

# 材料高通量制备与表征技术研究进展

关洪达<sup>1</sup>, 李才巨<sup>1</sup>, 高 鹏<sup>1</sup>, 彭巨擘<sup>2</sup>, 李 芳<sup>1</sup>, 鲍庆煌<sup>2</sup>, 关一凡<sup>1</sup>, 易健宏<sup>1</sup>

(1. 昆明理工大学, 云南 昆明 650093)

(2. 云南锡业集团(控股)有限责任公司, 云南 昆明 650106)

**摘 要:** 材料基因组工程理念的提出, 引起了国内外材料领域研究人员的广泛关注。作为材料基因工程的重要组成部分, 材料高通量制备与表征技术成为研究的重点。采用高通量制备和高通量表征分析技术能显著提高材料的研发速度。本文简述了材料基因工程的相关理念, 介绍了一系列具有代表性的材料高通量制备与表征技术, 综述了其研究进展, 并讨论了其发展趋势, 以期为进一步发展高通量制备与表征技术提供新思路, 为进一步发展材料基因工程技术提供参考。

**关键词:** 材料基因组; 高通量制备; 高通量表征; 研究进展

中图分类号: TB30

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)12-4131-10

材料是社会进步的重要物质条件, 材料的创新不仅是发展各种颠覆性技术的核心, 更是国家科技发展水平的重要体现<sup>[1,2]</sup>。以往研究材料都是先提出假设再进行试验验证, 这种研究方式需要付出大量的人力和时间, 导致研发效率低下, 通常需要 10~20 年时间才能研发出一种新材料<sup>[3,4]</sup>, 不能满足快速的工业发展对新材料的需求, 因此, 急需新的材料研发模式来加快新材料的研发速度并降低研发成本。

材料基因组工程是材料研究方法的一次革命与飞跃, 代表了材料研究领域的前沿方向。材料基因组首先通过多学科知识领域对材料进行设计与预测, 再通过高通量计算工具、高通量实验工具和数据库三大材料基因组组成要素来加速材料研发的整个进程, 进而降低材料研发的时间和成本, 引领材料领域的创新与发展<sup>[5,6]</sup>。

材料基因组工程(MGI)由美国最先提出, 是“先进制造业伙伴关系计划”(AMP)中的重要组成部分<sup>[7]</sup>。我国较早启动了材料基因组计划相关研讨, 2011 年 12 月“香山科学会议”研讨“材料科学系统工程”——中国版材料基因组计划的实施战略, 并在 2016 年建立了材料基因工程关键技术与支撑平台, 借此发展我国的材料基因工程, 加速我国在新材料领域的发展<sup>[8,9]</sup>。

高通量制备和高通量表征技术的改进是材料基因组工程的重要内容。本文简述了材料基因组的相关知识, 重点介绍了材料高通量制备与表征技术, 并讨论

了高通量制备与表征技术的发展趋势。

## 1 材料基因组

### 1.1 材料基因组的概念

材料基因组是材料研发的一种新理念, 其主要目的是提高新材料研发的效率, 缩短新材料从研发到应用所需的时间, 同时降低新材料研发的成本<sup>[10,11]</sup>。材料基因组包含了多重特征, 既存在多维度特征又具有多尺度特征<sup>[12]</sup>。故需要开发材料的高通量制备和表征技术, 获得高质量的高通量实验数据, 以补充材料数据库。如图 1 所示, 材料基因组是由计算工具、实验

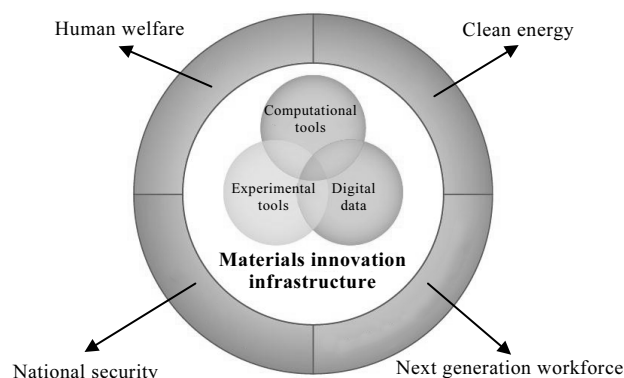


图 1 材料基因组的基本组成要素

Fig.1 Key aspects of material genome approach<sup>[15]</sup>

收稿日期: 2018-12-12

基金项目: 云南省稀贵金属材料基因工程重大科技专项(2018ZE007, 2018ZE024); 云南省大学生创新创业训练计划项目(201810672006); 昆明理工大学学生课外学术科技创新基金课题(2018BA091)

作者简介: 关洪达, 男, 1994 年生, 硕士生, 昆明理工大学材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093, E-mail: 1244068723@qq.com

工具、数据库三部分构成<sup>[13]</sup>。计算工具部分是预先使用计算机对材料的结构和性能进行模拟，在实验前进行预估，减小不必要的实验带来的时间及成本的浪费。高通量实验是在短时间内制备大量样品，并对样品进行相应的表征分析，从而快速研发新材料。数据库用来收集计算工具和实验工具中获得的大量数据，形成大数据网，为新材料的开发奠定基础<sup>[14]</sup>。

### 1.2 材料高通量制备与表征技术的概念

材料高通量制备与表征技术又称为高通量实验工具，是材料基因组工程中的重要组成部分。高通量实验的核心思想是把原有的顺序迭代方法改为并行或高效的串行实验<sup>[16]</sup>，主要包含两个部分，一是实现大量样品的快速制备，二是对所得样品进行快速结构表征和性能筛选，从而在短时间内绘制出材料的相图，进而研制出性能得到优化的新材料<sup>[17,18]</sup>。高通量实验不仅可以实现材料的优化和快速筛选，还可以丰富数据库资源。这些数据一方面可以提高计算材料学的材料预测能力，另一方面还能发现新现象和新规律。

## 2 材料高通量制备技术

材料的高通量制备也叫材料的组合制备，是指采用某种实验方法在短时间内制备出原有方法无法获得的大量样品<sup>[19]</sup>。Hanak<sup>[20,21]</sup>在 20 世纪 70 年代基于组合制

备的想法在研究超导材料时提出了“多样品实验”的概念，并采用共溅射法一次性制备了二元和三元超导材料。此后，出现了许多高通量组合材料制备的方法，并逐渐应用到材料工业领域<sup>[22,23]</sup>。目前，高通量制备方法主要包括扩散多元节法、共沉积法、物理掩膜法、喷印合成法、微流控合成法等。

### 2.1 扩散多元节法

扩散多元节法是某一温度下，在某一成分范围内利用扩散而形成成分连续变化的以预定方式排列的多个块状金属，形成二元、三元扩散节点的高通量制备方法，此方法通过对实验条件的控制可同时制备几千种不同成分的合金<sup>[24]</sup>。传统制备合金的扩散偶实验方法效率低，且不适用于多元体系的合金。为解决这一问题，Zhao 等人<sup>[25]</sup>开发了扩散多元节高通量实验方法，在扩散多元节试样上高效地获得了多个二元或三元体系的实验数据<sup>[26]</sup>。Zhao 等人<sup>[27-30]</sup>将多个二元、三元扩散节组合成扩散多元节，再通过高通量表征技术，对 Ti-Cr-TiAl<sub>3</sub>-TiSi<sub>2</sub> 体系<sup>[31,32]</sup>的材料进行了制备与表征。

扩散多元节法还可高通量地获得材料的热力学和动力学信息<sup>[33]</sup>，发现新规律，以便进一步探索合金的设计思路。如图 2a 所示，Zhu 等<sup>[34]</sup>组合出 Al-Cr-Ni-Ru 扩散多元节试样。图 2b 是 Cr-Ni-Ru 三元系在 900 °C 恒温热处理 1000 h 的微观组织图片。图中可观察到

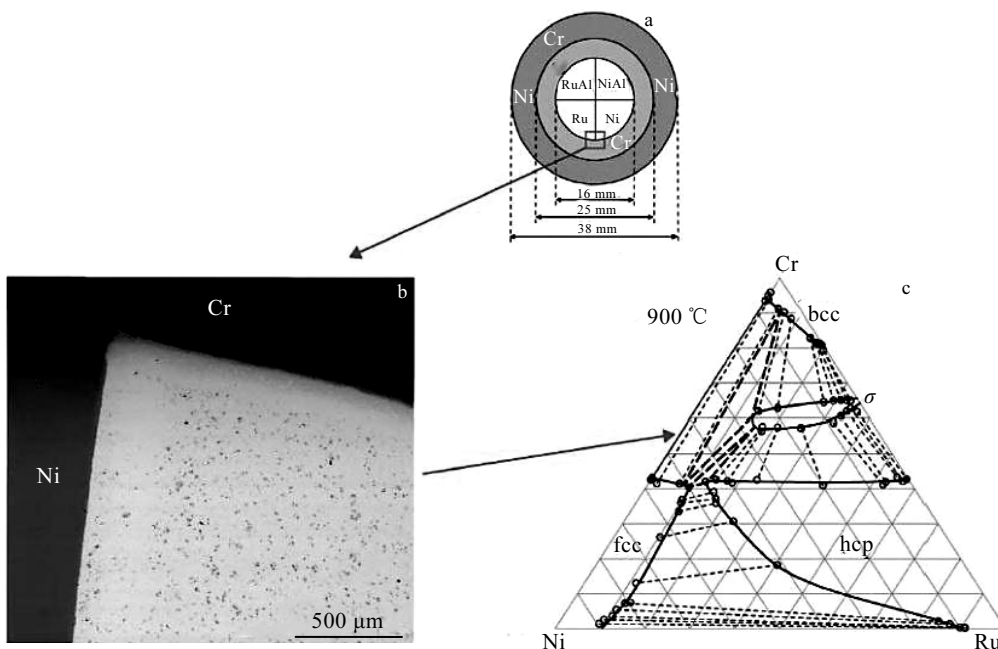


图 2 采用扩散多元节法高通量测定 Cr-Ni-Ru 三元系相图等温截面

Fig.2 Constant temperature cross section of the phase diagram of Cr-Ni-Ru ternary system determined by diffusion multielement method: (a) Al-Cr-Ni-Ru cross section of the diffusion multiverse, (b) electron microscope photograph of Cr-Ni-Ru three component diffusion cross section, and (c) Cr-Ni-Ru isothermal section ternary phase diagram at 900 °C<sup>[35]</sup>

Cr、Ni 和 Ru 元素之间的扩散。通过 EBSD 和 EPMA 等测试手段，得到了如图 2c 所示的 Ni-Cr-Ru 三元系相图的 900 °C 等温截面图<sup>[35]</sup>。

### 2.2 共沉积法

共沉积法是利用各沉积源与基片的相对角度和位置的变化，在同一基片上沉积多种合金成分，形成合金成分呈渐变梯度分布的材料样品<sup>[36]</sup>。如图 3a 所示，利用三靶磁控共溅射<sup>[37,38]</sup>装置制备多种不同成分的 Cu-Au-Si 三元系合金材料，所制备样品的成分分布可通过改变沉积源的角度和位置来获得。共沉积法的优点之一是不需要掩模，其次是不需要热处理，但对三元以上的合金成分的控制方面还存在一定难度。近年来采用合金沉积源克服了以上困难，甚至可获得四元、五元等多组元合金体系的组合样品。如图 3b 所示，Liu 等<sup>[39]</sup>通过多靶共沉积法，对多种非晶合金体系进行了尝试，制备出了 Zr-Cu-Al-Ag 四元合金。

### 2.3 物理掩模法

#### 2.3.1 连续掩模法

连续掩模法是通过控制基片台来控制样品的沉积速率，使其尽量均匀，再利用镀膜与随时间移动的掩模技术形成成分可控的多元合金组合样品<sup>[40]</sup>。图 4 为连续掩模法制备三元系样品的工艺流程示意图<sup>[41]</sup>。连续掩模法主要用于研究系统性的材料，如 Fe-Co-Ni 合金等三元系相图。若再对基片台的角度进行适当的控制，便可制备出多种具有连续相图的三元合金材料。日本 Pascal 公司将连续掩模技术与分子束外延制备技

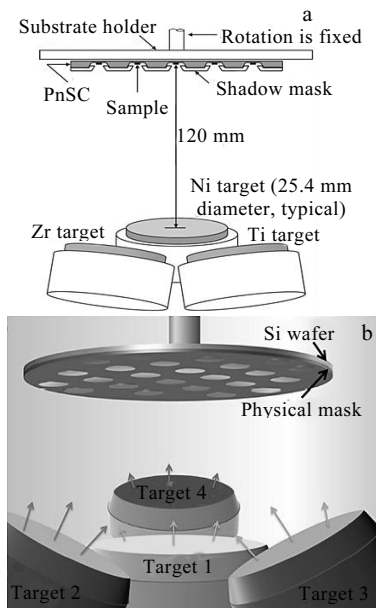


图 3 共沉积法示意图

Fig.3 Schematic of co-sputtering deposition<sup>[39]</sup>

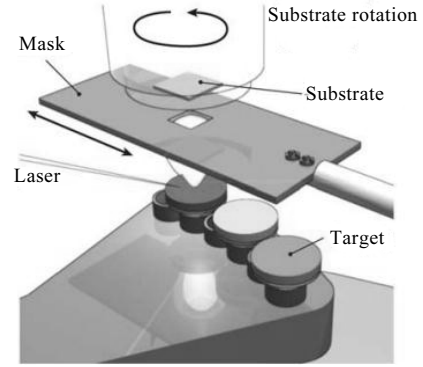


图 4 连续掩模法示意图

Fig.4 Schematic of the continuous mask<sup>[41]</sup>

术相结合，研制出如图 5 所示的 laser MBE 系统，可用于材料样品的高通量制备<sup>[6]</sup>。

#### 2.3.2 分立掩模法

分立掩模法是将镀膜和掩模技术相结合，采用连续掩模获得不同分立成分样品的方法。若镀膜均匀，可对样品的成分分布精确控制，使各分立区域成分均匀，并且可制备多组元的样品。分立掩模法适用于制备多组元、成分空间跨度大的新型材料。Xiang 等<sup>[22,42]</sup>在 20 世纪 90 年代末将此技术应用于多种材料的研究，使高通量实验技术得到了有效应用。Jin 等<sup>[43,44]</sup>利用该技术研究了 ZnO 薄膜掺杂过渡族金属元素样品的制备。

分立掩模法通常可分为二元、四元和多元掩模。如图 6 所示，Cooper 等<sup>[45]</sup>选用多种分立掩模研制了一个多元分立掩模组，通过该掩模组上的单个基片便可得到几十个不同的样品。Xiang 等<sup>[22]</sup>利用分立掩模技

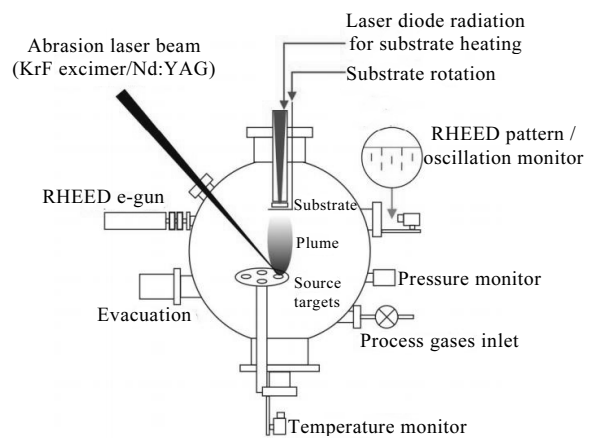


图 5 日本 Pascal 公司研制的 laser MBE 系统原理示意图

Fig.5 Principle diagram of laser MBE system developed by Pascal company in Japan<sup>[6]</sup>

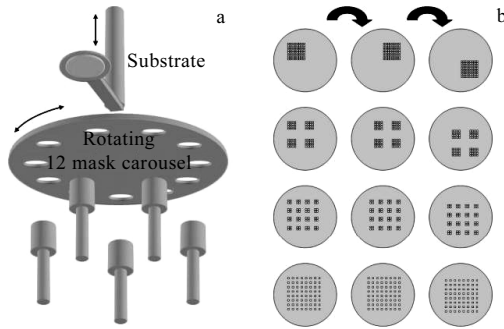


图 6 分立掩膜法示意图

Fig.6 Schematic diagram of discrete mask method<sup>[45]</sup>

术一次性制备出 1024 个不同成分样品单元，并且是在单个基片上获得，因此材料研发的效率得到了显著提高。分立掩膜法虽然可用于制备高通量样品，但要想对多元系材料进行更深入的研究，需提高其实验通量。在生产研究中，为了获得相对复杂的材料组分，往往需要将连续掩膜法和分立掩膜法结合在一起。

### 2.4 喷涂合成法

喷涂合成法<sup>[46-48]</sup>是通过喷射技术在基底或反应腔中沉积不同组分的原料，从而获得多元组合材料样品。喷涂合成法包括激光喷涂法、等离子喷涂法和超声雾化喷涂法等。喷涂合成法的原理是首先将多种成分的材料组合成均匀的混合物，再采用激光加热等方式对组合样品成相。如图 7 所示，激光喷涂法采用了金属激光 3D 打印过程中的同轴送粉工艺。首先把激光喷嘴对准不同成分的合金材料涂层，在衬底上对不同材料区域对应的涂层进行激光喷涂，通过对各个喷嘴的送粉量进行精确控制，可以获得不同成分的变化及范围的合金。然后通过激光重熔涂层，改变脉冲时间和激光功率可以控制冷却速度，最后获得成分均匀的高通量组合材料样品库。应

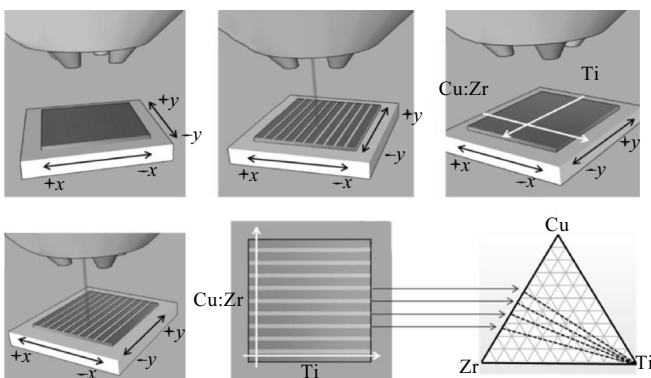


图 7 激光喷涂法示意图

Fig.7 Schematic diagram of laser spraying<sup>[50]</sup>

用这种方法, Tsai 和 Flores<sup>[49,50]</sup>制备了二元 Cu-Zr 和三元 Cu-Zr-Ti 体系的金属玻璃组合材料。喷涂合成法对有机材料、无机材料和功能材料的制备同样适用，样品空间分辨率可达 300 dpi。喷涂合成法也可用于制备陶瓷材料的组合样品，并通过阵列燃烧法对样品成相<sup>[51]</sup>。

### 2.5 微流控合成法

微流控技术是采用微米通道对微尺度流体进行精确控制的一种制备技术，该技术的主要平台是微流控芯片。微流控芯片可微缩集成样品的制备、表征等基本操作环节。微流控芯片可将多种分立技术组合、集成在同一个微小单元中，这是微流控技术相比其他方法的优势所在。Zhou 等人<sup>[52]</sup>利用微流控合成法制备出 CdTe 量子点，并对其温度和晶体生长时间进行了精确的控制。如图 8 所示，Faustini 等人<sup>[53]</sup>通过微流控法合成了多种具有金属有机框架的纳米晶化合物，结合高压水热法制备了均苯三酸配合物，并采用两步微流控合成法制备了核壳纳米结构。

微流控技术由于具有很多优点，如产率高、成本低、操作简单等，已经被投入到新材料的研发与生产当中。采用微流控技术的高通量材料制备方法，成功地解决了传统批量合成存在的问题，可制备形态可控、粒径分布窄以及单分散性好的材料<sup>[54]</sup>。随着科技的进步，分析仪器正在向微型化、集成化及便携化方向发展，我们还需不断地研制多维度、实时监测一体的微流控合成系统。

除了上述几种比较成熟的方法以外，还出现了很多创新性的高通量制备方法。图 9 为上海大学材料基因组工程研究院研发的阵列式块体非晶合金的高通量制备装置的示意图<sup>[55]</sup>。该装置由多个独立的模块组成，每一模块包含坩埚和水冷铜模。整个装置共用一套电磁感应线圈和水冷设备，首先通过电磁感应线圈

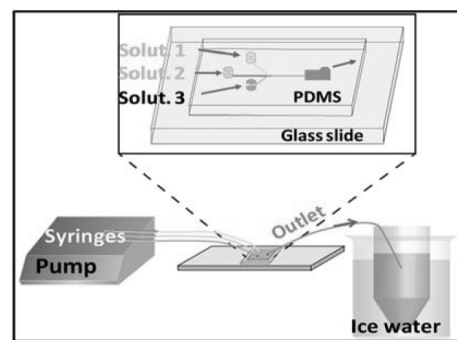


图 8 微流控法合成金属纳米材料

Fig.8 Synthesis of metal nanomaterials by microfluidic method<sup>[53]</sup>

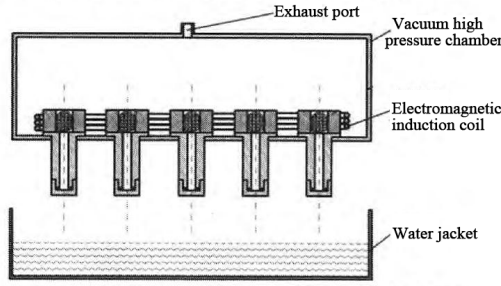


图 9 阵列式非晶合金高通量制备装置

Fig.9 Array type high-throughput preparation device for metallic glass<sup>[55]</sup>

对各个坩埚中不同成分的合金进行熔炼，然后再将金属液注入铜模中水冷，可一次性制备多种不同成分的合金。采用这一装置不仅提高了材料的研发效率，还大大降低了研发成本，实现对材料的高通量制备。Springer 等<sup>[56]</sup>利用快速合金成型法，在 35 h 内制备出由 5 种不同成分的合金组成的 45 个块体样品。

### 3 材料高通量表征技术

#### 3.1 高通量成分与结构检测

##### 3.1.1 同步辐射光源

传统的光学检测仪器（包括 X 射线衍射仪等）的光通量密度较低、空间分辨率不够高，无法应用于样品的高通量微区表征分析中<sup>[57]</sup>。同步辐射光源解决了光通量低和分辨率不高的问题，可实现在全光谱范围内的高亮度微聚焦，提高了高通量表征过程中所需的光通量密度、亮度以及分辨率，使样品的检测更加精确，因此是目前较好的一种材料高通量表征方法<sup>[58]</sup>。Gregoire 等<sup>[59]</sup>利用同步辐射光源，对 Bi-V-Fe 氧化物组合样品的结构进行了高通量表征，每日表征的样品数可达 5000 个。

同步辐射光源虽然表征效果较好，但其属于大科学装置，不便于对高通量样品进行表征。为了解决上述问题，美国研究者发明了全自动微区 X 射线衍射系统<sup>[60]</sup>，该系统具有 50 μm 左右的空间分辨率，并且亮度也相对提高了 20 倍左右，可快速地对多元高通量样品的结构和成分进行同步测试。布鲁克公司研制的 X 射线衍射仪（D8 discover）也具有非常好的高通量表征效果，其对微区物相表征的空间分辨率也可以达到 50 μm<sup>[61]</sup>。Yoo 等<sup>[40]</sup>研究 Fe-Ni-Co 三元合金连续相图时，采用同步辐射 XRD 微区表征技术对样品进行了非常精细的表征，并发现了 2 个非晶相区域，如图 10 所示。

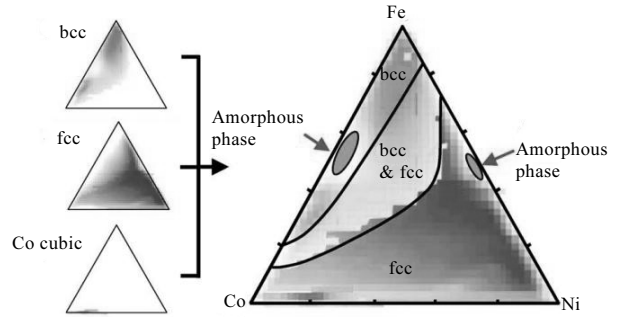


图 10 同步辐射 XRD 高通量表征技术得到铁-镍-钴三元合金相图

Fig.10 Fe-Ni-Co ternary phase diagrams constructed by high throughput XRD characterization using synchrotron light source<sup>[40]</sup>

##### 3.1.2 散裂中子源

散裂中子源是由高能质子撞击金属靶而产生高能中子的大科学检测装置。应用中子散射过程中的磁效应和超强的穿透能力，可研制出磁性材料和超导材料<sup>[62]</sup>。散裂中子源配置有谱仪，可对高通量样品的能量和动量进行表征，以便精确地获取物质的整体性能。在我国广东东莞正在筹建属于中国的第 1 台散裂中子源<sup>[63]</sup>，其系统构成示意图如图 11 所示。

散裂中子源具有微秒量级的脉冲特性，中子散射谱仪装配飞行时间技术，在固定位置布置大面积的探测器以及加大谱仪的长度，既可以提高谱仪的分辨率，又可使中子探测效率得到显著提高。散裂中子源还可

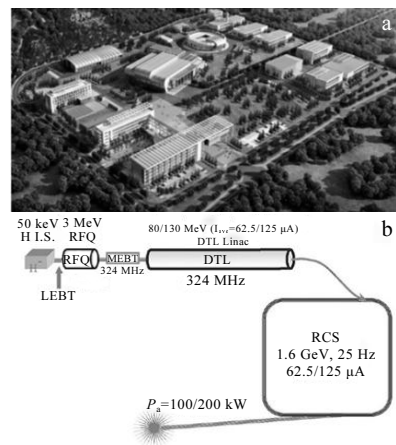


图 11 散裂中子源全景图和结构原理图

Fig.11 Panoramic view of the spallation neutron source (a) and schematic diagram of spallation neutron source structure (b)<sup>[63]</sup>

利用其中的短波长中子获得中子的全散射。例如，利用中子全散射不仅获得了最小的“足球”-富勒烯<sup>[64]</sup>，而且成功确定了锂离子电池材料中氢、锂等轻元素的位置与运动通道<sup>[65]</sup>。由于中子具有磁效应和超强的穿透能力，利用散裂中子源可对有“磁王”美誉的第 3 代稀土永磁材料 Nd-Fe-B 的晶体结构和磁结构，以及液氮温区的高温超导体 Y-Ba-Cu-O 的结构和自旋关联等进行表征<sup>[66]</sup>。散裂中子源还具有低本底、不使用核燃料、安全可靠的特点，可对工程材料和部件做高精度的织构和应变测量。英国利用散裂中子源测定了空客 A380 机翼不同的长梁焊接工艺所导致的残余应力，并建立其失效模型，确定不同焊接工艺对机翼使用寿命的影响，从而筛选出最优的焊接工艺<sup>[67]</sup>。

### 3.1.3 数字化三维微观结构表征

数字化三维微观结构表征是通过机械抛光技术得到二维图像，再利用计算机把二维图像处理成数字化的三维结构。最近的研究发现可采用 FIB<sup>[68]</sup>和飞秒激光烧蚀<sup>[69]</sup>方法来进行连续切片，再结合三维原子探针、背散射电子衍射技术<sup>[70,71]</sup>等，对高通量样品进行不同尺度的微观结构表征，如图 12 所示。三维成像既能获取微观组织信息，又能表征晶体结构和微区成分等信息，可对微观组织的演化模型进行验证并揭示其机制。Zurob 等<sup>[72]</sup>利用数字化三维微观结构表征技术，对渗碳实验过程中扩散引起的长大的相变机制进行了深入研究。

数字化的三维微观结构表征技术可对高通量材料的结构和性能进行精准的预测，甚至可精确到每个相的微观结构和微区性能<sup>[73]</sup>。数字化三维微观测试工具解决了传统测试工具无法表征材料特定相或某个特定

成分的微区性能。若要准确地预测材料的宏观性能，则需要对微区性能空间分布的模型进行详细的研究与分析。

## 3.2 高通量性能检测

### 3.2.1 高通量微区热力学表征

研究材料的性能时，我们通常要对材料的相变温度、焓变、热容等热力学参数进行分析测试。Mccluskey 等<sup>[38,74]</sup>采用并行纳米扫描量热系统在硅基底上制备出了具有加热和测温功能的薄膜器件，该器件包含 25 个微型单元，每个单元都有独立的加热和测温功能。量热单元大部分在氮化硅薄膜上，只有两端与衬底接触，明显降低了测试误差。Gregoire 等<sup>[75]</sup>通过物理掩模法和三靶磁控共溅射技术制备出多种 Cu-Au-Si 系非晶态合金材料样品，采用该系统对不同组分的合金样品进行高通量表征，收集到了一系列样品的性能数据（如图 13 所示），丰富了非晶态合金材料的数据库。

采用时域热反射技术测量热导率<sup>[76-78]</sup>，其空间分辨率可达 1 μm，测试速率可达 10 000 点/h，可表征熔点、导热系数、热膨胀系数等热力学参数。Huxtable 等<sup>[77]</sup>运用该技术快速测量激光反射率随时间变化关系，以及样品表面温度随时间变化关系，通过求解方程组得到材料的热传导系数。Zhao 等<sup>[79]</sup>采用该技术快速获取的热导率值与 Terada 等<sup>[80]</sup>采用传统测量方式得到的值接近，说明通过时域热反射技术可高通量地表征出样品的热力学参数。利用时域热反射技术，还

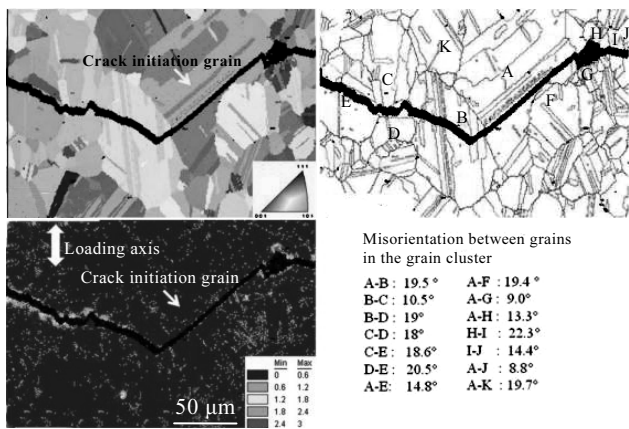


图 12 数字化三维微观结构表征获取裂纹信息

Fig.12 Digital three-dimensional microstructure characterization to obtain the crack information<sup>[73]</sup>

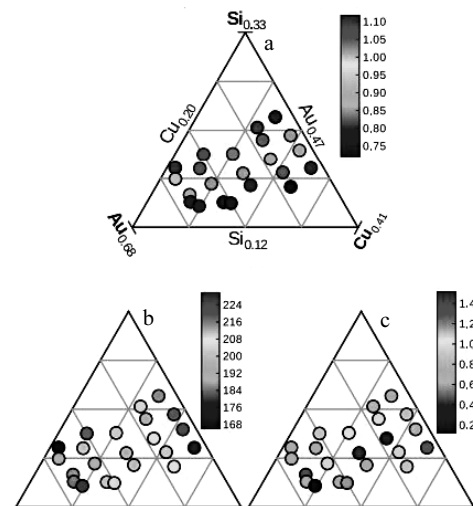


图 13 高通量表征 Cu-Au-Si 系非晶合金样品的热力学性

Fig.13 High throughput characterization of the thermodynamic properties of Cu-Au-Si amorphous alloy samples: (a) Si: Cu ratio for the glass-forming component, (b) glass transition temperature, and (c) glass transition enthalpy<sup>[75]</sup>

可以对高通量合金样品中第三组元元素替换方式这类问题进行高通量表征与分析<sup>[81]</sup>。

### 3.2.2 高通量微区力学性能表征

研究材料的性能时,通常都要对材料的力学性能进行测试,比如强度、硬度、应变率、弹性模量等性能。对单个样品的力学测试方法不能应用到高通量样品的测试中,因此要探索更先进的力学性能表征方法<sup>[82]</sup>。目前较先进的微观力学测试手段包括纳米压痕、原子力显微镜和扫描探针显微镜等。纳米压痕仪具有许多的优点,如分辨率高、操作简便等,已经被广泛应用到材料的高通量力学测试中。纳米压痕仪可以对材料的强度、硬度、弹性模量等多种力学性能进行表征。纳米压痕仪可测试材料的纳米级尺度,能够对单晶、微机电等尺寸较小的材料进行测试<sup>[83]</sup>。原子力显微镜具有高的横向和纵向分辨率,并且不必要求样品具有高的导电性,因此常被用来检测样品表面的粗糙度以及绝缘体或半导体等导电性不好的样品的表面形貌图。扫描探针显微镜在由原子力显微镜衍生出来的一种纳米力学表征方法<sup>[84]</sup>。扫描探针显微镜适用于对高通量材料的结构和表面微区进行定性分析与表征,可产生高分辨率图像。因此,扫描探针显微镜在高通量力学测试方面具有很大的应用价值。

### 3.2.3 高通量微区电化学性能表征

研究电极、电解质等电池、电容材料或器件时,对其电化学性能进行表征是必不可少的。高分辨率和高自动化性能是先进电化学性能表征装置必备的特点,以便达到材料高通量表征的要求。美国研究者开发了一种名为 VersaSCAN 的微区电化学扫描系统<sup>[6]</sup>。该系统主要应用于材料的高通量电化学表征,例如电池材料的正负极、电解质材料、半导体材料等。该系统可用于扫描振动电极测试、非接触式微区形貌测试、扫描电解液微滴测试等电化学测试。该系统可对高通量样品进行精确的测试,样品测试区域为 100  $\mu\text{m}$ ,平台空间分辨率可达 50 nm,能够满足高密度组合材料样品的全自动编程测试。

### 3.2.4 高通量催化性能表征

材料的催化性能离不开材料的化学反应过程,与化学反应过程密切相关,因此改变温度、压力等反应条件会在很大程度上影响材料的催化性能。通过研究催化反应过程的条件,可对材料的催化性能进行高通量表征。若研究材料的微区催化反应过程,可对材料的部分催化特性进行表征<sup>[85]</sup>。新型催化材料的研发通常是在实验室中进行,与工业生产不同,研发新材料需要更精确和更严格的反应条件,故需要研发符合条件的先进高通量表征装置。因此,高通量催化研发系统<sup>[86]</sup>应运而生,

这一系统的出现使催化性能的高通量表征不再困难,将信息处理、自动控制等技术整合在一起,使研发效率和研发质量显著提高,真正实现了催化材料的高通量制备与高通量表征,促进了新材料的不断研发与应用。

### 3.2.5 高通量光学性能表征

研究材料的过程中,有时往往需要对材料的光学性能进行表征,以便获得材料的带隙特性。比如,在研究复杂材料的晶体结构、电子层、禁带宽度等材料物理相关知识时,都要对其光学性能进行表征。连续光谱偏振仪是一种光学技术分析和计量仪器,可对材料的高通量微区光学性质进行表征,其优势是能够获得较大的光谱范围和高的空间分辨率。利用连续光谱偏振仪可对不同甲烷流量制备的类金刚石膜样品进行光学性质表征,并对消光系数和光学带隙特性所得结果进行分析<sup>[87]</sup>。此外,激光偏振仪<sup>[88]</sup>、阴极荧光计<sup>[19]</sup>、光致荧光测试仪<sup>[89]</sup>也可作为高通量微区光学性质表征的手段。

### 3.2.6 高通量电磁学性能表征

电磁学特性顾名思义分为电学特性和磁学特性,这两种特性也属于基本的物理特性。电磁学特性包括了两种特性的多种参数,如介电常数、扩散长度、电导率、电子迁移率、磁化率、自旋共振等。高通量表征电磁学特性需要用到一些特殊的检测仪器,目前衰减微波探针显微镜被认为是最有效的高通量表征工具。图 14 为衰减微波探针显微镜的工作原理和仪器图<sup>[90]</sup>。衰减微波探针显微镜的微区分辨率非常高,加之配有精确的数据采集系统,因此可高通量地表征材料芯片的电磁学特性,且表征效果非常好。Zhao 等人<sup>[30]</sup>也利用微波技术研究了超导单晶样品  $\text{YBa}_2\text{Cu}_3\text{O}_{6.95}$  穿透深度的低温特性,以及其序参量的对称性。

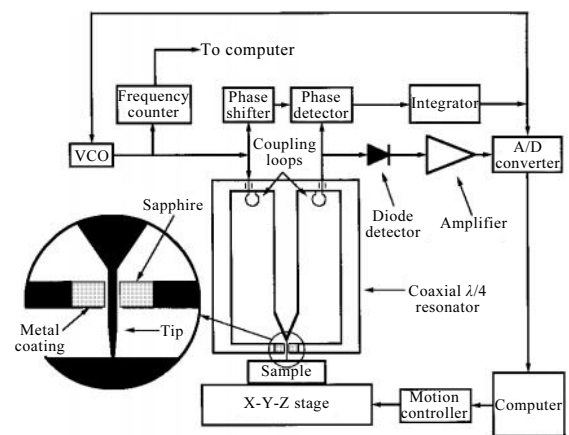


图 14 衰减微波探针显微镜结构图

Fig.14 Experimental configuration for the evanescent microwave probe<sup>[90]</sup>

## 4 结 语

1) 材料基因组技术是材料研发的最新理念,作为其三大要素之一的高通量制备与表征技术将是材料基因工程成功的关键。通过高通量制备和表征技术,可大大加快新材料研发的速度,降低研发成本。现有高通量制备技术的创新和发展为材料的研发提供动力,但这些方法大部分在三元以上的体系中难以应用,无法实现成分的精确可控分布。因此,还要开发一系列普适、精准、快速的制备仪器对材料进行高通量制备。

2) 通过高通量制备的材料还要进行精确的高通量表征,这就要求高通量表征技术具有更高的分辨率、测试效率、极端条件原位表征等能力。具有全光谱、高亮度、高分辨率、高稳定等优势的大科学装置正逐步走进科研人员的视野,同步辐射光源、散裂中子源等将逐渐取代传统的光学检测仪器,这些先进表征系统符合新一代高通量表征技术的发展要求。但这些大科学装置数量有限,不便于对高通量材料进行表征。因此,需要本着提高效率、降低成本、实时检测与制备的理念,继续研发新的微区材料高通量性能测试技术,同时在现有的高通量制备仪器和表征仪器的基础上进行深入的研究与创新,研发更多高效率、高质量、低成本的高通量实验设备,建立更先进的新材料研发体系,形成更为全面优质的材料数据库,为理论模型的改进提供大量的实验结果和理论验证,将高通量材料制备与表征技术进一步提升,保证材料基因工程的顺利实施,加速材料领域的创新和发展。

### 参考文献 References

- [1] Wang H, Xiang Y, Xiang X D *et al. Science and Technology Review*[J], 2015, 33(10): 13
- [2] Shi Xin(史 昕). *Petroleum & Petrochemical Today*(当代石油石化)[J], 2015, 23(7): 11
- [3] White A. *MRS Bulletin*[J], 2012, 37(8): 715
- [4] Olson G B. *Scripta Materialia*[J], 2014, 70: 1
- [5] Wang Haizhou(王海舟), Wang Hong(汪 洪), Ding Hong(丁洪) *et al. Science and Technology Review*(科技导报)[J], 2015, 33(10): 31
- [6] Xiang Yong(向 勇), Yan Zongkai(闫宗楷), Zhu Yanlin(朱焱麟) *et al. Journal of University of Electronic Science and Technology of China*(电子科技大学学报)[J], 2016, 45(4): 634
- [7] Anderson A. *Report to the President on Ensuring American Leadership in Advanced Manufacturing*, ED529992[R]. Washington: Executive Office of the President, 2011: 56
- [8] Huang Xiaoxu(黄晓旭), Wu Guilin(吴桂林), Zhong Xiaoyan(钟虢葵) *et al. Journal of Chinese Electron Microscopy Society*(电子显微学报)[J], 2016, 35(6): 567
- [9] Lin Hai(林海), Zheng Jiabin(郑家新), Lin Yuan(林原) *et al. Energy Storage Science and Technology*(储能科学与技术)[J], 2017, 6(5): 990
- [10] Phillips C L, Littlewood P. *APL Materials*[J], 2016, 4(5): 053 001
- [11] Liu Yanhui(柳延辉). *Acta Physica Sinica*(物理学报)[J], 2017, 66(17): 176 106
- [12] Liu Z K. *Chinese Science Bulletin*[J], 2014, 59(15): 1619
- [13] Christodoulou J A. *Advanced Materials and Processes*[J], 2013, 171(3): 28
- [14] Mao S S. *Journal of Crystal Growth*[J], 2013, 379(3): 123
- [15] Gibbs P J, Imhoff S D, Morris C L *et al. JOM*[J], 2014, 66(8): 1485
- [16] Goll D, Loeffler R, Hohns D *et al. Scripta Materialia*[J], 2018, 146: 355
- [17] Chen L Q. *Engineering*[J], 2015, 1(2): 169
- [18] Zhao J C. *Chinese Science Bulletin*[J], 2014, 59(15): 1652
- [19] Xiang X D, Takeuchi I. *Materials Today*[J], 2005, 8(10): 18
- [20] Hanak J J. *Journal of Materials Science*[J], 1970, 5(11): 964
- [21] Xiang Xiaodong(项晓东), Wang Hong(汪 洪), Xiang Yong(向 勇) *et al. Science and Technology Review*(科技导报)[J], 2015, 33(10): 64
- [22] Xiang X D, Sun X, Briceño G *et al. Science*[J], 1995, 268(5218): 1738
- [23] Potyrailo R, Rajan K, Stoewe K *et al. Cheminform*[J], 2012, 43(11): 579
- [24] Suryanarayana C. *Progress in Materials Science*[J], 2001, 46(1): 1
- [25] Zhao J C, Zheng X, Cahill D G. *JOM*[J], 2011, 63(3): 40
- [26] Zhao Yang(赵 洋), Huang Guojie(黄国杰), Wang Jianwei(王建伟). *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2017, 41(2): 140
- [27] Zhao J C. *Advanced Engineering Materials*[J], 2010, 3(3): 143
- [28] Zhao J C. *Journal of Materials Research*[J], 2001, 16(6): 1565
- [29] Zhao J C. *Annual Review of Materials Research*[J], 2005, 35(1): 51
- [30] Zhao J C, Jackson M R, Peluso L A *et al. JOM*[J], 2002, 54(7): 42
- [31] Zhao J C, Xu Y, Uwe H. *Advanced Engineering Materials*[J], 2013, 15(5): 321
- [32] Zhao J C. *Journal of Materials Science*[J], 2004, 39(12): 3913



- [33] Zhao Jicheng(赵继成). *Chinese Science Bulletin(科学通报)* [J], 2013, 58(35): 3647
- [34] Zhu L L, Qi H Y, Jiang L *et al. Intermetallics*[J], 2015, 64: 86
- [35] Wang X, Zhu L L, Fang J *et al. Science and Technology Review* [J], 2015, 33(10): 79
- [36] Kennedy K, Stefansky T, Davy G *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1965, 36(12): 3808
- [37] Mccluskey P J, Vlassak J J. *Scripta Materialia*[J], 2011, 64(3): 264
- [38] Mccluskey P J, Vlassak J J. *Journal of Materials Research*[J], 2010, 25(11): 2086
- [39] Liu Y H, Padmanabhan J, Cheung B *et al. Scientific Reports* [J], 2016, 6: 26 950
- [40] Yoo Y K, Xue Q Z, Chu Y S *et al. Intermetallics*[J], 2006, 14(3): 241
- [41] Yukio Y, Ryota T, Yuji M *et al. Applied Surface Science* [J], 2004, 223(1): 9
- [42] Sun X D, Xiang X D. *Applied Physics Letters*[J], 1998, 72(5): 525
- [43] Jin Z W, Murakami M, Fukumura T *et al. Journal of Crystal Growth*[J], 2000, 214-215: 55
- [44] Jin Z W, Fukumura T, Kawasaki M *et al. Applied Physics Letters*[J], 2001, 78(24): 3824
- [45] Cooper J S, Zhang G, McGinn P J. *Review of Scientific Instruments*[J], 2005, 76(6): 1738
- [46] Wang J, Yoo Y, Gao C *et al. Science*[J], 1998, 279(5357): 1712
- [47] Chen L, Bao J, Gao C *et al. Journal of Combinatorial Chemistry*[J], 2004, 6(5): 699
- [48] Liu X N, Shen Y, Yang R T *et al. Nano Letters*[J], 2012, 12(11): 5733
- [49] Tsai P, Flores K M. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2015, 46(9): 3876
- [50] Tsai P, Flores K M. *Acta Materialia*[J], 2016, 120: 426
- [51] Luo Z L, Geng B, Bao J *et al. Journal of Combinatorial Chemistry*[J], 2005, 7(6): 942
- [52] Zhou J H, Zeng J, Grant J *et al. Small*[J], 2011, 7(23): 3308
- [53] Faustini M, Kim J, Jeong G Y *et al. Journal of the American Chemical Society*[J], 2013, 135(39): 14 619
- [54] Guo Mengyuan(郭梦园), Li Fenghua(李风华), Bao Yu(包宇) *et al. Applied Chemistry(应用化学)*[J], 2016, 33(10): 1115
- [55] Lv Yunzhuo(吕云卓), Tan Zuoxing(覃作祥), Lu Xing(陆兴). *Material Review(材料导报)*[J], 2017, 31(17): 112
- [56] Springer H, Raabe D. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(12): 4950
- [57] Ding S Y, Liu Y H, Li Y L *et al. Nature Materials*[J], 2014, 13(5): 494
- [58] Mai Zhenhong(麦振洪). *Modern Physics(现代物理知识)*[J], 2014(2): 65
- [59] Gregoire J M, Van Campen D G, Miller C E *et al. Journal of Synchrotron Radiation*[J], 2014, 21(6): 1262
- [60] Xiang X D. *Applied Surface Science*[J], 2004, 223(1-3): 54
- [61] Lee M. *Landolt-Börnstein-Group I Elementary Particles, Nuclei and Atoms*[J], 2016(1): 256
- [62] Kockelmann W, Frei G, Lehmann E H *et al. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research*[J], 2007, 578(2): 421
- [63] Wei Jie(韦杰). *Modern Physics(现代物理知识)*[J], 2007, 19(6): 22
- [64] Juhás P, Cherba D M, Duxbury P M *et al. Nature*[J], 2006, 440(7084): 655
- [65] Bréger J, Dupré N, Chupas P J *et al. Journal of the American Chemical Society*[J], 2005, 127(20): 7529
- [66] Zhang Jie(张杰). *Bulletin of Chinese Academy of Sciences(中国科学院院刊)*[J], 2006, 21(5): 415
- [67] Wang Fangwei(王芳卫). *Science(科学)*[J], 2014, 66(4): 16
- [68] Uchic M D, Groeber M A, Dimiduk D M *et al. Scripta Materialia*[J], 2006, 55(1): 23
- [69] Echlin M L P, Mottura A, Torbet C J *et al. Review of Scientific Instruments*[J], 2012, 83(2): 023 701
- [70] Dingley D J, Randle V. *Journal of Materials Science*[J], 1992, 27(17): 4545
- [71] Schwartz A J, Kumar M, Adams B L *et al. Electron Backscatter Diffraction in Materials Science*[M]. Boston, MA: Springer, 2010
- [72] Zurob H S, Hutchinson C R, Bréchet Y *et al. Acta Materialia* [J], 2009, 57(9): 2781
- [73] Miao J, Pollock T M, Jones J W. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(6-7): 2840
- [74] Lee D, Sim G D, Xiao K C *et al. Journal of Applied Physics*[J], 2013, 114(21): 1347
- [75] Gregoire J M, Mccluskey P J, Dale D *et al. Scripta Materialia*[J], 2011, 66(3-4): 178
- [76] Cahill D G. *Review of Scientific Instruments*[J], 2004, 75(12): 5119
- [77] Huxtable S, Cahill D G, Fauconnier V *et al. Nature Materials* [J], 2004, 3(5): 298
- [78] Zheng X Y, Cahill D G, Zhao J C. *Advanced Engineering Materials*[J], 2005, 7(7): 622
- [79] Zhao J C, Zheng X, Cahill D G. *Scripta Materialia*[J], 2012, 66(11): 935

- [80] Terada Y, Ohkubo K, Mohri T *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2000, 278(1): 292
- [81] Zhao J C. *Progress in Materials Science*[J], 2006, 51(5): 557
- [82] Skordaris G, Bouzakis K D, Charalampous P. *Surface and Coatings Technology*[J], 2015, 265: 53
- [83] Chen J, Guo X L, Tang Q *et al.* *Carbon*[J], 2013, 55: 144
- [84] Liu L M, Zeng H R, Guorong L I *et al.* *Journal of Synthetic Crystals*[J], 2010, 39: 85
- [85] Guram A, Hagemeyer A, Lugmair C G *et al.* *Advanced Synthesis and Catalysis*[J], 2004, 346(2-3): 215
- [86] Wang N, Zhang X M, Chen B L *et al.* *Lab on a Chip*[J], 2012, 12(20): 3983
- [87] Mahtani P, Leong K R, Xiao I *et al.* *Solar Energy Materials & Solar Cells*[J], 2011, 95(7): 1630
- [88] Reeves W H, Skryabin D V, Biancalana F *et al.* *Nature*[J], 2003, 424(6948): 511
- [89] Kubota H, Takahashi R, Kim T W *et al.* *Applied Surface Science*[J], 2004, 223(1-3): 241
- [90] Gao C, Wei T, Duewer F *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 1997, 71(13): 1872

## Research Progress of High-Throughput Material Synthesis and Characterization

Guan Hongda<sup>1</sup>, Li Caiju<sup>1</sup>, Gao Peng<sup>1</sup>, Peng Jubo<sup>2</sup>, Li Fang<sup>1</sup>, Bao Qinghuang<sup>2</sup>, Guan Yifan<sup>1</sup>, Yi Jianhong<sup>1</sup>

(1. Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

(2. Yunnan Tin Group (Holding) Company Limited, Kunming 650106, China)

**Abstract:** The concept of material genome engineering has attracted extensive attention from researchers in the field of materials at home and abroad. As an important part of material genome engineering, high-throughput material synthesis and characterization technology become the focus of research, which can significantly improve the speed of materials research and development. In this work, the related concepts of material genome engineering are briefly introduced. A series of representative high-throughput synthesis and characterization techniques are introduced, and the research progresses in this field are reviewed. The main developing trend of high-throughput material synthesis and characterization technology is discussed in order to provide new ideas for the development of this field, as well as providing references for further development of material genome engineering technology.

**Key words:** materials genome engineering; high-throughput synthesis; high-throughput characterization; research progress

---

Corresponding author: Li Caiju, Ph. D., Professor, Faculty of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, P. R. China, Tel: 0086-871-65109952, E-mail: lcj@kust.edu.cn