文章编号:1000-5773(2011)03-0268-07

强流脉冲电子束作用下 20 钢的微观结构状态*

李 艳[1],蔡 杰[1],邹 阳[1],万明珍[1],关庆丰[1,2]

(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:为了研究金属材料的超快变形行为,利用强流脉冲电子束(HCPEB)装置对 20 钢进行轰击,采用 X 射线衍射、光学显微镜及透射电镜等技术分析了受轰击样品的变形组织与结构。实验结果表明,强流脉冲电子束能够在材料表层诱发幅值为 1 GPa 量级的应力,快速的加热和冷却过程在近表层诱发了强烈的塑性变形,并在材料表层内形成了复杂的位错缠结结构和位错胞结构,同时还伴随位错圈等空位簇缺陷的形成,多次轰击导致局部区域形成纳米和非晶结构。HCPBE 轰击诱发的幅值极大的应力和极高的应变速率而导致的整个原子平面的位移可能是非晶结构形成的关键原因。

关键词:强流脉冲电子束;20 钢;微观结构;非晶;位错圈
中图分类号:O532.24;O347.5 **文献标识码**: A

1 引 言

极限加工条件(温度、压力、剪切应力、应变速率等)是理解固体中原子相互作用机制的重要途径,也是研究原子键合及晶体缺陷物理的重要方法[1]。在这些极限加工技术中,由于超快变形条件下的形变机制与常规变形可能会有所不同,因而备受材料科学工作者的关注;此外,超快变形在工程领域如预测材料在极限条件下的使役寿命、改变材料的物理与机械性能等方面也有着十分重要的应用背景,因此,开展超快变形条件下金属材料的结构特征与性能研究对变形理论和工程应用都有着重要的意义。

强流脉冲电子束(HCPEB)辐照是近年来广受关注的一种极限加工技术[2-3],在脉冲电子束轰击材料的瞬时过程中,较高的功率密度(10^5~10^9 W/cm^2)在非常短的时间内(几纳秒到几微秒)作用在材料的表层,造成材料表面极为快速的加热和冷却,在此过程中诱发的应力场能够引起材料表面快速而强烈的变形,并形成一些新奇的变形结构。我们前期的研究结果表明,强流脉冲电子束装置是研究超快变形条件下材料结构特征及其演化规律的有力工具[4-8]。

钢是使用最广泛的工程材料,因而其表面处理技术得到了广泛的研究。本研究利用 HCPEB 技术对 20 低碳钢表面进行轰击,重点研究 HCPEB 诱发的变形微结构,并对 HCPEB 诱发的超快变形机制进行探讨。

2 实验材料及方法

实验样品为退火态的 20 钢(0.20C,0.21Si,0.34Mn,0.015P,0.014S),金相组织为铁素体+珠光

* **收稿日期**: 2010-04-07;**修回日期**: 2010-08-31
基金项目: 国家自然科学基金(50671042);超硬材料国家重点实验室开放基金(201003);江苏大学科技创新团队及高级人才基金(07JDG032)
作者简介: 李 艳(1986—),女,硕士研究生,主要从事载能束表面改性研究. E-mail:liyan511123@yahoo.com.cn
通讯作者: 关庆丰(1963—),男,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

体。将其加工成尺寸为 14 mm×10 mm×10 mm 的样品,对其中的一个表面进行抛光,随后利用 Nadezhda-2强流脉冲电子束装置轰击抛光表面,实验条件为:电子束能量 21.6 kV,脉冲宽度 1.5 μs,能量密度 4 J/cm^2,电子束束斑尺寸为 50 mm,真空度 1.33 mPa,在样品的同一部位分别进行 1、5、10 次轰击。

利用 Rigaku D/max-2400 X 射线衍射仪(Cu K)薄膜(小角)模式对 HCPEB 处理前后样品的晶体结构进行对比分析。采用 LEICA DM-2500M 金相显微镜观察表面形貌,用 H-800 透射电镜(TEM)对变形结构进行表征。用于透射电镜观察的薄膜采用从基体一侧预减薄、凹坑减薄(Dimpling),最后进行双喷电解减薄的方法制备而成。

3　实验结果与分析

3.1　温度场的数值模拟

许多研究者都对 HCPEB 辐照金属材料表面的物理模型及温度场模拟方面进行了研究,这里不再重复,详细的模拟过程请参阅文献[2,9]。图 1 为 0～40 μm 深度范围、0～2 μs 时间范围内碳钢的温度分布曲线,由图 1 得知,材料近表层温度已经超过了碳钢的熔点,HCPEB 处理引起的热影响区在 10 μm 以下,另外,熔化的开始时间为 0.6 μs,熔化开始的位置位于表面下方 0.25 μm 处。加热速率为10^8 K/s 数量级,冷却速率为 10^6 K/s 数量级。

3.2　表面形貌

图 2 为 HCPEB 辐照后直接观察得到的典型表面金相形貌。从图 2 中可以清楚地看出,HCPEB 轰击后样品表面形成了大量弥散的火山坑状的熔坑形貌,其尺寸从几十微米到一百微米不等,分布没有明显的规律,通过对大量熔坑照片的分析和统计,可以确定熔坑的数量密度为 10^2/mm^2 量级,表明此时表面确有熔化现象发生。根据数值模拟结果和以往的研究结果[9],这些熔坑是由于亚表层首先熔化,随后向外喷射而形成的。此外,许多晶粒内部出现了稠密的滑移带,有些晶粒内的滑移带甚至彼此相交,表明 HCPEB 辐照在材料表层诱发了强烈的塑性变形。需要指出的是,图 2 中还出现了另外两种条带结构,一种是边界比较弯曲、内部晶粒非常细小的变形条带,另一种是白色的条带 (White Band),其内部有许多微熔坑沿白带排成直线。这两种变形条带能够穿越多个晶粒,与此不同的是滑移带却都被局限于某一晶粒内部,以往的文献通常都将具有这种特征的现象称为剪切变形局域化[10],这些条带结构被称为绝热剪切带 (Shear Band)。通常绝热剪切带发展为两侧晶粒的强烈形变带,中间为熔化后再结晶的等轴微晶,但图 2 中变形条带两侧未见强烈形变痕迹,与以往文献中典型的剪切带结构有一定的差别,因此是否为剪切带结构尚需进一步实验验证。

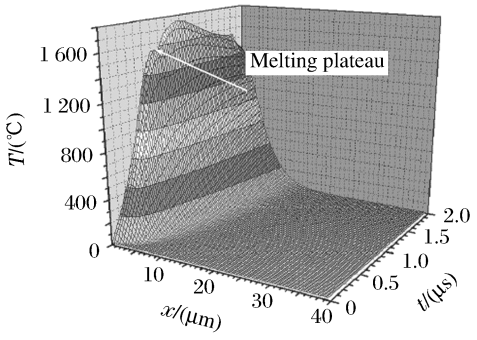


图 1　电子束辐照后碳钢的温度分布及其演变

Fig. 1　Temperature distribution of carbon steel at different positions and different times

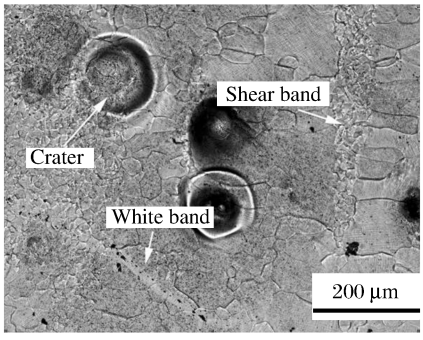


图 2　10 次 HCPEB 辐照后 20 钢表面金相形貌

Fig. 2　Top view of 0.20%C steel surface produced after 10 pulses HCPEB irradiation

3.3 表层应力特征

图 3(a)为不同脉冲次数强流脉冲电子束处理前后 20 钢的 X 射线衍射图。由图 3(a)可见，与原始样品比较，HCPEB 处理后样品的衍射峰向小角方向发生了微小的偏移，说明表面层有残余拉应力存在。根据 X 射线衍射峰的偏移程度，可以大致估算 HCPEB 表面改性后材料内部的宏观残余应力[5]

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

式中：E、ν 分别为弹性模量和泊松比，对于低碳钢，E = 206 GPa，ν = 0.3。假设某晶粒中的(110)晶面正好与热应力方向相垂直，在 HCPEB 处理前晶粒处在无应力状态下，其晶面间距为 d_0，在应力 σ(110)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 HCPEB 不同脉冲次数处理后样品表层的残余应力，如图 3(b)所示。1 次脉冲后样品表面的残余应力为 σ = 1.92 GPa；5 次和 10 次脉冲处理后，σ = 1.51 GPa。由此可以看出，HCPEB 处理后，材料表面层积聚的残余应力值达到吉帕量级。图 3(c)为 1 次轰击样品横截面的扫描电镜(SEM)像，可以看出在距轰击表层约 10 μm 处的局部区域形成了裂纹，进一步表明 HCPEB 处理确实在辐照表层诱发了幅值极高的拉应力。

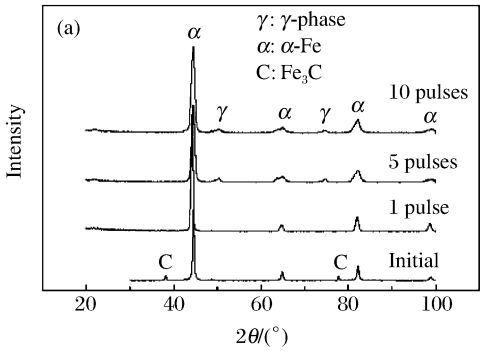


图 3(a) 不同脉冲次数 HCPEB 处理前后 20 钢的 XRD 分析

Fig. 3(a) XRD patterns of 0.20%C carbon steel specimens before and after different pulses of HCPEB irradiation

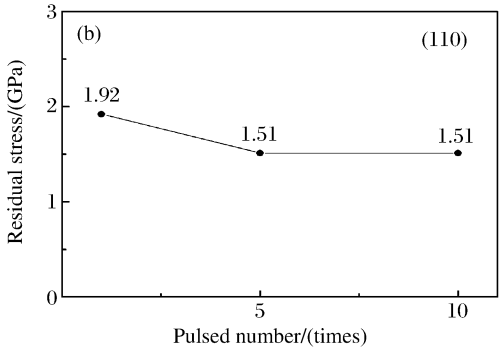


图 3(b) 表面残余应力分布

Fig. 3(b) Residual stress distribution on the surface

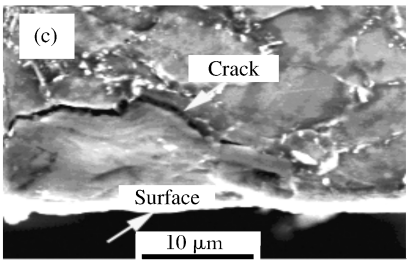


图 3(c) 1 次轰击样品的横截面 SEM 像

Fig. 3(c) Cross-section SEM image of 0.20%C steel after 1-pulse HCPEB irradiation

3.4 变形微结构

图 4(a)为辐照前样品中的珠光体区域的透射电镜(TEM)像，图 4(b)显示 HCPEB 轰击后珠光体中渗碳体(Fe_3C)变细；一些渗碳体出现折断和弯曲现象，在图 4(b)箭头所示渗碳体与铁素体边界区域形成了弯曲轮廓的衬度特征，根据文献[11]，这种弯曲轮廓衬度的形成是外加应力作用下材料内部的弹性变形诱发晶体点阵产生扭曲的结果，弯曲轮廓的曲率(χ)能够反映出应力场幅值(σ_r)的大小，据此可以计算出渗碳体与铁素体边界区域的残余应力场幅值超过 500 MPa，再一次证明 HCPEB 轰击在材料表面层积聚了巨大的宏观残余应力。珠光体中铁素体区域内主要由尺寸小于 0.1 μm 的圆形位错胞组成。

在铁素体区域,伸长的位错胞(图 5(a))及位错缠结结构(图 5(b))是最为典型的变形结构。需要指出的是在伸长的位错胞内位错密度很低,但却形成了密度很高的黑点缺陷,其尺寸很小,在 10 nm 以下,如图 5(a)所示,选区电子衍射图(图 5(a)中的插图)显示,黑点缺陷并未引起该区域衍射花样的明显变化。根据以往的研究结果,这些黑点缺陷为空位型 Frenkel 位错圈[12];图 5(b)清晰地显示在位错缠结区域同样也可形成位错圈结构(图 5(b)中箭头所指区域)。Yasunaga 等人[12]曾经在超高应变速率机械变形条件下 V、Nb 等体心立方(bcc)金属中也发现过大量小尺寸空位位错圈的形成,并认为这些空位簇缺陷是高速塑性变形的主要特征,这表明 HCPEB 轰击确实在材料表层诱发了超快的塑性变形。铁素体区域中另一种有趣的变形结构如图 5(c)所示,一些位错线沿[111]晶向平行排列,曾经在 HCPEB

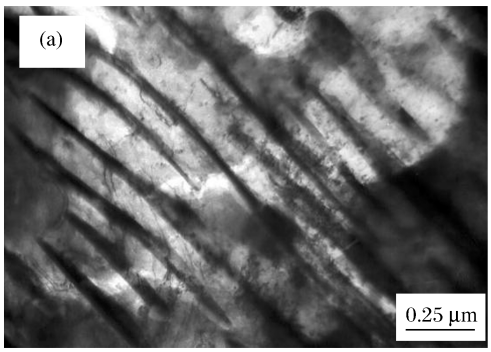


图 4(a)　原始样品的 TEM 像

Fig. 4(a)　TEM images of the original sample before HCPEB irradiation

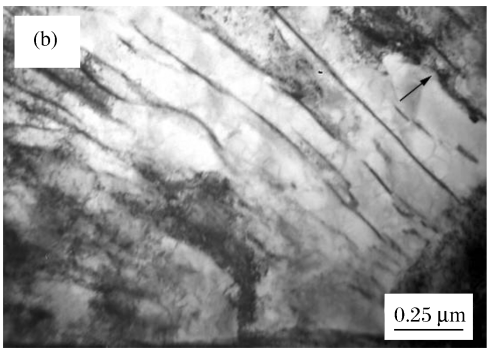


图 4(b)　HCPEB 轰击后 20 钢表层的 TEM 像

Fig. 4(b)　The near surface zone of the 0.20% carbon steel after HCPEB irradiation

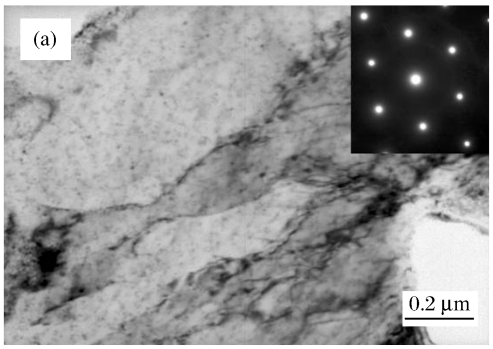


图 5(a)　伸长位错胞及黑点缺陷

Fig. 5(a)　Elongated dislocation cells and black spots observed

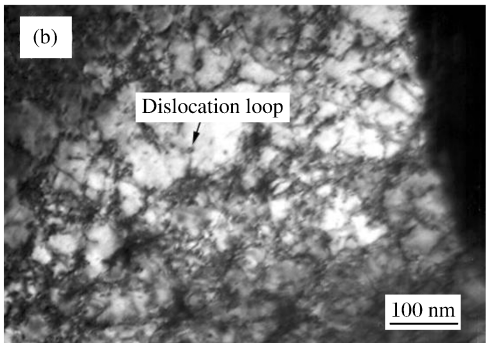


图 5(b)　位错胞及位错圈(箭头所示)

Fig. 5(b)　Dislocation cell and dislocation loops observed

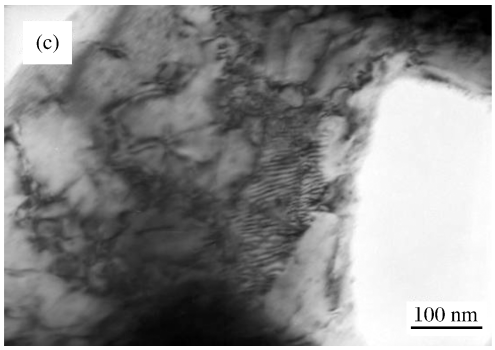


图 5(c)　平行排列的位错线结构

Fig. 5(c)　Dislocations array along a sliding crowdion to form straight lines

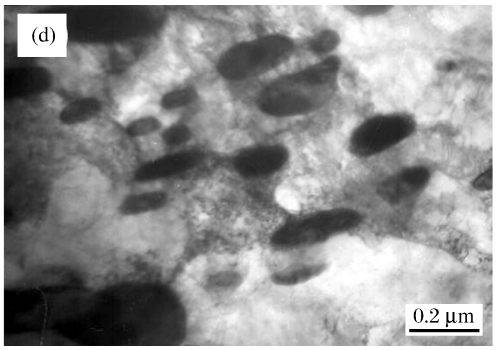


图 5(d)　团球形渗碳体颗粒

Fig. 5(d)　Rounded cementites particles

轰击的多晶 Al 中也观察到过类似的结构[13]，分析显示这种变形结构是由于填隙原子簇优先地沿某一〈111〉原子密排方向运动而聚集并诱发应变场，随后空位簇沿着应变场方向运动，沿着位错线运动的空位簇的聚集导致了高密度空位区域的形成，而在该区域周围便会留下大量与〈111〉应变场方向相同的平行位错结构。此外，在伸长的位错胞区域还经常观察到团球状 Fe_3C 颗粒，有报道显示团球状 Fe_3C 颗粒的形成将导致低碳钢硬度的增加，并提高材料的耐磨性[14]。

令人吃惊的是在 HCPEB 轰击 20 低碳钢的表层区域形成了非晶结构，如图 6 所示。图 6 显示非晶区域的选区电子衍射图为弥散的圆环，为典型的非晶结构衍射花样；而非晶边缘区域的选区电子衍射图则为纳米结构的衍射环和单晶衍射斑点的混合花样，经标定纳米结构的衍射环是由奥氏体和渗碳体双相共同诱发的，强的单晶衍射斑点为 α-Fe，说明 HCPEB 轰击后，纳米奥氏体和纳米渗碳体可从 α-Fe 基体中析出。从图 6 可以直接测量出纳米颗粒的尺寸，大约在 5～15 nm 之间。

就我们所知的范围而言，在 Fe-C 合金中观察到非晶结构的实验证据十分少见，Meyers 等曾经在应变速率达到 $10^4\ s^{-1}$ 的高速变形 304 不锈钢的剪切带中观察到非晶和纳米结构[10]，其结果与本研究中的图 6 十分类似，他们认为剪切带中的加热和冷却时间极短，对非平衡结构的形成极为有利，并从自由能的角度证实了非晶和纳米非平衡结构的形成可能性。Gleiter 等通过分析纳米结构尺寸与非晶结构之间的关系认为[15]，当局部区域的纳米颗粒尺寸低于临界尺寸时，将会形成非晶结构，纳米材料及相关的非晶材料自由能的数值模拟结果表明[15]，在临界尺寸以下，纳米结构将会向非晶结构转变，因为此时非晶结构显示出具有较低的自由能，因此纳米结构是不稳定的。

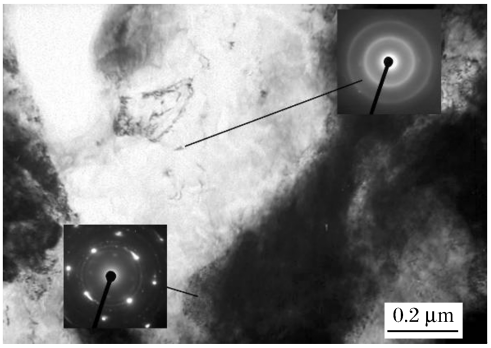


图 6 非晶及纳米结构以及各自区域的选区电子衍射图

Fig. 6 Amorphous and nanocrystalline regions and respective diffraction patterns

实验结果表明，HCPEB 轰击除了造成材料表面极为快速的加热和冷却以外，材料表层残余应力的幅值达到吉帕量级，这意味着 HCPEB 轰击相当于在材料表面施加了幅值和应变速率都极高的外加应力，在如此之高的应力作用下，利用常规理论分析或约束现有实验结果可能是不合适的，至少是不完全的。因此本实验条件下的超高速加热和冷却似乎并不是非晶结构形成的唯一原因，我们认为幅值极高的应力和超高的应变速率在非晶和纳米结构的形成过程中也应该发挥十分重要的作用。Kiritani [16] 在利用超高速机械变形研究纯 Al 的变形机制时发现，变形过程中很少观察到位错的出现，也几乎观察不到位错滑移的痕迹，但在变形过程中却伴随着密度极高的堆垛层错四面体(SFT)空位簇缺陷的形成，而按照常规的塑性变形理论无法解释 Al 中形成 SFT 的实验现象，据此 Kiritani 提出了无位错塑性变形机制[16]。虽然这一理论未能获得广泛的接受，但我们的实验结果却似乎支持这一观点，按照这一理论，我们的实验结果可解释如下：当脉冲电子束辐照靶材时，由于剧烈的温度变化，沿入射束方向会产生极为陡峭的温度梯度，表面的热膨胀将受到基体横向的束缚，形成表面热应力，进而在近表层产生大量的结构缺陷，提高材料的屈服强度。随后进行的脉冲辐照与之前形成的结构缺陷相互作用继续强化靶材，所以随轰击次数的增加由于横向热膨胀的限制变得更加强烈，因此多次轰击将产生更大的应力，使材料内部产生极高的内应力，足以造成材料表层产生强烈的塑性变形。在高应力的作用下，变形过程中受辐照表面层中的所有原子都将转变为发生位移的状态，而不是通常情况下只有位错核心附近的原子参与变形，这样就会形成更多的包含无序原子的区域，该区域中的原子就像晶界和位错核心附近的原子一样无序，增加了非晶和纳米结构形成的可能性，本实验中的纳米结构和非晶结构的形成可能与此有关。

4 结　论

(1) 利用数值模拟,得到了温度场的分布曲线,分别计算出了熔化开始的位置(0.25 μm)、热影响区范围(10 μm)、升温速率(10^8 K/s)、降温速率(10^6 K/s)。

(2) HCPEB 能够在材料表层诱发幅值为 1 GPa 量级的应力,快速的加热和冷却过程在近表层诱发了强烈的塑性变形,并在材料表层内形成了复杂的位错缠结结构和伸长位错胞结构,同时还伴随位错圈等空位簇缺陷的形成。

(3) 多次轰击导致局部区域形成纳米和非晶结构。HCPEB 瞬间加热和冷却诱发幅值极大的应力和极高的应变速率,导致整个原子平面产生位移,可能是非晶结构形成的主要原因。

References:

[1] Bourne N K, Gray G T, Millett J C. On the Shock Reponse of Cubic Metals [J]. J Appl Phys, 2009, 106(09): 1301.

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

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

[4] 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.

[5] Qiu D H, Cheng D Q, Guan Q F. Surface Stress Characteristics in Pure Nickel after High-Current Pulsed Electron Beam Irradiation [J]. Chinese Journal of High Pressure Physics, 2009, 23(5): 321-326. (in Chinese)
邱冬华,程笃庆,关庆丰,等. 强流脉冲电子束处理后纯镍表面应力特征 [J]. 高压物理学报, 2009, 23(5): 321-326.

[6] Cheng D Q, Guan Q F, Zhu J. Surface Nanocrystallization Mechanism in Pure Nickel Induced by High-Current Pulsed Electron Beam [J]. Acta Phys Sin, 2009, 58: 7300-7306. (in Chinese)
程笃庆,关庆丰,朱　健. 强流脉冲电子束诱发纯镍表面纳米晶结构 [J]. 物理学报, 2009, 58: 7300-7306.

[7] Guan Q F, An C X, Qin Y. Microstructure Induced by Stress Generated by High-Current Pulsed Electron Beam [J]. Acta Phy Sin, 2005, 54: 3927-3933. (in Chinese)
关庆丰,安春香,秦　颖,等. 强流脉冲电子束诱发产生的微观结构应力 [J]. 物理学报, 2005, 54: 3927-3933.

[8] Guan Q F, Zhang Q Y, Dong C. Deformation Twining in Single-Crystal Aluminum Induced by High-Current Pulsed Electron Beam [J]. J Mater Sci, 2005, 40: 5049-5052.

[9] Qin Y, Wang X G, Dong C. Temperature Field and Formation of Crater on the Surface Induced by High Current Pulsed Electron Beam Bombardment [J]. Acta Phys Sin, 2003, 52: 3043-3048.

[10] Meyers M A, Xu Y B, Xue Q. Microstructural Evolution in Adiabatic Shear Localization in Stainless Steel [J]. Acta Mater, 2003, 51: 1307-1325.

[11] Ivanov Y F, Gromov V E, Konovalov S V. Electron-Beam Modification of the Pearlite Steel [J]. Arab J Sci Eng, 2009, 34: 219-229.

[12] Yasunaga K, Iseki M, Kiritani M. Dislocation Structures Introduced by High-Speed Deformation in bcc Metals [J]. Mater Sci Eng A, 2003, 350: 76-80.

[13] Guan Q F, Cheng D Q, Qiu D H. The Vacancy Defect Clusters in Polycrystalline Pure Aluminum Induced by High-Current Pulsed Electron Beam [J]. Acta Phys Sin, 2009, 58: 4846-4832. (in Chinese)
关庆丰,程笃庆,邱冬华. 强流脉冲电子束诱发纯多晶铝的空位簇缺陷 [J]. 物理学报, 2009, 58: 4846-4832.

[14] Pogrebnjak A D, Ivanov Y F, Lebed A G. Effect of Intense Pulse Ion Beam on Carbon Steel and Stainless Steel Properties [J]. Metallofizika Noveishie Tekhnolog Ⅱ, 2000, 10: 18-24.

[15] Gleiter H. Nanostructured Materials: Basic Concepts and Microstructure [J]. Acta Mater, 2000, 48: 1-29.
[16] Kiritani M. Dislocation-Free Plastic Deformation under High Stress [J]. Mater Sci Eng A, 2003, 350(1-2): 1-7.

The Microstructures in 0.20%C Carbon Steel Induced by High-Current Pulsed Electron Beam

LI Yan[1], CAI Jie[1], ZOU Yang[1], WAN Ming-Zhen[1], GUAN Qing-Feng[1,2]

(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: In order to investigate superfast deformation behavior of metal, annealed 0.20%C carbon steel was irradiated with high-current pulsed electron beam (HCPEB). The microstructures of irradiated samples were investigated by using X-ray diffraction (XRD), optical microscopy and transmission electron microscopy (TEM). The experimental results showed that stress of about 1 GPa order was introduced in the irradiated surface layer, which led to severe plastic deformation on the irradiated surface. Both of the complicated configurations of tangle dislocations and dislocation cells were formed within the sublayer. Simultaneously, dislocation loops companied with the dislocations configurations were also produced. In the situation of multi-pulses, characterization by TEM also revealed that the sublayer consisting of some region with the glassy and nanocrystalline structure. It is suggested that the high-level stress and strain rate induced by HCPEB irradiation could cause the shifting of whole atomic planes synchronously. This is the more possible mechanism of the formation of the glassy and nanocrystalline structure.

Key words: high-current pulsed electron beam; 0.20%C carbon steel; microstructure; amorphous structure; dislocation loop