УДК 539.4

# РЕНТГЕНОГРАФИЧЕСКАЯ И ЭЛЕКТРОНОГРАФИЧЕСКАЯ ОЦЕНКА СТРУКТУРНЫХ И АКТИВАЦИОННЫХ ПАРАМЕТРОВ МОДЕЛИ ИЗНАШИВАНИЯ ПОВЕРХНОСТЕЙ ТРЕНИЯ

© 2016 А.Г. Ковшов

Самарский государственный технический университет

Статья поступила в редакцию 20.09.2016

Методами рентгенографии и электронографии оценены размеры наноструктурных частиц износа при разрушении локальных активационных объемов на поверхностях трения сплава ВТ9. Выявлена структура продуктов износа.

*Ключевые слова*: трение, фреттинг, износ, частица, поверхность, разрушение, активационный параметр, электронография.

### **ВВЕДЕНИЕ**

В соответствии с кинетической термофлуктуационной концепцией прочности [1,2] изнашивание (разрушение) поверхностей трения происходит вследствие генерирования, взаимодействия и распространения (накопления) дефектов структуры в приповерхностных слоях путём флуктуации кинетической энергии в локальных активационных объёмах разрушения V<sub>0</sub>[3]. Накопление и разрушение активационных объёмов завершается отделением частиц износа и разделением деформируемой зоны на части, размеры которых определяются размерами областей неоднородностей или элементов дефектной структуры. Целью настоящей работы является проследить кинетику накопления повреждений структуры в приповерхностной зоне трения, оценить параметры дефектной структуры и, по возможности, локальных активационных объёмов разрушения.

### МЕТОДИКА ИССЛЕДОВАНИЯ

Испытания образцов из сплава ВТ9 на фреттинг – износ проводили на стенде [4] в одноименной паре без смазки, при длительной наработке до 24 ч, статическом и динамическом давлении в контакте 7 и 3 МПа, амплитуде осцилляции 0,015 мм, частоте 310 Гц, температуре 293°К и 673°К.

Износ, шероховатость поверхности и опорную площадь оценивали [5] с помощью профилографа-профилометра ВИ-201 при профилографировании изношенной дорожки трения. Физическое уширение рентгеновских линий, состояние тонкой кристаллической структуры материала, фазовый состав и фазовые переходы изучали ренгеноструктурными методами при использовании дифрактометра УРС-50ИМ и ренгеновских трубок с медным Си-К α-излучением. Структурное состояние материала на различных глубинных уровнях от изнашиваемой поверхности изучали при использовании излучений с различной проникающей способностью. Использовали антикатоды ренгеновских трубок Cr, Fe, CO, CU, что позволило исследовать послойно состояние структуры деформированного материала приповерхностного слоя на глубину до 10...15 мкм без снятия слоёв. Микротвёрдость измеряли микротвердомером ПМТ-3. Контактную жёсткость и демпфирование (логарифмический декремент колебаний) определяли методом контактного резонанса с использованием вибростенда ВЭДС-10А.

Активационные параметры разрушения и коррозионно-окислительные процессы на поверхностях трения исследовали [5] с помощью электронного микроскопа просвечивающего типа УЭВМ – 100В при работе в режиме электронографа на стадиях наибольшего разупрочнения, умеренного и максимального упрочнения материала. Сведения о конечной стадии окисления продуктов износа получали методом лаковых реплик, для чего на изношенную поверхность пипеткой наносили 1% раствор коллодия в амилацетате и просушивали в течение 0,5 ...1 часа. Отделение лаковых реплик, несущих окисленные частицы, осуществляли механическим способом с использованием 10% раствора желатины в воде.

Информацию о первичных процессах разрушения и окисления поверхности получали методом микродифракции от частиц, структурно связанных с металлом, извлеченных с помощью угольных реплик. Испарение углерода из угольных спектральных электродов осуществляли в универсальном устройстве ВУП-2К при рабочем вакууме (666...933)10<sup>-5</sup>Па.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

Результаты экспериментальных исследований физических механизмов изнашивания титанового сплава ВТ9 при длительной наработке в условиях фреттинга показали, что специфика кинетики на-

Ковшов Анатолий Гаврилович, кандидат технический наук, доцент кафедры «Технология машиностроения». E-mail: k.ntm@mail.ru

копления повреждений структуры и разрушения поверхностей проявляется в циклическом характере изменения состояния материала (рис. 1). Начало каждого цикла (первая стадия) при наработке связано с завершением группового отделения диспергированных поверхностей структур на участках фактического контакта и обнажения нижележащих слоёв материала. В это время интенсивно протекает пластическая деформация в стадии упрочнения поверхностного слоя, что подтверждается уширением β рентгеновской линии 0І.3α-Ті (рис. 1), увеличением микротвёрдости Η, снижением высоты микронеровностей Rz, коэффициента трения µ и увеличением относительной площади касания t<sub>в</sub>, уменьшением демпфирования δ и повышением контактной жёсткости К, ростом теплонапряжённости поверхностей, на что указывают фазовые α↔β переходы в поверхностном слое. Взаимодействие перечисленных процессов обусловливает минимальный износ U на этой стадии и, как показывали рентгеноструктурный электронографический анализы и метод вакуумной экстракции из нагретого образца, активное накопление повреждений структуры, интенсификацию физико-химического взаимодействия поверхностей с активными компонентами сферы и рост толщины плёнок окислов.

Таким образом, на первой стадии фреттингизноса титанового сплава в приповерхностной зоне формируется изменённая дислокационная структура с высокой плотностью дислокацией, а также, очевидно, коррозионно-активная среда.



**Рис. 1.** Кинетическая характеристика изменений состояния поверхности сплава ВТ9 при фреттинге в одноименной паре без смазки: A=0,015 мм; f= 310ГЦ; q<sub>сг</sub>= 7 МПа; q<sub>лин</sub>= 3 МПа; T=293°K

Вторая стадия фреттинг-износа характеризуется интенсивным разрушением поверхностей. К началу второй стадии упрочнение и плотность дислокаций в поверхностном слое достигают пределов насыщения (физическое уширение β максимальное), поверхностные слои теряют устойчивость, затем начинается их прогрессирующие отделение и обнажение нижележащих, менее упрочнённых слоёв. Это проявляется в росте износа (рис. 1), снижении ширины рентгеновских интерференций, микротвёрдости, контактной жёсткости, в увеличении высоты микронеровностей, коэффициента трения, относительной площади касания и демпфирования.

Результаты исследования кинетики повреждаемости структуры материала в тончайших поверхностных слоях глубиной до 5...10 мкм сплава ВТ9 при наработках на фреттинг-износ в течение 10, 14, 20 и 6 часов (рис. 1), что соответствует фазам упрочнения и разупрочнения поверхностного слоя, представлены на рис. 2. Обнаружено существенное отличие степени повреждаемости структуры материала на различных глубинных уровнях от поверхности. На стадии наибольшего разупрочнения (рис. 1; рис. 2,а) прилегающие к зоне контакта слои материала имеют наименьшую степень дефектности структуры. На глубине 2...3 мкм наблюдается слой материала с большими блоками мозаик D, наименьшей плотностью дислокаций о и наибольшей степенью искажений кристаллической решётки ∆d/d.

По мере развития пластической деформации и упрочнения кристалл разбивается на блоки, внутри которых решётка не искажена, что проявляется в разрядке (снижении) микроискажений (рис.2,б) и повышении плотности дислокаций. В стадии фрагментации кристаллов наблюдается упрочнение металла (рис. 1), что связано, очевидно, с увеличением препятствий движению дислокаций. Фрагментация зёрен и повышение плотности дислокаций наблюдается (рис.2, б) во всем исследованном подповерхностном слое.

Данные о состоянии тонкой структуры по глубине на стадиях наибольшего упрочнения (t= 20 ч, рис.1; рис.2,в) и интенсивного разрушения (t=6ч, рис.1; рис.2, г) показывают, что предварительно упрочнённые поверхностные слои вновь начинают разупрочняться. В слоях на глубине 1, 3...2,19 и 2...3,38 мкм продолжается интенсивная фрагментация структуры(D= 3,8\*10-6см), в результате которой плотность дислокаций достигает насыщения (p= 2,08\*10<sup>11</sup>см<sup>-2</sup>) для данного уровня напряжений, микроискажения снижаются(рис.2,в). Это приводит к резкой потере прочности, развитию хрупкости и разрушению поверхностного слоя, что проявляется в росте скорости износа U (рис. 1), шероховатости, коэффициента трения, снижении уширения рентгеновских линий и микротвёрдости. На изменение физического состояния поверхностей и режима контактиро-



**Рис. 2.** Изменение дефектов тонкой кристаллической структуры сплава ВТ9 по глубине при фреттинге в одноименной паре без смазки: A=0,015 мм; f= 310ГЦ; q<sub>-r</sub>= 7 МПа; q<sub>-ru</sub>= 3 МПа.

Время наработки: а – 10 ч, б – 14 ч, в – 20 ч, г – 6 ч. 1, 2, 3 – D, = ∆d/d и р на глубине 15 мкм от поверхности образца

вания указывают также снижение контактной жёсткости и повышение демпфирования в стыке.

При отделении диспергированных поверхностных структур вскрываются более глубокие слои с характерным уровнем дефектности кристаллической структуры (рис. 2, г, точки 1, 2, 3) в объёме тела.

Результаты исследования свидетельствуют, что при наработке в условиях фреттинга дефектная структура и свойства приповерхностных слоёв металла периодически изменяются по



**Рис. 3.** Электронограммы микродифракции от частиц структурно связанных с поверхностью: a), b), c) – f=310 Гц, A=0,015 мм, q<sub>ст</sub>=7 МПа, q<sub>дин</sub>=3 МПа, T=293°K, t=10, 20 и 6 ч; d) – =30 Гц, t=20 ч; e) – f=310 Гц, t=20 ч, T=673°K; постоянная электронографа – 32,1

глубине. Разупрочнённые объёмы упрочняются до определённого уровня, затем вновь разупрочняются в результате пластической деформации и, возможно, температурных воздействий.

На электронограммах микродифракции с частиц экстрагированных с угольной репликой (рис. 3), характеризующих состояние поверхностных структур и исходное состояние продуктов износа, наблюдается диффузное расширение дифракционных линий, определяемое степенью пластической деформации материала поверхности. На стадии наибольшего разупрочнения t=10 ч поверхностные структуры формируют слабые по интенсивности, но достаточно узкие кольца (рис. 3 а).

На стадиях упрочнения с повышением степени деформации (t =20 и 6 ч) на электронограммах появляются диффузные ореолы, что может быть связано с фрагментацией кристаллов на блоки с размерами до 7...15 Å (рис. 3 b,d) и отдельные рефлексы (рис.3с), что указывает на размер областей когерентного рассеяния (OKP) порядка 100Å. В таком состоянии металл обладает исключительно высокой окислительной способностью (табл. 1).

Фиксируемые электронографически размеры ОКР очень близки к размерам локальных активационных объёмов V<sub>0</sub> полученных ранее: V<sub>09</sub>=D=[(7...15)·10<sup>-10</sup>)]<sup>3</sup>= (4,9·10<sup>-29</sup>...3,375·20<sup>-27</sup>) м<sup>3</sup>. С повышением температуры испытаний до 673°К диффузные ореолы на электронограммах разрешаются в кольца деформированной поликристаллической структуры (рис. 3е) с отдельными рефлексами от малых частиц.

Аналогичен фазовый состав продуктов износа на конечной стадии перетирания и окисления (рис. 4 a, b, c; табл. 2). Частицы в центре контакта имеют, как правило, дисперсную кристаллическую структуру, формирующую на электронограммах микродифракции размытые дифракционные кольца (рис.4 а, с). При многократном перетирании продукты износа дополнительно диспергируются, окисляются и на выходе из контакта представляют собой мелкодисперсный порошок буровато-черного цвета. На электронограммах (рис. 4, b) фиксируются, преимущественно, дифракционные кольца составленные из точек, что также указывает на размер ОКР порядка 100Å.

Анализ электронограмм продуктов на конечной стадии фреттинг-износа (табл. 2, рис. 4) показал, что их структура представлена, преимущественно, двуокисью титана  $\text{TiO}_2$  (рутил). Окислы  $\text{TiO}_2$  в высокодисперсном состоянии адсорбируют до 68...70% атомарного кислорода и влагу, и могут являться активными катализаторами разрушения поверхностей.

#### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Комплексное рентгеноструктурное исследование кинетики повреждаемости структуры и изнашивания при фреттинге титанового сплава ВТ9 с использованием антикатодов рентгеновских трубок различной природы (Fe, Cr, Co, Cu) показало, что очаги повреждений зарождаются в глубинных уровнях, размножаясь и перемещаясь, вследствие деформации и изнашивания, к поверхности, образуя неоднородную среду структурных элементов и дефектов (микроискажений  $\Delta d/d$ , блоков мозаик D, плотности дислокации  $\rho$ ) и их неравномерное распределение по глубинным уровням приповерхностного слоя.



Рис. 4. Электронограммы микродифракции продуктов фреттинг-коррозии: а – в центре контакта; b – на выходе из контакта при А=0,015 мм, f=310 Гц, q<sub>cr</sub>=7 МПа, q<sub>дин</sub>=3 МПа, T=293°K, t=20 ч; с) – в центре контакта при T=673°K; Постоянная электронографа – 32,1

С

Кинетика изнашивания при длительной наработке определяется процессами периодического накопления повреждений до пределов насыщения и последующего разрушения поверхностного слоя (упрочнение-разрушение), что сопровождается закономерными циклическими изменениями ряда механических и физических характеристик состояния материала. Каждой стадии цикла упрочнение-разупрочнение соответствует определенный уровень элементарных процессов (износа U, физического уширения рентгеновских линий  $\beta$ , микротвердости  $H_{\mu}$ , шероховатости  $R_{z}$ , относительной опорной площади  $t_{p}$ , демпфи-

ıй	Экспериментальные	Табличные значения									
1H1	данные										
11 ōNōl	Межплоскостные	$\alpha - Ti$		$\delta - TiO$		TiO <sub>2</sub> (рутил)		TiO <sub>2</sub> (анатаз)			
	расстояния d, Å	đÅ	LI1-1	đÅ	hld	đÅ	hld	đÅ	L1],1		
Z		u, A	ПКІ	u, A	IIKI	u, A	IIKI	u, A	ПКІ		
Расчет электронограммы (puc.1 a,b,c,d)											
1	2,488	-	-	2,495	110	2,49	101	-	-		
2	2,058	-	-	-	-	2,05	210	-	-		
3	1,172	-	-	-	-	1,17	321	1,164	224		
Расчет электронограммы (рис 1. е)											
1	3,242	-	-	-	-	3,24	110	-	-		
2	2,62	2,557	010	-	-	-	-	-	-		
3	2,488	-	-	2,495	110	2,49	101	-	-		
4	2,058	-	-	-	-	2,05	210	-	-		
5	1,975	-	-	1,89	111	2,05	210	-	-		
6	1,486	1,475	110	-	-	1,485	002	1,48	204		
7	1,372	1,332	103	-	-	1,355	301	1,362	116		
8	1,211	1,233	201	-	-	1,245	112	-	-		
9	1,167	-	-	-	-	1,17	321	1,164	224		

Таблица 1. Результаты расчета электронограмм от частиц, структурно связанных с металлом (рис.3 a,b,c,d,e)

й	Экспериментальные данные		Табличные значения								
иниц <sup>2</sup> И	Межплоскостные расстояния		$\alpha - Ti$		$\delta - TiO$		TiO <sub>2</sub> (рутил)		ТіО <sub>2</sub> (анатаз)		
	u, A										
N	Рис.2 а,b	Рис.2 с	d, Å	hkl	d, Å	Hkl	d, Å	hkl	d, Å	hkl	
1	3,242	3,242	-	-	-	-	3,24	110	-	-	
2	2,488	2,488	-	-	2,496	110	2,49	101	-	-	
3	2,058	2,058	-	-	-	-	2,05	210	-	-	
4	1,689	1,689	-	-	-	-	1,69	211	1,66	211	
5	1,493	1,493	1,475	110	-	-	1,485	002	1,48	204	
6	1,338	-	1,332	103	-	-	1,355	301	1,335	220	
7	1,223	-	1,233	201	1,247	220	1,245	112	-	-	
8	1,172	1,172	-	-	-	-	1,17	321	1,164	224	
9	1,081	-	-	-	-	-	1,091	222	-	-	
10	0,973	-	0,945	211	-	-	0,964	322	0,95	316	
11	0,891	-	-	-	-	-	0,89	213	-	-	

Таблица 2. Результаты расчета электронограмм от продуктов фреттинг-износа (рис. 4 a,b,c)

рования  $\delta$ , жесткости К, изменения фазового состава  $V_{\beta}$ ). Изменения фазового состава указывали на возникновение в локальных деформируемых микрообъемах температурных флуктуаций, приводящих к фазовым  $\alpha \leftrightarrows \beta$ превращениям.

Методами электронографии выявлены размеры наноструктурных частиц фретинг-износа сплава ВТ9 в области активационных микрообъемов разрушения. Размеры частиц составляют порядка 7...15...25...100Å.

Коррозионно- окислительные аспекты разрушения титановых сплавов связаны с активным растворением термодинамически неустойчивого титана при нарушении пленок пассивирующей структуры  $\text{TiO}_2$  (рутил), фиксируемой электронографически.

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- Журков С.Н.К вопросу о физической основе прочности //Физика твердого тела. 1980. Т. 22. Вып. 11. С. 3344-3349.
- 2. *Регель В.Р., Слуцкер А.Б., Томашевский В.Д.* Кинетическая теория прочности твердых тел. М.: Наука, 1974. 302 с.
- Ковшов А.Г. Физическая модель разрушения поверхностей трения / Сб. трудов МНТК «Актуальные проблемы трибологии», июнь 2007, в 2-х томах. Том 2. М.: Машиностроение. 2007. С.206-213.
- Стенд для испытаний материалов на фреттингизнос. Авторское свидетельство №684398 (СССР). КПТИ / В.И. Алексеев, Д.Г. Громаковский, А.Г. Ковшов, Н.В. Сиднев, В.И. Цейтлин. Опубл. в Б.И. №33. 1979.
- Ковшов А.Г. Разработка триботехнических методов расчета и повышения фреттингостойкости деталей турбокомпрессоров из сплавов титана ВТ9 и ВТ3-1: Автореф. дис.... канд. техн. наук. 05.02.04 – Трение и износ в машинах. Киев: КИИГА, 1988. 20 с.

# X-RAY AND ELECTRON DIFFRACTION STRUCTURAL EVALUATION AND ACTIVATION OPTIONS MODEL OF THE WEAR OF FRICTION SURFACES

## © 2016 A.G. Kovshov

### Samara State Technical University

By X-ray diffraction and electron diffraction of nanostructured estimated sizes of wear particles in the destruction of local activation volumes on the friction surfaces of alloy VT9. Establish the structure of the wear products.

Keywords: friction, fretting, wear, particle, surface, destruction, activation parameter, elek-chronographia.

Anatoly Kovshov, Candidate of Technics, Associate Professor at the Technology of Mechanical Engineering Department. E-mail: k.ntm@mail.ru