高 压 物 理 学 报

GAOYA WULI XUEBAO

1987 年 9 月创刊

2019 年主题专刊

·高压实验技术·

目　　次

新型切向分块式两面顶超高压模具 …… 王伯龙，李明哲，刘志卫，韩　鑫

二次加压对六面顶压腔压力发生效率和压力密封性能的影响 …… 张佳威，李　强，王俊普，贺端威

金刚石荧光机制的研究及其对高压拉曼光谱测试的意义 …… 刘云贵，吕政星，宋海鹏，巫　翔

有限元法在金刚石合成中的应用进展 …… 王健康，李尚升，宋艳玲，李　露，于昆鹏，韩　飞，宿太超，胡美华，吴玉敏

基于埋入式应变片的纤维缠绕压力容器的健康监测 …… 肖　飚，杨　斌，胡超杰，项延训，轩福贞

基于双光源干涉的 PDV 数据补偿方法 …… 张　敏，杨　军，史国凯，姜万春，王　昭，惠海龙

基于连续压导探针的水箱法测量爆压 …… 李科斌，李晓杰，王小红，闫鸿浩，曹景祥

《高压物理学报》2019 年主题专刊名录 …… 《高压物理学报》编辑部

官方网站：www.gywlxb.cn

官方邮箱：gaoya@caep.cn

联系电话：0816-2490042

高压物理学报

《高压物理学报》2019 年主题专刊名录

- 高压物性实验研究
- 高压物性的计算与模拟
- 高压合成新材料
- 高压地球科学
- 高压实验技术
- 高压下材料动态响应的计算与模拟
- 高压下材料动态响应实验研究
- 脆性材料的动态响应
- 界面不稳定性
- 高压科学应用——炸药起爆及安全性
- 高压科学应用——水下爆炸
- 高压科学应用——侵彻与防护
- 高压科学应用——气相爆炸

★ 获取地址：http://www.gywlxb.cn/topics

DOI: 10.11858/gywlxb.20180595

新型切向分块式两面顶超高压模具

王伯龙[1], 李明哲[2], 刘志卫[3], 韩 鑫[1]

（1. 山东理工大学农业工程与食品科学学院, 山东 淄博 255049;
2. 吉林大学无模成形技术开发中心, 吉林 长春 130025;
3. 安徽理工大学机械工程学院, 安徽 淮南 232001）

摘要: 以提高年轮式超高压模具的压力承载能力为目标, 设计一种新型切向剖分式模具结构。切向剖分式结构通过剖分面上的相互摩擦和挤压, 不仅能够消除压缸内壁的周向拉应力, 而且在内壁上产生较大的周向压应力。这种受压状态对硬质合金材料非常有利, 可以显著提高压缸的极限承载能力。数值模拟结果显示, 在相同的载荷条件下, 分块式压缸受到的等效应力显著小于年轮式压缸。分块式压缸内壁的 3 个主应力均为压应力, 且差值较小, 接近于等静压状态, 因此能够承受更高的样品腔压力。对比实验结果同样证明切向剖分式超高压模具结构具有更高的极限承载能力。

关键词: 超高压装置; 切向剖分; 年轮式模具; 压力承载能力

中图分类号: O521.3 **文献标识码:** A

静态超高压技术的发展有效地推动了物理、化学、地球科学、材料合成等领域的进步。自 20 世纪 50 年代开始, 超高压装置得到广泛的发展, 主要分为两面顶和多面顶超高压装置[1]。两面顶超高压装置有年轮式、凹砧式、柱塞式、金刚石对顶砧等[2-5], 多面顶超高压装置有四面顶、六面顶、六含八式装置等[6-8]。年轮式超高压装置的原理如图 1 所示, 它由一对硬质合金材料的锥形顶锤和一个年轮式超高压模具构成。在模具样品腔内放置传压介质, 当顶锤相向运动时传压介质被挤压从而产生超高压环境。一般能够产生的可操作的压力范围为 5～10 GPa。年轮式超高压装置具有较稳定的压力梯度和温度梯度, 能够提供足够的样品空间, 主要用于高温高压合成高质量、大尺寸金刚石, 也经常用于测量一些物理参数, 如电阻率和热传导等[9-11]。

年轮式超高压模具由具有圆柱形样品腔的硬质合金压缸和多层超高强钢支撑环组成。压缸外的多层支撑环通过一定的过盈预紧对压缸进行预应力保护, 使压缸预先产生一定的周向压应力, 部分抵消模具工作时传压介质受压缩后作用在压缸上的周向拉应力, 进而提高压缸的极限承载能力, 使样品腔内获得更高的压力。

要获得更高的极限压力和更大的样品腔容积, 年轮式超高压模具主要存在两方面问题: 虽然支撑环的预紧作用部分抵消了压缸的周向拉应力, 但是压缸内壁仍受到较大的周向拉应力, 这对硬质合金非常不利; 更大的样品腔容积需要更大尺寸的压缸零件, 然而受粉末冶金技术的限制, 大尺寸硬质合金零件的加工质量难以保证。为了解决上述问题, Poulter 提出一种分块式结构, 将压缸沿半径方向分割成若干块, 既能有效地减小压缸内壁受到的周向拉应力以提高承载能力, 又能够减小硬质合金零件的单体体积进而提高材料质量。刘志卫等[12-13]对这种径向分块式结构进行了详细的研究。

* **收稿日期:** 2018-07-11; **修回日期:** 2018-08-12

基金项目: 国家自然科学基金（51605007）; 吉林大学开放基金（K201705）

作者简介: 王伯龙（1989—）, 男, 博士研究生, 主要从事超高压模具设计、大腔体静高压技术研究. E-mail:892460540@qq.com

通信作者: 韩 鑫（1979—）, 男, 副教授, 硕士生导师, 主要从事无模成形工艺及设备、塑性加工过程数值模拟研究. E-mail: hanxin@sdut.edu.cn

为了进一步改善压缸的受力状况，提高其极限承载能力，本研究设计一种新型分块式超高压模具——切向剖分式结构；通过数值模拟，对这种新型分块式结构与传统年轮式结构进行比较，分析压缸的应力分布状态，采用最大畸变能理论比较两种结构的压力承载能力，分析压缸内壁的受力情况；最后采用破坏实验，验证切向分块式超高压模具的极限承载能力。

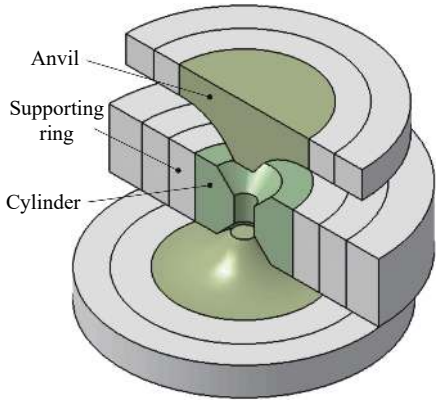


图 1　年轮式两面顶超高装置示意图

Fig. 1　Schematic of belt type high pressure apparatus

1　几何结构和有限元模型

图 2 显示了新设计的分块式超高压模具——切向剖分式结构。切向剖分式压缸的剖分面垂直于压缸的半径方向，沿着圆形内腔的切线方向进行剖分，剖分后压缸分为 10 个剖分块，样品腔不再是圆柱结构，而是正十边形柱状结构。在样品腔受压时，这种分块结构的相邻剖分块之间存在相互摩擦和挤压，不仅消除了压缸内壁的周向拉应力，而且使内壁周向产生较大的压应力，这种受压状态对硬质合金材料非常有利，能够显著提高压缸的极限承载能力。

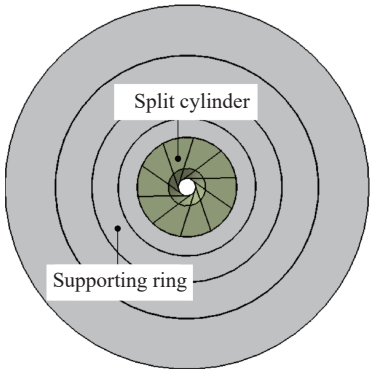


图 2　新型切向剖分块式高压模具示意图

Fig. 2　Schematic of tangent split-belt high pressure die

根据多层环的优化设计理论，首先设计出样品腔直径为 20 mm 的年轮式高压模具的结构尺寸。硬质合金压缸的牌号为 YG8，高强钢支撑环选用 45CrNiMoVA，用于结构设计和数值模拟的材料的主要性能参数列于表 1，其中 ρ_0 为初始密度，E 为弹性模量。

表 1　材料的主要性能参数[14-15]

Table 1　Main performance parameters of the materials[14-15]

Material	ρ_0/(g·cm^{-3})	E/GPa	Poisson's ratio	Failure strength/GPa
YG8	14.6	508	0.22	6.2
45CrNiMoVA	7.83	210	0.29	1.6

外层支撑环采用等径比（各层环外径与内径的比值）和等剪应力设计原则，高压模具的主要结构尺寸如图 3 所示[16]。采用 4 层支撑环对压缸进行过盈预紧，各层支撑环间的过盈预紧量通过材料力学的相关公式求得，从内向外的各层过盈量分别为 0.246、0.284、0.390 和 0.535 mm。各层环间通过 1.5°的锥度进行压力装配，为了防止年轮环组装时内壁产生屈服，应先将第 Ⅰ 层环与压缸组装，然后再与已经组装好的 Ⅱ、Ⅲ、Ⅳ 层环压配。

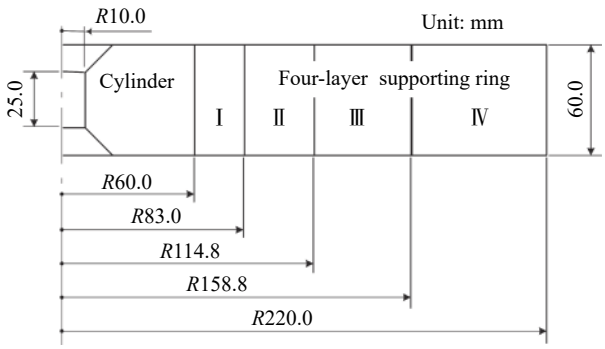


图 3　高压模具的主要结构尺寸

Fig. 3　Geometric dimension of the high pressure die

在高压模具的工作过程中，顶锤相向运动压缩样品腔内的样品和锥面上的密封碗垫片，导致压缸内壁和锥面受到较大的压应力。在计算机模拟过程中，为了简化计算难度，假设压缸内腔的内壁上受到均匀分布的压力 p_0=6 GPa。锥面上受到沿锥面变化的正压力 $p(s)$ 和摩擦力 $f(s)$，如图 4 所示，其大小分别为[17]

$$p(s) = p_0 e^{-2\tau s/t} \tag{1}$$

$$f(s) = \mu p_0 e^{-2\tau s/t} \tag{2}$$

式中: t 为传压介质飞边或密封碗厚度(mm), τ为密封碗内摩擦系数, s 为缸体圆锥面上的点到腔体边缘的距离(mm), μ为密封碗与缸体圆锥面之间的摩擦系数。

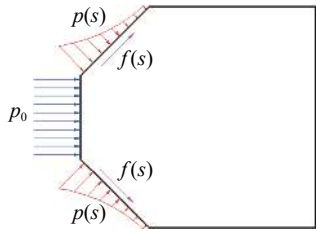


图 4　数值模拟中压缸的加载条件

Fig. 4　Loading condition of the cylinder in the numerical simulation

2　计算结果与讨论

对于年轮式模具, 压缸的样品腔内壁受高压时将产生较大的周向拉应力, 这是制约模具承载能力的主要因素。数值模拟得到的两种不同压缸的周向应力分布如图 5 所示, 图中正值表示拉应力, 负值表示压应力。年轮式压缸内壁受到的最大周向拉应力为 2 393.6 MPa, 拉应力沿径向逐渐减小, 外部大部分区域受到–600～–1 200 MPa 的周向压应力。由年轮式压缸的受力情况可知, 压缸外部的周向压应力主要是由于支撑环的过盈预紧产生, 而内部的周向拉应力主要由内壁和锥面受到的高压产生。预紧虽然能够减小年轮式压缸的周向拉应力, 但是却无法消除。对于分块式压缸: 其内部受到非常大的周向压应力, 最大值为–4 108.4 MPa; 外部大部分区域受到–1 200～–1 800 MPa 的周向压应力。分块式压缸通过相邻剖分块之间的相互作用有效地消除了周向拉应力, 并且产生很大的周向压应力, 这种压缸整体受周向压应力的受力状态对硬质合金材料较为有利, 使硬质合金压缸能够承受更高的内壁压力。

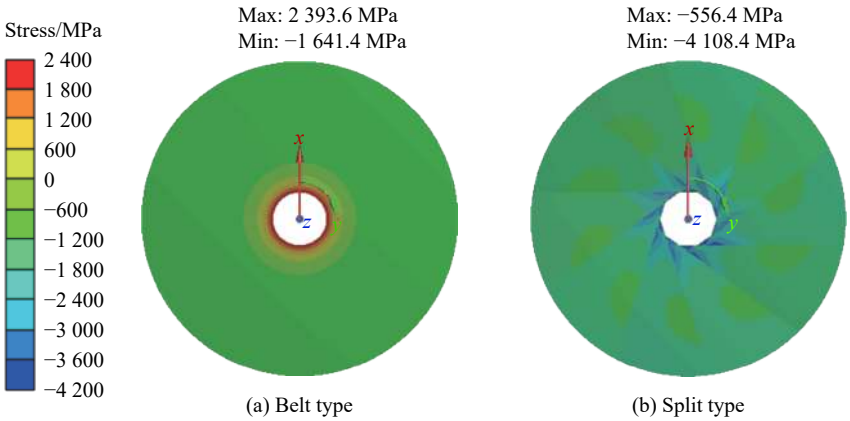
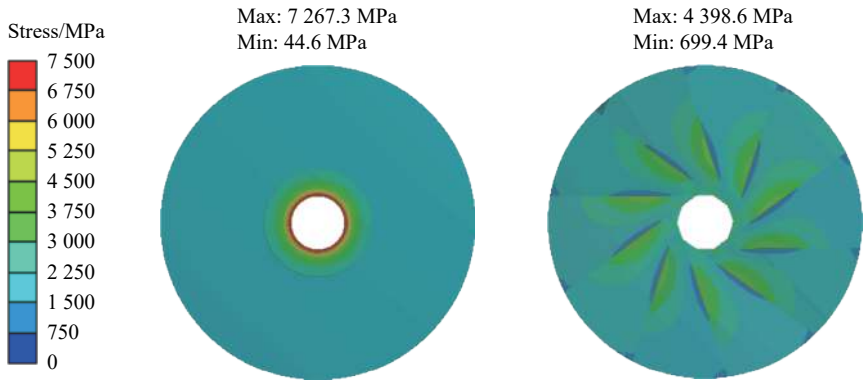


图 5　压缸的周向应力分布

Fig. 5　Circumferential stress of the cylinder

本研究采用最大畸变能理论作为依据, 即通过压缸受到的等效应力判断压缸是否失效。两种压缸的等效应力分布如图 6 所示, 压缸内壁受力 6 GPa 时, 年轮式压缸的等效应力最大值为 7 267.3 MPa, 分块式压缸则为 4 398.6 MPa。与年轮式压缸相比, 分块式压缸的受力减小 39.5%。分块式压缸的等效应力最大值不在内壁上, 而在剖分面上。与 YG8 的失效强度相比, 年轮式压缸受到的等效应力最大值大于材料的失效强度(6.2 GPa), 即压缸已经破坏失效, 所以年轮式压缸的承载能力小于 6 GPa; 而分块式压缸受到的等效应力小于材料的失效强度, 即分块式压缸可以安全运行, 还能承受更高的压力。

为了进一步分析压缸内壁的受力情况, 从数值模拟结果中提取内壁轴向上 3 个主应力的分布情况, 如图 7 所示。年轮式压缸的第一主应力为拉力(正值), 第二和第三主应力为压力(负值), 第一主应力(约 2.0 GPa)与第三主应力(约–6.0 GPa)的差值很大。分块式压缸的 3 个主应力均为压力, 而且第一主应力(约–4.0 GPa)与第三主应力(约–6.0 GPa)的差值很小。年轮式压缸的内壁受到一个方向拉力、两个方向压力的作用, 对压缸不利, 容易引起破坏失效; 而分块式压缸内壁受到三向压应力, 而且差值较小, 这种受力状态类似于等静压状态, 有利于压缸承载能力的提高。



(a) Belt type　　(b) Split type

图 6　压缸的等效应力分布

Fig. 6　Equivalent stress of the cylinders

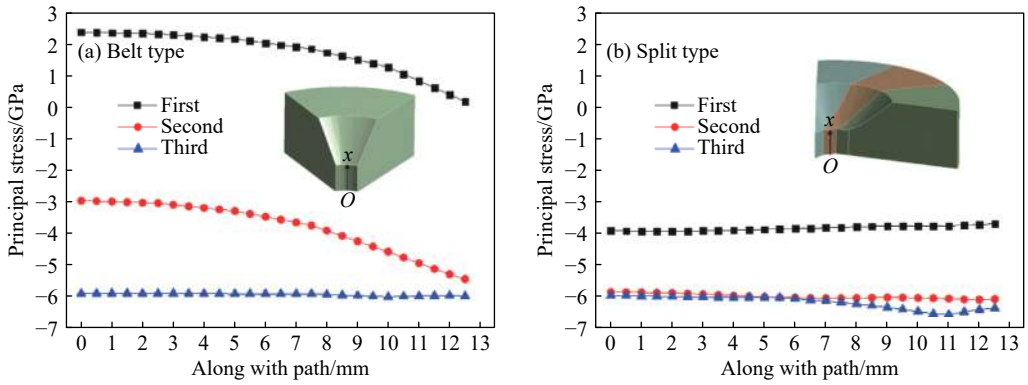


图 7　压缸内壁在轴向上的主应力分布

Fig. 7　Three principal stresses in the axial direction of the cylinder

最大畸变能理论中等效应力的计算公式为

$$\sigma_{\mathrm{v}} = \sqrt{\frac{1}{2}[(\sigma_1-\sigma_2)^2+(\sigma_2-\sigma_3)^2+(\sigma_3-\sigma_1)^2]} \tag{3}$$

式中：σ_{v} 为等效应力，σ_1 为第一主应力，σ_2 为第二主应力，σ_3 为第三主应力。

由(3)式可以轻易得到压缸内壁轴向上的等效应力分布，如图 8 所示。在相同的载荷条件下，分块式压缸内壁受到的等效应力显著小于年轮式压缸，其受力大小仅为年轮式压缸等效应力的 1/3 左右。

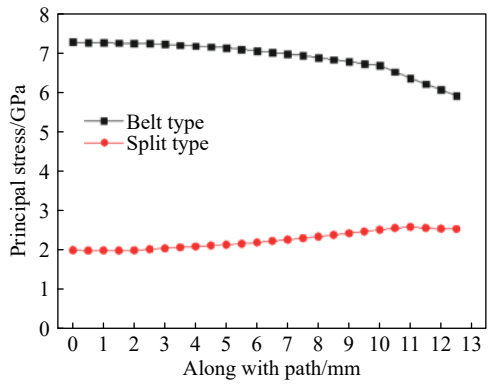


图 8　两种压缸内壁轴向的等效应力

Fig. 8　Equivalent stress on the inner wall of the cylinder

3　实验验证

为了验证上述数值模拟结果，设计一组破坏试验，对两种高压模具的极限承载能力进行比较。图 9(a)所示为通过压力装配组装到一起的超高压模具，图 9(b)和图 9(c)分别为装配前年轮式和分块式硬质合金压缸。为了节省实验成本，实验中模具结构的高度和半径均为图 3 所示尺寸的 1/2，即模具样品腔半径为 5 mm，模具第 4 层支撑环的外半径为 110 mm。实验中，采用直径为 10 mm、高度为 16 mm 的纯铁棒作为压力介质放置在样品腔中，采用

200 t 液压机驱动模具两端的顶锤相向运动来压缩纯铁棒。在模具失效破坏时记录液压机压力表的最大油压值，通过比较两种模具的最大油压值判断各自极限承载能力。实验结果显示：对于年轮式模具，加载到 57.6 t 时，压缸破坏，破坏后形貌如图 9(d)所示，压缸沿轴向断裂；对于分块式模具，加载到 91.2 t 时，模具破坏失效，破坏后的形貌如图 9(e)所示，一个剖分块破裂失效，其他剖分块完好并可以再次使用。实验结果与数值模拟结果基本一致，即分块式模具的承载能力显著高于传统的年轮式高压模具。

图 9　实验用高压模具和不同的压缸结构：(a)超高压模具；(b)年轮式压缸；(c)分块式压缸；(d)破坏后的年轮式压缸；(e)破坏后的分块式压缸

Fig. 9　High pressure die and different cylinders: (a) ultra-high pressure die; (b) belt type cylinder; (c) split cylinder; (d) belt cylinder after breakup; (e) split cylinder after breakup

4　结　论

通过数值模拟和破坏实验，对分块式高压模具和传统年轮式高压模具进行比较，得到如下结论：

(1)改进的分块式压缸有效地消除了年轮式压缸受到的较大的周向拉应力，并且通过剖分块间的相互作用使压缸受到很大的周向压应力；

(2)与年轮式压缸相比，分块式压缸受到的等效应力最大值减小 39.5%；

(3)年轮式压缸内壁受到的主应力为一个拉力和两个压力，而分块式压缸内壁的 3 个主应力均为压力，且差值较小，接近于等静压状态，对硬质合金材料非常有利，分块式压缸内壁的等效应力仅为年轮式压缸的 1/3 左右；

(4)破坏实验证明分块式高压模具能够承受更高的液压机载荷。

参考文献：

[1] BASSETT W A. Diamond anvil cell, 50th birthday [J]. High Pressure Research, 2009, 29(2): 163–186.

[2] BUNDY F P, HALL H T, STRONG H M, et al. Man-made diamonds [J]. Nature, 1955, 176(4471): 51–55.

[3] HALL H T. Ultra-high-pressure, high-temperature apparatus: the "Belt" [J]. Review of Scientific Instruments, 1960, 31(2): 125–131.

[4] KHVOSTANTSEV L G, VERESHCHAGIN L F, NOVIKOV A P. Device of toroid type for high pressure generation [J]. High Temperatures High Pressures, 1977, 9(3): 637–640.

[5] 胡静竹, 唐汝明, 徐济安. 金刚石压砧高压装置及 I2 和 S 高压相变的观察 [J]. 物理学报, 1980, 29(10): 1351–1354.
HU J Z, TANG R M, XU J A. The high pressure device of diamond anvil and the observation of phase transition of iodine and sulphur [J]. Acta Physica Sinica, 1980, 29(10): 1351–1354.

[6] 韩奇钢, 马红安, 肖宏宇, 等. 基于有限元法分析宝石级金刚石的合成腔体温度场 [J]. 物理学报, 2010, 59(3): 1923–1927.
HAN Q G, MA H A, XIAO H Y, et al. Finite element method study on the temperature distribution in the cell of large single crystal diamond [J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(3): 1923–1927.

[7] KAWAI N, ENDO S. The generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus [J]. Review of Scientific Instruments, 1970, 41(8): 1178–1181.
[8] 吕世杰, 罗建太, 苏磊, 等. 滑块式六含八超高压实验装置及其压力温度标定 [J]. 物理学报, 2009, 58(10): 6852–6857.
LÜ S J, LUO J T, SU L, et al. A slide-type multianvil ultrahigh pressure apparatus and calibrations of its pressure and temperature [J]. Acta Physica Sinica, 2009, 58(10): 6852–6857.
[9] BUNDY F P. Pressure-temperature phase diagram of iron to 200 kbar, 900 ℃ [J]. Journal of Applied Physics, 1965, 36(2): 616–620.
[10] LEGER J M, LORIERS-SUSSE C, VODAR B. Pressure effect on the Curie temperatures of transition metals and alloys [J]. Physical Review B, 1972, 6(11): 4250–4261.
[11] 肖宏宇, 李尚升, 秦玉琨, 等. 高温高压下掺硼宝石级金刚石单晶生长特性的研究 [J]. 物理学报, 2014, 63(19): 198101.
XIAO H Y, LI S S, QIN Y K, et al. Studies on synthesis of boron-doped Gem-diamond single crystals under high temperature and high pressure [J]. Acta Physica Sinica, 2014, 63(19): 198101.
[12] 王海阔, 贺端威, 许超, 等. 基于国产铰链式六面顶压机的大腔体静高压技术研究进展 [J]. 高压物理学报, 2013, 27(5): 633–661.
WANG H K, HE D W, XU C, et al. Development of large volume-high static pressure techniques based on the hinge-type cubic presses [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2013, 27(5): 633–661.
[13] LIU Z, LI M, YANG Y, et al. Study on pressure capacity of multilayer stagger-split die, using simulation-based optimization [J]. High Pressure Research, 2013, 33(4): 787–794.
[14] KLÜNSNER T, WURSTER S, SUPANCIC P, et al. Effect of specimen size on the tensile strength of WC–Co hard metal [J]. Acta Materialia, 2011, 59(10): 4244–4252.
[15] GETTING I C, CHEN G, BROWN J A. The strength and rheology of commercial tungsten carbide cermets used in high-pressure apparatus [J]. Pure and Applied Geophysics, 1993, 141(2): 545–577.
[16] WANG B, LI M, YANG Y, et al. Note: double-beveled multilayer stagger-split die for a large volume high-pressure apparatus [J]. Review of Scientific Instruments, 2015, 86(8): 086106.
[17] VRBKA J, KNESL Z. Proceedings of high pressure geoscience and material synthesis [C]. Berlin: Akademie-Verlag, 1988: 234.

A Novel Tangential Split-Belt Ultrahigh Pressure Apparatus

WANG Bolong[1], LI Mingzhe[2], LIU Zhiwei[3], HAN Xin[1]

(1. *School of Agricultural Engineering and Food Science*, *Shandong University of Technology*, *Zibo* 255049, *China*;
2. *Dieless Forming Technology Center*, *Jilin University*, *Changchun* 130025, *China*;
3. *School of Mechanical Engineering*, *Anhui University of Science and Technology*, *Huainan* 232001, *China*)

Abstract: A novel tangential split apparatus was designed to improve the pressure bearing capacity of the ultra-high pressure die. The tangential block structure can not only eliminate the circumferential tensile stress of the inner wall of the cylinder through mutual friction and extrusion on the split surface, but also generate a large circumferential compressive stress on the inner wall. This pressed state is very advantageous for the cemented carbide material and can significantly increase the ultimate pressure capacity of the cylinder. The numerical simulation results show that under the same load conditions, the equivalent stress of the segmented cylinder is significantly less than that of the belt cylinder. The three principal stresses on the inner wall of the block cylinder are compressive stress, and the difference is small. These stresses are close to the isostatic pressure state, so the cylinder can withstand higher sample chamber pressure. The comparative experimental results also prove that the tangential split-belt ultrahigh pressure apparatus has higher ultimate load carrying capacity.

Keywords: ultrahigh pressure apparatus; tangential split; belt type die; pressure bearing capacity

DOI: 10.11858/gywlxb.20190703

二次加压对六面顶压腔压力发生效率和压力密封性能的影响

张佳威[1,2], 李 强[1,2], 王俊普[1,2], 贺端威[1,2]

(1. 四川大学原子与分子物理研究所, 四川 成都 610065;
2. 四川大学高能量密度物理教育部重点实验室, 四川 成都 610065)

摘要: 随着六面顶压机大腔体静高压技术的发展, 复杂多变的压力加载工艺被应用于高压科学研究和材料制备, 但是不同压力加载工艺对压力发生效率和压力密封性能的影响尚未被充分研究。本工作在六面顶压机高压腔体和密封边内置入电路, 通过原位测量 Bi、Tl、Ba 和锰铜丝的电阻, 标定了一次加压和二次加压两种不同压力加载工艺下外部加载与腔体压力及密封边压力的对应关系。实验分析结果表明, 二次加压工艺会导致腔体和密封边的压力发生效率明显降低, 同时也会降低压力密封性能最差时对应的外部加载。此研究可为高压装置和压力加载工艺的优化设计提供指导。

关键词: 六面顶压机; 二次加压; 腔体压力; 密封边压力; 压力标定

中图分类号: O521.3 **文献标识码:** A

高压实验技术被广泛应用于物理学、材料学、化学、地学与行星科学等领域[1-7]。其中六面顶大腔体压机因具有运行成本低、自对中性好、样品尺寸大、压力温度场均匀等优点, 现已成为大腔体静高压实验的主流设备[8-17]。近年来, 随着基于国产铰链式六面顶压机的大腔体静高压技术的快速发展, 高压科学、超硬材料及其相关领域取得了一系列突破。全球金刚石和立方氮化硼以及相关超硬材料在工业应用领域估计每年有超过 100 亿美元的市场。截至 2016 年, 中国已经连续 14 年稳居世界合成金刚石产量首位, 其中使用国产铰链式六面顶压机所合成的金刚石占全球人造金刚石总产量的 90% 以上[18]。

在高压科学研究和超硬材料工业的快速发展进程中, 复杂多变的压力加载工艺逐渐被使用[19], 但是不同压力加载工艺对压力发生效率和压力密封性能的影响尚有待研究。在六面顶压机的工作过程中, 6 个顶锤同时被液压油缸向前推动。因为放置在腔体中心的传压介质立方块的体积大于 6 个顶锤合围时形成的压腔体积, 所以传压介质的边缘部分会被挤压到顶锤斜面之间的间隙而形成密封边。随着外部加载的增加, 顶锤将持续挤压传压介质完成样品高压环境的建立。此时, 外部加载一部分作用在压腔区域, 用于压腔内高压的产生; 另一部分作用在密封边区域, 用于增加密封边与顶锤斜面之间的摩擦力, 并结合高压环境下密封边材料的高剪切强度和高内摩擦系数的特性, 共同阻止由于压腔内高压力而导致的传压介质过度挤出, 从而形成对压腔内高压的密封[20]。不同的压力加载工艺会影响被挤压至顶锤间隙形成密封边的传压介质的体积及应力分布, 进而影响压力发生效率和压力密封性能。原位测量腔体和密封边的压力是定量评估压力发生效率和压力密封性能的有效方法[20-22], 但是由于系统

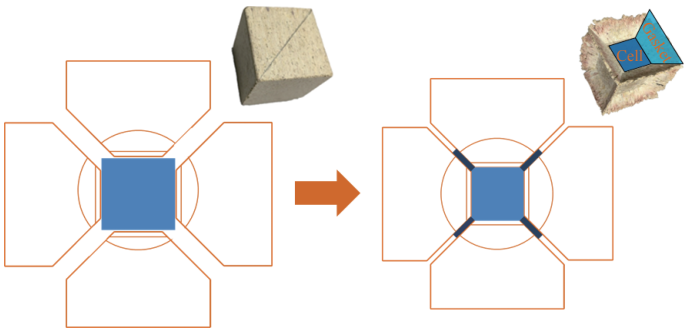
* 收稿日期: 2019-01-04; 修回日期: 2019-02-01
基金项目: 国家重点研发计划(2018YFA0305900); 国家自然科学基金(51472171, 11427810)
作者简介: 张佳威(1992—), 男, 硕士研究生, 主要从事大腔体静高压实验技术、超硬材料合成和材料的高压物性研究. E-mail: scujiaweizhang@163.com
通信作者: 贺端威(1969—), 男, 博士, 教授, 主要从事高压物理、超硬材料、大腔体静高压技术研究. E-mail: duanweihe@scu.edu.cn

加载及卸载过程中密封边区域的严重形变和传压介质的复杂流变特性，导致原位测量密封边的压力非常困难。

本研究将粉末电极[20]的电阻测量电路内置于密封边中，通过原位测量 Bi、Tl、Ba 和锰铜丝的电阻，标定一次加压和二次加压两种不同压力加载工艺下，外部加载与腔体压力及密封边压力的对应关系；并根据实验结果，分析一次加压和二次加压两种压力加载工艺下的压力发生效率和压力密封性能的变化，以期为不同高压装置和不同压力加载工艺下的压力发生效率和压力密封性能实验研究提供新的思路。

1　实验设计

图 1 所示是六面顶压机工作过程的简化示意，图 1(a)和图 1(b)中右上角的插图为压缩后叶蜡石的光学照片。因为通常无法与同步原位 X 射线衍射技术相结合，所以六面顶大腔体压机一般利用物质相变时电阻率突变的现象确定压腔内物质所处环境的压力值[23-26]。但是，由于在系统加载及卸载过程中密封边区域的严重形变(如图 1(b)所示)和传压介质的复杂流变特性会导致原位电阻测量电路发生断路故障，并增强接触电阻和电极电阻对测量标压物质电阻的影响，因此采用常规压力标定方法原位测量密封边内部的压力非常困难。目前多采用有限元模拟[27]和理论计算[22]获得密封边应力分布数据，但是无法对其结果进行实验验证。要解决密封边区域的严重形变和传压介质的复杂流变特性对密封边压力测量的影响，首先必须清楚传压介质在高压下的流变情况，并基于此提出针对性办法，解决原位电阻测量电路的断路故障和信号质量差的问题。



(a) Before compression　　(b) After compression

图 1　六面顶压机工作过程简化示意图

Fig. 1　Schematic illustration of work process for large volume cubic press

1.1　高压下传压介质流变情况的测量

为了方便测量，将更易于测量的坐标纸(1 毫米^2/格)置于传压介质叶蜡石立方块内，通过观察高压实验压缩后坐标纸网格的形变情况标示传压介质在高压下的流变情况。如图 2(a)所示，将等面积的坐标纸用胶水固定在沿对角线方向切开的叶蜡石切面上，再将两块叶蜡石组装成一个立方体(32.5 mm × 32.5 mm × 32.5 mm)放入六面顶压机压腔中加压至 5 GPa。图 2(b)中的黑色虚线框是我们选取的适合布置电路的区域，该区域流变比较均匀，实验中对原位电阻测量电路的破坏相对较小。与压缩前相比，压缩后该区域的每个可测量点与坐标纸中心之间的距离变化小于 10%。

1.2　“粉末电极”原位电阻测量方法的设计

图 3 所示是经过 100 多次实验探索后最终确定的密封边压力原位电阻测量方法的电路及组装示意。叶蜡石立方块被加工成 3 块，并在中间位置的叶蜡石块上沿着加工前叶蜡石立方块的对角线方向打 4 个孔，然后将铜粉和铜线放入孔中，作为标压物质的 Bi、Tl、Ba 或锰铜丝用胶水固定在中间叶蜡石块上切面靠近中心的两个孔之间，铜片作为导线与硬质合金顶锤和标压物质相连。因为铜粉电极与目前常用的模压叶蜡石块同为粉末压缩的块体，具有相似的流变性质，所以在压缩及流变过程中它们的

流变情况相似。也正因如此，该原位电阻测量方法适量铜粉电极的引入，可以有效地避免由于密封边区域严重形变和传压介质的复杂流变特性而导致的电路断路故障。此外，由于粉末电极不够密实，致使其电阻在压缩过程中变化较大，因此引入四线法[28] 避免接触电阻和电极电阻对原位电阻测量实验的影响。

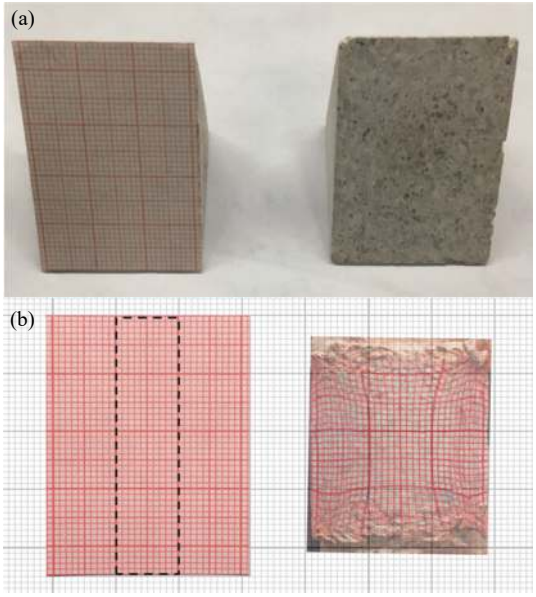
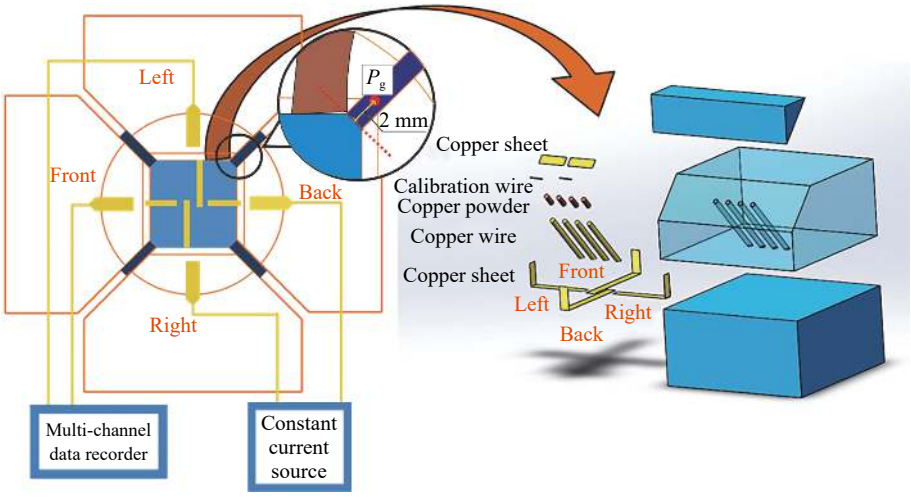


图 2　用于观察传压介质压缩前后流变情况的组装

Fig. 2　Assembly for observing the deformation of pressure transmitting medium before and after compression



(a) Circuit　　(b) Assembly

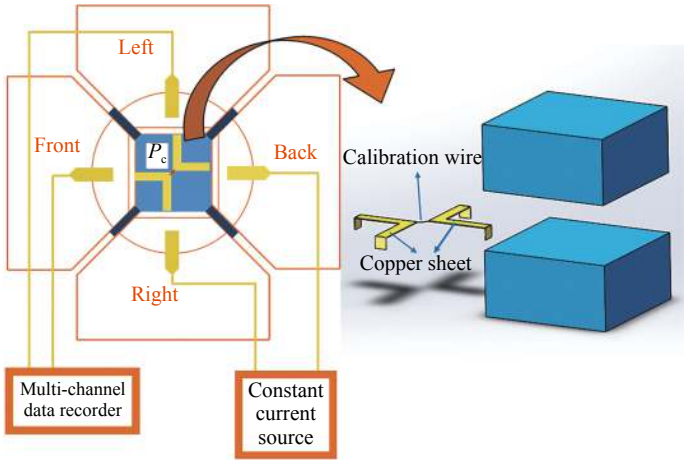
图 3　测量密封边压力的电路及组装示意

Fig. 3　Schematic illustration of circuit and assembly used for measuring gasket pressure

2　实验过程

将密封边区域中距离压缩后立方体边缘 (2±0.05) mm 处的压力定义为 P_g（如图 3 所示），将叶蜡石立方体中心处的压力定义为 P_c（如图 4 所示）。图 4 所示是腔体压力原位电阻测量方法的电路及组装示意。叶蜡石立方块被加工成两部分，作为标压物质的 Bi、Tl、Ba 或锰铜丝被放置在叶蜡石立方体的中心，铜片作为导线与硬质合金顶锤和标压物质相连，然后对每种标压物质（Bi、T1、Ba 和锰铜丝）进行

单独的压力标定实验，所有压力标定实验均使用国产铰链式 6×14 MN 压机在室温条件下以相同的压力加载速率（2.31 kN/s）完成。在六面顶压机中，油缸推动 6 个前端安装着 6 个 WC-Co 硬质合金顶锤的活塞朝三维笛卡尔坐标系的原点前进，6 个顶锤合围后形成一个 32.5× 32.5 × 32.5 mm^3 的立方体压腔，压腔内放置相应尺寸的模压叶蜡石立方块（密度：2.6 g/cm^3，聊城鑫科叶蜡石有限公司）。压力标定实验采用细丝状（长约 3 mm，直径约 0.1 mm）的 Bi、Tl、Ba 和锰铜丝作为标压物质。室温条件下，金属 Bi 在 2.55 GPa（I–II）和 7.7 GPa（III–V）、Tl 在 3.67 GPa（II–III）、Ba 在 5.5 GPa（I–II）会发生相变[29]，而锰铜丝的电阻和压力之间具有近似的线性关系[30]。实验中用恒流源为标压电路提供恒定电流，用多通道记录仪记录电路的电压变化。因为六面顶压机的 6 个顶锤是相互电绝缘的，因此可以通过多通道记录仪监测和记录 Bi、Tl、Ba 或锰铜线的电阻变化。图 5 是一次加压工艺和二次加压工艺的压力加载工艺曲线，本研究二次加压工艺的压力标定结果从图 5（b）的第二次加压开始时（外部加载 F 为 1.39 MN）记录数据。



(a) Circuit　　(b) Assembly

图 4　测量腔体压力的电路及组装示意

Fig. 4　Schematic illustration of circuit and assembly used for measurement of P_c

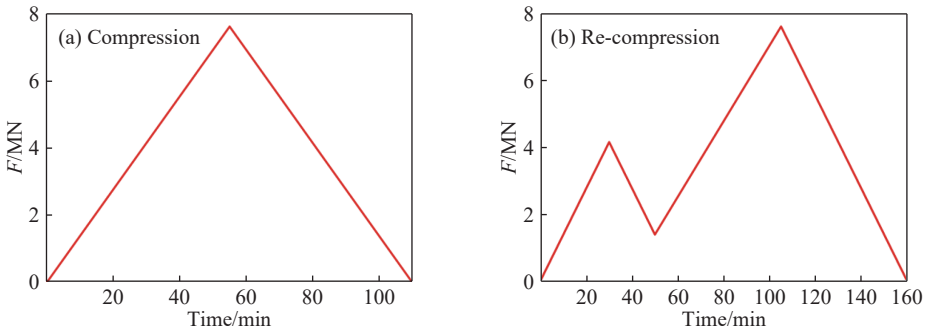


图 5　一次加压工艺和二次加压工艺的压力加载曲线

Fig. 5　Press load curves of compression and re-compression

3　实验结果与讨论

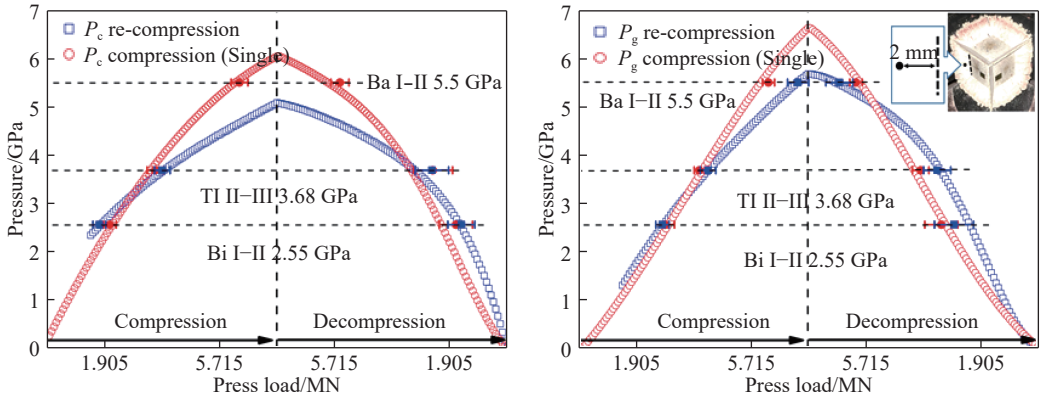
表 1 列出了在一次加压和二次加压两种工艺下，升压和卸压过程中采用 Bi、Tl 和 Ba 作为标压物质得到的 P_c 和 P_g 压力标定结果，每个相变点对应的外部加载力取 3 次测量结果的平均值。此外，锰铜丝在叶蜡石传压介质中也可以很好地被用作标压物质[30]，通过原位监测锰铜丝的电阻变化，可以获得压力随外部加载连续变化且高于 5.5 GPa 的关系曲线。图 6 所示为使用锰铜丝作为标压物质时，获得的 P_c、P_g 在一次加压和二次加压两种工艺下升压及卸压过程中的压力标定结果，该结果与使用 Bi、Tl 和 Ba 作为标压物质时获得的压力标定结果基本一致。在卸压过程中 Bi、Tl 和 Ba 的压力标定结果

略高于锰铜丝的压力标定结果, 这是因为 Bi、Tl 和 Ba 在卸压过程中的相变压力略低于升压过程中的相变压力[31-32]。上述结果表明, 本研究方法可以有效地测量六面顶大腔体压机腔体和密封边的压力。

表 1　利用 Bi、Tl 和 Ba 标定的腔体及密封边压力

Table 1　Pressure calibration results for cell and gasket using Bi, Tl and Ba

Calibrated material	Phase change type	Pressure/GPa	Press load/MN							
			Compression (Single)				Re-compression			
			Compression		Decompression		Compression		Decompression	
			Cell	Gasket	Cell	Gasket	Cell	Gasket	Cell	Gasket
Bi	I–II	2.55	2.08±0.2	2.86±0.3	1.70±0.5	3.19±0.5	1.73±0.2	2.77±0.2	1.52±0.4	2.77±0.6
Tl	II–III	3.68	3.58±0.3	4.00±0.2	2.46±0.6	3.88±0.3	3.81±0.3	4.29±0.3	2.49±0.5	3.33±0.4
Ba	I–II	5.5	6.37±0.3	6.30±0.2	5.54±0.3	6.03±0.2		7.28±0.4		6.58±0.4



(a) P_c as a function of the press load　　(b) P_g as a function of the press load

图 6　一次加压和二次加压工艺下的 P_c 和 P_g 与外部加载之间的关系

Fig. 6　P_c and P_g as a function of the press load under the compressing process of compression and re-compression

如图 6(a) 所示, 在升压过程中一次加压工艺下的 P_c 曲线斜率明显高于二次加压工艺。最初, 外部加载为 1.39 MN 时, 二次加压工艺下的 P_c 明显高于一次加压工艺; 外部加载增加至 2.78 MN 时, 一次加压工艺和二次加压工艺下的 P_c 曲线相交; 继续增大外部加载, 一次加压工艺下的 P_c 将大于二次加压工艺下的 P_c, 且二者之间的差值越来越大。该结果表明二次加压工艺下的腔体压力发生效率相比一次加压工艺明显降低。分析认为导致这一结果的主要原因有两个: 一是卸压过程中腔体与密封边之间的压力差值会导致腔体边缘部分的传压介质流入顶锤斜面的间隙形成密封边, 腔体内传压介质的减少致使腔体内传压介质的体积压缩比降低, 进而使腔体压力发生效率降低; 另一个是密封边内传压介质的增加致使密封边的面积增加, 由此导致更多的加载被密封边消耗, 进而使腔体压力发生效率降低。通过测量卸压后回收的合成块发现: 与采用一次加压工艺的实验相比, 二次加压工艺实验后密封边的面积增加了约 11%, 压缩后立方块的体积减小了约 5%。如图 6(b) 所示, 在升压过程中一次加压工艺下的 P_g 曲线斜率明显高二次加压工艺。当外部加载为 1.39～3.55 MN 时, 二次加压工艺下的 P_g 略高于一次加压工艺; 外部加载增加至 3.55 MN 时, 一次加压工艺和二次加压工艺下的 P_g 曲线相交; 继续增大外部加载, 一次加压工艺下的 P_g 将大于二次加压工艺下的 P_g, 且二者之间的差值越来越大。该结果表明二次加压工艺下的密封边压力发生效率相比一次加压工艺明显降低。分析认为导致这一结果的主要原因是: 二次加压工艺实验后密封边的面积增加使密封边上受力面积增加, 进而使相同外部加载下密封边单位面积上的压力降低。

图 7 所示是一次加压和二次加压两种工艺下升压、卸压过程中的压力差值ΔP($\Delta P = P_c - P_g$)与 P_c 之间的关系。在一次加压工艺的卸压过程中, 当腔体压力卸载至约 3.5 GPa 时, 压力差值ΔP达到最

大，约 1 GPa。在二次加压工艺的卸压过程中，当腔体压力卸载至约 2.0 GPa 时，压力差值ΔP达到最大，约 1 GPa。在六面顶压机工作过程中，叶蜡石立方体的边缘部分会被挤压到顶锤斜面的间隙形成密封边。随着顶锤的继续推动，腔体和密封边的压力都将增加。此时，由于腔体与密封边体积压缩量不同，所以二者之间会出现一定的压力差，在该压力差ΔP作用下会产生一个力，与这个力平衡的反作用力和以下两个因素密切相关：一个是密封边与顶锤表面之间的最大静摩擦力，另一个是单位长度密封边可承受的最大剪切应力。根据上述平衡机理的分析可知腔体压力主要由密封边密封。在实验的高加载阶段密封边承受着足够高的外部加载力，只要摩擦系数不太小，密封边与顶锤表面之间的最大静摩擦力一般满足压力密封条件。所以高压实验的低加载阶段更容易发生高压腔密封失效，也就是俗称的“放炮”。此外，如果假定密封边与顶锤表面之间的最大静摩擦力一定，那么压力差ΔP越大，单位长度密封边承受的剪切应力也越大，高压腔密封失效即俗称的“放炮”越容易发生，该结论已经被证实与实验放炮记录的统计结果一致[20]。据上述分析可知，二次加压工艺虽然对实验中ΔP最大值的影响较小，但是会降低压力差值ΔP最大时对应的外部加载力，这可能增加高压腔密封失效的概率。

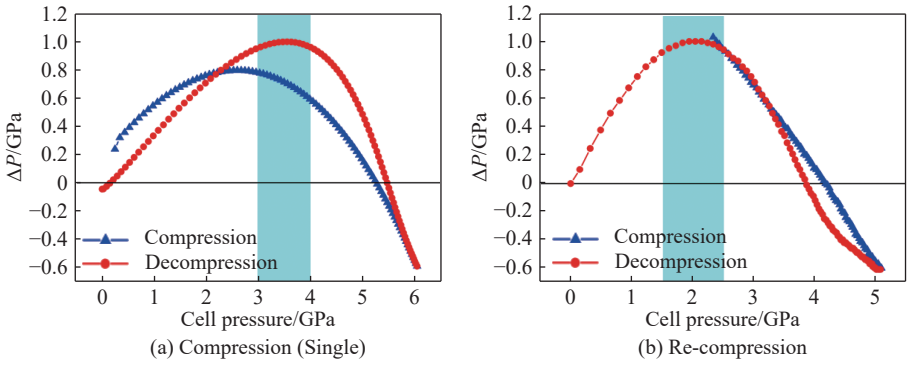


图 7　一次加压和二次加压下的 ΔP 与腔体压力之间的关系

Fig. 7　Relation of ΔP vs. P_c under the compressing process of compression and re-compression

4　结　论

通过将六面顶压机腔体和密封边内置入电路，采用原位测量 Bi、Tl、Ba 和锰铜丝电阻的方法对一次加压和二次加压两种加载工艺下外部加载与腔体压力及密封边压力的对应关系进行了标定。实验分析结果表明，二次加压工艺会导致腔体和密封边的压力发生效率明显降低，同时也会降低压力密封性能最差时对应的外部加载。

参考文献：

[1] HEMLEY R J, SOOS Z G, HANFLAND M, et al. Charge-transfer states in dense hydrogen charge-transfer states in dense hydrogen [J]. Nature, 1994, 369: 384–387.

[2] IRIFUNE T, KURIO A, SAKAMOTO S, et al. Ultrahard polycrystalline diamond from graphite [J]. Nature, 2003, 421: 599–600.

[3] MA Y M, EREMETS M, OGANOV A R, et al. Transparent dense sodium [J]. Nature, 2009, 458: 182–185.

[4] OGANOV A R, ONO S. Theoretical and experimental evidence for a post-perovskite phase of $MgSiO_3$ in Earth’s D” layer [J]. Nature, 2004, 430: 445–448.

[5] QIN J Q, HE D W, WANG J H, et al. Is rhenium diboride a superhard material? [J]. Advanced Materials, 2008, 20(24): 4780–4783.

[6] TIAN Y J, XU B, YU D L, et al. Ultrahard nanotwinned cubic boron nitride [J]. Nature, 2013, 493: 385–388.

[7] XU C, HE D W, WANG H K, et al. Nano-polycrystalline diamond formation under ultra-high pressure [J]. International Journal

of Refractory Metals and Hard Materials, 2013, 36: 232–237.

[8] 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.

[9] GUAN S X, PENG F, LIANG H, et al. Fragmentation and stress diversification in diamond powder under high pressure [J]. Journal of Applied Physics, 2018, 124(21): 215902.

[10] LIANG A K, LIU Y J, LIANG H, et al. Thermal insulation performance of monoclinic ZrO_2 and cubic ZrO_2–CaO solid solution under high pressure and high temperature [J]. High Pressure Research, 2018, 38(4): 458–467.

[11] WANG P, HE D W, WANG L P, et al. Diamond-cBN alloy: a universal cutting material [J]. Applied Physics Letters, 2015, 107(10): 101901.

[12] WU J J, LIU F M, ZHANG J W, et al. Cobalt-doped magnesium oxide pressure-transmitting medium for high pressure and high-temperature apparatus [J]. High Pressure Research, 2018, 38(4): 448–457.

[13] LIU J, ZHAN G D, WANG Q, et al. Superstrong micro-grained polycrystalline diamond compact through work hardening under high pressure [J]. Applied Physics Letters, 2018, 112(6): 061901.

[14] LIU Y J, ZHANG J W, HE D W, et al. Exploring the compression behavior of HP-$BiNbO_4$ under high pressure [J]. Chinese Physics B, 2017, 26(11): 116202.

[15] DING W, HAN J J, HU Q W, et al. Stress control of heterogeneous nanocrystalline diamond sphere through pressure-temperature tuning [J]. Applied Physics Letters, 2017, 110(12): 121908.

[16] HAN Q G, MA H A, HUANG G F, et al. Hybrid-anvil: a suitable anvil for large volume cubic high pressure apparatus [J]. Review of Scientific Instruments, 2009, 80(9): 096107.

[17] LIU X, CHEN J L, TANG J J, et al. A large volume cubic press with a pressure-generating capability up to about 10 GPa [J]. High Pressure Research, 2012, 32(2): 239–254.

[18] 田金刚. 合成钻石: “黑天鹅”的蜕变和突围 [EB/OL]. (2018-10-25)[2019-01-04]. http://www.gold.org.cn/zb1227/sd/201810/t20181025_180697.html.
TIAN J G. Synthetic diamonds: the transformation and breakout of “Black swan” [EB/OL]. (2018-10-25)[2019-01-04]. http://www.gold.org.cn/zb1227/sd/201810/t20181025_180697.html.

[19] FANG L M, HE D W, CHEN C, et al. Effect of precompression on pressure-transmitting efficiency of pyrophyllite gaskets [J]. High Pressure Research, 2007, 27(3): 367–374.

[20] ZHANG J W, LIU F M, WU J J, et al. Experimental study on the pressure-generation efficiency and pressure-seal mechanism for large volume cubic press [J]. Review of Scientific Instruments, 2018, 89(7): 075106.

[21] 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): 92–108.

[22] 王海阔, 任瑛, 贺端威, 等. 六面顶压机立方压腔内压强的定量测量及受力分析 [J]. 物理学报, 2017, 66(9): 090702.
WANG H K, REN Y, HE D W, et al. Force analysis and pressure quantitative measurement for the high pressure cubic cell [J]. Acta Physica Sinica, 2017, 66(9): 090702.

[23] WANG H K, HE D W, YAN X Z, et al. Quantitative measurements of pressure gradients for the pyrophyllite and magnesium oxide pressure-transmitting mediums to 8 GPa in a large-volume cubic cell [J]. High Pressure Research, 2011, 31(4): 581–591.

[24] WANG H K, HE D W, TAN N, et al. Note: an anvil-preformed gasket system to extend the pressure range for large volume cubic presses [J]. Review of Scientific Instruments, 2010, 81(11): 116102.

[25] WANG H K, HE D W. A hybrid pressure cell of pyrophyllite and magnesium oxide to extend the pressure range for large volume cubic presses [J]. High Pressure Research, 2012, 32(2): 186–194.

[26] 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.

[27] LI R, XU B J, ZHANG Q C, et al. Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press [J]. High Pressure Research, 2016, 36(4): 575–584.

[28] MAO H K, BELL P M. Electrical resistivity measurements of conductors in the diamond-window, high-pressure cell [J]. Review of Scientific Instruments, 1981, 52(4): 615–616.

[29] ANDERSSON G, SUNDQVIST B, BÄCKSTRÖM G. A high-pressure cell for electrical resistance measurements at hydrostatic

pressures up to 8 GPa: results for Bi, Ba, Ni, and Si [J]. Journal of Applied Physics, 1989, 65(10): 3943–3950.

[30] YAN X Z, REN X T, HE D W. Pressure calibration in solid pressure transmitting medium in large volume press [J]. Review of Scientific Instruments, 2016, 87(12): 125006.

[31] SINGH A K. The kinetics of pressure-induced polymorphic transformations [J]. Bulletin of Materials Science, 1983, 5(3): 219–230.

[32] DAVIDSON T E, LEE A P. The study of the structural and transformation characteristics of the pressure-induced polymorphs in bismuth [J]. Transactions of the Metallurgical Society of AIME, 1964, 230: 1035–1036.

Effect of Re-Compression on the Pressure-Generation Efficiency and Pressure-Seal Capability of Large Volume Cubic Press

ZHANG Jiawei[1,2], LI Qiang[1,2], WANG Junpu[1,2], HE Duanwei[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: With the rapid development of static high-pressure technology, the complex and variable compression processes are used in high-pressure scientific research. However, the effect of compression processes on the pressure-generation efficiency and pressure-seal capability has rarely been studied. Measuring the pressure of a gasket and cell *in situ* is the key point to understanding the mechanism of pressure-generation and pressure-seal. In the present work, we put a circuit into the cell or gasket of the large volume cubic press, and then the pressure in the compression or re-compression process are independently measured by *in situ* electric resistance measurements of bismuth, thallium, barium and manganin. It has been found that when compression process was replaced by re-compression process, the pressure-generation efficiency of cell and gasket was lowered; furthermore, the press load at the worst pressure-seal capability was also lowered. The method detailed in this paper is helpful to optimize the high-pressure assembly and compression process for the large volume cubic press.

Keywords: large volume cubic press; re-compression; cell pressure; gasket pressure; pressure calibration

DOI: 10.11858/gywlxb.20180689

金刚石荧光机制的研究及其对高压拉曼光谱测试的意义

刘云贵[1,2], 吕政星[2], 宋海鹏[2], 巫 翔[2]

（1. 河北地质大学宝石与材料工艺学院, 河北 石家庄 050031;
2. 中国地质大学地质过程与矿产资源国家重点实验室, 湖北 武汉 430074）

摘要: 基于金刚石压腔技术的高压拉曼散射光谱在高压科学的前沿研究中发挥重要作用, 金刚石压砧的荧光效应影响测试样品的拉曼散射光谱信噪比。采用激光拉曼光谱仪, 对 202 粒宝石级金刚石进行光致发光研究, 确定了 N3、H3 和 NV^0 中心等光学缺陷中心的存在, 发现其浓度控制零声子线及荧光发射谱的强度, 与金刚石荧光强度呈正相关。金刚石的二阶拉曼位移峰（约 2664 cm^{-1}）两侧基线强度比值与荧光强度呈负相关, 利用该比值可准确判断金刚石荧光的强弱。此外, 金刚石中光学缺陷中心浓度的不均匀性普遍存在, 多点测试综合分析能提供更全面的荧光信息。研究结果可为高压拉曼测试时金刚石压砧的选择提供有效的理论和实践依据。

关键词: 金刚石荧光; 金刚石压腔（DAC）; 二阶拉曼光谱; 光学缺陷中心

中图分类号: O521.3 **文献标识码:** A

压力是热力学基本参数之一, 能对物质的几乎所有属性进行调制, 对于研究物质的物理化学性质有重要意义。金刚石压腔(Diamond Anvil Cell, DAC)技术是获得高压最有效的方法之一。金刚石因高硬度、高热导率以及对于各波段光的高透过率等性质成为目前最适合对顶砧高压技术的压砧材料。DAC 技术结合 X 射线衍射、拉曼散射、红外光谱、布里渊散射、中子衍射、核磁共振、穆斯堡尔谱等技术实现的原位表征, 在物理、化学、材料、地球科学等领域得到了广泛的应用[1−2]。DAC 技术结合激光加温技术, 实现 600 GPa、6000 K 的静态高温高压极端实验环境, 为研究地球深部提供了技术基础[3−4], 例如: 对核幔边界 D"层的重要矿物后钙钛矿进行原位变形实验, 为解析该层地震波横波各向异性机制提供约束依据[5]; 对地核的主要成分金属铁的导电性和导热性进行原位高温高压测试, 为地核的动力学演化尤其内核的形成提供实验约束[6−7]。

N、H、B 等杂质元素替代 C 原子、C 原子空位、间隙 C 原子以及塑性变形等晶体结构缺陷在金刚石中形成多种类型的光学缺陷中心, 并可能受热或辐照发生变化[8]。部分缺陷中心使金刚石产生荧光效应并控制荧光的强度, 例如 N3、H3、H4 和 NV 缺陷中心可分别导致金刚石产生蓝色、黄绿色、绿色和橙红色荧光, 更多的缺陷中心如 ND1、3H、GR1、H2、H1a、H1b、H1c、B 中心、C 中心等则无荧光效应[9−10]。金刚石荧光在很多领域得到应用, 例如金刚石 NV 缺陷中心引起的强度稳定的荧光应用于纳米量子传感技术, 在生命科学前沿研究中发挥重要作用[11]。

DAC 技术中作为压砧的金刚石需满足多方面的要求。(1)金刚石需具有高净度。金刚石中包裹体的存在会降低其承压能力和对光的透过性, 并在测试体系中引入更多的物质组分, 增加测试结果的不确定性。(2)为结合不同的测试方法, 金刚石压砧应满足特殊要求。高压红外光谱测试应选择基本不

* 收稿日期: 2018-11-14; 修回日期: 2018-12-05
基金项目: 国家自然科学基金(41473056, 41827802)
作者简介: 刘云贵(1986—), 男, 硕士, 讲师, 主要从事高压矿物物理研究. E-mail: liuyungui@hgu.edu.cn
通信作者: 巫 翔(1978—), 男, 博士, 教授, 主要从事地球深部物质的组成、状态和物性研究.
E-mail: wuxiang@cug.edu.cn

含杂质元素的 IIa 型金刚石，其在 1600～400 cm^{-1} 范围内无红外吸收[12]；高压拉曼光谱测试应选择低荧光金刚石，压砧的荧光会影响压腔内样品的拉曼散射光谱（见图 1(a)），强荧光背景甚至会淹没拉曼位移峰，高压下拉曼位移峰减弱，荧光的影响更为明显[13]。

金刚石二阶拉曼谱中 2500 cm^{-1} 附近的位移峰强度与荧光背景强度的比值（图 1(b) 中 A/C）可作为判断金刚石荧光强度的依据。用于高压拉曼光谱测试的金刚石压砧，该比值应高于 3[14]。金刚石二阶拉曼位移峰 2664 cm^{-1} 左右两侧基线的强度比值 I（图 1(b) 中 B/C）用于评价金刚石荧光强度，从事高压科学设备研发的 Almax Easylab公司使用 I 值筛选适合高压拉曼光谱测试的金刚石压砧，I 值大于 1.25 的金刚石归类为低荧光压砧，I 值大于 2 的金刚石归类为超低荧光压砧。然而目前并没有文献对其中的原理进行分析，系统完整的筛选方案也亟待提出。

本研究基于 DAC 技术研究金刚石压砧荧光对高压拉曼散射光谱测试的影响，讨论符合高压拉曼光谱测试要求的金刚石压砧的选取方法，对于从事高压科学研究的科研人员选择高质量的金刚石压砧具有重要的理论和实践指导意义。

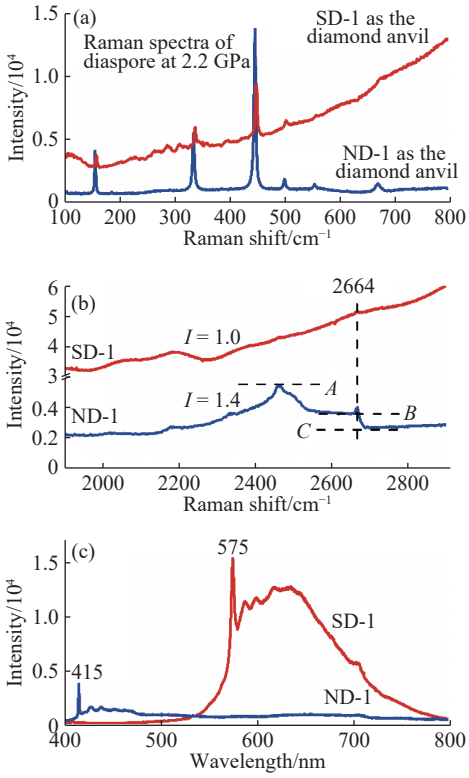


图 1　天然硬水铝石在 2.2 GPa 下的拉曼光谱 (a) 以及所用金刚石压砧的原位二阶拉曼光谱 (b) 和光致发光光谱 (c)（采用两套金刚石压腔在相同实验条件下完成测试，硬水铝石产于土耳其，分子式为 $Al_{0.98}Cr_{0.02}OOH$）

Fig. 1　(a) Raman spectra of nature diaspore at 2.2 GPa, (b) the *in-situ* second-order Raman spectra and (c) photoluminescence spectra of diamond anvils (Two sets of diamond anvil cells were used to accomplish the measurements under the same experimental condition. The diaspore is from Turkey and its molecular formula is $Al_{0.98}Cr_{0.02}OOH$.)

1　实　验

对高净度、高色级的 200 粒天然圆刻面型金刚石和 2 粒 CVD 法合成金刚石进行研究，其颜色和净度均经过专业的分级确定，颜色为无色，色级不低于 F 色，净度级别不低于 VVS，质量均介于 0.04～0.06 g。采用 ZEISS Discovery V20 型体视显微镜进行显微观察，放大倍数为 94.5，筛选台面下方无可见包裹体的金刚石以满足压砧高净度的要求。采用波长为 365 nm 的紫外荧光灯，基于人眼分辨力进行初步荧光特征观察，天然金刚石主要显示无荧光和不同强度的蓝色荧光，少数显示弱黄绿色荧光，CVD 法合成金刚石显示强橙红色荧光。

拉曼光谱和光致发光光谱测试采用 HORIBA LabRAM HR Evolution 型共聚焦拉曼光谱仪，激光光源波长分别选用 532 nm 和 325 nm，物镜分别选用 50×和 74×，采集时间分别为 20 s 和 5 s，激光输出功率均为 100%，累积 3 次，每粒金刚石选取 4～10 个点位进行测试，使用同一台仪器对金刚石的同一位置进行拉曼光谱和光致发光光谱测试是实现原位对比分析的基础。红外光谱测试采用 Thermo Nicolet 6700 型红外光谱仪，KBr 分束器，直接透射法，扫描 64 次，扫描范围为 4000～400 cm^{-1}，分辨率为 4 cm^{-1}。以上测试均在中国地质大学地质过程与矿产资源国家重点实验室完成。202 粒金刚石均进行了完整的测试并得到一致性结论，本研究选取其中具代表性的 13 粒天然金刚石（编号 ND-1～ND-13）和 1 粒 CVD 法合成金刚石（编号 SD-1）的测试结果进行讨论。

2　结果与讨论

2.1　金刚石的二阶拉曼光谱

入射光子与声子相互作用引起拉曼散射，入射光子被一个或两个声子散射分别形成一阶和二阶拉

曼散射光谱。金刚石的一阶拉曼位移峰位于 1332 cm^{-1}, 碳同位素含量变化会引起峰位频移[15–16]; 二阶拉曼谱较为复杂, 主要有 2180、2330、2460 和 2664 cm^{-1} 位移峰, 归属于纵向光学声子模(LO)、横向光学声子模(TO)、纵向声学声子模(LA)和横向声学声子模(TA)的振动或共同作用[17–19]。金刚石在 2664 cm^{-1} 处的二阶拉曼位移峰左右两侧基线强度比值 I 在不同金刚石和同一金刚石不同位置均显示出不均匀性, 如图 2 所示。

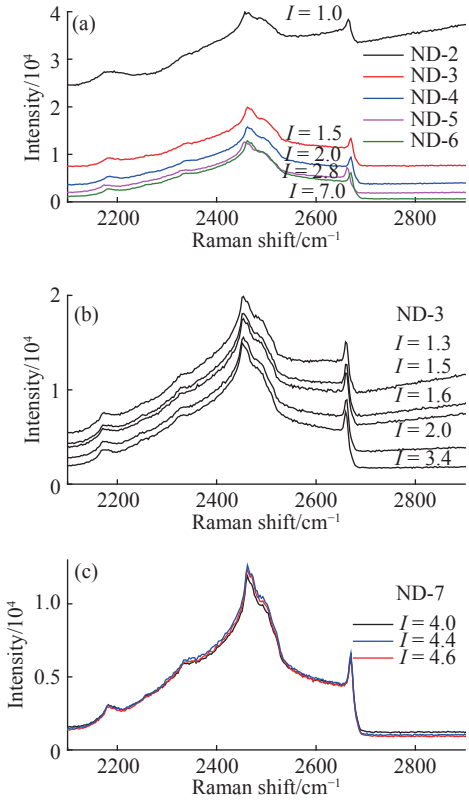


图 2　金刚石的二阶拉曼光谱及对应的 I 值: (a)不同金刚石随机测试点的 I 值; (b)ND-3 不同测试点的 I 值; (c)ND-7 不同测试点的 I 值

Fig. 2　The second-order Raman spectra of diamond and the corresponding I value: (a) I value of different diamonds at a random point, (b) I value of ND-3 at different points, (c) I value of ND-7 at different points

2.2　金刚石的光致发光光谱

金刚石光致发光光谱中零声子线的波长和荧光发射谱的波长范围及强度分别对应缺陷中心的类型和荧光的颜色及强度[8]。N3 中心是天然 Ia 型金刚石最主要的缺陷中心, 由 1 个 C 原子空位及其周围的 3 个 N 原子共同组成, 特征的零声子线位于 415 nm(2.985 eV), 形成 400～600 nm 的宽荧光发射谱, 并出现 429、439 和 450 nm 的荧光峰, 导致金刚石产生蓝色荧光[20]。金刚石 N3 缺陷中心的浓度控制 415 nm 零声子线及荧光发射谱的强度, 与蓝色荧光的强度呈正相关, 与原位测试的二阶拉曼光谱的 I 值呈负相关, I 值越高, 蓝色荧光越弱, 如图 3 所示。温度升高导致有足够多的热能激发声子, 零声子线展宽并产生更强的荧光发射光谱, 低温液氮环境(–196 ℃)下金刚石的荧光发射谱强度显著降低[8], 如图 4 所示。

金刚石的 H3 缺陷中心由一个空位和两个 N 原子组成且不带电荷 $(N\text{-}V\text{-}N)^0$, 零声子线位于503 nm(2.463 eV), 形成 500～660 nm 的荧光发射谱, 导致金刚石产生黄绿色荧光[20]。金刚石 H3 缺陷中心的浓度控制 503 nm 零声子线和荧光发射谱的强度, 与金刚石荧光强度呈正相关, 与原位测试的二阶拉曼位移峰(2664 cm^{-1})两侧基线强度比值 I 值呈负相关, I 值越高, 黄绿色荧光越弱, 如图 5 所示。

金刚石的 NV^0 缺陷中心由一个 C 原子空位和一个 N 原子组成且不带电荷, 零声子线位于 575 nm(2.156 eV)[21], 形成 550～750 nm 的荧光发射谱, 导致金刚石产生橙红色荧光, 如图 1(c)所示。

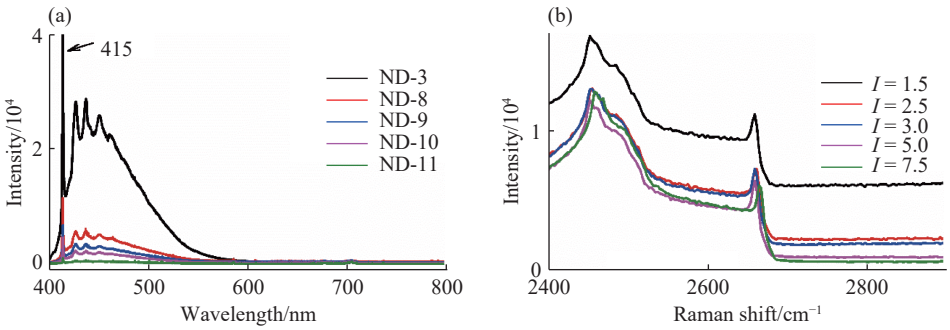


图 3　含 N3 缺陷中心金刚石随机测试点的光致发光光谱(a)及对应的原位二阶拉曼光谱(b)

Fig. 3　Photoluminescence spectra (a) and the corresponding *in-situ* second-order Raman spectra (b) of diamonds with N3 defect centers at a random point

测试硬水铝石高压拉曼光谱使用的金刚石压砧分别显示为 N3 和 NV^0 缺陷中心，NV^0 缺陷中心引起的荧光发射谱强于 N3 缺陷中心，即橙红色荧光强于蓝色荧光，解释了金刚石压砧荧光对基于 DAC 技术的高压拉曼散射光谱的影响。

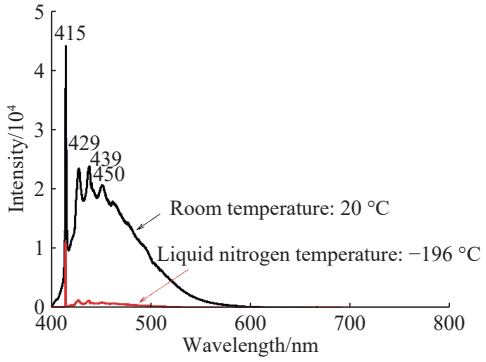


图 4　室温和液氮温度下 ND-3 的光致发光光谱

Fig. 4　Photoluminescence spectra of ND-3 at the room temperature and the liquid nitrogen temperature

2.3　结果讨论

红外光谱中 1282 和 1175 cm^{-1} 处的吸收峰指示存在 N3 中心和 H3 中心的金刚石中 N 元素含量较高，归属为 Ia 型金刚石；存在 NV^0 缺陷中心的 CVD 法合成金刚石显示出极微弱的 N 吸收峰，指示了非常低的 N 含量，属 IIa 型金刚石[22]，如图 6 所示。I 值为 7.5 的 Ia 型金刚石（ND-11）中 N 含量很高，对应的荧光发射谱强度极低，即显示低荧光特征，反映其结构中大部分 N 形成不致荧光的缺陷中心；此外，金刚石晶体结构中可致荧光的不同类型缺陷中心可同时存在，如 H3 中心和 N3 中心（见图 5）。同一金刚石不同位置 I 值的不均匀性指示荧光强度会发生变化，反映了金刚石结晶生长过程中缺陷中心浓度的变化。

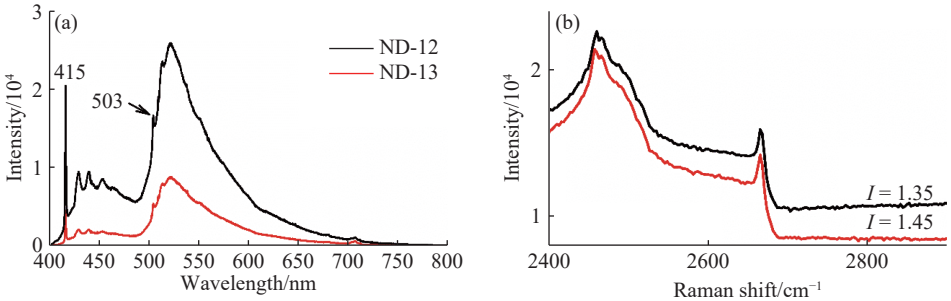


图 5　含 H3 缺陷中心金刚石随机测试点的光致发光光谱（a）及对应的原位二阶拉曼光谱（b）

Fig. 5　Photoluminescence spectra (a) and the corresponding *in-situ* second-order Raman spectra (b) of diamonds with H3 defect centers at a random point

金刚石带隙大约为 5.5 eV（225 nm），无结构缺陷的金刚石对低于该能量的光没有吸收，缺陷中心的出现导致金刚石禁带中形成新的能级，吸收或释放一定能量的光，使金刚石产生颜色和荧光。拉曼光谱常用测试区间 50～4000 cm^{-1} 对应的能量范围为 2.32～1.84 eV，位于上述缺陷中心引起的荧光光谱范围（见图 7），形成高压拉曼光谱测试的荧光背景。此外，NV^0 和 H3 缺陷中心引起的荧光发射谱带更靠近拉曼光谱的能量范围，其荧光对于拉曼光谱测试的影响应强于 N3 中心。

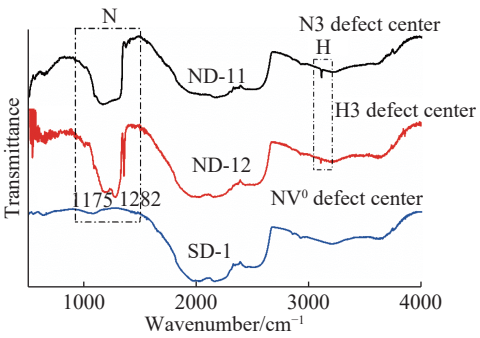


图 6　含不同类型缺陷中心金刚石的红外光谱

Fig. 6　IR spectra of diamonds with different types of defect centers

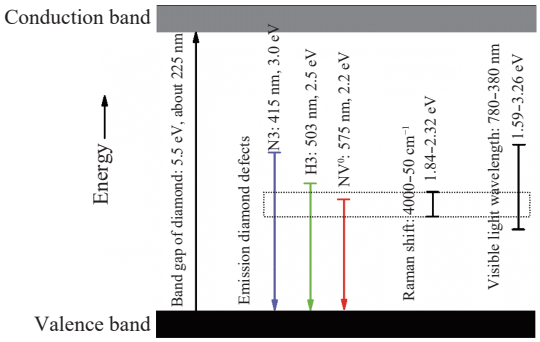


图 7　金刚石缺陷中心及对应的荧光发射能量

Fig. 7　A simplified model of the defect centers and their corresponding fluorescence emission energy in diamonds

含 N 量高的金刚石所含缺陷中心浓度高，其中可致荧光的缺陷中心的类型及浓度决定金刚石压砧对高压拉曼光谱测试信噪比的影响，因此应基于拉曼光谱和光致发光光谱测试进行综合评定。

3 结　论

基于大量高净度、高色级金刚石的测试，研究金刚石压砧的荧光对于高压拉曼散射光谱信噪比的影响，以及适用于拉曼光谱测试的压砧的选取原理及方法。天然 Ia 型金刚石中存在的 N3 和 H3 中心以及 CVD 法合成 IIa 型金刚石中的 NV^0 中心等可致荧光的光学缺陷是引起荧光的原因。利用金刚石二阶拉曼位移峰 2664 cm^{-1} 两侧基线强度比值可准确确定金刚石荧光的强度，比值越高，金刚石荧光越弱，对高压拉曼光谱测试的影响越小。金刚石中可致荧光的缺陷中心的浓度具有不均匀性，多点测试综合分析荧光信息在压砧选取过程中尤为重要。

参考文献:

[1] 李晓东, 李晖, 李鹏善. 同步辐射高压单晶衍射实验技术 [J]. 物理学报, 2017, 66(3): 136–148.

[2] LI X D, LI H, LI P S. High pressure single-crystal synchrotron X-ray diffraction technique [J]. Acta Physica Sinica, 2017, 66(3): 136–148.

[3] MAO H K, CHEN X J, DING Y, et al. Solids, liquids, and gases under high pressure [J]. Reviews of Modern Physics, 2018, 90(1): 015007.

[4] DUBROVINSKY L, DUBROVINSKAIA N, PRAKAPENKA V B, et al. Implementation of micro-ball nanodiamond anvils for high-pressure studies above 6 Mbar [J]. Nature Communications, 2012, 3: 1163.

[5] TATENO S, HIROSE K, OHISHI Y, et al. The structure of iron earth's inner core [J]. Science, 2010, 330(6002): 359–361.

[6] WU X, LIN J F, KAERCHER P, et al. Seismic anisotropy of the D" layer induced by (001) deformation of post-perovskite [J]. Nature Communications, 2017, 8: 14669.

[7] OHTA K, KUWAYAMA Y, HIROSE K, et al. Experimental determination of the electrical resistivity iron at earth's core conditions [J]. Nature, 2016, 534(7605): 95–98.

[8] KONÔPKOVÁ Z, MCWILLIAM R S, GÓMEZ-PÉREZ N, et al. Direct measurement of thermal conductivity in solid iron at planetary core conditions [J]. Nature, 2016, 534(7605): 99–101.

[9] EATON-MAGAÑA S, BREEDING C M. An introduction to photoluminescence spectroscopy for diamond and its applications in gemology [J]. Gems & Gemology, 2016, 52(1): 2–17.

[10] SHIGLEY J E, BREEDING C M. Optical defects in diamond a quick reference chart [J]. Gems & Gemology, 2013, 49(2): 107–111.

[11] ASAMS D M, PAYNE S J. Laser-stimulated fluorescence of diamond [J]. Journal of the Chemical Society Faraday Transactions Molecular & Chemical Physics, 1974, 70(12): 1959–1966.

[12] KUDRYAVTSEV O S, KHOMICH A A, SEDOV V S, et al. Fluorescence and Raman spectroscopy of doped nanodiamonds [J]. Journal of Applied Spectroscopy, 2018, 85(2): 295–299.

[13] BREEDING C M, SHIGLEY J E. The "type" classification system of diamonds and its importance in gemology [J]. Gems & Gemology, 2009, 45(2): 96–111.

[14] DIERKER S B, ARONSON M C. Reduction of Raman scattering and fluorescence from anvils in high pressure Raman scattering [J]. Review of Scientific Instruments, 2018, 89(5): 053902.

[15] HIRSCH K R, HOLZAPFEL W B. Diamond anvil high-pressure cell for Raman spectroscopy [J]. Review of Scientific Instruments, 1981, 52(1): 52–55.

[16] EESLEY G L, LEVESON M D. Coherent, nonlinear two-phonon Raman spectra of diamond [J]. Optics Letters, 1978, 3(5): 178–180.

[17] ENKOVICH P V, BRAZHKIN V V, LYAPIN S G, et al. Quantum effects in diamond isotopes at high pressures [J]. Physical Review B, 2016, 93(1): 014308.

[18] SOLIN S A, RAMDAS A K. Raman spectrum of diamond [J]. Physical Review B, 1970, 1(4): 1687–1698.

[19] KLEIN C A, HARTNETT T M, ROBINSON C J. Critical-point phonon frequencies of diamond [J]. Physical Review B, 1992, 45(22): 12854.

[20] NISSUM M, SHABANOVA E, NIELSEN O F. The second-order Raman spectrum of 13C diamond: an introduction to vibrational spectroscopy of the solid state [J]. Journal of Chemical Education, 2000, 77(5): 633–637.

[21] LUO Y, BREEDING C M. Fluorescence produced by optical defects in diamond: measurement, characterization, and challenges [J]. Gems & Gemology, 2013, 49(2): 82–97.

[22] SOONTHORNTANTIKUL W, WANG W Y. Natural colorless type IIa diamond with bright red fluorescence [J]. Gems & Gemology, 2016, 52(2): 189–190.

Fluorescence Mechanism of Diamond and the Significance in High Pressure Raman Spectrometry

LIU Yungui[1,2], LÜ Zhengxing[2], SONG Haipeng[2], WU Xiang[2]

(1. *College of Gems and Materials Technology*, *Hebei GEO University*, *Shijiazhuang* 050031, *China*;
2. *State Key Laboratory of Geological Processes and Mineral Resources*,
China University of Geosciences, *Wuhan* 430074, *China*)

Abstract: High pressure Raman scattering spectrometry which based on the diamond anvil cell technology plays an important role in the high pressure scientific research. The fluorescence of diamond anvil affects on the signal-to-noise ratio of Raman spectral for the sample in cell. The defect centers of 202 gem-grade diamonds have been confirmed by the photoluminescence spectra. The concentration of N3, H3 and NV^0 defect centers controls the intensity of the zero-phonon line and the fluorescence emission spectrum, and it is positively correlated to the fluorescence intensity. While, the ratio of background intensity on the two sides of the diamond's second-order Raman peak (about 2664 cm^{-1}) has a negative correlation with the fluorescence intensity, thus it could be used to estimate the fluorescence intensity of diamond. In addition, the inhomogeneous of the concentration of defect centers is common in diamond, and it will provide more comprehensive information by multipoint analysis. The results will provide effective theoretical and practical basis for the selection of diamond anvil in high pressure Raman spectra measurement.

Keywords: fluorescence of diamond; diamond anvil cell (DAC); second-order Raman spectra; optical defect centers

DOI: 10.11858/gywlxb.20180550

有限元法在金刚石合成中的应用进展

王健康,李尚升,宋艳玲,李 露,于昆鹏,韩 飞,宿太超,胡美华,吴玉敏

(河南理工大学材料科学与工程学院,河南 焦作 454000)

摘要: 金刚石以其优异的性能广泛应用于国防工程、机械加工、电子科技等领域,其需求量也日益增大。有限元法适用于复杂几何结构和物理问题的模拟分析,由此开辟了有限元法应用于金刚石合成和相应设备优化的新途径。阐述了有限元方法在六面顶压机及金刚石合成腔体工艺方面的应用进展。首先,考虑静力、应力强度、应力分布和形变等影响因素,对铰链梁和工作缸进行模拟分析,运用有限元法对顶锤的作用、破坏机理及新型顶锤设计进行探讨;其次,总结有限元法在金刚石腔体内的温度场、压力场、电学场等研究中的应用进展;最后,对有限元法在金刚石合成中的应用前景进行展望。

关键词: 有限元法;高温高压;金刚石;顶锤

中图分类号: O521.1; TB34 **文献标识码:** A

金刚石以其优异的性能广泛应用于国防工业、机械加工、电子科技等领域[1-3],然而中高端金刚石的量产技术仍有待完善,相应的生产设备亟待优化。国产六面顶压机是我国独立自主研发的高温高压设备,其操作简单、制备成本低、投资少,为大批量生产金刚石奠定了基础[4-5]。顶锤作为合成金刚石的主要耗材,要求其具有一定的韧性、刚性、耐热性和抗热疲劳能力,同时还要具有高抗压强度、良好的热疲劳性能及抗热冲击性能。因此,需要对顶锤的作用原理、应力破坏机理和倒角结构进行研究和优化。

有限元法是一种常用的解决复杂几何结构和物理问题的数值计算方法,其基本思想[6]是:将连续的求解域离散为一组单元的组合体,用每个单元内假设的近似函数分片表示求解域上待求的未知场函数,近似函数通常由未知场函数及其导数在单元各节点的数值插值函数表达,从而使一个连续的无限自由度问题变成离散的有限自由度问题。常用的有限元分析软件有 ANSYS[7]、Patran/Nastran、Abaqus 等。其中,ANSYS 的功能强大、操作简单,在国内外有着广泛的应用,适用于复杂物理结构的应力场、温度场、压力场等模拟分析。

将有限元方法应用于金刚石生产,对于提高设备性能具有重要意义,例如应用有限元分析方法可使顶锤的设计、开发和优化工作更加高效[8]。金刚石是在腔体内生长的,在金刚石生长的“V”形区域内,通过调控温度和压力可获得塔状、板状等类型金刚石,然而合成腔内的温度和压力等无法原位测量,限制了金刚石合成的进一步研究[9]。随着人造金刚石合成工艺的推广以及国内外对中高端金刚石需求量的增大[10-11],迫切需要改进、优化、调控合成金刚石技术及相应设备。将有限元方法运用于金刚石合成中,对金刚石合成工艺优化具有深远意义。本文针对有限元法在金刚石合成设备及工艺中的应用进行论述,据此提出未来研究的方向。

* 收稿日期: 2018-05-02; 修回日期: 2018-05-28

基金项目: 河南省自然科学基金(182300410279);河南省科技攻关项目(182102210311, 172102210283);河南理工大学材料工程专业学位研究生专业实践示范基地(2016YJD03)

作者简介: 王健康(1992—),男,硕士研究生,主要从事金刚石大单晶合成研究. E-mail: 527719003@qq.com

通信作者: 李尚升(1966—),男,博士,副教授,主要从事单晶金刚石研究. E-mail: lishsh@hpu.edu.cn

1　有限元法在六面顶压机优化中的应用

1.1　铰链梁和工作缸

运用有限元法改进和优化六面顶压机时，主要针对压机的两个关键部件：铰链梁和工作缸。通过对这些部件进行建模分析，可以得到其应力分布，则各部位的受力特点一目了然。在研究铰链梁和工作缸时，设计者主要考虑静力、应力、疲劳强度[12-13]、应力分布及形变[14-15]。近年来，国内科研工作者运用有限元法在压机应用上做了大量的研究工作。王良文等[12]对 UDS-III 型压机进行模拟分析，通过对铰链梁和工作缸的静力、应力-应变以及强度分析，指出密封槽应放置于靠近工作缸的上底面，堵头和铰链梁的刚度和强度应具有一致性。刘竹丽等[13]针对铰链梁受载荷作用时易产生疲劳破坏的问题，通过疲劳强度设计以及铰链梁的有限元分析，对比基于静压强度的铰链梁优化设计下的应力和变形，指出在进行铰链梁优化时考虑抗疲劳强度不仅能减小工作件体积，降低等效应力，提高疲劳安全系数，而且能提高铰链梁的工作寿命。张聪等[14]在考虑销轴的情况下对压机进行建模，指出铰链梁和工作缸上的 von Mises 应力峰值分别位于凸耳内通孔处和底部圆弧处。汪曙光[15]对压机在实际工作中的应力分布和形变进行建模分析，指出缸底圆弧半径 R 的尺寸在一定程度上影响底部应力的大小，凸耳宽度 H 增大、应力减小的同时，其体积将增大，凸耳上两个倒角的尺寸 D、d 对应力的影响很小，如图 1 所示。有限元法的应用使六面顶压机的改进摒弃经验化，用科学的方法使压机不断优化，并推动生产力不断发展。在今后的研究中，应更多地考虑压机外部因素（如缸底圆弧、凸角尺寸、铰链梁和工作缸的设计）和内部因素（如各零件的应力和应变等）的影响，使模拟分析更加贴近实际情况，从而不断提升压机性能。

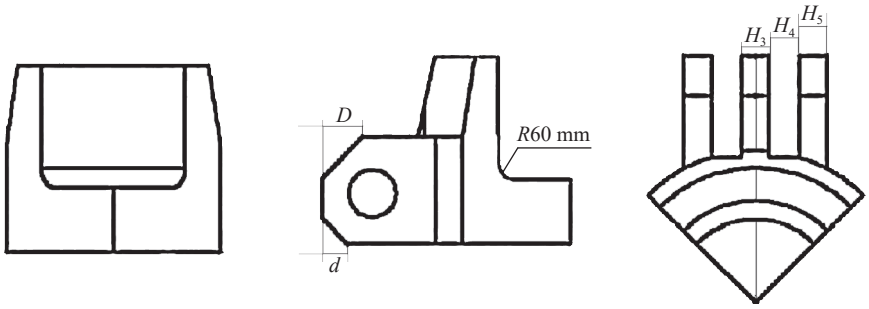


图 1　铰链梁设计变量[15]

Fig. 1　Design parameters of hinge beam[15]

1.2　顶　锤

顶锤作为六面顶压机的关键部件，其性能的优劣很大程度上决定着金刚石高温高压合成能否正常进行，也决定着批量合成金刚石的经济效益。近年来，科研工作者对顶锤的研究主要从以下 3 方面开展：顶锤作用机理、顶锤破坏机理、新型顶锤设计。

1.2.1　顶锤作用机理

顶锤作用机理包括钢环侧向支撑和二者过盈配合。牛炜霖[16]在研究对顶锤侧向支撑原理时指出，顶锤工作时由钢环提供侧面支撑，二者过盈配合给顶锤外表面施加径向预紧力，但顶锤所受预紧力的各向异性导致无法对顶锤进行应力分析。韩奇钢[17]运用有限元法对顶锤和钢环的过盈配合进行建模分析，指出过盈配合所产生的预应力非均匀分布在顶锤外圆柱表面，且预应力峰值分布在外圆柱底面；同时，他还分析了侧向支撑原理，指出侧向支撑力的作用是优化内力分布以及提高部件的承受载荷和刚度，不可盲目增加过盈量，并探寻出合理的过盈量为 0.10～0.25 mm。与此同时，研究发现，在获得相同压力的情况下，增大侧向支撑面积可以降低油压，延长顶锤的使用寿命，而最优面积为 27.96 cm^2[18]。运用有限元法分析顶锤的作用机理不仅可以更好地模拟、观察顶锤和钢环的应力分布，而且可以获得

合理的过盈量, 从而有助于实际操作中顶锤和钢环的安装。在以后的研究中需要不断丰富不同外径尺寸的顶锤和钢环的过盈量, 保证顶锤高效、安全地使用。

1.2.2　顶锤破坏机理

顶锤的破坏主要取决于其内部材料缺陷及各种应力分布情况。韩奇钢等[19]在考虑钢环预紧力的影响下对压机顶锤进行有限元分析, 得到顶锤、钢环、垫块的 von Mises 应力分布, 指出顶锤内部材料和缺陷的屈服造成顶锤面边缘产生裂纹, 径向剪切应力使裂纹扩展导致顶锤断裂。他们还利用有限元热力耦合方法, 分析了顶锤内部的温度场和热应力分布, 研究发现: 顶锤内部存在温度梯度, 从而产生热剪切应力, 使顶锤在 41.5°小斜面和 46°大斜面处易发生断裂[20]。当顶锤斜边角度在 42°～45°之间时, 随着角度的增加, 压力转化提高, 但是到一定程度时顶锤会产生破坏[21]。Adams 等[22]研究了顶锤上的应力分布, 发现较大的正应力和剪应力位于顶锤的工作面, 张应力位于顶锤底部, 导致顶锤断裂的最主要张应力位于顶锤圆柱表面。顶锤作为压机核心部件, 其特殊的材质和高昂的价格增加了深入研究破坏机理的必要性。利用有限元法对顶锤和钢环等部件进行应力分析可以明确破坏成因及易损角度, 从而在新型顶锤设计方面有所改进。在实际应用中, 温度对顶锤的影响是不可忽略的, 不同温度下顶锤的破坏也可以利用有限元法做进一步研究。

1.2.3　新型顶锤设计

为了提高顶锤的耐用性, 研究人员利用有限元法进行了新型顶锤设计。于歌等[23]、韩奇钢等[24]基于有限元法设计了新型圆角式和锥形顶锤, 在保证传压效率的同时, 可延长顶锤的使用周期, 提升腔体极限压力至十几吉帕。Moss 等[25]、韩奇钢等[26-27]指出, 双斜边顶锤在压力转化和压力极限方面都优于单斜边顶锤, 具有升压快、不易断裂的特性, 并且最优的碳化钨材质的顶锤斜边长 l 为 13 mm, 角度 α 为 41.5°, 如图 2 所示。此外, 他们还根据多层压力容器和大支撑理论设计出复合顶锤, 相比于传统顶锤, 在保证传压效率的同时, 大大降低了顶锤的质量、断裂几率和造价[28]。Kondrat 等[29-30]采用能量色散衍射技术测量复合铼顶锤的压力分布, 压力可达 213 GPa, 剪应力超过 100 GPa, 获得了有效的杨氏模量、泊松比、屈服应力等重要参数, 为获得超高压顶锤提供了方法依据。基于有限元法的新型顶锤设计主要集中在顶锤的外形和倒角, 通过改变参数以获得优质顶锤。

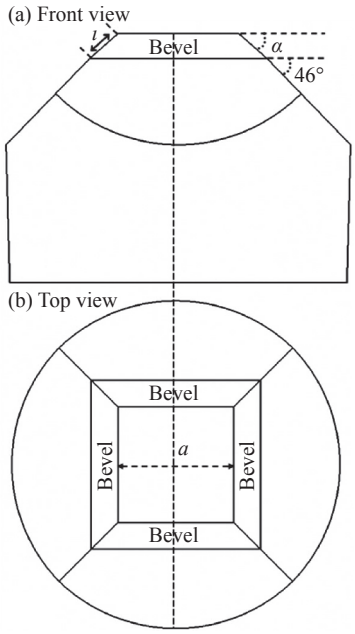


图 2　碳化钨顶锤工程图[27]

Fig. 2　Engineering drawing for the WC anvil[27]

2　有限元法在合成腔体工艺条件中的应用

合成腔体作为金刚石生长的“孵化器”, 其内部工艺条件主要有温度和压力两方面。掌握和调节合成腔体内部的温度和压力分布有助于进一步优化金刚石合成工艺。通过有限元法对合成腔体的温度和压力进行建模分析, 可以准确获取腔内的温度和压力分布, 配合实验进行验证, 对于合成高品质金刚石具有指导意义。

2.1　温度场

近年来, 科研工作者主要对腔体温度分布[31]、温度控制方法等做了大量工作, 同时对不同加载条件下的腔体进行了研究。

2.1.1　温度分布

在温度分布方面：李瑞等[32]对人造板状金刚石合成腔的温度分布进行了有限元分析，结果表明：初始锤温影响腔体温度的热平衡，进而影响金刚石的成核生长；合成腔内温度分布为中心高边缘低，腔内温度分布不均主要归因于边界的热传导，不同温度下热平衡状态的温度分布如图 3 所示，这与李战厂等[33]获得的用温度梯度法生产宝石级金刚石的腔体温度分布一致。Zhang 等[34]进一步指出，合成腔内较大的温度差导致不成核区域形成，高质量六八面晶型金刚石生长在离热源近的区域，即合成块中心。对合成宝石级金刚石大单晶腔体温度场的研究结果表明：合成过程中腔体温度分布不均，高温分布在碳源和触媒周围，低温分布在晶种附近，热量从碳源两侧向晶种附近传递；晶种轴向温度梯度高于径向温度梯度，造成单晶轴向生长尺寸大于径向[9]。对于金刚石合成腔体内的温度分布，相关研究结果基本一致，均指出腔体中心部分的温度最高，轴向和径向的温度不同。深入研究腔体内部的温度分布可以加深对金刚石合成机理的理解。

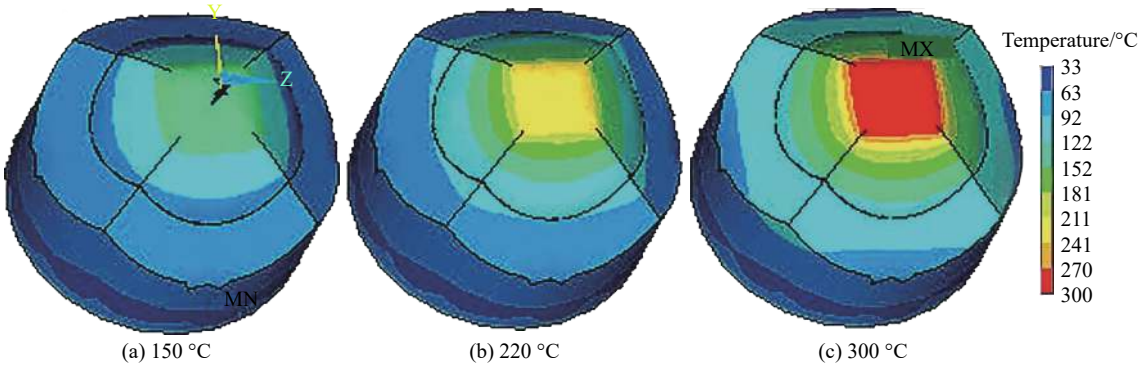


图 3　锤面温度分别为 150、220 和 300 ℃ 的热平衡状态下的顶锤温度分布[32]

Fig. 3　Temperature distributions on the anvil under thermal equilibrium state when the initial temperatures of the anvil are (a) 150, (b) 220 and (c) 300 ℃, respectively[32]

2.1.2　温度控制方法

在温度控制方法方面：卢金斌等[35]对采用间接加热方式合成金刚石大腔体的温度场进行了有限元分析，认为间接加热方式使腔体内部温度分布较均匀，采用间接加热组装结构、非恒功率加热工艺和大腔体的方式可使腔体各部位压力、温度相匹配，为高品质金刚石生长提供了合适的环境；刘衍聪等[36]探讨了合成腔中心温度控制方法，指出固定功率升温时，升温时间效应可用来描述腔体中心温度变化，且在温度稳定阶段进行精确的预测和控制。温度对金刚石的生长至关重要，研究温度的测量、控制及加热方式有助于合成高品质金刚石。

2.2　压力场

李瑞等[37]对叶蜡石块的压力分布和转化进行了分析，结果表明：叶蜡石块受挤压时会产生形变，承受 90% 的各向同性压力，而压力梯度是由非均匀应力引起的。同时，他们还对媒介下的叶蜡石进行了分析，发现在 3.78 GPa 和 5.5 GPa 下叶蜡石中心存在连续静压力，压力差小于 50 MPa，并阐释了媒介的弹性模量等性能是如何影响压机的[38]。此外，他们还测量了 5.7 GPa 下叶蜡石的弹性参数，分析了叶蜡石块上的压力分布以及温度对压力转化的影响，为寻找新的传压介质材料奠定了理论基础[39]。研究叶蜡石块的压力分布有助于进一步了解金刚石的合成，寻找新的传压介质材料将是今后的研究方向。

2.3　电学场和扩散场

除了腔体温度和腔体压力之外，研究人员还利用有限元法对腔体的电学场和扩散场进行了分析。例如：李瑞等[40]运用有限元法模拟了金刚石合成腔体的电流密度分布，发现腔体两端的电流密度最大，电流由边缘向腔体中心轴汇聚；肖宏宇等[41]研究了合成腔体内碳素扩散场，指出扩散场对晶体品质和

形貌有影响。研究腔体内的电学场和扩散场有利于进一步理解金刚石成核、析晶机理，从而有助于合成高品质金刚石。丰富金刚石腔体内电学场和扩散场的研究对于促进金刚石合成和腔体优化设计具有指导意义。

3 展　望

全球对人造金刚石的需求量不断增大，有限元方法的应用使压机和金刚石合成不断优化，生产效率不断提高。但是，有限元法在压机和腔体设计中的应用是有条件限制的，为了更好地使模拟贴近实际情况，还应大力发掘可操作条件。对于压机，更多地考虑压机外部因素（如缸底圆弧、凸角尺寸、铰链梁和工作缸的设计）和内部因素（如各零件的应力、应变等）的影响，使模拟分析更加贴近实际，不断提升压机性能。相关研究不仅能预防事故的发生，对人造金刚石合成工艺的推广也将产生较大影响。对于腔体，其温度、压力、对流场等都不可视，要充分结合实验与有限元法，使金刚石合成机理更加明确、可控。有限元法配合计算机技术为金刚石合成及相关设备优化提供了便利条件，如何使金刚石合成技术更加成熟、稳定，仍需要进一步探索。

参考文献:

[1] 罗中平, 姚亚林, 夏志华, 等. 磁性对人造金刚石单晶机械性能的影响 [J]. 高压物理学报, 2009, 23(3): 236–240.
LUO Z P, YAO Y L, XIA Z H, et al. Study on the influence of magnetism of synthetic diamond single crystal on their mechanical performances [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2009, 23(3): 236–240.

[2] 张文凯, 彭放, 郭振堂, 等. 高压烧结镀 Cr、Ti 膜金刚石/铜复合材料热导率研究 [J]. 高压物理学报, 2012, 26(3): 306–312.
ZHANG W K, PENG F, GUO Z T, et al. Research on thermal conductivity of diamond with Cr, Ti coating/copper composite materials by sintering under high pressure [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2012, 26(3): 306–312.

[3] 曹海要, 战再吉. 铜/金刚石复合材料电磁轨道烧蚀特性的实验研究 [J]. 高压物理学报, 2016, 30(4): 317–322.
CAO H Y, ZHAN Z J. Experimental study of Cu/diamond composite electromagnetic rail ablation characteristics [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2016, 30(4): 317–322.

[4] 陆振勤, 胡毅胜, 郭滇生, 等. 金刚石合成设备的技术进展 [J]. 超硬材料工程, 2011, 23(3): 23–25.
LU Z Q, HU Y S, GUO D S, et al. Technical progress of diamond synthesis equipment [J]. Superhard Material Engineering, 2011, 23(3): 23–25.

[5] 张聪. 有限单元法在六面顶压机结构分析及优化设计中的应用 [D]. 长春: 吉林大学, 2010: 18-23.

[6] 王勖成. 有限单元法基本原理和数值方法 [M]. 2 版. 北京: 清华大学出版社, 1997: 1-2.

[7] 黄志新. ANSYS Workbench 14.0 超级学习手册 [M]. 北京: 人民邮电出版社, 2013: 1-3.

[8] 韩奇钢, 马红安, 李瑞, 等. 基于有限元法确立碳化钨顶锤的破裂判据 [J]. 高压物理学报, 2010, 24(1): 1–5.
HAN Q G, MA H A, LI R, et al. The criterion for crack of tungsten carbide anvil based on finite element method [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2010, 24(1): 1–5.

[9] 韩奇钢, 马红安, 肖宏宇, 等. 基于有限元法分析宝石级金刚石的合成腔体温度场 [J]. 物理学报, 2010, 59(3): 1923–1927.
HAN Q G, MA H A, XIAO H Y, et al. Finite element method study on the temperature distribution in the cell of large single crystal diamond [J]. Acta Physica Sinica, 2010, 59(3): 1923–1927.

[10] 韩奇钢. 人造金刚石的制备方法及其超高压技术 [J]. 高压物理学报, 2015, 29(4): 313–320.
HAN Q G. Preparation methods and ultra-high pressure technologies of synthetic diamonds [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2015, 29(4): 313–320.

[11] 王海阔, 贺端威, 许超, 等. 基于国产铰链式六面顶压机的大腔体静高压技术研究进展 [J]. 高压物理学报, 2013, 27(5): 633–661.
WANG H K, HE D W, XU C, et al. Development of large volume-high static pressure techniques based on the hinge-type cubic presses [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2013, 27(5): 633–661.

[12] 王良文, 刘建设, 汪曙光, 等. UDS-Ⅲ型金刚石压机结构的有限元分析 [J]. 机械设计, 2005, 22(3): 38–41.
WANG L W, LIU J S, WANG S G, et al. Finite element analysis on the structures of UDS-Ⅲ typed diamond press [J]. Journal

of Machine Design, 2005, 22(3): 38–41.

[13] 刘竹丽, 梁颖, 秦东晨. 基于有限元法的铰链梁疲劳强度分析与设计研究 [J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2006(4): 38–42.
LIU Z L, LIANG Y, QIN D C. Investigation on fatigue strength and design of hinge sleeve based on FEM [J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2006(4): 38–42.

[14] 张聪, 马红安, 韩奇钢, 等. 高压下国产六面顶压机铰链梁和工作缸的应力分析 [J]. 高压物理学报, 2010, 24(5): 321–325.
ZHANG C, MA H A, HAN Q G, et al. Stress analysis on hinge sleeve and cylinder of china-type cubic-anvil high pressure apparatus under high pressure [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2010, 24(5): 321–325.

[15] 汪曙光. 基于 Ansys Workbench 六面顶压机优化分析 [J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2015(2): 69–73.
WANG S G. Optimization analysis of cubic diamond press based on Ansys Workbench [J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2015(2): 69–73.

[16] 牛炜霖. 聚晶金刚石取放机械手设计及压机顶锤应力分析 [D]. 郑州: 郑州大学, 2014: 15-17.

[17] 韩奇钢. 有限元法在六面顶顶锤优化设计中的应用 [D]. 长春: 吉林大学, 2008: 22-24.

[18] HAN Q G, LI M Z, JIA X P, et al. Finite element analysis and design of cubic high-pressure anvils based on the principle of lateral support [J]. Review of Scientific Instruments, 2010, 81(12): 123901.

[19] 韩奇钢, 马红安, 李瑞, 等. 六面顶压机硬质合金顶锤应力与破裂机理的有限元分析 [J]. 重型机械, 2007(3): 27–31.
HAN Q G, MA H A, LI R, et al. The stress and fracture mechanism analysis on cemented carbide anvils of cubic apparatus based on FEM [J]. Heavy Machinery, 2007(3): 27–31.

[20] 韩奇钢, 贾晓鹏, 马红安, 等. 基于三维有限元法模拟分析六面顶顶锤的热应力 [J]. 物理学报, 2009, 58(7): 4812–4816.
HAN Q G, JIA X P, MA H A, et al. Finite element simulations of thermal-stress on cemented tungsten carbide anvil used in cubic high pressure apparatus [J]. Acta Physica Sinica, 2009, 58(7): 4812–4816.

[21] HAN Q G, ZHANG Q, LI M Z, et al. An effective solution for the best set of beveling parameters of the cubic high-pressure tungsten carbide anvil [J]. Chinese Physics Letters, 2012, 29(11): 116201.

[22] ADAMS D M, SHAW A C. A computer-aided design study of the behaviour of diamond anvils under stress [J]. Journal of Physics D, 1982, 15(9): 1609–1635.

[23] 于歌, 韩奇钢, 李明哲, 等. 新型圆角式高压碳化钨硬质合金顶锤的有限元分析 [J]. 物理学报, 2012, 61(4): 63–67.
YU G, HAN Q G, LI M Z, et al. Finite element analysis of the high-pressure tungsten carbide radius-anvil [J]. Acta Physica Sinica, 2012, 61(4): 63–67.

[24] HAN Q G, YANG W K, ZHU P W, et al. Design and performance of tapered cubic anvil used for achieving higher pressure and larger sample cell [J]. Review of Scientific Instruments, 2013, 84(7): 073902.

[25] MOSS W C, HALLQUIST J O, REICHLIN R, et al. Finite element analysis of the diamond anvil cell: Achieving 4.6 Mbar [J]. Applied Physics Letters, 1986, 48(19): 1258–1260.

[26] HAN Q G, JIA X P, QIN J M, et al. FEM study on a double-beveled anvil and its application to synthetic diamonds [J]. High Pressure Research, 2009, 29(3): 449–456.

[27] HAN Q G, LI M Z, JIA X P, et al. Modeling of effective design of high pressure anvils used for large scale commercial production of gem quality large single crystal diamond [J]. Diamond and Related Materials, 2011, 20(7): 969–973.

[28] HAN Q G, MA H A, HUANG G F, et al. Hybrid-anvil: a suitable anvil for large volume cubic high pressure apparatus [J]. Review of Scientific Instruments, 2009, 80(9): 096107.

[29] KONDRAT'YEV A I, VOHRA Y K. Finite-element modeling of stresses and strains in a diamond anvil cell device: case of a diamond-coated rhenium gasket [J]. High Pressure Research, 2007, 27(3): 321–331.

[30] KONDRAT Y A, MURPHY M J, WEIR S T, et al. Comparison of finite element modeling and experimental pressure distribution in a diamond anvil cell [C]//APS Southeastern Section Meeting, 2002.

[31] 刘芳, 刘永刚, 谢鸿森. 六面顶压机高压腔体温度场的数值模拟 [J]. 高压物理学报, 2012, 26(2): 135–140.
LIU F, LIU Y G, XIE H S. Numerical simulation of temperature field in sample assembly of cubic press [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2012, 26(2): 135–140.

[32] 李瑞, 马红安, 韩奇钢, 等. 基于 ANSYS 的金刚石合成腔内的温度场分析 [J]. 吉林大学学报(工学版), 2008, 38(3): 535–538.
LI R, MA H A, HAN Q G, et al. Analysis of temperature field in diamond synthetic chamber based on ANSYS [J]. Journal of Jilin (University Engineering and Technology Edition), 2008, 38(3): 535–538.

[33] LI Z C, JIA X P, HUANG G F, et al. FEM simulations and experimental studies of the temperature field in a large diamond crystal growth cell [J]. Chinese Physics B, 2013, 22(1): 363–367.

[34] ZHANG Q, LI R, GU X, et al. Thermal analysis of the growth process of synthetic diamond in the large volume cubic press apparatus with large deformation of high pressure cell [J]. Journal of Crystal Growth, 2015, 420: 80–83.

[35] 卢金斌, 穆云超, 王秦生, 等. 基于ø69 mm 腔体温度场数值模拟的高品级金刚石合成工艺优化 [J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2010, 30(6): 50–53.
LU J B, MU Y C, WANG Q S, et al. Optimization of diamond synthesis process based on numerical simulation on temperature field in ø69 chamber [J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2010, 30(6): 50–53.

[36] 刘衍聪, 郭欣, 伊鹏, 等. 六面顶压机合成腔中心温度轨迹控制方法研究 [J]. 人工晶体学报, 2011, 40(1): 27–32.
LIU Y C, GUO X, YI P, et al. Study on temperature tracking control approach of cubic press center [J]. Journal of Synthetic Crystals, 2011, 40(1): 27–32.

[37] LI R, MA H A, HAN Q G, et al. Simulation of pressure distribution in a pyrophyllite high-pressure cell by finite-element analysis [J]. High Pressure Research, 2007, 27(2): 249–257.

[38] LI R, XU B, ZHANG Q, et al. Finite-element analysis on pressure transfer mechanism in large-volume cubic press [J]. High Pressure Research, 2016, 36(4): 575–584.

[39] LI R, MA H A, YIN B H, et al. Finite element analysis on pressure-transmitting behavior of pyrophyllite block based on ANSYS/LS-DYNA [J]. Journal of Jilin University, 2008, 38(2): 292–297.

[40] 李瑞, 马红安, 臧传义, 等. 有限元法计算模拟金刚石合成腔内的电学场 [J]. 金刚石与磨料磨具工程, 2006(3): 4–7.
LI R, MA H A, ZANG C Y, et al. Computer simulation of the electric field in diamond synthetic chamber using FEM [J]. Diamond & Abrasives Engineering, 2006(3): 4–7.

[41] 肖宏宇, 臧传义, 马红安, 等. 碳素扩散场对塔状晶体合成的影响 [J]. 超硬材料工程, 2008, 20(6): 1–4.
XIAO H Y, ZANG C Y, MA H A, et al. Effects of carbon diffusion field on the synthesis of tower shape diamond crystals [J]. Superhard Material Engineering, 2008, 20(6): 1–4.

Progress in the Application of Finite Element Method in Synthetic Diamonds

WANG Jiankang, LI Shangsheng, SONG Yanling, LI Lu, YU Kunpeng,
HAN Fei, SU Taichao, HU Meihua, WU Yumin

(*School of Materials Science and Engineering*, *Henan Polytechnic University*, *Jiaozuo* 454000, *China*)

Abstract: Diamonds with excellent performances were used widely in national defense construction, mechanical processing, electronic science and technology, and so on. The demand for diamonds at home and abroad is also increasing. Finite element method (FEM) is suitable for simulation analysis of complex geometric structure and physical problems. FEM is applied to the optimization of synthetic technology and corresponding device for diamond. In this paper, the application progress of FEM in the apparatus of high pressure and the chamber of diamond synthesis are reviewed. Firstly, hinge beam and working cylinder are simulated and analyzed by considering facts such as static forces, stress strength, stress distribution, and deformation. Also, the mechanism of the action, the damage, and the new design for anvil were simulated and analyzed by FEM. Secondly, it is summarized that the application progress of diamond chamber with temperature field, pressure field, and electrical field, etc. is simulated and analyzed using FEM. Finally, the application prospect of FEM in diamond synthesis is forecasted.

Keywords: finite element method; high temperature and high pressure; diamond; anvil

DOI: 10.11858/gywlxb.20190726

基于埋入式应变片的纤维缠绕压力容器的健康监测

肖 飚, 杨 斌, 胡超杰, 项延训, 轩福贞

(华东理工大学机械与动力工程学院, 上海 200237)

摘要: 在玻璃纤维缠绕金属内胆复合材料压力容器的制备过程中, 将应变传感器埋在金属内胆与玻璃纤维/环氧树脂复合材料层之间, 得到了具有原位监测功能的纤维缠绕压力容器。对该纤维缠绕压力容器开展水压疲劳和爆破实验。疲劳压力的最大值和最小值分别为 25 MPa 和 2 MPa, 最大疲劳周次为 5700; 打压爆破压力为零到爆破压力, 打压速率为 2 MPa/s。实验过程中, 利用埋入式应变传感器原位监测了压力容器的应变变化, 建立了不同载荷作用下纤维缠绕压力容器的应变与受载情况之间的关联。结果表明: 采用埋入式应变传感器监测纤维缠绕压力容器的健康状况具有可行性; 该方法在保护应变传感器不受外载荷破坏的前提下, 原位监测了压力容器在疲劳和爆破实验中的应变变化趋势。

关键词: 复合材料压力容器; 健康监测; 埋入式应变片; 疲劳; 爆破

中图分类号: O347; O521.3 **文献标识码:** A

相对于全金属压力容器, 复合材料压力容器(COPV)具有质轻高强、容器特性系数高、可靠性高、抗疲劳性能好等诸多特点, 在石油化工、核电、航空航天、航海等诸多工程领域得到广泛应用[1–2]。在复合材料压力容器的使用过程中, 不可避免地受到力学冲击、环境腐蚀、振动等外界载荷作用, 使其服役可靠性遭受巨大威胁[3–4]。一般采用传统的安全系数法设计复合材料压力容器, 但有学者认为这种方法的取值范围很大, 既不能保证结构的绝对安全, 又不能给出结构的安全可靠程度[5]。因此, 发展复合材料压力容器的健康监测技术对于避免结构突发破坏, 保障其全寿命周期的服役安全具有重要意义。

Ozevin 等[6]、Chou 等[7] 利用声发射技术研究了压力管道和容器在不同工况下的声发射特性, 并利用该方法实现了纤维缠绕压力容器的损伤检测, 且所得损伤结果可靠性高。含有损伤的纤维缠绕压力容器的振动特性与健康压力容器的振动特性不同。为此, Khan 等[8] 建立了基于振动特性的压力容器损伤分类方法, 通过引入深度学习方法, 对压力容器的不同损伤程度进行分类, 结果表明该方法的可行性高。王晓勇等[9] 利用 X 射线切线照相检测技术对纤维缠绕压力容器进行检测, 解决了常规检测方法无法对容器缠绕层层间分层、层间裂纹、脱粘等损伤检测的问题。杜善义等[10] 提出用应力波技术对复合材料构件的损伤进行无损检测, 并用该方法检测了带有橡胶内衬的复合材料板壳的损伤, 绘制出损伤区的幅值特性曲线, 确定了橡胶内衬的损伤分布情况, 并对某型火箭发动机的缩比圆柱壳体开展了实际检测, 取得了令人满意的效果。乔业程等[11] 分析了压力容器氢损伤的超声波法、挂片法、金相检测法、衍射波时差法等检测方法。赵海涛等[12] 阐述了纤维缠绕复合材料压力容器健康检测所用传感器的特点和原理, 并对纤维缠绕压力容器的固化过程、服役环境、内压和结构应变、损伤、爆破压力以及泄漏的监测进行了介绍和比较。

* **收稿日期:** 2019-02-10; **修回日期:** 2019-03-07

基金项目: 国家重点研发计划(2018YFC0808800); 国家自然科学基金(11702097, 51835003); 中央高校基本科研业务费(222201714015)

作者简介: 肖 飚(1982—), 男, 博士研究生, 主要从事压力容器结构健康监测及损伤检测技术研究. E-mail: yxiaobiao@ssei.cn

通信作者: 杨 斌(1988—), 男, 博士, 讲师, 硕士生导师, 主要从事复合材料压力容器的力学性能及健康监测研究. E-mail: yangbin@ecust.edu.cn

采用埋入式传感器可以实现结构性能的原位测试[13−16]。很多研究者将原位监测技术应用于混凝土和复合材料结构，取得了大量成果，例如：Ghimire 等[17] 利用埋入式应变片原位监测混凝土梁的应变状态；Wang 等[18] 将应变传感器埋入混凝土筒体中，监测得到疲劳载荷作用下的应变值；Chowdhury 等[19] 利用埋入式应变片测试了复合材料在拉伸载荷作用下的应变；Kanerva 等[20] 将应变片埋入混杂复合材料结构中，原位测试了碳纤维增强复合材料的层间变化，结果表明该方法可以精准地监测复合材料的层间状态。然而，利用埋入式传感器对复合材料压力容器进行原位健康监测的研究报道相对较少。复合材料压力容器在工作时受到内部压力和外部环境的共同作用，结构本身将发生损伤，对损伤进行原位监测并获得剩余寿命具有重要意义。另外，在载荷和环境的交互作用下，复合材料压力容器的金属内衬和复合材料层之间的粘结界面易发生脱粘失效，利用埋入式传感器可原位监测材料界面的应变，以获得复合材料压力容器的健康状态。

本工作针对玻璃纤维缠绕金属内胆压力容器的健康监测技术开展研究。首先，在纤维缠绕压力容器的制备过程中，采用埋入式应变传感器，得到具有原位监测功能的纤维缠绕压力容器；随后开展纤维缠绕压力容器的打压疲劳和打压爆破实验，利用埋入式应变传感器原位监测压力容器在不同载荷作用下的应变变化。

1　试验材料、制备方法及性能测试

1.1　纤维缠绕压力容器所需试验材料

纤维缠绕压力容器由金属内胆及包覆在外部的玻璃纤维增强环氧树脂复合材料组成。金属内胆购于上海容华高压容器有限公司，材料为 30CrMo 钢，总长度为 750 mm，其他参数列于表 1。玻璃纤维为 ECT468T-1200 型单向玻璃纤维纱线，单纤维直径为(20＋2)μm。外层缠绕玻璃纤维复合材料的树脂基体为环氧树脂，型号为 E-51，购于天津市凯力达化工贸易有限公司，固化剂和促进剂分别为过氧化甲乙酮和二甲基苯胺。使用时，复合材料层中的环氧树脂、固化剂和促进剂的质量比约为 100∶1∶0.1。

表 1　纤维缠绕压力容器中金属内胆参数

Table 1　Parameters of the inner metal tank in the filament wound pressure vessel

Material	External diameter/mm	Wall thickness /mm	Height /mm	Weight /kg	Volume /L	Work pressure /MPa	Top pressure /MPa
30CrMo steel	325	5	750	45.3	55	20	34

1.2　具有原位监测功能的复合材料压力容器制造方法

研究所用的复合材料压力容器采用纤维缠绕工艺制得。图 1(a)显示了玻璃纱线在金属内胆上的绕纱工艺。金属内胆绕轴线做旋转运动，玻璃纤维纱线经过环氧树脂浸胶槽浸润后缠绕在金属内胆上，缠绕角度通过调节纱线平移速度控制。用于原位监测纤维缠绕压力容器的应变片粘贴在金属内胆外表面，其引线沿着内胆轴向引出，如图 1(b)所示，应变片埋在纤维缠绕压力容器的内胆层与纤维层之间。复合材料压力容器上缠绕的玻璃纤维层数为 40，铺层形式为 $[90°_{10}/(\pm15°)_{20}/90°_{10}]$(角度指纤维与压力容器轴的夹角)。将带有埋入式应变片的纤维缠绕压力容器在加热箱中高温固化，从而得到具有原位监测功能的纤维缠绕压力容器。如图 1(c)所示，应变片埋在距离复合材料压力容器其中一个封头端 170 mm 处。为了得到纤维缠绕压力容器不同方向的应变变化，分别沿压力容器的轴向(0°)、周向(90°)和 45°方向铺设应变片。

1.3　力学性能测试

对带有埋入式应变片的纤维缠绕压力容器开展水压疲劳及水压爆破两类实验，实验装置如图 2 所示。在打压过程中，利用多通道应变仪测量纤维缠绕压力容器的应变变化。疲劳参数见图 3，疲劳的最大和最小压力分别设置为 25 MPa 和 2 MPa，最大疲劳周次为 5700，具体参数列于表 2。从打压爆破压力为零到爆破压力，打压速率为 2 MPa/s。在打压过程中，利用埋入式应变片原位监测纤维缠绕压力容

器的应变变化。对两个纤维缠绕压力容器开展了原位监测: 一个压力容器先用于疲劳实验, 然后进行打压实验; 另一个压力容器则直接进行打压爆破实验。在打压爆破实验中, 为了使纤维缠绕压力容器沿指定位置开裂, 在直接打爆的纤维缠绕压力容器上预制人工缺陷, 人工缺陷与压力容器一个封头端的距离为 170 mm。

图 1　具有原位监测功能的复合材料压力容器制备过程: (a)纤维缠绕工艺, (b)粘贴在金属内胆的应变片, (c)带有埋入式应变片的纤维缠绕压力容器

Fig. 1　Preparation of the filament wound pressure vessel with the embedded strain gauges: (a) the fiber winding processing; (b) the strain gauges attached on the inner steel tank; (c) the pressure vessel with the embedded stain gauges

图 2　纤维缠绕压力容器原位监测装置

Fig. 2　Experimental setup for *in-situ* monitoring the filament wound pressure vessel

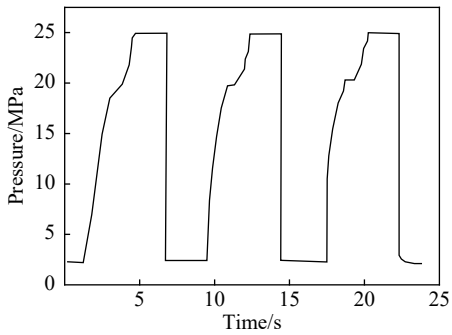


图 3　水压疲劳实验参数

Fig. 3　Parameters of hydraulic fatigue cycling

表 2　纤维缠绕压力容器打压疲劳试验参数

Table 2　Parameters of the hydraulic fatigue cycling

Media	Cycling rate	Minimum pressure/MPa	Rising pressure time/s	Minimum pressure holding time/s
Water	7.8	2	3.1	2
Temperature/℃	Cycle times	Maximum pressure/MPa	Pressure drop time/s	Maximum pressure holding time/s
11.2	5700	25	0.6	2

2　结果与讨论

图 4 给出了利用埋入式应变传感器在第 3000～3300 周疲劳时监测得到的纤维缠绕压力容器的应

变-疲劳时间曲线及其局部放大图，其中 CH11、CH12 和 CH13 分别代表沿压力容器轴向、45°方向及周向布置的应变片测得的应变。可以看出，随着疲劳压力的波动，埋入式应变片测得的 3 个方向的应变也出现波动；直到打压疲劳试验结束，应变变为零。从图 4(b)所示的局部放大图中也可以清楚地看到，应变随着压力容器内压力的变化而变化，且变化趋势相符。由应变片的埋入方式可知，应变片测量的是纤维缠绕层与金属内胆之间的应变。疲劳实验中，金属内胆受到最大/最小疲劳压力的作用，由胡克定律可知，该压力会引起金属内胆的应变变化，且二者成正比，因此埋入式应变片测得的应变也出现交替变化，图 4 所示应变变化即反映了压力容器内部压力变化。在实际应用中，可以根据埋入式应变片监测的应变变化趋势，间接获取压力容器内部的压力状态。

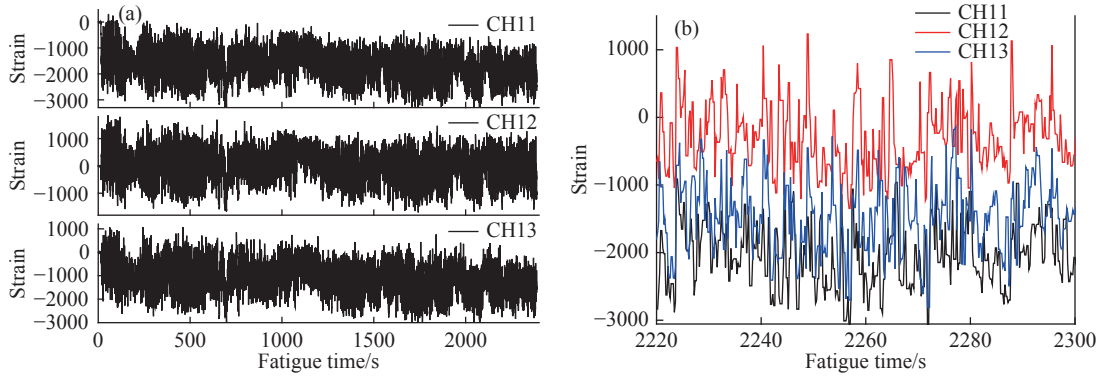


图 4　埋入式应变片测得的第 3000～3300 周疲劳时的应变(a)及局部放大图(b)

Fig. 4　Strain monitored by the embedded strain gauge during the 3000th–3300th cycles fatigue test (a) and the zoomed-in plot (b)

为了进一步验证埋入式应变片在长周期疲劳载荷作用下的可靠性，图 5 给出了纤维缠绕压力容器在第 5100～5700 周疲劳时的应变变化。可见，尽管压力容器经受了长达 5700 周的内部疲劳压力作用，埋入式应变片监测的应变变化趋势仍然与纤维缠绕所受到的疲劳压力变化相符。原位获取的应变结果仍能用于评判纤维缠绕压力容器的内部压力情况。

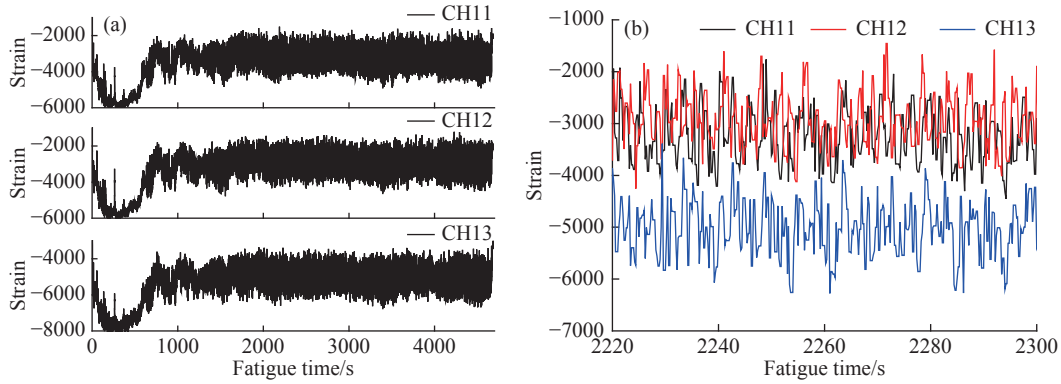


图 5　埋入式应变片测得的第 5100～5700 周疲劳时的应变(a)及局部放大图(b)

Fig. 5　Strain monitored by the embedded strain gauge during the 5100th–5700th cycles fatigue test (a) and the zoomed-in plot (b)

图 6 给出了未经疲劳以及经过 5700 次疲劳的纤维缠绕压力容器在打压爆破实验中的应变变化趋势。可以看出，随着打压过程中压力的增加，埋入式应变片监测得到的金属内胆/复合材料的层间应变逐渐增加(图中用负值表示)。该趋势表明，埋入式应变片测得的应变与压力容器中的压力状态存在对应关系；由此，可以用图 6 所示的对应关系监测推得打压过程中纤维缠绕压力容器的应力状态。另外，对比图 6(a)和图 6(b)可以看出，未经过疲劳的压力容器在爆破时的最大应变为–1400，而经过疲劳的压力容器的爆破应变为–1200，说明经过疲劳的纤维缠绕压力容器的爆破压力降低。

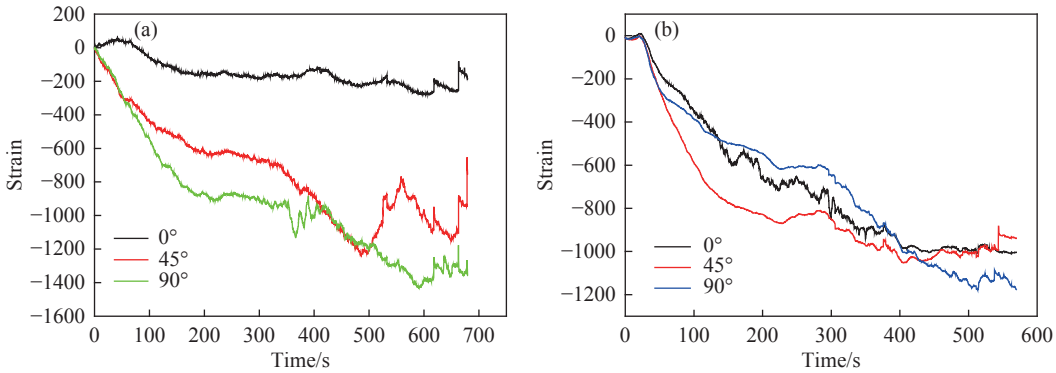


图 6　打压至爆破过程中未经疲劳(a)和经过 5700 周疲劳(b)的纤维缠绕压力容器的应变变化

Fig. 6　Strain monitored by the embedded strain gauge during the bursting test: (a) before the test and (b) after 5700 cycles fatigue test

图 7 显示了打压爆破失效的纤维缠绕压力容器形貌。爆破后压力容器外层的纤维缠绕层出现纤维断裂失效，内部金属内胆出现鱼嘴型失效。该失效形式主要是由纤维缠绕压力容器的打压失效特点引起的：在打压早期，金属内胆未出现明显的破坏，而外层的复合材料因受载荷作用出现了微小裂纹；随着压力容器内部压力的进一步增加，出现在复合材料层内的微小裂纹迅速扩展并演化为纤维断裂失效，此时整个压力容器尚未完全失去承载能力；随着纤维断裂损伤的累积，金属内胆外部的纤维层失去强度，纤维断裂区域的局部压力超过金属内胆的材料强度，致使内胆在该压力作用下发生突然爆破失效，形成沿轴向分布的鱼嘴型裂缝。

图 7　打压爆破失效的纤维缠绕压力容器

Fig. 7　Filament wound pressure vessel after bursting

图 8 给出了未经疲劳实验的纤维缠绕压力容器在打压 0～5 MPa 和 0～15 MPa 过程中，利用埋入式应变片监测得到的纤维/金属内胆界面的应变变化趋势。图 8 中使用的压力容器为未设置人工缺陷(未开槽)的健康纤维缠绕压力容器。可以看出，随着压力容器中内部压力的增加，埋入式应变片监测的应变绝对值线性增加。这是因为在弹性范围内，金属内胆内部压力的增加会引起应变值增加，二者符合胡克定律，反映在应变监测曲线上即为图 8 所示的线性变换关系。沿着 0°、45°、90°方向铺设的应变片测得的应变结果相近；在两个打压过程中，应变分别从零变为–120 和–290。该应变变化趋势反映了纤维缠绕压力容器的受压状态。表 3 列出了不同处理方式的压力容器在打压至不同压力情况下的最大应变，可用于判定非爆破压力容器在承受不同压力时的应变变化。

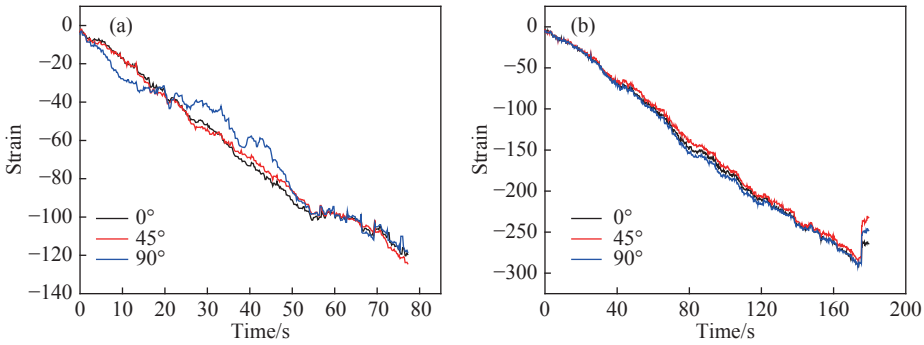


图 8　打压至 5 MPa 和 15 MPa 的纤维缠绕压力容器应变监测图

Fig. 8　Strain monitored by the embedded strain gauge during pressurization: (a) up to 5 MPa, and (b) up to 15 MPa

表 3　不同纤维缠绕压力容器在不同压力下的最大应变

Table 3　Maximum strain of the pressure vessel at various pressures

Pressure/MPa	Maximum strain			
	Without fatigue and groove	Without fatigue, with groove	Fatigue, without groove	Fatigue, with groove
5	–120	–100	–400	–1000
10	–160	–150	–1200	–1200
15	–300	–300	–1200	–1200
20	–500	–500	–1500	–1500
25	–600	–650		

3　结　论

采用埋入式传感器技术，制备具有原位监测功能的纤维缠绕压力容器，在不同工况下对其开展基于应变的健康监测，得到以下结论：

（1）埋入式应变传感器可以监测得到纤维缠绕压力容器在疲劳载荷作用下的应变变化，应变与疲劳压力之间存在对应关系；

（2）埋入式应变传感器可以原位监测纤维缠绕压力容器在打压爆破过程中的应变变化，经过疲劳和未经疲劳的压力容器失效时对应的应变不同；

（3）建立了压力容器升压至不同状态时的最大应变与压力的关系，该关系可用于监测非爆破压力容器承受不同压力时的应变变化。

参考文献：

[1] 缑林虎, 郑锡涛, 程勇. 平面缠绕炭纤维压力容器大变形有限元分析 [J]. 固体火箭技术, 2010, 33(2): 205–208.
GOU L H, ZHENG X T, CHENG Y. Large deformation finite element analysis of planar carbon fiber wound composite pressure vessel [J]. Journal of Solid Rocket Technology, 2010, 33(2): 205–208.

[2] 郑津洋, 开方明, 刘仲强, 等. 轻质高压储氢容器 [J]. 化工学报, 2004, 55(Suppl 1): 130–133.
ZHENG J Y, KAI F M, LIU Z Q, et al. Lightweight high-pressure hydrogen tank [J]. Journal of Industry and Engineering, 2004, 55(Suppl 1): 130–133.

[3] 杨斌, 章继峰, 梁文彦, 等. 玻璃纤维表面纳米 SiO 改性对 GF/PCBT 复合材料力学性能的影响 [J]. 复合材料学报, 2015, 32(3): 691–698.
YANG B, ZHANG J F, LIANG W Y, et al. Effects of glass fiber surface modified by nano-SiO_2 on mechanical properties of GF/PCBT composites [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 32(3): 691–698.

[4] 杨斌, 章继峰, 周利民. 玻璃纤维-碳纤维混杂增强 PCBT 复合材料层合板的制备及低速冲击性能 [J]. 复合材料学报, 2015, 32(2): 435–443.
YANG B, ZHANG J F, ZHOU L M. Preparation and low-velocity impact properties of glass fiber-carbon fiber hybrid reinforced PCBT composite laminate [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2015, 32(2): 435–443.

[5] 路智敏, 李强, 李卓. 基于爆破试验的 CFRP 固体火箭发动机壳体的可靠性设计 [J]. 复合材料学报, 2009, 26(2): 176–180.
LU Z M, LI Q, LI Z. Reliability design of CFRP solid rocket motor vessel based on the burst experiment [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2009, 26(2): 176–180.

[6] OZEVIN D, HARDING J. Novel leak localization in pressurized pipeline networks using acoustic emission and geometric connectivity [J]. International Journal of Pressure Vessels and Piping, 2012, 92: 63–69.

[7] CHOU H Y, MOURITZ A P, BANNISTER M K, et al. Acoustic emission analysis of composite pressure vessels under constant and cyclic pressure [J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2015, 70: 111–120.

[8] KHAN A, KO D K, LIM S C, et al. Structural vibration-based classification and prediction of delamination in smart composite laminates using deep learning neural network [J]. Composites Part B: Engineering, 2019, 161: 586–594.

[9] 王晓勇, 熊建平, 高义广. X 射线切线照相检测技术在纤维缠绕压力容器检测中的应用 [J]. 航天制造技术, 2011(6): 65–68.
WANG X Y, XIONG J P, GAO Y G. Application of X-ray inspection technique in detection of filament-wound pressure vessel

[J]. Aerospace Manufacturing Technology, 2011(6): 65–68.
[10] 杜善义, 冷劲松, 顾震隆. 用应力波技术对配橡胶内衬的复合材料板壳进行无损检测 [J]. 复合材料学报, 1993, 10(1): 65–69.
DU S Y, LENG J S, GU Z L. Non-destructive testing for composite plate and shell with rubber liner using stress wave technique [J]. Acta Metallurgica Sinica, 1993, 10(1): 65–69.
[11] 乔业程, 王福强. 压力容器氢损伤的监测与检测方法 [J]. 橡塑技术与装备, 2018, 44(20): 54–56.
QIAO Y C, WANG F Q. Monitoring and detection of hydrogen damage in pressure vessels [J]. China Rubber/Plastics Technology and Equipment, 2018, 44(20): 54–56.
[12] 赵海涛, 张博明, 武湛君, 等. 纤维缠绕复合材料压力容器健康监测研究进展 [J]. 压力容器, 2007, 24(3): 48–61.
ZHAO H T, ZHANG B M, WU Z J, et al. Development of health monitoring for filament wound composite pressure vessels [J]. Pressure Vessel Technology, 2007, 24(3): 48–61.
[13] BELLAN F, BULLETTI A, CAPINERI L, et al. A new design and manufacturing process for embedded Lamb waves interdigital transducers based on piezopolymer film [J]. Sensors and Actuators A, 2005, 123: 379–387.
[14] AI D, ZHU H, LUO H. Sensitivity of embedded active PZT sensor for concrete structural impact damage detection [J]. Construction and Building Materials, 2016, 111: 348–357.
[15] ANNAMDAS V G M, SOH C K. Embedded piezoelectric ceramic transducers in sandwiched beams [J]. Smart Materials and Structures, 2006, 15(2): 538–549.
[16] DZIENDZIKOWSKI M, KURNYTA A, DRAGAN K, et al. *In situ* barely visible impact damage detection and localization for composite structures using surface mounted and embedded PZT transducers: a comparative study [J]. Mechanical Systems and Signal Processing, 2016, 78: 91–106.
[17] GHIMIRE M, WANG C, DIXON K, et al. *In situ* monitoring of prestressed concrete using embedded fiber loop ringdown strain sensor [J]. Measurement, 2018, 124: 224–232.
[18] WANG Y, WANG Y, HAN B, et al. Strain monitoring of concrete components using embedded carbon nanofibers/epoxy sensors [J]. Construction and Building Materials, 2018, 186: 367–378.
[19] CHOWDHURY N T, JOOSTEN M W, PEARCE G M K. An embedded meshing technique (SET) for analysing local strain distributions in textile composites [J]. Composite Structures, 2019, 210: 294–309.
[20] KANERVA M, ANTUNES P, SARLIN E, et al. Direct measurement of residual strains in CFRP-tungsten hybrids using embedded strain gauges [J]. Materials & Design, 2017, 127: 352–363.

Structural Health Monitoring of Filament Wound Pressure Vessel by Embedded Strain Gauges

XIAO Biao, YANG Bin, HU Chaojie, XIANG Yanxun, XUAN Fuzhen

(*School of Mechanical and Power Engineering*, *East China University of Science and Technology*, *Shanghai* 200237, *China*)

Abstract: During the manufacturing process of a filament wound pressure vessel, we embed the strain gauges between the metal tank and glass fiber reinforced epoxy composite layer to obtain the capability of *in-situ* monitoring . Experiments with a full-scale composite pressure vessel during hydraulic fatigue cycling and pressurization are performed. The maximum and minimum pressures in the fatigue test are set as 25 and 2 MPa, and the maximum cycle number is set as 5700 cycles, respectively. The pressurization speed is set as 2 MPa/s from 0 MPa to busting pressure. The strain of the pressure vessel in the two loading tests is monitored by the embedded strain gauge. The relationship between the stain and the loading conditions of the pressure vessel was thus built. Results show that, by embedding the strain gauges during the processing, it is possible to monitor the health status of the vessel under hydraulic fatigue cycling and pressurization load without hurting the sensors by the external load.

Keywords: filament wound pressure vessel; structural health monitoring; embedded strain gauge; fatigue; bursting

DOI: 10.11858/gywlxb.20180659

基于双光源干涉的 PDV 数据补偿方法

张 敏,杨 军,史国凯,姜万春,王 昭,惠海龙

(西北核技术研究所强动载与效应重点实验室,陕西 西安 710024)

摘要: 针对结构动态响应测试中的大量程负向速度测量问题,设计了基于双光源干涉的光纤速度干涉仪(PDV)测试系统,与单光源 PDV 系统相比,大幅拓宽了负向测速范围。但在爆炸实验中发现,由于光源波长波动产生了位移基线漂移和振荡问题。为此,引入一路参考反射镜,产生双光源干涉本底信号,用于补偿位移基线,并研究了数据补偿算法。经实验验证,补偿后的位移基线漂移量为微米级,双光源模式及补偿方法可行且有效。

关键词: 光子多普勒速度测量技术;时频变换;数据补偿;速度测量

中图分类号: O384 **文献标识码:** A

瞬态测速是冲击波和爆炸物理实验研究的一项重要内容。任意表面的速度干涉测量系统(VISAR)[1−3]是冲击动力学、爆炸力学等领域进行高精度瞬态实时测量的主要技术手段。近年来,随着光纤技术、光无源器件及相关光电子器件的发展,光纤速度干涉仪(Photonic Doppler Velocimetry, PDV)得到快速发展和应用[3]。朱振等[4]利用光子多普勒测速技术,对微型雷管爆炸驱动飞片的速度进行了测量;吴立志等[5]开发了一套光子多普勒测速系统,可对微小飞片或者微区爆轰进行速度测量;李旭等[6]利用 PDV 技术设计了一种可获得空中爆炸近场压力时程的飞片式压力传感器。为了获得物体的运动速度方向,杨军等[7−8]提出了旁轴式外差结构光纤位移干涉仪,但受声光移频器调制频率范围的影响,负向测速能力有限。为了提高负向测速能力,Mercier[9]、陶天炯[10]等提出了双光源模式,使用两台调频激光器分别作为信号光源和参考光源,两者相互混频可以极大地增加负向速度的测试范围。但是实验发现,由于激光器的波长波动,导致位移基线漂移,为此,引入一路参考反射镜,产生双光源干涉本底信号,用于补偿位移基线,并在此基础上研究数据补偿算法。

1 双光源干涉 PDV 技术

激光照射到移动物体上,反射的激光会发生多普勒频移现象,通过一定方法检测该频移量即可得到物体运动速度。PDV 系统中,将包含频移信息的信号激光和参考激光进行干涉,再由光电探测器转换为差拍电信号,对该信号进行时频变换分析,将电信号转换为时频谱后提取出频率随时间的变化历程,通过换算可得到速度曲线。

图 1 所示为旁轴式外差结构光纤位移干涉仪系统的工作原理[11−12]。该 PDV 系统中,光纤激光器输出的激光经过光纤分束器后分成两路:一路作为参考光,由声光移频器调整频率后经衰减器到达合束器;另一路作为信号光,经光纤环形

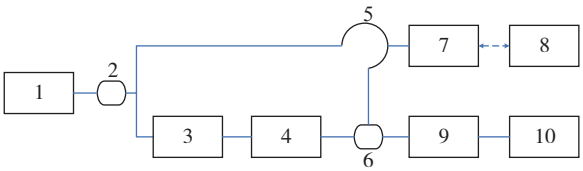


图 1 旁轴式外差结构 PDV(1.激光器,2.分束器,3.移频器,4.衰减器,5.环形器,6.合束器,7.探头,8.被测物,9.探测器,10.示波器)

Fig. 1 PDV using heterodyne techniques (1. Laser; 2. Splitter; 3. Modulator; 4. Attenuator; 5. Circulator; 6. Combiner; 7. Probe; 8. Target; 9. Detector; 10. Oscilloscope)

* 收稿日期: 2018-10-15; 修回日期: 2018-11-08

作者简介: 张 敏(1981—),男,硕士,工程师,主要从事力学信号获取与信息处理研究.
E-mail: zhangmin@nint.ac.cn

器输出至探头，照射到被测物上，探头同时接收从被测物上反射回的激光，并通过环形器后传输至光纤合束器。到达合束器的两路激光干涉混频后由光电探测器转换成电信号，再由高速示波器记录。

参考光与信号光干涉混频后可得到光电信号v

$$v = k\frac{I_1 + I_2}{2} + k\sqrt{I_1 I_2}\cos[2\pi(\Delta v + v_{\mathrm{m}})t + \varphi_1 - \varphi_2] \tag{1}$$

式中：I_1为信号光功率，I_2为参考光功率，k为光电转换系数，$\varphi_1 - \varphi_2$为初相位差，v_{m}表示调制频率，参考光频率为$v_2 = v_0 - v_{\mathrm{m}}$，信号光频率为$v_1 = v_0 + \Delta v$。

物体静止时，$\Delta v = 0$，则

$$v = k\frac{I_1 + I_2}{2} + k\sqrt{I_1 I_2}\cos[2\pi v_{\mathrm{m}} t + \varphi_1 - \varphi_2] \tag{2}$$

物体靠近探头运动时，$\Delta v > 0$，电信号频率在调制频率v_{m}之上。因此，正向速度范围由电探测记录系统的总带宽f_{B}与调制频率的差值决定，即：$[0,(f_{\mathrm{B}} - v_{\mathrm{m}})\lambda_0/2]$。物体远离探头运动时，$\Delta v < 0$，电信号频率在直流到调制频率之间，所以负向速度范围为$[-v_{\mathrm{m}}\lambda_0/2, 0]$。由此可见，系统的负向测速能力取决于调制频率的大小，声光移频器的调制频率通常在 150 MHz 左右，仅能测量最高约–116 m/s 的负向速度。

为了提高外差结构系统的负向测速能力，设计了双光源模式：采用一台调频激光器作为信号光源照射目标，另一台同波段的调频激光器作为参考光源，两者相互混频可以极大地增加负向速度的测试范围。其原理如图 2 所示。

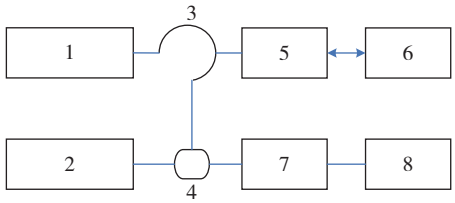


图 2　双光源模式 PDV（1.信号激光器，2.参考激光器，3.环形器，4.合束器，5.探头，6.被测物，7.探测器，8.示波器）

Fig. 2　PDV with two laser sources (1. Signal laser; 2. Reference laser; 3. Circulator; 4. Combiner; 5. Probe; 6. Target; 7. Detector; 8. Oscilloscope)

相比图 1，双光源模式中使用两台相干激光器分别作为信号光源和参考光源，两台激光器均可以调整输出频率，以便大幅提高调制频率v_{m}，进而增大负向速度的测试范围。但是相比于单光源旁轴式外差结构 PDV，双光源 PDV 也存在不足。最主要的问题是两个光源都不是理想光源，其频率特性都随时间变化，且具有独立的随机性，导致二者干涉后的频率基线波动，实验也验证了这一点，因此需要研究补偿方法。

2　实验设计

实验中使用的信号和参考激光器分别为 RIO 公司的 RIO1174 和 RIO0174，中心波长 λ_0 均为 1554.13 nm，波长（频率）可微调，波长调节范围为±45 pm。将主激光器的波长调整为$\lambda_0 + 45$ pm，辅助激光器中心波长调整为$\lambda_0 - 45$ pm，两束光混频后可产生 11.178 GHz 的差频光信号。光电模块和示波器的总带宽为 10 GHz，将调频激光器的频率调整为–5 GHz，则信号光多普勒频移范围为 [–5 GHz, 5 GHz]，速度测试范围为 [–3.88 km/s, 3.88 km/s]，负向速度测试能力得到了极大的提高。

但是将该系统应用在钢筒爆炸实验中发现，信号到达前，位移基线也在波动，而实际上物体处于静止状态，位移基线应该固定为零。分析可能是由于光源波长不稳定导致的双光源干涉信号的频率波动，为此，单独加入一路参考反射镜，它直接将信号光返回与参考光进行干涉，光电转换后由示波器的一个通道单独记录。由于光源波动特性随时间变化，为了达到更好的补偿效果，反射镜安装位置和被测物探头之间的距离应尽量小，根据计算，两者距离差应控制在 1 m 以内。补偿通道的原理如图 3 所示。

测试设备中共包含两台激光器，分别用于产生信号激光和参考激光。这两路激光各自经由一个一分八的光纤分束器，得到的 8 对激光信号分别为 8 个测试通道提供信号光和参考光。选取其中 1 个通道作为补偿通道，其他 7 个通道作为数据通道。数据补偿的基本原理是以补偿通道记录的信号为基准，其他通道的数据与补偿通道数据作差，用于消除因两个激光器之间波长波动而产生的调制频率波

动。由于补偿通道和数据通道的信号光和参考光均由同一组激光器分束后得到，而且实验中补偿通道和数据通道的光程差较小，通道间的干涉频率基线随时间的变化基本一致，因此补偿算法可以消除调制频率的波动。

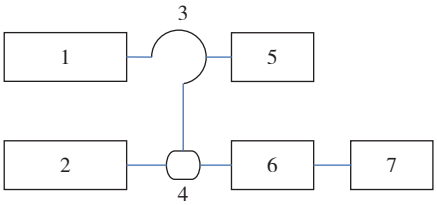


图 3　补偿通道示意图(1.信号激光器，2.参考激光器，3.环形器，4.合束器，5.反射镜，6.探测器，7.示波器)

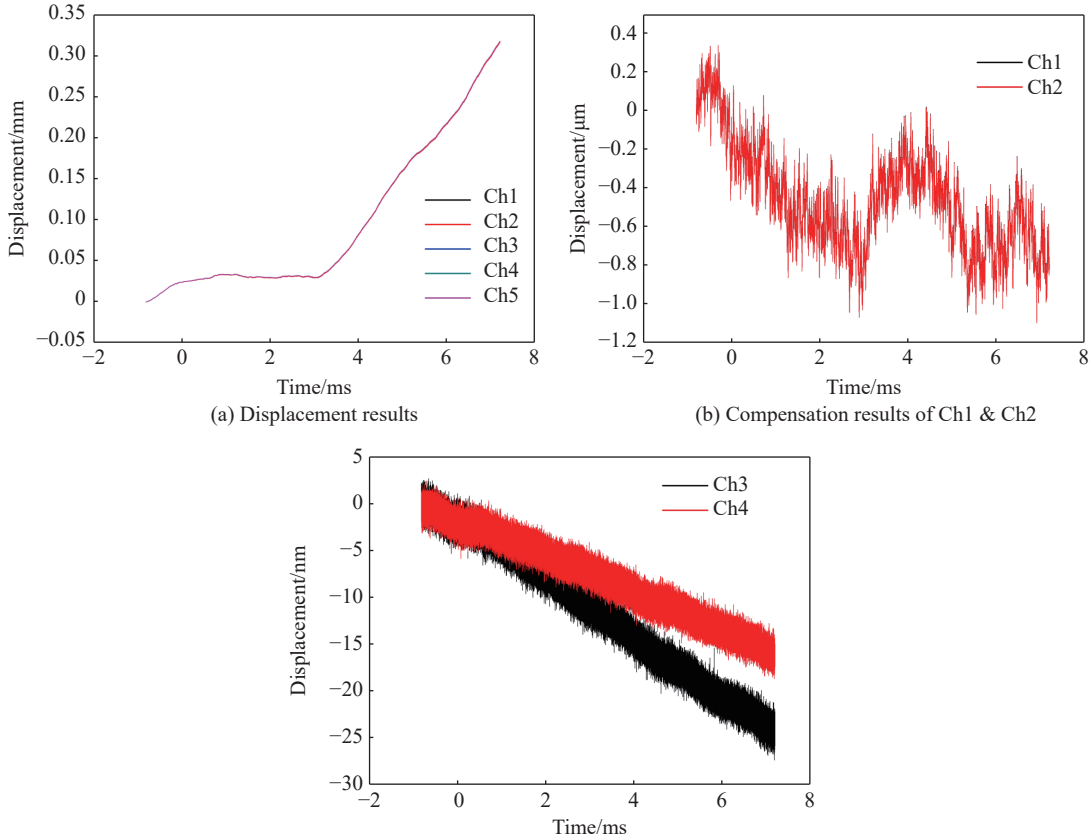
Fig. 3　Schematic diagram of compensation channel (1. Signal laser; 2. Reference laser; 3. Circulator; 4. Combiner; 5. Reflector; 6. Detector; 7. Oscilloscope)

共设计了两个实验，分别验证位移基线漂移现象的存在和消除效果。第一个实验中共使用 5 个通道：通道 1～通道 4 接 PDV 探头，但是探头所指向的目标静止不动，即记录无位移时的信号，通道 5 接参考反射镜；通道 1、通道 2 由 1 号示波器记录，通道 3～通道 5 由 2 号示波器记录，两台示波器使用精密时间同步机同步触发。第二个实验用播放 6 kHz 固定频率的喇叭振动产生信号，并采用双光源 PDV 记录该信号，共记录两个通道：一个接 PDV 探头，用于探测喇叭振动；另一个通道为补偿数据。

3　实验数据与分析

信号处理采用短时傅里叶变换(STFT)算法，基于 VC 编写数据处理程序。首先对触发信号到达之前(即零时前)的数据作快速傅里叶变换(FFT)，求得修正后的能量峰值点频率；再计算该段位移历程，并修正调制频率，使位移基线归零，得到该频率值作为后续计算用的调制频率。

第一个实验中，首先计算每个通道(包括补偿通道)的位移值，观察位移情况，然后用补偿通道分别修正数据通道的位移，结果如图 4 所示。



(a) Displacement results

(b) Compensation results of Ch1 & Ch2

(c) Compensation results of Ch3 & Ch4

图 4　位移漂移现象及补偿结果

Fig. 4　Displacement baseline drift and compensation result

图 4(a) 所示为各个通道的原始位移，可见记录时间段内位移漂移量约为 0.35 mm。使用补偿通道修正后的通道 1、通道 2 数据见图 4(b)，修正后的通道 3、通道 4 数据见图 4(c)。可见补偿后的位移漂移量明显减小，略大于 1 μm。但通道 1、通道 2 的漂移量明显大于通道 3、通道 4 的漂移量，这是由于：后两者的数据与补偿通道数据均由 2 号示波器记录，时间同步性更好；而前两者数据则由 1 号示波器记录，与补偿通道的时间同步误差更大（同步误差约 60 ns），使用补偿通道计算得到的调制频率进行位移计算时引入了误差。因此进行双光源 PDV 实验时，应尽量提高多台记录仪器的同步触发精度。

第二个实验中，计算的位移结果如图 5 所示。图 5(a) 为补偿前的位移，由于记录时间较长（0.2 s），位移漂移量更大，达到了约 8 mm，导致本应出现的正弦振动淹没。但是，放大至图 5(b)后可以观察到高频振动叠加在基线低频波动上。按照前述原理得到补偿后的结果如图 6 所示。

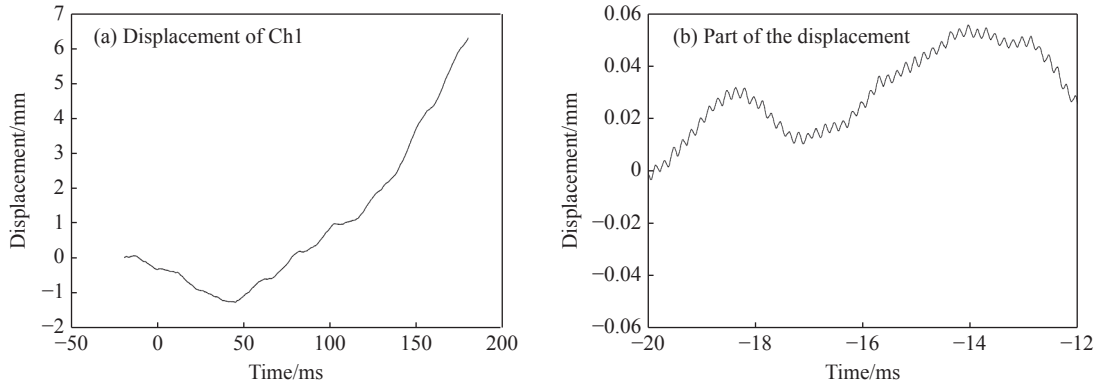


图 5　补偿前的位移值

Fig. 5　Displacement before compensation

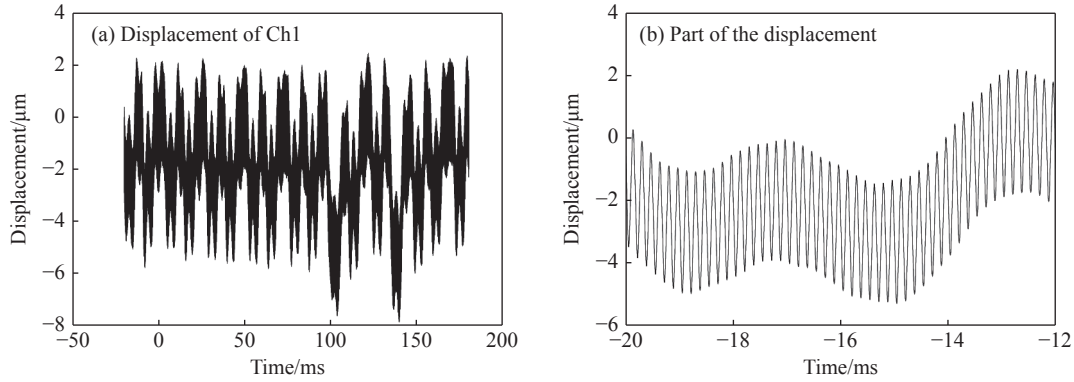


图 6　补偿后的位移值

Fig. 6　Displacement after compensation

图 6(a) 为经过补偿后的位移，图 6(b) 为其局部放大图，从中可明显观察到喇叭振动的位移曲线。但是位移曲线中除了 6 kHz 简谐振动外还存在 85 Hz 等低频成分，分析是由于实验中使用的小喇叭在6 kHz 信号激励下产生了分隔振动。

对计算得到的位移数据做差分，可得到速度结果，如图 7 所示。速度数据呈正弦曲线，与喇叭的实际振动情况吻合。

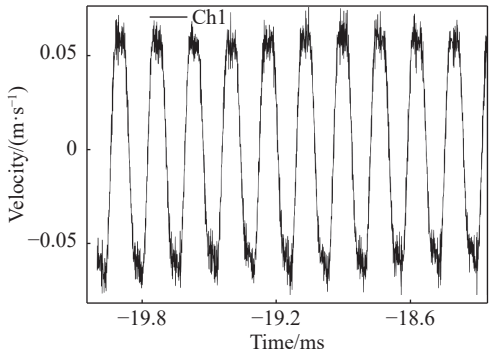


图 7　速度结果

Fig. 7　Velocity result

4 结　论

双光源模式大幅拓宽了 PDV 系统的负向测速范围，但是由于光源波长波动导致系统调制频率波动，从而产生了位移基线漂移。通过引入补偿通道，大幅减小了基线漂移量，补偿后的位移基线漂移量为微米级。双光源模式 PDV 系统可以准确测量位移和速度历程。

参考文献:

[1] BARKER L M, HOLLENBACH R E. Laser interferometer for measuring high velocities of any reflecting surface [J]. Journal of Applied Physics, 1972, 43(11): 4669–4675.

[2] HEMSING W F. Velocity sensing interferometer modification [J]. Review of Scientific Instruments, 1979, 50(1): 73–78.

[3] 傅迎光. 基于调制光源的光子多普勒测速系统 [D]. 北京: 北京交通大学, 2014: 14–18.
FU Y G. Photonic Doppler velocimetry system based on modulated light source [D]. Beijing: Beijing Jiaotong University, 2014: 14–18.

[4] 朱振, 胡艳, 吴立志, 等. 基于 PDV 技术的微型雷管爆炸驱动飞片速度测试研究 [J]. 爆破器材, 2016, 45(5): 56–61.
ZHU Z, HU Y, WU L Z, et al. Investigation on flyer velocity driven by miniaure detonators based on the PDV technology [J]. Explosive Materials, 2016, 45(5): 56–61.

[5] 吴立志, 陈少杰, 叶迎华, 等. 用于瞬态高速飞片速度测量的光子多普勒测速系统 [J]. 红外与激光工程, 2016, 45(12): 263–267.
WU L Z, CHEN S J, YE Y H, et al. Photonic Doppler velocimetry used for instant velocity measurement of high-speed small flyer [J]. Infrared and Laser Engineering, 2016, 45(12): 263–267.

[6] 李旭, 安丰江, 吴成, 等. 一种基于 PDV 的近场冲击波高压测量技术 [J]. 中国测试, 2018, 44(10): 134–138.
LI X, AN F J, WU C, et al. A near-field shock wave measurement technique based on PDV [J]. China Measurement & Test, 2018, 44(10): 134–138.

[7] 邵磊, 刘宏利, 贾明雁, 等. 激光多普勒爆破容器高速变形动态测量技术的研究 [J]. 纳米技术与精密工程, 2006, 4(3): 176–181.
SHAO L, LIU H L, JIA M Y, et al. Technique of dynamic measurement of high velocity deformation of explosive container based on laser Doppler effect [J]. Nanotechnology and Precision Engineering, 2006, 4(3): 176–181.

[8] 杨军, 王克逸, 徐海斌, 等. 光纤位移干涉仪的研制及其在 Hopkinson 压杆实验中的应用 [J]. 红外与激光工程, 2013, 42(1): 102–107.
YANG J, WANG K Y, XU H B, et al. Development of an optical-fiber displacement interferometer and its application in Hopkinson pressure bar experiment [J]. Infrared and Laser Engineering, 2013, 42(1): 102–107.

[9] MERCIER P, BÉNIER J, FRUGIER P A, et al. Heterodyne velocimetry and detonics experiments [C]//The International Congress on High-Speed Imaging and Photonics, 2009: 712610.

[10] 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.

[11] 吴建荣, 李泽仁, 王德田, 等. 光纤位移干涉仪测高速漫反射面速度误差分析 [J]. 光电工程, 2008, 35(8): 35–40.
WU J R, LI Z R, WANG D T, et al. Error analysis for the velocity measurement by fiber displacement interferometer on high speed diffuse surface [J]. Opto-Electronic Engineering, 2008, 35(8): 35–40.

[12] 史国凯, 杨军, 刘文祥, 等. PDV 法测量内部爆炸作用下沙墙外层速度 [J]. 中国测试, 2016, 42(10): 68–71.
SHI G K, YANG J, LIU W X, et al. Photonic Doppler velocimetry of outer layer of sand wall under internal explosion loading [J]. China Measurement & Test, 2016, 42(10): 68–71.

A Compensation Method of Photonic Doppler Velocimeter Based on Two Laser Sources

ZHANG Min, YANG Jun, SHI Guokai, JIANG Wanchun, WANG Zhao, HUI Hailong

（*Laboratory of Intense Dynamic Loading and Effect*, *Northwest Institute of Nuclear Technology*, *Xi'an* 710024, *China*）

Abstract: In order to solve the problem of large range negative velocity measurement in dynamic response measurement of structure, a photonic Doppler velocimetry (PDV) measurement system based on two laser sources is designed. Compared with the single laser source PDV system based on acoustic optical modulator, the range of negative velocity measurement is greatly improved. However, it is found in the explosion experiment that the displacement baseline drift and oscillation are caused by the wavelength fluctuation of the laser source. For this reason, one reference reflector is introduced to generate the background signal which is used to compensate the displacement. Then, the data compensation algorithm is studied. The experimental results show that the displacement baseline drift after compensation is in the order of micron. PDV based on two laser sources and the compensation method are feasible and effective.

Keywords: photonic Doppler velocimetry; time-frequency transform; data compensation; velocity measurement

DOI: 10.11858/gywlxb.20180652

基于连续压导探针的水箱法测量爆压

李科斌[1], 李晓杰[1,2], 王小红[1], 闫鸿浩[1], 曹景祥[3]

(1. 大连理工大学工程力学系, 辽宁 大连 116024;
2. 工业装备结构分析国家重点实验室, 辽宁 大连 116024;
3. 大连船舶重工集团爆炸加工研究所有限公司, 辽宁 大连 116311)

摘要: 为了使爆压测定方法更加方便并且更适合于野外大药量的测量, 利用自行研制的压导式连续电阻丝探针, 设计了一种改进水箱法, 可在单次试验中连续记录炸药爆轰波和水中冲击波波阵面的运动轨迹。同时, 为了进一步简化实验装置和操作过程, 设计了基于连续压导探针的简化水箱法。利用以上两种实验装置, 对不同组分的 ANFO 炸药进行爆压测量, 获得了爆轰波-冲击波波阵面时程曲线。通过对爆轰波段数据拟合, 得到了各待测炸药的爆速; 利用贴近炸药区域介质中的冲击波数据, 拟合得到初始冲击波速度, 再结合水和有机玻璃的冲击 Hugoniot 曲线以及阻抗匹配原理, 求解得到各待测炸药的 CJ 压力和绝热指数。实验结果表明, 基于连续压导探针的改进水箱法可准确快捷地测量炸药的爆速、爆压等参数, 可作为炸药性能测试技术的重要补充。

关键词: 爆轰压力; 水箱法; 连续压导探针; 阻抗匹配

中图分类号: O521.3; TJ55 **文献标识码:** A

爆轰压力作为炸药的主要性能参数, 是评价炸药能量释放和做功能力的基本标志量之一, 它的测定一直是爆炸力学研究中十分重要的问题。半个多世纪以来, 人们建立和发展了多种爆压测试方法, 得到了大量的实验数据。CJ 爆压的测量方法从获取途径上可分为两类: 直接法和间接法。所谓直接法就是通过直接测量爆轰产物内的相关参数得到爆压, 包括压阻法[1]、电磁法[2] 和脉冲 X 射线照相法[3]; 而间接法则是通过间接测量邻近介质中的冲击波参数, 利用阻抗匹配原理反推爆轰压力, 如自由表面速度法[4]、水箱法[5-8]、有机玻璃法[9] 等。尽管这些方法原理各异, 测量结果具有一定的分散性, 但是都能测得较为可靠的 CJ 压力, 它们的不断完善为研究凝聚态炸药的爆轰波结构及其他相关爆轰理论提供了依据。

基于高速摄影技术的水箱法是测量炸药爆压的一种常用方法, 其本质上属于阻抗匹配法, 测量原理与自由表面速度法类似。不同的是, 水箱法中采用透明水介质代替金属板, 利用高速摄影装置记录水中冲击波的传播轨迹, 获得冲击波速度, 由于水的 Hugoniot 关系已知, 运用阻抗匹配公式即可计算炸药爆压。该法早在 1962 年就由 Cook 等[5] 进行了详细阐述, 之后 Rigdon 等[6] 对该法做了进一步改进和分析, 并列入美军军标中作为 CJ 爆压的标准测量方法之一。我国从 20 世纪 60 年代开始也逐渐使用水箱法测量炸药爆压: 徐康教授带领他的团队在这方面做了大量的开创性工作[7,10-11]; 薛彭寿等[8] 进行了 TNT 和 RDX 炸药大药量水箱法的研究, 测试精度接近美国军用标准水平。然而, 传统水箱法使用高速摄影装置, 受设备防护、实验室拍摄条件和爆炸洞许用爆炸当量等限制, 对水的透明度、强光源、炸药

* **收稿日期:** 2018-10-15; **修回日期:** 2018-11-27
基金项目: 国家自然科学基金(11272081, 11672067, 11672068)
作者简介: 李科斌(1988—), 男, 博士研究生, 主要从事爆炸与冲击动力学及其测试技术研究.
E-mail: lkbin1988@mail.dlut.edu.cn
通信作者: 李晓杰(1963—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事爆炸加工及爆炸冲击动力学研究.
E-mail: robinli@dlut.edu.cn

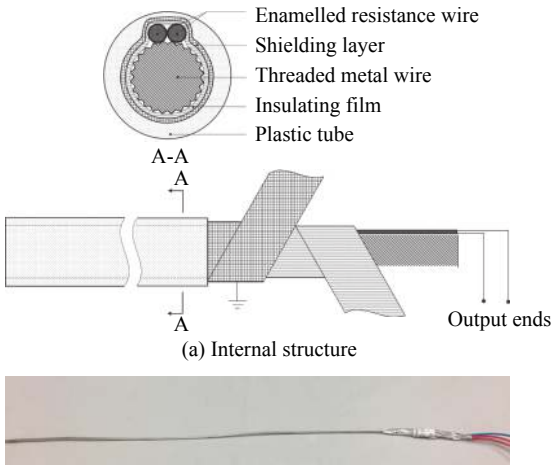
起爆等均有特殊要求，因而一般只能用于较小药量的爆炸实验，且测试结果的精度很大程度受照相底片模糊度的影响。

本研究将结合本课题组自行研制的压导式连续电阻丝探针[12]，设计一种方便快捷，且适合大药量测量的改进水箱法，以期在一次试验中准确快捷地测量炸药中的爆轰波速度和介质中的冲击波速度，从而确定炸药的爆轰压力。

1　实验设计与原理

1.1　连续压导探针

连续压导探针（Continuous Pressure-conducted Velocity Probe, CPVP）是大连理工大学研制的用于记录炸药爆轰波和介质中冲击波的新型电阻丝传感器，其内部结构和实物照片如图 1 所示。该探针使用螺纹金属丝作为中心骨架，起到压致导通漆包丝的作用，漆包电阻丝平铺于金属丝表面，并由绝缘缠绕膜将两者包覆贴紧，然后使用铜箔作为屏蔽层，最后用塑料套管将整个结构固定并排出内部空气。整个结构需引出 3 根导线，漆包丝作为两个输出端，屏蔽层引出导线接地。该新型探针最大程度地避免了传统电阻丝探针杂波干扰的形成，除了可以在爆轰波高温高压下导通外，还可以在冲击压力作用下使电阻丝与骨架螺纹剧烈压紧，螺纹齿刺穿电阻丝的绝缘漆层而导通，从而拓展了此类探针的应用范围。探针整体直径约 2 mm，长度可根据炸药尺寸进行任意调整。测试中所有线路采用同轴屏蔽电缆，信号采集仪使用采样率为 80 MS/s 的 DVP-I 型连续爆速仪。



(a) Internal structure

(b) Physical photo

图 1　连续压导探针示意

Fig. 1　Schematic illustration of CPVP

该新型探针已成功应用于各种装药形式的爆速[13-14]、临界直径[15]、殉爆距离等测量，并用于水下爆炸近场冲击波的分析中[16]，测试结果可靠，测试效果非常理想。

1.2　实验设计与计算原理

基于 CPVP 的改进水箱法测试系统如图 2(a) 所示。水箱高 90 cm，直径 60 cm；药柱直径 10 cm，长 30 cm；从药柱底端起爆，起爆端距离水箱底部 20 cm；探针沿中心轴向伸入药柱内 20 cm，水中部分长度为 40 cm。炸药起爆后，炸药爆轰波沿药柱轴向传播，探针记录爆轰波波阵面的运动轨迹；当爆轰波离开药柱后，在水中形成冲击波，从药柱中心延伸出的探针开始记录水中冲击波波阵面的运动轨迹。于是利用单根连续压导探针就可以在一次试验中实现爆轰波和冲击波的连续测量。由于本研究使用的粉状和粒状炸药的冲击阻抗与水的冲击阻抗十分接近，有利于减小阻抗匹配中采用声学近似带来的计算误差，但是也使爆轰波和冲击波时程曲线平滑过渡，不利于分界线的判定，为此实验前需要精确测定药柱内探针长度，根据探针的导通长度判定爆轰波与冲击波的界线。

在实际操作中，图 2(a) 所示的装置中填充大量的水，为此要求装配好的药柱保持良好的密封性，若药柱内渗入少量水，则会导致试验失败。为了提高水箱法的试验效率和成功率，使之更方便地应用于野外测量，设计了如图 2(b) 所示的简化装置，其中惰性介质可以是水也可以是有机玻璃，图中 PVC（聚氯乙烯）外壳直径为 10 cm，药柱和水柱长 25 cm，有机玻璃厚 2 cm，药柱部分探针长 15～20 cm。

根据图 2(a) 中的测试电路，设 R_c 为回路电缆电阻，R_0 为仪器内电阻，爆轰波向前传播使探针电阻产生变化 $R(t)$，在恒压源 V_0 的作用下，有

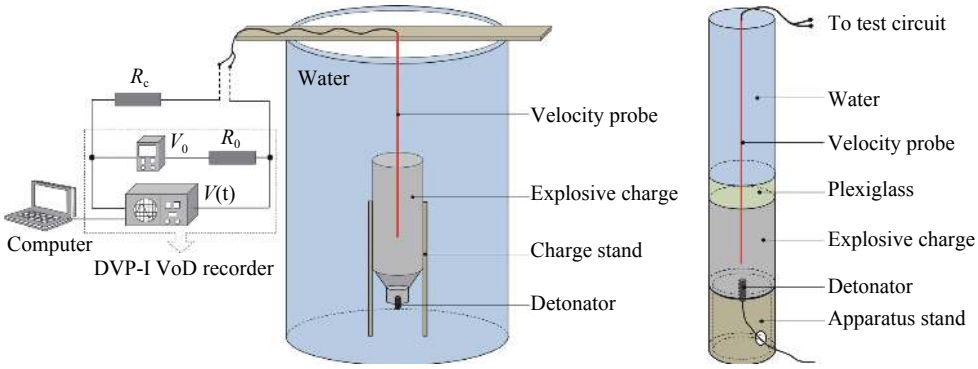
$$V(t)=\frac{R(t)+R_{\mathrm{c}}}{R(t)+R_{\mathrm{c}}+R_0}V_0 \tag{1}$$

若单位长度电阻丝阻值 r_{p} 已知(标定值 $r_{\mathrm{p}}=R_{\mathrm{a}}/L_{\mathrm{p0}}$, 其中 R_{a} 为探针的初始阻值, L_{p0} 为探针的初始长度), 结合(1)式可求出被爆轰波压致导通的探针长度为

$$L(t)=L_{\mathrm{p0}}-\frac{R(t)}{r_{\mathrm{p}}}=\frac{R_{\mathrm{a}}+R_{\mathrm{c}}+R_0}{r_{\mathrm{p}}}-\frac{R_0V_0}{r_{\mathrm{p}}[V_0-V(t)]} \tag{2}$$

这样, 爆速仪记录的电压信号就换算成爆轰波的时程曲线, 对此求时间的导数, 即可得到爆速

$$D(t)=-\frac{R_0V_0}{r_{\mathrm{p}}}\mathrm{d}\left[\frac{1}{V_0-V(t)}\right]\Big/\mathrm{d}t \tag{3}$$



(a) Modified aquarium test　　(b) Simplified aquarium test

图 2　基于连续压导探针的改进水箱法测量系统

Fig. 2　Detonation pressure measuring system with modified aquarium test using CPVP

水箱法测量炸药爆压的原理基于炸药与惰性介质的阻抗匹配关系, 以水和有机玻璃为例, 通过对爆轰产物-水(有机玻璃)界面进行分析, 可以得到如图 3 所示的界面作用曲线。由图 3 可得介质中冲击波压力与其波后质点速度的关系

$$p_{\mathrm{w/g}}=p_{\mathrm{CJ}}-\rho_{0\mathrm{r}}D_{\mathrm{r}}(u_{\mathrm{w/g}}-u_{\mathrm{CJ}}) \tag{4}$$

式中: 下标 r 表示反射波的参数, w/g 表示水或有机玻璃的参数, p_{CJ}、u_{CJ} 分别为 CJ 面的压力和质点速度, ρ_0 为介质的初始密度。

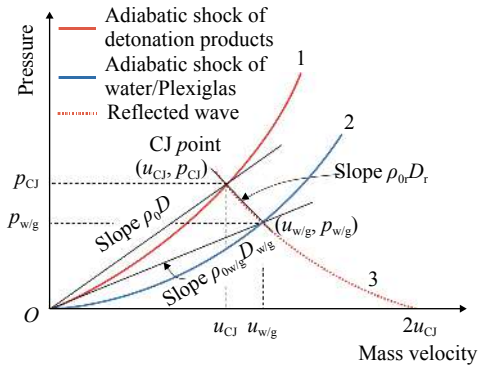


图 3　爆轰产物-介质界面的相互作用曲线

Fig. 3　Impedance match method for the explosive product-media interface

考虑到动量守恒方程 $p_{\mathrm{CJ}}=\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}u_{\mathrm{CJ}}$ 和 $p_{\mathrm{w/g}}=\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}u_{\mathrm{w/g}}$(下标 e 表示炸药参数), 可以得到

$$\frac{p_{\mathrm{w/g}}}{p_{\mathrm{CJ}}}=\frac{\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}}{\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}}\frac{\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}+\rho_{0\mathrm{r}}D_{\mathrm{r}}}{\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}+\rho_{0\mathrm{r}}D_{\mathrm{r}}} \tag{5}$$

利用“声学近似”($\rho_{0\mathrm{r}}D_{\mathrm{r}}=\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}$), (5)式可简化为

$$p_{\mathrm{CJ}}=\frac{p_{\mathrm{w/g}}}{2\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}}(\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}+\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}) \tag{6}$$

再次代入关系式 $p_{\mathrm{w/g}}=\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}u_{\mathrm{w/g}}$, (6)式可写成

$$p_{\mathrm{CJ}}=\frac{1}{2}u_{\mathrm{w/g}}(\rho_0D_{\mathrm{e}}+\rho_{0\mathrm{w/g}}D_{\mathrm{w/g}}) \tag{7}$$

对于炸药-水系统, 由 Rice 等[17] 的实验研究可知, 在水中冲击波压力 $p_{\mathrm{w}}\leqslant 45$ GPa 时, 水的冲击波速度 D_{w} 和质点速度 u_{w}(单位 km/s)存在以下关系

$$D_{\mathrm{w}} = 1.483 + 25.306\lg\left(1 + \frac{u_{\mathrm{w}}}{5.19}\right) \tag{8}$$

而对于有机玻璃，根据文献 [18] 所提供的实验数据，其在 2～6 km/s 冲击波速度范围内的 Hugoniot 关系式为

$$D_{\mathrm{g}} = 1.5278u_{\mathrm{g}} + 2.5928 \tag{9}$$

式中：D_{g} 和 u_{g} 分别为有机玻璃的冲击波速度和波后质点速度，单位 km/s。

于是用阻抗匹配法测量炸药爆压的关键是获得界面两端炸药的爆速和介质冲击波的初始速度，标准水箱法的测量原理是利用水的透光率随密度变化的特点，用强光源照射透明盛水容器，冲击波经过处水的密度变大，在底片上会形成暗层，利用转镜式高速摄像机记录冲击波传播过程，进而求出入水冲击波的初始速度，再结合炸药爆速等已知参数，根据(7)式求解出炸药爆压。上述实验过程对水的透明度、强光源、高速摄影仪、炸药起爆等有特殊要求，并且需要单独测定炸药爆速，而基于新型爆速探针的爆轰波-冲击波连续测量特性可大大简化测试过程。

2　实验结果与数据处理

2.1　不同测试装置及惰性介质的结果对比

为了对比不同测试装置和惰性介质测得结果的差别，首先分别采用图 2 所示两种装置对密度为 0.86 g/cm^3 的粉状 ANFO 炸药进行试验，其中采用图 2(b) 装置测量时分别用水和有机玻璃作为冲击波衰减的传播介质。爆速仪记录的电压信号如图 4 所示，其中：DP-1 为图 2(a) 装置的测量结果；DP-2 为图 2(b) 装置以水为介质时的测量结果；DP-3 和 DP-4 为图 2(b) 装置采用 2 cm 厚有机玻璃为介质时的测量结果，为了研究后续冲击波的衰减过程，在有机玻璃块上设置长度为 30 cm 的水柱。

利用(2)式换算得到爆轰波-冲击波时程曲线，如图 5 所示。由于药柱中探针的长度均为 20 cm，因此在行程 20 cm 处作一条分界线。分界线前为爆轰波，由于使用爆速较低的非理想炸药，爆轰波存在一段成长过程，因此这里可采用二次拟合，拟合后得到各试验中炸药的爆速分别为 3.7187、3.6482、3.6540 和 3.6336 km/s。分界线后为冲击波，拟合后可得各试验的初始冲击波速度，分别为 3.3771、3.5272、3.9654 和 3.9702 km/s，其中前两个为水中冲击波速度，后两个为有机玻璃的冲击波速度；之后分别利用(8)式和(9)式得到各初始冲击波的波后质点速度，分别为 0.9762、1.0610、0.8984 和 0.9015 km/s；将待测炸药的密度、水的密度(1.0 g/cm^3)和有机玻璃的密度(1.186 g/cm^3)代入(7)式，可求出待测 ANFO 炸药爆压，分别为 3.600、3.535、3.524 和 3.539 GPa；最后由 $p_{\mathrm{CJ}}=\rho_{\mathrm{e}}D_{\mathrm{e}}^2/(\gamma+1)$ 计算各炸药的绝热指数 γ。所测各试验的爆速、爆压和绝热指数列于表 1 中。

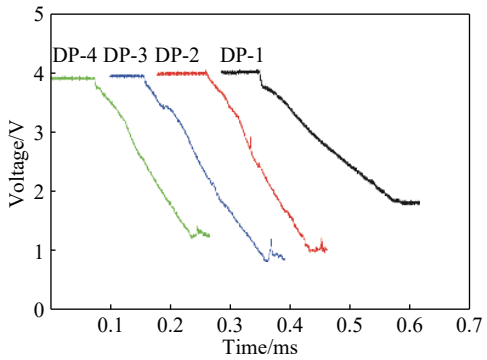


图 4　采用不同测试方法时连续压导探针测得的电压信号

Fig. 4　Output voltage profiles of CPVPs by different test methods

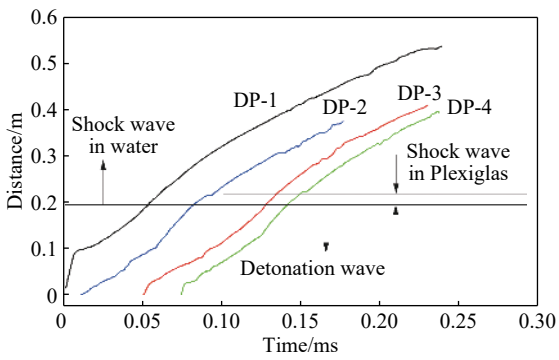


图 5　不同测试方法得到的爆轰波-冲击波时程曲线

Fig. 5　Time history curves of detonation and shock wave front by different test methods

对比各数据可知，利用改进水箱法(DP-1)和简化水箱法(DP-2)求得的炸药爆压两者相差 1.80%，而利用水介质(DP-2)和有机玻璃(DP-3)测得的爆压相差 0.31%，利用有机玻璃进行的两次重复实验

表 1　不同试验装置测得的炸药爆压

Table 1　Measuring results of detonation pressure by different methods

Test method	Shot No.	Inert material	Explosive component	Density/(g·cm^{-3})	Detonation velocity/(km·s^{-1})	Detonation pressure/GPa	γ
Fig. 2(a)	DP-1	Water	ANFO	0.860	3.7187	3.600	2.304
Fig. 2(b)	DP-2	Water	ANFO	0.860	3.6482	3.535	2.238
	DP-3	PMMA	ANFO	0.860	3.6540	3.524	2.258
	DP-4	PMMA	ANFO	0.865	3.6336	3.539	2.227
	DP-5	PMMA	100%ANFO+0%RDX	0.880	2.8978	2.394	2.086
	DP-6	PMMA	85%ANFO+15%RDX	0.832	4.2209	4.469	2.317
	DP-7	PMMA	50%ANFO+50%RDX	0.875	4.9798	6.446	2.366

Note: The ANFO of DP-1–DP-5 are powdery while those of DP-6 and DP-7 are granular.

(DP-3 和 DP-4)的结果相差 0.43%。由以上对比结果可知,基于连续压导探针的改进水箱法测量炸药爆压的稳定性和可重复性均较高。当然,进一步的准确性、稳定性和重复性验证需要进行大量的重复性实验,这将是我们以后的工作重点。

2.2　多孔粒状 ANFO 与 RDX 混合炸药的测量结果

为了获得不同强度的冲击波,使用不同比例的 ANFO/RDX 混合炸药,以有机玻璃为介质,进行了爆轰波-冲击波的连续测量,其中 DP-5～DP-7 中的 ANFO 为多孔粒状硝酸铵,而粉状 RDX 的混合比例分别为 0%、15% 和 50%, 3 次试验的电压信号如图 6 所示。

同样利用(2)式将图 6 的电压信号换算为如图 7 所示的爆轰波-冲击波时程曲线。类似地,对各爆轰波段进行线性或二次拟合,得到各炸药的爆速分别为 2.8978、4.2209 和 4.9798 km/s; 中间段为有机玻璃中传播的冲击波,其初始速度分别为 3.6554、4.2006 和 4.5999 km/s, 然后利用(8)式和(9)式得到各初始冲击波波后质点速度,分别为 0.6955、1.0523 和 1.3137 km/s, 将已知参数代入(7)式后,可求出各待测 ANFO 炸药的爆压,分别为 2.394、4.469 和 6.446 GPa。各试验的爆速、爆压和绝热指数也一同列于表 1。若对有机玻璃-水界面作进一步分析,可求出冲击波在不同介质中传播的变化规律,用于确定未知材料(本试验中为水)的冲击状态方程,该内容将在以后的研究工作中展开讨论。

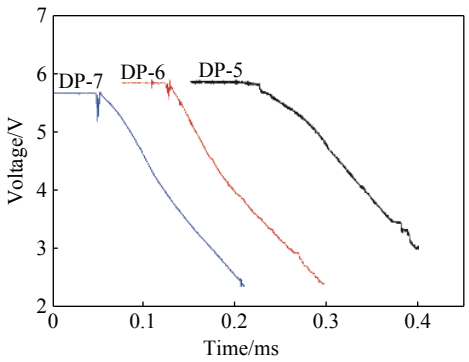


图 6　不同比例 ANFO/RDX 炸药的电压信号

Fig. 6　Output voltage profiles for different ANFO/RDX ratios

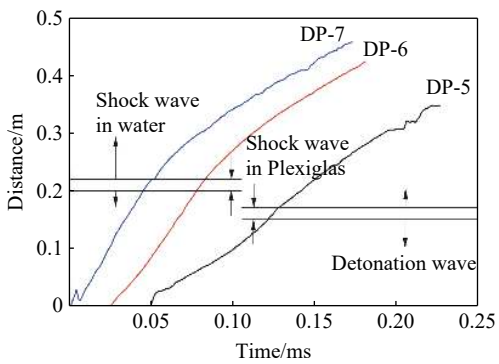


图 7　ANFO/RDX 混合炸药的爆轰波-冲击波时程曲线

Fig. 7　Time history curves of detonation and shock wave front for composite ANFO/RDX explosive

3　结　论

(1)基于自行研制的压导式连续电阻丝探针,设计了用于测量炸药爆压的改进水箱装置,可方便快捷地测量炸药的爆轰波及其在水中所形成冲击波的传播速度,从而计算炸药的爆轰压力,与标准水箱

法相比，改进后的方法省去了高速摄影仪这一昂贵且操作复杂的设备，使用一根压导探针和一个爆速仪便能获得炸药的爆速和爆压。

（2）采用改进水箱法及简化装置，以水和有机玻璃作为惰性材料，对同一密度下的粉状 ANFO 炸药进行爆速和爆压测量，结果显示，各试验爆速的最大相对误差为 2.3%，爆压的最大相对误差为 2.1%，说明改进水箱法的测试稳定性和可重复性良好。

（3）利用改进水箱法的简化装置，以有机玻璃作为惰性介质，对不同混合比例的 ANFO/RDX 炸药进行爆速和爆压测量，结果表明改进方法同时适用于低爆速和高爆速炸药的测量。

参考文献：

[1] SONG S Y, LEE J W. A detonation pressure measurement system employing high resistance manganin foil gauge [C]// Proceedings of the 9th Symposium (International) on Detonation. Portland, OR, 1989: 471–477.

[2] PHILIPPART D. The study of booster materials with electromagnetic particle velocity gauges [C]//Proceedings of 8th Symposium (International) on Detonation, NSWC MP, 1985: 86–194.

[3] DOROKHIN V V, ZUBAREVYU V N, OREKIN K, et al. Continuous radiographic recording for explosion products behind a detonation front [J]. Combustion, Explosion and Shock Waves, 1988, 24(1): 109–112.

[4] MADER C L, CRANE S L, JOHNSON J N. Los Alamos explosives performance data [M]. Los Angeles: University of California Press, 1983.

[5] COOK M A, KEYES R T, URSENBACH W O. Measurements of detonation pressure [J]. Journal of Applied Physics, 1962, 33(12): 3413–3421.

[6] RIGDON J K, AKST I B. An analysis of the “Aquarium technique” as a precision detonation pressure measurement gage [C]// Proceedings of the Fifth Symposium (International) on Detonation, 1970.

[7] 徐康, 于德洋, 许云祥, 等. 水箱法——一种可用于小药量测定炸药爆轰压力的方法 [J]. 爆炸与冲击, 1981, 1(2): 89–95.
XU K, YU D Y, XU Y X, et al. Aquarium test–a method for determination of the detonation pressure with small quantity of explosive [J]. Explosion and Shock waves, 1981, 1(2): 89–95.

[8] 薛彭寿, 王淑萍. 大药量水箱法测定炸药爆轰压力的研究 [J]. 火炸药, 1992(2): 10–19.
XUE P S, WANG S P. Study on detonation pressure measurement for large charge with aquarium test [J]. Chinese Journal of Explosives & Propellants, 1992(2): 10–19.

[9] ASHAEV V K, DORONIN G S, LEVIN A D. Detonation front structure in condensed high explosives [J]. Combustion, Explosion and Shock Waves, 1988, 24(1): 88–92.

[10] 于德洋, 曾雄飞, 徐康. 阻抗匹配法测爆压的研究 [J]. 爆炸与冲击, 1983, 3(3): 67–74.
YU D Y, ZENG X F, XU K. Impedance matching method for detonation pressure measurements [J]. Explosion and Shock Waves, 1983, 3(3): 67–74.

[11] 于德洋, 曾雄飞, 徐康. 对一种新的爆压测试方法—二碘甲烷法—的研究 [J]. 爆炸与冲击, 1985, 5(2): 69–73.
YU D Y, ZENG X F, XU K. Investigations of a new detonation pressure measuring method-diiodomethane method [J]. Explosion and Shock Waves, 1985, 5(2): 69–73.

[12] 李晓杰, 王小红, 闫鸿浩, 等. 一种连续电阻丝探针及其制造方法: CN 103630704A [P]. 2014-03-12.

[13] 李科斌, 李晓杰, 闫鸿浩, 等. 炸药爆速连续测量的杂波分析及新型探针的研制 [J]. 工程爆破, 2017, 23(5): 85–90.
LI K B, LI X J, YAN H H, et al. The mechanism analysis of noise wave in detonation velocity continuous measurement [J]. Engineering Blasting, 2017, 23(5): 85–90.

[14] 王宇新, 李晓杰, 闫鸿浩, 等. 炸药爆速的连续测量技术研究 [J]. 爆破器材, 2017, 46(6): 59–64.
WANG Y X, LI X J, YAN H H, et al. Study on continuous testing technology of detonation velocity of explosives [J]. Explosive Materials, 2017, 46(6): 59–64.

[15] 李科斌, 李晓杰, 闫鸿浩, 等. 一种测量工业炸药临界直径和临界厚度的连续电阻丝探针法 [J]. 含能材料, 2018, 26(7): 620–625.
LI K B, LI X J, YAN H H, et al. A continuous resistance wire probe method for determining the critical diameter and thickness

of commercial explosives [J]. Chinese Journal of Energetic Materials, 2018, 26(7): 620–625.

[16] 李科斌, 李晓杰, 闫鸿浩, 等. 一种可实现水下爆炸参数连续测量的新型电测方法 [J]. 兵工学报, 2017(Suppl 1): 108–112. LI K B, LI X J, YAN H H, et al. New electrometric method for the continuous measurement of underwater explosion parameters [J]. Acta Armamentarii, 2017(Suppl 1): 108–112.

[17] RICE M H, WALSH J M. Equation of state of water to 250 kilobars [J]. The Journal of Chemical Physics, 1957, 26(4): 824–830.

[18] MARSH S P. LASL shock Hugoniot data [M]. Berkeley: University of California Press, 1980.

A Modified Aquarium Test Using a Continuous Pressure-Conducted Velocity Probe for Measurement of Detonation Pressure

LI Kebin[1], LI Xiaojie[1,2], WANG Xiaohong[1], YAN Honghao[1], CAO Jingxiang[3]

(1. *Department of Engineering Mechanics*, *Dalian University of Technology*, *Dalian* 116024, *China*;
2. *State Key Laboratory of Structural Analysis for Industrial Equipment*, *Dalian* 116024, *China*;
3. *Dalian Shipbuilding Industry Explosive Processing Research Co.*, *Ltd.*, *Dalian* 116311, *China*)

Abstract: In order to measure the detonation pressure of large mass explosive more convenient in the field work, a modified aquarium test has been designed by using a self-developed continuous pressure-conducted velocity probe (CPVP). The method can continuously record the trajectories of detonation and shock wave fronts in a single test. In addition, a simplified aquarium test method based on the novel velocity probe was designed to further simplify the experimental setup and operation process. By using the two type of devices, detonation pressure measurements for the different ammonium-nitrate/fuel-oil (ANFO) ratio explosives were performed and the time history curves of detonation-shock wave fronts were measured. The detonation velocity of each shot was then obtained by fitting the detonation wave data, and the initial shock velocity was determined based on the shock wave data of the medium adjacent to the explosive. Based on the shock Hugoniot curves of water and Plexiglas, we calculated the CJ pressures and adiabatic exponents of each test based on impedance matching principle. The experimental results show that the CPVP-based aquarium test can measure the detonation velocity and detonation pressure accurately and efficiently. The CPVP-based aquarium test method will be a significant supplement technique for explosive performance estimation.

Keywords: detonation pressure; aquarium test; continuous pressure-conducted velocity probe (CPVP); impedance matching