

УТВЕРЖДАЮ

ИФМ УрО РАН

РАН

____ Н.В. Мушников

12 2022 г.

ОТЗЫВ ВЕДУЩЕЙ ОРГАНИЗАЦИИ

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения Российской академии наук («ИФМ УрО РАН») 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 (технические науки)

Диссертационная работа Эмурлаева К.И. посвящена изучению эволюции дислокационной структуры и фазового состава углеродистых и легированных сталей в условиях сухого трения скольжения с использованием *operando*-контроля методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения.

Актуальность темы диссертации

По причине изнашивания при трении выходит из строя более 70% деталей и механизмов. Поэтому изучение процессов трения и изнашивания имеет исключительно важное научное и практическое значение. Особый интерес представляет использование для указанных исследований современных *in situ* и *operando* подходов к изучению структурно-фазовых преобразований в зоне трения с использованием синхротронного излучения. Указанные эксперименты позволяют проводить наблюдение за развитием процессов в реальном или близком к реальному времени. А высокая яркость источников синхротронного излучения в сочетании с современными детекторами рентгеновского излучения обеспечивает возможность получать информацию о текущем состоянии объекта с частотой до нескольких сотен измерений в секунду и более.

Несмотря на бурное развитие материаловедения в последние десятилетия, углеродистые и легированные стали продолжают оставаться основным конструкционным материалом в важнейших отраслях промышленности (машиностроение, транспорт, строительство и др.). Поэтому не вызывает сомнения **актуальность** представленной диссертационной работы, направленной на применение современного *operando*-контроля синхротронным рентгеновским излучением для анализа превращений в зоне фрикционного контакта при сухом трении скольжения промышленных среднеуглеродистой феррито-перлитной, низколегированной мартенситной и высоколегированной аустенитной промышленных конструкционных сталей.

Структура диссертации и ее основное содержание

Диссертация соискателя состоит из следующих разделов: введение, литературный обзор современной литературы, методическая часть, три экспериментальные главы, глава

апробации результатов исследований, выводы, список литературы, включающий 258 наименований, и 5 приложений. Работа изложена на 206 страницах, содержит 76 рисунков и 5 таблиц.

Во введении показана актуальность тематики исследований, степень разработанности темы исследования, обозначены цель и задачи работы, а также сформулированы положения, выносимые на защиту диссертационной работы. Представлены практическая и теоретическая значимость проделанных исследований, описана методология исследований, показаны данные об апробации результатов и личный вклад автора, описана структура и объём диссертации.

В первой главе диссертационной работы проведён обстоятельный и глубокий обзор литературных источников, посвящённых различным аспектам эволюции структуры материалов в процессе фрикционного воздействия, структурно-фазовым преобразованиям в металлических материалах, переносу материала, образования механически перемешанного слоя, разрушения поверхности трения. Особое внимание уделено упомянутым процессам, протекающим в сталях с феррито-перлитной, аустенитной, мартенситной и смешанной структурами. Приведены литературные данные по методам изучения структуры и свойств материалов, подверженных фрикционному воздействию, включая *in situ* методы, методам исследования материалов, основанным на использовании рентгеновского излучения, в том числе непрерывного рентгенографического исследования процесса трения; основные сведения об устройстве синхротрона, генерации синхротронного излучения и его яркости, *operando* и *in situ* наблюдениям процессов трения с использованием дифракции синхротронного излучения, а также перспективам изучения эволюции структуры материалов при трении с использованием дифракции синхротронного излучения.

Во второй главе уделено внимание не только применению метода дифракции синхротронного рентгеновского излучения для анализа эволюции структуры на поверхности трения с использованием оригинальной методики специально сконструированной машины трения, но и различным методам исследования структуры, состава и механических свойств сталей, подвергнутых фрикционному воздействию.

В третьей главе изучаются структурно-фазовые преобразования в процессе сухого трения среднеуглеродистой стали 45 с феррито-перлитной структурой методами *operando* анализа процесса накопления дефектов кристаллической решетки, сканирования поверхности трения пучком синхротронного рентгеновского излучения, металлографического анализа, при этом особое внимание уделено трибоокислению рабочей поверхности стали. Отдельно рассмотрен вопрос фрикционного взаимодействия углеродистой стали и твердосплавного контртела.

В четвертой главе изучаются структурно-фазовые преобразования в процессе сухого трения аустенитной хромоникелевой стали 12X18H10T методами *operando* анализа, сканирования поверхности трения с использованием синхротронного излучения, металлографического анализа стали, дюротрии. Особое внимание уделено предпосылкам образования α' -мартенсита деформации с формированием промежуточного ε -мартенсита. Рассмотрено формирование механически-перемешанного слоя и его роль в процессе фрикционного взаимодействия элементов пары трения.

В пятой главе рассмотрены структурно-фазовые преобразования при трении в стали с мартенситной структурой 40X методами *operando* анализа, сканирования

поверхности с использованием синхротронного излучения, металлографического анализа. Впервые в диссертации выявленные особенности структурных изменений под действием трения соотносятся с численной характеристикой изнашивания (объемом изношенного материала). Особое внимание уделяется также формированию на трущейся поверхности стали 40Х оксидов железа (FeO , Fe_2O_3 , Fe_3O_4) и их влиянию на торможение адгезионных процессов и установление режима нормального механохимического изнашивания.

В шестой главе приведена апробация результатов исследований: спроектирована и изготовлена машина трения, предназначенная для проведения *operando* исследований структуры материалов с использованием метода синхротронной дифрактометрии (установка передана в пользование в международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения» г. Гренобль, Франция, для выполнения научно-исследовательских работ на станции ID13 «Microfocus»); разработаны компьютерные программы, внесенные в Реестр программ для ЭВМ; предложенные методы и подходы вошли в концептуальный проект научной станции Новосибирского государственного технического университета в Центре коллективного пользования «Сибирский кольцевой источник фотонов» (ЦКП «СКИФ»); 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».

В заключении представлены основные выводы по результатам проведенных исследований.

Научная новизна диссертационной работы

Можно выделить следующие положения научной новизны работы:

1. При изучении методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения структурно-фазовых преобразований при трении в стали 45 с феррито-перлитной структурой показано, что в условиях триботехнических испытаний на сухое трение скольжения в поверхностных слоях стали происходит аннигиляция краевых дислокаций с образованием до 90 % малоподвижных винтовых дислокаций.
2. Экспериментально установлено, что в аустенитной хромоникелевой стали 12Х18Н10Т процесс мартенситного $\gamma \rightarrow \alpha'$ при фрикционном воздействии происходит с формированием промежуточной ε -фазы (ε -мартенсита с ГПУ-кристаллической решеткой), образование которой хорошо коррелирует со склонностью к появлению дефектов упаковки в аустените.
3. С помощью метода молекулярной динамики обосновано, что распад метастабильного аустенита стали 12Х18Н10Т под действием деформации трением происходит в результате дестабилизация аустенита за счёт перераспределения легирующих элементов в твердом растворе: обеднения матрицы никелем (γ -стабилизатором) и повышения локальной концентрации хрома (α -стабилизатора).

Достоверность результатов и обоснованность выводов

Достоверность полученных результатов, обоснованность научных положений, выводов и рекомендаций, сформулированных в диссертационной работе, обусловлены тем, что представленные в работе результаты получены благодаря выполнению большого количества экспериментальных исследований и испытаний (полученные данные

приведены в диссертации на 76 рисунках и в 5 таблицах), достоверность результатов которых обеспечивается использованием самого современного научно-исследовательского и технологического оборудования, применением комплексных методов испытаний и согласованием с результатами исследований других авторов.

Достоверность материалов, представленных в диссертационной работе соискателя, подкреплена обсуждением полученных результатов на семи международных и российских конференциях, научных школах, форумах и семинарах. Результаты диссертации Эмурлаева К.И. представлены в двух статьях, опубликованных в журналах, которые входят в перечень рецензируемых научных журналов изданий ВАК и трех статьях в высокорейтинговых международных журналах (включая две статьи в журнале *Acta Materialia*), которые входят в базы Scopus и Web of Science. О достоверности исследований свидетельствует также международное сотрудничество диссертанта при работе над диссертацией.

Теоретическая и практическая значимость результатов

Теоретическая значимость диссертации заключается в установлении закономерностей эволюции тонкой дислокационной структуры и структурно-фазового состояния сталей с различными исходными феррито-перлитной, мартенситной и аустенитной структурами непосредственно в процессе фрикционного воздействия. Установлена уникальная возможность на основе *operando*-контроля при использовании синхротронного излучения в сочетании с современными дифракционными моделями определять различные стадии накопления дефектов кристаллической решетки под действием трения и особенности развивающихся дислокационных преобразований и фазовых превращений в различных сталях для возможностей мониторинга, диагностики и прогнозирования их надежности в условиях фрикционного нагружения.

Практическая значимость полученных результатов состоит в разработке специальной экспериментальной трибологической установки для проведения *operando* исследований материалов в условиях трения скольжения методом синхротронной дифрактометрии. Установка передана в Международный исследовательский центр «Европейский центр синхротронного излучения» (г. Гренобль, Франция) с целью изучения научным сообществом процессов трения и изнашивания материалов. Полученные результаты используются при проектировании станций синхротронного излучения в ЦКП «СКИФ» и в учебном процессе в НГТУ. На разработанные программы для обработки результатов дифракционных исследований получены свидетельства о государственной регистрации права для ЭВМ.

Соответствие содержания диссертации указанной специальности

По объектам, целям, методам проведенных исследований и содержанию диссертация соответствует паспорту специальности 2.6.17 – Материаловедение в части пяти 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).

Замечания по диссертационной работе:

1. Представленная на стр. 11 диссертации формулировка положения 1 раздела «Научная новизна» не раскрывает существо полученных научных результатов, что затрудняет оценку их научной новизны. Автору надлежит в ответах на замечания ведущей организации привести содержательные формулировки указанных научных результатов.

2. Выносимое на защиту Положение 1 «Метод дифракции синхротронного излучения является эффективным инструментом контроля структурно-фазовых преобразований в металлических материалах в условиях сухого трения скольжения» следовало бы ограничить конкретными рассмотренными в работе сталями, а не распространять его на все металлические материалы. Ведь уже защищена диссертация И.В. Иванова по использованию аналогичных методик для титановых сплавов, а в списке литературы представленной диссертационной работы приведены результаты по использованию синхротронного излучения для анализа процессов трения сплавов.

3. В главе 1 «Эволюция структуры материалов в процессе фрикционного воздействия (литературный обзор)» отсутствует раздел «Постановка задач исследования», к которому и должно подвести критическое рассмотрение опубликованных материалов по теме диссертационного исследования.

4. В работе полученные результаты о протекании структурно-фазовых превращений в процессе фрикционного нагружения не используются для повышения трибологических характеристик сталей. Но, например, обнаруженную при трении аустенитной стали промежуточную фазу ϵ -мартенсита с ГПУ-кристаллической решеткой и, соответственно, с легким базисным скольжением, можно рассматривать как фазу, обеспечивающую снижение коэффициента трения. Однако в диссертационной работе не проводились измерения важнейшей трибологической характеристики – коэффициента трения. Как следствие, расчетный коэффициент трения (формула приведена на стр. 75 диссертации) не сопоставлялся с реальным для пары трения «сталь - твердый сплав ВК20 с 20% Со» коэффициентом трения, который должен быть достаточно низким, поскольку кобальт до температуры 427 °С тоже имеет ГПУ-решетку с легким базисным скольжением дислокаций.

5. На стр. 67 диссертации нагрузка на образец при испытаниях на трение скольжения указана в **кг**, а не в **ньютон**ах или в **кгс**, при этом численное значение нагрузки 16 кгс не вполне точно соответствует приведенной в таблице 2.1 на стр. 169 контактной нагрузке $F=160$ Н; на рис. 3.4 (стр. 87) отсутствует размерность (нм) на оси ординат (Размеры ОКР).

6. На стр. 157 приведены два ошибочных рассуждения относительно поведения углерода в мартенсите закаленной стали при деформации трением: 1) «Явление снижения степени тетрагональности связано с размещением углерода в октаэдрических порах в результате механического воздействия на сплав»; 2) «...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». Напротив, снижение тетрагональности мартенсита под действием трения обусловлено выходом атомов углерода из октаэдрических пор в дислокационные атмосферы (в этом заключается суть процесса деформационного динамического старения тетрагонального мартенсита).

7. В главе 5 не стоило столь заметное внимание уделять возможному влиянию $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения вследствие ничтожно малого количества остаточного аустенита, обнаруженного после закалки в масле в стали 40X, в которой остаточный аустенит обычно не фиксируется.

8. В «списке основных научных публикаций по теме диссертации» достаточно было привести статьи №№1, 3, 8, 9, 10 и свидетельства 1 и 2 о государственной регистрации права для ЭВМ, имеющие прямое отношение к изложенным в диссертации материалам.

9. Текст диссертации очень хорошо вычитан, однако, к сожалению, автор не внимательно отнесся к использованию многочисленных (258 наименований) литературных ссылок: ссылки частично перепутаны, не всегда приведены по порядку их упоминания в тексте, отдельные ссылки из списка литературы не использованы в тексте диссертации. При этом в обсуждении полученных результатов по преобладанию винтовых дислокаций в стали 45 после трения не привлечены результаты В.А. Павлова по винтовым дислокациям в деформированных ОЦК-металлах, а при рассмотрении $\gamma \rightarrow \alpha'$ превращения через промежуточную ε -фазу не использованы соответствующие работы В.И. Трефилова и Л.Г. Коршунова, который рентгеновским методом обнаружил возникновение ε -мартенсита в стали 12X18N10T в условиях трения скольжения (ФММ, 2012, т. 113, №1, с. 87-97).

Однако сделанные частные замечания к работе не снижают общего положительного впечатления от диссертации, а также ее научной и практической ценности.

Заключение

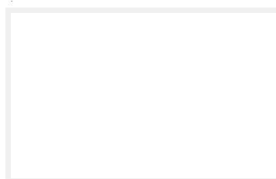
Диссертация Эмурлаева К.И. «Применение дифракции синхротронного рентгеновского излучения для анализа эволюции структуры углеродистых и легированных сталей в условиях сухого трения скольжения» выполнена на самом высоком научно-методическом уровне и представляет собой завершенное исследование. По своим целям, задачам, содержанию, методам исследования диссертационная работа, заявленная на соискание ученой степени кандидата технических наук, полностью соответствует специальности 2.6.17 – Материаловедение (технические науки). В работе представлено решение актуальных задач *operando*-контроля в условиях сухого трения скольжения методом дифракции синхротронного рентгеновского излучения особенностей

эволюции фазового состава и дислокационной структуры углеродистых и легированных сталей с феррито-перлитной, мартенситной и аустенитной исходными структурами. Работа не только полезна для расширения научных знаний о природе трения и изнашивания сталей, но и открывает перспективы мониторинга, диагностики и прогнозирования надежности узлов трения и трущихся механизмов из конструкционных сталей в условиях эксплуатации.

Исследования, представленные в диссертации, являются законченной научной работой, которая выполнена на актуальную тему и содержит новые результаты. Выводы и результаты обоснованы и достоверны. Автореферат полностью отражает основное содержание диссертации. Результаты работы опубликованы в ведущих российских и высокорейтинговых международных журналах, а также оформлены в виде свидетельств о государственной регистрации права для ЭВМ. В целом, по актуальности и уровню решения поставленных задач, объему и содержанию исследований, научной новизне, теоретической и практической значимости диссертация удовлетворяет требованиям ВАК, предъявляемым к кандидатским диссертациям, в том числе п.9 Положения о присуждении ученых степеней, а ее автор Эмурлаев Кемал Исметович заслуживает присвоения степени кандидата технических наук по специальности 2.6.17 – Материаловедение (технические науки).

Диссертационная работа рассмотрена и обсуждена на объединенном семинаре отдела материаловедения ИФМ УрО РАН «29» ноября 2022 года (протокол № 6 от «29» ноября 2022 г.). Отзыв рассмотрен и одобрен Ученым советом ИФМ УрО РАН «30» ноября 2022 года (протокол № 20 от «30» ноября 2022 г.).

Заведующий отделом материаловедения и лабораторией механических свойств,
главный научный сотрудник ИФМ УрО РАН
член-корреспондент РАН,
доктор технических наук



Макаров
Алексей Викторович

Почтовый адрес: 620108, г. Екатеринбург, ул. Софьи Ковалевской, д. 18

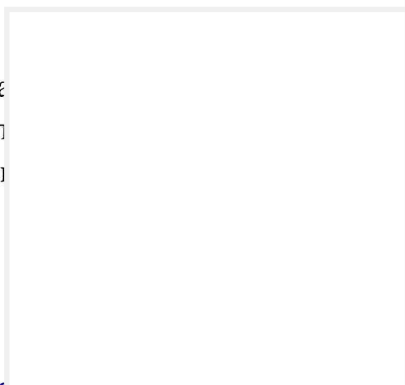
Телефон (343) 378-36-40 e-mail: avm@imp.uran.ru

01.12.2022

Я, Макаров Алексей Викторович, даю согласие на включение своих персональных данных в документы, связанные с работой диссертационного совета, и их дальнейшую обработку.

Макаров
Алексей Викторович

Подпись А.В. Мака
И.о. ученого секрет
кандидат техничес



А.М. Поволоцкая

Диссертация в совет 06.12.2022
Тюшин А.А.

С отзывом ознакомлен Эмурлаев К.И.
08.12.2022