

АЛМАЗЫ НА СЛУЖБЕ У НАУКИ

Алмазы – не только лучшие друзья девушек, но и основа уникального оборудования для изучения Земных процессов. В Институте экспериментальной минералогии РАН под руководством директора д.г.-м.н. Ю.Б. Шаповалова и ведущих научных сотрудников ИЭМ РАН и ИФТТ РАН д.х.н. Е.Г. Осадчего, д.х.н. Ю.А. Литвина, к.ф.-м.н. К.П. Мелетова ведутся работы по созданию современной комплексной установки на базе аппаратов высокого давления с алмазными наковальнями для исследований *in situ* глубинного вещества Земли и других планет в условиях одновременного воздействия высоких температур и давлений. *In situ* – означает, что мы можем наблюдать за процессами непосредственно в ходе эксперимента. Максимальные для мантии Земли *PT*-условия оцениваются как близкие к 140 ГПа (около 3000 км) и 2600°C на границе мантия-ядро. Можно догадаться, что такие параметры в лабораторных условиях можно получить используя уникальное оборудование. Таким оборудованием являются аппараты с алмазными наковальнями DAC (diamond anvil cell) и лазерным нагревом LH (laser heating).

Аппараты с алмазными наковальнями и принцип работы на них были разработаны в 1959 г. Однако работы последних десятилетий с алмазными наковальнями привели к прорыву научной сферы исследований при высоких статических давлениях. Развитие методов *in situ* лазерного нагрева и создание техники DAC-LH ($P > 150$ GPa, $T > 2500^\circ\text{C}$, достигнуты температуры порядка 6000°C) радикально расширило возможности экспериментального изучения глубинного планетарного вещества при экстремальных параметрах и привело к появлению мировой сети геофизических, минералогических, петрологических и геохимических лабораторий, использующих эти методы.

Научная проблематика в области наук о веществе Земли и планет приобрела «глубинную» направленность, имеет явно выраженный междисциплинарный и международный характер, объединяя задачи геодинамики, сейсмологии, геохимии, петрологии, минералогии, и ее успешное решение напрямую связано с возможностью проведения систематических исследований глубинного вещества с использованием современных комплексных установок на базе аппаратов DAC-LH. В настоящее время во многих лабораториях развитых стран используются аппараты DAC-LH, которые сочетаемы с синхротронными рентгеновскими источниками, получает развитие использование нейтронной дифракции. Для России как ведущей геологической и космической державы данное фундаментальное направление экспериментальных исследований вещества глубинных оболочек Земли и планет с использованием аппаратов с алмазными наковальнями и лазерным нагревом, несомненно, имеет приоритетное значение.

Созданию в ИЭМ РАН комплексной установки с алмазными наковальнями и лазерным нагревом в современном варианте способствовали целевые Программы ОНЗ и Президиума РАН по исследованиям вещества Земли и планет в экстремальных условиях.

К работе на этой уникальной установке «подключены» и молодые кадры института.

Развитие в России современного экспериментального комплекса высоких давлений и температур предъявляет повышенные требования к квалификации экспериментаторов, работающих и приходящих в область минералогии, петрологии и геохимии глубинных зон Земли и планет, создает новые

возможности для плодотворного международного сотрудничества и вхождения в новые международные проекты, что, несомненно, будет оказывать позитивное влияние на повышение научного и технико-методического уровня экспериментальных исследований важнейших геологических и планетологических проблем.

СИСТЕМА ЛАЗЕРНОГО НАГРЕВА НА ОСНОВЕ UniHead (Precitec KG, ГЕРМАНИЯ) ДЛЯ АППАРАТОВ С АЛМАЗНЫМИ НАКОВАЛЬНЯМИ

Аппараты с алмазными наковальнями (diamond anvil cell DAC), разработанные еще в конце 1950-х гг., представляют собой уникальное экспериментальное оборудование для исследований вещества при высоких давлениях совместно методами инфракрасной, рамановской и Мёссбауэровской спектроскопии, рентгеновской дифракции и др. (Eremets, 1996). В течение последних нескольких десятилетий аппараты с алмазными наковальнями стали самыми успешными среди других устройств различного типа для создания в лабораторных условиях высоких давлений в диапазоне до 300 ГПа (Duffy, 2005; Dubrovinsky et al., 2007; Dewaele et al., 2007). Тем не менее, есть еще ряд проблем, связанных с созданием высоких температур в DAC. Существуют два основных метода нагрева в DAC: 1) внешний нагрев электрическим нагревательным элементом и 2) внутренний нагрев с помощью лазера (Eremets, 1996; Dubrovinskaia and Dubrovinsky, 2005). Внешний нагрев электрическим нагревательным элементом является очень эффективным при температуре ниже 1000 К, в то время как лазерный нагрев весьма востребован для создания более высоких температур. Метод лазерного нагрева в DAC охватывает широкое РТ поле: давление до 200 ГПа и выше, температура в интервале 1300-5000 К. Пробоподготовка для экспериментов с лазерным нагревом относительно проста. Кроме того, при лазерном нагреве риск повреждения алмазных наковален практически минимален.

В настоящее время существует множество систем для лазерного нагрева образца в DAC в лабораториях, ориентированных на геологические, материаловедческие и физико-химические исследования. Существует ряд примеров успешного применения системы лазерного нагрева при использовании синхротронного излучения, в том числе специализированные beamlines в третьем поколении синхротронов: Европейский фонд синхротронного излучения (ESRF), Advanced Photon Source (APS) и SPring-8 (Shen et al., 2001; Hirose, 2006; Schultz et al., 2005; Prakapenka et al., 2008).

Система лазерного нагрева

Система лазерного нагрева, которая внедряется и будет использоваться в Институте экспериментальной минералогии РАН, состоит из двух основных компонентов: источника лазерного излучения и универсальной лазерной головки (UniHead) (Рис. 1 и 2).

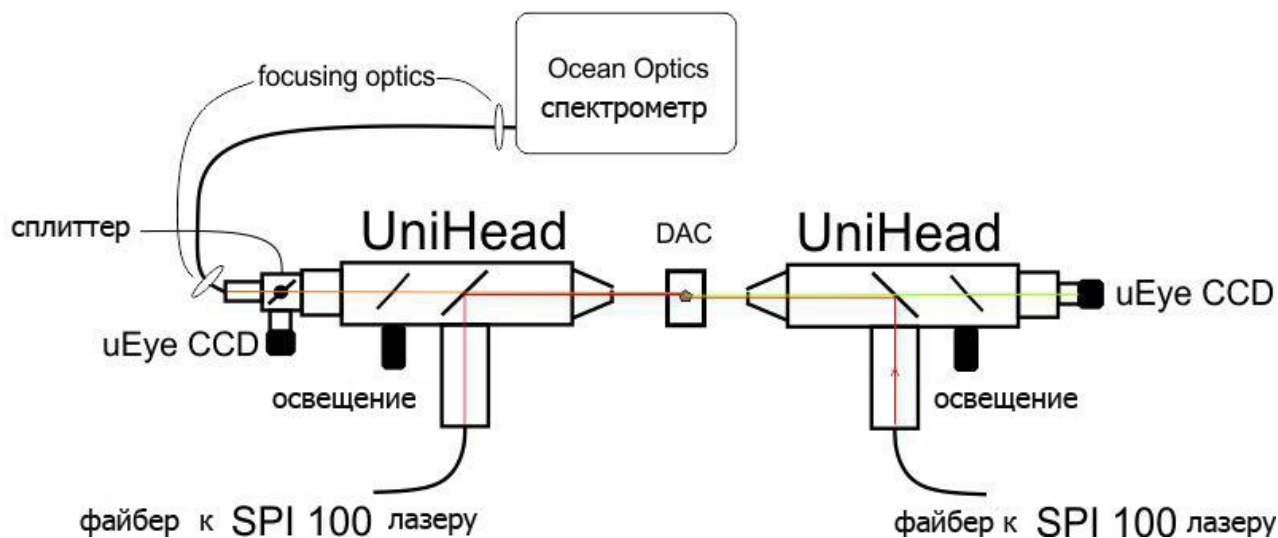


Рис. 1. Схема системы лазерного нагрева (UniHead) в аппарате с алмазными наковальнями

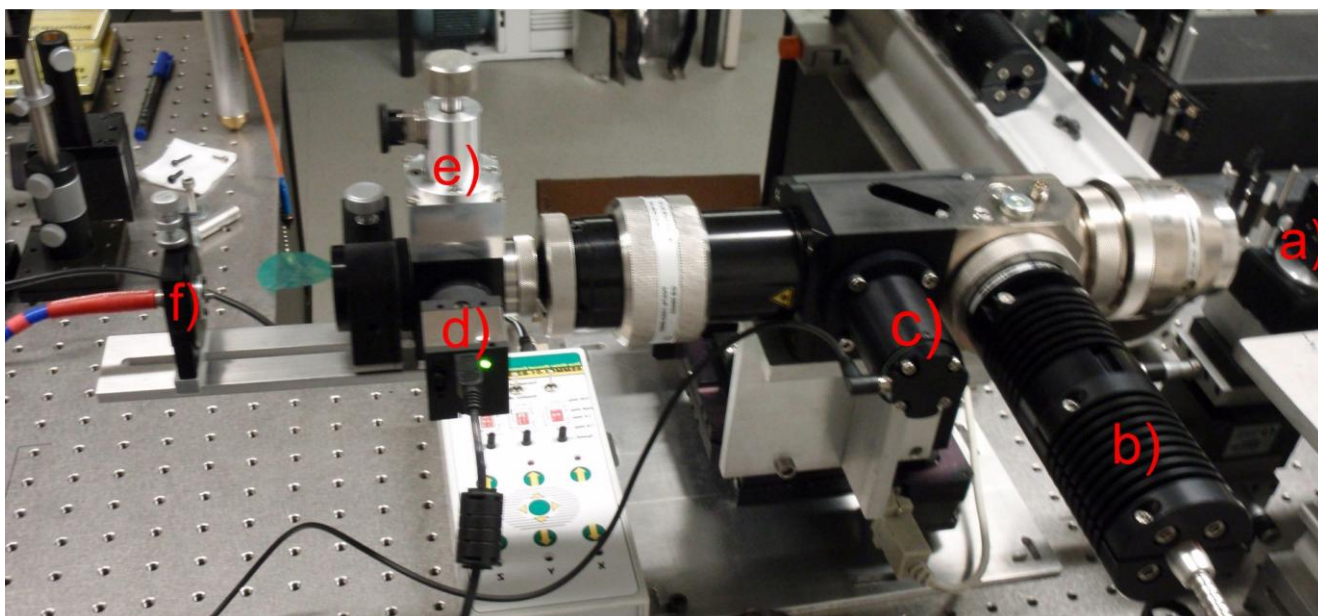


Рис. 2. Фотография системы лазерного нагрева (UniHead), соответствующей левой части схемы на рис.1:

- a* – место расположения аппарата с алмазными наковальнями,
- b*- соединение с лазером SPI100,
- c* – освещение для CCD камеры,
- d* - цифровая камера GigE uEye для *in situ* наблюдения за образцом во время эксперимента,
- e* – подвижный сплиттер,
- f*– кабель к спектрометру для измерения температуры (Ocean Optics Inc.)

В качестве источника лазерного излучения применяется волоконный лазер фирмы SPI Lasers (Великобритания) 50 Вт, длина волны возбуждения 1064 нм. В качестве лазерной головки UniHead используется лазерная головка FCS производства Precitec KG (Германия).

Первоначально FCS (fine cutting system) была разработана Precitec KG для трехмерной резки и применялась в медицине, точной механике и часовой индустрии. Она может работать при максимальной мощности лазера 500 Вт и длин волн 1030-1090 нм (лазер Nd:YAG и волоконно-оптические лазеры). Функции UniHead в системе лазерного нагрева состоят в подведении лазерного

излучения к образцу в DAC, обеспечении освещения образца для наблюдения в ходе эксперимента, а также доступности оптических и спектроскопических измерений.

Для фокусировки лазерного излучения с длиной волны 1064 нм в UniHead используются зеркала, которые также выступают в качестве светоделителя в диапазоне длин волн 400-900 нм, и набор линз. Положения зеркал и линз могут быть скорректированы в целях достижения оптимальной (круговой) формы пучка и его центровки по отношению к оптической оси прибора. Диаметр лазерного луча 3 мм для SPI100, распределение интенсивности имеет Гауссову форму с полушириной на полувысоте 30 микрон, а глубина фокуса 10 микрон.

Для наблюдения образца в аппарате с алмазными наковальнями в процессе лазерного нагрева используется цифровая камера с высоким разрешением GigE uEye (SUXGA, 2048x1536). Программное обеспечение камеры позволяет увеличить часть наблюдаемой области, что очень удобно для калибровки системы.

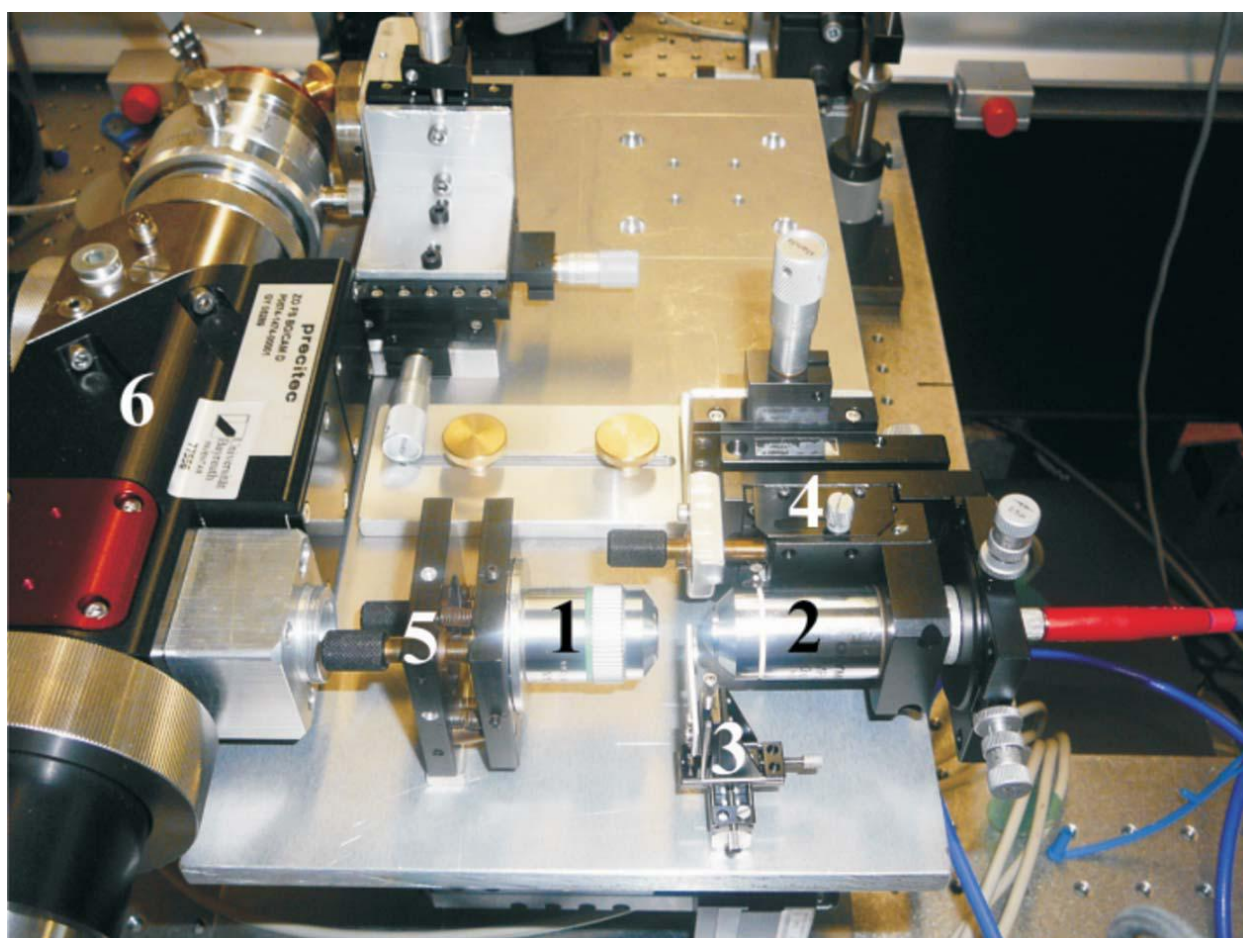


Рис. 3. Фотография модуля для спектроскопических измерений, соединенного с UniHead (6): 1 и 2 - 50x объективы, установленные на двух- (5) и трехпозиционных (4) платформах, 3- диафрагма малого сечения.

Модуль для спектроскопических измерений включает в себя два 50x объектива разделенных диафрагмой малого сечения конфокальной конфигурации (рис. 3). Диафрагма диаметром 50 микрон уменьшается в зоне наблюдения до диаметра около 5 микрон, что в несколько раз меньше размера пятна лазерного пучка. Один из объективов установлен на трехпозиционной платформе и совмещен с оптическим фибером. Второй объектив установлен на небольшой двухпозиционной платформе, чтобы

обеспечить возможность выравнивания и совмещения. Один конец оптического блока (Ocean Optics) совмещен с небольшим твердотельным лазером 100 mW, 532 nm, а другой со спектрометром QE65000 Ocean Optics, который в основном используется для измерения теплового излучения, испускаемого образцом во время лазерного нагрева. Он может быть использован для измерения спектров флуоресценции рубина, а также для спектроскопии комбинационного рассеяния света в образце при лазерном нагреве.

Подготовка для экспериментов с лазерным нагревом в DAC

Основная функция аппарата DAC – прижимание двух алмазных наковален с достаточным усилием (порядка 3-20 кН) при сохранении идеального взаимного расположения, в особенности параллельности наковален. Алмазные наковальни, как правило, это алмазы с классической бриллиантовой огранкой и плоской калеттой. Калетта – грань, завершающая конически сходящуюся нижнюю часть бриллианта. Калетта является рабочей поверхностью. Диаметр калетты обычно варьирует в пределах от 1 мм до 60 мкм. Форма калетты может быть от 8-до 64-х угольной в зависимости от способа огранки бриллианта. Обычно используются алмазы с так называемой «простой» огранкой с 8-ми угольной калеттой. Основная часть устройства – это металлическая прокладка с маленьким отверстием для образца, сжимаемая между двумя алмазными наковальнями. В качестве материала для металлической прокладки могут быть использованы сталь, рений или другие сплавы и металлы в зависимости от задач и условий эксперимента.

Диаметр отверстия в металлической прокладке зависит от размера калетты. Для рабочей поверхности диаметром 400-300 микрон отверстие может достигать от 150 до 200 микрон, а для 250 микрон – 80-100 микрон. Высота предварительно «обдавленной» наковальнями прокладки зависит от планируемого давления во время эксперимента. Так, например, при работе с давлением 40-60 ГПа высота составляет 30-40 микрон.

Экспериментальный образец помещается в подготовленное отверстие в металлической прокладке, причем образец должен поглощать лазерное излучение и быть термически изолированным от алмазной наковальни. Для этого часто используют «слоистый» образец, при этом между двумя изолирующими слоями помещают среду, способную поглощать лазерное излучение. Так например, при изучении стабильности Са-карбоната при параметрах 10-80 ГПа и нагреве до 4000 К экспериментальный образец представлял собой два слоя порошка СаСО₃, между которыми был размещен тонкий слой платинового порошка. Послойное расположение карбоната обеспечивает наблюдение за ним в опыте (изображение сильно сжатого вещества сквозь прозрачные алмазные наковальни выводится на экран монитора), а высокая температура генерируется в платине лазерным пучком, который свободно проходит к ней сквозь слой карбоната.

Для того, чтобы получить гидростатические условия в камере с алмазными наковальнями, используют среду для передачи давления. Эта среда заполняет отверстие в прокладке, занимая

пространство вокруг образца. В качестве этой среды могут быть использованы смесь этанола, метанола и воды или чистый гелий. Эти вещества остаются в жидком или флюидном состоянии до давления не более 11-12 ГПа при комнатной температуре. Наиболее простой в использовании является смесь этанола, метанола и воды в пропорции 16:3:1, т.к. эта смесь является жидкой при нормальных условиях. Недостатком спиртовой смеси является, то что при нагреве она может распадаться или реагировать с образцом или материалом прокладки. При более высоких давлениях в качестве среды, передающей давление, хорошо зарекомендовали себя газы – гелий или неон. Эксперименты с гелием или неоном часто называют «квазигидростатическими», так как неоднородности напряженного состояния («стрессы») в камере незначительны по сравнению с однородным распределением гидростатического давления до уровня около 30 ГПа. Недостатком использования газов является необходимость специального сложного оборудования для зарядки аппарата.

Наиболее распространенным методом определения давления в аппарате с алмазными наковальнями является использование шкалы на основе сдвига линии флюоресценции рубина. Рубин, легированный хромом, имеет две очень сильные линии флюоресценции (R_1 и R_2). При увеличении давления линии флюоресценции смещаются в сторону больших длин волн. В гидростатических условиях линии рубина остаются узкими и хорошо различимыми. Датчик давления-рубин помещается в камеру в виде небольшого количества порошка, осколка кристалла или сферы (освоено массовое производство сферических гранул рубина размером 1-5 мкм). Классическая шкала рубина была построена Мао с соавторами (Mao et al., 1986) и позже была уточнена с использованием первичной шкалы давления MgO (Zha et al., 2000).

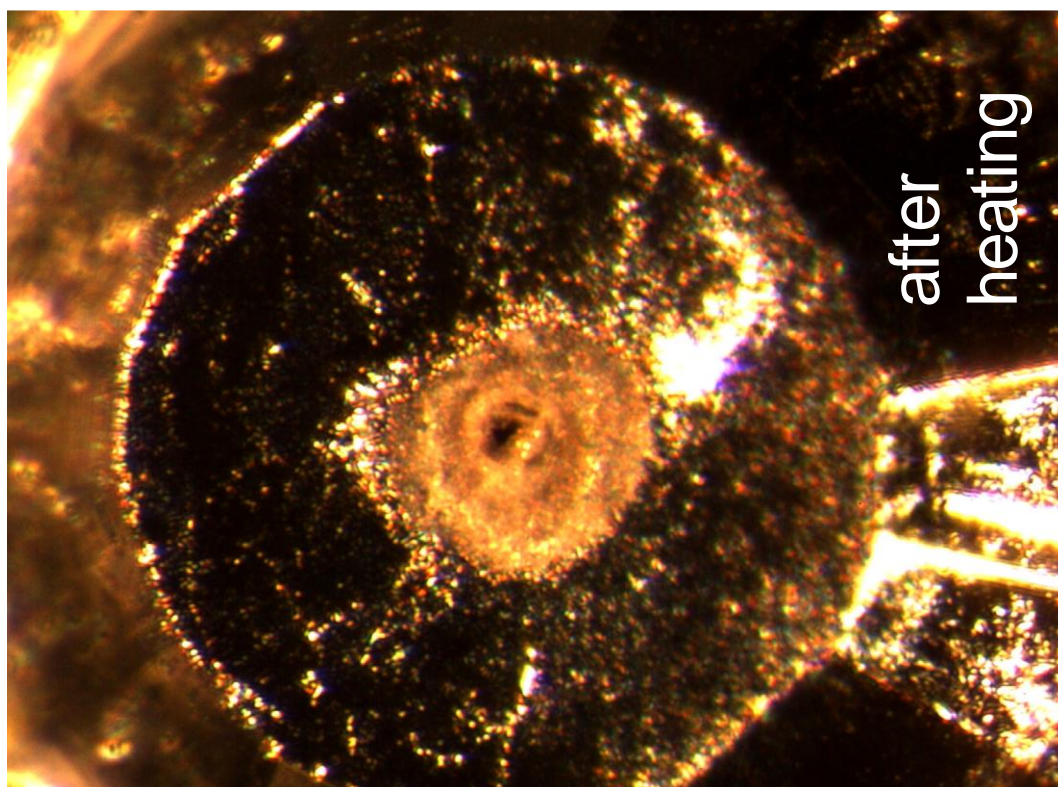


Рис.4. Фотография экспериментального образца в Re-прокладке в аппарате с алмазными наковальнями под давлением

Развитие на базе ИЭМ РАН современного экспериментального комплекса высоких давлений и температур предъявляет повышенные требования к квалификации экспериментаторов, специализирующихся в области минералогии, петрологии и геохимии глубинных зон Земли и планет. Успешное развитие этого направления экспериментальной минералогии в России создает новые возможности для плодотворного междисциплинарного и международного сотрудничества, участия в современных международных проектах по актуальным задачам. Несомненно, все это должно оказывать позитивное влияние на достижение высокого научного и технико-методического уровня экспериментальных исследований важнейших геологических и планетологических проблем.

Настоящая работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента Российской Федерации для государственной поддержки молодых российских ученых МК-913.2011.5, МинОбрНауки РФ Федеральная целевая программа "Научные и научно-педагогические кадры инновационной России" на 2009 - 2013 годы проект 2011-1.3.1-151-006, гранта РФФИ 10-05-00654.

Литература:

1. Dewaele, A., Mezouar, M., Guignot, N. & Loubeyre, P. (2007). Phys. Rev. B, 76, 144106.
2. Dubrovinskaia, N. & Dubrovinsky, L. (2005). Advances in High-Pressure Techniques for Geophysical Applications, pp. 487–501. New York: Elsevier.
3. Dubrovinsky, L., Dubrovinskaia, N., Narygina, O., Kantor, I., Kuznetsov, A., Prakapenka, V. B., Vitos, L., Johansson, B., Mikhaylushkin, A. S., Simak, S. I. & Abrikosov, I. A. (2007). Science, 316, 1880–1883.
4. Duffy, T. S. (2005). Rep. Prog. Phys. 68, 1811–1859.
5. Eremets, M. E. (1996). High Pressure Experimental Methods, p. 408. Oxford: Oxford Science.
6. Hirose, K. (2006). Rev. Geophys. 44, 1–44.
7. Mao H.K., Xu J., Bell P.M. (1986). Journal of Geophysical Research 91, 4673-4678.
8. Prakapenka, V. B., Kubo, A., Kuznetsov, A., Laskin, A., Shkurikhin, O., Dera, P., Rivers, M. L. & Sutton, S. R. (2008). High Press. Res. 28, 225–235.
9. Schultz, E., Mezouar, M., Crichton, W., Bauchau, S., Blattmann, G., Andrault, D., Fiquet, G., Boehler, R., Rambert, N., Sitaud, B. & Loubeyre, P. (2005). High Press. Res. 25, 71–83.
10. Shen, G., Rivers, M. & Wang, Y. (2001). Rev. Sci. Instrum. 72, 1273–1280.
11. Zha C.S., Mao H.K., Hemley R.J. (2000). Proceedings of National Academy of Sciences USA 97, 13494-13499.