

# 强流脉冲电子束作用下金属纯 Cu 的 微观结构状态——变形结构\*

关庆丰<sup>†</sup> 顾倩倩 李 艳 邱冬华 彭冬晋 王雪涛

(江苏大学材料科学与工程学院, 镇江 212013)

(2010年4月1日收到; 2010年12月6日收到修改稿)

为了研究金属的超快变形机理, 利用强流脉冲电子束(HCPEB)技术对多晶纯 Cu 进行了辐照处理, 并利用透射电子显微镜对 HCPEB 诱发的表面微结构进行了表征. 实验结果表明, HCPEB 轰击多晶纯 Cu 后, 在轰击表层诱发了幅值极大的应力和极高的应变速率. 1次 HCPEB 轰击材料表层的变形结构以交滑移形成的位错胞和位错缠结结构为主; 多次轰击后平行的位错墙和孪晶是该区域的主要变形结构特征; 原子面的扩散乃至位错攀移可在晶界和孪晶界上形成台阶结构. 根据各自区域的变形结构特征, 对相应的变形机理进行了探讨.

**关键词:** 强流脉冲电子束, 多晶 Cu, 变形结构, 孪晶

**PACS:** 61.72.Nn, 61.80.-x

## 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理的重要途径, 也是研究原子键合及晶体缺陷的重要方法<sup>[1]</sup>. 开展极限条件下金属材料的结构特征与性能研究, 对于更好地控制极限加工行为、预测材料在极限条件下的服役寿命以及改变材料的物理与机械性能无疑是至关重要的.

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, 它能够在材料表面产生极为快速的加热和冷却, 造成材料表层极为强烈和快速的变形<sup>[2]</sup>, 而超高应变速率材料的变形机理和服役行为是发展尖端科学技术中的重大材料科学问题. 因此, 认识和了解 HCPEB 辐照下材料的微观变形特征及其演化规律, 对于揭示和丰富材料的超快变形机理, 提高极限条件下材料的服役寿命以及改善材料的力学性能均具有重要的意义. 与传统方法不同, HCPEB 与材料之间的相互作用十分短暂而强烈, 造成材料表面瞬间即可出现许多新的结构<sup>[3]</sup>. 鉴于上述特点, 我们可以利用脉冲时间短的

特点研究超快变形条件下晶体缺陷不同阶段的形成与演化规律, 进而研究超快变形条件下金属材料的变形机理. 前期的研究表明<sup>[4-8]</sup>, 载能束脉冲辐照技术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.

本文利用 HCPEB 技术对多晶纯 Cu 表面进行轰击, 详细表征 HCPEB 作用下纯 Cu 表面微观结构, 着重对 HCPEB 诱发的变形结构及变形机理进行分析和探讨.

## 2. 实 验

选择退火多晶纯 Cu(纯度为 99.9%)为实验材料进行 HCPEB 表面处理, 利用电火花切割制成 10 mm × 10 mm × 6 mm 的样品. 将样品磨光、抛光后在 Nadezhda-2 型 HCPEB 装置上进行表面处理. 实验参数如下: 加速电压为 21.6 kV, 靶源距离为 80 mm, 真空度约为  $10^{-3}$  Pa, 轰击次数分别为 1, 5, 10. 轰击后表面直接在光学显微镜和扫描电子显微镜(SEM)上进行观察. 根据实验结果<sup>[7,8]</sup>及数值模拟结果<sup>[9]</sup>, HCPEB 轰击后金属材料沿电子束轰击方向形成 2—5  $\mu\text{m}$  的表层熔化区、小于 20  $\mu\text{m}$  的热影

\* 国家自然科学基金(批准号: 50671042)和江苏大学科技创新团队及高级人才基金(批准号: 07JDC032)资助的课题.

<sup>†</sup> E-mail: guanqf@ujs.edu.cn

响区和基体三个截然不同的组织区. 由于 HCPEB 轰击材料表面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), 在这种情况下材料表层由于上下单元的束缚, 自由膨胀是不可能的, 材料表层必然会产生平行于表面的热应力<sup>[9]</sup>并造成热影响区的快速变形, 因此热影响区为超快变形区. 为了保证微结构分析的样品位于变形区以内, 用于透射电子显微镜(TEM)观察的轰击表层的薄膜样品制备过程如下: 用线切割机床从 HCPEB 轰击后块体样品上沿平行于出表面方向切割厚度约为 1 mm 的薄片, 研磨辐照表面的背面至 50  $\mu\text{m}$  厚, 再采用 GATAN 656 型高精度凹坑研磨仪继续研磨至 20  $\mu\text{m}$  左右, 最后用 TENUPOL-5 型自动电解双喷减薄仪进行最终减薄, 这样可基本保证所制备的

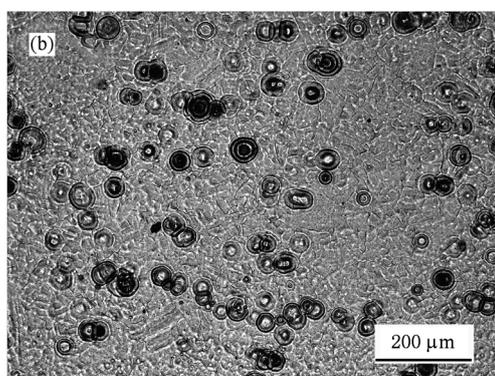
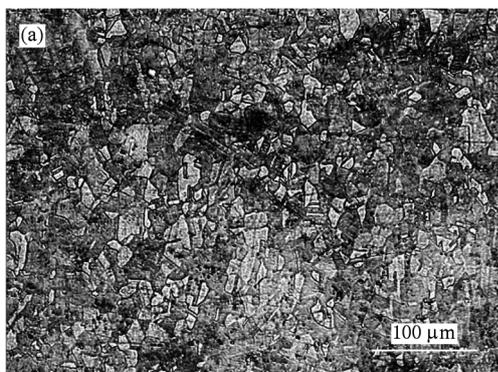


图1 辐照前后多晶 Cu 样品的金相显微镜照片 (a) 原始样品表面, (b) 10 次辐照后所形成的表面熔坑

图 1(b) 为经 HCPEB 轰击后利用金相显微镜直接观察得到的样品典型表面形貌. 从图 1(b) 可以清楚地看出, 经 HCPEB 轰击后样品表面变得粗糙, 形成了大量弥散的火山坑状的熔坑, 其尺寸从若干微米到几十微米不等. 许多研究者都对这类火山坑状的熔坑形貌进行过研究, 普遍认为, 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, 导致材料表面产生类似于火山似的喷发而形成熔坑<sup>[9]</sup>.

除表面熔坑外, 轰击表面还出现了非常丰富的变形结构, 图 2 为 HCPEB 轰击后纯 Cu 表面的 SEM 照片. 通过与未处理样品的对比可以看出, HCPEB 轰击在表面诱发了极为强烈的塑性变形. 如图 2(a) 所示, 1 次轰击即可在几乎所有的原始晶粒中形成互相平行的滑移线, 这些滑移线起始于原始晶界的一段, 终止于晶界的另一端. 图 2(b) 显示: 5 次轰击后材料表面变形更为强烈, 在有些辐照区域形成交滑移; 此外, 轰击表面还出现了较长的变形条带, 这

些条带往往能够穿越多个晶粒. 许多文献都将这种结构称为剪切带<sup>[10]</sup>, 是高应变率载荷下材料变形经常出现的一种现象, 说明变形高度集中于局部区域, 形成剪切变形局部化现象. 图 2(c) 为 5 次轰击后形成的孪晶形貌, 这些孪晶片往往成簇地出现, 预示多次 HCPEB 轰击可在纯 Cu 表面诱发孪生变形, 表明 HCPEB 轰击在材料表层诱发了幅值和应变速率都极高的剪切应力. 如图 2(d) 所示, 轰击后表层还经常出现晶界开裂的现象, 表明 HCPEB 轰击在在材料表层积聚了很大的内应力.

### 3. 实验结果及分析

#### 3.1. 表面形貌特征

TEM 样品位于轰击表面下方 10  $\mu\text{m}$  左右的超快变形区域内. 实验中使用的 SEM 型号为 JSM-5600. 利用 JEM-2100 型 TEM 观察样品的微观组织结构, 加速电压为 200 kV.

图 3 为 HCPEB 轰击后样品表层内变形结构的 TEM 照片. 从图 3(a) 可以看出, 1 次 HCPEB 轰击后主要形成位错胞结构, 位错胞的尺寸大约为 0.1—1.0  $\mu\text{m}$  量级. 胞壁上位错密度很高, 而胞内位错密度较低. 电子衍射图显示位错胞之间并未呈现出明显的晶体取向差别, 这种形貌是由于普通的较低载

#### 3.2. 变形微结构

TEM 样品位于轰击表面下方 10  $\mu\text{m}$  左右的超快变形区域内. 实验中使用的 SEM 型号为 JSM-5600. 利用 JEM-2100 型 TEM 观察样品的微观组织结构, 加速电压为 200 kV.

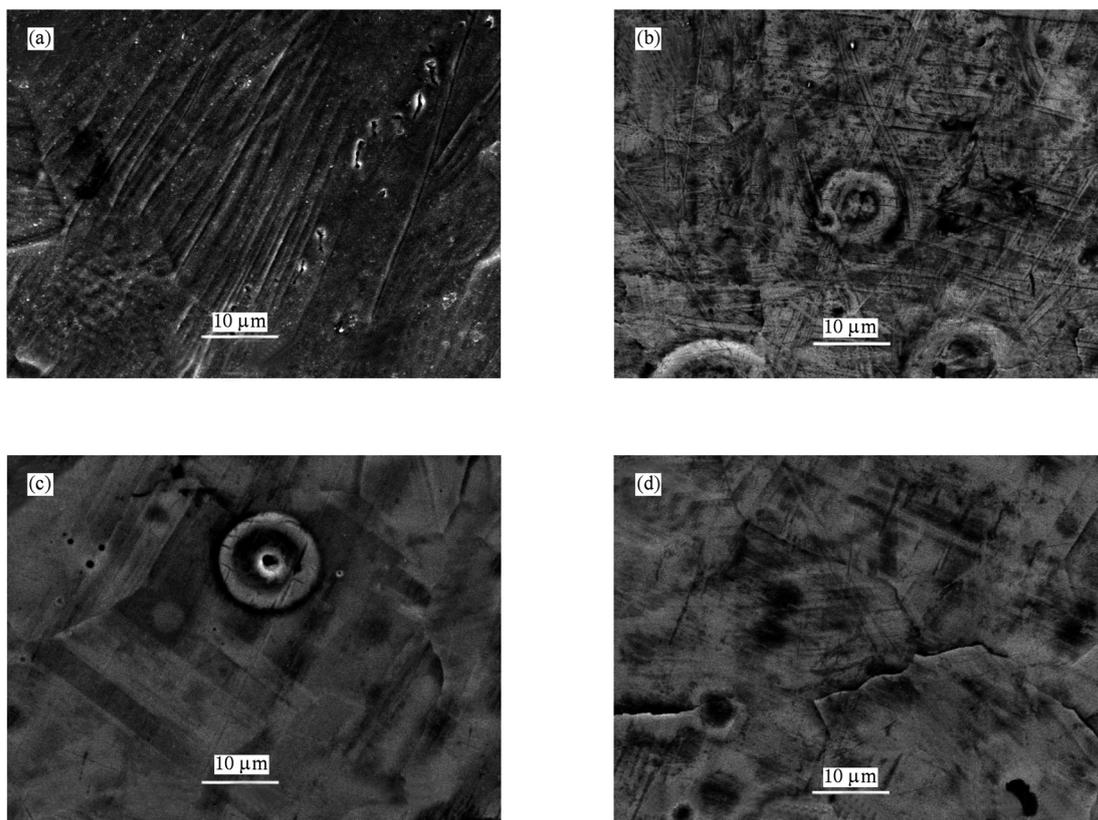


图2 HCPEB 轰击后 Cu 表面的 SEM 像 (a) 1 次轰击后的位错滑移线结构, (b) 5 次轰击后的剪切结构, (c) 5 次轰击后的孪晶结构, (d) 10 次轰击后的晶界开裂

荷塑性变形诱发形成的<sup>[11]</sup>. 多次 HCPEB 轰击后, 在所观察的样品大部分区域都形成了条带变形结构, 图 3(b) 为接近  $[110]$  取向向下条带结构的 TEM 照片. 从图 3(b) 可以看出, 这些条带彼此互相平行, 宽度在 100—200 nm 之间, 微条带开始于晶界一侧, 终止于晶界的另一侧. 从图 3(b) 还可以看出, 变形条带区域的消光轮廓 (等倾条纹) 的密度较大, 再次说明该区域内积聚了较大的内应力. 有些晶粒中的变形条带边界平直, 条带边界区域的选区电子衍射图显示条带之间没有明显的取向差, 如图 3(c) 的内插图所示. 我们注意到, 在图 3(c) 箭头所指的一些区域形成了弯曲轮廓的衬度特征. 根据文献 [12] 可知, 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发生扭曲的结果, 弯曲轮廓的曲率  $\chi$  能够反映出应力场幅值  $\sigma_r$  的大小, 据此可以计算出变形条带区域的残余应力场幅值  $\sigma_r$  超过 350 MPa. 除了图 3(c) 所示的变形条带外, 在另外一些晶粒内观察到了边界呈现波纹状形态的条带结构, 图 3(d) 的内插图中条带边界区域的选区电子衍射图显示这些波纹状条带之间有微小

的取向差. 此外, 选区电子衍射分析显示, 图 3(c), (d) 中的条带长轴界面平行于 (111) 晶面, 长轴方向与  $[\bar{1}12]$  晶向平行, 与面心立方 (fcc) 材料中孪生变形的晶体学特征完全相同<sup>[13]</sup>. 因此, 这种变形条带应属于 (111)  $[\bar{1}12]$  型剪切变形结构.

上述形貌特征与 Meyers 等<sup>[14]</sup> 在激光冲击诱发的单晶 Cu 中的变形结构极为相似, Gray<sup>[15]</sup> 在残余应变很高的样品中也曾观察到所谓的“波状亚晶粒”结构. 根据 Meyers 等<sup>[14]</sup> 的分析, 图 3 中的条带结构是由于冲击诱发变形结构的热回复引起的, 实际上是属于  $\{111\}$  晶面的条带边界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. 因此, 可以确定变形条带边界是由于热回复过程中的位错发生重排, 出于满足能量最低的要求而形成的稠密位错墙结构<sup>[11]</sup>, 其边界为理想的面缺陷<sup>[16]</sup>.

图 4 为多次 HCPEB 辐照后样品内部形成的变形孪晶片的 TEM 像. 从图 4 可以看出, 与退火孪晶不同的是这些变形孪晶往往成簇地出现, 孪晶界处

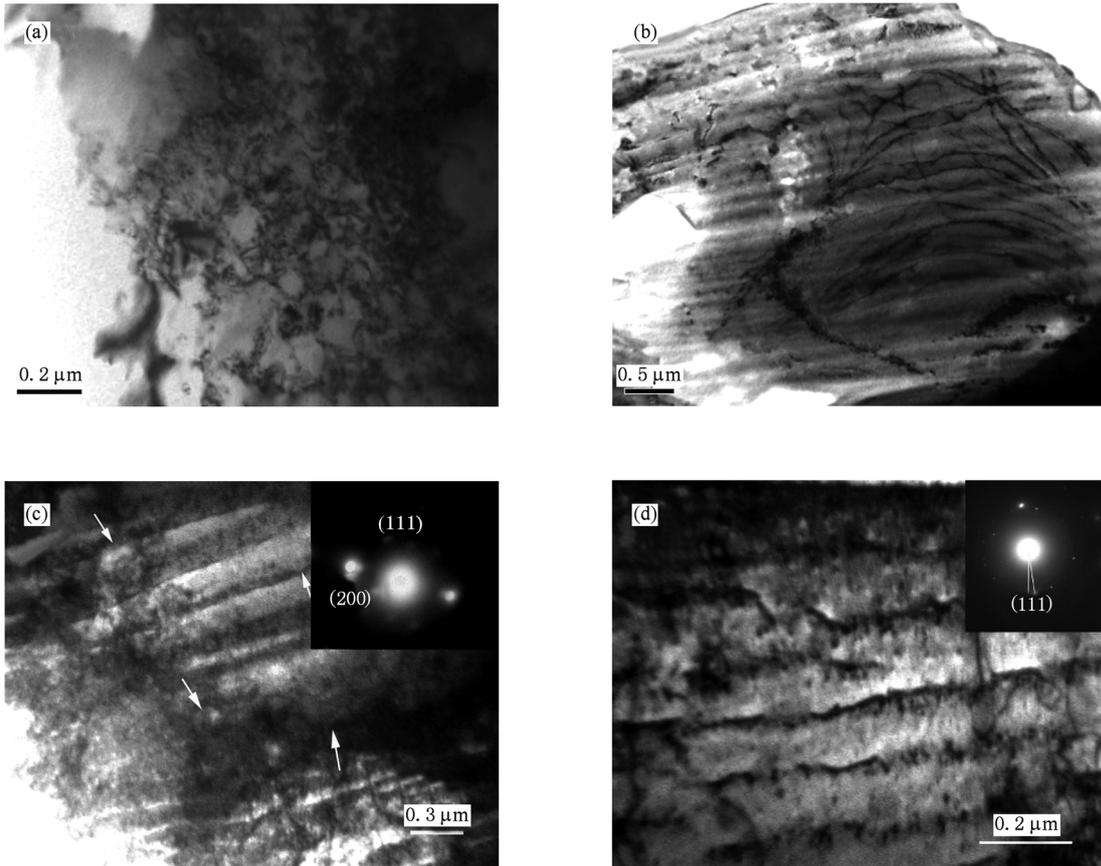


图3 HCPEB 轰击诱发纯 Cu 表层中位错胞及位错墙结构的 TEM 像 (a) 1 次轰击, (b) 5 次轰击 [110] 取向向下条带结构, (c) 5 次轰击形成弯曲轮廓的衬度特征, (d) 10 次轰击

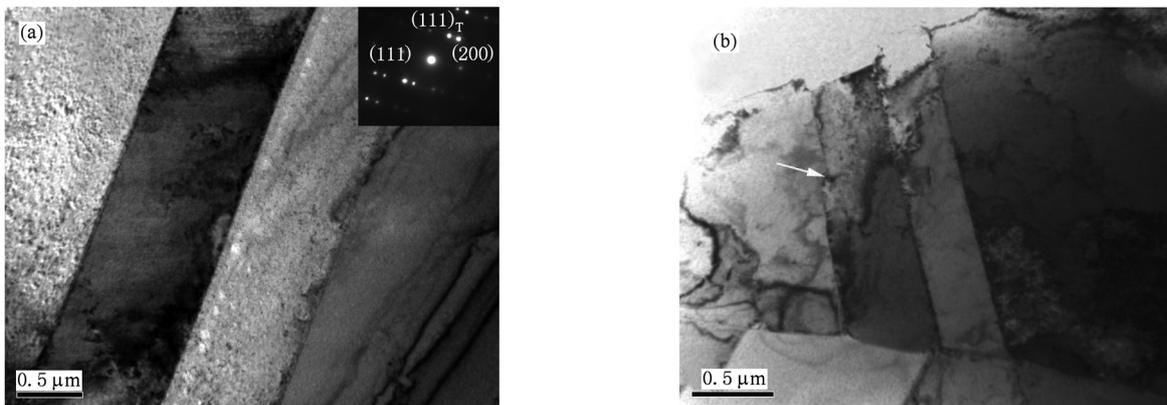


图4 HCPEB 轰击诱发 Cu 表层中变形孪晶结构的 TEM 像 (a) 5 次轰击, (b) 10 次轰击

的位错密度很高(图 4(a)),有些孪晶界出现台阶,如图 4(b)中的箭头所指,这些台阶为典型的形变孪生特征<sup>[17]</sup>.图 4(a)的内插图显示典型的 {111} [112] 型孪晶取向关系.

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<sup>[18]</sup>,当滑移能够在晶体中顺利进行时则很少会出现孪生,只有在外加应力不能使滑移机理起作用时才会发生孪生变形.关于 Cu, Ni 等 fcc 金属的实验研究表明<sup>[19]</sup>,正常情况下不会出现孪生变形,只有在足够强烈的应变强化并产生高度的应力集中情况下,这些 fcc 金属才有可能发

生形变孪生<sup>[19]</sup>,但同时还需要抑制形变的恢复以及非常低的形变温度或者是非常高的应变速率. Cu 是具有中等层错能的 fcc 金属,位错滑移是其中最为典型的变形方式,然而高应变速率变形时,位错滑移有可能被抑制而发生孪生变形. Cu 变形孪晶的形核需要较大的局部应力,在一定温度下,只有剪切应力达到一个临界的幅值(根据以往的实验结果和理论预测为 120—160 MPa<sup>[20]</sup>),孪生变形才有可能发生,剪切应力如果达不到这个临界幅值,变形则以位错交滑移为主.

在冲击载荷的情况下,随着应变速率的增加,弹性变形开始增加,此时必然会伴随材料内应力的增加,也导致塑性流变应力的增加<sup>[1]</sup>. 分子动力学模拟结果表明<sup>[21,22]</sup>:在冲击载荷加载大约 10 ps 时间内,所有施加在作用晶面上的变形均为弹性变形,直至晶体点阵被压缩到发生塑性变形的程度;如果施加的载荷足够大,晶体点阵将发生重排,在纳秒级时间内形成新相. 如果所施加的载荷没有达到发生结构相变的阈值,则材料内的缺陷将被激活,或者是新的缺陷开始形核,进而开动滑移系统;但在此之前如果满足能量有利的条件,孪生变形将首先快速发生. 孪生变形仅仅承担很小一部分塑性变形,较大程度的塑性变形将在随后的位错滑移过程中实现.

根据上述分析及本文的实验结果,多次 HCPEB 轰击在纯 Cu 表层诱发的应力足以导致触发孪生变形,这主要归因于 HCPEB 轰击引起超快的加热和冷却速率能够诱发高幅值应力和极高的应变速率,

从而抑制了形变的恢复. 而 1 次 HCPEB 轰击诱发的应力幅值达不到触发孪生变形的条件,因此其变形仍为常规的位错交滑移机理,变形过程中位错相互缠结、堆积乃至重排,出于降低其自身总能量的一种需要<sup>[11,23]</sup>而最终形成位错胞结构.

需要指出的是,另外一种 fcc 金属的形变孪生机理也不容忽视,即 HCPEB 轰击过程中早期的弹性变形阶段诱发的内应力如果足够大,以至于超过 {111} 晶面的理论剪切极限,则有可能会造成原子面的整体位移,一旦发生原子面的错排就有可能触发形变孪生. Kiritani 等<sup>[24]</sup>在研究金属的高速机械变形时曾提出了这一机理,用来解释金属铝中的形变孪生和堆垛层错四面体缺陷簇的形成过程. 尽管这一机理未能获得广泛接受,但本文和我们以往的实验结果却支持这一观点<sup>[4-7]</sup>. 按照文献[24]的观点,原子面的整体位移必然伴随大量空位簇缺陷的形成,我们同样在多次 HCPEB 轰击 Cu 样品中观察到了大量的空位簇缺陷,详细情况请参阅文献[3].

另一有趣的变形特征是 HCPEB 轰击在晶界(图 5(a))和孪晶界(图 5(b))中的箭头所指处)形成的台阶结构. 许多研究者都曾经在强烈塑性变形的金属材料中观察到类似的台阶形貌,并认为是晶界或孪晶界持续不断地释放位错造成的结果<sup>[25]</sup>. 但我们前期的研究结果<sup>[26]</sup>显示,HCPEB 轰击后可使材料表面温度达到或接近熔点,同时在较大的剪切应力作用下可能会造成某些原子面的扩散乃至位错攀移,从而形成了图 5 所示的台阶形貌.

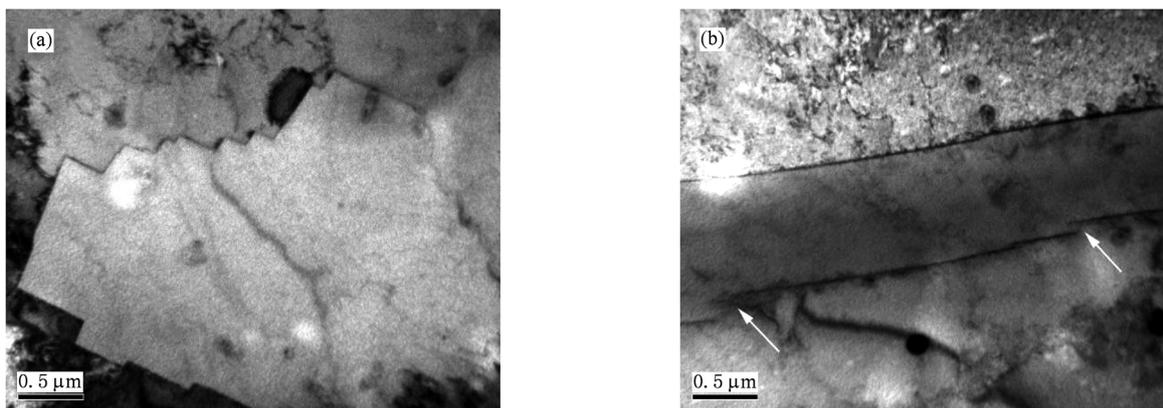


图 5 HCPEB 轰击后在晶界和孪晶界诱发的台阶结构 (a) 晶界, (b) 孪晶界

## 4. 结 论

本文利用 HCPEB 轰击多晶纯 Cu 的方法对 fcc

金属超快条件下的变形行为进行了研究. 结果表明: HCPEB 轰击在表层诱发了幅值极大的应力和极高的应变速率,轰击表层残余应力场幅值超过 350 MPa. 1 次 HCPEB 轰击纯 Cu 表层的变形结构以

交滑移形成的位错胞为主,多次轰击后平行的位错墙和孪晶是该区域的主要变形结构特征,此外原子面的扩散乃至位错攀移可在晶界和孪晶界上形成

台阶.多次 HCPEB 轰击能够在纯 Cu 表层热影响区触发孪生变形,同时在较大的剪切应力作用下可能会造成某些原子面的扩散乃至位错攀移.

- [1] Bourne N K, Gray G T, Millett J C 2009 *J. Appl. Phys.* **106** 091301
- [2] Proskurovsky D I, Rotshtein V P, Ozur G E, Markov A B, Nazarov D S 1998 *J. Vac. Sci. Technol. A* **16** 2480
- [3] Wang X T, Guan Q F, Qiu D H, Cheng X W, Li Y, Peng D J, Gu Q Q 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 7252 (in Chinese) [王雪涛、关庆丰、邱东华、程秀围、李艳、彭冬晋、顾倩倩 物理学报 **59** 7252]
- [4] Cheng D Q, Guan Q F, Zhu J, Qiu D H, Cheng X W, Wang X T 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 7300 (in Chinese) [程笃庆、关庆丰、朱健、邱东华、程秀围、王雪涛 2009 物理学报 **58** 7300]
- [5] Cheng X W, Guan Q F, Fan X H, Chen B 2010 *Chin. Phys. B* **19** 016103
- [6] Guan Q F, Chen B, Zhang Q Y, Dong C, Zou G T 2008 *Acta Phys. Sin.* **57** 392 (in Chinese) [关庆丰、陈波、张庆瑜、董闯、邹广田 2008 物理学报 **57** 392]
- [7] Guan Q F, Cheng D Q, Qiu D H, Zhu J, Wang X T, Cheng X W 2009 *Acta Phys. Sin.* **58** 4846 (in Chinese) [关庆丰、程笃庆、邱东华、朱健、王雪涛、程秀围 2009 物理学报 **58** 4846]
- [8] Xue S B, Huang R, Huang D T, Wang S H, Tan F, Wang J, An X, Zhang X 2010 *Chin. Phys. B* **19** 117307
- [9] Zou J X, Qin Y, Dong C, Wang X G, Hao S Z, Wu A M 2004 *J. Vac. Sci. Technol. A* **22** 545
- [10] Xu Y B, Bai Y L, Xue Q, Shen L T 1996 *Acta Mater.* **44** 1917
- [11] Tao N R, Wang Z B, Tong W P 2002 *Acta Mater.* **50** 4603
- [12] Ivanov Y F, Gromov V E, Konovalov S V 2009 *Arab. J. Sci. Eng.* **34** 219
- [13] Yun C X, Zhang W, Zhan M J, Han H N, Zhong X, Wei Z Y, Wang B B, Hou X 2010 *Chin. Phys. B* **19** 124210
- [14] Meyers M A, Gregori F, Kad B K 2003 *Acta Mater.* **51** 1211
- [15] Gray G T 1992 *Shock-wave and High-strain-rate Phenomena in Materials* (New York: Gordon and Breach) p89
- [16] Huang X 1998 *Scripta Mater.* **38** 1697
- [17] Dao M, Lu L, Shen Y F, Suresh S 2006 *Acta Mater.* **54** 5421
- [18] Christian J W, Mahajan S 1995 *Prog. Mater. Sci.* **39** 1
- [19] Venables J A 1964 *Deformation Twinning* (New York: Gordon and Breach) p7
- [20] Kibey S, Liu J B, Johnson D D, Sehitoglu H 2007 *Acta Mater.* **55** 6843
- [21] Shehadeh A, Bringa E M, Zbib H M, McNaney J M, Remington B A 2006 *Appl. Phys. Lett.* **89** 171918
- [22] Kalantar D H, Belak J F, Collins G W, Colvin J D, Davies H M, Eggert J H, Germann T C, Hawreliak J, Holian B L, Kadau K, Lomdahl P S, Lorenzana H E, Meyers M A, Rosolankova S, Schneider K M, Sheppard J, Stolken J S, Wark J S 2005 *Phys. Rev. Lett.* **95** 075502
- [23] Wang K, Tao N R, Liu G, Lu J, Lu K 2006 *Acta Mater.* **54** 5281
- [24] Kiritani M, Satoh Y, Arakawa K, Ogasawara Y, Arai S, Shimomura Y 1999 *Phil. Mag. Lett.* **79** 797
- [25] Li Y S, Tao N R, Lu K 2008 *Acta Mater.* **56** 230
- [26] Guan Q F, Wang S Q, Cui X H, Zhang Q Y, Dong C 2007 *ISIJ Int.* **47** 1375

# Microstructures in polycrystalline pure copper induced by high-current pulsed electron beam——deformation structures\*

Guan Qing-Feng<sup>†</sup> Gu Qian-Qian Li Yan Qiu Dong-Hua Peng Dong-Jin Wang Xue-Tao

(College of Material Science and Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang 212013, China)

(Received 1 April 2010; revised manuscript received 6 December 2010)

## Abstract

In order to investigate the superfast deformation mechanism of metal, the high-current pulsed electron beam (HCPEB) technique is employed to irradiate the polycrystalline pure copper. The microstructure of the irradiated sublayer is investigated by using transmission electron microscopy. It is suggested that the stress with very high value and strain rate is introduced within the sublayer after HCPEB irradiation. The dislocation cell and the tangle dislocation formed by cross slip are the dominant defects after one-pulse HCPEB irradiation, whereas, dense dislocation walls and twins are the central microstructures after five- and ten-pulse irradiation. The diffusion and the climb of the atomic plane can cause the formation of the steps at the grain boundary and (or) the twin boundary. Based on the structure characteristics of the irradiated surface, the possible deformation mechanism induced by HCPEB irradiation is discussed.

**Keywords:** high-current pulsed electron beam, polycrystalline copper, deformation structure, twin

**PACS:** 61.72.Nn, 61.80.-x

---

\* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant No. 50671042) and the Foundation of Science and Technology Innovative Research Team and Special Talents of Jiangsu University, China (Grant No. 07JJDG032).

<sup>†</sup> E-mail: guanqf@ujs.edu.cn