

doi:10.3799/dqkx.2016.114

# 地幔转换带条件下岩石矿物波速测量方法： 超声波与多面砧技术的结合

周春银<sup>1,2</sup>, 金振民<sup>1,2</sup>, 王雁宾<sup>3</sup>, 王超<sup>2</sup>, 张艳飞<sup>2</sup>

1. 中国地质大学地球科学学院, 湖北武汉 430074

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

3. 美国芝加哥大学高等放射源中心, 美国伊利诺伊州 60637

**摘要:** 地幔矿物的波速测量研究是认识地球深部物质组成和性质的重要方法。国际上在大压机中利用超声波技术对地幔矿物材料开展了广泛的波速测量研究, 实验温压范围达到地幔转换带条件, 而国内大压机超声波波速测量局限于 6 GPa 压力以内。在中国地质大学(武汉)地球深部研究实验室 1 000 t Walker 型多面砧大压机上, 利用超声波技术, 建立了一套高压波速测量系统, 对地幔转换带矿物  $Mg_2SiO_4$  瓦兹利石多晶样品在 18 GPa 压力范围内的弹性波速进行了测量, 测量结果与前人超声波波速测量结果相比总体吻合程度良好。利用多面砧大压机和超声波技术, 在国内首次实现了地幔转换带高压条件下的波速测量, 缩短了我国高压波速测量水平与国外先进水平的差距, 同时可以为中国及周边地区地球物理观测资料的解析提供矿物物理方面的实验约束, 为国内岩石矿物和固体材料的弹性研究提供实验技术支持。

**关键词:** 高压; 波速测量; 超声波; 多面砧; 瓦兹利石; 岩石学; 地球物理。

中图分类号: P574

文章编号: 1000-2383(2016)09-1451-10

收稿日期: 2016-01-22

## Sound Velocity Measurement of Minerals and Rocks at Mantle Transition Zone Conditions Using Ultrasonic and Multianvil Techniques

Zhou Chunyin<sup>1,2</sup>, Jin Zhenmin<sup>1,2</sup>, Wang Yanbin<sup>3</sup>, Wang Chao<sup>2</sup>, Zhang Yanfei<sup>2</sup>

1. School of Earth Sciences, China University of Geosciences, Wuhan 430074, China

2. State Key Laboratory of Geological Processes and Mineral Resources, China University of Geosciences, Wuhan 430074, China

3. Center for Advanced Radiation Sources, University of Chicago, Illinois 60637, USA

**Abstract:** Experimental studies of the sound velocity of minerals of the mantle are crucial for understanding the compositions and properties of the Earth's deep interiors. The ultrasonic technique has been globally used in the multianvil press for velocity measurements of various mantle minerals at relevant  $P$ - $T$  conditions of the mantle transition zone. However, the ultrasonic velocity measurements in multianvil in China have been limited to  $<6$  GPa conditions in the past. Recently, we developed a new ultrasonic velocity measurement system in a 1 000 t Walker type multianvil press installed in China University of Geosciences (Wuhan) and measured the velocities of an  $Mg_2SiO_4$  wadsleyite polycrystalline sample up to 18 GPa. The results are comparable with those of previous ultrasonic studies. For the first time in China, the sound velocity measurement was taken at high pressure conditions of the mantle transition zone in a multianvil with ultrasonic techniques, bridging the gap between the domestic and the international advanced level. The technique would provide not only experimental constraints on the interpretation of the geophysical observation beneath China and surrounding regions, but also experimental supports for the studies on the elastic properties of minerals/rocks and condensed materials in China.

**Key words:** high pressure; sound velocity measurement; ultrasonics; multianvil; wadsleyite; petrology; geophysics.

**基金项目:** 国家自然科学基金项目(Nos.41372057,41174076); 国家自然科学基金青年基金项目(No.41404068)。

**作者简介:** 周春银(1985—), 男, 博士后, 主要从事地幔岩石学高温高压实验以及矿物物理研究。E-mail: zhouchy@cug.edu.cn, chunyinzhou@gmail.com

**引用格式:** 周春银, 金振民, 王雁宾, 等, 2016. 地幔转换带条件下岩石矿物波速测量方法: 超声波与多面砧技术的结合. 地球科学, 41(9): 1451-1460.

## 0 引言

固体地球科学研究的一个重要方面是了解地球内部的物质结构和运动规律,但是由于钻探技术的限制,难于对地球内部物质进行直接取样和研究。目前对地球深部的研究主要依靠于地球物理观测和高温高压实验模拟方法;地震学观测数据可提供地球内部的深度—波速—密度剖面(preliminary reference earth model,简称 PREM 模型; Dziewonski and Anderson,1981; AK135 模型; Kennett *et al.*,1995);高温高压实验则可以对相应的地球深部岩石学模型的波速/密度进行实验研究(Li and Liebermann,2007),为地震学观测数据的解析提供依据。因此,岩石矿物材料在高温高压条件下的弹性波速研究是认识地球深部物质组成和性质的重要方法。

高温高压条件下弹性波速的测量研究依赖于高温高压技术、波速测量技术、样品合成技术三方面的发展。高压技术最初是由工业合成超硬材料需求而发展起来的,从 20 世纪五六十年代开始逐渐引进运用到地球科学领域中,目前运用最广的两种高压装置分别是大体积压机和金刚石压砧(Liebermann,2011; Bassett,2009)。

波速测量方法自 20 世纪 30 年代逐渐建立起来,主要方法包括共振法(resonance)、脉冲法(pulse transmission)和干涉法(ultrasonic interferometry),谢洪森等(1998)以及马麦宁和白武明(1999)曾对 20 世纪国内外高温高压弹性波速研究情况进行了较为详细的综述。国际上 20 世纪五六十年代 Hughes and Cross(1951)和 Birch(1960,1961)最先使用活塞—圆筒装置和脉冲法对大量天然岩石样品进行了系统的波速测量,后者提出了著名的 Birch 定律( $V_p = a + b\rho$ ,  $a, b$  为常数,  $\rho$  为密度,即纵波波速  $V_p$  与密度  $\rho$  呈线性关系)。McSkimin(1950)将超声波方法引入并改进装置后,实现了对较为微小的样品进行波速测量。随着高压技术的进步,大压机压力达到 10 GPa 以上,超声波方法被运用到大压机中实现了地幔转换带矿物的波速测量(Li *et al.*,1996)。近 20 年来随着同步辐射和高压技术的广泛运用,在多面砧大压机上使用超声波技术可以在 30 GPa、2 000 K 温压范围内同时测量 P 波和 S 波波速(Higo *et al.*,2012; Liu *et al.*,2014),样品的压力、密度/晶格体积和长度变化能够原位监测,实现了  $P-V-V_p-V_s-T$  状态方程(EoS)的同步测量(Li and Liebermann,2014)。金刚石压砧中的波速测量

方法可参考 Chang *et al.*(2014)。

国内相关技术开发相对国际上较晚,特别值得关注的是 20 世纪 90 年代中科院贵阳地球化学研究所谢鸿森在 YJ-3000 六面顶大压机上建立的高温高压弹性波速测量系统,实现了 5.5 GPa 范围内的波速测量,为国内开展岩石矿物波速研究做出了重要贡献(Xie *et al.*,1993)。由于以往国内高压设备压力的制约,长期以来不能进行上地幔下部和转换带条件下矿物波速测量,与国外先进水平相比,在温度和压力条件、测量精确度和同步辐射联机测量等方面还存在较大差距。

中国地质大学地球深部研究实验室引进的 1 000 t Walker 型多面砧大压机,实验最高达到 24 GPa 的高压条件(张艳飞等,2012; Wu *et al.*,2013),可满足此压力范围内的地球科学高温高压实验需求。近年来,中国周边地区地球物理观测数据表明地球深部存在复杂结构,如西北太平洋俯冲板滞的成因(Zhao *et al.*,2011),迫切需要高压岩石矿物物理方面的实验研究来提供物质解析依据。

笔者在中国地质大学(武汉)地球深部研究实验室 1 000 t Walker 型多面砧大压机上,建立了一套超声波波速测量系统,首次实现了地幔转换带高压条件下的矿物波速测量。本文将详细介绍利用该系统进行高压下波速测量的实验方法以及对地幔转换带矿物  $Mg_2SiO_4$  瓦兹利石的弹性波速的测量结果。

## 1 实验方法

### 1.1 $Mg_2SiO_4$ 瓦兹利石样品合成

样品合成是超声波波速测量工作中十分重要的环节。实验样品必须满足以下条件才能得到可靠的超声波波速数据:(1)样品烧结紧密,孔隙度趋近于零;(2)样品晶粒的线性尺寸远远小于超声波信号的波长,大晶粒样品造成超声波能量在晶粒内部散射耗散,使反射信号严重衰减;(3)样品的纯度足够高,以避免杂质对波速的影响;(4)样品的长度足够大,短小样品造成不同界面的超声信号互相叠加,严重影响走时的测量。Gwanmesia *et al.*(1990a,1993)对样品合成技术进行了较为详尽的讨论。

本研究中笔者选择合成地幔转换带矿物瓦兹利石多晶样品作为超声波波速测量实验对象。瓦兹利石是地球深部 410~520 km 范围内地幔转换带上部的重要组成矿物之一(周春银等,2010)。410 km 和 520 km 不连续面被认为是橄榄石—瓦兹利石相

变以及瓦兹利石—林伍德石相变形成的(橄榄石、瓦兹利石和林伍德石又被分别称为  $\alpha$ 、 $\beta$  和  $\gamma$  相)(Katsura and Ito, 1989; Katsura *et al.*, 2004), 因此瓦兹利石的弹性性质对于认识地幔转换带的物质组成以及波速结构具有重要意义。

合成方法: 初始材料为镁橄榄石 ( $\text{Fo}_{100}$ ) 单晶体, 经研磨为细粉末后置于  $120\text{ }^\circ\text{C}$  干燥炉中保存。瓦兹利石的热压合成在中国地质大学地球深部研究实验室  $1\ 000\ \text{t}$  Walker 型多面砧压机中进行, 详见张艳飞等(2012)和 Wu *et al.* (2013)。二级压砧为 8 块边长为  $25.4\ \text{mm}$  的碳化钨立方体, 其截角边长为  $5\ \text{mm}$ 。含尖晶石的氧化镁八面体样品腔边长为  $10\ \text{mm}$ , 使用  $40\ \mu\text{m}$  钼片做加热管, 加热管周围采用  $\text{ZrO}_2$  做绝热材料, 样品置于黄金样品套中, 样品套与加热管之间使用  $\text{MgO}$  绝缘。瓦兹利石样品在大约  $16.5\ \text{GPa}$ 、 $1\ 400\text{ }^\circ\text{C}$  条件下热压合成, 淬火降压后得到的烧结样品(R379)直径和长度均为大约  $2.0\ \text{mm}$ , 无明显可见裂痕。经激光 Raman 和扫描电镜检测确认为瓦兹利石单相, 颗粒度在  $10\ \mu\text{m}$  以内(图 1)。样品上下两面经金刚石研磨膏精细平行抛光后, 最终厚度为  $1.179\ \text{mm}$ 。

1.2 实验组装

波速测量实验使用 11/5 组装设计, 参考 Kono *et al.* (2010) 的设计, 图 2 表示组装内部截面。八面体采用含 Cr 的  $\text{MgO}$  材料, 致密  $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒(Buffer Rod, 直径  $2\ \text{mm}$ , 长度约  $2.25\ \text{mm}$ ) 置于样品和碳化钨抛光切角之间, 碳化钨/缓冲棒/样品界

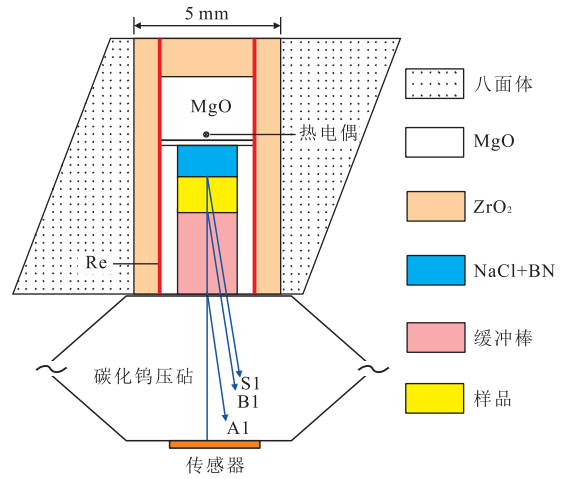


图 2 超声波波速测量实验样品组装

Fig.2 Cell assembly for the ultrasonic velocity measurement 蓝色线代表超声波入射和反射信号路径, A1、B1、S1 分别表示碳化钨压砧/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒、缓冲棒/样品、样品/ $\text{NaCl}+\text{BN}$  界面的一次反射信号. 热电偶靠近  $\text{NaCl}+\text{BN}$  层附近放置

面放置  $2.5\ \mu\text{m}$  金箔以增强高压下的耦合性。加热使用厚度  $25\ \mu\text{m}$  钼片, 周围使用  $\text{ZrO}_2$  做绝热材料, 温度由靠近中心的 WRe26-WRe5 型热电偶测量。  $\text{LiNbO}_3$  ( $10^\circ$ -Y-cut, 美国 BPO 公司) 传感器(transducer) 使用环氧树脂胶固定于多面砧压机压腔中最底部碳化钨砧头的一角, 其另一顶角与中心八面体样品组装相接, 这一对碳化钨压砧切角经平行抛光至镜面效果以促进信号传导。该  $\text{LiNbO}_3$  传感器可以同时发射和接收高频 P 波和 S 波声波信号(Li *et al.*, 2004)。超声波信号经碳化钨压砧、 $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒和样品各界面反射回并按走时被记录下来。

1.3 压力标定

超声波测量实验在  $1\ 000\ \text{t}$  Walker 型多面砧压机中进行, 实验组装(11/5)的压力标定在实验前根据 Bi(I-II,  $2.55\ \text{GPa}$ ; III-V,  $7.70\ \text{GPa}$ ), ZnTe(LPP-HPP I,  $9.60\ \text{GPa}$ ; HPP I-HPP II,  $12.00\ \text{GPa}$ ) 以及 ZnS(半导体—导体,  $15.60\ \text{GPa}$ ) 在常温高压下的相变点进行了标定(图 3), 其中 ZnTe 的相变过程较为缓慢, 所以在  $9.60\sim 12.00\ \text{GPa}$  附近的压力可能存在  $0.30\ \text{GPa}$  的误差。

1.4 声波走时

图 4 为波速测量实验系统示意图。高频超声波电子信号由数字波形发生器 (Tektronix AFG3252C) 产生, 经信号放大器 (Amplifier, 日本 Thamway T146-4358B, 带宽  $5\sim 150\ \text{MHz}$ , 增益  $33\ \text{dB}$ ) 做放大处理, 由双工机 (Duplexer, 日本 Thamway N120-3069A, 带宽  $30\sim 200\ \text{MHz}$ ) 传送

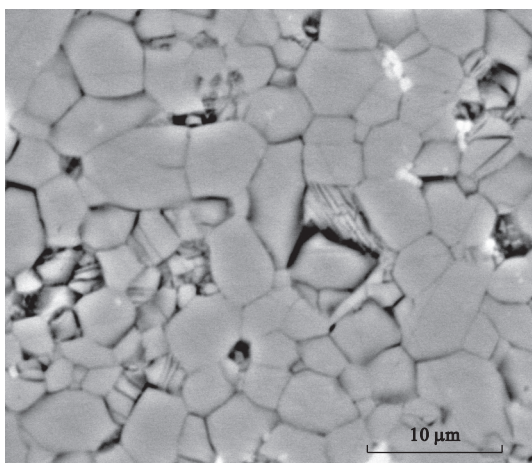


图 1 瓦兹利石样品(R379)电子背散射显微照片

Fig.1 Electron back scattering image of the wadsleyite sample (R379)

样品颗粒间三连点发育, 颗粒度  $< 10\ \mu\text{m}$ , 照片中孔洞并非原生而是在抛光过程中形成的



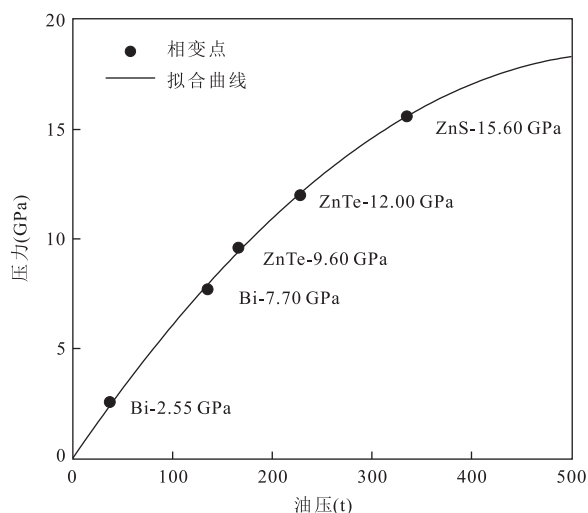


图 3 实验装置压力标定曲线

Fig. 3 Pressure calibration curve for the experimental cell assembly

图中各点分别为金属 Bi、ZnTe 和 ZnS 在常温高压下发生相变时相对应的油压及相应的压力

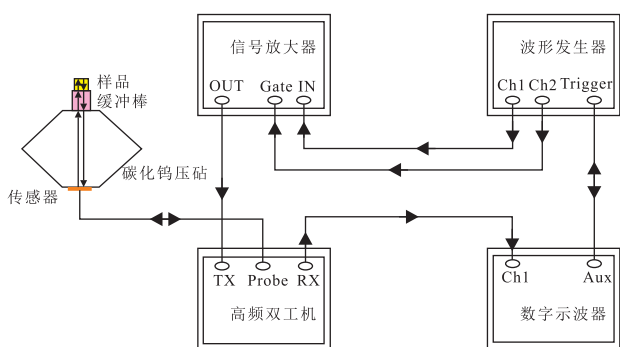


图 4 超声波波速测量系统示意

Fig. 4 Schematic of the ultrasonic velocity measurement system  
超声波信号由波形发生器发出,经过前置信号放大器作放大处理(Gate 端口输入电平控制放大器的启动开关),通过双机探头端(Probe)传给碳化钨切角处的 LiNbO<sub>3</sub> 传感器, LiNbO<sub>3</sub> 传感器可以将电信号和声信号做转换处理,同时作为发射端和接收端工作,返回的信号由双机传回给数字示波器记录.波形发生器和数字示波器之间由另一根同步线作时间同步.箭头指示信号传输路径.详见文中解释

至 LiNbO<sub>3</sub> 传感器, LiNbO<sub>3</sub> 传感器将激发的高频声波信号经碳化钨砧头、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 缓冲棒传导进入样品,并接收从该路径中各界面反射回来的信号(图 2),最终回收信号由数字示波器(Tektronix MSO5104)记录.在实验中通常选择 50 MHz 和 30 MHz 分别作为 P 波和 S 波的频率,发生器产生的初始信号为 3 周期正弦脉冲(Burst)信号,一系列由碳化钨砧头/缓冲棒/样品界面反射回来的信号按走时被示波器记录下来,采样率最高可达  $10 \times 10^9$

simple/s(即分辨率为 0.1 ns/point).本实验中所使用的宽频信号放大系统(放大器+双工机)能够实现超声波信号的有效放大,回收数据具有优良的信噪比.图 5a 示实验在常温和 18 GPa 条件下记录的 P 波和 S 波信号(40 MHz),P 波较 S 波速度更快先到达;从碳化钨压砧/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 缓冲棒(A1)、缓冲棒/样品(B1)、样品/NaCl+BN(S1)界面依次有 3 个反射信号(图 2),B1 与 S1 之间的时差( $\Delta t$ )即为超声波在样品中穿过一个来回的走时  $t_{P,S}$ (图 5b).利用波形对比叠加方法可以精确确定样品的走时,精度达到 0.6 ns.

### 1.5 高压下样品长度的校正和波速计算

由于样品处于高压腔中,无法直接可视测量样品在高压下的长度,笔者采用 Cook(1957)方法来校正计算样品在高压下的长度.假设样品在高压下是处于均匀压缩和弹性变形状态,其长度变化可以用以下公式来表示(Li and Libermann, 2014):

$$S = \frac{l_0}{l} = 1 + \frac{1 + \alpha\gamma T}{12\rho_0 l_0^2} \int_0^P \frac{dP}{\left(\frac{1}{t_P^2} - \frac{4}{3t_S^2}\right)}, \quad (1)$$

式中: $S$  为压缩系数, $l_0$  和  $l$  分别表示样品的初始长度和高压下的长度, $\rho_0$  为样品常压下的密度, $\alpha$  为热膨胀系数, $\gamma$  为格林艾森参数, $T$  为绝对温度, $t_P$  和  $t_S$  分别为 P 波和 S 波在样品中的走时.对于大多数地幔矿物,室温条件下  $\alpha\gamma T$  的值近似等于 0.01(瓦兹利石的热膨胀系数  $\alpha = 2 \times 10^{-5} (\text{K}^{-1}) + 2.5 \times 10^{-8} (\text{K}^{-2}) \times T$ )(Li *et al.*, 2001), $\gamma$  值通常为 1~2,常温下  $T \approx 300 \text{ K}$ .通过该方法计算得到的样品长度误差大约为 0.2%.但是如果样品孔隙度较高或者样品在高压下发生塑性变形,高压下计算的样品长度误差将会增加.因此一般在实验前需预先测量样品的密度以估计孔隙度,在实验后需要检测样品的长度是否发生变化.样品的初始长度  $l_0$  和密度  $\rho_0$  在实验前测得,P 波和 S 波走时  $t_P$  和  $t_S$  根据超声波数据可以获得,因此,利用以上方法得到的样品长度、密度和走时数据可以计算出波速:

$$V_{P,S} = \frac{2l}{t_{P,S}}. \quad (2)$$

在静水压力条件下,样品在高压下长度变化服从以下公式:

$$\frac{l_0}{l} = \left(\frac{\rho}{\rho_0}\right)^{\frac{1}{3}} = \left(\frac{V_0}{V}\right)^{\frac{1}{3}}. \quad (3)$$

如果样品的状态方程(EoS)参数已知,理论上也可以根据状态方程来求得样品的长度以及密度,

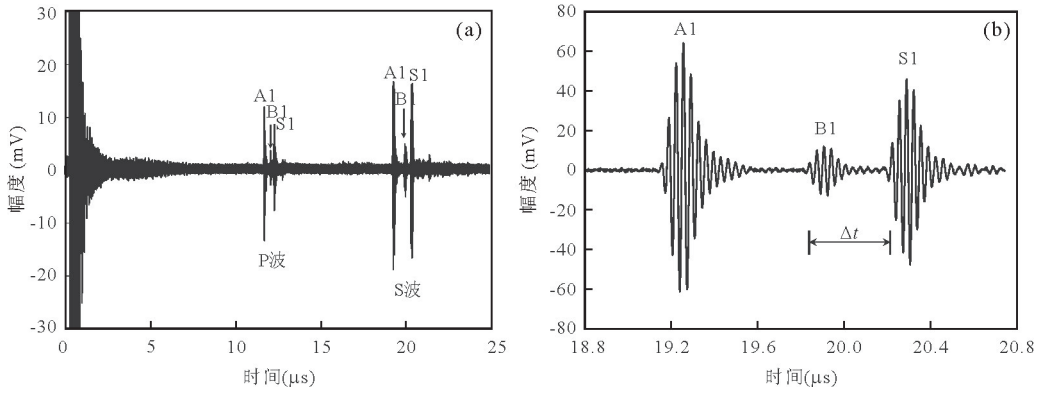


图 5 超声波信号示例(a)和超声波 S 波信号局部放大图(b)

Fig.5 An example (experiment No.U004) for the ultrasonic signal (a) and an S-wave signal in enlarged scale (b)

实验编号 U004, 18 GPa, 室温条件;图 a 的频率为 40 MHz;图 b 的频率为 30 MHz.A1、B1、S1 分别表示碳化钨压砧/ $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒/缓冲棒/样品、样品/ $\text{NaCl}+\text{BN}$  界面的一次反射信号,B1 与 S1 之间的时差即为超声波在样品中的走时

两种方法得到的结果理论上应该是相等的。

样品的弹性模量  $K$  和  $G$  则用已知公式计算:

$$\begin{cases} K = \rho \left( V_p^2 - \frac{4}{3} V_s^2 \right), \\ G = \rho V_s^2. \end{cases} \quad (4)$$

### 1.6 波速测量误差分析

根据波速计算公式(2),得出波速的微小扰动( $\Delta V_{P,S}$ )与样品长度及走时扰动( $\Delta l, \Delta t$ )的关系为:

$$\frac{\Delta V_{P,S}}{V_{P,S}} = \frac{\Delta l}{l} - \frac{\Delta t}{t}, \quad (5)$$

式中: $t$  即为 P 波或 S 波走时,该公式表明波速误差来自于长度误差和走时误差两方面,下面分别来讨论。

根据公式(1)左边表达式容易得出:

$$\frac{\Delta l}{l} = - \frac{\Delta S}{S}. \quad (6)$$

因此公式(5)转化为:

$$\frac{\Delta V_{P,S}}{V_{P,S}} = - \frac{\Delta S}{S} - \frac{\Delta t}{t}. \quad (7)$$

根据公式(1)可以得到:

$$\Delta S = \frac{1 + \alpha \gamma T}{12 \rho_0 l_0^2} \frac{\Delta P}{\left( \frac{1}{t_p^2} - \frac{4}{3t_s^2} \right)}, \quad (8)$$

式中:室温条件下  $\alpha \gamma T \approx 0.01$ , 样品初始密度  $\rho_0$  和初始长度  $l_0$  视为常数,本实验中走时的整体变化相对很小也可以视为常数,P 波和 S 波的平均走时分别为  $t_p \approx 0.22 \mu\text{s}$  和  $t_s \approx 0.39 \mu\text{s}$ ,取绝对值后于是得到波速的相对误差为:

$$\left| \frac{\Delta V_{P,S}}{V_{P,S}} \right| \approx \frac{|\Delta P|}{682 \times S} + \frac{|\Delta t|}{t}, \quad (9)$$

也就是说波速的误差最终主要来源于压力误差和走

时误差.在本研究中笔者假设  $\Delta P_{\max} = 0.5 \text{ GPa}$ ,  $S \approx 1$ ,  $\Delta t_{\max} = 1 \text{ ns}$ ,那么 P 波和 S 波的相对误差则分别大约为 0.5% 和 0.3%。

类似地,可以得到弹性模量的相对误差分别是:

$$\left| \frac{\Delta K}{K} \right| = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| + \left| \frac{\Delta S}{S} \right|, \quad (10)$$

$$\left| \frac{\Delta G}{G} \right| = \left| \frac{\Delta \rho}{\rho} \right| + 2 \left| \frac{\Delta V_s}{V_s} \right|. \quad (11)$$

在非原位(ex situ)测量中样品的密度误差用初始密度的测量误差来替代,其误差一般在 0.5% ~ 1.0%,结合公式(9),则体积模量  $K$  和剪切模量  $G$  的相对误差分别小于 1.1% 和 1.6%。

## 2 高压下瓦兹利石波速测量结果和对比

瓦兹利石是地幔转换带上部重要组成矿物之一,前人已经开展了大量的高温高压实验研究其物理化学性质.14 GPa 范围内纯镁端员  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  瓦兹利石的高压波速前人已经有过报道(Gwanmesia *et al.*, 1990b; Li *et al.*, 1996, 1998, 2001; Zha *et al.*, 1997),因此本次瓦兹利石波速测量有较可靠的前人数据可做对比.由于本次实验样品尺寸较小,阿基米德方法测零压密度时受液体表面张力影响较大,故零压密度取前人数据  $\rho_0 = 3.47 \text{ g/cm}^3$  (Li *et al.*, 1998, 2001);扫描电镜分析(图 1)显示样品颗粒度较小,三连点结构发育,样品孔隙度低,计算中取前人所测密度值具有合理性.实验样品在高压实验后回收确定长度没有发生改变,表明实验中样品未发生塑性变形。

瓦兹利石的高压波速测量在多面砧大压机中进

行,超声波走时数据在加压过程中按一定压力间隔收集,直至最高 18 GPa.本次波速测量实验中瓦兹利石样品在各压力条件下的走时、长度以及计算得到的波速和弹性模量见表 1.根据波形对比叠加方法确定样品走时的误差是 $\pm 0.6$  ns,长度误差为 $\pm 0.002$  mm,P波和 S 波波速实际误差分别是 $\pm 0.04$  km/s和 $\pm 0.02$  km/s,通过公式(4)得到的弹性模量  $K$  和  $G$  的误差则分别大约是 3 GPa 和 1 GPa.

根据样品走时和 Cook 方法校正的样品长度计算得到高压下的波速如图 6a 所示,瓦兹利石的 P 波和 S 波波速随着加压而增大,考虑到低压下装置耦合性问题,对 3 GPa 以上波速数据进行线性拟合得到: $V_P(\text{km/s}) = (9.81 \pm 0.02) + (0.049 \pm 0.002) \times P(\text{GPa})$ , $V_S(\text{km/s}) = (5.70 \pm 0.01) + (0.016 \pm 0.001) \times P(\text{GPa})$ .与前人超声波测量数据(Li *et al.*,1996,2001)以及布里渊散射测量数据(Zha *et al.*,1997)相比,S波波速与前人数据较为一致.高压条件下 P 波波速比 Li *et al.*(1996,2001)结果略高 0.15 km/s,可能与本实验中致密  $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒的轴向应力效应有关;但 Zha *et al.*(1997)在 14 GPa 附近测量结果与本次实验结果则较为相近,而且本实验测量波速在高压下与 Kiefer *et al.*(2001)理论计算预测波速非常一致.Gwanmesia *et al.*(1990b)

的实验条件在 3 GPa 以内,本此测量在此范围内没有可靠实测数据与之对比,根据线性拟合推导得到的低压波速比 Gwanmesia *et al.*(1990b)结果高.

结合高压下的密度和公式(4)可以计算出体积模量  $K$  和剪切模量  $G$ (图 6b,表 2).利用三级有限应变状态方程(Davies and Dziewonski,1975;Li and Liebermann,2014)来拟合实验数据:

$$\begin{cases} \rho V_P^2 = (1 - 2\varepsilon)^{5/2} (L_1 + L_2\varepsilon), \\ \rho V_S^2 = (1 - 2\varepsilon)^{5/2} (M_1 + M_2\varepsilon). \end{cases} \quad (12)$$

其中  $\varepsilon = (1 - (\rho/\rho_0)^{2/3})/2$ ,系数  $L_1$ 、 $L_2$ 、 $M_1$  和  $M_2$  可以用弹性常数来表示:

$$\begin{cases} M_1 = G_0, \\ M_2 = 5G_0 - 3K_0G', \\ L_1 = K_0 + 4G_0/3, \\ L_2 = 5(K_0 + 4G_0/3) - 3K_0(K' + 4G'/3). \end{cases} \quad (13)$$

在低压条件下( $< 3$  GPa)实验组装尚未达到完全耦合,数据处理中未计入拟合.最终拟合的结果为: $K_0 = 182 \pm 2$  GPa, $K' = 4.0 \pm 0.1$ , $G_0 = 112 \pm 1$  GPa, $G' = 1.3 \pm 0.1$ ( $K_0$  和  $G_0$  分别为常温常压下的体积模量和剪切模量, $K'$  和  $G'$  分别为其压力系数).本实验研究结果与前人数据对比表明,高压下剪切模量与前人具有很好的可比性,体积模量与

表 1 高压下瓦兹利石测量值

Table 1 Peak strengths and friction angles of glass beads within different cell pressures

$P(\text{GPa})$	$t_P(\mu\text{s})$	$t_S(\mu\text{s})$	$l(\text{mm})$	$V_P(\text{km/s})$	$V_S(\text{km/s})$	$K(\text{GPa})$	$G(\text{GPa})$
0.0	—	—	1.179	—	—	—	—
1.6	0.244 2	0.420 8	1.176	9.63	5.59	178.8	109.3
3.0	0.237 4	0.411 6	1.172	9.88	5.70	191.6	114.5
4.5	0.233 4	0.406 2	1.170	10.02	5.76	199.8	117.9
5.8	0.231 0	0.403 0	1.167	10.10	5.79	205.3	120.0
7.1	0.228 4	0.400 0	1.165	10.20	5.82	211.6	122.1
8.3	0.226 6	0.398 2	1.162	10.26	5.84	216.6	123.4
9.5	0.225 0	0.396 0	1.160	10.31	5.86	220.5	125.0
10.6	0.223 6	0.393 8	1.158	10.36	5.88	223.9	126.6
11.6	0.222 2	0.392 6	1.157	10.41	5.89	228.2	127.6
12.6	0.221 0	0.391 4	1.155	10.45	5.90	231.8	128.5
13.5	0.220 0	0.390 2	1.154	10.49	5.91	234.7	129.5
14.3	0.219 0	0.389 2	1.152	10.52	5.92	237.8	130.3
15.1	0.218 0	0.388 2	1.151	10.56	5.93	241.0	131.1
15.8	0.217 2	0.387 2	1.150	10.59	5.94	243.4	131.9
16.4	0.216 6	0.386 6	1.149	10.61	5.94	245.4	132.5
17.0	0.216 0	0.385 8	1.148	10.63	5.95	247.2	133.1
17.5	0.215 4	0.385 2	1.147	10.65	5.96	249.2	133.6
18.0	0.214 8	0.384 6	1.147	10.68	5.96	251.2	134.1

注:本实验压力标定误差大约为 0.3 GPa,长度误差大约为 0.002 mm,超声波走时误差为大约 0.6 ns,相应的波速误差大约分别为 0.04 km/s(P 波)和 0.02 km/s(S 波),计算得到的弹性模量的误差大约为 3 GPa( $K$ )和 1 GPa( $G$ ). $P$ :压力; $t_P$ :P 波走时; $t_S$ :S 波走时; $l$ :样品长度; $V_P$ :P 波速度; $V_S$ :S 波速度; $K$ :体积模量; $G$ :剪切模量.

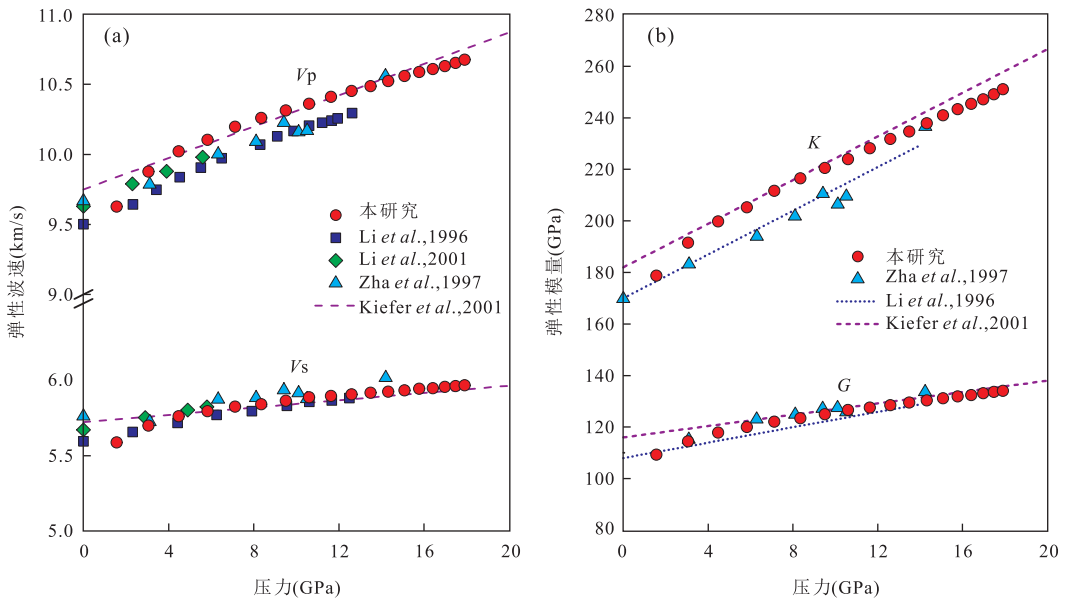


图 6 高压条件下瓦兹利石(R379)的弹性波速(a)和弹性模量(b)

Fig.6 The elastic wave velocities (a) and elastic modulus (b) of wadsleyite (R379)

表 2 本实验测量所得弹性参数与前人数据对比

Table 2 The elastic parameters obtained in present measurements compared with previous data

文献	$K_0$ (GPa)	$K'$	$G_0$ (GPa)	$G'$	最高压力(GPa)	研究方法
本研究	$182 \pm 2$	$4.0 \pm 0.1$	$112 \pm 1$	$1.3 \pm 0.1$	18	超声波、多面砧
Sawamoto <i>et al.</i> , 1984	174	—	114	—	0	布里渊散射
Gwanmesia <i>et al.</i> , 1990b	—	$4.8 \pm 0.2$	—	$1.7 \pm 0.1$	3.0	超声波、活塞圆筒
Li <i>et al.</i> , 1996	170	$4.24 \pm 0.10$	108	$1.49 \pm 0.03$	12.5	超声波、多面砧
Zha <i>et al.</i> , 1997	$170 \pm 2$	$4.3 \pm 0.2$	$115 \pm 2$	$1.4 \pm 0.2$	14	布里渊散射
Li <i>et al.</i> , 2001	$173 \pm 1$	$4.2 \pm 0.1$	$113 \pm 1$	$1.5 \pm 0.1$	7	超声波、多面砧
Kiefer <i>et al.</i> , 2001	182	4.23	116	1.10	—	理论计算

Kiefer *et al.*(2001)理论计算结果比较一致,但比 Li *et al.*(1996)和 Zha *et al.*(1997)实验数据略高,拟合得到的  $K_0$  比前人实验所测结果(170~174 GPa)略高(Sawamoto *et al.*, 1984; Gwanmesia *et al.*, 1990b; Li *et al.*, 1996, 1998, 2001; Zha *et al.*, 1997),而  $K'$  相对略低(表 2).前人在较低压力条件下实验所得  $K'$  和  $G'$  较高(Gawanmesia *et al.*, 1990b),可能与低压下装置耦合不够使所测波速偏低有关,在本实验低压范围内也有观测到这种现象.高压下测量结果与前人超声波波速测量结果相比,P波波速和体积模量略高,S波波速和剪切模量比较一致,总体吻合程度良好.

实验中,在冷压至 18 GPa 完成常温波速测量后,尝试加温至 1 500 °C,超声波信号在升温过程中明显衰减,尤其是 S 波信号对升温更为敏感,在温度达到 1 500 °C 时,样品的 S 波信号已经难于识别,P 波信号则仍稳定可见;在淬火后,S 波信号又得到恢

复.高温条件下 S 波信号的衰减可能与升温后  $Al_2O_3$  缓冲棒以及样品耦合性降低有关.在高温高压条件下确定样品的长度目前主要依靠同步辐射 X 光成像,在没有同步辐射光源的 offline 实验中准确测量样品长度仍然是非常困难的,尤其是在高温条件下样品可能会发生相变或者塑性变形的情况下.另外 offline 实验中压力标定还无法和同步辐射实验中利用压标物质原位标定的精确度相比,对结果也有比较大的影响.这些技术因素都限制了 offline 超声波实验的运用范围,也是今后需要进一步探索的方向.

### 3 超声波波速测量技术的运用探讨和展望

目前超声波技术结合大压机和同步辐射技术已经在欧美和日本被广泛运用于岩石矿物和新功能材



料的弹性性质研究,实验条件最高已经达到 30 GPa (Higo *et al.*, 2012) 和 2 000 K (Liu *et al.*, 2014), 覆盖整个上地幔和转换带温压环境,为地球物理深部观测结果解析提供了矿物物理方面的实验数据支持,成为地球深部物质和结构研究的重要方法。

我国地球科学高温高压实验相比国外起步较晚,近年来部分科研单位和高校逐步引进多面砧大压机,实验温压指标明显提升,为转换带环境下的波速测量创造了条件。中国地质大学(武汉)地球深部研究实验室利用 1 000 t 多面砧大压机已经成功开展了相关的科学研究(张艳飞等, 2012; Wu *et al.*, 2013; Zhang *et al.*, 2013), 在此基础上建立高温高压波速测量实验平台,将进一步促进国内高压矿物物理研究水平的提高,为国内高压物性研究服务,缩短与国外先进水平的差距。本次超声波波速测量研究达到了 18 GPa 压力,采用超声波与多面砧大压机技术相结合,在国内首次将波速测量实验压力扩展到地幔转换带条件,进一步的研究成果将可以为中国大陆及周边地区地球物理观测和深部波速结构的解析提供实验约束。相对于国内原有的六面顶超声波波速测量装置,其压力局限于 6 GPa 以内,本文新波速测量系统实验压力实现突破达到地幔转换带条件。目前实验室还没有与同步辐射相结合的测量条件,高温高压下样品长度还依赖于校正计算,样品的压力还无法实现原位确定。有望在后续的技术开发和研究中进一步提高测量的精确度和准确度。最近有相关研究组报道了一套在非原位(offline)条件下使用  $\text{Al}_2\text{O}_3$  缓冲棒走时校正压力的方法(Wang *et al.*, 2015),该方法将有助于超声波 offline 波速测量技术的运用,值得借鉴利用。超声波与多面砧技术结合作为研究地球深部岩石矿物弹性性质的重要方法,可以帮助笔者建立更加精细的、与地球物理观测数据更一致的地幔岩石学模型和动力学模型(Li and Liebermann, 2007)。在过去的 20 年中,同步辐射技术的广泛使用实现了对高温高压下样品性质的实时测量(原位 X 光衍射及成像技术),取得了一些重要的进展,但以下几个方面仍然值得继续探索研究:(1)进一步扩展超声波波速测量的温压范围以接近真实的深部地球环境,尤其是高温下的数据仍然比较有限,温度对弹性性质的影响是否呈线性有待更多实验数据研究(Irifune *et al.*, 2008; Zhou *et al.*, 2014);(2)需要统一的、精确的压力标定方法来对比各种实验方法所得到的结果,减少因为压标材料和实验方法差异而导致数据结果不一致;(3)非

主量元素(如 Al, Ca 和 H 等)的影响值得关注,目前实验主要集中于端元矿物,对于固熔体矿物以及其他非主量元素对弹性性质的影响需要进一步研究,这对于解释地幔中的地震波异常以及含水量具有重要意义;(4)熔体的波速和部分熔融作用:熔体物质在高压下的波速是认识熔体物理性质的重要数据,了解部分熔融作用对岩石矿物材料弹性波速的影响,能够帮助大家认识解释地幔中的低速异常区以及相关的动力学过程(如俯冲带和地幔柱活动)。

致谢:感谢日本爱媛大学地球深部动力学研究中心(GRC) Tetsuo Irifune 教授、Steve Gréaux 研究员,日本同步辐射光源中心(SPring-8) BL04B1 高温高压站 Yuji Higo 研究员,美国卡内基地球物理研究所 HPCAT Yoshio Kono 研究员以及美国芝加哥大学高等放射源中心高压站 Tony Yu 研究员在实验技术方面给予的重要帮助。感谢美国纽约州立大学石溪分校矿物物理研究所 Baosheng Li 教授在超声波波速测量技术和数据处理方面的悉心指导。中国地质大学(武汉)地球深部实验室刘初见技师、王中航同学和陈思博同学在实验准备和实验过程中提供了许多技术性帮助,实验室何谋春老师帮助确认了样品的激光 Raman 分析,在此一并表示感谢。

## References

- Bassett, W. A., 2009. Diamond Anvil Cell, 50th Birthday. *High Pressure Research*, 29 (2): 163 – 186. doi: 10.1080/08957950802597239
- Birch, F., 1960. The Velocity of Compressional Waves in Rocks to 10 Kilobars; 1. *Journal of Geophysical Research*, 65 (4): 1083 – 1102. doi: 10.1029/jz065i004p01083
- Birch, F., 1961. The Velocity of Compressional Waves in Rocks to 10 Kilobars; 2. *Journal of Geophysical Research*, 66 (7): 2199 – 2224. doi: 10.1029/jz066i007p02199
- Chang, Y. Y., Jacobsen, S. D., Kimura, M., et al., 2014. Elastic Properties of Transparent Nano-Polycrystalline Diamond Measured by GHz-Ultrasonic Interferometry and Resonant Sphere Methods. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 228: 47 – 55. doi: 10.1016/j.pepi.2013.09.009
- Cook, R. K., 1957. Variation of Elastic Constants and Static Strains with Hydrostatic Pressure; A Method for Calculation from Ultrasonic Measurements. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 29 (4): 445 – 449. doi: 10.1121/1.1908922



- Davies, G.F., Dziewonski, A.M., 1975. Homogeneity and Constitution of the Earth's Lower Mantle and Outer Core. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 10(4): 336—343. doi:10.1016/0031-9201(75)90060-6
- Dziewonski, A.M., Anderson, D.L., 1981. Preliminary Reference Earth Model. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 25(4): 297—356. doi:10.1016/0031-9201(81)90046-7
- Gwanmesia, G.D., Li, B., Liebermann, R.C., 1993. Hot Pressing of Polycrystals of High-Pressure Phases of Mantle Minerals in Multi-Anvil Apparatus. *Pure and Applied Geophysics*, 141(2—4): 467—484. doi:10.1007/BF00998340
- Gwanmesia, G.D., Liebermann R.C., Guyot F., 1990a. Hot Pressing and Characterization of Polycrystals of  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ , for Acoustic Velocity Measurements. *Geophysical Research Letters*, 17(9): 1331—1334. doi:10.1029/GL017i009p01331
- Gwanmesia, G.D., Rigden, S., Jackson, I., et al., 1990b. Pressure Dependence of Elastic Wave Velocity for  $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  and the Composition of the Earth's Mantle. *Science*, 250(4982): 794—797. doi:10.1126/science.250.4982.794
- Higo, Y., Funakoshi, K., Irifune, T., 2012. Development of the Elastic Wave Velocity Measurement Technique by the Ultrasonic Method to Lower Mantle Condition. AGU Fall Meeting Abstracts, San Francisco.
- Hughes, D.S., Cross, J.H., 1951. Elastic Wave Velocities in Rocks at High Pressures and Temperatures. *Geophysics*, 16(4): 577—593. doi:10.1190/1.1437706
- Irifune, T., Higo, Y., Inoue, T., et al., 2008. Sound Velocities of Majorite Garnet and the Composition of the Mantle Transition Region. *Nature*, 451(7180): 814—817. doi:10.1038/nature06551
- Katsura, T., Ito, E., 1989. The System  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ - $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$  at High Pressures and Temperatures; Precise Determination of Stabilities of Olivine, Modified Spinel, and Spinel. *Journal of Geophysical Research*, 94(B11): 15663—15670. doi:10.1029/JB094iB11p15663
- Katsura, T., Yamada, H., Nishikawa, O., et al., 2004. Olivine-Wadsleyite Transition in the System  $(\text{Mg}, \text{Fe})_2\text{SiO}_4$ . *Journal of Geophysical Research (Solid Earth)*, 109(B2): 105—122. doi:10.1029/2003jb002438
- Kennett, B.L.N., Engdahl, E.R., Buland, R., 1995. Constraints on Seismic Velocities in the Earth from Traveltimes. *Geophysical Journal International*, 122(1): 108—124. doi:10.1111/j.1365-246x.1995.tb03540.x
- Kiefer, B., Stixrude, L., Hafner, J., et al., 2001. Structure and Elasticity of Wadsleyite at High Pressures. *American Mineralogist*, 86(11—12): 1387—1395. doi:10.2138/am-2001-11-1207
- Kono, Y., Irifune, T., Higo, Y., et al., 2010. P-V-T Relation of  $\text{MgO}$  Derived by Simultaneous Elastic Wave Velocity and In Situ X-Ray Measurements; A New Pressure Scale for the Mantle Transition Region. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 183(1—2): 196—211. doi:10.1016/j.pepi.2010.03.010
- Li, B., Gwanmesia, G.D., Liebermann, R.C., 1996. Sound Velocities of Olivine and Beta Polymorphs of  $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$  at Earth's Transition Zone Pressures. *Geophysical Research Letters*, 23(17): 2259—2262. doi:10.1029/96gl02084
- Li, B., Kung, J., Liebermann, R.C., 2004. Modern Techniques in Measuring Elasticity of Earth Materials at High Pressure and High Temperature Using Ultrasonic Interferometry in Conjunction with Synchrotron X-Radiation in Multi-Anvil Apparatus. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 143—144: 559—574. doi:10.1016/j.pepi.2003.09.020
- Li, B., Liebermann, R.C., 2007. Indoor Seismology by Probing the Earth's Interior by Using Sound Velocity Measurements at High Pressures and Temperatures. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 104(22): 9145—9150. doi:10.1073/pnas.0608609104
- Li, B., Liebermann, R.C., 2014. Study of the Earth's Interior Using Measurements of Sound Velocities in Minerals by Ultrasonic Interferometry. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 233: 135—153. doi:10.1016/j.pepi.2014.05.006
- Li, B., Liebermann, R.C., Weidner, D.J., 1998. Elastic Moduli of Wadsleyite ( $\beta$ - $\text{Mg}_2\text{SiO}_4$ ) to 7 Gigapascals and 873 Kelvin. *Science*, 281(5377): 675—677. doi:10.1126/science.281.5377.675
- Li, B., Liebermann, R.C., Weidner, D.J., 2001. P-V-V<sub>P</sub>-V<sub>S</sub>-T Measurements on Wadsleyite to 7 GPa and 873 K: Implications for the 410-km Seismic Discontinuity. *Journal of Geophysical Research (Solid Earth)*, 106(B12): 30579—30591. doi:10.1029/2001jb000317
- Liebermann, R.C., 2011. Multi-Anvil, High Pressure Apparatus: A Half-Century of Development and Progress. *High Pressure Research*, 31(4): 493—532. doi:10.1080/08957959.2011.618698
- Liu, Z., Irifune, T., Gréaux, S., et al., 2014. Elastic Wave Velocity of Polycrystalline  $\text{Mg}_80\text{Py}_{20}$  Garnet to 21 GPa and 2 000 K. *Physics and Chemistry of Minerals*, 42(3): 213—222. doi:10.1007/s00269-014-0712-y

- Ma, M. N., Bai, W. M., 1999. Progress of High Temperature and Pressure Study on Elastic Wave Velocity and Its Geodynamical Implications. *Progress in Geophysics*, 14 (1): 40–55 (in Chinese with English abstract).
- McSkimin, H. J., 1950. Ultrasonic Measurement Techniques Applicable to Small Solid Specimens. *The Journal of the Acoustical Society of America*, 22 (4): 413–413. doi:10.1121/1.1906618
- Sawamoto, H., Weidner, D. J., Sasaki, S., et al., 1984. Single-Crystal Elastic Properties of the Modified Spinel (Beta) Phase of Magnesium Orthosilicate. *Science*, 224 (4650): 749–751 doi:10.1126/science.224.4650.749
- Wang, X. B., Chen, T., Qi, X. T., et al., 2015. Acoustic Travel Time Gauges for In-Situ Determination of Pressure and Temperature in Multi-Anvil Apparatus. *Journal of Applied Physics*, 118 (6): 1534–1543. doi: 10.1063/1.4928147
- Wu, Y., Zhang, Y. F., Wang, Y. B., et al., 2013. Experimental Investigation of Phase Transformations of Olivine and Enstatite at the Lower Part of the Mantle Transition Zone: Implications for Structure of the 660 km Seismic Discontinuity. *Science China Earth Sciences*, 57 (4): 592–599. doi:10.1007/s11430-013-4735-x
- Xie, H. S., Zhang, Y. M., Xu, H. G., et al., 1993. A New Method of Measurement for Elastic-Wave Velocities in Minerals and Rocks at High-Temperature and High-Pressure and its Significance. *Science in China (Series B)*, 36 (10): 1276–1280.
- Xie, H. S., Zhou, W. G., Zhao, Z. D., et al., 1998. Measurement of Elastic Wave Velocities in Rocks at High Temperature and Pressure. *Earth Science Frontiers*, 5 (4): 329–337 (in Chinese with English abstract).
- Zha, C. S., Duffy, T. S., Mao, H. K., et al., 1997. Single-Crystal Elasticity of  $\beta$ -Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> to the Pressure of the 410 km Seismic Discontinuity in the Earth's Mantle. *Earth and Planetary Science Letters*, 147 (1–4): 9–15. doi:10.1016/S0012-821X(97)00010-1
- Zhang, Y. F., Wang, Y. B., Wu, Y., et al., 2013. Phase Transitions of Harzburgite and Buckled Slab under Eastern China. *Geochemistry, Geophysics, Geosystems*, 14 (4): 1182–1199. doi:10.1002/ggge.20069
- Zhang, Y. F., Wu, Y., Liu, P. L., et al., 2012. Walker Type Multi-Anvil Apparatus and Its Applications in Geosciences. *Earth Science*, 37 (5): 955–965 (in Chinese with English abstract).
- Zhao, D. P., Yu, S., Ohtani, E., 2011. East Asia: Seismotectonics, Magmatism and Mantle Dynamics. *Journal of Asian Earth Sciences*, 40 (3): 689–709. doi:10.1016/j.jseaes.2010.11.013
- Zhou, C., Gréaux, S., Nishiyama, N., et al., 2014. Sound Velocities Measurement on MgSiO<sub>3</sub> Akimotoite at High Pressures and High Temperatures with Simultaneous in Situ X-Ray Diffraction and Ultrasonic Study. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 228: 97–105. doi: 10.1016/j.pepi.2013.06.005
- Zhou, C. Y., Jin, Z. M., Zhang, J. F., 2010. Mantle Transition Zone: An Important Field in the Studies of Earth's Deep Interior. *Earth Science Frontiers*, 17 (3): 90–113 (in Chinese with English abstract).

#### 附中文参考文献

- 马麦宁, 白武明, 1999. 高温高压实验弹性波速研究及其地球动力学意义. *地球物理学进展*, 14 (1): 40–55.
- 谢鸿森, 周文戈, 赵志丹, 等, 1998. 高温高压条件下岩石弹性波速测量. *地学前缘*, 5 (4): 148–156.
- 张艳飞, 吴耀, 刘鹏雷, 等, 2012. Walker 型 28 GPa 多面砧压机及其在地球科学中的应用. *地球科学*, 37 (5): 955–965.
- 周春银, 金振民, 章军锋, 2010. 地幔转换带: 地球深部研究的重要方向. *地学前缘*, 17 (3): 90–113.