

**Наталья Сергеевна Чикунова<sup>1\*</sup>, Алексей Владимирович Столбовский<sup>1,2</sup>,  
Илья Викторович Блинов<sup>1</sup>, Руслан Мавлетханович Фалахутдинов<sup>1</sup>,  
Светлана Андреевна Судакова<sup>1</sup>, Анастасия Юрьевна Истомина<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>Институт физики металлов им. М.Н. Михеева УрО РАН, г. Екатеринбург, Россия

<sup>2</sup>Уральский федеральный университет имени первого Президента России Б.Н. Ельцина, г. Екатеринбург, Россия

\**chikunova@imp.uran.ru*

## МЕТОД КАРТИРОВАНИЯ ОТНОСИТЕЛЬНОЙ ЭНЕРГИИ ГРАНИЦ ЗЕРЕН В УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТЫХ МАТЕРИАЛАХ НА ОСНОВЕ ДАННЫХ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

Предложен метод картирования относительной энергии границ зерен в ультрамелкозернистых металлических материалах на основе анализа данных о поверхности электрохимического травления, полученных при помощи сканирующей туннельной микроскопии (СТМ). С использованием представленного метода проведена оценка состояния зеренной структуры по СТМ-данным рельефа травления никеля после пяти оборотов сдвига под высоким давлением. Проведен качественный и количественный анализ относительных энергий межкристаллитных границ зеренной структуры. Составлены карты относительных энергий границ зерен.

*Ключевые слова:* субмикроструктурная структура, интенсивная пластическая деформация, границы зерен, сканирующая туннельная микроскопия, относительная энергия границ зерен.

**Natalya S. Chikunova<sup>1</sup>, Alexey V. Stolbovsky<sup>1,2</sup>, Ilya V. Blinov<sup>1</sup>, Ruslan M. Falakhutdinov<sup>1</sup>, Svetlana A. Sudakova<sup>1</sup>, Anastasiya Yu. Istomina<sup>1,2</sup>**

<sup>1</sup>M.N. Mikheev Institute of Metal Physics, Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, Russia

<sup>2</sup>Ural Federal University named after the first President of Russia B.N. Yeltsin, Yekaterinburg, Russia

## METHOD OF MAPPING THE RELATIVE GRAIN BOUNDARY ENERGY OF ULTRAFINE GRAINED MATERIALS BASED ON SCANNING TUNNELING MICROSCOPY DATA

A method of mapping the relative energy of grain boundaries in ultrafine-grained metallic materials based on the analysis of electrochemical etching surface data obtained by scanning tunneling microscopy (STM) is suggested. Using the presented method, the state of the grain structure was analyzed from STM data of the etch relief of nickel after five high-pressure turns. Qualitative and quantitative analysis of relative energies of intercrystalline grain structure boundaries was carried out. Maps of relative energies of grain boundaries were compiled.

*Key words:* submicrocrystalline structure, severe plastic deformation, grain boundaries, scanning tunneling microscopy, relative grain boundary energy.

Изучение объемных металлических материалов с субмикроструктурной (СМК) структурой, сформированной с применением методов интенсивной пластической деформации (ИПД), вызывает повышенный интерес у исследователей благодаря улучшенным прочностным характеристикам по сравнению с их крупнозернистыми аналогами [1]. Считается, что границы зерен (ГЗ) являются основным элементом структуры, влияющим на характеристики объемных металлических материалов. При этом деформационно-модифицированные ИПД структуры обладают сложной иерархией структурных элементов и интерфейсов [2]. Поэтому анализ параметров состояния ГЗ и зеренной структуры с целью определения их взаимосвязи привлекает повышенное внимание [3]. Однако, оценка относительных энергий границ зерен связана с формированием границ термического травления [4]. Поэтому, для исследования ультрамелкозернистых (УМЗ) материалов в работе [5] был предложен подход, основанный на совмещении химического травления и сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), что позволяет оценивать относительную энергию границ зерен в материалах без дополнительного термического воздействия.

В то же время имеющиеся методики оценки энергий межкристаллитных границ позволяют проводить только качественный анализ структуры и определять среднее значение энергии границ, формирующих данную структуру. Поэтому в данной работе ставилась задача предложить подходы, позволяющие связать измерения относительных энергий границ зерен непосредственно со структурными элементами.

В качестве модельного материала для исследования был выбран никель марки Н0, подвергнутый сдвигу под давлением 4 ГПа в наковальнях Бриджмена на 5 оборотов при комнатной температуре, что обеспечило выход на стадию стационарного формирования структуры. Подготовка поверхности образцов и съёмка СТМ осуществлялись по методике работы [5].

Обработка СТМ-изображений поверхности травления производилась на специально разработанном программном обеспечении с применением алгоритмов определения областей, соответствующих канавкам травления с автоматизированным определением относительной энергии границы, в то время как отношение избыточной свободной энергии границы зерна ( $\gamma_{gb}$ ) к поверхностной избыточной свободной энергии ( $\gamma_s$ ) является функцией экспериментально измеренного поверхностного угла канавки ( $\theta_s$ ) [4]:

$$\frac{\gamma_{gb}}{\gamma_s} = 2 \cos \frac{\theta_s}{2}.$$

Применение алгоритмического подхода в данной методике позволило избежать обработки изображений вручную и связать структурные элементы с картой относительных энергий интерфейсов, как показано на рисунке.

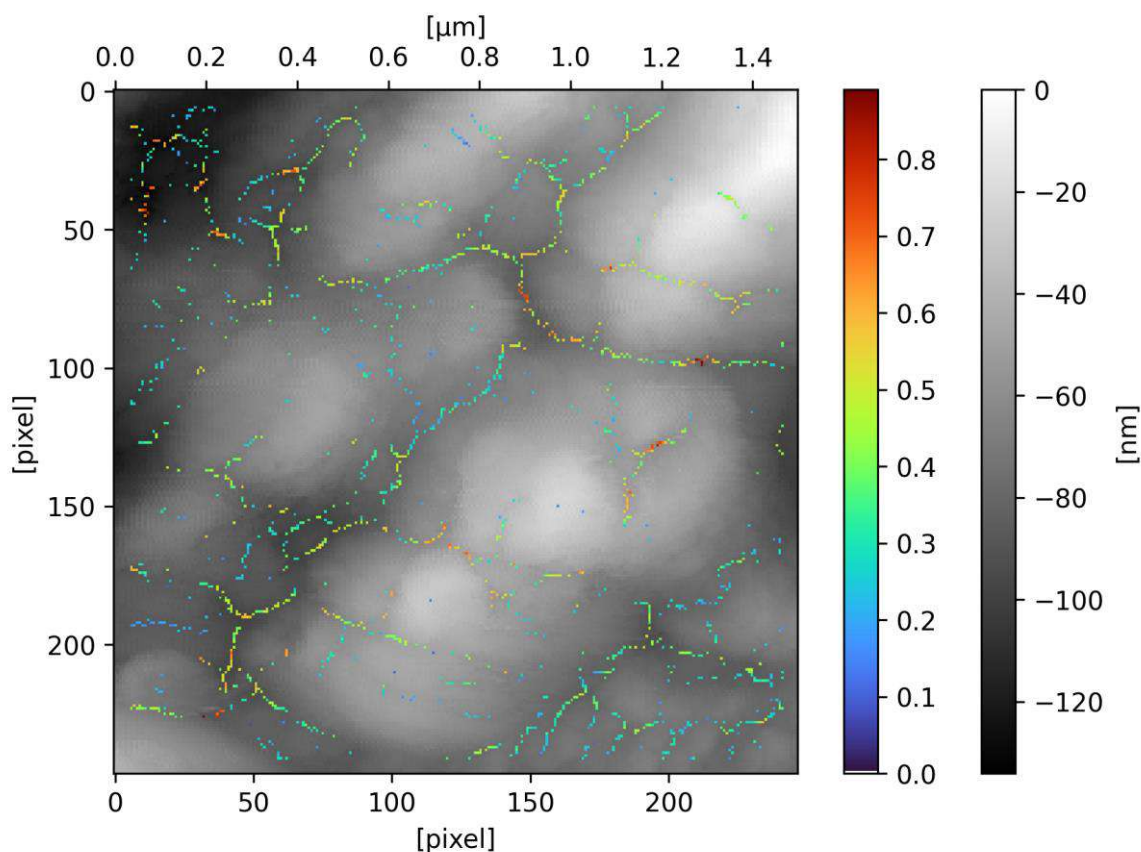


Рис. Карта относительных энергий границ зерен, совмещенная с СТМ-изображением поверхности травления УМЗ никеля

Рельеф поверхности представлен участками в градациях серого цвета в зависимости от глубины. Учитывая, что рельеф травления формируется в зависимости от дефектности поверхности, это позволяет чётко выделить более дефектные и менее дефектные области структуры.

Ранее был представлен метод оценки размеров элементов структуры по канавкам травления на рельефе поверхности образца по данным, полученным с помощью СТМ [6]. При этом применение методики картирования позволяет дополнительно охарактеризовать состояние структуры материала с учётом как энергии отдельных границ зёрен, так и среднего значения по всем измеренным точкам. Среднее значение по всем измеренным точкам составило 0,4, что больше среднего значения в отожжённом поликристаллическом чистом никеле и близко к значению для ультрамелкозернистого никеля, полученных ранее в работе [5].

Таким образом, оценка глубины канавок позволяет проводить сравнительный анализ дефектности в областях травления, а использование карт энергии границ зерен позволяет получить данные об относительной энергии в каждой точке границы зерна.

*Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБРНАУКИ России (тема «Функция», № 122021000035-6).*

## СПИСОК ИСТОЧНИКОВ

1. Valiev R. Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / R. Z. Valiev, R. K. Islamgaliev, I. V. Alexandrov // *Prog. Mater. Sci.* 2000. V. 45. No. 2. P. 103-189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
2. Divinski S. V. Grain boundary diffusion in severely deformed metals: State of the art and unresolved issues / S. V. Divinski // *Diff. Foundations* 2015. V. 5. P. 57-73. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DF.5.57>
3. Zimmerman J. Relative grain boundary energies in ultrafine grain Ni obtained by high-pressure torsion / J. Zimmerman [et al.] // *Scr. Mater.* 2020. V. 182. P. 90–93. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.03.008>
4. Saylor D. Measuring the Influence of Grain-Boundary Misorientation on Thermal Groove Geometry in Ceramic Polycrystals / D. Saylor, G. Rohrer // *J. Am. Ceram. Soc.* 1999. V. 82. No. 6. P. 1529-1536. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01951.x>
5. Кузнецов П. В. Энергия внутренних границ раздела как характеристика эволюции структуры ультрамелкозернистых меди и никеля после отжига / П. В. Кузнецов [и др.] // *ФММ.* 2017. Т. 118. № 3. С. 255–262. <https://doi.org/10.7868/S0015323017030111>
6. Чикунова Н. С. Исследование поверхности электрохимического травления ультрамелкозернистого никеля с помощью сканирующей туннельной микроскопии / Н. С. Чикунова и др. // *Изв РАН. С.Ф.* 2023. Т. 87. №11. С. 1600–1606. <https://doi.org/10.31857/S0367676523702770>.

## REFERENCES

1. Valiev R.Z. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation / Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. // *Prog. Mater. Sci.* 2000. V. 45. No. 2. P. 103-189. [https://doi.org/10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9)
2. Divinski S.V. Grain boundary diffusion in severely deformed metals: State of the art and unresolved issues / Divinski S.V. // *Diff. Foundations* 2015. V. 5. P. 57-73. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/DF.5.57>
3. Zimmerman J. Relative grain boundary energies in ultrafine grain Ni obtained by high-pressure torsion / Zimmerman J. [et al.] // *Scr. Mater.* 2020. V. 182. P. 90–93. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.03.008>
4. Saylor D. Measuring the Influence of Grain-Boundary Misorientation on Thermal Groove Geometry in Ceramic Polycrystals / Saylor D., Rohrer G. // *J. Am. Ceram. Soc.* 1999. V. 82. No. 6. P. 1529-1536. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01951.x>
5. Kuznetsov P.V. Energy of Internal Interfaces as a Characteristic of the Structural Evolution of Ultrafine-Grained Copper and Nickel after Annealing / Kuznetsov P.V. [et al.] // *Phys. Met. Metallogr.* 2017. V. 118. No. 3. P. 241-248. <https://doi.org/10.1134/S0031918X17030115>
6. Chikunova N. S. Study of electrochemical etching surface of ultrafine-grained nickel using scanning tunneling microscopy / N. S. Chikunova [et al.] // *Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physics.* 2023. T. 87. №11. С. 1600–1606. <https://doi.org/10.31857/S0367676523702770>.