

На правах рукописи



Эмурлаев Кемал Исметович

**ПРИМЕНЕНИЕ ДИФРАКЦИИ СИНХРОТРОННОГО
РЕНТГЕНОВСКОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА ЭВОЛЮЦИИ
СТРУКТУРЫ УГЛЕРОДИСТЫХ И ЛЕГИРОВАННЫХ СТАЛЕЙ
В УСЛОВИЯХ СУХОГО ТРЕНИЯ СКОЛЬЖЕНИЯ**

Специальность: 2.6.17 – Материаловедение

Автореферат диссертации на соискание ученой степени
кандидата технических наук

Новосибирск – 2022

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном
образовательном учреждении высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет»

Научный руководитель: **Батаев Иван Анатольевич**
доктор технических наук, доцент

Официальные оппоненты: **Савченко Николай Леонидович**,
доктор технических наук,
Федеральное государственное бюджетное
учреждение науки Институт физики прочности
и материаловедения Сибирского отделения
Российской академии наук, лаборатория
контроля качества материалов и конструкций,
ведущий научный сотрудник, г. Томск.

Цыбуля Сергей Васильевич,
доктор физико-математических наук, профессор
Федеральное государственное бюджетное учре-
ждение науки «Федеральный исследователь-
ский центр «Институт катализа им. Г.К. Борес-
кова Сибирского отделения Российской акаде-
мии наук», отдел исследования катализаторов,
главный научный сотрудник, г. Новосибирск.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учре-
ждение науки Институт физики металлов имени
М.Н. Михеева Уральского отделения Россий-
ской академии наук, г. Екатеринбург.

Защита диссертации состоится «22» декабря 2022 года в 10⁰⁰ часов на заседании
диссертационного совета 24.2.347.03, созданного на базе Федерального государ-
ственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования
«Новосибирский государственный технический университет» по адресу:
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20, I корпус, конференц-зал.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Новосибирского государ-
ственного технического университета, а также на сайте www.nstu.ru

Автореферат разослан « ____ » ноября 2022 г.

Ученый секретарь диссертационного совета
к.т.н., доцент



Андрей Геннадиевич Тюрин

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы исследования

Процессы трения и изнашивания представляют особый интерес исследователей в области трибологии, материаловедения, физики твердого тела, а также специалистов, деятельность которых связана с разработкой и эксплуатацией различных видов оборудования. Преодоление сил трения в машинах и механизмах требует огромных затрат энергии и, как следствие, сопровождается большими экономическими потерями. Следует учитывать также, что значительные финансовые издержки обусловлены частым выходом из строя изделий в результате изнашивания. Как правило, для повышения долговечности узлов трения в область их сопряжения вводят смазывающие вещества, однако они не всегда полностью устраняют проблему изнашивания, поскольку в ходе эксплуатации могут возникнуть условия, при которых механизм будет работать в условиях граничной смазки или даже сухого трения. По этой причине понимание процессов структурных преобразований, происходящих непосредственно в ходе трения, является чрезвычайно важным, в особенности, если учесть, что сухое трение является неизбежным и даже желательным явлением для многих механизмов, например, для систем торможения и при изготовлении проката.

Абсолютное большинство работ, посвященных изучению структурных преобразований в материалах в процессе трения, основано на исследованиях, выполненных после завершения эксперимента (*ex situ* подход). При реализации такого подхода весьма проблематично оценить характер изменений, соответствующих всем этапам, предшествующим достижению конечного состояния материала, поскольку проведение «дискретных» исследований в различные моменты изнашивания представляет собой трудоемкий процесс.

В последние десятилетия в связи с появлением специализированных источников синхротронного излучения активно развиваются методы наблюдения за структурой материалов, формирующейся непосредственно в процессе внешнего воздействия. *In situ* и *operando* подходы к изучению структурно-фазовых преобразований с использованием синхротронного излучения являются одними из передовых направлений исследований, проводимых в настоящее время сообществом трибологов. Высокая яркость источников синхротронного излучения третьего и четвертого поколений в сочетании с современными детекторами рентгеновского излучения обеспечивает возможность получать информацию о текущем состоянии исследуемого изделия с частотой до нескольких сотен измерений в секунду и более. Таким образом, становится возможным оценивать структурные изменения и анализировать кинетику процессов аккумуляции и аннигиляции дефектов кристаллической структуры металлических материалов в процессе их эксплуатации, в том числе в процессе трения скольжения.

Диссертационная работа направлена на изучение эволюции структуры сталей с использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения. Для достижения целей и решения поставленных в работе задач на кафедре материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета была разработана и изготовлена специальная установка, предназначенная для исследования микроструктуры поверхностных слоёв металлических образцов в процессе трения на станциях синхротронного рентгенов-

ского излучения. Для анализа структурно-фазового состояния исследуемых в работе сталей использовались наиболее современные методы профильного анализа, позволяющие учитывать анизотропию упругих свойств материалов. Анализируемые в диссертационной работе сплавы широко применяются в различных отраслях промышленного производства при изготовлении изделий ответственного назначения.

В настоящее время во многих странах мира, в том числе и в Российской Федерации разрабатываются новые и модернизируются построенные ранее источники синхротронного излучения. В соответствии с национальным проектом «Наука» в России создаётся один из самых совершенных в мире источников синхротронного излучения, получивший название Центр коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»), относящийся к поколению «4+» и установкам класса «мегасайенс». Разрабатываемые в диссертационной работе подходы ориентированы на их дальнейшее развитие на источниках такого типа.

Работа выполнялась в рамках государственного задания Министерства науки и высшего образования Российской Федерации (проект *FSUN-2020-0014* (2019-0931): «Исследование метастабильных структур, формируемых на поверхностях и границах раздела материалов при экстремальном внешнем воздействии» и проекта «Аспиранты» № 20-32-90119 Российского фонда фундаментальных исследований. При выполнении исследования использовалось оборудование ЦКП НГТУ «Структура, механические и физические свойства материалов» (№ 13.ЦКП.21.003).

Степень разработанности темы исследования

Структура железоуглеродистых сплавов в условиях фрикционного воздействия анализировалась в большом количестве исследований и рассматривалась на разных масштабных уровнях с использованием различных видов аналитического оборудования. Большой вклад в развитие этих исследований внесли отечественные научные школы из Москвы, Томска, Екатеринбурга, Твери, Омска и других городов, а также многие зарубежные научные коллективы.

Первые попытки *operando* исследований процесса трения методом рентгеновской дифракции были предприняты еще в середине 1960-х годов И.М. Любарским, Д.В. Воскобойниковым и Л.Я. Гольдштейном с использованием лабораторного источника рентгеновского излучения. Подход, связанный с анализом структурных изменений непосредственно в ходе фрикционного взаимодействия элементов пары трения, получил развитие в 2000-х годах в Новосибирском государственном техническом университете в работах Д.Е. Буторина и С.В. Бурова. В этих исследованиях использовался синхротронный источник 1-го поколения ВЭПП-3 (Институт ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН, г. Новосибирск), яркость которого на несколько порядков превышает яркость рентгеновских трубок. Следует отметить, что в связи с техническими ограничениями в работах Д.Е. Буторина и С.В. Бурова не удалось изучить процессы трения сталей, являющихся типичными материалами, используемыми в узлах трения многих реальных механизмов. Кроме того, для анализа результатов, полученных в указанных работах, использовались только классические методы профильного анализа, не учитывающие анизотропию свойств материалов и влияние дефектов кристаллической решётки на форму профиля рентгеновских пиков.

В начале 2010-х годов появились первые работы, посвященные *in situ* контролю структурно-фазовых преобразований непосредственно в области взаимодействия трущихся тел с использованием синхротронного излучения. Особенность подхода, разработанного совместными усилиями научных коллективов университета города Кюсю и научно-исследовательского института группы Тойота, заключается в использовании рентгеноаморфного контртела – сапфира, обладающего высокой степенью пропускания видимого света и рентгеновского излучения. Таким образом, становится возможным визуальный контроль за поверхностным слоем объекта исследования, оценка температуры в зоне трения, а также анализ микроструктуры с использованием рентгеновской дифракции. Исследования выполнялись на ускорительном комплексе 3-го поколения *SPring-8* (Япония), яркость которого существенно выше по сравнению с лабораторными дифрактометрами, а также источниками синхротронного излучения первого поколения. Следует подчеркнуть, что отмеченный подход применим только для анализа пар трения, один из элементов, которых является рентгеноаморфным, что крайне редко встречается на практике.

Одновременно с развитием новых источников синхротронного излучения и повышением их яркости происходит совершенствование методов рентгеноструктурного анализа. Профессором Т. Унгаром были разработаны модифицированные методы Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха, основанные на работах М.А. Кривоглаза. Особенность данных методов заключается в том, что искажения кристаллической решетки материала связываются с его дислокационной структурой. Потенциал этих методов применительно к задачам, имеющим значение для практики, в настоящее время не раскрыт.

Цель диссертационной работы заключается в выявлении особенностей эволюции фазового состава и дислокационной структуры углеродистых и легированных сталей с использованием *operando*-контроля в условиях сухого трения скольжения методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения.

Для достижения поставленной цели решались следующие задачи:

1. Проведение экспериментальных исследований процесса трения скольжения образцов из углеродистых и легированных сталей с различной исходной структурой с использованием рентгеновской дифракции на современных источниках синхротронного излучения.

2. Разработка автоматизированных алгоритмов для получения данных о структурно-фазовом состоянии материалов, основанных на современных методах профильного анализа дифракционных картин.

3. Анализ структурно-фазовых преобразований, происходящих в процессе сухого трения скольжения в сталях с различным исходным состоянием.

4. Изучение особенностей формирования механически-перемешанных слоев, а также характера изнашивания сильнодеформированных материалов и процессов трибоокисления при реализации жестких режимов сухого трения скольжения.

5. Сопоставление результатов, получаемых с использованием рентгеновской дифракции и классических методов структурных исследований (световая микроскопия, растровая электронная микроскопия и другие).

6. Определение механических свойств материалов на различных этапах триботехнических испытаний и выявление их связи с преобразованиями микроструктуры в процессе трения скольжения.

Научная новизна

1. С использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения выявлены структурно-фазовые преобразования, происходящие в сталях 45, 40X и 12X18H10T при реализации «жестких» режимов сухого трения скольжения. На основании анализа формы профилей дифракционных максимумов выявлен характер изменения размеров областей когерентного рассеяния, плотности и типа дислокаций, радиусов областей упругих искажений.

2. Методом рентгеноструктурного анализа показано, что в поверхностных слоях стали 45 с феррито-перлитной структурой после триботехнических испытаний в условиях сухого трения скольжения до 90 % присутствующих дислокаций являются винтовыми. Доминирование дефектов этого типа связано с аннигиляцией краевых дислокаций и образованием малоподвижных винтовых дислокаций.

3. Экспериментально установлено, что в процессе фрикционного воздействия на аустенитную хромоникелевую сталь 12X18H10T $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение происходит с формированием промежуточной ε -фазы. С использованием количественного рентгенофазового анализа определена объемная доля α' - и γ -фаз в поверхностном слое стали 12X18H10T на различных этапах сухого трения скольжения.

4. Методом молекулярной динамики показано, что дестабилизация аустенита при деформации стали 12X18H10T происходит за счёт перераспределения легирующих элементов и обеднения твёрдого раствора никелем.

Теоретическая и практическая значимость работы

Теоретическая значимость определяется совокупностью полученных в работе результатов, расширяющих представления о процессах эволюции микроструктуры сталей с различным исходным структурно-фазовым состоянием непосредственно в процессе фрикционного воздействия. Установлено, что использование синхротронного излучения в сочетании с современными дифракционными моделями позволяет зафиксировать различные стадии накопления дефектов кристаллической решетки и выявить особенности дислокационных преобразований, вызванных трением. Развиваемый в работе подход к решению задач, связанных с *operando*-контролем изменений структуры в процессах трения скольжения, может быть использован для анализа других материалов, их диагностики и прогнозирования надежности в условиях фрикционного нагружения.

В рамках выполнения диссертации разработана экспериментальная установка, предназначенная для проведения *operando* исследований материалов в условиях фрикционного нагружения с использованием метода синхротронной дифрактометрии. Установка передана в Международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения» (г. Гренобль, Франция) с целью изучения процессов трения и изнашивания материалов научным сообществом. Полученные результаты используются при проектировании станций синхротронного излучения в ЦКП «СКИФ».

Методология и методы исследования

Триботехнические эксперименты выполнялись на машине трения, разработанной с участием автора диссертационной работы на кафедре «Материаловедение в машиностроении» Новосибирского государственного технического университета. Машина трения устанавливалась на станции ID13 («*Microfocus beamline*») Европейского центра синхротронного излучения. Позиционирование установки относительно пучка выполнялось с использованием прецизионного трехкоординатного стола. Дифракционные картины регистрировались высокоскоростным составным двухкоординатным детектором *Dectris EigerX 4M*. Обработка результатов дифракционных исследований выполнялась с применением алгоритмов, разработанных автором диссертации на языке программирования *Python*.

Металлографические исследования выполнялись на оптическом микроскопе *Carl Zeiss Axio Observer Z1m*. Исследование тонкой структуры стальных образцов проводилось на сканирующем электронном микроскопе *Carl Zeiss Sigma 300*. Оценка локального элементного состава проводилась с использованием сканирующего электронного микроскопа *Carl Zeiss EVO50 XVP*, оборудованного энергодисперсионным анализатором *Oxford Instruments X-Act*. ДюрOMETрические исследования выполнялись на полуавтоматическом микротвердомере *Wolpert Group 402MVD* и нанотвердомере ФГБНУ ТИСНУМ НаноСкан-3Д Стандарт. Аналитические исследования полученных в работе материалов выполнены на современном аналитическом оборудовании Центра коллективного пользования «Структура, механические и физические свойства материалов» на базе Новосибирского государственного технического университета.

Положения, выносимые на защиту

1. Метод дифракции синхротронного излучения является эффективным инструментом контроля структурно-фазовых преобразований в металлических материалах в условиях сухого трения скольжения.

2. Независимо от исходной структуры стальных заготовок (феррито-перлитной, аустенитной или мартенситной), их взаимодействие с контртелом на начальном этапе трения сопровождается процессами насыщения поверхностных слоев дефектами кристаллического строения. Скорость достижения предельной концентрации дефектов определяется механизмами преобразования структуры сплавов в процессе трения.

3. При реализации «жестких» режимов триботехнического воздействия, интенсивный рост плотности дефектов в кристаллической решетке феррита стали 45 происходит с самых первых циклов трения и стабилизируется с развитием окислительных процессов. Флуктуации предельных значений полуширины дифракционных максимумов феррита и плотности дислокаций обусловлены сочетанием процессов накопления дефектов и изнашивания сплава.

4. Процесс сухого трения скольжения аустенитной хромоникелевой стали 12X18H10T на начальных этапах приводит к образованию кристаллов мартенсита деформации, способствующих в дальнейшем автокаталитическому развитию $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения. Формирование α' -мартенсита происходит с промежуточным формированием ε -фазы и наследованием дефектного строения аустенита.

5. Снижение полуширины дифракционных максимумов мартенсита на начальном этапе фрикционного нагружения связано с аннигиляцией дислокаций и перераспределением углерода в α -мартенсите. Медленный прирост полуширины дифракционных максимумов обусловлен высокой плотностью дефектов кристаллической решетки мартенсита в исходном (закаленном) состоянии.

Степень достоверности и апробация результатов

Достоверность полученных результатов подтверждается использованием современного аналитического, испытательного и технологического оборудования, позволяющего с высоким качеством проводить структурные исследования, а также определять комплекс механических и эксплуатационных свойств материалов. Полученные в работе результаты хорошо согласуются с современными представлениями об особенностях формирования дислокационной структуры в условиях деформационного воздействия.

Основные результаты работы были представлены и обсуждены на III Всероссийской конференции (с международным участием) «Горячие точки химии твердого тела от новых идей к новым материалам» (г. Новосибирск, 2019); XVI Курчатовской междисциплинарной молодежной научной школе (г. Москва, 2019); 13 симпозиуме с международным участием «Термодинамика и материаловедение» (г. Новосибирск, 2020); Всероссийском молодёжном научном форуме с международным участием «*Open Science*» (г. Гатчина, 2020, 2021 гг.); XXI Всероссийской школе-семинаре по проблемам физики конденсированного состояния вещества (г. Екатеринбург, 2021); XVI Международной конференции «Механика, ресурс и диагностика материалов и конструкций» (г. Екатеринбург, 2022); Международной конференции «*Synchrotron and Free electron laser Radiation: generation and application*» (г. Новосибирск, 2022).

Личный вклад автора заключался в формулировании задач исследования, планировании и проведении экспериментов по анализу структуры и механических свойств материалов, в том числе на источниках синхротронного излучения, а также подготовке научных публикаций. Обработка экспериментальных данных, полученных методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения, проведена автором с использованием самостоятельно разработанных компьютерных алгоритмов.

Публикации

По результатам исследований опубликовано 11 публикаций, из них: 3 статьи в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК и 8 статей в журналах, входящих в базы цитирования *Scopus* и *Web of Science*. Получены 3 свидетельства о государственной регистрации программ для ЭВМ.

Соответствие паспорту заявленной специальности

Тема и содержание диссертационной работы соответствуют научной специальности 2.6.17 – «Материаловедение» в части пунктов 2, 5, 6, 8 и 9.

Структура и объем работы

Диссертационная работа состоит из введения, 6 глав, заключения, списка литературы и пяти приложений. Текст работы изложен на 206 страницах, включая 76 рисунков, 5 таблиц, библиографический список, состоящий из 258 наименований.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

Во введении обоснована актуальность темы исследования, показана степень ее разработанности, сформулированы цель и задачи работы, приведены научная новизна, теоретическая и практическая значимость, а также положения, выносимые на защиту.

В первой главе представлен аналитический обзор результатов теоретических и экспериментальных исследований, выполненных отечественными и зарубежными специалистами по теме диссертационной работы. Описаны особенности структурно-фазовых превращений, развивающихся в железоуглеродистых сплавах при фрикционном нагружении, а также перечислены существующие подходы их анализа с использованием рентгеновского излучения как на лабораторных источниках излучения, так и на источниках синхротронного излучения.

Во второй главе описывается методика проведения триботехнических экспериментов по схеме «штифт-диск». В ходе эксперимента поверхностный слой образца анализировался с использованием синхротронного рентгеновского излучения в геометрии скользящего пучка (рисунок 1). Перед началом испытания образец (диск) прижимался к жесткозакрепленному контртелу с нагрузкой 16 кг. Место падения пучка на поверхность трения находилось на расстоянии 3 мм от контртела. Линейная скорость перемещения поверхности образца относительно контртела составляла 207,4 мм/с. Таким образом, время от непосредственного контакта локальной области образца с контртелом до регистрации дифракционной картины от этой области составляло менее 15 мс. Анализу подвергались отожженная сталь 45 и закаленные стали 12X18H10T и 40X. Термическая обработка сплавов выполнялась в вакуумной печи при остаточном давлении не выше 5×10^{-5} мм. рт. ст.

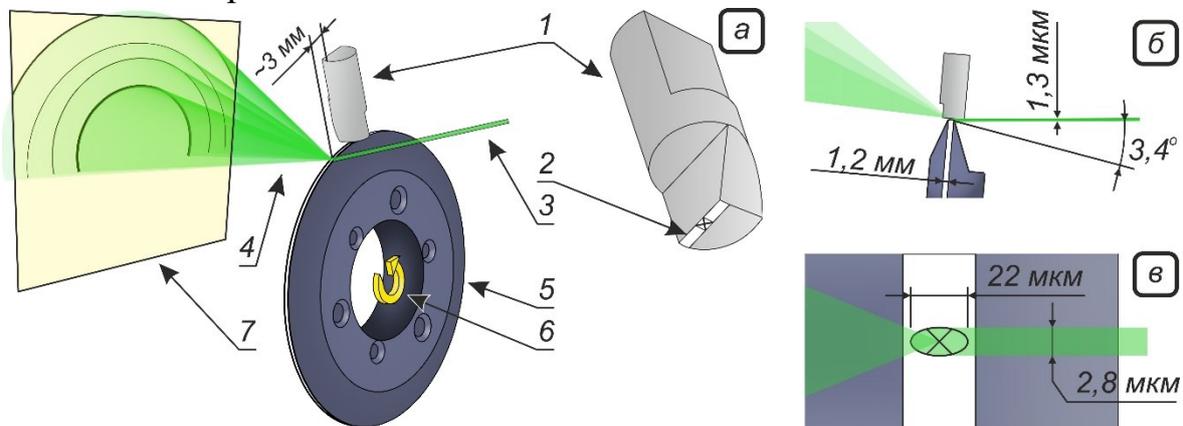


Рисунок 1 – (а) схема триботехнического эксперимента с одновременным дифракционным анализом: 1 – контртело (BK20); 2 – рабочая поверхность контртела; ожидаемая область контакта отмечена прямоугольником с перекрестием; 3, 4 – входящее и дифрагировавшее излучение; 5 – стальной образец; 6 – направление вращения; 7 – детектор; (б) геометрия скользящего пучка; (в) проекция пучка на рабочую поверхность (не в масштабе)

Дифрагированное излучение регистрировалось с частотой 60 кадров в минуту с использованием высокоскоростного двухкоординатного детектора *Dectris Eiger 4M*, размеры которого составляют $162,5 \times 155,2$ мм² при разрешении 2070×2167 пикселей и размере пикселя 75×75 мкм². Время экспозиции составляло 5 мс, а номинальный размер пучка – $1,3 \times 2,8$ мкм². Использование геометрии скользящего пучка обеспечивало проникновение синхротронного рентгеновского излучения на глубину приблизительно 1 мкм.

Сканирование поверхности трения пучком синхротронного излучения выполнялось после заданного количества циклов фрикционного нагружения. В процессе сканирования установка с образцом перемещалась по вертикали и горизонтали с шагом $1,3$ и 5 $\mu\text{м}^2$, соответственно. Результатом сканирования был массив размерностью $M \times N$, состоящий из 121 (вертикаль) \times 410 (горизонталь) = 49610 дифракционных картин. Результаты сканирования не усреднялись. Каждый пиксель на картах представляет информацию из соответствующей точки на поверхности образца. Из полученных дифракционных картин извлекались данные об интенсивности и полуширине дифракционных пиков. Схема картирования представлена на рисунке 2.

Профильный анализ выполнялся с использованием модифицированных методов Вильямсона - Холла и Уоррена - Авербаха. Моделирование процессов методом молекулярной динамики проведено с применением пакета *LAMMPS*.

Третья глава диссертационной работы посвящена изучению особенностей структурных преобразований в стали 45, вызванных фрикционным нагружением. Из рисунков 3 а, б следует, что на протяжении всего эксперимента α -Fe является доминирующей фазой. Фрикционное нагружение приводит к изменению интенсивности рефлексов и увеличению их полуширины относительно исходного состояния. Изменение формы дифракционных максимумов показано на примере пика (110) на рисунке 3 в.

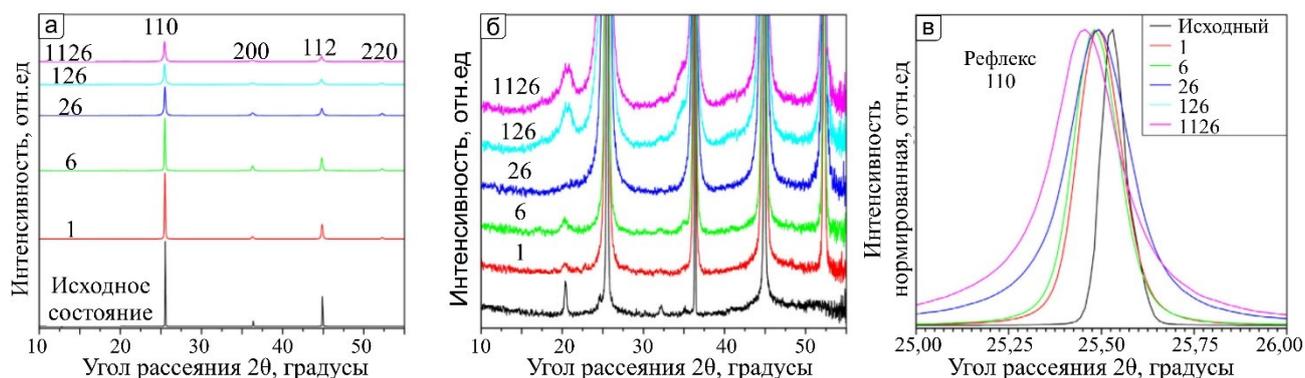


Рисунок 3 – Дифракционные картины, полученные с рабочей поверхности стали 45 на различных этапах фрикционного нагружения

Согласно результатам *operando* контроля структурных изменений в течение первых 40 циклов фрикционного нагружения происходит интенсивное накопление дефектов кристаллической решетки и измельчение элементов микроструктуры, о чем свидетельствует изменение полуширины дифракционных

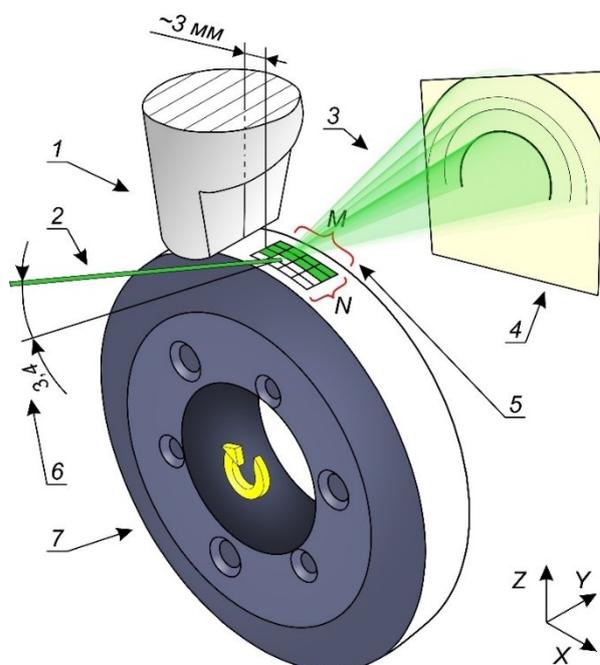


Рисунок 2 – Схема картирования поверхности трения: 1 – контртело; 2 – падающий пучок синхротронного излучения; 3 – дифрагированное излучение; 4 – плоский детектор; 5 – область сканирования, состоящая из $M \times N$ точек, где M и N равны 410 и 121 соответственно; 6 – угол скольжения излучения; 7 – образец

максимумов (рисунок 4 а, б). Через некоторое время ширина линий достигает предельного значения и ее дальнейший рост практически прекращается. Полученные результаты согласуются с данными, зафиксированными методами растровой электронной микроскопии (рисунок 4 в-д). Начиная примерно с 200 цикла и до завершения эксперимента, на представленных диаграммах наблюдается осцилляция полуширины дифракционных максимумов вблизи ранее достигнутого значения. Скачкообразное изменение формы дифракционного профиля относительно предельной величины обусловлено периодически повторяющимися процессами накопления и аннигиляции дефектов, а также снижением их концентрации в результате изнашивания материала.

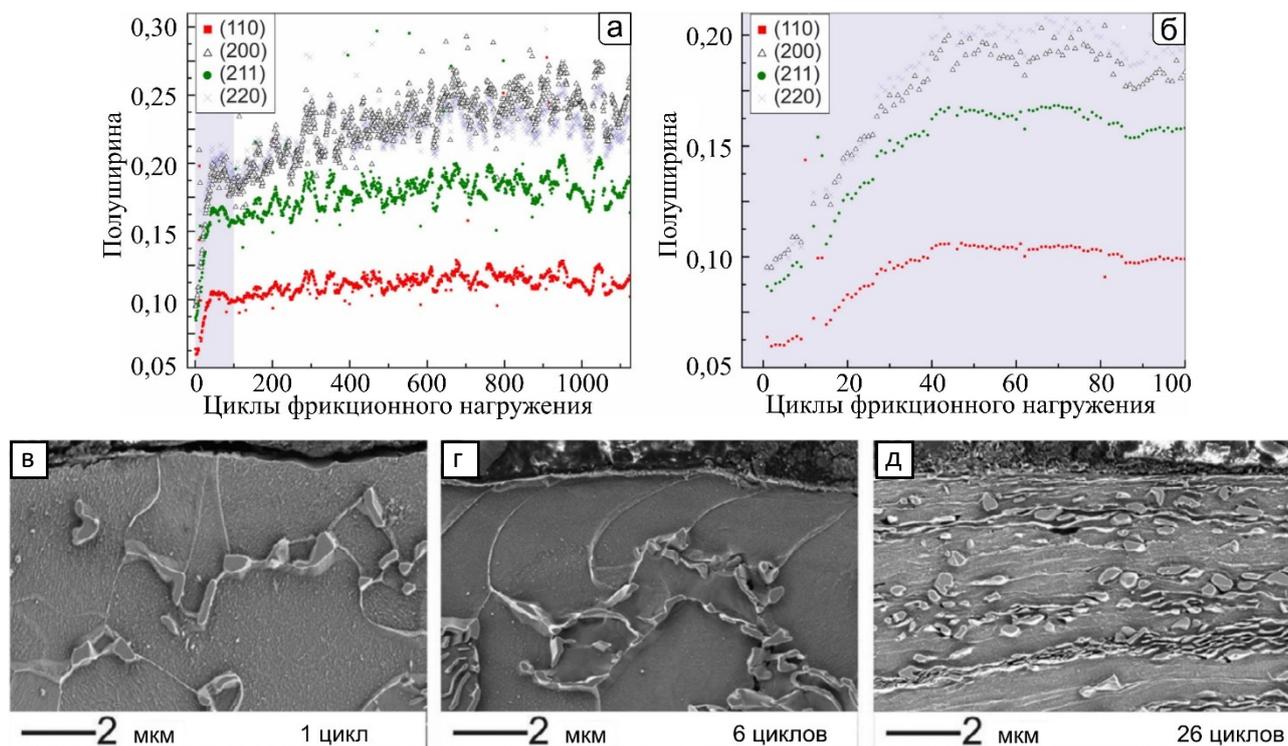


Рисунок 4 – (а) изменение полуширины дифракционных максимумов феррита; (б) область, отмеченная на изображении (а); микроструктура стали 45 на различных этапах трения (в-д)

Профильный анализ показал, что размер областей когерентного рассеяния (ОКР) резко изменяется в течение первых 40 циклов, на протяжении которых происходит их уменьшение от ~ 300 нм до ~ 65 нм (рисунок 5). Дальнейшее измельчение структуры происходит значительно медленнее. Минимальный размер ОКР, достигнутый после 1126 циклов трения, составил ~ 59 нм. На диаграмме наблюдаются некоторые осцилляции размеров ОКР вблизи предельного значения. С использованием рентгеноструктурного анализа выявлено, что эволюция микроструктуры поверхностных слоев в процессе трения скольжения сопровождается повышением доли винтовых дислокаций и снижением доли дислокаций краевого типа (рисунок 6). Преобладание винтовых дислокаций в стали, подвергнутой

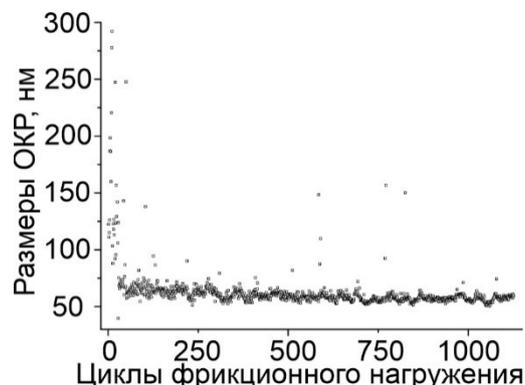


Рисунок 5 – Изменение размеров ОКР в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения

фрикционному воздействию, объясняется сложной структурой их ядра, обуславливающей их ограниченную подвижность. Возможность аннигиляции краевых дислокаций обусловлена их переползанием в присутствии множества точечных дефектов, возникших в процессе пластической деформации материала.

Анализируя суммарную интенсивность пиков (110) гематита и (311) магнетита в зависимости от числа циклов нагружения (рисунок 7), были выделены три стадии процесса трения, связанные с разрушением и образованием оксидов железа. На первой стадии происходит износ существовавшей на поверхности материала оксидной плёнки. При заданных режимах трения эта стадия наблюдается в течение первых 5-10 циклов нагружения. На второй стадии происходит относительно медленный рост нового слоя, содержащего оксиды железа. Постепенный рост этого слоя сопровождается увеличением интенсивности оксидных пиков. Стадия завершается в промежутке между 200 и 300 циклами фрикционного взаимодействия контактной пары. Третья стадия связана с конкурирующими процессами разрушения и восстановления оксидного слоя, что сопровождается соответствующими колебаниями относительной интенсивности дифракционных максимумов.

В четвертой главе приведены результаты исследований структурно-фазовых превращений, развивающихся в аустенитной хромоникелевой стали 12X18Н10Т в условиях сухого трения скольжения. Методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения в процессе трения образцов из хромоникелевой аустенитной стали исследован процесс распада γ -фазы (рисунок 8). Установлено, что на начальном этапе фрикционного взаимодействия в аустенитной матрице формируется ϵ -мартенсит,

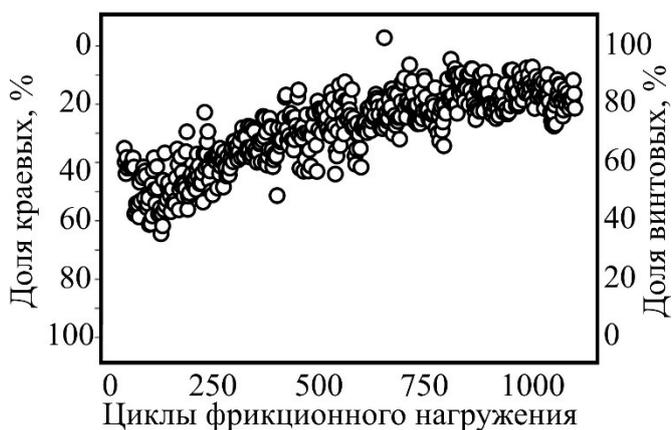


Рисунок 6 – Изменение долей винтовых и краевых дислокаций

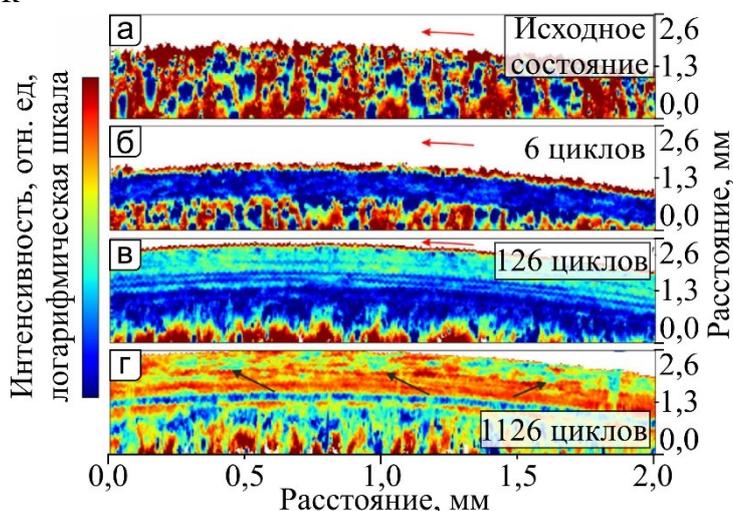


Рисунок 7 – Распределение суммарной интенсивности пиков (110) гематита и (311) магнетита по поверхности трения

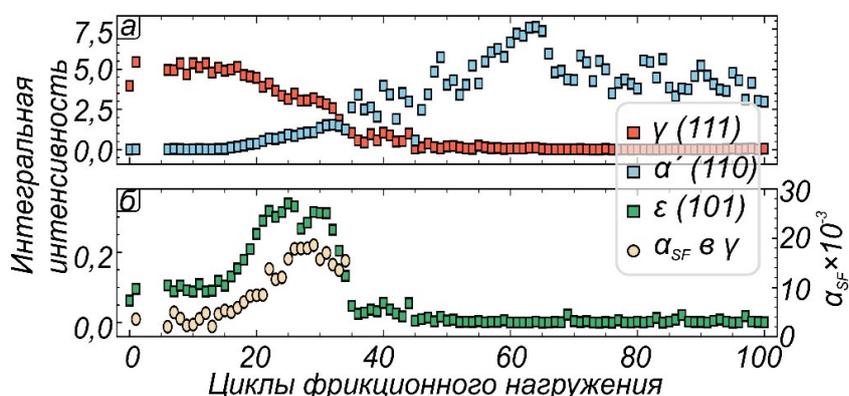


Рисунок 8 – Изменение интегральной интенсивности рефлексов γ -, α' - (а) и ϵ -фаз (б). Изменение склонности к образованию дефектов упаковки (α_{SF}) (б)

преобразующийся в дальнейшем в α' -фазу. Образование ε -мартенсита хорошо коррелирует со склонностью к появлению дефектов упаковки в аустените. После 45 циклов трения рефлексов γ - и ε -фаз на дифракционных картинах не наблюдаются; в пределах механически перемешанного слоя зафиксировано присутствие лишь α' -фазы. $\gamma \rightarrow \varepsilon$ превращение, характерное для деформации с малыми степенями, развивается в нижележащих слоях деформированного сплава.

Фрикционное взаимодействие элементов пары трения сопровождается существенным изменением формы профилей дифракционных пиков γ -фазы. При этом форма профилей пиков α' -фазы стабильна. Полуширина дифракционных максимумов α' -мартенсита на протяжении всего эксперимента практически не изменяется (рисунок 9). Полученный результат объясняется высокой плотностью дислокаций в α' -фазе, наследуемой в ходе механически-индуцированного фазового превращения.

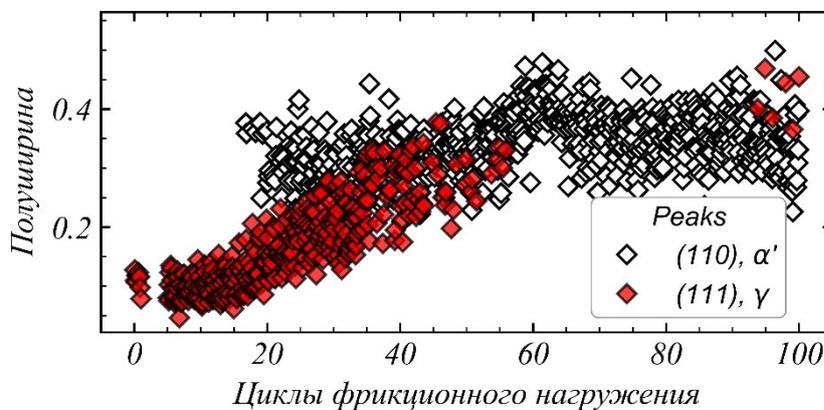


Рисунок 9 – Изменение полуширины (111) γ и (110) α' -мартенсита при фрикционном воздействии на сталь 12X18H10T

Методом молекулярной динамики показано, что распад аустенита сопровождается диффузионным перераспределением легирующих элементов в твердом растворе, которому способствует высокая концентрация точечных дефектов, возникших на стадии циклического фрикционного нагружения (рисунок 10). Снижение стабильности аустенита обусловлено обеднением матрицы никелем (γ -стабилизатором) и повышением локальной концентрации хрома (α -стабилизатора).

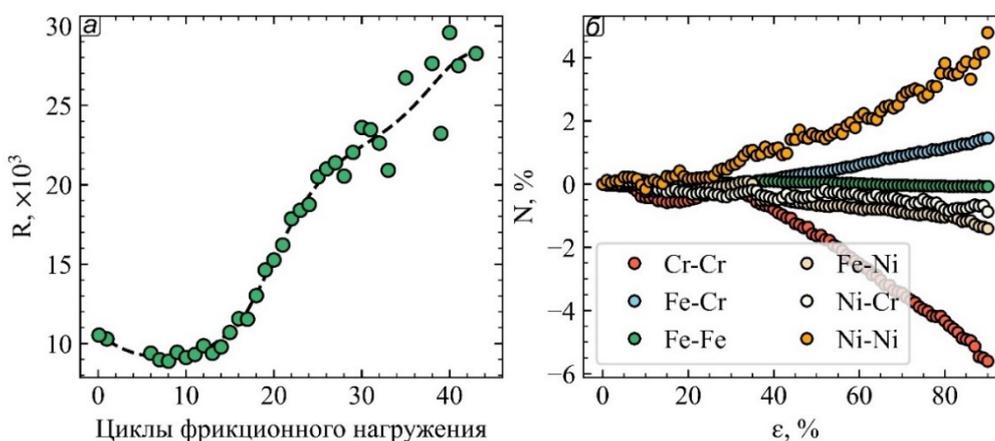


Рисунок 10 – (а) Влияние фрикционного нагружения на скорость образования точечных дефектов (R) в аустените; (б) влияние степени деформации (ε) на изменение доли пар связей химических элементов (N)

Формирование механически-перемешанного слоя на рабочей поверхности аустенитной стали в заданных условиях трения скольжения основано на сочетании процессов сдвига и разворота микрообъемов, а также фрагментации сильно-деформированного материала. Механизм изнашивания анализируемой стали связан с расслоением, происходящим, как правило, на границе сопряжения механически-перемешанного слоя с основным материалом.

Методом сканирования пучком синхротронного излучения было зафиксировано снижение полуширины α -мартенсита после 5 и 30 циклов фрикционного нагружения (рисунок 14). Этот эффект связан с перераспределением углерода в α -мартенсита.

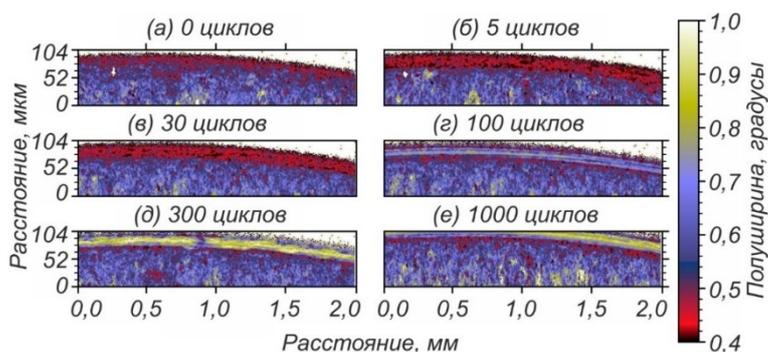


Рисунок 14 – Карты распределения полуширины пиков (211) α' -мартенсита по поверхности образца на различных этапах трения

Рентгеноструктурный анализ показал, что степень тетрагональности резко возрастает по завершении 5 циклов фрикционного нагружения, а затем, почти линейно, снижается вплоть до 25 циклов трения. Дальнейшее фрикционное воздействие (после 25 циклов) на сталь 40X способствует выходу на плато отношения c/a (рисунок 15). Явление снижения степени тетрагональности связано с размещением углерода в октаэдрических по-

рах в результате механического воздействия на сплав. Кроме того, снижение концентрации углерода может быть обусловлено сегрегацией углерода к структурным дефектам (двойникам и межфазным границам), а также деформационно-индуцированным выделением наноразмерных карбидов железа, которые не могут быть зафиксированы при заданных режимах дифракционного эксперимента. Снижение концентрации углерода в твердом растворе может способствовать уменьшению микроискажений кристаллической решетки и, таким образом, оказывать влияние на изменение полуширины дифракционных максимумов, а именно – вызывать ее снижение.

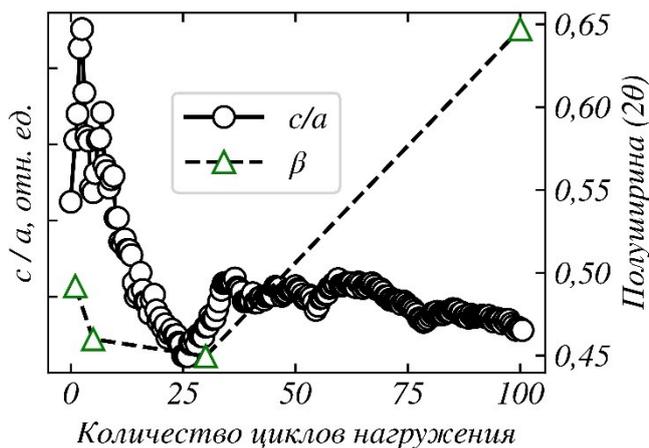


Рисунок 15 – Изменение степени тетрагональности α -мартенсита и полуширины (β) рефлекса (211) α в результате фрикционного нагружения

В шестой главе представлено описание спроектированной и изготовленной машины трения, предназначенной для проведения *operando* исследований структуры материалов с использованием метода синхротронной дифрактометрии. Установка была передана в пользование в международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения» (г. Гренобль, Франция) для выполнения научно-исследовательских работ на станции ID13 «*Microfocus*».

При выполнении диссертационных исследований с использованием языка программирования *Python* разработаны компьютерные программы, три из которых получили свидетельства о государственной регистрации.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. При проведении триботехнических испытаний особую ценность представляют данные, зафиксированные непосредственно в процессе взаимодействия элементов пары трения. На основании проведенных исследований предложены эффективные технические решения, обеспечивающие реализацию *operando* контроля структурно-фазовых преобразований, развивающихся при фрикционном нагружении сталей в условиях сухого трения скольжения. Используемый в работе подход позволяет отслеживать фазовые превращения, изменение концентрации дефектов кристаллической решетки, преобразования дислокационной структуры, трибохимические реакции (трибоокисление), формирование механически-перемешанных слоев, а также наблюдать особенности процесса изнашивания. Способ опробован при реализации «жестких» режимов трения скольжения на сталях с феррито-перлитной структурой (сталь 45), мартенситной структурой (сталь 40X) и аустенитной структурой (сталь 12X18H10T).

2. Методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения исследованы особенности распада γ -фазы в процессе трения образцов из хромоникелевой аустенитной стали. Установлено, что на начальном этапе превращения в аустенитной матрице формируется ϵ -мартенсит, преобразующийся в дальнейшем в α' -фазу. Образование ϵ -мартенсита коррелирует со склонностью к образованию дефектов упаковки в аустените. После 45 циклов трения рефлексов γ - и ϵ -фаз на дифракционных картинах не обнаружено. В пределах механически перемешанного слоя зафиксировано присутствие лишь α' -фазы. Превращение $\gamma \rightarrow \epsilon$, характерное для пластической деформации с малыми степенями, развивается под механически-перемешанным слоем, толщина которого превышает глубину проникновения пучка синхротронного рентгеновского излучения.

3. Фрикционное взаимодействие элементов пары трения «сталь 12X18H10T – твердый сплав ВК20» сопровождается существенным изменением формы профилей дифракционных пиков γ -фазы. При этом форма профилей пиков α' -фазы практически не изменяется на протяжении всего эксперимента, начиная с момента её появления, что связано с наследованием α' -фазой дефектов сильнодеформированного аустенита.

4. Моделирование процесса пластической деформации стали 12X18H10T, выполненное методом молекулярной динамики, свидетельствует о сегрегации легирующих элементов и увеличении их доли с повышением степени обжатия материала. Сегрегация примесных атомов в аустенитной матрице приводит к снижению стабильности γ -фазы, что является фактором, способствующим образованию мартенсита при фрикционном воздействии на сталь.

5. С использованием подхода, основанного на профильном анализе дифракционных максимумов α -железа, установлено, что в общей совокупности линейных дефектов, возникших в процессе фрикционного нагружения, доля винтовых дислокаций достигает 90 %. Доминирование дефектов этого типа связано с аннигиляцией краевых дислокаций и образованием малоподвижных винтовых дислокаций. Одна из причин аннигиляции дислокаций краевого типа обусловлена повышением их подвижности и склонности к переползанию в присутствии множества точечных дефектов, возникших в процессе пластической деформации материала.

6. Анализ структурных преобразований, сопровождающих процессы изнашивания при реализации «жестких» режимов фрикционного воздействия, свидетельствует о различной скорости накопления дефектов кристаллического строения в образцах из сталей 45 и 40Х. Эффекты, обусловленные интенсивной пластической деформацией поверхностных слоев стали 45, проявляются начиная с первых циклов фрикционного взаимодействия и выражаются в повышении плотности дислокаций, снижении размеров ОКР и постепенном изменении долей дислокаций различного типа, присутствующих в пластически деформированном слое. Количество дефектов дислокационного происхождения быстро достигает пороговых значений и в дальнейшем колеблется вблизи них. Причины колебаний связаны с периодически повторяющимися процессами накопления дислокаций и снижением их концентрации в результате изнашивания поверхностных слоев материала. В отличие от стали 45, структурные изменения в стали 40Х менее значительны. Слабовыраженный эффект обусловлен высокой плотностью дефектов кристаллической решетки в исходном состоянии (закаленная сталь со структурой мартенсита).

7. Сочетание эффектов, обусловленных большими пластическими деформациями, аккумуляцией дефектов кристаллической решетки и накоплением повреждений поверхности трения, является фактором, способствующим механической активации изнашиваемого материала. Повышение его реакционной способности приводит к адсорбции кислорода из окружающей среды и последующему образованию оксидов железа, препятствующих адгезионному взаимодействию элементов контактной пары.

8. Фрикционное взаимодействие анализируемых в работе пар типа «сталь – твердый сплав» приводит к формированию механически-перемешанных слоев, состоящих из основного материала, продуктов износа контртела и оксидов. Механизм формирования механически перемешанных слоев на рабочих поверхностях сталей в «жестких» условиях трения скольжения основан на процессах пластического течения, фазовых превращениях, разворотах мезообъемов, фрагментации сильнодеформированного материала и окисления поверхности трения.

9. В рамках выполнения диссертационной работы спроектирована и изготовлена машина трения, предназначенная для проведения *operando*-исследований структуры материалов с использованием метода синхротронной дифрактометрии. Установка передана в международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения» (г. Гренобль, Франция) для выполнения научно-исследовательских работ на станции ID13 «*Microfocus*». Обоснованные в работе методы и подходы вошли в концептуальный проект научно-образовательной станции «Материя» для создаваемого Центра коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (проект «Мега-сайенс» ЦКП «СКИФ»). Разработанные при выполнении диссертационных исследований программы по тепловым расчетам и анализу данных дифракции внесены в Реестр программ для ЭВМ. Результаты проведенных исследований используются при реализации учебного процесса в Новосибирском государственном техническом университете.

Рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы

Представленный в диссертационной работе подход к анализу структурно-фазовых преобразований материалов, развивающихся в условиях сухого трения

скольжения, основанный на *operando*-контроле состояния деформированного слоя заготовок с использованием дифракции синхротронного излучения может быть рекомендован для исследования других материалов триботехнического назначения. В дальнейшем имеет смысл провести анализ широкого спектра материалов (черные и цветные металлы, металлические стекла, керамические материалы, высокоэнтропийные сплавы, полимеры и т.д.) и определить зависимость структурно-фазовых преобразований от режимов трения.

Перспективным направлением для дальнейшего развития работы является применение *operando*-контроля для анализа структурных преобразований в материалах при реальных условиях эксплуатации, что станет возможным с вводом в эксплуатацию ЦКП «СКИФ». Исследования такого типа позволят выявить рациональные режимы эксплуатации деталей узлов трения в механизмах ответственного назначения.

Список основных научных публикаций по теме диссертации

Статьи в рецензируемых научных изданиях, входящих в список ВАК

1. Применение синхротронного излучения для анализа структурных и фазовых преобразований в хромоникелевой стали, обусловленных фрикционным взаимодействием / **К. И. Эмурлаев**, Д. В. Лазуренко, В. Г. Буров, И. А. Батаев, А. А. Батаев // Известия Вузов. Физика. – 2020. Т. 63, №11. С. 181-183.

2. **Эмурлаев К. И.**, Огнев А.Ю., Батаев И.А. *Operando* исследование структурных изменений в высокомарганцевой стали в условиях сухого трения // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2021. – №12. – С. 54-58.

3. **Эмурлаев К. И.**, Огнев А.Ю., Ложкин В.С. Исследование структурных изменений в холоднокатаной аустенитной хромоникелевой стали с использованием дифракции синхротронного излучения и профильного // Металловедение и термическая обработка металлов. – 2021. – № 12. – С. 17-21.

Статьи в рецензируемых научных изданиях, индексируемых в базах данных Web of Science / Scopus

4. *Rearrangements of dislocations during continuous heating of deformed TiNb alloy observed by in-situ synchrotron X-ray diffraction* / I. V. Ivanov, **K. I. Emurlaev**, D. V. Lazurenko, A. Stark, I. A. Bataev // *Materials Characterization*. – 2020. – Vol. 166. – P. 1-9.

5. *Tribo-oxidation of Ti-Al-Fe and Ti-Al-Mn cladding layers obtained by non-vacuum electron beam treatment* / O.E. Matts, S.Y. Tarasov, B. Domenichini, D. V. Lazurenko, A. V. Filippov, V.A. Bataev, M. V. Rashkovets, I.K. Chakin, **K.I. Emurlaev** // *Surface and Coatings Technology*. – 2021. – Vol. 421. – P. 1-16.

6. *In situ synchrotron X-ray diffraction study of reaction routes in Ti-Al₃Ti-based composites: The effect of transition metals on L1₂ structure stabilization* / D. V. Lazurenko, V. V. Lozanov, A. Stark, F. Pyczak, A.A. Ruktuev, **K.I. Emurlaev**, L. Song, I.A. Bataev, I. V. Ivanov, T.S. Ogneva, A.A. Bataev // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2021. Vol. 875. P. – 1-18.

7. *Formation of wear-resistant copper-bearing layers on the surfaces of steel substrates by non-vacuum electron beam cladding using powder mixtures* / D. V. Lazurenko, G. I. Alferova, M. G. Golkovsky, **K. I. Emurlaev**, Yu. Yu. Emurlaeva, I. A. Bataev, T. S. Ogneva, A. A. Ruktuev, N. V. Stepanova, A. A. Bataev // *Surface and Coatings Technology*. – 2020. – Vol. 395. – P. 1-14.

8. *A novel operando approach to analyze the structural evolution of metallic materials during friction with application of synchrotron radiation* / I. A. Bataev, D. V. Lazurenko, A. A. Bataev, V. G. Burov, I. V. Ivanov, **K. I. Emurlaev**, A. I. Smirnov, M. Rosenthal, M. Burghammer, D. A. Ivanov, K. Georgarakis, A. A. Ruktuev, T. S. Ogneva, A. M. J. Jorge // *Acta Materialia*. – 2020. – Vol. 196. – P. 355-369.

9. *Structural Evolution of Martensitic Steel During Dry Sliding Friction Studied with Synchrotron Radiation* / **K.I. Emurlaev**, I.A. Bataev, V.G. Burov, D. V Lazurenko, M. Rosenthal, M. Burghammer, I. V. Ivanov, A.A. Ruktuev, D.A. Ivanov, A.A. Bataev // *Journal of Nondestructive Evaluation*. – 2020. – Vol. 39. – P. 1-13.

10. *Friction-induced phase transformations and evolution of microstructure of austenitic stainless steel observed by operando synchrotron X-ray diffraction* / **K. Emurlaev**, I. Bataev, I. Ivanov, D. Lazurenko, V. Burov, A. Ruktuev, D. Ivanov, M. Rosenthal, M. Burghammer, K. Georgarakis, A. M. Jorge Junior // *Acta Materialia*. – 2022. – Vol. 234. – P. 355-369.

11. *Deconvolution-based peak profile analysis methods for characterization of CoCrFeMnNi high-entropy alloy* / I.V. Ivanov, **K.I. Emurlaev**, K.E.Kuper, S.A. Akkuzin I.A. Bataev // *Heliyon*. – 2022. – Vol. 8, iss. 9. – P. 1-7.

Свидетельства о государственной регистрации права для ЭВМ

1. Свидетельство № 2021680802. Программная реализация алгоритма для потокового азимутального интегрирования 2D дифракционных картин с использованием файла с разрешением «*.poni» (англ. «*point of normal incidence*») / И. В. Иванов, **К. И. Эмурлаев**, (RU); правообладатель ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет». № 2021667473; заявл. 08.11.2021; опубл. 15.12.2021, Бюл. № 12. 3 Кб.

2. Свидетельство № 2021667896. Программа для быстрого анализа положений дифракционных максимумов при различных энергиях рентгеновского излучения с использованием файла разрешения «*.xml», экспортированного из международной базы данных «*The International Centre for Diffraction Data of the Powder Diffraction File*» (ICDD PDF) / **К. И. Эмурлаев**, (RU); правообладатель ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет». № 2021667474; заявл. 08.11.2021; опубл. 08.11.2021, Бюл. № 11. 3 Кб.

3. Свидетельство № 2021667897. Программа для вычисления времени охлаждения сварного шва, полученного моделированием процесса сварки взрывом в среде *Ansys Autodyn*: программа для ЭВМ / Ю. Ю. Эмурлаева, П. А. Рябинкина, **К. И. Эмурлаев**, (RU); правообладатель ФГБОУ ВО «Новосибирский государственный технический университет». № 2021667475; заявл. 08.11.2021; опубл. 08.11.2021, Бюл. № 11. 15 Кб.

Отпечатано в типографии
Новосибирского государственного технического университета
630073, г. Новосибирск, пр. К. Маркса, 20,
Тел./факс: (383)346-08-57
формат 60x84 1/16, объем 1,25 п.л., тираж 100 экз.
заказ № 1410 подписано в печать 18.10.2022 г.