

4-th edition revised and supplemented. – S-Pb.: Lan, 2010. – pp. 416.

6. Rebinder, P.A. *Surface Phenomena in Dispersions. Colloid Chemistry: Selected Proceedings*. – M.: Science, 1978. – pp. 386.

7. Bobryshev, A.N., Erofeev, V.T., Kozomazov, V.N. *Polymeric Composites: manual*. – M.: ACB Publishing House, 2013. – pp. 480.

8. Tarasov, V.A., Galinovsky, A.L., Elfimov, V.M. Erosion wear of surface worked at cyclic loading with abrasive particles // *Bulletin of Bauman STU of Moscow*. – 2008. – pp. 163-174.

9. S. Torquato. Jammed hard-particle packings // *Rev. Mod. Phys.*, 2010, Vol. 82, No.3, Pp. 2633-2672

Рецензент д.т.н. С.В. Кузьмин

УДК 621.77.016:62178.061

DOI: 10.30987/article\_5b71326c60cfe3.01351409

Н.А. Конева, д.ф.-м.н.

(Томский государственный архитектурно-строительный университет),

В.А. Логвин, к.т.н., И.В. Терешко, к.ф.-м.н.  
(ГУВПО «Белорусско-Российский университет»),

С.А. Шептунов, д.т.н.

(Институт конструкторско-технологической информатики Российской академии наук),

E-mail: koneva@tsuab.ru

## Влияние тлеющего разряда на изменение дислокационной структуры $Ni_3Fe$

*В статье проведен анализ результатов исследований влияния обработки в тлеющем разряде на изменение дислокационной структуры  $Ni_3Fe$ . Обнаружено, что после обработки в тлеющем разряде в сплаве происходит изменение дислокационной структуры на значительную глубину от поверхности облучения. Доказано, что особенности формирования сложных дислокационных субструктур в результате воздействия плазмы тлеющего разряда близки к наблюдаемым при пластическом деформировании.*

**Ключевые слова:** плазма; тлеющий разряд; дислокационная структура; автоматизированная технологическая среда; вакуумные установки.

N.A. Koneva, D. Phys.-Math.,

(Tomsk State Architectural-Construction University),

V.A. Logvin, Can. Eng., I.V. Tereshko, Can. Phys.-Math.,

(SIHVE "Belorussian-Russian University"),

S.A. Sheptunov, D. Eng.

(Institute of Design-Technological Informatics of the Russian Academy of Sciences)

## Glow discharge impact upon changes in $Ni_3Fe$ dislocation structure

*In the paper there is shown an analysis of results in the investigation of a working impact in a glow discharge upon  $Ni_3Fe$  dislocation structure changes. It is defined that after working in a glow discharge in an alloy there are changes in a dislocation structure for a considerable depth from the surface of irradiation. It is proved that the peculiarities of complex dislocation substructures formation as a result of glow discharge plasma impact are close to those observed at plastic deformation.*

**Keywords:** plasma; glow discharge; dislocation structure; automated technological environment; vacuum plants.

Разработка технологий по изменению физико-механических свойств материалов является актуальной проблемой современной экономики. Рациональная постановка и решение задач, касающихся этой проблемы, осуществляется по разным направлениям: созданием композиционных высокоэффективных материалов, совершенствованием способов их обработки,

подбором смазки и смазочных материалов, формированием покрытий и т.д. Детали в современных устройствах работают при высоких тепловых и механических нагрузках, в химически активных и абразивных средах. Постоянный рост реализуемых скоростей, давлений, рабочих температур всё актуальнее ставит задачи по сохранению или повышению их надежности. Для этого необходимы

высококачественные способы поверхностной инженерии деталей, обладающие экологической безопасностью, минимальным изменением геометрических размеров и формы.

Улучшение эксплуатационных свойств материалов может осуществляться механическими, термическими, деформационно-термическими, химико-термическими и физическими способами упрочняющей обработки и легирования. Эти способы обработки не всегда обеспечивают достаточную адгезию покрытий, и упрочнение происходит не только на поверхности, но и в объёме изделия.

Как правило, для защиты деталей от изнашивания и коррозии достаточно провести изменения в поверхностном слое на величину максимально-допустимого износа. Объём основного материала испытывает при этом сравнительно небольшие разрушающие действия нагрузок и химически активных сред и поэтому не требует упрочнения или перестройки. Повышение требований к состоянию структуры и свойствам поверхностных слоев способствовало развитию способов ионно-плазменной обработки, которые приобретают большую целесообразность и экономическую выгоду по сравнению с традиционными технологиями.

В разряд наиболее перспективных способов переходит ионно-плазменная обработка в тлеющем разряде в контролируемых технологических средах, при которой путем низкоэнергетического воздействия ускоренных ионов на твердые тела можно существенно менять свойства материалов и рассматривать её как уникальный вид упрочняющей обработки [1].

К настоящему времени разработано большое количество методов ионно-лучевой обработки материалов, в частности, ионно-плазменное напыление, ионная имплантация, ионное перемешивание, модифицирование поверхности с помощью лазерных и электронных пучков, а также с помощью мощных высокоэнергетических ионных пучков наносекундной длительности. Все эти методы требуют больших затрат энергии [1]. Но глубина модифицированного слоя при этом лишь немного превышает проецированные пробеги ионов в веществе.

Однако в работах [2–4] было показано, что низкоэнергетическая бомбардировка ионами с энергией 0,5...5,0 кэВ в плазме тлеющего разряда различных металлов и сплавов

приводит к повышению дислокационной плотности и перестройке дислокационных структур вплоть до глубины 10 мм от поверхности облучения. Фактически это объемная модификация, которая приводит к значительному упрочнению материалов на достаточно большой глубине с затратой совсем небольших энергий для упрочнения деталей.

Такая модификация может быть объяснена, если принять во внимание нелинейные эффекты нарушения трансляционной симметрии кристаллических решеток во время бомбардировки поверхности твердых тел низкоэнергетическими ионами. Нелинейные эффекты были изучены в работе [5] с позиций о развитии активной самоорганизации в облученных материалах после воздействия плазмы тлеющего разряда и, как следствие, приводящей к образованию новых структурных коллективных состояний в ионной подсистеме кристаллов.

В настоящее время ионно-плазменная обработка в тлеющем разряде в контролируемых технологических средах, переходит в разряд наиболее перспективных способов упрочняющей обработки материалов [6]. Находясь под действием плазмы тлеющего разряда, в поверхностных слоях материалов происходят структурные превращения с высокой плотностью дефектов, которые приводят к изменению их физико-механических свойств, определяющих служебные характеристики.

Главной задачей представленной работы является исследование изменений дислокационной структуры  $Ni_3Fe$  после воздействия плазмы тлеющего разряда с целью разработки новых способов, технологий, устройств для создания автоматизированной технологической среды по обработке твердых растворов.

### Методика исследования

Для решения поставленной задачи были выбраны образцы толщиной 10 мм из твердого раствора  $Ni_3Fe$  с величиной зерна в 40 и 450 мкм. Для проведения исследований использовали просвечивающую электронную микроскопию и растровую электронную микроскопию, а также рентгеноструктурный анализ.

Послойные исследования дислокационной структуры облученных и необлученных образцов проводились на пленках, разделенных параллельно поверхности облучения, при по-

мощи электро-эрозионного оборудования. Для удаления окисной плёнки использовалась химическая и электролитическая полировка. В качестве защиты поверхности облучения от воздействия химических реактивов использовался лак, который в последующем удалялся при помощи растворителя. Контроль толщины исследуемых образцов при послойной полировке осуществлялся микрометрическим измерением и взвешиванием на электронных весах.

Для исследований использовался электронный микроскоп Tesla BS-540 с ускоряющим напряжением 120 кВ с гониомической приставкой, позволяющей наклонять образец относительно электронного луча на угол  $\pm 20^\circ$  и прецессией оси поворота и ЭМ-125 с ускоряющим напряжением 125 кВ. Растровая электронная микроскопия проводилась на электронном микроскопе Tesla BS-301 с ускоряющим напряжением 50 кВ.

Рентгеноструктурные исследования выполнялись на дифрактометре ДРОН-1,5 в  $Fe_{K\alpha}$  излучении. По положению линий на рентгенограмме определялись параметры решётки исследуемых образцов. При количественной оценке результатов определяли скалярную плотность дислокаций  $\rho$ ; концентрацию дислокационных петель  $n$ ; диаметр дислокационных петель  $D$ ; плотность дислокаций, образующих петли  $\rho_d$ ; избыточную плотность дислокаций  $\rho_{\pm}$ ; амплитуду дальнедействующих полей напряжений  $\tau_d$ .

### Результаты исследований и их обсуждение

Экспериментально установлено, что типы и параметры формирующейся структуры в обрабатываемых плазмой тлеющего разряда материалах зависят от исходной, уже имеющейся в образцах структуры. Поэтому, вначале исследовалась структура исходных объектов,

подлежащих обработке плазмой тлеющего разряда.

В качестве исходного материала выбран хорошо отожженный неупорядоченный сплав  $Ni_3Fe$ , имеющий гранцентрированную кристаллическую решетку, а также образцы  $Ni_3Fe$ , получившие механическую деформацию не более 24 %.

В исходных образцах твердого раствора  $Ni_3Fe$  не наблюдались дислокационные петли. Сам факт наблюдения (или отсутствия) дислокационных петель весьма важен для выяснения причин природы формирования субструктуры при воздействии тлеющего разряда. Размер зёрен не превышает величину 40 мкм и 450 мкм. Дефектная структура  $Ni_3Fe$  в исходном состоянии при увеличении в 30 000 на разной глубине практически не имеет дефектов (рис. 1, а), зерна относительно равномерно распределены в объеме материала. Она представляет четко выраженную фрагментированную структуру. Плотность дислокаций невелика и не превышает величину  $\rho = 0,2 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$ , а структура не имеет внутренних напряжений, что подтверждено наличием хаотически разбросанных случайных дислокаций. Границы зерен ровные, структура однофазная (рис. 1, б).

Физико-механические свойства материала, сопротивление деформированию, пластичность и закономерности разрушения определяются типом сформированной в нём дислокационной структуры, анализ которой проводился в соответствии с принятой классификацией основных наблюдаемых типов дислокационных субструктур, возникающих в процессе активного механического воздействия [6 – 13].

На рис. 2 представлены дислокационные структуры, сформировавшиеся после механического сжатия образцов  $Ni_3Fe$  до различных степеней деформации.

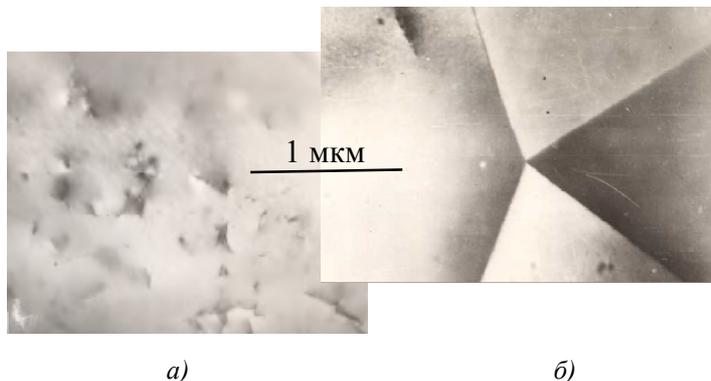
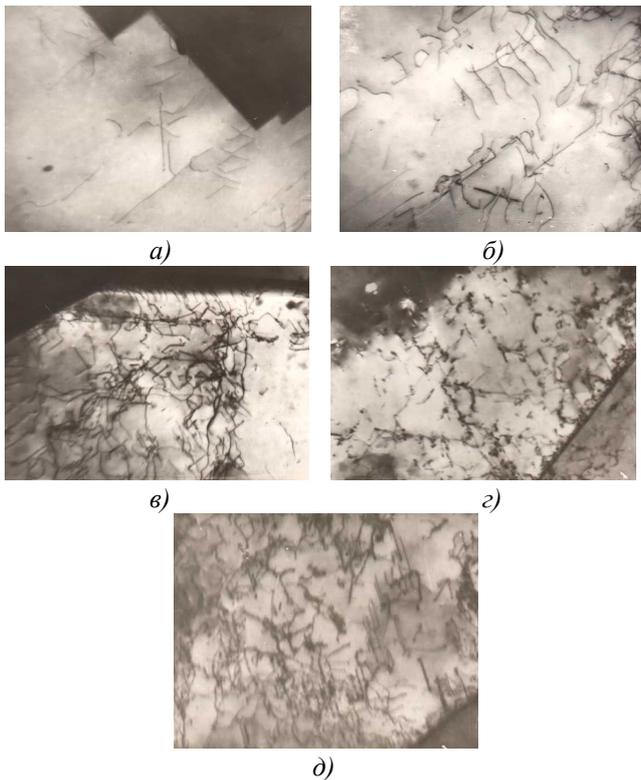


Рис. 1. Структура  $Ni_3Fe$  в исходном состоянии:

а – при увеличении в 30 000; б – при увеличении в 12 000



**Рис. 2.** Дислокационные структуры, сформировавшиеся после механического сжатия образцов  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  до различных степеней деформации:

- a* – деформация 0,07 % при увеличении в 30 000;
- б* – деформация 5 % при увеличении в 48 000;
- в* – деформация 7 % при увеличении в 30 000;
- г* – деформация 10 % при увеличении в 30 000;
- д* – деформация 24 % при увеличении в 48 000

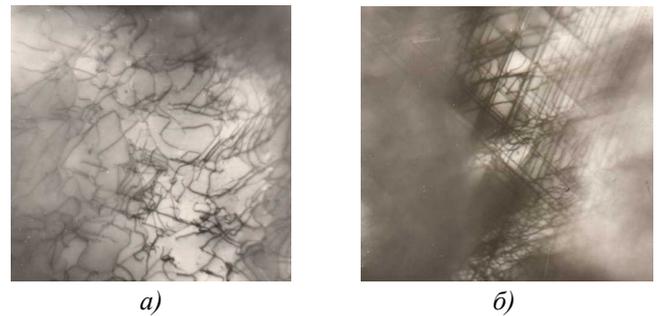
Изменение величины деформации выбрано для отражения закономерности процесса последовательной эволюции дислокационной структуры. При деформации равной 0,07 % (рис. 2, *a*) хаотическое распределение дислокаций сменяется сформировавшимися скоплениями вблизи каких-либо препятствий. Плотность дислокаций невелика и, соответственно, элементы их взаимодействия редки.

При деформации равной 5 % (рис. 2, *б*) возрастает плотность дислокаций, ориентированных вдоль основных направлений скольжения в ГЦК структурах  $\langle 112 \rangle$  (111) и, следовательно, имеются активные дислокационные взаимодействия. В результате создается сетчатая структура, на которую накладываются еще элементы случайных распределений.

При деформации равной 7 % (рис. 2, *в*) и деформации равной 10 % (рис. 2, *г*) идет эволюционный процесс перехода от сетчатой структуры к ячеисто-сетчатой и ячеистой структуре. Механическое поведение материала уже определяется коллективным поведени-

ем дислокационных ансамблей, а не поведением отдельных элементов трансляции. При высокой степени деформации равной 24 % (рис. 2, *д*) в сплаве формируются ячеистая и ячеисто-полосовые дислокационные структуры.

Проведём анализ всех типов, наблюдаемых в исследуемых образцах  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  дислокационных субструктур после воздействия плазмы тлеющего разряда. В результате выполненных исследований на  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  при увеличении в 30 000 на разной глубине от поверхности облучения *h* выявлены следующие дефектные структуры (рис. 3).



**Рис. 3.** Дислокационные структуры, сформировавшиеся в образцах  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  на глубине 0,1 мм от поверхности после обработки в тлеющем разряде при увеличении в 30 000

В облученном состоянии в образцах  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  после обработки в тлеющем разряде без применения механического воздействия на глубине образца на расстоянии 0,1 мм от поверхности наблюдается резкое повышение плотности дислокаций, наблюдаются скопления дислокаций и зачатки создания сетчатой структуры (рис. 3, *a*), а также много длинных прямолинейных дислокаций, ориентированных вдоль направления  $\langle 110 \rangle$  и не взаимодействующих между собой (рис. 3, *б*). Такие дислокации не характерны для модельного сплава  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ . В целом распределение дислокаций крайне неравномерно, от независимых прямолинейных дислокаций в одних местах до создания клубковых структур в других. Границы зёрен имеют резко-зубчатый характер (рис. 3, *б*).

На глубине 0,6 мм от поверхности облучения количество прямолинейных дислокаций снизилось, появилась тенденция к их взаимодействию и формированию сетчатых структур (рис. 4, *a*). В отдельных местах почти сформировалась ячеисто-полосовая структура (рис. 4, *б*). На этом фоне обнаруживается стремление системы сменить характер деформации от трансляционного скольжения к двойникованию.

На глубине 4,5 мм от поверхности облучения наблюдаются клубковые образования дислокаций и сетчатые структуры (рис. 5). Количество прямолинейных дислокаций снизилось. В отдельных местах сформировались ячеисто-полосовая, сетчатая и ячеистая структуры. Сформировалось стремление системы сменить характер деформации от трансляционного скольжения к двойникованию. При этом следует отметить, что двойникование не наблюдается при механической нагрузке указанного сплава.

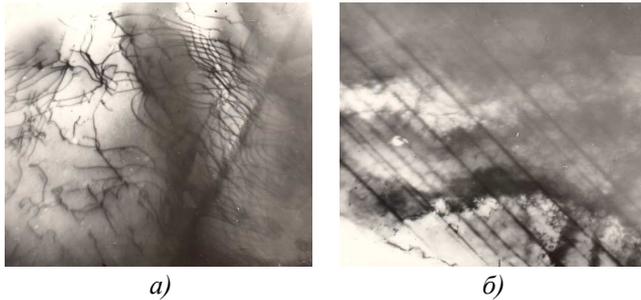


Рис. 4. Дислокационные структуры, сформировавшиеся в образцах  $Ni_3Fe$  на глубине 0,6 мм от поверхности после обработки в тлеющем разряде при увеличении в 30 000

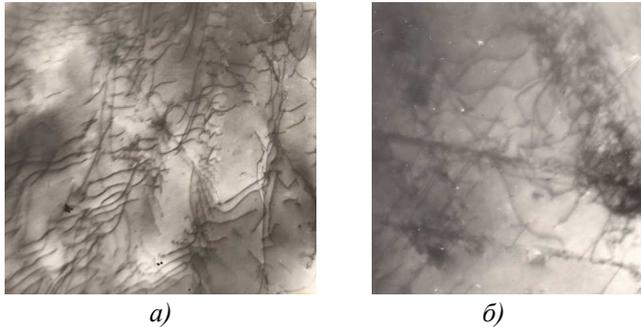


Рис. 5. Дислокационные структуры, сформировавшиеся в образцах  $Ni_3Fe$  на глубине 4,5 мм от поверхности после обработки в тлеющем разряде при увеличении в 30 000

На расстоянии 7,8 мм от поверхности облучения наблюдается развитие явления двойникования сплава  $Ni_3Fe$  (рис. 6 а, б, в). Известно, что двойникование – это механизм пластической деформации при релаксации напряжений вблизи двойниковых границ. Образование двойников в сплаве  $Ni_3Fe$  после облучения в тлеющем разряде подтверждено полученными электронограммами (рис. 6, г; рис. 7, а).

На глубине 7,8 мм после плазменного воздействия образуются хаотически расположенные дислокации (рис. 6, а) и полосовая дислокационная структура (рис. 6, в), проявляются дислокационные петли (рис. 6, б). На рис. 7, а представлена микродифракция участка (см. рис. 6, а). На рис. 7, б темнопольное изображение двойников в рефлексе-сателлите.

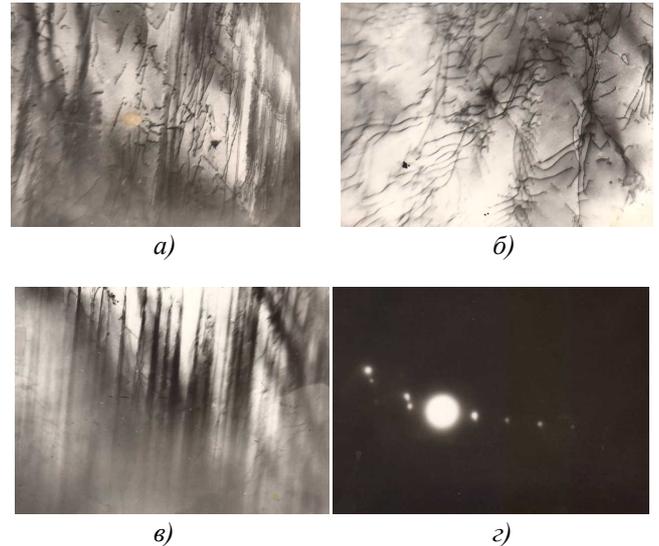


Рис. 6. Дислокационные структуры, сформировавшиеся в образцах  $Ni_3Fe$  на глубине 7,8 мм от поверхности после обработки в тлеющем разряде при увеличении в 30 000



Рис. 7. Микродифракция и темнопольное изображение двойников в рефлексе-сателлите в образцах  $Ni_3Fe$  на глубине 7,8 мм от поверхности после обработки в тлеющем разряде

В результате проведенных рентгеноструктурных исследований установлено, что воздействие плазмы тлеющего разряда не привело к заметным изменениям величины параметра решетки. Установлено, что по мере роста плотности дислокаций дислокационные субструктуры в зависимости от условий превращаются одна в другую. В каждом исследованном структурном состоянии, как правило, наблюдается смесь дислокационных субструктур, а сами субструктуры, вследствие своей эволюции по плотности дислокаций, находятся на разной степени совершенства. Это закономерное явление для эволюции дислокационных субструктур и при анализе микроснимков его следует принимать во внимание.

Таким образом, закономерности формирования сложных дислокационных субструктур, вследствие воздействия плазмы тлеющего разряда, близки к тем, которые наблюдаются при различных видах пластической деформации. Поскольку в данном случае пластическая деформация не имеет места, то полученные результаты подтверждают гипотезу о том, что значение скалярной плотности дислокаций является основным параметром, управляю-

щим образованием сложных дислокационных структур.

Отличительной особенностью наблюдаемых дислокационных структур при воздействии плазмы тлеющего разряда от тех, которые возникают при пластической деформации, является высокая плотность дислокационных петель. Обращает на себя внимание тот факт, что дислокационные петли наблюдаются в кристаллах с низкой плотностью дислокаций. Сам факт наблюдения (или отсутствия) дислокационных петель весьма важен для выяснения причин природы формирования субструктуры при воздействии тлеющего разряда. Наличие петель может свидетельствовать о важной роли точечных дефектов.

### Выводы

1. В результате воздействия плазмы тлеющего разряда происходит существенная перестройка дислокационной структуры сплава  $\text{Ni}_3\text{Fe}$ .
2. Закономерности формирования сложных дислокационных субструктур, вследствие воздействия плазмы тлеющего разряда, близки к тем, которые наблюдаются при различных видах пластической деформации.
3. Появление двойникования как механизма деформации сплава  $\text{Ni}_3\text{Fe}$  свидетельствует о существенных изменениях в состоянии кристаллической решетки.
4. Образование дислокационных петель также является важным результатом плазменного воздействия.

### БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. **Ion Beam Modification of Materials.** Proceed of the Tenth Intern. Conference on IBMM. // Editors: *J.C. Barbour* and *M. Nastasi* Albuquerque. NM. USA. 1996.
2. **Козлов, Э.В., Терешко, И.В., Попова, Н.А.** Изменения, вызванные низкоэнергетической плазмой в поверхностных слоях и объёмные свойства металлов и сплавов // Известия ВУЗов, Физика. – 1994. – № 5. – С. 127–140.
3. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Tereshko V.M.** et al. *Active Modification and Amorphisation of Materials by Low-Energy Ion Irradiation*, In: *Application of Particle and Laser Beams in Materials Technology*, Edit by Misaelides. NATO ASI Series. Kluwer Academic Publishers. Dordrecht, Boston, London, 1995. P. 595-602.
4. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Lipsky E.A.** et al. Materials modification by low-energy ion irradiation // NIMB. 1997. 127/128, P. 861-864.
5. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Tereshko V.M.** et al. *Self-organizing Processes in Metals by Low-Energy Ion Beams* // NIMB 1993, 80/81, P. 115-119.
6. **Конева, Н.А., Козлов, Э.В.** Закономерности субструктурного упрочнения // Известия ВУЗов. Физика. – 1991. – № 3. – С. 71–80.
7. **Конева, Н.А., Козлов, Э.В., Тришкина, Л.И.** Классификация дислокационных субструктур // Металлофизика. – 1991. – Т. 12. – № 1. – С. 49–58.
8. **Козлов, Э.В., Старенченко, В.А., Конева, Н.А.** Эволюция дислокационной структуры и термодинамика пластической деформации металлических материалов // Металлы. – 1993. – № 5. – С. 152 – 161.

9. **Koneva N.A. Kozlov E.V., Trishkina L.I., Pekarskaya E.E.** Thermodynamics of substructure under plastic deformation of metals and alloys / N.A. Koneva // *Materials Science & Engineering*. – 1997. – V. A 234 – 236. – P. 614 – 616.

10. **Конева, Н.А., Козлов, Э.В.** Упорядочение в дислокационной структуре. Фазовые переходы // Известия РАН. Сер. Физика. – 2002. – Т. 66. – № 6. – С. 824–829.

11. **Диденко, А.Н., Шаркеев, Ю.П., Козлов, Э.В., Рябчиков, А.И.** Эффекты дальнего действия в ионно-имплантированных металлических материалах. – Томск: Изд-во НТЛ, 2004. – 328 с.

12. **Конева, Н.А., Козлов, Э.В.** Физическая природа стадийности пластической деформации. Структурные уровни пластической деформации и разрушения /отв. ред. В.Е. Панин. – Новосибирск: Наука, 1990. – С. 123–186.

13. **Конева, Н.А., Лычагин, Д.В., Тришкина, Л.И., Козлов, Э.В.** Физические аспекты прогнозирования разрушения и деформирования гетерогенных материалов // Л.: ФТИ. – 1987. – № 8. – С. 20–36.

### REFERENCES

1. **Ion Beam Modification of Materials.** Proceed of the Tenth Intern. Conference on IBMM. // Editors: *J.C. Barbour* and *M. Nastasi* Albuquerque. NM. USA. 1996.
2. **Kozlov, E.V., Tereshko, I.V., Popova, N.A.** Changes caused by low-power plasma in surface layers and metal and alloy bulk properties // *College Proceedings, Physics*. – 1994. – No.5. – pp. 127-140.
3. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Tereshko V.M.** et al. *Active Modification and Amorphisation of Materials by Low-Energy Ion Irradiation*, In: *Application of Particle and Laser Beams in Materials Technology*, Edit by Misaelides. NATO ASI Series. Kluwer Academic Publishers. Dordrecht, Boston, London, 1995. P. 595-602.
4. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Lipsky E.A.** et al. Materials modification by low-energy ion irradiation // NIMB. 1997. 127/128, P. 861-864.
5. **Tereshko I.V., Khodyrev V.I., Tereshko V.M.** et al. *Self-organizing Processes in Metals by Low-Energy Ion Beams* // NIMB 1993, 80/81, P. 115-119.
6. **Koneva, N.A., Kozlov, E.V.** Regularities of structural strengthening // *College Proceedings, Physics*. – 1991. – 1991. – No.3. – pp. 71-80.
7. **Koneva, N.A., Kozlov, E.V., Trishkina, L.I.** Dislocation Substructures Classification // *Metal Physics*. 1991. – Vol.12. – No.1. – pp. 49-58.
8. **Kozlov, E.V., Starenchenko, V.A., Koneva, N.A.** Dislocation structure evolution and thermodynamics of metal plastic deformation // *Metals*. – 1993. – No.5. – pp. 161.
9. **Koneva N.A. Kozlov E.V., Trishkina L.I., Pekarskaya E.E.** Thermodynamics of substructure under plastic deformation of metals and alloys / N.A. Koneva // *Materials Science & Engineering*. – 1997. – V. A 234 – 236. – P. 614 – 616.
10. **Koneva, N.A., Kozlov, E.V.** Sequencing in dislocation structure. Phase transitions // *Proceedings of RAS. Physics Series*. – 2002. – Vol. 66. – No.6. – pp. 824-829.
11. **Диденко, А.Н., Шаркеев, Ю.П., Козлов, Э.В., Рябчиков, А.И.** *Effects of Long-Range in Ionic-Implanted Metals*. – Tomsk: STL Publishing House, 2004. – pp. 328.
12. **Koneva, N.A., Kozlov, E.V.** *Physical Nature of Plastic Deformation Stage. Structural Levels of Plastic Deformation and Destruction* / V.E. Panin - responsible editor. – Novosibirsk: Science, 1990. – pp. 123-186.
13. **Koneva, N.A., Lychagin, D.V., Trishkina, L.I., Kozlov, E.V.** *Physical Aspects in Prediction of Destruction and Deformation of Heterogeneous Materials* // L.: FTI. – 1987. – No.8. – pp. 20-36.

Рецензент д.т.н. А.А. Кумин