高压物理学报
CHINESE JOURNAL OF HIGH PRESSURE PHYSICS

第 32 卷 第 2 期
2018 年 4 月

高 压 物 理 学 报
CHINESE JOURNAL OF HIGH PRESSURE PHYSICS

Vol. 32, No. 2
Apr., 2018

DOI: 10.11858/gywlxb.20170548

原位测量金刚石压砧在高压下的杯型形变*

刘盛刚,敬秋民,陶天炯,马鹤立,王 翔,翁继东,李泽仁

(中国工程物理研究院流体物理研究所,四川 绵阳 621999)

摘要:基于白光频域干涉的基本原理,提出了一种可实现高压下金刚石压砧杯型形变原位测量的方法。简单介绍了利用频域干涉技术测量金刚石压砧在高压下的杯型形变的基本原理,并开展了实验研究,实验最高压力达到 42.1 GPa。实验结果显示,金刚石压砧的杯型形变与压力呈线性关系,最大值达到 11.1 μm,从实验上证实了最近的有限元数值模拟结果。

关键词:高压;频域干涉;金刚石压砧;杯型形变

中图分类号:O521.3;TN247 **文献标识码**:A

金刚石是自然界中最硬的材料之一,因此它是静高压实验加载装置——金刚石对顶砧(Diamond Anvil Cell,DAC)的核心部件。在绝大多数情况下,都可以将金刚石压砧视为刚体,即不会发生形变,但是最近的实验[1]和有限元(FEM)理论计算[2]都表明,金刚石压砧在高压下会发生较大的弹性形变甚至塑性形变。金刚石压砧在高压下的形变可以分解为弹性压缩形变和径向杯型形变(Cupping Deformation),Li 等[3]、Liu 等[4]发展了相应的实验方法并对其弹性压缩形变进行测量,发现弹性压缩形变与压力呈二次函数关系;Hemley 等[1]借助 X 射线成像法观察到了金刚石压砧在高压下的杯型形变,但并没有给出杯型形变随压力的变化关系;敬秋民等[5]利用有限元方法对金刚石压砧在高压下的杯型形变进行了数值模拟,但仍缺乏实验验证。事实上,金刚石压砧的杯型形变使得两块金刚石压砧有直接接触的风险,导致压砧碎裂,实验失败;与此同时,杯型形变会使样品在高压下呈现“凸透镜”形状[6],样品变得中心厚、边缘薄,即呈现一定的厚度分布,而在压力梯度法屈服强度测量[7]以及电导率测量[8]等实验中,样品厚度是一个至关重要的参数,它的不均匀变化会严重影响实验测量精度,甚至导致实验方法失效;此外,为了获得更高的实验压力,需要通过有限元数值模拟对金刚石压砧的几何形状进行优化,并通过测量其在高压下的形变对优化结果进行验证[9]。由此可见,尽管金刚石压砧在高压下的杯型形变非常重要,但可定量测量的方法仍然极其有限。

白光频域干涉技术(Frequency Domain Interferometry,FDI)是近几年发展起来的一种宽光谱干涉绝对距离测量技术,具有纳米级分辨率和毫米级量程[10],已经在距离、位移、折射率、厚度等测量中得到了广泛的应用[11-16]。首先简单介绍本课题组近期发展的基于白光频域干涉实现高压下金刚石压砧厚度原位测量的方法[4,10],分析利用该技术进行高压下金刚石压砧杯型形变原位测量的基本原理,然后开展实验研究,原位获取金刚石压砧在 0~42.1 GPa 范围内的杯型形变。

1 杯型形变测量的基本原理

利用白光频域干涉技术对金刚石压砧在高压下的形变进行原位测量的光路如图 1 所示,详细的实验细节见文献[4]。本工作的改进是将 DAC 放在一个高精度的三维位移台上,使 DAC 可以沿垂直光轴方向移动,从而得到金刚石压砧沿径向的厚度分布。整个光路由实验测量系统和辅助成像系统构成,

* **收稿日期**:2017-03-10;**修回日期**:2017-03-22

基金项目:国家自然科学基金(11604313);中国工程物理研究院科学技术发展基金(2013B040162)

作者简介:刘盛刚(1983—),男,硕士,副研究员,主要从事光学测试技术研究. E-mail:liushenggangpla@126.com

© 2018 Institute of Fluid Physics, China Academy of Engineering Physics

其中：实验测量系统由 1550 nm 的宽谱光源（谱线宽度大于 40 nm）、光纤环形器、光纤准直器、宽带分束镜、20×显微物镜和光纤光谱仪（光谱分辨率 20 pm）组成，辅助成像系统由照明灯、针孔、透镜 L1 和 L2、宽带分束镜 BS1 和 BS2、20×显微物镜和 CCD 组成；并且这两个系统共光轴，便于确定测量区域的位置。实验中所采用显微物镜的放大倍率、数值孔径和焦距分别为 20×、0.28 mm 和 10 mm，理论聚焦光斑尺寸为 6.7 μm，实际聚焦光斑约为 20 μm。

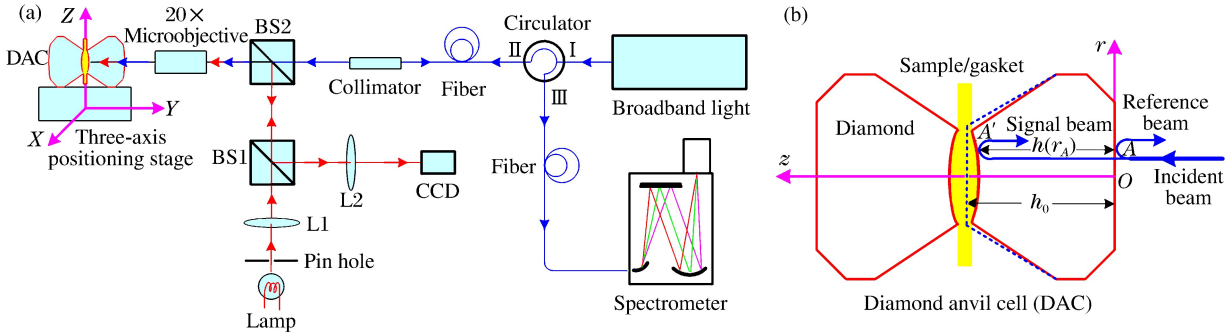

图 1　金刚石压砧杯型形变原位测量示意（(a)实验光路；(b)参考光和信号光来源示意）

Fig. 1　Schematics of *in situ* measuring the cupping deformation of diamond anvil ((a) Experimental light path; (b) Origins of reference and signal beams)

频域干涉的参考光来自金刚石压砧后台面/空气的菲涅尔反射，信号光来自金刚石压砧砧面/样品的菲涅尔反射，如图 1(b)所示。光谱仪记录的频域干涉信号可以写为[4]

$$I(\lambda)=|E_0(\lambda)|^2\left[a^2+b^2+2ab\cos(k\Delta)\right] \tag{1}$$

式中：$E_0(\lambda)$为宽谱光源的光谱分布，a、b 是与测量系统的光强透过率及金刚石压砧/空气或样品界面反射率相关的常数，k 为光的波数，Δ 为参考光和信号光之间的光程差。当不考虑光的多次反射时，Δ 可以写为

$$\Delta=2\int_0^h n(z)\,\mathrm{d}z \tag{2}$$

式中：$n(z)$为高压下金刚石压砧沿加载方向的折射率分布，h 为压砧厚度。现有实验表明金刚石压砧在高压下的应力集中主要发生在压砧尖端百微米的有限区域内[17-18]，而金刚石的折射率又与应力或压力紧密相关[19]，因此金刚石压砧的折射率变化主要发生在金刚石压砧尖端的有限区域内；实验中使用的金刚石压砧初始厚度约为 2960 μm，因此当压力不太高时，可以不考虑金刚石压砧折射率变化对压砧厚度测量的影响[4]。因此，(2)式可以简化为

$$\Delta=2n_0h(r,p) \tag{3}$$

式中：n_0 为常压下金刚石压砧的折射率；$h(r,p)$为金刚石压砧中心压力为 p 时，砧面径向 r 处金刚石压砧的厚度。

进行波长 λ、频率 ν 转换之后，(1)式可以写为

$$I(\nu)=|E_0(\nu)|^2\left[a^2+b^2+2ab\cos\left(2\pi\frac{\Delta}{c}\nu\right)\right] \tag{4}$$

式中：c 为真空光速。从(4)式可以看出，由于所选用宽谱光源的光谱 $E_0(\nu)$是光频率 ν 的缓变函数（即光谱较为平坦），因此，$I(\nu)$是一个直流偏置量为$|E_0(\nu)|^2(a^2+b^2)$、受 $2ab|E_0(\nu)|^2$ 调制、以光频率 ν 为自变量的余弦函数，其周期为 Δ/c。通过对(4)式进行快速傅里叶变换（FFT），得到干涉信号的周期 T（$T=\Delta/c$）[4,10]，再结合(3)式有

$$h(r,p)=\frac{Tc}{2n_0} \tag{5}$$

利用精密三维位移台，沿垂直光轴方向移动 DAC，得到不同 r 处的金刚石压砧厚度 $h(r,p)$，从而得到压砧沿径向的形变为

$$\Delta h(r,p)=h(r,0)-h(r,p) \tag{6}$$

因此得到金刚石压砧中心压力为 p 时的径向最大形变,即单颗金刚石的杯型形变为

$$\delta h_1(p)=\Delta h(0,p)-\Delta h(r_{\max},p) \tag{7}$$

分别测量两颗金刚石压砧的杯型形变,得到压砧总的杯型形变为

$$\delta h(p)=\delta h_1(p)+\delta h_2(p) \tag{8}$$

2　实验结果分析

实验中采用改进的 Mao-Bell 型 DAC 产生高压,金刚石压砧台面尺寸为 400 μm,无倒角,采用初始厚度为 100 μm 的钼箔(Alpha 公司,纯度 99.95%)作为封垫/样品;由于 $SrB_4O_7:Sm^{2+}$ 呈粉末状、颗粒度小(亚微米到微米量级)、屈服强度较红宝石低,其 $^7D_0$-$^5F_0$ 荧光峰呈单峰结构且该峰在非静水压加载下的峰位展宽小,因此实验中在金刚石压砧台面中心放置一薄层 $SrB_4O_7:Sm^{2+}$ 作为压标,并利用其非静水压关系计算实验达到的压力[20]。高压(42.1 GPa)下获得的典型频域干涉信号如图 2 所示。从图 2 中可以看出:获取的频域干涉信号以波长为自变量时,近似一余弦函数;从金刚石压砧中心区域获得的干涉信号较边缘部分获得的干涉信号条纹更密,在相同的波长范围内增加了约半个条纹,即从中心区域获取的条纹周期 T 更小,由(5)式可知,周期小意味着金刚石压砧中心区域更薄,即压砧砧面发生了弯曲;图 2(b)中,干涉信号峰位存在一个较明显的偏移,表明中心区域与边缘区域的厚度出现差异。

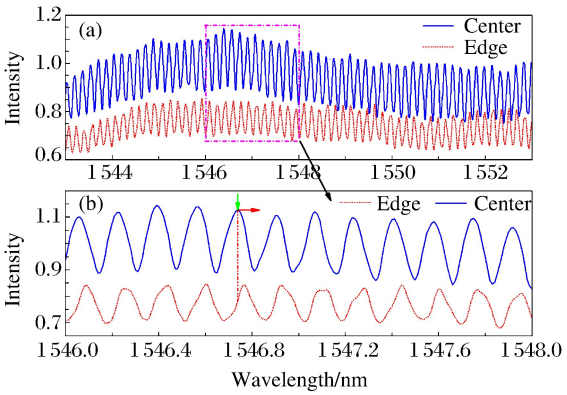

图 2　典型频域干涉信号(42.1 GPa)

Fig. 2　Typical frequency domain interferometry signals at 42.1 GPa

分别对从中心和边缘区域获得的频域干涉信号进行 FFT 处理,获得的频谱如图 3 所示。从图 3 中可以看出,中心区域信号对应的周期更小,对应金刚石压砧中心区域厚度更薄,与前面的直观分析相符。

在相同的压力下,沿垂直光轴方向移动 DAC,获得的单颗金刚石压砧形变如图 4 所示。从图 4 中可以看出,高压下金刚石压砧砧面发生了明显的弯曲,即杯型形变,压砧中心区域形变量较周围区域大。事实上,杯型形变是由金刚石压砧砧面上的压力梯度引起的,而压力梯度的特点就是砧面中心压力高、边缘压力低,因此压砧中心形变量大,边缘形变量小,最终结果是压砧砧面像一个凹透镜,导致样品/封垫呈现凸透镜形状,这与早期的定性实验[6]和有限元模拟结果是一致的[2,5]。

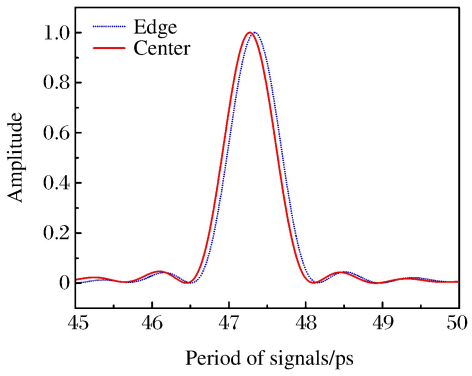

图 3　中心与边缘区域对应信号的傅里叶变换频谱

Fig. 3　FFT spectra of signals at the center and edge of the anvil

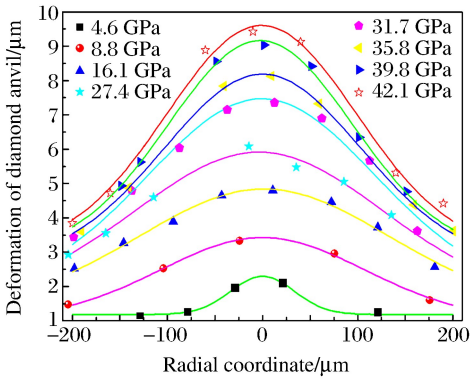

图 4　金刚石压砧在高压下的形变分布

Fig. 4　Deformation profiles of diamond anvil along the radial direction under high pressures

为了更加准确地获得金刚石压砧的杯型形变量，利用高斯函数对实验数据进行拟合，如图 4 所示，并用拟合函数计算杯型形变量。实验获得两颗金刚石压砧在高压下总的杯型形变，如图 5 所示。从图 5 中可以看出：杯型形变随压力线性增加，在压力为 42.1 GPa 时，杯型形变达到 11.1 μm，实验结果与最近的有限元数值模拟结果[5]也是吻合的；当压力大于 35.1 GPa 时，杯型形变测量有较大的误差，其原因可能是(3)式中直接忽略了金刚石压砧沿加载方向的折射率变化。金刚石压砧的杯型形变越大，意味着样品越“凸”，在基于压力梯度法的屈服强度测量以及电导率测量等实验中，就必须考虑金刚石压砧杯型形变对测量结果的影响，否则实验结果将会有较大的测量误差。

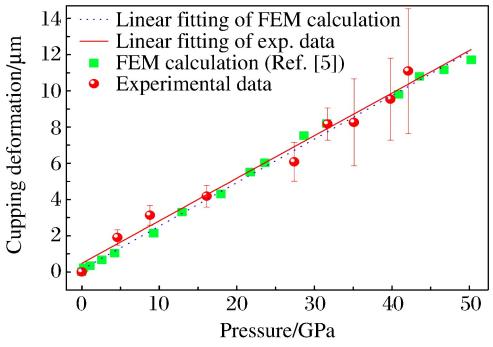

图 5　金刚石压砧在不同压力下的杯型形变

Fig. 5　Cupping deformation of diamond anvils under high pressures

对实验数据和有限元模拟的结果分别进行了线性拟合，其结果如表 1 所示，二者的拟合结果具有较好的一致性。

表 1　线性拟合结果

Table 1　Linear fitting results

Fitting data	Intercept/ μm	Standard error of intercept	Slope/ (μm · GPa^{-1})	Standard error of slope	R^2
FEM calculation	0.126 8	0.105 8	0.240 4	0.003 9	0.996 1
Experimental data	0.476 6	0.384 6	0.235 0	0.013 6	0.977 2

3　结　论

利用白光频域干涉技术对金刚石压砧在高压下的杯型形变进行了原位测量，实验最高压力达到 42.1 GPa。实验结果显示，金刚石压砧的杯型形变随压力线性增加，最大值达到 11.1 μm。实验结果证实了最近的有限元数值模拟结果。

参考文献：

[1] HEMLEY R J, MAO H K, SHEN G Y, et al. X-ray imaging of stress and strain of diamond, iron, and tungsten at megabar pressures [J]. Science, 1997, 276(5316): 1242-1245.

[2] MERKEL S, HEMLEY R J, MAO H K. Finite-element modeling of diamond deformation at multimegabar pressures [J]. Applied Physics Letters, 1999, 74(5): 656-658.

[3] LI M, GAO C X, PENG G, et al. Thickness measurement of sample in diamond anvil cell [J]. Review of Scientific Instruments, 2007, 78(7): 075106.

[4] LIU S G, LI Z R, JING Q M, et al. A novel method to measure the deformation of diamond anvils under high pressure [J]. Review of Scientific Instruments, 2014, 85(4): 046113.

[5] 敬秋民，吴强，毕延，等. DAC 加载金刚石和样品变形实验与模拟研究 [J]. 高压物理学报，2013，27(3)：411-416.
JING Q M, WU Q, BI Y, et al. Experimental study and numerical simulation on deformation of diamond and sample under DAC loading [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2013, 27(3): 411-416.

[6] SUNG C M, GOETZE C. Pressure distribution in the diamond anvil press and the shear strength of fayalite [J]. Review of Scientific Instruments, 1977, 48(11): 1386-1391.

[7] JING Q M, BI Y, WU Q, et al. Yield strength of molybdenum at high pressures [J]. Review of Scientific Instru-

ments,2007,78(7):073906.

[8] GAO C X,HAN Y H,MA Y Z,et al. Accurate measurements of high pressure resistivity in a diamond anvil cell [J]. Review of Scientific Instruments,2005,76(8):083912.

[9] MOSS W C,HALLQUIST J O,REICHLIN R,et al. Finite element analysis of the diamond anvil cell:achieving 4. 6 Mbar [J]. Applied Physics Letters,1986,48(19):1258-1260.

[10] WENG J D,TAO T J,LIU S G,et al. Optical-fiber frequency domain interferometer with nanometer resolution and centimeter measuring range [J]. Review of Scientific Instruments,2013,84(11):113103.

[11] 江毅. 光纤白光干涉测量术新进展 [J]. 中国激光,2010,37(6):1413-1420.
JIANG Y. Progress in fiber optic white-light interferometry [J]. Chinese Journal of Lasers,2010,37(6):1413-1420.

[12] 王军,陈磊,吴泉英,等. 一种基于白光干涉迈克尔逊干涉仪波片延迟量的测量方法 [J]. 中国激光,2011,38(5):1413-1420.
WANG J,CHEN L,WU Q Y,et al. Retardation measurement of wave plates using white-light Michelson interferometer [J]. Chinese Journal of Lasers,2011,38(5):1413-1420.

[13] BRUNDAVANAM M M,VISWANATHAN N K,RAO D N. Nanodisplacement measurement using spectral shifts in a white-light interferometer [J]. Applied Optics,2008,47(34):6334-6339.

[14] MANOJLOVIĆ L M. A simple white-light fiber-optic interferometric sensing system for absolute position measurement [J]. Optics and Lasers in Engineering,2010,48(4):486-490.

[15] KUMAR V N,RAO D N. Using interference in the frequency domain for precise determination of thickness and refractive indices of normal dispersive materials [J]. Journal Optical Society of America B,1995,12(9):1559-1563.

[16] DU Y L,YAN H M,WU Y,et al. Non-contact thickness measurement for ultra-thin metal foils with differential white light intetferometry [J]. Chinese Optics Letters,2004,2(12):701-703.

[17] AKAHAMA Y,KAWAMURA H. High-pressure Raman spectroscopy of diamond anvils to 250 GPa:method for pressure determination in the multimegabar pressure range [J]. Journal of Applied Physics,2004,96(7):3748-3751.

[18] HANFLAND M,SYASSEN K. A Raman study of diamond anvils under stress [J]. Journal of Applied Physics,2004,57(8):2752-2756.

[19] BALZARETTI N M,DA JORNADA J A H. Pressure dependence of refractive index of diamond,cubic silicon carbide and cubic boron nitride [J]. Solid State Communication,1996,99(12):943-948.

[20] JING Q M,WU Q,LIU L,et al. An experimental study on $SrB_4O_7:Sm^{2+}$ as a pressure sensor [J]. Journal of Applied Physics,2013,113:023507.

In Situ Measurement of the Cupping Deformation of Diamond Anvil under High Pressures

LIU Shenggang,JING Qiumin,TAO Tianjiong,MA Heli,
WANG Xiang,WENG Jidong,LI Zeren

(*Institute of Fluid Physics,CAEP,Mianyang* 621999,*China*)

Abstract:In this research we presented a novel method based on frequency domain interferometry to *in situ* measure the cupping deformation of diamond anvils under high pressures . First we introduced the working principle of the cupping deformation measurements based on the frequency domain interferometry,and then we carried out the experiments under high pressures. The cupping deformation of diamond anvils is obtained under high pressures up to 42. 1 GPa,and its maximum value reaches 11. 1 μm. The experimental results show that the cupping deformation increases linearly with the pressure. Our work verify the recent finite element modeling calculations.

Keywords:high pressure;frequency domain interferometry;diamond anvil;cupping deformation