

ПРИБОРЫ, ИЗГОТОВЛЕННЫЕ В ЛАБОРАТОРИЯХ

УДК 53.08+543.424.2

УСТАНОВКА ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ С ВНЕШНИМ НАГРЕВОМ ДЛЯ IN SITU ИССЛЕДОВАНИЙ ФАЗОВЫХ ПЕРЕХОДОВ

© 2021 г. Н. В. Черткова^a, А. В. Спивак^a, Е. С. Захарченко^{a,b}, Ю. А. Литвин^a,
О. Г. Сафонов^a, А. П. Новиков^c, В. С. Ефимченко^b, К. П. Мелетов^{a,b}

Поступила в редакцию 18.08.2020 г.

После доработки 03.11.2020 г.

Принята к публикации 06.11.2020 г.

DOI: 10.31857/S0032816221020142

Разработана и испытана экспериментальная установка для проведения спектроскопического анализа образцов при давлениях до 6.5 ГПа и температурах до 500°C и более при равномерном нагреве рабочего объема. Установка состоит из ячейки с алмазными наковальнями с широкой апертурой, внешнего нагревателя и блока охлаждения (рис. 1).

Ячейка изготовлена в ИФВД РАН из немагнитного коррозионно-стойкого сплава 40ХНЮ на основе конструкции типа поршень—цилиндр с регулировкой усилия на алмазные наковальни посредством винтового механизма [1]. Размер апертуры 60° обеспечивает широкий оптический доступ к образцу для проведения наблюдений во время нагрева и регистрации спектров комбинационного рассеяния (к.р.) in situ.

Резистивный нагреватель смонтирован из рениевой проволоки, соединенной с платиновыми электродами, согласно методике, описанной в [2], и установлен вокруг прокладки с образцом внутри ячейки. Ток подается на электроды с помощью регулируемого линейного источника питания Ningbo JiuYuan Electronic (QJ3020E). Нагрев ячейки контролируется по показаниям Pt₉₀Rh₁₀—Pt-термопары (S-type), зафиксированной в непосредственной близости от прокладки с образцом и подключенной к микропроцессорному измерителю-регулятору OVEN (TRM101).

Давление в рабочей камере рассчитывается по положению линии флуоресценции R₁ в спектре рубина [3, 4] или с использованием других марке-

ров давления (например, SrB₄O₇: Sm²⁺, c-BN, алмаз) [5–8]. Ячейка устанавливается в блок охлаждения, через который циркулирует проточная вода для уменьшения тепловой нагрузки на объектив микроскопа. Также осуществляется продувка ячейки инертным газом с примесью водорода (98%Ar + 2%Н₂) для предотвращения окисления нагревателя и алмазных наковален при высоких температурах.

При проведении оптического анализа установку размещают на специальном столике под микроскопом Olympus BX51, к которому подключена цифровая камера GigE uEye (SUXGA, 2048 × 1536) и спектрограф Acton SpectraPro-2500i с детектором CCD Pixis2K, охлаждаемым до –70°C. Длиннофокусный объектив Olympus 20× с рабочим расстоянием 25 мм позволяет фокусировать лазерный пучок диаметром ~2 мкм внутри ячейки и проводить визуальный контроль фазового состояния образца во время нагрева. Измерение спектров к.р. проводится в геометрии обратного рассеяния с использованием непрерывного твердотельного лазера с длиной волны λ = 532 нм с диодной накачкой и краевого фильтра с полосой ~100 см⁻¹.

Эффективность установки была продемонстрирована на примере исследования диссоциации борана аммиака (NH₃BH₃) при нагреве. При давлениях 0.5–0.7 ГПа и температурах выше 195°C в рабочей камере наблюдалось выделение флюида по всему объему образца. Рис. 2а иллюстрирует фазовое состояние образца при 300°C во время эксперимента. Наличие ротационных линий Н₂ [9] в спектрах к.р., записанных при высоком давлении (рис. 2б), подтверждает выделение молекулярного водорода при диссоциации. После снижения давления и открытия ячейки спектры к.р. продуктов диссоциации уже не содержали этих ли-

^aИнститут экспериментальной минералогии им. акад. Д.С. Коржинского РАН, Черноголовка Московской обл., Россия.

^bИнститут физики твердого тела РАН, Черноголовка Московской обл., Россия.

^cИнститут физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина РАН, Москва, Троицк, Россия.

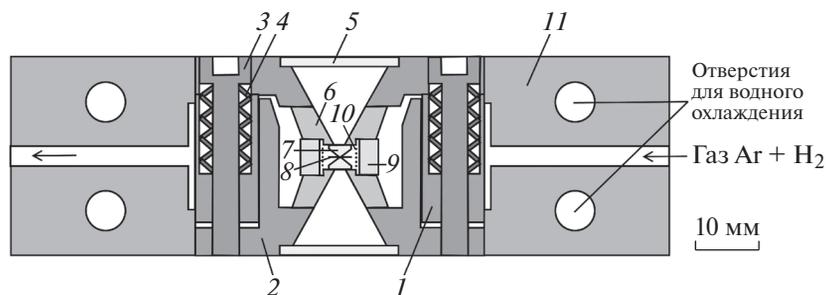


Рис. 1. Установка высокого давления для оптических исследований. 1 – цилиндрическая часть ячейки с алмазными наковальнями; 2 – поршневая часть ячейки с алмазными наковальнями; 3 – винты для создания усилия; 4 – тарельчатые пружины; 5 – кварцевые стекла; 6 – опоры алмазных наковален; 7 – алмазные наковальни; 8 – металлическая прокладка; 9 – керамическая подложка для нагревательного элемента; 10 – проволочный нагревательный элемент; 11 – металлический блок с отверстиями для водного охлаждения и продувки ячейки инертным газом с примесью водорода.

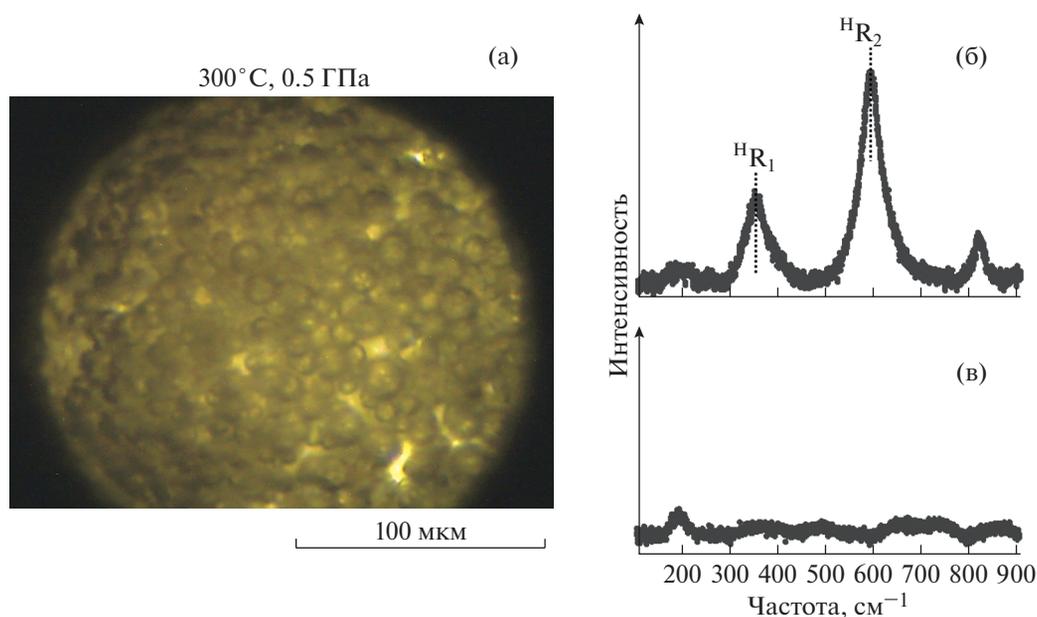


Рис. 2. а – фотография образца борана аммиака при экспериментальных параметрах (300 °C, 0,5 ГПа); б – спектр к.р. водородного флюида (${}^H R_1$ и ${}^H R_2$ – ротационные моды молекулы H_2); в – спектр к.р., записанный в той же точке после открытия ячейки.

ний (рис. 2в), что свидетельствует о потере летучих компонентов при комнатных условиях.

Установка имеет компактные размеры, проста в использовании и совместима со стандартным спектральным оборудованием для изучения фазового состояния образцов при заданных значениях давлений и температур.

ФИНАНСИРОВАНИЕ РАБОТЫ

Исследование выполнено за счет гранта Российского научного фонда (проект № 20-77-00079) и частично в рамках государственного задания АААА-А18-

118020590140-7 Института экспериментальной минералогии им. академика Д.С. Коржинского РАН.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Новиков А.П., Ляпин С.Г., Стущев С.М. // ПТЭ. 2019. № 1. Р. 131. <https://doi.org/10.1134/S0032816218060277>
2. Chertkova N., Ohfuji H., Nomura R., Kadobayashi H., Irifune T. // High Press. Res. 2018. V. 38. № 3. Р. 337. <https://doi.org/10.1080/08957959.2018.1476506>
3. Jayaraman A. // Rev. Sci. Instrum. 1986. V. 57. № 6. Р. 1013. <https://doi.org/10.1063/1.1138654>

4. *Ragan D.D., Gustavsen R., Schiferl D.* // J. Appl. Phys. 1992. V. 72. № 12. P. 5539.
<https://doi.org/10.1063/1.351951>
5. *Yusa H., Yagi T., Arashi H.* // J. Appl. Phys. 1994. V. 75. № 3. P. 1463.
<https://doi.org/10.1063/1.356380>
6. *Datchi F., Dewaele A., Loubeyre P., Letoullec R., Godec Y.L., Canny B.* // High Press. Res. 2007. V. 27. № 4. P. 447.
<https://doi.org/10.1080/08957950701659593>
7. *Schiferl D., Nicol M., Zaug J.M., Sharma S.K., Cooney T.F., Wang S.-Y., Anthony T.P., Fleischer J.F.* // J. Appl. Phys. 1997. V. 82. № 7. P. 3256.
<https://doi.org/10.1063/1.366268>
8. *Chertkova N., Yamashita S., Ito E., Shimojuku A.* // Min. Mag. 2014. V. 78. № 7. P. 1677.
<https://doi.org/10.1180/minmag.2014.078.7.11>
9. *Goncharov A.F., Strzhemechny M.A., Mao H.K., Hemley R.J.* // Phys. Rev. B. 2001. V. 63. № 6. P. 064304.
<https://doi.org/10.1103/PhysRevB.63.064304>

Адрес для справок: Россия, 142432, Московская обл., Черноголовка, ул. Академика Осипьяна, 4; Институт экспериментальной минералогии им. академика Д.С. Коржинского РАН. Тел.: 8(496)5225876. E-mail: nadezda@iem.ac.ru (Черткова Н.В.)