

# 单晶铱纳米压痕下位错形核与形变研究

耿振博<sup>1</sup>, 李双明<sup>1</sup>, 钟宏<sup>1</sup>, 胡锐<sup>1</sup>, 刘毅<sup>2</sup>, 罗锡明<sup>2</sup>

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 昆明贵金属研究所, 云南 昆明 650106)

**摘要:** 对(100)和(110)不同面的铱单晶进行了纳米压痕实验, 拟合计算得到(100)与(110)面上铱单晶位错激活体积分别为  $1.09 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ 、 $1.23 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ , 证明该实验条件下位错来源于点缺陷的非均质形核; 如果位错为均质形核, 则位错激活能需达到 60.57 eV, 激活半径达到 1.971 nm。在对(100)和(110)面的塑性变形中位错密度进行分析时, 发现它们变形后位错密度在  $10^{14} \text{ m}^{-2}$  左右, 没有出现铱单晶变形后位错密度呈指数级增加的情况; 金属铱发生脆性断裂或许因为铱中极小的位错激活体积导致铱产生大量的位错源及位错间剧烈的交互作用。

**关键词:** 铱单晶; 纳米压痕; 异质形核; 位错密度

中图分类号: TG146.3<sup>+4</sup>

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)01-0255-06

金属铱为铂族元素, 面心立方金属, 熔点为 2443 °C, 密度高达  $22.65 \text{ g/cm}^3$ , 化学性质十分稳定, 几乎不溶于所有无机酸, 具有很强的抗腐蚀性, 是最耐腐蚀的金属; 同时, 铱具有很好的高温力学性能, 是唯一能在 1600 °C 以上保持很好机械性能的金属。此外, 铱坩埚可用来作为高熔点单晶生长容器。铱作为一种高温材料, 在化工、军事、核工业、甚至航空航天等恶劣环境都有很大的应用前景, 欧美、日本等国家都将铱作为耐超高温材料的研究重点<sup>[1-3]</sup>。

虽然铱是面心立方结构的金属, 有很好的高温性能与抗腐蚀性能, 但它却存在室温脆性, 即经过一定的塑性变形后发生脆性断裂。自 20 世纪 60 年代发现铱室温脆性后, 对其研究开展了数十年, 目前仍没有公认的定论。最初, 研究者们认为是铱中的杂质造成了铱的脆性<sup>[4-6]</sup>, 因为铱对非金属杂质非常敏感: 例如铱中杂质碳的临界含量仅为  $10 \mu\text{g/g}$ , 一旦超过该值金属铱的脆性会大幅度增加<sup>[7]</sup>, 但通过对纯度非常高的铱单晶进行性能测试, 发现其仍然为脆性断裂, 进一步确认脆性断裂是铱的本征性质<sup>[7-11]</sup>。

至于面心立方结构的金属铱会产生本征脆性, 尚存在较多的争议。2005 年 Cawwell 等人在《Science》上发表文章<sup>[9]</sup>, 认为金属铱中存在两种特殊螺型位错结构, 这种结构促使铱在无热激发下产生位错, 位错增值呈现指数级增长, 造成严重的加工硬化, 从而导致应力集中无法释放而脆断。之后, Balk 等人<sup>[10]</sup>通过

对单晶铱力学性能实验研究, 发现单晶铱变形中并没有出现严重加工硬化, 测得变形后的铱位错密度相对其它的面心立方金属并非异常, 因此金属铱发生室温脆性可能另有原因。除了实验工作外, 采用第一性原理计算表明<sup>[12]</sup>, 金属铱的价键中存在部分共价键, 有一定的方向性, 可能导致金属铱在变形中发生脆性断裂。对于金属铱的变形, 除了发生脆性断裂外, 还具有很强的各向异性<sup>[8]</sup>, 即[110]方向的单晶铱室温塑形可达 60%, 而其它方向, 如[100]方向只有 20%。对于金属铱这种纯的面心立方结构金属, 为什么会有如此大的差别, 以及金属铱塑变形中的位错密度是否会发生异常变化, 位错以何种方式形核等问题, 目前尚不得而知。尽管这些材料使用量少, 但涉及范围广, 同时该类材料表现出与常规面心立方金属不同的特性, 为此开展此方面的研究, 不仅对金属铱的变形加工有一定的指导意义, 同时也能进一步理解贵金属中发生同类脆性断裂的金属材料和加工变形行为。

## 1 实验

实验中样品是德国 MaTecK-Material-Technologie & Kristalle GmbH 公司提供的(100)与(110)单晶铱试样, 尺寸均为  $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 0.5 \text{ mm}$ , 并经热王水进行电解抛光, 消除了表面缺陷与残余应力。之后, 使用 Veeco Multimode VIII 原子力显微镜采用接触模式进行检测, 得到样品的表面粗糙度在 2 nm 左右, 来尽

收稿日期: 2017-01-05

基金项目: 国家自然科学基金(U1202273, 51501075)

作者简介: 耿振博, 男, 1990 年生, 硕士, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-88493264, E-mail: lsm@nwpu.edu.cn; gengzb90@163.com

可能排除表面形貌的凹坑、突起等引起的位错异质形核的影响。对 (100) 与 (110) 单晶, 通过 MTS Nano Indenter XP 纳米压痕仪进行实验, 实验采用 Berkovich 压头, 在恒定应变速率  $0.05 \text{ s}^{-1}$  下, 进行了最大深度为 10, 20, 30, 50, 70, 100, 400, 700, 1000, 1500, 2000, 2500 nm 的多组纳米压痕实验, 测试点为 60 个, 最大加载范围为 0.113~437 mN, 每个实验点距离相隔 100  $\mu\text{m}$ , 以保证实验点之间没有相互影响, 并且在载荷峰值处保载 10 s, 卸载时间为 100 s, 来确保纳米压痕实验中结果的准确性。

## 2 结果与讨论

### 2.1 铱的纳米压痕载荷-位移曲线

图 1 是单晶铱(100)面上纳米压痕的载荷-位移 ( $P-h$ ) 曲线, 其中图 1a 为典型的  $P-h$  曲线图, 可以清楚地看到 pop-in (载荷达到一定程度时出现的位移突变现象) 过程, 经过对实验数据统计发现, 首次 pop-in 集中发生在 2~5 nm 内; 图 1b 为加载至 100 nm 的  $P-h$  曲线图, 可以清楚的看到塑性变形中产生的不连续的 pop-in 现象, 如同一个个不连续的小台阶。一般认为首次 pop-in 是位错开始形核与运动的过程, 是一个由弹性变形向塑性变形转变的过程。对于首次 pop-in 出现之前的弹性变形部分, 其载荷-位移曲线符合 Hertz 公式<sup>[13-18]</sup>:

$$P = \frac{4}{3} E_r R^{\frac{1}{2}} h^{\frac{3}{2}} \quad (1)$$

式(1)中  $P$  为载荷,  $R$  为压头半径,  $h$  为位移,  $E_r$  为折后模量, 可表示为:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu_1^2}{E_1} + \frac{1-\nu_2^2}{E_2} \quad (2)$$

式(2)中  $\nu$  为泊松比,  $E$  为弹性模量。下角 1, 2 分别代表试样与金刚石压头。对于金刚石压头,  $\nu=0.07$ ,  $E=1141 \text{ GPa}$ , 对于铱,  $\nu=0.26$ 。由纳米压痕连续刚度法的实验测试结果可知, (100) 与 (110) 面单晶铱的  $E$  值分别为 477 和 493 GPa, 上述结果与参考文献[19]中报导的 Ir (110) 单晶弹性模量为 474 GPa 数据十分接近。进而根据公式(2)可计算折后模量( $E_r$ )值分别为 354 和 362 GPa。

对图 1a 中 pop-in 之前的点根据公式(1)进行拟合, 得到拟合半径  $R$  平均值为 30 nm, 拟合曲线如图 1a 所示; 后续塑性变形中 (图 1b) 产生的不连续 pop-in 现象, 一般被认为是面心立方金属的位错源不断的激发和位错运动的过程<sup>[14]</sup>。

### 2.2 铱在常温下的激活体积

面心立方结构的金属铱常温下发生脆性断裂, 而

材料断裂行为与其塑形有关, 特别是初始塑性变形时位错的激活方式与激活体积大小相关联。采用累积概率  $f$ , 即将几十个实验点的首次 pop-in 数据进行统计, 得到发生 pop-in 载荷的最小值和最大值, 而累积概率  $f$  表示当加载载荷达到该数值之前金属发生 pop-in 的概率; 在 pop-in 载荷处于最大值时累积概率为 1, 最小值处为 0, 载荷在最小值和最大值之间, 累积概率  $f$  数值在 0 和 1 之间。绘制与累积概率  $f$  对应的发生 pop-in 的载荷  $P$  和临界切应力  $\tau$  这两种曲线。对 (100) 与 (110) 面单晶铱的所有实验点, 对首次发生 pop-in 处的载荷进行统计, 获得的  $f-P$  曲线如图 2a 所示。而相应的  $f-\tau$  曲线 (图 2b) 则是通过以下计算公式获得<sup>[13,14]</sup>:

$$P_m = \frac{2}{3} \left( \frac{6PE_r^2}{\pi^3 R^2} \right)^{\frac{1}{3}} \quad (3)$$

$$\tau_{\text{crss}} = 0.465 P_m \quad (4)$$

式(3)和(4)中,  $P_m$  为平均压应力,  $\tau_{\text{crss}}$  为临界剪切应力,  $P$  为 pop-in 所对应的载荷, 半径  $R$  采用 Hertz 公式拟合得到的数值。从图 2 中可以看到, (100)和(110)面实验的最大剪切强度为 34.7 和 36.8 GPa, 略小于理论上

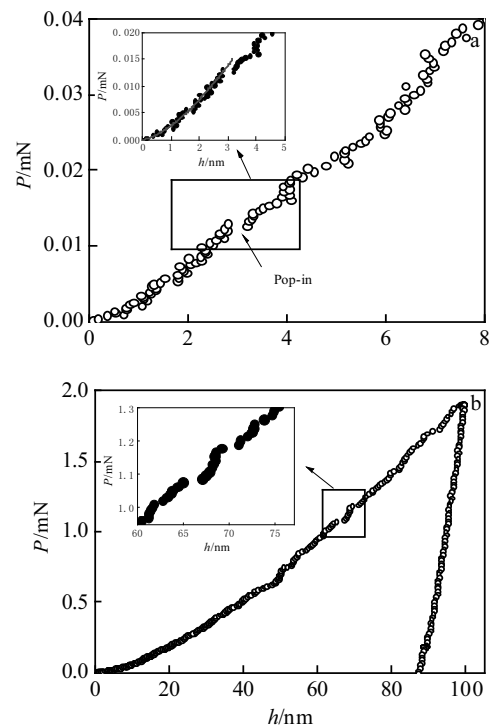


图 1 (100) 面铱单晶 Berkovich 压头下的载荷-位移 ( $P-h$ ) 曲线

Fig.1 Nanoindentation tests performed on a (100) Ir single crystal surface using Berkovich tip: (a) the first pop-in of load-displacement curve and Hertzian fitting curve for the elastic portion and (b) load-displacement curve

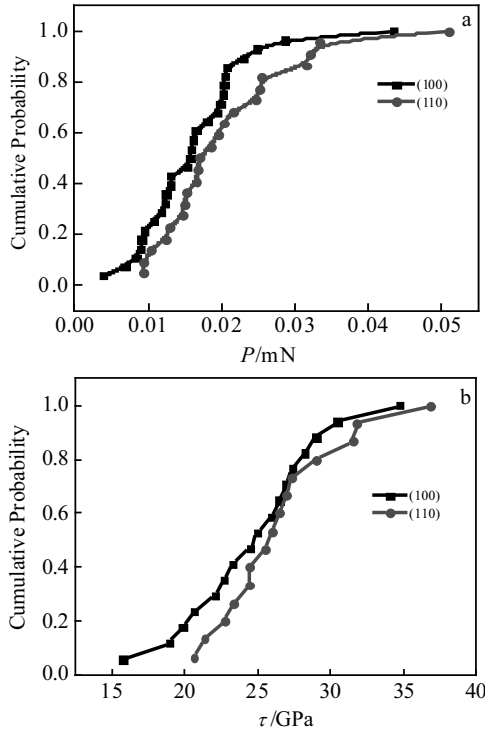


图 2 (100) 和 (110) 面单晶铱的累计概率与首次 pop-in 载荷及临界剪切应力的曲线

Fig.2 Cumulative probability as a function of the load (a) and the shear modulus (b) for (100) and (110) Ir single crystals

铱的剪切强度 ( $\tau_{th}$  在  $G/5 \sim G/30$  之间,  $G=210$  GPa)。另外图 2 中 (110) 面单晶铱的临界剪切应力略高于 (100), 这与图 1 所测的 (110) 面单晶的弹性模量比 (100) 稍大是一致的。

通常认为, 当临界剪切应力接近理论剪切强度时, 可认为在首次 pop-in 过程中, 位错会发生均质形核<sup>[13,14]</sup>。但事实上 pop-in 的过程是应力与热激发共同作用的结果<sup>[16]</sup>, 是否为均质形核过程, 需进一步分析。如果实验中为均质形核, 则根据位错均质形核模型<sup>[15-17,20]</sup>, 有:

$$\Delta G = 2\pi rW - \pi r^2 b(\tau_a - \tau_p) \quad (5)$$

式(5)中  $r$  为位错环半径,  $b$  为柏氏矢量,  $\tau_a$  为外加切应力, 通常认为等于  $0.5\tau_{max}$ <sup>[16]</sup>,  $\tau_p$  为 Peierls-Nabarro 应力 ( $\tau_p \approx 10^{-2}G$ ), 而对单晶铱,  $b=0.271$  nm<sup>[10]</sup>。其中  $W$  可表示为:

$$W = \frac{\alpha G b^2}{4\pi(1-\nu)} \quad (6)$$

其中当  $b$  平行于位错环时,

$$\alpha = (2 - \frac{1}{2}\nu) \left[ \ln\left(\frac{4r}{r_0}\right) - 2 \right] \quad (7)$$

当  $b$  垂直于位错环时,

$$\alpha = \ln\left(\frac{4r}{r_0}\right) - 1 \quad (8)$$

式中,  $r_0$  为位错核心半径, 约等于  $b$ 。为了简化计算,  $\alpha$  取两者算术平均值。从图 2 中, 选取 (100) 与 (110) 的临界剪切平均值 26 GPa 作为  $\tau_{max}$ , 并将公式 (5) 分为 3 个部分, 则可得形成能  $\Delta G$  与位错环半径之间的变化关系, 见图 3a 所示。

从图 3a 中可看到, 金属铱发生均质形核的形核半径为 1.971 nm, 形核功为 60.57 eV, 这与采用 P-N 模型计算获得的 Al 与 Cu 完整位错环的形核功分别为 34, 93 eV<sup>[21]</sup>量级上基本一致, 说明金属铱发生均质形核需要几十个电子伏特的形核功并非其特有。如果继续增大剪切应力, 使  $\tau_{max}$  达到 38 GPa (出现图 3b 现象的最小值), 可发现当剪切应力足够大的时候, 均质形核完全不需要热激发, 仅靠应力就可以使位错直接形核。

如果实验中的 pop-in 发生非均质形核, 则要考虑是否为点缺陷所致。近年来, 很多研究表明点缺陷, 比如空位、杂质原子等对 pop-in 处的应力有较大的影响<sup>[20,22]</sup>。目前, 点缺陷对于位错形核的具体影响过程并不清楚, 但可以通过 Schuh 等人建立的模型<sup>[16,17]</sup>来

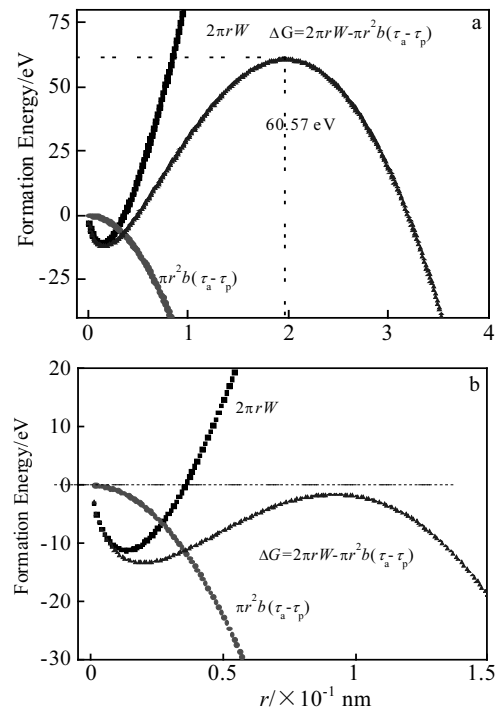


图 3 铱单晶均质形核机制中形成能  $\Delta G$  与位错环半径之间的变化关系

Fig.3 Variation of formation energy  $\Delta G$  of dislocation loop with the loop radius  $r$  for the homogeneous nucleation mechanism under different stresses: (a)  $\tau_{max}=26$  GPa and (b)  $\tau_{max}=38$  GPa

认识纳米压痕下 pop-in 过程中位错所起的作用, 也能获得位错运动所需要的激活体积。激活体积大小在一定程度上可表示出变形过程中缺陷的类型以及缺陷所起到的作用。根据 Schuh 等人建立的模型, 可获得 pop-in 处的累计概率  $f$  与激活体积的关系为<sup>[16,17]</sup>:

$$f = 1 - \exp\left[-\frac{9KR\eta}{4E_r\dot{P}\alpha^6} \exp\left(-\frac{\varepsilon}{kT}\right)\beta\right] \quad (9)$$

$$\alpha = (0.47/\pi)(4E_r/3R)^{2/3} (V/kT) \quad (10)$$

其中,  $V$  为所求的激活体积,  $k$  为玻尔兹曼常数,  $T$  为实验温度,  $\beta$  为  $\tau V/kT$  幂律函数, 对上式进行变形有:

$$\ln[-\ln(1-f)] = \frac{V}{kT}\tau + \lambda \quad (11)$$

其中,  $\lambda$  是一个与  $V$  相关性很小的函数, 一般舍去其对  $V$  的影响<sup>[16]</sup>, 由图 2 实验中获得的  $f-\tau$  曲线, 进行拟合得到线性关系的斜率。

如图 4 所示, 最终可计算得到单晶铱(100)与(110)的激活体积分别为  $1.09 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$  ( $0.055b^3$ )、 $1.23 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$  ( $0.062b^3$ )。由此可以看出, 铱的激活体积非常小, 表明 pop-in 过程完全可以由点缺陷, 如空位、间隙原子、杂质原子等造成。而对比其他金属, 如: Cr 的激活体积为  $4.81 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ , Mg 为  $0.2b^3$ , Pt 为  $0.5b^3$ <sup>[16]</sup>, 可以发现铱的激活体积远小于其他金属, 这可能是造成铱发生变形后位错能很快大量形核, 发生加工硬化从而脆断的原因。

### 2.3 铱发生变形后的位错密度

对于金属铱变形, 在纳米压痕实验中, 可以通过对  $P-h$  曲线的分析, 从位错密度的角度来反映其变形情况。作者采用 Taylor 关系及由 Nix 和 Gao 建立之后经 Durst 等人进一步发展的应变梯度理论进行分析<sup>[23-25]</sup>。在金属铱的整个变形过程, 载荷  $P$  与压痕深度的关系为:

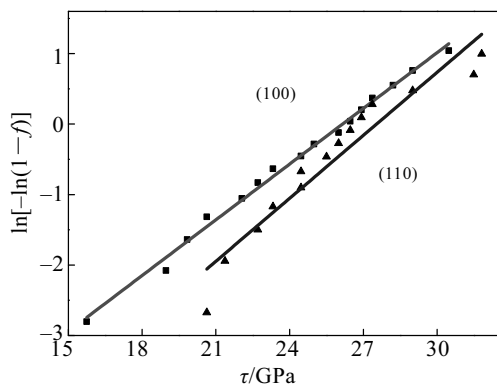


图 4 (100)和(110)面铱单晶的  $\ln[-\ln(1-f)]$  与  $\tau$  线性拟合关系  
Fig.4 Relationship between of  $\ln[-\ln(1-f)]$  versus  $\tau$  for Ir (100) and (110) single crystals

$$P = A_C C \sigma \quad (12)$$

$$A_C = 24.5h^2 \quad (13)$$

式 (12) 和 (13) 中,  $A_C$  为 Berkovich 压头尖端的接触面积,  $C$  为约束因子, 对于大多数金属, 约束因子取值为 2 或 3<sup>[26]</sup>, 在这里取  $C=3$ ;  $\sigma$  为应力,  $h$  为压痕深度。而应力  $\sigma$ , 由两部分组成:  $\sigma = \sigma_{\text{friction}} + \sigma_{\text{Taylor}}$ , 前者  $\sigma_{\text{friction}}$  为内部摩擦应力, 后者 Taylor 应力关系为:

$\sigma_{\text{Taylor}} = M \alpha G b \sqrt{\rho_t}$ , 其中  $\rho_t$  为总位错密度,  $M$  为 Taylor 因子, 通常取值 3;  $\alpha$  为经验因子, 主要取决于位错结构, 通常取值在 0.3~0.5, 由于考虑到压头下复杂的应力区域, 在这里取值 0.5,  $b$  为柏氏矢量,  $G$  为剪切应力。根据应变梯度理论,  $\rho_t = \rho_{\text{SSD}} + \rho_{\text{GND}}$ , 其中,  $\rho_{\text{SSD}}$  为统计存储位错密度 (statistically stored dislocation), 为样品中自身的位错密度,  $\rho_{\text{GND}}$  为几何变形所需位错密度 (geometrically necessary dislocation), 与压头形状与深度有关。  $\rho_{\text{GND}}$  又可以表示为:

$$\rho_{\text{GND}} = \frac{3}{2} \frac{1}{F^3} \frac{\tan^2 \theta}{bh}$$

$F$  为相关因子, 是变形区半径与压头接触半径的比值,  $\theta$  为表面与压头间的夹角, 对于 Berkovich 压头,  $\tan\theta=0.358$ 。

对于变形后的位错密度, 在 Taylor 公式与应变梯度理论中, 均涉及到位错密度, 区别在于: Taylor 公式是针对宏观塑性变形行为, 而延伸到微观甚至纳观领域, 由于存在尺寸效应, 并不能直接应用; 应变梯度理论则是为了解决微观尺度下的尺寸效应而建立的模型, 它成功解释了在大于 100 nm 深度上的尺寸效应问题<sup>[26,27]</sup>, 为减小尺寸效应的影响, 这里只讨论实验中大于 400 nm 深度实验点的位错密度。

对金属铱整个弹塑性变形过程压痕深度大于 400 nm 的实验, 进行  $P-h$  曲线的拟合, 见图 5 所示; 取不同深度下的实验数据, 拟合计算结果如表 1 所示, 得到拟合数据  $\rho_{\text{SSD}}$  均在同一个数量级 ( $\sim 10^{13} \text{ m}^{-2}$ ), 呈现出先增加后减小的变化, 表明了铱金属在变形中位错密度的变化规律; 并且  $\rho_{\text{GND}}$  的相关因子  $F$  均在 2 左右, 对于大多数金属材料,  $F > 1$ <sup>[25]</sup>。

以铱单晶(100)面为例, 计算得到对应压痕深度时的  $\rho_{\text{SSD}}$ 、 $\rho_{\text{GND}}$ 、 $\rho_t$  在各个压痕深度下的数值如图 6。由图 6 可以看出, 黑色线段表示统计存储位错密度, 也就是通常意义上的位错密度, 均在  $10^{13} \text{ m}^{-2}$  数量级; 红色线段表示几何必需位错密度, 是由于压头压入产生的, 是应变梯度理论的重要组成部分, 随压痕深度的增加而减少; 蓝色线段表示总的位错密度, 当深度达 2500 nm 时, 总位错密度降低至  $1.1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , 在变形中, 尺寸效应在较小的压痕深度时贡献最大。上述结果与 Balk 等人实验结果认为金属铱的变形后位错

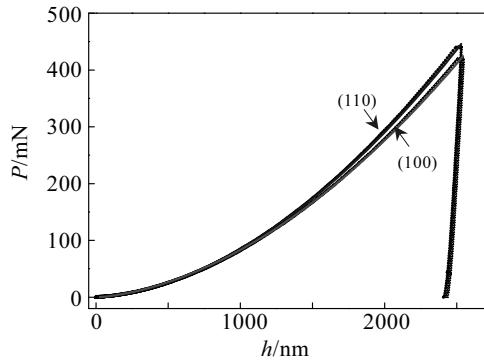


图 5 拟合得到的铱单晶弹塑性变形曲线

Fig.5 Fitting curve of elastic plastic deformation of Iridium

表 1 不同深度下的纳米压痕实验拟合数据

Table 1 Fitting data with the nano indentation depth of different

Indentation depth/nm	(100)	(110)	F(100)	F(110)
400	$6.8 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$7.6 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	2.04	2.00
1000	$8.07 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$9.07 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	2.10	2.13
1500	$8.53 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$9.00 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	2.09	2.12
2000	$7.79 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$8.60 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	2.02	2.09
2500	$7.62 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	$8.37 \times 10^{13} \text{ m}^{-2}$	2.02	2.00

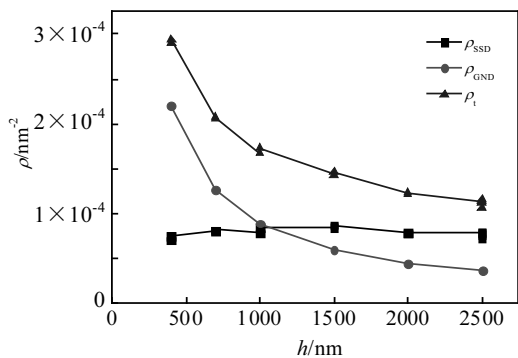


图 6 (100)面铱单晶 3 种位错密度随压痕深度的变化情况

Fig.6 Three kinds of dislocation density of Ir(100) single crystal changed with the indentation depth

密度在  $10^{13} \sim 10^{14} \text{ m}^{-2}$  是一致的<sup>[10]</sup>, 该数量级对于变形后的面心立方金属来说是合理的<sup>[28]</sup>。本次实验所得的数据从微观变形的角度得出了相同的结果, 说明金属铱在变形过程中位错密度的变化是正常的, 位错密度的变化并非造成脆性断裂的根本原因。

综合初始变形时的位错激活体积与变形后的位错密度数值, 可以对金属铱脆性断裂做出如下解释: 在正常条件下, 金属中均含有一定的点缺陷, 而正是这些点缺陷成为了初始变形的位错激活源。由于铱单晶

初始变形时的位错激活体积远小于其他金属, 在同等条件下, 单位体积中能够有更多的点缺陷达到变形的激活体积临界值, 会迅速产生远多于其他金属的位错源; 因此, 最初单位体积中大量的位错源会迅速产生位错; 随着位错的增多, 位错很快就相互反应并产生远大于其他金属的位错交互作用, 位错的增值与交互作用同时进行着, 但应变速率有所降低; 而铱中存在很强的原子间结合力 (铱的密度在金属中第二, 略次于钨), 特别是具有较强的共价键作用<sup>[12]</sup>, 这使得位错的运动相比其他金属更为困难, 随着应力与变形的继续增加, 强的结合力与交互作用使得滑移变得更加困难, 难以继续变形, 而应力在不断增大, 最终达到了某个临界值, 发生了脆性断裂。

### 3 结论

1) 计算得到均质形核的激活能为 60.57 eV, 临界形核半径为 1.971 nm; 同时, 计算得该实验中(100)与(110)方向单晶 pop-in 处的激活体积, 分别为  $1.09 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ 、 $1.23 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$ ; 实验中的 pop-in 处为点缺陷的异质形核。若缺陷足够少, 且临界分切应力几乎达到理论值时, 则可直接自发形核而无需热激发。

2) (100)与(110)样品经过纳米压痕变形至 2500 nm 时, 总位错密度达到  $1.1 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ ; 相当于变形后在  $100 \text{ nm} \times 100 \text{ nm}$  范围内存在 1.1 个位错, 整体位错密度处于 fcc 晶体的正常变形水平。这一结果支持了变形铱的脆性断裂并非因为高位错密度所致的观点。

3) 铱金属变形中极小的位错激活体积, 极大的增加了位错源数量, 加剧了位错交互作用而发生脆性断裂。

### 参考文献 References

[1] Hu T, He L, Duan L *et al. Journal of Materials Chemistry*[J], 2012, 22(10): 4206  
 [2] Wu Wangping(吴王平), Chen Zhaofeng(陈照峰), Cong Xiangna(丛湘娜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(2): 046  
 [3] Cheng C, Hartwig J F. *Journal of the American Chemical Society*[J], 2015, 137(2): 592  
 [4] Hecker S S, Rohr D L, Stein D F. *Metallurgical Transactions*[J], 1978, 9(4): 481  
 [5] Mordike B L, Brookes C A. *Platinum Metals Rev*[J], 1960, 4(3): 94  
 [6] Brookes C A, Greenwood J H, Routbort J L. *J Inst Metals*[J], 1970, 98(1): 27  
 [7] Panfilov P, Yermakov A. *International Journal of Fracture*[J],

- 2004, 128(1-4): 147
- [8] Panfilov P. *Journal of Materials Science*[J], 2007, 42(19): 8230
- [9] Cawkwell M J, Nguyen-Manh D, Woodward C *et al. Science*[J], 2005, 309(5737): 1059
- [10] Balk T J, Hemker K J, Kubin L P. *Scripta Materialia*[J], 2007, 56(5): 389
- [11] Schuh C A. *Materials Today*[J], 2006, 9(5): 32
- [12] Liang C P, Li G H, Gong H R C. *Materials Chemistry and Physics*[J], 2012, 133(1): 140
- [13] Biener M M, Biener J, Hodge A M *et al. Physical Review B*[J], 2007, 76(16): 165 422
- [14] Dub S N, Zaslavskiy I K, Matvienko L F. *Physics of the Solid State*[J], 2011, 53(7): 1404
- [15] Mason J K, Lund A C, Schuh C A. *Physical Review B*[J], 2006, 73(5): 054 102
- [16] Wu D, Nieh T G. *Materials Science and Engineering:A*[J], 2014, 609: 110
- [17] Zhu C, Lu Z P, Nieh T G. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(8): 2993
- [18] Wang L, Bei H, Li L *et al. Scripta Materialia*[J], 2011, 65(3): 179
- [19] Li Ding Xin(黎鼎鑫), Zhang Yongli(张永俐), Yuan Hongming(袁弘鸣). *Precious Metal Material Science(贵金属材料学)*[M]. Changsha: Central South University Press, 1991: 57
- [20] Chiu Y L, Ngan A H W. *Acta Materialia*[J], 2002, 50(6): 1599
- [21] Xiang Y, Wei H, Ming P *et al. Acta Materialia*[J], 2008, 56(7): 1447
- [22] Salehinia I, Bahr D F. *Materials Science and Technology*[J], 2012, 28(9-10): 1141
- [23] Gao H, Huang Y, Nix W D *et al. Journal of the Mechanics and Physics of Solids*[J], 1999, 47(6): 1239
- [24] Qiu X, Huang Y, Nix W D *et al. Acta Materialia*[J], 2001, 49(19): 3949
- [25] Durst K, Backes B, Franke O *et al. Acta Materialia*[J], 2006, 54(9): 2547
- [26] McElhane K W, Vlassak J J, Nix W D. *Journal of Materials Research*[J], 1998, 13(05): 1300
- [27] Zhou Yichun(周益春), Zheng Xuejun(郑学军). *Macro and Micro Mechanical Properties of Materials(材料的宏微观力学性能)*[M]. Beijing: Higher Education Press, 2009: 130
- [28] Miyajima Y, Ueda T, Adachi H *et al. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*[J], 2014, 63(1): 012 138

## Dislocation Nucleation and Room Temperature Deformation of Single Crystal Iridium

Geng Zhenbo<sup>1</sup>, Li Shuangming<sup>1</sup>, Zhong Hong<sup>1</sup>, Hu Rui<sup>1</sup>, Liu Yi<sup>2</sup>, Luo Ximing<sup>2</sup>

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Kunming Institute of Precious Metals, Kunming 650106, China)

**Abstract:** The brittleness of Ir single crystal in nature has attracted more attention because it is a fcc metal. In this paper, nanoindentation experiments were performed on the (100) and (110) planes of Ir single crystal. The results show that the dislocation activation volumes of Ir single crystal are calculated to be  $1.09 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$  and  $1.23 \times 10^{-3} \text{ nm}^3$  for the (100) and (110) planes, respectively, based on the first pop-in data from load-displacement curves. These results clearly demonstrate that the formation of dislocation is probably nucleated heterogeneously from point-like defects, while for the homogeneous nucleation, the activation energy should reach 60.57 eV, and the activation radius reaches 1.971 nm. In the plastic deformation of Ir single crystal, the deformation dislocation density is found to be the order of  $10^{14} \text{ m}^{-2}$ , which agrees with the previously reported data, implying that the anomalously high dislocation density does not exist in this nanoindentation experiment. The brittle fracture of Ir in nature may be attributed to the extremely small dislocation activation volume, leading to a large number of dislocation sources and severe dislocation interaction.

**Key words:** Ir single crystal; nano indentation; heterogeneous nucleation; dislocation density

Corresponding author: Li Shuangming, Professor, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88493264, E-mail: lsm@nwpu.edu.cn