



固相反应法制备钴掺杂氧化镁传压介质

吴京军, 贺端威, 王 强, 张佳威, 刘 进

引用本文:

吴京军, 贺端威, 王强, 等. 固相反应法制备钴掺杂氧化镁传压介质 [J]. 高压物理学报, 2018, 32(5): 053301.

WU Jingjun, HE Duanwei, WANG Qiang, et al. Preparation of Cobalt-Doped Magnesium Oxide Pressure-Transmitting Medium with Solid Reaction Process [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2018, 32(5): 053301.

当期更多内容>>

您可能感兴趣的其他文章:

[亚微米级聚晶金刚石的高温高压合成](#)

卢景瑞, 寇自力, 刘腾, 张雷雷, 丁未, 张强, 王强, 杨鸣, 龚红霞, 贺端威

DOI: 10.11858/gywlxb.20170574

[立方聚合氮\(cg-N\)的高温高压合成](#)

雷力, 蒲梅芳, 冯雷豪, 戚磊, 张雷雷

DOI: 10.11858/gywlxb.20170672

[高硬度超导三元碳化物的高温高压合成](#)

郜浩安, 马帅领, 包括, 朱品文, 崔田

DOI: 10.11858/gywlxb.20170633

[Ø42 mm 腔体高岭石-白云石质传压密封介质金刚石合成扩大试验](#)

杨炳飞, 刘杰

DOI: 10.11858/gywlxb.2013.01.004

[MgO 在 Mg-hBN 体系中对合成 cBN 晶体的影响](#)

望贤成, 张铁臣, 贾晓鹏, 邹广田

DOI: 10.11858/gywlxb.2002.03.012

[高温高压实验中金属添加物对实验反应速率的影响:以柯石英-刚玉-蓝晶石体系中添加铂金粉末为例](#)

吕明达, 刘曦, 熊志华, 王霏

DOI: 10.11858/gywlxb.2015.02.003

固相反应法制备钴掺杂氧化镁传压介质^{*}

吴京军^{1,2}, 贺端威^{1,2}, 王 强^{1,2}, 张佳威^{1,2}, 刘 进^{1,2}

(1. 四川大学原子与分子物理研究所, 四川 成都 610065;

2. 四川大学高能密度物理教育部重点实验室, 四川 成都 610065)

摘要:以氧化镁(MgO)和氧化钴(CoO)为初始材料,利用固相反应方法,经8 h的混料、200 MPa的预压以及在空气氛围下1200℃的烧结等步骤,成功制备出钴的摩尔分数为9%的氧化镁传压介质(MgO+9%CoO)。采用X射线粉末衍射仪、扫描电子显微镜以及热重分析仪对样品进行表征,结果表明:在烧结过程中混合粉料之间发生了反应,金属离子相互交换,钴离子取代MgO晶格中的部分镁离子,从而形成MgO-CoO固溶体。与目前国产MgO传压介质(MgO+10%Na₄SiO₄(质量分数))相比,实验制备的钴掺杂MgO传压介质不含杂质,高温高压下更稳定,并且温度发生效率更高。

关键词:固相反应;高温高压;MgO-CoO固溶体;传压介质;温度发生效率

中图分类号: O521.2;O521.3

文献标识码: A

氧化镁(MgO)因其较高的体弹模量((162.5 ± 7.0) GPa)和剪切模量((130.4 ± 1.7) GPa)、优异的化学稳定性以及能够在较宽压力范围(1~227 GPa)内保持稳定等特性,作为传压介质材料广泛应用于多级大腔体静高压实验中^[1-13]。目前,我国大腔体静高压实验室使用的MgO传压介质主要有3类:(1)以Na₄SiO₄作为黏结剂的国产商品(MgO+10%Na₄SiO₄(质量分数)),(2)MgO浆料浇筑成型的传压介质,(3)日本生产的含钴MgO传压介质(MgO+17%CoO(质量分数))。第1类MgO传压介质因其制备工艺简单、成本低、制备周期短等优势,被国内实验室(以四川大学大腔体静高压实验室为主)大量使用^[14-19],但是该类MgO传压介质中的Na₄SiO₄黏结剂在高温(1000℃)下不稳定^[20-21],造成整个实验组装不稳定,最终导致实验的失败率高,实验成本显著升高。如果不使用Na₄SiO₄黏结剂,由于MgO的熔点很高(约2800℃)^[22],使得纯相MgO块体传压介质的制备尤为困难,故第2类MgO传压介质在我国使用较少。第3类MgO传压介质因其在高温高压条件下的稳定性好,温度发生效率高于传统MgO传压介质,被日本、美国、德国等各个大腔体静高压实验室广泛使用^[2-3],我国部分实验室也有使用,但是由于其购买周期长、价格较高,目前在我国的使用量仍然较小。

针对上述问题,本研究以日产商品为参照,以MgO和CoO作为初始材料,利用固相反应法制备掺钴MgO传压介质;同时将MgO+10%Na₄SiO₄作为对照组材料,对比MgO+9%CoO(摩尔分数)与日产商品的相组成、微观结构、热稳定性、温度发生效率等。本研究中所描述的制备工艺不同于国产和日产商品的制备工艺,具有工艺简单、制备周期短、使用效果好等特点,为我国多级大腔体静高压实验室提供了新的掺钴MgO传压介质制备技术途径。

^{*} 收稿日期: 2018-05-16; 修回日期: 2018-05-24

基金项目: 国家自然科学基金(51472171);国家自然科学基金重大仪器研制项目(11427810);四川省科技支撑计划(15ZC0946);中国工程物理研究院中子物理学重点实验室课题(2014AB02)

作者简介: 吴京军(1991—),男,硕士,主要从事大腔体静高压装置相关材料和超硬材料的合成及高压物性研究。
E-mail: scujiangjunwu@163.com

通信作者: 贺端威(1969—),男,博士,教授,主要从事大腔体静高压技术、超硬材料及高压下弹塑性行为研究。
E-mail: duanweihe@scu.edu.cn

1 实 验

本实验中以粒径为 0.3~0.5 μm 的 MgO 粉末(纯度 98%,河北镁神科技有限公司)和相同粒径的 CoO 粉末(纯度 98%,成都华夏化学试剂有限公司)为初始材料。首先,按 CoO 摩尔分数为 9%的配比,将粉料装入容积为 1 L 的不锈钢球磨罐中,一次性加入无水乙醇 400 mL,球磨介质选择碳化钨硬质合金(WC-Co)球,混料时间为 8 h。然后,对干燥后的混合粉料进行研磨过筛处理,最终粉料的颗粒尺寸控制在 350 μm 左右(此处所指的颗粒尺寸为“假颗粒”尺寸,它是由大量的小晶粒团聚而成)。接着,利用固定尺寸的模具钢模具和 160 t 液压机进行预压,样品上承受的压强约 200 MPa。最后,对压制的素坯进行烧结,初期烧结实验结果显示,直接将大块体(39 mm $\times$ 39 mm $\times$ 24 mm)素坯进行 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 烧结时,块体样品的体积塌缩率约为 10%,样品出现严重开裂。为了避免烧结过程中样品的开裂问题,本实验中将经过 50 目(孔径约 350 μm)筛子筛选的初始混合粉料放置在程控箱式马弗炉中先进行第一次 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 烧结,升温 and 降温速率均为 6 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$,保温 4 h。第一次烧结称为“预烧”,目的在于使小晶粒相互融合,减少颗粒之间的空隙,降低后继块体样品烧结的收缩量。之后再 进行预压和二次烧结,最终得到的样品完整无裂纹。表 1 列出了部分样品的压制和烧结实验数据。

表 1 块体样品的压制及烧结情况
Table 1 Experimental details of pressing and sintering of bulk samples

No.	Load/ MPa	Dimension/ (mm $\times$ mm $\times$ mm)	Cracking	Density/ (g $\cdot$ cm $^{-3}$)	No.	Load/ MPa	Dimension/ (mm $\times$ mm $\times$ mm)	Cracking	Density/ (g $\cdot$ cm $^{-3}$)
1	100	39 $\times$ 39 $\times$ 25	No	2.3	6	240	39 $\times$ 39 $\times$ 24	No	2.4
2	160	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.3	7	240	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.4
3	160	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.3	8	240	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.4
4	160	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.3	9	240	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.4
5	160	39 $\times$ 39 $\times$ 23	No	2.3					

利用 X 射线衍射仪(山东方圆 DX-2500)分析了 MgO 与 CoO 初始混合粉料在不同温度处理之后,以及 MgO+9%CoO 和 MgO+10%Na₄SiO₄ 在高温高压(12 GPa/2 000 $^{\circ}\text{C}$ 、12 GPa/1 800 $^{\circ}\text{C}$)条件下处理前后的相组成(测试时设备参数为:步长 0.03 $^{\circ}$,计数时长 1 s,扫描范围 10 $^{\circ}$ ~90 $^{\circ}$);使用扫描电子显微镜(SEM,日立 S-4800 II)观察两种 MgO 传压介质材料在高温高压处理前后的微观结构;同时采用热重分析仪(TGA)分析两组 MgO 传压介质材料在不同温度下的热稳定性,测温范围为 25~1 400 $^{\circ}\text{C}$,升温速率为 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。此外,还在国产铰链式二级 6-8 型大腔体静高压装置上对比了两种 MgO 传压介质的温度发生效率。高温高压实验在四川大学大腔体静高压实验室的国产二级 6-8 型大腔体静高压装置中进行。高压装置的一级和二级压砧材料都选用 WC,采用 14/8(MgO 八面体传压介质的边长为 14 mm,二级压砧的截角边长为 8 mm)组装,叶蜡石密封条放在二级锤之间并靠近截角边的地方,以阻止传压介质挤入二级压砧间隙,同时也可以改善二级压砧上的应力分布^[15-16]。高温高压实验组装中的样品为金刚石粉,在实验开始之前,首先将金刚石粉预压进钽杯中,使其与外界隔绝;然后将 MgO 传压介质、ZrO₂ 保温管、钽/铼加热管、六方氮化硼(hBN)绝缘管以及样品组装在一起,如图 1 所示,腔体内产生的温度直接用钨铼热电偶测量。

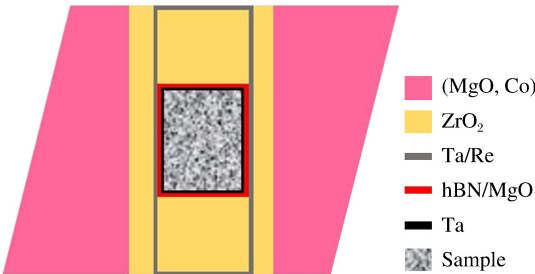


图 1 样品组装示意
Fig. 1 Schematic of sample assembly

2 结果与讨论

图 2 显示了实验中所用 MgO 传压介质的 X 射线衍射(XRD)谱。其中,图 2(a)为 MgO 与 CoO 混合粉料经过不同温度处理后的 XRD 谱。可以发现,25 °C 时,混合粉料中主要包含 MgO 和 CoO 的相,同时还存在 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 相(MgO 与空气中的水极易反应,因此推测 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 是由 MgO 和空气中的水反应生成的);当温度升高到 400 °C 时,XRD 谱没有发生明显变化;继续升高温度至 800 °C 时, $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 和 CoO 的相消失,XRD 谱中只有 MgO 的相;当温度升高到 1 200 °C 时,XRD 谱与 800 °C 时的图谱相比没有发生明显的变化。MgO 和 CoO 都具有 NaCl 型结构, Mg^{2+} 半径和 Co^{2+} 半径分别为 0.072 和 0.075 nm,离子半径相差 4%(远小于 15%)。根据固溶体理论,MgO 和 CoO 可以形成无限固溶体, Co^{2+} 将取代 MgO 晶格中的部分 Mg^{2+} ,即 MgO 与 CoO 在高温条件下发生了固相反应,从而解释了为什么在 800 °C 之后只观察到 MgO 的相的现象,这一结论与文献[23]中的报道基本一致。此外,由于 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 在高温下容易分解为 MgO 和 H_2O [24],因此在 800 °C 下的 XRD 谱中 $\text{Mg}(\text{OH})_2$ 的相消失了。图 2(b)展示了 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 与 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在高温高压处理前后的 XRD 谱。可以发现, $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 在 12 GPa/2 000 °C 处理前后的 XRD 谱中均没有杂质相,并且经过高温高压处理之后其相组成没有发生明显的变化。对于 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$,在高温高压处理之前,其 XRD 谱中存在 Na_4SiO_4 和 Mg_2SiO_4 ,其中 Na_4SiO_4 是为了使 MgO 传压介质在粉压块制备过程中更易成型而添加的黏结剂, Mg_2SiO_4 则是高温烧结过程中 Na_4SiO_4 与 MgO 的反应产物。在 12 GPa/1 800 °C 处理之后,其相组成也没有发生明显的变化。在 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 的制备过程中没有使用 Na_4SiO_4 作为黏结剂,最终得到的块体材料没有裂纹,强度、密度及可加工性均满足八面体传压介质的要求,这主要是因为 CoO 的熔点较低(约 1 900 °C),在烧结过程中能够与 MgO 发生固相反应,生成单相固溶体,因此 CoO 起到了黏结剂的作用。

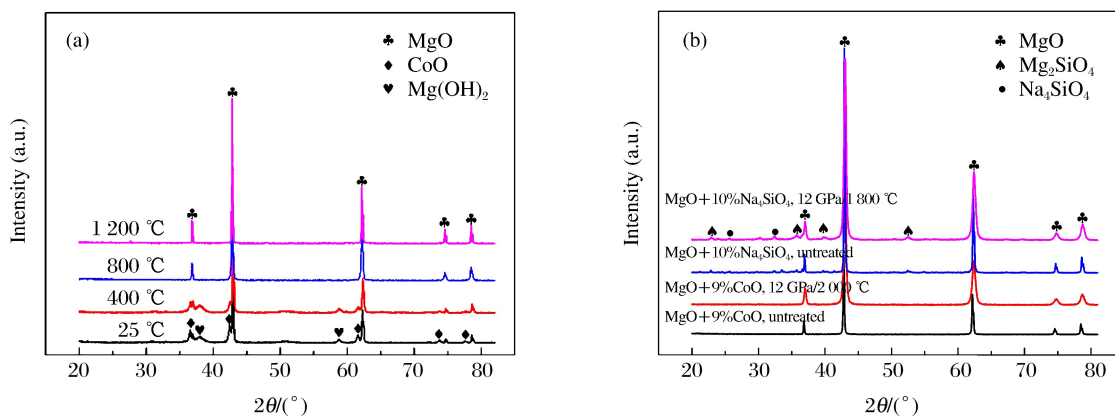


图 2 混合粉料经不同温度处理后(a)以及 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 和 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在 12 GPa/2 000 °C、12 GPa/1 800 °C 条件下处理前后(b)的 XRD 谱(图 2(b)中的温度为腔体中心温度)

Fig. 2 XRD patterns of powder mixture treated at different temperatures (a) and $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ and $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ before and after being treated at 12 GPa/2 000 °C and 12 GPa/1 800 °C (b)
(The temperature in Fig. 2(b) represents the central temperature of the cell)

图 3 显示了 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 和 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在不同温度及压力条件下处理之后的扫描电镜(SEM)照片。图 3(a)为 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 在常压/1 200 °C 条件下处理后的 SEM 图像,从中可以清楚地观察到晶粒尺寸为 3~5 μm ,晶粒大小分布均匀,晶粒之间存在孔隙。图 3(a)右上角插图 of MgO 与 CoO 初始混合粉料的 SEM 图像,与图 3(a)相比可以发现,在经过 1 200 °C 处理之后,晶粒尺寸明显地增大。图 3(c)为 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 在 12 GPa/2 000 °C 条件下处理之后的 SEM 照片,与图 3(a)相比,经过 12 GPa/2 000 °C 处理之后,传压介质中的孔隙几乎完全闭合,晶界保存完好,部分晶粒的尺寸出现增大

现象。图 3(b)为 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在常压/1200 °C 处理之后的 SEM 照片,从图中可以观察到 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的晶粒尺寸为 $10\sim 20\ \mu\text{m}$,且晶粒尺寸分布不均匀,晶粒之间也存在孔隙,图 3(b)中白色方形区域内的鳞片状物质为 Na_4SiO_4 。图 3(d)为 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在 12 GPa/1800 °C 处理之后的 SEM 照片,可见晶粒之间的孔隙闭合,但是不同于 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$, $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的晶界在经过 12 GPa/1800 °C 处理之后不易辨别。

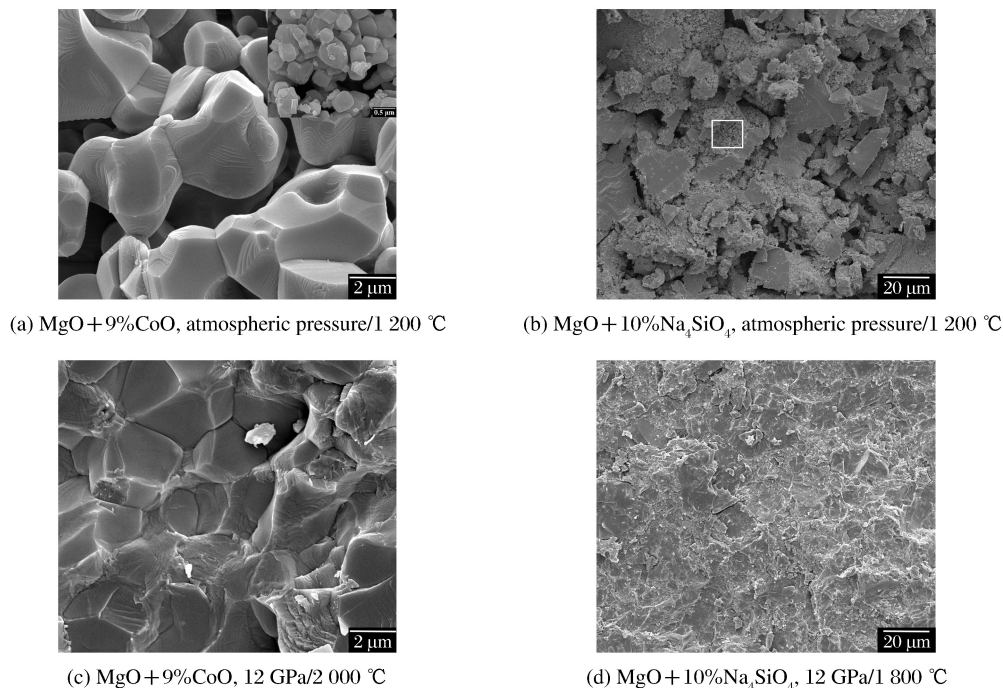


图 3 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 和 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的 SEM 图像(图 3(b)中白色方形区域内的物质为 Na_4SiO_4 , 2000 和 1800 °C 均代表腔体中心温度)

Fig. 3 SEM images of $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ and $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ (Na_4SiO_4 is marked by the white box in Fig. 2(b), and 2000 and 1800 °C represent the central temperature of the cell)

本研究制备的 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 与国产 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的热稳定性分析结果如图 4 所示。可以发现:在从室温到 1400 °C 的温度范围内, $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 的稳定性较好,而 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 在约 1000 °C 时出现了质量骤减现象。考虑到 Na_4SiO_4 的熔点约 1000 °C,因此猜测此处出现的质量骤减是由 Na_4SiO_4 熔化引起的。然而,图 2(b)显示的经过 12 GPa/1800 °C 处理之后的 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的 XRD 谱中 Na_4SiO_4 仍然存在,这主要是由于:(1) 高温高压实验中,在加热管与 MgO 传压介质之间放置了 ZrO_2 保温管,使得 MgO 传压介质上的温度低于腔体内部温度(约 1800 °C);(2) 高温高压实验的高温持续时间通常较短,因此经过 12 GPa/1800 °C 处理之后的 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 的 XRD 谱中存在 Na_4SiO_4 、 MgSiO_4 以及 MgO 相,另一反应产物 Na_2O 可能以玻璃态存在,没有衍射峰。随着高压技术的发展,人们需要更高的腔体温度(高于 250 °C),因此在高温高压实验中 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 在高温阶段的稳定性使其比 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 具有更大的优势。

图 5 显示了使用 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 与 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 作为传压介质时高压腔的温度发生效率

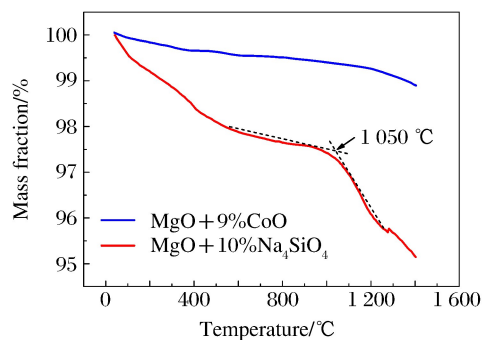


图 4 热重分析结果

Fig. 4 Thermogravimetric analysis results

对比结果。高温高压实验采用相同的组装,高压腔体压力皆为 12 GPa。从图 5 可以看出,在同一加热功率下使用 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 传压介质时的腔体温度明显高于 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 时的腔体温度,表明使用 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 传压介质时的温度发生效率明显高于 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 时的温度发生效率,主要原因应该是掺钴 MgO 传压介质的绝热性能优于以 Na_4SiO_4 为黏结剂的 MgO 传压介质。

3 结 论

以 MgO 和 CoO 为初始材料,利用固相反应方法,在经过 8 h 的混料、200 MPa 的预压以及在空气氛围下 1200 °C 的烧结等步骤之后,成功地制备了 $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 传压介质。与国产传压介质 $\text{MgO}+10\%\text{Na}_4\text{SiO}_4$ 相比, $\text{MgO}+9\%\text{CoO}$ 传压介质的制备工艺简单,在高温高压条件下更稳定,并可显著提高高压组装的温度发生效率。

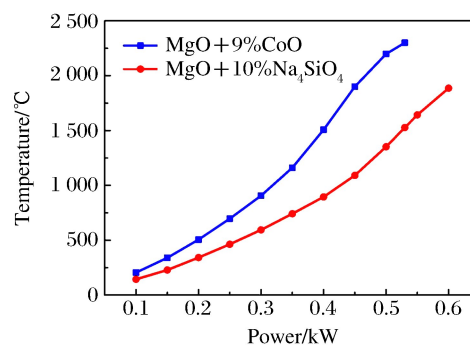


图 5 腔体压力为 12 GPa 下的温度发生效率测试结果

Fig. 5 Efficiency of temperature generation measured at cell pressure of 12 GPa

参考文献:

- [1] SHATSKIY A, KATSURA T, LITASOV K D, et al. High pressure generation using scaled-up Kawai-cell [J]. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 2011, 189(1/2): 92-108.
- [2] SHATSKIY A, LITASOV K D, TERASAKI H, et al. Performance of semi-sintered ceramics as pressure-transmitting media up to 30 GPa [J]. *High Pressure Research*, 2010, 30(3): 443-450.
- [3] KAWAZOE T, NISHIYAMA N, NISHIHARA Y, et al. Pressure generation to 25 GPa using a cubic anvil apparatus with a multi-anvil 6-6 assembly [J]. *High Pressure Research*, 2010, 30(1): 167-174.
- [4] LIEBERMANN R C, WANG Y. Characterization of sample environment in a uniaxial split-sphere apparatus [M]// *High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences*. Tokyo: Terra Scientific Publishing Company, 1992: 19-31.
- [5] ONODERA A, SUITO K, KAWAI N. Semisintered oxides for pressure-transmitting media [J]. *Journal of Applied Physics*, 1980, 51(1): 315-318.
- [6] KAWAI N, SAKAMOTO H, NOTSU Y, et al. Pressure generation using new transmitting media [J]. *Proceedings of the Japan Academy*, 1975, 51(8): 623-626.
- [7] LEES J. Pressure generation in the tetrahedral anvil apparatus [J]. *Journal of Scientific Instruments*, 1965, 42(10): 771.
- [8] ASHCROFT K, GOODMAN C H L, LEES J. Improved test cell material for the tetrahedral anvil apparatus [J]. *Nature*, 1965, 205(4972): 685-686.
- [9] ZHA C S, MAO H, HEMLEY R J. Elasticity of MgO and a primary pressure scale to 55 GPa [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 2000, 97(25): 13494-13499.
- [10] FEI Y. Effects of temperature and composition on the bulk modulus of $(\text{Mg}, \text{Fe})\text{O}$ [J]. *American Mineralogist*, 1999, 84(3): 272-276.
- [11] DUFFY T S, HEMLEY R J, MAO H. Equation of state and shear strength at multimegabar pressures: magnesium oxide to 227 GPa [J]. *Physical Review Letters*, 1995, 74(8): 1371-1374.
- [12] FEI Y, MAO H K, MYSEN B O. Experimental determination of element partitioning and calculation of phase relations in the $\text{MgO}-\text{FeO}-\text{SiO}_2$ system at high pressure and high temperature [J]. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 1991, 96(B2): 2157-2169.
- [13] MAO H K, BELL P M. Equations of state of MgO and ϵ Fe under static pressure conditions [J]. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 1979, 84(B9): 4533-4536.
- [14] 王海阔, 贺端威, 许超, 等. 复合型多晶金刚石末级压砧的制备并标定六面顶压机 6-8 型压腔压力至 35 GPa [J]. *物*

- 理学报, 2013, 62(18): 87-93.
- WANG H K, HE D W, XU C, et al. Calibration of pressure to 35 GPa for the cubic press using the diamond-cemented carbide compound anvil [J]. *Acta Physica Sinica*, 2013, 62(18): 87-93.
- [15] 王文丹, 贺端威, 王海阔, 等. 二级 6-8 型大腔体装置的高压发生效率机理研究 [J]. *物理学报*, 2010, 59(5): 3107-3115.
- WANG W D, HE D W, WANG H K, et al. Reaserch on pressure generation efficiency of 6-8 type multianvil high pressure apparatus [J]. *Acta Physica Sinica*, 2010, 59(5): 3107-3115.
- [16] 王福龙, 贺端威, 房雷鸣, 等. 基于铰链式六面顶压机的二级 6-8 型大腔体静高压装置 [J]. *物理学报*, 2008, 57(9): 5429-5434.
- WANG F L, HE D W, FANG L M, et al. Design and assembly of split-sphere high pressure apparatus based on the hinge-type cubic-anvil press [J]. *Acta Physica Sinica*, 2008, 57(9): 5429-5434.
- [17] DING W, HAN J, HU Q, et al. Stress control of heterogeneous nanocrystalline diamond sphere through pressure-temperature tuning [J]. *Applied Physics Letters*, 2017, 110(12): 121908.
- [18] LIU T, KOU Z, LU J, et al. Preparation of superhard cubic boron nitride sintered from commercially available sub-micron powders [J]. *Journal of Applied Physics*, 2017, 121(12): 125902.
- [19] LU J, KOU Z, LIU T, et al. Submicron binderless polycrystalline diamond sintering under ultra-high pressure [J]. *Diamond and Related Materials*, 2017, 77: 41-45.
- [20] KRACEK F C. The system sodium oxide-silica [J]. *The Journal of Physical Chemistry*, 1930, 34(7): 1583-1598.
- [21] YAZHENSKIKH E, HACK K, MÜLLER M. Critical thermodynamic evaluation of oxide systems relevant to fuel ashes and slags. Part 1: alkali oxide-silica systems [J]. *Calphad*, 2006, 30(3): 270-276.
- [22] RONCHI C, SHEINDLIN M. Melting point of MgO [J]. *Journal of Applied Physics*, 2001, 90(7): 3325-3331.
- [23] ULLA M A, SPRETZ R, LOMBARDO E, et al. Catalytic combustion of methane on Co/MgO: characterisation of active cobalt sites [J]. *Applied Catalysis B: Environmental*, 2001, 29(3): 217-229.
- [24] GIAUQUE W F. An example of the difficulty in obtaining equilibrium corresponding to a macrocrystalline non-volatile phase: the reaction $\text{Mg}(\text{OH})_2 \rightleftharpoons \text{MgO} + \text{H}_2\text{O}(\text{g})$ [J]. *Journal of the American Chemical Society*, 1949, 71(9): 3192-3194.

Preparation of Cobalt-Doped Magnesium Oxide Pressure-Transmitting Medium with Solid Reaction Process

WU Jingjun^{1,2}, HE Duanwei^{1,2}, WANG Qiang^{1,2}, ZHANG Jiawei^{1,2}, LIU Jin^{1,2}

(1. *Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, China*;
2. *Key Laboratory of High Energy Density Physics and Technology of Ministry of Education, Sichuan University, Chengdu 610065, China*)

Abstract: In this study, magnesium oxide (MgO) doped by cobalt (Co) was prepared as pressure-transmitting medium, by solid reaction process. The starting material is a pre-compressed mixture of MgO and cobalt oxide (CoO), which was mixed for 8 h and compressed at 200 MPa, and then treated at 1 200 °C. The as-prepared samples were characterized by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, and thermogravimetric analysis. The results demonstrate that during the sintering process, the reaction between MgO and CoO was completed and the exchange of metal ions between MgO and CoO leads to a single solid solution phase. Compared to the domestic products ($\text{MgO} + 10\text{wt}\% \text{Na}_4\text{SiO}_4$), there is no impurity found in Co-doped MgO, which is more stable than the domestic products under high pressure and high-temperature. In addition, the temperature-generation efficiency of the cell assembly with $\text{MgO} + 9\text{mol}\% \text{CoO}$ as pressure-transmitting medium is also higher than that of the domestic products.

Keywords: solid reaction process; high pressure and high temperature; MgO-CoO solid solution; pressure-transmitting medium; temperature generation efficiency