

# 便携式同步辐射原位激光加热装置研制

李海涛<sup>1,2,3</sup> 赵波<sup>2</sup> 张祥志<sup>1,3,4</sup> 郭智<sup>1,3,4</sup> 王勇<sup>1,3,4</sup> 朱大明<sup>1,3,4</sup> 姚泽颖<sup>3,4</sup>  
崔晨辉<sup>2,3,4</sup> 焦禹晨<sup>3,4</sup> 刘海岗<sup>1</sup> 许子健<sup>1,3,4</sup> 马立梅<sup>1</sup> 邵仁忠<sup>1,2,3,4</sup>

1(中国科学院上海高等研究院 上海 201210)

2(上海科技大学 上海 201210)

3(中国科学院上海应用物理研究所 上海 201800)

4(中国科学院大学 北京 100049)

**摘要** 同步辐射实验方法在研究材料的结构和物性上具有独特的优势,然而,要实现同步辐射原位高温条件,尤其温度高于2 000 K以上,对很多实验方法来说还是一个挑战。激光加热方法可以实现快速、微区的极端高温条件,已经成为高温物性研究的重要工具。上海同步辐射光源在极端高温研究领域,例如高熵合金、涡轮叶片、航空材料等还欠缺相关的原位高温条件,因此,研制了一种便携式连续激光加热装置,利用光谱仪获得样品的热辐射谱,并通过黑体辐射方法拟合出样品的温度梯度和温度稳定性。利用该装置成功实现真空环境中钨片的快速熔化(熔点约3 695 K),并在上海同步辐射光源表面衍射线站获得了1 608 K原位条件下的MoS<sub>2</sub>和CTAB-MoS<sub>2</sub>材料X射线衍射图谱。本工作所研制的激光加热方法拓展了上海光源在极端条件下的实验能力,为极端高温条件下的材料物性研究提供了重要手段。

**关键词** 激光加热, 同步辐射, 原位实验, X射线衍射

**中图分类号** TL99

**DOI:** 10.11889/j.0253-3219.2023.hjs.46.020101

## Development of a portable laser heating device for synchrotron radiation in situ experiment

LI Haitao<sup>1,2,3</sup> ZHAO Bo<sup>2</sup> ZHANG Xiangzhi<sup>1,3,4</sup> GUO Zhi<sup>1,3,4</sup> WANG Yong<sup>1,3,4</sup> ZHU Daming<sup>1,3,4</sup>  
YAO Zeying<sup>3,4</sup> CUI Chenhui<sup>2,3,4</sup> JIAO Yuchen<sup>3,4</sup> LIU Haigang<sup>1</sup> XU Zijian<sup>1,3,4</sup>  
MA Limei<sup>1</sup> TAI Renzhong<sup>1,2,3,4</sup>

1(Shanghai Advanced Research Institute, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201210, China)

2(ShanghaiTech University, Shanghai 201210, China)

3(Shanghai Institute of Applied Physics, Chinese Academy of Sciences, Shanghai 201800, China)

4(University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China)

**Abstract** [Background] Synchrotron radiation experimental methods have unique advantages in studying the structure and physical properties of materials, but it is a challenge for many experimental methods to achieve synchrotron radiation in situ high temperature conditions, especially above 2 000 K. Laser heating methods can achieve rapid, micro-region extreme high temperature conditions, and have become an important tool for the study of

国家自然科学基金面上项目(No.12175296)、国家自然科学基金大科学装置联合基金(No.U1832154)、中国科学院青年创新促进会项目(No.2019291)资助

第一作者: 李海涛, 男, 1998年出生, 2015年毕业于南华大学, 现为硕士研究生, 研究领域为同步辐射原位高温装置

通信作者: 邵仁忠, E-mail: tairz@sari.ac.cn; 张祥志, E-mail: zhangxz@sari.ac.cn; 赵波, E-mail: zhaobo6011@163.com

收稿日期: 2022-08-10, 修回日期: 2022-11-03

Supported by National Natural Science Foundation of China (No.12175296), National Natural Science Foundation of China (No.U1832154), Youth Innovation Promotion Association of Chinese Academy of Sciences (No.2019291)

First author: LI Haitao, male, born in 1998, graduated from University of South China in 2015, master student, focusing on synchrotron in situ high temperature device

Corresponding author: TAI Renzhong, E-mail: tairz@sari.ac.cn; ZHANG Xiangzhi, E-mail: zhangxz@sari.ac.cn; ZHAO Bo, E-mail: zhaobo6011@163.com

Received date: 2022-08-10, revised date: 2022-11-03

high temperature physical properties. **[Purpose]** This study aims to develop a portable laser heating device for Shanghai Synchrotron Radiation Facility (SSRF) in situ experiments in the field of extreme high temperature research, such as high entropy alloys, turbine blades, aviation materials, etc. **[Methods]** A 100 W continuously tunable near-infrared fiber laser was used as the heating source, the sample was heated up by laser through the focusing lens and generated thermal radiation. The radiation spectrum was collected through the spectral collection focusing lens and measured by spectrometers. The temperature gradient and temperature stability of the sample were fitted by the blackbody radiation method. Finally, the melting experiment of pure tungsten sheets in vacuum was conducted to verify its maximum heating temperature, and the temperature gradient and stability measurement of the device were calibrated with platinum samples. **[Results]** We Experimental results show that melting point of about 3 695 K for tungsten sheets in vacuum is achieved using this device, and X-ray diffraction patterns of MoS<sub>2</sub> and CTAB-MoS<sub>2</sub> materials under 1 608 K in situ are obtained at the surface diffraction beamline station of SSRF. **[Conclusions]** The laser heating method developed expands the extreme experimental conditions in SSRF, and provides an important means to study high temperature physics for materials.

**Key words** Laser heating, Synchrotron radiation, In situ experiments, X-ray diffraction

同步辐射具有常规光源不可比拟的优良性能,如高准直性、高极化性、高相干性、宽的频谱范围、高光谱耀度和高光子通量等<sup>[1-2]</sup>。上海同步辐射光源(Shanghai Synchrotron Radiation Facility, SSRF)自2009年开放以来为科研人员提供了一个跨学科、综合性、多功能的大科学研究平台,在生命科学、凝聚态物理、材料科学、化学、能源与环境科学等多个学科前沿基础研究和高新技术研发领域产生了一批具有国际影响力的研究成果。同步辐射相关前沿科学领域内的很多重要问题都需要原位环境的支持,原位样品环境在同步辐射的应用中起着至关重要的作用,例如高低温、高压、电磁场、超高真空等各种原位环境。目前上海光源原位高温条件主要基于传统电加热来实现,无法实现微区高温加热,尤其是极端高温条件,不能满足高熵合金、涡轮叶片、航空材料等领域的高温需求。激光加热是实现微区极端高温条件的常用实验技术,可实现快速加热样品,加热温度可高达几千K,本文基于激光加热和热辐射测温原理设计并搭建了一套便携式原位激光加热装置。在上海同步辐射装置表面衍射线站进行了原位高温X射线衍射实验。

激光加热实验方法迄今已经历了几十年的发展。Ming和Basset<sup>[3]</sup>最早在1974年使用红宝石脉冲激光器(波长为700 nm,脉冲持续时间为1 ms,聚焦到样品的光斑直径为20~50 μm)将20 GPa压力下的石墨样品加热到3 000 K,自此,激光加热开始成为在极端温度条件下研究材料的强大和常规使用的工具<sup>[4]</sup>。20世纪90年代后期,Shen等<sup>[5]</sup>提出双面激光加热金刚石对顶砧(Diamond Anvil Cell, DAC)技术,获得的加热激光光斑直径为20~30 μm,加热温度超过3 000 K;2004年,刘景等<sup>[6]</sup>搭建了一套两面

激光加热系统,获得的最高温度超过5 000 K,并于2020年实现了脉冲激光加热方法<sup>[7]</sup>;2013年,Tateno等<sup>[8]</sup>在*Science*上发表文章,实现了激光加热实验环境条件分别高达300 GPa和6 000 K的PT域,激光加热结合DAC可以和其他光一起使用,例如可见光(用于样品可视化)、红外光(用于加热样品)以及X射线(作为探针)。从20世纪90年代开始,激光加热技术开始与同步辐射相结合<sup>[9]</sup>,例如激光加热DAC与X射线衍射(X-ray Diffraction, XRD)<sup>[10-11]</sup>、X射线吸收(X-ray Absorption)<sup>[12-13]</sup>和非弹性X射线谱学(Inelastic X-ray Spectroscopy)<sup>[14-15]</sup>等技术相结合,这些技术能够原位研究由极端P-T条件引起的各种各样的物理现象,模拟地球深部的温度和压力环境对材料进行研究<sup>[16]</sup>、材料熔融曲线研究<sup>[17]</sup>和相变研究<sup>[18]</sup>等。

研制了一种便携式连续激光加热装置,通过真空中纯钨片熔化实验表明其最高加热温度达到3 695 K,并通过铂金样品对该装置的温度梯度和稳定性测量进行了标定。进一步,将这套激光加热装置应用于上海同步辐射光源表面衍射线站,实现了原位高温X射线衍射方法,并基于该方法获得了MoS<sub>2</sub>和CTAB-MoS<sub>2</sub>材料在高温条件下的原位X射线衍射图谱。该激光加热系统的搭建完善了SSRF原位高温高压实验条件,为极端高温高压条件的材料物性研究奠定基础。

## 1 激光加热系统设计

### 1.1 基本原理

为了实现几千K的温度条件,将近红外波长的激光光束直接聚焦到样品上,激光光子和样品电子

之间产生相互作用,受激电子从导带移动到更高能态,这些受激电子和晶格声子之间的碰撞产生热能<sup>[18-19]</sup>,根据Plank定律,由样品受热发出的热辐射可以得到样品温度。

## 1.2 光学系统

我们先在实验室离线搭建了一套激光加热系统,其原理图如图1所示。加热系统采用离轴几何设计,采用100 W功率连续可调的近红外光纤激光器作为加热装置,激光通过激光聚焦镜(L1)进行聚焦,样品升温后会产生热辐射,通过光谱收集聚焦镜(L2)来收集样品产生的辐射谱,通过分束镜(BS)将采集到的光谱分成两个光路,其中透射光直接进入电荷耦合器件(Charge Coupled Device, CCD)相机,通过CCD相机实时观测被加热样品表面状态,而反射光经过一个短波通镜L3后直接进入光谱仪,短波通L3的作用是过滤掉激光波段的光,光谱仪采集热辐射光谱,通过Plank定律对光谱仪数据进行拟合获得样品温度。

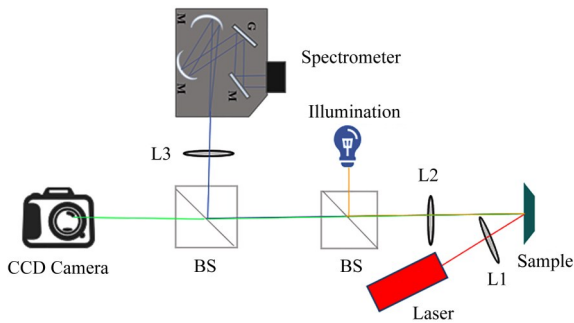


图1 激光加热系统示意图

Fig.1 Schematic diagram of a laser heating system

图1中激光器型号:SPI SP-0100C Nd:YAG laser,最大功率100 W,输出波长为1 070 nm;光谱仪:PI Fergie(内置CCD,采谱范围400~1 100 nm);L1:加热聚焦镜,焦距100 mm,直径25 mm,L2:光谱收集聚焦镜,焦距为35 mm,直径6.25 mm,可透波段范围为400~1 000 nm;BS:分束镜,为半透半反镜;L3:短波通镜,具有1 050 nm截止波长,直径25 mm,通带485~1 036 nm;CCD相机:相机观测部分,Illumination:照明部分。

实验室实物图如图2所示,激光器可以独立于成像光学器件移动,便于线站便携式使用,采用连续激光单面加热方式,激光通过聚焦镜聚焦,聚焦光斑尺寸为40  $\mu\text{m}$ ,通过调节聚焦镜到样品距离使激光聚焦到样品上。通过光谱收集聚焦镜、分束镜、短波通镜将光谱信号导入光谱仪。CCD相机可直接观测样品表面加热情况,其位置可与光谱仪位置调换。

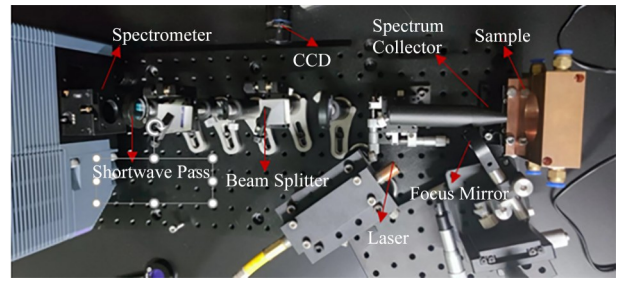


图2 激光加热系统

Fig.2 Snapshot of laser heating system in laboratory

## 1.3 温度拟合

本系统样品的温度测量是利用光谱仪获得的热辐射光谱 $I$ ,通过式(1)普朗克定律拟合得到。

$$I(\lambda, \varepsilon, T) = \varepsilon \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \frac{1}{\exp\left(\frac{hc}{\lambda TK_B}\right) - 1} \quad (1)$$

式中: $h$ 、 $K_B$ 、 $c$ 分别是普朗克常数、玻尔兹曼常数和光速; $T$ 是样品温度; $\lambda$ 是光谱仪测到的热辐射波长; $\varepsilon$ 是样品发射率, $\varepsilon$ 是 $P$ 、 $T$ 和 $\lambda$ 的函数。对于激光加热实验中使用的波长范围(400~1 000 nm),发射率随波长的变化可以被认为是可以忽略的,并且假设灰体近似( $\varepsilon < 1$ ),因此,发射率用作拟合参数。当 $\exp(hc/(\lambda TK_B)) \gg 1$ 时,采用维恩(Wien)近似:

$$I(\lambda, T) = \varepsilon \frac{2\pi hc^2}{\lambda^5} \exp\left(\frac{-hc}{\lambda TK_B}\right) \quad (2)$$

该方程线性化之后:

$$\text{Wien} = \frac{K_B}{hc} \ln\left(I \frac{\lambda^5}{2\pi hc^2}\right) = \frac{K_B}{hc} \ln \varepsilon - \frac{1}{\lambda T} \quad (3)$$

可以得出温度与光谱强度的关系式:

$$\frac{1}{T_0} - \frac{1}{T_1} = \text{Const} \times \ln \frac{I_1}{I_0} \quad (4)$$

在实验中,黑体辐射是在400~1 000 nm之间的波长范围内收集的,因此,可测量的温度从最低1 100 K开始。通过收集特定波长范围(特别是650~850 nm之间)的热辐射光谱并将其与普朗克辐射函数拟合,基于以上原理我们开发了一个测温程序(图3)来进行原位温度测定,可以得到样品温度和温度起伏误差大小。

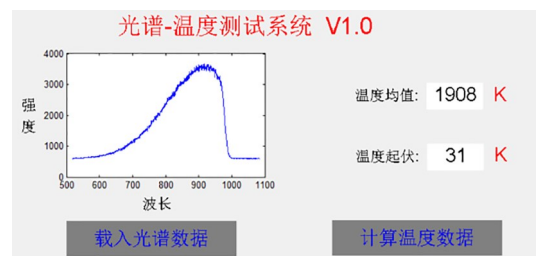


图3 光谱-温度测试界面

Fig.3 Spectrum-temperature test interface



## 2 系统温度性能测试

### 2.1 系统加热测试

采用 50  $\mu\text{m}$  钨片(W, 纯度为 99.99%)作为加热样品, 为避免其在加热过程中出现氧化, 首先将钨片真空密封(图 4), 真空度优于  $1.33 \times 10^{-2}$  Pa, 然后进行重复加热实验, 加热时间 5 min。



图 4 钨的真空密封  
Fig.4 Snapshot of vacuum sealing of W

连续调节激光功率, 当激光器输出功率调节为 30 W 时, 钨片开始熔化, 此时温度达到钨片熔点 3 695 K, 加热过程中一直由 gp\_temp 程序采集并拟合温度, 此过程中, 当温度为 2 228 K 时, 如图 5 所示, 温度起伏只有 48 K, 最小温度误差为 2%, 此过程中最大温度误差为 4.7%。

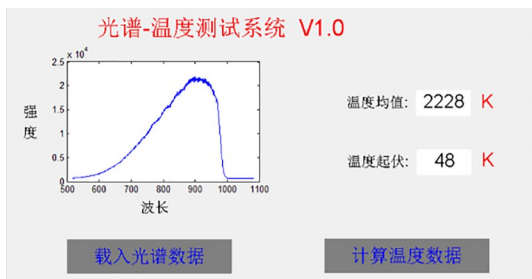


图 5 钨的温度拟合中最小温度误差  
Fig.5 Minimum temperature error in temperature fitting of W

从其他方面对加热温度进行了验证, 由于热电偶的测温准确性好, 检测温度最高可达 1 500 K, 采用热电偶和黑体辐射两种方法同时测同一点的温度; 得到结果是光谱辐射测量法测得的温度总是比热电偶测得的温度高 30~50 K 左右, 主要原因是加热斑点小于热电偶探头。

### 2.2 样品加热温度稳定性测试

对这套激光加热系统进行了温度稳定性测试, 由于铂金的物理性质稳定且熔点高, 用 Pt 样品作为激光加热系统的温度性能测试样品, 采用纯度 99.99% 的铂金作为加热样品, 第一次将样品加热到 1 800 K, 持续加热样品 660 s, 每隔 60 s 采集一个温度; 调节激光器的输出, 将样品加热到 1 900 K 进行重复实验, 得到结果如图 6 所示。

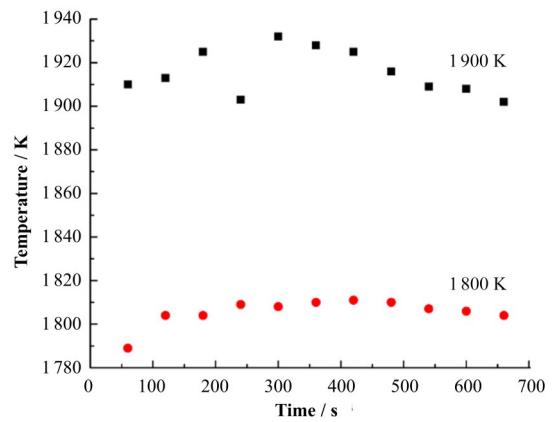


图 6 加热系统温度稳定性  
Fig.6 Temperature stability of heating system

在 660 s 内, 温度为 1 800 K 时, 最大温度涨落为 22 K (1.22%); 温度为 1 900 K 时, 最大温度涨落为 30 K (1.58%)。

接着用 Pt 样品来测试了激光器输出功率和样品加热温度的关系, 作为激光加热系统的温度性能测试样品, 重复采集了激光器不同功率下持续加热 5 min Pt 的黑体辐射谱, 得到了不同输出功率下 10 个温度点, 如图 7 所示。

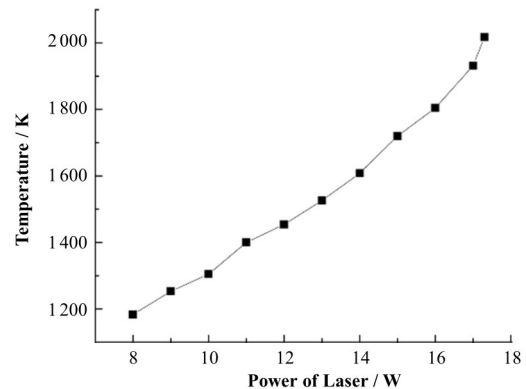


图 7 激光器不同输出功率下 Pt 样品的温度测量  
Fig.7 Temperature measurement of Pt sample under different laser output power

从图 7 可以看出, 在激光器输出功率为 8 W 时, 光谱仪开始采集到 Pt 样品的黑体辐射信号, 此时拟合得到温度为 1 183 K, 当调节激光器输出功率至 17.3 W 时, 测得样品表面温度为 2 018 K, 随着激光器输出功率的增大, 温度上升的速度有变大的趋势, 这是因为采用的是连续激光加热的原因。

### 2.3 铂金样品温度梯度测量

要获得良好的高温实验数据, 需要测量被加热区域的温度分布是否均匀, 样品温度梯度包括沿激光加热光路轴向方向和沿样品表面径向方向两个方

面。在激光加热的过程中,一方面样品吸收激光产生热,另一方面热量沿着轴向方向和径向方向传输。对径向温度分布影响最大的是激光器输出功率的分布,我们采用激光输出功率分布是 $TEM_{00}$ 模,因为 $TEM_{00}$ 模的激光束具有高斯分布,这样使得样品被加热的峰值温度在比较小的范围内,有效地降低了加热时样品表面的径向温度梯度。而对于轴向方向温度梯度,单面激光加热系统总是在样品厚度方向呈现一个连续下降的温度趋势,这种趋势可以通过降低样品厚度来抑制,也可以通过采取双面加热来抑制。采用Pt(纯度99.99%)样品进行径向方向温度梯度测量,Pt样品的厚度为 $25\ \mu\text{m}$ ,测量结果如图8所示,测试所用激光功率为17 W。

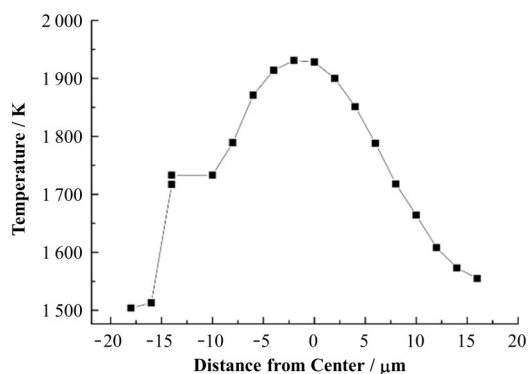


图8 Pt样品温度梯度测量

Fig.8 Temperature gradient measurement of Pt sample

从图8可以看到,激光加热样品中心处温度为1928 K,距离加热样品中心 $\pm 10\ \mu\text{m}$ 的位置温度分布降为1733 K和1664 K,距离加热样品中心 $\pm 16\ \mu\text{m}$ 的位置温度分布降为1513 K和1555 K,这个温度差是由于激光加热光路与样品存在一定角度,样品中心两侧受热情况不完全一致造成的,而距离样品中心 $5\ \mu\text{m}$ 内,两侧温度差基本一样。

### 3 原位激光加热装置在同步辐射X射线衍射中的实现

#### 3.1 激光加热 $\text{MoS}_2$ 原位高温衍射实验

我们在上海同步辐射光源表面衍射线站对激光加热系统进行了搭建,其光路图如图9所示。

分为激光加热光路、成像光路和热辐射谱采集光路。先将整套系统搭建在小面包板上,再将其搭建在上海光源表面衍射线站上;相机用于观察实际样品,而光谱仪用于收集样品表面激光加热部分的辐射热信号。在光谱仪之前还会添加短波通(L3),以避免来自激光器的任何可能使光谱仪的电荷耦合

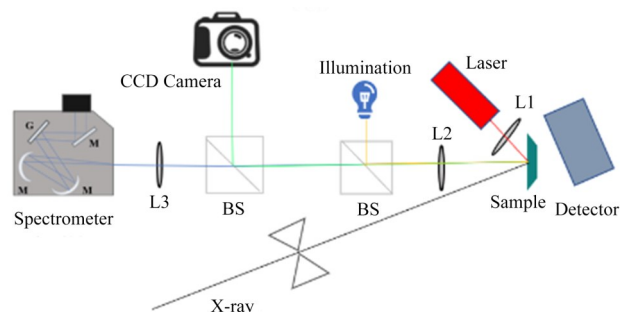


图9 激光加热系统搭建在同步辐射线站示意图

Fig.9 Schematic diagram of laser heating system built in synchrotron radiation station

器件饱和的寄生信号。光谱仪电荷耦合器件上收集的强度是能量分散的,积分之后就可以再现来自样品的黑体辐射,借此获得样品表面的温度。图9中,X射线探测器型号:Pilatus3 2M。

$\text{MoS}_2$ 是一种典型的二维层状材料<sup>[19-21]</sup>,层与层之间依靠范德华力相结合由于特殊的层状结构,在受到外力作用时易被剪切而发生层间滑移。因此, $\text{MoS}_2$ 被作为一种优异的自润滑材料应用于各个领域,如应用于高温、高压、高转速高负荷的机械工作状态,延长设备寿命,同时夹层二硫化钼(如CTAB- $\text{MoS}_2$ )作为超级电容器电极材料已被广泛研究<sup>[22-24]</sup>。我们在上海同步辐射光源表面衍射线站进行了 $\text{MoS}_2$ 原位连续激光加热X射线衍射(X-ray Diffraction, XRD)实验,X射线能量为18 keV,测量了 $\text{MoS}_2$ 和CTAB- $\text{MoS}_2$ 材料在高温下的衍射信息;实验中分别使用8 W和14 W激光器输出功率加热 $\text{MoS}_2$ ,通过黑体辐射得到样品温度分别为1225 K和1608 K,用14 W激光器输出功率加热CTAB- $\text{MoS}_2$ ,得到其温度为1664 K,加热完毕后又降回常温。

#### 3.2 实验结果

不同温度条件下 $\text{MoS}_2$ 衍射图谱如图10所示,从图10可以看出,随着加热温度不断升高, $\text{MoS}_2$ 衍射峰沿着低角度方向移动,当 $\text{MoS}_2$ 恢复回常温时,其衍射峰恢复为原来位置。

图11是我们对夹层二硫化钼(CTAB- $\text{MoS}_2$ )进行原位高温加热下的衍射图谱,刚开始CTAB- $\text{MoS}_2$ 处于室温,其衍射峰出现在3.8附近,峰值强度为192,随着CTAB- $\text{MoS}_2$ 被迅速加热,可以看到,CTAB- $\text{MoS}_2$ 在3.8位置的衍射峰直接消失,并出现了一个新的衍射峰,新的衍射峰位置与 $\text{MoS}_2$ 高温加热后的衍射峰相同,加热时和加热完毕后测得峰值强度分别为73和127,待到样品冷却至常温,新衍射峰一直存在。

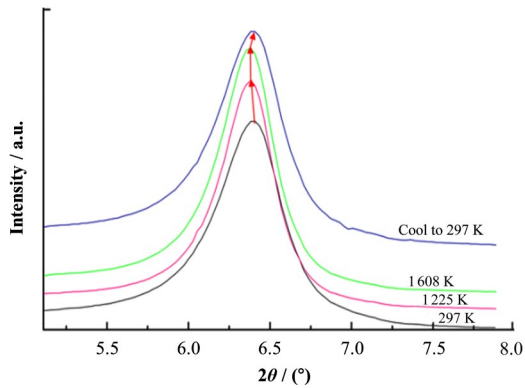


图10 不同温度下MoS<sub>2</sub>的XRD衍射  
Fig.10 XRD diffraction spectra of MoS<sub>2</sub> at different temperatures

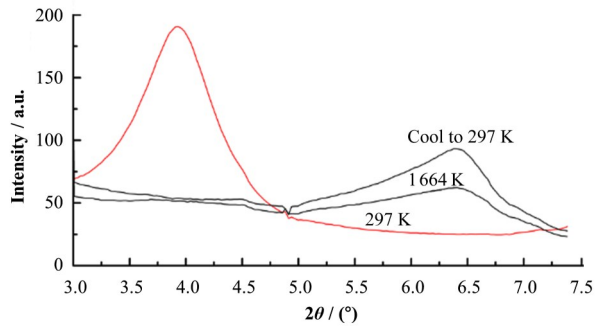


图11 常温与高温下CTAB-MoS<sub>2</sub>的XRD衍射谱  
Fig.11 XRD diffraction spectra of CTAB-MoS<sub>2</sub> at normal temperature and high temperature

从不同温度下CTAB-MoS<sub>2</sub>的XRD衍射谱可以看到,CTAB-MoS<sub>2</sub>在高温下会直接分解成MoS<sub>2</sub>,并未全部和氧气反应消耗掉,随着加热冷却后,不会再形成新的CTAB-MoS<sub>2</sub>。

#### 4 结语

本文的主要工作是设计搭建了一套便携式连续激光加热装置,通过对高熔点样品钨和铂的加热实验来验证这套加热系统的性能,调节激光器功率至30 W时,实现加热温度3 695 K,如果继续增大激光器输出功率可以得到更高温度。并测试了该套系统的加热温度稳定性和样品加热表面的温度梯度,在660 s内,温度为1 800 K时,最大温度涨落为22 K(1.22%);温度为1 900 K时,最大温度涨落为30 K(1.58%);并将该套激光加热系统结合到上海同步辐射光源表面衍射线站,进行了CTAB-MoS<sub>2</sub>和MoS<sub>2</sub>材料的原位高温衍射实验,得到了其衍射谱,发现随着加热温度不断升高,MoS<sub>2</sub>衍射峰沿着低角度方向移动,当MoS<sub>2</sub>恢复回常温时,其衍射峰恢复

为原来位置。该激光加热系统的搭建将进一步完善SSRF原位高温实验条件,并将结合DAC装置和拉曼装置实现原位高温高压实验条件和原位高温拉曼实验条件,为将来SSRF在极端高温条件下对材料物性的高时空分辨研究奠定基础。

**致谢** 感谢北京高压科学研究中心董洪亮博士和上海光源表面衍射线站(BL02U2)对此原位高温装置研制过程中离线测试和原位测试工作的支持。

**作者贡献声明** 李海涛:负责研究的提出及设计、数据的收集和整理、文章的起草和最终版本的修订,负责实验数据的收集,负责最终版本的修订;赵波:负责实验数据的收集,文章的修订;张祥志:负责研究的设计,文章的修订,数据的收集,项目的监督和管理;郭智、王勇、朱大明、姚泽颖、崔晨辉、焦禹晨、刘海岗、许子健、马立梅:负责实验材料,实验过程的讨论,数据的收集;邵仁忠:负责项目监督和管理,研究的提出与设计。

#### 参考文献

- 魏旭,张兵兵,孙大睿,等.北京同步辐射高重复超快X射线衍射实验方法发展[J].核技术,2017,40(10):100101. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2017.hjs.40.100101. WEI Xu, ZHANG Bingbing, SUN Darui, *et al.* Ultrafast X-ray diffraction development at high repetition rate in Beijing Synchrotron Radiation Facility[J]. Nuclear Techniques, 2017, 40(10): 100101. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2017.hjs.40.100101.
- 袁清习,田玉莲,朱佩平,等.用于大尺寸样品的同步辐射硬X射线衍射增强成像方法研究[J].核技术,2004,27(10):725-728. YUAN Qingxi, TIAN Yulian, ZHU Peiping, *et al.* A new diffraction-enhanced imaging set-up for large sample using synchrotron radiation X-ray[J]. Nuclear Techniques, 2004, 27(10): 725 - 728.
- Ming L C, Bassett W A. Laser heating in the diamond anvil press up to 2 000 °C sustained and 3 000 °C pulsed at pressures up to 260 kilobars[J]. Review of Scientific Instruments, 1974, 45(9): 1115 - 1118. DOI: 10.1063/1.1686822.
- Shen G Y, Rivers M L, Wang Y B, *et al.* Laser heated diamond cell system at the advanced photon source for in situ X-ray measurements at high pressure and temperature [J]. Review of Scientific Instruments, 2001, 72(2): 1273 -



1282. DOI: 10.1063/1.1343867.
- 5 Saxena S K, Dubrovinsky L S, Häggkvist P, *et al.* Synchrotron X-ray study of iron at high pressure and temperature[J]. *Science*, 1995, **269**(5231): 1703 - 1704. DOI: 10.1126/science.269.5231.1703.
- 6 刘景, 肖万生, 李晓东, 等. 同步辐射激光加温 DAC 技术及在地球深部物质研究中的应用[J]. *地学前缘*, 2005, **12**(1): 93 - 101. DOI: 10.3321/j. issn: 1005-2321.2005.01.013.
- LIU Jing, XIAO Wansheng, LI Xiaodong, *et al.* Laser-heated diamond anvil cell technique combined with synchrotron X-ray light source and its applications to Earth's interior material research[J]. *Earth Science Frontiers*, 2005, **12**(1): 93 - 101. DOI: 10.3321/j. issn: 1005-2321.2005.01.013.
- 7 崔巍然, 李晓东, 宫宇, 等. 高压 X 射线衍射的脉冲激光加热方法[J]. *核技术*, 2020, **43**(8): 080101. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2020.hjs.43.080101.
- CUI Weiran, LI Xiaodong, GONG Yu, *et al.* Research on pulsed laser heating method applied in high-pressure XRD measurement[J]. *Nuclear Techniques*, 2020, **43**(8): 080101. DOI: 10.11889/j.0253-3219.2020.hjs.43.080101.
- 8 Tateno S, Hirose K, Ohishi Y, *et al.* The structure of iron in Earth's inner core[J]. *Science*, 2010, **330**(6002): 359 - 361. DOI: 10.1126/science.1194662.
- 9 Shen G Y, Mao H K, Hemley R J, *et al.* Melting and crystal structure of iron at high pressures and temperatures [J]. *Geophysical Research Letters*, 1998, **25**(3): 373 - 376. DOI: 10.1029/97gl03776.
- 10 Petitgirard S, Salamat A, Beck P, *et al.* Strategies for in situ laser heating in the diamond anvil cell at an X-ray diffraction beamline[J]. *Journal of Synchrotron Radiation*, 2014, **21**(Pt 1): 89 - 96. DOI: 10.1107/S1600577513027434.
- 11 Watanuki T, Shimomura O, Yagi T, *et al.* Construction of laser-heated diamond anvil cell system for in situ X-ray diffraction study at SPring-8[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2001, **72**(2): 1289 - 1292. DOI: 10.1063/1.1343869.
- 12 Boehler R, Musshoff H G, Ditz R, *et al.* Portable laser-heating stand for synchrotron applications[J]. *The Review of Scientific Instruments*, 2009, **80**(4): 045103. DOI: 10.1063/1.3115183.
- 13 Boccato S, Torchio R, D'Angelo P, *et al.* Compression of liquid Ni and Co under extreme conditions explored by X-ray absorption spectroscopy[J]. *Physical Review B*, 2019, **100**(18): 180101. DOI: 10.1103/physrevb.100.180101.
- 14 Sakamaki T, Ohtani E, Fukui H, *et al.* Constraints on Earth's inner core composition inferred from measurements of the sound velocity of hcp-iron in extreme conditions[J]. *Science Advances*, 2016, **2**(2): e1500802. DOI: 10.1126/sciadv.1500802.
- 15 Kawaguchi S I, Nakajima Y, Hirose K, *et al.* Sound velocity of liquid Fe-Ni-S at high pressure[J]. *Journal of Geophysical Research: Solid Earth*, 2017, **122**(5): 3624 - 3634. DOI: 10.1002/2016jb013609.
- 16 Thompson S, Komabayashi T, Breton H, *et al.* Compression experiments to 126 GPa and 2 500 K and thermal equation of state of Fe<sub>3</sub>S: implications for sulphur in the Earth's core[J]. *Earth and Planetary Science Letters*, 2020, **534**: 116080. DOI: 10.1016/j.epsl.2020.116080.
- 17 Anzellini S, Monteseguro V, Bandiello E, *et al.* In situ characterization of the high pressure - high temperature melting curve of platinum[J]. *Scientific Reports*, 2019, **9**: 13034. DOI: 10.1038/s41598-019-49676-y.
- 18 Komabayashi T, Pesce G, Morard G, *et al.* Phase transition boundary between fcc and hcp structures in Fe-Si alloy and its implications for terrestrial planetary cores [J]. *American Mineralogist*, 2019, **104**(1): 94 - 99. DOI: 10.2138/am-2019-6636.
- 19 Dickinson R G, Pauling L. The crystal structure of molybdenite[J]. *Journal of the American Chemical Society*, 1923, **45**(6): 1466 - 1471. DOI: 10.1021/ja01659a020.
- 20 Lopez-Sanchez O, Lembke D, Kayci M, *et al.* Ultrasensitive photodetectors based on monolayer MoS<sub>2</sub> [J]. *Nature Nanotechnology*, 2013, **8**(7): 497 - 501. DOI: 10.1038/nnano.2013.100.
- 21 Lee C G, Yan H G, Brus L E, *et al.* Anomalous lattice vibrations of single- and few-layer MoS<sub>2</sub>[J]. *ACS Nano*, 2010, **4**(5): 2695 - 2700. DOI: 10.1021/nn1003937.
- 22 Acerce M, Voiry D, Chhowalla M. Metallic 1T phase MoS<sub>2</sub> nanosheets as supercapacitor electrode materials[J]. *Nature Nanotechnology*, 2015, **10**(4): 313 - 318. DOI: 10.1038/nnano.2015.40.
- 23 Zheng S Y, Han P, Han Z, *et al.* Nano-copper-assisted immobilization of sulfur in high-surface-area mesoporous carbon cathodes for room temperature Na-S batteries[J].

Advanced Energy Materials, 2014, 4(12): 1400226. DOI: 10.1002/aenm.201400226.

24 Geng X M, Zhang Y L, Han Y, *et al.* Two-dimensional

water-coupled metallic MoS<sub>2</sub> with nanochannels for ultrafast supercapacitors[J]. Nano Letters, 2017, 17(3):

1825 - 1832. DOI: 10.1021/acs.nanolett.6b05134.