

电驱动金刚石对顶砧低温连续加压装置

丁琨 武雪飞 窦秀明 孙宝权

In situ tuning hydrostatic pressure at low temperature using electrically driven diamond anvil cell

Ding Kun Wu Xue-Fei Dou Xiu-Ming Sun Bao-Quan

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 65, 037701 (2016) DOI: 10.7498/aps.65.037701

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.65.037701>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2016/V65/I3>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

复合型多晶金刚石末级压砧的制备并标定六面顶压机 6-8 型压腔压力至 35GPa

Calibration of pressure to 35 GPa for the cubic press using the diamond-cemented carbide compound anvil

物理学报.2013, 62(18): 180703 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.180703>

InSe 的高压电输运性质研究

Electrical transport properties of InSe under high pressure

物理学报.2013, 62(14): 140702 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.140702>

高压对大块 $(\text{PrNd})_x\text{Al}_{0.6}\text{Nb}_{0.5}\text{Cu}_{0.15}\text{B}_{1.05}\text{Fe}_{97.7-x}$ 合金微观结构和性能的影响

Effects of high pressure on microstructure and properties of bulk $(\text{PrNd})_x\text{Al}_{0.6}\text{Nb}_{0.5}\text{Cu}_{0.15}\text{B}_{1.05}\text{Fe}_{97.7-x}$ alloys

物理学报.2012, 61(24): 240701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.240701>

一维压电 Fibonacci 类准周期声子晶体传输特性

The transmission properties in one-dimensional piezoelectric Fibonacci-class quasi-periodical phononic crystals

物理学报.2012, 61(10): 107702 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.107702>

力学结构及末级压砧硬度对八面体压腔高压发生效率的影响

Influence of mechanical configuration and hardness of last stage anvil on high pressure producing efficiency for octahedral cell

物理学报.2012, 61(10): 100701 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.100701>

电驱动金刚石对顶砧低温连续加压装置*

丁琨 武雪飞 窦秀明 孙宝权†

(中国科学院半导体研究所, 半导体超晶格国家重点实验室, 北京 100083)

(2015年8月11日收到; 2015年11月4日收到修改稿)

采用电驱动压电陶瓷取代传统机械螺丝给金刚石对顶砧施加压力, 设计制备了低温下可连续增加流体静压的金刚石对顶砧压力装置, 实现了低温 (19 ± 1) K 连续加压达到 4.41 GPa. 该装置具有电驱动方便灵活、调谐精度高的低温连续加压功能. 利用该装置实现了 InAs 单量子点发光与微腔腔模的共振耦合调谐过程. 该装置将在原位压力精确调谐及测量样品信号跟踪等实验得到应用.

关键词: 金刚石对顶砧, 压电陶瓷, 压力调谐, 低温

PACS: 77.65.-j, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.65.037701

1 引言

早在二十世纪二三十年代, Bridgman 等^[1,2]就开始利用活塞-圆筒装置研究 AgS, Ge, PbTe 等材料在高压下的物理性质. 自此, 为了研究各种材料在高压下的物理性质, 高压相关技术得到不断的发展. 1950年, Lawson 和 Tang^[3]首次提出了金刚石对顶砧 (DAC) 产生高压的概念. Jamieson 等^[4], Weir 等^[5,6]以及 Piermarini 和 Weir^[7]分别于 1959 年和 1962 年从实验上实现和发展了 DAC 压力系统. 1964年, Walkenburg^[8]将金属垫片 (gasket) 技术引入到 DAC 装置. 1973年, Barnett 等^[9]实现了红宝石压力定标技术, 使得人们标定流体静压的误差缩小到 0.01 GPa. 文献^[10—12]找到了更多的传压介质, 使 DAC 装置可以产生高达 60 GPa 的压力. 金刚石对顶砧斜角技术的出现更使对顶砧可产生的最大压力达到 500 GPa^[13]. 这几个关键技术的发现使 DAC 装置成为高压物理研究重要的实验手段. 金刚石的带隙为 5.47 eV, 可以作为理想的光学窗口. 因此, DAC 装置可以和光致发光谱、激发谱、光吸收谱、光反射谱、Raman 散射谱和布里渊散射谱等光学测试系统搭配, 进行材料的高压光学性

质的研究. 在 DAC 的发展过程中, 增加流体静压的方法主要是机械加压方式, 这种加压方式增加了低温下连续调谐压力的困难.

在做流体静压实验时, 一些材料的研究可以在室温下进行, 增加样品室内压力的方法主要是拧紧金刚石对顶砧的加压螺丝或采用外部机械装置^[14], 操作比较方便. 但有非常多的材料需要在低温下开展研究, 比如各种超导材料^[15—17]和半导体材料等^[18,19]物性及光学性质的研究. 然而在利用金刚石对顶砧做低温流体静压实验时, 对顶砧需要固定在低温恒温器内, 多数实验采用室温下通过螺丝给对顶砧施加压力, 而不是在低温测量的同时改变压力. 这种加压方法不能精确控制所加压力的大小, 而且每次降温过程需要一定的时间, 低温下金刚石对顶砧压室中的压力与室温下的压力并没有确定的关系, 这种加压方法很难保证增加压力的精确性及可调性, 使得整个实验不但非常繁琐而且不确定性很大, 同时大部分时间都用在了升温降温的过程中, 增加了低温流体静压实验的时间成本. 另一方面, 对于某些材料性质的研究, 需要在低温下原位加压观测在一定的压力下材料性质的变化. 以上加压方式无法满足实验的要求, 而且手动加压的压力

* 国家自然科学基金 (批准号: 11474275) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: bqsun@semi.ac.cn

间隔很难精确控制. 目前报道的可以低温原位加压的方法有: 通过较长的机械加压传送杆或外部压缩氮气的加压方式^[14,15].

本文用电驱动压电陶瓷取代传统机械螺丝给金刚石对顶砧施加压力, 设计制备了低温下连续增加流体静压的压力装置, 实现低温 20 K 连续加压 0.49—4.41 GPa, 同时测试了低温 (6 K, 80 K) 和室温下压电陶瓷的伸长量. 通过红宝石的荧光强度的比值确定低温连续加压装置在加压过程中压室温度的变化. 该加压装置成本低、操作方便、调谐压力精度高, 可在低温精确压力调谐实验中得到应用.

2 压力装置设计

考虑到给压电陶瓷增加电压其长度伸长的特性, 通过特制的金属圆筒将压电陶瓷和金刚石对顶砧紧密地结合在一起, 在低温恒温器中只需给压电陶瓷增加电压, 就可以使金刚石对顶砧压室内的压力连续精确地调谐. 具体压力装置示意图见图 1.

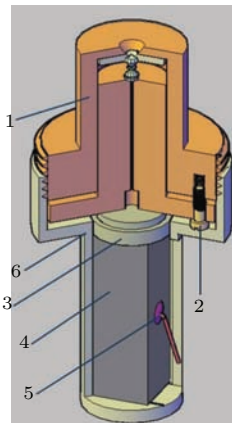


图1 低温连续加压装置截面示意图 连续加压装置包括: 1, 金刚石对顶砧; 2, 加压螺丝; 3, 金属滑块; 4, 压电陶瓷; 5, 压电陶瓷接线; 6, 紫铜圆筒

Fig. 1. Schematic diagram of the pressure device by combining the DAC device with a piezoelectric actuator: 1, DAC part; 2, screws for generated loading force; 3, metal slider; 4, piezoelectric actuator (PZT); 5, wires of the PZT; 6, red copper cylinder.

图 1 中 1 和 2 合起来是金刚石对顶砧压头, 室温下加压是通过拧紧加压螺丝 2; 4 为压电陶瓷; 接线 5 可与外部电压源连接. 对于压电陶瓷的选取, 要参照低温恒温器真空腔室的大小和低温制冷负载能力. 压电陶瓷越长则伸长量越大, 可连续调谐的压力就越大. 但要放入低温系统中, 最后综合考

虑选取合适长度的压电陶瓷. 紫铜圆筒 6 可使对顶砧与压电陶瓷紧密连接, 圆筒上端内侧刻有螺纹, 与金刚石对顶砧的外侧的螺纹配套组合在一起. 同时金刚石对顶砧的螺纹可以使整个加压装置固定在低温恒温器的冷头上.

3 实验结果与分析

3.1 压电陶瓷伸长量研究

经过综合考虑我们选择了 Piezomechanik 公司长度为 36 mm 的 PSt 150/10 × 10/40 压电陶瓷. 这一型号的压电陶瓷可以产生最大 8000 N 的推力, 足以满足实验要求. 我们在室温和低温下分别测量了它的伸长量, 如图 2 所示.

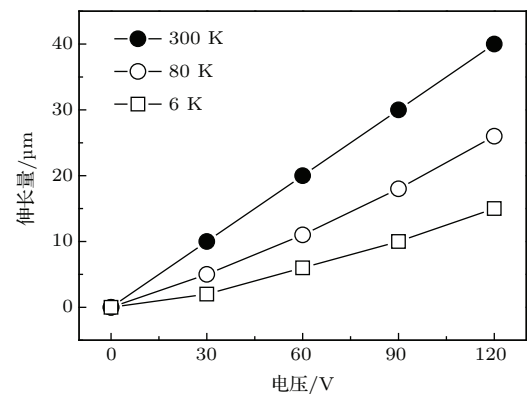


图2 显示三个温度 (6, 80, 300 K) 下压电陶瓷伸长量与外加电压的关系, 120 V 对应的伸长量分别为 15, 26 和 40 μm

Fig. 2. Stroke of piezoelectric actuator as a function of applied voltage at temperatures of 6, 80 and 300 K, which correspond to the maximum stroke of 15, 26 and 40 μm at a voltage of 120 V.

如图 2 所示, 室温下随着电压的增加压电陶瓷的伸长量线性增加, 在电压加到 120 V 时, 压电陶瓷伸长了 40 μm , 减小压力后压电陶瓷缩回到原来的位置. 低温下压电陶瓷伸长量与室温的伸长量相比会减小, 120 V, 80 和 6 K 下压电陶瓷的伸长量分别 26 和 15 μm , 低温下压电陶瓷伸长量随电压的增加偏离线性关系. 随着温度的降低, 压电陶瓷的伸长量减小, 影响给对顶砧施加的最大压力.

同时实验中发现, 低温下压电陶瓷有两个特殊的现象: 1) 当压电陶瓷降到低温以后, 接通电源 (0 V) 后压电陶瓷就会有一个伸长量, 这可能与降温过程中压电陶瓷内部的电荷积累有关, 如果在降

温过程中一直保持压电陶瓷的正负极接通, 则不会出现上述现象; 2) 当电压从 120 V 减小到 0 时, 压电陶瓷的伸长不能回到初始的位置, 而是缩回到约为全部伸长量的一半左右, 将压电陶瓷正负极接通, 也不能使其回到初始位置, 其物理机制还不清楚.

3.2 金刚石对顶砧压力值与压电陶瓷电压

在金刚石对顶砧压力实验中, 最常用的定标物质是红宝石 (Ruby). 红宝石在 690—700 nm 的波长范围内有两个很强的荧光 (PL) 峰 R_1 与 R_2 线 (图 3(a)), 随着压力的增大, 它们的峰值能量会发生红移, 在 0—30 GPa 范围内, 腔内压力 P 的计算公式为 [20,21]

$$P = 248.4 \left[\left(\frac{\lambda}{\lambda_0} \right)^{7.665} - 1 \right], \quad (1)$$

其中, λ , λ_0 分别为相同温度下压力为 P 及零压时红宝石 R_1 峰的波长, 其中压力单位为 GPa.

图 3(b) 显示当压电陶瓷电压从 0 V 增加到 290 V 时, 流体静压从 0.49 GPa 增加到 4.41 GPa, 这里初始压力是在室温下拧紧螺丝实现的. 根据不同的实验条件, 初始压力值可以更小. 在一次

低温压力实验中, 压力的调谐范围达到近 4 GPa, 而且实验中选取的加压间隔可以通过压电陶瓷的电压来控制. 如果我们需要对某一过程做更加详细的研究, 就可以减小加电压的步长来提高增加压力的精度. 如在低温原位调谐 InAs 单量子点发光峰与微腔腔模共振的实验中 [22], 需要连续精确调谐样品室的压力, 即控制量子点的发光峰的移动, 如图 3(c) 所示. 图 3(c) 显示调谐压力值从 0.51—0.60 GPa, 观察到量子点发光与腔模的共振耦合过程. 在这里, 所测量的样品是含有 InAs 单量子点的平面微腔 (微腔由 GaAs/AlAs 分布布拉格反射镜构成) 样品. 在低温 (20 K) 和常压下, 量子点的荧光波长约 920 nm, 对应的压力系数约 85 meV/GPa [23,24]. 微腔腔模的压力移动较为缓慢 [22], 约 20 meV/GPa, 其主要物理机理是压力导致 GaAs(AlAs) 折射率的变化影响腔模的移动 [25]. 而量子点荧光峰蓝移的物理机理是压力引起量子点带间光学跃迁能量的增加. 此外, 利用该压力调谐技术实现了原位调谐量子点中单双激子束缚能及激子精细结构劈裂研究 [23,24].

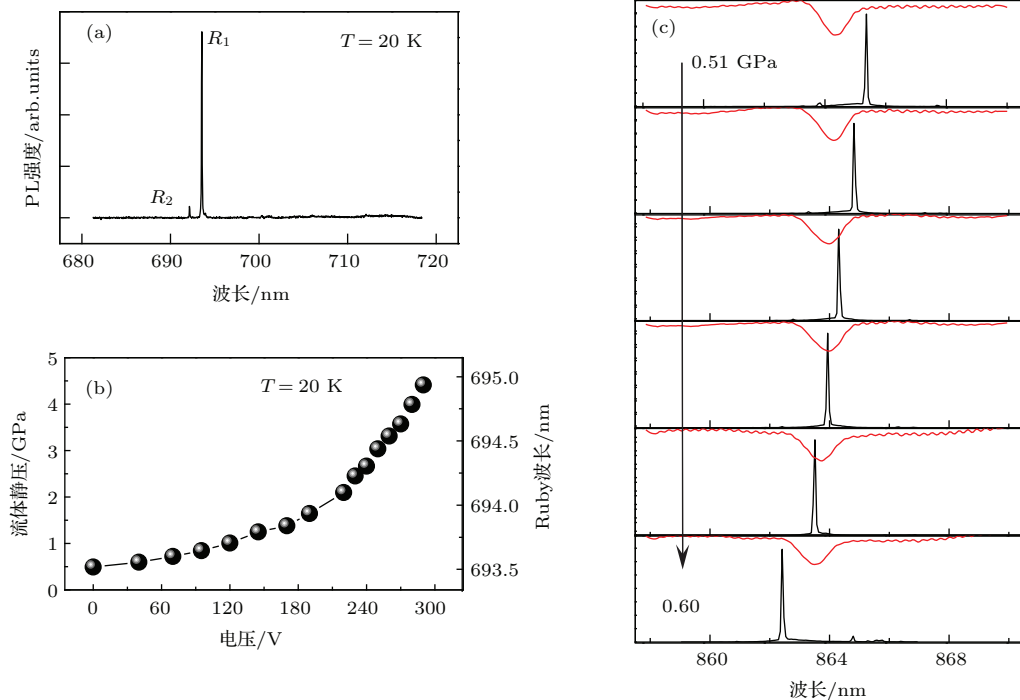


图 3 (a) 低温 20 K 红宝石两个发光峰 R_1 和 R_2 ; (b) 红宝石 R_1 发光峰和 DAC 压力值随着压电陶瓷电压的变化; (c) 量子点发光波长和微腔腔模的压力调谐过程

Fig. 3. (a) Ruby R_2 and R_1 fluorescence lines at 20 K; (b) ruby R_1 fluorescence line and DAC pressure as a function of applied voltage at 20 K; (c) in situ tuning quantum dot wavelength and cavity mode at 20 K.

低温下初始的压力是在室温充上传压介质后得到的(实验采用液氩作为传压介质),这一压力值可以在室温下通过调节加压螺丝得到.低温下的初始压力值与装置的降温过程有关.温度降低时紫铜圆筒会收缩,压电陶瓷也会收缩,但紫铜收缩量要大于压电陶瓷.降温过程是压电陶瓷与金刚石对顶砧结合得更加紧密的过程,随后压电陶瓷的伸长量有利于增加压力.如果室温时就将压电陶瓷与对顶砧紧压到一起,降温过程就会使压电陶瓷给对顶砧加压,这样低温下的初始的压力就会很大.所以根据实验的需求及经验,要调整好室温下压电陶瓷与金刚石对顶砧的距离得到低温下合适的初始压力值.

图3(b)显示压力值并不是随压电陶瓷电压线性增加的,而图2显示压电陶瓷随电压基本是线性伸长的.所以在相同的压电陶瓷伸长量所增加的压力值是不同的.这是由于压电陶瓷伸长使对顶砧的压室减小,当压室小到一定程度,相同的缩小量可以增加更大的压力.由此可知,选取伸长量较大的压电陶瓷,会得到较大的压力值,连续加压装置可提供的压力测试范围增加.

3.3 样品室内的温度标定

红宝石荧光峰不仅可以标定压力,还可以标定温度.压室内的温度可以由红宝石荧光峰强度的比值 R_2/R_1 得到.不同温度下光激发载流子占据两个能级概率满足玻尔兹曼分布, $R_2/R_1 = A \exp(-\Delta E_{12}/KT)$.在做低温实验时,低温恒温器上显示的温度为6.5 K(实验中低温恒温器为Montana或MicrostatHiResII),但这一温度并不是压室内的温度.这是因为整个加压装置对于低温系统来说负载较大,温度存在梯度分布.显示的温度是冷头底部的温度,压室的实际温度应该在18—20 K之间,如图4所示.图4(a)显示红宝石发光峰 R_2 和 R_1 的强度比值随温度的变化,该实验数据是通过把红宝石颗粒黏在低温样品架上,测量 R_2/R_1 比值与温度的关系.金刚石对顶砧压力实验时,红宝石放在样品室内,对顶砧与压电陶瓷一起与低温头连接,测量 R_2/R_1 比值随样品室内压力(外加电压)的变化,实验结果如图4(b)所示.可以看出,在整个加压过程中温度保持在18—20 K之间.说明低温连续加压装置的温度稳定性(4 GPa

的调谐范围,温度变化小于2 K)适合从事低温实验.此外,随着压力(电压)的增加温度小幅度的增加原因可能是压电陶瓷通电后产生的微小热量导致的.

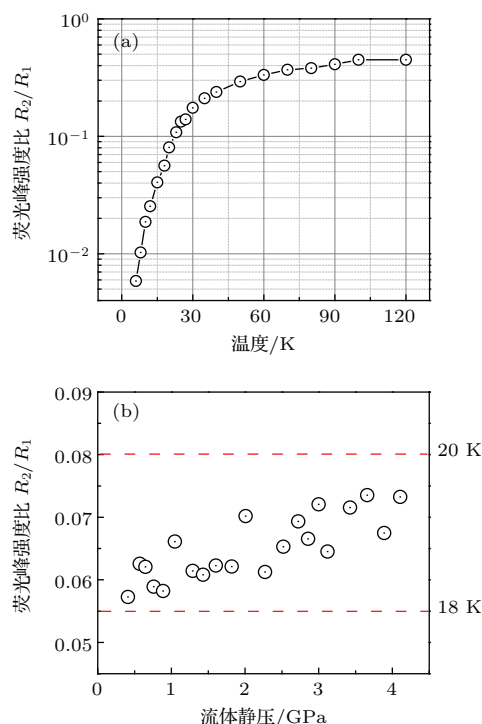


图4 (a) 红宝石荧光峰 R_2/R_1 强度比值随温度的变化;(b) 样品室内红宝石荧光峰 R_2/R_1 随着压力的变化
Fig. 4. (a) Intensity ratio of ruby R_2 and R_1 fluorescence lines as a function of temperature; (b) intensity ratio of ruby R_2 and R_1 fluorescence lines as a function of pressure.

4 结 论

将压电陶瓷引入金刚石流体静压装置中,实现了电驱动方便灵活、调谐精度高的低温连续加压装置,一次压力调谐范围达到4 GPa.研究了室温和低温下(6 K, 80 K)压电陶瓷的伸长量.通过红宝石的荧光强度的比值确定低温连续加压装置加压过程中压室温度变化小于2 K.该实验技术可望在调谐单个量子点发光波长与高品质微腔耦合、不同量子光源(单量子点、金刚石NV中心、原子等量子系统)中制备不可分辨的光子中得到应用.

参考文献

- [1] Bridgman P W 1935 *Proc. Am. Acad. Arts Sci.* **70** 285
- [2] Bridgman P W 1938 *Proc. Am. Acad. Arts Sci.* **72** 200
- [3] Lawson A W, Tang T Y 1950 *Rev. Sci. Instrum.* **21** 815

- [4] Jamieson J C, Lawson A W, Nachtrieb N D 1959 *Rev. Sci. Instrum.* **30** 1016
- [5] Weir C E, Lippincott E R, van Valkenburg A, Bunting E N 1959 *J. Res. Natl. Bur. Stand. A* **63** 55
- [6] Weir C E, Block S, Piermarini G J 1965 *J. Res. Natl. Bur. Stand. C* **69** 275
- [7] Piermarini G J, Weir C E 1962 *J. Res. Natl. Bur. Stand. A* **66** 325
- [8] Wan Walkenburg A 1964 *Diamond Research* 17
- [9] Barnett J D, Block S, Piermarini G J 1973 *Rev. Sci. Instrum.* **44** 1
- [10] Piermarini G J, Block S, Barnett J D 1973 *J. Appl. Phys.* **44** 5377
- [11] Besson J M, Pincaeaux J P 1979 *Science* **206** 1073
- [12] Mao H K, Bell P M 1978 *Carnegie Institute Washington Year Book* p659
- [13] Moss W C, Hallquist J O, Reichlin R, Goettel K A, Martin S 1986 *Appl. Phys. Lett.* **48** 1258
- [14] Jayaraman A 1983 *Rev. Mod. Phys.* **55** 65
- [15] Erements M 1996 *High Pressure Experimental Methods* (Oxford: Oxford University press) p205
- [16] Wu B Q, Wang W K, Jin C Q, Liu W, Li F H, Liu S C, Liu Z X, Zhao Z X, Yao Y S 1992 *Acta Phys. Sin.* **41** 1993 (in Chinese) [吴冰青, 王文魁, 靳常青, 刘维, 李方华, 刘世超, 刘振兴, 赵忠贤, 姚玉书 1992 物理学报 **41** 1993]
- [17] Wu W, Cheng J G, Matsubayashi K, Kong P P, Lin F K, Jin C Q, Wang N L, Uwatoko Y, Luo J L 2014 *Nature Comm.* **5** 5508
- [18] Ma B S, Wang X D, Su F H, Fang Z L, Ding K, Niu Z C, Li C H 2004 *J. Appl. Phys.* **95** 933
- [19] Suski T, Paul W 1998 *High Pressure in Semiconductor Physics I* (Pittsburgh: Academic Press) p248
- [20] Piermarini G J, Block S, Barnett J D, Forman R A 1975 *J. Appl. Phys.* **46** 2774
- [21] Mao H K, Bell P M 1978 *Science* **200** 1145
- [22] Zhou P Y, Wu X F, Ding K, Dou X M, Zha G W, Ni H Q, Niu Z C, Zhu H J, Jiang D S, Zhao C L, Sun B Q 2015 *J. Appl. Phys.* **117** 014304
- [23] Wu X F, Dou X M, Ding K, Zhou P Y, Ni H Q, Niu Z C, Jiang D S, Sun B Q 2013 *Appl. Phys. Lett.* **103** 252108
- [24] Wu X F, Wei H, Dou X M, Ding K, Ni H Q, Niu Z C, Ji Y, Li S S, Jiang D S, Guo G C, He L X, Sun B Q 2014 *Europhys. Lett.* **107** 27008
- [25] Goñi A R, Syassen K, Cardona M 1990 *Phys. Rev. B* **41** 10104

In situ tuning hydrostatic pressure at low temperature using electrically driven diamond anvil cell*

Ding Kun Wu Xue-Fei Dou Xiu-Ming Sun Bao-Quan[†]

(State Key Laboratory for Superlattices and Microstructures, Institute of Semiconductors, Chinese Academy of Sciences, Beijing 100083, China)

(Received 11 August 2015; revised manuscript received 4 November 2015)

Abstract

Traditionally, a diamond anvil cell (DAC) operated at low temperature can be pressurized by using a helium-driven piston or remote control tightening mechanism. This approach of pressurizing DAC is not convenient for operating at low temperature. Here we develop a low-temperature pressurizing technique for in situ tuning pressure in DAC at 20 K by an electrically driven method. The improved DAC pressure apparatus is composed of traditional DAC device and a piezoelectric actuator (PZT). Here the PZT used in the experiment is the PSt 150/10 × 10/40 supplied by the Piezomechanik. Both parts are assembled together in a red copper or stainless steel cylinder. The DAC part is thermally contacted with a low temperature holder for cooling the chamber of the DAC in the experiment. The wires of the PZT connect with the voltage source through the wiring terminals of the cryostat. As the DAC apparatus cools down, two electrodes of the PZT are connected together when a voltage difference between the electrodes is generated. When the temperature of the DAC chamber arrives at the presetting value, two electrodes of the PZT are connected with the voltage source for applying voltage to the PZT. In this paper, we find that the PZT stroke shows a linear increase with increasing voltage at 300 K, whereas it is approximately linear at 80 and 6 K. The maximum strokes are 40, 26 and 15 μm at 300, 80 and 6 K respectively when the applied voltage is 120 V. The experimental results show that the PZT-driven DAC apparatus can continuously generate pressure from 0.49 to 4.41 GPa at low temperature and applied voltage of 0–290 V, where at zero voltage an initial pressure of 0.49 GPa is generated by using driven screws of the DAC device at room temperature. The pressure in the DAC chamber is determined by the red shift of ruby fluorescence line. The calibrated chamber temperature in DAC is determined as a function of pressure (PZT voltage) by using the intensity ration (R_2/R_1) of ruby R_2 and R_1 fluorescence lines. We find that the chamber temperature only slightly increases with increasing pressure in a range of (19±1) K. The main difference between the present device and the other tuning DAC apparatus is that the force on the DAC can be conveniently applied by using PZT voltage. This guarantees a high pressure-tuned resolution in the experiment, e. g., we tune a single InAs quantum dot (QD) emission wavelength to match the cavity mode. Such a tuning technique is found to have applications in realizing a compact tunable single photon source or completing two-photon interference of Hong-Ou-Mandel experiments between the QD and nitrogen vacancy center in diamond or atom, respectively.

Keywords: diamond anvil cell, piezoelectric actuator, pressure tuning, low temperature

PACS: 77.65.-j, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.65.037701

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 11474275).

[†] Corresponding author. E-mail: bqsun@semi.ac.cn