基于先进光源的内部力学行为实验研究进展

许峰*, 胡小方

中国科学技术大学工程科学学院近代力学系, 中国科学院材料力学行为和设计重点实验室, 合肥 230027

*联系人, E-mail: xufeng3@ustc.edu.cn

收稿日期: 2018-05-04; 接受日期: 2018-07-04; 网络出版日期: 2018-08-10

国家自然科学基金(编号: 11722221)、国家重点研发计划(编号: 2017YFA0403800)和中央高校基本科研业务费专项资金(编号: WK2090050040)资助项目

摘要 关键材料的失效破坏是航空航天、桥梁、高铁等重要工程领域中的关键问题, 是人类历史上众多无法磨灭的事故和灾难的根本原因。材料宏观层面可见的失效破坏, 由其内部无法观察的微观力学行为决定, 因而对内部微观力学行为的可视化实验研究是从本质上理解失效破坏机理的重要基础。传统的实验力学测试方法(声测、光测、电测等), 均难以实现对材料内部力学行为的直接实验观测。随着近年来同步辐射、中子等先进光源的不断涌现, 为发生在材料内部的损伤失效过程的原位实验带来了可能。本文从时空尺度的角度, 对国内外利用同步辐射和中子源的内部力学三维实验研究的相关工作进行了整理和综述, 在此基础上分析了揭示材料失效破坏固体力学难题在实验力学内部表征方法上面临的挑战, 并对基于先进光源的内部力学行为测试原理、方法和技术的发展趋势进行了探讨。

关键词 先进光源, 材料失效破坏, 内部力学行为, 同步辐射光源, 中子源

PACS: 46.50.+a, 07.85.Qe, 29.25.Dz

1 引言

工程上的重大灾难往往始于关键材料的失效破坏。例如在航天领域, 1986年美国挑战者号航天飞机在升空73 s后爆炸, 造成机上7名宇航员全部丧生。事故原因调查显示: 火箭上用于保护接合处的“O圈”受低温影响脆断, 导致燃料泄露, 从而引发固态火箭助推器爆炸。2003年美国哥伦比亚号航天飞机返航时失事, 7名宇航员全部遇难。事故原因是隔热瓦变形脱落击中机体导致失事。在航空领域, 2007年美国一架F15C鹰

式战斗机在飞行过程中解体。事故原因在于关键支撑构件桁梁断裂, 导致机头与机身解体。2002年, 中华航空611号航班从台湾飞往香港的途中, 在万米高空上发生解体, 造成机上206名乘客及19名机组成员全部遇难。失事原因是机尾蒙皮发生金属疲劳开裂, 造成飞机机尾脱落; 因舱体突然失压, 飞机结构全面解体。另据统计, 疲劳失效问题占航空涡轮发动机全部构件损伤原因的49%^[1]。在工程领域, 1967年, 美国俄亥俄州肯纳卡吊桥发生坍塌, 造成46人死亡, 被《时代周刊》评为百年十大最恶劣塌桥事件之一, 事故原因为该桥

引用格式: 许峰, 胡小方. 基于先进光源的内部力学行为实验研究进展. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2018, 48: 094611
Xu F, Hu X F. Experimental research of inside mechanical behavior based on advanced light source (in Chinese). Sci Sin-Phys Mech Astron, 2018, 48: 094611, doi: 10.1360/SSPMA2018-00178

靠近俄亥俄州一面的链环疲劳断裂。

材料从开始变形直至失效破坏是一个逐渐劣化的过程, 突然发生的宏观破坏是内部微结构演化不断累积的结果。服役过程中, 由于材料内部存在纳米尺度甚至分子原子尺度上的空穴、位错等缺陷, 导致局部出现微损伤萌生; 随着外力或外场的加载, 微损伤扩展、串接、汇合、失稳、经量变累积直至发展成为宏观表面可见的损伤和破坏。由此可见, 材料宏观层面可见的破坏往往源于其内部损伤和变形的长时间累积, 理解材料内部变形损伤失效机制是预防材料破坏的关键前提。然而, 由于内部三维在线实验的困难, 材料断裂至今为止仍然是固体力学领域的关键难题之一。传统实验方法, 如超声、实验室X射线等虽然可以进行内部全场检测, 空间分辨能力却难以满足微纳及更小尺度的研究需求; 扫描电子显微镜、透射电子显微镜等虽然具备高空间分辨率的优势, 却只能进行表面/近表面检测, 无法用于内部全场表征; 共聚焦显微技术能够进行高空间分辨率的内部全场检测, 但受限于扫描时间, 难以满足动态力学过程的时间分辨需求。同时在极端环境与复杂外力条件下实现原位的实验表征, 一直是实验力学研究人员的梦魇。

近年来, 随着同步辐射、中子等先进光源的不断涌现, 其强穿透、高时空分辨、原位在线无损等优势, 为解决材料失效破坏这一固体力学世纪难题带来了曙光。想要全面准确地理解材料失效破坏机制, 基于先进光源的内部原位实验须具备以下两点特征:

第一, 多空间尺度。如图1所示, 材料失效破坏是一个从原子键尺度到宏观尺度跨越近10个数量级空间尺度的过程, 材料在不同空间尺度下的内部变形、损伤和失效等力学行为存在巨大差别, 具有很强的空间结构依赖性。例如, 对于纤维增强或增韧的复合材料, 在宏观尺度下主要变形机制包括脆性、弹性、塑性、屈服等基于连续、均匀、各向同性等基本假设的宏观力学响应规律; 在微纳尺度下, 主要变形机制是纤维、基体之间的应力传递, 损伤机理主要为界面微裂纹形核和扩展; 而在分子原子尺度下, 损伤机制主要为界面微区化学组分、原子排列变化、化学键断裂等及其引起的界面物化特性改变。而对于金属材料, 同样具有相应的空间尺度效应, 例如, 对于纳米晶金属(平均晶粒小于100 nm), 其变形机理为晶界变形方式(晶界转动和晶界滑移等), 而对于粗晶材料(平均晶粒大于1 μm)

其变形机理则以位错运动为主。不同尺度下变形机制的转变也决定了材料的宏观力学性能及损伤失效机制。因此, 为了全面地理解材料变形、损伤和失效过程, 必须在不同的空间尺度上对材料内部力学行为进行研究。

第二, 多时间尺度。材料的内部力学行为与其加载速率密切相关, 即力学响应具有极强的应变率效应(典型的时间依赖性)。如图2所示, 不同的力学过程对应不同的时间尺度, 材料失效破坏研究所覆盖的时间尺度可达10个数量级以上。对动态力学过程, 静态/准静态条件下的理论和实验研究无法准确揭示其力学响应机制, 进行相应时间分辨率的研究, 是解决材料损伤失效问题的必要条件。例如, 随着应变率的增加, 宏观上通常表现为材料屈服强度的增加、韧性的显著降低和失效模式的显著改变。对于金属材料(比如体心立方晶体, BCC), 在超低应变率加载条件下(例如蠕变实验), 塑性变形的机制有晶格扩散和密排面滑移等。在晶格扩散过程中, 原子穿过晶体内部空穴或延晶体边界进行扩散, 从而产生宏观的塑性变形; 而密排面晶内滑移主要由可动位错在密排面的低速运动来提供局部蠕变塑性变形。在低应变率加载条件下(例如标准材料力学性能实验), 基于扩散机制引发的损伤和失效模式主要是微空穴形核和微裂纹的低速扩展, 材料的塑性变形机制主要为在不同滑移系内的位错运动, 宏观塑性变形是不同滑移系的不断启动和位错运动的累积效应。材料的损伤机理主要为微裂纹在晶界处的形核和扩展, 宏观失效通常表现为材料的沿晶断裂。在中、高应变率的动态过程中(例如霍普金森杆冲击加载实验), 随着应变率的显著增加, 位错运动速度已不能匹配材料塑性变形速度, 变形孪晶或晶界滑动等快速变形机制将逐步成为材料变形的主要机理。在高应变率条件下, 位错运动在位错交割过程中将出现自钉扎现象, 这些新的变形机理是发展动态位错动力学理论的必要基础。在动态过程加载条件下, 材料损伤和失效主要通过位错自钉扎空穴位置的微裂纹快速形核和穿晶断裂为主。因此, 对于不同特征时间尺度的力学行为, 必须在相应时间尺度上开展研究。

本文针对材料失效破坏这一关键力学问题, 从不同的空间和时间尺度, 对国内外利用同步辐射和中子等先进光源的内部三维实验进展进行整理和综述, 在此基础上分析内部力学行为表征面临的挑战, 并对基

图 1 (网络版彩图)失效破坏过程内部力学行为空间尺度示意图

Figure 1 (Color online) The special scale of internal mechanical behavior in fracture process.

图 2 (网络版彩图)失效破坏过程时间尺度示意图

Figure 2 (Color online) The time scale of internal mechanical behavior in fracture process.

于先进光源的内部力学行为测试原理、方法和技术的发展趋势进行探讨。

2 研究现状

将从空间尺度、时间尺度两个方面进行综述, 对近年来国内外研究人员基于先进光源, 在金属及合金材料、非金属及复合材料、电化学能源材料等领域的内部力学实验工作进行整理和介绍。

2.1 多空间尺度内部力学行为实验研究

由于材料失效破坏过程的多尺度空间结构依赖性, 在不同的空间尺度上对研究材料内部力学行为进行研究是解决材料失效破坏问题的基础。基于先进光源的实验表征方法, 覆盖了从毫米到纳米的空间尺度范围, 研究人员利用同步辐射、中子等先进光源, 在不同空间尺度上均开展了广泛的力学研究工作。

2.1.1 毫米-微米尺度内部实验

(1) 在金属与合金材料领域, 研究人员利用中子、X射线等光源进行了内部力学行为表征。射线穿过样

品, 与物质发生相互作用, 导致射线强度、位相等信息的改变, 从而反演内部结构及力学参量, 其基本光路原理如图3所示。

热中子区域中多晶材料的总散射截面含有关于中子穿过样品时所经历的散射过程的有价值的信息, 尤其在于其可以显示选定晶格面系的特征不连续性或布拉格边缘。Steuer等人^[2]开发了一种能够记录这些特征的飞行时间传输探测器, 并且通过简单的两相Fe-Cu测试对象来验证定量相分析和结晶相成像的应用, 空间分辨为2 mm。文中提出了两种评估绝对相体积(路径长度)的方法。第一种方法是基于使用基本轮廓信息评估布拉格边缘振幅。第二种方法在通过特征边缘识别相位之后, 使用Rietveld型拟合将重点放在频域信息上。

许多材料具有非随机分布的取向, 在这些材料中, 许多物理性质是各向异性的。特别是热中子穿过织构材料的透射率强烈依赖于中子波长和样品取向。Santisteban等人^[3]研究了自然发生和人造体的中子总横截面中存在的巨大差异, 与随机定向微晶预期的简单行为相反。文章进行了一系列金属物体沿不同取样方向的飞行时间透射测量, 空间分辨率2 mm, 讨论了这种

图 3 (网络版彩图)内部力学行为射线检测原理示意图

Figure 3 (Color online) The mechanism of internal mechanical behavior testing by rays.

技术对宏观样本中纹理空间变化的非破坏性表征的可能性. 最后, 文章提供了一个表达式, 将取向相关的总横截面与传统衍射实验中测得结果相关联.

Liu等人^[4]研究了一些Ni基高温合金(包括Inconel 600, Hastelloy X和Hastelloy C-276)在750°C的熔融氟盐中的腐蚀行为. 用同步辐射X射线微束荧光(μ -XRF)和同步辐射X射线衍射(SR-XRD)技术分析腐蚀样品的形貌和微观结构. μ -XRF和SR-XRD结果表明, Ni基合金在熔盐中的主要贫化合金元素为Cr, 合金中Mo含量较高和Cr含量较低是抗腐蚀性能更好的原因. 空间分辨率约为10 μm 量级.

Huang等人^[5]采用原位同步辐射小角X射线散射(SAXS)方法探测超声熔融处理后Al-Cu合金熔体中散射结构的变化. 结果表明, 空化会在团簇或杂质上产生核, 剩余物在过热度较低的熔体中显示更大的尺寸和更低的表面分形维数, 可以保持晶粒细化趋势至少20 min. 像素空间分辨率为80 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

对于具有裂纹的工程部件, 评估可靠性对于工程设计来说非常重要. X射线衍射法现被广泛用于非破坏性地测量晶体材料中的残余应力. Akiniwa等人^[6]利用同步辐射XRD测量了具有超细晶粒表面层的钢板中疲劳裂纹附近的应变分布, 平行于裂纹扩展方向的空间分辨率为0.1 mm.

Woracek等人^[7]使用冷中子反应堆源的波长选择性中子照相术测量平面应力条件下的钢样品中的应变和准确(残余)应力. 文中提出了一种新技术, 该技术使用基于双晶单色器的能量分辨中子成像系统, 并配备了专门开发的(原位)双轴负载框架来执行基于布拉格边缘的透射成像. 中子成像技术可在7 cm $\times$ 7 cm的观察区域内实现约0.1 mm的空间分辨率. 对于铁素体钢合金A36样品, 可在空间上分辨对应于(110)晶格面的布拉格边缘的应力引起的位移. 使用中子衍射和基于电阻的应变片获得的数据一致, 证明了该技术的可靠性.

Pierret等人^[8]通过结合表面测量和中子断层扫描来进行中子衍射测量, 克服了中子衍射应力分析技术应用于复杂内部几何形状的部分空心物体的难题. 使用该技术, 测量了单晶镍基超级合金涡轮机叶片中跨越翼型的三轴残余应变变化, 空间分辨率133 μm .

Woracek等人^[9]提出了一种新的非破坏性表征方法, 该方法可以实现用50 μm 高空间分辨率来确定大体积样品体内结晶相的空间分布和体积范围. 它能够揭示测量体积内的不均匀性的宝贵优势. 断层扫描重建可以同时显示晶体相和几何差异, 例如裂纹和孔洞. 该技术为各种科学领域的材料研究开辟了新的途径, 例如自然科学、材料研究、地球科学甚至生物学或医学科学. 通过同时研究多个布拉格边(使用飞行时间或单色器方法), 可以进一步提高此类测量的准确性.

Brooks等人^[10]利用吸收、衍射和散射的中子成像方法研究了选择性激光熔化(SLM)和传统制造的不锈钢(SS)316狗骨标准样品中的疲劳, 空间分辨率30 μm . 此外, 为了有效地检测微裂纹演变, 采用了两种基于光栅的中子干涉测量法Talbot-Lau和远场法. 两种干涉测量方法都能通过暗场(散射)图像检测早期裂纹的形成.

(2) 在非金属及复合材料领域. Mertens等人^[11]利用空间分辨11 μm 的原位X射线计算机显微摄影术(CT)和数字体积相关(DVC)研究了增材制造(AM)聚合物基质复合物(PMC)的拉伸行为. 在这个实验中, 探讨了回收材料含量和印刷方向对选择性激光烧结(SLS)材料机械响应的影响. 高速CT成像可对变形和损伤过程进行定性分析, 包括复合材料中基体和颗粒相之间界面空洞的起始和扩展, 基体孔隙伸长和基体开裂. DVC的应用使得能够定量分析原位拉伸测试样品中存在的变形和损伤. 研究发现相对于层内方向, 复合材料的层间强度随着再循环材料的添加而显著降低(图4).

水分侵入建筑材料是多种破坏机制的起源. 在水泥基材料中, 裂缝的形成是一个常见问题, 并且会极大地加速水和腐蚀性物质的进入. 因此, van Tittelboom等人^[12]针对自动裂缝密封开展了研究. 在裂纹出现时, 损伤通过释放包封剂自主密封. 人工和自主密封裂缝的样品通过空间分辨率150 μm 中子X射线照相观察吸水情况表明, 在这两种情况下, 根据不同试剂的类

图 4 (网络版彩图)样品断层形貌及DVC计算所得应变分布^[11]

Figure 4 (Color online) The sample slice morphology and strain distribution calculated by DVC [11].

型可以防止水进入裂缝. 文中检测了3种不同试剂的效率, 结果表明使用聚氨酯防水剂是最有效的. 中子层析成像扫描表明, 当使用包封的甲基丙烯酸甲酯时, 结果并不理想, 原因在于试剂的部分组分在裂缝出现之前在胶囊内发生硬化.

van den Heede等人^[13]通过在砂浆上进行毛细吸收测试, 同时使用273 μm 空间分辨率中子照相术监测性吸水的时间依赖, 研究了纳入封装的高黏度和低黏度聚氨酯基修复剂以确保(多重)裂纹愈合的有效性. 总体视觉观察、水分/样本横截面积比率以及裂缝周围区域的水剖面及其积分, 没有显示出对高黏度或低黏度修复剂的偏好. 另一个观察结果是, 存在两个裂缝的情况下, 尤其是在使用后一种修复剂时, 只有一个被正确修复. 在释放修复剂后立即接触水刺激聚氨酯的发泡反应可以确保更好的裂纹闭合.

中子成像和中子断层扫描可以用作分析大块岩石样品的非破坏性工具. Winkler等人^[14]建立了空间分辨率为50 μm 的实验设备, 并讨论诸如相位分析和动态过程观察等应用.

Higo等人^[15]利用微焦点X射线CT, 进行了部分饱和和砂土在三轴压缩试验过程的应变局部化行为和微观结构演化, 并对样品中剪切带微结构进行了讨论. 研究发现, 相比于全饱和砂土和风干砂土样品, 应力-应变关系在部分饱和状态下表现出更强的软化行为.

木材的吸湿行为对其机械性能有很大影响, 但生长环结构内的水分梯度尚未得到充分研究. 主要挑战在于水分变化与强烈的样品变形相结合, 这使得潮湿

和干燥状态的空间参考变得复杂. Lanvermann等人^[16]将用于检测水的中子成像(NI)和用于检测局部变形的数字图像相关(DIC)相结合以计算单一生长内的局部重量含水量和体积含水量(MCvol)指标, 空间分辨率154 μm . 将挪威云杉的样品暴露于吸附-解吸循环, 相对湿度(RH)步骤从0%(烘箱干燥)至95%RH变化. 在每个步骤之后, 获得中子透射和DIC图像. 通过DIC确定的局部变形和中子成像结合计算其含水量. 早期木材(EW)和晚材(LW)之间未发现显著的含水量梯度. 然而, EW和LW之间的大密度梯度可以与MCvol直接相关. 研究表明, 不管特定的生长环位置如何, 细胞壁中的含水量是恒定的.

(3) 在电化学能源材料领域. He等人^[17]基于上海同步辐射装置(SSRF)的第三代同步加速器, 利用X射线CT技术进行了发动机喷嘴研究. 在发动机中, 空气流动极大地影响了油料的雾化特性, 及后续的油料燃烧和废气排放. 利用X射线CT获得了发动机喷嘴具有详细内部几何信息的精度三维结构, 并以此为基础开展了更精确的数值模拟研究, 像素空间分辨率为9 mm/pixel.

Manke等人^[18]通过单色X射线同步辐射层析成像和中子断层成像对Zn-MnO₂碱性电池在原位放电的不同阶段进行了研究(图5). X射线成像用于研究电池的不同组分的空间分布和形态的变化, 包括通过MnO₂的还原、Zn的溶解以及ZnO的成核和生长. 0.4 mm分辨率的中子断层扫描用于监测MnO₂基体中氢的空间分布变化, 并提供关于该过程的补充信息.

图 5 (网络版彩图)不同充放电状态的电池中Zn颗粒形貌及尺寸分布^[18]

Figure 5 (Color online) The Zn particles of battery and their size distribution in different conditions of charge and discharge ^[18].

Pekula等人^[19]在宾夕法尼亚州立大学Breazeale核反应堆开发了一种利用中子成像观察运行中的聚合物电解质燃料电池内两相流的程序。中子图像使得能够在实际工作条件下观察流道(~0.5 mm深)内的液态水和气体扩散介质(~200 μm厚)。在50 cm²图像区域中,空间分辨率大约为0.13 mm/像素。连续数字透视可以记录45 min。通过参考中子衰减与等效液体水厚度的校准查找表,可以确定池内的水体积。据发现,液态水倾向于积聚在燃料电池内的特定位置,这取决于工作条件。观察到阳极流路堵塞在低功率下发生,而较高的功率条件导致液滴分布更分散。

从以上综述可以看出,在微米-毫米尺度上,内部力学行为研究大多着眼于宏观或介观结构。这一尺度上,均匀性与连续性等假设一定程度上仍然适用,便于进行经典理论分析,易于与宏观性能相关联。毫米-微米尺度下,在金属及合金材料、非金属及复合材料、电化学能源材料等领域开展了结构表征、性能测

试等广泛的研究工作,取得了诸多研究成果。然而众所周知,宏观尺度的结构、性能等,是由更微观尺度的力学行为所决定的。因此要更加深入地理解内部力学行为机理,必须开展更高空间分辨率的实验研究。

2.1.2 微米-亚微米尺度内部实验

材料中,晶粒、夹杂、孔隙等关键结构往往处于微米-亚微米这一尺度范围。然而这一尺度下,尺度效应开始显现,局部不均匀性导致连续性假设不再适用,经典理论分析难以进行,因此这一尺度上的内部力学行为实验表征研究,对于材料失效破坏机制研究具有重要意义和价值。

(1) 在金属及合金领域。Gould等人^[20]通过使用高能X射线断层扫描(空间分辨率0.65 μm)测绘失效的风力涡轮机轴承内的白色蚀刻裂纹网络来阐明一些失效假设,以确定白色蚀刻裂纹起始的位置,以及钢内缺陷如夹杂物或碳化物团簇的作用。实验观察到了样品内部4个单独的裂纹网络,研究发现白色蚀刻裂纹表现为垂直裂纹扩展,锯齿状三点分枝和多个区域内的深色与浅色混合蚀刻微结构。

Al 7075合金中的夹杂物(组分颗粒)可分类为含Fe和含Si夹杂物。它们在材料变形行为中,特别是在疲劳载荷下,发挥重要作用。Singh等人^[21]利用空间分辨率1.4 μm的X射线同步辐射断层扫描获得Al合金在疲劳作用下包裹体和孔隙率的体积、尺寸和形态等微观组织的三维结构,并对其进行了定量分析。

为了解Co-Cr-Mo合金零件中缺陷形成机理,Zhou等人^[22]利用空间分辨0.74 μm同步辐射显微CT对样品内部缺陷进行精确3D图像。以往的传统研究主要基于2D SEM图像,因此无法提供复杂缺陷的三维形态信息。

Xu等人^[23]同步辐射原位CT技术对金属粉末微波烧结过程中的微结构演化进行了原位在线表征。基于CT形貌图像,提取了烧结颈等关键参量,进行了烧结动力分析(图6)。通过与传统烧结的对比,讨论了金属微波烧结中的特殊机制。

Wu等人^[24]采用高分辨率(0.7 μm)同步辐射X射线成像和理论建模的方法,对7075-T6等混合焊接铝铜合金接头的损伤严重强度进行了表征。为了阐明这种静态强度变化的物理原因,绘制了Zn, Cu等强化元素的分布和三维孔隙度。Ma等人^[25]采用同步辐射实时成

图 6 (网络版彩图)金属粉末微波烧结过程结构演化在线表征及烧结颈尺寸提取^[23]

Figure 6 (Color online) The *in situ* microstructure evolution in metal powder microwave sintering and the extracted sintering necks [23].

像技术对Ag₃Sn金属间化合物(IMC)在Sn-3.5Ag/Cu钎焊凝固过程中的生长行为进行了空间分辨率3.7 μm原位研究. 观察到了线性(半线)形状、Y形和V形3种生长模式, 研究发现不同方向上的生长速度基本相同, 凝固前期存在Ag₃Sn的竞争性生长现象, 以至于只有部分Ag₃Sn可以生长到最终阶段. Huang等人^[26]采用空间分辨率3.7 μm的同步辐射X射线成像技术研究了Al-10wt%Cu熔体中的空化气泡. 原位观察表明, 大部分气泡集中在辐射面附近的强烈气蚀区内. 测得的近似最大气泡半径遵循与水中相似的截断高斯分布. Yang等人^[27]利用空间分辨率0.74 μm的同步辐射X射线断层摄影技术研究和表征了Mg-30wt%Sn和Mg-30wt%Gd合金的α-Mg树枝晶的三维形态. 研究发现α-Mg树枝状晶体有18个主要分支, 其中6个沿基底面方向生长, 12个沿非基底面方向生长. Huang等人^[28]采用空间分辨率0.74 μm的同步辐射实时成像技术进行Ag₃Sn板在Ni-P下凸块金属化(UBM)下50 μm Sn-4.0Ag-0.5Cu倒装焊锡凸块的溶解和析出行为研究以及超薄焊点中过冷相的确定. Chen等人^[29]采用空间分辨率0.37 μm同步辐射X射线计算机断层扫描(SR-CT)和场发射扫描电子显微镜(FESEM)研究TiB₂颗粒在铝基原位MMCs中的团聚行为. 基于SR-CT和FESEM结果, 提出了在原位Al/TiB₂复合材料中最常见的片状凝聚物、絮凝聚集体和粗TiB₂颗粒团簇的形成机理. Qu等人^[30]利用同步

辐射原位实时成像技术研究了Sn/Cu界面金属间化合物(IMC)在焊接反应过程中的生长行为, 空间分辨率0.37 μm. 直接观察到相邻的IMC颗粒的吞并行为, 其随着焊接过程而减慢. Chen等人^[31]使用同步辐射显微成像技术来研究TiB₂对晶粒成核和生长动力学的影响, 空间分辨率3.7 μm. 观察表明, TiB₂粒子通过促进异质成核、增强枝晶碎片和限制枝晶生长来细化ZA27. Wang等人^[32]使用空间分辨率1.8 μm的同步辐射X射线成像技术原位研究在电流(例如, 直流(DC)和电流脉冲(ECP))下在固化的Sn-Bi合金中枝晶的生长行为和形态演变. 在DC和ECP下Sn-Bi合金树枝状晶体的形态演化已经使用同步辐射X射线显微相衬成像技术进行了原位观察. Qu等人^[33]通过空间分辨率0.37 μm的同步辐射实时成像技术原位研究界面气泡的生长行为和气泡对焊接过程中界面反应的影响. 利用该技术可以原位观察界面气泡的生长行为和Cu基底的溶解行为. 研究发现, 焊接过程中的界面气泡是异相成核, 固/液界面处的气泡显著影响Cu底物的溶解和气泡下界面IMC的生长. Mao等人^[34]利用同步辐射CT技术直接观察未改性和锆改性的Zn-27%Al-3%Si合金的凝固过程, 空间分辨率3.7 μm. 发现通过添加锆使初生硅的成核减少, 同时促进共晶硅的析出. Wang等人^[35]利用空间分辨率3.7 μm的同步辐射显微CT技术研究Al/Cu双金属在熔化和凝固过程中的界面扩散行为和微观结

构演变, 通过X射线图像中灰度级的演变定量分析双金属中Cu和Al的浓度变化. Zhu等人^[36]利用同步辐射CT技术观察到在电流下枝晶形态的演变, 空间分辨率为1.8 μm . 结果表明, 直流电可显著抑制枝晶生长, 并且枝晶尖端趋于圆整. 随着电流强度增加, 由于电流拥挤和围绕圆形尖端的溶质堆积, 枝晶尖端分裂. Huang等人^[37]利用同步辐射实时成像技术用于原位研究Sn/Cu焊料互连过程中界面 Cu_6Sn_5 金属间化合物(IMC)在回流焊过程中的溶解和生长行为, 空间分辨率0.74 μm . 研究表明: 所提出的基于Cu扩散通量的IMC增长模型, 实际上是由浓度梯度引起的, 很好地解释了界面 Cu_6Sn_5 IMC的溶解和沉淀机理.

(2) 在非金属及复合材料领域. Xing等人^[38]利用空间分辨率0.74 μm 的同步辐射显微CT技术分析微孔聚苯乙烯(PS)/聚乙烯(PE)合金泡沫的细胞形态. 不同于通过SEM观察细胞横截面, 同步辐射CT技术能够观察到聚合物泡沫中完整的细胞结构, 实验研究发现在添加了SEBS的PS/PE合金泡沫具有较小的平均细胞直径和较高的细胞密度.

碳纤维增强聚合物复合材料在强度、刚度、耐腐蚀性方面均具有优异的性能, 氧化处理可以提高其表面性能, 促进与基体的黏合, 从而进一步改善复合材料的性能. Hu等人^[39]利用空间分辨率0.7 μm 的同步辐射原位CT技术开展了碳纤维复合材料拉伸破坏过程的在线实验表征, 研究纤维表面氧化处理对复合材料力学性能的影响. 研究发现碳纤维体积分数较低的样品部位在一定载荷下更容易断裂; 相对于未处理的样品, 经过氧化处理后, 样品中断裂纤维比例增加了6.3%, 脱黏纤维比例降低了6.8%. 经过氧化处理后, 复合材料中纤维的无效长度减小了约20%. 实验结果表明, 经过氧化处理后, 复合材料中纤维的无效长度更短, 断裂纤维所占的比例更高, 复合材料拉伸强度更高, 这与理论分析的结果一致. 在对碳纤维复合材料失效破坏机制的研究中, Hu等人^[40]利用原位同步辐射CT技术观察到了气孔主导的损伤过程. 研究发现, 由于纤维端部的应力集中导致端部区域微孔洞的萌生, 在局部区域由于纤维分布上端部集中, 使得微孔洞互相连通发展为微裂纹, 进而裂纹扩展失稳最终导致断裂(图7).

(3) 在电化学能源材料领域. Huang等人^[41]同步辐射实时原位成像技术研究Cu/Sn-9Zn/Cu互连在液固电

迁移过程中的界面反应, 空间分辨率为0.74 μm , 实验中观察到了相反的极性作用.

Ma等人^[42]采用同步辐射成像技术原位观察Cu/Sn/Cu接头电迁移过程中阳极 Cu_6Sn_5 金属间化合物的生长情况, 空间分辨率为0.74 μm . 他们观察到厚度增长与时间呈线性关系, 阳极处的IMC(金属间化合物)以牺牲阴极基底的厚度为代价而生长; 并基于实验, 采用有限元数值模拟方法确定阳极IMC的厚度.

Chung等人^[43]利用原位同步辐射XRD技术, 研究了表面包覆氧化铝、氧化锆等材料在较宽电压范围多周期循环过程的结构变化, 氧化铝或氧化锆包覆的Li-CoO₂材料有着相似的结构变化特性, 其循环性能较好, 这与其晶胞参数“c”保持着较大变化范围有密切关系. “c”轴变化范围标示着充放电循环过程相转变反应在LiCoO₂和CoO₂两个终端间的进展程度. 高电位循环过程LiCoO₂循环容量衰减与计划加大密切相关, 表面包覆层保护着LiCoO₂颗粒表面, 提高其循环稳定性, 减少了高电位下电解液的分解, 而不是抑制循环过程中的结构变化.

当空间分辨率达到微米-亚微米尺度, 材料内部的非均匀性开始体现, 传统均匀性、连续性等假设不再适用. 由于经典理论的不适用, 这一尺度下的研究往往关注微观力学机理和力学模型. 基于实验表征所得结构学参量, 对动力学参量进行反演提取, 从而提出适用于当前空间尺度的新机制与新模型. 这一尺度下, 基于同步辐射与中子的实验方法, 在诸多领域均得到了广泛的应用. 同时为了进一步的纳观尺度研究, 要将力学行为实验研究向更高空间分辨推进. 然而基于中子的实验方法由于受到中子源通量和准直难度等因素限制, 分辨率仅能达到微米量级, 难以实现纳米分辨率的表征. 同步辐射实验方法则为纳米尺度内部实验提供了基础.

2.1.3 纳米尺度内部实验

(1) 在金属及合金领域. 纳米多孔金在各个领域都有很多潜在的应用, 包括能量储存、催化、传感和致动. 在自由腐蚀条件下合金化Ag-Au合金是制造纳米多孔金的简单方法. Chen-Wiegart等人^[44]利用纳米分辨率原位X射线投影和断层扫描重建在合金脱金过程中对脱金前沿位置进行成像. 并在合金化过程中实时观察到裂纹成核和生长.

图 7 (网络版彩图)微孔洞萌生、连通及扩展过程^[40]

Figure 7 (Color online) The initiation, connection and propagation of micro pores [40].

金属合金中纳米级析出物的分散体通过增加其应变硬化性并提供抗变形而在强化中起关键作用。虽然这些现象在20世纪被广泛研究,但过去采用的传统方法并未在这些材料中获得直观的微观结构表征。Kaira等人^[45]报道了在Al-Cu合金中实现基于同步辐射的硬X射线纳米分辨率成像(20 nm, 60 nm空间分辨率)以进行三维相变动力学测量,揭示了一些观察到的新型相变反应背后的机制,实验结果与来自Lifshitz-Slyozov-Wagner理论的粗化模型具有相当程度的一致性。

Bluhm等人^[46]利用X射线发射光谱法研究Pt(111)单晶表面上的水单层以及使用环境压力光电子能谱对碱金属卤化物溶液/水蒸气界面的研究,空间分辨率2.5 nm。实验结果表明,在软X射线能量范围内的光谱显微镜是研究存在水或水蒸气的环境下相关样品的极好工具。

一般对物质结构的认识很大程度上是基于周期性结构的X射线衍射研究以及将衍射图案转换(反演)为真实空间原子图。但是通过X射线确定非周期纳米级结构要困难得多。Eisebitt等人^[47]发展了一种用于纳米结构成像的多功能技术,其基于使用共振调谐的软X射线进行散射以及全息形成的干涉图案的直接傅里叶

反变换。对Co/Pt多层膜中随机磁畴结构成像的实验显示该技术具有50 nm的高空间分辨率。

(2) 在非金属及复合材料领域。Kaira等人^[48]对富含Sn的合金进行三维(3D)无损显微结构表征,分析了锡基体中细小的第二相颗粒的纳米级特征,空间分辨率为60 nm。

Holt等人^[49]利用同步辐射X射线布拉格投影层析成像(BPP)研究了光刻工程外延薄膜半导体异质结构的互补组件的晶格应变和旋转的纳米级分布,引入了一种新的分析方法,该方法能够独立于单个BPP相位重构来确定晶格旋转和平面外应变,并且将其应用于原型通道装置中的两个横向相邻的多轴受力材料。

Newton等人^[50]实现了从同样ZnO纳米晶体的6个布拉格反射中获得衍射图案。离子位移场的所有3个迪卡儿分量以及全部九分量应变张量都能被实验表征。

Kim等人^[51]使用高能同步辐射X射线进行XRD和SAXS测量,评估了纳米尺寸氧化物颗粒与热处理温度和时间之间的相关性,以表征这些颗粒在9Cr-ODS钢原料粉末中生长和聚结过程中的形成机理和行为。

Nakamae等人^[52]发展了利用同步辐射的先进纳米复合材料表面/界面结构和微观结构的分析方法,掠入

射(小角度和广角)X射线散射对于分析金属纳米粒子的烧结过程是非常有效的, 原位表征了聚合物膜的非常薄的表面层(约7 nm)处的聚合物分子和晶体取向的取向.

Shimomura等人^[53]通过原位X射线衍射(XRD)对分子束外延过程中InAs量子点(QDs)和各种帽层的生长进行直接测量. 基于在各种晶格常数下获得的XRD强度瞬变来讨论在封盖期间在QD和盖层中诱导的应变的演化.

Li等人^[54]利用小角X射线散射(SAXS)研究添加TiB₂颗粒对Al-15wt%Cu的熔体结构的影响. 结果表明, Al-Cu熔体中的聚集体呈现出质量分形特征和松散3D絮体的分布.

Ma等人^[55]通过同步辐射X射线衍射、扫描和透射电子显微镜以及相关电子背散射衍射对纳米TiB₂颗粒强化Al-Mg-Si合金进行了详细的微观结构研究, 以揭示引起异常机械行为的机制. 结果表明, 初始复合材料的晶粒尺寸为50–100 μm , 合成的纳米TiB₂颗粒几乎聚集在晶界处形成微米尺寸的团簇.

Raabe等人^[56]利用先进的扫描透射X射线显微镜(STXM)测量样品的定量化学成分、有机分子的取向以及浓缩物质的厚度. 该仪器具有良好的稳定性和高空间分辨率(约为20 nm), 还可以应用于环境科学实验中气溶胶粒子形态的观察和水中微气泡的观察.

(3) 在电化学能源材料领域, Kashkooli等人^[57]采用同步辐射X射线透射显微成像重建锂离子电池中常用的LiMn₂O₄电极活性颗粒的真实3D形态, 空间分辨率为54 nm, 文中研究了商业LMO电极中的扩散诱导应力和可能的机械损伤.

Kashkooli等人^[58]采用分辨率60 nm的同步辐射X射线纳米CT重建了LFP电极的三维形态, 建立了一种电极的三维结构的新模型, 保持锂离子电池单粒子模型(LIBs)的所有主要优点. 该模型考虑了电极的小体积元素, 称为代表性体积元素(RVE), 代表了真正的电极结构. 对于由纳米颗粒LiFePO₄(LFP)活性材料组成的典型LIB电极, 证明了使用RVE作为模型几何结构的优点.

Grew等人^[59]将38.5 nm空间分辨率的无损层析成像技术用于检测SOFC阳极内的相位和孔隙网络, 并提供有关异质微观结构对与运输有关损伤起因贡献的机理. 对固体氧化物燃料电池的陶瓷阳极的微观结构演

变(包括相尺寸增长和连接性变化, 界面接触面积和连续三相边界长度)进行了研究.

Ulvestad等人^[60]使用布拉格相干衍射成像技术对钯纳米晶体氢化相变过程中的缺陷进行成像, 研究表明在恒压实验过程中, 大于300 nm的粒子中, 位错成核接近相界时开始相变. 三维相形态表明, 富氢相在贫氢相上比在通常假设的核-壳模型上更类似于球形壳.

空间分辨率越高, 受单色器、感光成像元件等因素限制, 光通量相应降低, 往往相应需要提高数据采集时间, 所以空间分辨率与时间分辨率之间存在难以调和的矛盾. 纳米尺度的空间分辨率已经超出了中子的分辨率能力, 并基本达到了同步辐射X射线成像空间分辨能力的极限. 因此接下来将从时间尺度综述内部力学行为实验研究.

2.2 多时间尺度的内部力学行为实验研究

不同的力学过程具有不同的时间尺度, 针对表征不同材料失效破坏行为的应变率、速率等时间特征尺度, 必须开展多时间尺度的内部力学行为研究. 基于先进光源的实验表征方法提供了时间分辨率从静态/准静态到皮秒量级的表征能力. 研究者对于蠕变、低应变加载等静态/准静态过程, 以及冲击等动态过程, 基于先进光源的开展了不同时间尺度的内部力学行为实验研究.

2.2.1 静态/准静态内部实验

(1) 在金属及合金领域, Pyzalla等人^[61]利用同步辐射CT和衍射联合分析方法, 研究了450 min时间跨度内的蠕变损伤演化过程. 研究发现, 孔隙体积随时间的增长遵循指数关系, 大孔隙的形成与组织演化和位错密度同步, 最终达到稳定状态. 样品中原位的孔隙演化表征为构件蠕变寿命预测提供了基础.

Kamiyama等人^[62]在拉伸试验中使用脉冲中子透射法测量具有两个凹口的 α 铁板的空间相关晶格间距和微观结构以确定负载导致的变化, 测量时间3 h. 微观结构参数如宏观应变、微观应变、微晶尺寸和结构的变化在从弹性变形到塑性变形区域的过渡期间是特别有意义的, 尤其是在相对较宽的视场以观察变化的传播. 该方法能够同时显示大块材料中广泛区域的微观结构信息的位置依赖性变化. 获得了 α 铁中子总截

面布拉格边区域的透射谱, 分析了 $\{110\}$ 晶面间距及其分布, 织构系数和微晶尺寸等微观结构参数. 这些参数的空间相关分布(图像)显示样品形状效应, 包括凹口周围的应变集中以及位错在塑性变形过程中倍增的影响. 该可视化的微观结构参数的空间依赖性为评估整体工程材料的变形的不均匀进展提供了有用的信息.

Tremsin等人^[63]利用能量分辨中子透射成像重建5和6.4 mm厚的铝板中钻孔和冷扩孔中残余应变图像. 在2–6 h的单次测量中, 测量每个 $55\ \mu\text{m} \times 55\ \mu\text{m}$ 像素透射谱中布拉格边缘位置, 用于样品整个成像区域内的应变分布重建. 虽然重建的应变是样品厚度内的平均值, 但这种技术可以揭示样品内的应变不对称性, 从而为其他的非破坏性测试方法提供补充信息.

增材制造中子表征是表征和测量残余应力的独特而有价值的技术. 中子和X射线技术可以以互补的方式使用, 分别提供有关组件的体积和表面的信息. 中子可用于表征复杂的组件, 如使用增材制造技术制造的构件. Watkins等人^[64]利用中子的穿透能力, 进行增材制造构件内部结构和通道的成像以及复杂涡轮叶片中残余应变的表征(图8).

能量选择中子射线照相术是为了描述多晶材料中的复杂结构而提出的. Josic等人^[65]的结果表明, 焊接钢样品的详细结构可以通过在冷能范围内进行能量选择性中子成像来观察和量化弹性相干散射主导样品的总横截面. 利用X射线照片直接获得 $2\ \text{cm} \times 2\ \text{cm}$ 区域和11.2 mm厚的样品上的结晶取向图, 复杂结构能以约 $50\ \mu\text{m}$ 的空间分辨率进行能量分辨.

脉冲中子源和高分辨率中子计数探测器的最新发展使得能够同时获取图像的每个像素的中子透射谱. 这些光谱可用于重建焊缝内的微观结构参数, 如通过布拉格边分析的应变、织构和相组成, 以及某些情况下通过共振吸收分析的元素组成. Tremsin等人^[66]展示了能量分辨中子成像研究两种钢焊缝微观结构的潜力, 其中焊缝内残余应变的空间分布以及一些关于结构的信息达到亚毫米空间分辨率, 研究了两块钢板的摩擦搅拌焊接和两条钢管的传统焊缝.

为了从相变或晶粒间的塑性变形性的观点来研究贫双相不锈钢(S32101)的拉伸变形行为, Tsuchida等人^[67]进行了静态拉伸试验过程中的原位中子衍射和白光X射线衍射实验.

Williams等人^[68]在7075-T6铝合金中进行疲劳裂

图 8 增材制造涡轮叶片结构表征^[64]

Figure 8 The structure of Turbine blades manufactured by additive manufacturing technique ^[64].

纹扩展的原位3D X射线同步辐射层析成像, 对裂纹扩展速率、裂缝开口位移进行了测量. 获得裂纹张开位移(COD)的原位测量结果, 说明量化疲劳裂纹闭合的可能性. 定量显微组织分析能够评估脆性夹杂物对疲劳裂纹扩展的作用. 观察到夹杂物随着裂纹生长的显著增加.

使用脉冲中子源的布拉格边透射成像是研究材料的晶体学和金相组织的新方法. 该方法在材料开发和工业应用的材料表征研究领域引起了人们的关注, 因为其可以无损地提供材料内广泛区域的材料(如厚钢块)内的组织和微观结构图像. 为了从布拉格边缘透射光谱中推导出这样的信息, 像粉末衍射法的Rietveld分析代码这样的数据分析代码是不可或缺的. 到目前为止, 只有关于晶体各向异性的信息被推断出来. 然而, 这种信息是不完整的, 因为优选的取向和微晶尺寸都影响布拉格边缘的透射光谱. 因此, Sato等人^[69]开发了一种Rietveld型分析代码RITS, 可以同时获得优选方向和微晶尺寸的信息. 为了检验RITS代码的可行性和实用性, 文中分析了轧制和焊接 α 铁板的布拉格边缘透射光谱, 并且成功地获得了大面积的优选取向数据和微晶尺寸数据, 图像采集时间为3.3 h.

Abbey等人^[70]提出的基于布拉格边中子透射方法, 可实现对整个样品残余应变的三维重建. 该方法的基本原理是二维数据集的反演以获得三维信息, 类似于常规成像中用于重建三维密度分布的断层摄影方法. 在研究中, 重建了来自不锈钢水喷雾淬火气缸的应变曲线. 存在于样品中的径向对称应变分布有助于简化分析, 并且该方法可容易地扩展到任意复杂的应变分布的重建.

Woracek等人^[71]发展了对大体积(厘米范围)内的晶体相分布的微米尺度分辨率非破坏性三维(3D)映射

技术. 该技术利用了由于布拉格散射引起的衍射衬度和中子对高原子序数元素结构材料的强穿透能力. 该技术证实了(亚稳304L不锈钢)钢样品在受到拉伸和扭转变形后显示出应变诱导的马氏体相变. 使用中子衍射以及EBSD在选定的位置验证3D重建体积内的相分数的分布, 并且结果与转化动力学理论一致.

(2) 在非金属及复合材料领域. Grünzweig等人^[72]发展了一种新的中子成像方法, 它基于中子波前的空间相干性可以通过样品中磁畴壁处的中子的小角度散射而改变的效应. 结果表明, 该技术可用于可视化其他技术难以获取的内部大块磁畴结构. 该方法可沿用到各种试样上, 可扩展到三维, 并且非常适合于在外部参数影响下研究材料, 例如外部磁场、温度或压力.

Parab等人^[73]使用X射线成像研究了在不同加载速率下压缩载荷下单个砂粒的断裂. 使用三维X射线断层摄影术来确定静态压缩载荷下沙粒的破坏. 实验表明粉碎作为干砂颗粒的唯一失效模式, 在静态压缩载荷下观察到砂粒破碎成大的亚颗粒然后粉碎.

Hilger等人^[74]应用暗场中子断层扫描获得表示大块样品中微米和亚微米尺寸结构分布的三维体积数据. 在常规成像仪器中实现的相位光栅设置使得能够在合理的时间尺度上进行相应的层析成像研究. 对不同的样品进行了调查, 并证明了该方法用于调查结构材料的适用性. 在BiSn, AlSi和铝样品中小角散射的局部变化被绘制出来, 并且对方法的衬度形成进行了讨论.

Xu等人^[75]利用同步辐射CT技术对氧化铝微波烧结过程中的微观结构演化过程进行了实验研究. 实验中发现了一些类似于常规烧结的现象, 如形成烧结颈、气孔收缩等, 但是并没有出现常规烧结中常见的颗粒吞并、异常长大现象(图9). 相反地, 氧化铝颗粒生长受到了抑制, 增大不明显. 提出了极化安培力模型: 交变的微波磁场在陶瓷颗粒内部产生感应电动势, 引发分子极化和极化电流, 而极化电流在磁场中会受到安培力作用, 其方向垂直于电流方向和磁场方向. 从颗粒整体来看, 极化安培力的方向指向颗粒中心, 因此颗粒生长受到抑制. 实验中发现的“反向物质输运”现象验证了该模型的正确性.

(3) 在电化学能源材料领域. Owejan等人^[76]利用中子射线照相法获得工作燃料电池中液态水的二维分布, 时间分辨率300 s. 对流场通道和扩散介质属性进

行了变化, 以评估对累积水的总体积和空间分布的影响. 具有疏水涂层的流场通道保留更多的水, 但是在通道区域中分布更多数量较少的小块可改善高电流密度下的燃料电池性能. 具有三角形几何形状的通道比具有相同横截面积的矩形通道保持更少的水, 并且水主要被捕获在与扩散介质相邻的两个角落中. 还发现使用具有较低平面内气体渗透性的扩散介质构建的细胞倾向于保留较少的水. 在一些情况下, 观察到燃料电池性能的巨大差异, 并且积聚水体积的变化非常小, 表明电极层内或电极-扩散介质界面内的溢流是导致显著的质量传输电压损失的主要原因.

Griesche等人^[77]在室温下研究了电化学加氢技术铁样品中的氢脆和起泡现象. 中子断层成像观察到氢激发裂纹和气泡以及相应的氢分布. 发现裂纹充满了氢分子, 并且50 μm 宽的裂缝区域被高浓度氢包围. 该区域含有比散装材料多10倍的氢气. 富氢区可归因于局部缺陷密度增加. 在起泡区域, 氢也积累在样品表面.

在没有时间分辨率限制的条件下, 静态/准静态实验可以通过增加数据采集量获得更高的表征精度及更多的内部信息. 因此, 在对于材料结构、性质的表征方面, 以及蠕变等时间特征尺度较长的力学过程研究方面, 由于其对时间分辨率不敏感的特性, 静态或准静态的内部实验研究获得了广泛的应用. 然而对于冲击、高温极端环境等动态力学演化过程, 受应变率效应等因素影响, 必须进行相应时间分辨率的原位动态实验表征.

2.2.2 动态内部实验

对于动态力学过程的研究, 利用先进光源无损非接触式的测量手段, 可以开展外力或外场加载条件下动态力学过程中的原位在线实验表征, 其基本光路原理如图10所示.

(1) 在金属及合金领域. Lehmann等人^[78]针对焊接不锈钢样品和轧制铝板, 从约30 s的短时间曝光获得结构信息. 在合适的中子能量下对这些样品进行的断层成像检查通过在体内显示相同的特征来定性验证了射线照相的结果. 与样品选定区域的普通电子背散射衍射(EBSD)研究相比较, 实验提供了关于晶粒尺寸和不同晶粒取向的中子图像数据的完整验证.

在多晶材料的透射光谱中出现的布拉格边缘的形

图 9 (网络版彩图)氧化铝微波烧结三维结构演化过程及二维断层演化过程^[75]

Figure 9 (Color online) The 3D microstructure and 2D slice evolution process of alumina microwave sintering [75].

图 10 (网络版彩图)动态过程原位实验系统示意图

Figure 10 (Color online) The diagram of *in situ* experimental system for dynamic process.

状、大小和位置可以通过飞行时间技术精确确定, 因此关于材料中存在的应力状态、纹理和相位的信息是容易获得的. 布拉格边缘透射优于传统中子衍射的优点是它可以使用像素化检测器来映射平面样本中的应变, 产生类似于中子射线照相的图像. 此外, 通过相对于中子束的方向倾斜样品, 可以实现非应力晶格间距绘图. Santisteban等人^[79]介绍了这种技术应用于典型工程问题的例子(低合金EN24钢中奥氏体(fcc或 γ -Fe)向贝氏体的等温转变过程).

Zhao等人^[80]利用高速同步辐射硬X射线成像和衍射技术来实时监测Ti-6Al-4V的激光粉末床熔化(LPBF)过程, 时间分辨率达到20 μ s. 实验揭示了锁眼孔隙的形成; 定量测定了凝固速度, 相对稳定状态下凝

固速度的缓慢下降可能是再辉现象的表现; 高速衍射则能够合理估计冷却速率和相变速率.

Xu等人^[81]利用快速SR-CT技术, 进行了亚秒级时间分辨率的高温微波烧结过程的原位三维实验表征. 研究发现部分T型颗粒结构交叉点处将产生微波等离子体, 发生剧烈的微波放电现象, 从而导致微波热失控的发生(图11).

(2) 在非金属及复合材料领域. Zhang等人^[82]通过掠入射X射线衍射(GIXRD)使用同步辐射研究了高能量密度2 MeV I²+照射的Ti₃SiC₂的微观结构, 时间分辨率约59 s. 观察到的衍射峰的移位和展宽的出现是由于尺寸范围从原子到微米的各种缺陷.

钢筋混凝土结构的耐用性已成为经济、生态和可

图 11 (网络版彩图)Al微波烧结过程中热失控现象动态表征^[81]

Figure 11 (Color online) The phenomenon of thermal runaway in aluminum microwave sintering [81].

持续性方面的一个关键问题. 混凝土结构耐久性问题的一个主要原因是施加拉应力时水泥基材料的应变能力有限. 通过添加PVA纤维, 可以生产出一种新的材料, 称为应变硬化水泥基复合材料(SHCC), 具有高应变能力. 由于形成多个微裂纹, 在施加应变的情况下, 可以避免SHCC中的宽裂纹. 然而, 只有当SHCC中的多裂纹形成不会导致显著增加的水渗透时, 高应变能力才有利于耐久性. 如果水和溶解在水中的侵蚀性化合物如氯化物和硫酸盐渗入水泥基体并达到钢筋, 钢筋混凝土结构的使用寿命将显著减少. Zhang等人^[83]利用中子射线照相术观察和量化未破裂和多裂纹形成后的SHCC中的渗透过程, 时间分辨率9 s.

许多用于能量转换的材料具有复杂的结构和化学组成, 其知识对于理解材料和能量转换系统的功能及其进一步发展都是重要的. 同步辐射和中子可以对理解这些系统的功能做出重要贡献. Manke等人^[84]以燃料电池、气体分离膜、电池、太阳能电池和催化剂等领域为例, 综述了射线照相、层析成像、衍射、散射和吸收边缘光谱的能力转化动态过程中的应用.

多孔介质中水的时间和空间分布受介质结构、及其成分的空间排列的影响. 为了分析结构对流体动力学的影响, Schaap等人^[85]使用中子透射层析成像技术测量了两次排水-润湿循环期间非均质沙柱中的三维含水量分布. 空间分辨率为127 μm 的完整3D扫描持续时间为56 s. 由于中子束中的曝光时间短, 测量的信噪比较低, 但可以量化各个立方体中的含水量, 从而可以量化结构对宏观水分布的影响.

在水灰比低的高强度混凝土中, 由于水泥水化而发生自干燥并导致收缩和增加开裂的风险. 虽然高强度混凝土的基体比一般强度的混凝土更密集, 导致渗

透性降低, 但早期的裂缝将抵消这种优势. 为了缓解这种自干燥产生的收缩, 水饱和和多孔骨料如人造轻质骨料, 可用于高强度混凝土. 为了表征含水饱和和轻骨料的高强混凝土的体积变化, Maruyama等人^[86]通过曝光时间8 s的中子照相术观察从轻骨料到水泥浆体基质的水转移. 可以清楚地看到水聚集到在离集料表面3–8 mm的范围内的水泥浆体基质中, 并且混合后几小时内渗透力可导致轻质集料周围产生水转移.

多孔沥青(PA)是一种高度疏松的疏水性复合材料, Lal等人^[87]利用时间分辨率12 s的中子射线照相术(NR)记录其吸水过程. 虽然未老化的实验室制备的PA样品没有显示出任何吸水性, 但观察到老化的PA中的吸收, 即使沥青结合剂是疏水性材料. 来自NR图像的含水量分布图清楚地标识了老化标本中吸水活跃的区域. 通过组合微CT和NR图像获得的二维饱和度(DoS)分布图像, 识别了饱和和流动活跃的那些孔隙. 并且, 为了清楚地区分剩余湿孔中的饱和流和非饱和流, 将DoS分布图像与通过显微CT获得的三维PA微结构一起读取. 据观察, 吸收开始主要是在大孔隙处的不饱和和膜/角流. 随着这些被汲取的水进一步流入材料, 流体转变成饱和流动和不饱和膜/角流的组合. 饱和流动被认为主要在小孔中有活性. 从观察到的老化PA试样中不饱和流动和饱和流动的演变可以得出结论, 环境和机械负荷导致黏结剂从聚集体表面剥离并且因此使得亲水聚集体暴露于水, 导致水的毛细吸收.

在水合玄武岩浆气泡生长期间, Baker等人^[88]利用快速SR-CT技术, 测量了气泡的大小和墙壁厚度分布以及连通性, 并计算渗透率和拉伸强度, 时间分辨率1 s. 结果表明在囊泡形成的瞬间玄武岩最易破坏, 大约10 s后, 渗透率的增加可能降低喷发的风险.

时间分辨X射线衍射可达到皮秒级时间分辨率, 可用于观察激光激发InSb晶体中脉冲产生的相干声子的散射. Lindenberg等人^[89]使用ALS同步辐射中的弯曲磁束线产生的光谱能量高达10 keV的广谱光进行实验, 时间分辨率3 ps, 观察到的频率和阻尼率与基于动力学衍射理论的模型与激光诱导应变分布的解析解相吻合.

Liu等人^[90]利用时间分辨同步辐射X射线衍射技术研究了非晶硒的高压行为, 时间分辨率120 ms. 观察到两步动态结晶过程, 其中单斜晶相从非晶硒结晶并逐渐转变为三角相, 由此解释了先前观察到的材料在压力下导电性的异常变化. 该元素系统的结晶涉及局部拓扑波动并导致异常的压力引起的体积膨胀. 转变涉及的相的亚稳定性解释了这种现象(图12).

(3) 在电化学能源材料领域. Manke等人^[91]将原位中子断层扫描应用于聚合物电解质膜燃料电池堆, 用于液体水附聚物的逐个细胞检测, 时间分辨率10–60 s. 分别分析了相应阳极和阴极流场中的水分分布, 研究了膜厚度的影响以及电渗阻力和从阴极到阳极的反向扩散对水分布的影响, 解决了众所周知的长多层单元中最外层单元的异常行为的工程问题.

Lanz等人^[92]使用时间分辨率30 s的中照相技术研究棱柱形锂离子电池, 型号ICP-340848(Renata AG, Switzerland). 测量结果显示, 在第一次充电和固体电解质界面形成后, 最初存在于电池中的过量电解质被消耗. 锂离子电池在第一次充电/放电循环过程中的原位中子照相显示这种过量电解质的置换是由电极组件的体积变化以及第一次充电循环中气体的释放引起的.

Tötzke等人^[93]提出了一种新型检测系统, 旨在满足燃料电池研究的特定需求. 通过优化的gadax闪烁器实现了最佳25 μm 的高空间分辨率, 并由4096 $\times$ 4097像素CCD相机提供了61.4 mm $\times$ 61.4 mm的大视场. 该装置确保了对各种尺寸的燃料电池的极大适应性以及最佳的空间分辨率. 文章通过DMFC和PEMFC中的原位动态水输运研究, 展示了该实验系统的表征能力.

Schröder等人^[94]通过组合的高分辨率中子射线照相术和局部解析的电流分布测量对甲醇燃料电池(DMFC)中的电流和流体分布进行原位调查. 使用的中子射线照相装置允许在整个测试单元区域内高达70 μm 的高空间分辨率. 可以观察到阴极流场通道中

图12 (网络版彩图)样品在10.7 GPa高压加载下不同角度下的三维结构^[90]

Figure 12 (Color online) Snapshot from the 3D imaging movie of a Se sample in a DAC at 10.7 GPa at various viewing angles^[90].

的局部水滴形成. 阴极浸水过程中强烈不均匀的电流分布导致性能损失高达初始值的30%. 在低电流密度下可观察到单个CO₂气泡.

基于中子的实验方法, 具有对轻元素敏感、穿透能力强的优势, 然而通量问题将其时间分辨率限制在了10 s量级. 基于高亮度同步辐射光源的实验方法则可以实现毫秒量级的动态表征, 利用脉冲束团时间结构, 时间分辨率甚至可以达到皮秒量级. 时间分辨的动态内部力学表征手段, 使得对力学行为的研究不再局限于初状态和末状态的离线表征, 实现了对内部力学行为的原位在线跟踪.

3 趋势和挑战

综上所述, 基于先进光源的实验技术近年来已被应用于复合材料断裂机理、高温拉伸性能、合金疲劳失效、电极材料性能等材料损伤失效领域的力学研究, 取得了一系列利用传统实验方法难以获得的研究

成果. 然而, 想要从根本上理解材料失效破坏机理, 解决断裂力学瓶颈难题, 仍然存在困难和挑战. 本章将从揭示材料失效破坏机理对内部在线实验的需求出发, 分析目前先进光源内部力学实验面临的挑战, 并探讨其进一步发展方向.

材料的失效破坏从本质上看是其内部微观损伤不断累积的过程. 如图13所示, 材料在破坏之前经历了微裂纹萌生扩展、裂纹失稳扩展、宏观断裂失效等过程. 在微裂纹萌生扩展过程中, 材料内部微区随机存在的微小缺陷在外载作用下演化为微裂纹并扩展、桥接; 在瞬态失稳扩展过程中, 裂纹快速延伸, 从内部贯穿至表面, 最终导致了材料宏观可见的失效和破坏. 因此要全面准确地理解材料失效破坏深层次机制, 必须能够对其内部力学过程进行高时空分辨的实时、全场和精确的表征.

综合利用中子源强穿透和同步辐射光源高时空分辨的优势, 有望实现内部力学过程进行实时、全场和精确表征. 通过第2节中的整理, 目前先进光源内部力学实验的时、空分辨率如表1所示.

可以看出, 同步辐射光源虽然可以实现纳米尺度、皮秒量级的在线实验表征, 然而其穿透深度仅在毫米量级, 仅能实现材料级的实验表征; 中子可穿透厘米甚至更大尺寸的构件样品, 但空间分辨率一般低于微米尺度, 在亚毫米量级, 时间分辨率往往在分钟量级甚至更长. 由此可见, 目前的实验方法无法同时满足穿透深度、时间分辨和空间分辨的实验需求, 要从根本上理解材料失效破坏机理, 需要基于同步辐射和中子的不同穿透深度, 在材料级和构件级研究中分别进一步将现有实验技术向高时空分辨推进. 根据中子和同步辐射自身的优势和特点, 我们认为较为可行的方法路线如图14所示, 主要包括以下三方面内容:

(1) 通过利用自由电子激光, 发展成像新技术, 建立数据反演新方法等方式, 进一步挑战同步辐射技术的时空分辨率极限, 为从更细微尺度和更深层次理解材料失效提供实验手段. 自由电子激光作为第四代光源, 亮度更高, 脉冲更短, 为开展更高时间分辨的内部力学行为研究提供了光源基础. 同时还需要开展成像原理与方法学研究, 进一步接近甚至突破时空分辨极限, 将同步辐射材料级实验研究向更小尺度和更快过程推进. 另一方面, 实验表征结果还受到光束、探测器、环境干扰等复杂因素的影响. 因此需要发展相关

图 13 (网络版彩图)失效破坏过程内部力学行为研究示意图

Figure 13 (Color online) The diagram of internal mechanical behavior research in fracture process.

表 1 基于先进光源实验方法时空分辨及穿透深度

Table 1 The spatial resolution, time resolution and penetration depth of experimental techniques based on advanced light sources

实验方法	空间分辨	时间分辨	穿透深度
同步辐射光源	纳米-微米	皮秒-秒	毫米
中子源	数十微米-毫米	数十秒-小时	厘米

图 14 基于先进光源材料失效破坏过程研究路线示意图

Figure 14 The research course of fracture process based on advanced light sources.

的数据反演方法, 通过改善衬度、信噪比等参数提高表征精度.

(2) 通过利用先进散裂中子源、发展实验新方法、应力解析新技术等方式, 建立更高时空分辨率的中子实验方案, 从而填补中子和同步辐射实验之间的时空分辨率鸿沟. 基于中子源的表征方法, 其时间分辨受限于中子通量, 将X射线成像领域低通量成像等方法及相关数据反演方法推广应用到中子领域, 是在现有中子源基础上提高时间分辨率的有效途径. 另一方面, 中子与X射线波长相近, 空间分辨率却比X射线成像低约3个量级. 利用中子透射能谱的丰富信息, 开

展中子成像新原理与新实验方法研究是发展基于中子的内部力学行为实验的关键挑战。

(3) 利用跨尺度模拟和深度学习, 建立中子构件级实验和同步辐射材料级实验之间的桥梁. 一方面, 以中子构件级实验结果作为边界条件, 对微纳尺度失效破坏机理进行数值模拟; 另一方面, 将X射线材料级实验对内部力学行为的表征作为大尺寸构件的子区, 作为大尺度上的力学行为模拟的初值. 进一步利用深度学习, 以大量中子构件级实验和同步辐射材料级实

验为基础建立数据库, 从而探究跨尺度映射关系。

基于先进光源的内部力学行为三维实验为解决材料损伤失效问题带来了新的进展. 本文从空间和时间两个尺度对基于先进光源的内部力学行为研究现状进行了整理和综述, 并对进一步发展所面临的挑战进行了讨论. 随着实验理论和实验方法研究的发展, 我们有理由相信基于先进光源的实验方法必将逐步完善, 在解决材料失效破坏这一断裂力学瓶颈难题上发挥决定性的作用, 并展现出更为广阔的应用前景和潜力。

参考文献

- 1 Cowles B A. High cycle fatigue in aircraft gas turbines—An industry perspective. *Int J Fract*, 1996, 80: 147–163
- 2 Steuwer A, Withers P J, Santisteban J R, et al. Using pulsed neutron transmission for crystalline phase imaging and analysis. *J Appl Phys*, 2005, 97: 074903
- 3 Santisteban J R, Edwards L, Stelmukh V. Characterization of textured materials by TOF transmission. *Physica B*, 2006, 385-386: 636–638
- 4 Liu M, Zheng J, Lu Y, et al. Investigation on corrosion behavior of Ni-based alloys in molten fluoride salt using synchrotron radiation techniques. *J Nucl Mater*, 2013, 440: 124–128
- 5 Huang H, Shu D, Zeng J, et al. *In situ* small angle X-ray scattering investigation of ultrasound induced nucleation in a metallic alloy melt. *Scripta Mater*, 2015, 106: 21–25
- 6 Akiniwa Y, Kimura H, Shibano J, et al. Strain measurement near fatigue crack in ultrafine-grained steel by polychromatic synchrotron radiation. *Mater Sci Forum*, 2010, 652: 290–295
- 7 Woracek R, Penumadu D, Kardjilov N, et al. Neutron Bragg-edge-imaging for strain mapping under *in situ* tensile loading. *J Appl Phys*, 2011, 109: 093506
- 8 Pierret S, Evans A, Paradowska A M, et al. Combining neutron diffraction and imaging for residual strain measurements in a single crystal turbine blade. *NDT E Int*, 2012, 45: 39–45
- 9 Woracek R, Penumadu D, Kardjilov N, et al. 3D mapping of crystallographic phase distribution using energy-selective neutron tomography. *Adv Mater*, 2014, 26: 4069–4073
- 10 Brooks A J, Hussey D S, Yao H, et al. Neutron interferometry detection of early crack formation caused by bending fatigue in additively manufactured SS316 dogbones. *Mater Des*, 2018, 140: 420–430
- 11 Mertens J C E, Henderson K, Cordes N L, et al. Analysis of thermal history effects on mechanical anisotropy of 3D-printed polymer matrix composites via *in situ* X-ray tomography. *J Mater Sci*, 2017, 52: 12185–12206
- 12 van Tittelboom K, Snoeck D, Vontobel P, et al. Use of neutron radiography and tomography to visualize the autonomous crack sealing efficiency in cementitious materials. *Mater Struct*, 2013, 46: 105–121
- 13 van den Heede P, Van Belleghem B, Alderete N, et al. Neutron radiography based visualization and profiling of water uptake in (un)cracked and autonomously healed cementitious materials. *Materials*, 2016, 9: 311
- 14 Winkler B, Knorr K, Kahle A, et al. Neutron imaging and neutron tomography as non-destructive tools to study bulk-rock samples. *Eur J Mineral*, 2002, 14: 349–354
- 15 Higo Y, Oka F, Kimoto S, et al. Observation of microstructural changes and strain localization of unsaturated sands using Microfocus X-ray CT. In: Bonelli S, Dascalu C, Nicot F, eds. *Advances in Bifurcation and Degradation in Geomaterials*. Dordrecht: Springer, 2011. 37–43
- 16 Lanvermann C, Sanabria S J, Mannes D, et al. Combination of neutron imaging (NI) and digital image correlation (DIC) to determine intra-ring moisture variation in Norway spruce. *Holzforschung*, 2014, 68: 113–122
- 17 He Z, Zhong W, Wang Q, et al. An investigation of transient nature of the cavitating flow in injector nozzles. *Appl Thermal Eng*, 2013, 54: 56–64
- 18 Manke I, Banhart J, Haibel A, et al. *In situ* investigation of the discharge of alkaline Zn-MnO₂ batteries with synchrotron X-ray and neutron

- tomographies. [Appl Phys Lett](#), 2007, 90: 214102
- 19 Pekula N, Heller K, Chuang P A, et al. Study of water distribution and transport in a polymer electrolyte fuel cell using neutron imaging. [Nucl Instrum Meth A](#), 2005, 542: 134–141
- 20 Gould B, Greco A, Stadler K, et al. An analysis of premature cracking associated with microstructural alterations in an AISI 52100 failed wind turbine bearing using X-ray tomography. [Mater Des](#), 2017, 117: 417–429
- 21 Singh S S, Schwartzstein C, Williams J J, et al. 3D microstructural characterization and mechanical properties of constituent particles in Al 7075 alloys using X-ray synchrotron tomography and nanoindentation. [J Alloys Compd](#), 2014, 602: 163–174
- 22 Zhou X, Wang D, Liu X, et al. 3D-imaging of selective laser melting defects in a Co-Cr-Mo alloy by synchrotron radiation micro-CT. [Acta Mater](#), 2015, 98: 1–16
- 23 Xu F, Li Y, Hu X, et al. *In situ* investigation of metal's microwave sintering. [Mater Lett](#), 2012, 67: 162–164
- 24 Wu S C, Yu X, Zuo R Z, et al. Porosity, element loss, and strength model on softening behavior of hybrid laser arc welded Al-Zn-Mg-Cu alloy with synchrotron radiation analysis. [Weld J](#), 2013, 92: 64–71
- 25 Ma H T, Qu L, Huang M L, et al. *In-situ* study on growth behavior of Ag₃Sn in Sn-3.5Ag/Cu soldering reaction by synchrotron radiation real-time imaging technology. [J Alloys Compd](#), 2012, 537: 286–290
- 26 Huang H, Shu D, Fu Y, et al. Synchrotron radiation X-ray imaging of cavitation bubbles in Al-Cu alloy melt. [Ultrasons Sonochem](#), 2014, 21: 1275–1278
- 27 Yang M, Xiong S M, Guo Z. Characterisation of the 3-D dendrite morphology of magnesium alloys using synchrotron X-ray tomography and 3-D phase-field modelling. [Acta Mater](#), 2015, 92: 8–17
- 28 Huang M L, Yang F, Zhao N, et al. Synchrotron radiation real-time *in situ* study on dissolution and precipitation of Ag₃Sn plates in sub-50 μ m Sn-Ag-Cu solder bumps. [J Alloys Compd](#), 2014, 602: 281–284
- 29 Chen F, Mao F, Chen Z, et al. Application of synchrotron radiation X-ray computed tomography to investigate the agglomerating behavior of TiB₂ particles in aluminum. [J Alloys Compd](#), 2015, 622: 831–836
- 30 Qu L, Zhao N, Zhao H J, et al. *In situ* study of the real-time growth behavior of Cu₆Sn₅ at the Sn/Cu interface during the soldering reaction. [Scripta Mater](#), 2014, 72-73: 43–46
- 31 Chen F, Mao F, Xuan Z, et al. Real time investigation of the grain refinement dynamics in zinc alloy by synchrotron microradiography. [J Alloys Compd](#), 2015, 630: 60–67
- 32 Wang T, Zhu J, Kang H, et al. *In situ* synchrotron X-ray imaging on morphological evolution of dendrites in Sn-Bi hypoeutectic alloy under electric currents. [Appl Phys A](#), 2014, 117: 1059–1066
- 33 Qu L, Ma H T, Zhao H J, et al. *In situ* study on growth behavior of interfacial bubbles and its effect on interfacial reaction during a soldering process. [Appl Surf Sci](#), 2014, 305: 133–138
- 34 Mao F, Chen F, Han Q, et al. Real time observation on the solidification of strontium-modified zinc-aluminum-silicon alloys by synchrotron microradiography. [J Alloys Compd](#), 2014, 608: 343–351
- 35 Wang T, Cao F, Zhou P, et al. Study on diffusion behavior and microstructural evolution of Al/Cu bimetal interface by synchrotron X-ray radiography. [J Alloys Compd](#), 2014, 616: 550–555
- 36 Zhu J, Wang T, Chen Z, et al. Real time imaging on dendrite morphology evolution during alloy solidification under electric field. [IOP Conf Ser-Mater Sci Eng](#), 2012, 33: 012039
- 37 Huang M L, Yang F, Zhao N, et al. *In situ* study on dissolution and growth mechanism of interfacial Cu₆Sn₅ in wetting reaction. [Mater Lett](#), 2015, 139: 42–45
- 38 Xing Z, Wang M, Du G, et al. Preparation of microcellular polystyrene/polyethylene alloy foams by supercritical CO₂ foaming and analysis by X-ray microtomography. [J Supercritical Fluids](#), 2013, 82: 50–55
- 39 Hu X, Wang L, Xu F, et al. *In situ* observations of fractures in short carbon fiber/epoxy composites. [Carbon](#), 2014, 67: 368–376
- 40 Hu X, Fang J, Xu F, et al. Real internal microstructure based key mechanism analysis on the micro-damage process of short fibre-reinforced composites. [Sci Rep](#), 2016, 6: 34761
- 41 Huang M L, Zhang Z J, Zhao N, et al. A synchrotron radiation real-time *in situ* imaging study on the reverse polarity effect in Cu/Sn-9Zn/Cu interconnect during liquid-solid electromigration. [Scripta Mater](#), 2013, 68: 853–856
- 42 Ma H, Kunwar A, Sun J, et al. *In situ* study on the increase of intermetallic compound thickness at anode of molten tin due to electromigration of

- copper. *Scripta Mater*, 2015, 107: 88–91
- 43 Chung K Y, Yoon W S, McBreen J, et al. *In situ* X-ray diffraction studies on the mechanism of capacity retention improvement by coating at the surface of LiCoO₂. *J Power Sources*, 2007, 174: 619–623
- 44 Chen-Wiegart Y C K, Harder R, Dunand D C, et al. Evolution of dealloying induced strain in nanoporous gold crystals. *Nanoscale*, 2017, 9: 5686–5693
- 45 Kaira C S, De Andrade V, Singh S S, et al. Probing novel microstructural evolution mechanisms in aluminum alloys using 4D nanoscale characterization. *Adv Mater*, 2017, 29: 1703482
- 46 Bluhm H, Andersson K, Araki T, et al. Soft X-ray microscopy and spectroscopy at the molecular environmental science beamline at the Advanced Light Source. *J Electron Spectr Related Phenomena*, 2006, 150: 86–104
- 47 Eisebitt S, Lüning J, Schlotter W F, et al. Lensless imaging of magnetic nanostructures by X-ray spectro-holography. *Nature*, 2004, 432: 885–888
- 48 Kaira C S, Mayer C R, De Andrade V, et al. Nanoscale three-dimensional microstructural characterization of an Sn-rich solder alloy using high-resolution transmission X-ray microscopy (TXM). *Microsc Microanal*, 2016, 22: 808–813
- 49 Holt M V, Hruszkewycz S O, Murray C E, et al. Strain imaging of nanoscale semiconductor heterostructures with X-ray Bragg projection ptychography. *Phys Rev Lett*, 2014, 112: 165502
- 50 Newton M C, Leake S J, Harder R, et al. Three-dimensional imaging of strain in a single ZnO nanorod. *Nat Mater*, 2010, 9: 120–124
- 51 Kim S W, Shobu T, Ohtsuka S, et al. Kinetic approach for growth and coalescence of nano-size oxide particles in 9Cr-ODS steel using high-energy synchrotron radiation X-rays in Spring-8. *Mater Trans*, 2009, 50: 917–921
- 52 Nakamae K, Matsui J, Yokoyama K, et al. New analytical methods for the surface/interface and the micro-structures in advanced nanocomposite materials by synchrotron radiation. *Atom Indo*, 2011, 36: 125–128
- 53 Shimomura K, Suzuki H, Sasaki T, et al. Direct observation of strain in InAs quantum dots and cap layer during molecular beam epitaxial growth using *in situ* X-ray diffraction. *J Appl Phys*, 2015, 118: 185303
- 54 Li F G, Zhang J, Dai Y B, et al. Study of the influence of TiB₂ particles on the melt structure of the hypoeutectic Al-Cu alloy by small angle X-ray scattering. *Mater Chem Phys*, 2014, 143: 471–475
- 55 Ma S M, Zhang P, Ji G, et al. Microstructure and mechanical properties of friction stir processed Al-Mg-Si alloys dispersion-strengthened by nanosized TiB₂ particles. *J Alloys Compd*, 2014, 616: 128–136
- 56 Raabe J, Tzvetkov G, Flechsig U, et al. PolLux: A new facility for soft X-ray spectromicroscopy at the Swiss Light Source. *Rev Sci Instrum*, 2008, 79: 113704
- 57 Kashkooli A G, Foreman E, Farhad S, et al. Synchrotron X-ray nano computed tomography based simulation of stress evolution in LiMn₂O₄ electrodes. *Electrochim Acta*, 2017, 247: 1103–1116
- 58 Kashkooli A G, Amirfazli A, Farhad S, et al. Representative volume element model of lithium-ion battery electrodes based on X-ray nanotomography. *J Appl Electrochem*, 2017, 47: 281–293
- 59 Grew K N, Chu Y S, Yi J, et al. Nondestructive nanoscale 3D elemental mapping and analysis of a solid oxide fuel cell anode. *J Electrochem Soc*, 2010, 157: B783
- 60 Ulvestad A, Welland M J, Cha W, et al. Three-dimensional imaging of dislocation dynamics during the hydriding phase transformation. *Nat Mater*, 2017, 16: 565–571
- 61 Pyzalla A, Camin B, Buslaps T, et al. Simultaneous tomography and diffraction analysis of creep damage. *Science*, 2005, 308: 92–95
- 62 Kamiyama T, Iwase K, Sato H, et al. Microstructural information mapping of a plastic-deformed α -iron plate during tensile tests using pulsed neutron transmission. *Phys Procedia*, 2017, 88: 50–57
- 63 Tremsin A, Kockelmann W, Kelleher J, et al. Energy-resolved neutron imaging for reconstruction of strain introduced by cold working. *J Imag*, 2018, 4: 48
- 64 Watkins T, Bilheux H, An K, et al. Neutron characterization for additive manufacturing. *Adv Mater Process*, 2013, 171: 23
- 65 Josic L, Steuwer A, Lehmann E. Energy selective neutron radiography in material research. *Appl Phys A*, 2010, 99: 515–522
- 66 Tremsin A S, Kockelmann W, Paradowska A M, et al. Investigation of microstructure within metal welds by energy resolved neutron imaging. *J Phys-Conf Ser*, 2016, 746: 012040
- 67 Tsuchida N, Kawahata T, Ishimaru E, et al. Static tensile deformation behavior of a lean duplex stainless steel studied by *in situ* neutron diffraction and synchrotron radiation white X-rays. *ISIJ Int*, 2013, 53: 1260–1267

- 68 Williams J J, Yazzie K E, Padilla E, et al. Understanding fatigue crack growth in aluminum alloys by *in situ* X-ray synchrotron tomography. *Int J Fatigue*, 2013, 57: 79–85
- 69 Sato H, Kamiyama T, Kiyonagi Y. A rietveld-type analysis code for pulsed neutron bragg-edge transmission imaging and quantitative evaluation of texture and microstructure of a welded α -iron plate. *Mater Trans*, 2011, 52: 1294–1302
- 70 Abbey B, Zhang S Y, Vorster W J J, et al. Feasibility study of neutron strain tomography. *Procedia Eng*, 2009, 1: 185–188
- 71 Woracek R, Penumadu D, Kardjilov N, et al. Neutron Bragg edge tomography for phase mapping. *Phys Procedia*, 2015, 69: 227–236
- 72 Grünzweig C, David C, Bunk O, et al. Neutron decoherence imaging for visualizing bulk magnetic domain structures. *Phys Rev Lett*, 2008, 101: 025504
- 73 Parab N D, Claus B, Hudspeth M C, et al. Experimental assessment of fracture of individual sand particles at different loading rates. *Int J Impact Eng*, 2014, 68: 8–14
- 74 Hilger A, Kardjilov N, Kandemir T, et al. Revealing microstructural inhomogeneities with dark-field neutron imaging. *J Appl Phys*, 2010, 107: 036101
- 75 Xu F, Dong B, Hu X, et al. Discussion on magnetic-induced polarization Ampere's force by *in situ* observing the special particle growth of alumina during microwave sintering. *Ceram Int*, 2016, 42: 8296–8302
- 76 Owejan J, Trabold T, Jacobson D, et al. Effects of flow field and diffusion layer properties on water accumulation in a PEM fuel cell. *Int J Hydrogen Energy*, 2007, 32: 4489–4502
- 77 Griesche A, Dabah E, Kannengiesser T, et al. Three-dimensional imaging of hydrogen blister in iron with neutron tomography. *Acta Mater*, 2014, 78: 14–22
- 78 Lehmann E H, Peetermans S, Josic L, et al. Energy-selective neutron imaging with high spatial resolution and its impact on the study of crystalline-structured materials. *Nucl Instrum Meth A*, 2014, 735: 102–109
- 79 Santisteban J R, Edwards L, Fitzpatrick M E, et al. Engineering applications of Bragg-edge neutron transmission. *Appl Phys A-Mater Sci Process*, 2002, 74: s1433–s1436
- 80 Zhao C, Fezzaa K, Cunningham R W, et al. Real-time monitoring of laser powder bed fusion process using high-speed X-ray imaging and diffraction. *Sci Rep*, 2017, 7: 3602
- 81 Xu F, Liu W, Xiao Y, et al. High-speed tomography of local-plasma-induced rapid microwave sintering of aluminum. *Appl Phys Lett*, 2017, 110: 101904
- 82 Zhang L, Qi Q, Shi L Q, et al. Damage tolerance of Ti_3SiC_2 to high energy iodine irradiation. *Appl Surf Sci*, 2012, 258: 6281–6287
- 83 Zhang P, Wittmann F H, Zhao T J, et al. Observation and quantification of water penetration into strain hardening cement-based composites (SHCC) with multiple cracks by means of neutron radiography. *Nucl Instrum Meth A*, 2010, 620: 414–420
- 84 Manke I, Markötter H, Tötze C, et al. Investigation of energy-relevant materials with synchrotron X-rays and neutrons. *Adv Eng Mater*, 2011, 13: 712–729
- 85 Schaap J D, Lehmann P, Kaestner A, et al. Measuring the effect of structural connectivity on the water dynamics in heterogeneous porous media using speedy neutron tomography. *Adv Water Resour*, 2008, 31: 1233–1241
- 86 Maruyama I, Kanematsu M, Noguchi T, et al. Evaluation of water transfer from saturated lightweight aggregate to cement paste matrix by neutron radiography. *Nucl Instrum Meth A*, 2009, 605: 159–162
- 87 Lal S, Poulidakos L D, Gilani M S, et al. Investigation of water uptake in porous asphalt concrete using neutron radiography. *Transp Porous Media*, 2014, 105: 431–450
- 88 Baker D R, Brun F, O'Shaughnessy C, et al. A four-dimensional X-ray tomographic microscopy study of bubble growth in basaltic foam. *Nat Commun*, 2012, 3: 1135
- 89 Lindenberg A M, Kang I, Johnson S L, et al. Time-resolved X-ray diffraction from coherent phonons during a laser-induced phase transition. *Phys Rev Lett*, 2000, 84: 111–114
- 90 Liu H, Wang L, Xiao X, et al. Anomalous high-pressure behavior of amorphous selenium from synchrotron X-ray diffraction and microtomography. *Proc Natl Acad Sci*, 2008, 105: 13229–13234
- 91 Manke I, Hartnig C, Grünerbel M, et al. Quasi-*in situ* neutron tomography on polymer electrolyte membrane fuel cell stacks. *Appl Phys Lett*, 2007, 90: 184101
- 92 Lanz M, Lehmann E, Imhof R, et al. *In situ* neutron radiography of lithium-ion batteries during charge/discharge cycling. *J Power Sources*, 2001,

101: 177–181

- 93 Tötze C, Manke I, Hilger A, et al. Large area high resolution neutron imaging detector for fuel cell research. *J Power Sources*, 2011, 196: 4631–4637
- 94 Schröder A, Wippermann K, Mergel J, et al. Combined local current distribution measurements and high resolution neutron radiography of operating Direct Methanol Fuel Cells. *Electrochem Commun*, 2009, 11: 1606–1609

Experimental research of inside mechanical behavior based on advanced light source

XU Feng* & HU XiaoFang

CAS Key Laboratory of Mechanical Behavior and Design of Materials, Department of Modern Mechanics, School of Engineering Science, University of Science and Technology of China, Hefei 230027, China

Failure of key materials is a significant problem in various important engineering fields including aerospace, bridge, architecture, military-industrial, and high-speed train, etc. Materials failure and fracture are the fundamental causes of many engineering disasters and safety accidents. As we all know, visible macroscopic material failure is determined by the internal microscopic mechanical behavior which can not be directly observed. Therefore, precise experimental observation and research of internal microscopic mechanical behavior are the important foundation for revealing the mechanisms of materials failure and fracture. Conventional experimental techniques based on ultrasonic, visible light, electromagnetism, etc., are unavailable for direct observation with high resolution of internal mechanical behavior. Fortunately, the development of advanced light sources including synchrotron radiation and neutron source in recent years makes it possible to conduct *in situ* experimental research of materials inside failure processes. Both domestic and overseas research works of internal mechanical behavior experiments on the basis of advanced light sources are reviewed in this manuscript in two aspects of space and time. In spatial scale, the research works are organized into three scales of millimeter and micrometer, micrometer and sub-micrometer, nanometer according to spatial resolution. As for time scale, the research works are divided into static and quasi-static tests, and dynamic tests according to time resolution. At last, the challenges of experimental methods for internal observation in solving the problem of material failure and fracture are analyzed. And the development tendency of internal mechanical behavior experimental theories, methods and techniques based on advanced light sources are also discussed.

advanced light source, material fracture, internal mechanical behavior, synchrotron radiation light source, neutron source

PACS: 46.50.+a, 07.85.Qe, 29.25.Dz

doi: [10.1360/SSPMA2018-00178](https://doi.org/10.1360/SSPMA2018-00178)