文章编号：1000-5773(2011)05-0416-05

DAC 加载下材料高压声速的激光超声测量技术*

马　云，张　毅，李加波，蔡灵仓，李剑峰，柳　雷，
敬秋民，王志刚，王　翔，翁继东，李　俊

（中国工程物理研究院流体物理研究所，冲击波物理与爆轰物理
国防科技重点实验室，四川绵阳　621900）

摘要：设计并建立了可测量金刚石压砧(DAC)加载下材料高压声速的激光超声系统。该系统采用脉宽为 6.3 ns 的调 Q 激光器作为超声波激发光源，使用光纤位移干涉仪和速度干涉仪混合系统进行超声位移探测，不需要借助其它任何参数即可直接测量样品的高压声速和原位厚度。利用该系统，测量了 2.6 GPa 压力下铜样品的高压纵波声速和原位厚度，并给出了测量结果。

关键词：激光超声；声速；干涉仪；铜；高压；金刚石压砧
中图分类号：O521.3　　**文献标识码**：A

1　引　言

高压声速测量在地球物理研究中具有重要意义[1]。在模拟地球内部的高温高压条件时，材料声速的测量数据对于地震波速-深度-密度-成分的关系及其温度、压力效应等研究结果的可靠性和实用性影响很大。因此，高压声速测量技术一直是实验地球物理学和高压物理学的重要研究内容[2]。

但是，高压声速的精确测量，尤其是金刚石压砧(Diamond Anvil Cell，DAC)加载下的高压声速测量，一直是一项技术难题。这是由于 DAC 腔体很小，样品厚度很薄，可用于 DAC 加载下材料声速测量的方法不多，目前主要有吉赫兹压电式超声法[3]、布里渊散射法[4]和激光超声法[5]。吉赫兹压电式超声法属于传统接触式超声测量方法，由于要产生吉赫兹量级的高频超声波，因此对压电器件制作、传输电路设计以及实验布置技巧提出了很大的挑战。布里渊散射法只适用于透明材料，且信号极弱，难以探测，在很多方面都受到限制。近几年提出了一种可用于 DAC 加载下材料声速测量的激光超声方法[5]，它利用短脉冲激光在样品中产生高频超声波，结合干涉仪等光学方法进行检测，是完全意义上的非接触测量。此外，激光超声法还可以同时激发纵波和横波，是一项很有前景的高压声速测量技术。

Chigarev 等人[6]利用激光超声法同时测量了 DAC 加载下铁的高压纵波声速和横波声速。他们采用激发光位置和探测光位置在同一侧的实验布局方式，其优势是可以增加声程，从而提高声波走时的测量精度。但是，声程的增加会使高频超声衰减得很快，不利于信号的检测。此外，同侧探测会引入界面波和反射波，使波系变得复杂，信号分析变得困难。

* **收稿日期**：2010-03-29；**修回日期**：2010-04-29
基金项目：中国工程物理研究院双百人才基金(2008R0106)；中国工程物理研究院科学技术基金(2009B0101001)；冲击波物理与爆轰物理国防科技重点实验室基金(9140C6703010905)
作者简介：马　云(1975－)，男，博士，副研究员，主要从事冲击波物理测试技术研究. E-mail：myun102@21cn.com

本研究运用激光超声技术,测量铜的高压纵波声速和原位厚度。实验中,采用激发光和探测光在DAC 两侧的布局方式。虽然异侧的实验布局使声程减小,但波系简单,超声信号强,有利于超声信号的检测。

2　实验原理

如图 1 所示,一束脉冲激光照射到 DAC 加载下的样品表面,由于热弹效应或烧蚀效应,使材料激发出具有与激光脉宽倒数相同量级的高频超声波[7]。脉冲超声波在样品中传播并到达样品背面的干涉仪探测点,由干涉仪记录超声位移波形和到达时间。通过改变干涉仪探测点与超声激发点的相对位置,同时获得样品的厚度和声速。这里假设在金刚石砧面区域内样品的厚度均匀(即样品内的压力分布均匀),并且声速与声波的传播方向无关。

根据图 1 所示的几何关系,可以得到

$$\begin{cases} t_1 c_i = (d_1^2 + h^2)^{1/2} \\ t_2 c_i = (d_2^2 + h^2)^{1/2} \end{cases} \tag{1}$$

式中:t_1、t_2 分别为激发点 B、C 产生的超声波到达探测点 O 的时间,d_1、d_2 分别为激发点 B、C 距离探测点 O 的背面正中心 O' 点的距离,h 为样品厚度,c_i 为样品的高压声速(纵波声速或横波声速)。实际测量时,O' 点与 O 点存在初始距离 d_0,需测量 O' 点到 O 点的走时 t_0,此时样品的声速和厚度为

$$\begin{cases} t_0 c_i = (d_0^2 + h^2)^{1/2} \\ t_1 c_i = [(d_0 + \mathrm{d}_1)^2 + h^2]^{1/2} \\ t_2 c_i = [(d_0 + \mathrm{d}_2)^2 + h^2]^{1/2} \end{cases} \tag{2}$$

本研究中的实验测量结果由(2)式计算得出。

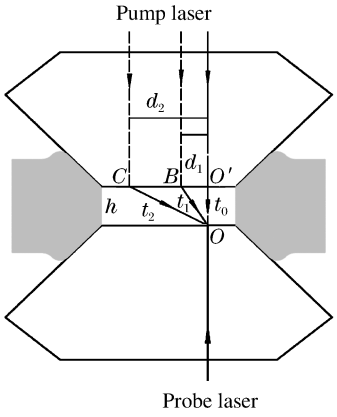


图 1　DAC 加载下材料声速和样品原位厚度测量原理示意图

Fig. 1　The test configuration for measurement of sound velocity and *in-situ* thickness of sample in DAC

3　实　验

DAC 激光超声实验装置由脉冲激发光源、位移干涉仪、显微放大系统和样品系统组成,如图 2 所示。脉冲激发光源为调 Q 纳秒激光器,工作波长为 532 nm,脉宽为 6.3 ns,最大输出能量为 800 mJ。输出能量可以通过改变放大级的电压或 Q 开关相对闪光灯的延迟时间进行调节。激光可采用单次输出或以 1～10 Hz 之间的频率重复输出。本实验采用单次输出。纳秒激光器产生的激光经显微物镜 3(放大倍数为 20,工作距离为 30.5 mm)聚焦到样品上,聚焦光斑直径为 27 μm。通过调节激光器的输出能量,从而改变照射在样品上的激光功率密度。实验时,激光功率密度调至烧蚀模式,以获得较强的超声位移信号。显微物镜 3 固定在 x-y-z 移动平台上,通过微调显微物镜 3,改变激发光照射在样品上的位置,即改变超声激发点与探测点之间的相对距离。

超声位移采用由自主研发的全光纤位移干涉仪[8]和全光纤速度干涉仪[9]组成的混合测试系统进行探测。光纤位移干涉仪和光纤速度干涉仪的光源皆为连续输出分布反馈光纤激光器,波长为 1 550 nm,线宽约 300 kHz,最大输出功率为 2 W。光纤位移干涉仪探测器的响应带宽(直流)约 3.5 GHz。速度干涉仪的条纹常数为 2013 m/(s·Fr),时间分辨力约为 0.4 ns。数字示波器的响应带宽为 3 GHz,最高采样率为 10 GHz。因此,干涉仪系统的响应带宽可达 1 GHz 以上。由于速度干涉仪可以输出具有固定相位差的两路信号,因此利用此相位差可以提高超声波到达时刻的读数精度。

干涉仪系统的光源出射光束经光纤环形器和准直镜 4 准直后,再经显微物镜 2(放大倍数为 50,数值孔径为 0.42,工作距离为 20.5 mm)聚焦至样品表面。样品表面反射的信号光复经显微物镜 2、准直镜 4 和光纤环形器进入干涉仪系统。实际上,当样品表面探测点恰好与显微物镜焦点重合时,物镜和样

品表面即构成“猫眼动镜”[10]。其特点是反射光方向不受猫眼绕物镜光心摆动的影响，形成了一个很好的逆向反射器。“猫眼动镜”和大数值孔径显微物镜的使用，大大提高了信号光的收集效率，进而有效地提高了干涉仪系统的信噪比。

显微放大系统由物镜 1、目镜和 CCD 构成。一方面可以测量聚焦光斑的尺寸，另一方面可以用于观测激发光斑和探测光斑的相对位置。实验时，先用孔径为 5 μm 的针孔作为模拟样品，将激发光束和探测光束调至共线，使干涉仪的探测点正好处于激发点的背向正中心。

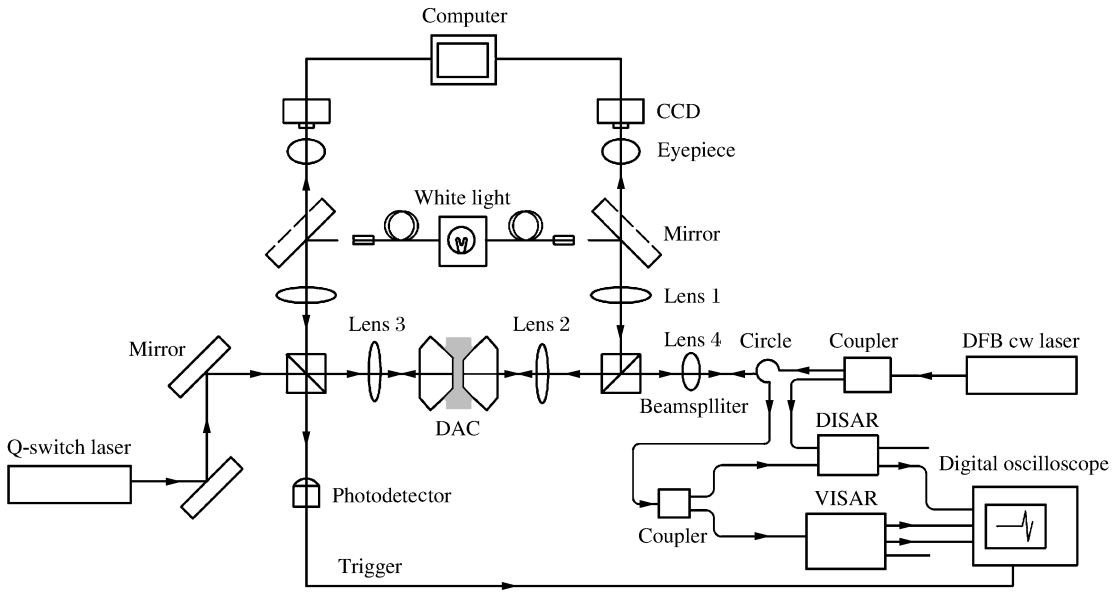


图 2 DAC 激光超声实验系统

Fig. 2 Laser ultrasonic test platform in DAC

将激发光束分出一小部分，采用快速光电二极管进行探测，用以记录系统的触发信号，测量超声波的产生时间。快速光电二极管（响应时间为 300 ps）配合宽带示波器，可以很好地测量纳秒激光器的脉宽。

实验样品为 Alfa 公司生产的 250 μm 厚铜箔，表面未作任何处理。DAC 装置中的金刚石砧面直径为 300 μm。将铜样品直接用金刚石加压压紧，不加其它封垫，铜样品自身可起到封垫的作用。铜样品中的压力由红宝石荧光 R_1 线的频移给出。对中心点和边缘点的压力进行比对测量，中心点的压力为 2.6 GPa，边缘点的压力为 2.4 GPa。考虑到所加压力较低，铜样品中其高压声速变化不大，故可忽略由压力分布不均所产生的影响，将铜样品各处的厚度视为一致。

4 实验结果与分析

图 3 为用干涉仪系统得到的 250 μm 厚铜箔经过 DAC 加压至 2.6 GPa 时的一幅激光超声位移波形。其中，通道 CH1、CH2 信号为速度干涉仪的输出信号，两者有 120°的固有相位差，通道 CH3 信号为激发光脉冲信号，通道 CH4 信号为位移干涉仪的输出信号。激光脉冲信号峰值的对应时间为激发光到达样品表面的时刻，可以认为是产生超声波的时刻。将干涉信号的起跳点作为超声纵波到达样品背面干涉仪探测点的时刻。激发光信号的传输时间与干涉仪信号的传输时间之间固有的延迟时间通过专用方法校准，校准精度为 0.1 ns。

沿 x 方向移动激发光聚焦显微物镜 3，分别测量了激发光斑在图 1 所示的 O' 点、B 点和 C 点的超声波走时，其中 B 点相对 O 点在 x 方向上移动 43.3 μm，C 点相对 O 点在 x 方向上移动 80.0 μm。B 点、

O'点和 C 点的速度干涉仪信号如图 4 所示,对应的超声波走时分别为 4.6、8.3 和 10.2 ns。将上述数据代入(2)式,即可得到 250 μm 厚的铜箔经过 DAC 加压至 2.6 GPa 时的纵波声速为 4.87 km/s,原位厚度为 21 μm,d_0 为 −35 μm。d_0 为负值表明所选择的初始激发点 O'与激发点 B、C 分布在探测点 O 的两侧。

通过激光超声技术测量得到的铜样品的高压纵波声速为 4.87 km/s,与王志刚等人[11]在六面顶压机上采用传统超声测量技术(超声主频 5 MHz)得到的测量结果较为一致。而实验测得的原位样品厚度(21 μm)则与 DAC 卸压后采用尖爪千分尺(读数精度为 ±2 μm)测量的铜样品厚度(26 μm)较为一致。说明本实验建立的测试技术对于 DAC 加压下材料的高压声速测量具有一定的可行性和可靠性。

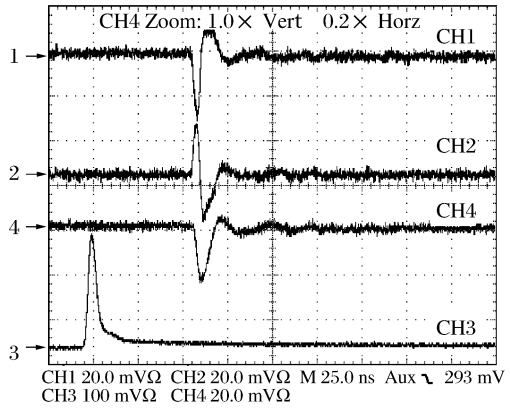


图 3　DAC 中加压至 2.6 GPa 时铜样品的原始激光超声干涉仪信号

Fig. 3　Raw laser ultrasonic waveforms from copper sample at pressure of 2.6 GPa in DAC

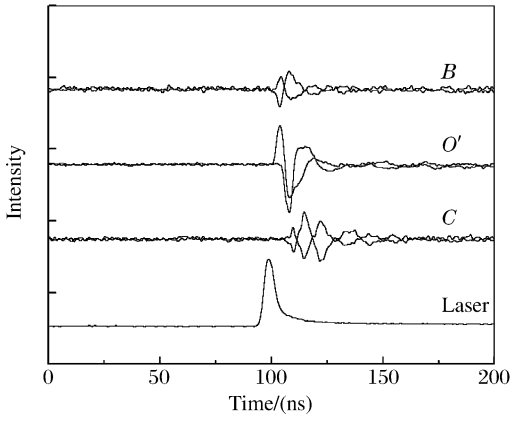


图 4　DAC 中加压至 2.6 GPa 时铜样品不同激发位置的激光超声速度干涉仪信号

Fig. 4　Raw laser ultrasonic waveforms of velocity interferometer at different distances from copper sample at pressure of 2.6 GPa in DAC

5　结　论

建立了一种可同时测量 DAC 加载下材料高压声速和原位厚度的激光超声测试系统。由 2.6 GPa 压力下铜箔的高压纵波声速的测量结果可知,该技术可用于 DAC 加压下材料的高压声速测量。由于激发光源的限制,激光超声系统的测量精度不高。未来将选用更窄的激光作为超声激发光源,以获得更高的测量精度。

感谢中国工程物理研究院流体物理研究所的毕　延、刘盛刚、张　林等同事在实验中所给予的帮助。

References:

[1] Tan H. Introduction to Experimental Shock-Wave Physics [M]. Beijing: National Defence Industry Press, 2007. (in Chinese)
谭　华. 实验冲击波物理导引 [M]. 北京:国防工业出版社,2007.

[2] Xie H S. Introduction to Materials Sciense of the Earth's Interior [M]. Beijing: Science Press, 1997. (in Chinese)
谢鸿森. 地球深部物质科学导论 [M]. 北京:科学出版社,1997.

[3] Jacobsen S D, Reichmann H J, Kantor A, et al. A Gigahertz Ultrasonic Interferometer for the Diamond Anvil Cell and High-Pressure Elasticity of Some Iron-Oxide Minerals [A]//Chen J, Wang W, Duffy S, et al. Advances in High-Pressure Technology for Geophysical Applications [M]. Oxford, UK: Elsevier Science Ltd., 2005: 25-48.

[4] Polian A. Brillouin Scattering at High Pressure: An Overview [J]. J Raman Spectrosc, 2003, 34: 633-637.

[5] Decremps F, Belliard L, Perrin B, et al. Sound Velocity and Absorption Measurements under High Pressure Using Picosecond Ultrasonics in a Diamond Anvil Cell: Application to the Stability Study of AlPdMn [J]. Phys Rev Lett, 2008, 100(3): 035502.

[6] Chigarev N, Zinin P, Ming L C, et al. Laser Generation and Detection of Longitudinal and Shear Acoustic Waves in a Diamond Anvil Cell [J]. Appl Phys Lett, 2008, 93(18): 181905.

[7] Scruby C B, Drain L E. Laser Ultrasonics: Techniques and Applications [M]. New York: Taylor & Francis, 1990.

[8] Weng J D, Tan H, Wang X, et al. Optical-Fiber Interferometer for Velocity Measurements with Picosecond Resolution [J]. Appl Phys Lett, 2006, 89(11): 111101.

[9] Weng J D, Tan H, Hu S L, et al. New All-Fiber Velocimeter [J]. Rev Sci Instrum, 2005, 76(9): 093301.

[10] Yang G G. Modern Optical Testing Technology [M]. Hangzhou: Zhejiang University Press, 1997. (in Chinese)
杨国光. 近代光学测试技术 [M]. 杭州: 浙江大学出版社, 1997.

[11] Wang Q S, Wang Z G, Bi Y. Design of the Sample Assembly for Ultrasonic Measurement at High Pressure and 300 K in Six-Side Anvil Cell [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2006, 20(3): 331-336. (in Chinese)
王青松, 王志刚, 毕 延. 六面顶压机上常温高压超声测量的样品组装设计 [J]. 高压物理学报, 2006, 20(3): 331-336.

High Pressure Sound Velocity Measurement of Material in DAC Using Laser Ultrasonics Technique

MA Yun, ZHANG Yi, LI Jia-Bo, CAI Ling-Cang, LI Jian-Feng,
LIU Lei, JING Qiu-Min, WANG Zhi-Gang,
WANG Xiang, WENG Ji-Dong, LI Jun

(*National Key Laboratory of Shock Wave and Detonation Physics, Institute of Fluid Physics, CAEP, Mianyang* 621900, *China*)

Abstract: A prototype laser-based ultrasound system is designed and built to measure the sound velocity of samples at high pressure in a diamond anvil cell. The system uses a Q-switch laser with 6.3 ns pulse width for excitation of broadband ultrasonic waves, and an optical fiber displacement and velocity mixing interferometer for detection. Both longitudinal acoustic wave velocity and *in-situ* thickness of copper at the pressure of 2.6 GPa are obtained by this all-optical pump-probe technique, which does not require any information beyond that contained in the signal itself.

Key words: laser ultrasonics; sound velocity; interferometer; copper; high pressure; diamond anvil cell