

# 微纳米压入测试过程中高熵合金弹性变形 对几何必须位错密度的影响<sup>①</sup>

周建军<sup>1</sup>, 陈杰<sup>2</sup>, 王艺<sup>3</sup>

(1.唐山市古冶区职业技术教育中心学校,河北唐山 063100; 2.安阳职业技术学院,河南安阳 455000; 3.中国民用航空飞行学院,四川广汉 618300)

**摘要:** 通过微纳米压入法对 CoCrFeNiMn 高熵合金进行压入测试,得到不同工况下几何必须位错密度与实时压入深度倒数  $1/h$  的关系,并探究了弹性因子 ( $\Delta e$ ) 对几何必须位错密度的影响。结果表明,考虑弹性变形影响的几何必须位错密度 ( $\rho_{Ge}$ ) 与  $1/h$  呈现出非线性关系;忽略弹性变形影响的几何必须位错密度 ( $\rho_G$ ) 与  $1/h$  呈现出线性关系;对比  $\rho_G/\rho_{Ge}$  随压入深度的变化,发现存在尺度效应:压入深度小于 500 nm 时,  $\rho_G/\rho_{Ge}$  比值为 3~4,说明弹性因子在浅压痕处对几何必须位错密度影响明显;压入深度达 3 000 nm 时,  $\rho_G/\rho_{Ge}$  比值接近 1;随着压入深度增加,位错滑移逐渐占据主导地位。

**关键词:** 高熵合金; 微纳米压入; 几何必须位错; 弹性因子; 弹性变形; 位错密度

中图分类号: TB302

文献标识码: A

doi: 10.3969/j.issn.0253-6099.2023.04.030

文章编号: 0253-6099(2023)04-0139-05

## Effect of Elastic Deformation of High-Entropy Alloy on Geometrically Necessary Dislocation Density in Micro- and Nano-indentation Test

ZHOU Jianjun<sup>1</sup>, CHEN Jie<sup>2</sup>, WANG Yi<sup>3</sup>

(1. Tangshan Guye District Vocational and Technical Education Center School, Tangshan 063100, Hebei, China; 2. Anyang Vocational and Technical College, Anyang 455000, Henan, China; 3. Civil Aviation Flight University of China, Guanghan 618300, Sichuan, China)

**Abstract:** A micro- and nano-indentation test was performed for CoCrFeNiMn high entropy alloy. The relationship between the geometrically necessary dislocation (GND) density of CoCrFeNiMn and reciprocal value of real indentation depth ( $1/h$ ) was obtained under different working conditions, and the influence of elastic factor ( $\Delta e$ ) on GND density was also explored. The results show that GND density with the consideration of elastic deformation ( $\rho_{Ge}$ ) presents a nonlinear relationship with  $1/h$ , while GND density without the consideration of influence of elastic deformation ( $\rho_G$ ) has a linear relation with  $1/h$ . Based on the comparison of variation of  $\rho_G/\rho_{Ge}$  with the indentation depth, it is found that the ratio of  $\rho_G/\rho_{Ge}$  is 3-4 when the indentation depth is less than 500 nm, indicating that elastic factor can have an obvious impact on the GND density at shallow indentation. And, the ratio of  $\rho_G/\rho_{Ge}$  is approaching 1 when the indentation depth is up to 3 000 nm. It is shown that as indentation depth increases, dislocation slip gradually dominates deformation.

**Key words:** high entropy alloy; micro- and nano-indentation; geometrically necessary dislocation (GND); elastic factor; elastic deformation; dislocation density

高熵合金 (HEA)<sup>[1-6]</sup> 打破了传统合金的“基体元素”理论<sup>[7]</sup>, 凭借其优异的性能引起广泛关注。基于泰勒位错模型并考虑到压入过程中几何必须位错的产生, 文献[8]提出压入尺度效应可以归因于几何必须位错密度的改变, 此过程忽略了弹性对整个压入过程

的影响。金属材料的机械变形包括弹性变形和塑性变形, 文献[9]提出几何位错密度需要考虑弹性变形的影响, 但未给出弹性变形对几何必须位错的具体影响程度。本文采用微纳米压入法对 CoCrFeNiMn 高熵合金进行多种应变率下的压入测试, 研究弹性变形对几

① 收稿日期: 2023-02-27

基金项目: 国家自然科学基金青年基金(12104502)

作者简介: 周建军(1974—), 女, 河北唐山人, 副教授, 主要从事机械制造工艺与设备研究。

何必须位错密度的影响。

## 1 实验

采用真空电弧熔炼法制备 CoCrFeNiMn 高熵合金,制备工艺为:先将原材料熔炼、铸成铸锭;然后在 1 200 °C 下热处理 12 h,在一定程度上消除铸锭在凝固过程中所产生的枝晶和偏析,使 CoCrFeNiMn 高熵合金的组成成分均匀化;之后在约 1 050 °C 下将其锻造造成 20 mm 厚的板材。

得到的板材通过线切割加工成 6 mm×6 mm×7 mm 的块状高熵合金试样。随后用系列 SiC 砂纸(500#、1000#、1500#、2000#、2500#、3000#)对镶嵌后的试样进行打磨处理,同时使用 90%乙醇和 10%高氯酸混合溶液在室温下对试样进行电解抛光,消除 CoCrFeNiMn 高熵合金表面由于机械抛光所产生的残余应力,最终得到表面平整光滑的高熵合金试样,见图 1。

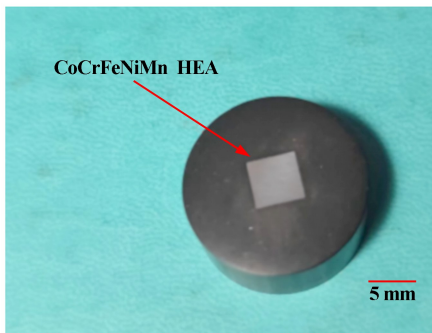


图 1 CoCrFeNiMn 试样

选用美国 Agilent 科技公司生产的 Nano Indenter G200 微纳米压痕测试仪进行微纳米压入测试实验。采用 Berkovich 压头结合连续刚度测量法(CSM)进行纳米压入测试,为了系统分析压入深度与压入应变率的影响,最大压入深度设置为 3 000 nm; $\dot{P}$  与  $P$  分别为实时压入载荷速率与压入载荷, $\dot{h}$  与  $h$  分别为实时压入深度速率与实时压入深度,压入测试过程中恒定  $\dot{P}/P$  可保证稳定的压入应变率  $\dot{h}/h$ <sup>[10-11]</sup>,本文设置  $\dot{P}/P$  分别为 0.001 s<sup>-1</sup>、0.003 s<sup>-1</sup>、0.007 s<sup>-1</sup>、0.01 s<sup>-1</sup>、0.02 s<sup>-1</sup>、0.03 s<sup>-1</sup> 及 0.1 s<sup>-1</sup>;每种工况下的压入测试重复 5 次。

## 2 结果与讨论

### 2.1 两种几何必须位错密度计算

大量研究表明金属的塑性变形主要由位错滑移控制;随机分布的位错受到外力作用后会随机发生相互作用。在宏观尺度方面,主要统计存储位错(SSD)所产生的应变硬化效应,其在统计学上的平均效果更为

显著;在微纳米尺度上,则存在应变梯度情况,压入形变过程中需要保证近压头处与远压头处的变形协调性,非均匀变形部分会产生大量的几何必须位错(GND)。许多学者在研究几何必须位错密度时忽略了弹性变形的影响,但在微纳米压入过程中不可避免地发生弹性变形。本文引入弹性因子( $\Delta e$ )计算几何必须位错密度,并与忽略弹性因子时计算所得几何必须位错密度进行对比。

文献[9]针对文献[8]提出的经典模型进行进一步演化,在微纳米压入过程中引入弹性变形,且将  $h$  细分为残余深度( $h_p$ )和弹性变形( $h_e$ ),弹性变形( $h_e$ )<sup>[12-13]</sup>进一步分解为表面弹性变形( $h_{se}$ )和深层次可恢复弹性变形( $h_{re}$ ),如图 2 所示。假设纳米压入过程中试样的变形主要由两部分完成,分别为产生塑性变形的 Burgers 矢量<sup>[14]</sup>滑移和弹性变形( $\Delta e$ ),其结构示意图如图 3 所示。材料表面与锥形压头之间夹角  $\theta$  存在如下关系<sup>[15]</sup>:

$$\tan\theta = \frac{h_c}{a} = \frac{b + \Delta e}{s} \quad (1)$$

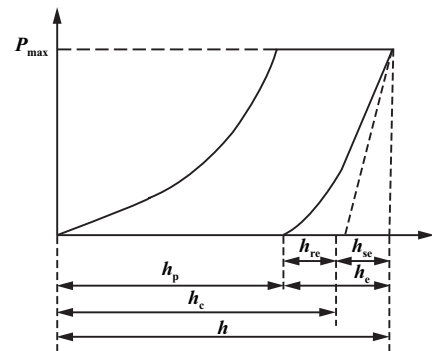


图 2 典型载荷-深度曲线示意图

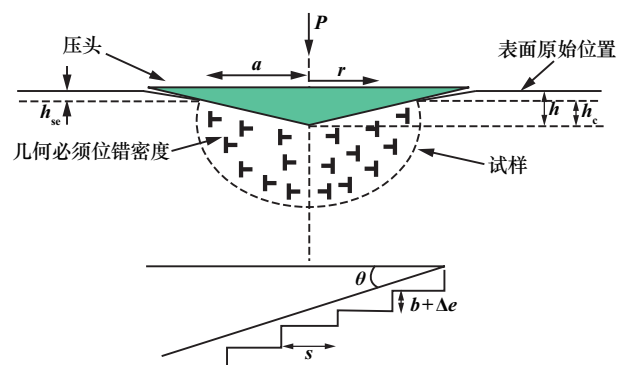


图 3 锥形压头压入模型与 GND 示意图

对于本文采用的 Berkovich 金刚石压头,相应的  $\tan\theta=0.358$ 。式(1)中  $h_c$  为接触深度; $a$  为压痕表面与压头相接触的半径(接触半径); $s$  为内层位错环与

外层位错环的水平间距; $b$ 为 Burgers 矢量, $b+\Delta e$ 为单个滑移阶跃的高度。深层次弹性可恢复变形  $h_{re}$  与接触深度和弹性变形因子  $\Delta e$  存在如下关系:

$$h_{re} = \frac{h_c}{b + \Delta e} \Delta e \quad (2)$$

压头下位错环总长度  $\lambda$  可表示为:

$$\begin{aligned} \lambda &= \int_0^a \frac{2\pi r h_c}{(b + \Delta e)a} dr = \frac{\pi h_c a}{b + \Delta e} \\ &= \frac{\pi a (h_c - h_{re})}{b} = \frac{\pi a (h - h_e)}{b} \end{aligned} \quad (3)$$

位错环总长度与其存储体积比值为几何必须位错密度:

$$\rho_{Ge} = \frac{\lambda}{V} = \frac{3h_c(h - h_e)}{2bh^3} \tan^2 \theta \quad (4)$$

据此得到  $\rho_{Ge}$  (考虑弹性变形情况下的几何必须位错密度) 与弹性变形、接触深度、柏氏矢量和实时压入深度之间的关系如图 4 所示。文献[16]给出了弹性变形与接触深度之间的计算关系为:

$$h_c = h - \frac{(\pi - 2)h_e}{\pi} \quad (5)$$

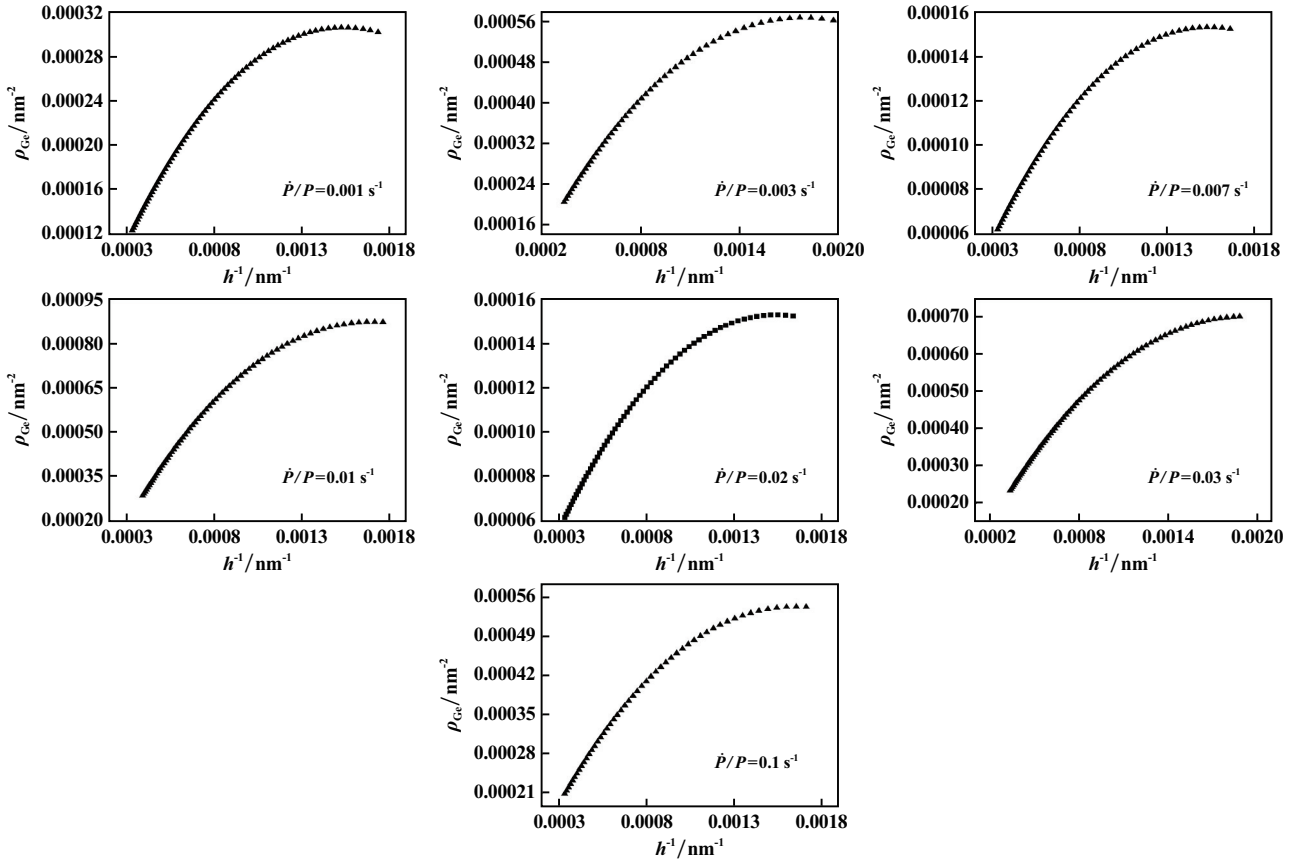


图4 压入过程中不同应变率下的  $\rho_{Ge}-1/h$  曲线

从图4可以看出,7种应变率下的  $\rho_{Ge}-1/h$  曲线均呈现相同特征, $\rho_{Ge}$  随着  $1/h$  增大而增大,且增长到一定值后增长幅度变小,曲线渐成水平状态。

忽略弹性变形时几何必须位错密度  $\rho_G$  计算公式<sup>[17-18]</sup>为:

$$\rho_G = \frac{3}{2bh} \tan^2 \theta \quad (6)$$

绘制  $\rho_G-1/h$  曲线如图5所示。由图5可知, $\rho_G-1/h$  曲线与  $\rho_{Ge}-1/h$  曲线大致相同,几何必须位错密度均随  $1/h$  增加而增大。

## 2.2 $\rho_G$ 与 $\rho_{Ge}$ 对比分析

对2种方法所求得的几何必须位错密度进行对比,得:

$$\frac{\rho_G}{\rho_{Ge}} = \frac{\frac{3}{2bh} \tan^2 \theta}{\frac{3h_c(h - h_e)}{2bh^3} \tan^2 \theta} = \frac{h^2}{(h - 0.363h_e)(h - h_e)} \quad (7)$$

作  $\rho_G/\rho_{Ge}$  与  $h$  关系曲线如图6所示。从图6可以看出,7种应变率均呈现出一定的尺度效应,随着  $h$  值增加, $\rho_G/\rho_{Ge}$  比值逐渐减小。在较浅压入深度处, $\rho_G/\rho_{Ge}$

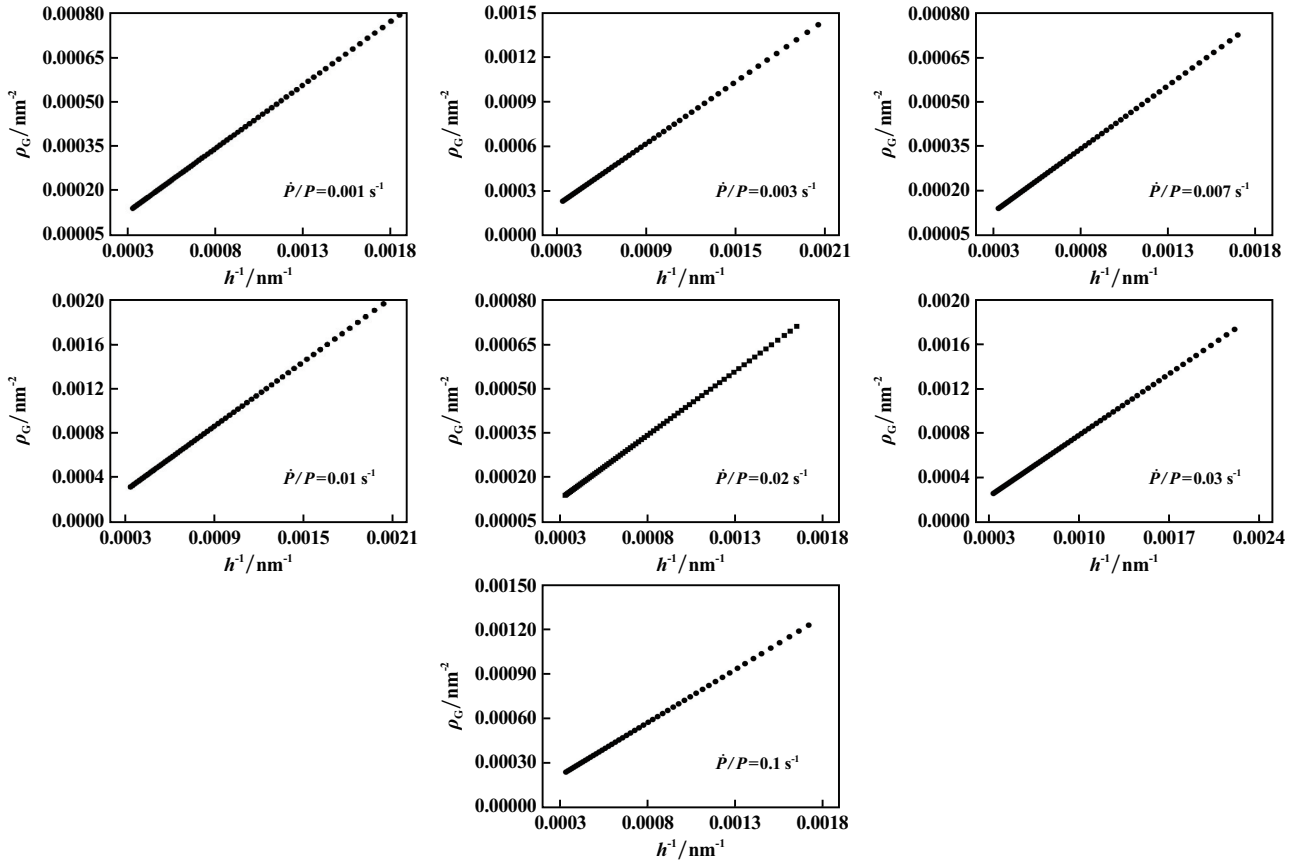


图5 压入过程中不同应变率下的 $\rho_c$ - $1/h$ 曲线

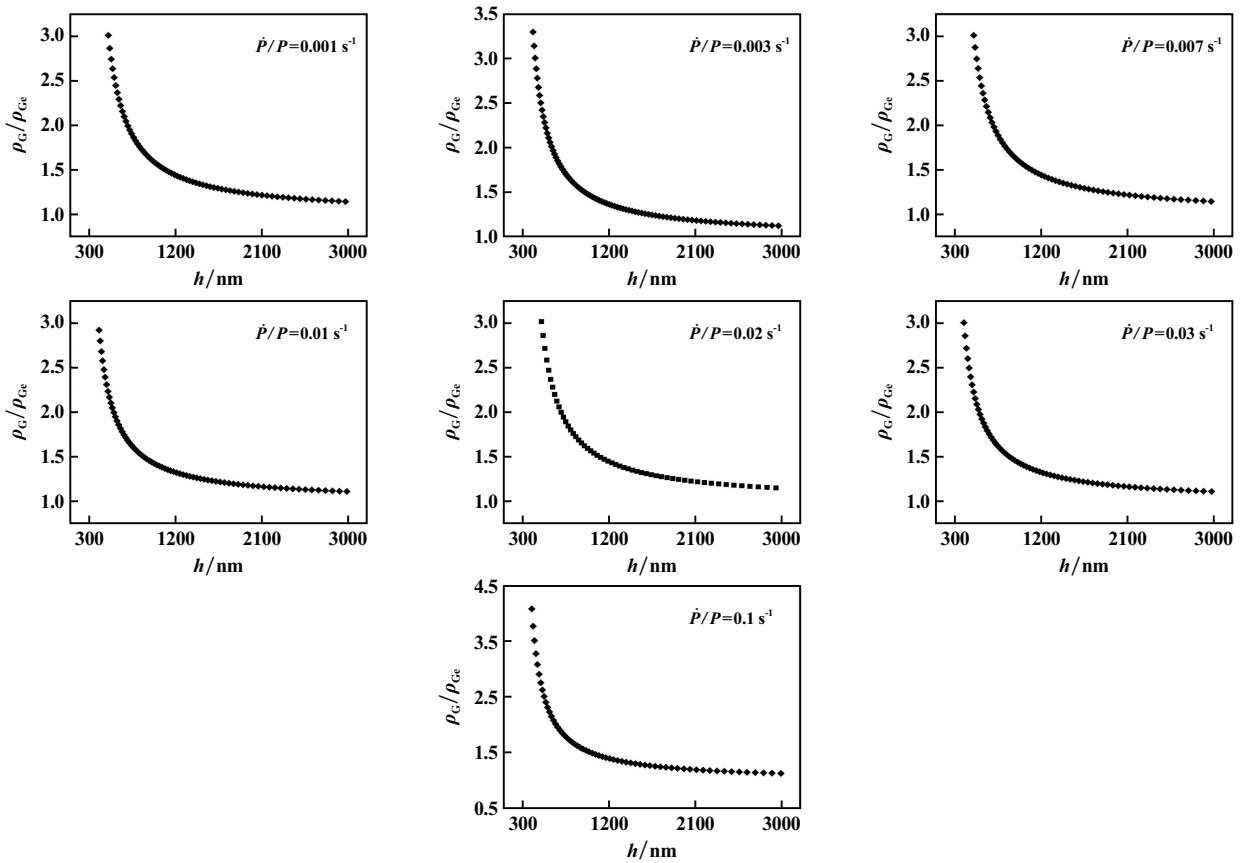


图6 7种特定压入应变率下不同压入深度时的 $\rho_c/\rho_{ce}$ 曲线

比值较大,为3~4;压入深度达到3 000 nm时, $\rho_G/\rho_{Ge}$ 比值接近1。弹性因子对浅压痕处影响较大,对深压痕处影响很小甚至无影响。相关研究也表明,随着 $h$ 增加,位错滑移逐渐占据主导地位<sup>[18-22]</sup>,极大地削弱了弹性变形在深压痕处的影响。

### 3 结 论

1) 考虑弹性因子( $\Delta e$ )的几何必须位错密度( $\rho_{Ge}$ )与 $1/h$ 呈现出非线性关系;忽略弹性变形影响的几何必须位错密度( $\rho_G$ )与 $1/h$ 呈现出线性关系。

2)  $\rho_G/\rho_{Ge}$ 比值随压入深度变化存在尺度效应:压入深度小于500 nm时, $\rho_G/\rho_{Ge}$ 比值3~4,说明弹性因子在浅压痕处对几何必须位错密度影响明显;压入深度达3 000 nm时, $\rho_G/\rho_{Ge}$ 比值接近1。

3) 随着压入深度增加,弹性变形的影响减弱,位错滑移逐渐占据主导地位。

#### 参考文献:

- [1] CHEN S K, Yeh J W, LIN S J. Nanostructured High-Entropy Alloys with Multiple Principal Elements: Novel Alloy Design Concepts and Outcomes[J]. *Advanced Engineering Materials*, 2004, 6(5): 299-303.
- [2] Cantor B, Chang I, Knight P, et al. Microstructural development in equiatomic multicomponent alloys[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2004, 375-377: 213-218.
- [3] 黄小霞,汪冰峰,刘彬. FeCoNiCrMn高熵合金动态力学性能与微观结构[J]. *矿冶工程*, 2018, 38(3): 136-139.
- [4] 杨扬,杨双君,刘文辉. Fe<sub>50</sub>Mn<sub>30</sub>Co<sub>10</sub>Cr<sub>10</sub>高熵合金组织结构对其绝热剪切敏感性的影响[J]. *矿冶工程*, 2019, 39(3): 119-122.
- [5] Laplanche G, Kostka A, Horst O M, et al. Microstructure evolution and critical stress for twinning in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy[J]. *Acta Materialia*, 2016, 118: 152-163.
- [6] Lee D H, Seok M Y, ZHAO Y, et al. Spherical nanoindentation creep behavior of nanocrystalline and coarse-grained CoCrFeMnNi high-entropy alloys[J]. *Acta Materialia*, 2016, 109: 314-322.
- [7] 李建国,黄瑞瑞,张倩,等. 高熵合金的力学性能及变形行为研究进展[J]. *力学学报*, 2020, 52(2): 333-359.
- [8] Nix W D, Gao H. Indentation size effects in crystalline materials: A law for strain gradient plasticity[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 1998, 46(3): 411-425.
- [9] LIU W, CHEN L, CHENG Y, et al. Model of nanoindentation size

effect incorporating the role of elastic deformation[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2019, 126: 245-255.

- [10] LIU S, WEI Y. The Gaussian distribution of lattice size and atomic level heterogeneity in high entropy alloys[J]. *Extreme Mechanics Letters*, 2016, 11: 84-88.
- [11] XIAO G S, YANG X X, QIU J, et al. Determination of power hardening elastoplastic constitutive relation of metals through indentation tests with plural indenters[J]. *Mechanics of Materials*, 2019, 138: 103173.
- [12] Mason J K, Lund A C, Schuh C A. Determining the activation energy and volume for the onset of plasticity during nanoindentation[J]. *Phys Rev B*, 2006, 73: 054102.
- [13] 王亚男,陈树江,董希淳. 位错理论及其应用[M]. 北京:冶金工业出版社, 2007.
- [14] 李万军,肖革胜,孟璐,等. 基于微纳米压入法的高熵合金柏氏矢量研究[J]. *力学季刊*, 2022, 43(1): 102-109.
- [15] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用[M]. 北京:机械工业出版社, 2004.
- [16] Oliver W C, Pharr G M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments[J]. *Journal of Materials Research*, 1992, 7(6): 1564-1583.
- [17] HUANG Y, ZHANG F, HWANG K, et al. A model of size effects in nano-indentation[J]. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 2006, 54(8): 1668-1686.
- [18] HUANG S, LI W, LU S, et al. Temperature dependent stacking fault energy of FeCrCoNiMn high entropy alloy[J]. *Scripta Materialia*, 2015, 108: 44-47.
- [19] SUN I H. Criteria for predicting twin-induced plasticity in solid solution copper alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2017, 711(10): 492-497.
- [20] King H W. Quantitative size-factors for metallic solid solutions[J]. *Journal of Materials Science*, 1966, 1(1): 79-90.
- [21] Okamoto N L, Fujimoto S, Kambara Y, et al. Size effect, critical resolved shear stress, stacking fault energy, and solid solution strengthening in the CrMnFeCoNi high-entropy alloy[J]. *Scientific Reports*, 2016(6): 35863.
- [22] You B K, Sang H S, Lee K H, et al. Dislocation creep behavior of CoCrFeMnNi high entropy alloy at intermediate temperatures[J]. *Materials Research Letters*, 2018, 6(12): 689-695.

引用本文:周建军,陈杰,王艺.微纳米压入测试过程中高熵合金弹性变形对几何必须位错密度的影响[J].*矿冶工程*, 2023, 43(4): 139-143.