曲线如图 9 所示。在高围压下，角闪岩样品很难发生脆性破裂，变形机制以碎裂流动为主。角闪岩的强度随温度升高而降低，随围压增大而增大。当围压为 500 MPa 时，600 ℃以下，角闪岩表现为应变强化，变形以碎裂流动为主；温度为 700 ℃时，应变强化特征不显著，变形特征以塑性变形为主，因此，当围压为 500 MPa 时，角闪岩的脆塑性转化温度在 700 ℃左右。围压为 800 MPa、温度为 600 ℃时，样品表现出塑性变形特征，因此增加围压能够有效降低角闪岩的脆塑性转化温度。

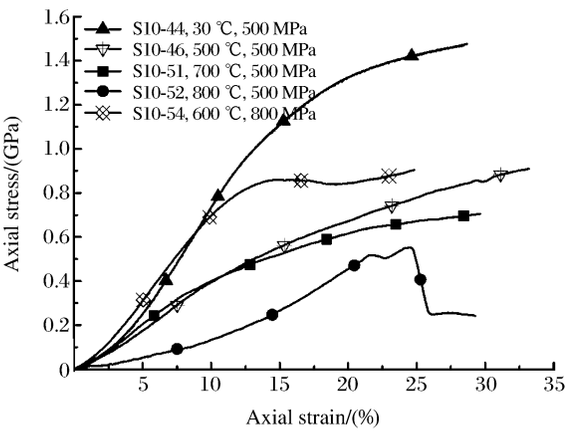


图 9 不同实验条件下角闪岩的应力-应变曲线

Fig. 9 Stress-strain curves of amphibolite under different experimental conditions

6 结 论

针对“3 GPa 熔融盐固体介质三轴高温高压实验系统”，对轴压摩擦力的组成、轴压摩擦力对样品的影响以及影响轴压摩擦力的主要因素进行了分析。结果表明：静摩擦力、挤压摩擦力和滑动摩擦力 3 种轴压摩擦力对轴压的影响不同，其中静摩擦力不影响实验样品受到的差应力，挤压摩擦力会改变压力接触点之前的轴压-轴向位移曲线形状，使接触点难以判断，但对样品强度的影响不大，而滑动摩擦力对样品强度的影响较大。围压、温度、轴向位移速率、装样方式（盐套类型）等都会对轴压摩擦力产生影响，其中：静摩擦力和滑动摩擦力与围压正相关；静摩擦力与轴向位移速率正相关，但受其影响较小，滑动摩擦力不受其影响；静摩擦力和滑动摩擦力与温度负相关，并且受其影响最显著；盐套类型对轴压摩擦力的影响较大，当实验条件接近盐套熔点时，轴压摩擦力显著降低，当样品周围的盐套处于熔融状态时，轴压摩擦力最小。由于静摩擦力和挤压摩擦力对轴向应力的影响很小，影响应力精度的主要是滑动摩擦力，因此轴压摩擦力标定主要是确定给定实验条件下滑动摩擦力随轴向位移的变化规律。基于此，确定了轴压摩擦力标定的具体步骤。根据该摩擦力标定方法，对角闪岩的应力-应变曲线进行了校正。校正结果表明，校正后的样品变形曲线与校正前存在较大差异，因此需要对力学数据进行摩擦力校正，以提高数据精度。

感谢刘树山、赵树清在实验系统的设计、加工及组装工作中给予的帮助。

References:

[1] Rybacki E, Renner J, Konrad K, et al. A servohydraulically-controlled deformation apparatus for rock deformation under conditions of ultra-high pressure metamorphism [J]. Pure Appl Geophys, 1998, 152(3): 579-606.

[2] Tullis T E, Tullis J. Experimental rock deformation techniques [J]. Geophys Monogr Ser, 1986, 36: 297-324.

[3] Green H W, Borch R S. A new molten salt cell for precision stress measurement at high pressures [J]. Eur J Mineral, 1989, 1(2): 213-219.

[4] Tingle T N, Green H W, Young T E, et al. Improvements to Griggs-type apparatus for mechanical testing at high pressures and temperatures [J]. Pure Appl Geophys, 1993, 141(2/3/4): 523-543.

[5] Ingrin J, Doukhan J C. A Griggs deformation apparatus set up at Lille [J]. Terra Nova, 1991, 3(6): 603-606.

[6] Gleason G C, Tullis J. A flow law for dislocation creep of quartz aggregates determined with the molten salt cell [J]. Tectonophysics, 1995, 247(1/2/3/4): 1-23.

[7] Gleason G C, Tullis J. Improving flow laws and piezometers for quartz and feldspar aggregates [J]. Geophys Res Lett, 1993, 20(19): 2111-2114.

[8] Holyoke I C W, Kronenberg A K. Accurate differential stress measurement using the molten salt cell and solid salt assemblies in the Griggs apparatus with applications to strength, piezometers and rheology [J]. Tectonophysics, 2010, 494(1/2): 17-31.

[9] Zhou Y S, He C R, Song J, et al. An experiment study of quartz-coesite transition at differential stress [J]. Chinese Science Bulletin, 2005, 50(5): 446-451.

[10] Han L, Zhou Y S, Dang J X, et al. Temperature calibration for 3 GPa molten salt medium triaxial pressure vessel [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2009, 23(6): 407-414. (in Chinese)
韩　亮, 周永胜, 党嘉祥, 等. 3 GPa 熔融盐固体介质高温高压三轴压力容器的温度标定 [J]. 高压物理学报, 2009, 23(6): 407-414.

[11] Han L, Zhou Y S, He C R, et al. Confined pressure calibration for 3 GPa molten salt medium triaxial pressure vessel under high pressure and temperature [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2011, 25(3): 213-220. (in Chinese)
韩　亮, 周永胜, 何昌荣, 等. 3 GPa 熔融盐固体介质高温高压三轴压力容器的围压标定 [J]. 高压物理学报, 2011, 25(3): 213-220.

[12] Dang J X, Zhou Y S, He C R. Pressure calibration for the solid medium vessel of piston-cylinder apparatus under high pressure and high temperature [J]. Seismology and Geology, 2007, 29(1): 133-143. (in Chinese)
党嘉祥, 周永胜, 何昌荣. 活塞-圆桶式固体介质高温高压实验容器的压力标定方法 [J]. 地震地质, 2007, 29(1): 133-143.

[13] Liu P, Tong Y X, Yang Q Q. Molten salt systems and the new developments for the application of molten salts [J]. Electrochemistry, 2007, 13(4): 351-359. (in Chinese)
刘　鹏, 童叶翔, 杨绮琴. 熔盐体系及有关应用的新进展 [J]. 电化学, 2007, 13(4): 351-359.

[14] Stipp M, Tullis J. The recrystallized grain size piezometer for quartz [J]. Geophys Res Lett, 2003, 30(21): 2088.

[15] Zhou Y S, Jiang H K, He C R. Experiments of brittle-plastic transition and instability modes of Juyongguan granite at different temperatures and pressures [J]. Earthquake Research In China, 2003, 17(2): 169-182.

[16] Jiang H K, Zhang L, Zhou Y S. Correction of stress-strain relationship in triaxial compression tests with solid confining pressure medium [J]. Seismology and Geology, 2001, 23(3): 471-474. (in Chinese)
蒋海昆, 张　流, 周永胜. 固体介质三轴实验中样品半延性-延性变形对应力曲线影响的修正 [J]. 地震地质, 2001, 23(3): 471-474.

Axial Friction Calibration for 3 GPa Molten Salt Medium Triaxial Pressure Vessel under High Pressure and High Temperature

LIU Zhao-Xing[1], ZHOU Yong-Sheng[1], LIU Gui[1], HE Chang-Rong[1], ZHONG Ke[2], YAO Wen-Ming[1], HAN Liang[1], DANG Jia-Xiang[1]

(1. *State Key Laboratory of Earthquake Dynamics, Institute of Geology, China Earthquake Administration, Beijing* 100029, *China*;
2. *China University of Geosciences (Beijing), Beijing* 100083, *China*)

Abstract: The axial friction calibration of 3 GPa molten salt medium triaxial pressure vessel under high pressure and high temperature is performed based on the calibration of the temperature and confining pressure of the apparatus, which mainly analyses the effects from different experimental conditions, such as the confining pressure, the temperature, and type of salt cell used around the sample. The results show that the axial friction includes static friction, squeezing friction and sliding friction between the piston and the surrounding material. Three types of friction play different roles in axial stress, in which sliding friction is the main factor that affects axial stress precision, while static fiction and squeezing friction have little effects on axial stress. The static and sliding frictional force has a positive correlation to the confining pressure. The axial piston velocity has a positive effect on static friction, too, but the effect is not significant, while it has no effect on sliding friction. Both static and sliding friction has a negative correlation to the experimental temperature, and the effect of temperature is significant. The type of salt cell has a great effect on axial friction. The axial friction drops dramatically as the experimental temperature approaches the melting point of the salt. The procedure of calibrating axial friction is made based on the results, and the axial friction calibration is applied to stress-strain curves for deformation experiments of amphibole. It is found that it is more reliable that the deformation curve with the calibration of axial friction than the curve without calibration.

Key words: friction calibration; pressure vessel; molten salt; high temperature and high pressure; axial friction