

低温高压金刚石对顶砧显微光谱系统

崔宏滨 郭常新

(中国科学技术大学物理系, 合肥 230026)

本工作设计了一套可与 He 制冷机相联的低温光学金刚石对顶砧压机, 该机与显微光谱系统结合, 可进行从室温至 20K, 流体静压从常压至 10GPa 的光学及发光实验.

自 Bridgeman 发明套筒——活塞高压装置^[1]以来, 特别是引入金刚石压砧^[2]后, 高压物理学发展迅速. 这种金刚石对顶砧高压压机, 简称 DAC, 为研究高压下材料的光学性质提供了极大的方便. 为进行高压低温研究, 目前国内都是将压机浸入液氮中, 或向 DAC 喷浇液氮. 这样只能在 77K 恒温, 且必须取出压机加压. 我们设计了一大套在 300—20K 内任一点恒温, 且可在不取出压机时从外部加压, 不影响低温, 静压达 10GPa 以上的 DAC. 经实际测试, 结果令人满意.

一、实验装置

我们设计的 DAC 装置构造如图 1 所示. 这里采用的加压方式并非用杠杆直接推动活塞, 而是拉动一块一端面为斜面的滑块, 由它

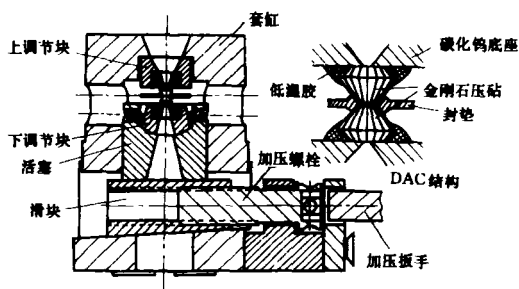


图 1 光学金刚石对顶砧高压压机 (DAC)

再推动活塞来加压的. 滑块下端面的斜度为 0.03. 底座与滑块的接触面斜度亦为 0.03. 我们估算, 要在高压腔中产生 10GPa 的压强, 拉动滑块的力只需 100N.

一枚 M8 内六角螺栓通过螺纹与滑块相物理

连. 加压扳手头部为六角形, 可插入加压螺栓的内六角孔中, 转动扳手, 推或拉滑块, 即可改变压强.

压机的核心部分是磨制成正十六棱台的两块天然金刚石. 棱台两端面为平行的光学平面. 压砧顶面直径为 0.4mm, 0.5mm 或 0.7mm, 底面直径为 2.0mm, 两端面间距为 2.2mm. 两块金刚石的砧面之间有一金属封垫, 封垫正中有一小孔, 孔的两端被砧面封住, 这就是压力室.

封垫是专门制备的. 先取厚为 0.2mm 的不锈钢片放在两砧面之间, 压出一对凹坑, 压过的部分厚 0.07mm, 再在凹坑正中打一直径为 0.25mm 的孔, 再将此片复位到两砧之间. 所以, 样品室 (即压力室) 即为一底面直径为 0.25mm, 高度为 0.07mm 的圆柱状空腔. 在样品室内, 放入待测样品和作为压力标的红宝石碎片, 以及作为传压介质的甲醇和乙醇 (体积比为 4:1) 的混合液.

压砧的平行和对心调节是高压实验中重要的一步. 调节机构是图 1 中所示的上、下两调节块. 每调节块四周均有四枚调节用的 M3 锥端紧固螺钉. 上调节块与套缸上端平面接触, 可在平面内移动, 调节两砧对心. 而下调节块下端与活塞为球面, 砧面可以摆动, 以调节两砧平行. 调节平行时, 将两砧面直接接触, 中间不加封垫, 则两砧面间可出现等厚干涉条纹. 在显微镜下, 调到不多于一个干涉纹, 此时两砧面夹角小于 1×10^{-3} rad, 可以认为是平行的.

压机与制冷机的连接如图 2 所示. 为使两者有良好的热接触, 我们加工了一紫铜接头. 接头下端连在制冷机的冷端上, 压机则套入接头

的圆柱形孔内。

加压扳手穿过真空罩伸入低温室内。为保持低温，一方面扳手可以和压机脱开，另一方面必须在扳手拉伸时保持真空。所以，扳手与真空罩用O型橡胶圈密封。这样，除加压时扳手与压机作短间接接触，其他时间均是分离的。

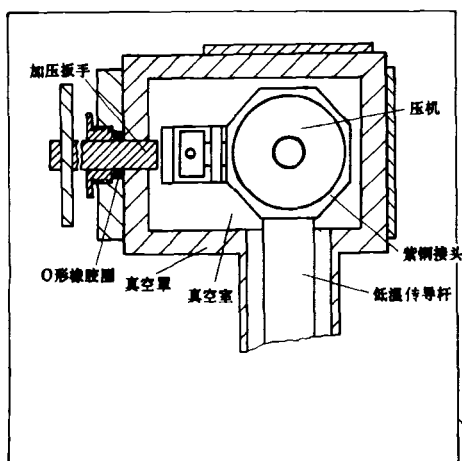


图2 液氮循环致冷光学低温系统

我们所用的制冷机是美国 AIR PRODUCTS 公司出产的 1R02W O. I. 型 He 制冷机。该机原在低温头处装有一热电偶。但低温头与样品室间有温度差。为精确测定样品温度，我们将一铜-康铜热电偶粘于金刚石上。由于金刚

石为热的良导体。所以由此热电偶测得的温度可视为样品的温度。

显微光谱系统如图 3 所示。该系统用上海激光技术研究所产 HC-15A 型 He-Cd 激光器 441.6nm 或上海亚明灯泡厂产 YJ 型 Ar⁺ 激光器 488.0nm 激光作激发光。干涉滤波片对 441.6nm 或 488.0nm 波长全反射，而对其他光全透。这样，就可将激光反射入样品室中，只对样品荧光测量。

由于受样品室体积限制，样品极少，荧光极弱，所以一方面要使激发尽可能强，另一方面要减少荧光的损失。对前者，单纯提高激光输出功率效果并不显著。而如果将激光在样品上很好地聚焦，则与不聚焦时相比，可提高几个数量级。为此，我们采用一显微物镜 L₁，将激光束在样品室内聚成直径为 30μm 的光斑。L₁ 具有较大的孔径，且其工作距达 17.5mm，正好能使我们将激光聚焦在位于低温室内的样品室中。样品的荧光也由 L₁ 会聚，再经透镜 L₃、L₄ 后成为平行光，平行光经短焦距透镜 L₅，在单色仪狭缝上聚成一直径约 0.5mm 的光斑。该单色仪为原民主德国 CARLZEISS JENA 公司产 GDM1000 双光栅单色仪，分辨率为 0.1cm⁻¹，并配有锁相放大弱光测量和 X-Y

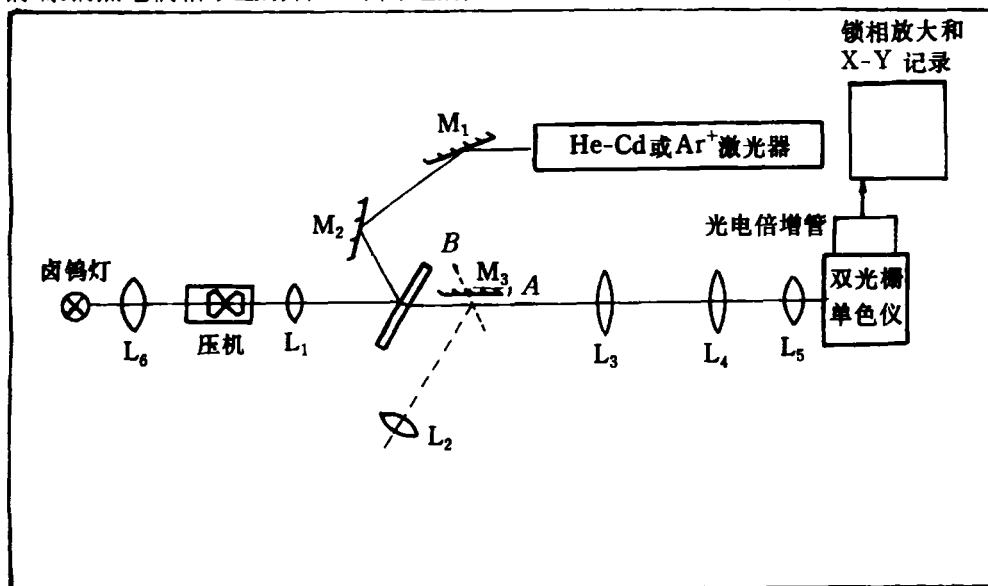


图3 显微光谱测量系统

记录系统。为便于弱光测量，所有透镜和反射镜都装在可三维微调的光具座上。

为了随时观察样品室中聚焦、样品分布及封垫的变化，我们在光路中加上了一观察装置。由显微物镜 L_1 ，可转动反射镜 M_3 及显微目镜 L_2 (10 倍) 组成一长镜筒显微观察系统。样品室后部用一卤钨灯照明。将 M_3 由 A 位置转到 B 位置，便可观察到样品室的清晰图像。因加压可能会引起金刚石由于封垫破裂对撞而损坏，所以这种观察是必要的。当 M_3 处于 A 位置时，可进行光谱测量。

系统安装完毕，我们首先在不装样品时，单独对低温系统的性能进行测试。开始时，在室温附近，降温很快；在 220—60K 之间，降温速

率基本恒定，为 $-0.67\text{K}/\text{min}$ ；以后降温速率逐渐减小，在 20K 附近，降温速率近为零，温度降至最低点。

用这个系统，我们做了 $\text{Na}_5\text{Eu}(\text{WO}_4)_4$ 在低温 (300—20K) 和高压 (0—10GPa) 下的光谱测量，测定了其光谱强度峰值位移等物理量随压强和温度的变化 (另文公布)，表明该系统在低温高压光学和发光实验方面具有良好的性能。

[1] A. Jayaraman, *Rev. Mod. Phys.*, **55-1** (1983), 65.

[2] C. E. Weir, et al., *J. Res. Natl. Bur. Stand.*, **A63** (1959), 55.

第五届全国纤维光学与集成光学学术讨论会、 第四届光计算学术讨论会简讯

第五届全国纤维光学与集成光学学术讨论会、第四届光计算学术讨论会于 1992 年 10 月 6 日至 9 日在厦门大学召开。会议由中国光学学会纤维光学与集成光学专业委员会主办，厦门大学物理系承办。来自全国有关科研院所、高等学校和企业共 178 名代表出席了会议。

本次学术讨论会共接受了 213 篇学术论文，内容涉及通信和非通信光纤的特性、传输理论、设计、制造、测试及各种应用；导波光学；集成光学和集成光电子器件、材料、工艺和测试技术；光计算的基础研究，包括光计算中新的器件、技术、方法、系统和体系结构等研究。其中特邀报告七篇。

在本次学术讨论会开幕式上，日本《应用物理》杂志主编伊藤良一教授，中国科学院长春物理研究所于荣金研究员，上海交通大学陈益新教授分别作了题为《半导体激光器的进展》，《电子学与光子学》，《未来计算系统中的光互连》的特邀报告，受到与会代表的欢迎。纤维光学，集成光学和光计算分会报告在三个分会场同时进行，其中集成光学方面的报告占全部报告的一半以上。从本次会议的报告看，论文的内容更加丰富，工作更加深入细致，反映出近年来我国在纤维光

学，集成光学和光计算领域研究的广度和深度都有长足的进展。例如，对当今国际上光通信领域的热门课题；掺铒光纤放大器和孤子通信等方面，都做出了一些较深入的基础研究；利用 MOCVD 新工艺，成功地生长出了 GaAs/InP, GaAs-AlGaAs/Si 等复合材料，为光电集成回路 (OEIC) 的发展奠定了重要基础；通过研究，多种光波导器件更接近实用化，缩短了与世界先进水平的差距。

会议期间还召开了中国光学学会纤维光学与集成光学专业委员会会议，研究了专业委员会的工作和以后的学术活动计划，并讨论了专业委员会人员的调整和增补事项。第三届中国光学学会纤维光学与集成光学专业委员会由 40 名委员组成，推选中国科学院长春物理研究所于荣金研究员任主任，吉林大学刘式墉教授、上海交通大学陈益新教授、北京光通信公司胡文奎高级工程师、电子科技大学陆荣鑫教授、清华大学彭吉虎教授任副主任，由该专业委员会挂靠单位——中国科学院西安光学精密机械研究所的刘德森研究员任常务副主任。

(中国科学院长春物理研究所 刘立杰)