基于透射电镜的原位定量 测试技术及应用

第20章

单智伟 刘博宇 解德刚

20.1 / 发展原位透射电镜定量测试技术的背景和意义

随着社会的发展和科技的进步,功能器件日趋微小型化和集成化,人们对高性能、长寿命的微纳尺度材料的应用需求越来越强烈,有关微纳米尺度材料的结构和性能成为了一个重要的前沿科学研究领域。美国三院院士、斯坦福大学教授、纳米材料专家 Williams Nix 说:纳米机械装置在未来的技术中肯定会扮演一个很重要的角色。基于微电子机械系统(MEMS)技术的传感器和驱动器已经得到普及,而基于纳电子机械系统(NEMS)技术的装置也正在涌现。这些发展将是小尺度材料应用的长期趋势的一部分^[1]。

微纳米尺度材料一般是指外观几何尺寸或基本构成单元尺寸在 10nm~10μm 之间的材料。 研究表明,当材料的几何外观尺寸减小至微纳米尺度时,其力学性能及内在机理往往会发生 剧烈的改变,具有与块体材料截然不同的新机制与新性能^[2]。而且,决定材料力学性能的一 些基本物理过程(如缺陷的形成、运动、湮灭,损伤的起源等)往往发生在微纳米尺度范围。 因此,系统地研究材料在微纳米尺度的变形机理对指导宏观材料的强韧化设计也具有重要的 意义。

微纳尺度材料具有很小的物理尺寸,传统的测试和表征方法难以观察和测试其变形和损伤行为,因而往往需要借助透射电子显微镜(TEM)。近年来,基于透射电子显微镜的微纳 米尺度材料的原位定量测量技术在世界范围内得到工业界的广泛关注和持续投入。基于透射 电镜的原位力学测试(in situ TEM mechanical testing)将对材料的力学试验(如拉伸、压缩、 弯曲、循环加载等)搬到透射电镜中进行,在力学测试的同时也可施加高温或气氛环境,即 多场耦合,如图 20-1 所示。这种测试方法可实时观测材料在受到力、热、气氛及多场耦合等



外界刺激下的响应,并把微观结构演化过程(如几何形状改变、微观缺陷运动和相变等)与 力学数据(如应力-应变曲线)一一对应,帮助我们更直观、精确地认识材料的变形与损伤 行为及其内在的物理机制,进而破解决定材料性能的关键"基因密码"(图 20-2)。



图 20-1 基于透射电镜的原位力学测试示意图



图 20-2 原位电镜技术帮助破解材料"基因密码"

389

本章接下来将简要回顾基于透射电子显微镜的原位纳米力学定量测试技术的发展和应用, 然后介绍我国研究人员在相关领域的研究进展。

20.2 / 原位透射电镜定量测试技术的进展及前沿动态

透射电镜技术自发明以来,因其对材料结构和微观缺陷的高分辨表征能力而获得了广泛 的应用,极大地促进了材料科学的发展。最初,透射电镜多用于材料的静态表征,即采集样 品的图像、衍射、化学谱等信息。近年来,原位透射电镜技术发展迅猛,人们通过对电镜本 身的改造以及新型样品杆的设计,可实现以视频的形式将材料在外界物理或化学刺激下的动 态演化过程记录下来,提供眼见为实的有力证据。下文将简要介绍各种基于原位透射电镜的 力学测试技术的发展。

20.2.1 / 基于透射电子显微镜的原位定量测试技术和应用简介

(1) 透射电镜中的简单拉伸法

1956年,英国剑桥大学卡文迪许实验室实现了在透射电镜中原位观察位错的运动^[3]。该 技术利用机械拉伸装置,在透射电镜中实现对测试样品的力学加载,并同时观察样品中的微 观结构演化。该类方法可被称为透射电镜中的简单拉伸法,美国 Gatan 公司生产的透射电镜 拉伸台是应用该方法的典型代表,如图 20-3 所示。其基本原理是,利用电机配合螺纹杆控制 位移量大小,电机位于样品杆的尾部,其位移载荷通过一根软轴或硬轴传递至样品杆前端。 拉伸样品多为长方形,两端开孔,通过螺栓或卡口固定,一端固定到杆上,另一端和传动轴 连接。长方形样品中间用电解双喷方法制备出薄区,拉伸加载时薄区边缘发生裂纹形核和扩 展。该方法的优点是成本较低,使用方便,但这类设备基本不具备力和位移的定量测量功能。

透射电镜中的简单拉伸法被大量用于研究材料的开裂行为。但用该装置得到的开裂点会随机分布在较大的样品区域中,而透射电镜的观察区很小,因而对开裂点的准确定位比较困难,实验效率较低。为了解决这一问题,作者和合作者^[4]利用聚焦离子束在样品薄区边缘预制缺口,使得拉伸时样品从缺口处开裂,这样就可以快速定位观察区域。郭华和其合作者^[5]进一步利用聚焦离子束技术在薄区上切出一系列不同尺寸的亚微米尺寸拉伸样品,实现了多个拉伸样品的变形行为的高效测试。

(2) 基于 MEMS 技术的原位力学测试方法

基于微电子机械系统(MEMS)的技术可用于制造各种力学测试器件。MEMS 技术能够 将力学测试所需的驱动机构、测量机构、样品装载结构等各部分都集成到很小的区域内,特 别适用于透射电镜样品室的狭小环境。如图 20-4 所示,上海微系统所研发了专用于单晶硅纳 米梁拉伸测试的 MEMS 器件^[6],该器件利用梳状极板阵列被施加电压时产生静电力的原理施 加载荷,实现纳米尺度下力和位移的加载和测量。Haque 和 Saif 等人开发了 MEMS 拉伸测试 器件^[7],可以用于 TEM 或 SEM 中的材料拉伸测试,其驱动原理是利用梳状极板阵列施加电 压时产生静电力,或利用硅梁热胀冷缩产生驱动力,力的测量则根据硅梁的刚度及弯曲程度





图 20-3 透射电镜中的简单拉伸法及样品杆 [3]

推算,弯曲程度由图像测得或由梳状极板阵列的电容变化求得。此外,MEMS 技术还可以用于制作纳米压入仪及力学测试样品杆配套使用的器件,例如将压缩载荷转变为拉伸载荷的压转拉(Push to Pull, PTP)器件^[8-10]。

(3) 可实现原子尺度成像的原位应变测试方法

原位力学测试的另一个重要进展是实现了在原子尺度下的变形行为观察。Nanofactory 公司生产的样品杆由于具有高度稳定性,被广泛用来观察纳米材料的变形行为,美国匹兹堡大学的 S. X. Mao 教授和其合作者近年来应用该技术对金^[11,12]、钨^[13]、钼^[14]、硅^[15]、银^[16,17]等材料在原子尺度的变形行为进行原位研究。东南大学孙立涛教授和其合作者利用洋葱状石墨壳层在电子束照射下的收缩实现对包埋在石墨壳层中的金属纳米颗粒的挤压测试^[18]。

浙江大学张泽院士、北京工业大学韩晓东教授研究团队在该领域进行了长期研究和探索, 开发了系列基于透射电镜的原位测试方法和装备。例如:

① 利用标准 3mm 格栅上的多孔碳膜在电子束作用下发生收缩对黏附在碳膜上的纳米线 实现了拉伸测试^[19-21],这种方法虽然无法实现拉伸力的定量测量,但拉伸加载的稳定性非常 高,可以进行高分辨观察;

②利用两片平行的双金属片,一端粘在 3mm 铜环内侧,受热时两个双金属片的自由端 向相反方向弯曲,从而对搭接在两片金属片之间的纳米线实施拉伸测试^[22-24],如图 20-5 所示; 第四篇

基础创新能力建设



图 20-4 (a)上海微系统所研发的用于单晶硅纳米梁拉伸测试的 MEMS 器件^[6]; (b)利用梁状结构在焦耳热作用下发生热胀冷缩来加载的 MEMS 器件^[7]

③ 通过自主研发可进行力学加载的样品杆,实现了在透射电镜下的力学测试与原子尺度 下的原位观察^[25]。近年来,相关技术已经逐步商业化,并取得了很好的应用效果。



图 20-5 利用双金属片(固定于一个铜环上)受热时向相反方向弯曲施加拉伸载荷 [22]



(4)原子力显微镜下弯曲测量法和原位电镜共振法

应用原子力显微镜下弯曲测量法^[26]和原位电镜共振法^[27]也可进行微纳米尺度材料力学性 能的测试。对于原子力显微镜下弯曲测量法而言,其优点是空间和力分辨率高,但其不能原 位观测样品微观结构及其演化信息,且测量范围有限,样品制备较复杂,基底和纳米线在弯 曲测试过程中可能存在摩擦,着力点具有一定的不确定性。原位共振法测试微纳米尺度材料 的力学性能的原理是利用外源诱发材料发生共振,通过测量共振时的频率来反推材料的杨氏 模量。如图 20-6 所示,通过让样品(如纳米线)带电使其向反向电极靠拢,从而发生变形^[27]。 施加交变电势可以让样品发生振动,通过样品的振幅、频率、电势大小就可以计算出样品的 诸多力学性能。之后,研究人员也将其应用于在扫描电镜下的力学性能测试。其优点是可以 在电镜中直观地监测实验过程,以较高的精度测得纳米结构的直径和长度等信息,但该方法 一般局限于弹性测量的范畴,而且在高频振动下难以观测到材料微结构的动态变化。



图 20-6 (a)碳纳米管加电后发生弯曲;(b)加交变电势后发生振动^[27]

(5) 基于透射电镜的原位定量纳米力学测试技术

基于透射电镜的原位力学测试技术经历了从定性到定量的发展。从设备的发展历史来看, 原位电镜技术中的纳米力学样品杆是从纳米压入仪发展而来的,而纳米压入仪是从硬度测试 仪器发展而来的。美国海思创(Hysitron)公司(现并入美国 Bruker 公司)自20世纪90年 代以来研发和应用了基于电容式三极板力-位移传感器的纳米力学测试技术,该传感器将高 精度的力-位移测量以及驱动集为一体。基于此传感器,该公司成功开发了一系列纳米压入 仪。2000年后,微纳米尺度材料的力学性能尺寸效应研究开始兴起,为了满足这一需求,该 公司进一步将已经发展成熟的三极板电容传感器小型化,并集成到电镜样品杆中,开发出 PI95系列样品杆及其控制系统,其工作原理如图20-7所示。

该系统最早的工作方式是基于纳米压入方法的,即把宏观纳米压入实验"搬到"透射电 镜中^[28]。该方法可同时得到力和位移信息,样品制备较简单,但由于所使用的尖压头的尖端 尺寸小,与样品的接触和对中较困难,实验效率低,且压头的几何接触面积在小载荷下存在



图 20-7 基于透射电镜的原位定量纳米力学测试样品杆及工作原理示意图 (海思创 Hysitron,现并入 Bruker 公司)

较大的不确定性,难以获得准确定量的应力-应变信息。后来经过大量的改进和创新,逐步实现了球体压缩、柱体压缩、工字形样品拉伸、纳米线/带拉伸、循环加载等力学测试方法^[29]。

在上述测试方法中,柱体压缩法由于制样和测试相对简单而得到广泛的应用。但是,该 方法也具有一定的局限性。例如,柱体压缩法所用的柱体通常都有一定的锥度,这将导致加 载过程中应力在样品上的梯度分布和局部化的塑性形变。样品的尺寸越小,锥度的影响越显 著。而且,压缩将不可避免地造成塑性变形过程中样品的粗化,这将增加样品在电子束方向 的厚度,从而不利于对其内部缺陷及其演化的观察。同时,样品和压头之间的摩擦力也会在 一定程度上影响压缩结果。

拉伸法可以克服柱体压缩法的缺点,但是样品的制备具有一定的挑战性。目前用的较多的 拉伸技术按照样品的夹持方法可以分成两种:第一种是套勾法^[30],样品的一端与柱体压缩法的 一样,和基体连在一起;样品的自由端被加工成T型;拉头是中间被镂空的金刚石或其他硬质 材料。该方法的难点是如何保证最后的测试接近于单轴拉伸状态,需要实验人员从刚开始就必 须了解实验的所有程序和可能出现的问题,并予以妥善解决。第二种是 PTP 夹持法^[31];将微 纳米尺度样品的两端夹持在 PTP 装置的测试区域,对 PTP 施加压力,压力在样品夹持区转换 为拉力,进而实现对夹持样品的拉伸加载,夹持的方法可以是电子束或离子束焊接。该方法的 优点是比较直观;缺点是制样难度高,成功率低,而且在焊接时很容易造成样品的污染。

应用基于 PI95 系列的纳米力学测试技术,能够帮助研究者建立起材料微观结构演化与力 学性能之间的一一对应关系,方便地获取变形前后样品几何形状、晶体取向、加载轴向、相 变等信息。此外,通过对 PI95 系列样品杆和实验环境的改造和升级,还可实现多场耦合下的 定量测试,如力-热耦合、力-电耦合、力-气氛耦合等。这种测试方法的功能强大,最关键 的是能够实现力-位移信号的定量测试,下面将主要介绍基于该技术的相关研究进展。

20.2.2 / 国内外研究进展

下面简要介绍近几年来国内外有关基于透射电镜的原位定量纳米力学测试技术的发展和应用。



394

(1) 力学加载方式的发展

通过对加载工具、样品几何形状进行更新,实现了由单次压缩或拉伸向循环加载的发展, 例如循环拉伸、循环弯曲、拉-压循环等,下面分别举例介绍。作者研究团队通过对微纳米 尺度单晶铝进行低应变幅的循环加载,发现可在几乎不改变材料外观几何的情况下消除微纳 米尺度单晶铝内的位错等缺陷,导致缺陷密度大幅度下降(详见 20.4.2 节的"力致修复)"; 还可以通过控制应变幅大小和循环周次等参数来调控材料内的缺陷密度,进而调控材料的屈 服强度;此外,研究发现可以通过检查循环周次内的力-位移曲线是否有滞后环以及滞后环 的大小来诊断被测材料中是否有可动缺陷以及其数量^[32]。通过对含有单个孪晶界的微纳米尺 度镁样品进行拉-压循环加载,发现孪晶界可以在循环加载下往复迁移,对应于孪生和退孪 生过程,孪晶界形貌可以在孪晶界的迁移过程中连续变化;孪晶界的迁移应力和速率存在拉 压不对称性,这种不对称性可能来自于基体和孪晶体中不同的缺陷环境以及孪晶界本身的结 构特点^[33]。

(2)样品制备方法的改进

微纳米尺度样品一般需要使用聚焦离子束(FIB)进行加工,而FIB加工会在样品表面引入大量缺陷,如点缺陷和位错环等。这一方面会影响样品的力学性能,如增加位错形核位点、引入位错滑移障碍物等;另一方面也会影响成像质量,影响对位错滑移行为的原位观察和后期表征。因此,需要对FIB加工后的样品进行处理以消除加工缺陷。消除FIB缺陷可采用退火的方法,即在电镜中使用加热杆进行退火,或在真空/气氛保护炉中进行退火。安特卫普大学的 V. Samaee 和其合作者对 FIB加工的 Ni 单晶样品进行了原位加热退火,一方面可观察位错在退火时的运动行为,另一方面可研究几乎无初始位错的 Ni 单晶在拉伸加载下的变形行为和位错运动行为^[34]。作者研究团队通过对 FIB加工的 Mg 单晶样品进行退火,显著提高了成像质量,进而可对 Mg 中的<c+a>位错的运动行为、滑移面和三维形态进行精确分析^[35]。

对于原位拉伸实验,样品的应变测量存在一定难度。为了更精准地获得应变信息,需要 在样品上制作参照物。有以下两种制作方法:

① 通过电子束辅助碳沉积,在样品标距区域内制作碳颗粒来作为参照物^[30];

② 在 FIB 加工时直接在样品上加工出参照物形状^[32],但该方法可能会一定程度上影响 材料中位错的形核和滑移行为。此外,在微纳样品的断裂行为的研究实验中,往往需要通过 FIB 在样品上加工出缺口来引入应力集中。最近,S. Choi 和其合作者通过汇聚电子束,在测 试样品上直接制造出缺口,而不用依赖 FIB 加工,从而避免了 FIB 引入的加工缺陷。应用该 方法,S. Choi 和其合作者研究了 InAs 纳米线的力学性能和断裂行为^[36]。

(3) 原位观测手段的发展

在原位透射电镜力学测试中,对样品的原位观察一般是通过电子束明场或暗场成像,该 方法可捕获样品的微观结构和缺陷的演化过程,但无法直接获得晶体结构信息,如晶向、长/ 短程有序结构、相变等。近年来,逐渐发展了原位纳米束电子衍射方法,可在力学加载过程 中,实时进行衍射信息采集,进而获取应变、有序度等信息。例如,加州大学伯克利分校的 A. Minor 教授课题组通过对 Cu₄₆Zr₄₆Al₈ 非晶样品进行原位力学测试,并实时采集纳米束电子 第四篇

基础创新能力建设

衍射,实现了对非晶缺陷的形成和扩展的原位研究^[37]。

由于扫描电镜(SEM)一般采用二次电子成像,只能获得样品表面信息,因此,为了观察样品内部的微观组织结构和缺陷信息,原位纳米力学测试需要在TEM中进行。近年来,在 SEM 中使用透射电子成像的技术逐步发展和完善,使得在 SEM 中也可原位观测样品中微观结构的演化。SEM 的样品室一般比 TEM 的更大,操作更方便,样品尺寸可以更大(数微米至数十微米),也可以放置更多、更大的测试装置,如加热台等。此外,由于有磁性的样品一般不建议在 TEM 中进行测试(干扰成像,也存在被极靴吸走的风险),因而可以考虑在 SEM 中进行原位力学测试。最近,应用这一技术,加州大学圣芭芭拉分校的 P. Callahan 和其合作者在 SEM 中研究了镍基高温合金中的位错滑移行为^[38]。

(4)多场耦合测试技术

传统的原位力学测试主要是在真空和室温条件下进行的,而材料的实际服役环境一般都 涉及环境气氛,如氧气、氢气、二氧化碳等,也可能会涉及高温。因此,需要发展力-热耦 合、力-气氛耦合等多场耦合测试方法。作者研究团队在环境透射电子显微镜中,使用 PI95 系列原位样品杆,并使用自主研发的加热芯片,系统研究了铝在氢气氛中、在高温条件下的 界面损伤行为等^[39-41],相关内容详见后文。

20.3 / 我国在原位透射电镜定量测试领域的学术 地位及发展动态

国内外从事基于透射电镜的原位定量力学研究的团队主要包括加州大学伯克利分校和劳 伦斯伯克利国家实验室的 A. Minor 教授团队,浙江大学的张泽院士团队和北京工业大学的韩 晓东教授团队,浙江大学余倩教授团队,以及作者团队(西安交通大学)等。浙江大学的张 泽院士团队和北京工业大学的韩晓东教授团队发展了高空间分辨率的原位测试方法,实现了 原子层次的材料力学行为的研究。应用这一技术,该团队系统研究了具有面心立方结构的材 料的弹塑性力学行为及其内在原子层次机理^[4245]。浙江大学余倩教授团队应用基于透射电镜的 原位定量力学,结合计算机模拟和三维图像重构技术,系统研究了钛合金、高熵合金等^[46-50]。 作者团队研发了多项基于电子显微镜的原位定量多场耦合测试技术,系统研究了典型晶体 (铝^[32,3941]、镁^[33,35,51-54]、钛^[50]、铜^[55]、铁^[56]、钼^[57]、金^[58]、锡^[59])和非晶体金属材料^[30,60,61] 的变形和损伤行为,揭示了其随材料尺寸的变化规律以及与环境气氛的作用机理。

总的来说,我国在本领域占有重要的学术地位。首先,在材料方面,我国研究团队所研 究的材料涵盖了包括传统金属结构材料、新型金属结构材料(如高熵合金等)、无机非金属 材料等。其次,在研究手段方面,我国研究团队可实现微纳米尺度下的力学测试,高空间分 辨率下原子层次变形行为的观测,以及多场耦合条件下的综合测试等。其次,我国许多单位 配备了功能强大的材料表征仪器,使得可在力学测试之后进行较为系统的结构表征和分析, 如球差校正电镜、三维原子探针等。最后,在技术国产化方面,国内从事原位电镜研究的团 队均具有较强的设备改造和创新的积极性,并一直在努力开发具有独立自主知识产权的原位



电镜纳米力学测试技术和装备。在未来,相关技术的国产化和商业化是国内研究团队的重要 努力方向之一。

20.4 / 作者在该领域内的学术思想及主要研究成果

20.4.1 / 学术思想和研究思路简介

当材料的几何外观尺寸减小至微纳米尺度时,其力学性能及内在机理往往会发生剧烈改变,具有与块体材料截然不同的新机制与新性能。而且,决定力学性能的一些基本物理过程(如位错滑移和孪晶变形等)往往处于微纳米尺度范围,因此系统地研究材料在微纳米尺度下的变形机理对指导宏观材料的强韧化设计也具有重要的意义。作者及研究团队的研究思路是通过使用原位定量动态的新型研究工具,系统研究微纳米尺度材料的结构与性能,并构建和完善相应的理论知识体系,为高性能新材料的设计奠定坚实的理论基础,并提供方法论的指导,如图 20-8 所示。



对微纳米尺度材料力学性能的系统研究需要开发出一系列有针对性的新技术和新方法。 基于前期的研究成果,作者及研究团队搭建并发展了一系列透射电镜下的力学加载和测试技 术,以原位、定量、动态的实验表征为主要特色,结合计算机模拟和理论计算,系统研究立 方结构、六方结构和玻璃态合金等典型金属材料的力学特性及其潜在的物理机理,揭示其随 材料尺寸的变化规律以及与环境气氛的作用机理。

作者研究团队所发展的方法和技术的一个主要目标是把复杂、多变、多因素耦合的实际 服役条件解析为基本要素,把复杂的变形损伤行为解析为材料中基本的物理过程,以使我们 能够定性或者定量揭示复杂环境作用下,材料变形与损伤的物理本质,如图 20-9 所示。例 如,将加载方式分解为拉伸、压缩、弯曲单次加载及循环加载,将变形损伤过程分解为位错 滑移、形变孪晶、裂纹扩展、界面失效等。通过探究和理解这些关键基本要素的行为规律以 及他们的组合特性,最终实现对高性能长寿命材料的设计与制备,并预测其在复杂服役环境 中的行为。



20.4.2 / 主要研究成果——微纳米尺度典型金属材料的力学特性及其内在机制

通过研发和应用多项基于透射电子显微镜的原位定量多场耦合测试技术,作者和研究团 队在微纳米尺度下系统研究了典型晶体和非晶体金属材料在外力和气氛作用下的力学行为及 其内在机制,揭示了其随材料尺寸的变化规律以及与环境气氛的作用机理,为金属结构材料 研发提供了新的理论依据和方法论的指导。

(1) 形变孪晶的尺寸效应

金属钛具有密排六方晶体结构(HCP),形变孪晶是钛及钛合金的重要塑性变形机制。作 者及合作者研究发现,钛合金的孪晶变形有很强的晶体尺寸效应^[50]。具体而言,当钛铝单晶 的外观几何尺寸介于1~10µm时,其屈服强度和流变应力明显升高,可达到块体钛合金的 5~8倍,但此时其塑性变形仍以形变孪晶为主。当钛铝单晶的尺寸减小到1µm左右时,形变 孪晶不再发生,塑性变形机制变为位错滑移主导,相应地,流变应力达到"饱和",接近于 材料的理想强度水平。该现象是金属材料力学行为及变形机制的尺寸效应的典型代表。

(2)从"力致退火"到"力致修复"——微纳米尺度材料的损伤修复

金属材料在发生塑性变形时,通常会伴随着其内部损伤程度的增加,如位错增殖、位错密度升高等。对面心立方(FCC)镍单晶的研究发现^[62],当面心立方金属单晶材料的几何尺寸接近或小于位错的特征长度时,在塑性变形过程中,材料内部的损伤程度不升反降,同时伴随着材料强度的显著提升,该现象被定义为"力致退火",即在外力的作用下,样品中的缺陷密度显著降低,甚至接近完美晶体。比较而言,传统意义上的退火是指在高温下通过热处理使材料的损伤程度降低的现象。该发现提供了一种制备低缺陷密度微纳结构材料的新方法。

然而,基于计算模拟和一些实验观测,人们普遍认为体心立方金属(BCC)不会发生"力 致退火"。通过对 BCC 钼单晶进行原位力学测试,发现在合适的尺寸范围内,体心立方金属



中也会发生"力致退火",如图 20-10 所示^[57]。其原理是,随着材料尺寸的减小,材料能支 撑更高的外加应力,应力提升使得螺位错的可动性逐渐趋近刃位错的可动性,进而在材料局 部区域发生了"力致退火"现象。此外,研究发现微纳米尺度材料强度的尺寸效应本身也有 尺寸效应,即"越小越强"的程度随材料尺寸的减小而加剧^[57]。





尽管"力致退火"机制可降低材料的损伤程度并提升强度,但也会导致材料的几何形状和尺寸发生显著变化。后续研究发现,通过对含位错的晶体金属材料施加循环载荷(载荷幅度要求既能激活已有位错使其在镜像力作用下滑移至表面湮灭,又不产生新位错),随着循环周次的增加,位错密度逐渐降低,直至全部消失,但材料的几何形状和尺寸均不发生明显变化,该现象被称为"力致修复",如图20-11所示^[32]。此外,由于位错的运动需要消耗能量,在相同循环载荷下,位错密度的变化必然导致能量耗散量的变化,因此可通过查验循环载荷下力-位移曲线是否有滞后环及其大小来诊断材料中有无可动位错及其数量,此方法被命名为"力致诊断"^[32]。"力致修复"的一个潜在应用是微纳米器件(如纳米压印金属微柱)的损伤修复,即通过"力致修复"来消除微纳米金属器件内的晶体缺陷,提高强度,延长使用寿命。"力致诊断"的一个潜在的应用是微纳米器件内部的缺陷的无损监控,即对微纳米尺度器件进行小应力幅循环加载(不破坏器件形状和尺寸),通过检测应力应变曲线是否出现滞后环以及其大小,判断器件内部是否有可动缺陷并估算其密度。



图 20-11 (a)样品中含大量位错;(b)循环加载后位错消失;(c)滞后环随循环周次减小^[32]

(3)从"越小越强"到"理想强度"

由于金属材料中大都存在一定程度的损伤(如含有位错等缺陷),其实际强度常远低于

399

理论强度,因此,验证金属材料的强度能否达到理论强度一直是该领域的研究目标。20世纪 50年代人们在晶须(内部损伤较少的微小线状单晶材料)中进行了理论强度的测试研究,但 数据比较分散;上世纪末,纳米压入实验在金属中测出了接近理论强度的应力,但其复杂的 加载几何和应力模型制约了其结论的普适性。针对上述问题,通过选取表面带薄氧化层且鲜 有内部损伤的铁球为研究对象,利用氧化层的缓冲和球体受压时最大应力点位于材料内部的 特点来避免应力集中,研究发现接触强度随尺寸减小呈现出"越小越强"趋势;而当尺寸小 于临界尺寸时,接触强度与尺寸不再有依赖关系,达到应力平台区。分析表明,具有最大接 触强度的纳米铁球的内部剪切屈服强度高达 9.4GPa,与第一性原理和 Frenkel 模型预测的纯 铁理想剪切强度一致,从而在实验上证实了单晶体金属材料整体可支撑理论强度的外加应力, 如图 20-12 所示^[56]。





(4)金属材料塑性变形新机制——晶胞重构

众所周知,晶体金属材料是通过"切应变"(位错和孪晶)来发生塑性变形的,但作者研 究团队却发现金属镁可以通过"正应变"的方式来发生塑性变形。深度分析表明,导致这一 现象的内在原因是镁中发生了一种既不同于位错滑移、也不同于形变孪晶的新机制——晶胞 重构^[51,52]。具体而言,就是通过局部原子重组,初始镁晶胞可重构成一个不同取向的新晶胞, 并产生塑性应变,新形成的晶体和基体间也不存在形变孪晶所必需的晶体学对称面,所形成 的晶界是由一系列相互垂直的基面-柱面界面(BP界面)组成,如图 20-13 所示。上述发现 颠覆了此前有关力致晶界迁移必须耦合切应变的传统认知; 解答了学术界有关六方金属中形 变孪晶能否完全通过原子重排来实现的问题; 回答了长期困扰人们的有关六方金属中孪晶界 经常显著偏离理论位置的问题,并阐明了其微观本质是孪晶界上存在大量 BP 界面。

(5)金属玻璃的理论弹性极限和疲劳裂纹扩展的抑制机制

作者和合作者研究发现,金属玻璃的强度存在尺寸依赖性,且强度随尺寸发生非单调性 变化。当金属玻璃尺寸介于宏观块体和几微米之间时,强度对材料尺寸不敏感,此时金属玻



. . .

第四篇

基础创新能力建设



图 20-13 (a) 晶胞重构与位错滑移和孪晶机制; (b) BP 界面的高分辨率照片^[51,52]

璃的强度取决于剪切带的扩展应力; 当尺寸在几微米到几百纳米之间时,金属玻璃的强度随 尺寸的减小明显升高,呈现"越小越强"的趋势,此时金属玻璃的强度由贯穿整个材料的剪 切带的均匀成核应力决定; 当尺寸进一步减小至纳米尺度时,金属玻璃的强度随尺寸的减小 显著下降,呈现"越小越弱"的趋势; 当尺寸减少到约 80nm 时,金属玻璃呈现明显的本征 颈缩塑性。研究发现,对于铜锆基金属玻璃,当尺寸介于 200~300nm 时,其拉伸强度达到 峰值,最大弹性应变可达 4.4%,十分接近理论预测的弹性极限(4.5%),并且断裂强度逼近 理论强度极限,如图 20-14 所示^[30]。



图 20-14 微纳米尺度金属玻璃逼近理论弹性极限^[30]

通过研究微纳米尺度金属玻璃在循环载荷下的变形和损伤行为,发现经过一定的循环周次后,金属玻璃经历明显的塑性损伤,进而诱发非晶晶化,在裂尖区域形成若干纳米尺寸的小晶粒。随着循环加载的进行,一些小晶粒会逐渐演化成一个大晶粒,这一大晶粒可起到阻止微裂纹扩展的作用,如图 20-15 所示^[63]。这一现象与金属玻璃中承载塑性变形的基本单元——Shear Transformation Zone(STZ)密切相关。分子动力学模拟发现,STZ 的组成原子间也存在相对扩散。在单次加载时,剪切带扩展速度较快,使得 STZ 中的扩散效应相对不明

显;而在循环载荷作用下,STZ中的原子扩散逐步累积,使得部分原子有机会重组并形成长 程有序结构,进而发生晶化和晶粒长大。



图 20-15 (a) 循环加载示意图; (b) 循环变形诱发晶化; (c) 晶化机制的 MD 模拟^[63]

(6)氢致金属材料界面损伤与变形机理

氢可以轻易溶解进许多材料中并影响其性能。金属材料受氢的影响十分严重,在电厂、 化工厂、油井、核电等装备中,高温水蒸气、高温高压氢气/硫化氢、氢离子辐照等临氢环 境中服役的金属部件容易形成表/界面损伤,如氢致鼓泡,这些鼓泡会破坏金属表面保护层, 改变表面粗糙度,诱发表面裂纹形核,因而严重危害着相关装备的服役安全。作为解释氢鼓 泡形成机理的经典理论,氢压理论认为鼓泡生长所需氢压与鼓泡尺寸负相关,然而,据此推 断出的鼓泡形核应力远高于材料本身的屈服强度,并且趋于无限大(应力奇点),这说明经 典氢压理论是无法解释氢鼓泡是如何形核的。

研究发现,氢鼓泡成核的真正机制是氢激活界面上金属原子扩散并首先在金属侧沿特定的晶体学面形成凹坑,这些凹坑可以通过表/界面扩散长大到几十纳米,随后在氢压(只需要几百兆帕)驱动下使得表面氧化层鼓起并长大,如图 20-16 所示^[39]。该发现不仅解决了 经典氢压理论中鼓泡形核时的应力奇点问题,而且解释了氢鼓泡生长的晶向相关性。该研究 指出可通过抑制表/界面原子扩散或调控特定晶向在表/界面的占比来减缓或预防氢致界面 失效。

氢脆是金属材料最危险的失效方式之一,位错是金属塑性变形最重要的载体,因此,阐 明氢如何影响位错行为是破解氢脆机理的关键。然而,历经 100 多年的研究,氢和位错的相 互作用机制仍存在很大争议。例如,"氢促进塑性局部化"作为氢脆领域的经典理论之一,其 实验基础来自于透射电镜定性的观测结果,即氢能促进铝中的位错运动,但也有研究者提出 了不同见解。作者团队研究发现,氢可对铝中位错产生强烈的钉扎效应而不是促进其滑移,





图 20-16 (a)~(d) 铝表面氢鼓泡形核长大; (e)~(g) 机理示意图 [39]

而且氢对位错的钉扎作用需要将材料在氢气氛中静置几十分钟后才起作用,这比前人预测的时间慢了至少三个数量级。综合实验观测和计算机模拟,提出了氢致钉扎作用的新原理:氢通过形成含氢空位来提高位错的启动应力,如图 20-17 所示^[40]。



图 20-17 铝中氢对位错滑移的强钉扎效应 [40]

(7)小结

综上所述,应用原位电镜测试技术,作者研究团队系统研究了微纳米尺度典型金属材料的力学行为,揭示了微纳米尺度晶体和非晶体金属材料在外力和气氛作用下的变形和损伤机

第四篇

制,揭示了其随材料尺寸的变化规律以及与环境气氛的作用机理,期望为高性能、长寿命新材料的设计奠定理论基础和提供方法论的指导。

20.5 / 我国在该领域的未来发展重点

我国未来在本领域的发展应注重以下几个方面。一,掌握关键核心技术,实现电镜及相 关原位测试装备的国产和商业化。二,在现有技术的基础上,丰富和发展具有力、热、电、 气/液等多场耦合下的定量力学测试技术。更重要的是,将这一技术用于"卡脖子"行业中 的关键材料和器件研究,如芯片等。

20.5.1 / 实验仪器的国产化

在微纳米尺度下精确定量研究材料力学特性及其内在机理,首先需要制备出微纳米尺寸 的力学测试样品,然后还需要发展一套空间分辨率在纳米级别(约10°m)、力学测试精度在 纳牛级别(约10°N)的原位定量测试技术。然而,相关设备及前沿测试技术的开发仍主要依 赖国外厂商,如聚焦离子束系统[主要生产厂家有德国蔡司公司、日本日立公司、美国 FEI 公司(现已并入赛默飞公司)],透射电子显微镜[主要生产厂家有日立公司、日本电子公 司,FEI公司(现已并入赛默飞公司)、蔡司公司等],原位定量多场耦合测试仪主要由美国 Hysitron公司(现并入Bruker公司)生产。可以看出,基于透射电镜的原位多场耦合研究设 备目前仍主要依赖进口。考虑到我国对高端科研仪器装备的强烈需求以及未来复杂多变的国 际环境,在掌握核心技术的前提下,今后应努力提高相关测试技术及装备的国产化程度,同 时将日趋成熟的技术进行成果转化和产业孵化,使得国内外的相关学者和工业界能够使用功 能独特、质量优异、价格合理、具有鲜明中国印记的高新技术和装备。

20.5.2 / 研究方法的多样化

目前,基于透射电镜的原位纳米力学测试主要是在常温下的真空环境进行的,尽管已有 一些在环境气氛、高温、通电条件下的研究和探索,但所使用的气氛浓度一般较低(10Pa级 别),温度区间也较有限(高温下材料会挥发进而污染电镜,低温下的原位定量力学测试目 前尚难以实现)。而材料的实际服役环境往往较为复杂,常具有力、热、电、气氛多场耦合的 特性。如何发展热、力、电、气氛多场耦合下的纳米力学测试技术,进而系统地研究微纳米 尺度材料的力-热耦合效应、力-电耦合效应、力-热-电耦合效应及其与环境气氛的耦合效 应,也是我国研究者下一阶段的重要目标,旨在为微纳米尺度功能材料从科学概念转化为实 际产品奠定实验和理论基础。

20.5.3 / 芯片中微纳结构的原位定量研究

近年来,国际形势日趋紧张,国外对我国进行了贸易限制和技术封锁,使得我国在一些 关键战略领域存在受制于人的风险。以芯片为例,其在军用和民用电子器件中均起到不可替代

中国新材料研究 前沿报告

的关键作用,因此我国急需发展具有独立自主知识产权的芯片制造技术。芯片是高度集成的装置,其内部有大量的微纳米尺度的结构。这就要求我们在前所未有的小尺度上研究、认识、理解、制造和使用材料。例如,在设计芯片时,常需要精准测量底填胶、塑封料、介电层等微纳 米尺度封装材料的模量、强度、应力松弛、蠕变速率、热膨胀系数等参数。由于国外厂商的技术保密限制,这类参数只能由国内厂商自己测试。因此,发展具有独立自主知识产权的微纳米 尺度材料精准测试技术,开展系统深入的研究,对打破国外技术封锁有重要的意义。

综上所述,基于透射电镜的原位定量测试技术是研究微纳米尺度材料力学行为的有效手 段,这一技术可以把复杂、多变、多因素耦合的实际服役条件解析为基本要素,把复杂的变 形和损伤行为解析为材料中基本的物理过程,帮助人们定性或者定量地研究和揭示材料的基 本力学特性。通过探究和理解这些关键基本要素的行为规律以及他们的组合特性,最终实现 对高性能长寿命材料的设计与制备并预测其在复杂服役环境中的行为。一方面,对于尺寸本 身就处于微纳米尺度的器件,这一研究方法和相关研究结果有望直接用来指导微纳器件的高 性能、长寿命设计,例如通过"力致修复"消除微纳晶体器件中的损伤,以延长其服役寿命; 另一方面,对于宏观材料来说,其变形和损伤的起源往往处于微纳米尺度,因此,对微纳尺 寸样品的原位研究可以帮助人们揭示材料变形和损伤的微观起源,进而为推迟损伤和延长寿 命提供基础理论指导。

参考文献

- Nix W D, Greer J R, Feng G, et al. Deformation at the nanometer and micrometer length scales: Effects of strain gradients and dislocation starvation. Thin Solid Films, 2007, 515 (6) : 3152-3157.
- [2] Greer J R, De Hosson J T M. Plasticity in small-sized metallic systems: Intrinsic versus extrinsic size effect. Prog Mater Sci, 2011, 56 (6): 654-724.
- [3] Legros M. In situ mechanical TEM: Seeing and measuring under stress with electrons. C R Phys, 2014, 15 (2-3) : 224-240.
- [4] Shan Z, Stach E A, Wiezorek J M, et al. Grain boundary-mediated plasticity in nanocrystalline nickel. Science, 2004, 305 (5684) : 654-657.
- [5] Guo H, Yan P F, Wang Y B, et al. Tensile ductility and necking of metallic glass. Nat Mater, 2007, 6 (10): 735-739.
- [6] Jin Q, Wang Y, Li T, et al. A MEMS device for in-situ TEM test of SCS nanobeam. Science in China Series E: Technological Sciences, 2008, 51 (9): 1491-1496.
- [7] Haque M A, Espinosa H D, Lee H J. MEMS for In Situ Testing-Handling, Actuation, Loading, and Displacement Measurements. MRS Bull, 2010, 35 (5): 375-381.
- [8] Lu Y, Peng C, Ganesan Y, et al. Quantitative in situ TEM tensile testing of an individual nickel nanowire.

Nanotechnology, 2011, 22 (35) : 355702.

- [9] Lu Y, Ganesan Y, Lou J. A Multi-step Method for In Situ Mechanical Characterization of 1-D Nanostructures Using a Novel Micromechanical Device. Experimental Mechanics, 2010, 50 (1): 47-54.
- [10] Oh Y, Cyrankowski E, Shan Z, et al. Micro/nanomechanical test system employing tensile test holder with push-to-pull transformer[Generic]. US, 2014.
- [11] Zheng H, Cao A, Weinberger C R, et al. Discrete plasticity in sub-10-nm-sized gold crystals. Nature Communications, 2010, 1.
- [12] Wang J, Sansoz F, Huang J, et al. Near-ideal theoretical strength in gold nanowires containing angstrom scale twins. Nature communications, 2013, 4: 1742.
- [13] Wang J, Zeng Z, Weinberger C R, et al. In situ atomic-scale observation of twinning-dominated deformation in nanoscale body-centred cubic tungsten. Nat Mater, 2015, 14 (6): 594-600.
- [14] Wang S, Wang H, Du K, et al. Deformationinduced structural transition in body-centred cubic molybdenum. Nature communications, 2014, 5.
- [15] He Y, Zhong L, Fan F, et al. In situ observation of shear-driven amorphization in silicon crystals. Nat Nano, 2016, 11 (10) : 866-871.

- [16] Zhong L, Sansoz F, He Y, et al. Slip-activated surface creep with room-temperature super-elongation in metallic nanocrystals. Nat Mater, 2017, 16 (4) : 439-445.
- [17] Sun J, He L B, Lo Y C, et al. Liquid-like pseudoelasticity of sub-10-nm crystalline silver particles. Nat Mater, 2014, 13 (11): 1007-1012.
- [18] Sun L, Krasheninnikov A V, Ahlgren T, et al. Plastic deformation of single nanometer-sized crystals. Phys Rev Lett, 2008, 101 (15): 156101.
- [19] Zheng K, Wang C, Cheng Y Q, et al. Electron-beamassisted superplastic shaping of nanoscale amorphous silica. Nature communications, 2010, 1: 24.
- [20] Wang L, Liu P, Guan P, et al. In situ atomic-scale observation of continuous and reversible lattice deformation beyond the elastic limit. Nat Commun, 2013, 4: 2413.
- [21] Wang L, Zhang Z, Han X. In situ experimental mechanics of nanomaterials at the atomic scale. NPG Asia Materials, 2013, 5 (2) : e40.
- [22] Wang L, Han X, Liu P, et al. In situ observation of dislocation behavior in nanometer grains. Phys Rev Lett, 2010, 105 (13): 135501.
- [23] Deng Q, Cheng Y, Yue Y, et al. Uniform tensile elongation in framed submicron metallic glass specimen in the limit of suppressed shear banding. Acta Mater, 2011, 59 (17) : 6511-6518.
- [24] Wang L, Teng J, Liu P, et al. Grain rotation mediated by grain boundary dislocations in nanocrystalline platinum. Nat Commun, 2014, 5: 4402.
- [25] Zhu Q, Huang Q, Guang C, et al. Metallic nanocrystals with low angle grain boundary for controllable plastic reversibility. Nat Commun, 2020, 11 (1) : 3100.
- [26] Wong E W, Sheehan P E, Lieber C M. Nanobeam mechanics: Elasticity, strength, and toughness of nanorods and nanotubes. Science, 1997, 277 (5334) : 1971-1975.
- [27] Poncharal P, Wang Z L, Ugarte D, et al. Electrostatic Deflections and Electromechanical Resonances of Carbon Nanotubes. Science, 1999, 283 (5407) : 1513-1516.
- [28] Gouldstone A, Chollacoop N, Dao M, et al. Indentation across size scales and disciplines: Recent developments in experimentation and modeling. Acta Mater, 2007, 55 (12) : 4015-4039.
- [29] Shan Z W. In situ TEM investigation of the mechanical behavior of micronanoscaled metal pillars[J]. JOM, 2012, 64 (10) : 1229-1234.
- [30] Tian L, Cheng Y Q, Shan Z W, et al. Approaching the ideal elastic limit of metallic glasses. Nat Commun,



2012, 3: 609.

- [31] Guo H, Chen K, Oh Y, et al. Mechanics and dynamics of the strain-induced m1-m2 structural phase transition in individual vo2 nanowires. Nano Lett, 2011, 11 (8) : 3207-3213.
- [32] Wang Z J, Li Q J, Cui Y N, et al. Cyclic deformation leads to defect healing and strengthening of smallvolume metal crystals. Proc Natl Acad Sci, 2015, 112 (44): 13502-13507.
- [33] Liu B Y, Prasad K E, Yang N, et al. In-situ quantitative TEM investigation on the dynamic evolution of individual twin boundary in magnesium under cyclic loading. Acta Mater, 2019, 179: 414-423.
- [34] Samaee V, Gatti R, Devincre B, et al. Dislocation driven nanosample plasticity: new insights from quantitative in-situ TEM tensile testing. Sci Rep, 2018, 8 (1) : 12012.
- [35] Liu B Y, Liu F, Yang N, et al. Large plasticity in magnesium mediated by pyramidal dislocations. Science, 2019, 365 (6448) : 73-75.
- [36] Choi S, Lee J H, Pin M W, et al. Study on fracture behavior of individual InAs nanowires using an electron-beam-drilled notch. RSC Advances, 2017, 7 (27): 16655-16661.
- [37] Pekin T C, Ding J, Gammer C, et al. Direct measurement of nanostructural change during in situ deformation of a bulk metallic glass. Nat Commun, 2019, 10 (1): 2445.
- [38] Stinville J C, Yao E R, Callahan P G, et al. Dislocation dynamics in a nickel-based superalloy via in-situ transmission scanning electron microscopy. Acta Mater, 2019, 168: 152-166.
- [39] Xie D G, Wang Z J, Sun J, et al. In situ study of the initiation of hydrogen bubbles at the aluminium metal/ oxide interface. Nat Mater, 2015, 14 (9): 899-903.
- [40] Xie D, Li S, Li M, et al. Hydrogenated vacancies lock dislocations in aluminium. Nat Commun, 2016, 7: 13341.
- [41] Li M, Xie D G, Ma E, et al. Effect of hydrogen on the integrity of aluminium-oxide interface at elevated temperatures. Nat Commun, 2017, 8: 14564.
- [42] Han X D, Zheng K, Zhang Y F, et al. Lowtemperature in situ large-strain plasticity of silicon nanowires. Advanced Materials, 2007, 19 (16) : 2112-2118.
- [43] Wang L, Teng J, Liu P, et al. Grain rotation mediated by grain boundary dislocations in nanocrystalline platinum. Nat Commun, 2014, 5 (1): 4402.
- [44] Wang L, Liu P, Guan P, et al. In situ atomic-scale observation of continuous and reversible lattice deformation beyond the elastic limit. Nat Commun,

第四篇

基础创新能力建设

2013, 4 (1) : 2413.

- [45] Zheng K, Wang C, Cheng Y-Q, et al. Electron-beamassisted superplastic shaping of nanoscale amorphous silica. Nat Commun, 2010, 1: 24.
- [46] Huang P, Yu Q. Dislocation Multiplications in Extremely Small Hexagonal-structured Titanium Nanopillars Without Dislocation Starvation. Sci Rep, 2017, 7 (1).
- [47] Yu Q, Kacher J, Gammer C, et al. In situ TEM observation of FCC Ti formation at elevated temperatures. Scr Mater, 2017, 140: 9-12.
- [48] Chen S, Yu Q. The role of low angle grain boundary in deformation of titanium and its size effect. Scr Mater, 2019, 163: 148-151.
- [49] Chen S, Oh H S, Gludovatz B, et al. Real-time observations of TRIP-induced ultrahigh strain hardening in a dual-phase CrMnFeCoNi high-entropy alloy. Nat Commun, 2020, 11 (1): 826.
- [50] Yu Q, Shan Z W, Li J, et al. Strong crystal size effect on deformation twinning. Nature, 2010, 463 (7279) : 335-338.
- [51] Liu B Y, Wang J, Li B, et al. Twinning-like lattice reorientation without a crystallographic twinning plane. Nat Commun, 2014, 5: 3297.
- [52] Liu B Y, Wan L, Wang J, et al. Terrace-like morphology of the boundary created through basalprismatic transformation in magnesium. Scr Mater, 2015, 100 (0): 86-89.
- [53] Liu B Y, Yang N, Wang J, et al. Insight from in situ microscopy into which precipitate morphology can enable high strength in magnesium alloys. J Mater Sci Technol, 2018, 34 (7): 1061-1066.
- [54] Wang Y, Liu B, Zhao X, et al. Turning a native or corroded Mg alloy surface into an anti-corrosion

coating in excited CO₂. Nat Commun, 2018, 9 (1) : 4058.

- [55] Wang Z J, Li Q J, Li Y, et al. Sliding of coherent twin boundaries. Nat Commun, 2017, 8 (1) : 1108.
- [56] Han W Z, Huang L, Ogata S, et al. From "Smaller is Stronger" to "Size-Independent Strength Plateau": Towards Measuring the Ideal Strength of Iron. Adv Mater, 2015, 27 (22) : 3385-90.
- [57] Huang L, Li Q J, Shan Z W, et al. A new regime for mechanical annealing and strong sample-size strengthening in body centred cubic molybdenum. Nat Commun, 2011, 2: 547.
- [58] Wang Z J, Shan Z W, Li J, et al. Pristine-to-pristine regime of plastic deformation in submicron-sized single crystal gold particles. Acta Mater, 2012, 60 (3): 1368-1377.
- [59] Tian L, Li J, Sun J, et al. Visualizing size-dependent deformation mechanism transition in Sn. Sci Rep, 2013, 3.
- [60] Wang C C, Ding J, Cheng Y Q, et al. Sample size matters for Al88Fe7Gd5 metallic glass: smaller is stronger. Acta Mater, 2012, 60 (13-14) : 5370-5379.
- [61] Tian L, Shan Z-W, Ma E. Ductile necking behavior of nanoscale metallic glasses under uniaxial tension at room temperature. Acta Mater, 2013, 61 (13) : 4823-4830.
- [62] Shan Z W, Mishra R K, Asif S a S, et al. Mechanical annealing and source-limited deformation in submicrometre-diameter Ni crystals. Nat Mater, 2008, 7 (2) : 115-119.
- [63] Wang C C, Mao Y W, Shan Z W, et al. Real-time. high-resolution study of nanocrystallization and fatigue cracking in a cyclically strained metallic glass. Proc Natl Acad Sci, 2013, 110 (49) : 19725-19730.

₩ 作者简介

单智伟教授,西安交通大学材料学院院长、金属材料强度国家重点实验室副主任。致力于通过政产 学研用的通力协作,打造具备先进技术和高附加值的陕西镁业精品产业链;应用和发展与之相配套的 先进制备、测试与表征技术;应用和发展定量的原位电镜变形技术,探索材料研究中的焦点问题。在 *Nature、Science、Nature Materials*、PNAS等国际顶级期刊上发表论文 70 余篇,SCI引用超过 3600 余次。研究成果获得陕西省科学技术一等奖(2018)、美国 TMS 学会镁技术最佳基础研究论文 奖(2013)、中国百篇最具影响国际学术论文(2012、2010)、中国高等学校十大科技进步奖(2010)。

刘博宇,西安交通大学材料学院教授,研究领域为镁基材料的开发应用及相关共性基础研究,主要 研究内容包括采用原位多场耦合测试技术,研究镁及镁合金的塑性变形行为及其内在微观机理,为完 善镁的塑性变形理论和镁合金的开发提供基础数据;镁提纯技术及装备研发。主持国家自然科学基金 和企业横向课题多项。研究成果在 Science、Nature Communications、Acta Materialia、Scripta

Materialia、Advanced Materials 等期刊发表,授权发明专利 3 项,荣获美国 TMS 学会镁技术最佳 基础研究论文、国际显微学会青年科学家奖学金、陕西省科学技术一等奖(4/5)等奖项。

解德刚,西安交通大学材料学院副教授,博士生导师。2016年于西安交通大学材料科学与工程系获博士学位,2011年9月—2012年8月在美国麻省理工学院访问研究。研究方向为运用和研发先进的原位环境透射电子显微镜技术对金属材料在高温、气氛等苛刻环境中的行为及其物理机理进行研究。 共发表包括*Nature Materials,Nature Communications,Acta Materialia*等在内的SCI论文12篇, 主持项目8项,总经费599万,包含基金委面上项目,华为合作项目等。兼任西安交大-日立联合研 发中心(XHRDC)副主任,坚持在实验技术上不断创新,研发了一系列功能独特,指标领先的新技术, 获得国家发明专利6项。2017年入选首批陕西省普通高校青年杰出人才支持计划,2018年获得国际 电镜协会IFSM 青年科学家奖学金。

