文章编号:1000-5773(2010)06-0461-06

强流脉冲电子束作用下纯镍表层中织构及结构缺陷的演化行为*

李 艳[1],顾倩倩[1],邱冬华[1],彭冬晋[1],关庆丰[1,2]

(1.江苏大学材料学院,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)装置对金属纯 Ni 进行轰击,采用 X 射线衍射及透射电子显微镜(TEM)技术详细分析了受轰击样品的变形结构和缺陷。X 射线衍射分析表明,经强流脉冲电子束处理后,在{111}和{200}晶面出现了择优取向。TEM 表层微观结构分析表明:强流脉冲电子束轰击 1 次和 5 次后,晶粒内部形成了大量的(111)[112] 型波状条带结构,在波状条带内部包含大量平行的(200)[110] 型微条带;10 次轰击后,样品变形结构发生变化,除大量的条带状结构外,变形孪晶的数量明显增多。这些变形微结构不仅影响表层的织构演化行为,而且还能细化晶粒,强流脉冲电子束技术为制备表面纳米材料提供了一条有效的途径。

关键词:强流脉冲电子束;纯镍;织构;位错墙;结构缺陷
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)是近年来出现的一种新型材料载能束表面改性技术[1-2],受到材料科学工作者的广泛关注。在脉冲电子束轰击材料的瞬时过程中,较高的能量(10^8~10^9 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地加热和冷却,在此过程中诱发的应力场能够诱发幅值极大、应变速率极高的应力[3],使材料表面发生快速而强烈的变形,从而造成特殊的改性效果,尤其是表面摩擦性能及抗腐蚀性能得到明显改善[1-2]。有些文献显示织构的形成和晶粒细化对表面性能的改善起着至关重要的作用[4-5]。因此,为了更加深刻地理解材料的载能束表面改性机制,有必要对 HCPEB 处理后材料表面微结构尤其是结构缺陷的演化行为进行深入的研究。

为了降低分析的难度,本研究利用 HCPEB 对结构简单的面心立方(fcc)金属纯 Ni 进行轰击,详细分析 HCPEB 轰击诱发的微观结构缺陷及织构的演化过程。

2 实验方法

选择纯镍(99.9%)为实验材料,利用电火花线切割制成 10 mm×10 mm×6 mm 的样品,表面轰击前在真空炉中进行退火处理,退火温度为 700 ℃,保温 2 h,退火后晶粒尺寸约为 30 μm。将样品磨光、抛光后的表面在 Nadezhda-2 型强流脉冲电子束装置上进行表面轰击,实验参数为:电子束能量为21.6 keV,

* **收稿日期**:2009-11-02;**修回日期**:2010-06-22
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,从事表面改性及微结构研究. E-mail:guanqf@ujs.edu.cn

能量密度约为 4 J/cm^2，轰击次数分别为 1、5 和 10 次。利用 Rigaku D/Max-2500/pc 型 X 射线衍射仪对 HCPEB 处理前后样品表面的取向行为进行分析(薄膜模式)；表层微结构分析在 JEOL-2100 透射电镜(TEM)下进行。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 实验结果及分析

3.1 X 射线衍射分析

图 1 为不同脉冲次数强流脉冲电子束处理前后纯镍的 X 射线衍射图。由图 1 可以看出 HCPEB 处理前后各衍射峰的强度都发生了明显的变化，表明 HCPEB 处理导致材料表面出现了择优取向。可以用织构系数来判定处理后表层组织的择优取向[6]

$$T_{hkl}=\frac{I_{hkl}/I^0_{hkl}}{(1/n)\sum_{h'k'l'}(I_{h'k'l'}/I^0_{h'k'l'})} \tag{1}$$

式中：I_{hkl} 是表面处理后 (hkl) 晶面的衍射强度，I^0_{hkl} 是未处理样品 (hkl) 面的衍射强度，n 为所考虑的衍射峰的数目。选择(111)、(200)和(220) 3 组晶面进行计算，计算结果列于表 1。由表 1 可见，HCPEB 处理后纯镍样品在(111)和(200)晶面出现择优取向，10 次轰击后，(200)晶面择优取向稍有减弱，而(111)晶面的择优取向有所增强。

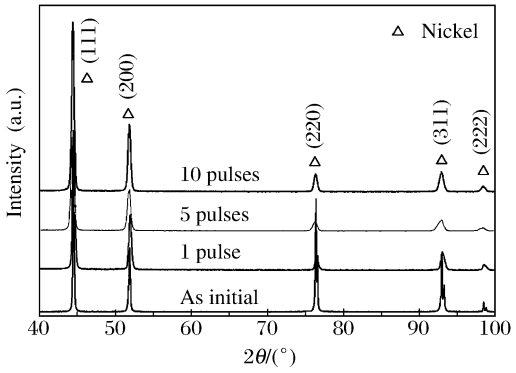


图 1 HCPEB 处理前后纯 Ni 样品的 X 射线衍射分析

Fig. 1 The X-ray diffraction patterns of the specimen before and after different pulse HCPEB treatments

表 1 不同脉冲次数 HCPEB 处理后各晶面织构系数

Table 1 Texture coefficients of reflection planes after different HCPEB treatments

Pulse number	(111)	(200)	(220)
1	1.287	1.491	0.222
5	1.243	1.552	0.206
10	1.316	1.464	0.220

我们注意到，HCPEB 处理后 Bragg 衍射峰明显宽化，一般来讲晶粒的细化、缺陷密度的提高以及材料内部存在较高的微观应力都可以导致衍射峰的宽化。这表明 HCPEB 处理后在材料表层诱发了极为复杂的应力场，导致材料表层发生了强烈的塑性变形[7]，并使材料表层晶粒细化。

3.2 TEM 分析

图 2 为 1 次 HCPEB 轰击后样品表层内形成的变形结构的 TEM 照片。从图 2 可以看出 1 次 HCPEB 轰击后，样品中位错即有聚集成堆的现象出现，且形成了位错胞(图 2(a))，位错胞的尺寸为微米级。胞壁上位错密度极高，而胞内位错密度很低。电子衍射图显示位错胞之间并未显现出明显的晶体取向的差别，这种形貌是由于普通的塑性变形造成的[8]。除图 2(a)的位错胞外，许多区域在晶粒内形成大量的波状条带胞结构，图 2(b)为接近[110]取向下波状条带的 TEM 照片，从图 2(b)中可以看出这些波状条带大体平行，宽度大约为 100 nm，其内部形成大量彼此平行的间距约为 10 nm 的微条带。这些微条带与波状条带边界之间呈固定的角度，开始于波状条带边界一侧，终止于另一侧。不同晶粒中的波状变形条带和微条带在不同取向进行观察都呈现出大体相同的形貌特征，即边界平直，彼此平行，

因此可以确定这些条带边界为理想的面缺陷[9]。选区电子衍射图(图 2(b)中的插图)显示波状条带边界与(111)衍射斑点和中心斑点的连线垂直,表明初始条带边界属于{111}晶面。

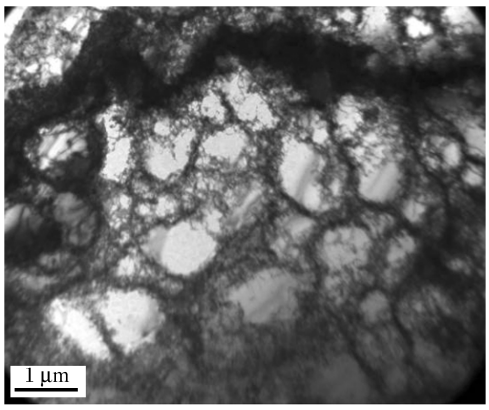


图 2(a)　一次轰击样品中的位错胞

Fig. 2(a)　The dislocation cells in the sample after 1 HCPEB irradiation pulse

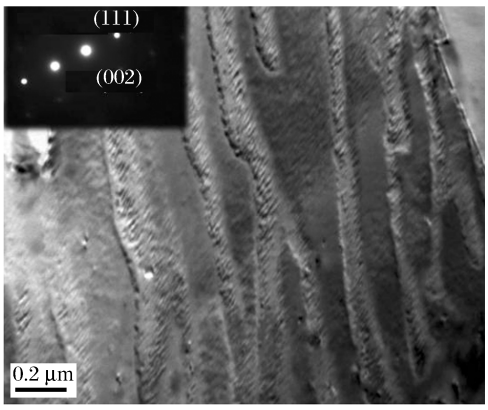


图 2(b)　一次轰击样品中的波状条带结构

Fig. 2(b)　The "wavy bands" in the sample after 1 HCPEB irradiation pulse

图 3(a)为 5 次轰击样品中典型的[110]取向下变形结构的 TEM 像,从图 3(a)可以看出,晶粒内部出现了大量的互相平行的波状条带结构,波状条带间距约为 150 nm,条带之间没有明显的取向差。图 3(b)为在 10 次轰击样品中观察到的波状变形条带的 TEM 像,从图 3(b)可以看出,此时条带边界的投影宽度很小。大量的实验分析显示〈110〉取向波状条带边界的投影宽度最大 (图 2(b))。与 1 次轰击样品一样,波状条带内部也充满彼此平行间距很小(约 10 nm)的微条带,这些微条带与波状条带长轴相交,将原始晶粒分割成尺寸很小的小块结构;不同的是多次轰击时已基本观察不到如图 2(a)所示的位错胞结构,这预示着此时 HCPEB 诱发的塑性变形机制与普通的塑性变形机制完全不同。

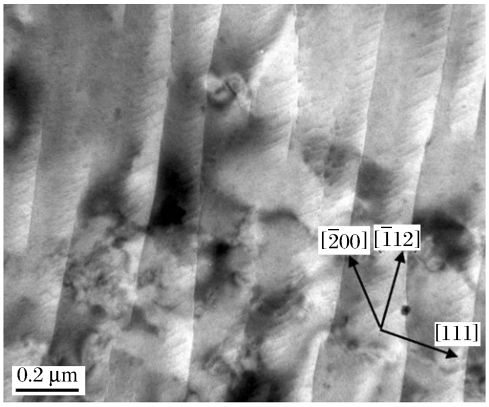


图 3(a)　5 次轰击样品中的变形条带

Fig. 3(a)　The deformation bands in the sample after 5 HCPEB irradiation pulses

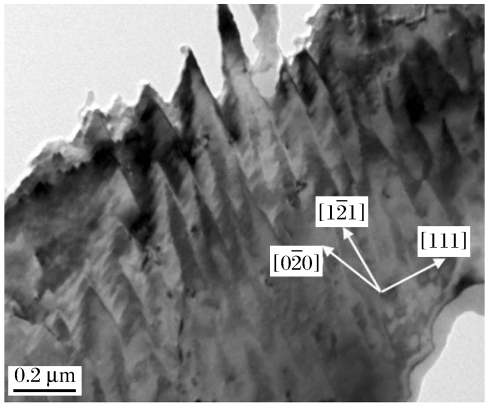


图 3(b)　10 次轰击样品中的变形条带

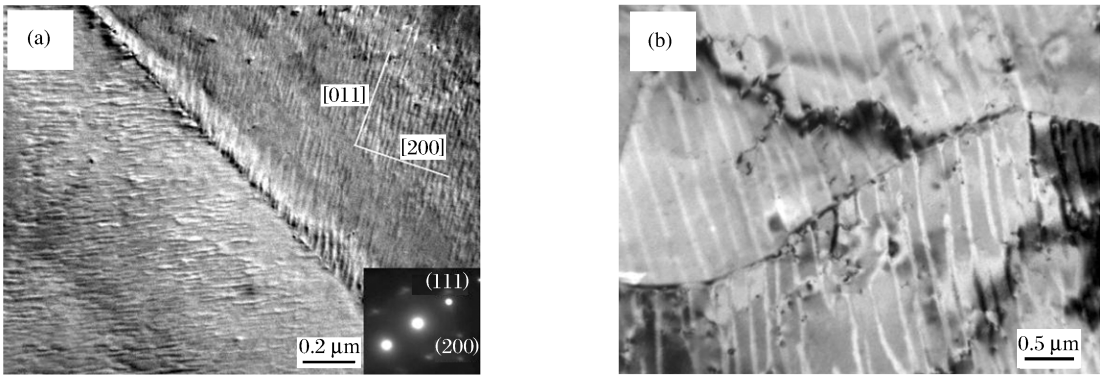
Fig. 3(b)　The deformation bands in the sample after 10 HCPEB irradiation pulses

选区电子衍射分析显示,图 3(a)、图 3(b)中的波状条带长轴界面平行于(111)晶面,长轴方向与[$\bar{1}$12]晶向平行,这与面心立方中的孪生变形的晶体学特征完全相同,因此这种变形结构属于(111)[112]型剪切变形。而波状条带内的微条带则属于(200)[110] 型。

微条带并不仅限于在波状条带中出现,在某些晶粒中也可以单独形成微条带结构,如图 4(a)所示,晶界两侧微条带的方向有很大的改变。与此不同的是晶界对波状变形条带的方向却没有太大的影响,如图 4(b)所示,波状变形条带在穿过晶界时仍然保持连续,其方向仅有微小的改变。

上述形貌特征与 Meyers 等人在激光冲击诱发的单晶 Cu 中的变形结构极为相似[10]，Gray 在残余应变很高的样品中也曾观察到这种所谓的“波状亚晶粒”结构[11]，不同的是文献中亚晶粒内部是由位错缠结或位错胞结构构成的，而我们的实验结果则是波状亚晶粒内部由{200}〈110〉型微条带构成。这是一种新的实验现象，就我们所知的范围而言，还从未有过波状亚晶粒内部包含微条带这方面的实验报道。

根据 Meyers 等人的分析[9-10]，图 2 和图 3 中的波状结构是由于冲击诱发变形结构的热回复引起的，属于{111}晶面的条带边界实际上是变形孪晶界热回复的残余物，这一点从这些条带边界的晶体学特征也可得到证实。而微条带可能是由于在热回复过程中变形条带中的位错发生重排，出于满足能量最低要求所形成的稠密位错墙(DDWs)结构[8]。



(a) Micro-bands (b) Wavy bands

图 4 晶界两侧的变形条带

Fig. 4 Deformation bands at both-sides of the grain boundary

HCPEB 轰击次数增加到 10 次时，变形结构出现了一些变化，图 4 为 10 次轰击后变形结构的 TEM 像。除了波状变形条带和微条带外，10 次轰击后孪晶片的数量显著增加，并且经常成簇地出现，如图 5(a)所示。孪晶界上位错密度很高，但孪晶内部的位错密度却很低。图 5(b)中的 SAED 显示这些孪晶片界面都属于典型的(111)[112] 型，其间不包含微条带亚结构。由于 HCPEB 在表层产生加热和冷却速度极快，因此我们认为这些内部没有微条带的孪晶片很有可能是未发生热回复效应的变形孪晶。

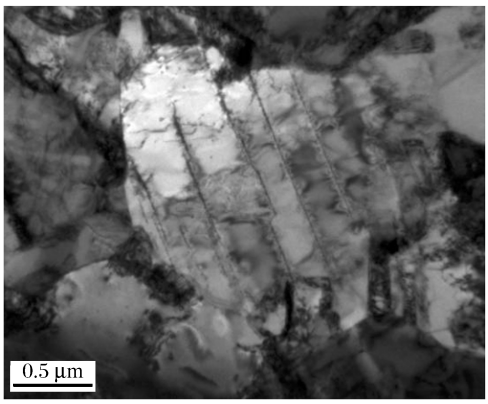


图 5(a) 10 次轰击样品中的孪晶簇结构

Fig. 5(a) Deformation twins of pure nickel after HCPEB treatment of 10 pulses

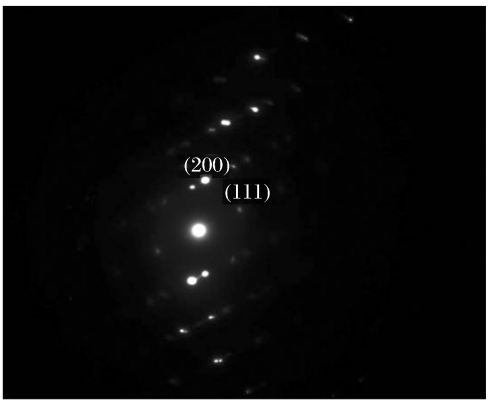


图 5(b) 图 5(a)中孪晶结构的选区电子衍射图

Fig. 5(b) Selected area electron diffraction of deformation twins in Fig. 5(a)

通过以上分析可知,经 1 次和 5 次 HCPEB 轰击后,材料表层形成了大量的{111}〈112〉型波状条带边界和{200}〈110〉型微条带边界,即产生大量的{111}和{200}型面缺陷,因而造成表层{111}和{200}晶面出现择优取向,即出现{111}和{200}织构;10 次轰击后,除了{111}和{200}型面缺陷外,{111}〈112〉孪晶显著增加,即{111}型面缺陷相对含量有所增加。因此,10 次轰击后,{200}晶面择优取向稍有减弱,而{111}晶面的择优取向则有所增强。微结构的分析结果可以很好地解释图 1 中的 X 射线衍射中织构随 HCPEB 轰击次数的演化过程。值得注意的是,变形微结构的出现不仅影响了表层的织构演化行为,同时还能够起到细化晶粒的作用。图 6(a)清楚地显示出,在 10 次轰击样品中变形条带及微条带相互交割后造成晶粒细化的过程,最终可产生晶粒尺寸在 10 nm 左右的纳米结构,如图 6(b)所示。这表明强流脉冲电子束表面处理技术为制备表面纳米材料提供了一条有效的途径。

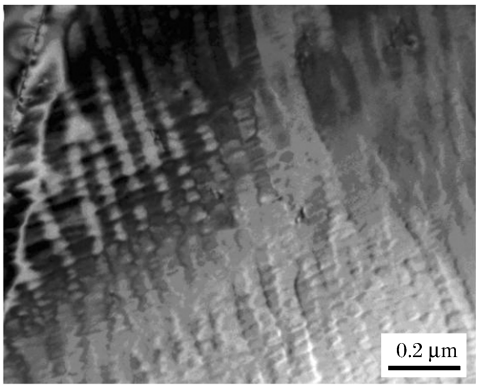


图 6(a)　10 次轰击样品中的变形条带互相交割

Fig. 6(a)　Intersecting of deformation bands in pure nickel after HCPEB treatment of 10 pulses

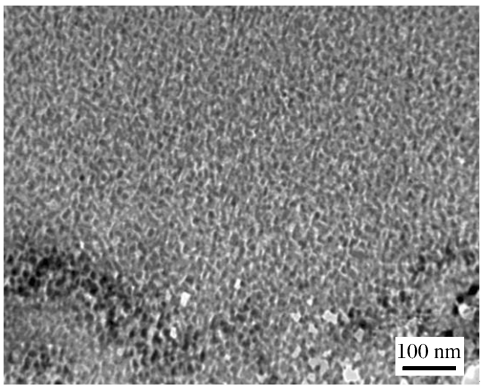


图 6(b)　10 次轰击样品中形成的纳米晶粒

Fig. 6(b)　Formation of nanocrystall grains in pure nickel induced by HCPEB treatment of 10 pulses

4　结　论

利用强流脉冲电子束轰击纯镍 Ni 表面,分析了轰击后样品表面缺陷结构的演化过程,建立了表面织构与变形微结构之间的关系。分析结果表明:

(1) 1 次 HCPEB 轰击后纯 Ni 表层变形结构以位错胞和波状变形条带为主;多次轰击则以波状变形条带和孪晶为主,波状条带内镶嵌着固定取向的微条带。随轰击次数的增加,变形孪晶数量显著增加。

(2) 孪晶界、波状变形条带及微条带边界均为理想的面缺陷,孪晶界和波状变形条带属于(111)[112]型剪切变形。而波状条带内的微条带则属于(200)[110]型。

(3) HCPEB 处理后轰击表层出现(111)和(200) 织构。10 次轰击后,(200)织构稍有减弱,而(111)织构有所增强。HCPEB 轰击诱发的结构缺陷演化是形成表层织构的关键因素。

References:

[1]　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.

[2]　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]. Surface and Coatings Technology, 2000, 125: 49-56.

[3]　Qiu D H, Cheng D Q, Guan Q F, et al. 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.强流脉冲电子束作用下纯镍表面应力特征 [J].高压物理学报,2009,23(5):321-326.

[4] Zou J X,Zhang K M,Grosdidier T. Orientation-Dependent Deformation on 316L Stainless Steel Induced by High-Current Pulsed Electron Beam Irradiation [J]. Materials Science and Engineering A,2008,483-484:302-305.

[5] Grosdidier T,Zou J X,Stein N,et al. Texture Modification,Grain Refinement and Improved Hardness/Corrosion Balance of a Fe-Al Alloy by Pulsed Electron Beam Surface Treatment in the "Heating Mode" [J]. Scripta Materialia,2008,58:1058-1061.

[6] Lee D N. A Model for Development of Orientation of Vapor Deposits [J]. J Mater Sci,1989,24:4375-4378.

[7] 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.

[8] Tao N R,Wang Z B,Tong W P,et al. An Investigation of Surface Nanocrystallization Mechanism in Fe Induced by Surface Mechanical Attrition Treatment [J]. Acta Materialia,2002,50:4603-4616.

[9] Huang X. Grain Orientation Effect on Microstructure in Tensile Strained Copper [J]. Scripta Materialia,1998,38(11):1697-1703.

[10] Meyers M A,Gregori F,Kad B K,et al. Laser-Induced Shock Compression of Monocrystalline Copper:Characterization and Analysis [J]. Acta Materialia,2003,51:1211-1228.

[11] Gray G T. Influence of the Shock-Induced alpha-Epsilon Transition in Fe on Its Post-Shock Substructure Evolution and Mechanical Behavior [A]//Meyers M A,Murr L E,Staudhammer K P. Shock-Wave and High-Strain-Rate Phenomena in Materials [C]. NY:Marcel Dekker Inc,1992:89-90.

Texture and Structural Defect Evolution of Pure Nickel Subjected to High-Current Pulse Electron Beam Irradiation

LI Yan[1],GU Qian-Qian[1],QIU Dong-Hua[1]
PENG Dong-Jin[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:The specimens of polycrystalline nickel were irradiated with high-current pulsed electron beam (HCPEB). Surface textures and structural defects of irradiated nickel were investigated by using X-ray diffraction (XRD) and transmission electron microscopy (TEM). The XRD results show that the characteristics of preferential orientation {111} and {200} are presented after HCPEB treatments. While the treating pulses were chosen as 1 and 5 times,the surface microstructure changes after irradiation was analyzed by TEM. Within the surface layer the (111)[112] type of wave shear bands are formed in the interior of grains. Large numbers of (200)[110] types of micro-bands parallel each other embed in the wave bands. After 10 pulses,the deformation structure changed prominently. Besides the wave bands,the number of deformation twins increase evidently. The formation of these deformation structures has a significant effect both on the evolution of surface textures and grains refinement. It is suggested that HCPEB technique is becoming an effective approach to fabricate surface nanocrystalline materials.

Key words:high-current pulsed electron beam;pure nickel;texture;dislocation wall;structural defect