

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 учреждение науки «Федеральный исследовательский центр «Институт катализа им. Г.К. Борескова Сибирского отделения Российской академии наук», отдел исследования катализаторов, главный научный сотрудник, г. Новосибирск.

Ведущая организация: Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук, г. Екатеринбург.

Защита диссертации состоится «22» декабря 2022 года в 10<sup>00</sup> часов на заседании диссертационного совета 24.2.347.03, созданного на базе Федерального государственного 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 государственного технического университета, а также на сайте [www.nstu.ru](http://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  $\varepsilon$ -фазы. С использованием количественного рентгенофазового анализа определена объемная доля  $\alpha'$ - и  $\gamma$ -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  $\alpha'$ -мартенсита происходит с промежуточным формированием  $\varepsilon$ -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  $\alpha$ -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 12Х18Н10Т и 40Х. Термическая обработка сплавов выполнялась в вакуумной печи при остаточном давлении не выше  $5 \times 10^{-5}$  мм. рт. ст.

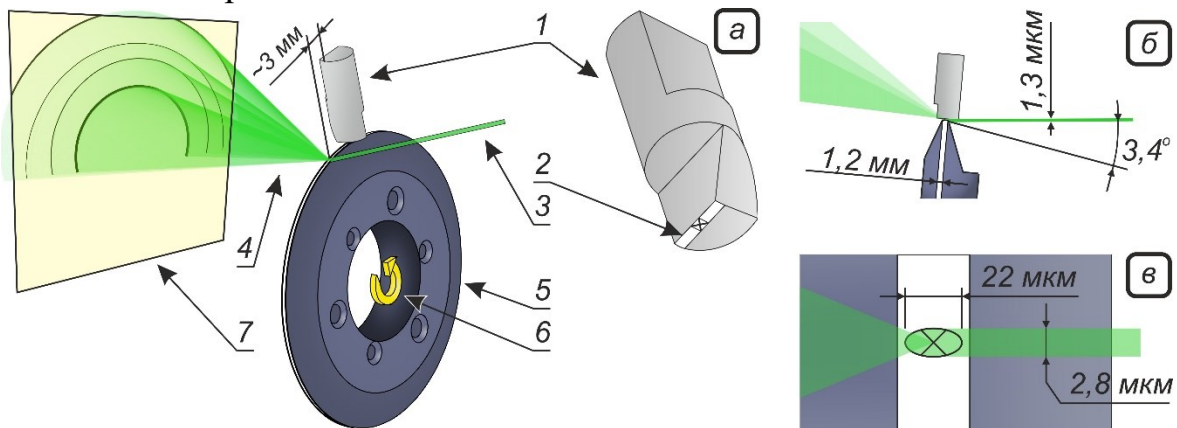


Рисунок 1 – (а) схема триботехнического эксперимента с одновременным дифракционным анализом: 1 – контртело (ВК20); 2 – рабочая поверхность контртела; ожидаемая область контакта отмечена прямоугольником с перекрестием; 3, 4 – входящее и дифрагировавшее излучение; 5 – стальной образец; 6 – направление 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  $162,5 \times 155,2$  мм<sup>2</sup> при разрешении  $2070 \times 2167$  пикселей и размере пикселя  $75 \times 75$  мкм<sup>2</sup>. Время экспозиции составляло 5 мс, а номинальный размер пучка –  $1,3 \times 2,8$  мкм<sup>2</sup>. 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 мкм<sup>2</sup>, 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  $\alpha$ -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.

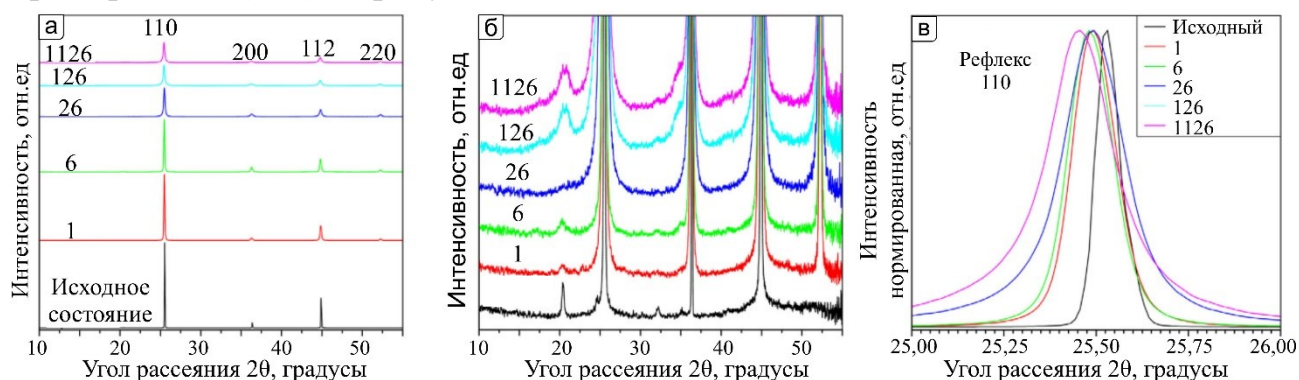


Рисунок 3 – Дифракционные картины, полученные с рабочей поверхности стали 45 на различных этапах фрикционного нагружения

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

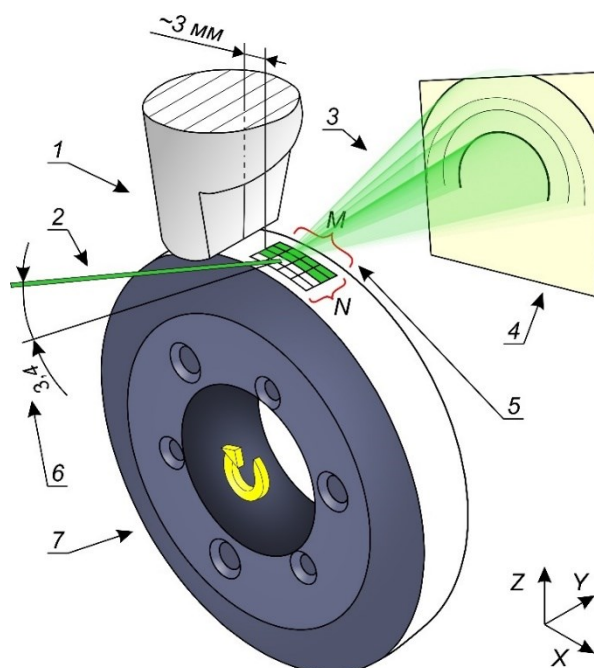


Рисунок 2 – Схема картирования поверхности трения: 1 – контртело; 2 – падающий пучок синхротронного излучения; 3 – дифрагированное излучение; 4 – плоский детектор; 5 – область сканирования, состоящая из  $M \times N$  точек, где  $M$  и  $N$  равны 410 и 121 соответственно; 6 – угол скольжения излучения;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

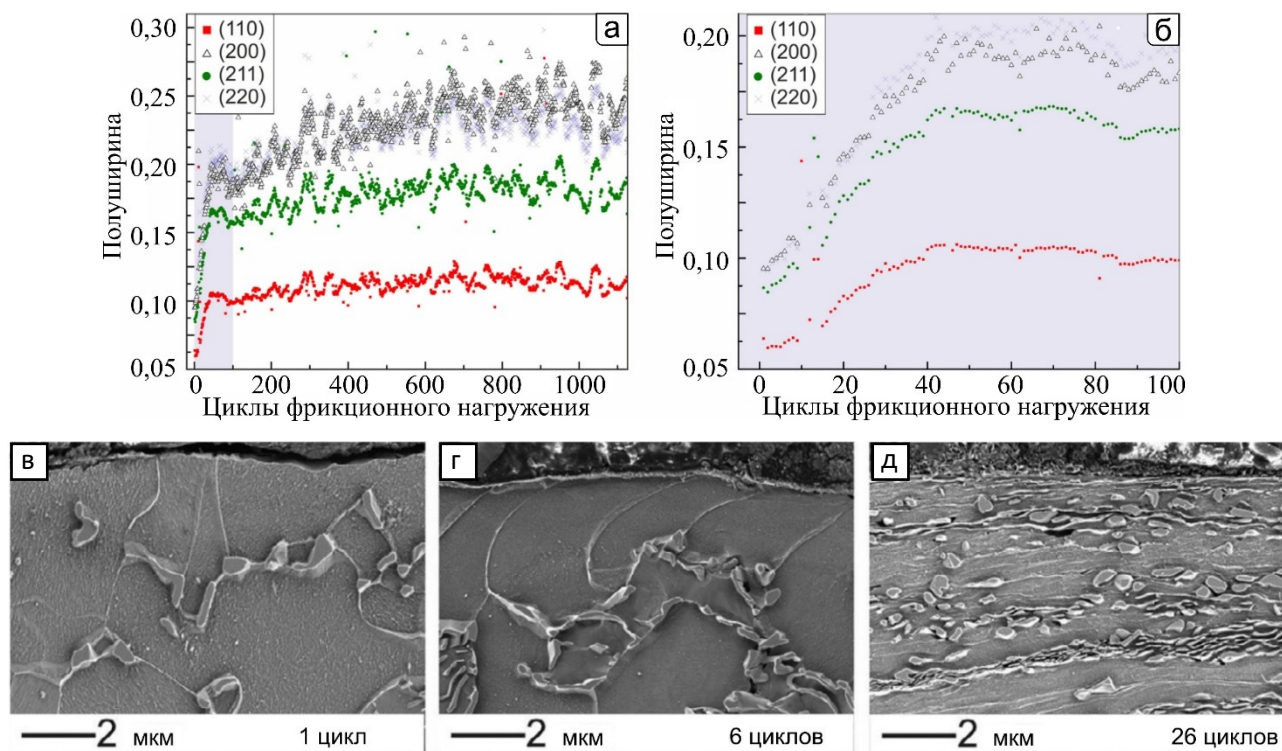


Рисунок 4 – (а) изменение полуширины дифракционных максимумов феррита; (б) область, отмеченная на изображении (а); микроструктура стали 45 на различных этапах трения (в-д)

Профильный анализ показал, что размер областей когерентного рассеяния (ОКР) резко изменяется в течение первых 40 циклов, на протяжении которых происходит их уменьшение от  $\sim 300$  нм до  $\sim 65$  нм (рисунок 5). Дальнейшее измельчение структуры происходит значительно медленнее. Минимальный размер ОКР, достигнутый после 1126 циклов трения, составил  $\sim 59$  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

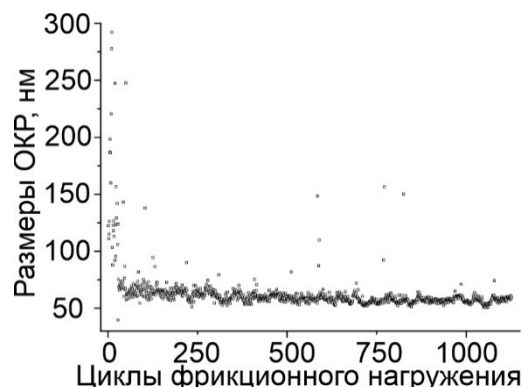


Рисунок 5 – Изменение размеров ОКР в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения



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  $\gamma$ -фазы (рисунок 8). Установлено, что на начальном этапе фрикционного взаимодействия в аустенитной матрице формируется  $\varepsilon$ -мартенсит,

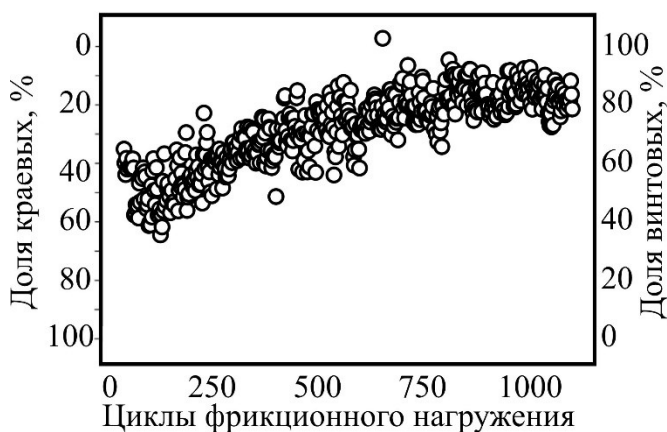


Рисунок 6 – Изменение долей винтовых и краевых дислокаций

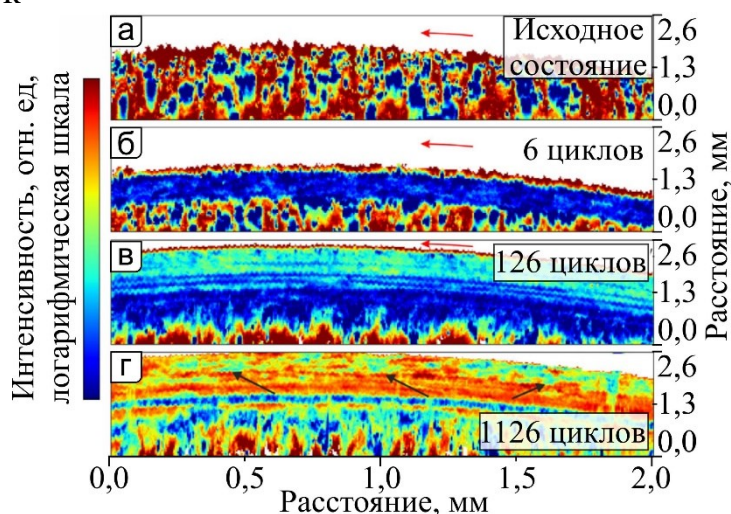


Рисунок 7 – Распределение суммарной интенсивности пиков (110) гематита и (311) магнетита по поверхности трения

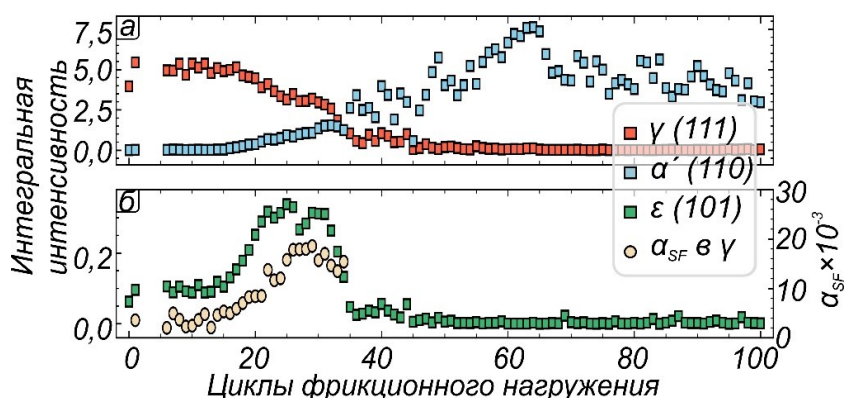


Рисунок 8 – Изменение интегральной интенсивности рефлексов  $\gamma$ -,  $\alpha'$ - (а) и  $\varepsilon$ -фаз (б). Изменение склонности к образованию дефектов упаковки ( $\alpha_{SF}$ ) (б)

преобразующийся в дальнейшем в  $\alpha'$ -фазу. Образование  $\varepsilon$ -мартенсита хорошо коррелирует со склонностью к появлению дефектов упаковки в аустените. После 45 циклов трения рефлексов  $\gamma$ - и  $\varepsilon$ -фаз на дифракционных картинах не наблюдаются; в пределах механически перемешанного слоя зафиксировано присутствие лишь  $\alpha'$ -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  $\gamma$ -фазы. При этом форма профилей пиков  $\alpha'$ -фазы стабильна. Полуширина дифракционных максимумов  $\alpha'$ -мартенсита на протяжении всего эксперимента практически не изменяется (рисунок 9). Полученный результат объясняется высокой плотностью дислокаций в  $\alpha'$ -фазе, наследуемой в ходе механически-индуцированного фазового превращения.

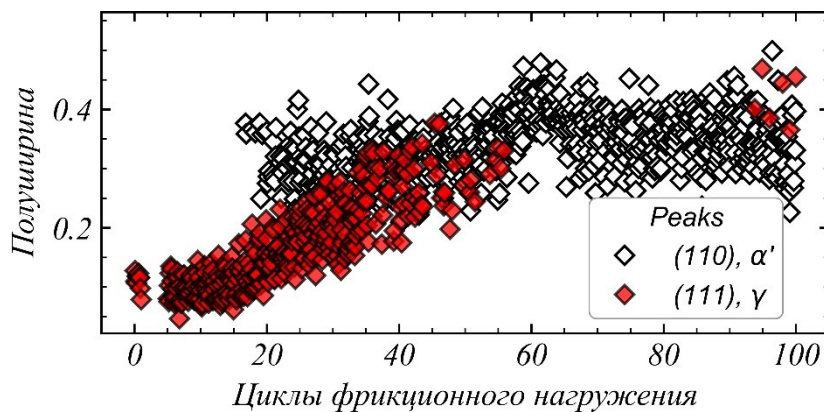


Рисунок 9 – Изменение полуширины (111)  $\gamma$  и (110)  $\alpha'$ -мартенсита при фрикционном воздействии на сталь 12X18H10T

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 ( $\gamma$ -стабилизатором) и повышением локальной концентрации хрома ( $\alpha$ -стабилизатора).

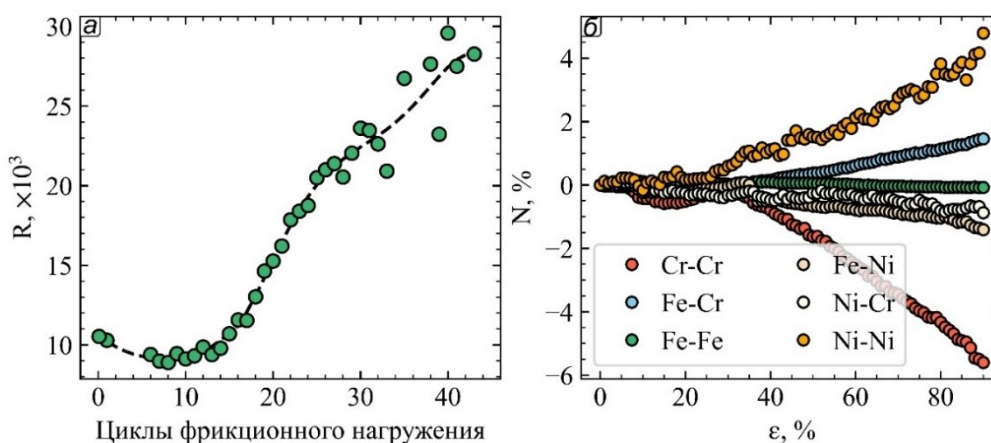


Рисунок 10 – (а) Влияние фрикционного нагружения на скорость образования точечных дефектов ( $R$ ) в аустените; (б) влияние степени деформации ( $\varepsilon$ ) на изменение доли пар связей химических элементов ( $N$ )

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.

В пятой главе изложены результаты *operando* исследования структурных превращений закаленной стали 40Х в условиях фрикционного нагружения. Рентгенофазовый анализ показал, что поверхностный слой состоит из смеси  $\alpha$ -мартенсита и небольшого количества остаточного аустенита (рисунок 11). Присутствие дублетов  $\alpha$ -мартенсита указывает на искажение кубической решетки железа вследствие перенасыщения твердого раствора углеродом и образованием тетрагональной структуры.

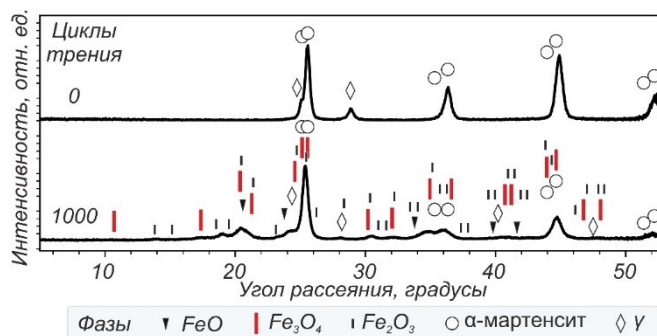


Рисунок 11 – Дифракционные картины, полученные от рабочей поверхности стального образца

Методом сканирования поверхности трения были выявлены особенности трибоокисления поверхности трения. Распределение интенсивности изменялось незначительно после 5 и 30 циклов нагружения (рисунок 12 а, б) относительно исходного состояния, показанного на рисунке 12 а.

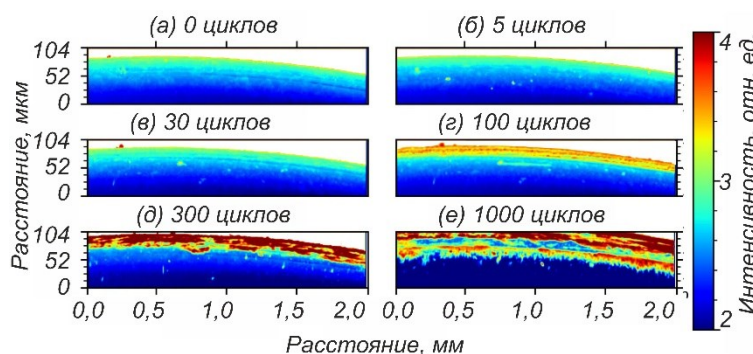


Рисунок 12 – Распределение интенсивности дифракционных максимумов оксидов железа по поверхности трения

Отсутствие какого-либо эффекта говорит о том, что образование оксидов на данном этапе трения не происходит. Дальнейшее фрикционное нагружение до 100 циклов приводит к возрастанию интенсивности оксидов в зоне контакта стали 40Х. Можно отметить, что оксиды железа на поверхности трения распределены неравномерно после 300 и 1000 циклов нагружения (рисунок 12 д, е). Такой эффект, вероятно, связан с частичным разрушением оксидного слоя.

Образование оксидного слоя, характеризующееся повышением интенсивности оксидов железа ( $I$ ), хорошо согласуется с объемом изношенного материала ( $V$ ). Рисунок 13 свидетельствует о том, что суммарная интенсивность дифракционных максимумов оксидов железа ( $I$ ) возрастает в результате циклического воздействия и свидетельствует о снижении объема изношенного материала. Это обусловлено формированием на трущейся поверхности оксидов железа ( $FeO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ), препятствующих протеканию адгезионных процессов и способствующих установлению режима нормального изнашивания.

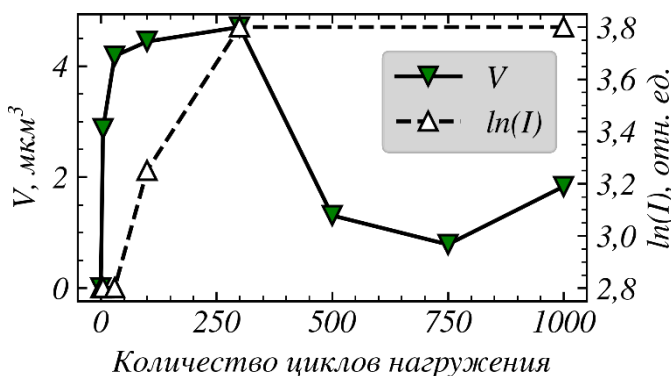


Рисунок 13 – Изменение объема изношенного материала и интенсивности оксидов железа в результате фрикционного нагружения



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

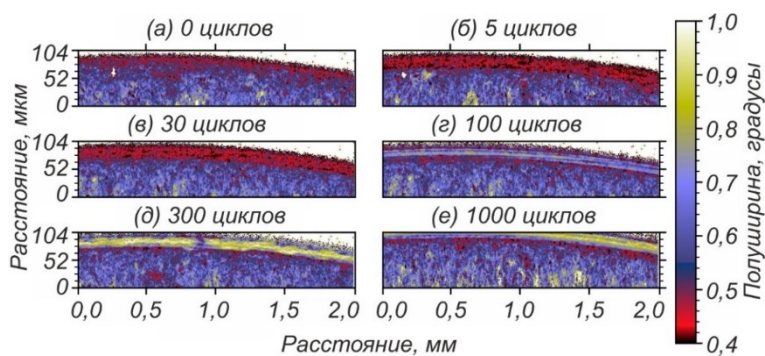


Рисунок 14 – Карты распределения полуширины пиков (211)  $\alpha'$ -мартенсита по поверхности образца на различных этапах трения

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.

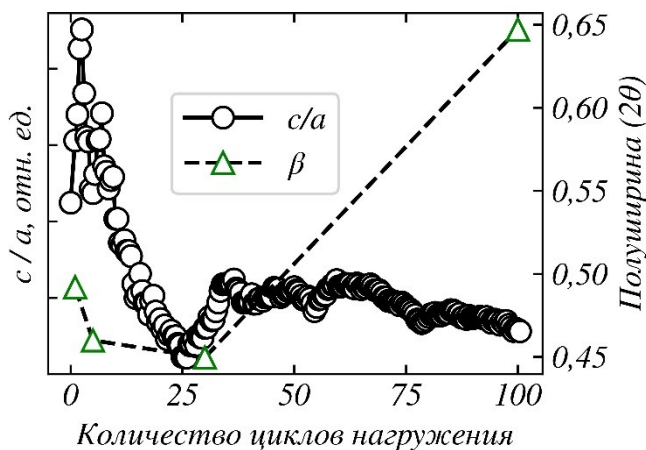


Рисунок 15 – Изменение степени тетрагональности  $\alpha$ -мартенсита и полуширины ( $\beta$ ) рефлекса (211) $\alpha$  в результате фрикционного нагружения

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

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  $\gamma$ -фазы в процессе трения образцов из хромоникелевой аустенитной стали. Установлено, что на начальном этапе превращения в аустенитной матрице формируется  $\epsilon$ -мартенсит, преобразующийся в дальнейшем в  $\alpha'$ -фазу. Образование  $\epsilon$ -мартенсита коррелирует со склонностью к образованию дефектов упаковки в аустените. После 45 циклов трения рефлексов  $\gamma$ - и  $\epsilon$ -фаз на дифракционных картинах не обнаружено. В пределах механически перемешанного слоя зафиксировано присутствие лишь  $\alpha'$ -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  $\gamma$ -фазы. При этом форма профилей пиков  $\alpha'$ -фазы практически не изменяется на протяжении всего эксперимента, начиная с момента её появления, что связано с наследованием  $\alpha'$ -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  $\gamma$ -фазы, что является фактором, способствующим образованию мартенсита при фрикционном воздействии на сталь.

5. С использованием подхода, основанного на профильном анализе дифракционных максимумов  $\alpha$ -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-Al<sub>3</sub>Ti-based composites: The effect of transition metals on L1<sub>2</sub> 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.