

清华大学分析中心工作简报

2023 年第 5 期 (9/10 双月)

分析中心办公室汇编

目 录

一. 【中心动态】

- 1.1 分析中心团体参会第二十届北京分析测试学术报告会暨展览会
- 1.2 李景虹院士在《科学家讲科学》栏目介绍电化学制氢前沿
- 1.3 参加《检验检测机构资质认定评审准则》(2023 版) 培训会
- 1.4 参加中国分析测试协会高校分析测试分会第三次常委会议暨 2023 测论年会
- 1.5 第二届“信立方杯”高校分析测试技术培训微课大赛获奖
- 1.6 测试服务与人员培训

二. 【教学科研】

- 2.1 张昊副教授、李景虹院士与精仪系孙洪波教授、林琳涵副教授合作研究成果在 Science 期刊发表

三. 【交流活动】

- 3.1 第十二届全国低场核磁共振技术与应用研讨会
- 3.2 江阴市周庄镇长一行参观分析中心

四. 【技术讲座】

- 4.1 能谱分析平台邀请讲座——“红外光谱分析技术及其应用”
- 4.2 能谱分析平台举办系列讲座九——“原子力显微镜技术及应用”

五. 【技术创新与服务支撑】

- 5.1 《固体核磁样品制备系统的自主研制》论文发表
- 5.2 《纯净材料的发展及纯度分析方法》论文发表
- 5.3 俄歇电子能谱支撑航院郑泉水院士团队研究成果发表
- 5.4 TOF-SIMS 支撑物理系于浦教授研究成果在 Nat. Commun. 期刊发表

六. 【党群活动】

- 6.1 分析化学所与北京石墨烯研究院联合开展主题党日活动
- 6.2 分析化学所党支部开展主题教育学习活动

编辑：李海芳 杜翼

一.【中心动态】

1.1 分析中心团体参会第二十届北京分析测试学术报告会暨展览会

9月6-8日，第二十届北京分析测试学术报告会暨展览会（BCEIA 2023）在北京·中国国际展览中心（顺义馆）召开，分析化学所的多位老师积极参与会议组织筹备和学术交流。李景虹院士任此次会议的学术委员副主席并主持大会报告，张新荣教授（退休）任学术委员会秘书长，林金明教授负责组织了微全分析分会，何彦教授负责组织了光谱分会。李景虹院士激励青年学者要不断发展新原理、新技术、新方法、将技术与科学实践、临床需求紧密结合，做到高水平得科技自强。张昊副教授做了题为“Patterning of optoelectronic devices for biosensing and modulation”的报告，姚文清正高级工程师做《表面修饰增强光催化性能机制》报告。邢志正高级工程师作为邀请嘉宾参加了绿色创新前沿媒体圆桌会，探讨了新动能产业的发展趋势以及分析测试技术在其中的关键作用。岳淑芳和郭冲两位工程师分别获得最佳墙报奖。



图1 参加第二十届北京分析测试学术报告会暨展览会

1.2 李景虹院士在《科学家讲科学》栏目介绍电化学制氢前沿

中国科协青少年科技中心携手中央广播电视总台中国之声、央视频，推出《科学家讲科学》科普栏目，听院士名家畅谈 20 期科技热点。李景虹院士作为栏目邀请嘉宾，深入浅出地介绍了“电化学制氢技术”相关科技领域基础知识、创新成果与前沿动态。李景虹院士介绍了国内谢和平院士团队海水制氢的先进技术，他们通过物理力学与电化学相结合的思路，建立了相变迁移驱动的海水无淡化直接制氢全新原理与技术。

1.3 参加《检验检测机构资质认定评审准则》（2023 版）培训会

10 月 10-12 日，中心邢志、李海芳、黄秀三位老师在京参加了由教育部高等学校科学研究发展中心（国家计量认证高校评审组）主办、中国分析测试协会高校分会协办的高校《检验检测机构资质认定评审准则》（2023 版）宣贯培训会。分析中心邢志作为评审组长在交流会中分享了自己在评审过程中发现的常见现象及作为评审员的自我要求。

1.4 参加“中国分析测试协会高校分析测试分会第三次常委会议暨 2023 测论年会”

9 月 23 日，中国分析测试协会高校分析测试分会举办的“中国分析测试协会高校分析测试分会第三次常委会议暨 2023 测论年会”在青岛黄岛召开。中心主任李景虹院士致辞，朱永法教授作大会报告，姚文清、邢志、杨海军分别做分论坛报告。分析中心共 11 位老师参加了会议。

1.5 第二届“信立方杯”高校分析测试技术培训微课大赛获奖

9 月 23 日，在中国分析测试协会高校分析测试分会第三次常委会议上，宣布了第二届“信立方杯”高校分析测试技术培训微课大赛评选结果，在 32 个高校、科研院所的参赛视频作品中，中心段建霞老师的《透明薄膜样品的价带谱测试方法》微课视频获一等奖，杨海军老师团队的《如何学习精确测孔？》微课视频获二等奖。段建霞在表彰大会上作为获奖者代表发言。



图 2 杨海军获奖合影、段建霞发表获奖感言

1.6 测试服务与人员培训

2023 年 9-10 月中心测试服务校内 2767 人次、校外 429 人次，完成测试总机时 9867 小时，测试样品数 17864 个。支撑校内发表论文 92 篇，校外发表论文 23 篇。2023 年 9-10 月中心在校级科研条件平台上共组织培训 29 场次，培训学生 263 人

次。

二. 【教学科研】

2.1 张昊副教授、李景虹院士与精仪系孙洪波教授、林琳涵副教授合研究成果在 Science 期刊发表

清华大学化学系张昊副教授、李景虹院士和精仪系孙洪波教授、林琳涵副教授研究团队在无机材料 3D 打印方面取得新突破，在 *Science* 期刊上发表了题为“3D printing of inorganic nanomaterials by photochemically bonding colloidal nanocrystals”的研究成果。该研究基于纳米晶体表面配体的非特异性光化学交联反应和溶液中输运过程，实现了普适于无机功能材料的纳米级精度直接 3D 打印。

(原文链接: <https://www.science.org/doi/full/10.1126/science.adg6681>)。

目前可用于 3D 打印的材料一般限于聚合物和部分金属材料，具有优越光、电、磁等性能的半导体等无机材料的直接 3D 打印则难于实现。原因是半导体或金属氧化物等难以在 3D 打印条件下成键，需要聚合物等作为模板，但打印得到的混合物中无机物纯度低，无法保持原有的材料特性。该研究以胶体纳米晶体溶液为相应无机材料的原料“墨水”，基于光生氮宾自由基的小分子交联剂，利用飞秒激光引发纳

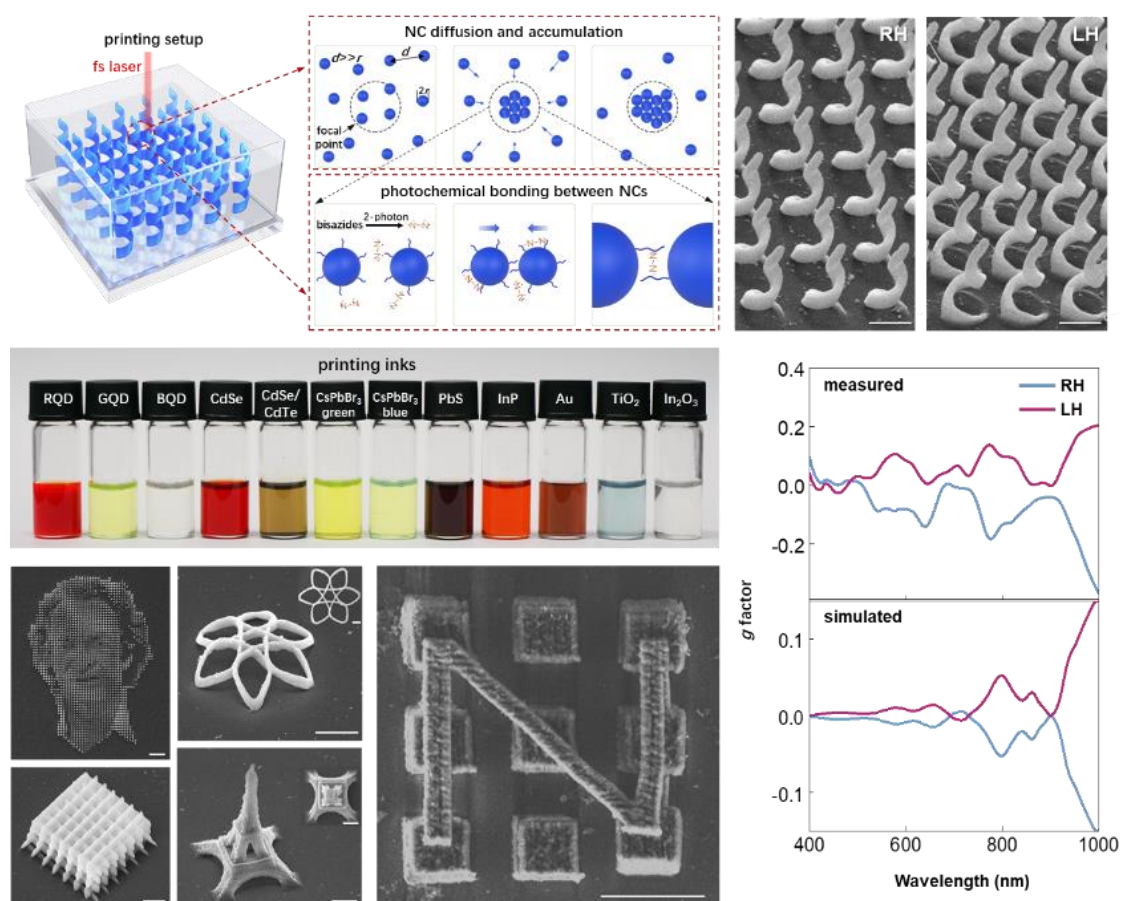


图 3 3D Pin 打印原理、材料多样性、结构复杂性与手性光学性质（引自原文）
米晶体表面配体的光交联反应使纳米晶体间形成稳定的共价键连接，实现了普适

性、高纯度、高精度的无机材料 3D 打印。所打印的 II-VI 族半导体手性螺旋结构在宽光谱范围内展示出显著的手性光吸收特性，其不对称因子相比以往研究工作中利用自组装方法得到的半导体螺旋结构提升约 20 倍。该研究工作开发了无机材料纳米级精度 3D 打印新方法，为拓宽 3D 打印材料库并构建基于无机材料的 3D 结构与器件提供了新思路。

三. 【交流活动】

3.1 第十二届全国低场核磁共振技术与应用研讨会

10月19-21日，第十二届全国低场核磁共振技术与应用研讨会于在苏州举办，参会人员 100 余名。大会报告上杨海军高工用“交叉、融合、创新”三个词高度总结了纽迈进入清华，从无到有，融入清华，合作培训，再到扎根清华，自主研发的风雨历程，获得了专家组和与会人员的高度认可。



图 4 杨海军做大会报告

3.2 江阴市周庄镇长一行参观分析中心

9月15日，江阴市周庄镇与清华大学深化省校合作。能谱分析平台主管/国家大型仪器中心-北京电子能谱中心副主任姚文清陪同参观分析中心实验室，介绍了分析中心作为校级服务平台在清华大学产学研中发挥的重要作用。

四. 【技术讲座】

4.1 能谱分析平台邀请讲座——“红外光谱分析技术及其应用”

为拓宽广大师生对红外光谱仪应用领域的了解，9月20日上午，能谱分析平台邀请周群副教授做了“红外光谱分析技术及其应用”的精彩讲座。线上线下听众共计 80 余人，其中线上观众 60 人。

周群老师从红外光谱法概述和红外光谱原位分析技术两部分进行了介绍，由红外光的基本原理和特征入手带大家认识红外光谱；通过对红外光谱新冠血清样

本分析的应用事例进行了生动阐述，教大家定性和定量鉴定复杂混合物；同时向大家展示了红外的特色应用，既可以测试纳克级微小样品，也可以测试飞秒级快速过程，同样可以进行空间成像分析和时间分辨分析。最后周群老师着重介绍了红外光谱原位分析技术中的原位透射法，原位反射法，原位光谱电化学分析，使样品的分析从静态发展到动态。

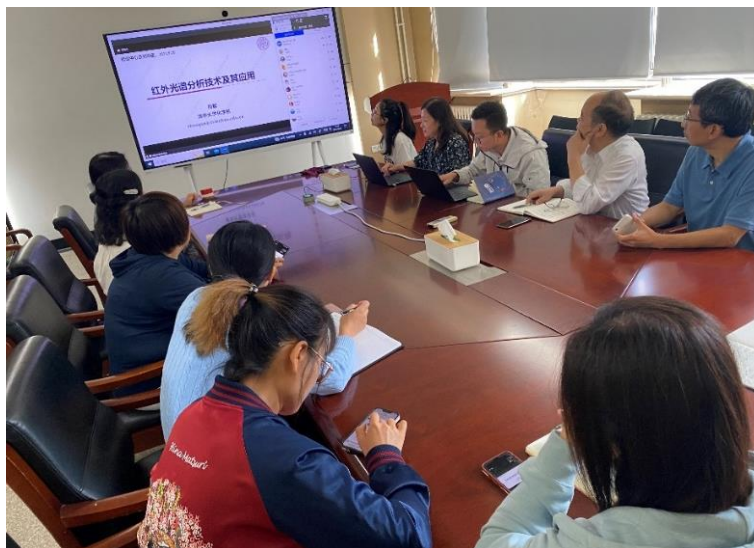


图 5 红外光谱分析技术及其应用讲座现场

4.2 能谱分析平台举办系列讲座九——“原子力显微镜技术及应用”

10月27日上午，能谱分析平台联合牛津仪器共同举办了原子力显微镜技术及应用交流会，校内外师生40余人参加了此次交流会。

牛津仪器刘志文博士以《Cypher VRS AFM 高分辨、环境控制、原位动态》为题，结合Cypher系列原子力显微镜硬件上的优势，分享了原子力显微镜相关技术的应用进展。牛津仪器技术支持袁思芃博士介绍了最新的激光干涉位移传感器干涉仪（IDS）和新一代Jupiter系列原子力显微镜的强大功能。本次交流会为参会者提供了原子力显微技术学习机会。功能多样化的原子力显微镜，为材料科学、生命科学等领域的研究提供了有力的技术支持。



图 6 原子力显微镜技术及应用培训和实验室演示现场

五.【技术创新与服务支撑】

5.1 《固体核磁样品制备系统的自主研制》论文发表

杨海军、周萌等在《波谱学杂志》发表了题为《固体核磁样品制备系统的自主研制》的论文 (doi: 10.11938/cjmr20233074), 总结了固体核磁转子和配套样品制备工具箱的自主研制技术要点, 且测试结果表明, 自主研制的转子能在 12 kHz 转速下正常运行, 满足常规固体核磁实验需求, 突破了依赖进口的“卡脖子”问题。

5.2 《纯净材料的发展及纯度分析方法》论文发表

黄秀、范博文、邢志等在《实验技术与管理》发表论文《纯净材料的发展及纯度分析方法》(doi: 10.16791/j.cnki.sjg.2023.08.001), 论述了中子活化法、残余电阻率法、发射光谱法、电感耦合等离子体质谱法、火花源质谱法、辉光放电质谱法、二次离子质谱法等不同固体样品分析技术的特点。提出在缺乏足够的固体标准物质情况下, 研究并确定材料性质、分析过程中各种物理现象 (包括样品激发、电离、传输等)、基质效应等各种溯源量化因子的大小, 将是高纯净材料分析技术的一个重要研究方向。

5.3 俄歇电子能谱支撑航院郑泉水院士团队研究成果发表

清华大学郑泉水院士团队基于微触头技术操纵、表征亚毫米石墨剪切界面的研究成果发表在 *ACS applied materials & interfaces* 期刊 (2023,15(37):44563-44571)。使用微触头技术操纵石墨剪切接触的最大面积为 $1 \times 1 \text{ mm}^2$, 是传统探针方法最大操纵尺寸 ($20 \times 20 \text{ }\mu\text{m}^2$) 的 2500 倍。基于该技术, 亚毫米 HOPG 石墨方块的剪切界面首次被打开。采用原子力显微镜 (AFM)、电子背散射衍 (EBSD)、拉曼光谱和俄歇电子能谱 (AES) 对接触界面的两侧进行了系统的表征, 并在界面发现了三种缺陷结构: 共度晶粒 (commensurate grains)、外台阶 (external steps) 和碳杂质 (carbon aggregates)。俄歇电子能谱 (AES) 具有非常灵敏的表面性, 是最常用的表面分析手段, 具有很高的空间分辨率, 可以满足样品表面微区分析的要求, 俄歇电子能谱分析测得杂质区域主要为碳 (92%), 少量氧气 (5%) 和硅 (3%), Mapping 像表征了整个分析区域碳、氧和硅的分布情况。俄歇结果证明界面中发现的杂质可能是无序的石墨碳, 这是导致超润滑缺陷结构之一。作者在文章中对分析中心俄歇电子能谱进行了致谢。

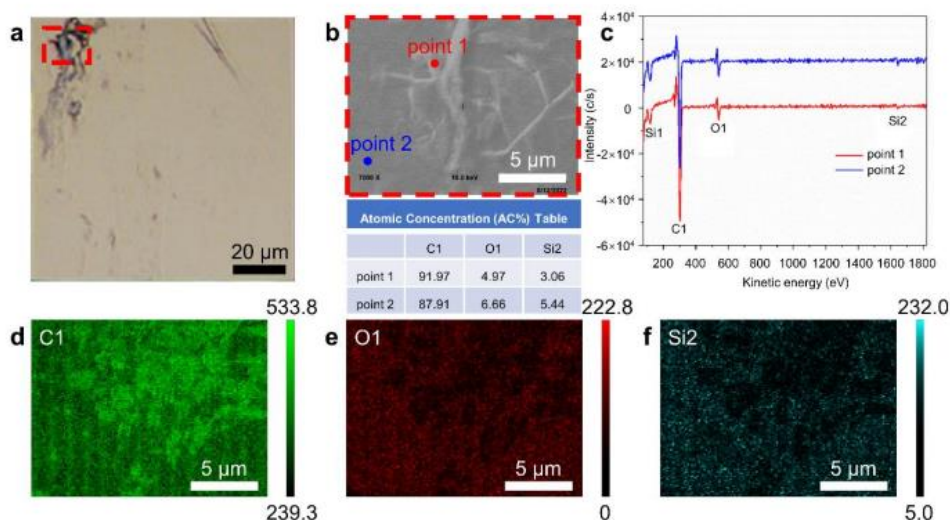


图 7 AES 对聚集体的表征 (引自文献的补充材料)

5.4 TOF-SIMS 支撑物理系于浦教授研究成果在 Nat. Commun. 期刊发表

多阻态存储器件是实现高性能和高能效神经形态计算的重要电子元器件。目前，基于过渡金属氧化物的高性能人工突触多阻态器件成为研究的重点，电场控制离子演化策略的发展，为多阻态存储提供了有效途径。于浦课题组利用扫描探针显微镜技术，使用具有催化作用的铂镀层纳米探针将针尖注氢技术应用于三氧化钨 (WO_3) 薄膜的离子调控研究，展示了室温下针尖诱导的纳米尺度多阻态调控方案；即利用扫描探针针尖诱导的析氢效应 (Spillover effect) 向 WO_3 薄膜中注入或抽出氢离子，以此驱动可逆的绝缘体-金属相变。相关成果以 “Nanoscale multistate resistive switching in WO_3 through scanning probe induced proton evolution” 为题发表在 Nature Communications 上。

如何对调控前后 H 的变化准确检测，对精准调控测试方案至关重要。为了对导电 WO_3 样品中的氢化提供直接证据，对氢化和生长区域进行了二次离子质谱 (SIMS) 分析。如图 8 所示与生长时 (绝缘) 区域相比，在 WO_3 层内开关 (传导) 区域显示出更高的氢强度。同时现有结果也揭示了在薄膜表面附近氢气浓度更高，大概率与本征质子扩散过程有关。通过对氢离子计量的控制，氧化钨薄膜可被精准调控至多个中间阻态，正因为 TOF-SIMS 对 H 的灵敏度极高，对实验参数的调控能尽可能地避免来自本底 H 的干扰还原真实实验数据，实现了对 H 计量进行准确检测。

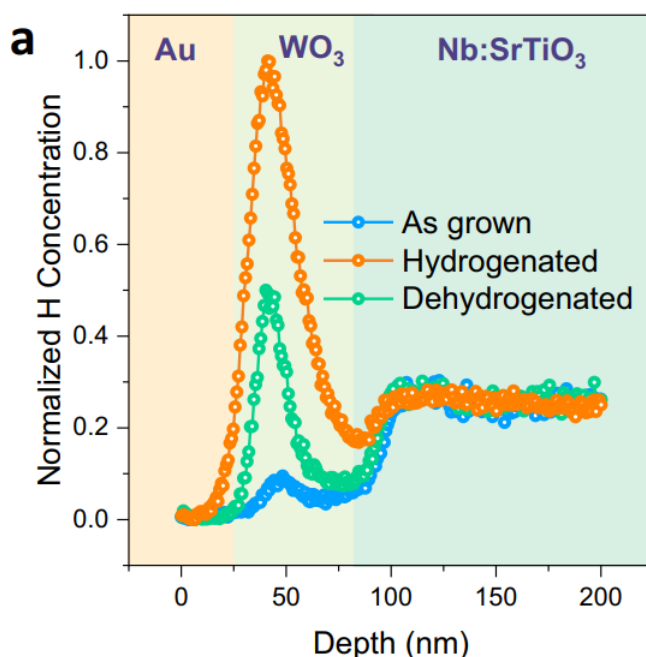


图 8 TOF-SIMS 支撑用户发表 Nature Communications

六. 【党群活动】

1. 分析化学所与北京石墨烯研究院联合开展主题党日活动

9月21日下午，分析化学所党支书何彦教授带领中心的老师们和分析化学所的多名博士后赴北京石墨烯研究院开展“从书架到货架：现代仪器分析助力新型材料研发”主题党日活动。石墨烯研究院院长刘忠范院士与大家座谈，刘院士提出要切切实实的科学研究，强调科学研究要注重原创性和实用性。研究院的党总支书

记、副院长李萌介绍了石墨烯研究院概况、石墨烯材料研究布局和未来发展方向。分析所党支部副书记宗瑞隆分享了分析中心的发展历程和党建工作心得，李海芳高工介绍了基于新材料的样品前处理技术和 MALDI 质谱在材料分析方面的应用，郭冲介绍了 TOFSIMS 质谱分析的基本原理和应用范围。大家参观了石墨烯研究院基于石墨烯材料的系列产品研发成果，从石墨烯单晶薄膜、脑植入式微电极到石墨烯轮胎，展现出石墨烯在多个领域的妙用。



图9 分析化学所与石墨烯研究院主题党日交流

2. 分析化学所党支部开展主题教育学习活动

10月12日下午，为学习思想、促进共识，推动主题教育走深走实，分析所党支部开展第四次主题教育集中学习，支部书记何彦以“世界大变局中的中国因素”为题，梳理了国内外近期突发事件和热点事件背后的内在关联。各位党员同志结合党课内容，从全球资本和资源流动的角度出发，讨论了美国经济和党争、中国经济和房地产、俄乌冲突、台海问题、南沙局势、中东和解、非洲尼日尔政变、纳卡冲突、阿以冲突等一系列纷乱事件背后的逻辑联系。面对纷繁的国际形势，中国人民在中国共产党的坚强领导下，推进中国传统文化的现代化改造，提升宣传思想文化水平，齐心协力逐步建立起一座新的“世界灯塔”。