文章编号:1000-5773(2008)04-0414-05

块状密实铁/蓝宝石界面的冲击温度测量*

郭锦良,刘福生,郝高宇,张明建,张岱宇,薛学东

(西南交通大学高温高压物理实验室,四川成都 610031)

摘要:利用二级轻气炮技术并结合对称碰撞方法对铁样品进行了冲击加载,通过测量铁/蓝宝石的界面光谱辐射亮度获得该界面的冲击温度。实验中,采用了新的样品/窗口界面制备途径和更加可靠的高温计标定方法,有效地消除了直接接触界面的"尖峰"辐射现象,观测到了 Fe/Al_2O_3 接触界面的稳定辐射。实验结果表明,在 164 GPa 冲击压力下,Fe/Al_2O_3 的界面温度为(3 950±180) K。

关键词:铁;冲击测温;蓝宝石;辐射

中图分类号:O521.3 **文献标识码**:A

1 引 言

在采用辐射法测量金属的冲击温度时,需要直接观测被测金属样品/光学窗口之间的接触界面温度[1]。为实现金属样品/光学窗口表面之间理想接触,人们通常采用金属镀膜技术直接将一层比较厚的金属膜沉积在窗口表面上[2-3]。但是,与块状密实的金属相比,窗口镀膜层存在疏松度的测量和控制问题[4]。Grover 和 Urtiew[1]以及谭华等人[5]分析研究了密实金属层与窗口直接接触问题。他们的分析结果表明,在块状样品/窗口之间存在微米级的间隙,在界面附近的样品层中就会形成界面高温层,它的热力学状态和辐射特征与理想接触界面显著不同,在实验上会观察到由热传导过程导致的辐射尖峰现象。若能将间隙尺度控制在小于 1.0 μm 之内(最好是小于 0.5 μm),则金属高温层/窗口界面的温度在大约几十纳秒的时间内即可从尖峰温度冷却到与理想界面相当的温度值[1]。在实际测温实验中,无论是镀膜样品还是块状样品都曾观测到尖峰辐射信号[2-3,6-9],各研究者观察到尖峰辐射信号的幅度以及弛豫时间也存在较大的差异,且对其产生机制的解释也存在分歧。事实上,实验中尖峰辐射信号的出现一直阻碍着金属冲击测温问题的解决。那么块状金属与光学窗口之间的接触状况能否进一步改善,或尖峰辐射信号能否从技术上避免呢?这是本研究试图解决的问题。

铁是构成地核的主要元素,也是一种应用广泛的金属材料,一直以来,对其高压性质的研究倍受人们关注。但铁的冲击测温问题仍然是一个难题,表现在辐射温度测量结果的分散性较大且理论计算和实验结果之间存在明显系统偏差[4,10-14]。问题仍然出在金属铁/窗口界面辐射特征的重复性和可控制性比较差,以致实验观测辐射信号在多数情况下不符合理想接触界面的辐射特征。为解决此问题,人们曾尝试过蓝宝石窗口镀铁膜以及在透明金刚石上溅射铁膜的技术途径[3]。镀膜样品的密度与块状密实铁之间存在一定差异,会导致界面温度偏高;在溅射铁膜的冲击实验中,虽然获得近乎理想界面的"平台"辐射信号,但是由于金刚石的禁带宽度比蓝宝石窄很多,它在强冲击加载过程中是否已失去了透明性,还有待进一步研究。况且这类实验代价昂贵,也不容易进行重复验证。

* **收稿日期**:2007-12-29;**修回日期**:2008-04-05

基金项目:自然科学基金(10874141)

作者简介:郭锦良(1982—),男,硕士研究生,主要从事新材料的合成研究. E-mail:gji2002@163.com

通讯作者:刘福生(1966—),男,研究员,博士生导师,主要从事高压凝聚态物理、原子分子物理以及冲击波技术研究. E-mail:fusheng_l@sohu.com

在确定铁的冲击温度时,人们通常采用 3 个步骤:(1) 金属铁/窗口界面温度直接观测;(2) 建立界面温度与铁的冲击卸载温度之间的联系,并推出冲击卸载温度;(3) 从卸载温度推出冲击温度。由此可见,借助可靠的界面制备方法而直接观测到冲击波作用下金属铁/蓝宝石窗口界面的真实稳定的辐射信号,是建立界面热传导模型的基础。我们在研究块状金属铜/蓝宝石界面的辐射特性时,发现界面辐射特征与界面的制作紧密相关[9],在此基础上将金属样品的抛光和挤压技术进行了改进,从实验上直接观察到界面和窗口自身的冲击辐射特征。本研究将进一步改进抛光和压紧方法,并将该方法应用于金属铁/蓝宝石界面辐射特性研究。在实验中,利用轻气炮加载技术[15],采用了一种高温计原位标定方法,尽量排除了样品腔内壁的杂散光影响。我们的目标是直接观察到真实的界面冲击辐射过程,并由此确定界面温度。

2　实验方法与技术

冲击实验方法如图 1 所示。块状密实铁样品/蓝宝石窗口的冲击加载实验是在∅25 mm 二级轻气炮上进行的。利用二级轻气炮将∅24 mm 的平面铁飞片加速到几千米每秒的速度,飞片的速度由磁测速测得[15],其测量精度为 0.5%。让飞片平行地撞击样品,由撞击产生的冲击波进入样品并对样品冲击压缩。本实验中,样品的冲击压力为 164 GPa,铁样品/蓝宝石窗口界面的卸载压力为 135 GPa。实验中高温计的在测量中所用通道的波长分别为 488、532、550、633、667、850 nm,实验前光纤探头用标准 WBr 灯进行现场原位标定。标定过程中的 WBr 灯参数如表 1 所示。本实验的关键环节有 3 个方面:(1) 界面制作;(2) 杂散光排除;(3) 高温计原位标定。分别叙述如下。

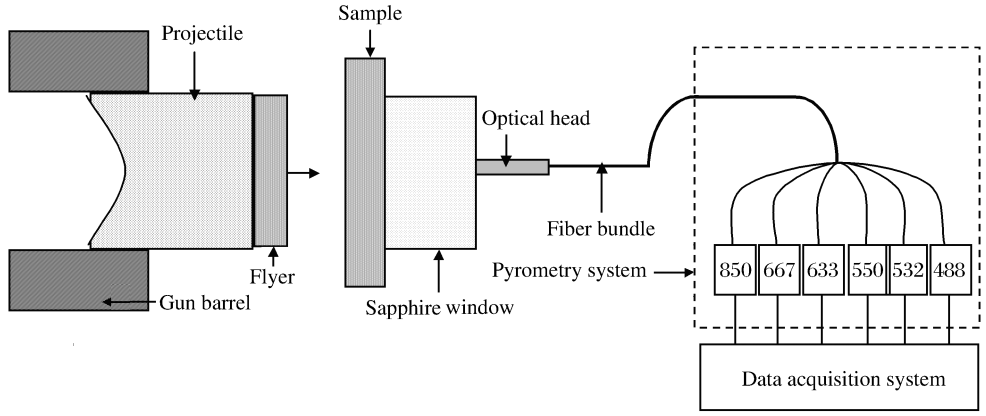


图 1　实验装置示意图

Fig. 1　Schematic view of experimental setup

表 1　标准灯的光辐射照度值(距灯丝 1 m 处)

Table 1　WBr lamps optical radiation illumination(1 m away from lamp filament)

Wavelength λ/(nm)	Optical radiation illumination $E(\lambda)/[\mu w/(nm \cdot cm^2)]$	Wavelength λ/(nm)	Optical radiation illumination $E(\lambda)/[\mu w/(nm \cdot cm^2)]$
488	0.693 8	633	1.169
532	0.710 8	667	1.297
550	0.799 0	850	1.610

2.1　金属铁/蓝宝石界面制备技术

本实验的环节之一是尽量减少金属样品/光学窗口之间的间隙,其目标是在实验中尽量满足理想接触界面的要求。在此条件下,界面辐射的观测信号才可能具有理想界面的辐射特征,即在实验中出现稳定的辐射信号。为减小间隙,本研究对金属样品的表面进行了精密抛光处理,且对样品与窗口接触面施

加适当的挤压以达到最好的接触效果。这两个步骤是非常细致的过程。对样品进行抛光过程中,我们借助 UNIPOL810 精密研磨抛光机,首先对样品进行多步精细研磨,然后再用金刚石抛光剂进行抛光,最后得到了铁样品的抛光镜面。抛光后的样品具有较高平整度和光洁度,基本满足实验要求。随后的装靶和压紧过程也至关重要。即使样品的光洁度得到保证,而界面接触不理想,也会导致实验失败。文献[16]采用了一种气压法,这种方法使样品与窗口能够在气压的作用下被均匀地压紧,且压力均匀,但控制过程比较复杂。本研究尝试机械螺杆压法,它具有压力稳定、无气源、不受抽真空过程的影响等特点。本实验中,根据干涉条纹并考虑到光在样品表面的反射过程有半波损失,铁样品/蓝宝石窗口的界面间隙在 0.1 μm 以下。如果冲击过程中形成高温层的厚度与间隙的厚度相当,三层介质模型[5]估算结果表明辐射尖峰的宽度应为 5 ns 左右。

2.2 样品腔杂散光排除方法

在实验中,杂散光的影响不容忽视。当样品周围的稀薄空气以及固定样品和窗口的金属表面受到冲击后,会产生与样品辐射强度可比拟的杂散光。若杂散光不加以屏蔽而传入光纤,会对实验结果产生明显的影响。为减小杂散光,本研究将靶中可能产生反射或散射的局部进行涂黑(如图 2 所示),同时将光纤探头所能观测到的界面范围限制在∅3 mm以内。

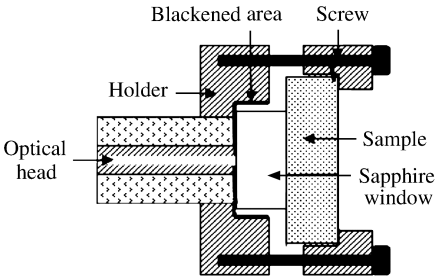


图 2 靶结构示意图

Fig. 2 Sketch of target arragement

2.3 高温计原位标定方法

利用辐射高温计测量界面的光谱辐亮度,必须对光纤探头和光电倍增管进行标定。我们在实验中采用了一种"原位标定"方法,确保在标定与测量过程中光纤和光路完全一致。具体做法如图 3 所示。在标定之前,首先将光纤头固定在靶座上,并将靶座与气炮发射管的轴线准直,然后将标准灯移动到光纤端口前方某距离处,保证光纤的观察方向、标准灯的灯丝、以及炮管的轴线 3 者在同一条直线上。固定光路完成标定后,将标准灯移出靶室,再将样品安装到靶座上。在此过程中,确保靶座和整个光路不再改变,直到进行冲击实验。这种原位标定方法可以满足标定和测量过程的一致性要求。

实验中铁飞片、铁样品以及蓝宝石窗口的尺寸分别为∅24 mm×2 mm、∅30 mm×3 mm 和∅24 mm×8 mm。其中蓝宝石、铁样片的两个平行面和飞片的碰撞面都进行过精细抛光处理,实验数据处理时涉及的相关材料的 Hugoniot 参数等数据列于表 2 中。

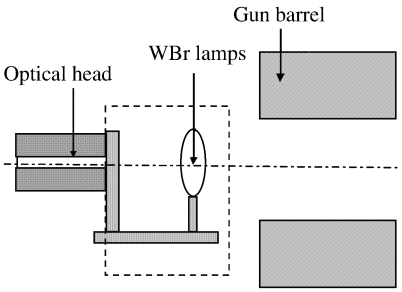


图 3 原位标定示意图

Fig. 3 Sketch of *in-situ* calibration

表 2 实验相关材料 Hugoniot 参数

Table 2 Hugoniot data for material relevant to experiment

Material	ρ /(g/cm^3)	C_0 /(km/s)	λ	γ_0
Fe	7.85	3.955	1.580	1.90
Al_2O_3	3.98	8.724	0.975	1.32

3 实验结果与分析

在实验中,利用高温计与数字示波器(TDS680C)相结合测量了铁样品/蓝宝石窗口界面的冲击辐射历史,6 个测量通道都获得完整的信号记录。图 4 给出了 532 nm 和 850 nm 两个通道的信号,其它通道的信号与此类似。当冲击波到达铁/蓝宝石界面后,表观辐射信号的幅度在几纳秒内迅速上升到一个

稳值,并在 250 ns 内保持恒定。实验结果符合理想界面的辐射特性。利用灰体辐射公式拟合 6 个测量通道给出的光谱辐亮度值,得到铁/蓝宝石的界面辐射温度随时间变化,如图 5 所示。冲击波到达初期界面的温度为(3 950±180) K,光谱辐射亮度随波长的变化规律符合灰体辐射模型,拟合误差在 4% 以内(见图 5 中插图)。由本研究所得到的界面温度导出的冲击温度约为 4 300 K,与文献[3]中实验数据外推至 164 GPa 时的温度基本一致。

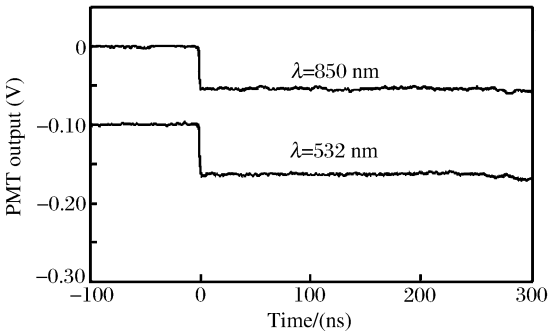


图 4　典型密实铁/蓝宝石界面光谱辐亮度历史
(532 nm 通道向下移动了 100 mV)

Fig. 4　Typical radiation histories observed from iron/sapphire interface (532 nm channel is shifted down by 100 mV)

在实验中,我们还观察到辐射尖峰现象,可以作以下两种解释:(1) 界面处高温层厚度在 0.05 μm 以下,辐射宽度小于本实验示波器的采样周期(1 ns),因而未被记录下来;(2) 由于良好的接触,实验中可能并未有可观的高温层出现。到底属于哪种情况还需要进一步研究。本研究结果表明,在进行铁的冲击测温实验时,对样品表面进行精密抛光后再结合适当的样靶装配方法,将铁样品/蓝宝石窗口之间的间隙控制在 0.1 μm 以下,再通过消除杂散光、限制光纤孔径角、高温计原位标定等措施,可以完全消除界面处高温层的辐射"尖峰"影响,并直接观测到铁/蓝宝石窗口理想接触界面辐射。与过去的机械挤压和气体传压型样品制作方法相比,本次实验在样品抛光环节有明显改进,提高了界面接触质量。本研究为制作其它金属样品/光学窗口的理想界面提供了一条可行的实验途径,也为进一步研究金属样品/光学窗口的界面热传导模型建立了实验技术保障。

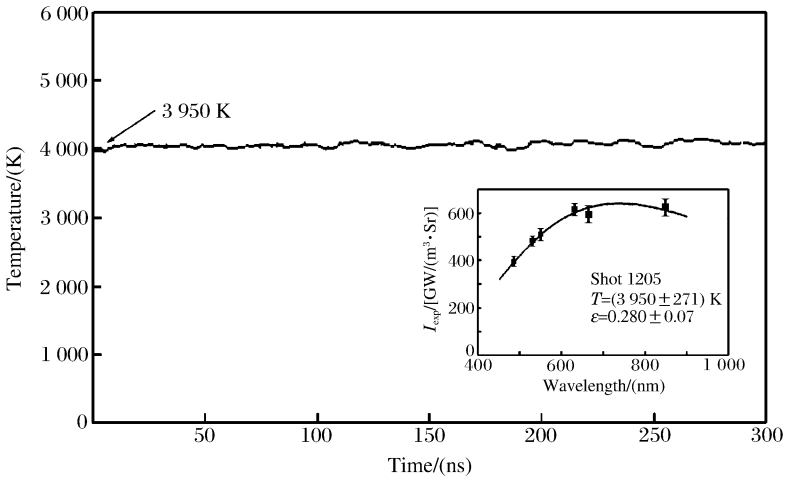


图 5　铁/蓝宝石表观温度历史及其界面温度拟合结果

Fig. 5　Apparent temperature profile of iron/sapphire interface and the fitted Plank greybody spectrum with an interfacial temperature

References:

[1] Grover R, Urtiew P A. Thermal Relaxation at Interfaces Following Shock Compression [J]. J Appl Phys, 1974, 45: 146-145.

[2] Bass J D, Svendsen B, Ahren T J. The Temperatures of Shock-Compressed Iron [A]//Manghnani M, Syono Y. High Pressure Research in Mineral Physics [C]. Tokyo: Terra Scientific, 1987: 393-402.

[3] Yoo C S, Holmes N C, Ross M, et al. Shock Temperatures and Melting of Iron at Earth Core Conditions [J]. Phys Rev Lett, 1993, 70(25): 3931-3934.

[4] Nellis W J, Yoo C S. Issues Concerning Shock Temperature Measurements of Iron and Other Metals [J]. J Geophys Res, 1990, 95(10): 21749-21752.

[5] Tan H, Dai C D. Shock Temperature Measurement for Metals(Ⅳ)—"Three Layer Model" and Its Applications [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2000, 14(2): 81-91. (in Chinese)
谭 华, 戴诚达. 金属的冲击波温度测量(Ⅳ)——"三层介质模型"及其应用 [J]. 高压物理学报, 2000, 14(2): 81-91.

[6] Tang W H, Jing F Q, Zhang R Q, et al. Thermal Relaxation Phenomena across the Metal/Window Interface and Its Significance to Shock Temperature Measurements of Metals [J]. J Appl Phys, 1996, 80(6): 3248-3253.

[7] Tan H, Dai C D. Problems of Shock Temperature Measurements for Metals by Using Optical Radiometry Method [J]. High Pressure Research, 2001, 21: 183-214.

[8] Dai C D, Tan H. A Heat Conduction Model for Three Layers and Application to Shock Temperature Measurements for Metals [J]. J Phys: Condensed Matter, 2002, 14(44): 10829-10832.

[9] Hao G Y. Research on Radiation Behaviors and Temperatures of Copper/Sapphire Interface under Shock Compression [D]. Chengdu: Southwest Jiaotong University, 2007. (in Chinese)
郝高宇. 无氧铜/蓝宝石界面冲击辐射特性及温度测量研究 [D]. 成都: 西南交通大学, 2007.

[10] Williams Q, Jeanloz R, Bass J, et al. The Melting Curve of Iron to 250 Gigapascals: A Constraint on the Temperature at Earth's Center [J]. Science, 1987, 315: 1813-1817.

[11] Ahrens T J, Tan H, Bass J D. Analysis of Shock Temperature Data for Iron [J]. High Pressure Research, 1990, 2(3): 145-157.

[12] Tan H, Ahrens T J. Shock Temperature Measurements for Metals [J]. High Pressure Research, 1990, 2(3): 159-182.

[13] Saxena S K, Shen G, Lazor P. Experimental Evidence for a New Iron Phase and Implications for Earth's Core [J]. Science, 1993, 260(5112): 1312-1314.

[14] Tan H, Dai C D, Zhang L Y, et al. Method to Determine the Melting Temperatures of Metals under Megabar Shock Pressures [J]. Appl Phys Lett, 2005, 87(22): 221905-221907.

[15] Jing F Q, Chen J X. Dynamic High-Pressure Generation Principle and Related Technologies [M]. Beijing: National University of Defense Technology Press, 2006. (in Chinese)
经福谦, 陈俊祥. 动高压原理与技术 [M]. 北京: 国防工业出版社, 2006.

[16] Hao G Y, Liu F S. Optical Emission of Directly Contacted Copper/Sapphire Interface under Shock Compression of Megabar [J]. Appl Phys Lett, 2007, 90(26): 261914-261917.

Temperature Measurement for the Interface of the Dense Bulk-Iron/Sapphire Window under Shock Compression

GUO Jin-Liang, LIU Fu-Sheng, HAO Gao-Yu, ZHANG Ming-Jian, ZHANG Dai-Yu, XUE Xue-Dong

(*Laboratory of High Pressure Physics, Southwest Jiaotong University, Chengdu* 610031, *China*)

Abstract: The iron sample is symmetrically impacted by a high speed flyer of the same material, which is launched by use of two-stage light-gas gun. The temperature of the interface between iron and sapphire is determined by measuring the spectra illuminaton. In experiment, a new technique is applied to prepare the bulk-iron/sapphire interface, and an improved *in-situ* method is used to calibrate the pyrometer. As a result, the "peak radiation" from the directly contacted interface is effectively diminished, and the stable emission from the ideally intacted interface of Fe/Al_2O_3 is observed. The result shows that the Fe/Al_2O_3 interface temperature corresponding to the shock pressure of 164 GPa is (3 950±180)K.

Key words: iron; shock temperature; sapphire; radiation