

活塞-圆桶式固体介质高温高压 实验容器的压力标定方法

党嘉祥 周永胜 何昌荣

(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)

摘要 固体介质压力标定一般分为2方面。其一是轴压标定,最有效的方法是轴压活塞反复前进和后退,根据活塞循环来获得摩擦力的大小,其中有2个关键环节:1)活塞和样品接触点的确定;2)动摩擦力的确定。其二是围压标定,最有效的方法是利用矿物相变,适用于固体压机压力标定的相变有:石英-柯石英相变、钠长石-硬玉+石英相变,其适合温压范围分别为:500~1 200℃、2.5~3.2GPa,600~1 200℃、1.6~3.2GPa。我们对2GPa固体介质高温高压实验设备进行了轴压标定,在不同温度、围压、活塞速率等条件下进行了实验,结果表明:围压、温度、活塞运动速率等因素都对动摩擦力有不同程度的影响。因此,轴压标定应该针对不同的实验条件分别进行。

关键词 固体介质 高温高压 实验容器 轴压标定 围压标定

中图分类号: P315.2

文献标识码: A

文章编号: 0253-4967(2007)01-0133-11

0 引言

随着实验技术的发展,高温高压实验装置及其应力测量取得了很大进展,并且在固体地球科学研究中的应用越来越广泛。由于研究对象和目的不同,高温高压实验装置有多种类型,但其共同点是要进行符合一定精度的应力(压力)测量,因此需要有合理而有效的压力标定。

在固体介质系统中,虽然采用一些方法可以减小摩擦,但是活塞与各部件之间的摩擦以及固体传压介质与容器之间的摩擦在一定程度上依然存在,这样就使测量压力值与加载在样品上的实际压力有偏差。所以在实验仪器投入使用之前,必须对实验设备压力进行摩擦力校正,压力标定主要分为轴压标定和围压标定。

本文主要介绍了地震动力学国家重点实验室配备的活塞-圆桶式固体介质高温高压实验装置的轴压标定,同时综述了一些常用的以矿物相变为基础的围压标定方法,这些工作将是新一代固体介质三轴实验系统在压力标定方面的重要基础。

1 轴压摩擦力校正方法

通常情况下,把导致实测压力和实际加载在样品上的压力不同的因素通称为摩擦。在轴向上其影响因素主要有2个方面:1)活塞和其周围其它实验设备之间的摩擦,即接触摩擦;2)活

[收稿日期] 2006-05-26 收稿,2006-07-27 改回。

[基金项目] 国家自然科学基金(40474067)和中国地震局“十五”实验室建设项目“固体介质高温高压(3GPa)实验设备的研制”共同资助。

塞和样品之间的固体材料挤出时压力的损耗,即挤压摩擦。

接触摩擦和挤压摩擦对实验结果的影响不同,在实验结果分析中应该分别对待。可以通过分离 2 活塞和单活塞(连接 2 活塞)实验来观察 2 种摩擦不同的影响(图 1; Rybacki, 1998)。首先在 2 活塞分离的情况下推进活塞,加载到一定程度之后,在 2 活塞保持接触的情况下卸载,活塞后退,到达初始压力,接着再次推进活塞进行第 2 次循环。2 次循环相比较,由于第 2 次循环中的 2 个活塞可以看作是连接在一起的,所以在活塞运动过程中没有活塞之间的软金属物质挤出,减小了挤压摩擦,使得活塞从克服静摩擦到样品开始弹性变形之前的实验曲线线性部分(图 1 中的 AB 段)的斜率以及在加载轴上的截距均减小,而且接触点明显,由实验曲线的近直角变化确定;但是当 2 个活塞连接的时候,由于刚玉活塞发生运动,刚玉活塞和盐类的接触使得接触摩擦增大,从图 1 中明显可以看出最大静摩擦力的增加。因此,接触摩擦主要影响实验曲线中从活塞克服静摩擦到样品开始发生弹性变形之前的弯曲程度,以及线性部分的斜率大小。

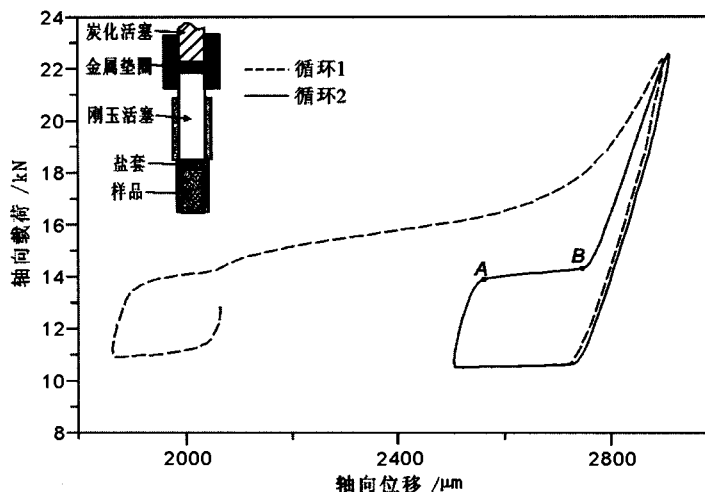


图 1 轴压活塞的 2 次循环实验曲线 (Rybacki *et al.*, 1998)

Fig. 1 Load-displacement curves of twice deformation cycles (Rybacki *et al.*, 1998).

在整个活塞推进过程中,可以把影响轴压的摩擦分为静摩擦和动摩擦:静摩擦为一固定值,大小不随活塞位移变化,只受接触摩擦的影响。轴向加载开始时轴向载荷增加速度的减缓意味着静摩擦被克服,该结束点所对应的载荷就是最大静摩擦力值;动摩擦力随着活塞运动大致呈线性变化,主要受以下 3 个方面的影响:1) 由于活塞和容器的接触部分不同,接触摩擦力发生变化;2) 由于两活塞之间的软金属以及活塞和样品之间的盐类挤出,受到挤压摩擦的影响;3) 由于活塞的运动,容器内的体积发生变化,使得容器里的压力发生变化,影响了摩擦力的大小;动摩擦力的大小由从活塞克服静摩擦到活塞与样品接触之间的加载-位移曲线上的线性部分(图 1 中的 AB 段)的拟合直线来确定,该段实验曲线代表了上述所有影响因素,同时没有和样品发生接触,不受样品强度的影响。静摩擦校正为轴压校正的下限,动摩擦校正为轴压校正的上限(图 2)。

轴压摩擦力标定前人已有许多结果,目前最合理的方法为 Rybacki 等 (1998) 的标定方法,通过活塞前进和后退循环来完成。轴压校正的 2 个关键环节为: 1) 活塞和样品接触点的确定,

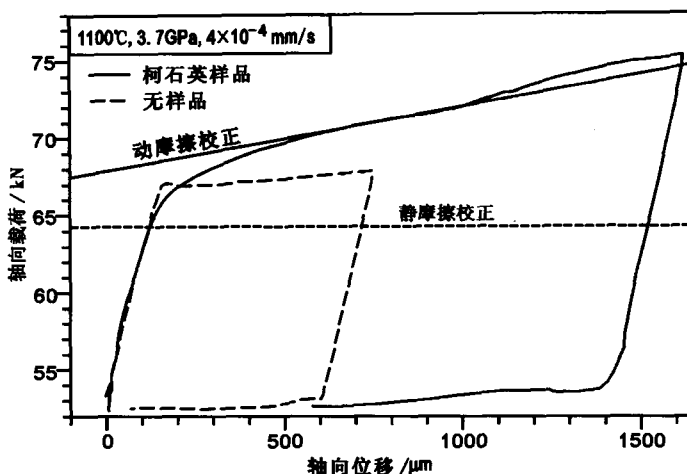


图2 有样品和无样品时的实验曲线对比 (Rybacki *et al.*, 1998)

Fig. 2 Comparison of the load-displacement curves of a deformation experiment on coesite sample and the corresponding experiment without a sample (Rybacki *et al.*, 1998).

得出活塞与软金属等接触时加载-位移曲线的线性部分的拟合直线,以及活塞和样品接触后发生弹性变形时加载-位移曲线线性部分的拟合直线,其交点即为活塞和样品的接触点;2)动摩擦力大小的确定:通过加载-位移曲线中活塞与软金属等接触时的线性部分的拟合直线来确定。

在确定上述2个关键点之后,轴向摩擦校正可以分2步完成:1)由于接触点前的实验曲线对实验结果的分析没有太大的价值,所以直接剔除;首先以接触点为原点平移坐标系,剔除接触点以前的实验曲线,然后利用岩石发生弹性变形时的拟合直线来校正从原点到样品发生屈服的实验曲线,该段实验曲线与拟合直线的偏离是由于挤压摩擦造成的;2)进行动摩擦校正,由于动摩擦的影响因素较多,要对不同的实验条件分别进行校正。在以前的大部分研究中,只扣除了接触点之前的部分,而接触点之后的部分没有进行动摩擦校正;由于动摩擦力也是一个相当大的值,特别是在盐没有完全熔融的情况下,对实验结果有很大的影响,所以这样的校正方法存在着不合理性。

2 轴压摩擦力校正实验

根据上述方法及其需要注意的相关问题,我们对本实验室2GPa固体介质高温高压实验设备(图3为装样图)进行了轴压标定实验,该装置是反演地壳压力分布的假三轴岩石力学装置。装置的围压和轴压通过驱动2个独立的油压活塞获得。传压介质为氯化盐,这主要是因为氯化盐类的屈服强度和熔点均比较低,在实验温压条件下处于线性流动或熔融状态,压力传递均匀,并且在熔融状态下减小了摩擦。

本实验使用的样品为辉长岩,在分离2活塞的情况下进行了2次实验(图4):1)在500MPa、820°C,1000MPa、900°C和1000MPa、25°C不同的温压条件下,进行了不同活塞运动速率的活塞推进和退出循环实验;2)在500MPa、1000°C温压条件下,先进行了活塞循环实验,接

着在岩石发生流变之后将活塞速率从 2×10^{-4} mm/s 减小到 5×10^{-5} mm/s, 观察了流变对速率的依赖性, 最后利用上述方法对实验曲线进行了轴压校正。

在特定的活塞运动速率条件下, 先进行加载, 在样品屈服之前就开始卸载, 卸载到初始压力再次加载, 经过多次循环直到循环曲线基本稳定时, 得到活塞循环曲线(图 4a, b)。该曲线大致可分为以下几段: 开始加载时轴向载荷迅速增至 A 点, 即静摩擦力被克服; 在 AB 段, 活塞开始推进, 加载-位移曲线的斜率逐渐减小到 1 个稳定值, 此段活塞和样品之间的盐类以及软金属被加载并开始挤出; 在 BC 段, 活塞继续推进, 曲线斜率基本保持不变, 载荷线性增加, 样品和活塞之间的盐类以及软金属逐渐挤出, 该线性部分是确定动摩擦力的重要依据; 在 CD 段, 活塞继续推进, 曲线斜率逐渐变大, 达到 1 个稳定值, 样品和活塞之间的盐类以及软金属最后完全被挤出, 到达 D 点时活塞和样品已经完全接触, 样品发生弹性变形, 接触点在低温时不易确定; 在 DE 段, 活塞继续推进, 曲线斜率基本稳定, 即载荷呈线性增加, 样品发生弹性变形, 加载至 E(岩石未屈服)点时卸载, 活塞开始后退; 在 EF 段, 载荷直线下降, 即活塞克服静摩擦力; F 点之后, 活塞继续匀速退出到开始点。

2.1 不同因素对轴压摩擦的影响

前人的研究表明, 围压、温度、活塞运动速率以及 2 活塞的连接状态等因素都对摩擦力有影响, 然而影响程度却不相同, 本次实验分析了不同因素对摩擦力的影响。

500MPa(图 4a)条件下的实验曲线和 1 000MPa(图 4b)条件下的相比, 后者在实验过程中的轴向载荷整体大于前者, 同时 BC 段线性部分的斜率后者也大于前者。这说明围压对静摩擦力和动摩擦力均有影响, 当围压增加时, 动摩擦力和静摩擦力均有不同程度的增加, 这符合摩擦的一般规律。

在围压为 1 000MPa、活塞运动速率为 5×10^{-4} mm/s 的条件下, 对温度为 25℃ 和 900℃ 时的活塞循环实验曲线进行对比(图 4b): 900℃ 时的静摩擦力 > 25℃ 时的, 即 A 点的荷载较高; BC 段拟合直线的斜率基本相同, 但 25℃ 时的截距 > 900℃ 时的; 活塞和样品的接触点在 900℃ 时较明显, 表现为近直角的曲线变化, 而在 25℃ 时却表现为 CD 段的圆滑过渡, 接触点不明显。温度升高时盐的熔融更加完全, 接触点更加明显, 动摩擦力基本上不随位移的变化率而改变, 但是动摩擦力的大小却明显减小; 温度升高时静摩擦力增加。因此, 温度的变化对静摩擦力和动摩擦力的大小有一定程度的影响, 对动摩擦力的变化率影响不大, 特别是在盐类为熔融状态时, 这种影响基本可以忽略。

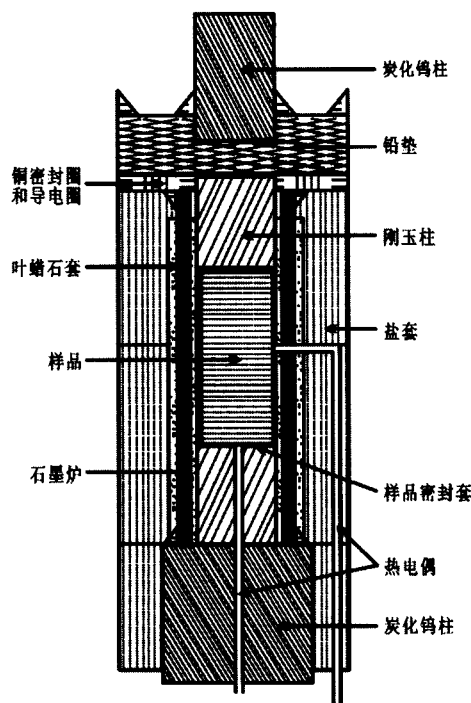


图 3 2GPa 压机装样图

Fig. 3 The diagram of sample assembly of 2GPa.

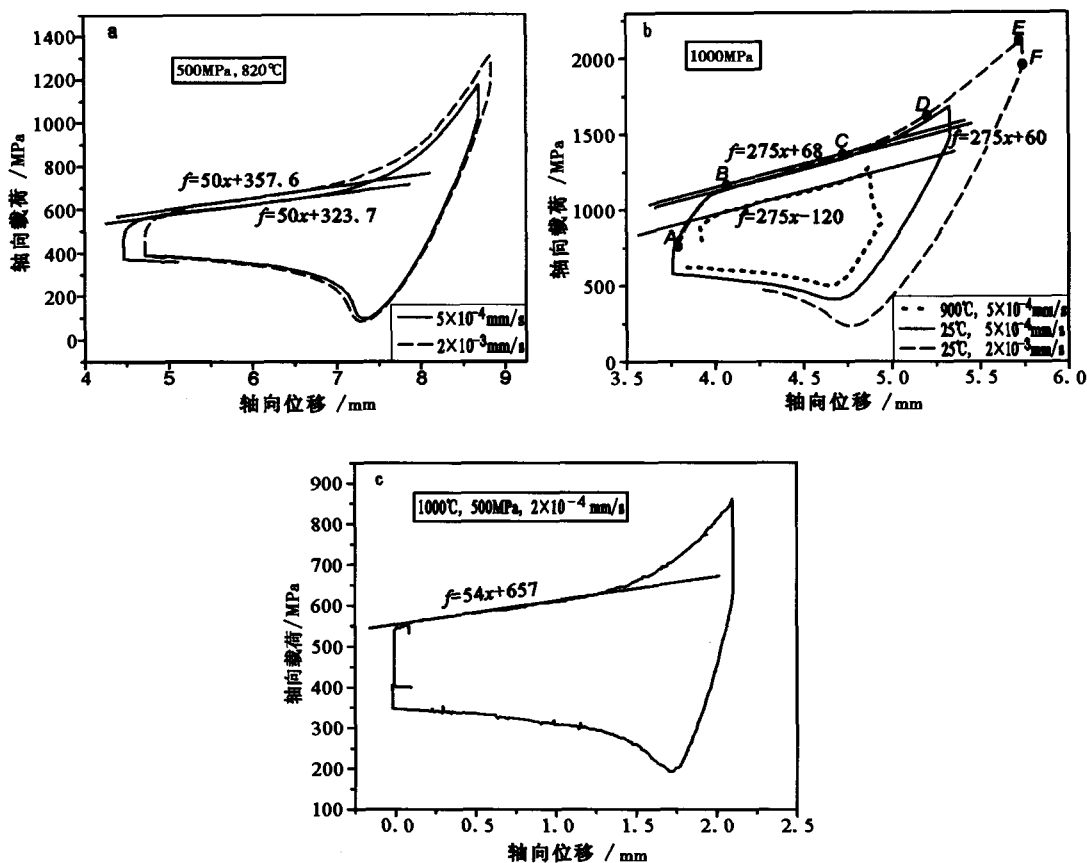


图4 不同实验条件下的循环实验曲线

Fig. 4 Load-displacement curves under different experimental conditions.

a 相同温压不同活塞运动速率条件下,活塞推进-退出循环实验曲线; b 相同压力不同温度和活塞运动速率下的实验曲线; c 特定条件下的循环实验曲线

另一影响摩擦的因素为活塞运动速率,本次实验在不同的温压条件下分别进行了不同活塞速率的实验(图4a,b)。在1000MPa,25°C条件下,从2种活塞运动速率的实验结果可以看出,运动速率为 $2 \times 10^{-3} \text{ mm/s}$ 时的静摩擦力和动摩擦力均 $> 5 \times 10^{-4} \text{ mm/s}$ 时的,2种运动速率下动摩擦力随位移变化的速率基本相同;在500MPa,820°C条件下,得到的结果和1000MPa时基本一致。因此,活塞运动速率对静摩擦力和动摩擦力的大小有影响,对动摩擦力的变化率影响不大。

实验结果的可靠性同时还受到2活塞的连接状态,以及盐类性质和样品强度的影响。Rybacki等(1998)的实验得出:1)在2活塞连接的情况下,虽然增加了活塞运动过程中的接触摩擦,但在很大程度上减小了挤压摩擦,使得动摩擦力减小,接触点更加明显(图1);2)当使用熔融盐类作为传压介质时,在样品的强度比较大,并且连接2活塞的情况下,挤压摩擦力将很小,基本可以忽略。Tingle等(1993)的实验表明,当温度高于压力介质熔点 200°C 时,得到的实验

结果将是可靠的。在使用固体盐类作为传压介质,样品的强度比较低,且在挤压过程中盐类被挤出时,样品也发生了变形,同时随着压力的增加盐类将固化在样品顶部,并且一直存在,这样就很难确定接触点。因此,固体介质高温高压实验装置一般用于强度比较大的岩石标本,并且一般在传压盐类的熔点以上进行实验。

2.2 轴压摩擦力校正

在上述摩擦力校正方法中,进行校正的关键因素为动摩擦力,表 1 列出了本实验得到的不同温压、活塞运动速率条件下的动摩擦力。

由表 1 可以看出,对动摩擦力影响最大的因素是围压,围压的变化同时影响了动摩擦力的斜率和截距;在 1 000MPa, 5×10^{-4} mm/s 条件下,动摩擦力的截距在 25℃ 时比在 900℃ 时大 180MPa;温压条件分别为 25℃、1 000MPa 和 820℃、500MPa 时,动摩擦力的截距在 2×10^{-3} mm/s 时比在 5×10^{-4} mm/s 时分别大 8MPa 和 34.1MPa。在岩石流变实验中,为观察流变的速率依赖性,要在岩石流变过程中改变活塞速率,就要对不同速率分别进行校正,由于速率不影响动摩擦力的变化率,因此可以先利用初始活塞速率条件下的动摩擦力进行校正,然后扣除因速率改变而引起的动摩擦力的变化即可。

有了动摩擦力就可以利用上述方法对实验曲线进行压力校正,该实验对 1 000℃、500MPa 条件下的岩石流变实验结果进行了轴压摩擦校正:首先利用活塞和软金属等接触时压力-应变曲线线性部分的拟合直线和样品发生弹性变形时线性部分拟合直线的交点得到活塞和样品的接触点(图 5a),以接触点为原点进行坐标平移,剔除接触点以前的实验曲线,利用岩石发生弹性变形时的拟合直线代替 AB 段实验曲线;然后利用在 500MPa, 1 000℃, 2×10^{-4} mm/s 条件下的动摩擦力方程对实验结果进行校正。由于缺少 5×10^{-5} mm/s 时的动摩擦力,所以利用了 500MPa、820℃ 速率改变时的动摩擦力之差进行了校正(在 2 种实验条件下均为高速率时,将速率降低 4 倍进行的实验);最后得到如图 5b 所示的实验校正曲线。

综上所述,轴向摩擦主要受 2 方面的影响:1) 实验条件,围压、温度、活塞运动速率等。2) 2 活塞的连接状态、盐的类型以及各安装件的光滑程度等因素。连接 2 活塞,使用熔融盐类都可以在很大程度上减小摩擦。

3 围压标定的一些方法

实验设备进行压力标定的一般顺序为:先进行围压标定,然后再进行轴压标定。活塞和周围金属之间的摩擦以及其它因素的影响,使得实测压力和样品所承受的实际压力有所不同,在很大程度上影响到了实验精度和可靠性,要得到准确的实验结果就要对其进行压力标定。

实验测量压力和样品所受的压力之间的差距主要受以下因素的影响:1) 达到理论压力的活塞推进和退出方法;2) 传压介质的性质;3) 实验过程中的温压条件。

表 1 不同实验条件下的动摩擦力
Table 1 Dynamic friction under different experiment conditions

温度 /℃	围压 /MPa	活塞速率 /mm · s ⁻¹	动摩擦力 $f = kx + b$
820	500	2×10^{-3}	$f = 50x + 357.6$
820	500	5×10^{-4}	$f = 50x + 323.7$
25	1 000	2×10^{-3}	$f = 275x + 68$
25	1 000	5×10^{-4}	$f = 275x + 60$
900	1 000	5×10^{-4}	$f = 275x - 120$
1 000	500	2×10^{-4}	$f = 54x + 657$

注 f, b 的单位是 MPa, x 的单位是 mm, b 是常数。

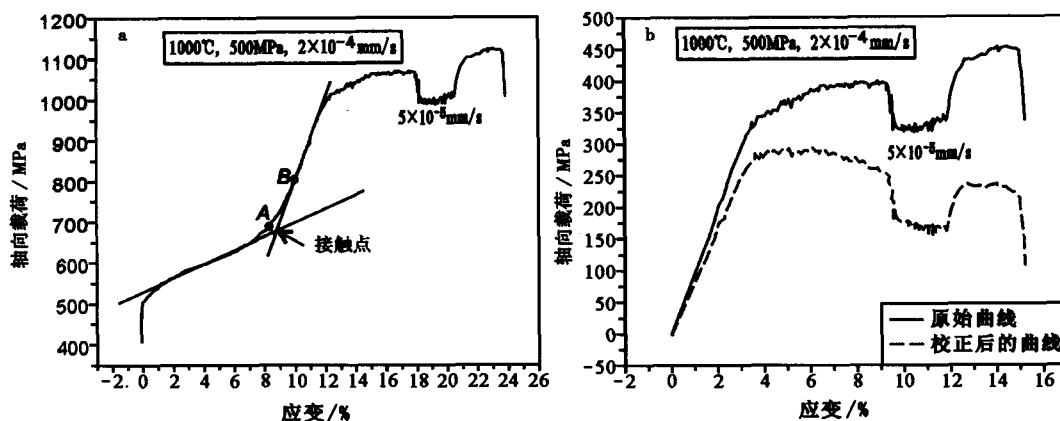


图 5 实验曲线的轴压校正

Fig. 5 Axial correction of experimental curve.

a 接触点的确定; b 校正曲线

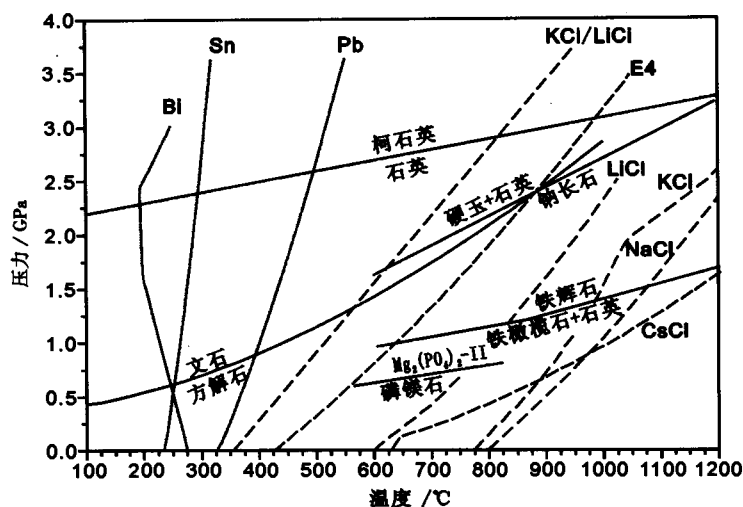
由于热胀冷缩,在温度升高和降低时会影响到压力的变化;所以在实验过程中加载和加温应协调进行。在活塞推进过程中,先推进活塞到测量压力比实验压力值稍低一些时停止推动,一般是比理论压力低 20% 左右;然后加温,当温度增加到比实验温度低 20~30℃ 时,再逐渐推进活塞,使得压力达到实验压力,然后把温度升高到实验温度。如果实验需要的温度和压力都要降低,则应在活塞后退过程中进行如下操作:先停止加温,待温度降低到比理论温度大约高 20~30℃ 时,加温使这一温度保持不变;然后后退活塞,直到测量压力比理论压力稍微高一些时停止后退,一般是比理论压力高 20% 左右,最后将温度和压力依次降低到实验值。

前人的研究表明,采用活塞推进和退出程序是很有必要的,这样在很大程度上减小了温度和压力在实验过程中的波动。围压的标定在现阶段的研究中主要靠一些矿物的相变,以及氯化盐类和稀有金属的熔点来校正。下面介绍一些当前较多使用的围压标定方法。

3.1 利用氯化盐和稀有金属的熔点进行标定

氯化盐和一些稀有金属是高温高压压机的重要组成部分,在熔融盐介质压机里氯化盐是主要的传压介质,稀有金属多用来做密封圈以及垫圈。它们的熔点在一定程度上随压力的变化而变化,并且其熔点容易观测,因此可以作为压力标定的方法之一。

由图 6(E4:K-Na-Ca-Ba-Cl)可以看出:稀有金属的熔点一般较低,而且其熔点对温度敏感,对压力不敏感,所以多用于温度标定;不同的氯化盐的熔点随温度的变化有所不同,由于盐类的特殊性,不仅可以利用单一盐的熔点变化进行压力标定,同时也可以利用不同盐类的混合物进行压力标定,混合盐的熔点一般会降低,所以传压介质也可以使用混合盐。使用氯化盐类进行压力标定的温压范围一般为:700~1200℃,0.5~2GPa;常用的氯化盐有 CsCl, LiCl, NaCl 以及不同类型盐类的混合物。从氯化盐的熔融曲线可以看出,氯化盐的熔点对温度比较敏感,所以在压力标定的过程中应该对温度进行严格控制和测定。例如 CsCl,在温度可以严格控制和测定的条件下,可以作为很好的压力标定介质。由于氯化盐类的使用压力范围较低,且对温度敏感,对压力不敏感,所以在固体介质压机压力标定中用得较少。

图 6 不同材料的溶解曲线 (Rybacki *et al.*, 1998)Fig. 6 Melting curves for different materials (Rybacki *et al.*, 1998).

3.2 相变标定

矿物相变是现阶段国内外主要的高温高压实验装置的围压标定方法,在气体、固体压机以及其它类型的压机上都有广泛的应用。不同的矿物相变有着不同的特征,决定了其应用温压范围的不同。表 2 列出了几种常用围压标定矿物相变的使用温压范围。

表 2 各相变的使用温压范围

Table 2 Ranges of pressure and temperature for phases transition

相变	温度范围/°C	压力范围/GPa	资料来源
石英-柯石英	500~1 200	2.5~3.2	Bose <i>et al.</i> , 1995
钠长石-硬玉+石英	600~1 200	1.6~3.2	Holland <i>et al.</i> , 1980
铁橄榄石+石英-铁辉石	600~1 200	1~1.7	Bohlen <i>et al.</i> , 1984
磷镁石-Mg ₃ (PO ₄) ₂ -II	565~825	0.6~0.9	Brunet <i>et al.</i> , 1996

固体压机多用于温压较高的实验,压力一般在 2GPa 以上,在高温高压条件下对固体压机标定的要求比较高。因此从表 2 可以看出,石英-柯石英和钠长石-硬玉+石英 2 种矿物相变适合于固体压机的压力标定。矿物是否发生相变,通过薄片鉴定和拉曼光谱分析确定。

3.2.1 石英-柯石英相变

前人对石英-柯石英相变的研究表明:其反应速率快,精度可达 20MPa,并且随着温压的升高反应速率加快。它在固体压机的标定中应用广泛,得到了不同温压条件下的相变条件方程,表 3 列出了一些完善的相变条件方程。

α 石英由高纯度的 SiO₂ 在 800°C 条件下加温 48h 得到,把 α 石英密封于金腔中在 3.1~3.2GPa, 700°C 的温压条件下加温 70h 即可合成柯石英。在实验时可以将 α 石英和柯石英按照一定的比例混合,加入微量水密封于金腔中进行实验, Bose 等 (1995) 的研究表明 2 种石英的比

例不影响相变速率。为防止相变反弹,在实验结束时应该快速降低温压到达初始点,一般要在 15 ~ 20s 内降低到初始温压。

3.2.2 钠长石-硬玉+石英

高钠长石可以在 750℃, 200MPa 的温压条件下,利用摩尔比例 1:1 的硬玉玻璃和天然石英脉体混合物通过热液处理合成。实验样品制作过程如下:将等质量的钠长石和硬玉、石英晶体混合,在丙酮溶液中反复沉淀使其混合均匀,然后在 350℃ 高温下烘烤大约十来个小时使

残余丙酮有机物完全燃烧,最后清理掉裂隙中的粉末,密封于铂腔内,其裂隙中残余的不饱和水已经足够完成整个反应。在实验过程中,平衡移动的方向可以通过一端矿物的摩尔量增加或减少来确定,平衡向增加量超过 15% 的一端移动。由于平衡是可逆的,所以在结束实验时,应该快速回到常温常压。其反应速率随温度的升高而加快,在 800℃ 时需要大约 24h, 1 200℃ 时则在 3h 内即可完成,其相变条件方程如下 (Holland, 1980):

$$P = 35 + 2.65T(^\circ\text{C}) \pm 5(\text{MPa})$$

4 讨论和结论

压力标定是任何高温高压实验装置在投入使用前都必须进行的工作。我们以往的标定方法采用的是宏观的摩擦测量法(王威等,1988),只对室温条件进行了压力标定,从未进行过高温条件下的详细矿物相变标定。为了实验的准确性,进行详细的标定是必要的。

在压力的标定过程中,轴压标定和围压标定同样重要,应先进行围压标定,再进行轴压标定。轴压标定关键是接触点的确定和动摩擦力的确定。在盐类为熔融状态,并且连接 2 活塞的条件下接触点将比较明显,便于标定,否则利用上述拟合直线的方法进行确定;动摩擦力应该在不同的实验条件下分别通过拟合直线的方法得到,然后就可以对压机的轴压完成系统的标定。

围压标定在当前的实验中一般是利用矿物相变,即选用具有良好温压条件状态方程的相变做标定。矿物相变的确定一般使用光学显微镜鉴别和拉曼光谱分析相结合的鉴别方法,由于要对所有的标本都进行切片观测,所以工作量比较大,鉴别耗时比较多。但是为了实验的可靠性,在没有更好的方法之前,有必要选择这种方法。

参 考 文 献

- 王威,崔效锋,王绳祖. 1988. 固体围压介质岩石三轴实验装置的压力标定:一种自检标定方法[A]. 见:第一届高温高压岩石力学学术讨论会论文集. 179—185.
- WANG Wei, CUI Xiao-feng, WANG Sheng-zu. 1988. Calibration of pressure in solid confining medium triaxial apparatus: A self-test stress calibration method [A]. In: Papers of the First Workshop on High Temperature and High

表 3 石英-柯石英相变方程

Table 3 Phase transitional equation of quartz-coesite

温度/℃	石英-柯石英转化方程	资料来源
700 ~ 1 100	$P = 1.95 + 0.000 112T$	Boyd <i>et al.</i> , 1960
400 ~ 1 100	$P = 2.10 + 0.000 102T$	Kitahara <i>et al.</i> , 1964
700 ~ 1 700	$P = 2.12 + 0.000 112T$	Boyd, 1964
800 ~ 1 000	$P = 2.12 + 0.000 10T$	Akella, 1979
600 ~ 1 380	$P = 2.07 + 0.000 099T$	Mirwald <i>et al.</i> , 1980
300 ~ 1 000	$P = 2.16 + 0.000 079T$	Bohlen <i>et al.</i> , 1982
500 ~ 1 200	$P = 2.195 + 0.000 690 1T$	Bose <i>et al.</i> , 1995

注 P 的单位是 GPa, T 的单位是℃; 压力 > 2GPa。

- Pressure Rock Mechanics. 179—185 (in Chinese).
- Akella J. 1979. Quartz-coesite transition and the comparative friction measurements in piston-cylinder apparatus using talc-alsimag-glass (TAG) and NaCl high-pressure cells [J]. *Neues Jahrb Mineral Monatsh*, 5: 217—224.
- Bohlen S R, Boettcher A L. 1982. The quartz-coesite transformation: a precise determination and the effects of other components [J]. *Journal of Geophysical Research*, 87(B8): 7073—7078.
- Bohlen, Steven R, Brook S. 1984. Equilibria for precise calibration and frictionless furnace assembly for the piston-cylinder apparatus [J]. *N Jb Miner Mh, Jg H9*: 404—412.
- Bose K, Ganguly J. 1995. Quartz-coesite transition revisited: Reversed experimental determination at 500 ~ 1200°C and retrieved thermochemical properties [J]. *American Mineralogist*, 80: 231—238.
- Boyd F R. 1964. Geological aspects of high-pressure research [J]. *Science*, 145:13—20.
- Boyd F R, England J L. 1960. The quartz-coesite transition [J]. *Journal Geophysics Research*, 65: 749—756.
- Brunet F, Vielzeuf D. 1996. The farringtonite/Mg₃(PO₄)₂-II transformation: A new curve for pressure calibration in piston-cylinder apparatus [J]. *Eur J Mineral*, 8: 349—354.
- Holland T J B. 1980. The reaction albite = jadeite + quartz determined experimentally in the range 600—1200°C [J]. *American Mineralogist*, 65: 129—134.
- Kitahara S, Kennedy G C. 1964. The quartz-coesite transition [J]. *Journal Geophysics Research*, 69: 5395—5400.
- Mirwald P W, Massonne H J. 1980. The low-high quartz and quartz-coesite transition to 40kbar between 600°C and 1600°C and some reconnaissance data on the effect of NaAlO₂ component on the low quartz-coesite transition [J]. *Journal Geophysics Research*, 85: 6983—6990.
- Rybacki E, Renner J, Konrad K, *et al.* 1998. A servohydraulically-controlled deformation apparatus for rock deformation under conditions of ultra-high pressure metamorphism [J]. *Pure and Applied Geophysics*, 152: 579—606.
- Tingle T N, Green H W, Young H W, *et al.* 1993. Improvements to Griggs-type apparatus for mechanical testing at high pressures and temperatures [J]. *Pure and Applied Geophysics*, 141: 523—543.

PRESSURE CALIBRATION FOR THE SOLID MEDIUM VESSEL OF PISTON-CYLINDER APPARATUS UNDER HIGH PRESSURE AND HIGH TEMPERATURE

DANG Jia-xiang ZHOU Yong-sheng HE Chang-rong

(State Key Laboratory of Earthquake Dynamics, Institute of Geology,
China Earthquake Administration, Beijing 100029, China)

Abstract

Pressure calibration for solid medium vessel under high pressure and high temperature is an important step before apparatus is employed, because precise pressure calibration directly determines the preciseness of measurement of experimental pressure. Sound and effective methods are premises of pressure calibration. Pressure calibration includes confining pressure calibration and axial load calibration.

The best way of axial load calibration is to estimate axial friction by multi-cycle of piston-in and

piston-out. There are two key points during the test: (1) ensuring the hit-point of piston and sample: The hit-point is determined by an intersection of two beelines, one is the linear fit to the part of load-displacement curve of piston contacting with soft metal, the other is the linear fit to the part of load-displacement curve of sample's elastic deformation; (2) confirming dynamic friction: The dynamic friction which is dependent with displacement is established by the linear fit to the part of load-displacement curve of piston contacting with soft metal. Then, the final axial calibration includes cutting the load-displacement curve before hit-point, and correcting the load-displacement with dynamic friction.

The best method for calibrating confining pressure is mineral phase transition, such as quartz-coesite, albite-jadeite + quartz, fayalite + quartz-ferrosilite and farringtonite- $\text{Mg}_3(\text{PO}_4)_2\text{-II}$, because those phase transitions are more stable and the transition equations are widely used in previous calibrating confining pressure. It is proposed that quartz-coesite and albite-jadeite + quartz be used as pressure standards for the piston-cylinder apparatus in the pressure-temperature range of 2.5 ~ 3.2 GPa, 500 ~ 1 200°C and 1.6 ~ 3.2 GPa, 600 ~ 1 200°C.

Tests were performed for calibrating the axial friction using 2GPa confining pressure vessel. The sample is gabbro. Two experiments have been performed: (1) a number of cycle-experiments with different piston-rate under 500MPa and 820°C, 1 000MPa and 900°C, 1 000MPa and 25°C; (2) under 500MPa and 1 000°C, firstly cycle-experiments were conducted, and then piston rate reduced from 2×10^{-4} mm/s to 5×10^{-5} mm/s after rock sample's plastic deformation, and the rate dependence of creep observed.

The result of the experiment shows that the factors which affect the dynamic friction are confining pressure, temperature and piston rate. Confining pressure is the main factor, dynamic friction increases with the increase of confining pressure. Temperature and piston rate only influence on intercept. Hence, axial calibration should be conducted under specific experimental condition. Finally, axial calibration of an experimental load-displacement curve was conducted.

Key words solid medium, high-temperature and high-pressure, axial pressure calibration, confining pressure calibration

[作者简介] 党嘉祥,男,1981年生,2004年毕业于吉林大学地球科学学院,现于中国地震局地质研究所攻读硕士学位,主要从事岩石流变方面的研究,电话:010-62009010, E-mail: dangjiaxiang@163.com。