Фізико-хімічна механіка матеріалів. – 2022. – № 6. – Physicochemical Mechanics of Materials

УДК 669.018:669.788

## ЗМІНА МОДУЛЯ ПРУЖНОСТІ ПОВЕРХНЕВОГО НАНОСТРУКТУРОВАНОГО ШАРУ НА СТАЛІ У8

## В. І. КИРИЛІВ<sup>1</sup>, В. І. ЗАКІЄВ<sup>2</sup>, О. В. МАКСИМІВ<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів; <sup>2</sup> Національний авіаційний үніверситет. Київ

Досліджено зміну модуля пружності поверхневої нанокристалічної структури, сформованої механоімпульсною обробкою сталі У8, методом Олівера-Фара. Показано його підвищення на 17% порівняно з матричною структурою. Таке збільшення пояснено зміною електронної конфігурації заліза, зокрема зростанням внеску *d*-орбіталей у металевий зв'язок завдяки дії високих тисків під час обробки, що підтверджує відомий висновок про підвищений взаємозв'язок між атомами всередині металу та його послаблення на поверхні. Показано обернену залежність між модулями пружності та коефіцієнтами тертя для різних металів.

**Ключові слова:** поверхнева нанокристалічна структура, механоімпульсна обробка, модуль пружності, метод Олівера–Фара, електронна конфігурація наноструктури.

The change of elasticity modulus of surface nanocrystalline structure, formed by mechanical-pulse treatment on V8 steel has been studied by Oliver–Pharr indentation method. Its increment by 17% compared with matrix structure is shown. This is explained by the change of electron configuration of iron, namely by increase in the contribution of *d*-orbitals into metallic bond due to the influence of high pressure under treatment, thus confirming the theory about higher interaction between atoms inside the metal and its weakening on the surface. The inverse relationship between module of elasticity and friction coefficients for different metals is shown.

**Keywords:** surface nanocrystalline structure, mechanical pulse treatment, modulus of elasticity, Oliver–Pharr indentation method, electron configuration of the nanostructure.

Вступ. Металевим нанокристалічним структурам (НКС) властиві унікальні механічні властивості [1]. Зменшення розміру характерного елемента НКС (зерна чи кристаліту) на три порядки може призводити до істотної зміни зазвичай структурно нечутливих властивостей. Тому в таких матеріалах часто змінюються такі фундаментальні характеристики, як модуль пружності, температури Кюрі та Дебая, намагнеченість насичення тощо [2]. Щодо модуля пружності, то він належить до констант механічної поведінки металів і залежить від міжатомної взаємодії [3]. Тому обробки, які істотно впливають на цю взаємодію, можуть змінювати і модуль пружності металів. До таких обробок належить також наноструктурування металевих матеріалів методом інтенсивної пластичної деформації (ІПД), при цьому можливе утворення об'ємних [4] і поверхневих НКС [5-7]. Одним із способів створення поверхневих НКС є механоімпульсна обробка (MIO), у якій генератором ІПД є високошвидкісне тертя [8]. Раніше показано [9–11] її позитивний вплив на зносостійкість та опір втомному руйнуванню. Якщо на зносостійкість матеріалів здебільшого впливає коефіцієнт тертя, то на опір втомному руйнуванню – пружні характеристики матеріалу [3].

Тому мета роботи – дослідити зміну модуля пружності поверхневої НКС, отриманої МІО, на прикладі вуглецевої сталі У8.

Контактна особа: О. В. МАКСИМІВ, e-mail: okyryliv@yahoo.com

Матеріали та методики досліджень. Досліджували на плоских зразках розміром 20×30 mm і завтовшки 4 mm зі сталі У8 після відпалу. Виготовлені зразки шліфували, обробляли поверхню MIO з одного боку з використанням зміцнювального інструмента зі сталі 40Х. Процес здійснювали на модернізованому плоскошліфувальному верстаті SPC-20 за такого режиму: лінійна швидкість зміцнювального інструмента  $V_1 = 65$  m/s, швидкість стола верстата  $V_2 = 1$  m/min, поперечна подача інструмента S = 0,5 mm на подвійний хід стола, глибина врізання інструмента 0,4 mm, що відповідає тиску в зоні фрикційного контакту – 0,8 GPa. Для охолодження зони контакту використовували спеціальне технологічне середовище (TC) для навуглецювання [8]. Модуль пружності зразків визначали за допомогою багатофункціонального приладу "Місгоп-gamma" [12], який призначений для дослідження фізико-механічних властивостей матеріалів, методом безперервного вдавлювання індентора. В результаті можна встановити мікротвердість і пружність матеріалів, базуючись на методі Олівера–Фара [13], регламентованого нормативним документом [14].

Опис методу безперервного вдавлювання. Метод базується на реєстрації навантаження (P) на індентор і глибини його проникнення (h) з побудовою відповідної діаграми. Використовували індентор Берковича за навантаження на нього 50 g зі швидкістю 5 g/s, крок між уколами – 20 µm. Результати подали у вигляді діаграми P–h, за якою можна визначати мікротвердість і пружність матеріалів (рис. 1).



Fig. 1. Diagram of indenter and schematic view of unrecovered and recovered indenter: h – total depth of indentation at maximum load P;  $h_r$  – depth of recovered indentation;  $h_c$  – contact depth;  $h_s$  – displacement of the contact surface during indentation;  $h_e$  – elastic recovery of the indenter; 2a – size of the indenter on the surface after load removal;  $\alpha$ ;  $\alpha_1$  – angles between the axis and the face during loading and after load removal, respectively.

Згідно зі схемою (рис. 1), контактна глибина  $h_c = h - h_s$ , де  $h_c$  – зміщення контактної поверхні під час вдавлювання або пружне відновлення відбитка в точці r = a. Найчастіше записують  $h_c = h - \epsilon(P/S)$ , де S = dP/dh – контактна жорсткість, яку визначають лінійною апроксимацією ~ 30% кривої розвантаження, починаючи від P, або як похідну до кривої розвантаження в точці h;  $\varepsilon$  – коефіцієнт, який залежить від форми профілю індентора:  $\varepsilon = 2(\pi - 2)/\pi$  для конуса,  $\varepsilon = 0,75$  для параболоїда обертання,  $\varepsilon = 1$  для плоского циліндричного штампа. Для піраміди Берковича використовують  $\varepsilon = 0,75$ .

За контактною глибиною  $h_c$  розраховують значення проєкції контактної площі:  $A = 24,5 \cdot h_c^2$ . Тоді мікротвердість визначають за формулою

$$H = P/A = P/24, 5 \cdot h_c^2,$$

а модуль пружності знаходять так:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2\beta} \frac{S}{\sqrt{A}},$$

де  $\beta = 1,0124$  і  $\beta = 1,034$  – поправочні коефіцієнти для інденторів Віккерса і Берковича, відповідно.

Фазовий склад поверхневих шарів сталей після зміцнювальної обробки вивчали на дифрактометрі ДРОН-3 у Си $K_{\alpha}$ -випромінюванні (U = 30 kV, I = 20 mA) з кроком 0,05° та експозицією у точці 4 s. Обробляли дифрактограми, використовуючи пакет програмного забезпечення CSD [15]. Рентгенограми ідентифікували за картотекою JCPDS-ASTM [16]. Розміри зерен на поверхні визначали рентгенівським методом за півшириною піків. Мікротвердість зразків після МІО вимірювали на мікротвердомірі ПМТ-3 за навантаження 50 g.

**Обговорення результатів досліджень.** В результаті МІО отримано зміцнений шар завтовшки ~ 150 µm із мартенситно-аустенітною структурою та поверхневою мікротвердістю 10,8 GPa (рис. 2). Середній розмір кристалітів мартенситного складника на поверхні – 16 nm.





У8 після MIO. Fig. 2. Structure and microhardness of У8

steel after mechanical-pulse treatment.

ною зміцненого нанокристалічного шару. Fig. 3. Change of the Yungua's modulus in the depth of strengthened nanocrystalline layer.

Рис. 3. Зміна модуля пружності за глиби-

Наведено (рис. 3, таблиця) розраховані за вищеописаною методикою модулі пружності поверхневої НКС, сформованої МІО. Отримані результати істотного (~ 17%) зростання модуля пружності можна пояснити, згідно із працею [17], впливом високого тиску на метал насамперед через зміну його електронної будови.

Зазначено, що існує певне порогове значення тиску, вище якого змінюється електронна будова атомів. За тисків  $10^2 \dots 10^3$  MPa спостерігають  $s \rightarrow d$  або  $s \rightarrow d \rightarrow f$ -переходи валентних електронів. Під час МІО в зоні фрикційного контакту виникають тиски  $(0,7...1,0) \times 10^3$  MPa [8], які є в цьому діапазоні.

Використовуючи працю [17], вищенаведені результати можна подати так. Зі збільшенням тиску від нормального до порогового деформація металу призводить до появи дефектів структури типу дислокацій і вакансій, зменшення розмірів блоків мозаїки і збільшення напружень другого роду. Метали при цьому зміцнюються за звичайним (дислокаційним) механізмом. За зростання тиску вище порогового значення вакантні місця заповнються на d- або f-підрівнях завдяки переходу нелокалізованої частини електронів в локалізовану. При цьому збільшується частка електронів, локалізованих у  $d^{5}$ - і  $d^{10}$ -конфігураціях, і зменшується частка  $d^{0}$ -станів. За подібним механізмом змінюється спектр  $f^{0}$ -,  $f^{7}$ - і  $f^{14}$ -конфігурацій у металах, які мають вакантні місця на f-підрівнях. У *sp*-елементах, а також у твердих розчинах вуглецю та азоту в залізі (наприклад, мартенсит) збільшується частка електронів, локалізованих у  $sp^{3}$ -конфігураціях. Оскільки локалізовані електрони відповідальні за ковалентний зв'язок, то зростання ступеня їх локалізації надає металу властивості, характерні для валентних кристалів: підвищені твердість, модуль пружності, міцність, температура плавлення [17].

| δ, μm  | 20   | 40    | 60    | 80    | 100   | 120   | 140   | 160   |
|--------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| E, GPa | 263  | 272,9 | 268,6 | 272,2 | 276,2 | 270,8 | 272,1 | 260,1 |
|        |      |       |       |       |       |       |       |       |
| δ, μm  | 180  | 200   | 220   | 240   | 260   | 280   | 300   | 320   |
| E CDa  | 2217 | 254.2 | 242   | 240.4 | 226.0 | 222.6 | 246.2 | 210.8 |

Зміна модуля пружності Е за глибиною б сталі У8 після МІО

Отримані результати щодо визначення модуля пружності корелюють зі зміною коефіцієнта тертя поверхневих НКС, отриманого раніше [18]. Особливість у тому, що твердість є характеристикою об'єму металу, а коефіцієнт тертя – його поверхні. Водночас, що сильніший зв'язок між атомами всередині металу, то слабший зв'язок на його поверхні [18], що призводить до зниження коефіцієнта тертя поверхневих НКС, отриманих МІО [19]. На основі значень модуля пружності різних металів, отриманих авторами [17, 18, 20], та визначеного модуля пружності для поверхневих НКС (див. таблицю, рис. 3), побудовано його залежність від внеску електронів d-орбіталей у металевий зв'язок (рис. 4) – коефіцієнт тертя за таких умов має обернену залежність [18]. Аналізуючи отриману залежність, можна запропонувати спосіб підвищення модуля пружності НКС, отриманих МІО, а саме: збільшити внесок електронів d-орбіталей у металевий зв'язок, підвищуючи тиск у зоні фрикційного контакту під час обробки.



Рис. 4. Залежність модуля пружності металів від внеску електронів *d*-орбіталей у металевий зв'язок різних металів [17, 18, 20].

Fig. 4. Dependence of the modulus of elasticity on the contribution of *d*-orbitals into the metallic bond of different metals [17, 18, 20].

## висновки

Визначено модуль пружності поверхневої НКС, отриманої МІО сталі У8, наноіндентуванням за методикою Олівера–Фара. Показано його підвищення на 17%, яке можна пояснити зміною електронної будови металу, зокрема збільшенням внеску *d*-орбіталей в металевий зв'язок. Виявлено зворотний взаємозв'язок зміни коефіцієнта тертя та модуля пружності.

- 1. *Khomenko A. V.* Severe plastic deformation: Methods and mathematical models of nanomaterials formation // J. of Physical Studies. 2020. 24, № 2. P. 1–20. https://doi.org/10.30970/jps.24.2001
- Ковтун Г. П., Веревкин А. А. Наноматериалы: технологии и материаловедение: Обзор. – Харьков: ННЦ ХФТИ, 2010. – 73 с.
- 3. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Теоретическая физика: Теория упругости. М.: ФИЗМАТЛИТ, 2003. 264 с.
- 4. Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., and Alexandrov I. V. Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // Progress in Materials Science. 2000. **45**, № 2. P. 103–189. https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9
- Microstructure evaluation of the carbon steels during surface severe plastic deformation / M. O. Vasylyev, B. N. Mordyuk, S. M. Voloshko, and D. A. Lesyk // Progress in Physics of Metals. – 2021. – 22, № 4. – P. 562–618. https://doi.org/10.15407/UFM.22.04.562
- 6. Olugbade T. O. and Lu J. Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT) // Nano Mat. Sci. 2020. 2, № 1. P. 3–31. https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2020.04.002
- 7. *Tykhonovych V. V.* Formation of nano-and ultradispersed materials under friction of steels // Metallofizika i Noneishshie Technologii. 2015. **33**, № 12. P. 1671–1685.
- Mechanical fabrication methods of nanostructured surfaces / H. Nykyforchyn, V. Kyryliv, O. Maksymiv, and O. Zvirko // Handbook of modern coating technologies. Fabrication methods and functional properties. – Amsterdam: Elsevier, 2021. – P. 25–67. https://doi.org/10.1016/C2012-0-06047-4.
- Structural steels surface modification by mechanical pulse treatment for corrosion protection and wear resistance / H. M. Nykyforchyn, V. I. Kyryliv, D. V. Slobodjan, and J. M. Koval // Surf. and Coat. Techn. – 1998. – 100–101, № 1–2. – P. 125–127. https://doi.org/10.1016/S0257-8972(97)00600-2.
- Fatigue and corrosion fatigue of the roll steels with surface nanostructure / V. Kyryliv, B. Chaikovs'kyi, O. Maksymiv, and B. Mykytchak // J. of Nano Res. – 51. – P. 92–97. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/JNanoR.51.92.
- Contact fatigue of 20KHN3A steel with surface nanostructure / V. I. Kyryliv, B. P. Chajkov-s'kyj, O. V. Maksymiv, and A. V. Shal'ko // Materials Science. 2016. 51, № 6. P. 833–838. https://doi.org/10.1007/s11003-016-9909-1.
- 12. Игнатович С. Р., Закиев И. М. Универсальный микро/нано-индентометр "Микрон-гамма" // Заводская лаборатория. – 2011. – **77**, № 1. – С. 61–67.
- Oliver W. C. and Pharr G. M. Improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments // J. of Mat. Res. – 1992. – 7, № 6. – P. 1564–1580.
- 14. *ISO/FDIS 14577-1: 2002* Metallic materials Instrumented indentation test for hardness and materials parameters. Part 1: Test method. Geneva: ISO Central Secretariat, 2002.
- Krous W. and Nolze G. Powder cell a program for the representation and manipulation of crystal structures and calculation of the resulting X-ray powder patterns // J. Appl. Cryst. – 1996. – 29. – P. 301–303.
- 16. *Powder* Diffraction File Search Manual: Alphabetical Listing and Search Section of Frequently Encountered Phases. Inorganic. Philadelphia: JCPDS, 1974. 839 p.
- 17. *The nature* of the high microhardness of surfaces strain-hardened by friction / G. V. Samsonov, V. I. Kovtun, I. I. Timofeeva, A. A. Rogozinskaia, and A. G. Vinitskii // Физико-химическая механика материалов. 1974. **9**, № 4. C. 26–30.
- 18. Buckleu D. H. Surface effects in adhesion, friction, wear, and lubrication. New York: Elsevier, 1981. 631 p.
- 19. *Kyryliv V. I.* Improvement of wear resistance of medium-carbon steel by nanodispersion // Materials Science. 2012. **48**, № 1. C. 119–123. https://doi.org/10.1007/s11003-012-9481-2.
- Корреляция между упругостью и другими свойствами циркония. / Т. П. Черняева, В. М. Грицина, Е. А. Михайлов, А. В.Остапов // Вопросы атомной науки и техники. – 2009. – 4. – С. 206–217.

Одержано 26.09.2022