

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 учёной степени
кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – «Материаловедение»

Актуальность темы диссертационной работы

Одна из ключевых проблем машиностроения связана с износом элементов пар трения. Ремонт и техническое обслуживание деталей машин и механизмов зачастую приводят к дополнительным финансовым затратам, в несколько раз превосходящим их первоначальную стоимость. В связи с этим важно понимать какие структурно-фазовые превращения происходят в материалах при фрикционном нагружении и каким образом происходит адаптация структуры к внешнему воздействию. Анализируя структуру изделия, подверженного фрикционному нагружению на различных временных промежутках, можно выявить особенности структурных изменений, приводящих к деградации трущейся поверхности элемента контактной пары.

Рентгеноструктурный анализ является одним из передовых методов анализа структурно-фазовых превращений. При использовании современных источников синхротронного излучения потенциал этого метода применительно к материаловедению существенно расширяется, поскольку появляется возможность анализировать изменение концентрации дефектов кристаллического строения и многих других параметров непосредственно в ходе эксперимента или в процессе эксплуатации изделий, т.е. в режимах *in situ* или *operando*.

Таким образом, считаю, что диссертационная работа Эмурлаева Кемала Исметовича, направленная на развитие *operando* подхода для изучения структурной эволюции сталей, вызванной фрикционным нагружением с использованием дифракции синхротронного излучения является актуальной как с научной, так и с практической точек зрения.

Научная новизна работы

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

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

3. Экспериментально установлено, что в процессе фрикционного воздействия на аустенитную хромоникелевую сталь 12X18H10T $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение происходит с формированием промежуточной ϵ -фазы. С использованием количественного

рентгенофазового анализа определена объемная доля α' - и γ -фаз в поверхностном слое стали 12X18H10T на различных этапах сухого трения скольжения.

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

Научная и практическая значимость диссертации

Научная значимость работы заключается в расширении представлений о процессах эволюции микроструктуры сталей с различным исходным структурно-фазовым состоянием в результате фрикционного нагружения. Показано, 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.

В рамках выполнения диссертационной работы разработана экспериментальная установка, предназначенная для проведения *operando* исследований материалов в условиях фрикционного нагружения с использованием синхротронного рентгеновского излучения. Установка передана в Международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения». Результаты исследований и программы, разработанные с целью анализа результатов дифракционных экспериментов, используются при проектировании станций синхротронного излучения в ЦКП «СКИФ».

Результаты диссертационной работы используются в учебном процессе НГТУ при проведении лекций и практических занятий, связанных с физическими методами исследования.

Достоверность результатов

Достоверность данных, полученных при выполнении диссертационной работы, обеспечивается комплексом взаимодополняющих методов исследования, а также статистической обработкой полученных результатов. Экспериментальные исследования выполнены на оборудовании, уровень которого соответствует современным отечественным и зарубежным материаловедческим лабораториям. Полученные автором данные не противоречат сведениям, представленным в отечественной и зарубежной литературе по теме исследования. Основные результаты работы достаточно полно отражены в 11 научных работах, 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 регистрации программ для ЭВМ.

Анализ содержания диссертационной работы

На отзыв предоставлена диссертация, изложенная на 206 страницах, состоящая из введения, шести глав, заключения, списка литературы из 258 источников, пяти приложений.

Во введении к диссертационной работе представлены актуальность темы исследования, степень ее разработанности, сформулированы цель и задачи, приведены научная новизна, положения, выносимые на защиту, теоретическая и практическая значимость работы, а также описаны методы исследования.

В первой главе проведен анализ теоретических и экспериментальных исследований, в которых отражены особенности структурных преобразований, развивающихся в

железоуглеродистых сплавах при фрикционном нагружении. Рассмотрены причины формирования механически-перемешанных слоев, трибоокисления и образования вихреподобной структуры. Описаны существующие подходы к анализу структурной эволюции материала, вызванной трением, с использованием дифракции рентгеновского излучения.

Во второй главе автором диссертации описаны материалы исследования, их подготовка к экспериментам, а также особенности проведения триботехнических испытаний с одновременным использованием дифракции синхротронного излучения. Представлена информация о методах исследования структуры и свойств образцов, а также моделях, использованных для обработки дифракционных картин и анализа тепловых эффектов, вызванных фрикционным нагружением.

В третьей главе диссертационной работы представлены результаты исследований влияния фрикционного воздействия на структуру отожженной стали 45. Автором проведен комплекс экспериментов, позволивший оценить эволюцию структуры сплава на различных этапах трения. С использованием рентгеноструктурного анализа показано, что в течение короткого времени испытаний фрикционное нагружение стального образца приводит к достижению предельного значения концентрации дефектов кристаллической решетки α -Fe.

На основании рентгеноструктурного анализа установлено, что эволюция микроструктуры поверхностных слоев стали 45 в процессе скольжения сопровождается повышением доли винтовых дислокаций, в то время как доля краевых – снижается. Доминирование винтовых дислокаций в поверхностном слое стали, подвергнутой трению, связано с их низкой подвижностью, при этом аннигиляция краевых дислокаций обусловлена возможностью их переползания за счет точечных дефектов, возникших в процессе пластической деформации материала.

Показано, что при заданных условиях трения контактной пары изнашивание стали 45 сопровождается процессами пластической деформации (в том числе ротационной) и окисления. Определено, что основным механизмом разрушения слоя является деламинация.

Четвертая глава диссертации посвящена анализу структурно-фазовых преобразований, развивающихся в аустенитной хромоникелевой стали 12X18H10T в условиях фрикционного нагружения. Установлено, что при заданных режимах трения механически-индуцированное $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращение происходит с промежуточным формированием ε -мартенсита. Показано, что образование последнего коррелирует со склонностью к появлению дефектов упаковки в аустените. С использованием рентгеноструктурного анализа зафиксировано, что при образовании α' -фазы происходит наследование дефектов кристаллической решетки исходного аустенита.

Методом молекулярной динамики определено, что предпосылкой распада аустенита является диффузионное перераспределение легирующих элементов, в частности никеля (γ -стабилизатора) в твердом растворе, обусловленное высокой концентрацией точечных дефектов, возникших на стадии циклического фрикционного нагружения.

Показано, что формирование механически-перемешанного слоя на рабочей поверхности аустенитной стали в заданных условиях трения скольжения обусловлено процессами сдвига и разворота мезообъемов, а также фрагментации сильнодеформированного материала.

В пятой главе диссертационной работы рассмотрена структурная эволюция закаленной стали 40X в условиях сухого трения скольжения. Показано, что на начальных

этапах триботехнических испытаний происходит изменение мартенситной структуры сплава путем перераспределения углерода в твердом растворе и механически-индуцированного превращения остаточного аустенита в α' -мартенсит. Изнашивание образца, изготовленного из стали 40X, приводит к окислению его рабочей поверхности.

В шестой главе описывается установка для проведения триботехнических испытаний, разработанная для станций синхротронного излучения. Автором также приведены сведения о практическом использовании результатов исследований, что подтверждается пятью актами. Имеется три свидетельства о регистрации программ для ЭВМ.

В заключении представлены основные результаты и выводы, полученные при выполнении диссертационной работы.

Вопросы и замечания по диссертационной работе

1. При изучении эволюции микроструктуры поверхностных слоев в процессе трения скольжения автор оперирует информацией о формирующихся дислокациях разного типа. Однако она не подкрепляется другими методами исследования, например данными просвечивающей микроскопии.

2. В главах 3, 4 и 5 рассмотрены вопросы структурно-фазовые преобразования при трении сталей разного типа. Однако в если в Главе 3 после изучения стали с феррито-перлитной структурой автор объясняет результаты в терминах формирующихся дислокации разного типа (сидячих, краевых, винтовых) то в главах 4 и 5 при изучении аустенитной хромоникелевой стали и стали с мартенситной структурой эта информация отсутствует, обсуждение происходит в терминах плотностей дислокаций, упорядочения дислокационных структур, числа дефектов и повреждений без упоминаний типа дислокаций как в главе 3. В чем причина такого разного подхода к анализу?

3. В работе не приводятся данные об изменении коэффициента трения контактных пар «BK20 – сталь 45 / 12X18H10T / 40X». Эти данные в сочетании с результатами рентгеноструктурного анализа могли бы существенно расширить представления о процессах структурных изменений и изнашивании рассматриваемых сплавов.

4. Результаты исследований в работе хорошо опубликованы и апробированы. Однако некоторые статьи (приведены ниже) приведенные в автореферате диссертации, судя по названию и содержанию, напрямую не относятся в настоящей диссертации:

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

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

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

(г) Formation of wear-resistant copper-bearing layers on the surfaces of steel substrates by non-vacuum electron beam cladding using powder mixtures / D. V. Lazurenko, G. I. Alferova, M. G.

Golkovsky, K. I. Emurlaev, Yu. Yu. Emurlaeva, I. A. Bataev, T. S. Ogneva, A. A. Ruktuev, N. V. Stepanova, A. A. Bataev // Surface and Coatings Technology. – 2020. – Vol. 395. – P. 1-14. 19

В подрисуночной подписи к рисунку 3.2 диссертации не указаны буквенные обозначения, что затрудняет восприятие излагаемого материала.

Указанные замечания не снижают научной и практической ценности и не влияют на общую положительную оценку диссертационной работы Эмурлаева К.И.

Заключение

Учитывая вышеизложенное, объем выполненного исследования, основные выводы, научно-практическую значимость и новизну результатов, считаю, что диссертация Эмурлаева Кемала Исметовича «Применение дифракции синхротронного рентгеновского излучения для анализа эволюции структуры углеродистых и легированных сталей в условиях сухого трения скольжения» соответствует пунктам 2, 5, 6, 8 и 9 научной специальности 2.6.17 – «Материаловедение» и представляет собой завершённую научно-квалификационную работу. Полученные автором результаты достоверны, выводы и заключения обоснованы. Содержание автореферата полностью соответствует содержанию диссертационного исследования.

Представленная работа полностью соответствует всем требованиям к кандидатским диссертациям, предъявляемым п. 9 «Положения о присуждении ученых степеней» ВАК РФ (Постановление Правительства 842 от 24 сентября 2013 г.). Автор диссертационной работы Эмурлаев Кемал Исметович заслуживает присуждения ученой степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – «Материаловедение».

Официальный оппонент: доктор технических наук, ведущий научный сотрудник лаборатории контроля качества материалов и конструкций Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института физики прочности и материаловедения Сибирского отделения Российской академии наук (ИФПМ СО РАН)

Савченко Николай Леонидович

Подпись Савченко Николая
Ученый секретарь ИФПМ
кандидат физико-математи

Н.Ю. Матольгина

« 22 » ноября 2022 г.
М.П.

Почтовый адрес: ИФПМ СО РАН, пр. Академический, 2/4, г. Томск, Россия, 634055

телефоны: мобильный 8 (906) 955-45-41, рабочий +7 (3822) 49-18-81

e-mail: savnick@ispms.tsc.ru

Присутствие в совете
02.12.2022
Тюрин А.Р.

С отзывом ознакомлен
05.12.2022 Эмурлаев К.И.