

北京科技大学研究生课程  
材料高通量制备与表征

# 第五章 基于大科学装置的高通量表征技术

黄海友

新材料技术研究院

# 大科学装置

## 定义：

大科学装置是指通过较大规模投入和工程建设来完成，建成后通过长期的稳定运行和持续的科学技术活动，实现重要科学技术目标的大型设施。其科学技术目标必须面向科学技术前沿，为国家经济建设、国家安全和社会发展做出战略性、基础性和前瞻性贡献。

# 大科学装置

## 特点：

- 科学技术意义重大，影响面广且长远，同时建设规模和耗资大，建设时间长；
- 技术综合、复杂，需要在建设中研制大量非标设备，具有工程与研制的双重性；
- 其产出是科学知识和技术成果，而不是直接的经济效益，建成后要通过长时间稳定的运行、不断的发展和持续的科学活动才能实现预定的科学技术目标；
- 从立项、建设到利用的全过程，都表现出很强的开放性、国际化的特色。

# 大科学装置

## 重要性：

- 是现代科学技术诸多领域取得突破的必要条件；
- 是为国家经济发展、国家安全和社会主义进步提供保障的必不可少的科技基础设施；
- 是建立具有强大国际竞争力的国家大型科研基地的重要条件；
- 是众多高新技术的源泉和高新技术产业的摇篮。

# 大科学装置

01. 北京正负电子对撞机；      02. 兰州重离子加速器；      03. 合肥同步  
辐射加速器；      04. 遥感卫星地面站      05. 短波与长波授时系统
06. 上海“神光”系列高功率激光装置      07. 合肥HT-6M受控热核反应装  
置      08. H1-13串列式静电加速器      09. 2.16米光学望远镜      10. 合  
肥环流器HL-1装置      11. 新疆太阳磁场望远镜      12. 北京5兆瓦核核供  
热试验堆      13. 中国地壳运动观测网络      14. 合肥HT-7托卡马克
15. 合肥EAST托卡马克      16. 北京遥感飞机      17. 上海神光II装置
18. 宁波种质资源库      19. 子午工程      20. 合肥稳态强磁场      21.  
贵州FAST望远镜      22. 武汉国家脉冲强磁场科学中心

# 大科学装置与高通量表征

- 大科学装置提供的高亮度和高时空分辨率恰好可以满足样品库的微区、快速表征，突破高通量实验中的这一通量瓶颈。
- 由于目前被表征和测试的往往是单个或有限个样品，大科学装置的表征能力还远未得到充分发挥；若采用高通量实验样品，则可充分发挥大科学装置高亮度、高时空分辨率等特性，快速表征大量的样品，产生大量的数据，有效发挥其潜力。

# 大科学装置与高通量表征

- 高效率：每日表征通量达5000个样品。
- 高分辨率：空间分辨率达到纳米级；  
时间分辨率达到毫秒级；
- 不仅可以快速表征静态的高通量样品，还可以实现瞬态和动态的高通量样品表征，从而获得样品制备、测试和服役过程中的成分、结构甚至性能演化等信息，实现原位实时的材料样品高通量表征。

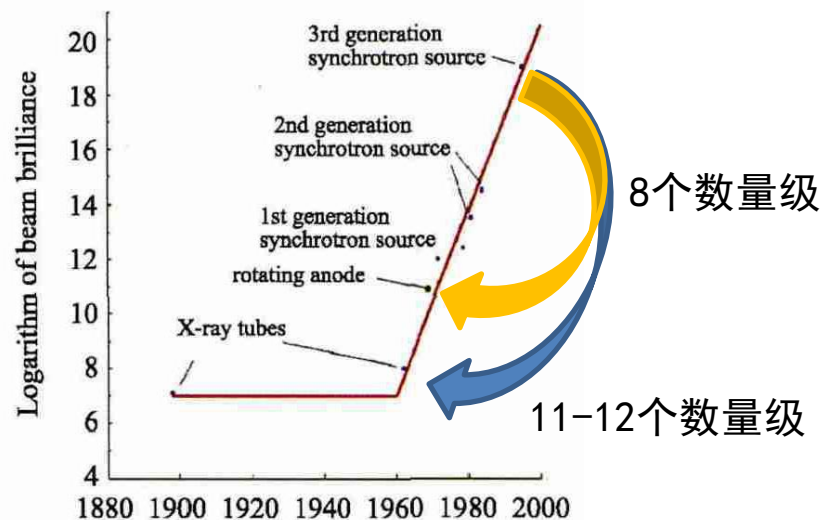
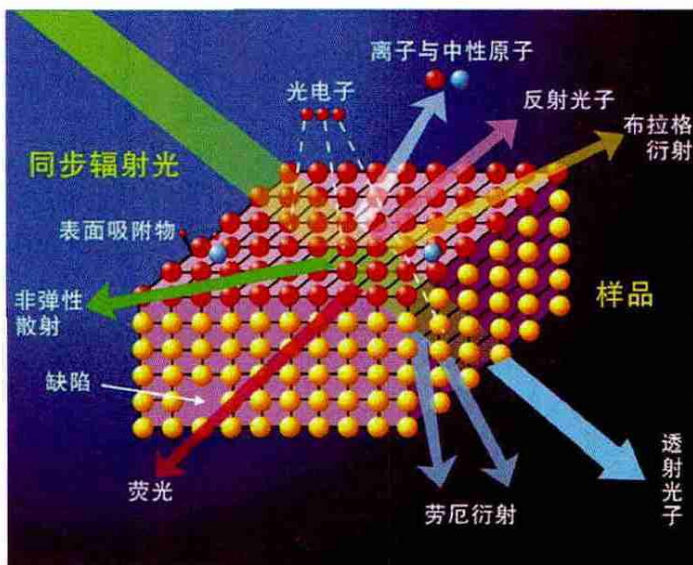
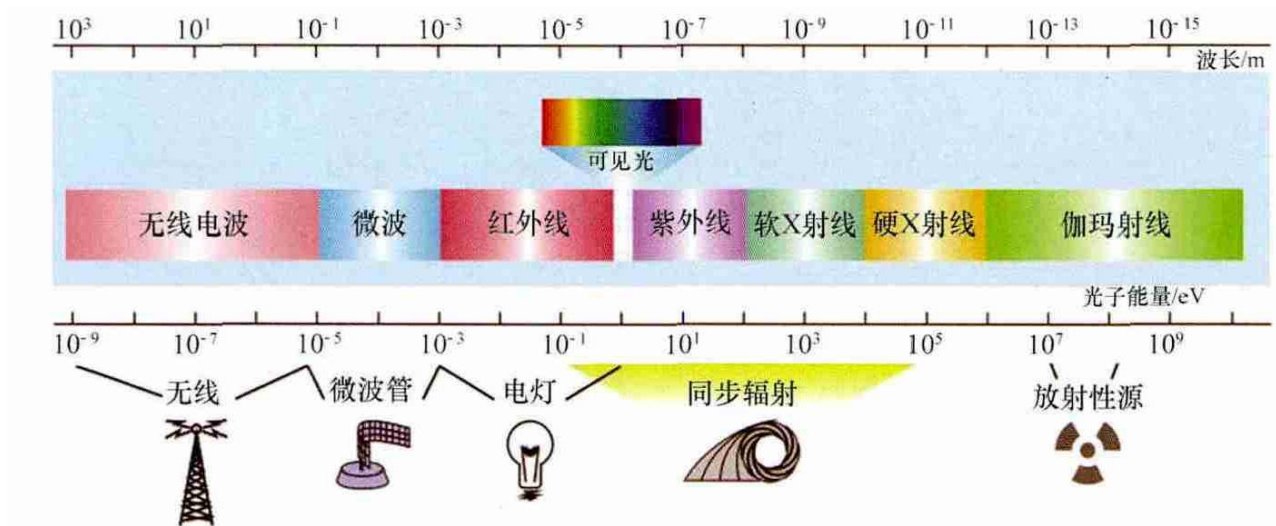
# 大科学装置材料高通量表征

利用大科学装置开展材料高通量表征可分为3个层次：

- 1) 将制备好的材料样品放到同步辐射或中子源中进行成分、结构及各种性能的**高通量的表征**，可基于现有的实验线站加入可扫描样品夹具，结合自动数据采集软件实现。
- 2) 对制备好的材料样品进行测试，并**原位、实时地观察**和表征材料的响应和结构变化情况，如工程结构材料在温度、外力作用下，缺陷结构的产生、演化、以及导致的材料性能的改变等。
- 3) **现场**进行材料制备，并在制备过程中进行原位、实时的观察和表征，研究工艺参数对材料成分、组织结构、性能等的影响，从而构建完整的“工艺-成分-组织结构-性能”相图。这需要根据实验要求设计加工特殊的装置，实现材料制备、热处理、温度、环境控制等功能。



# 同步辐射技术



# 同步辐射光源



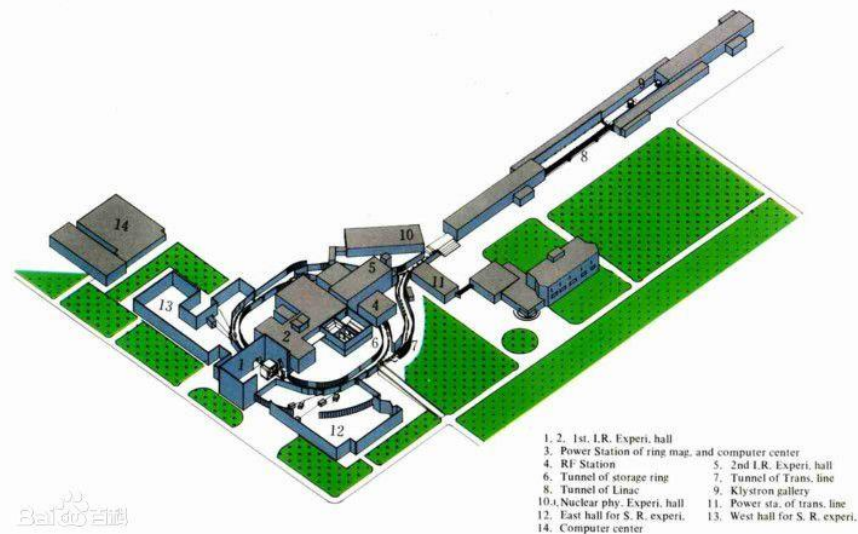
- 全球目前共有同步辐射光源47个，分布于23个国家和地区。
- 我国有4个：北京、上海、合肥、台湾

# 同步辐射光源

北京正负电子对撞机（第一代）：

1988年建成，1990年通过验收，1991年开放使用。

依托高能物理研究所，





# 同步辐射光源

合肥光源（第二代）：

1983年立项，1989年发光。

中国科学技术大学，国家同步辐射实验室

中国第一台以真空紫外和软X射线为主的专用同步辐射光源



# 同步辐射光源

上海光源（第三代）：

2004年12月25日开工，2009年建成投入应用，2010年通过验收。

投资逾12亿人民币，坐落上海张江高科技园区。

能量居世界第四（仅次于日本SPring-8、美国APS、欧洲ESRF）



# 同步辐射光源

北京光源（第四代）：

计划2018年11月开工，工期约6年，预计投资逾48亿人民币。

位于北京怀柔科学城，中科院物理所主持建设。

它建成以后将比美国已经刚刚建成的NSLS-II要亮70倍，比瑞典刚刚建成还没有投入运行的MAXIV要亮10倍。



# 同步辐射技术的特点

- ✓ **高亮度：**同步辐射光源是高强度光源，有很高的辐射功率和功率密度，第三代同步辐射光源的X射线亮度比普通X光源高11-12个数量级。
- ✓ **宽波段：**同步辐射光的波长覆盖面大，具有从远红外、可见光、紫外直到X射线范围内的连续光谱，并且能根据使用者的需要获得特定波长的光。
- ✓ **窄脉冲：**同步辐射光是脉冲光，有优良的脉冲时间结构，其宽度在 $10^{-11}$ ~ $10^{-8}$  秒之间可调，脉冲之间的间隔为几十纳秒至微秒量级，这种特性对“变化过程”的研究非常有用，如化学反应过程、生命过程、材料结构变化过程 and 环境污染微观过程等。

# 同步辐射技术的特点

- ✓ **高准直：**同步辐射光的发射集中在以电子运动方向为中心的一个很窄的圆锥内，张角非常小，几乎是平行光束，可与激光媲美，其中能量大于10亿电子伏的电子储存环的辐射光锥张角小于1毫弧度,接近平行光束，小于普通激光束的发射角。
- ✓ **高偏振：**同步辐射在电子轨道平面内是完全偏振的光，偏振度达 100%；在轨道平面上下是椭圆偏振；在全部辐射中，水平偏振占75%。从偏转磁铁引出的同步辐射光在电子轨道平面上是完全的线偏振光，此外，可以从特殊设计的插入件得到任意偏振状态的光。



# 同步辐射技术的特点

- ✓ **高纯净**：同步辐射光是在超高真空(储存环中的真空度为 $10^{-7} \sim 10^{-9}$ 帕)或高真空 ( $10^{-4} \sim 10^{-6}$ 帕) 的条件中产生的, 不存在任何由杂质带来的污染, 是非常纯净的光。
- ✓ **可精确预知**：同步辐射光的光子通量、角分布和能谱等均可精确计算, 因此它可以作为辐射计量, 特别是真空紫外到X射线波段计量的标准光源。
- ✓ **其他特性**：高度稳定性、高通量、微束径、准相干等。

# 同步辐射技术

## 高通量X射线衍射技术

- 晶体结构解析
- 探测材料内部应力/应变状况、物相组成、缺陷、原子分布函数等多种结构相关信息。
- 结合各种样品环境系统及先进的探测器技术，可用于材料信息在真实条件下动态演化过程的原位实时观测。
- 高通量长程周期结构探测装置。
- 微束白光劳厄衍射具有超高光通量、微米级聚焦光斑、白光劳厄衍射无须转动样品的特点，可以实现超快微区结构分析。特别是对于定位困难、不宜转动的微小晶体，以及需要极端条件、不便旋转样品的情况，它是实现快速高通量结构分析的理想工具。

# 同步辐射技术

## 高通量X 射线吸收精细结构分析技术

- 是研究物质小范围内原子簇结构信息（包括几何结构和电子结构）的一种定量化分析有效手段，可以选择性地构建特定元素周围的局部结构；
- 样品通用性好，可以是晶体、非晶、固体，也可以是液体，甚至是气体；可以用单一的物相，也可以是混合物；
- 在各种pH值、温度和压力等极端条件下也可以应用。
- 被广泛应用于物理、生命科学、环境科学、材料科学、化学化工、地矿等多个学科领域。
- 能量色散X 射线吸收谱（ED-XAS）可实现微秒级的吸收谱采集，尤其适用于高通量表征。

# 同步辐射技术

## 高通量硬X射线微聚焦分析技术

- 是采用高亮度的波荡器光源，将单色光聚焦到微米、亚微米、甚至几十纳米，样品处每平方微米光通量达到 $10^{11}$ 光子/s以上；
- 结合荧光、吸收谱、衍射、成像等方法，可获得材料样品的元素分布、化学态、结构、密度分布等信息，具有高空间分辨和高探测灵敏度；
- 对样品损伤小、可分析厚样品以及可在大气和水环境下测量等优点，十分适合材料的高通量原位在线表征，可与材料的高通量制备相结合，大大提高材料的研发效率。

# 同步辐射技术

## 工程材料硬X射线原位表征技术

- 具有通量高、穿透力强等优点，因而可以动态地观测工程材料在极限条件下微观尺度的物理、化学和力学性质的改变过程，进而理解它们产生宏观蠕变、开裂和形变以及光学和电学性质的改变的内在机制。
- 是当前原位表征固体界面和固液界面的唯一有效的手段。

# 同步辐射技术

## 高通量小角散射技术

- 是探测物质纳米尺度结构（包括微纳颗粒、孔隙结构）的主流实验手段。
- 对样品的形态无特殊要求，广泛应用于高分子材料、复合材料、铁磁和铁电畴、纳米组合材料等的亚微米尺度结构表征，是高通量表征平台中不可缺少的微观-介观尺度探测装置。

# 同步辐射技术

## 扫描X射线光电子谱技术

- 扫描光电子显微镜（SPEM）利用电子能量分析器采集X射线光电子谱（XPS），能够得到100 nm以下的空间分辨率。
- 可研究表面定量成分、化学态、形貌、功函数、电子结构、磁畴等信息。
- 同步辐射微区XPS可作为高通量表征中标准化的定量成分表征手段，尤其适合于原位材料高通量制备与表征系统。

# 同步辐射技术

## 高通量红外测量技术

- 红外光谱由于其快捷灵敏以及非破坏性等优点，在材料的光学性质（能带和化学键）、电子能态结构、振动与声子结构以及等离子激元等物理性质的研究中被广泛的应用。
- 将同步辐射红外光源入射光聚焦到微米量级，可对样品进行三维扫描成像（二维空间加上一维频域），从而可用于复合材料的光学、电学和声学特性的扫描式高通量评估。
- 新型的扫描近场红外显微技术可用于测量材料的局部介电常数，分辨率可达到几十纳米。



# 同步辐射技术

## 同步辐射X射线成像技术

- 可在纳米-微米-毫米尺度（对应于微观-介观-宏观）上，对材料中电子密度及其梯度和二阶导数的三维分布；
- 多晶中晶粒的三维形状和取向，晶界的种类和三维分布，元素的空间分布和化学价态的空间分布等开展高通量、快速、原位、高精度的表征。
- 提供的高精度多尺度结构信息对于材料性能精确预测至关重要。

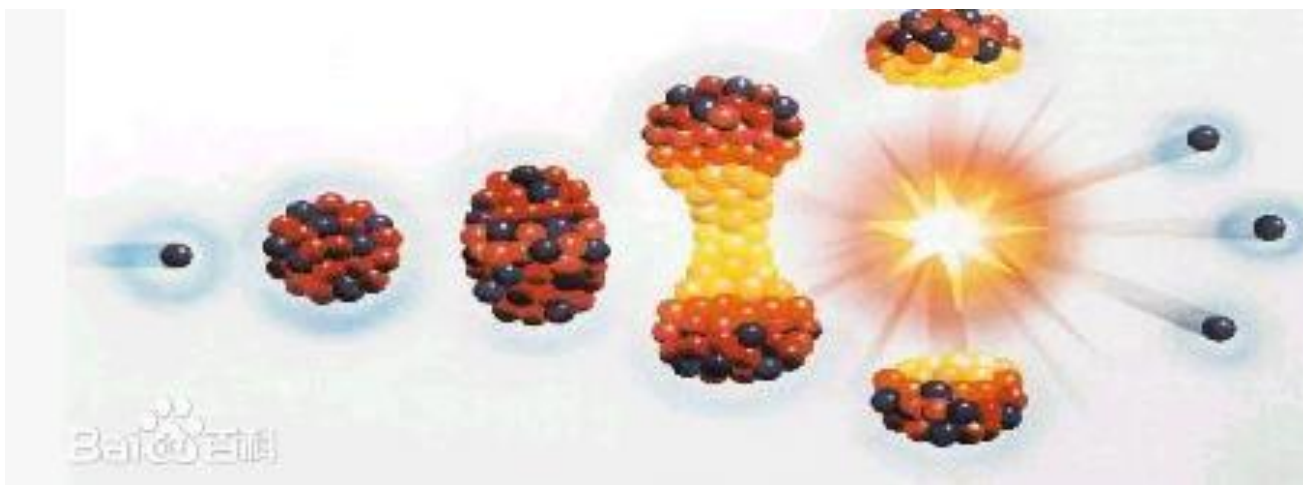
# 同步辐射技术

## 时间分辨技术

- 探测材料合成制备中原子分子结构的动态变化，对寻找材料合成制备的规律，揭示材料性能和结构关系机理至关重要。
- 同步辐射光的连续广谱、飞超短脉冲、高强度X光等特性，使其能够对原子结构、电子结构、声子结构、自旋状态等进行飞秒、皮秒到毫秒尺度的动态探测。
- 已在材料、化学、生物等领域取得了重要应用成果。发展时间分辨表征技术能力，是新一代高通量表征技术的重要发展目标。

# 散裂中子源技术

当一个中等能量的质子打到重核（钨、汞等元素）之后会导致重核的不稳定而“蒸发”出20-30个中子，这样重核“裂开”并向各个方向“发散”出相当多的中子，大大提高了中子的产生效率，按这种原理工作的装置称为散裂中子源。



# 散裂中子源技术

- 20世纪70年代初，美国洛斯 阿拉莫斯国家实验室（LANL）的LAMPF强流质子直线加速。
- 1977年，美国LANL又在LAMPF后面建立了一个储存环，将LAMPF输出的质子束转化为中子束以产生脉冲中子源。
- 1985年，英国卢瑟福实验室建成ISIS环形加速器，是世界第一台散裂中子源，能量为800MeV，平均流强为230  $\mu\text{A}$ ，英国卢瑟福实验室建成ISIS环形加速器，也是迄今为止世界上最强的脉冲散裂中子源。
- 2018年3月25日，建在广东东莞建成中国散裂中子源。

# 东莞散裂中子源技术

- 一台80MeV负氢直线加速器，一台1.6GeV快循环质子同步加速器，两条束流输运线，一个靶站，7台中子散射谱仪、辐射防护系统及相应的配套设施，随着科学研究的深入，未来中子反射谱仪将达18台。束流功率为100千瓦、脉冲重复频率25赫兹的CSNS脉冲中子通量设计指标超过目前世界上正在运行的所有散裂中子源。
- 总投资22亿元，CSNS在构型和重复频率上采用了独特先进的设计，能达到美国SNS的五分之一，将位列世界第三。



# 散裂中子源技术的特点

- 中子具有同位素识别能力。中子与核的相互作用可以轻易地识别同位素，包括像氢、碳、氧，还可以识别原子系数相邻的元素，如铁、钴、镍，对有机化合物和生物大分子的研究，对有机化合物和生物大分子的研究以及一些合金材料和磁性材料的研究特别有利。因此，中子科学装置成为开展生命科学研究重要的平台。
- 中子不带电，但有磁矩，它和晶格的磁散射是直接探测物质磁性结构和磁动力学的唯一物理工具，可以用来研究磁性材料的磁结构和磁相互作用，现代磁学就建立在中子散射技术所取得的一些成果上，可以说没有中子散射技术，就没有现代的磁学。

# 散裂中子源技术的特点

- 中子的波长和晶格参数相近，中子的能量和晶格的元激发可比，因此中子可用于研究固体的结构和动力学特征。中子非弹性散射是研究动力学特征的理想的物理工具。长波中子小角散射是研究纳米、生物、聚合物大分子的特殊实验工具。
- 中子具有较强的穿透力。因为中子和物质的相互作用没有库仑位垒的影响，同时也不会引起电离，因此它穿透力强，可以观测样品的整体效应，可在高温高压等极端条件下不受容器和装置的影响观察物质结构。
- 热中子引起的损伤较小，是一种高度无损的技术。对生物体的损伤，热中子比X射线要小一百倍，特别适用实时地研究生物活体（如蛋白质，病毒的生命活动）。

# 散裂中子源技术的特点

- 它和脉冲时间飞行技术结合后，能使用脉冲散裂中子源产生的中子脉冲有极高的能量分辨率。从而使谱仪的样品处的中子通量和核反应堆相比提高了100倍以上。只需1毫克的样品就能测出衍射谱。美国在建的MW级SNS脉冲散裂中子源的工程材料衍射仪，只用1/10秒就能测出衍射谱。比核反应堆的相应衍射仪快几百倍。
- 脉冲技术给出高分辨率和低本底。脉冲中子源的谱仪具有最高的能量分辨率。脉冲当中含不同波长的超热、热和冷中子，因此谱仪的频宽大，和核反应堆的谱仪比较，能将能量转移范围扩大5-10倍。
- 脉冲中子源不用核燃料，不产生核废物，不污染环境。停电就不再产生质子、中子，绝对安全。



# 散裂中子源技术的特点

- 建造费和运行费较低。散裂脉冲中子源的配套工程较少（不需要核反应堆必备的庞大的冷却水系统，核废料的贮存转运空间，和复杂的多层次核反应安全保护系统）。特别要提到的是慢化中子用的慢化器的制冷功率仅二、三百瓦，比核反应堆用的小十倍，制冷系统的投资和运行费用也大致小十倍，大大降低散热和致冷的投资。

# 散裂中子源技术

## 中子全散射技术

- 中子全散射是研究液体、非晶、准晶以及具有局域有序特征的晶态材料结构的非常强有力的实验技术，能直接求解材料内部原子关联等局域特征。
- 高通量中子全散射表征技术可广泛应用于储氢材料（氢原子的占位聚集等）、锂离子电池（充放电的锂离子导电路径）、分子筛（筛孔与表面的结构与吸附等）和铁电材料（非公度结构调整的解析）。

# 散裂中子源技术

## 中子工程材料探测技术

- 中子工程材料探测技术主要利用中子的超强穿透性，无损测定工程材料与工程部件的内部应力与应变分布、晶体织构、材料动态凝固过程、化学成分分布以及原位动力学反应等相关信息，提供工程部件的强度与寿命的参考信息。
- 在机械制造、核工业、汽车、铁路交通和航空航天等众多领域具有重要的应用。

# 散裂中子源技术

## 磁性中子散射技术

- 中子具有磁矩这一独特性质，使中子散射成为直接探测原子磁结构的唯一工具，可提供磁矩大小、方向、取向以及他们随温度、电磁场等演化的信息。
- 中子散射还能同时测定磁结构和晶体结构，能更直接地反应磁性与晶体结构之间的关联，对磁致伸缩、磁铁-铁电耦合等磁性功能材料内禀特性的深入研究具有重要意义。
- 高通量磁性中子散射表征技术可加速电信通讯、自动控制、大型计算机、家用电器等领域中的关键磁性材料研发。

# 散裂中子源技术

## 电子材料全能谱中子测试技术

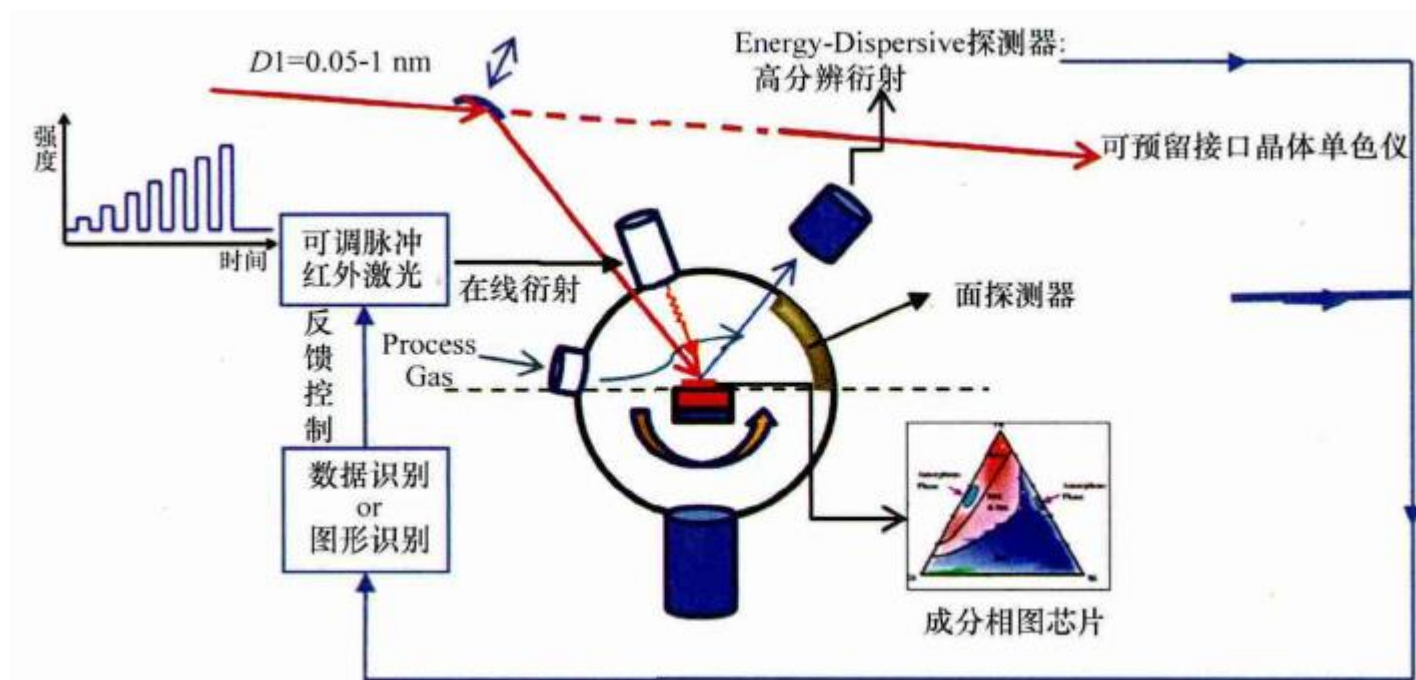
- 利用高通量全能谱中子辐射性能的测试和表征，可在电子材料、处理工艺研发以及器件集成过程中，建立电子材料成分-结构-大气中子辐射性能的定量关系，实现材料筛选和工艺评价。
- 这对于高安全需求的集成电路应用（如航空、国防、高铁、核电、汽车、巨型计算机、网络通讯等）中，提高电子器件的可靠性和耐辐射性能具有重要价值。

# 散裂中子源技术

## 中子成像技术：

- 具有丰富的衬度机制、高穿透无损成像、能配备多种样品环境、定量分析等。
- 中子TOF成像技术在测量样品的总截面同时，也测量完整的能谱信息，从而可以计算得出样品的应力与应变的二维分布，揭示样品内部的丰富结构。该方法实现微结构和能谱信息的图像结合，被认为是将来研究材料相变、应力与应变、织构等新问题的新方法，
- 可显著加速新能源、航空航天、安检等众多领域的关键新材料研发。

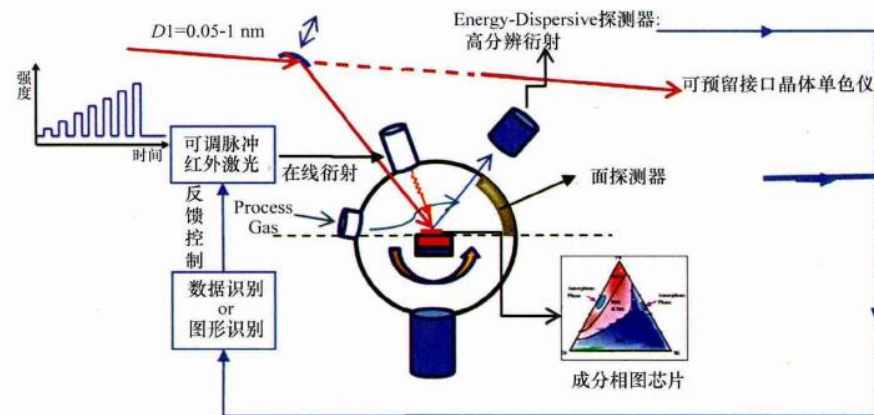
# 基于大科学装置的原位实时高通量制备与表征系统



- 通过可调脉冲红外激光光束结合真空条件下不同气氛控制，可对组合实验样品施以分立热力学条件的**原位、微区热处理**。
- 通过同步辐射微束白光X 射线劳厄衍射进行**微区结构实时、快速表征**，并通过表征数据/图形识别的快速反馈控制热处理条件。

# 基于同步辐射的原位实时高通量制备与表征系统

- 当样品是单晶时, 发生典型的劳厄衍射, 由面探测器收集到的二维分布的衍射斑点可以用来确定晶体的结构、取向。
- 高通量实验样品, 既可以是已形成目标物相的复合材料样品, 也可以是目标材料样品的预制层。其中, 后者可以通过控制温度、压力、气氛等热力学条件使其成相或结晶, 研究其动力学或热力学过程。
- 在表征过程中, 通过高度自动化的控制和数据采集, 在需要较少人为干预的情况下快速完成大量实验数据的采集工作。将具备分立热力学条件快速反馈控制的微区、原位热处理与同步辐射结构表征相结合, 可实现实时、快速的高通量表征, 用于全面而系统地研究材料“结构-成分-工艺”相关性, 可涵盖时间、温度、环境气氛等丰富的材料制备工艺参数。





谢 谢