

ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ  
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  
«НОВОСИБИРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ  
УНИВЕРСИТЕТ»

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

Диссертация на соискание ученой степени кандидата технических наук

Научный руководитель  
доктор технических наук,  
доцент Батаев Иван Анатольевич

Новосибирск – 2022

## ОГЛАВЛЕНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	6
ГЛАВА 1 ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ФРИКЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ (литературный обзор).....	17
1.1 Структурно-фазовые преобразования в металлических материалах, обусловленные трением скольжения .....	18
1.1.1 Перенос материала. Механически перемешанный слой. Виды разрушения поверхности трения.....	18
1.1.2 Структурные преобразования, развивающиеся в условиях трения.....	28
1.1.3 Вихреподобная структура .....	31
1.1.4 Фазовые превращения в процессе трения .....	34
1.2 Структурно-фазовые превращения, развивающиеся в железоуглеродистых сплавах в процессе трения.....	35
1.2.1 Стали с феррито-перлитной, мартенситной и смешанной структурами.....	37
1.2.2 Стали с аустенитной структурой.....	42
1.3 Методы изучения структуры и свойств материалов, подверженных фрикционному воздействию .....	46
1.3.1 <i>In situ</i> методы исследования.....	46
1.3.2 Методы исследования материалов, основанные на использовании рентгеновского излучения.....	47
1.3.2.1 Непрерывное рентгенографическое исследование процесса трения .....	48
1.3.2.2 Синхротронное рентгеновское излучение и его использование для контроля процессов трения.....	50
1.3.2.2.1 Основные сведения об устройстве синхротрона, генерации синхротронного излучения и его яркости .....	50
1.3.2.2.2 <i>Operando</i> и <i>in situ</i> наблюдение процессов трения с использованием дифракции синхротронного излучения.....	54
1.3.2.3 Перспективы изучения эволюции структуры материалов при трении с использованием дифракции синхротронного излучения.....	60
Выводы по главе 1.....	61

ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	63
2.1 Глубина проникновения рентгеновского излучения.....	63
2.2 Описание <i>operando</i> эксперимента с использованием дифракции синхротронного излучения.....	67
2.3 Картирование (сканирование) поверхности трения пучком синхротронного излучения .....	70
2.4 Материалы исследования и их подготовка .....	71
2.5 Анализ микроструктуры с использованием методов микроскопии .....	73
2.6 ДюрOMETрические испытания .....	74
2.7 Оценка нагрева в области взаимодействия контактной пары .....	75
2.8 Обработка дифракционных картин .....	76
2.8.1 Модифицированные методы Вильямсона-Холла и Уоррена-Авербаха.....	80
2.9 Определение объема изношенного материала.....	83
2.10 Моделирование методом молекулярной динамики.....	83
ГЛАВА 3 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ СУХОГО ТРЕНИЯ СТАЛИ С ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОЙ СТРУКТУРОЙ .....	84
3.1 <i>Operando</i> анализ процесса накопления дефектов кристаллической решетки ..	84
3.2 Результаты сканирования поверхности трения пучком синхротронного рентгеновского излучения.....	89
3.3 Трибоокисление рабочей поверхности стали.....	91
3.4 Металлографический анализ образцов .....	95
3.5 Анализ результатов эксперимента фрикционного взаимодействия углеродистой стали и твердосплавного контртела .....	100
Выводы по главе 3.....	105
ГЛАВА 4 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В АУСТЕНИТНОЙ ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т.....	107
4.1. Анализ процессов структурных преобразований в стали 12Х18Н10Т методом сканирования поверхности трения с использованием синхротронного излучения .....	107

4.2 <i>Operando</i> анализ фазовых преобразований в условиях сухого трения скольжения стали 12X18H10T .....	116
4.2.1 Изменение формы дифракционных профилей в процессе триботехнических испытаний .....	119
4.2.2 Анализ фрикционного взаимодействия на стадии до 100 циклов трения ...	120
4.2.3 Эволюция структуры образца из стали 12X18H10T в условиях фрикционного нагружения.....	123
4.3 Металлографический анализ стали 12X18H10T по завершении триботехнических испытаний.....	126
4.3.1 Структура стали в поперечном сечении .....	126
4.3.2 Анализ особенностей строения поверхности трения .....	129
4.3.3 Результаты дюрOMETрических исследований.....	131
4.4 Анализ эволюции структуры стали 12X18H10T в условиях фрикционного нагружения.....	132
4.4.1 Предпосылки образования мартенсита.....	132
4.4.2 Формирование $\epsilon$ -мартенсита в процессе триботехнического взаимодействия элементов пары трения .....	136
4.4.3 Этапы структурных преобразований стали в процессе сухого трения скольжения.....	137
4.5 Формирование механически-перемешанного слоя в стали 12X18H10T и его роль в процессе фрикционного взаимодействия элементов пары трения .....	141
4.5.1 Анализ механизмов изнашивания стали.....	145
Выводы по главе 4.....	147
ГЛАВА 5 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ ПРИ ТРЕНИИ В СТАЛИ С МАРТЕНСИТНОЙ СТРУКТУРОЙ .....	149
5.1 Дифракционный анализ фазовых преобразований, протекающих в условиях сухого трения скольжения.....	149
5.2 Изменение формы дифракционных профилей в результате трения.....	153
5.3 Результаты сканирования поверхности трения .....	154
5.4 Металлографический анализ стали 40X .....	160

Выводы по главе 5.....	163
ГЛАВА 6 АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ .....	164
6.1 Экспериментальная установка для проведения <i>operando</i> исследований материалов триботехнического назначения с использованием синхротронной микродифрактометрии.....	164
6.1.1 Описание машины трения .....	164
6.2 Применение результатов работы в разработке программ для ЭВМ.....	166
6.3 Применение результатов при разработке исследовательских станций для ЦКП «СКИФ».....	167
6.4 Применение результатов работы в учебном процессе .....	168
Выводы по главе 6.....	169
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	170
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ.....	174
Приложение «А» Акт использования экспериментальной установки для <i>operando</i> исследований материалов в условиях фрикционного нагружения.....	199
Приложение «Б» Соглашение о передаче экспериментальной установки .....	200
Приложение «В» Акты передачи результатов диссертационной работы.....	201
Приложение «Г» Акт передачи результатов диссертационной работы в ЦКП «СЦСТИ» .....	205
Приложение «Д» Акт использования результатов диссертационной работы в учебном процессе .....	206

## ВВЕДЕНИЕ

### **Актуальность темы исследования**

Процессы трения и изнашивания в течение длительного времени 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. Стоит отметить, что смазывающие материалы 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.

Взаимодействие элементов, входящих в пару трения, сопровождается сложными явлениями, которые зависят от множества факторов, в частности от уровня действующих напряжений, свойств материалов, их химического состава, состава окружающей среды, ее температуры и т.д. Результаты проведенных ранее исследований свидетельствуют о том, что структура поверхностных слоев элементов пары трения в процессе эксплуатации быстро изменяется и переходит в новое состояние, которое, как правило, существенно отличается от исходного. Таким образом, триботехнические свойства, в том числе износостойкость элементов конструкций, участвующих в процессе трения, определяются не столько

характеристиками первоначальной структуры, сколько параметрами структуры, возникшей на конкретном этапе фрикционного взаимодействия. В этой связи важную роль для всестороннего понимания процессов трения и изнашивания имеет анализ процессов эволюции структуры в процессе трения.

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 промежуточным этапам и предшествующих достижению конечного состояния материала. Проведение «дискретных» исследований материалов 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. Повышенное внимание к этим методам, их развитию и использованию связано с высокой яркостью источников синхротронного излучения третьего и четвертого поколений по сравнению с лабораторными рентгеновскими установками, а также с прогрессом в области производства детекторов рентгеновского излучения. Сочетание этих факторов обеспечивает высокую временную разрешающую способность, т.е. 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 рентгеновского 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 при проведении большого количества 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.

Взаимодействие элементов пары трения сопровождается сложными явлениями, анализ которых представляет сложную задачу. 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 полученных в указанных работах результатов 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 данного 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 возможным становится 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. Будучи неотъемлемой частью рентгеноструктурного анализа, профильный анализ также претерпел ряд существенных изменений. Профессором Т. Унгаром были разработаны модифицированные методы Вильямсона – Холла и Уоррена – Авербаха, основанные на дислокационной теории М.А. Кривоглаза. Особенность данных методов заключается в том, что искажения кристаллической решетки материала связываются с его дислокационной структурой. Потенциал этих методов в *in situ* и *operando* методах контроля структуры применительно к задачам, имеющим значение для практики, в настоящее время не раскрыт.

### **Цели и задачи исследования**

**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 процесс трения скольжения.

### **Научная новизна**

1. С использованием дифракции синхротронного рентгеновского излучения выявлены структурно-фазовые преобразования, происходящие в сталях 45, 40Х и 12Х18Н10Т 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 ТИСЧУМ 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 12Х18Н10Т 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  $\epsilon$ -фазы и наследованием дефектного строения аустенита.

5. Снижение полуширины дифракционных максимумов мартенсита на начальном этапе фрикционного нагружения связано 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, обеспечивающего подготовку образцов и 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:*

- «Установление закономерностей физико-химических и физико-механических процессов, происходящих в гетерогенных и композиционных структурах» (п. 2);

- «Установление закономерностей и критериев оценки разрушения металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий от действия механических нагрузок и внешней среды» (п. 5);

- «Разработка и совершенствование методов исследования и контроля структуры, испытание и определение физико-механических и эксплуатационных свойств металлических, неметаллических и композиционных материалов и функциональных покрытий» (п. 6);

- «Разработка и компьютерная реализация математических моделей физико-химических, гидродинамических, тепловых, хемореологических, фазовых и деформационных превращений при производстве, обработке, переработке и эксплуатации различных металлических, неметаллических и композиционных материалов. Создание цифровых двойников технологических процессов, а также разработка специализированного оборудования» (п. 8);

- «Компьютерное проектирование композиционных материалов и функциональных покрытий. Компьютерный анализ и оптимизация процессов получения и эксплуатации металлических и неметаллических материалов и функциональных покрытий» (п. 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.



## ГЛАВА 1 ЭВОЛЮЦИЯ СТРУКТУРЫ МАТЕРИАЛОВ В ПРОЦЕССЕ ФРИКЦИОННОГО ВОЗДЕЙСТВИЯ (литературный обзор)

Фрикционное взаимодействие материалов является сложным процессом, результат которого зависит от множества факторов, в частности от физико-механических свойств материалов, образующих пару трения, их химического состава, температуры окружающей среды и др. [1, 2]. В процессе трения рабочие поверхности элементов контактной пары подвергаются механическому воздействию, в результате которого происходят существенные изменения их микроструктуры. Иногда отмечают, что, во избежание разрушения, материал «пытается структурно адаптироваться». Поведение каждого конкретного материала в условиях трения обусловлено его механическими свойствами – в какой-то момент плотность дефектов в приповерхностном слое достигает критических значений, в результате чего может произойти его разрушение. В зависимости от условий взаимодействия трущихся тел структура поверхностного слоя может претерпевать интенсивные изменения в течение очень короткого промежутка времени.

При определенных режимах трения в поверхностных слоях материала накапливается значительная деформация, которая может привести к измельчению зеренно-субзеренной структуры и росту уровня остаточных напряжений даже в хорошо отожженном сплаве. Структурные изменения материала в ходе трения могут проявляться не только в измельчении зерен, но и в их вытягивании вдоль направления перемещения контртела. Результатом процесса трения может быть повышение плотности дислокаций, распад твердых растворов, выделение или растворение наноразмерных включений, химическое взаимодействие материалов контактной пары и окружающей среды, образование частиц износа и др. [2–5].

В течение многих десятилетий было опубликовано большое количество работ, посвященных изучению процессов трения и изнашивания [1–31]. Их подробный анализ с указанием вклада отдельных ученых в рамках ограниченного по объему литературного обзора не представляется возможным. По этой причине

в данной главе кратко рассматриваются представления об эволюции микроструктуры в сталях в условиях трения. Кроме того, внимание уделяется анализу *in situ* и *operando* методов исследования процессов трения.

## **1.1 Структурно-фазовые преобразования в металлических материалах, обусловленные трением скольжения**

В данном параграфе рассмотрены различные виды структурных преобразований в условиях трения и механизмы, ответственные за их происхождение.

### **1.1.1 Перенос материала. Механически перемешанный слой. Виды разрушения поверхности трения**

Перенос материала от одного элемента пары трения к другому наблюдается во многих трибологических системах как при сухом трении скольжения, так и в присутствии смазывающих веществ. Процесс формирования на деталях новых поверхностных слоев путем переноса материала от одного элемента пары трения на другой сопровождается изменением их состава и структуры. Это может оказывать существенное влияние на характер изнашивания. По этой причине изучение особенностей переноса материалов в парах трения имеет важное значение для фундаментального понимания процессов изнашивания, а также для практического использования этого эффекта в инженерных системах.

Различают прямой и обратный перенос материалов. В первом случае подразумевается массоперенос от контртела на рабочую поверхность изделия, а в последнем – наоборот. Явление переноса широко обсуждается при описании процессов адгезионного взаимодействия тел [5, 25, 32, 33]. Несмотря на то, что слой, возникший в результате переноса, имеет малую толщину и на поверхности трения распределен неравномерно, его можно обнаружить даже при

непродолжительных испытаниях. Например, в работе [5] процесс переноса наблюдался при пути трения, составляющем всего несколько микрометров.

Яркий и показательный пример переноса материала был продемонстрирован в середине 1950-х. Авторы эксперимента рассматривали фрикционное взаимодействие бронзового штифта с диском, изготовленным из инструментальной стали. Особенность эксперимента заключалась в том, что штифт предварительно подвергался радиоактивному воздействию. Такой подход позволил авторам работы оценить количество материала, перенесенного на диск, с использованием счетчика Гейгера – Мюллера [34]. Результаты эксперимента приведены на рисунке 1.1. Позже эти данные были подтверждены с использованием методов электронной микроскопии. Следует отметить, что такой необычный подход стали применять и для исследования пар трения из материалов одинакового химического состава, поскольку в таком случае без использования радиоактивного материала различить перенесённый материал другими методами невозможно [35].

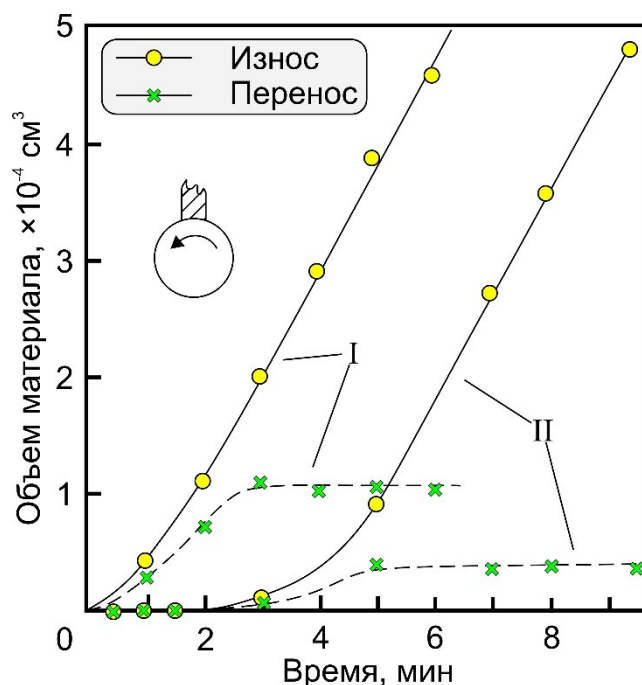


Рисунок 1.1 – Изменение объёма изношенного и перенесенного материала в зависимости от времени скольжения для режима I (сухое трение, нагрузка 5 кг) и режима II (трение в присутствии смазки, нагрузка 22,5 кг) [34]

Перенос материала начинается задолго до того, как частицы износа могут быть сформированы. Связано это с особенностями межатомного взаимодействия. Силы, действующие на атомы и молекулы, расположенные в объеме материала уравновешены, в то время как равнодействующая сила частиц, расположенных на поверхности материала, отрицательна и направлена внутрь тела (рисунок 1.2). Следовательно, атомы на поверхности материала обладают избыточной энергией относительно атомов, находящихся в объеме материала. Отношение этой энергии к единице площади называют поверхностной энергией.

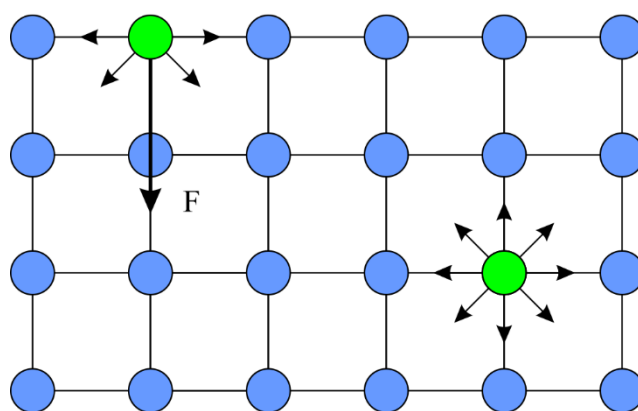


Рисунок 1.2 – Силы, действующие на атомы в объеме материала и на его поверхности

Взаимодействие элементов пары трения приводит к снижению уровня поверхностной энергии пропорционально реальной области контакта, что может сопровождаться выделением тепла или межмолекулярным притяжением поверхностей [16, 36, 37]. На микроуровне это, в первую очередь, обусловлено локальными контактами рабочих поверхностей основного материала и контртела, которые вызывают существенные пластические деформации. Их развитие при дальнейшем трении приводит к формированию неоднородной субструктуры, восприимчивой к сдвигу, вследствие чего и происходит перенос вещества [38]. Следует отметить, что зачастую при анализе локальных контактов речь идет о взаимодействии микронеровностей пар трения, которые приводят к образованию небольших фрагментов материала [1, 25, 32, 39]. Непосредственно после переноса

частица обычно вытягивается вдоль направления скольжения и расплющивается по нормали к поверхности трения (рисунок 1.3) [5]. По мнению авторов работ [5, 25, 38], скопление элементов переноса происходит до некоторого критического значения, который завершается образованием частицы износа.

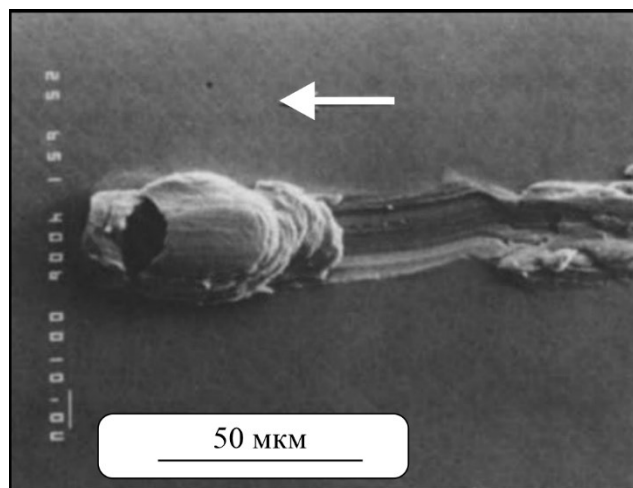


Рисунок 1.3 – Результат переноса материала – расплющенная частица на поверхности трения [5]

В современной литературе существует лишь незначительное количество информации о механических свойствах, перенесенных в процессе трения слоев. Это во многом обусловлено их небольшими размерами. Один из наиболее распространенных подходов к решению этой проблемы основан на микроиндентировании. Твердость слоя, перенесенного в процессе трения, может быть, как выше по сравнению с основным материалом образца, так и наоборот – ниже ее [25, 32]. Такого рода неопределенность осложняет анализ процесса переноса. Обычно ожидается, что более мягкий материал будет переноситься на твердый, однако были замечены и обратные ситуации [5]. Кроме того, были зафиксированы случаи разупрочнения перенесенного материала в результате роста зерен [40]. Разупрочненный слой может обладать сверхпластичностью, а особенности его деформации и разрушения связаны с влиянием окружающей среды, например, с процессом окисления материала. Факторы, связанные с

окружающей средой, оказывают влияние на формирование фрагментов перенесённого материала, а также на особенности адгезионных процессов [1, 25].

Изучение взаимосвязи процессов переноса материала и адгезии породило идею о том, что обладающие низким коэффициентом трения антифрикционные слои способны привести к снижению величины износа. Такие слои могут быть нанесены как до начала эксплуатации контактной пары, так и формироваться непосредственно путем физико-химического взаимодействия материалов в процессе трения [2]. В последнем случае речь идет о механическом перемешивании перенесённого и основного материалов. Суть этого процесса аналогична механическому легированию в твердом состоянии. В реакции участвуют материалы контртела и основы (образца), а окружающая среда выступает в качестве добавок. В частности, после триботехнических испытаний в воздушной атмосфере поверхностный слой зачастую содержит оксиды [3, 26, 38, 41–43]. Механизм их формирования (также, как и других соединений в иных газовых средах или в присутствии смазочных веществ) связан с возникновением на рабочей поверхности совокупности атомов, характеризующихся нескомпенсированными связями. Наличие такого рода связей может приводить к оседанию (адсорбции) на поверхности трения молекул окружающих газов или смазочного вещества и снижению, тем самым, поверхностной энергии [37].

Таким образом формируется механически-перемешанный слой, известный также как «третье тело» или трибослой [44–47], свойства которого отличаются от свойств исходных материалов. На основании анализа результатов исследования различных пар трения был сделан вывод о том, что возникшие таким образом слои могут обладать повышенной текучестью. Механически-перемешанный слой разделяет рабочие поверхности контактной пары и может выполнять функцию «амортизатора» при передаче нагрузки, а также способствовать снижению градиента скорости скольжения. Ключевая особенность слоя заключается в возможности непрерывного разрушения и восстановления микрообъемов вещества в ходе фрикционного взаимодействия [44–49].

В некоторых случаях процессы, происходящие при трении материалов, можно сопоставить с процессами, которые происходят при полировании заготовок. В классическом представлении процесс полирования происходит путем замены микронеровностей на более дисперсные за счет их срезания с подготавливаемой поверхности абразивными частицами. Сомнения касательно механизмов, протекающих в ходе механического полирования, возникли в начале 20 века, когда Г. Бейлби выдвинул гипотезу, что указанный процесс заключается в размазывании материала по обрабатываемой поверхности и заполнении им существующих углублений. По мнению автора, размазанный слой подвергается оплавлению с последующим затвердеванием, настолько быстрым, что структура материала приобретает особый ближний порядок, характерный для аморфных материалов [50–52]. Идея Г. Бейлби была поддержана и другими учеными [53, 54]. Следует отметить, что, часто, при описании поверхностного слоя материала, сформированного при трении, исследователями подразумевался слой Бейлби [50]. Теория формирования слоя Бейлби была дополнена в работе Ф.П. Боудена [23, 55, 56] и представлена схематически на рисунке 1.4. По мнению автора микронеровности материала могут подвергаться нагреву (вплоть до оплавления) в результате взаимодействия с абразивными частицами в процессе полирования. Нагретый материал легко поддается пластической деформации и способен заполнять углубления между шероховатостями.

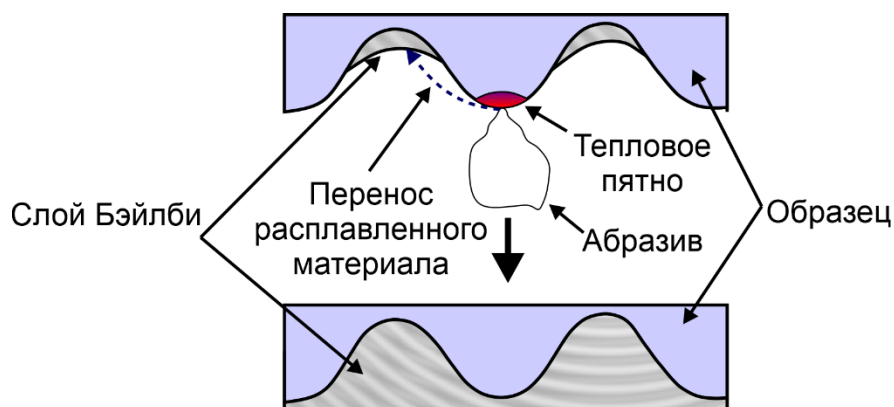


Рисунок 1.4 – Механизм образования слоя Бэйлби в ходе полирования [57]

По всей видимости, предположение о том, что слой Бейлби обладает аморфной структурой было высказано вследствие ограниченных возможностей оборудования, доступного специалистам в начале 20 века, что не позволило изучить структуру слоя с высоким разрешением. Разработка просвечивающего электронного микроскопа имела ключевое значение для понимания особенностей формирования нанокристаллических поверхностных слоев в результате механической обработки. Л. Гамбургер и В. Конкрейн [56] установили формирование именно кристаллического, а не аморфного слоя (размеры зерен порядка нескольких нанометров). Тем не менее, споры о природе слоя Бейлби продолжались и во второй половине 20 века несмотря на выход научных работ, в которых опровергается образование аморфного слоя в процессе механической подготовки [58, 59] и трения скольжения [60]. В 1981 г. Д.Г. Бакли отметил [61], что слой Бейлби является результатом многократного измельчения зерна, вызванного деформацией и перекристаллизацией, что приводит к формированию очень дисперсной структуры материала вблизи поверхности.

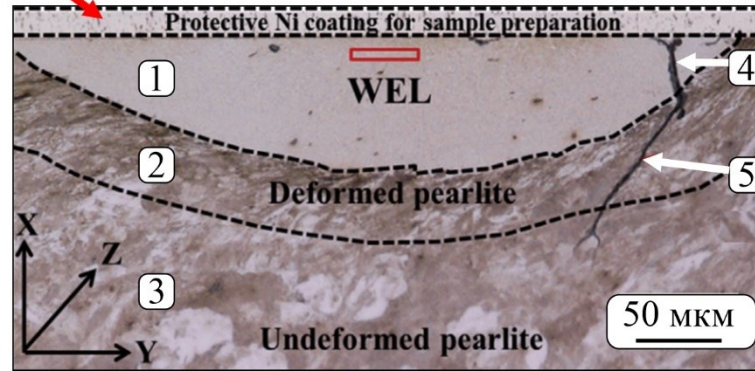
За наноструктурированным слоем, сформированным в результате полирования, в зарубежной литературе закрепился термин «*polishing layer*». Особенности образования слоев такого типа были описаны в работах [57, 61]. Различия в структурах между *polishing layer* и «третьим телом» обусловлены большими нагрузками необходимыми для формирования последнего. *Polishing layer* легко удаляется путем химического травления [48, 57].

Стоит отметить, что формирование трибослоя с аморфной структурой в ходе трения в ряде случаев возможно [43, 62, 63]. Подобные слои довольно легко получить, например, путем фрикционного воздействия на многокомпонентный сплав, склонный к стеклованию [64, 65]. Тем не менее, в случае фрикционного воздействия на низколегированные материалы, как правило, формируются именно наноструктурированные слои.

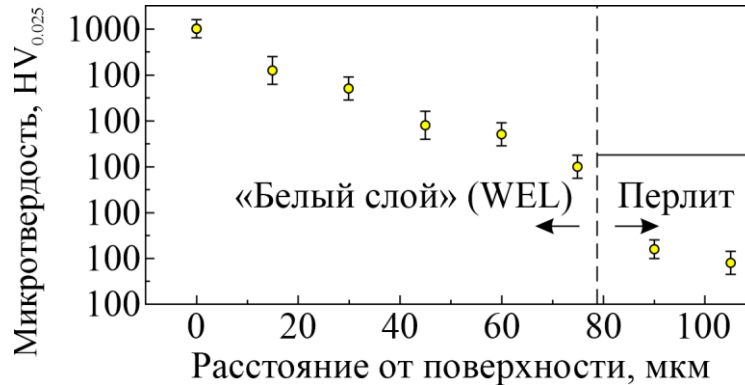
Одной из разновидностей «третьего тела», характерных для черных металлов, является «белый слой» [66, 67]. Его типичный вид и показатели твердости представлены на рисунке 1.5. Термин используется для идентификации



Защитный никелевый слой для пробоподготовки



(a)



(б)

Рисунок 1.5 – (а) Поверхность трения рельсовой стали [67]: 1 – зона «белого слоя»; 2 – деформированный перлит, 3 – недеформированный перлит. (б) Распределение микротвердости от поверхности трения вглубь материала

слоя, который в результате металлографической подготовки приобретает характерный цвет и рельеф. В оптическом микроскопе изображение выглядит яркой областью с очень низким контрастом из-за развитой топографии. Считается, что отсутствие контраста может быть вызвано формированием высокодисперсной структуры, детали тонкого строения которой не разрешаются с использованием металлографических микроскопов [68, 69]. «Белый слой» возникает на поверхности материала в результате его сильной деформации или ускоренной кристаллизации [71]. При описании такого рода образований во многих случаях речь шла о формировании аморфной структуры, мартенсита, оксидов или сильнодеформированных микрообъемов.

Основная гипотеза, объясняющая формирование «белых слоев», состоит в том, что процесс трения скольжения приводит к механическому перемешиванию феррита и цементита, способствуя пересыщению  $\alpha$ -фазы и образованию аустенита

[35, 48, 66, 71] с возможным мартенситным превращением в дальнейшем [72, 73]. К такому же заключению пришли авторы работы [75]. Утверждается [76], что «белый слой» состоит из сильнодеформированного феррита с высокой плотностью дислокаций, примесные атмосферы вокруг которых являются результатом растворения цементита.

Подробно ознакомиться с особенностями формирования таких слоев можно на примерах работ, связанных с изучением процессов фрикционного воздействия колесной пары [66, 67, 71, 76], а также токарной обработки стали *AISI 51200* (аналог ШХ15) [77, 78].

Присутствие «белого слоя» является фактором, способствующим охрупчиванию материала. Объясняется это высоким уровнем остаточных напряжений и склонностью поверхностных слоев к формированию микротрещин. Присутствие «белых слоев» неблагоприятно отражается на пределе выносливости, трещиностойкости и коррозионной стойкости материалов. Единственным его положительным свойством, согласно работам [71, 73, 78, 79], является повышение износостойкости в условиях трения скольжения.

Таким образом, перенос материала при фрикционном воздействии является частью сложного процесса формирования механически-перемешанных слоев. Возникшие на определенном этапе эксплуатации слои являются результатом адаптации материалов контактной пары к заданным условиям трения и характеризуются структурой, далекой от равновесия [48, 49].

Фрикционное взаимодействие элементов контактной пары приводит к появлению частиц износа. Во многих случаях их состав, структура и твердость близки к соответствующим характеристикам механически-перемешанных слоев. Размеры частиц износа, прежде всего их толщина, изменяются в зависимости от глубины сформированного слоя. Следует принимать во внимание, что механически-перемешанные слои, как правило, распределены неравномерно, а их различные участки на рабочих поверхностях материала могут находиться на разных этапах развития. Это значит, что процессы формирования, удаления и

восстановления механически-перемешанных слоев развиваются одновременно [43].

Образование частиц износа в процессе сухого трения скольжения происходит путем расслоения (деламинации), выкрашивания, микрорезания, глубинного вырывания (задира) в результате схватывания элементов пары трения и собственно переноса материала [4, 21, 80–82]. Пластическая деформация может приводить к оттеснению материала из области взаимодействия. Постепенно в слое накапливаются деформации и, когда запас пластичности материала близок к исчерпанию, происходит его разрушение. Отделение частиц может произойти также в результате наплыва оттесненного материала на области, покрытые оксидной пленкой, и потери при этом связи с основой [21, 81].

Выкрашивание – один из наиболее часто встречаемых видов повреждения поверхности трения. Этот механизм изнашивания проявляется в виде раковин с «оборванными» краями, формирующихся в месте отделения частиц материала. К выкрашиванию склонны твердые структурные составляющие [9, 72, 83], например, графит, карбиды и нитриды в железоуглеродистых сплавах [85], материалы покрытий или диффузионных слоев [86], а также оксидные пленки [1, 86]. При внедрении в поверхностный слой твердая частица контртела или продукта износа может привести как к оттеснению материала, так и к микрорезанию с образованием бороздки трения [44, 82] и микростружки [35, 87] соответственно.

Глубинное вырывание материала может происходить в результате схватывания трущихся тел в том случае, если прочность соединения оказывается выше прочности одного или обоих материалов контактной пары [89]. Прилегающие к местам схватывания зоны пластически деформируются, а вырванный микрообъем, прочно закрепленный на сопряженной поверхности, образует слой перенесенного материала [37, 38, 89].

При разрушении рабочей поверхности узла трения большое значение имеет процесс расслаивания или деламинации. При взаимодействии элементов пары трения нагрузка передается через реальную область контакта, в пределах которой на сопряженных поверхностях находится множество микровыступов. Выступы

более мягкого материала трущейся пары поддаются деформации легче по сравнению с контртелом и в результате циклического накопления дефектов деформационного происхождения могут видоизменяться. В результате этого поверхность более мягкого элемента пары трения становится относительно гладкой. Таким образом, схема взаимодействия пары трения «выступ - выступ» меняется на «выступ - плоскость».

При взаимодействии с выступами контртела «мягкая» поверхность подвергается интенсивному циклическому нагружению, результатом чего является сдвиг материала. Со временем процесс деформации материала сопровождается зарождением и распространением на некоторой его глубине дефектов в виде трещин. В том случае, если матричный материал содержит какие-либо включения или выделения второй фазы, процесс формирования несплошностей ускоряется. Образование трещин непосредственно вблизи области взаимодействия контактных поверхностей затруднено присутствием сжимающих напряжений. При достижении критической длины дефекта, материал расслаивается, образуя крупные «листоподобные» продукты износа [4, 90–92].

В зависимости от особенностей пары трения продукты разрушения могут либо участвовать в процессе изнашивания, либо удаляться из области взаимодействия. В первом случае, если частицы внедряются в поверхность элементов контактной пары, они являются причиной абразивного изнашивания материала, приводят к микрорезанию или царапанию элементов пары трения. Подробные сведения о продуктах износа и их влиянии на процессы трения материалов представлены в работах [2, 21, 38, 81, 93].

### **1.1.2 Структурные преобразования, развивающиеся в условиях трения**

Фрикционное взаимодействие элементов контактной пары приводит к структурным изменениям, обусловленным пластическим течением материала поверхностного слоя. Многократное деформационное воздействие приводит к измельчению и вытягиванию зерен в направлении пластического течения.

Циклическое нагружение может являться причиной формирования сильнодеформированной (субмикронной) структуры поверхностного слоя. Фрагментация материала происходит путем самоорганизации дислокаций, плотность которых в процессе пластического течения возрастает. Движущиеся дислокации испытывают сопротивление со стороны хаотично распределенных неподвижных дислокаций или их скоплений. Возникающие при этом напряжения являются причиной перестройки дислокационной структуры [3, 38, 83, 94].

При высоких степенях деформации может происходить наноструктурирование материала путем механического перемешивания, которое, как уже упоминалось в параграфе 1.1.1, происходит аналогично механическому легированию в высокоэнергетических шаровых мельницах [38] или другим методам интенсивной пластической деформации [96]. Ниже этот процесс рассмотрен более детально с позиции фрикционного взаимодействия элементов пары трения.

В результате сдвига материала в близлежащих объемах возникают напряжения различного типа. В области сжимающих напряжений может достигаться состояние всестороннего сжатия (рисунок 1.6). Таким образом

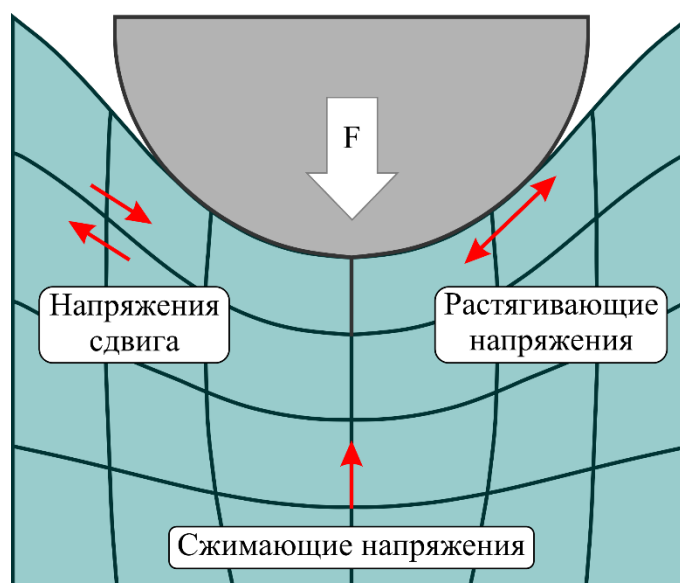


Рисунок 1.6 – Напряжения, возникающие в материале в условиях фрикционного нагружения [16, 37]

создаются условия для возникновения больших пластических деформаций. При этом высокий уровень сжимающих напряжений препятствуют зарождению и распространению трещин [94, 95]. В этом случае процесс наноструктурирования материала определяется механизмом ротационной пластичности. Результатом такого рода структурных преобразований является образование зон, разориентированных относительно остального объема и отделенных от него новой межзеренной границей [8, 83, 94, 96, 97].

Другой механизм деформации и наноструктурирования материалов в процессах трения предложен в работах [7, 8]. Авторы рассматривают деформацию поверхностных слоев не только с позиции перемещения отдельных дислокаций, но также как результат движения мезообъемов, т.е. целых фрагментов материала. Полагают, что локальные пиковые напряжения вызывают перемещение мезообъемов вдоль направления скольжения. Такие структурные преобразования обусловлены механизмом ротационной деформации фрагментов слоя относительно друг друга, в результате чего могут быть достигнуты большие степени пластической деформации.

Следует отметить, что проявление ротационного механизма пластического течения является причиной появления деформации противоположного знака на некоторой глубине от области контактного взаимодействия, что приводит к сдвигу смежных объемов материала. Таким образом, в процесс вовлекаются нижележащие, менее деформированные слои. Такой характер преобразований материала поверхностных слоев приводит к формированию сложной по строению градиентной структуры.

На рисунке 1.7 отражены особенности строения медного образца после трения в паре со стальной пластиной, зафиксированные с использованием метода дифракции обратно рассеянных электронов. Анализ приведенных карт позволяет сделать вывод о том, что трение вызывает изменения микроструктуры уже в самом начале взаимодействия элементов пары, когда путь трения составляет всего 7 мм (рисунок 1.7, а). Продолжение процесса трения приводит к существенной фрагментации материала, его наноструктурированию (рисунок 1.7, б-д) и даже формированию механически перемешанного слоя, отделенного от наноструктурированного слоя четкой границей (рисунок 1.7, е).

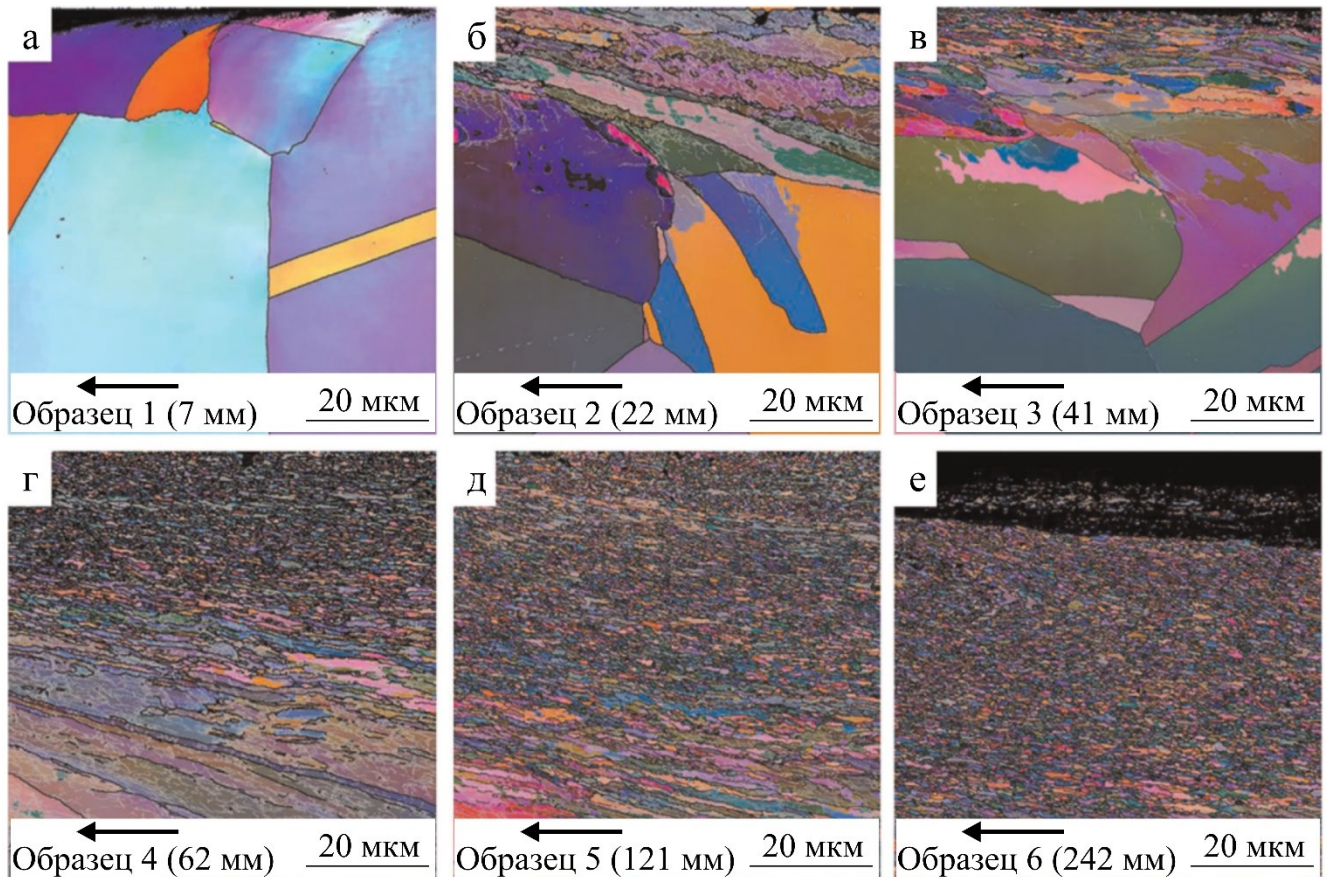


Рисунок 1.7 – Карты с микроструктурой поверхностного слоя меди при различной величине пути трения, полученные методом дифракции обратно рассеянных электронов, характеризующие [99]. Стрелка указывает на направление перемещения стальной пластины (контртела)

### 1.1.3 Вихреподобная структура

Авторы ряда работ, связанных с изучением процессов трения, наблюдали образование вихреподобной структуры [83, 99–102]. С.Ю. Тарасов и др. [104] подобные структуры называют областями турбулентного течения, механизм движения материала в которых подобен поведению неньютоновской жидкости. Отмечают, что, в отличие от жидкости, эта область состоит из множества субслоев, которые перемещаются друг относительно друга с различной скоростью. По мнению авторов указанных работ, механизм деформации, объясняющий такое поведение материалов, может быть связан с зернограничным скольжением.

С.Г. Псахье с соавторами [6] относят формирование вихреподобных структур в поверхностных слоях к динамическим процессам, обеспечивающим сплошность материалов при высоких напряжениях путем преобразования структуры за счет последовательного кооперативного движения атомов. Авторы полагают, что образование вихрей является механизмом, вызывающим аномальное зернограничное скольжение. Возникающие при этом структуры определяют особенности процессов зарождения трещин, фрагментации и образования «квазизидкого» слоя. По мнению авторов, в основе механизма формирования вихреподобной структуры лежит явление дилатансии (изменение объема, наблюдаемое в зернистых материалах, при воздействии сдвиговых деформаций).

В.Е. Панин с соавторами [8] предложили рассматривать движение мезообъемов материала подобно вязкой пасте, в которой связующая жидкость определяет движение твёрдых включений. Оценивая коэффициент динамической вязкости в подповерхностных слоях, авторы пришли к выводу, что отдельные фрагменты перемещаются друг относительно друга подобно тому, как это происходит в процессе высокотемпературной ползучести. При этом движение материала может быть, как ламинарным, так и вихревым. Отмечается также, что, благодаря образованию вихреподобной структуры, в материале может развиваться аномально высокая пластическая деформация. При этом в нижних слоях материала проявляется локализация пластического течения и формируется явно выраженная градиентная структура.

Согласно работе [105] образование вихреподобной структуры в стали является результатом самосогласованной коллективной перестройки фрагментов ферритной матрицы и карбидных выделений. Пластическая деформация в поверхностных слоях металлических материалов в условиях высокоинтенсивного изнашивания сопровождается активной ротацией материала на мезо- и макромасштабных уровнях. Методами структурного анализа установлено, что зоны сопряжения объемов материала с вихреподобной и полосовой структурой характеризуются наличием дефектов в виде пор, микротрещин и расслоений. При нагружении металлических материалов образование микротрещин обусловлено



знакопеременными динамическими нагрузками, возникающими в процессах трения и изнашивания. Накопление и развитие этих дефектов в результате интенсивной пластической деформации приводит к образованию частиц износа. Максимальный размер продуктов износа соизмерим с толщиной фрагментированного слоя, формирующегося в процессе изнашивания материала.

По мнению авторов работ [8, 105, 106], предпосылкой к формированию вихреподобных структур является взаимодействие микронеровностей рабочих поверхностей элементов пары трения, приводящее к механическим осцилляциям вблизи области контакта, вследствие чего внутри образца распространяются экспоненциально затухающие волны механических напряжений. Области, в которых величина этих напряжений выше предела текучести материала, насыщаются дислокациями, искажающими его кристаллическую структуру. Поскольку система стремится к равновесному состоянию, дислокации самоорганизуются, образуя «стенки», представляющие собой малоугловые границы раздела. В микрообъемах, подвергнутых деформации с малыми степенями, эти границы имеют конечную длину. Для образования недостающих границ необходимо дополнительное механическое воздействие, в результате чего формируется фрагментированная структура. Таким образом результатом фрикционного взаимодействия может быть несоответствие между фрагментированным поверхностным слоем и расположенным ниже недеформированным слоем материала. Перемещение объемов фрагментированного материала в процессе трения сопровождается возникновением знакопеременных напряжений в глубинных слоях, способствуя образованию вихревых построений, размеры которых зависят от толщины измельченного слоя.

В работе [108] формирование вихревой структуры при трении было рассмотрено с использованием подхода, основанного на методе «силового конуса», позволяющего выявлять зоны поверхностного слоя, в пределах которых действуют сжимающие и растягивающие напряжения. С учетом характера взаимодействия конусов авторы прогнозируют образование вихрей под влиянием сил,

действующих перпендикулярно, параллельно и под углом 45 градусов к поверхности трения. Результаты анализа свидетельствуют о том, что вращение является предпочтительным механизмом деформации при возникновении критических сдвиговых нагрузок и, что твердые частицы, участвуя в процессе формирования вихрей, образуют в материале своеобразные «колеса», обеспечивающие массоперенос.

В монографии Ю.К. Машкова [16] формирование вихревой структуры описывается как массообменный процесс, основанный на внедрении в поверхностный слой продуктов изнашивания. Автор работы отмечает, что процесс движения микровыступа (шероховатости) сопровождается возникновением растягивающих напряжений, которые в случае превышения величины предела текучести могут привести к образованию микротрещины. Фрагменты деформированного слоя перестраиваются в своеобразные «катки», приобретающие в процессе трения сферическую форму, которые, вращаясь, разрыхляют рабочую поверхность материала. Фрикционное взаимодействие контактной пары в таких условиях может приводить к микрорезанию поверхности, проявлению адгезионных процессов, а также к фрагментации «катков». Последние могут как удаляться из области взаимодействия, так и участвовать в массопереносе.

#### **1.1.4 Фазовые превращения в процессе трения**

Важную роль в процессах трения играют фазовые превращения, которые могут развиваться в области взаимодействия элементов контактной пары или вблизи нее. Преобразования структуры способны приводить к изменению физико-механических характеристик материалов пар трения и формированию трибослоев, оказывающих значительное влияние на интенсивность изнашивания. При изучении структуры материалов, подверженных трению скольжения, были зафиксированы случаи аморфизации сплавов [109–111], выделения частиц второй фазы [111, 112] и полиморфные превращения, в частности, образование мартенсита [108, 113–118].

Указанные преобразования могут иметь и обратный характер. Экспериментально наблюдали кристаллизацию сплава из исходной аморфной структуры [109, 119, 120], растворение включений [112, 121] и обратные мартенситные превращения [108, 113–115], обусловленные реализацией процесса трения скольжения. Фазовые превращения наблюдали также в парах трения, изготовленных из материалов с более «экзотической», например, квазикристаллической структурой [122] или из металлоидов [121]. На поверхностях трения могут также формироваться соединения в результате адсорбции веществ из окружающей среды или из смазочного вещества [1, 10, 21, 122, 123]. Наиболее часто в работах по трению скольжения упоминается окисление поверхности или продуктов износа [1, 25, 35, 42, 124].

Кинетику фазовых преобразований в ходе трения скольжения, как правило, связывают с изменением температуры и реального давления, которое определяется морфологией поверхности в области взаимодействия элементов пары трения. Вопрос, связанный с оценкой величины температуры деформированного слоя, в частности температуры «вспышек» на микронеровностях, все еще является предметом дискуссий, поскольку ее оценка является нетривиальной задачей [1, 113, 125]. Различные методы измерения температуры в области контакта элементов пар трения представлены в работах [1, 117, 125–128].

## **1.2 Структурно-фазовые превращения, развивающиеся в железоуглеродистых сплавах в процессе трения**

Износостойкие стали и чугуны широко используются для деталей машин и механизмов, работающих в условиях изнашивания: пары трения, винтовые зубчатые передачи, подшипники скольжения, ковши экскаваторов, тормозные диски и колодки, стрелочные переводы, крестовины железнодорожных путей и т.п. [67, 71, 85, 129–134]. Использование железоуглеродистых сплавов значительно снижает затраты на их производство, ремонт и обслуживание, позволяет избежать застоев при проведении работ.

Многочисленные исследования процессов фрикционного взаимодействия показали, что сухое трение скольжения приводит к существенным преобразованиям структуры в поверхностных слоях сопрягаемых тел. Изменения, происходящие в материалах, обусловлены высокими давлениями в сочетании с напряжениями сдвига, которые могут вызывать большие деформации в локальных объемах трущихся тел, а также являться причиной нагрева материала в области взаимодействия элементов пар трения (вплоть до их оплавления [1]). В свою очередь, такие явления могут привести к аномальному пластическому течению, фазовым превращениям, измельчению зерен и субзерен, распаду твердых растворов, выделению или растворению включений, химическому взаимодействию между материалами и окружающей средой и т.п. [2, 8, 85, 103].

Особый интерес вызывает поведение в условиях трения двух- и многофазных материалов. Объясняется это сложным характером взаимодействия структурных составляющих, присутствующих в поверхностных слоях, и анизотропией их механических свойств. В нормальных условиях большинство сталей содержат как минимум две фазы. При этом деформация, термическая обработка или их сочетание могут приводить к появлению дополнительных составляющих. Широкую известность, например, получили двухфазные феррито-мартенситные стали, применяемые в автомобильной и горнодобывающей отраслях. Микроструктура этих сплавов обеспечивает более высокую износостойкость по сравнению со сталью, обладающей полностью мартенситной структурой. Улучшение свойств связано с интенсивным наклепом мартенсита и релаксацией напряжений в сплаве путем передачи их пластичной матрице – ферриту [135, 136].

Большинство структурных преобразований в ходе фрикционного взаимодействия указанных выше сталей, а также сталей с другим исходным фазовым составом (феррито-перлитные стали, стали с метастабильным аустенитом и т.д.), как правило, рассматриваются на макроскопическом уровне и не связываются со свойствами их структурных составляющих. В то же время, следует учитывать, что различные типы структур с одинаковым химическим составом

(например, сформированные путем различной термической обработки) должны соответствующим образом отличаться в процессах трения и изнашивания [138–140]. Далее в главе будут представлены сведения о структурных преобразованиях сталей, характеризующихся различным исходным строением.

### **1.2.1 Стали с феррито-перлитной, мартенситной и смешанной структурами**

Ранее отмечалось, что деформация, вызванная трением, может приводить к структурно-фазовым превращениям в зонах локального взаимодействия элементов контактной пары. В процессе трения в поверхностных слоях сталей может быть сформирована дисперсная структура, соответствующая субмикро- и даже наномасштабному уровню (с размерами зерен менее 100 нм) [141–143]. Зерна поверхностных слоев вытягиваются по направлению трения. В определенных условиях трения проявляются следы ротационной пластичности, в частности, в виде вихреподобных зон.

Перечисленные выше явления были описаны в работе [84], посвященной изучению эволюции структуры стали 40X в условиях трения скольжения (рисунок 1.8). В исходном (нормализованном) состоянии сталь обладала феррито-перлитным строением. Авторы работы отмечают, что деформация, соответствующая начальным этапам трения, приводит к уменьшению межпластинчатого расстояния в перлите. Одновременно с этим происходит увеличение плотности дислокаций в обеих фазах перлита. Накопление этих дефектов сопровождается ростом напряжений в зоне трения. Со временем напряжения в материале начинают превышать предел текучести, что приводит к утонению цементитных пластин и их фрагментации. Напряжения, накапливающиеся в цементите, частично релаксируют путем их передачи в пластичную ферритную матрицу.

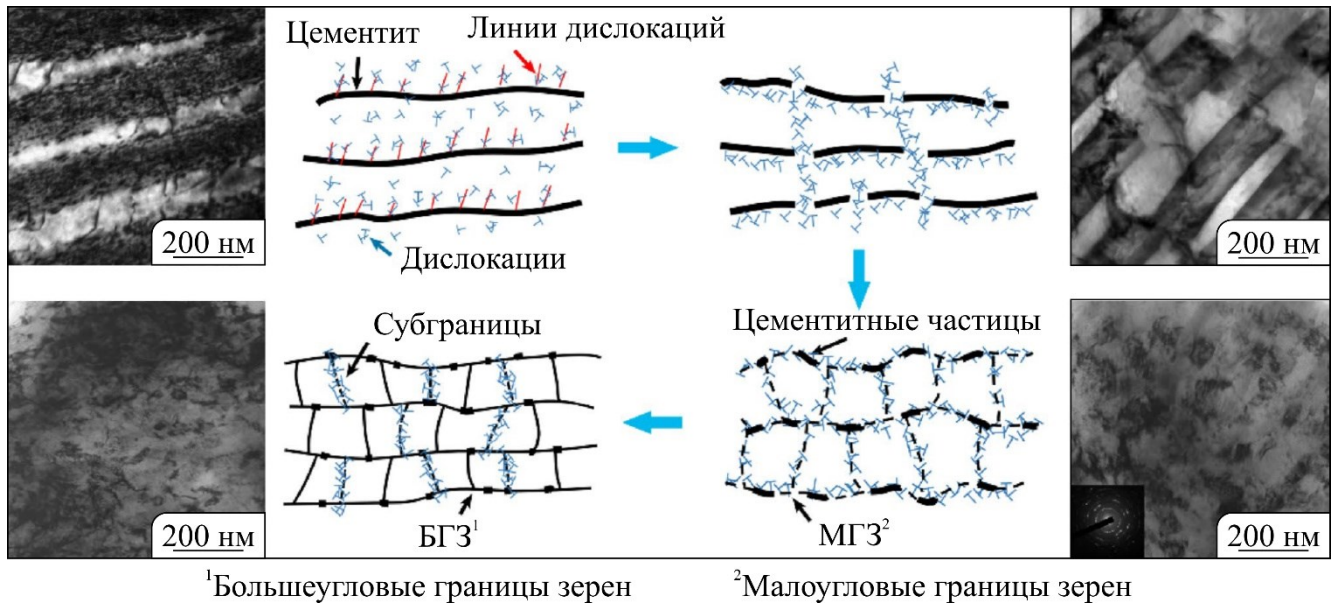


Рисунок 1.8 – Схематическое представление процесса формирования наноструктуры в феррито-цементитной смеси при взаимодействии элементов пары трения [84]

Активное взаимодействие дислокаций в процессе трения способствует миграции атомов углерода из карбидной составляющей, образованию атмосфер примесных атомов и повышению концентрации углерода в феррите. Дислокационные скопления преобразуются в стенки, формируя малоугловые границы (субструктуру). В условиях внешнего нагружения эти построения преобразуются в большеугловые границы. Процесс измельчения зерен в условиях трения повторяется до достижения стабильного минимума на уровне 40-100 нм. Подобное поведение ферритно-перлитной смеси наблюдали в работах [74, 143], в которых изучали структурно-фазовые преобразования в рельсовых сталях 900А (аналог Э76) и стали типа 76Ф, а также в работе [7], связанной с анализом стали типа *AISI* 1566 (аналог стали 65ГА).

В работе [145] было показано, что процесс трения сопровождается накоплением и аннигиляцией дислокаций, что выражается в циклическом колебании остаточных напряжений. В условиях сухого трения скольжения деформация поверхностных слоев сталей приводит к фрагментации цементита, его растворению и последующему выделению в виде глобулярных частиц. Отмечается,

что поверхность трения не достигала температуры перехода исходной феррито-перлитной структуры в аустенит. Следовательно, процесс образования глобулярного цементита обусловлен деформацией поверхностных слоев. Структура сталей существенно преобразуется в ходе пластической деформации по механизму ротации микрообъемов материала.

По данным экспериментальных исследований частицы цементита в ходе трения не стабильны, их растворение способствует проявлению эффектов самоорганизации дислокаций и образованию равноосной субструктуры с размерами составляющих в диапазоне 300-500 нм. В высокохромистых сталях дислокации образуют полосовую структуру. По мнению автора работы [144], основным фактором, препятствующим релаксации напряжений в структуре таких сталей, являются дисперсные выделения сложного карбида  $(Fe, Cr)_{23}C_6$ .

Уникальный комплекс прочностных свойств и твердости сталей, находящихся в закаленном состоянии, определяется структурой мартенсита. Однако даже при исследовании сплава, находящегося в высокопрочном состоянии, фрикционное воздействие может сопровождаться образованием наноструктурированного поверхностного слоя. Ключевой процесс структурных преобразований в этом случае связан с механизмом ротационной пластичности материала [70, 140]. Важно отметить, что большое количество дефектов кристаллической решетки, образование примесных атмосфер, закрепление атомов углерода у дислокационных ядер способствуют развитию процессов динамического деформационного старения [31, 140, 145–147].

В противовес отмеченному выше авторы работы [71] полагают, что поведение поверхностного слоя стали с мартенситной структурой, не сопровождается локализацией пластического течения, при этом в материале активно накапливаются дислокации. В таких условиях взаимодействия элементов контактной пары наблюдается перенос металла с последующим резким увеличением износа, повышением температуры в области взаимодействия твердых тел и образованием белого слоя в результате быстрого охлаждения материала.

Влияние дисперсности мартенсита на процесс трения обсуждалось в работе [133]. Объектом исследования являлась сталь 45 после индукционной закалки. Размер мартенситных кристаллов контролировали, подавая различное количество охлаждающей жидкости. Экспериментально установлено, что коэффициент трения тесно связан с микроструктурой сплава. С увеличением дисперсности пластинчатого мартенсита коэффициент трения стали снижался (рисунок 1.9, а), а ее износостойкость возрастала. Полученные в работе данные подтверждены результатами растровой электронной микроскопии (рисунок 1.9, б-г). В ходе анализа материала, не подверженного закалке, были выявлены характерные признаки абразивного изнашивания, расслоения и глубинного вырывания (рисунок 1.9, б). Морфология поверхности образцов, закаленных методом индукционной обработки с различной скоростью охлаждения, характеризуется гораздо меньшим количеством поверхностных дефектов (рисунок 1.9, в-г).

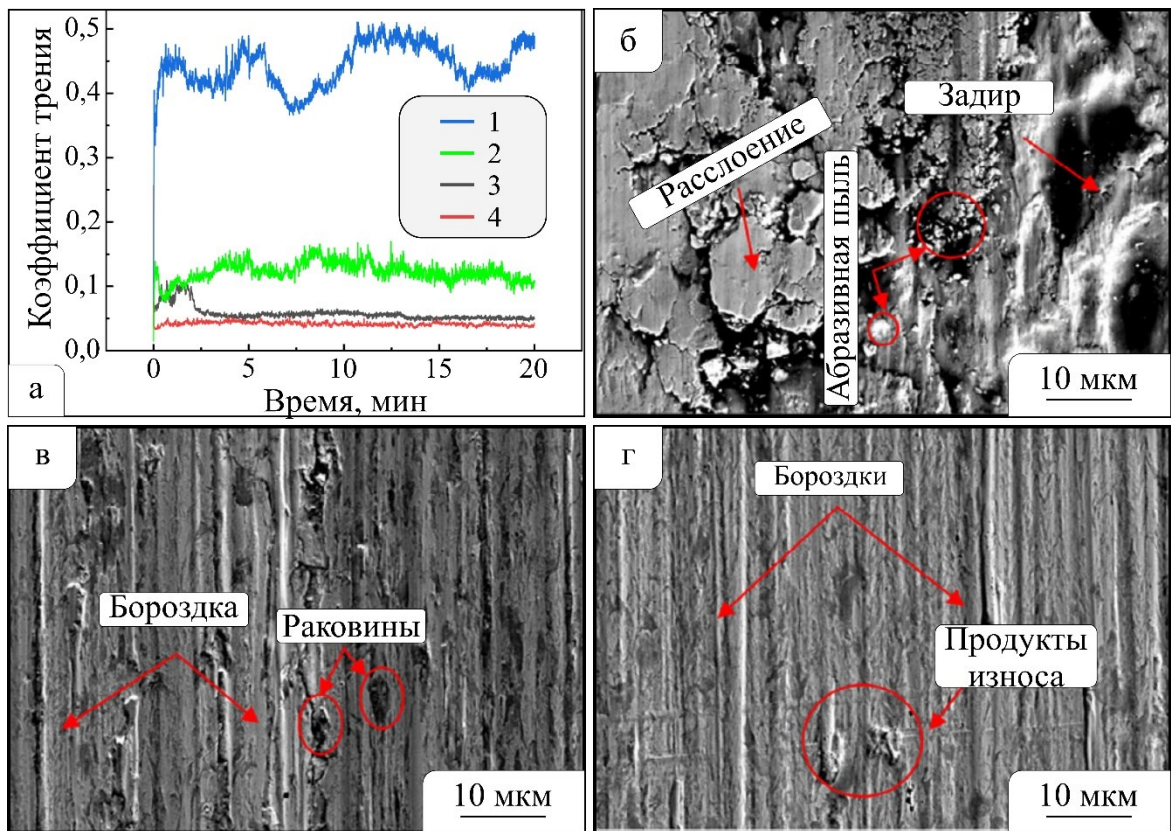


Рисунок 1.9 – (а) Характер изменения коэффициента трения объемно- (1) и индукционно-упрочненных (2-4) сплавов. (б), (в) и (г) строение рабочей поверхности стали в результате трения [133]



Важными факторами, определяющими процессы трения сталей со смешанной структурой феррита и мартенсита, являются соотношение объемных долей фаз, а также форма, дисперсность и морфология пересыщенного твердого раствора [135, 139, 148, 149]. В работе [71] представлен анализ триботехнических свойств стали *AISI* 1018 (аналог стали 15). Термическую обработку образцов проводили по режимам, детально описанным в работе [151]. Были получены два типа двухфазных сталей со структурой феррита и мартенсита. Разница между ними заключалась в особенностях тонкого строения  $\alpha$ -мартенсита. В одном случае мартенсит обладал реечным строением, размер элементов которого превосходил толщину сильнодеформированного слоя, а во втором – пластинчатым строением с прослойками феррита. Авторы работы отмечают, что скорость изнашивания стали со структурой второго типа в 100 раз выше по сравнению с первым. Следует отметить, что при выполнении экспериментов в вакууме существенных различий в изнашивании сталей не зафиксировано. Износ стали второго типа при трении в воздушной атмосфере обусловлен реакцией межфазных границ феррита и мартенсита с кислородом. Подобные результаты были зафиксированы также в работе [152].

В работе [153] сравнивали особенности изнашивания поверхностных слоев сталей со структурой нижнего бейнита и мартенсита. Было установлено, что при заданных условиях трения и нагрузке 50 Н интенсивность изнашивания материалов существенно не изменяется на протяжении всего эксперимента. При повышении нагрузки до 200 и 300 Н интенсивность изнашивания стали с бейнитной структурой резко возрастала на этапе приработки, однако при выходе на режим установившегося трения интенсивность изнашивания была на 80 % ниже по сравнению со сталью со структурой мартенсита. Такой характер поведения бейнита обусловлен несколькими факторами, а именно его высокой прочностью и вязкостью, присутствием аустенитных прослоек, предотвращающих распространение трещин, а также измельчением структуры в процессе трения. Эффективность структуры такого типа может быть обусловлена также деформационно-индуцированным превращением аустенита в мартенсит [154].

В соответствии с литературными данными стали с перлитной структурой отличаются более высокой износостойкостью по сравнению со сталями со структурой бейнита и мартенсита, даже несмотря на то, что изначально они обладают более низким уровнем твердости. Объясняется это тем, что для перлита характерна высокая степень деформационного упрочнения, а также склонность к релаксации напряжений в ходе трения [155–159]. О структурно-фазовых преобразованиях сталей, связанных с формированием в процессе трения «белых слоев», речь шла в параграфе 1.1.1 диссертационной работы.

### 1.2.2 Стали с аустенитной структурой

Особый интерес с точки зрения трибологии представляют стали, содержащие аустенит, в частности аустенитные нержавеющие стали. Сплавы этого типа обладают хорошим сочетанием механических и технологических свойств, а также высокой коррозионной стойкостью в различных средах. Благодаря этому они широко используются в различных сферах производства, например, в машиностроении, авиакосмической промышленности, химической индустрии и т.д.

В литературе отмечается возможность эксплуатации изделий из аустенитных нержавеющих сталей в условиях, связанных с циклическим нагружением. При низких температурах циклическое воздействие на эти сплавы может приводить к деформационному упрочнению путем фазовых превращений, в ходе которых метастабильный аустенит преобразуется в деформационно-индуцированный мартенсит. Эта особенность используется на практике и является одним из основных способов повышения механических свойств аустенитных сталей [159, 160]. В то же время считается, что склонность к деформационному упрочнению является причиной снижения долговечности изделий из анализируемых сплавов.

В соответствии с литературными данными, формирование механически-индуцированного мартенсита характерно и для различных методов фрикционного воздействия, в том числе для изнашивания в присутствии абразива [72, 161] а также

в условиях трения скольжения [2, 162–165]. Считается, что аустенитные стали обладают низкими показателями износостойкости [162, 163], даже несмотря на наличие оксидной пленки, присутствие которой способствует так называемому «мягкому» износу [1, 81].

В опубликованных недавно работах было показано, что процесс трения по рационально подобранным режимам может быть использован для упрочнения поверхностных слоев [157, 166]. В том числе трение может использоваться в качестве финишной обработки с целью формирования сглаженной поверхности, обладающей высокими механическими свойствами [44, 167]. Причины образования механически-индуцированного мартенсита связаны с высокими удельными напряжениями и деформацией, возникающей в результате адгезионно-когезионного взаимодействия элементов контактной пары [3, 8]. Внедрение в поверхностные слои частиц износа, приводя к локализации пластического течения, также способствует превращению аустенита в мартенсит в процессе трения сталей [8, 168].

Связь мартенситного превращения с деформацией сталей активно изучается, начиная с первой половины прошлого столетия. Принимая во внимание уравнение (1.1), предложенное Г.Х. Айхельман и Ф.С. Халл [170], легко вычислить, что температура начала мартенситного превращения ( $M_s$ ) при охлаждении хромоникелевых сталей (без деформации) значительно ниже 0 °С. Полученные данные свидетельствуют о термодинамической стабильности системы при нормальных условиях:

$$M_s(°C) = 1302 - 42(\%Cr) - 61(\%Ni) - 33(\%Mn) - 28(\%Si) - 1667(\%[C + N]). \quad (1.1)$$

Из этого следует, что для инициирования превращения аустенита в мартенсит требуется существенная по величине движущая сила, которая обычно обеспечивается путем переохлаждения сплава, например, в процессе обработки холодом. В работах [114, 118] было показано, что механическое воздействие на материал по схеме одноосного сжатия или растяжения приводит к возрастанию свободной энергии системы, что, в свою очередь, приводит к повышению температуры  $M_s$  и развитию бездиффузионного превращения  $\gamma \rightarrow (\epsilon, \alpha')$ . Таким

образом, энергия, необходимая для образования мартенсита, может быть получена в процессе пластической деформации стали. В этом случае для расчета температуры ( $M_d$ ), ниже которой происходит механически-индуцированное превращение, можно использовать выражение, предложенное Т. Ангел [171]:

$$M_d(30/50)(^{\circ}\text{C}) = 413 - 13,7(\%Cr) - 9,5(\%Ni) - 8,1(\%Mn) - 18,5(\%Mo) - 9,2(\%Si) - 462(\%[C + N]), \quad (1.2)$$

где  $M_d(30/50)$  – температура, соответствующая формированию 50 %  $\alpha'$ -фазы при значении истинной деформации по схеме растяжения, равном 30 %.

Приведенная выше формула позволяет оценить возможность механически-индуцированного преобразования аустенита при заданной температуре обработки. Например, Х. де Абро с соавторами [167] экспериментально показали, что сталь *AISI* 301 ( $M_d = 19,1$  °С) более склонна к деформационно-индуцированному превращению при комнатной температуре по сравнению со сплавом *AISI* 316L, характеризующимся более низким значением  $M_d = -67,1$  °С.

Деформация аустенитной стали приводит либо к прямому  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращению из гранцентрированной кубической решетки (ГЦК) в объемно-центрированную (ОЦК), либо с промежуточным образованием гексагонального плотноупакованного (ГПУ)  $\epsilon$ -мартенсита [113, 171–174]. П.Л. Мангонон и Г. Томас [175], а позднее и В. Ситхараман совместно с Р. Кришнан [173] показали, что в процессе деформации объемная доля  $\epsilon$ -фазы достигает некоторого максимального значения, а при продолжении пластического течения ее количество постепенно снижается. При этом объемная доля  $\alpha'$ -мартенсита в ходе пластической деформации возрастает непрерывно.

Известно, что при низких температурах  $\gamma \rightarrow \epsilon$  превращение может происходить в отсутствие деформации, хотя для формирования  $\alpha'$ -фазы механическое воздействие необходимо [174]. Количество возникшего мартенсита ( $\alpha'$ - и  $\epsilon$ -фазы) зависит от химического состава сплава и его энергии дефектов упаковки (ЭДУ), температуры и скорости деформирования, а также от параметров внешнего воздействия, в частности от схемы нагружения [114, 118, 169, 170]. Помимо перечисленных факторов, доля мартенсита зависит также от размеров и ориентации исходных зерен аустенита [113, 114].

Важно отметить, что образование мартенситных фаз является автокаталитическим процессом (циклический процесс, катализатор которого является одновременно и одним из его конечных продуктов) и обусловлено несколькими факторами. Во-первых, в материале возникают существенные искажения кристаллической решетки, связанные с тем, что возникшая фаза отличается по морфологии и удельному объему от исходной, тем самым вызывая изменение свободной энергии в зависимости от напряжений (растяжения и сжатия) [133]. Принимая это во внимание, следует отметить, что местами зарождения  $\alpha'$ -фазы могут быть как зоны пересечения пластин  $\varepsilon$ -фазы [176], так и места их пересечения с действующими плоскостями скольжения аустенита [177]. Согласно работе [175] центрами зарождения  $\alpha'$ -фазы способны выступать также зоны пересечения кристаллов  $\varepsilon$ -фазы с двойниками или границами зерен аустенита. В случае же прямого мартенситного превращения центрами зарождения кристаллов  $\alpha'$ -фазы являются области скопления дислокаций [113, 118]. Во-вторых, поскольку превращение имеет сдвиговый характер, в зонах сопряжения аустенита и мартенсита, обладающих когерентными границами, возникают значительные напряжения, оказывающие влияние на энергию упругой деформации [113, 118, 177].

Следует отметить, что при деформации аустенитных сталей важное значение имеет величина ЭДУ [179]. В соответствии с работами [179, 180] величину ЭДУ можно сопоставить с механизмом зарождения мартенсита (рисунок 1.10). Так, в сплавах с низкой ЭДУ ( $< 20$  мДж/м<sup>2</sup>) деформация развивается путем скольжения дислокаций и мартенситных превращений. Для структур со средним значением ЭДУ (20 – 45 мДж/м<sup>2</sup>) характерно дислокационное скольжение и механическое двойникование. В тех случаях, когда сплавы обладают высокой ЭДУ ( $> 45$  мДж/м<sup>2</sup>), деформация развивается преимущественно по механизму скольжения дислокаций [180]. Для оценки значения ЭДУ, обозначенной в данной работе как  $\gamma_{SFE}$ , предложены различные эмпирические зависимости. Наиболее распространенной из них является формула (1.3), предложенная в работе [179]:

$$\gamma_{SFE} = -53 + 6,2(\%Ni) + 0,7(\%Cr) + 3,2(\%Mn) + 9,3(\%Mo). \quad (1.3)$$

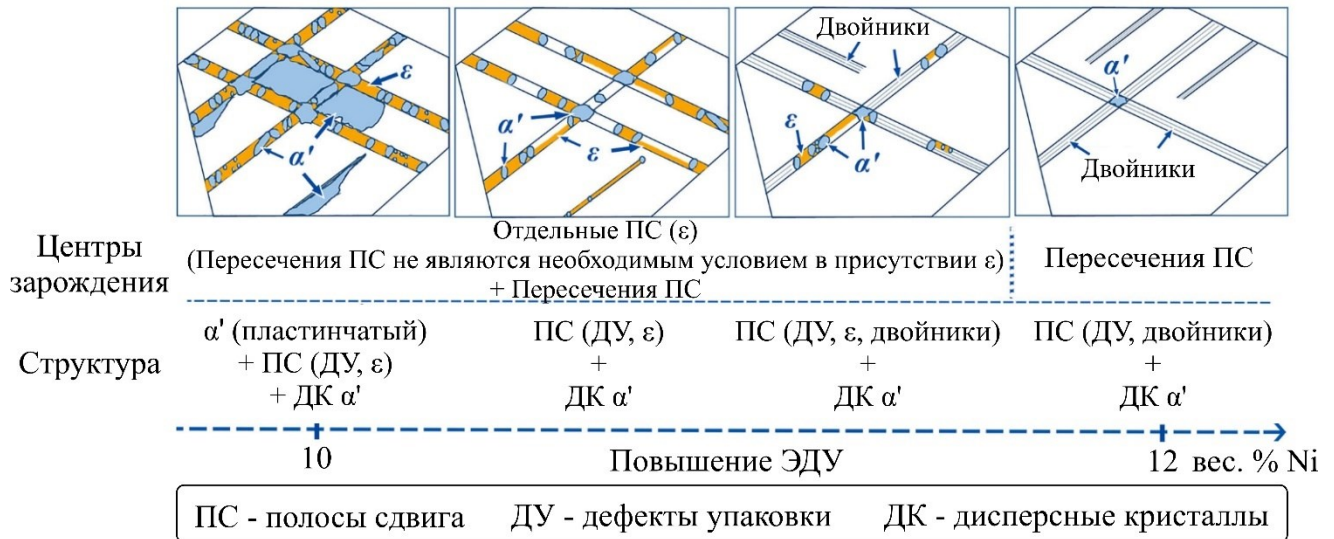


Рисунок 1.10 – Схематическое представление корреляции между деформированной структурой и энергией дефекта упаковки в хромоникелевых сталях в зависимости от содержания никеля

### 1.3 Методы изучения структуры и свойств материалов, подверженных фрикционному воздействию

#### 1.3.1 *In situ* методы исследования

Большинство работ, посвященных изучению процессов структурных преобразований в материалах при трении, основано на исследованиях микроструктуры, выполненных после завершения эксперимента (*ex situ* методы). При этом оценить характер изменений, соответствующих промежуточным этапам, предшествующих достижению конечного состояния материала, достаточно проблематично. Проведение «дискретных» исследований материалов в различные моменты изнашивания представляет собой весьма трудоемкий процесс. Триботехнические исследования материалов по схеме трения скольжения не являются исключением, поскольку реализовать *in situ* контроль структурных преобразований на практике довольно сложно. В то же время формирование даже незначительного количества частиц износа может способствовать проявлению значительных деформаций и переходу системы к интенсивному изнашиванию

вследствие адгезионного схватывания или внедрения продуктов износа в поверхность трения [169]. Зафиксировать такие изменения структуры оказывается весьма трудоемкой задачей в случае применения *ex situ* методов исследования.

Тем не менее, в трибологии имеются примеры *in situ* экспериментов. Еще в 80-90-х годах прошлого века для анализа структурных преобразований и изменения химического состава поверхностного слоя в процессе трения были проведены эксперименты с применением растровой электронной микроскопии и сканирующей зондовой микроскопии, основанные на использовании метода Кельвина [2, 5, 38]. В настоящее время существуют и более уникальные методы. Например, в работах [127, 181] использована машина трения, обеспечивающая возможность измерять температуру в области контакта тел путем регистрации инфракрасного излучения. В работе [183] процесс изнашивания изучали с использованием оборудования, регистрирующего параметры акустической эмиссии, которая генерируется при распространении волн упругой деформации. По своей сути, измерение коэффициента трения также является *in situ* наблюдением. Тем не менее, перечисленных выше подходов недостаточно для надежного описания изменений микроструктуры материалов в процессе триботехнического воздействия.

### **1.3.2 Методы исследования материалов, основанные на использовании рентгеновского излучения**

Дифракция рентгеновского излучения является мощным неразрушающим методом исследования материалов, широко используемым как в научных целях, так и для применения в промышленности. Метод дифракции позволяет получать сведения о структуре, фазовом составе, преимущественной ориентации кристаллов, микроискажениях, дефектах кристаллической решетки, уровне механических напряжений и других важных параметрах материалов [183, 184].

### 1.3.2.1 Непрерывное рентгенографическое исследование процесса трения

Анализ литературы показал, что возможность изучения структурных преобразований при трении методом непрерывного рентгеновского контроля упоминалось еще в середине 60-х годов прошлого столетия [15, 185]. Сущность метода заключалась в том, что в процессе фрикционного взаимодействия тел проводился дифракционный анализ одного из элементов пары трения. Рентгеновское излучение регистрировалось в зоне, расположенной на некотором расстоянии от места выхода трущейся поверхности из области контакта. Авторы исследования отмечали, что такой подход весьма эффективен при изучении процессов трения металлических пар, поскольку глубина проникновения излучения в металлы сопоставима с толщиной «активного» поверхностного слоя при трении. Принципиальная схема установки, используемой для непрерывного наблюдения процессов трения с использованием дифракции рентгеновского излучения, показана на рисунке 1.11.

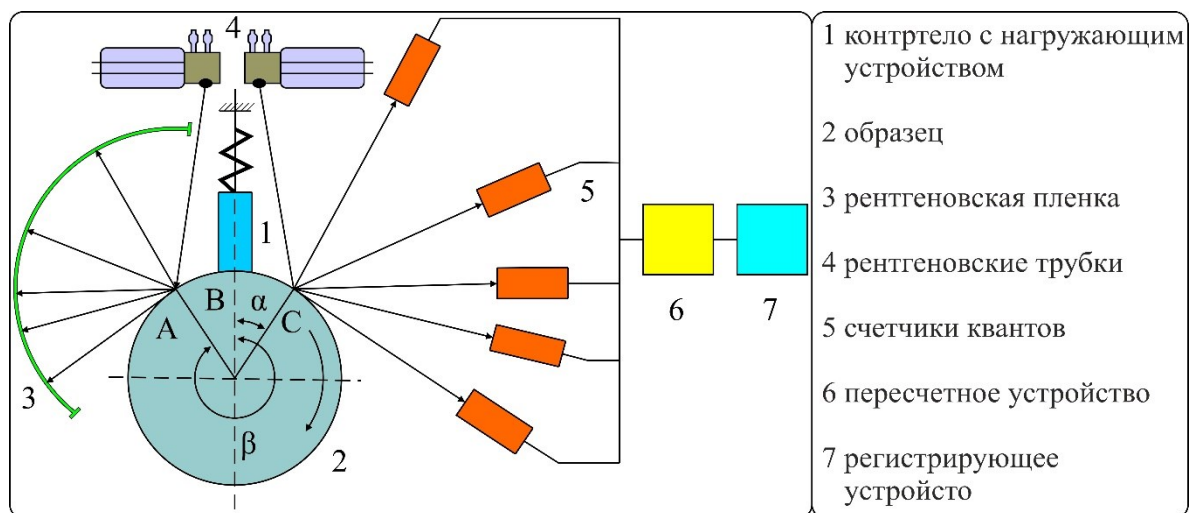


Рисунок 1.11 – Схема установки, обеспечивающей возможность непрерывного исследования материала рентгеновским излучением в процессе триботехнического воздействия [15]

На примере цементованной стали, подверженной фрикционному воздействию, авторы показали возможности метода непрерывного наблюдения за



процессами трения. В процессе исследований были зафиксированы фазовые превращения. В частности, на рабочей поверхности ролика наблюдали образование оксидов железа, которые оказывали влияние на характер фрикционного взаимодействия, что отражалось на величине коэффициента трения. Анализ зафиксированных экспериментально дифракционных максимумов позволил сделать вывод об изменении объемной доли остаточного аустенита. Кроме того, на основании изменения формы пиков, а именно с учетом полуширины дифракционных максимумов, авторы оценивали изменения микроискажений, обусловленные как формированием аустенита, так и выделением углерода из мартенсита.

И.М. Любарский с соавторами подчеркивают, что изменения фазового состава и микроструктуры имеют существенные различия по сравнению с теми же показателями, зафиксированными в начальном состоянии [185]. Отмечается необходимость изучения фрикционных процессов непосредственно в процессе трения путем непрерывного дифракционного анализа.

Анализируя описанную работу, можно отметить преимущества и недостатки разработанного метода. Его достоинства заключаются в возможности получения сведений об объемной доле фаз, образовании оксидов и карбидов. Весьма важной представляется возможность оценки изменения формы дифракционных максимумов, которая свидетельствует об изменении микроискажений (напряжения II рода), измельчении структуры и химической неоднородности твердого раствора.

Основным недостатком рассмотренной работы является использование фотографического и ионизационного методов регистрации дифракции рентгеновского излучения. Фотографический метод позволяет регистрировать одновременно всю дифракционную картину, что, безусловно, следует отнести к положительным качествам этого метода. Однако необходимость использования специальных камер для соответствующего расположения фотопленки и образца относительно пучка входящего излучения, трудоемкость получения и обработки экспериментальных данных, невысокая точность измерения интенсивности и формы профиля рефлексов существенно ограничивают удобства применения

метода. Кроме того, важным недостатком метода является невозможность представления первичной информации о дифракции рентгеновского излучения в цифровом виде. Эта особенность не позволяет осуществлять компьютерную обработку зафиксированных дифракционных картин [186, 187].

Ионизационный способ регистрации позволяет относительно быстро получить дифракционные картины, необходимые для анализа положений рефлексов, интегральной ширины профилей и т.д. Основным недостатком этого подхода связан с принципом регистрации сигнала, основанном на последовательном сборе излучения в зависимости от угла дифракции.

### **1.3.2.2 Синхротронное рентгеновское излучение и его использование для контроля процессов трения**

В параграфе приведены основные сведения об устройстве ускорительных комплексов, генерирующих синхротронное излучение, кратко изложены его свойства и показаны отличия от излучения, испускаемого лабораторными источниками. Кроме того, рассмотрены *operando* и *in situ* исследования структуры, формируемой в результате фрикционного нагружения.

#### **1.3.2.2.1 Основные сведения об устройстве синхротрона, генерации синхротронного излучения и его яркости**

Синхротронное излучение – это электромагнитное излучение, испускаемое релятивистскими заряженными частицами при их движении по круговой орбите под действием магнитного поля. На рисунке 1.12 отражена схема кольцевого источника синхротронного излучения. Электроны генерируются путем термической эмиссии в электронной пушке, после чего попадают в линейный ускоритель также известный как ЛИНАК (англ. *linac* – *LI*Near *AC*celerator) и ускоряются до десятков или сотен МэВ в зависимости от параметров источника



Рисунок 1.12 – Принципиальная схема устройства синхротрона [190]

синхротронного излучения. Далее электроны инжектируются в предускоритель или бустер, радиус которого существенно меньше, чем у накопительного кольца. После того как энергия частиц достигает сотен МэВ или даже нескольких ГэВ, пучок электронов попадает в накопительное кольцо, которое состоит из прямолинейных участков и вставных устройств (поворотные магниты, ондуляторы, вигглеры), генерирующие наиболее интенсивное синхротронное излучение. Потери кинетической энергии электронного пучка при испускании фотонов под действием магнитного поля компенсируются в резонаторе, который придает заряженным частицам необходимое количество дополнительной энергии каждый раз, когда они проходят через него. Сгенерированное излучение проходит по касательной к накопительному кольцу вдоль осей вставных устройств и направляется к экспериментальному каналу, где в первую очередь попадает в зону фронтенда. Функции этой зоны заключаются в изолировании вакуумной системы экспериментального канала от вакуумной системы накопительного кольца, контроле положения пучка, фильтрации низкоэнергетического хвоста спектра синхротронного излучения, а также блокировке рентгеновского излучения при необходимости доступа к оптической системе канала или экспериментальному окружению [188, 189].

Излучение, полученное от рентгеновской трубки в отличие от синхротронного излучения, испускается от сравнительно медленных (нерелятивистских) заряженных частиц. Такое излучение испускается изотропно (во все стороны) от излучающей частицы, тогда как релятивистские электроны (или позитроны) в ускорителе, в соответствие с законами релятивистской механики, излучают фотоны узким пучком в направлении движения – прожекторный эффект (рисунок 1.13). Таким образом, в случае генерации синхротронного излучения весь поток фотонов сосредоточен в конусе с углами раствора  $\psi_{x,y}$  (рисунок 1.13, а) и эммиттансом, который характеризуется размерами источника  $\sigma_{x,y}$  (рисунок 1.13, б).

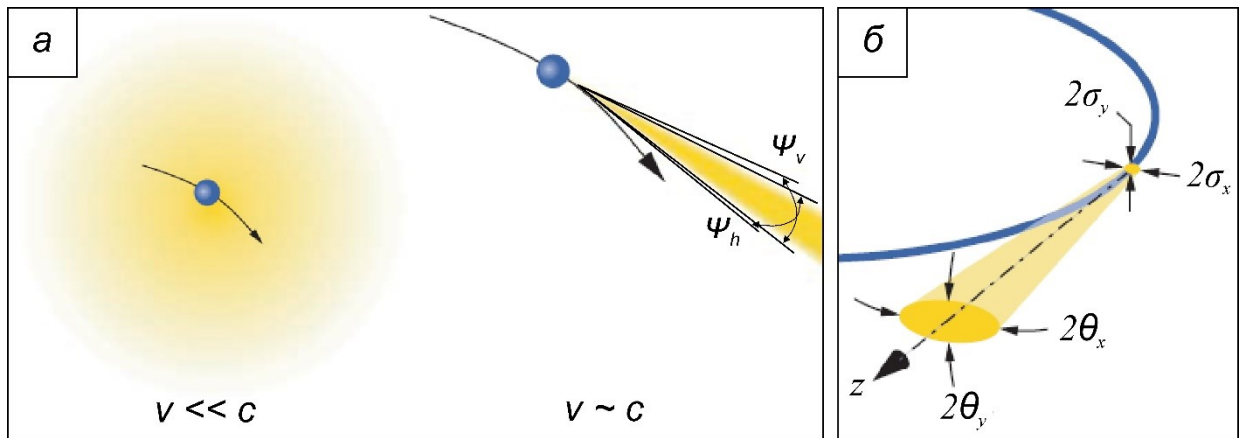


Рисунок 1.13 – (а) электромагнитное излучение, испускаемое ускоренными заряженными частицами, движущимися со скоростями ( $v$ ), малыми по сравнению со скоростью света ( $c$ ), является изотропным. Напротив, релятивистски движущиеся заряженные частицы испускают излучение в виде узкого конуса, в направлении их движения; (б) параметры, определяющие эммиттанс накопительного кольца [190]

Порядок углов  $\psi_{x,y}$  определяется релятивистским Лоренц-фактором, который характеризует отношение полной энергии частицы к ее энергии покоя и очень широко используется при описании свойств релятивистских частиц [188, 189].

$$\gamma = \frac{1}{\sqrt{1 - v^2/c^2}} = \frac{E}{E_0} = \frac{E}{m_0 c^2} \quad (1.4)$$

где  $v$  – скорость перемещения частицы м/с;  $c$  – скорость света, м/с;  $E$  – энергия релятивистской частицы, Дж;  $E_0$  – энергия покоя частицы, Дж;  $m_0$  – масса покоя частицы, кг. Для электрона или позитрона  $\gamma = 1957E$ , в случае представления энергии в единицах ГэВ. Угол раствора (или расхождения) узкого конуса излучения в плоскости, перпендикулярной накопительному кольцу, составляет  $\varphi_{x,y} \sim \gamma^{-1}$ . К примеру, для накопительного кольца с энергией 6 ГэВ, угол раствора составляет всего 0,085 мрад (1 мрад  $\sim 0,057^\circ$ ).

Наиболее распространённой характеристикой синхротронного излучения является яркость источника (от англ. *brilliance*)

$$B = \frac{F}{\varepsilon_x \cdot \varepsilon_y \cdot 0,1\%BW} \left[ \frac{\Phi/c}{\text{мм}^2 \text{мрад}^2 0,1\%BW} \right] \quad (1.5)$$

где  $F$  – поток фотонов,  $\Phi/c$ ;  $\varepsilon_{x,y} = \sigma_{x,y} \theta_{x,y}$  – фазовый объем электронного пучка более известный как эмйттанс;  $\sigma_{x,y} \approx 1/\sqrt{nN}\gamma$  – размеры источника, мм;  $n$  – номер гармоники;  $N$  – количество периодов ондулятора;  $\theta_{x,y}$  – угловые расходимости пучка;  $0.1\%BW$  – энергетическая полоса пропускания шириной 0,1 % от рассматриваемой энергии излучения [190]. В случае использования ондулятора в качестве вставного устройства яркость может быть рассчитана следующим образом:

$$B = 1,74 \times 10^{14} \frac{N^2 \cdot E^2 \cdot I \cdot F_n(K)}{\sigma_x \cdot \sigma_y} \quad (1.6)$$

$$F_n(K) = \chi^2 K^2 [J_{(n-1)/2}(K^2 \chi/4) - J_{(n+1)/2}(K^2 \chi/4)]^2$$

$$\chi = n/(1 + K^2/2)$$

$$K = 0,934 \lambda_u B_0$$

где  $I$  – ток пучка в накопительном кольце, А;  $F_n(K)$  – настроечная функция для заданной гармоники (рисунок 1.14);  $J$  – функция Бесселя;  $\lambda_u$  – период ондулятора, см;  $B_0$  – максимальное магнитное поле, Т.

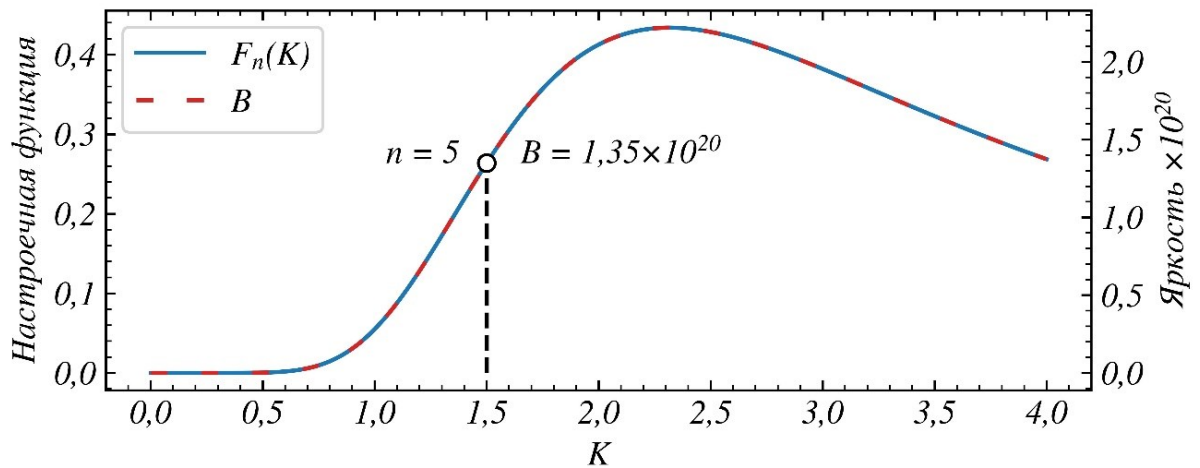


Рисунок 1.14 – Изменение настроечной функции и яркости синхротронного излучения для пятой гармоники ондулятора в зависимости от параметра  $K$

Таким образом, ондулятор с количеством периодов  $N = 70$  и параметром  $K = 1,5$  установленный в накопительном кольце с энергией частиц  $E = 3$  ГэВ и током пучка  $I = 200$  мА с размером источника  $\sigma_x \times \sigma_y = 150 \times 20$  мкм<sup>2</sup> обеспечивает яркость  $1,35 \times 10^{20}$  [(Ф / с) / (мрад<sup>2</sup> · мм<sup>2</sup> · 0,1%BW)].

### 1.3.2.2.2 *Operando* и *in situ* наблюдение процессов трения с использованием дифракции синхротронного излучения

В последние десятилетия особый интерес к дифракционному анализу процессов структурной эволюции при трении представляет использование синхротронного излучения [125, 190]. Повышенное внимание к этому методу связано с высокой интенсивностью источников синхротронного излучения третьего и четвертого поколений, а также прогрессом в области производства детекторов рентгеновского излучения. Сочетание этих факторов обеспечивает высокую временную разрешающую способность и возможность получать информацию о текущем состоянии изделия с частотой в несколько сотен и даже тысяч измерений в секунду. Таким образом, становится возможным оценить эволюцию микроструктуры и анализировать кинетику процессов аккумуляции и

аннигиляции дефектов кристаллического строения металлических материалов в процессе эксплуатации.

*Operando* наблюдения за эволюцией микроструктуры в процессе трения с использованием дифракции синхротронного излучения были представлены в работах [104, 144, 191]. Схема выполнения эксперимента (рисунок 1.15) подобна непрерывному рентгенографическому наблюдению процесса трения, описанному в предыдущем параграфе. Испытания проводились на пятом канале накопителя ВЭПП-3 Сибирского международного центра синхротронного излучения (в настоящее время Центр коллективного пользования «Сибирский центр синхротронного и терагерцового излучения (ЦКП «СЦСТИ»)) при Институте ядерной физики им. Г.И. Будкера СО РАН (г. Новосибирск). Дифракция синхротронного излучения регистрировалась в режиме «дифракционное кино» с использованием быстродействующего безпараллаксного однокоординатного детектора ОД-3. Частота регистрации прибора  $10^6$  Гц [192, 193] позволила авторам работ оценить динамику структурных преобразований в изучаемых ими материалах.

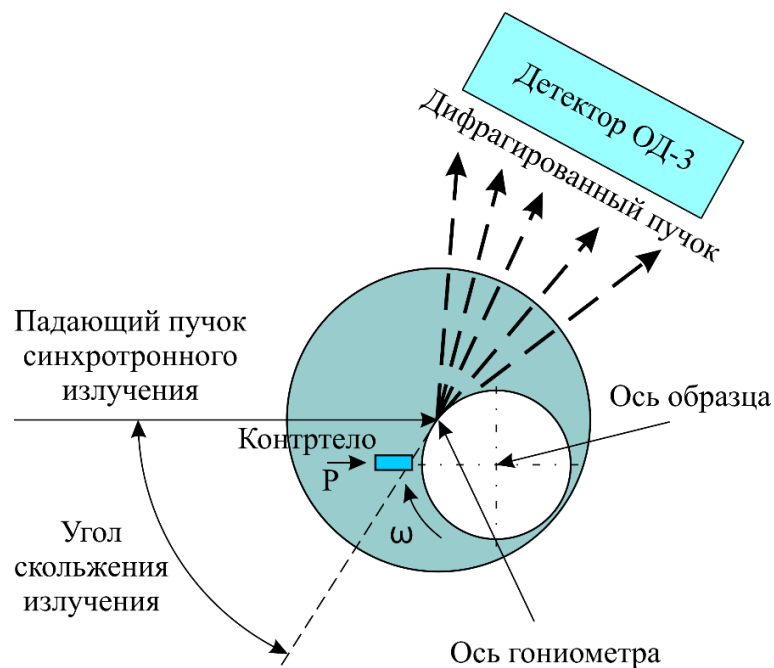


Рисунок 1.15 – Схема регистрации дифракционных картин при исследовании поверхности образца в условиях триботехнических испытаний [192]

Данные, представленные в диссертационной работе Д.Е. Буторина [105], подтверждают, что существенные структурные изменения в поверхностных слоях, сформированных в процессе триботехнического воздействия, проявляются на самом начальном этапе взаимодействия элементов пары трения. Уже после 5-10 циклов фрикционного нагружения было зафиксировано резкое снижение размеров областей когерентного рассеяния (ОКР). Изменения размеров ОКР и плотности дислокаций свидетельствуют о больших пластических деформациях материала. По представлениям автора работы [105], ОКР, возникшие в процессе трения, представляют собой фрагменты деформационного происхождения. При этом малоугловые границы, разделяющие области когерентного рассеяния в исходной структуре материала, под действием деформации заменяются высокоугловыми границами. В режиме установившегося трения Д.Е. Буториным были выявлены отклонения значений уширения дифракционных максимумов. Зафиксированные экспериментально параметры свидетельствуют об аккумуляции дефектов кристаллической структуры и релаксации напряжений в результате образования новых поверхностей. Наблюдаемые при этом осцилляции уширения связаны с процессом изнашивания поверхностных слоев. Такое состояние поверхностного слоя характеризуется Д.Е. Буториным как динамическое равновесие между процессами накопления дефектов структуры и релаксации возникающих напряжений.

Развитие метода было продолжено в диссертационной работе С.В. Бурова [145]. Им были проведены исследования, связанные с эволюцией структуры в поверхностных слоях чистых металлов с различной кристаллической структурой. Результаты экспериментов, полученные в режиме «дифракционное кино», показали, что напряжения первого рода в поверхностных слоях возрастают в зависимости от продолжительности трения, а их амплитуда уменьшается по мере увеличения расстояния от зоны контакта взаимодействующих тел. Снижение уровня напряжений в направлении глубинных слоев обусловлено протеканием релаксационных процессов путем перераспределения дефектов кристаллической решетки. Анализ уширения дифракционных максимумов показал, что трение



приводит к уменьшению размеров ОКР. По мнению С.В. Бурова, полученные данные свидетельствуют о фрагментации структуры исследуемых материалов, увеличении плотности дислокаций и последующей их аннигиляции.

Следует отметить, что в работах С.В. Бурова и Д.Е. Буторина использовались относительно простые модели формы профилей пиков. Так, основные выводы о микроструктуре материала были сделаны с использованием классического метода Вильямсона - Холла. Кроме того, в связи с техническими ограничениями авторы не изучали поведение сталей, которые являются одними из основных материалов, применяемых в современном машиностроении.

В работах [195–197] была представлена установка для *operando* исследований процессов изменения микроструктуры в условиях трения скольжения. В ходе экспериментов авторы оценивали состояние поверхности материала в момент, когда образец выходил из зоны контакта с контртелом. Было установлено, что трение приводит к уширению дифракционных максимумов, измельчению структуры и накоплению дефектов кристаллической структуры [196–198].

В работах [125, 131, 181] был предложен метод *in situ* наблюдения за состоянием материалов в условиях трения скольжения с использованием дифракции синхротронного излучения. Схема эксперимента представлена на рисунке 1.16. В качестве контртела авторы использовали сапфировое кольцо. Выбор столь экзотичного материала, который довольно редко встречается в условиях фрикционного взаимодействия, обусловлен оптическими свойствами минерала, а именно высокой степенью пропускания видимого света и рентгеновского излучения. Использование рентгеноаморфного сапфирового контртела позволило специалистам анализировать процесс структурных преобразований непосредственно в области взаимодействия трущихся тел. Пучок синхротронного излучения падал на край торцевой поверхности цилиндрического образца сквозь малую часть сапфирового кольца, что позволило исключить фактор снижения интенсивности рентгеновского излучения из-за поглощения его сапфиром.

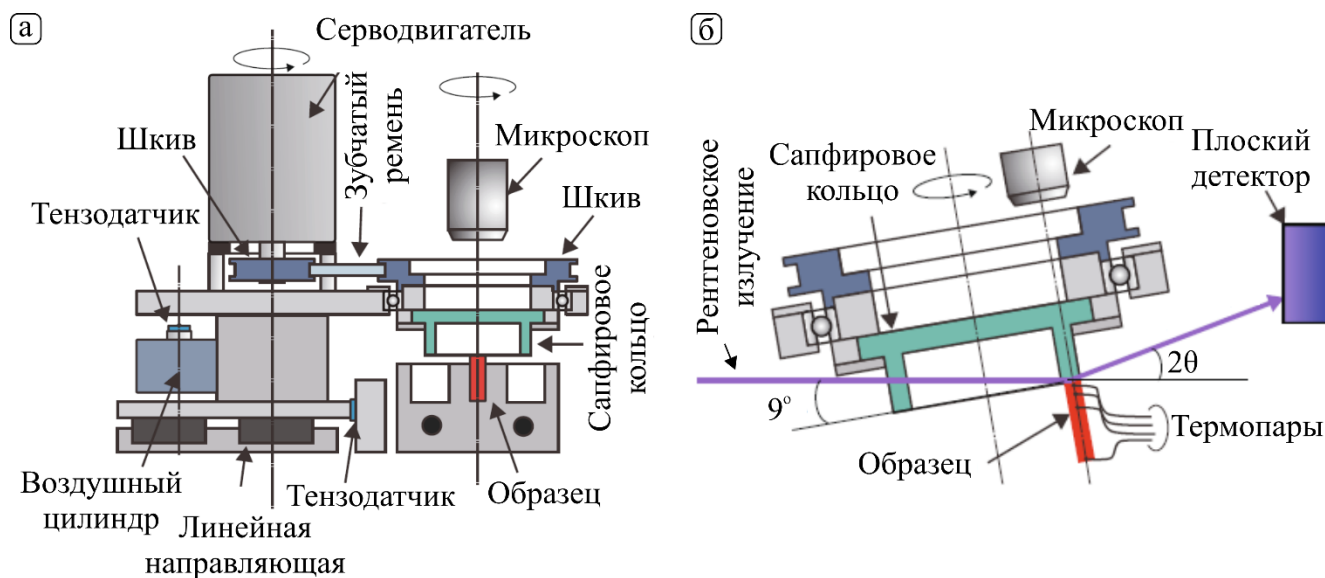


Рисунок 1.16 – Схема машины трения (а) и фрикционного узла установки (б) [126]

Установка имеет дополнительный модуль микроскопа, оснащенный двумя матрицами. Матрица первого типа работает в видимом диапазоне и позволяет получать изображения, характеризующие внешний вид поверхности трения. Матрица второго типа необходима для измерения температуры в области взаимодействия элементов пары трения путем регистрации ближнего инфракрасного излучения. Установка позволяет определять значения температуры на различном расстоянии от поверхности трения с использованием термопар. Такой подход к триботехническим испытаниям дает возможность проведения комплексного анализа материалов при их фрикционном нагружении [125, 126, 198].

Применение описанной выше машины трения для анализа фрикционного воздействия на закаленную сталь со структурой мартенсита позволило сделать вывод о формировании в зоне контакта тел аустенитной фазы вследствие интенсивного нагрева стали. Одновременно авторы оценивали изменение формы дифракционных профилей. Было установлено, что в результате трения полная ширина на половине высоты (полуширина) рефлексов мартенсита снижается. Такой характер преобразований обусловлен снижением степени дефектного строения сплава в процессах возврата и рекристаллизации. Кроме того, дифракционный анализ позволил рассчитать долю мартенсита и аустенита в зоне

трения, что имеет важное значение с позиции анализа процесса структурных превращений. Исследуя подшипниковые стали, авторы зафиксировали формирование в зоне трения теплового пятна, температура которого превышала 1000 °С (при заданных условиях трения). Было отмечено, что процесс фазовых превращений сопровождается уменьшением объема, снижением структурных напряжений и плотности дислокаций, а также повышением интенсивности изнашивания, обусловленным пластическим течением возникшей в процессе трения  $\gamma$ -фазы [125, 126, 131, 181].

Анализ распределения интенсивности колец Дебая – Шеррера указывает на формирование специфического слоя на рабочей поверхности трения. Для него характерна структура, состоящая из смеси вытянутых зерен, субзерен и мелких равноосных зерен. Неравномерное распределение колец Дебая – Шеррера сохранялось также и при обратном превращении аустенита в мартенсит по окончании пластического течения и завершении триботехнического испытания. Неравномерное распределение интенсивности вдоль дифракционного кольца свидетельствует об эволюции трибослоя, а также об интенсивном пластическом течении материала в процессе трения [200].

Несмотря на ценность полученных результатов, необходимо отметить, что рассмотренная выше пара трения «сапфир – сталь» большого практического интереса не представляет. Следует также отметить, что в описанных работах дифракционный анализ проводился лишь по одному дифракционному максимуму каждой фазы, что не позволило авторам оценить ряд параметров важных для понимания процесса трения. В то же время применение различных дифракционных моделей позволило бы более детально проанализировать сопутствующие трению структурные превращения. Так, по изменению формы пиков можно сделать выводы о размерах областей когерентного рассеяния, уровне искажений кристаллической решётки, преимущественном типе дислокаций и их плотности, текстуре, фазовых преобразованиях, определить тензоры напряжений и деформаций, характер распределения кристаллитов по размерам и другие параметры микроструктуры [201–204]. Результаты *in situ* исследований процесса

трения с использованием дифракции синхротронного излучения имеют большую ценность, поскольку с их помощью можно оценивать особенности аккумуляции и аннигиляции дефектов, а также выявлять длительность взаимодействия элементов пары трения, соответствующего началу установившейся стадии изнашивания.

### **1.3.2.3 Перспективы изучения эволюции структуры материалов при трении с использованием дифракции синхротронного излучения**

*In situ* и *operando* исследования преобразований структуры материалов с использованием синхротронного излучения являются одними из современных передовых методов исследований. По этой причине во многих странах разрабатываются новые эффективные источники синхротронного излучения. В Российской Федерации в рамках национального проекта «Наука» создаётся источник синхротронного излучения ЦКП «СКИФ», относящийся к поколению установок «4+» и «Мегасайенс». Применение синхротронного излучения в сочетании с дифракционными методами, учитывающими анизотропию упругих свойств материалов, позволит детально изучить особенности эволюции структуры, в том числе характер измельчения структурных составляющих, формирования дислокационных построений, аннигиляции дефектов на различных стадиях процесса трения. Предполагается выявить влияние энергии дефектов упаковки сплавов, изучить роль различных физико-механических параметров в развитии структурных преобразований в условиях фрикционного воздействия. С использованием синхротронной дифрактометрии будут проанализированы особенности переноса материалов в процессах трения, изучены детали строения поверхностных слоев, сформированных при взаимодействии элементов пар трения. В сочетании с результатами металлографических исследований эти данные позволят получить обоснованные представления о формировании механически-перемешанных слоев и влиянии их на процесс фрикционного взаимодействия элементов контактной пары.

## Выводы по главе 1

Анализ литературы, посвященной эволюции структуры материалов в условиях трения скольжения, позволил сделать ряд выводов.

1. Стали являются одним из важнейших конструкционных материалов, широко используемых в различных областях промышленного производства. Изучение структурных преобразований в сталях в процессе фрикционного взаимодействия с другими материалами представляет интерес как с научной, так и с практической точек зрения.

2. Высокие давления в сочетании с напряжениями сдвига, характерные для процессов фрикционного взаимодействия твердых тел, являются факторами, способствующими интенсивной пластической деформации и нагреву в локальных объемах материала. Условия, характерные для «жестких» режимов сухого трения скольжения, приводят к глубоким изменениям структуры материалов на разных масштабных уровнях (фазовым превращениям, измельчению зерен и субзерен, распаду твердых растворов, выделению или растворению включений, аномальному пластическому течению, а также химическому взаимодействию с окружающей средой).

3. Присутствие в сплавах двух и более фаз, а также формирование структуры метастабильного типа являются факторами, затрудняющими анализ поверхностных слоев, образующихся в процессе трения скольжения. Деформация, сопутствующая процессам трения, является причиной перераспределения примесных атомов в матрице твердого раствора.

4. Дислокационные построения, формирующиеся в пластически деформируемых поверхностных слоях, играют важную роль в эволюции структуры материалов, обусловленной фрикционным взаимодействием твердых тел. Дефекты этого типа определяют характер процессов упрочнения, массопереноса, фрагментации материала, релаксации напряжений, ускоряют фазовые преобразования и миграцию атомов, способствуют формированию примесных атмосфер.

5. Дифракция синхротронного излучения является перспективным методом анализа эволюции структуры материалов в условиях внешнего воздействия. В литературе описаны различные примеры эффективного использования этого метода для выявления особенностей структурно-фазовых преобразований в условиях статического, динамического и усталостного нагружения металлических сплавов. Применение методов дифракции синхротронного излучения для анализа структуры материалов (в первую очередь сплавов на основе железа), формируемой при триботехническом воздействии, носит единичный характер.

## ГЛАВА 2 МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

### 2.1 Глубина проникновения рентгеновского излучения

Большое значение при проведении экспериментов с использованием синхротронного излучения является глубина анализируемого слоя, поскольку исследуемый объем может обладать неомогенной структурой на ранних этапах фрикционного нагружения. Глубина и объем анализируемого слоя зависят от физических свойств материала. Они могут регулироваться углом падения и энергией рентгеновского излучения. Следует отметить, что на объем изучаемого материала влияние также оказывает размер падающего излучения (полуширина пучка).

Глубину проникновения синхротронного излучения можно оценить по закону Бугера – Ламберта – Бера, определяющему ослабление параллельного монохроматического пучка света при распространении его в поглощающей среде. Процедура вычислений подробно описана в работе [205]. При взаимодействии рентгеновского пучка с веществом происходит дифракция излучения и его частичное поглощение. Экспериментально было показано, что снижение интенсивности излучения ( $I$ ) происходит пропорционально пройденному им расстоянию ( $x$ ):

$$-\frac{dI}{I} = \mu dx \quad (2.1)$$

где  $\mu$  – коэффициент линейного поглощения, зависящий от рассматриваемого материала, его плотности и энергии излучения (длины волны).

Коэффициент линейного поглощения пропорционален плотности материала, что свидетельствует о том, что величина  $\mu/\rho$  является постоянной в независимости от агрегатного состояния вещества. Это соотношение называют массовым коэффициентом поглощения вещества. Он может быть использован и для веществ, содержащих более одного элемента. Независимо от того, является ли вещество механической смесью, раствором или химическим соединением, и в каком

агрегатном состоянии оно находится, его массовый коэффициент поглощения представляет собой средневзвешенное значение массовых коэффициентов поглощения составляющих его элементов [205]. Таким образом, если  $w_i$  – это объемная доля  $i$ -го элемента в сплаве, а  $(\mu/\rho)_i$  его массовый коэффициент поглощения, то суммарная величина массового коэффициента поглощения для всех  $n$  элементов может быть рассчитана по следующей формуле:

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_{i=1}^n w_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \quad (2.2)$$

Согласно рисунку 2.1 первичный пучок рентгеновского излучения с интенсивностью  $I_0$  падает на образец под скользящим углом  $\theta_i$ . На некоторой глубине  $BD$  происходит дифракция излучения, следовательно падающее излучение прошло путь равный  $AB$ , а дифрагированное с интенсивностью  $I_d$  –  $BC$ . Используя тригонометрические соотношения прямоугольного треугольника, можно определить общий путь, пройденный излучением:

$$L = AB + BC = z \left( \frac{1}{\sin \theta_i} + \frac{1}{\sin(2\theta - \theta_i)} \right) \quad (2.3)$$

где  $z$  – условное обозначение отрезка  $BD$ , представляющее собой глубину проникновения излучения.

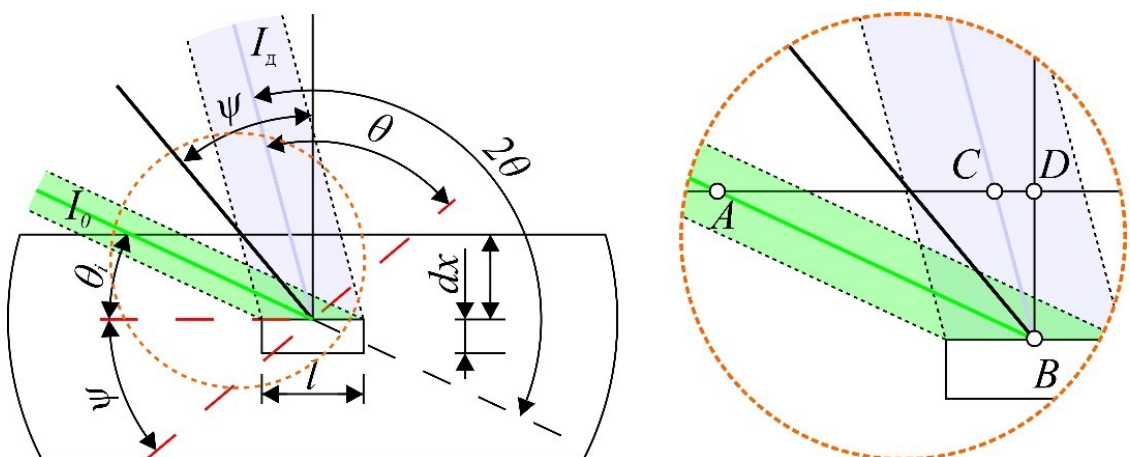


Рисунок 2.1 – Схема дифракции рентгеновского излучения в геометрии скользящего пучка [205]



Поскольку падающее излучение поглощается веществом по всей длине пути  $AB$ , то используя формулу 2.1 оно может быть записано как  $I_0 \exp(-\mu AB)$ . Принимая во внимание объемную долю вещества, удовлетворяющую условию отражения Вульфа-Брэгга ( $a$ ) и долю падающей энергии на единицу объема ( $b$ ), интенсивность дифракции от объема  $ldx$  может быть записана как  $ablI_0 \exp(-\mu AB)dx$ . Важно учесть, что дифрагированное излучение также подвергается эффекту поглощения веществом, уменьшаясь в  $\exp(-\mu BC)$  раз при перемещении по пути  $BC$ .

Дифрагированная интенсивность может быть представлена следующим образом:

$$dI_d = ablI_0 \exp[-\mu(AB + BC)] \quad (2.4)$$

$$l = \frac{1}{\sin \theta_i}; \quad AB = \frac{x}{\sin \theta_i}; \quad BC = \frac{x}{\sin(2\theta - \theta_i)}$$

$$dI_d = \frac{I_0 ab}{\sin \theta_i} \exp \left[ -\mu z \left( \frac{1}{\sin \theta_i} + \frac{1}{\sin(2\theta - \theta_i)} \right) \right] dz \quad (2.5)$$

Долю ослабления интенсивности ( $I_d$ ) можно определить, интегрируя формулу 2.5, а полное значение дифрагированной интенсивности ( $I_{d,\Pi}$ ) может быть найдено путем решения интеграла для случая бесконечно толстого образца (формула 2.7).

$$\begin{aligned} I_d &= \int_0^z dId = M \exp \left[ -\mu z \left( \frac{1}{\sin(2\theta + \theta_i)} + \frac{1}{\sin \theta_i} \right) \right] \Big|_0^z \\ &= M \exp \left[ -\mu z \left( \frac{1}{\sin(2\theta + \theta_i)} + \frac{1}{\sin \theta_i} \right) \right] - M \end{aligned} \quad (2.6)$$

$$M = - \frac{I_0 ab \sin(2\theta + \theta_i)}{\mu \sin(2\theta + \theta_i) + \mu \sin \theta_i}$$

$$I_{d,\Pi} = \int_0^z dId = -M \quad (2.7)$$

С целью упрощения вычислений и исключения констант  $I_0$ ,  $a$ ,  $b$  можно оценить глубину проникновения, на которой первичное излучение ослабляется в  $e$  раз ( $I_e$ ), путем вычисления соотношения  $I_e/I_{д.п.}$ . Логарифмируя полученное выражение, можно определить величину  $z$ .

$$\begin{aligned} \frac{I_e}{I_{д.п.}} &= \frac{I_{д.п.}/\exp(1)}{I_{д.п.}} \\ &= \frac{M \exp \left[ -\mu z \left( \frac{1}{\sin(2\theta + \theta_i)} + \frac{1}{\sin \theta_i} \right) \right] - M}{-M} \\ &= 1 - \exp \left[ -\mu z \left( \frac{1}{\sin(2\theta + \theta_i)} + \frac{1}{\sin \theta_i} \right) \right] \end{aligned} \quad (2.8)$$

На рисунке 2.2 представлены графики изменения глубины проникновения при различных углах скольжения и энергии излучения, рассчитанные по формуле 2.8 [125, 204]. Из рисунка 2.2 следует, что при работе с высокоэнергетическими источниками рентгеновского излучения с целью получения информации о структурных преобразованиях в тонком поверхностном слое (до нескольких микрометров) также необходимо обеспечивать возможность прецизионного углового позиционирования устройства относительно падающего излучения.

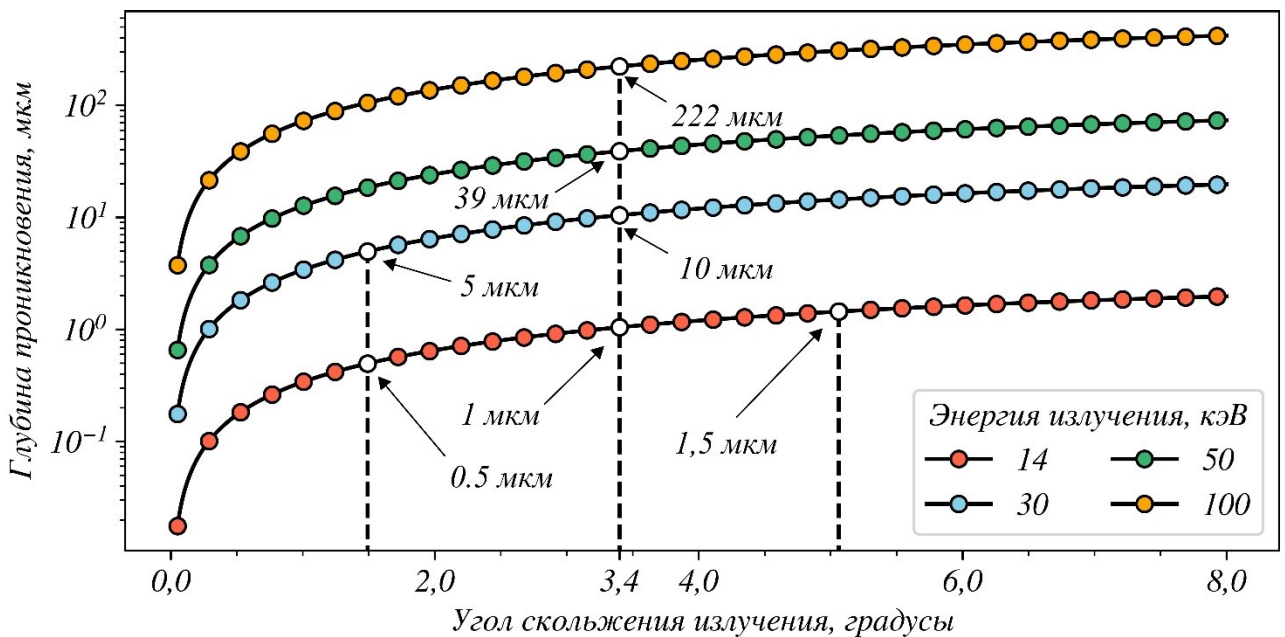


Рисунок 2.2 – Изменение глубины проникновения излучения для стали

## 2.2 Описание *operando* эксперимента с использованием дифракции синхротронного излучения

В процессе эксперимента поверхностный слой образца анализировался с использованием синхротронного рентгеновского излучения в геометрии скользящего пучка (рисунок 2.3). Перед началом испытания образец (диск) прижимался к жесткозакрепленному контртелу с заданной нагрузкой. В ходе эксперимента поддерживалась нагрузка 16 кг. Затем происходило тщательное позиционирование пучка синхротронного излучения на поверхности образца. В данном эксперименте место падения пучка на поверхность трения составляло приблизительно 3 мм от индентора в направлении вращения образца. В идеале расстояние между анализируемой областью пучком синхротронного излучения и контртелом должно быть как можно меньше. Однако, методом проб и ошибок было

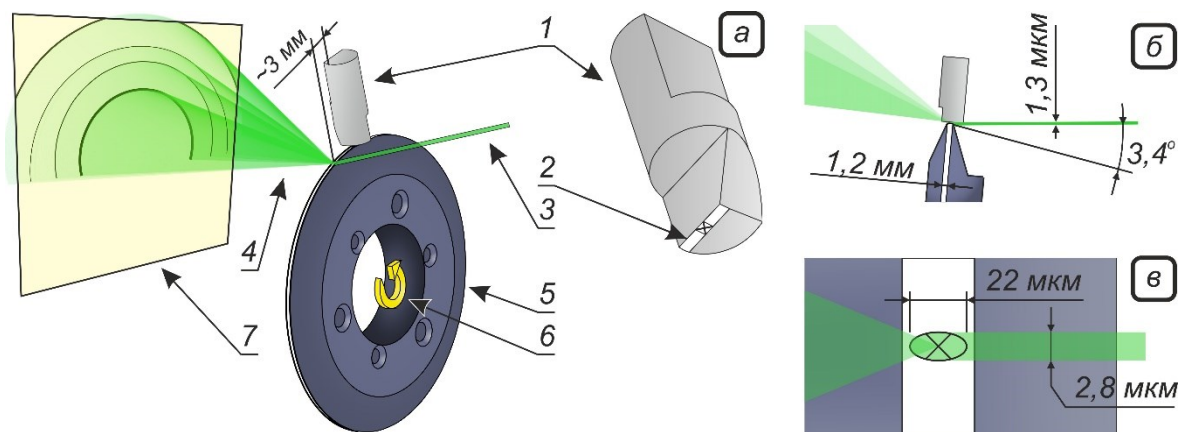


Рисунок 2.3 – (а) схема эксперимента, сочетающего испытание в условиях сухого трения с одновременным дифракционным анализом с использованием синхротронного излучения: 1 – контртело (BK20); 2 – рабочая поверхность контртела, выделенная белым прямоугольником. Область ожидаемого контакта отмечена прямоугольником с перекрестием; 3, 4 – входящее и дифрагировавшее излучение, соответственно; 5 – стальной образец; 6 – направление вращения; 7 – двухкоординатный детектор *Dectris Eiger 4M*; (б) геометрия скользящего пучка; (в) проекция пучка на рабочую поверхность (не в масштабе)

выявлено, что в случае уменьшения этого расстояния часть дифракционных конусов может быть поглощена самим контртелом. Предположительно, существенных различий в дифракционных картинах, зарегистрированных на расстоянии 3 мм или на любом другом расстоянии от контртела быть не должно, поскольку изменений структуры поверхностных слоев не происходит после того, как материал выходит из зоны трения. Это предположение верно, за исключением случая резкого нагрева, вызванного трением. С учетом угловой скорости ( $\omega = 60$  об/мин) и диаметра диска  $\varnothing 66$  мм легко рассчитать, что время от непосредственного контакта локальной области образца с индентором до регистрации дифракционной картины от этой области составляет менее 15 мс. Режимы трения были выбраны в соответствии с предыдущими исследованиями [194, 195, 197] и основывались на следующих факторах:

1. При проведении экспериментов важно обеспечить минимальное радиальное биение. Из-за небольшого смещения осей образца и шпинделя место падения рентгеновского луча может перемещаться по поверхности трения при вращении образца. Хотя такое перемещение не превышает нескольких микрометров, оно, тем не менее, влияет на расстояние от образца до детектора, что приводит к уширению пика. Методом проб и ошибок было обнаружено, что при частоте вращения 60 об/мин и ниже влияние радиального биения образца не влияет на форму рентгеновских пиков, поскольку время экспозиции дифракционной картины (5 мс) достаточно короткое, чтобы пренебречь медленным радиальным движением образца.

2. Режимы должны были обеспечивать постепенную деформацию поверхности трения таким образом, чтобы её повреждение происходило постепенно, т.е. без существенных изменений в течение первых циклов трения.

3. Режим трения не должен приводить к существенному нагреву в области взаимодействия контактной пары. Этот фактор был особенно важным для текущего исследования, поскольку конструкция установки не предусматривала возможность измерения температуры. Согласно математической модели для оценки нагрева в

области взаимодействия фрикционной пары, при заданных условиях трения (Таблица 2.1) температура может достигать 172 °С. Процедура расчета кратко описана в параграфе 2.7 и в работах [1, 86, 205]. Следует отметить, что рассеивание тепла путем излучения и конвекции в модели не учитывалось, т.е. отмеченное расчетное значение является «верхней» оценкой температуры, тогда как фактическая температура на поверхности трения могла быть значительно ниже.

Таблица 2.1 – Обрабатываемые материалы и режимы экспериментов

Марка стали	Термообработка	Структурные составляющие	$\omega / V$	$F$	$A_n$	$T_b$
45	Вакуумный отжиг	Феррит, перлит	60 / 207,4	160	1	127
12X18H10T	Вакуумная закалка от 1000 °С в масло	Аустенит			1,2	124
40X		Мартенсит, остаточный аустенит			1	172

Примечание. Термообработка проводилась в вакууме при давлении не выше  $5 \cdot 10^{-5}$  мм.рт.ст. В таблице  $\omega$  и  $V$  – угловая и линейная скорости в единицах об/мин и мм/с, соответственно;  $F$  – контактная нагрузка, Н;  $A_n$  – ожидаемая площадь контакта, мм<sup>2</sup>;  $T_b$  – температура, установившаяся в области взаимодействия контактной пары, °С (расчётное значение).

Поскольку анализ изменения микроструктуры производился в процессе вращения образца на некотором расстоянии от места его взаимодействия с индентором, то реализованный подход можно называть *operando* (т.е. в процессе работы установки). Его отличие от *in situ* подхода заключается в то, что *in situ* исследования подразумевают наблюдение эволюции структуры непосредственно в области взаимодействия пары трения. 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. Номинальный

размер пучка составлял  $1,3 \times 2,8$  мкм<sup>2</sup> по вертикали и горизонтали, соответственно. Геометрия скользящего пучка достигалась за счет наклона машины трения. Такой подход позволяет анализировать поверхностные слои материала, так как глубина проникновения рентгеновского излучения составляет около 1 мкм (параграф 2.2). Поскольку угол падения составлял  $3,4^\circ$ , проекция пучка излучения на образец составляла  $22 \times 2,8$  мкм<sup>2</sup>. Эксперимент с использованием синхротронного излучения был выполнен на станции микроисследований *ID13* Европейского центра синхротронного излучения (*ESRF*). Энергия фотонов составляла 13,9 кэВ.

### **2.3 Картирование (сканирование) поверхности трения пучком синхротронного излучения**

Деформация, вызванная трением, может быть неравномерно распределена по рабочей поверхности образца. Для анализа изменений структуры материала в области взаимодействия контактной пары проводилось сканирование поверхности трения с использованием пучка синхротронного излучения. С этой целью эксперимент прерывали после заданного числа оборотов образца, после чего выполнялось картирование поверхности трения в соответствии со схемой, представленной на рисунке 2.4. В процессе сканирования установка с образцом перемещалась вдоль осей *Z* и *X* с шагом  $1,3$  и  $5$  мкм<sup>2</sup>, соответственно. Результатом сканирования был массив размерностью  $M \times N$ , состоящий из 121 (вдоль оси *Z*)  $\times$  410 (вдоль оси *X*) = 49610 дифракционных картин. Результаты сканирования, представленные в работе, 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. Эти данные использовались для построения изображений с разрешением  $121 \times 410$  пикселей, иллюстрирующих распределение интенсивности рефлексов по поверхности трения.

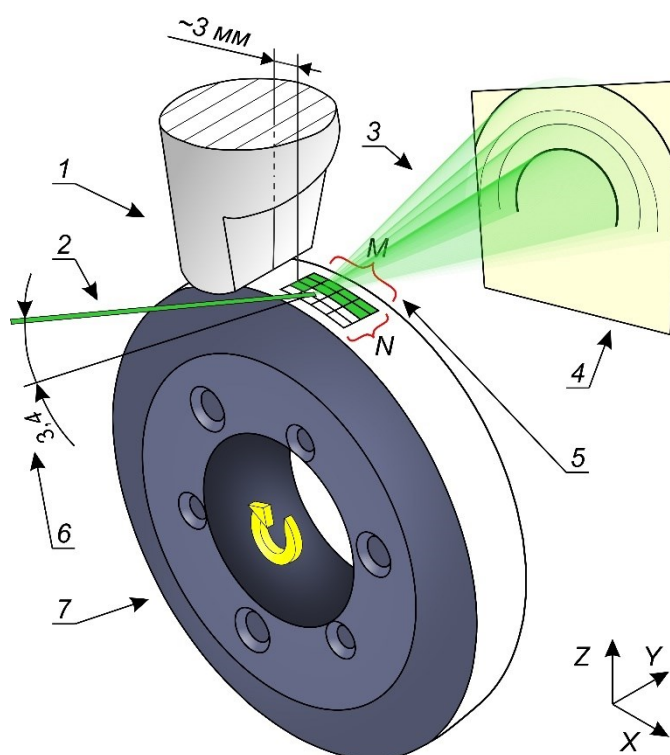


Рисунок 2.4 – Схема картирования поверхности трения (не в масштабе):

- 1 – индентор; 2 – падающий пучок синхротронного излучения;  
 3 – дифрагированное излучение; 4 – двухкоординатный 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

## 2.4 Материалы исследования и их подготовка

Металлы и сплавы, в частности стали, являются наиболее распространенными материалами, которые применяются в узлах трения при различных условиях изнашивания и геометриях контакта. Их широкое использование обусловлено тем, что они, как правило, соответствуют заданным условиям эксплуатации лучше других материалов. Железоуглеродистые сплавы характеризуются такими свойствами, как прочность и пластичность, способность формировать различные виды соединений в процессе фрикционного нагружения. Кроме того, обслуживание и ремонт узлов трения с элементами, изготовленными из сталей, как правило, оказываются существенно выгоднее по сравнению с альтернативными материалами [21, 206]. В рамках выполнения диссертации для

*operando* контроля были выбраны конструкционные стали 45, 40X и 12X18H10T. Выбранные сплавы широко применяются в узлах трения и отличаются высокими характеристиками износостойкости [42, 83, 94, 132, 167, 207]. Кроме того, данные стали являются хорошими модельными материалами для отработки используемого в диссертационной работе *operando* подхода контроля структуры в условиях фрикционного нагружения, поскольку им посвящен широкий спектр исследований при различных условиях воздействия, в частности, фрикционного. Элементный состав сталей 45, 12X18H10T и 40X, определенный с использованием оптико-эмиссионного спектрометра *Thermo Electron SA ARL 3460*, приведен в таблице 2.2.

Образцы для экспериментов по трению были подготовлены из проката круглого сечения с использованием токарной обработки. Как видно из рисунков 2.3 и 2.4 контртело взаимодействует с боковой поверхностью цилиндра. Данная поверхность была тщательно подготовлена шлифованием и полированием с использованием алмазных паст зернистостью до 1 мкм до достижения зеркального состояния. Финальным этапом подготовки образца была термическая обработка. Проведение термической обработки позволяет сделать предположение, что все структурные напряжения в поверхностном слое образца, обусловленные механической обработкой, были исключены.

Таблица 2.2 – Элементный состав сталей

Марка стали	Содержание элементов, вес. %										
	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Cr</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>		
45	0,48	0,25	0,6	0,052	0,019	0,013	0,021	0,111	ост.		
12X18H10T	<i>C</i>	<i>Cr</i>	<i>Ni</i>	<i>Ti</i>	<i>Mn</i>	<i>Si</i>	<i>N</i>	<i>Mo</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Fe</i>
	0,07	17,2	8,6	0,4	0,4	0,6	0,06	0,05	0,002	0,018	ост.
40X	<i>C</i>	<i>Si</i>	<i>Mn</i>	<i>Ni</i>	<i>S</i>	<i>P</i>	<i>Cr</i>	<i>Cu</i>	<i>Fe</i>		
	0,39	0,3	0,7	0,06	0,004	0,02	0,9	0,22	ост.		



Твердосплавное контртело (BK20) был подготовлен путем электроэрозионной резки с использованием проволочно-вырезного станка *Sodick AG400L Premium*. Материал контртела был выбран по причине его высокой жесткости и износостойкости. Фрикционное взаимодействие происходит между образцом и рабочей поверхностью индентора, которая представляет собой плоскую грань. Ее размеры составляют  $1 \times 5 \text{ мм}^2$ . Поскольку рабочая плоскость индентора фактически взаимодействует с круглой поверхностью стального образца, реальную площадь контакта трудно оценить. Что касается ожидаемой площади контакта, то она не должна превышать  $1 \dots 1,2 \text{ мм}^2$  за исключением случаев возникновения больших пластических деформаций.

## 2.5 Анализ микроструктуры с использованием методов микроскопии

По завершении эксперимента образцы разрезались с использованием электроэрозионного проволочно-вырезного станка. Полученные образцы запрессовывали в фенольную смолу на автоматическом прессе *Buehler SimpliMet 1000*, после чего они готовились путем шлифования абразивной бумагой на карборундовой основе и полирования алмазными суспензиями. Структура шлифов из низколегированных сталей выявлялась с использованием пятипроцентного раствора азотной кислоты, а хромоникелевой аустенитной стали с использованием раствора царской водки ( $\text{HNO}_3 + 3\text{HCl}$ ).

Микроструктура материалов изучалась как при помощи оптической микроскопии с использованием микроскопа *Carl Zeiss Axio Obersver A1m*, так и растрового электронного микроскопа (РЭМ) *Carl Zeiss EVO 50*, оснащенного энергодисперсионным микрорентгеноспектральным анализатором *Oxford Instruments X-Act*. Микрорентгеноспектральный анализ (МРСА) использовался для оценки элементного состава локальных объемов сталей.

## 2.6 ДюрOMETрические испытания

Распределение микротвердости по глубине от поверхности трения оценивалось с использованием полуавтоматического микротвердомера *Wolpert Group 402 MVD* в соответствии с ГОСТ 9450-76 [209]. Функцию индентора выполняла четырехгранная алмазная пирамида. Нагрузка на индентор составляла 0,098 Н, а время выдержки 10 с. Измерения выполнялись на нетравленных микрошлифах. Расстояние от поверхности до первого отпечатка в серии уколов тщательно контролировалось с помощью микроскопа. Значение микротвердости усреднялось по результатам 10 измерений, а доверительный интервал определялся с доверительной вероятностью 95 %.

Для анализа влияния фрикционного воздействия на свойства стали 12X18H10T проводилось измерение твердости и модуля Юнга. Испытание выполнялось методом инструментального индентирования в соответствии со стандартом *ISO 14577-1:2015*. С этой целью использовался нанотвердомер ФГБНУ ТИСНУМ НаноСкан-3Д Стандарт с использованием алмазной пирамиды Берковича. Прибор оснащен сканирующим зондовым микроскопом, что значительно облегчает локализацию измерений. Измерения выполнялись от поверхности трения (условно показана белой пунктирной линией) вглубь материала как показано на рисунок 2.5. Среднее значение твердости определяли по 10...15 измерениям.

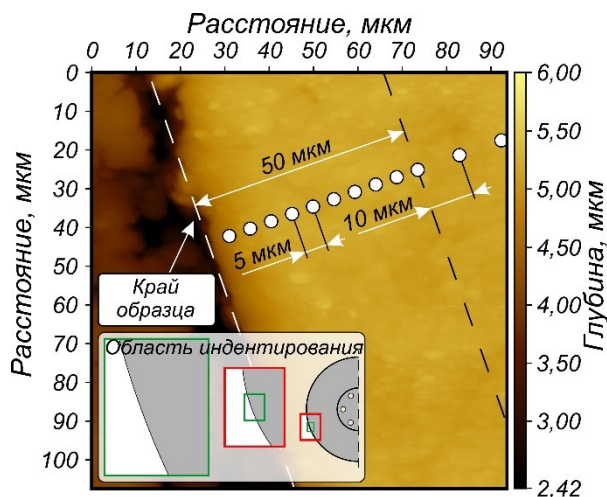


Рисунок 2.5 – Схема индентирования стали 12X18H10T

## 2.7 Оценка нагрева в области взаимодействия контактной пары

Для расчета нагрева в области взаимодействия контактной пары была использована модель, описанная в работах [1, 86, 205], посвященных разработке карт износа и нагрева для сталей в условиях трения скольжения. Формула 2.12, полученная в [206], обеспечивает возможность рассчитать температуру в объеме материала вблизи зоны контакта пары трения  $T_b$ , К:

$$T_b - T_0 = \frac{\mu F v}{A_n} \left( \frac{k_{pin}}{l_{pin}} + \frac{k_{disk}}{l_{disk}} \right)^{-1}, \quad (2.12)$$

где  $T_0$  – температура теплоотвода (окружающей среды), К;  $\mu = 0,78 \dots 0,13 \log_{10}(v r_0 / a_{eff})$  – коэффициент трения [1];  $v$  – скорость скольжения, м/с;  $r_0 = (A_n / \pi)^{0,5}$  – радиус рабочей поверхности контртела, м;  $A_n$  – ожидаемая площадь контакта, м<sup>2</sup>;  $F$  – нагрузка, Н;  $a_{eff} = (a_p + a_d) / 2$  средняя величина коэффициентов температуропроводности материалов контактной пары, м<sup>2</sup>/с;  $a_i = k_i / \rho_i c_i$  – коэффициент температуропроводности;  $k_i$  – коэффициент теплопроводности, Вт/м·К;  $\rho_i$  – плотность материала, кг/м<sup>3</sup>;  $c_i$  – удельная теплоемкость, Дж/кг·К;  $l_i$  – эквивалентное линейное расстояние теплового рассеивания от поверхности скольжения до поверхности теплоотвода.

Эквивалентное линейное расстояние теплового рассеивания от области взаимодействия трущихся тел до места закрепления контртела в соответствии с работой [206] выражается формулой 2.13, м:

$$l_{pin} = l_{sink} + \frac{A_n k_{pin}}{A_c h_c}, \quad (2.13)$$

где  $l_{sink}$  – расстояние от контактной зоны до места теплоотвода (в данном случае, до места закрепления контртела в машине трения), м;  $A_c$  – площадь контакта контртела и крепления, м<sup>2</sup>;  $h_c$  – коэффициент теплопередачи, Вт/м<sup>2</sup>·К.

Предполагая, что термический контакт между контртелом и его креплением идеальный (при температуре теплоотвода  $T_0$ ), а тепловой поток является линейным и распространяется преимущественно путем теплопроводности (без потерь

излучением и / или конвекцией),  $l_{pin}$  может быть принята равной длине  $l_{sink}$  (то есть вторым слагаемым в формуле 2.13 можно пренебречь).

Эквивалентное линейное расстояние теплового рассеивания для стального образца может быть рассчитано, если принять во внимание время, которое точка на поверхности диска проводит под контртелом, и время, необходимое для рассеивания тепла на расстояние  $r_0$ :

$$l_{disk} = \frac{r_0}{\pi^{0,5}} \arctan \left[ \frac{2\pi a_{disk}}{r_0 v} \right]^{0,5}. \quad (2.14)$$

Таким образом, температура в области взаимодействия контактной пары составляет приблизительно 124, 172 и 127 °С для сталей 45, 12Х18Н10Т и 40Х соответственно. Величины, используемые для расчета температуры представлены в Таблице 2.3.

Таблица 2.3 – Величины, используемые для расчета температуры в области взаимодействия контактной пары

$T_0$	$\mu$	$v$	$r_0$	$A_n$	$F$
298	0,76	0,207	0,0006	0,0000012	160
$k_{pin}$	$\rho_{pin}$	$c_{pin}$	$l_{pin}$	$l_{disk}$	
110	15630	39,8	0,005	0,00015	
Марка стали	$k_{disk}$	$\rho_{disk}$	$c_{disk}$		
45	48	7820	473		
12Х18Н10Т	15	8000	500		
40Х	46	7820	466		

## 2.8 Обработка дифракционных картин

В ходе эксперимента было получено множество дифракционных картин подобных той, что показана рисунке 2.6, а. Нижняя часть дифракционных колец

отсутствует либо является слабо различимой поскольку она поглощается образцом, что обусловлено геометрией съемки. Проявление данного эффекта хорошо видно на рисунке 2.6, б, который является разверткой рисунка 2.6, а и представляет собой распределение интенсивности в виде зависимости азимутального угла от угла рассеяния. Белые параболические области представляют собой границы отдельных частей детектора, показанных в виде белых вертикальных и горизонтальных линий на рисунке 2.6, а.

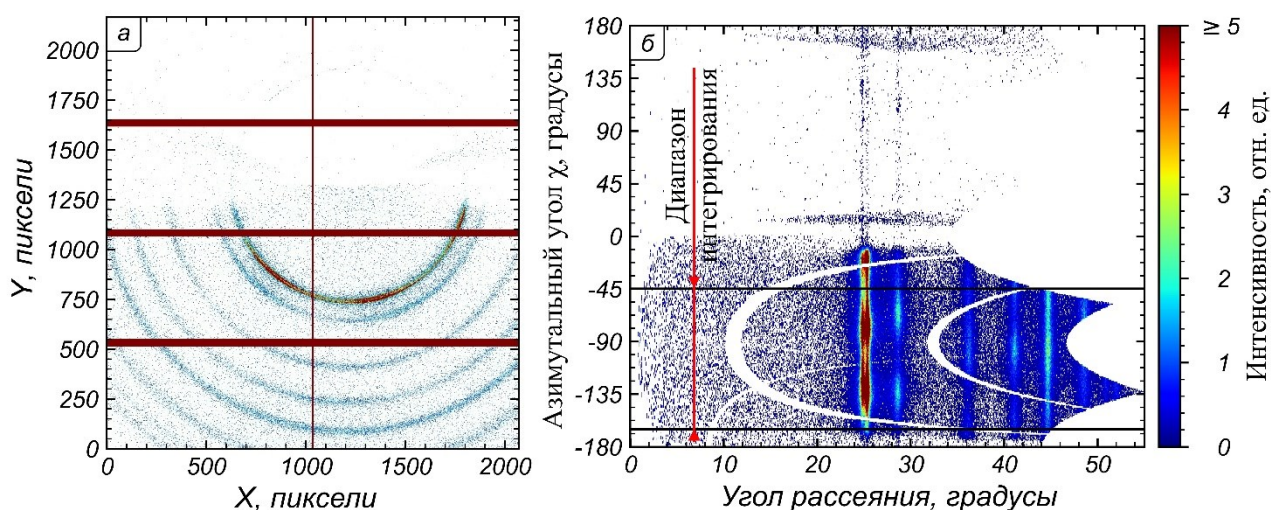


Рисунок 2.6 – Типичная дифракционная картина, полученная после 37 циклов фрикционного воздействия на сталь 12Х18Н10Т твердосплавным контртелом (а) и азимутальное распределение полученной интенсивности (б)

Кольцевые дифрактограммы были преобразованы в одномерные путем азимутального интегрирования в диапазоне углов  $\chi$  от  $-165^\circ$  до  $-45^\circ$ , который показан в виде горизонтальных линий на рисунке 2.6, б. Типичные дифракционные картины показаны на рисунке 2.7, а. Совокупность дифракционных картин, полученных в различные моменты времени, удобно представлять в виде двумерной цветовой диаграммы. Эта диаграмма иллюстрирует интенсивность рассеянного излучения на каждом цикле трения (рисунок 2.7, б). При этом каждому цвету соответствует значение интенсивности, которое можно определить при помощи цветовой шкалы. Подобные картины приводятся в основном тексте работы, поскольку в таком виде легко показать изменения фазового состава в ходе эксперимента.

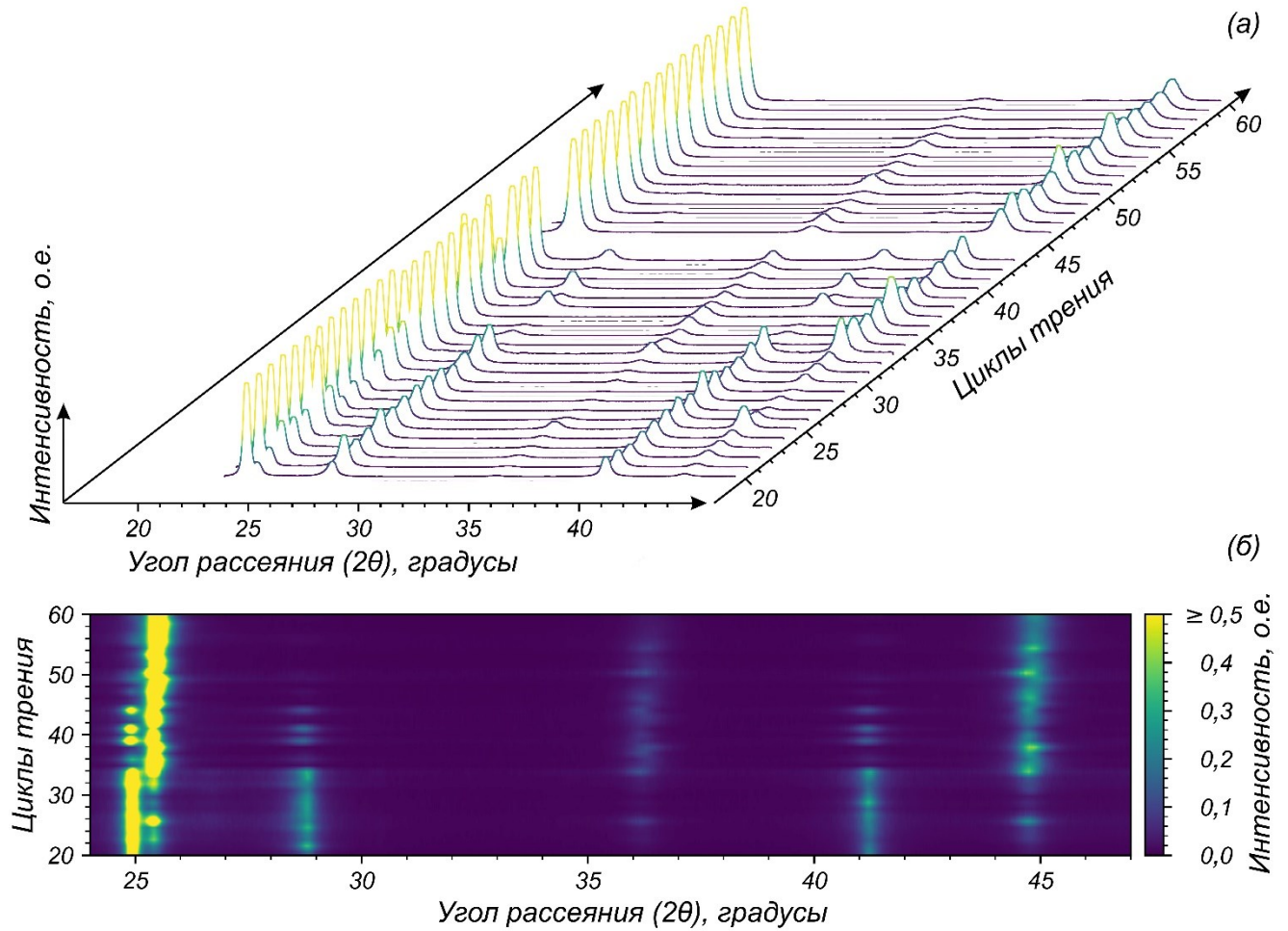


Рисунок 2.7 – (а) Одномерные дифракционные картины, полученные интегрированием двумерных картин и (б) их представление в виде цветовой диаграммы, иллюстрирующей зависимость интенсивности от количества циклов трения и угла рассеяния  $2\theta$

Для профильного анализа был выбран диапазон углов  $2\theta$  от  $10^\circ$  до  $46^\circ$ . Форма пиков описывалась по формуле 2.15, которая сочетает функцию псевдо-Войта и полином 5-ой степени для учета фона:

$$\begin{aligned}
 f_{pV} &= (x, A, x_0, \sigma, \eta) \\
 &= \sum_{i=0}^k \left[ (1 - \eta_i) \times \frac{A}{\sigma_G \sqrt{2\pi}} e^{-(x-x_0)^2 / 2\sigma_G^2} \right. \\
 &\quad \left. + \eta_i \times \frac{A}{\pi} \left[ \frac{\sigma_L}{(x - x_0)^2 + \sigma_L^2} \right] \right] + \sum_{m=0}^5 a_m \times x^m,
 \end{aligned} \tag{2.15}$$

где  $k$  – количество рефлексов;  $A$  – амплитуда пика;  $x_0$  – центр пика;  $\eta$  – доля функции Лоренца;  $\sigma_L$  и  $\sigma_G$  – стандартные отклонения распределений Лоренца и Гаусса, соответственно, которые связаны выражением  $\sigma_L = \sigma_G \sqrt{2 \ln 2}$ , при этом полуширина соответствует  $2\sigma_L$ .

Для учета инструментального вклада в уширение рефлексов использовалась функция Каглиоти, параметры которой находились с использованием порошкового стандарта  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ .

Вся обработка дифракционных картин выполнялась с использованием языка программирования *Python* с использованием пакетов *hdf5plugin*, *pyFAI*, *fabio*, *scipy*, *numpy*, *pandas* и *matplotlib* с открытым исходным кодом.

Объемная доля мартенсита рассчитывалась на основании отношения интегральных интенсивностей дифракционных максимумов  $\alpha'$ - и  $\gamma$ -фаз в соответствии с работой [210]. Поскольку в ходе фрикционного процесса аустенит и  $\alpha'$ -мартенсит являются преобладающими фазами в поверхностном слое, то для упрощения расчетов учитывались только указанные фазы.

Известно, что деформационные дефекты упаковки (ДУ) приводят к анизотропному сдвигу дифракционных рефлексов от ГЦК-кристаллов [211]. Расчет вероятности образования ДУ ( $\alpha_{SF}$ ) основывается на анализе смещения рефлексов относительно эталона ( $\theta_{hkl}^0$ ), не содержащего ДУ. Для снижения ошибок определения положения рефлексов и увеличения точности расчетов вычислялось относительное смещение пары наиболее интенсивных соседних рефлексов (111) и (200) в соответствии с формулой 2.16, представленной в работе Уоррена [211]:

$$\Delta(2\theta_{200}^0 - 2\theta_{111}^0) = -\frac{45\sqrt{3}\alpha_{SF}}{\pi^2} (\tan \theta_{200} + 0,5 \tan \theta_{111}), \quad (2.16)$$

где  $\theta_{hkl}^0$  – положение рефлексов эталона,  $\theta_{hkl}$  – положения рефлексов после механического воздействия. В качестве эталонных значений были приняты положения дифракционных максимумов, полученных до начала фрикционного воздействия. Следует отметить, что параметр  $\alpha$  обратно пропорционален энергии ДУ (ЭДУ).

### 2.8.1 Модифицированные методы Вильямсона-Холла и Уоррена-Авербаха

Анализ тонкой структуры материалов, как правило, выполняется с использованием просвечивающей электронной микроскопии (ПЭМ). Такой подход позволяет оценить степень измельчения структуры, плотность дислокаций, дефекты упаковки и другие структурные параметры. Однако следует отметить, что в случае больших степеней деформации структурный анализ с использованием ПЭМ весьма затруднен в связи с высокой плотностью дефектов кристаллической решетки. К тому же изучение материалов, подверженных фрикционному воздействию, после каждого цикла трения является нетривиальной задачей, а создание условий для *in situ* или *operando* экспериментов с использованием ПЭМ очень сложно и возможно только на микро- и наноразмерных образцах [39].

В этой связи использование дифракции синхротронного излучения имеет принципиальное значение, поскольку даёт возможность контроля структурных изменений непосредственно в условиях внешнего воздействия, а применение профильного анализа дифракционных картин позволяет выявить динамику изменения параметров структуры, а именно оценить размеры областей когерентного рассеяния ( $D$ ), среднюю плотность дислокаций ( $\rho$ ) и степень их упорядоченности, согласно параметру Вилкенса ( $M$ ), а также радиус областей упругих искажений ( $Re$ ). Получение этих характеристик структуры возможно посредством комбинации модифицированного метода Вильямсона-Холла (ММВХ) и модифицированного метода Уоррена-Авербаха (ММУА), разработанных коллективом профессора Т. Унгара [202] и хорошо описанных в работах [211, 212]. Особенность методов заключается во введении упругих констант материалов, что позволяет учитывать анизотропию его свойств.

Согласно кинематической теории рентгеновской дифракции дифракционный максимум может быть представлен в виде конволюции «размерного» ( $A^P$ ) и «деформационного» ( $A^D$ ) профилей:

$$A_n = A^P A^D. \quad (2.17)$$



Б. Уоррен и Б. Авербах предположили, что в коэффициентах «реальной» части Фурье преобразования  $A(l)$  рентгеновского профиля также можно выделить «размерную» и «деформационную» части. Тогда формула (2.17) может быть представлено в виде:

$$\ln A_n(l) \simeq \ln A_n^p - 2\pi^2 l^2 g^2 \langle \varepsilon_{g,l}^2 \rangle, \quad (2.18)$$

где  $l = na_3$  – длина Фурье преобразования (расстояние между двумя точками решетки в идеальном кристалле, которые находятся на нормали к плоскостям  $(hkl)$ );  $n \in Z$ ;  $a_3 = \lambda/2(\sin \theta_2 - \sin \theta_1)$ ;  $g = 2 \sin \theta / \lambda$  – вектор дифракции;  $\langle \varepsilon_{g,l}^2 \rangle$  – среднеквадратичная деформация;  $\lambda$  – длина волны излучения;  $(\theta_2 - \theta_1)$  – угловой диапазон дифракционного максимума.

В соответствии с дислокационной теорией М.А. Кривоглаза [214] дефекты кристаллической решетки связаны с формой дифракционных максимумов. В рамках этой теории среднеквадратичная деформация может быть представлена следующим образом:

$$\langle \varepsilon_{g,l}^2 \rangle \simeq \frac{\rho C_{hkl} b^2}{4\pi} \ln \left( \frac{R_e}{l} \right), \quad (2.19)$$

где  $C_{hkl}$  – дислокационный контрастный фактор;  $b$  – длина вектора Бюргерса.

Дислокационный контрастный фактор для кубических кристаллов может быть определен, если допустить что исследуемый материал не обладает кристаллографической текстурой (любое кристаллографическое направление в нем является равновероятным). Такая поправка позволяет ввести понятие среднего контрастного фактора  $\overline{C_{hkl}}$ , зависящего от индексов кристаллографического направления. В случае кубических кристаллов контрастный фактор может быть выражен следующим образом:

$$\overline{C_{hkl}} = \overline{C_{h00}}(1 - qH^2), \quad (2.20)$$

где  $q$  – параметр, зависящий от упругих свойств материала и связанный с долей типа дислокаций (краевые или винтовые);  $H^2 = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)$  – ориентационный фактор;  $h, k, l$  – индексы Миллера дифракционного максимума.

Параметры  $\overline{C_{h00}}$  и  $q$  должны определяться экспериментально и сопоставляться с теоретическими значениями. Их теоретические значения для кубических кристаллов подчиняются следующей зависимости:

$$f(A_i, c_{12}, c_{44}) = a(c_{12}, c_{44})[1 - \exp(-A_i/b(c_{12}, c_{44}))] + c(c_{12}, c_{44})A_i + d(c_{12}, c_{44}), \quad (2.21)$$

где  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  и  $c_{44}$  – упругие константы материала;  $A_i = 2c_{44}/(c_{11} - c_{12})$  – фактор анизотропии;  $a$ ,  $b$ ,  $c$  и  $d$  – параметры, зависящие от отношения упругих констант  $c_{12}/c_{44}$ . Значения этих параметров для некоторых материалов и подробное описание функциональной зависимости представлено в работе [215]. Значения упругих констант для феррита, аустенита и мартенсита были найдены в работах [215, 216].

Принимая во внимание формулу (2.19), формула (2.18) приобретает следующий вид:

$$\ln A(L) \simeq \ln A^p(L) - \frac{\pi\rho}{2} l^2 \ln\left(\frac{R_e}{l}\right) (g^2 C_{hkl} b^2) + O(g^2 C_{hkl} b^2)^2. \quad (2.22)$$

Аппроксимируя формулу (2.20) параболической функцией вида  $y = S + Yz + Oz^2$ , где  $y = \ln A_n(l)$  и  $z = g^2 C_{hkl} b^2$ , можно получить величины коэффициентов  $S$  и  $Y$ , которые несут информацию о размерах ОКР и искажениях кристаллической решетки.

В соответствии с работой Лэнгфорда и Вилсона [218], в случае частиц, обладающих сферической формой, среднеквадратичный размер частиц пропорционален  $l_0$ , т.е. значению  $l$ , при котором  $A_n(l) = 0$  и составляет  $\langle x_{area} \rangle = 1,5 l_0$ . Для того чтобы определить размеры ОКР необходимо выполнить аппроксимацию размерных коэффициентов Фурье линейной функцией при малых  $l$ . Для определения средней плотности дислокаций и радиуса областей когерентного рассеяния, необходимо определить соответствующие параметры с использованием зависимости:

$$\frac{Y}{l^2} = \rho \frac{\pi}{2} \ln R_e - \rho \frac{\pi}{2} \ln l. \quad (2.23)$$

## 2.9 Определение объема изношенного материала

Объем изношенного материала оценивался на различных этапах фрикционного нагружения. При этом оценивалось изменение диаметра образца посредством гладкого микрометра с точностью измерений  $\pm 0,005$  мм. Измерения проводились в различных областях радиальной поверхности образцов до начала испытания и после заданного количества циклов нагружения. Объем изношенного материала определялся на основании пяти измерений.

## 2.10 Моделирование методом молекулярной динамики

Процесс пластической деформации нержавеющей стали 12X18H10T моделировался методом молекулярной динамики с использованием программного пакета *LAMMPS* [219]. Модель представляла собой трехмерный монокристалл размером  $18,14 \times 18,14 \times 36,82$  нм<sup>3</sup>, состоящий из миллиона атомов железа, хрома и никеля в соотношении 9,67 : 1 : 2, 54. Энергия взаимодействия атомов системы описывалась потенциалом методом погруженного атома (англ. «*embedded atom method*»), представленным в работе [220]. Указанный потенциал взаимодействия атомов был разработан для решения задач, связанных с оценкой энергии дефектов кристаллической решетки, возникающих в процессе деформации материала, в том числе в условиях воздействия высоких температур. Моделирование проводилось с использованием *NPT* ансамбля (т.е. в условиях постоянного числа частиц, давления и температуры). Временной шаг составлял 1 фс. На первом этапе система стабилизировалась в условиях атмосферного давления при температуре 298 К в течение 100 пс, после чего она подвергалась осевому сжатию до степени обжатия равной 90 с шагом деформации 1 % / фс. Оценка сегрегаций атомов различных элементов проводилась путем анализа площади под пиком функции радиального распределения (англ. «*radial distribution function*»), соответствующего первой координационной сфере. Построение функции парного распределения и визуализация полученных методом молекулярной динамики результатов проводилось с использованием программного продукта *OVITO* [221].

## ГЛАВА 3 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В ПРОЦЕССЕ СУХОГО ТРЕНИЯ СТАЛИ С ФЕРРИТО-ПЕРЛИТНОЙ СТРУКТУРОЙ

### 3.1 *Operando* анализ процесса накопления дефектов кристаллической решетки

Типичные дифракционные картины, полученные на различных этапах трения в процессе *operando* эксперимента представлены на рисунке 3.1. В исходном состоянии интенсивность отражений неравномерно распределена вдоль колец Дебая (рисунок 3.1, а). Небольшое количество дифракционных максимумов обусловлено малым размером пятна пучка синхротронного излучения и указывает

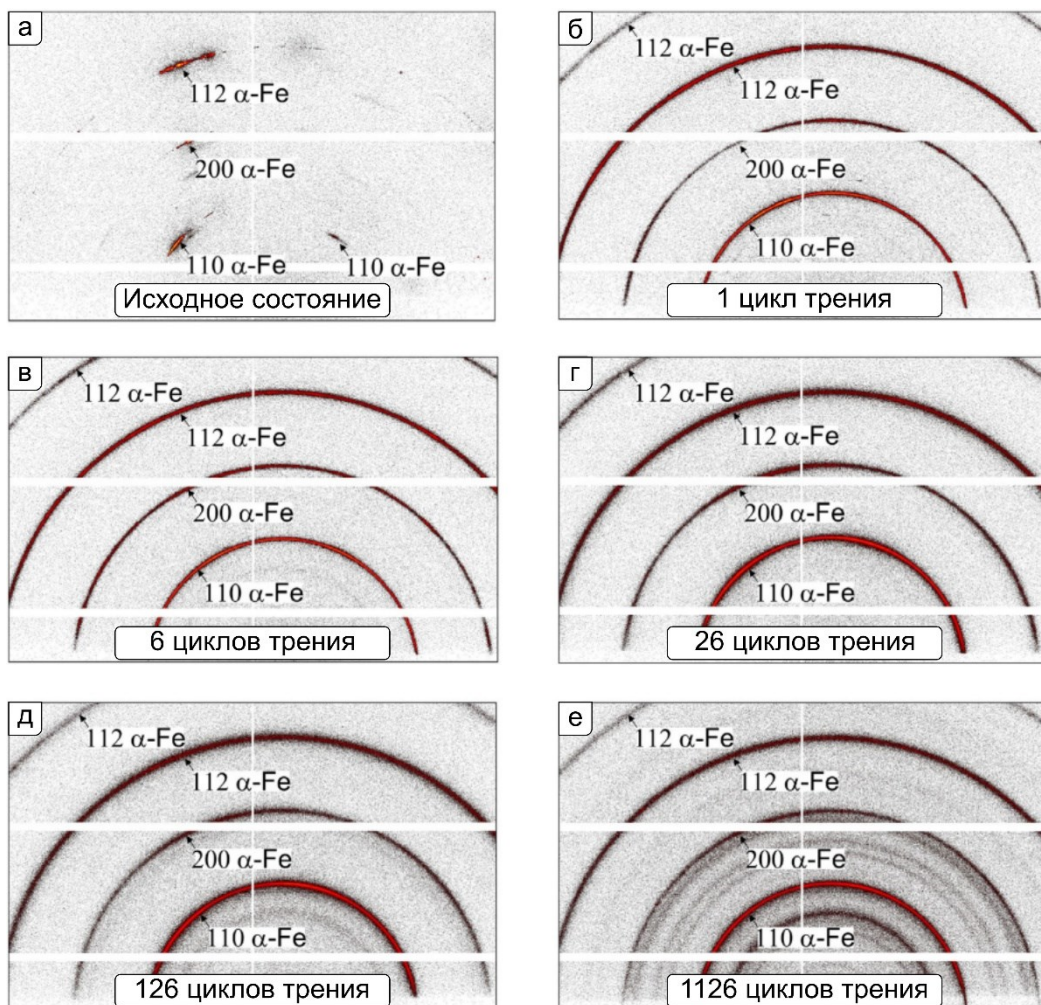


Рисунок 3.1 – Дифракционные картины, полученные после различного количества циклов фрикционного воздействия

на крупнозернистую структуру отожженного образца. Представленная на рисунке 3.1, б дифракционная картина свидетельствует о существенных структурных изменениях рабочей поверхности стали, которые произошли в результате всего 1 цикла фрикционного нагружения. Непрерывное азимутальное распределение интенсивности свидетельствует о возникновении множества микрообъемов, удовлетворяющих условию отражения, т.е. фактически происходит измельчение структуры и, вероятно, разворот структурных элементов. Дальнейшее взаимодействие контактной пары – до 126 циклов нагружения – приводит к уширению рефлексов (рисунок 3.1, в-д), что указывает на развитие дефектной структуры материала. Кроме того, трение приводит к появлению новой фазы в области взаимодействия контактной пары. Это подтверждается возникновением дифракционных максимумов, не принадлежащих ферриту после 126 циклов фрикционного нагружения.

Результаты азимутального интегрирования картин дифракции, показанных на рисунке 3.1, представлены на рисунке 3.2. На протяжении всего эксперимента  $\alpha$ -Fe является доминирующей фазой. Из представленных изображений следует, что фрикционное нагружение приводит к изменению интенсивности рефлексов и увеличению их полуширины относительно рефлексов, характерных для образца в исходном состоянии. Изменение формы дифракционных максимумов, главным образом возрастание ширины профилей, показано на примере пика (110) на рисунке 3.2, в.

Изменение полуширины рентгеновских пиков в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения показано на рисунке 3.3. Быстрое уширение рентгеновских линий, обусловленное интенсивным накоплением дефектов и измельчением элементов микроструктуры, наблюдается в течение первых 40 циклов. Затем значения ширины линий достигают предельных значений и их дальнейший рост практически прекращается. Начиная примерно с 200 цикла и до завершения эксперимента, на представленных диаграммах наблюдается осцилляция полуширины дифракционных максимумов вблизи ранее достигнутого значения.

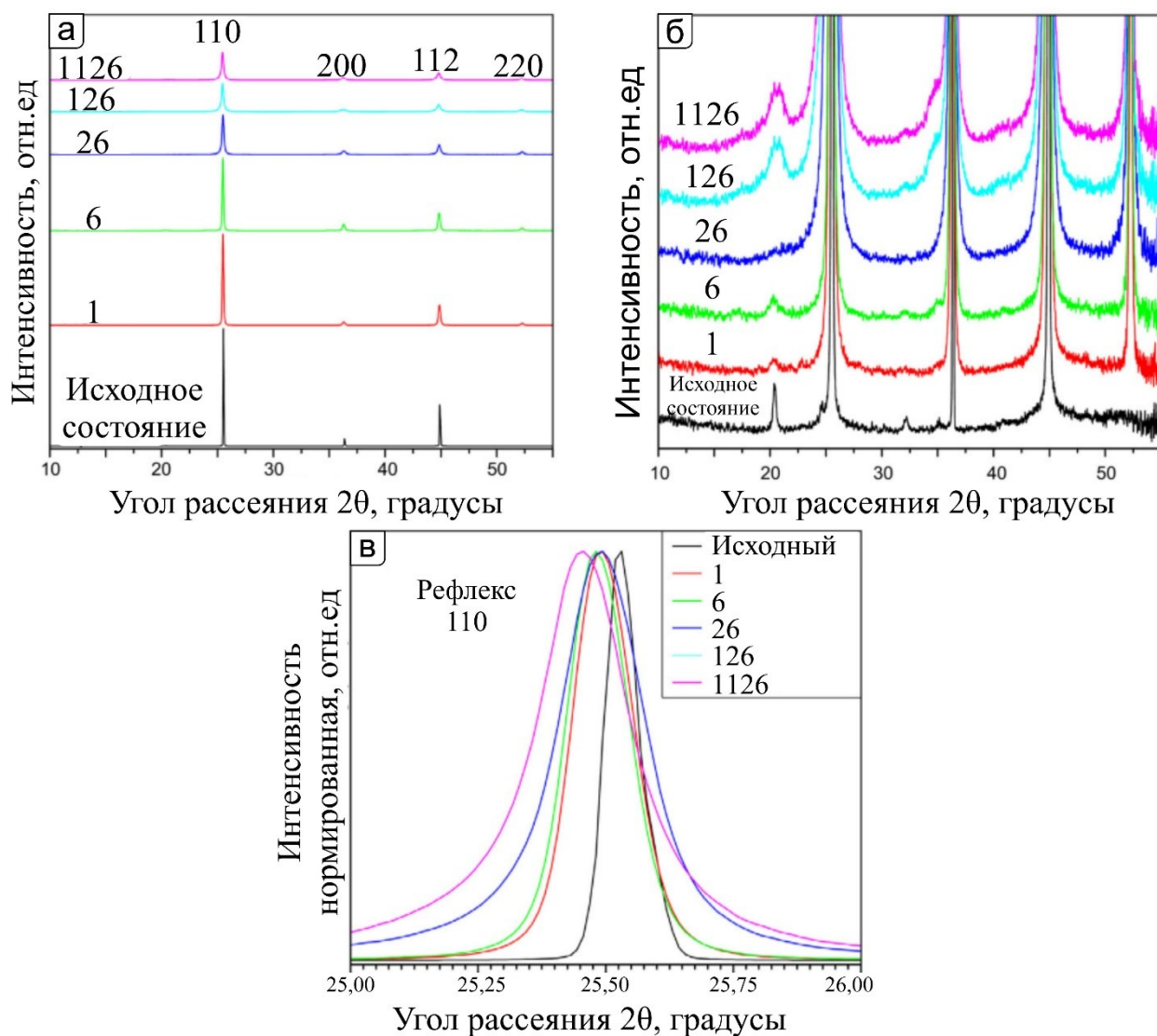


Рисунок 3.2 – Линейные дифракционные картины, полученные с рабочей поверхности стали на различных этапах фрикционного нагружения

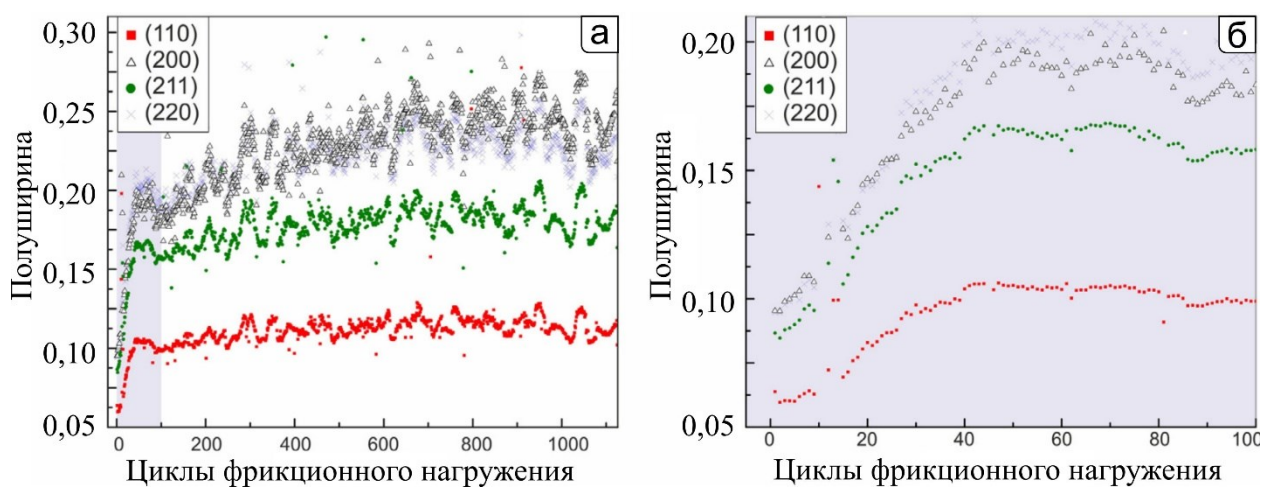


Рисунок 3.3 – (а) Изменение полуширины дифракционных максимумов феррита; (б) область, отмеченная на изображении (а)

Изменение размеров ОКР, рассчитанное с использованием ММВХ, представлено на рисунке 3.4. Как и в случае с параметром полуширины, величина ОКР резко изменяется в течение первых 40 циклов, на протяжении которых происходит их уменьшение от  $\sim 300$  нм до  $\sim 65$  нм. 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.

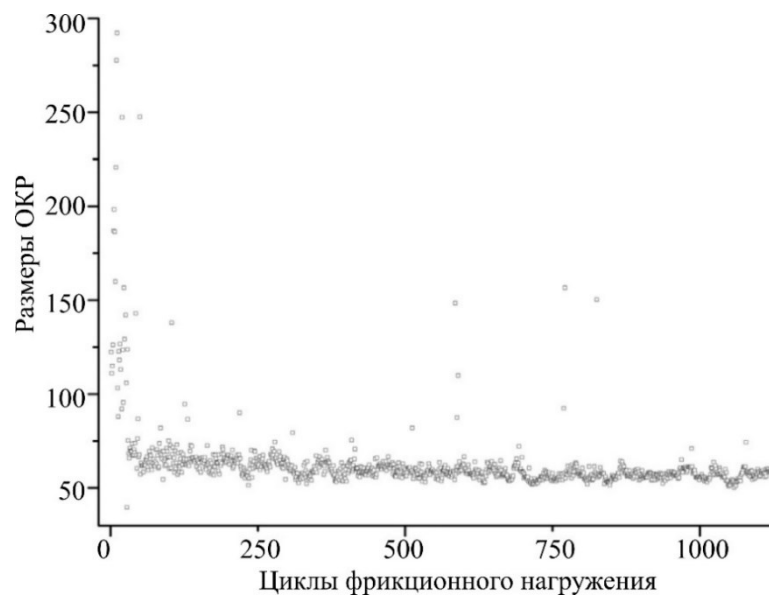


Рисунок 3.4 – Изменение размеров ОКР в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения

В соответствии с расчетами параметр  $q$  для винтовых дислокаций в  $\alpha$ -Fe составляет 2,5, тогда как для краевых дислокаций он равен 1,35. Анализ параметра  $q$ , полученного путем аппроксимации экспериментальных данных, позволяет определить соотношение количества краевых и винтовых дислокаций. Результаты представлены на рисунке 3.5. Можно отметить, что в исходном материале содержание винтовых и краевых дислокаций почти эквивалентно. В результате фрикционного воздействия в течение первых десятков циклов происходит некоторое увеличение доли краевых дислокаций, а в дальнейшем имеет место плавное увеличение доли винтовых дислокаций и по окончании эксперимента в сильнодеформированном поверхностном слое более 90 % дислокаций являются винтовыми.

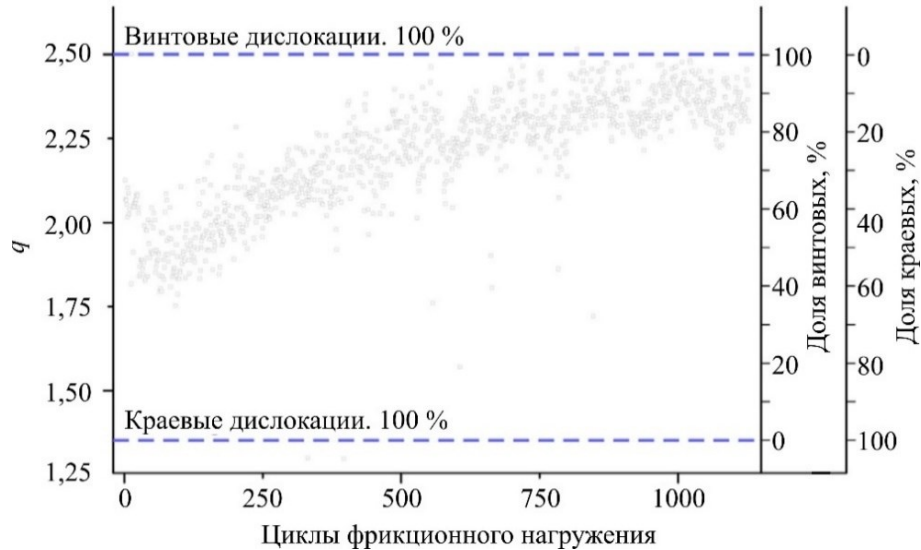


Рисунок 3.5 – Изменение параметра  $q$  в модифицированной модели Вильямсона-Холла и соответствующее изменение долей винтовых и краевых дислокаций

Из графика, представленного на рисунке 3.6 следует, что плотность дислокаций существенно возрастает в течение первых нескольких десятков циклов фрикционного нагружения. Предельное значение плотности дислокаций достигается приблизительно после 40 циклов трения. Разброс полученных данных, предположительно обусловлен коротким временем экспозиции, реализуемым при анализе материала в режиме *operando*.

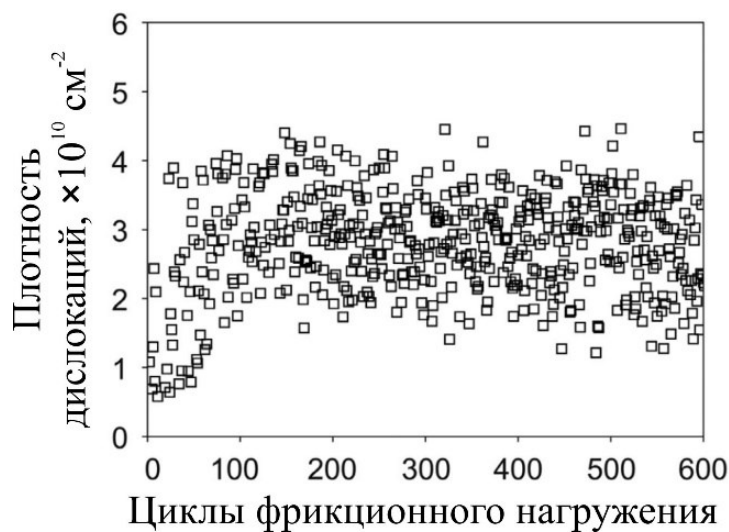


Рисунок 3.6 – Изменение плотности дислокаций в зависимости от цикла фрикционного воздействия



### 3.2 Результаты сканирования поверхности трения пучком синхротронного рентгеновского излучения

На рисунке 3.7 представлены карты распределения интенсивности (рисунок 3.7, а-е) и полуширины (рисунок 3.7, ж-м) пика (112) после различного количества циклов фрикционного воздействия. В начальный момент времени интенсивность рассматриваемого пика распределена неравномерно. Максимумы интенсивности соответствуют участкам образца, находящимся в благоприятном брэгговском положении. Размер этих участков хорошо коррелирует с размерами зёрен феррита в образце до начала испытаний. Уже после первого цикла фрикционного нагружения на поверхности образца наблюдается «деформационная дорожка», образованная вследствие воздействия контртела (рисунок 3.7, б). В пределах этой дорожки происходит выравнивание интенсивности пика (112) между соседними

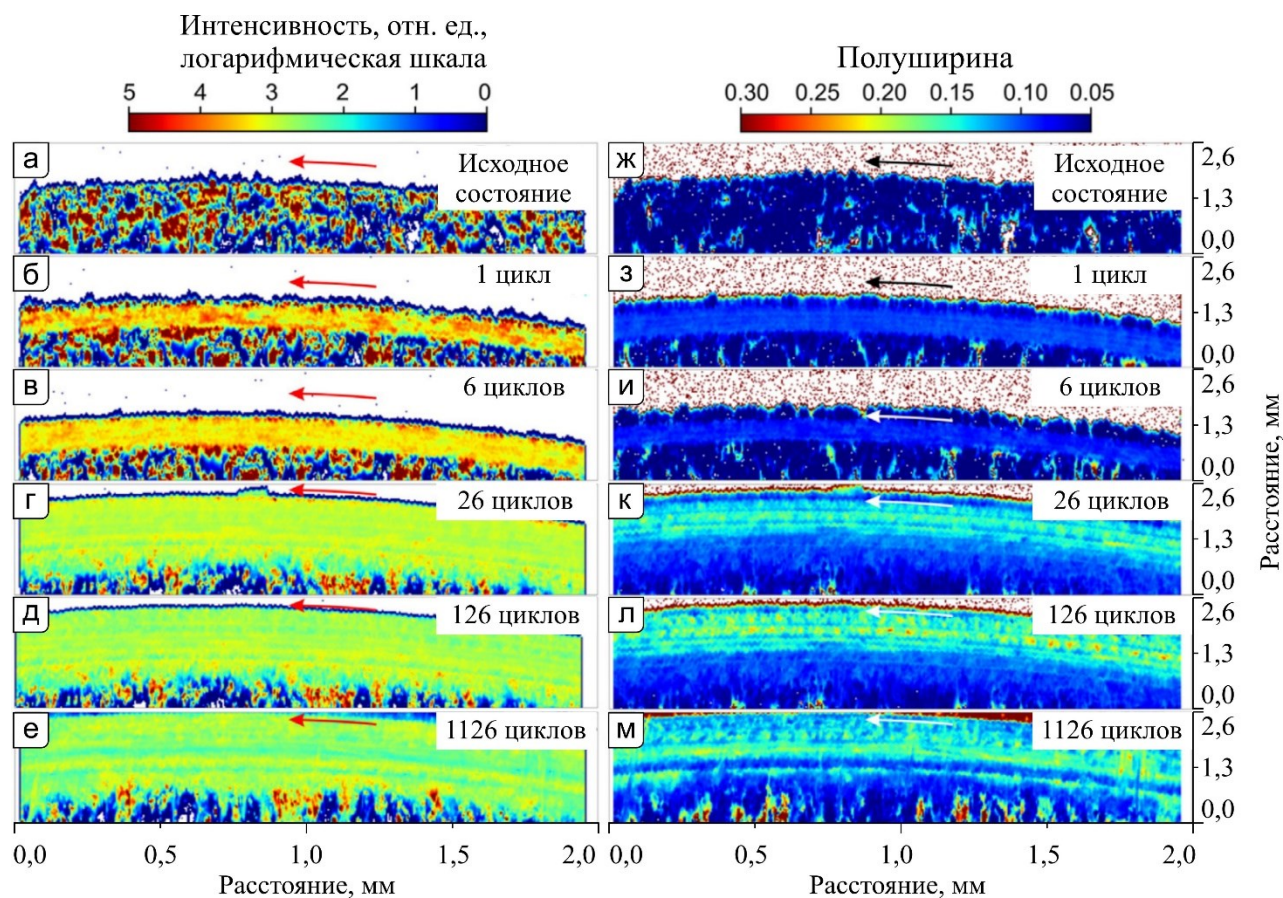


Рисунок 3.7 – Карты распределения интенсивности (а-е) и ширины на полувысоте (ж-м) пика (112) после различного количества циклов фрикционного нагружения

областями. Тем не менее, области с повышенной интенсивностью этого пика всё ещё различимы. Эти области можно также выделить и после 6 циклов нагружения трением (рисунок 3.7, в), однако они уже существенно менее контрастны – разница между максимальной и минимальной интенсивностью дифракционного максимума (112) в пределах дорожки трения заметно снижается. После 26 циклов трения происходит выравнивание интенсивности пика (112) по всей рабочей поверхности образца. После 26, 126 и 1126 циклов фрикционного нагружения на картах проявляются области, напоминающие бороздки трения, сформированные в результате взаимодействия материала с контртелом (рисунок 3.7, г-е). Можно также отметить, что с увеличением числа циклов трения ширина сильнодеформированной области (т.е. дорожки трения) существенно возрастает вплоть до 26 цикла. Этот этап испытания можно отнести к приработке контактной пары. Анализ следующих этапов не выявил существенных изменений в размере дорожки трения, поскольку уже после 26 циклов трения практически вся поверхность образца подвергнута механическому воздействию.

Деформационное воздействие и соответствующее накопление дефектов приводит к ожидаемому увеличению ширины рентгеновских линий. Для отожденного образца до начала испытаний ширина на полувысоте пика (112) практически одинакова (рисунок 3.7, ж) и составляет около  $0,05^\circ$ , т.е. этот параметр практически одинаков для зёрен с различной ориентацией в пространстве. По мере деформационного воздействия индентора происходит постепенное уширение рентгеновских линий. Особенно заметный прирост ширины наблюдается после первых десятков циклов испытания (рисунок 3.7, з-к), при этом существенной разницы между результатами, соответствующими 126 (рисунок 3.7, л) и 1126 (рисунок 3.7, м) циклам нагружения, не наблюдается.

Интересно отметить, что после значительного (126 и более) количества циклов фрикционного воздействия на обрабатываемой поверхности образуется определённый узор в распределении ширины рентгеновских линий. Речь идёт, как об образовании чередующихся полос с высокими и низкими значениями полуширины, вытянутых вдоль дорожки трения, так и образовании участков

локальных максимумов и минимумов вдоль одной полосы. Первый случай связан с формированием бороздок трения – выдавленный материал, содержит высокую плотность дефектов кристаллической решетки, а второй – с образованием продуктов износа, которые также могут внедряться в рабочую поверхность металла, вызывая большие локальные деформации.

### 3.3 Трибоокисление рабочей поверхности стали

Анализ дифракционных картин показал, что на рабочей поверхности стального образца в результате трения формируются оксиды железа (рисунок 3.2, б). До начала испытания дифракционный максимум оксида, находящийся на угле  $20,4^\circ$  (при заданных условиях дифракционного эксперимента) характеризуется высокой интенсивностью и малым значением полуширины. Данная форма пика указывает на наличие тонкой пленки оксида железа, образованного в процессе термической обработки. После начала фрикционного взаимодействия этот пик постепенно пропадает и становится слаборазличимым после 26 циклов трения. По всей видимости такое поведение интенсивности пика обусловлено износом трущейся поверхности образца – в течение первых десятков циклов оксидная плёнка может отделяться от поверхности в процессе образования продуктов износа. Тем не менее, дифракционные максимумы оксидов железа вновь появляются после 126 циклов нагружения и не исчезают вплоть до окончания эксперимента. Следует отметить, что вновь образованные оксиды железа характеризуются существенно большей полушириной по сравнению с пиками, зарегистрированными в исходном состоянии. Окисление в области взаимодействия связано с деградацией поверхности трения и появлением «свободных» нескомпенсированных связей, способствующих адсорбции кислорода из окружающей среды. Высокое значение полуширины пиков оксидов говорит об их дисперсности, что может быть связано с их измельчением вследствие механического взаимодействия с контртелом. Согласно рентгенофазовому анализу (рисунок 3.8) в процессе трения формируются два типа оксидов железа – гематит

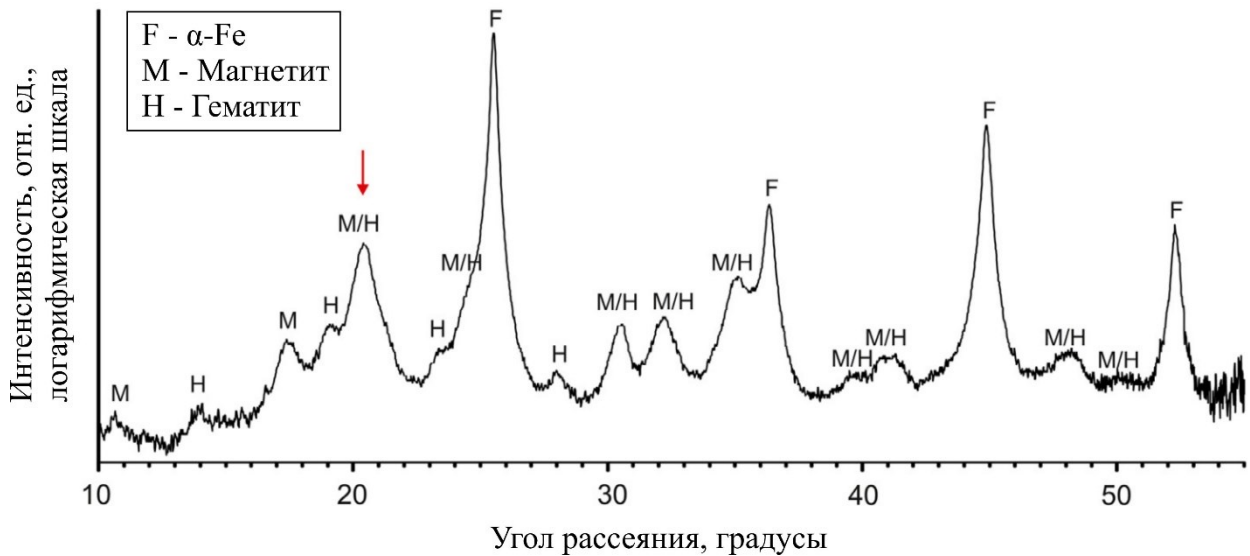


Рисунок 3.8 – Дифрактограмма поверхности углеродистой стали, подвергнутой 1126 циклам трения, демонстрирующая образование в процессе трения двух типов оксидов железа – гематита и магнетита (по вертикальной оси данные представлены в логарифмическом масштабе). Стрелкой показано положение пиков (110) гематита и (311) магнетита, суммарная интенсивность которых использовалась в дальнейшем для построения рисунков 3.9 и 3.10

( $Fe_2O_3$ ) и магнетит ( $Fe_3O_4$ ). Следует отметить, что при нормальных условиях стабильной модификацией оксида железа является гематит, однако формирование магнетита может быть обусловлено механохимической реакцией, имеющей место в условиях пластической деформации. К примеру, в работе [222] относительно кратковременное воздействие на гематит в шаровой мельнице приводило к его полному переходу в магнетит. Учитывая тот факт, что механохимические процессы неизбежно сопровождают процесс трения, можно предположить, что формирующийся в процессе трения гематит также мог переходить в магнетит.

Анализируя суммарную интенсивность пиков (110) гематита и (311) магнетита в зависимости от числа циклов нагружения (рисунок 3.9), можно выделить 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

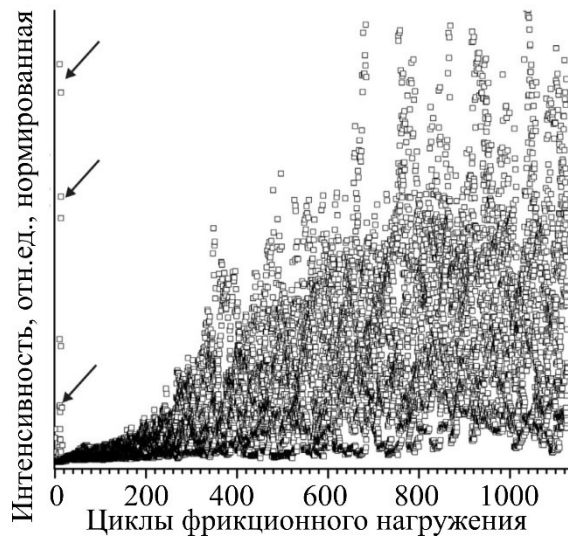


Рисунок 3.9 – Изменение суммарной интенсивности пиков (110) гематита и (311) магнетита в зависимости от числа оборотов. Стрелки указывают на результаты измерений, полученных от оксидной пленки, находившейся на поверхности образца в исходном состоянии

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.

Перечисленные выше заключения подтверждаются анализом распределения суммарной интенсивности пиков (110) гематита и (311) магнетита по поверхности образца (рисунок 3.10). Неравномерное распределение интенсивности пика оксида железа до начала испытания (рисунок 3.10, а) связано с разориентировкой отдельных участков оксида железа. В соответствии с картой, представленной на (рисунок 3.10, б), большая часть оксидной пленки, образованной вследствие термической обработки, повреждается уже после первого цикла фрикционного

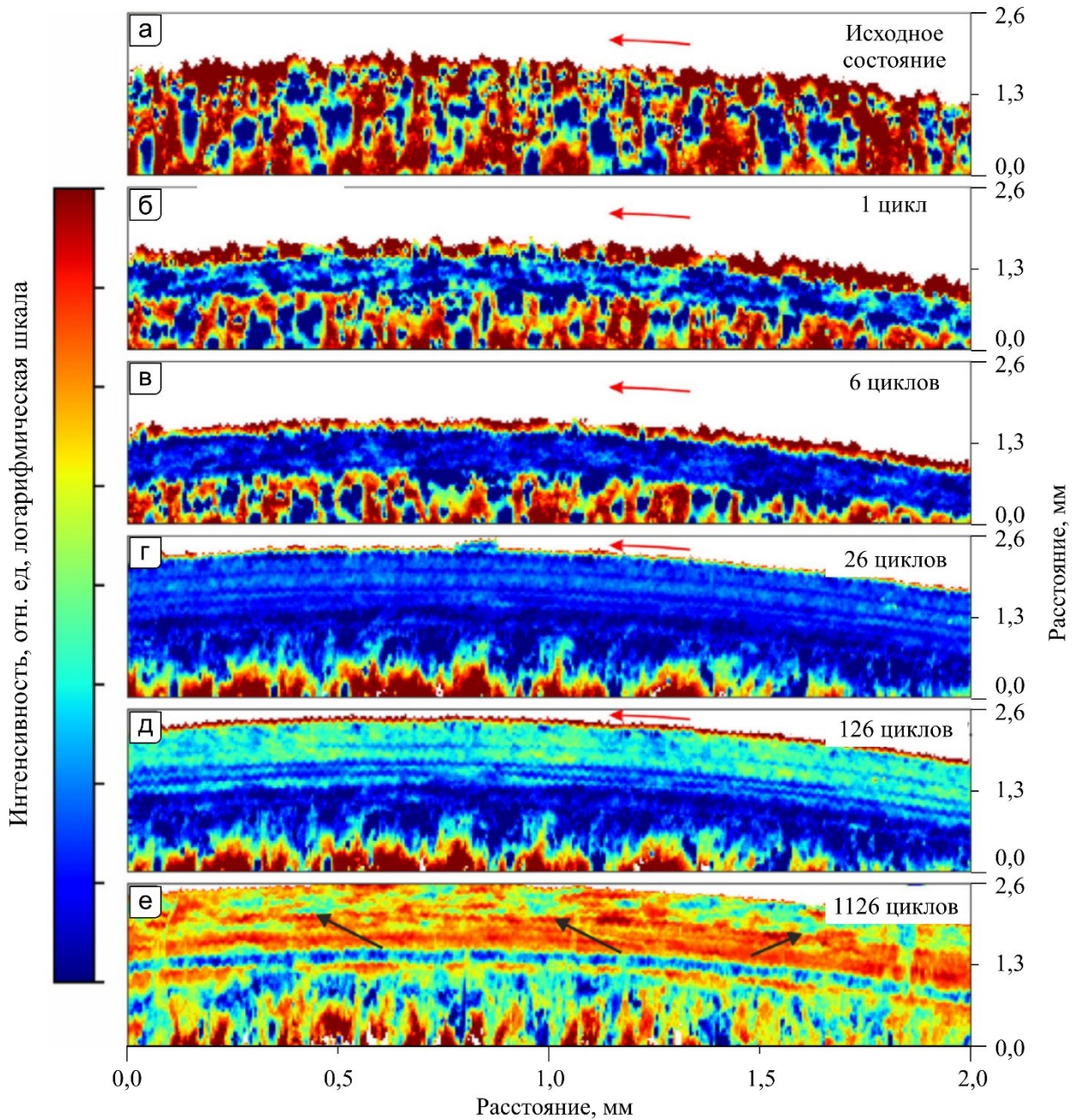


Рисунок 3.10 – Распределение суммарной интенсивности пиков (110) гематита и (311) магнетита по поверхности образцов, подвергнутых различному количеству циклов фрикционного нагружения

воздействия. Отдельные области оксидов железа можно также обнаружить после 6 циклов воздействия (рисунок 3.10, в), однако их количество очень мало. После 26 циклов фрикционного нагружения, на рабочей поверхности стали возникают новые участки оксидов железа (рисунок 3.10, г). При этом суммарная интенсивность дифракционных максимумов магнетита и гематита возрастает, что косвенно

указывает на увеличение их объемной доли. Дальнейшее фрикционное воздействие на сталь приводит к существенному увеличению толщины оксидной пленки. В то же время на поверхности трения наблюдаются области с низкой интенсивностью (показаны стрелками на рисунке 3.10, е), которые указывают либо на участки локального разрушения слоя, либо на неравномерное распределение оксидов по поверхности трения.

### 3.4 Металлографический анализ образцов

Морфология рабочей поверхности стального образца на различных этапах трения представлена на рисунке 3.11. Фрикционное взаимодействие элементов контактной пары в течение 26 циклов нагружения привело к образованию достаточно глубокой бороздки (рисунке 3.11, б). Подобное строение трущейся поверхности может быть вызвано сочетанием адгезионного взаимодействия пары трения с большими удельными нагрузками, обусловленными тем, что реальная площадь контакта существенно меньше ожидаемой. Типичное строение поверхности в результате длительного испытания (1126 циклов нагружения) показано на рисунке 3.11, в. Повреждения поверхности проявляются в виде задиров, царапин и следов локального износа вследствие схватывания. Следует отметить, что наблюдаемое с использованием оптического интерферометра строение поверхности трения хорошо согласуется с картой распределения оксидов, показанной на рисунке 3.10, е.

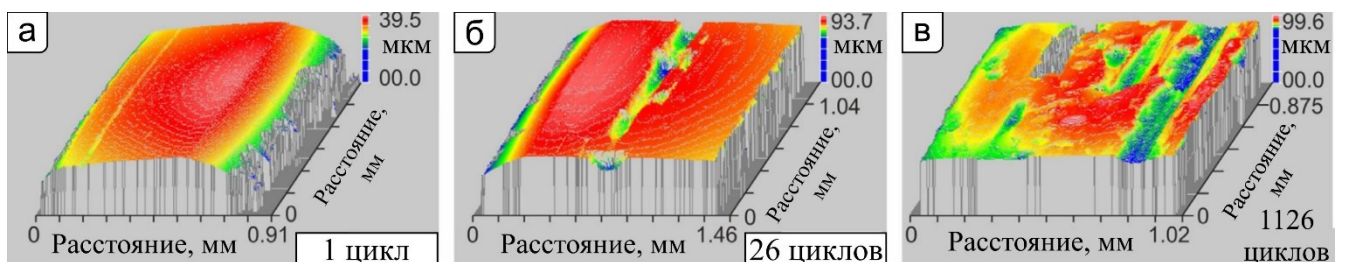


Рисунок 3.11 – Трёхмерные изображения поверхностей, подвергнутых трению, полученные с использованием оптического интерферометра

Кроме того, результаты профилометрии рабочей поверхности стали хорошо согласуются с данными РЭМ (рисунок 3.12). После первого цикла фрикционного воздействия (рисунок 3.12, а) на поверхности образуются канавки, оставляемые индентором, через которые слабо просматриваются границы исходных зёрен, а также бороздки и следы схватывания материалов трущейся пары. После 6 циклов фрикционного воздействия количество канавок и их глубина возрастает (рисунок 3.12, б). Кроме того, наблюдаются продукты обратного переноса материала. Увеличение количества циклов фрикционного воздействия до 26 сопровождается появлением на поверхности образцов следов схватывания и расслоения материала (рисунок 3.12, в). По завершении 126 циклов фрикционного воздействия на поверхности наблюдаются следы значительной пластической деформации, вытягивания материала и образования трещин (рисунок 3.12, г), вероятно, обусловленные адгезионным взаимодействием стального образца с контртелом и усталостными процессами в деформированном слое. После 1126 циклов фрикционного нагружения поверхность становится более сглаженной по сравнению с поверхностью образца после 126 циклов вращения образца, однако на ней наблюдаются следы отделения поверхностного слоя (рисунок 3.12, д).

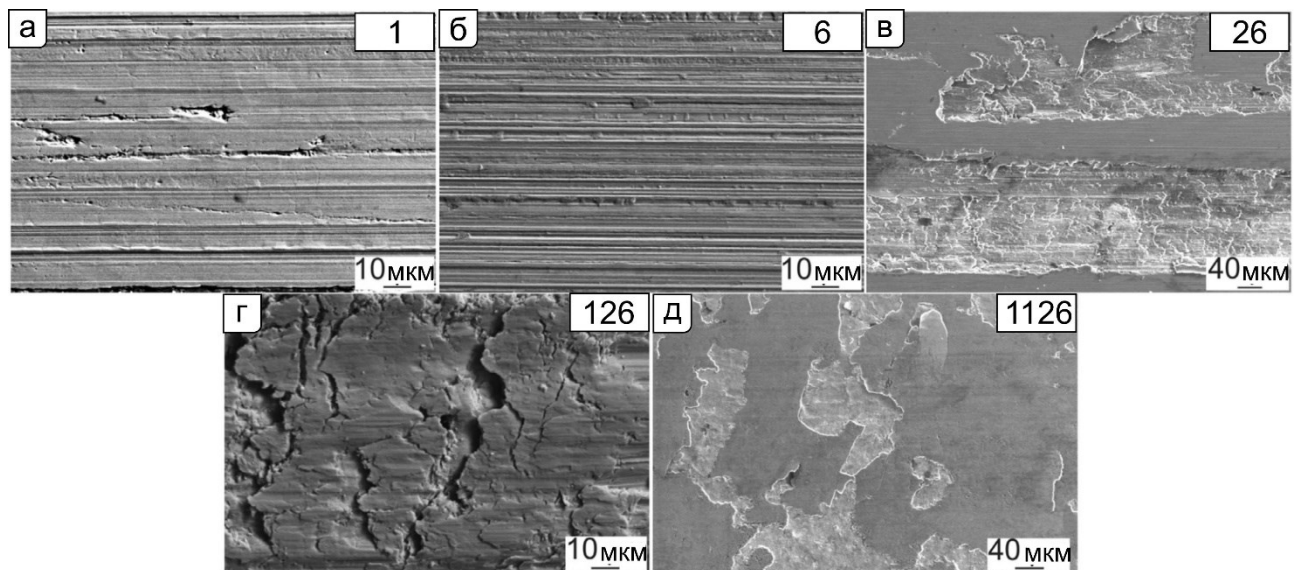


Рисунок 3.12 – Строение поверхностей образцов, подвергнутых различному количеству циклов трения



На поперечных сечениях полученных образцов (рисунок 3.13) первые следы пластической деформации становятся заметными после 6 циклов нагружения и проявляются в виде слабо вытянутых вдоль направления трения ферритных зёрен (рисунок 3.13, б). После 26 оборотов образца пластическая деформация становится явно различимой (рисунок 3.13, в). Ферритные зёрна существенно вытягиваются вдоль направления трения и сужаются в поперечном направлении. Аналогичная ситуация наблюдается и для колоний пластинчатого перлита. Кроме очевидных признаков пластической деформации после 1126 оборотов на поверхности образца также наблюдается формирование механически-перемешанного слоя (рисунок 3.13, г), в составе которого были обнаружены химические элементы, входящие в состав как образца, так и контртела, а также высокое содержание кислорода.

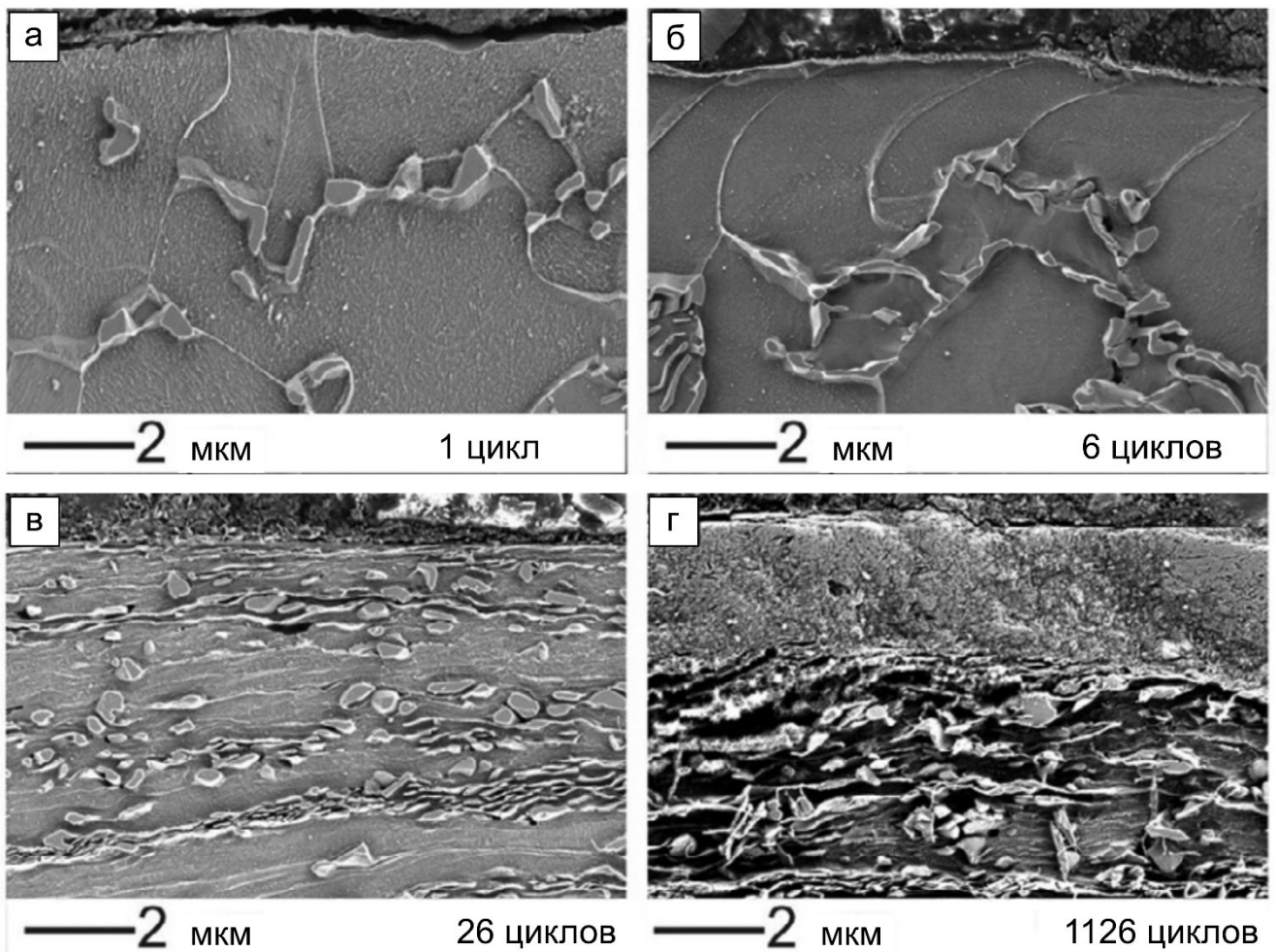


Рисунок 3.13 – Поперечное сечение образцов среднеуглеродистой стали, полученных в экспериментах по сухому трению скольжения

Сформированный слой не был сплошным, что, вероятно, было обусловлено его сколами или локальным отслоением в процессе эксперимента. Данное наблюдение хорошо согласуется с изображениями, представленными на рисунке 3.12, д.

На определённых участках поверхности образцов после 26 и более циклов трения наблюдалось специфическое «закручивание» материала (рисунок 3.14), сопровождающееся распространением трещин вглубь образцов, что, вероятно, являлось одним из механизмов разрушения поверхностных слоёв. Подобные явления описаны в параграфе 1.1.3.

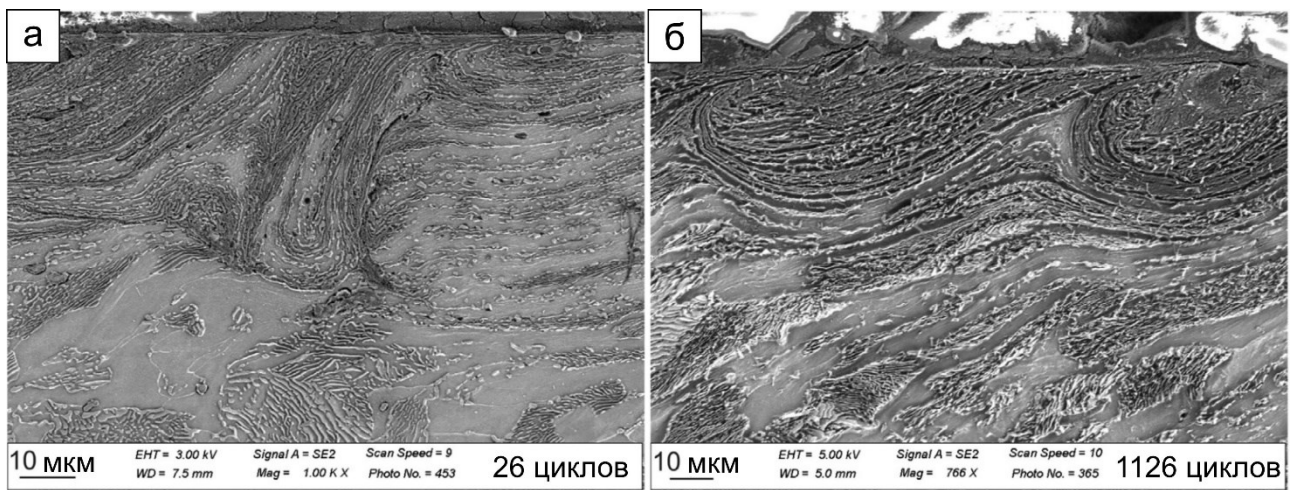


Рисунок 3.14 – Вихревое течение материала в подповерхностном слое углеродистой стали, подвергнутой сухому трению

Процесс накопления пластической деформации в поверхностном слое образца в процессе трения хорошо наблюдается при анализе распределения микротвердости (рисунок 3.15). Глубину деформированного слоя невозможно оценить методом микроиндентирования при количестве оборотов 1 и 6, однако слабые структурные преобразования в поверхностном слое этих образцов хорошо фиксировались дифракционным методом. В то же время деформированный слой хорошо различим на образцах, подвергнутых фрикционному нагружению в течение 26, 126 и 1126 циклов. Интересно отметить, что для этих образцов глубина деформированного слоя была практически одинакова и составляла 100...150 мкм.

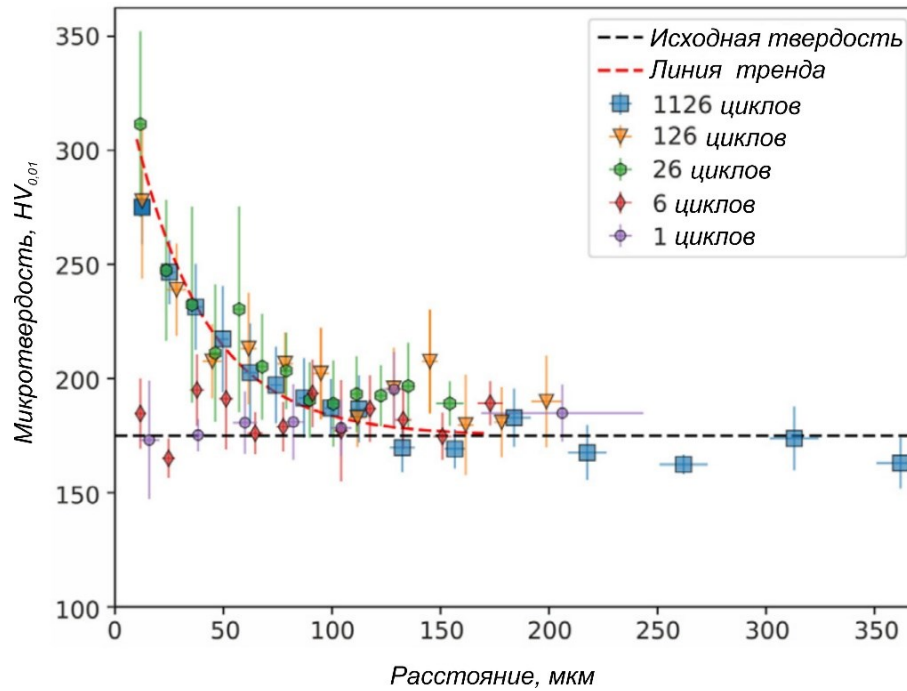


Рисунок 3.15 – Распределение микротвердости в поверхностных слоях образцов среднеуглеродистой стали после различного количества циклов сухого трения

По завершении испытаний поверхность образца была покрыта блестящей плёнкой чёрного цвета. Такой же цвет имели и частицы износа. Анализ отделившихся в процессе трения частиц (рисунок 3.16, а) свидетельствует о том, что износ происходил за счёт отслаивания (деламинации) относительно крупных участков поверхности. Более мелкие частицы, вероятно, формировались вследствие перемалывания крупных продуктов износа между контртелом и образцом. Следует отметить, что, несмотря на значительное количество кислорода, обнаруженного в частицах износа методом МРСА (рисунок 3.16, б) и их чёрный цвет, типичный для ряда модификаций оксида железа, основная их часть представляла собой  $\alpha$ -Fe (рисунок 3.16, в). Отсутствие явно выраженных пиков оксидов железа на рентгенограммах, полученных на лабораторном дифрактометре вероятно, обусловлено тем, что объёмная доля оксидов была невысока, а их пики были чрезвычайно слабыми и широкими. В работе [1] С.С. Лим и М.Ф. Эшби отмечали, что при скоростях трения до 1 м / с частицы износа преимущественно являются металлическими, а выше этой скорости состоят из оксидов, что хорошо согласуется с результатами данной работы.

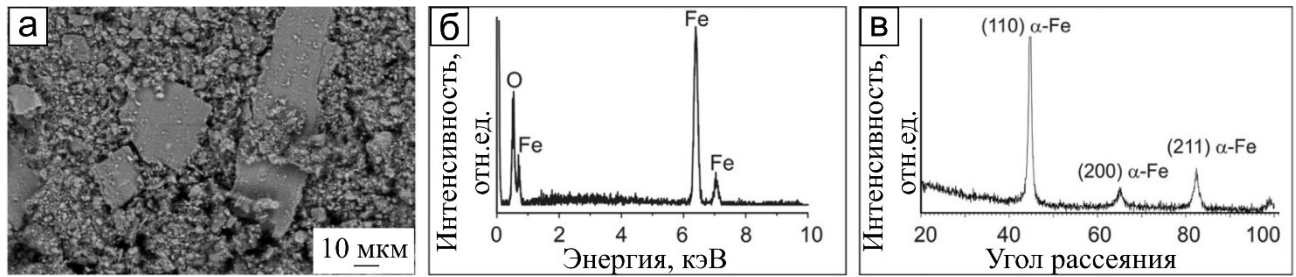


Рисунок 3.16 – (а) – Частицы износа, собранные после 1126 оборотов образца, (б) результаты МРСА, демонстрирующие наличие в частицах износа кислорода, (в) рентгенограмма частиц износа, полученная на дифрактометре с использованием  $Cu K\alpha_{1,2}$ -излучения

### 3.5 Анализ результатов эксперимента фрикционного взаимодействия углеродистой стали и твердосплавного контртела

Из представленных в предыдущих параграфах результатов можно заключить, что процессы изнашивания и формирования структуры поверхностного слоя углеродистой стали при трении связаны с действием двух механизмов – деформации поверхностного слоя и близлежащих к нему слоев, а также окисления. Действуя синергетически, эти механизмы приводят к формированию на поверхности механически-перемешанного слоя. Стадия устойчивого трения связана с циклическим формированием и разрушением этого слоя.

Анализируя процесс подповерхностной деформации, можно выделить следующие его стадии.

1. Стадия быстрого накопления дефектов, которая при заданных режимах трения заканчивается приблизительно через 40 циклов нагружения. Эта стадия сопровождается накоплением дислокаций и измельчением ОКР. Момент начала интенсивного адгезионного взаимодействия и формирования на поверхности следов отрыва материала приблизительно совпадает со временем завершения этой стадии и достижения пороговой концентрации дефектов микроструктуры.

2. Стадия достижения предельной концентрации дефектов и флуктуации их количества вокруг некоторого среднего значения. Существует несколько факторов,

ограничивающих пороговую концентрацию дефектов. Во-первых, на поздних стадиях пластической деформации металлов между процессами зарождения и аннигиляции дислокаций достигается некоторое равновесие, когда дальнейшая диссипация энергии деформирования за счёт накопления новых дефектов становится фактически невозможной. Во-вторых, дефектный поверхностный слой имеет возможность диссипации энергии за счёт его разрушения, т.е. за счёт формирования частиц износа. Таким образом, даже если более дефектное состояние материала потенциально возможно, оно не достигается, так как материал отделяется до его достижения. Колебания размеров полуширины пиков, наблюдаемые на рисунке 3.3, вероятно, могут быть связаны с формированием насыщенного дефектами поверхностного слоя и его постепенным отделением. При этом обнажаются более глубокие, еще не столь сильно деформированные слои материала и процесс роста полуширины пиков возобновляется.

3. Постепенная эволюция подповерхностного слоя, связанная с повышением доли винтовых дислокаций. При достижении предельной концентрации дефектов дальнейшая пластическая деформация происходит не за счёт скольжения дислокаций, а за счёт коллективного, в том числе ротационного движения множества отдельных мезообъемов материала [8]. Этот процесс, вероятно, требует изменения типа дислокационной субструктуры. Можно предположить, что на данной стадии формирование субграниц кручения является более предпочтительным, чем формирование субграниц наклона. Таким образом, винтовые дислокации начинают доминировать над краевыми.

4. Стационарная стадия процесса износа. На определенной стадии процесса деформации дальнейшая диссипация энергии за счёт накопления дефектов или коллективного движения мезообъемов становится невозможной и единственным механизмом диссипации энергии является разрушение.

В некотором смысле эволюция структуры в процессе трения и наблюдаемая стадийность совпадают с эволюцией структуры при других видах пластической деформации. Близкий вывод был сделан ранее в работах Панина с соавторами [8]. Следует, тем не менее, отметить, что прямая аналогия между стадиями эволюции

структуры при пластической деформации и трении является не совсем корректной. Это связано с тем, что сухое трение является существенно более сложным процессом в связи с трибохимическими реакциями – взаимодействием с контртелом, окислением и формированием частиц износа. Вся совокупность этих процессов оказывает влияние на формирование слоя механического перемешивания.

Большой интерес представляет вопрос об изменении соотношения краевых и винтовых дислокаций, формирующихся в процессе трения (рисунок 3.5), так как данный вопрос ранее практически не освещался в литературе. М. Зехетбауэр и В. Сеймер [223] показали, что при реализации множества различных схем пластической деформации материалов эволюция их дислокационной структуры одинакова. На начальных стадиях деформации начинается активное накопление как винтовых, так и краевых дислокаций. Однако на завершающих стадиях, предшествующих процессу разрушения, активизируются различные механизмы аннигиляции дислокаций, так как при увеличении плотности дислокаций вероятность встречи и аннигиляции дислокаций противоположных знаков возрастает. Аннигиляция винтовых дислокаций связана с поперечным скольжением, а краевых – с переползанием. Доминирование того или иного типа дислокаций в конечной структуре зависит от того, какой процесс – переползание или поперечное скольжение – происходят наиболее легко. Следует также добавить, что преобладание винтовых или краевых дислокаций на финальных стадиях процесса деформации, вероятно, связано не только с вопросом доминирования механизмов аннигиляции, но также и с вопросом простоты зарождения того или иного типа дислокаций в насыщенной дефектами мелкокристаллической структуре.

Анализируя данные, представленные на рисунке 3.5 и рисунке 3.6, можно отметить, что на начальных этапах трения (до 50 циклов) повышается плотность как краевых, так и винтовых дислокаций, однако скорости этих процессов существенно различаются. Так, до 50 оборотов скорость зарождения краевых дислокаций возрастает, тогда как скорость зарождения винтовых дислокаций

падает. Вероятно, ввиду существенных различий в энергии барьера Пайерлса, краевые дислокации в ОЦК металлах, более подвижны чем винтовые дислокации, в результате чего начальные этапы деформации в подобных материалах происходят путем движения краевых дислокаций.

На последующих этапах циклического нагружения (50...600 оборотов) происходит плавное увеличение доли винтовых дислокаций и аннигиляции краевых. Данный факт заслуживает внимания в связи с тем, что в процессе интенсивной пластической деформации многих ГЦК металлов наблюдается обратная ситуация – преобладание доли краевых дислокаций в сильнодеформированном материале [220, 221]. Отмеченное явление можно объяснить если учесть особенности расщепления винтовых дислокаций в ОЦК структурах. Так, энергия дефекта упаковки в ОЦК структурах значительно выше и если он стабилизируется, то с наибольшей вероятностью винтовая дислокация диссоциирует на три частичные дислокации с векторами Бюргерса  $(1/6) \langle 111 \rangle$ , образуя дефекты упаковки в трех плоскостях семейства  $\{112\}$ . Такая конфигурация приводит к тому, что для скольжения дислокации и преодоления энергетического барьера требуется дополнительная энергия. В результате в ОЦК структурах подобные дислокации обладают меньшей подвижностью и называются сидячими [226]. Таким образом, согласно данной модели, вполне вероятно, что аннигиляция винтовых дислокаций ограничивается их низкой подвижностью.

Одновременно с ростом количества винтовых дислокаций происходит активная аннигиляция краевых. Это указывает на то, что на данных этапах деформации активируются процессы не только скольжения, но и переползания. Причиной этого могут являться несколько факторов. Во-первых, активная пластическая деформация на начальных этапах приводит к образованию значительного количества точечных дефектов – вакансий – которые облегчают дальнейшее переползание краевых дислокаций. Во-вторых, наличие концентраторов напряжений может приводить к образованию краевых дислокационных петель, расположенных в параллельных системах скольжения. Сближение участков таких петель на несколько межатомных расстояний может

приводить к их аннигиляции за счет переползания из системы скольжения. Все эти механизмы являются хорошо изученными и детально описаны в классической литературе [227]. Следует отметить, что повышение доли винтовых дислокаций при больших степенях пластической деформации ОЦК железа наблюдались ранее в работах [228–230].

Рассматривая процесс трения с точки зрения сопутствующих химических реакций, можно выделить следующие 3 стадии:

1. Разрушение первичной оксидной плёнки. При режимах трения, использованных в данной работе, эта стадия завершается в течение нескольких первых циклов взаимодействия контртела и стального образца.

2. Начало адгезионного взаимодействия, приводящего к постепенному росту слоя механического перемешивания. После того как первичный оксидный слой разрушен начинается процесс адгезионного взаимодействия между контртелом и образцом, приводящий к быстрой деградации поверхностных слоёв и развитию процесса износа. Проявлению адгезии, вероятно, способствует механическая активация поверхности образца, обусловленная его значительной пластической деформацией и соответствующим накоплением дефектов. Механическая активация поверхности, а также обусловленное трением повышение температуры приводят к развитию окислительных процессов. При этом в процессе интенсивной пластической деформацией относительно хрупкая оксидная пленка циклически разрушается и механически перемешивается с находящимися под ней дефектными слоями стали. Таким образом формируется механически-перемешанный слой. В данном случае процесс механического перемешивания усиливается за счёт характерного вращения микрообъёмов подповерхностного слоя (рисунок 3.14). Следует отметить, что в данном случае материал контртела практически отсутствовал в слое механического перемешивания и частицах износа. Обусловлено это тем, что *WC-Co* индентор имел значительно большую твёрдость и прочность, чем материал образца. Кроме того, он также слабо химически взаимодействовал со сталью в связи с высокой химической стабильностью карбида вольфрама. Таким образом, практически весь слой механического легирования



состоял из материала самой стали, а также оксидов железа. Схожесть процессов механохимических реакций, происходящих при сухом трении и механическом легировании в шаровых мельницах, уже ранее отмечалась в ряде работ, например, в работе [3]. Из металлографических данных следует, что толщина слоя механического перемешивания достигает 2...4 мкм.

3. Разрушение слоя механического перемешивания. При достижении критической толщины и дефектности слой механического перемешивания отслаивается и, таким образом, обнажаются относительно малодефектные и неокисленные слои стали. Отслоившиеся частицы либо удаляются с поверхности образца, либо попадают в зону контакта образца и контртела, механически перемешиваясь с имеющимся трибослоем, либо способствуют его пластической деформации за счёт абразивного воздействия. На установившейся стадии трения этот процесс периодически повторяется.

### **Выводы по главе 3**

1. Методом дифракционного анализа с использованием синхротронного излучения в образцах из отожженной углеродистой стали 45 изучены особенности структурных преобразований, развивающихся в условиях сухого трения скольжения. Признаки пластической деформации поверхностного слоя стального образца проявляются начиная с первых циклов фрикционного воздействия. Наблюдаемый экспериментально эффект выражается в повышении плотности дислокаций, снижении размеров ОКР и изменении типа дислокаций. В течение короткого времени испытаний количество дефектов дислокационного происхождения достигает порогового значения. Дальнейшие колебания плотности дислокаций относительно этой величины обусловлены периодически повторяющимися процессами накопления и аннигиляции дефектов, а также снижением их концентрации в результате изнашивания материала.

2. Эволюция микроструктуры поверхностных слоев в процессе трения скольжения сопровождается повышением доли винтовых дислокаций и снижением

доли дислокаций краевого типа. Преобладание винтовых дислокаций в стали, подвергнутой триботехническому воздействию, объясняется образованием сидячих дислокаций, характеризующихся ограниченной подвижностью. Возможность аннигиляции краевых дислокаций обусловлена их переползанием в присутствии множества точечных дефектов, возникших в процессе пластической деформации материала.

3. Изнашивание образцов из углеродистой стали при взаимодействии с твердосплавным контртелом сопровождается совокупностью процессов пластической деформации и окисления сплава. Следствием этих преобразований является формирование механически-перемешанного слоя, состоящего из материала образца и смеси двух типов оксида железа – гематита и магнетита. Показано, что основным механизмом разрушения слоя является деламация.

## ГЛАВА 4 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ В АУСТЕНИТНОЙ ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ 12Х18Н10Т

Аустенитные хромоникелевые стали нашли широкое распространение в различных сферах промышленного производства благодаря склонности к деформационному упрочнению в ходе обработки в сочетании с присущей им высокой коррозионной стойкостью. Особый интерес представляют структурно-фазовые преобразования, развивающиеся в сталях в процессе интенсивной пластической деформации [165, 227]. Деформация анализируемых сталей способна вызывать мартенситное превращение [232–234] и может способствовать протеканию как прямого  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения, так и с промежуточным образованием  $\epsilon$ -мартенсита. Тем не менее, в настоящее время существуют разногласия относительно механизма развития деформационно-индуцированного превращения при трении хромоникелевых сталей.

В данной главе рассмотрены особенности распада аустенита в стали 12Х18Н10Т в условиях сухого трения скольжения с использованием дифракции синхротронного излучения. Показана последовательность структурно-фазовых преобразований, описана роль в процессах трения дислокационной структуры и дефектов упаковки, проведен анализ особенностей строения поверхности трения стали методами разрушающего контроля. Для изучения процесса распада аустенита при деформационном воздействии использовали моделирование методом молекулярной динамики.

### 4.1. Анализ процессов структурных преобразований в стали 12Х18Н10Т методом сканирования поверхности трения с использованием синхротронного излучения

На рисунке 4.1 представлены результаты исследования поверхности трения после различного количества оборотов образцов. Полученные с использованием синхротронного излучения данные дают представление о распределении

интенсивности рефлексов (111)  $\gamma$ -аустенита (рисунок 4.1, а-ж) и (110)  $\alpha'$ -мартенсита (рисунок 4.1, з-о). В исходном состоянии (после закалки) значения интенсивности дифракционного максимума (110)  $\alpha'$ -фазы для всех точек поверхности близки к нулю (рисунок 4.1, з). Этот результат свидетельствует о том,

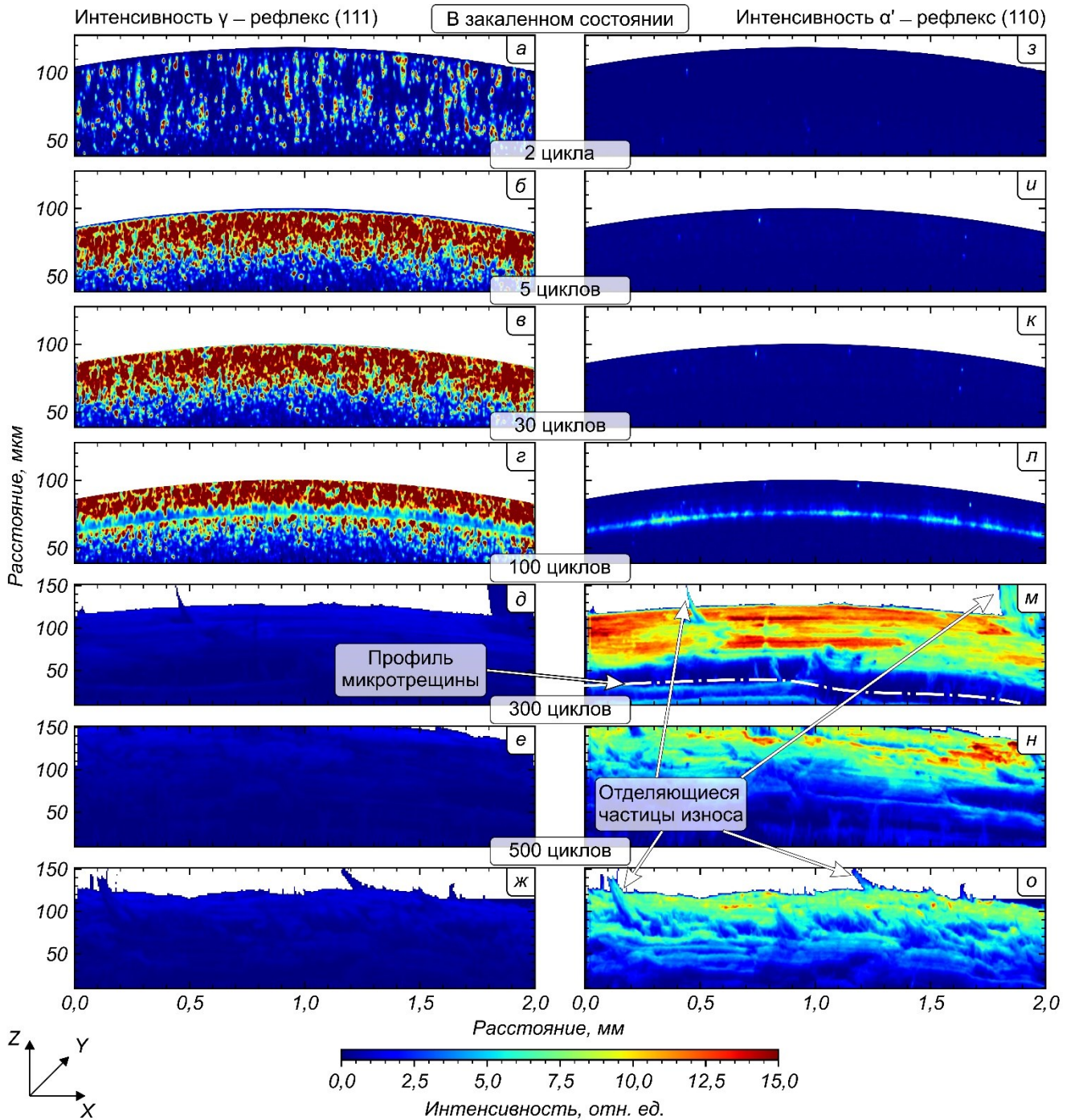


Рисунок 4.1 – Карты распределения значений абсолютной интенсивности дифракционных максимумов на различных этапах трения. а-ж - рефлекс (111)  $\gamma$ -фазы; з-о - рефлекс (110)  $\alpha'$ -фазы

что после нагрева в вакуумной печи и последующей закалки сталь 12Х18Н10Т находится преимущественно в аустенитном состоянии (рисунок 4.1, а). Кроме аустенита на поверхности анализируемых заготовок зафиксировано присутствие в малых количествах других фаз, например оксидов и карбидов. Особенности их появления будут рассмотрены ниже.

Из рисунков 4.1, б, и и рисунков 4.1, в, к следует, что после 2 и 5 циклов трения заметного изменения фазового состава в зоне контакта элементов пары трения не происходит. Интенсивность пиков  $\alpha'$ -фазы в процессе триботехнических испытаний остается на уровне фона. Однако, уже после 30 циклов взаимодействия элементов пары трения (рисунок 4.1, г, л) на карте распределения интенсивности рефлексов выделяется полоса, форма которой напоминает след (дорожку) изнашивания. Интенсивность пиков аустенита, соответствующая этой области, снижается, в то время как интенсивность пиков  $\alpha'$ -мартенсита, напротив, возрастает. Наблюдаемый эффект является результатом механически-индуцированного аустенитно-мартенситного превращения.

Фазовый анализ вдоль анализируемой дорожки трения (вдоль кривой 1 на рисунке 4.2, а), а также вдоль кривых 2 и 3 рисунке 4.2, а, показал, что во всех их точках (рисунок 4.2, б) рефлексы  $\gamma$ - и  $\alpha'$ -фаз хорошо различимы. Между тем по мере увеличения расстояния от дорожки трения (на 150 и 300 мкм) дифракционные максимумы  $\alpha'$ -мартенсита становятся слабозначимыми (рисунки 4.2, б-г). На основании полученных данных можно утверждать, что в течение первых нескольких десятков оборотов образца наиболее значимые структурно-фазовые преобразования были сосредоточены в узкой дорожке. Эти преобразования постепенно распространялись на близлежащие участки, а после некоторого количества циклов фрикционного взаимодействия элементов контактной пары изменения происходили по всей поверхности стального образца, как показано на рисунке 4.1, м-о.

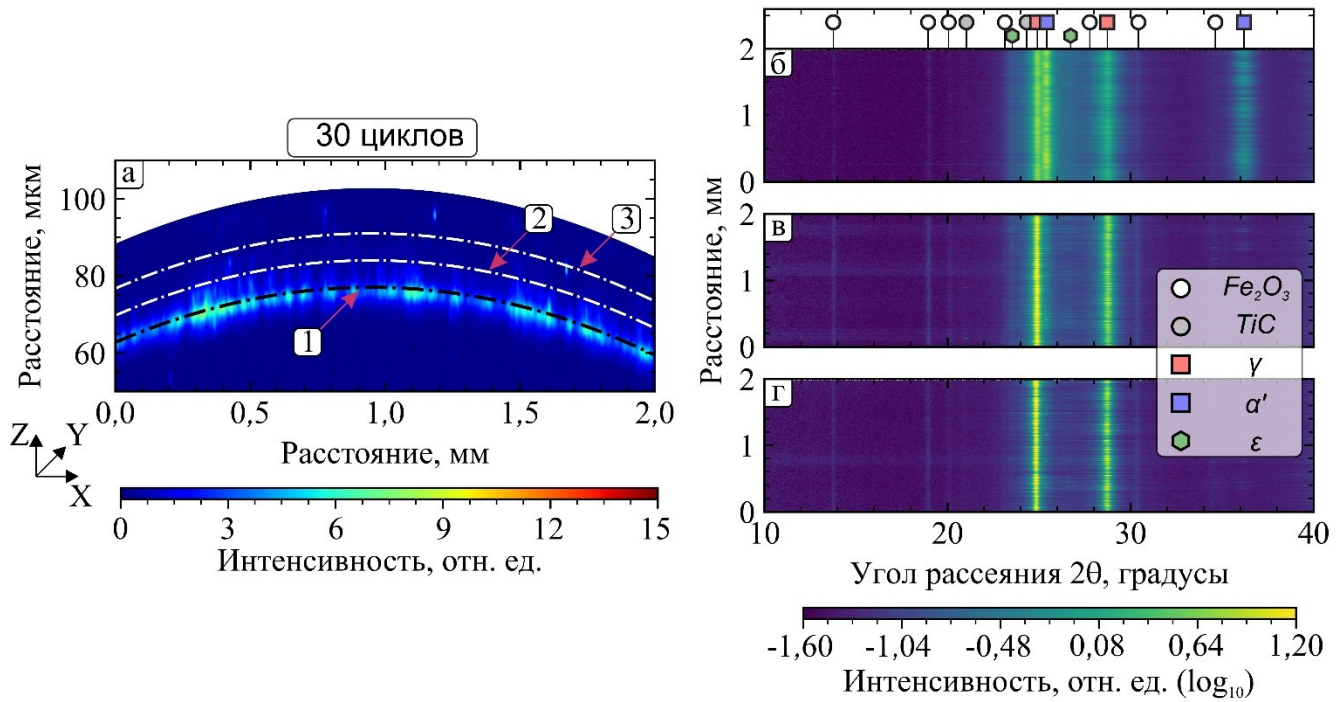


Рисунок 4.2 – Результаты исследования образцов из стали 12X18H10T с использованием синхротронного излучения. а – карта распределения значений абсолютной интенсивности после 30 циклов трения (соответствует карте, представленной на рисунке 4.1, л); 1 – кривая, соответствующая дорожке трения, в которой сформировалась  $\alpha'$ -фаза; б, в, г – карты распределения фазового состава, соответствующие кривым 1, 2 и 3 на изображении а

Поскольку уширение дифракционных максимумов обусловлено изменением микроструктуры, в частности повышением плотности дислокаций и сопутствующими искажениями кристаллической решетки, анализ изменения полуширины пиков позволяет оценить характер накопления дефектов в аустените, заканчивающегося в конечном итоге механически-индуцированным  $\gamma \rightarrow \alpha'$  переходом. Рассмотрим уширение дифракционного максимума (111) аустенита вдоль кривых 1, 2 и 3. Результаты профильного анализа представлены на рисунке 4.3. Из полученного распределения следует, что наибольшее значение полуширины рефлекса ( $0,25^\circ$ ) характерно для зоны, в которой было зафиксировано мартенситное превращение, т.е. вдоль кривой 1. По мере удаления

от нее среднее значение полуширины снижается до  $0,13^\circ$  вдоль кривой 2 и до  $0,09^\circ$  вдоль кривой 3.

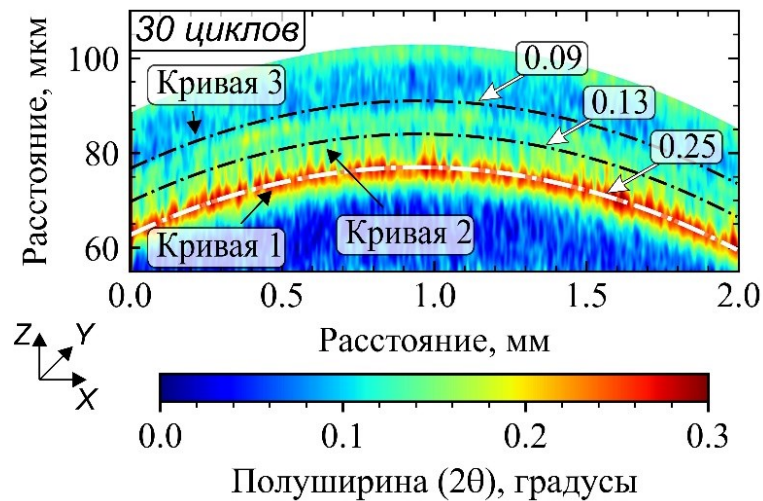
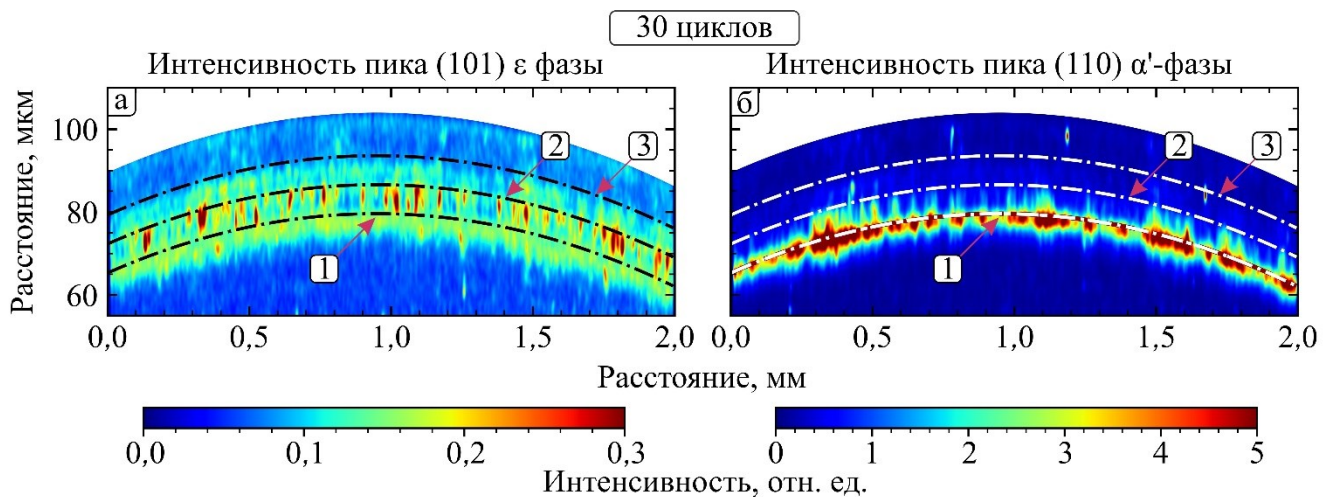


Рисунок 4.3 – Распределение полуширины рефлекса (111)  $\gamma$  после 30 циклов трения. Расположение кривых соответствует рисунку 4.2, а; стрелки указывают средние значения полуширины рефлексов вдоль кривых

Одна из актуальных задач, решаемых при исследовании хромоникелевых сталей, связана с оценкой возможности формирования в них  $\epsilon$ -фазы в условиях фрикционного воздействия. В ряде работ, посвященных анализу структурных преобразований в процессе механической обработки анализируемых сталей [235–237], в том числе в процессе трения [168, 238], образования  $\epsilon$ -фазы не зафиксировано. Возможно, это связано с тем, что материалы в отмеченных работах изучались, когда все промежуточные стадии мартенситного превращения уже были завершены. По этой причине присутствия  $\epsilon$ -фазы не выявлено, в том числе и в работе [168] с использованием методов просвечивающей электронной микроскопии. Используя в диссертационной работе яркий источник рентгеновского излучения и проводя тщательный анализ начальных стадий процесса трения, нам удалось зафиксировать слабые, но в то же время различимые рефлексy  $\epsilon$ -фазы (рисунок 4.2, б-г).

В соответствии с рисунком 4.4, максимальные значения интенсивности рефлекса (101) ГПУ-мартенсита приходятся на зону, расположенную между кривыми 1 и 2, т.е. на некотором расстоянии от дорожки трения. Известно, что  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  превращение в аустенитных сталях реализуется при небольших значениях деформации. Согласно работе [174] в деформированной со степенью 5 % стали *AISI* 304 (аналог стали 08X18H10) наблюдается максимальная объемная доля  $\varepsilon$ -фазы. При повышении степени деформации возникший  $\varepsilon$ -мартенсит превращается в  $\alpha'$ -фазу. Подобный характер преобразований, наблюдается, вероятно, и в данном случае. Так, максимальные значения деформации после первых десятков оборотов образца соответствуют дорожке трения (вблизи кривой 1), в пределах которой, материал, судя по всему, претерпевает  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  превращение. При этом полностью исключить возможность прямого  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращения в этой области нельзя. На некотором удалении от дорожки трения (в области с меньшими значениями деформации) наблюдается присутствие  $\varepsilon$ -фазы.



Расположение кривых 1, 2 и 3 соответствует рисунку 4.2, а

При продолжении процесса фрикционного взаимодействия (до 30...100 циклов трения)  $\alpha'$ -мартенсит становится фазой, доминирующей в зоне контакта стального образца с контртелом. После 100 циклов трения  $\varepsilon$ -фаза не была выявлена.



Анализ рисунков 4.1, м-о, соответствующих 100, 300 и 500 циклам трения, свидетельствует о том, что поверхности трения образцов приобретают сложный рельеф, на них появляются микротрещины и частицы износа.

Сканирование поверхностных слоев рентгеновским лучом позволило сделать вывод о присутствии в материале в небольшом количестве оксида железа  $Fe_2O_3$  (пространственная группа симметрии  $R\bar{3}C$ ). Формирование соединения этого типа обусловлено окислением стали в процессе предварительной закалки, наблюдали его лишь на начальной стадии триботехнических исследований (рисунок 4.5). После 30 оборотов образца наименьшие значения абсолютной интенсивности оксида железа  $Fe_2O_3$  были зафиксированы в пределах дорожки трения (рисунок 4.5, б). Причины снижения интенсивности анализируемых рефлексов связаны с пластической деформацией материала в зоне контакта элементов пары трения и разрушением хрупкой оксидной пленки. В процессе дальнейшего фрикционного воздействия оксидная пленка была полностью удалена с поверхности образца. Формирование нового оксидного слоя путем трибоокисления не наблюдалось, что, вероятно, обусловлено высокой коррозионной стойкостью стали 12X18H10T и относительно низкими значениями температуры материалов в зоне трения.

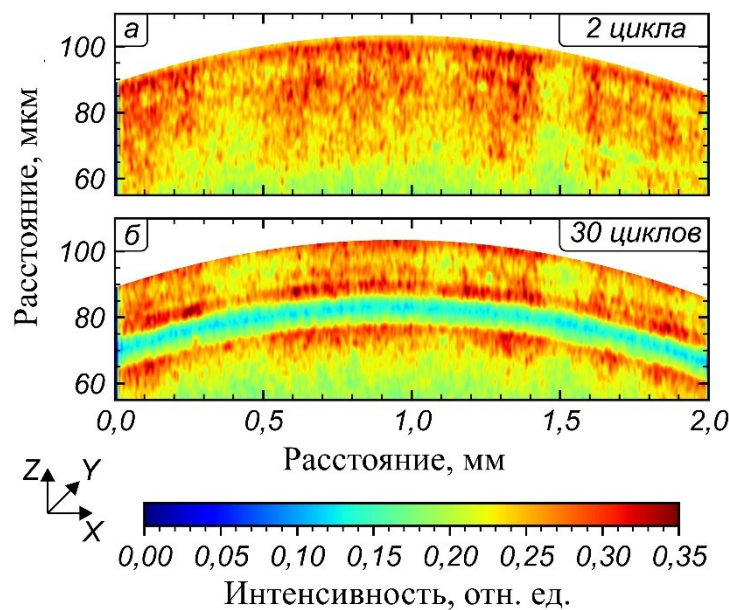


Рисунок 4.5 – Карты распределения суммарной абсолютной интенсивности рефлексов (012), (104) и (110) соединения  $Fe_2O_3$

Известно, что одной из фаз, образующихся в стали 12Х18Н10Т, является карбид титана (пространственная группа симметрии  $Fm\bar{3}m$ ). Сфокусированный пучок синхротронного излучения позволил зафиксировать эту фазу при сканировании поверхности образца, представленную в виде отдельных ярких точек (рисунок 4.6). Экспериментально установлено, что вплоть до 30-го цикла трения характер их распределения практически не изменяется, однако после 100 циклов трения с накоплением деформации трения карбиды титана на поверхности не выявлены.

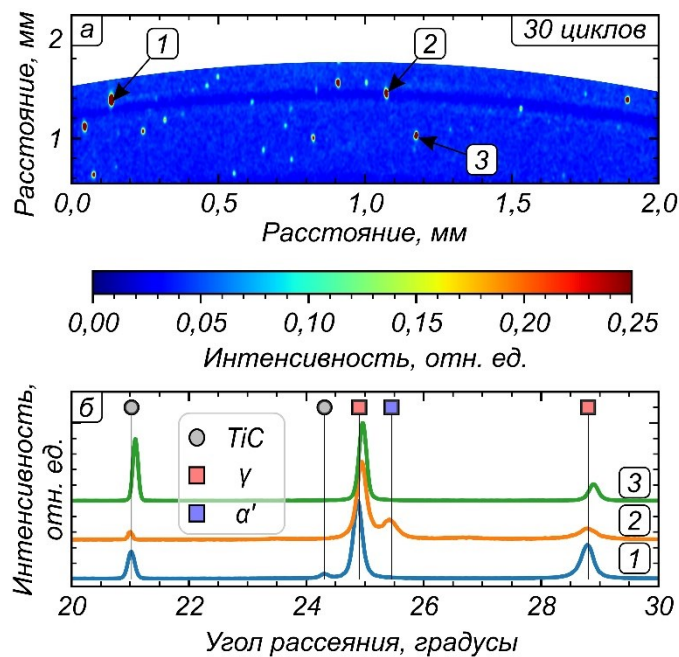


Рисунок 4.6 – Карта распределения абсолютной интенсивности рефлекса (111) фазы TiC после 30 циклов трения (а) и дифракционные картины, соответствующие стрелкам 1-3 (б)

Одно из проявлений интенсивного изнашивания контактной пары связано с разрушением твердосплавного контртела, следы которого были выявлены посредством картирования поверхности (рисунок 4.7). Дифракционные картины наиболее характерных участков, указанных на рисунке 4.7, б стрелками 1-6, отображены на рисунке 4.7, д. Исходя из данных, представленных на рисунке 4.7, а, б можно сделать вывод о том, что первые признаки разрушения рабочей поверхности контртела проявляются в промежутке от 30 до 100 циклов трения. Из

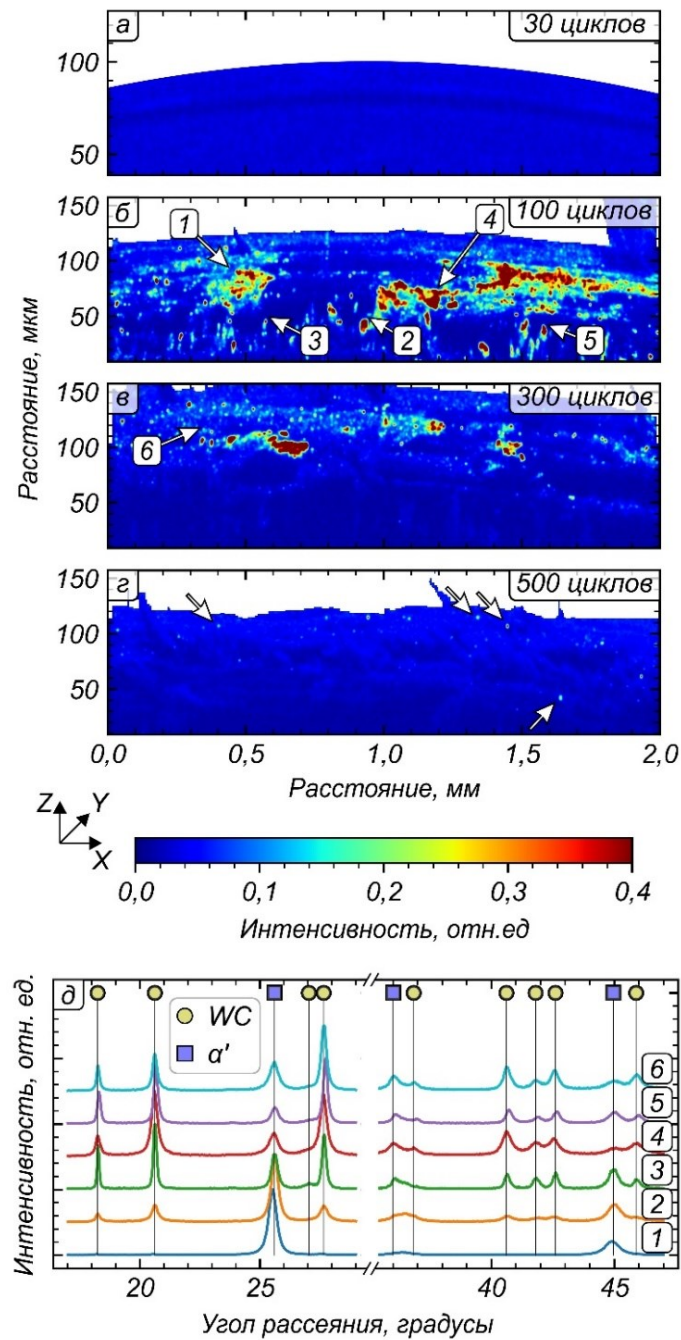


Рисунок 4.7 – Карты распределения абсолютной интенсивности рефлекса (111) карбида вольфрама после 30 (а), 100 (б), 300 (в) и 500 (г) циклов трения и дифракционные картины (д), соответствующие стрелкам № 1-6

рисунка 4.7, б, в следует, что на поверхности трения присутствуют области, фазовый анализ которых позволяет сделать вывод о присутствии карбида вольфрама  $WC$  ( $P\bar{6}m2$ ), представляющего собой основную фазу твердосплавного контртела (рисунок 4.7, д). Согласно дифракционным картинам (рисунок 4.7, д графики № 3-6), частицы карбида вольфрама присутствуют на поверхности трения

в виде локально распределенных микрообъемов. Очевидно, что присутствующие в таком виде высокопрочные частицы твердого сплава могут принимать участие в процессе изнашивания стали и в формировании механически-перемешанного слоя. В процессе дальнейшего фрикционного взаимодействия элементов пары трения количество карбида вольфрама на анализируемой поверхности стального образца уменьшается. Обусловлено это, вероятно, тем, что продукты разрушения контртела удаляются с поверхности трения вместе с частицами износа стального образца (рисунок 4.7, в, г).

В заключение данного параграфа следует отметить, что процесс фрикционного взаимодействия диска из стали 12X18H10T и твердосплавного контртела сопровождается сочетанием ряда явлений, наиболее значимым из которых является мартенситное превращение. Возникновение мартенсита сопровождается упрочнением поверхностного слоя, изменяет характер взаимодействия элементов пары трения и оказывает, таким образом, существенное влияние на процесс изнашивания стали. Особенности изменения параметров микроструктуры в процессе сухого трения скольжения будут рассмотрены далее на основании результатов *operando* исследований.

#### **4.2 *Operando* анализ фазовых преобразований в условиях сухого трения скольжения стали 12X18H10T**

В соответствии с рисунком 4.8, а поверхностный слой закаленного образца (до начала фрикционного воздействия) преимущественно состоит из аустенита, небольшого количества  $\alpha'$ - и  $\epsilon$ -мартенсита, а также оксида железа (III). Присутствие в закаленном образце мартенсита обусловлено, вероятно, влиянием напряжений, возникших на этапе термической обработки стали. Следует подчеркнуть, что зафиксированный методом синхротронных исследований фазовый состав закаленной стали 12X18H10T типичен для аустенитных сталей такого типа.

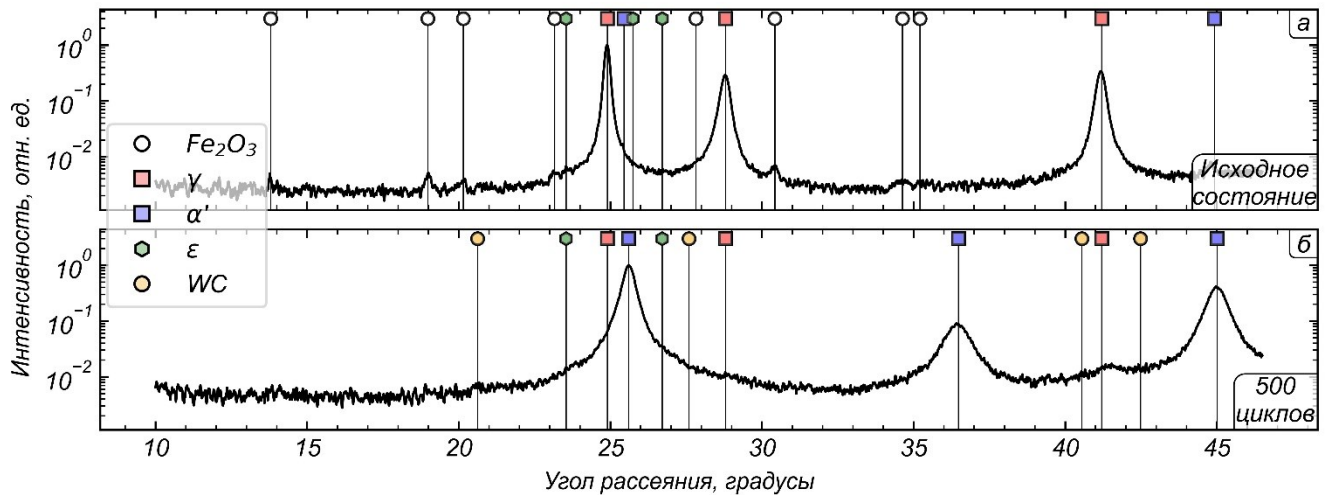


Рисунок 4.8 – Дифракционные картины после закалки образца из стали 12X18H10T (до начала фрикционного воздействия) (а) и по завершении фрикционного воздействия (через 500 циклов трения) (б)

В процессе фрикционного воздействия в анализируемом сплаве происходят значительные структурные изменения, наиболее заметным из которых является механически-индуцированное мартенситное превращение. Об этом свидетельствует, в частности, дифракционная картина после 500 циклов трения, представленная на рисунке 4.8, б.

Проследить за изменением фазового состава в процессе трения возможно с использованием цветовой карты, представленной на рисунке 4.9. Данная диаграмма является упорядоченной во времени последовательностью дифракционных картин, каждая из которых характеризует определенный цикл трения. Особенности построения диаграммы более подробно описаны в параграфе 2.8 диссертационной работы. Из рисунка 4.9, а-в следует, что в течение первых десятков циклов трения  $\gamma$ -фаза преобразуется в  $\alpha'$ -мартенсит. Следует подчеркнуть, что промежуточной фазой при таком структурном преобразовании является  $\epsilon$ -мартенсит:  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  (рисунок 4.9). Учитывая это обстоятельство, начальный этап трения является наиболее интересным и требует более детального рассмотрения.

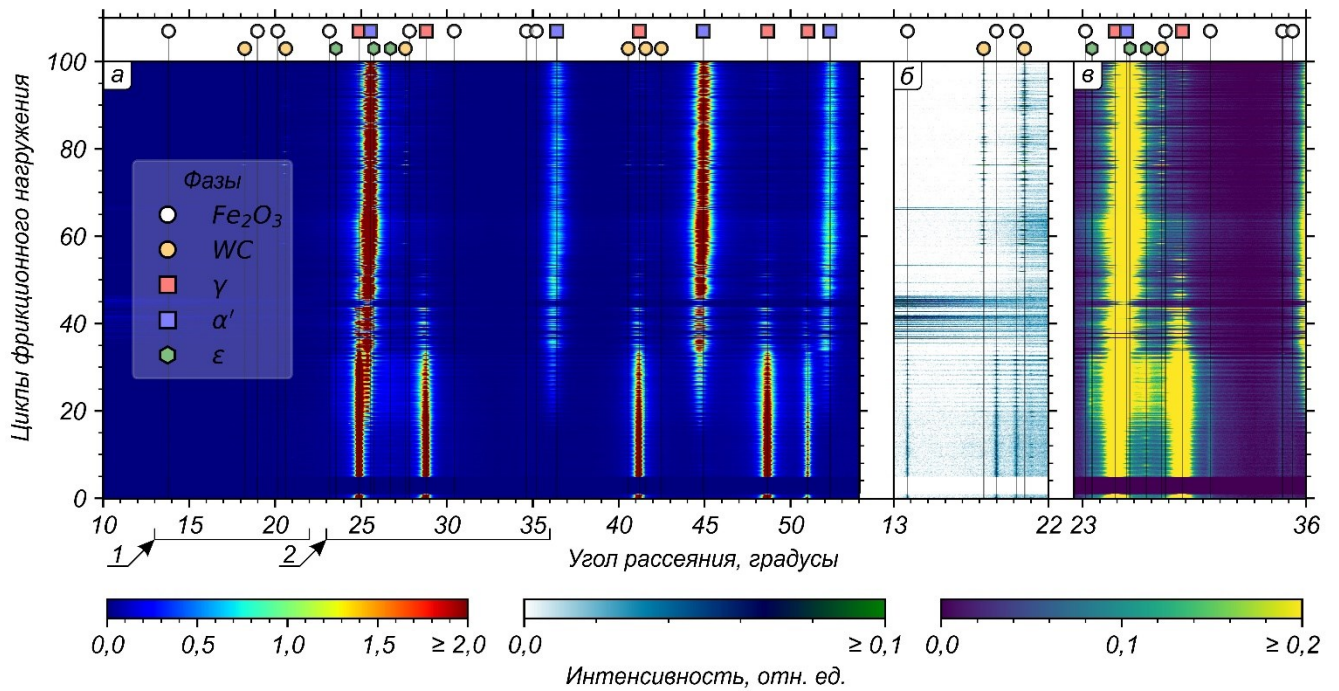


Рисунок 4.9 – Результаты исследования фазового состава стали 12X18H10T в процессе трения с использованием синхротронного излучения. а – карта изменения фазового состава поверхностного слоя образца. Стрелки 1 и 2 указывают на участки карты с другими диапазонами интенсивности, представленными на изображениях (б) и (в) соответственно

Подробно оценить структурные преобразования, характерные для процесса трения, позволяет анализ изменений интегральной интенсивности основных рефлексов  $\gamma$ -,  $\alpha'$ - и  $\epsilon$ -фаз. Из рисунка 4.10, а, б следует, что мартенситное превращение начинается уже после 16 циклов взаимодействия образца и контртела. На этом этапе интегральная интенсивность пиков  $\alpha'$ - и  $\epsilon$ -фаз начинает резко возрастать. *Operando* исследования свидетельствуют о формировании на начальной стадии трения  $\epsilon$ -мартенсита, интенсивность рефлексов которого повышается между 16 и 23 циклами, после чего стабилизируется до 32 цикла и существенно снижается к 35 циклу трения. Слабые рефлексы  $\epsilon$ -фазы наблюдаются приблизительно до 45 цикла (рисунка 4.9, в). В соответствии с рисунком 4.10, в уже после 35 циклов трения доля  $\alpha'$ -фазы в области взаимодействия элементов пары трения превышает 50 %. После 50 оборотов образца в области контакта пары трения аустенит практически полностью переходит в  $\alpha'$ -мартенсит.

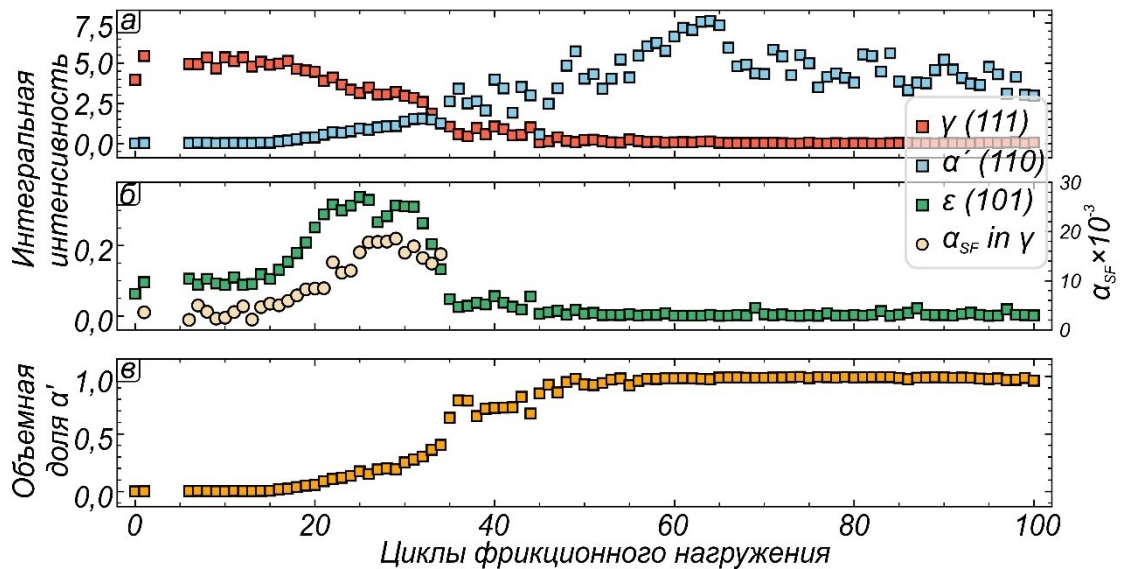


Рисунок 4.10 – Изменение интегральной интенсивности рефлексов  $\gamma$ -,  $\alpha'$ - (а) и  $\epsilon$ -фаз (б) и объемной доли  $\alpha'$ -фазы в ходе трения (в). Изменение склонности к образованию дефектов упаковки ( $\alpha_{SF}$ ) (б)

Анализ анизотропного сдвига дифракционных максимумов  $\gamma$ -фазы свидетельствует о том, что распад аустенита сопровождается повышением вероятности образования дефектов упаковки деформационного происхождения (рисунок 4.10, б). В результате такого преобразования в аустените могут возникать микрообъемы с расположением атомных плоскостей, характерным для ГПУ-решетки [211], которые фактически представляют собой  $\epsilon$ -фазу. Следует отметить, что интенсивность рефлексов  $\epsilon$ -мартенсита и параметр  $\alpha_{SF}$  хорошо коррелируют между собой (рисунок 4.10, б).

#### 4.2.1 Изменение формы дифракционных профилей в процессе триботехнических испытаний

Хорошо известно, что пластическая деформация, способствуя аккумуляции дефектов кристаллической решетки, в частности дислокаций, приводит к уширению дифракционных максимумов. На рисунке 4.11 отражено изменение полуширины рефлексов  $\alpha'$ -фазы, возникшей в процессе трения. Несмотря на

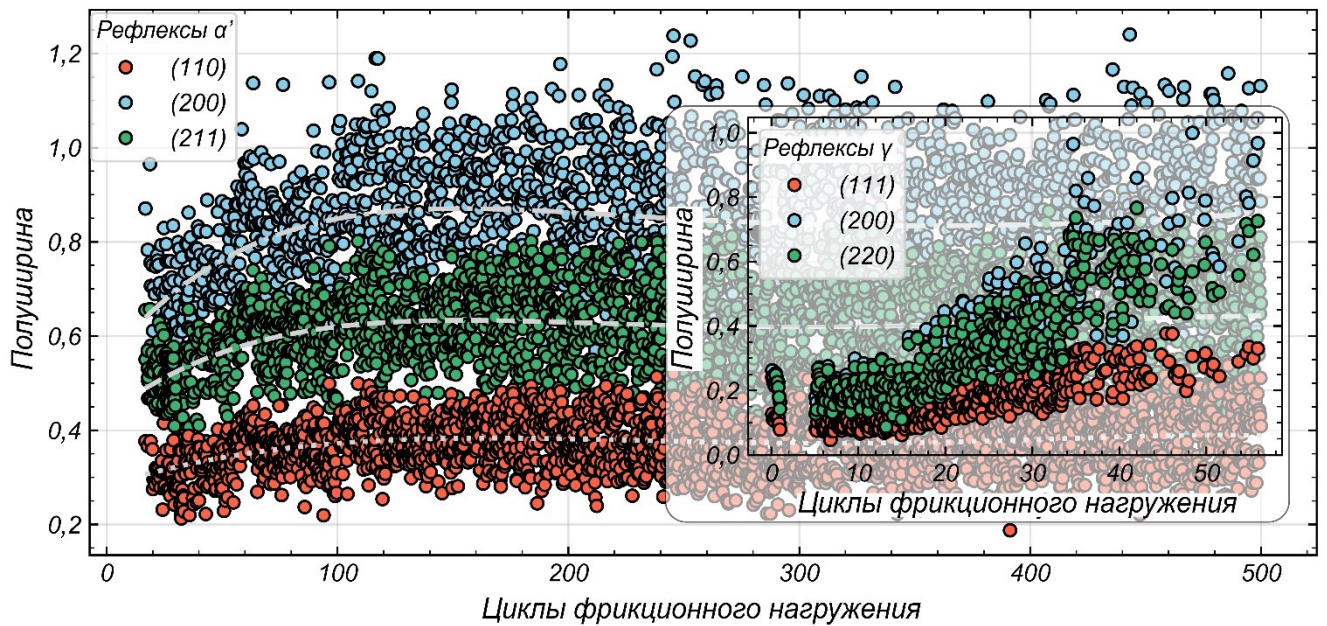


Рисунок 4.11 – Изменение полуширины дифракционных пиков  $\alpha'$ -мартенсита в процессе трения стального образца с контртелом.

Пунктирная, штриховая и штрихпунктирная линии отражают характер изменения полуширины, описанные полиномом 5-ой степени для пиков (110), (200), и (211) соответственно

разброс данных, описывающие их линии позволяют сделать вывод о том, что значения полуширины пиков достигают пороговых значений менее чем за 100 циклов трения. Поскольку  $\alpha'$ -мартенсит является преобладающей фазой на протяжении большей части эксперимента (рисунок 4.10, в), изменение полуширины его рефлексов можно использовать для того чтобы условно разделить процесс трения на этап приработки, сопровождающийся накоплением дефектов в материале, и на этап устойчивого трения, характеризующийся сопоставимыми скоростями аккумуляции и аннигиляции дефектов кристаллической решетки.

#### 4.2.2 Анализ фрикционного взаимодействия на стадии до 100 циклов трения

На рисунке 4.12 представлено изменение полуширины пиков (111) аустенита и (110)  $\alpha'$ -мартенсита в процессе сухого трения скольжения стали 12X18H10T. Основываясь на динамике уширения пиков, было выделено несколько характерных



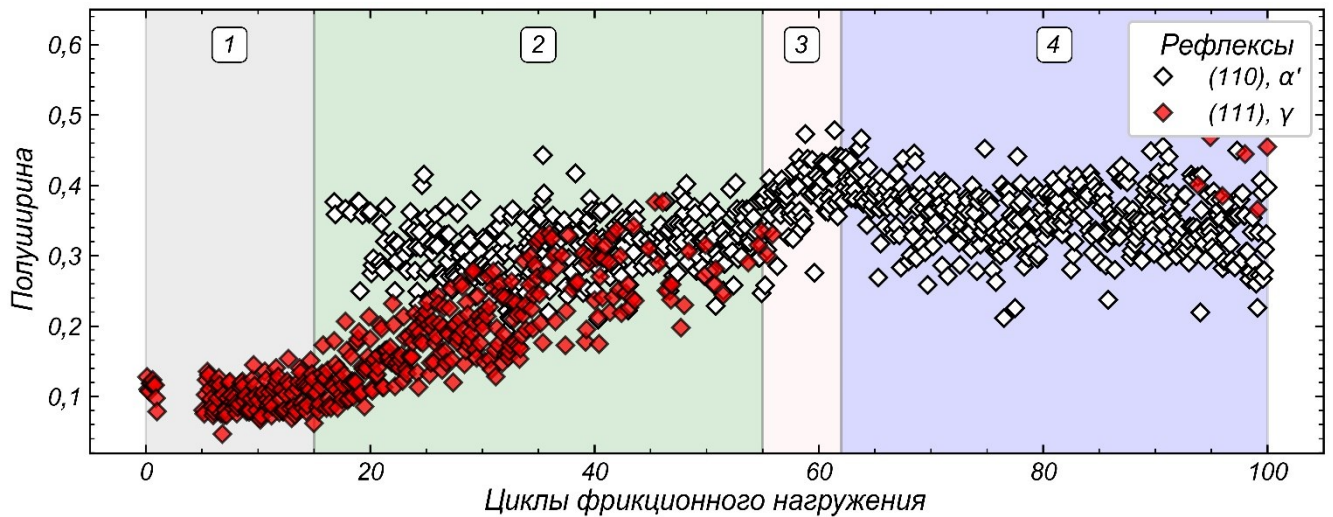


Рисунок 4.12 – Влияние фрикционного воздействия на изменение полуширины пиков (111) аустенита и (110)  $\alpha'$ -мартенсита при испытании образца изготовленного из стали 12X18H10T

участков, отмеченных соответствующими номерами и ограниченными вертикальными областями на рисунке 4.12. Первый этап фрикционного взаимодействия тел (до 15 циклов трения) отличается незначительным уширением дифракционных максимумов, что указывает на слабый характер деформационного воздействия. Однако, результаты исследований, представленные на рисунке 4.1, а, б, свидетельствуют о том, что фрагментация аустенита наблюдается уже после 2-х циклов фрикционного взаимодействия, что является следствием пластического течения материала поверхностного слоя. Зафиксировать изменение уширения пиков не удалось, вероятно, по той причине, что на данном этапе нагружения толщина пластически деформированного слоя существенно меньше глубины проникновения рентгеновского излучения. Таким образом, основная часть излучения была рассеяна исходной (недеформированной) аустенитной структурой стального образца.

На следующем этапе фрикционного воздействия (в диапазоне от 15 до 55 циклов трения) происходит уширение дифракционного максимума (111)  $\gamma$ -фазы (от

0,11 до 0,31 градусов). При этом на дифракционных картинах появляется рефлекс (110)  $\alpha'$ -фазы, который изначально характеризуется относительно высоким значением полуширины. В течение следующих 7 оборотов (от 55 до 62) уширение пика (110)  $\alpha'$ -фазы достигает максимального значения ( $\sim 0,42$  градуса). Однако, после 62 циклов трения величина этого параметра снижается и достигает стационарного значения. Одно из возможных объяснений изменения полуширины пика (110)  $\alpha'$ -фазы в диапазоне 55-69 циклов трения связано с локальным разрушением вольфрамокобальтового контртела, о чем свидетельствует появление рефлексов фазы  $WC$  на дифракционных картинах, полученных с рабочей поверхности стального образца после 55 циклов фрикционного воздействия (рисунок 4.9). Присутствие острых включений в зоне трения может способствовать развитию процессов микрорезания и сопровождаться удалением с поверхности стального образца слоя наиболее деформированного материала. Другой причиной может быть адгезионное взаимодействие элементов контактной пары, связанное с отделением микрообъемов наиболее деформированного слоя.

Возможность развития отмеченных процессов подтверждается анализом рабочей поверхности контртела, изготовленного из сплава ВК20. На рисунке 4.13, а исходный профиль твердосплавного изделия отмечен линией. Можно отметить, что фрикционное взаимодействие элементов контактной пары привело к изменению формы контртела. На его поверхности присутствует множество частиц износа как в виде скоплений, так и отдельно расположенных микрообъемов. Кроме того, рядом с местом разрушения контртела находятся участки налипшего слоя, как, например, показано на рисунке 4.13, б. Здесь четко различимы исходная поверхность контртела и налипший на нее слой. С использованием МРСА были зафиксированы высокие доли хрома и никеля в подобных зонах. Таким образом, их состав соответствует хромоникелевой аустенитной нержавеющей стали. Результаты МРСА отражены в таблице 4.1.

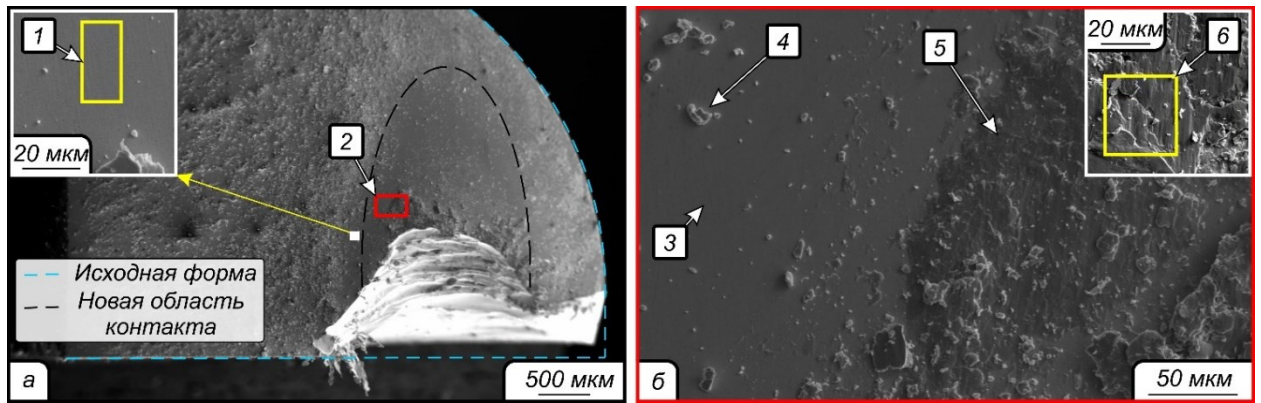


Рисунок 4.13 – Поверхность контртела по завершении испытания. а – общий вид рабочей поверхности; б – область контртела, отмеченная цифрой 2. 1 – область, анализируемая методом МРСА (таблица 4.1); 3 – «чистый» незатронутый участок; 4 – частицы износа; 5 – слой перенесенного материала (сталь 12Х18Н10Т); 6 – область перенесенного материала, анализируемого методом МРСА

Таблица 4.1 – Результаты микрорентгеноспектрального анализа, соответствующие стрелкам 1 и 6 на рисунке 4.13

Спектр	Элементы, вес. %								
	<i>C</i>	<i>Cr</i>	<i>Co</i>	<i>Fe</i>	<i>Ni</i>	<i>O</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>W</i>
1	7,0	0,6	10,2	-	-	-	-	-	82,2
6	2,0	17,6	-	67,2	8,7	3,6	0,6	0,3	-

Из рисунка 4.12 следует, что после 69 циклов трения достигается стационарный режим трения, при реализации которого значительных изменений полуширины пиков не происходит. Таким образом, достигается предельное по концентрации дефектов состояние системы.

#### 4.2.3 Эволюция структуры образца из стали 12Х18Н10Т в условиях фрикционного нагружения

На рисунке 4.14 представлены графики изменения структурных параметров  $\gamma$ - и  $\alpha'$ -фаз, рассчитанные в соответствии с методами, описанными в параграфе 2.8.1. Вертикальные области соответствуют зонам, выделенным на рисунке 4.14.

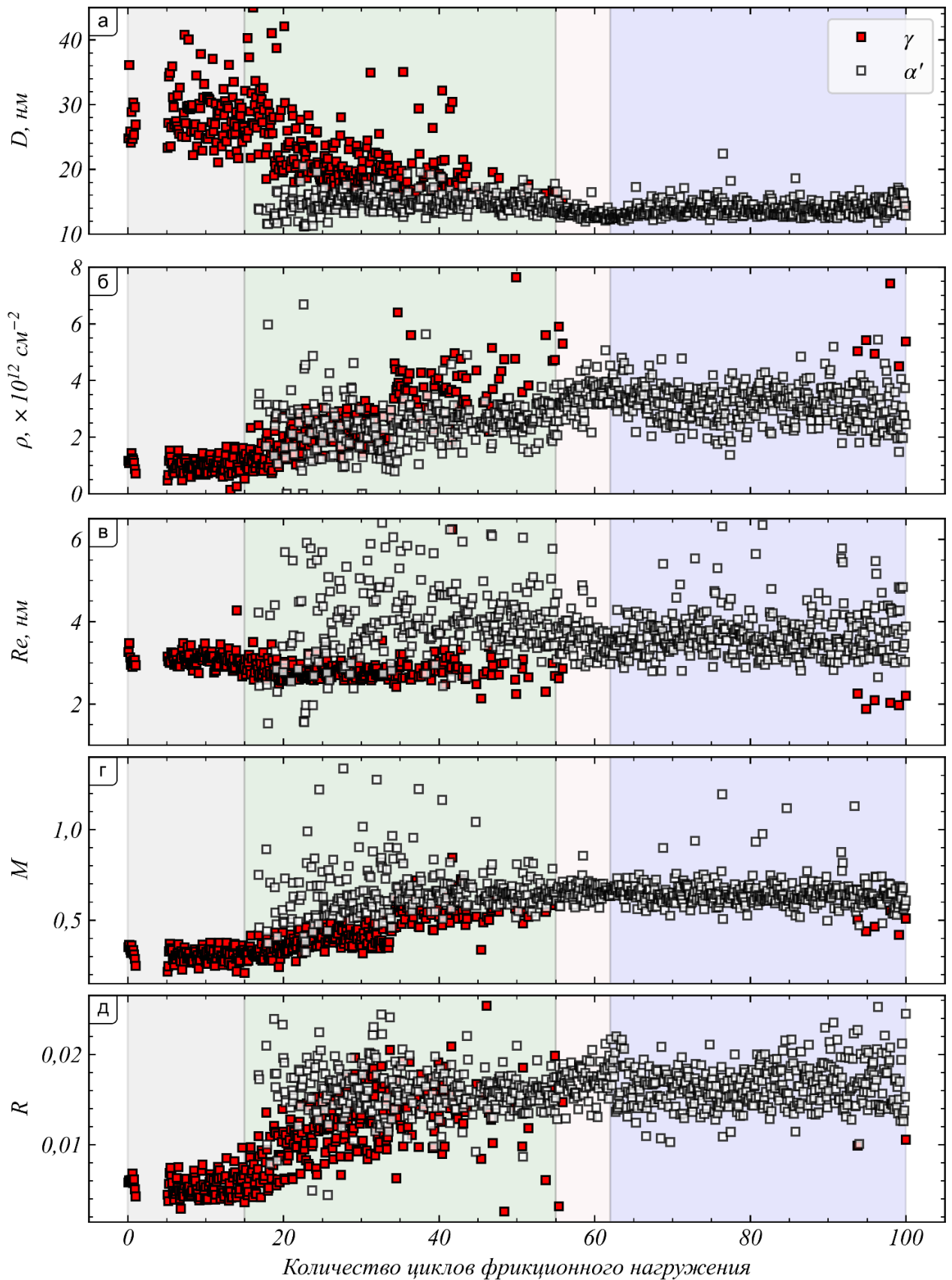


Рисунок 4.14 – Изменение размеров ОКР (а), плотности дислокаций (б), радиуса области упругих искажений (в), параметра Вилкенса (г) и скорости образования точечных дефектов (д) в процессе сухого трения скольжения стали 12Х18Н10Т

В течение первых циклов трения размер ОКР  $\gamma$ -фазы составляет  $\sim 30$  нм. Существенных изменений этого параметра не происходит (рисунок 4.14, а). Дальнейшее взаимодействие элементов контактной пары уже к 35 циклу нагружения приводит к двукратному уменьшению размеров ОКР. При этом достигается предельное значение ОКР, которое сохраняется примерно до 55 циклов трения, т.е. до момента полного преобразования аустенита в мартенсит. Следует подчеркнуть, что размеры ОКР  $\alpha'$ -мартенсита не претерпевают существенных изменений с момента формирования этой фазы до достижения стадии стационарного изнашивания и вплоть до окончания эксперимента. За исключением промежутка от 55 до 67 циклов фрикционного нагружения величина этого параметра составляет  $\sim 15$  нм.

В соответствии с рисунком 4.14, б от начала эксперимента и вплоть до 15 цикла нагружения плотность дислокаций в  $\gamma$ -фазе составляет  $\sim 10^{12}$  см<sup>-2</sup>, при этом зафиксировано минимальное значение параметра Вилкенса ( $\sim 0,3$ , рисунок 4.14, г). Полученные таким образом данные свидетельствуют о формировании структурных построений с закономерно распределенными дислокациями, в частности, дислокационных стенок. Начиная с 15 цикла плотность дислокаций в аустените возрастает и увеличивается вдвое к 23 циклу трения. Далее до 34 цикла значение плотности дислокаций остается стабильным с незначительными флуктуациями вблизи величины  $2 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup>. После 35 циклов взаимодействия контактной пары, в момент, когда интегральная интенсивность  $\epsilon$ -мартенсита приблизилась к нулю (рисунок 4.14, б), плотность дислокаций в  $\gamma$ -фазе возросла до  $\sim 4 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup>. При дальнейшем фрикционном нагружении наблюдались существенные колебания плотности дислокаций в аустените. Так, ее величина убывает до  $3,2 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup>, а затем со значительными осцилляциями возрастает, достигая  $5,6 \times 10^{12}$  см<sup>-2</sup> при 40 и 55 циклах соответственно. На протяжении всего периода существования аустенита в поверхностном слое параметр Вилкенса для этой фазы постепенно возрастает и к концу эксперимента увеличивается вдвое. Такой характер структурных изменений свидетельствует о том, что степень упорядочения дислокаций в условиях фрикционного воздействия постепенно

снижается, однако хаотичное распределение дислокаций (что соответствует показателю  $M \gg 1$ ) не достигается. Существенных изменений радиуса областей упругих искажений вокруг дислокаций не наблюдается, за исключением некоторого уменьшения этого параметра в области 2 рисунка 4.14, г, соответствующей проявлению первых признаков мартенситного превращения.

Плотность дислокаций в  $\alpha'$ -мартенсите является высокой ( $2,3 \dots 3,5 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ ), начиная с момента его формирования и до 34 циклов трения. К 34 циклу она уменьшается до  $1,5 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ , после чего возрастает и достигает предельного значения на уровне  $2,5 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ . Максимальное значение плотности дислокаций ( $3,8 \times 10^{12} \text{ см}^{-2}$ ), так же, как и при изменении размеров ОКР, наблюдается после 62 циклов нагружения. Значения параметра Вилкенса и радиуса областей упругих искажений в структуре  $\alpha'$ -мартенсита в процессе трения изменяются незначительно.

### **4.3 Металлографический анализ стали 12X18Н10Т по завершении триботехнических испытаний**

В параграфе представлены данные о структурно-фазовых превращениях в деформированном трением слое, полученные с использованием методов разрушающего контроля.

#### **4.3.1 Структура стали в поперечном сечении**

На рисунке 4.15 отражены результаты металлографического анализа стали 12X18Н10Т по завершении фрикционного воздействия (после 500 циклов трения). Для образца, подвергнутого трению, характерно изменение формы за счет износа материала поверхностного слоя, а также пластической деформации при взаимодействии с высокопрочным контртелом (рисунок 4.15, а). Проявляется это в изменении исходного профиля (выделенного пунктирной линией), а также в

вытеснении материала и образовании боковых наплывов (заусенцев). В сечении образца можно выделить нескольких слоев:

- механически-перемешанный слой, который фактически является материалом рабочей поверхности и отделяется от нижележащего слоя явно различимой границей (рисунок 4.15, б, в);
- деформированный слой, находящийся под механически-перемешанным слоем (рисунок 4.15, в);
- основной металл (не подвергнутый пластической деформации).

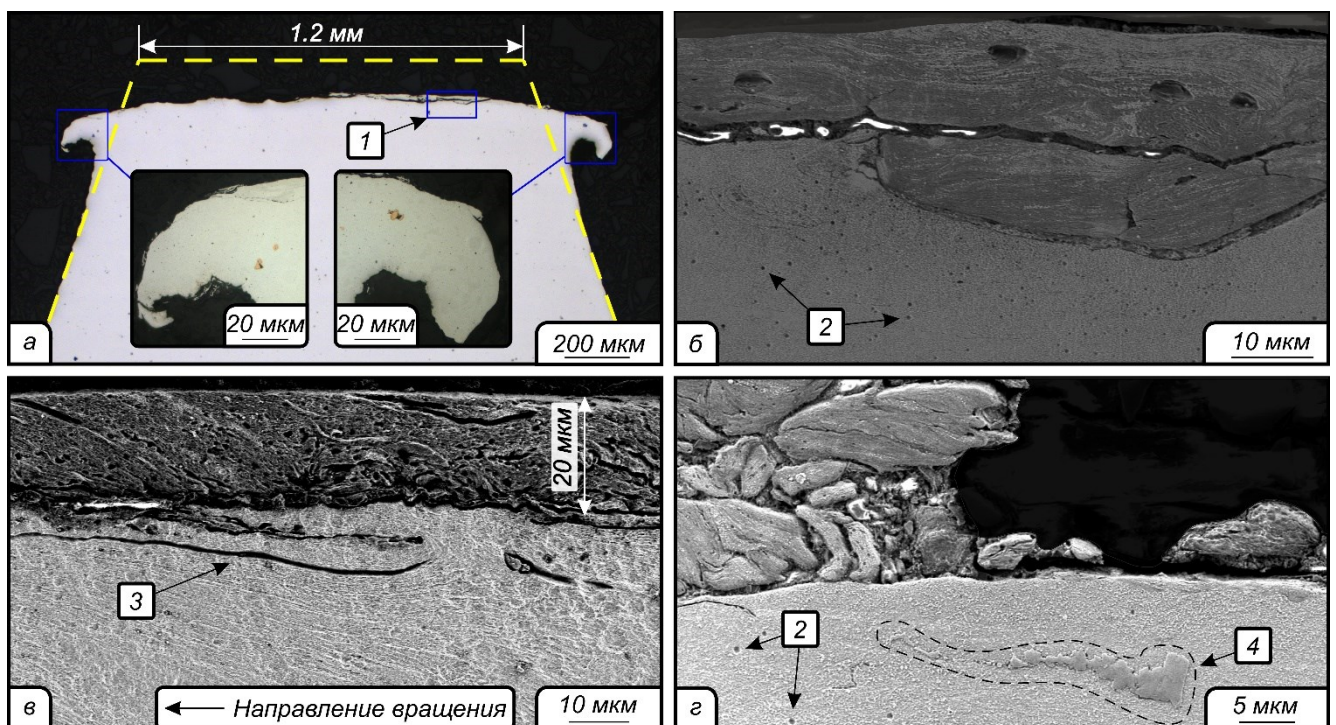


Рисунок 4.15 – Особенности строения поверхностного слоя на образце из стали 12X18H10T, сформированного в процессе трения скольжения. а –  $YZ$ -сечение образца по завершении триботехнического испытания (пунктирной линией выделен исходный профиль); б – механически-перемешанный слой на рабочей поверхности образца в плоскости  $YZ$ ; в – типичное строение поверхности трения в сечении  $XZ$ ; г – результат расслоения механически-перемешанного слоя.

- 1 – область, представленная на снимке б; 2 – ямки травления;  
3 – деламационные трещины; 4 – раздробленная частица карбида титана

Согласно экспериментальным данным, полученным методом дифракции синхротронного излучения и приведенным в параграфах 4.1 и 4.2, механически-перемешанный слой преимущественно представлен структурой мартенсита. Циклическое фрикционное нагружение этого слоя привело к формированию в нем усталостных трещин. Результат такого воздействия заключается в расслоении материала (рисунок 4.15, б, в) и образовании в нем дефектов в виде несплошностей (рисунок 4.15, г). Один из интересных эффектов, обусловленных трением, заключается в разрушении карбидов титана, измельченные частицы которого выстраиваются в направлении трения (рисунок 4.15, г).

С использованием растровой электронной микроскопии были изучены особенности формирования дефектной структуры, характерными признаками которой являются возникшие в результате разрушения полости и микрообъемы материала с искривленными линиями пластического течения (рисунок 4.16).

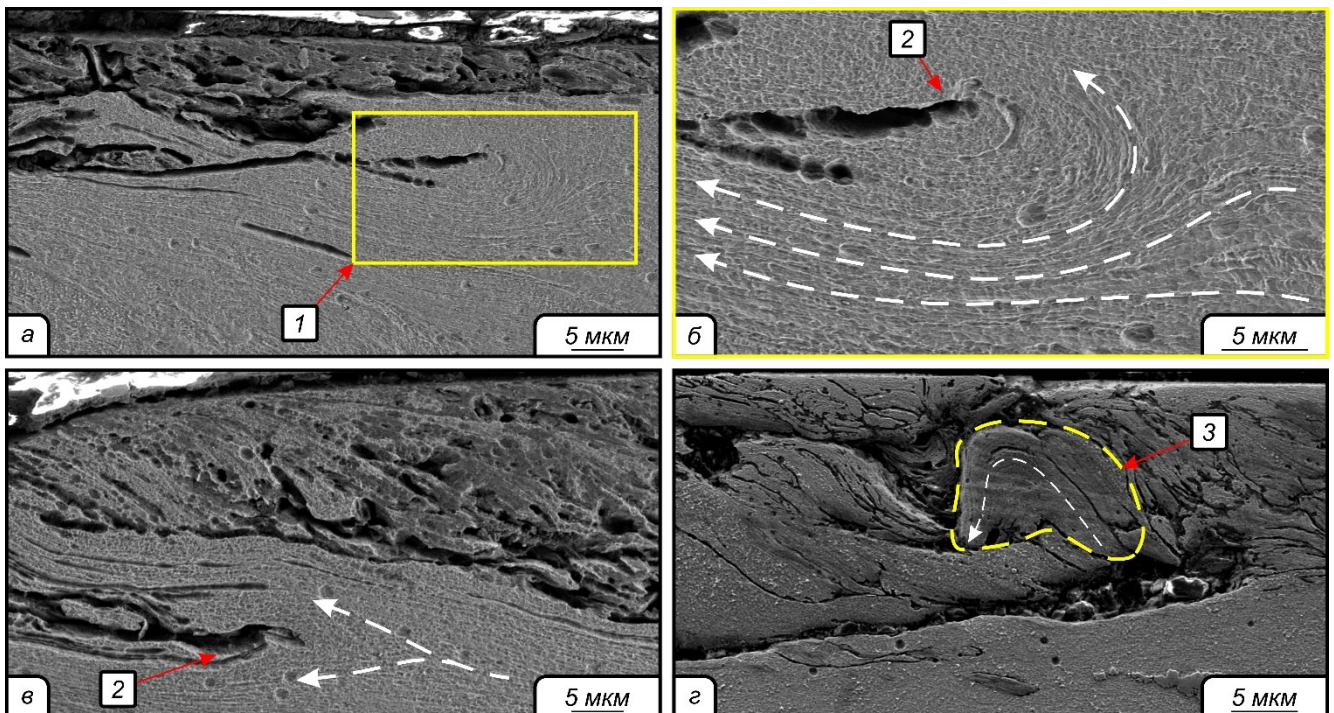


Рисунок 4.16 – Строение поверхностного слоя образца из хромоникелевой стали, сформированного в процессе сухого трения скольжения. а-г – особенности пластического течения материала вблизи дефектов при фрикционном нагружении (сечение  $XZ$ ). 1 – область, показанная на снимке б; 2 – искривленные линии пластического течения вблизи полостей; 3 – ротация материала



Рисунок 4.16, г (см. область, ограниченную пунктирной кривой) позволяет воспроизвести процесс разворота структурных блоков, входящих в механически-перемешанный слой. Расположенные вблизи анализируемой зоны полости являются, вероятно, результатом относительного перемещения микрообъемов с предельными значениями. Предполагается, что в случае дальнейшего нагружения в данной области можно было бы наблюдать более выраженную вихреподобную структуру. Механизмы подобных преобразований будут рассмотрены далее.

### 4.3.2 Анализ особенностей строения поверхности трения

Принимая во внимание условия эксперимента, ожидалось, что удаление оксидной пленки и деформационное упрочнение поверхностного слоя стального образца приведут к катастрофическому износу, в результате которого формируется поверхность трения с грубым строением. В соответствии с рисунком 4.17, а поверхность трения стального образца характеризуется обширными областями с четко выраженными следами пластического течения. В отдельных местах ширина изношенной поверхности достигает 1,6 мм, что превышает исходную ширину рабочей поверхности образца. Наблюдаемое экспериментально уширение является результатом высокой пластичности сплава, в результате которой происходит мартенситное превращение. Ранее этот эффект обсуждался в работах [235, 236]. Тем не менее, для основной части поверхности образца характерно иное строение, пример которого показан на рисунке 4.17, б. Здесь присутствуют участки, очевидно, являющиеся результатом расслоения материала. Более детально их можно рассмотреть на рисунке 4.17, в. Контактная область характеризуется также «волнообразными» дефектными построениями и множественными бороздками, параллельными направлению трения. Рабочая поверхность стального образца приобретает сложную слоистую морфологию.

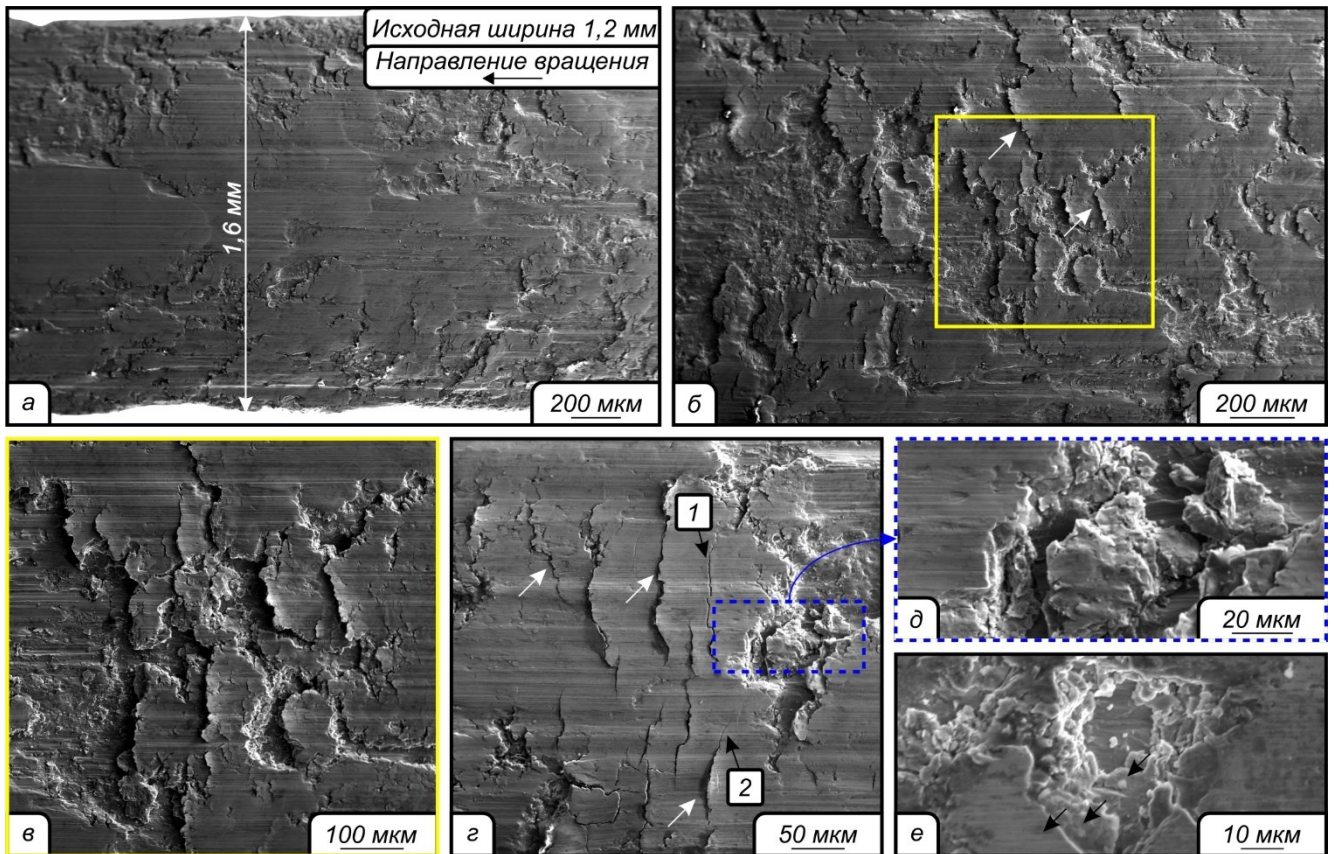


Рисунок 4.17 – Строение поверхностей образцов из стали 12X18H10T после триботехнических испытаний. а, б – общий вид поверхности трения по завершении эксперимента; в – область, выделенная прямоугольником на снимке б; г – «волнообразное» строение дефектной поверхности; выноска указывает на очаг разрушения поверхности; д – область, ограниченная пунктирным прямоугольником на снимке г; е – слоистое строение материала в области выкрашивания. 1, 2 – трещины у подошвы и у гребня «волн» соответственно

Наблюдаемые на поверхности трения волнообразные построения являются результатом наслоения материала (белые стрелки на рисунке 4.17, б-г) и представляют один из механизмов формирования механически перемешанных слоев и вихреподобных построений. Анализ изображений позволил зафиксировать трещины на подошвах «волн» и у их гребней, как отмечено на рисунке 4.17, г стрелками 1 и 2 соответственно. Можно предположить, что сочетание критических напряжений и сопутствующих им локальных деформаций приводит к сдвигу части фрагмента с образованием микротрещины или к разрыву между механически перемешанным слоем и возникшей на поверхности «волны», как показано

стрелками на рисунке 4.17, б. Выноска на рисунке 4.17, д соответствует области, в которой происходит отделение частиц износа. Подобный вид разрушения поверхности обусловлен сочетанием деламинационных процессов и выкрашивания материала. Примеры проявления этих механизмов показаны на рисунке 4.17, в, е. Из рисунка 4.17, е следует, что разрушенная в процессе трения зона характеризуется слоистым строением. Несколько явно выраженных слоев указаны стрелками.

### 4.3.3 Результаты дюрометрических исследований

На рисунке 4.18 представлены результаты наноиндентирования анализируемого в работе материала. Средняя твердость микрообъемов механически перемешанного слоя достигает 8 ГПа. На расстоянии 20 мкм от области взаимодействия элементов пары трения зафиксирован резкий провал твердости, связанный, очевидно, с присутствием деламинационных трещин между поверхностным слоем и основным материалом. На расстоянии от 25 мкм до 50 мкм твердость стали плавно снижается до 4 ГПа. Зафиксированные экспериментально колебания модуля Юнга в слое, сформированном в процессе трения, свидетельствуют о различном сопротивлении градиентной структуры внешнему механическому воздействию. Подобное поведение наблюдалось также в работе С.Ю. Тарасова с соавторами [104].

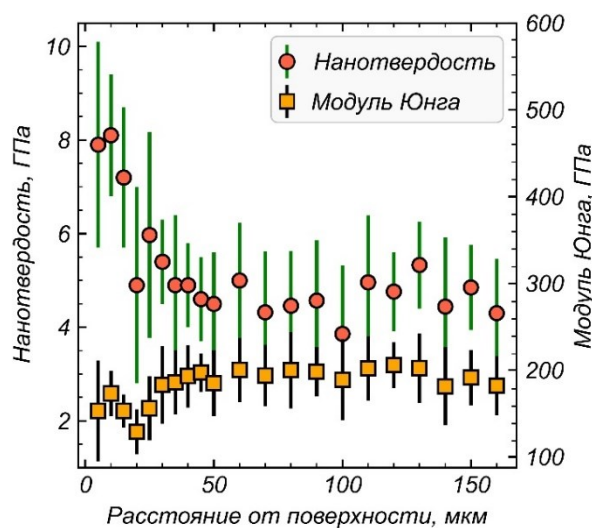


Рисунок 4.18 – Результаты индентирования стали 12Х18Н10Т

#### 4.4 Анализ эволюции структуры стали 12X18H10T в условиях фрикционного нагружения

В данном параграфе представлен анализ причин структурно-фазовых преобразований, в частности мартенситного превращения, в заданных условиях трения скольжения. Особое внимание уделяется этапам формирования дефектов кристаллического строения стали 12X18H10T.

##### 4.4.1 Предпосылки образования мартенсита

Хорошо известно, что холодная пластическая деформация материалов является технологическим фактором, приводящим к повышению концентрации точечных дефектов. Превышение содержания дефектов выше некоторой термодинамически равновесной концентрации способствует их быстрому перемещению к стокам, например, к дислокациям и границам зерен, даже при достаточно низких температурах. Таким образом, пластическая деформация материалов повышает скорость диффузионных процессов и является одной из причин сегрегации легирующих элементов в твердых растворах [241–244].

Образование вблизи границ зерен сегрегаций, с повышенным содержанием никеля, наблюдалось в работах [238, 241, 242]. В.В. Сагарадзе с соавторами [246] детально исследовали строение микрообъемов, обогащенных никелем в пределах зерна аустенита. С этой целью авторы подвергали деформации (прокатке и кручению под высоким давлением) высоколегированные аустенитные стали  $Fe-13Cr-30Ni$  и  $Fe-37Ni-3Ti$ . Анализ тонкого строения сплавов позволил выявить области с темным дифракционным контрастом, размер которых составляет десятки нанометров. Методом микрорентгеноспектрального анализа установлено, что в такого рода областях содержание никеля достигает 39 %, в то время как в обедненной части зерна не превышает 25 %. Подобные результаты наблюдались и в работах А.И. Дерягина и др. [238, 241]. Исследуя хромоникелевые стали, авторы

работ [238, 243] отмечали, что локальное содержание никеля может достигать 50 %.

Анализируя происходящие в сплавах процессы, нельзя исключить также сегрегацию хрома. Следует учитывать, что в микрообъемах, обогащённых хромом, возможно образование  $\sigma$ -фазы (содержит 30...50 %  $Cr$ ), которая характеризуется низкими показателями коррозионной стойкости и прочности [244, 245].

Примесные атомы имеют тенденцию сегрегировать на дефектах упаковки. В стали 12X18H10T со структурой аустенита (ГЦК-решетка) эти дефекты представляют собой совокупность слоев, соответствующих ГПУ-кристаллической решетке. Возникновение дефектов упаковки обусловлено расщеплением полных дислокаций на частичные. Различные типы структур (ГЦК и ГПУ), присутствующие в соседних микрообъемах, характеризуются различной растворимостью легирующих элементов, в результате чего может возникать химическое взаимодействие между расщепленной дислокацией и примесями. Подобная неоднородность распределения атомов называется атмосферами Сузуки.

В отличие от атмосфер Коттрелла, формирующихся вдоль линий дислокаций и способных насыщаться при малых содержаниях примесных элементов (сотых и даже тысячных долях процента), атмосферы Сузуки характеризуются высокой концентрацией примесей из-за относительно большой площади дефекта упаковки. Таким образом, содержание примесных элементов в атмосферах Сузуки может на нескольких процентов превышать их среднюю концентрацию в сплаве [246, 247]. Образование примесных атмосфер приводит к торможению дислокаций или даже к их закреплению. В ходе пластической деформации атмосферы примесных атомов могут служить эффективными барьерами, в результате чего происходит аккумуляция линейных дефектов в локальных микрообъемах. Процесс завершается мартенситным превращением [230, 248].

В работе [244] отмечается, что по сравнению с железом и хромом никель является более диффузионно-подвижным элементом. Принимая это во внимание, можно полагать, что при движении точечных дефектов к стокам аустенит будет обедняться никелем, являющимся  $\gamma$ -стабилизатором, в то время как относительная

концентрация хрома ( $\alpha$ -стабилизатора) в аустените будет возрастать. В процессе сухого трения на поверхности образца создаются все необходимые условия для диффузионного перераспределения элементов, а именно:

- увеличение протяженности границ зерен, вследствие измельчения структуры (рисунок 4.14, а, рисунок 4.15, б-г, рисунок 4.16);
- рост плотности дислокаций (рисунок 4.14, б) и скорости образования точечных дефектов (рисунок 4.19).

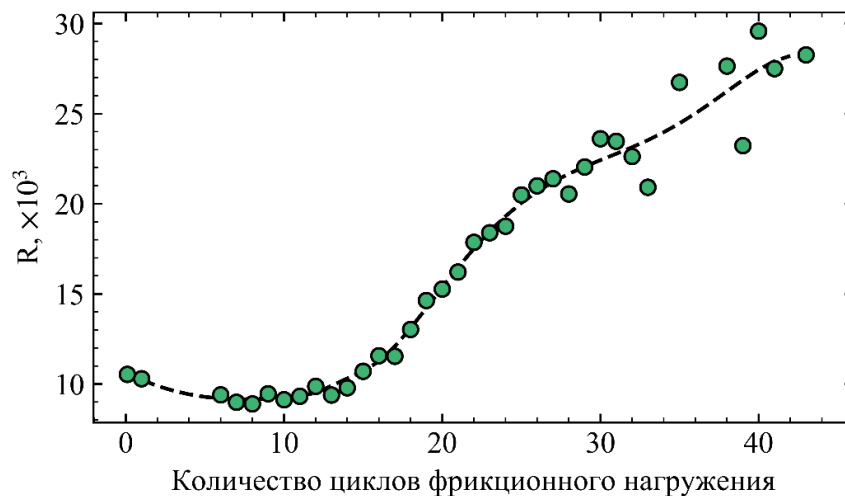


Рисунок 4.19 – Влияние фрикционного нагружения на скорость образования точечных дефектов ( $R$ ) в аустените стали 12X18H10T

Отмеченные факторы повышают склонность деформированной хромоникелевой стали к сегрегации никеля и хрома в присутствии точечных дефектов. Диффузионное перераспределение никеля приводит к снижению стабильности аустенита в его локальных микрообъёмах. Подтверждением этому является снижение энергии дефектов упаковки, о чем свидетельствуют результаты расчета вероятности образования ДДУ в аустените, (величина которой обратно пропорциональна ЭДУ), приведенные на рисунке 4.10, б. Подобный эффект наблюдался в работах [230, 248].

Анализ процесса деформации стали 12X18H10T методом молекулярной динамики также позволяет сделать вывод о развитии процессов диффузионного перераспределения элементов (рисунок 4.20). Результатом деформации сплава

является снижение количества связей  $Fe-Ni$  и рост связей  $Ni-Ni$ , что указывает на образование сегрегаций никеля. Между тем уменьшение количества связей  $Cr-Cr$  свидетельствует о перераспределении хрома в аустените, а увеличение связей  $Fe-Cr$  – об образовании локальных объемов твердого раствора с повышенной концентрацией хрома.

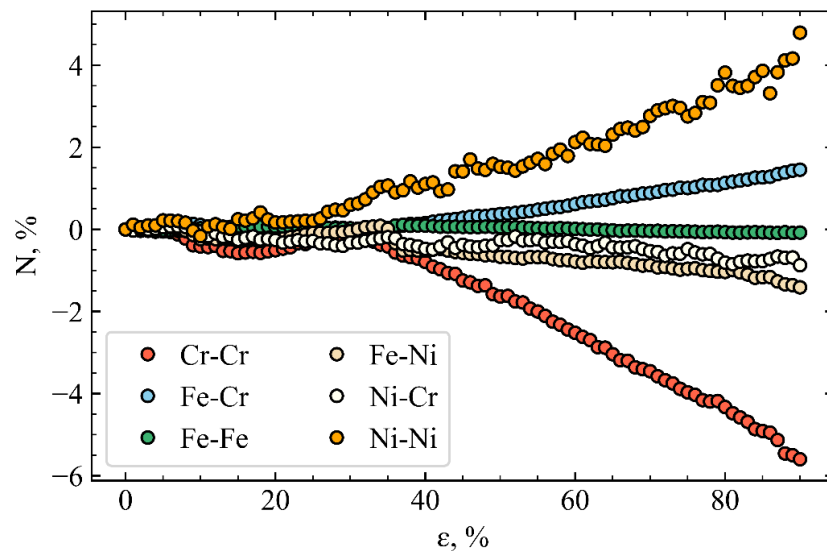


Рисунок 4.20 – Влияние степени деформации ( $\epsilon$ ) на изменение доли пар связей химических элементов ( $N$ )

Принимая во внимание отмеченные выше обстоятельства, а также представленные в параграфе 4.3.1 результаты анализа структуры поверхностных слоев образцов, свидетельствующие о больших пластических деформациях стали, можно полагать, что циклическое фрикционное нагружение является фактором, способствующим образованию химической неоднородности в механически перемешанных слоях и находящихся ниже деформированных зонах стали. Помимо снижения стабильности аустенита, одно из проявлений ликвации может быть связано со снижением коррозионной стойкости материала. Отмеченный эффект является, вероятно, одной из причин интенсивного вытравливания структуры механически перемешанного слоя, о чем свидетельствует, например, снимок, приведенный на рисунке 4.16.

#### 4.4.2 Формирование $\epsilon$ -мартенсита в процессе триботехнического взаимодействия элементов пары трения

Исходя из карт, характеризующих эволюцию фазового состава (рисунок 4.9), а также учитывая данные по изменению интегральной интенсивности ГПУ-мартенсита, представленные на рисунке 4.10, б, можно сделать вывод о том, что в поверхностном слое  $\epsilon$ -фаза практически полностью преобразуется в  $\alpha'$ -фазу к 35 циклам фрикционного нагружения. Это наблюдение хорошо согласуется с данными по вероятности образования дефектов упаковки, возрастание которых свидетельствует о снижении уровня ЭДУ сплава. Е. Тиан с соавторами [230, 248] показали, что фазовое превращение типа  $\gamma \rightarrow \alpha'$  может наблюдаться как в объеме зерна, так и в полосах сдвига, которые представляют собой  $\epsilon$ -мартенсит. К сожалению, проведенные в настоящей работе исследования методом РЭМ не позволили выявить подобного рода структурные особенности из-за существенной деформации и измельчения структуры, анализируемой в работе стали. В то же время на изображениях микроструктуры (рисунок 4.15, в) наблюдается фазовый контраст механически-перемешанного и расположенного глубже деформированного слоя. Принимая во внимание глубину проникновения синхротронного излучения, можно предположить, что формирование  $\epsilon$ -фазы происходит в зоне, расположенной глубже слоя, подвергаемого дифракционному анализу. Основанием для такого заключения является карта распределения интенсивности рефлекса (101) ГПУ-мартенсита после 30 циклов трения (рисунок 4.4, а), из которой следует, что объёмная доля  $\epsilon$ -фазы очень мала в пределах дорожки изнашивания и максимальна между кривыми 1 и 2. Таким образом,  $\epsilon$ -фаза появляется только при определенных, относительно небольших степенях деформации. Увеличение степени деформации сопровождается исчезновением рефлексов, соответствующих  $\epsilon$ -фазе. Предполагается, что гексагональный мартенсит можно обнаружить также и в деформированном слое, расположенном ниже механически-перемешанного слоя, степень деформация которого достаточна



для формирования  $\epsilon$ -фазы и в то же время меньше значений, при которых происходит ее преобразование в  $\alpha'$ -мартенсит.

Из рисунков 4.17, в и 4.16 следует, что структурные элементы выстраиваются практически параллельно направлению скольжения. Это касается и раздробленных частиц карбида титана (рисунок 4.15, г), предел текучести которого в несколько раз превышает предел текучести стали. Подобная структура подтверждает развитие больших пластических деформаций в зоне, расположенной ниже механически-перемешанного слоя.

Полученные экспериментально результаты исследований позволяют утверждать, что в рамках данного эксперимента мартенситное превращение развивается с образованием промежуточной  $\epsilon$ -фазы. После 45 циклов трения зафиксировать  $\epsilon$ -фазу не удастся, поскольку сильнодеформированный механически перемешанный слой состоит преимущественно из  $\alpha'$ -фазы. Его относительно большая толщина не позволяет синхротронному излучению проникать в нижележащие слои, в пределах которых на стадии трения формируется  $\epsilon$ -фаза. В случае изнашивания механически-перемешанного слоя  $\epsilon \rightarrow \alpha'$  превращению подвергаются слои, расположенные ниже него.

#### **4.4.3 Этапы структурных преобразований стали в процессе сухого трения скольжения**

В ходе анализа результатов дифракционных *operando* и *ex situ* исследований с использованием синхротронного излучения были выделены 4 этапа фрикционного взаимодействия элементов пар трения, показанные на рисунке 4.14. На первом этапе (до 15 циклов трения) существенных изменений в микроструктуре стального образца зафиксировано не было. Обусловлено это малой толщиной деформированного слоя, которая, вероятно, не превышает 1 мкм (величины проникновения рентгеновского излучения при использованном в эксперименте угле падения).

Из рисунка 4.14 следует, что уже на втором этапе (от 15 до 55 циклов трения) фрикционное воздействие проявляется в изменении параметров дислокационной структуры. После незначительного роста к 23 обороту, плотность дислокаций в аустените выходит на стабильный уровень, величина которого практически не изменяется до 34 цикла нагружения. Наблюдаемое экспериментально плато, по всей видимости, связано с релаксационными процессами, происходящими в аустените и обусловлено рядом нижеперечисленных причин.

1. При достижении предельной концентрации дефектов в микрообъемах аустенита может происходить мартенситное превращение. В этом случае мартенсит наследует дефектное состояние аустенита, а плотность дислокаций в оставшейся части  $\gamma$ -фазы остается на уровне, меньше порогового значения. Расчеты плотности дислокаций ( $\rho$ ) в  $\alpha'$ -фазе подтверждают этот вывод. Из рисунка 4.14, б следует, что на анализируемом этапе трения значения плотности дислокаций в  $\alpha'$ - и  $\gamma$ -фазах близки. Аналогичный результат наблюдали в работе [73] в результате абразивного изнашивания отожжённой стали *AISI 1044* (аналог стали 45), которое сопровождалось реаустенитизацией в сочетании с последующим мартенситным превращением, а также при реализации процесса «*deformation and partitioning*» среднемарганцевистой стали [240]. В обоих случаях мартенсит характеризовался высокой плотностью дислокаций, унаследованной от метастабильного аустенита.

2. Под действием упругих деформаций, накопленных в зонах сопряжения аустенитной матрицы с кристаллами возникшего мартенсита может нарушаться когерентность межфазных границ [253]. Уровень напряжений на границах разнородных фаз может быть понижен за счет образования дислокаций несоответствия. При этом повышения плотности дислокаций в аустенитной и мартенситной фазах не наблюдается (рисунок 4.14, б), что может объясняться формированием экранированной системы, суммарные напряжения в которой компенсируют друг друга. Поля напряжений, возникающие вокруг дислокаций, снижаются, что, в частности, подтверждается уменьшением радиуса областей упругих искажений (рисунок 4.14, г).

3. Примесные элементы, присутствующие в твердом растворе, могут сегрегировать к дислокациям [251]. Такой характер структурных преобразований приводит к изменению полей упругих искажений вокруг дислокаций. Однако, поскольку никель является более подвижным элементом, можно с большой вероятностью полагать, что именно он будет сегрегировать в условиях пластической деформации, снижая тем самым свою концентрацию в близлежащих областях. Для обедненного никелем аустенита характерна пониженная стабильность, что отражается в его склонности к образованию мартенсита, который наследует дефектное строение  $\gamma$ -фазы.

По достижении 35 цикла фрикционного нагружения был вновь зафиксирован рост плотности дислокаций в аустените. Причины этого связаны, вероятно, с процессами деформационного упрочнения и фазового наклепа сплава. В дальнейшем накопленные упругие деформации приводят к ускоренному формированию  $\alpha'$ -мартенсита, в результате чего объемная доля этой фазы возрастает от 40 до 63 %, как показано на рисунке 4.10, в.

Следует отметить, что на начальной стадии формирования  $\alpha'$ -мартенсита в области взаимодействия элементов пары трения его рефлексы по сравнению с аустенитом уже имеют достаточно высокую полуширину (рисунок 4.12). Принимая во внимание, что уширение пиков обусловлено наличием дефектов кристаллического строения, можно полагать, что анализируемый эффект связан с действием одного или комбинацией нескольких факторов. Во-первых, речь идет о наследовании дислокационной структуры  $\gamma$ -фазы, которая к моменту образования  $\alpha'$ -мартенсита уже была насыщена дефектами кристаллического строения. Во-вторых, уширение пиков может быть связано с высокой дисперсностью механически-индуцированного мартенсита. Так, из графика зависимости ОКР от количества циклов фрикционного нагружения (рисунок 4.14, а) следует, что на начальном этапе образования мартенсита размер областей когерентного рассеяния в нем составляет приблизительно 12 нм. В данной работе это значение является минимально зафиксированным при анализе процессов фрикционного взаимодействия стальных образцов с твердосплавным контртелом.

Очевидно, что возникшие в процессе трения кристаллы мартенсита являются фактором, препятствующим свободному перемещению дислокаций в оставшемся аустените (не претерпевшем превращения). Распределенные в аустените кристаллы  $\varepsilon$ - и  $\alpha'$ -фазы фактически выполняют роль упрочняющих микрообъемов. В случае когерентных границ сопряжения фаз для преодоления высокопрочных барьеров дислокация должна либо обогнуть, либо перерезать их. В обоих случаях это приводит к повышению плотности дислокаций и проявляется в уширении дифракционных максимумов.

Анализируемый характер изменения полуширины пиков может быть обусловлен также сегрегацией примесных элементов вблизи дислокаций [251]. Во многих случаях этот эффект должен приводить к снижению полей упругих искажений вокруг этих дефектов. Однако, поскольку никель ( $\gamma$ -стабилизатор) является более подвижным элементом, т.е. с большей вероятностью именно он будет сегрегировать в условиях пластической деформации, то это может привести к обеднению никелем близлежащих областей. Снижение локальной концентрации никеля приводит к снижению стабильности аустенита и способствует образованию мартенсита, который наследует дефектное строение аустенита.

На третьем этапе (от 55 до 62 циклов трения) в параметрах микроструктуры наблюдался скачок (рисунок 4.14), что также совпадает с появлением рефлексов *WC* на рабочей поверхности образца (рисунок 4.7, б). Вероятно, зафиксированный скачок обусловлен протеканием процессов резания стального образца в результате формирования острой кромки после частичного разрушения рабочей поверхности контртела.

На следующем этапе (от 62 циклов трения и далее) было зафиксировано снижение плотности дислокаций до порогового значения, что, по всей видимости, обусловлено установлением новой области контакта как показано на рисунке 4.13, а. Таким образом, можно полагать, что после 69 циклов фрикционного воздействия рассматриваемая контактная пара при заданных условиях трения вышла на режим нормального изнашивания.

#### 4.5 Формирование механически-перемешанного слоя в стали 12Х18Н10Т и его роль в процессе фрикционного взаимодействия элементов пары трения

Анализ данных, представленных в предыдущих параграфах, позволяет сделать вывод о том, что образование механически перемешанного слоя сопровождается комплексом структурно-фазовых преобразований, обусловленных большими удельными нагрузками в сочетании со сдвиговыми напряжениями. Характерный пример строения такого слоя приведен на рисунке 4.21, а. На основании фазового контраста, материал был схематично разделен на структурные составляющие (рисунок 4.21, б). Структура слоя свидетельствует о проявлении эффекта, связанного с коллективным движением мезообъемов материала.

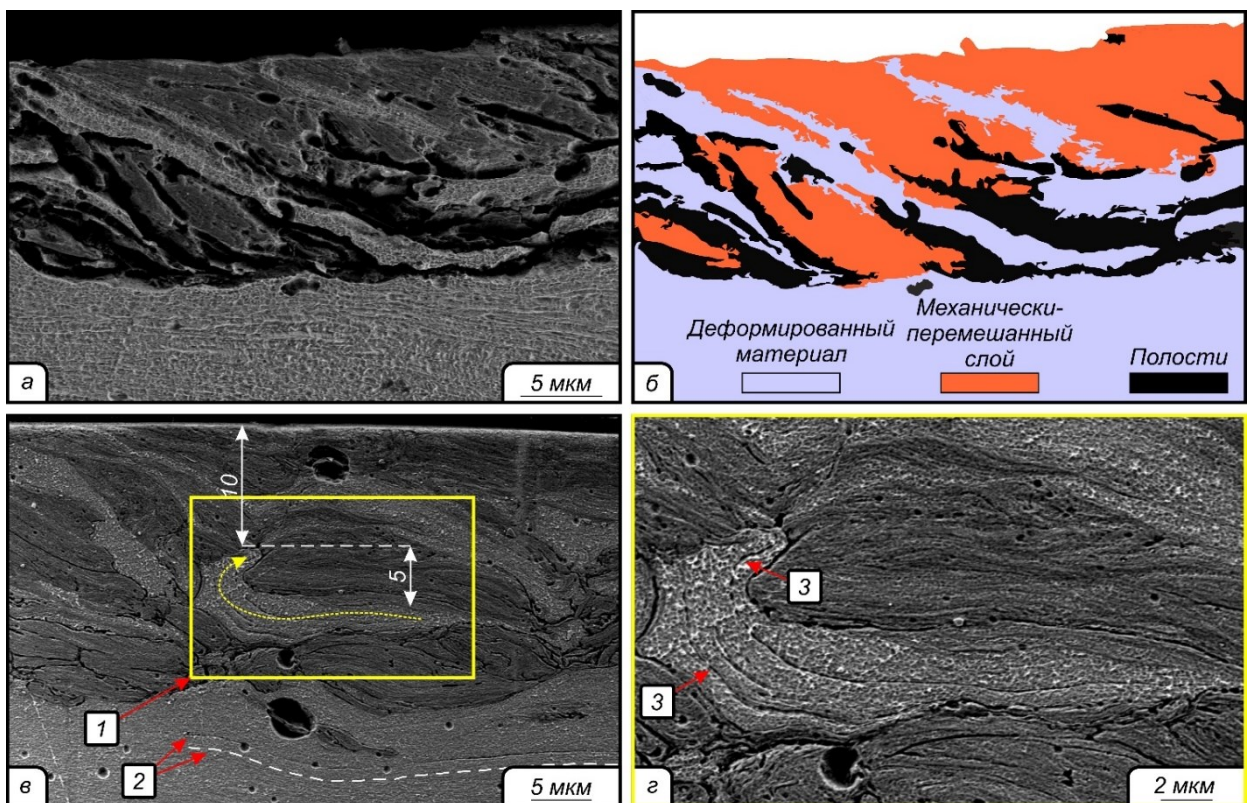


Рисунок 4.21 – Фрагментарное строение механически перемешанного слоя.  
 а – общий вид сильно деформированного материала; б – схема, соответствующая снимку а; в – разворот фрагментов слоистой структуры; г – зона, выделенная на снимке в. 2 – микротрещина, закрытая в результате деформационного воздействия (пунктирная линия характеризует ее очертание); 3 – микротрещины, возникшие в процессе течения материала

В параграфе 4.3 было показано, что течение материала сопровождается формированием структуры с дефектами в виде полостей – трещин и микропор (рисунок 4.16). Их образование связано с процессами исчерпания пластических свойств, взаимодействием разнородных по свойствам фаз (мартенсита и аустенита), несоответствием пластической деформации разнородных структурных составляющих или смежных фрагментов одной и той же фазы (аустенита), имеющих различную кристаллографическую ориентировку, а также сильным искажением кристаллической структуры  $\gamma$ - и  $\alpha'$ -фаз. Совокупность перечисленных факторов является причиной неустойчивости пластической деформации материала, развитие которой приводит к формированию механически-перемешанного слоя. Судя по всему, что этот механизм проявляется под действием сдвиговых напряжений, возникающих в локально деформируемых зонах стали 12X18H10T под действием твердосплавного контртела.

Механизм пластического течения, сочетающий процессы типа «сдвиг + поворот», результатом которых является формирование вихреподобных построений, описан в работе [8]. Последствия развития указанных процессов представлены на рисунке 4.21. Один из факторов, определяющих формирование представленных на снимках слоев, характерных для процессов сухого трения скольжения, связан с несоответствием сильнодеформированной структуры механически перемешанного слоя и расположенного на некоторой глубине слабодеформированного основного материала (аустенита).

Различие структуры и свойств смежных мезообъемов способствует скольжению их относительно друг друга как это показано, например, на рисунке 4.21, в, г. Один из структурных блоков плавно обтекает другой, меняя при этом направление (в некоторых зонах даже на противоположное). Следует отметить, что такого рода слои находятся на некоторой глубине (не у самой поверхности трения). Характер формируемой в процессе трения структуры определяется соотношением сжимающих и растягивающих напряжений, обусловленных влиянием контртела, а также особенностями взаимного перемещения (сдвига и разворотов мезообъемов). Происходящие таким образом преобразования приводят к передаче деформации в нижележащие слои, обеспечивая релаксацию напряжений в области

взаимодействия элементов контактной пары и способствуя образованию характерной для процессов трения градиентной структуры. По мере изнашивания поверхностного слоя, возникающие при трении знакопеременные напряжения, способствуют вовлечению в процессы сдвига и разворота микрообъемов нижележащих слоев материала, а также зарождению и распространению в них микротрещин. Подобное поведение материала наблюдалось в работах [6, 8].

Как уже упоминалось в параграфе 4.3.2, для некоторых участков поверхностей трения характерно формирование волнообразных построений, присутствие которых указывает на возможность проявления иного механизма формирования механически перемешанного слоя. Наблюдаемые на поверхности трения «волны» представляют собой наслоившиеся друг на друга фрагменты поврежденного механически-перемешанного слоя. Пример проявления такого эффекта представлен на рисунке 4.22, а, б. На рисунке 4.22, в он отмечен цифрой I. Цифрами II, III и IV указаны возможные варианты дальнейшего развития процесса перемешивания материала. При реализации схем III.1 и IV.1 в отличие от III.2 и IV.2 ротационные эффекты выражены менее ярко.

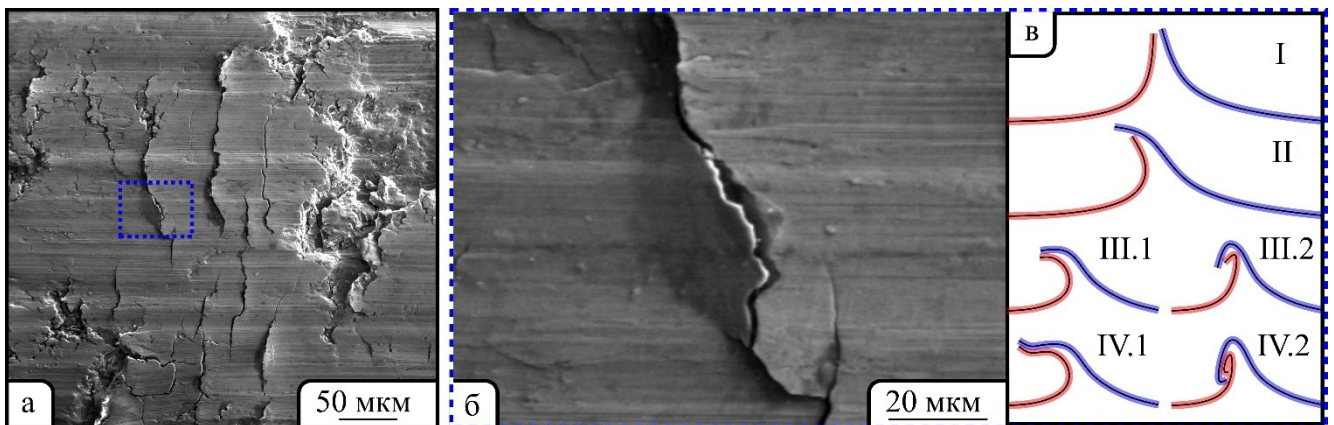


Рисунок 4.22 – Формирование дефектов в поверхностном слое стали 12X18H10T в процессе сухого трения скольжения. а – периодическое волнообразное строение поверхности; б – зона, выделенная пунктиром на снимке а; в – схема формирования волнообразных построений: позиция I соответствует состоянию, представленному на снимке б, позиции II, III и IV – развитию процесса преобразования поверхности трения

Структура слоя по своему строению подобна сплавам после процессов *quenching and partitioning* [254] и *deformation and partitioning* [240]. При их реализации формируется гетерофазная структура в виде микрообъемов мартенсита, распределенных в аустенитной матрице. Б. Хи с соавторами [240] полагают, что материал, полученный при реализации отмеченных процессов, характеризуется не только высокой прочностью, обусловленной повышенной плотностью дислокаций «леса» в мартенситной фазе, но также и высокой релаксационной способностью, причины которой связаны с присутствием подвижных дислокаций в аустените и с проявлением эффекта пластичности, наведенной превращением. Х.Л. Ву с соавторами [239] наблюдали аналогичную картину при испытании на растяжение стали *AISI 304* (аналог 08X18H10) с градиентной структурой, полученной методом поверхностной пластической деформации.

Таким образом при нагружении хромоникелевой аустенитной стали, находящейся в гетерофазном (аустенит – мартенсит) состоянии, отдельные структурные составляющие которой характеризуются различным комплексом механических свойств, под действием внешнего нагружения развиваются различные процессы. Микрообъемы, находящиеся в упрочненном состоянии (мартенсит, пластически деформированный аустенит), способны в определенных условиях деформироваться упруго. При этих же напряжениях менее прочная фаза (объемы аустенита, характеризующиеся более низкими значениями плотности дислокаций) может деформироваться пластически. В процессе пластического течения плотность дислокаций в  $\gamma$ -фазе возрастает. Из этого следует, что если в процессе трения движение дислокаций в аустенитной матрице затруднено, то релаксация пиковых напряжений материала происходит путем образования новых порций  $\alpha'$ -фазы. В этом случае процесс пластического течения транслируется на другие зерна, предотвращая тем самым преждевременное разрушение материала и



вызывая повышение его пластичности. Фактически речь идет об эффекте пластичности, наведенной превращением.

Принимая во внимание вышесказанное, характер изменения параметров микроструктуры (рисунок 4.14) и данные, приведенные в параграфе 4.4, можно сделать вывод о том, что при заданных условиях фрикционного воздействия сталь 12X18H10T претерпевает превращения, подобные процессу деформации *deformation and partitioning* [240]. Совокупность процессов дислокационного и фазового упрочнения, а также особенности проявления пластичности аустенита обеспечивают достижение режима устойчивого трения.

#### 4.5.1 Анализ механизмов изнашивания стали

Одна из задач, которые решались при выполнении диссертационной работы, была связана с изучением продуктов износа стальных образцов. В параграфе 4.2.2 уже отмечалось, что на поверхности твердосплавного контртела присутствует большое количество продуктов износа и областей перенесенного материала, соответствующих по своему составу стали 12X18H10T (рисунок 4.13 и таблица 4.1). Как правило, продукты износа имеют хлопьевидную форму (рисунок 4.23, а). Частицы износа такого типа, характерные для сухого трения скольжения, наблюдались и ранее в работах [3, 25, 35, 81]. Равномерно распределенные по большей части поверхности контртела (рисунок 4.13, а) эти частицы представляют собой плоские фрагменты приблизительно равной толщины. Отмеченное обстоятельство указывает на то, что продукты износа возникли путем расслоения механически перемешанного слоя.

На рабочей поверхности контртела были также обнаружены относительно крупные фрагменты механически-перемешанного слоя, показанные, например, на рисунке 4.13, б. Формирование крупных слоистых фрагментов связано с распространения трещин вдоль границы раздела между механически-перемешанным слоем и нижележащим менее деформированным материалом.

На рисунке 4.23, в представлено скопления частиц износа. Среди них можно отметить присутствие хлопьевидных фрагментов, как показано на вставке к изображению. Частицы такого типа имеют характерное слоистое строение (рисунок 4.23, г). Одна из причин формирования продуктов износа связана с развитием процессов локальной деформации (резания) материала кромкой твердосплавного контртела после его частичного разрушения. Отмеченный эффект подтверждается формированием типичных для резания частиц, напоминающих стружку, подобные частицы были зафиксированы в работах [81, 164] (рисунок 4.23, б, д). Элементный анализ рассмотренных частиц показал, что их состав соответствует хромоникелевой стали (таблица 4.2).

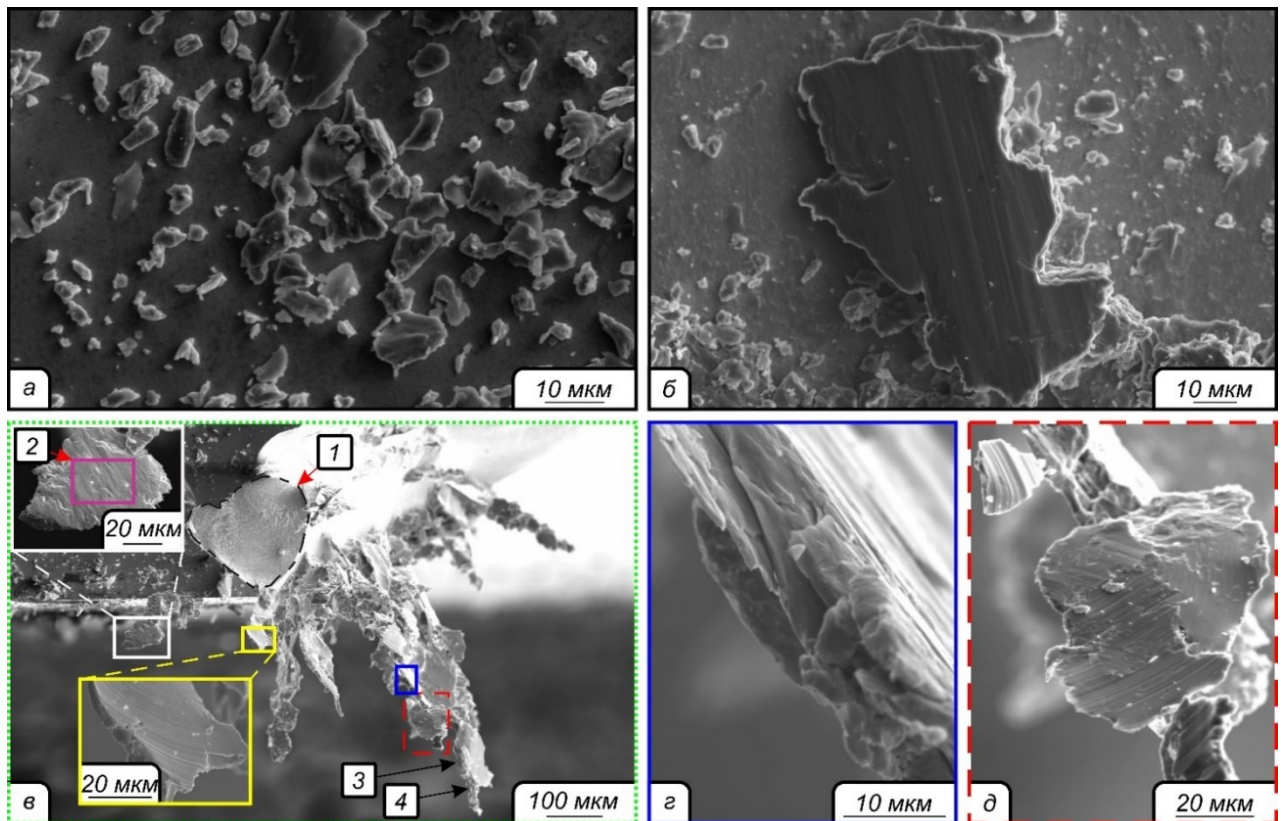


Рисунок 4.23 – (а) зона скопления частиц износа на поверхности контртела; (б) область со слоистой структурой частицы износа, ограниченная синим прямоугольником на (а); (в) бороздки трения на частице соответствует участку, выделенному пунктирным прямоугольником на (а); (г) фрагмент механически-перемешанного слоя; (д) частицы износа. 1 – область скола контртела; 2 и 3, 4 область и точки, анализируемые методом МРСА на частицах износа.

Таблица 4.2 – Результаты ЭДС анализа, соответствующие стрелкам 2, 3 и 4 на рисунке 4.23

Спектр	Элементы, вес. %								
	<i>C</i>	<i>O</i>	<i>Si</i>	<i>Ti</i>	<i>Cr</i>	<i>Fe</i>	<i>Co</i>	<i>Ni</i>	<i>W</i>
1	3,2	4,0	-	0,2	16,5	62,7	0,5	8,2	4,8
2	3,1	5,6	0,7	0,3	16,2	60,9	-	8,4	4,8
3	2,3	3,8	0,7	0,3	16,8	65,8	0,1	8,9	1,5

#### Выводы по главе 4

1. Методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения в процессе трения образцов из хромоникелевой аустенитной стали исследован процесс распада  $\gamma$ -фазы. Установлено, что на начальном этапе фрикционного взаимодействия в аустенитной матрице формируется  $\varepsilon$ -мартенсит, 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.

2. 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. Снижение стабильности аустенита обусловлено обеднением матрицы никелем ( $\gamma$ -стабилизатором) и повышением локальной концентрации хрома ( $\alpha$ -стабилизатора).

3. 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. Полученный результат объясняется высокой плотностью дислокаций в  $\alpha'$ -фазе, наследуемой в ходе механически-индуцированного фазового превращения.

4. Фрикционное взаимодействие стали 12X18H10T с твердосплавным контртелом сопровождается упрочнением поверхностного слоя путем аккумуляции дислокаций и формирования микробъемов второй фазы, а также релаксационными процессами, которые заключаются в деформационно-индуцированном превращении  $\gamma \rightarrow (\epsilon, \alpha')$ , упорядочении дислокаций и образовании экранированных дислокационных структур.

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

## ГЛАВА 5 СТРУКТУРНО-ФАЗОВЫЕ ПРЕОБРАЗОВАНИЯ ПРИ ТРЕНИИ В СТАЛИ С МАРТЕНСИТНОЙ СТРУКТУРОЙ

В данной главе рассмотрена структурная эволюция стали 40X в условиях сухого трения скольжения. Благодаря высокой износостойкости этот сплав широко применяется для изготовления деталей, которые подвергаются высоким контактными нагрузкам, например, валов, шестерней, коленчатых валов и т.д. Изделия, изготовленные из стали 40X, в большинстве случаев подвергаются закалке, в результате которой получают структуру мартенсита с небольшим количеством остаточного аустенита. Таким образом, эта сталь хорошо подходит для анализа структурной эволюции мартенситной фазы в условиях фрикционного воздействия с использованием синхротронного рентгеновского излучения. Кроме того, в отличие от большинства подшипниковых сталей, в закалённом состоянии сталь 40X не содержит цементита, что существенно упрощает деконволюцию дифракционных максимумов.

### 5.1 Дифракционный анализ фазовых преобразований, протекающих в условиях сухого трения скольжения

Анализ дифракционной картины, зарегистрированный с рабочей поверхности образца в исходном состоянии (рисунок 5.1), показал, что поверхностный слой состоит из смеси  $\alpha$ -мартенсита и небольшого количества остаточного аустенита. Следы оксидов на поверхности образца выявлены не были, что связано с выполнением термической обработки в вакууме. Присутствие дублетов  $\alpha$ -мартенсита указывает на тетрагональное искажение кубической решетки железа вследствие пересыщения твердого раствора углеродом. На рисунке 5.1, б представлена дифракционная картина, зафиксированная после 1000 циклов фрикционного взаимодействия контактной пары. Главное отличие между картинками заключается в формировании оксидов железа различного типа, что будет обсуждаться в дальнейшем тексте.

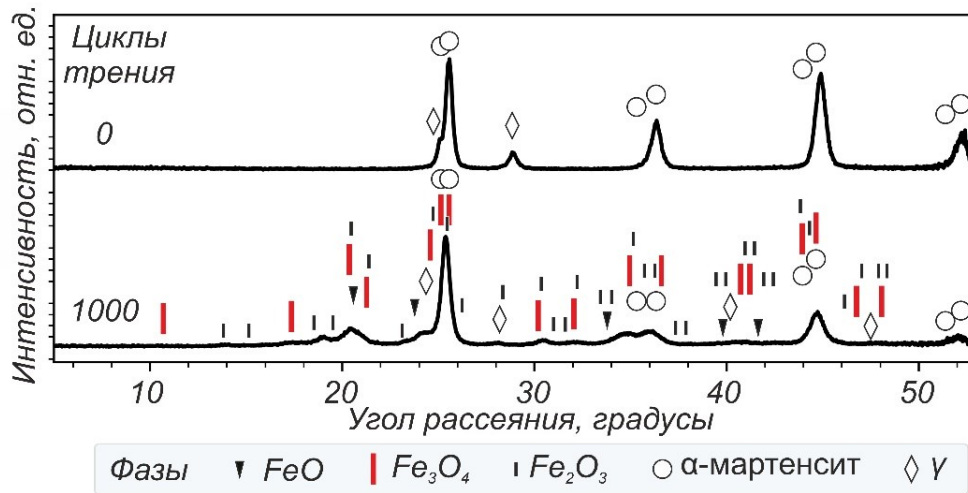


Рисунок 5.1 – Дифракционные картины, полученные от рабочей поверхности стального образца, в исходном состоянии и после 1000 циклов фрикционного взаимодействия

На рисунке 5.2 представлена карта изменения дифрактограмм стали 40Х в результате фрикционного воздействия. Из карты следует, что мартенсит был преобладающей фазой на протяжении всего испытания. После 400 циклов нагружения на поверхности трения также наблюдается значительное количество оксидов железа. Однако, в соответствии с результатами сканирования поверхности, показанными на рисунке 5.3, формирование оксидов железа началось существенно раньше. Карты на рисунке 5.3 отражают суммарную интенсивность в диапазоне углов от 15 до 22 градусов. Согласно результатам фазового анализа указанный диапазон не содержит рефлексов аустенита и мартенсита и может содержать только дифракционные максимумы оксидов железа. По сравнению с исходным состоянием (рисунок 5.3, а) интенсивность пиков оксидов после 5 и 30 циклов нагружения изменяется незначительно (рисунок 5.3, б, в). 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.

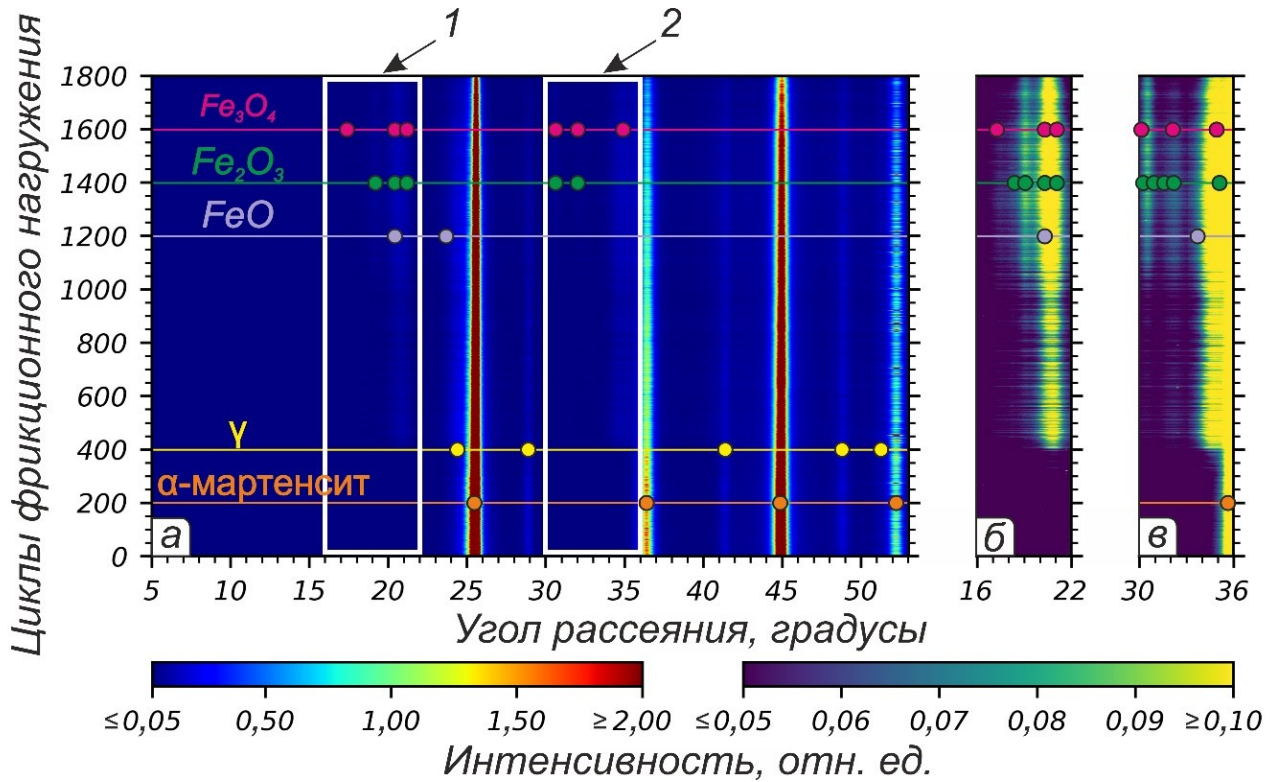


Рисунок 5.2 – Изменение дифракционных картин закаленной стали в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения. Области 1 и 2 содержащие дифракционные максимумы оксидов железа показаны на (б) и (в)

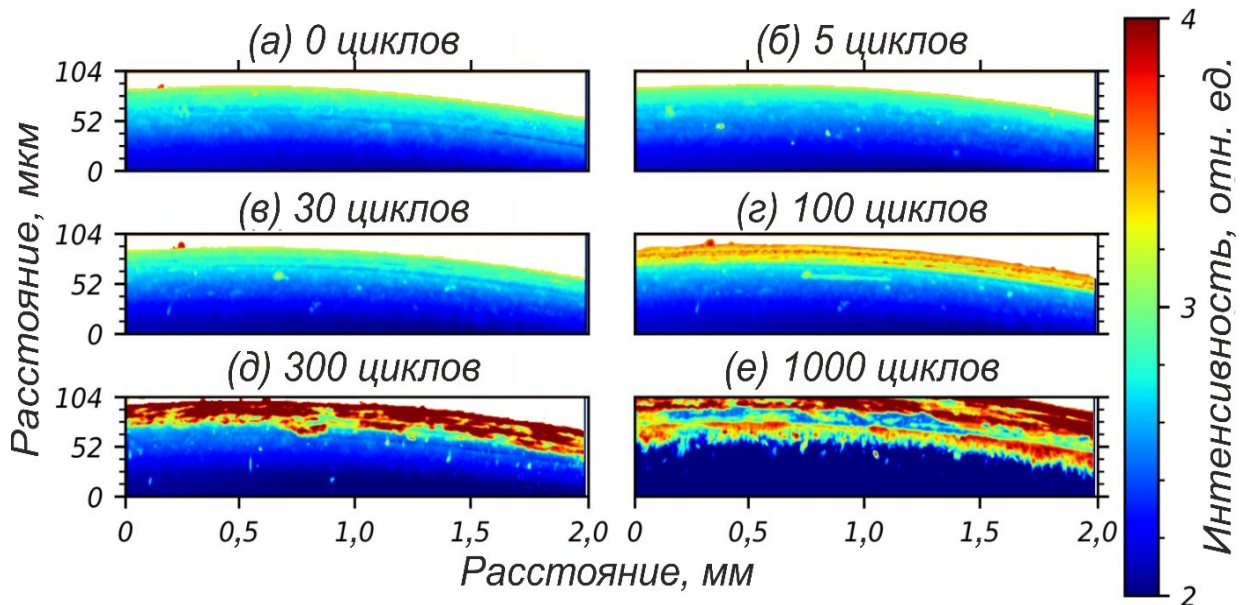


Рисунок 5.3 – Распределение интенсивности дифракционных максимумов оксидов железа по поверхности трения

Можно отметить, что оксиды железа на поверхности трения распределены неравномерно после 300 и 1000 циклов нагружения (рисунок 5.3, д, е). Такой эффект, вероятно, связан с частичным разрушением оксидного слоя. Разрушение обусловлено достижением критической толщины слоя, вследствие чего в нем происходит зарождение и распространение трещин. Разрушение оксидного слоя может приводить к формированию частиц износа, которые могут принимать участие в процессе фрикционного взаимодействия контактной пары. Так, например, на рисунке 5.4 частица оксида железа, перемещаясь, оставляет за собой след, напоминающий бороздку трения, в которой также наблюдается повышенное содержание оксидов железа. В соответствии с рисунком 5.2 дифракционные максимумы оксидов железа резко пропадают после 1650 циклов фрикционного нагружения, что, вероятно, связано с расслоением деформированного слоя.

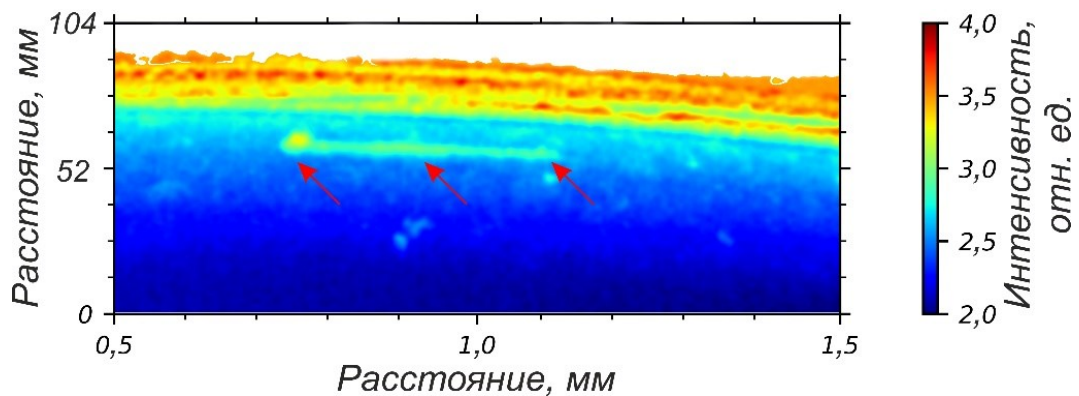


Рисунок 5.4 – Увеличенное изображение, представленное на рисунке 5.3, г.  
Стрелки указывают на частицу износа и бороздку трения

Стоит отметить, что образование оксидного слоя, характеризующееся повышением интенсивности оксидов железа ( $I$ ), хорошо согласуется с объемом изношенного материала ( $V$ ). Рисунок 5.5 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.



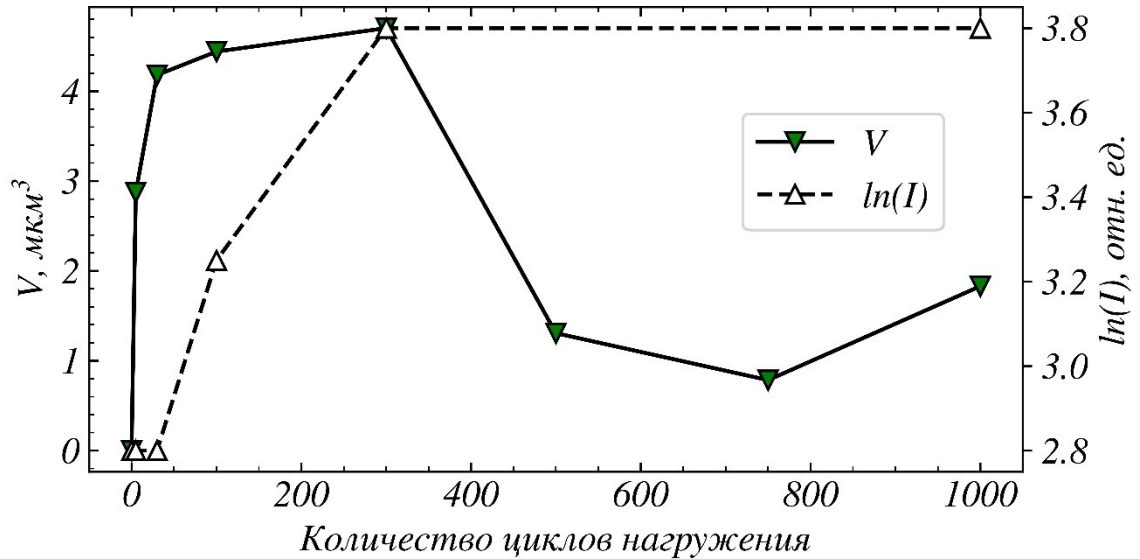


Рисунок 5.5 – Изменение объема изношенного материала и интенсивности оксидов железа в результате фрикционного нагружения

## 5.2 Изменение формы дифракционных профилей в результате трения

На рисунке 5.6 показаны графики изменения полуширины дифракционных максимумов (200) и (211)  $\alpha'$ -мартенсита в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения. Несмотря на очевидный прирост значения полуширины, можно отметить, что его градиент весьма мал. Такой эффект, по всей видимости, обусловлен действием нескольких факторов. Во-первых, благодаря

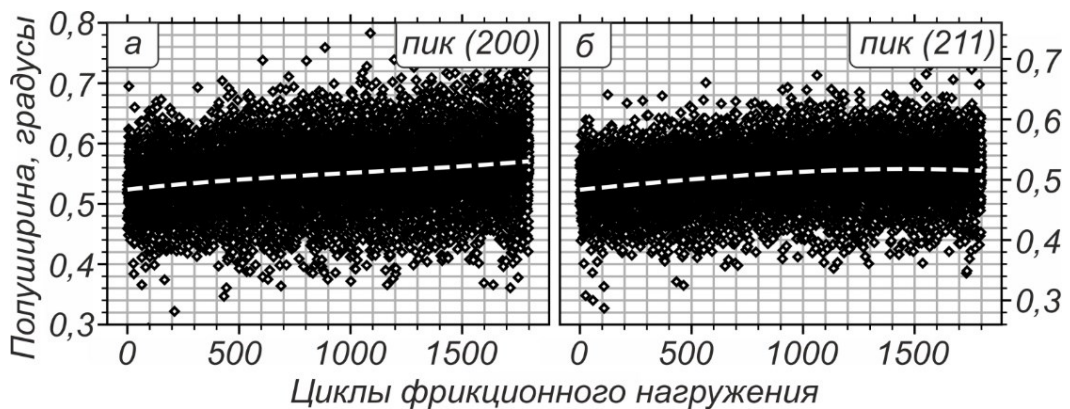


Рисунок 5.6 – Изменение полуширины дифракционных максимумов  $\alpha'$ -мартенсита. Штриховая линия указывает тенденцию изменения полуширины

высокой твердости, прочности, износостойкости и хрупкости мартенсит не склонен к накоплению дефектов. Во-вторых, закаленная (мартенситная) структура рассматриваемой стали обладает и без того высокой плотностью дефектов кристаллической решетки еще до начала фрикционного воздействия. Кроме того, изменение размеров ОКР в упрочненной стали, вероятно, ограничено толщиной двойников, которые содержатся в кристаллах мартенсита. Их толщина может составлять десятки нанометров еще до начала фрикционного нагружения [255].

Анализ формы профилей пиков  $\alpha'$ -мартенсита показал, что изменение полуширины происходит немонотонно. Исходя из графиков, представленных на рисунке 5.6, в процессе трения можно выделить два этапа. Первый из них характеризуется большей скоростью прироста полуширины и продолжается приблизительно до 900 циклов фрикционного нагружения. Активное накопление дефектов кристаллической решетки, вероятно, связано с адгезионными процессами, измельчением зеренной структуры, аккумуляцией дислокаций и формированием дефектов упаковки. На втором этапе градиент изменения полуширины снижается, что обусловлено достижением предельного дефектного состояния в материале вследствие сопоставимых скоростей аккумуляции и аннигиляции дефектов. Другим фактором, способствующим снижению скорости накопления дефектов, является образование оксидной пленки, которая препятствует адгезионному взаимодействию и схватыванию контактной пары.

### **5.3 Результаты сканирования поверхности трения**

На рисунке 5.7 представлены результаты точечного сканирования поверхности трения, отражающие распределение полуширины пика (211) мартенсита. Особый интерес представляют изображения, соответствующие 5 и 30 циклам фрикционного нагружения. Повышенное внимание к этим этапам трения обусловлено некоторым снижением полуширины профилей относительно исходного состояния (рисунок 5.7, а). Наблюдаемый эффект является

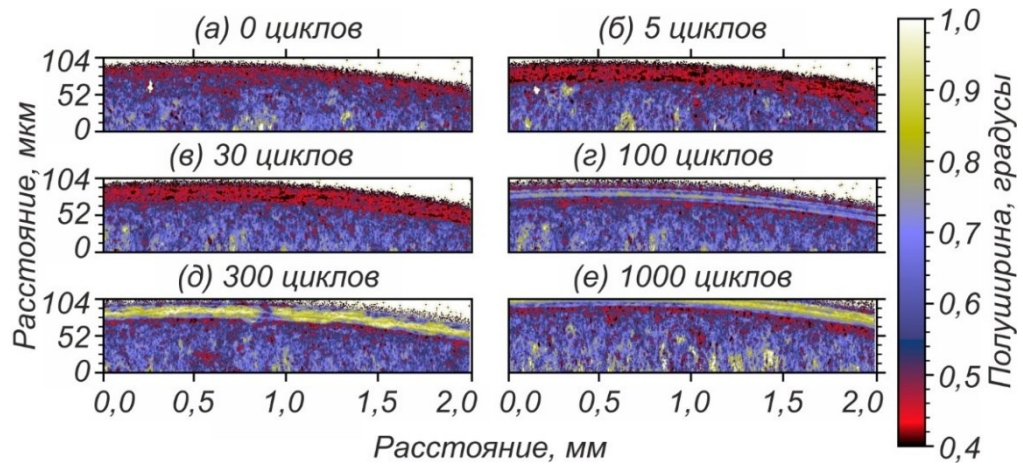


Рисунок 5.7 – Карты распределения полуширины пиков (211)  $\alpha'$ -мартенсита по поверхности образца на различных этапах трения

неожиданным, поскольку в предыдущих исследованиях, направленных на анализ фрикционного нагружения низкоуглеродистой стали [198], алюминиевого сплава Д16 [197] и титанового сплава ВТ6 [195] уширение дифракционных пиков фиксировалось с первых циклов взаимодействия контактной пары. По всей видимости, отмеченный эффект связан с особенностями адаптации метастабильной микроструктуры к относительно слабому внешнему механическому воздействию и обусловлен несколькими факторами. Во-первых, пластическое течение поверхностного слоя металлических сплавов, как правило, приводит к зарождению и перемещению дислокаций, тем самым обеспечивая рассеивание энергии трения [8, 252]. В то же время циклическое нагружение может способствовать процессу деформационного старения сплава, в ходе которого происходит скопление примесных атомов у дислокаций [31, 146]. В случае стали, атомы углерода способны объединяться вокруг дислокаций в атмосферы, способствуя закреплению дислокаций и обеспечивая эффективное деформационное упрочнение [1, 31, 146, 253]. Во-вторых, для сплавов с ограниченной пластичностью, что характерно для закаленной стали, преимущественно состоящей из мартенсита, релаксация напряжений может происходить за счет других механизмов, ведущих к снижению свободной энергии, например, путем деформационно-индуцированного  $\gamma$ - $\alpha'$  превращения в локальных микрообъемах. Таким образом, сочетание указанных факторов могло привести к сужению профилей дифракционных максимумов.

Следует отметить, что в соответствии с литературными сведениями [71, 153, 159], фрикционное взаимодействие материалов может привести к распаду твердых растворов тем самым обеспечивая релаксацию структурных напряжений.

С целью выявления причин эффекта снижения полуширины дифракционных максимумов проводилась оценка влияния фрикционного воздействия на перераспределение углерода в  $\alpha$ -мартенсите на основании изменения степени его тетрагональности, т.е. отношения параметров решетки  $c/a$ . Результаты расчетов приведены на рисунке 5.8. Из графика следует, 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 воздействия) на сталь 40X способствует выходу на плато отношения  $c/a$ . Другими словами, график свидетельствует о том, что фрикционное нагружение поверхностного слоя стали 40X оказывает влияние на отношение параметров решетки  $\alpha$ -мартенсита, что может быть обусловлено перераспределением углерода в матрице. В частности, 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.

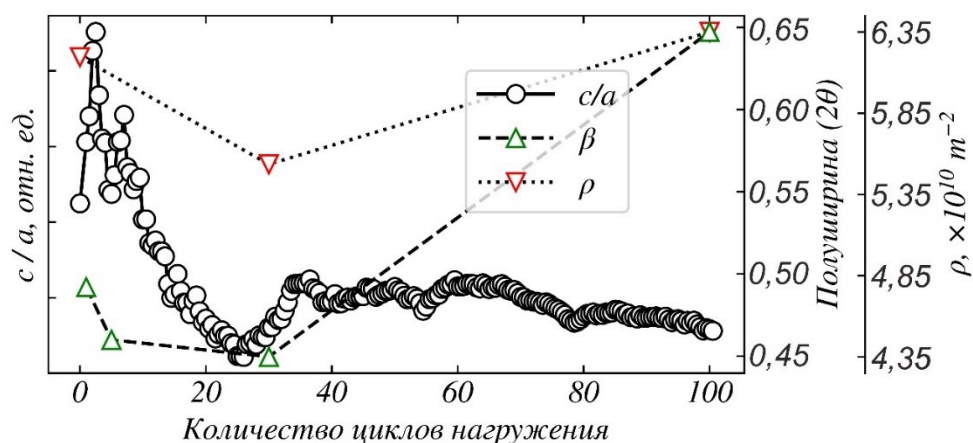


Рисунок 5.8 – Изменение степени тетрагональности  $\alpha$ -мартенсита, полуширины ( $\beta$ ) рефлекса (211) $\alpha$  и плотности дислокаций  $\rho$  в результате фрикционного нагружения на закаленную сталь 40X

Явление снижения степени тетрагональности, вероятно, 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) [258], а также деформационно-индуцированным выделениям наноразмерных карбидов железа, которые не могут быть зафиксированы при заданных режимах дифракционного эксперимента.

Известно, что в ходе перераспределения атомов внедрения в твердом растворе, насыщенном дефектами кристаллической структуры, может происходить взаимодействие упругих полей напряжений дислокаций и примесных атомов [251]. Такое явление типично для мартенсита, характеризующегося высокой плотностью дислокаций и концентрацией углерода. Можно ожидать, что углерод, перераспределяясь в матричной фазе (например, перемещаясь в октаэдрические поры) в результате фрикционного нагружения в течение нескольких первых циклов, образует области повышенной концентрации вокруг дислокаций – атмосферы Коттрелла. Такие образования замедляют передвижение дислокаций и даже могут способствовать деформационному старению сплава [31, 147]. Таким образом, материал может становиться более устойчивым к фрикционному нагружению. Из рисунка 5.8 следует, что относительно исходного состояния плотность дислокаций в мартенсите снижается в результате 30 циклов фрикционного воздействия после начала испытания, что, по нашему мнению, может являться следствием действия нескольких факторов, а именно:

- 1 аннигиляция разноименных дислокаций леса за счет активации их скольжения в результате фрикционного воздействия;
- 2 аннигиляция дислокаций путем переползания, вызванного высокой концентрацией точечных дефектов и, вероятно, нагревом при трении;
- 3 закрепление дислокаций примесными атмосферами, препятствующее скольжению и размножению дислокаций.

Низкая скорость аккумуляции дефектов в кристаллической решетке мартенсита, по всей видимости, также обусловлена формированием на трущейся

поверхности оксидов железа различной стехиометрии ( $FeO$ ,  $Fe_2O_3$ ,  $Fe_3O_4$ ), препятствующих протеканию адгезионных процессов и способствующих переходу к «мягкому износу» [1], т.е. к установлению режима нормального изнашивания. Это подтверждается как результатами дифракционного анализа, так и оценкой потери объема материала в ходе фрикционного нагружения (рисунок 5.5). График свидетельствует о высокой интенсивности изнашивания до 30 циклов фрикционного воздействия, при этом интенсивность дифракционных максимумов оксидов железа ( $I$ ) находится на уровне фона. Изменения образца на данном этапе схематически представлено на рисунок 5.9, а. В промежутке от 30 до 300 циклов фрикционного нагружения интенсивность изнашивания существенно снижается, что, как отмечалось выше, связано с образованием оксидов на рабочей поверхности стали. Изменения образца на данном этапе схематически представлено на рисунок 5.9, б. Неожиданный эффект был зафиксирован после 300 циклов циклического нагружения, который заключается в снижении объема изношенного материала, т.е. диаметр образца фактически «восстанавливается». Полагаем, что такой эффект может быть обусловлен несколькими факторами, а именно:

1. формированием оксидной пленки, обладающей меньшей плотностью относительно матрицы, на рабочей поверхности стального образца;
2. разрушением и переносом оксидной пленки по поверхности образца (рисунок 5.9, в).

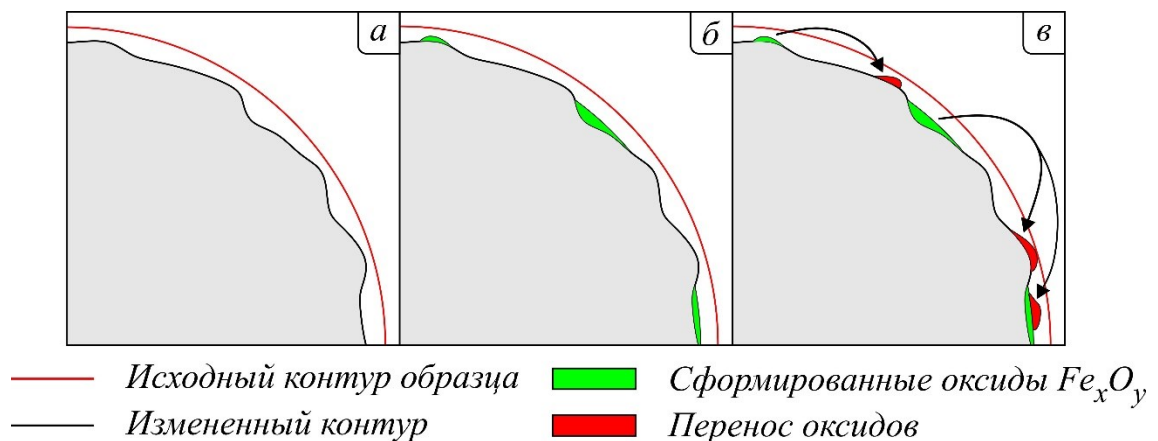


Рисунок 5.9 – Схематические этапы изнашивания поверхности стали 40X

Дальнейшее фрикционное нагружение (после 30 циклов трения) сопровождается как ростом полуширины дифракционных максимумов, так и плотности дислокаций. Можно предположить, что это связано с размытием атмосфер примесных атомов в результате циклического воздействия на образец, вызвавшего накопление упругих деформаций в материале. Кроме того, этому может способствовать нагрев, обусловленный работой трения. Отрыв атмосфер от дислокаций способствует свободному перемещению и взаимодействию последних, в результате чего может происходить зарождение новых линейных дефектов.

Увеличение полуширины было зафиксировано после 100 циклов фрикционного нагружения (рисунок 5.7, г). Это свидетельствует о том, что адаптация структуры, возможная на ранних этапах трения, становится затруднительной и эффект от накопления напряжений и измельчения ОКР существенно возрастает [43, 200, 254]. После 300 циклов взаимодействия контактной пары уширение дифракционных максимумов проявляется в еще большей степени. Несмотря на это в дорожке трения все еще наблюдаются участки, для которых характерны низкие значения полуширины. Это может быть связано как с формированием оксидной пленки, так и с локальным разрушением поверхностного слоя. В первом случае, оксиды железа могут препятствовать адгезионному схватыванию контртела и металлической поверхности стального образца, обеспечивая низкий коэффициент трения и снижая локальные деформации, а во втором происходит отслоение деформированных микрообъемов, что приводит к обнажению нижележащих недеформированных участков стали [25, 81].

Анализируя дальнейшее взаимодействие пары трения (рисунок 5.7, е), можно отметить, что существенной разницы в распределении полуширины не происходит (рисунок 5.7, д). Полученные данные согласуются с *operando* наблюдениями за изменением полуширины (рисунок 5.6) и подтверждают достижение предельной концентрации дефектов в поверхностном слое стального образца.

### 5.4 Металлографический анализ стали 40Х

После завершения эксперимента с использованием дифракции синхротронного излучения подвергнутый фрикционному воздействию образец исследовался с применением металлографического анализа. Структура образца в продольном сечении представлена на рисунке 5.10. Фрикционное воздействие привело к пластической деформации, вследствие которой произошли повороты кристаллов мартенсита и их вытягивание параллельно поверхности трения. Для рабочей поверхности стального образца характерны повреждения, отраженные на рисунках 5.10, б-г. Среди них формирование трещин и расслоение деформированного слоя, а также выкрашивание материала. Согласно теории деламинационного износа формирование трещин происходит за счет активного роста плотности дислокаций, скопление которых может приводить к формированию полостей. Циклическое фрикционное взаимодействие способствует слиянию этих полостей, и когда их размер достигает критических значений, происходит отделение материала как, например, показано на рисунке 5.10, б-г, и указано стрелкой 1 на рисунке 5.11 [3, 4].

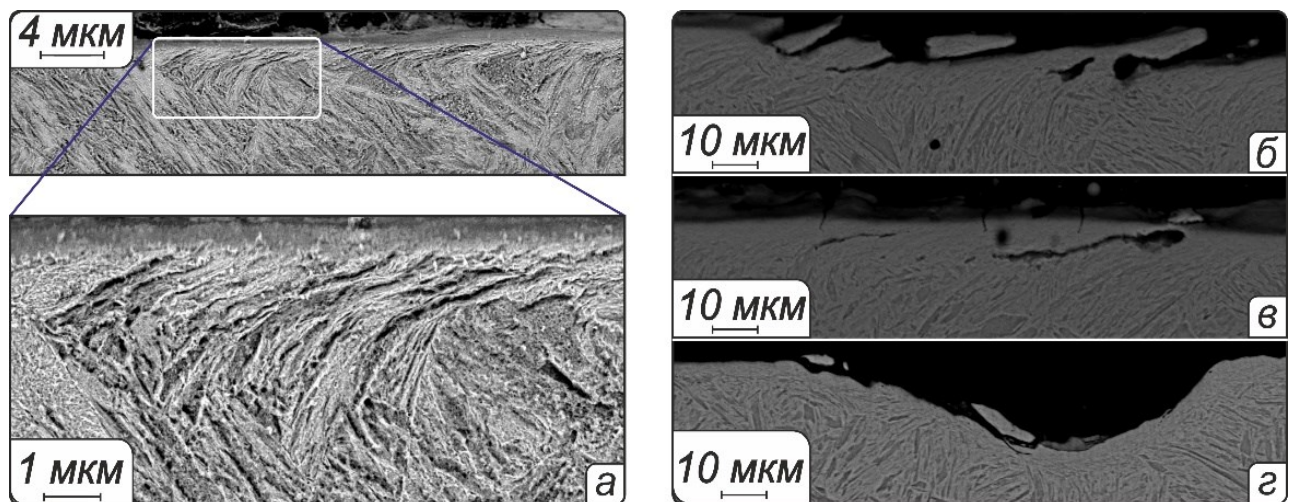


Рисунок 5.10 – Микроструктура стального образца в продольном сечении в результате 4000 циклов фрикционного нагружения



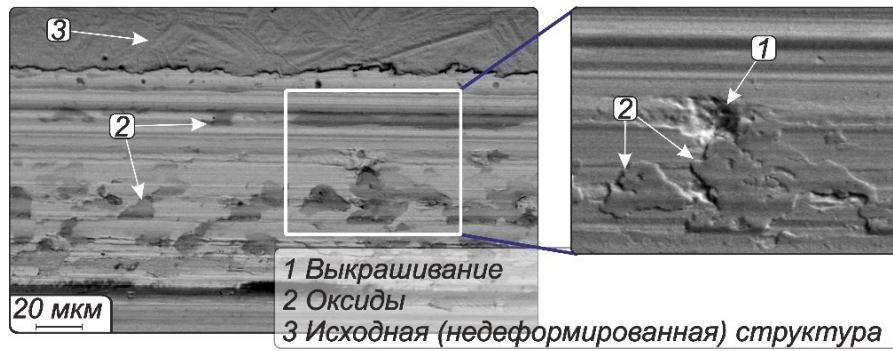


Рисунок 5.11 – Рабочая поверхность образца после завершения испытания

Особенностью фрикционного взаимодействия пары «ВК20 – сталь 40Х» является формирование механически-перемешанного (или намазанного) слоя, структура и состав которого могут определяться не только материалами контактной пары, но и влиянием окружающей среды [2]. Данный слой представлен на рисунке 5.12, он хорошо различим как при анализе поверхности трения (рисунок 5.12, а) так и при изучении продольного сечения образца (рисунок 5.12, б). На рисунке 5.12, б механически-перемешанный слой отделен от деформированного материала четкой границей, его толщина составляет приблизительно 500 нм, а его структура не различима при использовании метода РЭМ.

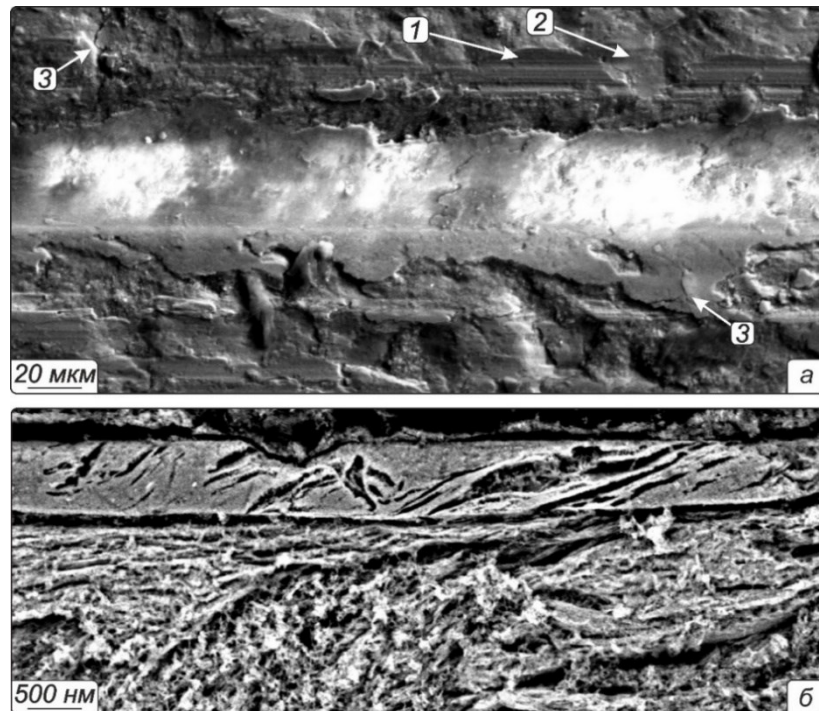


Рисунок 5.12 – Механически-перемешанный слой (а) на поверхности трения; (б) в продольном сечении. 1– бороздки; 2 – следы выкрашивания; 3 – микротрещины

Строение поверхности свидетельствует о протекании адгезионных и деляминационных процессов. Первые подтверждаются присутствием вырывов материала и бороздок трения, а вторые – множественными микротрещинами и следами, характерными для выкрашивания материала. Совокупность указанных факторов, а также формирование частиц износа, попадающих в зону контакта, способствуют деформационно-индуцированной активации трущейся поверхности [259]. Вследствие этого на поверхности трения стального образца возможно образование оксидов железа. Результат химического взаимодействия образца с атмосферой наблюдается в виде окисленных областей намазанного слоя (рисунок 5.11).

При анализе поверхности трения были обнаружены продукты износа принадлежащие контртелу изготовленному из сплава ВК20 (рисунок 5.13). Повреждение твердосплавного штифта может быть вызвано несколькими факторами. Во-первых, относительно высокая твердость закаленной стали может способствовать истиранию контртела. Во-вторых, согласно литературе [4, 25], совокупность таких процессов как пластическая деформация, деформационно-индуцированные мартенситные превращения, измельчение структуры и

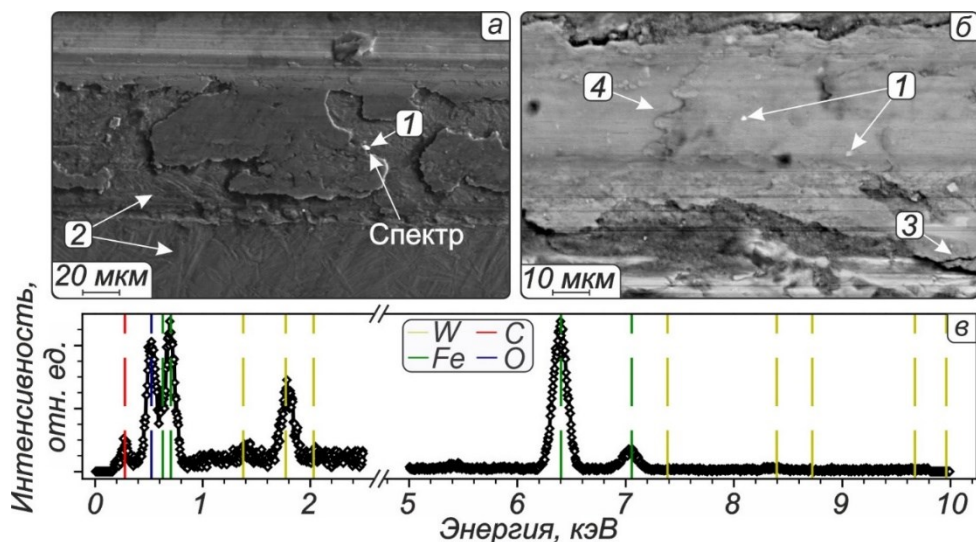


Рисунок 5.13 – (а, б) поверхность трения диска, содержащая продукты износа контртела; (в) результаты МРСА продукта износа. 1 – частицы контртела; 2 – исходная (недеформированная) мартенситная структура; 3 – трещина; 4 – наслоение материала

поверхностное окисление в сочетании с механическим перемешиванием приводят к образованию слоя достаточно прочного, чтобы привести к истиранию контртела. Наличие продуктов изнашивания контртела в области контакта могло привести к образованию бороздок трения путем «вспахивания» или микрорезания (рисунок 5.11 и рисунок 5.12).

### Выводы по главе 5

1. Изменение формы пиков  $\alpha$  /  $\alpha'$ -мартенсита в процессе триботехнических испытаний в условиях трения скольжения носит сложный характер. На первом этапе эксперимента (до  $\sim 30$  циклов) происходит снижение полуширины профилей мартенсита. Дальнейшее увеличение количества циклов фрикционного воздействия сопровождается уширением дифракционных максимумов.

2. Снижение полуширины профилей мартенсита на начальных этапах испытаний, зафиксированное при сканировании поверхности трения пучком синхротронного излучения, связано с релаксацией структурных напряжений за счет перераспределения углерода в твердом растворе. На структуру, возникающую в процессе трения, влияние оказывает также деформационно-индуцированное  $\gamma \rightarrow \alpha'$  превращение, реализация которого представляет один из механизмов релаксации механических напряжений.

3. Рост числа дефектов кристаллического строения и количества повреждений на поверхности трения, обусловленный большими пластическими деформациями, приводит к механической активации материала. Повышение его реакционной способности ускоряет процессы адсорбции кислорода из окружающей среды и образования оксидов железа, препятствующих адгезионному взаимодействию элементов контактной пары.

4. Фрикционное взаимодействие элементов пары трения «сталь 40Х – твердый сплав ВК20» приводит к формированию в стальном образце механически-перемешанного слоя толщиной до 500 нм. Поверхностный слой, деформированный контртелом, состоит из основного материала, продуктов износа и оксидов железа, возникших в результате адсорбции кислорода из окружающей среды.

## ГЛАВА 6 АПРОБАЦИЯ РЕЗУЛЬТАТОВ ИССЛЕДОВАНИЙ

### 6.1 Экспериментальная установка для проведения *operando* исследований материалов триботехнического назначения с использованием синхротронной микродифрактометрии

В ходе выполнения диссертационной работы была спроектирована и изготовлена машина трения, предназначенная для проведения *operando* исследований структуры материалов с использованием метода синхротронной дифрактометрии (Приложение А). 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*» (Приложение Б). Далее представлено описание разработанной установки.

#### 6.1.1 Описание машины трения

Развитие идеи об *in situ* или *operando* анализе эволюции структуры материалов в условиях трения вызвало необходимость разработки новой машины трения, соответствующей следующим критериям.

1. Машины трения, предназначенные для комбинации циклического нагружения и использования синхротронного излучения с целью исследования структурных изменений в поверхностном слое материала, должны обеспечивать надежный контакт пары трения в широком диапазоне нагрузок и скоростей скольжения, а также позиционирование пучка рентгеновского излучения.

2. Конструкция оборудования должна также обеспечивать простой способ регистрации дифракционных картин. Требование связано с вероятностью частичного или полного поглощения дифрагированного излучения элементами контактной пары или деталями самой машины трения.

3. Габариты и вес оборудования должны быть подходящими для установки на прецизионных координатных столах, имеющих на экспериментальной станции синхротронного излучения.

Руководствуясь вышесказанным, на кафедре материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета была спроектирована установка, модель которой показана на рисунке 6.1. При подготовке к триботехническому эксперименту дискообразный образец центрируется на шпинделе установки с помощью разжимной цанги и фиксируется болтами. Шпиндель приводится в движение за счёт сервопривода через ремённую передачу, что обеспечивает высокий крутящий момент и скорость вращения образца в диапазоне от 0,6 до 300 об/мин. Перечисленные элементы установки жёстко фиксируются в корпусе, который способен перемещаться по рельсовым направляющим с использованием линейных подшипников качения повышенной точности. Образец прижимается к контртелу с использованием рычажного механизма с передаточным отношением 5. Перед началом испытания машина

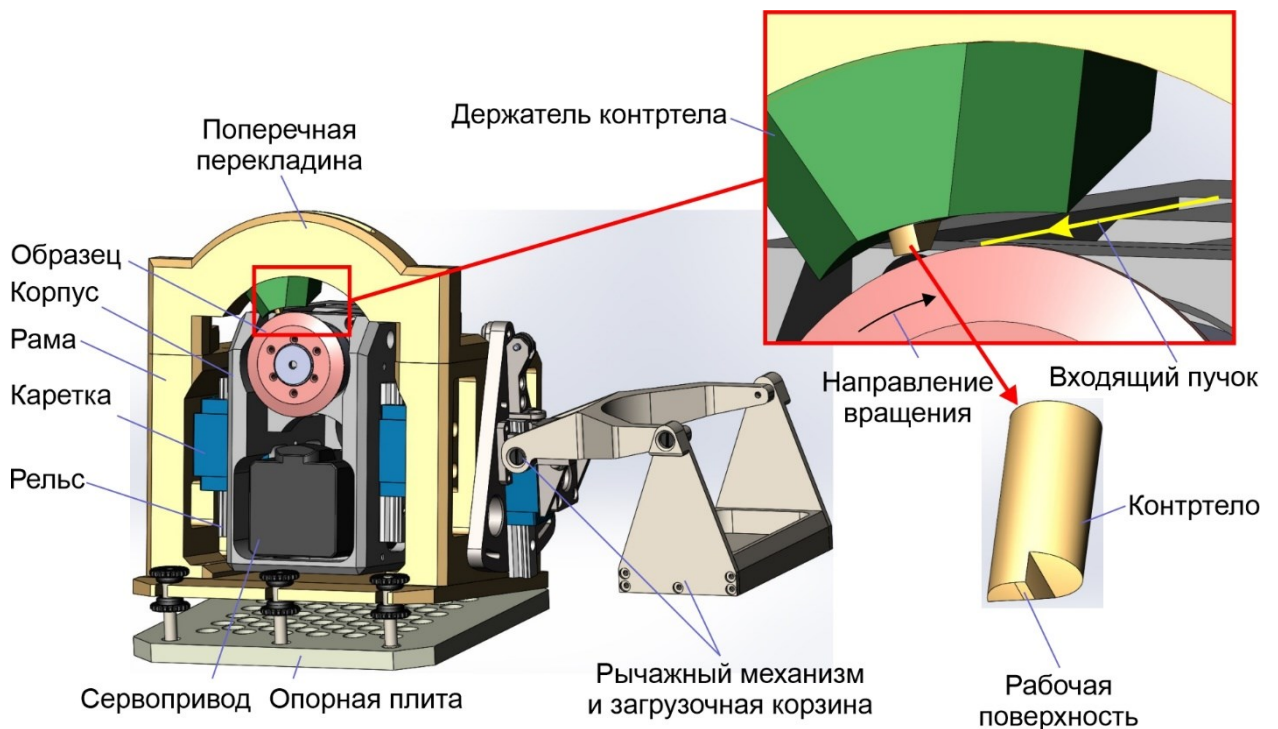


Рисунок 6.1 – Модель машины трения, позволяющая изучать процесс изменения микроструктуры с использованием дифракции синхротронного излучения

трения позиционируется таким образом, чтобы место падения пучка синхротронного излучения находилось в середине его рабочей поверхности. В процессе трения диаметр образца может уменьшаться вследствие его изнашивания. Предложенная конструкция установки позволяет учесть этот эффект и избежать «ухода» пучка синхротронного излучения с поверхности трения. Компенсация положения пучка синхротронного излучения на рабочей поверхности образца происходит за счет непрерывного воздействия усилия, создаваемого рычажным механизмом на корпус установки, благодаря чему образец прижимается к контртелу.

Как правило, в качестве контртела используются твёрдые материалы, износ которых в ходе эксперимента незначителен. Принимая это во внимание, можно допустить, что контртело практически не меняет своих размеров, а место падения луча в течение триботехнического испытания остаётся неизменным. В рамках выполнения диссертации контртело изготавливалось из сплава ВК20. Ширина рабочей поверхности контртела составляла 1 мм, а его геометрия представлена на рисунке 2.3, а.

Разработанная установка обеспечивает нагрузку на образец до 500 Н. Таким образом, принимая во внимание геометрию образца и индентора, максимальное давление в зоне трения может достигать 500 МПа. Несмотря на то, что в данной работе установка использовалась для исследования процесса сухого трения скольжения, следует отметить, что её конструкция также позволяет проводить испытания в присутствии разнообразных смазочно-охлаждающих жидкостей.

## **6.2 Применение результатов работы в разработке программ для ЭВМ**

При выполнении диссертационных исследований разработаны компьютерные программы, функциональные возможности которых представлены ниже.

1. Потокое азимутальное интегрирование  $2D$  дифракционных картин с использованием файла с расширением «\*.poni» (англ. «*point of normal incidence*»).

Компьютерный алгоритм разработан на языке *Python* и внесен в Реестр программ для ЭВМ № 2021680802 от 08.11.2022 г.

2. Быстрый анализ положений дифракционных максимумов при различных энергиях рентгеновского излучения с использованием файла с расширением «\*.xml», экспортированного из международной базы данных «*The International Centre for Diffraction Data of the Powder Diffraction File*» (*ICDD PDF*). Функциональные возможности программы также позволяют проверить соответствие теоретической и экспериментальной дифракционных картин. Программа разработана на языке *Python* и внесена в Реестр программ для ЭВМ № 2021667896 от 08.11.2022 г.

3. Оценка времени и скорости охлаждения сварных швов на основании результатов моделирования, полученных в среде *Ansys Autodyn*. Функциональные возможности программы позволяют получать количественные данные о состоянии сварных швов при охлаждении материалов до заданной температуры, а также о распределении температур при других условиях воздействия на материалы, в том числе в процессах трения и детонационного нанесения покрытий. Программа разработана на языке *Python* и внесена в Реестр программ для ЭВМ № 2021667897 от 08.11.2021.

Программы могут использоваться в образовательных и научных организациях, занимающихся исследованиями в области физического материаловедения, кристаллографии, рентгеноструктурного анализа. Акты передачи результатов научно-исследовательской работы и свидетельства о государственной регистрации программ для ЭВМ приведены в приложении В.

### **6.3 Применение результатов при разработке исследовательских станций для ЦКП «СКИФ»**

При выполнении диссертационной работы выполнен комплекс исследований, подтверждающий высокую эффективность использования

синхротронного излучения для анализа структурно-фазовых преобразований в металлических материалах в процессах фрикционного нагружения. Для анализа структурно-фазовых изменений были разработаны программы для расчетов параметров микроструктуры, формируемой в процессе трения и визуализации результатов исследований. Предложенные методы и подходы вошли в концептуальный проект научной станции Новосибирского государственного технического университета в Центре коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»). Акт передачи результатов научно-исследовательской работы приведен в приложении Г.

#### **6.4 Применение результатов работы в учебном процессе**

Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе на механико-технологическом факультете Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистров, обучающихся по направлениям «Материаловедение и технологии материалов» и «Наноинженерия». Результаты проведенных исследований используются в лекционных курсах, а также при выполнении практических и лабораторных работ по дисциплинам «Физические методы исследования материалов», «Методы структурного анализа материалов» и «Применение дифракции синхротронного излучения в материаловедении».

В учебных курсах студентам демонстрируются подходы (в том числе *in situ* и *operando*) к анализу структурно-фазовых преобразований с использованием синхротронного излучения, а также представляются дифракционные модели для анализа изменения параметров микроструктуры (например, размеров ОКР, плотности дислокаций и т.д.) в результате внешнего воздействия на объект исследования. Акт внедрения результатов диссертационной работы в учебный процесс приведен в приложении Д.



## Выводы по главе 6

1. При выполнении диссертационной работы изготовлена машина трения, особенности конструкции которой обеспечивают возможность *operando*-контроля структурно-фазовых преобразований в материалах. Установка передана в Европейский центр синхротронного излучения (г. Гренобль, Франция) для выполнения научно-исследовательских работ на станции ID13 «*Microfocus*».

2. В рамках выполнения диссертационного исследования с использованием языка программирования *Python* разработаны программы для азимутального интегрирования двумерных дифракционных картин и анализа положений дифракционных максимумов при различных энергиях рентгеновского излучения. Программы внесены в Реестр программ для ЭВМ (свидетельства № 2021680802 и № 2021667896).

3. *Operando*-подход контроля структурно-фазовых преобразований и разработанные программы вошли в концептуальный проект научно-образовательной станции «Материя» строящегося ЦКП «СКИФ»

4. Результаты диссертационного исследования используются в учебном процессе в Новосибирском государственном техническом университете в курсах «Физические методы исследования материалов», «Методы структурного анализа материалов» и «Применение дифракции синхротронного излучения в материаловедении» при выполнении бакалаврских, магистерских и аспирантских работ в области материаловедения.

## 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  $\varepsilon$ -мартенсит, преобразующийся в дальнейшем в  $\alpha'$ -фазу. Образование  $\varepsilon$ -мартенсита коррелирует со склонностью к образованию дефектов упаковки в аустените. После 45 циклов трения рефлексов  $\gamma$ - и  $\varepsilon$ -фаз на дифракционных картинах не обнаружено. В пределах механически перемешанного слоя зафиксировано присутствие лишь  $\alpha'$ -фазы. Превращение  $\gamma \rightarrow \varepsilon$ , 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 40X. 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 40X 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 «Мегасайенс» 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 ЛИТЕРАТУРЫ

1. *Lim, S.C. Overview no. 55 Wear-Mechanism Maps / S.C. Lim, M.F. Ashby // Acta Metallurgica. – 1987. – Vol. 35, iss. 1. – P. 1-24.*
2. *Rigney, D.A. Sliding Wear of Metals / D.A. Rigney // Annual Review of Materials Science. – 1988. – Vol. 18, iss. 1. – P. 141-163.*
3. *Wear processes in sliding systems / D.A. Rigney, L.H. Chen, M.G.S. Naylor, A.R. Rosenfield // Wear. – 1984. – Vol. 100, iss. 1-3. – P. 195-219.*
4. *Suh, N.P. The delamination theory of wear / N.P. Suh // Wear. – 1973. – Vol. 25, iss. 1. – P. 111-124.*
5. *Chen, L.H. Transfer during unlubricated sliding wear of selected metal systems / L.H. Chen, D.A. Rigney // Wear. – 1985. – Vol. 105, iss. 1. – P. 47-61.*
6. Чичинадзе, А.В. Исследование структуры фрикционных материалов при трении / И.В. Крагельский, И.М. Чичинадзе, А.М. Любарский [и др.]. М.: Наука, 1972. – С. 9-29.
7. Крагельский, И.В. Исследование структуры фрикционных материалов при трении / И.В. Крагельский, И.М. Чичинадзе, А.М. Любарский [и др.]. – М.: Наука, 1972. – С. 5-9.
8. Гаркунов, Д.Н. Об атомарном схватывании материалов при трении / Д.Н. Гаркунов, И.В. Крагельский // Доклады АН СССР. – 1957. – Т. 113, № 2. – С. 326 - 328.
9. Гаркунов, Д.Н. Избирательный перенос в узлах трения [Текст]: (Эффект безызносности) / Д.Н. Гаркунов, И.В. Крагельский, А.А. Поляков; под ред. акад. П. А. Ребиндера. – М.: Транспорт, 1969. – 103 с.
10. Коршунов, Л.Г. Структурные аспекты износостойкости сталей мартенситного класса / Л.Г. Коршунов, А.В. Макаров, Н.Л. Черненко // Физика металлов и металловедение. – 1994. – Т. 78, № 4. – С. 128-146.
11. *Dynamic vortex defects in deformed material / S.G. Psakhie, K.P. Zolnikov, A.I. Dmitriev, A.Yu. Smolin. E.V. Shilko // Physical Mesomechanics. – 2014. – Vol. 17, iss. 1. – P. 15-22.*

12. *Panin, V.E. Plasticity and strength of solids / V.E. Panin // Russian Physics Journal. – 1988. – Vol. 41, iss. 1. – P. 1-20.*
13. *Subsurface layer formation during sliding friction / V.E. Panin, A.V. Kolubaev, S.Yu. Tarasov, V.L. Popov // Wear. – 2001. – Vol. 249, iss. 10-11. – P. 860-867.*
14. *Effect of hardening friction treatment with hard-alloy indenter on microstructure, mechanical properties, and deformation and fracture features of constructional steel under static and cyclic tension / A.V. Makarov, R.A. Savrai, N.A. Pozdejeva, S.V. Smirnov, D.I. Vichuzhanin, L.G. Korshunov, I.Yu Malygina // Surface and Coatings Technology. – 2010. – Vol. 205, iss. 3. – P. 841-852.*
15. Трение, изнашивание и смазка. Справочник. В 2-х кн. Кн. 2. / В.В. Алисин, А.Я. Алябьев, А.М. Архаров [и др.]; под ред. И.В. Крагельского и В.В. Алисина. – М.: Машиностроение, 1979. – 358 с.
16. Сухов, С.А. Исследование закономерностей сухого и граничного трения шероховатых поверхностей металлов. В кн.: Трение и износ в машинах, вып. 6. – М.: изд. АН СССР, 1950. – С. 105-124.
17. Дерягин, Б.В. Свойства тонких слоев жидкости и их влияние на взаимодействие твердых поверхностей / Б.В. Дерягин, М.М. Кусаков // Известия АН СССР ОМЭН, серия химическая. – 1936. – Т. 5. – С. 741-753.
18. Ребиндер, П.А. Понижение прочности поверхностного слоя твёрдых тел при адсорбции поверхностно-активных веществ / П.А. Ребиндер, И.А. Калиновская // Журнал технической физики. – 1932. – Т. 2, № 7-8. – С. 726-755.
19. Любарский, И.М. Износ и трение пластмасс / И.М. Любарский, Д.В. Воскобойников, Л. Гольдштейн // Износ и трение металлов и пластмасс: Сб. статей. – М.: Наука, 1964. – с.79-86.
20. Любарский, И.М. Металлофизика трения / И.М. Любарский, Л.С. Палатник. – М.: Металлургия, 1976. – 176 с.
21. Машков, Ю.К. Трибофизика металлов и полимеров: монография / Ю.К. Машков. – Омск: Изд-во ОмГТУ, 2013. – 240 с.
22. Ахматов, А.С. Молекулярная физика граничного трения / А.С. Ахматов. – М.: Физматгиз, 1963. – 472 с.

23. Браун, Э.Д. Основы трибологии (трение, износ, смазка) / Э.Д. Браун, Н.А. Буше, И.А. Буяновский: под ред. А.В. Чичинадзе. – М.: Центр «Наука и техника», 1995. – 778 с.
24. Heilmann, P *An Energy Based Model of Friction and Its Application to Coated Systems* / P. Heilmann, D.A. Rigney // *Wear*. – 1981. – Vol. 72, iss. 2. – P. 195-217.
25. Blau, P.J. *Friction science and technology: From concepts to applications* (2nd ed.). – CRC Press, 2008. – 432 p.
26. *Metallographic techniques for wear test specimens* / T.-M. Ahn, P.J. Blau, K.-L. Hsu, D.A. Rigney, J.D. Schell // *Wear*. – 1979. – Vol. 56, iss. 2. – P. 409-413.
27. Bowden, F.P *The Friction and Lubrication of Solids* / F.P. Bowden, D. Tabor, F. Palmer // *American Journal of Physics*. – 1951. – Vol. 19, iss. 7. – P. 428-429.
28. Amiri, M. *On the Thermodynamics of Friction and Wear – A Review* / M. Amiri, M.M. Khonsari // *Entropy*. – 2010. Vol. 12, iss. 5. – P. 1021-1049.
29. *Sliding wear and transfer* / P. Heilmann, J. Don, T.C. Sun, D.A. Rigney, W.A. Glaeser // *Wear*. – 1983. – Vol. 91, iss. 2. – P. 171-190.
30. Archard, J.F. *An examination of a mild wear process* / J.F. Archard, W. Hirst // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*. – 1957. – Vol. 238, iss. 1215. – P. 515-528.
31. Rigney, D.A. *The roles of hardness in the sliding behavior of materials* / D.A. Rigney // *Wear*. – 1994. – Vol. 175, iss. 1-2. – P. 63-69.
32. *Adhesion transfer in sliding a steel ball against an aluminum alloy* / S.Yu. Tarasov, A.V. Filippov, E.A. Kolubaev, T.A. Kalashnikova // *Tribology International*. – 2017. – Vol. 115. – P. 191-198.
33. Kerridge, M. *The stages in a process of severe metallic wear* / M. Kerridge, J.K. Lancaster // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*. – 1956. – Vol. 236, iss. 1205. – P. 250-264.
34. Venkatesan, S. *Sliding friction and wear of plain carbon steels in air and vacuum* / S. Venkatesan, D.A. Rigney // *Wear*. – 1992. – Vol. 153, iss. 1. – P. 163-178.
35. Easterling, K.E. *Surface energy and adhesion at metal contacts* / K.E. Easterling, A.R. Thölén // *Acta Metallurgica*. – 1972. – Vol. 20, iss. 8. – P. 1001-1008.



36. Трибофизика: учебное пособие / Ю. К. Машков, О. В. Малий. – Омск: Изд-во ОмГТУ, 2015. – 256 с.
37. Rigney, D.A. *Transfer, mixing and associated chemical and mechanical processes during the sliding of ductile* / D.A. Rigney // *Wear*. – 2000. – Vol. 245, iss. 1-2. – P. 1-9.
38. Liao, Y. *In situ single asperity wear at the nanometre scale* / Y. Liao, L. Marks // *International Materials Reviews*. – 2017. – Vol. 62, iss. 2. – P. 99-115.
39. Wang, X. *Sliding behavior of Pb-Sn alloys* / X. Wang // *Wear*. – 1995. – Vol. 181-183. – P. 290-301.
40. *Transition of Mild Wear to Severe Wear in Oxidative Wear of H21 Steel* / S.Q. Wang, M.X. Wei, F. Wang, X. H. Cui, C. Dong // *Tribology Letters*. – 2008. – Vol. 32, iss. 2. – P. 67-72.
41. *Characteristics of oxidative wear and oxidative mildwear* / Q.Y. Zhang, K.M. Chen, L. Wang, X.H. Cui, S.Q. Wang // *Tribology International*. – 2013. – Vol. 61. – P. 214-223.
42. Rainforth, W. *Microstructural evolution at the worn surface: a comparison of metals and ceramics* / W. Rainforth // *Wear*. – 2000. – Vol. 245, iss. 1-2. – P. 162-177.
43. Sun, Y. *Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless steel* / Y. Sun // *Tribology International*. – 2013. – Vol. 57. – P. 67-75.
44. *The effect of temperature on wear and friction of a high strength steel in fretting* / S.R. Pearson, P.H. Shipway, J.O. Abere, R.A.A. Hewitt // *Wear*. – 2013. – Vol. 303, iss. 1-2. – P. 622-631.
45. Dong, Y. *Molecular dynamics simulation of atomic friction: A review and guide* / Y. Dong, Q. Li, A. Martini // *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*. – 2013. – Vol. 31, iss. 3. – P. 030801.
46. Bennett, A.I. *Dynamic In Situ Measurements of Frictional Heating on an Isolated Surface Protrusion* / A.I. Bennett, K.G. Rowe, W. Gregory Sawyer // *Tribology letters*. – 2014. – Vol. 55, iss. 1. – P. 205-210.

47. *Examples of structural evolution during sliding and shear of ductile materials* / D.A. Rigney, X.Y. Fu, J.E. Hammerberg, B.L. Holian, M.L. Falk // *Scripta Materialia*. – 2003. – Vol. 49, iss. 10. – P. 977-983.
48. *Holinski, R. Significance of transfer layers for dry frictional applications. The Third Body Concept Interpretation of Tribological Phenomena* / R. Holinski // *Proceedings of the 22-nd Leeds-Lyon Symposium on Tribology. Lyon, France*. – 1996. – P. 415-420.
49. *Beilby, G. Aggregation and Flow of Solids*. London: McMillan, 1921. 256 p.
50. *Encyclopedia of Tribology* / Ed. by C. Kajdas, S.S.K. Harvey, E. Wilusz. – Elsevier, 1990. – 478 p.
51. *Finch, G.I. The Beilby Layer on Non-Metals* / G.I. Finch // *Nature*. – 1936. – Vol. 138, iss. 3502. – P. 516-519.
52. *Finch, G.I. The Beilby layer* / G.I. Finch, A.G. Quarrell, J.S. Roebuck // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*. – 1934. – Vol. 145, iss. 855. – P. 676-681.
53. *Adam, N.K. The Polishing of Surface* / N.K. Adam // *Nature*. – 1927. – Vol. 119, iss. 2990. – P. 279-280.
54. *Samuels, L.E. Metallographic Polishing by Mechanical Methods: 4-th ed.* / L.E. Samuels. – Ohio: ASM International. – 360 p.
55. *Bowden, F.P. Physical properties of surfaces IV – Polishing, surface flow and the formation of the Beilby layer* / F.P. Bowden, T.P. Hughes // *Proceedings of the Royal Society of London. Series A - Mathematical and Physical Sciences*. – 1937. – Vol. 160, iss. 903. – P. 575-587.
56. *Samuels, L.E. Metallographic Polishing by Mechanical Methods* / L.E. Samuels, ed. by P.H. Bartels // *Transactions of the American Microscopical Society*. – 1981. – Vol. 91, iss. 2. – 248 p.
57. *Turley, D.M. The nature of mechanically polished surfaces of copper* / D.M. Turley, L.E. Samuels // *Metallography*. – 1981. – Vol. 14, iss. 4. – P. 275-294.

58. Doyle, E.D. *Mechanism of metal removal in the polishing and fine grinding of hard metals* / E.D. Doyle, R.L. Aghan // *Metallurgical and Materials Transactions B.* – 1975. – Vol. 6, iss. 1. – P. 143-147.

59. van Dijck, J.A.B. *The direct observation in the transmission electron microscope of the heavily deformed surface layer of a copper pin after dry sliding against a steel ring* / J.A.B. van Dijck // *Wear.* – 1977. – Vol. 42, iss. 1. – P. 109-117.

60. Buckley D.H. *Surface effects in adhesion, friction, wear, and lubrication* / *Tribology Series.* – 1981. – Vol. 5. – P. 630.

61. Everaerts, J. *Nanoscale Depth Profiling of Residual Stresses Due to Fine Surface Finishing* / J. Everaerts, E. Salvati, A.M. Korsunsky // *Advanced Materials Interfaces.* – 2019. – Vol. 6, iss. 21. – P. 1900947.

62. *Structure, Deformation, and Fracture of Hard Coatings During Sliding Friction* / A.V. Kolubaev, A.V. Byeli, I.A. Buyanovskii [et al.] // *Russian Physics Journal.* – 2019. – Vol. 62, iss. 8. – P. 1363-1397.

63. *Formation of a self-lubricating layer by oxidation and solid-state amorphization of nano-lamellar microstructures during dry sliding wear tests* / C. Yin, Y. Liang, Yu. Liang [et al.] // *Acta Materialia.* – 2019. – Vol. 166. – P. 208-220.

64. Fu, X.Y. *Sliding and deformation of metallic glass: Experiments and MD simulations* / X.Y. Fu, D.A. Rigney, M.L. Falk // *Journal of Non-Crystalline Solids.* – 2003. – Vol. 317, iss. 1-2. – P. 206-214.

65. *Surface structure of stainless and Hadfield steel after impact wear* / Yu.N. Petrov, Gavriljuk V.G., H. Berns [et al.] // *Wear.* – 2006. – Vol. 260, iss. 6. – P. 687-691.

66. *In situ study on fracture behaviour of white etching layers formed on rails* / A. Kumar, A. Saxena, C. Kirchlechner [et al.] // *Acta Materialia.* – 2019. – Vol. 180. – P. 60-72.

67. *Investigation of white etching layers on rails by optical microscopy, electron microscopy, X-ray and synchrotron X-ray diffraction* / W. Österle, H. Rooch, A. Pyzalla [et al.] // *Materials Science and Engineering: A.* – 2001. – Vol. 303, iss. 1-2. – P. 150-157.

68. Wang, Y. *Tribo-metallographic behavior of high carbon steels in dry sliding III. Dynamic microstructural changes and wear* / Y. Wang, T. Lei, J. Liu // *Wear*. – 1999. – Vol. 231, iss. 1. – P. 20-37.
69. *Formation of white layers in steels by machining and their characteristics* / S. Akcan, W.S. Shah, S.P. Moylan [et al.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2002. – Vol. 33, iss. 4. – P. 1245-1254.
70. Tarasov, S.Yu. *Effect of friction on subsurface layer microstructure in austenitic and martensitic steels* / S.Yu. Tarasov, A.V. Kolubaev // *Wear*. – 1999. – Vol. 231, iss. 2. – P. 228-234.
71. *Degradation of structure and properties of rail surface layer at long-term operation* / V.E. Gromov, Yu.F. Ivanov, R.S. Qin [et al.] // *Materials Science and Technology*. – 2017. – Vol. 33, iss. 12. – P. 1473-1478.
72. Prasad, B.K. *Abrasion-induced microstructural changes during low stress abrasion of a plain carbon (0,5% C) steel* / B.K. Prasad, S.V Prasad // *Wear*. – 1991. – Vol. 151, iss. 1. – P. 1-12.
73. Bakshi, S. *Three-body abrasive wear of fine pearlite, nanostructured bainite and martensite* / S. Bakshi, P.H. Shipway, H.K.D.H. Bhadeshia // *Wear*. – 2013. – Vol. 308, iss. 1. – P. 46-53.
74. *Microstructural investigation of white etching layer on pearlite steel rail* / H.W. Zhang, S. Ohsaki, S. Mitao, [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2006. – Vol. 421, iss. 1-2. – P. 191-199.
75. Newcomb S.B. *A transmission electron microscopy study of the white-etching layer on a rail head* // S.B. Newcomb, W.M. Stobbs // *Materials Science and Engineering*. – 1984. – Vol. 66, iss. 2. – P. 195-204.
76. *Surface crack formation on rails at grinding induced martensite white etching layers* / C.J. Rasmussen, S. Fæster, S. Dhar, [et al.] // *Wear*. – 2017. – Vol. 384-385. – P. 8-14.
77. *Analysis of white layers formed in hard turning of AISI 52100 steel* / A. Ramesh, S.N. Melkote, L.F. Allard, [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2005. – Vol. 390, iss. 1-2. – P. 88-97.

78. X-ray diffraction investigation of white layer development in hard-turned surfaces / J. Kundrák, Z. Gácsi, K. Gyáni, [et al.] // *International Journal of Advanced Manufacturing Technology*. – 2012. – Vol. 62, iss. 5-8. – P. 457-469.

79. Савченко, Н.Л. Формирование «белого слоя» на поверхности твердого сплава при трении / Н. Л. Савченко, С. Ф. Гньюсов, С. Н. Кульков // *Перспективные материалы*. – 2009. – Т. 4. – С. 71-74.

80. Гаркунов, Д.Н. Виды трения и износа. Эксплуатационные повреждения деталей машин: монография / Д.Н. Гаркунов, П.И. Корник. – М.: Изд-во МСХА, 2003. – 343 с.

81. Rigney, D.A. *The Role of Characterization in Understanding Debris Generation* / D.A. Rigney // *Wear Particles*. – 1992. – Vol. 21. – P. 405-412.

82. Rigney, D.A. *The significance of near surface microstructure in the wear process* / D.A. Rigney, W.A. Glaeser // *Wear*. – 1978. – Vol. 46, iss. 1. – P. 241-250.

83. *Subsurface Dynamic Deformation and Nano-structural Evolution in 40Cr Steel Under Dry Sliding Wear* / S. Liang, P. Zhu, Y. Yang, [et al.] // *Tribology Letters*. – 2019. – Vol. 67, iss. 4. – P. 1-9.

84. *Origin of scuffing in grey cast iron-steel tribo-system* / F. Saeidi, A.A. Taylor, B. Meylan, [et al.] // *Materials and Design*. – 2017. – Vol. 116. – P. 622-630.

85. *Effect of laser quenching and subsequent heat treatment on the structure and wear resistance of a cemented steel 20KhN3A* / A.V. Makarov, L.G. Korshunov, I.Yu. Malygina, [et al.] // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2007. – Vol. 103, iss. 5. – P. 507-518.

86. Ashby, M.F. *Wear-mechanism maps* / M.F. Ashby, S.C. Lim // *Scripta Metallurgica et Materialia*. – 1990. – Vol. 24, iss. 5. – P. 805-810.

87. Rigney, D.A. *Comments on the sliding wear of metals* / D.A. Rigney // *Tribology International*. – 1997. – Vol. 30, iss. 5. – P. 361-367.

88. Bowden, F.P. *The ploughing and adhesion of sliding metals* / F.P. Bowden, A.J.W. Moore, D. Tabor // *Journal of Applied Physics*. – 1943. – Vol. 14, iss. 2. – P. 80-91.

89. Chen, L.H. *Adhesion theories of transfer and wear during sliding of metals* / L.H. Chen, D.A. Rigney // *Wear*. – 1990. – Vol. 136, iss. 2. – P. 223-235.
90. Hirth, J.P. *Crystal plasticity and the delamination theory of wear* / J.P. Hirth, D.A. Rigney // *Wear*. – 1976. – Vol. 39, iss. 1. – P. 133-141.
91. Jahanmir, S. *Mechanics of subsurface void nucleation in delamination wear* / S. Jahanmir, N.P. Suh // *Wear*. – 1977. – Vol. 44, iss. 1. – P. 17-38.
92. Suh, N.P. *An overview of the delamination theory of wear* / N.P. Suh // *Wear*. – 1977. – Vol. 44, iss. 1. – P. 1-16.
93. *Wear-Mechanism Maps. In: Encyclopedia of Tribology* / Ed. by Q.J. Wang, YW. Chung. – Boston, Springer, 2013. – P. 3977-4132
94. Makarov, A.V. *Metallophysical Foundations of Nanostructuring Frictional Treatment of Steels* / A.V. Makarov, L.G. Korshunov // *Physics of Metals and Metallography*. – 2019. – Vol. 120, iss. 3. – P. 303-311.
95. Valiev, R. *Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation* / R. Valiev, Islamgaliev R., I.V. Alexandrov // *Progress in materials science*. – 2000. – Vol. 45. – P. 103-189.
96. Ovid'ko, I.A. *Special rotational deformation in nanocrystalline metals and ceramics* / I.A. Ovid'ko, A.G. Sheinerman // *Scripta Materialia*. – 2008. – Vol. 59, iss. 1. – P. 119-122.
97. Скиба, Н.В. *Взаимодействие мод пластической деформации и их влияние на зарождение и рост трещин в нанокристаллических твердых телах: дис. ...д-ра физ.-мат. наук: 01.04.07* / Н.В. Скиба. – Санкт-Петербург. – 2014. – 193 с.
98. *Microstructural evolution of pure copper subjected to friction sliding deformation at room temperature* / S.Q. Deng, A. Godfrey, W. Liu, [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2015. – Vol. 639. – P. 448-455.
99. Rigney, D.A. *The Evolution of Tribomaterial During Sliding: A Brief Introduction* / D.A. Rigney, S. Karthikeyan // *Tribology Letters*. – 2010. – Vol. 39, iss. 1. – P. 3-7.

100. *Nanostructures generated by explosively driven friction: Experiments and molecular dynamics simulations* / H.-J. Kim, A. Emge, R.E. Winter, [et al.] // *Acta Materialia*. – 2009. – Vol. 57, iss. 17. – P. 5270-5282.

101. *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, [et al.] // *Acta Materialia*. – 2020. – Vol. 196. – P. 355-369.

102. *Subramanian, K. The Role Of Vorticity In The Formation Of Tribomaterial During Sliding* / K. Subramanian, J.-H. Wu, D.A. Rigney // *Materials Research Society Proceedings*. – 2004. – Vol. 821. – P. 330-335.

103. *Tarasov S.Yu. Subsurface shear instability and nanostructuring of metals in sliding* / S. Tarasov, V. Rubtsov, A. Kolubaev // *Wear*. – 2010. – Vol. 268, iss. 1-2. – P. 59-66.

104. Буторин, Д.Е. Связь дислокационных механизмов упрочнения с показателями прочности, трещиностойкости и износостойкости углеродистых сталей: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.01 / Д.Е. Буторин. – Новосибирск. – 2002. – 204 с.

105. *Popov, V.L. Analysis of Mechanisms of Surface Layer Formation at Friction* / V.L. Popov, A.V. Kolubaev // *Journal of Friction and Wear*. – 1997. – Vol. 18. – P. 96-103.

106. *Kolubaev, A.V. Formation of a surface-layer substructure due to friction* / A.V. Kolubaev, V.L. Popov, S.Yu. Tarasov // *Russian Physics Journal*. – 1997. – Vol. 40, iss. 2. – P. 200-204.

107. *The Force Cone Method Applied to Explain Hidden Whirls in Tribology* / C. Mattheck, C. Greiner, K. Bethge, [et al.] // *Materials*. – 2021. – Vol. 14, iss. 14. – P. 1-10.

108. *Structural transformations and wear resistance of titanium nickelide under conditions of sliding friction at a cryogenic (-196°C) temperature* / L.G. Korshunov, V.G. Pushin, N.L., Chernenko, [et al.] // *Physics of Metals and Metallography*. – 2012. – Vol. 113, iss. 1. – P. 82-92.

109. *Phase transformations in silicon under dry and lubricated sliding* / A. Kovalchenko, Yu. Gogotsi, V. Domnich, [et al.] // *Tribology Transactions*. – 2002. – Vol. 45, iss. 3. – P. 372-380.

110. *Ren, X. Wear mechanisms and hardness thresholds under repeated impact contact loading* / X. Ren, J. Zhu // *Science China Technological Sciences*. – 2002. – Vol. 45, iss. 3. – P. 372-380.

111. *Tribological Properties and Structure of Aluminum—Lithium Alloys* / L.G. Korshunov, V.G. Kaigorodova, L.I. Chernenko, [et al.] // *Physics of Metals and Metallography*. – 2018. – Vol. 119, iss. 12. – P. 1236-1242.

112. *Effect of High Strain-Rate Deformation and Aging Temperature on the Evolution of Structure, Microhardness, and Wear Resistance of Low-Alloyed Cu–Cr–Zr Alloy* / A.E. Kheifets, I.V. Khomskaya, L.G. Korshunov, [et al.] // *Physics of Metals and Metallography*. – 2018. – Vol. 119, iss. 4. – P. 402-411.

113. *Olson, G.B. A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations* / G.B. Olson, M. Cohen // *Journal of the Less Common Metals*. – 1972. – Vol. 28, iss. 1. – P. 107-118.

114. *Patel, J.R. Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation* / J.R. Patel, M. Cohen // *Acta Metallurgica*. – 1953. – Vol. 1, iss. 5. – P. 531-538.

115. *Acoustic emission characterization of sliding wear under condition of direct and inverse transformations in low-temperature degradation aged Y-TZP and Y-TZP- $Al_2O_3$*  / N.L. Savchenko, A.V. Filippov, S.Yu. Tarasov, [et al.] // *Friction*. – 2018. – Vol. 6, iss. 3. – P. 323-340.

116. *Yan, L. Effect of Deformation Mode on the Wear Behavior of NiTi Shape Memory Alloys* / L. Yan, Y. Liu // *Shape Memory and Superelasticity*. – 2016. – Vol. 2, iss. 2. – P. 204-217.

117. *Drozдов, Y.N. Structural and phase transformations in surface layers of steels under sliding friction* / Y.N. Drozdov, P.I. Malenko // *Journal of Friction and Wear*. – 2014. – Vol. 35, iss. 1. – P. 67-75.



118. Fisher, J.C. *Influence of stress on martensite nucleation* / J.C. Fisher, D. Turnbull // *Acta Metallurgica*. – 1953. – Vol. 1, iss. 3. – P. 310-314.
119. Lee, D.H. *Sliding friction and structural relaxation of metallic glasses* / D.H. Lee, J.E. Evetts // *Acta Metallurgica*. – 1984. Vol. 32, iss. 7. – P. 1035-1043.
120. *On the wear mechanism of iron and nickel based transition metal-metalloid metallic glasses* / Kishore, U. Sudarsan, N. Chandran, [et al.] // *Acta Metallurgica*. – 1987. – Vol. 35, iss. 7. – P. 1463-1473.
121. *Phase transitions in quasicrystals induced by friction and wear* / C. Dong, J. Wu, L. Zhang, [et al.] // *Materials Research Society Symposium – Proceedings*. – 2001. – Vol. 643. – P. 1-11.
122. *Bulgarevich, S.B. Adsorption separation of components of liquid lubricant on rubbing surfaces under sliding friction* / S.B. Bulgarevich, M.V. Boiko, K.S. Lebedinskii // *Journal of Friction and Wear*. – 2015. – Vol. 36, iss. 6. – P. 534-541.
123. *Structure, Deformation, and Fracture of Hard Coatings During Sliding Friction* / A.V. Kolubaev, A.V. Byeli, I.A. Buyanovskii [et al.] // *Russian Physics Journal*. – 2019. – Vol. 62, iss. 8. – P. 1363-1397.
124. *Smith, A.F. The influence of surface oxidation and sliding speed on the unlubricated wear of 316 stainless steel at low load* / A.F. Smith // *Wear*. – 1985. – Vol. 105. – P. 91-107.
125. *In Situ X-Ray Diffraction Study of Phase Transformation of Steel in Scuffing Process* / S. Kajita, K. Yagi, T. Izumi, [et. al] // *Tribology letters*. – 2015. – Vol. 57, iss. 1. – P. 1-11.
126. *Matsuzaki, Y. In-situ fast and long observation system for friction surfaces during scuffing of steel* / Y. Matsuzaki, K. Yagi, J. Sugimura // *Wear*. – 2017. – Vol. 386-387. – P. 165-172.
127. *In situ thermal measurements of sliding contacts* / K.G. Rowe, A.I. Bennett, B.A. Krick, [et al.] // *Tribology International*. – 2013. – Vol. 62. – P. 208-214.
128. *Frictional temperature field and its relationship to the transition of wear mechanisms of steel 51200* / Y. Wang, T. Lei, M. Yan, [et al.] // *Journal of Physics D: Applied Physics*. – 1992. – Vol. 25, iss. 1A. – P. 165-169.

129. *Abdullah, O.I. Temperature analysis of a pin-on-disc tribology test using experimental and numerical approaches / O.I. Abdullah, J. Schlattmann // Friction. – 2016. – Vol. 4, iss. 2. – P. 135-143.*

130. *Sato, M. Rolling-sliding behavior of rail steels / M. Sato, P.M. Anderson, D.A. Rigney // Wear. – 1993. – Vol. 162-164. – P. 159-172.*

131. *Surface Deteriorations During Scuffing Process of Steel and Analysis of Their Contribution to Wear Using In Situ Synchrotron X-Ray Diffraction and Optical Observations / T. Izumi, K. Yagi, J. Koyamachi, [et al.] // Tribology Letters. – 2018. – Vol. 66, iss. 3. – P. 1-10.*

132. *Effect of Microstructure on Hardness and Wear Properties of 45 Steel after Induction Hardening / J. Li, Z. Cao, L. Liu, [et al.] // Steel Research International. – 2021. – Vol. 92, iss. 4. – P. 1-9.*

133. *Jost, H.P. The Economic Importance of Tribology in the Conservation of Energy. In: Tribologie Reibung, Verschleiß, Schmierung, 1981. P. 9-38.*

134. *Bhushan, B. Tribology – Friction, Wear, and Lubrication. In: Applied Tribology: Bearing Design and Lubrication. Chichester, UK: John Wiley & Sons, Ltd, 2017. P. 1-22.*

135. *Deformation response of ferrite and martensite in a dual-phase steel / H. Ghassemi-Armaki, R. Maaß, S.P. Bhat, [et al.] // Acta Materialia. – 2014. – Vol. 62. – P. 197-211.*

136. *Tyagi, R. Dry sliding friction and wear in plain carbon dual phase steel / R. Tyagi, S.K. Nath, S. Ray // Metallurgical and Materials Transactions A. – 2001. – Vol. 62. – P. 359-367.*

137. *Trevisiol, C. Effect of microstructures with the same chemical composition and similar hardness levels on tribological behavior of a low alloy steel / C. Trevisiol, A. Jourani, S. Bouvier // Tribology International. – 2018. – Vol. 127. – P. 389-403.*

138. *Trevisiol, C. Effect of martensite volume fraction and abrasive particles size on friction and wear behaviour of a low alloy steel / C. Trevisiol, A. Jourani, S. Bouvier // Tribology International. – 2017. – Vol. 113. – P. 411-425.*

139. *The role of microstructure in the wear of selected steels* / S.F. Wayne, S.L. Rice, K. Minakawa // *Wear*. – 1983. – Vol. 85, iss. 1. – P. 93-106.
140. Makarov A.V., Korshunov L.G. *Methods for Assessing Surface Cleanliness*. In: *Developments in Surface Contamination and Cleaning*, 2019. – P. 23-105.
141. *Sliding friction surface microstructure and wear resistance of 9SiCr steel with low-temperature austempering treatment* / T.S. Wang, J. Yang, C.J. Shang, [et al.] // *Surface and Coatings Technology*. – 2008. – Vol. 202, iss. 16. – P. 4036-4040.
142. Sheng, G. *Investigation of Surface Self-Nanocrystallization in 0Cr18Ni9Ti Induced by Surface Mechanical Attrition Treatment* / G. Sheng // *ISRN Nanotechnology*. – 2011. – Vol. 2011. – P. 1-9.
143. *Nanostructure formation on the surface of railway tracks* / W. Lojkowski, M. Djahanbakhsh, G. Bürkle, [et al.] // *Materials Science and Engineering: A*. – 2001. – Vol. 303, iss. 1-2. – P. 197-208.
144. Буров, С.В. Роль стабильности структуры поверхностных слоев в обеспечении износостойкости металлических материалов: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.01 / С.В. Буров. – Новосибирск. – 2007. – 190 с.
145. *Effect of strengthening friction treatment on the chemical composition, structure, and tribological properties of a high-carbon steel* / A.V. Makarov, L.G. Korshunov, V.B. Vykhodets, [et al.] // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2010. – Vol. 110, iss. 5. – P. 507-521.
146. Структура и износостойкость стали У8, обработанной лазером / Л.Г. Коршунов, А.В. Макаров, В.М. Счастливец, [и др.] // *Физика металлов и металловедение*. – 1988. – Т. 66, № 5. – С. 948-957.
147. *Formation of sliding friction-induced deformation layer with nanocrystalline structure in T10 steel against 20CrMnTi steel* / X. Wang, X. Wei, X. Hong, [et al.] // *Applied Surface Science*. – 2013. – Vol. 280, iss. 149. – P. 381-387.
148. Sawa, M. *Sliding behavior of dual phase steels in vacuum and in air* / M. Sawa, D.A. Rigney // *Wear*. – 1987. – Vol. 119, iss. 3. – P. 369-390.

149. Tyagi, R. *Effect of martensite content on friction and oxidative wear behavior of 0.42 Pct carbon dual-phase steel* / R. Tyagi, S.K. Nath, S. Ray // *Metallurgical and Materials Transactions A.* – 1987. – Vol. 33, iss. 11. – P. 3479-3488.

150. Suzuki, H. *Microstructural effects on fatigue crack growth in a low carbon steel* / H. Suzuki, A.J. McEvily // *Metallurgical Transactions A.* – 1979. – Vol. 10, iss. 4. – P. 475-481.

151. *Nature and origin of sliding-wear debris from steels* / W. Salesky, R. Fisher, R. Ritchie, [et al.] // *Proceedings of the International Conference on Wear*, 1983. – 42 p.

152. *Wear property of low-temperature bainite in the surface layer of a carburized low carbon steel* / P. Zhang, F.C. Zhang, Z.G. Yan, [et al.] // *Wear.* – 2011. – Vol. 271, iss. 5-6. – P. 697-704.

153. *Increasing the abrasive wear resistance of low-alloy steel by obtaining residual metastable austenite in the structure* / L.S. Malinov, V.L. Malinov, D.V. Burova, [et al.] // *Journal of Friction and Wear.* – 2015. – Vol. 36. – P. 237-240.

154. Garnham, J.E. *Dry rolling-sliding wear of bainitic and pearlitic steels* / J.E. Garnham, J.H. Beynon // *Wear.* – 1992. – Vol. 157, iss. 1. – P. 81-109.

155. Clayton, P. *The relations between wear behaviour and basic material properties for pearlitic steels* / P. Clayton // *Wear.* – 1980. – Vol. 60, iss. 1. – P. 75-93.

156. Clayton, P. Devanathan R. *Rolling/sliding wear behavior of a chromium-molybdenum rail steel in pearlitic and bainitic conditions* / P. Clayton, R. Devanathan // *Wear.* – 1992. – Vol. 156, iss. 1. – P. 121-131.

157. *Dry rolling/sliding wear of nanostructured bainite* / S. Da Bakshi, A. Leiro, B. Prakash // *Wear.* – 2014. – Vol. 316, iss. 1-2. – P. 70-78.

158. Perez-unzueta, A.J. *Microstructure and wear resistance of pearlitic rail steels* / A.J. Perez-unzueta, J.H. Beynon // *Wear.* – 1993. – Vol. 164. – P. 173-182.

159. *Deformation-induced martensitic transformation behavior in cold-rolled and cold-drawn type 316 stainless steels* / N. Nakada, H. Ito, Y. Matsuoka, [et al.] // *Acta Materialia.* – 2010. – Vol. 58, iss. 3. – P. 895-903.

160. *Analysis of deformation induced martensite in AISI 316L stainless steel* / D. Jagarinec, P. Kirbiš, J. Predan, [et al.] // *Materials Testing*. – 2016. – Vol. 58, iss. 6. – P. 547-552.
161. *Srivastava, A.K. Microstructural characterization of Hadfield austenitic manganese steel* / A.K. Srivastava, K. Das // *Journal of Materials Science*. – 2008. – Vol. 43, iss. 16. – P. 5654-5658.
162. *Hsu, K.-L. Friction, wear and microstructure of unlubricated austenitic stainless steels* / K.-L. Hsu, T.M. Ahn, D.A. Rigney // *Wear*. – 1980. – Vol. 60, iss. 1. – P. 13-37.
163. *Smith, A.F. The friction and sliding wear of unlubricated 316 stainless steel in air at room temperature in the load range 0.5–90 N* / A.F. Smith // *Wear*. – 1986. – Vol. 110, iss. 2. – P. 151-168.
164. *Yang, Z.Y. Sliding wear of 304 and 310 stainless steels* / Z.Y. Yang, M.G.S. Naylor, D.A. Rigney // *Wear*. – 1985. – Vol. 105, iss. 1. – P. 73-86.
165. *Effect of the Conditions of the Nanostructuring Frictional Treatment Process on the Structural and Phase States and the Strengthening of Metastable Austenitic Steel* / A.V. Makarov, P.A. Skorynina, A.S. Yurovskikh // *Physics of Metals and Metallography*. – 2017. – Vol. 118, iss. 12. – P. 1225-1235.
166. *Deformation induced martensite in an AISI 301LN stainless steel: Characterization and influence on pitting corrosion resistance* / H.F.G. de Abreu, S.S. de Carvalho, P. de Lima Neto // *Materials Research*. – 2007. – Vol. 4, iss. 69. – P. 80-92.
167. *Improving the tribological properties of austenitic 12Kh18N10T steel by nanostructuring frictional treatment* / A. Makarov, P. Skorynina, A. Osintseva // *Metal Working and Material Science*. – 2015. – Vol. 4, iss. 69. – P. 80-92.
168. *Tarasov, S.Yu. Localization of strain in friction* / S.Yu. Tarasov // *Metal Working and Material Science*. – 2015. – Vol. 48, iss. 5-6. – P. 226-230.
169. *Eichelman, G.H. The effect of composition on the temperature of spontaneous transformation of austenite to martensite in 18-8-type stainless steel* / G.H. Eichelman, F.C. Hull // *Trans. Am. Soc. Met.* – 1953. – Vol. 45. – P. 77-104.

170. Angel, T. *Formation of martensite in austenitic stainless steels. Effects of deformation, temperature, and composition* / T. Angel // *Journal of the Iron and Steel Institute*. – 1954. – Vol. 177. – P. 165-174.

171. *Cyclic deformation and near surface microstructures of shot peened or deep rolled austenitic stainless steel AISI 304* / I. Altenberger, B. Scholtes, U. Martin // *Materials Science and Engineering: A*. – 1999. – Vol. 264, iss. 1. – P. 1-16.

172. Seetharaman, V. *Influence of the martensitic transformation on the deformation behaviour of an AISI 316 stainless steel at low temperatures* / V. Seetharaman, R. Krishnan // *Journal of Materials Science*. – 1981. – Vol. 16, iss. 2. – P. 523-530.

173. Padilha, A.F. *Decomposition of Austenite in Austenitic Stainless Steels* / A.F. Padilha, P.R. Rios // *ISIJ International*. – 2002. – Vol. 42, iss. 4. – P. 325-327.

174. Mangonon, P.L. *The martensite phases in 304 stainless steel* / P.L. Mangonon, G. Thomas // *Metallurgical Transactions*. – 1970. – Vol. 1, iss. 6. – P. 1577-1586.

175. Venables, J.A. *The martensite transformation in stainless steel* / J.A. Venables // *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*. – 1962. – Vol. 7, iss. 73. – P. 35-44.

176. Lagneborgj, R. *The martensite transformation in 18% Cr-8% Ni steel* / R. Lagneborgj // *Acta Metallurgica*. – 1964. – Vol. 12, iss. 7. – P. 823-843.

177. Zerwekh, R. *On the nature of the  $\alpha \rightarrow \gamma$  transformation in iron: A study of whiskers* / R. Zerwekh, C. Wayman // *Acta Metallurgica*. – 1965. – Vol. 13, iss. 2. – P. 99-107.

178. Schramm, R.E. *Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels* / R.E. Schramm, R.P. Reed // *Metallurgical Transactions A*. – 1975. – Vol. 6, iss. 7. – P. 1345-1351.

179. *Stacking fault energies in austenitic stainless steels* / J. Lu, L. Hultman, E. Holmström // *Acta Materialia*. – 2016. – Vol. 111. – P. 39-46.

180. *The influence of stacking fault energy on the microstructural and strain-hardening evolution of Fe–Mn–Al–Si steels during tensile deformation* / D.T. Pierce, Jiménez J.A., Bentley J., [et al.] // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 100. – P. 178-190.

181. *Simultaneous Synchrotron X-ray Diffraction, Near-Infrared, and Visible In Situ Observation of Scuffing Process of Steel in Sliding Contact* / K. Yagi, S. Kajita, T. Izumi, [et al.] // *Tribology Letters*. – 2016. – Vol. 61, iss. 2. – P. 1-16.
182. *Dry sliding of Hadfield steel single crystal oriented to deformation by slip and twinning: Deformation, wear, and acoustic emission characterization* / D.V. Lychagin, A.V. Filippov, E.A. Kolubaev, [et al.] // *Tribology International*. – 2018. – Vol. 119. – P. 1-18.
183. *Gonon, M. Case Studies in the X-ray Diffraction of Ceramics. In: Encyclopedia of Materials: Technical Ceramics and Glasses* / ed. M. Pomeroy. – Oxford: Elsevier, 2021. P. 560–577.
184. *Methods for Assessing Surface Cleanliness. In: Developments in Surface Contamination and Cleaning* / ed. R. Kohli, K.L. Mittal, Elsevier, 2019. – P. 23–105.
185. Любарский, И.М. Износ и трение пластмасс / И.М. Любарский, Д.В. Воскобойников, Л. Гольдштейн // *Износ и трение металлов и пластмасс: Сб. статей*. – М.: Наука, 1964. – С.79-86.
186. Определение оптимального режима работы сцинтилляционного счетчика для регистрации рентгеновского излучения: метод. указания к лабораторным работам / А.К. Штольц, А.В. Чукин, О.В. Денисова [и др.]. – Екатеринбург: УрФУ, 2010. 17 с.
187. Физические методы исследования твердых тел: электронная микроскопия и рентгеноструктурный анализ: учебн. пособие / О.В. Бояркина, М.И. Зотов, В.М. Кяшкин [и др.]. – Саранск: Изд-во Мордов. ун-та, 2012. – 96 с.
188. Кулипанов, Г.Н. Синхротронное излучение и его применение. В сб. Воспоминания о И.Я. Померанчуке / Г.Н. Кулипанов, А.Н. Скринский. – М.: Наука, 1988. – С. 246-266.
189. *Willmott, P. An Introduction to Synchrotron Radiation* / P. Wollmott. – Wiley, 2019. – 360 p.
190. *Newly Developed Friction Tester for in situ Soft X-Ray Absorption Measurements of Frictional Engine-Oil/Metals Interfaces* / Y. Muramatsu, M. Okuyama, N. Takahashi, [et al.] // *Analytical Sciences*. – 2017. – Vol. 33. – P. 1465-1468.

191. *In situ structural analysis of metals surface during friction using diffractometry of synchrotron radiation / S.V. Burov, A.A. Bataev, J.V. Khudorozhkova, [et al.] // 2008 Third International Forum on Strategic Technologies, IEEE. – 2008. – P. 27-31.*

192. Новая версия методики «дифракционное кино» на основе быстродействующего детектора ОД-3 для станции ДИКСИ накопителя «Сибирь-2» / А.М. Гаджиев, В.М. Аульченко, А.А. Вазина, [и др.] // Рентгеновское, синхротронное излучения, нейтроны и электроны для исследования наноматериалов и наносистем «РСНЭ НАНО-2005»: сб. докладов V-ой Национальной конференции. – М.: ИК РАН, 2005. – С. 432.

193. *In situ time-resolved diffractometry at SSTRC / O.V. Evdokov, V.M. Titov, B.P. Tolochko, [et al.] // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment. – 2009. – Vol. 63, iss. 1-2. – P. 194-195.*

194. *A Novel Device for Quasi In Situ Studies of Materials Microstructure during Friction / A.A. Bataev, V.G. Burov, A.A. Nikulina, [et al.] // Materials Performance and Characterization. – 2018. – Vol. 7, iss. 3. – P. 20170065.*

195. *Burov, V.G. In-situ study of structural evolution of tribological materials using synchrotron radiation / V.G. Burov, I.A. Bataev, A.I. Smirnov // MATEC Web of Conferences. – 2017. – Vol. 129. – P. 1-4.*

196. *Analysis of Structural Transformations Occuring in Surface Layers of D16 Alloy Samples During Sliding Friction / D.E. Butorin, V.G. Burov, S.V. Burov, [et al.] // Russian Physics Journal. – 2017. – Vol. 60, iss. 5. – P. 817-820.*

197. *Synchrotron Radiation in Analysis of Structural Transformations Under Friction Conditions of Carbon Steel / I.A. Bataev, A.A. Bataev, D.V. Lazurenko, [et al.] // Russian Physics Journal. – 2018. – Vol. 61, iss. 3. – P. 503-508.*

198. *In Situ Observation of Wear Process Before and During Scuffing in Sliding Contact / K. Yagi, Y. Ebisu, J. Sugimura, [et al.] // Tribology Letters. – 2011. – Vol. 43, iss. 3. – P. 361-368.*



199. *In Situ Observation of Crystal Grain Orientation During Scuffing Process of Steel Surface Using Synchrotron X-ray Diffraction* / K. Yagi, T. Izumi, J. Koyamachi, [et al.] // *Tribology Letters*. – 2020. – Vol. 68, iss. 4. – P. 1-15.
200. Ungár, T. *The effect of dislocation contrast on x-ray line broadening: A new approach to line profile analysis* / T. Ungár, A. Borbély // *Applied Physics Letters*. – 1996. – Vol. 69, iss. 21. – P. 3173-3175.
201. *Crystallite size distribution and dislocation structure determined by diffraction profile analysis: principles and practical application to cubic and hexagonal crystals* / T. Ungár, J. Gubicza, G. Ribárik, [et al.] // *Journal of Applied Crystallography*. – 2001. – Vol. 34, iss. 3. – P. 298-310.
202. Ribárik, G. *Modeling of Diffraction Patterns Based on Microstructural Properties: PhD thesis* / Ribárik Gábor. – Eötvös Loránd University, 2008. – 110 p.
203. Langford, J.I. *Effect of a crystallite size distribution on X-ray diffraction line profiles and whole-powder-pattern fitting* / J.I. Langford, D. Louër, P. Scardi // *Journal of Applied Crystallography*. – 2000. – Vol. 33, iss. 3. – P. 964-974.
204. Cullity, B.D. *Elements of X-Ray Diffraction* / B.D. Cullity, S.R. Stock. – Pearson New International Edition, 2013. – 656 p.
205. Ashby, M.F. *Temperature Maps for Frictional Heating in Dry Sliding* / M.F. Ashby, J. Abulawi, H.S. Kong // *Tribology Transactions*. – 1991. – Vol. 34, iss. 4. – P. 577-587.
206. *ASM Handbook, Volume 18: Friction, Lubrication, and Wear Technology* / ASM International Handbook Committee. – ASM International, 1992. – 1879 p.
207. Сорокин, В.Г. *Марочник сталей и сплавов* / В.Г. Сорокин, А.В. Волоснякова, В.А. Вяткин: под ред. В.Г. Сорокина. – М.: Машиностроение, 1989. – 640 с.
208. ГОСТ 9450-76. *Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников*. – Введ. 1977-01-01. – Москва: Изд-во стандартов, 1993. – 34 с
209. Dickson, M.J. *The significance of texture parameters in phase analysis by X-ray diffraction* / M.J. Dickson // *Journal of Applied Crystallography*. – 1969. – Vol. 2, iss. 4. – P. 176-180.

210. Warren, B.E. *X-ray studies of deformed metals* / B.E. Warren // *Progress in Metal Physics*. – 1959. – Vol. 8. – P. 147-202.
211. Gubicza, J. *X-Ray Line Profile Analysis in Materials Science* / J. Gubicza. – IGI Global, 2014. – 360 p.
212. Иванов, И.В. Применение методов дифракции синхротронного излучения и математического моделирования для анализа структуры титановых сплавов, формируемой при деформационном, термическом и фрикционном воздействии: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.09 / И.В. Иванов. – Новосибирск. – 2020. – 186 с.
213. Krivoglaz, M.A. *Theory of X-ray and thermal-neutron scattering by real crystals* / M.A. Krivoglaz. – Springer-Verlag Berlin Heidelberg, 1996. – 482 p.
214. *The contrast factors of dislocations in cubic crystals: the dislocation model of strain anisotropy in practice* / T. Ungár, I. Dragomir, Á. Révész, [et al.] // *Journal of Applied Crystallography*. – 1999. – Vol. 32, iss. 5. – P. 992-1002.
215. *Single-crystal elastic constants of Fe-15Ni-15Cr alloy* / A. Teklu, H. Ledbetter, S. Kim, [et al.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2004. – Vol. 35, iss. 10. – P. 3149-3154.
216. Kim, S.A. *Elastic constants and internal friction of martensitic steel, ferritic-pearlitic steel, and  $\alpha$ -iron* / S.A. Kim, W.L. Johnson // *Materials Science and Engineering: A*. – 2007. – Vol. 452-453. – P. 633-639.
217. Langford, J.I. *Scherrer after sixty years: A survey and some new results in the determination of crystallite size* / J.I. Langford, A.J.C. Wilson // *Journal of Applied Crystallography*. – 1978. – Vol. 11, iss. 2. – P. 102-113.
218. Thompson A.P. / *LAMMPS - a flexible simulation tool for particle-based materials modeling at the atomic, meso, and continuum scales* // A. Thompson, H. Aktulga, R. Berger, [et al.] // *Computer Science*. – 2022. – Vol. 271. – P. 1-34.
219. Zhou X.W. *An Fe-Ni-Cr embedded atom method potential for austenitic and ferritic system* / X.W. Zhou, M.E. Foster, R.B. Sills // *Journal of Computational Chemistry*. – 2018. – Vol. 39. – P. 2420–2431.
220. Stukowski A. / *Visualization and analysis of atomistic simulation data with*

*OVITO—the Open Visualization Tool // Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering.* – 2009. – Vol. 18, iss. 1. – P. 1-7.

221. *Thermally Driven and Ball-Milled Hematite to Magnetite Transformation / J.D. Betancur, J. Restrepo, C.A. Palacio, [et al.] // Hyperfine Interactions.* – 2003. – Vol. 148-149, iss. 1-4. – P. 163-175.

222. *Zehetbauer, M. Cold work hardening in stages IV and V of F.C.C. metals – I. Experiments and interpretation / M. Zehetbauer, V. Seumer // Acta Metallurgica et Materialia.* – 1993. – Vol. 41, iss. 2. – P. 577-588.

223. *X-ray diffraction study on the microstructure of an Al–Mg–Sc–Zr alloy deformed by high-pressure torsion / D. Fátay, E. Bastarash, K. Nyilas, [et al.] // Zeitschrift für Metallkunde.* – 2003. – Vol. 94, iss. 7. – P. 842-847.

224. *Schafner, E. Measurement of screw and edge dislocation density by means of X-ray Bragg profile analysis / E. Schafner, M. Zehetbauer, T. Ungár // Materials Science and Engineering: A.* – 2001. – Vol. 319-321. – P. 220-223.

225. *Suzuki, T. Dislocation Dynamics and Plasticity / T. Suzuki, S. Takeuchi, H. Yoshinaga. Zeitschrift für Kristallographie – Crystalline Materials.* – Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg, 1991. – P. 315-316.

226. *Friedel, J. Dislocations: International Series of Monographs on Solid State Physics / J. Friedel.* – Elsevier: Amsterdam, The Netherlands, 2013. – 512 p.

227. *Forouzanmehr, N. The analysis of severely deformed pure Fe structure aided by X-ray diffraction profile / N. Forouzanmehr, M. Nili-Ahmadabadi, M. Bönisch // The Physics of Metals and Metallography.* – 2016. – Vol. 117, iss. 6. – P. 624-633.

228. *Bargujer, S.S. X-ray diffraction analysis of severely deformed cold deformed hypereutectoid steel wire / S.S. Bargujer, N.M. Suri, R.M. Belokar // Defence Science Journal.* – 2015. – Vol. 65, iss. 5. – P. 500-507.

229. *Hosseini Nasab, F. A comparison between the dislocation structure of ball-milled iron and copper as derived from the X-ray diffraction peak profile analyses / F. Hosseini Nasab, S. Hossein Nedjad, S. Karimi // The Physics of Metals and Metallography.* – 2013. – Vol. 114, iss. 12. – P. 1069-1073.

230. *Tribological aspects in nanostructuring burnishing of structural steels* / V. Kuznetsov, A. Makarov, S. Psakhie, [et al.] // *Physical Mesomechanics*. – 2014. – Vol. 17. – P. 250-264.

231. *Guimarães, J.R.C. The mechanical-induced martensite transformation in Fe–Ni–C alloys* / J.R.C. Guimarães, P.R. Rios // *Acta Materialia*. – 2015. – Vol. 84. – P. 436-442.

232. *Analysis of deformation induced martensitic transformation in stainless steels* / A. Das, P.C. Chakraborti, S. Tarafder, [et al.] // *Materials Science and Technology*. – 2011. – Vol. 27, iss. 1. – P. 366-370.

233. *Tian, Y. Comparing the deformation-induced martensitic transformation with the athermal martensitic transformation in Fe-Cr-Ni alloys* / Y. Tian, A. Borgenstam, P. Hedström // *Journal of Alloys and Compounds*. – 2018. – Vol. 766. – P. 131-139.

234. *Metastability and fatigue behavior of austenitic stainless steels* / M. Smaga, A. Boemke, T. Daniel // *MATEC Web of Conferences*. – 2018. – Vol. 165. – P. 04010.

235. *She, M. The deformation-induced martensite and dynamic strain aging during cyclic deformation in AISI 321* / M. She, X. Liu, G. He // *Materials Research Express*. – 2018. – Vol. 6, iss. 2. – P. 026530.

236. *Shahri, M.G. Formation of Nano/Ultrafine Grains in AISI 321 Stainless Steel Using Advanced Thermo-Mechanical Process* / M.G. Shahri, S.R. Hosseini, M. Salehi // *Acta Metallurgica Sinica (English Letters)*. – 2015. – Vol. 28, iss. 4. – P. 499-504.

237. *Strain-induced martensitic transformation in type 321 austenitic stainless steel* / M. Ridlova, L. Hyspecka, F. Wenger, [et al.] // *Journal de Physique IV (Proceedings)*. – 2003. – Vol. 112. – P. 429-432.

238. *Combining gradient structure and TRIP effect to produce austenite stainless steel with high strength and ductility* / X.L. Wu, M.X. Yang, F.P. Yuan, [et al.] // *Acta Materialia*. – 2016. – Vol. 112. – P. 337-346.

239. *High dislocation density–induced large ductility in deformed and partitioned steels* / B.B. He, B. Hu, H.W. Yen, [et al.] // *Science*. – 2017. – Vol. 357, iss. 6355. – P. 1029-1032.

240. Zavalishin, V.A. *Redistribution of alloying elements and variation of the magnetic properties induced by cold strain in stable austenitic chromium-nickel steels. I: Experimental observation of the effect* / V.A. Zavalishin, A.I. Deryagin, V.V. Sagaradze // *The Physics of Metals and Metallography*. – 1993. – Vol. 75, iss. 2. – P. 90-99.

241. *Low-temperature strain-induced atomic segregation in chromium-nickel steels* / A.I. Deryagin, V.A. Zavalishin, V.V. Sagaradze, [et al.] // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2000. – Vol. 89, iss. 6. – P. 610-621.

242. Zavalishin, V.A. *Redistribution of alloying elements in Fe-Cr-Ni alloys upon cold deformation: A phenomenological description of changes in magnetic properties* / V.A. Zavalishin, A.I. Deryagin, V.V. Sagaradze // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2001. – Vol. 92, iss. 1. – P. 46-57.

243. *Concentration and structural transformations in austenitic iron-based chromium-nickel alloys under severe plastic deformation* / V.M. Koloskov, A.I. Deryagin, N.F. Vildanova, [et al.] // *Physical Mesomechanics*. – 2006. – Vol. 9, iss. 5. – P. 97-105.

244. *Effect of composition and temperature on the redistribution of alloying elements in Fe-Cr-Ni alloys during cold deformation* / A.I. Deryagin, V.A. Zavalishin, V.V. Sagaradze, [et al.] // *The Physics of Metals and Metallography*. – 2008. – Vol. 106, iss. 3. – P. 291-301.

245. *Formation of low-temperature deformation-induced segregations of nickel in Fe–Ni-based austenitic alloys* / V.V. Sagaradze, N.V. Kataeva, V.A. Zavalishin, [et al.] // *Philosophical Magazine*. – 2020. – Vol. 100, iss. 14. – P. 1868-1879.

246. Сарагадзе, В.В. Упрочнение и свойства аустенитных сталей / В.В. Сарагадзе, А.И. Уваров: под ред. В.М. Счастливецва. – Екатеринбург: РИО УрО РАН, 2013. – 720 с.

247. Vitek, J.M. *Sigma Phase Transformation in Austenitic Stainless Steels* / J.M. Vitek, S.A. David // *Welding Journal*. – 1986. – Vol. 65, iss. 4. – P. 106-112.

248. *Comparative study on sigma phase precipitation of three types of stainless steels: austenitic, superferritic and duplex* / D.M.E. Villanueva, F.C.P. Junior, R.L. Plaut, [et al.] // *Materials Science and Technology*. – 2006. – Vol. 22, iss. 9. – P. 1098-1104.

249. Suzuki, H. *Segregation of Solute Atoms to Stacking Faults* / H. Suzuki // *Journal of the Physical Society of Japan*. – 1962. – Vol. 17, iss. 2. – P. 322-325.
250. Cottrell, A.H. *Dislocation Theory of Yielding and Strain Ageing of Iron* / A.H. Cottrell, B.A. Bilby // *Proceedings of the Physical Society*. – 1979. – Vol. 62, iss. 1. – P. 49-62.
251. *Deformation Microstructure and Deformation-Induced Martensite in Austenitic Fe-Cr-Ni Alloys Depending on Stacking Fault Energy* / Y. Tian, O.I. Gorbatov, A. Borgenstam, [et al.] // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2017. – Vol. 48, iss. 1. – P. 1-7.
252. *Energetics and atomic mechanisms of dislocation nucleation in strained epitaxial layers* / O. Trushin, E. Granato, S.C. Ying, [et al.] // *Physical Review B*. – 2003. – Vol. 68, iss. 15. – P. 155413.
253. *Phase transformation mechanisms during Quenching and Partitioning of a ductile cast iron* / A. Nishikawa, G. Miyamoto, T. Furuhashi, [et al.] // *Acta Materialia*. – 2019. – Vol. 179. – P. 1-16.
254. *The origin of midrib in lenticular martensite* / A. Shibata, T. Murakami, S. Morito, [et al.] // *Materials Transactions*. – 2008. – Vol. 49, iss. 6. – P. 1242-1248.
255. Zhao, J.Z. *Formation of the Cottrell atmosphere during strain aging of bake-hardenable steels* / J.Z. Zhao, A.K. De, B.C. De Cooman // *Metallurgical and Materials Transactions A*. – 2001. – Vol. 32, iss. 2. – P. 1242-1248.
256. *Abrasive resistance of metastable V–Cr–Mn–Ni spheroidal carbide cast irons using the factorial design method* / V.G. Efremenko, K. Shimizu, A.P. Cheiliakh, [et al.] // *International Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials*. – 2016. – Vol. 23. – P. 644-657.
257. Aksenova K. V et al. *Redistribution of carbon in the deformation of steel with bainite and martensite structures* / Aksenova K. V., Gromov V., Ivanov Y. [et al.] // *Steel in Translation*. – 2017. – Vol. 47. – P. 445–448.
258. Dragomir, I.C. *Contrast factors of dislocations in the hexagonal crystal system* / I.C. Dragomir, T. Ungár // *Journal of Applied Crystallography*. – 2002. – Vol. 35, iss. 5. – P. 556-564.

## Приложение «А»

### Акт использования экспериментальной установки для *operando* исследований материалов в условиях фрикционного нагружения

УТВЕРЖДАЮ



Проректор НГТУ  
по научной работе  
А.Г. Вострецов  
« 02 » 2020 г.

#### АКТ

использования экспериментальной установки для in-situ исследований материалов триботехнического назначения на международном исследовательском ускорительном комплексе ESRF (г. Гренобль, Франция)

В рамках соглашения № 14.586.21.0026 от 06.05.2016 г. по теме «In-situ исследование быстропротекающих структурных превращений в металлических сплавах в процессе трения с использованием синхротронной микродифрактометрии» (шифр заявки «2016-14-588-0003- 019»), федеральной целевой программы «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014-2020 годы», выполняемого Новосибирским государственным техническим университетом и международным исследовательским ускорительным комплексом ESRF, была изготовлена установка, позволяющая проводить триботехнические испытания на линии синхротронного излучения ID13 (Microfocus Beamline). В соответствии с договором установка передана на исследовательский ускорительный комплекс ESRF. Установка используется для изучения структурных преобразований, происходящих в поверхностных слоях сплавов на основе железа и титана в процессе их изнашивания. Разработчиками установки и авторами проведенных исследований являются сотрудники кафедры Материаловедения в машиностроении НГТУ: Буров В.Г., Батаев И.А., Лазуренко Д.В., Попелюх А.И., Иванов И.В., Эмурлаев К.И.

Заведующий кафедрой  
материаловедения в машиностроении  
д.т.н., профессор

В.Г. Буров

**Приложение «Б»**

**Соглашение о передаче экспериментальной установки**

**в «Европейский центр синхротронного излучения»**

Дополнительное соглашение № 1 от «12» января 2017 г. к Сотрудничеству в области науки и технологий	Supplementary agreement № 1 Dated January 12, 2017 to the Cooperation in science and technology
<p><b>EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY</b>, созданная в соответствии с французским законодательством, расположенная по адресу: Франция, 38000, г. Гренобль, авеню дес Мартир, 71, именуемая в дальнейшем «Заказчик», в лице директора по исследованиям Харальда Райхерта, с одной стороны,</p> <p>и <b>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет»</b> ОГРН 1025401485010, ИНН 5404105174, КПП 540401001, расположенный по адресу: Россия, 630073, г. Новосибирск, проспект К. Маркса, 20, именуемое в дальнейшем "Исполнитель", в лице ректора НГТУ, Батаева Анатолия Андреевича, с другой стороны, заключили настоящее Дополнительное соглашение к СОТРУДНИЧЕСТВУ В ОБЛАСТИ НАУКИ И ТЕХНОЛОГИИ о нижеследующем:</p>	<p><b>EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY</b>, French Société civile and subjected to French law, registered at 71 avenue des Martyrs, 38000 Grenoble, France, hereinafter referred to as "Customer", in the name of the Director of Research Harald Reichert on the one part,</p> <p>and <b>Novosibirsk Technical State University</b>, registered at Novosibirsk, 20 Karl Marks ave., Postcode 630073 OGRN 1025401485010, INN 5404105174, KPP 54040 1001, hereinafter referred to as "Contractor", represented by the rector Bataev A.A., on the other part, have made this SUPPLEMENTARY AGREEMENT to the COOPERATION IN SCIENCE AND TECHNOLOGY, as follows:</p>
<p>1. Исполнитель обязуется безвозмездно передать в пользование Заказчику установку трения для выполнения научно-исследовательской работы по проведению in-situ исследований на линии синхротронного излучения ID13 ESRF (г. Гренобль, Франция)</p>	<p>1. The Contractor undertakes to convey friction equipment free of charge to the Customer for the temporary use to perform the research work for the in-situ studies at the ESRF Beamline ID13 (Grenoble, France)</p>
<p>2. Предварительные исследования, проведенные с первоначально поставленной установкой трения, выявили недостатки внешних элементов конструкции стыковки установки с линией ID13 ESRF, в результате чего стороны договорились:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Осуществить поставку, на оговоренных выше условиях, второй аналогичной (по характеристикам и устройству) установки трения с требуемыми доработками внешних элементов конструкции стыковки установки с линией ID13 ESRF;</li> <li>- Первый вариант установки находится во временном пользовании ESRF до предоставления Исполнителем доработанного варианта установки.</li> </ul>	<p>2. Preliminary studies carried out with the original friction device revealed shortcomings in the interface of the external components of the device with the ESRF ID13 beamline, as a result of which the parties agreed:</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- To deliver the second similar (according to characteristics and construction) friction device with the required modifications of interface elements for the installation at the ESRF ID13 beamline;</li> <li>- The first friction device is in the temporary use of ESRF before the Executor provides the modified version of the device.</li> </ul>
АДРЕСА СТОРОН	ADDRESSES OF THE PARTIES
<p><b>Заказчик:</b> <b>ЕВРОПЕЙСКИЙ СИНХРОТРОН ESRF</b> Физический адрес: Европейский синхротрон ESRF, Франция, 38000, г. Гренобль, авеню дес</p>	<p><b>Customer:</b> <b>EUROPEAN SYNCHROTRON RADIATION FACILITY</b> Physical address: ESRF, 71 avenue des Martyrs,</p>
<p>Мартир, 71. Почтовый адрес: Европейский синхротрон ESRF, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, Франция Телефон: +33 (0)4 76 88 20 00</p>	<p>38000 Grenoble, France Postal address: ESRF - The European Synchrotron, CS 40220, 38043 Grenoble Cedex 9, France, Phone: +33 (0)4 76 88 20 00</p>
<p><b>Исполнитель:</b> <b>Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Новосибирский государственный технический университет».</b> Юридический адрес: пр. К.Маркса, 20, Новосибирск, Россия, 630073. ИНН 5404105174, КПП 540401001</p>	<p><b>Contractor:</b> <b>Novosibirsk State Technical University,</b> 20 K. Marx ave., Novosibirsk, Russia, 630073 INN: 5404105174 KPP: 540401001</p>

ЗАКАЗЧИК/CUSTOMER



Harald Reichert, Director of Research



European Synchrotron  
Radiation Facility  
**ESRF**  
CS 40220  
71 Avenue des Martyrs  
F-38043 GRENOBLE Cedex 9

ИСПОЛНИТЕЛЬ/CONTRACTOR



Bataev A.A. Bataev A.A.



## Приложение «В»

### Акты передачи результатов диссертационной работы «УТВЕРЖДАЮ»

Директор ЦКП «СКИФ»



Е.Б. Левичев

2022 г.

#### АКТ

передачи результатов научно-исследовательской работы

Аспирантом кафедры материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета К.И. Эмурлаевым и старшим преподавателем И.В. Ивановым при выполнении диссертационных исследований разработаны компьютерные программы со следующими функциональными возможностями:

- потоковое азимутальное интегрирование 2D-дифракционных картин с использованием файла с расширением «\*.poni» (англ. «point of normal incidence»);
- быстрый анализ положений дифракционных максимумов при различных энергиях рентгеновского излучения с использованием файла с расширением «\*.xml», экспортированного из международной базы данных «The International Centre for Diffraction Data of the Powder Diffraction File» (ICDD PDF). Функциональные возможности программы позволяют провести анализ соответствия теоретической и экспериментальной дифракционных картин.

Программы могут использоваться в образовательных и научных организациях, область интересов которых связана с физическим материаловедением. Компьютерные инструкции разработаны на языке Python и внесены в Реестр программ для ЭВМ № 2021680802 и № 2021667896 от 08.11.2022 г.

Зам. директора по научной работе  
ЦКП «СКИФ»  
д.ф.-м.н.

Я.В. Зубавичус

Проректор Новосибирского  
государственного технического университета  
по научной работе,  
д.т.н., профессор



С.В. Брованов



Директор Института гидродинамики  
СО РАН им. М.А. Лаврентьева  
д.ф.-м.н.

Е.В. Ерманюк

«21»

2022 г.

### АКТ

передачи результатов научно-исследовательской работы

Аспирантами кафедры материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета Ю.Ю. Эмурлаевой, П.А. Рябинкиной и К.И. Эмурлаевым и доцентом Т.С. Огневой при выполнении диссертационных исследований разработана компьютерная программа, позволяющая оценивать время и скорость охлаждения сварных швов на основании результатов моделирования, полученных в среде Ansys Autodyn. Функциональные возможности программы позволяют получать количественные данные о состоянии сварных швов при охлаждении материалов до заданной температуры, а также о распределении температур при других условиях воздействия на материалы, в том числе в процессах трения и детонационного нанесения покрытий. Программа разработана на языке Python и внесена в Реестр программ для ЭВМ № 2021667897 от 08.11.2021.

Исполняющий обязанности  
заведующего лабораторией  
синтеза композиционных материалов  
к.ф.-м.н.

А.Г. Анисимов

Проректор Новосибирского  
государственного технического университета  
по научной работе,  
д.т.н., профессор



С.В. Брованов

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 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)

Правообладатель: **ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» (RU)**

Автор(ы): **Эмурлаев Кемал Исметович (RU)**

Заявка № **2021667474**

Дата поступления **08 ноября 2021 г.**

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ **08 ноября 2021 г.**



*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ  
Сертификат 0x02A5CF6C00B1ACF59A40A2F08092E9A118  
Владелец **Ивлиев Григорий Петрович**  
Действителен с 15.01.2021 по 15.01.2035

*Г.П. Ивлиев*

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



## СВИДЕТЕЛЬСТВО

о государственной регистрации программы для ЭВМ

№ 2021667897

**Программа для вычисления времени охлаждения  
сварного шва, полученного моделированием процесса  
сварки взрывом в среде Ansys Autodyn**

Правообладатель: **ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ  
БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ  
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «НОВОСИБИРСКИЙ  
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»  
(RU)**

Авторы: **Эмурлаева Юлия Юрьевна (RU), Рябинкина Полина  
Андреевна (RU), Эмурлаев Кемал Исметович (RU)**

Заявка № 2021667475

Дата поступления 08 ноября 2021 г.

Дата государственной регистрации

в Реестре программ для ЭВМ 08 ноября 2021 г.



*Руководитель Федеральной службы  
по интеллектуальной собственности*

ДОКУМЕНТ ПОДПИСАН ЭЛЕКТРОННОЙ ПОДПИСЬЮ  
Сертификат 0x02A5CF6C00B1ACF59A40A2F08092E9A118  
Владелец **Ивлиев Григорий Петрович**  
Действителен с 15.01.2021 по 15.01.2035

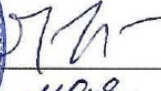
*Г.П. Ивлиев*

## Приложение «Г»

**Акт передачи результатов диссертационной работы в ЦКП «СЦСТИ»  
«УТВЕРЖДАЮ»**

Заместитель директора по научной  
работе Института ядерной физики  
им. Г.И. Будкера



  
Е.Б. Левичев  
19 мая 2022 г.

## АКТ

передачи результатов научно-исследовательской работы

Аспирантом кафедры материаловедения в машиностроении Новосибирского государственного технического университета К.И. Эмурлаевым при выполнении диссертационной работы выполнен комплекс исследований, подтверждающий высокую эффективность использования синхротронного излучения для анализа структурно-фазовых преобразований в металлических материалах в процессах трения. Разработаны программы для расчетов параметров микроструктуры, формируемой в процессе трения и визуализации результатов исследований. Предложенные методы и подходы представляют интерес для пользователей ЦКП «Сибирский центр синхронного и терагерцового излучения» при решении задач, связанных с разработкой материалов триботехнического назначения и исследованием их структуры. Обоснованные К.И. Эмурлаевым технические решения входят составной частью в концептуальный проект экспериментальной станции второй очереди строящегося ЦКП «СКИФ».

Директор центра коллективного  
пользования «Сибирский центр синхронного  
и терагерцового излучения»,  
академик РАН



Г.Н. Кулипанов

Проректор Новосибирского  
государственного технического университета  
по научной работе,  
д.т.н., профессор



С.В. Брованов

## Приложение «Д»

### Акт использования результатов диссертационной работы в учебном процессе

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе  
Новосибирского государственного  
технического университета

К.т.н., доцент

С.С. Чернов

«02» февраля 2022 г.



использования результатов диссертационной работы  
аспиранта К.И. Эмурлаева в учебном процессе

Диссертационная работа Кемала Исметовича Эмурлаева посвящена изучению особенностей структурно-фазовых преобразований, происходящих непосредственно в процессе фрикционного нагружения. В работе показано, что использование дифракции синхротронного излучения в сочетании с дифракционными моделями позволяет зафиксировать стадии накопления дефектов кристаллической решетки и выявить особенности дислокационных преобразований, вызванных трением. Operando подход контроля изменений структуры в области фрикционного воздействия на элемент контактной пары может быть использован для анализа других материалов, их диагностики и прогнозирования надежности в условиях фрикционного нагружения.

В процессе подготовки диссертационной работы К.И. Эмурлаевым проведен комплекс теоретических и экспериментальных исследований, посвященных анализу изменений фазового состава и микроструктуры, в частности, дислокационной структуры. Результаты исследований опубликованы в российских журналах, рекомендованных ВАК, в международных журналах, индексируемых в базах Scopus и Web of Science, а также представлены на всероссийских и международных конференциях.

Результаты диссертационной работы, полученные К.И. Эмурлаевым, используются в учебном процессе на механико-технологическом факультете Новосибирского государственного технического университета при подготовке бакалавров и магистрантов, обучающихся по направлению «Материаловедение и технологии материалов» (в лекционных курсах, а также на практических занятиях по дисциплинам «Физические методы исследования материалов», «Методы структурного анализа материалов» и «Применение дифракции синхротронного излучения в материаловедении».).

Декан механико-технологического  
факультета, к.т.н., доцент

А.Г. Тюрин