



## РАЗРУШИТЕЛНИ МЕТОДИ ЗА ИЗСЛЕДВАНЕ НА ЙОННО АЗОТИРАНИ СЛОЕВЕ В ТОПЛОУСТОЙЧИВИ ИНСТРУМЕНТАЛНИ СТОМАНИ

Величко Мачев  
[vmatchev@vtu.bg](mailto:vmatchev@vtu.bg)

*Висше транспортно училище „Тодор Каблешков“  
гр. София 1574, ул. „Гео Милев“ 158  
РЕПУБЛИКА БЪЛГАРИЯ*

**Ключови думи:** Химико-термична обработка, йонно азотиране, топлоустойчиви инструментални стомани, стандартизирани разрушителни методи на контрол, структурен анализ, програмиране на физични характеристики.

**Резюме:** В настоящото съобщение е направен подробен обзор на съществуващите конвенционални разрушителни методи за изследване на резултатите от процеса на химико-термична обработка чрез йонно азотиране, чрез структурен анализ, металографски анализ, анализ на твърдостта и изнозустойчивостта, способстващи реализирането на главната цел да се подпомогне избора на оптимални режими за обработка, така че да бъдат достигнати предварително програмирани физични характеристики на топлоустойчивите инструментални стомани след химико-термична обработка, гарантиращи експлоатационни качества, устойчивост на технологичните процеси и отговорност към околната среда, съчетани с максимална икономическа ефективност. Подробното изследване на широко прилаганите разрушителните практики следва да предостави ценна информация за характеристики, подлежащи на контрол чрез по-малко инвазивни техники, които могат да доведат до по-ефективно, бързо и точно определяне на постигнатите резултати от технологичните процеси на химико-термична обработка посредством йонно азотиране и сходните му процеси.

### 1. ВЪВЕДЕНИЕ

Разработването и внедряването в производствени условия на иновативни технологии ускоряващи параметрите качество и производителност са от особено значение за икономическата обосновка на всеки произволно избран продукт, а в случаите, когато става дума за енергоемки индустрии, като например тежкото машиностроене и обработката на стомани за детайли и инструменти работещи в условия на повишена температура и износване, необходимостта от контрол на процесите е от изключителна важност. С цел повишаване на ефективността и постигане на дълговременност се прилагат разнообразни методи за контрол, генерално разделени по отношение на пригодността за употреба на детайлите след подлагането им на проверка. Методите на изследване после които цялостта на детайла, неговата структура, повърхност и общ външен вид не са претърпели значителни промени и

изменения се наричат безразрушителни и биват предпочитани, а онези методи на изпитване, които налагат нарушаване на целостта на контролираните обекти и респективно водят до невъзможност за по-нататъшното им използване – разрушителни. За съжаление често се налага използването именно на разрушителните методи, поради физичните основи на безразрушителните, свързани с формата, размерите, вида на материала и други специфични особености на обектите.

## **2. ВИДОВЕ РАЗРУШИТЕЛНИ МЕТОДИ И ТЕХНИКИ НА ИЗСЛЕДВАНЕ.**

Изследване на микротвърдостта в йонно азотирани слоеве в стомани е основен метод за оценка на механичните свойства и постигнатото качество на повърхностната химико-термична обработка. Същността на изследването се състои в измерване на твърдостта на йонно-азотирания слой в микроскопичен мащаб, която предоставя информация за неговата устойчивост на деформация. Чрез изследване на микротвърдост на нарастваща дълбочина се извършва т.нар. дълбочинно профилиране, което представлява картографиране на области с висока и ниска твърдост, което предоставя информация за вариации в условията на обработка и свойствата на материала. Установяването на профилът на твърдост разкрива информация за дифузията на азот и образуването на втвърдени фази. Чрез количествено определяне на твърдостта на йонно-азотираните слоеве, изследването служи като инструмент за контрол на качеството на процесите на повърхностна обработка. Отклоненията от желаните стойности на твърдостта могат да показват дефекти или несъответствия в процеса на обработка, което позволява да се направят корекции за постигане на желаното ниво на качеството на продукта. Стойностите получена при изследване на микротвърдостта са пряко свързани с неговите механични характеристики, като износоустойчивост, якост на умора и капацитет на натоварване. Съпоставянето на данните от това изследване с резултатите от други тестовете служи за проектиране на експлоатационния живот и издръжливостта на компонентите, подложени на химико-термична обработка чрез методите на йонното азотиране, подложени на механично натоварване в условията на експлоатация. В обобщение, изпитването на микротвърдост е от съществено значение за оценка на ефективността на повърхностната обработка чрез йонно азотиране на стомана, осигурявайки ценна представа за повърхностните свойства в условията на работа на стоманите и способстват за оптимизиране на процесите на повърхностна обработка за подобряване на свойствата им и да гарантират надеждността на компонентите в различни промишлени приложения.

Изпитването на устойчивост на разрушаване е метод за оценка на способността на материала да устои на разпространението на пукнатини и на разрушаване при механично натоварване. Методът оценява коефициента на критичния интензитет на напрежението (K<sub>ISCC</sub>) на материала, който представлява напрежението на върха на вече съществуваща пукнатина, което води до бързо разпространение на пукнатини и счупване. Тестът обикновено включва създаване на подобен на пукнатина дефект в материала и подлагането му в контролирани условия на натоварване за измерване на приложеното напрежение, при което възниква счупването. Приложеното натоварване се увеличава постепенно, докато настъпи счупване, или да се прилага с постоянна скорост, в зависимост от процедурата на изпитване. По време на изпитването дължината на пукнатината и преместванията осъществявани при отваряне на пукнатината се следят непрекъснато с помощта на специализирано оборудване, позволяващо измерване в реално време на растежа на пукнатините при приложено натоварване. След разрушаване образецът се изследва внимателно, за да се определи степента на разпространение на пукнатината и характеристиките на лома на

разрушаване. Този анализ може да включва измерване на дължината на пукнатината, наблюдение на пътя на пукнатината и оценка на характеристиките на повърхността на счупване (напр. пластични вдлъбнатини, фасети на разцепване). В обобщение, изпитването за устойчивост на разрушаване предоставя ценна представа за поведението на атоманите, обработени посредством методите на йонно азотиране, подпомагайки проектирането и оценката на безопасни и надеждни структури и компоненти.

Металографското изследване на микроструктурата на йонно азотирани слоеве в стомани включва изследване на структурата и състава на повърхностно обработените материали, давайки представа за морфологията, разпределението и характеристиките на фазите, образувани по време на процеса на азотиране. За постигане на проследими и надеждни резултати следва да се спазва определената последователност при обработка на образци за изпитване, като рязане, стационариране, шлайфане и полиране, което трябва да доведе до създаване на огледална повърхност, която е от съществено значение за точен микроскопски анализ, необходима за химическо разяждане с подходящ реагент, за да се разкрият по-ясно микроструктурните характеристики. Изборът на разяждащ агент зависи от състава на материала и фазите, присъстващи в йонно-нитридния слой. Прилагат се и техники за селективно ецване, насочени към специфични фази или структури в рамките на микроструктурата, целящи да подчертаят техните граници и да засилят контраста им при наблюдение под микроскоп, необходимо при разграничаването на различни фази и граници на зърната на слоевете. Сред прилаганите техники за изследване на слоеве в йонно азотирани стомани се прилага широко оптичната микроскопия, състояща се в осветяване на подготвения образец с видима светлина и наблюдението му през оптичен микроскоп, оборудван с различни възможности за увеличение на изображението. Тази техника осигурява макроскопичен изглед на микроструктурата, позволяващ идентифициране на фази, граници на зърната и дефекти. При необходимост от по-детайлни изследвания се прилага сканираща електронна микроскопия, при която се използва фокусиран лъч от електрони за сканиране на повърхността на образца, чрез детектиране на вторични или обратно разпръснати електрони, излъчени от пробата. SEM произвежда изображения с висока разделителна способност на микроструктурата, разкриващи фини детайли като фазова морфология, размер на зърното и разпределение. Този вид изследване често бива съчетавано с Енергодисперсионна рентгенова спектроскопия EDS, за да се анализира съставът на специфични зони в рамките на микроструктурата. Чрез откриване на характерни рентгенови лъчи, излъчвани от пробата при електронно възбуждане, EDS предоставя качествена и количествена информация за разпределението на елементите в йонно азотирания слой. В азотирания слой, в който Металографското изследване се фокусира върху характеризирането на морфологията, дебелината и разпределението на йонно азотирания слой, образуван върху повърхността на стоманения субстрат. Този слой обикновено се състои от нитридни фази, като железни нитриди ( $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N $\gamma'$ -Fe<sub>4</sub>N) и съставни слоеве ( $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N $\epsilon$ -Fe<sub>2</sub>N), които показват различни кристалографски ориентации и интерфейси. Наблюдение на съседната дифузна зона се извършва, за да се оценят промените, предизвикани от дифузията на азот и легиращи елементи в стоманения субстрат. Тази зона може да показва вариации в структурата на зърната, градиентите на състава и образуването на интерметални съединения. Металографското изследване на самия субстрат включва анализиране на микроструктурата му, за да се оцени неговото състояние и всички промени, предизвикани от процеса на азотиране. Това може да включва идентифициране на границите на зърната, наличните фази и наличието на дефекти или включвания, които биха могли да повлияят на работата на йонно-нитридния слой. В обобщение, металографското изследване позволява идентифицирането на различни

фази, присъстващи в йонно-нитридния слой и околните области. Тази информация е от съществено значение за разбирането на кинетиката на фазовата трансформация и връзката между микроструктурата и механичните свойства, анализът на размера на зърната осигурява количествени данни за размера и разпределението на зърната в йонно-нитридния слой и субстрата. Промените в размера на зърното могат да повлияят на механичните свойства като твърдост, издръжливост и устойчивост на умора, анализ на дефектите помага при идентифицирането на дефекти като поръзност, пукнатини и включвания в йонно азотирания слой, като оценяването на естеството и степента на тези дефекти е от решаващо значение за оценката на целостта и надеждността на повърхностно обработения материал. Всички микроструктурни характеристики, наблюдавани по време на изследването, са свързани с механичните свойства и експлоатационните характеристики на йонно азотираната стомана в специфични приложения. Това позволява оптимизиране на параметрите на процеса на азотиране за постигане на желаните свойства на материала и целеви показатели.

Изпитването на износоустойчивост на йонно азотирани слоеве в стомани включва оценка на способността на обработената стоманена повърхност да издържи на износване при определени условия. Съществуват няколко метода за оценка на износоустойчивостта, като изпитване на абразивно износване, изпитване на надраскване и изпитване на износване при плъзгане, като избора между тях се основава на съответствието с предвиденото приложение и очаквания тип износване в предполагаемото приложение на подложените на химико-термична обработка елементи. При изпитване на абразивно износване пробата се третира с абразивни частици при контролирани условия, като се измерва загубата на тегло и обем на пробата. Обичайните тестове се извършват чрез теста за абразия на Taber. Тестване на надраскване - включва прилагане на контролирано натоварване или сила върху повърхността на пробата с остър предмет (напр. стилус или диамантен връх) и измерване на размерите на получената драскотина. Този метод дава представа за твърдостта на повърхността и устойчивостта на локално износване. Изпитване на износване при плъзгане оценява устойчивостта на пробата на износване при плъзгащо се движение спрямо друга повърхност. Това може да се извърши с помощта на апарат с щифт върху диск или топка върху диск. Обикновено се оценяват степента на износване, коефициентът на триене и механизмите на износване. Данните, получени от тестовете за износване, включително степен на износване, коефициенти на триене и наблюдавани механизми на износване се сравняват с резултати от нетретирани проби или проби, подложени на обработка при различни режими. Извършва се повърхностна характеристика и анализ на микроструктурата, чрез сканираща електронна микроскопия (SEM), енергийно-дисперсионна рентгенова спектроскопия (EDS) и рентгенова дифракция (XRD) за установяване на състава и фазовите промени в йонно азотиран слой преди и след изпитване на износване. Тълкуване на резултатите и заключение относно ефективността на процеса на йонно азотиране и необходимостта и възможностите за подобряване на устойчивостта на износване се извършват въз основа на резултатите от теста и предвид конкретните свойства на стоманата и пригодността за конкретни приложения.

Методът за Определяне на дебелина на повърхностно закалените слоеве (Case depth analysis) интегрира разрушителните методи за контрол на твърдостта и металографският микроанализ в единна комплексна техника, подходяща за установяване на дебелината на азотирания слой. Приложението на комплексната техника налага въвеждане на следните обхващащи понятия. Дълбочина на закалена зона (CHD - case hardening depth), определено от разстоянието между повърхността на изследвания обект от стомана и слоя, в който стойността на твърдостта по Викерс (HV)

е равна на стойността, определена от термина „граница на твърдост“, която е функция на минималната повърхностна твърдост, изисквана за обекта, изчислена по следната формула: граница на твърдост (HV) = A × минимална повърхностна твърдост (HV), където A = 0,80 в общия случай. Дълбочина на свързаната зона (CLT - Compound Layer Thickness), определена от дебелината на повърхностния слой, образуван по време на химико-термичната обработка, съставен от химични съединения, образувани от въведените по време на третирането елементи и елементите от основния метал, Дълбочина на азотирана закалена зона (NHD - nitriding hardness depth), определена от разстоянието от повърхността на нитридния слой до границата, в която е измерена твърдост надвишаваща твърдостта на основния материал с 50 HV. Обща дълбочина на закалената зона (THD - total thickness of surface hardening depth), определена от разстоянието от повърхността на нитридния слой до границата, в която измерената твърдост е сходна с твърдостта на основния материал. Това разстояние се измерва чрез микроструктурен анализ, като разстоянието от повърхността до границата, отвъд която не се открива видима структурна разлика, в сравнение със структурата на незасегнатия от химико-термичната обработка метал. Микроструктурният метод не измерва толкова дълбоко, колкото методът на твърдостта. Принципно построение на комплексната техниката за определяне на дебелина на повърхностно закалените слоеве предполага, че Дълбочина на закалена зона (CHD - case hardening depth), Дълбочина на свързаната зона (CLT - Compound Layer Thickness) и Дълбочина на азотирана закалена зона (NHD - nitriding hardness depth) се определят от градиента на твърдост върху напречно сечение по нормала спрямо повърхността на изследвания обект. Те се извличат графично от крива, представяща изменението на твърдостта като функция на разстоянието от повърхността на обекта. Обща дълбочина на закалената зона (THD - total thickness of surface hardening depth) се определя от изменението на структурата, наблюдавано чрез металографски микро анализ посредством микроскоп, чиито параметри позволяват визуализация на закаления слой като една трета до една втора от зрителното поле.

### **3. ПРИЛОЖИМОСТ И НЕОБХОДИМОСТ ОТ БЪДЕЩО РАЗВИТИЕ.**

Представените методи за изследване на йонно азотирани слоеве в топлоустойчиви инструментални стомани, получени чрез химико-термична обработка са разрушителни по своя характер и въпреки, че предоставя и меродавни данни за изследваните характеристики, са времеемки, водят до разрушаване на целостта на изследваните обекти, поставят на дневен ред необходимостта от изграждане на условия за допълнителна механична обработка, закупуване на скъпоструващо оборудване, изграждане на лаборатории за изследване в производството и наемане на допълнителен персонал, което е нежелано от икономическа гледна точка обстоятелство. Въпреки това е очевидно, че разгледаните методи могат да играят съществена роля в процеса на създаване и да предоставят сравнителен материал, който да се използва за доказване на ефективността при създаване на безразрушителен способ за контрол и измерване на йонно азотирани слоеве в топлоустойчиви инструментални стомани. Това би могло да доведе до икономически ползи, генерирани от пестене на време, намаляване на разходите за персонал, възможност за въвеждане в експлоатация на автоматизирани системи за контрол, които да гарантират качеството на процесите на химико-термична обработка посредством методите на йонно азотиране и респективно до повишаване на експлоатационната сигурност и производителността.

### ЛИТЕРАТУРА:

1. Tontchev, N., Materials science, Effective solutions, and technological variants, Lambert, Academic Publishing, 2014, 142 p.
2. Paulo, D.J., Surface Integrity in Machining Springer, 2010, 222 p.
3. Zumbilev, A.P., Zumbilev, I.A., Ionic nitriding and carbonitriding of steels, 2020, 325 p., ISBN: 978-619-236-187-7 (in Bulgarian)
4. Abdelkhalik, O., Engineering Systems Optimization, Boca Raton: CRC Press, 2021, 230 p.
5. Statnikov, R.B., Matusov J.B., Multicriteria Optimization and Engineering, Springer, 1995, 250 p.
6. Zumbilev, I., About the influence of ion carbonitriding on the chemical composition of the carbonitride zone, Journal of Food and Packaging Science, Technique and Technologies, No. 8, National Academy of Packaging, Bulgaria, 2016, pp.10-13.
7. Zumbilev, I., About wear resistance of nitrided and carbonitrided layers, Journ. "Annals of the Faculty of Engineering Hunedoara", Tome XIII, Fascicle 1, Romania, 2015, pp. 53-56.
8. Vuchkov, I., Boyadjieva, L., Quality Improvement with Design of Experiments. A Response Surface Approach, 2001.
9. Tontchev, N., Materials science, Effective solutions, and technological variants, Lambert, Academic Publishing, 2014, 142 p.
10. Тончев, Н., Гайдаров, В., Н. Христов, Н., Анализи, и приложения чрез изчислителния подход DEFMOT, София, 2022, 167 p. (in Bulgarian)
11. J. Walkowicz, J. Smolik, K. Miernik, Investigation of the influence of ion etching parameters on the structure of nitrided case in hot working steel  
[https://doi.org/10.1016/S0257-8972\(99\)00081-X](https://doi.org/10.1016/S0257-8972(99)00081-X)
12. S.J. Bull, D.S. Rickerby, T. Robertson, A. Hendry, The abrasive wear resistance of sputter ion plated titanium nitride coatings [https://doi.org/10.1016/0257-8972\(88\)90014-X](https://doi.org/10.1016/0257-8972(88)90014-X)
13. Akgün Alsarán, Ayhan Çelik, Structural characterization of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel [https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(01\)00169-3](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(01)00169-3)
14. Sule Yildiz Sirin, Kahraman Sirin, Erdinc Kaluc, Effect of the ion nitriding surface hardening process on fatigue behavior of AISI 4340 steel  
<https://doi.org/10.1016/j.matchar.2007.01.019>
15. N. A. Dolgov, A. V. Rutkovskiy, Structural Steel Microhardness Improvement by Ion Nitriding <https://doi.org/10.1007/s11223-022-00458-4>
16. Z. A. Duryagina, S. A. Bepalov, A. K. Borysyuk, and V. Ya. Pidkova, "Magnetometric analysis of surface layers of 12Kh18N10T steel after ion-beam nitriding," Metallofiz. Nov. Tekh., 33, No. 5, 615–622 (2011).
17. A. O. Khotsyanovskii, A. Yu. Kumurzhi, and B. A. Lyashenko, "Improvement of strength and wear resistance of metal products with ion-plasma nitride coatings by pulse technique implementation," Strength Mater., 46, No. 3, 422–428 (2014).
18. K. Ozbaysal & O. T. Inal, Structure and properties of ion-nitrided stainless steels  
<https://doi.org/10.1007/BF01106549>.
19. "Metals Handbook", Vol. 4, Heat Treating, 9th Edn (American Society of Metals, Metals Park, Ohio, 1981)p. 191.
20. Akgün Alsarán, Mehmet Karakan, Ayhan Çelik, The investigation of mechanical properties of ion-nitrided AISI 5140 low-alloy steel [https://doi.org/10.1016/S1044-5803\(02\)00275-9](https://doi.org/10.1016/S1044-5803(02)00275-9)

# DESTRUCTIVE METHODS FOR INVESTIGATION OF ION-NITRIDED LAYERS IN HEAT-RESISTANT TOOL STEELS

Velichko Machev  
[vmatchev@vtu.bg](mailto:vmatchev@vtu.bg)

*Todor Kableshkov University of Transport  
Geo Milev 158 Str., Sofia 1574  
BULGARIA*

**Keywords:** *Chemical heat treatment, ion nitriding, heat resistant tool steels, standardized destructive testing methods, structural analysis, programming of physical characteristics.*

**Abstract:** *This communication provides a detailed review of the existing conventional destructive methods for examining the results of the chemical heat treatment process by ion nitriding, through structural analysis, metallographic analysis, hardness and wear resistance analysis, contributing to the realization of the main objective of assisting the selection of optimal processing modes, so that pre-programmed physical characteristics of heat-resistant tool steels are reached after chemical-thermal treatment, guaranteeing operational qualities, sustainability of technological processes and environmental responsibility, combined with maximum economic efficiency. The detailed study of the widely applied destructive practices should provide valuable information on characteristics controllable by less invasive techniques, which can lead to more efficient, rapid and accurate determination of the achieved results of chemical-thermal processing technological processes through ion nitriding and its related processes.*