

## 第四代高能同步辐射光源HEPS及高压相关线站建设

李晓东 袁清习 徐伟 郑黎荣

#### Introduction of Fourth-Generation High Energy Photon Source HEPS and the Beamlines for High-Pressure Research

LI Xiaodong, YUAN Qingxi, XU Wei, ZHENG Lirong

#### 引用本文:

李晓东, 袁清习, 徐伟, 等. 第四代高能同步辐射光源HEPS及高压相关线站建设[J]. 高压物理学报, 2020, 34(5):050101. DOI: 10.11858/gywlxb.20200554

LI Xiaodong, YUAN Qingxi, XU Wei, et al. Introduction of Fourth–Generation High Energy Photon Source HEPS and the Beamlines for High–Pressure Research[J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2020, 34(5):050101. DOI: 10.11858/gywlxb.20200554

在线阅读 View online: https://doi.org/10.11858/gywlxb.20200554

#### 您可能感兴趣的其他文章

#### Articles you may be interested in

## 用于高压原位中子衍射的PCBN压腔

*In-Situ* High-Pressure Neutron Diffraction with Supported PCBN Anvils 高压物理学报. 2017, 31(6): 735 https://doi.org/10.11858/gywlxb.2017.06.008

#### 近十年我国在地球内部物质高压物性实验研究方面的主要进展

Recent Progresses in Some Fields of High-Pressure Physics Relevant to Earth Sciences Achieved by Chinese Scientists 高压物理学报. 2017, 31(6): 657 https://doi.org/10.11858/gywlxb.2017.06.001

## CMRR中子科学平台的高压中子衍射技术及应用

High Pressure Neutron Diffraction Technology and Applications at CMRR 高压物理学报. 2020, 34(5): 050104 https://doi.org/10.11858/gywlxb.20200588

## 基于同步辐射的X射线成像技术在静高压研究中的应用

Applications of Synchrotron X-Ray Imaging Techniquesin High Static Pressure Researches 高压物理学报. 2016, 30(6): 537 https://doi.org/10.11858/gywlxb.2016.06.016

## 同步辐射高压衍射技术

High Pressure Diffraction Using Synchrotron Radiation 高压物理学报. 2020, 34(5): 050103 https://doi.org/10.11858/gywlxb.20200586 DOI: 10.11858/gywlxb.20200554

# 第四代高能同步辐射光源 HEPS 及 高压相关线站建设

李晓东,袁清习,徐 伟,郑黎荣

(中国科学院高能物理研究所,北京 100049)

摘要:作为国家重大科技基础设施"十三五"规划重点建设的项目之一,目前,高能同步辐射 光源已经在北京怀柔科学城开始建设,项目目标是建设具有极低发射度、重点覆盖高能区(约 300 keV)的第四代同步辐射光源。新的高能光源将为科学研究提供光斑更小、亮度更高、相干 性更好的X射线探针。同步辐射光源已经帮助科研人员在高压科学研究的诸多领域取得了丰 硕的成果。反过来,应高压研究更高的需求,也在促进同步辐射实验技术的不断发展与进步。 本文旨在对高能同步辐射光源首批线站中能够开展高压研究的高压光束线站、吸收谱学线站、 高分辨谱学线站和显微成像线站的建设方案进行介绍,一方面有助于用户更好地了解相关设 施,另一方面也希望结合用户需求完善后续线站的建设工作,共同推进高压学科在同步辐射领 域的发展。

关键词:高能光源;高压;光束线站

中图分类号: O434.19; O521.3 文献标识码: A

压力作为热力学的重要基本参数之一<sup>[1]</sup>,几乎对材料的化学、结构、机械、电子、磁性、声子等所 有属性<sup>[2-3]</sup>均可以产生影响,因此在物理<sup>[4]</sup>、化学<sup>[5]</sup>、材料科学<sup>[6]</sup>及地球科学<sup>[7]</sup>等多个研究领域都得到了 广泛应用。利用金刚石对顶砧压腔(Diamond anvil cell, DAC)产生的高压研究样品的性质是实验室最 常用的高压研究手段之一。在金刚石压砧的作用下,DAC样品腔内可以达到几十万甚至几百万大气压 的极高压力<sup>[8-9]</sup>,压腔内的微量样品能够发生多次物性变化。然而,受DAC的结构及样品材料等的限 制,高压研究必须在窗口有限、样品尺度微小且X射线能够穿过环境材料(如金刚石压砧、传压介质) 等条件下进行。这些限制使得具有能量范围宽、通量高、准直性好、能量带宽可调、有时间结构及相 干性好等特性的同步辐射装置在高压研究中发挥了重要作用。

自 20 世纪 80 年代以来,同步辐射技术与 DAC 技术相结合,为探索高压条件下的材料物性提供了 丰富的研究手段<sup>[2-3,10]</sup>。例如:高压 X 射线衍射(X-ray diffraction, XRD)方法可用于确定晶体或非晶材料 的结构、密度、应力应变和择优取向等信息<sup>[11]</sup>; X 射线吸收谱学(X-ray absorption spectroscopy, XAS)可 以针对材料中特定元素进行结构表征,获得感兴趣元素的局域结构信息(价态、构型、配位数、键长及 无序度等)<sup>[12-13]</sup>; X 射线核共振散射谱学(Nuclear resonance scattering, NRS)可提供时域的 Mössbauer 超 精细结构谱学信息以及声子投影态密度<sup>[14]</sup>; X 射线拉曼散射(X-ray raman scattering, XRS)可探测轻元素 (C、N和O等)在高压条件下的化学键变化<sup>[15]</sup>; X 射线成像(X-ray imaging, XRI)可以研究样品在高压条 件下的物态方程、相演变及其动力学过程<sup>[16]</sup>。

同步辐射光源技术的不断发展,也在推动高压科学的不断进步。近年来,国际主要高能光源,如美

 <sup>\*</sup> 收稿日期: 2020-04-29; 修回日期: 2020-05-12
 基金项目:高能同步辐射光源国家重大科技基础设施项目(发改高技〔2017〕2173号)
 作者简介:李晓东(1975-),男,博士,副研究员,主要从事同步辐射高压实验技术研究. E-mail: lixd@ihep.ac.cn

国先进光子源(APS)<sup>[17]</sup>、欧洲同步辐射光源(ESRF)<sup>[18]</sup>、日本的 Spring-8 光源<sup>[19]</sup> 和德国的 PETRA III 光源<sup>[20]</sup>, 都在积极实施或推进升级具有准衍射极限环的第四代同步辐射光源计划。高能同步辐射光源(High energy photon source, HEPS)<sup>[21-22]</sup> 作为我国"十三五"期间建设的、为国家重大战略需求和前沿基础科学 研究提供技术支撑平台的国家重大科技基础设施,于 2017 年 12 月获得国家发展改革委批复立项,并 于 2019 年 6 月在北京怀柔奠基启动建设,计划将于 2025 年完成建设并投入使用。作为第四代同步辐 射光源, HEPS 光源具有极小的发射度,能够提供比现有第三代同步辐射光源亮度高 100 倍以上的同步 辐射光,实验站也更容易获得微米和亚微米(纳米)尺度的聚焦光斑。同时,低发射度光源具有的相干 性优势也将极大地促进相干谱学、相干成像等实验技术的发展。这些优异的性能可以为高压科学在更 高压力范围、更小时间或空间尺度等条件下开展研究提供重要支撑,例如:极高压(太帕量级)条件下的 物性研究、压力(或温度)快速加载条件下的时间分辨研究、极高压条件下的局域变化及不均匀性研 究、地球(行星)深部温压条件下的物质研究等<sup>[3]</sup>。

高压科学研究将是 HEPS 建成后的一个重要应用方向。本文的主要目的是向高压领域相关科研 工作者介绍 HEPS 一期建设过程中与 DAC 高压实验技术相关的线站设计。一方面,有助于用户更多地 了解 HEPS,为将来在 HEPS 上开展高压研究工作做一些初步的准备;另一方面,也希望得到用户对目 前线站设计方案的反馈,包括对未来二期、三期线站布局中高压光束线站规划的意见与建议。

## 1 第四代高能同步辐射光源 HEPS

HEPS 是具有极低发射度的第四代高能同步辐射光源,于 2019 年 6 月 29 日在北京市怀柔区动工, 并计划于 2025 年底完成验收。HEPS 的设计亮度大 10<sup>22</sup> phs·s<sup>-1</sup>·mm<sup>-2</sup>·mrad<sup>-2</sup>·(0.1%B.W.)<sup>-1</sup>,自然发射度为 34.2 pmrad,具体参数见表 1。HEPS 建成后能够对微观结构从静态构成到动态演化,提供多维度、实 时、原位表征,解析物质结构生成及演化的全周期全过程,揭示微观物质结构的生成演化机制,剖析微 观物质构成,为物质调控提供基础,从而推动材料科学、化学工程、能源环境、生物医学等领域的科学 研究。

| Table 1         Main parameters of the HEPS storage ring <sup>[22]</sup> |                |                   |               |                    |           |        |  |  |  |
|--|----------------|-------------------|---------------|--------------------|-----------|--------|--|--|--|
| Energy/  | Circumference/ | Number of         | Beam current/ | Natural emittance/ | Injection | Bunch  |  |  |  |
| GeV  | m              | straight sections | mA            | pmrad              | injection | number |  |  |  |
| 6  | 1 360.4        | 48                | 200           | 34.2               | Top-up    | 680/63 |  |  |  |

表 1 HEPS 储存环的主要参数<sup>[22]</sup> able 1 Main parameters of the HEPS storage ring<sup>[2</sup>

HEPS 建成后将具备 90 条以上高性能光束线站的容量,其中一期建设的线站共 14 条(另外包括一条测试束线)。图 1 所示为 HEPS 一期线站布局,其中以 ID 开头的线站是在直线节安装插入件的引出线站,以 BM 开头的线站为弯铁引出线站。3 条延伸到实验大厅以外的长光束线能在纳米聚焦、相干、时间分辨到高能等方面充分发挥新光源优势。HEPS 一期线站的规划主要是在考虑体现新光源高能、高亮度等优势,满足国内用户群体需求及"衍射极限光源先进的实验方法在实验站全覆盖"等原则基础上完成的。

限于篇幅,本文将重点介绍 HEPS 一期建设线站中与高压学科最为相关的若干线站,分别是:X 射线显微成像线站(ID30)、高压线站(ID31)、硬 X 射线高分辨谱学线站(ID33)和 X 射线吸收谱学线站(ID46)。其中,高压线站是高压 X 射线衍射专用实验站,其他线站可以通过优化设计兼容高压实验方法。图 2 所示为这些线站建成后插入件的"能量-亮度"谱,其中:HPS 表示高压线站,H<sup>2</sup>O 表示硬 X 射线高分辨谱学线站,XAS 表示 X 射线吸收谱学线站,TXM 表示 X 射线显微成像线站。



图 I HEPS 一旁几宋线站仰向 Fig. 1 Beamlines layout of HEPS phase I

# 2 HEPS 高压相关线站介绍

## 2.1 高压光束线站

高压光束线站(High-pressure beamline, HPB) 从 HEPS 储存环插入件 ID31 引出,是开展以高压 XRD 实验为主的专用高压线站。实验站将以 XRD 方法为基础建立多种高压研究手段,包括粉 末 XRD、单晶 XRD、径向 XRD、时间分辨以及对 分布函数(Pair distribution function, PDF)测量等方 法,同时还将结合激光加热、电阻加热、低温、压 力动态加载等样品环境,建立多种原位条件的 XRD 实验方法。线站建成后,将与国际上主要高



能同步辐射光源升级后的高压线站(如 APS 的 GSECARS<sup>[23]</sup>和 HPCAT<sup>[24]</sup>线站、ESRF 的 ID27<sup>[25]</sup>线站、Spring-8的 BL10XU<sup>[26]</sup>线站和 PETRA Ⅲ的 P02.2<sup>[27]</sup>线站等)具备同等水平的实验及数据分析条件。

在应用同步辐射技术的高压科学研究中, XRD 是最基础、最常用的实验方法之一。单晶、多晶/粉 晶、纳米晶体以及非晶体或液体都可以成为高压 XRD 的实验样品,它能够准确提供样品在高压条件下 的结构信息。利用高压 XRD 方法,也能够对样品的状态方程、晶体结构、相转变、弹性和晶格应变等 开展研究。利用第四代衍射极限同步辐射光源提供的小尺寸(小于1μm)、高通量 X 射线光斑,利用高 压 XRD 方法还可以开展超高压(大于 500 GPa)、局域结构变化、压力或温度动态加载条件下的结构变 化等研究工作。

#### 2.1.1 HPB线站的主要技术指标

HPB 建成后可以为用户提供 20、30、40 和 50 keV 5 种能量点的 X 射线光源, X 射线聚焦光斑尺寸 为十几微米到亚微米(约 150 nm), 样品处的光子数大于 10<sup>13</sup> ph/s。根据用户需要, 也可以提供大尺寸 (约 200 μm)的聚焦光斑。实验站还可以实现 4~4 000 K 温度范围的原位高压 XRD 实验。

结合压力动态加/卸载以及脉冲激光加热技术,实验站还可以为用户提供曝光小于10 微秒每帧的 动态实验条件。在压力动态加载实验中,压力的加载速率可以达到150 TPa/s 以上。

#### 2.1.2 HPB线站设计

HPB 光学布局如图 3 所示, X 射线从储存环的低 β 直线节 ID31 引出。真空内波荡器(IVU)的磁周 期长度为 19.9 mm,总周期数 201,插入件总长度 4 m,设计最小磁场间隙 5.2 mm。经过单色器选取指定 能量的单色光后,由聚焦元件聚焦到样品位置。水平反射的 channel-cut 单色器(HCCM)采用液氮冷却, 不仅能承受高热负荷,还可以提供高稳定性的单色光输出,对提高样品点位置 X 射线聚焦光斑的稳定 性有很大帮助。通过两种不同聚焦元件获得 X 射线聚焦光斑:利用复合折射透镜(Compound refractive lens, CRL)获取微米聚焦光斑,利用多层膜 K-B 聚焦镜(Multilayer K-B mirrors, MK-B)获取亚微米聚焦 光斑。



Fig. 3 Optical layout of high-pressure beamline

高压光束线站有两个微米聚焦样品点,分别位于距光源点 84 m 的 Sample 1 及距光源点 89 m 的 Sample 2。通过两级 CRL 对 X 射线顺序聚焦获得微米光斑, CRL1+CRL2 完成 Sample 1 处 X 射线聚焦, CRL1+CRL3 完成 Sample 2 处的聚焦。Sample 1 和 Sample 2 的光斑半高宽一般为 2 μm 左右, 如果需要 更大的光斑, 可以通过移动 CRL2 和 CRL3 的位置实现。亚微米聚焦光斑位于距光源点 95 m 的 Sample 3 处, 可由 MK-B 直接聚焦获得。亚微米聚焦光斑的半高宽约为 150 nm, 从聚焦镜后端到样品的工作距 离大于 100 mm, 可以满足大多数原位高压 XRD 实验的需求。

高压光束线实验站由两个棚屋组成,上游为微米 XRD 棚屋,下游为亚微米 XRD 棚屋。如图 4(a) 所示,微米 XRD 棚屋内有两个实验平台,分别为通用衍射平台(General purpose table, GPT)和激光加热 专用平台(Laser heating table, LHT)。GPT 除了完成常规的粉末、单晶、多晶以及径向 XRD 等实验,还 可以开展原位(电阻加热)高/低温以及压力动态加载 XRD 等实验。LHT 可以为用户提供红外波长(约 为1064 nm)的连续或脉冲激光加热实验条件,未来还可以提供 CO<sub>2</sub> 激光加热的实验条件。为满足实 验设备及环境的稳定性要求, 亚微米 XRD 实验平台(图 4(b))搭建在实验站末端的专用亚微米 XRD 棚 屋内, 除了可以提供小光斑完成以 XRD 为基础的实验, 未来还会逐步提供成像、相干等实验手段。



图 4 高压光束线站实验平台 Fig. 4 Schematics of experimental tables

## 2.2 X射线吸收谱学线站

X 射线吸收谱学(X-ray absorption spectroscopy, XAS)线站从 HEPS 储存环插入件 ID46 引出, 是一条以 XAS 及相关衍生实验方法为主进行优化设计的高性能硬 X 射线光束线。XAS 线站设计的基本目标是打造一个通用性强、能量覆盖范围大,同时具有高通量、高亮度的 X 射线吸收精细结构(X-ray absorption fine structure, XAFS)实验系统,为用户提供可靠、稳定、操作简便的 XAS 实验平台。该平台 具备 XAS 的常规实验方法,具备时间分辨和空间分辨能力,能够探测微区、表面、界面结构。同时线 站还将为用户提供多种原位样品环境,并结合 XRF、XRD、FTIR、质谱等实验方法,提供更丰富的样品 信息。XAS 线站设计能量覆盖范围为 4.8~45 keV, 如图 5 所示,设计能量能够覆盖化学元素周期表中 22 号元素 Ti 到 60 号元素 Nd 的 K 边 XAFS 能量范围,以及 55 号元素 Cs 以后的 L 边能量范围。



<sup>©</sup>Encyclopaedia Britannica, Inc.

图 5 X 射线吸收谱学线站的元素覆盖示意图(红色虚线表示 K 边能量范围, 蓝色虚线表示 L 边能量范围)

Fig. 5 Schematic of element coverage of XAS (The red and blue dotted lines are energy ranges of K-edge and L-ledge, respectively)

在高压研究中, XAS 可以对样品中特定元素的价态、局域结构(如键长、配位数、空间构型)进行 表征,可以为高压相变路径的确认提供与 XRD相互补充的结构信息。

#### 2.2.1 XAS 线站主要技术指标

XAS 线站的设计能量范围为 4.8 ~45 keV, 最小聚焦光斑尺寸 350 nm × 350 nm。工作能量在 10 keV 时, X 射线大光斑(尺寸约为 2 mm × 1.5 mm)的光通量在 10<sup>13</sup> ph/s 水平, 亚微米光斑(尺寸约为 350 nm × 350 mm)的光通量在 10<sup>12</sup> ph/s。亚微米光斑由 K-B 镜组获得, 其工作距离约为 140 mm, 可以满足常用 DAC 实验的空间要求。XAS 线站的主要设计指标见表 2。

| Energy<br>range/keV | Energy resolution( $\Delta E/E$ )      | $Flux/(ph \cdot s^{-1})$                  | Spot size /<br>(μm × μm) | Methods   |
|---------------------|--|---|--------------------------|---|
| 4.8-45              | $2 \times 10^{-4} \mathrm{Si} (111)$   | $5 \times 10^{13}$ @10 keV<br>(non-focus) | 0.35 × 0.35<br>(focus)   | XAFS/XRD/XRF/FTIR/Mass spectra  |
|                     | $4 \times 10^{-5}  \mathrm{Si}  (311)$ | $5 \times 10^{12}$ @10 keV (focus)        | 0.35 × 0.35<br>(focus)   | Time resolution: 25 ms/spectra<br>Detection limit of trace element $> 1 \times 10^{-7}$ |

表 2 X 射线吸收谱线站的主要设计指标 Table 2 Main parameters of XAS beamline

#### 2.2.2 XAS 线站设计

XAS线站光学元件布局如图 6 所示, X 射线从储存环插入件 ID46 引出。真空外插入件(IAU)的磁 周期长度为 35 mm,总周期数 141,设计最小 gap 值为 11 mm。X 射线通过白光压弯镜、双晶单色器 (Double crystal monochromator, DCM)、快扫单色器(25 毫秒每谱)、谐波镜组、垂直聚焦镜等主要光学 元件后进入实验站,利用 K-B 聚焦镜组将 X 射线聚焦到样品点。实验站还配有后分析晶体及硅漂移探 测器(SDD),主要用于高能量分辨吸收谱(HERFD-XAS)以及后续有待开发的低分辨发射谱(XES)。实 验平台布局见图 7。



图 6 XAS 线站光学布局

Fig. 6 Optical layout of XAS beamline

## 2.3 硬 X 射线高分辨谱学线站

硬 X 射线高分辨谱学(Hard X-ray high energy resolution spectroscopy, H<sup>2</sup>O)线站从储存环 ID33 插 入件引出。该线站侧重于发展高分辨谱学实验方 法,为用户提供具有高能量分辨率的核共振散射 和 X 射线拉曼散射等实验手段,为凝聚态物理、 化学、材料学、地学、环境等学科前沿研究提供有 力工具<sup>[28]</sup>。线站建成后,将与世界上主要同步辐 射光源的高分辨谱学站(如 PETRAⅢ的 P01 线 站、Spring-8 的 BL09XU线站、ESRF 的 ID18 和 ID20



Fig. 7 Layout of XAS experimental table

线站以及 APS 的 3ID、20ID 线站等)具有同等水平的实验和数据分析条件。

核共振散射<sup>[14]</sup>和X射线拉曼散射<sup>[15]</sup>能够与XRD等实验技术互补,在电子结构及晶格动力学方面 给出独特的样品结构信息,尤其在高压研究领域具有举足轻重的作用。利用高压核共振散射方法可以 获得关键热力学参数<sup>[29]</sup>、地球化学演化中的动力学行为<sup>[30]</sup>、地球深部的磁场信息<sup>[31]</sup>以及高压超导的物 理机制<sup>[32-35]</sup>。X射线拉曼散射可以获得高压下轻元素 C、N、O的吸收谱,是高压水<sup>[36]</sup>、二氧化碳<sup>[37]</sup> 和二氧化硅<sup>[38]</sup>等谱学研究的利器,此外由于其具有非偶极跃迁的探测本领,还是开展稀土金属高压体 积坍缩引起电子结构变化<sup>[39]</sup>等研究的重要工具。

#### 2.3.1 H<sup>2</sup>O 线站的主要技术指标

HEPS 光源有两种注入模式:一种是 63 个束团的高电荷模式,相邻束团间隔为 72 ns;另一个是 680 束团的高亮度模式,束团间隔为 7 ns。针对 HEPS 光源的注入束团模式,H<sup>2</sup>O 线站将采用分时运行 模式,以满足不同用户群体对高分辨谱学方法的需求。在高电荷模式下,可以实现<sup>57</sup>Fe 的核共振散射实 验,以及<sup>119</sup>Sn、<sup>151</sup>Eu 等核同位素的向前散射实验和非弹性散射实验;在高亮度模式下,可以提供 X 射线 拉曼实验条件。表 3 所示为 H<sup>2</sup>O 主要实验方法及相关技术指标。

| Table 3Specification of methods at the H2O beamline |                          |                       |             |                                 |                            |  |  |  |  |
|---|--------------------------|-----------------------|-------------|---------------------------------|----------------------------|--|--|--|--|
| Method  | Energy range/keV         | Energy resolution/meV | Inject mode | Spot size/ ( $\mu$ m × $\mu$ m) | $Flux/(ph \cdot s^{-1})$   |  |  |  |  |
| Nuclear resonant scattering                         | 14.4 ( <sup>57</sup> Fe) | 2, 1                  | 63-bunches  | $2 \times 2$                    | About $1.5 \times 10^{10}$ |  |  |  |  |
| X-ray Raman scattering                              | 10                       | 800                   | 680-bunches | 3 × 3                           | About $3 \times 10^{13}$   |  |  |  |  |

表 3 H<sup>2</sup>O 线站实验方法及技术指标

#### 2.3.2 H<sup>2</sup>O线站设计

由于高分辨同步辐射光能量带宽极窄、散射截面小等原因,高分辨谱学线站多被称为"光子饥渴型"线站,因而需要获得极高的光子通量。为了实现高光子通量的设计目标,H<sup>2</sup>O线站选用真空内永磁 波荡器插入件(IVU)作为光源。波荡器长4m,周期长度为18.6mm,最小磁间隙为5.2mm,磁性材料为 NdFeB。插入件基波能量覆盖7~17 keV,3次谐波可以覆盖21~51 keV,确保了<sup>57</sup>Fe核能级位于基波且 保持较高的光子通量,同时确保Si(660)分析晶体背散射能量9.7 keV处的高通量,而3次谐波也将覆盖 <sup>119</sup>Sn、<sup>151</sup>Eu、<sup>161</sup>Dy等常用同位素的核共振能级。

H<sup>2</sup>O线站光学元件布局如图 8、图 9 所示。从插入件引出的 X 射线经前端区后被第 1 个水平偏转的白光反射镜反射,并吸收部分热量。白光反射镜下游的 DCM 将同步辐射光单色化(能量带宽 10<sup>-4</sup>~10<sup>-5</sup>)。对于核共振散射模式(图 8),经过 DCM 的 X 射线需要再进入高分辨单色器,进一步单色化至 10<sup>-7</sup> 量级以满足实验要求。DCM 下游的 CRL 工作能量为 14.4 keV,用于光路准直,以提高下游高分辨单色器和 K-B 镜对 X 射线的接收效率。X 射线经 K-B 镜聚焦后可以获得微米尺寸的聚焦光斑,用于高压实验。在核共振散射实验中,部分研究需要极高的能量分辨率(如 1 meV),但可以接受光通量减小,这时只需切换不同的高分辨单色器,并适当调整 K-B 镜和样品的位置即可。X 射线拉曼散射实验模式光学 布局如图 9 所示,X 射线经 Si(111)/Si(311) DCM 单色化后通过 K-B 镜聚焦,到达拉曼散射谱仪完成实验。

如图 10、图 11 所示, H<sup>2</sup>O 实验站棚屋内有两个实验台。图 10 为核共振散射实验的光学平台, 在该 平台上 K-B 镜的工作距离可达 1 m, 并将搭载原位测压系统。核共振非弹性散射实验采用 3 个雪崩光 电二极管 APD 探测器, 分别位于 DAC 压砧的侧面; 而时域穆斯堡尔谱的超精细结构谱学研究则采用 透射模式, 只采用单个 APD 探测器。该探测器移出后, 可以将成像板探测器移入, 采集样品的高压衍 射信号。

X射线拉曼散射实验光学平台布局如图 11 所示,在一个纵向尺寸为4m的拉曼散射谱仪上完成, 图中省略了谱仪的详细设计图。可以看出,拉曼散射谱仪 K-B镜的工作距离可达 1.2 m,以确保拉曼散 射可以采集到散射角大于 150°时的高动量转移信息,这部分信息与电子的非偶极跃迁有关,从而可以 提供丰富的电子结构信息。谱仪主要是由分析晶体和探测器组成,结构复杂,不再赘述。







Fig. 11 Layout of X-ray Raman scattering experimental table

## 2.4 X射线显微成像线站

X 射线显微成像(Transmission X-ray microscopy, TXM)线站中, X 射线从 HEPS 储存环插入件 ID30 引出, 是开展基于波带片放大的全场成像实验方法为主的成像线站。TXM 线站除可以开展全场 吸收成像、泽尼克相衬成像外, 还将重点发展近边谱学成像<sup>[40]</sup> 实验方法, 在三维形貌结构信息的基础 上获取三维的元素化学价态等近边谱学信息及其演变过程信息。线站建成后, 将和世界上主要同步辐射光源的全场纳米成像线站(APS 的 32-ID-C 线站、NSLS II 的 18-ID 线站、SSRL 的 6-2c 线站等)具有同 等水平的实验及数据分析条件。

在高压研究中, X 射线成像技术可以在诸多方面发挥作用: 在物态方程测量中, X 射线成像可以针 对特定样品, 尤其是非晶或无定形材料样品, 为研究物质体积/密度对压力/温度的响应获取相应的信息<sup>[41-45]</sup>; 在相变演化及其动力学过程研究中, 可以利用 X 射线成像技术得到密度、元素、价态等信息空间分布 的特点, 观测相变核的分布和相变过程<sup>[46-47]</sup>; 在地球科学相关机制的研究中, 可以利用成像实验及相应 的数据处理方法研究地幔中重要金属元素的输运机制<sup>[48-49]</sup>等。

#### 第5期

#### 2.4.1 TXM 线站的主要技术指标

TXM 线站的设计能量范围为 5~15 keV, 最高空间分辨可达 20 nm, 成像视场大小根据具体空间分 辨要求可在 13~60 μm 范围内变化, 能量为 8 keV 时样品点的光通量在 10<sup>12</sup> ph/s 水平。

以最高 20 nm 空间分辨成像时,受样品到波带片距离(波带片焦距约 20 mm)的限制,成像用 DAC 的设计直径会受到一定的限制。此时,成像单元的半径须小于 20 mm(15 mm 为佳)。

#### 2.4.2 TXM 线站设计

TXM 线站光学布局如图 12 所示。同步辐射 X 射线从储存环插入件 ID30 引出,通过白光反射镜、DCM、 超环面镜聚焦镜等主要光学元件后进入实验站。实验站利用椭球毛细管聚焦镜(Capillary condenser) 或光栅型聚焦镜(Beam shaper condenser)将 X 射线聚焦到样品点并照明波带片,最后在探测器上获得样 品的放大图像。



Fig. 12 Optical layout of TXM beamline

ID30 插入件为真空外插入件(IAU),周期长度为 32.7 mm,总周期数 152,设计最小 gap 值为 11 mm。因为波带片成像需要空心锥照明光束,所以结合 HEPS 储存环的低发射度的特点,TXM 线站创新地采用了插入件红移照明设计<sup>[50]</sup>,实现了空心锥照明的自然形成和插入件光子通量的最大化利用。

TXM 线站设计使用 Si(111) DCM 选取需要能量的 X 射线,同时保证了适合近边谱学成像的能量分辨率。在 DCM 前设计了白光反射镜以缓解光束线的高热负载影响,白光反射镜采用 Si 和 Rh 两种 反射层以达到谐波抑制的目的。在 DCM 后设计超环面镜(Toroidal mirror)作为初级聚焦,配合实验站 的聚焦镜(Condenser)满足波带片成像所需的照明角度需求。

TXM 线站实验平台布局如图 13 所示。实验 站选择毛细管聚焦镜(Capillary condenser)满足高 分辨(小成像视场)成像需求,以充分利用毛细管 聚焦镜的高反射效率。同时,实验站还配备光栅 型聚焦镜(Beam shaper condenser)以满足更多的成 像视场需求。实验站的聚焦镜、波带片和探测器 等都有沿光路方向移动的运动自由度,通过控制 程序进行联动,从而实现不同 X 射线能量下整体 成像系统的放大倍数一致性。成像时,样品的结 构信息通过波带片放大后投射到探测器上,利用 波带片和透镜耦合探测器的光学放大可以将纳米 级的样品结构细节放大到探测器可以分辨的微米 级,从而实现高分辨的全场成像。



图 15 IXM 实验十日 Fig. 13 Layout of TXM experimental table

## 2.5 HEPS 高压实验辅助设施

HEPS 建有专用或兼用的光束线站向用户开放,还配备了高压专用实验室,提供高压实验和样品准备所需的多种辅助设施。高压实验室包括样品准备实验室和光学实验室。样品准备实验室除了配备高倍显微镜、液氩装填等常规设备,还将配置脉冲激光打孔、手套箱、高压充气等配套设施,未来计划添置机械手、样品切割等设备;光学实验室将配置红宝石/拉曼测压、激光加热等设备。为了方便在非高压专用线站尽快建立适合高压实验所需的实验条件,还将准备便携的红宝石测压系统、激光加热系统,以及气膜加压等配套设备。如果有需要,压力动态加载、低温杜瓦、电阻加热等设备也可以从高压光束线站移动至其他线站共享使用。

#### 3 展 望

除了文中介绍的4条线站外,HEPS的一期建设计划还包括生物大分子微晶衍射线站、低维结构探 针线站、高分辨纳米电子结构线站、硬X射线相干散射线站、粉光小角线站、工程材料线站、硬X射 线纳米探针线站、硬X射线成像线站、结构动力学线站和通用环境谱学线站10条光束线站,以及1条 主要用来进行同步辐射光学元件检测和实验技术发展的专用测试线站。在上述线站中,硬X射线相干 散射线站、粉光小角线站、工程材料线站和硬X射线纳米探针线站等经过改造,也可以开展DAC高压 相关实验研究,如XPCS、小角散射、PDF、超高压衍射等。限于篇幅,本文不再多作介绍。

作为公益性的科研设施, HEPS 在考虑用户普遍需求的同时, 也兼顾了一些特殊需求, 致力于建设 一个支撑多学科前沿研究和满足国家需求的重要实验设施。根据远景规划, HEPS 未来要完成近百条 光束线站的建设工作, 其中将有 6 条专用的高压线站以及若干条可以开展高压实验的兼用线站。专用 的高压线站中, 除了目前已经在建的 XRD 线站, 还包括另外两条衍射或散射线站和一条谱学线站, 以 及两条混合方法线站。为了更好地完成高压相关线站的规划, 欢迎广大用户对后续的建设方案和方法 选择提出意见和建议。HEPS 光束线站建设尤其是高压线站群的建设, 将为高压相关领域研究提供重 要的支持手段。

感谢 HEPS 项目组光束线站部中高压光束线站系统、X 射线吸收谱学线站系统、硬X 射线高 分辨谱学线站系统和X 射线显微成像线站系统工作人员的辛勤付出,感谢线站部光学系统、光 机系统、控制系统和通用机械系统等对设计工作的支持与配合。感谢上海光源、合肥光源、 APS、SPring-8、ESRF、PETRA III和NSLS II等光源相关线站科学家的支持和帮助,感谢国内外 高校及科研院所用户代表对项目建设初期的建议和支持。感谢 HEPS 国际顾问委员会对线站布局 定位的意见和提议。

## 参考文献:

- [1] HEMLEY R J. Effects of high pressure on molecules [J]. Annual Review of Physical Chemistry, 2000, 51: 763-800.
- [2] SHEN G Y, MAO H K. High-pressure studies with x-rays using diamond anvil cells [J]. Reports on Progress in Physics, 2017, 80(1): 016101.
- [3] MAO H K, CHEN X J, DING Y, et al. Solids, liquids, and gases under high pressure [J]. Reviews of Modern Physics, 2018, 90: 015007.
- [4] ASHCROFT N W. Condensed-matter physics: pressure for change in metals [J]. Nature, 2009, 458(7235): 158–159.
- [5] MCMILLAN P F. Chemistry at high pressure [J]. Chemical Society Reviews, 2006, 35(10): 855-857.
- [6] MCMILLAN P F. New materials from high-pressure experiments [J]. Nature Materials, 2002, 1(1): 19-25.
- [7] MAO H K, HEMLEY R J. The high-pressure dimension in earth and planetary science [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2007, 104(22): 9114–9115.
- [8] LI B, JI C, YANG W G, et al. Diamond anvil cell behavior up to 4 mbar [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences

of the United States of America, 2018, 115(8): 1713–1717.

- [9] JENEI Z, O'BANNON E F, WEIR S T, et al. Single crystal toroidal diamond anvils for high pressure experiments beyond 5 megabar [J]. Nature Communications, 2018, 9: 3563.
- [10] 徐济安, 毕延. 同步辐射 X 射线光源在高压科学研究中的应用 [J]. 物理, 2012, 41(4): 218–226. XU J A, BI Y. Application of synchrotron radiation X-ray sources in high pressure research [J]. Physics, 2012, 41(4): 218–226.
- [11] LIU J. High pressure X-ray diffraction techniques with synchrotron radiation [J]. Chinese Physics B, 2016, 25(7): 076106.
- [12] 王其武, 刘文汉. X 射线吸收精细结构及其应用 [M]. 北京: 科学出版社, 1994: 32-35.
   WANG Q W, LIU W H. X-ray absorption fine structure and it's application [M]. Beijing: Science Press, 1994: 32-35.
- [13] CALVIN S. XAFS for everyone [M]. Boca Raton: Taylor & Francis, 2013: 20–21.

researches [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2016, 30(6): 537-547.

- [14] CHEN J H, DUFFY T S, DOBRZHINETSKAYA L F, et al. Advances in high-pressure technology for geophysical applications [M]. Amsterdam: Elsevier, 2005: 397–411.
- [15] STERNEMANN C, WILKE M. Spectroscopy of low and intermediate Z elements at extreme conditions: *in situ* studies of earth materials at pressure and temperature via X-ray raman scattering [J]. High Pressure Research, 2016, 36(3): 275–292.
- [16] 侯琪玥, 敬秋民, 张毅, 等. 基于同步辐射的 X 射线成像技术在静高压研究中的应用 [J]. 高压物理学报, 2016, 30(6): 537-547.
  HOU Q Y, JING Q M, ZHANG Y, et al. Applications of synchrotron X-ray imaging techniques in high static pressure
- [17] HETTEL R. The advanced photon source upgrade plan approved [J]. Synchrotron Radiation News, 2019, 32(2): 34–35.
- [18] DIMPER R, REICHERT H, RAIMONDI P, et al. ESRF upgrade programme phase II (2015 2022) technical design study [R]. France: ESRF, 2014.
- [19] TANAKA H, ISHIKAWA T, GOTO S, et al. SPring-8 upgrade project [C]//Proceedings of the 7th International Particle Accelerator Conference. Busan: INSPIRE, 2016: 2867–2870.
- [20] SCHROER C G, AGAPOV I, BREFELD W, et al. PETRA IV: the ultralow-emittance source project at DESY [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2018, 25: 1277–1290.
- [21] JIAO Y, XU G, CUI X H, et al. The HEPS project [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2018, 25: 1611–1618.
- [22] TAO Y. Groundbreaking ceremony at the high energy photon source in Beijing [J]. Synchrotron Radiation News, 2019, 32(5):
   40.
- [23] SHEN G, PRAKAPENKA V B, ENG P J, et al. Facilities for high-pressure research with the diamond anvil cell at GSECARS[J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2005, 12: 642–649.
- [24] SHEN G Y, CHOW P, XIAO Y M, et al. HPCAT: an integrated high-pressure synchrotron facility at the advanced photon source [J]. High Pressure Research, 2008, 28(3): 145–162.
- [25] ANDRAULT D, ANTONANGELI D, DMITRIEV V, et al. Science under extreme conditions of pressures and temperatures at the ESRF [J]. Synchrotron Radiation News, 2013, 26(5): 39–44.
- [26] HIRAO N, KAWAGUCHI S I, HIROSE K, et al. New developments in high-pressure X-ray diffraction beamline for diamond anvil cell at SPring-8 [J]. Matter and Radiation at Extremes, 2020, 5(1): 018403.
- [27] LIERMANN H P, KONÔPKOVÁ Z, MORGENROTH W, et al. The extreme conditions beamline P02.2 and the extreme conditions science infrastructure at PETRA III [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2015, 22: 908–924.
- [28] XU W. Nuclear resonant scattering program in China: opportunities and challenges at the high energy photon source in Huairou[J]. Mössbauer Effect Reference and Data Journal, 2017, 40: 213–218.
- [29] MAO H K, XU J, STRUZHKIN V V, et al. Phonon density of states of iron up to 153 gigapascals [J]. Science, 2001, 292(5518): 914–916.
- [30] LIU J, HU Q Y, KIM D Y, et al. Hydrogen-bearing iron peroxide and the origin of ultralow-velocity zones [J]. Nature, 2017, 551(7681): 494–497.
- [31] KUPENKO I, APRILIS G, VASIUKOV D M, et al. Magnetism in cold subducting slabs at mantle transition zone depths [J]. Nature, 2019, 570(7759): 102–106.
- [32] WU J J, LIN J F, WANG X C, et al. Pressure-decoupled magnetic and structural transitions of the parent compound of ironbased 122 superconductors BaFe<sub>2</sub>As<sub>2</sub> [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2013, 110(43): 17263–17266.

- [33] TROYAN I, GAVRILIUK A, RÜFFER R, et al. Observation of superconductivity in hydrogen sulfide from nuclear resonant scattering [J]. Science, 2016, 351(6279): 1303–1306.
- [34] BI W, SOUZA-NETO N M, HASKEL D, et al. Synchrotron x-ray spectroscopy studies of valence and magnetic state in europium metal to extreme pressures [J]. Physical Review B, 2012, 85(20): 205134.
- [35] BI W, LIM J, FABBRIS G, et al. Magnetism of europium under extreme pressures [J]. Physical Review B, 2016, 93(18): 184424.
- [36] CAI Y Q, MAO H K, CHOW P C, et al. Ordering of hydrogen bonds in high-pressure low-temperature H<sub>2</sub>O [J]. Physical Review Letters, 2005, 94(2): 025502.
- [37] SHIEH S R, JARRIGE I, WU M, et al. Electronic structure of carbon dioxide under pressure and insights into the molecular-tononmolecular transition [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2013, 110(46): 18402–18406.
- [38] LEE S K, KIM Y H, YI Y S, et al. Oxygen quadclusters in SiO<sub>2</sub> glass above megabar pressures up to 160 GPa revealed by X-ray Raman scattering [J]. Physical Review Letters, 2019, 123(23): 235701.
- [39] CHEN B J, PARSCHKE E M, CHEN W C, et al. Probing cerium 4*f* states across the volume collapse transition by X-ray Raman scattering [J]. The Journal of Physical Chemistry Letters, 2019, 10(24): 7890–7897.
- [40] MEIRER F, CABANA J, LIU Y, et al. Three-dimensional imaging of chemical phase transformations at the nanoscale with fullfield transmission X-ray microscopy [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2011, 18(5): 773–781.
- [41] LIU H Z, WANG L H, XIAO X H, et al. Anomalous high-pressure behavior of amorphous selenium from synchrotron x-ray diffraction and microtomography [J]. Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America, 2008, 105(36): 13229–13234.
- [42] XIAO X H, LIU H Z, WANG L H, et al. Density measurement of samples under high pressure using synchrotron microtomography and diamond anvil cell techniques [J]. Journal of Synchrotron Radiation, 2010, 17(3): 360–366.
- [43] WANG J Y, YANG W G, WANG S, et al. High pressure nano-tomography using an iterative method [J]. Journal of Applied Physics, 2012, 111(11): 112626.
- [44] LIN Y, ZENG Q S, YANG W G, et al. Pressure-induced densification in GeO<sub>2</sub> glass: a transmission x-ray microscopy study [J]. Applied Physics Letters, 2013, 103(26): 261909.
- [45] ZENG Q S, KONO Y, LIN Y, et al. Universal fractional noncubic power law for density of metallic glasses [J]. Physical Review Letters, 2014, 112(18): 185502.
- [46] KATAYAMA Y, INAMURA Y, MIZUTANI T, et al. Macroscopic separation of dense fluid phase and liquid phase of phosphorus [J]. Science, 2004, 306(5697): 848–851.
- [47] LIU Y J, WANG J Y, AZUMA M, et al. Five-dimensional visualization of phase transition in BiNiO<sub>3</sub> under high pressure [J]. Applied Physics Letters, 2014, 104(4): 043108.
- [48] ZHU W L, GAETANI G A, FUSSEIS F, et al. Microtomography of partially molten rocks: three-dimensional melt distribution in mantle peridotite [J]. Science, 2011, 332(6025): 88–91.
- [49] SHI C Y, ZHANG L, YANG W G, et al. Formation of an interconnected network of iron melt at Earth's lower mantle conditions [J]. Nature Geoscience, 2013, 6(11): 971–975.
- [50] YUAN Q X, ZHANG K, HUANG W X, et al. Conceptual design of TXM beamline at high energy photon source [J]. AIP Conference Proceedings, 2019, 2054(1): 050002.

## Introduction of Fourth-Generation High Energy Photon Source HEPS and the Beamlines for High-Pressure Research

LI Xiaodong, YUAN Qingxi, XU Wei, ZHENG Lirong

(Institute of High Energy Physics, CAS, Beijing 100049, China)

**Abstract:** The High Energy Photon Source (HEPS) located at Huairou's Science City in Bejing, one of the key projects listed in the "13<sup>th</sup> Five-year Plan for national major scientific and technological infrastructure", has been under construction since 2019. HEPS will be a world-leading 4<sup>th</sup> generation high energy synchrotron radiation source featuring very low emittance, very high brilliance and high X-ray energy (about 300 keV). The new light source will provide X-ray probes with smaller size, higher brightness and better coherence for scientific researches. Synchrotron radiation technology has helped researchers achieve rich results in high-pressure research. In turn, the demand for high-pressure research is also promoting the development of synchrotron radiation experiment technology. In this paper, the design of the beamlines in the HPES phase I for high-pressure research are introduced, including a high-pressure beamline, an X-ray absorption spectroscopy beamline, a hard X-ray high energy resolution spectroscopy beamline and a transmission X-ray microscopy beamline. It is expected to help users well understand the functions of these beamlines, and further promote the development of synchrotron radiation high-pressure research together with the user community via seamless integration of techniques and users' various requirements for advancing high-pressure science.

Keywords: high energy photon source; high pressure; beamlines