

# 纳米 Ni 在 77 K 温度下压缩行为的研究

马国亮 刘海<sup>†</sup> 王豪 李兴冀 杨剑群 何世禹

(哈尔滨工业大学, 空间环境材料行为及评价技术重点实验室, 哈尔滨 150001)

(2013年1月22日收到; 2013年3月12日收到修改稿)

利用低温力学测试系统研究了电化学沉积纳米 Ni 在 77 K 温度下的压缩行为. 室温下纳米 Ni 的屈服强度为 2.0 GPa, 77 K 温度下的屈服强度为 3.0 GPa, 压缩变形量则由室温的 10% 左右下降到 5%. 借助应变速率敏感指数、激活体积、扫描电子显微和高分辨透射电子显微分析, 对纳米 Ni 的塑性变形机制进行了表征. 研究表明, 在 77 K 温度下的塑性变形主要是由晶界 - 位错协调变形主导, 晶界本征位错弓出后无阻碍地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. 同时分析了弓出位错的残留位错部分在协调塑性变形时起到的增加应变相容性和减小应力集中的作用. 利用晶界 - 位错协调机制和残留位错运动与温度及缺陷的相关性揭示了纳米 Ni 室温和 77 K 温度压缩性能差异的内在原因.

**关键词:** 塑性变形, 强度, 位错

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

**DOI:** 10.7498/aps.62.147102

## 1 引言

纳米材料通常在平均晶粒尺寸 100 nm 以下时表现出独特的力学性能, 如高的强度和适当的延展性, 引起了材料学工作者的广泛研究<sup>[1-3]</sup>. 对纳米材料的塑性变形行为研究主要集中于晶界处变形行为对变形机制的影响<sup>[4,5]</sup>. 基于对纳米金属晶界研究的结果, 目前已经形成了如晶界滑移、核心和地幔模式、晶界位错的产生和湮灭、晶粒旋转等理论用来阐述纳米晶体的塑性变形行为<sup>[6-9]</sup>. 某些纳米金属 (晶粒尺寸低于临界尺寸) 在变形过程中还会出现偏离传统的 Hall-Petch 关系, 并且随着晶粒尺度下降甚至还会出现反 Hall-Petch 关系<sup>[10]</sup>. 但是目前大量研究和模型都在解释塑性变形时位错的增殖, 而在强化行为以及位错同晶界的作用方面研究不够深入.

利用力学性能试验对纳米金属变形机制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制在不同速率和温度 (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制<sup>[11,12]</sup>. 利用 (1) 式<sup>[11]</sup> 来获

得应变速率敏感指数, 其中  $\sigma$  为应力,  $k$  比例系数,  $\varepsilon$  为应变,  $m$  为应变速率敏感指数:

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

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制的改变. 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,  $\xi$  是在一个激活事件中可动位错滑移的距离, 一般以  $\mathbf{b}$  为单位,  $l$  为位错线长度. 将应变速率敏感指数代入 (2) 式<sup>[11]</sup>, 可以计算出位错运动的激活体积:

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

式中,  $k_B$  为玻尔兹曼常数,  $T$  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制.

目前纳米材料的力学行为研究一般都是针对样品很薄条件下的拉伸行为研究, 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

<sup>†</sup> 通讯作者. E-mail: hitliuhai@163.com

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<sup>[13]</sup>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 温度下合金强度明显提高,延伸率有了一定的优化,反映了纳米材料较好的塑性本质,而在 4.2 K 温度下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,表明低温条件纳米材料的变形行为是比较复杂的.

目前纳米金属的变形机制还不十分明确,晶粒尺寸、样品形状、应变速率和温度对其塑性变形行为的影响还在进一步研究中.因此本文采用单轴压缩试验方式,利用低温力学测试系统研究纳米金属 Ni 在室温和 77 K 温度下不同应变速率的压缩行为,通过对屈服强度、抗压强度、速率应变敏感指数和激活体积的研究,来揭示纳米 Ni 的变形机制.主要针对晶界和位错的交互作用进行分析,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 Ni 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 Ni(NC Ni) 和常规粗晶 Ni(coarse Ni) 都是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 和常规粗晶 Ni 的透射电子显微照片如图 1 所示,插图是相应的选区电子衍射图谱. 通过多张 TEM 照片利用截线法计算出电沉积纳米 Ni 的平均晶粒尺寸在 26 nm 左右,常规粗晶 Ni 的平均晶粒尺寸在微米级. 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.

在沉积一定厚度后,将电化学沉积制备的纳米 Ni 和常规粗晶 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 30#, 600#, 1200# 和 2000# 顺序用金相砂纸抛光表面. 抛光后试样在低温环境箱中同卡具浸泡至液氮中,保温 10 min 后按  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$  至  $10^{-1} \text{ s}^{-1}$  的应变速率在 MTS-800 万能力学试验机上进行压缩试验,室温按相同应变速率进行试验.

压缩断裂试样的断口通过扫描电子显微镜 (Hitachi S-4700) 进行观察,用以分析纳米 Ni 和常规 Ni 的断裂行为.

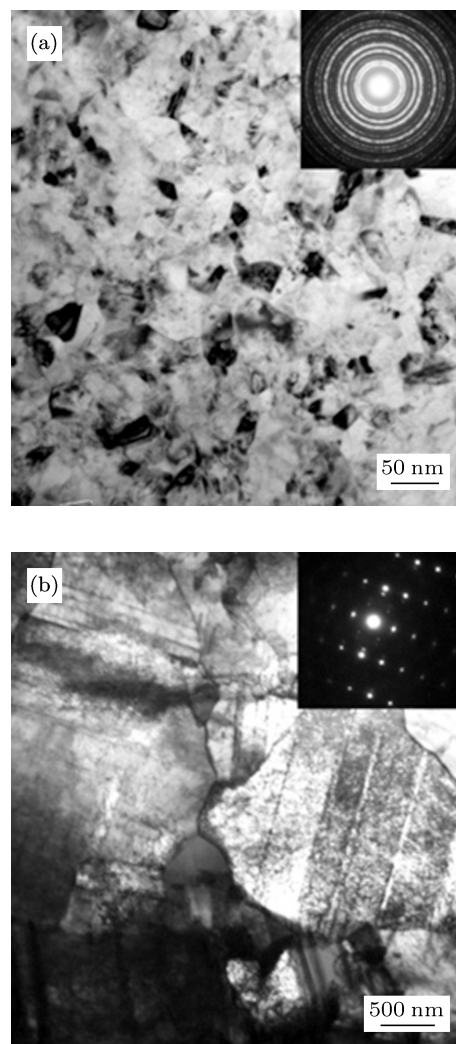


图 1 电化学沉积 Ni 的透射电子显微照片 (a) 纳米 Ni; (b) 常规粗晶 Ni

## 3 试验结果

### 3.1 压缩试验结果

分别对纳米 Ni 和常规粗晶 Ni 室温和 77 K 温度下的压缩行为进行测试,应变速率为  $10^{-3} \text{ s}^{-1}$ ,其应力应变曲线如图 2 所示. 纳米 Ni 的室温屈服强度大约为 2 GPa,是常规粗晶 Ni 的 6 倍,77 K 温度纳米 Ni 的屈服强度增加至 3 GPa 左右. 对于压缩变形量的比较,由于压缩试验具有较大的应力状态软化系数,使得塑性材料在压缩时不能压缩至断裂,即常规粗晶 Ni 的压缩试验不以压缩至断裂为结束条件,因此对于常规粗晶 Ni 和纳米 Ni 的塑性就不

能通过压缩试验来体现. 但是, 室温和 77 K 温度的纳米 Ni 压缩试验可以反映纳米 Ni 塑性随温度的变化. 从图 2 可以看出, 室温纳米 Ni 具有 10% 的变形量, 当温度降低至 77 K 时, 变形量下降到 5%, 随温度下降其塑性降低明显.

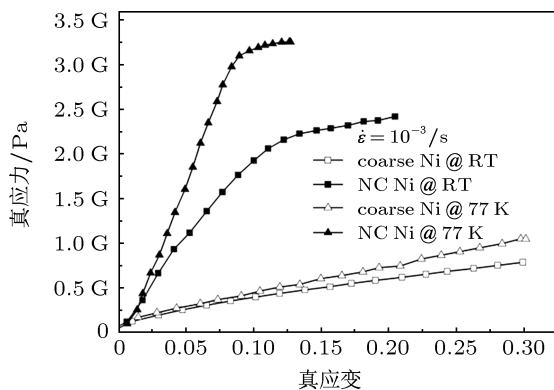


图 2 纳米 Ni 和常规粗晶 Ni 在室温和 77 K 温度的应力应变曲线

对 77 K 温度纳米 Ni 的压缩断口进行扫描电子显微分析, 断口形貌如图 3 所示. 可以看到, 77 K 温度压缩断口以韧窝为主, 韧窝大小在 500 nm 左右, 相比之晶粒 26 nm 大小, 可以推测纳米 Ni 的塑性变形与纳米 Ni 晶粒的群体行为有关. 虽然在 77 K 温度的压缩变形量降低, 但是仍然具有 5% 左右的塑性变形. 纳米 Ni 的塑性变形本质将会在本文的讨论部分加以解释.

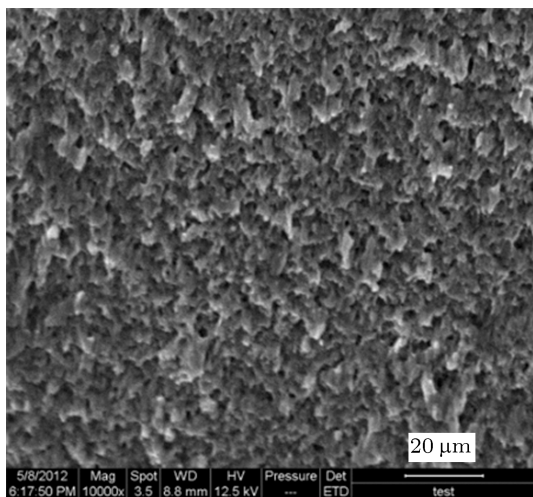


图 3 纳米 Ni 在 77 K 温度压缩至断裂的断口表面形貌

### 3.2 应变速率敏感性

为研究塑性变形速率对纳米 Ni 压缩塑性变形的影响, 对纳米 Ni 在室温和 77 K 温度下进行不同应变速率的压缩试验, 应变速率分别为  $10^{-1}$ ,  $10^{-2}$ ,

$10^{-3}$  和  $10^{-4} \text{ s}^{-1}$ , 作为比较, 对常规粗晶 Ni 进行了相同测试条件的压缩试验, 压缩应力应变曲线如图 4 所示, 图中空心点为常规粗晶 Ni 的测试结果, 实心点为纳米 Ni 的测试结果. 随着应变速率的增加, 室温纳米 Ni 屈服强度和抗压强度增加, 压缩变形量相差不大; 77 K 温度随着应变速率的增加, 屈服强度增加, 但抗压强度变化不大, 其压缩变形量随着应变速率的增加而明显减小.

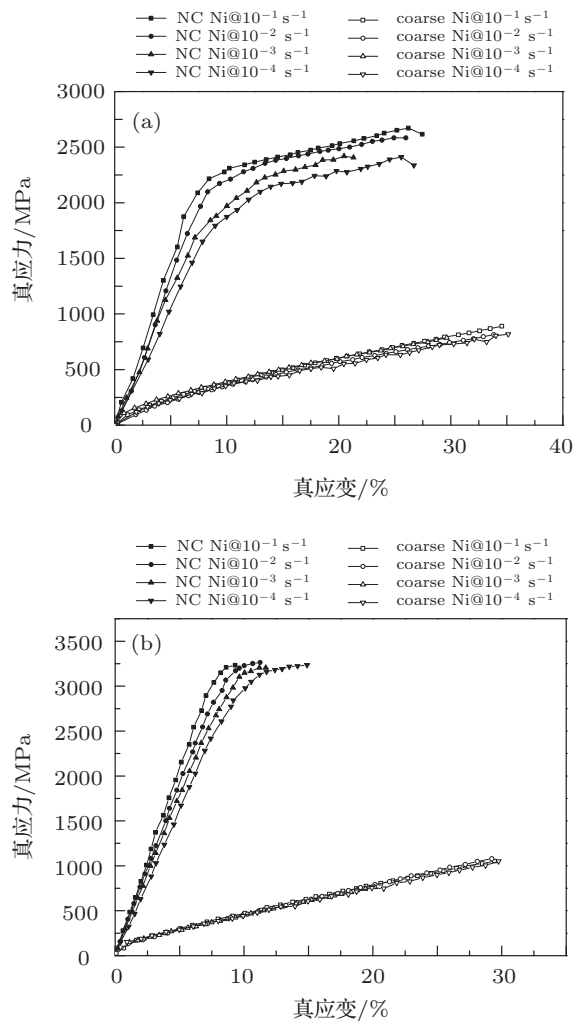


图 4 不同应变速率压缩的应力应变曲线 (a) 室温; (b) 77 K

根据 (1) 式, 应变速率敏感指数  $m$  可以通过图 4 所对应真应力应变曲线获得, 选取塑性变形量为 1% 处选取数据, 绘制  $\ln(\sigma)$  随  $\ln(\dot{\epsilon})$  的变化关系, 并通过线性拟合得到如图 5 所示的拟合曲线, 拟合曲线的斜率就是应变速率敏感指数  $m$ .

从图 5 中可以看出, 纳米 Ni 的应变速率敏感指数室温下大约为 0.01532, 在 77 K 温度下为 0.02685, 纳米 Ni 的应变速率敏感指数较常规粗晶 Ni 高出一个数量级. 纳米 Ni 较常规粗晶 Ni 在应变

速率敏感指数方面的差异预示,在对变化的应变速率响应过程中,纳米 Ni 同常规粗晶 Ni 有着不同的机制,这与纳米 Ni 的塑性变形机制有关,同时可以看出温度与应变速率敏感指数也有一定的关系,这也说明纳米 Ni 的塑性变形机制受温度影响。

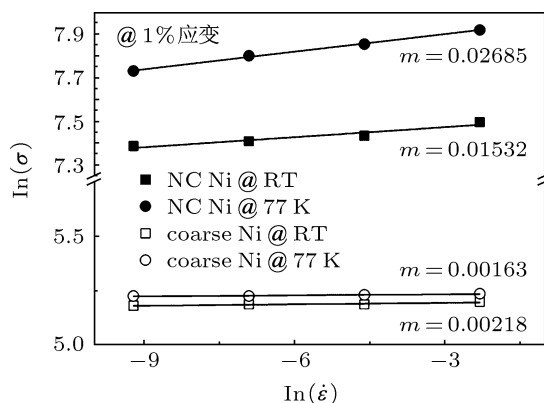


图5 纳米 Ni 和常规粗晶 Ni 的应变速率敏感指数

### 3.3 激活体积 $v$

激活体积指的是位错在一次滑移过程从一个稳定状态运动到另一个稳定状态时热激活驱动所需要的能量指标,不同的变形机制决定了不同位错运动状态,从而表现出不同的位错激活能量,所以可以通过计算位错的激活体积来反映不同的位错主导变形机制。通过 (2) 式对纳米 Ni 室温和 77 K 温度压缩行为的激活体积计算得出,室温为  $17b^3$ , 77 K 温度为  $4b^3$ 。纳米 Ni 位错运动的激活体积从室温的  $17b^3$  降低到 77 K 温度的  $4b^3$ ,反映了随着温度降低纳米 Ni 的塑性变形机制也发生了变化。

## 4 讨论

### 4.1 晶界相关的塑性变形机制

对于纳米材料来说,增加的晶界比例使得在讨论材料塑性变形时对晶界在变形过程中起到的作用格外关注。晶界在塑性变形中的行为主要有晶界的扩散蠕变和晶界滑移,这里面涉及一个重要方面是位错同晶界的交互作用<sup>[4-9]</sup>。一般来说,扩散蠕变在 77 K 和室温的变化很小,当温度增加至晶格原子可以主动扩散的温度时,扩散蠕变主导的塑性变形才显示出来,但是随着晶粒度的降低,扩散蠕变机制可以在室温发生。对于蠕变机制,一般来说都有适中的应变速率敏感指数和很小的激活体积,

在  $1b^3$  左右。这同本次试验获得的结果不符。压缩试验获得的应变速率敏感指数较小,而激活体积则较蠕变机制大。

同样,强化率  $\Theta$  (记为  $d\sigma/d\epsilon$ ) 也是描述蠕变机制的一个重要参数。对室温和 77 K 温度纳米 Ni 的应变强化做归一化处理后 (如图 6 所示),发现室温的强化趋势和 77 K 温度的强化趋势一致,说明在随着变形量增加的过程中,强化机制不随着温度的改变而发生变化。表明纳米 Ni 的塑性变形机制对温度的敏感性低,这也与蠕变机制不符。

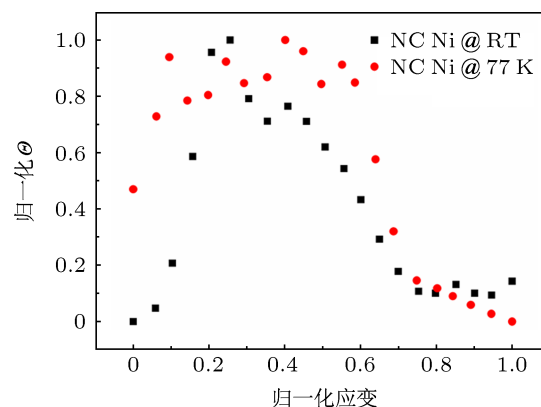


图6 纳米 Ni 在室温和 77 K 温度下压缩过程的强化行为 (归一化处理)

一般来说,晶界滑移同晶界蠕变机制类似,需要在较高的温度下才能激活,而晶界运动导致的晶粒取向变化也通常发生在比较高的温度,在室温和 77 K 温度没有相关文献报道。因此,与晶界相关的变形机制中,晶界滑移不是主要的变形方式,这样基于晶界作用影响的塑性变形机制就只有位错同晶界的交互作用。

利用高分辨透射电子显微镜 (HRTEM) 观察纳米 Ni 的微观结构,如图 7 所示,在晶粒内部没有发现明显的位错,并且晶粒与晶粒之间保持了较好的共格和半共格特性。晶粒内部低的位错密度降低了位错在晶粒内部的交互作用,例如缠结、交割等,这也是强化过程表现出较低硬化率的一个原因。当然,透射试样因为在减薄过程中产生应力释放过程,位错在自由表面的数量降低,不能很好地反映电沉积试样的位错特征,但是依照切割林位错造成的强化机制理论,位错激活体积为试验测得的  $17b^3$  和  $4b^3$  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趋势存在,在形成之前,位错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<sup>[14]</sup>。同时,晶界的共格和半共格特性

也对降低硬化率起到一定作用. 早期的研究发现, 纳米材料晶界处的缺陷和断层能够成为位错激活的发源地<sup>[3]</sup>, 但本试验过程中并没有发现晶界处具有大量的缺陷和断层, 因而纳米 Ni 压缩过程位错并不能从晶界处激活.

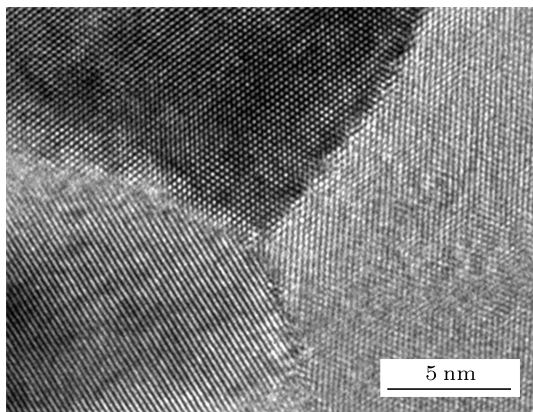


图7 纳米 Ni 的 HRTEM 照片

通过强化行为和 HRTEM 观察, 纳米 Ni 在室温和 77 K 温度压缩变形机制与晶界的扩散蠕变无关, 而位错切割林位错作为变形及强化的主导因素也缺乏一定的证据, 并且对位错的起源也没有办法进行很好的说明. 因此, 与晶界位错有关的塑性变形机制就只有晶界处的本征位错从晶界激发弓出, 并在晶粒内无阻碍地运动至对面晶界后切割晶界本征位错, 这种类似切割林位错的过程会表现出很高的强度, 一定的塑性和强化性能.

## 4.2 晶界 - 位错协调的纳米 Ni 塑性变形机制

上一节中, 通过对激活体积和强化行为分析表明, 晶界扩散蠕变和位错切割林位错的变形机制不是纳米 Ni 塑性变形的主导机制. 因此关于晶界和位错交互作用的讨论就集中在位错从晶界处弓出、在晶粒内部运动、在相对晶界处与晶界内本征位错作用三个过程. 为了讨论便利, 简化晶界处的本征位错为刃型位错, 这样的简化也起源于纳米 Ni 的晶界大都是小角晶界的缘故. 考虑到晶界处位错弓出, 利用 (3) 式计算出位错从晶界弓出所需的临界应力<sup>[15,16]</sup>:

$$\sigma_c = (2\alpha G|b|)/d, \quad (3)$$

其中  $G$  为剪切模量,  $\alpha$  为几何参数, 本试验取 0.5,  $b$  为柏氏矢量,  $d$  为晶界宽度, 从高分辨透射照片中可以看出,  $d$  仅有几个原子层厚度. 通过计算可知位错

从纳米 Ni 晶界弓出所需的临界应力大约为 3 GPa. 与试验获得的屈服强度相比较, 这主要由于晶界处产生了应力集中, 局部应力达到临界应力产生了屈服行为.

当晶界处集中的应力值达到 (3) 式所计算的应力值后, 位错将由晶界处弓出激发至晶粒内部, 这种行为可以按照图 8 所示的过程进行. 如图 8(a) 所示, 位错 AD 从晶界 GB1 处弓出  $\Delta x$  至 BC 位置, 整个位错 AD 的柏氏矢量是  $b$ , 按照简化 AD 位错为刃型位错可知 AB 段和 DB 段位错为螺型位错. 在 AD 段位错弓出的过程中, 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)<sup>[17]</sup>, BC 段位错能够毫无阻碍地运动到对面晶界附近, 这会导致纳米 Ni 压缩过程中随着变形量的增加强化效果不明显. 当 BC 段位错进入到晶界本征位错的弹性变形作用区域后, 只需要克服晶界本征位错的应力场作用, 并使得晶界的位错组态发生变化. 对于前提简化的晶界位错组态来说, 小角晶界区域大都为刃型位错, BC 段位错在切应力的作用下进入晶界区域就类似于切割林位错的过程, 由于纳米 Ni 低密度的位错结构, 晶界间保持一定的共格性, 所以这种类似切割林位错机制对强化行为贡献也不大. 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制范畴, 所以纳米 Ni 与常规 Ni 在应变速率敏感性试验表现出明显的差异. 在 BC 段位错运动过程中, 会留下 AB 和 DC 段螺型位错, 同 BC 段位错一样, AB, CD 段位错都能够在晶粒内部不受阻碍地运动, 但是同 BC 段位错不同的是, AB, CD 段位错运动时位错前端需要在晶界上运动, 位错端在晶界上的运动是一个准平衡状态向另一个准平衡状态运动, 如图 8(d) 所示, 表现为在不同准平衡状态间反复地钉扎和脱钉过程, 这种运动过程需要一定的热激活, 因而纳米 Ni 在室温和 77 K 温度表现出明显的塑性差异, 温度下降限制了螺型位错端的运动, 增加了位错在晶界堆积的概率, 使材料很快进入断裂阶段. 螺型位错在运动时会发生交滑移过程, 但在纳米 Ni 的压缩过程中这种运动行为很难发生, 首先位错交滑移的激活体积往往在  $100b^3$  量级, 而本次试验的激活体积则小于这个范围; 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分解, 在交滑移后再合并, 这就需要螺型位错在滑移面上有一定的长度, 而纳米材料晶粒尺寸的因素限制了这个过程<sup>[18,19]</sup>.

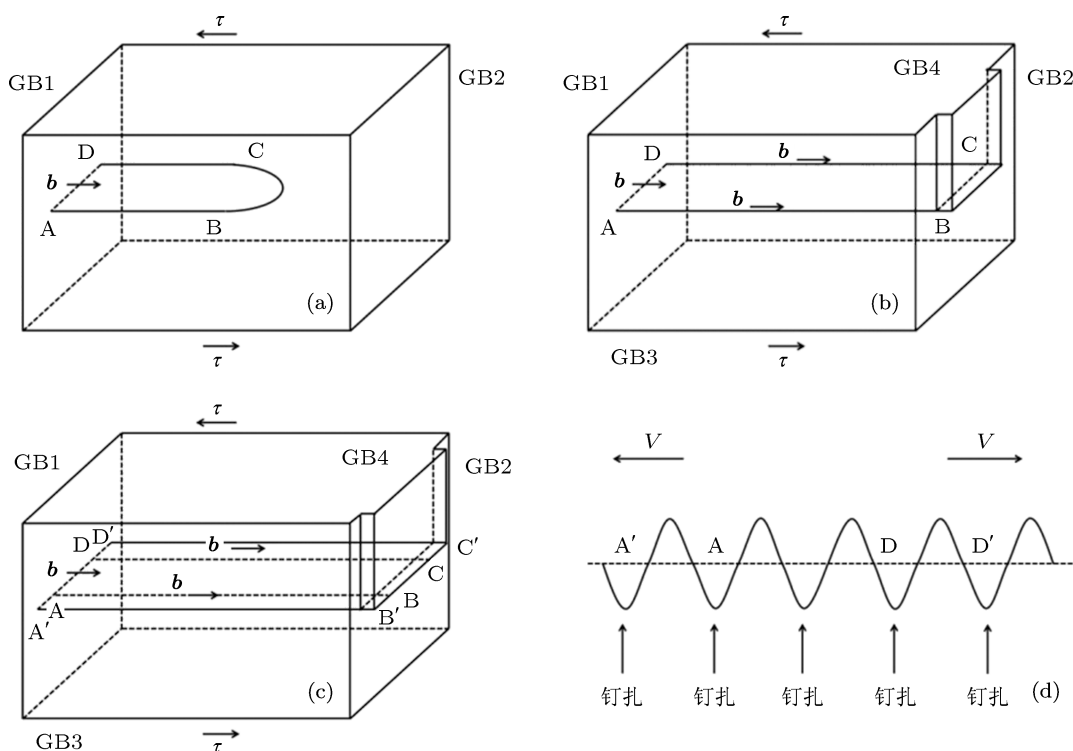


图8 弓出位错运动的示意图 (a) 本征位错从GB1处弓出 $\Delta x$ ; (b) 弓出位错在相对晶界GB2形成 $b$ 大小的塑性变形; (c) 残留的位错向GB3和GB4运动扩展BC段变形; (d) 残留位错端的能量状态示意图

除了残留螺型位错需要热激活反映了室温和77 K 温度纳米 Ni 变形的塑性差异之外, 残留螺型位错对塑性的影响在晶界本征位错弹性区也有贡献. 当螺型位错同柏氏矢量平行的刃型位错作用时, 它们之间的作用力使位错间发生相对扭转. 当类似AD的位错不断从晶界弓出后, 与AB, CD类似位错就会在晶界GB3和GB4处堆积, 在这种群体作用下相对的晶界就会产生倾转极矩 (dipole of inclination), 起到协调变形的作用. 值得注意的是, 这样的倾转作用能够降低晶粒间的应力集中, 减弱晶粒间的应变不相容性. 这一点可以从压缩断口的扫描电子显微观察中看出, 断口形貌以500 nm 大小左右的韧窝为主体, 这表明纳米 Ni 在断裂过程中塑性变形是以10—20个晶粒群为单位. 因此, 弓出位错运动完成后残留位错对塑性变形以及断裂行为具有重要的协调作用.

至此, 分析了晶界-位错协调变形机制位错弓出运动的整个过程, 位错弓出过程所需要的临界应力是纳米 Ni 塑性变形高强度的主要原因. 虽然纳米 Ni 晶粒内部位错很少, 理论上几乎不能产生塑性变形, 但是晶界本征位错的弓出机制和弓出位错后的残留位错对塑性变形有很大的贡献. 同时, 温度对纳米 Ni 塑性变形影响不仅体现在残留位错端

所受热激活的过程, 螺型位错的运动在低温也会受到更多阻碍<sup>[19]</sup>. 所以, 纳米 Ni 强度和塑性表现出明显的温度相关性, 与室温相比, 纳米 Ni 在77 K 温度表现出强度升高, 塑性变形量减小.

## 5 结论

本文在室温和77 K 温度下纳米 Ni 不同应变速率的压缩试验基础上, 对应变速率敏感指数和激活体积进行了计算, 通过与常规粗晶 Ni 的压缩行为对比, 分析了纳米 Ni 在77 K 温度的压缩塑性变形行为, 主要结论有以下几点.

1) 纳米 Ni 室温表现出较高强度和较好的塑性, 在77 K 温度纳米 Ni 屈服强度增加至3 GPa 以上, 塑性变形量明显降低. 通过不同应变速率的压缩试验, 纳米 Ni 的应变速率敏感指数在室温和77 K 温度分别为0.01532和0.02685, 相应的激活体积分别为 $17b^3$ 和 $4b^3$ .

2) 通过纳米 Ni 的变形机制分析表明, 晶界扩散蠕变和晶界滑移对77 K 温度纳米 Ni 的变形没有贡献, 晶界-位错协调变形机制在77 K 温度的塑性变形过程中起主导作用.

3) 晶界本征位错由晶界区域弓出, 无阻碍运动到相对晶界并与晶界本征位错发生类似切割林位

错的行为, 这个过程具有明显速率相关性, 因此纳米 Ni 在压缩过程表现出高的强度和速率敏感指数. 弓出位错的残留位错在晶界区域的作用对纳米 Ni 塑性变形有很大贡献, 同时具有的温度相关性使得

77 K 温度纳米 Ni 压缩塑性变形量明显降低.

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 and 数据分析中沈喜训、李雪松和穆君伟博士给予的帮助.

- 
- [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] Zhu Y T, Wu X L, Liao X Z, Narayan J, Mathaudhu S N, Kecskes L J 2009 *Appl. Phys. Lett.* **95** 031909
- [6] Ball A, Hutchinson M M 1969 *J. Mater. Sci.* **3** 1
- [7] Li J C M 1963 *Trans. Met. Soc.* **227** 239.
- [8] Ma E 2003 *Scripta Mater.* **49** 663
- [9] van Swygenhoven H, Caro A 1997 *Appl. Phys. Lett.* **71** 1652
- [10] Chokshi A H, Rosen A, Karch J, Gleiter H 1989 *Scripta Mater.* **23** 1679
- [11] Wang Y M, Hamza A V, Ma E 2006 *Acta Mater.* **54** 2715
- [12] Wu X, Zhu Y T, Chen M W, Ma E 2006 *Scripta Mater.* **54** 1685
- [13] 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
- [14] Wang Y, Chen M, Zhou F, Ma E 2002 *Nature* **419** 912
- [15] Liao X Z, Srinivasan S G, Zhao Y H, Baskes M I, Zhu Y T, Zhou F, Lavernia E J, Xu H 2004 *Appl. Phys. Lett.* **84** 3564
- [16] Asaro R J, Krysl P, Kad B 2003 *Philos. Mag.* **83** 733
- [17] Nieh T G, Wadsworth J 1991 *Scripta Metall. Mater.* **25** 955
- [18] Meyers M A, Vöhringer O, Lubarda V A 2001 *Acta Mater.* **49** 4025
- [19] Meyers M A, Mishra A, Benson D J 2006 *Prog. Mater. Sci.* **51** 426

# Compression behavior of nanocrystalline nickel at 77 K

Ma Guo-Liang   Liu Hai<sup>†</sup>   Wang Hao   Li Xing-Ji   Yang Jian-Qun   He Shi-Yu

(*Science and Technology on Material Performance Evaluating in Space Environment Laboratory, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China*)

(Received 22 January 2013; revised manuscript received 12 March 2013)

## Abstract

In this paper, compression test is carried on electrodeposited nano-crystalline (NC) Ni at 77 K. The results show that the NC Ni has extremely high compressive strengths: around 2.5 GPa at room temperature (RT), 3.5 GPa at 77 K, and moderate plasticity with 0.1 fracture strain at RT, 0.05 at 77 K. The strain rate sensitivity  $m$  and activation volume  $v$  are calculated, and scanning electron microscope and high-resolution transmission electron microscope are used to verify the deformation mechanism. Analysis indicates that the dislocation interaction with grain boundary (GB) dominates the deformation of NC Ni both at 77 K and RT. Based on the calculated values of  $m$  and  $v$ , the deformation process is described by considering the intrinsic dislocation of GB bowing out and expanding towards opposite GB in the inner grain dislocation-free zone. And the mechanism is studied in the residual dislocation parts affecting the increase of strain compatibility and the decrease of stress concentration. It is indicated that the difference in compression property between at RT and 77 K is related to grain boundary-dislocation coordination mechanism and relation between residual dislocation motion and temperature.

**Keywords:** plastic deform, strength, dislocation

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

**DOI:** 10.7498/aps.62.147102

---

<sup>†</sup> Corresponding author. E-mail: hitliuhai@163.com