

# 高压物理学报

## 纳米钯在高压下的力学行为

刘卜与 刘静仪 庄毓凯 王齐明 张友君

### Investigation of Mechanical Behavior in Nanocrystalline Palladium under High Pressure

LIU Boyu, LIU Jingyi, ZHUANG Yukai, WANG Qiming, ZHANG Youjun

#### 引用本文:

刘卜与, 刘静仪, 庄毓凯, 等. 纳米钯在高压下的力学行为[J]. 高压物理学报, 2025, 39(12):121101. DOI: 10.11858/gywlb.20251133

LIU Boyu, LIU Jingyi, ZHUANG Yukai, et al. Investigation of Mechanical Behavior in Nanocrystalline Palladium under High Pressure[J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2025, 39(12):121101. DOI: 10.11858/gywlb.20251133

在线阅读 View online: <https://doi.org/10.11858/gywlb.20251133>

## 您可能感兴趣的其他文章

### Articles you may be interested in

#### 纳米钨在高压下的物理力学行为与尺寸效应研究

Physico-Mechanical Behavior and Size Effect of Nano-Tungsten under High Pressure  
高压物理学报. 2024, 38(3): 030103 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20230756>

#### 四方相 $\text{PbTeO}_3$ 晶体在高压下的压缩行为

Compression Behavior of Tetragonal  $\text{PbTeO}_3$  Crystals under High Pressure  
高压物理学报. 2023, 37(1): 011102 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20220646>

#### 锗在高压下的往复相变行为

Reciprocating Phase Transitions Behavior of Germanium under High Pressure  
高压物理学报. 2022, 36(5): 051104 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20220578>

#### hcp金属的高压拉曼散射光谱研究

High-Pressure Raman Spectroscopy of hcp Metals  
高压物理学报. 2022, 36(5): 051102 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20220522>

#### 纳米金属的塑性变形和细晶强化

Plastic Deformation and Size Strengthening of Nanometals  
高压物理学报. 2020, 34(6): 060101 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20200625>

#### 高压固相拓扑聚合合成纳米碳材料

Synthesis of Nano-Carbon Materials by High Pressure Solid-State Topochemical Polymerization  
高压物理学报. 2023, 37(6): 060101 <https://doi.org/10.11858/gywlb.20230749>

DOI: 10.11858/gywlxb.20251133

# 纳米钯在高压下的力学行为

刘卜与, 刘静仪, 庄毓凯, 王齐明, 张友君

(四川大学原子与分子物理研究所, 四川 成都 610065)

**摘要:** 极端高压环境下纳米金属材料的力学响应特性研究具有重要的科学意义和工程价值。采用金刚石压砧结合同步辐射 X 射线衍射技术, 研究了平均晶粒尺寸约为 10 nm 的金属钯 (Pd) 在静高压下的力学行为。在 0~111 GPa 压力范围内, 钯金属的相结构稳定。通过分析不同压力下 X 射线衍射谱的峰位和半高宽等, 得到了纳米金属钯在高压下的晶胞体积、晶粒尺寸和微应变等信息。通过拟合三阶 Birch-Murnaghan 方程, 得到了纳米钯金属在静水压和非静水压下的体弹模量分别为 288 和 290 GPa, 屈服强度约为 20 GPa。结合已有报道, 探讨了尺寸效应对金属材料体弹模量等力学行为的影响规律。随着晶粒尺寸的减小, 钯金属的屈服强度逐渐增大, 较钯纳米纤维材料提高了约 300%。实验结果可为纳米金属钯在极端条件下的结构设计与应用提供数据参考。

**关键词:** 高压; 钯; 纳米金属; 体弹模量; 屈服强度

**中图分类号:** O521.2

**文献标志码:** A

随着高新技术产业的快速发展, 金属材料面临的服役环境日益严苛, 其在高温、高压等极端条件下的热力学稳定性面临全新挑战。例如: 穿甲弹钨合金以 1.5~1.8 km/s 的速度冲击时, 可瞬间产生 3~5 GPa 的压力, 导致材料失效<sup>[1]</sup>; 高超声速飞行器前缘材料需同时承受 2000 °C、2 GPa 的高温高压<sup>[2]</sup>。研究金属材料在极端条件下的性能是高端装备制造、新能源开发、航空航天等领域技术突破的重要基础。另一方面, 压力能使物质在原子、分子直至宏观块材等各个尺度上发生变化, 进而改变物质的结构、状态和性质, 使物质呈现出异于常压的新相和物理规律。例如: 常压下较软的石墨(莫氏硬度 1~2)在 1500 °C、5~6 GPa 的高温高压条件下, 通过  $sp^2 \rightarrow sp^3$  的杂化转变成超硬金刚石(莫氏硬度 10)<sup>[3-4]</sup>; 金属钠在约 200 GPa 压力下转变为透明钠, 呈现出绝缘态<sup>[5-6]</sup>; 氢气在超高压(高于 400 GPa)下显示出金属化特征<sup>[7-8]</sup>。压力作用改变了物质及物质科学: 一方面, 它拓展了人类对物质在高压条件下物理、化学行为的认知边界; 另一方面, 它也为新材料研发开辟了新路径, 同时为地球深部、行星内部及宇宙天体等极端环境的研究提供了新手段。因此, 研究金属材料在极端高压环境下的力学行为具有重要的科学意义和工程价值。

钯(palladium, Pd)作为铂族金属中熔点最低、密度最小的元素, 具有优良的催化活性、极佳的储氢能力以及很强的耐腐蚀性<sup>[9]</sup>, 在新能源转型和高科技产业中持续发挥关键作用, 而纳米技术的深入研究进一步提升了其应用潜力<sup>[10-11]</sup>。钯具有复杂的电子结构<sup>[9]</sup>, 是凝聚态物理研究的典型材料, 其在极端条件下的结构和力学等性质也引起了广泛的关注。近年来, 钯的超导现象<sup>[12-13]</sup>、高压下面心立方(face-centered cubic, FCC)结构的超强稳定性<sup>[14]</sup>、高温高压下的反常熔化<sup>[10, 14]</sup>、冲击压缩下的相变压力变化<sup>[15]</sup>等研究均取得了不同程度的进展, 大尺寸的钯样品常在极端高压实验中用作压力标定物质<sup>[16]</sup>。然而,

\* 收稿日期: 2025-07-17; 修回日期: 2025-09-15

基金项目: 四川省自然科学基金(2023NSFC1910); 四川大学实验技术立项(SCU2025014)

作者简介: 刘卜与(2004—), 男, 本科, 主要从事高压下材料的力学性质、微观结构及相变研究。

E-mail: 2022141220285@stu.scu.edu.cn

通信作者: 王齐明(1985—), 女, 博士, 助理研究员, 主要从事高压下纳米材料的结构和性质研究。

E-mail: qmwang@scu.edu.cn

关于纳米钯在极端条件下的力学行为研究相对较少。另一方面,钯的质地较软,机械强度较差,这些物理性质也限制了其在部分特种领域的应用。金属材料的强化机制研究是材料科学领域的核心课题之一。在众多强化手段中,细晶强化(霍尔-佩奇(Hall-Petch)强化)因其显著的强化效果而被广泛应用<sup>[17]</sup>。然而,有研究表明,当晶粒尺寸减小至临界值(10~15 nm)时,材料强度随着晶粒尺寸的变化不再遵循霍尔-佩奇关系<sup>[18]</sup>,而是出现反常的软化现象,从而形成了材料强度提升的重要瓶颈。近年来,随着先进表征技术和纳米制备工艺的突破,研究发现,当金属材料的特征尺寸降至极小纳米尺度时,其强度呈现持续强化效应<sup>[19-20]</sup>。值得注意的是,在此尺度下还涌现出与传统位错机制截然不同的新型强化机理<sup>[18,21]</sup>。目前,临界尺寸及更小尺寸纳米金属材料的尺寸效应(强化/软化)及其微观机制仍是亟待解决的关键科学问题<sup>[18,22]</sup>。尽管高压加载结合原位表征技术已成为研究材料力学行为的重要手段<sup>[23]</sup>,但是目前针对临界尺寸纳米金属钯的高压响应特性研究仍属空白。

因此,本工作聚焦临界尺寸(10 nm)金属钯在静高压环境中的力学行为和尺寸效应,采用金刚石对顶砧(diamond anvil cell, DAC)结合同步辐射 X 射线衍射(X-ray diffraction, XRD)技术,研究纳米钯材料在高压下的结构性质及体弹模量,以期揭示宏观压力、微应变和晶粒尺寸如何影响纳米金属的弹塑性形变活动和机械强度,从而为纳米钯在高压器件中的结构设计提供参考,并为纳米金属材料尺寸效应的普适性模型构建提供新数据。

## 1 实验方法

实验中所用的纳米钯(FCC 结构)晶粉购自北京德科岛金科技有限公司(型号:DK-Pd-001),纯度 99.9%。对初始样品进行 XRD(Cu 靶,  $K\alpha$  射线)测试,然后全谱拟合(见图 1,其中,  $R_{wp}$  为加权图形剩余方差因子),采用 Scherrer 公式<sup>[24]</sup>计算得到纳米钯样品的晶粒尺寸约为 10 nm。同时,使用透射电子显微镜(transmission electron microscope, TEM),对初始样品的微观形貌和晶粒尺寸进行分析(见图 1(a)~图 1(c)),得到纳米钯样品的平均晶粒尺寸  $d_{ave}$  约为 10 nm,与 Scherrer 公式的计算结果一致。

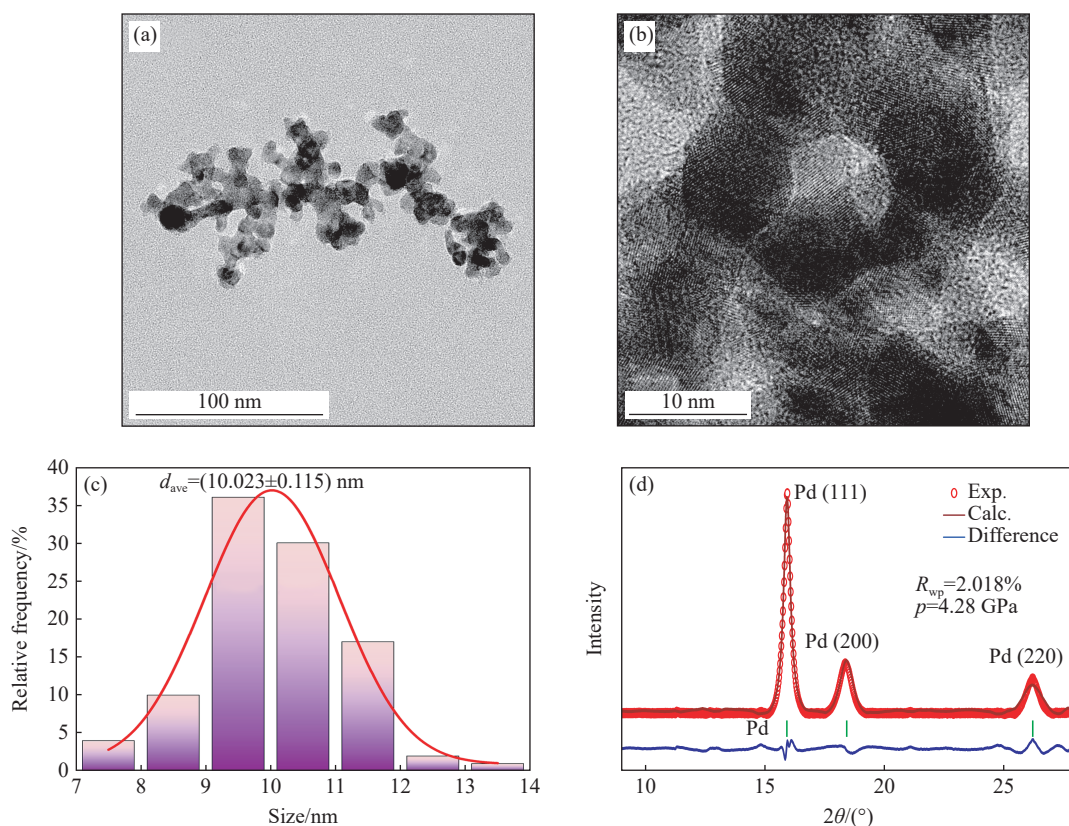


图 1 10 nm 钯样品的 TEM 图像 (a)~(b)、尺寸分布 (c) 以及 XRD 谱 (d)

Fig. 1 TEM images (a)~(b), grain size distribution (c), XRD pattern (d) for 10 nm-grained Pd

高压实验采用对称型金刚石压砧, 压砧台面直径为 200  $\mu\text{m}$ , 腔体直径约为 80  $\mu\text{m}$ 。通过 Pd 的高压状态方程进行标压。其中, 静水压实验采用液氩 (Ar) 作为传压介质, 最高压力达到 67.1 GPa。为讨论微应变随宏观压力的变化, 还开展了非静水压下的实验 (未使用传压介质), 最大压力达到 111.0 GPa。高压原位角散 XRD 实验在上海同步辐射光源 15U 线站完成, 入射光波长  $\lambda$  为 0.6199  $\text{\AA}$ , 光斑尺寸约为 3.1  $\mu\text{m} \times 2.9 \mu\text{m}$ , 实验在室温环境下完成, 使用  $\text{CeO}_2$  标准样品对实验系统进行标定。通过 Fit2D 软件对实验得到的德拜衍射圆环进行数据处理<sup>[25]</sup>, 得到角度-强度 XRD 谱, 采用 PF4 软件进行全谱拟合<sup>[26]</sup>, 通过布拉格衍射公式计算得到样品的晶胞体积。采用 BM3 方程, 对钯的压力-体积 ( $p$ - $V$ ) 曲线进行拟合, 得到体弹模量及其压力导数。

采用 Williamson-Hall 公式<sup>[24]</sup>

$$(2\omega\cos\theta)^2 = (\lambda/d_{\text{ave}})^2 + (\eta\sin\theta)^2 \quad (1)$$

式中:  $\theta$  为入射 X 射线与晶面的夹角,  $\omega$  为对应  $hkl$  晶面的衍射峰半高宽,  $\eta$  为微应变。对各压力点进行拟合, 可推导出样品的晶粒尺寸及其在对应压力下的微应变。材料的微区偏应力 ( $\sigma$ ) 可表示为该压力下的微应变与杨氏模量 ( $E$ ) 的乘积, 即

$$\sigma = \eta E \quad (2)$$

杨氏模量与体弹模量 ( $B_0$ ) 之间存在如下关系<sup>[27]</sup>

$$B_0 = \frac{E}{3(1-2\nu)} \quad (3)$$

式中:  $\nu$  为泊松比, 常温下钯的  $\nu$  为 0.39<sup>[28]</sup>。基于 Agosta 等<sup>[29]</sup> 通过单晶数据推导得到的体弹模量, 可进一步计算钯材料的杨氏模量。据此, 可确定各压力点下样品的微区偏应力  $\sigma$ , 并基于弹塑性转变的临界应力值, 最终获得钯材料的屈服强度。

## 2 实验结果及讨论

图 2 展示了常温下纳米钯材料随压力变化的 XRD 谱, 从图 2 中可以观察到钯的 (111)、(200) 和 (220) 衍射峰。在静水压实验的 XRD 谱中还可观测到较弱的传压介质 Ar 的峰。不论是在静水压, 还是在非静水压条件下, 随着压力升高, 由于内部应力导致的应变增加, 所有衍射峰的位置均逐渐向高角度方向移动, 晶面间距减小, 衍射峰的峰宽逐渐展宽、强度逐渐降低。在实验压力范围内 (0~111 GPa), 钯的 FCC 结构稳定, 未发生相变。

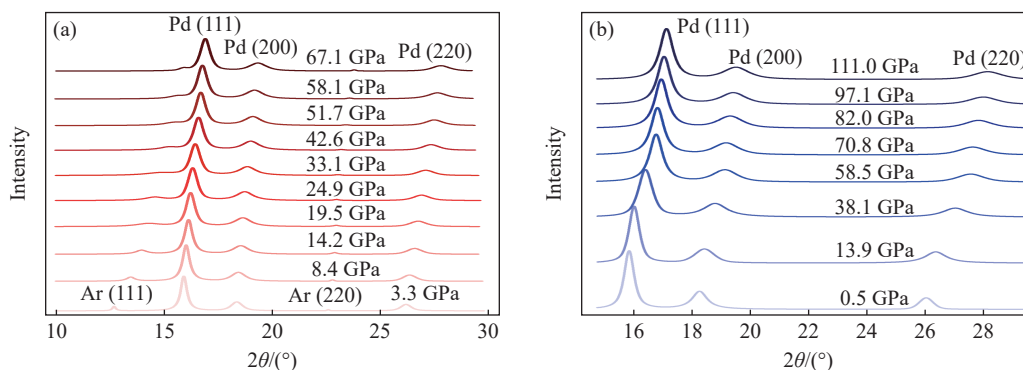


图 2 静水压 (a) 和非静水压 (b) 下 10 nm 钯的原位 XRD 谱

Fig. 2 *In situ* XRD images of 10 nm-grained Pd under hydrostatic (a) and non-hydrostatic (b) pressure

图 3 展示了晶面间距  $d$  随压力  $p$  的变化关系。可以看出: 随着压力升高, 晶面间距逐渐减小, 钯原子间距逐渐缩短, 并且单位压力引起的晶面间距减小量逐渐降低。由于静水压条件下压力传递得更均匀, 在同一压力下, 静水压条件下的晶面间距略小于非静水压实验组。

根据图 3 得到的晶面间距, 结合 FCC 晶体各晶面空间几何位置, 可以得到静水压与非静水压各实验压力点下钯晶粒的晶胞体积压缩率 ( $V/V_0$ ) 随压力的变化关系, 如图 4<sup>[9, 30-32]</sup> 所示。统计前人的研究结果<sup>[9, 30, 32-34]</sup>(见表 1), 与本研究对比发现, 宏观钯晶粒的晶胞参数略小于纳米钯晶粒的晶胞参数, 这一现象可能是由于纳米金属材料表面应力略大于块体金属材料, 使得纳米金属材料表面处于弱膨胀状态<sup>[35]</sup>。

采用三阶 Birch-Murnaghan 状态方程 (equation of state, EOS) 对数据进行拟合, 可得到静水压及非静水压条件下钯的体弹模量  $B_0$  分别为 288(5) GPa 及 290(14) GPa, 体弹模量的压力导数  $B'_0$  分别为 2.76(24) 及 3.87(47)。图 4 和表 1 列出了近年来有关钯在高压下的体弹模量及其压力导数的相关研究结果, 并与本研究进行对比。

体弹模量  $B_0$  可反映物体产生弹性形变的难易程度, 体弹模量的压力导数  $B'_0$  则可直观地反映材料对压力变化的敏感程度。不同物质的体弹模量及其压力导数受晶粒尺寸影响的规律各异, 例如: Ni 的体弹模量随晶粒尺寸减小而减小, 符合反霍尔-佩奇效应<sup>[36]</sup>; Au 的体弹模量随晶粒尺寸的减小而增大, 符合霍尔-佩奇效应<sup>[37]</sup>; 而 Fe 的体弹模量则与晶粒尺寸无太多相关性<sup>[38]</sup>。体弹模量及其压力导数的数值主要取决于材料的本构特性, 如晶体结构<sup>[39]</sup>、化学键合方式<sup>[40]</sup>及微观结构特征<sup>[36-37, 41]</sup>等, 但测量过程中非静水压环境引入的剪切应力等干扰因素也会对结果产生影响<sup>[30]</sup>, 例如: 纳米纤维钯材料与纳米多晶钯材料的体弹模量及其压力导数并不相同; 非静水压下测量的体弹模量的压力导数高于静水压下的测量值。

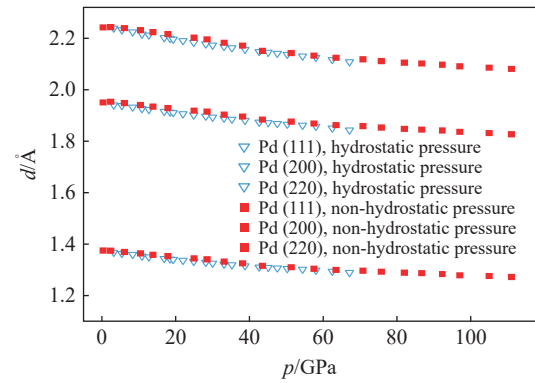


图 3 静水压与非静水压下钯的晶面间距随压力的变化

Fig. 3  $d$ -spacing of Pd under hydrostatic and non-hydrostatic pressure

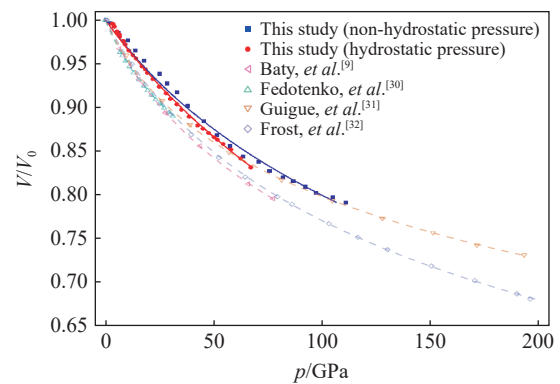


图 4 钯的晶胞体积压缩率随压力的变化(实心点为本研究数据点, 空心点为其他研究的块体材料数据点, 实线和虚线为本研究和文献通过三阶 Birch-Murnaghan 状态方程拟合的曲线)<sup>[9, 30-32]</sup>

Fig. 4 Pressure-dependent evolution of unit cell volume compression ratio ( $V/V_0$ ) for palladium (Solid symbols denote experimental data from this study; open symbols represent bulk material data from other research; solid and dashed curves correspond to third-order Birch-Murnaghan equation of state fittings from this work and literature, respectively.)<sup>[9, 30-32]</sup>

表 1 不同晶粒尺寸下钯的体弹模量<sup>[9, 30-32]</sup>

Table 1 Bulk modulus of palladium at varying grain sizes<sup>[9, 30-32]</sup>

Grain size	Pressure/GPa	$B_0$ /GPa	$B'_0$	Pressure retransmitting medium	Ref.	Remark
10 nm	0-67.1	288(5)	2.76(24)	Argon	This study	None
10 nm	0-111	290(14)	3.87(47)	None	This study	None
33 nm	Tensile response	290	None	None	Ref. [33]	Nanowhisker
100 nm	Tensile response	120	None	None	Ref. [33]	Nanowhisker
Bulk	0-80	190(3)	5.30(20)	None	Ref. [9]	None
Bulk	0-200	197(3)	4.99 (6)	Neon	Ref. [32]	None
Theory	Theory	195(3)	5.10(10)	None	Ref. [9]	Theory
Theory	Theory	184	5.38	None	Ref. [34]	Theory
Bulk	0-30	157(3)	9.90(40)	Neon gas	Ref. [30]	None

本研究表明, 纳米钯材料的  $B_0$  高于块体材料,  $B'_0$  低于块体材料。与前人研究对比(见图 4)表明, 在高压下, 纳米钯材料的体积变化幅度小于块体材料, 晶粒尺寸为 10 nm 的钯材料的  $B_0$  相较于宏观块体材料提高了 52%,  $B'_0$  降低了 48%<sup>[9]</sup>。上述结果说明, 纳米钯材料在高压下的抗压压缩性强于非纳米材料。该现象源于晶粒尺寸减小导致界面处原子所占总原子的比例升高<sup>[42]</sup>, 进而导致位错、晶格缺陷以及与此些缺陷相关的临界强度的分布更加离散<sup>[43]</sup>, 最终提升了材料强度。

为了进一步分析微应变随宏观压力的变化, 拟合了非静水压实验中样品钯材料不同晶面的 XRD 峰的半高宽 (full width at half maximum, FWHM), 如图 5 所示。可见, 随着压力增大, 样品衍射峰的 FWHM 逐渐变大。

基于式 (1) 和式 (2) 可计算得到  $\sigma$  随压力  $p$  的变化关系, 如图 6 所示。由  $p$ - $\sigma$  曲线可知, 纳米钯材料在约 20 GPa 的压力下发生屈服, 随后进入塑性变形阶段。在 0~20 GPa 压力区间,  $\sigma$  随压力快速增大, 材料处于弹性变形阶段, 在此阶段, 样品应力主要来源于晶格畸变, 变形基本可逆<sup>[44]</sup>; 在 20~111 GPa 压力区间,  $\sigma$  的增长趋缓, 材料发生塑性变形, 此时, 外压力产生的剪切力使原子位移超过库仑力提供的势阱, 材料发生塑性形变, 出现位错和晶界滑移<sup>[45-46]</sup>, 变形过程不再可逆。

在弹性变形阶段, 通过实际偏应力的最大值可估计材料的屈服强度<sup>[47]</sup>。由图 6 可得, 晶粒尺寸为 10 nm 的钯样品的屈服强度约为 21.1 GPa。

通过与前人研究结果进行对比, 可以发现, 其屈服强度相较于直径为 33 nm 的钯纳米纤维提高了 300%, 相较于直径为 110 nm 的钯纳米纤维提高了 570%<sup>[33]</sup>, 表明钯的屈服强度随晶粒尺寸的减小而增大。因此, 对于金属钯, 当晶粒尺寸从宏观尺度降至 10 nm 时, 其强度的尺寸效应仍然符合霍尔-佩奇关系, 这一强化机制的本质在于晶界和孪晶界对位错运动的阻碍作用<sup>[48-50]</sup>。其他金属材料也有类似现象, 如晶粒尺寸为 10 nm 的钨的屈服强度约为微米级钨的屈服强度的 350%<sup>[51]</sup>, 3 nm 镍样品的屈服强度是普通商用镍材料的 10 倍<sup>[43]</sup>。

### 3 结 论

利用金刚石压砧结合同步辐射 XRD 技术, 原位研究了纳米钯材料在高压下的力学性能, 结果表明, 在 0~111 GPa 压力范围内, 金属钯的 FCC 结构稳定。10 nm 晶粒尺寸钯在静水压和非静水压条件下的体弹模量分别为 288 和 290 GPa, 体弹模量的压力导数分别为 2.76 和 3.87, 较宏观材料提高了 52%。通过分析非静水压下的 XRD 峰宽, 得到了钯材料的屈服强度约为 21.1 GPa。结合前人的实验数据, 可以得出, 当钯金属材料的晶粒尺寸从宏观尺度减小至 10 nm 左右时, 其强度逐渐增大, 基本符合霍尔-佩奇关系。

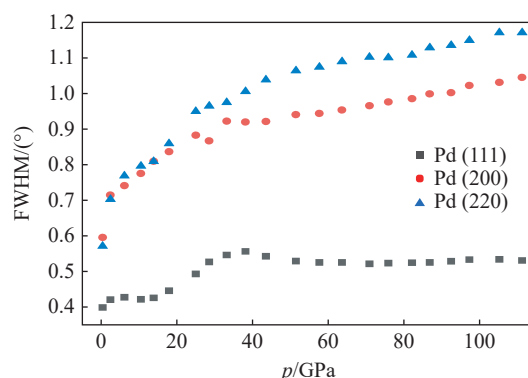


图 5 非静水压下钯样品的 (111)、(200)、(220) 晶面 XRD 峰的 FWHM 随压力的变化

Fig. 5 Pressure-dependent FWHM of (111), (200), and (220) XRD peaks for palladium under non-hydrostatic pressure

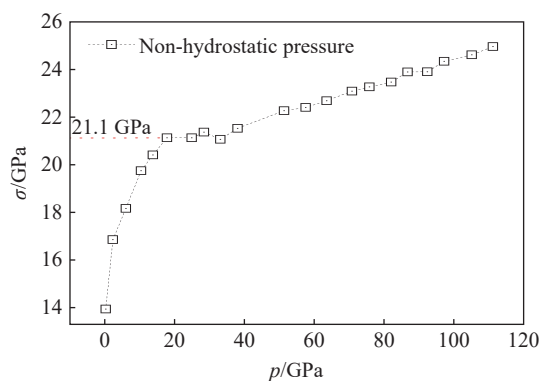


图 6 10 nm 钯的微区偏应力随压力的变化

Fig. 6 Deviatoric stress-pressure response of 10 nm Pd under compression

## 参考文献:

- [1] 魏志刚, 胡时胜, 李永池, 等. 预扭转钨合金动能弹提高穿甲侵彻威力机理分析 [J]. 兵工学报, 1998, 19(2): 103–107.  
WEI Z G, HU S S, LI Y C, et al. Penetration mechanism of pre-torqued tungsten heavy alloy projectiles [J]. *Acta Armamentarii*, 1998, 19(2): 103–107.
- [2] ESWARAPPA PRAMEELA S, POLLOCK T M, RAABE D, et al. Materials for extreme environments [J]. *Nature Reviews Materials*, 2023, 8(2): 81–88.
- [3] IRIFUNE T, KURIO A, SAKAMOTO S, et al. Correction: ultrahard polycrystalline diamond from graphite [J]. *Nature*, 2003, 421(6925): 806.
- [4] XU C, HE D W, WANG H K, et al. Nano-polycrystalline diamond formation under ultra-high pressure [J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2013, 36: 232–237.
- [5] MA Y M, EREMETS M, OGANOV A R, et al. Transparent dense sodium [J]. *Nature*, 2009, 458(7235): 182–185.
- [6] MAO H K, DING Y, XIAO Y M, et al. Electronic dynamics and plasmons of sodium under compression [J]. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America*, 2011, 108(51): 20434–20437.
- [7] DIAS R P, SILVERA I F. Observation of the Wigner-Huntington transition to metallic hydrogen [J]. *Science*, 2017, 355(6326): 715–718.
- [8] LOUBEYRE P, OCCELLI F, DUMAS P. Synchrotron infrared spectroscopic evidence of the probable transition to metal hydrogen [J]. *Nature*, 2020, 577(7792): 631–635.
- [9] BATY S R, BURAKOVSKY L, LUSCHER D J, et al. Palladium at high pressure and high temperature: a combined experimental and theoretical study [J]. *Journal of Applied Physics*, 2024, 135(7): 075103.
- [10] ERRANDONEA D. High-pressure melting curves of the transition metals Cu, Ni, Pd, and Pt [J]. *Physical Review B*, 2013, 87(5): 054108.
- [11] JEONG J W, CHANG K J. Molecular-dynamics simulations for the shock Hugoniot meltings of Cu, Pd and Pt [J]. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 1999, 11(19): 3799–3806.
- [12] MEYER J D, STRITZKER B. Superconductivity in simple cubic Te-Au alloys produced by ion irradiation [J]. *Zeitschrift für Physik B: Condensed Matter*, 1979, 36: 47–56.
- [13] KÖNIG R, SCHINDLER A, HERRMANNSDÖRFER T. Superconductivity of compacted platinum powder at very low temperatures [J]. *Physical Review Letters*, 1999, 82(22): 4528–4531.
- [14] LIU Z L, YANG J H, CAI L C, et al. Structural and thermodynamic properties of compressed palladium: *ab initio* and molecular dynamics study [J]. *Physical Review B*, 2011, 83(14): 144113.
- [15] 刘泽涛, 陈博, 令伟栋, 等. 冲击压缩下金属钯的结构相变 [J]. *物理学报*, 2022, 71(3): 037102.  
LIU Z T, CHEN B, LING W D, et al. Phase transitions of palladium under dynamic shock compression [J]. *Acta Physica Sinica*, 2022, 71(3): 037102.
- [16] MAO H K, BELL P M, SHANER J W, et al. Specific volume measurements of Cu, Mo, Pd, and Ag and calibration of the ruby  $R_1$  fluorescence pressure gauge from 0.06 to 1 Mbar [J]. *Journal of Applied Physics*, 1978, 49(6): 3276–3283.
- [17] CORDERO Z C, KNIGHT B E, SCHUH C A. Six decades of the Hall-Petch effect: a survey of grain-size strengthening studies on pure metals [J]. *International Materials Reviews*, 2016, 61(8): 495–512.
- [18] NAIK S N, WALLEY S M. The Hall-Petch and inverse Hall-Petch relations and the hardness of nanocrystalline metals [J]. *Journal of Materials Science*, 2020, 55(7): 2661–2681.
- [19] CHEN J, LU L, LU K. Hardness and strain rate sensitivity of nanocrystalline Cu [J]. *Scripta Materialia*, 2006, 54(11): 1913–1918.
- [20] WEERTMAN J R. Hall-Petch strengthening in nanocrystalline metals [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 1993, 166(1/2): 161–167.
- [21] MEYERS M A, MISHRA A, BENSON D J. Mechanical properties of nanocrystalline materials [J]. *Progress in Materials Science*, 2006, 51(4): 427–556.
- [22] SANDERS P G, EASTMAN J A, WEERTMAN J R. Elastic and tensile behavior of nanocrystalline copper and palladium [J]. *Acta Materialia*, 1997, 45(10): 4019–4025.
- [23] 周晓玲, 王潘. 高压力学方法及研究进展 [J]. *高压物理学报*, 2023, 37(5): 050101.

- ZHOU X L, WANG P. Methods and research progress in high pressure mechanics [J]. *Chinese Journal of High Pressure Physics*, 2023, 37(5): 050101.
- [24] MUSTAPHA S, NDAMITSO M M, ABDULKAREEM A S, et al. Comparative study of crystallite size using Williamson-Hall and Debye-Scherrer plots for ZnO nanoparticles [J]. *Advances in Natural Sciences: Nanoscience and Nanotechnology*, 2019, 10(4): 045013.
- [25] HAMMERSLEY A P, SVENSSON S O, HANFLAND M, et al. Two-dimensional detector software: from real detector to idealised image or two-theta scan [J]. *High Pressure Research*, 1996, 14(4/5/6): 235–248.
- [26] SINGH T B, REY L, GARTIA R K. Applications of PeakFit software in thermoluminescence studies [J]. *Indian Journal of Pure & Applied Physics*, 2011, 49(5): 297–302.
- [27] 余建新, 王晓鹏, 崔喜平. 高温环境下材料泊松比测试方法研究 [J]. *实验科学与技术*, 2022, 20(1): 28–33.
- YU J X, WANG X P, CUI X P. Material Poisson's ratio measurement method at elevated temperatures [J]. *Experiment Science and Technology*, 2022, 20(1): 28–33.
- [28] SMITHELLS C J. Elastic properties, damping capacity and shape memory alloys [M]//GALE W F, TOTEMEIER C. *Smithells Metals Reference Book*. Oxford: Butterworth-Heinemann, 2004: 15-1–15-45.
- [29] AGOSTA D S, LEISURE R G, FOSTER K, et al. Elastic moduli and internal friction of nanocrystalline Pd and PdSi as a function of temperature [J]. *Philosophical Magazine*, 2008, 88(6): 949–958.
- [30] FEDOTENKO T, DUBROVINSKY L, KHANDARKHAEVA S, et al. Synthesis of palladium carbides and palladium hydride in laser heated diamond anvil cells [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2020, 844: 156179.
- [31] GUIGUE B, GENESTE G, LERIDON B, et al. An X-ray study of palladium hydrides up to 100 GPa: synthesis and isotopic effects [J]. *Journal of Applied Physics*, 2020, 127(7): 075901.
- [32] FROST M, SMITH D, MCBRIDE E E, et al. The equations of state of statically compressed palladium and rhodium [J]. *Journal of Applied Physics*, 2023, 134(3): 035901.
- [33] CHEN L Y. *Deformation mechanisms in Pd nanowhiskers* [D]. Philadelphia: University of Pennsylvania, 2014.
- [34] RAJU S, MOHANDAS E, RAGHUNATHAN V S. The pressure derivative of bulk modulus of transition metals: an estimation using the method of model potentials and a study of the systematics [J]. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 1997, 58(9): 1367–1373.
- [35] SOLLIARD C, FLUELI M. Surface stress and size effect on the lattice parameter in small particles of gold and platinum [J]. *Surface Science*, 1985, 156: 487–494.
- [36] ZHANG J Z, ZHAO Y S, PALOSZ B. Comparative studies of compressibility between nanocrystalline and bulk nickel [J]. *Applied Physics Letters*, 2007, 90(4): 043112.
- [37] GU Q F, KRAUSS G, STEURER W, et al. Unexpected high stiffness of Ag and Au nanoparticles [J]. *Physical Review Letters*, 2008, 100(4): 045502.
- [38] CHEN B, PENWELL D, KRUGER M B, et al. Nanocrystalline iron at high pressure [J]. *Journal of Applied Physics*, 2001, 89(9): 4794–4796.
- [39] HEMPEL J L, WELLS M D, PARKIN S, et al. Understanding the relationship between the crystal structure and elastic-plastic properties of 0-D organic-inorganic halide perovskites [J]. *CrystEngComm*, 2025, 27(34): 5743–5751.
- [40] SUN S J, FANG Y N, KIESLICH G, et al. Mechanical properties of organic-inorganic halide perovskites,  $\text{CH}_3\text{NH}_3\text{PbX}_3$  (X=I, Br and Cl), by nanoindentation [J]. *Journal of Materials Chemistry A*, 2015, 3(36): 18450–18455.
- [41] KOU H B, GAO Y W, SHAO J X, et al. Temperature-porosity-dependent elastic modulus model for metallic materials [J]. *Reviews on Advanced Materials Science*, 2022, 61(1): 769–777.
- [42] PALOSZ B, GIERLOTKA S, STEL'MAKH S, et al. High-pressure high-temperature *in situ* diffraction studies of nanocrystalline ceramic materials at HASYLAB [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 1999, 286(1/2): 184–194.
- [43] ZHOU X L, FENG Z Q, ZHU L L, et al. High-pressure strengthening in ultrafine-grained metals [J]. *Nature*, 2020, 579(7797): 67–72.
- [44] SA B, YANG H L, MIAO N H, et al. Pressure-induced destabilization and anomalous lattice distortion in  $\text{TcO}_2$  [J]. *Inorganic Chemistry*, 2017, 56(16): 9973–9978.
- [45] IVANISENKO Y, KURMANAEVA L, WEISSMUELLER J, et al. Deformation mechanisms in nanocrystalline palladium at large strains [J]. *Acta Materialia*, 2009, 57(11): 3391–3401.

- [46] VAN SWYGENHOVEN H. Grain boundaries and dislocations [J]. *Science*, 2002, 296(5565): 66–67.
- [47] REYNARD B, CARACAS R, CARDON H, et al. High-pressure yield strength of rocksalt structures using quartz Raman piezometry [J]. *Comptes Rendus Geoscience*, 2019, 351(2/3): 71–79.
- [48] WU X L, ZHU Y T, WEI Y G, et al. Strong strain hardening in nanocrystalline nickel [J]. *Physical Review Letters*, 2009, 103(20): 205504.
- [49] SHAN Z W, WIEZOREK J M K, STACH E A, et al. Dislocation dynamics in nanocrystalline nickel [J]. *Physical Review Letters*, 2007, 98(9): 095502.
- [50] CHEN M W, MA E, HEMKER K J, et al. Deformation twinning in nanocrystalline aluminum [J]. *Science*, 2003, 300(5623): 1275–1277.
- [51] YANG J, DENG W, LI Q, et al. Strength enhancement of nanocrystalline tungsten under high pressure [J]. *Matter and Radiation at Extremes*, 2020, 5(5): 058401.

## Investigation of Mechanical Behavior in Nanocrystalline Palladium under High Pressure

LIU Boyu, LIU Jingyi, ZHUANG Yukai, WANG Qiming, ZHANG Youjun

(*Institute of Atomic and Molecular Physics, Sichuan University, Chengdu 610065, Sichuan, China*)

**Abstract:** The investigation of mechanical response characteristics of nanocrystalline metallic materials under extreme high-pressure conditions possesses significant scientific importance and engineering value. Using a diamond anvil cell combined with synchrotron radiation X-ray diffraction techniques, the mechanical behavior of palladium (Pd) with an average grain size of approximately 10 nm under static high pressure was studied. Within the investigated pressure range (0–111 GPa), the crystal structure of palladium remained stable. Analysis of diffraction peak positions and full width at half maximum (FWHM) at each pressure point enables determination of unit cell volume, grain size, and microscopic strain under high-pressure conditions. Fitting with the third-order Birch-Murnaghan equation yields bulk modulus of 288 GPa (hydrostatic) and 290 GPa (non-hydrostatic), and the yield strength is approximately 20 GPa. In addition, by integrating existing literatures, this study systematically explored the influence of size effects on mechanical properties. The yield strength of Pd progressively increases with decreasing grain size, exhibiting a 300% enhancement compared to Pd nanofibers. These findings provide crucial data for the structural design and application of nanocrystalline Pd under extreme conditions.

**Keywords:** high pressure; palladium; nanocrystalline metals; bulk modulus; yield strength