

УДК 539.25

## ИССЛЕДОВАНИЕ ПОВЕРХНОСТИ ЭЛЕКТРОХИМИЧЕСКОГО ТРАВЛЕНИЯ УЛЬТРАМЕЛКОЗЕРНИСТОГО НИКЕЛЯ С ПОМОЩЬЮ СКАНИРУЮЩЕЙ ТУННЕЛЬНОЙ МИКРОСКОПИИ

© 2023 г. Н. С. Чикунова<sup>1</sup>, \*, А. В. Столбовский<sup>1</sup>, С. А. Мурзинова<sup>1</sup>,  
Р. М. Фалахутдинов<sup>1</sup>, И. В. Блинов<sup>1</sup>

<sup>1</sup>Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук,  
Екатеринбург, Россия

\*E-mail: chikunova@imp.uran.ru

Поступила в редакцию 22.05.2023 г.

После доработки 19.06.2023 г.

Принята к публикации 28.07.2023 г.

Предложен подход, позволяющий проводить качественный и количественный анализ зеренной структуры ультрамелкозернистого никеля по поверхности электрохимического травления. Выполнен анализ данных о рельефе травления ультрамелкозернистого никеля, полученных с помощью сканирующей туннельной микроскопии. Выявлена бимодальность структуры, что было подтверждено статистическим анализом.

DOI: 10.31857/S0367676523702770, EDN: FQKWHG

### ВВЕДЕНИЕ

Изучение объемных металлических материалов с ультрамелкозернистой (УМЗ) структурой представляет большой интерес в связи с их исключительными свойствами. Материалы с УМЗ структурой обычно демонстрируют улучшенные механические характеристики, такие как прочность, вязкость, способность к демпфированию по сравнению с их крупнозернистыми аналогами [1–3]. Предполагается, что малый размер зерна в сочетании с высокой плотностью дислокаций и других дефектов, возникающих при деформации, а также “неравновесное” (деформационно-модифицированное) состояние границ зерен (ГЗ) [4] обуславливают особые свойства таких материалов. Одним из основных способов формирования УМЗ структуры в металлических материалах является использование методов интенсивной пластической деформации (ИПД) [1–4]. Предполагается, что деформационно-модифицированное состояние ГЗ [5], образующихся при ИПД, характеризуется более высокой средней избыточной энергией [4, 5] по сравнению с границами, образующимися при рекристаллизации. Кроме того, установлено, что энергия ГЗ в УМЗ материалах, полученных методом ИПД, примерно на 30% выше средней энергии ГЗ в хорошо отожженных крупнозернистых поликристаллах, что показывает неразрывную связь размерных параметров структуры, состояния ГЗ и формирующихся за

счет этого уникальных свойств таких материалов [6]. Более того, значительно большее общее количество ГЗ в материалах, подвергнутых ИПД, по сравнению с крупнозернистыми материалами, открывает перспективу для зернограницной инженерии [7–9].

Однако образование ГЗ с избыточной энергией снижает термическую стабильность против роста зерен [1, 5, 9–11]. Более того, релаксационные изменения в деформированной УМЗ структуре материалов могут происходить даже без дополнительного термического воздействия [12], что является существенной проблемой объемных металлических УМЗ материалов, полученных методом ИПД. Поэтому изучение релаксационных процессов, происходящих в металлах при ИПД [10–14], представляет значительный интерес, и анализ параметров как зеренной структуры, так и состояния ГЗ привлекает повышенное внимание [4–9].

В настоящее время наиболее используемыми методами исследования зеренной структуры и характеристики состояния ГЗ являются просвечивающая электронная микроскопия (ПЭМ) [15], сканирующая электронная микроскопия с дифракцией обратного рассеяния электронов (EBSD) [16]. Существует также метод как количественной оценки энергии ГЗ, так и характеристики размерных параметров зеренной структуры, основанный на анализе формы тепловой канавки ГЗ с помощью сканирующей атомно-силовой

микроскопии (АСМ) [17]. Метод основан на том, что скорость травления зависит от плотности структурных дефектов, т.е. участки с повышенной дефектностью создают рельеф на поверхности зеркала после травления. Это позволяет не только определить наличие ГЗ в структуре, но и численно оценить относительную энергию ГЗ. Однако использование термического травления для изучения ГЗ в УМЗ материалах, полученных методом ИПД, невозможно без неизбежного огрубления структуры [18]. Кроме того, АСМ имеет ограничение по разрешению, которое зависит от свертки кончика атомно-силового микроскопа и формы канавки [19], что значительно снижает возможности АСМ при исследовании структуры ИПД. Поэтому в работе [20] был предложен альтернативный подход, основанный на использовании химического травления и сканирующей туннельной микроскопии (СТМ), которые позволяют преодолеть объективные ограничения термического травления. Кроме того, в [20] была продемонстрирована высокая чувствительность метода СТМ при исследовании УМЗ материалов, подвергнутых ИПД. Однако используемые методики в СТМ позволяют проводить только качественный анализ структуры.

В то же время, имеющиеся исследования показывают, что формирующаяся при ИПД структура является неоднородной [21–24]. При этом все больше внимания исследователей уделяется статистическому анализу формирующихся при ИПД зеренных структур [24]. Более того, предложены методы выделения отдельных распределений зерен на основе методов статистического анализа [14, 25].

Поэтому в настоящей работе ставилась задача изучить возможности применения и предложить методы анализа поверхности травления с использованием электрохимического травления и СТМ в качестве альтернативного подхода методам просвечивающей и сканирующей электронной микроскопии и EBSD методу, используемым для характеристики зеренной структуры ультрамелкозернистых материалов, полученных ИПД.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ

В качестве материала для исследования был выбран монокристаллический никель. Образцы подготавливали методом кручения под высоким давлением (КВД) в наковальне Бриджмена в течение 5 оборотов под давлением 4 ГПа при комнатной температуре. После деформации подготовка поверхности образцов включала многоступенчатую абразивную полировку с конечным размером абразива около 1 мкм и последующую электрополировку в 70%  $\text{H}_2\text{SO}_4$  при 3.5 В в течение 3 мин. Рельеф травления был получен электрохимическим методом в том же растворе при снижении

напряжения для перехода из режима электрополировки в режим травления.

Для аттестации структуры монокристаллического никеля был проведен анализ снимков с просвечивающей электронной микроскопии с использованием просвечивающего микроскопа JEM-200CX при ускоряющем напряжении 160 кВ. При этом из-за градиента деформации, возникающего при ИПД методом КВД, все исследования локальной структуры как с помощью ПЭМ, так и СТМ проводились в областях, примерно соответствующих половине радиуса образца.

СТМ-карты были получены на микроскопе SMM-2000 с использованием резаной платиновой иглы в режиме постоянного тока при  $I \approx 2\text{--}6$  нА и  $U \approx 250\text{--}500$  мВ. Для удаления шумов на СТМ-изображениях использовалась предварительно обученная нейросеть с архитектурой U-Net [26].

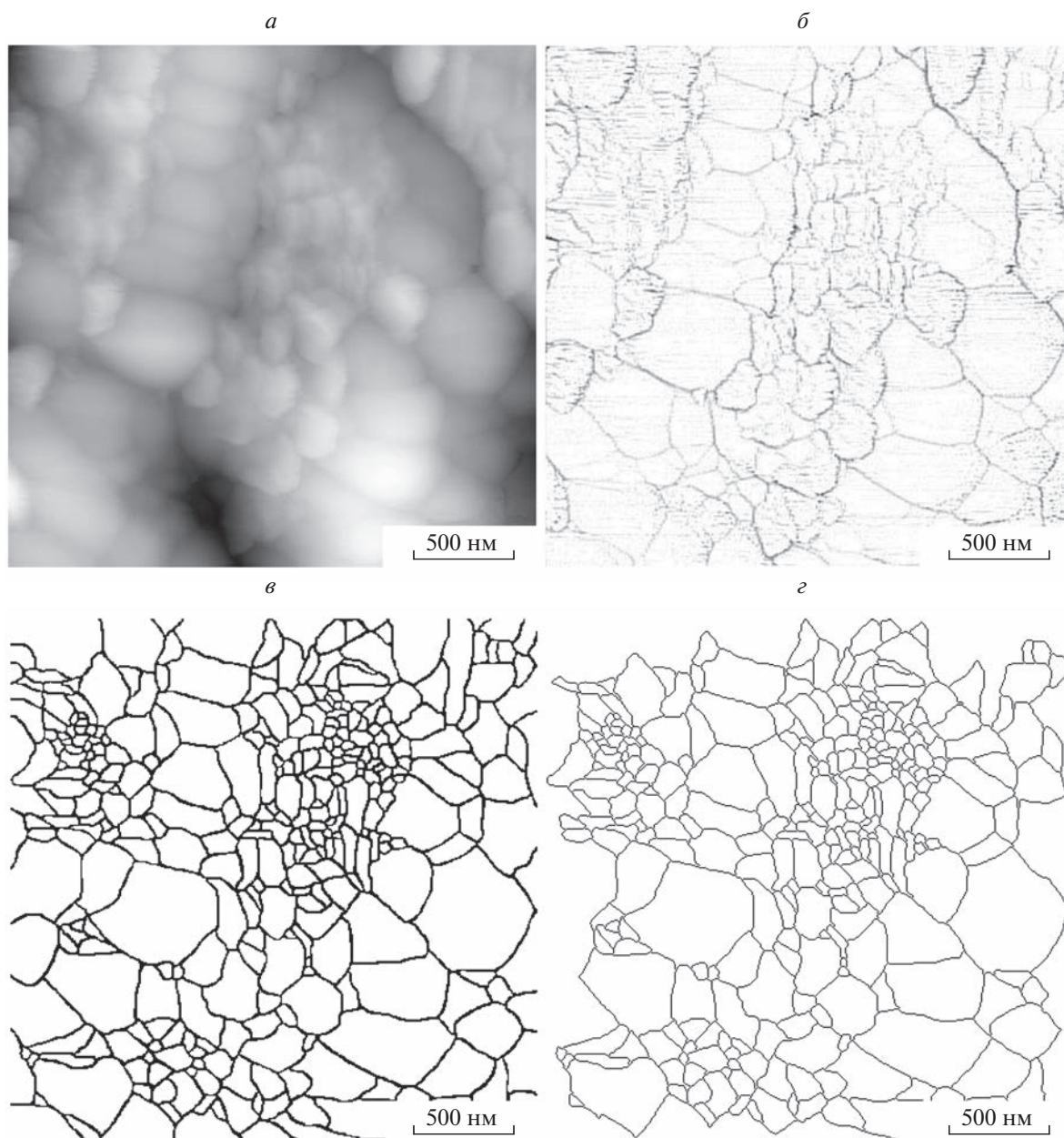
Определение размеров зерен и статистический анализ проводились с помощью специально разработанного программного обеспечения на основе алгоритма Watershed [27] для определения размеров зерен и Expectation-maximization (EM) алгоритма [28] для анализа распределений зерен по размерам. Для того, чтобы свести к минимуму вероятность неправильного результата подгонки, каждый вариант модели с набором компонентов от 1 до 5 был подогнан 100 раз со случайным выбором начальных точек и последующим выбором наилучшего варианта с наибольшим значением логарифмического правдоподобия [28].

Численную оценку адекватности выбора модели проводили с использованием критерия Хи-квадрат Пирсона [29] путем сопоставления экспериментальных распределений и данных модели.

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

Уже имеющиеся исследования чистого никеля показали, что при деформации никеля на стадии сформированной УМЗ структуры преобладающим процессом является динамическое восстановление, в результате которого как значения твердости никеля, так и средний размер элементов его структуры не изменяются [30]. Поэтому на начальном этапе были проведены исследования ПЭМ. Было установлено, что в образцах после деформации формируется неоднородная структура, как и в работе [30]. Это позволяет с достаточной уверенностью утверждать, что при деформации на 5 оборотов КВД достигается состояние “насыщения” структуры, и возможная ее неоднородность уже не будет связана с недостаточной деформацией.

Сканирующая туннельная микроскопия, в отличие от как металлографического анализа, так и сканирующей электронной микроскопии, где рельеф поверхности формирует потемнение на



**Рис. 1.** СТМ-изображение поверхности после химического травления, полученное на образцах никеля, подвергнутых КВД за 5 оборотов при комнатной температуре (а); Инвертированное изображение, полученное путем фильтрации изображения оператором Лапласа с апертурой  $3 \times 3$  (б); Изображение восстановленных границ после процедуры удаления шума (в); “Модель” зеренной структуры, полученная обработкой изображения восстановленных границ алгоритмом Watershed (г).

изображении за счет рассеяния излучения, позволяет получать данные о рельефе в виде точной карты поверхности с высоким разрешением как по вертикальной оси, так и в горизонтальной плоскости. При этом получаемые карты наиболее удобно представлять в виде растрового изображения с различным затемнением в зависимости от глубины поверхности.

На рис. 1а показано СТМ-изображение поверхности травления, на котором рельеф представлен

участками в градациях серого цвета в зависимости от глубины. Интенсивность потемнения зависит от глубины канавки. Поскольку границы зерен представляют собой канавки (интенсивность пикселя показывает “падение”, за которым следует “скачок” с большим изменением интенсивности), то есть характеризуются минимумом, изображение было обработано оператором Лапласа (вторая производная) для идентификации границ независимо от их глубины (рис. 1б). Ла-

пласиан вычислялся путем фильтрации изображения с апертурой  $3 \times 3$  [31]. Затем обработанное изображение инвертировалось для более удобного анализа (черные границы на белом поле) подобно изображениям зернистых структур, полученных методом оптической металлографии. Можно увидеть, что обработанный таким способом массив данных рельефа позволяет четко выделить наиболее дефектные области, представляющие собой сетку границ зерен, однако на изображении присутствует “шум”, который не удастся полностью подавить. При этом для дальнейшего анализа он не является препятствием. Тем не менее, его характер в виде полос позволяет его отделить от остального изображения как ручной обработкой, так и с помощью автоматизированной обработки изображений.

На рис. 1в продемонстрировано изображение восстановленных границ с помощью специально разработанного программного обеспечения, учитывающего коррекцию шумов на основе алгоритмов нейросети. Для автоматизированного удаления шумов была выбрана архитектура U-Net [26] как наиболее часто используемая в задачах сегментации изображений, имеющих тонкие границы.

Полученные изображения представляют собой замкнутую сеть границ и позволяют однозначно идентифицировать отдельные кристаллиты, что дает возможность определить их размер. Использование обработки с применением алгоритма Watershed [27] формирует “модельное представление” в виде массива отдельных сегментов изображения, отделенных границами (рис. 1г).

Определение размеров выделенных кристаллитов было произведено по принципу статистического диаметра Ферета [32]. Полученные данные позволяют охарактеризовать структуру посредством определения среднего размера зерна, однако было показано [24, 33], что средний размер как основная характеристика структуры не позволяет охарактеризовать наблюдаемую неоднородность структуры, и предлагается концепция в виде “двухфазной модели”, где часть кристаллитов можно представить как “рекристаллизованные зерна”, выделяя их в отдельное распределение. В работе [14] было предложено рассматривать экспериментальные распределения размеров зерен в материалах, подвергнутых КВД, как смесь нескольких логнормальных распределений с различными значениями среднего и стандартного отклонения. А для разложения экспериментальных данных на набор популяций зерен предлагается использовать кластерный анализ [25], основанный на применении моделей ограниченных смесей с использованием алгоритма максимизации ожиданий (ЕМ-алгоритм). В результате обработки экспериментальные данные можно

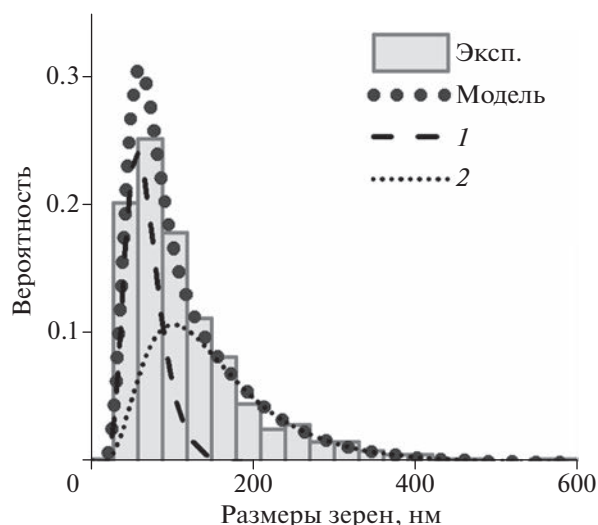


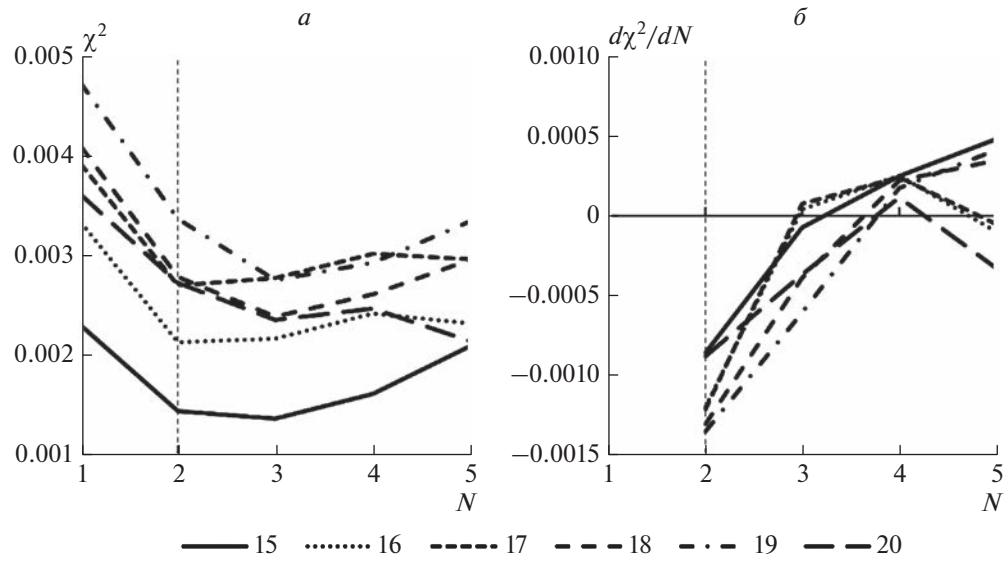
Рис. 2. Гистограммы распределения размеров зерен в Ni после КВД на 5 оборотов с результатами аппроксимации; 1, 2 — популяции зерен.

представить в виде гистограммы и ее “модельного” описания — кривых логнормального распределения, соответствующих выделенным кластерным анализом популяциям кристаллитов (рис. 2).

В то же время, в имеющихся работах [24, 33] количество популяций модели задается априорно. Такой подход имеет недостаток, поскольку количество компонентов модели может варьироваться, и в данной работе также ставилась задача обосновать количество компонентов, составляющих экспериментальное распределение.

Кроме того, способ группировки экспериментальных данных (разбивка на интервалы при построении гистограммы) влияет на значение статистики критерия Пирсона при оценке качества описания моделью. Поэтому для оценки качества подгонки значение Хи-квадрат вычисляли для различных вариантов деления экспериментальной гистограммы на интервалы, которые изменяли от 15 до 20.

В результате обработки экспериментальных данных были получены зависимости значения статистики Хи-квадрат для различного количества компонентов модели при разном количестве интервалов, используемых для построения экспериментальной гистограммы. Также необходимо отметить, что критерии оценки адекватного выбора количества компонентов модели в смеси являются очень сложной проблемой, которая в настоящее время не имеет общепринятого решения, и для каждого конкретного случая рекомендуется подбирать подходящий критерий опытным путем [34]. Поэтому, предлагается критерий выбора, сочетающий наилучшее соответствие модели экспериментальному распределению (минималь-



**Рис. 3.** Зависимости значений статистики Хи-квадрат (*а*) и скорости ее изменения (*б*) от количества компонентов модели  $N$  для различного количества интервалов разбиения, использованных для построения экспериментальных распределений. Вертикальной линией обозначено количество компонентов модели, соответствующее критерию.

ное значение статистики Хи-квадрат) при минимальном количестве компонентов модели. Для его реализации выполняются расчеты с последовательным увеличением количества компонентов модели, начиная с 1. И если увеличение количества компонентов модели до  $N + 1$  уже не приводит к снижению значения статистики Хи-квадрат, то такое количество компонентов предлагается считать избыточным, и за адекватное описание принять модель с  $N$  компонентами.

На рис. 3*а* представлены зависимости значения статистики Хи-квадрат от количества компонентов модели (от 1 до 5) и различного количества интервалов разбиения экспериментальных распределений (от 15 до 20). А для анализа динамики изменения статистики на рис. 3*б* представлены их производные по количеству компонентов модели. Можно увидеть, что с увеличением количества популяций  $N$  наблюдается снижение значения статистики до некоторого минимального значения с последующими флуктуациями вблизи этого значения (рис. 3*а*). Также на рис. 3*б* видно, что увеличение количества компонентов модели до 3 не дает улучшения статистики как на предыдущем шаге, и поэтому является избыточ-

ным. Таким образом, можно с уверенностью утверждать, что модель, включающая именно две популяции, является наиболее адекватным описанием экспериментального распределения. Численные значения рассчитанных параметров моделей на одну и две популяции представлены в табл. 1.

Установлено, что общий средний размер зерен в УМЗ никеле при описании моделью с одной компонентой составляет  $\sim 122$  нм. Полученное значение согласуется с результатами работы [35], где средний размер кристаллитов составлял  $\sim 110$  и  $\sim 130$  нм по данным работы [30]. При этом некоторое отклонение измеренного по результатам СТМ среднего значения можно объяснить как разницей в чистоте исследуемых материалов, так и в методиках оценки. Меньшая площадь ПЭМ-изображения структуры в сравнении со снимками СТМ может приводить к “обрезке” крупных кристаллитов, а, следовательно, и их исключению из расчетов и снижению среднего значения размера зерна, а исключение мелких кристаллитов при “ручной” обработке ПЭМ-изображений к увеличению среднего размера зерна.

**Таблица 1.** Числовые характеристики выделенных популяций зерен, полученные в результате статистического анализа данных о размерах зерен никеля, подвергнутого КВД на 5 оборотов

| Количество популяций | Номер популяции | Средний размер зерна, нм | Стандартное отклонение, нм | Доля |
|----------------------|-----------------|--------------------------|----------------------------|------|
| 1                    | 1               | 122                      | 78.75                      | 1.00 |
|                      | 2               | 70                       | 23.74                      | 0.42 |
| 2                    | 1               | 161                      | 94.05                      | 0.58 |
|                      | 2               |                          |                            |      |

В случае описания экспериментального распределения моделью в виде суммы двух распределений средние размеры популяций зерен составили ~70 и ~161 нм. Такое существенное отличие размеров выделенных популяций хорошо согласуется с концепцией “двухфазной” структуры [24, 33], когда популяция с большим размером кристаллитов (популяция 2), как предполагается, является следствием протекания релаксационных процессов во время деформации. Более того, значение среднего размера зерна популяции 1, равное 70 нм, очень близко к среднему значению размеров зерен, равному 80 нм, полученному в исследовании никеля, подвергнутого КВД в жидком азоте, когда релаксационные процессы значительно подавлены [36] и к 74 нм в случае метода обработки поверхности механическим шлифованием при температуре жидкого азота [37], что также поддерживает концепцию описания структуры при ИПД как смесь релаксированных и нерелаксированных кристаллитов. При этом, если учесть, что исследуемый материал был деформирован при комнатной температуре, а доли популяций в общем распределении составили около 42% для популяции с меньшим размером зерна и 58% для популяции с большим размером зерна, то увеличение доли популяции с “релаксированными” зернами есть следствие более интенсивного протекания релаксационных процессов при ИПД в условиях комнатной температуры.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Таким образом, предложенный метод анализа УМЗ структуры с использованием СТМ-изображений поверхности травления позволяет провести не только качественный анализ, но и количественную оценку зеренной структуры. Кроме того, анализ рельефа травления представляется более удобным способом характеристики УМЗ структуры по сравнению с методом ПЭМ, где возможны “потери” крупных зерен из-за меньшей площади и более сложного анализа изображений, и EBSD-анализом из-за ограничений метода, связанных с высокой плотностью структурных дефектов в УМЗ материалах. А использование математических алгоритмических методов обработки СТМ-карт позволяет свести к минимуму ручную обработку изображений, что является дополнительным преимуществом в сравнении с методом численной характеристики структуры по снимкам ПЭМ, где ручная обработка пока является безальтернативной.

Предложен подход статистической обработки и критерий, позволяющие обосновать выбор количества компонентов модели (популяций кристаллитов), составляющих экспериментальное распределение, и установлено, что распределения размеров зерен в УМЗ никеле описываются

именно как суперпозиция двух распределений с меньшим и большим размером кристаллитов. Оцененные размеры зерен находятся в диапазоне 70–161 нм, что согласуется со значениями, полученными в других работах, и соответствует концепции описания зеренной структуры, формирующейся при ИПД как “смесь” кристаллитов, не подвергшихся релаксационным процессам (меньший размер), и кристаллитов с большим средним размером, сформированных в результате протекания релаксационных процессов.

Результаты получены с использованием оборудования Центра коллективного пользования “Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов” ИФМ УрО РАН.

Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема “Функция”, гос. рег. № 122021000035-6).

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. // Prog. Mater. Sci. 2000. V. 45. No. 2. P. 103.
2. Langdon T.G. // Acta Mater. 2013. V. 61. No. 19. P. 7035.
3. Estrin Y., Vinogradov A. // Acta Mater. 2013. V. 61. No. 3. P. 782.
4. Sauvage X., Wilde G., Divinski S.V. et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2012. V. 540. P. 1.
5. Divinski S.V. // Diff. Found. 2015. V. 5. P. 57.
6. Wilde G., Divinski S. // Mater. Trans. 2019. V. 60. No. 7. P. 1302.
7. Watanabe T. // Res. Mech. 1984. V. 11. No. 1. P. 47.
8. Watanabe T., Tsurekawa S. // Acta Mater. 1999. V. 47. No. 15. P. 4171.
9. Emeis F., Peterlechner M., Divinski S.V., Wilde G. // Acta Mater. 2018. V. 150. P. 262.
10. Detor A.J., Schuh C.A. // J. Mater. Res. 2007. V. 22. No. 11. P. 3233.
11. Gertsman V. Yu., Birringer R. // Scripta Metall. Mater. 1994. V. 30. No. 5. P. 577.
12. Popov V.V., Stolbovsky A.V., Popova E.N., Pilyugin V.P. // Def. Diff. Forum. 2010. V. 297–301. P. 1312.
13. Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И. // ФММ. 2021. Т. 122. № 6. С. 600; Voronova L.M., Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I. // Phys. Met. Metallogr. 2021. V. 122. No. 6. P. 559.
14. Stolbovsky A. // Mater. Today. Proc. 2021. V. 38. No. 4. P. 1817.
15. Liu X., Choi D., Beladi H. et al. // Scr. Mater. 2013. V. 69. No. 5. P. 413.
16. Rohrer G.S., Saylor D.M., El-Dasher B. et al. // Zeitschrift Fur Met. 2004. V. 95. No. 4. P. 197.
17. Amouyal Y., Rabkin E. // Acta Mater. 2007. V. 55. No. 20. P. 6681.
18. Zimmerman J., Sharma A., Divinski S.V., Rabkin E. // Scr. Mater. 2020. V. 182. P. 90.
19. Saylor D., Rohrer G. // J. Amer. Ceram. Soc. 1999. V. 82. No. 6. P. 1529.

20. Кузнецов П.В., Рахматулина Т.В., Беляева И.В., Корзников А.В. // ФММ. 2017. Т. 118. № 3. С. 255; Kuznetsov P.V., Rakhmatulina T.V., Belyaeva I.V., Korznikov A.V. // Phys. Met. Metallogr. 2017. V. 118. No. 3. P. 241.
21. Соловьева Ю.В., Старенченко С.В., Старенченко В.А. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2021. Т. 85. № 9. С. 1229; Solov'eva Yu.V., Starenchenko S.V., Starenchenko V.A. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2021. V. 85. No. 9. P. 941.
22. Кодиров И.С., Рааб Г.И., Алешин Г.Н. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2020. Т. 84. № 5. С. 619; Kodirov I.S., Raab G.I., Aleshin G.N. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2020. V. 84. No. 5. P. 508.
23. Соловьев А.Н., Старенченко С.В., Соловьева Ю.В., Старенченко В.А. // Изв. РАН. Сер. физ. 2019. Т. 83. № 6. С. 806; Solov'ev A.N., Starenchenko S.V., Solov'eva Yu.V., Starenchenko V.A. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2019. V. 83. No. 6. P. 733.
24. Шурыгина Н.А., Черетаева А.О., Глезер А.М. и др. // Изв. РАН. Сер. физ. 2018. Т. 82. № 9. С. 1226; Shurygina N.A., Cheretaeva A.O., Glezer A.M. et al. // Bull. Russ. Acad. Sci. Phys. 2018. V. 82. No. 9. P. 1113.
25. Stolbovsky A. // IOP Conf. Ser. Mater. Sci. Eng. 2020. V. 969. No. 1. Art. No. 012084.
26. Ronneberger O., Fischer P., Brox T. // Lect. Notes Comput. Sci. 2015. V. 9351. P. 234.
27. Meyer F. // 1992 Int. Conf. Image Proc. Appl. 1992. V. 354. P. 303.
28. Dempster A.P., Laird N.M., Rubin D.B. // J. Royal Stat. Soc. B. 1977. V. 39. No. 1. P. 1.
29. Bock D., Velleman P., De Veaux R., Bullard F. Stats: Modeling the World. 5th ed. Pearson, 2019. 864 p.
30. Voronova L.M., Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I. et al. // Mater. Sci. Eng. A. 2015. V. 639. P. 155.
31. Woods J.W. Multidimensional signal, image, and video processing and coding. 2nd ed. Elsevier Inc., 2011. 616 p.
32. Walton W. // Nature. 1948. V. 162. P. 329.
33. Glezer A.M., Tomchuk A.A., Sundeev R.V., Gorshenkov M.V. // Mater. Lett. 2015. V. 161. P. 360.
34. McLachlan G., Peel D. Finite mixture models. John Wiley & Sons Inc., 2000. 456 p.
35. Осинников Е.В., Мурзинова С.А., Истомина А.Ю. и др. // ФММ. 2021. Т. 122. № 10. С. 1049; Osinnikov E.V., Murzinova S.A., Istomina A.Yu. et al. // Phys. Met. Metallogr. 2021. V. 122. No. 10. P. 976.
36. Попов В.В., Попова Е.Н., Кузнецов Д.Д. и др. // ФММ. 2014. Т. 115. № 7. С. 727; Popov V.V., Popova E.N., Kuznetsov D.D. et al. // Phys. Met. Metallogr. 2014. V. 115. No. 7. P. 682.
37. Guo X.K., Dong H.L., Luo Z.P. et al. // Scr. Mater. 2022. V. 214. Art. No. 114656.

## Study of electrochemical etching surface of ultrafine-grained nickel using scanning tunneling microscopy

N. S. Chikunova<sup>a</sup>\*, A. V. Stolbovsky<sup>a</sup>, S. A. Murzinova<sup>a</sup>, R. M. Falahutdinov<sup>a</sup>, I. V. Blinov<sup>a</sup>

<sup>a</sup>Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of the Russian Academy of Sciences, Yekaterinburg, 620137 Russia

\*e-mail: chikunova@imp.uran.ru

An approach that allows a qualitative and quantitative analysis of the grain structure of ultrafine grained nickel by electrochemical etching surface is proposed. The data on the etching relief of ultrafine grained nickel obtained by scanning tunneling microscopy have been analyzed. The bimodality of the structure was revealed, which was confirmed by statistical analysis.

**Keywords:** nanostructure, severe plastic deformation, grain boundaries, scanning tunneling microscopy, statistical analysis