

激光与光电子学进展

材料力学性能原位测试技术: 发展与应用

邢文娟¹, 于忠瀚¹, 刘长宜^{2**}, 赵宏伟^{1*}¹吉林大学机械与航空航天工程学院, 吉林 长春 130025;²吉林大学工程仿生教育部重点实验室, 吉林 长春 130025

摘要 材料力学性能原位测试技术能够在力学性能测试过程中对材料服役过程中微观结构演化与损伤失效机理进行表征分析, 研究材料成分、工艺、组织结构与力学性能、服役行为之间的内在规律。研究材料成形加工关键技术, 推动先进材料设计与制造, 对服务国防和国民经济建设具有重要意义。本文首先对材料力学性能测试技术的发展进行回顾总结, 然后分别对扫描电子显微镜、透射电子显微镜、衍射成像下的材料力学性能原位测试技术进行概述, 重点阐述了原位力学加载和温度场构建技术。最后, 对材料力学性能原位测试领域的未来发展趋势进行展望。

关键词 仪器, 测量与计量; 原位测试; 材料力学性能; 扫描电子显微镜; 透射电子显微镜; 力学加载

中图分类号 TH87

文献标志码 A

DOI: 10.3788/LOP223365

In-Situ Testing Techniques for Mechanical Properties of Materials: Development and Applications

Xing Wenjuan¹, Yu Zhonghan¹, Liu Changyi^{2**}, Zhao Hongwei^{1*}¹School of Mechanical and Aerospace Engineering, Jilin University, Changchun 130025, Jilin, China;²Key Laboratory of Bionic Engineering, Ministry of Education, Jilin University, Changchun 130025, Jilin, China

Abstract *In-situ* testing technology for mechanical properties of materials can be used to characterize and analyze the microstructure evolution and damage failure mechanism during the service of materials in the process of mechanical properties testing, and to study the inner law among material composition, process, microstructure, mechanical properties, and service behaviors. The research of key technologies of material forming and processing to promote the design and manufacture of advanced materials is of great significance to serve national defense and national economic construction. In this article, we first review and summarize the development of material mechanical property testing techniques, and then outline the *in-situ* testing techniques of material mechanical properties by scanning electron microscope, transmission electron microscope, and diffraction imaging. We focus on the *in-situ* mechanical loading and temperature field construction techniques. Finally, prospects for future trends in the field of *in-situ* testing for mechanical properties of materials are presented.

Key words instruments, measurement, and metrology; *in-situ* testing; mechanical properties of materials; scanning electron microscopy; transmission electron microscopy; mechanical loading

1 引言

材料四要素是“制备-成分与结构-性质-服役性能”, 通过改变材料制备工艺与加工参数可改变材料微观结构, 进而对材料性能进行调控。其中, 获取材料微观结构信息是优化制备工艺与材料性能的重点环节。开展接近材料真实服役条件下微观变形损伤机制和性

能演变规律的研究, 是提升材料性能和使用寿命的关键。

传统离位材料力学性能测试技术通常仅能给出材料的力学参量与特征曲线, 对材料微观力学行为、服役性能演化规律及组织结构演变间的相关性规律、交互作用机制无法开展分析。为了解决这一问题, 材料性能原位测试技术应运而生。原位测试技术, 即将载荷

收稿日期: 2022-12-20; 修回日期: 2022-12-31; 录用日期: 2023-01-04; 网络首发日期: 2023-01-14

基金项目: 国家杰出青年科学基金(51925504)、国家重点研发计划项目(2018YFF01012400)

通信作者: *hwzhao@jlu.edu.cn; **liuchangyi@jlu.edu.cn

加载装置与显微观测装置进行集成,在对材料进行加载的同时对其微观组织演变进行实时观测^[1-2]。材料性能原位测试领域的主要任务是研制能与显微观测装置兼容、并能模拟材料服役环境的材料力学性能测试装置,分析材料在各种复杂服役工况下的损伤失效机理,并进一步调控材料工艺参数,提升材料性能。

本文主要对材料力学性能原位测试技术的发展和應用进行概括和总结,并分别对兼容扫描电子显微镜(SEM)、透射电子显微镜(TEM)、衍射成像的原位测试技术和装置进行概述,重点介绍了原位力学加载和高低温环境构建技术的研究现状。最后,对材料力学性能原位测试领域的未来发展趋势进行了展望。

2 材料力学性能原位测试技术的发展

材料力学性能原位测试的发展得益于显微成像表征技术的进步,显微成像技术主要是利用各种粒子束来探测材料表面或内部的结构信息,主要分为显微成像方法和衍射表征方法等。显微成像方法主要包括光学显微镜(OM)、SEM、TEM等,用于分析材料在宏观、微观不同层次的组织与缺陷结构。衍射表征方法包括X射线衍射(XRD)、电子背散射衍射(EBSD)和中子衍射(ND)等^[3]。用于分析材料中原子的排列和结构对称性,包括晶态和非晶态结构,以及晶体中电子的分布,用于揭示一定的电子结构和化学键信息。上述显微表征技术的运用为深入认识材料力学行为演变机理及发展和完善力学行为理论提供了全新的视角与契机。

力学性能原位测试最早使用OM进行显微观测。1861年,英国人肖比首先使用OM研究金属的显微结构,对金属组织结构有了初步了解,并开创了金相学,使金属材料的研究达到晶粒尺度^[4]。OM具有价格低廉、使用便捷等优点,可直接在大气中使用,对原位力学加载装置的空间兼容性好。但其成像分辨率较低^[5-7],最小分辨率极限为200 nm^[8],且受到成像景深的严重限制,只能满足初步的材料微观组织分析需要。

1939年SEM的面世使人们能够以更高的分辨率去了解材料微观结构,推动材料力学实现了跨越式发展。凭借SEM成像分辨率和景深上的巨大优势,兼容SEM的各种力学性能原位测试装置得到迅速发展^[9-10]。此外,利用与SEM集成的X衍射能谱(EDS)、EBSD等探测器能够对样品进行元素成分与分布分析,包括晶粒尺寸、晶界、晶体取向、织构等在内的晶体学分析^[11-12]。目前,兼容SEM的原位力学加载装置能够实现拉伸^[13]、压缩^[14]、弯曲^[15]、扭转^[16]等静态载荷以及疲劳等动态载荷加载,同时还能够采取多种手段实现高低温环境的构建。这使得SEM成为与材料力学性能原位测试装置联用最为广泛的显微表征装置。

面向原子尺度开展材料学研究需要借助TEM,由于TEM的观测样品必须要足够薄,需制备成50~

100 nm超薄切片,兼容TEM的原位力学加载装置大都为微机电系统(MEMS)驱动^[17-18]。MEMS是采用类似集成电路的生产工艺将微型传感器、机械执行器、控制电路、接口电路、通信和电源集成在同一硅板上的微小机电系统,尺寸通常在毫米或微米量级,是一个独立的智能系统。利用MEMS系统构建TEM原位力学加载装置,对材料在复杂载荷下微观结构演变过程进行观测,在材料科学领域发挥了巨大作用。

衍射方法主要有XRD、ND等,目前XRD^[19]是研究材料周期性结构,获得材料成分、内部原子或分子的结构形态信息、物相和晶体结构的主要方法^[20-21]。利用与XRD兼容的力学性能原位测试装置能够在表征材料力学性能的同时获取其内部原子、分子排列和晶体结构。原位测试装置还可配备高温加热装置,以诱发材料相变,研究温度对材料性能的影响^[22-23]。近年来,随着同步辐射光源、中子散裂源等大科学装置的相继建设,国内外学者开展了很多基于大科学装置的材料性能原位测试^[24-27]。利用其在结构分析等方面的优势,可对材料内部微细结构进行表征,成为继电子显微成像技术后微观结构观测的又一强大工具。

上述材料表征技术和装置是材料科学新现象和新性能发现、检验和调控的重要手段。根据不同显微表征装置的原理和特点,开展材料力学性能原位测试装置的设计研制,是实现材料在使役工况下宏观力学行为和微观组织结构同步同位测试的关键。

3 兼容SEM的材料力学性能原位测试技术与应用

SEM利用高能电子束轰击样品外层电子成像^[28],成像分辨率通常可达到5~10 nm,对于导电性良好的样品分辨率可达1 nm。其放大倍数可达30万倍以上,并具备景深大、视野大等多种优势^[29]。

SEM样品腔室相对较大,能集成EDS、EBSD等探测器,且可集成各种原位力学加载装置。兼容SEM的力学性能原位测试装置可实现样品的拉伸、压缩、弯曲、剪切以及疲劳加载等,且可实现不同环境温度的加载。利用SEM原位力学加载装置可获取加载过程中材料微观组织演变过程,利用EBSD探测器还可对原位力学加载过程中样品的晶粒尺寸、晶界、取向演变过程进行表征,从而得到材料宏观力学性能与微观组织之间的映射关系。

3.1 兼容SEM的原位力学测试装置

3.1.1 关键技术

材料力学性能原位测试系统各模块间需具有空间兼容性、功能兼容性、真空兼容性和电热磁兼容性,各模块间的空间布局与集成方法需综合考虑空间干涉、电热磁干扰、成像距离及角度等因素。不同于常规力学加载装置,SEM原位力学加载装置在研制时需保证以下两点:

1) 装置在原位力学测试过程中应具有一定的载荷加载分辨率,需保证样品在加载过程中始终保持在视场中心,显微图像采集过程中应具有保载功能。装置设计时需开展关键机械部件强度、刚度校核分析,并通过结构优化设计,确保机械结构件具有良好的静动态特性,保障力学加载装置的精度与可靠性。

2) 原位力学加载装置整体应结构紧凑,能与 SEM 腔室电磁兼容、真空兼容、空间兼容、角度兼容。为避免电磁干扰,力学加载装置设计时需选用无磁元件或使用电磁屏蔽层;为与 SEM 真空兼容,装置需使用不锈钢和铝等具有低释气性能的材料制造,使用高真空兼容润滑脂进行润滑;当 SEM 中采用 EBSD 观测样品时,样品与 EBSD 探测器成 70° 夹角成像效果最好,对晶体取向的测量最为准确^[30]。如图 1 所示,可将力学加载装置整体偏转 45° (与极靴端部平行以节约空间),样品偏转 25° ,国内外有很多商业化单轴拉伸压缩装置可与 EBSD 角度兼容^[31]。

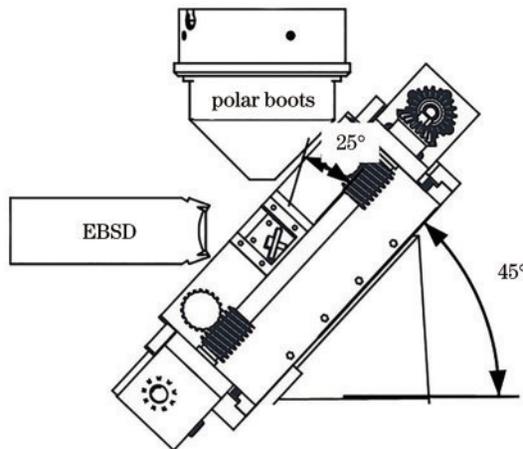


图 1 兼容 EBSD 装置角度示意图

Fig. 1 Schematic diagram of angle of compatible EBSD device

为满足 SEM 原位精密加载装置的设计需求,所采取的驱动方式应具有体积小、功率小、对 SEM 无电磁干扰、具有真空兼容性等特点。常规的驱动方式有电机驱动和压电驱动。其中以静态加载为主的装置一般采用直流伺服电机进行驱动^[32],其运行稳定,电磁干扰相对较弱。但因电机内部带有永磁体,应使其尽量远离极靴,减小对成像的影响。配备多级行星减速器可实现大扭矩低转速输出,便于实现精密控制。如图 2~3 所示,采用电机作为驱动的原位力学加载装置通常通过齿轮、蜗轮蜗杆和双向丝杠螺母副传动,将电机输出转速转换为两侧夹具等速反向的直线运动,确保在加载过程中样品始终位于视场中心。采用双丝杠的结构设计便于兼容加热装置,且能够极大程度消除加载造成的倾覆力矩,弥补因装置体积小而带来的刚度不足问题。

材料的疲劳损伤是引发材料失效行为的主要诱

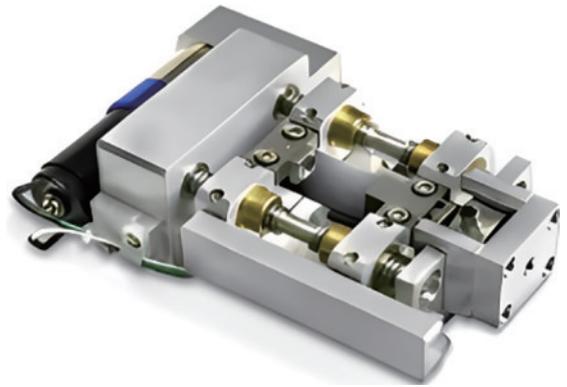


图 2 MTI Instruments 公司的拉伸台^[33]

Fig. 2 Stretching table of MTI Instruments^[33]

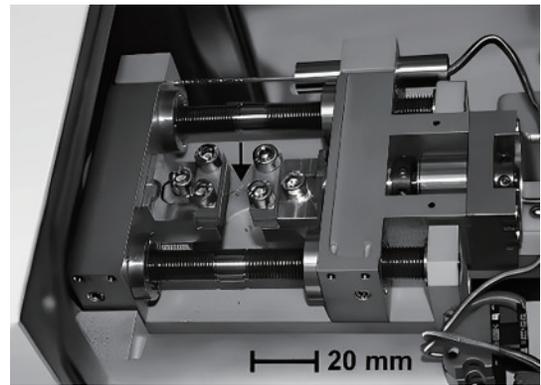


图 3 Kammrath & Weiss 公司的拉伸装置^[34]

Fig. 3 Stretching device of Kammrath & Weiss^[34]

因,材料的动态力学性能测试非常重要。在 SEM 内开展动态疲劳加载能够对疲劳损伤过程进行监控,对疲劳加载过程中材料内部微缺陷、微裂纹萌生扩展过程进行精细化分析与表征,对材料损伤失效机理进行阐释。压电驱动响应速度快、结构小巧紧凑、可靠性好、位移分辨率高,在原位动态疲劳测试领域得到了广泛应用^[35-36]。基于压电致伸缩原理实现疲劳加载主要通过压电叠堆和超声疲劳两种方法。

压电叠堆需结合柔性铰链实现疲劳加载,输出位移多在几十微米量级,且输出力较小,适用于小型样品加载,难以实现大行程往复运动加载。压电叠堆驱动器的关键在于柔性铰链的设计,柔性铰链的刚度过大会削弱压电器件的输出位移,而小刚度的柔性铰链则由于其惯性,难以实现较高加载频率下的快速响应。因而对于柔性铰链的设计,需合理匹配其刚度及变形能力^[37-38]。图 4 所示为吉林大学李秦超^[39]设计的中低频拉伸疲劳测试装置,该测试装置利用压电叠堆作为驱动器,结构紧凑。可施加最大 1000 N 的预拉伸力,在不施加预拉伸力的情况下最大疲劳加载位移可达 $30\ \mu\text{m}$,最高加载频率可达 50 Hz。

超声疲劳测试具有频率高、输出力大、测试精度高等优势,可以进行拉伸/压缩、三点弯曲等多种加载形式的疲劳实验,且可实现随机变幅加载,适用于航空燃

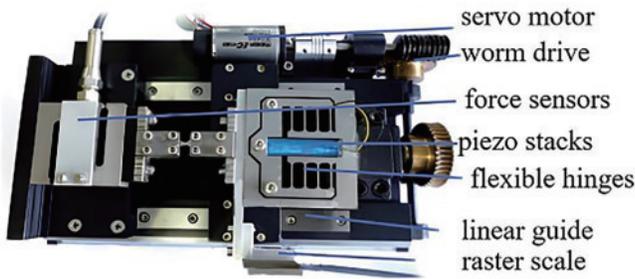


图 4 压电驱动中低频拉伸疲劳测试装置^[39]

Fig. 4 Piezoelectric driven medium and low frequency tensile fatigue testing device^[39]

气涡轮发动机叶片等承受复杂载荷和超高周疲劳载荷材料的测试。如图 5 所示,超声疲劳装置主要由超声发生器、超声换能器和变幅杆组成^[40]。基于压电致伸缩原理的超声换能器可将微弱电信号转化为同频率的机械波,经变幅杆放大后施加到样品上^[41]。

材料强度、塑性等力学参数需通过力学加载中的力-位移曲线计算得出,原位测试装置中样品变形量的测量精度决定了材料力学性能测试的准确性。测试样品由标距段、应力集中过渡段和夹持段三部分组成,如图 6(a)所示。标距段主要用于计算样品所受应力、应

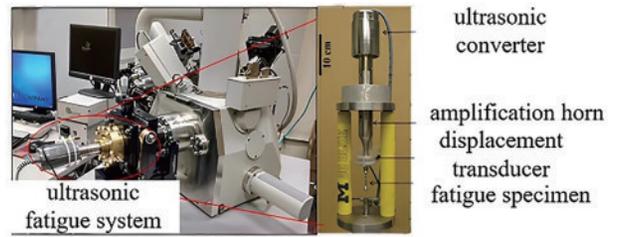


图 5 超声疲劳 SEM 系统^[40]

Fig. 5 Ultrasonic fatigue SEM system^[40]

变、弹性模量、延伸率、颈缩率等力学参数,是力学测试过程中主要关注的区域。在传统的力学测试装置中,通过引伸计或应变片直接测量样品标距段的长度变化。但原位测试装置结构紧凑、样品尺寸小,利用引伸计测量应变会对显微成像造成遮挡,因而不适用于原位测试。如图 6(b)所示,原位测试装置大多通过光栅位移传感器,测量双向丝杠两个丝杠螺母连接的夹具支撑体之间的相对位移,以此获得样品的变形量。但是,样品夹持部分、过渡部分发生的形变会累积到测量的变形量中,导致测得的标距段应变变量不准确^[42],需对非标距段变形引起的拉伸误差建立修正算法,剔除额外变形^[43]。

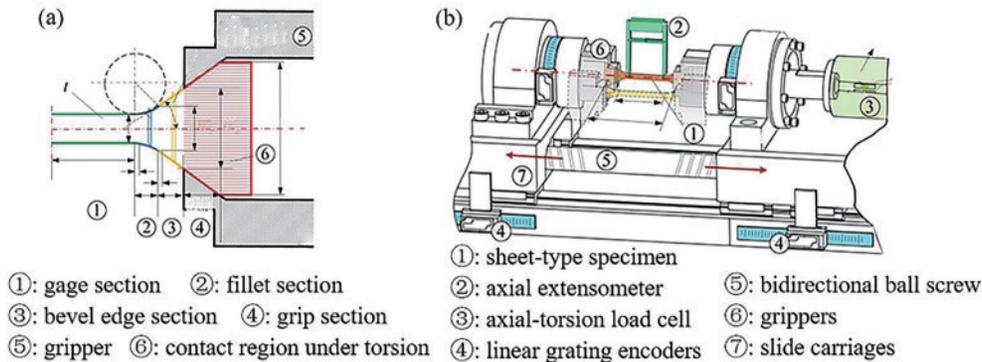


图 6 拉伸样品变形测量^[43]。(a)样品变形示意图;(b)原位测试装置结构示意图

Fig. 6 Deformation measurement of tensile samples^[43]. (a) Schematic diagram of sample deformation; (b) schematic diagram of structure of *in-situ* testing device

此外,小型化原位力学加载装置与大型商用化学力学测试装置相比,具有装置刚度低、精度要求高等特点。原位力学加载装置在使用之前需开展传感器、执行器的精准标定校准,对装置静动态特性、机架柔度和装置精度进行测定,实现对原位测试装置的精度校准。吉林大学赵宏伟教授团队^[44-48]针对此问题提出了一系列装置校准修正方法和测试结果修正方法,建立涉及传感器精度、执行器精度、装配精度、机架柔度等因素的系统误差模型,研究精度校准理论方法和校准流程,确保材料力学性能原位测试结果准确可靠。

3.1.2 研究现状

SEM 原位测试装置能对力学加载过程中材料微观组织变化进行实时动态观测,对于揭示材料损伤失效机理、探究影响材料性能的关键参量并进行调控具

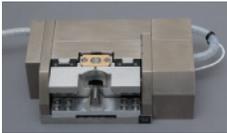
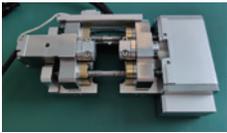
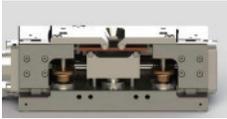
有重大意义。SEM 力学性能原位测试技术已经成为材料测试领域的重要方法和手段,兼容 SEM 的原位力学测试装置已经实现产品化,并作为 SEM 的重要组件得到广泛应用。

国内外有很多公司开展了商业化原位测试装置的研制,如德国 Kammrath & Weiss 公司、英国 Deben 公司、美国 MTI Instruments 公司和 Gatan 公司、中国祺跃科技有限公司。这类商业化装置主要以原位拉伸加载为主,通过更换夹具实现三点弯曲、四点弯曲、压缩、剪切等测试功能。此外,部分测试装置能够兼容高低温加载装置。基于原位测试装置结构的差异,可兼容 SEM、OM、EBSD 等显微表征装置。表 1 总结了部分具有代表性的商业化 SEM 力学性能原位测试装置。

大部分工程材料及其制成品在真实服役工况下会

表 1 商业化力学性能原位测试装置

Table 1 Commercial *in-situ* mechanical properties testing devices

Company	Product type and model	Picture	Main technical specification
Deben, UK	2 kN vertical three-point bending device ^[49]		Function: three-point four-point bending; compatible with SEM and OM; maximum load: 2 kN; rate: 0.05–5 mm/min
Deben, UK	5 kN tensile compression and bending device ^[50]		Function: tension and compression, horizontal bending; compatible with SEM, OM; maximum load: 5 kN; speed: 0.005–50 mm/min; temperature range: 253–433 K
Deben, UK	5 kN <i>in-situ</i> fatigue device ^[51]		Function: tension and compression, fatigue; SEM compatible; maximum load: 5 kN; speed: 0.005–6 mm/min; can be equipped with heating table
Gatan, USA	MICROTEST 2000E <i>in-situ</i> stretching device ^[52]		Function: single-axis tension and compression; load: max. 2 kN; stroke: 10 mm; speed: 0.033–0.4 mm/min
Qiyue, China	<i>In-situ</i> high-temperature fatigue device ^[53]		Function: high temperature creep fatigue; SEM compatible; maximum load: 2 kN; temperature: room temperature ~1273 K
Qiyue, China	MINI-MTS device ^[54]		Function: stretching and compression, three-point bending; compatible with SEM, EBSD; maximum load: 10 kN; speed: 0.001–0.1 mm/min; can be equipped with heating table
Kammrath & Weiss, Germany	<i>In-situ</i> tensile/compression testing device ^[55]		Function: single-axis stretching and compression; SEM compatible; maximum load: 10 kN; rate: 0.006–1.2 mm/min; temperature: room temperature ~1273 K
Kammrath & Weiss, Germany	200 N <i>in-situ</i> bending test device ^[56]		Function: Three- or four-point bending; SEM compatible; speed: 0.012–1.2 mm/min

受到复杂载荷,开展材料力学性能原位测试工作,可以获取材料在接近真实服役条件下的力学性能及其损伤失效机理,对材料发展具有重要意义^[57-58]。因此,开展原位复杂载荷加载装置的研制具有重要意义。

开展以纤维复杂材料为代表的各向异性材料的力学性能测试与分析,必须为其提供平面应力载荷。采用原位双轴拉伸测试装置能够实现两个方向的任意比例的应力加载,研究双向载荷下材料微观结构特征演化过程^[59-60]。如图 7 所示,法国 Micro Mecha 公司研制

了一台 SEM 双轴拉伸装置^[61],四个轴杆可独立控制,可实现双轴拉伸、压缩和低周疲劳加载。在力学加载过程中,为保证样品观测区始终保持在 SEM 视场中心,驱动系统采用双边对称机械加载结构。2016 年,日本的 Kubo 等^[62]发明了一台可以兼容 SEM-EBSD 的原位双轴拉伸装置,如图 8 所示,该装置采用两个电机驱动,经由双向丝杠螺母副传动,确保样品始终位于 SEM 视场中心。

为揭示拉伸和扭转两种载荷在塑性材料变形过程

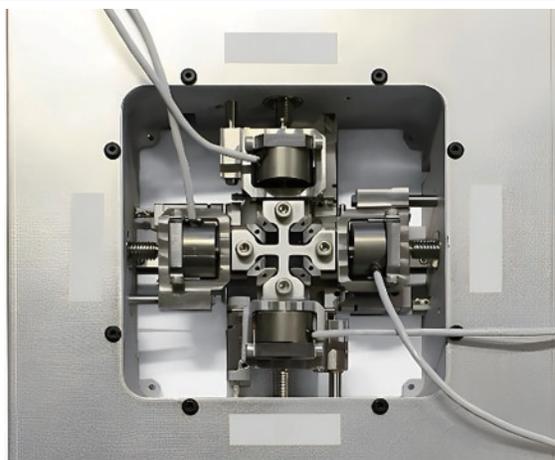


图 7 双轴拉伸装置^[61]
Fig. 7 Biaxial tensile device^[61]

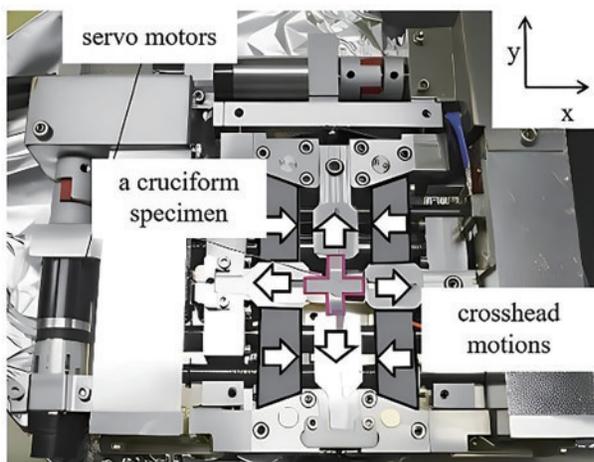


图 8 SEM-EBSD 双轴拉伸装置^[62]
Fig. 8 SEM-EBSD biaxial tensile device^[62]

中的相互影响机理,吉林大学刘宏达^[63]研制了一种拉伸-扭转原位测试装置。如图 9 所示,该装置采用拉力和扭矩双传感器,且在拉力传感器与夹具之间设计一个扭矩消除机构,保证拉力传感器不受扭矩影响。在扭矩传感器与夹具之间,设计安装轴承,保证扭矩传感器不受轴向拉伸力影响。在复杂表面的冲压工艺、板

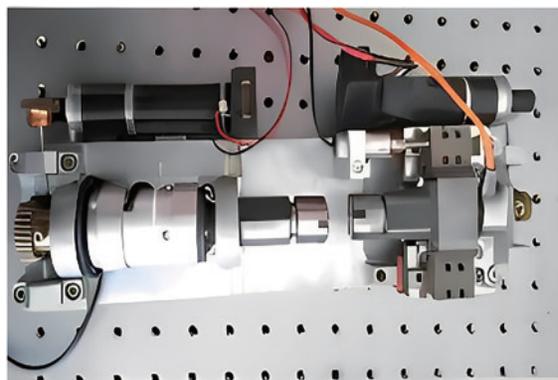


图 9 拉伸-扭转原位测试装置^[63]
Fig. 9 Tensile-torsional *in-situ* testing setup^[63]

材的拉弯矫直过程中材料会受到拉伸和弯曲载荷的综合作用。为揭示拉伸-弯曲复杂载荷共同作用下材料的损伤失效机理,吉林大学程虹丙^[64]研制了一台拉伸-弯曲原位测试装置,如图 10 所示,并开展了挤压成型镁合金板材在拉伸弯曲复杂载荷下的力学性能测试。该装置拉伸和弯曲加载测试互不干扰,可独立地绘制相应的拉伸载荷-位移曲线和弯曲载荷-挠度曲线。

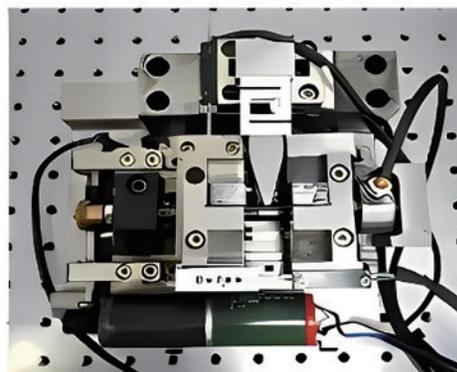


图 10 拉伸-弯曲原位测试装置^[64]
Fig. 10 Tensile-bending *in-situ* testing setup^[64]

兼容 SEM 的复杂载荷加载力学测试装置结构复杂,难以与显微镜兼容,且多参量协同控制与并行检测难以实现,因此鲜有商业化装置涉足本领域。目前的研究大多是为了特定研究对象研制专用的复杂载荷加载装置。这类装置在设计过程中需开展机械加载模块功能分析,研究模块化复杂驱动加载的原理与方法,进行各关键模块软硬件系统的整机集成与调试,开展各关键模块和装置整机的联合调试研究,并进行装置整体性能与各功能模块间的关联性分析。

3.2 高低温环境构建技术

3.2.1 高温加载装置

在原位力学测试装置上集成高温环境重构技术,研究材料机械性能、微观组织变化与温度的关系,有助于研究晶粒生长、烧结、结晶、化学反应等过程中材料力学性能与微观组织之间的映射关系^[65]。因此,研制能与 SEM 兼容、具有精准控温能力、能对样品进行均匀温度加载的原位高温加载装置具有重大意义。SEM 原位高温装置的研制需解决以下两个技术问题:

1) 解决高温加热装置对样品的均匀加热与精准控温问题,实现温度的精准控制。同时,力学测试过程中样品加热温度不均匀会对材料力学性能测试结果产生影响,因此高温加载时应尽量降低样品温度梯度,保证样品温度均匀。

2) 解决温度加载装置与机械加载装置、原位监测装置协同工作问题,消除温度加载装置对 SEM 成像质量的以下影响:

① SEM 是通过电子束与样品表面相互作用产生信号电子,再由探测器接收二次电子或者背散射电

子进行成像。样品和加热装置温度的升高将导致热电子的产生和发射,发射强度可以通过理查森定律^[66]计算:

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

式中: m_e 为电子质量; k_B 为玻尔兹曼常数; h 为普朗克常数; ϕ 为发热体功函数; T 为温度。由公式可知,温度越高,热电子发射越多,对信号探测器产生的干扰越大,因此高温下SEM的成像质量急剧下降。

② EDS、EBSD等探测器耐受温度有限,加热过程中探测器外需加金属网格隔热罩,同时加热装置需采取加热屏蔽层或强制水冷等保护措施^[67]。但屏蔽层会减少成像区域,限制成像距离,水冷等强制冷却措施

会产生震动,影响成像质量。

为保证高温样品温度均匀,国内外学者开展了很多研究。最早有学者提出利用加热炉或较大加热板对样品和夹具整体进行加热,整体加热方式可以均匀加热样品,但大面积高温区域会对力学加载装置和SEM中探测器产生损伤,且热屏蔽较为困难。此外,大量热电子会对测试结果产生影响。因此,目前大多采用局部加热方式。如图11所示,局部加热又分为夹具加热和样品加热两种,深色表示温度较高区域^[68]。局部加热可最大限度地减少对SEM及力学加载装置的热影响,但必须要考虑样品温度不均匀对材料力学性能测试结果的影响。夹具加热方式容易造成样品加热不均匀,且易对加载装置力传感器造成损伤^[69],因此较多采用样品局部加热方式。

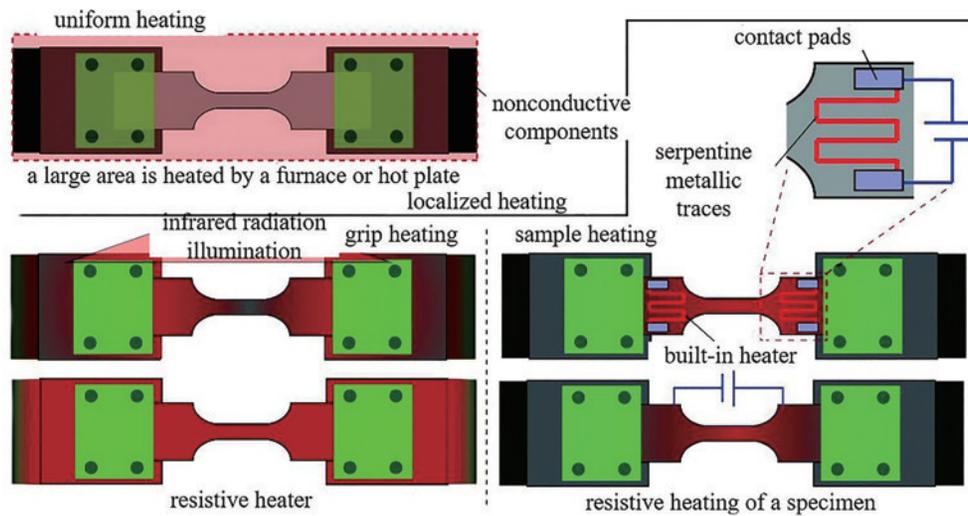


图 11 原位加热方式^[68]

Fig. 11 In-situ heating method^[68]

目前对样品进行局部加热主要通过激光加热、样品自身产生焦耳热、样品周围缠绕电阻丝、样品下方布置加热台等方式。其中,在SEM中利用激光对样品进行局部加热的方法出现较早^[70-71],加热温度高,可以在局部达到高达1973 K的温度^[72]。Kirch等^[73]研制了一台同时兼容SEM、EBSD的激光加热装置,如图12所示。该加热装置主体由一个小型SiC样品架组成,利用钨夹具将样品安装到SiC样品架上,通过吸收从其下方的光纤发射的95%以上的入射红外激光对样品进行加热,最高加热温度可达1273 K,可以原位观测材料在1273 K下的微观组织形态和晶粒取向。且采用的商用红外二极管激光器不会对SEM电子束产生干扰。

激光加热方法结构简单,用高能激光束直接局部加热样品表面,样品表面升温速率很快,且不产生电磁畸变场。但高能激光束可能会对样品表面产生损伤,对材料力学性能及微观组织产生影响。

通过给金属样品两端施加电流,利用样品产生的

焦耳热进行加热的方式较为简单^[74],如图13所示。夹具内部设有通道,在高温测试期间通过夹具内部通道强制水冷对装置进行冷却,可达到1273 K高温加载。但加热温度受样品电阻率等物理特性影响,且在样品缺陷处会产生加热不均匀,同时样品在力-热-电多物理场耦合加载下其力学性能及微观组织会发生变化。

日本岛津公司(Shimadzu Corporation)研发了一款利用在样品周围布置加热电阻丝进行加热的装置,如图14所示。由于电阻丝不能直接接触样品,无法进行热传导,又因SEM为真空环境,无法进行热对流,只能通过热辐射方式对样品进行加热,导热效果不理想。热源温度远高于样品温度,产生大量热电子,对SEM成像二次电子产生影响,在加热温度超过973 K时成像质量急剧下降。2018年,Liang等^[75]将辐射加热方式改为接触加热,在加热丝与样品中间加入氮化硅陶瓷,实现了1073 K的高温加载。但这种加热方式使样品在长度厚度方向上受热不均匀。

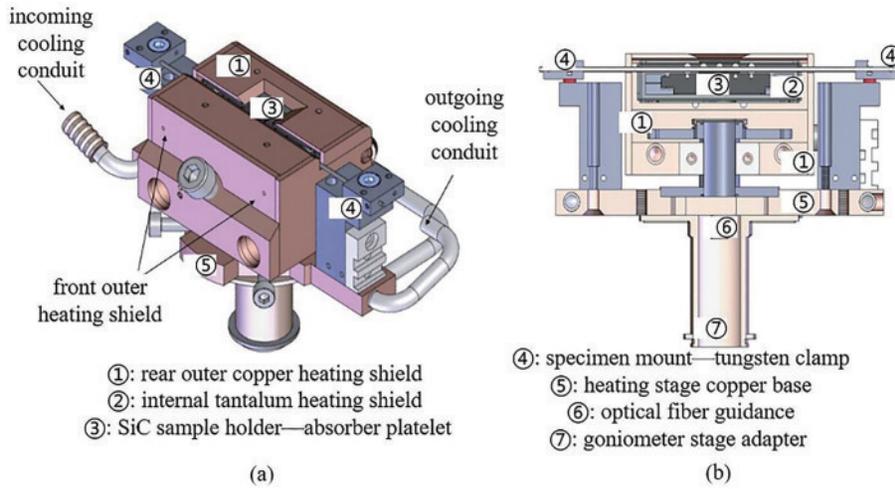


图 12 兼容 SEM/EBSD 的激光加热装置^[73]。(a) 加热装置示意图; (b) 加热装置内部横截面
 Fig. 12 SEM/EBSD-compatible laser heating device^[73]. (a) Schematic diagram of heating device;
 (b) internal cross section of heating device

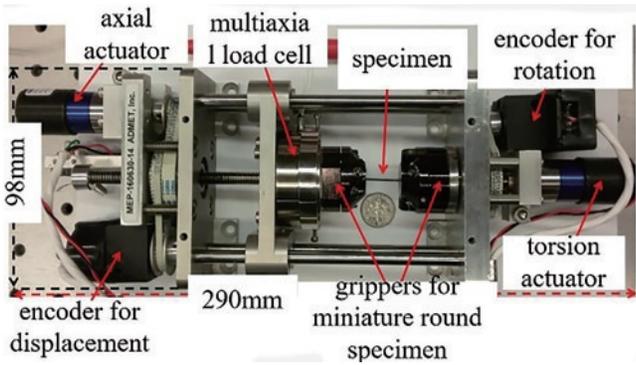


图 13 原位加热装置^[74]
 Fig. 13 In-situ heating device^[74]

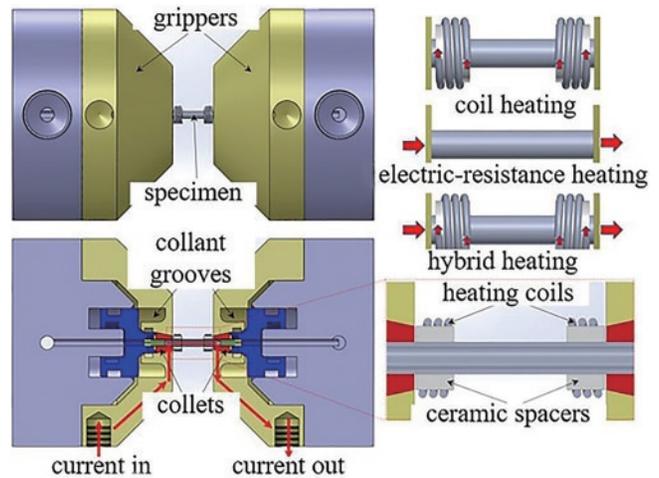


图 15 混合加热组件^[76]
 Fig. 15 Hybrid heating unit^[76]

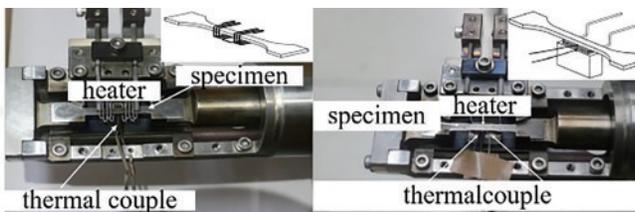


图 14 日本岛津公司生产的加热装置^[75]
 Fig. 14 Heating device produced by Shimadzu Corporation,
 Japan^[75]

通过给样品两端直接施加电流或者在样品四周缠绕电阻丝对样品进行加热的方式难以实现样品的均匀加热,因此, Li 等^[76]将样品电阻加热与样品两端的线圈加热相结合,提出了一种混合加热方法,如图 15 所示。电阻样品加热时电流通过样品产生焦耳热,加热温度较高时,通过冷却液槽对夹具进行冷却。线圈加热系统由线圈和陶瓷绝缘体组成,用于加热样品末端,当电流流过线圈时,产生的焦耳热通过陶瓷垫片传导到样品,陶瓷垫片充当绝缘体。通过仿真和实验证明,两种加热方法结合可以对样品均匀加热。

通过以上混合加热方式能够实现样品均匀加热,但是,由于电磁效应,缠绕在夹具两端的加热线圈在电流改变时,会产生磁场,且加热会产生大量热电子,对 SEM 成像质量产生影响,因此需要采取防护措施。

Gregori 等^[77]研制了一台 SEM 高温加载装置,如图 16 所示,该装置采取三种防护措施以避免对 SEM 成像质量产生影响。首先,在样品上方铺设三层钽屏蔽板,中间留小孔进行成像。郭红霞等^[78]采用蒙特卡罗方法模拟了钽板在电子辐照下的电子剂量深度分布关系,发现对于 1.5 MeV 的电子,钽板的厚度每增大 0.2 mm,穿过钽板的电子数量将减小一个数量级。因此,对高温加热装置增加高原子序数材料如钨、钽等电子屏蔽材料,可以有效阻止热电子到达接收器^[79]。其次,在加热装置屏蔽板上施加正电压,利用静电势来提高逸出功,使得电子需从高温中获得高于金属表面的逸出功的能量才能作为热电子发射出来。且在屏蔽板

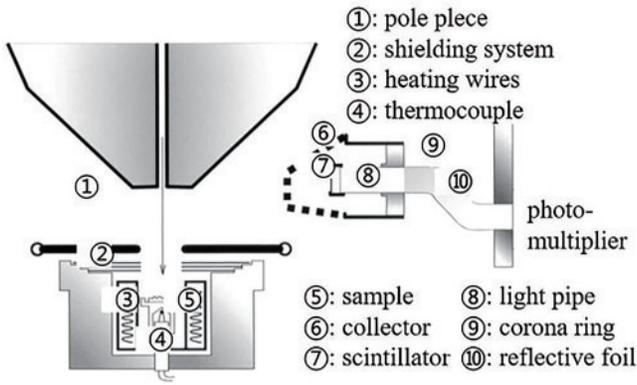


图 16 加热组件示意图^[77]

Fig. 16 Schematic diagram of heating unit^[77]

上施加正电压可利用库仑力来捕获逸出的热电子,可进一步抑制热电子的发射并减少到达SEM内探测器的干扰热电子。最后,在接收器的光电管外围包裹锡箔纸反射可见光,以避免可见光影响成像质量。通过以上三种措施,最终实现了SEM下1723 K的高温加载,是目前SEM中能加载的最高温度。但是该装置仅能对小尺度样品进行加热和成像观察,无法对样品进行任何机械加载实现力学性能测试。

Liang等^[80]在此基础上开发了一种在SEM内高达1273 K高温的原位力学测试系统,如图17所示。通过缠绕电阻丝加热,为确保热量传递到样品,降低样品温度梯度,加热装置的圆形加热表面与样品表面紧密接触。在夹具和加热装置底座布置有循环冷却单元,用来保护力学加载装置传感器和SEM内各探测器。

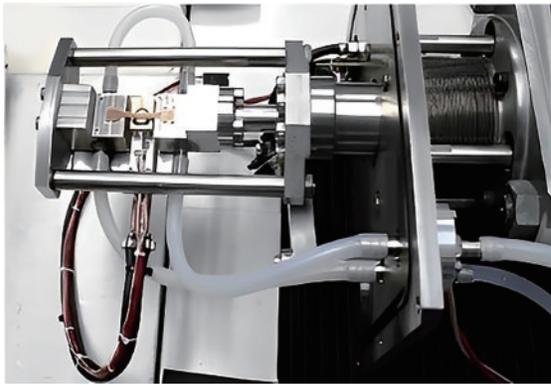


图 17 高温原位测试装置^[80]

Fig. 17 High-temperature *in-situ* testing setup^[80]

国内的张泽院士团队^[81]对此装置进行改进,将加热芯四周也布置上多层金属屏蔽层,减少钨丝热辐射对拉伸装置及SEM的影响,同时还能提高加热效率,如图18所示,最高可实现1423 K高温加热。同年,张泽院士团队研制了可以兼容EBSD的原位高温拉伸装置^[82],如图19所示,夹具和加热导热帽共同偏转70°以兼容EBSD成像需求。

目前,SEM高温加热装置已经可以实现1273 K以

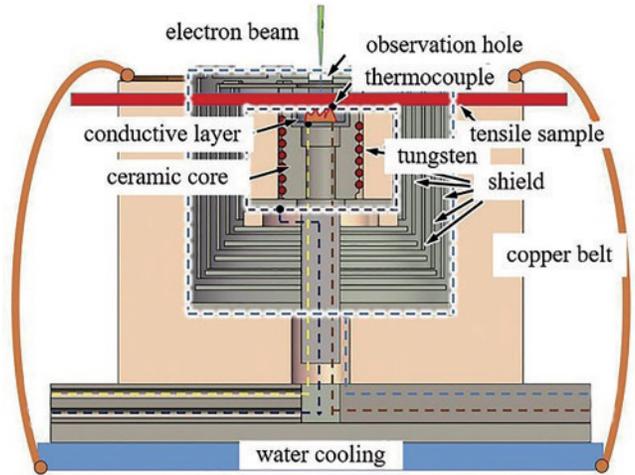


图 18 高温加热模块内部结构示意图^[81]

Fig. 18 Schematic diagram of internal structure of high-temperature heating module^[81]

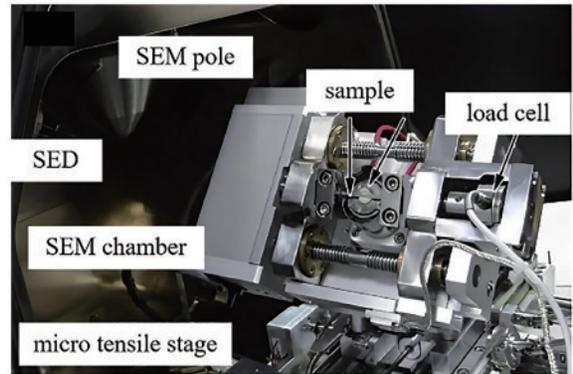


图 19 兼容EBSD的原位高温拉伸装置^[82]

Fig. 19 EBSD-compatible *in-situ* high-temperature stretching device^[82]

上高温加载,通过开展原位高温拉伸实验,研究如镍基高温合金等材料的高温力学性能,阐述其损伤失效机理,对我国航空航天及其他行业的发展具有重大意义。

3.2.2 低温加载装置

有很多材料服役工况为低温环境,例如,在深空和月球探测中,空间零部件可能要面对73 K以下的低温。因此,研制兼容SEM的低温加载装置,开展材料低温力学性能测试实验,探究材料在低温下的损伤失效机理,进而研发低温性能优异的新材料,对我国在深空和月球探测等领域开展研究具有重大意义。国内外很多商业化公司研制了可以兼容SEM/EBSD的原位低温装置,如英国Deben公司、美国Gatan公司和中国祺跃科技有限公司等,出现了一些商业化低温台,如表2所示。

由表2可知,兼容SEM的原位低温加载装置通常利用液氮、液氦等低温液体工质作为冷源制冷。其中,液氮价格低廉,最低只能实现77 K的低温加载。液氦最低可实现4 K的低温加载,但成本较高^[83],且国内不

表 2 原位低温装置
Table 2 *In-situ* cryogenic devices

Company	Product type and model	Picture	Main technical specification
Qiyue, China	Liquid nitrogen cryogenic table ^[84]		Temperature range: 140–423 K; cooling rate: >20 K/min
Gatan, USA	Gatan C1 series liquid nitrogen cryogenic table ^[85]		Temperature range: 88–673 K; cooling rate: >20 K/min
Gatan, USA	CF302 liquid helium cryogenic table ^[85]		Temperature range: 4–140 K; cooling rate: >3 K/min
Deben, UK	Enhanced low-temperature table ^[86]		Temperature range: 248–433 K; maximum cooling rate: >20 K/min
Deben, UK	Ultra-low-temperature cryogenic table ^[86]		Temperature range: 223–323 K; maximum cooling rate: >20 K/min

具有成熟的制备工艺。另外,还可采用制冷机实现低温加载,能实现小于 3 K 的制冷温度,冷却能力大,但体积较大,难以与 SEM 原位测试装置兼容。而小体积制冷机制冷效率较低,在加载过程中必须采用隔热手段,以提高制冷能力。

与高温加载装置相同,低温加载装置设计时也要考虑与 SEM 空间兼容、真空兼容、电磁兼容,在有限空间内实现宽温域变温加载,并可实时监测样品表面温度分布、减小样品温度梯度、实现长时间精准控制温度。同时要具有温度屏蔽组件,防止低温加载装置对 SEM 及原位力学加载装置产生损伤。

低温加载装置受外界环境影响大,样品温度梯度较大,温度测量与控制较为困难,国内外学者针对此问题开展了研究。Latourte 等^[87]研制了可兼容 SEM/EBSD 原位低温拉伸装置,如图 20 所示。通过液氮冷却液在夹具中循环实现制冷,通过调节含有液氮的杜瓦瓶中循环的气态氮流量进行控温,可实现 93 K 的低温加载。为避免焊接热电偶对样品表面产生损伤,热电偶安装在拉伸装置附近,但由于存在温度梯度,无法测得样品的真实温度。Paulsen 等^[88]通过在样品两边安装螺钉,将热电偶固定在样品下方进行测温,如图 21 所示。此方法能较为准确地测量样品真实温度,但应变过程中热电偶位置会发生移动,导致热电偶和样品之间的热阻发生变化,会产生温度波动。对于温度控制,Chen 等^[89]指出,在冷源和热桥之间添加热开关可减少系统的热泄漏,有助于样品的温度控制。

不同于高温加载装置,原位冷却加载装置不会产

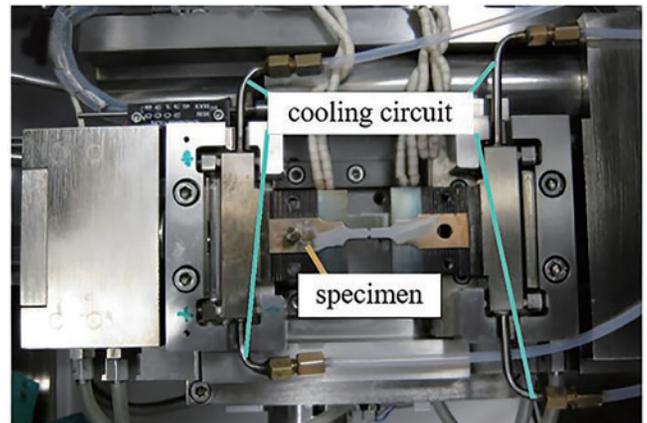


图 20 SEM/EBSD 原位低温拉伸装置^[87]
Fig. 20 SEM/EBSD *in-situ* low-temperature stretching device^[87]

生高温热电子影响成像质量,但是存在另外三种影响成像质量的因素:样品热胀冷缩引起的图像移位、样品表面出现霜冻和震动引起的图像失真。

在冷却过程中,样品及其连接的其他组件的体积会因热胀冷缩而发生变化,会引起图像移位,从而影响图像质量。因此,要想有效观察材料的微观结构,必须在一定温度下达到热平衡之后再观察微观形貌。同时还需要不断调整装置 XYZ 位移,以克服样品体积热胀冷缩引起的位置偏差。若样品中含有水蒸气等,在冷却过程中样品表面和 SEM 出现霜冻,会导致无法进行观察实验^[90],因此,在开展低温实验之前,需对样品进行干燥处理。

利用液氮进行低温加载时,容易产生震动,造成图

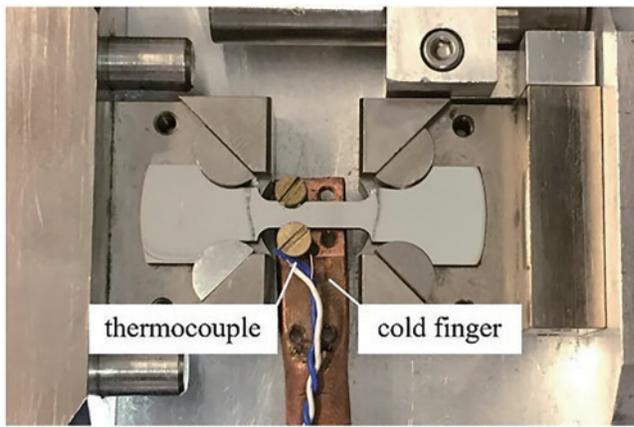


图 21 原位 SEM 低温拉伸装置测温方式^[88]

Fig. 21 Temperature measurement method of *in-situ* SEM low-temperature stretching device^[88]

像失真。2009 年, Karlsen 等^[91]开发了与 SEM/EBSD 兼容的原位变温拉伸加载装置, 如图 22 所示, 液氮作为冷源安装在 SEM 真空腔体上。将液氮系统与 SEM 样品室集成, 利用 SEM 自身的减震系统进行减震, 可以有效抑制震动。通过铜棒将冷指传递到腔室内, 经由柔性多股铜线传递到样品两端, 可实现 193 K 的低温加载。采用制冷机作为冷源的低温加载装置, 震动主要来自于压缩机, 可通过将压缩机对称布置或在压缩机与冷指之间采用柔性管连接两种方式减少震动^[92]。但是当制冷机的工作温度很低时(温度越低, 所需的电力越大, 压缩机活塞运动更剧烈), SEM 会发生图像失真。Chen 等^[89]提出可采用间歇式工作模式, 在 SEM 采集图像时关闭制冷机, 以避免制冷机震动引起的材料微观结构图像失真。

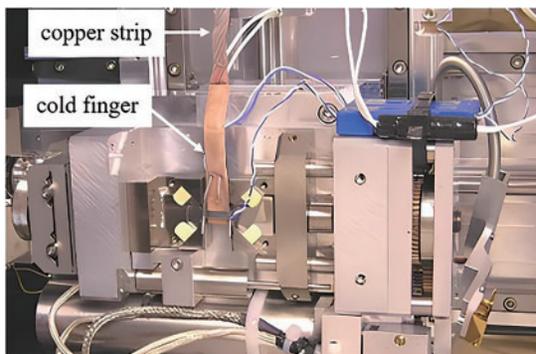


图 22 原位变温拉伸加载装置^[91]

Fig. 22 *In-situ* variable temperature tensile loading device^[91]

目前, 低温加载装置的研制仍处于初级阶段, 低温装置对成像质量产生的影响、低温装置的精确测温与控温等问题亟待解决。

3.3 SEM 材料力学性能原位测试技术的应用

利用兼容 SEM 的力学性能原位测试装置, 可对力学载荷作用下材料力学行为、性能演化规律与损伤失效机制进行测试与表征。目前, 国内外学者利用 SEM

下的原位力学测试装置在锂电池^[93]、复杂材料^[94-96]、固体推进剂^[97]、增材制造^[98]、涂层^[99]、高温合金^[100-101]、纳米材料^[102]等多个领域开展了材料学研究工作。SEM 材料力学性能原位测试技术在材料领域发挥了重大作用。

利用 SEM 成像可对力学加载过程中材料的微观组织形貌进行动态观测。Summers 等^[103]利用 SEM 原位高温拉伸台研究温度对镍基高温合金变形机理的影响, 如图 23 所示。结果表明, 在 673 K 和 1023 K 高温下合金的微观结构变形机理不同, 温度较低时主要是滑移带聚集造成开裂, 温度较高时主要是延展性降低, 碳化物从基体中分离产生空洞。

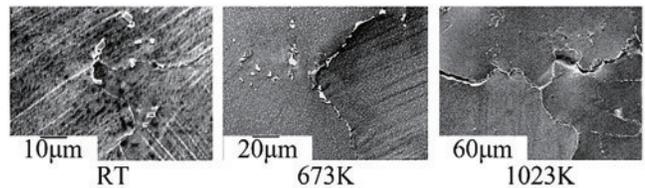


图 23 不同温度镍基高温合金失效机制的原位高温拉伸测试^[103]

Fig. 23 *In-situ* high-temperature tensile testing of failure mechanisms of nickel-based high-temperature alloys at different temperatures^[103]

利用集成在 SEM 中的 EBSD 探测器, 可对材料在力学加载过程中的相变、重结晶、晶界滑移旋转和裂纹萌生等过程进行观测^[104-109]。Han 等^[110]通过 SEM 疲劳加载, 对镍基定向凝固高温合金的疲劳损伤过程进行观测, 如图 24 所示。采用 EBSD 对疲劳引起的局部取向误差(KAM)和几何必要位错(GND)密度进行量化, 揭示了裂纹路径、滑移痕迹、晶界微观结构与 GND 密度之间的显著相关性。通过开展原位 EBSD 晶体学分析, 与 SEM 原位成像结果对比, 揭示了疲劳失效是航空发动机涡轮叶片盘燕尾接头失效的重要原因。

目前, 利用与 EBSD 兼容的原位高温加载装置可观测材料在 1273 K 高温下的微观结构演变和晶粒生长机制, 并对不同材料的再结晶过程进行原位观测^[111-112]。Takajo 等^[113]利用原位与非原位 EBSD 技术结合, 对硅钢冷轧与退火过程中的织构演变过程进行观测。如图 25 所示, 利用非原位 EBSD 阐明立方体取向晶粒的成核位点, 利用原位 EBSD 重点研究成核位点立方体取向晶粒的生长情况, 对冷轧后不同退火温度的再结晶机理进行了完整阐释。

数字图像相关技术(DIC)可以非接触式测量位移和应变, 测量分辨率高、简单方便^[114-115]。通过对样品预制微米量级的微型散斑, 或利用部分材料自身的随机纹理, 采用扫描电镜内数字图像相关技术(SEM-DIC)对力学加载过程中的一系列 SEM 图像进行分

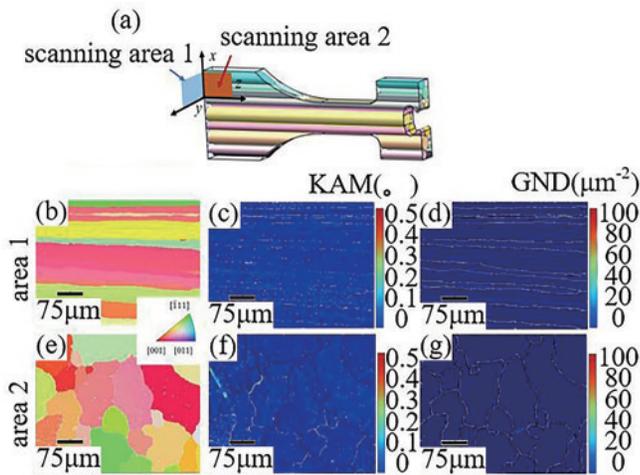


图 24 非变形高温合金的原位 EBSD 图像^[110]。(a) EBSD 取样区域；(b)、(c)和(d)分别为 xz 平面的反极图 (IPF)、KAM 和 GND 密度图；(e)、(f)和(g)分别为 xy 平面的 IPF、KAM 和 GND 密度图

Fig. 24 *In-situ* EBSD images of non-deformed high-temperature alloys^[110]. (a) EBSD sampling areas; (b), (c), and (d) are IPF, KAM, and GND density maps in xz plane, respectively; (e), (f), and (g) are IPF, KAM, and GND density maps in xy plane

析,能够测量机械加载过程中样品表面形变与微观组织演变的关系^[116-117]。Tasan 等^[118]对两种不同的铁素体-马氏体双相 (DP) 钢进行原位双轴拉伸测试,结合 SEM-DIC 技术,发现损伤产生于高变形区域和周围边界处。

将 EBSD 与 DIC 两种图像精确匹配,可以研究微观晶界滑移、纹理演变和力学加载应变之间的关系。Jin 等^[119]通过开展原位三点弯曲实验,如图 26 所示,利用 SEM-DIC 全场变形测量技术对裂纹尖端塑性变形

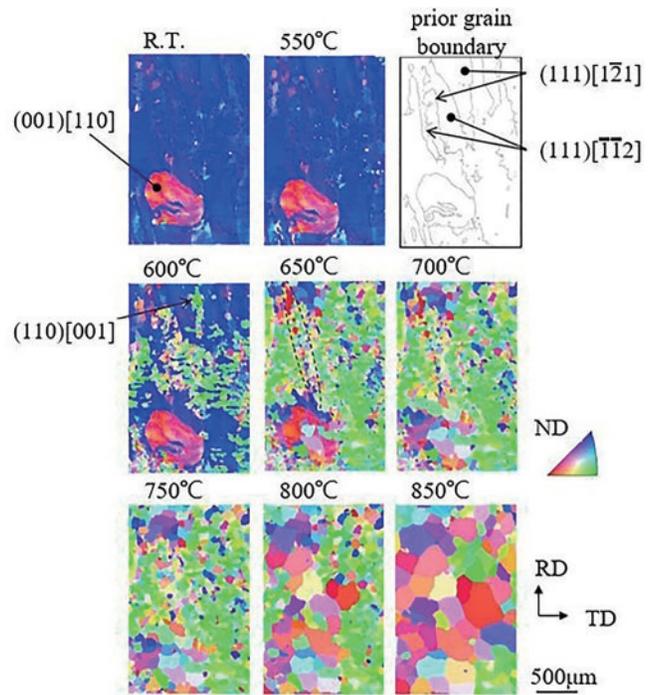


图 25 原位 EBSD 观测不同退火温度晶粒生长过程^[113]
Fig. 25 *In-situ* EBSD observation of grain growth at different annealing temperatures^[113]

进行原位测量,对裂纹尖端微观结构特征进行表征,并获取局部应变图。利用 EBSD 对同一位置进行晶粒取向表征,结合 DIC 应变图,获取裂纹尖端微观结构特征与塑性变形演变之间的关系。Ye 等^[120]采用 MTEST 系列原位拉伸仪对高熵合金进行 SEM 内原位拉伸实验,如图 27 所示。利用 EBSD 图像数据计算获得拉伸过程中材料最大有效剪切应变和材料晶格旋转量,与 SEM-DIC 获得的局部塑性应变图进行对比,对材料塑性变形与微观结构演变之间的关系进行阐述。

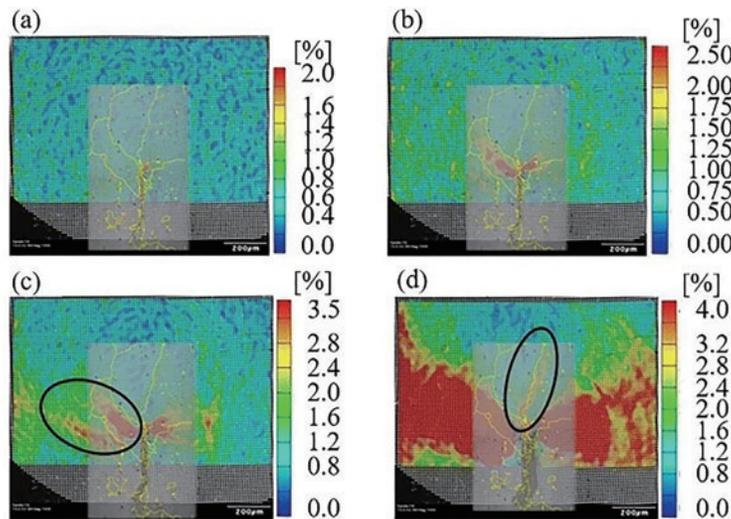


图 26 SEM 原位三点弯曲不同应变分布与晶粒取向叠加图^[119]。(a)、(b)、(c)、(d) 分别为处于 0.4~0.8 mm 拉伸位移的不同应变状态
Fig. 26 SEM *in-situ* three-point bending different strain distribution with grain orientation superimposed^[119]. (a), (b), (c), (d) are different strain states at 0.4~0.8 mm tensile displacement, respectively

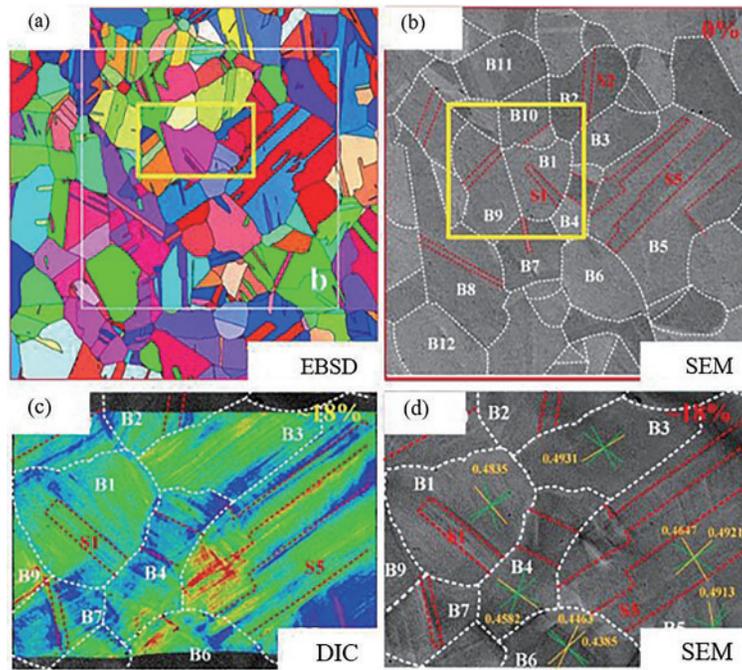


图 27 高熵合金原位拉伸微观组织表征^[120]。(a)样品在 0% 的拉伸应变下的 EBSD 图;(b)样品在 0% 应变下的 SEM 图像;(c)样品在 18% 的拉伸应变下的 DIC 图;(d)样品在 18% 应变下的 SEM 图像

Fig. 27 *In-situ* tensile microstructure characterization of high entropy alloy^[120]. (a) EBSD plot of sample at 0% tensile strain; (b) SEM image of sample at 0% strain; (c) DIC plot of sample at 18% tensile strain; (d) SEM image of sample at 18% strain

将力学性能原位测试技术与 SEM 及其内部集成的多探测器表征手段联用,开展了材料宏观力学行为、微观组织结构的同步同位测试。根据测试结果可构建力学载荷下材料多尺度结构演化与力学行为间的构效关系,为新材料研发应用提供理论支撑。

4 兼容 TEM 的材料力学性能原位测试技术

TEM 利用高能电子束穿透样品后经电子透镜放大成像,分辨率可达 0.1~0.2 nm。因电子易散射且易被物体吸收,故其穿透力低,样品的密度、厚度等都会影响成像质量,因此样品需制备成 50~100 nm 超薄切片^[121]。与 SEM 相比,TEM 可以实现更大的放大倍数和更高的分辨率,具有原子尺度的表征能力,在获取材料内部高分辨率表征图像方面具有重要作用。通过将力学加载装置集成到 TEM 内,可对常见的金属材料、复合材料、生物材料、纳米材料等多种材料的力学性能进行原位表征,在材料研究领域中具有不可替代的作用^[122]。

由于 TEM 内部腔室空间、样品尺寸等因素的影响,只能将小型化传感器、执行器安装在侧入式样品杆的狭小空间中对样品进行精确地力学和温度加载。如图 28 所示。MEMS 具有结构小巧、尺寸可控、兼具驱动器和传感器功能等特点,与在 TEM 样品杆狭小空间中对样品进行力学加载与原位监测的需求十分契合。通过在 MEMS 系统中将力学驱动器与力学传感器融合,可以实现纳米尺度上的闭环精准力学加



图 28 样品杆实物图^[125]

Fig. 28 Physical picture of sample rod^[125]

载^[123]。此外,利用 MEMS 系统还可构建热、电、气氛等多物理场耦合环境。在对样品的加载与相关物理量测量方面具有巨大优势^[124],已成为 TEM 原位力学测试样品杆的重要组成部分。

利用 MEMS 技术构建的 TEM 原位力学加载装置,可探究材料在纳米尺度机械载荷下的力学性能及其损伤失效机理。利用 MEMS 驱动进行加载的载荷形式以拉伸^[126-127]和弯曲^[128]为主。2001 年,Haque 等^[129]提出了使用 MEMS 驱动器对微米量级和亚微米量级的薄膜进行单轴拉伸和悬臂弯曲测试。2007 年,Espinosa 等^[130]开发了基于 MEMS 的材料原位拉伸测试系统,位移分辨率提升至亚纳米量级,力分辨率提升至纳米量级。

为研究超薄薄膜和纳米材料的疲劳特性,Hosseinian 等^[131]设计了一种 TEM 原位疲劳测试装置,并对纳米超薄样品进行单调拉伸和疲劳测试。如图 29 所示,通过采用两侧相同的 MEMS 电容传感器驱动并测量监测纳米样品的机械响应,力控制精度达到微牛量级分辨率,位移测量精度达到纳米量级分辨率。

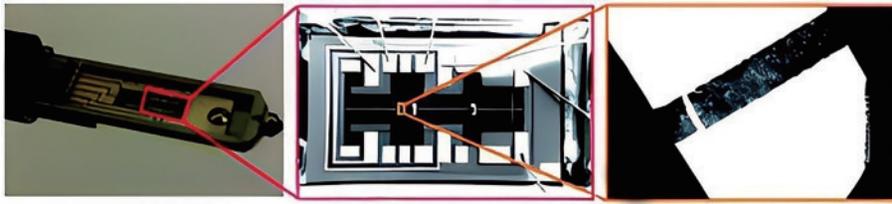


图 29 TEM 原位拉伸疲劳装置^[131]
Fig. 29 TEM *in-situ* tensile fatigue device^[131]

MEMS 力学加载装置根据驱动原理不同可分为：热致动、磁致动、静电驱动、压电驱动。其中，热致动、压电驱动与静电驱动在 TEM 内材料力学性能原位测试中应用最多。

热致动驱动结构简单、驱动力大、稳定性高，但响应速度慢，适用于对响应速度要求较低的装置中。Cao 等^[132]研制了基于 MEMS 热致动驱动的 TEM 原位拉伸测试装置，如图 30 所示，利用兼容 TEM 的单片 MEMS 器件首次实现了 2D 纳米材料的同步机械测量和高分辨率 TEM 表征。

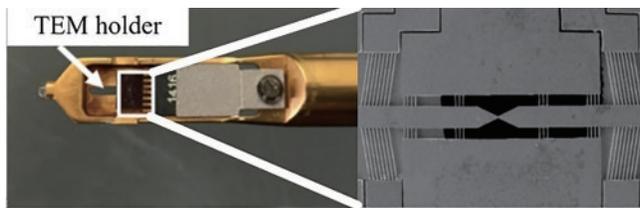


图 30 热致动 MEMS 拉伸器件^[132]
Fig. 30 Thermally actuated MEMS stretching device^[132]

压电驱动具有响应速度快、驱动力大、驱动功率低和工作频率宽等优点，在疲劳加载中应用较多。但压电驱动所需驱动电压较高、产生位移量小、制作工艺比较复杂。部分惯性压电驱动器存在回退现象，会直接影响其在运行过程中的定位精度和稳定性。Guan 等^[133]开发了一种基于压电驱动的原位 TEM 装置，该装置具有步长小、可以实现平移和旋转运动、可以进行编程控制、可以重复性定位等特点。在狭小的样品杆空间中仍可以实现七自由度（三轴粗平移运动、三轴精密平移运动、单轴倾斜旋转）的精密运动。同时，其内部集成了角度传感器功能，可以实时提供绝对旋转角度反馈。Tan 等^[134]采用多层结构的压电驱动设计，在 TEM 中观察了循环载荷作用下金属薄膜的损伤机理，通过在压电驱动器上施加交变电场给薄膜金属层施加疲劳加载，探索焊料薄膜的疲劳损伤机制，是 MEMS 在 TEM 中的疲劳损伤机制探究的良好实例。

静电驱动具有结构简单、控制方便、效率高、功耗低、响应快、位移控制精准、热漂移性低等特点，但输出力小、驱动电压高，适用于对驱动力要求不高的装置。Sato 等^[135]为规避压电驱动器存在稳定性不佳的问题，采用静电驱动器作为动力源与传感元件研制了原位 TEM 测试装置。如图 31 所示，通过使用以银为代表

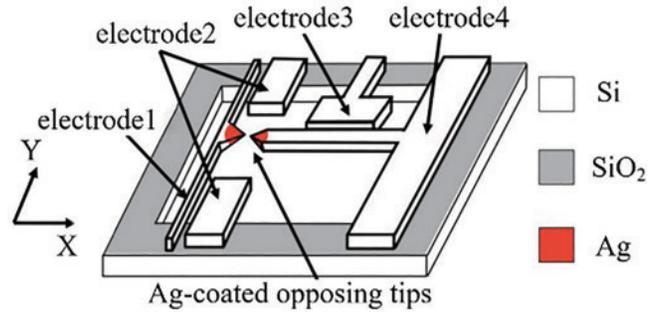


图 31 静电驱动 TEM 原位测试装置^[135]
Fig. 31 Electrostatically driven TEM *in-situ* testing setup^[135]

的固体润滑剂模拟新一代微纳米量级润滑剂在纳米尺度层面的点接触变形过程，借助 TEM 的高放大倍数与良好的观测效果，探究固体微观摩擦与润滑机理。Yang 等^[136]用基于静电驱动的拉伸装置作为拉伸动力源开发了一套 TEM 拉伸装置，如图 32 所示。该装置具有精准位移控制与低热漂移的特点，在原位 TEM 原子分辨率层次中对纳米结构变形表征具有广阔的应用前景。

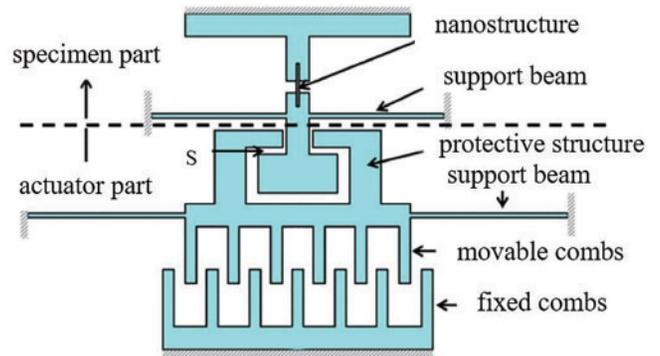


图 32 静电驱动拉伸装置示意图^[136]
Fig. 32 Schematic diagram of electrostatically driven stretching device^[136]

材料力学性能受温度影响较大，通过在 TEM 样品杆中构建高温环境，利用 TEM 探究材料的高温力学性能及其损伤失效机理，对于航空航天、特种装置等领域具有重要意义。兼容 TEM 的高温原位加载模块设计过程中需要考虑以下两点：1) 温度加载模块要与 TEM 样品杆空间结构兼容、氛围兼容、电热磁兼容，防止温度加载模块对原位力学加载装置及 TEM 产生损伤，需采取一定的热屏蔽防护；2) 加热装置温度较高时

产生热膨胀会导致与其接触的样品发生垂直于加热装置平面方向的移动,可能导致观测样品偏移出最佳观测焦点,影响成像质量,需采取一定的措施抑制因热膨胀导致的不良影响。

TEM 中高温加载方式主要有电阻加热、MEMS 加热和激光加热三种。电阻加热方式控温简单、加热温度高。Bataineh 等^[137]研制了 TEM 原位电阻加热支架,如图 33 所示,可将样品加热到 2000 K,控温精度可达 10 K,并对 TEM 原子级分辨率不产生影响。加热元件外套有陶瓷绝缘体确保线圈之间绝缘,通过减小加热元件和支撑机构接触面积以减少热传导散热,加热器外部装有辐射屏蔽以保护 TEM 极片。但电阻丝加热产生的热膨胀现象严重且无法保证长时间稳定,会导致样品漂移,影响成像质量^[138]。

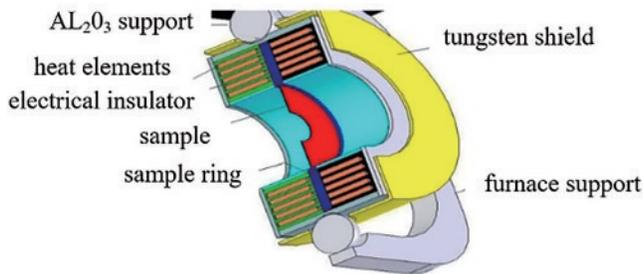


图 33 TEM 原位电阻加热器示意图^[137]

Fig. 33 Schematic diagram of TEM *in-situ* resistance heater^[137]

基于 MEMS 技术的加热装置因其在尺寸、功率、响应速度、极端温度稳定性、可控性强以及对 TEM 影响较小等多方面的突出优势,在 TEM 原位测试领域得以广泛应用^[139-142]。

张泽院士团队^[143]研制了一台基于 MEMS 的 TEM 高温力学加载装置,如图 34 所示,通过在样品两端构建 MEMS 加热电路实现样品加热,能够实现 1556 K 的高温环境加载,为材料实时原子分辨率的高温力学研究提供了一种新方法。

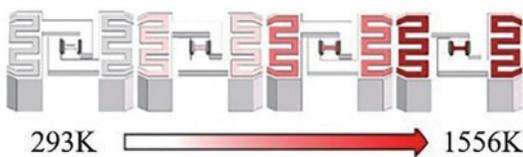


图 34 TEM 高温力学加载装置^[143]

Fig. 34 TEM high-temperature mechanical loading device^[143]

Wang 等^[144]通过带有 MEMS 加热附件的样品架,探究不同温度下固态锂硫电池 Li_2S 的沉淀和分解过程,并通过 TEM 实时表征其结构变化。如图 35 所示,将 Li 金属阳极直接连接到 MEMS 电加热电路中,通过调节加热电路电流直接控制固态电池中 Li_2S 的反应温度。通过 MEMS 与 TEM 的融合,对 Li_2S 在 Li-S 电池

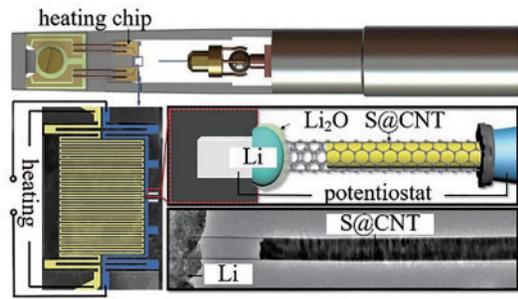


图 35 TEM 原位 MEMS 加热装置^[144]

Fig. 35 TEM *in-situ* MEMS heating device^[144]

中的反应机理进行了阐述,为未来先进电池技术的研发提供了新的参考方向。

Van Omme 等^[145]通过对 MEMS 器件结构与尺寸进行优化设计,减小了加热过程中加热器件膨胀与样品漂移对成像质量的影响。如图 36 所示,样品放置在位于 MEMS 器件的悬浮膜上的金属微加热器螺旋中心,加热芯片安装在带有四个引脚的专用 TEM 支架中,以读取电阻并提供电流,利用不同宽度加热丝可使整个微加热器 98% 的区域处于均匀温度区。在 1273 K 的高温下,能保持 0.1 nm/min 的低漂移程度。

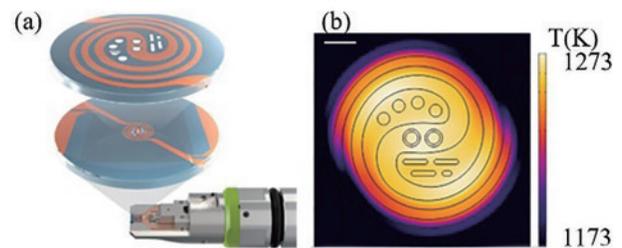


图 36 TEM 加热装置示意图^[145]。(a)MEMS 加热器器件;

(b)MEMS 加热温度分布图

Fig. 36 Schematic diagram of TEM heating device^[145]. (a) MEMS heating device; (b) MEMS heating temperature distribution

对于超高温机械测试(例如 $T > 2273 \text{ K}$),其加热温度远超目前阶段已有 MEMS 加热器加热温度上限。Grosso 等^[146]将激光局部加热与原位纳米力学测试结合,对 ZrO_2 开展了 298~2323 K 变温原位测试,为材料在超高温下的力学性能 TEM 原位测试提供了新方法。

TEM 广泛应用于材料力学性能原位测试领域中,通过将力学加载、温度等^[147]引入 TEM 样品杆,构建材料实际服役工况。将力学加载过程中材料力学性能与材料内部微观组织演变过程进行结合,在原子尺度阐述材料损伤失效机理。目前,国内外学者通过原位 TEM 技术对新能源材料^[148-151]、纳米材料生长^[152-155]、纳米催化^[156-158]、高温材料性能^[159-163]等领域进行了相关研究,并取得了很多研究成果,未来将在材料科学领域发挥更加巨大的作用。

5 衍射成像材料力学性能原位测试技术

大多数工程应用的结构材料由多晶合金组成,材料的性能由其晶体结构决定,而衍射成像可以提供有关晶体结构的详细信息。基于同步辐射光源的高能 X 射线衍射技术(HE-XRD)具有不损伤样品、无污染、快捷、测量精度高等优点,能得到有关晶体完整性的信息^[164-165]。基于中子散裂源的中子衍射技术,能获得材料应力应变状态信息,可测定大块材料内宏观应力、特殊相应力及晶粒间的应力,能监视实际服役条件下残余应力的演化。基于同步辐射光源、中子散裂源等大科学装置的材料力学性能原位测试技术在航空航天、军工装置、交通运输、核工业等重大工程领域均有重要的应用^[166-167]。

兼容中子、同步辐射光源等大科学装置的原位力学加载装置研制时必须满足成像空间距离要求,允许射线束射入样本中心,不能对射线产生遮挡,如图 37 所示^[168]。衍射显微成像系统主要由光源点、光栅器件、滤波组件、位移台/样品台以及探测器等部件组成,这些部件的集成需要充分考虑光学系统的空间、孔径、距离、调节空间的需求和限制,需要各个部件精密配合与精准定位。原位力学加载装置研制时需注意以下两点:

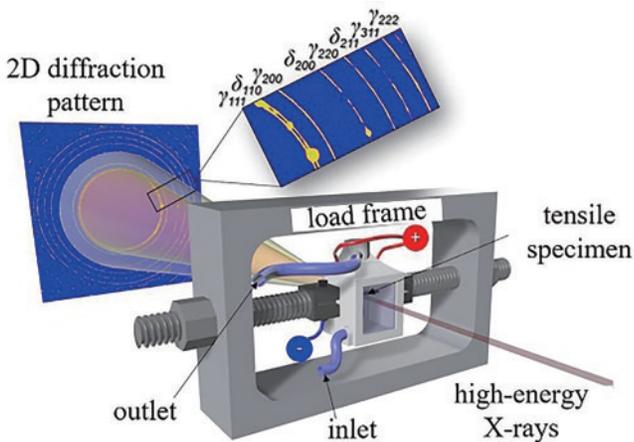


图 37 XRD 原位拉伸实验装置^[168]

Fig. 37 XRD *in-situ* tensile experimental setup^[168]

1) 衍射显微成像过程中,原位力学加载系统中夹具、氛围腔、屏蔽层、结构件等部件会不同程度地参与成像,对成像质量造成一定的影响。因此屏蔽层等部件需要选择对 X 衍射、中子等衍射影响较小的材料,如硬铝合金和石英等。原位加载装置需要与中子散裂源、同步辐射光源等显微成像装置空间结构兼容,排除力学加载装置的空间干涉以及成像干扰,并做到力学加载装置与显微成像系统的联调联用,以实现成像系统的自动化数据采集。

2) 原位力学加载装置需能精准控制载荷,具有一

定的载荷分辨率。中子衍射成像速率慢,在扫描成像期间具有保载能力,避免样品发生蠕变。可在控制系统中开发补偿算法,确保成像过程中内部应变或应力保持不变。

基于中子散裂源、同步辐射光源的衍射技术可对材料或工程部件内部的三维应力演化过程进行表征。通过开发兼容中子散裂源、同步辐射光源等大科学装置的原位双轴拉伸装置,可对样品平面应力进行测量。利用 DIC 技术测量样品空间应变,阐述材料微观晶格演化与宏观应力-应变之间的映射关系。双轴拉伸装置在力学加载过程中,需保证测量区域位置保持不变,因此驱动系统多采用双边对称机械加载结构。早在 2010 年,Geandier 等^[169]开发了一台用于同步辐射光源 XRD 的双轴拉伸装置,研究纳米结构薄膜机械响应与微观结构的关系,并通过 DIC 测量基板的面内位移场并计算平均面内应变。如图 38 所示,两对电机和力传感器固定在装置框架上,四个电机可以单独启动,保证研究区域保持在测角仪中的固定位置。2013 年,Repper 等^[170]采用了德国 Zwick 公司制造的可兼容中子衍射仪 POLDI 的双轴试验机。如图 39 所示,该装置可对十字形不锈钢样品进行中子衍射双轴力学原位测试,揭示样品变形过程中微观组织的演变过程,通过中子衍射确定晶格应变,通过 DIC 系统测量样品空间应变。2019 年,Hommer 等^[171]也研制了一台用于中子衍射与 XRD 的平面双轴力学加载装置,如图 40 所示。该装置采用四个独立的液压致动器,同样能够施加任意载荷路径以及拉伸和压缩比,可用于研究晶体材料的弹性、滑动、孪晶、相变等多轴微观力学性能。

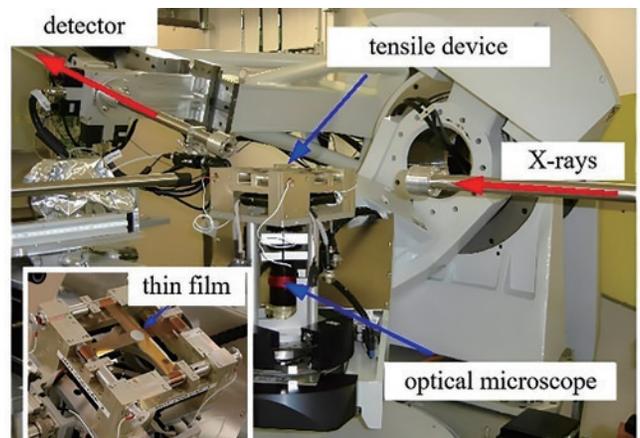


图 38 双轴拉伸装置安装在同步加速器上^[169]

Fig. 38 Biaxial tensile device mounted on a synchrotron^[169]

通过设计适配于加载装置结构的不同夹具,可实现对材料的双轴拉伸/压缩、弯曲、剪切、拉伸/扭转等复杂载荷加载。2016 年, Van Petegem 等^[172]与德国 Zwick 公司合作开发了一台可以实现双轴拉伸/压缩或双轴拉伸/扭转的装置,如图 41 所示,允许在中子衍射下进行原位比例和非比例复杂载荷加载。Bhaskar

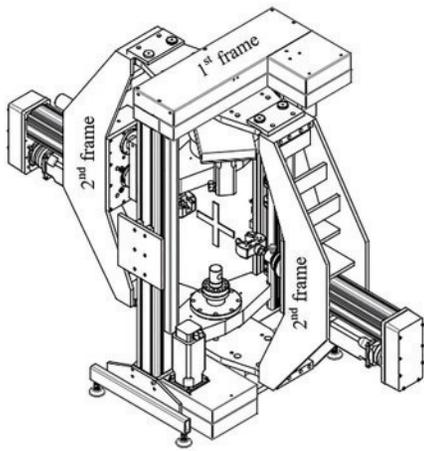


图 39 双轴拉伸/压缩和低周疲劳实验装置^[170]

Fig. 39 Biaxial tensile/compression and low circumference fatigue experimental setup^[170]

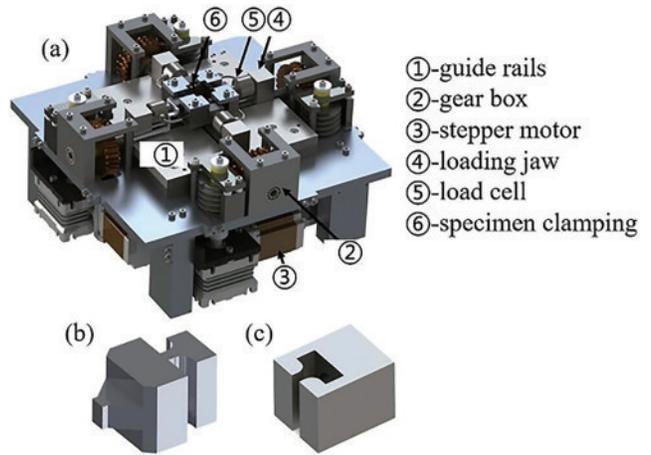


图 42 原位 XRD 双轴加载装置^[173]

Fig. 42 *In-situ* XRD biaxial loading device^[173]

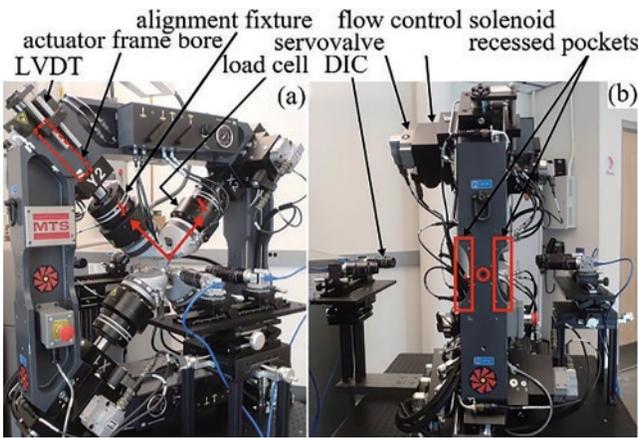


图 40 平面双轴加载装置^[171]

Fig. 40 Planar biaxial loading device^[171]

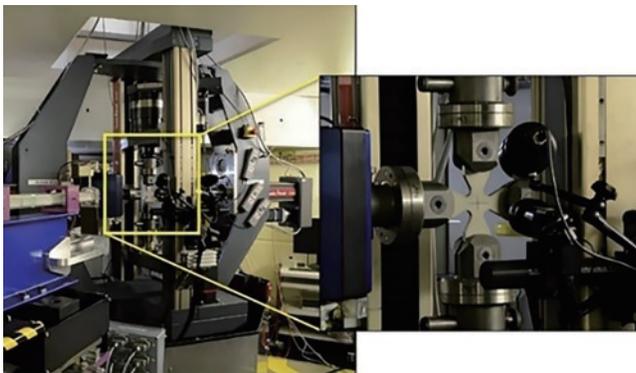


图 41 兼容 XRD 的原位双轴装置^[172]

Fig. 41 XRD-compatible *in-situ* biaxial device^[172]

等^[173]研制了一台集成于 XRD 的双轴加载装置,如图 42 所示。该装置可以实现单轴拉伸、单轴压缩、双轴拉伸和压缩等载荷,通过更换夹具,可以实现四点弯曲测试。进行双轴测试时,利用 DIC 技术表征等双轴压缩和拉伸应力状态下的全场应变变量。

材料力学性能受温度影响较大,通过原位测试装置上集成变温加载系统,可模拟工程材料真实服役

工况,开展材料机械性能、微观组织变化与温度关系的研究。变温加载系统需能实现精准控温,降低样品温度梯度,并需防止高低温加载对成像质量造成影响。

Bale 等^[174]研制了一台高温 XRD 原位拉伸装置,如图 43 所示。样品由真空密封腔中心的水冷夹具固定,6 盏 150 W 的卤素灯均布在真空腔内,经能产生直径 5 mm 球形热区的椭圆形反射器将热量传到样品。通过控制卤素灯功率进行控温,能够在惰性或氧化性气氛中保持高达 2023 K 的高温。真空腔壁中间由一个圆柱形铝窗组成,可允许 X 射线到达样品并进行成像。结合 XRD 原位观测了超过 1873 K 高温下碳化硅聚合物的拉伸性能,解决了在 1873 K 的超高温下的原位观测的难题。

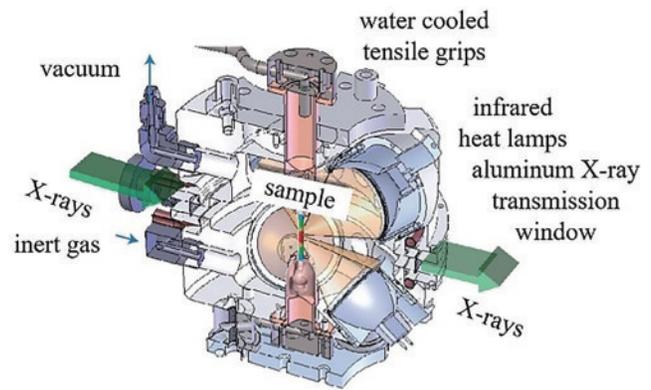
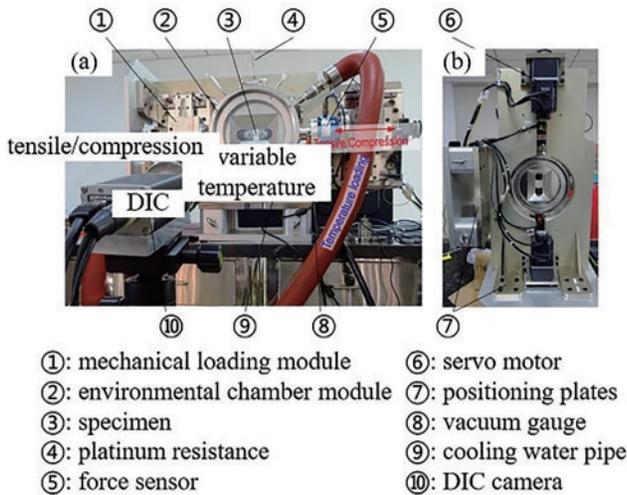
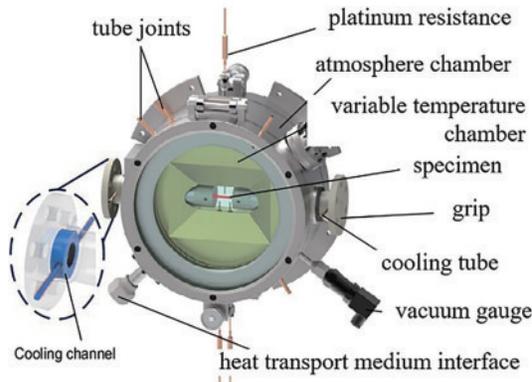


图 43 同步辐射 XRD 原位超高温拉伸测试装置^[174]

Fig. 43 Synchrotron radiation XRD *in-situ* ultra-high temperature tensile testing device^[174]

吉林大学赵宏伟教授团队^[175]研制了一台中子原位变温单轴拉伸装置,如图 44 所示。可实现 218~473 K 温度范围的加载,轴向额定载荷为 6 kN,单边最大位移大于 30 mm,采用 DIC 测量应变,利用该装置对 NiTi 合金进行了变温拉伸实验。如图 45 所示,环境室模块从内到外设计为三层结构,即样品空间、变温室、大气室。将混合硅油作为传热介质,在变温室内部循

图 44 中子原位测量变温单轴拉伸装置^[175]Fig. 44 Neutron *in-situ* measurement variable temperature uniaxial stretching device^[175]图 45 变温环境腔^[175]Fig. 45 Variable temperature ambient chamber^[175]

环,通过两根保温管与变温室相连,对传热介质进行冷却和加热。将样品位于中心位置,最大程度地减小样品温度梯度,在样品的两侧沿轴向放置两个电阻温度计,测量样品温度。此外,为防止窗口结霜影响低温中子测量,中子窗口采用双层蓝宝石玻璃。通过对玻璃夹层抽真空,可提高窗口的热阻,有效隔绝温度,防止低温环境下窗口结霜。

除高低温加载外,还有学者对电场、磁场、氛围等多物理场加载进行研制。有学者研制了可以模拟人体生理盐水氛围的 XRD 原位单轴拉伸测试仪^[176],在拉伸过程中测量柔性生物材料的成分等参数,不仅可以模拟生理盐水浓度,而且可以通过安装在两端的热能交换器,控制生理盐水的温度。但是,能实现多物理场耦合加载的装置仍有待开发。

目前依托于大科学装置的材料力学性能原位测试装置的研制还处于初级阶段,原位复杂机械载荷加载、微观组织成像与多物理场耦合加载的多参量协同控制与并行检测技术仍有待研发。

利用衍射成像材料力学性能原位测试技术可以深

入认识材料的微观组织和力学行为之间的关系。能够揭示出如晶体取向、织构、界面、第二相与尺寸效应、应变速率与温度效应等内外因之间的联系,进一步认识如基本塑性变形原理、加工硬化理论、微观缺陷演化规律、强化与强度理论、断裂机制与断裂准则以及强韧化优化设计等材料性能演变规律。目前已有许多学者利用衍射技术在固态锂电池^[177-180]、增材制造^[181-182]、合金材料^[183-184]、薄膜材料^[185-188]、能源材料^[189]等领域开展了材料力学性能原位测试,极大地推动了材料科学的发展。

6 总结与展望

作为一种与先进显微成像与表征技术联用的材料性能研究方法,材料力学性能原位测试技术已经成为材料学表征领域不可或缺的研究手段,能够有效弥补传统试验机在材料分析表征方面的不足,是提取材料损伤特征参数信息、微裂纹演化行为、材料失效机理的重要工具。随着力学性能原位测试手段的不断丰富,以及更多新型材料表征手段的问世,材料力学性能原位测试技术的重要性必将进一步提升。本文分别对与 SEM、TEM、中子衍射、同步辐射光源等先进材料分析表征技术兼容的力学性能原位测试装置开展分析,并重点讨论了典型力学性能原位测试装置的功能、技术特点、驱动元件、加热/制冷原理及装置研制的关键技术等。表 3 对本文所述材料力学性能原位测试技术进行了简要总结。

结合本文作者团队多年来的实践经验,未来原位测试领域在以下方面亟需突破:

1) 有限空间内多物理场耦合加载材料力学性能测试技术

材料在真实服役过程中往往面临复杂机械载荷、化学反应、射线、电热磁等多物理场耦合的复杂环境。在 SEM、TEM 等有限空间内解决原位复杂静态机械载荷加载、高低温连续变温环境加载、多物理场耦合加载等关键技术问题,实现“复杂工况构建→协同控制加载→并行原位表征→数据融合分析”多技术联用、多维度检测和多尺度表征的先进实验技术与方法的重大突破。建立多物理场耦合作用下原位复杂载荷加载测试标准与技术规范,建立原位多物理场耦合解耦理论,研究多物理场耦合作用下材料力学性能原位测试数据与微观组织演变规律的映射关系,建立多物理场耦合作用下原位复杂载荷加载材料性能测试表征方法。为解决多物理场耦合复杂载荷作用下材料力学行为、性能演化规律与损伤失效机制的测试表征分析提供革新性技术支撑,是国内科学界与工程界共同面临的重大而迫切的任务。

2) 极端服役条件下力学性能原位测试技术

在空间探测与应用、深海探测、地球钻探等领域,材料会面对超高温、极低温、高能粒子辐照、强磁场、强腐蚀环境等极端服役工况。在极端和苛刻服役过程中

表 3 材料力学性能原位测试技术总结

Table 3 Summary of *in-situ* testing techniques for mechanical properties of materials

Microscopic instrument	Test content	Characteristic	Key technology
SEM	SEM: surface microstructure morphology;	Large field of view, large depth of field, large cavity space, good compatibility, and low price	Spatial compatibility, functional compatibility, vacuum compatibility, electrical, thermal, and magnetic compatibility, imaging distance, and angle compatibility
	EBS: lattice orientation; EDS: elemental type and content analysis		
TEM	Internal organization and morphology and crystal structure observation	High resolution, difficult specimen preparation, small cavity space, poor compatibility, and high cost	
	Material internal microstructure, crystal structure, and residual stress measurement	High spatial resolution, good compatibility, complex instrument structure, large size, and expensive price	
Diffraction imaging			

材料的微观组织结构、力学性能等有其独特的变化规律,其中尚有大量的基础科学问题有待深入研究。因此构建超高温、极低温、强磁场、强辐照等极端工况多物理场耦合环境,在此基础上开展力学性能测试与原位分析表征工作,研究极端和苛刻环境下材料相组成-微观结构-工艺控制-性能之间的协同关系,有望揭示材料在极端环境下力学性能损伤机制,研究苛刻服役条件下新型材料合成制备技术,研制一系列能够在极端苛刻条件长期服役的高性能材料,为航天、国防和等高新技术领域提供关键材料。

3) 基于大科学装置的材料力学性能原位测试研究

借助中子散裂源、同步辐射光源等先进光源的优势,可对材料内部应力、应变等力学参量的分布以及演化行为进行实时观测和记录,研究载荷和微裂纹演化对材料内部应力、应变等力学参量的分布以及演化行为的影响,跨尺度揭示材料的失效模式和失效机理。为研究载荷作用下材料力学行为、变形损伤机制与性能演化规律提供新手段。进一步研制依托中子散裂源、同步辐射光源等大科学装置的原位测试装置,在实现复杂载荷加载、变温环境和电磁场环境构建的基础上,依据光路特点对样品位置和角度进行束流调控。该技术有望在国防武器、航空航天、核工业等领域得到应用,为特种材料的性能优化提供重要测试分析手段。

4) 融合材料模拟计算的材料力学性能原位测试技术

近年来,计算材料学发展迅速,将第一性原理、分子动力学、蒙特卡罗方法和有限元数值仿真等材料模拟计算方法与材料力学性能原位测试技术融合,开展材料-试件-结构跨尺度模拟计算,从微观、介观、宏观尺度对材料损伤失效机理进行多尺度研究分析。建立材料宏观力学性能与微观组织演变本构模型,结合微观与宏观实验数据求解本构方程参数。将模拟计算结果与力学性能原位测试结果进行对比,验证所建本构

关系的有效性。根据本构方程开发多物理场耦合作用下原位复杂载荷加载数值计算模型,从数值仿真的角度对材料的损伤失效机制进行分析研究。建立和优化机器学习材料微观组织与力学性能预测模型,改进材料制备方法及元素组成,对材料力学性能进行优化调控,为航天强国、制造强国等战略发展提供重要支撑。

参 考 文 献

- [1] Zhao J, Zhu J. Electron microscopy and *in situ* testing of mechanical deformation of carbon nanotubes[J]. *Micron*, 2011, 42(7): 663-679.
- [2] Zhu Y. *In situ* nanomechanical testing of crystalline nanowires in electron microscopes[J]. *JOM*, 2016, 68(1): 84-93.
- [3] 国家自然科学基金委员会、中国科学院. 未来10年中国学科发展战略-材料科学[M]. 北京: 科学出版社, 2012. National Natural Science Foundation of China, Chinese Academy of Science. China's disciplinary development strategy in the next 10 years-materials science[M]. Beijing: Science Press, 2012.
- [4] 金相学和材料显微的定量分析[EB/OL]. (2020-09-07)[2022-10-22]. <https://www.antpedia.com/news/02/N-2439002.html>. Quantitative analysis of metallography and material microscopy[EB/OL]. (2020-09-07)[2022-10-22]. <https://www.antpedia.com/news/02/N-2439002.html>.
- [5] 李烁. 材料力学性能原位扭转测试装置的设计分析与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2015. Li S. The design, analysis and experimental research of an *In-situ* torsion testing apparatus for material mechanical properties[D]. Changchun: Jilin University, 2015.
- [6] Zhao J C, Zhang S Z, Wan J, et al. Development of *in situ* fatigue performance testing apparatus for materials under coupling conditions of high-temperature and combined mechanical loads[J]. *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, 2021, 70: 6012014.
- [7] Liu C Y, Zhao H W, Ma Z C, et al. Novel instrument for characterizing comprehensive physical properties

- under multi-mechanical loads and multi-physical field coupling conditions[J]. The Review of Scientific Instruments, 2018, 89(2): 025112.
- [8] Bradbury S. The development of the microscope during the last fifty years[J]. Journal of Physics E: Scientific Instruments, 1968, 1(1): 3-7.
- [9] Yu M F, Dyer M J, Skidmore G D, et al. Three-dimensional manipulation of carbon nanotubes under a scanning electron microscope[J]. Nanotechnology, 1999, 10(3): 244-252.
- [10] Minenkov A, Šantić N, Truglas T, et al. Advanced preparation of plan-view specimens on a MEMS chip for *in situ* TEM heating experiments[J]. MRS Bulletin, 2022, 47(4): 359-370.
- [11] Borrajo-Pelaez R, Hedström P. Recent developments of crystallographic analysis methods in the scanning electron microscope for applications in metallurgy[J]. Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences, 2018, 43(6): 455-474.
- [12] Brodusch N, Demers H, Gauvin R. Imaging with a commercial electron backscatter diffraction (EBSD) camera in a scanning electron microscope: a review[J]. Journal of Imaging, 2018, 4(7): 88.
- [13] Woo N C, Cherenack K, Tröster G, et al. Designing micro-patterned Ti films that survive up to 10% applied tensile strain[J]. Applied Physics A, 2010, 100(1): 281-285.
- [14] 200N compression & horizontal bending stage for SEM [EB/OL]. [2022-10-08]. <https://deben.co.uk/tensile-testing/sem/mini-tensile-tester-200n-compression-horizontal-bending-stage/>.
- [15] Huang J G, Wang X S, Meng X K. SEM *In Situ* study on deformation behavior of Cu and Cu/Ni films under three-point bending[J]. Materials Transactions, 2007, 48(10): 2795-2798.
- [16] Chen B, Yang R, Dong J, et al. Development of *in situ* SEM torsion tester for microscale materials[J]. Measurement, 2019, 139: 421-425.
- [17] Wang B M, Haque M A. *In situ* microstructural control and mechanical testing inside the transmission electron microscope at elevated temperatures[J]. JOM, 2015, 67(8): 1713-1720.
- [18] Sato T, Jalabert L, Fujita H. Development of MEMS integrated into TEM setup to monitor shear deformation, force and stress for nanotribology[J]. Microelectronic Engineering, 2013, 112: 269-272.
- [19] Gonzalez V, Cotte M, Vanmeert F, et al. X-ray diffraction mapping for cultural heritage science: a review of experimental configurations and applications[J]. Chemistry-A European Journal, 2020, 26(8): 1703-1719.
- [20] Khan H, Yerramilli A S, D' Oliveira A, et al. Experimental methods in chemical engineering: X-ray diffraction spectroscopy: XRD[J]. The Canadian Journal of Chemical Engineering, 2020, 98(6): 1255-1266.
- [21] Jain R. A review on the development of XRD in ferrite nanoparticles[J]. Journal of Superconductivity and Novel Magnetism, 2022, 35(5): 1033-1047.
- [22] Namazu T, Inoue S. Characterization of single crystal silicon and electroplated nickel films by uniaxial tensile test with *in situ* X-ray diffraction measurement[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2007, 30(1): 13-20.
- [23] Bontempi E, Zanola P, Gelfi M, et al. Elastic behaviour of titanium dioxide films on polyimide substrates studied by *in situ* tensile testing in a X-ray diffractometer[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions With Materials and Atoms, 2010, 268(3/4): 365-369.
- [24] Yan Y Y, Cheng C, Zhang L, et al. Deciphering the reaction mechanism of lithium-sulfur batteries by *in situ*/operando synchrotron-based characterization techniques [J]. Advanced Energy Materials, 2019, 9(18): 1900148.
- [25] Song Z X, Li J J, Davis K D, et al. Emerging applications of synchrotron radiation X-ray techniques in single atomic catalysts[J]. Small Methods, 2022, 6(11): 2201078.
- [26] Wang Y B, Jia S S, Wei M G, et al. Research progress on solidification structure of alloys by synchrotron X-ray radiography: a review[J]. Journal of Magnesium and Alloys, 2020, 8(2): 396-413.
- [27] Spoerk-Erdely P, Staron P, Liu J, et al. Exploring structural changes, manufacturing, joining, and repair of intermetallic γ -TiAl-based alloys: recent progress enabled by *in situ* synchrotron X-ray techniques[J]. Advanced Engineering Materials, 2021, 23(11): 2000947.
- [28] Kumar P S, Pavithra K G, Naushad M. Characterization techniques for nanomaterials[M]//Thomas S, Sakho E H M, Kalarikkal N, et al. Nanomaterials for Solar Cell Applications. Amsterdam: Elsevier, 2019: 97-124.
- [29] Lewczuk B, Szyryńska N. Field-emission scanning electron microscope as a tool for large-area and large-volume ultrastructural studies[J]. Animals, 2021, 11(12): 3390.
- [30] Sneddon G C, Trimby P W, Cairney J M. Transmission Kikuchi diffraction in a scanning electron microscope: a review[J]. Materials Science and Engineering: R: Reports, 2016, 110: 1-12.
- [31] 2kN Tensile stage for SEM EBSD with optional heating [2022-10-08]. <https://deben.co.uk/tensile-testing/sem/tensile-stage-for-sem-ebbsd-ebsp-with-optional-heating/>.
- [32] 胡晓利. 原位三点弯曲测试装置的开发与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2014.
- Hu X L. The development and experimental research on *in situ* three-point bending instrument[D]. Changchun: Jilin University, 2014.
- [33] American MTI micro stretching table[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.mtixtl.com/>.
- [34] Frotscher M, Neuking K, Böckmann R, et al. *In situ* scanning electron microscopic study of structural fatigue of struts, the characteristic elementary building units of medical stents[J]. Materials Science and Engineering: A, 2008, 481/482: 160-165.
- [35] Son D, Kim J J, Kim J Y, et al. Tensile properties and fatigue crack growth in LIGA nickel MEMS structures

- [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2005, 406(1/2): 274-278.
- [36] Tsuchiya T, Yamaji Y, Sugano K, et al. Tensile and tensile-mode fatigue testing of microscale specimens in constant humidity environment[J]. *Experimental Mechanics*, 2010, 50(4): 509-516.
- [37] Gama A L, Morikawa S K. Monitoring fatigue crack growth in compact tension specimens using piezoelectric sensors[J]. *Experimental Mechanics*, 2008, 48(2): 247-252.
- [38] Chen K S, Chen B Z, Huang C C. Design and control of a piezoelectric driven fatigue testing system for electronic packaging applications[J]. *IEEE Transactions on Components and Packaging Technologies*, 2006, 29(4): 841-849.
- [39] 李秦超. 中低频材料微观力学性能原位拉伸测试仪设计与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2012.
- Li Q C. Design and experimental research of an in situ tensile device for characterizing micro-mechanics of materials at middle/low frequencies[D]. Changchun: Jilin University, 2012.
- [40] Geathers J, Torbet C J, Jones J W, et al. Investigating environmental effects on small fatigue crack growth in Ti-6242S using combined ultrasonic fatigue and scanning electron microscopy[J]. *International Journal of Fatigue*, 2015, 70: 154-162.
- [41] Mason W P, Baerwald H. Piezoelectric crystals and their applications to ultrasonics[J]. *Physics Today*, 1951, 4(5): 23-24.
- [42] 鲁帅. 双轴拉伸原位力学测试装置的设计分析与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2015.
- Lu S. Design analysis and experimental research of an In-situ biaxial tensile device for characterizing mechanics of materials[D]. Changchun: Jilin University, 2015.
- [43] Liu C Y, Ma Z C, Zhou L M, et al. Correction method for mechanical performance testing instrument with tension-torsion coupling loading[J]. *Measurement Science and Technology*, 2018, 29(10): 105901.
- [44] Ma Z C, Zhao H W, Wang K T, et al. Novel correction methods on a miniature tensile device based on a modular non-standard layout[J]. *Measurement Science and Technology*, 2013, 24(8): 085901.
- [45] Ma Z C, Zhao H W, Cheng H B, et al. Effects of 2D misalignment on tensile results and corresponding correction methods to obtain the true stress-strain curve [J]. *Measurement Science and Technology*, 2014, 25(11): 115011.
- [46] Ma Z C, Zhao H W, Zhang Q X, et al. Modular correction method of bending elastic modulus based on sliding behavior of contact point[J]. *Measurement Science and Technology*, 2015, 26(8): 087001.
- [47] Ma Z C, Zhao H W, Ren L Q. Measurement error of Young's modulus considering the gravity and thermal expansion of thin specimens for *in situ* tensile testing[J]. *Measurement Science and Technology*, 2016, 27(6): 067001.
- [48] Ma Z C, Zhao H W, Lu S, et al. Method for determining the true stress of cross-shaped specimens subjected to biaxial tensile loads[J]. *Instruments and Experimental Techniques*, 2016, 59(2): 287-293.
- [49] 300&N 2kN vertical 3 & 4 point bending stage for SEM [EB/OL]. [2022-10-08]. <https://deben.co.uk/tensile-testing/sem/300n-2kn-vertical-three-and-four-point-bending-stage/>.
- [50] 2 &kN 5kN Tensile compression and horizontal bending stage[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://deben.co.uk/tensile-testing/sem/2kn-5kn-tensile-compression-and-horizontal-bending-stage/>.
- [51] 原位动态拉伸试验台[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.instrument.com.cn/netshow/SH101734/C234404.htm>.
- In situ* dynamic tensile test bench[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.instrument.com.cn/netshow/SH101734/C234404.htm>.
- [52] 原位拉伸 MICROTTEST 2000E[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.instrument.com.cn/netshow/SH101734/C234402.htm>.
- In situ* tensile MICROTTEST[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.instrument.com.cn/netshow/SH101734/C234402.htm>.
- [53] 原位高温疲劳系统[EB/OL]. [2022-10-08]. <http://zjqiyue.cn/products/in-situ-fatigue-testing-stage.html>.
- In situ* high temperature fatigue system[EB/OL]. [2022-10-08]. <http://zjqiyue.cn/products/in-situ-fatigue-testing-stage.html>.
- [54] 原位拉伸系统 [EB/OL]. [2022-10-08]. <http://www.zjqiyue.cn/products/in-situ-tensile.html>.
- In situ* tensile system[EB/OL]. [2022-10-08]. <http://www.zjqiyue.cn/products/in-situ-tensile.html>.
- [55] Kamrath & Weiss tension and compression equipment [EB/OL]. [2022-10-08]. <https://js.hc360.com/supplyself/586892758-detail.html>.
- [56] Bending device[EB/OL]. [2022-10-08]. https://www.kamrath-weiss.com/?page_id=2884&lang=en.
- [57] Giagmouris T, Kyriakides S, Korkolis Y P, et al. On the localization and failure in aluminum shells due to crushing induced bending and tension[J]. *International Journal of Solids and Structures*, 2010, 47(20): 2680-2692.
- [58] Daxin E, Guan Z P, Chen J S. Influence of additional tensile force on springback of tube under rotary draw bending[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2012, 21(11): 2316-2322.
- [59] Hannon A, Tiernan P. A review of planar biaxial tensile test systems for sheet metal[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2008, 198(1/2/3): 1-13.
- [60] Kulawinski D, Nagel K, Henkel S, et al. Characterization of stress-strain behavior of a cast TRIP steel under different biaxial planar load ratios[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2011, 78(8): 1684-1695.
- [61] Biaxial stretching platform[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://micromecha.fr/sirius>.
- [62] Kubo M, Yoshida H, Uenishi A, et al. Development of biaxial tensile test system for *in-situ* scanning electron microscope and electron backscatter diffraction analysis

- [J]. ISIJ International, 2016, 56(4): 669-677.
- [63] 刘宏达. 拉伸—扭转原位力学测试装置设计分析与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2015.
Liu H D. Design and experimental research of an in situ tensile-torsion mechanical testing device[D]. Changchun: Jilin University, 2015.
- [64] 程虹丙. 拉伸—弯曲复合载荷原位力学测试装置设计与试验研究[D]. 长春: 吉林大学, 2015.
Cheng H B. The design and experimental research on in-situ combined tension and bending testing instrument[D]. Changchun: Jilin University, 2015.
- [65] Deepak K, Rajdeep S, Vajinder S, et al. Study of diffusionless and diffusional transformations using *in situ* cooling and heating techniques in a scanning electron microscope[J]. Philosophical Transactions. Series A, Mathematical, Physical, and Engineering Sciences, 2020, 378(2186): 20200284.
- [66] 梁杰存, 韩琦男, 贺志武, 等. 扫描显微环境下原位高温力学测量技术及其应用研究[J]. 中国科学: 物理学 力学 天文学, 2018, 48(9): 71-87.
Liang J C, Han Q N, He Z W, et al. *In-situ* high-temperature mechanical property measurement technology and its application in scanning electron microscope[J]. Scientia Sinica: Physica, Mechanica & Astronomica, 2018, 48(9): 71-87.
- [67] Heard R, Huber J E, Siviour C, et al. An investigation into experimental *in situ* scanning electron microscope (SEM) imaging at high temperature[J]. The Review of Scientific Instruments, 2020, 91(6): 063702.
- [68] Kang W, Merrill M, Wheeler J M. *In situ* thermomechanical testing methods for micro/nano-scale materials[J]. Nanoscale, 2017, 9(8): 2666-2688.
- [69] Tröger L, Pieper H H, Reichling M. Concept for support and heating of plate-like samples in the ultra-high vacuum[J]. The Review of Scientific Instruments, 2013, 84(1): 013703.
- [70] Wetzig K, Edelmann J, Fischer W, et al. LASEM: a novel combined device for laser modification in SEM[J]. Scanning, 1987, 9(3): 99-107.
- [71] Foitzik A H, Fütting M W, Hillrichs G, et al. *In situ* laser heating in an environmental scanning electron microscope[J]. Scanning, 1997, 19(2): 119-124.
- [72] Podor R, Bouala G I N, Ravaux J, et al. Working with the ESEM at high temperature[J]. Materials Characterization, 2019, 151: 15-26.
- [73] Kirch D M, Ziemons A, Burlet T, et al. Laser powered heating stage in a scanning electron microscope for microstructural investigations at elevated temperatures[J]. The Review of Scientific Instruments, 2008, 79(4): 043902.
- [74] Rahman F, Ngaile G, Hassan T. Development of scanning electron microscope-compatible multiaxial miniature testing system[J]. Measurement Science and Technology, 2019, 30(10): 105902.
- [75] Liang J C, Wang Z, Xie H F, et al. *In situ* scanning electron microscopy-based high-temperature deformation measurement of nickel-based single crystal superalloy up to 800[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2018, 108: 1-14.
- [76] Li L, Ngaile G, Hassan T. A novel hybrid heating method for mechanical testing of miniature specimens at elevated temperature[J]. Journal of Micro and Nano-Manufacturing, 2017, 5(2): 024501.
- [77] Gregori G, Kleebe H J, Siegelin F, et al. *In situ* SEM imaging at temperatures as high as 1450 °C[J]. Journal of Electron Microscopy, 2002, 51(6): 347-352.
- [78] 郭虹霞, 卫宁, 赵金龙, 等. 蒙特卡罗方法在器件屏蔽封装中的应用[J]. 核电子学与探测技术, 2004, 24(4): 366-368, 383.
Guo H X, Wei N, Zhao J L, et al. The research of effectiveness of composite materials shield with electron irradiation[J]. Nuclear Electronics & Detection Technology, 2004, 24(4): 366-368, 383.
- [79] Torres E A, Montoro F, Righetto R D, et al. Development of high-temperature strain instrumentation for *in situ* SEM evaluation of ductility dip cracking[J]. Journal of Microscopy, 2014, 254(3): 157-165.
- [80] Liang J C, Wang Z, Xie H F, et al. *In situ* scanning electron microscopy analysis of effect of temperature on small fatigue crack growth behavior of nickel-based single-crystal superalloy[J]. International Journal of Fatigue, 2019, 128: 105195.
- [81] Ma J Y, Lu J X, Tang L, et al. A novel instrument for investigating the dynamic microstructure evolution of high temperature service materials up to 1150 °C in scanning electron microscope[J]. The Review of Scientific Instruments, 2020, 91(4): 043704.
- [82] Zhang W J, Lu J X, Wang J, et al. *In-situ* EBSD study of deformation behavior of Inconel 740H alloy at high-temperature tensile loading[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 820: 153424.
- [83] Chen L B, Wu X L, Wang J, et al. Study on a high frequency pulse tube cryocooler capable of achieving temperatures below 4 K by helium-4[J]. Cryogenics, 2018, 94: 103-109.
- [84] 原位高低温系统[EB/OL]. [2022-10-08]. <http://zjqiyue.cn/products/in-situ-temperature-system.html>.
In-situ tempertaure system[EB/OL]. [2022-10-08]. <http://zjqiyue.cn/products/in-situ-temperature-system.html>.
- [85] Gatan cooling table[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.gatan.com/cn/products/sem-%E6%A0%B7%E5%93%81%E5%8F%B0/%E5%86%B7%E5%86%BB%E6%A0%B7%E5%93%81%E5%8F%B0>.
- [86] Guery A, Hild F, Latourte F, et al. Slip activities in polycrystals determined by coupling DIC measurements with crystal plasticity calculations[J]. International Journal of Plasticity, 2016, 81: 249-266.
- [87] Latourte F, Salez T, Guery A, et al. Deformation studies from *in situ* SEM experiments of a reactor pressure vessel steel at room and low temperatures[J]. Journal of Nuclear Materials, 2014, 454(1/2/3): 373-380.
- [88] Paulsen C O, Broks R L, Karlsen M, et al. Microstructure evolution in super duplex stainless steels

- containing σ -phase investigated at low-temperature using *in situ* SEM/EBSD tensile testing[J]. *Metals*, 2018, 8(7): 478.
- [89] Chen L B, Zhao Y H, Liu X M, et al. Development of an *in situ* analysis instrument for microstructure of materials with low temperature[J]. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 2020, 756(1): 012021.
- [90] Lei Y, Qin X, Wan F R, et al. *In-situ* observation of martensitic transformation in Cu-Al-Mn cryogenic shape memory alloy[J]. *Fusion Engineering and Design*, 2017, 125: 603-607.
- [91] Karlsen M, Grong Ø, Søfferud M, et al. Scanning electron microscopy/electron backscatter diffraction-based observations of martensite variant selection and slip plane activity in supermartensitic stainless steels during plastic deformation at elevated, ambient, and subzero temperatures[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2009, 40(2): 310-320.
- [92] Chen L B, Zhou Q, Zhu X S, et al. An optical cryostat for use in microscopy cooled by stirling-type pulse tube cryocooler[J]. *Physics Procedia*, 2015, 67: 354-359.
- [93] Xie H C, Ma Z C, Zhang W, et al. Strengthening effect of high-entropy alloys endowed by monolayer graphene [J]. *Materials Today Physics*, 2022, 27: 100800.
- [94] Namini A S, Asl M S, Ali Delbari S. Influence of sintering temperature on microstructure and mechanical properties of Ti-Mo-B₄C composites[J]. *Metals and Materials International*, 2021, 27(5): 1092-1102.
- [95] Zhang Y H, Wang S A, Zhao X W, et al. *In situ* study on fracture behavior of Z-pinned carbon fiber-reinforced aluminum matrix composite via scanning electron microscope (SEM)[J]. *Materials*, 2019, 12(12): 1941.
- [96] Qiu X, Tariq N U H, Qi L, et al. *In-situ* Si_p/A380 alloy nano/micro composite formation through cold spray additive manufacturing and subsequent hot rolling treatment: Microstructure and mechanical properties[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 780: 597-606.
- [97] Di Benedetto G L, Van Ramshorst M C J, Duvalois W, et al. *In-situ* tensile testing of propellants in SEM: influence of temperature[J]. *Propellants, Explosives, Pyrotechnics*, 2017, 42(12): 1396-1400.
- [98] Wang Z, Wu W W, Qian G A, et al. *In-situ* SEM investigation on fatigue behaviors of additive manufactured Al-Si10-Mg alloy at elevated temperature [J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2019, 214: 149-163.
- [99] Jiang W, Wang S Q, Deng Y L, et al. Microstructure stability and high temperature wear behavior of an austenite aging steel coating by laser cladding[J]. *Materials Characterization*, 2022, 184: 111700.
- [100] Yang H, Jiang J S, Wang Z Z, et al. Fatigue fracture mechanism of a nickel-based single crystal superalloy with partially recrystallized grains at 550 °C by *in situ* SEM studies[J]. *Metals*, 2020, 10(8): 1007.
- [101] Zhu G L, Li S T, Wang R, et al. *In-situ* SEM investigation on fracture behavior of GTD222 superalloy during tensile process at 760 °C [J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2020, 9(6): 15185-15190.
- [102] Cao K, Feng S Z, Han Y, et al. Elastic straining of free-standing monolayer graphene[J]. *Nature Communications*, 2020, 11: 284.
- [103] Summers W D, Alabort E, Kontis P, et al. *In-situ* high-temperature tensile testing of a polycrystalline nickel-based superalloy[J]. *Materials at High Temperatures*, 2016, 33(4/5): 338-345.
- [104] Podor R, Ravoux J, Brau H P. *In situ* experiments in the scanning electron microscope chamber[M]//Kazmiruk V. *Scanning electron microscopy*. London: InTech, 2012.
- [105] Taylor S, Masters I, Li Z, et al. Direct observation via *in situ* heated stage EBSD analysis of recrystallization of phosphorous deoxidised copper in unstrained and strained conditions[J]. *Metals and Materials International*, 2020, 26(7): 1030-1035.
- [106] Ubhi H S, Parsons J, Othen N, et al. *In-situ* EBSD phase transformation and recrystallisation[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2014, 522(1): 012011.
- [107] Bozzolo N, Jacomet S, Logé R E. Fast *in-situ* annealing stage coupled with EBSD: a suitable tool to observe quick recrystallization mechanisms[J]. *Materials Characterization*, 2012, 70: 28-32.
- [108] Di Gioacchino F, Quinta da Fonseca J. An experimental study of the polycrystalline plasticity of austenitic stainless steel[J]. *International Journal of Plasticity*, 2015, 74: 92-109.
- [109] Sinha S, Gurao N P. The role of crystallographic texture on load reversal and low cycle fatigue performance of commercially pure titanium[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 691: 100-109.
- [110] Han Q N, Wang W, Fang J W, et al. *In-situ* SEM and EBSD study on fretting fatigue crack initiation of a directionally solidified Ni-based superalloy[J]. *International Journal of Fatigue*, 2022, 161: 106908.
- [111] Zeng Z R, Zhu Y M, Xu S W, et al. Texture evolution during static recrystallization of cold-rolled magnesium alloys[J]. *Acta Materialia*, 2016, 105: 479-494.
- [112] Wright S I, Field D P, Nowell M M. Impact of local texture on recrystallization and grain growth via *in situ* EBSD[J]. *Materials Science Forum*, 2005, 495/496/497: 1121-1130.
- [113] Takajo S, Merriman C C, Vogel S C, et al. *In-situ* EBSD study on the cube texture evolution in 3 wt% Si steel complemented by ex-situ EBSD experiment: from nucleation to grain growth[J]. *Acta Materialia*, 2019, 166: 100-112.
- [114] Yin Y J, Xie H M, He W. *In situ* SEM-DIC technique and its application to characterize the high-temperature fatigue crack closure effect[J]. *Science China Technological Sciences*, 2020, 63(2): 265-276.
- [115] Zhang W, Zhu Z K, Zhou C Y, et al. Biaxial tensile behavior of commercially pure titanium under various In-plane load ratios and strain rates[J]. *Metals*, 2021, 11(1): 155.
- [116] Sinha S, Komarasamy M, Wang T H, et al. Notch-

- tensile behavior of $\text{Al}_{0.1}\text{CrFeCoNi}$ high entropy alloy[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 774: 138918.
- [117] Han Q N, Lei X S, Rui S S, et al. Temperature-dependent fatigue response of a $\text{Fe}_{44}\text{Mn}_{36}\text{Co}_{10}\text{Cr}_{10}$ high entropy alloy: a coupled *in situ* electron microscopy study and crystal plasticity simulation[J]. *International Journal of Fatigue*, 2021, 151: 106385.
- [118] Tasan C C, Hoefnagels J P M, Diehl M, et al. Strain localization and damage in dual phase steels investigated by coupled *in-situ* deformation experiments and crystal plasticity simulations[J]. *International Journal of Plasticity*, 2014, 63: 198-210.
- [119] Jin H, Lu W Y, Haldar S, et al. Microscale characterization of granular deformation near a crack tip [J]. *Journal of Materials Science*, 2011, 46(20): 6596-6602.
- [120] Ye Z H, Li C W, Zheng M Y, et al. *In situ* EBSD/DIC-based investigation of deformation and fracture mechanism in FCC- and L1_2 -structured FeCoNiV high-entropy alloys[J]. *International Journal of Plasticity*, 2022, 152: 103247.
- [121] Wright R. Transmission electron microscopy of yeast[J]. *Microscopy Research and Technique*, 2000, 51(6): 496-510.
- [122] Zhu Y, Espinosa H D. An electromechanical material testing system for *in situ* electron microscopy and applications[J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2005, 102(41): 14503-14508.
- [123] Wang X D, Mao S C, Zhang J F, et al. MEMS device for quantitative *in situ* mechanical testing in electron microscope[J]. *Micromachines*, 2017, 8(2): 31.
- [124] Li S, Powell C A, Mathaudhu S, et al. Review of recent progress on *in situ* TEM shear deformation: a retrospective and perspective view[J]. *Journal of Materials Science*, 2022, 57(26): 12177-12201.
- [125] Sample rod[EB/OL]. [2022-10-08]. <https://www.bruker.com/>.
- [126] Agrawal R, Peng B, Espinosa H D. Experimental-computational investigation of ZnO nanowires strength and fracture[J]. *Nano Letters*, 2009, 9(12): 4177-4183.
- [127] Lu S N, Guo Z Y, Ding W Q, et al. *In situ* mechanical testing of templated carbon nanotubes[J]. *Review of Scientific Instruments*, 2006, 77(12): 125101.
- [128] Corigliano A, Cacchione F, De Masi B, et al. On-chip electrostatically actuated bending tests for the mechanical characterization of polysilicon at the micro scale[J]. *Meccanica*, 2005, 40(4): 485-503.
- [129] Haque M A, Saif M T A. Microscale materials testing using MEMS actuators[J]. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2001, 10(1): 146-152.
- [130] Espinosa H D, Zhu Y, Moldovan N. Design and operation of a MEMS-based material testing system for nanomechanical characterization[J]. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 2007, 16(5): 1219-1231.
- [131] Hosseinian E, Pierron O N. Quantitative *in situ* TEM tensile fatigue testing on nanocrystalline metallic ultrathin films[J]. *Nanoscale*, 2013, 5(24): 12532-12541.
- [132] Cao C H, Howe J Y, Perovic D, et al. *In situ* TEM tensile testing of carbon-linked graphene oxide nanosheets using a MEMS device[J]. *Nanotechnology*, 2016, 27(28): 28LT01.
- [133] Guan W, Lockwood A, Inkson B J, et al. A piezoelectric goniometer inside a transmission electron microscope goniometer[J]. *Microscopy and Microanalysis*, 2011, 17(5): 827-833.
- [134] Tan X, Du T, Shang J K. Piezoelectric *in situ* transmission electron microscopy technique for direct observations of fatigue damage accumulation in constrained metallic thin films[J]. *Applied Physics Letters*, 2002, 80(21): 3946-3948.
- [135] Sato T, Ishida T, Nabeya S, et al. Nano-scale observation of frictional deformation at Ag single point contact with MEMS-in-TEM setup[J]. *Journal of Physics: Conference Series*, 2010, 258: 012005.
- [136] Yang Y, Fu Z Q, Zhang X, et al. *In situ* TEM mechanical characterization of one-dimensional nanostructures via a standard double-tilt holder compatible MEMS device [J]. *Ultramicroscopy*, 2019, 198: 43-48.
- [137] Bataineh K. Novel *in-situ* heating transmission electron microscope holder for atomic resolution[J]. *Mechanics*, 2017, 23(2): 265-272.
- [138] van Huis M A, Young N P, Pandraud G, et al. Atomic imaging of phase transitions and morphology transformations in nanocrystals[J]. *Advanced Materials*, 2009, 21(48): 4992-4995.
- [139] Çiftçürek E, Sabolsky K, Sabolsky E M. Platinum thin film electrodes for high-temperature chemical sensor applications[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2013, 181: 702-714.
- [140] Niu G Q, Gong H M, Zhao C H, et al. H_2S sensor based on MEMS hotplate and on-chip growth of CuO-SnO_2 nanosheets for high response, fast recovery and low power consumption[C]//2020 IEEE 33rd International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), January 18-22, 2020, Vancouver, BC, Canada. New York: IEEE Press, 2020: 799-802.
- [141] Niu G Q, Zhao C H, Gong H M, et al. A micro-hotplate for mems-based H_2S sensor[C]//2019 20th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems & Eurosensors XXXIII (TRANSDUCERS & EUROSENSORS XXXIII), June 23-27, 2019, Berlin, Germany. New York: IEEE Press, 2019: 1153-1156.
- [142] Çiftçürek E, McMillen C D, Sabolsky K, et al. Platinum-zirconium composite thin film electrodes for high-temperature micro-chemical sensor applications[J]. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 2015, 207: 206-215.
- [143] Zhang J F, Li Y R, Li X C, et al. Timely and atomic-resolved high-temperature mechanical investigation of ductile fracture and atomistic mechanisms of tungsten[J]. *Nature Communications*, 2021, 12: 2218.
- [144] Wang Z F, Tang Y F, Zhang L Q, et al. *In situ* TEM

- observations of discharging/charging of solid-state lithium-sulfur batteries at high temperatures[J]. *Small*, 2020, 16(28): 2001899.
- [145] van Omme J T, Zakhosheva M, Spruit R G, et al. Advanced microheater for *in situ* transmission electron microscopy; enabling unexplored analytical studies and extreme spatial stability[J]. *Ultramicroscopy*, 2018, 192: 14-20.
- [146] Grosso R L, Muccillo E N S, Mucche D N F, et al. *In situ* transmission electron microscopy for ultrahigh temperature mechanical testing of ZrO₂[J]. *Nano Letters*, 2020, 20(2): 1041-1046.
- [147] Mele L, Konings S, Dona P, et al. A MEMS-based heating holder for the direct imaging of simultaneous *in situ* heating and biasing experiments in scanning/transmission electron microscopes[J]. *Microscopy Research and Technique*, 2016, 79(4): 239-250.
- [148] Fawey M H, Chakravadhanula V S K, Reddy M A, et al. *In situ* TEM studies of micron-sized all-solid-state fluoride ion batteries: preparation, prospects, and challenges [J]. *Microscopy Research and Technique*, 2016, 79(7): 615-624.
- [149] Karakulina O M, Demortière A, Dachraoui W, et al. *In situ* electron diffraction tomography using a liquid-electrochemical transmission electron microscopy cell for crystal structure determination of cathode materials for Li-ion batteries[J]. *Nano Letters*, 2018, 18(10): 6286-6291.
- [150] Wang C M. *In situ* transmission electron microscopy and spectroscopy studies of rechargeable batteries under dynamic operating conditions: a retrospective and perspective view[J]. *Journal of Materials Research*, 2015, 30(3): 326-339.
- [151] Wheatcroft L, Özkaya D, Cookson J, et al. Towards *in situ* TEM for Li-ion battery research[J]. *Energy Procedia*, 2018, 151: 163-167.
- [152] Gnanasekaran K, Vailonis K M, Jenkins D M, et al. *In situ* monitoring of the seeding and growth of silver metal-organic nanotubes by liquid-cell transmission electron microscopy[J]. *ACS Nano*, 2020, 14(7): 8735-8743.
- [153] Jo J, Tchoe Y, Yi G C, et al. Real-time characterization using *in situ* RHEED transmission mode and TEM for investigation of the growth behaviour of nanomaterials[J]. *Scientific Reports*, 2018, 8: 1694.
- [154] van den Berg R, Elkjaer C F, Gommès C J, et al. Revealing the formation of copper nanoparticles from a homogeneous solid precursor by electron microscopy[J]. *Journal of the American Chemical Society*, 2016, 138(10): 3433-3442.
- [155] Zhang Z F, Wang Y, Li H B, et al. Atomic-scale observation of vapor-solid nanowire growth via oscillatory mass transport[J]. *ACS Nano*, 2016, 10(1): 763-769.
- [156] Ma P J, Li A, Wang L H, et al. Investigation of deoxidation process of MoO₃ using environmental TEM [J]. *Materials*, 2021, 15(1): 56.
- [157] Ono A, Isobe S, Wang Y M, et al. *In-situ* TEM observation for reaction mechanism in MgH₂ hydrogen storage material[J]. *Journal of the Japan Institute of Metals*, 2010, 74(3): 205-208.
- [158] Yoshida K, Nanbara T, Yamasaki J, et al. Oxygen release and structural changes in TiO₂ films during photocatalytic oxidation[J]. *Journal of Applied Physics*, 2006, 99(8): 084908.
- [159] Chen L J, Wu W W. *In situ* TEM investigation of dynamical changes of nanostructures[J]. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2010, 70(3/4/5/6): 303-319.
- [160] Liu M, Zhang X M, Liu L, et al. *In situ* TEM observations of martensite-austenite transformations in a Ni₄₉Ti₃₆Hf₁₅ high temperature shape memory alloy[J]. *Journal of Materials Science Letters*, 2000, 19(15): 1383-1386.
- [161] Miyamoto M, Ono K, Mori Y, et al. Difference between helium retention properties in 316L and 304 stainless steels[J]. *Journal of Nuclear Materials*, 2009, 386/387/388: 181-184.
- [162] Terasawa T O, Kikuchi S, Tezura M, et al. Development of 2000 K class high temperature *in situ* transmission electron microscopy of nanostructured materials via resistive heating[J]. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 2017, 17(4): 2848-2851.
- [163] Yonezawa T, Arai S, Takeuchi H, et al. Preparation of naked silver nanoparticles in a TEM column and direct *in situ* observation of their structural changes at high temperature[J]. *Chemical Physics Letters*, 2012, 537: 65-68.
- [164] Pussi K, Barbiellini B, Ohara K, et al. Structural properties of PbTe quantum dots revealed by high-energy X-ray diffraction[J]. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2020, 32(48): 485401.
- [165] 射线成像 [EB/OL]. [2022-10-08]. <https://baike.baidu.com/item/%E5%B0%84%E7%BA%BF%E6%88%90%E5%83%8F/7612931>.
Radiography [EB/OL]. [2022-10-08]. <https://baike.baidu.com/item/%E5%B0%84%E7%BA%BF%E6%88%90%E5%83%8F/7612931>.
- [166] 孙光爱, 刘栋, 龚建, 等. 中国绵阳研究堆 CMRR 中子散射平台及应用[J]. *中国科学: 物理学 力学 天文学*, 2021, 51(9): 89-99.
Sun G A, Liu D, Gong J, et al. The neutron scattering platform of China Mianyang Research Reactor (CMRR) and recent applications[J]. *Scientia Sinica: Physica, Mechanica & Astronomica*, 2021, 51(9): 89-99.
- [167] 李楠, 王曦, 刘昌奎. 中子衍射技术测量残余应力的研究进展[J]. *失效分析与预防*, 2021, 16(2): 148-154.
Li N, Wang X, Liu C K. Research development of residual stress measured by neutron diffraction[J]. *Failure Analysis and Prevention*, 2021, 16(2): 148-154.
- [168] Örnek C, Müller T, Şeşen B M, et al. Hydrogen-induced micro-strain evolution in super duplex stainless steel: correlative high-energy X-ray diffraction, electron backscattered diffraction, and digital image correlation[J]. *Frontiers in Materials*, 2022, 8: 793120.
- [169] Geandier G, Thiaudière D, Randriamazaoro R N, et al. Development of a synchrotron biaxial tensile device for *in*

- situ* characterization of thin films mechanical response[J]. The Review of Scientific Instruments, 2010, 81(10): 103903.
- [170] Repper J, Niffenegger M, van Petegem S, et al. *In situ* biaxial mechanical testing at the neutron time-of-flight diffractometer POLDI[J]. Materials Science Forum, 2013, 768/769: 60-65.
- [171] Hommer G M, Park J S, Brunson Z D, et al. A planar biaxial experiment platform for *in situ* high-energy diffraction studies[J]. Experimental Mechanics, 2019, 59(5): 749-774.
- [172] Van Petegem S, Wagner J, Panzner T, et al. *In-situ* neutron diffraction during biaxial deformation[J]. Acta Materialia, 2016, 105: 404-416.
- [173] Bhaskar L K, Kumar G, Srinivasan N, et al. Design and development of a miniaturized multiaxial test setup for *in situ* X-ray diffraction experiments[J]. The Review of Scientific Instruments, 2021, 92(1): 015116.
- [174] Bale H A, Haboub A, MacDowell A A, et al. Real-time quantitative imaging of failure events in materials under load at temperatures above 1, 600 °C[J]. Nature Materials, 2013, 12(1): 40-46.
- [175] Zhao Y L, Zhang S Z, Zhao H W, et al. Development of a variable temperature mechanical loading device for *in situ* neutron scattering measurements[J]. Journal of Mechanical Science and Technology, 2022, 36(8): 3939-3947.
- [176] Schmid F, Sommer G, Rappolt M, et al. Bidirectional tensile testing cell for *in situ* small angle X-ray scattering investigations of soft tissue[J]. Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions With Materials and Atoms, 2006, 246(1): 262-268.
- [177] Hakari T, Deguchi M, Mitsuhashi K, et al. Structural and electronic-state changes of a sulfide solid electrolyte during the Li deinsertion-insertion processes[J]. Chemistry of Materials, 2017, 29(11): 4768-4774.
- [178] Meesala Y, Chen C Y, Jena A, et al. All-solid-state Li-ion battery using $\text{Li}_{1.5}\text{Al}_{0.5}\text{Ge}_{1.5}(\text{PO}_4)_3\text{As}$ electrolyte without polymer interfacial adhesion[J]. The Journal of Physical Chemistry C, 2018, 122(26): 14383-14389.
- [179] Kazyak E, Chen K H, Wood K N, et al. Atomic layer deposition of the solid electrolyte garnet $\text{Li}_7\text{La}_3\text{Zr}_2\text{O}_{12}$ [J]. Chemistry of Materials, 2017, 29(8): 3785-3792.
- [180] Xiang Y X, Li X, Cheng Y Q, et al. Advanced characterization techniques for solid state lithium battery research[J]. Materials Today, 2020, 36: 139-157.
- [181] Cakmak E, Watkins T R, Bunn J R, et al. Mechanical characterization of an additively manufactured Inconel 718 theta-shaped specimen[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2016, 47(2): 971-980.
- [182] Han B L, Zhang C C, Feng K, et al. Additively manufactured high strength and ductility CrCoNi medium entropy alloy with hierarchical microstructure[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 820: 141545.
- [183] Kim J G, Bae J W, Park J M, et al. Synergetic strengthening of layered steel sheet investigated using an *in situ* neutron diffraction tensile test[J]. Scientific Reports, 2019, 9: 6829.
- [184] Carl M, Smith J, Wheeler R W, et al. High-energy synchrotron radiation X-ray diffraction measurements during *in situ* aging of a NiTi-15 at. % Hf high temperature shape memory alloy[J]. Materialia, 2019, 5: 100220.
- [185] Godard P, Renault P-O, Faurie D, et al. Relaxation mechanisms in a gold thin film on a compliant substrate as revealed by X-ray diffraction[J]. Applied Physics Letters, 2017, 110(21): 211901.
- [186] Romano Brandt L, Salvati E, Papadaki C, et al. Probing the deformation and fracture properties of Cu/W nanomultilayers by *in situ* SEM and synchrotron XRD strain microscopy[J]. Surface and Coatings Technology, 2017, 320: 158-167.
- [187] Renault P O, Le Bourhis E, Goudeau P, et al. Non-equibiaxial deformation of W/Cu nanocomposite thin films on stretchable substrate: effect of loading path[J]. Thin Solid Films, 2013, 549: 239-244.
- [188] Wang Y, Dar M I, Ono L K, et al. Thermodynamically stabilized β -CsPbI₃-based perovskite solar cells with efficiencies >18%[J]. Science, 2019, 365(6453): 591-595.
- [189] Liu X S, Yang W L, Liu Z. Recent progress on synchrotron-based *in situ* soft X-ray spectroscopy for energy materials[J]. Advanced Materials, 2014, 26(46): 7710-7729.