文章编号：1000-5773(2009)05-0321-06

强流脉冲电子束作用下纯镍表面的应力特征*

邱冬华[1]，程笃庆[1]，关庆丰[1]，邹广田[2]

(1. 江苏大学材料科学与工程学院，江苏镇江 212013；
2. 吉林大学超硬材料国家重点实验室，吉林长春 130012)

摘要：利用强流脉冲电子束(HCPEB)装置对多晶纯镍进行轰击，采用 X 射线衍射及扫描电子显微镜等技术，详细分析了受轰击样品的变形组织与结构。通过分析建立了强流脉冲电子束诱发的应力特征与变形结构之间的关系，并对目前现有的几种应力波数值模拟结果进行了讨论。实验结果表明：强流脉冲电子束能够在材料表层诱发约 5 GPa 的应力，造成纯镍表面发生孪生塑性变形。除了热膨胀引起的表层横向准静态热应力外，强流脉冲电子束产生的等离子体脉冲爆炸可以直接诱发幅值很高的冲击应力波，二者的共同作用是引起表层微观结构变化的直接原因。

关键词：强流脉冲电子束；纯镍；应力；孪生变形；微观结构
中图分类号：O532.24；O347.5 **文献标识码**：A

1 引 言

强流脉冲电子束(HCPEB)表面轰击是一种极限加工技术，它能够在材料表面产生极为快速的加热和冷却，造成材料表层超快速的变形[1-2]，在其作用下材料的使役行为是发展尖端科学技术的重大材料科学问题。作为一种高能量密度沉积条件下的超快速材料变形手段，强流脉冲电子束辐照可以导致材料的力学性能发生显著变化，受到包括核技术、国家安全以及材料改性等众多领域的普遍关注，具有重要的学术价值和工程应用背景。因此，认识和了解强流脉冲电子束作用下材料的微观变形特征及其演化规律，对于揭示材料的超快变形机制，提高极限条件下材料的使役寿命，以及改善材料的力学性能具有重要的意义。

强流脉冲电子束辐照在极短时间内诱发的温度和应力的耦合行为极其复杂，很难对这种非平衡状态进行完整的描述，因此大部分研究工作都是以材料表面性能测试和数值模拟分析为主。而现有的模拟结果缺乏必要的实验结果加以验证，因此到目前为止，人们对脉冲载能束与材料之间的作用机制的认识还不是很清楚。我们知道，材料机械性能的改变源自于微观组织结构的变化，即微观组织结构是连结加工行为和最终性能的纽带，因此分析强流脉冲电子束改性后材料微观结构状态的改变，是了解强流脉冲电子束变形及辐照机制的重要手段。有鉴于此，本工作利用强流脉冲电子束源对多晶纯镍进行表面轰击，分析强流脉冲电子束轰击后材料表面的变形结构及其演化规律，研究强流脉冲电子束诱发的超快速变形条件下的应力特征及其与材料之间的作用机制。

2 实验过程与方法

实验采用 Nadezhda-2 型强流脉冲电子束装置。爆炸电极发射脉冲电子束，因此，本装置被称为爆

* **收稿日期**：2008-10-15；**修回日期**：2009-04-29
基金项目：国家自然科学基金(50671042)；江苏大学科技创新团队及高级人才基金(07JDG032)
作者简介：邱冬华(1984－)，男，硕士研究生，主要从事载能束表面改性研究. E-mail：qdh19841107@163.com
通讯作者：关庆丰(1963－)，男，博士，教授，博士生导师，主要从事表面改性及微结构研究. E-mail：guanqf@ujs.edu.cn

炸发射强流脉冲电子束装置，又名“低能电子炮”。改变电极与靶材之间的距离，可控制爆炸产生的能量密度。有关该设备的细节可参阅文献[3]。

采用纯度为 99.9%的退火态纯镍样品为实验材料，加工成 10 mm×10 mm×6 mm 的试样，将试样的某一表面磨光、抛光后，利用 Nadezhda-2 强流脉冲电子束装置对抛光表面进行强流脉冲电子束处理，处理参数如表 1 所示。

表 1 样品电子束处理工艺参数

Table 1 HCPEB treatment parameters of samples

Sample	Accelerating voltage/(kV)	Distance between target and source/(mm)	Number of pulses
Ni	21.6	80	1
			5
			10

样品受强流脉冲电子束轰击前后的微观组织结构用 LEICA DM-2500M 金相显微镜和 JEOL JSM-7001F 场发射扫描电子显微镜进行观察；采用 Rigaku D/Max-2500/pc 型 X 射线衍射仪对强流脉冲电子束处理前后样品的晶体结构进行对比分析，原始样品的分析采用常规衍射模式，经强流脉冲电子束处理后的样品采用薄膜(小角)模式进行分析。

3 实验结果与分析

图 1(a)为未经处理的原始样品腐蚀后的金相形貌。从图中可以看出：样品晶粒大小分布均匀，平均晶粒尺寸为 20～30 μm，晶粒内部比较干净，晶界清晰可见，在个别晶粒中出现退火孪晶结构。

图 1(b)为经强流脉冲电子束处理后纯镍表面未经腐蚀在显微镜下直接观察的形貌。从图中可以清楚地看出，经强流脉冲电子束轰击后样品表面的辐照区变得粗糙，形成了大量弥散的火山坑状的熔坑形貌，其尺寸从几微米到几十微米不等。许多文献都对这类火山坑状的熔坑形貌进行了研究，普遍的观点是在脉冲束流作用下，位于轰击表面下的次表层附近最先达到熔点，内部的熔化使得体积迅速膨胀，因此导致材料表面产生类似于火山喷发后形成的熔坑。

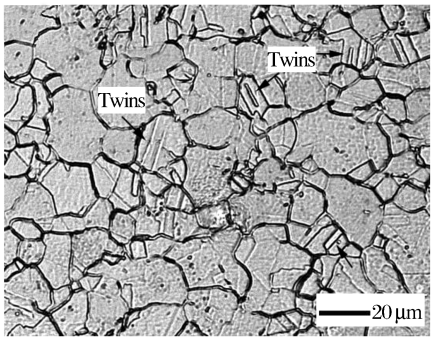


图 1(a) 经王水腐蚀后的原始样品的金相照片

Fig. 1(a) The metallographic morphology of the initial pure nickel, etched in nitrohydrochloric acid

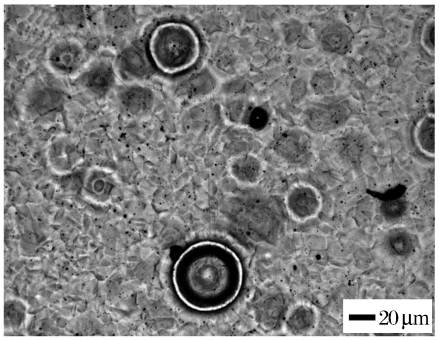


图 1(b) 经强流脉冲电子束轰击后样品的表面形貌，未腐蚀

Fig. 1(b) Surface morphology of the sample after HCPEB treatment, un-etched

图 2 为 5 次强流脉冲电子束处理后表面熔坑以外区域的扫描电镜放大像。从图中可以看出，晶界清晰可见，有些区域的晶界发生开裂(见图 2(a))，表明晶粒之间存在很大的微观应力。从图中还可以看出，经强流脉冲电子束处理后，几乎所有的晶粒内都存在着密集的滑移线和孪晶片等变形结构，这些形变带一般并未穿越晶界，有些滑移线甚至与孪晶片形成交叉。值得注意的是，与初始样品相比，经强

流脉冲电子束处理后的样品出现了更多的孪晶片结构(见图 2(b))。这预示着在强流脉冲电子束处理过程中,材料的表层发生了孪生变形。

图 3(a)为经不同脉冲次数强流脉冲电子束处理以及原始纯镍样品的 X 射线衍射图。由图可见,与原始样品比较,经强流脉冲电子束处理后,样品的衍射峰发生了偏移,导致衍射角发生了微小的改变,说明表面层有残余应力存在。根据 X 射线衍射峰的情况,可以大致估算出经强流脉冲电子束表面改性后材料内部的宏观残余应力[4]

$$\sigma=\frac{E}{\nu}\left(\frac{d_n-d_0}{d_0}\right) \tag{1}$$

式中:E、ν 分别为纯镍的弹性模量和泊松比。对于纯镍,$E=207$ GPa,$\nu=0.291$。假设某晶粒中的(111)晶面正好与热应力方向相垂直,强流脉冲电子束处理前的晶粒处在无应力状态下,其晶面间距为 d_0,在应力 $\sigma_{(111)}$ 的作用下晶面间距变成 d_n。将 X 射线衍射数据代入公式(1),得到处理前原始样品和经不同次脉冲的强流脉冲电子束处理后样品的表面残余应力,如图 3(b)所示。

一次脉冲后表面残余应力为压应力,$\sigma=-280$ MPa;5 次强流脉冲电子束处理后,材料表层残余拉应力迅速增加,$\sigma=1.225$ GPa;在 10 次脉冲后,表面应力与 5 次脉冲相比有所降低,$\sigma=945$ MPa,但表层仍残留很大的拉应力。由此可以看出,经强流脉冲电子束处理后,材料表面层积聚了巨大的宏观残余应力,经过多次轰击残余应力值可达 10^9 Pa 量级。

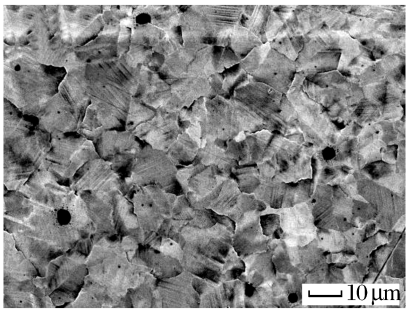


图 2(a)　强流脉冲电子束处理后样品表面 SEM 形貌

Fig. 2(a)　Surface SEM morphology of pure nickel after HCPEB treatment

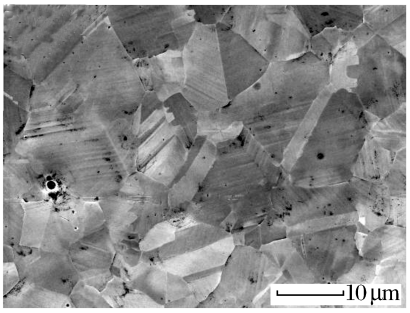


图 2(b)　孪晶形貌 (5 次强流脉冲电子束处理)

Fig. 2(b)　Deformation twins, after 5 pulses

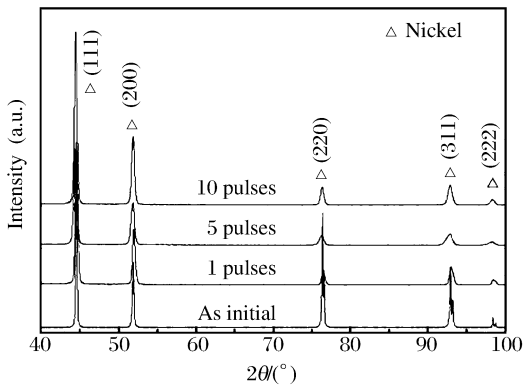


图 3(a)　不同脉冲次数下 HCPEB 处理前后纯镍的 XRD 分析

Fig. 3(a)　The XRD analysis of the specimen before and after HCPEB treatment with different pulses

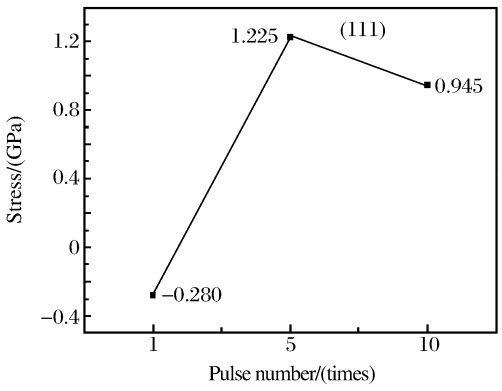


图 3(b)　表面残余应力分布

Fig. 3(b)　Residual stress on the surface

在金属材料的变形过程中,孪生和滑移变形经常出现互相竞争的情况[5]。由于孪生位错的滑移会

引起层错的扩展,因而它比一般的位错滑移困难得多。所以,若滑移能够在晶体中顺利进行,那么很少会出现孪生,只有在外加应力不能使滑移机制起作用时,才会发生孪生变形。对于铜、镍和铝等面心立方(fcc)金属的实验研究表明[6],正常情况下 fcc 金属不会出现孪生变形,只有在足够强烈的应变强化并产生高度应力集中的情况下,才有可能发生形变孪生[6],这就需要抑制形变的恢复,同时还需要非常低的形变温度或者是非常高的应变速率。

对于纯镍来讲,变形孪晶的形核需要很大的局部应力。在一定温度下,只有内应力达到临界幅值,孪生变形才有可能发生,内应力如果达不到这个临界幅值则发生位错滑移变形。Kibey 等人[7]的理论研究表明,室温下多晶纯镍中变形孪晶的形成应力理论值是 4.7 GPa,为了达到这么高的局部应力,需要足够的应变硬化或者足够高的位错密度。我们的实验结果显示:强流脉冲电子束处理能够在纯镍表层诱发孪生变形,这是一种新现象,就我们目前所知的范围而言,还从未在单晶或大晶粒多晶纯镍中有过孪生变形的报道;同时,强流脉冲电子束处理在材料表层诱发了幅值和应变速率都很高的应力。

许多研究者对经强流脉冲电子束处理后材料表面的应力特征进行了数值模拟研究。Proskurovsky 等人[3]最先引进了热应力波的概念,并对金属 Fe 中经强流脉冲电子束轰击诱发的热应力波进行了数值模拟,但模拟结果显示,热应力波的幅值仅为 10^5 Pa 数量级,显然这一结果不能说明材料在强流脉冲电子束轰击过程中其结构与性能的明显改变。邹建新等[8]对应力场模型进行了改进,将强流脉冲电子束轰击所诱发的应力分为沿纵向传播的热应力波(Thermal Stress Wave)和作用于横向的准静态热应力(Quasistatic Stress)。鉴于温度影响区的厚度仅 10 μm 左右,可将受轰击的靶材视为等厚薄板。由于在电子束轰击材料表面的过程中所形成的温度场分布是非定常的(在深度方向非线性变化),在这种情况下薄板由于上下单元的束缚,自由膨胀是不可能的,因此板内必然产生准静态热应力[9],如图 4 所示。压缩的准静态热应力是由于温度沿深度变化时在和材料表面平行的方向上的热膨胀受到约束而形成的,它的方向与电子束的方向垂直,因此这个应力既不会形成波,也不会在材料内传播。模拟结果表明,纵向热应力波的幅值约为 10^5 Pa数量级,而表层横向准静态热应力的幅值可达 10^8 Pa 数量级。

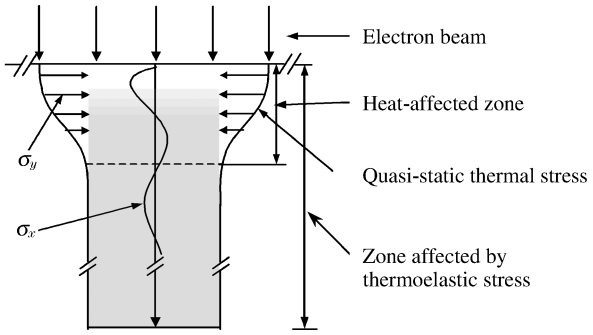


图 4 强流脉冲电子束轰击诱发形成不同改性层的示意图

Fig. 4 Schematic diagram of the different affected zones induced by HCPEB bombarded treatment

上述模拟结果预期的由于热效应所引起的应力值远远未能达到诱发纯镍发生孪生塑性变形的条件(约 5 GPa),即使 X 射线衍射测量的残余应力值也高于该模拟的理论预期,因此上述模型不能真实地反映强流脉冲电子束轰击样品表面而诱发的应力状况,必须加以改进。我们认为,强流脉冲电子束轰击材料表面时,应力波或冲击波的作用是不容忽视的,而这种应力波或冲击波并不一定完全是由热效应引起的,即强流脉冲电子束产生的等离子体脉冲爆炸可以直接诱发应力波,并直接作用到材料表面,成为影响材料表面发生强烈塑性变形的重要组成部分。也就是说,强流脉冲电子束处理相当于在轰击表层直接施加了一个幅值极大的冲击应力,这个应力能够形成应力波或冲击波在材料内部传播,冲击应力波与电子束轰击材料表面诱发的热应力的共同作用,导致受轰击表层发生了孪生变形。当深度超过热影响区后,热应力将会消失,而冲击应力波继续向材料内部传播,造成材料内部发生塑性变形。随传播深度的增加,由于材料变形要消耗冲击应力波的能量,因而冲击应力波的强度逐渐衰减,直至在某一深度冲击应力强度为零,此时材料的组织与基体组织相同。

我们的实验结果能为上述分析提供证据,图 5(a)为经强流脉冲电子束处理后纯镍样品横截面的金相形貌。可以看出,在距表面约 30 μm 深以下的热影响区,变形程度极为强烈,其间的孪晶结构随处可

见;而在热影响区之下直到距表面约 800 μm 的深度范围内,与原来的基体组织相比也发生了变化,出现了与轧制结构相类似的垂直于表面的条带结构,在此区域内同样观察到大量的变形结构,表明该区域发生了强烈的由应力诱发的塑性变形;800 μm 以下,变形结构彻底消失,成为基体组织。

图 5(b)～图 5(e)为横截面上不同深度的 SEM 形貌。其中图 5(b)、图 5(c)分别为距表面层下约 100 μm和 200 μm 处条带结构的放大图像。可以看出:条带中含有大量的滑移线(或许还有变形孪晶)等变形结构;离表层距离越近,变形程度越强烈,变形结构也越丰富;随着距表面距离的增加,变形程度有所减缓。图 5(d)、图 5(e)分别为表面层下约 400、600 μm 处横截面的 SEM 照片。从图中可以看出,距表面层 400 μm 以下孪晶结构彻底消失,条带结构也随着距表面距离的增加而逐渐减弱。这表明应力在材料内部造成的变形效果随着距离表面深度的增加而减弱,与我们的分析完全符合。

上述分析表明,强流脉冲电子束轰击材料而诱发的应力行为极其复杂。我们对此的认识还极为有限,本研究的实验结果表明,只有进行更为深入的理论分析,建立更为合理的物理模型,才能更深入地理解强流脉冲电子束与材料之间的相互作用机制,使这项技术得到更充分的应用。

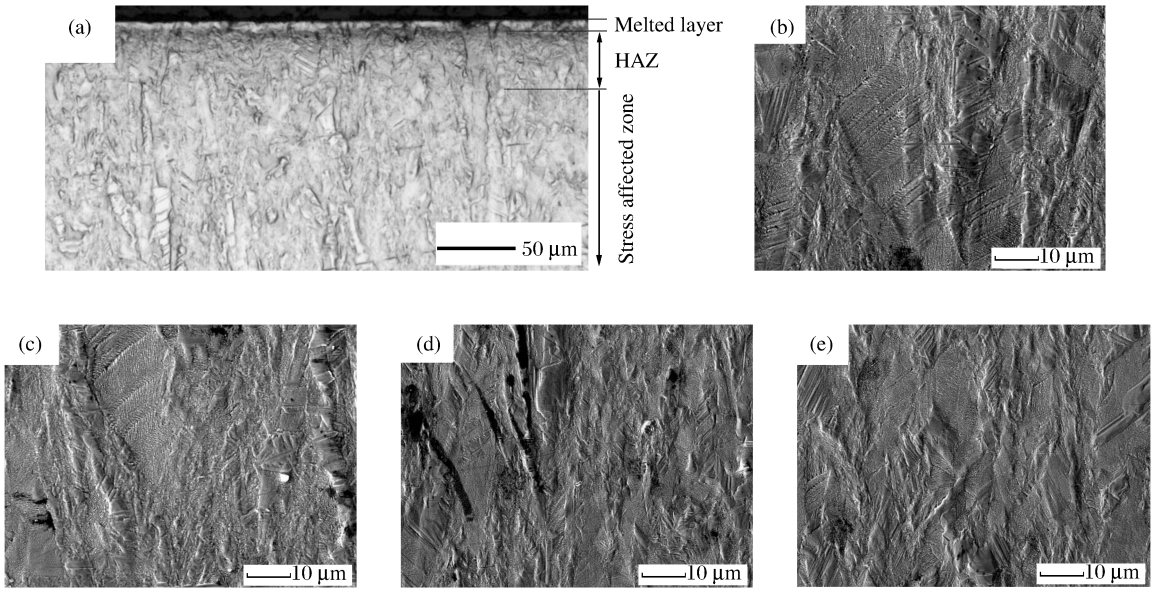


图 5　强流脉冲电子束处理后纯镍横截面不同深度处的 SEM 形貌

Fig. 5　Cross-section SEM image at different depth after HCPEB treatment, with 5 pulses

4　结　论

利用强流脉冲电子束轰击纯镍表面,分析了轰击后样品表面和截面的变形组织与结构,建立了强流脉冲电子束诱发的应力特征与变形结构之间的关系。分析结果表明:

(1) 经强流脉冲电子束轰击后,在纯镍表面产生了熔化现象,在熔化区有火山坑状的熔坑形成,在未熔化区表面产生了强烈的塑性变形,大量的微裂纹沿晶界裂开,变形带和孪晶结构是主要的变形结构;根据 X 射线衍射结果,多次强流脉冲电子束处理后表面残余应力值超过了 10^9 Pa 量级。

(2) 纯镍横截面的组织结构表明,在沿电子束入射方向表面下约 800 μm 的深度范围内,与基体组织相比,经强流脉冲电子束处理后,纯镍横截面的组织结构发生了很大的变化,大量垂直于表面的条带结构和孪晶结构分布在不同区域内。随着距表面距离的增加,变形程度有所减缓,表明应力在材料内部造成的变形效果随着距离表面深度的增加而减弱。

(3) 热应力引起的表层准静态应力和强流脉冲电子束产生的等离子体脉冲爆炸所诱发的冲击应力波是导致表层微观组织结构变化的直接原因。

References:

[1] Guan Q F, Zhang Q Y, Dong C. Physical Model of Stress and Deformation Microstructures in AISI 304L Austenitic Stainless Steel Induced by High-Current Pulsed Electron Beam Surface Irradiation [J]. ISIJ Int, 2008, 48: 235-239.

[2] Zou J X, Grosdidier T, Zhang K M, et al. Cross-Sectional Analysis of the Graded Microstructure in an AISI D2-Steel Treated with Low Energy High-Current Pulsed Electron Beam [J]. Appl Sur Sci, 2009, 255: 4758-4764.

[3] Proskurovsky D I, Rotshtein V P, Ozur G E, et al. Pulsed Electron-Beam Technology for Surface Modification of Metallic Materials [J]. J Vac Sci Technol A, 1998, 16(4): 2480-2488.

[4] Klug H P, Alexander L E. X-Ray Diffraction Procedures for Poly-Crystalline and Amorphous Materials [M]. New York: Wiley, 1974: 661.

[5] Christian J W, Mahajan S. Deformation Twinning [J]. Prog Mater Sci, 1995, 39: 1-157.

[6] Venables J A, Reed-Hill R E, Hirth J P, et al. Deformation Twinning [M]. New York: Gordon and Breach, 1964.

[7] Kibey S, Liu J B, Johnson D D. Predicting Twinning Stress in fcc Metals: Linking Twin-Energy Pathways to Twin Nucleation [J]. Acta Mater, 2007, 55: 6843-6851.

[8] Zhou J X, Qin Y, Dong C, et al. Numerical Simulation of Thermal-Mechanical Process during High Current Pulsed Electron Beam (HCPEB) Treatment [J]. J Vac Sci & Tech A, 2004, 22(3): 545-552.

[9] Proskurovsky D I, Rotshtein V P, Ozur G E, et al. Physical Foundations for Surface Treatment of Materials with Low Energy, High Current Electron Beams [J]. Sur Coat Tech, 2000, 125: 49-56.

Surface Stress Characteristics in Pure Nickel after High-Current Pulsed Electron Beam Irradiation

QIU Dong-Hua[1], CHENG Du-Qing[1], GUAN Qing-Feng[1], ZOU Guang-Tian[2]

(1. *School of Material Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang* 212013, *China*;
2. *State Key Laboratory of Superhard Materials, Jilin University, Changchun*, 130012, *China*)

Abstract: Polycrystalline nickel samples were irradiated with high-current pulsed electron beam (HCPEB). The induced deformation structures were investigated by X-ray diffraction (XRD) and scanning electron microscopy (SEM). The relationship between the stress characteristics induced by HCPEB irradiation and the deformation structures was established, and the current numerical simulation results of stress were discussed. The experimental results showed that stress with about 5 GPa had been introduced in the irradiated surface layer, which led to severe plastic deformation (e. g. , twin deformation) on the irradiated surface. Both the quasi-static thermal stress and the impact stress wave that induced by plasma pulsed explosion during the HCPEB processing are the main cause of the surface microstructure changes.

Key words: high-current pulsed electron beam; pure nickel; stress; twin deformation; microstructure