

## ОЦІНЮВАННЯ ХАРАКТЕРИСТИК НАНОКРИСТАЛІЧНОГО ШАРУ ЗА ДОПОМОГОЮ ПОВЕРХНЕВИХ АКУСТИЧНИХ ХВИЛЬ

*В. Р. СКАЛЬСЬКИЙ, О. М. МОКРИЙ, О. І. ЗВІРКО,  
В. І. КИРИЛІВ, І. М. РОМАНИШИН, О. В. МАКСИМІВ*

*Фізико-механічний інститут ім. Г. В. Карпенка НАН України, Львів*

Досліджено вплив нанокристалічного шару, утвореного механоімпульсною обробкою, на швидкість поверхневих акустичних хвиль у зразках зі сталі 65Г. Використано акустичні хвилі з частотами 3, 6 та 9 МГц. Методом поетапного шліфування отримано різну товщину нанокристалічного шару. Описано методику оцінювання акустичних властивостей утвореного шару за швидкістю поверхневих акустичних хвиль, коли глибина проникнення хвилі більша за його товщину. Для визначення акустичних характеристик нанокристалічного шару додатково виміряно його товщину за допомогою металографічних досліджень.

**Ключові слова:** *механоімпульсна обробка, швидкість поверхневих акустичних хвиль, нанокристалічний шар, пластична деформація.*

The effect of the nanocrystalline layer formed by mechanical pulse treatment on the velocity of surface acoustic waves in 65G steel samples was studied. Acoustic waves with frequencies equal to 3; 6 and 9 MHz were used. Different thicknesses of the nanocrystalline layer were obtained by the stepwise grinding method. The method of estimating the acoustic properties of the formed layer based on the velocity of surface acoustic waves in the case when the depth of wave penetration is greater than its thickness was described. To determine the acoustic characteristics of the nanocrystalline layer, an additional measurement of its thickness was carried out using metallographic studies.

**Keywords:** *mechanical pulse treatment, velocity of surface acoustic waves, nanocrystalline layer, plastic deformation.*

**Вступ.** Будь-яка дія робочих середовищ та експлуатаційних навантажень на метал передається через поверхню. Тому дослідження природи поверхні металів, а також цілеспрямована зміна стану поверхні для надання їй заданих фізико-хімічних властивостей є у центрі уваги дослідників. Сьогодні для цього використовують різноманітні методи модифікації поверхневих шарів. Поряд із нанесенням захисних та відновних покриттів [1] вдосконалюють технології хіміко-термічної обробки [2]. В останні десятиліття інтенсивно розвивають методи створення та оцінювання властивостей нанокристалічних структур (НКС). Найпоширенішим методом їх отримання є інтенсивна пластична деформація [3, 4], зокрема механоімпульсна обробка (МІО) [5]. Вона суттєво поліпшує зносотривкість [6], опір втомі [7, 8] та захищає матеріал від проникнення водню [9].

Параметри створених нанокристалічних структур є дуже важливі для прогнозування експлуатаційних характеристик відповідних виробів. Для їх визначення можна використати різноманітні методики, зокрема ті, які базуються на використанні акустичних хвиль: акустичної емісії [10], Бріллюенівського розсіювання [11], нелінійної акустики [12], акустичної мікроскопії [13].

Визначення швидкості поверхневої акустичної хвилі (ПАХ) є однією з найефективніших технологій оцінювання характеристики поверхневих шарів матеріалів [14–18]. Цей показник залежить від пружних сталих та густини середовища, в якому поширюється хвиля [19]. Таким чином, за швидкістю ПАХ можна опосередковано контролювати властивості поверхневого модифікованого шару матеріалу, оскільки пружні сталі залежать від структури металу, густини дислокацій, залишкових механічних напружень, пористості та інших параметрів, які змінюються під час обробки поверхневих шарів металу. Використовуючи хвилі певної частоти, можна отримати інформацію про шари матеріалу різної глибини, оскільки акустична хвиля поширюється в шарі матеріалу товщиною, близькою до довжини хвилі [19].

Загалом методика визначення параметрів модифікованого шару полягає у знаходженні мінімуму функціонала [20]:

$$\sum_i (V(f_i) - V_c(E_0, E_1, \nu_0, \nu_1, \rho_0, \rho_1, h, f_i))^2, \quad (1)$$

де  $V(f_i)$  та  $V_c$  – швидкість ПАХ, визначена експериментально та розрахована на основі підбору параметрів матеріалу основи та модифікованого шару, відповідно;  $E_0, E_1$  – модулі Юнга;  $\nu_0, \nu_1$  – коефіцієнти Пуассона;  $\rho_0, \rho_1$  – густина основного матеріалу та модифікованого шару, відповідно;  $h$  – товщина модифікованого шару;  $f_i$  – частота ПАХ. Окрім визначення швидкості ПАХ, можуть досліджуватись додатково і інші характеристики НКС шару, зокрема його товщина. Наприклад, для дослідження товщини нанесених плівок використовували еліпсометричні методи [21].

В загальнішому випадку вираз для  $V_c$  розглядають як функцію швидкостей акустичних хвиль у матеріалі основи та покриття [22]. Тому на основі визначення швидкостей ПАХ різної частоти можна отримати інформацію про швидкість акустичної хвилі у модифікованому шарі, яку можна використати для контролю його властивостей.

Мета роботи – дослідити вплив МІО на поверхневі шари сталі 65Г і оцінити їх характеристики за допомогою визначення швидкості поверхневих хвиль Релея різної частоти.

**Методика експерименту.** Досліджували пластинчасті зразки зі сталі 65Г у стані постачання розміром 8×40×60 mm. Їх вирізали з листів та шліфували за товщиною з двох протилежних граней. Після цього їх обробляли з однієї сторони МІО на модернізованому плоскошліфувальному верстаті моделі SPC-20. Зміцнювальний інструмент циліндричної форми, що обертався, кріпили на шпинделі верстата та притискали до плоскої поверхні зразка, який фіксували на столі верстата, що рухався стосовно інструмента. В зону тертя інструмента до деталі подавали технологічне середовище, використовуючи існуючу систему подачі охолоджувальної рідини. Матеріал інструмента – сталь 40Х, Ø 250 mm, ширина робочої поверхні 5 mm. Режими оброблення: лінійна швидкість інструмента 65 m/s, швидкість стола верстата 1 m/min, глибина врізання інструмента – 0,35 mm, поперечна подача – 1 mm/подвійний хід стола верстата. В зону оброблення подавали спеціальне технологічне середовище для навуглицювання, яке складається з мінеральних олив із додатком низькомолекулярного поліетилену як джерела дифузанта вуглецю.

Швидкість ПАХ визначали фазово-імпульсним методом, за якого використовують акустичний сигнал у вигляді радіоімпульсу із високочастотним заповненням. Вимірювали час проходження ним відстані, що дорівнює базі вимірю-

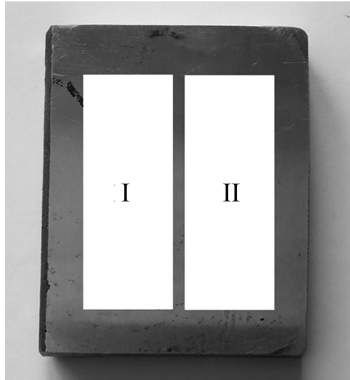


Рис. 1. Зразок із ділянками досліджень.

Fig. 1. A sample with research areas.

вань у досліджуваному зразку і зразку порівняння. Сталість бази вимірювань забезпечували перетворювачем, в якому збуджувальна та реєструвальна частини жорстко з'єднані між собою [23, 24]. Поверхневу акустичну хвилю збуджували та приймали за допомогою клинів, в яких поздовжня об'ємна акустична хвиля трансформується в поверхневу, і навпаки. Для вимірювань використовували хвилі з частотами 3, 6 і 9 МГц. База вимірювання 30 mm. Зразком порівняння слугував матеріал у стані постачання.

Під час досліджень зішліфовували верхній шар зразка в два етапи на 50  $\mu\text{m}$  кожен. Після кожного шліфування вимірювали швидкість ПАХ на різних частотах. Досліджували дві різні ділянки обробленого зразка (рис. 1). Також визначали товщину шару з НКС металграфічним методом.

**Експериментальні результати та їх обговорення.** На рис. 2 показано мікроструктуру поверхневого шару обробленого зразка. Виміряна товщина шару з НКС становить 170  $\mu\text{m}$ .



Рис. 2. Мікроструктура сталі 65Г після МПО в мінеральній оліві ( $\times 400$ ).

Fig. 2. Microstructure of 65G steel after mechanical pulse treatment in mineral oil ( $\times 400$ ).

Швидкість ПАХ у початковому стані без МПО становила 3000 m/s. Результати визначення швидкості ПАХ для різних товщин шару з НКС показані на рис. 3. Незначну відмінність між результатами для різних ділянок можна пояснити неоднорідністю МПО. В обох ділянках спостерігали зниження швидкості ПАХ внаслідок МПО. Також виявлено, що вона зменшується із ростом частоти акустичної хвилі. Крім того, зі зниженням товщини нанокристалічного шару швидкість ПАХ зростає, а її залежність від частоти зменшується.

Частотні залежності швидкості ПАХ на рис. 3 спричинені шаром з НКС на поверхні зразка. Як відомо, в однорідних зразках швидкість ПАХ не залежить від частоти [19].

Для заданого діапазону частот довжина ПАХ є більшою за товщину шару з НКС. Відповідно хвиля поширюється у поверхневому шарі матеріалу, який містить, окрім НКС, і основний матеріал. Тому швидкість ПАХ залежить як від властивостей шару з НКС, так і основного матеріалу. Внесок кожної з цих частин залежить від її відносної товщини в шарі, в якому поширюється ПАХ, тобто від довжини цієї хвилі. Зі зниженням частоти зростає довжина хвилі ПАХ і відносний внесок шару з НКС зменшується. Такий ефект відповідає залежностям, які показані на рис. 3. З іншого боку, зі зменшенням товщини шару з НКС його вплив теж знижується. Враховуючи, що цей шар призводить до зниження швидкості, зі зменшенням його товщини швидкість ПАХ зростає (рис. 3).

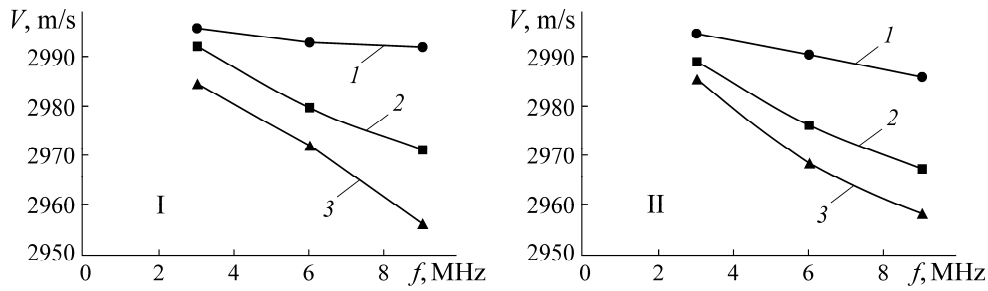


Рис. 3. Залежність швидкості ПАХ від її частоти: 1 –  $h = 70 \mu\text{m}$ , 2 –  $120 \mu\text{m}$ , 3 –  $170 \mu\text{m}$ ; I, II – ділянки дослідження, які показані на рис. 1.

Fig. 3. Dependence of the surface acoustic waves (SAW) velocity on its frequency: 1 –  $h = 70 \mu\text{m}$ , 2 –  $120 \mu\text{m}$ , 3 –  $170 \mu\text{m}$ ; I, II – research areas are shown in Fig. 1.

Для характеристики шару, підданого МІО, важливо визначити швидкість ПАХ безпосередньо в ньому. Такі вимірювання є достатньо складні, оскільки вимагають поширення ПАХ лише в шарі з НКС, тобто використання хвиль високої частоти, що суттєво утруднює процес. Тому пропонуємо розраховувати акустичні характеристики НКС шару на основі визначених швидкостей ПАХ на нижчих частотах, а також товщини шару з НКС, встановленої із металографічних досліджень.

**Модель для опису швидкості ПАХ.** Для оцінки параметрів шару з НКС використали підхід, поданий у праці [22]. Згідно з ним, швидкість ПАХ  $V_R$  в матеріалі із модифікованим поверхневим шаром глибиною  $h$ , задаємо так:

$$V_R = W_1 V_1 + W_2 V_2, \quad (2)$$

де  $W_1 = 5/3(h/\lambda) - 2/3(h/\lambda)^{5/2}$ ,  $W_2 = 1 - W_1$ ,  $\lambda$  – довжина акустичної хвилі.

Величини  $V_1$  і  $V_2$  розраховуємо за залежністю [22]:

$$V_i = V_{si}(0,87 + 1,12\nu) / (1 + \nu), \quad (3)$$

де  $i = 1, 2$ ;  $V_{s1}$  та  $V_{s2}$  – швидкість поперечної хвилі в шарі з НКС та в основному матеріалі, відповідно,  $\nu$  – коефіцієнт Пуассона.  $V_1$  відповідає швидкості ПАХ в шарі з НКС за умови, що хвиля поширюється в однорідному середовищі із властивостями цього шару,  $V_2$  – швидкості ПАХ в матеріалі основи.

Цей підхід справедливий, коли  $\lambda > h$ , тобто коли ПАХ поширюється в поверхневому шарі з товщиною, більшою за товщину шару з НКС  $h$ . За його допомогою можна оцінити вплив  $V_1$ ,  $V_2$  та  $h$  на частотну залежність швидкості ПАХ в середовищі, яке складається із шару з НКС товщини  $h$ , який розміщений на поверхні основного матеріалу.

**Аналіз отриманих результатів.** Оскільки виконується умова  $\lambda > h$  для всього частотного діапазону досліджень, то можна вважати коректним використання виразу (2) для розрахунку швидкості ПАХ. Згідно з ним, за отриманими експериментально  $V_R$ ,  $V_2$  та товщиною шару з НКС  $h$  можна знайти величину  $V_1$ . Значення  $V_1$  розраховані для трьох товщин шару на основі усереднених значень для різних частот ПАХ. Отримані результати показані на рис. 4. Як бачимо,  $V_1$  для обох ділянок зі зменшенням товщини шару зростає. Різниця між  $V_1$  та  $V_2$  зменшується для частини наноструктурованого шару, яка межує із основним матеріалом.

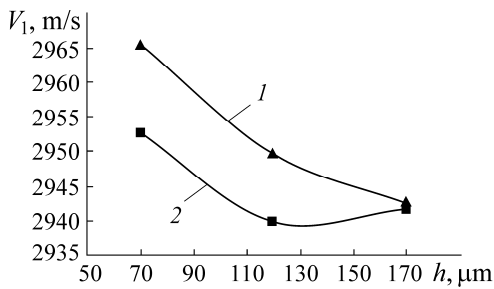


Рис. 4. Залежність  $V_1$  від товщини нанокристалічного шару:  
1 – ділянка I; 2 – II.

Fig. 4. Dependence of  $V_1$  on the thickness of the nanocrystalline layer:  
1 – area I; 2 – II.

## ВИСНОВКИ

Виявлено зменшення швидкості ПАХ у сталі 65Г після МІО на частотах 3, 6 та 9 МГц. Вона знижується зі зростанням частоти. Експериментально встановлено, що зменшення товщини шару з НКС призводить до зниження частотної залежності швидкості ПАХ. Для ПАХ з частотою менше 9 МГц за використання технології створення НКС реалізується випадок, за якого довжина хвилі більша за товщину шару з НКС. Відповідно ПАХ поширюється в середовищі, яке складається із двох шарів – НКС та основного матеріалу. Показано, що за цієї умови на основі вимірювання товщини шару з НКС та швидкості ПАХ в неоднорідному поверхневому шарі можна визначити швидкість хвилі у нанокристалічному шарі.

1. *Olugbade T. O. and Lu J.* Literature review on the mechanical properties of materials after surface mechanical attrition treatment (SMAT) // *Nano Materials Science.* – 2000. – 2. – P. 3–31.
2. *Kaplun P. V., Honchar V. A., and Donchenko T. V.* Wear kinetics of steels with diffusion coatings in rolling friction // *Materials Science.* – 2020. – 56, № 1. – P. 50–58.
3. *Valiev R. Z., Islamgaliev R. K., and Alexandrov I. V.* Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation // *Progress in Materials Science.* – 2000. – 45. – P. 103–189.
4. *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>
5. *Nykyforchyn H., Kyryliv V., and Maksymiv O.* Physical and mechanical properties of surface nanocrystalline structures, generated by severe thermal-plastic deformation // *Nanocomposites, Nanophotonics, Nanobiotechnology, and Applications.* – Springer, 2014. – P. 31–41.
6. *Kyryliv V. I.* Improvement of wear resistance of medium-carbon steel by nanodispersion of surface of surface layers // *Materials Science.* – 2012. – 48, № 1. – P. 119–123. <https://doi.org/10.1007/s11003-012-9481-2>
7. *Gurey V. and Hurey I.* The Effect of the hardened nanocrystalline surface layer on durability of guideways // *Adv. Manufacturing Proc. Inter Partner 2019. Lecture Notes in Mechanical Eng.* – Cham: Springer, 2020. – P. 63–72. [http://doi.org/10.1007/978-3-030-40724-7\\_7](http://doi.org/10.1007/978-3-030-40724-7_7)
8. *Contact fatigue of 20KHN3A steel with surface nanostructure* / V. I. Kyryliv, B. P. Chai-kovs'kyi, 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>
9. *Hydrogen permeability of the surface nanocrystalline structures of carbon steel* / H. M. Nykyforchyn, E. Lunarska, V. I. Kyryliv, and O. V. Maksymiv // *Materials Science.* – 2015. – 50, № 5. – P. 67–73. <https://doi.org/10.1007/s11003-015-9774-3>
10. *Nazarchuk Z., Skalskyi V., and Serhiyenko O.* Acoustic emission. Metrology and application. – Spinger, 2017. – 283 p.
11. *Elastic properties of TiN hard films at room and high temperatures using Brillouin scattering* / W. Pang, P. R. Stoddart, J. D. Comins, A. G. Every, D. Pietersen, and P. J. Marais // *Int. J. of Refractory Metals and Hard Materials.* – 1997. – 15, № 1–3. – P. 179–185.
12. *Mora P. and Spies M.* On the validity of several previously published perturbation formulas for the acoustoelastic effect on Rayleigh waves // *Ultrasonics.* – 2019. – 91. – P. 114–120.

13. *Elastic constants of single-crystal transition-metal nitride films measured by line-focus acoustic microscopy* / J. O. Kim, J. D. Achenbach, P. B. Mirkarimi, M. Shinn, S. A. Barnett // *J. Appl. Phys.* – 1992. – **72**. <https://doi.org/10.1063/1.351651>
14. *Gartsev S. and Köhler B. Direct measurements of Rayleigh wave acoustoelastic constants for shot-peened superalloy* // *NDT & E International.* – 2020. – **113**. – P. 1–7. <https://doi.org/10.1016/j.ndteint.2020.102279>
15. *Ruiz A. and Nagy P. B. Laser-ultrasonic surface wave dispersion measurements on surface-treated metals* // *Ultrasonics.* – 2004. – **42**. – P. 1–9. <https://doi.org/10.1016/j.ultras.2004.01.045>
16. *Evaluation of the state of subsurface layers of the metal subjected to shot peening with the help of surface acoustic waves* / V. R. Skalskyi, M. M. Student, O. M. Mokryi, V. M. Hvoz-detskyi, I. M. Romanyshyn, and P. M. Semak // *Materials Science.* – 2022. – **57**, № 4. – С. 446–451. <https://doi.org/10.1007/s11003-022-00564-3>
17. *The use of surface acoustic waves to evaluate of the near-surface layers of metal processed shot peening* / V. Skalskyi, M. Student, O. Mokryy, W. Dudda, Y. Kharchenko, H. Chumalo, and V. Hvoz-detskyi // *Diagnostyka.* – 2021. – **22**, № 3. – P. 51–57. <https://doi.org/10.29354/diag/141232>
18. *Investigation of the space distribution of the velocity of surface acoustic waves in plastically deformed steel by the laser method* / V. V. Koshovyi, O. M. Mokryi, M. I. Hredil, and I. M. Romanyshyn // *Materials Science.* – 2014. – **49**, № 4. – P. 478–484. <https://doi.org/10.1007/s11003-014-9639-1>
19. *Скальський В. Р., Сулим Г. Т. Основи акустичних методів неруйнівного контролю: навч. пос.* – Львів: Видав. центр Львівськ. нац. ун-ту ім. І. Франка, 2010. – 384 с.
20. *Non-destructive evaluation of TiN films with interface defects by surface acoustic waves* / H. Ollendorf, D. Schneider, Th. Schwarz, and A. Mucha // *Surface and Coating Technology.* – 1995. – **74–75**. – P. 246–252.
21. *Schneider D. A. Nondestructive device for testing thin films, coatings and material surfaces by laser induced surface acoustic waves* // *Technical Report.* – 2013. – January. doi: 10.13140/2.1.4564.7047
22. *Leong E. C. and Aung A. M. W. Weighted average velocity forward modelling of Rayleigh surface waves* // *Soil Dynamics and Earthquake Eng.* – 2012 – **43**. – P. 218–228. <http://dx.doi.org/10.1016/j.soildyn.2012.07.030>
23. *Johnson C. and Thompson R. B. The spatial resolution of Raileigh wave, acoustoelastic measurement of stress* // *Review of Progress in Quantutative Nondestruction Evaluation* / Ed. by D. O. Thompson and D. E. Chimenti. – New York: Plenum Press, 1993. – P. 2121–2128.
24. *Mokryy O. and Tsyruhnyk O. Technique for measuring spatial distribution of the surface acoustic wave velocity in metals* // *Archives of Acoustics.* – 2016. – **41**, № 4. – P. 741–746.

Одержано 04.01.2023