

# Mo-Nb-W 单晶微纳米力学性能的各向异性与应变速率响应特征

殷涛, 王宝剑, 胡忠武, 张伟伟, 白伟, 任广鹏, 郭林江, 刘燕,  
张文, 李建峰

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

**摘要:** Mo 基单晶是深空探测舰船核动力发电元件的关键材料, 优化合金成分制备性能优异的单晶材料是提高核电源发电效率和服役寿命的重要途径。本研究采用电子束悬浮区域熔炼方法制备了新型 Mo-Nb-W 单晶, 利用纳米压痕技术研究了不同取向晶面的硬度 ( $H$ )、接触刚度 ( $S$ ) 和弹性模量 ( $E$ ) 随应变速率的变化规律。研究发现, bcc 结构 Mo-Nb-W 单晶(111)晶面的载荷-位移曲线连续光滑变化, 且塑性指数较高, 表明 $\langle 111 \rangle$ 方向塑性较好, 而(110)和(112)晶面的载荷-位移曲线中均出现了位移突变台阶, 同时塑性指数较低, 表明 $\langle 110 \rangle$ 和 $\langle 112 \rangle$ 方向塑性相对较差。随应变速率增大, 3 个取向晶面硬度因弛豫时间缩短而增大, 而接触刚度和弹性模量有降低趋势。Mo-Nb-W 单晶力学性能具有明显的各向异性, 其中硬度排序为  $H_{(111)} > H_{(110)} > H_{(112)}$ , 而接触刚度和弹性模量排序为:  $S_{(111)} > S_{(112)} > S_{(110)}$  和  $E_{(111)} > E_{(112)} > E_{(110)}$ 。随压入深度增加, 硬度逐渐变小, 表现出明显压痕尺寸效应, 其中(111)晶面尺寸效应最为明显。

**关键词:** Mo 基单晶; 纳米压痕; 各向异性; 应变速率; 压痕尺寸效应

中图分类号: TG146.4<sup>+</sup>12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)10-2897-09

钼合金材料具有高结构稳定性、高热导率和优异的高温强度等物理和力学性能, 是现代先进科学技术所需要的关键材料, 广泛应用于航空航天、核能和生命科学等领域<sup>[1-3]</sup>。在核能领域中, 钼合金作为抗蠕变的高温结构材料, 发挥着不可替代的重要作用<sup>[4-5]</sup>。然而, 由于晶界的存在, 多晶钼合金在长时间高温服役过程中会出现晶粒长大现象, 导致应用性能下降, 服役寿命缩短。钼合金单晶没有晶界, 高温服役时不会发生晶粒长大, 其结构稳定性明显优于多晶钼合金。另外, 钼合金单晶具有更低的塑-脆转变温度和更好的耐腐蚀性能等<sup>[6-8]</sup>。然而, 当前关于钼单晶的报道较少<sup>[9-10]</sup>, 这主要是由于成熟钼单晶体系较少, 缺乏新型单晶材料供科研人员研究, 因此亟需研发新型钼合金单晶, 以丰富钼单晶的制备技术和理论。

另一方面, 限于钼单晶体系较少缘故, 关于钼合金单晶的物理和力学性能数据较为有限, 亟需制备新型单晶体系, 并研究其基本性能特征。但是, 由于钼合金单晶研制成本极高, 对其开展物化性能研究, 需要综合考虑材料制造成本和性能测定方法。纳米压痕技术是一种精密测定昂贵稀缺材料的实验方法, 其所

需试样尺寸较小, 对试样形状也没有特殊要求, 试样制备较为简单<sup>[11-14]</sup>。同时, 纳米压痕技术的加载载荷和位移测量精度极高, 在实验测定时不仅可以获得压痕载荷-位移曲线, 而且可以测定微区的硬度、接触刚度和弹性模量等物理和力学参量, 能够有效评估合金材料的微纳米尺度性能, 有助于揭示材料性能特征和塑性变形规律<sup>[15-16]</sup>。

综上所述, 本研究在以往成熟 Mo-3Nb 单晶制备基础上, 最新研制了 Mo-Nb-W 单晶, 采用纳米压痕技术系统研究了其(110)、(111)和(112) 3 个取向晶面在不同应变速率条件下的微纳米力学性能特征。

## 1 实验

### 1.1 单晶制备与试样切取

采用高纯 Nb 粉、Mo 粉和 W 粉 (纯度均大于 99.95%) 充分混合后制备 Mo-Nb-W 合金烧结条, 随后进行电子束熔炼, 以及铸锭挤压和锻造。最后, 通过电子束悬浮区域熔炼拉制(111)定向面生长的 Mo-Nb-W 单晶。单晶化学成分如表 1 所示。

利用定向切割仪分别切取(110)、(111)和(112)

收稿日期: 2024-04-01

基金项目: 工信部产业基础再造和制造业高质量发展专项 (TC220H06D); 西北有色金属研究院人才培养项目 (0701YK2407)

作者简介: 殷涛, 男, 1982 年生, 高级工程师, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, E-mail: yintao0808@163.com

表 1 Mo-Nb-W 单晶的化学成分

Table 1 Chemical composition of Mo-Nb-W single crystal

(ω/%)					
Nb	W	O	N	H	Mo
3.50	0.40	<0.004	<0.003	<0.001	Bal.

取向试样。在忽略 Mo、Nb 和 W 原子尺寸差异时，bcc 结构 Mo-Nb-W 单晶试样的切取位置和晶面原子分布如图 1 所示。在不考虑 Nb 和 W 原子引起的 Mo 基体晶格畸变时，Mo-Nb-W 单晶(110)、(111)和(112)晶面的面间距和近邻原子间距见表 2。对不同取向单晶切片进行 XRD 分析，结果如图 2 所示。图 2a、2c 和 2e 分别为(110)、(111)和(112)取向试样在常规 2 theta 扫描模式下的 XRD 图谱，可以看到在 30°~130°范围内(110)、(111)和(112)取向试样分别仅在 40.37°、115.74°和 73.53°出现单个衍射峰，表明制备的试样为研究需要的取向单晶。同时，为了确定 3 个取向试样实际晶面与理论晶面的偏离程度，采用 XRD Omega 扫描模式（也称摇摆曲线法）测定了实际晶面与理论晶面的偏离角，如图 2b、2d 和 2f 所示。经过计算，(110)、(111)和(112)取向试样的晶向偏离角分别为 5.3°、1.5°和 3.1°。通常认为，Mo 合金单晶晶向偏离角小于 8°时，晶体取向偏差引起的力学性能变化可以忽略<sup>[11]</sup>。因此，本研究成功制备了 Mo-Nb-W 单晶，并切取了较为理想的(110)、(111)和(112)取向试样。

1.2 微纳米力学性能测定

纳米压痕实验中，接触刚度  $S$  通过载荷-位移( $P-h$ ) 曲线中卸载开始时曲线的正切值确定，定义为<sup>[11]</sup>：

$$S = \frac{dP}{dh} \tag{1}$$

在获得接触刚度之后，可以根据以下方程计算求得弹性模量  $E$  和硬度  $H$ <sup>[12,16]</sup>：

$$E = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \cdot \frac{S}{A_c} \tag{2}$$

$$H = \frac{P}{A_c} \tag{3}$$

$$A_c = 24.56h_c^2 \tag{4}$$

其中， $\beta$ 为压头的形状因子，Berkovich 压头通常取值为 1.058。 $h_c$ 和  $A_c$ 分别为接触深度和接触面积， $P$ 为载荷。

本研究采用 Keysight Nano Indenter G200 纳米压痕仪对精细抛光的(110)、(111)和(112)取向晶面试样进行接触刚度、硬度和弹性模量的测定。实验中，采用连续接触刚度法（CSM）测试时，加载应变速率分别设置为 0.5, 0.1, 0.05, 0.01 和 0.005 s<sup>-1</sup>，最大压入深度设置为 2000 nm，而在准静态加载模式下，加载最大载荷依次设置为 10, 20, 50, 100, 200 和 500 mN，加载速率均为 10 mN/s。上述纳米压痕实验中，每个取向试样在单个实验条件下至少测定 5 次，本研究中接触刚度、硬度和弹性模量均为多次测定结果的平均值。

2 结果与讨论

2.1 载荷-位移曲线特征与塑性指数

应变速率分别为 0.5, 0.1, 0.05, 0.01 和 0.005 s<sup>-1</sup>

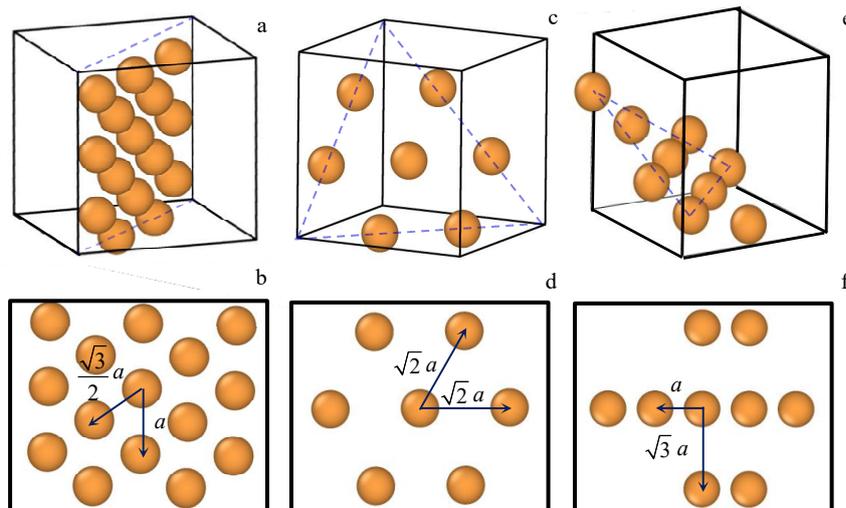


图 1 Mo-Nb-W 单晶特定取向晶面的空间位置与原子分布特征

Fig.1 Spatial position (a, c, e) and atomic distributions (b, d, f) of the selected oriented crystal planes in Mo-Nb-W single crystal: (a-b) (110); (c-d) (111); (e-f) (112)

表 2 Mo-Nb-W 单晶不同取向晶面的特征参数

Table 2 Structure parameters of different oriented crystal planes of Mo-Nb-W single crystal

Crystal plane	Interplanar spacing, $d/\text{nm}$	Distance between neighboring atoms, $l/\text{nm}$	XRD full width at half maximum, FWHM/(°)
(110)	2.2351	$a, \frac{\sqrt{3}}{2} a$	0.318
(111)	0.9103	$\sqrt{2} a$	0.387
(112)	1.2882	$a, \sqrt{3} a$	0.319

Note:  $a$ -lattice constant

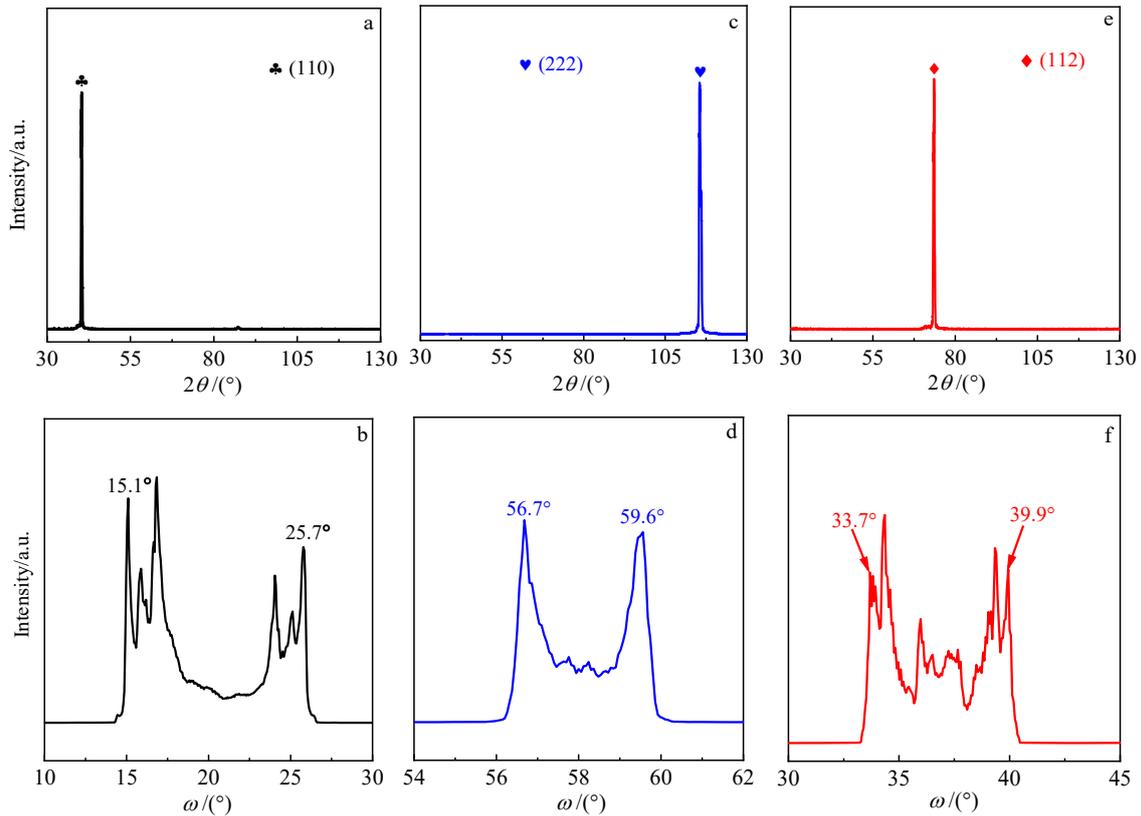


图 2 不同取向晶面 Mo-Nb-W 单晶的 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of different oriented crystal planes of Mo-Nb-W single crystal: (a-b) (110); (c-d) (111); (e-f) (112)

时, (110)、(111)和(112)取向试样的纳米压痕载荷-位移曲线如图 3a~3c 所示。可以看出, 不同应变速率条件下, 3 个取向晶面的  $P-h$  曲线在压入深度小于 500 nm 时基本重合, 而在 500 nm 以上时明显分离, 且随着压入深度增大, 曲线之间偏离程度越大。同时, 随着应变速率的不断增大, 3 个取向晶面在最大压入深度 2000 nm 时所用的最大载荷均逐渐升高。经过统计, (111)取向试样在应变速率为  $0.005 \text{ s}^{-1}$  时的最大载荷  $P_{\text{max}}$  为 278.9 mN, 而当应变速率增加到  $0.5 \text{ s}^{-1}$  时最大载荷  $P_{\text{max}}$  已达 337.2 mN, 如图 3b 和 3d 所示。这说明 Mo-Nb-W 单晶的纳米压痕变形行为与应变速率紧密相关, 具有明显的应变率效应。分析认为, 在压入深度相同时, 应变速率越小压入时

间越长, 纳米压痕加载过程中 Mo-Nb-W 单晶的塑性变形能够更为充分表现出来, 换句话说讲应变速率越小, 压入时间越长, 材料驰豫越充分, 从而在压入深度相同时所需最大载荷降低。对比相同应变速率条件下 3 个取向试样在 2000 nm 压入深度处的载荷值, 可以发现(111)取向试样的载荷值最大, 其次为(110), 最小为(112), 如图 3d 所示。这说明 Mo-Nb-W 单晶的力学性能具有明显的各向异性, 同时表明在本研究的 3 个取向晶面中, 垂直于(111)晶面压入时硬度值最高, 其次为(110), 最小为(112)。

观察 3 个取向试样在纳米压痕加载过程中的  $P-h$  曲线, 发现(110)和(112)取向试样的  $P-h$  曲线出现了“台阶”变化, 而(111)取向试样的  $P-h$  曲线连续光滑变化,

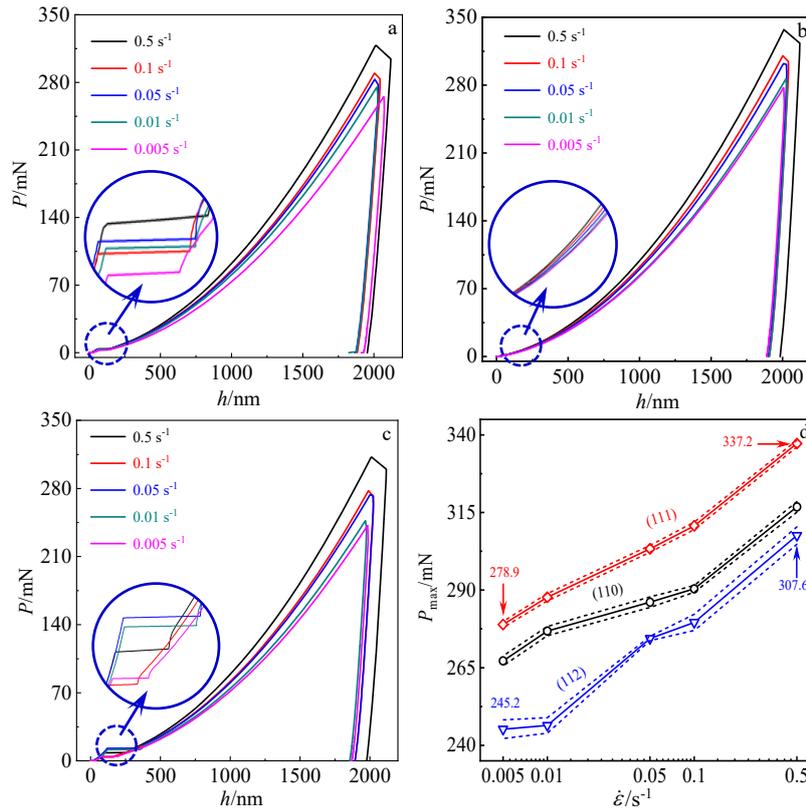


图 3 不同应变速率下 3 个取向晶面的纳米压痕载荷-位移曲线和最大载荷

Fig.3 Nanoindentation load-displacement ( $P$ - $h$ ) curves (a-c) of the three oriented crystal planes at different strain rates: (a) (110), (b) (111), and (c) (112); (d) the maximum load versus strain rate at the depth of 2000 nm

未出现明显不连续点，如图 3a~3c 中插图所示。纳米压痕加载过程中  $P$ - $h$  曲线上出现的“位移突变”现象，也称为“pop-in”现象，即应力达到一定数值时位移出现突然增加的现象<sup>[17]</sup>。通常认为，首次“pop-in”的出现是弹性变形向塑性变形转变的标志，这意味着塑性变形越容易，弹塑性转变“台阶”标志将越明显<sup>[18-19]</sup>。因此，在 Mo-Nb-W 单晶纳米压痕实验过程中，垂直于(110)和(112)晶面压入时，弹塑性转变标志明显，表明滑移系更容易开动，塑性变形更为容易，而垂直于(111)晶面压入时，弹塑性转变未出现“台阶”标志，说明其滑移系开动较为困难，不易发生塑性变形。

分析认为，Mo-Nb-W 单晶纳米压痕实验过程中由于不受晶界和相界等因素影响，其塑性变形主要通过晶内位错的形核和发射进行，即通过开动滑移系实现塑性变形。Mo-Nb-W 单晶作为典型体心立方结构 (bcc) 合金，遵循 bcc 合金塑性变形过程中位错形核和运动的基本规律。bcc 合金中重要的滑移系主要存在于 {110} 和 {112} 晶面上，{110} 和 {112} 晶面上的滑移方向均为  $\langle 111 \rangle$ ，分别组成 {110} $\langle 111 \rangle$  和 {112} $\langle 111 \rangle$  滑移系，而 {111} 晶面尚未发现存在滑移系。同时，分

析 3 个取向晶面的 XRD 衍射峰，发现(110)和(112)取向试样的半高宽分别为  $0.318^\circ$  和  $0.319^\circ$ ，而(111)取向试样的半高宽更大，为  $0.387^\circ$ （见表 2）。这表明相较于(110)和(112)晶面，(111)晶面原子排列更为无序，空位或置换原子等晶体缺陷更多，畸变程度更大。因此，在纳米压痕加载过程中，当应力达到一定数值时具有滑移系的(110)和(112)取向晶面试样均容易发生高密度的位错形核和发射运动，出现明显的弹塑性转变标志——“位移突变”台阶，而自身不存在滑移系的(111)取向晶面试样在塑性变形过程中需要其它晶面协调发生滑移，而协调过程需要时间，同时协调发生滑移的晶面因为位向关系，尚未形成高密度位错的形核和发射，从而在  $P$ - $h$  曲线上表现出连续平滑变化规律。

为了探究 Mo-Nb-W 单晶(110)、(111)和(112)取向试样的塑性变形能力，采用塑性指数 ( $\psi$ ) 进行表征<sup>[20]</sup>：

$$\psi = \frac{A_1}{A_1 + A_2} \quad (5)$$

其中， $A_1$  和  $A_2$  分别表示图 4a 中 2 个阴影区域的面积。其严格定义如下<sup>[12,21]</sup>：

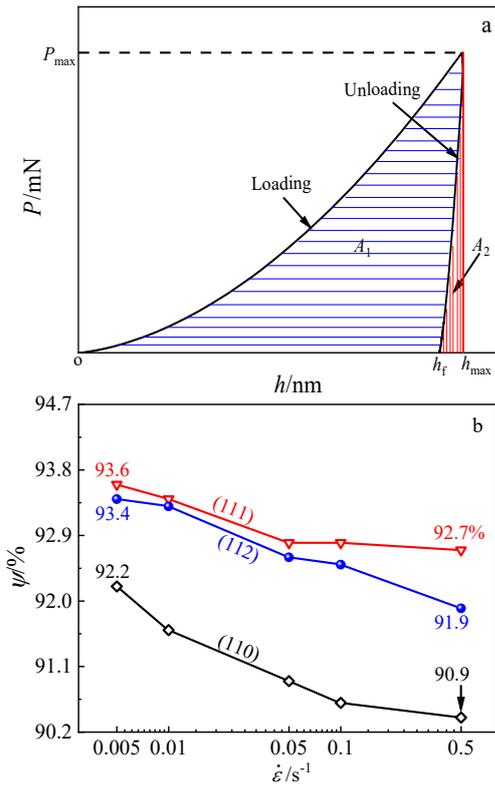


图 4 载荷-位移曲线示意图与塑性指数随应变速率的变化规律  
Fig.4 Schematic diagrams of  $P-h$  curve (a) and plasticity index versus strain rate of the three oriented crystal planes (b)

$$A = A_1 + A_2 = \int_0^{h_{\max}} Pdh \quad (6)$$

$$A_2 = \int_{h_f}^{h_{\max}} Pdh \quad (7)$$

其中,  $A$  称为压入总功,  $A_1$  为塑性变形耗散能,  $A_2$  为弹性回复能,  $h_{\max}$  为最大压入深度,  $h_f$  为卸载后残余深度。

根据方程 (5) ~ (7) 可以分别计算出不同应变速率条件下 3 个取向试样的塑性指数, 如图 4b 所示。可

以看到, 在  $0.005 \text{ s}^{-1}$  应变速率时, (110)、(111)和(112)取向试样的塑性指数分别为 92.2%, 93.6%和 93.4%。比较可知, 在相同应变速率条件下, 垂直于(111)晶面压入时塑性指数最大, 其次为(112)晶面, 最小为(110)晶面。这说明垂直于(111)晶面压入, 即沿<111>方向压入时, Mo-Nb-W 单晶塑性表现最好, 而沿<110>方向压入时, 塑性表现最差。同时, 随着应变速率的不断提高, 3 个取向试样的塑性指数均有小幅下降趋势, 说明纳米压痕塑性指数与应变速率之间具有相关性。由于应变速率增加将引起压入时间缩短, 导致材料快速硬化而尚未达到稳定, 因此应变速率引起的力学指标变化均与驰豫过程密切相关。

### 2.2 硬度的各向异性与应变速率敏感性

采用连续接触刚度法测定了 Mo-Nb-W 单晶 (110)、(111)和(112)取向晶面硬度随压入深度 ( $h$ ) 和应变速率 ( $\dot{\epsilon}$ ) 的变化关系, 如图 5a~5c 所示。可以看出, 3 个取向晶面的硬度随压入深度的增大均逐渐降低, 而降低趋势逐渐趋缓, 表现出明显的纳米压痕尺寸效应。硬度的压痕尺寸效应将在 2.4 节进行讨论。

另一方面, 随着应变速率的不断提高, 3 个取向晶面的硬度逐渐变大, 显示出较强的应变速率敏感性。由于随着压入深度的增加, 硬度将趋于一个恒定值, 因此将不同应变速率条件下最大压入深度 2000 nm 处的硬度作为 3 个取向晶面的硬度值, 用于比较 3 个晶面硬度的强弱和研究其随应变速率的变化规律。图 5d 为 3 个取向晶面在不同应变速率条件下 2000 nm 压入深度处硬度的变化趋势。当应变速率为  $0.005 \text{ s}^{-1}$  时, (110)、(111)和(112)取向晶面的硬度分别为 2.65、2.91 和 2.56 GPa, 而当应变速率增大到  $0.5 \text{ s}^{-1}$  时, (110)、(111)和(112)取向晶面的硬度升高为 3.52、3.74 和 3.41 GPa。由此可知, Mo-Nb-W 单晶硬度具有明显的应变速率敏感性和显著的各向异性特征, 且(111)晶面硬度

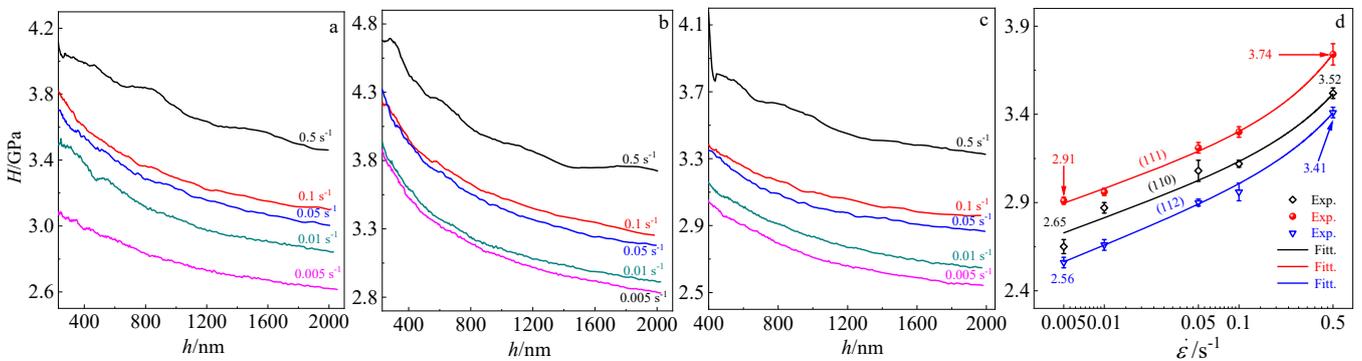


图 5 不同应变速率条件下 3 个取向晶面硬度的变化特征和硬度随应变速率的变化趋势

Fig.5 Hardness variation (a-c) of the three oriented crystal planes at different strain rates and hardness versus strain rate (d): (a) (110); (b) (111); (c) (112)

最大，其次为(110)，最小为(112)，这与 2.1 节载荷-位移曲线分析结果一致。

根据硬度随应变速率的变化趋势，对实验数据进行了拟合，得到(110)、(111)和(112)取向晶面硬度与应变速率的函数关系如下：

$$H_{(110)} = 3.36 + 0.12 \ln \dot{\epsilon} + 0.48 \dot{\epsilon} \quad (8)$$

$$H_{(111)} = 3.51 + 0.12 \ln \dot{\epsilon} + 0.63 \dot{\epsilon} \quad (9)$$

$$H_{(112)} = 3.27 + 0.13 \ln \dot{\epsilon} + 0.47 \dot{\epsilon} \quad (10)$$

基于实验结果和拟合函数关系 (8) ~ (10) 可知，当应变速率较小时，Mo-Nb-W 单晶硬度与应变速率主要呈对数关系，而当应变速率较大时，其与应变速率将呈线性关系。硬度之所以存在应变速率敏感性，主要是由于位错易于在压头下方形核，在低应变速率条件下位错激活慢，密度低，易于运动，而在高应变速率条件下位错快速形核、堆积和缠结等，使得位错运动所需外力提高，导致硬化趋势加剧，从而表现出更大的硬度。

### 2.3 接触刚度与弹性模量的变化特征

图 6a 是 Mo-Nb-W 单晶(110)、(111)和(112)取向晶面接触刚度随压入深度与应变速率的变化特征。可以看到，随着压入深度增加，3 个取向晶面的接触刚度均线性增大。为了比较 3 个取向晶面接触刚度的相对大小，取相同压入深度 (2000 nm) 时的接触刚度值进行分析，结果如图 6c 所示。当应变速率为  $0.005 \text{ s}^{-1}$  时，(110)、(111)和(112)取向晶面接触刚度分别为  $2.03 \times 10^6$ 、 $2.51 \times 10^6$  和  $2.32 \times 10^6 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$ ，而当应变速率增大到  $0.5 \text{ s}^{-1}$  时，(110)、(111)和(112)取向晶面接触刚度分别降低到  $1.47 \times 10^6$ 、 $1.82 \times 10^6$  和  $1.78 \times 10^6 \text{ N}\cdot\text{m}^{-1}$ 。可以发现，应变速率相同时，(111)晶面的接触刚度最大，其次为(112)，最小为(110)。同时，当应变速率小于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时，3 个取向晶面的接触刚度基本恒定，而当应变速率大于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时，接触刚度随着应变速率增大有降低趋势。

Mo-Nb-W 单晶(110)、(111)和(112)取向晶面弹性模量随压入深度与应变速率的变化规律，如图

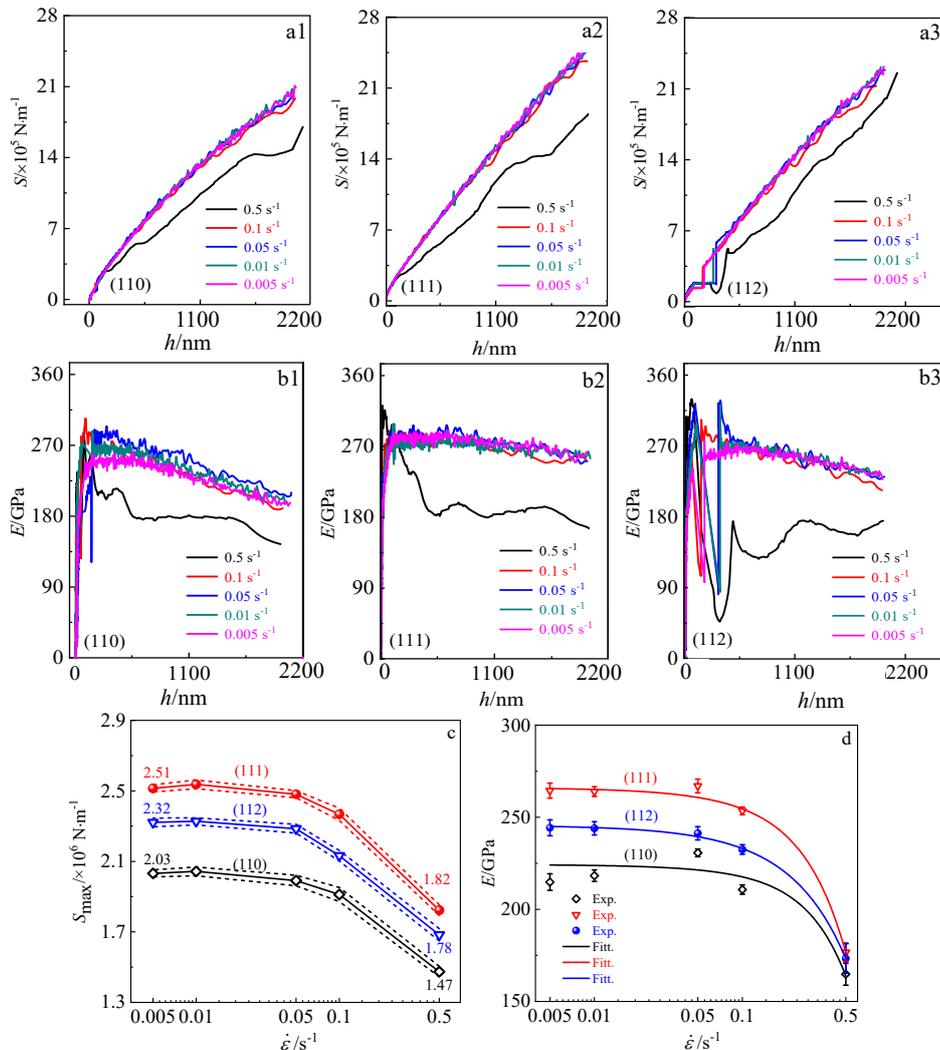


图 6 不同取向晶面的接触刚度与弹性模量随压入深度和应变速率变化特征

Fig.6 Contact stiffness (a1-a3, c) and elastic modulus (b1-b3, d) of different orientated crystal planes: (a1-a3, b1-b3) contact stiffness and elastic modulus versus indentation depth; (c-d) contact stiffness and elastic modulus versus strain rate

6b 所示。随着压入深度增加, 3 个取向晶面的弹性模量均有降低趋势, 而(110)降低趋势最为明显, 其次为(112), (111)降低幅度最小。统计 3 个取向晶面在最大压入深度 2000 nm 处的弹性模量值, 结果如图 6d 所示。可以发现, 弹性模量随压入深度和应变速率的变化规律, 与接触刚度的变化特征相似。在相同应变速率条件下, (111)晶面弹性模量最大, 其次为(112), 最小为(110)。同时, 在应变速率小于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时, 3 个取向晶面的弹性模量基本保持不变, 趋于恒定, 而当应变速率大于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时, 弹性模量随应变速率增大有降低趋势。根据弹性模量随应变速率的变化趋势, 对实验数据进行拟合, 得到的函数关系如下:

$$E_{(110)} = 551 - 326 \exp(-\dot{\epsilon}) - 378 \dot{\epsilon} \quad (11)$$

$$E_{(111)} = 653 - 387 \exp(-\dot{\epsilon}) - 484 \dot{\epsilon} \quad (12)$$

$$E_{(112)} = 360 - 114 \exp(-\dot{\epsilon}) - 235 \dot{\epsilon} \quad (13)$$

根据函数关系 (11) ~ (13) 可知, 当应变速率较小时, Mo-Nb-W 单晶弹性模量与应变速率主要呈幂指数关系, 而当应变速率较大时, 其与应变

速率将呈线性关系。

### 2.4 纳米压痕尺寸效应与尺寸效应因子

为了研究 Mo-Nb-W 单晶(110)、(111)和(112)取向晶面的纳米压痕尺寸效应, 采用准静态加载模式测定了 10、20、50、100、200 和 500 mN 载荷对应深度时的硬度, 结果如图 7a 所示。3 个取向晶面在准静态模式下最大加载载荷与对应压入深度见表 3。可以看到, 随着加载载荷增大, 压入深度不断增加, 而得到的硬度随压入深度增大而逐渐减小, 依然呈现明显的纳米压痕尺寸效应, 与连续接触刚度模式下得到的结果一致。Milman<sup>[22]</sup>和 Chen<sup>[23]</sup>等研究认为, 硬度与压入深度满足以下幂指数关系:

$$H = B h^{-i} \quad (14)$$

其中,  $B$  和  $i$  为拟合参数, 且  $i$  称为纳米压痕尺寸效应因子, 可以反映材料的纳米压痕尺寸效应强弱。采用方程 (14) 对 3 个取向晶面硬度与压入深度实验数据进行拟合, 拟合曲线如图 7a 所示。(110)、(111)和(112)取向晶面硬度与压入深度之间的拟合函数如下:

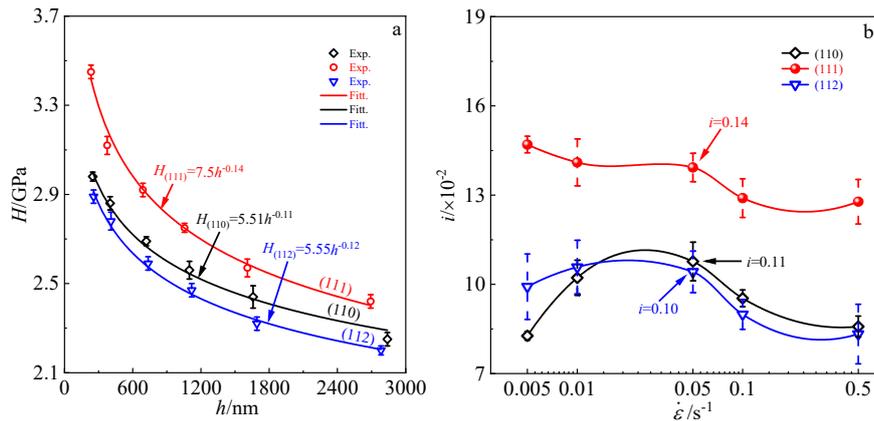


图 7 不同取向晶面在准静态加载模式和连续接触刚度模式下的纳米压痕尺寸效应特征

Fig.7 Nanoindentation size effect characteristics of different oriented crystal planes under quasi-static loading mode (a) and continuous contact stiffness mode (b)

表 3 (110)、(111)和(112)取向晶面在准静态模式下最大加载载荷与对应压入深度

Table 3 Maximum load and corresponding indentation depth of (110), (111) and (112) oriented crystal planes under quasi-static loading mode

Peak load/mN	Indentation depth under peak load/nm		
	(110)	(111)	(112)
10	248	233	256
20	401	375	409
50	719	689	735
100	1098	1055	1118
200	1658	1608	1692
500	2839	2692	2783

$$H_{(110)} = 5.51h^{-0.11} \quad (15)$$

$$H_{(111)} = 7.5h^{-0.14} \quad (16)$$

$$H_{(112)} = 5.55h^{-0.12} \quad (17)$$

根据拟合函数关系可知, (110)、(111)和(112)取向晶面的纳米压痕尺寸效应因子  $i$  分别为 0.11、0.14 和 0.12, (111)晶面最大, 而(110)和(112)接近。进一步采用方程 (14) 对连续接触刚度模式下 3 个取向晶面硬度与压入深度关系曲线进行拟合, 得到纳米压痕尺寸效应因子  $i$  随应变速率的关系, 如图 7b 所示。可以发现, (111)晶面尺寸效应因子  $i$  最大, 约为 0.14, 尺寸效应最明显, 而(110)和(112)接近, 约为 0.11 和 0.10, 与准静态模式下得到的结果一致。同时, 发现不同应变速率条件下同一取向晶面的压痕尺寸效应因子  $i$  略有波动, 与应变速率之间没有明显的关联性。

### 3 结 论

1) 在纳米压痕实验过程中, 垂直于具有滑移系的(110)和(112)取向晶面加载时, 载荷-位移曲线上出现明显弹塑性转变标志——“位移突变”台阶, 而垂直于没有滑移系的(111)取向晶面加载时,  $P-h$  曲线呈现连续变化特征。

2) 在 3 个取向试样中, 硬度均表现出明显的应变速率敏感性。随着应变速率增大, 硬度均呈增大趋势, 而接触刚度和弹性模量在应变速率小于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时基本不变, 而应变速率大于  $0.05 \text{ s}^{-1}$  时有减小趋势。

3) 单晶微纳米力学性能表现出明显各向异性, (111)晶面的硬度、接触刚度和弹性模量均为最大, 但(112)晶面硬度最小, 而(110)晶面的接触刚度和弹性模量最小。

4) Mo-Nb-W 单晶具有明显的纳米压痕尺寸效应, 其中沿 $\langle 111 \rangle$ 方向压入时, 尺寸效应最为明显, 而沿 $\langle 110 \rangle$ 和 $\langle 112 \rangle$ 方向压入时, 尺寸效应较为接近, 同时纳米压痕尺寸效应与应变速率之间没有明显的关联性。

致 谢: 孙朔和焦奔奇等同事在实验和分析过程中给予了有益帮助, 特此致谢。

#### 参考文献 References

- [1] Bei H, Shim S, Miller M K *et al.* *Applied Physics Letters*[J], 2007, 91(11): 111915
- [2] Hollang L, Brunner D, Seeger A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 319-321: 233
- [3] Oehlerking F, Stawovy M T, Ohm S *et al.* *International*

*Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2022, 109: 105971

- [4] Budd M I. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1990, 170(2): 129
- [5] Litasov K D, Dorogokupets P I, Ohtani E *et al.* *Journal of Applied Physics*[J], 2013, 113(9): 093507
- [6] Domínguez-Gutiérrez F J, Ustrzycka A, Xu Q Q *et al.* *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*[J], 2022, 30: 085010
- [7] El-Genk M S, Tournier J M. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2005, 340(1): 93
- [8] Jing K, Liu R, Xie Z M. *Acta Materialia*[J], 2022, 227: 117725
- [9] Jiao B Q, Zhao Q Y, Zhao Y Q *et al.* *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*[J], 2022, 107: 105871
- [10] Huang L, Zhang W, Hu Z W *et al.* *Metals*[J], 2023, 13(7): 1261
- [11] Zhang Wen(张 文), Zhang Pingxiang(张平祥), Gao Xuanqiao(高选乔) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(3): 822
- [12] Oliver W C, Pharr G M. *Journal of Materials Research*[J], 1992, 7: 1564
- [13] Wheeler D W, Morris S T. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 385(1): 122
- [14] Mallakpour F, Kasraie M, Herbert E G *et al.* *Journal of Materials Research*[J], 2023, 38: 3431
- [15] Pi J H, He X C, Wang Z Z. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2017, 46(7): 1810
- [16] Horiuchi T, Yamada K, Saito S *et al.* *Materials Transactions*[J], 2023, 64(7): 1622
- [17] Xu X X, Mu X Q, Zhu C. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2020, 49(12): 4005
- [18] Biener M M, Biener J, Hodge A M *et al.* *Physical Review B*[J], 2007, 76(16): 165422
- [19] Dub S N, Zaslavskiy I K, Matvienko L F. *Physics of the Solid State*[J], 2011, 53(7): 1404
- [20] Briscoe B J, Fiori L, Pelillo E. *Journal of Physics D: Applied Physics*[J], 1998, 31(19): 2395
- [21] Zhu Bin(朱 彬), Yang Lan(杨 兰), Liu Yong(刘 勇) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2022, 58(2): 155
- [22] Milman Y V, Golubenko A A, Dub S N. *Acta Materialia*[J], 2011, 59(20): 7480
- [23] Chen S H, Liu L, Wang T. *Acta Materialia*[J], 2004, 52(5): 1089

## Anisotropy Characteristics of Micro- and Nano-mechanical Properties and Strain Rate Response of Mo-Nb-W Single Crystal

Yin Tao, Wang Baojian, Hu Zhongwu, Zhang Weiwei, Bai Wei, Ren Guangpeng, Guo Linjiang, Liu Yan, Zhang Wen,  
Li Jianfeng

(Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

**Abstract:** Mo-based single crystal is a key material for nuclear power generation components in deep space exploration ships. Optimizing alloy composition to achieve property improvement of single crystal materials is an important way to improve the power generation efficiency and service life of nuclear power sources. A novel Mo-Nb-W single crystal was prepared by electron beam suspension zone melting method, and the hardness ( $H$ ), contact stiffness ( $S$ ) and elastic modulus ( $E$ ) of different oriented crystal planes were investigated by nanoindentation technique. The results show that there is no pop-in phenomenon in the load-displacement ( $P-h$ ) curves of the (111) crystal plane, and the plasticity index is high, which indicates that the plasticity in  $\langle 111 \rangle$  direction is good. However, the pop-in steps appear in the  $P-h$  curves of both (110) and (112) crystal planes during nanoindentation, and the plasticity index is low, indicating that the plasticity in  $\langle 111 \rangle$  and  $\langle 112 \rangle$  directions is relatively poor. The hardness of the measured oriented crystal planes is gradually increased with the increase in strain rate due to the shortened relaxation time, while the contact stiffness and elastic modulus are slowly decreased as strain rate increases. There is significant anisotropy in the mechanical properties of Mo-Nb-W single crystal, and the hardness is ranked as  $H_{(111)} > H_{(110)} > H_{(112)}$ . The order of contact stiffness and elastic modulus are as follows:  $S_{(111)} > S_{(112)} > S_{(110)}$  and  $E_{(111)} > E_{(112)} > E_{(110)}$ . The hardness of these mentioned oriented crystal planes is gradually decreased with the rise of indentation depth, and the (111) oriented crystal plane has the most obvious indentation size effect.

**Key words:** Mo-based single crystal; nanoindentation; anisotropy; strain rate; indentation size effect

---

Corresponding author: Wang Baojian, Ph. D., Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231082, E-mail: wangbaojian@c-nin.com