利用暗场X射线显微术对再结晶铁中晶粒内残余应变与微观结构进行三维映射

V. Sanna[a, b], Y. Zhang[c], W. Ludwig[a, b], A. Shukla[a], A. Benhadjira[a], M. Sarkis[a], C. Yildirim[a]

[a]欧洲同步辐射装置，法国格勒诺布尔烈士大道71号，邮政信箱CS40220，邮编38043，格勒诺布尔Cedex 9。[b]里昂第一大学、里昂国立应用科学学院、法国国家科学研究中心、MATEIS UMR5510，法国维勒班69621[c]丹麦技术大学土木与机械工程系，丹麦孔斯灵比DK-2800

arXiv:2603.08968v1 [cond-mat.mtrl-sci] 9 Mar 2026

摘要

晶粒生长是金属热机械处理中的关键过程。近年来，完全再结晶晶粒内存在局部残余应力这一现象，因其与剪切耦合晶界迁移机制有关而日益受到关注。本研究首次直接实验测量了完全再结晶工业纯铁中的残余弹性应变变化，其量级为 10^{-4}。我们利用暗场X射线显微术（DFXM），对单个晶粒内部的应变和取向变化进行了无损三维测量。结果显示，所有测量晶粒中均存在非均匀应变分布。在一个案例中，我们观察到若干孤立位错协调两个第二相颗粒，形成局部应变特征，但未检测到长程效应。本文讨论了晶粒内残余应变的形成机制，以及其在后续晶粒生长过程中可能对晶界迁移产生的影响。本研究强调，未来的晶粒生长模型应考虑此类残余弹性应变。

关键词：再结晶、残余应变、暗场 X 射线显微术、位错、纯铁

在热机械加工中，金属先经塑性变形，再进行热处理，以调控其力学性能。冷轧等塑性变形会使硬度提高、延性降低。退火通过再结晶恢复延性并消除内应力；再结晶会形成新的晶粒，这些晶粒通常被认为几乎没有缺陷且无应力 [1]。因此，晶粒生长模型（如解析方法 [2, 3], 、相场法 [4], 、蒙特卡罗法 [5] 和水平集方法 [6], ）往往忽略再结晶微观结构中的残余应力。只有少数研究 [4, 7] 考察了扩散以外的晶界迁移机制，并考虑到扩散本身无法充分解释晶界运动这一事实 [8–10]。

然而，即使再结晶晶粒内部的微小残余应变，也可能影响后续的微观结构演变。双晶实验表明，晶界运动对低至～ 10^{-6} [11–14], 的应变十分敏感；原位透射电子显微术（TEM）对纳米晶铝中应力辅助晶粒长大的观察也证实了这一点 [15], ，这表明残余弹性应变可能会影响多晶材料中的晶粒长大动力学。因此，了解此类应变的存在及其作用，对于准确描述晶粒长大行为至关重要。

关于局部残余应变的实验证据主要来自部分再结晶金属，包括铝 [16], 、镍 [17], 、铁 [18], 和橡胶金属[19], ，其应变幅度约为 10^{-4}，10^{-3}。这些观察得益于基于同步辐射的X射线方法，这类方法能够进行整体、无损的应变映射，例如差分孔径X射线显微术（DAXM）[20] 和扫描三维X射线衍射 [21]。相比之下，透射电子显微术和电子背散射衍射（EBSD）等电子显微镜技术也能够检测局部应变 [22–25], ，但仅限于近表面区域，易受表面弛豫影响，且通常只能达到约 10^{-4}的分辨率。一旦变形基体完全消失，如在完全再结晶样品中所见，预计残余应变水平会更低，这给准确表征带来了重大技术挑战。

布拉格相干衍射成像（BCDI）等技术可提供纳米级空间分辨率，并能直接成像位错和孪晶界等晶格缺陷 [26–28], ，但其对高光束相干性和非复杂晶体的要求，限制了其在多晶块体样品中的应用，且晶体厚度仅为 1 至 2 μm。类似地，X射线形貌术能够实现较高的应变分辨率，但要求样品的晶粒尺寸至少约为 100 μm，或样品为单晶 [29]。因此，由于这些实验限制，目前尚无三维测量能够解析完全再结晶晶粒中的晶粒内残余应变场。

*通讯作者 电子邮箱： virginia.sanna@esrf.fr(V. Sanna)，can.yildirim@esrf.fr(C. Yildirim)

暗场X射线显微术（DFXM） [30–32] 弥合了这一差距：它将无损三维块体表征与对晶粒内应变场的灵敏度相结合，灵敏度可达 10^{-5}，并分别具有 0.001° 的角分辨率和 100 nm 的空间分辨率 [33]。通过在衍射束路径上设置物镜，DFXM 可直接成像单个晶粒内部的晶格畸变、取向梯度和应变变化。因此，它为研究完全再结晶材料中的残余弹性应变和缺陷结构提供了独特的机会。在此，我们采用 DFXM 研究多晶纯铁再结晶晶粒内部的晶粒内应变场和取向场，以及相关的缺陷结构。

本研究考察了完全再结晶的商业纯铁（99.9 %）。为获得这种状态，材料先经冷轧，厚度压下率为 90 %，随后在 700 ℃ 下退火 30 min。通过电火花加工（EDM）从轧制板材上切割出针状样品，之后对其表面进行电解抛光，以去除切割过程中造成的损伤。试样长度约为 8 mm，厚度沿其高度方向变化，如图 1 所示。暗场X射线显微术测量在样品顶部附近进行，测量区域为一个局部横截面体积，其形状为直径 $200\,\mu$m 的圆柱体。根据光学显微镜（LOM）的测定，该区域的平均晶粒尺寸为 15–20 μm。

暗场X射线显微术实验在欧洲同步辐射装置（ESRF）的两条光束线上进行：原 ID06-HXM [34] 和升级后的 EBS 光束线 ID03 [35]。两条光束线采用相同的衍射几何和测量原理，而 ID03 在光束调控和光学稳定性方面有所改进。使用硅通道切割晶体的 (111) 衍射选择单色入射光束，相对带宽为 $\Delta E/E = 10^{-4}$。采用垂直衍射几何探测体心立方（BCC）铁的 110 衍射，其名义 d 间距为 2.026 Å [36]。使用两种照明模式研究了七个单个晶粒：(i) 横截面为 $200 \times 200\,\mu\text{m}^2$ 的盒形平行光束；(ii) 使用铍制成的一维复合折射透镜（CRL）产生的聚焦线光束，透镜半径为 $100\,\mu$m，置于样品上游 720 mm 处。在第二种模式下，通过以 $1\,\mu$m 的步长移动样品，使其穿过片状光束（宽 $200\,\mu$m、高 500 nm），从而采集三维数据。具体而言，G1、G2、G3 和 G7 使用线束模式；G4、G5 和 G6 使用盒形光束模式及投影测量。后一种情况下，将晶粒形状近似为球形，以便与分层测量直接比较。

来自特定晶粒的衍射束通过一台由 87 个二维铍复合折射透镜组成的 X 射线物镜收集，每个透镜的顶点半径为 $50\,\mu$m，并沿衍射束方向排列。物镜位于样品下游约 260 mm 处，而远场探测器距样品约 ≈ 5340mm。这种光学配置通过复合折射透镜物镜实现了约 $\approx -18.3\times$ 的 X 射线光学放大率。放大图像投射到由闪烁体、反射镜和可见光物镜组成的高分辨率探测器系统上，使探测器上的有效像素尺寸约为 35 nm。通过所谓的马赛克度扫描测量晶体学取向变化的各个分量；该扫描探测对应于绕样品 y 轴和 x 轴旋转的 ϕ 和 χ 角，如图 1 所示。这些马赛克度扫描在固定散射角 (2θ) 下进行。典型的 ϕ 扫描范围为 $0.02°$ 至 $0.06°$，步长为 $0.002°$；同时，χ 角的扫描范围为 $0.2°$，步长为 0.02 度。

通过扫描由 ϕ和 2θ构成的二维网格进行了应变扫描，从而能够测量垂直于目标晶格面的弹性应变。应变 ϵ 根据布拉格峰的角度偏移，使用关系式 [37]计算得出：

$$\epsilon = -\frac{1}{2}\frac{\Delta 2\theta}{\tan(\theta_0)}$$

$2\theta_0$ 角计算如下：

$$2\theta_0 = \arctan\left(\frac{h}{L}\right),$$

其中，h 为相对于直射束的探测器高度，L 为样品-探测器距离。所得的 2θ值为 $20.72° \pm 0.003°$。总 2θ 扫描范围约为 $0.02°$，典型步长为 $0.005°$。

需要注意的是，通过使用高斯函数拟合强度剖面，在生成的图中获得了子步角分辨率。数据处理采用开源 *darfix* 软件包 [38], 完成，该软件包专门用于处理暗场X射线显微术数据。需要特别强调的是，在本研究所解析的极小晶粒内取向差和弹性应变水平下，暗场X射线显微术测量中的几何校正变得至关重要。相比之下，在变形晶粒 [39], 中，相对于较大的取向展宽，这些效应可能可以忽略；而在本研究中，即使是很小的位置相关偏移，也可能使提取的质心值产生偏差。因此，采用 [31, 40], 中所述的几何关系，对测得的 χ 和 2θ质心图进行了严格校正；这些几何关系考虑了照明平面中衍射点的位置与物镜上的有效入射角之间的相关性。应用了等效于 Poulsen 2017 [31] 中式27–29的校正，以去除物镜透镜中真实空间与倒易空间耦合所导致的位置引起的偏移，并同时用于取向和应变测量。重要的是，这些校正直接依据解析表达式实施，而不是通过经验趋势函数进行近似，从而确保了对本文所报告的小残余应变场的准确量化。详见几何-

质心图的几何校正，详见补充材料。

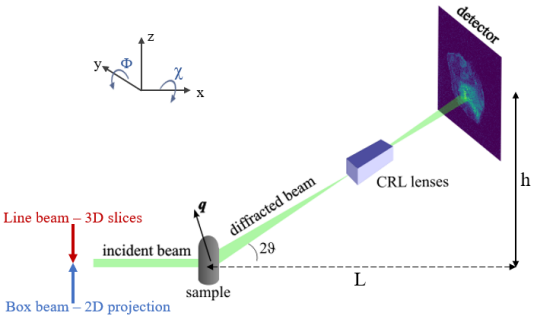

图1：DFXM装置示意图，显示入射束照射样品，衍射束穿过X射线物镜，形成暗场图像，其衍射衬度对铁沿110矢量方向的晶格间距和取向差敏感。图中标出了样品旋转 ϕ 和 χ 。采用了两种照明模式：(i) 盒形光束（蓝色）提供衍射晶粒的全体积投影；(ii) 线聚焦光束（红色）提供沿晶粒高度方向的信息：样品沿 z 方向横跨水平光束平移，以获取三维信息，从而实现高度分辨成像，该方向的空间灵敏度约为500 nm。

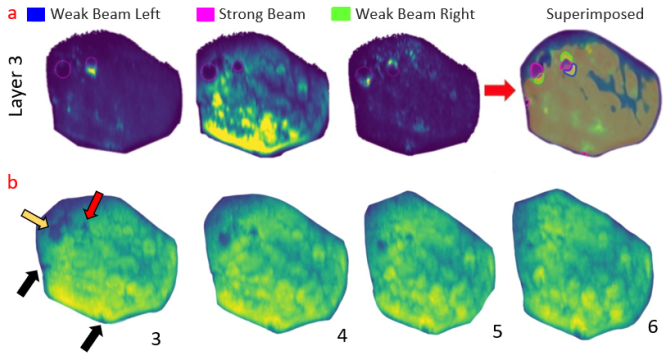

图2：**(a)** 弱束条件（左侧和右侧）突出显示位错；强束条件显示出两个衬度减弱的区域，可能对应于第二相颗粒（以粉色突出显示）。沿着红色箭头，将三种条件下的图像叠加后，可以看到颗粒（粉色）的位置，以及来自左侧（蓝色）和右侧（绿色）弱束条件的位错贡献。**(b)** 层3、4、5和6的摇摆曲线最大值（镶嵌度扫描期间的强度峰值）。箭头表示图3中所示颗粒的位置。

在分析的七个晶粒中，我们首先聚焦于一个代表性晶粒，记为 G2，其尺寸为 40 µm，以详细研究其内部结构。

聚焦于晶粒G2的单层，图2(a)显示了强束条件下（中间）和弱束条件下（左右）的第3层原始数据。弱束条件对应于远离衍射峰但仍存在衬度的区域，可更清晰地显示由位错 [41–43]等因素引起的局部取向变化。因此，粉色圆圈标示区域内弱束和强束条件下的微弱信号很可能来自第二相颗粒，见补充材料中的图S1。在这些颗粒的两侧均可见明显的取向变化，如叠加图所示：颗粒周围局部取向变化较大的区域，在左侧和右侧弱束条件下分别以蓝色和绿色显示。

这些局部取向变化很可能由位错协调；这些位错在冷却过程中产生，用以弛豫颗粒与铁基体热膨胀系数不同所引起的局部热应力 [17]。此外，在两个颗粒周围观察到的取向变化表现出不同2θ 依赖关系。例如，左侧颗粒下方的亮区出现在右侧弱束条件下，而右侧颗粒的相应区域则出现在左侧弱束条件下。这表明两个颗粒周围存在不同的位错组态。图2(b)显示了第3、4、5和6层最大衍射峰强度的原始衍射图像。黄色、红色和黑色箭头标出了衍射强度局部极小值区域。通过追踪后续中的相同区域

各层，可以跟踪颗粒形状和尺寸的演变，显示出晶粒内部颗粒的衬度和范围逐渐减小。这表明，随着探测体积向晶粒内部更深位置移动，这些颗粒逐渐变得更难被探测到，大约在第6层结束。

图3显示了使用线聚焦光束获得的样品中晶粒G2在数个1 µm层范围内的局部三维取向和应变变化。正如预期，晶粒形状沿其高度方向，即不同的二维层，逐渐演变，并且各层中的信号始终清晰。

图(a)提供了有关晶格旋转的信息。镶嵌度图显示了晶格倾斜以及相对于110衍射矢量的失配情况，本质上代表了一个径向质心（COM）图，其采用类似于晶粒(110)极点周围局部极图的方式进行颜色编码。可以观察到，从晶粒的第一层延伸至最后一层存在明显的取向梯度，尤其是在前三层之间。在局部区域，有两个间距很近、具有较大取向梯度的区域，延伸贯穿大多数层。如前所述，这些特征对应于围绕第二相颗粒的位错聚集。这些颗粒由黑色轮廓勾勒的椭圆/圆形突出显示：其中一个以黄色标示，另一个呈现明显更亮的衬度，以红色标示。在晶界附近还观察到另外两个颗粒，其位置由灰色圆圈标示。在后两种情况下，未检测到明显的位错聚集或显著的局部取向变化。一种可能的解释是，晶界附近的DFXM信号强度降低，从而降低了该区域对应变和取向变化的敏感性。

在（b）图中，位错在核平均错配角（KAM）图中也清晰可见。该量

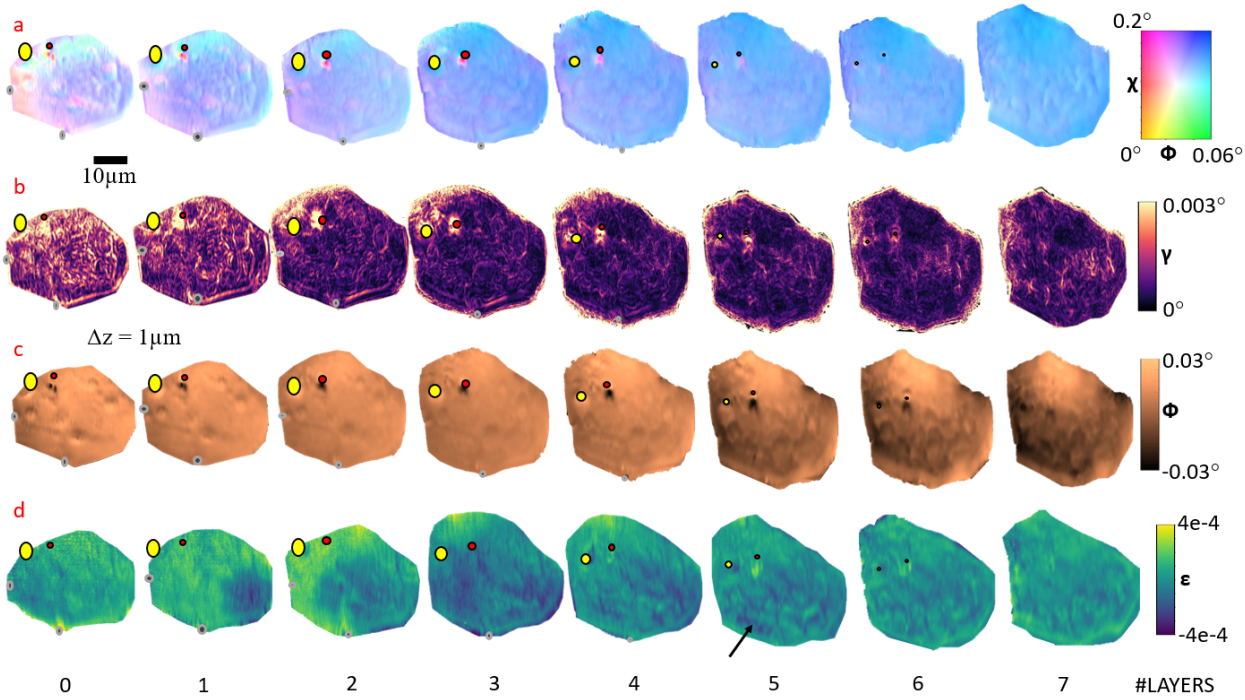

图 3：感兴趣的单个晶粒（G2）的八个层（$0-7$）的 DFXM 结果。各层在高度方向上相隔 1μm。不同的行分别表示(a) 马赛克度、(b) 核平均错取向、(c) ϕ的局部取向图。(d) 应变扫描。每个扫描图旁边都有对应的颜色映射。该晶粒的尺寸约为 $\sim 40\mu m$，内部含有一些颗粒，以圆圈表示，其中一个为红色，一个为带黑色轮廓的黄色，另外两个分别为黑色和灰色，周围还有若干位错。

$\gamma = \sqrt{\Delta\chi^2 + \Delta\phi^2}$ 反映了每层内相邻体素之间局部取向变化的偏差 [39], ，突显了位错位置附近晶格取向场的局部畸变（例如，黄色和红色颗粒周围）。(c)图展示了角度ϕ的局部取向变化（晶格倾斜）图；与χ [31, 44]相比，选择该角度是因为其角度灵敏度更高。大多数层的角度分布都很窄，低于 $0.05°$，但红色颗粒附近可见明显的局部衬度。

（d）图显示了沿 [110] 方向的轴向应变分布，总变化范围为 $\sim 8 \times 10^{-4}$。应变分布并不均匀，在颗粒周围及晶界附近存在局部应变场。例如，第 5 层下边界附近可见轻微波动（见黑色箭头），这可能是由X射线在样品厚度方向传播时发生多重散射所引起的动力学衍射效应。这些波动局限于局部，不影响应变的整体变化范围。

颗粒分布于第0至6层，但在第7层仍会影响局部取向变化。第二相颗粒的存在可能会在其周围产生局部位错，同时也能在退火过程中钉扎位错运动。这种钉扎可能导致晶粒左侧的位错密度较高，从而形成图3a首几层中观察到的相对较大的取向梯度。

红色颗粒邻近区域的取向突变一直延续至第 5 层，在第 6 层中仍可见，此处颗粒似乎终止。需要指出的是，测得的应变仅对沿散射矢量方向投影的晶格畸变分量敏感；因此，在当前成像条件下，衬度预计主要源自颗粒的顶部和底部区域。这些特征可能对应于该区域的晶格失配，也可能直接对应于位错聚集，二者均由颗粒的存在所引起；不过，它们产生的局部应变响应主要在颗粒尖端附近被检测到，这与这种方向敏感性一致。

黄色颗粒虽然对应的取向变化较不显著，但也表现出局部应变响应，这与上述讨论的敏感性一致。图3(d)展示了这两种情况，其数值显著高于平均背景值。红色和黄色颗粒邻近区域分别以拉伸分量和压缩分量为主。由于这两种特征均位于颗粒末端附近，因此可能与颗粒和周围晶粒晶格之间的相互作用有关。

图4(a)和(b)分别展示了晶粒G2所有层的位错密度分布和面积加权应变分布，对应于图3所示的各层。图4(c)所示的几何必需位错（GND）密度是根据 [45, 46]中的以下公式计算得出的：

$$\rho_{GND} = \frac{\alpha\gamma}{bx}$$

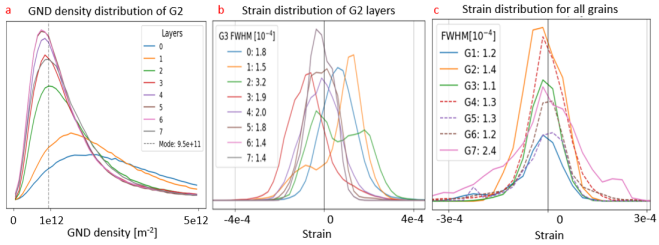

图4：**(a)** 图3所示晶粒G2相同层的位错密度分布。**(b)** 晶粒G2各层的面积加权应变分布。**(c)** 所有受研究晶粒的体积加权应变分布。在(c)中，实线表示使用线束测量多个层的晶粒，虚线表示通过使用盒形光束进行投影测量获得的应变分布；对于这些晶粒，假设其形状为球形，以估算所贡献的体积。

其中，γ 为 KAM 取向差角，α 为常数（此处取1），b 为伯格斯矢量，x 为单位长度（像素尺寸）。

如图4(a)所示，层0和层1的几何必需位错密度分布范围较大，这与取向图中变化更为明显的层相对应。这些层中观察到的位错密度相对较高，可能反映了颗粒的存在以及与相邻晶粒之间可能发生的相互作用。

总体而言，这些数值约为 $10^{12}\mathrm{m}^{-2}$，略高于完全再结晶纯样品的预期值，这可能是由于颗粒的存在所致，但仍与[18]中报告的结果一致。当颗粒不再存在时（如层7），分布便更多地集中在较低的密度值范围内，且分布范围更小。

图4(b)展示了各个层对 G2 整体应变的贡献。第0层和第1层的峰值偏向正值一侧，这与图3中的应变图相符：其中拉伸应变明显占主导，只有一个压缩区域，并且随着逐层深入，该区域逐渐扩大。到第3层时，压缩应变占据主导地位，仅在靠近上边界处残留一个局部拉伸区域。这种现象也可能受到相邻晶粒存在的影响。还应注意，层间变化与层内变化处于同一量级。

尽管 G2 中存在颗粒，但无论采用何种扫描模式，其整体弹性应变分布与不含颗粒的其他晶粒相比都没有明显差异。图4(c)展示了所有受研究晶粒（G1 至 G7）的体积加权应变分布，图例中列出了各自的半峰全宽值。补充材料中的章节另一个晶粒的结果 展示了对不含颗粒的晶粒 G3 的分析。

所有晶粒的应变分布半峰全宽为 1.4×10^{-4}（各晶粒的数值见应变分布图图例）。正如预期，这些数值低于同一批样品中部分再结晶铁的再结晶晶粒所报告的数值 [18]。重要的是，这些残余应变在此首次得到解析。据我们所知，现有实验技术中没有任何一种能在这一长度尺度上提供与暗场X射线显微术相当的应变灵敏度，因此这是首次对完全再结晶铁中的局部残余应变进行直接实验观测。

总体而言，结果表明，在该完全再结晶样品中，单个晶粒的内部结构并不均匀：离散位错（见补充材料中的“位错衬度”一节）、弹性应变异质性和晶格旋转梯度共同构成了复杂的微观结构。颗粒的存在确实会影响局部应变和取向变化；但其影响通常仅限于颗粒所在的层。此外，在所检查的七个晶粒中，仅在 G2 内观察到两个颗粒，这与相衬断层成像测得的低体积分数（约 0.04%）一致（见补充材料中的图 S1）。因此，对于此处报道的完全再结晶纯金属，第二相颗粒对整体应变和缺陷分布的影响被认为不那么重要；不过，在动态研究中评估颗粒周围的局部晶界迁移时，仍应考虑其存在。

局部残余应变与晶内取向之间没有表现出系统性的相关性，这表明仅凭这一参数不足以解释观测到的应变场。因此，几何必需位错不太可能是所测残余应力的主要来源。颗粒的存在似乎只会局部影响应变状态，在其紧邻区域引起拉伸应变或压缩应变。相比之下，与相邻晶粒之间的相互作用可能对残余应力的形成起着更重要的作用，因为在晶粒生长过程中，晶粒之间会施加机械力，即使不存在明显的晶内缺陷，也会产生不可忽略的应力区域[47]。

已有研究表明，晶界速度并非仅由曲率控制——这与经典理论的假设相反 [48–50]，，剪切和弹性应变也可能对其产生影响 [10, 51]。近期的原位粉束衍射显微成像测量 [47]进一步揭示，即使在完全再结晶晶粒生长过程中，这类晶格畸变也会累积，进而可能产生持续存在的残余应变，并通过增强与邻近晶粒之间的机械相互作用，影响后续的晶界运动。因此，必须阐明此类局部残余应变的作用，并将其纳入晶粒生长的先进模型 [52, 53]。

总之，我们采用暗场X射线显微术分析了完全再结晶的工业纯铁中的七个独立晶粒，揭示了名义上无应变的再结晶显微结构中仍存在三维应变异质性——

。得益于该技术卓越的应变灵敏度，我们在亚微米尺度上解析了量级为 10^{-4} 的晶内残余应变变化及位错结构。这些结果对“此类晶粒不含应力”这一经典假设提出了挑战，并凸显了在晶粒生长模型中纳入内应力的必要性。

基于靶向晶粒选择方面的最新进展，以及三维X射线衍射/衍射衬度层析成像与暗场X射线显微术[54] 的无缝集成，并结合在几何光学框架内训练的自动化机器学习方法，正在进行和未来的工作有望绘制完整应变张量，并开展原位退火研究，以探究残余应变场如何跨晶界相互作用并影响晶界迁移率。这些进展为支配晶粒生长演化的机制提供了直接的实验途径，并能够在块体多晶样品中验证其模型，标志着向可预测的显微组织导向冶金学迈出了一步。

致谢

我们感谢欧洲同步辐射光源提供ID06-HXM和ID03的束流时间。CY、AS和VS感谢欧洲研究理事会启动基金（编号10116911）的资助。YZ感谢Villum基金会（资助号VIL54495 MicroAM）。作者衷心感谢Carsten Detlefs在实验期间提供的宝贵帮助。

参考文献

[1]F. Humphreys, M. Hatherly，引言，载于：F. Humphreys, M. Hatherly（编），《再结晶及相关退火现象》（第二版），第二版，爱思唯尔，牛津，2004年，第1–10页。doi:https://doi.org/10.1016/B978-008044164-1/50005-0。[2]R. D. MacPherson, D. J. Srolovitz，推广至三维微观结构粗化的冯·诺依曼关系，Nature 446 (7138) (2007) 1053–1055。doi:10.1038/nature05745。[3]M. Hillert，论正常与异常晶粒长大的理论，《金属学报》13 (3) (1965) 227–238。doi:https://doi.org/10.1016/0001-6160(65)90200-2。[4]J. Zhang, Y. Zhang，再结晶晶界沿线的局部迁移率变化，《材料与设计》258 (2025) 114618。doi:https://doi.org/10.1016/j.matdes.2025.114618。[5]D. Zöllner, P. Streitenberger，三维正常晶粒长大的蒙特卡罗模拟，《材料科学论坛》567-568 (2007) 81–84。doi:10.4028/www.scientific.net/MSF.567-568.81。

[6]M. Bernacki, R. Loge, T. Coupez，用于多晶材料再结晶与晶粒生长有限元建模的水平集框架，Scripta Materialia 64 (6) (2011) 525–528。doi:https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.11.032。[7]K. Chen, J. Han, S. L. Thomas, D. J. Srolovitz，晶界剪切耦合并非晶界的一种性质，Acta Materialia 167 (2019) 241–247。doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.01.040。[8]S.-J. L. Kang, J. G. Fisher，多晶材料中的晶粒生长：当前认识与未来研究方向，Open Ceramics 16 (2023) 100484。doi:https://doi.org/10.1016/j.oceram.2023.100484。

[9]J. Han, S. L. Thomas, D. J. Srolovitz, 晶界动力学：统一方法, Progress in Materials Science 98 (2018) 386–476. doi:10.1016/j.pmatsci.2018.05.004.

[10] S. L. Thomas, K. Chen, J. Han, P. K. Purohit, D. J. Srolovitz, 协调晶粒生长与剪切耦合晶界迁移, Nature Communications 8 (2017) 1764. doi:10.1038/s41467-017-01889-3.

[11] T. Gorkaya, D. Molodov, G. Gottstein, 对双晶中对称⟨100⟩倾斜晶界的应力驱动迁移, Acta Materialia 57 (2009)5396–5405. doi:10.1016/j.actamat.2009.07.036.

[12]D. Molodov, V. Ivanov, G. Gottstein，低角度倾斜晶界迁移与剪切变形耦合，Acta Materialia 55 (5) (2007) 1843–1848。doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.10.045。

[13]J. Sharon, P.-C. Su, F. Prinz, K. Hemker，纳米晶铂薄膜中的应力驱动晶粒生长，Scripta Materialia 64 (1) (2011) 25–28。doi:https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2010.08.057。

[14]F. Mompiou, D. Caillard, M. Legros，晶界剪切-迁移耦合-I：铝多晶体中的原位透射电子显微镜拉伸实验，Acta Materialia 57 (7) (2009) 2198–2209。doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.01.014。

[15]M. Legros、D. S. Gianola、K. J. Hemker，在受应力纳米晶铝薄膜中对快速晶界运动的原位透射电子显微镜观察，Acta Materialia 56 (2008) 3380–3393。doi:10.1016/j.actamat.2008.03.032。[16] S. Ahl、H. Simons、Y. Zhang、C. Detlefs、F. Stöhr、A. Jakobsen、D. Juul Jensen、H. Poulsen，再结晶晶粒内的超小角度晶界网络，Scripta Materialia 139 (2017) 87–91。doi:https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.06.016。

[17]Y. Zhang、R. I. Barabash，利用同步辐射三维X射线劳厄微衍射对金属中取向和应变梯度进行高分辨率成像，Quantum Beam Science 3 (1) (2019)。doi:https://doi.org/10.3390/qubs3010006。[18] Y. Zhang、T. Yu、R. Xu、J. Thorborg、W. Liu、J. Tischler、A. Godfrey、D. J. Jensen，铁中再结晶晶粒内部的局部残余应力和微观结构，Materials Characterization 191 (2022) 112113。doi:https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112113。[19] A. Lindkvist、D. Liu、W. Juul Jensen、Y. Zhang，部分再结晶的Gum Metal合金生长中晶粒的残余应力三维映射，Materials Research Letters 11 (11) (2023) 942–948。doi:https://doi.org/10.1080/21663831.2023.2267094。[20] B. C. Larson、W. Yang、G. E. Ice、J. D. Budai、J. Z. Tischler，具有亚微米分辨率的三维X射线结构显微术，Nature 415 (2002) 887–890。doi:10.1038/415887a。

[21] A. Henningsson、M. Kutsal、J. P. Wright、W. Ludwig、H. O. Sørensen、S. A. Hall、G. Winther、H. F. Poulsen，在工业相关塑性变形程度下的三维微观结构与应力映射，《Scientific Reports》14（2024）20213。doi:10.1038/s41598-024-60784-6。

[22]T. J. Ruggles、W. G. Gilliland、D. T. Fullwood、J. Kacher，亚微米分辨率下用于映射晶体材料中局部应力与位错的HR-EBSD技术综述，Progress in Materials Science 157（2026）101585。doi:https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2025.101585。

[23] M. E. Kassner、M. T. Perez-Prado、M. Long、K. S. Vecchio，利用汇聚束电子衍射对蠕变变形的铜和铝进行的位错微观结构与内应力测量，《Metallurgical and Materials Transactions A》33（2002）311–317。doi:10.1007/s11661-002-0092-7。

[24]J. Jiang、T. B. Britton、A. J. Wilkinson，变形铜多晶中III型晶内残余应力分布的测绘，Acta Materialia 61 (15) (2013年) 5895–5904. doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.06.038.

[25]M. Kassner、P. Geantil、L. Levine，《单相晶体材料中的长程内应力》，International Journal of Plasticity 45 (2013年) 44–60，致敬 Rob Wagoner。doi:https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2012.10.003。[26] M. C. Newton、S. J. Leake、R. Harder、I. K. Robinson，《利用布拉格相干衍射成像对单根氧化锌纳米棒中的应变进行三维成像》，《自然·材料》9 (2010年) 120–124。doi:10.1038/nmat2571。

[27]J. N. Clark、J. Ihli、A. S. Schenk、Y.-G. Kim、D. M. Kulik、L. G. Benning、I. K. Robinson，《晶体生长与溶解过程中位错扩展的三维成像》，《自然·材料》14 (2015年) 780–784。doi:10.1038/nmat4300。

[28] A. Ulvestad、J. N. Clark、R. Harder、I. K. Robinson、O. G. Shpyrko，铜纳米晶体中孪晶畴缺陷的三维成像，《Science》348 (6234) (2015年) 1344–1347. doi:10.1126/science.aaa3806.

[29]A. N. Danilewsky，X射线形貌术——不止是漂亮的图片，Crystal Research and Technology 55 (9) (2020年) 2000012. doi:https://doi.org/10.1002/crat.202000012.

[30]H. Simons, A. King, W. Ludwig, C. Detlefs, W. Pantleon, S. Schmidt, F. Stöhr, I. Snigireva, A. Snigirev, H. F. Poulsen，《用于多尺度结构表征的暗场 X 射线显微术》，Nature Communications 6 (1) (2015年) 6098。

[31]H. F. Poulsen, A. C. Jakobsen, H. Simons, S. R. Ahl, P. K. Cook, C. Detlefs，《基于折射光学的 X 射线衍射显微术》，Journal of Applied Crystallography 50 (5) (2017年) 1441–1456。doi:10.1107/S1600576717011037。

[32]C. Yildirim、P. Cook、C. Detlefs、H. Simons，《利用暗场X射线显微术探测纳米尺度结构与应变》，MRS Bulletin 45 (4) (2020年) 277–282。doi:https://doi.org/10.1557/mrs.2020.89。[33]H. F. Poulsen、P. K. Cook、H. Leemreize、A. F. Pedersen、C. Yildirim、M. Kutsal、A. C. Jakobsen、J. X. Trujillo、J. Ormstrup、C. Detlefs，《利用X射线衍射显微术进行倒易空间映射与应变扫描》，Journal of Applied Crystallography 51 (5) (2018年) 1428–1436。doi:10.1107/S1600576718011378。[34]M. Kutsal、P. Bernard、G. Berruyer、P. K. Cook、R. Hino、A. C. Jakobsen、W. Ludwig、J. Ormstrup、T. Roth、H. Simons、K. Smets、J. X. Sierra、J. Wade、P. Wattecamps、C. Yildirim、H. F. Poulsen、C. Detlefs，《ID06上的欧洲同步辐射光源暗场X射线显微镜》，IOP会议系列：材料科学与工程 580 (2019年) 012007。[35]H. Isern、T. Brochard、T. Dufrane、P. Brumund、E. Papillon、D. Scortani、R. Hino、C. Yildirim、R. R. Lamas、Y. Li 等，《ID03上的欧洲同步辐射光源暗场X射线显微镜》，载于：Journal of Physics: Conference Series，第3010卷，IOP Publishing，2025年，第012163页。[36] Z. Kelgenbaeva、E. Omurzak、S. Takebe、S. Sulaimankulova、Z. Abdullaeva、C. Iwamoto,

T. Mashimo, 《利用脉冲等离子体在液-液界面合成纯铁纳米颗粒》, Journal of Nanoparticle Research 16 (2014年9月)。doi:10.1007/s11051-014-2603-z。

[37] S. E. Gustafson、W. Ludwig、R. Rodriguez-Lamas、C. Yildirim、K. S. Shanks、C. Detlefs、M. D. Sangid, 揭示三重点处晶粒内三维微观力学场, Acta Materialia 260（2023）119300。doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119300。

[38]J. Garriga Ferrer、R. Rodríguez-Lamas、H. Payno、W. De Nolf、P. Cook、V. A. Solé Jover、C. Yildirim、C. Detlefs, *darfix*——用于暗场X射线显微术的数据分析, Journal of Synchrotron Radiation 30（3）（2023）527–537。doi:10.1107/S1600577523001674。

[39] C. Yildirim、N. Mavrikakis、P. Cook、R. Rodriguez- Lamas、M. Kutsal、H. Poulsen、C. Detlefs, 重度变形铁素体合金的四维微观结构演化：再结晶研究的新视角, Scripta Materialia 214（2022）114689。doi:https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2022.114689

[40] S. R. Ahl, 《变形金属再结晶多尺度表征方法要素》（2018）。

[41]A. Jakobsen, H. Simons, W. Ludwig, C. Yildirim, H. Leemreize, L. Porz, C. Detlefs, H. Poulsen, 《利用暗场X射线显微术对单个位错进行映射》, Journal of Applied Crystallography 52 (1) (2019) 122–132。doi:10.1107/S1600576718017302。[42] C. Yildirim, H. F. Poulsen, G. Winther, C. Detlefs, P. H. Huang, L. E. Dresselhaus-Marais, 《块体铝中位错结构的广泛3D映射》, Scientific Reports 13 (1) (2023) 3834。[43] A. Benhadjira, C. Detlefs, S. Borgi, V. Favre-Nicolin, C. Yildirim, 《暗场X射线显微术中深度学习辅助的弱束识别》（2025）。arXiv:2509.05017, doi:https://doi.org/10.48550/arXiv.2509.05017。[44] H. Poulsen, L. Dresselhaus-Marais, M. Carlsen, C. Detlefs, G. Winther, 《用于模拟暗场X射线显微术衬度的几何光学形式》, Applied Crystallography 54 (6) (2021) 1555–1571。[45]C. Moussa, M. Bernacki, R. Besnard, N. Bozzolo, 《关于纯钽中变形和回复亚结构的定量EBSD分析》, 载于: IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, 第89卷, IOP Publishing, 2015年, 第012038页。[46]C. Yildirim, N. Mavrikakis, P. Cook, R. Rodriguez Lamas, H. Poulsen, C. Detlefs, M. Kutsal, 《对重度变形铁素体合金再结晶退火过程中织构与微观结构的多尺度探索发展》, IOP Conference Series: Materials Science and Engineering 1249 (2022) 012044。doi:10.1088/1757-899X/1249/1/012044。[47]C. Yildirim, A. Shukla, Y. Zhang, N. Mavrikakis, L. Lesage, V. Sanna, M. Sarkis, Y. Li, M. La Bella, C. Detlefs 等, 《利用粉色光束暗场X射线显微术对复杂和变形微观结构进行3D/4D成像》, 《Communications Materials》6 (1) (2025) 198。[48]G. B. Bizana, L. A. Barrales-Mora, 《纳米级铝多晶体中的晶界迁移动力学》, Acta Materialia 260 (2023) 119261。doi:https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119261。[49]Z. Xu, Y.-F. Shen, S. K. Naghibzadeh, X. Peng, V. Muralikrishnan, S. Maddali, D. Menasche, A. R. Krause, K. Dayal, R. M. Suter 等, 《多晶 α-Fe中的晶界迁移》, Acta Materialia 264 (2024) 119541。[50] A. Bhattacharya, Y.-F. Shen, C. M. Hefferan, S. F. Li, J. Lind, R. M. Suter, C. E. Krill, G. S. Rohrer, 《镍多晶体中的晶界速度与曲率并不相关》, 《Science》374 (6564) (2021) 189–193。doi:10.1126/science.abj3210。[51] C. Qiu, D. J. Srolovitz, G. S. Rohrer, J. Han, M. Salvalaglio, 《晶粒生长为何不是曲率流》, Proceedings of the National Academy of Sciences 122 (7) (2025) e2500707122。doi:10.1073/pnas.2500707122。[52]L.-Q. Chen, 《用于微观结构演化的相场模型》, 《材料科学年度评论》32 (2002) 113–140。doi:10.1146/annurev.matsci.32.112001.132041。[53] I. Steinbach, 《材料科学中的相场模型》, 《材料科学与工程中的建模与仿真》17 (7) (2009) 073001。doi:10.1088/0965-0393/17/7/073001。[54]A. Shukla, C. Yildirim, J. A. D. Ball, C. Detlefs, A. A. W. Cretton, M. Sarkis, M. L. Bella, W. Ludwig, Y. Zhang, N. A. Henningsson, 《连接晶粒映射与暗场X射线显微术，实现多尺度衍射成像》（2025）。arXiv:2508.17897。