# Экспериментальное изучение генерации и распространения коротких наносекундных акустических импульсов при высоких давлениях в алмазных наковальнях методом лазерного ультразвука

П.В. Зинин<sup>1,3</sup>,\* В. Пракапенка<sup>2</sup>, К. Вургесс<sup>3</sup>, Д.Ю. Великовский<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Научно-технологический центр уникального приборостроения РАН (НТЦ УП РАН),

Россия, Москва, ул. Бутлерова, д. 15

<sup>2</sup>Центр перспективных источников излучения Чикагского университета,

Чикагский университет, США, Чикаго, 5640 Южный Эллис Аве

<sup>3</sup>Гавайский институт геофизики и планетологии,

Гавайский университет, Гавайи, США, Гонолулу, 2525 ул. Корреа

(Статья поступила 23.11.2014; Подписана в печать 10.12.2014)

В работе рассматривается новый метод измерения скоростей продольных и поперечных волн в непрозрачном слое железа в ячейке алмазной наковальни DAC (diamond anvil cell) при высоких давлениях методом лазерного ультразвука LU (laser ultrasonics) в конфигурации «точечный источник-точечный приемник». Главное преимущество метода в конфигурации «точечный источник-точечный излучатель» для непрозрачных аморфных твердых тел и расплавов в том, что не требуется никаких дополнительных данных для измерения упругих свойств твердых тел под давлением (например, сведений о толщине образца под высоким давлением). В данной работе представлены результаты по изучению спектральных особенностей генерации и приема сдвиговых и продольные волн в железе под высоким давлением в LU-DAC установке.

РАСS: 62.65.+k, 62.50.-р УДК: 534.6.08,539.5Э 534-1 Ключевые слова: лазерный ультразвук, высокое давление, алмазная наковальня.

#### введение

Понимание упругого поведения минералов под воздействием высокого давления является решающим фактором для развития модели структуры Земли, поскольку основную информацию о недрах планеты ученые извлекают из анализа сейсмологических данных. В этой связи, прямые измерения скоростей звука и упругих свойств минералов при высоких давлениях и температурах — это ключ к пониманию сейсмологической информации, позволяющий нам получить количественные характеристики, такие как: химический состав, минералогия, температура и предпочтительная ориентация минералов. Железо считается основным элементом ядра Земли, в этой связи прилагаются значительные усилия для того, чтобы определить его свойства в условиях высоких давлений и температур. Интерес ученых вызывает несоответствие между экспериментальными данными и теорией об упругом поведении железа под воздействием давлений и высокой температуры. Чтобы понять причину этого, скорости сдвиговых и продольных акустических волн в чистом железе и его сплавах должны быть измерены непосредственно, в условиях близких к условиям мантии Земли.

Экспериментальные исследования, проведенные в 2008 г. во Французском университете г. Майнса, Франция, в сотрудничестве с Гавайским университетом, США, продемонстрировали впервые, что

2014 V3ΦΦ

возможно детектировать и измерить скорости продольных и поперечных волн в непрозрачном слое железа в алмазной наковальне DAC (diamond anvil cell) при давлениях до 22 ГПа методом лазерного ультразвука LU (laser ultrasonics) в конфигурации «точечный источник — точечный приемник» [1]. Время прихода акустических импульсов в работе [1] определялось по максимуму сигнала. Однако структура и спектры импульсов не анализировались. В данной работе проведен анализ акустических сигналов в установке LU-DAC, и показано, что применение лазерные ультразвука в камерах с алмазными наковальнями позволяет обнаружить и измерить скорости продольных и поперечных волн в слое железа при давлениях вплоть до 22 ГПа.

#### 1. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ УСТАНОВКА

#### А. Алмазная наковальня

Эскиз экспериментальной схемы в конфигурации «точечный источник — точечный-приемник» [2] показан на рис. 1. Симметричная алмазная наковальня, использованная в эксперименте, состоит из пары алмазов 0,25–0,30 карата. Прокладка между алмазами изготовлена из пластинки из нержавеющей стали толщиной в 250 мкм. Для загрузки образца между алмазами создается камера внутри пластинки. Для этого в пластинке создается углубление путем сдавливания алмазов, так что бы толщина стали в месте углубления не превышала 40 мкм. Затем просверливается отверстие диаметром 100 мкм в диаметре внутри углубления. Это

<sup>\*</sup>E-mail: zosimpvz@yahoo.com

# РАДИОФИЗИКА, ЭЛЕКТРОНИКА, АКУСТИКА

отверстие и является камерой, куда закладывается образец и где он подвергается действию высоких давлений. Два маленьких образца из рубина загружаются в камеру рядам с образцом. Они используются в качестве датчиков давления. Давление определялось из сдвига флуоресцентной линии R1 рубина.

### В. LU-DAC установка

Основная идея системы LU-DAC состоит в том, чтобы использовать ультракороткий наносекундный импульсный лазер и лазер непрерывного возбуждения для удаленной генерации и обнаружения акустических волн в материалах под высоким давлением и при высокой температуре в алмазной наковальне [1,3–6]. Главное преимущество метода в конфигурации «точечный источник-точечный приемник» для непрозрачных аморфных твердых тел и расплавов заключается в том, что не требуется никаких дополнительных данных для измерения упругих свойств (например, сведений о толщине образца под высоким давлением).

Акустические импульсы возбуждаются импульсным лазером на границе между алмазом и железом (точка А на рис. 1). Поглощение короткого лазерного импульса и последующее тепловое расширение в металле приводит к генерации короткого звукового импульса в железе [7]. Генерация продольной волны (L) происходит вблизи поверхности образца. После отражения от поверхности раздела алмаз-железо продольная волна преобразуется в поперечную волну (Т). Распространение и отражение продольной (LL) и поперечной (ТТ) волн от нижней поверхности образца показаны на рис. 1. Продольная и поперечная волны могут трансформироваться в поперечную (LT) и продольную (TL) волны при отражении от алмазной поверхности в точках В и С (рис. 1). Приходящие отраженные волны (L, T, TL и LT) изменяют интенсивность отражения детектирующего лазера, что и регистрируется при помощи фотодетектора.

Акустические волны возбуждаются импульсным лазером на границе между алмазом и железом (точка А на рис. 1). Изменение интенсивности отраженного сигнала от детектирующего лазера регистрируется при помощи фотодетектора. Акустические импульсы, отраженные от задней поверхности пленки и пришедшие к поверхности раздела алмаз-железо в точке D (рис. 1) вызывают изменение интенсивности лазерного луча детектирующего лазера, отраженного от поверхности раздела алмаз-железо в точке D. Вариации интенсивности лазерного луча детектируются фотодетектором (рис. 1). Сигнал с фотодетектора записывается на осциллограф.

Пики *LL* связаны с прибытием продольной акустической волны с временной задержкой  $\tau_{LL}$  к детектирующему лучу после прохождения через железо. *LL* волны возбуждаются как продольные (*L*) волны на границе раздела алмаз/железо и отражаются на границе разде-



Рис. 1: Схема распространения акустических волн в алмазной наковальне

ла железо/алмаза как продольная (L) волна. Пик TT принадлежит поперечно-поперечной (TT) волне с временной задержкой  $\tau_{TT}$ , пика LT с задержкой по времени  $\tau_{LT} = \tau_{TL}$ , которая связана с LT и TL трансформацией акустических волн [8] на задней поверхности железного слоя. Простой геометрический анализ (рис. 1) показывает, что время задержки для прихода LL и TT волн,  $\tau_{ss}$ , s = L, T, равно

$$\tau_{ss} = \frac{1}{c_s} \sqrt{d^2 + 4h^2}, \quad s = L, T.$$
 (1)

где c — скорость акустической волны, а расстояния dи h показаны на рис. 1. Время задержки  $\tau_{LT}$ , когда Lволна преобразуется в T волну (LT и TL сигналы) при отражении от границы алмаз/железо, можно определить из двух уравнений

$$\tau_{LT} = \frac{\sqrt{d_L^2 + h^2}}{c_L} + \frac{\sqrt{(d - d_L)^2 + h^2}}{c_T}$$
(2)

$$\frac{d_L}{c_L\sqrt{d_L^2 + h^2}} = \frac{d - d_L}{c_T\sqrt{(d - d_L)^2 + h^2}},$$
(3)

где расстояние  $d_L$  показано на рис. 1. Если  $c_L$ ,  $c_T$  и h известны, расстояние  $d_L$  может быть определено из полиномиального уравнения четвертого порядка:

$$\delta^4 - 2\delta^3 + \left(1 + \xi^2\right)\delta^2 - 2\frac{\gamma^2}{(1 - q^2)}\delta + \frac{\gamma^2}{(1 - q^2)} = 0, \quad (4)$$

где  $\delta=d_L/d,\,\xi=(h/d),\,\gamma= au_{LT}c_L/d,$  и  $q=c_T/c_L.$ 



Рис. 2: LU-DAC сигналы, измеренные при 22,1 ГПа и при различных расстояниях между возбуждающим и приемным лазерами *d* 

## 2. РЕЗУЛЬТАТЫ

LU-DAC сигналы, полученные на различных расстояниях d при давлении 22,1 Гпа, показаны на рис. 2. Пики  $SL_{Fe}$ , LL, TT, LT могут быть легко идентифицированы. Была написана программа для Matlab для анализа экспериментальных данных. Обработка данных показывает, что методом наименьших квадратов позволяет описать времена прибытия волн LL, LT, и TT. Измерения велись с шагом 2,075 мкм так, что расстояние d между импульсным и детектирующим лазером при измерении n можно определить из выражения d = 2,075(n-1) мкм. Самый верхний соответствует n = 6. Каждый второй измеренный сигнал показан на рис. 4.

Первый этап заключается в использовании метода наименьших квадратов для получения  $c_L$  и h по формуле (1). Окончательное значение  $c_L$  и  $c_T$  может быть достигнуто путем одновременной подгонки методом наименьших квадратов экспериментальных данных LL, LT и TT пиков. Критерием оптимальной оценки  $c_L$  и  $c_T$  при заданном давлении являются те значения, при которых сумма квадратов отклонений экспериментальных данных от теоретических значений, полученных из выражений (1–6) для LL, LT и TT пиков, достигает минимума (рис. 3). Статистические ошибки измерения скоростей сдвиговой и продольной моды не превышает 1%.

Рассмотрим сигнал, измеренный на расстоянии 52,9 мкм (n = 26). Форма сигнала показана на рис. 4а. Ширина акустических импульсов варьирует от 1,5 до 2 нс. Форма *LL LT* и *TT* импульсов имеют схожий вид, хотя полярность *TT* пика противоположна полярности *LL* и *LT* пиков. Максимум Фурье спектра *LL* пика

находится на частоте 700 МГц. Фурье спектр LT пика имеет два максимума, один из которых находится на частоте 330 МГц, а второй максимум расположен на частоте 730 МГц. Фурье спектр TT пика сдвинут в область высоких частот и также имеет два максимума, один из которых находится на частоте 417 МГц, а главный максимум расположен на частоте 790 МГц.



Рис. 3: Подгонка времени прихода импульсов *LL*, *TT* и *LT* в установке LU-DAC при давлении 22,1 Гпа

Анализ спектральных характеристик *LL*, *LT* и *TT* пиков не был проведен до настоящего времени. Результаты данного исследования дают основания полагать, что такой анализ может быть использован для улучшения точности определения скоростей акустических волн под давлением, а также может быть использован для идентификации различных типов волн.



Рис. 4: (а) Форма сигнала на 22,1 ГПа и измеренного на расстоянии 52,9 мкм. (b) Амплитуда Фурье спектра *LL* пика. (c) Амплитуда Фурье спектра *LT* пика. (d) Амплитуда Фурье спектра *TT* пика

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В работе рассматривается новый метод измерения скоростей продольных и поперечных волн в непрозрачном слое железа в ячейке алмазной наковальни при высоких давлениях методом лазерного ультразвука в конфигурации «точечный источник-точечный приемник». Результаты данного исследования дают основания полагать, что такой анализ может быть использован для улучшения точности определения скоростей акустических волн под давлением, а также может быть использован для идентификации различных типов волн.

Работа К. Вургесс была поддержана NSF, USA, проект No EAR-1215796.

- Chigarev N., Zinin P., Ming L.C., Amulele G., Bulou A., Gusev V. Applied Physics Letters. 93, N18. P.181905.2. (2008).
- [2] Sachse W., Kim K.Y. Review of Quantitative Nondestructive Evaluation, ed. D.O. Thomson and D.E. Chimeni. 6A. (Plenum Press: New York, 1986). 311 p.
- [3] Chigarev N., Zinin P., Mounier D., Bulou A., Ming L.C., T. A., Gusev V. High Pressure Research. 30, N 1. P.78. (2010).
- [4] Chigarev N., Zinin P., Mounier D., Bulou A., Zerr A., Ming L.C., Gusev V. Journal of Physics: Conference Series.
  278. P.017012. (2011).
- [5] Zinin P.V., Chigarev N., Mounier D., Bulou A., Ming L.C., Acosta T., Gusev V. J. Phys.: Conf. Ser. 215, N1. P.012053. (2010).
- [6] Zinin P.V., Chigarev N., Mounier D., Bulou A., Ming L.C., Acosta T., Gusev V. Journal of Physics: Conference Series.
  215, N 1. P.012053. (2010).
- [7] White R.M. Journal of Applied Physics. 34, N 12. P. 3559. (1963).
- [8] Auld B.A. Acoustic fields and Waves in Solids. II. (Malabar, Florida, 1990).

# Experimental study of the generation and propagation of short nanosecond acoustic pulses at high pressures in a diamond anvil cells by laser ultrasonics

P.V. Zinin<sup>1,3,a</sup>, V. Prakepernka<sup>2</sup>, K. Burges<sup>3</sup>, D. Y. Velikovskii<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Scientific-technological center of instrumentation, Russian Academy of Sciences, Russia, Moscow, Butlerova str. 15 <sup>2</sup> Center for Advanced Radiation Sources, The University of Chicago, Chicago, USA 5640 South Ellis Avenue <sup>3</sup>Hawaii Institute of geophysics and planetology, University of Hawaii, Honolulu, USA, 2525 Correa Road E-mail: <sup>a</sup> zosimpvzr@yahoo.com

The paper deals with a new method of measuring the velocities of longitudinal and transverse waves in an opaque layer of iron in the diamond anvil cell (DAC) at high pressures by laser ultrasound (LU) in the configuration «point source–point receiver». The main advantage of the configuration «point source–point receiver» for opaque amorphous solids and melts is that no additional data are required to measure the elastic properties of solid under pressure (such as information on the thickness of the sample at high pressure). This paper presents the results of a study of the spectral features of the generation and reception of shear and longitudinal waves in iron under high pressure in the LU–DAC system.

PACS: 62.65.+k , 62.50.-p

Keywords: : laser ultrasonics, high pressure, diamond anvil cell.

Received 23.11.2014

# Сведения об авторах

- 1. Зинин Павел Валентинович канд. физ.-мат. наук, ведущий научный сотрудник; тел.: (495) 333-61-02, e-mail: zosimpvz@yahoo.com.
- 2. Пракапенка Виталий канд. физ.-мат. наук.
- 3. Бургесс Екатерина доктор философии, стажер; тел.: +1 (808) 956-99-60, e-mail: kburg@hawaii.edu.
- 4. Великовский Дмитрий Юрьевич младший научный сотрудник; тел.: (495) 333-61-02, e-mail: dgvelikovsky@gmail.com.