

杠杆式金刚石对顶砧高压装置的压力校正

车荣征 唐汝明 胡静竹 俞立志 徐敏华 何寿安

(中国科学院物理研究所)

一、前言

早在三十年代,已经有人开始进行高压下X射线衍射技术的研究^[1]。随着高压技术的不断发展,实验方法也不断更新,压力范围不断扩大。六十年代初,人们开始应用金刚石对顶砧进行X射线衍射实验^[2,3]。到了七十年代,这方面的技术有很大的发展,压力可达几十万大气压^[4,5]。

对金刚石对顶砧超高压装置进行压力标定,是个普遍关心的问题。在这方面,国际上已进行了许多工作。Decker^[6]研究的NaCl状态方程,作为一种校压基准,已普遍应用于高压下的X射线衍射实验中;七十年代,Barnett^[7]等人发现红宝石荧光光谱随着压力升高有线性红移现象,这种现象可作为一种敏捷的测压方法。我们采用上述两种方法,对本装置进行压力校正并作了对比分析。

二、实验方法与结果

我们采用国内自行设计的杠杆式金刚石对顶砧高压装置^[8],并配以平板式X光像机和 $\phi 0.2\text{mm}$ 孔的准直管(见图1)。准直管固紧在金刚石压砧内筒上。用准直管座侧面的四个固紧螺丝来调节准直管孔与压砧台面的同心度与垂直度。实验前,先用氦氖激光器准直系统,校准同心度和垂直度,这样可以缩短在X射线下调光操作时间。接着把整个装置放在X光机窗口上。这时只需调节支架,移动高压装置,使便携

式X射线剂量计的指示出现最大值即可。最后装上暗盒就可进行照象了。

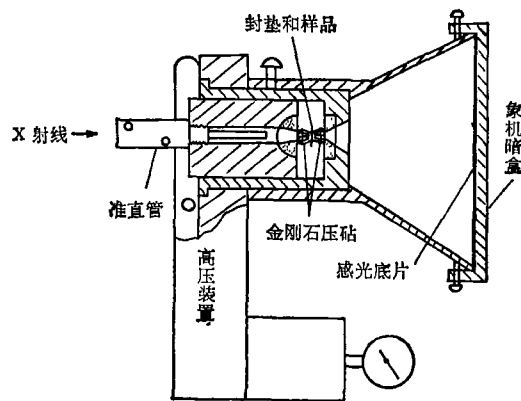


图1 高压X射线衍射装置

校压样品为化学纯NaCl(98.99%)和光谱纯Ag(99.999%)粉末,以6:1的体积比混合,用玛瑙研钵研细后装填到 $\phi 0.25\text{mm}$ 的封垫孔中,捣实压平后,即可安放到内筒体端部直径为 $\phi 0.5\text{mm}$ 的压砧平台上。然后在封垫孔的另一端面上,放置粒度为 $\sim 30\mu\text{m}$ 的红宝石一颗(含Cr⁺4.08%),供激光测压时用。装上外筒体即可进行实验。以上装样操作是在显微镜下进行的。

本实验采用丹东生产的Y-3型X光机,并配用Philips细焦点Mo靶X光管。照像条件为40kV,24mA,曝光时间24小时。随着压力的升高,样品变薄,曝光时间相应要加长些。在常温常压下,由NaCl的(200),(220)线和Ag的(111),(200)线来确定本装置的像机直径。实验结果为 $125.62^{+0.05}_{-0.06}\text{mm}$ 。压力标定是用

NaCl 和 Ag 的 P-V 关系确定的。

激光测压系统是用 YAG 倍频激光器发射波长为 5300 Å 的激光束激发红宝石产生荧光。红宝石的 R_1 线常压下为 6943 Å，压力是按下式^[9]计算的：

$$P = 3808 \left[\left(1 + \frac{\Delta\lambda}{\lambda} \right)^6 - 1 \right] \text{ (kb)}$$

本实验最高压力为 350kb。

应当指出的是，加压时要缓慢平稳，并停歇若干分钟，使各部分形变趋于稳定，先用激光测红宝石荧光光谱来标定压力。接着进行 X 射线衍射实验来标定压力。为了检验经过长时间衍射实验后压力是否有漏泄，最后要再用激光测定一次压力。实验结果见表 1。

表 1 (单位: kb)

No	P_{R_1}	P'_{R_1}	$\frac{P'_{R_1} - P_{R_1}}{P_{R_1}}$	\bar{P}_{R_1}	P_N	P_A	\bar{P}_x	$\frac{P_{R_1} - \bar{P}_x}{\bar{P}_x}$
2	35.8	—	—	—	32.5	26	29.3 ± 3.2	3.3*
3	74.6	69.1	5.5	71.9 ± 2.7	67.8	60.5	64.2 ± 3.6	7.7
4	—	—	—	—	12.1	13.3	12.7 ± 0.6	—
5	94.2	107	—	100.6 ± 6.4	92	86	89 ± 3	11.6
6	218.2	—	—	—	213.6	229	221.3 ± 7.7	3.1*

* 是 $(P_{R_1} - \bar{P}_x)$ 值；

** 出现负值的原因是由于装置发生碰撞。

表中 No 为实验序号， P_{R_1} 为 X 光照象前红宝石 R_1 线测压结果， P'_{R_1} 为 X 光照象后红宝石 R_1 线测压结果， \bar{P}_{R_1} 为 P_{R_1} 与 P'_{R_1} 的平均值， P_N 为 NaCl 的 X 射线衍射测压结果， P_A 为 Ag 的 X 射线衍射测压结果， \bar{P}_x 为 P_N 与 P_A 的平均值。

三、讨 论

1. 从红宝石测压结果来看，经过 24 小时之后，压力有些下降，下降量小于 10%。加压速度越快，这种差异越大。这主要是加压时封垫发生蠕变造成的。若采取缓慢加压，加压后并停歇一段时间，然后测量压力，则上述情况可以得到改善。

2. 红宝石测压结果，一般比 X 光方法所测得的压力高。其主要原因有二：(1) 因为粒度为 $\sim 30\mu\text{m}$ 的红宝石，在 $\phi 0.25\text{mm}$ 的封垫孔中，只占据某一局部位置，测出的只是该局部位置的应力值。而 X 射线衍射法所得到的结果，几乎是整个封垫孔样品的平均结果。这对于封垫孔里的准静水压状态来说，当然是红宝石测得的压力要比 X 光的高些；(2) 在金刚石压砧和底片之间有垫块、套筒等中间传力零件，在加载时这些零件之间存在摩擦、配合间隙和弹性形变等问题。这直接影响象机半径 R_0 (见图 2)。现以封垫孔中心 O 作某一布拉格角 2θ 的衍射锥 Omn ，并设 R_0 处的底片上得到衍射图为 mn (即 S)，则有

$$\tan^{-1} 2\theta = S/2R_0$$

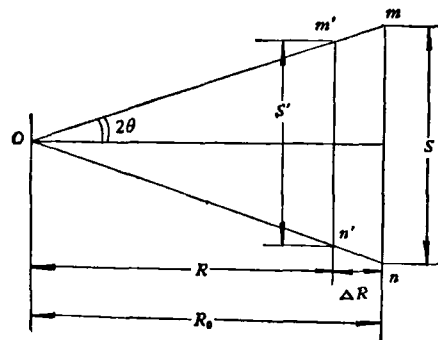


图 2

若加载后 R_0 缩短为 R (这里 $R = R_0 - \Delta R$)，则底片上得到的是 $m'n'$ (即 S')。

然而我们是假设在高压下 R_0 是不变的。这样，用 S' 计算出来的布拉格角要比实际的偏小，由此确定的晶格参数也就比实际的偏大。最后由 $P-V$ 的关系曲线确定的压力，当然就比实际的要小一些，这也是造成 X 光测压结果比激光低的原因之一。

3. 为了提高 X 射线衍射实验的精度，还应采取如下两项措施：一是对 R_0 进行修正，具体方法是在金刚石压砧的底平面上 (即朝向感光底片的端面) 贴一层 NaCl 粉末，在底片上收集对应的衍射花纹进行修正；其二是缩小准直管孔径，并使光束射向封垫孔的中心。但这样带

来的问题是要大大加长曝光时间。当然，还可以用流体作为传压介质，以获得静水压条件。

四、结 论

红宝石 R₁ 线测压法比 X 射线衍射法快，在研究相图时，它作为选定压力点的辅助手段是极为简捷的。但其测压结果与 X 光的结果存在差异。因此，在进行 X 射线衍射实验时，还是应当在样品中掺入标压剂（例如 NaCl）。这样所测得的压力比红宝石测压结果更切合实际。

目前，本装置在 200kb 压力范围内测压精度 $< \pm 6\%$ ，基本上能满足一般实验的要求。

参 考 文 献

- [1] W. M. Cohn, *Phys. Rev.*, **44** (1933), 326.
- [2] J. C. Jamieson, *Progress in Very High Pressure Research: Proceedings of an International Conference*, Eds. F. P. Bundy et al., New York, June 13—14 (1960), 10.
- [3] G. J. Piemarini, C. E. J. Weir, *Res. Natl. Bur. Stand. Sect. A66* (1962), 325.
- [4] L. Merrill, W. A. Bassett, *Rev. Sci. Instrum.*, **45** (1974), 290.
- [5] P. M. Bell, H. K. Mao, *High Pressure Research: Applications in Geophysics*, Eds. M. H. Manghni, S. Akimoto, New York: Academic Press (1977), 509—508.
- [6] D. L. Decker, *J. Appl. Phys.*, **42**(1971), 3239.
- [7] J. D. Barnett, S. Block, G. J. Piemarini, *Rev. Sci. Instrum.*, **44**(1973), 1.
- [8] 胡静竹、唐汝明、徐济安, *物理学报*, 29(1980), 1351.
- [9] H. K. Mao, P. M. Bell, *J. Appl. Phys.*, **49**(1978), 3276.

推荐《逆散射变换和孤立子理论》一书

黄 迅 成

本文向大家推荐荷兰数学物理学家艾克霍思 (W. Eckhaus) 和范哈顿 (A. Van Harten) 所著《逆散射变换和孤立子理论》(The Inverse Scattering Transformation and the Theory of Solitons, North-Holland, 1981) 一书。

孤立子诞生在本世纪六十年代。1965年8月9日，美国数学家萨布斯基 (Zabusky) 和克鲁斯卡尔 (Kruskal) 首次创立这个词来命名他们通过高速电子计算机的数值计算而发现的具有某种“粒子”特性的波，即经“碰撞”而不改变形状和速度的 KdV 孤立波，从而进一步在理论上解释了英国科学家司各特·罗素 (Scott-Russell) 于 1834 年发现的“一团水”在水面上迅速平移的奇妙现象。至今不到 20 年，孤立子已经渗入到等离子体物理、基本粒子理论、天体物理、晶格理论、凝固物质物理、非线性光学、分子生物学、海洋学、生理学、流体力学、统计力学以及固体物理等许多研究领域之中。

逆散射变换方法是在孤立子诞生两年之后，由美国数学家加德纳 (Gardner)、格林 (Greene)、克鲁斯卡尔和缪拉 (Miura) 等人在研究 KdV 方程的求解时提出的。这种通过求解散射问题、散射量的演化以及逆散射问题等一系列线性步骤来求解非线性问题的技巧，后来在其他许多科学家的努力下发展成为一种处

理非线性问题的有力手段。

本书是北荷兰公司出版的数学研究丛书中的一种，篇幅不长，译成中文不过 16 万字。因此，它不能包括逆散射和孤立子领域的所有方面，但是，孤立子理论和逆散射变换的基本内容都已论及。全书共分七章，主要按该理论发展的历史线索叙述。各章的标题如下：KdV (Korteweg-de Vries) 方程；加德纳、格林、克鲁斯卡尔和缪拉的求解方法，逆散射变换；谱不变位势和勒克思 (Lax) 方法；薛定谔方程的散射和逆散射；广义萨哈罗夫-沙巴特 (Zakharov-Shabat) 系统的散射和逆散射；逆散射变换的应用；摄动。本书最初是作者 1979 年春在荷兰乌得勒支 (Utrecht) 数学研究所的讲稿。为了能用一种初学者所能理解和接受的方式来组织和叙述材料，作者“凝聚了大量心血”，进行了两年多的精心推敲。书中的数学论证相当严密，有许多材料是其他有关书籍中所不能见到的。因而，本书不仅对初学者，而且对熟悉孤立子理论的专家们也有所帮助。为此，我国研究孤立子的专家屠规彰教授曾特地撰文在西德杂志上予以推荐。

本书已由上海科学技术文献出版社翻译出版，原书作者为中文译本题了词。鉴于国内目前尚无一本关于孤立子的中文书籍，因此，本书的出版，对初学者会有所裨益。