

# 高压物理学报

上海同步辐射光源高压相关线站概述  
杨科 蒋升 闫帅 周春银 李爱国

## Application of Shanghai Synchrotron Radiation Source in High Pressure Research

YANG Ke, JIANG Sheng, YAN Shuai, ZHOU Chunyin, LI Aiguo

引用本文:

杨科, 蒋升, 闫帅, 等. 上海同步辐射光源高压相关线站概述[J]. 高压物理学报, 2020, 34(5):050102. DOI: 10.11858/gwlb.20200584

YANG Ke, JIANG Sheng, YAN Shuai, et al. Application of Shanghai Synchrotron Radiation Source in High Pressure Research[J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2020, 34(5):050102. DOI: 10.11858/gwlb.20200584

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.11858/gwlb.20200584>

---

您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 原位测量金刚石压砧在高压下的杯型形变

In Situ Measurement of the Cupping Deformation of Diamond Anvil under High Pressures

高压物理学报. 2018, 32(2): 023201 <https://doi.org/10.11858/gwlb.20170548>

#### 金刚石荧光机制的研究及其对高压拉曼光谱测试的意义

Fluorescence Mechanism of Diamond and the Significance in High Pressure Raman Spectrometry

高压物理学报. 2019, 33(4): 043101 <https://doi.org/10.11858/gwlb.20180689>

#### 榍石的冲击高压行为与辐照损伤效应对比研究

A Comparative Study on Influence of High-Pressure Shocking and Radiation Damage on Titanite

高压物理学报. 2019, 33(1): 011101 <https://doi.org/10.11858/gwlb.20180546>

#### 应用于高压科学的研究的国产铰链式六面顶压机技术发展历程

Development of Domestic Hinge-Type Cubic Presses Based on High Pressure Scientific Research

高压物理学报. 2018, 32(1): 010105 <https://doi.org/10.11858/gwlb.20170600>

#### 动态发射率与辐射亮度同时测量实验中的时间精确同步技术

Time Precision Synchronization in Simultaneous Measurement of Dynamic Emissivity and Radiance

高压物理学报. 2018, 32(3): 033201 <https://doi.org/10.11858/gwlb.20170634>

# 上海同步辐射光源高压相关线站概述

杨 科, 蒋 升, 闫 帅, 周春银, 李爱国

(中国科学院上海高等研究院, 上海 201210)

**摘要:** 同步辐射X射线与基于金刚石对顶砧(DAC)和大体积压机(LVP)的静高压技术的结合推动了高压科学的发展。上海同步辐射光源(SSRF)是性能指标达到世界一流的中能第三代同步辐射光源,其中的硬X射线微聚焦及应用光束线站(BL15U1)具备高通量、能量可调的单色微束X射线,空间分辨达到微米至亚微米量级,在开展DAC高压研究方面有相当大的优势。自2010年对从事高压科学的研究的用户开放以来,国内外高压科学的研究者综合利用BL15U1线站高压实验方法取得了一系列有影响力的研究成果。此外,在建的上海光源二期线站工程中的超硬多功能线站(BL12SW)中配备200 t和2 000 t大压机,将成为开展LVP原位高压实验的有力平台。为促进用户对SSRF高压研究相关线站的了解,更好地利用相关平台开展研究工作,并为后续线站建设和实验方法发展提出宝贵建议,本文对BL15U1和BL12SW线站的布局、性能指标、实验站主要设施以及相关实验方法等进行了较为完整的介绍。

**关键词:** 上海同步辐射; 高压; 光束线站; 金刚石对顶砧; 大体积压机

**中图分类号:** O434.19; O521.3

**文献标识码:** A

压强是物质的基本热力学参数之一。高压可以有效改变物质内部的原子间距,调制相邻电子轨道的重叠、电子自旋以及电子与声子的相互作用,进而改变物质的电子状态、晶体结构、物理化学性质。在特定的高压条件下,半导体、绝缘体乃至分子固体材料均可以转化为金属态<sup>[1-6]</sup>。高压下的物质科学研究揭示了许多普通环境中无法观测到的新现象,是深入认识物质结构、性质及其变化规律的有效途径之一<sup>[7-10]</sup>。更进一步,高压技术结合高低温、磁场等原位条件为科学创新提供了更广阔的维度,有利于发现新现象、探索新问题、制备新材料<sup>[11-15]</sup>。

能够产生高压环境的实验技术主要有两种:动态高压实验技术(简称动高压)和静态高压实验技术(简称静高压)。动高压是利用爆炸或者高速撞击产生的冲击波使样品经受瞬时高温高压环境条件的实验技术<sup>[16]</sup>,瞬时压力可以达到数千万大气压。静高压则是可以相对长时间维持较稳定的压力,目前最高压力可以达到数百万大气压。产生静高压的装置主要包括金刚石对顶砧(Diamond-anvil cell, DAC)<sup>[17-20]</sup>和大体积压机(Large-volume press, LVP)<sup>[21-26]</sup>。

DAC和LVP是高压实验研究中两种相辅相成、不可或缺的研究手段。每种技术均具有其独特的功能和应用范围。DAC能够产生几百万大气压的压力<sup>[20, 27-28]</sup>,结合激光加热可以实现6 000~7 000 K的高温。为了获得超过百万大气压的实验压力,DAC中的试样通常只有几个到几十微米大小,压力梯度和温度梯度比较大。LVP的试样体积要大得多(一般在毫米量级),并能够产生很高且均匀的温度(3 000 K以上),压力梯度也较小,但压力范围相对有限(目前最高可达120 GPa)。这些特征使LVP成为用大体积试样精细研究材料(尤其是多相系材料)物性的理想工具,也方便同时使用多种原位探测技术<sup>[29-32]</sup>。

为了获得理想的高压条件,在实验中通常以减小样品体积为代价,而且将样品封闭在压腔内。这样能够有效保持试样与外界隔离,并保证了试样的纯度,同时要求与高压试样匹配的微探针。传统的

\* 收稿日期: 2020-07-03; 修回日期: 2020-08-04

作者简介: 杨 科(1978—), 男, 博士, 研究员, 主要从事同步辐射实验技术研究. E-mail: yangke@zjlab.org.cn

实验室 X 射线光源受限于光强、能量及光斑尺寸, 很难直接对高压样品进行测试。高亮度、高能量、低发射度的同步辐射 X 射线源为研究高压下微小样品提供了强力探针, 并有效解决了在周围实验环境充满大量干扰物质的情况下探测微弱信号的问题<sup>[33–35]</sup>。同步辐射 X 射线与高压技术结合是原位研究物质在高温高压下物性和行为的有力手段, 打开了高压研究领域的新纪元。

诸多基于同步辐射的 X 射线衍射实验方法中, 同步辐射 X 射线衍射(XRD)是高压研究的重要技术, 可用于测量单晶、多晶、纳米晶体和非晶材料的键长、密度、弹性及状态方程等诸多综合数据信息。与此同时, 同步辐射 X 射线光谱学研究取得了重大进展。近年来, 高压条件下的光谱分析技术逐渐成为一种重要的研究方法, 光谱技术与高压技术的成功结合为探索高压力下丰富的物理和化学现象提供了强有力的工具, 如: 利用 X 射线吸收谱(XANES、XAFS)研究价态变化和原子近邻结构变化, 利用成像方法研究形貌, 利用非弹性散射(IXS)研究电子结构、带隙变化等。

此外, 以同步辐射为基础的 XRD 及光谱学技术连同激光加热和低温技术一起, 为发现和拓展高压环境下的科学前沿问题提供了强有力的研究手段。最新发展的高分辨成像技术和快速时间分辨技术在高压 X 射线研究中发挥了越来越重要的作用。从原理上来讲, 只要探针比样品尺寸小, 同时探测效率比需要的时间分辨率高的情况下, 任何 X 射线技术都可以被用来成像和进行时间分辨探测。因此, 高压实验条件下探针大小和探测效率是设计中的关键。

目前, 世界上主要的同步辐射光源均有进行高压研究的专用同步辐射光束线站, 如: 欧洲同步辐射光源(ESRF)的 ID09A、ID27 线站<sup>[36]</sup>, 英国钻石光源(Diamond)的 I15 线站, 美国先进电子源(APS)的 3ID、13BM、16ID 线站<sup>[37–38]</sup>, 美国 NSLS II 光源的 X17C 线站<sup>[39]</sup>, 日本 SPring-8 光源的 BL04B1、BL10XU 线站等<sup>[40]</sup>。我国同步辐射光源的高压研究应用始于 20 世纪 90 年代初期, 北京同步辐射装置(BSRF)的 4W2 线站为国内首批高压用户提供支持, 即使到了今天也依然满负荷运转, 为我国高压研究领域作出了重要贡献<sup>[41]</sup>。2009 年, 作为世界先进的第三代同步辐射光源代表之一的上海同步辐射装置—上海光源(SSRF)建成开放, 其中的硬 X 射线微聚焦及应用光束线站 BL15U1 由于光斑小、通量高, 非常适合用于高压微束衍射实验。BL15U1 线站于 2010 年开始服务于高压科学研究, 目前超过一半的机时用于高压研究。近年来, 国内外高压科学研究人员综合利用该线站以及世界上其他先进光源取得了一系列重要研究成果<sup>[42–45]</sup>。

BSRF 的 BL15U1 线站拥有高通量、能量可调的单色硬 X 射线微束, 空间分辨达到微米至亚微米量级, 非常适合开展 DAC 高压研究。在建的 SSRF 二期线站工程中的超硬多功能线站(BL12SW)配备了 200 t 和 2 000 t 的大压机, 能量范围覆盖 30~150 keV, 是开展 LVP 实验的理想平台。本文将分别介绍 SSRF 适于开展高压研究的硬 X 射线微聚焦及应用光束线站 BL15U1 以及即将建成的超硬多功能线站 BL12SW。

## 1 硬 X 射线微聚焦及应用光束线站(BL15U1)

### 1.1 BL15U1 线站介绍

硬 X 射线微聚焦及应用光束线站(Hard X-ray micro focusing beamline, HXMF)是开展高空间分辨、高灵敏的  $\mu$ -XRF、 $\mu$ -XAFS、 $\mu$ -XRD 实验及相应的二维 mapping 实验的综合性光束线站<sup>[46]</sup>。该线站聚焦于硬 X 射线微束技术及应用, 在微米、亚微米光斑尺度下发展了多种实验方法, 在地球和环境科学、凝聚态物理、生命科学、材料科学、纳米技术和微电子等领域获得了广泛的应用。同步辐射硬 X 射线微聚焦光同时具有亮度高、光斑尺度小、穿透能力强的特点, 非常适用于 DAC 高压实验测试。

DAC 高压实验中, XRD 是最常用的实验方法。高压衍射可以提供样品的状态方程、晶体结构、相转变、弹性和晶格应变等信息, 是高压研究的基础手段。高压吸收谱实验作为衍射实验的补充, 可以对样品中特定元素的价态、局域结构(如键长、配位数、空间构型等)进行表征, 进一步确认高压相变路径。高压拉曼散射能够在电子结构到晶格动力学方面给出样品独特的结构信息, 是直接探测材料各种激发性质的强有力工具。

### 1.1.1 主要技术指标

HXMF 线站 X 射线的能量范围为 5~20 keV, 可以使用 K-B 聚焦镜或者波带片聚焦。使用 K-B 镜聚焦时, 入射光能量在 5~20 keV 范围内连续可调, 聚焦光斑尺寸小于  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 。在衍射常规的 20 keV 能量下, 样品处光子数大于  $10^{10} \text{ ph/s}$ 。使用波带片聚焦时, 入射光能量范围为 8~12 keV(将拓展至 16 keV), 聚焦光斑尺寸小于  $0.5 \mu\text{m} \times 0.5 \mu\text{m}$ 。HXMF 线站的主要技术指标见表 1。

表 1 HXMF 线站的主要指标  
Table 1 Main parameters of HXMF beamline

Light source type	Energy/keV	Energy resolution ( $\Delta E/E$ )	Photon flux/[ $\text{phs} \cdot \text{s}^{-1} \cdot \mu\text{m}^{-2}$ ] (0.1% B.W.) $^{-1}$ ]	Beam size at sample/( $\mu\text{m} \times \mu\text{m}$ )	Divergence at sample/(mrad $\times$ mrad)
Undulator	5~20	$<2 \times 10^{-4}$ Si (111)	$>10^{12}$	$<2 \times 2$ (K-B mirrors)	$<2 (\text{H}) \times 1.5 (\text{V})$ (K-B mirrors)

### 1.1.2 光束线布局

HXMF 线站分为光束线和实验站两部分。HXMF 光束线的布局如图 1 所示, 真空内平面波荡器 (IV-undulator) 出射的白光在水平方向经超环面镜预聚焦至次级光源狭缝, 在垂直方向准直为准平行光以提高单色光的能量分辨率, 经双晶单色器将白光单色化后引入实验站。单色 X 射线还可以使用光束线末端的四晶单色器进一步单色化, 实现更高的能量分辨。实验站配有 K-B 聚焦镜等聚焦元件, 可将单色 X 射线会聚并照射到样品点上。

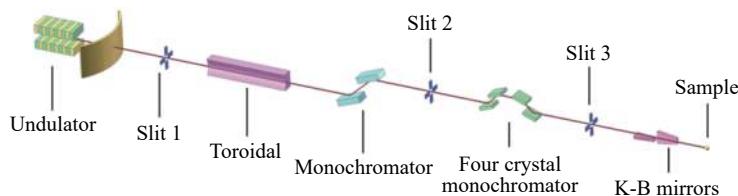


图 1 HXMF 光束线布局  
Fig. 1 Schematic layout of HXMF beamline

### 1.1.3 实验站设计

HXMF 实验站配备两套聚焦系统: K-B 聚焦镜系统和波带片聚焦系统。K-B 聚焦镜系统的聚焦光能量在 5~20 keV 范围连续可调, 可实现最小聚焦光斑尺寸小于  $2 \mu\text{m} \times 2 \mu\text{m}$ 。焦点处配有六轴样品台、观测显微镜、荧光探测器和两台面型探测器。其中, 面型探测器为 Mar165 CCD, 该探测器的单像素点尺寸较小( $80 \mu\text{m}$ ), 可用于高分辨衍射实验。另一台探测器是 Pilatus3S 1M, 该探测器具有较大的动态范围(20 bits, 1 048 575 counts), 适合进行高压单晶衍射实验。当进行超高压实验需要更小的聚焦光斑时, 可以将探测器 Mar165 CCD 移至波带片聚焦系统使用。波带片聚焦系统的聚焦光斑尺寸小于  $0.5 \mu\text{m}$ , 足以满足超高压实验对小尺寸 X 射线的需求。两套聚焦系统中, K-B 聚焦镜系统还可以进行高压吸收谱实验, 波带片聚焦系统未来可以进行高压拉曼散射实验。实验站设计图和照片分别如图 2 和图 3 所示。

## 1.2 HXMF 线站高压实验及设备

### 1.2.1 压力测量

金刚石对顶砧内压力标定通常有两种方法: 压力内标法及红宝石荧光标压法。压力内标法是将某种等温状态方程已知的物质与样品一起装入样品腔内, 测试压力下压标材料的衍射峰位变化, 反推样品腔内的压力。红宝石荧光标压法则是利用红宝石的荧光峰随压力升高发生红移, 测试偏移量得出样品腔内的压力<sup>[47]</sup>。

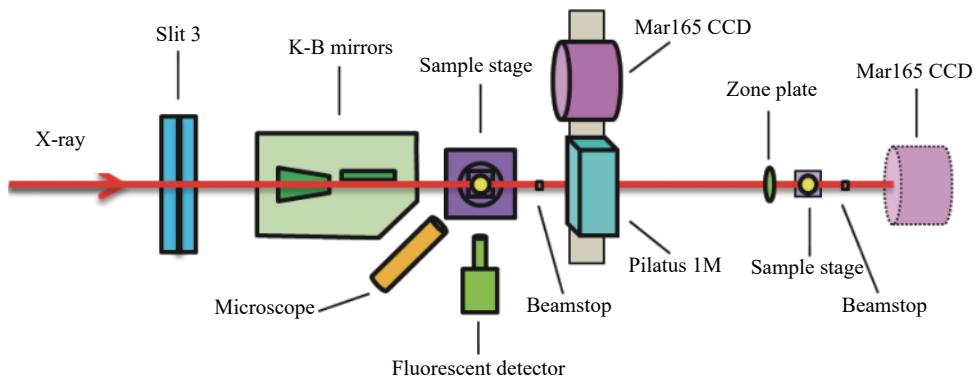


图2 HXMF实验站布局

Fig. 2 Schematic layout of HXMF experimental station

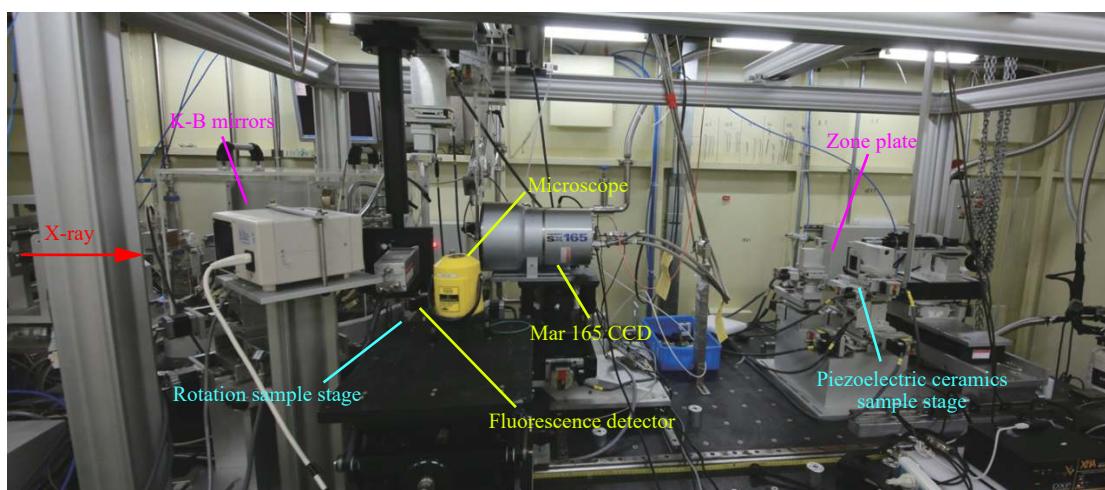


图3 HXMF实验站照片

Fig. 3 Photo of HXMF experimental station

红宝石荧光峰随压力升高发生的红移可表示为

$$p = A \{ [1 + (\Delta\lambda/\lambda_0)]^B - 1 \} / B \quad (1)$$

式中:  $p$  为压力;  $\lambda_0$  为红宝石荧光峰  $R_1$  在常压下对应的波长, 一般为 694.24 nm, 与  $\text{Cr}^{3+}$  的富集及结晶程度有关;  $A = 1904 \text{ GPa}$ ;  $B = 7.665$ (准静水压条件下)或  $B = 5$ (非静水压条件下);  $\Delta\lambda$  表示  $R_1$  峰的红移量。实验中只要测出红宝石荧光峰  $R_1$  线的位置, 代入式(1)即可算出样品腔内的压力。

红宝石测压具有耗材少、装填容易、测量方便等优点, 是 DAC 实验的主要测压方法。实验站提供红宝石荧光离线测压系统, 测压光路如图 4 所示。测压系统主要指标: 激光聚焦光斑约为 3 μm, 光谱分辨率约为 0.02 nm, 测量压力范围为 0~100 GPa。

测量 100 GPa 以上更高压力时, 通常使用压力内标法或者金刚石拉曼峰随压力移动的方法标定压力, 衍射实验站配备了 Renishaw 拉曼光谱仪(图 5), 可以方便对金刚石拉曼峰进行测量, 从而标定样品腔内压力。同时, HXMF 线站还配备了便携式可移动的红宝石测压系统, 如图 6 所示。

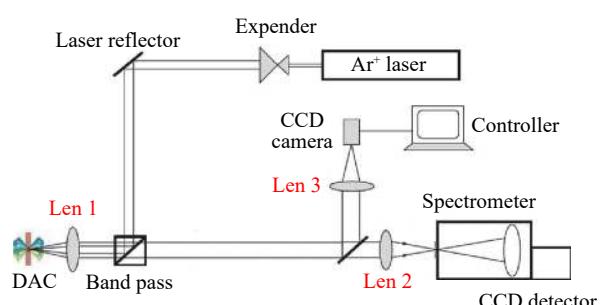


图4 红宝石荧光测压光路

Fig. 4 Optical system for measuring ruby fluorescence



图 5 Renishaw 拉曼光谱仪

Fig. 5 Renishaw Raman spectrometer



图 6 便携式红宝石测压系统

Fig. 6 Portable ruby high pressure calibration system

### 1.2.2 样品台

实验站的样品控制台具有 6 维运动自由度: 旋转轴下沿光束方向 ( $Y$ ) 平动, 运动范围  $-30\sim30$  mm; 旋转轴下水平横向 ( $X$ ) 平动, 运动范围  $-30\sim30$  mm; 垂直方向 ( $Z$ ) 平动, 运动范围  $-20\sim20$  mm; 绕垂直方向轴转动 ( $R$ ), 转动范围  $-70^\circ\sim140^\circ$ ; 旋转轴上的水平横向平动 ( $X_2$ ), 运动范围  $-35\sim35$  mm; 旋转轴上沿光束方向平动 ( $Y_2$ ), 运动范围  $-10\sim10$  mm。样品控制台台面用 Newport 公司的 M-BK-4 光具座作为样品架转接接口, 适合快速安装各种原位设备, 同时能够在换样时高精度复位样品位置。样品控制台台面设计如图 7 所示。

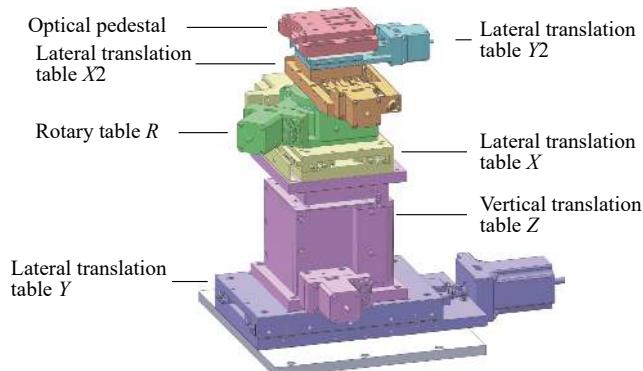


图 7 HXMF 实验站样品控制平台示意图

Fig. 7 Schematic of sample stages of HXMF experimental station

样品放入控制台后, 可通过旋转台  $R$  在水平面上内旋转样品, 帮助将样品定位到  $X$  射线焦点上。具体方法: 先使用平移台  $X$ 、 $Y$  将旋转台  $R$  的旋转轴与  $X$  射线焦点重合, 再使用平移台  $X_2$ 、 $Y_2$ 、 $Z$  将样品感兴趣点调整到  $X$  射线焦点上。实验时, 旋转台  $R$  的旋转轴、 $X$  射线焦点、样品感兴趣点三者是完全重合的, 误差不超过  $1\text{ }\mu\text{m}$ , 从而保证了衍射实验中样品感兴趣点到探测器的距离基本不变。以样品感兴趣点到探测器距离  $200$  mm 为例, 重复定位样品所引起的面间距  $d$  的误差小于  $5\times10^{-4}$ 。在单晶衍射实验旋转样品时, 样品感兴趣点不会移出  $X$  射线焦点(半高宽  $2\text{ }\mu\text{m}$ )之外。样品控制台实物照片见图 8。



图 8 HXMF 实验站六轴样品控制台

Fig. 8 Six axis sample stages of HXMF experimental station

### 1.2.3 DAC 样品架及原位装置的接口

HXMF 实验站六轴样品控制台台面使用 Newport 公司的 M-BK-4 光具座作为 DAC 样品架及原位装置的接口。M-BK-4 光具座可以快捷、高精度重复样品的位置，重复误差小于  $1\text{ }\mu\text{m}$ ，满足 DAC 实验中样品离线加压、测压后的复位需求，并可以极大地提高实验效率。DAC 样品架有各种尺寸，适用于不同半径的 DAC 装置。这些样品架均采用三点定位销的方式固定 DAC 装置。DAC 样品架的结构如图 9 所示。

高压衍射标准样品二氧化铈  $\text{CeO}_2$  也封装在和 DAC 结构相同的样品腔内，用以减少样品定位时间，从而提高效率。

### 1.2.4 HXMF 实验站探测器

HXMF 实验站拥有电离室、显微镜、荧光探测器、平面探测器等多种设备。

(1) 电离室：配备流动充气电离室，分别测试入射 X 射线通量和出射 X 射线通量。也可以根据需要使用光电二极管(Photodiode)替代后电离室，同时作光通量采集和直通光阻挡器(Beamstop)作用。

(2) 显微镜：在入射光水平面上，与入射光束成  $45^\circ$  夹角放置，从而辅助寻找、定位样品。该显微镜可变换不同的物镜，以适合不同空间分辨和视场大小的要求。

(3) 荧光探测器：硅漂移(SDD)探测器。

(4) 平面探测器：Mar165 CCD 和 Pilatus3S 1M 探测器。Mar165 CCD 探测器的探测面为圆形，直径 165 mm，共有  $2048 \times 2048$  个像素点，每个像素点尺寸  $80\text{ }\mu\text{m} \times 80\text{ }\mu\text{m}$ ，动态范围 16 bit。Pilatus3S 1M 探测器共有  $981 \times 1043$  个像素点，每个像素点尺寸  $172\text{ }\mu\text{m} \times 172\text{ }\mu\text{m}$ ，有效探测面积  $168.7\text{ mm} \times 179.4\text{ mm}$ ，为单光子探测，计数器位深 20 bit，最高频率 25 Hz。

## 1.3 HXMF 线站开展高压实验相关方法

HXMF 线站主要开展 DAC 高压实验。在 DAC 实验中，样品腔的空间仅有几十到几百微米，样品腔外围不仅有金刚石、压力封垫，还有不锈钢支架等，传统分析测试手段很难对其进行有效测试。HXMF 线站的同步辐射微聚焦硬 X 射线具有穿透性好、无损等特点，成为探测 DAC 中样品信息的理想探针。典型的金刚石对顶砧压机见图 10。DAC 的不锈钢支架上会开若干锥形孔，供 X 射线或可见光进出。

### 1.3.1 高压粉末衍射

同步辐射 XRD 是高压科学研究的主要技术之一，能够测量单晶、多晶、纳米晶体和非晶材料的键长、弹性、密度及状态方程等诸多综合数据信息。利用特殊的施压结构，还可导出弹性、流变、取向和微结构等更多信息。其中，粉末衍射(Powder XRD)实验方法在高压科学的研究中应用最为广泛。当 X 射线穿透金刚石压砧照射到粉末样品上时发生衍射，样品后面的面型探测器上会留下一组同心圆衍射环。衍射环的形态与样品衍射面、入射光能量、样品到探测器的距离、探测器状态等条件密切相关。实验时，确保上述后 3 个条件恒定，衍射环的形态就仅与衍射面相关。在压力作用下，测试衍射环的变化就可以得到样品晶体结构的变化。实验前，需要先用标准样品校准仪器状态，使用二氧化铈、六

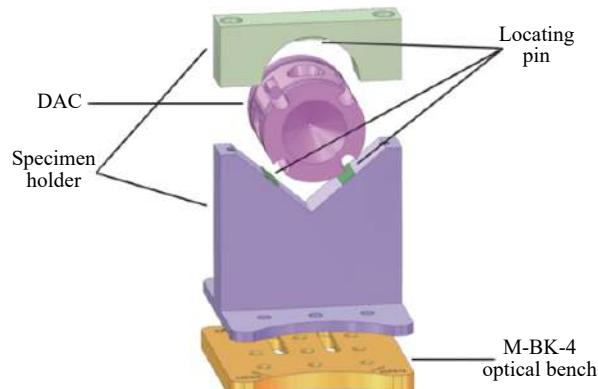


图 9 样品架结构的爆炸视图

Fig. 9 Explosion view of sample holder structure



图 10 DAC 高压装置

Fig. 10 High pressure device of DAC

硼化镧等作为标准样品校准设备。图 11 为采用 Mar165 CCD 探测器得到的标准二氧化铈的衍射图样。

### 1.3.2 高压单晶衍射

单晶衍射实验需要旋转样品,使倒格点切割厄瓦尔球。旋转样品共有 3 个自由度,分别是水平面内的摆角  $\omega$ 、垂直于光路的滚角  $\kappa$  和沿光路竖直平面内的滚角  $\theta$ ,如图 12 所示。单晶衍射实验需要上述自由度中至少两个自由度,才能完整采集倒易空间信息。

受制于 DAC 装置的空间尺寸,很难找到合适的电机,既能高精度驱动样品绕  $\kappa$  方向转动,又可以在  $\omega$  方向扫描时保证不遮挡入射 X 射线或衍射信号。所以 HXMF 线站采用改变  $\omega$ 、 $\theta$  两个自由度来实现单晶衍射实验。单晶衍射的样品控制台如图 13 所示。

高压单晶衍射样品控制台是在原有的六轴样品控制台基础上增加了  $\theta$  方向的控制维度来实现的。 $\theta$  方向的控制维度由配重块、旋转电机和两个平移电机构成。平移电机正交装配在旋转电机表面,用于把样品调节到  $\theta$  电机的旋转轴上。旋转电机提供样品  $\theta$  方向的运动维度。配重块用于连接  $\theta$  电机和六轴样品控制台,同时平衡  $\theta$  电机带来的重心偏移,提高系统稳定性。整个  $\theta$  方向的控制维度作为原位装置安装在六轴样品控制台表面的 M-BK-4 光具座接口上,可根据需要方便安装或移除。实验时,需保证  $\theta$  方向旋转轴、 $\omega$  方向旋转轴和样品感兴趣点相交于 X 射线焦点上。HXMF 线站的位置调整精度一般小于 1  $\mu\text{m}$ 。

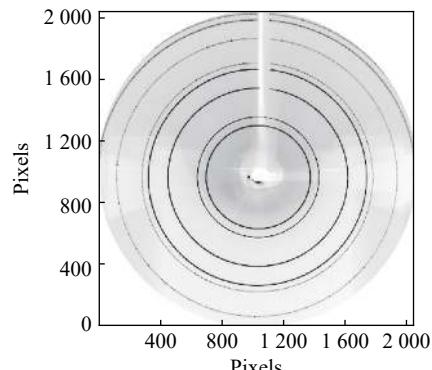


图 11 二氧化铈的 XRD 谱(Mar165 CCD 共有  $2048 \times 2048$  个像素点,每个像素点尺寸为  $80 \mu\text{m} \times 80 \mu\text{m}$ )

Fig. 11 XRD pattern of  $\text{CeO}_2$  (Mar165 CCD has  $2048 \times 2048$  pixels, the size of each pixel is  $80 \mu\text{m} \times 80 \mu\text{m}$ )

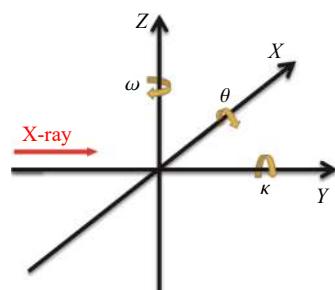


图 12 HXMF 实验系统的笛卡尔坐标系和旋转自由度

Fig. 12 Cartesian coordinate system and rotational degrees of freedom of HXMF experimental system

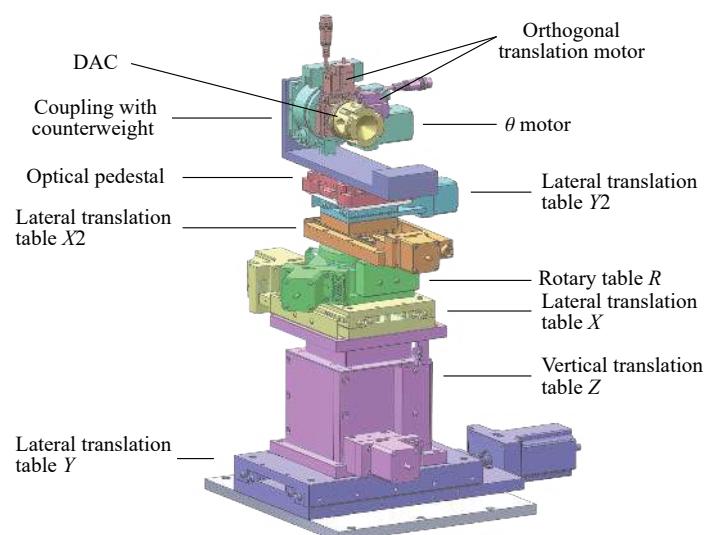


图 13 高压单晶衍射样品控制平台

Fig. 13 Sample control platform for high pressure single crystal diffraction

高压单晶衍射实验中,分别沿 $\omega$ 方向和 $\theta$ 方向旋转样品,使所有倒格点都能够切割厄瓦尔球,从而得到所有的衍射束。通过平面探测器记录压力下这些衍射点的位置改变,就可以得到单晶的结构变化信息。

HXMF 线站还可以对单晶样品倒空间成像, 测试某个倒格点的具体形状。这些倒格点的三维形状代表实空间某个指数面的性质。测试压力下通过倒格点不同方向的形状变化, 可以得到晶体结构的各向异性变化。

### 1.3.3 反常衍射

利用同步辐射 X 射线能量在大范围内连续可调的特性,可以对样品中的特定元素进行反常高压衍射。反常衍射结合常规衍射用以解析复杂的样品结构,反常衍射还可以进行精细结构的测量。高压异常衍射精细结构将 X 射线吸收谱技术和衍射技术结合起来,在特定元素的吸收边附近,一边改变入射光能量,一边采集衍射信息,可以获得长周期性结构的材料中某特殊晶格位置上原子的近邻配位信息。

### 1.3.4 高压吸收谱

X 射线吸收谱(X-ray absorption spectroscopy, XAS)可以对特定元素进行结构表征,获得这些元素的价态、构型、配位数、键长和无序度等信息。硬 X 射线吸收谱(XANES, XAFS)技术在测量极端条件下电子结构的原位特性中起到非常重要的作用。X 射线吸收过程中固有的元素和轨道特性允许探测极端压力条件下的价态、轨道填充态、杂化、电荷转移和电子排序的变化。HXMF 线站使用 K-B 镜聚焦 X 射线得到微米光斑,在不同入射光能量下可以保持焦点的大小和位置稳定,非常适合开展高压吸收谱实验。HXMF 线站的能量范围为 5~20 keV,该范围内的高压吸收谱实验均可以实现。[图 14](#) 为 HXMF 线站高压吸收谱可分析的元素。

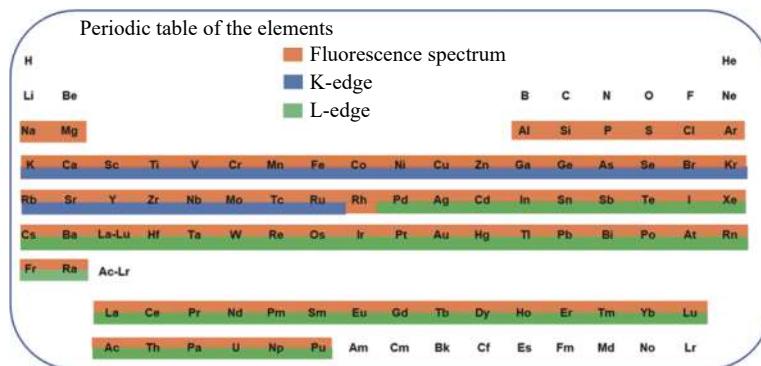


图 14 HXMF 线站可分析的元素

Fig. 14 Analyzable elements of HXMF beamline

### 1.3.5 高压原位实时实验

上海光源 BL15U1 同步辐射硬 X 射线具有高准直、高极化和宽频谱性能，其高光谱亮度、高光子通量以及卓越的穿透能力配合 Pilatus 像素阵列探测器的快速采谱和读取能力，使得高压原位实时的 X 射线衍射及成像成为现实。Pilatus 探测器的帧频可以达到 500 帧每秒。

## 2 BL12SW 超硬多功能线站

利用大压机和同步辐射X射线,可以原位(*In-situ*)研究岩石矿物和物理材料在高温高压条件下的相变过程、物理化学性质、流变学特征等,对于认识行星地球内部物质组成结构、动力学和演化过程以及极端条件下材料(如超硬材料)的特殊性质具有重要的科学意义和应用价值。

## 2.1 BL12SW 线站介绍

超硬多功能光束线(BL12SW, 简称“超硬线”)是SSRF二期工程的重要建设内容,以超硬X射线应用为主要技术,面向工程材料和高压科学两个领域,实验方法包括高能X射线衍射和成像等。

超硬线能量范围覆盖30~150 keV,光源采用超导扭摆器(Wiggler),如图15所示,光束线按照一线四站模式建设,分别为两个高压原位实验站LVP1和LVP2,以及两个工程实验站ENG1和ENG2。在环厅内LVP1实验站前放置液氮冷却子午压弯劳厄双晶单色器,可实现全能量覆盖,并提供大光斑单色光;LVP2和ENG2实验站前放置弧矢压弯劳厄单色器,能量覆盖60~120 keV,可以水平聚焦光斑至约500 μm,这部分光学和实验棚屋均在环外建筑中。下面主要介绍超硬线的LVP1和LVP2高压原位实验站。

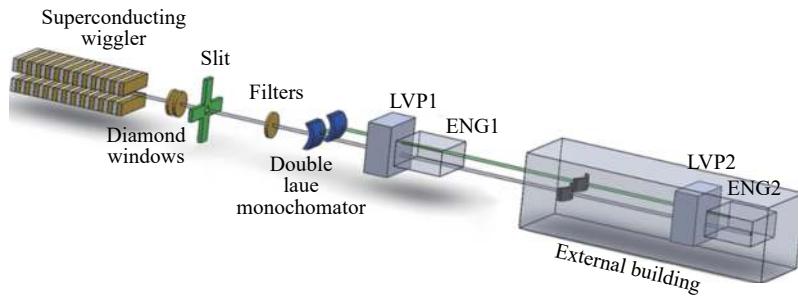


图15 超硬多功能光束线布局  
Fig. 15 Schematic layout of super-hard multifunction beamline

### 2.1.1 BL12SW 线站主要技术指标

超硬多功能线站的主要技术指标列于表2。

表2 超硬多功能线站的技术指标

Table 2 Technical specification of super-hard multifunction station

Energy/keV	Energy resolution ( $\Delta E/E$ )	Photon flux/(phs·s <sup>-1</sup> @100 keV@25 μrad)	Spot size at sample/(mm×mm)
30~150	<9 × 10 <sup>-3</sup>	2 × 10 <sup>11</sup>	0.5 × 0.5(Focused mode); Max:100 (H) × 30 (V) (Non-focusing mode)

### 2.1.2 BL12SW 线站实验站设计

LVP1实验站安装了一台200 t的DDIA型压机(型号SSRF-200),主要针对10 GPa以内的高压实验。该压机体积小巧而灵活,可以整体移出光路甚至实验棚屋外进行离线实验。LVP2实验站安装一台2 000 t的压机(型号SSRF-2000),最高实验压力可以达到35 GPa以上。

两个高压原位实验站均可以开展单色光角散衍射、白光能散衍射、单色光和白光成像实验、物性(弹性、电导、热导)测量等实验,如图16所示。

### 2.2 LVP1 高压原位站

LVP1实验站配置200 t DDIA压机,主要针对压力相对较低的高压实验。由于其灵活的可移动性,为将来开发新的实验技术预留了升级改造空间,用户甚至可以临时安装其他便携高压装置,以满足多种实验方法。

如图17所示,200 t压机安装在多轴位移平台上,在旋转轴R的上下方分别有两套X、Y轴控制位移,使样品放置于旋转中心和光路中。200 t压机采用0~70 MPa液压系统,工作活塞冲程70 mm,

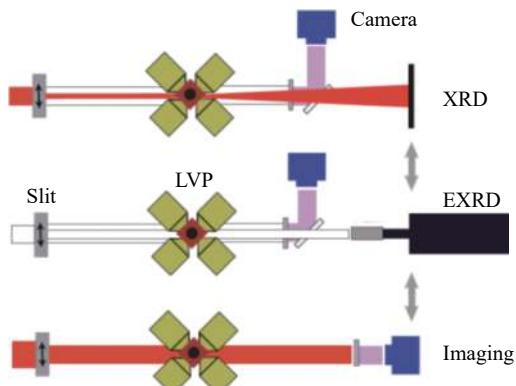


图16 高压原位实验站实验方法  
Fig. 16 Experimental methods of *in situ* high pressure experimental station

DDIA 加压模具差分锤冲程范围  $-1 \sim 4 \text{ mm}$ 。DDIA 模具可整体通过导轨移出放置在压机外台面上并固定，移出后模具的上半部能够自动提升并固定位置，方便用户安装和取出样品。200 t DDIA 压机采用一级加压方式，一级碳化钨砧头截角边长 6 mm 或 3 mm，预期最高实验压力可以达到 10 GPa。

压机下游是探测器及其支撑位移平台，成像相机可以方便地切入和切出，以观察样品的位置和形貌，高纯锗探测器用于白光能散衍射实验，大面积平板探测器用于单色光角散衍射实验。

### 2.3 LVP2 高压原位站

LVP2 实验站配置 2000 t 大压机，可以兼容 DDIA 和 Kawai 两种加压模具，这应该是 2000 t 级别大压机这种先进设计在国际同步辐射线站中的首次应用。2000 t 压机底座位移平台位于 1 m 深的基坑中，与 200 t 压机位移平台系统的不同之处在于，其 Z 轴在四角位置具有独立的调节压机倾斜状态的功能。

如图 18 所示，2000 t 压机的支撑框架为四立柱框架结构，为 4 个水平方向上预留了较大空间。双向导轨可以方便地牵引加压模具进出压机，专用的提升装置可以将加压模块的上部（一级 block）抓取并牢固锁定，下部进一步滑出至导轨末端供用户操作样品。该双向导轨可以方便地切换 DDIA 和 Kawai 加压模具，提高用户的实验效率。

2000 t 压机采用 0~70 MPa 液压系统，工作活塞冲程 80 mm，DDIA 加压模具差分锤冲程范围为  $-10 \sim 10 \text{ mm}$ ，可以完成高压变形实验。

2000 t 压机采用二级加压方式。一级压砧采用 49 mm 钢质砧头，二级压砧（Anvil）使用 25.4 mm 碳化钨材料，6-8 加压方式下压力可以达到 25 GPa。一级压砧也可以切换使用 27 mm 碳化钨砧头，二级压砧采用 14 mm 烧结金刚石材料时可以将压力提高至 35 GPa 以上，也支持 6-6 二级加压方式，用于 DDIA 变形实验，最高压力将可以达到 15 GPa。

类似于 LVP1 实验站，2000 t 压机下游也会配置成像相机、高纯锗探测器和大面积平板探测器，白光能散衍射和单色光角散衍射实验均可以在 2000 t 压机上实现。用户可以利用 2000 t 压机和同步辐射 X 射线开展原位高压相变、状态方程、物性测量和流变实验等。

### 2.4 辅助设施

超硬线将在环外建筑设立专用的辅助实验室，为用户提供大压机实验所需的各种辅助设施，主要包括桌面型加工车床、精密打孔机、精密切割机、压片机（组装件与样品成型）、恒温除湿柜、高温干燥箱、高温炉（1200 °C）、热台和体式显微镜等。

## 3 展望

SSRF 首批建造的 7 条光束线站除了 BL15U1 线站外，还包括：软 X 射线谱学显微及光刻线站、X 射线成像与医学应用线站、X 射线吸收精细结构谱（XAFS）线站、衍射线站、小角散射线站以及生物

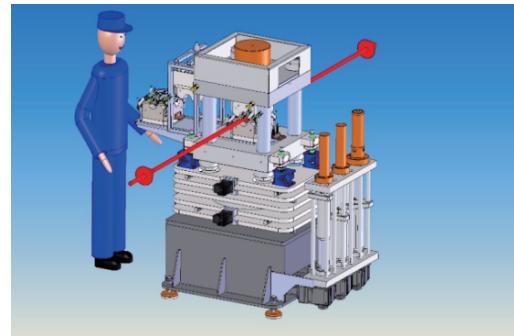


图 17 200 t 压机示意图(图片来源: Max Voggenreiter)

Fig. 17 Schematic diagram of 200 t LVP  
(Image source: Max Voggenreiter)

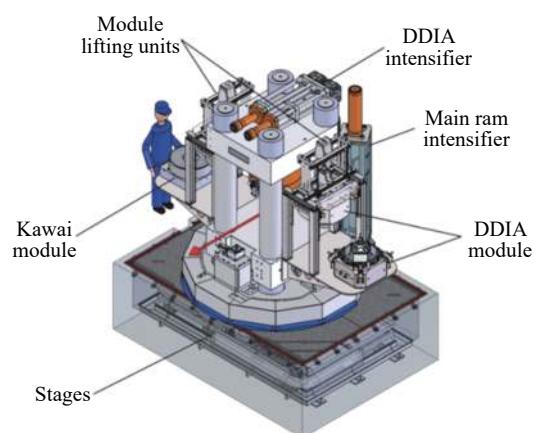


图 18 2000 t 压机示意图(图片来源: Max Voggenreiter)

Fig. 18 Schematic diagram of 2000 t LVP  
(Image source: Max Voggenreiter)

大分子晶体学线站6条光束线站。在上述线站中,X射线成像线站、XAFS线站、衍射线站和小角散射等线站经过简单改进均已开展过DAC高压相关研究,如:高压成像、小角散射、PDF、高压衍射等。

SSRF二期16条在建线站中除了可开展大压机实验的BL12SW线站外,其他如通用谱学线站、纳米三维成像线站、快速X射线成像线站、动力学研究线站等均有开展高压下谱学和成像等实验的潜力。希望高压科学研究用户提出更多宝贵的建议,使SSRF在高压科学的研究中发挥更大、更全面的作用。

感谢上海光源线站科学家的辛勤工作,感谢上海光源光学、控制、机械和建安等系统对线站设计和建设工作的支持与配合。感谢北京光源、合肥光源、APS、Diamond、NSLS II等光源相关线站科学家的大力支持和帮助。感谢国内外高压研究用户的建议和支持。

## 参考文献:

- [1] MAO H K, CHEN X J, DING Y, et al. Solids, liquids, and gases under high pressure [J]. *Review of Modern Physics*, 2018, 90(1): 015007.
- [2] MONSERRAT B, DRUMMOND N D, DALLADAY-SIMPSON P, et al. Structure and metallicity of phase V of hydrogen [J]. *Physical Review Letters*, 2018, 120(25): 255701.
- [3] DALLADAY-SIMPSON P, HOWIE R T, GREGORYANZ E. Evidence for a new phase of dense hydrogen above 325 gigapascals [J]. *Nature*, 2016, 529(7584): 63–67.
- [4] 吉诚, 李冰, 杨文革, 等. 静态超高压下氢的晶体结构实验研究 [J]. *高压物理学报*, 2020, 34(2): 020101.  
JI C, LI B, YANG W G, et al. Crystallographic studies of ultra-dense solid hydrogen [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2020, 34(2): 020101.
- [5] 耿华运, 孙毅. 氢的高压奇异结构与金属化 [J]. *高压物理学报*, 2018, 32(2): 020101.  
GENG H Y, SUN Y. On the novel structure and metallization of hydrogen under high pressure [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2018, 32(2): 020101.
- [6] CELLIERS P M, MILLOT M, BRYGOO S, et al. Insulator-metal transition in dense fluid deuterium [J]. *Science*, 2018, 361(6403): 677–682.
- [7] 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.
- [8] GONCHAROV A F, STRUZHIN V V. Comment on “observation of the Wigner-Huntington transition to metallic hydrogen” [J]. *Science*, 2017, 357(6353): 9736.
- [9] ASHCROFT N W. Condensed-matter physics: pressure for change in metals [J]. *Nature*, 2009, 458(7235): 158–159.
- [10] HOWIE R T, GUILLAUME C L, SCHELER T, et al. Mixed molecular and atomic phase of dense hydrogen [J]. *Physical Review Letters*, 2012, 108(12): 125501.
- [11] 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.
- [12] 李子军, 李岗. InAs晶体二维自旋磁极化子自陷能的磁温效应 [J]. *高压物理学报*, 2005, 19(1): 45–50.  
LI Z J, LI G. Magnetic field and temperature effects on the self-trapping energy of the 2-D spin magnetopolaron in an InAs crystal [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2005, 19(1): 45–50.
- [13] SHI J M, CUI W W, HAO J, et al. Formation of ammonia-helium compounds at high pressure [J]. *Nature Communications*, 2020, 11(1): 3164.
- [14] LOU H B, ZENG Z D, ZHANG F, et al. Two-way tuning of structural order in metallic glasses [J]. *Nature Communications*, 2020, 11(1): 314.
- [15] 鄂浩安, 马帅领, 包括, 等. 高硬度超导三元碳化物的高温高压合成 [J]. *高压物理学报*, 2018, 32(2): 023301.  
GAO H A, MA S L, BAO K, et al. Synthesis of hard superconductive ternary transition metal carbide under high pressure and high temperature [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2018, 32(2): 023301.
- [16] 毕延, 经福谦. 动高压物理在地球与行星科学中的应用 [J]. *地学前缘*, 2005, 12(1): 79–92.

- BI Y, JING F Q. Application of dynamic high-pressure physics to Earth and Planetary Science studies [J]. *Earth Science Frontiers*, 2005, 12(1): 79–92.
- [17] BASSETT W A. Diamond anvil cell, 50th birthday [J]. *High Pressure Research*, 2009, 29(2): 163–186.
- [18] DEWAELE A, LOUBEYRE P, OCCELLI F, et al. Toroidal diamond anvil cell for detailed measurements under extreme static pressures [J]. *Nature Communications*, 2018, 9(1): 2913.
- [19] 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.
- [20] 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(1): 3563.
- [21] 王雁宾. 地球内部物质物性的原位高温高压研究: 大体积压机与同步辐射源的结合 [J]. *地学前缘*, 2006, 13(2): 1–36.  
WANG Y B. Combining the large-volume press with synchrotron radiation: applications to *in-situ* studies of Earth materials under high pressure and temperature [J]. *Earth Science Frontiers*, 2006, 13(2): 1–36.
- [22] 彭放, 贺端威. 应用于高压科学的研究的国产铰链式六面顶压机技术发展历程 [J]. *高压物理学报*, 2018, 32(1): 010105.  
PENG F, HE D W. Development of domestic hinge-type cubic presses based on high pressure scientific research [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2018, 32(1): 010105.
- [23] GUIGNARD J, CRICHTON W A. The large volume press facility at ID06 beamline of the European synchrotron radiation facility as a high pressure-high temperature deformation apparatus [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2015, 86(8): 085112.
- [24] LIU X, CHEN J L, TANG J J, et al. A large volume cubic press with a pressure-generating capability up to about 10 GPa [J]. *High Pressure Research*, 2012, 32(2): 239–254.
- [25] REN D S, LI H P, SHAN S M. The application of manganin wire pressure gauges in a large volume press under high-temperature conditions [J]. *High Pressure Research*, 2019, 39(4): 619–627.
- [26] NIELSEN M B, CERESOLI D, PARISIADES P, et al. Phase stability of the SrMnO<sub>3</sub> hexagonal perovskite system at high pressure and temperature [J]. *Physical Review B*, 2014, 90(21): 214101.
- [27] AKAHAMA Y, KAWAMURA H. Pressure calibration of diamond anvil Raman gauge to 410 GPa [J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2010, 215: 012195.
- [28] DUBROVINSKY L, DUBROVINSKAI A N, PRAKAPENKA V B, et al. Implementation of micro-ball nanodiamond anvils for high-pressure studies above 6 Mbar [J]. *Nature Communications*, 2012, 3: 1163.
- [29] 王雁宾. 利用大体积压机与同步辐射进行原位高温高压研究——地球内部物质物性研究的应用 [J]. *物理*, 2006, 35(7): 570–578.  
WANG Y B. High-pressure, high-temperature research using the large-volume press combined with synchrotron radiation: applications to studies of physical properties of Earth materials [J]. *Physics*, 2006, 35(7): 570–578.
- [30] ZHOU X F, MA D J, WANG L F, et al. Large-volume cubic press produces high temperatures above 4 000 Kelvin for study of the refractory materials at pressures [J]. *Review of Scientific Instruments*, 2020, 91(1): 015118.
- [31] ZHANG Q C, LI R, GU X, et al. Thermal analysis of the growth process of synthetic diamond in the large volume cubic press apparatus with large deformation of high pressure cell [J]. *Journal of Crystal Growth*, 2015, 420: 80–83.
- [32] YU T, WANG Y B, RIVERS M L, et al. An upgraded and integrated large-volume high-pressure facility at the GeoSoilEnviroCARS bending magnet beamline of the Advanced Photon Source [J]. *Comptes Rendus Geoscience*, 2019, 351(2/3): 269–279.
- [33] MAO H K, JEPHOAT A P, HEMLEY R J, et al. Synchrotron X-ray diffraction measurements of single-crystal hydrogen to 26.5 gigapascals [J]. *Science*, 1988, 239(4844): 1131–1134.
- [34] WANG L, DING Y, YANG W G, et al. Nanoprobe measurements of materials at megabar pressures [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2010, 107(14): 6140–6145.
- [35] 徐济安, 毕延. 同步辐射X射线光源在高压科学中的应用 [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.
- [36] 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.
- [37] 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(5): 642–649.

- [38] 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.
- [39] EHM L, VAUGHAN M, DUFFY T, et al. High-pressure research at the national synchrotron light source [J]. *Synchrotron Radiation News*, 2010, 23(3): 24–30.
- [40] 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.
- [41] LIU J. High pressure X-ray diffraction techniques with synchrotron radiation [J]. *Chinese Physics B*, 2016, 25(7): 076106.
- [42] HU Q Y, KIM D Y, YANG W G, et al. FeO<sub>2</sub> and FeOOH under deep lower-mantle conditions and Earth's oxygen–hydrogen cycles [J]. *Nature*, 2016, 534(7606): 241–244.
- [43] JI C, LI B, LIU W J, et al. Ultrahigh-pressure isostructural electronic transitions in hydrogen [J]. *Nature*, 2019, 573(7775): 558–562.
- [44] SUN L L, CHEN X J, GUO J, et al. Re-emerging superconductivity at 48 kelvin in iron chalcogenides [J]. *Nature*, 2012, 483(7387): 67–69.
- [45] GUO J, CHEN X J, DAI J H, et al. Pressure-driven quantum criticality in iron-selenide superconductors [J]. *Physical Review Letters*, 2012, 108(19): 197001.
- [46] ZHANG L L, YAN S, JIANG S, et al. Hard X-ray micro-focusing beamline at SSRF [J]. *Nuclear Science and Techniques*, 2015, 26(6): 060101.
- [47] MAO H K, XU J, BELL P M. Calibration of the ruby pressure gauge to 800 kbar under quasi-hydrostatic conditions [J]. *Journal of Geophysical Research*, 1986, 91(B5): 4673–4676.

## Application of Shanghai Synchrotron Radiation Source in High Pressure Research

YANG Ke, JIANG Sheng, YAN Shuai, ZHOU Chunyin, LI Aiguo

(Shanghai Advanced Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201210, China)

**Abstract:** The combination of synchrotron X-ray radiation and static high pressure technology based on diamond anvil cell (DAC) and large volume press (LVP) has fundamentally promoted the development of high pressure science. Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF) is one of the advanced third generation light sources in the world, the hard X-ray micro-focusing beamline (BL15U1) of SSRF provides a monochromatic micro X-ray beam with high flux and adjustable energy, whose spatial resolution reaches the order of micrometer to submicron, and it has considerable advantages in DAC high-pressure experiments. Since it provided beamline time to high-pressure researchers in 2010, a series of influential achievements have been produced by using the related high pressure experimental methods at BL15U1. Moreover, the ultra-hard X-ray multi-functional beamline (BL12SW) in SSRF phase II is equipped with 200 t and 2000 t of LVP, which is a powerful platform for LVP experiments. In order to promote high pressure researchers to have a full understanding of the high pressure beamline at SSRF and make better use of relevant platforms to carry out research work, as well as to put forward valuable suggestions for the follow-up beamline construction and the development of experimental methods. In this paper, the layout, beamline specifications, main facilities and related experimental methods of BL15U1 and BL12SW beamlines are introduced in detail.

**Keywords:** Shanghai synchrotron radiation; high pressure; beamlines; diamond anvil cell; large volume press