



巴黎-爱丁堡压机中子衍射高压下温度加载实验

杨功章 谢雷 陈喜平 何瑞琦 韩铁鑫 牛国梁 房雷鸣 贺端威

Experimental study of simultaneous high-temperature and high-pressure assembly of Paris-Edinburgh press for neutron diffraction

Yang Gong-Zhang Xie Lei Chen Xi-Ping He Rui-Qi Han Tie-Xin Niu Guo-Liang Fang Lei-Ming
He Duan-Wei

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 71, 156101 (2022) DOI: 10.7498/aps.71.20220419

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.7498/aps.71.20220419>

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

基于巴黎-爱丁堡压机的高压中子衍射技术

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

物理学报. 2019, 68(11): 116101 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190179>

基于PE型压机中子衍射高温高压组装的优化设计与实验验证

Optimal design and experimental verification of high-temperature and high-pressure assembly of neutron diffraction based on PE-type press

物理学报. 2020, 69(22): 226101 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200832>

高温高压下金刚石大单晶研究进展

Research progress of large diamond single crystals under high pressure and high temperature

物理学报. 2020, 69(23): 238101 <https://doi.org/10.7498/aps.69.20200692>

硼硫协同掺杂金刚石的高压合成与电学性能研究

Synthesis of diamond co-doped with B and S under high pressure and high temperature and electrical properties of the synthesized diamond

物理学报. 2019, 68(9): 098101 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190133>

英国散裂中子源工程材料原位加载衍射实验高温样品环境优化设计

High temperature sample environment upgrade of ISIS engineering materials *in-situ* diffraction experiment

物理学报. 2019, 68(13): 132901 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20182295>

基于波长调制技术的高温高压流场温度测量方法

Temperature measurement method of high temperature and high pressure flow field based on wavelength modulation spectroscopy technology

物理学报. 2019, 68(23): 233301 <https://doi.org/10.7498/aps.68.20190515>

巴黎-爱丁堡压机中子衍射高压下温度加载实验*

杨功章¹⁾²⁾³⁾ 谢雷²⁾ 陈喜平²⁾ 何瑞琦²⁾ 韩铁鑫²⁾
牛国梁²⁾ 房雷鸣^{2)†} 贺端威^{1)‡}

1) (四川大学原子与分子物理研究所, 成都 610065)

2) (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)

3) (广东正信硬质材料技术研发有限公司, 河源 517000)

(2022年3月8日收到; 2022年4月8日收到修改稿)

巴黎-爱丁堡压机 (Paris-Edinburgh press) 因具有大体积样品、便携、结构简单等优点, 被广泛应用于中子源进行高压原位中子衍射实验. 但因单轴加压而导致封垫和组装不断沿径向向外流动的特点, 给高压下组装的加热效率、保温效果、上下压砧的绝缘及热电偶连接等方面带来困难, 从而使得巴黎-爱丁堡压机在高压下的温度加载非常具有挑战性. 本文通过对高温高压组装的结构进行优化设计, 提高了组装的加热效率和保温效果. 通过对热电偶引线方式的优化, 实现了高压下温度的直接测量. 设计的 HPT-3 组装和 HPT-3.5 组装在高压下的温度加载最高可分别达到 2000 K 和 1500 K, 并且二者较大的样品尺寸满足中子衍射实验的需求. 原位高温高压中子衍射实验结果说明, HPT-3 组装在压力 8.5 GPa、温度 1508 K 的条件下可以获得高质量的样品的中子衍射谱, 同时该结果也进一步验证了所设计组装的良好稳定性.

关键词: 巴黎-爱丁堡压机, 高温高压, 原位测温, 中子衍射

PACS: 61.05.fm, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.71.20220419

1 引言

压力作为一个基本的热力学参数, 能够有效地改变物质内部的原子间距和壳层状态, 诱导核外电子排布, 导致结构和物性变化, 从而形成新的物质形态或出现新的物理现象^[1-4]. 高压科学的进步强烈依赖于高压技术的提高, 高压技术包括高压下的表征技术及高压产生技术. 中子衍射因为在探测轻原子、磁性材料、强穿透性等方面的优势, 与同步辐射 X 射线衍射、拉曼光谱等手段共同构成物质在高压下结构和物性变化的原位表征手段. 产生静

高压的装置以大腔体压机 (该类压机以多面顶压机为主, 所以经常被称为多面顶压机) 和小腔体压机 (金刚石对顶砧为主) 为主, 大腔体压机可在毫米级样品上产生几十吉帕 (GPa) 的压力, 小腔体压机可在微米级尺寸的样品上产生上百吉帕的压力. 还有一类高压装置, 其产生的压力范围和样品尺寸与大腔体压机相当, 但加载原理和金刚石对顶砧类似, 被称为巴黎-爱丁堡 (Paris-Edinburgh, PE) 压机^[5]. 该装置具有体积小、重量轻 (几十千克)、结构简单、较大的样品体积等特点, 被广泛应用于散裂中子源及反应堆中子源中进行高压原位中子衍射实验^[6-10].

* 国家自然科学基金 (批准号: 12075215, 11427810)、国家重点研发计划 (批准号: 2016YFA0401503) 和科学挑战专题 (批准号: TZ2016001) 资助的课题.

† 通信作者. E-mail: flmyaya2008@163.com

‡ 通信作者. E-mail: duanweihe@scu.edu.cn

早期 PE 压机主要进行常温高压的原位中子衍射实验, 通常使用硬质合金的凹曲面压砧 (Toroid Anvils), 在 30—100 mm³ 范围的样品尺寸上可获得 10 GPa 压力的中子衍射谱. 20 世纪 90 年代, Klotz 等^[11] 利用烧结金刚石双凹曲面压砧实现了 25 GPa 压力下中子衍射实验. 近年来, 美国散裂源 SNS 获得了 43 GPa 压力下可进行全谱分析的中子衍射谱^[12], 并在 94 GPa 压力下获得了具有一定强度的中子衍射谱^[13], 但样品尺寸已远小于毫米量级 (<0.1 mm³). 日本 J-PARC 利用新型双凹曲面压砧使压力达到 40 GPa^[14], 样品尺寸达到毫米量级 (1.3 mm³). 中国绵阳研究堆 (CMRR) 高压中子衍射平台利用设计的新型双凹曲面压砧实现了 30 GPa 的压力, 并且具有更大的样品尺寸 (18 mm³)^[15].

借鉴多面顶压机的加热方式, PE 压机近年来发展了高温高压中子衍射加载技术. Zhao 等^[16,17] 最早在洛斯阿拉莫斯中子科学中心 (LANCE) 的 HiP PO 线站设计了中子衍射高温高压腔体, 如图 1(a) 所示, 在约为 150 mm³ 的大体积样品上获得了 1400 K 和 10 GPa 的温度和压力. He 等^[18] 利用该组装研究了 Al 在 5.7 GPa, 900 K 高温高压条件下的热弹性和织构行为. Klotz 等^[19] 在单凹曲面压砧常温组装的基础上设计了高温高压腔体, 如图 1(b) 所示, 并利用该组装进行了高温高压中子衍射实验, 重新修正了铁的三相点为 8.2 GPa 和 678 K. 江明全等^[20] 和房雷鸣等^[21] 对高温高压组装进一步优化, 如图 1(c) 所示, 在 CMRR 上获得了 10 GPa 和

1700 K 的中子衍射谱. 在测温方面, Zhao 等^[7] 通过在压砧中心钻孔放入热电偶实现组装的温度测量, 此方法的缺点是破坏压砧的整体性, 不利于太高压下的加载. Klotz 等^[19] 和 Godec 等^[22] 利用中子共振谱测量温度, 此方法的优点是不依赖于热电偶, 但是受中子源的限制并没有被普遍使用. 江明全等^[20] 和房雷鸣等^[21] 利用氧化镁的高温高压状态方程计算腔体的温度和压力, 但是该测量温度方法的精度强烈依赖高温高压下中子衍射谱的质量.

PE 压机为单轴加压, 侧向的支撑相对轴向压力要弱得多, 导致上下压砧之间的封垫在高压下容易发生流变, 使封垫及样品变得越来越薄, 从而导致 PE 压机开展高温高压实验非常困难. 存在的困难主要包括: 1) 变薄导致中子衍射信号削弱的问题. 高温高压腔体需要放置加热管、保温件、绝缘件等, 再加上高压下发生的侧向流变, 限制了样品的体积, 从而影响中子衍射的信号. 2) 变薄使上下压砧容易出现电路导通的问题. 由于需要考虑足够的支撑强度及对中子衍射信号友好, 一般使用 TiZr 合金或 CuBe 合金作为封垫材料, 这些金属材料需要与上下压砧绝缘. 金属封垫中间的绝缘层厚了强度不够, 薄了则容易使上下压砧导通. 3) 高压下热电偶易断的问题. 由于封垫中间绝缘层本身空间有限 (高压下会越来越薄), 热电偶在高压下极易导致中间绝缘层失效引起上下压砧导通, 也极易导致热电偶丝被挤断使温度测量失败.

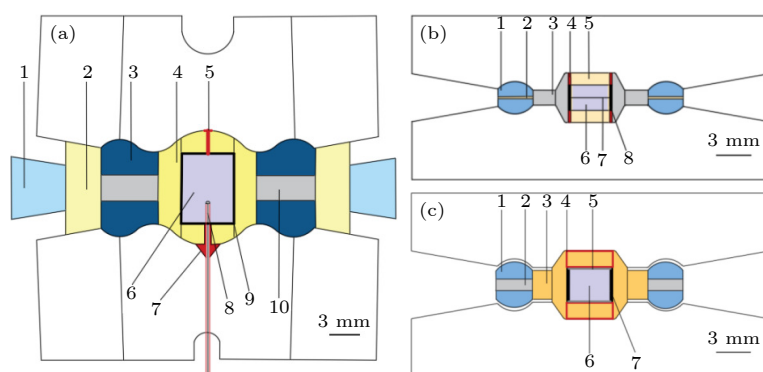


图 1 中子衍射高温高压组装 (a) 文献 [16, 17] 组装, 其中 1 铝环, 2 聚四氟乙烯环, 3 铝合金封垫, 4 磷酸锆, 5 电极, 6 样品, 7 不锈钢锥体, 8 热电偶, 9 石墨加热管, 10 绝缘环; (b) 文献 [19] 组装, 其中 1 铍铜合金封垫, 2 绝缘环, 3 叶腊石, 4 电极, 5 氧化镁, 6 样品, 7 钽箔, 8 石墨加热管; (c) 文献 [20, 21] 组装, 其中 1 钛锆合金封垫, 2 绝缘环, 3 氧化锆, 4 电极, 5 钨箔, 6 样品, 7 石墨加热管

Fig. 1. Schematic illustrations of high-temperature and high-pressure cell assembly for neutron diffraction. (a) Cell assembly in Ref. [16, 17]. 1 Al ring, 2 teflon ring, 3 alloy steel gasket, 4 zirconium phosphate, 5 electrode, 6 sample, 7 stainless steel cone, 8 thermocouple, 9 carbon furnace, 10 insulating ring. (b) Cell assembly in Ref. [19]. 1 CuBe gasket, 2 insulating ring, 3 pyrophyllite, 4 electrode, 5 MgO, 6 sample, 7 Ta foil, 8 carbon furnace; (c) Cell assembly in Ref. [20, 21]. 1 TiZr gasket, 2 insulating ring, 3 ZrO₂, 4 electrode, 5 Re foil, 6 sample, 7 carbon furnace.

本文设计新的热电偶引线方式, 解决了热电偶高压下易断的问题, 使热电偶最高可在 5 GPa 压力下进行温度测量; 通过对保温材料、加热管和组装的几何形状进行优化设计, 解决了组装的保温性和上下金属封垫的绝缘性. 利用热电偶对 HPT-3 和 HPT-3.5 两个组装进行温度测量, 最高温度分别达到 2000 和 1500 K. 高压原位中子衍射实验结果显示, HPT-3 组装获得了样品信号良好、压力 8.5 GPa 同时温度 1500 K 下的中子衍射谱.

2 实验方法

新设计的 PE 压机中子衍射高温高压组装由封垫、传压介质、石墨加热管、电极及样品组成, 如图 2 所示. 封垫包括钛锆合金和绝缘层, 放置在压砧的外层凹坑, 主要起到了对整个腔体的侧向支撑的作用. 为了使上下压砧绝缘 (电流通过压砧流入加热管, 通过加热管电阻发热实现对样品加热), 钛锆合金之间放置 0.5—1 mm 厚的叶腊石作为绝缘层. 传压介质为具有热导率低的氧化锆, 放置在压砧中心的凹坑, 主要起到了传压和保温的作用. 传压介质的结构为三段式, 其中间部分的中心孔内放置加热管和样品, 上下部分主要起到了绝热的作用, 三个部分中间放置 0.05 mm 厚的铌片作为加热管导电电极, 铌片与压砧凹坑的侧面接触. 这种设计与传统的直通式设计相比, 增加了组装的保温性能, 防止过多的热量传递到压砧上, 同时增大了样品体积. 加热管材料为石墨, 形状为壁厚 0.2 mm、高 4 mm、内径 3—3.5 mm 的圆环, 内径 3 mm 的石墨加热管和 3.5 mm 的石墨加热管分别命名为 HPT-3 组装和 HPT-3.5 组装. 加热管内部空间放置样品, HPT-3 组装和 HPT-3.5 组装的样品体积分别为 28 和 36 mm³. 对于具有导电性的样品需要在样品周围放置具有电绝缘的包裹材料, 相应的样品体积有所减小.

热电偶测量温度具有宽的范围和高的测量精度, 其中钨铼 (3%Re-W25%Re) 热电偶温度区间为 0—2300 °C, 测量精度为 0.1 °C. 但 PE 压机高温高压组装内放置热电偶一直以来具有极大的挑战. 主要原因是组装在压力作用下, 封垫与组装的挤压变形及流变, 导致热电偶丝在通过封垫变形和流变大的位置极易发生断裂. 我们对热电偶在该位置的引线方式进行了改进, 主要包括两种方式, 即

制作缠绕成锯齿形状的引线和利用 0.1 mm 厚的扇形铜箔作为引线, 如图 3 所示, 通过实验发现, 后者具有更高的成功率. 该热电偶连接方式能保证热电偶在 5 GPa 的腔体压力范围内不断裂.

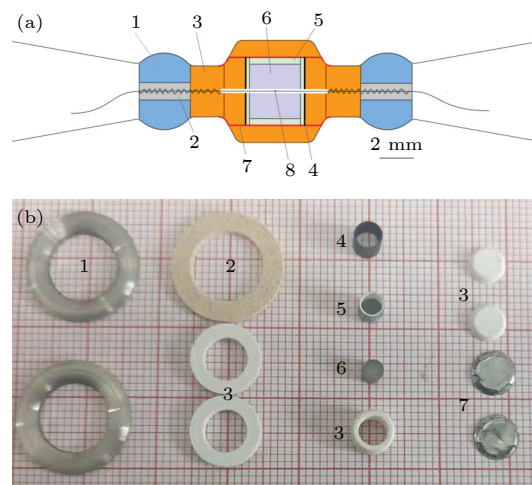


图 2 (a) 高温高压组装示意图; (b) 高温高压组装各组零件实物图. 1 封垫, 2 叶腊石绝缘层, 3 氧化锆, 4 石墨加热管, 5 绝缘管, 6 样品, 7 电极, 8 热电偶

Fig. 2. (a) Schematic diagram of high-temperature and high-pressure cell assembly; (b) photograph of the assembly parts. 1 gasket, 2 pyrophyllite insulating ring, 3 ZrO₂, 4 carbon furnace, 5 electrical insulation sleeve, 6 sample, 7 electrode, 8 thermocouple.

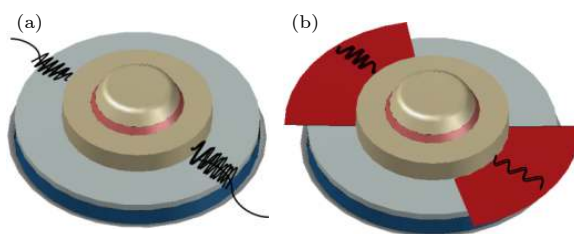


图 3 (a) 锯齿形状引线及 (b) 扇形铜箔引线的示意图
Fig. 3. Schematic diagram of (a) jagged and (b) Cu foil thermocouple's leads.

在中国绵阳研究堆 (CMRR) 的高压中子衍射谱仪 (凤凰) 上进行高压中子衍射实验^[10,21]. 中子导管的狭缝调节为 7 cm, 中子束波长为 1.5925 Å, 束流强度为 $2.84 \times 10^6 \text{ ns}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$. 高温高压中子衍射实验使用的高压装置为安装在谱仪上的 PE 型两面顶压机 (HP3-1500)^[21], 使用的高温高压组装为 HPT-3 组装. 样品为预压成直径 3 mm、高 4 mm 的 MgO 圆柱 (MgO 粉体采购于 Alfa 公司, 纯度 99.99%). 为了减小对中子的吸收, 实验前对 MgO 圆柱及组装中的 ZrO₂ 和叶腊石绝缘片进行 1200 K 的高温脱水处理. 组装放入压机后首先测量常温常

压下的中子衍射谱, 测完后进行升压, 升到预定压力后保持并采集高压下的中子衍射谱, 采集完成后加温, 加到预定温度并稳定半小时后开始采集高温高压中子衍射谱, 采集完成后卸温和卸压. 中子衍射扫描角度为 $10^\circ - 153^\circ$, 步长为 0.1° , 每个中子衍射谱采集时间 10 h. 获得的中子衍射数据利用 Fullprof^[23] 进行氧化镁的晶格参数分析, 利用氧化镁的热状态方程^[24-26] 计算腔体的压力和温度.

3 实验结果及讨论

3.1 组装的热电偶温度测量

利用热电偶对 HPT-3.5 组装 (即加热管内径 3.5 mm) 和 HPT-3 组装 (即加热管内径 3 mm) 进行温度测量的结果如图 4 所示, 加载压力为 5 GPa, 每个曲线上的不同符号表示多次测量的结果. HPT-3.5 组装和 HPT-3 组装最大加载的加热功率分别 482 和 525 W (热电偶可以正常工作的最大加载功率). 结果显示, HPT-3.5 组装在功率加载至 482 W 时, 样品温度达到 1515 K; HPT-3 组装在功率加载至 525 W 时, 样品温度达到 2034 K. HPT-3.5 组装和 HPT-3 组装的温度 T 与功率 P 对应关系分别为 $T(K) = 300 + 3.18P - 0.0014P^2$ 和 $T(K) = 300 + 4.42P - 0.0024P^2$. 可以看到, 由于 HPT-3 组装相对来说具有更小的加热管和更多的保温材料 (ZrO_2), 所以具有更高的加热效率并且具有更好的保温效果, 使得 HPT-3 组装最高温度可以到达 2000 K 以上. HPT-3.5 组装和 HPT-3 组装的样品体积分别为 28 和 36 mm^3 , 满足中子衍射实验对样品量的需求. 与 Klotz 等^[19], Zhao 等^[16,17], 江明全等^[20] 报道的组装相比, 本文设计的组装具有更好的加热效率和保温效果, 在高压下温度加载最高可以达到 1500 K, 对于更小加热管的 HPT-3 组装, 温度甚至可达 2000 K 以上.

为了进一步考察组装的保温效果及腔体内的温度分布, 测量了加热过程中 HPT-3.5 组装内部不同位置的温度变化 (图 5), 包括腔体中心位置 (A 点)、氧化锆环中心位置 (B 点)、封垫绝缘层中心位置 (C 点) 及压砧表面, 如图 5 的插图所示. 结果显示, 当功率达到 500 W 时, A 点的温度达到 1500 K, B 点的温度为 427 K, 远远低于腔体中心 (A 点) 的温度. 而 C 点的温度则仅为 340 K. 这说明组装的侧向具有较好的保温效果. 组装中加热管到压砧中心凹坑底部的位置是保温的薄弱区域, 所

以本文将传统的直通式改为三段式, 增大加热管到压砧凹坑底部的距离. 图 5 结果显示压砧表面的温度介于 B 点和 C 点之间, 说明三段式设计具有较好的保温性能. 同时我们也注意到, 保持 500 W 的加热功率, B 点和 C 点的温度几乎不变, 而压砧的温度由 385 K 慢慢上升到 480 K, 最终 1 h 后保持在 480 K. 这说明组装仍然有一个散热的过程, 并最终达到热平衡, 而压砧上的热量是由加热管传递到压砧的. 由于 PE 压机单轴加载的特点, 封垫在高压下会慢慢难以抵御侧向力, 使得封垫和组装慢慢向侧向发生流变, 封垫随之往外边缘扩展并变薄. 当到达一定程度, 即该组装所能达到的最大压力, 封垫破裂而导致放炮. 在高温实验中, 由于金属封垫在一定的温度下发生屈服, 使封垫和组装更易发生流变, 从而使组装发生放炮的压力大大提前. 因为 C 点的温度保持在较低的温度范围 (350 K 以下), 所以本文设计的高温组装可以达到常温组装的压力范围.

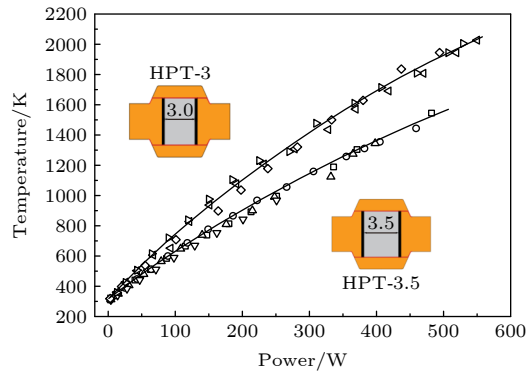


图 4 HPT-3.5 和 HPT-3 组装在 5 GPa 压力下的温度与功率对应曲线

Fig. 4. Temperature versus electrical-power relationship in HPT-3.5 and HPT-3 at 5 GPa.

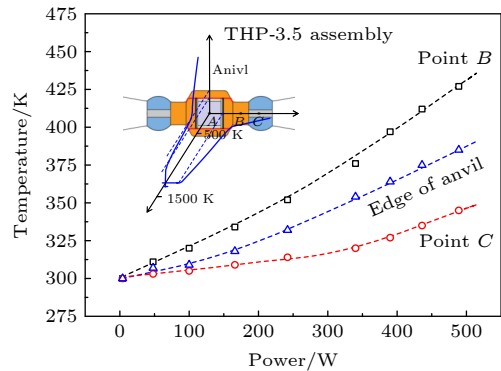


图 5 HPT-3.5 组装内部不同位置和压砧边缘的温度测量

Fig. 5. Temperatures at different places of HPT-3.5 assembly and the edge of anvils.

图 6 为 HPT-3.5 组装的腔体温度随压力的变化. 加热功率设定在 210 W. 可以看到, 压力由 2.5 GPa 增加到约 7 GPa, 温度由 990 K 降低到 825 K. 这是由于封垫和组装被挤压, 导致加热管的尺寸发生变化. 加热管的尺寸变化对应加热管的发热效率, 而组装的尺寸减小及密度变化都会影响组装保温效果. 图 6 也给出了不同压力下封垫和组装的示意图. 根据实验的结果进行外推, 腔体压力上升至 9 GPa 时, HPT-3.5 组装在 500 W 的功率加载下腔体温度能达到 1200 K, HPT-3 组装的温度能达到 1500 K.

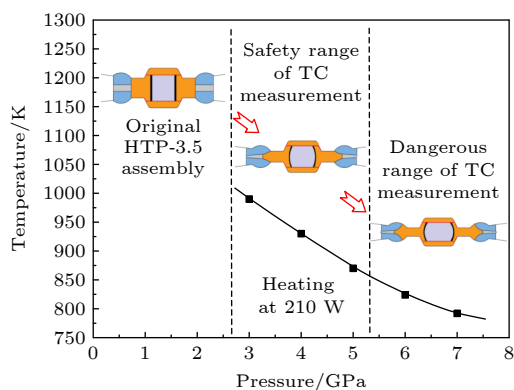


图 6 相同功率加载下温度随压力的变化关系

Fig. 6. Pressure dependences of temperature with the power fixed at 210 W.

3.2 高温高压中子衍射实验

获得的氧化镁的中子衍射谱如图 7 所示, 分别是常温常压、高压常温 (油压加载 850 kN) 和高温高压 (油压加载 850 kN、加热功率 500 W) 下的中子衍射谱. 图 7 中氧化锆和金刚石的衍射峰分别来自组装中的传压介质和烧结金刚石压砧. 与常温常压数据相比, 由于氧化锆在高压下发生流变, 导致其衍射峰强度大幅度降低并发生宽化. 金刚石的衍射峰发生宽化并且略微偏移, 这是由于金刚石压砧在高压下部分区域承受大量应力而造成的. 从图 7 可以看出, 氧化镁样品在高温高压下仍具有较好的中子衍射信号, 可以清晰分辨出 (200), (220), (222), (400) 四个衍射峰. 高压下氧化镁的衍射峰向高角度偏移, 说明其晶格体积被压缩, 而高温下氧化镁的衍射峰则向低角度偏移. 随着加压, 氧化镁 (200) 峰向高角度移动而在一定高压下与金刚石 (111) 峰发生重叠. 但同时加温后, 该衍射峰因向低角度偏移而与金刚石 (111) 峰完全分开. 另外也

可以看到, 高温高压下氧化镁的衍射峰相对常温高压变强变尖锐, 说明高温下样品部分应力被消除.

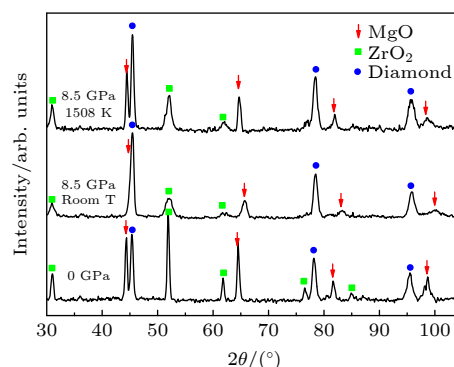


图 7 高温高压下原位中子衍射实验谱图

Fig. 7. Diffraction pattern of MgO at high-temperature and high-pressure.

利用 Fullprof 对氧化镁的衍射数据进行结构精修, 获得其常温常压下晶格参数 a 和 V 分别为 4.2183 Å 和 75.0621 Å³, 高压常温的 a 和 V 分别为 4.1512 Å 和 71.5359 Å³, 高温高压的 a 和 V 分别为 4.2073 Å 和 74.4733 Å³. 利用文献 [24–26] 报道的氧化镁的热状态方程, 可以计算出高压常温下氧化镁的压力为 8.5(0.3)GPa. 说明油压加载到 850 kN, HPT-3 组装腔体压力为 8.5 GPa. 对于高温高压中子衍射谱, 认为氧化镁的压力保持 8.5 GPa 不变, 则可计算出氧化镁的温度为 1508(10) K, 这说明 8.5 GPa 压力下, 功率为 500 W 时 HPT-3 组装的温度为 1508 K. 另外需要说明的是, 凤凰中子衍射谱仪采集一个中子衍射谱时间在 10 h 以上, 而高温高压组装在整个中子数据采集过程中非常稳定. 基于 PE 压机研制的 HPT-3 和 HPT-3.5 组装可在高温高压下长时间 (10 h 以上甚至几天时间) 保持, 这说明所设计的组装不仅可以开展原位中子衍射实验, 也适合开展高温高压下样品合成和制备.

4 结论

本文对巴黎-爱丁堡压机的中子衍射高温高压加载组装及热电偶测量温度进行了研究, 本文设计的组装与之前的研究相比具有更好的稳定性、更高的加热效率和保温效果. 热电偶的测量结果发现, HPT-3 和 HPT-3.5 组装在高压下温度分别达到了 1500 和 2000 K. 以 MgO 为样品开展了高温高压原位中子衍射实验, 获得了压力 8.5 GPa、温度 1508 K 条件下的中子衍射谱. 组装拥有较大的样

品体积 (28—36 mm³), 可以满足中子源开展高温高压原位中子衍射所需样品体积的要求. 另外, 由于该组装具有较大的压力温度区间及长时间下具有稳定性等特点, 有希望将来应用于高温高压合成和制备领域, 降低大腔体高温高压合成成本并丰富目前的大腔体高温高压合成方法.

参考文献

- [1] Bundy F P 1963 *J. Chem. Phys.* **38** 631
- [2] Corrigan F R, Bundy F P 1975 *J. Chem. Phys.* **63** 3812
- [3] Snider E, Dasenbrock-Gammon N, McBride R, Debessai M, Vindana H, Vencatasamy K, Lawler K V, Salamat A, Dias R P 2020 *Nature* **586** 373
- [4] Zeng Q, Sheng H, Ding Y, Wang L, Yang W, Jiang J Z, Mao W L, Mao H K 2011 *Science* **332** 1404
- [5] Besson J M, Nelmes R J, Hamel G, Loveday J S, Weill G, Hull S 1992 *Physica B* **180** 907
- [6] Utsumi W, Kagi H, Komatsu K, Arima H, Nagai T, Okuchi T, Kamiyama T, Uwatoko Y, Matsubayashi K, Yagi T 2009 *Nucl. Instrum. Methods A* **600** 50
- [7] Zhao Y S, Zhang J Z, Xu H W, Lokshin K A, He D W, Qian J, Pantea C, Daemen L L, Vogel S C, Ding Y, Xu J 2010 *Appl. Phys. A* **99** 585
- [8] Bull C L, Funnell N P, Tucker M G, Hull S, Francis D J, Marshall W G 2016 *High Pressure Res.* **36** 493
- [9] Calder S, An K, Boehler R, Dela Cruz C R, Frontzek M D, Guthrie M, Haberl B, Huq A, Kimber S A J, Liu J, Molaison J J, Neufeind J, Page K, Santos A M, Taddei K M, Tulk C, Tucker M G 2018 *Rev. Sci. Instrum.* **89** 092701
- [10] Shi Y, Chen X P, Xie L, Sun G A, Fang L M 2019 *Acta Phys. Sin.* **68** 116101 (in Chinese) [史钰, 陈喜平, 谢雷, 孙光爱, 房雷鸣 2019 物理学报 **68** 116101]
- [11] Klotz S, Besson J M, Hamel G, Nelmes R J, Loveday J S, Marshalla W G, Wilson R M 1995 *Appl. Phys.* **66** 1735
- [12] Guthrie M, Boehler R, Tulk C A, Molaison J J, Santos A M, Li K, Hemley R J 2013 *Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A.* **110** 10552
- [13] Boehler R, Guthrie M, Molaison J J, Santos A M, Sinogeikin S, Machida S, Pradhan N, Tulk C A 2013 *High Pressure Res.* **33** 546
- [14] Hattori T, Sano-Furukawa A, Machida S, Abe J, Funakoshi K, Arima H, Okazaki N 2019 *High Pressure Res.* **39** 417
- [15] Hu Q, Fang L, Li Q, Li X, Chen X, Xie L, Zhang J, Liu F, Lei L, Sun G, He D 2019 *High Pressure Res.* **39** 655
- [16] Zhao Y, Robert B, Dreele V, Jiaming, Morgan G 1999 *High Pressure Res.* **16** 161
- [17] Zhang J, Zhao Y, Wang Y, Daemen L 2008 *J. Appl. Phys.* **103** 093513
- [18] He D, Zhao Y, Daemen L L, Qian J, Lokshin K, Shen T D, Zhang J, Lawson A C 2004 *J. Appl. Phys.* **95** 4645
- [19] Klotz S, Godec Y Le, Strässle T, Stühr U 2008 *Appl. Phys. Lett.* **93** 091904
- [20] Jiang M Q, Li X, Fang L M, Xie L, Chen X P, Hu Q W, Li Q, Li Q Z, Chen B, He D W 2020 *Acta Phys. Sin.* **69** 226101 (in Chinese) [江明全, 李欣, 房雷鸣, 谢雷, 陈喜平, 胡启威, 李强, 李青泽, 陈波, 贺端威 2020 物理学报 **69** 226101]
- [21] Fang L M, Chen X P, Xie L, He D W, Hu Q W, Li X, Jiang M Q, Sun G A, Chen B, Peng S M, Li H, Han T X 2020 *Chin. J. High Pressure Phys.* **34** 15705 (in Chinese) [房雷鸣, 陈喜平, 谢雷, 贺端威, 胡启威, 李欣, 江明全, 孙光爱, 陈波, 彭述明, 李昊, 韩铁鑫 2020 高压物理学报 **34** 15705]
- [22] Godec Y L, Dove M T, Redfern S, Tucker M G, Marshall W G, Syfosse G, Besson J M 2001 *High Pressure Res.* **21** 263
- [23] Rodríguez-Carvajal J, Roisnel T 2004 *Mater. Sci. Forum* **443–444** 123
- [24] Martínez D, Le G Y, Mézouar M, Syfosse G, Itié J P, Besson J M 2000 *High Pressure Res.* **18** 339
- [25] Li B, Woody K, Kung J 2006 *J. Geophys. Res. Solid Earth* **111** 11206
- [26] Tange Y, Nishihara Y, Tsuchiya T 2009 *J. Geophys. Res.* **114** 03208

Experimental study of simultaneous high-temperature and high-pressure assembly of Paris-Edinburgh press for neutron diffraction*

Yang Gong-Zhang¹⁾²⁾³⁾ Xie Lei²⁾ Chen Xi-Ping²⁾ He Rui-Qi²⁾
 Han Tie-Xin²⁾ Niu Guo-Liang²⁾ Fang Lei-Ming^{2)†} He Duan-Wei^{1)‡}

1) (*Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, China*)

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

3) (*Guangdong Zhengxin Hard Material Technology R & D Co., Ltd, Heyuan 517000, China*)

(Received 8 March 2022; revised manuscript received 8 April 2022)

Abstract

Paris-Edinburgh (PE) press has been widely used in high pressure *in-situ* neutron diffraction experiments due to its advantages of large sample size, portability and simple structure. However, with the characteristics of uniaxial load of PE press, the weak lateral support makes the gasket and cell assembly continue flowing outward. So, the development of cell assembly of PE press that can simultaneously work under high pressure and high temperature (high P - T) is a great challenge. In this work, we design three-segment high P - T assembly of PE press for neutron diffraction, which can significantly improve the heating efficiency, thermal insulation, and stability of assembly. By using the fanned Cu foil leads of thermocouple, we realize the *in-situ* measurement of assembly temperature under a high pressure up to 5 GPa. The designed HPT-3 and HPT-3.5 assemblies can arrive at 2034 K and 1515 K respectively, which are measured by thermocouple. The high P - T experiments of HPT-3 assembly are carried out on a high-pressure neutron diffraction spectrometer (Fenghuang) of China Mianyang Research Reactor (CMRR). The results show that the designed assembly can simultaneously achieve high P - T of 8.5 GPa and 1508 K with collecting the high-quality neutron diffraction data of MgO cylindrical sample.

Keywords: Paris-Edinburgh press, high pressure and high temperature, *in-situ* measurement temperature, neutron diffraction

PACS: 61.05.fm, 07.35.+k

DOI: 10.7498/aps.71.20220419

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 12075215, 11427810), the National Key R&D Program of China (Grant No. 2016YFA0401503), and the Science Challenge Project, China (Grant No. TZ2016001).

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

‡ Corresponding author. E-mail: duanweih@scu.edu.cn