

УДК 539.9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ТОЛЩИНЫ ПРОКЛАДКИ В КАМЕРЕ ВЫСОКОГО ДАВЛЕНИЯ С АЛМАЗНЫМИ НАКОВАЛЬНЯМИ

© 2012 г. Л. Н. Джавадов, Ф. С. Елькин

*Институт физики высоких давлений им. Л.Ф. Верещагина РАН
Россия, 142190, Троицк Московской обл., Калужское ш., стр. 14*

E-mail: feodor@hppi.troitsk.ru

Поступила в редакцию 21.04.2011 г.

Описан метод определения толщины прокладки в камере высокого давления с алмазными наковальнями, основанный на измерении взаимного расположения наковален. Толщина прокладки определяется по расстоянию между метками – виртуальными точками, “привязанными” к боковым поверхностям наковален. Расстояние между метками определяется цифровой обработкой микрофотографий. Погрешность измерения толщины прокладки без учета деформации наковален ~1 мкм. Приведены результаты измерения толщины прокладки, площади отверстия и оптической длины между рабочими плоскостями наковален для ячейки, заполненной гелием. Рассчитанные по этим данным барические зависимости показателя преломления и объема гелия при сжатии до 16 ГПа удовлетворительно согласуются с литературными данными.

Измерение толщины прокладки, сжимаемой между наковальнями, необходимо как при подготовке отпечатка заданной толщины, так и в ходе эксперимента. Знание толщины прокладки также позволяет оценить объем рабочей области, если измерить площадь отверстия в прокладке.

Задачу по определению толщины прокладки можно разделить на две части: определение расстояния между двумя точками, “привязанными” к наковальням, и оценка деформации наковален. В работе [1] толщина прокладки определялась по интерференции света между рабочими поверхностями наковален и известному значению показателя преломления среды. В этом случае исследуемое вещество должно быть прозрачным, что накладывает определенные ограничения на использование данного метода. В первом приближении метод не требует учета деформации наковален. В работе [2] описан способ определения толщины прокладки, зажатой между алмазными наковальнями, по измеренному с помощью микроскопа расстоянию между двумя метками. Метки – тонкие проволоочки, приклеенные к боковым поверхностям алмазов. Область наковальни, деформацию которой необходимо оценить, составляет часть наковальни вблизи рабочей поверхности. В работе [3] толщина прокладки определяется непосредственным измерением расстояния между опорными поверхностями наковален с помощью специального микрометра. В этом случае необходимо учитывать деформацию всей наковальни.

В данной работе описывается способ измерения толщины прокладки, в котором вместо трудоемких операций и специальных инструментов

используется подготовленная нами программа цифровой обработки изображения наковален. С помощью микроскопа, оснащенного цифровой фотокамерой, необходимо подготовить два снимка наковален. Первый (калибровочный) – это снимок наковален без прокладки, рабочие поверхности наковален соприкасаются (толщина прокладки равна нулю) или между ними остается зазор, величину которого легко определить по микрофотографии. Вторым снимком – наковальни с зажатой между ними прокладкой. Цифровая обработка этих двух снимков позволяет оценить толщину прокладки.

На рис. 1 изображена камера с прокладкой, зажатой между двумя алмазными наковальнями. В центре прокладки имеется сквозное отверстие, заполненное гелием, в котором размещен кристаллик рубина. Давление измеряли по сдвигу линии R_1 флуоресценции рубина. В данном случае при 16 ГПа толщина прокладки составила ~31 мкм. Исходная толщина прокладки (до обдавливания) 220 мкм. Участок наковальни, деформацию которого необходимо учесть, ограничен областью вблизи рабочей поверхности. Обычно вследствие деформации прокладка заслоняет одну из наковален. Этот осложняющий фактор легко свести к минимуму, если изготовить прокладку в виде полоски с ребрами жесткости (рис. 2).

В процессе подготовки снимков при расположении камеры на предметном столе микроскопа необходимо выполнение двух условий, которые обеспечат воспроизводимость измерений. Первое условие – ось камеры должна быть перпендикулярна оси объектива микроскопа. Второе – при

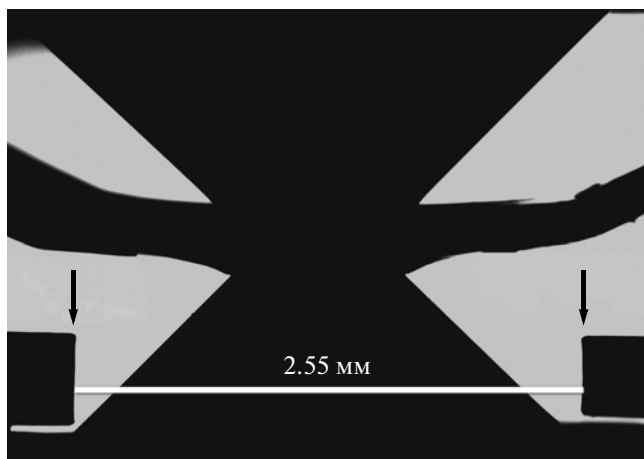


Рис. 1. Микрофотография наковален с зажатой между ними прокладкой. Давление 16 ГПа. Разрешение изображения 1.45 мкм/пиксел. Стрелками обозначены две шторки, известное расстояние между которыми позволяет определить разрешение изображения.

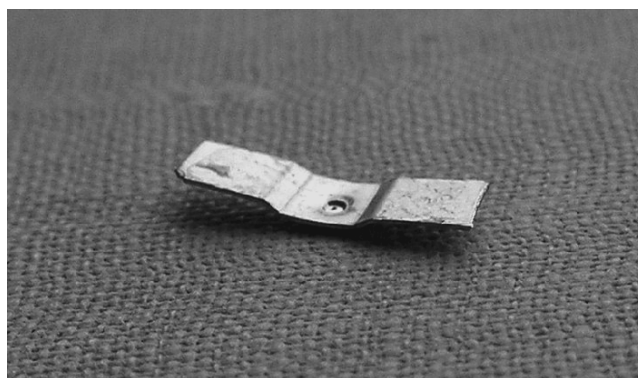


Рис. 2. Прокладка в виде полоски с ребрами жесткости.

вращении камеры вокруг своей оси необходимо добиться того, чтобы изображение контуров боковых поверхностей наковален было достаточно резким, и эту выбранную ориентацию необходимо сохранять неизменной. Второе требование обусловлено тем, что боковые поверхности наковален имеют огранку. Этим требованиям легко удовлетворить, если подготовить соответствующую подставку для камеры, в которой камера фиксировалась бы в одной и той же позиции.

Графическая обработка цифровых снимков, подготовленных в формате bitmar, позволяет оценить взаимное расположение наковален сканированием изображения и последующим анализом яркости точек как функции координат. Алгоритм программы обработки картинки следующий (рис. 3):

1) определяются уравнения линий боковых ребер наковален L_1-L_4 в виде $y = a + bx$; видимая область наковален при выбранном увеличении (рис. 1) позволяет отобразить для каждого уравнения более 300 точек при сканировании по x или по y ;

2) определяются уравнение оси камеры и уравнение линии L_5 , перпендикулярной оси;

3) подгонкой параметра a уравнения L_5 находятся два значения, при которых расстояния между точками a_1-a_2 и между точками b_1-b_2 равны заданному значению (d_0), точнее, с учетом деформации наковальни:

$$d_0 \left(1 + \sigma \frac{Pd_1^2}{Ed_0^2} \right),$$

где σ – коэффициент Пуассона; E – модуль Юнга; P – нормальная компонента напряжения на рабочей поверхности наковальни;

4) по уравнениям L_5^a (верхняя наковальня), L_5^b (нижняя наковальня) и оси камеры определяются координаты виртуальных меток – точек g_a и g_b .

По расстоянию H между этими точками можно рассчитать толщину прокладки:

$$T_g = H_g - H_0 + 2\delta,$$

где H_g и H_0 – результат обработки картинки с прокладкой и без нее, а δ – поправка, обусловленная деформацией наковальни на участке h :

$$\delta = h \frac{Pd_1}{Ed_0}.$$

Погрешность определения расстояния между виртуальными точками не более 1 мкм. Эта погрешность оценена по результатам обработки серии снимков при неизменной толщине проклад-

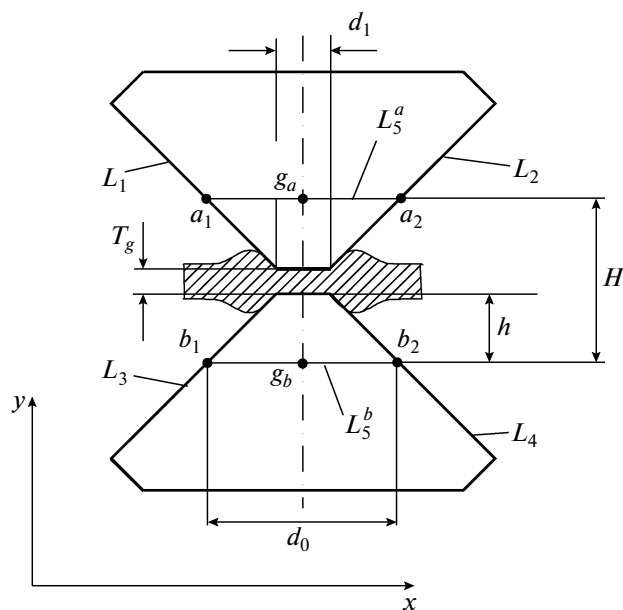


Рис. 3. Графическая обработка микрофотографии алмазной камеры.

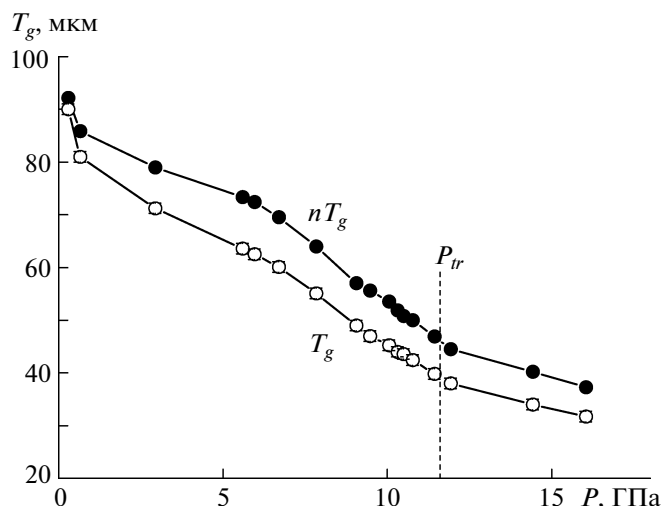


Рис. 4. Толщина прокладки T_g и оптическая длина nT_g между рабочими поверхностями наковален в зависимости от давления. Ячейка заполнена гелием; n – показатель преломления гелия; $P_{tr} = 11.6$ ГПа – давление затвердевания гелия при комнатной температуре [6].

ки. Каждая микрофотография серии была сделана после переустановки камеры на подставке и смещении изображения наковален в визуальном поле микроскопа.

Диаметр рабочей площадки использованных наковален $d_1 = 580$ мкм. Значение параметра $d_0 = 1400$ мкм. Участок наковальни, деформацию которого необходимо учесть в этом случае: $h = 410$ мкм. Оценка этой поправки выполнена при следующих допущениях: нормальная компонента напряжения (P) на рабочей поверхности наковальни одна и та же на всей рабочей поверхности наковальни, модуль Юнга и коэффициент Пуассона не зависят от давления. Используемые в расчетах значения коэффициента Пуассона и модуля Юнга: $\sigma = 0.2$ [4], $E = 1050$ ГПа [5]. Согласно приведенным формулам деформация наковальни на участке h для выбранных значений d_1 и d_0 составляет $\delta = 2.6$ мкм при давлении 16 ГПа.

При подготовке прокладки заданной толщины вводить поправки на деформацию наковален нет необходимости, поскольку усилие можно сбросить и провести измерение без разборки камеры.

На рис. 4 приведены результаты измерения толщины прокладки (хромоникелевая сталь 12ХН9). Сжимаемая среда – гелий. Давление определяли по сдвигу линии R_1 флуоресценции рубина.

Для контроля толщины прокладки были выполнены также измерения оптической длины L между рабочими поверхностями наковален, регистрируя интерференцию в видимой области спектра [1]. В этом случае оптическую длину можно записать следующим образом:

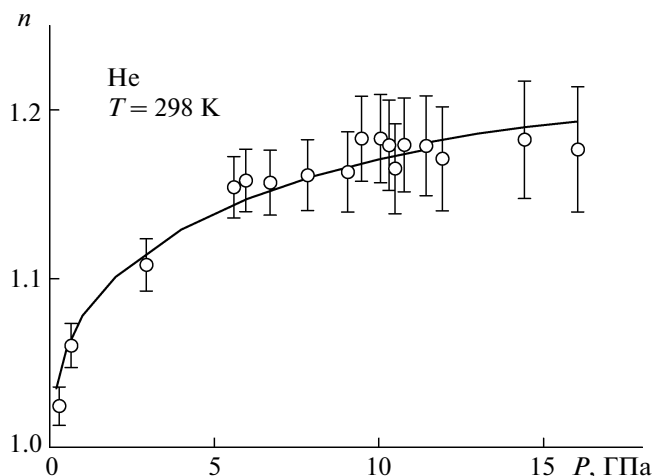


Рис. 5. Барическая зависимость показателя преломления гелия, определенная как отношение оптической длины (интерференция света между рабочими поверхностями наковален) к толщине прокладки; сплошная линия – данные из [6].

$$L = nT_g = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{\lambda_i} - \frac{1}{\lambda_{i+1}} \right)^{-1},$$

где T_g – расстояние между рабочими поверхностями наковален (толщина прокладки); n – показатель преломления среды (гелий); λ_i и λ_{i+1} – длины волн соседних максимумов интерференционной картинке, т.е. по известной толщине прокладки T_g (результат графической обработки микрофотографии) и измеренным значениям λ_i и λ_{i+1} можно рассчитать показатель преломления $n = L/T_g$.

На рис. 5 приведены результаты измерения показателя преломления гелия n при сжатии. Погрешность оценки показателя преломления в этом случае определяется в основном погрешностью определения толщины прокладки (± 1 мкм). Как видно из рис. 5, измеренные значения показателя преломления с учетом погрешности удовлетворительно согласуются с литературными данными [6].

На рис. 6 представлены результаты измерения площади отверстия. Площадь отверстия определялась по трем микрофотографиям: в отраженном свете с обеих сторон камеры и “на просвет”. Для расчетов использовано среднее значение между оценкой снизу (“на просвет”) и сверху (как среднее значение по двум микрофотографиям, сделанным с обеих сторон камеры). Погрешность измерения площади оценена в 3–4% в начальном диапазоне давлений. С ростом давления эта погрешность увеличивается вследствие изменения геометрии рабочей зоны, заполненной исследуемым веществом.

На рис. 7 представлен расчет объема гелия в рабочей области ($V = T_g S$) как функции давления.

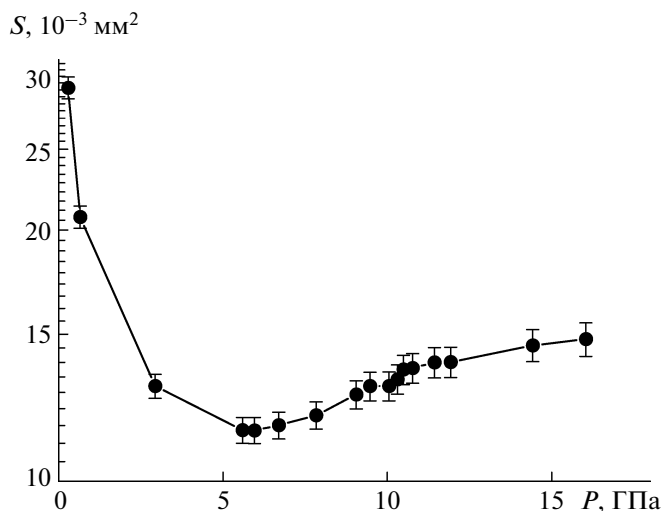


Рис. 6. Площадь отверстия, заполненного гелием, в зависимости от давления.

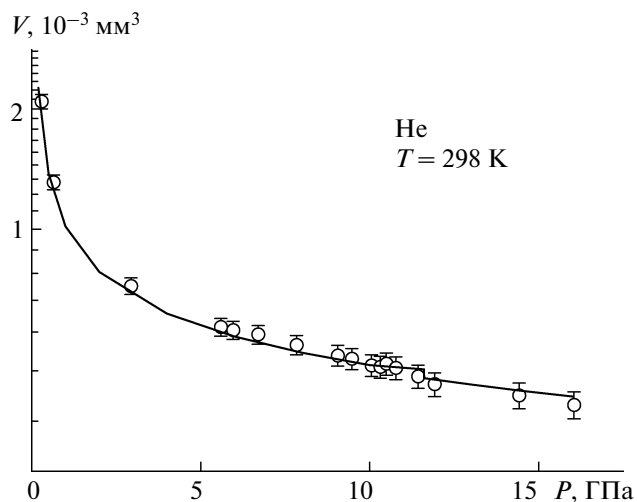


Рис. 7. Барическая зависимость объема гелия; сплошная линия – данные из [6].

В работе [6] приведена барическая зависимость удельного объема гелия до 16 ГПа, измеренная оптическим методом по интерференции света между рабочими поверхностями наковален алмазной камеры. Масштабный множитель k , необходимый для приведения данных [6] к массе гелия в нашем эксперименте, определен минимизацией выражения

$$S = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N [kV^*(P_i) - V(P_i)]^2,$$

где $V(P_i)$ – измеренные значения объема гелия при давлениях P_i ; $V^*(P_i)$ – удельный объем гелия при тех же давлениях согласно [6].

Погрешность измерения объема по результатам цифровой обработки микрофотографий сравнительно большая, ~5%, и может представить инте-

рес только для сильно сжимаемых веществ (жидкостей) в умеренном диапазоне давлений.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Van Straaten J., Silvera I.F.* // Phys. Rev. B. 1988. V. 37. № 4. P. 1989.
2. *Тимофеев Ю.А., Утюж А.Н.* // ПТЭ. 2003. Т. 46. № 5. С. 152.
3. *Li M., Gao C., Peng G.* // Rev. Sci. Instrum. 2007. V. 78. P. 75106.
4. *Properties of Diamond* / Ed. by J.E. Field. London: Acad. Press, 1979. P. 674.
5. *Grimsditch M.N., Ramdas A.K.* // Phys. Rev. B. 1975. V. 11. № 8. P. 3139.
6. *Dewaele A., Eggert J.H., Loubeyre P., Le Toullec R.* // Phys. Rev. B. 2003. V. 67. P. 094112.