

理化所一三五季报

2015 年第二季度

突破一 先进激光技术的创新与应用

概述：本方向本季度在研项目 26 项，其中新增 3 项，结题 1 项。

人才团队建设方面：拟引进光学专业博士 3 名、机械设计派遣人员 2 名。

本季度在大功率固体激光、钠信标、皮秒激光、短波紫外激光等方面取得重要进展。（略）

突破二 大型氢氦低温制冷技术与系统应用

概述：本方向本季度在研项目 1 项，召开重要工作会议 2 次。

本方向本季度重要进展：

1、由财政部支持、中科院理化所承担的国家重大科研装备“大型低温制冷设备研制”项目（一期）于 4 月 29 日在理化所廊坊基地顺利通过验收。中科院副院长张亚平参加验收会议，会议由条件保障与财务局局长吴建国主持。

验收专家委员会现场考察了大型低温制冷设备运行状况，听取了项目研制工作报告、用户使用报告、技术测试报告、财务验收报告和档案验收报告，审查了相关文档资料，一致同意项目通过验收。专家一致认为，该项目的完成打破了发达国家对液氢温区大型低温制冷技术的垄断，锤炼出了一支集“研究开发、集成制造、工程应用”于一体的大型低温技术与工程团队，打造了初具规模的设备研发和生产基

地,为进一步自主发展我国更低温区大型低温制冷技术、实现系统国产化奠定了基础。

张亚平副院长在总结中指出,中科院高度重视科研装备自主创新,在财政部支持下,开展了一系列科研装备创新研制,取得了显著成效。大型低温制冷设备研制项目在执行过程中,探索了创新的项目组织模式和管理机制,积累了丰富的管理经验。一期项目的顺利完成暨二期项目的启动是一个新的起点,希望项目团队刻苦攻关,继续争取领域相关专家和广大用户的 support,以期满足未来几十年我国高新技术领域发展的战略需求,全面支撑我国大科学工程、航天工程等领域的跨越发展。

2. 为推进专项二期“液氦到超流氦温区大型低温制冷系统研制”工作进展,项目指挥部 6 月 12 日召集技术部与管理部全体人员召开首次全体会议,正式启动所内各项工作,并对整体工作进行部署。项目总指挥刘新建副所长宣布了项目指挥部组织管理架构,明确了 2015 年重点工作计划并组织实施。项目首席科学家李青研究员和刘立强研究员分别就项目总体工作方案与实施计划、2015 年经费预算与执行情况进行具体汇报。各负责人围绕“流程设计与控制、氦透平膨胀机、换热器及冷箱集成、冷压缩机、氦压缩机及滤油、系统集成与调试”六个研究方向,分别从研制目标与任务、技术路线与总体计划、已开展的工作、2015 年度研制计划与预算、存在的问题等方面汇报项目进展并进行了技术讨论。

3. 承担二期项目的低温工程与系统应用研究中心(以下简称“中心”)从本季度开始,启动例会制度,每周一上午召开中心技术委员会例行会议,汇报和交流工作进展,制定工作计划和问题解决方案,推动各项工作稳定有序地进行。

4、中心按照质量管理体系为二期项目拟定了相关管理实施文件：1) 二期项目管理办法及人员，2) CESA 技术文件编号原则，3) 二期项目各阶段输出文件要求，4) 二期项目执行流程，5) 技术工程部及相关研究方向负责人职责，6) 二期项目内外采购报销流程等。各子方向将严格按照质量管理体系进行研究工作的安排和实施。

5、各子方向根据二期项目中两套制冷机系统流程确定了主要设备的性能参数，开展了设备购置和进口的调研工作，初步完成了常温螺杆压缩机、冷压缩机等关键设备的选型、询价和意向购置单位的确定。同时进行了前期的招标准备工作，完成了负压换热器平台（冷箱子方向）的评审，完成了复合式测量机和轴类零件快速扫描仪（透平子方向）、Ecosim 仿真平台源程序（控制子方向软件）和 Solidworks 软件（集成子方向）的采购论证工作并进入了相应采购程序。

6、2015 年 5 月中国科学院理化技术研究所与中国工程物理研究院核物理与化学研究所初步拟定了《关于开展低温精馏工程化技术研究合作框架协议书》，合作开展理化所自主研制的大型低温制冷系统应用研究。

7、2015 年 6 月中科院理化所与中科院近代物理研究所（简称“近物所”）就大型低温制冷系统在近物所惠州基地项目应用开展了深入交流和合作探讨。中心将就惠州项目对制冷系统所需场地规划、水电气等辅助系统等需求开展调研并向近物所递交正式方案报告。

8、理化所内 L40 液化器研制完成了透平改造，在原有进口压缩机的基础上并联了一台国产压缩机以保证充足的流量供应，并进行了系统的整机性能调试工作。廊坊基地研制的 L40-B 液化器系统已完成了系统集成组装，包括冷箱系统的组装、所有管路的连接和控制系统的连接等。7 月初将开展不带透平的液化器系统调试。



图 1 验收专家现场考察大型低温制冷设备运行状况



图 2 国家重大科研装备项目“大型低温制冷设备研制”验收会暨“液氦到超流
氦温区大型低温制冷系统研制”启动会会场

突破三 深紫外晶体器件、激光光源及应用

概述：本方向本季度在研项目 2 项，召开调度会议 4 次。

本方向本季度重要进展：

1、深紫外固态激光源前沿装备研制（二期）：

（1）ns、 ~ 167 nm DUV-DPL（为铝离子光频标配套）

基本确定了基频源系统方案和备用方案；开展了基频源实验研究，实现了 2 W 高光束质量 1336.6 nm 激光输出；正在进行基频光功率放大。进行了 1336 nm 激光晶体和玻璃的评估测试，选择了一种新的激光晶体，正在进行晶体加工，下一步对所挑选的晶体的输出功率特性进行测试。

（2）ps、MHz、 ~ 165 nm 或 ~ 167 nm DUV-DPL（为大动量极低温深紫外激光光电子能谱仪配套）

正在提高基频 1342 nm 激光的输出功率，为下一步获得更高功率 167.8 nm 激光输出做准备；已初步完成整机机械设计，下一步将开始器件的机械加工。

（3）ps、120 MHz、177.3 nm、1.5 mW DUV-DPL（为大动量极低温深紫外激光光电子能谱仪、深紫外激光调制反射光谱仪配套）

订购了所需的泵浦源，并对外光路进行了设计；真空腔已到货；待泵浦源到货后将开始深紫外光源的调试。

（4）ps、175-210 nm 宽调谐 DUV-DPL（为可调谐深紫外激光光源近常压光发射电子显微镜和深紫外激光磁光与磁圆（线）二色性谱仪配套）

深紫外激光磁光与磁圆（线）二色性谱仪配套皮秒宽调谐深紫外激光源：已完成泵浦源的安装调试，并进行了二倍频激光稳定性测试；已完成真空腔体安装测试；下一步进行宽调谐深紫外激光（四倍频）

光的调试。

可调谐深紫外激光光源近常压光发射电子显微镜配套皮秒宽调谐深紫外激光源：所需元器件全部到货，正在进行泵浦源和真空腔体的安装调试。下一步进行宽调谐深紫外激光源研制。

(5) ps、10 Hz、177.3 nm、15 μ J / 脉冲 DUV-DPL (为高灵敏度深紫外/红外离子化检测质谱光谱仪配套)

协助合作单位进行实验，已探测到深紫外激光对部分样品的激发信号。

2、新型深紫外全固态激光源及其前沿装备开发：

(1) 偏振可调 177.3nm DUV-DPL 样机研制及交付用户

完成了偏振可调 177.3nm DUV-DPL 样机输出功率、功率稳定性及深紫外激光传输效率测试（图 3 所示）。2015 年 6 月 23 日将样机交付用户单位物理所，并进行了安装。目前正在等待 PEEM 完成后进行联机调试。

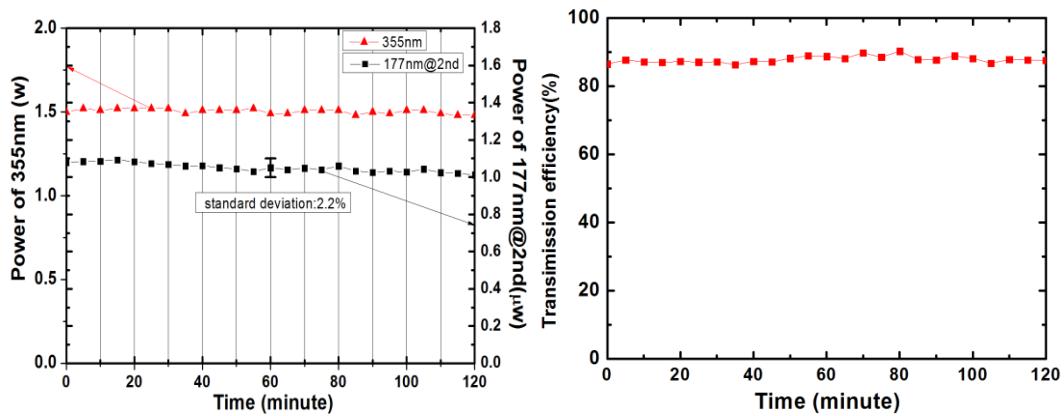


图 3. 偏振可调 177.3nm DUV-DPL 样机功率稳定性曲线（左图）
和传输效率稳定性曲线（右图）

(2) 偏振可调 177.3nm DUV-DPL 样机研制

完成了第 3 台 177.3nm DUV-DPL 的光路调试及指标测试，形成了可交付样机，等待交付。

(3) 177.3nm DUV-DPL 样机研制

完成了第 4 台 177.3nm DUV-DPL 样机的机械部件加工、镜片测试，完成了各控制器件的安装与调试，目前正在进行光路调试（图 4 所示）。



图 4 第 4 台 177.3nm DUV-DPL 激光样机

培育一 光化学转换与光化学合成

概述：本方向本季度在研项目 34 项。

本季度继续开展光化学转换与光化学合成研究工作，并在光化学合成方面取得了显著成果。

1、光化学合成——光电化学制氢

利用双功能分子-巯基乙酸，将溶胶 CdSe 量子点（Quantum Dots, QDs）组装到宽带隙的 NiO 介孔层电极上，制备了 CdSe QDs 敏化的 NiO 光阴极。此光阴极无需任何的电子牺牲剂、外部助催化剂、保护层以及缓冲溶液，即可实现高效、稳定的光电产氢。在中性电解质溶液中，-0.1 V (vs. NHE) 电位下，CdSe QDs/NiO 光阴极经可见光照射（ $\lambda > 400$ nm），产生高达 $-60 \mu\text{A}/\text{cm}^2$ 的光电流，同时逸出氢气；在长达 45 h 的时间里，光阴极保持稳定运行，法拉第效率接近 100%。

稳定性和法拉第效率均是目前敏化产氢光阴极领域的最高值。进一步的机理研究证实 CdSe QDs / NiO 光阴极优异的光电产氢性能源于 CdSe QDs、巯基乙酸、NiO 界面处有效的空穴转移。本工作中量子点光电化学制氢的光阴极组成新颖、性能优异、价廉实用，为人工光合成制氢领域的发展提供了新思路和途径。相关研究结果发表在国际能源领域顶级期刊 *Energy Environ. Sci.* 上，并被选为封面文章（Inside Front Cover）向读者重点推荐。

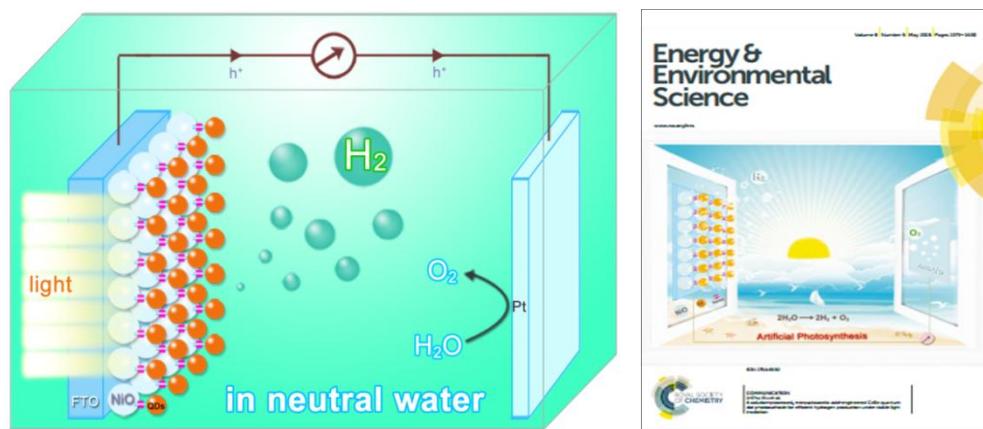


图 5. 量子点光电化学制氢示意图（左图）及文章内封面图（右图）

2. 新型高效氧化助催化剂铜-半胱氨酸络合物的合成及催化产氢应用

在光催化反应中，助催化剂可以有效降低激发态电子与空穴的复合几率以及氧化、还原反应的反应势垒，进而起到提高光催化反应活性的作用。一般来说，贵金属或其化合物具备非常高的催化活性而被普遍采用作为助催化剂。然而，由于贵金属资源稀缺与价格昂贵使得其在大规模应用上受到限制。因此，发展非贵金属基助催化剂是目前研究者的一个研究重点。

在自然界大量生物铜酶参与氧化催化反应的启发下，可以通过引

入铜-半胱氨酸络合物作为空穴消耗助催化剂，来提高电子空穴的分离效率，进而提高光催化材料的光催化产氢活性。本研究工作表明，在花状 CdSe 体系中加入半胱氨酸-铜络合物后，其可见光催化产氢速率提高了 150 多倍。通过循环伏安、XPS、ESI 以及核磁测试证明了该络合物为氧化型助催化剂，其通过快速消耗光生空穴，可有效抑制光生电子与空穴的复合，进而提高光催化活性。随后在 Pt/Sn₂Nb₂O₇ 光催化剂体系的验证实验中，更进一步证明了该络合物的氧化助催化剂角色及其良好的普适性。本工作提出的通过引入可促进空穴消耗的金属-有机络合物助催化剂来优化光催化产氢体系为开发新型高效的光催化产氢材料提供了新的研究思路。相关研究工作发表在英国皇家学会化学通讯杂志上 (Chem. Commun., 2015, accepted)。

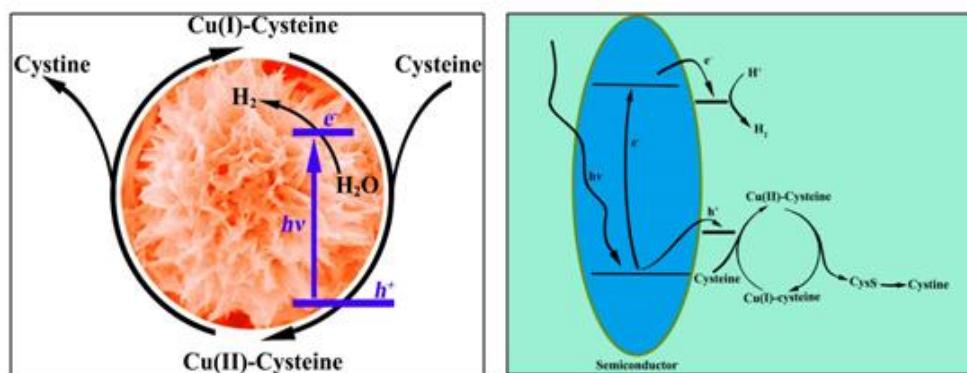


图 6 新型氧化助催化剂铜-半胱氨酸络合物在光催化反应中的作用示意图

培育二 有机光信息材料与加工装备

概述：本方向本季度在研项目 6 项。

本季度在大动态调制器、集成光子技术和光控波束形成网络技术等方面有重要进展。（略）

培育三 清洁生产技术与环境友好材料（新突破四）

概述：本方向本季度在研项目 4 项，围绕酶法明胶关键技术召开讨论会共计 2 次。

本方向本季度重要进展：

1、宁夏快速明胶生产工艺项目

以骨粉为原料，采用酶解工艺快速制备食用、药用明胶生产工艺，实施地点在宁夏自治区吴忠市，总投资 2000 多万，预计产能 1000 吨/年，2013 年 1 月完成厂房和生产线建设，2013 年 3 月完成生产线贯通初步调试，2013 年 5 月通过第一次批量实验，产品指标达到食用明胶水平，并实现小批量销售；2013 年 7 月进行第二次实验，由于实验环境和装备等问题，未能如期提高产率，现正在调整配方，并进行工艺和装备的改造。2013 年 9 月进行了工艺改进，大生产得率可达吨胶耗骨 7.7 吨，已接近合同指标 7.5 吨；2013 年四季度，在宁夏进行了两次试验，但是由于生产设备不稳定，工人操作培训不熟等问题的存在，致使实验结果不稳定，部分结果完全达到合同要求，部分结果不理想。2014 年一季度在实验室进一步优化了小试验的配方，突破了大生产中粘度较低的问题。2014 年 6 月在宁夏进行大生产实验，所得明胶粘度满足合同指标要求，其他指标合格。2014 年 8—9 月进行生产工艺优化，目前明胶的吨胶耗骨仍不稳定，在 8—9 吨。2014 年 10 月明胶的吨胶耗骨达到合同要求 7.5 吨，2014 年 11 月完成技术总结初步撰写，并完成技术查新，并通过宁夏省技术鉴定。2015 年 1 月进一步提高了产品的色泽和透过率。2015 年 5 月进一步提高了产率达到合同指标要求。

2、东宝生物半酶法生产工艺项目

以骨素为原料,采用酶解工艺快速制备食用、药用明胶生产工艺,实施地点在内蒙古自治区包头市,中试实验线的规模在每批 20 公斤,2013 年 6 月进行中试实验,顺利贯通,明胶指标满足药用明胶要求,需要进一步提高得率,并改善色泽,第三季度与东宝生物公司证实签署千吨级生产线技术合作合同,并完成初步工艺设计和厂房建筑施工设计,10 月份开工建设,12 月 15 日完工。2013 年 12 月 25 日进行 600 吨/年放量实验,粘度冻力指标基本达标,得率还需连续化生产材料获得准确数据,2014 年 1 季度,3 月份在东宝进行现场实验,验证了连续生产的可行性,并完成了粉碎和分离设备的选型,现在正在进行生产实验线的改造,6 月下旬赴东宝进行二次连续生产,所得产品的粘度、冻力等指标达到合同要求,但色泽尚未达标。7 月、9 月分别赴东宝进行小试和 600 吨中试放量实验,基本解决明胶色泽问题,鉴于明胶基本指标已达标,与东宝方面准备进行生产技术交接,在东宝实现 600 吨生产实验线连续生产。2015 年 1 月进一步提高产品色泽和透过率。2015 年 6 月,进行了工艺优化,目前仍在实验中。

3、东宝生物半酶法生产工艺项目

2013 年四季度完成设备选型,完成厂房平面设计和厂区的整体建筑设计以及环评设计,工艺设计正在进行中;该生产方法经过在廊坊基地的中试,基本获得大生产控制参数。2014 年 6 月完成厂房和设备布置图设计,2014 年 7 月中旬完成主体设备定制,准备开始厂房建设施工。2014 年 8 月由于湛江开发区污水处理总站建设不合格,

造成开发区内部企业全部建设工作停滞，现在还在等待规划审批和开工许可。截止 2015 年 6 月，该项目仍处于停工状态。

培育四 空间制冷技术及其应用

概述：本方向本季度在研项目共计 10 项，共召开各类项目协调会、调度会、评审会 10 余次。

本季度完成 3 项型号配套项目正样产品研制及交付，启动 2 项地面寿命试验工作，交付 2 套产品，在深低温、小型化制冷等方面取得重要进展。（略）

培育五 分散能源气体液化分离技术与应用

本方向本季度在研项目共计 3 项。本方向本季度重要进展：

1、偏远天然气气井方面

在内蒙古鄂尔多斯中石化大牛地气田增加了一套 3 万方/天天然气液化装置，目前已经连续运行了 3 个月；对偏散天然气气井的流程设计、单体装置设计、现场建站等方面积累了丰富的现场经验，基本完成了日处理 3 万方偏散天然气撬装式液化装置的标准化定型。

2、煤层气液化装置应用方面

日处理量 2 万方的煤层气液化装置已制作完毕，正在理化所廊坊基地进行调试试验，获取了大量不同工况的实验数据。山西晋城煤层气液化试验基地，日处理量 1.5 万方煤层气液化装置已连续运行 10 个月。

3、在石油伴生气应用方面

3 万方石油伴生气液化装置已于 4 月底开车成功，至今已连续运行 2 个多月。调试期间积累了丰富建站经验和湿气天然气类型液化实验数据。为石油伴生气液化回收起到了很好的示范效应。