



中子/同步辐射衍射表征技术及其在工程材料研究中的应用

王沿东 李润光 聂志华 李时磊

A review on the application of neutron and high-energy X-ray diffraction characterization methods in engineering materials

WANG Yan-dong, LI Run-guang, NIE Zhi-hua, LI Shi-lei

引用本文:

王沿东, 李润光, 聂志华, 李时磊. 中子/同步辐射衍射表征技术及其在工程材料研究中的应用[J]. *工程科学学报*, 2022, 44(4): 676-689. doi: 10.13374/j.issn2095-9389.2021.11.25.008

WANG Yan-dong, LI Run-guang, NIE Zhi-hua, LI Shi-lei. A review on the application of neutron and high-energy X-ray diffraction characterization methods in engineering materials[J]. *Chinese Journal of Engineering*, 2022, 44(4): 676-689. doi: 10.13374/j.issn2095-9389.2021.11.25.008

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2021.11.25.008>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

催化材料服役行为的同步辐射原位X射线研究

Operando X-ray study of service behavior of catalytic materials based on synchrotron radiation
工程科学学报. 2021, 43(6): 721 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2020.11.03.004>

镍沉降渣深度还原过程中的相变特征

Phase transformation of nickel slag in settlement furnaces during deep reduction
工程科学学报. 2017, 39(12): 1809 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2017.12.005>

张力退火对Zr4合金织构和再结晶行为的影响

Effect of stress annealing on texture and recrystallization behavior of Zr4 alloy
工程科学学报. 2020, 42(9): 1174 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.09.27.004>

B1500HS硼钢热冲裁过程的相变和冲裁精度

Phase transformation and blanking accuracy of boron steel B1500HS during hot blanking
工程科学学报. 2017, 39(12): 1851 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2017.12.011>

高剂量氦离子辐照对新型中子增殖铍钨合金表面结构的影响

Effect of high dose helium ion irradiation on the surface microstructure of a new neutron multiplying BeW alloy
工程科学学报. 2020, 42(1): 128 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.07.08.008>

羟基磷灰石气凝胶复合相变材料的制备及其性能

Preparation and properties of hydroxyapatite aerogel composite phase change materials
工程科学学报. 2020, 42(1): 120 <https://doi.org/10.13374/j.issn2095-9389.2019.07.29.002>

中子/同步辐射衍射表征技术及其在工程材料研究中的应用

王沿东^{1)✉}, 李润光²⁾, 聂志华³⁾, 李时磊¹⁾

1) 北京科技大学新金属材料国家重点实验室, 北京 100083 2) 丹麦技术大学机械系, 孔恩斯灵比 DK-2800 3) 北京理工大学材料学院, 北京 100081

✉通信作者, E-mail: ydwang@ustb.edu.cn

摘要 以先进钢铁、高温合金、钛合金、铝合金为代表的工程材料研究, 亟待发展先进的原位微结构与应力表征技术, 以揭示材料与工程部件在制备与服役过程中晶体结构与多尺度微观组织 / 应力场的演化规律, 阐明温度、应力、电、磁等复杂多外场作用下包括形变损伤、相变微观机制在内的工程材料微观力学行为。在评述了中子与同步辐射先进原位表征技术的方法原理、装置发展与各自优势特点的基础之上, 总结了其在金属材料形变与相变基础与应用研究中的新进展及展望。

关键词 中子衍射; 高能 X 射线衍射; 形变; 相变; 应力

分类号 TG142.71

A review on the application of neutron and high-energy X-ray diffraction characterization methods in engineering materials

WANG Yan-dong^{1)✉}, LI Run-guang²⁾, NIE Zhi-hua³⁾, LI Shi-lei¹⁾

1) State Key Laboratory for Advanced Metals and Materials, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

2) Department of Mechanical Engineering, Technical University of Denmark, Kongens Lyngby DK-2800, Denmark

3) School of Materials Science and Engineering, Beijing Institute of Technology, Beijing 100081, China

✉ Corresponding author, E-mail: ydwang@ustb.edu.cn

ABSTRACT As powerful techniques for multidisciplinary research, the neutron and synchrotron radiation sources have the advantages of deep penetration and high brilliance, providing advanced and powerful tools for characterizing microstructures and revealing deformation/damage micromechanisms of materials. For research on engineering materials, such as advanced steel, superalloy, titanium alloy, and aluminum alloy, it is necessary to develop advanced *in-situ* microstructure and stress characterization methods to reveal the evolution of the multiscale microstructures and stress fields during preparation and service and investigate the micromechanical behaviors, including deformation damage and phase transformation, under complex external factors, such as temperature, stress, electric, and magnetic fields. The basic principles of quantitative characterization of texture and multiscale stress using neutron and X-ray diffraction (XRD) techniques were introduced in this paper. The global development and status of advanced characterization techniques based on neutron and synchrotron radiation sources were expounded. The advantages of neutron and synchrotron radiation techniques were also analyzed. The application of neutron and synchrotron-based XRD techniques in the research of structural engineering materials and components, thermoelastic martensitic transformation, and new structural materials were reviewed. The use of neutron diffraction and HE-XRD techniques on structural engineering materials mainly focuses on multiphase microstructure evolution, intergranular and

收稿日期: 2021-11-25

基金项目: 科技部重点研发资助项目(2021YFA1600600); 国家自然科学基金资助项目(U2141206, 51921001); 中央高校基本业务费资助项目(FRF-BD-20-02B)

interphase stress distribution in elastic/plastic zone during deformation, and temperature/stress-induced phase transformation behaviors. The microscopic stress measurement is crucial for verifying the micromechanical model of engineering structural material, which is closely related to the texture evolution during the deformation and phase transformation. The simultaneous acquisition of microscopic stress and macroscopic stress can provide essential data for the service reliability and failure evaluation standards of engineering structural materials/components. Using the μ XRD characterization method with submicron resolution, through the combination of monochromatic and polychromatic diffraction analysis, the precise characterization of large stress gradient and slight orientation gradient, caused by the dislocation structures inside the grain, can be realized to achieve submicron damage evaluation. The research on thermoelastic martensitic transformation by neutron scattering (diffraction) and HE-XRD technology includes external field-assisted thermoelastic martensitic transformation, narrow hysteresis thermoelastic martensitic transformation, and colossal elastocaloric effect. Neutron diffraction and HE-XRD techniques have advantages in studying emerging structural materials, such as high-entropy alloys and heterogeneous materials, which often have complex microstructures and exhibit unique mechanical behaviors and are important for revealing their deformation and damage mechanisms. The neutron and synchrotron-based technology, combined with *in-situ* environmental devices, can be used to measure and analyze the multiscale microstructures/stress and service damage behaviors of key engineering components in a near-service environment. Finally, the development and application of characterization techniques based on neutron and synchrotron radiation sources have prospects.

KEY WORDS neutron diffraction; high energy X-ray diffraction; deformation; phase transformation; stress

金属结构材料作为最重要的工程材料,其强度、韧性、成型性和机械疲劳等力学行为决定于微观组织,包括构成相的晶体结构、相体积及分布、取向分布(织构)及晶粒尺寸等微观参量。金属结构部件的加工、装配及使用行为受控于材料的晶体结构与微观组织,并与多尺度残余应力密切相关。残余应力是存在于材料和结构中的与外部载荷无关的“内在”应力,在材料或结构内部是自平衡的,即在个体积内局部区域的应力和力矩之和为零。一般来说,应力可根据它平衡的尺度分成以下三类:第Ⅰ类应力是宏观应力(Macro-stress),分布于材料较大区域内(毫米范围,可以是一个或很多晶粒);第Ⅱ类应力是微观应力,存在于微米范围(多个晶粒或多相微区尺度),包括晶间应力(Intergranular stress)与相间应力(Interphase stress),从起源上划分包括热应力、塑性形变应力、相变应力,其中,晶间应力也被称为晶粒取向相关应力(Grain-orientation-dependent stress);第Ⅲ类应力由晶粒内部分布的位错或其他点/线/面缺陷引起,作用尺度范围从微米跨越至纳米,一般起源于塑性形变或相变。一般来说,第Ⅱ类和Ⅲ类应力统称微观应力(Micro-stress)。第Ⅰ类应力,无论是单独的残余应力还是与外加应力叠加共同作用,都可导致微观应力的产生。

工程部件在凝固、形变热处理、焊接等制备成型过程中不仅发生微观组织的演化,而且出现多尺度残余应力场的变化并发生变形,而在服役过程中在外加(恒定或交变)载荷作用下,与多尺度

残余应力场叠加的复杂应力状态往往导致工程部件的局域损伤,最终引起部件失效及灾难性事故的发生。晶体结构与多尺度微观组织/缺陷/应力场的演化贯穿于金属材料与工程部件制备、加工、装配及使用的全链过程中,决定了材料服役行为及部件终端产品的服役安全。

高性能新型金属结构材料设计的重要准则之一是如何突破现有材料固有强度与塑性(韧性)相互制约的关系。合金形变与强化机制的变化有助于改变强塑匹配关系,如交通领域应节能减排需求而大量使用的高强汽车用钢,利用多尺度复相组织、孪晶、相变等强塑化机制,已将力学性能大幅提高突破至传统高强用钢性能范畴外。但结构材料形变与强韧化机制研究仍待深入,如何同时提高强度与塑性的物理冶金学基础尚未完全建立,迫切需求先进结构、微结构及多尺度应力定量表征方法,以揭示工程材料制备与服役过程中晶体结构与多尺度微观组织/缺陷/应力场的演化规律。

材料晶体结构与微观组织表征方法最早可追溯到19世纪初使用光学显微镜观察微观结构的变化,随后X射线衍射技术成为晶体材料结构与微观组织研究的重要手段。材料结构表征的快速进展主要体现在以下两个方面:一方面,20世纪50年代透射与扫描显微镜的诞生与快速发展,为材料的局域结构表征分析注入了新的活力;另一方面,伴随核物理与高能物理的进展,建立了中子源与同步辐射源等大科学装置,作为多学科交叉

研究的利器,为揭示物质科学微观机制提供了重要工具.利用中子具有自旋磁矩与中子束深穿透等特征,中子散(衍)射技术提供了表征力、热、磁、电等复杂多外场下物质微结构、磁结构演化的重要手段^[1],指导了新型磁热电功能材料的发现和探寻.中国散裂中子源(Chinese spallation neutron source, CSNS)及两座反应堆中子源中国先进研究堆(China advanced research reactor, CARR)和中国绵阳研究堆(China Mianyang research reactor, CMRR)的建成运行,使我国拥有了重要的中子科学综合实验装置.第三代同步辐射光源——上海光源(Shanghai synchrotron radiation facility, SSRF)二期工程几个谱仪的建成及在建的第四代同步辐射光源——高能同步辐射源(High energy photon source, HEPS)为中国提供了材料科学研究的同步辐射科学装置.中子衍射与同步辐射高能 X 射线衍射(High energy X-ray diffraction, HE-XRD)技术有机结合,揭示了工程部件制备与服役过程中的多尺度微结构与应力演化规律,促进了结构材料热、复杂载荷等环境下微观力学与固态转变原位研究,极大推动了材料设计与制备科学^[2-3].基于同步辐射源的其他技术,比如微米/纳米 CT 成像、白光微区衍射、X 光吸收精细结构分析等,亦为金属材料形变与相变等基础问题的深入研究提供了重要支撑.由于篇幅限制,本文将主要评述基于衍射技术的中子和 HE-XRD 方法在工程材料晶体织构和多尺度应力定量表征、推动工程材料微观力学研究方面的重要研究进展.

1 表征基本原理

中子或 X 射线衍射方法定量表征晶体织构和多尺度应力的基础是布拉格衍射定律,即: $2d_{hkl}\sin\theta_{hkl} = \lambda$. 式中 d_{hkl} 为密勒指数为 hkl 的衍射面间距; θ_{hkl} 为对应于衍射布拉格角; λ 为入射波长.具有择优取向多晶材料的织构,一般通过测量不同 $\{hkl\}$ 晶面衍射峰强度在试样坐标架下极(取向)空间的分布获得.这种不同 $\{hkl\}$ 晶面极密度分布称为极图,即 $q_{hkl}(\chi, \eta)$, 其定义为: $q_{hkl}(\chi, \eta) = K_q \frac{\Delta V/V}{\sin\chi\Delta\chi\Delta\eta}$. 式中 K_q 为比例系数; (χ, η) 为极空间的极角与辅角; $\Delta V/V$ 为 (hkl) 面法线落在方向元的晶粒体积与试样的总体积之比,正比于衍射峰强度.利用极图数据,可以通过球谐级数法或直接法,获得三维取向分布(Orientation distribution function, ODF)信息.

通常在外加应力或多尺度残余应力场(包括

宏观与微观应力)作用下,单晶或多晶体材料在不同 (χ, η) 取向空间会产生不同 $\{hkl\}$ 面间距的相对变化(定义为点阵畸变,属于弹性变化,一般称作点阵应变) ε_{hkl} , 即: $d_{hkl}/d_{0,hkl} - 1$. 一般来说,多尺度应力与不同 $\{hkl\}$ 晶面衍射峰移动及半高宽在试样取向空间的分布密切相关.对于各向同性多晶材料,如果测量获取三个主应力方向的点阵应变,根据胡克定律计算出宏观应力,即: $\sigma_{11} = \frac{E_{hkl}}{(1 + \nu_{hkl})(1 - 2\nu_{hkl})} (\varepsilon_{11}(1 - \nu_{hkl}) + \nu_{hkl}\varepsilon_{22} + \nu_{hkl}\varepsilon_{33})$. 对于特定晶体材料,不同 $\{hkl\}$ 点阵应变计算的宏观应力受第二类应力的影响.一般来说,体心金属的 $\{211\}$ 与面心金属的 $\{311\}$ 受第二类应力的影响较小^[4].

衍射方法确定第二类应力是基于微观力学模拟,与多方向不同 $\{hkl\}$ 点阵应变演化的验证获得.相对于反应堆的恒定波长应力测量技术,散裂中子源时间飞行技术(Time of flight, TOF)在此方面更具优势,可以同时获取多个 $\{hkl\}$ 点阵畸变^[5].微观力学模拟包括考虑晶体弹塑性形变行为的自洽(Self-consistent, SC)模型^[6-8]或晶体塑性有限元方法(Crystal plasticity finite element method, CPFEM)^[9-10]等.另一种方法,是基于中子衍射测量获得的点阵应变极图,利用应力球谐级数法获取应力取向分布函数(Stress orientation distribution function, SODF)^[9],直接获取第二类应力.该方法是将织构定量分析的球谐级数法移用于应力分析,思路是:(1)定义一个与晶粒取向相关的应力分布函数——应力取向分布函数,采用低阶广义球谐级数展开式予以描述;(2)利用三维弹塑性模型给出约束条件,实测不同 $\{hkl\}$ 点阵应变分布,求解约束条件下应变分布与级数系数相关联的非线性方程,由之确定 SODF 的低阶球谐级数的系数. SODF 分析术的优点是:与晶粒取向相关的第二类应力被直接表达成函数分布的形式,克服了单值测算的困难;其从实测点阵应变分布获得的应力分布,更有效反映了材料的真实应力状况;变形中原位确定的 SODF 可以作为应力边界条件引入织构的定量模拟,克服目前织构模拟中边界条件的不确定性问题;借助于 SODF 分析术,不仅可以给出双相材料的平均相间应力,而且可以得到与晶体取向相关的相间匹配应力的定量信息^[8,11].

针对第三类应力测量,根据 $\{hkl\}$ 中子衍射半高宽分析可以获得如平均位错密度等具有统计意义的定性或半定量信息^[12].这种分析方法,一方面受到中子倒空间应变分辨率与真实空间分辨率的

限制,另一方面由于各种微观缺陷多种排列方式产生的半高宽效应的不唯一性,很难通过中子衍射测量来准确定量描述.而通过与同步辐射微衍射(X-ray microdiffraction, μ XRD)技术配合,可以获得缺陷分布及第三类应力的准确信息,这方面研究仍在快速发展中^[13].

2 装置与表征方法发展

基于衍射的材料表征技术通常采用聚焦光路或平行光路.聚焦光路一般应用于实验室X射线点光源,可以最大程度提高光子通量,适用于普通晶体结构分析和织构测量.近年来,科研人员成功开发了基于聚焦光的实验室X射线衍射成像技术(Laboratory diffraction contrast tomography, LabDCT),实现了对多晶块体材料三维晶体结构的表征^[14-15].应力测量对射线源质量更加敏感,往往要求高质量的平行光.中子与同步辐射具有极佳的平行光几何,特别适合应力测量.

2.1 中子源基的先进表征技术

20世纪80年代,国外学者首先在反应堆中子源上开展了关于金属材料织构与残余应力的研究,建立了专门应力与织构测量装置.利用单色器或中子导管将反应堆中子源产生的连续波长中子聚焦成单一波长中子.由于应力与织构需要的真实空间(有效衍射几何)与倒空间的应变分辨率不同,应力装置与织构装置一般分开构建.织构测量需要获得衍射峰强度在极图空间的分布,需要大的人射狭缝全覆盖整个试样(吸收比较弱),同时需要在高强度、低分辨模式下进行测量;应力测量需要较高的空间分辨率与倒空间应变分辨率,衍射峰峰位的精准确定需要高质量的衍射峰.也可以通过优化调节入射/衍射狭缝及改变单色器分辨率,在同一装置上实现应力与织构测量功能.

反应堆中子源上的应力与织构测量使用恒定波长中子束,探测器覆盖的布拉格衍射角较小(单色器的聚焦几何也决定很难使用大范围覆盖的探测器),固定探测器角度仅可收集有限数目衍射面的信息.对于面间距较大的晶面(具有较小衍射角),在点阵应变测量过程中很难将其有效衍射体积限定在一个合理范围,导致测量精度很低.20世纪70年代末相继建立散裂中子源(美国 Intense pulsed neutron source (IPNS) 和 Los Alamos neutron science center (LANSCE)、英国 ISIS 等),利用慢化器和中子导管聚焦的连续波长中子实现了应力与织构的高效研究.20世纪建立的美国

Spallation neutron source (SNS)、日本 Japan proton accelerator research complex (J-PARC) 散裂中子源上专门应力谱仪(分别为 VULCAN 和 TAKUMI),由于通量极大提高,使用效率进一步提升及应力、温度等外场环境的极大改善,可实现分钟甚至秒级时间分辨,已开展大量与时间相关热机械处理过程中组织与应力演化的研究工作.散裂中子源上专门应力装置测试原理如图1所示.一般说来,中子衍射方法获得的点阵应变精度很高,达到 50×10^{-6} ,但提供的空间分辨率在毫米尺度,通过专门的中子聚焦镜与狭缝限定有望实现 0.1 mm 的一维空间分辨.

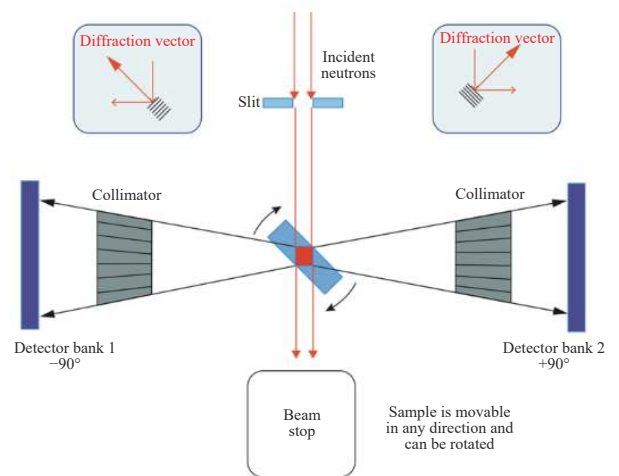


图1 散裂中子源时间飞行中子衍射示意图^[16]

Fig.1 Schematics of neutron time-of-flight diffraction techniques on pulsed neutron source^[16]

我国工程材料中子散射研究起步较晚,20世纪在中国原子能科学研究院(原子能院)与中国工程物理研究院(中物院)建立的中子研究堆缺少专门应力与织构测量装置.随着中子科学研究装置的发展及对工程材料应力与织构研究的迫切需要,21世纪初在原子能院建立的 CARR 和中物院核物理与化学研究所建立的 CMRR 上相继建立了专门应力与织构谱仪.在绵阳堆上的应力谱仪分辨率等重要指标已达到世界先进水平,配备的 500 kg 载重台为测量大型工程部件提供了保证,已经开展了部分基础与工业应用研究.中国先进研究堆上的织构谱仪也已开展了一些重要核材料织构的研究.

需要指出,建立在散裂中子源的 TOF 技术对多尺度应力与组织研究更具特色,特别是对微观力学与相变模型的验证更具优势.但数据分析更加复杂,需要迫切解决多尺度应力及中子慢化器引起峰型不对称相叠加引入的难题.包括单晶高

温合金在内的单晶材料应力测量与表征中子技术,也是亟待发展的一个重要方向。另外,布拉格边(Bragg-edge或能量分辨)中子成像技术是一种相对较新的应力测量技术,能同时获得大尺寸范围的应力分布,但点阵应变的测量精度很难高于 200×10^{-6} 。总之,应用中子技术研究材料与工程部件应力分布的相关实验方法依然处于不断发展中。

2.2 同步辐射源基的先进表征技术

1947年,在美国通用电气实验室的电子同步加速器上首次观察到高能电子或正电子在高速曲线运动中沿轨道切线方向发射的电磁辐射,因此命名为同步辐射。后来称产生和利用同步辐射的科学装置为同步辐射光源。利用同步辐射X射线在晶体中产生的高质量衍射信号可以确定高精度

的包括晶体结构信息在内的多种微结构参量,极大促进了相关学科的发展。第三代同步辐射源,包括欧洲同步辐射光源 ESRF,美国先进光子源 APS,日本大型同步辐射装置 Spring-8,能产生具有高亮度(光束强度较旋转阳极X射线管高 10^7 以上)、低发散度、能量大于60 keV的高能X射线,其在金属中的穿透深度相比实验室X射线显著提高。该特点使HE-XRD技术能够在复杂条件(外加载荷、磁场、温度场、高压等)下对块体单晶或多晶样品进行原位研究。图2(a)为HE-XRD原位拉伸实验装置的原理示意图。通常借助一个(组)放置于样品正前方的二维探测器(一般放在试样后1 m以上距离)收集衍射信息,同时可根据需要对样品进行各种平移、旋转或倾斜操作。

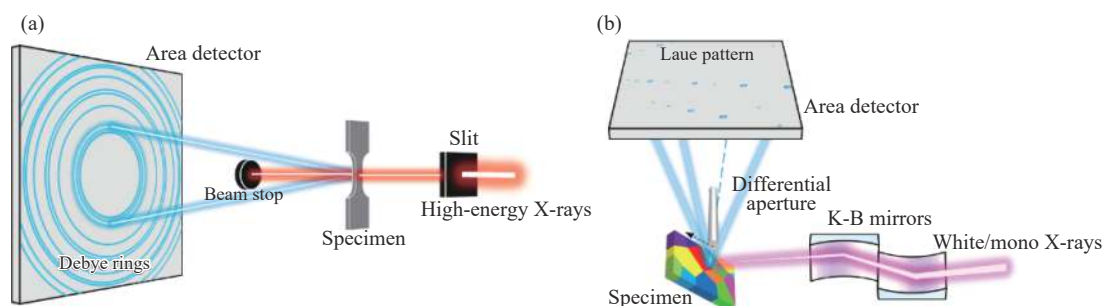


图2 基于同步辐射源基的先进表征技术。(a) 高能同步辐射衍射;(b) 微束衍射

Fig.2 Advanced characterization techniques based on synchrotron radiation source: (a) high-energy X-ray diffraction; (b) X-ray microdiffraction

一般来说,同步辐射方法可实现点阵应变的测量精度在 100×10^{-6} ,提供的空间分辨率在微米尺度。值得一提的是得益于特种聚焦镜的发展,20世纪初科研人员应用基于反射原理同时具备消色差功能的 Kirkpatrick-Baez(K-B)镜组在同步辐射站上成功实现了对白光或单色光的聚焦以获得亚微米尺寸的X射线,使得 μ XRD实验成为可能。进一步应用差分光栅X射线显微术(Differential aperture X-ray microscopy, DAXM)对纵深方向的衍射信息进行解析,实现了对三维晶体取向及弹性应变的测量,极大扩展并提高了同步辐射表征的空间分辨率(第三代同步辐射光源微衍射表征系统的三维空间分辨率已达到亚微米级别),成为研究晶体材料局域应变和微观取向分布的理想工具,在纳米科学、环境科学、高压科学、生物、考古等诸多领域有广泛应用价值。Larson等^[17]详述了 μ XRD技术的实现原理及应用。该技术特别适合对样品内部微区晶体取向,局部缺陷密度和弹性应变分布进行无损分析。图2(b)为美国阿贡国家实验室的先进光子源34 ID-E微衍射线站原理

示意图。

2.3 表征方法特点与优势

基于中子和同步辐射的表征技术由于具有深穿透、高平行度及高通量等特点,可实现对工程部件点阵应变/应力与取向的高精度三维表征。另外,中子谱仪与同步辐射线站内具有足够的空间,易于设置温度、应力等复杂多外场环境,可以原位研究形变与相变过程,揭示其微观机制与验证微观力学参量。中子与同步辐射也具有各自特点:(1)中子衍射限定的有效体积大,即使对于数十微米晶粒尺寸的试样,测量织构与应力的统计性也足够好;同步辐射有利于研究几个晶粒或晶粒内部局域行为,揭示梯度特征及相关微观机制。(2)中子衍射的点阵应变测量精度稍高于同步辐射,二者均明显高于实验室X射线衍射。(3)同步辐射X射线光子通量比中子通量高几个数量级,线站X射线分布率更高,测量时间更短(曝光时间一般在秒级,甚或可以达到毫秒级);中子衍射应力测量时间一般为数分钟或更长,但随中子源功率增强、中子导管与装置设计水平的提高及探测器

的发展,测量时间有望控制在 1 min 内。(4)中子可以更好地分辨合金中所组成的化学周期表上近邻元素或同位素,有利于研究特殊合金(如一些 3d 元素组成的高熵合金)长短程序在内的精细结构。

3 应用实例

3.1 工程结构材料

金属结构材料是国家基础工业发展的基石。对基础金属材料在外加载荷作用下的组织应力演化过程进行系统研究对指导工业生产和保障工程构件安全具有重要意义。以下借助对几种常见结构材料的研究示例,对应用中子和同步辐射衍射技术进行形变研究的情况予以说明。

3.1.1 复杂微结构钢铁材料

对于钢铁材料,中子衍射与 HE-XRD 的研究内容主要集中在单相(铁素体、奥氏体或珠光体)或多相(奥氏体/铁素体或铁素体/珠光体)组织演化与残余应力分布^[18],形变过程中弹/塑区晶间与相间应力配分^[8,19-20],温度与应力诱发马氏体/贝氏体相变行为^[21-22]等。其中,单相与多相合金各向异性应力配分(即取向相关应力或晶间应力)一直是研究者关心的热点和难点问题^[23]。一方面,微观应力测量对验证钢铁材料的微观力学模型非常重要,与形变及相变过程中组织演化密切相关,有助于通过该类应力的研究实现制备工艺的优化;另一方面,微观应力与宏观应力的同时获取可以为钢铁材料/工程部件质量、服役可靠性及失效评估标准制定提供基础数据。国外学者从实验和模拟角度对此做了大量研究工作。实验方面,微观应力测量技术的发展主要得益于实验技术,尤其是大科学装置的进步。20 世纪 80 年代,中子衍射技术即被应用于评估钢铁材料的残余应力^[24],后来进一步被应用于金属材料形变过程中力学行为的解析工作。如 Tomota 等^[19,25-26]应用中子衍射技术原位表征了孪晶诱发塑性多相钢、铁素体-渗碳体钢和 IF 钢拉伸变形过程中的微观应力演化;Daymond 和 Priesmeyer^[27],以及 Oliver 等^[28]借助中子衍射技术对铁素体和渗碳体的弹塑性形变过程及马氏体相变行为进行了解析。模拟方面,Lebensohn 和 Tomé 最早开发了考虑晶间相互作用的黏塑性自洽模型用于预测单相材料多晶形变过程中的组织演化^[6]。该模型后来被推广至多相材料,并可同时计算材料形变过程中的应力、应变配分情况,尤其在密排六方金属材料如锆合金、镁合金等涉及组织演化及孪晶行为的相关课题中取得持续进

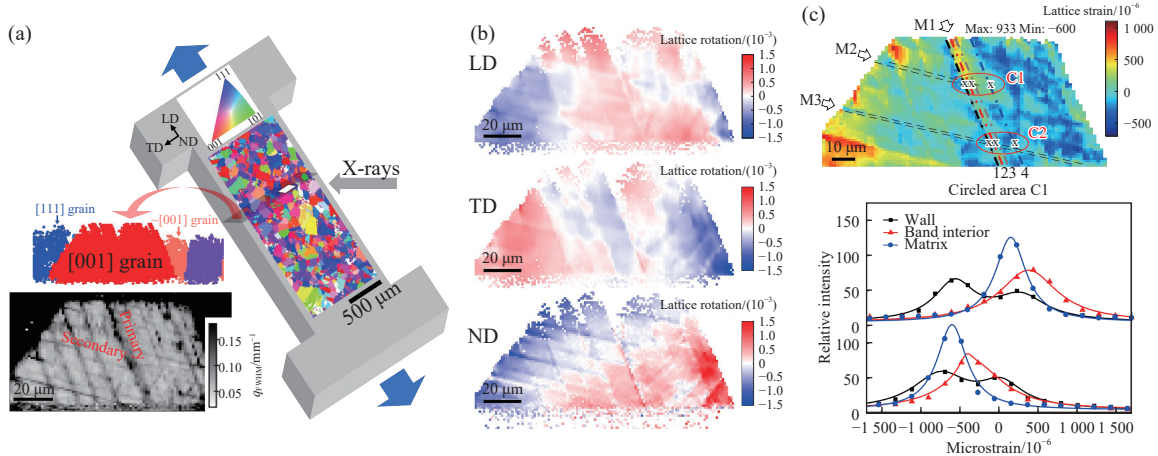
展^[29-32]。这些工作为微观应力分析技术的发展奠定了基础。

21 世纪初开始,笔者团队聚焦典型钢铁材料形变过程中的微观力学行为,率先应用基于透射几何的 HE-XRD 和中子等先进原位表征技术开展了相关探索工作,先后在再结晶/形变组织^[33]、取向相关应力^[11,34-35]等方面取得一系列成果。其中针对双相钢 DP980 开展的原位微观力学实验,获得了与拉伸方向呈不同角度的多相二维衍射数据,并使用引入体积权重的双峰拟合方法,把相同晶体结构软/硬相的叠加衍射峰分离为具有不同峰位和宽度的两个函数,成功得到铁素体和马氏体各自的 {200} 衍射峰,进而获得拉伸载荷作用下各相的点阵应变,首次实现了相同晶体结构软/硬相对应应力配分的同时测量^[36],并结合弹塑性自洽模拟对形变过程中的应力/应变配分进行了解析。进一步通过约束光束尺寸和实时控制样品位移将 HE-XRD 表征技术的空间分辨维度扩展至一维或二维。例如,在中锰钢中,通过原位 HE-XRD 二维扫描揭示了 Lüders 带周围奥氏体组织的分布特征,证明了 Lüders 带的传播提高了奥氏体向马氏体转变的体积分数并显著改变了奥氏体的力学状态^[37]。

基于同步辐射的实空间三维表征则要借助于同步辐射 μ XRD 技术。笔者团队^[38]以具有平面滑移特征的奥氏体不锈钢疲劳为例,围绕剪切带微观组织与局域应力状态及载荷作用下的动态演化,利用具有亚微米分辨率的 μ XRD 表征手段,通过单色光扫描解析与白光衍射分析相结合,首次实现了对晶粒内部疲劳剪切带位错结构引起的超大应力梯度与微小取向梯度的精确表征(图 3),建立了考虑剪切带交互作用的疲劳损伤位错新模型,揭示了剪切带形成、交互并诱导微观损伤的疲劳机理,实现了亚微米级的疲劳损伤评价。超大应力梯度只有“在位”测试才能被捕捉到,是疲劳损伤过程中普适性的“新”现象。该工作借助基于同步辐射的新技术补充并深化了对传统微观疲劳损伤理论的理解,对金属材料的疲劳断裂行为与寿命评估及高性能设计具有指导意义。

3.1.2 钛合金

钛合金具有低密度、低模量、高比强度、耐腐蚀等特性,在航空航天、生物医学等领域具有广泛应用价值,是新世纪材料研究的重点。其中 Ti-Zr 基合金由于其优异的力学性能和良好的生物相容性而备受关注^[39]。针对典型 Ti-Zr 合金的基础研究工作对指导相关产品研发具有重要意义。



Note: q_{FWHM} means the full width at half maximum of diffraction peak; LD-TD-ND is the sample coordinate system and LD is along the tensile loading direction

图 3 三维微束衍射技术表征不锈钢疲劳组织^[38]. (a) 实验示意图; (b) 以罗德里格斯向量在 LD、TD、ND 方向分量表示的取向分布图; (c) 应力分布图
Fig.3 Characterization of fatigued stainless steel microstructure by 3D μ XRD technique^[38]: (a) experimental schematic diagram; (b) orientation map in terms of components of the Rodrigues vector along LD, TD, and ND; (c) stress map

温轧态 Ti-30Zr-10Nb (Ti3010) 合金在拉伸过程中表现出一种有趣的“双屈服”现象, 如图 4(a) 所示, 即合金在第一个屈服阶段加工硬化率较大且呈现波浪状变化, 第二个屈服阶段拉伸应变较大 (~13.5%) 且加工硬化率极低. 借助 HE-XRD 原位实验技术, 基于对不同应变状态下采集的 HE-XRD 二维衍射信号的系统分析 (图 4(b)~(d)), 成功解释了该“双屈服”现象的微观机理: 第一个屈服归因于合金中发生应力诱发马氏体相变及马氏体与基体的弹性交互作用; 第二个屈服则是由于合金中发生了可逆的马氏体再取向, 表现为在加载方向出现了 $(110)_{\alpha'}$ 衍射峰, 并发现马氏体的再取向过程伴随 ~23° 的晶格旋转, $[110]_{\alpha'}$ 轴转向了拉伸方向^[40]. 该工作系统分析了马氏体相变和再取向对 β 钛合金力学性能的影响机制, 为 β 钛合金力学

性能和加工性能的提升提供了理论和实验依据.

3.1.3 高温合金

镍基高温合金是航空发动机部件的关键材料, 经固溶及时效处理后, 一般获得无序固溶体 (γ 相) 中规则分布的共格有序金属间化合物 (γ' 相) 双相组织. 不同相之间热膨胀系数的差异使得材料内部产生热应力, 在使用过程中引起变形, 另外析出相的演化及分布严重影响 γ/γ' 相错配度及其热膨胀行为, 进一步影响构件服役过程中的热机械性能. 国外学者就此做了大量研究工作, 如 Kelekanjeri 等^[41] 借助同步辐射超小角 X 射线散射技术对 γ' 析出相的产生及粗化过程进行了定量表征; Jaladurgam 等^[42] 对不同 γ' 相体积分数的镍基高温合金形变行为进行了原位研究, 讨论了不同应力配分行为背后的物理机制, 并通过弹塑性自愈

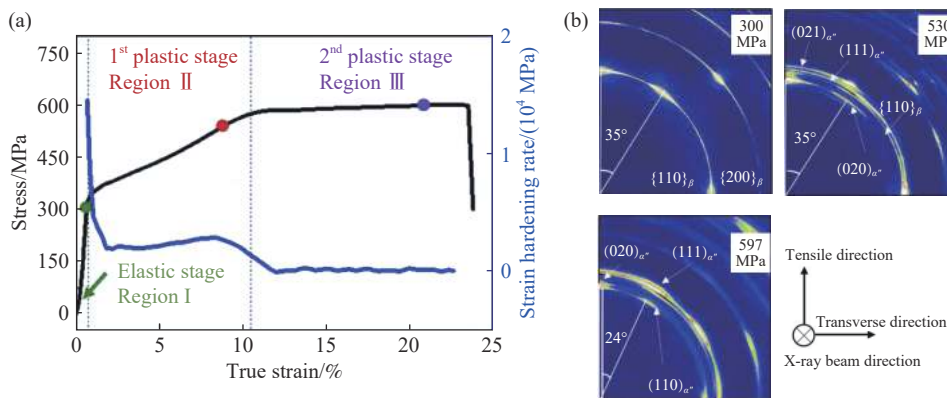


图 4 Ti3010 合金拉伸力学行为的 HE-XRD 研究^[40]. (a) 应力/硬化率-应变曲线; (b) 不同外加应力下的二维衍射图

Fig.4 Mechanical behavior and HE-XRD studies of the microstructure for Ti3010 alloy under tension^[40]: (a) uniaxial tensile true stress-strain curve with the strain hardening rate of the Ti3010 alloy; (b) 2D HE-XRD patterns at different stresses

模型进行了验证. 笔者团队^[43]应用 HE-XRD 技术原位研究了镍基高温合金 Waspaloy 加热过程 (29 ~ 1050 °C) 中不同相 (包括 γ 、 γ' 、碳化物等) 的演化, 系统讨论了包括 γ/γ' 晶格错配、析出相回溶及热膨胀行为, 发现 γ 基体相对较高的线膨胀系数使得晶格错配度随温度升高不断减小, γ' 相和 $M_{23}C_6$ 碳化物在加热过程中存在回溶, 当温度降至室温时又重新析出, 证明了 $M_{23}C_6$ 溶解对基体晶粒生长的促进作用. 相关结果有助于高温合金热处理工艺参数的进一步优化.

3.2 热弹马氏体相变

基于外场 (磁场、应力场) 驱动的热弹性马氏体相变, 表现出十分丰富的物理效应, 如超弹性, 形状记忆、磁致伸缩、磁卡、弹卡等效应, 在航空航天、机械电子、能源环境、信息存储、生物医学等高新技术领域有着广泛应用. 热弹马氏体相变研究中的一个关键问题是阐明宏观物理效应与微观结构基元的关联. 20 世纪 80 年代, Webster 等利用中子粉末衍射技术研究了化学计量比 Ni_2MnGa 合金的晶体结构和相变过程, 确认了合金高度有序的 $L2_1$ 结构及温度诱发的可逆马氏体相变^[44]. Brown 等利用高分辨中子粉末衍射技术研究了化学计量比 Ni_2MnGa 合金的预马氏体相变过程^[45]. 利用中子束对邻近元素高分辨的特征, 各国学者使用中子粉末衍射技术精确给出了非化学计量比 $Ni-Mn-Ga$ 合金中 Ni、Mn 原子在晶胞中的占位信息^[46-49]. 中子散射技术是利用中子与声子的非弹性散射来确定晶格振动色散关系的一种实验方法. Zheludev 等利用非弹性中子散射技术测量出声子色散曲线, 发现了化学计量比 Ni_2MnGa 合金

$[\zeta\zeta 0]$ TA_2 声子的反常软化现象^[50-51]. 除此之外, 国内团队利用中子散 (衍) 射技术和 HE-XRD 技术, 在外场辅助热弹马氏体相变、窄滞后热弹马氏体相变和大熵变热弹马氏体相变等方面开展了大量研究工作.

3.2.1 外场辅助热弹马氏体相变

形状记忆和磁致伸缩效应与马氏体变体去孪晶过程密切相关. 笔者团队^[52-53]利用中子衍射和 HE-XRD 技术, 原位研究了 $Ni-Mn-Ga$ 合金相变过程中及马氏体状态下单轴压缩形变过程, 分析了包括变体分布与晶间应力在内的微观结构单元随单轴载荷的演化规律, 如图 5 所示. 原位实验结果阐明了加载-卸载过程中样品内马氏体孪晶变体择优取向状态的演变, 据此构建了马氏体孪晶变体去孪晶过程中晶粒择优生长的晶体学模型. 除此之外, 利用 HE-XRD 原位实验方法, 证实了磁场“训练”可在 $Ni-Mn-Ga$ 合金马氏体变体间产生残余应力, 给出了残余应力辅助磁场驱动去孪晶的直接实验证据^[54].

3.2.2 窄滞后热弹马氏体相变

具有热弹马氏体相变的合金在外力作用下可以产生远大于弹性极限应变且可以自动恢复的应变, 这种行为称为超弹性行为. 基于一阶马氏体相变或者弱一阶相变的超弹性行为, 应力-应变曲线表现出较大的滞后现象, 限制了其工程应用. 研究人员通过微观组织结构调控, 相继开发出 $NiTiNb$ 复合材料、 $NiTiCu$ 复合材料、 $NiCoFeGa$ 单晶纤维材料等结构功能一体化材料, 实现了窄滞后、宽温域、大弹性、高应力的综合特性^[55-59].

中国石油大学 (北京) 崔立山团队 Hao 等^[60]利

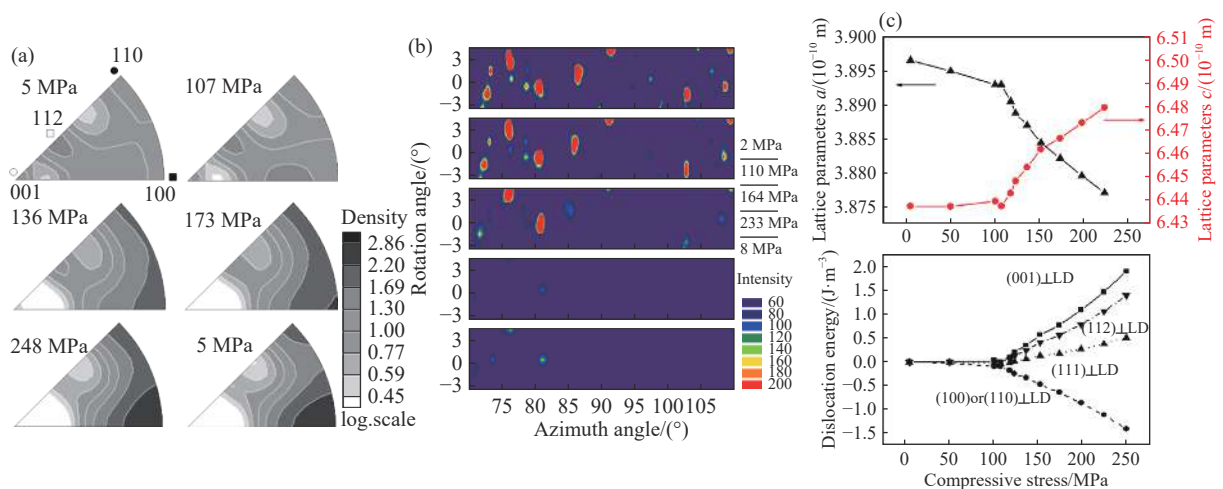


图 5 中子衍射和高能 X 射线衍射原位实验研究马氏体变体去孪晶过程. (a) 中子衍射实验; (b) 高能 X 射线衍射实验; (c) 取向相关畸变能

Fig.5 In-situ neutron diffraction and HE-XRD studies on detwinning behavior of martensites: (a) neutron diffraction experiments; (b) HE-XRD experiments; (c) orientation-dependent distortion energy

用 NiTi 形状记忆合金的点阵切变变形特点, 将其与超高强度 Nb 纳米线复合, 在 NiTiNb 复合材料中实现了超大弹性应变 (6%) 和超高屈服强度 (1.65 GPa). 该团队采用原位 HE-XRD 研究了 Nb 纳米线及 NiTi 基体的变形及相变行为, 如图 6 所示. 母相态 NiTi 基体在拉伸过程中发生了应力诱发马氏体相变 (B2→B19'). Nb 纳米线在拉伸过程中一直发生弹性变形, 应变值达 4%~6%. 外界施加的应力通过 NiTi 基体可有效传递给高强度 Nb 纳米线, 使得复合材料呈现出超高强度和窄滞后特征.

笔者团队^[61]采用熔融纺丝法制备出长度达米级的 NiCoFeGa 单晶纤维. 该合金纤维在室温下具有高达 15.2% 的零滞后弹性形变, 1.5 GPa 的超弹应力, 且其超弹性能在 123~423 K 温域内基本不随温度变化. 利用 HE-XRD、中子散射和高分辨扫描透射电镜等先进材料表征方法, 揭示了这种宽温域零滞后超高弹性行为的物理机制, 如图 7 所示. 对于 Co20 纤维, (004)_A 衍射峰的峰位随着宏观应变的增加而连续移动, 表明材料的零滞后弹性形变源于应力作用下的连续相转变. 连续转变的物理机制源于一种新型的“原子尺度的有序无

序纠缠结构态”导致的一阶马氏体相变被抑制, 从而演化为微观连续相变 (属于二级或高级相变).

3.2.3 大熵变热弹马氏体相变

基于应力诱发马氏体正 (逆) 相变放 (吸) 热的固态弹热制冷技术, 具有环境友好、节能高效等优点, 已成为最有希望取代传统气体压缩的新型制冷技术. 弹热制冷能力与弹热材料的质量和熵变成正比, 研制具有大弹热效应、易于大规模制备的多晶块体合金是弹热材料研究领域的一大挑战. 北京科技大学 Cong 等^[62]采用“相变前后晶胞体积变化越大相变熵变越大”的设计思路, 并利用硼微合金强化晶界克服合金晶界脆性, 设计并研制出具有庞弹热效应的 NiMnTiB 多晶块体合金. 采用 HE-XRD 原位表征方法证实应力可以诱发完全可逆的马氏体相变, 通过比较母相和马氏体的晶胞参数, 发现相变前后材料的晶胞体积变化量高达 1.89%.

3.3 新型结构材料

近年来新兴的结构材料如高熵合金、异构材料等往往具有复杂的微观结构并表现出特殊的力学行为, 对传统材料表征技术提出了新的挑战. 中子和同步辐射先进表征技术在该类复杂结构材料

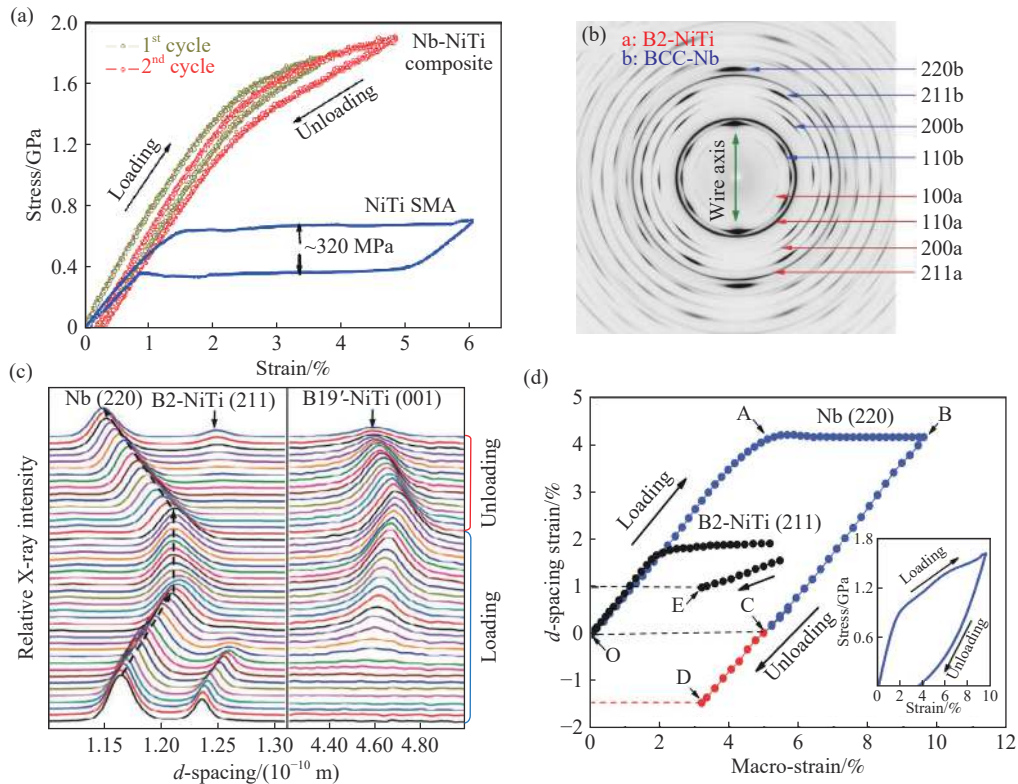


图 6 HE-XRD 原位实验研究 NiTiNb 复合材料^[62]. (a) 应力-应变曲线; (b) 高能 X 射线二维衍射花样; (c) 不同应力状态下的一维衍射花样; (d) 晶格应变-宏观应变曲线

Fig.6 *In-situ* HE-XRD study on NiTiNb composite materials : (a) stress-strain curves; (b) 2D HE-XRD patterns; (c) 1D HE-XRD patterns at different stresses; (d) lattice-strain vs macro-strain curves

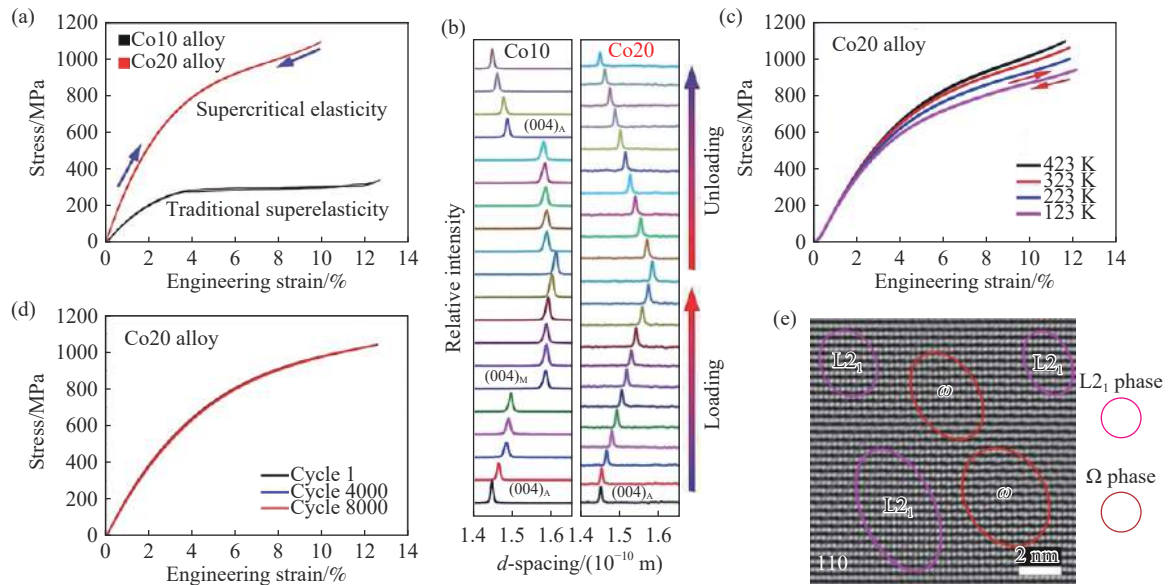


图7 高能X射线衍射原位实验研究NiCoFeGa单晶纤维^[63]。(a) Co10和Co20合金纤维的加卸载力学曲线；(b) Co10和Co20合金纤维拉伸过程中(004)_A衍射峰演化；(c) Co20合金纤维不同温度下的加卸载力学曲线；(d) Co20合金纤维循环加卸载8000周力学曲线；(e) HAADF反傅里叶变换图像显示L₂₁相(品红色)和类 ω 相(红色)

Fig.7 *In-situ* HE-XRD study on NiCoFeGa single crystal fiber: (a) loading-unloading stress-strain curves of Co10 and Co20 fibres; (b) variation in the d -spacing corresponding to the (004)_A crystal plane during loading-unloading cycles for Co10 and Co15 fibres; (c) loading-unloading stress-strain curves of Co20 fibres at different temperatures; (d) cyclic loading-unloading stress-strain curves for 8000 cycles; (e) IFFT of the HAADF image showing more distinguishable L₂₁ (magenta ellipses) and ω -like (red ellipses) structures

的研发和性能分析中往往能起到关键作用。如Lee等^[63]应用HE-XRD和中子衍射技术对NbTaTiVZr高熵合金中原子尺度点阵畸变诱发的强化作用进行了讨论,证明了高熵合金特有的严重点阵畸变是其优异力学性能的核心因素;Gordon等^[64]应用HE-XRD技术对块体单相高熵合金拉伸过程中晶粒的弹性变形、晶格旋转和临界分切应力进行了定量表征,实验数据与晶体塑性有限元模拟数据的不匹配说明了多晶高熵合金形变过程的复杂性。笔者团队^[65]制备了一种成分为Fe₂₂Co₂₀Ni₁₉Cr₂₀Mn₁₂Al₇的新型双相高熵合金,获得了1430 MPa的抗拉强度和19.9%的室温塑性。结合TOF中子衍射和HE-XRD技术原位研究了该合金在室温和77 K下形变过程中的微观力学行为,发现拉伸过程中体心立方相存在巨大晶格畸变($\{200\}$ 晶面弹性应变分别高达7.0%和5.6%)。该晶格畸变归因于一种新型应力诱导受限马氏体相变,本质上源于纳米尺度连续分布的有序—无序转变。

共晶高熵合金(Eutectic high entropy alloy, EHEA)是近年来发展起来的新型多元层状复合材料,具有优异的综合力学性能。上海大学钟云波团队Shi等^[66]采用定向凝固技术制备出一种具有多级共晶层片结构的鱼骨共晶高熵合金(图8(a)和(b)),成功协调了裂纹容限和高伸长率之间的矛

盾,获得超高断裂韧性。笔者团队应用HE-XRD技术对该材料拉伸过程中L₁₂和B2相的应力配分情况进行了解析,形变样品的二维衍射图和应力配分情况分别如图8(c)和(d)所示。该结果对这种特殊的相间协同变形作用,即硬相B2层片中萌生高密度微裂纹作为应变补偿者改善材料塑性,软相L₁₂层片中形成高密度多组态位错和微带增强加工硬化,提供了关键证据。

近年来,随着同步辐射相关技术的进一步发展,HE-XRD的空间分辨率在介观尺度上得到了显著提高,为复杂结构材料的研究带来了新的机遇。以异质结构材料为例,其变形过程中不同组织微区之间的载荷配分对于理解其形变机制具有重要意义。最近,Li等^[67]通过控制狭缝尺寸,设计了一维空间分辨的HE-XRD实验,原位研究激光冲击纯钛变形过程中梯度组织的应力响应行为,首次表征了该种梯度材料在单轴拉伸过程中复杂的局部应力演化,揭示了梯度材料的加工硬化增强和机械不稳定性的起源。HE-XRD技术同样适用于研究多相梯度材料形变过程中的复杂组织、应力演化行为。中国科学院力学研究所魏宇杰团队Ma等^[68]应用类似方法量化了通过低温预扭转360°制备的304不锈钢梯度材料中的三个组成相在室温拉伸过程中的晶格应变分布及演化,揭示

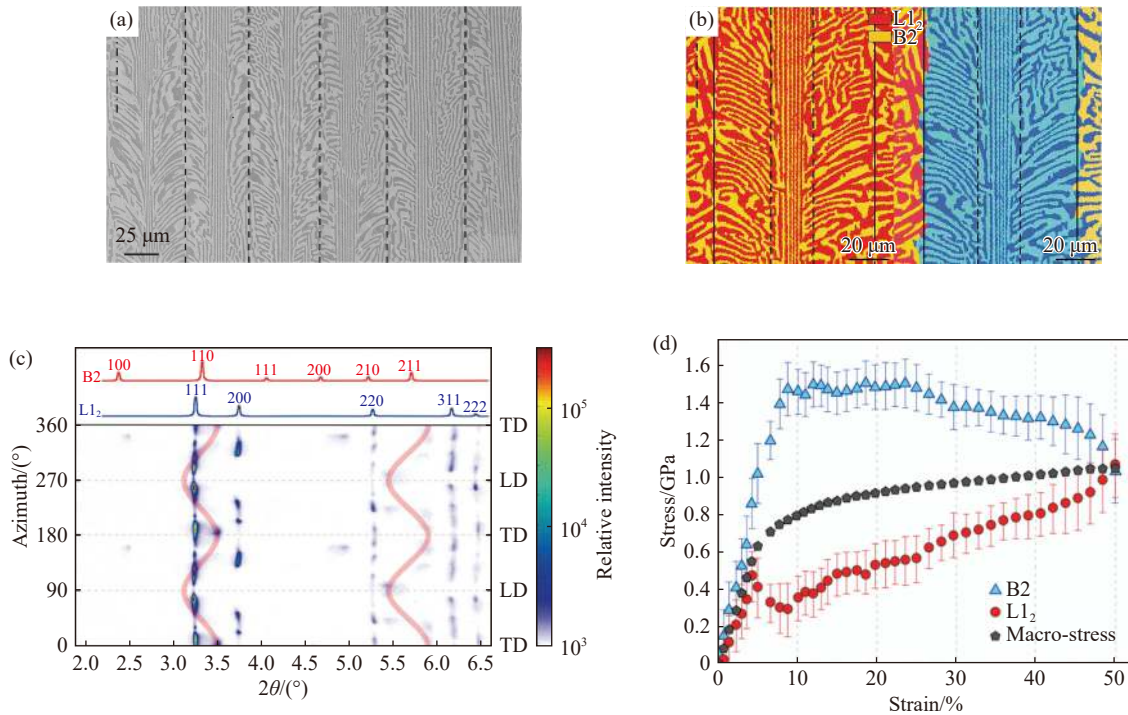


图 8 共晶鱼骨高熵合金及其 HE-XRD 原位表征. (a) 定向凝固组织 SEM 图; (b) L_{12} 和 B2 相分布(左)及反极图分布(右); (c) ~48% 拉伸变形后的二维衍射图; (d) 拉伸过程中的应力分配^[66]

Fig.8 Hierarchically arranged herringbone EHEA microstructure and *in-situ* HE-XRD characterization: (a) SEM backscatter electron image showing that the microstructure is composed of columnar grains; (b) electron backscattering diffraction phase map (left) and inverse pole figure map (right); (c) selected 2D X-ray diffraction images along the full azimuthal angle (0° to 360°) at the tensile strain of ~48%; (d) real-time stress partitioning of B2 and L_{12} phases during tensile loading

了面心立方 (Face-centered cubic: FCC)、体心立方 (Body-centered cubic: BCC) 和密排六方 (Close-packed hexagonal: HCP) 相在不同位置表现出的不同应变硬化行为. 上述典型应用示例表明, 具有空间分辨能力的 HE-XRD 技术在研究具有连续梯度的异质材料时具有明显优势. 基于德拜环的深度分析往往可以得到其他传统表征技术难以获得的兼具统计性与实/倒空间分辨率的有关局域微观结构和应力状态的关键信息.

3.4 工程部件

自 1996 年开始, 发达国家及国际组织相继启动了使用中子衍射技术测量关键工程部件残余应力的多项科研计划, 包括由美国与西欧国家组织、日本参与的 VAMAS-TWA20 计划、欧盟组织的 RESTAND 及 TRAINSS 计划. 以上计划的目的是制定一种基于中子衍射准确、可靠地测量及评估关键工程部件残余应力的技术标准. 目前, 包括美国洛斯阿拉莫斯中子科学中心、橡树岭国家实验室、美国国家标准与技术研究院、英国 Rutherford-Appleton 国家实验室 (ISIS)、法国劳厄-朗之万研究所在内的国家实验室或研究中心皆将中子衍射残余应力测量技术列为材料工程研究的重点课题^[1].

以航空发动机叶片和涡轮盘为代表的关键工程部件制造工艺复杂, 成品零件中残余应力很难完全消除. 在服役过程中高温和复杂载荷作用下残余应力将导致承载能力下降、疲劳寿命降低和超预期的变形, 甚至引发灾难性事故. 中子散射技术和 HE-XRD 技术的快速发展, 使得在近服役环境下原位测量、表征和评价关键工程部件的多尺度组织/应力及服役损伤行为成为可能. 笔者团队利用中国绵阳研究堆中子源、中国散裂中子源和上海光源, 与中国航发沈阳发动机研究所合作对发动机涡轮机匣、单晶叶片、整流支板等部件内部三维残余应力进行测量评估, 为航空发动机的排故工作及构件内部残余应力控制提供重要支撑; 与中国航发北京航空材料研究院合作, 系统研究了新型镍基粉末高温合金涡轮盘模拟件在热形变和热处理过程中三维残余应力的演化及影响因素^[69], 为优化粉末涡轮盘的制备工艺和评价其服役损伤行为奠定了基础.

铝合金及铝基复合材料由于具有高比强度, 被广泛应用于航空、航天领域的重要结构部件. 一方面, 中子束可以穿透 400 mm 厚的铝合金及铝基复合材料 (以 Al/SiC 为主); 另一方面, 铝基复合

材料相间残余应力对其力学性能及服役行为影响很大。因此铝基复合材料是早期中子衍射残余应力测量方法的重要研究目标之一。Fitzpatrick 等^[70]利用反应堆中子源,研究了淬火后 Al/SiC 复合材料厚板的三维应力分布。中子测量的应力分布,可以直接同解析计算或数值模拟方法模拟的宏观残余应力及不同相的分布比较,为复合材料热处理工艺制定和服役评估提供指导。

焊接残余应力是焊接工程研究领域的重点问题,主要是焊缝金属熔化后再凝固、冷却收缩受到约束而产生的热应力。中子衍射是研究焊接部件残余应力强有力的工具,诸如三维空间分布和应力张量的详细信息都可以从中子衍射测量中提取。中子衍射技术可用于研究各种具有不同的材料组合、焊接参数和几何形状的焊接试样中的残余应力,并与有限元模型进行互验^[71]。

4 总结与展望

包括中子与同步辐射在内的衍射技术,可以在形变过程中原位研究动态微观力学行为,具体包括晶粒旋转、多尺度应力配分、相变与孪晶作用机制等。对于高熵合金及大块非晶合金等新型合金材料,中子散射技术在对原子尺度结构不均匀性及制备、形变过程中的演化规律等方面的研究上,更具特色。即使在如形状记忆合金等相变功能材料研究方面,中子衍射技术也将在相变行为与功能行为研究方面起到重要作用。一方面,中子衍射(散射)与同步辐射技术是工程材料复杂过程组织演变与微观力学/工程部件服役安全行为研究的重要手段,衍射方法的发展为先进微观力学模型验证提供了重要工具;另一方面,中子与同步辐射技术可以定量揭示新型合金材料的形变与相变机制,极大推动新型工程材料的发现,并指导其成分设计与制备工艺优化。

在实验表征方法及相关数字模拟方面,主要研究展望如下:

(1) 具有高空间分辨率的合金晶体长/短程结构序分布的原位表征技术。

基于中子与同步辐射源正在发展的衍射、漫散射及微区衍射/谱学等多种先进方法,结合透射电子显微镜与三维原子探针等其他先进表征手段,发展跨越纳米到毫米尺度的原位表征技术,用以揭示化学与晶体结构长/短程序分布规律,服务于先进结构材料与功能材料的设计与制备。

(2) 基于中子和同步辐射原位实验的多尺度

应力与微观组织的表征与模拟。

基于中子/同步辐射获得的边界条件与应力及组织信息数据库,发展先进的多尺度甚至全尺度力学各向异性模型,并充分利用目前普及的计算机集群技术,有望揭示真实温度与应力作用下跨尺度的微观组织单元演化,特别是有关应力/应变配分变化,从而解析材料的弹塑性非线性微观力学行为,并阐明复杂多尺度应力场演化引起的各种疲劳、断裂机制/模式变化的物理机制。

(3) 材料加工制备与服役过程中多尺度应力表征技术及工程部件服役可靠性评价。

以高温合金、钛合金等涡轮盘制备所需的关键材料与部件为例,利用中子与 X 射线应力分析技术,实现制备、加工、表面强化与服役中多尺度应力/微观组织演化的无损表征,结合微观力学模拟,开展温度环境下多向加载疲劳、蠕变等近真实服役条件下材料与工程部件的准确寿命评估。

参 考 文 献

- [1] Kostorz G. *Neutron Scattering: Treatise on Materials Science and Technology, Volume 15*. Amsterdam: Academic Press, 1979
- [2] Wang Y D, Zhang Z W, Li S L, et al. Application of synchrotron-based high-energy X-ray diffraction in materials research. *Mater China*, 2017, 36(3): 168
(王沿东, 张哲维, 李时磊, 等. 同步辐射高能 X 射线衍射在材料研究中的应用进展. *中国材料进展*, 2017, 36(3): 168)
- [3] Staron P, Schreyer A, Clemens H, et al. *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2017
- [4] Noyan I C, Cohen J B. *Residual Stress: Measurement by Diffraction and Interpretation*. Berlin: Springer, 2013
- [5] MacEwen S R, Faber Jr J, Turner A P L. The use of time-of-flight neutron diffraction to study grain interaction stresses. *Acta Metall*, 1983, 31(5): 657
- [6] Lebensohn R A, Tomé C N. A self-consistent anisotropic approach for the simulation of plastic deformation and texture development of polycrystals: Application to zirconium alloys. *Acta Metall Mater*, 1993, 41(9): 2611
- [7] Lebensohn R A, Tomé C N. A self-consistent viscoplastic model: Prediction of rolling textures of anisotropic polycrystals. *Mater Sci Eng A*, 1994, 175(1-2): 71
- [8] Clausen B, Lorentzen T, Leffers T. Self-consistent modelling of the plastic deformation of c. c. polycrystals and its implications for diffraction measurements of internal stresses. *Acta Mater*, 1998, 46(9): 3087
- [9] Roters F, Eisenlohr P, Bieler T R, et al. *Crystal Plasticity Finite Element Methods*. New Jersey: John Wiley & Sons, 2010
- [10] Roters F, Eisenlohr P, Hantcherli L, et al. Overview of constitutive

- laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Mater*, 2010, 58(4): 1152
- [11] Wang Y D, Peng R L, McGreevy R L. A novel method for constructing the mean field of grain-orientation-dependent residual stress. *Philos Mag Lett*, 2001, 81(3): 153
- [12] Lorentzen T, Hutchings M, Withers P, et al. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction*. Boca Raton: CRC press, 2005
- [13] Ice G E, Larson B C. 3D X - ray crystal microscope. *Adv Eng Mater*, 2000, 2(10): 643
- [14] King A, Reischig P, Adrien J, et al. Polychromatic diffraction contrast tomography. *Mater Charact*, 2014, 97: 1
- [15] McDonald S A, Reischig P, Holzner C, et al. Non-destructive mapping of grain orientations in 3D by laboratory X-ray microscopy. *Sci Rep*, 2015, 5(1): 14665
- [16] Nagler S E, Stoica A D, Stoica G M, et al. Time-of-flight neutron diffraction (TOF-ND) analyses of the composition and minting of ancient judaean “Biblical” coins. *J Anal Methods Chem*, 2019, 2019: 6164058
- [17] Larson B C, Yang W, Ice G E, et al. Three-dimensional X-ray structural microscopy with submicrometre resolution. *Nature*, 2002, 415(6874): 887
- [18] Santisteban J R, Edwards L, Fitzpatrick M E, et al. Engineering applications of Bragg-edge neutron transmission. *Appl Phys A*, 2002, 74(1): s1433
- [19] Tomota Y, Lukáš P, Neov D, et al. *In situ* neutron diffraction during tensile deformation of a ferrite-cementite steel. *Acta Mater*, 2003, 51(3): 805
- [20] Jia N, Peng R L, Wang Y D, et al. Interactions between the phase stress and the grain-orientation-dependent stress in duplex stainless steel during deformation. *Acta Mater*, 2006, 54(15): 3907
- [21] Jacques P J, Furnémont Q, Lani F, et al. Multiscale mechanics of TRIP-assisted multiphase steels: I. Characterization and mechanical testing. *Acta Mater*, 2007, 55(11): 3681
- [22] Li R G, Tan Q, Wang Y K, et al. Grain-orientation-dependent phase transformation kinetics in austenitic stainless steel under low-temperature uniaxial loading. *Materialia*, 2021, 15: 101030
- [23] Jia N, Peng R L, Wang Y D, et al. Micromechanical behavior and texture evolution of duplex stainless steel studied by neutron diffraction and self-consistent modeling. *Acta Mater*, 2008, 56(4): 782
- [24] Allen A J, Hutchings M T, Windsor C G, et al. Neutron diffraction methods for the study of residual stress fields. *Adv Phys*, 1985, 34(4): 445
- [25] Tomota Y, Tokuda H, Adachi Y, et al. Tensile behavior of TRIP-aided multi-phase steels studied by *in situ* neutron diffraction. *Acta Mater*, 2004, 52(20): 5737
- [26] Tomota Y, Lukas P, Harjo S, et al. *In situ* neutron diffraction study of IF and ultra low carbon steels upon tensile deformation. *Acta Mater*, 2003, 51(3): 819
- [27] Daymond M R, Priesmeyer H G. Elastoplastic deformation of ferritic steel and cementite studied by neutron diffraction and self-consistent modelling. *Acta Mater*, 2002, 50(6): 1613
- [28] Oliver E C, Withers P J, Daymond M R, et al. Neutron-diffraction study of stress-induced martensitic transformation in TRIP steel. *Appl Phys A*, 2002, 74(1): s1143
- [29] Agnew S R, Yoo M H, Tomé C N. Application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y. *Acta Mater*, 2001, 49(20): 4277
- [30] Agnew S R, Tomé C N, Brown D W, et al. Study of slip mechanisms in a magnesium alloy by neutron diffraction and modeling. *Scr Mater*, 2003, 48(8): 1003
- [31] Proust G, Tomé C N, Jain A, et al. Modeling the effect of twinning and detwinning during strain-path changes of magnesium alloy AZ31. *Int J Plast*, 2009, 25(5): 861
- [32] Beyerlein I J, Tomé C N. A dislocation-based constitutive law for pure Zr including temperature effects. *Int J Plast*, 2008, 24(5): 867
- [33] Wang Y D, Wang X L, Stoica A D, et al. Separating the recrystallization and deformation texture components by high-energy X-rays. *J Appl Crystallogr*, 2002, 35(6): 684
- [34] Wang Y D, Tian H, Stoica A D, et al. The development of grain-orientation-dependent residual stresses in a cyclically deformed alloy. *Nat Mater*, 2003, 2(2): 101
- [35] Wang Y D, Peng R L, McGreevy R. High anisotropy of orientation dependent residual stress in austenite of cold rolled stainless steel. *Scr Mater*, 1999, 41(9): 995
- [36] Jia N, Cong Z H, Sun X, et al. An *in situ* high-energy X-ray diffraction study of micromechanical behavior of multiple phases in advanced high-strength steels. *Acta Mater*, 2009, 57(13): 3965
- [37] Zhang M H, Li R G, Ding J, et al. *In situ* high-energy X-ray diffraction mapping of Lüders band propagation in medium-Mn transformation-induced plasticity steels. *Mater Res Lett*, 2018, 6(12): 662
- [38] Li R G, Xie Q G, Wang Y D, et al. Unraveling submicron-scale mechanical heterogeneity by three-dimensional X-ray microdiffraction. *PNAS*, 2018, 115(3): 483
- [39] Ho W F, Chen W K, Wu S C, et al. Structure, mechanical properties, and grindability of dental Ti-Zr alloys. *J Mater Sci Mater M*, 2008, 19(10): 3179
- [40] Zhu Z W, Xiong C Y, Wang J, et al. *In situ* synchrotron X-ray diffraction investigations of the physical mechanism of ultra-low strain hardening in Ti-30Zr-10Nb alloy. *Acta Mater*, 2018, 154: 45
- [41] Kelekanjeri V S K G, Moss L K, Gerhardt R A, et al. Quantification of the coarsening kinetics of γ' precipitates in Waspaloy microstructures with different prior homogenizing treatments. *Acta Mater*, 2009, 57(16): 4658
- [42] Jaladurgam N R, Li H J, Kelleher J, et al. Microstructure-dependent deformation behaviour of a low γ' volume fraction Ni-

- base superalloy studied by *in situ* neutron diffraction. *Acta Mater*, 2020, 183: 182
- [43] Yan Z R, Tan Q, Huang H, et al. Phase evolution and thermal expansion behavior of a γ' precipitated Ni-based superalloy by synchrotron X-ray diffraction. *Acta Metall Sin Engl Lett*, 2022, 35(1): 93
- [44] Webster P J, Ziebeck K R A, Town S L, et al. Magnetic order and phase transformation in Ni₂MnGa. *Philos Mag B*, 1984, 49(3): 295
- [45] Brown P J, Crangle J, Kanomata T, et al. The crystal structure and phase transitions of the magnetic shape memory compound Ni₂MnGa. *J Phys:Condens Matter*, 2002, 14(43): 10159
- [46] Richard M L, Feuchtwanger J, Allen S M, et al. Chemical order in off-stoichiometric Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape-memory alloys studied with neutron diffraction. *Philos Mag*, 2007, 87(23): 3437
- [47] Lázpita P, Barandiarán J M, Gutiérrez J, et al. Magnetic and structural properties of non-stoichiometric Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape memory alloys. *Eur Phys J Spec Top*, 2008, 158(1): 149
- [48] Lázpita P, Barandiarán J M, Gutiérrez J, et al. Magnetic moment and chemical order in off-stoichiometric Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape memory alloys. *New J Phys*, 2011, 13(3): 033039
- [49] Cong D Y, Wang Y D, Zhao X, et al. Crystal structures and textures in the hot-forged Ni–Mn–Ga shape memory alloys. *Metall Mater Trans A*, 2006, 37(5): 1397
- [50] Zheludev A, Shapiro S M, Wochner P, et al. Phonon anomaly, central peak, and microstructures in Ni₂MnGa. *Phys Rev B*, 1995, 51(17): 11310
- [51] Zheludev A, Shapiro S M, Wochner P, et al. Precursor effects and premartensitic transformation in Ni₂MnGa. *Phys Rev B*, 1996, 54(21): 15045
- [52] Wang Y D, Brown D W, Choo H, et al. Experimental evidence of stress-field-induced selection of variants in Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape-memory alloys. *Phys Rev B*, 2007, 75(17): 174404
- [53] Nie Z H, Peng R L, Johansson S, et al. Direct evidence of detwinning in polycrystalline Ni–Mn–Ga ferromagnetic shape memory alloys during deformation. *J Appl Phys*, 2008, 104(10): 103519
- [54] Nie Z H, Cong D Y, Liu D M, et al. Large internal stress-assisted twin-boundary motion in Ni₂MnGa ferromagnetic shape memory alloy. *Appl Phys Lett*, 2011, 99(14): 141907
- [55] Hao S J, Cui L S, Jiang D Q, et al. Nanostructured Nb reinforced NiTi shape memory alloy composite with high strength and narrow hysteresis. *Appl Phys Lett*, 2013, 102(23): 231905
- [56] Hao S J, Cui L S, Chen Z H, et al. A novel stretchable coaxial NiTi - sheath/Cu - core composite with high strength and high conductivity. *Adv Mater*, 2013, 25(8): 1199
- [57] Hao S J, Cui L S, Jiang D Q, et al. Superelastic memory effect in *in situ* NbTi-nanowire-NiTi nanocomposite. *Appl Phys Lett*, 2012, 101(17): 173115
- [58] Hao S J, Jiang D Q, Cui L S, et al. Phase-stress partition and stress-induced martensitic transformation in NbTi/NiTi nanocomposite. *Appl Phys Lett*, 2011, 99(8): 084103
- [59] Wang D P, Chen X, Nie Z H, et al. Transition in superelasticity for Ni_{55-x}Co_xFe₁₈Ga₂₇ alloys due to strain glass transition. *EPL*, 2012, 98(4): 46004
- [60] Hao S J, Cui L S, Jiang D Q, et al. A transforming metal nanocomposite with large elastic strain, low modulus, and high strength. *Science*, 2013, 339(6124): 1191
- [61] Chen H Y, Wang Y D, Nie Z H, et al. Unprecedented non-hysteretic superelasticity of [001]-oriented NiCoFeGa single crystals. *Nat Mater*, 2020, 19(7): 712
- [62] Cong D Y, Xiong W X, Planes A, et al. Colossal elastocaloric effect in ferroelastic Ni–Mn–Ti alloys. *Phys Rev Lett*, 2019, 122(25): 255703
- [63] Lee C, Chou Y, Kim G, et al. Lattice-distortion-enhanced yield strength in a refractory high-entropy alloy. *Adv Mater*, 2020, 32(49): 2004029
- [64] Gordon J V, Lim R E, Wilkin M J, et al. Evaluating the grain-scale deformation behavior of a single-phase FCC high entropy alloy using synchrotron high energy diffraction microscopy. *Acta Mater*, 2021, 215: 117120
- [65] Shi Y J, Li S L, Lee T L, et al. *In situ* neutron diffraction study of a new type of stress-induced confined martensitic transformation in Fe₂₂Co₂₀Ni₁₉Cr₂₀Mn₁₂Al₇ high-entropy alloy. *Mater Sci Eng A*, 2020, 771: 138555
- [66] Shi P J, Li R G, Li Y, et al. Hierarchical crack buffering triples ductility in eutectic herringbone high-entropy alloys. *Science*, 2021, 373(6557): 912
- [67] Li R G, Wang Y K, Xu N, et al. Unveiling the origins of work-hardening enhancement and mechanical instability in laser shock peened titanium. *Acta Mater*, 2022, 229: 117810
- [68] Ma Z W, Ren Y, Li R G, et al. Cryogenic temperature toughening and strengthening due to gradient phase structure. *Mater Sci Eng A*, 2018, 712: 358
- [69] Zhang Z W, Feng Y F, Tan Q, et al. Residual stress distribution in Ni-based superalloy turbine discs during fabrication evaluated by neutron/X-ray diffraction measurement and thermomechanical simulation. *Mater Des*, 2019, 166: 107603
- [70] Fitzpatrick M E, Hutchings M T, Withers P J. Separation of macroscopic, elastic mismatch and thermal expansion misfit stresses in metal matrix composite quenched plates from neutron diffraction measurements. *Acta Mater*, 1997, 45(12): 4867
- [71] Feng Z, Wang X L, Spooner S, et al. A finite element model for residual stress in repair welds [J/OL]. *OSTI. GOV Online* (1996-7-21) [2021-11-25].<https://doi.org/10.2172/244602>