

(12) 按照专利合作条约所公布的国际申请

(19) 世界知识产权组织
国际局

(43) 国际公布日
2019 年 2 月 14 日 (14.02.2019)



(10) 国际公布号
WO 2019/029534 A1

(51) 国际专利分类号:
C22C 45/00 (2006.01) **G01N 21/55** (2014.01)

(21) 国际申请号: PCT/CN2018/099205

(22) 国际申请日: 2018 年 8 月 7 日 (07.08.2018)

(25) 申请语言: 中文

(26) 公布语言: 中文

(30) 优先权:
201710665367.9 2017 年 8 月 7 日 (07.08.2017) CN

(71) 申请人: 南方科技大学(SOUTHERN UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY) [CN/CN]; 中国广东省深圳市南山区西丽学苑大道 1088 号, Guangdong 518055 (CN)。上海交通大学(SHANGHAI JIAO TONG UNIVERSITY) [CN/CN]; 中国上海市闵行区东川路 800 号, Shanghai 200240 (CN)。

(72) 发明人: 项晓东(XIANG, Xiaodong); 中国广东省深圳市南山区西丽学苑大道 1088 号, Guangdong 518055 (CN)。汪洪(WANG, Hong); 中国广东省深圳市南山区西丽学苑大道 1088 号, Guangdong 518055 (CN)。汪晓平(WANG, Xiaoping); 中国广东省深圳市南山区西丽学苑大道 1088 号,

Guangdong 518055 (CN)。武跃维(WU, Yuewei); 中国广东省深圳市南山区西丽学苑大道 1088 号, Guangdong 518055 (CN)。

(74) 代理人: 北京品源专利代理有限公司(BEYOND ATTORNEYS AT LAW); 中国北京市海淀区莲花池东路 39 号西金大厦 6 层, Beijing 100036 (CN)。

(81) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的国家保护): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BN, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DJ, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IR, IS, JO, JP, KE, KG, KH, KN, KP, KR, KW, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PA, PE, PG, PH, PL, PT, QA, RO, RS, RU, RW, SA, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TH, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW。

(84) 指定国(除另有指明, 要求每一种可提供的地区保护): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LR, LS, MW, MZ, NA, RW, SD, SL, ST, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), 欧亚 (AM, AZ, BY, KG, KZ, RU, TJ, TM), 欧洲 (AL, AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT,

(54) Title: AMORPHOUS SYNTHESIS AND DETECTION DEVICE AND APPLICATION THEREOF, METHOD FOR DETERMINING AMORPHOUS FORMING CAPABILITIES OF ALLOY MATERIAL AND APPLICATION THEREOF

(54) 发明名称: 一种非晶合成与检测装置及应用、一种确定合金材料非晶形成能力的方法及应用

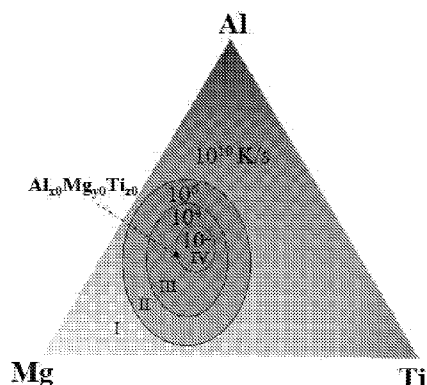


图 2 (a)

(57) Abstract: The present application relates to an amorphous synthesis and detection device and an application thereof, as well as a method for determining the amorphous forming capabilities of an alloy material and an application thereof; the device comprises a pulse laser emitting device, a sample control device and an amorphous characterization device; the pulse laser emitting device comprises a pulse laser, as well as a separator, a time domain regulator, a space domain regulator and a focus lens, which are sequentially provided on a light path; the sample control device comprises a vacuum chamber, as well as a displacement table that is located within the vacuum chamber and a sample to be processed that is fixed to the displacement table, sample micro-regions being divided on the sample to be processed; the amorphous characterization device comprises an incident light emitter and an amorphous measurement device, performing amorphous characterization on a processed sample. The present application introduces pulse laser technology to the field of amorphous alloys, while combining composite material chip technology; the amorphous forming capabilities of different constituent regions of an alloy material may be determined, thereby scanning a suitable constituent region of a large piece of an amorphous alloy material. The present invention has good application prospects.

RO, RS, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI,
CM, GA, GN, GQ, GW, KM, ML, MR, NE, SN, TD, TG)。

本国际公布：

— 包括国际检索报告(条约第21条(3))。

(57) 摘要：本申请涉及一种非晶合成与检测装置及应用、一种确定合金材料非晶形成能力的方法及应用，所述装置包括脉冲激光发射装置、样品控制装置和非晶表征装置；所述脉冲激光发射装置包括脉冲激光器以及光路上依次设置的隔离器、时域调节器、空域调节器和聚焦镜；所述样品控制装置包括真空腔以及位于真空腔内的位移台和固定于位移台的待处理样品，在所待处理样品上划分样品微区；所述非晶表征装置包括入射光发射器以及非晶测量装置，对处理后的样品进行非晶表征。本申请将脉冲激光技术引入非晶合成领域，同时与组合材料芯片技术相结合，能够确定合金材料不同组分区域的非晶形成能力，进而实现了对大块非晶合金材料合适组分区域的筛选。具有良好的应用前景。

一种非晶合成与检测装置及应用、一种确定合金材料非晶形成能力的方法及应用

技术领域

本申请涉及激光加工技术、非晶合金制备领域，具体涉及一种非晶合成与检测装置及应用、一种确定合金材料非晶形成能力的方法及应用。

背景技术

非晶合金是由超急冷凝固，合金凝固时原子来不及有序排列结晶，得到的固态合金是长程无序结构，没有晶态合金的晶粒、晶界存在。这种非晶合金具有许多独特的性能，由于它的性能优异、工艺简单，很快成为国内外材料科学界的研究开发重点。

在 50 年多年的发展过程中出现了多种用于制备非晶材料的技术，主要包括液相急冷法[Brown L M, Pais A, Pippard S B. Twentieth Century Physics. Bristol and Philadelphia: Institute of Physics Publishing, 1995]、沉积薄膜法[Kramer J. Annln. Phys. 1934, 19: 37]、多层膜界面固相反应法、机械合金化法、反溶化方法、离子束混合和电子辐射法、氢化法以及压致非晶化法等[Johnson W L. Prog. Mater. Sci., 1986, 30: 81]。其中液相急冷法是现如今使用最为广泛的可用于实现大块非晶合金材料制备的有效手段。基于液相急冷思想也发展出诸多实用技术，包括喷溅冷却、双辊极冷轧制法、单滚筒离心冷却法、水淬法、助溶剂包裹法、金属模浇法等[Pond R. Maddin R. TMS-AIME, 1969, 245: 2475 ; Chen H S. Miller C E. Rev. Sci. Instru., 1970, 41: 1237]。然而现有的液相急冷技术能够达到的最大冷却速度约为 10^6K/s [PROGRESS IN PHYSICS,33,177 (2013)]，也被认为液相金属互熔体能否形成非晶态合金的界限。也就意味着，对于需要冷却速度达到更快的合金材料，现有液相冷却技术将无法制备。

大块非晶材料具有高力学特性、强抗腐蚀性、好的软磁性能等，显示出重要的应用的前景。寻找新型大块非晶材料是非晶领域自 1980 年代后的主流方向，且已获得如 Ti 基、Cu 基、Fe 基、Ni 基等一系列新型非晶合金[PROGRESS IN PHYSICS,33,177 (2013)]形成能力接近传统氧化物玻璃，尺寸最大达 8-9 厘米直径，最低临界冷却速度低于 1K/s，利用现有液相急冷方法可轻松制备。最近柳延辉等采用多靶磁控溅射制备大量薄膜非晶材料样品库，并利用并行吹塑技术[Nature Materials, 13, 494(2014)], 通过各样品吹塑成型能力快速筛选出具有强非晶形成能力的材料成分并获得成功，实现了高通量的强非晶形成能力材料的筛选。然而寻找新型大块非晶材料仍然是非晶领域的难题。

发明内容

以下是对本文详细描述的主题的概述。本概述并非是为了限制权利要求的保护范围。

本申请提供了一种非晶合成与检测装置及应用、一种确定合金材料非晶形成能力的方法及应用，利用脉冲激光对固定元素组成但成分比例连续分布的合金材料进行处理，在不同的冷却速度下，确定其非晶-晶态成分边界，通过数据进行统计和分析，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力，并以此为依据来进行大块非晶合金材料的合适组分区域的筛选。

为达此目的，本申请采用以下技术方案：

第一方面，本申请提供一种确定合金材料非晶形成能力的方法，所述方法包括以下步骤：

(1) 将合金材料组装为组合材料芯片；

(2) 利用脉冲激光扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，确定非晶-晶态成分边

界；

(3) 增加或减少脉冲激光的脉冲宽度，重复扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，重新确定非晶-晶态成分边界；

(4) 重复步骤(3)的操作，达到所需合金冷却速度后停止操作，并确定此时的非晶-晶态成分边界；

(5) 对上述得到的数据进行统计和分析，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力。

本申请通过控制脉冲能量利用脉冲激光对合金材料进熔化处理后，采用短脉冲宽度的激光范围，能够获得极高的区域冷却速度，材料冷却速度最高可达 10^{12}K/s ，远高于现有液相急冷技术所能获得的最高冷却速度 10^6K/s ，进而可以得到更多种非晶材料。本申请可以高效制备传统液相极冷技术无法制备的非晶合金，从而扩大了非晶材料体系。

其中脉冲激光的时域波形、能量密度、脉冲宽度均可调，用于控制材料加热温度和降温速度。通过控制脉冲能量可逐渐提高材料加热温度，直至材料完全融化。随着脉冲宽度的增加，材料达到相同温度后因为热传导效应，其降温速度明显放缓。为了获得更高的冷却速度，采用短脉冲宽度，此时合金材料的冷却速度远高于现有液相急冷技术所能获得的最高冷却速度 10^6K/s ，从而能够获得更多种非晶材料。如图 3 所示，随着脉冲宽度由 1ps (10^{-12}s) 逐渐增加到 1s ，冷却速度从 10^{12}K/s 逐渐降低到 10^2K/s 。

材料组合芯片为由不同成分、不同掺杂的微小试样组成的试样阵列或梯度试样。按照所设计的材料芯片，在同一块基片上以相同或相近的条件同时合成大量的材料试样，形成由众多微小材料试样密集组合而成的材料芯片。通过成

分设计，可以在一块基片上同时集成生长和表征上千乃至上万种不同组分材料，一次性地合成覆盖大范围组分或整个二元/三元“相图”组分的样品，进而能够降低因多次实验所带来的数据离散性。

非晶形成能力与非晶临界冷却速度存在显著关系，通常临界冷却速度越小，非晶形成能力越强，越容易形成大块非晶材料。图 2 显示了将脉冲激光制备非晶合金技术与材料组合芯片结合，实现对强非晶形成能力的材料成分区域的筛选。图 2 (a) 中是以轻质非晶合金体系 Mg-Al-Ti 为示例的材料组合芯片，在图中三角形区域内形成三种元素成分比例连续分布的样品库，即每一个点即是一种成分组成。控制脉冲激光的脉冲强度，将合金材料溶化，并将脉宽逐渐由 1ns 增加至 1s，冷却速度从 10^{10} K/s 逐渐降低到 10^2 K/s，最终可获得如图 2 (a) 所示的冷却速度分布图。图中被 10^2 K/s 所围的区域即是所要找寻的大块非晶材料的区域，在该区域将更容易发现大块非晶合金材料。

假设利用图 2 (a) 的方法找到的最低临界冷却速度区域为 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}$ ，其中 x_0 , y_0 , z_0 为对应元素的成分比例。以 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}$ 为基础比例，增加三种新元素 A、B、C（可为元素周期表中任意元素）构成一块新的材料基因芯片，见图 2 (b)。此时，Al、Mg、Ti 三种元素在芯片中均匀分布，而 A、B、C 三种元素则成分渐变。重复图 2 (a) 筛选最低临界冷却速度区域的步骤，即可找到以 Al-Mg-Ti 为基础的含有六种元素的新非晶合金 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}\text{A}_{x_1}\text{B}_{y_1}\text{C}_{z_1}$ ，且根据非晶理论 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}\text{A}_{x_1}\text{B}_{y_1}\text{C}_{z_1}$ 应比 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}$ 具有更强的非晶形成能力。进一步的，可以在 $\text{Al}_{x_0}\text{Mg}_{y_0}\text{Ti}_{z_0}\text{A}_{x_1}\text{B}_{y_1}\text{C}_{z_1}$ 基础上重复操作增加更多元素，不断重复增加元素及寻找最低临界冷却速度区域。

根据本申请，步骤 (1) 所述组合材料芯片为成分连续变化、试样区域分立的合金材料薄膜样品库；其中，所述样品库所含元素的种类不限，样品库中试

样的数目不限，二者均可根据实验需求进行调整。对于某确定的合金材料而言，其组合材料芯片为众多成分连续变化的微小材料试样密集组成的试样阵列或梯度试样。

本申请通过本领域常用的手段进行组合材料芯片的制备，例如磁控溅射、热蒸发等技术，但非仅限于此。

根据本申请，步骤(2)所述脉冲激光的脉冲宽度为 1ps-1s，例如可以是 1ps、10ps、100ps、1ns、5ns、10ns、50ns、100ns、1 μ s、5 μ s、10 μ s、50 μ s、100 μ s、1ms、5ms、10ms、50ms、100ms 或 1s，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本申请不再穷尽列举。

事实上，所有脉冲激光器可调节的脉冲宽度范围均适用于本申请，并不仅限于 1ps-1s，相对应的，合金熔化区域冷却的速度也会随之变化，并不仅限于 10²K/s-10¹²K/s。

根据本申请，步骤(2)所述合金熔化区域快速冷却的速度为 10²K/s-10¹²K/s，例如可以是 10²K/s、10³K/s、10⁴K/s、10⁵K/s、10⁶K/s、10⁷K/s、10⁸K/s、10⁹K/s、10¹⁰K/s、10¹¹K/s 或 10¹²K/s，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本申请不再穷尽列举。

根据本申请，步骤(3)所述脉冲激光脉冲宽度的增加或减少的幅度为 100ns-0.1s，例如可以是 100ns、500ns、1 μ s、5 μ s、10 μ s、50 μ s、100 μ s、500 μ s、1ms、5ms、10ms、50ms 或 0.1s，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，本申请不再穷尽列举。

根据本申请，步骤(4)所述所需合金冷却速度为 10²K/s-10¹²K/s，例如可以是 10²K/s、10³K/s、10⁴K/s、10⁵K/s、10⁶K/s、10⁷K/s、10⁸K/s、10⁹K/s、10¹⁰K/s、10¹¹K/s 或 10¹²K/s，以及上述数值之间的具体点值，限于篇幅及出于简明的考虑，

本申请不再穷尽列举。

本申请步骤（4）中所述“重复步骤（3）的操作”，指的是至少重复一次，可以重复一次操作，也可以重复多次，例如 5 次、10 次、100 次、1000 次等，本申请对此不做特殊限定。在重复操作的过程中，脉冲宽度每次增加或减少的幅度可以相同，也可以不同，对此同样不做特殊限定。

本申请中步骤（4）所述所需合金冷却速度为最后一次利用脉冲激光扫描芯片的冷却速度。

本申请步骤（2）中第一次利用脉冲激光扫描芯片，当其选择的脉冲宽度在较小的范围内时，其相应的冷却速度的范围就会较大，此时步骤（3）中需要增加脉冲宽度，而步骤（4）最后一次利用脉冲激光扫描芯片的脉冲宽度应保持在较大的范围内进行，相应的冷却速度的范围就会较小。反之，当步骤（2）中选择的脉冲宽度在较大的范围内时，其相应的冷却速度的范围就会较小，此时步骤（3）中需要减少脉冲宽度，而步骤（4）最后一次利用脉冲激光扫描芯片的脉冲宽度应保持在较小的范围内进行，相应的冷却速度的范围就会较大。

示例性的，步骤（2）所述脉冲激光的脉冲宽度可以为 1ns，冷却速度为 10^{10} K/s，相对应的，步骤（4）最后一次扫描脉冲激光的脉冲宽度可以为 1s，冷却速度为 10^2 K/s。反之，步骤（2）所述脉冲激光的脉冲宽度可以为 1s，冷却速度为 10^2 K/s，相对应的，步骤（4）最后一次扫描脉冲激光的脉冲宽度可以为 1ns，冷却速度优选为 10^{10} K/s。

第二方面，本申请提供一种如第一方面所述的方法的应用，本申请通过第一方面提供的方法确定特定的合金材料不同组分区域的非晶形成能力后，对强非晶形成能力的组分区域进行筛选，寻找制备大块非晶合金材料的合适组分区域。例如，图 2 中（a）显示，在 10^2 K/s 所围的成分区域内，材料具有更低的临

界冷却速度，因此通过筛选可知，在该组分区域更易获得大块非晶合金材料。

第三方面，本申请提供一种非晶合成与检测装置，所述装置包括脉冲激光发射装置、样品控制装置和非晶表征装置；其中，所述脉冲激光发射装置包括脉冲激光器（101）、隔离器（102）、时域调节器（103）、空域调节器（104）以及聚焦镜（105）；在脉冲激光器（101）发射的激光光路上从上至下依次设置隔离器（102）、时域调节器（103）、空域调节器（104）以及聚焦镜（105）；所述样品控制装置包括真空腔（108）以及位于真空腔（108）内的位移台（109）和固定于位移台（109）的待处理样品（106），在所待处理样品（106）上划分样品微区（107）；所述脉冲激光发射装置位于样品微区（107）正上方；所述非晶表征装置包括入射光发射器（110）以及非晶测量装置（111），所述入射光发射器（110）发射入射光到待处理样品（106）上，其反射光被非晶测量装置（111）接收，并进行非晶表征。

本申请中所述非晶表征装置可以对所述待处理样品（106）上的任意区域进行实时表征，实际操作过程中，控制入射光发射器（110）发射入射光到待处理样品（106）上快速冷却后的样品区域，其反射光被非晶测量装置（111）接收，进行非晶表征。

本申请所述非晶表征装置为本领域常用的对非晶进行表征的装置，凡是本领域公知的可以检测非晶的手段均适用于本申请，示例性的，可以使用 X 射线衍射、反射率等技术进行表征，但非仅限于此。

示例性的，当使用 X 射线衍射技术进行表征时，所述（110）为 X 射线发射器，（111）为 X 射线探测器，二者构成 X 射线衍射表征系统。当使用反射率技术进行表征时，所述（110）为可见光激光发射器，（111）为光电探测器，二者构成反射率表征系统。

根据本申请，所述装置还包括组件控制、数据分析装置；所述组件控制、数据分析装置包括一台计算机，所述计算机与脉冲激光发射装置、样品控制装置以及非晶检测装置相连接，对上述组件进行控制及数据分析。

由于脉冲激光的光斑较小，一次只能对固定大小的区域进行作用，本申请将待处理样品（106）划分为不同的样品微区（107），每一次脉冲激光作用于一个样品微区，然后更替微区进行作用，直至脉冲激光处理完所有的样品微区，即对整个待处理样品（106）完成扫描。

根据本申请，所述待处理样品（106）为组合材料芯片；所述组合材料芯片为成分连续变化、试样区域分立的合金材料薄膜样品库。所述样品微区（107）为所述组合材料芯片中至少一个确定成分的合金材料样品区域。

在完成对一个样品微区的处理后，可以通过移动位移台或移动入射脉冲激光的方式对下一个样品微区进行处理。

第四方面，本申请提供一种如第三方面所述的装置的应用，所述应用包括以下步骤：

（1）将待处理样品（106）固定于真空腔体（108）内的样品台（109）上，在所待处理样品（106）上划分样品微区（107），调整样品台（109）处于合适位置，使所述脉冲激光发射装置位于样品微区（107）正上方；

（2）通过计算机控制脉冲激光发射器（101）发射脉冲激光，激光依次通过隔离器（102）、时域调节器（103）、空域调节器（104）以及聚焦镜（105）照射到样品微区（107）上，将样品微区（107）加热至熔化；扫描整个待处理样品（106），将其上的所有样品微区加热至熔化，停止脉冲激光，合金熔化区域快速冷却；

（3）控制入射光发射器（110）发射入射光到待处理样品（106）上，其反

射光被非晶测量装置（111）接收，进行对冷却后的样品进行非晶表征。

与相关技术方案相比，本申请至少具有以下有益效果：

本申请将脉冲激光技术引用到非晶合金的制备上，能够高效制备传统液相极冷技术无法制备的非晶合金，扩大了非晶材料体系。同时将其与材料组合芯片技术相结合，利用脉冲激光对材料组合芯片进行处理，在不同的冷却速度下，确定其非晶-晶态成分边界，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力，并以此为依据来进行大块非晶合金材料的组分区域的筛选，是一种制备寻找大块非晶合金的新方法。

在阅读并理解了附图和详细描述后，可以明白其他方面。

附图说明

图 1 是本申请提供的非晶合成与检测装置的结构示意图，其中 101-脉冲激光器，102-隔离器，103-时域调节器，104-空域调节器，105-聚焦镜，106-待处理样品；107-样品微区，108-真空腔体；109-位移台；110-入射光发射器，111-非晶测量装置；

图 2 为脉冲激光制备非晶合金技术与材料组合芯片结合的效果图，其中，图 2（a）为本申请实施例 1 得到的 Mg-Al-Ti 合金材料不同组分区域的非晶形成能力示意图，图 2（b）为以 $Al_{x_0}Mg_{y_0}Ti_{z_0}$ 为基础比例，增加三种新元素 A、B、C 构成的材料基因芯片成分变化图，其中 A、B、C 可为元素周期表中任意元素；

图 3 为脉冲激光的降温速度与脉冲宽度变化曲线，图中横坐标为脉冲宽度，纵坐标为冷却速度。

具体实施方式

为更好地说明本申请，便于理解本申请的技术方案，下面对本申请进一步详细说明。但下述的实施例仅仅是本申请的简易例子，并不代表或限制发明的

权利保护范围，本申请的保护范围以权利要求书为准。

本申请在具体实施例部分提供了一种非晶合成与检测装置，如图 1 所示，所述装置包括脉冲激光发射装置、样品控制装置和非晶表征装置；其中，所述脉冲激光发射装置包括脉冲激光器 101、隔离器 102、时域调节器 103、空域调节器 104 以及聚焦镜 105；在脉冲激光器 101 发射的激光光路上从上至下依次设置隔离器 102、时域调节器 103、空域调节器 104 以及聚焦镜 105；所述样品控制装置包括真空腔 108 以及位于真空腔 108 内的位移台 109 和固定于位移台 109 的待处理样品 106，在所待处理样品 106 上划分样品微区 107；所述脉冲激光发射装置位于样品微区 107 正上方；所述非晶表征装置包括入射光发射器 110 以及非晶测量装置 111，所述入射光发射器 110 发射入射光到待处理样品 106 上，其反射光被非晶测量装置 111 接收，进行非晶表征。

优选地，所述非晶合成与检测装置还包括一台用于对上述组件进行控制及数据分析的计算机。

优选地，所述待处理样品 106 为组合材料芯片；所述组合材料芯片为成分连续变化、试样区域分立的合金材料薄膜样品库。

优选地，所述样品微区 107 为所述组合材料芯片中任一确定成分的合金材料样品区域。

本申请在具体实施例部分还提供了一种确定合金材料非晶形成能力的方法，所述方法包括：

(1) 将合金材料组装为组合材料芯片；

(2) 利用脉冲激光扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，确定非晶-晶态成分边界；

(3) 增加或减少脉冲激光的脉冲宽度，重复扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，重新确定非晶-晶态成分边界；

(4) 继续增加或减少脉冲宽度，重复步骤(3)的操作，达到所需合金冷却速度后停止操作，并确定此时的非晶-晶态成分边界；

(5) 对上述得到的数据进行统计和分析，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力。

优选地，使用上述非晶合成与检测装置进行确定合金材料非晶形成能力的操作。

以下为本申请典型但非限制性的具体实施例：

实施例 1

本实施例提供了一种非晶合成与检测装置，所述装置包括脉冲激光发射装置、样品控制装置和非晶表征装置；其中，所述脉冲激光发射装置包括脉冲激光器 101、隔离器 102、时域调节器 103、空域调节器 104 以及聚焦镜 105；在脉冲激光器 101 发射的激光光路上从上至下依次设置隔离器 102、时域调节器 103、空域调节器 104 以及聚焦镜 105；所述样品控制装置包括真空腔 108 以及位于真空腔 108 内的位移台 109 和固定于位移台 109 的待处理样品 106，在所待处理样品 106 上划分样品微区 107；所述脉冲激光发射装置位于样品微区 107 正上方；所述非晶表征装置包括入射光发射器 110 以及非晶测量装置 111，所述入射光发射器 110 发射入射光到待处理样品 106 上，其反射光被非晶测量装置 111 接收，进行非晶表征。

所述非晶合成与检测装置还包括一台用于对上述组件进行控制及数据分析的计算机。

所述 110 为可见光激光发射器，111 为光电探测器，二者构成反射率表征系统。

使用上述装置确定合金材料非晶形成能力

(1) 将 Mg-Al-Ti 合金组装为组合材料芯片，将所述组装材料芯片作为待处理样品 106 固定于真空腔体 108 内的样品台 109 上，调整样品台 109 处于合适位置，使所述脉冲激光发射装置位于样品微区 107 正上方；所述样品微区 107 为组合材料芯片中任一确定成分的合金材料样品区域；

(2) 调节脉冲能量为 10mJ，脉冲宽度为 1ns，通过计算机控制脉冲激光发射器 101 发射脉冲激光，激光依次通过隔离器 102、时域调节器 103、空域调节器 104 以及聚焦镜 105 照射到样品微区 107 上，将样品微区 107 加热至熔化；扫描整个待处理样品 106，将其上的所有样品微区加热至熔化，停止脉冲激光，合金熔化区域以 10^{10}K/s 的速度快速冷却；控制可见光激光发射器 (110) 发射入射光到待处理样品 106 上，其反射光被光电探测器 111 接收，进行对冷却后的样品进行非晶表征，确定非晶-晶态成分边界；

(3) 增加脉冲激光的脉冲宽度至 1us，重复扫描整个芯片，合金熔化区域快速冷却，确定新的非晶态与晶态边界；通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，重新确定非晶-晶态成分边界；

(4) 按照相同倍率的增幅继续增加脉冲宽度，重复步骤 (3) 的操作，直至合金的冷却速度达到 10^2K/s 后停止操作，并确定此时的非晶-晶态成分边界；

(5) 对上述得到的数据进行统计和分析，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力。

依据上述方法确定所述 Mg-Al-Ti 合金材料不同组分区域的非晶形成能力后，对强非晶形成能力的组分区域进行筛选，寻找制备大块非晶合金材料的合

适组分区域。如图 2 (a) 所示, 图中被 10^2K/s 所围的区域即是所要找寻的大块非晶材料的区域, 在该区域将更容易发现大块 Mg-Al-Ti 非晶合金材料。

实施例 2

(1) 将 Cu-Zr-Al 合金组装为组合材料芯片;

(2) 调节脉冲能量为 10mJ, 脉冲宽度为 1s, 利用脉冲激光扫描整个芯片, 将合金材料加热至熔化, 合金熔化区域以 10^2K/s 的速度冷却, 通过 X 射线衍射表征系统对冷却后的合金进行表征, 确定非晶-晶态成分边界;

(3) 减少脉冲激光的脉冲宽度至 10ms, 重复扫描整个芯片, 将合金材料加热至熔化, 合金熔化区域快速冷却, 通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征, 重新确定非晶-晶态成分边界;

(4) 按照相同倍率的增幅继续减少脉冲宽度, 重复步骤 (3) 的操作, 至合金的冷却速度达到 10^{12}K/s 后停止操作, 并确定此时的非晶-晶态成分边界;

(5) 对上述得到的数据进行统计和分析, 确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力。

依据上述方法确定所述 Cu-Zr-Al 合金材料不同组分区域的非晶形成能力后, 对强非晶形成能力的组分区域进行筛选, 寻找制备大块非晶合金材料的合适组分区域。

申请人声明, 本申请通过上述实施例来说明本申请的详细结构特征, 但本申请并不局限于上述详细结构特征, 即不意味着本申请必须依赖上述详细结构特征才能实施。所属技术领域的技术人员应该明了, 对本申请的任何改进, 对本申请所选用部件的等效替换以及辅助部件的增加、具体方式的选择等, 均落在本申请的保护范围和公开范围之内。

以上详细描述了本申请的优选实施方式, 但是, 本申请并不限于上述实施

方式中的具体细节，在本申请的技术构思范围内，可以对本申请的技术方案进行多种简单变型，这些简单变型均属于本申请的保护范围。

另外需要说明的是，在上述具体实施方式中所描述的各个具体技术特征，在不矛盾的情况下，可以通过任何合适的方式进行组合，为了避免不必要的重复，本申请对各种可能的组合方式不再另行说明。

此外，本申请的各种不同的实施方式之间也可以进行任意组合，只要其不违背本申请的思想，其同样应当视为本申请所公开的内容。

权 利 要 求 书

1、一种确定合金材料非晶形成能力的方法，所述方法包括以下步骤：

(1) 将合金材料组装为组合材料芯片；

(2) 利用脉冲激光扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，确定非晶-晶态成分边界；

(3) 增加或减少脉冲激光的脉冲宽度，重复扫描整个芯片，将合金材料加热至熔化，合金熔化区域快速冷却，通过非晶表征装置对冷却后的合金进行表征，重新确定非晶-晶态成分边界；

(4) 重复步骤(3)的操作，达到所需合金冷却速度后停止操作，并确定此时的非晶-晶态成分边界；

(5) 对上述得到的数据进行统计和分析，确定所述合金材料不同组分区域的非晶形成能力。

2、如权利要求1所述的方法，其中，步骤(1)所述组合材料芯片为成分连续变化、试样区域分立的合金材料薄膜样品库。

3、如权利要求1或2所述的方法，其中，步骤(2)所述脉冲激光的脉冲宽度为1ps-1s。

4、如权利要求3所述的方法，步骤(2)所述合金熔化区域快速冷却的速度为 10^2K/s - 10^{12}K/s 。

5、如权利要求1-4任一项所述的方法，其中，步骤(3)所述脉冲激光脉冲宽度增加或减少的幅度为100ns-0.1s。

6、如权利要求1-5任一项所述的方法，其中，步骤(4)所述所需合金冷却速度为 10^2K/s - 10^{12}K/s 。

7、如权利要求1-6任一项所述的方法的应用，确定所述合金材料不同组分

区域的非晶形成能力后，对强非晶形成能力的组分区域进行筛选，寻找制备大块非晶合金材料的合适组分区域。

8、一种非晶合成与检测装置，所述装置包括脉冲激光发射装置、样品控制装置和非晶表征装置；其中，所述脉冲激光发射装置包括脉冲激光器（101）、隔离器（102）、时域调节器（103）、空域调节器（104）以及聚焦镜（105）；在脉冲激光器（101）发射的激光光路上从上至下依次设置隔离器（102）、时域调节器（103）、空域调节器（104）以及聚焦镜（105）；所述样品控制装置包括真空腔（108）以及位于真空腔（108）内的位移台（109）和固定于位移台（109）的待处理样品（106），在所待处理样品（106）上划分样品微区（107）；所述脉冲激光发射装置位于样品微区（107）正上方；所述非晶表征装置包括入射光发射器（110）以及非晶测量装置（111），所述入射光发射器（110）发射入射光到待处理样品（106）上，其反射光被非晶测量装置（111）接收，进行非晶表征。

9、如权利要求 8 所述的装置，其中，所述装置还包括组件控制、数据分析装置；所述组件控制、数据分析装置包括一台计算机，所述计算机与脉冲激光发射装置、样品控制装置以及非晶检测装置相连接，对上述组件进行控制及数据分析。

10、如权利要求 8 或 9 所述的装置，其中，所述待处理样品（106）为组合材料芯片；所述组合材料芯片为成分连续变化、试样区域分立的合金材料薄膜样品库；

优选地，所述样品微区（107）为所述组合材料芯片中任一确定成分的合金材料样品区域。

11、如权利要求 8-10 任一项所述的装置的应用，所述应用包括以下步骤：

(1) 将待处理样品(106)固定于真空腔体(108)内的样品台(109)上，在所待处理样品(106)上划分样品微区(107)，调整样品台(109)处于合适位置，使所述脉冲激光发射装置位于样品微区(107)正上方；

(2) 通过计算机控制脉冲激光发射器(101)发射脉冲激光，激光依次通过隔离器(102)、时域调节器(103)、空域调节器(104)以及聚焦镜(105)照射到样品微区(107)上，将样品微区(107)加热至熔化；扫描整个待处理样品(106)，将其上的所有样品微区加热至熔化，停止脉冲激光，合金熔化区域快速冷却；

(3) 控制入射光发射器(110)发射入射光到待处理样品(106)上，其反射光被非晶测量装置(111)接收，进行对冷却后的样品进行非晶表征。

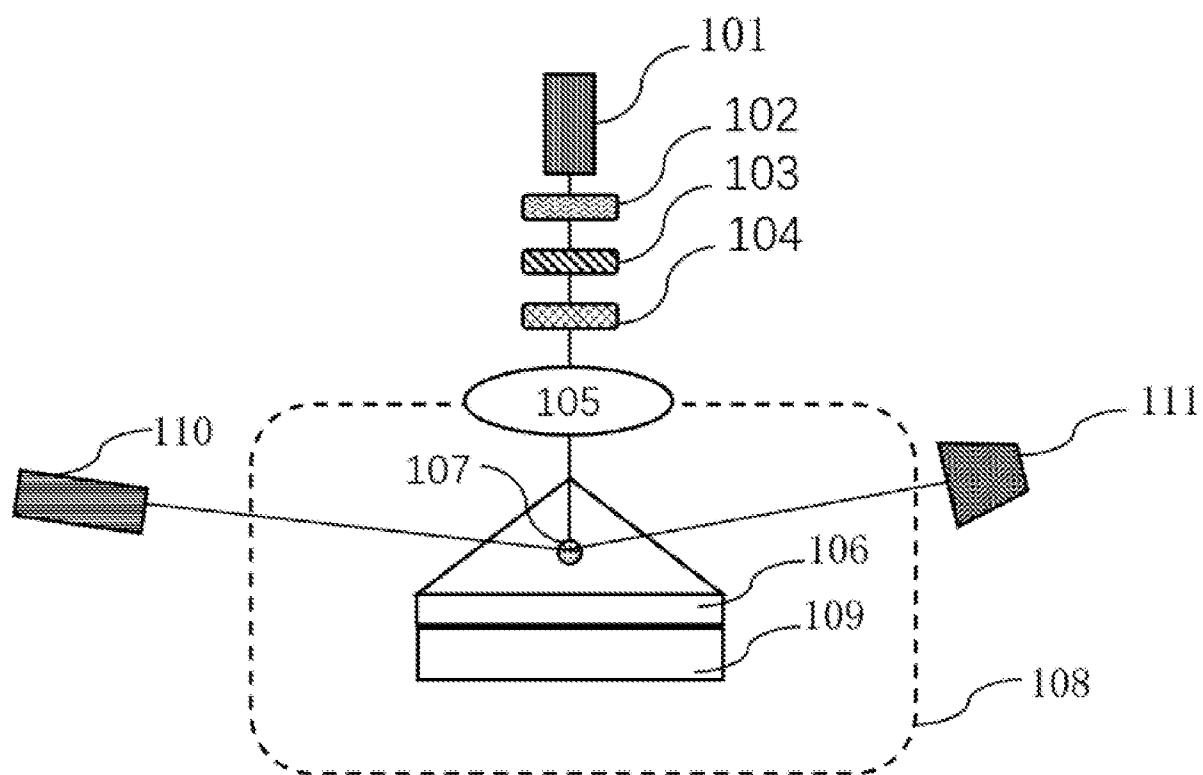


图 1

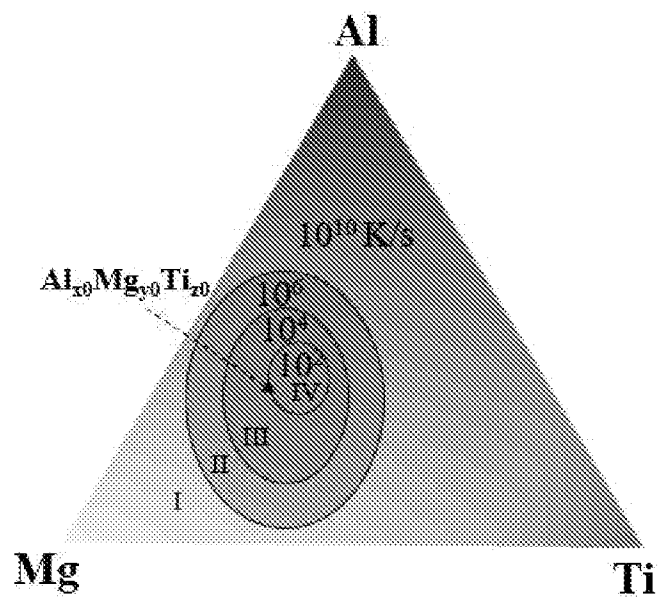


图 2 (a)

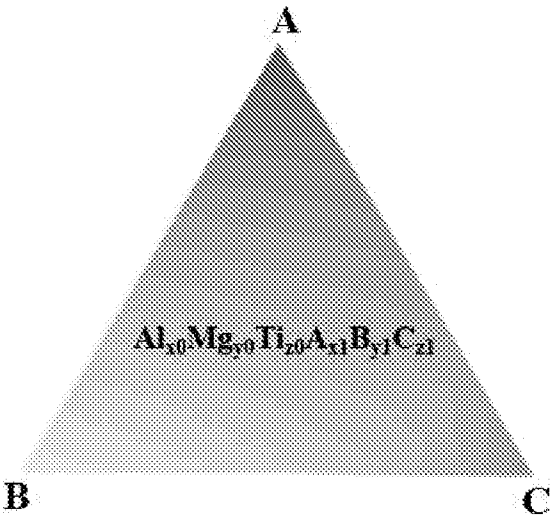


图 2 (b)

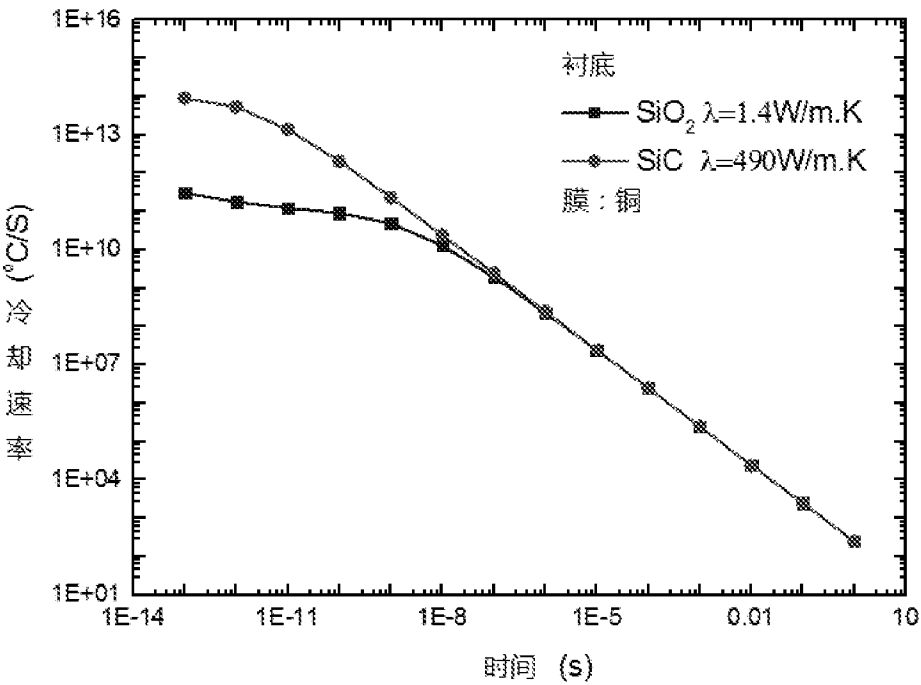


图 3

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/CN2018/099205

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

C22C 45/00(2006.01)i; G01N 21/55(2014.01)i

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

C22C; G01N

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

CNTXT, CNABS, VEN, CNKI: 非晶, 合金, 玻璃合金, 激光, 脉冲, 冷却, 宽度, amorphous, non crystalline, glass alloy, laser, pulse, pulsed, cool, freeze, refrigeration, width

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
PX	CN 107475644 A (SOUTH UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY OF CHINA ET AL.) 15 December 2017 (2017-12-15) claims 1-10	1-11
X	CN 101423940 A (BEIHANG UNIVERSITY) 06 May 2009 (2009-05-06) description, page 1, paragraph 5 to page 2, penultimate paragraph and embodiment 1	1-11
A	US 4316074 A (QUANTRONIX CORP.) 16 February 1982 (1982-02-16) entire document	1-11
A	CN 106283039 A (NANCHANG HANGKONG UNIVERSITY) 04 January 2017 (2017-01-04) entire document	1-11
A	WO 2016210010 A1 (NINGBO INFINITE MAT TECH CO., LTD. ET AL.) 29 December 2016 (2016-12-29) entire document	1-11

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.☒ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

“A” document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

“E” earlier application or patent but published on or after the international filing date

“L” document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

“O” document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

“P” document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

“T” later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

“X” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

“Y” document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

“&” document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

11 October 2018

Date of mailing of the international search report

18 October 2018

Name and mailing address of the ISA/CN

State Intellectual Property Office of the P. R. China
No. 6, Xitucheng Road, Jimenqiao Haidian District, Beijing
100088
China

Authorized officer

Facsimile No. (86-10)62019451

Telephone No.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT
Information on patent family members

International application No.

PCT/CN2018/099205

Patent document cited in search report			Publication date (day/month/year)	Patent family member(s)			Publication date (day/month/year)
CN	107475644	A	15 December 2017	None			
CN	101423940	A	06 May 2009	CN	101423940	B	06 April 2011
US	4316074	A	16 February 1982	None			
CN	106283039	A	04 January 2017	None			
WO	2016210010	A1	29 December 2016	US	2018185810	A1	05 July 2018
				CN	107709637	A	16 February 2018

国际检索报告

国际申请号

PCT/CN2018/099205

A. 主题的分类

C22C 45/00(2006.01)i; G01N 21/55(2014.01)i

按照国际专利分类(IPC)或者同时按照国家分类和IPC两种分类

B. 检索领域

检索的最低限度文献(标明分类系统和分类号)

C22C; G01N

包含在检索领域中的除最低限度文献以外的检索文献

在国际检索时查阅的电子数据库(数据库的名称, 和使用的检索词(如使用))

CNTXT, CNABS, VEN, CNKI:非晶, 合金, 玻璃合金, 激光, 脉冲, 冷却, 宽度, amorphous, non crystalline, glass alloy, laser, pulse, pulsed, cool, freeze, refrigeration, width

C. 相关文件

类 型*	引用文件, 必要时, 指明相关段落	相关的权利要求
PX	CN 107475644 A (南方科技大学等) 2017年 12月 15日 (2017 - 12 - 15) 权利要求1-10	1-11
X	CN 101423940 A (北京航空航天大学) 2009年 5月 6日 (2009 - 05 - 06) 说明书第1页第5段-第2页倒数第2段, 实施例1	1-11
A	US 4316074 A (QUANTRONIX CORP) 1982年 2月 16日 (1982 - 02 - 16) 全文	1-11
A	CN 106283039 A (南昌航空大学) 2017年 1月 4日 (2017 - 01 - 04) 全文	1-11
A	WO 2016210010 A1 (NINGBO INFINITE MAT TECH CO LTD等) 2016年 12月 29日 (2016 - 12 - 29) 全文	1-11

☐ 其余文件在C栏的续页中列出。☒ 见同族专利附件。

* 引用文件的具体类型:

“A” 认为不特别相关的表示了现有技术一般状态的文件

“E” 在国际申请日的当天或之后公布的在先申请或专利

“L” 可能对优先权要求构成怀疑的文件, 或为确定另一篇引用文件的公布日而引用的或者因其他特殊理由而引用的文件 (如具体说明的)

“O” 涉及口头公开、使用、展览或其他方式公开的文件

“P” 公布日先于国际申请日但迟于所要求的优先权日的文件

“T” 在申请日或优先权日之后公布, 与申请不相抵触, 但为了理解发明之理论或原理的在后文件

“X” 特别相关的文件, 单独考虑该文件, 认定要求保护的发明不是新颖的或不具有创造性

“Y” 特别相关的文件, 当该文件与另一篇或者多篇该类文件结合并且这种结合对于本领域技术人员为显而易见时, 要求保护的发明不具有创造性

“&” 同族专利的文件

国际检索实际完成的日期

2018年 10月 11日

国际检索报告邮寄日期

2018年 10月 18日

ISA/CN的名称和邮寄地址

中华人民共和国国家知识产权局(ISA/CN)
中国北京市海淀区蓟门桥西土城路6号 100088

传真号 (86-10) 62019451

受权官员

王素燕

电话号码 62084746

国际检索报告
关于同族专利的信息

国际申请号

PCT/CN2018/099205

检索报告引用的专利文件			公布日 (年/月/日)	同族专利			公布日 (年/月/日)
CN	107475644	A	2017年 12月 15日	无			
CN	101423940	A	2009年 5月 6日	CN	101423940	B	2011年 4月 6日
US	4316074	A	1982年 2月 16日	无			
CN	106283039	A	2017年 1月 4日	无			
WO	2016210010	A1	2016年 12月 29日	US	2018185810	A1	2018年 7月 5日
				CN	107709637	A	2018年 2月 16日

表 PCT/ISA/210 (同族专利附件) (2015年1月)