



磁驱动斜波加载下铋的 I - II - III 相变实验

种 涛, 谭福利, 王桂吉, 赵剑衡, 唐志平

引用本文:

种涛, 谭福利, 王桂吉, 等. 磁驱动斜波加载下铋的 I - II - III 相变实验 [J]. 高压物理学报, 2018, 32(5): 051101.

CHONG Tao, TAN Fuli, WANG Guiji, et al. I - II - III Phase Transition of Bismuth under Magnetical-ly Driven Ramp Wave Loading [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2018, 32(5): 051101.

[当期更多内容>>](#)

您可能感兴趣的其他文章:

[基于特征线反演的斜波加载实验数据处理与分析](#)

张红平, 罗斌强, 王桂吉, 王刚华

DOI: 10.11858/gywlxb.2016.02.006

[磁驱动斜波压缩实验结果的不确定度分析](#)

罗斌强, 张红平, 种涛, 王桂吉, 谭福利, 赵剑衡, 孙承纬

DOI: 10.11858/gywlxb.2017.03.011

[Ti-Cu-W 体系 Pillow 飞片加载铋熔化再凝固过程计算分析](#)

柏劲松, 于继东, 戴诚达, 王宇, 刘坤, 罗国强, 沈强, 谭华, 吴强, 张联盟

DOI: 10.11858/gywlxb.2015.01.003

[磁驱动飞片加载下纯铁的冲击相变和层裂特性](#)

曹落霞, 胡海波, 陈永涛, 王桂吉, 汤铁钢

DOI: 10.11858/gywlxb.2015.04.002

[电磁驱动 45 钢准等熵压缩的实验研究](#)

王刚华, 王桂吉, 阚明先, 张红平, 孙承纬, 赵剑衡, 谭福利

DOI: 10.11858/gywlxb.2014.06.010

磁驱动斜波加载下铋的 I - II - III 相变实验^{*}

种涛^{1,2}, 谭福利², 王桂吉², 赵剑衡², 唐志平¹

(1. 中国科学技术大学近代力学系, 安徽 合肥 230027;

2. 中国工程物理研究院流体物理研究所, 四川 绵阳 621999)

摘要:设计了一套与磁驱动斜波加载实验装置 CQ-4 配套的样品预设温度系统, 温度范围为室温至 180 °C。利用此装置联合双源光外差测速系统, 完成了不同初始温度下铋的斜波压缩相变实验, 并在单发实验中获得了同时含有 I - II 和 II - III 两次相变信息的速度剖面。实验结果显示, 随着铋的初始温度从室温提高到 148 °C, I - II 相变和 II - III 相变起始对应的特征拐点速度分别从 251.6 和 275.7 m/s 下降到 239.4 和 259.7 m/s。

关键词:斜波压缩; 初始温度; 相变; 铋; 速度剖面

中图分类号: O521.2

文献标识码: A

铋在低压区有着复杂的固-固、固-液相变。常温常压下, 铋为 hR2 结构(I 相); 约 2.55 GPa 时, 转变为 mC4 结构(II 相); 而 II 相相区很窄, 约 2.7 GPa 铋进入 III 相; 在 7.7 GPa 附近, 由 III 相转变为 bcc 结构(V 相); 另外, 铋还存在固-液反常熔化相变。因结构复杂、物理性质特殊, 铋一直是相变动力学研究以及构建多相状态方程的典型材料。为了深入认识铋的相变特性, 前人做了大量工作, 并取得了重要进展。Bridgman^[1-3]、Bundy^[4] 和 Homan^[5] 利用静高压方法给出了铋的相图、相变引起的比容间断及声速变化等特性。其中, III 相区的认识存在争议: 有学者指出在这一相区还存在两次相变^[6], 即应为 3 个相区, 但后续研究又否定了这一结论^[7]。目前, 普遍将该压力区间划分为 III 相区, 而将原来提出的两个固体相分别称为 III 相和 III' 相^[3]。之后 McMahon 等^[8-10] 通过静高压加载结合衍射分析, 提出了 Bi-III 相的非公度结构。Duff 等^[11] 和 Larson^[12] 利用由电探针技术测得的铋的冲击相变速度剖面, 分析得出静压和动压相变压力差异归因于强度的结论, 并首次在动态冲击实验中观测到 7 GPa 附近的相变。Asay^[13] 和谭叶^[14] 利用高精度速度测试技术 VISAR (Velocity Interferometer System for Any Reflector), 对铋的冲击相变特性展开较系统的研究。但是, 由于冲击加载时间极短(纳秒量级), 可以认为物质从初始态直接跳跃到终态。研究铋在低压下复杂的相变过程存在一定的局限性, 因此此前的动态加载实验大多只能观测到一次相变, 冲击相变实验加载段几乎不可能分辨 I 相到 III 相的细节, 从速度剖面上看似似乎只有一次相变。

准等熵加载(斜波压缩)过程对应热力学中的一个连续过程(加载时间为百纳秒量级)。在这连续过程中应力-应变关系对材料动力学响应的微小变化非常敏感, 据此可有效观测波传播过程中的扰动(材料细微响应), 因此斜波压缩技术在相变研究中具有明显优势^[15-16]。谭叶^[14]、Bastea 等^[17] 和 Smith 等^[18] 采用熔融石英飞片、磁驱动和激光驱动 3 种斜波加载实验方法开展铋的相变特性研究, 均观测到

^{*} 收稿日期: 2018-01-29; 修回日期: 2018-03-19

基金项目:国家自然科学基金委重大科研仪器设备专项(11327803); 四川省青年科技创新研究团队专项计划项目(2016TD0022); 科学挑战专题(JCKY2016212A501)

作者简介: 种涛(1986—), 男, 博士, 主要从事动高压加载技术和材料动力学行为研究。

E-mail: maoda318@163.com

通信作者: 赵剑衡(1969—), 男, 博士, 研究员, 博士生导师, 主要从事强激光破坏机理、爆炸物理、冲击动力学、超高速发射和超高压加载技术研究。E-mail: jianh_zhao@caep.cn

2 GPa 附近的相变。Hu 等^[19]利用高时间分辨 X 射线衍射(XRD)技术观测到激光冲击加载实验中铋卸载段(等熵过程)的多次相变(V-III-II-I 相变),而加载段则只观测到 I 相和 V 相,铋是直接从 I 相转变到 V 相还是由于 XRD 的时间分辨率不够未观测到其他相仍有待验证。Nguyen 等^[20]采用密度梯度飞片斜波加载技术开展了铋的凝固相变研究,并在加载段观测到多次相变信息,但是密度梯度飞片撞击技术产生的斜波加载在初始段有一个小的冲击,之后的相变信息也不清晰。

综上所述,虽然已经对铋进行了大量的动态压缩实验,但是由于实验技术、实验设计等原因,在加载段尚未得到清晰、完整的多次相变过程。本研究利用中国工程物理研究院流体物理研究所自行研制的 4 MA 磁驱动斜波加载装置(CQ-4)及其配套的变温系统,开展不同初始温度下纯铋的斜波加载实验,探讨铋的 I-II 和 II-III 相变。

1 实验加载原理与负载区设计

1.1 磁驱动斜波加载实验原理

CQ-4 装置主要由储能电容器、调节电流波形的峰化电容器和负载区 3 部分组成。储能电容器、峰化电容器及能量传输系统组成一个大电流脉冲发生器。当充电电压为 85 kV 时短路放电,可在负载区输出上升沿约 500 ns、峰值约 4.2 MA 的光滑脉冲电流^[21];当脉冲电流经过平行的 U 形负载区电极回路(见图 1)时,会在上、下电极之间产生强磁场,磁场再与导体中的电流相互作用产生洛伦兹力;由于电流的趋肤效应,电流沿上、下极板的内表面流过,因此洛伦兹力也集中在极板的内表面,即形成磁压力;磁压力沿极板厚度方向传播,之后作用到极板外表面的样品。两极板内表面受到的磁压力^[22]为

$$p_m = \frac{1}{2} \mu_0 j^2 K = \frac{1}{2} \mu_0 \left(\frac{i}{w} \right)^2 K \quad (1)$$

式中: j 为线电流密度; i 为加载电流; w 为极板宽度; μ_0

为真空磁导率; K 为实际磁压力与理论磁压力之比,与极板构型、上下极板间隙、电极材料等相关。

1.2 实验负载区设计

磁驱动斜波加载实验设计的最终目标是:在满足实验加载压力的前提下,保证一维应变加载,且在实验关注的时间和空间范围内样品中未形成冲击波。首先,上升沿约 500 ns、峰值约 1.5 MA 的脉冲电流从电极板内表面流过,电极内表面烧蚀甚至形成等离子体;电极板并非理想导体,存在磁扩散现象,由图 1 可知,极板上下对称,可保证极板上下对称位置的加载历史相同,但是极板左右并不对称,导致磁场的横向分布不均匀,加载压力在横向不同位置出现差异。其次,样品的侧向稀疏作用会缩小其一维加载区域,理论上样品横向尺寸越大,中心一维区域越大;然而由(1)式可得,加载压力与极板宽度的平方成反比,样品横向尺寸应不大于极板宽度。第三,由于应力波在传播过程中出现汇聚现象,为了避免在样品中形成冲击波,实验中极板和样品的总厚度应尽量小,然而为了减小极板内表面的烧蚀以及样品后表面的反射稀疏波的影响,极板和样品不能太薄。为了解决以上问题,本课题组通过三维数值模拟和实验验证开展了大量工作,实验负载区的具体设计方法参考文献[23]。基于以上工作,可以保证加载均匀性^[23-24]。

压力和温度是材料相变动力学研究中最关键的两个因素。由于磁驱动加载实验负载区极端的电磁环境和较小的温升效应,现阶段还无法实时测量样品温度,本研究采用预设样品温度方法研究温度对铋低压相变的影响。升温实验的负载区布局见图 2(a),安装就绪的负载区实物见图 2(b)。极板选择电导率高、在实验压力范围内物性简单的标准材料纯铝,铝极板上方依次为蓝宝石垫层、铋样品和窗口(或自

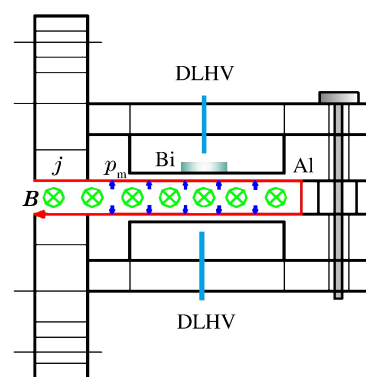


图 1 磁压加载原理及实验布局

Fig. 1 Schematic of the magnetically driven ramp wave loading experiments

由面),相应的尺寸列于表 1。受负载区空间以及极板和样品尺寸的限制,只能用小尺寸、热功率较高的加热元件。另外,预加热实验中极板和样品的温度接近,为保证上、下电极板间绝缘,现阶段预加热温度应小于 180 ℃。基于以上因素,加热元件采用陶瓷加热片,尺寸为 $\varnothing 23\text{ mm}\times 2\text{ mm}$,功率为 50 W。温度测量及控制系统采用岛电 SRS12,热电偶使用铠装 Pt100,直径为 0.5 mm,工作范围为 73~2 000 K,测量精度为 0.1 K。为了减小极板温升,本实验在极板与样品之间增设了蓝宝石垫层。

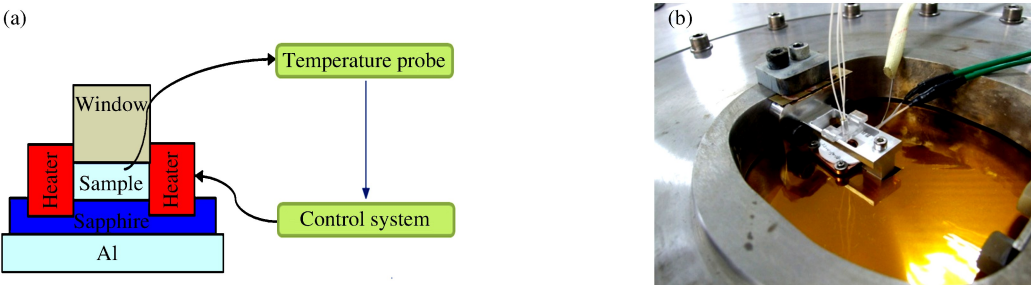


图 2 升温实验负载区布局
Fig. 2 Layout of loading area in heating experiment

为了减少干扰因素,直接测量样品后表面的自由面速度。具体的实验条件列于表 1,其中 T_0 为初始温度。基于双源光外差测速技术(Dual Laser Heterodyne Velocimetry, DLHV)^[25] 的无接触激光测速具备频率上下变换的功能。若将频率向上变换使条纹细分,可提高短历程低速测量的时间分辨率和测量精度,测量小于 1 m/s 的超低速度时具有优于 1 ns 的时间分辨率和优于 1% 的测量精度。另外,DLHV 具有很好的抗电磁干扰能力,适用于本实验。

表 1 实验条件
Table 1 Experimental conditions

Exp. No.	$T_0/^\circ\text{C}$	Position	Material	Dimension
Shot 342	100	Plate	Al	10.0 mm $\times$ 30.0 mm $\times$ 0.971 mm
		Sample	Bi	$\varnothing 7.9\text{ mm}\times 1.178\text{ mm}$
		Bedding	Sapphire	10.0 mm $\times$ 28.0 mm $\times$ 0.800 mm
Shot 343	148	Plate	Al	10.0 mm $\times$ 30.0 mm $\times$ 1.001 mm
		Sample	Bi	$\varnothing 7.9\text{ mm}\times 1.131\text{ mm}$
		Bedding	Sapphire	10.0 mm $\times$ 28.0 mm $\times$ 0.798 mm
Shot 344	25	Plate	Al	10.0 mm $\times$ 30.0 mm $\times$ 0.983 mm
		Sample	Bi	$\varnothing 7.9\text{ mm}\times 1.150\text{ mm}$
		Bedding	Sapphire	10.0 mm $\times$ 28.0 mm $\times$ 0.796 mm

结合以上实验设计和高精度 DLHV 技术,罗斌强等^[26]对此类实验结果的不确定度进行了分析,结果显示磁驱动平面斜波压缩是一种可靠的精密物理实验技术。

2 铋的斜波压缩实验结果与分析

图 3 显示了 3 个不同初始温度下铋斜波压缩相变实验得到的自由面速度剖面 and 铋的相图。从铋的自由面速度剖面(见图 3(a))可以看出,3 条速度剖面的整体趋势相同:随着加载压力的增加,铋首先进行弹塑性转变,之后在 240~320 m/s 速度区间内出现 I - II 和 II - III 相变对应的速度平台,并且在速度平台初始阶段存在一个较窄的“S”形速度波形。本实验的加载压力峰值约 5 GPa,速度剖面中无 III - V 相变,350 m/s 以上的速度平台是样品后表面稀疏波与加载应力波相互作用的结果。

以室温实验(Shot 344)结果为例进行深入分析,铋样品在约 251.6 m/s 处开始相变,约 275.7 m/s

处窄“S”波形结束。采用 Lagrange 正向数据分析方法近似计算不同自由面速度 u_f 对应的压力,即

$$p=\frac{1}{2}\rho_0\left(C_0+\frac{1}{2}\lambda u_f\right)u_f \tag{2}$$

式中: ρ_0 和 C_0 分别为铋的初始密度和声速, λ 为声速随粒子速度变化的系数。由(2)式可得 251.6 和 275.7 m/s 分别对应 2.53 和 2.81 GPa,相差 0.28 GPa。对比铋的相图(见图 3(b)):首先,可以确定 251.6 m/s(即 2.53 GPa)处的速度拐折对应 I-II 相变,与相界吻合;其次,窄“S”速度波形结尾处 275.7 m/s(即 2.81 GPa)正好与 II-III 相界对应,0.28 GPa 与相图中较窄的 II 相区宽度接近,因此 275.7 m/s 可能对应铋的 II-III 相变。由于现阶段除激光测速技术外无合适的实时测量手段,无法给出更多的实测信息,下一步将通过数值模拟解释实验结果。

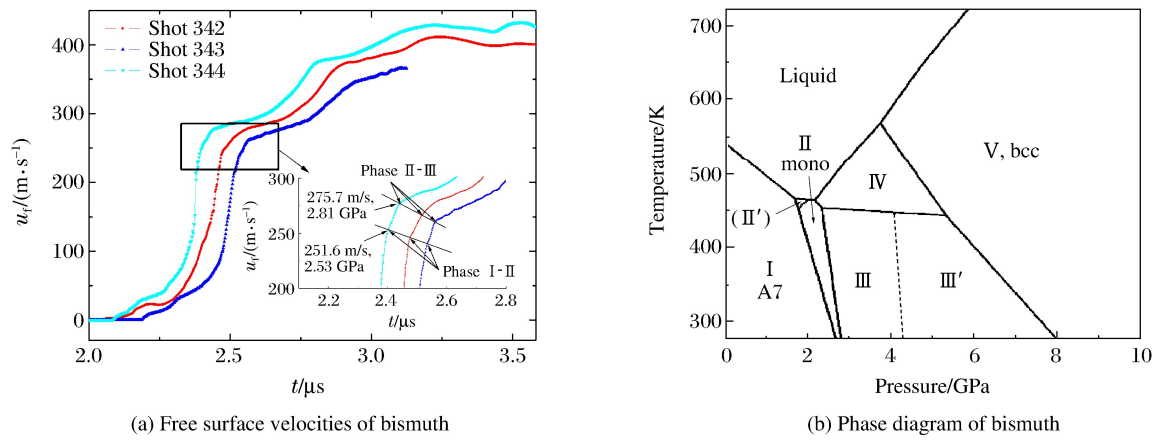


图 3 铋样品自由面速度剖面及相图

Fig. 3 Free surface velocities and phase diagram of bismuth

3 条速度剖面因初始温度不同存在一定的差异,如表 2 所示: I-II 相变起始对应的特征速度拐折随着温度的提高,从 251.6 m/s 减小到 239.4 m/s;窄“S”速度波形结尾对应的 II-III 相变特征速度也从 275.7 m/s 减小到 259.7 m/s。整体上看,随着初始温度的升高,铋 I-II 和 II-III 相变的起始压力减小,与相图趋势吻合。

表 2 两次相变对应的特征速度和压力

Table 2 Characteristic free surface velocities and pressures corresponding to the two phase transitions					
Exp. No.	$T_0/^\circ\text{C}$	Characteristic velocity/(m · s ⁻¹)		Phase transition pressure/GPa	
		I - II	II - III	I - II	II - III
Shot 344	25	251.6	275.7	2.53	2.81
Shot 342	100	244.9	266.0	2.45	2.69
Shot 343	148	239.4	259.7	2.39	2.62

现阶段比较普适的相变临界条件为物质两相 Gibbs 自由能相等,之后物质趋向 Gibbs 自由能小的稳定结构。从铋 I、II 和 III 相的 Gibbs 自由能(可由铋的 Helmholtz 自由能^[14]转换)模型及其参数计算可得:随着铋初始温度的提高,当应变较小时,II 相的 Gibbs 自由能小于 I 相,对应 I-II 相变压力减小;与此类似,铋的 II-III 相变压力也随着初始温度的增加而减小。从微观的相变成核及生长角度分析,提高铋的初始温度,首先会增加样品中初始成核密度,其次铋的 I-II-III 相变引起的熵增为负,由唐志平^[27]提出的“形变诱导”相变临界判据可知,铋的相变压力随其初始温度的提高而降低。

3 结 论

通过对具有不同初始温度的铋进行斜波压缩相变实验,得到以下结论:设计完成与磁驱动斜波加载

装置 CQ-4 配套的预设样品初始温度系统,工作范围为常温至 180 °C,精度为 0.1 °C;获取了不同初始温度下铋的斜波压缩实验结果,在单发实验的加载段同时观测到 I-II 和 II-III 相变信息;随着铋的初始温度从室温提高到 148 °C, I-II 相变起始对应的特征拐点速度从 251.6 m/s 下降至 239.4 m/s,相应的压力从 2.53 GPa 降低至 2.39 GPa; II-III 相变起始对应的特征拐点速度也从 275.7 m/s 下降至 259.7 m/s,相应的压力从 2.81 GPa 减小至 2.62 GPa。

感谢中国工程物理研究院流体物理研究所吴刚、税荣杰、胥超、马骁和邓顺益在实验运行、维护和测试方面提供的巨大帮助!

参考文献:

- [1] BRIDGMAN P W. Polymorphism, principally of the elements, up to 50 000 kg/cm² [J]. *Physical Review*, 1935, 48(11):893.
- [2] BRIDGMAN P W. The resistance of 72 elements, alloys and compounds to 100 000 kg/cm² [J]. *Proceedings of the American Academy of Arts and Sciences*, 1952, 81(4):165-251.
- [3] BRIDGMAN P W. Compressions and polymorphic transitions of seventeen elements to 100 000 kg/cm² [J]. *Physical Review*, 1941, 60(4):351.
- [4] BUNDY F P. Phase diagram of bismuth to 130 000 kg/cm², 500 °C [J]. *Physical Review*, 1958, 110(2):314.
- [5] HOMAN C G. Phase diagram of Bi up to 140 kbars [J]. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1975, 36(11):1249-1254.
- [6] KOSSOWSKY R. Observations of the Bi III-IV and Bi IV-V transitions by measurements [J]. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1966, 236(12):1746-1748.
- [7] PHILLIPS D, JURA G. The electrical resistance of bismuth from 25 to 90 kbars [J]. *Transactions of the Metallurgical Society of AIME*, 1967, 239(1):120-121.
- [8] MCMAHON M I, DEGTYAREVA O, NELMES R J, et al. Incommensurate modulations of Bi-III and Sb-II [J]. *Physical Review B*, 2007, 75(18):184114.
- [9] MCMAHON M I, DEGTYAREVA O, NELMES R J. Ba-IV-type incommensurate crystal structure in group-V metals [J]. *Physical Review Letters*, 2000, 85(23):4896-4899.
- [10] DEGTYAREVA O, MCMAHON M I, NELMES R J. High-pressure structural studies of group-15 elements [J]. *High Pressure Research*, 2004, 24(3):319-356.
- [11] DUFF R E, MINSHALL F S. Investigation of a shock-induced transition in bismuth [J]. *Physical Review*, 1957, 108(5):1207.
- [12] LARSON D B. A shock-induced phase transformation in bismuth [J]. *Journal of Applied Physics*, 1967, 38(4):1541-1546.
- [13] ASAY J R. Shock-induced melting in bismuth [J]. *Journal of Applied Physics*, 1974, 45(10):4441-4452.
- [14] 谭叶. 金属铋的冲击相变与多相物态方程研究 [D]. 绵阳:中国工程物理研究院, 2011.
- [15] 种涛, 王桂吉, 谭福利, 等. 磁驱动准等熵压缩下铁的相变 [J]. *中国科学:物理学 力学 天文学*, 2014, 44(6):630-636.
- CHONG T, WANG G J, TAN F L, et al. Phase transition of iron under magnetically driven quasi-isentropic compression [J]. *Scientia Sinica: Physica, Mechanica & Astronomica*, 2014, 44(6):630-636.
- [16] RIGG P A, GREEFF C W, KNUDSON M D, et al. Influence of impurities on the α to ω phase transition in zirconium under dynamic loading conditions [J]. *Journal of Applied Physics*, 2009, 106(12):123532.
- [17] BASTEA M, BASTEA S, EMIG J A, et al. Kinetics of propagating phase transformation in compressed bismuth [J]. *Physical Review B*, 2005, 71(18):180101.
- [18] SMITH R F, EGGERT J H, SACULLA M D, et al. Ultrafast dynamic compression technique to study the kinetics of phase transformations in bismuth [J]. *Physical Review Letters*, 2008, 101(6):065701.

- [19] HU J, ICHIYANAGI K, DOKI T, et al. Complex structural dynamics of bismuth under laser-driven compression [J]. Applied Physics Letters, 2013, 103(16): 161904.
- [20] NGUYEN J H, ORLIKOWSKI D, STREITZ F H, et al. Specifically prescribed dynamic thermodynamic paths and resolidification experiments [J]. AIP Conference Proceedings, 2004, 706(1): 1225-1230.
- [21] WANG G J, LUO B Q, ZHANG X P, et al. A 4 MA, 500 ns pulsed power generator CQ-4 for characterization of material behaviors under ramp wave loading [J]. Review of Scientific Instruments, 2013, 84(1): 015117.
- [22] HALL C A, ASAY J R, KNUDSON M D, et al. Experimental configuration for isentropic compression of solids using pulsed magnetic loading [J]. Review of Scientific Instruments, 2001, 72(9): 3587-3595.
- [23] 种涛. 磁驱动准等熵压缩下铈的相变特性初步研究及电磁膨胀环模拟 [D]. 绵阳: 中国工程物理研究院, 2012.
- [24] 罗斌强, 谭福利, 赵剑衡. 磁驱动准等熵加载实验中加载压力均匀性分析 [C]//第九届全国爆炸力学学术会议论文集. 西宁, 2012.
- [25] 陶天炯, 翁继东, 王翔. 一种双源光外差测速技术 [J]. 光电工程, 2011, 38(10): 39-45.
TAO T J, WENG J D, WANG X. A dual laser heterodyne velocimetry [J]. Opto-Electronic Engineering, 2011, 38(10): 39-45.
- [26] 罗斌强, 张红平, 种涛, 等. 磁驱动斜波压缩实验结果的不确定度分析 [J]. 高压物理学报, 2017, 31(3): 295-300.
LUO B Q, ZHANG H P, CHONG T, et al. Experimental uncertainty analysis of magnetically driven ramp wave compression [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2017, 31(3): 295-300.
- [27] 唐志平. 冲击相变 [M]. 北京: 科学出版社, 2008.

I - II - III Phase Transition of Bismuth under Magnetically Driven Ramp Wave Loading

CHONG Tao^{1,2}, TAN Fuli², WANG Guiji², ZHAO Jianheng², TANG Zhiping¹

(1. *Department of Modern Mechanics, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China;*

2. *Institute of Fluid Physics, CAEP, Mianyang 621999, China*)

Abstract: In this study, we developed a sample pre-heating system with the temperature range from room temperature to 180 °C, matching with the magnetically driven apparatus CQ-4. The ramp wave compression experiments of bismuth under different initial temperatures (25–148 °C) were carried out, using this pre-heating system on CQ-4. The free surface velocity profiles, measured by a dual laser heterodyne velocimetry, show clearly two phase transitions of bismuth during the compression. Furthermore, with the initial temperature increasing from room temperature to 148 °C, the characteristic free surface velocities corresponding to the onsets of I - II and II - III phase transition decreases from 251.6 and 275.7 m/s to 239.4 and 259.7 m/s, respectively.

Keywords: ramp wave compression; initial temperature; phase transition; bismuth; velocity profile