

ОПТИЧЕСКИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ В КАМЕРЕ "ЗАКРУГЛЕННЫЙ КОНУС-ПЛОСКОСТЬ" В МЕГАБАРНОМ ДИАПАЗОНЕ

М.И.Еремец, Е.С.Ицкевич, А.М.Широков, Е.Н.Яковлев

Система алмазных пуансонов – закругленный конус-плоскость использована для оптических исследований сдвига R -линии люминесценции рубина под давлением и распределения давления в системе. Наибольший сдвиг соответствует 0,7 Мбар.

Прогресс физики высоких давлений в последние годы обычно связывают с развитием аппаратов, где высокое давление порядка 1 Мбар создается между пуансонами, изготовленными из алмазов. Естественно, при этом давление генерируется в малом объеме ($\ll 10^4$ мм³). Применяются в основном два типа камер: 1) камера, состоящая из закругленного конуса и плоского основания¹⁻³ и 2) камера с плоскими наковальнями⁴⁻⁶.

Камера "закругленный конус-плоскость" впервые использована для физических исследований в⁻¹ (см. также обзор²). В камере измеряется электросопротивление образцов с целью обнаружения переходов диэлектрик – металл и сверхпроводимости. При этом закругленный конус и плоскость, служащие в качестве электродов, изготавливаются из проводящего синтетического алмаза типа "карбонадо"^{1,2}, или из природных алмазов с напыленной металлической пленкой³.

Объем камеры с плоскими алмазными наковальнями достаточен для того, чтобы проводить разнообразные физические исследования: оптические, рентгенографические и другие⁴. Стимулирующим фактором развития таких камер оказалась возможность измерения давления с помощью точного и удобного метода – по смещению под давлением R -линии люминесценции рубина⁴.

Конструкция типа "закругленный конус-плоскость" привлекает простотой и перспективностью с точки зрения максимально достижимых давлений, создаваемых между алмазными пуансонами⁷. Однако характерной особенностью камер "закругленный конус-плоскость", затрудняющей проведение физических исследований, является малость объема, в котором создается давление – он на два-три порядка меньше, чем в камерах с плоскими наковальнями.

Цель настоящей работы — исследование возможности создания камеры мегабарного диапазона давлений типа "закругленный конус-плоскость", в которой, несмотря на малость области высокого давления, можно было бы проводить оптические измерения, в том числе определение давления по "рубиновой" методике.

В описываемых здесь экспериментах проводились измерения спектров люминесценции зерен рубина, помещенных в различные точки камеры для исследования в ней распределения давления. Для этого один из элементов камеры — закругленный конус или плоское основание — изготавливался из прозрачного алмаза, другой элемент — из "карбонадо" (рис.1). Порошок рубина (1% Cr), состоящий из зерен микронных размеров, наносился на конденсаторную бумагу толщиной 12 мкм, которая должна была служить в качестве квазигидростатической среды для рубина.

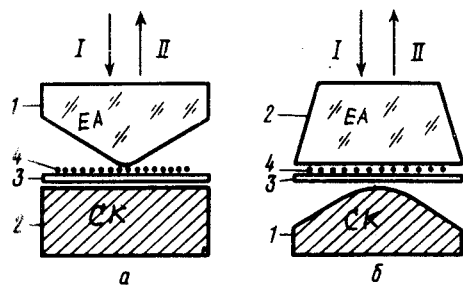


Рис.1. Схематическое изображение оптической камеры высокого давления: 1 — закругленный конус, радиус закругления $r = 0,2$ мм (а), $r = 0,8$ мм (б); 2 — плоское основание; 3 — конденсаторная бумага; 4 — порошок рубина. I — возбуждающее излучение, II — излучение люминесценции; EA — естественный алмаз, СК — синтетический "карбонадо".

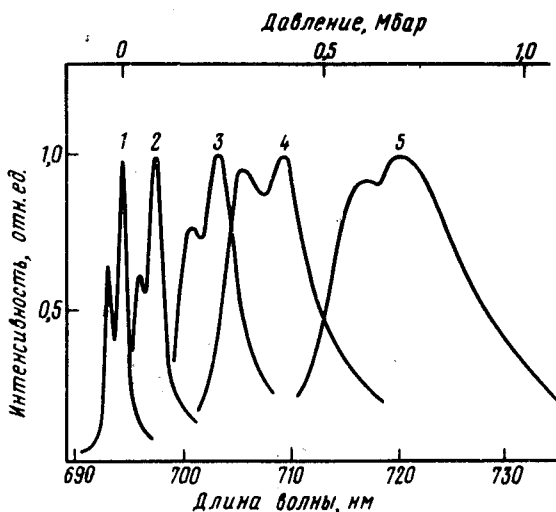


Рис.2

Рис.2. Спектры люминесценции рубина, находящегося в центре камеры (1 — 5 — различные эксперименты).

Люминесценция возбуждалась с помощью He — Cd -лазера ($\lambda = 441,6$ нм). Лазерный пучок фокусировался в пятно диаметром 2 — 3 мкм. Излучение люминесценции из этой области пропусклось через монохроматор МДР-2 (разрешение 5 см^{-1}) и регистрировалось с помощью фотоумножителя ФЭУ-100. Уверенно фиксировались спектры люминесценции с рубиновых зерен размерами менее 1 мкм. Передвигая камеру высокого давления перпендикулярно лазерному пучку с точностью ± 1 мкм, можно было записывать спектры люминесценции в различных точках области давления.

Подобные эксперименты по исследованию распределения давления в камере высокого давления с плоскими алмазными наковальнями выполнены в работе⁵. Однако в⁵ минимальная площадь, с которой фиксировался сигнал люминесценции, была $\approx 400 \text{ мкм}^2$ — на два порядка больше, чем необходимо для проведения эксперимента в камере "закругленный конус-плоскость".

На рис.2 показаны спектры люминесценции рубина при различных давлениях, полученных в эксперименте. Давление определялось по сдвигу R_1 -линии люминесценции ($d\lambda/dP = 0,0365 \text{ нм} \cdot \text{кбар}^{-1}$). Под давлением R -линии уширяются, относительная интенсивность R_1 -линии уменьшается.

Максимальное давление, измеренное в наших экспериментах, в которых не ставилась задача достижения предельных давлений, достигало 0,7 Мбар (рис.2, спектр 5). Оно получено в камере с прозрачным закругленным конусом ($r = 0,2$ мм), — рис.1, а. После эксперимента на поверхности "карбонадо" обнаружен отпечаток в виде лунки $\phi 100 \div 120$ мкм. В камере, изображенной на рис.1, б, достигнуто максимальное давление 0,4 Мбар (рис.2, спектр 4). При достижении

этого давления на рабочей поверхности естественного алмаза (111) появились две слабые концентрические трещины в форме скругленных шестиугольников диаметром 250 и 400 мкм. (при этом диаметр зоны давления составлял ~ 200 мкм).

Для обоих типов камер было определено распределение давления при различных приложенных нагрузках. Примеры измеренных распределений давления приведены на рис.3. Как видно из рисунка, размер области, где давление отличается от атмосферного, мал, например ее диаметр составляет 50 мкм при давлении в центре 0,7 Мбар для камеры рис.1, а. Отметим, что измеренное распределение давления отличается от распределения, следующего из уравнения Герца.

Естественно возникает вопрос о том, в каких условиях находятся зерна рубина в области давления, играет ли роль среды, передающей давление, конденсаторная бумага, то есть имеет ли место в нашем случае камера квазигидростатического давления.

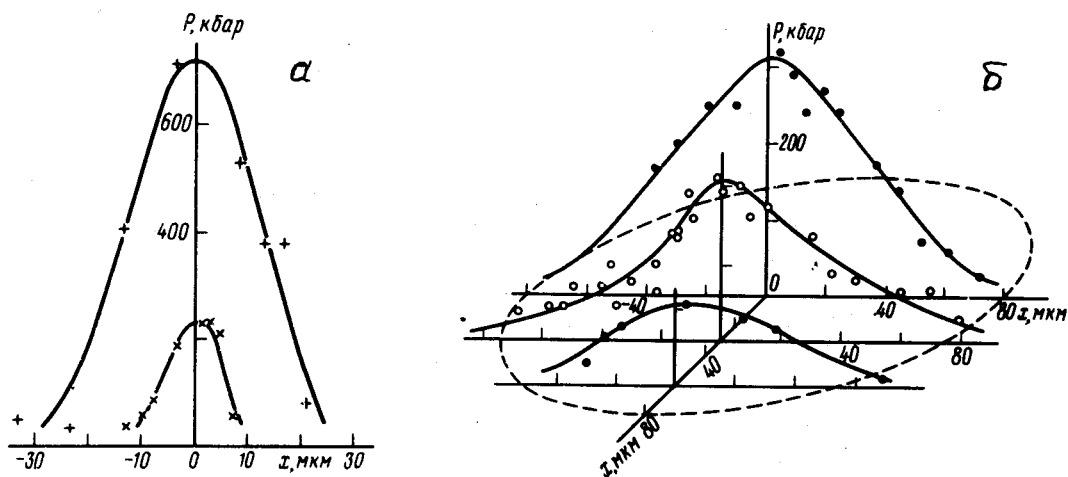


Рис.3. Распределение давления в камере. а) Центральное сечение камеры; две различные нагрузки. б) Сечения, перпендикулярные оси x ; одна из нагрузок; пунктирной линией условно показана область давления диаметром 160 мкм

Отметим факты, говорящие в пользу такого утверждения. Вид полученных нами спектров (рис.2) практически идентичен виду спектров в⁶, где зерна рубина находились в квазигидростатической пластичной металлической среде (подобные эксперименты послужили основанием для построения "рубиновой" шкалы в мегабарном диапазоне). Таким образом можно надеяться, что условия, в которых находятся зерна рубина в наших экспериментах, не хуже, чем в⁶.

Другим фактом является монотонность распределения давления в камере (рис.3) и отсутствие существенных "выбросов" экспериментальных точек, что, по-видимому, свидетельствует об отсутствии микроконтактов, где развивается очень большое локальное давление и микрообъемов с пониженным давлением.

В условиях нашего эксперимента, даже при наибольших нагрузках, контакт между пуансоном осуществляется по сферической поверхности. Характер же распределения давления отличается от предсказываемого решением задачи Герца и качественно близок к рассчитанному в⁷, где для подобных систем определяются условия достижения оптимального напряженного состояния с целью получения максимального давления в центре.

Условия близкие к оптимальным достигаются, по-видимому, за счет прокладки, которая может приводить к качественному изменению распределения по сравнению с решением Герца. Влияние прокладки подтверждается и похожим распределением давления, полученным при другой форме пуансонов⁵.

Таким образом, в работе: 1) проведены исследования в оптической камере типа "закругленный конус-плоскость", измерен спектр люминесценции образцов рубина размерами ~ 1 мкм. 2) Впервые измерена величина и распределение давления в камере этого типа.

Литература

1. *Верещагин Л.Ф., Яковлев Е.Н., Степанов Г.Н., Виноградов Б.В.* Письма в ЖЭТФ, 1972, 16, 382.
2. *Yakovlev E.N., Vinogradov B.V., Stepanov G.N., Timofeev Y.A.* Rev. Phys. Chem. Japan, 1980, 50, 243.
3. *Ruoff A.I., Wanagel J.* Science, 1977, 198, 4321, 1037.
4. *Block S., Piermarini G.* Physics Today, 1976, 29, 44.
5. *Mao H.K., Bell P.M., Dunn K.J., Chrenko R.M., De Vries R.C.* Rev. Sci. Instrum., 1979, 50, 1002.
6. *Mao H.K., Bell P.M.* Carnegie Inst. Washington. Year Book. 1976, 75, 827
7. *Архинов Р.Г., Каганова И.М.* ДАН, 1978, 239, 821.

Институт физики высоких давлений
Академии наук СССР

Поступила в редакцию
4 июня 1982 г.