

两级非磁性超高压装置

朱浩荣 居广林 唐秀云 沈学础

(中国科学院上海技术物理研究所)

1983 年 3 月 1 日收到

提 要

本文首次报道一种用于高压下电磁现象研究的两级非磁性超高压装置, 描述了其结构原理和设计概要. 这一装置目前达到的最高调试压力为 28kbar, 这是完全流体静力学的压力. 利用本装置, 已在 0—25kbar 的压力范围内进行了铈化钨、锗、碲镉汞等的电阻率和霍尔系数随压力变化的测量, 对于这些材料能带结构和迁移率特性随压力变化, 已获得令人满意的结果.

一、引 言

高压下电磁现象研究是高压物性研究的一个很主要的方面, 通过高压下电流磁效应(如半导体材料的霍尔效应和磁阻效应)以及磁共振现象的研究, 可以获得固体能谱结构随压力变化因而随晶格常数变化或晶格结构变化的丰富而有益的信息^[1-3].

用于高压下电磁现象研究的装置必须同时具有两个基本特点: 一是能产生和承受高压; 二是为了在作半导体材料的电磁测量时磁力线集中通过被测样品, 必须以非磁性材料作为装置的承压筒体或内层承压筒体. 因此, 用于高压下电磁现象研究的高压装置主要有两种类型. 一种如文献[4]所述, 它将高压传压介质通过管道引入置于磁场极靴之间的非磁性高压容器中, 这种非磁性高压容器通常用铍铜制成. 另一种如文献[5]所述, 它是一种对顶式高压装置, 仍以铍铜为容器或内层容器, 通过与容器形成锥面密封的柱塞的推进来产生高压, 这种柱塞还兼作引出试验样品和电阻压力计电磁讯号的电极塞头和磁场极靴, 磁场即在两柱塞端面间产生.

不言而喻, 人们总希望在尽可能高的压力下进行电磁现象研究, 但由于产生高压或承受高压的容器强度的限制和电极塞头引线的困难, 如上两种类型的电磁现象高压研究装置所能达到的最高压力都为 15kbar 左右.

Pitt 提出了一种可以在更高压力下进行电磁现象研究的高压装置^[3,6,7]. 他用很薄的氧化镁垫圈作容器, 以环氧树脂作传压介质, 将盛有环氧树脂的氧化镁垫圈放在两钢质砧间挤压, 从而在环氧树脂传压介质中达到高压. 两钢质砧兼作磁场极靴, 在两砧端面间产生磁场. 被测薄片样品浸在环氧树脂中, 并从氧化镁垫圈壁中引出电磁讯号. Pitt 采用这种方法获得了 70kbar 的高压, 但该压力为准流体静压力, 从而使实验结果的分析复杂化, 同时其磁场测量, 样品讯号测量等方面也有不少限制和困难.

在本文中,作者报道一种可以获得完全流体静压力的两级非磁性超高压装置结构,这种结构利用 12kbar 左右的第一级压力对第二级容器和柱塞提供全面的流体静压力保护. 这种保护不仅是作为一种箍力支撑第二级容器,更重要的是利用高流体静压力作用下材料强度的显著提高来增强第二级容器的承压能力,从而在第二级容器中达到很高的压力.

压力调试结果表明,采用这种结构的非磁性高压装置可以获得高达 28kbar 的完全流体静压力,并在这一压力范围内成功地进行了 InSb, HgCdTe 等半导体的霍尔系数等输运性质研究.

二、装置结构和设计原理

两级非磁性超高压装置的结构如图 1 所示. 高压套筒(内容器)和由中箍及外箍组成的外套(外容器)都由预应力双层筒体组成,其中高压套筒的内外箍和外套的中箍均系高强度的非磁性材料钛合金制造的. 上、下电极塞头及电引线塞子用高速钢制造,并热处理到适当的硬度. 上、下电极塞头除作为实验必需的电引线塞头外,还作为磁场极靴. 它和高压装置两端的螺线管和加压柱塞一起形成了一个闭合的电磁铁回路,从而确保两极靴之间产生大致均匀的高纵向磁场.

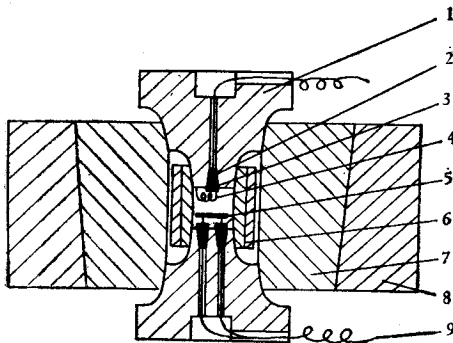


图 1

1 为电极塞头; 2 为电引线塞子; 3 为叶蜡石绝缘套; 4 为锰铜丝电阻压力计; 5 为试验样品; 6 为高压套筒; 7 为中箍; 8 为外箍; 9 为测量引线

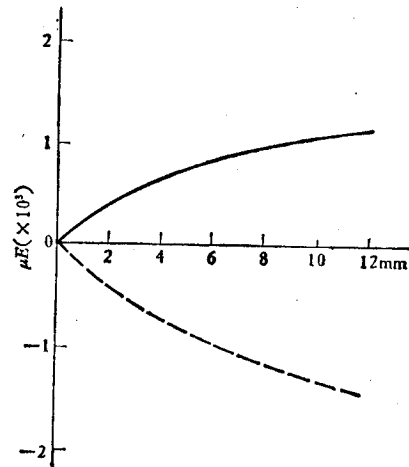


图 2

——为外箍内壁应变;
- - - 为中箍内壁应变

按公式

$$U = \frac{1 - \mu}{E} \frac{r^2 P_0 - R^2 P_H}{R^2 - r^2} \rho + \frac{1 + \mu}{E} \left(\frac{P_0 - P_H}{R^2 - r^2} \right) \frac{r^2 R^2}{\rho}$$

计算内、外容器预应力双层筒体配合的过盈量. 式中 P_0 为预定的内压力, P_H 为设计箍力, R 和 r 分别为筒体的外半径和内半径, ρ 为所求径向位移处的半径, μ 为材料的泊松比, E 为材料的杨氏模量. 当然,如此确定的过盈量还要经过应力校核,即检查和计算在无内压力作用情况下,内层筒体内壁的箍应力是否超过材料的许用应力. 图 2 给出外容器的双层筒体在压配过程中外箍和中箍内壁应变(应力)随压入深度的变化. 图 2 表明压

入过程终了后,中箍内壁的保护应力已近 $2,000\text{kg}/\text{cm}^2$ ¹⁾。

压力容器的密封对任何高压装置来说都是十分重要的。本装置中柱塞和容器间形成锥面配合,因而就利用加压过程中柱塞挤入容器导致的弹性形变来密封第一级保护压力和第二级超高流体静压力,为此并考虑到实验结束后柱塞能从容器的锥孔中自动退出,锥面角度的选择是重要的。本装置第一级容器与柱塞配合半锥角为 4° ,第二级容器与柱塞配合半锥角为 3° 。理论计算和压力调试表明,这样选择的锥角可以满足压力密封和实验结束后柱塞从容器中自动退出的要求。

三、压力调试

将如图 1 装配的两级非磁性超高压装置置于 500 t 油压机或材料试验机上进行压力调试。调试过程中,用经上海计量局标定的自制锰钢丝电阻压力计测定内、外两级容器中的压力,用 YJD-1 型电阻应变仪测定外容器端面和外壁选定点的应变。图 3 给出调试过程中内、外容器中的压力随电极塞头挤入距离增加而增高的测量结果。图 4 给出测得的外容器的中箍和外箍内壁应变(应力)随内压力增高而升高的情况。鉴于应变片贴在筒

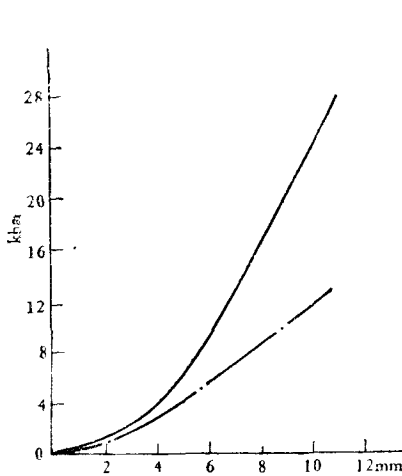


图 3

——为内容器中的压力;
- - - 为外容器中的压力
(第一级保护压力)

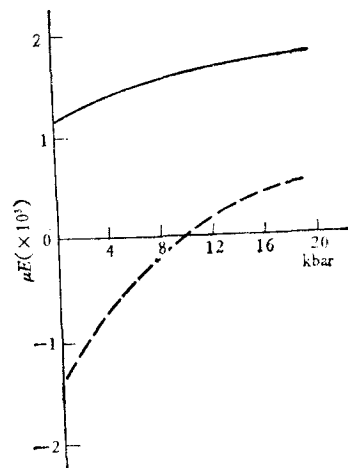


图 4

——为外箍内壁应变;
- - - 为中箍内壁应变

体端面,实验实际测得的是内壁附近厚 10mm 左右的一层筒体壁厚中的平均应变(应力)。

图 3 表明,外容器中的第一级保护压力达 12kbar 时,内容器中的压力已高达 28kbar。调试前后的多次测量表明,在这一调试压力下,内、外容器的应变还都在装置结构材料的弹性范围内。由图 3 可见,在最高调试压力下,内容器承受的压力差已高达 16kbar,这显

1) 由于套筒内壁曲率半径较小,粘贴应变片较为困难。图 2 测得的应变(应力值)尚偏低,中箍内壁的实际保护应力应较图 2 表明的略高些。

然超过了通常箍力保护所能达到的数值,然而在此,由于完全流体静压力的保护使内容器有可能承受更高的压力差。

四、实验测量

利用本装置,已经在室温和 0—25kbar 的压力范围内进行了 InSb, Ge, HgCdTe 等半导体材料的电阻率和霍尔系数随压力变化等输运性质的测量,其详细结果将另行报道。本文仅给出 n 型和 p 型 InSb 样品电学性质随压力变化的实验结果以说明本实验装置的性能。

由于加压过程中电极塞头的同步轴向推进导致磁场极靴距离的不断变化,因而实验过程中必须调节激磁电流以维持恒定磁场。本实验采用的磁场强度为 8,000Gs,冲击法校验和实验测量表明磁场稳定性和均匀性约为 2—3%。

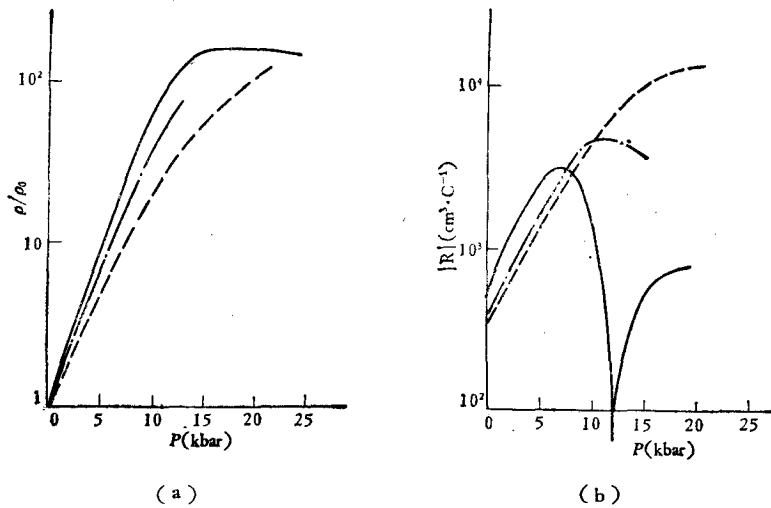


图 5

---为 InSb (79-1); ——为 InSb (79-2); -·-·-为 InSb (79-3)

实验测量的三个 InSb 样品的电阻率 (ρ/ρ_0) 和霍尔 ($|R|$) 系数随压力 (P) 的变化分别见图 5(a) 和图 5(b)。由较纯的 n 型样品的实验结果可以获得在 0—10kbar 压力范围内, InSb 的禁带宽度和电子迁移率随压力的平均改变为

$$\left(\frac{\partial E_g}{\partial P}\right)_{300K} \doteq 14.0 \times 10^{-3} \text{eV/kbar},$$

$$\left(\frac{\partial \mu_n}{\partial P}\right)_{300K} \doteq -47 \times 10^{-3} / \text{kbar}.$$

从掺杂较高的 p 型样品的实验结果,例如在较高压力下样品 79-2 的电阻率不再随压力变化的结果,可以估计在测量精度内空穴迁移率不随压力变化。这些结果与文献[8]的报道一致,这表明了本文报道的实验装置,包括磁场校正和讯号检测系统的可行性。由图 5 还可见,由于本文报道的实验测量达到了较高的流体静压力水平,所以在实验中,观察

到了较纯的样品在压力作用下从本征导电类型到 n 型导电类型的过渡, 以及 p 型样品向 n 型导电类型的变化, 从而说明了更高流体静压力在半导体输运性质研究中是有意义的。

五、结 语

本文报道了高压下电磁现象研究的全流体静压力两级装置的结构原理和设计概要。调试结果已经表明, 在采用高强度钛合金作为装置的非磁性部件情况下, 本装置可以在 0—28kbar 的压力范围内工作, 这比目前电磁现象研究中通常采用的流体静压力约高一倍左右。应力测量还表明, 本装置或许可在更高压力下工作。

本装置提出和研制过程中, 曾和车荣铎同志、何寿安先生等进行过富有教益的讨论, 作者深表感谢。

参 考 文 献

- [1] W. Paul, *Solids under Pressure*, Edited by W. Paul and D. M. Warschauer, McGraw-Hill Book Company, N. Y., (1963), p. 179.
- [2] W. Paul, *Propriétés Physiques des Solids Sous Pression*, Grenoble, (1969), p. 179.
- [3] G. D. Pitt, *Contemporary Phys.*, **18**(1977), 137.
- [4] W. Paul, D. M. Warschauer, *J. Phys. Chem. Solid*, **5**(1958), 89.
- [5] D. S. Tsiklis, *Handbook of Techniques in High Pressure Research and Engineering*, (1968), 442.
- [6] G. D. Pitt, 欧洲物理会议文集, **1A**, 高压下固体的电子性质, (1975), 35.
- [7] G. D. Pitt, *J. Sci. Instru.*, **45**(1968), 915.
- [8] 赵有祥等, 物理学报, **22**(1966), 83.

A TWO STAGE NONMAGNETIC HIGH PRESSURE EQUIPMENT FOR STUDYING VARIOUS TRANSPORT PHENOMENA

CHU HAO-RONG QUI GUANG-LING TANG XIU-YING SHEN XUE-CHU
(*Shanghai Institute of Technical Physics, Academia Sinica*)

ABSTRACT

We report here for the first time a two stage nonmagnetic high pressure equipment for studying various transport phenomena. The structure and the principle of the design are described, the experimental results are presented. A completely hydrostatic pressure of 28 kbar is obtained. With this equipment, the resistivity and Hall coefficient for Ge, InSb and HgCdTe have been measured under pressure up to 25 kbar. The energy gaps and the carrier mobilities as functions of pressure for these materials have been determined, the results are in good agreement with those of other experiments.