

# 强流脉冲电子束辐照诱发纯钼表面的 损伤效应及结构缺陷\*

季乐 杨盛志 蔡杰 李艳 王晓彤 张在强 侯秀丽 关庆丰†

(江苏大学材料科学与工程学院, 镇江 212013)

(2013年6月13日收到; 2013年9月2日收到修改稿)

利用强流脉冲电子束 (HCPEB) 装置对纯钼表面进行辐照处理, 并利用 X 射线衍射仪, 扫描电子显微镜 (SEM)、透射电子显微镜 (TEM) 详细分析了辐照表面的微观结构和损伤效应. 1 次 HCPEB 辐照后, 纯钼表层积聚了极大的残余应力, 多次辐照后表面未融化区域出现大量绝热剪切带, 且局部区域发生开裂. 微观结构分析显示, 辐照后材料表面形成发散状的位错组态和大量空位簇缺陷; 绝热剪切带内部是尺寸为  $1\ \mu\text{m}$  左右等轴状的再结晶晶粒. 剪切带造成的材料表面局部软化以及间隙原子偏聚于晶界是材料发生开裂的主要原因. 另外, 表面融化区域可形成尺寸为  $20\ \text{nm}$  左右的纳米晶.

**关键词:** 强流脉冲电子束, 纯钼, 绝热剪切带, 空位簇缺陷

**PACS:** 61.80.-x, 81.40.-z

**DOI:** 10.7498/aps.62.236103

## 1 引言

近年来, 强流脉冲电子束 (HCPEB) 通常都是作为一种特殊的表面改性技术用来改善金属材料的表面力学和抗腐蚀性能而受到材料科学工作者的广泛关注<sup>[1,2]</sup>. 在 HCPEB 辐照材料的过程当中, 较高的能量瞬间沉积到材料的表面, 使材料表面经历瞬间的加热和冷却, 往往会形成一些普通方法不可能获得的特殊结构, 并诱发极为复杂而且幅值极大、应变速率很高的应力场, 使材料表面发生快速而强烈的变形, 进而改变表层微观结构取向, 造成特殊的改性效果. 许多情况下金属材料的表面性能均得到明显的改善<sup>[1,2]</sup>. 但我们前期的一些研究结果显示, 在对材料表面改性的同时 HCPEB 对材料的损伤效应也不容忽视.

在以往的研究中, 研究者重点强调工程材料在 HCPEB 辐照下材料表面力学性能的改善情况, 而通常情况下这些工程材料本身就已经具备了很强的力学性能, 抗损伤能力很强, 因此对于相对较弱

的低能脉冲电子束辐照损伤效应一般都加以忽略. 很少有人关注 HCPEB 辐照造成的材料损伤行为. 但对于本身变形响应能力差的低晶体对称性材料而言, 却很难承受 HCPEB 辐照引起的快速而强烈的微观应力变化, 此时 HCPEB 辐照诱发的这些变化反而会造成材料的损伤乃至破坏; 此外, HCPEB 能量传递给晶体点阵时, 脉冲电子束诱发的高幅值应力可使金属原子脱离正常的晶体点阵位置, 形成填隙原子和空位 (Frenkel 缺陷)<sup>[3]</sup>. 如果这些先形成的填隙原子和空位点缺陷不能在其形成的位置或点阵的其他位置相互复合并湮没, 而是按照某种方式继续聚集成为较大的晶体缺陷簇结构, 那么此时材料的某些物理或机械性能一定会受到损伤. 从这一角度而言, 开展脉冲载能束作用下材料的损伤效应研究是十分必要的, 同时也有助于丰富和深入理解脉冲载能束与材料之间的相互作用机理.

前期我们已经对 HCPEB 作用下面心立方 (fcc) 金属 (Al, Cu, Ni 等) 和密排六方 (hcp) 金属 (Ti, Zr) 的微观结构状态展开了细致的研究<sup>[4-7]</sup>, 发现了许

\* 国家自然科学基金委员会-中国民用航空局联合基金 (批准号: U1233111) 资助的课题.

† 通讯作者. E-mail: guanqf@ujs.edu.cn

多新奇的结构现象. 但迄今为止对体心立方 (bcc) 体系金属的研究却比较少见. Mo 是一种典型的属于 bcc 结构的难熔金属, 在许多行业有着广泛的应用, 本文采用 HCPEB 对金属纯 Mo 进行表面辐照处理, 研究 HCPEB 作用下纯 Mo 的微观结构和损伤效应.

## 2 实验过程及方法

选择退火态工业纯 Mo 为实验材料, 晶粒尺寸在  $10\ \mu\text{m}$  左右. 利用电火花线切割制成  $10\ \text{mm} \times 10\ \text{mm} \times 6\ \text{mm}$  的样品, 将磨光、抛光后的样品表面在“Nadezhda-2”型强流脉冲电子束装置上进行表面辐照, 实验参数为: 电子束能量为 27 keV, 能量密度约为  $4\ \text{J}/\text{cm}^2$ , 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 辐照前后样品表面的精细结构进行分析 (薄膜模式); 辐照表面形貌在金相显微镜下进行观察; 表层微结构表征在 JEOL-2100 透射电镜 (TEM) 下进行. 用于 TEM 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 表面组织

图 1 为 5 次 HCPEB 辐照后纯 Mo 表面的典型形貌. 不同次数 HCPEB 轰击后样品表面均形成了大量的火山坑状的熔坑形貌, 如图 1(a) 所示. 许多文献都对这类火山坑状形貌的熔坑进行了研究, 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的熔坑 [8]. 另一种典型的辐照表面形貌如图 1(b) 所示, 辐照表面没有熔化的痕迹, 但却形成了许多的裂纹, 说明 HCPEB 辐照造成金属 Mo 表面的开裂损伤. 不同次数辐照条件下辐照表面均出现开裂, 1 次辐照表面产生的裂纹很少且较为细小, 5 次辐照样品中无论是裂纹尺寸还是数量都显著增加, 有些裂纹边缘伴随着明显的熔化现象, 10 次辐照后裂纹数量较 5 次辐照稍有减少. 此外裂纹以外的辐照表面形成了许多互相平行的变形条带, 其长度通常都达到  $100\ \mu\text{m}$  甚至更长, 与通常的塑性变形痕迹如滑移带、孪晶等不同, 这些变形条带可以贯穿多个

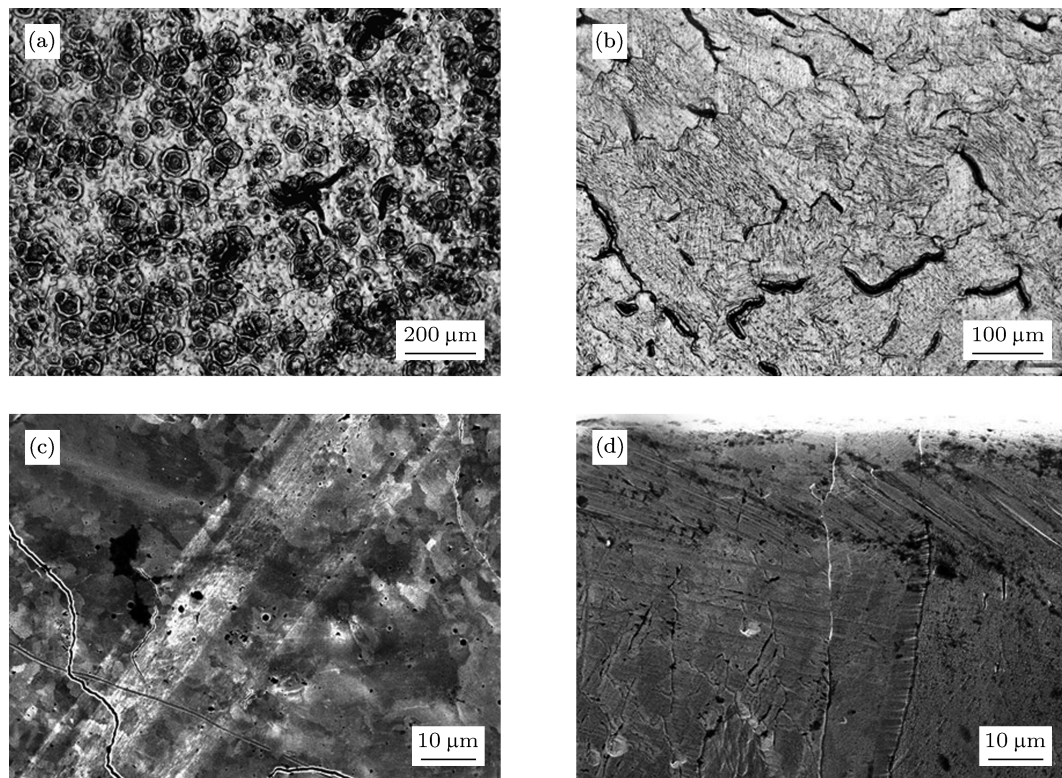


图 1 5 次 HCPEB 辐照后纯 Mo 的表面形貌 (a) 局部熔化区域; (b) 局部未融化区域; (c) 绝热剪切带; (d) 横截面

晶粒, 其间往往伴随微裂纹的萌生, 且微裂纹扩展的方向平行于附近的条带群. 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<sup>[9]</sup>, 这些条带结构被称为绝热剪切带 (ASB), 是材料失稳的先兆以及损伤失效的一种重要方式. 图 1(c) 为某一绝热剪切带的局部放大图, 可以看出剪切带中的晶粒尺寸显著细化, 剪切带之外的晶粒仍然与辐照前的晶粒尺寸相当, 保持在 10 μm 左右, 晶粒内部没有观察到明显的变形痕迹. 图 1(d) 为 5 次 HCPEB 辐照后样品的横截面组织, 可以看出与其他金属材料不同, 辐照表层并没有形成一层明显的重熔层, 主要原因在于 Mo 的熔点较高, 是一种典型的难熔金属, 加之 HCPEB 辐照的能量不均匀性, 因此导致辐照表面未形成完整的重熔层. 此外表面下方约 50 μm 范围内强烈变形迹象十分明显. 上述结果表明 HCPEB 辐照除在材料表面造成局部熔化形成表面熔坑之外, 还在辐照表层诱发了强烈的高应变率的变形乃至开裂.

### 3.2 残余应力

图 2 为不同脉冲次数 HCPEB 辐照前后纯 Mo 样品的 X 射线衍射图. 由图可见, 与原始样品比较, HCPEB 处理后衍射峰向低角方向发生了微小的偏移, 说明表层有残余拉应力的存在. 根据 X 射线衍射峰的情况, 我们可以大致估算 HCPEB 表面改性后材料内部的宏观残余应力<sup>[10]</sup>.

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

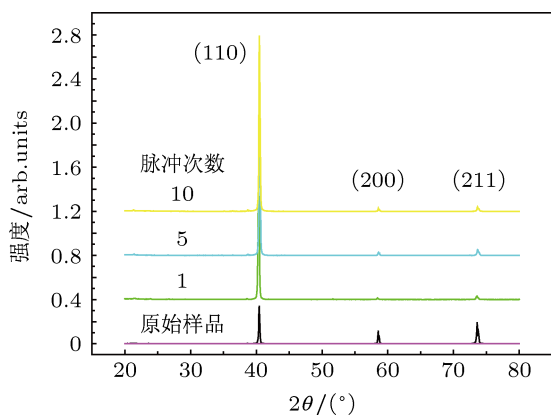


图 2 HCPEB 辐照前后纯 Mo 样品的 X 射线衍射分析

式中  $E$ ,  $\nu$  分别为弹性模量和泊松比, 对于纯 Mo,  $E = 329 \text{ GPa}$ ,  $\nu = 0.31$ . 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  $\sigma$  (110) 的作用下晶面间距变成  $d_n$ . 将 X 射线衍射数据代入 (1) 式, 得到 HCPEB 不同脉冲次数处理后表层的残余应力. 1 次脉冲后表面残余应力为  $\sigma = 3.77 \text{ GPa}$ ; 5 次脉冲处理残余应力  $\sigma = 0.230 \text{ GPa}$ , 10 次脉冲后,  $\sigma = 0.906 \text{ GPa}$ . 多次辐照后残余应力幅值之所以显著减小, 应该是由于多次轰击后表面较为明显的开裂促使残余应力释放所致, 而 10 次处理后残余应力又有所上升, 其原因将在后文中结合微结构分析加以探讨.

### 3.3 纳米结构

图 3 为 5 次 HCPEB 辐照后样品表面某区域的 TEM 像, 其他辐照次数下也可观察到类似的结构. 可以看出该区域内形成了尺寸约为 20 nm 的纳米晶胞, 纳米晶胞之间的边界较为模糊. 虽然在 TEM 观察过程中我们尽量通过倾斜样品改变样品的取向, 但始终无法观察到清晰的纳米晶胞边界; 图 3 中的插图为纳米晶胞的选区电子衍射图, 为典型的单晶电子衍射图, 说明这些纳米晶胞的取向是一致的, 这或许就是无法获得清晰的纳米晶胞边界 TEM 图像的原因之所在. 曾经在几种钢的 HCPEB 辐照表层中观察到过类似的纳米晶结构<sup>[11,12]</sup>, 不同的是钢中的纳米晶界上分布着极细的碳化物析出相, 因此其纳米晶粒之间呈现出清晰的衬度. 分析显示,

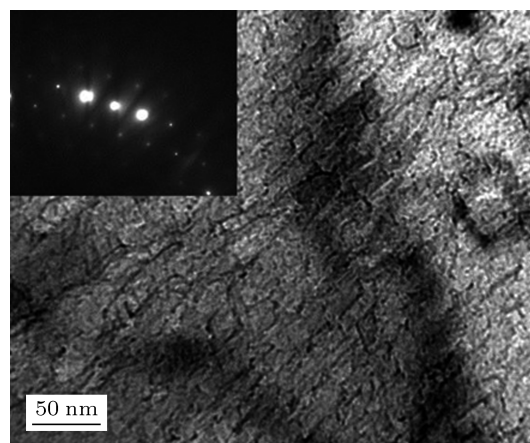


图 3 5 次 HCPEB 辐照处理纯 Mo 样品局部熔化区域的纳米晶及衍射图

这些纳米晶胞是 HCPEB 辐照后引起的表面重熔在随后极为快速的冷却并凝固以后形成的纳米晶粒. 材料经过 HCPEB 辐照时其表面发生熔化并形成熔坑, 与此同时基体却依然保持室温; 辐照结束后在热传导的作用下热流即从表面迅速向基体传播, 导

致熔化区域在极短的时间内冷却并发生快速的凝固. 凝固过程中晶胚在熔化层与基体交界处形成, 随后以极高的速率生长, 尽管如此由于冷却速率极高晶胚还是来不及长大, 进而形成尺寸细小的纳米晶. 在此过程中所有晶胚的生长方向几乎都与热流方向平行<sup>[12]</sup>, 因此纳米晶具有较高的取向倾向, 造成纳米晶粒之间几乎具有相同的取向.

### 3.4 位错组态

图 4 为不同 HCPEB 辐照次数下纯 Mo 表层样品中典型位错组态的 TEM 像, 与通常的严重塑性变形中经常形成的位错胞结构不同, 1 次辐照样品的位错有形成位错胞的趋势, 但还没有形成完整的位错胞结构; 5 次和 10 次辐照样品中的位错呈随机的发散状. 另外, 随着轰击次数的增加, 辐照后材料表面的位错密度逐渐提高. Kiritani 等<sup>[13]</sup> 曾经利用机械冲击等方法对不同应变速率下金属材料的变形结构尤其是位错组态的形成与演化行为进行了系统的研究, 并建立起应变速率与位错组态之间的对应关系. 结果表明金属材料在不同应变速率的外

加载荷作用下, 变形诱发的位错亚结构具有其特定的特征, 反过来也可以通过位错组态特征的特征确定外加载荷的应变速率. 为此, Kiritani 等引入了一个描述位错组态特征的不均匀参数 (heterogeneity parameter, HP), 通过对位错亚结构的测量可确定 HP 参数, 然后通过对比应变速率与 HP 参数之间的关系即可建立应变速率与位错组态之间的对应关系, 详细情况由文献 [14] 给出. 根据 Kiritani 等人对纯 Mo 高速变形的研究结果<sup>[13]</sup>, 当 HP 参数数值低于 0.4 时, 位错成随机的发散状分布, 且 HP 数值越低, 发散程度越高, HP 数值大于 0.4 时, 位错组态以形成位错胞为主. 通过对不同 HCPEB 辐照次数下纯 Mo 表层位错组态的 HP 参数的统计 (见图 4(d)), 并参照 Kiritani 等人的研究结果, 可以推算出 HCPEB 诱发纯 Mo 表层应变速率的大小. 1 次 HCPEB 辐照时, HP 数值为 0.38, 应变速率约为  $7.1 \times 10^0 \text{ s}^{-1}$ ; 5 次 HCPEB 辐照时, HP 数值为 0.30, 应变速率约为  $1.0 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ ; 10 次 HCPEB 辐照时, HP 数值为 0.25, 应变速率约为  $7.2 \times 10^3 \text{ s}^{-1}$ . 这说明多次 HCPEB 辐照可在纯 Mo 表面诱发很高的应

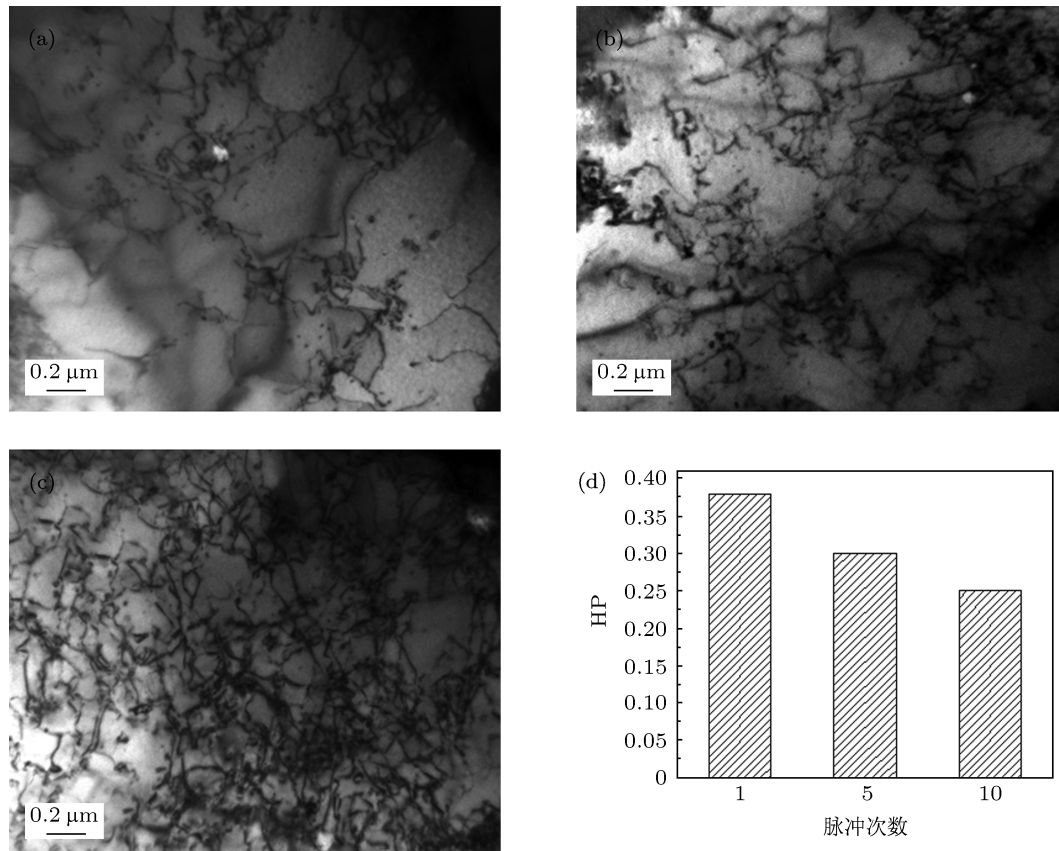


图 4 HCPEB 辐照后纯 Mo 表层位错组态的 TEM 像和 HP 数值变化情况 (a) 1 次辐照; (b) 5 次辐照; (c) 10 次辐照; (d) HP 数值变化趋势

变速率. 1 次辐照应变速率较低的原因是变形过程中基体对表层的束缚作用很大, 对应变有很大的限制. 随着辐照次数的增加, 裂纹数量和尺寸逐渐增加, 基体对表层的束缚作用迅速下降, 所以表现出很高的应变速率. 关于 HCPEB 辐照后材料表面的应变速率到目前为止尚没有有效的实验方法加以准确的测量. Zou 等<sup>[15]</sup> 曾对 HCPEB 作用下纯 Al 表面的应变速率进行过数值模拟分析, 结果显示 HCPEB 辐照后纯 Al 表面的应变速率在  $10^3$ — $10^4$  s<sup>-1</sup> 之间, 与我们的实验结果大体相当. 说明通过位错组态的精确表征可以确定 HCPEB 诱发表面变形的应变速率, 为描述 HCPEB 辐照诱发材料表面的应力特征提供了一种有效的实验方法.

### 3.5 再结晶结构

图 5 为 HCPEB 辐照后材料表层某些区域的 TEM 像, 可以看出该区域晶粒显著细化, 晶粒尺寸由辐照前的十至几十微米细化到  $1\ \mu\text{m}$  以下, 晶界较清晰, 呈多边状, 晶粒内部十分干净, 几乎观察不到位错的形成, 为典型的再结晶结构. 结合图 1(c) 的观察结果可推断这些再结晶结构是在剪切带内部形成的. 再结晶结构的形成会造成剪切带区域的局部软化, 容易成为裂纹萌生的萌芽.

剪切带内部的再结晶是一个非常复杂的过程, 现在还没有一个统一的机理来描述再结晶过程. 目前为止, 被人们广泛接受的是 Meyers 等人提出的亚晶旋转动态再结晶 (rotational dynamic recrystallization, RDR) 机理<sup>[16]</sup>. 其主要过程为: 变形首先会在晶体内部产生随机分布的位错, 随着位错密度的增加, 形成拉长的位错胞, 继而形成拉长的亚晶, 为了

适应变形的需要, 拉长的亚晶开始破碎, 最后, 亚晶发生旋转形成具有再结晶特征的组织.

### 3.6 空位簇缺陷

图 6(a) 为 5 次 HCPEB 轰击处理样品的 TEM 暗场像, 从图中可以看出, 样品内部都出现了大量的空位簇缺陷, 在 TEM 暗场中呈白点状, 分布上没有明显的规律, 尺寸极小, 约在 2—10 nm 内, 在位错密度较高的区域, 缺陷簇密度也较大.

对不同次数 HCPEB 辐照后空位簇缺陷进一步放大后发现, 如图 6(b), (c), (d) 所示, 缺陷簇大都是 Frenkel 位错圈. 在 TEM 观察的过程中发现这些位错圈在能够保持稳定, 并无尺寸上的变化, 因此可判断它们是空位型位错圈<sup>[17]</sup>. 不同轰击次数下位错圈尺寸没有发生明显变化, 但是 1 次轰击样品中位错圈有明显拉长现象, 说明 1 次 HCPEB 辐照诱发的拉应力大于 5 次和 10 次诱发的拉应力, 这与 X 射线衍射分析结果是一致的. 对位错圈数量统计后发现, 如图 7 所示, 随着辐照次数的增加, 位错圈的数量也明显增加.

大量空位型位错圈的出现表明, 材料表面在 HCPEB 辐照作用下形成了过饱和空位和填隙原子. 当这些过饱和空位沿  $\{110\}$  晶面凝聚成足够大的空位盘时, 会造成崩塌, 从而形成 Frenkel 位错圈<sup>[18]</sup>. 10 次辐照后的位错圈密度最高, 相应地其点缺陷密度也最高, 理论计算表明, 点缺陷的形成会造成材料的膨胀<sup>[19]</sup>, 这也是 3.2 节中 10 次辐照后表层残余应力有所增加的原因之所在. 另外, 位错圈结构也可以充当位错滑移的障碍物, 使位错的运动变得更困难, 促进了发散状的位错结构的形成.

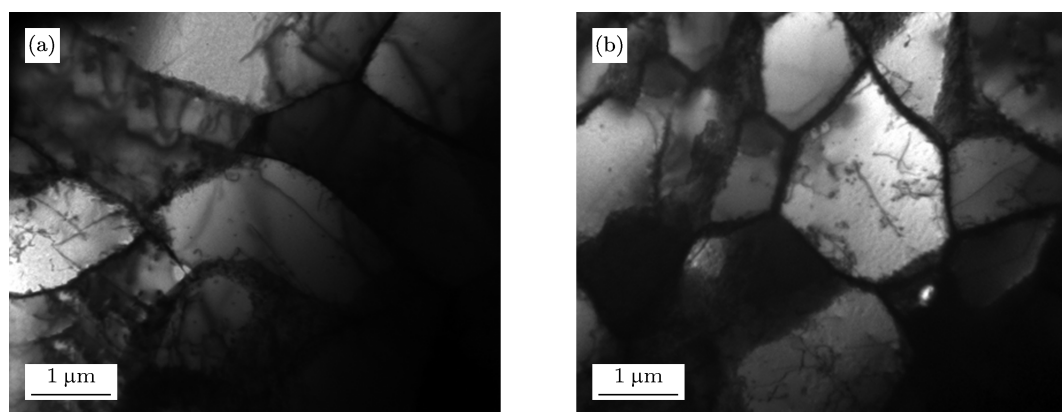


图 5 HCPEB 辐照后材料表层剪切带内部的微观结构 (a) 1 次辐照; (b) 5 次辐照

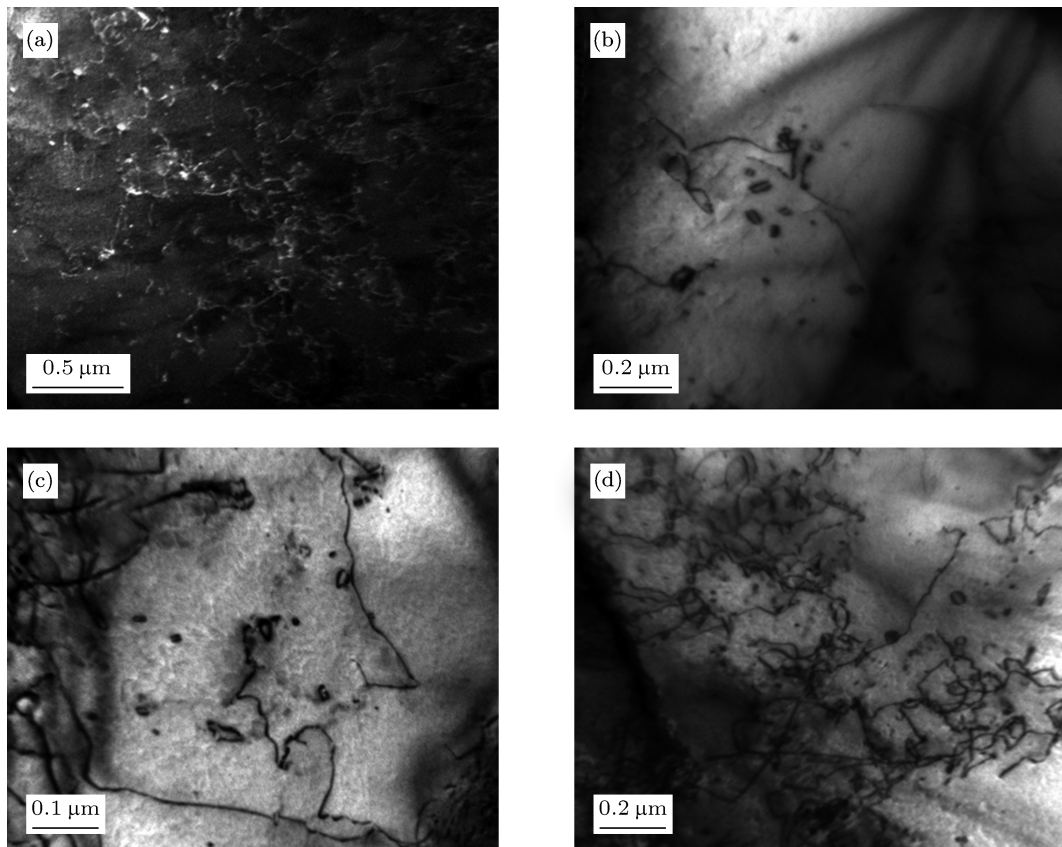


图6 不同次数 HCPEB 辐照下诱发空位簇缺陷的 TEM 像 (a) 5 次辐照 TEM 暗场像; (b) 1 次辐照; (c) 5 次辐照; (d) 10 次辐照

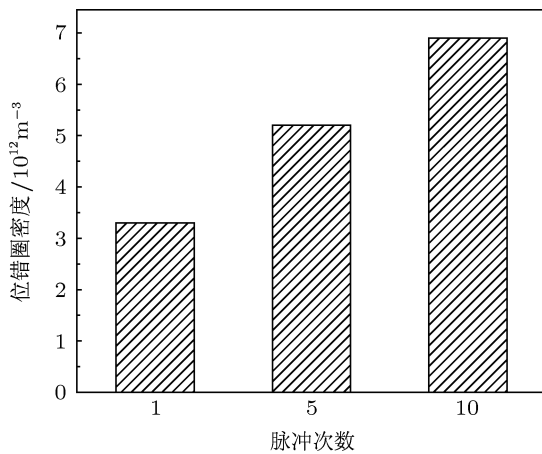


图7 HCPEB 诱发纯 Mo 表面位错圈数量变化情况

## 4 讨论

尽管许多前期的研究工作显示许多金属材料经 HCPEB 表面处理后其力学性能都得到了显著的改善, 但本文的实验结果却显示某些情况下 HCPEB 对材料的损伤效应也不容忽视. 对于纯 Mo 而言, 其脆性行为与 Mo 的本征脆性以及 HCPEB 辐照诱发微结构的特殊性密切相关.

Mo 的本征脆性主要由于其电子分布特点所决

定<sup>[20]</sup>. Mo 原子的最外层和次外层电子均为半满状态 ( $4d^5 5s^1$ ), d 电子层呈非对称分布, 原子结合力具有方向性, d 层电子相互作用时主要表现出共价键属性; 而  $5s^1$  电子层具有球对称性, 体现出金属键属性. 当金属键起作用时, Mo 金属以塑性变形为主; 而当共价键起作用时, 则可能出现脆性断裂. 纯 Mo 的塑-脆转变温度 (DBTT) 通常在室温附近, 随着温度降低, 金属外层电子间由金属键向共价键转变, 当温度低于 DBTT 时, 表现出明显的共价键特征, 晶格阻力急剧增大, 此时可动位错减少, 位错滑移变得极为困难, 位错运动倾向于平面滑移, 进而导致在 Mo 晶界上产生应力集中, 从而很容易出现脆性断裂的趋势.

我们的研究结果显示 HCPEB 辐照诱发的微结构对纯 Mo 表面的损伤效应也会产生重要影响. HCPEB 辐照材料后表面局部区域形成大量绝热剪切带, 剪切带的出现标志着材料承载能力的下降或消失, 所以剪切带的形成是造成裂纹产生的主要原因. Guduru 等<sup>[21]</sup>对 ASB 内温度场分布进行了数值模拟, 发现 ASB 内的温度由剪切带中部向两侧降低, 并且在中部形成了一些局部热点. 热软化导致

材料剪切带内的流变应力比其周围材料的流变应力低得多,同时剪切带内剧烈变形产生了大量缺陷.热软化和缺陷处的应力集中使得 ASB 中部局部弱化,裂纹一般容易沿着局部弱化处产生,这一点可由图 1 中的表面形貌观察所证实. HCPEB 可以诱发材料表面产生幅值很大、应变速率很高的应力场,裂纹在应力场的共同作用下迅速地长大;裂纹的产生不仅和应变应力状态有关,而且与组织的不均匀性有密切联系,优先在应变大、应力集中或缺陷处形核,再逐渐长大形成长裂纹.

HCPEB 辐照使材料表层迅速升至很高的温度,很容易造成微量的杂质元素和(或)间隙原子在晶界上偏聚并使晶界弱连接,进而诱发沿晶脆裂.图 6 的实验结果显示,HCPEB 辐照在纯 Mo 表层诱发大量空位缺陷,与之伴随的是等量间隙原子的形成,尽管大部分间隙原子会从辐照表面溢出或参与变形<sup>[17,18]</sup>,但总会有部分间隙原子偏聚于晶界,进而降低晶界的表面能,这也是诱发材料发生脆性断裂的主要原因之一.

另外,HCPEB 辐照后形成的纳米晶粒结构(图 3)虽然可以提高材料的强度,却是以塑性的损失为代价的.原因在于纳米晶无法进一步容纳更多的位

错,因而在 HCPEB 诱发的强烈变形作用下容易产生塑性失稳,进而增加了发生脆性断裂的可能性.

## 5 结论

1. HCPEB 辐照纯 Mo 在其表面诱发了明显的辐照损伤效应,除了常见的表面熔坑外,还形成了大量的绝热剪切带结构和表面裂纹.

2. HCPEB 1 次辐照后能够在材料表层诱发幅值 GPa 量级的残余应力,多次辐照后残余应力值明显下降;并且多次 HCPEB 辐照可在纯 Mo 表面诱发很高的应变速率.

3. HCPEB 辐照纯 Mo 后,表面熔化区域形成纳米晶结构.变形表层位错组态主要呈分散状,且随着辐照次数的增加,位错密度逐渐增加.此外辐照表层中还形成了大量的位错圈结构,位错圈数量密度随着辐照次数的增加而增加.

4. 辐照后材料表面裂纹的出现与其诱发的微结构有密切的关系.剪切变形局部化是造成表面形成裂纹的主要原因.纳米晶结构降低表面韧性以及间隙原子在晶界的偏聚也导致材料表面脆性升高,增加了材料发生脆性断裂的可能性.

- [1] Proskurovsky D I, Rotshtein V P, Ozur G E, Markov A B, Nazarov D S 1998 *J. Vac. Sci. Technol. A* **16** 2480
- [2] Ma X X, Guo G W, Tang G Z, Sun M R, Wang L Q 2013 *Chin. Phys. B* **22** 056202
- [3] Guan Q F, Pan L, Zou H, Wu A M, Hao S Z, Zhang Q Y, Dong C, Zou G T 2004 *Mater. Sci.* **39** 6349
- [4] 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, 程笃庆, 李艳, 彭冬晋, 顾倩倩 2010 物理学报 **59** 7252]
- [5] Zou H, Jing H Y, Wang Z P, Guan Q F 2010 *Acta Phys. Sin.* **59** 6384 (in Chinese) [邹慧, 荆洪阳, 王志平, 关庆丰 2010 物理学报 **59** 6384]
- [6] Li Y, Cai J, Lv P, Zou Y, Wan M Z, Peng D J, Gu Q Q, Guan Q F 2012 *Acta Phys. Sin.* **61** 056105 (in Chinese) [李艳, 蔡杰, 吕鹏, 邹阳, 万明珍, 彭冬晋, 顾倩倩, 关庆丰 2012 物理学报 **61** 056105]
- [7] Cai J, Ji L, Yang S Z, Zhang Z Q, Liu S C, Li Y, Wang X T, Guan Q F 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 156108 (in Chinese) [蔡杰, 季乐, 杨盛志, 张在强, 刘世超, 李艳王晓彤, 关庆丰 2013 物理学报 **62** 156108]
- [8] Qin Y, Dong C, Wang X G, Hao S Z, Wu A M, Zou J X, Liu Y 2003 *J. Vac. Sci. Technol.* **21** 1934
- [9] Meyers M A, Xu Y B, Xue Q 2003 *Acta. Mater.* **51** 1307
- [10] Qiu D H, Cheng D Q, Guan Q F, Zou G T 2009 *Chin. J. High Pressure Phys.* **23** 321 (in Chinese) [邱东华, 程笃庆, 关庆丰, 邹广田 2009 高压物理学报 **23** 321]
- [11] Zou J X, Grosdidier T, Zhang K M, Gao B, Hao S Z, Dong C 2007 *J. Alloys Compd.* **434** 707
- [12] Tang G Z, Xu F J, Fan G H, Ma X X, Wang L Q 2012 *Nucl. Instrum. Meth. B* **288** 1
- [13] Yasunaga K, Iseki M, Kiritani M 2003 *Mater. Sci. Eng A* **350** 76
- [14] Kiritani M 2003 *Mater. Sci. Eng A* **350** 63
- [15] Zou J X, Qin Y, Dong C, Wang X G, Wu A M, Hao S Z 2004 *J. Vac. Sci. Technol. A* **22** 545
- [16] Meyers M A, Xu Y B, Xue Q, Perez-Prado M T, McNelley T R 2003 *Acta. Materialia.* **51** 1037
- [17] Kiritani M, Yoshiie T, Kojima S 1994 *J. Nucl. Mater.* **212-215** 192
- [18] Cheng X W, Guan Q F, Fan X H, Chen B 2010 *Chin. Phys. B* **19** 016103
- [19] Feng D 2000 *Metal Physics* (Vol. 1) (Beijing: Science Press) p223 (in Chinese) [冯端 2000 金属物理学(第一卷)(北京: 科学出版社)第 223 页]
- [20] Wang T, Chang C, Ming P W 2007 *Mater. Rev.* 2007 **21** 80 (in Chinese) [谭望, 陈畅, 汪明朴 2007 材料导报 **21** 80]
- [21] Guduru P R, Rosakis A J 2001 *Mech. Mater.* **33** 371

# Damage and structural defects in the surface layer of pure molybdenum induced by high-current pulsed electron beam\*

Ji Le Yang Sheng-Zhi Cai Jie Li Yan Wang Xiao-Tong Zhang Zai-Qiang  
Hou Xiu-Li Guan Qing-Feng<sup>†</sup>

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

(Received 13 June 2013; revised manuscript received 2 September 2013)

## Abstract

High-current pulsed electron beam (HCPEB) technique was applied to induce the surface irradiation of pure molybdenum. Microstructures and damaging effect of the irradiated surface were investigated in detail by X-ray diffraction, scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM). After 1 pulse of HCPEB irradiation, a high level of residual stress is amassed in the irradiated surface layer, while after several pulses of irradiation, a large number of adiabatic shear bands are formed on the unmelted regions of the surface, and local cracking occurs in these regions. Microstructure observations show that scattered dislocations and large amounts of vacancy clusters are formed on the irradiated surface. The adiabatic shear bands are composed of fine recrystallized grains with an average size about 1  $\mu\text{m}$ . The partial softening of the irradiated surface induced by adiabatic shear bands, and the segregation of interstitial atoms in grain boundaries are primarily responsible for the surface cracking of the material. Further, nanocrystallines (20 nm) are also formed in some melted regions of the surface.

**Keywords:** HCPEB, pure molybdenum, adiabatic shear band, vacancy defect clusters

**PACS:** 61.80.-x, 81.40.-z

**DOI:** 10.7498/aps.62.236103

---

\* Project supported by the Joint Fund of the National Natural Science Foundation of China and the Civil Aviation Administration of China (Grant No. U1233111).

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