УДК 538.9

# СТРУКТУРНО-МАСШТАБНЫЕ УРОВНИ ДЕФОРМАЦИИ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ НИКЕЛЯ

С.В. Короткевич<sup>1</sup>, В.В. Свиридова<sup>2</sup>

 $^{1}$ РУП «Гомельэнерго»  $^{2}$ Гомельский государственный университет им. Ф. Скорины

# STRUCTURAL AND SCALE LEVELS OF DEFORMATION OF THE SURFACE LAYER OF NICKEL

S.V. Korotkevich<sup>1</sup>, V.V. Sviridova<sup>2</sup>

<sup>1</sup>RUE "Gomelenergo"

<sup>2</sup>F. Scorina Gomel State University

Исследованы механизмы разрушения поверхностного слоя никеля при трибонагружении в смазочной среде ЦИАТИМ-201. Выявлены структурно-масштабные уровни деформации поверхностного слоя никеля. Показана эволюция структурно-масштабных уровней деформации поверхностного слоя никеля, приводящая к его фазовой нестабильности. Установлена начальная и доминирующая роль наноструктурного масштабного уровня деформации. Определены механизмы формирования дефектных структур различного масштаба.

**Ключевые слова**: дислокации, механизмы пластической деформации, поля напряжений, поры, полосы скольжения, микро и магистральные трещины.

The mechanisms of destruction of the surface layer of nickel during tribo-loading in a lubricating medium TsIATIM-201 are investigated. The structural-scale levels of deformation of the surface nickel layer were revealed. The evolution of structural-scale levels of deformation of the surface layer of nickel, leading to its phase instability, is shown. The dominant role and the initial role of the nanostructured scale level of deformation are established. The mechanisms of formation of defect structures of various scales are determined.

Keywords: dislocations, mechanisms of plastic deformation, stress fields, pores, slip bands, micro and main cracks.

#### Введение

В работе описана эволюция структурномасштабных уровней деформации поверхностного слоя никеля с точки зрения мезомеханики и неравновесной термодинамики [1]. В соответствии с физической мезомеханикой пластическое течение в нагруженном твёрдом теле является многоуровневым процессом и связано с потерей сдвиговой устойчивости на нано-, микро-, мезои макромасштабных уровнях [2]. Особое внимание в работе уделено исследованию поверхности металлов в силу асимметрии притяжения её атомов, что определяет её уязвимость и обуславливает накопление дефектов и источников разрушения при внешних воздействиях. Ввиду особых физико-химических характеристик и свойств (повышенная плотность дислокаций, более высокие значения внутренних напряжений и локальной кривизны кристаллической решётки, модуля упругости и микротвёрдости, высокая каталитическая активность и т. д.) поверхность в мезомеханике выделяют в особый мезоскопический уровень деформации [3]. Необходимо было исследовать отдельно каждый уровень пластической деформации: нано-, микро-, мезо- и макроуровень. Определить механизмы и особенности формирования, эволюции и разрушения для каждого уровня пластической деформации. Особое внимание уделено наноуровню деформации на поверхности никеля в силу её особых аномальных свойств и возможности формирования в особых условиях облегчённого выхода дислокаций под действием сил изображения, и их расщеплении в присутствии поверхностно, и химически активных веществ, содержащихся в пластичных смазочных материалах [4].

Многоцикловая, знакопеременная и малоамплитудная нагрузка при трибонагружении определяет формирование многочисленных микротрещин вдоль полос скольжения, пор, двойников, дефектов упаковок. Высокие внутренние напряжения, плотность дислокаций и локальная кривизна кристаллической решётки определяют её рыхлость, аморфность и каталитичекую активность, магнитные свойства и др. аномальные физико-химические свойства. С использованием математического аппарата мезомеханики осуществлена количественная оценка величин напряжений между аморфным поверхностным слоем и упругой подложкой поликристаллического никеля [1]. В мировой литературе крайне ограничены данные о таких высоко диспергированных материалах и их физико-химических свойствах. Общепринятой является точка зрения, что формирование нанообъектов происходит при высокоэнергетическом воздействии или интенсивной пластической деформации и/или равноканальном угловом прессовании в направлении сверху вниз, когда в результате внешнего воздействия при контактных давлениях в ГПа имеет место фрагментация материала от макро-, мезо-, микро- до наномасштаба [5]. Данные о формировании наноструктур при контактных давлениях  $\approx 0.1 \div 0.2$  кПа в присутствии поверхностноактивных веществ в условиях неравновесной деформации крайне ограничены.

Целью настоящей работы является изучение механизмов пластической деформации на различных структурно-масштабных уровнях в условиях фазовой нестабильности поверхностного слоя никеля при трибонагружении.

#### 1 Методика эксперимента

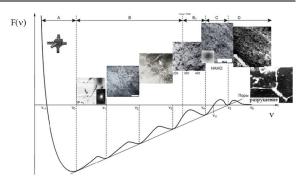
Исследовался поликристаллический никель чистотой 99,99%. Образцы в виде тонких дисков полировались электролитически и отжигались в вакууме 0,133 мПа при 973 К. Испытание на трение пары Ni – Мо проводилось на машине типа АЕ-5 с точной установкой площади контактирования при удельной нагрузке 84 кПа и линейной скорости 0,4 м/с. Электронно-микроскопические исследования никеля осуществлялись на микроскопе ЭВМ-100АК и Hitachi-H800 методом тонких фольг на «просвет». Разрешение Hitachi-800 составляет 0,2 нм. После испытания на трение фольги подвергались одностороннему электролитическому утонению с противоположной стороны от поверхности трения, что позволило исследовать приповерхностный объем, примыкающий к поверхности трения. Применение в схеме установки струйного полирования высокочувствительного фотодиодного моста позволило получить прозрачные участки в слоях даже при наличии волнистого рельефа поверхности.

Методика препарирования образцов никеля для просвечивающей электронной микроскопии приведена в [4].

### 2 Результаты и обсуждения

На рисунке 2.1 можно выделить три характерные области формирования и эволюции структурных дефектов. Область I характеризуется формированием и эволюцией нанокристаллических структур ( $\approx 5 \div 50$  нм) с высокоугловой разориентацией границ ячеек в условиях неравновесной деформации, когда в предварительно отожжённом никеле практически отсутствуют дефекты. Плотность дислокаций составляет  $\approx 10^{12}$  м $^{-2}$ .

Наноуровень деформации является начальным ( $t=0.9~{\rm kc}$ ) уровнем деформации, определяющим иерархию развития следующего микроуровня и т. д. по мере увеличения времени трибонагружения и соответственно масштаба формирования структурных элементов — дефектов в многоуровневой системе пластического течения никеля, что подчёркивает его особую ведущую роль.



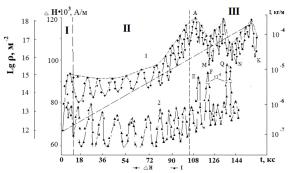


Рисунок 2.1 — Зависимость кинетики структурных изменений поверхностного слоя никеля при трении от потенциала Гиббса, уширения линии ферромагнитного резонанса ( $\Delta H$ ) и интенсивности изнашивания (I)

Формирование наноструктур происходит в тонком поверхностном слое при облегчённом выходе дислокаций на поверхность. Существенное влияние кинетики поверхностных процессов связано с адсорбционным облегчением пластической деформации и снижением прочности поверхностного слоя, согласно эффекта П.А. Ребиндера. Действие органических ПАВ, в этом случае, обусловлено облегчением выхода дислокаций на поверхность ввиду понижения поверхностного натяжения [6]. Дислокации расщепляются и образуют в полях упругих напряжений замкнутые ячейки. Микродифракция подтверждает формирование нанообъектов (рисунок 2.2) с большой (до десяти градусов) разориентировкой в смежных областях. Эта мелкоячеистая наноструктура состоит из дислокационных кластеров, квазиравномерно распределённых по объёму поверхностного слоя (рисунок 2.2). Большеугловые границы являются эффективными источниками зернограничных дислокаций. Высокоугловая разориентация границ субзерен обуславливает их барьерную роль при движении дислокаций, способствуя образованию плоских скоплений и формированию из них микротрещин при заторможенном скольжении и сдвиге (рисунок 2.2, стрелки).

Наблюдаемые нанокристаллические и субмикрокристаллические фрагменты микроструктуры обуславливают высокую степень упрочнения и обеспечивают определённую пластичность материала поверхностного слоя за счёт высокой продолжительности межзёренных границ. Зоны высокой плотности дефектов содержат скопления дислокационных петель и диполей с плотностью  $\approx 10^{16}~{\rm M}^{-2}$ . В полях действия тангенциальных и нормальных напряжений кооперативное движение атомов способно образовывать вихревые структуры на поверхности металлов подобно бинарным структурам, что отражается на формировании дислокационных петель на поверхности никеля при трибонагружении [7].

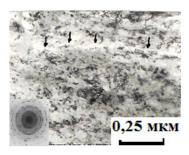


Рисунок 2.2 — Микроструктура субмикрои нанокристаллических размеров. Микродифракция наноструктур, формирующихся при t = 0.9 кс

Изменение прочностных свойств поверхностного слоя носит осциллирующий характер (рисунок 2.1) и сопровождается, как его микроструктурными изменениями, так и локальным во времени и пространстве лепестково-послойным механизмом его разрушения. Разработана феноменологическая модель лепестково-послойного разрушения поверхностного слоя никеля (таблица 2.1) [4], [7].

Таким образом, разработана феноменологическая модель лепестково-послойного разрушения поверхностного слоя никеля при трибонагружении. Изучена синергетика лепестковопослойного разрушения поверхностного слоя металла во взаимосвязи с самоорганизацией поверхности и сохранением её долговечности, где отделение лепестка изнашивания посредством совершения максимальной работы разрушения является необходимым условием снижения энергии деформации и более замедленного распространения разрушения в более глубокие слои материала.

Область II на рисунке 2.1 характеризуется равновесной деформацией при каждом цикле изменения прочностных свойств поверхностного слоя никеля при трибонагружении. Для данной области деформации имеет место эволюция нанокристаллических структур в пластинчатые,

Таблица 2.1 – Феноменологическая модель лепестково-послойного разрушения поверхностного слоя никеля при трибонагружении

Нано		Микро	
Механизм деформации	Механизм разрушения	Механизм деформации	Механизм разрушения
Высокодисперсная наноструктурированная фаза с блоками $\sim 5 \div 50$ нм; $\rho = 10^{16}$ м $^{-2}$ .	Квазивязкий	Фрагментированный поверхностный слой до $ \rho = 10^{16} \ \text{m}^{-2}. $	Формирование микротрещин (характерный размер 10 нм по диаметру и 100 нм по длине) около скоплений деформационных дефектов в полосах скольжения и т. д.
Межузельные бифур- кационные структур- ные состояния.	Квазивязкий	Дислокационные кластеры с размером $\sim 0,1$ мкм.	Объединение неравновесных вакансий в субмикропористость в поверхностных слоях.
Пластическая дисторсия. Неравновесные вакансии. Коалесценция неравновесных вакансий.	Квазивязкий	структуры в полосах скольжения. Рост зерен (микро-рекрис-	Объединение субмикропор в микропоры. Поверхностные сдвиги и области расслоения. Разрушение сколом по границам субструктуры.
Нанопоры	Квазивязкий	микропоры. Поверхностные сдвиги и надрывы.	Локализованное во времени отслаивание тончайшего диспергированного слоя толщиной ≈ 70 нм. Лепестково-послойный механизм.
Нанонесплошности	Квазивязкий		Период одной ВЧ осцилляции упрочнения и разрушения поверхностного слоя никеля составил ≈ 18 кс
Нанодиполи	Квазивязкий	Градиентная структура по глубине до 100 нм.	Интенсивность изнашивания изменяется на порядок с $10^{-7}$ до $10^{-6}$ кг/м

ламенарные структуры, образование полос скольжения, микротрещин, что приводит к формированию микро и начало образования мезоуровня масштабной деформации (рисунок 2.3). По границам полос скольжения наблюдается зарождение микропор (рисунок 2.3, позиция A) и микротрещин (рисунок 2.3, вставка) [7].

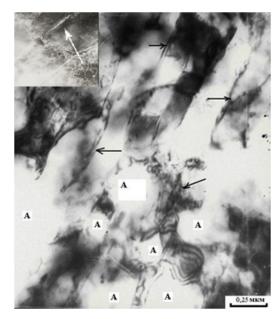


Рисунок 2.3 — Формирование полос скольжения при t = 4 кс

При трибонагружении металлов пластическая деформация локализована в тонких поверхностных слоях. В силу этой особенности фрикционного нагружения, а так же барьерной роли поверхности для выхода дислокаций, накопление скрытой энергии деформации этими слоями будет протекать в условиях интенсивного деформирования. Это обстоятельство определяет формирование широких полос скольжения с обилием плоских скоплений дислокаций и повышенной их плотностью ( $\rho = 10^{16} \text{ м}^{-2}$ ), что обуславливает сложно-напряженное состояние подповерхностного объема, предопределяющее в нем трещинообразование и последующее разрушение [7]. В силу многоцикловой и знакопеременной деформации при трибонагружении, а так же барьерной роли оксидных плёнок на поверхности для выхода дислокаций, накопление скрытой энергии деформации этими слоями будет протекать в условиях интенсивного деформирования. Это обстоятельство определяет формирование широких полос скольжения с обилием плоских скоплений дислокаций, что обуславливает сложно-напряженное состояние подповерхностного объема металла, характеризующуеся наличием чередующихся областей сжатия и растяжения локализацией упругих напряжений вдоль границ клина под углом  $\approx 56 \div 63^{\circ}$  к плоскости скольжения. Увеличение числа заторможенных плоскостей скольжения определяет увеличение числа областей сжатия и растяжения, что приводит к появлению ротационных структур (рисунок 2.4, стрелки указывают направление вращения, где знак минус — область сжатия, а знак плюс — область растяжения) [4].

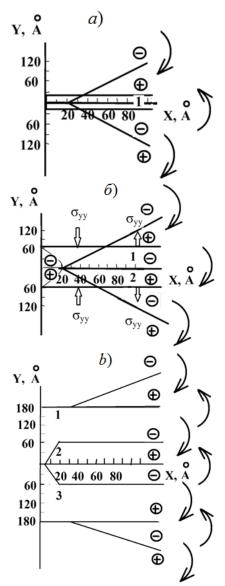


Рисунок 2.4 — Распределение знаков нормальных напряжений в головной части полосы скольжения:

- a) n = 1 (одна полоса скольжения);
  - б) 2 (две полосы скольжения);

Появление последних обуславливает локальную кривизну кристаллической решётки вдоль указанных выше границ с высоким градиентом напряжений, что обуславливает формирование высокоразвитого рельефа и гофрирование поверхностного слоя никеля (рисунок 2.5). Основным условием совместимости деформации на масштабно-структурных уровнях: нано-, микро-, мезо- и макро- является выполнение закона сохранения момента импульса [2]:

$$\sum_{i=1}^{N} Rot J_i = 0, \qquad (2.1)$$

где  $J_i$  – потоки дефектов на i-м структурно-масштабном уровне. В этих условиях в материале компенсируются все моментные напряжения, и кристаллическая решетка сохраняет свою трансляционную инвариантность. Пока выполняется соотношение (2.1), материал является пластичным, так как выполняется условие для зернограничного скольжения. Совершенно другая схема нагружения создается в поверхностных слоях материала в условиях трения. Моментные напряжения в зонах фрикционных контактов на поверхностях трения создают кривизну их кристаллической решетки [1]. В ее междоузлиях возникают новые минимумы многочастичных потенциалов межатомного взаимодействия и создается возможность развития структурной турбулентности механизмом пластической дисторсии [8]. В структуре поверхностного слоя развиваются динамические ротации с большой концентрацией атермических вакансий на узлах кристаллической решетки, где прошла пластическая дисторсия. Коалесценция атермических вакансий обусловливает развитие микропористости на границах динамических ротаций, образование микротрещин и формирование частиц из-

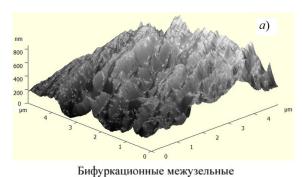


Рисунок 2.5 – Трёхмерное изображение ACM-изображения поверхности никеля с центрами повышенной плотности дислокаций в виде точек белого цвета (а), генерация бифуркационных межузельных структурных состояний в зоне локальной кривизны кристаллической решётки, где AB – кластеры положительных ионов на границе зёрен 1 и 2 (б)

Область III на рисунке 1 характеризуется неравновесной деформацией. Данная область наименее изучена. Можно предположить, что высокая плотность дислокаций в локальных зонах ( $\approx 10^{18} \text{ m}^{-2}$ ), в виде ярко выраженных точек белого цвета, будет определять динамическую рекристаллизацию с формированием структур с высоким модулем упругости. Смещения атомов в парах при развитии сдвиговой деформации будет сопровождаться пластической дисторсией в зоне межузельных бифуркационных минимумов многочастичного потенциала, что вызывает завихренность пластического течения [8].

Осуществлена количественная оценка толщины разрушаемого поверхностного слоя и зависимости распределения напряжений на интерфейсе поверхностный слой — подложка, обладающая упругими свойствами.

Характер сопряжения поверхностного слоя, обладающего аморфными свойствами, с основным объёмом никеля существенно зависит от соотношения их модулей упругости и толщины поверхностного слоя. В одномерном приближении для направленной вдоль оси X плоской границы раздела распределение на интерфейсе нормальных ( $\sigma$ ) и касательных напряжений ( $\tau$ ) описывается уравнениями [9]:

$$\sigma = \frac{2\sigma_s}{\sqrt{3}}\sin\frac{x+l_x}{t\sqrt{2}}, \quad \tau = \frac{\sigma_s}{\sqrt{6}}\cos\frac{x+l_x}{t\sqrt{2}},$$

где  $\sigma_s$  – предел текучести приграничного слоя; t – толщина приграничного слоя, испытывающего пластическую деформацию; параметр  $l_x$  – определяется выражением [9]:

$$l_x = \frac{\sqrt{2}}{2} \left( \frac{\pi}{2} + n\pi \right) t.$$

Анализ АСМ-изображения (рисунок 2.5) поверхностного слоя никеля показывает, что  $l_x \approx 700$  нм, n=5. Тогда толщина приграничного поверхностного слоя  $t \approx 70$  нм и она совпадает с величиной скин-слоя, оцениваемого методом ФМР. Оценка толщины приграничного слоя никеля составила  $\approx 10^{-7}$  м, что хорошо согласуется с результатами оценки толщины поверхностного слоя, приведенными в работе [9].

## Заключение

В результате анализа изображений методом просвечивающей электронной микроскопии и электронографии (микродифракция) установлено формирование при трибонагружении тонкой структуры в виде нанокристаллических (НК) блоков размером  $\approx 5-50$  нм с высокоугловой разориентацией  $\approx 5-10^\circ$  и высокой плотностью дислокаций  $10^{16}$  м-2. НК блоки формируются в условиях (t=0.9 кс, контактное давление  $\approx 84$  кПа) неравновесной деформации и нелинейной динамике структурообразования предварительно отожженных образцов никеля, когда скорость увеличения напряжений превышает скорость их

релаксации. Образовавшиеся при трибонагружении дислокации облегчённо выходят на поверхность в присутствии поверхностно-активных веществ и расщепляются с формированием дислокационных петель и дислокационных диполей. Эти нанокристаллические фрагменты структуры обуславливают повышение прочностных свойств поверхностного слоя никеля. С увеличением времени трибонагружения и при действии поверхностно-активных веществ НК состояния трансформируются в ячеистую субмикро- и микроструктуру, а затем в текстуру в виде тонких жгутов, ориентированных вдоль направления скольжения. Вдоль тонких жгутов начинают формироваться микротрещины. Предложена в виде таблицы феноменологическая модель лепестково-послойного разрушения поверхностного слоя никеля при трибонагружении. Изучена синергетика лепестково-послойного разрушения поверхностного слоя металла.

С увеличением времени трибонагружения жгуты эволюционируют в полосы скольжения в условиях равновесной деформации при каждом цикле изменения прочностных свойств поверхностного слоя никеля. Имеет место эволюция нанокристаллических структур в пластинчатые, ламенарные структуры, образование полос скольжения, микротрещин, что приводит к формированию микро- и начало образования мезоуровня масштабной деформации при лепестковопослойном механизме разрушения поверхности.

Эволюция макроуровня деформации сопровождается корпоративным и согласованным движением элементов дефектной структуры, нано-, микро- и мезомасштабных уровней деформации при сдвиге с одновременным поворотом зёрен поликристаллического никеля, что определяет развитие пористости, многоуровневого рельефа, гофрирование и объединение микротрещин в макротрещины. Интенсивность внешнего воздействия определяет длительность цикла изменения прочностных характеристик, величину накопления энергии деформации и степень фрагментации кристаллической решётки ферромагнитных металлов и, соответственно, локальную кривизну границ структурных элементов. Количество, плотность и взаимодействие структурных элементов (нано- и субмикро- полос скольжения, пор и т. д.) определяют доминирующую роль того или иного масштабного уровня пластической деформации в тот или иной момент времени кинетики структурообразования и механизм его разрушения в соответствии с минимумом потенциальной энергии взаимодействия сформировавшейся структуры. Таким образом, в работе показана эволюция структурномасштабных уровней деформации, начиная от нано- и заканчивая макроуровнем деформации.

#### ЛИТЕРАТУРА

- 1. Структурные уровни пластической деформации и разрушения / В.Е. Панин [и др.]. Новосибирск: Наука. Сиб. отд-ние, 1990. 255 с.
- 2. Панин, В.Е. Физическая мезомеханика деформируемого твёрдого тела как многоуровневой системы. І. Физические основы многоуровневого подхода / В.Е. Панин, В.Е. Егорушкин, А.В. Панин // Физическая мезомеханика. 2006. Т. 9, № 3. С. 9—22.
- 3. Панин, В.Е. Физическая мезомеханика разрушения и износа на поверхностях трения твёрдых тел / В.Е. Панин, П.А. Витязь // Физическая мезомеханика. -2002.-T.5, № 1.-C.5-13.
- 4.  $\Pi$ инчук, B. $\Gamma$ . Микроструктура и разрушение металлов при трении / В. $\Gamma$ . Пинчук, С.В. Короткевич, В.В. Свиридова. Гомель: УО ГГУ им. Ф. Скорины, 2009. 150 с.
- 5. *Тишин*, *А.М.* Наноразмерный магнетизм / А.М. Тишин, Ю.И. Спичкин. М: МГУ, 2012. 184 с.
- 6. *Щукин*, *Е.Д.* Влияние активной среды на механическую устойчивость и поврежденность поверхности твердого тела / Е.Д. Щукин // Вестник Московского университета. Сер. 2. Химия. 2012. T. 53. № 1. C. 50 72.
- 7. Пинчук, В.Г. Кинетика упрочнения и разрушения поверхности металлов при трении / В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич // LAP Lambert Academic Publishing. Saarbrücken: LAP, 2014. 180 с.
- 8. Мультискейлинг локальной кривизны кристаллической решетки на поверхностях трения металлических материалов как основа механизма их изнашивания / В.Е. Панин, В.Г. Пинчук, С.В. Короткевич, С.В. Панин // Физическая мезомеханика. 2017. Т. 20, № 1. С. 72–81.
- 9. Поверхностные слои и внутренние границы раздела в гетерогенных материалах / В.Е. Панин [и др.]. Новосибирск: СО РАН, 2006. 520 с.

Поступила в редакцию 24.04.2020.