

ТЕМАТИЧЕСКАЯ ПОДБОРКА СТАТЕЙ
«НАНОСТРУКТУРНОЕ МАТЕРИАЛОВЕДЕНИЕ»
(продолжение, начало в журналах №№ 4, 6 – 2013 г.)

УДК 621.9.048

**С.В. Панин^{1,2}, М.А. Полтаранин^{1,2}, Ю.Ф. Иванов³,
Ю.И. Почивалов¹, Б.Б. Овечкин², В.Е. Панин^{1,2}**

¹ Институт физики прочности и материаловедения СО РАН (г. Томск)

² Национальный исследовательский Томский политехнический университет

³ Институт сильноточной электроники СО РАН (г. Томск)

**ИЗНАШИВАНИЕ СТАЛИ 110Г13 С НАНОСТРУКТУРИРОВАННЫМ
УЛЬТРАЗВУКОВОЙ ОБРАБОТКОЙ ПОВЕРХНОСТНЫМ СЛОЕМ.
СООБЩЕНИЕ 2. СТРУКТУРНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ***

Аннотация. Исследованы закономерности модификации структуры при трении в условиях граничной смазки образцов стали 110Г13 в состоянии поставки и после обработки ударным ультразвуком. По данным просвечивающей электронной микроскопии анализируются изменения тонкой структуры поверхностного и приповерхностного слоев и интерпретировано выявленное различие в характере изнашивания образцов обоих типов.

Ключевые слова: поверхностный слой, наноструктура, сталь 110Г13, ультразвуковая поверхностная обработка.

**EFFECT OF NANOSTRUCTURING SURFACE LAYER
IN TRIBOCONTACT UNDER WEARING OF 110MN13 STEEL SUBJECTED
TO ULTRASONIC SURFACE STRAINING.
PART 2. STRUCTURAL INVESTIGATIONS**

Abstract. Regularities of structure modification under boundary lubrication friction of 110Mn13 steel in as supplied condition and after impact ultrasonic treatment were studied. Based on results of transmission electron microscopy the peculiarities of changing fine structure in surface and subsurface layer are analyzed. On the basis of obtained data the revealed difference in wear pattern of specimens of both types are interpreted.

Keywords: surface layer, nanostructure, 110Mn13 steel, ultrasonic surface straining.

Высокомарганцовистая сталь 110Г13 является одной из наиболее известных упрочняемых в процессе эксплуатации сталей [1]. Упрочнение рабочих поверхностей деталей, изготовленных из стали 110Г13, в процессе взаимодействия с изнашивающей средой обуславливает значительное повышение износостойкости и срока службы таких деталей, особенно, если рабочие нагрузки являются ударными [2]. В предыдущей работе исследованы изменения механических свойств и сопротивления изнашиванию при трении в условиях граничной смазки образцов стали 110Г13 в состоянии поставки и после обработки ударным ультразвуком (УУО). Полученные данные согласуются с результатами работы [3], где отмечалось, что воздействие упругих колебаний индентора ультразвуковой частоты идентично таковому, возникающему в процессе трибосопряжения. В настоящей работе прослежена кинетика изнашивания образцов обоих типов, а также сопоставлены

структурные изменения, происходящие при УУО и на поверхности трибоконтакта.

Материал и методика исследований

Данные о режимах ультразвуковой обработки образцов изложены в предыдущей работе. Дефектную субструктуру стали 110Г13 до и после ультразвуковой обработки исследовали с использованием оптических микроскопов Neophot 2 и Axiovert 25 SA. Изображения получали на оптическом интерференционном профилометре белого света New View 6200. Тонкую структуру приповерхностного слоя изучали с помощью просвечивающего электронного микроскопа P-125. Исследование фазового состава и структурных параметров образцов проводили на дифрактомере XDR-6000 на медном $K\alpha$ -излучении. Анализ фазового состава, размеров областей когерентного рассеяния, внутренних упругих напряжений ($\Delta d/d$) проведен с использованием базы данных PCPDFWIN, а также программы полнопрофильного анализа POWDER CELL 2.4. Подробности

* Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ОЭМППУ РАН № 12.3, проекта г/б исследований СО РАН № III. 23.1.3.

проведения триботехнических испытаний также приведены в предыдущей работе.

Результаты исследований и их обсуждение

Исследование деформационного рельефа на боковой грани в процессе трения. В процессе трения фотографировали боковую грань образцов, чтобы оценить происходящие в нем изменения деформационного рельефа. Эти эксперименты были более продолжительными, что связано с тем, что при выбранной величине нагрузки фиксируемый рельеф формировался в незначительной степени. Представляло интерес проследить его развитие в течение более длительного по времени нагружения. Общее время испытаний составило $T = 160$ мин. Нагрузка составляла 50 кг. Съемка боковой грани производилась через каждые 5 мин.

Образец в исходном состоянии. Анализировали оптические изображения боковой грани во время испытаний. Выявлено, что на протяжении $0,4 T$ испытаний, пока дорожка трения «не достигает» края образца, на боковой грани не выявляются признаки формирования деформационного рельефа. После $0,4 T$ испытаний дорожка трения формируется вдоль всей грани образца, что после $0,43 T$ приводит к формированию на боковой грани деформационного рельефа, который на протяжении оставшегося времени (до $0,6 T$) практически не менялся. Так же, за это время ($0,43 T - 0,6 T$) указанная область не увеличивалась в размере путем «разрастания» в глубь образца.

Образец после ультразвуковой ударной обработки. Регистрировали и анализировали оптические изображения боковой грани образца после УУО во время испытаний. На образцах после УУО на протяжении всего времени испытания на боковой грани не было замечено каких-либо существенных изменений, даже после $0,6 T$ испытаний признаки формирования деформационного рельефа не наблюдаются. Результаты хорошо согласуются с данными испытаний образцов на сжатие (см. Сообщение 1).

Исследование поверхностей трения. После окончания триботехнических испытаний при постоянной величине нагрузки $P = 50$ кг были проанализированы поверхности трения образцов в исходном состоянии и после УУО. Топография поверхности трения необработанного образца менее однородная и представляет собой набор фрагментов, в различной степени «выступающих» над поверхностью, в то время как поверхность образца после УУО преимущественно содержит совокупность параллельных «микроборозд», ориентированных вдоль направления скольжения контртела. Это не является свидетельством различия характера их изнашивания, но, по всей видимости, показывает, что способность эффективно сопротивляться трению скольжения в образце без УУО выше.

Проведен анализ изображений различных фрагментов поверхности трения образцов. Выявлено, что на границах дорожки трения образца в исходном состоянии четко выявляются «рваные» края: на дорожке проявляются царапины, проходящие от одного ее края до противоположного. Края дорожки трения у образца после УУО более гладкие, царапины на поверхности неглубокие, также встречаются отполированные участки на поверхности трения, что свидетельствует о деформационной компоненте в характере их изнашивания.

Образец в исходном состоянии. Изображения, снятые с помощью оптического микроскопа и профилометра NewView на поверхности трения образца в исходном состоянии, приведены на рис. 1, а – в. Видно, что помимо микроборозд на поверхности трения содержатся поперечные мезоскладки, ориентированные перпендикулярно направлению скольжения контртела, длина их может быть сопоставима с шириной дорожки трения (и образца в целом). При большем увеличении ($\times 200$) на поверхности трения также выявляются дефекты в виде мезополос в форме «зацепок» длиной до 2 мм и шириной около 70 – 100 мкм (рис. 1, б). На изображении, полученном с помощью профилометра NewView (рис. 1, в), видно, что эти мезополосы имеют структуру в виде совокупности выступов высотой около 4 – 6 мкм и расстоянием между ними около 30 – 50 мкм. Можно предположить, что одним из механизмов их формирования является stick-slip движение контртела по поверхности образца.

Образец после УУО. Изображения, снятые с помощью оптического микроскопа и профилометра NewView на поверхности трения образца после УУО, приведены на рис. 1, г – е. Видно (рис. 1, г), что в отличие от образца без обработки на дорожке трения образца после УУО не обнаруживаются поперечные мезоскладки. В то же время, при 200-кратном увеличении на поверхности также видны мезополосы в форме «зацепок» длиной до 2 мм и шириной около 70 – 100 мкм (рис. 1, д). На изображении, полученном с помощью системы NewView (рис. 1, е), видно, что на образце, подвергнутом УУО, не образуется глубокого деформационного дефекта, соизмеримого с таковыми для образца в исходном состоянии.

Непрерывное истирание в течение двух часов. По причине того, что процесс трибонагружения может оказывать существенное влияние на структуру и свойства приповерхностного слоя образцов (о чем свидетельствует формирование специфических деформационных дефектов на поверхности трения), были проведены измерения микротвердости в дорожке трения образцов обоих типов после непрерывного испытания в течение двух часов при постоянной нагрузке 50 кг. Показано, что микротвердость на поверхности трения образцов в исходном состоянии выросла почти в 2,5 раза и составила $H_{\mu} \approx 7240$ МПа, что сопоставимо с микротвер-

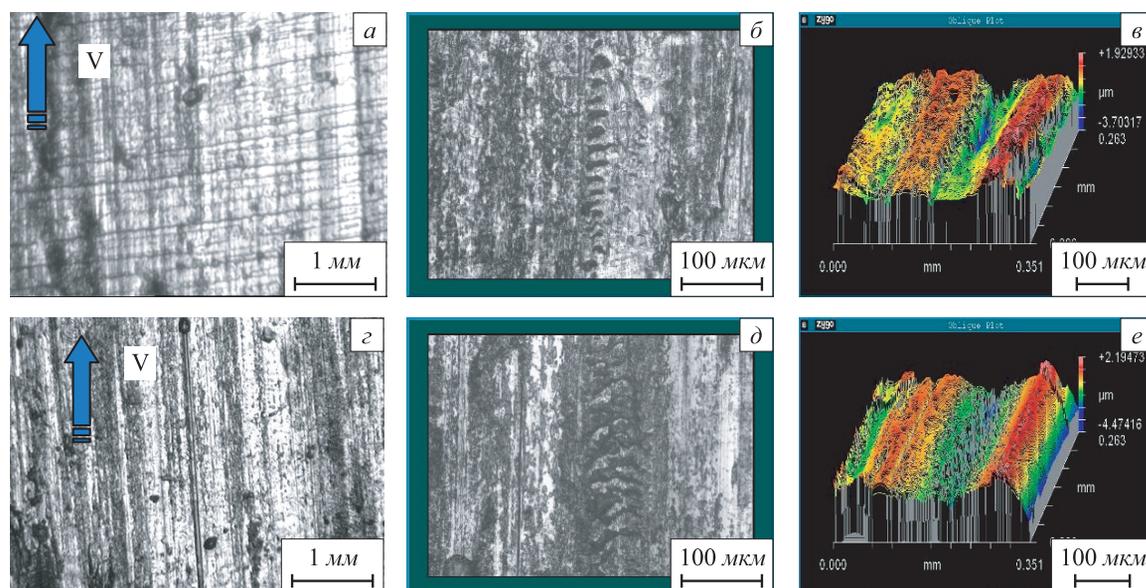


Рис. 1. Изображения поверхности трения образца в исходном состоянии (а – в) и после УАО (з – е): а, з – оптическая микроскопия; б, д – участок, снятый на микроскопе NewView; в – е – оптическая профилометрия. Стрелкой указано направление вращения вала

достью на поверхности стали 110Г13 после ультразвуковой ударной обработки ($H_{\mu} \approx 8200$ МПа). В то же время микротвердость на поверхности трения образца после УАО наоборот снизилась до $H_{\mu} \approx 3210$ МПа, что сопоставимо с микротвердостью образцов в исходном состоянии ($H_{\mu} \approx 3200$ МПа). Таким образом, в процессе трибоиспытаний произошло разупрочнение поверхности образца, подвергнутого предварительной УАО. Наиболее вероятно это связано с действием в области трибоконтакта высоких температур. Таким образом, снижение износостойкости образца, подвергнутого УАО, может быть объяснено, в том числе, снижением микротвердости приповерхностного слоя.

С другой стороны, практически двухкратное увеличение микротвердости в дорожке трения образца без обработки является следствием деформационного упрочнения. На сегодняшний день остается непонятным, почему действие высоких температур в трибоконтакте не оказывает на него разупрочняющего воздействия;

по всей видимости, локальный разогрев оказывается не столь существенным. Другим важным вопросом, требующим ответа, является сопоставление закономерностей изменения структуры приповерхностного слоя при ультразвуковой обработке и сухом трении скольжения, что будет проанализировано в разделе, посвященном электронно-микроскопическим исследованиям.

Рентгенографические исследования. В таблице приведены данные рентгенографических исследований образцов. Обнаружено, что образец в исходном состоянии преимущественно представляет собой структуру аустенита γ -Fe. После обработки образцов УАО доля γ -Fe уменьшается до 94 %, и на поверхности выделяется новая фаза α -Fe в количестве примерно 6 %. При этом параметр решетки и ОКР для γ -Fe увеличиваются, напряжения в свою очередь вырастают на порядок. Новая образовавшаяся фаза α -Fe характеризуется меньшим параметром решетки по сравнению с фазой γ -Fe, но большим размером ОКР и более высокими на-

Сводные данные рентгенографических исследований

Образец	Обнаруженные фазы	Параметры решетки, а, нм	Размеры ОКР, нм	$\Delta d/d$
Исходное состояние	99 % γ -Fe	3,6264	24	$5,9 \cdot 10^{-4}$
	< 1 % α -Fe	2,9787	–	–
После УАО	94 % γ -Fe	3,6281	29	$4 \cdot 10^{-3}$
	6 % α -Fe	2,9316	6 ÷ 7	$5 \cdot 10^{-3}$
Исходное состояние после трения	84 % γ -Fe	3,6275	33	$3 \cdot 10^{-3}$
	16 % α -Fe	2,9058	8	$4 \cdot 10^{-3}$
После УАО и трения	91 % γ -Fe	3,6232	33	$4,7 \cdot 10^{-3}$
	9 % α -Fe	2,9163	13	$4,2 \cdot 10^{-3}$

пряжениями. Аналогичная картина наблюдается и при исследовании образцов в исходном состоянии после испытаний на трение: параметры решетки и размеры ОКР изменяются незначительно. Разница наблюдается лишь в том, что количество выделившейся фазы α -Fe значительно больше, чем при УУО, а искажения (деформации) в γ - и α -фазах меньше, чем соответствующие деформации после УУО.

Совершенно иная картина наблюдается на образцах, обработанных УУО, после их испытаний на трение. После трибонагружения размер ОКР для α -Fe увеличивается вдвое по сравнению с образцами после УУО, а также не подвергавшихся ультразвуковой обработке. Деформации в γ - и α -фазах сопоставимы между собой. Кроме того, деформации в γ -фазе превышают таковые для α -фазы, что не наблюдалось на всех остальных образцах.

Электронно-микроскопические исследования. Исходное состояние. В исходном состоянии сталь 110Г13 является поликристаллическим агрегатом. В объеме зерен присутствует дислокационная субструктура в виде сеток и хаоса (рис. 2, а). Скалярная плотность дислокаций составляет примерно $1,5 \cdot 10^9 \text{ см}^{-2}$. Микроэлектронограмма представляет набор выраженных четко разделенных между собой рефлексов (рис. 2, б).

Структура стали после УУО. Ультразвуковая обработка приводит к формированию в поверхностном слое неоднородной структуры (рис. 2, в – д). Во-первых, присутствуют области с ярко выраженной двой-

никовой структурой. Пространство между двойниками фрагментировано. Азимутальная составляющая угла полной разориентации фрагментов составляет примерно 6 градусов. Во-вторых, присутствуют области, в которых пространство между двойниками разбито на субзерна с размерами, изменяющимися в пределах от 60 до 200 нм. Азимутальная составляющая угла полной разориентации субзерен составляет примерно 13 градусов. В-третьих, в областях, в которых двойниковая структура не выявляется, также наблюдается субзеренная структура. Размеры субзерен изменяются в пределах от 70 до 100 нм. Азимутальная составляющая угла полной разориентации субзерен составляет около 7 – 9 градусов. Таким образом, высокоэнергетическая механическая обработка приводит к существенному измельчению размера структурных элементов, фрагментации и возникновению существенных по величине внутренних напряжений (рис. 2, д).

Структура стали в дорожке трения в образце без обработки. В условиях трения в поверхностном слое стали 110Г13 формируется преимущественно нанокристаллическая структура (рис. 3, а – в). Размер кристаллитов изменяется в пределах 30 – 50 нм. Как правило, области материала с нанокристаллической структурой являются многофазными. Практически на всех полученных с таких областей фольги микроэлектронограммах присутствуют рефлексы вторых фаз. Индексирование микроэлектронограмм выявляет рефлексы оксида железа. Размеры частиц оксидной фазы изменяются в

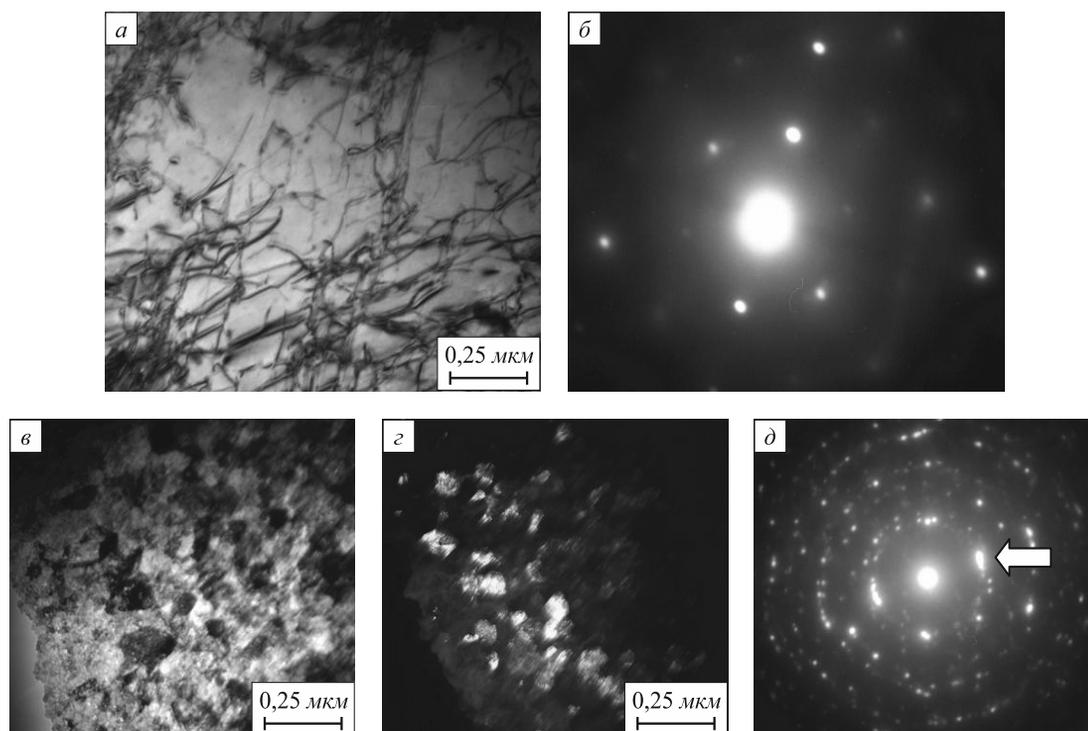


Рис. 2. Тонкая структура стали Гадфильда в исходном состоянии (а) и соответствующая микроэлектронограмма (б); структура поверхностного слоя стали после УУО (в – д): в – светлое поле; г – темное поле, полученное в рефлексе $[111]\gamma\text{-Fe}$; д – микроэлектронограмма (здесь и на рис. 3, 4 стрелкой указан рефлекс темного поля)

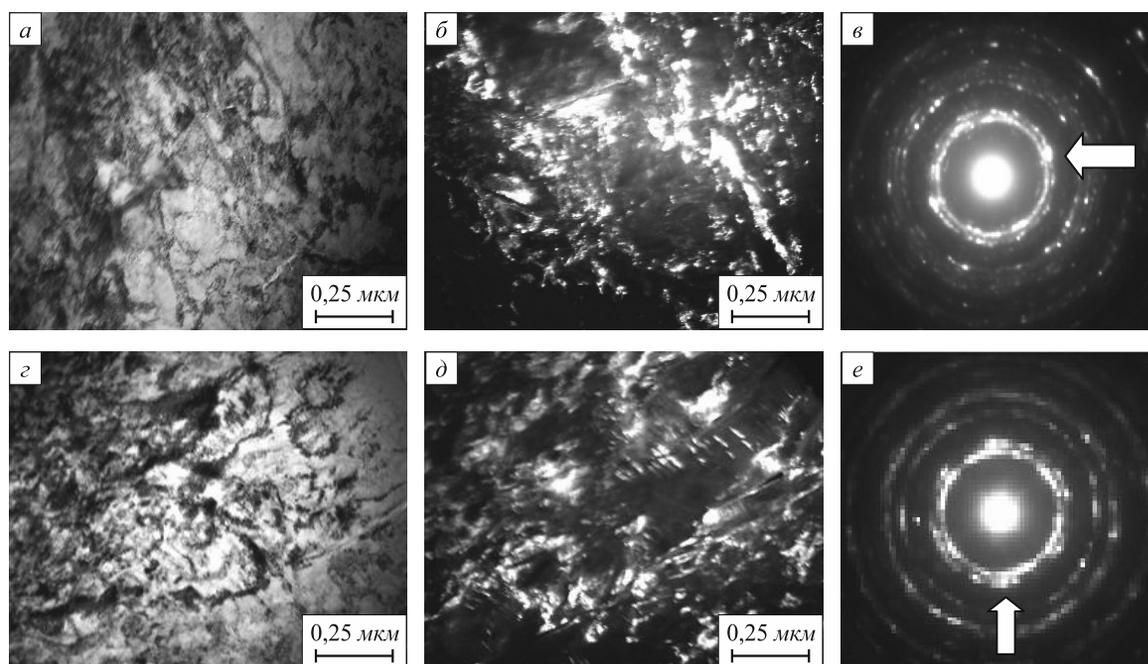


Рис. 3. Структура поверхностного слоя в дорожке трения образца без обработки (а – в) и после УУО (z – e); а, z – светлое поле; б и d – темное поле, полученное в рефлексах [111] γ -Fe и [022] γ -Fe; в, e – микроэлектронogramмы

пределах 10–20 нм. В отдельных случаях на фоне нанокристаллической структуры просматриваются микродвойники одной или нескольких систем. Микродвойники разбиты на фрагменты, размеры которых изменяются в пределах 20–30 нм. Следует отметить, что на микроэлектронogramмах, полученных с областей материала с микродвойниковой структурой, рефлекс оксидной фазы выявляются редко и имеют низкую интенсивность, что указывает на сравнительно малую объемную долю данных включений. Последнее позволяет предположить, что области с многофазной нанокристаллической структурой формируются на поверхности трения, а области с микродвойниковой структурой располагаются в подповерхностном слое. Таким образом, динамическое деформационное воздействие на материал в области трибоконтакта приводит к его фрагментации и формированию деформационных наноструктур, что также подтверждается наличием кольцевых рефлексов на микроэлектронogramме (рис. 3, в). Это означает, что с точки зрения модификации структуры многократное динамическое воздействие контртела в значительно большей степени модифицирует структуру тонкого приповерхностного слоя нежели обработка ударным ультразвуком.

Структура стали в дорожке трения образца после УУО. В дорожке трения образца, подвергнутого ультразвуковой обработке, так же, как и в таковой исходного образца стали Гадфильда (как уже отмечалось выше), в поверхностном слое наблюдается формирование весьма неоднородной структуры. Во-первых, присутствуют области с ярко выраженной нанокристаллической структурой (рис. 3, z). Размеры кристал-

литов изменяются в пределах от 30 до 60 нм. О том, что в этом объеме стали образуется нанокристаллическая структура, свидетельствует кольцевая микроэлектронogramма (рис. 3, e). Во-вторых, присутствуют области, в которых в той или иной степени прослеживается двойниковая структура. Микродвойники фрагментированы; средние размеры фрагментов изменяются в пределах от 50 до 150 нм. При этом, чем ярче выявляется двойниковая структура, тем больше размеры фрагментов. Следует также обратить внимание на практически полное отсутствие в анализируемом образце частиц вторых фаз – практически на всех полученных с данного слоя стали микроэлектронogramмах выявляются лишь рефлекс γ -железа.

Структура стали на глубине примерно 15 мкм от поверхности дорожки трения в образце без обработки. Внутризеренная структура слоя стали 110Г13, расположенного на расстоянии примерно 15 мкм от поверхности дорожки трения, сформирована микродвойниками и дислокациями (рис. 4, а – в). В зависимости от ориентации зерна по отношению к действующему напряжению наблюдается двойникование по одной или нескольким кристаллографическим системам. Микродвойники фрагментированы; азимутальная составляющая угла полной разориентации фрагментов составляет 1–2 градуса. В промежутках между микродвойниками наблюдается ячеистая неразориентированная дислокационная субструктура. Размеры дислокационных ячеек изменяются в пределах от 100 до 150 нм. Таким образом, наблюдается заметное снижение деформации уже на удалении 15 мкм от поверхности дорожки трения и, несмотря на существенные внутренние напряжения в

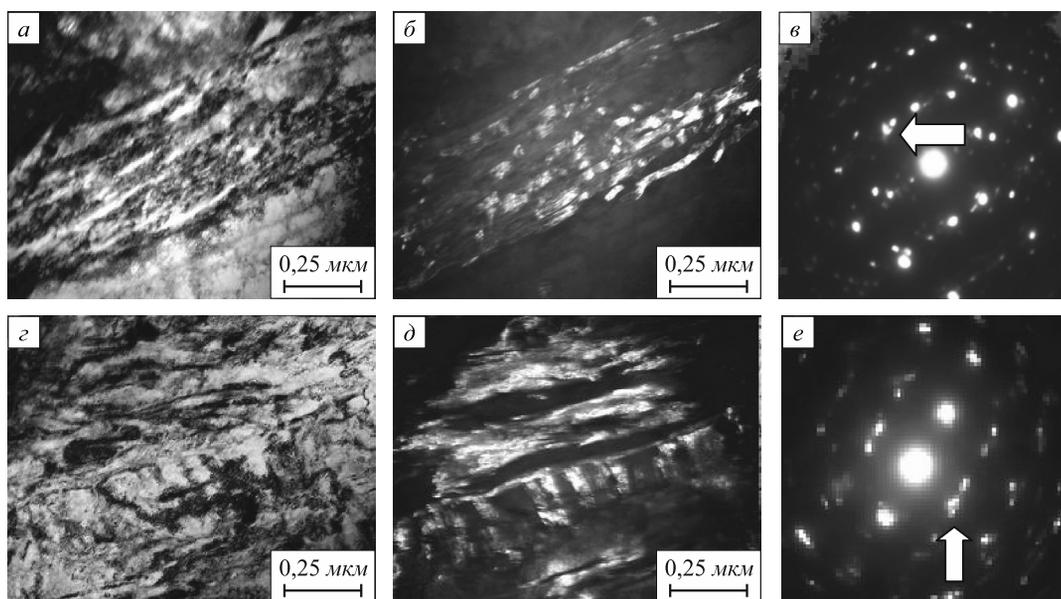


Рис. 4. Структура, формирующаяся на расстоянии примерно 15 мкм от поверхности дорожки трения стали 110Г13 в исходном состоянии (*a – в*) и после УЗО (*z – e*); *a, z* – светлое поле; *б, д* – темное поле, полученное в рефлексе [111] γ -Fe; *в, e* – микроэлектронogramмы

этом слое (рис. 4, *в*), степень его фрагментации существенно снижается.

Структура стали на глубине примерно 15 мкм от поверхности дорожки трения в образце после УЗО поликристаллическая зеренного типа (рис. 4, *z – e*). В объеме зерен присутствуют микродвойники и дислокации. В зависимости от ориентации зерна по отношению к действующему напряжению наблюдается двойникование по одной или нескольким кристаллографическим системам. Микродвойники фрагментированы. Размеры фрагментов изменяются в пределах от 50 до 200 нм; азимутальная составляющая угла полной разориентации фрагментов достигает 8 градусов. В промежутках между микродвойниками наблюдается ячеистая слабо разориентированная дислокационная субструктура. Размеры дислокационных ячеек изменяются в пределах 100 – 130 нм.

Выводы. Проведенные исследования показывают, что как при ультразвуковой обработке, так и при испытаниях на трение происходит существенная фрагментация исходной структуры. При этом в поверхностном и подповерхностном слоях образуются области с ярко выраженной двойниковой структурой. На образцах без обработки после испытаний на трение обнаружены области с выраженной дислокационной субструктурой, что свидетельствует в пользу активной роли деформационных процессов. В то же время на образцах, под-

вергнутых УЗО, после трибоиспытаний формирование дислокационных структур проявляется в меньшей степени, что свидетельствует о том, что в процессе предварительной УЗО запас пластичности материала был исчерпан, а его деформация в процессе трибонагружения развивается за счет механизмов двойникования либо фрагментации. Это является менее эффективным механизмом аккомодации, что может явиться причиной снижения износостойкости таких образцов на второй подстадии изнашивания. Проведенный анализ рентгенограмм всех исследовавшихся образцов выявил характер структурных превращений, протекающих как при обработке ультразвуком, так и при испытаниях на трение, которые хорошо согласуются с результатами триботехнических испытаний.

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Гудремон Э. Специальные стали. Т. 1. – М.: Металлургия, 1966. – 344 с.
2. Клушанцев Б.В. Щековые дробилки. Сб. Оборудование для промышленности строительных материалов «Сер. П». – М.: ЦНИИТЭ строймаш, 1972. – 44 с.
3. Колубаев Е.А., Колубаев А.В., Сизова О.В. и др. // Физическая мезомеханика. 2005. Т. 8. № 4. С. 49 – 57.

© 2013 г. С.В. Панин, М.А. Полтаранин, Ю.Ф. Иванов, Ю.И. Почивалов, Б.Б. Овечкин, В.Е. Панин
Поступила 29 декабря 2012 г.