

DOI: 10.11858/gywlxb.20261139

中国散裂中子源高压中子衍射仪的技术与应用*

高德祥^{1, 2}, 袁宝^{1, 2}, 申旭东^{1, 2}, 吴延岩^{1, 2}, 孙远^{1, 2}, 于永积^{1, 2},

吕永佳^{1, 2}, 韩松柏³, 朱金龙³, 王李平³, 赵予生⁴, 康乐^{1, 2}

(1. 中国科学院高能物理研究所, 北京 100049;

2. 散裂中子源科学中心, 广东 东莞 523803;

3. 南方科技大学, 广东 深圳 518055;

4. 宁波东方理工大学, 浙江 宁波 315200)

摘 要: 中国散裂中子源高压中子衍射仪 (HPND) 是国内首台聚焦高压物质结构研究的飞行时间中子谱仪。高压中子衍射仪是一台兼具衍射和成像功能的中子谱仪, 使用退耦合水慢化器, 在 160 kW 功率下两个散射室的中子通量均大于 10^7 n/cm²/s, 90°探测器分辨率优于 0.6%。该谱仪拥有两个散射室并可以耦合高压、高温、低温、强磁场等不同的极端样品环境来开展极端条件下物质的结构测量。谱仪目前已搭载常温自动换样器、低温恒温器、活塞圆筒型压机 (Clamp Cell)、巴黎-爱丁堡压机 (VX4) 等设备, 可开展低至 1.5 K、超过 15 GPa 的原位极端条件下的中子衍射实验。中国散裂中子源高压中子衍射仪将于 2026 年 10 月正式对用户开放运行, 将成为研究物质在极端条件下结构演变的重要工具。

关键词: 散裂中子源; 中子谱仪; 中子衍射; 高压; 相变与结构

中图分类号: O521.3; O521.2; O571.56

文献标识码: A

压力作为基本的热力学参量能够显著改变体系的化学势, 是发现新物质、新结构、新反应的有力手段^[1,2]。相较于温度, 压力具有更为广阔的变化范围——可以从绝对真空到兆帕 (MPa)、吉帕 (GPa), 甚至到太帕 (TPa) 量级, 这使得在宽广压力区间内探索物质的新相态与新性质成为近年来科学研究的前沿热点之一。相较于常压研究, 高压科学已经在超导、超硬、储能等领域中取得了一系列突破性成果, 如镍基高温超导体^[3]、六方金刚石^[4]、金刚石纳米线^[5]、聚合氮^[6]等。在这些研究中, 原位高压晶体结构表征是揭示材料性质变化与其结构演化之间内在关联的唯一有效手段。通常通过将金刚石对顶砧 (DAC) 与同步辐射 X 射线衍射技术相结合, 可实现对样品在高压条件下的高精度结构测定^[7,8]。然而, 由于常规 X 射线穿透能力有限、仅对重元素敏感且无法测量磁结构, 其在水合物、储氢材料、磁性材料等原位高压结构测量中存在很大局限性^[9-11]。相比之下, 原位高压中子衍射技术在轻原子位置确定^[12]、磁结构测量^[13]、同位素区分^[14]等研究中发挥着重要作用, 且中子具备极强穿透性, 可以穿透各类压力、温度和磁场等样品环境^[15], 从而实现压力、温度和磁场等多维度耦合条件下的结构测量。原位高压中子衍射技术凭借其独特优势, 已成为高压科学中研究物质相变、新结构解析与磁结构演化的核心手段, 为推动该领域实现原创性发现和突破性进展提供了不可或缺的关键支撑。

中国散裂中子源 (CSNS) 是我国唯一、国际上第四台脉冲型散裂中子源, 于 2011 年在广东省东莞市开工建设, 2018 年通过国家验收并正式对用户开放。该装置规划建设 20 条束线, 其中一期

*收稿日期: 2026-07-24; 修回日期: 2026-09-18

基金项目: 国家重点研发计划 (2024YFE0110005, 2024YFE0110004); 国家自然科学基金 (12404029)

作者简介: 高德祥 (1995—), 男, 博士, 助理研究员, 主要从事高压原位中子衍射研究. E-mail:

gaodx@ihep.ac.cn

通讯作者: 康乐 (1982—), 男, 博士, 正高级工程师, 主要从事高压原位中子衍射研究. E-mail:

kangl@ihep.ac.cn

工程已自主完成小角中子散射仪、多功能反射仪和通用粉末衍射仪三台中子谱仪的建造；此外，还与国内高校和科研院所合作共建了高压中子衍射仪、高能直接几何非弹谱仪、工程材料中子衍射仪、高分辨中子衍射仪、大气中子辐照谱仪、能量分辨成像谱仪、微小角中子散射仪和多物理谱仪共八台中子谱仪。其中，高压中子衍射仪是专门面向高压科学研究的专用谱仪，于 2024 年 7 月正式出束并进入带束调试阶段。目前，该谱仪已完成高压、低温等样品环境的上线测试且开展了若干用户实验，已在磁性材料、负热膨胀材料、压卡材料和锂离子电池等领域取得初步成果。本文将介绍散裂中子源在高压科学中的应用，重点聚焦于中国散裂中子源高压中子衍射仪的高压技术和应用，详细介绍高压中子衍射仪的设计构造、功能参数以及配套的极端样品环境设备。

1 散裂中子源与高压研究

中子是组成原子核的粒子之一，于 1932 年由查德威克首次在实验中观测到，是一种质量与质子相近的不带电的中性粒子^[16]。此外，中子也具有波的性质，其波长与中子的速度相关，因此可以与物体发生散射和衍射等经典光学现象^[17,18]。不同于 X 射线与原子的电子云发生相互作用，中子是与原子核发生相互作用，其散射能力由原子核的散射截面决定且与原子序数无关^[19]。因此，轻元素原子核的中子散射能力可能强于重元素的原子核，这意味着中子衍射实验可以极大地弥补 X 射线衍射实验在轻元素位置标定上的不足^[20]。此外，由于中子散射能力与原子核的性质高度相关，不同同位素的中子散射能力差别极大，因此中子散射具有区分同位素的能力^[21,22]。以氢原子为例，氕（H）和氘（D）的散射长度大小不同且符号相反，当通过化学或生物的方法将分子中特定基团用氘标记后，该基团与未标记的基团在中子实验中表现出显著差异。这种氘代法在结构生物学、软物质科学等领域的复杂结构解析中具有不可替代的重要作用^[23]。中子是电中性粒子，在照射物体时可穿过内部电子云而不发生电磁相互作用，只有与原子核直接碰撞时才会发生吸收和散射过程，因此中子的穿透能力极强，这使得中子实验可搭配复杂样品环境来研究物质在极端条件下的结构演变。此外，中子本身具有磁性，是研究微观磁对称性和磁矩运动变化直观测试手段^[24]。综合上述优点，中子散射与同步辐射一样，已成为研究物质结构、晶格动力学、磁相变等领域中不可替代的实验技术。

中子源是产生高通量中子的大科学装置，按中子产生机制的不同，主要分为反应堆中子源和散裂中子源^[25]。反应堆中子源是以 ^{235}U 为燃料，通过核裂变反应持续释放中子和大量热量的一种大科学装置^[25]。受散热能力的限制，反应堆中子源所能提供的中子通量相对有限，因此在反应堆中子源上开展中子散射实验时，通常需要克量级样品，这一需求显著高于同步辐射实验对样品质量的要求。散裂中子源则是利用加速器将质子加速后轰击重金属靶从而产生高通量中子的大科学装置，其可提供的中子通量通常比反应堆中子源高 1-2 个数量级。高压科学研究中的样品量通常只有毫克量级甚至更低，因此更高的中子通量更有利于开展小尺寸样品的研究，基于这一优势，在散裂中子源上进行中子衍射实验已成为研究物质高压下结构演变的一种重要手段。20 世纪 80 年代，英国散裂中子源 ISIS 首次利用活塞圆筒压机和气体压腔开展了原位高压中子衍射实验，实验最高压力约 5 GPa^[26]。1992 年，巴黎大学和爱丁堡大学的研究人员合作开发出一种可应用于中子散射实验的新型高压装置——巴黎-爱丁堡压机（Paris-Edinburgh press），获得了铁在 15 GPa 下的可用于全谱拟合和精细结构精修的高质量中子衍射数据^[27]。该压力装置首次将原位高压中子衍射实验的压力上限提高到 15 GPa 以上，随后成为多个散裂中子源高压中子衍射仪的通用高压装置。英国散裂中子源 ISIS 的高压中子衍射仪 PEARL 于 1996 年投入运行，依托巴黎-爱丁堡压机可开展 0.5-28 GPa 的原位高压中子衍射实验^[28]。此外，PEARL 基于巴黎-爱丁堡压机开发了变温组件，在原位高压环境下可进一步耦合 80-1400 K 的温度条件，从而实现原位低温高压和高温高压的中子衍射实验^[29-32]。美国散裂中子源 SNS 的高压中子衍射仪 SNAP 于 2011 年投入运行，该谱仪采用中子聚焦光学器件，可将高通量中子聚焦到极小光斑，从而可以采集质量低于 0.2 毫克样品的高质量中子衍射数据。依托高通量中子的优势，SNAP 进一步开发了适用于中子散射实验的大体积金刚石对顶砧压机，将原位高压中子衍射实验的压力上限提升至 90 GPa 以上，并获得了冰 VII 相在 94 GPa 条件下具有明显衍射峰

的中子衍射数据^[33]。日本散裂中子源 J-PARC 的高压中子衍射仪 PLANET 于 2014 年投入运行, 与其他散裂源的高压中子衍射仪相比, PLANET 首次将六面顶大腔体压机应用于中子衍射实验, 可以在 16 GPa 和 1273 K 的极端高温高压条件下采集中子衍射数据, 显著拓展了中子衍射技术在高温高压研究中的应用范围^[34]。此外, PLANET 还开发了搭载纳米聚晶金刚石的高压装置, 在常温下获得了重水在 105 GPa 条件下可用于精修的高质量中子衍射数据, 对应样品的直径低至 0.3 毫米^[35]。位于东莞的中国散裂中子源于 2018 年启动我国首台高压中子飞行时间谱仪的建设, 并于 2024 年 7 月正式出束, 目前已进入带束调试阶段, 预计将于 2026 年 10 月正式面向用户开放运行, 本文将详细介绍中国散裂中子源的高压中子衍射仪的设计方案、功能参数以及可搭载的原位样品环境。

2 中国散裂中子源高压中子衍射仪

2.1 高压中子衍射仪构造

位于广东省东莞市的中国散裂中子源是目前国际上开放运行的四大散裂中子源之一, 也是我国唯一的散裂中子源。为充分发挥散裂中子源在中子科学研究的优势, 结合国内用户在中子科学研究与应用方面的实际需求, 并参考国际散裂中子源谱仪建设模式, 高压中子衍射仪被确定为首批与国内高校和科研院所联合共建的 8 台中子谱仪之一, 由散裂中子源科学中心与南方科技大学共同建设。为满足高压研究中微小样品散射实验对高通量中子的需求, 高压中子衍射仪使用退耦合水慢化器, 束线编号为 BL15, 其整体构造如图 1 所示。高压中子衍射仪主要由退耦合水慢化器、中子开关、斩波器系统、中子导管系统、探测器系统、径向准直器和束流垃圾桶等组成。谱仪设置了两个样品位置, 分别位于第一散射室和第二散射室, 对应不同的样品环境设备需求, 且两个样品位置分别处于两个独立的散射室空间中。谱仪的中子光路由中子光闸、聚焦导管、中子准直管和径向准直器等设备构成, 通过不同聚焦导管或准直管之间的位置互换来实现对两个散射室散射位点的切换及衍射与成像工作模式的调整。第一散射室的散射位点位于距慢化器 22.5 米处, 周边探测器覆盖角度约 128 度, 因此该散射位点具有较大的 d 值覆盖范围和 90° 位置探测器较好的分辨率, 能够满足小型样品环境和较大探测器覆盖角度的实验需求。成像工作模式的散射位点同样位于 22.5 米处, 前端互换导管采用准直管, 工作模式为透射式成像, 探测器为 $^6\text{LiF/Gd}_2\text{O}_3\text{:Tb}$ 中子转换屏配合 Andor CCD 相机, 高通量中子束流下可实现高分辨测试。第二散射室的散射位点位于距慢化器 29 米处, 是专门为大型高压设备—真三轴六面顶压机设计的样品位置。该位置的探测器覆盖在压机的可视孔径位置处, 具有 90° 位置探测器更高的分辨率以及更大的垂直方向探测立体角覆盖范围, 可满足微小样品的在高温高压条件下开展原位中子衍射实验的需求。

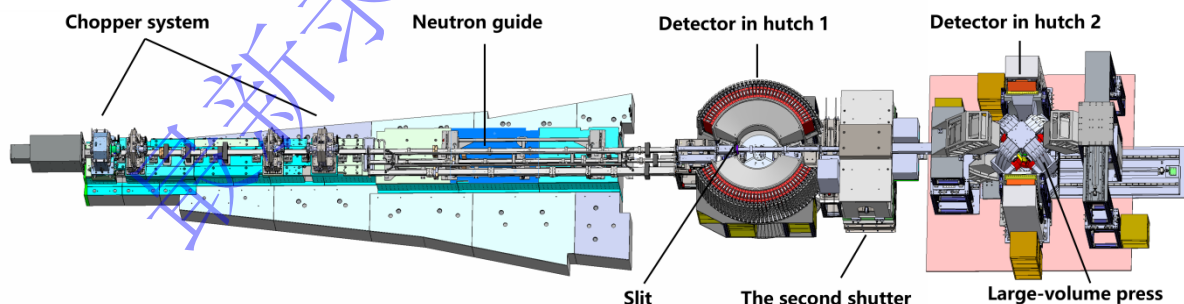


图 1 中国散裂中子源高压中子衍射仪构造图。从左到右依次为谱仪各部分系统。

Figure 1 Structure of the HPND at CSNS. From left to right are the component systems of the diffractometer.

2.2 高压中子衍射仪参数

高压中子衍射仪在不同散射位置的整体光路设置是不同的, 因此中子通量、分辨率和可测量的 d 值范围可以满足不同的实验需求, 具体参数如表 1 所示。当在第一散射室进行中子散射实验时, 25 Hz 频率和 160 kW 功率下斩波器截取的中子波段为 0.2-6.3 Å, 样品位置处通量为 1.90×10^7 n/cm²/s, 不同波长的中子将在不同时刻与散射位点的样品发生散射并被与中子束流垂直排列分布的

大角度覆盖的探测器接收。如图 2 所示，第一散射室的探测器对称分布在样品位置两侧 1.2 米处，共计 74 个模块，单边 37 个模块，每个模块由 8 根 ^3He 管组成，每根 ^3He 管包含 180 个像素单元。考虑到数据统计和散射几何的因素，所有的探测器模块按散射角被对称划分成 6 个探测器阵列，单边 3 个阵列，其中背散射角度和前散射角度的阵列包含 13 个模块， 90° 中角的阵列包含 11 个模块。由于散射角的不同，各阵列测量的 d 值范围和分辨率有明显的差异，其中背散射角度阵列可测量的 d 值范围为 0.3-3.5 Å，分辨率为 0.40%； 90° 中角阵列可测量的 d 值范围为 0.4-5.0 Å，分辨率为 0.72%；前散射角度阵列可测量的 d 值范围为 0.6-16.6 Å，分辨率为 1.57%。此外，第一散射室也具有中子成像的工作模式，该模式下成像视场为 30×30 毫米，空间分辨率为 25 微米。当光路切换到第二散射室时，相同频率和功率下入射中子波段截取为 0.55-5.65 Å，样品位置处的中子通量为 $4.26 \times 10^7 \text{ n/cm}^2/\text{s}$ 。不同于第一散射室，第二散射室 ^3He 管探测器与中子束流平行排列，位于样品位置 1.5 米处，共包含 42 个模块，每个探测器模块包含 8 根 ^3He 管，每根 ^3He 管包含 125 个像素单元。由于探测器都是平行中子束流排列，在中子测量时第二散射室所有 ^3He 管可测量的 d 值范围均为 0.4-4 Å，分辨率为 0.55 %。

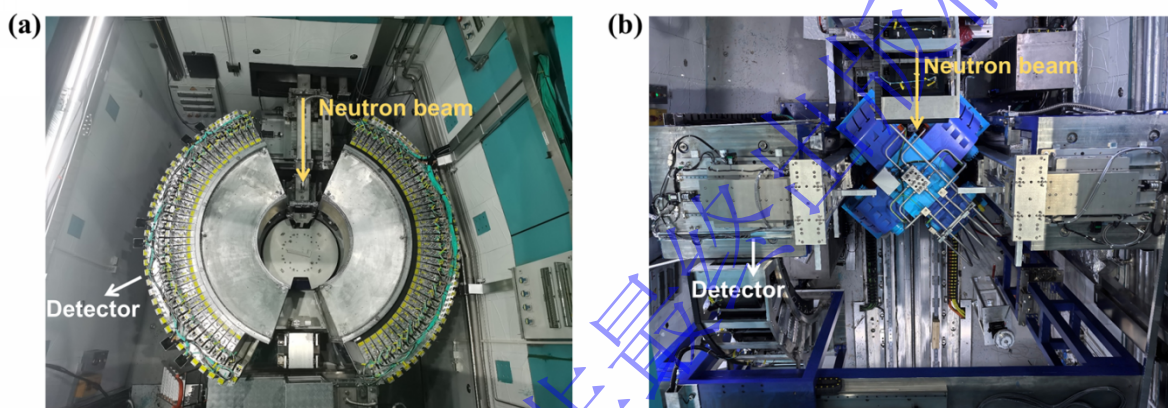


图 2 (a) 第一散射室俯视图。(b) 第二散射室俯视图。

Figure 2 (a) Top view of the hutch 1. (b) Top view of the hutch 2.

表 1 中国散裂中子源高压中子衍射仪仪器参数

Table 1 Instrument parameters of HPND at CSNS

Hutch	Neutron flux/ ($\text{n/cm}^2/\text{s}$)	Wavelength range/ Å	d -spacing rang/ Å	Resolution
Hutch 1	1.90×10^7	0.2-6.3	0.3-16.6	0.40%-1.57%
Hutch 2	4.26×10^7	0.55-5.65	0.4-4.0	0.55%

3 高压中子衍射仪的中子衍射技术

3.1 常温常压中子衍射的自动换样装置

高压中子衍射仪是一台“通用性”的中子衍射谱仪，不但能够开展极端条件下的中子衍射实验，而且可以高效开展大批量样品的常温常压条件下的中子衍射实验。高压中子衍射仪研制了一款拉簧型常温自动换样装置用于自动化开展常温常压的样品测试，这极大地提高了中子利用率和实验效率。如图 3 所示，自动换样装置由竖直运动机构、样品旋转机构、样品盘旋转机构、样品杆、连接法兰、监控装置、真空罩和电控柜等部分组成。装置包含 15 个样品位置，样品杆垂直下落的重叠定位精度小于 0.05 毫米，样品杆切换时的角度精度优于 0.05° 。实验时，先将约 1g 粉末样品装入材质为钨镍合金的圆筒状样品盒中，再将样品盒连接到自动换样装置的样品杆上，一次放入多个样品盒，通过程序控制依次进行测量，极大地提高了中子的利用效率。

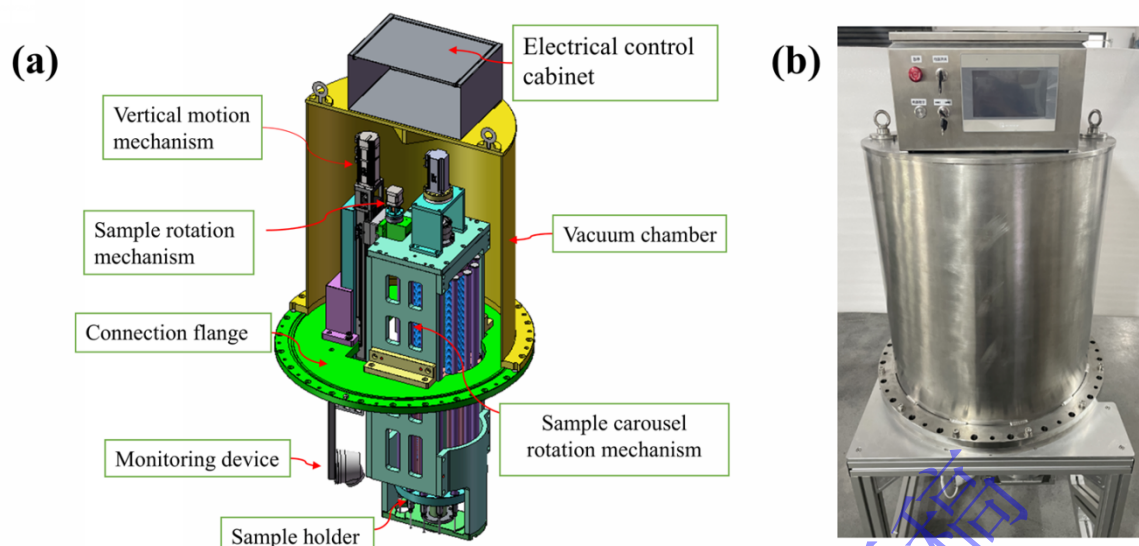


图 3 (a) 自动换样装置结构示意图。(b) 自动换样装置实物图。

Figure 3 (a) Schematic diagram of the automatic sample exchange device. (b) Physical photograph of the automatic sample exchange device.

3.2 原位低温中子衍射的低温恒温器

原位低温中子衍射是研究物质相变、热膨胀、磁结构等重要的实验手段。高压中子衍射仪团队研制了一台基于闭循环制冷机原理的用于原位中子衍射的低温恒温器设备。闭循环低温恒温器是现代中子散射实验中的关键样品环境设备，它能在不消耗液氦等昂贵制冷剂的情况下，为样品提供并精确维持 1.5 K 的极低温环境。该系统主要由制冷单元、恒温器主体和测控单元三大部分构成。系统的核心是制冷单元，通常采用 Gifford-McMahon (G-M) 循环制冷机，包含一台氦气压缩机和冷头。压缩机负责将高纯氦气加压，通过柔性管道输送至冷头。冷头内部有两级冷台，一级冷台通常用于冷却防辐射屏，二级冷台则提供更低的温度。恒温器主体直接服务于中子衍射实验的特殊需求，为防止低温恒温器产生中子衍射峰，其真空外罩和防辐射屏采用钒制结构。采用顶部装载 (Top-loading) 设计，样品处于静态氦气交换气氛中冷却，并可在系统保持低温时快速更换样品。测控单元包括安装在样品座上的高精度温度传感器（如硅二极管或 Cernox 传感器）和棒状加热器，它们与外部的控温仪构成闭环，实现从 1.5 K 到 800 K 温度的精确控制与变温。该系统的优势在于其自循环、无液氦消耗的特性，极大地降低了运行成本并摆脱了对液氦进口的依赖。通过精密控温，它能为中子衍射实验提供稳定、均匀的低温环境，支撑在材料科学、凝聚态物理等多领域开展低温结构和物性的研究。以 Yb_2O_3 样品为例，其在高压中子衍射仪的低温恒温器采集的数据如图 4 所示。结果表明当温度降低至 1.7 K 时，在 d 值大于 $3 \text{ \AA}$ 区域出现明显磁峰，表明 Yb_2O_3 发生了磁相变，与文献中 2.25 K 下发生磁相变结果相符^[36]，表明高压中子衍射仪的低温恒温器具备优异的低温测试能力。

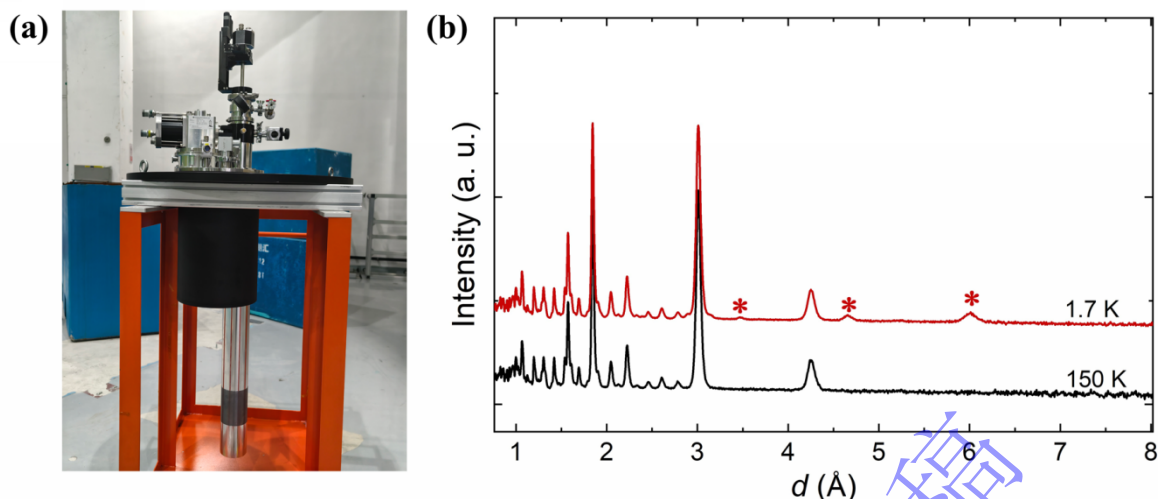


图 4 (a) 高压中子衍射仪低温恒温器装置结构示意图。(b) Yb_2O_3 的原位低温中子衍射数据。

Figure 4 (a) Schematic diagram of the cryostat device. (b) In-situ low-temperature neutron diffraction data of Yb_2O_3 .

3.3 原位高压中子衍射的活塞圆筒型压机

原位高压中子衍射实验是研究兆帕斯卡原位高压结构的重要手段，活塞圆筒型压机则是最常用的实现兆帕斯卡压力的样品环境设备。高压中子衍射谱仪具备 3 种不同规格的活塞圆筒压机，分别可实现 300、600 及 800 MPa 的安全工作压力。压机由活塞圆筒腔体和手动加压装置两部分构成。活塞圆筒腔体为本压力装置的核心部分，其部件均为无磁性材料加工而成，可以满足低温和磁场下的多场耦合测试需要。如图 5 所示，活塞圆筒高压腔体由圆筒、上/下碳化钨垫块、活塞、上/下锁紧螺母、聚四氟乙烯样品管、上/下密封圈和加压杆等部件组成。手动加压装置用于对活塞圆筒高压腔体进行加压。手动加压装置主要包括手动液压泵、针阀、数字压力表、油缸和加压框架。活塞圆筒压机使用的传压介质为全氟三丁胺，全氟三丁胺不含氢元素，防止氢元素的中子非相干散射造成较高背景。样品在某个加载力下受到的实际压强，可以通过电阻法定点标定或利用压标（如 NaCl、Pb 和 KBr 等）的中子衍射谱获得的 Birch-Murnaghan 状态方程计算得出^[37,38]。

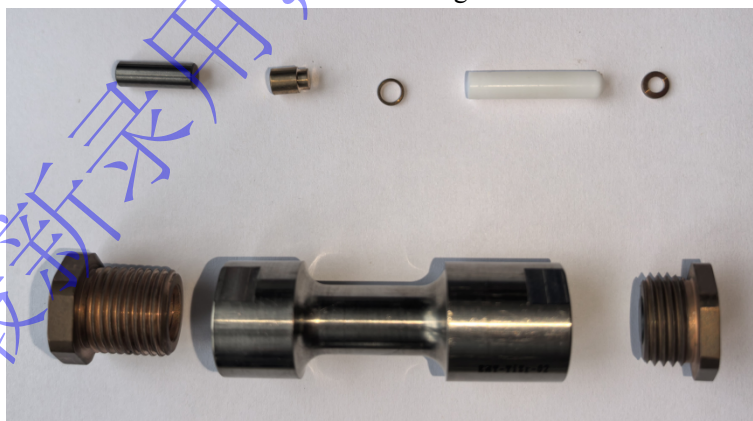


图 5 活塞圆筒型压机结构示意图。

Figure 5 Schematic diagram of the piston cylinders cell.

3.4 原位高压中子衍射的巴黎-爱丁堡压机

巴黎-爱丁堡压机是国际上高压中子衍射仪通用的压力装置，既能提供超过 20 GPa 的极端高压环境，也可以提供较大样品仓来容纳毫克级样品以满足中子衍射数据统计的基本实验需求^[39,40]。中国散裂中子源的高压中子衍射仪使用的是 VX4 型压机，使用 4 毫米和 6 毫米两种规格的压砧。6 毫米的单凹曲面压砧的材质是氮化硼，适用于开展 10 GPa 以内的原位高压中子衍射实验。4 毫米的双凹曲面压砧的材质是聚晶金刚石，适用于开展 20 GPa 以内的原位高压中子衍射实验。实验压

砧及组装如图 6 所示, 压砧表面除样品组装接触位置均涂有吸收杂散中子的 Gd_2O_3 , 且在靠近样品处设置了一个材质为碳化硼的小型准直器, 准直器出口高度为 1 毫米, 宽度为 4 或 6 毫米。在吸收中子涂层和小口径准直器的共同作用下, 中子束斑被聚焦到较小尺寸, 压砧散射的中子信号被极大地抑制。高压中子实验所用的封垫为 TiZr 环形封垫, 是一种无中子衍射峰的材料, Ti 和 Zr 的摩尔分数为 67.7% 和 32.3%^[41]。以 4 毫米双凹曲面压砧实验为例, 先将 62 毫克的 NaCl 粉体用两端为凹曲面的模具压缩成柱状, 再将制模后的样品与 TiZr 封垫一起置于压机内, 利用油泵进行加压并采集中子衍射数据, 其中低压下采集时长约 4-6 小时, 高压下采集 8-10 小时。其原位高压中子衍射数据随油泵压力的变化如图 6 所示, 随着油压的增大, NaCl 的衍射峰往低 d 值方向移动, 在 30 MPa 以上时出现聚晶金刚石压砧的信号, 该信号是压砧在样品高度随压力增大减小时逐渐暴露在中子束流光斑下所产生。实验中最大油压为 140 MPa, 根据文献中报道的 NaCl 的三阶 Birch-Murnaghan 状态方程计算可知, 该条件下 NaCl 实际压力为~16 GPa^[37,38]。此压力也是目前本谱仪 4 毫米压砧可进行原位高压中子衍射实验的最大安全压力, 更高的压力下 TiZr 封垫有较大机率发生破裂, 影响实验的安全性。未来几年随着中国散裂中子源靶站功率的进一步提高, 高压中子衍射仪的中子通量将进一步提高, 谱仪计划采用 3 毫米及以下尺寸的压砧开展更高压力的中子衍射实验, 并进一步优化谱仪中子衍射本底提高高压数据信噪比, 发展如小尺寸金刚石对顶砧压机等其它高压设备, 持续拓展高压中子衍射的实验压力, 为用户提供更多的实验选择。

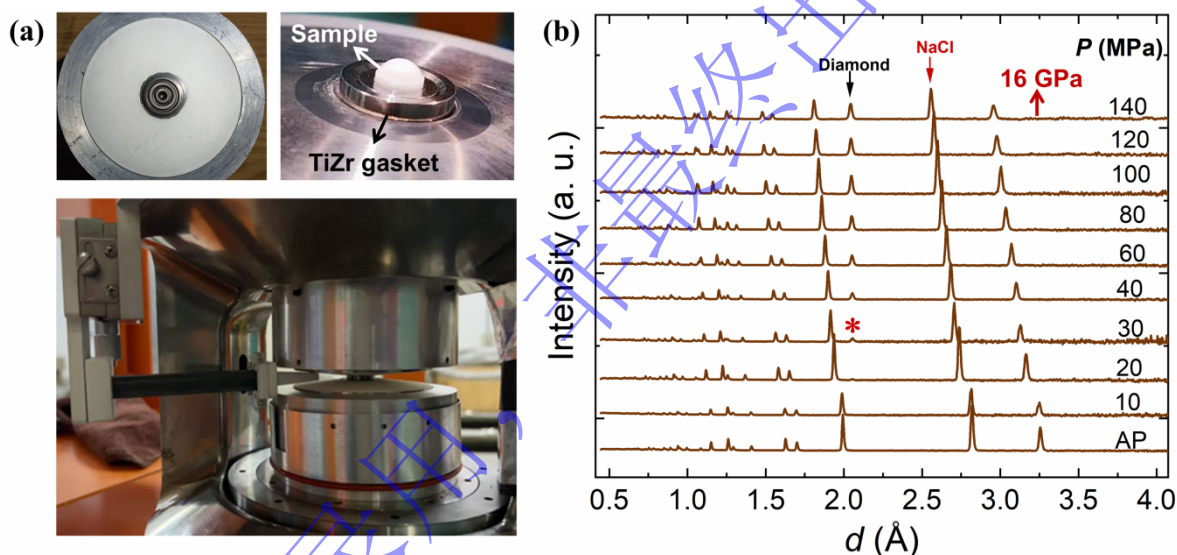


图 6 (a) 巴黎爱丁堡压机压砧、样品组装及实验装置图。(b) NaCl 粉末样品的原位高压中子衍射谱。

Figure 6 (a) Schematic diagram of the anvil, sample assembly, and experimental apparatus of the Paris-Edinburgh press. (b)

In situ high-pressure neutron diffraction patterns of the NaCl powder.

3.5 原位高温高压中子衍射的真三轴六面顶压机

原位高温高压中子衍射表征技术也是中国散裂中子源高压中子衍射仪致力发展的重要技术之一。中国散裂中子源高压中子衍射仪具备一台国产的真三轴六面顶压机, 该压机由散裂中子源科学中心、南方科技大学与桂林桂冶机械股份有限公司联合研制。该压机设备是专门为国家重大科技基础设施中国散裂中子源量身定制的核心装备之一, 也是继德国和日本之后世界第三台同类装备, 是我国首台能同时产生超高压、高温和偏应力的大科学装置。如图 7 所示, 设备配备直径 360 mm 的六面顶油缸单元, 单缸额定推力达 6000 kN, 由六组独立的伺服控压装置驱动, 可实现各油缸的独立精准控压, 支持单轴偏压及真三轴全独立加载。采用二级 6-8 型组装时 (即在六面顶压机的一级立方压腔内, 放入 8 个截角硬质合金立方块作为二级增压单元, 8 个截角面围出八面体样品高压腔), 样品高度可达 3 mm, 最高压强可达 20 GPa, 最高温度可达 2200 °C。其主体结构的大开口设计为径向准直器等中子光学器件提供了充裕的安装空间, 是大腔体压机与中子光学技术结合的关键

优化。然而，作为一台集超高压、高温、真三轴偏压与中子衍射于一体的复杂大科学装置，其系统联调需要经历漫长的参数优化与稳定性验证过程。受限于当前有限的调试时间，该设备目前主要完成了压力和温度的离线调试，将在未来谱仪带束调试过程中不断优化实验条件，逐步投入开放运行。

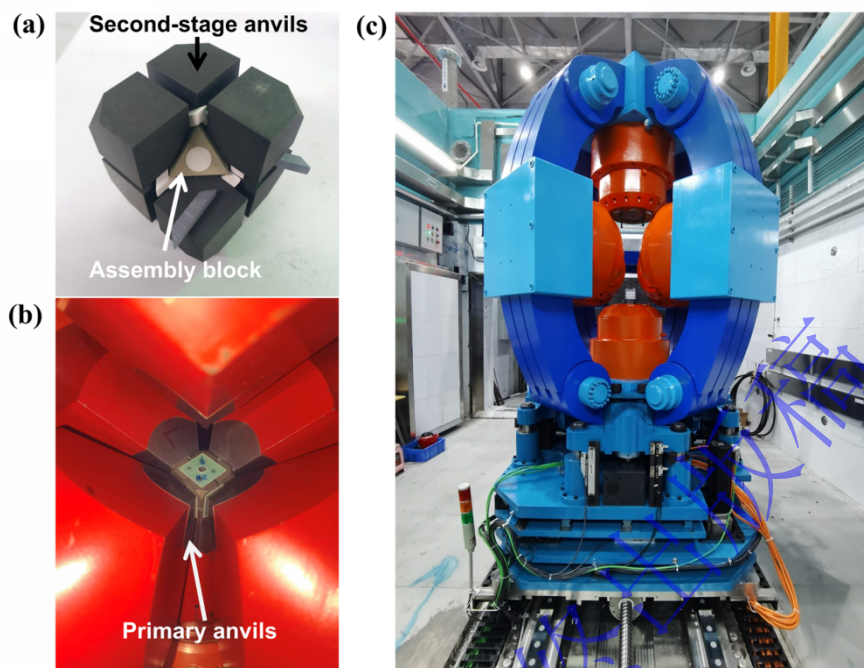


图 7 (a) 二级压砧组装。(b) 实验时样品组装。(c) 真三轴六面顶压机示意图

Figure 7 (a) The secondary anvil assembly. (b) Sample assembly in experiment. (c) Schematic diagram of the true tri-axial six-anvil press.

4 高压中子衍射仪应用

4.1 新能源锂离子电池的中子衍射研究

中子对轻元素敏感，是研究锂离子电池中 Li 的结构演变的重要探针^[42-44]。在电池正极材料方面，钴酸锂是目前消费级锂电池应用非常广泛的正极材料，但是传统的 O3 型钴酸锂（LCO）在高电压下存在结构不稳定、氧释放和相变等问题，其实际容量被限制在约 220 mAh/g^[45]。近期研究发现 O2 型钴酸锂则在高电压下表现出显著更高的容量和更优的循环稳定性，其层间距更大、结构柔性更强，有利于 Li⁺快速扩散并抑制不可逆氧损失^[46]。O2 型钴酸锂无法通过常规高温固相法直接合成，通常采用熔盐离子交换法从钠钴氧化物前驱体转化而来^[47]。然而，前驱体中 Na 含量如何影响离子交换过程中的相变路径、最终产物的相组成以及电化学性能仍是未知的。中国科学院物理研究所团队利用熔盐离子交换法从不同钠含量的钠钴氧化物前驱体合成了一系列锂钴氧化物正极材料，并在高压中子衍射谱仪上采集了该系列正极材料的中子衍射数据，如图 8 所示^[48]。实验结果表明，通过不同钠含量的前驱体合成的产物均为多相共存的材料，除 O2 型钴酸锂外，产物中还可能存在锂离子处于扭曲四面体位的 T#2 相、残留的 Co₃O₄ 或传统的 O3 型钴酸锂。中子衍射实验精确地得到了材料中轻原子 Li⁺和 O²⁻的精确位置和比例，且明确各相中 Li⁺的含量不会随前驱体 Na 的含量改变而变化。相比与 XRD 实验结果，中子衍射的实验结果对该电池正极材料进行了更加精准的相成分和精细结构的标定，为后续通过调控前驱体 Na 含量来定向拼配理想结构提供了晶体学上的铁证。团队最终确定从 Na_{0.8}CoO₂ 前驱体合成的钴酸锂复合材料只包含 O2 型钴酸锂和残留的 Co₃O₄，不包含 O3 型和 T#2 相钴酸锂，拥有最高放电容量为 247.1 mAh/g，是最佳的 O2 型钴酸锂正极材料。

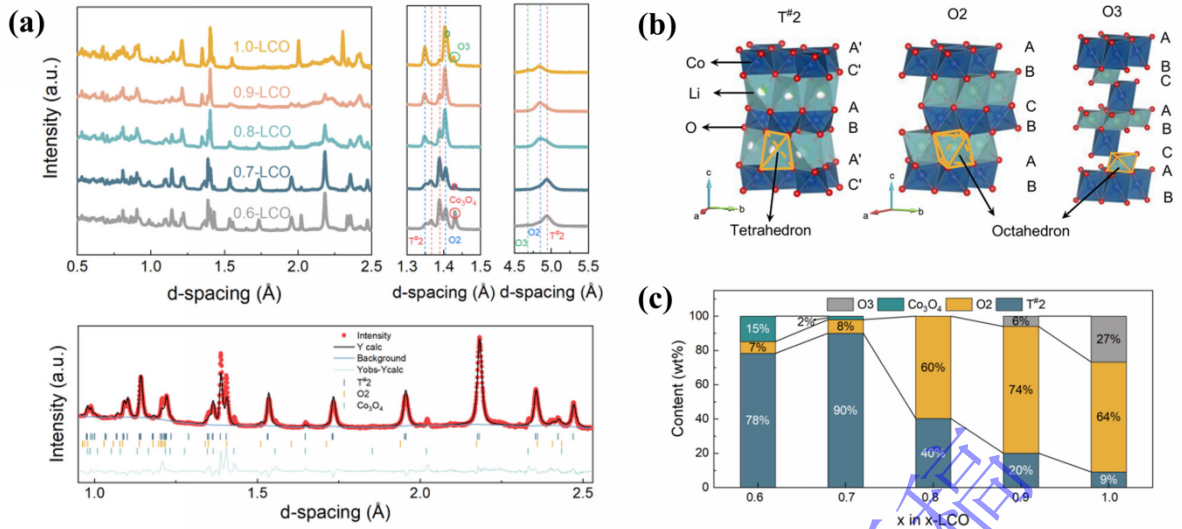


图 8 (a) 不同 Na 含量的前驱体合成的钴酸锂产物的中子衍射谱及 0.7-LCO 中子衍射谱精修效果图。(b) 钴酸锂三种相的结构示意图。(c) 不同 Na 含量的前驱体合成的钴酸锂产物中相成分含量^[48]。

Figure 8 (a) Neutron diffraction patterns of LCO synthesized from precursors with different Na contents, and the Rietveld refinement results of the 0.7-LCO neutron diffraction pattern. (b) Schematic crystal structures of the three phases of LCO. (c) Phase composition in the LCO synthesized from precursors with different Na contents^[48].

除电池正极材料外，中子衍射在解析固态电解质的晶体结构方面也能提供重要的实验依据^[49,50]。全固态锂金属电池因高安全性和高能量密度被视为下一代储能技术，在众多固态电解质中，氮化锂（Li₃N）因其对锂金属本征热力学稳定且离子电导率高而备受关注^[51]。然而，尽管氮化锂性质优越，在实际固态锂金属电池中金属锂往往会自发渗入氮化锂晶格内部从而形成混合离子-电子导电区，为其应用埋下了短路隐患^[52]。针对这一问题，南方科技大学团队采取向 Li₃N 晶格中引入 LiF 进行 F 掺杂的方法，合成不同掺杂量的 Li_{3-2x}N_{1-x}F_x 固态电解质^[53]。如图 9 所示，X 射线衍射结果表明，无论 F 掺杂多少，其整体衍射谱图区别不大，无法得知 F 是否掺入及掺入比例。相比于 X 射线衍射，高压中子衍射谱仪的中子衍射实验则完全确定了 F 的掺杂量及掺杂位点。精修结果表明，Li_{2.9}N_{0.95}F_{0.05} 结构中 F 的掺杂占据了原结构中 N 的位置，且结构中 Li1 占有率为 0.972 而 Li2 位置仅有 0.927，Li2 的空位正是由于 F 离子引入造成，而这些空位恰恰为 Li⁺ 提供了快速迁移通道。中子衍射实验帮助看清掺杂后体系中轻原子的位置和占有率，证实了结构内存在 Li 空位，为后续键价能（BVSE）方法计算 Li⁺ 迁移路径提供准确的初始原子坐标。

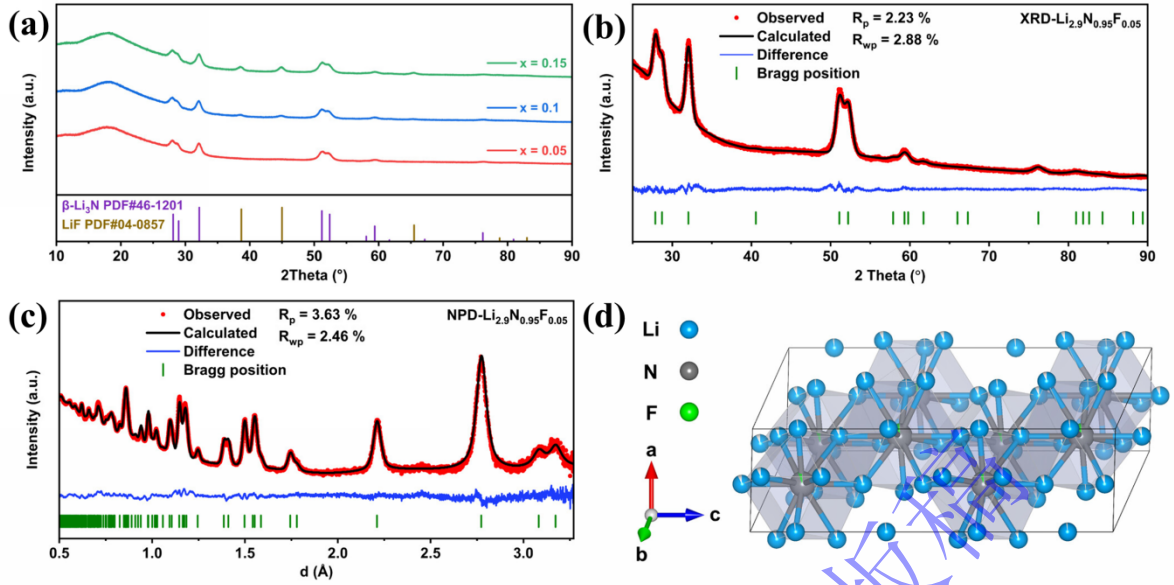


图 9 (a) $\text{Li}_{3-2x}\text{N}_{1-x}\text{F}_x$ ($x=0.05, 0.1, 0.15$) 的 XRD 图。 (b) $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$ XRD 数据及精修效果图。 (c) $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$ 中子衍射数据及精修效果图。 (d) $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$ 晶体结构示意图^[53]。

Figure 9 (a) XRD pattern of the $\text{Li}_{3-2x}\text{N}_{1-x}\text{F}_x$ ($x=0.05, 0.1, 0.15$). (b) XRD pattern and Rietveld refinement results of $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$. (c) Neutron diffraction pattern and Rietveld refinement results of the $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$. (d) Schematic diagram of the crystal structure of $\text{Li}_{2.9}\text{N}_{0.95}\text{F}_{0.05}$ ^[53].

在电池回收方面，中子衍射能准确定位回收过程中电池材料的结构变化。三元层状氧化物（NCM）是工业应用中常见的电池正极材料，但其使用寿命较短，大量退役将对环境带来严峻的重金属污染风险^[54]。现有的火法、湿法冶金回收工业存在 Li 回收效率差、产生有毒废水等缺陷^[55]，清华大学团队则利用退役正极材料的固有缺陷并混合其他金属氧化物重新煅烧，将退役材料变废为宝重新合成比原正极材料性能更优的高比能正极^[56]。该团队通过将退役的 $\text{LiNi}_{0.5}\text{Co}_{0.2}\text{Mn}_{0.3}\text{O}_2$ (NCM523) 与 $\text{LiOH} \cdot \text{H}_2\text{O}$ 、 MnO_2 和 Co_2O_3 混合煅烧获得了更高性能的富锂锰基层状氧化物，并利用中子衍射追踪材料回收过程的结构演变。如图 10 所示，中子衍射结果表明，退役的 NCM523 存在 4.9% 的氧空位以及严重的 Li/Ni 阳离子混排，这表明退役的 NCM 的结构破坏严重。此外，中子衍射结果还发现最终的富锂锰基层状氧化物结构为两相共存结构，煅烧过程中添加的外源 Li^+ 不仅修复了原结构中的锂空位，还有一些锂进入过渡金属层形成富锂相。相比与常规 X 射线衍射结果，中子衍射凭借其对氧和锂的高敏感性直接分离了产物中两种相的贡献，确定了产物的结构，并为后续动力学计算理解 Li 的迁移机制提供了初始结构。

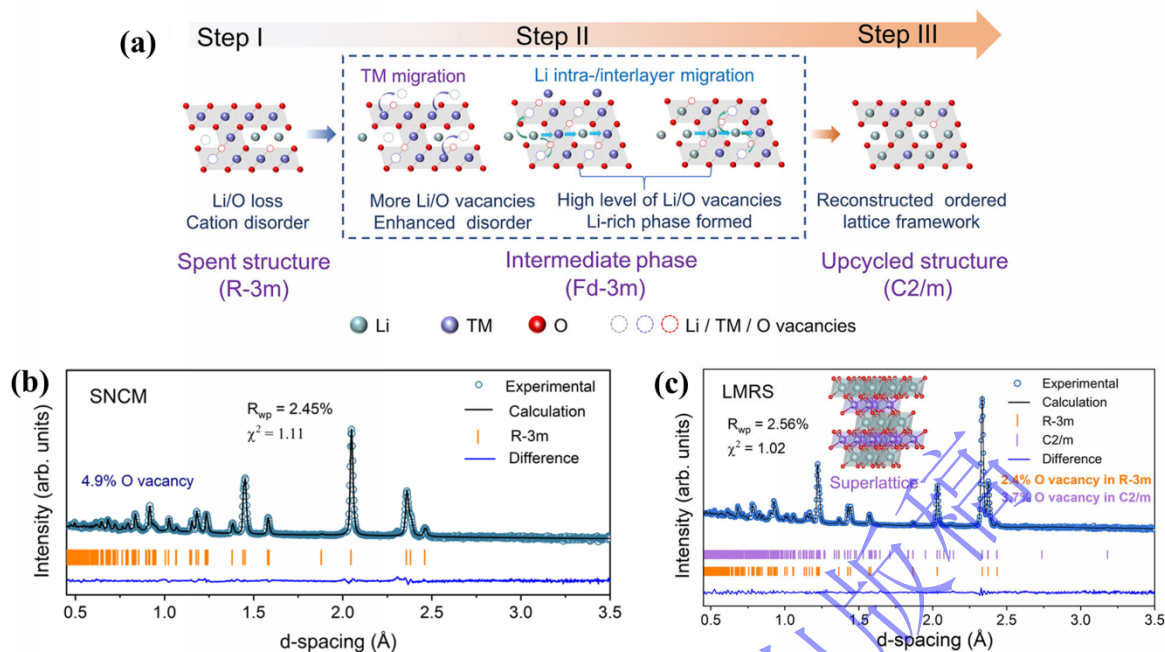


图 10 (a) 从废弃层状结构到再生富锂相转变过程中的颗粒演化与阳离子迁移。(b) 退役的 NCM523 中子衍射数据精修效果图。(c) 由废旧 NCM 升级而来的富锂材料的中子衍射数据精修效果图^[56]。

Figure 10 (a) Particle evolution and cation migration during the phase transition from spent layered to regenerated Li-rich phase. (b) Rietveld refinement results of the NPD pattern for spent NCM523. (c) Rietveld refinement results of the NPD pattern for Li-rich material from spent^[56].

4.2 磁电输运材料的中子衍射研究

常规 X 射线衍射主要提供平均晶体结构和相纯度信息，但在解析轻元素位置、相近原子序数元素占位以及磁结构演化方面存在局限。相比之下，中子衍射不仅能够通过核散射精确表征晶体结构，还可利用磁散射直接探测材料中的磁有序状态，因此在研究磁相变、磁性元素占位和磁电输运机制方面具有独特优势。磁电输运材料通常涉及晶体结构、磁有序、载流子输运和晶格响应等多个自由度，其宏观物性往往来源于“自旋—晶格—电荷”之间的强耦合。对于这类材料，用中子作为探针进行研究则极大地体现出其独特地优势。近期，中国科学院高能物理研究所与北京航空航天大学等单位合作系统研究了 Co 取代对反钙钛矿化合物 $\text{Mn}_3\text{Ni}_{1-x}\text{Co}_x\text{N}$ 磁性、输运和热膨胀行为的影响^[57]。 Mn_3NiN 是一种典型的反钙钛矿磁电输运材料，低温下表现出非共线反铁磁有序，并伴随近零电阻温度系数和磁体积效应。然而，其磁转变温度相对较低，磁电调控范围有限。Co 与 Ni 在元素周期表中相邻，且 Co 具有较强磁性，因此以 Co 部分取代 Ni 位有望调节 Mn 原子间的交换相互作用，进而改变磁有序和输运行为。由于 Ni 和 Co 原子序数相近，X 射线对二者的散射差异有限，难以准确区分实际 Ni/Co 占位比例。为此，研究团队利用中国散裂中子源高压中子衍射仪对 Co 掺杂样品进行了粉末中子衍射测量，如图 11 所示。结果表明，名义组成为 $x = 0.5$ 的样品实际组成为 $\text{Mn}_3\text{Ni}_{0.45}\text{Co}_{0.55}\text{N}$ ，并含有约 2.51 wt% 的 MnO 杂相。中子衍射精确确定了 Co 掺杂后反钙钛矿体系的晶体结构、实际组分和杂相含量，为进一步分析 Co 取代诱导的反铁磁-亚铁磁转变、交换偏置效应和反常霍尔输运提供了关键晶体学依据。

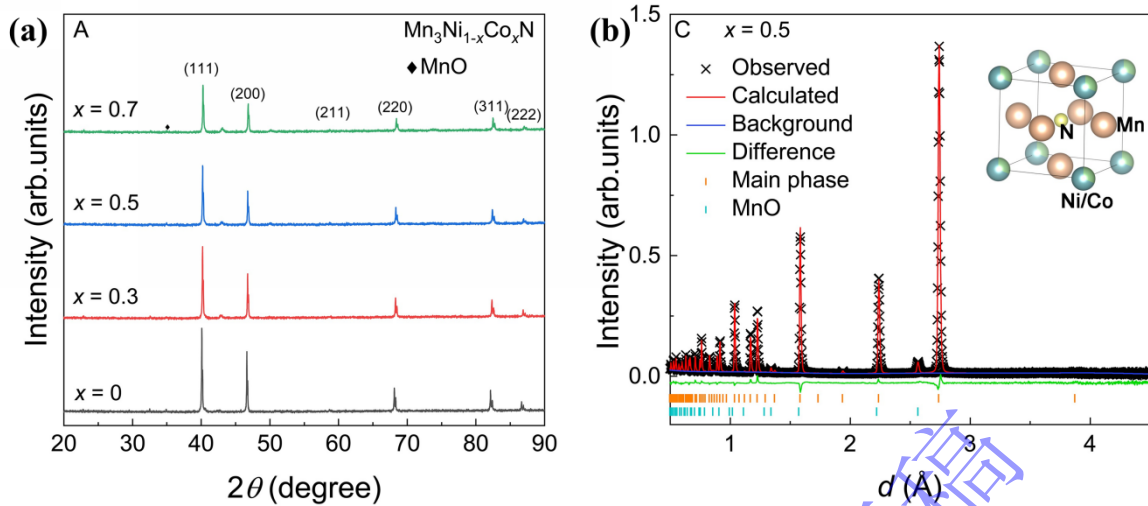


图 11 (a) 不同 Co 含量 ($x = 0, 0.3, 0.5, 0.7$) 样品的室温 X 射线衍射图谱。(b) $x = 0.5$ 样品的中子衍射数据精修效果图^[57]。

Figure 11 (a) Room temperature X-ray diffraction patterns for different Co concentrations ($x = 0, 0.3, 0.5, 0.7$). (b) Rietveld refinement of the neutron diffraction pattern for the $x = 0.5$ sample^[57].

4.3 负热膨胀材料的中子衍射研究

原位高压同步辐射实验往往聚焦于研究吉帕斯卡压强尺度下的结构研究，而原位高压中子衍射实验则对兆帕斯卡的原位高压结构研究具有更大的优势，并且能够同时耦合温度这一变量开展原位高压变温中子衍射实验。铝基复合材料因低密度、高比强度、高热导率而广泛用于航空航天、微电子封装等领域^[58,59]。然而，铝本身具有高热膨胀系数，尺寸易受温度影响，这严重制约了其高精度应用，填充负热膨胀材料则成为解决这一问题的重要方法^[60]。北京科技大学团队利用中国散裂中子源高压中子衍射仪的活塞圆筒型压机结合低温恒温器对负热膨胀材料进行了原位高压变温的中子衍射研究^[61]。如图 12 所示，中子衍射结果表明， $\text{Zn}_{1.6}\text{Mg}_{0.4}\text{P}_2\text{O}_7$ (ZMPO) 作为负热膨胀填料在 300 MPa 下的相变起始温度相比于常压下从 40°C 提前至 -20°C，且相变过程在 -20 至 50°C 区间均匀完成，为应力宽化负热膨胀温区提供了直接证据。此外，中子衍射结果精确地给出了材料随温度相变时其两相的组成比例，给出了两相占比随温度的连续变化曲线，为材料发生均匀相变过程提供了关键晶体学定量的证据。

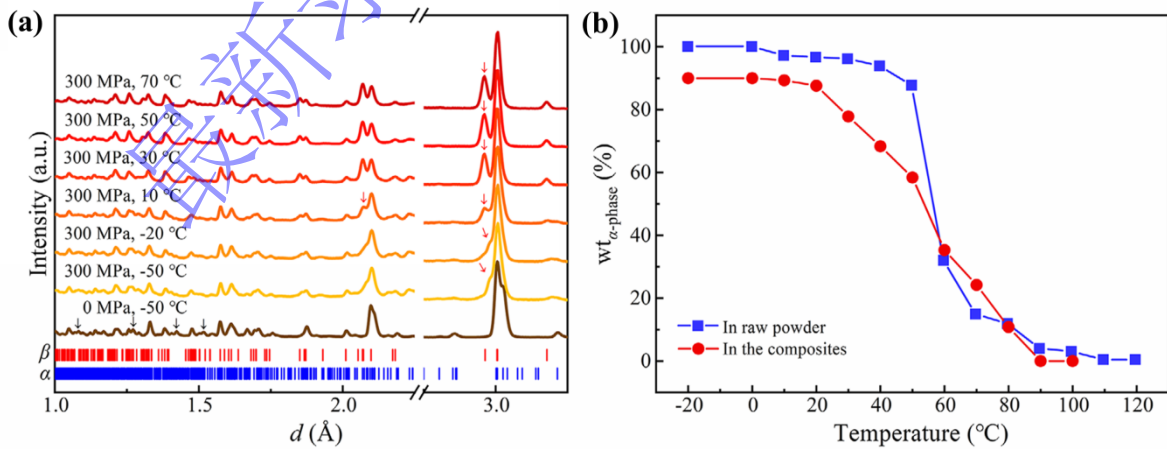


图 12 (a) 原料 ZMPO 粉末在 0 和 300 MPa 压力下的变温中子粉末衍射谱图。(b) 复合材料和原料粉末中 α -ZMPO 和 β -ZMPO 相的相对含量^[61]。

Figure 12 (a) Temperature-dependent NPD patterns of raw ZMPO powder at 0 and 300 MPa. (b) Mass fractions of α -ZMPO and β -ZMPO in the composites and raw powder^[61].

5 结 论

中国散裂中子源高压中子衍射仪是一台“通用性”的中子衍射谱仪，可以搭载温度、压力和磁场等样品环境设备，开展变温、变压和变场等多场耦合的中子衍射实验，是研究极端条件下物质结构的科学重器。高压中子衍射仪是一台高通量、中等分辨的谱仪，160 kW 功率下，目前已投入实验使用的第一散射室的中子通量达到 1.9×10^7 n/cm²/s，90° 探测器分辨率优于 0.6%，大角度覆盖的探测器可测量的 d 值高达 16.6 Å。高压中子衍射仪已投入自动换样设备、低温恒温器、活塞圆筒型压机、巴黎-爱丁堡压机等样品环境设备，可开展温度低于 1.5 K、压力高达 16 GPa 的原位中子衍射实验。高压中子衍射仪试运行期间已经为用户提供了一定的机时，并在锂离子电池正极材料、固态电解质、负热膨胀材料、磁电输运材料等领域已经取得了一系列的成果。高压中子衍射仪的巴黎-爱丁堡压机也已开展了二维材料、含能材料、钙钛矿材料等领域的相关研究，研究成果有待发表。对照于国际上其他散裂中子源的高压中子衍射仪，本谱仪在未来也将拓展原位低温高压、高温高压以及常温下大于 20 GPa 的中子衍射技术，为更多领域的用户提供更有力的支撑。其中，原位低温高压中子衍射设备将在中国散裂中子源二期工程建设期间准备就绪，预计于 2027 年到货调试，可开展测试的温度区间为 10-300 K，耦合原位压力极限约为 10 GPa；可开展原位高温高压中子衍射实验的国产六面顶大腔体压机也已在第二散射室安装完成，初步开展了带束调试；常温下 20 GPa 以上的中子衍射将依托巴黎-爱丁堡压机并利用 3 毫米及更小尺寸的聚晶金刚石压砧来实现，预计将于 2027 年投入使用。高压中子衍射谱仪团队将持续优化高压实验条件、拓展高压中子衍射技术，持续为高压科学领域的研究人员提供实验机时，使中国散裂中子源高压中子衍射仪成为高压科学研究领域最重要的大科学装置之一。

在中国散裂中子源高压中子衍射仪的设计、建设和调试过程中，得到了中国科学院高能物理研究所、散裂中子源科学中心各专业组，南方科技大学的王培、刘影、王鹏飞、李赞、高磊、李威威等科研人员，北京高压科学研究中心的李阔研究员，中国科学院物理研究所的于晓辉研究员，中国工程物理研究院核物理与化学研究所的房雷鸣研究员的帮助，在此表示诚挚的感谢！在本文撰写和校对过程中得到蔡锦群、胡冬梅博士后的协助！感谢中国散裂中子源设施(<https://cstr.cn/31113.02.CSNS>) CSNS 高压中子衍射仪（深圳市光明科学城发展建设有限公司及其材料基因组大科学装置平台重大科技基础设施）(<https://cstr.cn/31113.02.CSNS.HPND>)为本文提供中子衍射数据支持。

参考文献

- [1] HEMLEY R J. Effects of high pressure on molecules [J]. Annu. Rev. Phys. Chem., 2000, 51(1): 763-800.
- [2] MCMILLAN P F. Chemistry at high pressure [J]. Chem. Soc. Rev., 2006, 35(10): 855-857.
- [3] PUPHAL P, REISS P, ENDERLEIN N, et al. Unconventional crystal structure of the high-pressure superconductor La₃Ni₂O₇ [J]. Phys. Rev. Lett., 2024, 133(14): 146002.
- [4] YANG L, LAU K C, ZENG Z, et al. Synthesis of bulk hexagonal diamond [J]. Nature, 2025, 644(8076): 370-375.
- [5] GAO D, TANG X, XU J, et al. Crystalline C₃N₃H₃ tube (3,0) nanothreads [J]. Proc. Natl. Acad. Sci. U.S.A., 2022, 119(17): e2201165119.
- [6] EREMETS M I, GAVRILIUK A G, TROJAN I A, et al. Single-bonded cubic form of nitrogen [J]. Nature Mater., 2004, 3(8): 558-563.

- [7] 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 Radiat. Extremes*, 2020, 5(1): 018403.
- [8] LIU J. High pressure x-ray diffraction techniques with synchrotron radiation [J]. *Chinese Phys. B*, 2016, 25(7): 076106.
- [9] FARRUGIA L J. Accurate H-atom parameters from X-ray diffraction data [J]. *IUCrJ*, 2014, 1(5): 265-266.
- [10] MCCUSKER L B. Electron diffraction and the hydrogen atom [J]. *Science*, 2017, 355(6321): 136-136.
- [11] IZYUMOV Y A. Neutron-diffraction studies of magnetic structures of crystals [J]. *Sov. Phys. Usp.*, 1980, 23(6): 356-374.
- [12] HABERL B, GUTHRIE M, BOEHLER R. Advancing neutron diffraction for accurate structural measurement of light elements at megabar pressures [J]. *Sci. Rep.*, 2023, 13(1): 4741.
- [13] 房雷鸣. 吉帕压力下原位中子衍射技术及其在铁中的应用 [J]. *高压物理学报*, 2016, 30(1): 1-10. FANG L M. In situ neutron diffraction techniques at gigapascal pressures and its application in iron [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2016, 30(1): 1-10.
- [14] SEILER P, MARTINONI B, DUNITZ J D. Can X-ray diffraction distinguish between protium and deuterium atoms? [J]. *Nature*, 1984, 309(5967): 435-438.
- [15] 胡冬梅, 邓司浩, 孙莹等. 复杂磁结构的中子散射研究: 机遇与挑战 [J]. *物理学报*, 2026, 75(1): 1-19. HU D M, DENG S H, SUN Y, et al. Neutron scattering studies of complex magnetic structures: Advances and challenges [J]. *Acta Phys. Sin.*, 2026, 75(1): 1-19.
- [16] CHADWICK J. The existence of a neutron [J]. *Proc. R. Soc. London A*, 1932, 136(830): 692-708.
- [17] ABELE H. The neutron. Its properties and basic interactions [J]. *Prog. Part. Nucl. Phys.*, 2008, 60(1): 1-81.
- [18] KLEIN A G, WERNER S A. Neutron optics [J]. *Rep. Prog. Phys.*, 1983, 46(3): 259-335.
- [19] BACON G E, LONSDALE K. Neutron diffraction [J]. *Rep. Prog. Phys.*, 1953, 16(1): 1-61.
- [20] AMANN-WINKEL K, BELLISSENT-FUNEL M C, BOVE L E, et al. X-ray and neutron scattering of water [J]. *Chem. Rev.*, 2016, 116(13): 7570-7589.
- [21] PRINCE E. Neutron scattering instrumentation: A tutorial review [J]. *Appl. Spectrosc. Rev.*, 2004, 34(3): 159-172.
- [22] HANNON A C, GIBBS A S, TAKAGI H. Neutron scattering length determination by means of total scattering [J]. *J. Appl. Crystallogr.*, 2018, 51(4): 854-866.
- [23] CHATAKE T, FUJIWARA S. A technique for determining the deuterium/hydrogen contrast map in neutron macromolecular crystallography [J]. *Acta Crystallogr. D*, 2016, 72(1): 71-82.
- [24] GREENE G L, RAMSEY N F, MAMPE W, et al. Measurement of the neutron magnetic moment [J]. *Phys. Rev. D*, 1979, 20(9): 2139-2153.
- [25] 房雷鸣. CMRR 中子科学平台的高压中子衍射技术及应用 [J]. *高压物理学报*, 2020, 34(5): 050104. Fang L M. High pressure neutron diffraction techniques and applications at CMRR neutron science platform [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2020, 34(5): 050104.
- [26] MCWHAN D B. Neutron scattering at high pressure [J]. *Rev. Phys. Appl.*, 1984, 19(10): 715-718.
- [27] BESSON J M, NELMES R J, LOVEDAY J S, et al. Neutron diffraction by time-of-flight spectroscopy on powder samples up to 15 GPa [J]. *High Pressure Res.*, 1992, 9(1-6): 179-193.
- [28] BULL C L, FUNNELL N P, TUCKER M G, et al. PEARL: the high pressure neutron powder diffractometer at ISIS [J]. *High Pressure Res.*, 2016, 36(4): 493-511.
- [29] KLOTZ S, BESSON J M, HAMEL G, et al. Metastable ice VII at low temperature and ambient pressure [J]. *Nature*, 1999, 398(6729): 681-684.

- [30] ZHAO Y, DREELE R B V, MORGAN J G. A high P–T cell assembly for neutron diffraction up to 10 GPa and 1500 K [J]. *High Pressure Res.*, 1999, 16(3): 161-177.
- [31] LE GODEC Y, DOVE M T, FRANCIS D J, et al. Neutron diffraction at simultaneous high temperatures and pressures, with measurement of temperature by neutron radiography [J]. *Mineral. Mag.*, 2001, 65(6): 737-748.
- [32] KLOTZ S, LE GODEC Y, STRÄSSLE TH, et al. The α – γ – ϵ triple point of iron investigated by high pressure–high temperature neutron scattering [J]. *Appl. Phys. Lett.*, 2008, 93(9): 091904.
- [33] BOEHLER R, GUTHRIE M, MOLAISSON J, et al. Large-volume diamond cells for neutron diffraction above 90 GPa [J]. *High Pressure Res.*, 2013, 33 (3): 546-554.
- [34] HATTORI T, SANO-FURUKAWA A, ARIMA H, et al. Design and performance of high-pressure PLANET beamline at pulsed neutron source at J-PARC [J]. *Nucl. Instrum. Methods Phys. Res. A*, 2015, 780: 55-67.
- [35] KOMATSU K, HATTORI T, KLOTZ S, et al. Hydrogen bond symmetrisation in D₂O ice observed by neutron diffraction [J]. *Nat. Commun.*, 2024, 15(1): 5100.
- [36] MOON R M, KOEHLER W C, CHILD H R, et al. Magnetic structures of Er₂O₃ and Yb₂O₃ [J]. *Phys. Rev.*, 1968, 176(2): 722-731.
- [37] BIRCH F. Finite elastic strain of cubic crystals [J]. *Phys. Rev.*, 1947, 71(11): 809-824.
- [38] BIRCH F. Finite strain isotherm and velocities for single-crystal and polycrystalline NaCl at high pressures and 300 K [J]. *J. Geophys. Res.*, 1978, 83(B3): 1257-1268.
- [39] BESSON J M, NELMES R J. New developments in neutron-scattering methods under high pressure with the Paris–Edinburgh cells [J]. *Physica B*, 1995, 213-214: 31-36.
- [40] KLOTZ S. *Techniques in High Pressure Neutron Scattering* [M]. Boca Raton: CRC Press, 2013.
- [41] SIDHU S S, HEATON L, ZAUBERIS D D, et al. Neutron diffraction study of titanium-zirconium system [J]. *J. Appl. Phys.*, 1956, 27(9): 1040-1042.
- [42] SHARMA N, PETERSON V K, ELCOMBE M M, et al. Structural changes in a commercial lithium-ion battery during electrochemical cycling: An in situ neutron diffraction study [J]. *J. Power Sources*, 2010, 195(24): 8258-8266.
- [43] CAI L, AN K, FENG Z, et al. In-situ observation of inhomogeneous degradation in large format Li-ion cells by neutron diffraction [J]. *J. Power Sources*, 2013, 236: 163-168.
- [44] VON LÜDERS C, ZINTH V, ERHARD S V, et al. Lithium plating in lithium-ion batteries investigated by voltage relaxation and in situ neutron diffraction [J]. *J. Power Sources*, 2017, 342: 17-23.
- [45] LIN Y, YU F, LIN L, et al. High-capacity LiCoO₂ cathodes beyond 220 mAh G-1: Review and prospect [J]. *Small*, 2026, 22(23): e74068.
- [46] ZAN M, XIE H, JIAO S, et al. On the much-improved high-voltage cycling performance of LiCoO₂ by phase alteration from O₃ to O₂ structure [J]. *Small Sci.*, 2024, 4(9): 2400162.
- [47] DELMAS C, BRACONNIER J-J, HAGENMULLER P. A new variety of LiCoO₂ with an unusual oxygen packing obtained by exchange reaction [J]. *Mater. Res. Bull.*, 1982, 17(1): 117-123.
- [48] SHI D, JIAO S, ZHAO Y, et al. High-capacity metastable Li_xCoO₂ cathode enabled by coherent intergrowth of T^{#2} and O₂ phases [J]. *Angew. Chem. Int. Ed.*, 2025, 64(20): e18217.
- [49] GAO L, PAN J, DI L, et al. Neutron diffraction for revealing the structures and ionic transport mechanisms of antiperovskite solid electrolytes [J]. *Chin. J. Struct. Chem.*, 2023, 42(6): 100048.
- [50] SUN D, WU N, WEN Y, et al. Understanding ionic transport in perovskite lithium-ion conductor Li_{3/8}Sr_{7/16}Ta_{3/4}Hf_{1/4}O₃: A neutron diffraction and molecular dynamics simulation study [J]. *J. Mater. Chem. A*, 2025, 13(31): 10224-10231.

- [51] LI W, LI M, WANG S, et al. Superionic conducting vacancy-rich β -Li₃N electrolyte for stable cycling of all-solid-state lithium metal batteries [J]. *Nat. Nanotechnol.*, 2025, 20(2): 265-275.
- [52] IVANOV A L, MOCHALOV S E, KUZMINA E V, et al. On the interaction of lithium nitride with lithium metal [J]. *Solid State Ionics*, 2022, 377: 115870.
- [53] ZHONG R, NI H, ZHANG R, et al. Interfacial energy engineering via fluorine doping suppresses lithium self-permeation in Li₃N solid electrolytes [J]. *Nano Lett.*, 2026, 26(11): 5131-5138.
- [54] SU J, LI D, WANG J, et al. Multiscale failure mechanisms of ternary oxide cathode materials for lithium-ion batteries [J]. *Adv. Mater.*, 2026, 38(23): e06063.
- [55] MA X, MENG Z, BELLONIA M V, et al. The evolution of lithium-ion battery recycling [J]. *Nat. Rev. Clean Technol.*, 2025, 1(2): 75-94.
- [56] ZHENG N, ZHU Y, JI H, et al. Upcycling spent layered oxides into high-capacity Li-rich materials for next-generation lithium-ion batteries [J]. *Nat. Commun.*, 2026, doi:10.1038/s41467-026-72531-4.
- [57] HU D, DENG S, SUN Y, et al. Tunable exchange bias, magnetoelectric transport and negative thermal expansion in Mn₃Ni_{1-x}Co_xN [J]. *iScience*, 2026, 29(4): 115300.
- [58] LAI L, NIU B, BI Y, et al. Advancements in SiC-reinforced metal matrix composites for high-performance electronic packaging: A review of thermo-mechanical properties and future trends [J]. *Micromachines*, 2023, 14(8): 1491.
- [59] SINGHAL V, SHELLY D, BABBAR A, et al. Review of wear and mechanical characteristics of Al-Si alloy matrix composites reinforced with natural minerals [J]. *Lubricants*, 2024, 12(10): 350.
- [60] DONG B K, WEI C L, LIN J C, et al. A biomimetic aluminum composite exhibiting gradient-distributed thermal expansion, high thermal conductivity, and highly directional toughness [J]. *J. Mater. Sci. Technol.*, 2025, 213: 90-97.
- [61] QIAN J, LONG F, LIU Y, et al. Wide temperature zero thermal expansion in Al matrix composites with high thermal conductivity [J]. *Adv. Sci.*, 2026, 13(19): e75748.

Technology and Applications of the High-Pressure Neutron Diffractometer at China Spallation Neutron Source

GAO Dexiang^{1,2}, YUAN Bao^{1,2}, SHEN Xudong^{1,2}, WU Yanyan^{1,2}, SUN Yuan^{1,2}, YU Yongji^{1,2}, LYU Yongjia^{1,2}, HAN Songbai³, ZHU Jinlong³, WANG Liping³, ZHAO Yusheng⁴,
KANG Le^{1,2}

(1. Institute of High Energy Physics, Chinese Academy of Sciences (CAS), Beijing 100049, China;

2. Spallation Neutron Source Science Center, Dongguan 523803, Guangdong, China;

3. Southern University of Science and Technology, Shenzhen 518055, Guangdong, China;

4. Eastern Institute of Technology, Ningbo 315200, Zhejiang, China)

Abstract: The High-Pressure Neutron Diffractometer (HPND) at China Spallation Neutron Source (CSNS) is the first time-of-flight neutron diffractometer in China dedicated to material structure research under high pressure. The HPND is a neutron instrument that combines both diffraction and imaging capabilities. It employs a decoupled water moderator, delivering a neutron flux greater than 10^7 n/cm²/s in both experiment hutches at 160 kW power, with a 90° detector resolution better than 0.6 %. The HPND is equipped with two experiment hutches and can be coupled with various extreme sample environments, such as high pressure, high temperature, low temperature and high magnetic fields, to enable structural measurements of materials under extreme conditions. Currently, the HPND is equipped with an automatic sample exchange device, a cryostat device, a piston-cylinder cell (Clamp Cell), and a Paris-Edinburgh press (VX4), allowing *in-situ* neutron diffraction experiments at temperatures down to 1.5 K and pressures exceeding 15 GPa. The HPND is scheduled to officially open to users in October 2026, will become a key tool for investigating structural evolution of materials under extreme conditions.

Keywords: spallation neutron source; neutron diffractometer; neutron diffraction; high pressure; phase transition and structure