

**Наталья Сергеевна Чикунова<sup>1\*</sup>, Алексей Владимирович Столбовский<sup>1,2</sup>,  
Илья Викторович Блинов<sup>1</sup>**

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

<sup>2</sup> ФГАОУ ВО «УрФУ имени первого Президента России Б.Н. Ельцина», г. Екатеринбург, Россия

\**chikunova@imp.uran.ru*

## ИЗУЧЕНИЕ НЕОДНОРОДНОСТИ СТРУКТУРЫ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОЙ МЕДИ НА ОСНОВЕ АНАЛИЗА ОТНОСИТЕЛЬНЫХ ЭНЕРГИЙ ГРАНИЦ ЗЕРЕН

На образцах ультрамелкозернистой меди, полученной интенсивной пластической деформацией, измерен рельеф поверхности химического травления с помощью сканирующей туннельной микроскопии. Для проведения оценки состояния кристаллического строения материала на основе уравнения Маллинса построены карты относительных энергий границ зерен. Выявлена неоднородность зеренной структуры и энергий межкристаллитных границ. Установлена зависимость между параметрами относительной энергии границ зерен и структуры материала. Показано, что в образце содержатся агломерации мелких зерен с низкой энергией, окруженные высокоэнергетическими границами.

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

*Natalya S. Chikunova, Alexey V. Stolbovsky, Ilya V. Blinov*

## STUDY OF THE INHOMOGENEITY OF THE STRUCTURE OF ULTRAFINE- GRAINED COPPER BASED ON THE ANALYSIS OF THE RELATIVE ENERGIES OF GRAIN BOUNDARIES

The topography of the chemically etched surface was measured on ultrafine-grained copper samples obtained by severe plastic deformation using scanning tunneling microscopy. Maps of relative energies of grain boundaries were calculated on the basis of the Mullins equation to assess the state of the crystalline structure of the material. The inhomogeneity of grain structure and grain boundary energies was revealed. The dependence between the parameters of relative energy of grain boundaries and material structure is established. It is shown that the sample contains agglomerations of small grains with low energy surrounded by high-energy boundaries.

*Keywords:* ultrafine-grained structure, severe plastic deformation, scanning tunneling microscopy, relative grain boundary energy.

Известно, что металлические материалы с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой обладают комплексом уникальных свойств, в частности повышенными механическими характеристиками. Одним из возможных способов получения такой структуры является интенсивная пластическая деформация (ИПД) [1].

Считается, что границы зерен (ГЗ), сформированные при протекании ИПД, обладают повышенной энергией за счет избыточного количества сложной совокупности накопленных дефектов, вследствие чего переходят в так называемое деформационно-модифицированное состояние [2]. В то же время плотность ГЗ в материале возрастает, что позволяет рассматривать их как основной элемент структуры, влияющий на характеристики объемных металлических материалов. Понимание процессов, протекающих во время интенсивной пластической деформации, открывает перспективу для зернограничного инжиниринга [3], то есть достижения необходимых свойств материалов посредством управления процессами формирования УМЗ структуры и деформационно-модифицированных границ зерен. Важную роль в развитии этого направления играет изучение взаимосвязи параметров состояния ГЗ и зеренной структуры.

При измельчении структуры ИПД выделяют несколько этапов [4]. На начальных стадиях деформации вследствие образования дислокаций происходит деление крупных зерен. Проявляется ячеистая структура с разориентациями только между группами ячеек. При дальнейшей деформации за счет роста углов разориентации между элементами структуры из дислокаций формируются границы зерен, и образуется смешанная структура, состоящая из ячеек и зерен. В конечном счете деформация приводит к получению ультрамелкозернистой структуры с преобладающими высокими углами разориентации. При этом, развитие структуры сопровождается ее неоднородностью по распределению элементов структуры.

Поэтому целью работы является выявление неоднородности структуры с помощью установления взаимосвязи распределений относительной энергии ГЗ непосредственно с формированием структуры.

В качестве материала для исследования была выбрана монокристаллическая медь. Ультрамелкозернистая структура сформирована методом сдвига под высоким давлением на 5 оборотов при давлении 4 ГПа. Изображения структуры получены при помощи сканирующего туннельного микроскопа по поверхности химического травления по методике работы [5]. Относительная энергия границ зерен вычислялась по геометрии канавки травления с помощью уравнения Маллинса [6] по методике работы [7].

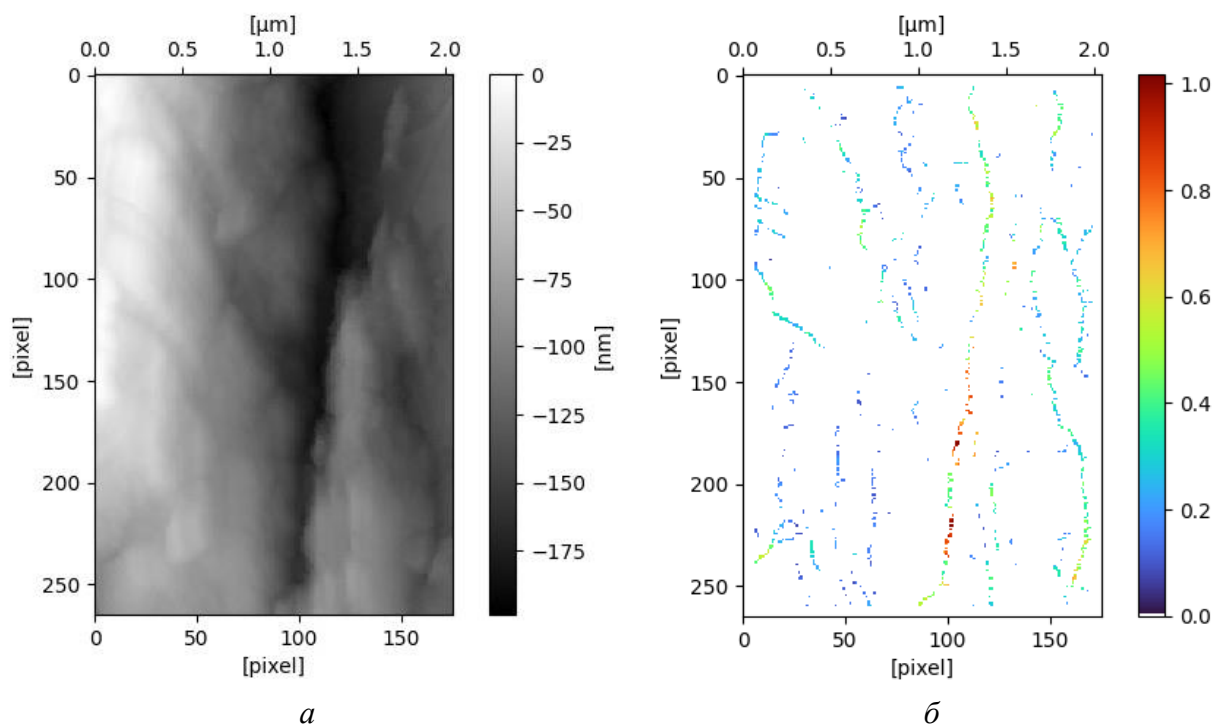


Рис. СТМ-изображение поверхности травления УМЗ меди (а) и карта относительных энергий границ зерен на том же участке (б)

Получена карта относительных энергий границ зерен ультрамелкозернистой меди на основе изображения поверхности химического травления, как показано на рисунке. Видно, что в материале наблюдается иерархия структуры, прослеживается зависимость значений энергий границ от размеров кристаллитов и расположения их в структурных элементах. Границы, накопившие в себе избыточное количество дефектов, протравлены более интенсивно, и характеризуются повышенной относительной энергией. Такие границы располагаются вдоль агломераций более мелких зерен, для которых характерна меньшая дефектность и низкая энергия. Наряду с неоднородностью структуры также наблюдаются неоднородности вдоль отдельных границ, о чем свидетельствуют различные значения энергий на протяженности одной границы.

Таким образом, показано, что структура ультрамелкозернистой меди, претерпевшей интенсивную пластическую деформацию, неоднородна, а также содержит в себе неоднородные границы зерен с разбросом значений относительной энергии не только по всей площади материала, но и вдоль одной и той же границы. При этом распределение энергий ГЗ в материале не беспорядочно, а взаимосвязано с расположением в структуре.

*Работа выполнена в рамках государственного задания МИНОБНАУКИ 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. № 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. Found. 2015. V. 5. P. 57-73. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DF.5.57
3. Emeis F. Grain boundary engineering parameters for ultrafine grained microstructures: Proof of principles by a systematic composition variation in the Cu-Ni system / Emeis F. [et al.] // Acta Mater. 2018. V. 150. P. 262-272. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.02.054>
4. Смирнова Н. А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях / Н.А. Смирнова [и др.] // ФММ. 1986. Т. 61. № 6. С. 1170-1177
5. 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>.
6. 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. № 6. P. 1529-1536. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01951.x>
7. Chikunova N. S. Method of determining the relationship between grain structure and relative energies of grain boundaries / N. S. Chikunova, A. V. Stolbovsky, I. V. Blinov // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physic. 2024. V. 88. № 9. P. 1440-1445. DOI: 10.1134/S1062873824707669

## 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. Found. 2015. V. 5. P. 57-73. DOI: 10.4028/www.scientific.net/DF.5.57
3. Emeis F. Grain boundary engineering parameters for ultrafine grained microstructures: Proof of principles by a systematic composition variation in the Cu-Ni system / Emeis F. [et al.] // Acta Mater. 2018. V. 150. P. 262-272. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.02.054>
4. Smirnova N. A. Evolution of the structure of HCC monocrystals at severe plastic deformations / N.A. Smirnova [et al.] // Phys. Met. Metallogr. 1986. V. 61. № 6. P. 1170-1177
5. 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. V. 87. №11. P. 1631–1636. <https://doi.org/10.31857/S0367676523702770>.

6. 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. № 6. P. 1529-1536. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1999.tb01951.x>
7. Chikunova N. S. Method of determining the relationship between grain structure and relative energies of grain boundaries / N. S. Chikunova, A. V. Stolbovsky, I. V. Blinov // Bulletin of the Russian Academy of Sciences: Physic. 2024. V. 88. № 9. P. 1440-1445. DOI: 10.1134/S1062873824707669