

doi:10.3799/dqkx.2012.104

# Walker 型 28 GPa 多面砧压机及其在地球科学中的应用

张艳飞<sup>1</sup>, 吴耀<sup>1\*</sup>, 刘鹏雷<sup>1</sup>, 王雁宾<sup>1,2</sup>, 王超<sup>1</sup>, 金振民<sup>1</sup>

1. 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

2. 美国芝加哥大学高等放射源中心, 伊利诺伊州 60439

**摘要:** 高温高压实验是除地球物理和地球化学方法之外, 研究地球深部物质和性质的重要手段之一. 多面砧压机是广泛使用的高温高压实验设备, 主要用来研究上地幔温压范围内的实验岩石学和矿物相变动力学等问题. 主要介绍中国地质大学(武汉)地球深部研究实验室新引进的 Walker 型 28 GPa 多面砧压机的原理和结构、压力标定方法和常用的压力标定材料, 并根据金属铋在 2.55 和 7.7 GPa(25 °C)的结构相变, 以及石英在 3.2 GPa、1 200 °C 向柯石英的转变对多面砧压机 18/12 装置(八面体传压介质边长/碳化钨截角边长)进行了压力标定, 该装置可实现的最高压力和温度约为 8 GPa 和 2 000 °C. 最后还探讨了高温高压实验在地球科学中的应用.

**关键词:** 高温高压实验; 多面砧压机; 压力标定; 结构相变; 岩石学; 地球科学.

中图分类号: P589

文章编号: 1000-2383(2012)05-0955-11

收稿日期: 2012-04-03

## Walker Type Multi-Anvil Apparatus and Its Applications in Geosciences

ZHANG Yan-fei<sup>1</sup>, WU Yao<sup>1\*</sup>, LIU Peng-lei<sup>1</sup>, WANG Yan-bin<sup>1,2</sup>, WANG Chao<sup>1</sup>, JIN Zhen-min<sup>1</sup>

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

2. Center for Advanced Radiation Sources, The University of Chicago 9700 S. Cass Ave., Argonne, IL 60439, USA

**Abstract:** High temperature and high pressure (HTHP) experiments is an important approach to study the nature of earth's deep interior. Multi-anvil press is widely used investigating phase transitions and mineral physics under the upper mantle conditions. The pressure calibration of the 18/12 (Octahedron Edge length/Truncated Edge Length) sample assembly for the multi-anvil press installed in China university of geosciences are summarized in this paper. Pressures for the 18/12 assembly were calibrated using phase transitions in bismuth at 2.55 GPa (I-II), and 7.7 GPa (III-V) at room temperature, and using quartz / coesite phase transition at 3.2 GPa and 1 200 °C. This assembly can cover a pressure and temperature range up to 8 GPa and 2 000 °C. Finally, the applications of HT-HP experiment in geosciences are also briefly discussed.

**Key words:** high temperature and high pressure experiments; multi-anvil press; pressure calibration; structure phase transition; petrology; geosciences.

地球上大部分物质处于高温高压状态, 因此研究地球内部不同深度条件下物质的成分、组成和物理化学性质是当今固体地球科学研究的主要任务之一, 它对于揭示岩石圈、地幔乃至地核的成因、演化和动力学过程至关重要, 还可以帮助人们解释和探索全球和局部地域中的各种深部地质作用、地质灾害和环境变化等. 地球深部研究主要依靠地质学、地

球物理学、天体化学和高温高压实验等手段进行. 地质学家主要通过分析来自地球深部的岩石或矿物等来推测这些岩石在地球内部的物理化学性质. 天体化学和比较行星学通过对各种陨石化学成分和矿物组成的研究, 与地球相对比, 为了解地球内部的物质组成提供约束. 地球物理学方法主要依靠地震学的手段来探测地球内部的结构和物理性质, 通过研究

**基金项目:** 地壳探测工程 (Sinoprobe-0801); 国家自然科学基金项目 (Nos. 41002068, 41174076); 中国地质大学优秀青年教师资助项目 (No. CUGL090204).

**作者简介:** 张艳飞 (1986—), 博士, 主要从事实验岩石学及高温高压相变实验研究.

\* **通讯作者:** 吴耀, E-mail: ywu@cug.edu.cn; wuyao\_earth@yahoo.com.cn

穿过地球内部的地震波,可以获得地球内部的速度和密度分布等信息。除此之外,高温高压实验也是研究地球深部物质的手段之一,它通过模拟地球内部的温度、压力、氧逸度和流体等条件,来研究各种岩石在地球深部条件下的物理化学性质,从而为其他方法得到的数据提供物质约束。

目前高温高压实验技术取得了突破性进展,激光加热金刚石对顶砧(laser heated diamond-anvil cell, LHDAC)和大体积压机(large-volume press, LVP)(也称多面砧压机)已经成为高温高压实验研究中的重要技术,结合同步辐射源(synchrotron radiation)技术,使我们能够在高温高压条件下原位(in situ)定量地研究地球深部物质的各种性质及行为(王雁宾,2006)。金刚石压砧能够产生几百个 GPa 的压力(地心压力约为 360 GPa),且激光加热可产生 6 000~7 000 K 的高温,但在这种极端温压条件下其试样体积只有几个至十几个微米大小,且压力梯度和温度梯度都比较大。相比较而言,多面砧压机的试样体积要大得多,一般在毫米级以上,并且能够产生很高且均匀的温度场(3 000 K 以上),这些特征决定了多面砧压机是利用大体积试样精细研究矿物相变及物性等特征的理想工具。但是由于多面砧压机产生的压力相对较低(一般不超过 28 GPa),因此主要用来研究上地幔和转换带温压条件下的科学问题。目前利用多面砧压机对上地幔的主要组成矿物(橄榄石、单斜辉石、斜方辉石和石榴石等)已经进行了比较系统的实验研究(Sawamoto, 1987; Katsura and Ito, 1989; Ito and Takahashi, 1989; Gasparik, 1990; 费英伟,2002),并利用这些结果很好地解释了上地幔 410、520 和 660 km 地震波不连续面的成因。此外,对各种全岩成分(包括石榴石二辉橄榄岩、尖晶石二辉橄榄岩、地幔岩和玄武岩等)也进行了一系列的实验研究(Takahashi, 1986; Takahashi and Ito, 1987; Ono *et al.*, 2005)。最近,日本科学家 Ito(2007)利用烧结金刚石作为二级压砧(sintered diamond anvil)使多面砧压机可实现的压力超过 60 GPa,这对于研究下地幔条件下的矿物相变等问题有重要意义。

我国高温高压实验技术目前还处于起步阶段,与国际前沿还存在一定的差距,学科交叉意识比较淡薄,且实验仪器长期以来无法与国际先进水平接轨,这是我国地学界长期以来的不足(金振民,1997)。近年来我国的地学工作者,正在不断努力缩小与国际先进水平的差距,力争在地球深部物质研

究领域有重要进展(周春银等,2010; Wu *et al.*, 2012)。目前我国已经引进或研制出高温高压实验仪器的单位主要有吉林大学化学学院(Walker 型多面砧压机,可实现 28 GPa 压力)、燕山大学材料科学与工程学院(T25 型多面砧压机,可实现 22 GPa 压力)、北京大学高温高压实验室(六面顶大腔体静高压装置,可实现 10 GPa 压力)、中科院地球化学研究所(YJ-3000t 紧滑式滑座六面顶压机,可实现 5 GPa 压力)等。已有的仪器主要应用在材料科学领域,真正应用到地学领域的相对较少,且可实现的压力也比较低。中国地质大学(武汉)地球深部研究实验室(Study of the Earth's Deep Interior,简称 SEDI)于 2009 年从美国 Rockland Research Corporation 引进了 Walker 型 28 GPa 多面砧压机,该仪器主要应用于地球科学领域,为解决实际地质问题服务,可以用来研究地面以下至下地幔顶部(~28 GPa)温压范围内的地学问题。本文将介绍该仪器的原理、结构及压力标定方法和结果,最后简要探讨高温高压实验在地球科学和材料科学中的应用。

## 1 Walker 型 28 GPa 多面砧压机的基本原理和结构

### 1.1 多面砧压机的原理与结构

多面砧压机是采用液压系统和固态介质传递压力、电流变化调节温度、热电偶测温的高温高压仪器,它通过液压系统推动底部压力分布盘(底台)(图 1)向上运动,在顶底台的相互挤压作用下,通过一级压砧和二级压砧的共同作用使样品获得高压;同时利用低压高电流的交流电通过加热炉(例如图 2b 中的石墨炉)使样品获得高温。

多面砧装置包括 4 面顶、6 面顶和 8 面顶,这种装置可以从多方向施压,比活塞圆筒式装置优越,可以产生更好的近静水压条件。八面顶压砧是目前在地球科学高温高压实验中最常见的装置,这种类型的装置最早是日本学者 Kawai 等人在六面砧压机的基础上设计而成(Kawai and Endo, 1970; Kawai *et al.*, 1973; Ohtani *et al.*, 1987),后来经过哥伦比亚大学 David Walker 博士的简化和改进(Walker *et al.*, 1990),形成了目前普遍使用的 6/8 式八面砧压机。该压机主要由控制系统(控制温度和压力)、液压系统和主机三部分组成,其核心部位是高压腔,根据高压腔的类型可以分为 Walker 型和立方型多

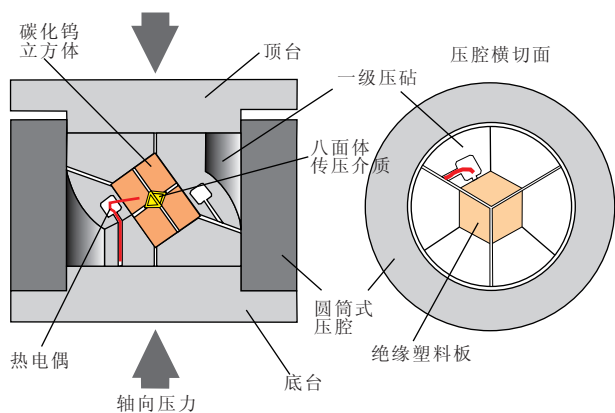


图1 1000吨多面砧压机 walker 型高压腔示意

Fig. 1 Cross section of the pressure chamber of 1000-ton multi-anvil press

面砧系统两种。Walker 型高压腔可实现的温压范围约为  $20\sim 2\,300\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $6\sim 28\text{ GPa}$ ; 立方型压腔可实现的温压范围约为  $20\sim 2\,000\text{ }^{\circ}\text{C}$  和  $2\sim 6\text{ GPa}$ 。如图 1 所示, 为 Walker 型高压腔体示意图。最外圈为钢质套筒, 套筒内包含两级压砧, 外部的 6 个一级压砧是由工具钢圆柱平分而成的楔形模块, 其中心形成 1 个六面体型的空腔。空腔内放置 8 个具相同截角的碳化钨立方体 (tungsten carbide cube) (即二级压砧), 这些碳化钨立方体排列在一起形成八面体空腔, 用于放置样品组装件 (图 2a)。加压过程中, 通过底台的运动使下部的 3 个一级压砧挤压上面的 3 个一级压砧, 最终使八个碳化钨立方体把八面体形样品组装件挤在中间。加热时, 加热炉通过二级压砧与一级压砧及顶底台连通, 构成通路。

## 1.2 常用的样品装置

样品组合装置对于高温高压实验至关重要, 它对样品本身的温度梯度、差应力等有很大影响, 是保证实验顺利进行并获得高质量实验成果的关键部分。碳化钨二级压砧一般由碳化钨+少量氧化钴 (约  $2\sim 6\text{ wt}\%$ ) 制成, 放置于碳化钨截角处的正八面体一般由氧化镁 (或添加少量  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  或  $\text{CoO}$ ) 或尖晶石 ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MgO}$ ) 制成, 作为传压介质 (图 2a)。

根据氧化镁/尖晶石八面体的边长和碳化钨截角边长的尺寸, 可以将八面体压砧样品装置分为 18/12、18/11、14/8、12/6、10/5、10/4 和 8/3 等几种。以 18/12 为例, 表示碳化物立方体截角的边长 (Octahedra Edge Length, OEL) 为 18 mm, 氧化镁八面体的边长 (Truncation Edge Length, TEL) 为 12 mm, 该装置能够达到  $8\sim 9\text{ GPa}$  ( $1\,000\sim 1\,500\text{ t}$  主机), 用石墨管加热, 温度可达  $2\,000\text{ }^{\circ}\text{C}$  左右。10/5

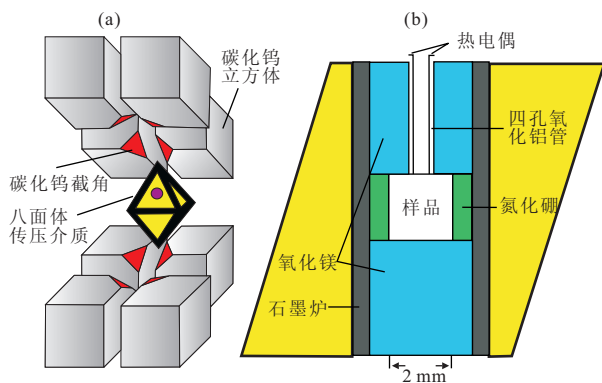


图2 二级压砧组装示意 (a) 与 18/12 装置样品组合示意 (b)

Fig. 2 The schematic diagram of tungsten carbide assembly (a) and cross section of 18/12 heating assembly (b)

样品装置最高到  $15\sim 17\text{ GPa}$ , 考虑到石墨会发生金刚石化, 故多用金属铯作为加热元件, 一般将铬酸钡或氧化锆套管放置于铯片外围作为绝热元件, 用以防止热量向外扩散对碳化钨立方体造成损伤。8/3 装置则可达  $27\sim 28\text{ GPa}$ , 加热材料和绝缘材料与 10/5 装置相同, 一般当压力超过  $20\text{ GPa}$  时已经接近碳化钨材料的强度极限, 此时碳化钨立方体会发生一定程度的变形且易破碎。两个碳化钨立方体之间一般使用具有绝缘功能的垫片 (gasket) 隔离, 如叶蜡石, 防止碳化钨之间直接接触。

如图 2b 所示为 18/12 装置的样品组合示意图, 氧化镁八面体内直接放置石墨炉, 石墨炉内用导热性能好且性质稳定的氧化镁和氮化硼作为传压介质。温度测量一般采用 C 型热电偶 (W5Re95-W24Re76), 该热电偶置于四孔氧化铝管内并直接与样品套接触, 测量精度约为  $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ; 由于金属样品套在高压下易流动, 为了防止对热电偶造成破坏, 一般在热电偶和样品套之间放置氧化铝垫片。为了减小实验过程中样品本身的温度梯度, 样品大小不能超过加热炉本身的恒温区 (详见下文); 对于本装置, 样品一般设计为长  $2.0\text{ mm}$ 、直径  $2.0\text{ mm}$  的圆柱形, 根据不同需要样品套可选择铂金、金及金钨合金等性质比较稳定的金属或合金。由于各种材料的强度不完全相同, 因此在相同负载的条件下不同的样品组合装置对应的压力可能有一些差异, 这要求我们在进行高温高压实验时应使用与压力标定时相同的样品组合装置。

## 1.3 仪器的主要技术指标

经过多年的研究定型, 多面砧压机可以进行  $2\sim 28\text{ GPa}$  和  $20\sim 2\,300\text{ }^{\circ}\text{C}$  范围内的高温高压试验, 被

广泛用来研究上地幔和转换带范围内的矿物相变等问题。该仪器的主要优点是试样体积相对较大,可对样品提供长时间(可以持续长达数小时至数天之久)持续加热,且样品腔内差异应力较小,更接近于静水压力。实验的加压速率和加温速率均可自动控制,最大压力测量误差约为 $\pm 0.5$  GPa 左右(详见下文),温度测量误差约为 $\pm 10$  °C,最大淬火速率可达 $400$  °C/S。不同的装置样品大小不一,18/12 和 10/5 装置的样品套直径为 $2.0$  mm,8/3 装置的样品套直径为 $1.15$  mm。不同的装置温度梯度一般不同,若假定温度变化不超过 $25$  °C为恒温区,则 18/12 装置的恒温区约为 $2.5$  mm,10/5 装置的恒温区约为 $1.5$  mm,8/3 装置的恒温区约为 $0.8\sim 1.0$  mm。为了能够获得高质量的实验结果,样品套长度一般不超过 $1.5\sim 2.5$  mm。

## 2 Walker 型 28 GPa 多面砧压机的压力标定方法和结果

### 2.1 多面砧压机的压力标定方法

理论上活塞—圆筒压机中,样品所承受的压力可以根据压机载荷和试样端面的面积计算出来,但考虑到样品装置和圆筒之间的摩擦力,需要在实际负载的基础上增加 $3\%\sim 5\%$ 以补偿摩擦力的影响。但对于多面砧压机而言,实验样品的压力不能简单地通过面积计算出来,必须使用已知压标(pressure marker)进行标定。目前比较普遍的压力标定方法有:利用特定物质的状态方程通过原位 X 光实验进行压力标定;通过某些矿物或金属材料的相变或物性变化进行压力标定,其中后一种方法在多面砧压机中应用更加广泛,包括室温压力标定和高温压力标定两部分。

室温压力标定一般采用金属或化合物的电阻率随压力的变化来实现,一般将金属或化合物放置在八面体传压介质中并用电极连接样品两端,在加压过程

中记录样品电阻随压机载荷的变化,根据电阻的突变即可判断相应的相变点,这种标定方式属于原位压力标定。常用于室温标定的金属及化合物见表 1,表中还给出了各种材料的相变类型及对应的压力。一般较低压力的标定采用金属铋(Bi)的结构相变来实现,在 $2.55$  GPa 时 Bi-I 相变为 Bi-II,  $2.7$  GPa 时 Bi-II 相变为 Bi-III,  $7.7$  GPa 时 Bi-III 相变为 Bi-V (Lloyd, 1971; Yoneda and Endo, 1980)。较高压力下的标定多采用化合物硫化锌(ZnS)、砷化镓(GaAs)及磷化镓(GaP)由半导体向导体的转变来实现,其相变压力分别为 $15.6$ 、 $18.3$  和  $22$  GPa。

对地球内部物质的实验,还需要同时考虑温度对材料性质的影响。由于高温条件下材料的热膨胀和软化等现象,这会导致相同载荷对应的压力与室温标定结果有一定差异,因此需要在高温条件下对压力进行再次修正。目前用于高温压力标定的材料主要是各种矿物,如表 2 所示,包括石英( $\text{SiO}_2$ )及橄榄石( $(\text{Fe}, \text{Mg})_2\text{SiO}_4$ )等。 $1200$  °C 时石英向柯石英转变的压力为 $3.2$  GPa,随着压力的升高,在约 $8\sim 10$  GPa 时柯石英开始向斯石英转变。对于橄榄石而言,纯镁橄榄石由 $\alpha$ 相到 $\beta$ 相(wadsleyite, 瓦兹利石)的转变发生在约 $12\sim 15$  GPa,  $\beta$ 相向 $\gamma$ 相(ringwoodite, 尖晶石)的转变发生在约 $16\sim 20$  GPa,由 $\gamma$ 相向后尖晶石相(post spinel, 即钙钛矿+方镁石)转变的压力约为 $24$  GPa。除此之外,铁橄榄石( $\text{Fe}_2\text{SiO}_4$ )、辉石( $\text{MgSiO}_3$ )和石榴石的相变也常用来作高温压力标定材料,详细数据见相关参考文献。

### 2.2 室温压力标定结果

室温压力标定我们采用金属铋(Bi)在高压下的结构相变来实现,表 3 表示与金属铋高压相变伴随的电阻和体积的相对变化量以及对应的压力。实验过程中,通过观测电阻的相对变化鉴别相变的类型,进而确定相变所对应的压力。室温压力标定样品装置如图 3 所示,将金属铋丝置于均分的圆柱形氮化硼中,其两端分别与铜柱相连构成通路。在开始加压阶段金属

表 1 室温压力标定常用材料及相变类型和压力(Ito, 2007)

Table 1 Some phase transitions as pressure calibrants at room temperature

压力(GPa)	温度(°C)	材料	相变类型	标定方法	文献
2.55	25	Bi	I → II	电阻变化	Bean <i>et al.</i> , 1986
7.7	25	Bi	III → V	电阻变化	Bean <i>et al.</i> , 1986
15.6	25	ZnS	半导体 → 导体	电阻变化	Block, 1978
18.3	25	GaAs	半导体 → 导体	电阻变化	Suzuki <i>et al.</i> , 1981
22	25	GaP	半导体 → 导体	电阻变化	Piermarini and Block, 1975

表 2 高温压力标定常用材料及其相变类型和压力(Ito, 2007)

Table 2 Some phase transitions as pressure calibrants at high temperature

压力(GPa)	温度(°C)	材料	相变类型	标定方法	文献
3.2	1 200	SiO <sub>2</sub>	石英→柯石英	淬火/可逆	Bose and Ganguly, 1995
4.8~5.8	800~1 200	Fe <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	α→γ	原位 X 射线衍射	Yagi <i>et al.</i> , 1987
6.2~5.9	900~1 200	CaGeO <sub>3</sub>	石榴石→钙钛矿	原位 X 射线衍射	Susaki <i>et al.</i> , 1985
8.7~10.1	1 300~1 530	SiO <sub>2</sub>	柯石英—斯石英	原位 X 射线衍射	Zhang <i>et al.</i> , 1996
12.2~14.3	1 000~1 400	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	α→β	原位 X 射线衍射	Morishima <i>et al.</i> , 1994
14.2~15.5	1 300~1 600	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	α→β	原位 X 射线衍射	Katsura <i>et al.</i> , 2004
16.5	1 400	MgSiO <sub>3</sub>	辉石→β+斯石英	淬火	Gasparik, 1989
15.7→17.4	800~1 000	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	β→γ	原位 X 射线衍射	Suzuki <i>et al.</i> , 2000
19→20.8	1 200~1 600	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	β→γ	淬火	Katsura and Ito, 1989
24.8→23.1	1 000~1 600	Mg <sub>2</sub> SiO <sub>4</sub>	γ→钙钛矿+方镁石	淬火	Ito and Takahashi, 1989

表 3 金属铋结构相变引起的体积和电阻的相对改变量及对应的压力(Yoneda and Endo, 1980)

Table 3 Relative changes in volume and resistance of bismuth caused by structure transitions

	Bi I-II	Bi II-III	Bi III-V
体积相对改变量(ΔV/V)	1	0.69%	0.32%
电阻相对改变量(ΔR/R)	1	0.77%	0.23%
对应压力(GPa)	2.55	2.7	7.7

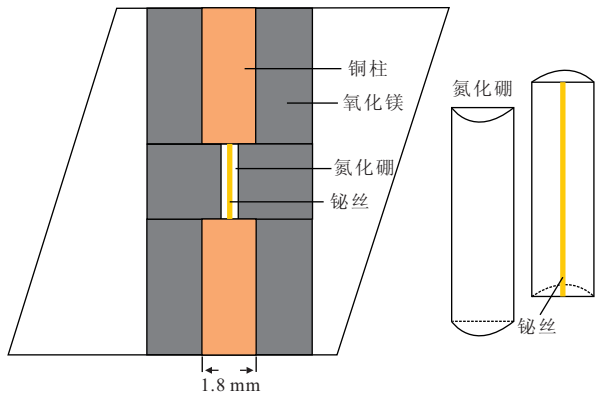


图 3 多面砧压机 18/12 装置室温压力标定样品组装示意

Fig. 3 Cross section of the 18/12 sample assembly for pressure calibration at room temperature

铋的电阻有较大的变化,这种变化具有较好的连续性,并非全是负载增加引起的,样品组合的压缩变形也起了一定作用.图 4 为 Agilent 34970A 记录到的金属铋的电阻变化曲线,随着负载的增加其电阻有逐渐减小的趋势,在 A、B 两个位置有电阻的突变,电阻改变量(ΔR/R)分别约为:0.6%、0.12%,比值约为 1 : 0.2,对比表 3 的结果可知这两处的电阻变化分别是由金属铋从 Bi-I→Bi-II 和 Bi-III→Bi-V 的结构相变引起的,因此可以推测这两点所对应的压力分别为 2.55

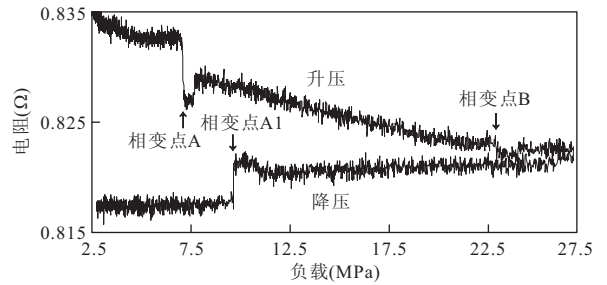


图 4 室温下压力标定过程中 Bi 电阻变化曲线

Fig. 4 Typical behavior of the Bi I-II and Bi III-V transitions at room temperature. The resistance mutations reflect the structure transitions points of Bi

在加载过程中 Bi 的电阻逐渐减小且在 A、B 位置有电阻的突变,这是分别是由 Bi(I-II)和 Bi(III-V)相变引起的;卸载过程中在 A1 点出现了电阻突变,该处电阻突变是由 Bi(II-I)相变造成,由于摩擦力的影响导致同一相变对应的负载在加载和卸载过程中不同

7.7 GPa. 在负载减小的过程中,金属铋的电阻逐渐减小,且在 A1 位置出现了电阻突变,电阻该变量约为 0.5%,对比升压过程中的电阻改变量可知此处电阻突变是由 Bi-II→Bi-I 的结构相变引起.由于摩擦力的影响,导致卸压过程中 Bi-II→Bi-I 相变对应的负载比加压过程中 Bi-I→Bi-II 相变对应的负载略高一些(详见 Getting, 1998).本文以加载过程中铋的相变为标准进行压力标定,负载约 22.8 MPa 时对应的压力为 7.7 GPa.

### 2.3 高温压力标定结果

高温下的压力标定参考石英→柯石英在 1 200 °C 和 3.2 GPa 的相变点(Bose and Ganguly, 1995).本次实验所用起始材料为 Alfa Aesar SiO<sub>2</sub> 粉末(99.998%,Alfa Aesar 产),样品组合装置如图 2b 所示.实验过程中,首先以约 3.5 MPa/h (50 t/h)的速率加压至预定目标值(根据实验目的设定),然后以约 20 °C /min 的速率升温至 1 200 °C

表 4 高温压力标定实验条件和结果

Table 4 Experimental conditions and results of high temperature pressure calibration

实验编号	负载 (psi)	温度 (°C)	时间 (h)	起始物质	产物
R004	1 400	1 200	1.5	SiO <sub>2</sub>	柯石英
R006	1 200	1 200	1.5	SiO <sub>2</sub>	石英
R007	1 300	1 200	1.5	SiO <sub>2</sub>	柯石英

注: 1psi=6.895 kPa.

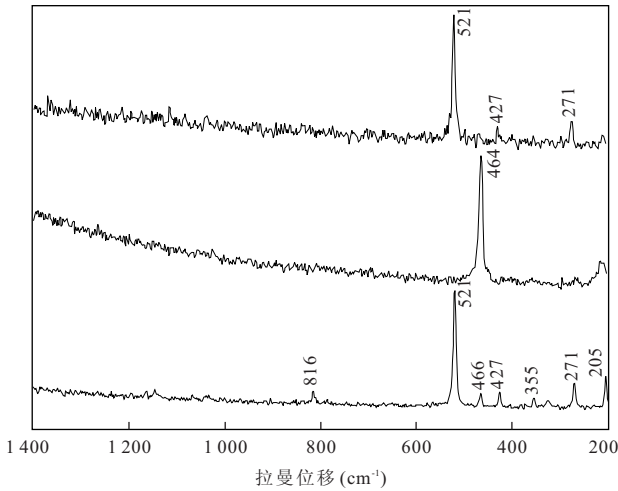


图 5 高温压力标定实验产物(石英、柯石英)拉曼光谱图

Fig. 5 Raman spectrum of experimental results of pressure calibration at high temperature

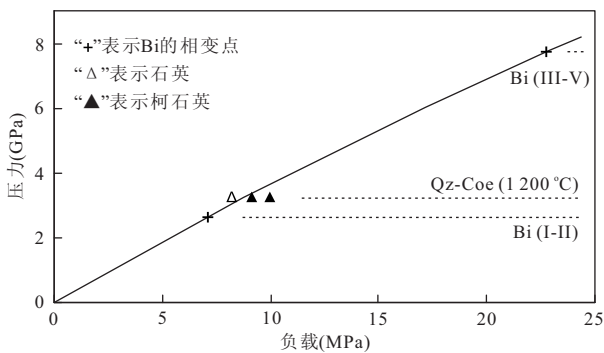


图 6 多面砧压机 18/12 装置压力标定曲线

Fig. 6 Pressure calibration curve of 18/12 assembly obtained at room temperature and high temperature

并持续一段时间(在此过程中保持压力不变),实验结束时直接关闭加热电源使样品自然冷却.具体实验条件和结果如表 4 所示.图 5 表示实验产物的拉曼光谱鉴定结果.根据上述实验可知,1 200 °C 条件下石英向柯石英转变的油压在 8.3~8.9 MPa (120~130 t)之间.将本次试验结果与室温下 Bi 的相变结果结合,可以得到图 6 所示的压力标定曲线.

高温标定结果与室温结果基本上在同一条曲线上,这在一定程度上是对室温标定结果的验证.标定结果的精度一般很难估计,当压力超过 10 GPa 时,标定结果误差一般较大,约为 0.5~1 GPa (Frost *et al.*, 2004).低压下的标定结果相对准确一些,尤其是在压力标定点附近,对于图 6 中的 3 个标定点而言其误差不会超过 0.1 GPa,除此之外的其余点上误差相对较大,因此做高温高压实验时若能加入一些矿物作为压力内标是较好的选择.

压力标定是所有高温高压实验仪器正常工作之前必需做的基础工作,以便在以后的实验中能够准确控制样品所承受的压力.但由于仪器自身的局限性(例如:摩擦力、材料的变形等问题),要想将压力测量的准确度控制在 0.1 GPa 以内目前是很难的;且仪器的负载由油泵通过液压油提供,并保持动态平衡,在这一过程中因载荷变化导致的压力变化也是在所难免的,这些因素是我们在对实验结果进行讨论时所必需考虑的.

### 3 多面砧压机在地球科学中的应用

针对上地幔和转换带范围内的地球科学问题, Walker 型 28 GPa 多面砧压机主要应用于地幔矿物和岩石在不同物理化学条件下的相变和部分熔融实验、俯冲带条件下各种岩石的实验岩石学研究以及高温高压条件下元素的扩散与分配等方面,除此之外在材料科学领域也有广泛的应用.

#### 3.1 在地幔矿物相变研究中的应用

地球物理观测结果表明,在地幔 390~430、500~520 和 650~680 km 深度范围内分别存在 3 个地震波不连续面,平均深度接近 410、520 和 660 km,分别被称为 410、520 和 660 不连续面 (Shearer, 2000).在高温高压实验成为可能之前,只能通过猜测和理论计算来研究这些不连续面可能的成因 (Birch, 1952),多面砧压机技术的发展使人们可以通过实验手段来验证前人的假设,从而为上述地震波不连续面的成因提供实验约束,同时为我们认识地幔组成提供实验依据 (图 7). Katsura and Ito (1989) 对橄榄石的实验研究表明,在 410 km 附近橄榄石由  $\alpha$  相转变为  $\beta$  相 (wadsleyite, 瓦兹利石),该反应具有正的克拉伯龙斜率 (clapeyron slope),即随着温度的升高,不连续面深度增加,温度降低则不连续面向浅部偏移.橄榄石中 Fe 的含量对相边界有很大的影响,Fe 的增加会使 410 不连续面的深度逐渐变浅,不连续面的厚度则逐渐增

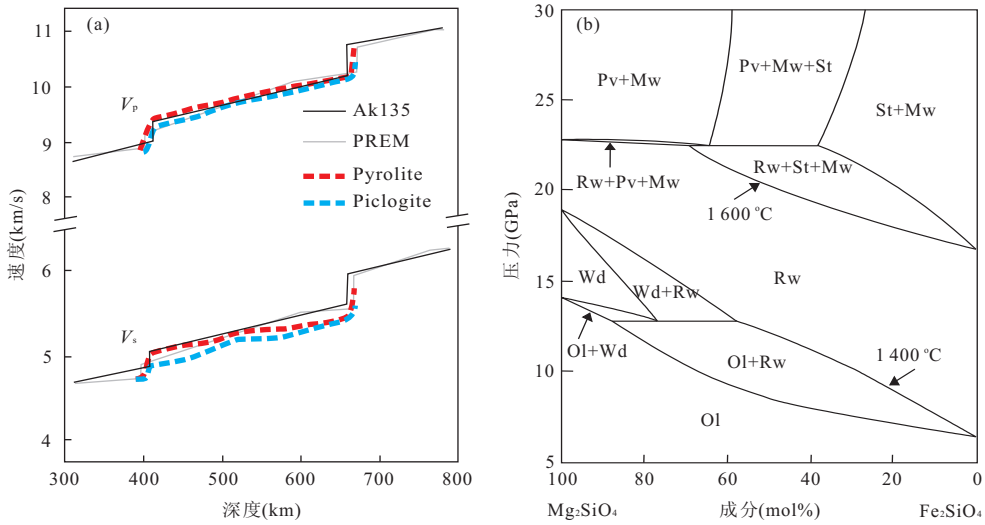


图 7 橄榄石高压相变和地幔地震波不连续面关系

Fig. 7 High pressure phase diagram of olivine and its bearing in the origin of seismic discontinuities in the mantle

(a)图中 PREM 和 AK135 为地震波速度剖面,pyrolite 和 piclogite 为两种不同的理论地幔岩石成分(据 Irifune *et al.*, 2008). 橄榄石高压相图据 Fei and Bertka(1999)

加;Fe 含量的减小会使 410 不连续面的深度增加,同时不连续面的厚度变窄. 520 km 不连续面并非在全球范围内连续分布的(Shearer, 1990),且观测到的地震波信号强度较弱,一般认为该不连续面是橄榄石由  $\beta$  相向  $\gamma$  相(林伍德石, ringwoodite)转变形成的(Weidner and Wang, 2000),该反应同样具有正的克拉伯龙斜率,且相边界对 Fe 含量变化比较敏感(Katsura and Ito, 1989). 除此之外,  $\text{CaSiO}_3$  钙钛矿(CaSiO<sub>3</sub> perovskite)的形成对 520 km 不连续面也有一定的贡献(Gasparik, 1990; Weidner and Wang, 2000),特别是对部分地区存在 520 km 不连续面的“分裂”现象(Deuss and Woodhouse, 2001; Ai *et al.*, 2003),  $\text{CaSiO}_3$  钙钛矿的出溶可能起了重要作用(Saikia *et al.*, 2008). 660 km 不连续面在全球范围内普遍存在,但结构比较复杂(Shearer, 2000; Kind and Li, 2007),高温高压实验研究表明橄榄石和石榴石向钙钛矿的转变是形成该不连续面的主要因素(Ito and Takahashi, 1989; Weidner and Wang, 2000; Fei *et al.*, 2004);前一个反应具有负的克拉伯龙斜率,后一个反应具有正的克拉伯龙斜率,因此温度的横向变化会对该不连续面的结构产生复杂的影响,同时 Fe、Al 等元素对这两个反应也有很大的影响(Weidner and Wang, 2000),这为我们认识转换带的结构与矿物组成带来了一定困难.

### 3.2 碳酸岩化橄榄岩部分熔融作用

地幔中碳储量超过地球上其余碳储库的总量

(Sleep and Zahnle, 2001),因此地幔中碳的释放对全球碳循环及气候变化有重要影响. 地震学和地电学观测结果表明洋中脊下部 150~300 km 深度存在低速高导层(Evans *et al.*, 1999; Gu *et al.*, 2005),一般认为含碳或含水地幔橄榄岩的部分熔融是形成这一低速高导层的可能原因,然而已有的证据表明洋中脊下方地幔中的水含量太少,很难导致部分熔融(Aubaud *et al.*, 2004),因此碳元素导致的部分熔融对上述低速高导层的形成可能起了重要作用. 通过洋中脊的岩浆作用,熔体中的碳释放到大气中,从而对全球碳循环和气候变化产生影响. Dasgupta and Hirschmann(2006)利用 Walker 型多面砧压机在 3~10 GPa 范围内研究了含碳地幔橄榄岩( $\text{CO}_2$  含量约为 2.5%)的部分熔融现象. 当温度接近固相线时,在较低压力下白云石为稳定的碳酸岩矿物,在较高压力下菱镁矿为稳定的碳酸岩矿物. 根据他们的实验结果,在 3 GPa 时含碳橄榄岩的熔点约为 1 075 °C, 4. 1 GPa 时熔点约为 1 110 ~ 1 140 °C, 10 GPa 时熔点约为 1 500 °C. 在约 9. 5 ~ 10. 5 GPa 时,上述橄榄岩的固相线与地温曲线相交(McKenzie *et al.*, 2005),这意味着其熔融深度约为 290~320 km 附近,这与地球物理观测结果比较一致. 由于碳酸岩熔体有较高的流动性,因此这对熔体的迁移和岩浆的运移有重要的影响,可促进垂向熔体通道的形成,这对地幔中不相容元素的分异和全球碳循环有重要影响.

### 3.3 陆壳岩石深俯冲命运研究

超高压矿物(柯石英、金刚石等)在陆壳变沉积岩中的发现使超高压变质作用及其所引申的陆壳深俯冲作用成为地球科学研究中的热点. 到目前为止, 越来越多的证据表明陆壳物质可以俯冲至地幔 200~350 km 深度并折返回地表(Ye *et al.*, 2000; Ogasawara *et al.*, 2002; Zhang *et al.*, 2005; Liu *et al.*, 2007), 然而由于岩石在折返过程中的退变质作用, 我们无法得知这些岩石在深俯冲过程中的状态. 因此通过高温高压实验来研究陆壳物质在深俯冲过程中的演化是十分必要的, 多面砧压机是进行此类研究的理想工具. Irifune *et al.* (1994) 和 Wu *et al.* (2009) 利用多面砧压机分别对具平均大陆地壳成分的氧化物体系和天然长英质片麻岩体系进行了系统的高温高压实验研究, 当压力不超过 6 GPa 时, 前者的主要矿物组合为柯石英、单斜辉石、钾长石、石榴石和蓝晶石, 而长英质片麻岩则相变为以柯石英、硬玉、石榴石和多硅白云母组成的柯石英硬玉岩; 压力超过 9 GPa 时, 柯石英相变为斯石英, 钾长石和多硅白云母均转变为钾锰钡矿, 部分单斜辉石以固溶体的形式进入石榴石中, 这导致石榴石富硅和单斜辉石富钠, 这些矿物组合可一直稳定至地幔转换带. 由于斯石英和钾锰钡矿的出现(约 250~300 km 深度), 导致俯冲陆壳的密度急剧增至 3.7~3.8 g/cm<sup>3</sup>, 远大于此深度地幔橄榄岩的密度(3.4~3.5 g/cm<sup>3</sup>), 这意味着如果深俯冲陆壳岩石能够被拖曳至 250~300 km 深度(临界深度), 则此后由相变导致的重力失稳将使陆壳物质进一步俯冲至地幔转换带. 同时, 上述研究还表明 250~300 km 是大陆深俯冲物质能够通过上浮力发生折返的最大深度, 这一深度也与绝大多数出露于地表的超高压岩石的最大深度是一致的.

### 3.4 洋壳深俯冲过程的实验研究

洋壳玄武岩是上地幔橄榄岩低程度部分熔融的产物, 在化学成分和矿物组成上与地幔岩石明显不同, 因此经俯冲带进入地幔中的洋壳物质必然会对地幔的物理化学性质等产生一定影响, 并使地幔产生各向异性. 因此利用多面砧压机研究洋壳玄武岩在上地幔和转换带范围内的相变和部分熔融等, 对于认识俯冲洋壳的命运及其对地幔可能产生的影响十分重要. Irifune *et al.* (1986) 和 Irifune and Ringwood (1993) 利用多面砧压机对洋壳玄武岩的相变进行了一系列研究, 压力为 4.6~10 GPa 时玄武岩相变为榴辉岩, 在这一压力范围内绿辉石和石榴石

的比例基本保持不变; 压力超过 10 GPa 时, 辉石以固溶体的形式进入石榴石中, 从而使辉石的含量迅速减少而石榴石的含量迅速增加; 当压力增加至 14~15 GPa 时, 辉石全部进入石榴石中形成石榴子石岩; 随着压力的继续升高, 石榴石中的富钙端元出溶形成钙-钙钛矿, 当压力超过 20 GPa 时, 石榴石中的铝、钠等元素形成一种具钙铁矿结构(calcium ferrite type)的矿物, 成分相当于 MgAl<sub>2</sub>O<sub>4</sub> 和 NaAlSiO<sub>4</sub> 的固溶体, 残余的石榴石至少可稳定至下地幔顶部. 由此可见, 若俯冲洋壳物质能够滞留在地幔转换带, 则转换带的成分和结构必然会受到一定的影响.

Yasuda *et al.* (1994) 在 3~20 GPa 范围内研究了俯冲洋壳物质的熔融性质, 3 GPa 时液相温度约为 1 425 °C, 10 GPa 时液相温度约为 1 900 °C, 20 GPa 时液相温度约为 2 200 °C. 整体上看, 固相线比液相线低约 100 °C. 在较低压力下(2~7 GPa), 洋壳物质的液相线略低于地幔橄榄岩的固相线; 在约 16 GPa 时, 洋壳物质的固相线开始超过地幔橄榄岩的液相线; 在更高压力下, 洋壳物质的液相线再次低于地幔橄榄岩的液相线. 对一般的地温梯度而言, 由于“干”的洋壳物质的固相线高于地幔温度, 因此难以发生熔融; 但在地球历史时期, 地幔温度远高于现今的地幔温度, 俯冲洋壳物质可能发生熔融或者部分熔融现象, 这对于俯冲板块的运动以及地幔和大陆地壳的演化有重要影响.

### 3.5 高温高压实验在材料科学领域中的应用

高温高压实验技术除在地球科学领域有广泛的应用之外, 在材料科学领域也有重要的应用. 高压可以让材料形成新的结构, 这些结构一般在常压下无法形成, 但可以在常压下保存, 因此可以用来合成超硬材料或者具有特殊物理化学性质的材料. 具有应用前景的方向主要包括如下几个方面: (1) 合成超硬材料, 以及具有特殊电性或热学性质的材料. 以金刚石为例, 自从 20 世纪 50 年代首次合成金刚石以来, 探索和发现“超硬材料”(super-hard materials) 就成为地球科学学家、材料科学家和物理学家的主要任务之一. 目前全球人造金刚石产量高达 100 t/a, 远超过天然金刚石的产量. (2) 利用高温高压实验技术探索和改进行核废料的封存方法. 地球科学家发现, 天然矿物中的很多元素都具有一定的放射性, 这意味着如果能够通过某种手段把具有强放射性的核废料封存在矿物或岩石中, 并让其在地质时间尺度上自然衰减, 则可把这些物质对人类健康和环境



的危害降至最低。(3) 利用高温高压实验和理论探索和改进氢气的储存方法。氢作为一种能源最主要的限制在于其储存的费用昂贵且效率很低,因此探索高密度条件下氢的储存和运输方法将会带来可观的经济效益。(4) 对包合物(clathrate)性质的研究,从动力学和热动力学方面约束包合物的形成和破坏。

致谢:感谢于栋利教授、章军锋教授、饶建华教授在高温高压实验技术方面的帮助。

## References

- Ai, Y. S., Zheng, T. Y., Xu, W. W., et al., 2003. A complex 660 km discontinuity beneath Northeast China. *Earth and Planetary Science Letters*, 212: 63–71. doi: 10.1016/S0012-821X(03)00266-8
- Aubaud, C., Hauri, E. H., Hirschmann, M. M., 2004. Hydrogen partition coefficients between nominally anhydrous minerals and basaltic melts. *Geophysical Research Letters*, 31, L20611. doi: 10.1029/2004GL021341
- Bean, V. E., Akimoto, S., Bell, P. M., et al., 1986. Another step toward an international practical pressure scale: 2nd AIRAPT IPPS task group report. *Physica B&C*, 139–140: 52–54. doi: 10.1016/0378-4363(86)90521-8
- Birch, F., 1952. Elasticity and constitution of the Earth's interior. *Journal of Geophysical Research*, 57(2): 227–286. doi: 10.1029/JZ057i002p00227
- Block, S., 1978. Round-robin study of the high pressure phase transition in ZnS. *Acta Crystallographica*, A34 (Suppl.): 316.
- Bose, K., Ganguly, J., 1995. Quartz-coesite transition revisited; reversed experimental determination at 500–1 200 degrees C and retrieved thermochemical properties. *American Mineralogist*, 80(3–4): 231–238.
- Dasgupta, R., Hirschmann, M. M., 2006. Melting in the earth's deep upper mantle caused by carbon dioxide. *Nature*, 440: 659–662. doi: 10.1038/nature04612
- Deuss, A., Woodhouse, J., 2001. Seismic observations of splitting of the mid-transition zone discontinuity in earth's mantle. *Science*, 294(5541): 354–357. doi: 10.1126/science.1063524
- Evans, R. L., Tarits, P., Chave, A. D., et al., 1999. Asymmetric electrical structure in the mantle beneath the East Pacific Rise at 17°S. *Science*, 286: 752–756. doi: 10.1126/science.286.5440.752
- Fei, Y. W., 2002. Phase transition in the earth's mantle and mantle mineralogy. In: Zhang, Y. X., Yin, A., eds., Structure, evolution and dynamics and the earth. High Education Press, Beijing, 49–90 (in Chinese).
- Fei, Y., Bertka, C. M., 1999. Phase transitions in the Earth's mantle and mantle mineralogy. In: Fei, Y., Bertka, C. M., Mysen, B. O., eds., Mantle petrology: field observations and high pressure experimentation. *Mysen, Spec. Publ.*, 6: 189–207.
- Fei, Y., Van Orman, J., Li, J., et al., 2004. Experimentally determined postspinel transformation boundary in Mg<sub>2</sub>SiO<sub>4</sub> using MgO as an internal pressure standard and its geophysical implications. *Journal of Geophysical Research*, 109, B02305, doi: 10.1029/2003JB002562
- Frost, D. J., Poe, B. T., Trønnes, R. G., et al., 2004. A new large-volume multianvil system. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 143–144: 507–514. doi: 10.1016/j.pepi.2004.03.003
- Gasparik, T., 1989. Transformation of enstatite-diopside-jadeite pyroxenes to garnet. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 102(4): 389–405. doi: 10.1007/BF00371083
- Gasparik, T., 1990. Phase relations in the transition zone. *Journal of Geophysical Research*, 15 (B10): 15751–15769. doi: 10.1029/JB095iB10p15751
- Getting, I. C., 1998. New determination of the bismuth I-II equilibrium pressure: a proposed modification to the practical pressure scale. *Metrologia*, 35: 119–132. doi: 10.1088/0026-1394/35/2/7
- Gu, Y. J., Lerner-Lam, A. L., Dziewonski, A. M., et al., 2005. Deep structure and seismic anisotropy beneath the East Pacific Rise. *Earth and Planetary Science Letters*, 232(3–4): 259–272. doi: 10.1016/j.epsl.2005.01.019
- Irifune, T., Higo, Y., Inoue, T., et al., 2008. Sound velocities of majorite garnet and the composition of the mantle transition region. *Nature*, 451: 814–817. doi: 10.1038/nature06551
- Irifune, T., Ringwood, A. E., 1993. Phase transformations in subducted oceanic crust and buoyancy relationships at depths of 600–800 km in the mantle. *Earth and Planetary Science Letters*, 117(1–2): 101–110. doi: 10.1016/0012-821X(93)90120-X
- Irifune, T., Ringwood, A. E., Hibberson, W. O., 1994. Subduction of continental crust and terrigenous and pelagic sediments: an experimental study. *Earth and Planetary Science Letters*, 126(4): 351–368. doi: 10.1016/0012-821X(94)90117-1
- Irifune, T., Sekine, T., Ringwood, A. E., et al., 1986. The eclogite-garnetite transformation at high pressure and some geophysical implications. *Earth and Planetary*

- Science Letters*, 77(2): 245–256. doi: 10.1016/0012-821X(86)90165-2
- Ito, E., 2007. Theory and practice—multianvil cells and high—pressure experimental methods. *Treatise on Geophysics*, 2: 197–229.
- Ito, E., Takahashi, E., 1989. Postspinel transformations in the system  $Mg_2SiO_4$ - $Fe_2SiO_4$  and some geophysical implications. *Journal of Geophysical Research*, 94(B8): 10637–10646. doi: 10.1029/JB094iB08p10637
- Jin, Z. M., 1997. The progress and perspectives of high-T and high-P experimental study in China. *Chinese Journal of Geophysics*, 40(Suppl. 1): 70–81 (in Chinese with English abstract).
- Katsura, T., Ito, E., 1989. The system  $Mg_2SiO_4$ - $Fe_2SiO_4$  at high pressure and temperatures: precise determination of stability 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 transformation in the system  $(Mg, Fe)_2SiO_4$ . *Journal of Geophysical Research*, 109(B02209). doi: 10.1029/2003JB002438
- Kawai, N., Endo, S., 1970. The generation of ultrahigh hydrostatic pressures by a split sphere apparatus. *Review of Scientific Instruments*, 41: 1178–1181. doi: 10.1063/1.1684753
- Kawai, N., Togaya, M., Onodera, A., 1973. A new device for pressure-vessels. *Proceedings of the Japan Academy*, 8: 623–626.
- Kind, R., Li, X., 2007. Deep earth structure—transition zone and mantle discontinuities. *Treatise on Geophysics*, 1: 591–618.
- Liu, L., Zhang, J. F., Green, H. W., et al., 2007. Evidence of former stishovite in metamorphosed sediments: implying subduction to >350 km. *Earth and Planetary Science Letters*, 263(3–4): 180–191. doi: 10.1016/j.epsl.2007.08.010
- Lloyd, E. C., 1971. Accurate characterization of the high-pressure environment. *NBS Spec. Publ.*, 326: 1–3.
- McKenzie, D., Jackson, J., Priestley, K., 2005. Thermal structure of oceanic and continental lithosphere. *Earth and Planetary Science Letters*, 233(3–4): 337–349. doi: 10.1016/j.epsl.2005.02.005
- Morishima, H., Kato, T., Suto, M., et al., 1994. The phase boundary between  $\alpha$ - and  $\beta$ - $Mg_2SiO_4$  determined by in situ X-ray observation. *Science*, 265(5176): 1202–1203. doi: 10.1126/science.265.5176.1202
- Ogasawara, Y., Fukasawa, K., Maruyama, S., 2002. Coesite exsolution from supersilicic titanite in UHP marble from the Kokchetav Massif, northern Kazakhstan. *American Mineralogist*, 87(4): 454–461.
- Ohtani, E., Irifune, T., Hibberson, W. O., et al., 1987. Modified split-sphere guide block for practical operation of a multiple-anvil apparatus. *High Temperatures-High Pressures*, 19: 523–529.
- Ono, S., Ohishi, Y., Isshiki, M., Watanuki, T., 2005. In situ X-ray observations of phase assemblages in peridotite and basalt compositions at lower mantle conditions: implications for density of subducted oceanic plate. *Journal of Geophysical Research*, 110, B02208. doi: 10.1029/2004JB003196
- Piermarini, G. J., Block, S., 1975. Ultrahigh pressure diamond-anvil cell and several semiconductor phase transition pressures in relation to the fixed point pressure scale. *Reviews of Scientific Instruments*, 46: 973–980. doi: 10.1063/1.1134381
- Saikia, A., Frost, D. J., Rubie, D. C., 2008. Splitting of the 520-kilometer seismic discontinuity and chemical heterogeneity in the mantle. *Science*, 319(5869): 1515–1518. doi: 10.1126/science.1152818
- Sawamoto, H., 1987. Phase diagram of  $MgSiO_3$  at pressures up to 24 GPa and temperatures up to 2 200 °C: phase stability and properties of tetragonal garnet. In: Manghni, M. H., Syono, Y., eds., High-pressure research in mineral physics (Geophysical Monograph Ser.). American Geophysical Union, Washington DC, 39: 209–219. doi: 10.1029/GM039p0209
- Shearer, P. M., 1990. Seismic imaging of upper-mantle structure with new evidence for a 520 km discontinuity. *Nature*, 344: 121–126. doi: 10.1038/344121a0
- Shearer, P. M., 2000. Upper mantle seismic discontinuities. In: Karato, S., Forte, A. M., Liebermann, R. C., et al., eds., Earth's deep interior: mineral physics and tomography from the atomic to the global scale (Geophysical Monograph). American Geophysical Union, Washington DC, 115–128.
- Sleep, N. H., Zahnle, K., 2001. Carbon dioxide cycling and implications for climate on ancient earth. *Journal of Geophysical Research*, 106(E1): 1373–1399. doi: 10.1029/2000JE001247
- Susaki, J., Akaogi, M., Akimoto, S., et al., 1985. Garnet-perovskite transformation in  $CaGeO_3$ : in situ X-ray measurements using synchrotron radiation. *Geophysical Research Letters*, 12(10): 729–732. doi: 10.1029/GL012i010p00729
- Suzuki, A., Ohtani, E., Morishima, H., 2000. In situ determination of the phase boundary between wadsleyite and

- ringwoodite in  $Mg_2SiO_4$ . *Geophysical Research Letters*, 27(6): 803–805. doi:10.1029/1999GL008425
- Suzuki, T., Yagi, T., Akimoto, S., 1981. Precise determination of transition pressure of GaAs. Abstr. 22nd High Pressure, Conf. Japan, 8–9.
- Takahashi, E., 1986. Melting of a dry peridotite KLB-1 up to 14 GPa; implications on the origin of peridotitic upper mantle. *Journal of Geophysical Research*, 91 (B9): 9367–9382. doi:10.1029/JB091iB09p09367
- Takahashi, E., Ito, E., 1987. Mineralogy of mantle peridotite along a model geotherm up to 700 km depth. In: Manghnani, M. H., Syono, Y., eds., High-pressure research in mineral physics; a volume in honor of Syun-iti Akimoto (Geophysical Monograph Ser.). American Geophysical Union, Washington DC, 39: 427–437. doi:10.1029/GM039p0427
- Walker, D., Carpenter, M. A., Hitch, C. M., 1990. Some simplifications to multianvil devices for high pressure experiments. *American Mineralogist*, 75 (9–10): 1020–1028.
- Wang, Y. B., 2006. Combining the large-volume press with synchrotron radiation; applications to in-situ studies of earth materials; under high pressure and temperature. *Earth Science Frontiers*, 13(2): 1–36 (in Chinese with English abstract).
- Weidner, D. J., Wang, Y., 2000. Phase transformations; implications for mantle structure. In: Karato, S., Forte, A. M., Liebermann, R. C., et al., eds., Earth's deep interior; mineral physics and tomography from the atomic to the global scale (Geophysical Monograph Ser.). American Geophysical Union, Washington DC, 117: 215–235. doi:10.1029/GM117p0215
- Wu, Y., Fei, Y. W., Jin, Z. M., et al., 2009. The fate of subducted upper continental crust; an experimental study. *Earth and Planetary Science Letters*, 282 (1–4): 275–284. doi: 10.1016/j.epsl.2009.03.028
- Wu, Y., Wang, Y. B., Zhang, Y. F., et al., 2012. An experimental study of phase transformations in olivine under pressure and temperature conditions corresponding to the mantle transition zone. *Chinese Science Bulletin*, 57 (8): 894–901. doi: 10.1007/s11434-011-4884-2
- Yagi, T., Akaogi, M., Shimomura, O., et al., 1987. In situ observation of the olivine-spinel phase transformation in  $Fe_2SiO_4$  using synchrotron radiation. *Journal of Geophysical Research*, 92(B7): 6207–6213. doi:10.1029/JB092iB07p06207
- Yasuda, A., Fujii, T., Kurita, K., 1994. Melting phase relations of an anhydrous mid-ocean ridge basalt from 3 to 20 GPa; implications for the behavior of subducted oceanic crust in the mantle. *Journal of Geophysical Research*, 99(B5): 9401–9414. doi:10.1029/93JB03205
- Ye, K., Cong, B. L., Ye, D. N., 2000. The possible subduction of continental material to depths greater than 200 km. *Nature*, 407: 734–736. doi:10.1038/35037566
- Yoneda, A., Endo, S., 1980. Phase transition in barium and bismuth under high pressure. *Journal of Applied Physics*, 51(6): 3216–3221. doi: 10.1063/1.328076
- Zhang, J. Z., Li, B. S., Utsumi, W., et al., 1996. In situ X-ray observations of the coesite-stishovite transition; reversed phase boundary and kinetics. *Physics and Chemistry of Minerals*, 23 (1): 1–10. doi: 10.1007/BF00202987
- Zhang, L. F., Song, S. G., Liou, J. G., et al., 2005. Relict coesite exsolution in omphacite from western Tianshan eclogites, China. *American Mineralogist*, 90(1): 181–186. doi: 10.2138/am.2005.1587
- 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

- 费英伟, 2002. 地幔中的相变和地幔矿物学. 见: 张有学, 尹安, 主编. 地球的结构、演化和动力学. 北京: 高等教育出版社, 49–90.
- 金振民, 1997. 我国高温高压实验研究和展望. *地球物理学报*, 40 (增刊 I): 70–81.
- 王雁宾, 2006. 地球内部物质性质的原位高温高压研究: 大体积压机与同步辐射源的结合. *地学前缘*, 13(2): 1–36.
- 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.