– ЛАБОРАТОРНАЯ _____ ТЕХНИКА _____

УДК 539.893

ЯЧЕЙКА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ С АЛМАЗНЫМИ НАКОВАЛЬНЯМИ ДЛЯ ОПТИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ ПРИ НИЗКИХ ТЕМПЕРАТУРАХ

© 2019 г. А. П. Новиков^{*a*}, С. Г. Ляпин^{*a*,*}, С. М. Стишов^{*a*}

^аИнститут физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина РАН Россия, 108840, Москва, Троицк * e-mail: lyapins@hppi.troitsk.ru Поступила в редакцию 02.04.2018 г. После доработки 02.04.2018 г. Принята к публикации 03.06.2018 г.

Сконструирована и испытана компактная ячейка высокого давления с алмазными наковальнями, снабженная сменным силовым блоком. Наковальни могут нагружаться как механическим способом, с помощью винтов или гидравлического пресса, так и пневматическим — посредством подачи сжатого газа в металлическую двойную диафрагму. Габариты ячейки (диаметр 44 мм, высота 40 мм) позволяют устанавливать ее в криостат с внутренним диаметром 48 мм, располагая оптическую ось алмазных наковален перпендикулярно оси криостата. Детали алмазной ячейки и силового блока выполнены из немагнитных материалов, что позволяет проводить исследования в магнитных полях.

DOI: 10.1134/S0032816218060277

введение

Предлагаемая в данной статье компактная ячейка с алмазными наковальнями позволяет проводить оптические исследования при высоких давлениях и низких температурах. Она совместима с криостатами с внутренним диаметром ≥48 мм.

Конструкция ячейки основана на стабильной и надежной системе поршень-цилиндр [1–3]. Для достижения высоких давлений ячейка нагружается с помощью сменного силового блока, представляющего собой либо механический винтовой механизм, либо пневматическое устройство, содержащее двойную диафрагму (см. ниже). Подобные или иные способы нагружения ячеек с алмазными наковальнями описаны в литературе [1, 2, 4].

Ячейка, предназначенная для исследования комбинационного рассеяния света и фотолюминесценции, имеет конусное отверстие с углом 60° и возможность подсветки с противоположной стороны для облегчения фокусировки лазера при работе с малыми образцами (меньше 10 мкм).

Конструкция алмазной ячейки позволяет использовать микроскопы с объективами с рабочим отрезком 12 мм для исследований при комнатной температуре.

Габаритные размеры ячейки дают возможность размещать ее в криостате так, чтобы оптическая ось ячейки была перпендикулярна оси криостата, что позволяет проводить измерение слабых сигналов комбинационного рассеяния света.

Ячейка совместима с имеющейся системой газовой зарядки [5].

КОНСТРУКЦИЯ ЯЧЕЙКИ С АЛМАЗНЫМИ НАКОВАЛЬНЯМИ

Основные особенности конструкции предлагаемой ячейки (рис. 1) заключаются в следующем.

1. Ячейка не содержит традиционных элементов юстировки алмазных наковален в виде полусфер или полуцилиндров. Необходимая параллельность рабочих площадок алмазных наковален обеспечивается качественным изготовлением деталей ячейки и самих алмазных наковален. Окончательная тонкая настройка параллельности алмазных наковален, контролируемая по отсутствию клина между наковальнями, достигается поворотом поршня относительно корпуса ячейки и фиксацией выбранного положения с помощью винта фиксатора 7 (см. рис. 1).

2. Силовой блок отделен от алмазной ячейки высокого давления. В зависимости от поставленных задач давление в ячейке может изменяться либо механическим способом (см. рис. 1а), либо посредством давления газа, поступающего в металлическую двойную диафрагму (см. рис. 1б), либо внешним гидравлическим прессом.



Рис. 1. Фотографии (вверху) и схемы (внизу) ячеек с алмазными наковальнями. **a** – усилие на наковальне создается механически, посредством винтов; **б** – усилие на наковальне создается пневматически, путем подачи сжатого газа в металлическую двойную диафрагму. *1* – внешняя цилиндрическая часть (корпус); *2* – внутренняя поршневая часть; *3* – опоры алмазных наковален; *4* – алмазные наковальни; *5* – винты для юстировки алмазных наковален; *6* – металлическая гаскета; *7* – фиксирующий винт; *8*, *8'* – гайка зажимная; *9* – толкатель; *10* – набор конических пружинных шайб (тарельчатых пружин); *11* – гайка зажимная; *12* – винты для создания усилия; *13* – двойная диафрагма; *14* – капилляр; *15* – толкатель.

3. Для пневматического силового блока используется конструкция с двойной диафрагмой (рис. 2) [6], основное достоинство которой – простота изготовления по сравнению с известными классическими мембранными системами.

4. Двойной механизм нагружения. Усилие на алмазные наковальни, созданное теми или иными механизмами (см. рис. 1), может быть зафиксировано зажимной гайкой *11*.

На рис. 1а внизу показано устройство ячейки с механическим силовым блоком. Ячейка состоит из корпуса-цилиндра *1*, внутри которого перемещается поршень 2. На торце поршня и на дне корпуса-цилиндра установлены опоры 3, на которых закреплены алмазные наковальни 4. Опора на корпусе может перемещаться относительно оси для юстировки взаимного положения алмазных наковален, после чего фиксируется в выбранном положении посредством юстировочных винтов 5. Между алмазными наковальнями размещена металлическая гаскета 6 с отверстием диаметром ≥50 мкм для размешения исследуемого объекта и рубинового датчика давления. Поршень 2 по всей длине имеет паз. В корпусе 1 выполнены 4 резьбовых отверстия, в одно из которых ввернут винт 7, входящий в паз поршня 2 и не дающий ему вращаться. Корпус 1 с опорой 3 имеет сквозное коническое отверстие с углом 60° для измерения люминесценции и комбинационного рассеяния. На цилиндрической поверхности симметрично выполнены четыре отверстия с углом раствора 30° и 20° для манипуляций с образцами. Нагруже-



Рис. 2. Двойная диафрагма.

ние алмазных наковален создается посредством четырех винтов 12 в гайке 8' через толкатель 9 и пружину 10.

В предлагаемой конструкции алмазной ячейки в качестве пружины 10 можно использовать как цилиндрическую прорезную пружину, так и набор тарельчатых пружин. В процессе охлаждения ячейки изменяются линейные размеры ее деталей, что приводит к нежелательному изменению давления в ячейке. Прорезная пружина, как правило, приводит к меньшему температурному дрейфу давления в ячейке при охлаждении [1]. С другой стороны, использование тарельчатых пружин позволяет легко подбирать требуемую жесткость пружины для конкретного диапазона давлений и более плавно изменять нагрузку.

На рис. 16 внизу показано устройство ячейки с пневматическим силовым блоком, состоящим из двойной диафрагмы 13, размещенной между гайкой 8 и толкателем 15. Все остальные детали ячейки с пневматическим силовым блоком совпадают с соответствующими деталями ячейки с механическим силовым блоком.

Двойная диафрагма 13 диаметром 34 мм (см. рис. 2) изготовлена из нержавеющей стали толщиной 100 мкм с припаянным к ней капилляром 14 диаметром 1 мм. Сварочные работы при изготовлении двойной диафрагмы выполнены лазером КВАНТ-15 с использованием устройства для вращения и шагового перемещения свариваемых деталей в область лазерного пятна. Тот же лазер использовался для прожигания отверстий в гаскете.



Рис. 3. Устройство для заполнения алмазной ячейки газом. *1* – вороток; *2* – газовая камера высокого давления; *3* – ячейка с алмазными наковальнями; *4* – вакуумный насос; *5* – компрессор.

Газ в двойную диафрагму поступает через капилляр 14. Тонкий гибкий капилляр позволяет легко перемещать ячейку, подсоединенную к пневматическому контроллеру, по всей лаборатории и изменять давление в ячейке не только в криостате, но и при комнатной температуре, непосредственно под микроскопом.

Детали ячейки изготовлены из немагнитных материалов (сплава 40ХНЮ или бериллиевой бронзы БрБ2) со стандартной погрешностью ± 0.01 мм. Поршень 2 и корпус 1 сопрягаются друг с другом по скользящей посадке.

Устройство с двойной диафрагмой собирается в следующей последовательности. Взаимная юстировка алмазных наковален осуществляется перемещением опоры 3 относительно корпуса посредством винтов 5 (см. рис. 1б). Гаскета 6 устанавливается на алмазную наковальню поршня 2, и поршень вставляется в корпус 1. С помощью зажимной гайки 11 легким усилием поджимается гаскета 6. и алмазная ячейка размешается в специальном устройстве (рис. 3) для заполнения гелием [5]. Заполненная гелием до давления 250-300 МПа алмазная ячейка извлекается из устройства, и зажимная гайка 11 фиксирует давление газа в гаскете. На ячейку устанавливается гайка 8 с размешенными в ней двойной диафрагмой 13 с капилляром 14 и толкателем 15 (см. рис. 1б).



Рис. 4. Зависимости от давления газа в двойной диафрагме: **a** – нагрузки на алмазные наковальни; **б** – давления в алмазной ячейке.

Было опробовано две схемы изменения давления в двойной диафрагме. В ручном режиме гелий из баллона через вентили тонкой регулировки поступал в буферный объем 0.02 см³, а затем уже — в двойную диафрагму. Эта схема позволяла изменять давление в двойной диафрагме с точностью до 1 бар. Использование пневматического контроллера (General Electric PACE 5000) значительно облегчило работу, позволяя изменять давление в двойной диафрагме с точностью порядка 0.1 бар и контролировать скорость изменения этого давления, а тем самым и скорость изменения нагрузки на алмазные наковальни.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИСПЫТАНИЙ

Вариант ячейки с механическим силовым блоком хорошо себя зарекомендовал при работе до 90 ГПа как при комнатной, так и при низких температурах [7–11]. При использовании алмазной ячейки при низких температурах для минимизации сдвиговых напряжений (негидростатичности) необходима малая скорость охлаждения ячейки (порядка 12–24 ч от 300 К до криогенных температур).

При охлаждении ячейки с механическим силовым блоком от 300 до 80 К в течение 2 ч мы наблюдали как уменьшение, так и увеличение давления в зависимости от материалов, из которых изготовлены детали алмазной ячейки, при использовании как прорезных, так и тарельчатых пружин. Иногда увеличение давления достигало 50%, что приводило к существенному уширению линии рубина, указывающего на негидростатичность в алмазной ячейке. Аккуратным подбором материала деталей алмазной ячейки при использовании тарельчатых пружин нам удалось достичь всего лишь 10%-ного уменьшения давления при охлаждении до 80 К, что позволило изучить под давлением тонкую структуру расщепления центра германий-вакансия в алмазе [11].

На рис. 4 приведены результаты испытаний алмазной ячейки с пневматическим силовым блоком при комнатной температуре. На рис. 4а показана зависимость изменения нагрузки на наковальне от давления газа в двойной диафрагме. Максимальная нагрузка, достигнутая при давлении газа 120 бар, составляла 7.5 кН. При этом рабочий ход двойной диафрагмы был равен 0.5 мм. При использовании алмазных наковален с каллетой диаметром 315 мкм уже при давлении 44 бар в двойной диафрагме было достигнуто давление 27 ГПа (рис. 46).

На рис. 5 представлены результаты тестирования ячейки с пневматическим силовым блоком при 80 К. Давление изменялось при низкой температуре в среде твердого гелия. На рис. 5а представлена эволюция спектров флюоресценции рубина и барическая зависимость полуширины пика R1 (на вставке) при интервале регистрации последовательных спектров 10 мин. На рис. 56 спектры регистрировались с интервалом 50 мин. Согласно рис. 5а, давление ~8 ГПа было достигнуто за 40 мин, и линия рубина R1 уширилась на 215%. Согласно рис. 5б, такое же изменение давления заняло почти 5 ч, а линия R1 уширилась лишь на 40%. При сравнении в спектрах пиков R1 и R2, а также седловины между этими пиками различие в качестве спектров и наличии негидростатичности еще более бросается в глаза.

Таким образом, можно сделать вывод, что при работе при низких температурах сдвиговые напряжения в ячейке при изменении давления незначительны, по крайней мере в диапазоне до 9 ГПа, при условии релаксации давления в течение 1 ч.



Рис. 5. Эволюция спектров флюоресценции рубина и изменение полуширины пика R1 (на вставке): **a** – при увеличении давления в алмазной ячейке от 1.27 до 16.3 ГПа (спектры регистрировались с интервалом ~10 мин); **б** – при увеличении давления в алмазной ячейке до ~8.53 ГПа (спектры регистрировались с интервалом 50 мин). Спектры нормированы на максимум, а на рис. 5б совмещены по горизонтали и смещены по вертикали для наглядности.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Предложена и испытана конструкция компактной ячейки с алмазными наковальнями, снабженной сменным силовым блоком, что позволяет осуществлять нагружение ячейки с помощью механических или пневматических устройств.

Управление пневматическим силовым блоком осуществляется изменением давления газа в двойной диафрагме *in situ*, которое может регулироваться как при помоши пневматического контроллера давления (General Electric PACE 5000), так и системой вентилей тонкой регулировки. Конструкция ячейки позволяет создавать нагрузку на алмазные наковальни 7 кН для винтового способа нагружения и 7.5 кН для варианта с двойной диафрагмой, что обеспечивает при криогенных температурах стабильное получение давления до 90 ГПа с использованием гелия в качестве среды, передающей давление. Это существенно выше давлений, обеспечиваемых типичными миниатюрными алмазными ячейками [12–14]. При использовании NaCl в качестве среды, передаюшей давление, было достигнуто давление 180 ГПа.

Ячейка свободно размещается в криостате с диаметром шахты 48 мм, при этом ось алмазных наковален расположена перпендикулярно оси криостата, что позволило оптимизировать оптическую схему установки для измерения слабых сигналов комбинационного рассеяния света.

Ячейки, благодаря простоте конструкции, можно изготавливать в обычных лабораторных мастерских. Особого внимания заслуживает разработанная техника изготовления двойной диафрагмы, позволяющая избежать дорогостоящих и времязатратных закупок у зарубежных изготовителей.

Восьмилетний срок успешной эксплуатации алмазных ячеек продемонстрировал надежность их конструкции.

Настоящая работа выполнена при содействии программы Фундаментальных исследований РАН и Российского фонда фундаментальных исследований (грант 18-02-00183).

Авторы благодарят механиков В.А. Кудряшова и А.Н. Приперича за качественное изготовление деталей алмазной ячейки, А.Н. Утюжа и А.А. Разгулова за помощь при испытаниях и Л.Н. Джавадова за создание программного обеспечения, существенно повысившего точность измерения линии рубина.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. *Eremets M.I.* // High pressure experimental methods. N.Y.: Oxford University Press, 1996,
- Miletich R., Allan D.R., Kuhs W.F. // Rev. Mineral. Geochem. 2000. V. 41. № 1. P. 445. http://dx.doi.org/ 10.2138/rmg.2000.41.14
- 3. Kantor I., Prakapenka V., Kantor A., Dera P., Kurnosov A., Sinogeikin S., Dubrovinskaia N., Dubrovinsky L. // Rev. Sci. Instrum. 2012. V. 83. № 12. P. 125102. http://dx. doi.org/10.1063/1.4768541

- Болдырева Е.Б., Захаров Б.А., Ращенко С.В., Сереткин Ю.В., Туманов Н.А. // Исследования твердофазных превращений при помощи рентгеновской дифракции в условиях высоких давлений in situ. Новосибирск: Изд-во СО РАН, 2016.
- 5. Александров И.В., Беседин С.П., Макаренко И.Н., Стишов С.М. // ПТЭ. 1994. № 2. С. 136.
- Daniels W.B, Ryschkewitsch M.G. // Rev. Sci. Instrum. 1983. V. 54. № 1. P. 115. http://dx.doi.org/10.1063/ 1.1137223
- Enkovich P.V., Brazhkin V.V., Lyapin S.G., Kanda H., Novikov A.P., Stishov S.M. // Phys. Rev. B. 2016. V. 93. № 1. 014308. http://dx.doi.org/10.1103/PhysRevB.93. 014308
- Ovsyuk N.N., Lyapin S.G. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2016. V. 80. № 11. P. 1295. http://dx.doi.org/ 10.3103/s1062873816110241
- 9. Enkovich P.V., Brazhkin V.V., Lyapin S.G., Novikov A.P., Gusev A.V., Gavva V.A., Churbanov M.F., Stishov S.M. //

J. Phys. Commun. 2017. V. 1. № 5. 055005. http:// dx.doi.org/10.1088/2399-6528/aa95a0

- Lyapin S.G., Ilichev I.D., Novikov A.P., Davydov V.A., Agafonov V.N. // Nanosystems: Phys. Chem. Math. 2018. V. 9. № 1. P. 55. http://dx.doi.org/10.17586/ 2220-8054-2018-9-1-55-57
- Lyapin S.G., Razgulov A.A., Novikov A.P., Ekimov E.A., Kondrin M.V. // Nanosystems: Phys. Chem. Math. 2018. V. 9. № 1. P. 67. http://dx.doi.org/10.17586/ 2220-8054-2018-9-1-67-69
- Dunstan D.J., Spain I.L. // J. Phys. E: Sci. Instrum. 1989. V. 22. № 11. P. 913. http://dx.doi.org/10.1088/ 0022-3735/22/11/004
- Gavriliuk A.G., Mironovich A.A., Struzhkin V.V. // Rev. Sci. Instrum. 2009. V. 80. № 4. P. 043906. http://dx. doi.org/10.1063/1.3122051
- Eremets M.I., Timofeev Y.A. // Rev. Sci. Instrum. 1992.
 V. 63. № 5. P. 3123. http://dx.doi.org/10.1063/ 1.1143799