扫描显微环境下原位高温力学测量技术及其应用研究

梁杰存^{1,2}, 韩琦男¹, 贺志武¹, 王振^{1,2}, 谢鸿福^{1,2}, 李喜德^{1,2*}, 施惠基¹

1. 清华大学航天航空学院, 北京 100084;

2. 清华大学微纳力学研究中心, 北京 100084

*联系人, E-mail: lixide@tsinghua.edu.cn

收稿日期: 2018-04-27; 接受日期: 2018-07-04; 网络出版日期: 2018-07-31

国家自然科学基金(编号: 11632010, 1147215, 11572171)资助项目

摘要 扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope, SEM)是科学研究中的重要观察设备, 在过去的几十年, 人们一直致力于借助SEM从微尺度层面对热端部件所涉及的关键合金材料和构件的力学性能进行原位高温测量和表征. 这一研究对认识合金材料微结构损伤演化物理机制、理解其高温失效和破坏机理、提取力学表征参数和提高寿命预测方法的准确性等有重要的理论意义和工程价值. 本文首先介绍了SEM环境下原位高温力学实验的困难和挑战, 综述了近年来国内外在SEM环境下发展的原位高温变形测量技术, 涉及扫描环境下的原位高温测量设备、高温成像技术、高温变形测量方法等. 在此基础上, 介绍了作者近年来对镍基合金材料在高温变形、蠕变、以及疲劳与断裂方面的研究工作. 最后, 论文对该领域进一步的研究工作进行了展望.

关键词 扫描电子显微镜, 原位, 高温力学性能, 变形测量, 疲劳, 断裂

PACS: 46.50.+a, 46.80.+j, 07.20.Ka, 07.20.Hy, 79.40.+z

1 引言

基于电子光学理论, Manfred von Ardenne于1937年应用聚焦电子束对微小光栅进行成像, 这便是扫描电子显微镜(SEM)技术的雏形^[1]. 随后Ardenne进一步研究了SEM的各种成像模式和理论, 并参与了第一台SEM的建造. 但直到1965年在Charles Oatley的带领下, 世界上第一台商用SEM才真正诞生并由剑桥科学仪器公司生产^[2]. 从那时起, 随着SEM制造技术和成像性

能的不断提高, 功能不断扩展, 使其广泛地用于物理、化学、生物、材料和微电子等多学科领域的研究. 尤其是SEM由于具有超高的空间分辨率和成像景深等特点, 使其在材料的力学性能测量和变形分析中发挥了极其重要的作用^[3-5]. 特别是近年来, 随着各大国将高性能、高效率、低能耗的航空发动机和燃气轮机提升为其国家政治、军事、经济发展的核心技术领域时, 以叶片等为代表的核心热端部件的高温合金材料的力学性能和行为研究成为各国研究者们关注的关键

引用格式: 梁杰存, 韩琦男, 贺志武, 等. 扫描显微环境下原位高温力学测量技术及其应用研究. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2018, 48: 094606
Liang J C, Han Q N, He Z W, et al. *In-situ* high-temperature mechanical property measurement technology and its application in scanning electron microscope (in Chinese). *Sci Sin-Phys Mech Astron*, 2018, 48: 094606, doi: [10.1360/SSPMA2018-00148](https://doi.org/10.1360/SSPMA2018-00148)

问题,特别是理解高温合金的微观变形、破坏和失效机理对热端结构优化设计和安全评估具有重要意义.显然,宏观材料的高温力学实验无法原位测量和观察材料微结构变形和演化,而且合金材料的宏观力学性能和其微观变形机制的关联及其温度的依赖性制约着高温合金的推广和应用.因此,近年来研究者们展开了显微环境下合金材料高温力学性能测量技术和系统研究,试图原位观察和表征高温合金材料的微结构变形与演化过程,建立根植于物理机制的材料变形、损伤、裂纹形核与扩展的多尺度模型,实现精准预测宏观材料高温力学行为的目的^[6].

本文首先介绍SEM环境下原位高温实验的困难和挑战,然后综述近年来国内外在SEM环境下发展的原位高温加热系统和变形测量技术,进而介绍作者为提高SEM高温成像质量,以及镍基合金在高温变形、蠕变、以及疲劳与断裂等方面的研究工作.最后,论文对该领域的研究进行了展望.

2 SEM原位高温测量的困难与挑战

SEM特殊的成像方式和狭小的真空封闭环境给原位SEM高温测量带来了巨大的挑战.开展SEM原位高温测量需在SEM环境中同时安装机械加载装置和高温加热平台.对于机械加载装置,由于SEM腔体空间的限制,设备必须小型化,与开放环境下的宏观大型实验机不同,其各部件的驱动和传动以及控制都更加困难;尤其是由于SEM超高的空间分辨率,要求机械加载平台具有极高的控制精度和稳定性.对于提供高温环境的加热平台,与宏观加热平台不同,宏观条件下常将试件全部置于封闭的高温炉中,为了观察试件表面还可留观察窗,这种情况下可以保证试件截距段温度波动在 $\pm 1^\circ\text{C}$ 之内,同时可以达到很高的温度,并且可长达数天地进行实验,满足了长时间的高温蠕变、疲劳实验的要求^[7,8].显然,在SEM的扫描成像环境下,无法将试件封闭于高温炉内均匀加热,往往通过小型化的加热器对试件进行局部加热,并且观察区必须暴露于电子枪下,因此往往不能保证试件温度均匀性.同时,为了保证SEM各探测器以及电子枪的正常工作,加热温度不能过高且加热时间也不能过长,一般不超过24小时.除了上述硬件上的困难,原位SEM高温测量还存在本征上难以克服的成像约束.SEM是通过电

子束与样品表面相互作用产生信号电子,再由探测器接收二次电子或者背散射电子进行成像.在高温条件下,不管是试件还是加热器都将发射热电子以及可见光和红外射线,信号探测器无法区分热电子与信号电子.因此,热电子等将作为噪声影响最后的成像质量,并且随着温度的升高,热电子等发射越剧烈,信号电子将完全被噪声淹没,此时图像将完全失真.高温下试件和实验平台还会存在热漂移和热扰动,从而影响成像的精度.总体而言,SEM原位高温测量同时面临实验力学领域最具挑战的两大主题:微尺度和高温环境,加上SEM特殊的环境,常规的实验设备和方法已经无法满足这种特殊的需求,必须发展全新的实验设备和方法,这给SEM原位材料高温力学性能测量提出了很高的要求.

面对SEM原位高温力学测量,几个主要的挑战问题如下:

- 1) 在 1000°C – 1500°C 的温度区间内,材料发射的热电子将淹没SEM信号电子,因此,扫描成像存在物理上难以逾越的原理性挑战.
- 2) 在扫描成像环境下对加热结构的热稳定提出了更高的要求,热分解或者热挥发会对SEM造成严重的损害.
- 3) 在扫描成像过程中必须保证测量对象的温度稳定性,在超过 1000°C 原位成像过程中, $\pm 1^\circ\text{C}$ 的温度变化就可产生明暗条纹,从而造成SEM图像的不稳定畸变.
- 4) 在扫描成像环境下针对不同的测量对象需要研制不同变形载体,且对变形载体的高温稳定性提出了极高的要求.
- 5) 需要发展高效和稳定的高温变形场计算方法,适应高温图像严重的畸变与退相关行为.

3 SEM高温测量技术的发展

3.1 SEM原位高温测量设备

为了开展SEM原位高温力学实验,首先需要建立硬件设备.从功能上分,实验设备包括机械加载设备和高温加热设备以及其他辅助设备.虽然如上文所述,在SEM环境进行原位高温力学实验遇到极大的困难和挑战,但在过去的几十年仍然发展了诸多原位高温实验设备,主要有微型高温拉伸实验机、高温纳米压

痕仪和MEMS(Micro-Electro-Mechanical System)高温实验平台,下面将从这三方面进行综述.

在微型高温拉伸实验机方面,目前仅有为数几个厂家可以生产SEM环境下的微型高温拉伸实验机.在国外主要有美国的Gatan公司、美国的MTI Instrument公司(原Fullam Inc公司)、英国的Kammrath & Weiss公司以及日本的岛津公司;在国内仅有中机实验装备股份有限公司(原长春机械科学研究院有限公司)能够生产微型高温拉伸实验机.表1给出了各家公司实验机的关键参数.其中,Gatan公司是目前最成熟的实验设备公司,旗下的Microtest系列微型拉伸实验机是针对SEM专门设计的.根据它的载荷量程、实验温度和是否可进行原位EBSD(Electron Backscattered Diffraction)分析等可分为十几种不同型号,其中的Microtest 2000EW和MicrotestH5000可以提供室温至600°C的高温测试环境,载荷精度可达最大载荷的0.1%,位移控制精度为3 μm .如图1(a)展示了Microtest H5000及其加热平台的放大图¹⁾.相比之下MTI Instrument公司的则不具备如此齐全的型号,但是MTI最大的优势在于其加热平台最高温度可达1000°C,而且MTI的实验机可以进行疲劳实验,这是诸多微型实验机所不具备的功能,同时其位移控制精度可达20 nm,因此MTI实验机是文献中使用最广泛的SEM原位高温测量设备.如图1(b)所示为MTI微型高温拉伸平台²⁾.K&W系列拉伸实验机根据载荷范围同样分为不同型号,从10 N至10 kN总共10种型号,位移控制精度为100 nm,在试件截距段还配置引伸计以获得更准确的应力应变关系,且其拉伸平台可与目前绝大部分SEM配合使用.另外,该设备再加配4个支撑脚后还可与原子力显微镜、光

学显微镜、激光或拉曼显微镜联合使用,加热平台温度可从室温至1200°C,是目前温度最高的平台.但遗憾的是其与Gatan一样不能进行疲劳实验,如图1(c)³⁾所展示的为K&W微型高温拉伸平台.岛津高温拉伸平台与前述的三种平台有较大不同,前面三种微型拉伸平台体积小,可以完全置于SEM腔体内,而岛津拉伸平台仅是将加载头(如图1(d)所示)置于SEM腔体内,加载装置和传感器在SEM腔体外,通过加载杆对SEM腔体内的试件进行加载,因此原则上岛津拉伸平台并不属于微型平台,其能够和宏观实验机一样很容易地对试件施加各种形式的载荷,比如疲劳载荷.岛津高温拉伸平台是通过加热丝绕制于试件周围利用热辐射方式加热试件,而前述的高温拉伸平台全部为加热平台与试件底部接触的传导方式进行加热,岛津加热系统的名义最高加热温度为800°C.国内在SEM环境力学实验系统方面的研究起步较晚,实验系统的性能和各种参数还落后于国外系统.中机公司目前比较成熟的微型拉伸平台³⁾(如图2(a)所示)可以在光学显微镜以及SEM环境下对材料进行拉伸、压缩、弯曲等实验,但一直没有高温平台.直到去年中机才推出SEM环境下的高温拉伸平台(如图2(b)所示),最大载荷从50 N至2 kN总共7种型号可选,可进行拉伸、压缩和弯曲等实验,但就作者所知,目前还未发现有使用该平台的文献报道.

在高温纳米压痕仪方面,由于其实验方法简单,已经成为了力学表征的重要手段.Lucas和Oliver^[10]于1994年首次开展高温纳米压痕测试,温度仅达75°C.首次在SEM环境下的高温纳米压痕测量是由Wheeler等人^[11]于2011年实现的,经过几年的发展,高温纳米压

表 1 国内外主要微型高温实验机及其参数表

Table 1 High temperature material micro-testing machine and their parameters

公司	温度范围	载荷范围	实验方式
Gatan	室温–600°C	± 5 kN	拉伸、压缩、弯曲
MTI	室温–1000°C	± 9 kN	拉伸、压缩、弯曲、疲劳
K&W	室温–1200°C	± 10 kN	拉伸、压缩、弯曲
岛津	室温–800°C	± 1 kN	拉伸、压缩、弯曲、疲劳
中机	室温–600°C	± 2 kN	拉伸、压缩、弯曲

1) <http://www.jdcsh.com/Procont.aspx?id=911>

2) http://www.santektech.com/products_list/pmcId=245.html

3) <https://www.kammrath-weiss.com/en/products/materials/tensile-compression.html>

图 1 (网络版彩图)典型商用微型高温拉伸平台. (a) Gatan; (b) MTI (c) K&W^[9]; (d) 岛津

Figure 1 (Color online) The typical commercial high-temperature micro-testing instrument. (a) Gatan; (b) MTI; (c) K&W^[9]; (d) Shimadzu.

图 2 (网络版彩图)中机公司微型高温拉伸平台. (a) 常温; (b) 高温

Figure 2 (Color online) The micro-testing instrument of Sinotest Equipment Co., Ltd. (a) Room-temperature; (b) high-temperature.

痕已经形成了一些商用平台, 温度可以达到800°C. 主要的研究进展可以参见Wheeler等人^[12]和Fritz等人^[13]分别于2015年和2017年对高温纳米压痕方面研究工作的综述. 这里介绍其中几个典型的商用高温纳米压痕平台. 首先介绍Alemnis的高温纳米压痕仪, Alemnis是集纳米压痕仪研发与生产制造于一体的大型企业, 旗下拥有各种功能的纳米压痕仪, 包括超高应变率、高温等模式的纳米压痕仪, 如图3(a)所示. 压头和样品具有独立的热源和控温热电偶, 温度可达600°C, 通过水冷管道对样品台进行冷却以保障载荷传感器的正常工作, 但是并未对压头进行冷却. 可以发现, Alemnis压痕仪的力传感器和位移驱动器分别置于样品台端和压头端, 载荷位移独立控制, 而其余品牌压痕仪二者均置于压头端. 其次是Micro Materials Ltd.的CORE系列高温

纳米压痕仪(如图3(b)所示), 该压痕仪与Alemnis的一样通过独立的电阻加热器和独立的热电偶分别控制样品和压头的温度, 温度可达500°C, 并且通过屏蔽罩进行热保护, 通过通冷却水的屏蔽板隔绝高温对载荷和位移传感器的影响, 以及通过绝热性能良好的二氧化硅陶瓷支持杆阻断样品台的热量. 该设备的载荷范围可从1 μ N到500 mN, 精度可达纳牛量级^[14,15]. 然后是Nanomechanics Inc.的InSEM系列(如图3(c)所示), 与前两款压痕仪相同, 都是通过电阻加热样品和压头, 可以提供800°C加热温度, 是目前温度最高的原位压痕设备, 其加热端与传感器通过两层屏蔽板隔离, 其间无水冷却装置, 而是通过导热性能优异的铜块与水冷基座相连降温. 最后是SURFACE GmbH的纳米压痕仪(如图3(d)所示), 与前述设备最大的不同在于, 其是通过激光加热的方式给样品和压头加热, 温度达600°C. 以上介绍的4款原位SEM高温纳米压痕仪性能稳定、热漂移小, 是目前使用最广的几款设备.

在MEMS高温实验平台方面, 针对微纳米材料的高温力学行为, 如智能电子产品的集成电路元器件, 研究者们发展了基于MEMS的高温实验平台. 这些平台往往将加载和加热以及传感集成于整个MEMS器件上. 试件的加热方式最常用的有两种: 一是对试件通电, 二是在试件底部或者夹持端铺设电阻丝. 如Karanjgaokar等人^[16]建立了阵列式MEMS高温拉伸平台(如图

图3 (网络版彩图) 典型商用微型高温纳米压痕平台^[12]. (a) Alemnis AG; (b) Micro Materials Ltd.; (c) Nanomechanics Inc.; (d) SURFACE GmbH.

Figure 3 (Color online) Schematics of the typical high-temperature nanoindentors now commercially available. (a) Alemnis AG; (b) Micro Materials Ltd.; (c) Nanomechanics Inc.; (d) and SURFACE GmbH laser heating for a Keysight system^[12].

4(a)所示), 通过在试件两端施加直流电的方式实现加热. Sun等人^[17]在SEM下对金纳米引线通过交流电的方式实现了其电致疲劳行为的研究(如图4(b)所示), 引线温度通过4线法测量. 通电加热的方式往往可以达到或接近材料熔点的温度, 但通电加热方式往往导致试件温度不均匀. 因此, 人们更倾向于利用电阻丝的方式加热试件^[18], 即使这会使得MEMS器件制作更加困难. 最典型的如Sim等人^[19,20]通过在夹持端布置电阻丝的方式对铜纳米薄带进行加热(如图5所示), 并研究了铜纳米薄带室温至430°C弹性模量与屈服强度随温度的变化情况. 他们提出的微制造方法也很巧妙地解决了金属纳米薄带的夹持和加载问题. 目前, 在MEMS高温原位领域已经可以实现高达1500°C的原位测试温度, 该突破由Mele等人^[21]于2016年通过设计如图6所示的微型加热器实现. 该工作系统地评估了加热器不同温度下的均匀性和稳定性以及耐久性(如图6(b)所示), 发现在1300°C以下加热器可以稳定工作. 他们还基于此加热器研究了铂纳米线的高温力学性能, 该加

图4 (网络版彩图) MEMS通电式加热测量平台^[16,17]

Figure 4 (Color online) Electric-heating platform based on MEMS^[16,17].

图5 (网络版彩图) MEMS电阻式加热测量平台^[19,20]

Figure 5 (Color online) Schematic representation of the resistive heater micro-testing platform based on MEMS^[19,20].

图 6 (网络版彩图) MEMS超高温加热器^[21]

Figure 6 (Color online) Ultra-high-temperature micro heater based on MEMS [21].

热器不仅适用于SEM环境, 还适用于透射电子显微镜环境.

3.2 SEM高温成像技术

在具备SEM环境下的加载和高温加热硬件设备的情况下, 要真正完成高温力学实验还需要解决SEM高温成像的质量问题. 虽然在前文所述的诸多加热平台可以达到1000°C, 甚至到1500°C的高温, 然而在实际使用过程中由于温度达到一定程度时会使SEM成像质量劣化甚至失效, 导致加热台的最高温度达不到其标称的最高温度. 因此, 需要研究SEM环境下的高温成像质量并对其劣化诱导因素进行控制. 下面介绍SEM原位高温成像质量控制方面的研究进展.

目前, SEM原位成像的最高温度是Gregori等人^[22]保持的1450°C, 如图7所示. 他们通过氧化铝陶瓷罩包裹加热丝, 在阻挡加热丝热电子发射的同时不影响传热, 并在样品上方铺设三层钽屏蔽板, 中间留小孔进行成像. 同时, 在屏蔽板上方施加反向电压, 进一步抑制热电子, 最后还在接收器的光电管外围包裹锡箔纸反射可见光, 以避免可见光影响成像质量. 虽然Gregori等人^[22]通过上述诸多的措施最终实现了高达1450°C的原位成像, 但是这样的方法仍存在局限性, 即仅能对小尺度样品进行加热和成像观察, 无法对样品进行任何机械加载, 实现力学性能测量.

对于使用最广泛的MTI原位高温系统, Boehlert等人^[23–27]在过去的15年中基于此系统开展了各类钛合金的高温下滑移系开动行为的研究, 但是由于成像质量的原因, 其实验温度从未跨越600°C. 超越600°C门槛的工作由Torres等人^[28]于2013年实现, 如图8所示. Torres通过在试件上方加盖钽屏蔽板, 并在中间观测区留两个观察孔用于二次电子和EBSD成像, 极大的阻挡了热电子发射, 从而实现了高达927°C的原位高

图 7 原位SEM超高温成像系统示意图^[22]

Figure 7 Schematics of the modified *in-situ* ultra-high-temperature imaging system SEM [22].

图 8 (网络版彩图)具有简易屏蔽的MTI原位SEM高温平台^[28]

Figure 8 (Color online) High-temperature SEM combined with *in-situ* micro-testing platform with simple thermal shielding system [28].

温成像, 并研究了镍基合金在927°C单向拉伸下的晶界滑移行为, 如图9所示. 对于K&W原位高温系统, 热源最高标称温度高达1200°C, 为所有微型高温拉伸平台中最高的, 但是基于该平台目前文献报道的最高观测温度为750°C^[29]. 对于岛津系统, 作者在以往的研究工作中发现, 岛津系统成像会在700°C后失效, 从图10所示的不同温度下的散斑图可以发现700°C后散斑图信息被淹没. 作者在近期的工作中^[30]对岛津系统高温成像失效原因给出了明确解释, 并提出改进方案, 使得系统在800°C下仍能清晰成像. 该研究首先通过有限元对系统的温度场进行了计算, 获得不同热源温度

图 9 (网络版彩图)镍基合金在927°C下的变形行为^[28].

Figure 9 (Color online) Deformation of nickel base alloy at 927°C (a) before and (b) after strain ϵ_{xx} of 22% applied ^[28].

图 10 岛津系统不同温度下的原位图像^[30]

Figure 10 Speckle images at different temperatures under Shimadzu SEM ^[30].

下系统各个部件的温度分布, 统计发现热源温度远高于试件和热电偶的温度. 其中, 当试件温度达到700°C时, 热源温度已经高达1200°C, 这是由热辐射加热方式所致, 热电偶所测温度可以代表试件观测区的温度(如图11所示). 因此, 热源是热电子的主要来源. 根据热电子发射原理, 热电子发射数量 N 与温度 T 的关系可由下式表示^[30]:

$$N = \frac{4m_e \pi k_B^2}{h^3} T^2 \exp\left(-\frac{\phi}{k_B T}\right), \quad (1)$$

式中 m_e 为电子质量, k_B 为玻尔兹曼常数, h 为普朗克常数, ϕ 为发热体功函数. 同时根据SEM成像理论, 二次电子束流强度 I_s 与入射电子束流强度 I_f 有如下关系^[30]:

$$I_s = \alpha I_f, \quad (2)$$

式中 α 为材料二次电子发射系数, 对于镍基合金 α 约为1.5, 对于岛津系统, 入射电子束流为45 μA . 结合系统温度场给出不同温度下系统发射的热电子数与SEM二次信号电子数的关系, 如图12所示. 可以发现, 随着温度的升高, 热电子急剧增加, 且在700°C后与二次电子数相当. 显然这就是SEM系统在700°C后成像失效原因. 在随后的研究中, 作者设计了接触加热方式降低热源温度. 如图13所示为原辐射加热平台和改进后的接触加热平台. 同样, 通过有限元计算改进后系统的温度场, 发现接触加热方式下热源温度与试件温度

图 11 (网络版彩图)岛津系统辐射加热情况下热源、试件和热电偶温度关系^[30]

Figure 11 (Color online) Temperature of heat source, specimen, and thermal couple during heating in the radiant heating system of Shimadzu ^[30].

图 12 (网络版彩图)岛津系统辐射加热情况下温度对热电子发射与二次电子发射数量的影响^[30]

Figure 12 (Color online) The influence of temperature on the thermal electron and the secondary electron number of the specimen in the radiant heating system of Shimadzu ^[30].

相近, 进一步分析系统热电子发射与二次信号电子随温度的相互关系, 如图14所示, 可以发现, 此时即便在800°C情况下, 热电子数量也远低于二次信号电子数量, 因此仍可以清晰成像. 图15为改进后系统在800°C下的原位成像, 与此前图像相比质量有极大提升. 进一步分析二次电子与热电子的能谱关系(图16所示), 发现绝大部分热电子能量低于1.5 eV, 而对于所研究的镍基合金能谱峰值在7 eV左右. 因此, 我们提出施加1.5 V的最优反向电压可以极大的抑制热电子, 同时没有对二次信号电子有明显的削弱, 实现最大的图像信噪比. 这一理论预测也得到了很好的实验验证, 如图17所示, 给出不同反向电压下图像质量的变化, 发

图 13 (网络版彩图) 岛津(a)原辐射加热平台和(b)改进后的接触加热平台^[30]

Figure 13 (Color online) Experimental set-up of (a) the original radiant heating system and (b) the modified contact heating method in Shimadzu SEM. The schematic diagrams of the heat unit are shown in the insets [30].

图 14 (网络版彩图) 岛津系统接触加热情况下热电子发射与二次电子的关系^[30]

Figure 14 (Color online) The influence of temperature on the thermal electron and the secondary electron number of the specimen in the contact heating system of Shimadzu [30].

图 15 改进后的岛津系统实现原位800°C成像^[30]

Figure 15 The *in-situ* secondary electron image of nickel base alloy Specimen at 800°C in the modified Shimadzu SEM [30].

现在1.5 V反向电压附近图像质量达到最优。

3.3 SEM原位高温变形测量

为了在扫描环境下进行定量力学分析, 尤其是在

图 16 (网络版彩图) 热电子与二次电子能谱对比^[30]

Figure 16 (Color online) Energy spectrum of thermal electron and secondary electron [30].

图 17 (网络版彩图) 不同反向电压下散斑图像的质量^[30]

Figure 17 (Color online) Image quality of speckle pattern at different reverse voltage at 800°C [30].

高温下, 被测对象表面位移和变形信息是力学定量分析的基本参量。它们对于准确建立材料根植于物理机制的微观力学模型, 进而构建多尺度模型并准确预测材料的宏观力学行为具有重要意义。常温下人们已经成功地将宏观尺度下广泛应用的散斑和云纹等方法运用于SEM环境下^[31-37]变形场的精细测量。然而, SEM原位高温变形测量却鲜有报道。事实上, 除了前文介绍的高温环境下的SEM成像问题, 还存在高温环境下物体表面变形载体的制作及其高温退化等关键问题需要解决。因此, 发展适用于高温扫描环境的变形载体成为SEM原位高温变形测量中的关键问题。下面主要就云纹和散斑方法在这一方面的几个典型工作给予介绍。

云纹方法 Martin等人^[38]通过基于电子束的光刻方法在双相钢表面刻蚀边长5 μm的格栅云纹(图18所

图 18 (网络版彩图)双相合金钢蚀刻表面的格栅云纹及其内部微结构^[38]

Figure 18 Microgrids and gratings on duplex steel and the underlying microstructure with phase boundaries ^[38].

示), 成功应用于双相钢在950°C平面应变状态下的局部残余变形场测量. 通过变形场的定性分析, 发现变形在两相材料中表现出强烈的不均匀性(图19(a)所示), 且在铁素体相中存在较强的剪切变形(图19(b)所示). 该研究通过定量分析发现铁素体相与奥氏体相应变比达到5. 但是, 该文的测量是离位的. 2016年Li等^[39]将格栅云纹方法成功应用于SEM原位高温变形测量, 温度达到650°C. 该研究完成了镍基高温合金杨氏模量、拉伸强度和泊松比的测量, 同时还对U型缺口的应力强度因子进行定量测量, 如图20所示. 该方法不仅可以实现面内位移测量, 同时还可以对离面位移进行测量. 该工作是在岛津系统上完成. 如上文所述, 受实验所用岛津SEM成像质量的限制, 其温度仅达到700°C.

散斑方法 云纹方法测量精度高, 但是云纹法的变形载体制作过程困难而繁琐, 因而其应用受到限制. 散斑方法是在被测的物体表面人为制作散斑载体, 然后连续记录加载过程中物体表面的散斑图, 进而通过数字散斑相关方法或数字图像相关(Digital Image Correlation, DIC)方法实现物体表面位移或变形测量. 散斑方法简单易行, 获得了广泛的应用. 因此, 在SEM原位高温变形测量中, 高温散斑载体的制作和散斑颗粒在高温下的稳定性成为测量的关键. 目前, 针对不同的测量对象, 散斑载体选择不同的材料和制作工艺. Tracy等人^[40]针对纤维增强陶瓷基复合材料, 选择了钛微颗粒作为散斑载体材料, 在大气环境下进行了795°C高温下的拉伸破坏实验, 然后通过SEM对实验前后的散斑场进行了离位表征. 结果表明, 该散斑场在795°C下仍能保持结构稳定, 因此其可以用在SEM环境实现高温变形测量. 该研究指出, 795°C的选择是由于热源最高仅能提供800°C的温度, 因此该研究还推测其提

图 19 (网络版彩图)950°C双相合金钢的局部变形^[38]

Figure 19 (Color online) Local deformation of duplex steel at 950°C ^[38].

图 20 (网络版彩图)格栅云纹原位SEM 650°C下获得(a)面内变形和(b)离面变形^[39]

Figure 20 (Color online) In-plane (a) and out-of-plane (b) deformations at 650°C by *in-situ* SEM with microgride method ^[39].

出的方法有望实现更高温度的变形测量. 但是, 由于Ti在1000°C左右会与复合材料基体发生化学反应, 因此作者建议在更高温下选择钨作为高温散斑载体材料更稳定. Kammers等人^[41]针对铝合金试件, 发展了金纳米颗粒散斑载体, 通过旋涂的方法获得纳米尺度的散斑图, 并用SEM在常温环境下进行变形场测量. 随后, Edwards等人^[42]将该方法推广到高温, 系统研究了其高温下的稳定性, 发现750°C下仍能长时间(72小时)保持很好的结构稳定性, 且在利用背散射电子成像具有更高的对比度(图21(a)). 最后, 该研究者成功地获得钛铝合金在700°C高温下局部纳米精度的滑移变形特征(图21(b)). 上述研究利用散斑方法主要是离位的高温测量, 重点在于研究散斑载体的稳定性. 在原位测量方面, Walley等人^[43]基于MTI的原位高温拉伸系统开展了镍基多晶合金在700°C高温下的变形行为研究, 通过基于电子束的光刻方法在试件表面随机刻蚀尺寸为0.45–0.7 μm的立方散斑颗粒(图22(a)所示). 这一方法类似于Martin等人^[38]的格栅云纹刻蚀, 利用随机的散斑场作为测量载体, 在拉伸载荷作用下获得镍基多晶合金材料的局部应变关于晶粒取向、形态以及相邻晶粒取向差的定量关系. 该研究对于理解多晶高温

图 21 (网络版彩图) (a) 散斑高温稳定性分析及 (b) 基于此获得的高精度的变形场^[42]

Figure 21 (Color online) (a) Stability analysis of the high temperature speckle pattern and (b) the DIC strain distribution with high resolution^[42].

图 22 (网络版彩图) (a) 电子束光刻散斑的 SEM 图像以及 (b) 700 °C 下局部应变原位分析结果^[43]

Figure 22 (Color online) (a) SEM secondary electron image of the hafnium oxide speckle pattern created by e-beam lithography and (b) the strain localizations analysis by in situ SEM at 700 °C^[43].

合金高温变形行为具有重要意义。论文中的研究虽然针对的是镍基合金材料, 但该方法也适用于其他金属材料。

总体而言, 相比于宏观实验力学测量方法, SEM 环境下的原位高温变形测量主要工作在于根据 SEM 分辨率和感兴趣区域大小制备更加微小的变形载体, 并结合被测的基体材料选择高对比度扫描成像的载体材

料。尤其是高温变形载体材料必须能在高温加载条件下保持良好的稳定性, 涉及散斑颗粒结构稳定、颗粒与基体界面强度的稳定性、散斑载体材料的高温变形与化学稳定性等。在满足这些条件的前提下, 结合数字图像相关技术或格栅分析技术即可实现 SEM 环境下原位高温变形场的精细测量。

4 SEM 原位高温测量技术在镍基高温合金材料力学性能研究中的应用

镍基高温合金因其在高温及复杂力学环境下的优异性能被应用于高性能发动机和燃气轮机的叶片制造。精确的高温变形测量以及疲劳和断裂性能预测是叶片材料安全服役的重要保证, 同时也能为其延寿设计等提供技术支撑。传统的宏观经验唯象模型依靠较大的安全系数以保证部件的可靠性, 但是这种方法的精度已不能满足当今装备高效、轻质和高可靠的要求。正如 Marx 等人^[44]指出, 小裂纹的扩展机制不同于宏观裂纹, 因此不能用宏观断裂力学参数如应力强度因子进行描述。而基于微结构演变的微观模型能够揭示材料的微观损伤机制, 进而提供更可靠的寿命预测方法。本节主要介绍作者基于 SEM 原位高温技术, 在镍基高温合金材料的疲劳和断裂微结构演变方面开展的研究工作。

4.1 镍基单晶材料低周疲劳性能的原位观测

镍基单晶合金材料的低周疲劳性能是汽轮机安全性能的重要指标之一。Ma 等人^[45,46]利用 SEM 在 350 °C 下研究了部分再结晶对于 DZ4 镍基定向凝固合金的低周疲劳性能影响。通过喷丸强化和热处理工艺制备了三种不同表面厚度的再结晶微结构材料, 原位实时观测表明再结晶对于低周疲劳性能的影响与微结构密切相关, 再结晶表面并不会降低低周疲劳寿命, 在 0.5 MPa 的喷丸强化作用下可改善低周疲劳性能。研究发现对于原始 DZ4 合金, 裂纹从枝晶间碳化物处萌生, 在 0.1 MPa 喷丸强化后从晶界和孪晶界处的块状碳化物处多源起裂(图 23), 这导致其低周疲劳性能较差。而在 0.5 MPa 喷丸强化再结晶后晶体呈现紧凑排列, 疲劳裂纹从碳化物和铸造缺陷处萌生(图 24), 这使其低周疲劳性能明显改善。

借助 SEM 原位观测图像, 能够辨认镍基合金尤其

图 23 0.1 MPa 喷丸处理的镍基定向合金疲劳裂纹扩展^[45,46]
Figure 23 Fatigue crack propagation in directionally solidified alloy with 0.1 MPa shot-peening pressures^[45,46].

图 24 0.5 MPa 喷丸处理的镍基定向合金疲劳裂纹扩展^[45,46]
Figure 24 Fatigue crack growth of directionally solidified alloy with 0.5 MPa shot-peening pressures^[45,46].

是单晶合金的裂纹萌生和扩展方向,从而有效地研究晶体取向对于材料力学性能的影响.而结合EBSD技术,多晶材料在疲劳过程中晶体取向的变化也能得到量化.课题组Ma等人^[47]利用SEM研究了550°C下晶体取向和碳化物对于一种富Ta镍基单晶合金的低周疲劳性能的影响.开展了三种不同晶体取向的材料低周疲劳原位实验,实时观测了裂纹前端滑移线的演化以及小裂纹的扩展.实验发现裂纹沿着晶体学滑移面扩展,对于观测到的滑移线分析表明滑移面为八面体滑移.碳化物等局部微结构会改变裂纹扩展路径(如图25所示),导致裂纹扩展速率下降.基于显微实时观测的

裂纹扩展速率分析表明,裂尖张开位移(COD)可以有效地描述不同晶体取向的裂纹扩展行为.

4.2 镍基单晶疲劳小裂纹扩展行为

到目前为止,对于寿命预测的损伤容限设计的重点是了解构件材料的疲劳裂纹生长行为.然而,由于小裂纹的增长行为与长裂纹不同,从而引起了人们越来越多的关注.课题组Zhang等人^[48]采用实时观测手段,揭示了单晶材料疲劳小裂纹的扩展机制.通过四组不同的原位观测实验,分别对应三个温度值(室温、300°C和600°C)和两个晶体取向,观察了小裂纹的萌生与扩展,发现小裂纹与裂尖局部滑移系的交互作用非常频繁,表现出沿滑移线萌生和扩展的典型断裂模式.在室温和300°C下,裂尖受到强度相当的局部滑移系竞争作用,表现出锯齿形式和二次裂纹交替萌生融合的扩展方式(如图26(a)所示),而在600°C下,裂纹扩展路径更倾向于沿一个或者多个规则的晶体学滑移线(如图26(b)所示).

基于Paris公式的 $da/dN-\Delta K$ 曲线有较大的分散性(如图27(a)所示),表明传统的应力强度因子已经不能描述小裂纹的扩展行为,特别是600°C的裂纹,发现了扩展速率先上升后下降的不规则扩展趋势.借助二维

图 25 550°C下碳化物对镍基单晶合金疲劳裂纹扩展路径的影响^[47]
Figure 25 The influence of carbide on fatigue crack propagation in a Ni based single crystal superalloy at 550°C^[47].

图 26 镍基单晶合金在不同温度下疲劳小裂纹的扩展行为(a)300°C和(b)600°C^[48]
Figure 26 The small fatigue crack propagation at different temperatures of a single crystal superalloy, (a) 300°C and (b) 600°C^[48].

图 27 (网络版彩图) (a)传统的应力强度因子和(b)滑移系上的最大剪切应力强度因子描述的疲劳小裂纹扩展行为^[48]

Figure 27 (Color online) The relationship between the fatigue crack propagation rate and (a) the tradition stress intensity parameter and (b) the resolved shear stress intensity parameter [48].

各向异性有限元模型计算了裂尖的应力场, 得到八面体滑移系上最大剪切应力强度因子, 其计算结果与断面的SEM扫描结果很好的吻合, 而以滑移系上的最大剪切应力强度因子作为表征参量的疲劳扩展模型, 可以有效地描述小裂纹在不同晶向和温度下的扩展行为 (见图27(b)).

4.3 不同第二晶向下的疲劳小裂纹扩展

涡轮叶片的气冷孔边缘由于应力集中和循环载荷作用, 很容易成为疲劳裂纹起源的位置, 而涡轮叶片的承载方向一般选为[001]作为主晶向, 第二晶向不加控制. Qiu和He等人^[49,50]通过高温原位SEM疲劳实验, 实时观测不同第二晶向试样在600°C下的裂纹萌生与扩展过程, 发现对于第二晶向[010]的试样, 裂纹起源于与加载轴成45°夹角的滑移线密集处, 沿着45°方向开裂, 并在滑移线分区的分界线处发生偏折 (见图28(a)). 对于晶向为[110]的试样, 裂纹起源于与加载轴垂直的滑移线密集处, 并沿着水平方向开裂 (见图28(b)).

基于Peirce等人^[51,52]的晶体塑性框架, 通过进一步

修改背应力演化, 建立了所研究材料的晶体塑性模型, 通过对低周疲劳实验数据模拟得到相关参数. 运用该晶体塑性模型对不同第二晶向下主导滑移面进行模拟, 能够很好地与实验结果相吻合 (如图29所示). 提出了可视化因子的概念, 来表征试样表面滑移线的可见程度, 从而根据滑移线密度确定了裂纹起源位置和偏折位置.

4.4 镍基单晶材料微动疲劳性能的原位观测

微动, 是指在机械振动、温度循环变化等交幅变化载荷的耦合作用下, 在接触面之间发生的位移幅度在微米量级的相对运动^[53,54]. 微动工况下接触区边缘存在高应力集中, 在往复载荷作用下易萌生疲劳裂纹, 裂纹扩展直至引起断裂的过程称为微动疲劳. 微动疲劳是导致结构件破坏的重要原因之一, 航空发动机和

图 28 600°C下不同第二晶向的疲劳小裂纹扩展路径. (a) [010], (b) [110]^[49]

Figure 28 The small fatigue crack propagation path at different secondary orientation at 600°C. (a) [010] and (b) [110] [49].

图 29 (网络版彩图)不同第二晶向下的主导滑移系图: (a) 晶向[010]初始循环, (b)晶向[010]稳定循环, (c)晶向[110]初始循环, (d)晶向[110]稳定循环^[50]

Figure 29 (Color online) Dominant slip system map: (a) orientation [010], the initial cycle; (b) orientation [010], the stable cycle; (c) orientation [110], the initial cycle; (d) orientation [110], the stable cycle [50].

图 30 不同第二晶向下微动疲劳滑移线差异. (a), (b) [010]; (c), (d) [110] [55,56]

Figure 30 Slip line and crack behaviors at different secondary orientations. (a), (b) [010] and (c), (d) [110] [55,56].

燃气轮机中涡轮盘与涡轮叶片之间的燕尾榫槽接触是典型的微动疲劳工况。

Han 等人 [55,56] 以应用于高性能叶片的镍基单晶合金为材料, 设计了一套可进行原位观测的微动疲劳实验装置, 开展了微动接触区的 SEM 原位实时观测. 实验显示不同晶向下镍基单晶合金微动疲劳的滑移系开动、滑移线模式、裂纹萌生行为有显著差异. 如图 30 所示, 对于一种晶向, 可观测到 3 种类型的滑移线, 裂纹沿着平直方向萌生; 对于另一种晶向, 只有 2 种 45° 倾斜的滑移线, 裂纹沿着 45° 之字形方向萌生. 裂纹均沿着滑移线的方向萌生, 表明镍基单晶微动疲劳的裂纹萌生行为与晶体学滑移密切相关. 小裂纹萌生于滑移线的累积区域, 并沿着滑移线方向扩展, 从而证实在微动接触疲劳下, 晶体中的位错滑移仍然是主导的塑性变形机制.

应用晶体塑性有限元模拟了不同晶向下滑移行为和裂纹萌生的差异, 计算中根据 12 个八面体滑移系中的最大塑性应变判断开动的滑移系, 并据此给出了接触区域主导滑移面的云图. 模拟预测得到的滑移线模式与原位实验观测取得了良好的对照 (如图 31 所示).

图 31 (网络版彩图)微动疲劳滑移系开动情况的实验与模拟对照图 [55,56]

Figure 31 (Color online) Fretting fatigue slip system initiation: a comparisons between the experimental observations and the simulation results [55,56].

使用累积塑性应变可以有效预测裂纹萌生的位置和方向 (如图 32 所示), 接触区边缘开动的主导滑移面的差异导致了不同晶向下裂纹萌生方向的不同.

5 结论与展望

原位 SEM 高温力学测量技术是理解材料的高温

图 32 (网络版彩图)根据累积塑性应变预测裂纹萌生的位置和方向, (a)模拟与(b)实验对照^[55,56]

Figure 32 (Color online) Fatigue crack initiation prediction based on accumulated equivalent plastic strain map: a comparison between simulation (a) and experimental results (b) [55,56].

失效机理的重要手段. 本文对原位SEM高温力学测量技术的发展进行了初步的介绍, 综述了近年来国内外在SEM环境下发展的原位高温加热系统、成像方法和变形测量技术, 并重点介绍作者在提高SEM高温成像质量, 以及镍基合金在高温变形、疲劳与断裂方面的研究进展, 包括镍基单晶材料低周疲劳性能的原位观测、镍基单晶疲劳小裂纹扩展行为的细观研究、单晶合金疲劳失效模式的影响机制、取向相关的疲劳失效准则和微动对疲劳性能的影响等. 对于该技术的发展我们给出如下的总结和展望:

(1) 目前已经发展了多种微型高温实验机、高温纳米压痕仪和基于MEMS的高温力学测量平台, 可在SEM环境下原位实现被测材料的高温变形、蠕变、疲劳和断裂等力学性能测量. 测量试件的尺寸从mm至几十nm量级, 温度最高可达1500°C. 因此, 可以满足大多数高温变形实验的要求. 但是, 对于疲劳、蠕变等长时间的实验在温度稳定性、变形场测量等方面仍存在较大困难, 尤其是对于腐蚀、氧化等特殊环境的测试技术仍为空白. 因此, 发展多功能、长时间和多环境下的原位SEM高温测量平台将成为今后的研究重点.

(2) 原位SEM可观测温度与高温平台所能提供的最高加热温度两者仍有较大差距. 虽然上文中提出了改变加热方式、增加屏蔽系统和施加最优反向电压等方式抑制热噪声, 但对于超过1000°C高温的测量情况仍无法满足需求, 通过发展二次电子、背散射电子, EBSD, EDS (Energy Dispersive Spectrometer)等多成

像模式结合的方法或许可以实现信息互补, 从而构建完整的原位高温成像方法.

(3) 在原位SEM高温变形测量上, 已经成功将散斑和云纹等方法运用于高温SEM环境, 并且变形载体的高温稳定性已经可以满足1000°C下不退化, 但是对原位SEM高温变形测量精度的研究仍缺乏系统分析, 需要进一步提出系统化的高精度、高速全场变形分析与计算方法. 尤其是在面对SEM等高空间分辨成像环境, 需要发展更加稳定和精细的变形载体, 以适应高温材料不同的变形模式.

(4) 针对SEM原位高温力学测量的几个挑战问题, 我们认为热电子发射是无法逾越的材料物理本征特性, 并且每个材料都存在各自的成像极限温度; 对于热不稳定材料目前仍缺乏有效的方法研究其高温性能; 目前仍缺乏系统的技术解决材料温度不稳定所造成的图像畸变对精细的变形测量与表征影响, 理解和量化这样的畸变成为关键; 相对而言, 发展稳定的变形载体和高速变形计算方法已经有很好的研究且更容易突破和解决.

(5) SEM原位测量技术在材料的高温力学性能研究中发挥了越来越重要的作用, 并取得了大量的研究成果. 尤其是SEM原位观测能够直接地显示材料微观结构的演化过程, 这为建立基于清晰物理机制的宏微观力学模型奠定了基础. 目前, 需要重点关注材料宏观高温力学性能与其微结构在高温、应变率以及应力作用下性能的关联研究.

致谢 感谢清华大学实验中心徐曼琼女士在实验方面的帮助和有益的讨论, 感谢金鹏博士对文章文字的修改.

参考文献

- 1 McMullan D. Scanning electron microscopy 1928-1965. *Scanning*, 2006, 17: 175–185
- 2 McMullan D. Von Ardenne and the scanning electron microscopy. *Proc Roy Microsc Soc*, 1988, 23: 283–288
- 3 Goldstein J I, Newbury D E, Joy D C, et al. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Berlin: Springer, 2003
- 4 Nützel R, Affeldt E, Göken M. Damage evolution during thermo-mechanical fatigue of a coated monocrystalline nickel-base superalloy. *Int J Fatigue*, 2008, 30: 313–317
- 5 Schoettle C, Sinclair I, Starink M J, et al. Deflected ‘teardrop cracking’ in nickel based superalloys: Sustained macroscopic deflected fatigue crack growth. *Int J Fatigue*, 2012, 44: 188–201
- 6 Jiang C, Lu H, Zhang H, et al. Recent advances on *in situ* SEM mechanical and electrical characterization of low-dimensional nanomaterials. *Scanning*, 2017, 2017: 1985149
- 7 Torres E A, Ramirez A J. *In situ* scanning electron microscopy. *Sci Tech Weld Join*, 2011, 16: 68–78
- 8 Pan B, Wu D, Wang Z, et al. High-temperature digital image correlation method for full-field deformation measurement at 1200°C. *Meas Sci Technol*, 2011, 22: 015701
- 9 Kontis P, Alabort E, Barba D, et al. On the role of boron on improving ductility in a new polycrystalline superalloy. *Acta Mater*, 2017, 124: 489–500
- 10 Lucas B N, Oliver W C. Time dependent indentation testing at non-ambient temperatures utilizing the high temperature mechanical properties microprobe. *MRS Proc*, 1994, 356: 645
- 11 Wheeler J M, Raghavan R, Michler J. *In situ* SEM indentation of a Zr-based bulk metallic glass at elevated temperatures. *Mater Sci Eng-A*, 2011, 528: 8750–8756
- 12 Wheeler J M, Armstrong D E J, Heinz W, et al. High temperature nanoindentation: The state of the art and future challenges. *Curr Opin Solid State Mater Sci*, 2015, 19: 354–366
- 13 Fritz R, Kiener D. Development and application of a heated *in-situ* SEM micro-testing device. *Measurement*, 2017, 110: 356–366
- 14 Korte S, Stearn R J, Wheeler J M, et al. High temperature microcompression and nanoindentation in vacuum. *J Mater Res*, 2012, 27: 167–176
- 15 Smith J F, Zheng S. High temperature nanoscale mechanical property measurements. *Surf Eng*, 2000, 16: 143–146
- 16 Karanjgaokar N J, Oh C S, Chasiotis I. Microscale experiments at elevated temperatures evaluated with digital image correlation. *Exp Mech*, 2011, 51: 609–618
- 17 Sun L, Ling X, Li X. Alternating-current induced thermal fatigue of gold interconnects with nanometer-scale thickness and width. *Rev Sci Instrum*, 2011, 82: 103903
- 18 Chang T H, Zhu Y. A microelectromechanical system for thermomechanical testing of nanostructures. *Appl Phys Lett*, 2013, 103: 263114
- 19 Sim G D, Park J H, Uchic M D, et al. An apparatus for performing microtensile tests at elevated temperatures inside a scanning electron microscope. *Acta Mater*, 2013, 61: 7500–7510
- 20 Sim G D, Vlassak J J. High-temperature tensile behavior of freestanding Au thin films. *Scripta Mater*, 2014, 75: 34–37
- 21 Mele L, Konings S, Dona P, et al. A MEMS-based heating holder for the direct imaging of simultaneous *in-situ* heating and biasing experiments in scanning/transmission electron microscopes. *Microsc Res Tech*, 2016, 79: 239–250
- 22 Gregori G. *In situ* SEM imaging at temperatures as high as 1450°C. *J Electron Microsc*, 2002, 51: 347–352
- 23 Chakkedath A, Maiti T, Bohlen J, et al. Contraction twinning dominated tensile deformation and subsequent fracture in extruded Mg-1Mn (Wt Pct) at ambient temperature. *Metall Mat Trans A*, 2018, 49: 2441–2454
- 24 Yin D D, Wang Q D, Boehlert C J, et al. *In-situ* Study of the Tensile Deformation and Fracture Modes in Peak-Aged Cast Mg-11Y-5Gd-2Zn-0.5Zr (Weight Percent). *Metall Mat Trans A*, 2018, 47: 6438–6452
- 25 Wang H, Boehlert C J, Wang Q D, et al. *In-situ* analysis of the slip activity during tensile deformation of cast and extruded Mg-10Gd-3Y-0.5Zr (wt.%) at 250°C. *Mater Charact*, 2016, 116: 8–17
- 26 Wang H, Boehlert C J, Wang Q, et al. Analysis of slip activity and deformation modes in tension and tension-creep tests of cast Mg-10Gd-3Y-0.5Zr (Wt Pct) at elevated temperatures using *in situ* SEM experiments. *Metall Mat Trans A*, 2016, 47: 2421–2443
- 27 Wang H, Boehlert C J, Wang Q D, et al. *In-situ* analysis of the tensile deformation modes and anisotropy of extruded Mg-10Gd-3Y-0.5Zr (wt.%) at elevated temperatures. *Int J Plast*, 2016, 84: 255–276

- 28 Torres E A, Montoro F, Righetto R D, et al. Development of high-temperature strain instrumentation for *in situ* SEM evaluation of ductility dip cracking. *J Microsc*, 2014, 254: 157–165
- 29 Summers W D, Alabort E, Kontis P, et al. *In-situ* high-temperature tensile testing of a polycrystalline nickel-based superalloy. *Mater High Temp*, 2016, 33: 338–345
- 30 Liang J, Wang Z, Xie H, et al. *In situ* scanning electron microscopy-based high-temperature deformation measurement of nickel-based single crystal superalloy up to 800°C. *Opt Lasers Eng*, 2018, 108: 1–14
- 31 Kasvayee K A, Ghassemali E, Salomonsson K, et al. Microstructural strain mapping during *in-situ* cyclic testing of ductile iron. *Mater Charact*, 2018, 140: 333–339
- 32 Li N, Sutton M A, Li X, et al. Full-field thermal deformation measurements in a scanning electron microscope by 2D digital image correlation. *Exp Mech*, 2008, 48: 635–646
- 33 Sutton M A, Li N, Joy D C, et al. Scanning electron microscopy for quantitative small and large deformation measurements part I: SEM imaging at magnifications from 200 to 10,000. *Exp Mech*, 2007, 47: 775–787
- 34 Zhu T, Sutton M A, Li N, et al. Quantitative stereovision in a scanning electron microscope. *Exp Mech*, 2011, 51: 97–109
- 35 Chen H, Liu D. Advances in scanning electron microscope moiré. *Exp Mech*, 2001, 41: 165–173
- 36 Xie H, Shang H, Dai F, et al. Phase shifting SEM moiré method. *Opt Laser Tech*, 2004, 36: 291–297
- 37 Li C, Liu Z, Xie H, et al. Novel 3D SEM moiré method for micro height measurement. *Opt Express*, 2013, 21: 15734–15746
- 38 Martin G, Caldemaison D, Bornert M, et al. Characterization of the high temperature strain partitioning in duplex steels. *Exp Mech*, 2013, 53: 205–215
- 39 Li C, Xie H, Liu Z, et al. Experimental study on stress concentration of nickel-base superalloy at elevated temperatures with an *in situ* SEM system. *Mech Mater*, 2016, 103: 87–94
- 40 Tracy J, Waas A, Daly S. A new experimental approach for *in situ* damage assessment in fibrous ceramic matrix composites at high temperature. *J Am Ceram Soc*, 2015, 98: 1898–1906
- 41 Kammers A D, Daly S. Self-assembled nanoparticle surface patterning for improved digital image correlation in a scanning electron microscope. *Exp Mech*, 2013, 53: 1333–1341
- 42 Edwards T E J, Di Gioacchino F, Springbett H P, et al. Stable speckle patterns for nano-scale strain mapping up to 700°C. *Exp Mech*, 2017, 57: 1469–1482
- 43 Walley J L, Wheeler R, Uchic M D, et al. *In-situ* mechanical testing for characterizing strain localization during deformation at elevated temperatures. *Exp Mech*, 2012, 52: 405–416
- 44 Marx M, Vehoff H. Propagation of microcracks in single crystalline nickel-based superalloys: size effects on the crack opening. *Mater Sci Eng-A*, 2004, 387-389: 511–515
- 45 Ma X, Shi H J. *In situ* SEM studies of the low cycle fatigue behavior of DZ4 superalloy at elevated temperature: Effect of partial recrystallization. *Int J Fatigue*, 2014, 61: 255–263
- 46 Ma X, Shi H J, Gu J. *In-situ* scanning electron microscopy studies of small fatigue crack growth in recrystallized layer of a directionally solidified superalloy. *Mater Lett*, 2010, 64: 2080–2083
- 47 Ma X, Shi H, Gu J, et al. *In-situ* observations of the effects of orientation and carbide on low cycle fatigue crack propagation in a single crystal superalloy. *Procedia Eng*, 2010, 2: 2287–2295
- 48 Zhang Y, Shi H J, Gu J, et al. Crystallographic analysis for fatigue small crack growth behaviors of a nickel-based single crystal by *in situ* SEM observation. *Theor Appl Fract Mech*, 2014, 69: 80–89
- 49 Qiu W, He Z, Fan Y N, et al. Effects of secondary orientation on crack closure behavior of nickel-based single crystal superalloys. *Int J Fatigue*, 2016, 83: 335–343
- 50 He Z, Qiu W, Fan Y N, et al. Effects of secondary orientation on fatigue crack initiation in a single crystal superalloy. *Fatigue Fract Eng Mater Struct*, 2018, 41: 935–948
- 51 Peirce D, Asaro R J, Needleman A. An analysis of nonuniform and localized deformation in ductile single crystals. *Acta Metall*, 1982, 30: 1087–1119
- 52 Peirce D, Asaro R J, Needleman A. Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids. *Acta Metall*, 1983, 31: 1951–1976
- 53 Juoksukangas J, Lehtovaara A, Mäntylä A. Experimental and numerical investigation of fretting fatigue behavior in bolted joints. *Tribol Int*,

2016, 103: 440–448

- 54 Araújo J A, Susmel L, Pires M S T, et al. A multiaxial stress-based critical distance methodology to estimate fretting fatigue life. *Tribol Int*, 2017, 108: 2–6
- 55 Han Q N, Qiu W, Shang Y B, et al. *In-situ* SEM observation and crystal plasticity finite element simulation of fretting fatigue crack formation in Ni-base single-crystal superalloys. *Tribol Int*, 2016, 101: 33–42
- 56 Han Q N, Qiu W, He Z, et al. The effect of crystal orientation on fretting fatigue crack formation in Ni-based single-crystal superalloys: *In-situ* SEM observation and crystal plasticity finite element simulation. *Tribol Int*, 2018, 125: 209–219

***In-situ* high-temperature mechanical property measurement technology and its application in scanning electron microscope**

LIANG JieCun^{1,2}, HAN QiNan¹, HE ZhiWu¹, WANG Zhen^{1,2}, XIE HongFu^{1,2}, LI XiDe^{1,2*}
& SHI HuiJi¹

¹ Department of Mechanical Engineering, Tsinghua University, Beijing 100084, China;

² Center for Nano and Micro Mechanics, Tsinghua University, Beijing 100084, China

Scanning Electron Microscope (SEM) is an important observational device in scientific research. Over the past decades, scientists have been working on the high temperature deformation measurement and characterization of the critical alloy materials and components in hot sections by *in situ* observations with SEM. The *in situ* observations have both important theoretical and high engineering significance in understanding the mechanisms of the microstructure damage evolution of the alloys, understanding their high temperature failure mechanisms, extracting mechanical parameters and improving the accuracy of life prediction methods. However, *in situ* high temperature measurements in a SEM environment pose major challenges in high efficiency heat source design, establishment of stable high contrast microscopic images, and quantitative measurement of the deformation fields in high temperature environment. New methods and approaches must be therefore developed for measurement of mechanical properties in such harsh environment. In the study presented here, the major difficulties and challenges associated with high temperature experiments implemented *in situ* SEM are introduced firstly, especially the imaging failure at high temperature. The developments of high temperature *in situ* SEM technology in recent years are then reviewed, including high temperature *in situ* test instruments, high temperature imaging technology, and high temperature deformation measurement methods. On this basis, some new research results achieved by our group in the field of creep, fatigue and fracture of nickel based alloy materials at high temperature are introduced, such as the fatigue small and long crack growth behaviors at different temperature as well as in different crystallographic orientations. Nickel based alloy is the critical material for gas turbine and aero-engine due to their excellent creep, fatigue and corrosion resistance at high temperature. Finally, some conclusions of current development in this research field are presented, meanwhile works that need to be further extended in the future are also pointed out.

scanning electron microscopy, *in-situ*, high temperature mechanical property, deformation measurement, fatigue, fracture

PACS: 46.50.+a, 46.80.+j, 07.20.Ka, 07.20.Hy, 79.40.+z

doi: [10.1360/SSPMA2018-00148](https://doi.org/10.1360/SSPMA2018-00148)