

## ОТЗЫВ

официального оппонента на диссертационную работу Эмурлаева Кемала Исметовича «Применение дифракции синхротронного рентгеновского излучения для анализа эволюции структуры углеродистых и легированных сталей в условиях сухого трения скольжения», представленную на соискание ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – «Материаловедение»

### **Актуальность темы работы**

Исследования процессов трения и изнашивания представляют весьма значительный научный и практический интерес вследствие повсеместного использования механических устройств с контактами движущихся частей, и это определяет актуальность того направления в материаловедении, в рамках которого выполнена диссертационная работа К.И. Эмурлаева. Существенному продвижению в данной области способствует появление новых методик исследования, позволяющих следить за изменениями структурно-фазового состояния трущихся поверхностей в режимах *in situ* и *operando* благодаря экспериментам с использованием синхротронного излучения. Принципиально новая информация относительно текущего состояния исследуемых образцов, получаемая с временным разрешением до нескольких сотен измерений в секунду, позволяет рассмотреть важные стадии изменения структуры трущихся поверхностей, изучить кинетику происходящих процессов. Дифракционный эксперимент дает возможность определить тип и концентрацию различных дефектов кристаллической структуры, установить механизмы их трансформации во времени, исследовать явления окисления поверхности в условиях фрикционного воздействия, оценить критические параметры эксплуатации изделий для предотвращения их разрушения. Этим определяется востребованность исследований, проведенных в работе К.И. Эмурлаева как в части постановки новых экспериментальных методик, так и в части конкретных результатов, полученных в ходе экспериментов, выполненных на железоуглеродистых сплавах – сталях нескольких промышленных марок.

### **Анализ содержания диссертации**

На отзыв представлена диссертация, изложенная на 206 страницах, состоящая из 6 глав, заключения, списка литературы и пяти приложений, включая 76 рисунков, 5 таблиц, 258 наименований цитируемых литературных источников.

**Во введении** обоснована актуальность исследований, проводимых в рамках диссертационной работы, сформулированы цель и задачи исследования, изложены научная

новизна и практическая значимость полученных при выполнении диссертационной работы результатов, приведены положения, выносимые на защиту, обозначен личный вклад автора.

**Первая глава** представляет собой аналитический обзор литературных источников, содержащих результаты теоретических и экспериментальных исследований, выполненных отечественными и зарубежными специалистами по теме диссертационной работы. Дано подробное описание особенностей структурно-фазовых превращений, развивающихся в железоуглеродистых сплавах при фрикционном нагружении. Рассмотрены существующие рентгеновские дифракционные методики, привлекаемые для исследований в этой области, с использованием как лабораторных источников излучения, так и источников синхротронного излучения.

**Во второй главе** описывается методика проведения дифракционного эксперимента с использованием синхротронного излучения с поверхности образцов, подвергаемых триботехническому воздействию. Приведено также описание образцов, исследованных в диссертационной работе (отожженная сталь 45, закаленные стали 12X18H10T и 40X).

**Третья глава** посвящена изучению особенностей структурных преобразований в стали 45, вызванных фрикционным нагружением. Показано, что эволюция микроструктуры поверхностных слоев в процессе трения скольжения сопровождается, в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения, повышением доли винтовых дислокаций и снижением доли дислокаций краевого типа. Установлены три стадии процесса трения, связанные с разрушением и образованием оксидов железа: 1) износ существовавшей на поверхности материала оксидной плёнки; 2) рост нового слоя, содержащего оксиды железа; 3) конкурирующие процессы разрушения и восстановления оксидного слоя.

**В четвертой главе** приведены результаты исследований структурно-фазовых превращений, развивающихся в аустенитной хромоникелевой стали 12X18H10T в условиях сухого трения скольжения. Установлено, что на начальном этапе фрикционного взаимодействия идет процесс распада  $\gamma$ -фазы, в аустенитной матрице формируется  $\epsilon$ -мартенсит, преобразующийся в дальнейшем в  $\alpha'$ -фазу. Методом молекулярной динамики показано, что распад аустенита сопровождается диффузионным перераспределением легирующих элементов в твердом растворе, инициированным наличием точечных дефектов. Снижение стабильности аустенита объясняется обеднением матрицы никелем (стабилизирующим  $\gamma$ -фазу) и повышением локальной концентрации хрома. Сделан вывод о том, что механизм изнашивания анализируемой стали связан с расслоением, происходящим, как правило, на границе сопряжения механически-перемешанного слоя с

основным материалом.

**В пятой главе** изложены результаты *operando* исследования структурных превращений закаленной стали 40X в условиях фрикционного нагружения. Обнаружено, что кристаллическая структура основной наблюдаемой фазы –  $\alpha$ -мартенсита описывается тетрагональной решеткой по сравнению с кубической решеткой железа, что связывается автором с насыщением твердого раствора углеродом. Установлена нелинейная зависимость степени тетрагонального искажения решетки от количества циклов нагружения, объясняемая перераспределением углерода и его сегрегацией на структурных дефектах либо образованием наноразмерных частиц карбида. При этом начальная стадия трансформации структуры (до 5-ти циклов включительно) вызывает вопросы, поскольку характеризуется резким увеличением степени тетрагонального искажения.

**В шестой главе** дано описание спроектированной и изготовленной в ходе выполнения диссертационной работы машины трения, предназначенной для проведения *operando* исследований структуры материалов с использованием синхротронной дифрактометрии.

**В заключении** представлены основные результаты и выводы, полученные в ходе выполнения диссертационной работы, а также рекомендации и перспективы дальнейшей разработки темы.

### **Научная новизна работы**

1. Установлены структурно-фазовые преобразования, происходящие в сталях 45, 40X и 12X18H10T в условиях сухого трения скольжения на основании экспериментальных данных, полученных непосредственно в процессе взаимодействия элементов пары трения.
2. Впервые показано, что в поверхностных слоях стали 45 с феррито-перлитной структурой после триботехнических испытаний в условиях сухого трения скольжения преобладают винтовые дислокации, относительное содержание которых в сравнении с краевыми дислокациями достигает 90%.
3. Экспериментально установлено, что в процессе фрикционного воздействия на аустенитную хромоникелевую сталь 12X18H10T превращение  $\gamma$ -фазы в  $\alpha'$ -фазу происходит через формирование промежуточной  $\epsilon$ -фазы.
4. Методом молекулярной динамики показано, что дестабилизация аустенита при деформации стали 12X18H10T происходит за счёт перераспределения легирующих элементов в условиях накопления точечных дефектов и обеднения твёрдого раствора никелем.

## **Теоретическая и практическая значимость диссертации**

Теоретическая значимость определяется совокупностью полученных в работе результатов, расширяющих представления о процессах эволюции кристаллической структуры и микроструктуры сталей с различным исходным структурно-фазовым состоянием. Разработанный 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.

Предложены эффективные технические решения, обеспечивающие реализацию *operando* исследований структурно-фазовых преобразований, развивающихся при фрикционном нагружении сталей в условиях сухого трения скольжения; разработана экспериментальная установка для Международного исследовательского центра «Европейский центр синхротронного излучения» (г. Гренобль, Франция). Технические решения по реализации *operando* исследований процессов трения используются при проектировании исследовательского оборудования для станций синхротронного излучения в ЦКП «СКИФ».

## **Достоверность и обоснованность научных результатов, выводов, положений**

Достоверность полученных результатов подтверждается применением комплекса методов исследования, аналитического и испытательного оборудования, использования статистических методов обработки экспериментальных данных, а также современной экспериментальной техники, позволяющей с высоким качеством проводить структурные исследования, используя синхротронное излучение.

Полученные в работе результаты хорошо согласуются с современными представлениями об особенностях процессов, протекающих в условиях сухого трения скольжения. Основные результаты работы были представлены и обсуждены на 8 международных и всероссийских конференциях, а также опубликованы в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК.

## **Замечания и вопросы**

1. В разделе 3.3, на рис. 3.8 приведена дифрактограмма углеродистой стали, подвергнутой 1126 циклам трения, представляющая собой сложную суперпозицию дифракционных картин металла и двух оксидов железа, причем пики всех трех фаз очень уширены и значительно перекрываются друг с другом. Хотелось бы получить дополнительные

пояснения, каким образом проводился анализ такого достаточно сложного профиля. Имеются различные подходы, связанные как с декомпозицией такого рода картин, так и с их моделированием, но в диссертации нет информации об их применении. Соответственно, далее не ясно, что понимается под суммарной интенсивностью пиков 110 гематита и 311 магнетита – их интегральная интенсивность (площадь пиков) или высота в максимуме?

2. Не понятно, почему в разделе 4.2 фаза  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  не конкретизирована (хотя ее дифракционные пики обозначены на рис. 4.8), а описывается как фаза «оксида железа (III)». Уместно напомнить, что есть разные кристаллические фазы оксида железа со степенью окисления  $\text{Fe}^{3+}$ .

3. На рис. 5.8 приведены графики, демонстрирующие изменения степени тетрагональности и полуширины пика 211  $\alpha$ -мартенсита в зависимости от количества циклов фрикционного нагружения на закаленную сталь 40X. Уменьшение тетрагонального искажения и одновременно полуширины дифракционного пика при количестве циклов более 5-ти объясняется автором уменьшением содержания углерода в объеме кристаллитов мартенсита, что представляется корректным. Но это не объясняет начальную стадию процесса до 5 циклов включительно, когда тетрагональное искажение структуры растет, а при этом полуширина пика все-таки уменьшается. Как это интерпретировать с позиции распределения углерода в кристаллической структуре?

4. Имеются также некоторые замечания технического характера:

- на рис. 3.2, стр. 86 не обозначены пики фазы оксида; об их наличии можно узнать только из описания в тексте, которое приводится лишь на стр. 91 в другом подразделе;
- на ряде рисунков не обозначены оси или не приведены единицы измерения по осям; например, на рис. 3.4 для размеров ОКР не указано, что они даны в «нм»; на рисунках, демонстрирующих зависимость полуширины дифракционных пиков от циклов фрикционного нагружения (рис. 3.3, 4.12) единицы измерения полуширины также не приведены.

Сделанные замечания имеют уточняющий характер и не влияют на общую высокую оценку работы К.И. Эмурлаева. Диссертация в целом выполнена на высоком методическом уровне. Основные результаты хорошо представлены в виде графиков и таблиц, качественно и грамотно описаны в тексте. На основе полученных экспериментальных данных сделаны корректные выводы и заключения. Автореферат полностью соответствует содержанию диссертации.

## Заключение

Диссертационная работа «Применение дифракции синхротронного рентгеновского излучения для анализа эволюции структуры углеродистых и легированных сталей в условиях сухого трения скольжения» Кемала Исметовича Эмурлаева выполнена на высоком научном уровне и является завершенной научно-квалификационной работой, в которой содержатся решения задач, имеющих существенное значение для понимания процессов, развивающихся в железоуглеродистых сплавах при фрикционном нагружении, и повышения эксплуатационных характеристик изделий, работающих в режимах сухого трения. Диссертационная работа соответствует требованиям пункта 9 «Положения о присуждении ученых степеней» (Постановление Правительства РФ от 24 сентября 2013 г. №842), а её содержание отвечает паспорту научной 2.6.17 – «Материаловедение» в части пунктов 2, 5, 6, 8 и 9. Автор диссертации, Эмурлаев Кемал Исметович, заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности: 2.6.17 – «Материаловедение».

Официальный оппонент:

доктор физико-математических наук,  
профессор, главный научный сотрудник  
отдела исследования катализаторов  
Федерального государственного  
бюджетного учреждения науки  
«Федеральный исследовательский центр  
«Институт катализа им. Г.К. Борескова  
Сибирского отделения Российской академии наук

Сергей Васильевич Цыбуля

630090, Новосибирск, пр. Ак Лаврентьева 5  
тел. 8(383)3269547,  
эл. почта: tsybulya@catalysis.ru

02.12.2022

«Подпись С.В.Цыбуля  
Ученый секретарь  
кандидат химическ

М.О.Казаков

Поступил в  
совет 05.12.2022

Р.П. Теркин

С отзывом ознакомлен  
06.12.2022. Эмурлаев К.И.