

用于高压原位中子衍射的 PCBN 压腔^{*}

张雅洁¹, 贺端威¹, 房雷鸣², 李 欣¹, 刘方明¹, 胡启威¹, 陈 吉¹, 丁 未¹, 王永华¹

(1. 四川大学原子与分子物理研究所, 四川成都 610065;
2. 中国工程物理研究院核物理与化学研究所, 四川绵阳 621999)

摘要: 基于多晶立方氮化硼(PCBN)的高硬度以及对中子良好的吸收性, 选用 PCBN 作为压砧材料, 设计了一种新型外凹式平面压砧以及由钛锆合金、碳纤维管、聚四氟乙烯组成的复合封垫。使用该 PCBN 压腔, 分别利用 ZnTe 和 ZrW_2O_8 的相变点对腔体压力进行标定。结果表明: 当样品腔体积为 9 mm^3 、负载压力为 260 kN 时, 腔内压力达到 9 GPa。高压原位中子衍射实验显示, 采用外凹式 PCBN 压腔得到了无压砧背底信号的铁的高压中子衍射谱。预计通过进一步优化, 利用 PCBN 压腔可获得更高压力(10 GPa 以上)下高质量高压中子衍射谱。

关键词: 高压; 原位中子衍射; 外凹式; PCBN 压砧

中图分类号: O521.2 **文献标志码:** A

doi: 10.11858/gywlxb.2017.06.008

1 引 言

高压可以缩短物质内部原子或分子间的距离, 改变其相互作用, 进而影响物质的结构和性能^[1-5], 因此高压在物质科学研究中的应用越来越广泛, 但是高压科学与技术的发展在很大程度上依赖于高压原位测试技术的进步。目前, 高压下物质结构的原位衍射测量一般采用两种技术: 同步辐射 X 射线技术与中子散射技术。与 X 射线不同, 中子与原子核直接作用, 对轻元素和同位素敏感, 可直接探测磁结构, 并且具有很强的穿透力, 能弥补同步辐射 X 射线的不足^[6-7]。中子衍射技术与高压加载装置的结合, 成为了一种重要的高压原位表征技术。自 20 世纪 90 年代, 巴黎-爱丁堡(PE)压机被用于高压原位中子衍射实验^[8], 经过一系列改进, 在使用金刚石作为压砧材料时, 可以在 25 GPa 左右的高压下进行原位中子衍射实验^[9-10]。2000 年, 人们用宝石级 SiC 晶体作为压砧材料, 成功研制出便携式碳化硅压腔(MAC)^[11-14], 腔体内压力达到 50 GPa, 但是样品体积不到 1 mm^3 , 限制了进一步的推广应用。2013 年, 美国橡树岭国家实验室的 Boehler 等^[15]设计了一种强支撑的锥角金刚石压砧。该压砧采用纳米聚晶金刚石(NPD)、立方氮化硼(cBN)和碳化钨(WC)的镶嵌式结构, 最高压力达到 94 GPa, 但是其样品体积低于 0.02 mm^3 , 如此小的样品量对于当前世界上大部分中子源都难以取得有效实验数据。如何在尽量大尺寸的样品上获得高质量高压中子衍射数据, 是现今高压原位中子衍射技术亟待解决的技术难题。

目前, 在高压原位中子衍射高压装置上使用的压砧材料主要是碳化钨和聚晶金刚石(Polycrystalline Diamond, PCD)。但是无论是碳化钨还是聚晶金刚石都会产生很强的中子衍射信号, 这些干扰信号往往会与样品信号混在一起而影响衍射谱质量。单质硼具有很大的中子吸收截面($\sigma_a = 767$ 靶), 对

* 收稿日期: 2017-02-21; 修回日期: 2017-04-07

基金项目: 国家自然科学基金(11427810)

作者简介: 张雅洁(1991—), 女, 硕士研究生, 主要从事高压原位中子衍射研究. E-mail: zyjsmiled@163.com

通讯作者: 贺端威(1969—), 男, 博士, 教授, 博士生导师, 主要从事高压科学与技术、超硬材料及高压原位中子衍射研究. E-mail: duanweihe@scu.edu.cn

中子有很强的吸收作用。聚晶立方氮化硼(Polycrystalline Cubic Boron Nitride,PCBN)是一种硬度仅次于金刚石的超硬材料,并且富含硼元素,是作为无干扰信号压砧材料的非常好的选择。本研究选择性能良好的 PCBN 作为高压原位中子实验的压砧材料,并设计一种新型外凹式平面压砧,利用该压腔获取无压砧信号干扰的铁的高压中子衍射谱。

2 立方氮化硼压砧材料选择

在高压原位中子衍射实验中,压砧材料大多采用金刚石(用于获得较高压力)^[15]、碳化钨(用于降低实验成本)^[8,16]、碳化硅(用于集成光谱学研究)^[11-14]等,但考虑到硬度及含硼特性,PCBN 也是一种综合性能较好的压砧材料,可以得到没有压砧信号的中子衍射图谱,详见表 1,其中 $p_{\max}$ 为最高压力, p_{exp} 为实验压力。本研究针对不同的 PCBN 块体进行相关表征,包括硬度测试、X 射线衍射(XRD)测试、能谱测试、扫描电镜(SEM)测试,比对结果详见表 2。

从表 2 可以看出:5[#] 样品具有较好的微观形貌和较高的维氏硬度,并且含有较少的铝及其他杂质,故选择 5[#] 样品(购于中国郑州锐利超硬材料有限公司)作为压砧材料。为了确保压砧材料在中子衍射中不产生干扰信号,在中国绵阳研究堆(China Mi- anyang Research Reactor,CMRR)的高压中子衍射谱仪上对该材料进行原位中子衍射,得到常压下无明显衍射峰的中子衍射谱,如图 1 所示。

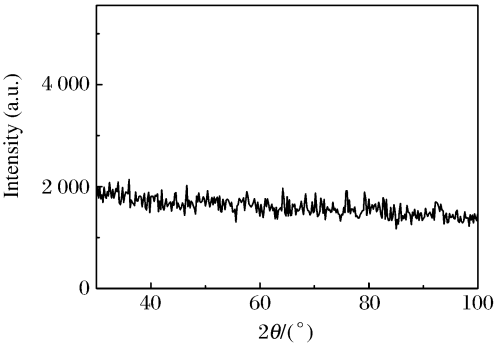


图 1 PCBN 材料在常压下的中子衍射谱
Fig.1 Neutron diffraction pattern of PCBN under ambient pressure

表 1 金刚石、碳化钨、碳化硅、聚晶立方氮化硼压砧应用于高压原位中子衍射情况
Table 1 Application to the *in-situ* high-pressure neutron diffraction of diamond,WC,SiC and PCBN anvils

Anvil material	$p_{\max}/(\text{GPa})$	$p_{\text{exp}}/(\text{GPa})$	Application of neutron source	Sample volume/ (mm^3)	Advantages	Ref.
Diamond	94		Pulsed neutron sources	0.016	Can be used for spectrum research	[15]
	30	25	Pulsed/continuous (in high flux) neutron sources	35		[9]
WC	15	10	Pulsed/continuous (in high flux) neutron sources	75		[8,16]
SiC	60	12	Pulsed neutron sources	0.2	Can be used for spectrum research	[11-14]
PCBN	10	9.5	Pulsed/continuous (in high flux) neutron sources	35	Without anvil neutron diffraction peak	[10,17]

表 2 PCBN 块体材料性能
Table 2 Characterization of PCBN bulk materials

Sample No.	Vickers hardness/(GPa)	Contents	Morphology
1 [#]	30	cBN,Al,AlN,O,Ti,Fe,Co, <i>et al.</i>	Well sintered
2 [#]	18	cBN,Al,AlN,C,O,Si,Fe,Co, <i>et al.</i>	Larger grains,more pores
3 [#]	28	cBN,Al,AlN,O,Ti,Si,Fe,Co, <i>et al.</i>	Uneven grains,more pores
4 [#]	33	cBN,Al,AlN,C,O,Ti,Si,Fe,Co, <i>et al.</i>	Large pores
5 [#]	30	cBN,Al,AlN,O,Ti,Si,Fe, <i>et al.</i>	Well sintered,uniform microstructure
6 [#]	27	cBN,Al,AlN,O,Ti,Fe, <i>et al.</i>	Many pores

3 立方氮化硼压砧形状设计

高压原位中子衍射实验的压砧形状大多采用凹曲面形状^[18](用以获得较大的样品体积和较理想的静水压,同时可加强侧向支撑,对压砧起到一定的保护作用)或平面形状^[19](用以获得较高的腔体压力)。考虑到 PCBN 压砧对中子信号的吸收作用,本研究对平面和凹曲面两种压砧形状进行了统一和优化,设计出一种新型外凹式平面压砧,如图 2 所示。该新型外凹式平面压砧既具有平面式压砧可获得较高腔体压力的优点,又兼顾凹曲面式压砧可加强侧向支撑和保护压砧的作用,并且压砧不影响中子信号采集。设计的 PCBN 压砧台面直径为 4 mm,砧面外侧倒有斜角,依次为 10° 和 20° ,其中 10° 斜角处有一曲面凹环,如图 3 所示。PCBN 块体采用磨削方式加工而成,被压入钢制的紧锁环中,该紧锁环对压砧提供侧向支撑力,起到保护压砧的作用。

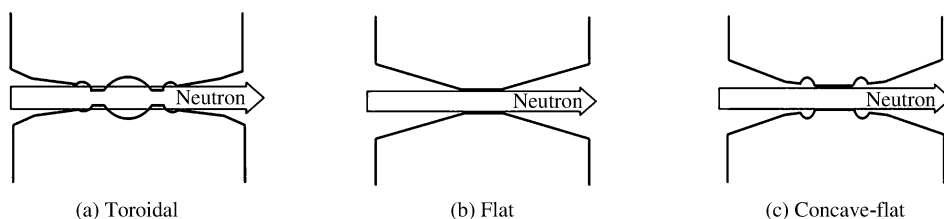


图 2 中子束通过 3 种不同形状的压砧

Fig. 2 Neutron passing through 3 different shapes of anvils

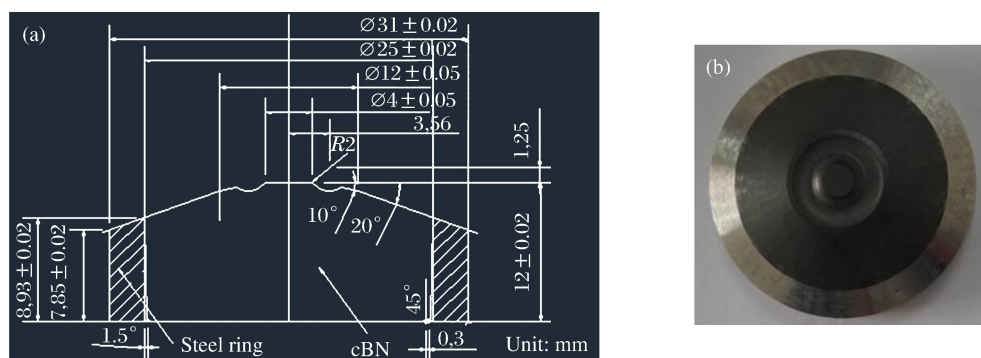


图 3 外凹式平面压砧截面设计(a)与压砧实物(b)

Fig. 3 Cross-section profile (a) and photo of actual concave-flat anvil (b)

实验初期为了研究压砧斜角(θ)对腔体压力和压砧性能的影响,分别设计并加工了斜角为 10° 、 10° (外围有 20° 斜角)、 20° 、 30° 、 40° 的平面压砧,如图 4 所示。为了测试压砧并进行离线压力标定,设计了一种复合封垫。复合封垫材料由内到外依次为钛锆合金(金属材料有足够高的强度,并且对中子零背底)、碳纤维管(高强度非晶材料)、聚四氟乙烯,如图 5 所示。其中:钛锆合金高 3 mm,外径 14 mm,中心有直径为 2.5 mm 的小孔;碳纤维管高 3 mm,内径 14 mm,外径 16 mm,可对样品腔提供较大的侧向支撑力;聚四氟乙烯高 3 mm,内径 16 mm,外径 42 mm,与外腔体紧密配合,确保压砧系统的对中性。将

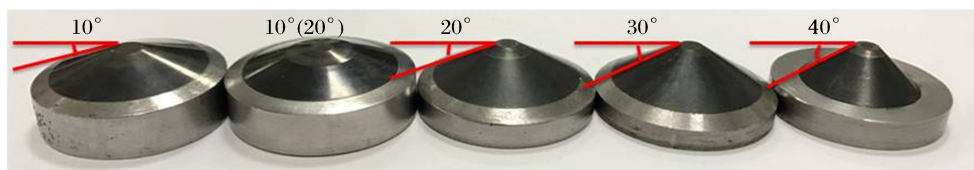


图 4 平面压砧实物

Fig. 4 Actual flat anvils

PCBN 压砧放置在全景式内腔体^[20]中,该内腔体由上、下两部分组成,在水平方向和竖直方向分别提供 60° 和 135° 的衍射角。将天然叶蜡石进行预处理(在马弗炉中于 900°C 烘烤 30 min),然后放置在砧面与封垫之间,起到保护压砧的作用。实验结果列于表 3,当初始斜角 θ 从 10° 增加到 40° 时,外部紧锁环的有效性逐步降低,导致压砧破裂时的外加载力降低。压腔的压力可根据实验后封垫的平均厚度进行判定^[21];实验后封垫的厚度越小,腔体压力越大。由此初步判定 20° 的圆锥角设计较合理。此外,本研究还尝试在压砧平面外围加一个凹环,此项改进使压砧对外加载力的承受力提升至 260 kN,实验后封垫的平均厚度为 0.886 mm,因此最终的压砧形状选择 10° 和 20° 斜角的组合外凹形式。

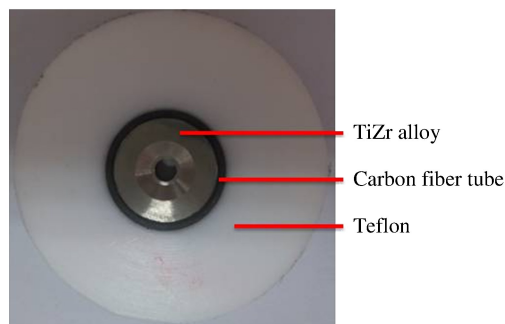


图 5 复合式封垫实物

Fig. 5 Actual hybrid gasket

表 3 压砧测试结果

Table 3 Test results of anvils

Anvil shape	Bevel angle/ $(^\circ)$	Loading force of anvils ruptured/(kN)	Average loading force of anvils ruptured/(kN)		Average thickness of the gasket after experiments/(mm)
			Exp. No. 1	Exp. No. 2	
Flat	10	278	260	269	2.100
Flat	10(20)	271	266	268	1.898
Flat	20	221	240	230	1.220
Flat	30	200	160	180	1.312
Flat	40	118	150	134	1.460
Concave-flat	10(20)	254	266	260	0.886

4 腔体压力标定

首先用 ZnTe 的电阻变化^[22]标定腔体压力,样品腔组装如图 6 所示。ZnTe 与钛锆合金之间用 hBN 进行绝缘,电阻信号由金箔(厚度为 0.1 mm)引出。结果显示,采用砧面直径为 4 mm 的外凹式平面压砧时,在压砧失效之前,所产生的最高压力为 9 GPa,外加载力为 260 kN,最终在 300 kN 时压砧破裂失效,破裂位置发生在砧面部分,推测是局部压力超过材料的压缩强度所致。

另外,选用钨酸锆(ZrW_2O_8)进行压力标定^[23-24]。 ZrW_2O_8 在低压下会发生一系列相变:0.2 GPa 时 $\alpha\text{-ZrW}_2\text{O}_8$ 开始向 $\gamma\text{-ZrW}_2\text{O}_8$ 转变,1.5~3.5 GPa

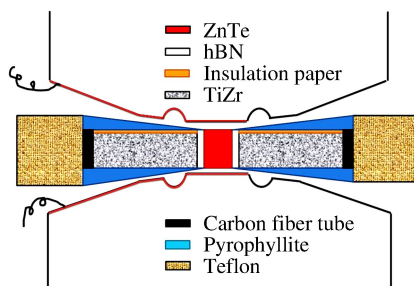


图 6 ZnTe 标定腔体压力组装

Fig. 6 Cell assembly of pressure calibrated with ZnTe

时 ZrW_2O_8 逐渐非晶化,3.5 GPa 后完全非晶化。由于此相变过程是不可逆的,因此可以通过 XRD 分析压力卸载后的 ZrW_2O_8 而获得腔体压力。 ZrW_2O_8 标定压力的组装与 ZnTe 相同。图 7 为 ZrW_2O_8 样品在不同外加载力下的 XRD 谱。当外加载力为 20 kN 时,只有 $\alpha\text{-ZrW}_2\text{O}_8$ 的衍射峰(见图 7(a)),表明此时腔体压力低于 0.2 GPa;当外加载力为 50 kN 或 65 kN 时,出现了 $\gamma\text{-ZrW}_2\text{O}_8$ 的衍射峰(见图 7(b)和图 7(c)),并且 65 kN 时 $\gamma\text{-ZrW}_2\text{O}_8$ 的衍射峰强度明显高于 50 kN 时,表明腔体压力在 0.2~

1.5 GPa 之间,并且随着外加载力的增大,腔体压力逐渐增大;当外加载力为 130 kN 时, α - ZrW_2O_8 的衍射峰完全消失, γ - ZrW_2O_8 出现宽化,并且强度明显降低,表明此时腔体压力超过 3.5 GPa。根据 ZnTe 和 ZrW_2O_8 的实验数据,得到了 PCBN 腔体压力标定曲线,如图 8 所示,其中黑色实心正方形是通过测量 ZnTe 的电阻随外加载力变化得到的,空心、灰心和黑心圆圈分别代表 α - ZrW_2O_8 、 γ - ZrW_2O_8 和非晶 ZrW_2O_8 。

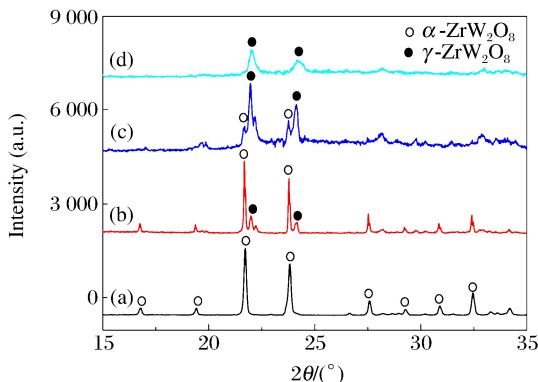


图 7 不同外加载力下 ZrW_2O_8 的 XRD 谱

Fig. 7 XRD patterns of ZrW_2O_8 from different loading force

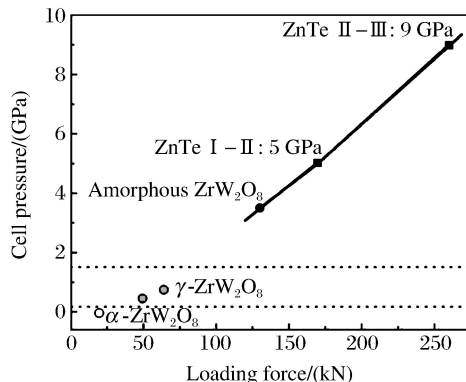


图 8 外加载力-腔体压力曲线

Fig. 8 Relation between loading force and cell pressure

5 高压原位中子衍射实验

采用新型外凹式平面 PCBN 压砧进行高压原位中子衍射实验,实验样品为 Fe 柱(纯度为 99.99%,购于 Alfa 公司),直径为 2 mm,高度为 2.5 mm,体积约 7.9 mm³。为保证样品的中子信号质量,封垫只使用 TiZr 合金一种材料,即封垫为外径 14 mm、内径 2 mm、厚 2.5 mm 的有孔圆片。压腔中并未使用叶蜡石(含有结晶水)、碳纤维管、聚四氟乙烯等提高中子谱背底、影响图谱质量的材料。装置的内、外腔体均用厚度为 0.5 mm 的铜片包裹,以屏蔽散乱的中子信号。高压原位中子实验在 CMRR 的高压中子衍射谱仪上进行,中子波长为 0.159 nm,采集时间为 4 h,采集角度为 5°~170°。施加的负载压力分别为 0、100 和 190 kN,测得 Fe 的高压原位中子衍射谱,如图 9 所示。从图 9 中可以看出:当外加载力为 0、100 和 190 kN 时,PCBN 压腔的中子图谱中只有 Fe 的(110)、(220)、(211)晶面衍射峰,并且 Fe 的衍射峰峰位随负载压力的增大向高角度偏移,其中(211)晶面衍射峰偏移得最明显。利用 PDIindexer 软件对中子衍射数据进行拟合,得到体心立方相 Fe 的晶格常数,腔体压力可以根据 Fe 的晶格常数随压力变化(衍射峰偏移)的经验公式^[25]计算。

分析 Fe 的衍射峰,得到对应的腔体实际压力:在 100 kN 外加载力下,样品 Fe 的晶格常数 a 为 0.2853 nm,Fe 样品上的压力为 2.33 GPa;在 190 kN 外加载力下,Fe 的晶格常数 a 为 0.2850 nm,Fe 样品上的压力为 2.89 GPa。由于压砧与封垫之间未使用保护压砧的叶蜡石材料,导致压砧在 190 kN 时破裂,随即保压采谱,从而使 100 和 190 kN 外加载力下腔体压力相差不大。

此外,还进行了 WC 和 PCD 压砧下 Fe 的高压原位中子衍射实验,得到了外加载力为 0 kN 时 WC

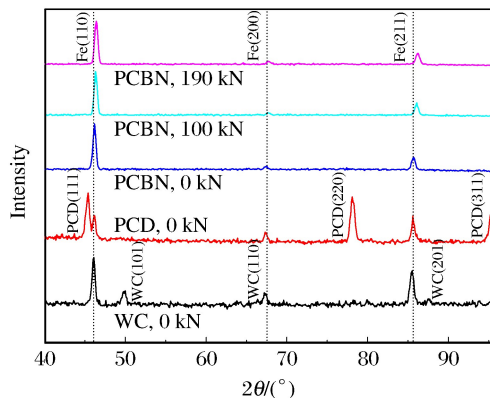


图 9 Fe 的高压原位中子衍射谱

Fig. 9 High pressure *in-situ* neutron diffraction pattern of iron

和 PCD 的中子衍射图谱,如图 9 所示。对比常压下 PCBN、PCD 和 WC 压砧的图谱发现:采用 PCBN 压砧时,中子衍射图谱无背底信号,只有 Fe 的 3 个衍射峰;采用 PCD 压砧时,中子衍射图谱中出现了金刚石的(111)、(220)、(311)晶面衍射峰,强度大约是 Fe 的两倍;采用 WC 压砧时,中子衍射图谱中出现了 WC 的(101)、(110)、(201)晶面衍射峰,图谱背底较高。因此,基于 PCBN 压腔的高压原位中子衍射技术可以更好地用于实验研究。

6 结 论

(1) 设计了一种不同于平面和凹曲面的新型外凹式平面 PCBN 压砧以及由钛锆合金、碳纤维管、聚四氟乙烯组成的复合封垫。选用在中子散射下没有中子衍射峰的 PCBN(Al)材料,同时采用台面直径为 4 mm、 10° 和 20° 组合的外凹式平面压砧设计,既满足中子透过性要求,又满足中子衍射所需的大样品腔要求。

(2) 使用 ZnTe 和 ZrW_2O_8 对腔体压力进行标定,得到外加载力与腔体压力的关系曲线。在样品腔体积为 9 mm^3 、负载压力为 260 kN 时,获得了 9 GPa 的压力。然而,压砧对负载压力的承受上限较低(300 kN 左右),因此仍需对压砧形状、封垫设计以及内腔体的加载方式进行优化,以提高外加载力,从而提升腔体压力。

(3) 使用外凹式 PCBN 压砧进行了高压原位中子衍射实验,得到了无压砧背底的 Fe 的高压中子衍射图谱,其质量高于基于 PCD 压砧和 WC 压砧的中子衍射图谱,表明该压腔可以用于高压原位中子衍射实验研究,并获得无压砧背底的中子衍射谱。

对于本实验所设计的新外凹式平面 PCBN 压砧和复合封垫,线上和线下测试显示出该压腔用于中子堆源的优势。高质量中子谱的获得使得在高压原位条件下使用中子对物质进行探测成为可能。然而要获得更高压力下的原位中子衍射谱,仍需进一步探索和改进。

References:

- [1] ZHOU Y, KIM D J, ROSA P F S, et al. Pressure-induced quantum phase transitions in a YbB_6 single crystal [J]. *Phys Rev B*, 2015, 92(24): 11181-11185.
- [2] WU W, CHENG J G, MATSUBAYASHI K, et al. Superconductivity in the vicinity of antiferromagnetic order in CrAs [J]. *Nat Commun*, 2014, 5(5): 5508.
- [3] YAN X Z, DONG H N, LI Y C, et al. Phase transition induced strain in ZnO under high pressure [J]. *Sci Rep*, 2016, 6(6): 24958.
- [4] HUANG X L, DUAN D F, LI X, et al. High-pressure polymorphism as a step towards high density structures of LiAlH_4 [J]. *Appl Phys Lett*, 2015, 107(4): 041906.
- [5] WANG X L, LI J F, XU N, et al. Layered polymeric nitrogen in RbN_3 at high pressures [J]. *Sci Rep*, 2015, 5: 16677.
- [6] DITTRICH H, BIENIOK A. Structural properties: X-ray and neutron diffraction [M]//GARCHE J, DYER C K, MOSELEY P T, et al. *Encyclopedia of Electrochemical Power Sources*. Amsterdam: Elsevier Science & Technology, 2009: 718-737.
- [7] DAN A N. Neutron scattering and hydrogenous materials [J]. *Mater Today*, 2006, 9(1/2): 34-41.
- [8] BESSON J M, NERMES R J, HAMEL G, et al. Neutron powder diffraction above 10 GPa [J]. *Physica B*, 1992, 180/181(6): 907-910.
- [9] KLOTZ S, MBESSON J, HAMEL G, et al. Neutron powder diffraction at pressures beyond 25 GPa [J]. *Appl Phys Lett*, 1995, 66(14): 1735-1737.
- [10] KLOTZ S, STRASSLE T H, ROUSSE G, et al. Angle-dispersive neutron diffraction under high pressure to 10 GPa [J]. *Appl Phys Lett*, 2005, 86(3): 031917.
- [11] XU J A, MAO H K. Moissanite: a window for high-pressure experiments [J]. *Science*, 2000, 290(5492): 783-785.
- [12] XU J A, MAO H K, HEMLEY R J, et al. The moissanite anvil cell: a new tool for high-pressure research [J]. *J Phys Condens Matter*, 2002, 14(44): 11543.

- [13] XU J A, MAO H K, HEMLEY R J, et al. Large volume high-pressure cell with supported moissanite anvils [J]. Rev Sci Instrum, 2004, 75(4): 1034-1038.
- [14] LIU Z X, XU J A, HENRY P S, et al. Moissanite (SiC) as windows and anvils for high-pressure infrared spectroscopy [J]. Rev Sci Instrum, 2004, 75(11): 5026-5029.
- [15] BOEHLER R, GUTHRIE M, MOLAISSON J J, et al. Large-volume diamond cells for neutron diffraction above 90 GPa [J]. High Pressure Res, 2013, 33(3): 546-554.
- [16] GOTOU H, YAGI T, OKADA T, et al. A simple opposed-anvil apparatus for high pressure and temperature experiments above 10 GPa [J]. High Pressure Res, 2011, 31(4): 592-620.
- [17] KLOTZ S, STRASSLE T, BOVE L E. Quasi-elastic neutron scattering in the multi-GPa range and its application to liquid water [J]. Appl Phys Lett, 2013, 103(19): 193504.
- [18] BULL C L, BOCIAN A, HAMIDOV H, et al. Note: achieving quasi-hydrostatic conditions in large-volume toroidal anvils for neutron scattering to pressures of up to 18 GPa [J]. Rev Sci Instrum, 2011, 82(7): 076101.
- [19] BULL C, GUTHRIE M, KLOTZ S, et al. Toroidal anvils for single-crystal neutron studies [J]. High Pressure Res, 2005, 25(4): 229-231.
- [20] 惠博, 贺端威, 陆裕平, 等. 用于原位中子散射的液压对顶砧系统 [J]. 高压物理学报, 2013, 27(4): 517-522.
HUI B, HE D W, LU Y P, et al. A hydraulic opposite anvil system for high-pressure *in-situ* neutron diffraction [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2013, 27(4): 517-522.
- [21] FANG L M, WANG Y, CHEN X P, et al. A pressure calibration method for a portable wide-access "panoramic" cell [J]. Chin Phys B, 2014, 23(11): 110701.
- [22] MERRILL L. Behavior of the AB-type compounds at high pressures and high temperatures [J]. J Phys Chem Ref Data, 1977, 6(4): 1205-1252.
- [23] EVANS J S O, HU Z, JORGENSEN J D, et al. Compressibility, phase transitions, and oxygen migration in zirconium tungstate, ZrW_2O_8 [J]. Science, 1997, 275(5296): 61-65.
- [24] PEROTTONI C A, JORNADA J A H. Pressure-induced amorphization and negative thermal expansion in ZrW_2O_8 [J]. Science, 1998, 280(5365): 886-889.
- [25] MAO H K, BASSETT W A, TAKAHASHI T. Effect of pressure on crystal structure and lattice parameters of iron up to 300 kbar [J]. J Appl Phys, 1967, 38(1): 272-276.

***In-Situ* High-Pressure Neutron Diffraction with Supported PCBN Anvils**

ZHANG Ya-Jie¹, HE Duan-Wei¹, FANG Lei-Ming², LI Xin¹, LIU Fang-Ming¹,
HU Qi-Wei¹, CHEN Ji¹, DING Wei¹, WANG Yong-Hua¹

(1. Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, China;

2. Institute of Nuclear Physics and Chemistry, China Academy of Engineering Physics,
Mianyang 621999, China)

Abstract: We used the polycrystalline cubic boron nitride (PCBN) as the anvil material based on its high hardness and strong absorption of neutrons, and designed a new type of concave-flat anvil and a hybrid gasket made of TiZr alloy, carbon fiber and teflon. The PCBN cell pressure was calibrated using the transformation points of ZnTe and ZrW_2O_8 respectively. The results show that the cell pressure reaches 9 GPa with the sample cell volume of 9 mm³ when the load pressure is 260 kN. The *in-situ* high pressure neutron diffraction experiments indicate that the PCBN anvil miscellaneous signal was not observed in the high pressure neutron diffraction patterns of iron. By further optimizing the PCBN cell, we expect to obtain a high-quality neutron diffraction patterns under higher pressure than 10 GPa.

Key words: high pressure; *in-situ* neutron diffraction; concave-flat; PCBN anvils