

同步辐射高压衍射技术

刘景

High Pressure Diffraction Using Synchrotron Radiation

LIU Jing

引用本文: 刘景. 同步辐射高压衍射技术[J]. 高压物理学报, 2020, 34(5):050103. DOI: 10.11858/gywlxb.20200586 LIU Jing. High Pressure Diffraction Using Synchrotron Radiation[J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2020, 34(5):050103. DOI: 10.11858/gywlxb.20200586

在线阅读 View online: https://doi.org/10.11858/gywlxb.20200586

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

CuS₂的高压拉曼光谱和X射线衍射

High Pressure Raman Spectroscopy and X-ray Diffraction of CuS₂

高压物理学报. 2020, 34(4): 040104 https://doi.org/10.11858/gywlxb.20200509

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

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/gywlxb.20170634

高压对钴酸锂的晶体结构和离子导电率的影响

High Pressure Effect on the Structure and Ionic Conductivity in Layered Cobaltite LiCoO2

高压物理学报. 2017, 31(5): 529 https://doi.org/10.11858/gywlxb.2017.05.004

DOI: 10.11858/gywlxb.20200586

同步辐射高压衍射技术

刘景

(中国科学院高能物理研究所,北京 100049)

摘要:同步辐射光源具有宽光谱、高亮度、高准直等优异性能,被广泛地用于高压科学研究。在依托同步辐射光源所发展的诸多高压研究手段中,X射线衍射是最基本的也是应用最多的实验技术之一。本文简单介绍了同步辐射光的独特性能和光源的基本构成,以及同步辐射光 束线和实验站的基本概念。针对基于金刚石对顶砧(DAC)的高压X射线衍射技术,阐述了多 种测试方法的原理和应用,包括粉末衍射、单晶衍射、多晶衍射、径向衍射、激光加温衍射以及快 速加载衍射等。对北京同步辐射装置(BSRF)4W2高压衍射线站所提供的同步辐射光品质、 X射线微聚焦能力、多种衍射方法以及新近发展的实验技术进行了较详细的描述,并展望了高能 同步辐射光源(HEPS)的建设给高压科学研究带来的机遇。

关键词:高压;X射线衍射;同步辐射;DAC

中图分类号: O434.19; O521.3 文献标识码: A

同步辐射是接近光速运动的带电粒子在磁场中发生偏转时产生的电磁辐射。由于这种辐射最早 是在电子同步加速器上观察到的,因此被命名为同步辐射。同步辐射光源能够产生、优化并利用这种 电磁辐射进行科学研究,是目前世界上数量最多的大型科学装置。同步辐射具备宽光谱、高亮度、低 发散等优异性能,在物理、化学、材料科学、地球科学、生命科学、能源、环境等学科领域的研究中发 挥了重要作用。在过去的几十年,高压极端条件下的科学研究取得了长足进步,这在很大程度上得益 于同步辐射光源和X射线探测技术的发展。目前,同步辐射光源已经发展了多种适用于高压研究的 X射线探测技术,如X射线衍射、X射线成像、X射线光谱测量等。其中,X射线衍射(XRD)是最基本 也是应用最多的实验技术,并且在未来高压研究中仍会充当重要的角色。高压衍射技术可以研究单 晶、多晶、纳米晶和非晶材料的基本结构和密度,研究压力导致的结构相变、状态方程、弹性、流变和 织构等性质。高压衍射与加温技术结合可以研究材料的温压相图、*p-V-T*状态方程、熔化曲线等。目 前,在现有的同步辐射光源中,高压X射线衍射技术已经得到了广泛应用,包括金刚石压砧(DAC)、大 体积压机和冲击波加载条件。随着同步辐射光源和X射线探测器性能不断提高,基于 DAC的高压衍 射技术,从最初的能量色散衍射(EDXD)到角色散衍射(ADXD),发展了多种衍射方法,不仅扩大了高 压晶体学的研究范围,也使晶胞参数的测量精度和探测效率得到大幅提升。本文将以 DAC 衍射为主 线,介绍目前同步辐射光源发展的多种高压衍射技术和实验方法。

1 同步辐射光源介绍

1.1 同步辐射光源的结构

同步辐射光源主要由加速器、光束线和实验站组成。图1为典型的电子加速器产生同步辐射示意

^{*} 收稿日期: 2020-07-06; 修回日期: 2020-07-14

基金项目:国家自然科学基金(U1530134, 10875142, 11075175);中国科学院知识创新重要方向项目(KJCX2-SW-N20, KJCX2-SW-N03);中国科学院大型科研装备研制项目(SYGNS04)

作者简介:刘 景(1950-),女,本科,研究员,主要从事同步辐射高压实验技术及其应用研究. E-mail: Liuj@ihep.ac.cn

图。加速器包括直线加速器、增强器和储存环。加速器用于产生高速运动的电子束,并使电子束按照 设计轨道做偏转运动,沿运动的切线方向产生同步辐射光。分布于储存环上的磁结构致使电子发生偏 转,磁结构主要有弯转磁铁(Bending magnet)、扭摆磁铁(Wiggler)和波荡器(Undulator)。扭摆磁铁和波 荡器也被称作储存环上的插入件。同步辐射光的性能主要取决于储存环中电子束的参数和发光部件 的结构。



Fig. 1 Schematic diagram of synchrotron radiation and light source structure

光束线装置能够对加速器产生的辐射光进行截取、转换和传输^[1],主要由单色器、聚焦镜、光阑、 狭缝等光学元件和传输管道组成。通过光学处理,使到达实验站的光束具有特定的能量范围、光斑尺 寸、能量分辨率或其他性能。一个同步辐射光源一般有数十条甚至上百条光束线,根据不同的实验需 求进行设计,例如:可以利用单色器对连续的光谱进行分光,选取所需要的波长进行单色光实验,也可 以直接引出多色光(也称作白光)到实验站;可以利用聚焦系统将光束聚焦到微米或纳米量级,以满足 微束实验的要求,也可以使用分布均匀的大光斑进行特殊的实验。根据光束线能够提供的光谱范围, 可以将光束线分为硬 X 射线光束线、软 X 射线光束线、真空紫外光束线、红外光束线等;从能量分辨 的角度可以分为白光光束线、单色光光束线和粉光光束线;在同步辐射装置上,也常根据光束线的功能 和实验方法区分光束线,如小角散射光束线、光电子能谱光束线等。

储存环引出的辐射光经光束线截取、转换后,传输至实验站中的样品,入射光子与物质中的原子 或分子发生相互作用会发生反射、散射、吸收等,通过探测相互作用产生的光子和电子等形态,可以得 到物质的晶体结构、电子结构、分子结构、声子和表面界面结构等微观信息,从而研究物质的宏观性质 形成机理。实验站的主要设备有样品调整机构、探测器系统以及样品环境辅助配套设施等。样品调整 机构用于样品的精确定位和光路准直。多数实验样品和光斑都很小,甚至在微米、纳米量级,对调整精 度有极高的要求。探测器是实验站的核心设备,作为实验数据收集的仪器,其性能直接决定着实验数 据的质量和探测效率。目前,同步辐射领域常用的探测器主要有气体探测器、固体探测器(SSD)、闪烁 探测器、成像板探测器(IP)、电荷耦合探测器(CCD)、硅微条探测器和像素阵列探测器(PAD)等^[2]。不 同的实验站和测试目标对探测器的类型、探测效率、能量分辨能力、空间分辨能力等有不同的要求。 随着同步辐射光源性能的不断提高,探测器也经历了跨越性的发展,仅高压研究最常用的角色散 X 射 线衍射中接收衍射信号的探测器就经历了从 IP、CCD 到 PAD 的发展历程,探测器的空间分辨能力、读 出时间以及降噪音能力等都有了极大的提高。

1.2 同步辐射光的性能

同步辐射光具有宽光谱、高强度、低发散(高准直)、天然偏振、脉冲时间结构等诸多优异的性能。

1.2.1 光谱分布

同步辐射光是连续的平滑波谱,光谱覆盖范围从远红外到硬 X 射线。通常用光子通量随光子能量 的变化描述光源的光谱分布,能够形成一个基于贝塞尔函数的普适曲线,如图 2 所示。定义光子特征 能量*ε*。表征光源的辐射特征,其与储存环电子的能量和偏转半径有关^[3]。以特征能量为界,在谱分布的 低能区和高能区,辐射功率各占电子辐射总功率的一半。通常认为,同步辐射光可用的光谱范围 从5倍ε。向低能方向延伸至红外。

在同样的偏转条件下,电子能量越高,特征能量也越高。在同步辐射领域常常听到高能环、中能环、真空紫外环等说法,意指这些光源的储存环电子能量的高低,也隐含了可利用的主要辐射光谱范围。目前世界上具有代表性的第三代光源包括APS(美国)、ESRF(法国)和SPring-8(日本)都是高能光源,电子能量为6~8 GeV,且使用的发光部件主要是插入件,有很高的特征光子能量,这些光源上的应用以硬 X 射线为主。目前国内正在设计建造的高能同步辐射光源(HEPS),电子能量为5~6 GeV。

1.2.2 辐射角分布

同步辐射光源中,接近光速的电子在储存环 中作偏转运动时,产生的电磁辐射光具有很小的 发散角,集中在沿运动轨道切线方向的一个极小 椭圆锥体内,如图 3 所示, *E* 为电子能量,*m* 为电 子质量,*c* 为光速。同步辐射光具有高准直性,其 垂直发散角与储存环电子能量有关,能量越高,发 散角越小。由图 3 可知,当电子能量大于1 GeV 时,辐射光集中在垂直张角 1 mrad 以内。在辐射



Fig. 2 Shape of synchrotron radiation spectrum distribution^[3]



图 3 接近光速的电子偏转运动时产生辐射的角发散 Fig. 3 Radiation angular divergence of relativistic electron in circular motion

光截面上,角分布还与光子能量有关,高能量的光子集中在光束的中心锥内。同步辐射光天然的高准 直性,使得光束能够传输到几十米远,自然光斑大小为毫米量级,这是常规光源远不能比拟的。

1.2.3 辐射强度

描述同步辐射光的强度有多种表达方式,常 用的有光子通量和光谱亮度。光源的亮度可定义 为每秒钟从单位光源面积向单位立体角发射的能 量带宽为千分之一光子能量内的光子数目。图 4 给出了不同发光部件引出同步辐射的光谱亮度^[4]。 扭摆磁铁与弯转磁铁的光谱形状相同,由于前者 的磁场更强,因此产生的光子具有更高的特征能 量和亮度。波荡器的光谱形状与弯转磁铁和扭摆 磁铁不同,由若干相干峰叠加形成,故而亮度更 高。图 4 同时给出了实验室常规 X 射线光源的谱 亮度,可以看出同步辐射光源的亮度比转靶 X 射 线管高出 5~10 个数量级,意味着普通实验室需 要几十小时甚至几天获取的数据,在同步辐射光 源上只需要几秒钟甚至更短的时间。

1.2.4 偏振性

同步辐射光具有天然的偏振特性,在电子束 轨道平面内是线偏振光,在轨道平面上方及下方 是手性相反的椭圆偏振光。偏光元件可以将任意



图 4 同步辐射光源和常规 X 光源的光谱亮度^[4]

Fig. 4 Spectral brightness of synchrotron radiation and conventional sources^[4]

一种入射光转换成所需的偏振光。利用同步辐射光的偏振性质可以研究材料的磁性质。利用圆偏振 光和外加磁场,采用X射线吸收谱的方法可以获得X射线磁圆二色谱(XMCD),从而研究磁性材料中 特定元素的磁矩变化。在高压下,通过磁圆二色测量可以研究材料在压力诱导下磁性变化与结构变化 的关系,如在低温高压下用XMCD和XRD对稀土掺杂锰氧化物(La_{0.75}Ca_{0.25}MnO₃)进行铁磁基态稳定性 研究,发现了MnO₆八面体单轴压缩性质的反常变化,与压力导致的铁磁性-反铁磁性的转变有关^[5]。

1.2.5 脉冲时间结构

在同步辐射光源中,电子在储存环中的运动是以束团的方式进行的,因此发出的辐射在时间上不 是连续的,而是具有周期性的脉冲时间结构。储存环通常为多束团模式运行,几十个或数百个束团分 布在轨道中,以接近光速的速度同时旋转。在特定的应用中,也可以采用单束团模式运行。脉冲宽度 和时间间隔取决于电子束团的长度和束团间的距离。北京同步辐射装置在单束团运行时,脉冲时间间 隔约为 800 ns,脉冲宽度约为 50 ps。APS 电子束团绕储存环旋转一圈为 3.68 μs,在标准模式运行时储 存环中同时有 24 个束团,每个束团间隔约为 150 ns。

利用脉冲时间结构可以进行超快实验,研究动态过程,非常适合于纳秒时间分辨的冲击波高压实验研究^[6]。利用多束团的纳秒时间分辨 XRD,可以得到冲击压缩过程中的结构演化。单束团模式下的高分辨 X 射线照相术可以观察冲击前沿、界面和材料的运动状态。针对不同束团运行模式下的脉冲时间结构, APS 的动态压缩线站(Dynamic compression sector, DCS)设计了不同的实验棚屋,采用多种光束模式以适应不同的动态压缩驱动装置^[7]。

1.3 北京同步辐射装置(BSRF)

同步辐射光源的出现已有近半个世纪的历史,其建造和应用经历了三代发展。早期的同步辐射光 源依附于为高能物理研究建造的电子加速器和储存环,以一种寄生或兼用的模式运行,被称作第一代 同步辐射光源。第二代光源专门为同步辐射应用设计,对储存环的结构进行了优化,有效降低了发射 度,使光源的亮度得到提高。由于是专用光源,不再受限于寄生模式运行带来的困扰。第三代光源的 特征是在低发射度的储存环上使用了大量的插入件,光源的亮度得到了跨越式提高,与第二代光源相 比提高了数个量级。

BSRF 属于第一代光源,依托北京正负电子对撞机(BEPC)而建,部分时间按照专用模式运行。BEPC 在同步辐射专用运行时,电子能量为 2.5 GeV,流强通常为 200~250 mA。图 5 为 BEPC 不同发光点的 光谱亮度分布,其中 B 表示弯转磁铁光源点,W 表示插入件扭摆磁铁光源点^[4]。从 BEPC 插入件引出的 辐射光性能大体能达到第二代光源的水平。图 6 为 BSRF 光束线的分布^[1]。目前共有 15 条光束线由 BEPC 引出,其中 9 条的发光部件为扭摆磁铁(以 W 表示),其他为弯转磁铁(以 B 表示)。图中 4W2 光 源点具有较高的特征能量和亮度,由此引出的光束线用于高压科学研究。近期 BSRF 建造的 8 周期超 导扭摆磁铁替换了原来的 3W1,其峰值磁场强度为 2.3 T,在 BEPC II 能量为 2.5 GeV 时,其特征能量为 9.6 keV,是目前 BSRF 上能量最高、亮度最强的光源点。



2 同步辐射高压衍射技术

同步辐射实验技术的应用大致分为3大类:光谱、散射(衍射)和成像。这些技术大都能与高压实验技术相结合,用于高压科学研究。目前,在已有的同步辐射高压研究线站上,用于高压研究的主要有XRD、X射线吸收(XAS)、X射线发光(XES)、非弹性散射(IXS)、X射线成像等。XRD是同步辐射光源上应用最多的技术,也是最容易与高压技术相结合的实验技术。在早期同步辐射光源上开展的高压研究基本上都是利用高压衍射技术,至今仍是同步辐射高压研究的主要手段。本文主要介绍该技术的发展和应用。

2.1 高压衍射

XRD可以直接测量晶胞不同指数(hkl)晶面的间距(d),原理基于布拉格方程

$$\lambda = 2d\sin\theta \tag{1}$$

式中: λ为入射光波长, d为晶面间距, θ为衍射角。用能量表示则为

$$Ed = 6.1993/\sin\theta \tag{2}$$

式中: *E* 为光子能量。高压衍射方法在原理上与常规 X 射线衍射没有太多区别,不同的是在衍射几何 上受到高压装置的诸多限制,在衍射光路的设计上需要采取一些特殊的措施。实验室使用的传统商业 多圆衍射仪很难用于同步辐射高压衍射实验,同步辐射装置上的高压衍射系统需要自行设计和搭建。 X 射线衍射的入射光斑尺寸要与 DAC 中微米量级的样品大小相匹配,这一般由光束线的微束聚焦系 统提供。由于 DAC 样品很小,与常规样品相比,衍射信号很弱,因此,采取有效措施消除 DAC 背底信 号和屏蔽实验环境中的杂散光是十分必要的。

由布拉格方程可知,入射光能量越高,衍射角范围越宽,获得的衍射线条也越多。在高压衍射中常用的对称型 DAC 的 2*θ*角通常为 30°,在光子能量为 30 keV 时,获得衍射线条的最小晶面间距约为 0.8 Å。通过提高光子能量可以获得更多的衍射线条,但分辨率会有所降低,实验中可根据需要权衡两 者作出最佳的选择。

2.2 能量色散和角度色散衍射

根据布拉格方程, 衍射可以采取两种模式, 即能量色散衍射(Energy dispersive X-ray diffraction, EDXD)和角度色散衍射(Angle dispersive X-ray diffraction, ADXD)。

EDXD 的入射光是连续的 X 射线谱(俗称白 光或多色光), 衍射角固定在给定的位置, 此时对 于不同的晶面间距 d, 凡是能量满足布拉格方程的 入射线都会产生衍射。在与入射光成 20角的方向 上放置一个可分辨光子能量的探测器, 便可同时 获取不同晶面的衍射线。由多色光产生的衍射信 号由固体探测器(SSD)收集, 输出相对强度对应 光子能量分布的一维衍射图谱。图 7 为高压 EDXD 原理示意图。 DAC Transmission X-ray Diffraction Transmission Transmi

ADXD 模式的入射光是单色光, 固定在一个

特定能量范围。由同步辐射光源引出的多色 X 射线, 经单色器分光后输出波长为λ的单色光, 经过聚焦 后照射样品。出射的衍射线形成一个空间分布的图像, 不同晶面(*khl*)产生的衍射线对应不同的衍射 角。衍射线由具有空间分辨的二维探测器接收, 如 IP、CCD、PAD 等, 得到一个以衍射角 2θ空间分布的 衍射图像。图 8 所示为高压 ADXD 原理图, 图中二维衍射图像由 MAR-345 成像板探测器获得, 由于 DAC 采用槽型出光口, 获得的图像不是完整的衍射环。经过专用的图像处理软件, 可以将二维图像转 化成以衍射角θ或晶面间距 d 为横坐标、衍射强度 I 为纵坐标的一维谱图。 基于 DAC 技术的高压衍射研究,针对不同的 实验目标,可以选取 EDXD 或 ADXD。EDXD 方 法在探测光路上,通过准直孔可以对衍射信号进 行空间约束,获取 DAC 样品腔中有效区域的衍射 信号,这可以屏蔽样品环境产生的背底信号,尤其 适应于衍射因子较低的样品以及径向衍射实验 等。EDXD 的最大缺点是能量分辨率低,由于固 体探测器的本征分辨能力使得 EDXD 方法的系统 分辨率很难达到 10⁻³ 量级,因而引起较大的测量





误差^[8]。另外,不可避免的荧光峰和逃逸峰也会对衍射信号造成干扰。

ADXD采用单色的X射线,系统分辨主要取决于单色器的能量分辨、探测器的像素大小以及入射光的角色散。在高压衍射的能量范围采用双晶单色器时一般能达到10⁻⁴量级的分辨率。目前光源上普遍使用的高压衍射系统,分辨率都能达到10⁻³量级,与EDXD相比,测量精度得到很大提高。近年来,随着探测器的发展,PAD探测器不仅提高了采集速率,探测器本征的零背底性能也使衍射信号的信噪比获得很大改善。在DAC高压衍射发展的初期,同步辐射光源上的高压衍射系统多为EDXD方法,随着光源性能的提高和二维探测器的发展,近年来国际上用于DAC高压研究的XRD系统逐渐由ADXD取代了EDXD。然而,在一些特殊的高压研究中,如非晶、液体和低Z材料等弱散射样品,EDXD仍然有优势。

2.3 粉末衍射和单晶衍射

高压研究涉及到不同形态的样品,如单晶、多晶、非晶和液体等。针对不同的样品形态,也发展了 不同的衍射方法,包括粉末衍射、单晶衍射、非晶衍射、多晶衍射等。粉末衍射是高压研究中最常用的 方法,适用于除单晶外的任何形态样品,前面所述的 EDXD 和 ADXD 可以直接用于测量粉末样品。对 于单晶样品,上述两种模式的衍射也都适用,但需要样品作相应的转动。图 9 为采用两种衍射模式的 单晶衍射几何示意图:图 9(a)为 EDXD 方法,图 9(b)为 ADXD 方法。



Fig. 9 Schematic of single crystal XRD

另外,也可以用劳厄法进行高压单晶衍射。劳厄法是最古老的单晶衍射技术,它提供了最简单的 实验过程。劳厄法采用多色光和二维探测器,不需要旋转样品,所有来自 DAC 通道的衍射斑点被同时 收集。但劳厄法获得的高压衍射图像解析比较困难,目前在同步辐射高压线站上很少使用。

粉末衍射在同步辐射光源上已广泛用于样品的压致结构相变、状态方程、熔化曲线等研究,采用 DAC可以达到百吉帕级超高压力。但粉末衍射存在分辨率低、衍射峰重叠、择优取向等问题,很难得 到完整的结构信息,对于一些相对复杂的未知高压相很难测定其结构。单晶 XRD 可以测量三维数据, 不存在衍射峰重叠或择优取向问题,相比于粉末衍射可以提供更精确的结构信息。单晶衍射可以测量 不同指数(*hkl*)晶面产生布拉格反射的相对强度,可以进行结构精修,准确地确定空间群、原子坐标以 及原子占位等信息。用最大熵法对单晶数据作进一步处理,还可以得到电荷密度分布信息^[9]。与粉末 衍射相比,单晶衍射对于解析非常复杂的晶体结构有很多优势,但单晶样品在较高的压力下经常会被 压碎,这也是制约高压单晶衍射实验很难达到百吉帕压力以上的瓶颈。

2.4 多晶衍射(Multiple grain XRD)

单晶衍射可获得完整的晶体学信息,但制备适于 DAC 实验的单晶样品且在 100 GPa 压力以上还能 保持微米大小的单晶颗粒不是一件容易的事。而且在很多情况下,许多样品主要以非同性微结构的多 晶形式存在,如单晶在高压下发生一级相变后的状态,在 DAC 中经过激光加热后的样品等。近年来, 随着同步辐射 X 射线微束技术的发展,聚焦光斑可以小到微米甚至纳米量级,这样传统的多晶样品可 作为多个单晶颗粒处理。因此,一种有别于粉末和单晶衍射的新型衍射技术得以发展,即多晶衍射。

多晶晶体学的概念最早在 2000 年初提出^[10],此方法是把多晶样品作为单个晶粒的集合,将其中单 个晶体的贡献分离出来,作为基本的单晶数据来处理。随着实验方法和数据处理不断优化,使得由数 十个甚至数百个微小晶体组成的多晶样品衍射成为可能,获得的结构精修质量可与单晶衍射媲美^[11]。 对于一些结构简单的材料,可以同时采集上千个单晶的衍射信号,与单晶衍射相比可以获得更高的数 据完整性和冗余度。

高压下的多晶衍射技术是在使用单色光的单晶衍射基础上发展起来的,即将装入样品的 DAC 置于旋转轴垂直于入射光方向的旋转平台上,利用二维探测器采集衍射数据。图 10 是 APS 高压线站 (HPCAT)搭建的多晶衍射系统示意图,以及采集到的典型多晶衍射谱^[12]。多晶衍射数据的处理方法也 是基于单晶方法发展而来的,从取向不同的多套晶粒衍射数据中分离出一套单晶衍射数据,用单晶的 方法去处理。一个成功的多晶衍射实验,可以提取数十套较好的单晶数据,并获得能够与单晶数据媲 美的结构精修结果。进一步利用最大熵法计算,同样可以得到电荷密度分布信息^[13]。



图 10 高压多晶衍射实验方法和典型的多晶衍射谱^[12] Fig. 10 Multigrain XRD method in the DAC and typical spotty diffraction pattern^[12]

目前,多晶衍射还处于发展阶段,只有较少同步辐射高压线站使用该技术。除了实验上的困难,主要挑战仍是数据分析中的算法和计算的复杂性,有待进一步完善。虽然如此,高压多晶衍射在一些研究中的初步应用已经证实其用于高压研究的潜力,且在某些方面较单晶衍射具有一定的优势。Li等^[13]利用激光加温和外加温 DAC 技术分别合成了单晶和多晶的β-Ge,并通过高压单晶和多晶衍射实验探测了β-Ge 在升/降压过程中的结构变化以及电子密度分布变化。对比两种方法测得结果表明,由于多晶衍射数据具有更高的冗余度和完整性,其得到的电子密度分布具有比单晶更加"光滑"的特征。

2.5 径向衍射(RXD)

DAC 是一种单轴应力装置,沿加载轴方向应力最大,垂直于加载轴方向的应力最小,如图 11 所示。最大应力σ₃和最小应力σ₁之间存在应力差,称为单轴应力成分

$$t = \sigma_3 - \sigma_1 \tag{3}$$

而静水压应力成分

$$\sigma_{\rm p} = (\sigma_3 + 2\sigma_1)/3 = \sigma_1 + t/3 \tag{4}$$

在常规 DAC 衍射实验中,X 射线沿 DAC 的加载轴方向入射到样品上,衍射光束从 DAC 下游的通 光口出射,通常称为轴向衍射或平行衍射,如图 12 所示。在这种情况下,样品沿 X 射线方向的应力最 大,在垂直于 X 射线方向时应力最小,X 射线衍射测量被限制在最小应变方向附近,观测到的晶格应变 总是偏小。为了获得精确的状态方程和晶体结构数据,通常采用传压介质,使压腔内部的差应力越小 越好,但随着压力升高,要维持绝对的静水压是非常困难的,因此差应力一直是 DAC 实验中令人伤脑 筋的问题。20 世纪 70 年代,Kinsland 等^[14] 首次从侧向引入 X 射线进行衍射实验,发现差应力不是一个 必须消除的因素,而且其对研究物质在高压下的力学性质非常有用。之后,Singh 等^[15-16] 提出了线性应 变理论,在此基础上发展了非静水压力条件下的 RXD 技术。



图 11 DAC 样品在单轴加载下的应力状态 Fig. 11 Stress state of the sample in the DAC under uniaxial loading



图 12 DAC 轴向 X 射线衍射示意图 Fig. 12 Schematic geometry of conventional XRD

与轴向衍射不同,径向衍射的入射 X 射线从 DAC 的侧面引入,与加压轴垂直或有一个角偏离。 图 13 为采用能量色散方法的 RXD 光路。由图 13 可知,在以透射光束与衍射光束之间夹角的平分线 (虚线)为轴旋转 DAC 时,可以改变加压轴与衍射面法线的夹角ψ。在 0°~90°之间获取不同ψ角的衍射 信号,可得到样品在单轴加载下的应力和应变信息。根据晶格应变理论,对给定的晶面指数(*hkl*),不同 ψ角测得的晶格应变存在偏差

$$\varepsilon_{\psi}(hkl) = [d_{\psi}(hkl) - d_{\mu}(hkl)]/d_{\mu}(hkl)$$
(5)

式中: dy(hkl) 为在ψ角处测得的晶面间距, 与 (1-3cos²ψ) 呈线性变化关系

$$d_{\psi}(hkl) = d_{\mu}(hkl)[1 + (1 - 3\cos^2\psi)Q(hkl)]$$
(6)

式中: $d_p(hkl)$ 为静水压应力成分 σ_p 下的晶面间距, 斜率 Q(hkl) 为包含单轴应力分量 t 和单晶弹性顺度的因子。由式(6)可知: 在最大应力方向($\psi = 0^\circ$)测得的 d_{ψ} 最小; 在最小应力方向($\psi = 90^\circ$)测得的 d_{ψ} 最大; 在 $\psi = 54.7^\circ$ 时, 测得静水压应力成分下的晶面间距 d_p 。



Fig. 13 Schematic geometry of DAC radial diffraction using EDXD technique

RXD 也可以采用角色散模式,如图 14 所示。角色散的 RXD 一般采用大开角全景 DAC,加压轴与 入射 X 射线垂直或偏转一个小角度。在采用角色散模式进行 RXD 时,由于面探测器获取的二维衍射 图像已经含有ψ角的成分,因此 DAC 不需要旋转,实验相对简单。根据图 14 中的衍射几何,每个衍射 面对应的ψ角可以通过衍射角θ和衍射线的方位δ计算^[17]

$$\cos\psi = \cos\theta\cos\delta \tag{7}$$

图 14 中,设置入射光与加载轴平面上 $\delta = 0^{\circ}$,垂直 于入射光与加载轴平面上 $\delta = 90^{\circ}$ 。由式(7)可知 $\theta \leq \psi \leq 90^{\circ}$ 。

RXD 提供了 DAC 中样品的应力和应变信息,结合晶格应变理论,可用于研究物质的弹性、 流变和织构等^[18-19]。不同 ψ 角测量得到的晶面间 距 $d_{\psi}(hkl)$,根据式(6)进行线性拟合可以得到斜率 Q(hkl)。对于弹性各向同性的材料,Q(hkl)为常 数;而对于弹性各向异性的材料,Q(hkl)则随





(*hkl*) 变化。由此可以测定材料的弹性各向异性性质。此外,不同角度测得衍射的相对强度揭示了多晶样品的择优取向,这些数据的反极图可以用来测定样品的变形和滑移机制^[20]。由式(6)可知,在 ψ =54.7°时, $d_{\psi}(hkl) = d_{p}(hkl)$ 。因此在非静水压条件下,通过RXD可以得到静水压的状态方程^[21-22],而相对于静水压实验则可以获得更高的压力。

3 BSRF 高压衍射线站

1993年,在BSRF 搭建了国内第一套简易的 DAC 高压衍射设备^[23],有限的机时需要实验设备进行临时搭建和拆除。1996年在 3W1A 光束线上建立了可分时共享的高压衍射实验站,辐射光由 5 周期的 扭摆磁铁引出^[24-30]。实验站发展了外加温 DAC 以及步进电机控制的加载装置,并建立了四刀光阑扫 描系统,实现了调光定位的自动化控制。在 3W1A 光束线上,将 K-B 聚焦镜用于入射光的聚焦,获得了 国内第一个微束聚焦结果。实验站以 EDXD 模式向用户开放,并获得了国内第一个百吉帕压力下的同 步辐射高压衍射数据^[3]-32]。高压研究专用的光束线和实验站建立于 2000 年初,由当时 BEPC 亮度最高 的发光部件 4W2 提供同步辐射光。实验站以 EDXD 为基础,并逐步发展了 ADXD、激光加温衍射、单 晶衍射、RXD、快速加载衍射等实验技术,在 BEPC 同步辐射专用运行模式下进行高压实验^[8,33-34]。 图 15 为目前 4W2 高压线站主要系统的构成,其中采用 ADXD 模式。





Fig. 15 Schematic layout of 4W2 beamline and station components

3.1 4W2 高压线站光源

BEPC II 储存环通过永磁扭摆磁铁 4W2 为高压实验站提供同步辐射光源,4W2 为真空盒内的插入件,共有 11 个周期,周期长度为 14.8 cm^[34]。磁极间隙可在 12~120 mm 范围内变化,在间隙为 18 mm 时的峰值磁场约为 1.5 T。4W2 光束线从扭摆磁铁中心线引出,在 BEPC II 工作能量为 2.5 GeV、4W2 磁极间隙为 18 mm 时,所提供的同步辐射光谱的特征能量约为 7.5 keV。在存储环流强为 250 mA 时,提供的光通量在光子能量为20 keV 处约为 10¹⁴ phs/[s⁻¹·(0.1%B.W.)⁻¹]。图 16 为 4W2 扭摆磁铁中心点的光谱分布。

由于 BEPC II 为第一代光源,自然发射度在 100 nm·rad 量级,所以光源尺寸相对较大。在 BEPC II 的 4W2 光源引出中心点,电子束团的水平尺寸为 $\sigma_x = 1.03 \text{ mm}, \sigma_y = 0.124 \text{ mm}, \sigma'_x = 0.332 \text{ mrad},$ $\sigma'_y = 0.060 \text{ mrad}$ 。如此大的光源参数使光束线的 聚焦性能受到了很大限制。

3.2 4W2 高压线站光束线

4W2 光束线是 BSRF 上光功率密度最高的光 束线,为了减少束线末端光学元件及铍窗的热负 荷,光束经过多级限光孔和吸收元件衰减。束线 主要光学元件为单色器和 K-B 聚焦镜。图 17 为 4W2 束线光路。





图 17 4W2 光束线的光路图

Fig. 17 Schematic layout of 4W2 beamline optics

同步辐射光源已经发展了多种微束聚焦技术,包括菲涅尔波带片(Zone plate)、Kirkpatrick-Baez (K-B)聚焦镜、多层膜劳厄透镜(MLL)和复合折射率透镜(CRL)等,聚焦光斑可以小到纳米量级。K-B 聚焦镜是将两个椭圆柱面镜一前一后相互垂直排列在光束线中,分别进行水平和垂直方向聚焦。在掠 入射模式下,通过的光子能量可达几万电子伏,而且具有较高的传输效率,因此非常适于高压X射线衍 射束线。4W2光束线采用两个100mm长的镀铑或铂的平面镜按照K-B模式排列,椭圆柱面通过机械 压弯结构获得。与磨削加工的固定曲面镜相比,压弯技术可以获得更好的面形,且镜子的位置和曲率 可以调整。由于4W2光源尺寸在水平方向比垂直方向大很多,所以水平聚焦镜放在下游,以获得较大 的物像比。

K-B聚焦系统采用反射几何,聚焦光斑的大小半峰宽(FWHM, Δh)与光源的尺寸 σ_s 、物距 f_1 、像距 f_2 以及镜子的面形有关

$$\Delta h = 2.35 D\sigma_s f_2 / f_1 \tag{8}$$

式中:D为偏离因子[35]

$$D = \sqrt{\left(\frac{2\sigma_{\mathrm{T}'}}{s'}\right)^2 + 1} \tag{9}$$

式中: $s' = \sigma_s/f_1$, σ_T 为镜子的面形误差。由式(9)可知, 当 σ_T 与 s之比为 1/10 时, D 接近于 1, 则聚焦效果 接近理想状态, 光斑大小主要取决于缩放 f_2/f_1 。受 BSRF 空间限制, 4W2 光束线较短, 从光源点中心至 样品位置只有约 18 m, 故 s'很大, 如果 σ_T 在几个微弧度以内, 则D可以接近 1。 σ_T 由两方面因素决定: 一是镜子形状引起的偏差, 二是平面镜面形的加工误差。通常前者的贡献很小, σ_T 的主要受镜子的加 工精度影响, 目前的技术是可以很好控制的。

采用压弯曲率的 K-B 聚焦镜,可根据实验需求调整镜子的位置,主要用于常规 DAC 高压衍射、激光加温 DAC 衍射和天然矿物的微衍射。通常情况下,常规 DAC 高压衍射中,水平和垂直焦距分别为 130 和 235 mm,相应的物像比为 139:1 和 76:1。在激光加温 DAC 衍射情况下,水平和垂直焦距分别

为 180 和 285 mm,相应的物像比为 100:1 和 63:1。在 BEPC 运行初期,4W2 光源大小为σ_x=1.024 mm、σ_y= 0.264 mm,在不考虑镜子面形误差的理想情况下,相应的理论计算 FWHM 为 17.3 μm(H) × 8.2 μm(V)(常规衍射)和 24.1 μm(H)× 9.8 μm(V)(激光加温衍射)。实际聚焦光斑与 K-B 镜的面形误差和压弯调 整的优化程度有关,往往大于理论计算值。图 18 例举了实验中获得的微束聚焦结果,水平和垂直焦距 分别为 140 mm和 245 mm。在适于天然矿物的微衍射实验中,聚焦系统可以更加靠近样品获得更小的 光斑。聚焦后的高斯分布光束通过限光针孔裁剪,以避免边缘光束打到封垫上造成大的衍射背底。



Fig. 18 Micro-focusing profile of 4W2 wiggler beam

在单色光模式下,4W2采用水冷的 Si (111) 双晶单色器进行分光,能量调节范围为 10~25 keV,能量分辨率为 1.8×10^{-4[1]}。采用表面镀铂的 K-B 镜时,在 20 keV 时掠入射角选取 2.5 mrad,相应接收角约为 10 μrad。此时在储存环流强为 200 mA 时,样品处提供的光通量约为 10⁹ phs/s^[36]。在采用白光时,调整 K-B 镜的掠入射角,使更高能量的光子通过,能量上限一般选取 35~40 keV。

受第一代光源条件的限制以及光束线空间位置的约束,4W2线站很难提供更高的光强和更小的光斑,即使这样,进行百吉帕压力下的衍射测量是没有问题的^[37-38]。

3.3 4W2 高压线站高压衍射

4W2线站具备 EDXD 和 ADXD 两种衍射模式的能力,目前主要采用后一种模式。有关 EDXD 方法以及实验细节在文献 [33-34] 中已有详细介绍,本文不再赘述。

根据 4W2 的光谱分布,高压 ADXD 实验选择 20 keV 作为入射单色光的能量。实验前将单色器晶体转到相应位置,然后用 Zr 和 Mo 的吸收边对能量进行标定。入射光与样品的准直精度要求在微米量级,在水平和垂直方向通过遥控的二维扫描系统完成,通常采用特殊处理的刀口对光束进行扫描。样品在沿光路方向应在 K-B 焦点位置,通过扫描旋转中心确定。衍射光由面探测器接收,探测器在沿光轴方向可以移动,以改变探测器与样品间的距离,适应不同开角的 DAC 和不同测量精度的要求。在探测器与样品间的距离确定后,采集标准样品如 CeO₂ 的衍射谱,用其晶面间距以及入射光的能量对距离进行标定。一旦以上准直和标定完成后,单色器、样品和探测器的位置不允许再作改变,否则需要重新进行准直和标定。

图 19为 BSRF 高压站 ADXD 系统的实物照片。目前实验站有两种面探测器: MAR-345成像板探测器(IP)和 Pilatus3-2M 像素阵列探测器(PAD)。一般情况下, 粉末衍射采用 PAD, 单晶衍射和 RXD 采用 IP。MAR-345 的接收面直径为 345 mm, 像素大小为 100 μm。Pilatus3-2M 的接收面为 253.3 mm × 288.8 mm, 像素大小为 170 μm。另外, Pilatus 具有快速读出功能, 可做时间分辨的高压衍射测量。

晶胞参数的测量精度取决于 ADXD 系统的分辨能力,其偏差主要来自入射单色光的能量带宽、入射光的发散角以及探测器的空间分辨

$$\frac{\Delta d}{d} = \sqrt{\left(\frac{\delta d}{d}\right)^2_{\text{monochromator}} + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2_{\text{divergence}} + \left(\frac{\delta d}{d}\right)^2_{\text{detector}}}$$
(10)





图 19 4W2 高压线站衍射系统照片 Fig. 19 Photographs of high pressure diffraction apparatus with interchangeable detectors

采用 Si(111) 双晶单色器时,在 10~30 keV 范围内能量分辨率很容易达到 10⁻⁴ 量级,相对于后两 项,其对测量误差的贡献很小。探测器的空间分辨取决于探测器的像素以及探测器与样品间的距离。4W2 在常规高压衍射模式下,聚焦光束在水平和垂直方向的角发散约为 1.4 和 0.8 mrad。在探测器位置 可接收 DAC 开角 60°的情况下,采用 MAR-345 和 Pilatus3-2M 时,在衍射高角的测量误差 Δd/d 约为 3.0×10⁻³。如有需要,可以后移探测器以提高系统的分辨能力,但同时也会缩小衍射角的范围,丢失高角部分的衍射线条。从计算结果看,聚焦光斑的发散是影响晶胞参数测量精度的主要因素。可以通过改变聚焦条 件减小发散角,但聚焦光斑大小会受到一定的影响。当然,对于 DAC 实验,压力梯度引起的衍射峰展 宽也是不容忽视的。

相对于 EDXD, ADXD 可以获得更高质量的衍射数据。但在 ADXD 系统中, 衍射光路不容易进行 信号约束, 因此实验环境的杂散光会作为背底被探测器接收。面探测器获得的二维衍射图像可以通过 Fit2D 软件转换为衍射光强相对于衍射角的一维谱线, 再利用晶体学分析软件作后继处理。有关 EDXD 和 ADXD 实验数据的处理可参考文献 [33], 这里不再作详细介绍。

3.4 4W2 高压线站单晶衍射

如前所述,高压单晶衍射可以采用 EDXD 方法,也可以采用 ADXD 方法。单晶 ADXD 的光路设置 与粉末 ADXD 完全相同,只是实验中需要将样品在水平方向转动,如图 9(b)所示。原理上,4W2 配备 的两种面探测器都可用于单色光的单晶衍射。数据阵列探测器 Pilatus3 虽然数据采集快、本征背底低, 但模块拼接产生的缝隙对获取完整的单晶衍射斑点非常不利,因此单晶衍射通常选用成像板 MAR-345 探测器。另外,相比之下, MAR-345 的空间分辨也要好一些。

为了获得准确的强度信息,单晶衍射中很重要的一点是在整个数据采集过程中,样品的受光体积 以及对光的吸收保持不变。理想的单晶样品形状应为球形,但在实际中很难获得,DAC 实验中通常选 择具有规则形状如长方体、正方体的单晶颗粒。在入射光斑比较小的情况下,可选用较大的单晶颗粒,

样品转动的过程中保证 X 射线通过的空间都有样 品,根据旋转角度的变化可以计算出样品在不同 角度的受光体积和吸收厚度,在随后的数据处理 中用于强度的矫正;在 X 射线光斑较大的情况下, 可选用较小的单晶颗粒,样品在转动过程中始终 被光束完全覆盖,保证样品的受光体积不变,同样 吸收厚度可以根据旋转角度计算。在后一种情况 下,通常单晶样品在水平方向的尺寸与水平光斑 大小以及样品腔孔径的比例大致为 3:5:10。当转 动角度ω=40°时, X 射线仍然可以通过样品腔,且 样品始终被 X 射线所覆盖,如图 20 所示。





4W2 高压站发展了基于 ADXD 的高压单晶衍射技术^[39]。由于 4W2 的光源尺寸较大,即使采用微 束聚焦,样品处的光斑也很难达到几微米,因此单晶衍射入射光路采用小样品大光斑的模式。光斑大 小一般为 50 μm×50 μm,样品在水平方向的尺寸通常在 20~30 μm,沿旋转轴方向的尺寸要求不严 格。光路设计没有采用 K-B 聚焦,单色器输出的单色光由四刀光阑截取至与样品匹配的光斑大小,直 接照射样品。这样做虽然损失了一部分光强,但好处是相比于聚焦光斑,光通量分布相对均匀,同时由 于直通光具有较小的发散角,使系统的分辨能力得到提高。再者,单晶衍射信号很强,对光强的要求没 有粉末样品高。在一些第三代光源上,高压单晶衍射实验基本都在弯转磁铁光束线上进行。

单晶 XRD 的数据采集分为两个过程。首先是宽区扫描,在实验确定的ω角转动范围内进行连续扫描和曝光,获得衍射全谱。快速的宽区扫描可以评估单晶样品的初始状态、旋转参数设定的合理性以及探测器的饱和程度等。然后是分步扫描,在宽区扫描覆盖的转角范围内,以设定的步长进行分段扫描和曝光,获得一组衍射数据。这组数据将用于后续的晶体结构分析和处理。在4W2单晶衍射实验中,宽区扫描的角度范围一般在-30°~30°范围内,单步扫描的步长设为 2°,实验过程中可获得 30 张单晶衍射图像。高压单晶衍射是一个复杂的过程,详细的实验细节可参考文献 [39-40]。

实验站开发了专用于高压单晶 XRD 实验的 软件 HPSXD,包括设定实验参数、选择扫描模 式、获取衍射数据以及初步处理数据。利用该软 件可直接完成整个实验过程,并输出可用来作进 一步数据分析的 hkl 文件。图 21 为高压单晶 XRD 实验程序界面。针对 DAC 单晶实验中经常出现 的单晶样品被压碎成为多个单晶颗粒的情况,实 验站发展了相应的数据处理程序,可以对包含多 个单晶衍射的数据进行指标化处理^[41]。

与常规衍射不同,高压单晶衍射光路会受到 DAC的限制。为了获得尽可能多的衍射斑点,覆盖 足够大的倒易空间范围,所用 DAC 需要有尽量大 的衍射张角。实验站用于单晶衍射的 DAC,在出 光端采用了 Bohler-Almax 压砧-支撑结构,最大张 角达 90°(图 22)。金刚石压砧与硬质合金载体的 这种镶嵌方式,有效地增加了衍射角的范围,但对 两颗压砧的平行度有很高的的要求。BSRF 设计 了专用于单晶衍射的 DAC 压机,在通用的对称型 DAC 基础上增加了金刚石压砧平行度调整的功能。



图 21 用于高压单晶 XRD 的 HPSXD 程序界面 Fig. 21 Program interface of HPSXD for high





图 22 Bohler-Almax 型压砧和 WC 支撑座的装配 Fig. 22 Bohler-Almax diamond and assembly with WC seat

3.5 4W2 高压线站径向衍射

在 4W2 高压实验站进行的 RXD 测量采用了 EDXD 和 ADXD 两种模式。图 23 所示是 EDXD 模式的 RXD 实验配置,光路设置如图 7 所示。加压设备采用对称型 DAC,封垫采用对 X 射线透过率比较高的材料,如金属铍或非晶硼等。经过 K-B 聚焦镜聚焦的多色 X 射线从 DAC 侧面进入,透过封垫从两颗金刚石之间穿过照射样品,并且入射 X 射线与金刚石砧面成θ角。衍射信号由高纯锗固体探测器接收,衍射角 20通常固定在 18°左右。

实验中,在每个压力点,DAC 绕着入射线和衍射线夹角的平分线旋转改变 ψ 角,变化范围在 0°~90°之间。当 ψ = 0°时,测量得到的晶格应变对应最大应力方向;当 ψ = 90°时,晶格应变对应最小应 力方向;其他方位的晶格应变对应于这两个应力轴之间;当 ψ = 54.7°时,对应静水压状态下的晶格应 变。在压力变化过程中,每个压力点都要经过足够时间(30~40 min)的应力释放后再采集衍射谱,以保 证应力弛豫可以忽略不计,数据采集时间一般为10 min。



图 23 4W2 线站 EDXD 模式 DAC 径向衍射系统: (a) $\psi = 0^{\circ}$, (b) $\psi = 90^{\circ}$ Fig. 23 Photographs of DAC radial diffraction system using EDXD technique at 4W2 station: (a) $\psi = 0^{\circ}$, (b) $\psi = 90^{\circ}$

通过 RXD 测量的不同晶面在最大和最小应力之间的衍射数据,可以得到材料的弹性系数、屈服强度、应变各向异性和静水压状态方程等。利用 4W2 能量色散径向衍射研究了金属 Os 的强度、弹性模量和压缩性质,发现 Os 的屈服强度明显大于 Mo、W、Re 等其他硬质纯金属^[42]。利用这项技术还对压标 NaCl 的应力性质进行了研究,通过测量 NaCl 在相变前后的应变,发现在 B1→B2 相变点之前差应力比 Ar 大,而在从 B1 相转变为 B2 相的临界点时,差应力突然下降到接近零,差应力出现了塌陷^[43-44]。

角色散径向衍射实验配置如图 24 所示。单色光能量为 20 keV, 经过 K-B 聚焦镜聚焦和准直后进入 DAC。 探测器采用 MAR-345 成像板。实验采用全景 DAC, 为了减少 X 射线穿过封垫产生过多的衍射背底, DAC 的初始位置在水平方向偏转角度α, 计算得出ψ

 $\cos\psi = \cos\alpha\cos\delta\cos\theta + \sin\alpha\sin\theta$

(11)

式中: θ为布拉格反射角, δ为衍射线在探测器接收面上的方位角。在最大应力方向δ = 0°, 在最小应力 方向δ = 90°。由于设备的阻挡, 这种配置不能获得整个衍射环, 但并不影响数据的处理和分析结果。 利用角色散径向衍射技术, 在 4W2 光束线上对一些硬质材料的压缩性质、强度和织构进行了研究^[45-47]。



图 24 4W2 线站 DAC 径向衍射系统(ADXD 模式): (a)衍射几何示意图, (b)系统实物照片 Fig. 24 Schematic geometry (a) and photographs (b) of DAC radial diffraction system using ADXD technique at 4W2 station

3.6 高压线站激光加温衍射

在 DAC 高温高压研究中,主要采用电加温和激光加温技术对样品加热,这两种技术结合可使 DAC 中样品温度从常温扩展到几千摄氏度,已广泛用于结构相变、温压相图、熔化曲线和 *p-V-T* 状态 方程研究。电加温 DAC 技术比较简单,在任一高压线站上都可以用于衍射测量。激光加温 DAC 技术 相对复杂,需要专门设计系统并与同步辐射有效结合,才能进行高温高压原位衍射测量,目前在大多数 专用的高压衍射实验站都已经建立了激光加温技术。在 DAC 中获得准确的高温高压实验数据,要求 激光加温系统能够提供足够高的功率密度、稳定的样品温度、均匀的温度分布(包括径向和轴向)以及 精确的温度测量,并且在原位实验中要始终保持激光、X 射线和样品的精确准直,而这三者的尺度都在 微米量级。Shen 等^[48-49] 发展的双面激光加温系统很好地解决了上述问题。 4W2 高压线站的激光加温系统采纳了 Shen 等 发展的系统模式^[8,50],图 25 所示为系统配置。系 统采用双面加温模式,激光器输出的激光束分为 两束,分别从 DAC 两端进入样品,样品受热产生 的热辐射也由两路进入测温光谱仪。

激光加温实验可以采用"原位"和"退火"两种 方式。退火实验适用于样品高温高压相可以退火 保留的结构相变研究,以及需要通过加温释放样 品腔中内应力的实验。对于高温高压相退火后不 能保留的材料,以及 p-V-T 状态方程和熔化曲线的 测量等,都需要原位激光加温实验。在激光加温 原位实验中,激光光斑要大于 X 射线光斑,确保收 集到的衍射信号全部来自样品的加温区域。 4W2 光束线的聚焦光斑在水平方向约 25 μm, 通 常将激光束聚焦到直径约50 µm 左右。实验中, 两束激光在样品上的位置要精确准直,而X射线 光束要对准样品的加温区域中心。为了保持温度 的稳定,采用反馈控制调整样品上激光功率的大 小。图 26 是在 TiO,和 Mg,SiO4的激光加温实验 过程中观察到的温度变化,样品上的温度随时间 的波动统计误差小于 3%。通过测量金属铂(Pt) 熔点的热辐射光谱以及热电偶测温方法检测了系 统的测温精度,结果显示,采用黑体辐射测温方







图 26 TiO₂和 Mg₂SiO₄在激光加温实验过程中温度的变化 Fig. 26 Temperature stabilities of TiO₂ and Mg₂SiO₄ during the laser heating experiment

法,系统在1100~2000 K之间的测温误差小于5%,而且温度越高,温度测量的误差越小^[50]。

在同样的加温条件下要获得足够高的样品温度,DAC 样品的装填以及样品腔中隔热层材料的选择非常重要。在石墨的高压熔化实验中^[51],对所测试的 18 个样品,分别用了 NaCl、MgO 和 KI 作为隔 热介质。KI 用作隔热材料时,温度很容易升高,且不需要很高的激光加温功率;而 MgO 作为隔热介质 时,在激光功率达到最大值时,温度也很难超过 2 000 K(在 4W2 光斑大小条件下),另外从加温过程观 察到的图像看,MgO 似与石墨发生了化学反应; NaCl 的隔热效果介于两者之间,但温度很不稳定,维持 的时间很短。在样品压力为 2.7 GPa 下用 KI 作为隔热介质的激光加温衍射测量中,观察到石墨衍射峰 消失,同时通过显微成像系统看到石墨熔化的迹象,从退火到常温时的样品可以看到典型的熔化后的 形貌^[8],表明实验中样品温度已经超过了石墨在常压下的熔点达到 4 000 K 以上。石墨的实验证实 KI 是一种非常好的隔热材料。

在高温高压相可以退火保留的结构相变研究中,激光加温往往作为一种促进结构相变的手段,用 于温度非原位高温高压衍射研究。在4W2高压线站上,利用 ADXD 和激光加温退火手段研究了一些 ABO₃型稀土化合物和稀土石榴石的高温高压结构相变^[52]。在含钪钆镓石榴石 (Gd₃Sc₂Ga₃O₁₂, GSGG) 的研究中,常温高压下立方石榴石结构在约 65 GPa 时开始非晶化。而激光加温研究发现,在 24 GPa 压力下通过激光加温到 1500~2 000 K 后, GSGG 石榴石从立方结构转变成正交钙钛矿结构,伴 随着约 8% 的体积减小,并伴有阳离子 Ga³⁺和 Sc³⁺的配位数增加。在此实验过程中,激光加温促进了 GSGG 石榴石越过非晶态直接转变为钙钛矿结构^[53]。类似的现象在 EGG(Eu₃Ga₅O₁₂)和 YGG(Y₃Ga₅O₁₂) 实验中也出现过。在 YGG 的兆帕压力实验中,立方石榴石结构在 85 GPa 时几乎完全转化成非晶态,通 过对样品进行激光加温退火后,非晶态转化成正交和立方钙钛矿结构的混合相,并伴随着近 9% 的体积 减小^[52]。

3.7 高压线站快速加载衍射

近年来,与时间相关的高压研究受到越来越多的关注。已有实验证明,高压相变过程不仅与压力 大小有关,而且还受到压力加载速率的影响^[54-57]。在静态加载 DAC 基础上发展起来的快速加载 DAC(dDAC)很容易与时间分辨 XRD 相耦合,开展压力快速变化下的结构相变研究^[58-60]。借鉴已有的 dDAC 结构^[58-59],4W2 高压站设计了 3 种类型的 dDAC,三压电陶瓷促动器(PZT)单向加载、PZT 和气膜 双向加载以及双气膜双向加载,分别用于不同的用途^[61-62]。图 27 显示了 3 种类型 dDAC 的结构。后两 种配以外加温器,可以在高温下进行快速加载衍射实验。



Fig. 27 Drawings of the dDAC with three different designs

dDAC 是在传统 DAC 基础上增加了快速驱动功能,驱动部件有压电陶瓷和气膜两种。前者通过控制压电陶瓷驱动电压的快速变化来改变作用在 DAC 上的加载力,后者是通过快速改变气膜内的气压 实现压力的快速加载,如图 28(a)所示。压力快速加载下的 XRD 测量,需要精确地控制加载机构驱动 信号与探测器门控信号之间的时间延迟和同步。通过设置不同的时间延迟,可以在 dDAC 加/卸载过程 中选择感兴趣的位置采集衍射信号,在整个压力变化过程中获取一系列衍射图像。图 28(b)为压力控 制和数据采集系统示意图。







系统的时间分辨能力主要取决于探测器的响应时间和 X 射线的强度。4W2 配备的 PILATUS3-2M 探测器最小采集周期为 4 ms, 但受到 BSRF-4W2 光通量的限制, 在实验站获得一张有效衍射谱所需的 最短曝光时间接近 100 ms。因此, 在实验中通常将探测器的采集周期设为 100 ms, 每张谱的曝光时间 设为 90 ms。

在 4W2 线站上, 对金属铋(Bi)和半导体材料硫化铅(PbS)等进行了快速加载衍射测量。铋的测量 压力范围覆盖了从 Bi-I 到 Bi-V 5 个常温高压相变过程, 加载速率从 0.2 GPa/s 升至 183.8 GPa/s。分析不 同加载速率下的相变过程, 发现相变激活能随加载速率的增加而降低, 而相变起始压力随加载速率的 增加而升高, 即出现了依赖于加载速率的"过压"现象^[63]。由于 4W2 光源强度的限制, Bi 的快速加载衍 射实验无法达到更高的加载速率。另外, Bi 的实验证明, 利用时间分辨衍射测量可在较小的压力间隔 内获取衍射数据, 探测到很窄压力范围内发生的不容易被观察到的相变。Bi-II 相只在 0.2 GPa 左右压 力下存在, 在以往的研究中并不总能被观察到。4W2 上开展的实验曾在 4 s 时间内获得一组铋从 0.2 GPa 到 4.6 GPa 的快速加载衍射数据, 清晰地捕捉到了 Bi-II 相。

近期 4W2 高压线站发展了在线加压和测压系统。在快速加载衍射实验中,采用双向气膜驱动的 dDAC 进行加压或卸压,同时使用在线的红宝石测压系统实时监测样品腔内的压力。这两种技术的结 合可以远程控制样品的升压和降压,在实验过程中不用频繁开关实验棚屋的屏蔽门,不仅给实验带来 了方便,而且能够精确地调控样品的压力。

4 展 望

同步辐射光源是一个面向多学科研究的大型实验平台,涉及到非常广泛的研究领域,包括物理、 化学、材料科学、地球科学、环境科学、能源科学、生命科学乃至工业领域。BSRF 通过专用和兼用两 种运行模式服务用户,为促进国内多学科研究领域的发展起到了重要的作用。作为国内唯一的高压专 用线站,4W2 自运转以来已有 20 年的历史。用户利用实验站的光源条件和实验设备,通过 XRD 测量 研究了不同物质在高压下的结构相变、状态方程、弹性、织构、熔化等性质,涉及的材料包括高温超导 体、纳米材料、超硬材料、矿物、大块金属玻璃、半导体、叠氮化合物、超分子材料、光功能材料以及软 物质等。虽然一些实验获得了很好的结果,但由于受到光源条件的限制,很难开展更高水平的实验研 究。目前中国科学院高能物理研究所正在建设的高能同步辐射光源(HEPS)极大地提高了辐射光的亮 度和稳定性,将给高压科学研究带来新的机遇。

HEPS 是一台具有极低发射度的第四代高能同步辐射光源,设计电子能量为 5~6 GeV,自然发射 度为 34.2 pm·rad,电子束流为 200 mA 时提供的辐射亮度达到 10²² phs·s⁻¹·mm⁻²·mrad⁻²·(0.1%B.W.)⁻¹以 上。高压科学研究作为新光源重要支持的研究领域之一,在 HEPS 的一期建设中建有一条专用高压衍 射线站,提供的光子能量可达 50 keV,样品处的光子数比目前的 4W2 高出 4~5 个量级,X 射线聚焦光 斑小到亚微米,这将大幅提高衍射测量的精度和实验的压力范围。结合压力快速加/卸载以及脉冲激光 加温技术,可在 10 μs 的时间尺度开展高温高压研究。除此之外,一期建设中的 X 射线吸收谱学线站、 硬 X 射线高分辨谱学线站和 X 射线显微成像线站的设计都考虑了高压科学的应用。HEPS 建成后专用 线站与兼用线站的结合,将极大地扩展高压研究的温压范围和研究范畴。

感谢中国科学院高能物理研究所的杨栋亮、林传龙、李晓东对本文写作的仔细阅读以及提出的建议,感谢林传龙为本文格式编辑所作的辛勤付出,感谢杨栋亮提供 dDAC 图片。感谢责任编辑对本文的精心润色。对 BSRF 高压站李延春、李晓东、杨栋亮以及学生为 4W2 高压衍射线站建设和运行付出的努力表示谢意。感谢阎永廉帮助调试 K-B 聚焦系统并提出好的调试方案。感谢李晖为高压单晶衍射的发展作出的贡献。感谢 BSRF 工程技术组在 4W2 光束线建造中的合作和支持。特别感谢沈国寅博士在激光加温系统调试以及单晶 XRD 系统搭建中的给予的指导和帮助。

参考文献:

- [1] 阎永廉. 同步辐射光束线 [M]//洗鼎昌. 北京同步辐射装置及其应用. 南宁: 广西科学技术出版社, 2016: 30-75.
- [2] 刘鹏, 黎忠. 同步辐射探测器 [M]//麦振洪. 同步辐射光源及其应用. 北京: 科学出版社, 2013: 153-172.
- [3] WINICK H. Properties of synchrotron radiation [M]//WINICK H, DONIACH S. Synchrotron radiation research. New York: Plenum, 1980: 11–25.
- [4] 徐刚. 同步辐射光源 [M]//冼鼎昌. 北京同步辐射装置及其应用. 南宁: 广西科学技术出版社, 2016: 9-29.

- [5] DING Y, HASKEL D, TSENG Y C, et al. Pressure-induced magnetic transition in manganite (La_{0.75}Ca_{0.25}MnO₃) [J]. Physical Review Letters, 2009, 102(23): 237201.
- [6] LUO S N, JENSEN B J, HOOKS D E, et al. Gas gun shock experiments with single-pulse x-ray phase contrast imaging and diffraction at the Advanced Photon Source [J]. Review of Scientific Instruments, 2012, 83(7): 073903.
- [7] The dynamic compression sector [EB/OL].[2020-07-21].https://dcs-aps.wsu.edu/facilities/.
- [8] 刘景. X 射线高压衍射实验站 [M]//洗鼎昌. 北京同步辐射装置及其应用. 南宁: 广西科学技术出版社, 2016: 144-176.
- [9] LI R, LIU J, BAI L G, et al. Pressure-induced changes in the electron density distribution in α -Ge near the α - β transition [J]. Applied Physics Letters, 2015, 107(7): 072109.
- [10] VAUGHAN G B M, SCHMIDT S, POULSEN H F. Multicrystal approach to crystal structure solution and refinement [J]. Zeitschrift f
 ür Kristallographie, 2004, 219(12): 813–825.
- [11] SØRENSEN H O, SCHMIDT S, WRIGHT J P, et al. Multigrain crystallography [J]. Zeitschrift f
 ür Kristallographie, 2012, 227(1): 63–78.
- [12] 李蕊. 高压单晶及多晶粒衍射实验技术的发展及应用 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2015.
- [13] LI R, LIU J, POPOV D, et al. Experimental observations of large changes in electron density distributions in β -Ge [J]. Physical Review B, 2019, 100(22): 224106.
- [14] KINSLAND G L, BASSETT W A. Modification of the diamond cell for measuring strain and the strength of materials at pressures up to 300 kilobar [J]. Review of Scientific Instruments, 1976, 47(1): 130–133.
- [15] SINGH A K. The lattice strains in a specimen (cubic system) compressed nonhydrostatically in an opposed anvil device [J]. Journal of Applied Physics, 1993, 73(9): 4278–4286.
- [16] SINGH A K, BALASINGH C, MAO H K, et al. Analysis of lattice strains measured under non-hydrostatic pressure [J]. Journal of Applied Physics, 1998, 83(12): 7567–7575.
- [17] KAVNER A. Elasticity and strength of hydrous ringwoodite at high pressure [J]. Earth and Planetary Science Letters, 2003, 214(3/4): 645–654.
- [18] MAO H K, SHU J F, SHEN G Y, et al. Elasticity and rheology of iron above 220 GPa and the nature of the Earth's inner core [J]. Nature, 1998, 396(6713): 741–743.
- [19] WENK H R, ISCHIA G, NISHIYAMA N, et al. Texture development and deformation mechanisms in ringwoodite [J]. Physics of the Earth and Planetary Interiors, 2005, 152(3): 191–199.
- [20] MIYAGI L, KANITPANYACHAROEN W, KAERCHER P, et al. Slip systems in MgSiO₃ post-perovskite: implications for D" anisotropy [J]. Science, 2010, 329(5999): 1639–1641.
- [21] DUFFY T S, SHEN G Y, SHU J F, et al. Elasticity, shear strength, and equation of state of molybdenum and gold from x-ray diffraction under nonhydrostatic compression to 24 GPa [J]. Journal of Applied Physics, 1999, 86(12): 6729–6735.
- [22] HE D W, SHIEH S R, DUFFY T S. Strength and equation of state of boron suboxide from radial X-ray diffraction in a diamond cell under nonhydrostatic compression [J]. Physical Review B, 2004, 70(18): 184121.
- [23] CHE R Z, ZHOU L, ZHAO Y C, et al. Establishment of energy dispersive X-ray diffraction experimental system with synchrotron radiation under high pressure [J]. Chinese Science Bulletin, 1994, 39(22): 1877–1881.
- [24] 刘景, 车容征, 赵菁, 等. 北京同步辐射装置上的高温高压实验系统 [J]. 高压物理学报, 1997, 11(Suppl): 27.
- [25] JIN X G, ZHANG H Z, CHE R Z, et al. Isothermal equations of state for nanometer and micrometer nickel powders [J]. AIP Conference Proceedings, 1998, 429(1): 99–102.
- [26] 赵菁, 刘景, 杨洋, 等. 高压衍射实验中的同步辐射光束的定位 [J]. 高压物理学报, 1999, 13(4): 283–289.
 ZHAO J, LIU J, YANG Y, et al. A method of locating the light spot of incidence synchrotron radiation in EDXRD experiment under high pressure [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1999, 13(4): 283–289.
- [27] 刘景, 赵菁, 车荣征, 等. 高压下的同步辐射能量色散粉末衍射 [J]. 高压物理学报, 2000, 14(4): 247–252.
 LIU J, ZHAO J, CHE R Z, et al. *In situ* energy dispersive diffraction under high pressure using synchrotron radiation [J].
 Chinese Journal of High Pressure Physics, 2000, 14(4): 247–252.
- [28] LIU J, ZHAO J, CHE R Z, et al. Progress in high pressure EDXD system and research at Beijing Synchrotron Radiation Facility
 [J]. Chinese Science Bulletin, 2000, 45(18): 1659–1662.
- [29] LIU J, CHE R Z, ZHAO J, et al. An experimental apparatus for EDXD of high pressure specimens using synchrotron radiation at BSRF [J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and

Associated Equipment, 2001, 467/468: 1069–1072.

- [30] LIU J, LI X D, LI Y C. The present status of high-pressure research at Beijing Synchrotron Radiation Facility [J]. Journal of Physics: Condensed Matter, 2002, 14(44): 10505–10509.
- [31] WANG L J, CHEN L C, LI F Y, et al. Studies on CsBr with synchrotron radiation under ultrahigh pressure up to 115 GPa [J]. Chinese Physics Letters, 1998, 15(4): 284–286.
- [32] 王莉君, 陈良辰, 李凤英, 等. 超高压下 CsBr 的结构与相变 [J]. 高压物理学报, 1998, 12(2): 92–96.
 WANG L J, CHEN L C, LI F Y, et al. The structure and phase transition for CsBr under ultra-high pressure [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 1998, 12(2): 92–96.
- [33] 刘景. 同步辐射材料结构分析高压技术 [M]//麦振洪. 同步辐射光源及其应用. 北京: 科学出版社, 2013: 804-836.
- [34] LIU J. High pressure x-ray diffraction techniques with synchrotron radiation [J]. Chinese Physics B, 2016, 25(7): 076106.
- [35] ENG P J, NEWVILLE M, RIVERS M L, et al. Dynamically figured Kirkpatrick Baez X-ray microfocusing optics [C]// Proceedings of SPIE3449, X-Ray Microfocusing: Applications and Techniques. San Diego, CA, United States: SPIE, 1998.
- [36] 唐玲云. 压标材料状态方程的交叉验证研究 [D]. 北京: 中国科学院研究生院, 2009.
- [37] TANG L Y, LIU L, LIU J, et al. Equation of state of tantalum up to 133 GPa [J]. Chinese Physics Letters, 2010, 27(1): 016402.
- [38] LIN C L, ZHANG Y F, LIU J, et al. Pressure-induced structural change in orthorhombic perovskite GdMnO₃ [J]. Journal of Physics: Condensed Matter, 2012, 24(11): 115402.
- [39] 李晓东,李晖,李鹏善. 同步辐射高压单晶衍射实验技术 [J]. 物理学报, 2017, 66(3): 036203.
 LI X D, LI H, LI P S. High pressure single-crystal synchrotron X-ray diffraction technique [J]. Acta Physica Sinica, 2017, 66(3): 036203.
- [40] 李鹏善. 高压单晶衍射与电子非局域化密度研究 [D]. 北京: 中国科学院高能物理研究所, 2017.
- [41] LI H, LI X D, HE M, et al. Indexing of multi-particle diffraction data in a high-pressure single-crystal diffraction experiments [J]. Journal of Applied Crystallography, 2013, 46(2): 387–390.
- [42] CHEN H, HE D, LIU J, et al. High-pressure radial X-ray diffraction study of osmium to 58 GPa [J]. The European Physical Journal B, 2010, 73(3): 321–326.
- [43] 白利刚. 稀土氧化物的相变与压标的状态方程 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2010.
- [44] XIONG L, BAI L G, LI J. Strength and equation of state of NaCl from radial x-ray diffraction [J]. Journal of Applied Physics, 2014, 115(3): 033509.
- [45] 熊伦. 径向衍射技术研究材料的状态方程、强度与织构 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2014.
- [46] XIONG L, LIU J, BAI L G, et al. Radial x-ray diffraction of tungsten tetraboride to 86 GPa under nonhydrostatic compression[J]. Journal of Applied Physics, 2013, 113(3): 033507.
- [47] XIONG L, LIU J, ZHANG X X, et al. Radial X-ray diffraction study of the static strength and equation of state of MoB₂ to 85 GPa [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 623: 442–446.
- [48] SHEN G Y, MAO H K, HEMLEY R J. Laser-heated diamond anvil cell technique: double-sided heating with multimode Nd: YAG laser [C]//1996 Advanced Materials '96—New Trends in High Pressure Research. Tsukuba, Japan: NIRM, NIRIM, 1996: 149.
- [49] SHEN G Y, RIVERS M L, WANG Y B, et al. Laser heated diamond cell system at the Advanced Photon Source for *in situ* x-ray measurements at high pressure and temperature [J]. Review of Scientific Instruments, 2001, 72(2): 1273–1282.
- [50] 李晓东. 激光加温 DAC 技术及晶体结构相变研究 [D]. 北京: 中国科学院高能物理研究所, 2004.
- [51] 徐济安, 刘景, 肖万生, 等. 石墨在高压下的熔化实验 [R]. 北京: 中国科学院高能物理研究所.
- [52] 林传龙. ABO, 型稀土化合物及稀土镓石榴石的高温高压结构相变 [D]. 北京: 中国科学院大学, 2013.
- [53] LIN C L, LIU J, LIN J F, et al. Garnet-to-perovskite transition in Gd₃Sc₂Ga₃O₁₂ at high pressure and high temperature [J]. Inorganic Chemistry, 2013, 52(1): 431–434.
- [54] LEE G W, EVANS W J, YOO C S. Crystallization of water in a dynamic diamond-anvil cell: evidence for ice *W*I-like local order in supercompressed water [J]. Physical Review B, 2006, 74(13): 134112.
- [55] JIA R, SHAO C G, SU L, et al. Rapid compression induced solidification of bulk amorphous sulfur [J]. Journal of Physics D: Applied Physics, 2007, 40(12): 3763–3766.
- [56] LIN C L, SMITH J S, SINOGEIKIN S V, et al. Kinetics of the B1-B2 phase transition in KCl under rapid compression [J]. Journal of Applied Physics, 2016, 119(4): 045902.

- [57] LIN C L, YONG X, TSE J S, et al. Kinetically controlled two-step amorphization and amorphous-amorphous transition in ice [J]. Physical Review Letters, 2017, 119(13): 135701.
- [58] EVANS W J, YOO C S, LEE G W, et al. Dynamic diamond anvil cell (dDAC): a novel device for studying the dynamicpressure properties of materials [J]. Review of Scientific Instruments, 2007, 78(7): 073904.
- [59] SINOGEIKIN S V, SMITH J S, ROD E, et al. Online remote control systems for static and dynamic compression and decompression using diamond anvil cells [J]. Review of Scientific Instruments, 2015, 86(7): 072209.
- [60] SMITH J S, SINOGEIKIN S V, LIN C L, et al. Developments in time-resolved high pressure x-ray diffraction using rapid compression and decompression [J]. Review of Scientific Instruments, 2015, 86(7): 072208.
- [61] CHENG H, ZHANG J R, LI Y C, et al. Convenient dynamic loading device for studying kinetics of phase transitions and metastable phases using symmetric diamond anvil cells [J]. High Pressure Research, 2018, 38(1): 32–40.
- [62] 李延春,杨栋亮.内部设计报告 [R].北京:中国科学院高能物理研究所
- [63] YANG D L, LIU J, LIN C L, et al. Phase transitions in bismuth under rapid compression [J]. Chinese Physics B, 2019, 28(3): 036201.

High Pressure Diffraction Using Synchrotron Radiation

LIU Jing

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

Abstract: Synchrotron radiation source can offer wide-spectrum, high-energy, high-brightness, and lowemittance, which has been widely used in high pressure research. Among the X-ray techniques, the X-ray diffraction is one of the most basic and widely used experimental techniques, and is likely to remain the dominant application for high-pressure research in the future. Here the unique properties of synchrotron radiation, the basic composition of the light source, and the concepts of beam lines and experimental stations are briefly introduced. The high-pressure X-ray diffraction based on diamond anvil cells is focused. Various diffraction methods are explained, including powder diffraction, single X-ray diffraction and radial X-ray diffraction, as well as the combination with the laser heating and fast loading techniques. The equipment configuration and the capabilities of the high-pressure beamline at the Beijing Synchrotron Radiation Facility (BSRF) are also described, including the quality of radiation from 4W2 wiggler, X-ray micro-focusing, various diffraction methods and newly developed techniques. At last the opportunities brought by the construction of High Energy Photon Source (HEPS) for high pressure research are prospected. **Keywords:** high pressure; X-ray diffraction; synchrotron radiation; diamond anvil cell