

科技自立自强之路

“叮铃铃……” 1985年的一个冬夜，中国科学院上海硅酸盐研究所(以下简称上海硅酸盐所)原副所长殷之文最“怕”的电话又打过来了。 “嘉定中试基地的晶体长得怎么样啦?”电话里传来诺贝尔奖得主、著名物理学家丁肇中关切的声音。当时丁肇中在位于瑞士日内瓦的欧洲核子研究中心

(CERN),由于时差缘故,总是“深夜来电”。 殷之文苦恼得很,因为按照和CERN签订的合同,此时他们应该交付1040根锗酸铋(BGO)晶体,但事实上只能拿出来100多根,质量还不完全达标。 时间倒流回1983年9月,CERN公布了各国生产的BGO晶体测评结果,上海硅酸盐所生产的晶体,荧光效率、能量分辨率、光衰减三大关键指标都位列

第一。1984年10月,上海硅酸盐所凭借“晶体质量第一”“尺寸第一”的骄人成绩,在同美、日、法等多国团队的激烈竞标中脱颖而出,与CERN正式签订了供货合同。 当时的骄傲和喜悦记忆犹新,而此刻他们却不得不面对严峻的现实——中标只是一个开始,要克服的困难还多着呢。

闪烁中国智慧的BGO晶体

■本报记者 李晨阳 见习记者 江庆龄



▲不同形状、尺寸的BGO晶体、阵列和探测器件。

1 面对大订单,迎难而上

20世纪80年代,放眼各行各业,中国通过竞标拿到的国际大订单寥寥无几。 1982年,早已蜚声国际的丁肇中来到北京,专门拜访中国科学院,并提出了一个特殊的项目需求。

丁肇中在CERN主持建造的大型正负电子对撞机有一个重要探测器——“L3实验”,其电磁量能器需要采用新型BGO闪烁晶体建造。 从外表看,无色透明的BGO晶体与玻璃没什么区别,但它被高能射线照射后,会发出蓝绿色荧光,可以用来检测看不见的高能粒子和射线。

此前,上海硅酸盐所在研制BGO晶体方面有些积累,但这一次,CERN对BGO晶体的要求非同寻常——除了各项性能要非常优越外,长度要达到24厘米,远超当时世界上已有BGO晶体的长度,而且当时全世界BGO晶体只有4公斤左右产量,但“L3实验”却需要12吨。

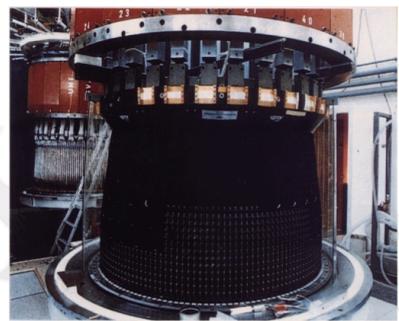
晶体的“脾性”与陶瓷、玻璃等不同,并不是想做什么、做成什么形状都可以的。专业人员用“长”字形容晶体形成过程,它就像庄稼一样,从一颗小小的晶体“种子”开始,在适宜的环境条件下,按照特定的生长速度,朝着爱的“方向”生长。一根BGO晶体一天只能长1厘米,最理想的情况下,长到24厘米需要20多天,其间稍微有点风吹草动,就会前功尽弃。

这么难做的晶体,订单一签,就要供应1.2万根!

要不要迎难而上呢? 中国科学院给出的答案是肯定的。这是一个参与国际大科学工程的难得机会,有助于在国际竞争中提高中国的研究水平。于是上海硅酸盐所当仁不让地承接了这项重任。

此前,该所崇崇课题组曾用传统的提拉法成功制造过BGO晶体,并应用于我国第一台X射线断层扫描仪样机中。但提拉法生长出的BGO晶体尺寸较小且质量欠佳。恰好何崇藩等人曾在人工合成云母时发展出多相下降法,这个方法或许可以用于制备大尺寸BGO晶体。但究竟能不能成,大家心里都没数。

何崇藩推荐了得力干将范世魁。时年40岁的范世魁已被选拔为国家改革开放后第二批出国进修学者。他非常珍惜这个机会,为此苦学了两年英语。但当领导找到他,语重心长地阐述了BGO晶体项目的意义后,范世魁决定放弃出国机会,留下来大干一场。



▲上海硅酸盐所研制和生产的1.2万余根大尺寸、高质量BGO晶体成功应用于CERN正负电子对撞机的电磁量能器。



▲何崇藩(左)、范世魁与24厘米大尺寸BGO晶体。

2 应用土办法,解决难题

所谓坩埚下降法,是指把用于生长晶体的原材料装进特制的坩埚中,随后后者在具有温度梯度的高温炉中缓慢下降。下降过程中,坩埚底部的温度先降到熔点以下并开始结晶,晶体随坩埚下降而持续长大。

不同晶体所需要的生长条件不同,关键之一是“炉子”。上海硅酸盐所有着自力更生、为晶量身定做生长设备的传统,因此范世魁的工作也是从砌“炉子”开始的。

当时正值盛夏,范世魁一手拿着图纸,一手拿着工具,身体弓得像只虾,在1×2米的空炉壳里砌砖。周围电炉的核心温度高达1300℃,热量透过重重隔热层辐射出来,把他所处的小空间加热到接近60℃。他浑身泡在汗水里,一抬头,眼镜片都被灰尘蒙得黑乎乎的。

不仅炉子要靠自己砌,就连电压都得自己调。那时工业用电电压普遍不稳,常在170伏到240伏之间跳跃,炉温会随之波动,从而导致晶体无法稳定生长。范世魁通过数十天持续观察,总结出电压变化规律,请电工每天三班倒,人工调节电压,以保持炉中温度稳定。

坩埚也是必不可少的重要工具。由于BGO晶体熔点很高,传统的陶瓷坩埚无法承受,昂贵的铂金坩埚就成了唯一的选择。上海硅酸盐所在中国科学院的帮助下东拼西凑,斥巨资才购入了刚刚够用的铂金。

之后几年里,与坩埚的“爱恨纠葛”贯穿了BGO晶体研制的整个过程。

范世魁忘不了第一次看到坩埚渗漏事故的情形:滚烫的熔液像火山爆发时的岩浆一样汩汩冒出,连炉子衬里都被侵蚀烧熔了,场面非常骇人。亲手砌起来的晶体生长炉,来之不易的铂金坩埚、贵比黄金的BGO熔液,已经长了一半的晶体毁于一旦,每个人心头都在滴血。

为了搞清楚坩埚渗漏的原因,范世魁跑到昆明贵金属研究所请教,得到的答复是坩埚“中毒”了——铂金与杂质发生反应,从而容易开裂、漏料。如用化学办法提纯铂金,损耗率将高达25%。范世魁不甘心,又到金银首饰厂向有经验的老师傅求助。首饰厂熔炼方法损耗率虽然不到千分之一,但得到的铂金锭子用力锤一敲就碎了,根本不能用。

那段时间,范世魁每天吃不香、睡不好,整日冥思苦想。突然有一天,他福至心灵,想到一个破局方案。

坩埚每次发生渗漏,都只有少数几个漏点,这说明坩埚中的杂质并不多,且以极低的密度分散在巨大的表面积上。他们先熔炼铂金,让杂质在加热过程中提前挥发,再将杂质含量大幅减少的铂金重新铸造成坩埚。生长晶体时,在原来的单层坩埚基础上再加一层坩埚,这样即便每层坩埚上仍留有少量杂质,但两层坩埚的漏点几乎不可能完全重合,从而大幅减少坩埚渗漏概率,使BGO晶体成品率迅速提升到约85%。

事实上,其他国家也深受坩埚渗漏困扰,但只有中国科研人员凭借令人拍案叫绝的“土办法”,率先解决了这个国际难题。

BGO晶体生产期间,丁肇中多次来到上海硅酸盐所。他惊讶地说:“我参观过全世界那么多实验室,从没见过一个实验室用这么简陋的设备,在这么短的时间里做出这么好的晶体!”



▲L3实验用24厘米大尺寸BGO单晶研究团队。

▲何崇藩(左)、范世魁与24厘米大尺寸BGO晶体。

3 直击真问题,提前完工

晶体质量第一!尺寸第一!中国自主研发的BGO晶体拿下了国际订单! 一个又一个捷报传来,上海硅酸盐所上上下下都无比振奋。

然而,在实验室中能长出良好BGO晶体的工艺,转移到位于上海嘉定的中试基地后却出了大问题。

按照合同约定,从1985年1月起,上海硅酸盐所每月要长出100根BGO晶体。然而从1984年干到1985年底,他们只能拿出100根有缺陷的晶体。面对来自四面八方的压力,团队不少人开始自我怀疑。

关键时刻,担任开发实验基地经理的殷之文调查统计了1985年生长出来的晶体,发现问题可能出在进口原料上。但对这个判断,很多人并不认可。要知道那些原料可是CERN从国外著名化工厂家购买的,纯度世界一流。

殷之文耐心地与多方交涉,半年后,CERN终于同意改用中国原料。然而,更换原料后,情况并没有完全好转,反而时不时就产出一大批颜色发黄的晶体。

平日里总笑盈盈的殷之文严肃起来,带队到生产原料的厂家实地调查。最后发现,前期实验室研究阶段,生产所需原料少,化学反应是在石英玻璃坩埚中进行的;进入中试阶段后,原料需求量大幅增加,厂家便在搪瓷缸里进行配制。搪瓷缸表面釉层脱落露出铁层,大量铅离子、铁离子进入原料,导致晶体性能出现了致命性的降低。

厂方改变工艺设备后,1986年4月,中试取得重大突破——当月生产出400多根优质晶体,成品率从35%迅速增加到80%以上。

这下,殷之文再也不怕丁肇中的“深夜来电”了。

也是这个时期,一个19岁的毛头小伙子来到开发实验基地。他叫吴泓澎,只有初中学历,此前是玻璃工。他来这里学习加工晶体。

L3探测器形状像一个倒置的锥形大桶,1.2万根BGO晶体呈伞状排列其中,每根晶体是一端细一端粗的梭形。吴泓澎等人的任务,就是把测试合格的晶体毛坯加工成上述形状。

这些年轻的工人,每次手捧价值不菲、凝结着无数人血汗的BGO晶体,都像抱着刚出生的婴儿,无比珍爱和慎重。但由于经验不足,一个冬天的周末过后,他们发现用蜡黏合固定等待切割的三四十根晶体,居然因蜡遇冷收缩而被生生扯断了。大家心疼得喘不上气,恨不得抽自己几巴掌。

尽管遇到不少挫折,但在领导和师长的宽容与鼓励下,吴泓澎迅速成长起来,成为晶体加工领域当之无愧的一把好手。

BGO晶体的“生长”之路,一直伴随着种种难以想象的困难。好在团队管理、科研、技术人员相互扶持、密切协作,闯过了重重难关。

“当时我们建立了务实有效的执行组会议制度。”时任开发实验基地党支部书记史良法回忆道,“从领导到每个具体环节的负责人,都以节点、目标、问题为导向,一起想办法解决问题,大大加快了进度。”

1990年4月,上海硅酸盐所提前半年完成CERN所需的1.2万根BGO晶体生产任务。这一成就不仅使上海硅酸盐所扬名国际,也让中国科学院在高新技术材料研究开发领域实现了质的飞跃。BGO晶体研究开发项目因此被授予1988年国家发明一等奖、中国科学院科技进步一等奖、“八五”科技攻关奖、十五届国际发明和新技术展览金牌奖等荣誉。

丁肇中也竖起大拇指:“要BGO晶体,就到中国科学院上海硅酸盐研究所去!”



▲殷之文(右二)陪CERN负责人参观上海硅酸盐所陈列室。

4 挑战多领域,闪耀世界

随着时代发展,BGO晶体应用场景进一步拓展,向一系列前沿领域迈进。

20世纪末,正电子湮灭断层扫描(PET)成为医学领域的新星,在癌症、心血管疾病等的诊断中发挥重要作用。而制作PET扫描仪探头,需要优质的闪烁晶体。

1998年,美国通用电气(GE)公司邀请上海硅酸盐所研发PET扫描仪所需的高质量BGO晶体。PET技术对BGO晶体的要求比高能物理应用高得多,且要求制备成本足够低——这又是一次艰巨的挑战。

新组建的科研团队对原有的生长工艺和管理模式进行全面革新,使得BGO晶体尺寸、质量、性能和一致性得到了质的提高。由此,上海硅酸盐所正式迈入“核医学”时代,除GE公司,其研制的BGO晶体还长期供货给国内龙头企业。

2015年12月17日,暗物质粒子探测卫星“悟空”发射升空,开启了在太空中的漫漫奇旅。在这颗卫星的最核心位置,整齐排列着308根BGO晶体,每一根的长度都达到史无前例的60厘米。

“晶体尺寸每一次较大的跨越,都意味着一次更艰巨的挑战的到来。”上海硅酸盐所研究员陈俊锋说,“尽管我们在生长20厘米~30厘米BGO晶体上有着较好积累,但要想让BGO晶体直接长到60厘米,最初大家都认为这是根本不可能的事。”

组会上大家开展头脑风暴时,灵感迸发了:以前的晶体比较短,大部分时间都处于生长炉内部,但如果是60厘米长的晶体,会有很长一段从生长设备露出来,并随时间增加而不断延长。这部分晶体会带走越来越多的热量,一来容易导致晶体因头尾温差过大而断裂,二来会引起晶体生长过程失控。

那么,能不能在常规生长炉“三温区”的设计基础上,再加一个可拆卸的第四温区,让超长晶体生长的全过程处于可控状态呢?

研发团队把设想中的新设备一点点搭建起来,原创出“四温区多坩埚晶体生长炉”,终于实现了那个“不可能的目标”。

正是上海硅酸盐所在这项技术上取得的突破,让“悟空”号如期发射成为可能,也让我国空间天文科学家抓住了空间暗物质探测最佳时间窗口,在激烈的国际竞赛中赢得先机。

凭借这次成功,上海硅酸盐所一举成为世界上能研制并批量制备该长度BGO晶体的唯一单位,至今保持着该晶体长度的世界纪录。

“材料永生!”讲述BGO晶体的故事时,上海硅酸盐所党委书记王东不止一次如此感叹。

材料的永生特性,体现在BGO晶体上,既是在众多领域表现出的巨大应用前景,也是一代代科研人员、技术人员以薪火相传的精神,在一次次占领科技制高点的实践中,不断赋予它的持久生命力。

在BGO晶体“茁壮成长”的数十年间,上海硅酸盐所充分发挥有组织、体系化、建制化优势,从基础研究到精耕细作再到“大生产”,多兵种协同作战,全链条环环相扣,一次又一次创造了奇迹。

“一代材料,一代装备,一代应用——上海硅酸盐所积极响应时代需求,探索以BGO晶体为代表的各种先进材料更广阔的应用空间。”王东说,“我们过去取得的成绩,植根于代代传承的精神和文化。未来,我们要强化传承、创新发展,让传奇延续。”



▲60厘米大尺寸BGO晶体研究团队部分成员。上海硅酸盐所供图

郭刚制版