

doi:10.3799/dqkx.2017.078

D-DIA 装置与同步辐射源结合技术及其在矿物高温高压变形实验中的应用

许丽丽^{1,2}, 金振民³, Mei Shenghua⁴

1. 长安大学地球科学与资源学院, 陕西西安 710054

2. 长安大学西部矿产资源与地质工程教育部重点实验室, 陕西西安 710054

3. 中国地质大学地球科学学院, 湖北武汉 430074

4. 明尼苏达州大学地球科学系, 明尼苏达州明尼阿波利斯市 55455, 美国

摘要: 高温高压变形实验是研究地球深部组成矿物流变学性质的重要手段之一。D-DIA (deformation-DIA) 装置是最近 10 年来兴起的一种新的高温高压变形实验设备, 通常可实现的最高压力为 15 GPa 和温度约为 2 000 K; 而同步辐射 X 射线衍射已经广泛地应用到物质结构科学的研究中, 二者相结合, 能够有效原位地研究材料物质在高温高压下的流变学性质。以美国布鲁克海文国家实验室配合有同步辐射源的 D-DIA 装置为例, 介绍该装置的基本结构、工作原理及 D-DIA 装置与 X 射线结合技术如何实现矿物高温高压下变形过程的原位观测及相关定量力学数据的获取。这一技术突破了传统流变仪的压力局限, 为在更高压力 ($P > 4$ GPa) 条件下研究地球深部组成物质的高温高压流变学性质提供了有效途径。

关键词: 高温高压变形实验; deformation-DIA (D-DIA); 同步辐射源; 矿物; 流变学性质; 构造地质。

中图分类号: P584

文章编号: 1000-2383(2017)06-0974-16

收稿日期: 2016-11-20

Deformation-DIA Coupled with Synchrotron X-Ray Diffraction and Its Applications to Deformation Experiments of Minerals at High Temperature and High Pressure

Xu Lili^{1,2}, Jin Zhenmin³, Mei Shenghua⁴

1. School of Earth Science and Resources, Chang'an University, Xi'an 710054, China

2. Key Laboratory of Western Mineral Resources and Geological Engineering, Ministry of Education, Chang'an University, Xi'an 710054, China

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

4. Department of Earth Sciences, University of Minnesota, Minneapolis, MN 55455, USA

Abstract: Deformation experiment at high temperature and high pressure is one of the important approaches to understand the rheological properties of minerals in the earth's deep interior. The deformation-DIA (D-DIA) is a newly developed apparatus for deformation experiments at high temperature and high pressure, which is typically capable of generating pressures up to 15 GPa and temperatures up to 2 000 K. The D-DIA coupled with synchrotron X-ray diffraction is mainly used for quantitative studies of rheological properties of materials under high temperature and high pressure. The configuration and operating principle of D-DIA apparatus installed at Brookhaven national lab in USA are summarized in this paper. The in-situ observation of deformation processes using synchrotron X-ray diffraction and mechanical data (e.g., stress, strain and strain rate) analysis are also discussed. This technical development provides an important opportunity to investigate rheological properties of high-pressure phases under the conditions in the earth's deep interior.

基金项目: 国家自然科学基金项目 (No.41402188); 中央高校基础科研项目 (No.310827151059).

作者简介: 许丽丽 (1985-), 女, 讲师, 构造地质学, 主要从事岩石、矿物高温高压流变学实验及其显微构造特征研究。ORCID:0000-0002-9314-1253. E-mail:lily2013@chd.edu.cn

引用格式: 许丽丽, 金振民, Mei Shenghua. 2017. D-DIA 装置与同步辐射源结合技术及其在矿物高温高压变形实验中的应用. 地球科学, 42(6): 974-989.

Key words: deformation experiment at high temperature and high pressure; deformation-DIA(D-DIA); synchrotron radiation; mineral; rheological property; tectonics.

0 引言

地球深部物质的流变性质是认识和理解地球内部动力学过程(如板块俯冲、地幔对流、深源地震活动等)的关键。地球深部物质处于高温高压条件下,而这些物质的力学性质与变形机制随着温度和压力的改变而改变。因此,需要借助高温高压实验技术来研究地球内部不同深度条件下物质的变形行为。

长期以来,高温高压条件下物质流变性质的定量研究受限于如何产生高压或/和精确测量应力等技术难题。如传统实验变形仪器中,气体介质流变仪(Paterson 装置)具有理想的应力测量分辨率(0.5 MPa 以内),但其通常能够达到的压力 $P < 0.5$ GPa(Paterson, 1990);而固体介质流变仪,如改进后的 Griggs 装置,其产生压力最高约 4 GPa,但其应力测量分辨率则较低(Borch and Green, 1987; Renner *et al.*, 2001)。因此,Paterson 流变仪和 Griggs 流变仪作为高温高压流变学实验研究领域一直以来最常用的两种流变仪(图 1),均难以满足 $P > 4$ GPa 条件下对地球深部组成矿物进行高温高压变形实验的需求。

为实现更高压力条件下的物质流变学实验研究,金刚石压砧(diamond-anvil cell,简称 DAC)和大体积压机(large-volume press,简称 LVP),作为高温高压实验研究的两种基本工具(王雁宾,2006),逐渐在实验技术上得到突破与创新。金刚石压砧通过激光加热可以达到 6 000~7 000 K 的高温,且能够产生高达几百个 GPa 的高压(图 1)。一些研究者曾尝试用金刚石压砧开展一些变形实验研究(Sung *et al.*, 1977; Meade and Jeanloz, 1990),但实验中存在的主要问题是温度梯度较大、样品体积很小(通常为几个至几十个微米)、实验变形速率及变形过程中差应力不可独立控制以及实验中加压过程与变形过程相伴同时进行(Wang *et al.*, 2003; Uchida *et al.*, 2004)。大体积压机包括多面压砧装置(multi-anvil apparatus,简称 MAA)和活塞圆筒装置(piston cylinder apparatus,简称 PCA)。其中,对于多面压砧装置,能够产生很高(3 000 K 以上)且均匀的温度,样品体积相比金刚石压砧样品而言也大得多(一般为毫米量级)。因此,多面压砧装置一直是人们试图应用于高温高压变形实验研究的理想工具(Wang

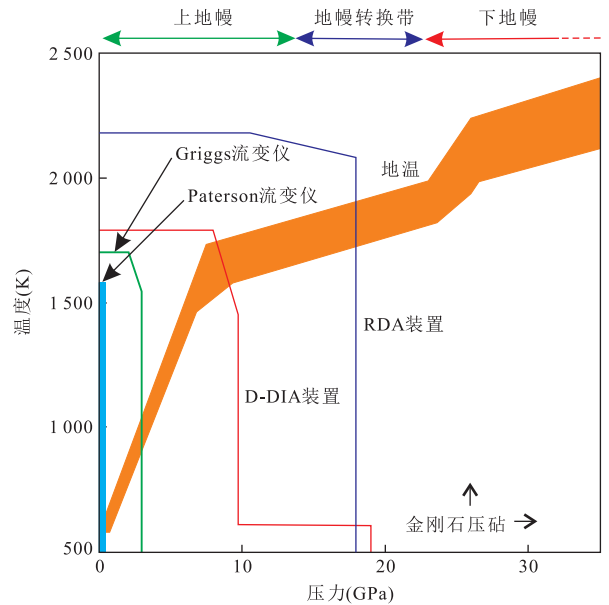


图 1 常见流变仪实验温压范围

Fig. 1 Pressure-temperature conditions available in the high-pressure deformation apparatuses

地温线据 Katsura *et al.* (2010); D-DIA, deformation-DIA 装置; RDA, rotational Drickamer apparatus(旋转型 Drickamer 压砧);据 Karato and Weidner(2008)和 Kawazoe *et al.* (2010)修改

et al., 2003)。直至最近几年, deformation-DIA (D-DIA)装置,作为由大体积压机中一种多面压砧装置研发而来的变形设备,其与同步辐射源(synchrotron radiation source)的结合,使得目前高温高压变形实验技术获得了突破性进展。D-DIA 装置作为新一代的流变仪,目前可实现高达 19 GPa 条件下的高温高压流变学实验(图 1)。同时,另外一种可用于高压变形实验的装置是旋转型 Drickamer 压砧(rotational drickamer apparatus,简称 RDA),它是通过在 Drickamer 型高压装置上配备旋转制动器改进而来(Yamazaki and Karato, 2001),可实现高达 17 GPa 与 2 100 K 条件下的高应变变形实验研究。虽然 D-DIA 装置目前可实现的温压范围不及 RDA 装置(图 1),但是相对于 RDA 实验技术,D-DIA 技术在高温高压变形实验中定量数据的获取方面有两大优点(Kawazoe *et al.*, 2011):(1)应力几何状态相对 RDA 实验中简单、稳定,不会造成象 RDA 实验中单轴应力易叠加于剪应力之上及易产生较大应力梯度和应变梯度的现象;(2)温度测量值的可靠性相对于 RDA 实验中更高,因为 D-DIA 实验中的温度是

依靠二辉石法确定,而 RDA 实验中的温度估算是基于电功率与温度之间的校正关系.因此,相对稳定的应力几何状态和比较可靠的温度测量方法使得 D-DIA 装置更适用于定量研究固体物质蠕变强度的高温高压变形实验.配合有同步辐射 X 射线衍射技术的 D-DIA 装置可以实现原位(in situ)定量研究样品物质在高温高压下的流变学性质.变形实验过程中,样品所受差应力是通过相对主应力轴不同方向上多组晶面的 X 射线衍射图谱推导、计算而来,样品应变则可通过对 X 射线成像系统获得的样品 X 光照片进行测量而得.

本文将根据笔者在美国明尼苏达大学学习期间,基于纽约布鲁克海文(Brookhaven)国家实验室同步辐射光源中心(NSLS, National Synchrotron Light Source)的实验认识,主要介绍目前 D-DIA 装置实验新技术及其与同步辐射源相结合情况下,在地球深部组成矿物高温高压变形实验中进行原位观测的原理和定量力学数据的获取与分析方法.

1 D-DIA 装置实验技术

1.1 D-DIA 基本结构与工作原理

DIA, 日语,指滑块六面顶压砧装置(Osugi *et al.*, 1964),是目前常用的高压模具之一. DIA 由上一套对称的导块(guide blocks)和周边 4 个滑动于 45°斜面上的梯形截面的楔块(side wedges)组成(图 2).在 2 个导块和 4 个楔块的内侧中心位置各分别安装了一个正方形截面的压砧.压砧通常由碳化钨制成,其截面边长有不同的大小,如 6 mm、4 mm 和 3 mm 等以产生不同的压力.该 6 个压砧构成了 DIA 装置核心部位的一个立方型空腔.空腔内放置固体传压介质,样品组件即装在立方体压力介质中.多面压砧是采用液压机系统和固体介质传递压力的装置,导块和楔块的作用是把液压机产生的单轴载荷分解为互相垂直的三轴载荷,而分解后的三轴载荷将 6 个压砧同步推向装置的中心,从而产生准静水压力,以使样品获得高压.同时, DIA 是利用电流变化调节温度的,低压高电流的交流电可通过加热样品装置中的石墨加热管使样品获得高温.

D-DIA 是 deformation-DIA 的简称,是在 DIA 的多面压砧装置基础上开发、改进而来的一套新型高温高压变形设备(Durham *et al.*, 2002; Wang *et al.*, 2003).它是在上下导块内各增加了一个小型液压缸,驱动液压缸内的活塞可使得上下两个压砧能够独立

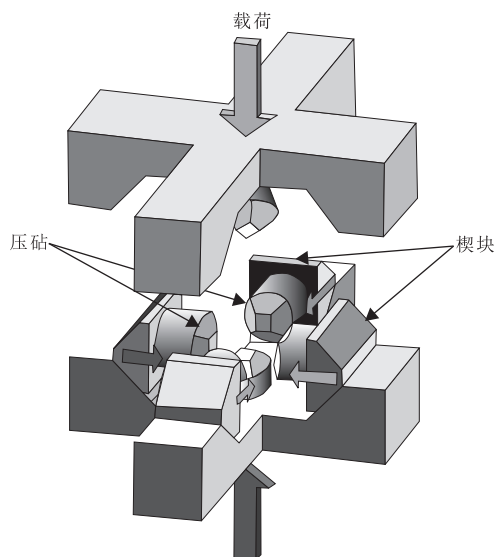


图 2 DIA 模具工作原理示意

Fig.2 Conceptual diagram illustrating the principle of the DIA cubic anvil apparatus

据 Wang *et al.* (2003) 修改

于周边的 4 个压砧而上下运动(Wang *et al.*, 2003).因此,加压过程中,在产生准静水压力以后,上下压砧的竖直轴向运动能够产生差异应力从而对样品进行可控的变形. D-DIA 装置可产生的最大压力取决于两个主要因素:压砧材料硬度和压砧截面边长大小.例如,当使用碳化钨压砧时,对于截面边长为 4 mm 和 3 mm 的压砧, D-DIA 装置可实现的最大压力分别为 10 GPa 和 13 GPa(Shimomura *et al.*, 1992).因此,我们可以根据实验目的选择不同的 D-DIA 装置压砧材料和压砧截面型号. D-DIA 装置的实验压力通常可高达 15 GPa(即相当于地球深部大约 450 km 处的压力),温度最高为 2 000 K(Wang *et al.*, 2003).目前实验中,利用常规样品组合部件, D-DIA 装置已实现的最大压力为 19 GPa(Nishiyama *et al.*, 2007),此时实验温度为 600 K.值得注意的是,由于样品装置中加热管使用石墨材质,所以为防止石墨向金刚石的相变,在压力 $P > 10$ GPa 时该装置产生的温度限定于 $< 1\ 200$ K 范围内.高温高压条件下,样品的应变速率则可通过变换上下压砧的运动速率(约 $10^{-7} \sim 10^{-2}$ mm/s)来控制.对于代表性长度为 1 mm、体积为 $1\ \text{mm}^3$ 的样品,当上下压砧对称性运动时,样品承受的应变速率为 $2 \times 10^{-7} \sim 2 \times 10^{-2}\ \text{s}^{-1}$ (Durham *et al.*, 2002).

1.2 常规样品组合装置

样品组合是高温高压实验中的一个至关重要环节.加热炉和压力介质等材料的选择将对样品本身所需温压条件有很大影响.根据实验目的和实验条件的

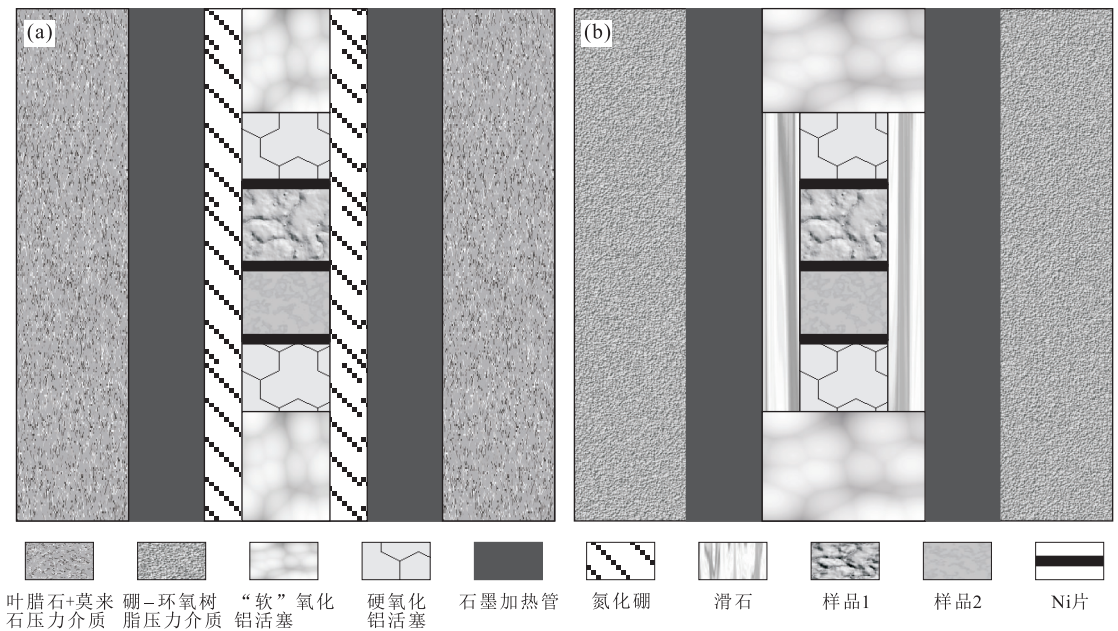


图 3 通常应用于 D-DIA 模具的 (a) 不含水实验条件下和 (b) 含水实验条件下样品组合示意

Fig.3 Sketch of sample assembly for experiment under (a) anhydrous condition and (b) hydrated condition

不同,使用的高压传压介质和样品组合部件在设计上变化较大.图 3 分别给出了样品在不含水条件下(图 3a)和含水条件下(图 3b)进行变形实验的常用样品组合示意.对于截面边长为 4 mm 的压砧,样品组合的主体部分是一个边长约为 6 mm 的立方体压力介质.对于在不含水条件下进行的实验,关键技术之一是球形莫来石内嵌在立方型叶腊石(未烧结)块体空隙中以组合形成压力介质(Durham *et al.*, 2009).其中,球形莫来石主要是确保样品处于极干燥的介质环境中,硬度较高而易发生脆性破碎;与之相反,叶腊石性软而不易破碎,且具绝缘功能,是很好的垫片(gasketing)材料以防止变形实验过程中 6 个压砧彼此之间的直接接触.而对于含水条件下的实验,其压力介质是经烧结后的硼-环氧树脂(boron-epoxy)混合物.压力介质内直接放置石墨加热管.同时,根据不含水和含水的实验要求,石墨管内分别内置导热性能好的氮化硼(不含水条件下的实验,图 3a)和滑石(含水条件下的实验,图 3b).前者的作用是将样品与石墨管分隔开以避免不必要的反应,而后者则是通过高温下脱水反应为样品提供水以确保含水条件实验的进行.样品一般为长度约 1.0 mm、直径约 1.1 mm 的圆柱体,置于压力介质的中心.根据不同需要样品套可选择镍、铂和金等性质较稳定的金属或合金.样品圆柱体的上下都分别依次放置硬氧化铝活塞和可机械加工(“软”)氧化铝活塞.另外,在样品与样品之间及样品与硬氧化铝活塞之间,分别都放有镍片,以作为样品应变标示

体.温度可通过在样品上方硬氧化铝活塞中或侧方中部放置热电偶而直接测得,也可以在不放热电偶的情况下基于之前放置热电偶情况下的温度标定——电流输出功率与温度之间的曲线关系而估测(Durham *et al.*, 2009).前提是,温度标定法适用于施加载荷相同、样品组合相同且组装部件尺寸一致的实验.

2 同步辐射 X 射线衍射技术简介

2.1 同步辐射基本概念

同步辐射,是同步加速器辐射(synchrotron radiation)的简称,是指接近光速运动的带电粒子在电磁场的作用下沿弯转轨道行进时发出的电磁辐射.该命名源于人们在一台同步加速器中首次观察到“人造”的这种辐射,并且最初被称为同步加速器中电子的辐射.同步辐射是电磁辐射,也就是一种光.依据光源的不同,同步辐射的波长有一定的范围,一般包括中间部分的红外线、可见光、紫外线和短波部分的 X 射线.同步辐射光源产生的 X 射线具有高辐射功率(同步辐射 X 射线通量至少比常规光源高 1 万以上),以及准直性好、光谱范围宽且连续可调、偏振性好、亮度高和稳定性强等十分优异的性能.

2.2 X 射线在晶体中的衍射

在测定晶体结构方面,较为重要且应用最为广泛的是 X 射线.X 射线及其衍射 X 射线是一种波长

很短(20.00~0.06 Å)的电磁波.由于晶体具有点阵结构,是由原子周期性规则排列而成的晶胞组成,且这些规则排列原子之间的距离与 X 射线波长属于相同的数量级.因此,当 X 射线进入晶体之后,由不同原子散射的 X 射线相互干涉,从而显示与晶体结构相对应的衍射现象.

入射 X 射线(原始 X 射线)引起晶体各原子中电子的振动,从而产生二次射线,由此每个原子就作为一个新的 X 射线光源向四周放射 X 射线.这种射线与入射 X 射线的波长相等,但其强度却非常小.由于在晶体中存在周期重复的原子,这些原子所产生的次生 X 射线会发生干涉现象.干涉的结果是使次生 X 射线互相叠加(增强)或互相抵消(减弱).图 4 中各点代表晶体中相当的原子,1、2、3、4 分别是一组平行的晶面,晶面间距为 d ,假设原始 X 射线 S_0 (波长为 λ)沿与晶面成 θ 角(掠射角,又称布拉格角)方向入射,并在 S_1 方向产生“反射”线(实际上是在该方向产生衍射线).产生“反射”的条件是:相邻晶面所反射的 X 射线的行程差等于波长的整数倍.由图 4 可以看出,在晶体中,由晶面 2 衍射的 X 射线较由晶面 1 衍射的 X 射线所走路程差为 $AB + BC$,且由图中几何关系得 $AB + BC$ 等于 $2d \sin\theta$.如果在 S_1 方向能产生衍射,那么所走路程差应该为波长之整数倍,即:

$$n\lambda = 2d \sin\theta, \quad (1)$$

式(1)中 n 称为“反射”级次,且 $n=1, 2, 3, \dots$, 整数; λ 和 d 单位都为 Å.

式(1)是由俄国结晶学家吴里夫(Вульф, Т.В.)和英国的布拉格父子(Bragg, W.H. 和 Bragg, W.L.)于 1913 年分别独立推导出来的,且被布拉格用他自

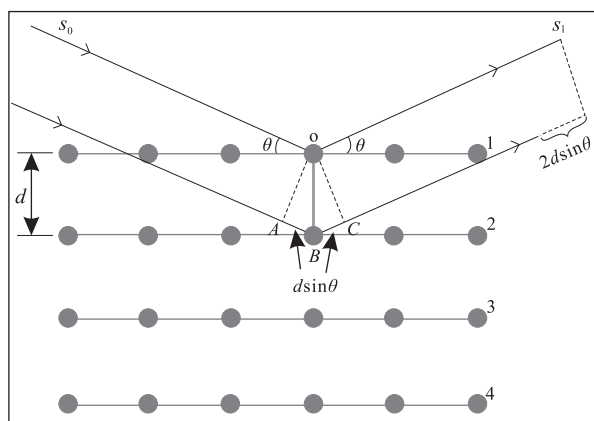


图 4 晶体发生 X 射线衍射示意

Fig.4 Conceptual diagram showing X-ray diffraction in the crystal

己所发明的电离箱予以证实.因此被称为布拉格方程式.只有当 λ 、 d 与 θ 同时满足式(1)时,晶面才能对 X 射线产生“反射”.

当 $n=1$ (即一级“反射”)时,布拉格方程式经转换可变为:

$$d = \frac{n\lambda}{2 \sin\theta}, \quad (2)$$

因此,由式(2)可知,在用 X 射线衍射技术研究晶体结构时,已知波长 λ 和布拉格角 θ 即可求得晶面间距 d .

2.3 D-DIA 装置与同步辐射源的结合

D-DIA 装置与同步辐射源的结合是高温高压变形实验技术上的一个重大突破,这一系统可以实现样品变形过程的“可视化”原位观测.一是利用同步辐射 X 射线衍射可以观测样品高压变形过程中的晶面衍射图谱,从而推导出样品承受差应力的的大小;二是通过同步辐射 X 射线对样品成像,可以实现高压下样品的定位及样品变形应变量的测量,而这是一般可见光无法完成的,因为其不能透过样品组合中的任一部件.目前美国、日本和德国相关的 D-DIA 装置与同步辐射源相结合的系统正在运行.王雁宾(2006)给出了这些系统各自的特点.笔者将选取美国 Brookhaven 国家实验室同步辐射光源中心(NSLS)的系统,就同步辐射 X 射线在 D-DIA 装置中的应用作详细介绍.

同步辐射 X 射线能够进入 D-DIA 装置核心部位的样品并在样品中发生晶体衍射,是进行样品晶体衍射分析的关键.同时,为了利用 X 射线衍射技术精确观测实验中样品受到的静水压力和差应力,必须确保能够在垂直 X 射线入射方向的平面上观察到多角度的衍射信号(Singh, 1993; Uchida *et al.*, 1996; Singh *et al.*, 1998).因此,为保证入射和衍射的 X 射线能够从 D-DIA 装置中压砧之间的缝隙进出,在 D-DIA 装置的上下导块与四周楔块上都分别制作了锥形切口(Wang *et al.*, 2003),以便于入射角 $\pm 10^\circ$ 范围内的 X 射线通过.X 射线会被碳化钨吸收,而较容易透过烧结金刚石和立方晶系氮化硼(cBN).因此,楔块上的 4 个碳化钨压砧,至少确保在衍射方向一侧的 2 个压砧用烧结金刚石或立方晶系氮化硼代替碳化钨.这样,我们可以观测到样品的衍射信号.

在采集衍射图谱数据时,目前主要有两种技术模式:基于入射光是单色光时的角散衍射(angle-dispersive diffraction, 简称 ADD)模式和基于“白

光”(具有连续波长谱的 X 光)时的能散衍射(energy dispersive diffraction, 简称 EDD)模式(Wang *et al.*, 2010; Weidner *et al.*, 2010).角散衍射模式(ADD)是在已知单色光波长的情况下,衍射时变换 θ 角以取得尽可能多的满足式(1)的晶面信息.角散衍射能够提供定量化的衍射强度,从而获得样品原子间相互关系的晶体结构信息.但由于在角散衍射模式中,衍射方向一侧无光学狭缝,探测器除接收到样品 X 射线衍射信号以外,还易接收到样品组合装置中其他材料(如压力介质及垫片等)的衍射信号,从而影响样品本身的衍射信号.相对于角散衍射模式,能散衍射模式(EDD)是衍射时保持 θ 角恒定,并且该模式中在衍射方向一侧有光学狭缝,所以其优点是探测器获得的衍射信号是单纯来源于样品本身的,而排除了样品周围压力介质衍射信号的干扰(Weidner *et al.*, 2010).

图 5 显示了 NSLS 光源中心 D-DIA 装置——同步辐射源系统的主要部件.由于同步辐射源提供的“白光”X 射线能谱很宽,实验中采用能散衍射模式,使用多通道的探测器可同时接收所有能量的光子产生的衍射信号.根据能量与波长的关系($E = hc/\lambda$),式(2)可转换为:

$$E = \frac{12.4}{2d \sin \theta}, \quad (3)$$

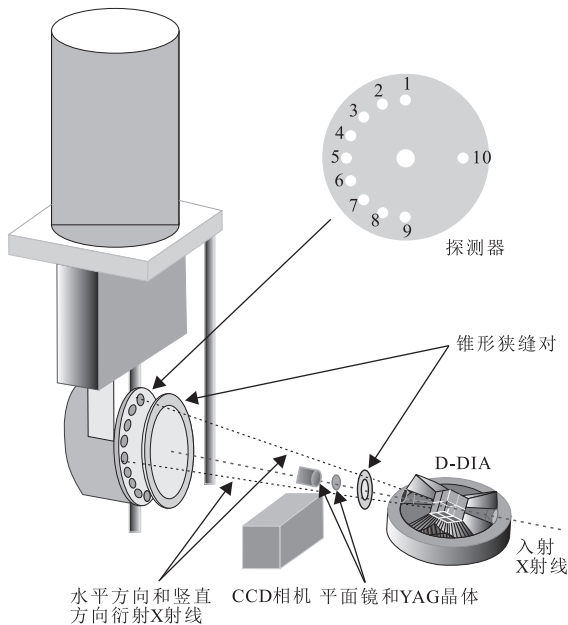


图 5 NSLS 光源中心 D-DIA 装置——同步辐射源系统结构示意图

Fig. 5 Configuration of the D-DIA apparatus coupled with synchrotron X-ray diffraction at NSLS

式(3)中 E 的单位为 keV, d 的单位为 \AA .因此,在确定能量 E 和布拉格角 θ 的情况下,我们可以计算获得样品晶面间距 d .

采用能散衍射模式的系统一般需要向试验站点引入直径在 1~2 mm 大小的“白光”光束,以便对样品成像.在进行 X 射线衍射时,利用光学狭缝将入射光束进一步限制在直径为 0.05~0.10 mm.为确保能够观测到 X 射线衍射信号,我们将 D-DIA 装置楔块上的 4 个压砧,选出衍射方向一侧的 2 个压砧用烧结金刚石代替碳化钨.当 X 射线穿过样品时,不同组装部件的吸收造成 X 光强度的变化,该强度变化的信息由图 5 中所示的钇铝榴石(yttrium aluminum garnet, YAG)晶体荧光屏转换成可见光.同时,与入射光成 45° 角的平面镜把可见光信号通过光学镜头折射到电荷耦合器件式(charge coupled device, 简称 CCD)相机里,从而获得样品组合的 X 光照片.样品中 X 射线“衍射点”(实为衍射体积)、两个同轴而不同直径的环状光学狭缝共同组成了一个虚拟圆锥.其中每个环状光学狭缝都是由一组内环及与其匹配的外环共同组成的,轴向错动内环和外环的间距可调节光学狭缝的宽度(可调节范围为从 $<10 \mu\text{m}$ 至 $>1 \text{mm}$),从而控制样品衍射体积的大小而有效屏蔽来自样品组装部件的衍射信号.同时,这套环状光学狭缝系统以固定的几何特征进行安放以确保 2θ 角固定在约 6.5° (Weidner *et al.*, 2010).当 X 射线在样品中发生衍射后,一组共 10 个探测器位于垂直虚拟圆锥的竖直平面上,用于记录 X 射线衍射图谱.这 10 个探测器相互独立,分别位于直径为 140 mm 的圆孔中,具体排布的几何位置如图 5 中所示.

由于加压过程中样品的空间位置会发生变化,所以实验设备中压力发生装置与整个探测系统通常是完全独立的.压机由另外一套定位装置单独控制,以确保压机上样品被精确地置放于 X 射线入射光路和衍射光路所限定的“衍射点”.用于样品成像的照相机装置被固定在压机的框架上.以上所有部件的运动和操作都可通过专门软件在电脑上完成.

3 矿物高温高压变形实验的原位观测

X 射线衍射测量物质材料的弹性应变以获得其应力信息的技术可追溯到 20 世纪 40 年代(Bragg, 1942; Stokes *et al.*, 1943).20 世纪末期,随着世界各国同步辐射源的建立,高能 X 射线衍射技术开始逐

渐应用于高温高压变形实验中样品应力场和应变量的原位测量分析 (Singh, 1993; Mao *et al.*, 1998; Weidner, 1998).

3.1 样品的应力状态

利用 D-DIA 装置研究物质在高压下的压缩形变时, 样品中心所受应力状态为非静水压下的 (Singh, 1993; Uchida *et al.*, 1996). 在非静水压条件下, 样品晶格应变的计算取决于高压实验中用于应力分析的 X 射线衍射几何结构 (Singh, 1993). 对于 D-DIA 实验装置, 样品中心所受应力状态与 X 射线之间通常采用的衍射几何形态如图 6 所示. 该几何形态的主要特征是入射 X 射线垂直于主应力 (σ_3) 方向 (即实验室坐标系的纵轴). 如果将主应力方向与衍射矢量 (即产生 X 射线衍射的晶面 (hkl) 之法线) 之间的夹角记为 ψ , 那么对于平行主应力方向放置上的探测器 1 和探测器 9 记录下的衍射 X 射线 (简称为“垂直方向衍射”), 有 $\psi = \theta$; 而对于垂直主应力方向上安装的探测器 5 和探测器 10 获得的衍射 X 射线 (简称为“水平方向衍射”), 则有 $\psi = \pi/2$. 通常情况下认为, D-DIA 装置中, 样品中心所受应力场是圆柱状对称的, 即 $\sigma_1 = \sigma_2 \neq \sigma_3$, 其中, σ_1 为径向应力, σ_3 为轴向应力. 同时, 结合传统的单晶弹性理论, 样品中心所受应力 (σ_{ij}) 可以表示为 (Singh, 1993):

$$\sigma_{ij} = \begin{pmatrix} \sigma_1 & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_2 & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \sigma_p & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_p & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_p \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} -t/3 & 0 & 0 \\ 0 & -t/3 & 0 \\ 0 & 0 & 2t/3 \end{pmatrix} = \sigma_p + d_{ij}, \quad (4)$$

式(4)中, $\sigma_p = 1/3(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) = 1/3(2\sigma_1 + \sigma_3)$ 为平均正应力 (静水压力), $t = \sigma_3 - \sigma_1$ 为单轴差异应力分量, d_{ij} 为偏应力分量, 并且为与 Singh (1993) 和 Singh and Balasingh (1994) 保持一致, 本文压缩变形实验中的单轴差异应力 t 及其产生的晶格应变符号都为负.

3.2 样品的晶格应变

对于多晶集合体样品来说, 可以分别从宏观和微观角度来认识其受到应力后所产生的应变. 从宏观角度来看, 样品是一个均变的统一整体, 因此可以通过应变计量器等宏观装置直接测量样品的应变. 而从微观角度来看, 样品是由不规则定向的多晶组成的一个整体, 所以样品中每个单晶应分别独立看待, 由此根据各向异性弹性理论 (anisotropic elas-

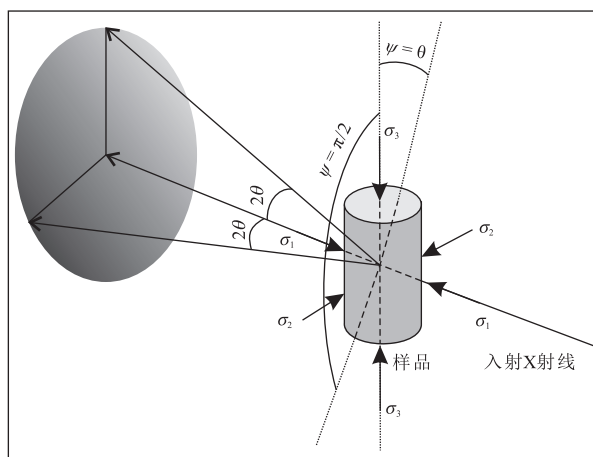


图 6 样品应力状态与 X 射线衍射几何状态

Fig. 6 Diffraction geometry for the stress analysis

据 Chen *et al.* (2004)

ticity theory, AET) 可通过粉末 X 射线衍射方法测量样品的应变 (即晶格应变).

在利用 D-DIA 装置进行变形实验过程中, 样品晶格应变 $\epsilon(hkl)$ (这里 hkl 代表某一晶面的晶格常数) 可以看作是由静水压力 σ_p (对应晶格应变为 $\epsilon_p(hkl)$) 和偏应力 d_{ij} (对应晶格应变为 $\epsilon_d(hkl)$) 共同引起的, 即:

$$\epsilon(hkl) = \epsilon_p(hkl) + \epsilon_d(hkl), \quad (5)$$

在高压变形实验中, 样品晶格应变 $\epsilon(hkl)$ 和晶格差应变 $\epsilon_d(hkl)$ 可利用 X 射线衍射技术确定的晶面间距 d 来进行计算 (Singh and Balasingh, 1994; Singh *et al.*, 1998):

$$\epsilon(hkl) = [d_{p+d}(hkl) - d_0(hkl)] / d_0(hkl), \quad (6)$$

$$\epsilon_d(hkl) = [d_{p+d}(hkl) - d_p(hkl)] / d_p(hkl), \quad (7)$$

其中, $d_{p+d}(hkl)$ 和 $d_p(hkl)$ 分别为非静水压力 ($\sigma_p + d_{ij}$) 和静水压力 σ_p 条件下的晶面间距, $d_0(hkl)$ 是大气压为零条件下的晶面间距. 另外, 为突出单轴差异应力实验中样品晶面间距 $d_{p+d}(hkl)$ 是通过 X 射线衍射技术测量 (measurement) 获得的, Singh *et al.* (1998) 将 $d_{p+d}(hkl)$ 记为 $d_m(hkl)$.

3.3 样品所受压力和差异应力分析

如上所述, 在高压变形实验过程中, 样品产生了相对于静水压力的晶格应变 $\epsilon_p(hkl)$ 和差异应力的晶格应变 $\epsilon_d(hkl)$. 根据这些信息, 我们可以推算样品所受的平均压力和变形差异应力.

由式(6), 我们可以推算出 $\epsilon_p(hkl)$ 对应的晶面间距 $d_p(hkl)$. 对样品中几组已经选定的衍射晶面

(hkl),可以分别根据其对应的晶面间距 $d_p(hkl)$ 与晶体晶胞参数之间的关系计算出样品的晶胞参数,从而获得样品单位晶胞体积 V .在此基础上,由 Murnaghan(1937)状态方程:

$$P = \frac{K_{0T}}{K_0} \left[\left(\frac{V_{0T}}{V} \right)^{K'_0} - 1 \right], \quad (8)$$

可推断实验的静水压力 σ_p .式(8)中, K_0 为压力和温度都为零时的体积模量, K'_0 为体积模量之压力导数. K_{0T} 和 V_{0T} 分别是压力为零、温度为 T 条件下的样品体积模量和单位晶胞体积,并且有:

$$K_{0T} = K_0 + \left(\frac{\partial K}{\partial T} \right)_P \Delta T, \quad (9)$$

$$V_{0T} =$$

$$V_0 \exp \left[\alpha_0 (T - T_0) + \frac{1}{2} \alpha_1 (T^2 - T_0^2) \right], \quad (10)$$

式(9)和式(10)中, $\left(\frac{\partial K}{\partial T} \right)_P$ 是固定压力条件下体积模量对温度的偏导, V_0 是室温(T_0)时的单位晶胞体积. α_0 和 α_1 是压力为零时样品热膨胀的体积系数.因此,可以根据式(8)推算出实验中的平均静水压力 σ_p .

由 d_{ij} 产生的晶格差应变 $\epsilon_d(hkl)$ 满足线性弹性理论(胡克定律)(Singh, 1993; Singh and Balasingh, 1994).根据胡克定律,任一衍射晶面的晶格应变 $\epsilon_{ij}(hkl)$ 与应力 σ_{kl} 之间的关系可表示为:

$$\epsilon_{ij}(hkl) = S_{ijkl}(hkl) \sigma_{kl}, \quad (11)$$

式(11)中, $S_{ijkl}(hkl)$ 为弹性柔度.不过,推算出样品变形所受差异应力的过程要相对复杂一些.

首先,需要确立适当的坐标参照系.在实验室单轴差应力作用下,要分析样品产生的晶格应变与所施应力之间的关系表达式,首先需要选定3个独立的右手螺旋正交坐标系,分别为样品衍射晶面坐标系、晶体结晶学坐标系和实验室坐标系(Singh, 1993; Uchida *et al.*, 1996).原因是,样品的晶格应变是基于样品衍射晶面坐标系下通过X射线衍射技术测量与计算获得的,而实验中所施加的应力是建立在实验室坐标系下的;同时,晶体的弹性柔量参数通常是在晶体结晶学坐标系下给出的.因此,比较好的方法是分别根据Reuss模型和Voigt模型,通过一系列的坐标转换,先将实验施加的应力转化到晶体结晶学坐标系下,结合胡克定律可以计算出相应结晶学坐标系下的晶格应变,然后通过坐标转换,得出该结晶学坐标系下的晶格应变与样品衍射晶面坐标系下X射线衍射技术获得的晶格应变的关系,从而获得样品衍射晶面坐标系

下晶格应变与实验室坐标系下宏观应力的关系表达式.具体的转换过程, Singh(1993)和 Singh and Balasingh(1994, 1996)分别对立方晶系、六方晶系和三方晶系的样品进行了详细阐述与推导. Singh *et al.*(1998)和 Uchida *et al.*(1996)则在此基础上,分析、总结了所有晶系样品在单轴差异应力作用下产生的晶格应变的表达式.

其次,需要作必要的假设.无论宏观还是微观角度,在认识样品应力—应变状态时,需要考虑样品中颗粒边界的应力与应变性质.如果要进一步地确定应力与应变的关系表达式,目前主要是根据两个极端条件下的基本假设—等应力模型(Reuss模型)和等应变模型(Voigt模型)来进行理论分析(Singh, 1993; Singh and Balasingh, 1994).Reuss模型是认为样品中任一晶体内部及任一晶体与其相邻晶体的边界处应力都是连续、相等的,而Voigt模型则认为样品中任一晶体内部及任一晶体与其相邻晶体的边界处应变都是连续、相等的. Singh(1993)提出,样品中所受应力或所产生应变的实际情况则介于以上两个极端条件之间,因此,微观角度上,样品晶格应变可表示为:

$$\epsilon(hkl) = \epsilon_p(hkl) + \alpha \epsilon_d^R(hkl) + (1 - \alpha) \epsilon_d^V, \quad (12)$$

式(12)中, α 是一个权重参数,且 $0 \leq \alpha \leq 1$ ($\alpha = 1$ 和 $\alpha = 0$ 分别代表Reuss模型和Voigt模型条件), $\epsilon_d^R(hkl)$ 和 ϵ_d^V 分别为Reuss模型和Voigt模型条件下偏应力 d_{ij} 产生的晶格差应变.由此,偏应力 d_{ij} 产生的样品晶格差应变则为:

$$\epsilon_d(hkl) = \epsilon(hkl) - \epsilon_p(hkl) = \alpha \epsilon_d^R(hkl) + (1 - \alpha) \epsilon_d^V, \quad (13)$$

在这里需要指出的是,样品静水压力 σ_p 产生的 $\epsilon_p(hkl)$ 只在等应力(即Reuss模型)条件下进行计算,因为关于两相混合物的大量压缩实验研究发现,两相的压力总是相等的 Singh(1993).

根据 Uchida *et al.*(1996)的工作,在Reuss模型下的晶格应变有:

$$\epsilon^R(hkl) = \epsilon_p^R(hkl) + \epsilon_d^R(hkl), \quad (14)$$

并且

$$\epsilon_p^R(hkl) = \beta(hkl) \sigma_p, \quad (15)$$

$$\epsilon_d^R(hkl) =$$

$$- \left(\frac{t}{3} \right) (1 - 3 \cos^2 \psi) \times \left[\frac{1}{2} \left(\frac{3}{E(hkl)} \right) - \beta(hkl) \right], \quad (16)$$

式(16)中, $\beta(hkl)$ 为线性压缩系数, $E(hkl)$ 为杨氏

模量.在这里,

$$\beta(hkl) = \frac{1}{3K_R(hkl)}, \quad (17)$$

$$\frac{1}{2} \left(\frac{3}{E(hkl)} - \beta(hkl) \right) = \frac{1}{2G_R(hkl)}, \quad (18)$$

$K_R(hkl)$ 和 $G_R(hkl)$ 分别是 Reuss 模型中微观体积模量和剪切模量.因此,Reuss 模型下,样品晶格差应变 $\epsilon_d^R(hkl)$ 与差异应力 t 之间的关系为:

$$\epsilon_d^R(hkl) = - \left(\frac{t}{3} \right) (1 - 3\cos^2\psi) \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right), \quad (19)$$

其中,Singh *et al.* (1998)给出了不同晶系晶体中 $G_R(hkl)$ 的表达式.

在 Voigt 模型下,样品的微观晶格应变与宏观应变相等,且

$$\epsilon^V = \epsilon_p^V + \epsilon_d^V, \quad (20)$$

其中,

$$\epsilon_p^V = \frac{1}{3K_V} \sigma_p, \quad (21)$$

$$\epsilon_d^V = - \left(\frac{t}{3} \right) (1 - 3\cos^2\psi) \left(\frac{1}{2G_V} \right), \quad (22)$$

K_V 和 G_V 分别是 Voigt 模型中体积模量和剪切模量.不同晶系晶体中 G_V 表达式可见于 Hearmon (1956).

综合以上两种模型条件下晶格应变的分析,结合上文中提到 $\epsilon_p(hkl)$ 只在 Reuss 模型条件下进行计算,则有:

$$\epsilon_p(hkl) = \epsilon_p^R(hkl) = \epsilon_p^V = \frac{1}{3K_R(hkl)} \sigma_p, \quad (23)$$

并且,根据式(19)和式(22),实际条件下晶格应变与晶格差应变的表达式由式(12)和式(13)可以进一步推导为:

$$\epsilon(hkl) = \epsilon_p(hkl) - \left(\frac{1}{3} \right) (1 - 3\cos^2\psi) \cdot$$

$$\left[\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + (1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right) \right], \quad (24)$$

$$\epsilon_d(hkl) = - \left(\frac{t}{3} \right) (1 - 3\cos^2\psi) \cdot$$

$$\left[\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + (1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right) \right], \quad (25)$$

根据式(6)对样品晶格应变的计算结果,由式(24)及其相关表达式可以进一步确定实验条件下静水压力 σ_p 、差异应力 t 和参数 α 这3个未知变量.当晶格应变为无限小应变时,需要3个互相独立的应变变量 $\epsilon(hkl)$ 以求得 σ_p 、 t 和 α .而高压实验产生的应

变量 $\epsilon(hkl)$ 应该足够大,因此我们可以借助有限应变理论来求解静水压力 σ_p 产生的静水应变 $\epsilon_p(hkl)$.在这种情况下,要确定 $\epsilon_p(hkl)$ (从而计算出 σ_p),我们需要对样品同一个衍射晶面(hkl)至少两个不同 ψ 角方向进行X射线衍射观测与分析(Uchida *et al.*, 1996).如果我们分别将 $\psi = \pi/2$ 和 $\psi = 0$ 方向测得的晶格应变记为 ϵ_H 和 ϵ_V ,则由式(24)和式(6)可得:

$$\epsilon_H(hkl) = \epsilon_p(hkl) - \left(\frac{t}{3} \right) \cdot$$

$$\left[\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + (1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right) \right] = [d_{(\rho+d)H}(hkl) - d_0(hkl)] / d_0(hkl), \quad (26)$$

$$\epsilon_V(hkl) = \epsilon_p(hkl) + \left(\frac{2t}{3} \right) \cdot$$

$$\left[\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + (1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right) \right] = [d_{(\rho+d)V}(hkl) - d_0(hkl)] / d_0(hkl), \quad (27)$$

式(26)和式(27)中, $d_{(\rho+d)H}(hkl)$ 和 $d_{(\rho+d)V}(hkl)$ 分别为 $\psi = \pi/2$ 和 $\psi = 0$ 方向由X射线衍射技术获得的晶面间距,从而可以计算出 $\epsilon_H(hkl)$ 和 $\epsilon_V(hkl)$.其中, $\psi = \pi/2$ 和 $\psi = 0$ 方向上安装的X射线探测器分别称为水平方向探测器和竖直方向探测器.图7给出的是的两个不同方向探测器(探测器1和探测器5)同时记录下来的石榴子石样品多组晶面的X射线衍射图谱.图谱中水平方向探测器(探测器5)和竖直方向探测器(探测器1)记录的每组晶面衍射峰在水平方向上的相对错动表明了样品在两个不同方向所承受差应力的不同.在实验过程中,竖直方向探测器记录的X射线衍射图谱严格来讲是在 $\psi = \theta$ 条件下获得的,而非 $\psi = 0$ 条件下.而由于实验中 θ 角很小(如 $\sim 3.2^\circ$),所以 $\psi = \theta$ 方向上产生的 $\epsilon_{\psi=\theta}(hkl)$ 可近似为 $\epsilon_V(hkl)$.由式(26)和式(27),则有:

$$\epsilon_p(hkl) = \frac{1}{3} [2\epsilon_H(hkl) + \epsilon_V(hkl)], \quad (28)$$

由此,可以进一步计算出 $\epsilon_p(hkl)$.

对于实验条件下,基于晶格应变理论,另外两个未知变量——差异应力 t 和参数 α ,目前主要有两种方法来根据X射线衍射数据进一步分析、确定.一种方法是由Uchida *et al.* (1996)提出,具体如下.由式(26)和式(27)可得:

$$\Delta\epsilon(hkl) \equiv \epsilon_V(hkl) - \epsilon_H(hkl) = t\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + t(1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right), \quad (29)$$

由此,可以根据对每一衍射晶面(hkl)观测获得的

$\Delta\epsilon(hkl)$ 结果, 绘制出 $\Delta\epsilon(hkl)$ 关于 $[2G_R(hkl)]^{-1}$ 的函数关系图, 从而有:

$$t = a + 2bG_V, \quad (30)$$

$$\alpha = \frac{a}{a + 2bG_V}, \quad (31)$$

式 (30) 和式 (31) 中 a 和 b 分别是 $\Delta\epsilon(hkl) - [2G_R(hkl)]^{-1}$ 关系图中的斜率和在纵轴 $\Delta\epsilon(hkl)$ 上的截距。

Singh *et al.* (1998) 讨论了另外一种可以估算差异应力 t 的方法. 对高压实验中单轴差异应力作用下的多晶集合体样品来说, 由式 (7) 可得:

$$d_m(hkl) = d_p(hkl) [1 + (1 - 3\cos^2\psi)] Q(hkl), \quad (32)$$

其中,

$$Q(hkl) = -\left(\frac{t}{3}\right) \left[\alpha \left(\frac{1}{2G_R(hkl)} \right) + (1 - \alpha) \left(\frac{1}{2G_V} \right) \right], \quad (33)$$

式 (32) 中的 $d_p(hkl)$ 可以由 $d_p(hkl) - (1 - 3\cos^2\psi)$ 函数关系图中的斜率求得. 由此, 在已知样品的弹性柔度 S_{ij} 和弹性刚度 C_{ij} 及其对压力 P 和温度 T 的依赖关系的条件下, 给定 α 值, 可以计算出样品晶格发生弹性应变中的差异应力 t .

在实际应用中, 以上两种理论计算方法都存在一个主要问题: 样品晶格一旦发生塑性变形, 二者都将不适用. 原因是, 二者都是基于实验条件介于 Reuss 模型和 Voigt 模型两个极端条件这一推论, 该推论成立的前提是样品晶格只在弹性变形机制下发生变形. 当多晶体样品发生塑性变形时, 即使其只在个别很少量的晶体中发生, Voigt 模型也将不再成立, 因为样品中“软”取向晶粒和“硬”取向晶粒会明显出现变形量的不均匀性 (Li *et al.*, 2004a; Weidner *et al.*, 2004). 因此, 目前计算差异应力最常用的方法是: 基于 Reuss 模型 (即 $\alpha = 1$), 分别根据由式 (26) 和式 (27) 计算出 X 射线衍射图谱记录的每个衍射晶面的晶格差应变 $\epsilon_H(hkl)$ 和 $\epsilon_V(hkl)$, 再由式 (29) 所示的每一衍射晶面对应的 $\Delta\epsilon(hkl)$ 与差异应力 t 之间的关系计算出每个晶面晶格差应变对应的差异应力, 求出其平均值, 用多个衍射晶面的平均差异应力代表样品受到的宏观差异应力. 根据此分析方法, Li *et al.* (2004a) 和 Mei *et al.* (2008) 对立方晶系 MgO、Li *et al.* (2006a) 和 Mei *et al.* (2010) 对立方晶系石榴子石矿物、Durham *et al.* (2009) 以及 Li *et al.* (2006b) 和 Ratteron *et al.* (2009) 对斜方晶系橄榄石矿物在高温高压变形实验中承受的差异应力

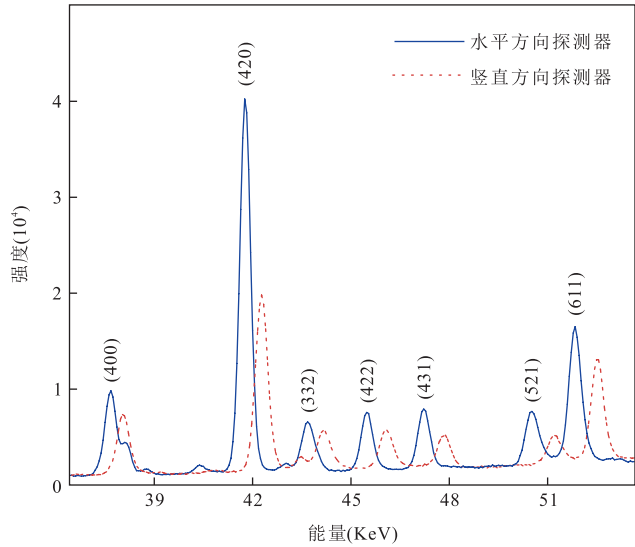


图 7 水平方向探测器和垂直方向探测器同时记录的石榴子石样品 X 射线衍射图谱

Fig.7 Diffraction pattern from garnet sample collected simultaneously on the detectors aligned perpendicular to the compression axis (horizontal detector) and parallel to the compression axis (vertical detector)

进行了计算.

3.4 应变量与应变速率的测量

同步辐射 X 射线还可用于测量变形实验过程中样品的长度. 如上文 2.3 部分所述, 实验装置中的 CCD 相机可以记录样品组合的 X 光照片. 因此, 实验中每 10~15 min 可以拍摄一张样品部分的照片, 以测量样品在变形中的长度变化. 图 8 给出的是上下叠置的橄榄石样品和石榴子石样品在相差约 26 min 间隔内由 CCD 相机拍摄下的两组 X 光照片. 其中, 每张 X 光照片中样品两侧的黑色条带为 X 光不能透过的碳化钨压砧的投影, 而 3 条灰色水平线是作为应变标示体的镍片. 其中, 镍片厚度约为 25 μm . 样品的变形量正是通过监测样品上下镍片之间的距离变化来获得的. 如此一系列实验样品 X 光照片的观测与分析, 我们可以获得样品竖直轴向长度 l_i 与其对应变形累计时间 t' 之间的关系, 由式 (34) 可以计算每一实验变形时间为 t' 时样品的竖直轴向应变变量 $\epsilon_{i'}$.

$$\epsilon_{i'} = (l_0 - l_i) / l_0, \quad (34)$$

式 (34) 中, l_0 为样品变形前的原始长度. 因此, 样品轴向应变变量与其对应变形实验时间数据可以进行一一投图. 图 9 中, 对每一实验变形稳定阶段 (P , T 和 σ 保持恒定) 的数据点可以进行线性拟合, 由直线斜率可求得该变形阶段对应的样品应变速率 $\dot{\epsilon}$; 拟合

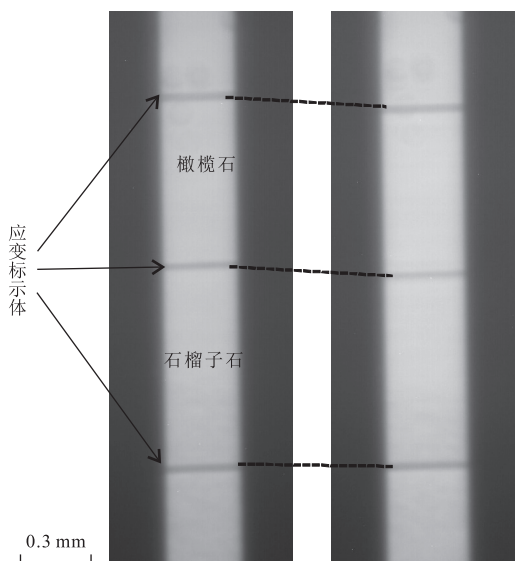


图 8 变形过程中时间间隔约 26 min 拍摄的样品 X 光照片

Fig. 8 Two X-ray radiographs of a sample column taken ~26 min apart during deformation

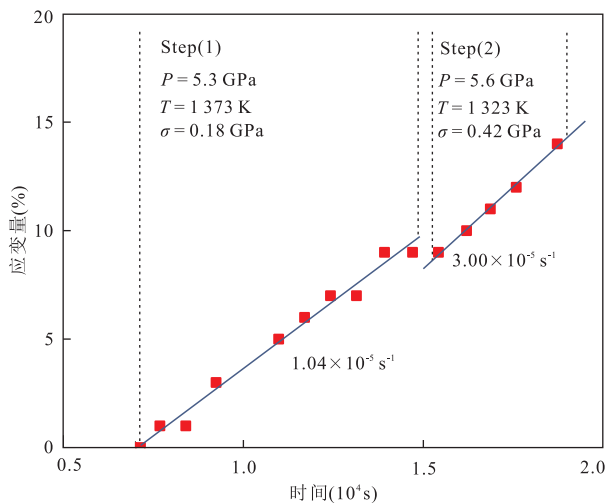


图 9 变形过程中不同实验阶段石榴子石样品应变—变形时间关系

Fig. 9 Plot of strain vs. elapsed time for different P - T - σ conditions from a deformation experiment on one garnet sample

数据点的实线斜率指示了石榴子石样品每一变形实验阶段对应的应变速率,拟合线附近的数字给出了应变速率的具体数值,竖直虚线是表示实验中每一变形稳定阶段的分界线。

4 应用实例简介

配合同步辐射源 X 射线衍射技术的 D-DIA 装

置,应用上述实验技术已完成地球深部一系列组成矿物(如方镁石、橄榄石和石榴子石等)在(高温)高压条件下的变形实验研究(表 1),这大大促进了我们对壳幔常见矿物在地球深部环境条件下流变性质的认识。值得注意的是,如 1.1 节所述,利用 D-DIA 装置在进行 $P > 10$ GPa 条件下的高压实验时,实验温度须低于 1 200 K。为模拟地幔深部 $P > 10$ GPa 且对应实际温度(约 1 600~1 900 K)条件下一些地幔组成矿物的变形实验, Nishiyama *et al.* (2008) 和 Kawazoe *et al.* (2010) 进一步改进了 D-DIA 装置压腔的压砧组装,将多面砧 6-6 型(MA6-6;即在传统 DIA 模具 6 个一级压砧基础上安置 6 个二级压砧)组装系统引入到 D-DIA 装置实验中,成功拓展了实验温压范围并尝试了地幔转换带温压条件下瓦兹利石这一主要组成矿物的流变学性质实验研究(例如 Kawazoe *et al.*, 2011; Kawazoe *et al.*, 2013),具体实验 P - T 条件请详见表 1。这里仅以利用传统 D-DIA 装置对橄榄石、林伍德石和石榴子石矿物进行实验而获得的部分流变学研究成果为例作简单介绍,详细的研究方法和讨论等请参见表 1 中的相关文献。

Li *et al.* (2006b) 对橄榄石多晶在上地幔高温高压条件下进行了变形实验研究。实验样品显微结构的透射电镜观察及定量力学数据的分析都指示上地幔环境中橄榄石的变形以位错蠕变机制为主导。同时,其在 $P > 3$ GPa 高压稳态变形条件下获得的应力—应变速率关系与前人在低温低压条件下获得的流变律一致(例如, Karato and Wu, 1993; Hirth and Kohlstedt, 1996; Mei and Kohlstedt, 2000)。并且,由实验数据分析确定了橄榄石位错蠕变机制下的活化体积 $V^* = (0 \pm 5) \text{ cm}^3/\text{mol}$,直接显示了上地幔中压力对橄榄石矿物位错蠕变变形影响很小。该研究开创了对地幔矿物进行高温高压条件下稳态变形实验研究的技术先河,获得的定量实验数据为阐明上地幔高压条件对橄榄石流变学性质的影响提供了直接证据。

Nishiyama *et al.* (2005) 通过多晶林伍德石的高压室温变形实验获得了样品变形时的差应力、应变速率和总应变量等定量数据,以能够分析在特定温压范围和已知应变速率条件下林伍德石这一矿物所受差应力与其所产生应变之间的关系。由于实验中对样品所施加应力、样品发生应变的应变速率及样品所产生的总应变量均可同时进行控制与测量分析,这一实验弥补了前人就林伍德石流变性质研究

表 1 D-DIA 装置与同步辐射源结合技术在矿物(高温)高压变形实验中的应用实例

Table 1 Some applications in high-pressure deformation experiments of minerals by D-DIA apparatus coupled with synchrotron

X-ray diffraction

衍射实验模式	实验矿物名称	实验温压条件	文献来源
(ADD)	方镁石(periclase)	$0.1 < P < 8.0 \text{ GPa}, T = 298 \text{ K}$	Uchida <i>et al.</i> , 2004
	角蛇纹石(antigorite)	$1 \leq P \leq 4 \text{ GPa}, 473 \leq T \leq 923 \text{ K}$	Hilairat <i>et al.</i> , 2007; Auzende <i>et al.</i> , 2015
	利蛇纹石(lizardite)	$1 < P < 8 \text{ GPa}, 423 \leq T \leq 673 \text{ K}$	Amiguet <i>et al.</i> , 2012
	橄榄石(olivine)	$2.8 < P < 7.8 \text{ GPa}, 1153 \leq T \leq 1670 \text{ K}$	Hilairat <i>et al.</i> , 2012
	林伍德石(ringwoodite)	$3.5 < P < 10.0 \text{ GPa}, T = 298 \text{ K}$	Nishiyama <i>et al.</i> , 2005; Wenk <i>et al.</i> , 2005
	ϵ 相(hcp 相)铁	$7.0 \leq P \leq 7.5 \text{ GPa}$ 及 $P = 17 \text{ GPa}, 300 \leq T \leq 600 \text{ K}$	Nishiyama <i>et al.</i> , 2007; Merkel <i>et al.</i> , 2012
(EDD)	后钙钛矿相 CaIrO_3	$2 \leq P \leq 6 \text{ GPa}, 300 \leq T \leq 1300 \text{ K}$	Miyagi <i>et al.</i> , 2008
	方镁石(periclase)	$1.5 \leq P \leq 10.0 \text{ GPa}, T = 773 \text{ K}$ 及 $1373 \leq T \leq 1573 \text{ K}$	Mei <i>et al.</i> , 2008; Li <i>et al.</i> , 2014a
	橄榄石(olivine)	$2.7 \leq P \leq 9.6 \text{ GPa}, 298 < T \leq 1780 \text{ K}$	Li <i>et al.</i> , 2003; Li <i>et al.</i> , 2006b; Durham <i>et al.</i> , 2009; Raterron <i>et al.</i> , 2009; Long <i>et al.</i> , 2011; Li <i>et al.</i> , 2014b; Nishihara <i>et al.</i> , 2014; Bollinger <i>et al.</i> , 2016
(EDD)	瓦兹利石(wadsleyite)	$P = 14.5 \text{ GPa}$ 及 $P = 17.6 \text{ GPa}, 1700 \leq T \leq 1900 \text{ K}$	Kawazoe <i>et al.</i> , 2011; Kawazoe <i>et al.</i> , 2013
	石榴子石(garnet)	$1.6 \leq P \leq 6.8 \text{ GPa}, 1073 \leq T \leq 1573 \text{ K}$	Li <i>et al.</i> , 2006a; Mei <i>et al.</i> , 2010; Xu <i>et al.</i> , 2013

中只能局限于应力测量的缺陷,从而为进一步建立高温高压条件下林伍德石变形流变律奠定了实验基础。

Mei *et al.* (2010) 以中国大别—苏鲁地区天然超高压榴辉岩中不含水石榴子石 ($\text{Pyr}_{31}\text{Alm}_{32}\text{Gro}_{37}$) 多晶样品为起始材料进行了高温高压变形实验,获得了其流变律,即:

$$\dot{\epsilon} = 2.5 \times$$

$$10^8 (\text{GPa}^{-3}/\text{s}) \sigma^3 \exp\{- [280 (\text{kJ}/\text{mol}) + P \times \{ [10 (10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol})] / (RT) \}], \quad (35)$$

式(35)中,应变速率 $\dot{\epsilon}$ 和应力 σ 的单位分别为 s^{-1} 和 MPa, 压力 P 和温度 T 的单位分别为 Pa 和 K, 理想气体常反 R 的单位为 $\text{J}/(\text{mol} \cdot \text{k})$ 。并且,与前人研究结果相对比,该实验石榴子石样品较 Li *et al.* (2006a) 实验中镁铝榴石样品流变强度稍弱,而与 Katayama and Karato (2008) 实验中的铁铝榴石样品流变强度非常接近。与不含水实验条件相对比, Xu *et al.* (2013) 对含水石榴子石 ($\text{Pyr}_{23}\text{Alm}_{20}\text{Gro}_{57}$) 多晶样品完成了一系列不同温度 ($1223 \leq T \leq 1423 \text{ K}$) 与压力 ($1.6 \leq P \leq 5.6 \text{ GPa}$) 条件下的流变学实验,确立了水饱和条件下石榴子石多晶样品的流变律:

$$\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-6} (\text{MPa}^{-4.5}/\text{s}) \times \sigma^{3.5} \times$$

$$f_{\text{H}_2\text{O}} \exp\{- [215 \times 10^3 (\text{J}/\text{mol}) + P \times \{ [28 (10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol})] / (RT) \}], \quad (36)$$

式(36)中,应变速率 $\dot{\epsilon}$ 的单位为 s^{-1} , 应力 σ 、水逸度 $f_{\text{H}_2\text{O}}$ 和压力 P 的单位均为 MPa, 温度 T 的单位为 K。这是目前对石榴子石多晶流变学性质研究中获得的第一个含水条件下的流变律。Xu *et al.* (2013)

实验结果与前人实验数据的对比显示,在 $P = 2 \text{ GPa}, T = 1473 \text{ K}$ 时,在位错蠕变机制下,对于给定的应力,水饱和情况下的石榴子石蠕变速率要比不含水条件下的结果高出近 2 个数量级。这表明,在一定温压范围内,水的确对石榴子石蠕变强度具有明显的弱化作用。石榴子石矿物流变学性质的定量研究为探究俯冲大洋地壳和地幔转换带流变学性质及其可能发生的动力学过程提供了强有力的约束。

5 结论

近年来,高温高压变形实验技术取得了突破性进展。D-DIA 装置与同步辐射源 X 射线衍射相结合的技术创新,打破了长久以来高温高压变形实验压力 $P < 4 \text{ GPa}$ 的技术局限,使得我们能够通过实验模拟定量研究地球深部(上地幔至地幔转换带)组成矿物在相对真实温度和压力条件下的变形行为并实现样品变形过程的原位观测。理论上, D-DIA 装置通常可实现的最高压力与温度分别约为 15 GPa 和 2000 K, 可提供的应变速率范围为 $10^{-7} \sim 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ 。通过改进 D-DIA 装置压砧截面型号及压砧组装,目前实际实验所达到的最高压力与温度分别为 19 GPa 和 1900 K (Nishiyama *et al.*, 2007; Kawazoe *et al.*, 2013)。该实验技术是目前研究地球深部组成矿物和岩石塑性变形行为和流变学性质的重要手段,从而为探讨岩石圈构造变形动力学机制、板块俯冲及地幔对流等动力学过程提供直接约束信息。

然而,当前 D-DIA 装置与同步辐射源相结合的

高温高压变形实验技术仍处于不断发展阶段,该技术系统仍存在一些问题。D-DIA 装置本身作为高温高压实验设备,应力与应变等力学数据的确定需要依赖于 X 射线衍射技术,这就直接限定了借助该装置进行变形实验的广泛应用。温度控制是 D-DIA 装置需要改进的一个技术领域,因为目前利用 D-DIA 装置进行变形实验时温度测量方面存在的主要问题是:在样品组合部件中放置热电偶的情况下,实验中很容易导致样品与热电偶接触部位的不均匀变形,从而增加总应变测量不确定性和难度。因此,通常是在变形实验的样品组合中不放置热电偶,实验过程中的温度是基于之前已获得的电流输出功率-温度之间的标定关系而进行估计,而这一方法存在的问题是实际温度与估计温度会存在一定的误差。同时,目前该技术系统对于硅酸盐矿物的实验中能够达到的应力分辨率 10~20 MPa (Mei *et al.*, 2010; Weidner *et al.*, 2010)。为更精确地研究高温高压条件下样品的流变强度,应力测量技术则要求向更高精度发展。另外,随着二级压砧组装系统技术的陆续开发与应用, D-DIA 装置需进一步地进行改进,以满足更高温度与压力条件下矿物变形行为的实验研究需要。

相对于国际前沿,我国目前的高温高压实验研究技术还处于起步阶段。自金振民(1988)提出能够在地质院校建立高温高压变形实验室以来,我国的高温高压实验研究从无到有,取得长足进步的同时正在力争与国际先进水平接轨(金振民,1997;张艳飞等,2012;徐海军等,2016;周春银等,2016)。在我国, D-DIA 装置与同步辐射源结合技术的高温高压变形实验研究在当前还处于空白阶段。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)正在计划引进 D-DIA 装置。同时,上海同步辐射光源也正在筹建 D-DIA 装置与同步辐射源结合的高温高压变形实验平台。二者的顺利实施将进一步缩小我国在实验仪器上与国际领域的差距,为我国高温高压流变学实验研究工作的深入开展开启一扇新窗口。

References

Amiguet, E., Reynard, B., Caracas, R., et al., 2012. Creep of Phyllosilicates at the Onset of Plate Tectonics. *Earth and Planetary Science Letters*, 345–348: 142–150. doi:10.1016/j.epsl.2012.06.033

Auzende, A.L., Escartin, J., Walte, N.P., et al., 2015. Deform-

ation Mechanisms of Antigorite Serpentinite at Subduction Zone Conditions Determined from Experimentally and Naturally Deformed Rocks. *Earth and Planetary Science Letters*, 411: 229–240. doi:10.1016/j.epsl.2014.11.053

Bollinger, C., Raterron, P., Castelnau, O., et al., 2016. Textures in Deforming Forsterite Aggregates up to 8 GPa and 1 673 K. *Physics and Chemistry of Minerals*, 43 (6): 409–417. doi:10.1007/s00269-016-0805-x

Borch, R.S., Green, H.W., 1987. Dependence of Creep in Olivine on Homologous Temperature and Its Implications for Flow in the Mantle. *Nature*, 330(6146): 345–348. doi:10.1038/330345a0

Bragg, L., 1942. A Theory of the Strength of Metals. *Nature*, 149(3784): 511–513. doi:10.1038/149511a0

Durham, W. B., Mei, S., Kohlstedt, D. L., et al., 2009. New Measurements of Activation Volume in Olivine under Anhydrous Conditions. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 172(1–2): 67–73. doi:10.1016/j.pepi.2008.07.045

Durham, W. B., Weidner, D. J., Karato, S. I., et al., 2002. New Developments in Deformation Experiments at High Pressure. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 51 (1): 21–49.

Hearmon, R.F.S., 1956. The Elastic Constants of Anisotropic Materials—II. *Advances in Physics*, 5 (19): 323–382. doi:10.1080/00018732.1956.tadp0323

Hilaret, N., Reynard, B., Wang, Y., et al., 2007. High-Pressure Creep of Serpentine, Interseismic Deformation, and Initiation of Subduction. *Science*, 318(5858): 1910–1913. doi:10.1126/science.1148494

Hilaret, N., Wang, Y. B., Sanehira, T., et al., 2012. Deformation of Olivine under Mantle Conditions: An In Situ High-Pressure, High-Temperature Study Using Monochromatic Synchrotron Radiation. *Journal of Geophysical Research (Solid Earth)*, 117(B1): 251–258. doi:10.1029/2011jb008498

Hirth, G., Kohlstedt, D. L., 1996. Water in the Oceanic Upper Mantle: Implications for Rheology, Melt Extraction and the Evolution of the Lithosphere. *Earth and Planetary Science Letters*, 144 (1–2): 93–108. doi:10.1016/0012-821x(96)00154-9

Jin, Z. M., 1988. Experimental Rock Deformation at High Temperature and Pressure and Its Implications in Geodynamics. *Geological Science and Technology Information*, 7(3): 11–19 (in Chinese with English abstract).

Jin, Z. M., 1997. The Progresses and Perspectives of High-*T* and High-*P* Experimental Study in China. *Acta Geo-*

- physica Sinica*, 40 (Suppl.): 70–81 (in Chinese with English abstract).
- Karato, S.I., Weidner, D.J., 2008. Laboratory Studies of the Rheological Properties of Minerals under Deep-Mantle Conditions. *Elements*, 4 (3): 191–196. doi: 10.2113/GSELEMENTS.4.3.191
- Karato, S.I., Wu, P., 1993. Rheology of the Upper Mantle: A Synthesis. *Science*, 260 (5109): 771–778. doi: 10.1126/science.260.5109.771
- Katayama, I., Karato, S.I., 2008. Effects of Water and Iron Content on the Rheological Contrast between Garnet and Olivine. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 166 (1–2): 57–66. doi: 10.1016/j.pepi.2007.10.004
- Katsura, T., Yoneda, A., Yamazaki, D., et al., 2010. Adiabatic Temperature Profile in the Mantle. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 183 (1–2): 212–218. doi: 10.1016/j.pepi.2010.07.001
- Kawazoe, T., Nishihara, Y., Ohuchi, T., et al., 2011. In Situ Stress-Strain Measurements in a Deformation-DIA Apparatus at *P-T* Conditions of the Upper Part of the Mantle Transition Zone. *American Mineralogist*, 96 (11–12): 1665–1672. doi: 10.2138/am.2011.3818
- Kawazoe, T., Nishiyama, N., Nishihara, Y., et al., 2010. Pressure Generation to 25 GPa Using a Cubic Anvil Apparatus with a Multi-Anvil 6-6 Assembly. *High Pressure Research*, 30 (1): 167–174. doi: 10.1080/08957950903503912
- Kawazoe, T., Ohuchi, T., Nishihara, Y., et al., 2013. Seismic Anisotropy in the Mantle Transition Zone Induced by Shear Deformation of Wadsleyite. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 216: 91–98. doi: 10.1016/j.pepi.2012.12.005
- Li, L., Long, H.B., Raterron, P., et al., 2006a. Plastic Flow of Pyrope at Mantle Pressure and Temperature. *American Mineralogist*, 91 (4): 517–525. doi: 10.2138/am.2006.1913
- Li, L., Weidner, D., Raterron, P., et al., 2006b. Deformation of Olivine at Mantle Pressure Using the D-DIA. *European Journal of Mineralogy*, 18 (1): 7–19. doi: 10.1127/0935-1221/2006/0018-0007
- Li, L., Raterron, P., Weidner, D., et al., 2003. Olivine Flow Mechanisms at 8 GPa. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 138 (2): 113–129. doi: 10.1016/s0031-9201(03)00065-7
- Li, L., Weidner, D.J., Chen, J.H., et al., 2004a. X-Ray Strain Analysis at High Pressure: Effect of Plastic Deformation in MgO. *Journal of Applied Physics*, 95 (12): 8357–8365. doi: 10.1063/1.1738532
- Li, L., Weidner, D., Raterron, P., et al., 2004b. Stress Measurements of Deforming Olivine at High Pressure. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 143–144: 357–367. doi: 10.1016/j.pepi.2003.09.022
- Long, H.B., Weidner, D.J., Li, L., et al., 2011. Deformation of Olivine at Subduction Zone Conditions Determined from In Situ Measurements with Synchrotron Radiation. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 186 (1–2): 23–35. doi: 10.1016/j.pepi.2011.02.006
- Mao, H.K., Shu, J., Shen, G., et al., 1998. Elasticity and Rheology of Iron above 220 GPa and the Nature of the Earth's Inner Core. *Nature*, 396 (6713): 741–743. doi: 10.1038/20472
- Meade, C., Jeanloz, R., 1990. The Strength of Mantle Silicates at High Pressures and Room Temperature: Implications for the Viscosity of the Mantle. *Andrologia*, 38 (2): 69–75. doi: 10.1038/348533a0
- Mei, S., Kohlstedt, D.L., 2000. Influence of Water on Plastic Deformation of Olivine Aggregates: 2. Dislocation Creep Regime. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 105 (B9): 21471–21481. doi: 10.1029/2000jb900180
- Mei, S.H., Kohlstedt, D.L., Durham, W.B., et al., 2008. Experimental Investigation of the Creep Behavior of MgO at High Pressures. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 170 (3): 170–175. doi: 10.1016/j.pepi.2008.06.030
- Mei, S.H., Suzuki, A.M., Kohlstedt, D.L., et al., 2010. Experimental Investigation of the Creep Behavior of Garnet at High Temperatures and Pressures. *Journal of Earth Science*, 21 (5): 532–540. doi: 10.1007/s12583-010-0127-8
- Merkel, S., Gruson, M., Wang, Y.B., et al., 2012. Texture and Elastic Strains in Hcp-Iron Plastically Deformed up to 17.5 GPa and 600 K: Experiment and Model. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 20 (2): 024005. doi: 10.1088/0965-0393/20/2/024005
- Miyagi, L., Nishiyama, N., Wang, Y.B., et al., 2008. Deformation and Texture Development in CaIrO₃ Post-Perovskite Phase up to 6 GPa and 1 300 K. *Earth and Planetary Science Letters*, 268 (3–4): 515–525. doi: 10.1016/j.epsl.2008.02.005
- Murnaghan, F.D., 1937. Finite Deformations of an Elastic Solid. *American Journal of Mathematics*, 59 (2): 235. doi: 10.2307/2371405
- Nishihara, Y., Ohuchi, T., Kawazoe, T., et al., 2014. Rheology of Fine-Grained Forsterite Aggregate at Deep Upper Mantle Conditions. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 119 (1): 253–273. doi: 10.1002/

- 2013jb010473
- Nishiyama, N., Wang, Y. B., Rivers, M. L., et al., 2007. Rheology of ϵ -Iron up to 19 GPa and 600 K in the D-DIA. *Geophysical Research Letters*, 34(23): 306–317. doi: 10.1029/2007gl031431
- Nishiyama, N., Wang, Y. B., Sanehira, T., et al., 2008. Development of the Multi-Anvil Assembly 6-6 for DIA and D-DIA Type High-Pressure Apparatuses. *High Pressure Research*, 28(3): 307–314. doi: 10.1080/08957950802250607
- Nishiyama, N., Wang, Y. B., Uchida, T., et al., 2005. Pressure and Strain Dependence of the Strength of Sintered Polycrystalline Mg_2SiO_4 Ringwoodite. *Geophysical Research Letters*, 32(4): 319–325. doi: 10.1029/2004GL022141
- Osugi, J., Shimizu, K., Inoue, K., et al., 1964. A Compact Cubic Anvil High Pressure Apparatus. *Review of Physical Chemistry of Japan*, 34(1): 1–6.
- Paterson, M. S., 1990. Rock Deformation Experimentation. In: Duba, A. G., Durham, W. B., Handin, J. W., et al., eds., The Brittle-Ductile Transition in Rocks. American Geophysical Union, Washington, D. C., 187–194. doi: 10.1029/GM056p0187
- Raterron, P., Amiguet, E., Chen, J. H., et al., 2009. Experimental Deformation of Olivine Single Crystals at Mantle Pressure and Temperature. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 172(1–2): 74–83. doi: 10.1016/j.pepi.2008.07.026
- Renner, J., Stöckhert, B., Zerbani, A., et al., 2001. An Experimental Study into the Rheology of Synthetic Polycrystalline Coesite Aggregates. *Journal of Geophysical Research (Solid Earth)*, 106(B9): 19411–19429. doi: 10.1029/2001jb000431
- Shimomura, O., Utsumi, W., Taniguchi, T., et al., 1992. A New High Pressure and High Temperature Apparatus with Sintered Diamond Anvils for Synchrotron Radiation Use. In: Syono, Y., Manghnani, M. H., eds., High-Pressure Research: Application to Earth and Planetary Sciences, Terra Scientific/American Geophysical Union, Washington, D. C., 67: 3–11. doi: 10.1029/GM067p0003
- Singh, A. K., 1993. The Lattice Strains in a Specimen (Cubic System) Compressed Nonhydrostatically in an Opposed Anvil Device. *Journal of Applied Physics*, 73(9): 4278–4286. doi: 10.1063/1.352809
- Singh, A. K., Balasingh, C., 1994. The Lattice Strains in a Specimen (Hexagonal System) Compressed Nonhydrostatically in an Opposed Anvil High Pressure Setup. *Journal of Applied Physics*, 75(10): 4956–4962. doi: 10.1063/1.355786
- Singh, A. K., Balasingh, C., 1996. The Effect of Uniaxial Stress Component on the Lattice Strains Measured by a Diffraction Method Using Opposed Anvil Device; Trigon System. *Bulletin of Materials Science*, 19(3): 601–605. doi: 10.1007/bf02744833
- Singh, A. K., Balasingh, C., Mao, H. K., et al., 1998. Analysis of Lattice Strains Measured Under Nonhydrostatic Pressure. *Journal of Applied Physics*, 83(12): 7567–7575. doi: 10.1063/1.367872
- Stokes, A. R., Pascoe, K. J., Lipson, H., 1943. X-Ray Evidence of the Nature of Cold Work in Metals. *Nature*, 151(3822): 137. doi: 10.1038/151137a0
- Sung, C. M., Goetze, C., Mao, H. K., 1977. Pressure Distribution in the Diamond Anvil Press and the Shear Strength of Fayalite. *Review of Scientific Instruments*, 48(11): 1386–1391. doi: 10.1063/1.1134902
- Uchida, T., Funamori, N., Yagi, T., 1996. Lattice Strains in Crystals under Uniaxial Stress Field. *Journal of Applied Physics*, 80(2): 739–746. doi: 10.1063/1.362920
- Uchida, T., Wang, Y. B., Rivers, M. L., et al., 2004. Yield Strength and Strain Hardening of MgO up to 8 GPa Measured in the Deformation-DIA with Monochromatic X-Ray Diffraction. *Earth and Planetary Science Letters*, 226(1–2): 117–126. doi: 10.1016/j.epsl.2004.07.023
- 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).
- Wang, Y. B., Durham, W. B., Getting, I. C., et al., 2003. The Deformation-DIA: A New Apparatus for High Temperature Triaxial Deformation to Pressures up to 15 GPa. *Review of Scientific Instruments*, 74(6): 3002–3011. doi: 10.1063/1.1570948
- Wang, Y. B., Hilairet, N., Dera, P., 2010. Recent Advances in High Pressure and Temperature Rheological Studies. *Journal of Earth Science*, 21(5): 495–516. doi: 10.1007/s12583-010-0124-y
- Weidner, D. J., 1998. Rheological Studies at High Pressure. *Reviews in Mineralogy and Geochemistry*, 37(1): 493–524.
- Weidner, D. J., Li, L., Davis, M., et al., 2004. Effect of Plasticity on Elastic Modulus Measurements. *Geophysical Research Letters*, 31(6): 337–357. doi: 10.1029/2003gl019090
- Weidner, D. J., Vaughan, M. T., Wang, L. P., et al., 2010. Precise Stress Measurements with White Synchrotron X-

- Rays. *Review of Scientific Instruments*, 81 (1): 0139030. doi:10.1063/1.3263760
- Wenk, H. R., Ischia, G., Nishiyama, N., et al., 2005. Texture Development and Deformation Mechanisms in Ringwoodite. *Physics of the Earth and Planetary Interiors*, 152(3): 191–199. doi:10.1016/j.pepi.2005.06.008
- Xu, H. J., Zhao, S. T., Wu, Y., 2016. Microstructure and Mechanism of Quartz Exsolution in Clinopyroxene. *Earth Science*, 41(6): 948–970 (in Chinese with English abstract).
- Xu, L. L., Mei, S. H., Dixon, N., et al., 2013. Effect of Water on Rheological Properties of Garnet at High Temperatures and Pressures. *Earth and Planetary Science Letters*, 379(5): 158–165. doi:10.1016/j.epsl.2013.08.002
- Yamazaki, D., Karato, S. I., 2001. High-Pressure Rotational Deformation Apparatus to 15 GPa. *Review of Scientific Instruments*, 72 (11): 4207–4211. doi: 10.1063/1.1412858
- 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).
- Zhou, C. Y., Jin, Z. M., Wang, Y. B., et al., 2016. Sound Velocity Measurement of Minerals and Rocks at Mantle Transition Zone Conditions Using Ultrasonic and Multianvil Techniques. *Earth Science*, 41(9): 1451–1460 (in Chinese with English abstract).

附中文参考文献

- 金振民, 1988. 高温高压岩石变形实验及其地球动力学的意义. *地质科技情报*, 7(3): 11–19.
- 金振民, 1997. 我国高温高压实验研究进展和展望. *地球物理学报*, 40(增刊1): 70–81.
- 王雁宾, 2006. 地球内部物质物性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.
- 徐海军, 赵素涛, 武云, 2016. 单斜辉石中石英出溶体的显微结构和成因机制. *地球科学*, 41(6): 948–970.
- 张艳飞, 吴耀, 刘鹏雷, 等, 2012. Walker型28GPa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, 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.