

特约专栏

同步辐射高能 X 射线衍射在材料研究中的应用进展

王沿东, 张哲维, 李时磊, 李润光, 王友康

(北京科技大学 新金属材料国家重点实验室, 北京 100083)

摘要: 同步辐射是具有连续光谱宽波段、高通量、低发散度等优点的先进脉冲 X 射线光源, 可用于开展其它光源无法实现的诸多前沿科学研究。第三代同步辐射光源产生的高能 X 射线, 能大幅提高衍射的倒易空间分辨率、穿透深度及时间分辨能力, 实现使役条件下工程材料与部件内部多尺度微结构单元的高效原位、精确无损表征。配备满足透射几何条件、能施加多种力物性环境的原位装置, 有助于建立多场耦合下材料的跨尺度力学模型。简述了同步辐射高能 X 射线衍射的基本原理、第三代同步辐射光源的装置与特点, 介绍了高能 X 射线衍射在材料变形行为、相变以及再结晶等领域的研究进展。最后基于国内外先进光源的发展现状, 展望了同步辐射高能 X 射线衍射技术进步的主要方向。

关键词: 同步辐射高能 X 射线衍射; 材料科学; 多尺度表征; 形变; 相变

中图分类号: O434.19 文献标识码: A 文章编号: 1674-3962 (2017)03-0168-07

Application of Synchrotron-Based High-Energy X-Ray Diffraction in Materials Research

WANG Yandong, ZHANG Zhewei, LI Shilei, LI Runguang, WANG Youkang

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

Abstract: Synchrotron radiation is pulsed radiation generated by bunches of charged particles with relativistic energies. Due to high intensity, high spatial/time resolution and high penetration depth, the synchrotron-based high-energy X-ray diffraction (HE-XRD) technique can be used to characterize the evolution of the multi-scale microstructures in engineering materials. By applying the in-situ experimental instrument, the HE-XRD provides rich information on experimental inputs for establishing various micro-mechanical models of engineering materials under interaction of multiple external stress, temperature, and/or magnetic fields. Moreover, HE-XRD provides also powerful tools for revealing the damage and failure mechanisms of advanced materials and evaluating performance of engineering components during usage. In this paper, the basic principles of synchrotron radiation and HE-XRD are briefly introduced and their applications to deformation, phase transformation and recrystallization are presented, including the micromechanical behavior and microstructure evolution of advanced multiphase materials with high strength, the influence of external fields on the phase transformation behaviors of thermal and ferromagnetic shape-memory alloys and nanowire-reinforced shape-memory composites, etc. Finally, based on the further development of advanced photon sources, the future applications of HE-XRD technology in higher time resolution and multiple actual environment are prospected.

Key words: synchrotron-based high-energy X-ray diffraction; material science; multi-scale characterization; deformation; phase transformation

1 前言

材料的形变和相变行为是由材料晶体结构与多尺度

的微结构单元决定。多尺度的微结构主要包括相组成及分布、晶粒尺寸分布、晶粒取向分布及局域不均匀微观特征如形变带等。

利用基于同步辐射的高能 X 射线衍射技术 (High Energy X-Ray Diffraction, 以下简称“HE-XRD”), 可以表征多尺度微结构参量在制备过程中的调控机制与使役条件下的演化规律。一方面, HE-XRD 技术为发展与验证跨尺度的各种热力耦合模型提供了重要验证工具与基本

收稿日期: 2016-12-26

基金项目: 国家自然科学基金资助项目 (51471032, 51231002, 51527801); 中央高校基本科研业务费 (06111020, 06111040)

第一作者: 王沿东, 男, 1966 年生, 教授, 博士生导师, Email: yd wang@ustb.edu.cn

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2017.03.02

实验数据^[1-3];另一方面,HE-XRD技术可以揭示关键工程材料与部件服役失效模式和机理^[4-6],进而提出影响质量控制的关键微结构参量。本文将综述同步辐射HE-XRD技术在材料形变行为、相变机理、再结晶机制等研究领域的重要应用。

1947年4月,Elder F R等人在美国通用电气实验室的70 MeV的电子同步加速器上首次观察到了电磁辐射,因此命名为同步辐射^[7]。利用X射线在晶体中产生的衍射信号,可以确定高精度的晶体结构与微结构参量^[8]。

第三代同步辐射源(包括欧洲同步辐射光源 ESRF,美国的先进光子源 APS,日本的大型同步辐射装置 Spring-8),能产生具有高亮度(光束强度较旋转阳极X射线管高约 10^7 以上)、低发散度、能量大于60 keV的高能X射线。高能X射线衍射技术可以实现如下目标:

(1)关键材料与部件在制备和服役条件下应力的无损测量。典型能量大于60 keV的高能X射线,能很容易穿透1~10 mm量级的工程材料且衍射角较小,能够获得其它技术无法得到的精细晶体结构、准确的母相与变体取向、精确的三维应力状态等信息;

(2)原位同步表征材料的微观力学和相变行为。利用倒易空间分辨率和时间分辨率高的特点,在施加多种力物性(各种应力场、温度场、磁场及电场等)环境下,通过揭示材料结构/微结构演化过程,原位研究微观力学、相变行为及其它物理现象;

(3)与其它同步辐射先进表征手段配合,实现材料的成分、组织结构、性能的多尺度表征。先进的同步辐射光源HE-XRD技术配合成像/小角散射方法,提供包括微纳析出物、空洞、裂纹在内的材料跨尺度微结构信息^[9],为全面评估材料与部件的损伤提供技术支持。

与HE-XRD同时发展的先进衍射技术有中子衍射和同步辐射微束衍射。中子衍射的特点是:①中子在大多数晶体材料中的穿透能力强,深度较常规X射线高3~4个数量级^[10],但不易获得材料近表层信息;②与X射线衍射^[11]、透射电镜相互补充,结合数值模拟技术如晶体弹塑性自洽模拟^[12,13],表征材料三维应力、织构等结构信息;③目前,裂变源中子难以实现高通量表征。同步辐射微束衍射的特点包括:①利用K-B镜组聚焦可使分辨率达到亚微米甚至纳米级^[4],得到实验室X射线无法企及的、更小尺度内(如晶界处、二维材料等)的衍射信息^[14];②利用二维面探测器,实现亚微米级结构(包括晶粒分布、取向、微观应力等)的3D分辨。

2 同步辐射HE-XRD的基本原理及特点

2.1 基本原理

获得X射线的一种方式,接近光速的电子在改变

运动方向时,将沿运动轨迹切向辐射电磁波。在粒子加速器中,当带电粒子达到相对论速度,利用外加偏转磁场使其在环形轨道内运动,即产生同步辐射。由于沿带电粒子运动方向的切向产生了同步辐射锥,故带电粒子的洛伦兹因子 γ 与辐射X光束的发散角 ψ 成倒数关系^[15,16]。

因此,将光束发散角 ψ (单位: mrad)和入射光源面积 S (单位: mm^2)归一化后,同步辐射高能X射线束的通量 I (Brilliance)可以用单位时间间隔(单位: sec)、单位能量带宽 ΔE (单位: eV)的光子数 n 来描述,如下式(1):

$$I = \frac{n}{t \cdot \psi^2 \cdot S \cdot 0.1\% \Delta E} \quad (1)$$

电子束能量在6~8 GeV以上的第三代同步辐射光源中,高能X射线发生装置包括将电子束加速至MeV级的直线加速器、加速至GeV级的同步增强器和保持束团运转的高真空环境(真空度约 10^{-7} Pa)电子储存环。在此基础上,第三代光源进一步利用能提高X射线相干性和亮度的扭摆磁铁(Wiggler)或波荡磁体(Undulator)等插件,通过Si单晶体阵列及其(111)晶面切换白光/单色光、K-B镜组进行聚焦^[17],最终能够获得具有低发散度(光束发散角 ψ 小于0.5 mrad)、高通量(I 达到 10^{17} 以上)、指定带宽的高能X射线光束^[18]。

2.2 同步辐射高能X射线衍射的特点

图1所示为不同能量光子在几种典型金属(如Al, Ti, Fe和Ag等)中的穿透能力。能量为60 keV时,高能X射线在Fe中的穿透深度显著提高,达到3mm,而使用Cu靶的实验室X射线衍射仅仅4 μm 左右。高能X射线深穿透的特点还可以使HE-XRD技术在复杂条件(受力、变温、外加磁场、高压)下,对块体的单晶或多晶样品进行研究。

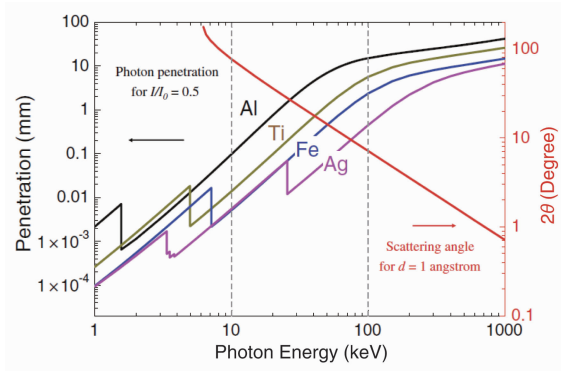


图1 高能X射线穿透深度与相对应的衍射角(晶面间距为1 Å)^[19]

Fig.1 Penetration ability of X-rays as a function of photon energy for several typical metals, and corresponding 2θ for d -spacing of 1 Å^[19]

衍射方法包括反射和透射两种方式,如图2所示,通过入射与衍射狭缝的控制与选择可以获得材料近表面及内部的结构与微结构信息^[20]。由于同步辐射产生的高

能光子具有穿透率高、吸收率低、散射角小和倒易空间分辨率高等特点,能够满足透射几何条件(见图 2b)。

高能 X 射线透射实验设置如图 3a 所示。使用二维面

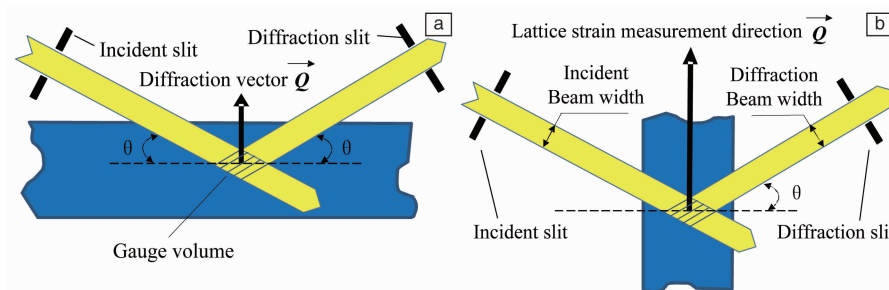


图 2 衍射方法的装置设置及测量体积示意图: (a)反射衍射, (b)透射衍射

Fig. 2 Schematics of diffraction instrument set-up and the diffraction gauge volume for reflection (a) and transmission (b)

探测器收集衍射斑点或德拜环,当样品围绕水平轴(Y)旋转一个角度 χ 或垂直轴(Z)旋转一个角度 ω 时,即可覆盖更大的倒易空间。由于高能 X 射线的吸收率低,可

以获得透射几何条件下的衍射信息,包括单晶产生的漫散射(图 3b)和调制马氏体微弱的超点阵衍射(图 3c)和强织构多晶材料多方向的衍射环(图 3d)。

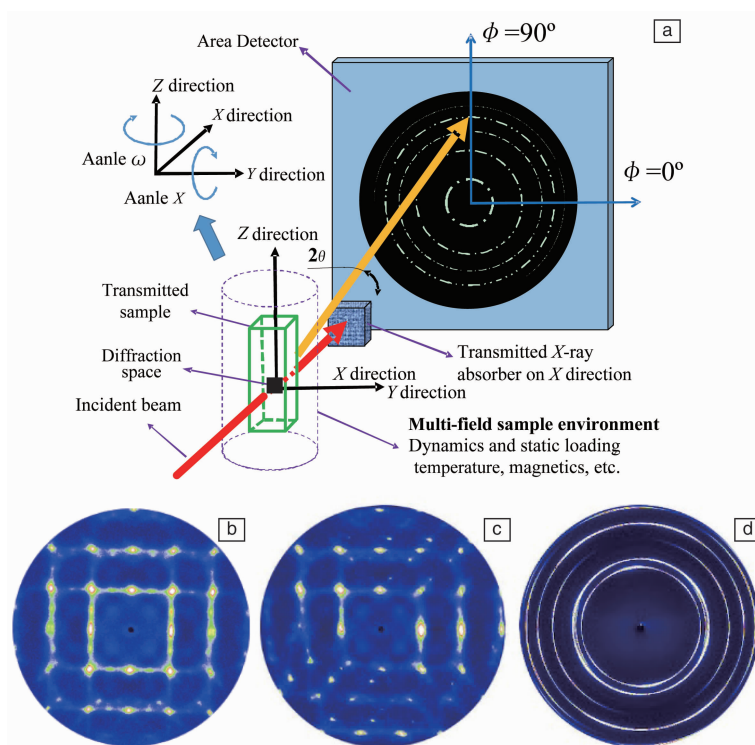


图 3 高能 X 射线衍射实验装置示意图(a), 单晶衍射斑(b), 调制马氏体超点阵衍射(c), 强织构多晶衍射花样(d)^[21]

Fig. 3 Schematic illustration of the setup for high-energy x-ray diffraction experiments under multiple sample environments (a); A 2D detector is used for collecting: (b) the diffuse scattering of a single crystal, (c) weak super reflections of modulated martensite, and (d) diffraction rings of a strongly textured sample^[21]

3 同步辐射HE- XRD 在材料研究中应用

3.1 材料形变机理研究

HE-XRD 可以原位研究应力、温度及其它载荷作用下,多尺度三维应力分布变化主导的材料微结构演化及形变损

伤行为。多尺度应力包括:部件内毫米尺度作用范围内的宏观(第Ⅰ类)应力,晶粒作用范围的(第Ⅱ类)应力(包括晶间应力与相间应力),晶粒内部点缺陷、线缺陷导致的小至原子作用范围波动的(第Ⅲ类)应力。材料的微观组织结构则主要包括相体积与分布、晶粒形状与取向等。

Jia N 等利用 HE-XRD 技术对具有复相组织的先进高

强钢微观力学行为进行了原位研究^[1]。对同时存在铁素体、贝氏体和马氏体的多相高强钢, 利用 HE-XRD 倒易空间分辨率高的特点, 对(200)晶面的重叠衍射峰进行分离, 如图 4a 所示确定了不同相在形变过程当中晶格应变的变化。根据原位实验结果(见图 4b), 建立了弹塑性自洽本构模型(Elasto-Plastic Self-Consistent Modeling, 简称

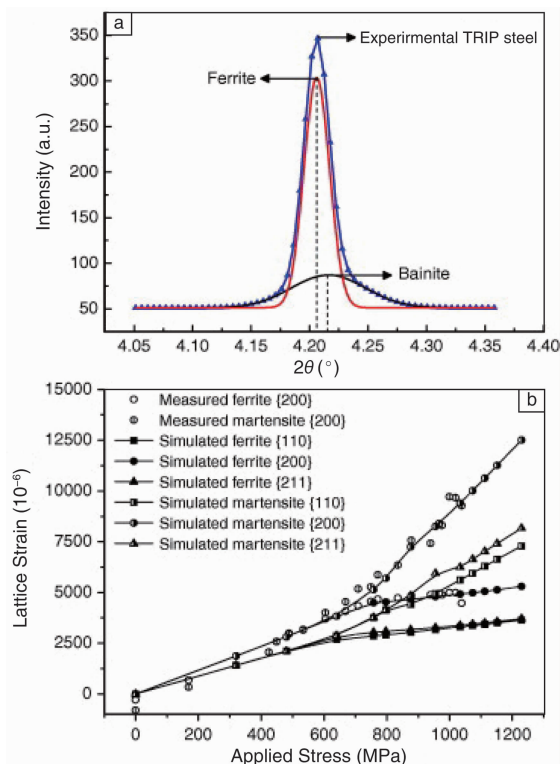
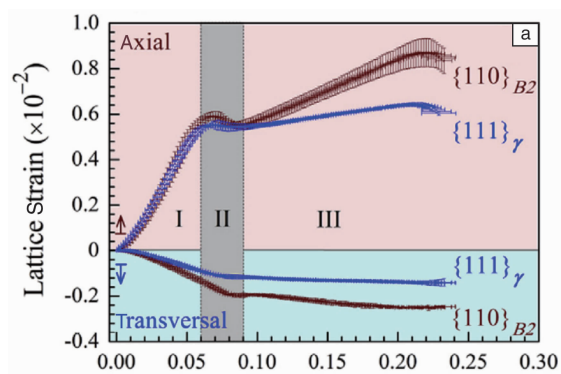


图4 铁素体+贝氏体钢的(200)晶面重叠衍射峰(0 MPa)(a), EPSC 与 HE-XRD 得到的晶格应变(b)^[1]

Fig. 4 The (200) diffraction peaks of Ferrite and Bainite phases in the TRIP steel at applied stress of 0 MPa (a), and response of lattice strains to applied stress for different reflections of TRIP steel using EPSC and HE-XRD (b)^[1]



“EPSC”), 模拟了具有相近结构复相材料的应力配分及弹塑性各向异性行为。此外, 基于 HE-XRD 数据对微观力学行为的描述与 TEM 观察到的微结构演化特征相符。

Fu B 等利用 HE-XRD 技术对相变诱发塑性变形(Transformation-Induced Plasticity, 以下简称“TRIP”)不同含碳量的 C-Mn-Al-Si 多相钢, 在室温(RT)和低温(LT, -40°C)下的微观力学行为进行了原位研究^[22]。结果表明, 在单轴拉伸条件下, 残余奥氏体转变率不仅取决于宏观应变(如图 5 所示), 还与相间应力密切相关。在塑性形变过程中, 利用 HE-XRD 获得相间应力演化的信息, 据此建立用于描述 TRIP 钢微观力学行为的修正本构模型, 适用于同类的先进高强钢。

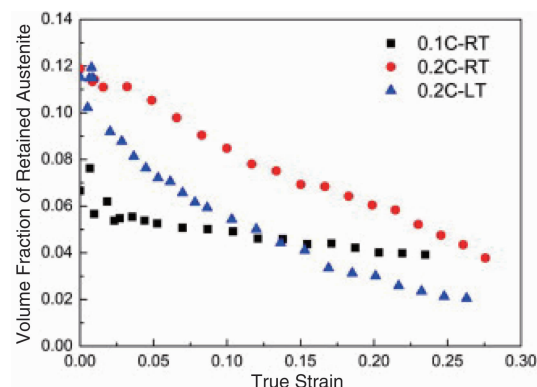


图5 TRIP 钢中残余奥氏体含量随宏观应变的变化^[22]

Fig. 5 Evolution of retained austenite fraction with macroscopic strain for the investigated steels^[22]

Yang M X 等利用 HE-XRD 技术研究了单轴拉伸过程中, Mn-Al-Ni 钢的应变硬化行为^[23]。这种由 γ 奥氏体和 B_2 金属间化合物组成的双相钢, 屈服强度达到 1.2 ~ 1.4 GPa、均匀伸长率达 18% ~ 34%。利用 HE-XRD 原位技术, 跟踪了在两相在共同变形前, 弹/塑性转变和两相之间的应变配分。根据图 6 中不同晶面晶格应变随拉

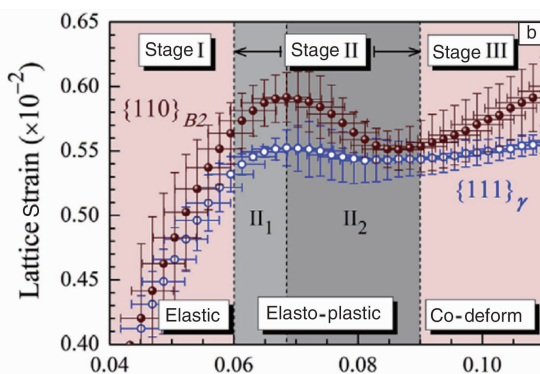


图6 γ 、 B_2 相分别沿加载方向(轴向)和垂直方向的晶格应变随轴向拉应变的变化: (a)拉伸应变 0% ~ 0.3%, (b)拉伸应变 0.04% ~ 0.11%^[23]

Fig. 6 Lattice strains in axial (loading) and transverse direction, respectively, in both γ and B_2 versus applied tensile strain(a) and close-up of the three stages in (a) in axial direction (b)^[23]

应力的变化可知,在形变初始阶段、材料达到屈服强度峰值后,材料的应变硬化速率显著增加。如图 7 所示,进一步的循环加载实验结果揭示了奥氏体相的包申格效应导致其在卸载阶段发生屈服,这种背应力硬化现象是双相高强钢具有高延伸率的主要原因。

材料的晶粒取向分布演化对多晶体材料的性能有重要影响,但以往对织构通常只能进行宏观尺度表征。Margulies L 等提出了一种在晶粒/亚晶粒尺度水平研究结构动力学的方法^[24]。利用 HE-XRD 原位技术,观察到在拉伸变形过程中材料内部的晶粒旋转取向机制与经典的 Taylor 和 Sachs 模型并不一致。

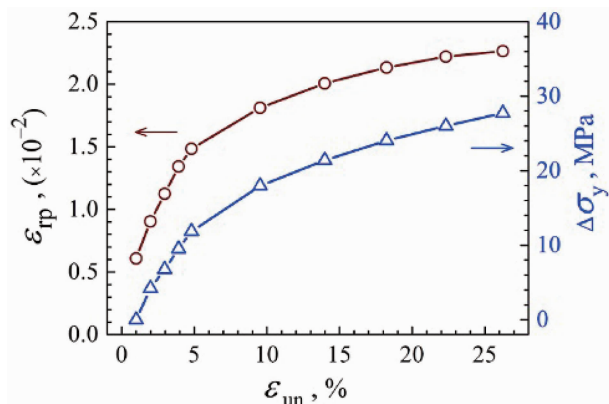


图 7 γ +B2 双相钢在循环加载过程中,残余塑性应变与轴向应力随卸载阶段拉伸应变的变化^[23]

Fig. 7 Reverse plastic strain (ε_{rp}) and $\Delta\sigma_y$ of dual-phase steel γ +B₂ versus unloading strains (ε_{un}) under cyclic loading process^[23]

金属和合金发生塑性形变时,准确地表征时间分辨的位错演化动力学,有助于理解材料的加工硬化现象。Bo Jakobsen 等利用 HE-XRD 方法原位追踪了单个晶粒发生塑性形变时的亚结构演化^[25]。在纯铜的拉伸变形过程中,位错墙和位错胞随时间变化呈现出具有间歇性的动态演化特征。

综上所述,同步辐射 HE-XRD 技术能够精确地表征宏观应力、晶间应力、相间应力和第Ⅲ类应力,实现多尺度微结构演化的高时空分辨,是研究材料微力学行为不可或缺的方法。

3.2 材料相变机理研究

在多场耦合条件下,同步辐射高能 X 射线衍射技术在单晶材料或存在较强织构多晶材料的相变行为研究中具有优势。目前的前沿研究主要包括:相变形核、外加应力场、磁场和温度场变化对温控形状记忆合金^[26]、铁磁形状记忆合金^[27, 28]和纳米线增强的形状记忆复合材料^[29]等材料相变行为的影响。

Mu J 等利用 HE-XRD 技术对在校晶增韧的钛基非晶复合材料内部,由形变诱发的相变行为进行原位研究^[29]。

使用 TEM 和原位 HE-XRD 配合,研究了压缩变形诱导的微结构演化和相变行为。原位 HE-XRD 实验证实了在宏观应力-应变曲线的线性弹性阶段,材料的形变诱发了马氏体从 β 到 α'' 的二级相变(见图 8a),获得了晶态增强相在形变过程中的微观应力(图 8b),揭示了马氏体相变主导的晶态增强相与非晶基体间应力配分机制的变化。

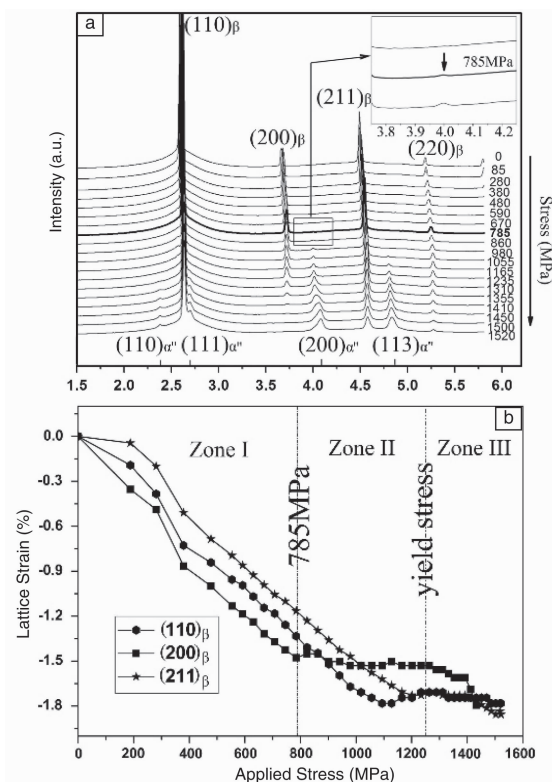


图 8 增强相不同晶面应变随加载应力的变化(a), 原位加载过程中, β 到 α'' 的二级相变(b)^[29]

Fig. 8 1-D HE-XRD diffraction profiles of the studied AAC in the loading direction (a), and response of lattice strains to the applied stress for different (*hkl*) planes of the β phase during the deformation process (b)^[29]

Hao S J 等^[30, 31]成功地制备出屈服强度达到 1 GPa、伸长率超过 6% 的 NbTi 纳米线增强 NiTi 基复合材料(直径为 0.58 mm),并利用 HE-XRD 技术研究其超弹性行为。图 9 所示为原位加载过程中的 HE-XRD 图谱变化,结果表明 Ni-Ti 基体存在相变过程,而该材料超弹性的出现归因于基体承担的应力在变形过程中向 NbTi 相转移,进而延长基体的弹性形变阶段,揭示了金属基复合材料在弹/塑性变形不同阶段的微观应力配分与其宏观力学性能的关系。

很多情况下,多晶材料的力学性能由制备时的相变形核与生长过程决定。Offerman S E 等利用同步辐射 HE-XRD 研究了单个内晶粒尺度的相变动力学^[32],结果表明,发生相变晶粒的形核激活能比热力学模型的预测值低至少两个数量级,且出现非均匀的生长动力学特征。

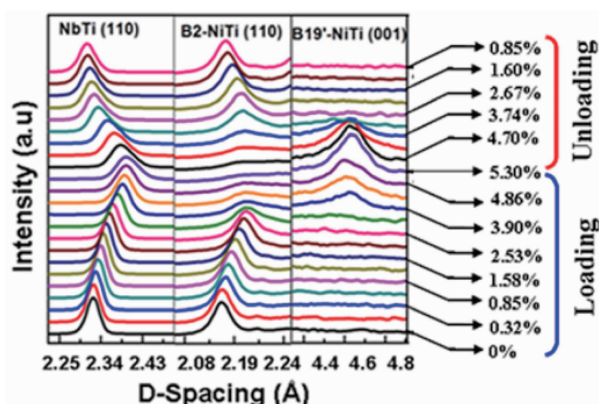


图9 加/卸载时, NiTi 发生可回复马氏体 (B2→B19) 相变^[30]

Fig. 9 Three sections of diffraction patterns for the NbTi (110), B2-NiTi (110), and B19'-NiTi (001) perpendicular to the loading direction during tensile loading/unloading^[30]

总之,在马氏体变体选择的微观“记忆效应”、应力诱发相变动力学、超弹性^[33]、相变形核与生长以及本文未提及的磁驱动相变^[34]等问题的最新研究当中,HE-XRD均是行之有效的表征手段。

3.3 其它材料科学研究中的应用

由于高倒易空间分辨率和高空间分辨率,同步辐射高能 X 射线衍射技术除应用在形变、相变机理研究领域,亦实现了对形变晶粒的再结晶过程等晶粒/亚晶粒尺度问题的原位跟踪。

对于材料形变后的再结晶过程,以往仅基于微观组织的统计结果在理论上进行分析。Schmidt S 等利用同步辐射 HE-XRD 观察了形变样品中,单个晶粒在再结晶过程中的原位生长^[35]。结果表明,再结晶新晶粒生长模式很不均匀,与“再结晶期间,晶粒平滑、球形生长”的经典假设矛盾;同时,原位地跟踪了形变材料单个晶粒内的再结晶形核和边界迁移过程。

4 高能 X 射线衍射技术的未来展望

同步辐射 HE-XRD 技术在材料科学领域的未来发展,主要取决于模拟真实条件的复杂样品环境设计、探测器和光源的升级、功能更加全面的图像和数据分析软件开发。

目前,国内外可用于材料科学研究、X 射线能量达到 100 keV 量级的衍射线站中,光束通量 I 在 $10^{10} \sim 10^{21}$ 之间,而最新发展的自由电子激光技术,光束通量 I 能达到 10^{25} ^[36],这将有助于实现 HE-XRD 在更小尺度上实现亚皮秒级的时空分辨;此外,国内外针对外加磁场与/或电场、压力、低/高温等复杂样品环境的装置设计已在进行当中,将能够实现多场耦合、极端条件下材料形变相变行为的研究;而计算散射科学的发展,将有助于分析和解释 HE-XRD 实验产生的高复杂性实验结果。

参考文献 References

- [1] Jia N, Cong Z H, Sun X, et al. *Acta Materialia* [J], 2009, 57(13): 3965-3977.
- [2] Jia N, Nie Z H, Ren Y, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 2010, 41(5): 1246-1254.
- [3] Zhang X Q, Wang L, Fan Q B, et al. *Materials Science & Engineering A* [J], 2014, 598: 407-412.
- [4] Li N, Wang Y D, Liu W J, et al. *Acta Materialia* [J], 2014, 64(9): 12-23.
- [5] Shen Y F, Wang Y D, Liu X P, et al. *Acta Materialia* [J], 2013, 61(16): 6093-6106.
- [6] Ma L L, Wang L, Xue Y F, et al. *Materials Science & Engineering A* [J], 2011, 530(11): 344-348.
- [7] Elder F R, Gurewitsch A M, Langmuir R V, et al. *Physical Review* [J], 1947, 71: 829.
- [8] Reimers W, Pyzalla A R, Schreyer A. *Neutrons and Synchrotron Radiation in Engineering Materials Science*[M]. Weinheim: John Wiley & Sons Press, 2008.
- [9] Fan D, Huang J W, Zeng X L, et al. *Review of Scientific Instruments* [J], 2016, 87(5): 073903-717.
- [10] Hutchings M T, Wither P J, Holden T M, et al. *Introduction to the Characterization of Residual Stress by Neutron Diffraction* [M]. London: Taylor & Francis Press, 2005: 4-5.
- [11] Fitzpatrick, Lodini, Michael E, et al. *Analysis of Residual Stress Using Neutron and Synchrotron Radiation*[M]. Boca Raton, FL, USA: CRC Press, 2003.
- [12] Jia N, Peng R L, Brown D W, et al. *Metallurgical and Materials Transactions A* [J], 2008, 39(13): 3134-3140.
- [13] Jia N, Peng R L, Wang Y D, et al. *Acta Materialia* [J], 2008, 56(4): 782 - 793.
- [14] Zhou Yu(周玉). *Characterization Methodology for Material*(材料分析方法)[M]. Beijing: Machinery Industry Press, 2011.
- [15] Schwinger J. *Physical Review* [J], 1946, 70: 798-799.
- [16] Schwinger J. *Physical Review* [J], 1949, 75: 1912-1925.
- [17] Hodeau J L, Bordet P, Anne M, et al. *Proceedings of SPIE-The International Society for Optical Engineering* [J], 1998, 3448: 353-361.
- [18] Fæster Nielsen, Søren. *Thesis for Doctorate*(博士论文) [D]. Forskningscenter Risoe, Denmark: Risø National Laboratory, 2001: 8-9.
- [19] Wang Y D, Nie Z H, Ren Y, et al. *The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society*[J], 2012, 64(1): 150-160.
- [20] Wang Y D, Peng R, Almer J, et al. *Advanced Materials* [J], 2005, 17(10): 1221-1226.
- [21] Zhu Z, Wang Y, Hao Y, et al. *Materials Letters* [J], 2016, 186: 378-381.
- [22] Fu B, Yang W Y, Wang Y D, et al. *Acta Materialia* [J], 2014, 76(9): 342-354.
- [23] Yang M X, Yuan F P, Xie Q G, et al. *Acta Materialia* [J], 2016, 109: 213-222.
- [24] Margulies L, Poulsen H F. *Science* [J], 2001, 291(5512): 2392-4.

- [25] Bo Jakobsen, Poulsen H F, Lienert U, *et al.* *Science* [J], 2006, 312 (5775): 360–395.
- [26] Sun G A, Wang X L, Wang Y D, *et al.* *Materials Science & Engineering A* [J], 2013, 560(2): 458–465.
- [27] Wang Y D, Huang E W, Ren Y, *et al.* *Acta Materialia* [J], 2008, 56 (4): 913–923.
- [28] Wang Y D, Ren Y, Li H, *et al.* *Advanced Materials* [J], 2006, 18 (18): 2392–2396.
- [29] Mu J, Zhu Z, Su R, *et al.* *Acta Materialia* [J], 2013, 61(13): 5008–5017.
- [30] Hao S J, Jiang D Q, Cui L S, *et al.* *Applied Physics Letters* [J], 2011, 99(8): 084103–084103.
- [31] Hao S, Li J. *Science* [J], 2013, 339(6124): 1191–1194.
- [32] Offerman S E, Van Dijk N H, Sietsma J, *et al.* *Science* [J], 2002, 298(5595): 1003–1005.
- [33] Wang Y D, Ren Y, Li H, *et al.* *Advanced Materials* [J], 2006, 18 (18): 2392–2396.
- [34] Liu J P, Wang Y D, Hao Y L, *et al.* *Scientific Reports* [J], 2013, 3 (7): 2156–2156.
- [35] Schmidt S, Nielsen S F, Gundlach, *et al.* *Science* [J], 2004, 305 (5681): 229–232.
- [36] Schneidmiller E A, Yurkov M V, *et al.* *Photo Beam Properties at the European XFEL*, TR-2011-006[R]. European XFEL, 2011

(编辑 盖少飞)

“中国 3D 打印材料及应用发展战略研究” 咨询项目启动会在京召开

2017 年 3 月 25 日, 由周廉院士担任总负责人的“中国 3D 打印材料及应用发展战略研究”咨询项目启动会在北京工大建国饭店成功召开。中国工程院院士周廉、关桥、卢秉恒、江东亮、戴尅戎、王华明、李仲平、王玉忠、毛新平, 中国工程院吴国凯副秘书长, 中国工程院化工、冶金与材料工程学部办公室王爱红主任, 以及来自全国近 50 家单位的 100 余位专家出席了会议。南京工业大学常辉教授主持了启动会。

3D 打印, 似乎短短数十载就从科幻小说走向了现实生活。它精确、高效、节约资源、降低成本, 最重要的是赋予我们极大的自由度, 实现我们对未来无穷的想象。近年来, 我国金属增材制造技术在大型复杂承力构件等很多领域都已处于国际领先水平。与此同时, 激光与电子束等打印技术的发展也突飞猛进, 并在航空航天与生物医疗等领域实现了一定的推广和应用。但作为 3D 打印的物质保障与关键支撑, 3D 打印材料仍是制约我国 3D 打印产学研快速发展的瓶颈。

有鉴于此, 由周廉院士牵头, 2017 年在中国工程院批准立项“中国 3D 打印材料及应用发展战略研究”咨询项目, 项目计划用时一年。

项目总负责人周廉院士详细阐述了项目背景、工作目标、工作内容、工作要点, 并对项目计划与安排、项目参加单位及人员做了细致部署。周廉院士指出, 3D 打印技术的发展非常迅速, 国内外涌现出很多创新思想, 其发展速度已超乎想象, 并引起了世界各国的关注。最近美国波音公司将 3D 打印技术应用于飞机叶片制造、惠普公司将搭建 3D 打印原型设计的开放平台, 这些成果都是标志性的工作。我国“十三五”规划和“中国制造 2025”计划都给予了 3D 打印领域大量资金支持, 并创建了很多国家重点实验室。周廉院士认为, 3D 打印在尖端制造行业中巨大的应用潜力, 是吸引各国目光的主因。据调研, 2017 年全球共计举办过 90 个 3D 打印领域的国际会议, 分别由 24 个国家组织承办。尤其是欧洲, 在该领域储备了十分庞大的信息量。如果我们能够以一个项目组的形式来具体了解、掌握和消化国内外动向, 并给政府提供一些建议, 将对整个国内 3D 打印的发展起到积极作用, 这就是申请这个项目的意义。

周廉院士指出: 3D 打印技术的基础研究对于潜在应用的发掘具有重要意义, 希望能在基本概念和原理上深入研究。3D 打印未来的发展方向一定是向着高性价比、重大工程应用的方向前进。

与会院士和专家纷纷表示本项目将对整个产业链的发展产生至关重要的推动作用: ① 3D 打印最大的创新之处并非技术本身, 而在于消除传统工业中设备与工艺的限制, 赋予我们一种新型思维模式; ② 3D 打印应重点向个性化、高性价比、结构复杂、传统加工技术难以制备的精密构件方向发展; ③ 3D 打印需要超越现有传统材料的“3D 打印专用材料”, 以适应 3D 打印打破常规的制备方式, 这对整个材料科学的发展与突破也是一个推动力, 尤其将助推高分子材料和复合材料的科研发展。

中国工程院吴国凯秘书长指出, 希望进一步聚焦国家战略需求, 紧跟、瞄准国际发展前沿, 为国家的重大决策提供准确、前瞻、及时的建议, 所以工程院一直非常重视这项工作, 将大力支持项目开展。

最后, 咨询项目组各组长就未来各阶段工作的开展和实施分别表态。会务组安排与会专家及代表参观了北京工业大学 3D 打印中心。

(本刊通讯员 吴 琛)

特约专栏

晶体材料微观结构的同步辐射白光劳厄微衍射研究

潘志豪, 周光妮, 陈 凯

(西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室 微纳尺度材料行为研究中心, 陕西 西安 710049)

摘 要: 伴随着特种聚焦镜的出现和同步辐射技术的发展, 利用微聚焦的同步辐射多波长 X 射线进行白光劳厄微衍射成为可能。通过白光劳厄微衍射实验, 可以对材料局域微观结构进行无损定量表征, 并建立材料的微观特性与机械性能之间的关系。脆性多晶 $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$ 材料及激光 3D 打印的镍基高温合金材料的研究, 体现了同步辐射白光劳厄微衍射技术在研究非均一的多相多晶材料的晶体取向、晶格畸变、缺陷类型和密度等重要微观结构信息方面的特点与优势。随着数据采集和数据分析的飞跃式发展, 即使以微小的步长对样品上一个较大的区域进行劳厄微衍射实验, 也可以近乎实时的获得晶体材料微观结构的定量图像。同步辐射白光劳厄微衍射发展至今已有 20 多年, 并且新的同步辐射纳米衍射线站正在全世界范围内建设和服役。简单概括了同步辐射白光劳厄微衍射其实验设施、当前应用、最新技术发展以及未来可能涉及的领域, 并借此激励更多的中国学者利用同步辐射白光劳厄微衍射技术进行材料科学的研究。

关键词: 白光劳厄微衍射; 晶体结构; 晶体取向; 微观应变; 缺陷

中图分类号: O434.19 文献标识码: A 文章编号: 1674-3962(2017)03-0175-06

Synchrotron Polychromatic X-Ray Laue Microdiffraction Study on the Microstructures of Crystalline Materials

PAN Zhihao, ZHOU Guangni, CHEN Kai

(Center for Advancing Materials Performance from the Nanoscale (CAMP-Nano), State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: With the advent of efficient brightness-preserving X-ray focusing optics and synchrotron radiation-based techniques, local crystal structure, orientation, microscopic elastic strain/stress, and defect type and density can all be probed with a single scan of micro-focused synchrotron polychromatic X-ray Laue diffraction (μXRD), and these microstructural features can be further related to the mechanical and physical properties of the crystals. The μXRD technique is particularly suitable for the non-destructive and quantitative mapping of the microstructural characteristics of inhomogeneous multiphase polycrystalline samples, as well as imperfect epitaxial crystals, without involving any critical sample preparation procedures. In this paper, three examples are introduced in details. First of all, the orientation distribution $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$ polycrystals, which are brittle and virtually impossible for fine surface polishing, are mapped using the μXRD technique and related to their unique electrical conductance distribution. Secondly, the elastic lattice strain distribution in laser 3D printed Ni-based superalloy is studied and compared to the case in cast bulk materials. Finally, the defect type (mainly dislocations) and density are thoroughly mapped from the matrix to the cladding layers of a laser 3D printed Ni-based superalloy. By studying the nano-hardness of the same region using the technique of nano-indentation, the mechanical properties are successfully linked with the dislocation densities. As μXRD enters its 20th year of existence and new synchrotron nanodiffraction facilities are being built and commissioned around the world, two dimensional or even three dimensional scans on the testing specimens with tiny scanning steps become possible and giant amount of Laue diffraction data are collected. Therefore new data analysis algo-

rithms and tools are being developed. In this paper we briefly review the new achievements and trends in this field. We take the opportunity to overview the current capabilities as well as the latest technical developments, and hopefully can spur more and more Chinese researchers and scientists to take advantage of the powerful μXRD materials study technique.

Key words: polychromatic X-ray Laue microdiffraction; crystal structure; crystal orientation; microscopic strain; defect

收稿日期: 2016-11-30

基金项目: 国家重点研发计划(2016YFB0700404); 国家重点基础研究发展计划(2015CB057400); 国家自然科学基金(51671154)

第一作者: 潘志豪, 男, 1995 年生, 本科生

通讯作者: 陈 凯, 男, 1983 年生, 教授, 博士生导师, Email: kchenlhl@gmail.com

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2017.03.03