

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 ( $\mu\text{XRD}$ ), and these microstructural features can be further related to the mechanical and physical properties of the crystals. The  $\mu\text{XRD}$  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  $\mu\text{XRD}$  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  $\mu\text{XRD}$  enters its 20<sup>th</sup> 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  $\mu\text{XRD}$  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

## 1 前言

1912 年, 劳厄等人实验证实了 X 射线与晶体相遇时会发生衍射现象。应运而生的多波长 X 射线衍射(即白光劳厄衍射), 却因为当时数据分析手段的限制, 未能得到广泛应用。

直到 20 世纪 90 年代, 白光劳厄衍射技术在两个重要的研究领域取得成功, 从而走向复兴。一方面, 白光劳厄微衍射被成功应用于大晶胞晶体结构的研究。传统晶体学方法利用单色光 X 射线发生衍射, 并通过旋转晶体来获得一组可用的衍射峰, 最终采集成百上千张衍射谱进行研究。白光劳厄衍射技术利用多波长的 X 射线, 只需单次曝光即可获得一整套衍射峰<sup>[1, 2]</sup>。当我们通过诸如能量扫描的方法确定每个衍射峰对应的 X 射线波长, 或者对晶体的晶胞大小进行校正以后, 便可以运用白光劳厄衍射解决一些实际问题, 比如解析瞬态大分子的结构<sup>[3, 4]</sup>。

另一方面, 通过解析劳厄衍射谱, 可以获得材料内局部的晶体取向<sup>[5]</sup>、晶格畸变<sup>[6]</sup>、结构缺陷<sup>[7]</sup>等信息。当发生白光劳厄衍射的 X 射线束处于微米、亚微米的尺寸量级时, 便称其为白光劳厄微衍射。首先, 微聚焦的 X 射线束保证了微米或亚微米量级的空间分辨率, 使得许多材料科学问题能够得到有效研究, 比如研究裂纹尖端的形变和相变分布<sup>[8]</sup>, 追踪电子器件中由于电迁移引发的塑性变形<sup>[9]</sup>等。其次, 虽然电子显微镜具有更好的空间分辨率, 但其观测环境必须是真空, 而白光劳厄微衍射则没有这项限制, 硬 X 射线(波长小于 4 Å)在材料中强的穿透性使得衍射过程完全可以在常压环境下完成, 因此便于我们通过设计原位测试装置来研究材料在服役条件下的结构演化。再次, 尽管透射电子显微镜(TEM)、电子背散射衍射(EBSD)等技术也能提供晶体材料的微区取向、缺陷密度等信息, 但是这些技术的制样复杂且观测区域较小难以进行统计研究。相对来说, 白光劳厄微衍射技术的制样极其简单且适宜进行大面积(毫米甚至厘米尺度)的扫描统计。最后, 白光劳厄微衍射技术可与显微光谱技术相结合, 例如在微衍射实验同时利用荧光探测器识别非均质基底中的微量成分<sup>[10]</sup>。

## 2 实验设施

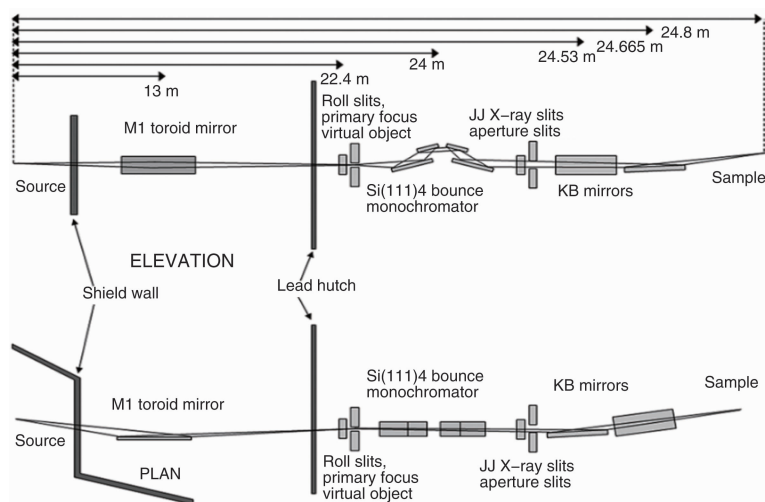
微聚焦 X 射线的获得依赖于特种聚焦镜的发展, 迄今为止得到广泛应用的有 Fresnel 波带片<sup>[11]</sup>、复合折射透镜(CRLs)<sup>[12]</sup>、以及 Kirkpatrick-Baez(KB)镜<sup>[13]</sup>。基于衍射作用的波带片和基于折射作用的 CRLs 会使得聚焦后的光束出现典型的色差问题, 故而这两种聚焦镜均不适

用于白光, 所以最终选择基于反射作用的具有消色差功能的 KB 镜实现对白光的聚焦。在入射角大于全反射角时, X 射线会被光滑的反射面完全反射; 如果反射面被弯曲成内凹的椭圆面时, X 射线则会被聚焦到一点上。KB 镜组由一对垂直放置的聚焦镜组成, 分别实现水平方向和垂直方向的独立聚焦, 理想状态下可使 X 射线聚焦到百纳米以下<sup>[14]</sup>。

KB 镜能够接收的入射束尺寸在百微米数量级, 为了保证微聚焦的 X 射线束仍然具备足够的强度产生衍射信号, 入射的 X 射线需要具备高强度、高平行性等特点, 因此白光劳厄微衍射实验一般在同步辐射线站上进行。其一, 同步辐射 X 射线具有小的角源尺寸和小的发散角, 故而最终可以实现高程度的聚焦; 其二, 同步辐射 X 射线比实验室 X 射线强度高了几个数量级, 故而可以实现 X 射线微衍射; 其三, 同步辐射 X 射线的能量具有可调谐性, 所以可以应用在光谱学领域, 因此 X 射线微衍射装置也经常和显微光谱技术结合在一起。

白光劳厄微衍射需要多波长的 X 射线光谱, 因此同步辐射偏转磁铁(Bending Magnet)、扭摆器(Wiggler)、波荡器(Undulator)线站均是理想的选择。全世界只有少数实验线站可以实现 X 射线微衍射, 而其中只有更少数才具备实现白光劳厄微衍射的功能, 包括: 美国阿贡国家实验室的先进光子源波荡器线站 ID-34, 它是迄今为止还在运行的历史最悠久的线站; 美国劳伦斯伯克利国家实验室的先进光源超导磁铁(Superconducting Bending Magnet)线站 12.3.2; 欧洲同步辐射中心的 BM32 线站; 韩国浦项光源的 1B2 线站; 加拿大光源 VESPERS 线站; 瑞士光源 MicroXAS 线站; 英国 Diamond 同步辐射光源的 B16 线站。而目前规划建设、在建设以及试运行的具备白光劳厄微衍射线站的同步辐射光源包括中国上海光源、澳大利亚同步辐射加速器<sup>[15]</sup>等。同时, 台湾同步辐射研究中心的台湾光源线站 21A 是目前第一条试运行的纳米束白光劳厄衍射实验装置。

这里以先进光源的 12.3.2 线站为例, 该线站有单色光和白光两种模式。图 1 给出了该线站的简单装置示意图。在进行白光劳厄微衍射实验时, 首先利用环面聚焦镜(Toroid Mirror)对 X 射线进行重新聚焦。其次, 通过一对狭缝(Roll Slits)调节光源的尺寸, 从而调节照射在 KB 镜上的 X 射线光斑的大小, 聚焦束到达样品时的尺寸也随之改变。最后, 利用一对 KB 镜组对 X 射线进行聚焦<sup>[17]</sup>, 使 X 射线到达样品时的尺寸约为 1 μm。当需要用到单色光时, 把由两个完全相同的 Si(111)通道组成的单色器置入光路中, X 射线将在单色器上发生 4 次反射, 确保了单色光光路与白光光路的一致性, 所以最终

图1 美国劳伦斯伯克利国家实验室先进光源线站 12.3.2 实验设施简图<sup>[16]</sup>Fig. 1 Outline of the X-ray microdiffraction beamline (12.3.2) at the Advanced Light Source, Lawrence Berkeley National Laboratory<sup>[16]</sup>

单色光与白光会聚焦在样品的同一点上,从而允许我们在样品的同一位置上分别进行单色光和白光实验。

样品台与X射线入射束成一定的角度,并且能够在三个维度上进行高精度、快速移动,保证了实验过程中对样品进行精确的扫描。实验中利用Pilatus 1M二维探测器(共 $1043 \times 981$ 个像素点,每个像素的尺寸为 $172 \times 172 \mu\text{m}^2$ )收集衍射谱,利用Vortex硅漂移探测器收集X射线荧光(XRF)信号。

### 3 数据采集与分析

应用反射劳厄法(Reflection Laue)可以测定单晶的取向,而对X射线聚焦后所达到的空间分辨率则赋予了这项技术新的功能。当利用聚焦的X射线对样品上一个二维区域进行逐点扫描时,我们会在每一个扫描位置获得一张劳厄衍射谱。类似于对电子背散射衍射(EBSD)所获得的一系列菊池花样的标定,通过标定这一系列劳厄谱可以获得样品内的晶体取向分布<sup>[18]</sup>。

同时,通过计算每张劳厄衍射谱中实际衍射峰位置和理论衍射峰位置之间的角偏差,我们最终可以得到材料中6个弹性偏应变的空间分布<sup>[6]</sup>。需要特别指出,由于从劳厄衍射实验中只能获得散射矢量(Scattering Vector)的方向信息,而不能获得散射矢量的长度信息,因此,本方法只适用于测量偏应变张量(Deviatoric Strain),而无法测量静水压应变(Hydrostatic Strain)。为了获得全应变张量,研究人员发展了两类方法:一是基于样品的尺寸或热历史确定至少一个应变边界条件,例如,对于原子序数较高的试样,X射线的穿透深度相对较浅,因而可以假设沿样品表面法线方向的全应变张量分量为0<sup>[19]</sup>;二是将白光劳厄衍射与单色光能力扫描相结合,

准确测量至少一个散射矢量的长度,从而计算得到静水压应变<sup>[20]</sup>。晶体试样内的弹性应力分布可以进一步由刚度系数张量乘以弹性应变张量计算获得<sup>[21]</sup>。

除了上述寻峰标定和峰位比对计算外,衍射峰的形状还包含了晶体塑性变形的信息。几何必需位错(Geometrically Necessary Dislocation, GND)会造成衍射峰沿着某一个方向的拉长,拉长的方向取决于位错类型和滑移系,拉长的角度与位错密度、晶体取向、衍射峰的米勒指数有关;小角晶界的存在会造成衍射峰的劈裂而形成两个或两个以上的“亚峰”,亚峰的数目等于亚晶的数目,亚峰之间的方向关系及角度差取决于亚晶界类型和亚晶之间的取向差角度<sup>[22]</sup>;而统计存储位错(Statistically Stored Dislocation, SSD)的存在则会表现为衍射峰沿各个方向的各向同性的展宽,展宽的角度主要取决于位错密度<sup>[23]</sup>。综合这些特点,白光劳厄微衍射非常适合于材料微观结构和机械性能研究。

扫描式劳厄微衍射进一步的发展是深度方向分辨率的获取,进而使得微衍射从二维映射手段转变为三维重构工具。因为X射线在材料中的穿透深度可以达到几十个微米,所以严格来说,白光劳厄微衍射实验在每一个位置所获得的衍射谱实质是入射束在样品内所有光路上所获得的衍射信息的总和。而利用差值孔径X射线显微术(DAXM)可以得到样品内部位于不同深度的衍射信息,从而通过重构获得材料内部三维的晶粒取向分布和弹性应变分布<sup>[24,25]</sup>。

### 4 应用案例

白光劳厄微衍射可以获得材料内局部的晶体结构、晶体取向、微观弹性应变/应力,塑性变形/缺陷分布等信息,进而建立起微观结构与机械特性之间的联系。目

前白光劳厄衍射技术在获取这些信息时得到了广泛使用。

#### 4.1 晶体取向

通过标定实验中采集的所有白光劳厄衍射谱,我们可以获得样品内部晶粒的取向分布信息。相较于 EBSD 苛刻的制样要求,劳厄微衍射技术因其使用的同步辐射 X 射线具有较强的穿透能力,对样品表面的光滑度要求较低,极大地简化了制样过程,只需经过简单的手工机械抛光便可使样品达到实验要求,甚至可以在无表面处理的情况下直接进行衍射实验。基于这一特性,对于无

法承受机械减薄或抛光的脆性材料,白光劳厄微衍射技术就成为研究其内部晶粒取向分布的理想手段。

$\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$  多晶材料较难制备,其性脆,在机械抛光中容易发生毁坏,故而作者团队将未经机械抛光的  $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$  多晶样品直接进行白光劳厄微衍射实验。当在衍射谱上出现大量衍射峰时对其进行正确标定<sup>[26]</sup>,从而得到图 2 所示的晶粒取向分布图,最终成功将晶粒取向的分布特点与电子的运输性能进行了关联,为理解  $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$  材料的电学性能提供了重要的实验支撑<sup>[27]</sup>。

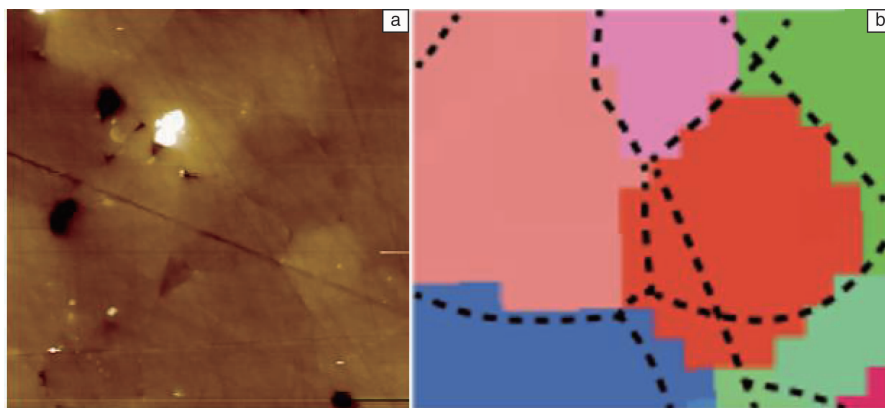


图 2  $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$  样品未经处理的表面形貌(a), 样品晶粒取向分布(b) <sup>[27]</sup>

Fig. 2 Surface morphology of untreated  $\text{Nd}_2\text{Ir}_2\text{O}_7$  (a) and the orientation distribution (b) <sup>[27]</sup>

#### 4.2 晶格应变

材料内部的微观应变对材料的性能具有重要的影响。由于探测器拥有百万或百万以上像素的分辨率,所以可以探测到衍射峰形状和位置的微弱改变。通过与未形变晶体所产生的理想衍射峰对比,得到实际衍射峰位置的相对偏移量,从而计算出晶胞的变形和相应的应变张量<sup>[6]</sup>。

图 3 展示了激光 3D 打印的镍基高温合金从外延生长的树枝晶到取向无序的等轴晶区域。为了便于描述,作者课题组建立了一套实验室坐标系  $O-XYZ$ 。基底材料置于图示的左侧(未在图中出现),激光 3D 打印逐层累积的方向平行于  $Y$ ,而激光束斑在每层内沿  $X$  方向扫描。可以看出,外延生长的树枝晶生长方向大多接近于  $\langle 001 \rangle$  方向,而等轴晶区则没有特定的生长方向。

为了研究外延生长区域内应变的方向,作者团队计算了每一个扫描位置的应变张量,并进一步计算得到 3 个主应变(Principal Strain)的大小和方向,并将主应变的方向在极坐标内表示(如图 3b、3c 所示)。作者所在课题组发现主应变的方向在 3D 打印区与基底有着明显的区别。在基底,主应变几乎是各向同性的分布,而在 3D 打印区,主应变的压缩分量基本与沉积方向(即  $Y$  方向)平行,而拉伸分量则在  $XZ$  平面内,即平行于 3D 打印材料/基体界面。这一特点与很多外延生长的薄膜内的应变

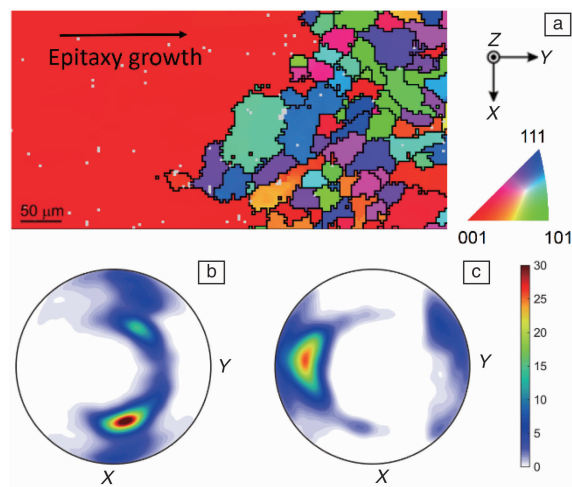


图 3 样品晶体取向沿  $Y$  方向的反极图(a), 及外延生长区张应力(b)和压应力(c)分布极图。

Fig. 3 The IPF map along  $Y$ -axis (a), and pole figures of tensile stress (b) and compressive stress (c) in the epitaxial region.

分布颇为相似。作者团队认为,这主要是由于激光 3D 打印是逐层沉积的过程,每一个新鲜沉积层都可以看做是与之前的沉积层保持外延关系的  $100\text{ }\mu\text{m}$  厚的薄膜<sup>[28]</sup>。

#### 4.3 缺陷密度分布

除了晶体取向和晶格应变外,衍射峰的形状也包含



了材料塑性变形及缺陷密度的信息。通过白光劳厄衍射谱的分析, 我们可以得到样品内部位错类型和密度分布, 结合材料机械性能的测量, 获得微观结构与性能之间的关系。

图4为激光3D打印的单晶镍基高温合金从基底(区域I)到热影响区(区域II)再到外延生长的树枝晶区(区域III)的金相显微镜照片<sup>[29]</sup>。3个区域可以通过白光劳厄衍射峰的半高宽(FWHM)的突变进行划分。基底的衍射峰保持尖锐, 意味着该区域较低的位错密度; 热影响区衍射峰在两个方向上发生不同程度地展宽, 说明该区域有着空间随机分布的高密度几何必需位错; 3D打印区出现了衍射峰的劈裂, 暗示该区域产生了小角晶界。这些小角晶界极有可能是由几何必需位错通过空间的有序排列形成的几何必需位错墙构成的。

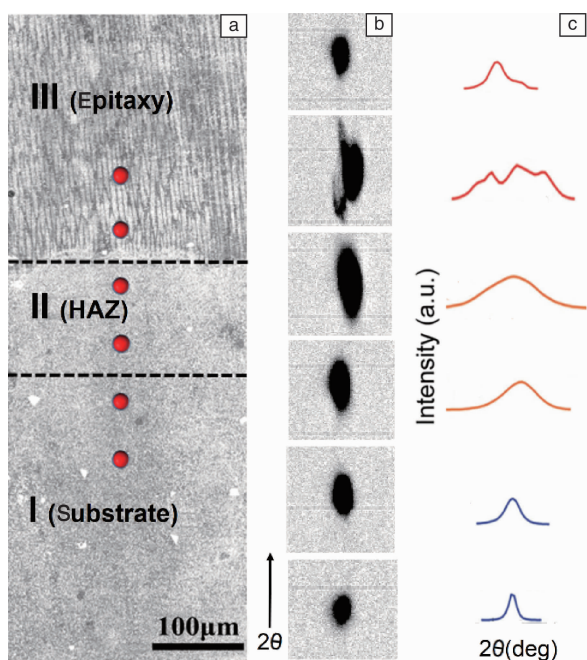


图4 激光3D打印的单晶镍基高温合金的金相照片(a), 照片中各个标记点的劳厄衍射谱中的115峰(b), 及各个115峰在 $2\theta$ 方向的强度(c)<sup>[29]</sup>

Fig. 4 Metallgraph of single crystal Ni-based superalloys repaired by laserassisted 3D printing(a), 115 peak in the Laue patterns, respectively in the spots(b) and the intensity of those peaks in  $2\theta$  directions(c)<sup>[29]</sup>

作者课题组利用纳米压痕的方法<sup>[30]</sup>测量了热影响区附近的材料硬度分布, 发现热影响区的纳米硬度高于基体材料的硬度。图5描述了热影响区内的材料硬度与取向差梯度的平方根之间的线性关系。由于位错密度与取向差梯度的平方根成正比<sup>[31]</sup>, 所以该图说明热影响区的材料硬度与位错密度之间存在线性关系。所以初步判断, 热影响区内的材料强化机制是以位错强化为主导的。

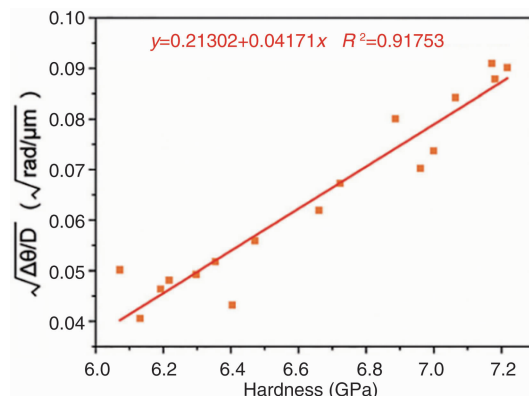


图5 热影响区的纳米硬度与取向差梯度的平方根之间的关系<sup>[29]</sup>

Fig. 5 The relationship between measured nanohardness and averaged square root of disorientation gradient in HAZ<sup>[29]</sup>

## 5 当前发展与未来展望

随着二维探测器的快速发展, 我们可以在合理的时间对样品上一个较大的区域进行扫描式的白光劳厄衍射实验。例如, 在美国先进光源 12.3.2 线站服役至 2008 年的 MAR133 电荷耦合探测器, 读取一张衍射谱大约需要 5 s, 当采用  $1 \mu\text{m}$  的步长和 1 s 的曝光时间时, 采集一个  $50 \times 50 \mu\text{m}^2$  区域的所有衍射谱大约耗时 4 h。而现如今, 使用读取时间几乎可以忽略不计的 Pilatus 1M 混合像素 (Hybrid Pixel) 探测器, 以相同步长扫描上述相同区域只需花费 45 min。

当探测器拥有更小的像素和更高的效率, X 射线光源拥有更高的亮度时, 微衍射数据的采集时间将会进一步缩短。但与此同时样品大区域的微衍射实验将会导致“大数据”的难题, 即白光劳厄微衍射技术的瓶颈由数据采集转变为数据处理。现如今能够进行白光劳厄微衍射实验的研究中心将逐渐依赖于大数据的存储能力和高速度的计算能力。例如, 位于美国劳伦斯伯克利国家实验室的先进光源同步辐射研究中心, 正在和美国国家能源研究科学计算中心共同致力于白光劳厄微衍射数据的实时处理<sup>[32]</sup>。

数据的快速采集和加速分析正在推动白光劳厄微衍射技术从扫描式 X 射线微衍射的映射工具 (Scanning X-ray Microdiffraction Mapping Tool) 转变为实时、定量的成像手段 (Real-Time Quantitative Imaging Technique), 以实现多相、多晶材料体系内晶体结构、晶体取向、应变、缺陷密度等的成像。近年来, 作者团队发现通过对衍射峰强度进行积分和简单处理, 可以实现某种条件下的微观结构的成像和诠释<sup>[33]</sup>。这一方法的优点在于速度极快, 即使使用普通个人电脑也能够实现几万张劳厄衍射谱的快速处理, 缺点是难以进行真正的定量。因此, 作者课题组正在致力于通过对比峰位置的方法来实现晶体取向与应变的快速定量成像。在标定一张衍射图谱的衍

射峰后,得到标定的特征峰在图谱中位置,进而通过规定临界晶体转动角度确定属于同一晶粒的衍射峰在图谱中可能的位置分布,而后比对相邻位置图谱中峰的位置分布,确定该图谱是否与之前一张属于同一晶粒。而且在比对峰的位置的同时,还会考虑到峰积分强度的变化,若其相对图谱中其他峰强度变化巨大亦认为不属于同一晶粒。最终,若判断两张属于同一晶粒,即可参照之前一张的标定情况,快速完成峰的标定。此方法可显著加速衍射图谱中峰的标定过程,并可同时得到扫描区域晶界的二维空间分布。

## 6 结 语

同步辐射白光劳厄微衍射技术在过去十多年不断地发展成熟。随着同步辐射光源的发展,聚焦镜设计制造技术的提高,二维探测器性能的提升,以及衍射数据分析处理算法的飞跃,白光劳厄微衍射技术在材料表征中的应用越来越受到重视和推广。通过分析材料的衍射谱,可以获得其中的物相、晶体取向、应变以及缺陷分布等信息,并且处理数据的速度比早期已经快了几个数量级。近几年这项技术的应用范围也逐渐从材料科学向地质、考古、生物化学等学科迅速扩散,例如对地质样品中应力状态的测量,对古代器件中晶体物相和应力分布的分析,以及对生物和功能材料中取向信息的研究。而当白光劳厄微衍射或纳米束衍射设施在全世界建立起来之后,该技术势必会成为研究各种科学问题的相当普遍的一种手段<sup>[24]</sup>。

## 参考文献 References

- [1] Moffat K, Szebenyi D, Bilderback D. *Science* [J], 1984, 223 (4643): 1423–1425.
- [2] Helliwell J R, Habash J, Cruikshank D W J, et al. *J Appl Crystallogr* [J], 1989, 22 (5): 483–497.
- [3] Bourgeois D, Vallone B, Schotte F, et al. *Proc Natl Acad Sci USA* [J], 2003, 100 (15): 8704–8709.
- [4] Moffat K, Helliwell J R. *Synchrotron Radiation in Chemistry and Biology III* [M]. Berlin: Springer, 1989: 61–74.
- [5] Wenk H R, Heidelbach F, Chateigner D, et al. *J Synchrotron Radiat* [J], 1997, 4 (2): 95–101.
- [6] Chung J, Ice G. *J Appl Phys* [J], 1999, 86 (9): 5249–5255.
- [7] Ice G E, Barabash R I. *White Beam Microdiffraction and Dislocations Gradients*//Nabarro. FRN. *Dislocations in Solids* [M]. Amsterdam: Elsevier B V, 2007: 502–597.
- [8] Mehta A, Gong X Y, Imbeni V, et al. *Adv Mater* [J], 2007, 19 (9): 1183–1186.
- [9] Valek B C, Bravman J C, Tamura N, et al. *Appl Phys Lett* [J], 2002, 81 (22): 4168–4170.
- [10] Tschauner O, Asimov P D, Kostandova N, et al. *Proc Natl Acad Sci USA* [J], 2009, 106 (33): 13691–13695.
- [11] Lai B, Yun W, Legnini D G, et al. *Appl Phys Lett* [J], 1992, 61 (16): 1877–1879.
- [12] Snigirev A A, Snigireva I, Drakopoulos M, et al. *Proc SPIE* [J], 2003, 5195: 21–31.
- [13] Kirkpatrick P, Baez AV. *J Opt Soc Am* [J], 1948, 38 (9): 766–774.
- [14] H. Mimura, S. Matsuyama, H. Yumoto, et al. *J Appl Phys* [J], 2005, 44 (18): L539–L542.
- [15] Chen X, Dejoie C, Jiang T, et al. *MRS Bulletin* [J], 2016, 41: 445–453.
- [16] Kunz M, Tamura N, Chen K, et al. *Rev Sci Instrum* [J], 2009, 80: 035108.
- [17] Sheng Y, Church M, Valeriy V Y, et al. *X-Ray Opt Instrum* [J], 2010: 784732.
- [18] Chung J S, Tamura N, Ice G E, et al. *X-Ray Microbeam Measurement of Local Texture and Strain in Metals* [M]. San Francisco: Oak Ridge National Lab, 1999.
- [19] Choia W J, Leea T Y, Tua K N, et al. *Acta Materialia* [J], 2003, 51 (20): 6253–6261.
- [20] Chen K. *Synchrotron Polychromatic X-Ray Laue Microdiffraction Studies of Electromigration in Al (Cu) Interconnects and Pb-Free Solder Joints* [M]. Los Angeles: University of California, 2009.
- [21] Chen K, Kunz M, Tamura N, et al. *Geology* [J], 2015, 43 (3): 219–222.
- [22] Barabash R I, Ice G E, Larson B C, et al. *Rev Sci Instrum* [J], 2002, 73 (3): 1652–1654.
- [23] Lupinacci A, Chen K, Li Y, et al. *Journal of Nuclear Materials* [J], 2015, 458: 70–76.
- [24] Liu W J, Ice G. *X-Ray Laue Diffraction Microscopy in 3D at the Advanced Photon Source. Strain and Dislocation Gradients from Diffraction. Spatially-Resolved Local Structure and Defects* [M]. London: Imperial College Press, 2014: 53–81.
- [25] Budai J D, Yang W, Larson B C, et al. *Mater Sci Forum* [J], 2004, 467 – 470: 1373–1378.
- [26] Tamura N. *XMAX: A Versatile Tool for Analyzing Synchrotron X-Ray Microdiffraction Data. Strain and Dislocation Gradients from Diffraction. Spatially-Resolved Local Structure and Defects* [M]. London: Imperial College Press, 2014: 125–155.
- [27] Ma E Y, Cui Y T, Ueda K, et al. *Science* [J], 2015, 350 (6260): 538–541.
- [28] Li Y, Qian D, Xue J W, et al. *Appl Phys Lett* [J], 2015, 107: 181902.
- [29] Qian D, Zhang A F, Xue J W, et al. *Appl Phys Lett* [J], 2016, 109: 101907.
- [30] Oliver W C, Pharr G M. *Journal of Materials Research* [J], 2004, 19 (1): 3–20.
- [31] Barabash R I, Ice G E, Walker F J. *J Appl Phys* [J], 2003, 93(3): 1457–1464.
- [32] Deslippe J, Essiari A, Patton S J, et al. *Workflow Management for Real-Time Analysis of Lightsource Experiments* [M]. California: Science IEEE Press, 2014: 31–40.
- [33] Zhou G N, Zhu W X, Shen H, et al. *Scientific Reports* [J], 2016, 6: 28144.

(编辑 盖少飞)