

基于巴黎-爱丁堡压机的高压中子衍射技术

史钰 陈喜平 谢雷 孙光爱 房雷鸣

High-pressure neutron diffraction techniques based on Paris-Edinburgh press

Shi Yu Chen Xi-Ping Xie Lei Sun Guang-Ai Fang Lei-Ming

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 68, 116101 (2019) DOI: 10.7498/aps.68.20190179

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190179>

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

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

同步辐射高压单晶衍射实验技术

High pressure single-crystal synchrotron X-ray diffraction technique

物理学报. 2017, 66(3): 036203 <https://doi.org/10.7498/aps.66.036203>

六面顶压机立方压腔内压强的定量测量及受力分析

Force analysis and pressure quantitative measurement for the high pressure cubic cell

物理学报. 2017, 66(9): 090702 <https://doi.org/10.7498/aps.66.090702>

用于中国散裂中子源多功能反射谱仪的高气压多丝正比室探测器的研制

Development of high-pressure multi-wire proportional chamber neutron detector for the China Spallation Neutron Source multipurpose reflectometer

物理学报. 2018, 67(7): 072901 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20172618>

基于裂变 γ 标识技术的瞬发裂变中子谱测量新方法

A novel method to measure prompt fission neutron spectrum based on fission γ tagging technique

物理学报. 2018, 67(21): 212501 <https://doi.org/10.7498/aps.67.20180563>

一种以压力一维均匀分布为特征的长条形对顶压砧

A strip anvil apparatus with linear uniform pressure distribution

物理学报. 2016, 65(10): 100701 <https://doi.org/10.7498/aps.65.100701>

基于拉曼频移的白宝石压腔无压标系统高温高压实验标定

Raman spectra based pressure calibration of the non-gauge sapphire anvil cell at high temperature and high pressure

物理学报. 2015, 64(14): 149101 <https://doi.org/10.7498/aps.64.149101>

基于巴黎-爱丁堡压机的高压中子衍射技术*

史钰 陈喜平 谢雷 孙光爱 房雷鸣†

(中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 中子物理学重点实验室, 绵阳 621999)

(2019年1月30日收到; 2019年4月10日收到修改稿)

巴黎-爱丁堡压机 (Paris-Edinburgh press) 可配合中子衍射对物质在高压下的结构变化进行研究. 自 20 世纪 90 年代开始, 已在材料学、地学、化学等众多领域得到了广泛应用. 本研究利用巴黎-爱丁堡压机在中国绵阳研究堆 (CMRR) 的高压中子衍射谱仪 (凤凰) 上成功开展了高压中子衍射实验. 实验由一台载荷为 200 MPa 的单缸柱塞泵为巴黎-爱丁堡压机提供加载压力, 并发展了一套与谱仪集成的自动定位系统对样品进行定位. 利用铁作为样品, 分别使用单凹曲面和双凹曲面两种碳化钨 (WC) 压砧, 成功获得了约 10 GPa 压力范围内的高压原位中子衍射谱. 实验结果显示, 双凹曲面组装可以稳定地承受 100 MPa 的负载压力, 而单凹曲面封垫在 80 MPa 左右的负载压力下就开始不稳定而发生放炮. 研究结果表明, 双凹曲面压砧的凹槽增强了封垫的侧向支撑能力, 使双凹曲面组装比单凹曲面组装具有更好的稳定性. 研究结果对进一步优化巴黎-爱丁堡压机的压砧及封垫具有重要的指导意义.

关键词: 巴黎-爱丁堡压机, 凹曲面压砧, 封垫, 中子衍射**PACS:** 61.05.fm, 07.35.+k**DOI:** 10.7498/aps.68.20190179

1 引言

压力、温度和化学组成是物质的热力学三大基本要素, 压力是物质独立于温度和化学组成的一个重要维度. 压力作用下, 物质内部的结构、原子相互作用等会发生改变, 由此出现新结构或产生新性质的高压新相, 从而使物质展现出更多的形态, 比如 H_2S 在高压下会转变为超导体^[1]; 六方相 BN 在高压下会转变为立方相 BN^[2]; 层状结构的石墨在高压下会转变为最坚硬的材料金刚石^[3]. 高压科学的进步离不开高压技术的发展. 高压科学中常用的静高压实验技术可以根据样品腔体体积大小分为大腔体压机 (large volume press) 技术和金刚石对顶砧 (diamond anvil cell) 技术. 前者主要用于高温高压合成; 后者可产生超高压——在 1986 年就

得到 550 GPa 的高压^[4], 可结合 X 射线衍射 (XRD)、同步辐射和拉曼光谱等方法对材料在高压下的物性变化进行研究.

中子衍射 (ND)、XRD 和透射电镜 (TEM) 是表征物相结构的重要手段^[5-9], 在高压实验中, 目前还不能把透射电镜运用于原位实验, 因此前两种研究方法更显得重要. 与 X 射线和电子散射相比, 中子被原子核散射, 其散射振幅随原子序数呈无规则变化, 中子衍射能精确测定材料中轻原子的位置, 具有分辨原子序数相近的原子以及同位素的本领. 同时, 由于中子具有磁矩, 中子衍射可以直接测定材料的磁有序. 而中子不与核外电子作用, 穿透力强, 在测试中可以使用大块样品以及穿透各种复杂的样品环境. 因此, 中子衍射与 XRD、同步辐射、TEM 可以互补, 配合来解决很多结构问题.

巴黎-爱丁堡压机 (Paris-Edinburgh press) 是

* 国家重点研发计划 (批准号: 2016YFA0401503)、国家自然科学基金 (批准号: 11427810)、科学挑战专题 (批准号: TZ2016001) 和中国工程物理研究院中子物理学重点实验室 (批准号: 2017AB02) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: flmyaya2008@163.com

应用在中子衍射上最普遍的高压加载设备, 可进行原位高压中子衍射实验. 巴黎-爱丁堡压机为单轴加压, 使用两个相对的压砧对封垫和样品施压而产生压力, 如图 1 所示. 压砧的材料有碳化钨 (WC)、立方氮化硼 (cBN)、烧结合金刚石 (SD) 等. 封垫一般为高强度材料 TiZr 合金或者 CuBe 合金. 巴黎-爱丁堡压机从 20 世纪 90 年代开始广泛应用于世界各中子源的高压线站, 并带动了高压中子衍射技术的快速发展^[10-17]. 巴黎-爱丁堡压机按型号可分为 V 型和 VX 型^[13]. V 型为四柱型, 主要在散裂中子源上应用, 这是因为散裂中子源采用能量分布模式进行信号采集, 只需要固定的 2θ 角. VX 型为开放式, 通过去掉传统 V 型装置中的四个立柱来增加实验信息收集的角度 (水平方向 130° , 垂直方向 60°), 可用于角度分布模式的信号采集, 所以在散裂中子源和反应堆中子源上都有广泛应用. 巴黎-爱丁堡压机的主要型号、负载及尺寸如表 1 所列.

表 1 巴黎-爱丁堡压机型号及主要特征^[13]. Capacity 为最大加载力, 单位为 MPa. 所有尺寸单位为 mm

Table 1. Types of Paris-Edinburgh presses and principal characteristics^[13]. Capacity is the maximum load in tons. All dimensions are in mm.

Type	Capacity	Mass/kg	Diam. ram	Diam. piston
VX1	50	10	120	50
VX2	50	10	120	50
V3	250	50	248	114
VX3	200	50	230	114
V4	250	50	248	114
VX4	200	50	230	114
V5	150	35	198	92
VX5	130	35	180	92
V7	450	90	305	150
V8	450	90	305	150

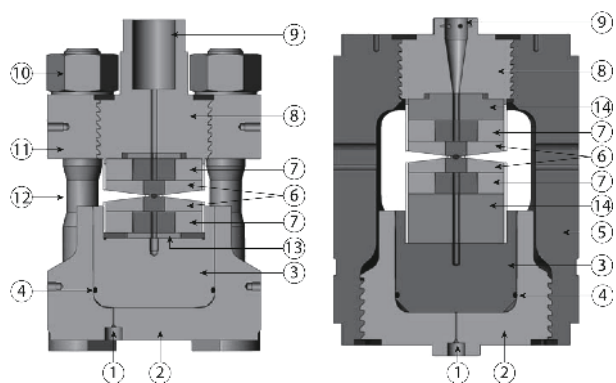


图 1 巴黎-爱丁堡压机 V 型(左图)和 VX 型(右图)的横截面示意图^[13]. ①液压入口; ②油缸; ③油腔; ④O 型密封圈; ⑤加压主体框架; ⑥压砧; ⑦底座; ⑧后座; ⑨光路通路; ⑩螺母; ⑪上压块; ⑫螺杆; ⑬垫片; ⑭钢柱

Fig. 1. Cross section of Paris-Edinburgh press type V(left) and type VX(right). ① Hydraulic fluid inlet; ② cylinder; ③ piston; ④ O-ring seal; ⑤ load frame; ⑥ anvils; ⑦ TC backing plates(seats); ⑧ breech; ⑨ front collimator; ⑩ nut; ⑪ top platen; ⑫ tie rod; ⑬ backing disc; ⑭ steel spacer.

本研究使用巴黎-爱丁堡压机 (VX4 型) 开展高压中子衍射实验. 实验是在中国绵阳研究堆 (CMRR) 的高压中子衍射谱仪 (凤凰) 上开展的, 巴黎-爱丁堡压机由一台载荷为 200 MPa 的单缸柱塞泵提供加载压力, 由一套定位系统悬挂在谱仪上并进行样品定位. 实验结果显示, 利用单凹曲面 WC 压砧和双凹曲面 WC 压砧在负载 100 MPa 时分别获得 9.7 GPa 和 10.7 GPa 的压力. 同时, 两种压砧对封垫及压力产生的影响也进行了分析.

2 实验方法

2.1 高压中子衍射谱仪

中国绵阳研究堆 (CMRR) 的高压中子衍射谱仪 (凤凰) 由中子闸门、聚焦导管、单色器、探测器及屏蔽组成 (如图 2 所示). 单色器由 13 片 Ge (511) 单晶排列组成, 每个单个晶片可自动调节, 预置为弧形排列, 在垂直方向形成聚焦. 单色器的起飞角为 93.8° , 选择的单一波长为 1.59 \AA . 中子导管总长 583.5 cm, 采用椭圆形聚焦导管-椭圆形聚焦导管-锥形导管组合的方式, 并且带有 1—7 cm 的可调节狭缝, 可根据需求选择不同的中子强度和分辨率. 狭缝 7 cm 时样品处的中子强度为 $2.84 \times 10^6 \text{ ns}^{-1}\cdot\text{cm}^{-2}$, 最佳晶格分辨率 ($\Delta d/d$) 为 6.61%. 探测器为 70 支 ^3He 管阵列, 探测角度 -4° — 153° ,

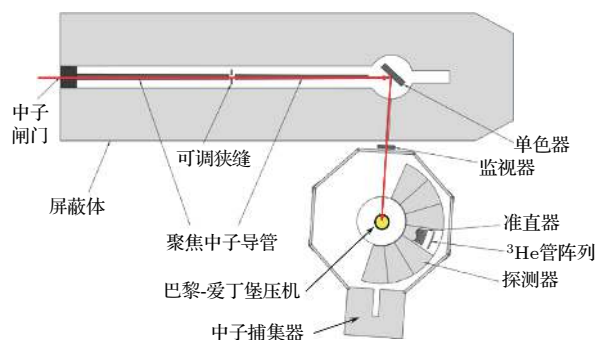


图 2 高压中子衍射谱仪布局图

Fig. 2. Top view schematic of the HPND at CMRR.

探测时间为 5—10 h^[18]. 本实验使用的狭缝为 7 cm, 每次采谱时间为 8 h.

2.2 单缸柱塞泵与定位系统

单缸柱塞泵利用连续的、无脉冲的液压油作为增压介质为巴黎-爱丁堡压机提供负载压力. 泵缸体积为 50 cc (1 cc = 1 cm³), 最大压力可达 200 MPa, 吸入或排空泵缸液体的流速为 -30—30 cc/min. 定位系统由结构部分及控制部分组成, 主要用于悬挂巴黎-爱丁堡压机于谱仪上, 同时具有定位功能. 其中结构部分包括 X, Y, Z, R 四维运动机构、外围框架; 控制部分包括摄像头、激光笔、上位机、电控

系统等组成. 该系统具有可视化功能, 并具有远程调节、操纵水平移动、垂直升降和旋转四维调节功能, 定位精度 0.01 mm. 巴黎-爱丁堡压机与定位系统连接, 通过定位系统调节巴黎-爱丁堡压机中的样品定位到入射束与谱仪的衍射几何中心. 定位系统的原理是, 由于巴黎-爱丁堡压机的几何结构决定样品确定在其圆形轮廓的几何中心, 所以利用放置在谱仪的衍射几何中心的激光笔和摄像头, 通过调节巴黎-爱丁堡压机的几何中心来调节和确定样品定位在谱仪的衍射几何中心; 另外, 利用放置在中子入射束方向的激光笔和摄像头, 通过调节巴黎-爱丁堡压机中的高度确定样品定位在束流方向上. 单缸柱塞泵和定位系统如图 3 所示.

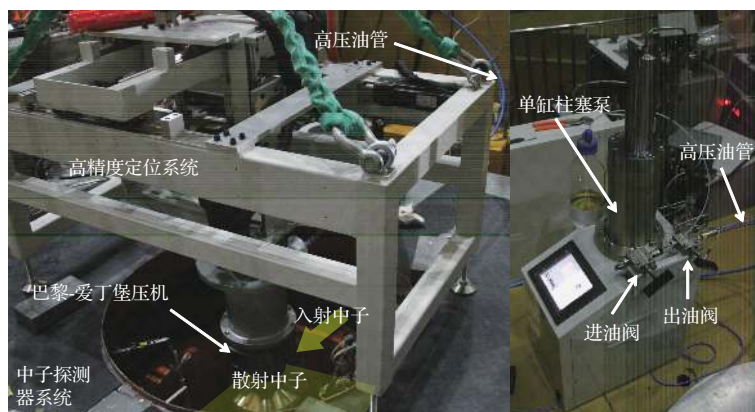


图 3 单缸柱塞泵与定位系统实物图
Fig. 3. Hydraulic pump and mobile platform.

2.3 压砧、封垫与样品组装

实验中使用单凹曲面 (single toroidal anvil, ST Anvil) 和双凹曲面 (double toroidal anvil, DT Anvil) 两种类型的 WC 压砧 (如图 4 所示), 使用

TiZr 合金 (67.7 mol% Ti, 32.3 mol% Zr) 为封垫材料, 使用铁粉 (Alfa, 纯度 99.99%) 作为样品, 并同时作为标压物质. 首先将铁粉进行预压, 分别压制与单凹曲面压砧和双凹曲面压砧的中心凹坑相匹配的形状, 体积分别为 96.1 和 33.7 mm³. 样



图 4 单凹曲面压砧 (左) 与双凹曲面压砧 (右) 实物图
Fig. 4. The single toroidal anvil (left) and double toroidal anvil (right).

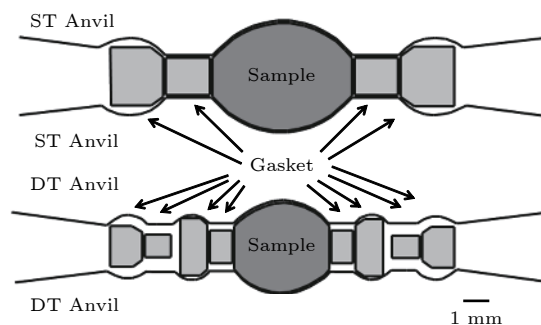


图 5 压砧、封垫和样品组装示意图
Fig. 5. The single toroidal (up) and double toroidal (down) assemblies with anvil, gasket, and sample.

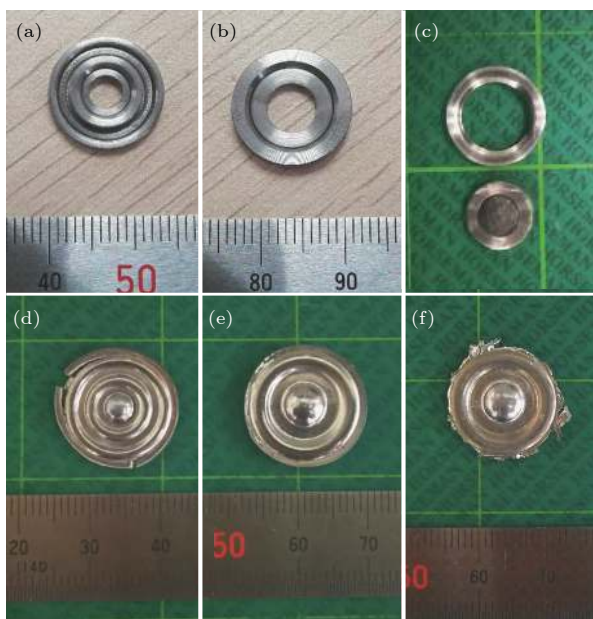


图 6 加压前封垫 (a)–(c) 与加压后封垫 (d)–(f) 实物图 (a) 加压前双凹曲面封垫组装; (b) 加压前单凹曲面封垫组装; (c) 加压前单凹曲面封垫与样品; (d) 加压后双凹曲面封垫; (e) 加压后单凹曲面封垫; (f) 放炮后单凹曲面封垫

Fig. 6. Picture of the gasket before compression (a)–(c) and after compression (d)–(f): (a) Gasket of DT anvil before compression; (b) gasket of ST anvil before compression; (c) gasket of ST anvil before compression with sample; (d) gasket of DT anvil after compression; (e) gasket of ST anvil before compression; (f) gasket of ST anvil after blowing out.

品、封垫和压砧共同组成单凹曲面和双凹曲面组装. 图 5 和图 6 分别为两种组装的示意图和实物图. 图 6(a) 和图 6(b) 分别为加压前单凹曲面和双凹曲面组装; 图 6(c) 为封垫与样品; 图 6(d) 和图 6(e) 分别为加压后双凹曲面和单凹曲面组装; 图 6(f) 为放炮后的单凹曲面组装.

2.4 高压中子衍射实验

压砧、封垫及样品组装好后放入巴黎-爱丁堡压机, 然后利用定位系统将样品定位到中子入射束与谱仪的衍射几何中心. 利用远程控制程序进行加压和衍射谱采集, 采谱的负载压力分别为 50, 80 和 100 MPa. 实验中每个压力点采谱时间为 8 h, 加压时间设置为 10 MPa/min, 加压曲线如图 7 所示. 利用 PDIndexer 软件对中子衍射谱进行拟合, 获得样品 (Fe) 的 a , V 等晶格参数. 利用三阶的 Brich-Murnaghan 状态方程, 拟合出样品压力 [19].

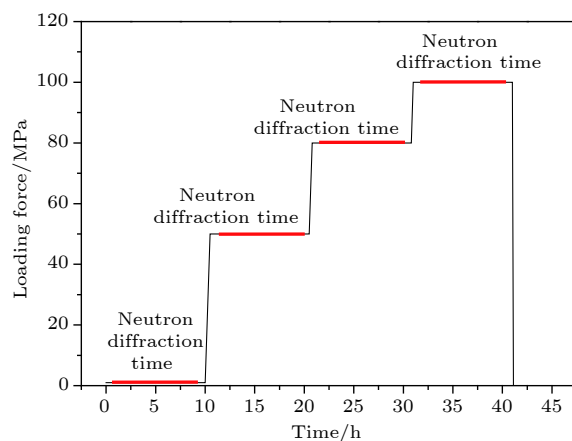


图 7 加压曲线示意图

Fig. 7. Diagram of loading forces-times curve.

3 结果与分析

高压中子衍射实验结果如图 8 所示. 中子衍射谱为单凹曲面组装 (ST Anvil) 和双凹曲面组装 (DT Anvil) 分别在常压, 50, 80 和 100 MPa 负载压力下获得. 样品 Fe 的衍射峰随着压力的增加而向高角度发生偏移. 因为实验中使用的中子束斑为 $3 \text{ mm} \times 3 \text{ mm}$, 略大于样品在束流方向的面积, 所以衍射谱中除了样品的衍射峰外, 还有少量的衍射峰来自压砧的 WC 和 WC 的支撑环 (Fe). 常压下, 由于样品和 WC 支撑环都是铁, 所以它们的衍射峰是重合. 因为大部分 WC 和 WC 支撑环没有承受高压, 所以高压下它们的衍射峰并没有发生偏移, 从而使样品和 WC 支撑环的铁的衍射峰发生了分离. 因为在不同的压力下部分样品的衍射峰会

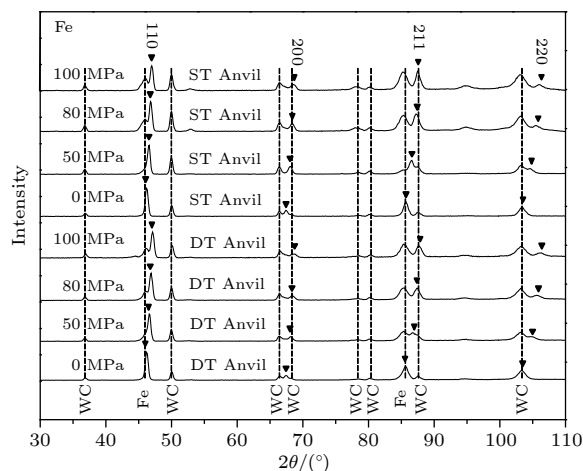


图 8 不同压力下的中子衍射谱

Fig. 8. Neutron diffraction spectra of different loading forces and different assemblies.

与 WC 的衍射峰重叠, 所以利用 PDIndexer 软件拟合的时候只选取未发生重合的衍射峰. 拟合使用的衍射峰、拟合得到的晶格参数、晶胞体积及压力如表 2 所示. 结果显示, 相同的负载压力下, 单

凹曲面组装获得的压力略低于双凹曲面组装获得的压力. 负载压力 100 MPa 时, 单凹曲面组装获得的压力为 9.7 GPa, 双凹曲面组装获得的压力为 10.7 GPa.

表 2 不同加载压力下衍射峰拟合得到的晶格参数、晶胞体积及样品压力

Table 2. The lattice constant, volume, and sample pressures obtained by fitting diffraction peak at different loading force.

Loading force/MPa	<i>hkl</i> for fitting diffraction peaks	<i>a</i> /Å	<i>V</i> /Å ³	<i>P</i> /GPa
SA-0	(110)(200)(211)	2.86388(24)	23.4889(118)	0
SA-50	(110)(211)(220)	2.84134(94)	22.9388(462)	4.35(39)
SA-80	(110)(220)	2.82567(138)	22.5612(677)	7.64(62)
SA-100	(110)(220)	2.81640(164)	22.3401(802)	9.70(77)
DA-0	(110)(200)(211)	2.86439(58)	23.5016(288)	0
DA-50	(110)(211)(220)	2.83609(122)	22.8119(597)	5.53(52)
DA-80	(110)(220)	2.82200(194)	22.4735(949)	8.56(89)
DA-100	(110)(220)	2.81255(9)	22.2486(44)	10.70(4)

样品压力随负载压力变化曲线如图 9 所示. 样品压力随负载压力的变化趋势与文献 [11] 报道基本一致. 在实验中发现, 双凹曲面组装稳定性好于单凹曲面组装. 双凹曲面组装可以稳定地承受 100 MPa 的负载压力, 而单凹曲面组装在 80 MPa 左右的负载压力下就开始不稳定, 经常因为金属封垫的边缘崩掉而发生放炮 (blow out, BO) 现象, 如图 6(f) 所示. 图 9 中的虚线圆圈表示单凹曲面组装在 80 MPa 前后发生的两次放炮.

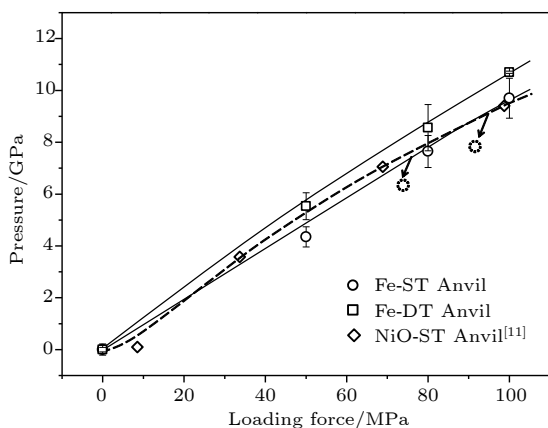


图 9 样品压力随负载压力的变化曲线
Fig. 9. Sample pressures-loading forces curves.

为了研究单凹曲面和双凹曲面组装对稳定性产生的不同影响, 对加压后的封垫的厚度进行了测量, 测量结果如表 3 所列. 加压之后, 因为样品和加压之前相互分离的封垫被压成了一个整体, 所以选取 D1, D2, D3, D4, D5 五个位置的厚度进行测量, 这些测量点到组装中心的距离及对应压砧的位

置如图 10 所示. #1—#4 为单凹曲面封垫, #5 双凹曲面封垫. #1, #2 为未发生放炮的封垫, #3, #4 为发生放炮的封垫. 加压前两种组装的样品及各封垫的初始厚度值也在表中列出作为参照. 结果显示, 封垫的中间部位, 也就是单凹曲面封垫 D1 与双凹曲面封垫 D3 的厚度相当. 但是组装的边缘部分, 也就是单凹曲面封垫 D3 与双凹曲面封垫 D5 的厚度差别很大. 双凹曲面封垫 D5 的厚度为 0.63 mm, 而单凹曲面封垫 D3 的厚度仅为 0.35 mm. 计算两种封垫的中心到边缘的厚度的斜率分别为 -0.088 和 -0.066. 说明加压过程中, 单凹曲面封垫由于边缘处无法保持一定的厚度而发生放炮. 而双凹曲面封垫则在边缘处保持了一定的厚度, 所以有更好的稳定性. Fang 等 [20] 曾利用有限元模拟的方法对巴黎-爱丁堡压机双凹曲面压砧表面的应力分布进行了分析, 证明凹曲面压砧的凹槽对封垫具有很好的侧向支撑作用, 这与我们的实验结果是相符的. 在高压加载的过程中, 金属封垫受力会向外发生流变, 当流变发生到一定程度, 封垫特别是它的边缘处会变得很薄而缺乏足够的侧向支撑, 从而使压力从封垫的边缘处释放出来而发生放炮. 而双凹曲面组装使封垫保持了较好的侧向支撑, 所以具有更好的稳定性. 因此, 为了提高巴黎-爱丁堡压机组装的稳定性, 使其能承受更高的负载压力, 可以采取下面两种办法: 1) 设计具有更多凹槽以及优化的凹槽的压砧, 来增加对封垫的侧向支撑能力; 2) 选取高强度金属以及金属与高强度陶瓷复合的封垫材料, 来提高封垫抗流变的能力.

表 3 测量加压前后封垫的厚度. #1, #2, #5 为未发生放炮的封垫, #3, #4 为发生放炮的封垫
Table 3. The thickness of gaskets before and after compression. #1, #2 and #5 are the gaskets without blowing out during compression. #3, #4 are the gaskets with blowing out.

	Before compression					After compression						Loading force/MPa
	Sample/ mm	Gasket1/ mm	Gasket2/ mm	Gasket3/ mm	Gasket4/ mm	Sample/ mm	D1/ mm	D2/ mm	D3/ mm	D4/ mm	D5/ mm	
#1	4.75	1.75	2.50	—	—	3.75	0.75	1.93	0.43	—	—	80
#2	4.75	1.75	2.50	—	—	3.70	0.70	1.85	0.35	—	—	100
#3	4.75	1.75	2.50	—	—	3.88	0.88	1.69	0.19	—	—	78
#4	4.75	1.75	2.50	—	—	3.17	0.17	1.46	0	—	—	83
#5	3.60	1.60	2.50	1.00	1.80	2.75	0.95	1.58	0.78	1.43	0.63	100

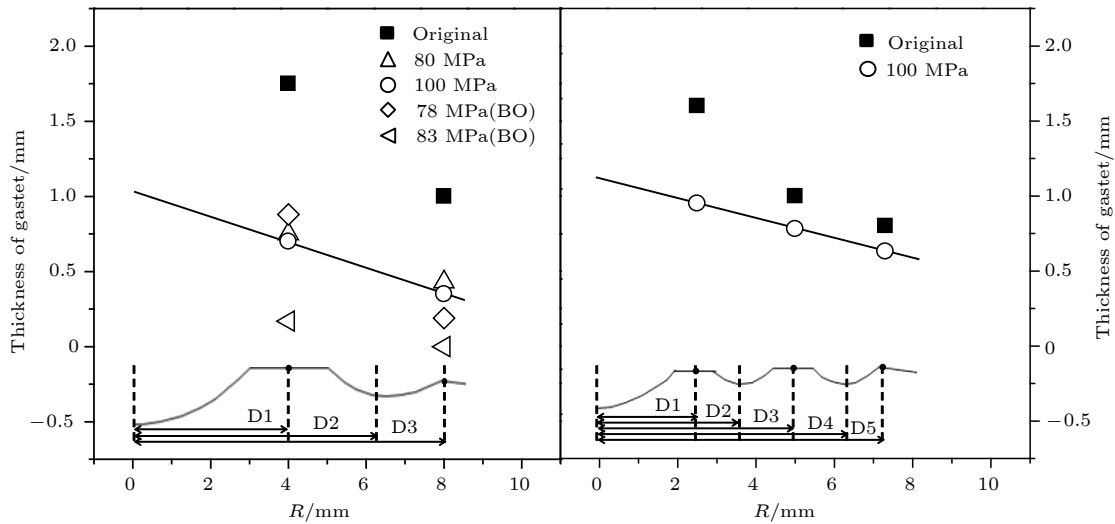


图 10 加压前后封垫的厚度对比

Fig. 10. Comparison of the thickness of gaskets before and after compression.

4 结论

利用中国绵阳研究堆中子科学平台的高压中子衍射谱仪, 首次使用巴黎-爱丁堡压机在国内开展高压中子衍射实验. 利用铁为样品, 成功获得了不同压力下样品的中子衍射谱, 并对单凹曲面封垫和双凹曲面封垫的稳定性进行了分析. 结果显示, 双凹曲面 WC 压砧可获得更高的压力效率和更好的稳定性. 单凹曲面 WC 压砧和双凹曲面 WC 压砧在负载 100 MPa 时分别获得 9.7 和 10.7 GPa 的压力. 同时, 双凹曲面封垫可以稳定地承受 100 MPa 的负载压力, 而单凹曲面封垫在 80 MPa 左右的负载压力下就开始不稳定而发生放炮. 通过对加压前后封垫厚度的对比, 发现加压过程中封垫边缘处的厚度对组装的稳定性非常重要. 凹槽增强了封垫的侧向支撑能力从而保持了封垫边缘处的厚度, 这是保证双凹曲面封垫具有更好稳定性的主要原因.

参考文献

- [1] Drozdov A P, Eremets M I, Troyan I A, Ksenofontov V, Shylin S I 2015 *Nature* **525** 73
- [2] Tian Y, Xu B, Yu D, Ma Y, Wang Y, Jiang Y, Hu W, Tang C, Gao Y, Luo K, Zhao Z, Wang L, Wen B, He J, Liu Z 2013 *Nature* **493** 385
- [3] Irifune T, Kurio A, Sakamoto S, Inoue T, Sumiya H 2003 *Nature* **421** 599
- [4] Xu J A, Mao H K, Bell P M 1986 *Science* **232** 4756
- [5] Sun G, Zhang C, Chen B, Gong J, Peng S 2016 *Neutron News* **27** 21
- [6] Neumann D A 2006 *Mater. Today* **9** 34
- [7] Shull C G, Strauser W A, Wollan E O 1951 *Phys. Rev.* **83** 333
- [8] Fang L, Wang Y, Chen X, Sun G, Chen B, Peng S 2014 *Chin. Phys. B* **23** 110701
- [9] Ni X, Fang L, Li X, Chen X, Xie L, He D, Kou Z 2018 *Chin. Phys. Lett.* **35** 040701
- [10] Besson J M, Nelmes R J, Hamel G, Loveday J S, Weill G, Hull S 1992 *Physica B* **180-181** 907
- [11] Klotz S, Strässle T, Rousse G, Hamel G, Pomjakushin V 2005 *Appl. Phys. Lett.* **86** 031917

- [12] Klotz S, Godec Y L, Strässle T, Stuhr U 2008 *Appl. Phys. Lett.* **93** 091904
- [13] Klotz S 2013 *Techniques in High Pressure Neutron Scattering* (Boca Raton: Taylor & Francis Group CRC Press) pp123–124
- [14] Lei L, Zhang L, Gao S, Hu Q, Fang L, Chen X, Xia Y, Wang X, Ohfuji H, Kojima Y, Redfern S A T, Zeng Z, Chen B, He D, Irifune T 2018 *J. Alloys Compd.* **752** 99
- [15] Xia Y, Wu R, Zhang Y, Liu S, Du H, Han J, Wang C, Chen X, Xie L, Yang Y, Yang J 2017 *Phys. Rev. B* **96** 064440
- [16] Chen J, Hu Q, Fang L, He D, Chen X, Xie L, Chen B, Li X, Ni X, Fan C, Liang A 2018 *Rev. Sci. Instrum.* **89** 053906
- [17] Wang Y, Dong X, Tang X, Zheng H, Li K, Lin X, Fang L, Sun G, Chen X, Xie L, Bull C L, Funnell N P, Hattori T, Sano-Furukawa A, Chen J, Hensley D K, Cody G, Ren Y, Lee H H, Mao H K 2019 *Angew. Chem.* **58** 1468
- [18] Xie L, Chen X, Fang L, Sun G, Xie C, Chen B, Li H, Ulyanov V A, Solovei V A, Kolkhidashvili M R, Bulkin A P, Kalinin S I, Wang Y, Wang X 2019 *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Sect. A* **915** 31
- [19] Mao H K, Bassett W A, Takahashi T 1967 *J. Appl. Phys.* **38** 272
- [20] Fang J, Bull C L, Loveday J S, Nelmes R J, Kamenev K V 2012 *Rev. Sci. Instrum.* **83** 093902

High-pressure neutron diffraction techniques based on Paris-Edinburgh press^{*}

Shi Yu Chen Xi-Ping Xie Lei Sun Guang-Ai Fang Lei-Ming[†]

(*Key Laboratory for Neutron Physics, Institute of Nuclear Physics and Chemistry, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621999, China*)

(Received 30 January 2019; revised manuscript received 10 April 2019)

Abstract

Since the 1990s, with the benefit of available large-volumed samples, wide detector windows, and portability, Paris-Edinburgh press has been widely used in neutron facilities to study the structures and physical properties of condensed matter under high-pressure extreme conditions. In the present study, We perform high-pressure neutron diffraction experiments in neutron source of China using the Paris-Edinburgh press. The experiments are carried out on a high-pressure neutron diffraction spectrometer (Fenghuang) at China Mianyang Research Reactor (CMRR). Fenghuang is a high-intensity and moderate-resolution diffractometer which has been upgraded from a neutron powder diffractometer and can be used under ambient and extreme conditions. A single cylinder pump with a max load of 200 MPa provides a loading pressure for Paris-Edinburgh press, and a precise mobile platform is used to hang and to locate the Paris-Edinburgh press. Using the tungsten-carbide (WC) toroidal anvils with TiZr gasket, we obtain the neutron diffraction spectra of Fe samples at different pressures successfully. We also obtain the neutron diffraction spectra respectively at pressures of 9.7 GPa and 10.7 GPa by using a WC single-toroidal anvil and a WC double-toroidal anvil under load 100 MPa. The TiZr gasket blows out before the load reaches 100 MPa in the WC single-toroidal anvil assembly, while it remains good in the WC double-toroidal anvil assembly under the same load. The WC single-toroidal anvil assembly becomes unstable under load about 80 MPa, and the WC double-toroidal anvil assembly is still stable under load 100 MPa. Thus, the stability of the double-toroidal anvil assembly is much higher than that of the single-toroidal anvil assembly. It is found that the thickness of the gasket edge is very important for the stability of the assembly during loading. The thicker the edge of the gasket, the more stable the assembly is. The main reason is that the groove of the double concave anvil can enhance the lateral support ability of the gasket, thereby making the double concave surface assembly more stable than the single concave surface assembly.

Keywords: Paris-Edinburgh press, toroidal anvil, gasket, neutron diffraction

PACS: 61.05.fm, 07.35.+k

DOI: [10.7498/aps.68.20190179](https://doi.org/10.7498/aps.68.20190179)

^{*} Project supported by the National Key Research and Development Program of China (Grant No. 2016YFA0401503), the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 11427810), the Science Challenge Project, China (Grant No. TZ2016001), and the Key Laboratory for Neutron Physics Foundation of the China Academy of Engineering Physics (Grant No. 2017AB02).

[†] Corresponding author. E-mail: flmyaya2008@163.com