



“4R-4M”试验方法论在国家重大科技基础设施实验装置设计和建设中的应用与思考

孙冬柏^{1*}, 杨纯臻², 孟凡强³, 周舟⁴, 倪木一³, 崔艺涛⁵, Ulf Karlsson⁵

1. 中山大学材料科学与工程学院, 广州 510006;

2. 中山大学材料学院, 深圳 518107;

3. 中山大学中法核工程技术学院, 珠海 519082;

4. 中山大学物理学院, 广州 510275;

5. 深圳综合粒子设施研究院, 深圳 518107

* 联系人, E-mail: sundongbai@mail.sysu.edu.cn

当今世界科技强国之间的竞争, 比拼的是国家战略科技力量。党的十八大以来, 以习近平同志为核心的党中央坚持把科技创新摆在国家发展全局的核心位置, 以前所未有的力度加强国家战略科技力量建设。国家重大科技基础设施是为促进科技创新、技术变革提供极限研究手段的大型、复杂的科学研究系统, 是提高我国高新技术研发和关键核心技术突破的重要平台^[1]。目前, 我国在建和运行的重大科技基础设施项目总量达77个。完善和利用这些重大科技基础设施解决重点领域和战略产品“卡脖子”问题, 对进一步推动解决关键技术、引领相关产业发展具有重要研究意义。

目前, 中国正处于经济和技术发展的重要战略机遇期, 一大批重大战略工程相继立项、建设和运行, 如原油战略储备库、长距离跨国输油管线、高硫油气田开发和储运、大规模核电站、超临界火电机组、高速铁路等项目。这些重大工程、重大项目都与工程材料和大型装备服役安全紧密相关, 呈现出“结构尺寸超大”“材料性能超强”“服役环境极端化、多因素耦合化”和“多种失效形式共存、交互影响”等新特点, 迫切需要对这些重大工程中涉及的工程材料和装备在各种原位工况条件下的作用机理、微观组织结构变化及影响其性能的因素进行深入研究。因此, 依托国家重大科技基础设施开展重大工程中涉及的材料前沿基础研究以及工程材料服役安全和风险评估研究具有突出的战略意义。

然而, 面向前沿科学的基础研究往往需要简化一些研究实验条件, 与产业的实际研发需求、工况、生产线环境等相差甚远; 而面向重大基础设施的安全和产业化的实验, 则要求实验平台和条件必须尽可能地与实际工况密切结合。重大科技基础设施, 如同步辐射光源装置, 在设计过程中需要综合考虑工程材料样品的不同尺寸、不同极端工况条件的需求, 开发能够提供极端温度、压力和化学环境的原位实验装置, 打造各类表征装置与方法学高度集成和便携切换的原位



孙冬柏 中山大学教授, 从事工程材料服役评价相关大科学设施建设近20年。作为项目负责人、首席科学家负责国家重大科技基础设施“重大工程材料服役安全研究评价设施”暨国家材料服役安全科学中心、“北京先进光源预研装置”工程材料线站分总体、国家重大科学仪器设备开发专项、深圳产业光源、广东重大科技基础设施等项目。

测量平台。本文针对先进工程材料研究需求和一系列工程经验教训总结, 明确阐述“4R-4M”试验方法论, 对大型科学基础设施的设计建设具有重要的借鉴意义。

1 “4R-4M”试验方法论

近30年发展起来的原位表征(*in-situ*)技术, 能够利用不同的仪器设备针对特定的反应流程进行“在线”分析, 实现对物质反应过程变化的追踪和分析, 最终得到一系列具有时间分辨特性的测试结果^[2]。因此, 原位表征技术具有动态、实时以及直观等特点。在梳理近年来各类原位工况条件下表征技术的发展及工程材料的研究需求后, 我们总结并提出了“4R-4M”试验方法论。

如图1所示, “4R”是指在真实条件(*real condition*)下对真实物质(*real matter*)的真实过程(*real process*)进行实时(*real time*)研究; 而“4M”的概念是指发展多技术联用(*multi-techniques*), 在多尺度下(*multi-scales*)对所研究的体系进行多维度检测(*multi-dimensions*)和系统全方位的多模态表征(*multi-models*)。“4R”与“4M”结合形成一种研究范式, 将对目前的原

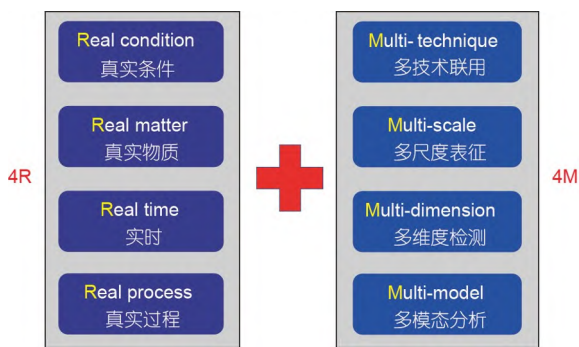


图1 “4R-4M”试验方法论介绍

Figure 1 Description of the “4R-4M” experimental methodology

位技术发展提出明确要求,目标是实现在原位工况条件下集成各类表征装置和技术手段,从宏观、介观、微观到原子结构对研究材料进行跨尺度表征,实时获得材料的力学、结构、组分、微观构造等各种性能的精确分析。

2 前沿基础研究中的“4R-4M”试验方法论

“4R-4M”试验方法论在各领域前沿材料的研发中具有重要的指导作用。以工业催化剂的研发为例,其主要应用领域为石油化工、煤化工以及油脂化工,其中石油化工领域催化剂应用场景最为广泛。传统的非原位研究方法在常规条件下对催化剂在反应前和反应后的状态进行测量,实验结果往往与工业工况条件下的真实催化系统不直接相关,已经无法满足产业的研发需求。近年来,各种原位技术,包括电化学扫描隧道显微成像(electrochemical scanning tunneling microscopy, ECSTM)、红外光谱(Fourier-transform infrared spectroscopy, FT-IR)、拉曼光谱(Raman spectroscopy)、X射线吸收光谱(X-ray absorption spectroscopy, XAS)、X射线衍射(X-ray diffraction, XRD)和环境透射电子显微镜(environmental transmission electron microscopy, ETEM)在催化剂成核、生长、活化、反应、失活的机理研究中得到了广泛发展和应用^[3-5]。不同时间尺度和空间尺度的表征技术结合,精确表征在反应过程中的微观局域形貌与配位结构、化学价态^[6]。

近年来,新能源汽车产业迅猛发展,同时也带动了新能源电池的前沿基础研究。高性能锂电池的发展需要对其充放电机制与性能衰减机理等有深入的认识。因此,各种先进原位表征技术,包括原位XRD、原位XAS、原位扫描电子显微镜(scanning electron microscopy, SEM)、多环境ETEM、原位中子衍射(neutron diffraction, ND)、原位表面增强拉曼光谱(surface-enhanced Raman scattering, SERS)、原位X射线光电电子能谱(X-ray photoelectron spectroscopy, XPS)、微分电化学质谱(differential electrochemical mass spectrometry, DEMS)、X射线层析成像(X-ray computed tomography, CT)等被广泛应用到新能源电池的研究中^[7]。通过各类原位试验方法的开发

和多技术联用,研究者能够从宏观尺度到原子尺度,对电池材料在平衡态与非平衡态过程的晶体结构、微观形貌、物相组成、电子结构以及各类物理性质及其动态演变规律进行全方位的检测,从而指导电池的设计,为开发高性能锂电池奠定基础。

“4R-4M”试验方法论同样适用于核能核电材料研究领域。核电安全直接影响经济发展,而核电安全主要受控于核电材料的可靠性。例如,中广核大亚湾和岭澳核电站就有6台在运行机组;最早的大亚湾一号机组已达到设计寿命的70%,核电站延寿问题迫在眉睫,因此核材料与燃料的服役评价和寿命评估至关重要,而其中的重要挑战是设计350°C、10 MPa、100 kN、10 Hz的极端环境系统用于高温高压疲劳试验。北京科技大学王沿东团队^[8]利用美国阿贡国家实验室先进光源(Advanced Photon Source, APS)的11-ID-C线站,原位研究了压水堆核电站主管道双相不锈钢材料热老化前后的微观变形行为和核燃料包壳材料Zr-4合金充氢后的形变与相变行为。此外,Vasconcelos等人^[9]在英国钻石光源(Diamond Light Source)I11线站进行了长达18个月的X射线衍射测试,系统表征了低pH的水泥在不同环境下缓慢水化的动力学过程,为该种水泥在核废料处理领域的使用提供了重要支持。应用“4R-4M”试验方法论,开发核电材料极端环境模拟装置,实时获得材料微观组织结构的变化,可高效揭示核材料在近服役条件下加工形变/服役损伤过程中组织(性能)和力学行为的演化规律及其物理机制,将为开发新一代核能材料奠定坚实的基础。

需要指出的是,开展真实工业环境下对真实物质的真实制造过程进行实时研究是所有科研人员的梦想,但大多数情况很难实现,所需要的测试方法还需要考虑试验空间的可行性,特别是经费的可行性。

3 “4R-4M”试验方法论在大科学装置中的应用及指导意义

3.1 重大工程材料服役安全研究评价设施

国家“重大工程材料服役安全研究评价设施”项目(Materials Service Safety Assessment Facilities, MSAF)面向我国国民经济的发展需求,围绕典型工程材料、典型服役环境、共性失效形式和关键的失效问题,通过“4R-4M”试验方法论自主设计和建设了一批可近似模拟服役环境、可有效再现失效过程的装置群。这些可进行安全评价的公共性、通用性、开放共享的大型应用基础科学研究试验设施对我国重大工程材料的服役安全研究和核心技术突破起到了突出的支撑作用。

项目中的“高温高压水汽环境结构材料试验装置”,围绕核电、火电等工业领域中服役管道和材料在高温高压高流速水汽环境及复杂载荷耦合作用下所遇到的腐蚀、应力腐

蚀、腐蚀疲劳、微动磨损和流动加速腐蚀等失效行为,建设了三套能够模拟核电和火电站中管道等构件和材料的近实际服役工况的大型试验装置,实现了在亚临界和超(超)临界水汽环境中对管状、CT、圆棒等形式试样进行恒载、慢拉伸、低频疲劳(正弦波/三角波/梯形波/随机波/组合波)等多种模式加载试验,结合配套的在线监测和离线分析装置,构成了功能卓越的高温高压环境腐蚀研究平台,开展核电站、火电站中关键材料和构件服役安全评价研究,为核电与火电工程领域的众多关键科学问题和应用问题提供了创新解决方案。

“多相流环境结构材料试验装置”围绕我国石油、炼化、化工、电力等工业领域面临的水、气、油、固等多相流动介质导致的多相流腐蚀中的主要关键共性科学问题,建设大尺寸、多功能、柔性组合的多相流腐蚀试验环路。装置可实现工业级管道中真实多相流型流态的准确、稳定模拟,可实现多相流型流态可视化及多相流腐蚀过程的原位监测,可实现多相流型流态数值模拟仿真。

此外,“极端/多因素耦合环境材料损伤试验装置”针对能源装备领域工程材料日趋极端、复杂的服役环境和对材料损伤表征、寿命评价日趋精确的要求,建立了可模拟核电、火电等设备中的(超)高温高压水汽、侵蚀性离子服役环境和复杂载荷耦合作用的环境/载荷交互作用实验系统,涵盖宽泛的温度、压力、介质、载荷等参数范围,配备电化学、电位降、光谱、声发射等原位监测仪器,将宏观测试与微观分析相结合,开展极端多因素耦合环境下材料的腐蚀、应力腐蚀、腐蚀疲劳、蠕变疲劳及裂纹扩展实验研究。

这些大型试验装置耦合了各种原位表征检测技术和极端、多因素环境,是“4R-4M”试验方法论在大型科学基础设施中的创新应用,全面提升了我国大尺寸/全尺寸构件及材料在原位工况环境下的试验研究能力和安全评价技术的整体实力。

3.2 国际先进同步辐射光源实验站系统

随着同步辐射技术的快速发展和不同领域对同步辐射X射线表征需求的增长^[10],多技术联用、多尺度表征、多维度检测、多模态分析已然成为同步辐射先进表征技术发展的重要方向^[11,12]。“4R-4M”试验方法论也在先进同步辐射光源中得以广泛应用。

日本丰田公司在日本大型同步辐射光源(Super Photon ring-8, Spring-8)投资建设BL-33XU专用线站^[13],重点发展了快时间分辨X射线吸收精细结构谱(quick X-ray absorption fine structure, QXAFS)、X射线吸收精细结构谱与计算机断层成像联用(XAFS-CT)及X射线吸收与衍射联用(XAS-XRD)技术,专门用于新能源汽车材料的研发。其中,XAFS能够对样品原子尺度的精细结构进行精确解析,XRD可对物质长程有序的晶体结构进行分析表征,CT技术则能够在更大的微米

至厘米尺度范围内对器件构件进行检测。QXAFS技术可以在毫秒级的时间尺度上获得样品的局域配位信息和化学态,适合原位状态下的物质结构研究。通过各类X射线技术的联用和集成,这条BL-33XU线站为丰田公司在新能源汽车材料领域的研发提供了重要的技术支撑。此外,日本最近建设的Slit-J光源,在建设初期就提出了“全流程、全周期”的基本构想,明确各光束线须设置“高度自动化测量站”和“尖端测量站”^[14,15]。其中,“高度自动化测量站”负责常规的同步辐射表征测定,同时发展自动化测试手段,实现远程测试;“尖端测量站”则建设各种原位工况检测系统,耦合多种先进X射线表征技术,并允许使用者自行设计“引擎台”“燃料电池台”“加速劣化试验台”等原位测试装置,使线站可利用性得到扩展。这些创新设计为日本产业研发创造了极大的动力。

法国Soleil同步辐射光源的Mar线站集成了高分辨率XRD、广角X射线散射(wide-angle X-ray scattering, WAXS)、小角X射线散射(small-angle X-ray scattering, SAXS)、标准和高分辨率X射线吸收光谱(XANES、EXAFS)和HERFD-XANES)和微束技术(microXRF、XAS、XRD)等一系列表征方法^[16]。该实验站获得了法国核安全管理局(Autorité de Sûreté Nucléaire, ASN)的授权,设计了专用于放射性样品的样品环境和自动化换样系统,可对高达18.5 GBq (0.5居里)的放射性样品进行安全高效的实验操作,为核材料的研发、核燃料和辐照材料行为分析、核废物管理等提供了一体化研究平台^[17]。

在我国上海同步辐射光源装置中,中国石化集团全额投资建设面向能源化工的三条专用线站。其中,Sinopec E线站系统以XAS-XRD联用为主要技术,辅以高能高分辨XRD和显微CT;Sinopec M线站以小角/广角X射线散射(SAXS/WAXS)为主要技术,辅以微探针(microprobe)技术,其特色在于可调制微束光源;Sinopec C线站则以纳米CT(nano CT)为主要技术,辅以中能吸收谱和近常压XPS。这些专用线站提供多种X射线方法学和表征技术的综合利用,同时配备和研制了各类适用于石化领域的特色原位环境装置,全面提升了中石化产品研发的“4R-4M”试验能力。

3.3 深圳产业光源产业线站设计

近年来,深圳深入实施创新驱动发展战略,大力推进制造强市建设,持续推进产业转型升级,推动战略性新兴产业发展。2022年6月,深圳出台《深圳市人民政府关于发展壮大战略性新兴产业集群和培育发展未来产业的意见》,其中提到培育发展“20+8”产业集群,即发展以先进制造业为主体的20个战略性新兴产业集群,前瞻布局8大未来产业,稳住制造业基本盘,增强实体经济发展后劲,加快建设具有全球影响力的科技和产业创新高地。深圳产业光源的实验站设计摒弃了以往按照实验方法(谱学、衍射、散射、成像等)为同步辐射实验线站分类标准的做法。通过“4R-4M”试验方法论来规

划设计新兴的产业线站,重点瞄准集成电路、生物医药、先进材料、先进制造四大产业领域“卡脖子”关键核心技术,以满足高新技术产业需求为核心目标,建设能够模拟接近生产制造实际工况环境条件的同步辐射实验站。如图2所示,为了实现“4R”的试验能力,这些特色产业线站与相关领域的产业合作伙伴,研发和配备不同大型原位装备;同时创新地采用了Step-in/Plug-in模式,实现模拟工业原位工况环境的大型原位装备能够在不同线站之间快速切换,为产业用户针对真实工业装备的真实工艺过程优化和在线检测提供高质量支撑服务。为了满足“4M”的试验要求,深圳产业光源的特色产业线站广泛采用“一线多站、同时运行”的创新模式,不仅兼顾了同一产业领域用户对于多技术联用、多尺度表征、多维度检测、多模态分析的迫切需求,而且可以同时实现高性能

同步辐射光进行常规初筛模式检测与特定样品环境检测等不同模式,可以大幅提高同步辐射光源的利用效率,降低企业测试成本。

以“纳米催化线站”为例,该线站针对绿色催化、燃料电池、CO₂催化转化等新兴产业领域的材料研发需求,提供时间分辨XAFS、高分辨电子显微成像等手段。线站采用一线二站的设计,实现XAFS和TEM联用,同时兼顾常规XAFS与QXAFS和多种常规谱学技术联用,可在各类模拟原位反应工况条件下,同时获取样品的物质结构、化学组分、化学价态、微观形貌等信息,能够从微米到纳米尺度对催化材料的形貌和原子局域结构进行在线表征。“纳米探针线站”则集成了Nano-XRF、Nano-XRD和Ptychography等多种X射线显微表征技术,可实现材料从毫米到纳米的多模态、多尺度检测;

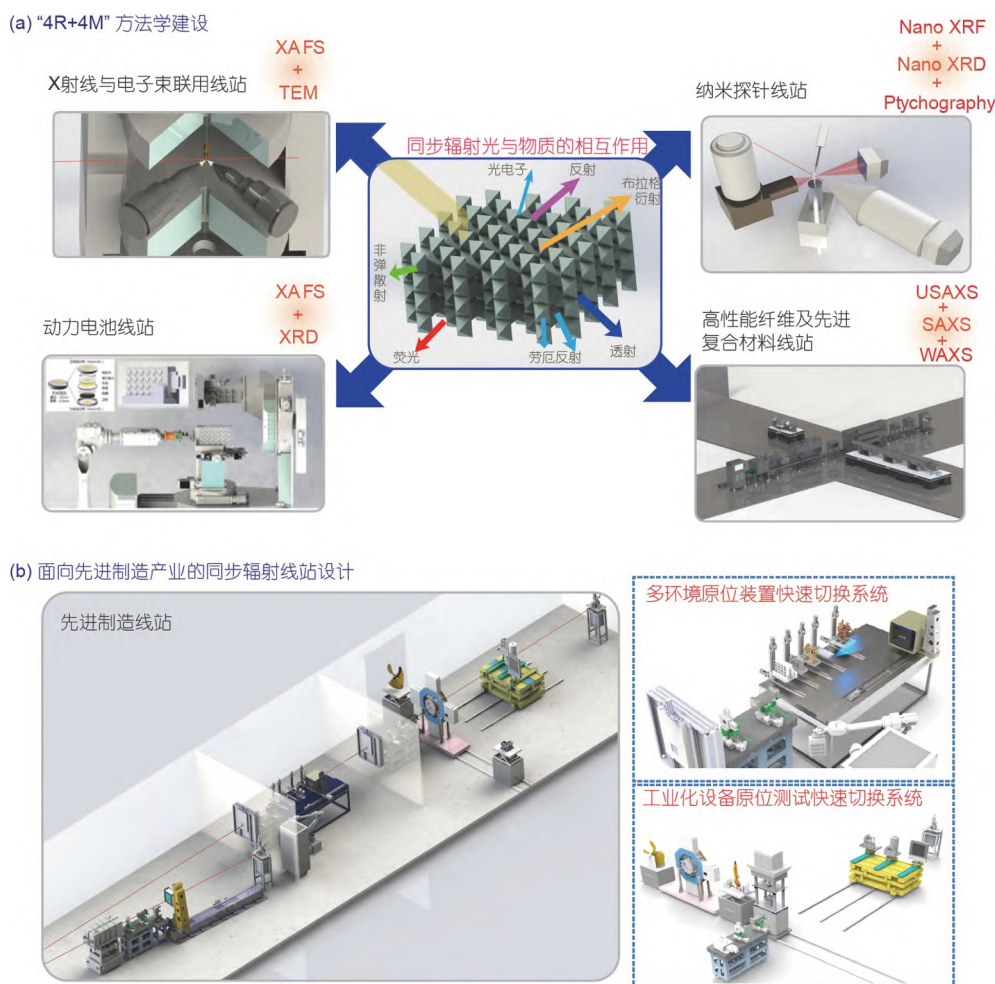


图2 “4R-4M”试验方法论指导同步辐射光源实验站多技术联用、多模态测试分析系统设计。(a) X射线技术联用实现物质结构精确表征。(b) 实验站系统集成各类原位环境反应装置和X射线探测器,实现多环境原位表征和多技术快速切换

Figure 2 Implementation of the “4R-4M” experimental methodology in the design of synchrotron radiation beamlines and experimental stations with a multi-technology combined and multi-modal testing and analysis system. (a) The integration of multiple X-ray techniques for precise characterization of material structures. (b) Experimental station integrates various environmental devices and X-ray detectors, enabling *in-situ* characterization in multiple environments and rapid switching between multiple technologies

“动力电池线站”设计实现了XAFS、XRD和X射线成像技术联用,能够为电池材料在充放电过程中的结构相变、电极裂纹演化等提供多尺度表征;“高性能纤维及先进复合材料线站”则革命性地将高性能纤维生产线引入到同步辐射实验站内,通过USAXS、SAXS和WAXS技术可对高性能纤维及先进复合材料的全生产过程中不同工艺环节进行原位工况表征和多模态分析^[18]。

4 总结与展望

国家重大科技基础设施是我国抢占未来科技竞争制高

点的国之重器,是支撑国民经济和社会可持续发展的基石和保障,也是全面体现国家综合实力和科技创新能力的一个重要标志。这些设施的设计和建设都担负着社会历史责任,需要为国家重大战略服务,需要围绕重大工程材料在尺度域、环境域、时间域以及安全评价等多个关键科学问题开展研究提供支撑平台。通过发展“4R-4M”表征检测技术和试验系统,实现在制造产业原位环境中对材料的各种物理化学性能进行实时的表征,破解关键核心技术攻关难题,实现重点领域跨越,将极大提升我国高科技产业创新集成的动力、助力我国高端制造业的蓬勃发展。

推荐阅读文献

- 1 Dong Y H, Yuan M Y. High-energy synchrotron radiation source: A major instrument for exploring the microscopic world (in Chinese). GuangMing Daily, 2021-07-08 [董宇辉, 苑梦尧. 高能同步辐射光源: 探索微观世界的大国重器. 光明日报, 2021-07-08]
- 2 José A R, Jonathan C H, Peter J C. *In-situ* Characterization of Heterogeneous Catalysts. New Jersey: Wiley, 2013
- 3 Venezia B, Cao E, Matam S K, et al. Silicon microfabricated reactor for operando XAS/DRIFTS studies of heterogeneous catalytic reactions. *Catalysis Sci Technol*, 2020, 10: 7842–7856
- 4 Meira D M, Monte M, Fernández-García M, et al. A flexible cell for *in situ* combined XAS–DRIFTS–MS experiments. *J Synchrotron Rad*, 2019, 26: 801–810
- 5 Sharma H, Sietsma J, Offerman S E. Preferential nucleation during polymorphic transformations. *Sci Rep*, 2016, 6: 30860
- 6 Carosso M, Vottero E, Lazzarini A, et al. Dynamics of reactive species and reactant-induced reconstruction of Pt clusters in Pt/Al₂O₃ catalysts. *ACS Catal*, 2019, 9: 7124–7136
- 7 Liu D, Shadike Z, Lin R, et al. Review of recent development of *in situ*/operando characterization techniques for lithium battery research. *Adv Mater*, 2019, 31: 1806620
- 8 Li S, Wang Y, Che Z, et al. Investigations of deformation-induced $\delta \rightarrow \zeta$ phase transformation in zirconium hydride by *in situ* high-energy X-ray diffraction. *Acta Mater*, 2017, 140: 168–175
- 9 Vasconcelos R G W, Walkley B, Day S, et al. 18-month hydration of a low-pH cement for geological disposal of radioactive waste: The Cebama reference cement. *Appl Geochem*, 2020, 116: 104536
- 10 Mai Z H. Historical development and current status of synchrotron radiation—An introduction for a new book “*Synchrotron Radiation Sources and Their Applications*” (in Chinese). *Mod Phys*, 2014, 26: 65–71 [麦振洪. 同步辐射光的发展历史与现状——介绍新书《同步辐射光源及其应用》. 现代物理知识, 2014, 26: 65–71]
- 11 Wu Z, Liu Y, Xing X, et al. A novel SAXS/XRD/XAFS combined technique for *in-situ* time-resolved simultaneous measurements. *Nano Res*, 2022, 16: 1123–1131
- 12 Chen Y, Clark S J, Leung C L A, et al. *In-situ* Synchrotron imaging of keyhole mode multi-layer laser powder bed fusion additive manufacturing. *Appl Mater Today*, 2020, 20: 100650
- 13 Nonaka T, Dohmae K, Hayashi Y, et al. Toyota beamline (BL33XU) at SPring-8. *AIP Conf Proc*, 2016, 1741: 030043
- 14 Masaki T. The next-generation 3 GeV high-brightness synchrotron radiation facility (in Japanese). *Oyo Buturi*, 2024, 93: 5–11
- 15 Quantum Science and Technology Committee, Quantum Beam Usage Promotion Small Committee. Proposal for the establishment of an innovation ecosystem based on a collaborative framework involving academia, industry, government, and local communities to accelerate the formation of a research complex leveraging the next-generation synchrotron radiation facility (in Japanese). 2018, https://www.mext.go.jp/b_menu/shingi/gijyutu/gijyutu2/090/shiryo/1404402.htm
- 16 Solari P L, Schlutig S, Hermange H, et al. MARS, a new beamline for radioactive matter studies at SOLEIL. *J Phys: Conf Ser*, 2009, 190: 012042
- 17 Sitaud B, Solari P L, Schlutig S, et al. Characterization of radioactive materials using the MARS beamline at the synchrotron SOLEIL. *J Nucl Mater*, 2012, 425: 238–243
- 18 Heeley E L, Gough T, Hughes D J, et al. Effect of processing parameters on the morphology development during extrusion of polyethylene tape: An in-line small-angle X-ray scattering (SAXS) study. *Polymer*, 2013, 54: 6580–6588

Summary for “‘4R-4M’试验方法论在国家重大科技基础设施实验装置设计和建设中的应用与思考”

The implementation and reflection of the “4R-4M” experimental methodology in the design and construction of experimental facilities in major national science and technology infrastructure

Dongbai Sun^{1*}, Chunzhen Yang², Fanqiang Meng³, Zhou Zhou⁴, Muyi Ni³, Yitao Cui⁵ & Ulf Karlsson⁵

¹ School of Materials Science and Engineering, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510006, China;

² School of Materials, Sun Yat-sen University, Shenzhen 518107, China;

³ Institut Franco-Chinois de l'Energie Nucléaire, Sun Yat-sen University, Zhuhai 519082, China;

⁴ School of Physics, Sun Yat-sen University, Guangzhou 510275, China;

⁵ The Institute of Advanced Science Facilities, Shenzhen 518107, China

* Corresponding author, E-mail: sundongbai@mail.sysu.edu.cn

Currently, China is in an important period for economic development, with a large number of major strategic projects being successively constructed and operated, such as the development of strategic petroleum reserves, long-distance multinational oil pipelines, the storage and transportation of high-sulfur oil and gas field, the construction of large-scale nuclear power plant, supercritical thermal power plant, high-speed railways, and more. The engineering materials employed in these major strategic projects possess unique characteristics such as “super-large structural dimensions”, “super-strong material performance”, “under extreme and multi-factor coupling service environments”, and “the coexistence and interplay of multiple failure modes”. These characteristics impose new challenges in terms of the safety service and evaluation of engineering materials and industrial equipment. To address these challenges, it is essential to investigate the underlying mechanisms of mechanical and structural changes, as well as the various factors that influence material performance under real-world conditions. However, most cutting-edge scientific research often simplifies experiment conditions, which can significantly deviate from the actual working conditions and production environments in industrial settings. It is therefore crucial to develop characterization protocols that can accurately replicate the extreme temperatures, pressures, and chemical environments, while ensuring precise detection capabilities and high resolution measurements for comprehensive analyses.

This article reviews the developments of *in-situ* characterization techniques in various cutting-edge materials research and introduces the “4R-4M” experimental methodology. The “4R” aspect focuses on conducting real-time research on real materials to study real processes under operational conditions, while the “4M” aspect emphasizes the utilization of multiple techniques to enable multi-scale, multi-dimensional, and multi-modal characterizations. By developing the “4R-4M” experimental system, it becomes possible to carry out real-time evaluations of different physical and chemical properties of engineering materials under industrial conditions. This article further discusses the practical implementation of the “4R-4M” experimental methodology in the design and construction of large-scale scientific facilities. For example, the National Materials Service Safety Assessment Facilities (MSAF) have specifically designed and constructed a set of experimental facilities to replicate different service environments and accurately reproduce failure processes for large-scale engineering materials. Furthermore, this article discusses the current development trend for integrating various X-ray techniques in experimental stations at world-renowned synchrotron radiation light sources, such as the SPring-8 light source in Japan, Soleil light source in France, and Shanghai synchrotron radiation facility (SSRF). The advancement in technology integration, multi-scale characterization, multi-dimensional detection, and multi-modal analysis is highlighted as a significant achievement. The Shenzhen Innovation Light Source has implemented the “4R-4M” experimental methodology in the design of beamlines for high-tech industries, including the integrated circuits, biomedicine, advanced materials, and advanced manufacturing. The primary goal is improve key technologies and driving progress in the industry.

large-scale scientific facility, synchrotron radiation light source, synchrotron X-ray techniques, operando working conditions

doi: [10.1360/TB-2023-1254](https://doi.org/10.1360/TB-2023-1254)