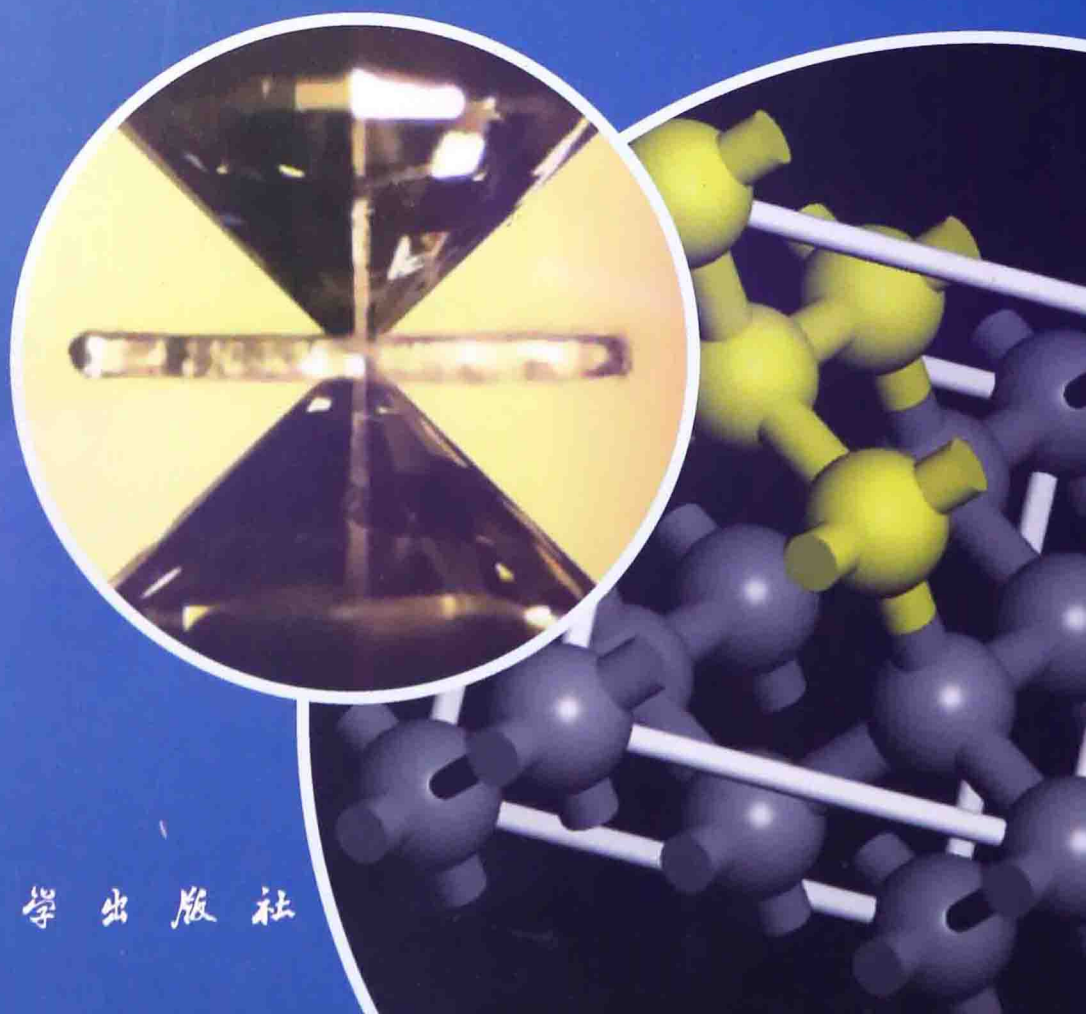




金刚石压腔高温高压 实验技术及其应用

郑海飞 著



国家科学技术学术著作出版基金资助出版

金刚石压腔高温高压实验技术及其应用

郑海飞 著

科学出版社

北京

内 容 简 介

本书是一部介绍金刚石压腔高温高压实验技术、方法原理、实验装置和原位实验测试及研究方法的书籍。主要内容包括:金刚石压腔高压实验装置及其实现高压的原理,样品组装方法,压力标定方法,实现高温和低温的装置及其温度测量的技术方法,高温高压下样品的原位观察和研究方法,样品的拉曼光谱、X射线衍射、可见-红外吸收光谱、X射线荧光光谱、电磁性质、声学性质和黏度等原位测量技术和研究方法。最后给出部分金刚石压腔高温高压实验技术在一些研究领域的应用实例。

本书可供地球科学、材料科学、物理学、化学和生物学等学科领域从事高温高压实验研究的科研人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

金刚石压腔高温高压实验技术及其应用/郑海飞著. —北京:科学出版社, 2014. 6

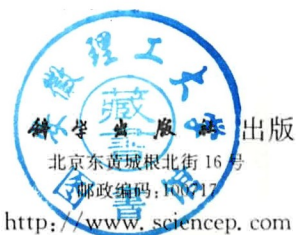
ISBN 978-7-03-041256-0

I. ①金… II. ①郑… III. ①金刚石-应用-高温高压实验-研究
IV. ①O52②P579

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2014)第 128420 号

责任编辑:汤 枫 牛宇锋 / 责任校对:宋玲玲

责任印制:肖 兴 / 封面设计:蓝正设计



骏杰印刷厂 印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2014年6月第 一 版 开本:720×1000 1/16

2014年6月第一次印刷 印张:22 1/2

字数:438 000

定价:90.00 元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

高温高压实验是许多科学领域,如行星和地球科学、凝聚态物理学、化学、材料科学等研究领域的重要研究手段,并已经取得了许多重要研究成果。在地球科学中,高温高压实验为人们认识地球内部的物质组成和状态以及成岩成矿作用等提供了大量的实验数据。例如,通过对地幔岩石的高温高压实验研究,人们认识到地幔约 650km 的地震波不连续面是由于橄榄石/辉石-钙钛矿结构的相转变所致。在物理和化学领域,超高压可以使原子之间的距离缩短而发生电子层之间的相互作用,并使电子层结构发生改变而形成完全不同于常压下物质的化学键。例如,至今已经认识到在足够高的压力下任何物质都会发生非金属态与金属态之间的转变。其中,钠和锂在高压下不仅发生金属态向绝缘体的转变,而且在室温和 100 万 atm* 下发生熔化的现象至今仍无法理解和解释。在材料科学中,高压实验研究使人们认识到常压低温下为非超导体物质在高压低温下具有超导性质。例如,除了已知 23 种元素在常压低温下具有超导性质外,还发现有 29 种元素在高压下具有超导性质。除纯物质外,在高压条件下获得的 Hg-Ba-Ca 铜酸盐是至今具有最高超导温度的材料(在 30GPa 压力下的超导转变温度达 164K)。这为寻找和合成超导物质指引了一条新的途径。另外,高温高压还可以将元素合成为许多具有重要或优良性质的新材料,如氮化硼等超硬材料、磁性材料、热电材料、储氢材料及太阳能材料等。近些年,高压(高温)实验也已经在油气成因以及生物学领域中得到应用。

目前,可以通过以下几种途径实现高温高压条件或环境:①高压釜装置,可以实现的温度和压力有限,一般低于 800°C 和 2000atm;②大压力机,主要有多面顶式压力机和活塞-圆筒式压力机两种装置,可以实现的最高温度和压力分别约为 2000°C 和 10GPa,可在高温高压条件下进行较大样品的物质相变、熔融、矿物或材料的合成等实验研究;③金刚石压腔装置,可以实现超过 6000°C 的高温 and 300GPa 压力的实验,几乎可进行地球内部所有物质的高温高压实验研究;④炮轰高压装置,也称为动高压实验技术,可以进行压力达 1000GPa 的高温高压实验研究。

上述四种高压高温实验技术各有其优缺点,其中,金刚石压腔实验技术不仅可

* atm,非法定计量单位,1atm=101.325kPa。

以实现静态条件下最高的实验温度和压力,同时还可以进行高温高压下物质的原位观察和许多仪器的原位测量,如显微镜观察,红外光谱,激光拉曼光谱,布里渊散射谱,X射线衍射(吸收、荧光等),电学、磁学、声学等性质的原位测量和研究,这是其他高温高压实验装置所无法比拟的。金刚石压腔的突出优点是其装置体积很小,易于操作和非常安全。该实验技术和装置的唯一缺点是样品量及其实验产物太少,但其能进行各种仪器原位测量的优点可以弥补这一缺点。从各种高压设备的耗资看,一台能够实现 5 万 atm 的大压力机需要耗资上百万至上千万元,而一台金刚石压腔实验装置本身的价格不到 1 万元。若实验的压力较低而选用蓝宝石或立方氧化锆作为顶砧,则所耗资费更低。金刚石压腔实验技术的另一个突出优点是,若没有大型实验研究的辅助设备,如显微拉曼光谱仪、显微红外光谱仪等分析测试仪器,即使使用偏光显微镜也可进行矿物相变及相变动力学等方面的定量实验观察和研究。另外,金刚石压腔高温高压实验装置还具有实验耗材耗电成本低、实验省时省力、设备不需要专人进行养护以及几乎无须维护资金等优点。

目前有关高温高压实验技术的书籍很少,尤其是介绍金刚石压腔实验技术方面的书籍更少。国外曾经出版了一些涉及高压釜和大压力机高温高压实验技术方面的书籍,但大多数出版时间较老,且只有极少量涉及金刚石压腔实验方面的内容,例如, Tsiklis(1968, 1976)的 *Handbook of Techniques in High Pressure Research and Engineering*、Wentorf(1974)的 *Advances in High Pressure Research*、Sherman(1987)的 *Experimental Techniques in High Pressure Research*、Ulmer 和 Barnes(1987)的 *Hydrothermal Experimental Techniques*。直到 20 世纪末, Eremets(1996)的 *High Pressure Experimental Methods* 一书中才有较多涉及金刚石压腔实验理论和方法方面的内容。

我国在 20 世纪 70 年代就已经有一些研究者从事高温高压领域的实验研究。他们不仅为我国的高温高压实验研究打下了良好基础,而且培养了继续从事该领域的研究人才,并编著出版了有关高温高压实验技术方面的书籍,如曾贻善(1987)、李兆麟(1988)各自的《实验地球化学》,赵斌等(1995)的《高温高压实验地球化学》。上述书籍较系统介绍了高压釜实验装置及其在地球科学,尤其是成矿作用中的实验技术、研究方法及其应用。谢鸿森等(1997)的《地球深部物质科学导论》和杜建国等(2010)的《高压地球科学》中介绍了高压和超高压实验技术,其中包括大压力机技术和少量金刚石压腔高压实验方面的内容。

从上述国内外已经出版的有关高温高压实验技术的书籍内容看,虽然 Eremets(1996)编著的书中已经有较多涉及金刚石压腔方面的内容,但其中仍缺乏某些方面的实验技术细节介绍。这对于希望利用金刚石压腔高温高压装置进行实验研

究,但又并不熟悉该技术的人员将会面临许多困难。另外,十多年来随着科学技术的发展,高压实验技术也得到了快速的发展,新技术新成果不断涌现。因此,编写一部新的、系统介绍金刚石压腔高温高压实验技术的书籍将有助于促进我国高温高压实验研究的发展。

本书主要介绍金刚石压腔高温高压实验的技术方法原理、实验装置和辅助设备的制作、研究方法及其在物理、化学、地球科学等领域中的应用研究实例。书中内容来自两方面:一是作者多年来从事金刚石压腔高温高压实验研究工作积累的经验和总结;二是来自经典著作和已经发表的最新文献资料。具体章节和内容包括:第1~4章分别介绍金刚石压腔高温高压实验装置、金刚石压腔的样品组装方法、金刚石压腔中压力的标定方法、金刚石压腔实现高温和低温的装置及其温度测量的技术方法;第5~7章分别介绍金刚石压腔高温高压原位观察和研究方法、高温高压原位拉曼光谱测量和研究方法、高温高压原位X射线衍射测量和研究方法;第8章是关于金刚石压腔高温高压实验的其他原位测量和研究方法简介;第9章和第10章分别介绍金刚石压腔高温高压实验新技术和不同研究领域的应用实例。

撰写本书的想法最初来自于不同学科领域的初学者和研究生常常询问有关金刚石压腔实验技术及辅助设备的制作和使用等方面的问题,例如,如何进行两个金刚石顶砧平行的调整?如何自制和焊接微型热电偶?如何自制简易电火花打孔机?如何将两种不同的液体样品装入金刚石压腔中等。因此,是他们促使作者努力完成本书的撰写工作,也是他们促使作者在撰写过程中力图详细介绍实验的技术细节等方面的内容,并尽量采用图件和照片形式进行说明,以便读者更容易理解和掌握金刚石压腔高温高压实验的技术和研究方法。总之,作者希望本书的出版对于从事金刚石压腔高温高压实验研究的人员有所帮助。

本书涉及的许多高温高压实验研究工作得到了国家自然科学基金(40873047, 10299040, 40173019)和973计划(2006CB403508)的资助。孙楠、段体玉、乔二伟、王淮、杨玉萍、王世霞、周兴志、田锋、王慧媛、付培歌、刘川江、袁学银、吴嘉、刘俊杰、郭宁、李瑞、李敏、王宇、张菲菲等参与了其中部分实验研究工作。张立飞教授组建的拉曼光谱实验室为进行金刚石压腔高温高压实验提供了原位测试条件。拉曼光谱测试实验中也得到了任景秋老师的大力帮助。同时,本书的撰写得到了谢鸿森教授、洪时明教授和杜建国教授的支持,也得到了科学出版社的支持,袁学银、刘川江等同学参与了书中一些图片和图表的制作等工作,杜治学、吴嘉为作者提供了不少资料,在此一并表示衷心的感谢。

最后还要感谢剑桥大学地球科学系的 Andy Shen 和乌普萨拉大学地球科学系的 Saxena S K, 作者开始从事金刚石压腔高温高压实验研究时曾经得到过他们的帮助。

由于作者水平有限, 书中难免存在不妥之处, 敬请读者批评指正。

目 录

前言

第 1 章 金刚石压腔高温高压实验装置	1
1.1 金刚石压腔的结构类型	1
1.1.1 金刚石顶砧砧面平行和对准的调整机构	1
1.1.2 金刚石压腔的类型	4
1.1.3 金刚石压腔的加压机构	10
1.2 金刚石顶砧及其实现高压的原理	16
1.2.1 金刚石顶砧的力学原理	16
1.2.2 金刚石顶砧的性质和几何形状	21
1.2.3 金刚石顶砧的质量要求	23
1.2.4 其他材料的顶砧	26
1.3 金刚石顶砧的装配和校准	32
1.3.1 金刚石顶砧的装配	32
1.3.2 金刚石压腔顶砧的对准和平行调整	33
1.4 垫片的理论及其参数选择	36
1.4.1 垫片的理论	36
1.4.2 垫片材料的选择	42
1.4.3 垫片打孔方法及其设备	43
1.5 金刚石压腔实验操作及其注意事项	47
参考文献	47
第 2 章 金刚石压腔的样品组装方法	51
2.1 金刚石压腔的垫片安装和调整	51
2.1.1 预压垫片的制作和安装方法	51
2.1.2 非预压垫片的安装	51
2.2 金刚石压腔的传压介质及其静水压性质	53
2.2.1 概述	53
2.2.2 确定体系静水压性质的压力梯度法	55
2.2.3 确定体系静水压性质的压标峰宽法	56
2.2.4 传压介质的选择	58
2.3 固体样品的装样方法	62
2.3.1 颗粒状样品的装样方法	62

2.3.2	粉末状样品的装样方法	62
2.4	液体样品的装样方法和体系的密度控制	63
2.4.1	液体样品的装样方法	63
2.4.2	金刚石压腔中液体样品体系的密度控制	64
2.5	气体样品的装样方法	65
2.5.1	低温装样法	66
2.5.2	气体高压液化装样方法	69
2.5.3	气体样品的其他装样方法	72
	参考文献	74
第3章	金刚石压腔中压力的标定方法	76
3.1	光谱法压力标定	77
3.1.1	荧光光谱压力标定方法	77
3.1.2	拉曼光谱压力标定方法	80
3.1.3	红外光谱压力标定方法	87
3.2	矿物相变法压力标定	89
3.3	状态方程法压力标定	91
3.3.1	根据物质的压力-体积关系的压力标定方法	91
3.3.2	根据物质的压力-温度关系的压力标定方法	94
3.4	提高压力测量精度的措施	95
3.4.1	压标的选择	96
3.4.2	数据采集方法	96
3.4.3	数据处理方法	96
3.4.4	仪器漂移的外标校正	97
	参考文献	98
第4章	高温和低温实验技术及其温度测量	102
4.1	金刚石压腔的激光加热技术	102
4.1.1	激光加热技术方法概述	102
4.1.2	激光加热装置	104
4.1.3	激光加热对金刚石顶砧的性质和传压介质的要求	107
4.1.4	激光加热样品的温度分布	108
4.1.5	压力测量及热压问题	111
4.2	激光加热的温度测量原理和方法	112
4.2.1	概述	112
4.2.2	辐射光谱的温度值提取方法	113
4.2.3	脉冲激光加热的温度测量	114
4.2.4	提高辐射光谱测温准确性的方法	114

4.3	激光加热时样品相变温度的确定方法和技巧	118
4.3.1	固体-固体相变	118
4.3.2	矿物-熔融相变	119
4.4	激光加热实验中需要注意的问题	122
4.4.1	激光加热装置的光学部件	122
4.4.2	激光加热的温度梯度问题	124
4.4.3	激光加热的温度稳定性控制	124
4.5	金刚石压腔的电阻加热技术	124
4.5.1	外加热方法	124
4.5.2	内加热方法	130
4.6	金刚石压腔外加热实验的温度测量方法	131
4.6.1	外加热实验的温度测量原理和装置	131
4.6.2	热电偶的种类	134
4.6.3	热电偶的制作	135
4.6.4	热电偶的安装	136
4.6.5	热电偶的温度标定和校正	137
4.6.6	热电偶的使用技巧及注意问题	138
4.7	其他温度测量方法	138
4.7.1	拉曼光谱的 Stokes 线-反 Stokes 线温度测量法	139
4.7.2	金刚石拉曼光谱温度测量法	140
4.7.3	红宝石荧光温度测量法	140
4.7.4	电炉功率-温度测量法	141
4.8	金刚石压腔的低温实验技术及其装置	142
4.8.1	制作金刚石压腔的材料	142
4.8.2	传压介质	144
4.8.3	低温高压实验装置	145
4.8.4	压力测量方法	149
	参考文献	150
第 5 章	金刚石压腔高温高压原位观察和研究方法	153
5.1	显微镜原理和观察装置	153
5.2	显微镜下原位观察的金刚石压腔装置	157
5.3	金刚石压腔实验的显微镜观察和研究方法	159
5.3.1	固体-固体相转变的观察和研究方法	159
5.3.2	固体-液体相转变的观察和研究方法	160
5.3.3	气体-液体相转变的观察和研究方法	161
5.3.4	二组分流体体系相转变的观察和研究方法	163

5.4	金刚石压腔中样品的显微镜下观察和信息提取方法	165
5.4.1	显微镜下观察确定金刚石压腔中的压力值	165
5.4.2	显微镜下确定金刚石压腔中样品体积的方法	165
5.4.3	显微镜下观察确定矿物在水溶液中的溶解度	168
5.4.4	显微镜下观察确定化学反应或相变动力学参数	170
	参考文献	170
第6章	高温高压原位拉曼光谱研究方法	172
6.1	拉曼光谱原理简介	172
6.2	拉曼散射光谱参数及其信息	173
6.3	金刚石压腔拉曼光谱测量的特点	176
6.4	金刚石压腔拉曼光谱原位测量技术	176
6.5	高温高压原位拉曼光谱信息提取的研究方法	178
6.5.1	化学键强度信息	178
6.5.2	高温高压下样品的化学反应或相变数量信息	179
6.5.3	样品的弹性信息	185
6.5.4	其他信息	185
6.6	提高拉曼光谱信噪比的途径	185
	参考文献	188
第7章	高温高压原位 X 射线衍射研究	189
7.1	X 射线衍射分析原理	189
7.1.1	X 射线衍射和布拉格定律	189
7.1.2	金刚石压腔中样品的 X 射线衍射测量方法和原理	189
7.2	金刚石压腔高温高压原位 X 射线分析实验装置	194
7.2.1	X 射线衍射分析实验装置	194
7.2.2	X 射线光源及其聚焦	197
7.3	金刚石压腔 X 射线衍射数据的信息和研究方法	201
7.3.1	高温高压下的相转变	201
7.3.2	物质状态方程及其弹性参数的研究方法	202
	参考文献	203
第8章	高温高压下物质的其他原位测量技术	204
8.1	金刚石压腔中样品的吸收光谱测量技术	204
8.1.1	金刚石压腔的红外吸收光谱测量技术和研究方法	204
8.1.2	金刚石压腔装置的紫外-可见光吸收光谱测量技术	206
8.2	金刚石压腔中元素含量的原位 X 射线荧光测量技术	209
8.3	高温高压下物质的电学性质测量技术	214
8.4	高温高压下物质的磁性测量技术	218

8.4.1	高压磁学性质测量的金刚石压腔装置	218
8.4.2	金刚石压腔中物质的原位核磁共振测量	223
8.4.3	金刚石压腔中样品的电子自旋共振测量技术	225
8.5	高温高压下物质的声学性质测量技术	228
8.5.1	布里渊散射法	228
8.5.2	脉冲受激光散射方法	231
8.6	高温高压下液态物质的黏度测量技术	234
8.6.1	滚球法黏度测量技术和原理	235
8.6.2	动态光散射法	237
8.7	高温高压下物质的热导率测量技术	241
8.7.1	半温时刻法	241
8.7.2	模型拟合法	243
8.8	金刚石压腔中物质的穆斯堡尔谱测量技术	250
	参考文献	252
第9章	金刚石压腔高温高压实验若干新技术	256
9.1	激光加热的中温测量技术	256
9.2	金刚石压腔激光加热的二维温度测量技术	258
9.3	金刚石压腔压力的精确控制装置	261
9.3.1	金刚石压腔压力的压电控制装置	261
9.3.2	金刚石压腔的电机驱动加压装置	263
9.4	金刚石压腔无垫片和非金属垫片实验技术	265
9.4.1	无垫片实验技术	265
9.4.2	非金属垫片技术	267
9.5	高压下物质的扩散迁移研究方法	268
9.6	金刚石压腔中样品密度的 X 射线吸收测量方法	271
	参考文献	275
第10章	金刚石压腔实验技术的应用实例	277
10.1	地核的温度及其物质组成	277
10.1.1	地核的温度	277
10.1.2	地核中的轻元素	279
10.2	地幔的不连续性质	281
10.3	硅酸盐熔体与水之间的不混溶	283
10.4	元素分配系数研究	288
10.4.1	金刚石压腔进行金属与硅酸盐熔体之间元素的分配实验研究	288
10.4.2	高温高压下 Br 在硅酸盐熔体与流体之间的分配实验研究	291
10.4.3	熔体组成对元素分配系数的影响	293

10.5	高温高压下物质的相变动力学研究	295
10.5.1	概述	295
10.5.2	相变动力学研究的数据处理方法	295
10.5.3	高温高压下熔体中流体出溶作用的动力学实验研究	295
10.6	高温高压下水的不连续性质	298
10.6.1	水在 200MPa 压力的振动光谱不连续	299
10.6.2	液态水在 600MPa 压力的不连续性	301
10.6.3	液态水在 2.1GPa 压力下的不连续性质	304
10.7	矿物形成压力的流体包裹体内压测量法	306
10.7.1	基本原理	306
10.7.2	流体包裹体内压测量方法及其应用	309
10.7.3	激光拉曼光谱测量流体包裹体形成温度和压力的实用性	310
10.8	金刚石压腔应用于有机物的分解及油气成因问题研究	310
10.8.1	高温高压下有机物分解的原位观察	311
10.8.2	高温高压下无机物生成有机物的原位观察	312
10.8.3	油气生成作用的高温高压原位实验研究	314
10.9	高压下的氢	316
10.10	高压超导物质研究	320
10.10.1	Li	321
10.10.2	Fe	323
10.10.3	S	324
10.11	金刚石压腔应用于发光材料的研究	324
10.12	金刚石压腔应用于晶体生长和新化合物的合成	327
10.12.1	晶体生长	327
10.12.2	GaN 的合成	329
10.13	金刚石压腔应用于高压生物研究	331
10.14	金刚石压腔应用于光化学反应研究	333
	参考文献	335
	附录	342

第 1 章 金刚石压腔高温高压实验装置

本章主要介绍以下涉及高温高压实验技术方面的内容：①金刚石压腔的类型、结构和产生高压的原理；②金刚石顶砧的力学原理、结构特点、要求及其替代材料；③垫片的理论、材料和打孔方法；④金刚石压腔的装配、调校方法以及使用中的注意事项。

1.1 金刚石压腔的结构类型

金刚石压腔装置有许多种结构类型，但均主要由三部分构成：金刚石顶砧、垫片和支撑导向装置。其中，金刚石顶砧和垫片两部分实际上是由 Bridgman 设计的碳化钨压腔装置发展而来的[图 1-1-1(a)]。Bridgman 压腔装置采用碳化钨顶砧和垫片曾经实现了 20GPa 的高压环境，后来由于金刚石压腔具有透明和能够透过 X 射线的性质而取代了 Bridgman 的碳化钨压腔装置。

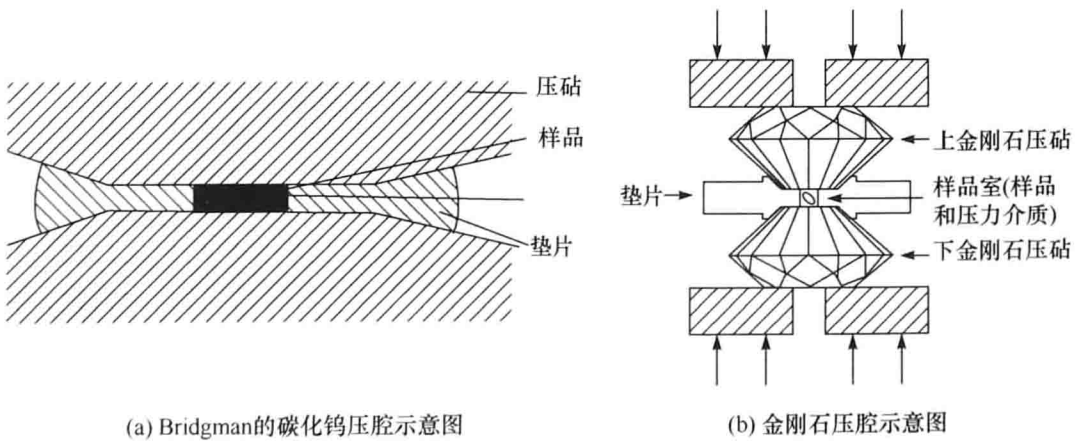


图 1-1-1 高压装置原理图(Eremets, 1996)

从结构上看，一个完整的金刚石压腔应至少具备以下功能或部件：①金刚石顶砧及其相互对准的调整机构；②支撑金刚石顶砧的滑动块体部件；③实验加力装置。

1.1.1 金刚石顶砧砧面平行和对准的调整机构

金刚石压腔中上下两个金刚石顶砧的砧面不仅需要相互对准，而且砧面之间必须达到高度平行。这种平行和对准可以通过支撑底座得以实现。目前，已经有

以下不同类型和结构的支撑底座(图 1-1-2):

(1) 上下均为平底圆柱式的底座。该类型的底座对金刚石顶砧的砧面、底座面及支撑块体的平行度有很高的要求,因此其加工的难度或费用也高很多。另外,实验中即使有灰尘或细小的样品粉末存在于顶砧和滑动块体接触面之间,也会大大影响金刚石顶砧之间的平行度,因此进行实验工作时特别需要保持金刚石压腔中各部分的清洁。

(2) 上部和下部金刚石顶砧分别为平底底座和球面底座。该类型的底座对金刚石顶砧平行的精度没有严格的要求,仅要求球面底座与支撑块体之间有好的吻合。设备加工较容易,两个金刚石顶砧之间的平行和对准调整也较容易。

(3) 上下金刚石顶砧均采用半圆柱式底座。该类型的底座对金刚石顶砧平行的精度没有严格要求,实验中易于进行金刚石顶砧的平行和对准调整。要求底座的柱面与支撑块体之间有好的吻合,但设备加工难度稍大。

(4) 楔形底座。该类型的底座与支撑块体的配合要求不高,不需要调整螺丝,顶砧之间的平行调整较容易。设备加工容易,对金刚石顶砧上下面的平行度要求不高。

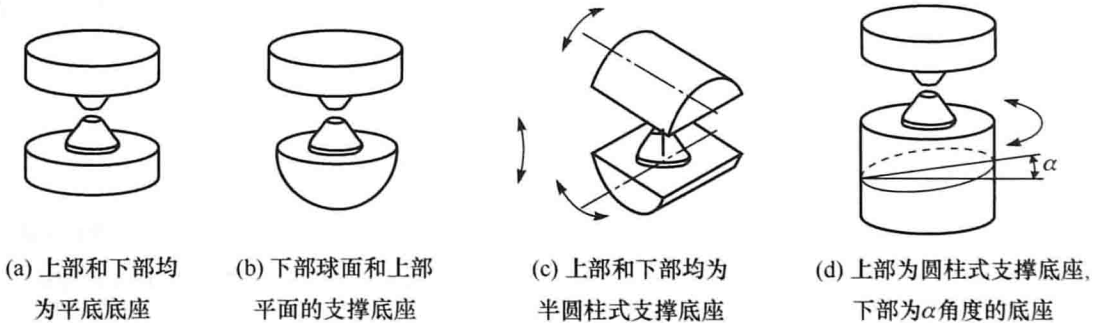


图 1-1-2 不同类型的金刚石顶砧支撑底座(Eremets,1996)

上述第(2)和第(3)两种方法的特点是调整原理很简单。不足之处是需要调整螺丝,因此其调整机构较占空间。楔形底座不需要调整螺丝,因此不另占空间,非常适合于微型金刚石压腔中金刚石顶砧的对准和平行调整。其平行调整的原理如下(图 1-1-3):首先设金刚石顶砧砧面有一个相对于底座面的角度 α ,又设金刚石顶砧的底座平面与垂直于活塞轴的平面之角度为 β 。用向量 N 代表金刚石顶砧的整个砧面的斜面,即 $\alpha-\beta$ 。若沿轴旋转顶砧和活塞,其向量 N 的轨迹可以描绘成一个圆锥。若沿着轴 A 旋转,活塞底座上的金刚石顶砧可描绘成另一个圆锥。所以沿着 A 轴和 B 轴旋转可以实现虚线以内任何方向的圆锥。设另一个顶砧砧面的倾角为 γ ,其向量为 R 。采用上述方法旋转顶砧的向量 N 一定可以与另一个顶砧的向量 R 相匹配(即通过旋转活塞轴使向量 N 到达 N'),由此可以达到调整两个顶砧之间的平行。该方法要求顶砧和底座的倾斜角度满足以下条件:

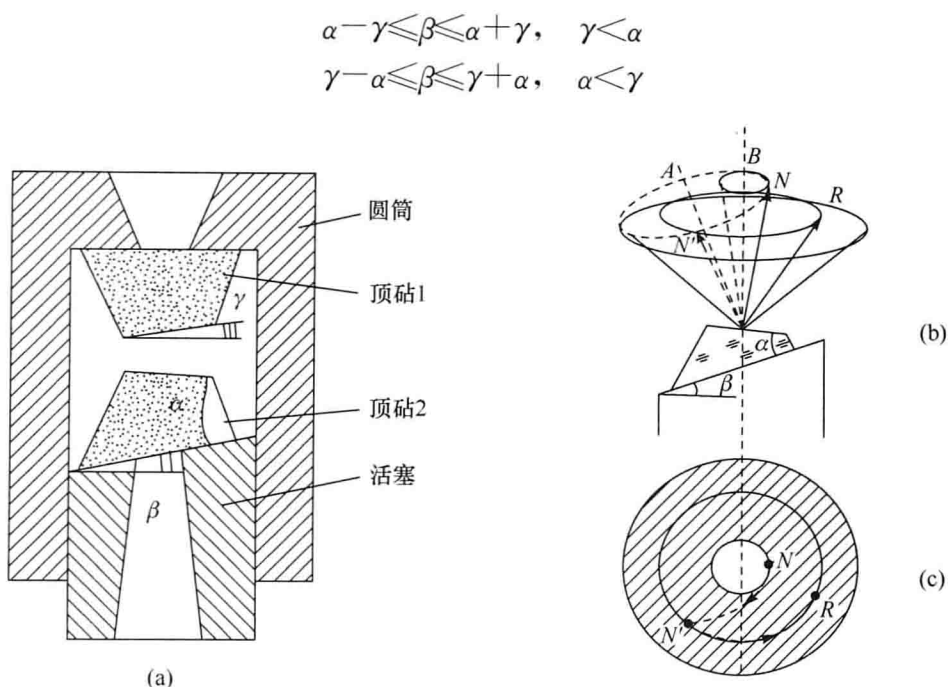


图 1-1-3 微型金刚石压腔的金刚石顶砧平行调整原理示意图(Eremets et al., 1992, 1996)
 α —顶砧 2 的砧面与底面的角度; β —底座与底面(垂直于挤压轴的平面)的角度; γ —顶砧 1 砧面的倾角

表 1-1-1 列出了四种类型支撑底座的对比。

表 1-1-1 不同类型金刚石顶砧的支撑底座对比

底座类型	特点	对金刚石顶砧的要求	实验操作
上下均为平底的圆柱底座	底座的上下平面和支撑块体整体必须高度平行; 加工难度大, 费用高	金刚石顶砧的砧面与底面必须高度平行	无须调整但要求避免灰尘
上部平底底座和下部球面底座	对底座平面和支撑块体的精度没有严格要求; 相对易加工, 费用低	对金刚石顶砧上下的平行度没有严格要求	较易实现平行调整
上下均为半圆柱式底座	底座与支撑块体之间需要较好的配合; 不易加工, 费用中等	对金刚石顶砧上下的平行度没有严格要求	较易实现平行调整
楔形底座	底座与支撑块体的配合要求不高; 相对易加工, 费用较低	对金刚石顶砧上下的平行度没有严格要求	较易实现平行调整

用于金刚石顶砧的支撑底座要求有高的硬度, 否则不仅达不到需要的压力, 而且会使底座面产生张应力而损坏金刚石顶砧。支撑底座可以采用不锈钢、铍金属

或碳化钨(WC)等材料制作,也有研究者采用蓝宝石等非金属材料制作底座。采用铍金属作为底座的优点是它对 X 射线($\lambda \leq 0.7 \text{ \AA}$)的吸收非常小,有利于进行高压下样品的 X 射线衍射分析。

底座有以下三种结构或安装方式(图 1-1-4):①完全平面式;②带保护箍式;③镶嵌式。其中,完全平面式的底座在进行金刚石顶砧的组装和拆卸时较方便;带保护箍式和镶嵌式的底座进行拆卸和清理较麻烦,后者还要求有很高的加工精度。它们的优点是具有保护金刚石顶砧的作用,可以明显提高金刚石压腔实验的最高压力。

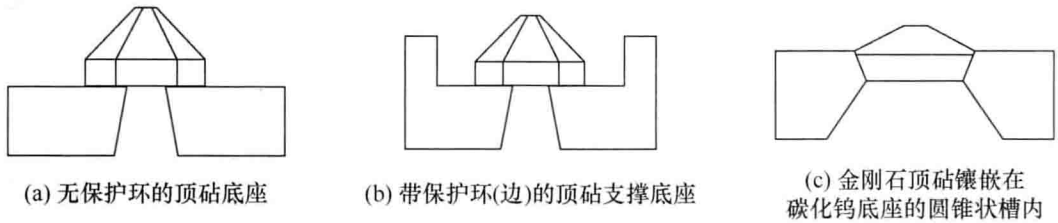


图 1-1-4 支撑底座的结构类型(Boehler et al., 2004)

支撑底座的表面难免存在着一定程度的缺陷或不平整,对于较低压力的实验,可以将金刚石顶砧直接置于支撑底座上并用高温胶进行黏合。但是对于极高压力的实验,底座表面的杂质和不平整会产生极大的应力,易造成金刚石顶砧的破裂,因此需要在金刚石顶砧与底座之间垫一层 $20 \mu\text{m}$ 厚的金属箔。常用的金属箔有铍箔、铝箔、钽箔和钢箔等。

1.1.2 金刚石压腔的类型

按滑动块体结构的不同可以将金刚石压腔分为两类:活塞-圆筒式金刚石压腔和导向柱式金刚石压腔。无论是活塞-圆筒式还是导向柱式,它们的作用都是保证两个金刚石顶砧只在顶方向发生位移而不会在其他方向晃动,不同的是其位移的滑动支撑块体存在着差异。即前者通过活塞和圆筒之间发生相对移动,后者通过导向柱使支撑块体发生相对移动。在滑动支撑块体中有调整和固定金刚石底座的顶丝、样品观察孔和进行调整用的辅助观察孔。

1. 活塞-圆筒式金刚石压腔

活塞-圆筒式金刚石压腔由活塞、圆筒、碳化钨底座、金刚石顶砧和施加压力的支撑块体(活塞和圆筒)等部件构成。其中,活塞和圆筒的直径一般为 $20 \sim 30 \text{ mm}$,所用的材料应能够承受 1000 kg 的力。该作用力在活塞上的压应力约为 20 MPa ,大约可以使活塞的直径增加 $1 \mu\text{m}$ 。因此活塞和圆筒的设计和制作非常关键。它不仅要求活塞在圆筒中不晃动,还要求在加载时活塞和圆筒的直径增减不会阻碍活塞与圆筒之间的滑动。一般有如下要求:①活塞与圆筒之间的直径必须能够精