

*К.И. ЭМУРЛАЕВ, Д.В. ЛАЗУРЕНКО, В.Г. БУРОВ, И.А. БАТАЕВ, А.А. БАТАЕВ***ПРИМЕНЕНИЕ СИНХРОТРОННОГО ИЗЛУЧЕНИЯ ДЛЯ АНАЛИЗА СТРУКТУРНЫХ И ФАЗОВЫХ ПРЕОБРАЗОВАНИЙ В ХРОМОНИКЕЛЕВОЙ СТАЛИ, ОБУСЛОВЛЕННЫХ ФРИКЦИОННЫМ ВЗАИМОДЕЙСТВИЕМ \*****Ключевые слова:** *трение, фазовые превращения, дифракционный анализ, синхротронное излучение, картирование.*

Известно, что процессу трения сопутствуют высокие удельные нагрузки, возникающие в зоне контакта, вследствие этого уже на начальном этапе фрикционного взаимодействия могут проявляться эффекты локализации пластического течения, возникать тепловые пятна и другие явления [1, 2]. Структура поверхностных слоев, сформированная на стадии предварительной механической или термической обработки, в условиях сухого трения скольжения существенно трансформируется, причем процесс изменений развивается постепенно, с увеличением количества циклов трения. В выполненных относительно недавно работах [3–6] были предложены *in situ* подходы, позволяющие наблюдать за структурными преобразованиями в зоне фрикционного контакта тел или в непосредственной близости от нее. Эти подходы основаны на анализе дифракционных картин, полученных с использованием синхротронного излучения. Фиксируя дифракционные картины, возникающие непосредственно в процессе трения материала, авторы анализировали развивающиеся при этом фазовые преобразования, а также оценивали влияние фрикционного воздействия на процессы накопления и аннигиляции дефектов структурного состояния.

В работе [5] представлены результаты исследований, полученные при сканировании поверхности трения пучком синхротронного излучения, сфокусированным до микронного размера. Применение такого подхода позволило авторам наблюдать за формированием и развитием дорожек трения, а также судить об измельчении зеренной структуры в области фрикционного контакта. Описанная в работе методика дает возможность оценивать характер распределения размеров областей когерентного рассеяния и плотности дислокаций в зоне трения. Одно из достоинств дифракции синхротронного излучения при использовании лучей микронных размеров заключается в установлении фазовых превращений в различных участках поверхности трения. К примеру, известно, что в аустенитных хромоникелевых сталях при механическом воздействии, в том числе и при трении, может наблюдаться бездиффузионное превращение аустенита в мартенсит [7, 8], что делает данные стали хорошим модельным материалом, так как  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -превращение достаточно легко зафиксировать с использованием рентгеновской дифракции. Кроме того, этот процесс может представлять интерес с прикладной точки зрения, так как он приводит к повышению прочностных свойств [8] и снижению коррозионной стойкости [9] сталей.

Цель данной работы – оценить возможности использования дифрактометрии синхротронного излучения в режиме сканирования для выявления фазовых преобразований в условиях сухого трения скольжения в паре хромоникелевая аустенитная сталь – высокопрочный индентор.

**Методика эксперимента**

В работе анализировали результаты фрикционного взаимодействия образца из хромоникелевой стали AISI 321 с индентором из сплава BK20 при реализации схемы «палец – диск». Выбор твердого сплава в качестве материала для изготовления индентора обусловлен высокими значениями его износостойкости, жесткости и химической стойкости. Эти свойства твердого сплава дают основания полагать, что наиболее существенные преобразования при фрикционном взаимодействии материалов будут связаны с деформированием и изнашиванием стали, тогда как геометрия высокопрочного индентора практически не изменится. С позиции функционирования триботехнической установки, описанной в работе [5], это имеет принципиальное значение. Стальной образец имел форму диска диаметром 66 мм. На стадии подготовки эксперимента с целью формирования аустенитной структуры он был подвергнут вакуумной закалке от 1000 °С в масло. В триботехнический контакт с индентором вступала цилиндрическая поверхность образца шириной ~ 1.6 мм, предварительно отполированная с использованием алмазных паст. Полирование рабочей поверхности образца выполнялось для того, чтобы исключить влияние шероховатости на начальном этапе трения на процесс накопления повреждений. Тем не менее применяемый в работе подход позволяет использовать образцы с различным начальным уровнем шероховатости. Скорость движения образца относительно индентора была равна 0.22 м/с, нагрузка на индентор составляла 16 кг, площадь контакта взаимодействующих тел ~ 1 мм<sup>2</sup>. Для проведения исследований была разработана установка, позволяющая анализировать поверхность трения с использова-

\* Работа выполнена при финансовой поддержке гранта Президента РФ для молодых ученых – кандидатов наук МК-2516.2019.8.

нием синхротронного излучения. Детальное описание схемы эксперимента приведено в работах [5, 6, 10, 11]. Эксперименты были выполнены в Европейском центре синхротронного излучения (ESRF) на станции ID13 с энергией рентгеновского излучения 13.9 кэВ. Детальное описание оптической схемы, реализованной на станции, представлено в работе [12].

Сканирование рабочей поверхности образца с использованием синхротронного излучения ( $\lambda = 0.8919726$  нм) проводилось в исходном состоянии (перед началом процесса изнашивания) и после изнашивания с заданным количеством циклов трения. В процессе сканирования установка с зафиксированным на ней образцом перемещалась вдоль осей  $X$  и  $Z$  с шагом 5 и 1.3 мкм соответственно. При проведении исследований была реализована схема скользящего по поверхности трения пучка, глубина его проникновения в стальной образец составляла  $\sim 2$  мкм. Проекция рентгеновского пучка на поверхность трения была равной  $2.8 \times 22$  мкм<sup>2</sup>. Результатом сканирования рентгеновского пучка являлся массив из 121 (по оси  $Z$ )  $\times$  410 (по оси  $X$ ) = 49610 дифракционных картин. Детальное описание и схема сканирования приведены в работе [10].

### Результаты и их обсуждение

Результаты сканирования исходной поверхности образца и поверхности трения после 30 оборотов образца представлены на рис. 1,  $a$ ,  $b$  и  $в$ ,  $г$  соответственно. Для построения приведенных картин из каждой дифракционной картины были извлечены данные об уровне интенсивности рефлексов искоемых фаз. Указанные рисунки дают информацию о характере распределения по поверхности трения абсолютной интенсивности рефлексов (220) аустенита ( $\gamma$ ) и (211) мартенсита ( $\alpha'$ ). Распределение интенсивности рефлекса аустенита по поверхности трения в исходном состоянии (рис. 1,  $a$ ) менее равномерно, чем после фрикционного взаимодействия (рис. 1,  $в$ ). Это обусловлено тем, что трение приводит к фрагментации зеренно-субзеренной структуры и, как следствие, появляется большее количество микрообъемов, удовлетворяющих условию отражения Вульфа – Брэгга.

Из рис. 1,  $b$  следует, что в закаленном состоянии в поверхностном слое образца доминирует структура аустенита. Мартенсит в хромоникелевой стали наблюдается в незначительном количестве. Редкие светлые точки на рис. 1,  $b$ , свидетельствующие о локальном формировании  $\alpha'$ -фазы, обусловлены, вероятно, термическими напряжениями, возникшими при закалке образца. Фрикционное взаимодействие образца с индентором сопровождается мартенситным превращением стали в зоне трения (рис. 1,  $в$ ,  $г$ ). Сканирование поверхности трения пучком синхротронного излучения позволяет провести сравнение интенсивности  $\gamma$ - и  $\alpha'$ -фаз и выявить таким образом местоположение наиболее нагруженной при контактом взаимодействии зоны. Так, на рис. 1,  $в$  отчетливо выделяется темная полоса с пониженным содержанием аустенита, положение которой соответствует дорожке трения. В то же время анализ данных, приведенных на рис. 1,  $г$ , свидетельствует о том, что в этой же области интенсивность рефлекса мартенсита значительно возрастает. В отдельных местах ее ширина достигает 300 мкм, а глубина – 7–10 мкм. Очевидно, что мартенсит возникал в той зоне трения, где контактные напряжения превышали величину предела текучести стали [13]. Можно ожидать, что дальнейшее продолжение процесса трения будет приводить к расширению области, претерпевшей  $\gamma \rightarrow \alpha'$ -фазовое превращение, и по всей поверхности образца будет сформирована структура мартенсита.

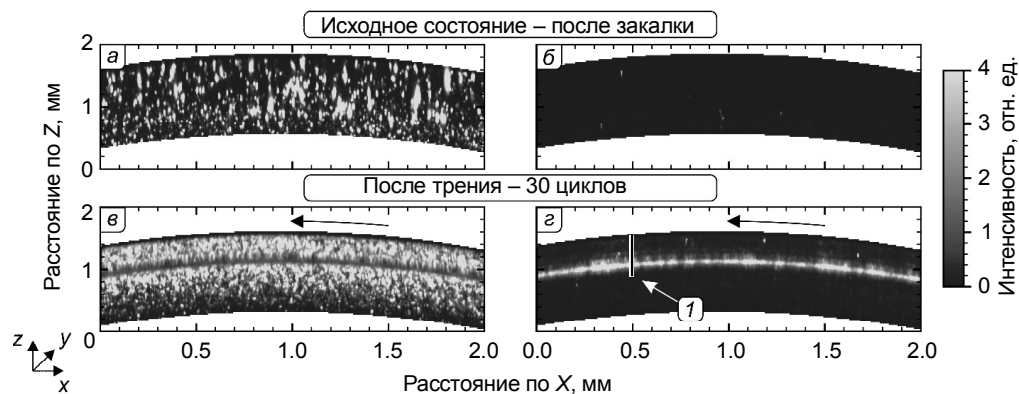


Рис. 1. Распределение интенсивности рефлекса (220) аустенита ( $a$ ,  $в$ ) и рефлекса (211)  $\alpha'$ -мартенсита ( $b$ ,  $г$ ) в пределах анализируемой поверхности в исходном состоянии и после 30 циклов фрикционного взаимодействия. Описание линии, указанной стрелкой 1, представлено в тексте

На рис. 2 представлена совокупность дифракционных картин, соответствующих различным точкам линии, указанной стрелкой на рис. 1,  $г$ . Оттенки, отображенные на этом рисунке, характеризуют абсолютную интенсивность рассеяния рентгеновского излучения, значения которой представлены на шкале (справа от изображения). Анализ данных, приведенных на рис. 2, свидетельствует о том, что пики мартенсита проявляются в той же области, что и на рис. 1,  $г$ , на расстоянии приблизительно от 0.95 до 1.2 мм. Следует обратить внима-

ние, что интенсивность рефлекса (111)  $\gamma$  в зоне мартенситного превращения сопоставима с (110)  $\alpha'$ . Принимая во внимание глубину проникновения излучения, можно предположить, что толщина слоя мартенсита, сформированного в процессе трения, составляет менее 2 мкм. Таким образом, столь высокий показатель интенсивности рефлекса (111)  $\gamma$  обусловлен дифракцией от объемов аустенита, находящихся под слоем мартенсита. На рис. 2 также присутствуют области с низкой интенсивностью рефлексов аустенита (отмечены белыми кружками), в которых мартенситного превращения не наблюдается. Их наличие обусловлено особенностями локальной кристаллографической ориентации кристаллов аустенита, микрообъемы которого в различных участках поверхности в разной степени удовлетворяют условию отражения Вульфа – Брэгга.

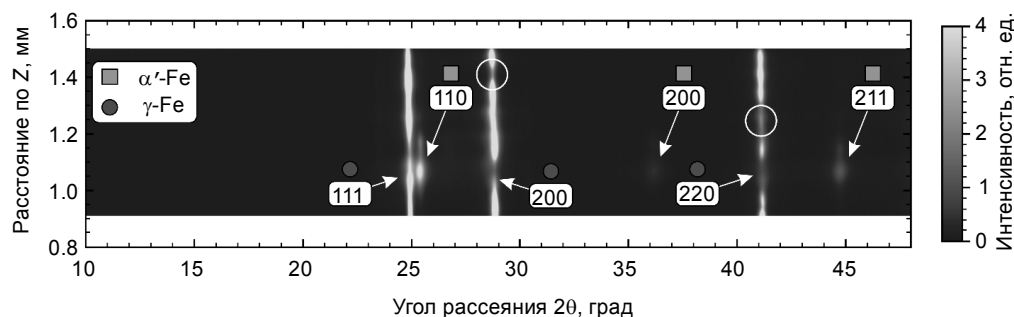


Рис. 2. Распределение интенсивности рассеяния рентгеновских лучей вдоль вертикальной линии, указанной стрелкой 1 на рис. 1, з. Кружками указаны области с относительно низкой интенсивностью

Применение синхротронной дифрактометрии позволяет выявить характер распределения отдельных фаз на поверхности трения, а также наблюдать измельчение структуры и протекание индуцированных трением фазовых преобразований. С использованием более сложных моделей профильного анализа и с учетом полученных данных можно определить скорость изменения размеров областей когерентного рассеяния, повышения плотности дислокаций и изменения их типа в зависимости от количества циклов фрикционного взаимодействия. Эти результаты будут представлены в дальнейших работах.

### Заключение

С помощью метода дифракции рентгеновского синхротронного излучения исследовано влияние фрикционного воздействия на структуру поверхности трения образца из стали AISI 321. Показано, что в результате взаимодействия контактной пары сталь AISI 321 – сплав BK20 формируется дорожка изнашивания, в пределах которой происходит фазовое превращение аустенита в мартенсит. Остальная часть поверхности трения характеризуется измельчением зеренно-субзеренной структуры аустенита.

### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Chen L.H. and Rigney D.A. // Wear. – 1990. – V. 136. – P. 223–235.
2. Tarasov S.Yu., Filippov A.V., Kolubaev E.A., et al. // Tribol. Int. – 2017. – V. 115. – P. 191–198.
3. Yagi K., Ebisu Y., Sugimura J., et al. // Tribol. Lett. – 2011. – V. 43. – No. 3. – P. 361–368.
4. Matsuzaki Y., Yagi K., and Sugimura J. // Wear. – 2017. – V. 386. – P. 165–172.
5. Bataev A., Burov V., Nikulina A., et al. // Mater. Perform. Charact. – 2018. – No. 7. – P. 20170065.
6. Burov V., Bataev I., and Smirnov A. // MATEC Web Conf. – 2017. – V. 129. – P. 02024.
7. Kajita S., Yagi K., Izumi T., et al. // Tribol. Lett. – 2015. – V. 57. – No. 1. – P. 1–11.
8. Makarov A., Skorynina P., Osintseva A., et al. // Met. Work. Mater. Sci. – 2015. – V. 4. – No. 69. – P. 80–92.
9. De Abreu H.F.G., de Carvalho S.S., de Lima Neto P., et al. // Mater. Res. – 2007. – V. 10. – No. 4. – P. 359–366.
10. Bataev I. A., Lazurenko D.V., Bataev A.A., et al. // Acta Mater. – 2020. – V. 196. – P. 355–369.
11. Батаев И.А., Батаев А.А., Лазуренко Д.В. и др. // Изв. вузов. Физика. – 2018. – Т. 61. – № 3. – С. 93–99.
12. Davies R., Burghammer M., and Riekel C. // Synchrotron Rad. Nat. Sci. – 2006. – V. 5. – P. 96–99.
13. Olson G.B. and Cohen M. // J. Less Common Met. – 1972. – V. 28. – P. 107–118.

Поступило в редакцию 06.07.2020,  
после доработки – 24.08.2020.

Новосибирский государственный технический университет, г. Новосибирск, Россия

**Эмурлаев** Кемал Исметович, аспирант НГТУ, e-mail: emurlaev@corp.nstu.ru;

**Лазуренко** Дарья Викторовна, к.т.н., доцент, доцент каф. материаловедения в машиностроении НГТУ, e-mail: ravlyukova\_87@mail.ru;

**Буров** Владимир Григорьевич, д.т.н., профессор, профессор каф. материаловедения в машиностроении НГТУ, e-mail: wburow@yandex.ru;

**Батаев** Иван Анатольевич, д.т.н., доцент, доцент каф. материаловедения в машиностроении НГТУ, e-mail: ivan-bataev@ngs.ru;

**Батаев** Анатолий Андреевич, д.т.н., профессор, профессор каф. материаловедения в машиностроении НГТУ, e-mail: bataev@adm.nstu.ru.