



## EFFECT OF ION NITRIDING ON FATIGUE BEHAVIOR OF STEEL 35HGS

Vladimir Dunchev<sup>1\*</sup>, Jiri Capek<sup>2</sup>, Mihail Atanasov<sup>1</sup><sup>1</sup> Technical University of Gabrovo, Gabrovo, Bulgaria<sup>2</sup> Czech Technical University in Prague, Prague, Czech Republic

## ARTICLE INFO

## Article history:

Received 2 May 2019

Accepted 6 June 2019

## Keywords:

ion nitriding, fatigue strength, residual stresses, 35HGS low-alloyed steel, experimental study

## ABSTRACT

*In this article the fatigue behavior of specimens made of 35HGS low-alloyed steel has been investigated. A comparative analysis has been made for the effect of hardening process with subsequent grinding and ion nitriding process. For this purpose, five groups of specimens have been manufactured. The first group of specimens has been subjected to hardening and grinding. The other four groups of specimens have been subjected to ion nitriding with a different process duration - 4, 8, 12 and 16 hours, respectively. The experimental study has been conducted in two stages- cyclic bending fatigue tests and residual stresses assessment through X-ray diffraction analysis. It has been established that the ion nitriding process has a more favorable effect on fatigue life in the field of high-cycle fatigue compared to the quenching process followed by grinding. The positive effect by the quenching and grinding has been observed in the field of low-cycle fatigue. The highest fatigue limit ( $\sigma_{-1} = 800 \text{ MPa}$ ) has been obtained for the specimens subjected to ion nitriding for a duration of 4 hours. The X-ray diffraction results show that the ion nitriding process provides greater in absolute value compressive residual stresses compared to the quenching and grinding process. It has been established that the distribution in depth of the axial and hoop residual stresses created after ion nitriding is very similar. A different trend has been established between the obtained fatigue limits and the intensity of the compressive residual stress zone.*

© 2019 Journal of the Technical University of Gabrovo. All rights reserved.

## 1. ВЪВЕДЕНИЕ

Известно е, че за конкретни условия на експлоатация, якостният ресурс на динамично натоварени метални конструкционни елементи зависи преди всичко от съвкупността от геометрични, физико-механични и металургични свойства на повърхностните слоеве. Тази съвкупност е известна като „surface integrity” (SI). В действителност, микро-дефектите, получени на етапа на изработване на заготовките, не могат да бъдат избегнати. Следователно, SI ще зависи от пълния технологичен цикъл на изработване на конструкционните елементи, норешаваща роля има видът на довършващото обработване. От гледна точка на подобряване на експлоатационните характеристики (якост на умора, корозионна устойчивост, трибологично поведение), е необходимо довършващото обработване на осигури следните характеристики на SI: минимална грапавост, повишена микротвърдост, създаване на зона с полезни остатъчни напрежения на натиск и модифицирана микроструктура. Конвенционалните довършващи обработки като фино струговане, фрезозване и шлифоване от една страна внасят микро-дефекти в повърхностните слоеве, а от друга страна, се създават остатъчни напрежения на опън [1]. В този аспект, доказано ефективно са процесите, в основата на които е термичната и химико-термичната обработка на повърхностните и подповърхностните на металите. Според възможността за измене-

ние на химичния състав на материала, тези процеси се развиват в три основни направления:

1) Процеси за химико-термична обработка на металите (Thermochemical Diffusion Processes), в основата на които е дифузията на нови химични елементи в тях. Такива са процесите цементация, йонно азотиране, цианиране и др. [2-14], при които оригиналният химичен състав има активна роля в модифицирания слой;

2) Модифициране чрез добавяне на нов материал към повърхността под формата на покрития; Този подход има за цел да се създаде бариера между покрития слой и околната среда [15, 16];

3) Процеси за модифициране на повърхностните слоеве без изменение в химичния състав на материала посредством термично въздействие (Surface Heat treatment) [2-4, 11];

Surface Heat Treatment процесите (отгряване, закаляване, отвръщане) и Thermochemical Diffusion Processes (цементация, азотиране, цианиране и др.) водят до фазови превръщания в материала, които са физическа основа за модификацията на повърхностните слоеве. Тези процеси са се утвърдили като конвенционални техники, използвани преди всичко за повишаване на твърдостта и износоустойчивостта на повърхностните слоеве. Азотирането е един от най-широко използваните термо-химични методи, при които се създава твърд и тънък повърхностен слой с натискови остатъч-

\* Corresponding author. E-mail: v.dunchev@tugab.bg

ни напрежения. Азотирането се използва при много различни стоманени компоненти като: зъбни колела, колянни валове, матрици и инструменти. Плазменото (йонното) азотиране е предпочитан процес в сравнение с класическото газово и течно азотиране, тъй като осигурява по-ниска стойност на отношението цена/качество. Йонното азотиране се характеризира с по-бързо проникване на азотните йони в структурата на стоманата, по-лесно, чисто и икономично приложение на процеса. Нуждата от по-ниски температури по време на процеса и по-малко време за формиране на слой с остатъчни напрежения на натиск са други предимства на йонното азотиране. От гледна точка на повишаване на уморната дълготрайност, ефектът от създаване на зона с остатъчни напрежения на натиск в повърхностните и подповърхностните слоеве, има определящо значение. Следователно, за реалистично предсказване на уморната дълготрайност, е необходимо да се познава разпределението на остатъчните напрежения в качествен и количествен аспект. За оценяване на остатъчните напрежения се използват два основни подхода – експериментален и чрез крайно-елементни симулации. Експерименталният подход се базира най-често на безразрушителния метод X-ray diffraction [17,18] и полуразрушителния метод Hole Drilling.

Основна цел на настоящата работа е да се направи сравнителен анализ на уморната дълготрайност на образци от конструкционна стомана 35ХГС (ГОСТ 4543-71), подложени на обемно закаляване и такива, подложени на йонно-азотиране с различно времетраене на процеса. За постигане на основната цел е проведено експериментално изследване в следните два етапа:

1) Провеждане на уморни тестове на циклично огъване;

2) Измерване на остатъчните осови и окръжни нормални напрежения посредством X-ray diffraction анализ.

## 2. ДЕТАЙЛИ НА ЕКСПЕРИМЕНТАЛНОТО ИЗСЛЕДВАНЕ

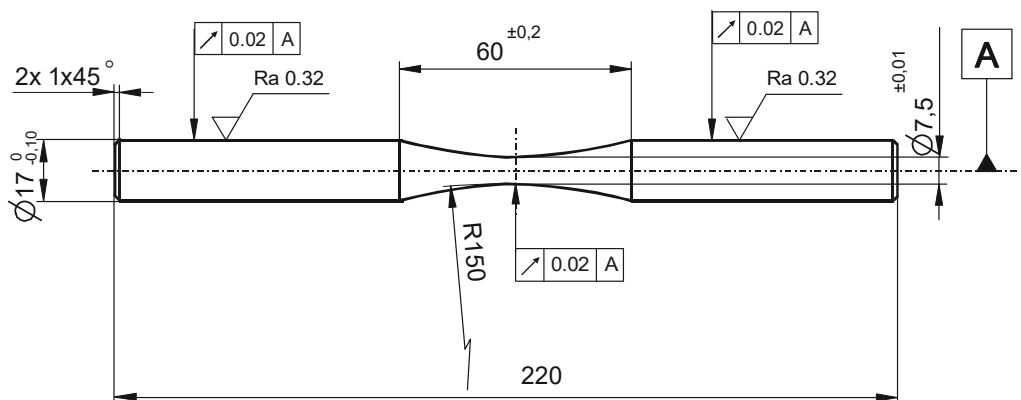
Обект на уморни тестове са образци от конструкционна стомана 35ХГС тип пясъчен часовник с геометрия съгласно фиг. 1. Химичният състав на изследваната стомана е показан в таблица 1. Обект на сравнителен анализ са пет групи образци, третирани по различен начин, както следва:

- I група - закалени при температура  $860^{\circ}\text{C}$ , след което са отвърнати при температура  $550^{\circ}\text{C}$  и накрая са шлифовани до постигане на зададените изисквания (фиг. 1);
- II група - йонно азотирани при постоянна температура от  $520^{\circ}\text{C}$  с времетраене на процеса 4 часа;
- III група - йонно азотирани при постоянна температура от  $520^{\circ}\text{C}$  с времетраене на процеса 8 часа;
- IV група - йонно азотирани при постоянна температура от  $520^{\circ}\text{C}$  с времетраене на процеса 12 часа;
- V група - йонно азотирани при постоянна температура от  $520^{\circ}\text{C}$  с времетраене на процеса 16 часа.

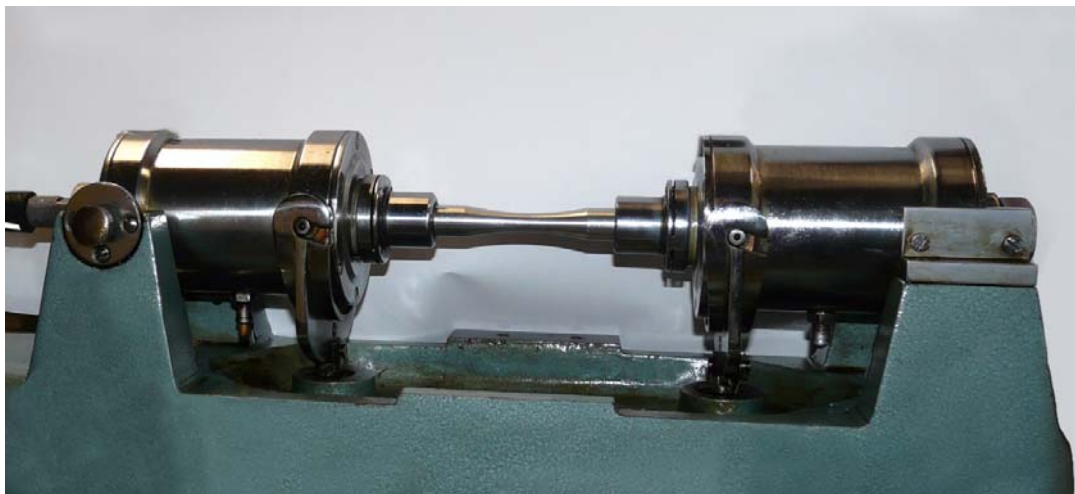
Уморните тестове са проведени върху изпитателна машина за циклично огъване МУИ6000с коефициент на асиметрия на цикъла  $R=-1$  и работна честота  $100\text{ Hz}$  (фиг. 2). За всяка група образци е получена съответната S-N крива.

Таблица 1. Химичен състав на изследваната стомана

	C	Mn	Si	P	Cr	Ni	Mo	W	V	Cu
35ХГС	0.35	0.9	1.2	0.458	1.25	0.2	0.05	0.15	0.05	-



Фиг. 1. Експериментален образец за циклично огъване



Фиг. 2. Изпитателна машина за циклично огъване MUI6000



Фиг. 3. Цилиндрични пробни тела за експериментално изследване на остатъчни напрежения посредством X-Ray Diffraction метод

Експерименталното изследване за измерване на остатъчните напрежения чрез безразрушителния метод X-ray diffraction метод е проведено в Чешкия технически университет в Прага, Лабораторията по рентгеноструктурен анализ. Цилиндричните експериментални образци са с размери  $\varnothing 20 \times 30$  mm (фиг. 3) и са третираны аналогично на образците за уморни тестове. За измерването на остатъчните напрежения в дълбочина е използван електрохимичен метод, при който последователно се премахва тънък слой материал от повърхността на образците. След всеки премахнат слой се измерват остатъчните напрежения на конкретната дълбочина. По този начин е получено разпределението на остатъчните осови и околните нормални напрежения в групите образци.

### 3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛНИ РЕЗУЛТАТИ И КОМЕНТАРИ

На фиг. 4 са показани експериментално получените криви на Вюлер (S-N криви) за петте групи образци. Получените резултати дават основание за следните основни коментари:

- Като цяло, сравняваните процеси за довършващо обработване водят до различна уморна дълготрайност в малоцикловата и многоцикловата умора. Прави впечатление значително по-голямата уморна дълготрайност на закалените образци в сравнение с йонно азотираните в

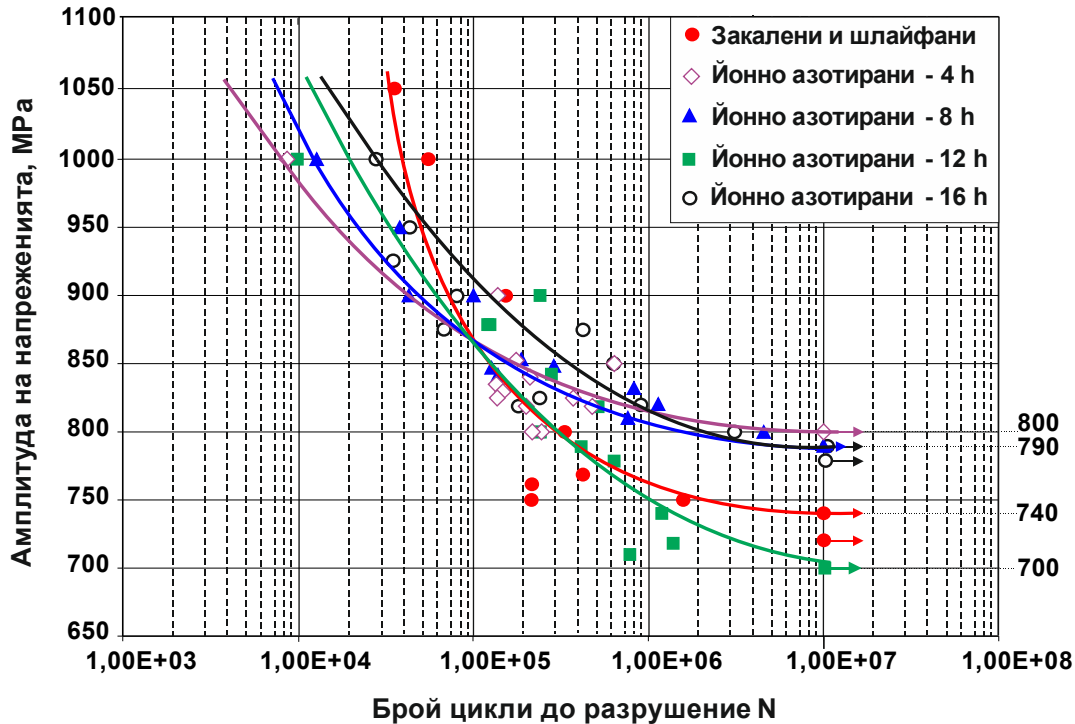
областта на малоцикловата умора. Тези резултати се потвърждават от други изследвания [6]. Тази разлика намалява с намаляване на амплитудата на цикличния товар, като за амплитуди  $\sim 870$  MPa закалените образци имат близка уморна дълготрайност като тази на йонно азотираните образци, третирани с времетраене 4, 8 и 12 часа. Тази тенденция се променя в диапазона  $10^5 \div 10^7$  цикъла (фиг. 4), където се проявява ефекта от азотирането. Три от четирите групи образци, които са йонно азотирани, показват по-добра уморна дълготрайност в сравнение със закалените и шлифовани образци;

- В областта на малоцикловата умора се наблюдава ясна тенденция за нарастване уморната дълготрайност с нарастване на времетраенето на процеса йонно азотиране. В противовес, не се наблюдава еднозначна тенденция за влиянието на времетраенето на процеса йонно азотиране върху уморната дълготрайност в диапазона  $10^5 \div 10^7$ , и по-конкретно – върху границата на умора (за  $10^7$  цикъла). Най-голяма граница на умора е получена за образците от II група (йонно азотирани за 4 часа) -  $\sigma_{-1} = 800$  MPa. Следващият най-добър резултат за  $\sigma_{-1}$  е получен за образците от III и V групи, йонно азотирани с времетраене съответно – 8 и 16 часа. Най-малка граница на умора - ( $\sigma_{-1} = 700$  MPa) и най-голямо разсейване се получава за образците от IV група – йонно азотирани с времетраене 12 часа;

• Експерименталните резултати от уморните тестове показват, че процесът обемно закаляване води до по-малка граница на умора на изследваната стомана ( $\sigma_{-1} = 740 \text{ MPa}$ ) в сравнение с повечето групи йонно азотирани образци.

На фиг. 5 са показани експериментални резултати за измерените остатъчни окръжни напрежения в дълбочина за петте групи образци, получени посредством X-ray diffraction метод. Прави впечатление значителната разлика в разпределението на остатъчните окръжни напрежения между двата вида процеси за довършващо обработване. В образеца, подложен на обемно закаляване и шлифоване, натискът зона е с много по-малка интензивност и на много по-малка дълбочина ( $50 \mu\text{m}$ ). За този образец най-голямото по абсолютна стойност из-

мерено остатъчно окръжно напрежение е на повърхността  $-309 \text{ MPa}$ . За образците подложени на йонно азотиране, разпределението на остатъчните окръжни напрежения в дълбочина не се различава съществено. Наблюдава се ясна тенденция за влиянието на времетраенето на процеса йонно азотиране върху големината на натиските остатъчни окръжни напрежения на повърхността. Най-големи са остатъчните напрежения, измерени след 16 часа йонно азотиране, а най-малки са в образеца, третиран за 4 часа. От друга страна, разсейването на повърхността е приблизително  $100 \text{ MPa}$ . Независимо от времетраенето на процеса йонно азотиране дълбочината на натисквата зона е почти една и съща за йонно азотирани образци -  $\sim 270 \mu\text{m}$ .



Фиг. 4. Криви на Вюлер за петте групи експериментални образци

На фиг. 6 е показано разпределението в дълбочина от повърхностния слой на остатъчните осови нормални напрежения за петте групи образци. Като цяло, характерът на това разпределение не се различава съществено от разпределението на остатъчните окръжни напрежения. Заслужава внимание факта, че за образеца, подложен на обемно закаляване, измереното остатъчно осово напрежение на повърхността е по-близко до измерените напрежения на йонно азотирани образци. Същевременно, на дълбочина, по-голяма от  $50 \mu\text{m}$ , остатъчните напрежения са опънови.

Сравнението между фиг. 5 и фиг. 6 показва почти идентичен характер на разпределението на осовите и окръжни остатъчни напрежения в йонно азотирани образци. Това най-вероятно се дължи на механизма на въздействие при процеса йонно азотиране, който механизъм модифицира повърхностния слой по един и същи начин във всички направления на една и съща дълбочина от повърхността. Създаването на натискови остатъчни напрежения при процеса йонно азотиране е

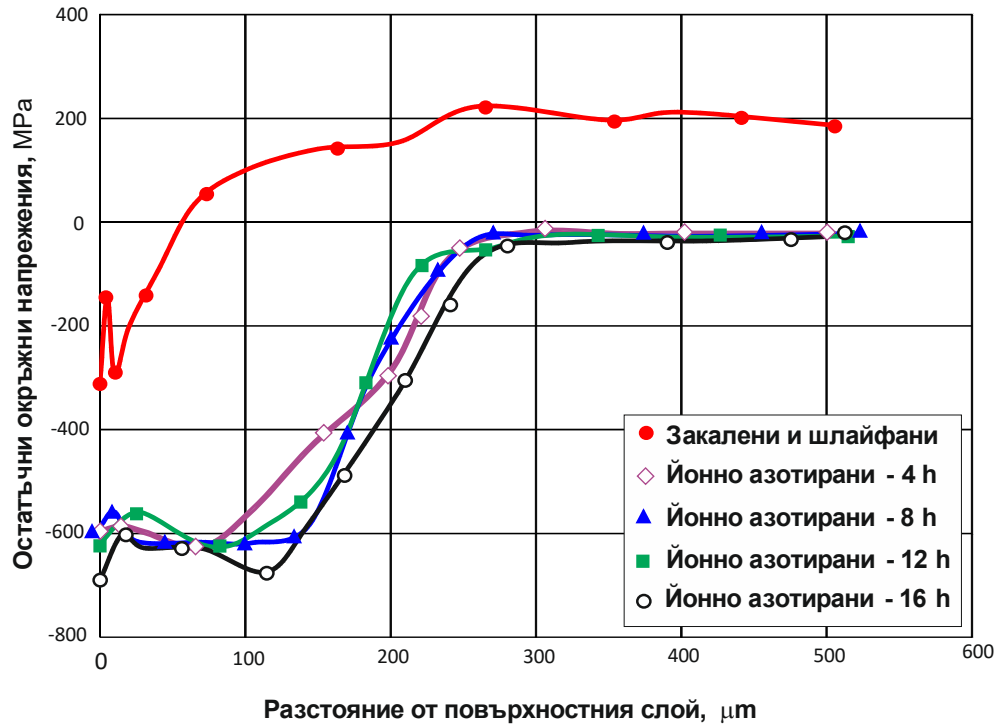
резултат от изменение на химичния състав вследствие получаването на нитридни съединения, респективно фазови превръщания в условията на повишена температура. В действителност този процес изключва пластична деформация, и следователно, формирането на остатъчните напрежения е резултат от промяна на еластичните свойства на афектирания слой. Зоната с остатъчни напрежения се формира след достигане на ново еластично равновесие след охлаждане на образците.

За разлика от йонното азотиране, образците, подложени на закаляване и шлифоване, претърпяват пластична деформация вследствие от механичното въздействие по време на шлифоване. Пластично деформирания слой е с много малка дебелина, което води до огромен градиент на остатъчните напрежения на около  $20 \mu\text{m}$  от повърхността. От друга страна, се наблюдава съществена разлика в разпределението на осовите и окръжните остатъчни напрежения за образеца от група I. Може да се предположи, че това се дължи на влиянието на

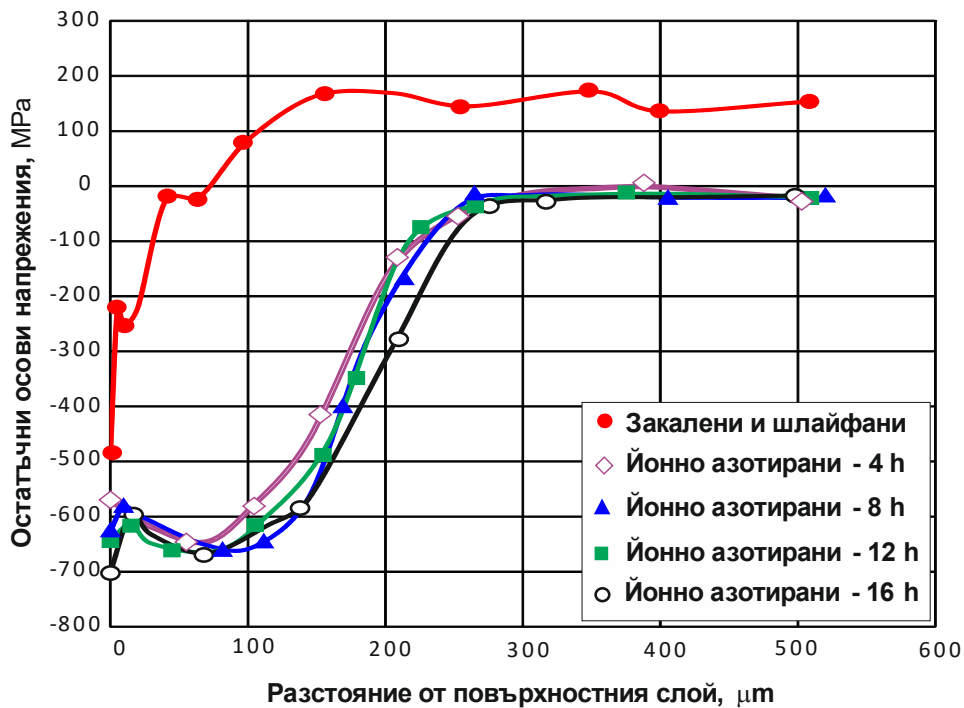
геометричните размери на образца ефекта от закаляването.

Независимо, че в образците от V група зоната с остатъчни напрежения е най-интензивна, резултатите от уморните тестове показват по-малка граница на

умора в сравнение с образците от II група. Може да се предположи, че вероятна причина за това е разликата в микроструктурата, получена следствие от различното времетраене на процеса йонно азотиране.



Фиг. 5. Остатъчни окръжни напрежения за петте групи обработки



Фиг. 6. Остатъчни осови напрежения за петте групи обработки

#### 4. ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Проведено е експериментално изследване за оценка на влиянието на процесите обемно закаляване, отвърщане и шлифване и йонно азотиране върху уморната

дълготрайност на образци от стомана 35ХГС. Направеният сравнителен анализ потвърждава значението на времетраенето на процеса йонно азотиране върху уморното поведение в областта на

малоцикловата и многоцикловата умора. За изясняване на влиянието на остатъчните напрежения, създадени вследствие изследваните процеси, е проведен X-ray diffraction анализ. Най-голяма граница на умора е получена за образците, подложени на йонно азотиране при температура  $520^{\circ}\text{C}$  с времетраене на процеса 4 часа.

## REFERENCES

- [1] El-Axir M. H. A method of modeling residual stress distribution in turning for different materials. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 42 (9) (2002) 1055-1063.
- [2] Celik A., Karadeniz S., Improvement of the fatigue strength of AISI 4140 steel by an ion nitriding process. *Surface and Coatings Technology* 72(3) (1995) 169-173
- [3] Genel K., Demirkol M., Capa M., Effect of ion nitriding on fatigue behaviour of AISI 4140 steel. *Materials Science and Engineering A279* (2000) 207-216
- [4] Sirin S., Sirin K., Kaluc E., Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel. *Materials characterization* 59 (2008) 351-358
- [5] Ashrafizadeh F. Influence of plasma and gas nitriding on fatigue resistance of plain carbon (Ck45) steel. *Surface and Coatings Technology* 174-175 (2003) 1196-1200
- [6] Terres M.A., Ben Mohamed S., Sidhom H., Influence of ion nitriding on fatigue strength of low-alloy (42CrMo4) steel: Experimental characterization and predictive approach. *International Journal of Fatigue* 32 (2010) 1795–1804
- [7] Terres M.A., Sidhom H., Fatigue life evaluation of 42CrMo4 nitrided steel by local approach: Equivalent strain-life-time. *Materials and Design* 33 (2012) 444–450
- [8] Terres M.A., Laalai N., Sidhom H., Effect of nitriding and shot-peening on the fatigue behavior of 42CrMo4 steel: Experimental analysis and predictive approach. *Materials and Design* 35 (2012) 741–748
- [9] Toro A., Misiolek W.Z., Tschiptschin A., Correlations between microstructure and surface properties in a high nitrogen martensitic stainless steel. *Acta Materialia* 51 (2003) 3363–3374
- [10] Sirin S., Kaluc E., Structural surface characterization of ion nitrided AISI 4340 steel. *Materials and Design* 36 (2012) 741–747
- [11] Limodin N., Verreman Y., Tarfa T.N., Axial fatigue of a gas-nitrided quenched and tempered AISI 4140 steel: effect of nitriding depth. *Fatigue and Fracture of Engineering Materials & Structures* 26(9) (2003) 811-820
- [12] Zhang J.W., Lu L.T., Shiozawa K., Zhou W.N., Zhang W.H., Effects of nitrocarburizing on fatigue property of medium carbon steel in very high cycle regime. *Materials Science and Engineering A* 528 (2011) 7060–7067
- [13] Zhang J.W., Lu L.T., Shiozawa K., Zhou W.N., Zhang W.H., Effect of nitrocarburizing and post-oxidation on fatigue behavior of 35CrMo alloy steel in very high cycle fatigue regime. *International Journal of Fatigue* 33 (2011) 880–886
- [14] Tokaji K., Kohyama K., Akita M., Fatigue behaviour and fracture mechanism of a 316 stainless steel hardened by carburizing, *International Journal of Fatigue* 26 (2004) 543–551
- [15] Leyland A., Matthews A., Design criteria for wear-resistant nanostructured and glassy-metal coatings. *Surface and Coatings Technology* 177–178 (2004) 317-324
- [16] Voevodin A.A., Zabinski J.S., Muratore C., Recent advances in hard, tough, and low friction nanocomposite coatings. *Tsinghua Science and Technology* 10(6) (2005) 665-679
- [17] Baczmanski A., Braham C., Seiler W., Shiraki N., Multi-reflection method and grazing incidence geometry used for stress measurement by X-ray diffraction. *Surface and Coatings Technology* 182(1) (2004) 43-54
- [18] Zheng X., Li J., Zhou Y., X-ray diffraction measurement of residual stress in PZT thin films prepared by pulsed laser deposition. *Acta Materialia* 52(11) (2004) 3313-3322