

温度和应变速率耦合作用下纳米晶 Ni 压缩行为研究

杨剑群 马国亮 李兴冀 刘超铭 刘海

Compressive behavior of nanocrystalline nickel at various temperatures and strain rates

Yang Jian-Qun Ma Guo-Liang Li Xing-Ji Liu Chao-Ming Liu Hai

引用信息 Citation: *Acta Physica Sinica*, 64, 137103 (2015) DOI: 10.7498/aps.64.137103

在线阅读 View online: <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.137103>

当期内容 View table of contents: <http://wulixb.iphy.ac.cn/CN/Y2015/V64/I13>

您可能感兴趣的其他文章

Articles you may be interested in

SiC 纳米纤维/C/SiC 复合材料拉伸行为的分子动力学研究

Molecular dynamics study on tensile behavior of SiC nanofiber/C/SiC nanocomposites

物理学报.2015, 64(11): 117101 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.64.117101>

高剂量 As 离子注入对高阻 Si 电学特性的影响

Influence of high dose As ion implantation on electrical properties of high resistivity silicon

物理学报.2014, 63(13): 136803 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.63.136803>

纳米 Ni 在 77 K 温度下压缩行为的研究

Compression behavior of nanocrystalline nickel at 77 K

物理学报.2013, 62(14): 147102 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.147102>

温度对超薄铜膜疲劳性能影响的分子动力学模拟

Temperature dependence of fatigue properties of ultrathin copper films: molecular dynamics simulations

物理学报.2013, 62(10): 107103 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.62.107103>

掺 He 钛膜中 He 泡的演化研究

Study of the evolution of helium bubbles in helium-containing titanium films

物理学报.2012, 61(22): 226802 <http://dx.doi.org/10.7498/aps.61.226802>

温度和应变速率耦合作用下纳米晶Ni 压缩行为研究*

杨剑群 马国亮 李兴冀[†] 刘超铭 刘海

(哈尔滨工业大学, 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

(2014年8月22日收到; 2015年2月28日收到修改稿)

本文利用低温力学测试系统研究了电化学沉积纳米晶Ni在不同温度和宽应变速率条件下的压缩行为. 借助应变速率敏感指数、激活体积、扫描电子显微镜及高分辨透射电子显微镜方法, 对纳米晶Ni的压缩塑性变形机理进行了表征. 研究表明, 在较低温度条件下, 纳米晶Ni的塑性变形主要是由晶界位错协调变形主导, 晶界本征位错引出后无阻碍的在晶粒内无位错区运动, 直至在相对晶界发生类似切割林位错行为. 并且, 在协调塑性变形时引出位错的残留位错能够增加应变相容性和减小应力集中; 在室温条件下, 纳米晶Ni的塑性变形机理主要是晶界-位错协调变形与晶粒滑移/旋转共同主导. 利用晶界位错协调变形机理和残留位错运动与温度及缺陷的相关性揭示了纳米晶Ni在不同温度、不同应变速率条件下力学压缩性能差异的内在原因.

关键词: 塑性变形, 强度, 位错, 应变速率**PACS:** 71.15.Pd, 68.35.Gy, 68.60.Dv, 68.55.Ln**DOI:** 10.7498/aps.64.137103

1 引言

纳米晶金属具有高强度、高硬度的力学特性, 可用于作航天器的结构材料、承载构架、超大直径的天线涂覆层、太阳能蓄电池的结构承载构架和宇航级开关部件等, 具有广阔的空间应用前景. 从扩展纳米晶金属在航天领域及其他极端环境的特定领域的应用角度考虑, 低温将是纳米晶金属必须承受的一种极端环境因素. 目前, 国内外纳米晶金属的力学行为研究主要集中于室温条件下的力学性能, 缺乏对纳米晶金属低温条件下力学行为的系统研究^[1-4]. 纳米晶金属的变形行为较为复杂, 不同的制备工艺及测试条件对其变形行为影响较大, 关于纳米晶塑性变形机理目前还不明确, 在学术界还存在着争议. 因此, 有必要改变试验条件和测试手段, 对纳米晶金属进行多角度、多因素的力学行为研究. 纳米晶金属的变形过程往往表现较强的应变速率敏感性. 因此, 在不同温度下, 研究纳米晶金

属力学行为与温度及应变速率的相关性, 深入分析纳米晶金属的塑性变形机理, 有助于对纳米材料塑性变形机理的再认识和新理解.

目前纳米材料的力学行为研究一般都是针对薄样品的拉伸行为研究, 材料内在缺陷会对其性能影响很大, 样品过薄还会引入剪切变形的影响, 对其试验结果分析带来很大的困难. 压缩试验比拉伸试验在评价金属变形和断裂行为方面更具有优势, 因为它不容易受到材料内部某些微小杂质缺陷和加工缺陷造成的不良影响, 从而避免了样品在试验过程中的过早失效. 到目前为止, 关于纳米金属力学压缩行为的研究比较少, 这主要是由于大块优质的纳米材料获得比较困难. Li等^[5]研究了平均晶粒尺寸22 nm的Ni-20Fe合金压缩行为, 分别在室温和低温进行了三个应变速率的压缩试验. 结果表明, 与室温相比, 77 K合金强度明显提高, 延伸率有了一定的优化, 这表明纳米材料具有较好的塑性本质, 而在4.2 K合金强度进一步提高, 但塑性明显降低, 压缩曲线为混乱锯齿形, 表明低温条件纳米

* 国家自然科学基金 (批准号: 51401067) 资助的课题.

[†] 通信作者. E-mail: mgl0721@163.com

材料的变形行为是比较复杂的。

目前纳米晶金属的变形机理还不十分明确,晶粒尺寸、样品形状、应变速率及温度对其塑性变形行为的影响还有待深入研究.因此,本文采用单轴压缩试验方法,利用低温力学测试系统研究在不同温度和宽应变速率条件下纳米晶Ni的压缩行为,通过对屈服强度、抗压强度、速率应变敏感指数及激活体积的研究,来揭示纳米晶Ni的变形机理.利用高分辨透射电子显微分析技术扩展位错在纳米Ni中运动的理论研究,分析纳米晶Ni压缩塑性变形行为与应变速率和温度的相关性.

2 试验材料及方法

纳米晶Ni(NC Ni)采用电化学沉积方法制备,以不锈钢为基体,通过控制不同的工艺参数来获得晶粒尺寸不同的电沉积Ni.电化学沉积纳米Ni的透射电子显微(TEM)照片如图1所示,插图是相应的选区电子衍射(SAED)图谱.通过多张TEM照片利用截线法计算出电沉积纳米晶Ni的平均晶粒尺寸在26 nm左右.本文还利用高分辨透射电子显微镜(Hitachi H800)对电化学沉积纳米Ni的晶界进行了分析.

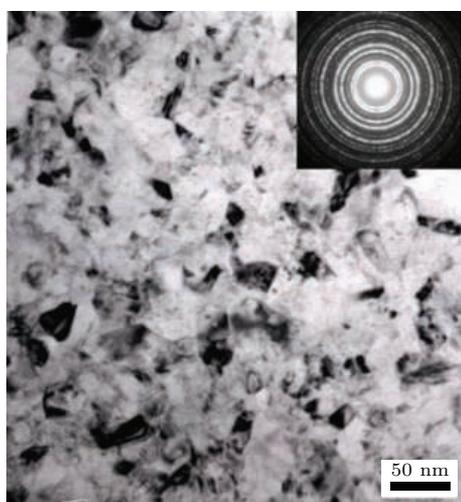


图1 电化学沉积Ni的透射电子显微照片

Fig. 1. TEM micrographs showing microstructure of depositing nanocrystalline Ni.

在沉积一定厚度后,将电化学沉积制备的纳米晶Ni从基体剥离后按照高4 mm,直径2.5 mm尺寸切割成压缩试样.压缩试验前将切割好的试样按照300#, 600#, 1200#和2000#顺序用金相砂纸抛光表面并机械抛光至表面无划痕.压缩试验温度分别为25 °C(室温), -50 °C, -125 °C和

-196 °C(液氮温度);应变速率选择较宽的范围为 $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ — $1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$.压缩断裂试样的断口利用扫描电子显微镜(Hitachi S-4700)进行观察.

3 试验结果

3.1 压缩行为的温度相关性

图2所示为纳米晶Ni在不同温度下的压缩应力应变曲线,应变速率为 $1.0 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.从图可知,随着温度的降低,纳米晶Ni的屈服强度和抗压强度明显增加.室温时,纳米晶Ni的屈服强度为2 GPa,抗压强度为2.25 GPa.当温度降低至-196 °C时,屈服强度增加至3.15 GPa,抗压强度增加至3.3 GPa.与室温纳米晶Ni的抗压强度相比,在-196 °C时纳米晶Ni的抗压强度提高了47%,是目前文献中所报道的最高抗压强度.室温下,纳米晶Ni的压缩断裂变形量为17%.当温度降低至-196 °C时,压缩断裂变形量减小至5%左右.随温度的降低,纳米晶Ni压缩断裂变形量减小.

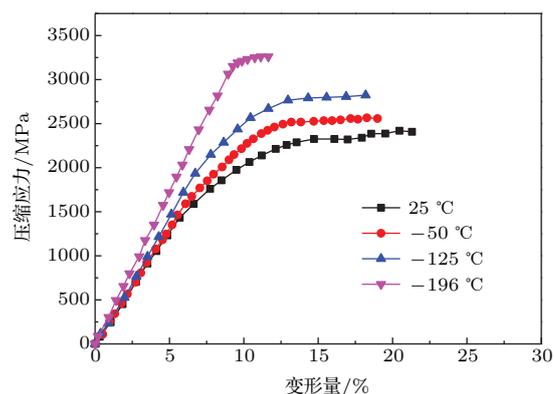


图2 纳米晶Ni不同温度下的应力应变曲线

Fig. 2. Compression stress-strain curves of nanocrystalline Ni at different temperatures.

3.2 压缩行为的应变速率相关性

压缩试验时选取较宽的应变速率范围($1.0 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$ — $1.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$).纳米晶Ni的试验结果如图3所示.从图可知,纳米晶Ni的屈服强度与应变速率的关联性强.应变速率提高,屈服强度增加.这与文献中所报道的纳米面心立方金属应变速率与屈服强度的变化规律相同.

在25 °C和-50 °C下,应变速率对纳米晶Ni的压缩断裂变形量影响较小.在-125 °C和-196 °C下,随应变速率的提高,纳米晶Ni的压缩断裂变形量明显降低.

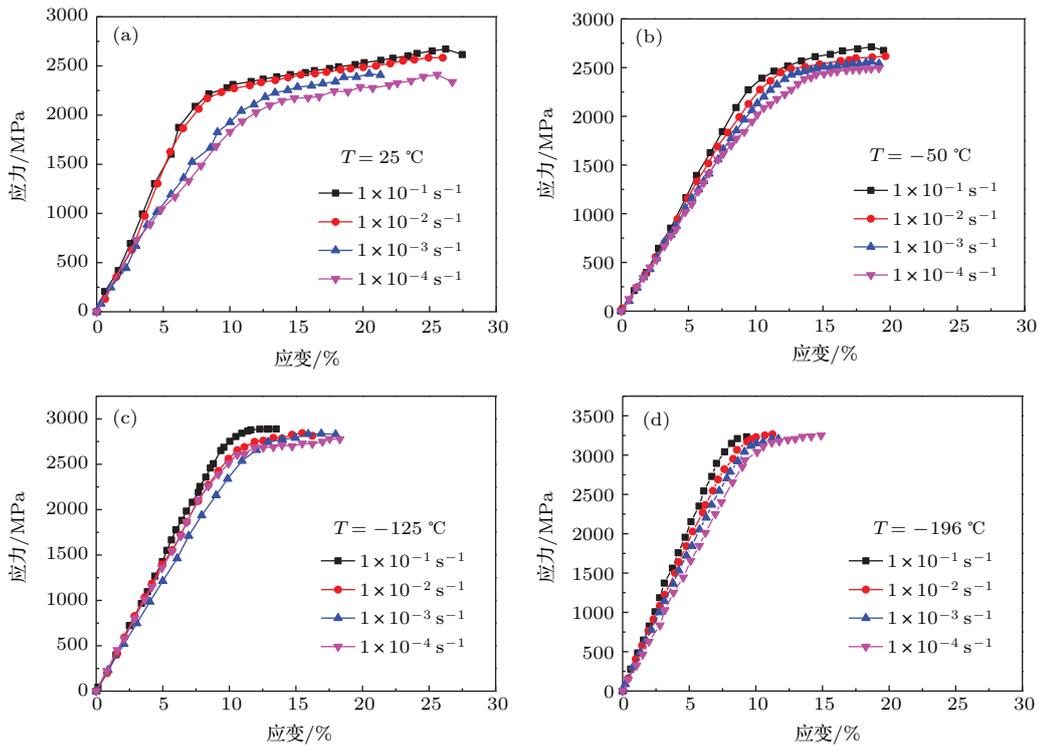


图3 纳米晶Ni不同应变速率下的应力应变曲线 (a) 25 °C; (b) -50 °C; (c) -125 °C; (d) -196 °C
 Fig. 3. Compression stress-strain curves of nanocrystalline Ni at different strain rates: (a) 25 °C; (b) -50 °C; (c) -125 °C; (d) -196 °C.

不同温度下, 纳米晶Ni的抗压强度与应变速率的关系如图4所示. 可以看出, 在25 °C和-50 °C时, 纳米晶Ni的抗压强度与应变速率有明显的相关性. 应变速率提高, 抗压强度增加. 当温度降至-125 °C和-196 °C时, 应变速率对纳米晶Ni的抗压强度影响很小.

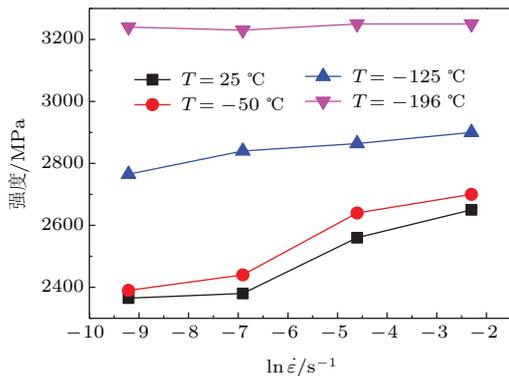


图4 纳米晶Ni不同温度下的抗压强度随应变速率的变化关系
 Fig. 4. Correlation strength vs. strain rate for nanocrystalline Ni under different temperature.

4 讨 论

利用力学性能试验对纳米金属变形机理的研究往往是采用应变速率敏感指数和激活体积进行

分析, 借此阐述特定变形机理在不同速率和温度(能量)作用下的变化, 从而揭示在不同加载方式和温度下主导的变形机理^[6,7]. 利用下式^[6]来获得应变速率敏感指数:

$$\sigma = k \left(\frac{d\varepsilon}{dt} \right)^m \Big|_{\varepsilon, T}, \quad (1)$$

其中 σ 为应力, k 比例系数, ε 为应变, m 为应变速率敏感指数.

由(1)式可知, 在一定应变和温度下应力值同这一时刻的应变速率呈指数关系, 并且指数值即为应变速率敏感指数. 通过应力对应变速率的响应产生变化, 可以揭示材料塑性变形机理的改变. 对于面心立方金属, 激活体积可以写作 $v = |\mathbf{b}| \cdot \xi \cdot l$, \mathbf{b} 为柏氏矢量, ξ 是在一个激活事件中可动位错滑移的距离, 一般以 b 为单位, l 为位错线长度. 将应变速率敏感指数代入下式^[6]可以计算出位错运动的激活体积:

$$v = \sqrt{3}k_B T / m\sigma, \quad (2)$$

式中, k_B 为波尔兹曼常数, T 为开尔文温度. 不同变形过程位错运动的激活体积也不同, 这样就可以分析纳米材料不同条件下的塑性变形机理.

4.1 应变速率敏感指数和激活体积与温度的相关性

纳米晶Ni在变形过程中位错和晶界的运动是应力激活和热激活过程. 这会使位错和晶界运动与加载速率密切相关. 通常, 应变速率和温度相关的变形行为可以用下式表示 [8]:

$$\dot{\epsilon} = A \exp(-U/(k_B T)) \sin(\sigma v / (k_B T)), \quad (3)$$

式中, A 是常数; U 是激活能; k_B 是玻尔兹曼常数; T 是温度; σ 是应力; v 是激活体积, 可以利用 (2) 式获得. 激活体积是用于表征变形过程中位错短程障碍区域尺度, 它的数量值取决于变形机理. 通常, 激活体积用于作为表征变形机理的参量. 为分析纳米晶Ni变形过程的激活体积与温度的相关性, 利用1%塑性应变时真应力与应变的对数关系和 (2) 式进行计算, 所得结果如图5所示.

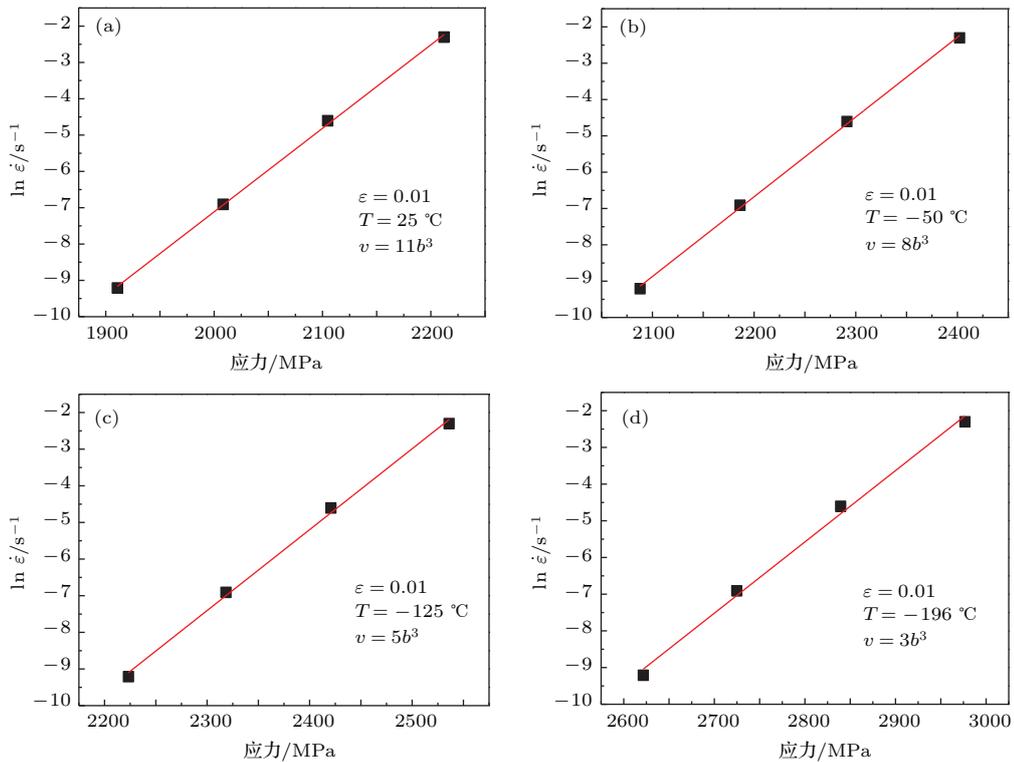


图5 纳米晶Ni的 $\ln \dot{\epsilon}$ 与塑性应变1%时真应力的关系曲线 (不同温度时平均激活体积通过图中数据点的直线拟合和 (2) 式求得)

Fig. 5. $\ln \dot{\epsilon}$ and vs. true stress at 1% strain at various compression temperatures (the activation volumes are obtained by the linear fits and Eq (2)).

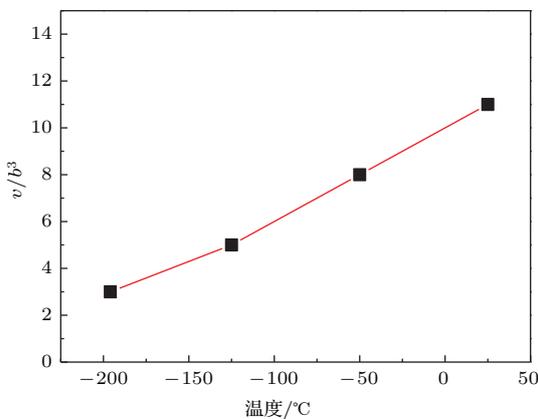


图6 纳米晶Ni压缩变形时激活体积与温度的关系
Fig. 6. Activation volume vs. temperature for nanocrystalline Ni under compression derormation.

纳米晶Ni激活体积与温度的变化关系如图6所示. 可以看出, 随温度降低, 激活体积不断减小. 这表明纳米晶Ni的变形机理与温度有明显的相关性.

4.2 低温变形机理分析

位错的产生和堆积是传统材料中建立Hall-Petch关系的基本机理. 纳米材料在一定的应力下, 位错堆积是应力与位错源距离的函数, 在纳米尺度下, 应力的增加导致位错堆积的现象也不能用来解释纳米金属塑性变形, 比如位错源假定位于晶粒中心, 产生Frank-read正反位错, 当晶粒尺寸减小到纳米尺度时, 堆积位错的数量会明显减少, 如

图7所示^[9]. 这表明材料晶粒尺寸降低到纳米尺度时, 传统的晶粒内部位错基本上不存在. 关于纳米材料变形过程中位错运动及断裂行为的研究主要利用分子动力学模拟(Molecular Dynamics, MD)与微观结构分析, Van Swygenhoven等^[10-13]通过TEM观察, 纳米材料变形后呈现出低的位错密度, 并利用分子动力学模拟晶界位错模型, 当晶粒尺寸减小到纳米尺度时, 晶界处产生的位错平均自由程路径受到严重限制, 不会产生明显的加工硬化, 并且这些位错可以无阻碍地运动到相对晶界, 因此整个塑性变形过程保持地位错密度. 国内赵亚溥课题组^[14]同样利用分子动力学对于变形过程中位错及晶界进行可视化及分析, 采用局部原子着色直观的反映出堆垛层错、脱位原子及空位等, 清楚的俘获到位错的形核及扩展, 在LBOPs (Local bond order parameters)应用中观测纳米晶金属位错结构的演变及位错滑移晶面动态变化. 综上分析, 纳米材料的塑性变形机理主要取决于晶界处变形行为的影响. 利用多张TEM照片分析(如图8), 同时对晶界体积分数进行了计算, 晶界体积分数 $V_f = 3\delta/(d + \delta) = 19.15\%$ (d 为晶粒的平均直径, δ 为界面的平均厚度), 因此纳米晶Ni的塑性变形行为与晶界密切相关. 已有研究工作表明, 纳米金属在塑性变形中, 与晶界相关的变形机理主要有晶界扩散蠕变、晶界滑移以及晶界位错运动^[15-18]. 一般情况下, 在拉伸和压缩变形时, 只有温度增加至可使原子扩散时, 扩散蠕变主导的塑性变形才能显现出来. 对于蠕变机理, 需要有适中的应变速率敏感指数和很小的激活体积. 相应的激活体积为 $1b^3$ 左右^[19], 而纳米晶压缩变形的激活体积(图6)较蠕变机理所要求的值大. 另由(1)式计算可知, 纳米晶Ni通过压缩试验所获得的应变速率敏感指数很小, 与蠕变机理所要求的应变速率敏感指数值不符.

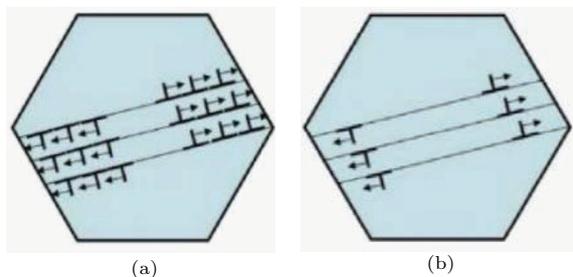


图7 位错堆积示意图 (a) 微米尺度晶粒; (b) 纳米尺度晶粒

Fig. 7. Dislocation pile-ups in (a) microcrystal and (b) nanocrystal.

晶界滑移同晶界蠕变机理类似, 需要在一定的温度下才能激活. 晶界滑移主导变形机理的应变速率敏感指数约为0.5. 晶界滑移过程引起晶粒取向改变也通常发生在较高的温度, 在低温下未见文献报道. 晶界滑移和晶粒旋转被认为在室温和中高温对纳米晶材料的塑性贡献大, 而对强度影响较小. 这已被室温纳米晶金属力学性能和超塑性研究所证实^[20,21]. 在本论文试验条件下, 纳米晶Ni在低温下表现出极高的强度和较低的塑性变形能力, 且低温应变速率敏感指数较小, 这与晶界滑移主导变形机理的特征不符.

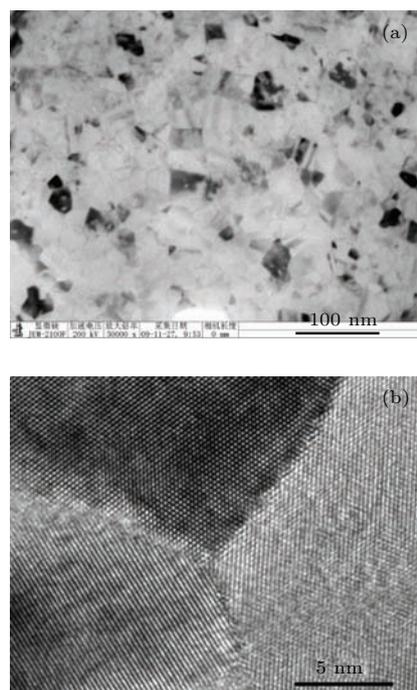


图8 纳米晶Ni的微观组织形貌 (a) TEM照片; (b) 晶界处HRTEM照片

Fig. 8. Microstructure of the nanocrystalline Ni (a) TEM observation; (b) HRTEM observation of the grain boundary.

通过上述纳米晶Ni室温与低温压缩性能差异、应变速率敏感指数分析和激活体积分析表明, 晶界扩散蠕变和晶界滑移不是纳米晶Ni低温压缩变形的主导变形机理. 利用透射电子显微镜观察纳米晶Ni的微观结构, 所得结果如图8所示. 可以看到, 晶粒内部几乎没有位错, 并且晶粒与晶粒之间保持了较好的共格和半共格特性. 晶粒内位错密度低, 降低了位错在晶粒内部的交互作用, 例如缠结, 交割等. 当然, 透射电镜试样在减薄过程中会产生应力释放过程, 导致位错在自由表面的数量降低, 不能很好地反映电沉积纳米晶Ni的位错组态特征. 按照切割林位错的强化机理, 当满足位错激活体积

为 $11b^3$ 和 $3b^3$ 时, 位错密度将会达到 $10^{17}/\text{cm}^2$. 在电化学沉积中不可能形成这样高的位错密度. 即使有形成这样高密度位错的可能性, 也会在晶粒内部形成胞状结构, 并在加载和温度影响下发生位错的回复 [22]. 早期的研究发现, 纳米材料晶界处的缺陷和割阶等处能够成为位错激活的发源地 [23,24]. 而在本试验中, 通过高分辨显微观察没有发现晶界处具有大量的缺陷、割阶或边棱, 因此, 位错的激活机理主要由晶界本征位错主导.

晶界本征位错的运动过程主要体现在晶界本征位错与晶界的相互作用上, 表现为晶界处的本征位错从晶界处引出, 在晶粒内部无障碍地运动至对面晶界, 并与该晶界产生相互作用三个过程. 为了方便讨论, 假定晶界处的本征位错为刃型位错. 这种简化源于纳米晶 Ni 的晶界具有一定的共格性. 位错从晶界引出所需的临界应力可由下式计算 [22,24]:

$$\sigma_c = \frac{2\alpha G |\mathbf{b}|}{d}, \quad (4)$$

式中, G 为剪切模量; \mathbf{b} 为柏氏矢量; α 为几何参数; d 为晶界宽度. 从纳米晶 Ni 的透射高分辨照片可以看出, d 仅有几个原子层厚度, α 选取为 0.5. 计算结果表明, 位错从纳米晶 Ni 晶界处引出所需的临界

应力约为 3 GPa, 与纳米晶 Ni 的低温屈服强度大体相当. 晶界位错引出所需临界切应力较大, 受热激活控制. 这是导致纳米晶 Ni 低温与室温的压缩变形行为存在着明显不同的主要原因.

当晶界处的应力集中达到 (4) 式计算的临界应力值后, 本征位错将由晶界处引出并向晶粒内部运动, 如图 9 (a) 所示. 刃型位错 AD 从晶粒左端晶界处引出至 BC 位置, 柏氏矢量为 \mathbf{b} . AB 段和 DC 段位错为螺型位错. 在 AD 位错引出的过程中, BC 段位错进入晶粒内部. 由于晶内位错密度很低, 近似为晶内无位错区 (-inner grain dislocation-free zone) [25], 晶粒内部缺乏对位错运动的阻碍, BC 段位错能够无障碍地运动到右端晶界区域, 如图 9 (b) 所示. 这也解释了在低温压缩过程中纳米晶 Ni 随着变形量的增加强化效果不明显的现象. 对于晶界位错组态来说, 小角晶界区域大多为刃型位错. BC 段位错在切应力作用下进入右端晶界区域类似于切割林位错的过程. 由于纳米晶 Ni 晶界间保持一定的共格性, 这种切割林位错机理对强化贡献也不大. 但是, 切割林位错的作用方式往往与应变速率相关, 属于应变速率控制的变形机理范畴, 从而使纳米晶 Ni 与常规粗晶 Ni 在应变速率敏感性上差异

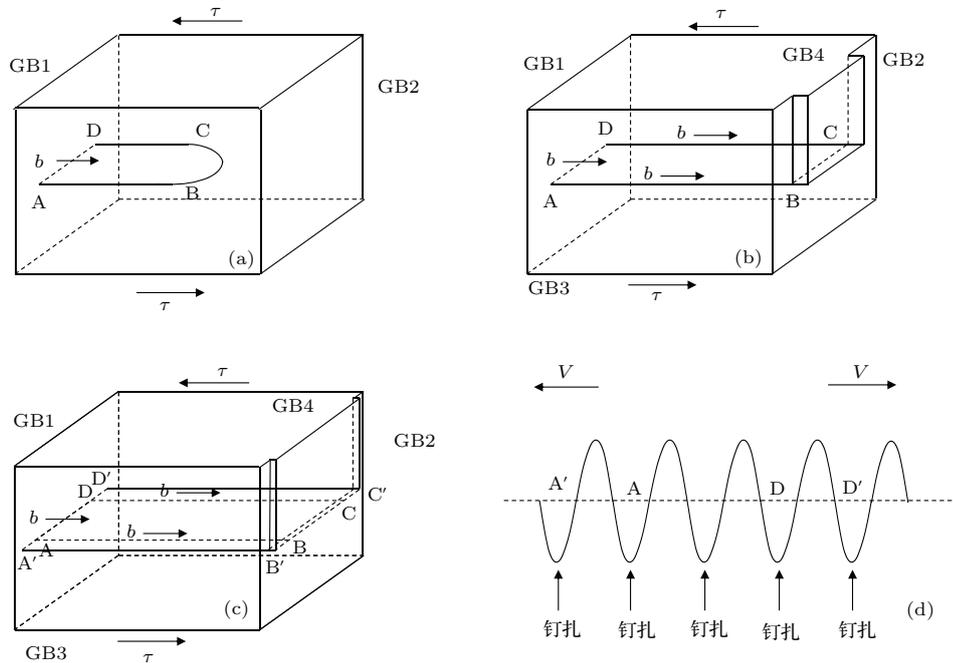


图9 晶界引出位错运动的示意图 (a)刃型位错 AD 从左端晶界引出; (b)引出位错 BC 在右端晶界形成滑移台阶; (c)螺型位错 AB 和 DC 横向运动扩展变形区; (d) AB 和 DC 残留位错端的能量状态变化

Fig. 9. Schematic diagram of dislocation motion emitted from grain boundary: (a) dislocation bow-out from left boundary; (b) the dislocation segment BC arriving at the right boundary; (c) two segments AB and DC traveling in the nanograin; (d) the change in energy for two segments AB and DC.

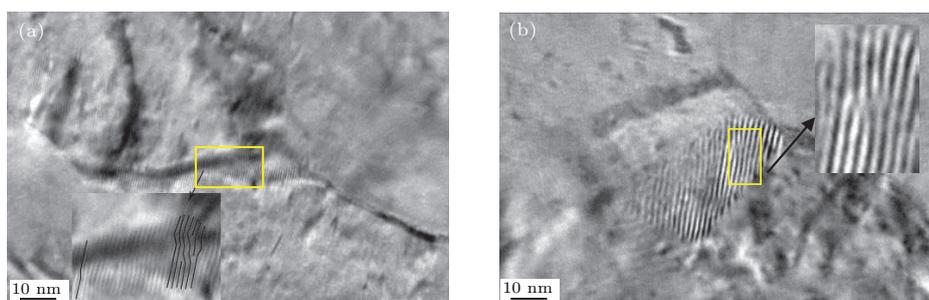


图 10 纳米晶 Ni 低温压缩断口附近区域的 HRTEM 照片 (a) 和 (b) 为不同晶界处的照片

Fig. 10. HRTEM images taken from the nearby area of fracture surface (a) and (b) are the images of different sites of grain boundary.

明显. 当 BC 段位错进入到右端晶界本征位错的弹性作用区域后, 会与该晶界处的本征位错产生交互作用. 其结果一是可能被晶界吸收; 二是可能穿过晶界, 产生滑移台阶. 进而改变晶界的位错组态, 如图 10 所示.

在 BC 段位错运动过程中, 会留下 AB 和 DC 段残留螺型位错. 同 BC 段刃型位错一样, AB, CD 段螺型位错也都能够在晶粒内部无阻碍的运动, 导致晶粒变形区横向扩展, 如图 9 (c) 所示. 与 BC 段刃型位错不同的是, AB, CD 段螺型位错运动时位错端需要沿晶界运动. 这种螺型位错端在晶界上运动是从一个准平衡状态向另一个准平衡状态的转变过程, 表现为在不同准平衡状态间反复的钉扎和脱钉过程, 如图 9 (d) 所示. 这样的运动过程需要一定的热激活, 这也是室温和 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下纳米晶 Ni 压缩性能差异的原因之一. 温度降低会限制螺型位错端的运动, 增加位错在晶界堆积的概率. AD 段位错的不断引出, 会在对面晶界处导致位错堆积, 从而使材料进入断裂阶段. 螺型位错在运动时会发生交滑移过程, 但在纳米晶 Ni 的压缩过程中这种位错运动行为不可能发生. 首先, 位错交滑移的激活体积往往在 $100b^3$ 量级 [26], 而本次试验的激活体积小于这个范围; 其次, 螺型位错发生交滑移需要在一定的滑移面上进行位错的分解, 在交滑移后合并, 需要螺型位错在滑移面上有一定的长度, 而纳米晶 Ni 晶粒尺寸因素限制了这个过程 [21].

除了螺型位错运动需要热激活并导致室温与低温纳米晶 Ni 的压缩性能产生差异之外, 螺型位错与晶界本征位错弹性区产生交互作用也会对变形行为产生一定的影响. 当螺型位错同晶界上本征刃型位错相互作用时, 可能使晶界发生扭折, 如图 10 所示. 晶界的扭折能够降低晶界处的应力集中, 减弱晶粒间的应变不相容性, 从而起到协调变形的作用 [21]. 同时, 在加载轴与纳米晶 Ni 生长方

向平行时, 涉及晶界滑移的晶界活性明显提高, 有效的晶界滑移和位错活性参与会释放晶界处的应力集中, 利于晶粒间的协调变形. 另外, 有研究表明 [27], 加载过程中相邻晶粒晶粒的取向易于趋于一致, 有助于局部剪切面形成, 由于晶界的存在能够抵抗滑动, 局部剪切面都集中在晶粒的相邻面, 导致许多晶粒共同参与晶界处协调变形. 这一点可以从压缩断口的扫描电子显微观察中看出, 如图 11 所示. 压缩试样断口以大小约 500 nm 的韧窝为主体. 这样的断口形貌说明纳米晶 Ni 在压缩断裂过程中, 塑性变形大体上是以 $10\text{--}20$ 个晶粒群为单元进行的. 因此, 从晶界发射的刃型位错引出所形成的螺型位错会对纳米晶 Ni 的压缩变形及断裂行为产生一定的协调作用.

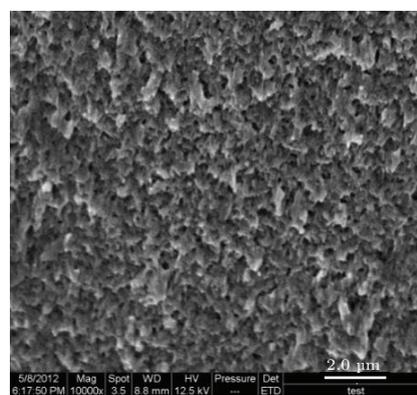


图 11 在 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下纳米晶 Ni 的压缩断口 SEM 分析

Fig. 11. SEM observation of nanocrystalline Ni fracture surface deformed at $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$.

通过上述分析表明, 晶界位错主导变形机理是纳米晶 Ni 低温压缩变形的主要机理. 晶界位错引出是一个热激活过程, 所需要的高临界应力是纳米晶 Ni 塑性变形高强度的主要原因. 纳米晶 Ni 晶粒内部位错很少, 不会对塑性变形产生重要. 晶界刃型本征位错的引出及螺型位错会对塑性变形有很大的贡献. 温度对纳米晶 Ni 压缩变形的影响也与

螺型位错端沿晶界运动时需要热激活过程有关. 螺型位错在低温下运动也受到较大阻碍.

为了进一步分析温度对纳米晶Ni的主导变形机理的影响, 将纳米晶Ni的屈服强度与温度倒数之间的关系进行了表征, 如图12所示. 可以看出, 在25 °C(室温), -50 °C和-125 °C时, 纳米晶Ni的屈服强度与温度倒数的关系趋于一条直线. 这反映出在这三个温度下纳米晶Ni的主导变形机理相同. 纳米晶Ni的平均晶粒尺寸为26 nm, 并可由TEM照片得知, 有相当一部分晶粒尺寸低于临界尺寸(约20 nm). 分子动力学模拟已经证明, 晶粒尺寸处于临界尺寸(约20 nm)以下时纳米晶金属室温变形机理已转变为晶界滑移^[28-30]. 因此, 在室温, -50 °C和-125 °C条件时纳米晶Ni的变形机理主要为晶界位错主导变形和晶粒滑移/旋转. 在-196 °C时, 纳米晶Ni的屈服强度与温度倒数的关系明显偏离上述三个温度对应的曲线. 这表明在-196 °C条件下纳米晶Ni的主导变形机理发生了改变, 晶界位错主导变形机理成为纳米晶Ni的主要变形机理.

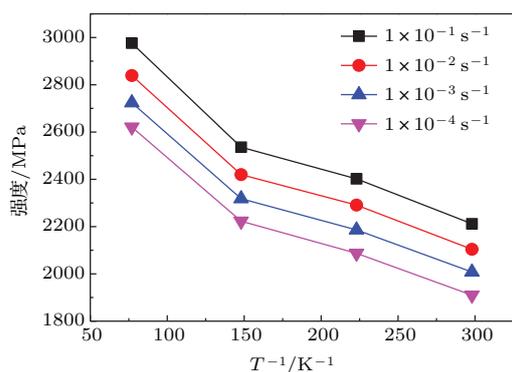


图12 纳米晶Ni的屈服强度与温度倒数的关系

Fig. 12. Correlation between the yield strength and $1/T$.

4.3 温度和应变速率耦合作用下纳米晶Ni压缩行为特性

上述研究结果表明, 经直流电沉积方法制备的纳米晶Ni表现出极高的屈服强度和抗压强度, 室温下其最大抗压强度为2.25 GPa, 远高于文献中所报道纳米晶Ni的最大抗拉强度(1.2—1.8 GPa)^[21]; 而随温度降低, 本实验所制备的纳米晶Ni屈服强度和最大抗压强度均明显增加, 这与文献中的拉伸行为中强度与温度的变化规律相一致, 特别指出的是纳米晶Ni压缩行为中, 屈服强度及最大抗压强度对温度变化较为敏感, 如液氮温度条件下最大抗压强度升至3.3 GPa, 而目前文献中报道液

氮温度条件下纳米晶Ni的最大拉伸强度(2—2.5 GPa)^[21]. 对比不同温度下应变速率敏感指数的计算值发现, 随着温度下降, 纳米晶Ni应变速率敏感指数也逐渐减小, 这与文献中报道的纳米晶Ni拉伸行为结果相一致. 但Wang等在研究纳米晶Ni不同温度环境下拉伸行为的应变速率跳跃测试中, 拉伸变形行为的激活体积随温度降低而增加, 室温拉伸过程的激活体积为 $5b^3$ 量, 而在-196 °C温度下纳米晶Ni的激活体积升至 $13b^3$. 本实验的研究结果表明, 电沉积纳米晶Ni压缩过程的激活体积随着温度降低而减小, 室温条件下纳米晶Ni的激活体积为 $11b^3$, -196 °C条件下纳米晶Ni的激活体积降至 $3b^3$, 这与Wang等^[20]研究纳米晶Ni拉伸行为所得到的实验结果不尽相同. 这是由于在压缩过程中, 当加载轴与晶粒生长方向平行时, 带有大的剪切应力的晶界平面较多, 涉及晶界滑移的晶界活性明显提高, 作用在晶界平面上的剪切应力较大, 这就有利于位错开动. 有效的晶界滑移和位错活性参与提高纳米晶Ni的应变硬化能力, 从而提高塑性和强度. 这样的晶界活性有效地参与及激发更短的位错源也导致了在平行于晶粒生长方向加载时, 纳米晶Ni拥有更小的激活体积和一定的应变速率敏感指数.

本实验纳米晶Ni压缩行为的塑性变形机理与温度变化相关, 从图12中可以看到, 在室温, -50 °C和-125 °C条件下纳米晶Ni强度与温度倒数的变化关系近似直线, 其塑性变形机理主要为晶界位错主导变形和晶粒滑移/旋转, 这与文献中所报道的拉伸行为塑性变形机理相一致; 而温度降至-196 °C时纳米晶Ni强度与温度倒数关系发生改变, 此时纳米晶Ni的塑性变形机理主要为晶界位错运动主导.

5 结 论

本文主要研究了不同温度和不同应变速率下纳米晶Ni的压缩变形行为, 并阐明不同温度条件下纳米晶Ni塑性变形过程的主要变形机理. 得出主要结论如下:

1) 由直流电沉积方法制备的纳米晶Ni表现出极高的抗压强度和一定的塑性. 在室温压缩试验中, 纳米晶Ni的最大抗压强度为2.25 GPa, 压缩断裂变形量为17%左右. 低温压缩试验表明, 纳米晶Ni的强度随温度降低而增加. 在-196 °C压缩试验条件下, 纳米晶Ni的最大屈服强度为3.15

GPa, 抗压强度为3.3 GPa, 这是目前文献中所报道纳米晶Ni的最高强度. 随温度降低, 纳米晶Ni的应变速率敏感指数降低, 激活体积也相应减小, 在 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下, 纳米晶Ni的激活体积为 $3b^3$.

2) 基于应变速率敏感指数、激活体积、断口形貌及微观结构分析, 在 $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下, 晶界位错主导变形是纳米晶Ni的主要变形机理; 在 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$, $-50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $-125\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下, 纳米晶Ni的压缩塑性变形机理主要为晶界位错协调变形与晶粒滑移/旋转的复合变形机理. 在压缩变形过程中, 位错可由晶界处引出至晶粒内部. 由于晶粒内部位错密度极低, 引出位错能够无阻碍地运动到对面晶界区域, 这导致随着变形量的增加强度几乎不变. 引出位错在切应力的作用下进入或切过对面晶界区域时, 发生类似于切割林位错的运动过程, 从而改变对面晶界区域的位错组态或产生滑移变形.

3) 纳米晶Ni压缩变形时, 晶界位错源开动及引出位错与相遇晶界交互作用均属于热激活过程, 导致压缩变形行为呈现与温度和应变速率的相关性. 刃型引出位错运动过程中会在变形区边缘产生螺型位错, 其端部沿晶界运动时受到反复钉扎和脱钉的热激活过程, 也会对温度和应变速率敏感性有所贡献.

感谢吉林大学材料学院江忠浩教授在样品制备过程中给予的指导和帮助, 感谢在试验过程和数据分析中沈喜训、李雪松和穆君伟博士给予的帮助.

参考文献

- [1] Gleiter H 1989 *Prog. Mater. Sci.* **33** 223
- [2] Yang D, Zhong N, Shang H L, Sun S Y, Li G Y 2013 *Acta Phys. Sin.* **62** 036801 (in Chinese) [杨铎, 钟宁, 尚海龙, 孙士阳, 李戈扬 2013 物理学报 **62** 036801]
- [3] Gleiter H 2000 *Acta. Mater.* **48** 1
- [4] Tschopp M A, McDowell D L 2008 *Scripta. Mater.* **58** 299
- [5] Li H, Liaw P K, Choo H, Tabachnikova E D, Podolskiy A V, Smirnov S N, Bengus V Z 2008 *Mat. Sci. Eng A* **493** 93
- [6] Chokshi A H, Rosen A, Karch J, Gleiter H 1989 *Scripta. Mater.* **23** 1679
- [7] Wu X, Zhu Y T, Chen M W, Ma E 2006 *Scripta. Mater.* **54** 1685
- [8] Wang Y, Ma E 2003 *Appl. Phys. Lett.* **83** 3165
- [9] Pande C, Masumura R, Armstrong R 1993 *Nanostructured Materials.* **2** 323
- [10] Dalla Torre F, Van Swygenhoven H, Victoria M 2002 *Acta. Mater.* **50** 3957
- [11] Van Swygenhoven H, Spaczer M, Caro A 1999 *Acta. Mater.* **47** 3117
- [12] Van Swygenhoven H, Derlet P 2001 *Physical Review B* **64** 224105
- [13] Van Swygenhoven H, Caro A, Farkas D 2001 *Materials Science and Engineering A* **309** 440
- [14] Li D, Wang F C, Yang Z Y, Zhao Y P 2014 *Science China-Physics Mechanics and Astronomy.* **57** 2177
- [15] Zhu Y T, Wu X L, Liao X Z, Narayan J, Mathaudhu S N, Kecskes L J 2009 *Appl. Phys. Lett.* **95** 031909
- [16] Ball A, Hutchinson M M 1969 *J. Mater. Sci.* **3** 1
- [17] Li J C M 1963 *Trans. Met. Soc.* **227** 239
- [18] Ma E 2003 *Scripta. Mater.* **49** 663
- [19] Van Swygenhoven H, Caro A 1997 *Appl. Phys. Lett.* **71** 1652
- [20] Wang Y M, Hamza A V, Ma E 2006 *Acta. Mater.* **54** 2715
- [21] Meyers M A, Mishra A, Benson D J 2006 *Prog. Mater. Sci.* **51** 426
- [22] Liao X, Srinivasan S, Zhao Y, Baskes M, Zhu Y, Zhou F, Lavernia E, Xu H 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 3564
- [23] Gleiter H 2000 *Acta. Mater.* **48** 1
- [24] Asaro R J, Krysl P, Kad B 2003 *Philos. Mag.* **83** 733
- [25] Nieh T G, Wadsworth J 1991 *Scripta. Metall. Mater.* **25** 955
- [26] Meyers M A, Vöhringer O, Lubarda V A 2001 *Acta. Mater.* **49** 4025
- [27] Hasnaoui A, Van Swygenhoven H, Derlet P M 2003 *Science.* **300** 1550
- [28] Van Swygenhoven H, Spaczer M, Caro A 1999 *Acta. Mater.* **47** 3117
- [29] Van Swygenhoven H, Derlet P 2001 *Physical Review B* **64** 224105
- [30] Kim H, Hong S 1999 *Acta. Mater.* **47** 2059

Compressive behavior of nanocrystalline nickel at various temperatures and strain rates*

Yang Jian-Qun Ma Guo-Liang Li Xing-Ji[†] Liu Chao-Ming Liu Hai

(School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

(Received 22 August 2014; revised manuscript received 28 February 2015)

Abstract

In this paper, compressive behavior of electrodeposited nano-crystalline (nc) Ni at various temperatures and strain rates is studied using a low temperature mechanic test system. Plastic deformation mechanisms of nc Ni caused by compression are characterized by the strain rate sensitivity index, the activation volume, and examined by scanning electron microscopy and high resolution transmission electron microscopic analysis. Results show that at low temperatures, the plastic deformation of nc Ni is mainly dominated by grain boundary accommodated dislocations. In other words, during plastic deformation of nc Ni at low temperatures, the intrinsic dislocation at the grain boundary bends up and expands without obstacles to the opposite grain boundary in the inner grain dislocation-free zone, until the occurrence of similar cutting forest-dislocation behavior appearing at opposite grain boundary. Moreover, the residual dislocations in the grain boundary bending out during plastic deformation could increase the strain compatibility and decrease the stress concentration. At room temperature, the plastic deformation mechanism of nc Ni is controlled by the deformation of grain boundary accommodated dislocations and grain slipping/rotating. Based on the above analyses, differences in compressive behavior of nc Ni at various temperatures and strain rates can be revealed by the correlation of deformation mechanisms of grain boundary accommodated dislocations and residual dislocation movement, temperature and defects in nc Ni.

Keywords: plastic deformation, strength, dislocation, strain rate

PACS: 71.15.Pd, 68.35.Gy, 68.60.Dv, 68.55.Ln

DOI: [10.7498/aps.64.137103](https://doi.org/10.7498/aps.64.137103)

* Project supported by the National Natural Science Foundation of China (Grant Nos. 51401067).

[†] Corresponding author. E-mail: mgl0721@163.com