

УДК 621.785.53

## СТРУКТУРА И МЕХАНИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА АУСТЕНИТНЫХ Cr–Ni–Ti СТАЛЕЙ ПОСЛЕ ВЫСОКОТЕМПЕРАТУРНОГО АЗОТИРОВАНИЯ\*

*Рогачев С.О.<sup>1</sup>, к.т.н., доцент кафедры металловедения и физики прочности (csaap@mail.ru)*

*Стомахин А.Я.<sup>1</sup>, д.т.н., профессор кафедры металлургии стали, новых производственных технологий и защиты металлов*

*Никулин С.А.<sup>1</sup>, д.т.н., профессор, заведующий кафедрой металловедения и физики прочности*

*Кадач М.В.<sup>2</sup>, инженер*

*Хаткевич В.М.<sup>1</sup>, к.т.н., младший научный сотрудник*

<sup>1</sup> **Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»**  
(119049, Россия, Москва, Ленинский пр., 4)

<sup>2</sup> **Центральный институт авиационного моторостроения имени П.И. Баранова**  
(111116, Россия, Москва, ул. Авиамоторная, 2)

**Аннотация.** Легирование коррозионностойких аустенитных сталей азотом широко применяется в производстве для стабилизации аустенита, улучшения прочностных и других свойств металла. Возможность легирования азотом титансодержащих сталей путем ввода азота в расплав отсутствует, так как это вызывает образование в стали при разливке и кристаллизации металла грубых дефектов (заворотов корки, крупных нитридных включений, скоплений нитридов и др.). Альтернативой жидкофазному азотированию для легирования азотом аустенитных титансодержащих хромоникелевых сталей с целью повышения их прочностных свойств может служить метод высокотемпературного газового азотирования. В настоящей работе исследована возможность повышения прочностных характеристик тонколистовой аустенитной коррозионностойкой стали типа X18Ni12Ti, содержащей 1,5 и 3 % титана, за счет применения твердофазного высокотемпературного азотирования. Азотирование осуществляли при температуре 1000 – 1100 °С в атмосфере чистого азота в течение 5 или 8 ч. Средняя массовая доля азота в образцах после азотирования в течение 5 ч составляла 0,6 и 0,7 % для сталей с 1,5 и 3 % титана соответственно, а после азотирования в течение 8 ч – 0,8 и 0,9 %. Показано, что высокотемпературное азотирование с отжигом обеспечивает значительное (в 2 – 3 раза) повышение прочностных характеристик металла по сравнению с состоянием до азотирования. Однако при этом происходит естественное понижение пластичности. В ходе конечной обработки пластичность восстанавливается. На стали типа X18Ni12Ti с 1,5 % титана получено увеличение предела текучести в 3,3 раза (с 180 до 600 МПа) и предела прочности в 1,8 раз (с 540 до 970 МПа) при относительном удлинении на уровне 28 %. На стали с 3 % титана дополнительного увеличения прочностных характеристик не обнаружено. Полученные результаты показывают возможность получения тонколистовой титансодержащей высокоазотистой стали (или изделий из нее, например, тонкостенных труб) путем применения твердофазного высокотемпературного азотирования.

**Ключевые слова:** высокотемпературное твердофазное азотирование, аустенитная Cr–Ni–Ti сталь, прокатка, механические свойства, микроструктура, фазовые превращения, нитриды.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-5-366-373

### ВВЕДЕНИЕ

Легирование коррозионностойких аустенитных сталей азотом широко применяется в производстве для стабилизации аустенита, улучшения прочностных и других свойств металла [1 – 5]. Возможность легирования азотом титансодержащих сталей путем ввода азота в расплав отсутствует из-за образования в стали при разливке и кристаллизации металла грубых дефектов (заворотов корки, крупных нитридных включений, скоплений нитридов и др.) [6, 7].

\* Исследования методом просвечивающей электронной микроскопии проведены с использованием оборудования ЦКП «Материаловедение и металлургия» НИТУ «МИСиС». Авторы выражают благодарность М.В. Морозову за помощь в получении результатов исследований.

Известно, что для хромистых, хромоникелевых сталей и жаропрочных сплавов с целью упрочнения успешно применяется высокотемпературное твердофазное азотирование на стадии передела как альтернатива жидкофазному азотированию [8 – 17].

Ранее [18, 19] была показана возможность получения высокотемпературным азотированием листа аустенитной коррозионностойкой хромоникелевой стали с содержанием титана 0,31 % и средним содержанием азота 0,56 % без загрязнения металла грубыми нитридными включениями. Для такого листа толщиной 0,5 мм в результате азотирования достигнуто существенное повышение механических свойств: предела текучести почти вдвое (до 560 МПа) и предела прочности на 35 % (до 830 МПа) при сохранении высокого запаса пластичности. Из этих опытов был сделан вывод, что ме-

тод высокотемпературного азотирования перспективен для легирования азотом аустенитных титансодержащих хромоникелевых сталей с целью повышения их прочностных свойств.

В настоящей работе проведено сравнительное исследование влияния высокотемпературного азотирования на структуру и механические свойства образцов тонколистовых хромоникелевых аустенитных сталей с массовой долей титана 1,5 и 3 %.

## МАТЕРИАЛЫ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ

Образцы опытных Cr–Ni–Ti сталей на базе марки 08X18H12T с повышенной массовой долей титана (1,5 и 3 %) прокатывали на лист толщиной 1 мм и выдерживали при температуре 1000–1100 °С в атмосфере чистого азота в течение 5 или 8 ч. Высокие температуры азотирования были необходимы для формирования нитридов титана, а также для ускорения диффузии азота в металл. Химический состав сталей приведен в табл. 1.

Средние значения массовой доли азота в пробах листов после азотирования определяли на приборе LECO TS-600 методом плавки в потоке несущего газа (гелия).

Для уменьшения неоднородности распределения азота в объеме образца (удаления избытка азота на поверхности листа) после азотирования их отжигали в аргоне (1000–1100 °С, 1–5 ч, охлаждение в воду). После отбора проб образцы подвергали холодной прокатке на конечную толщину 0,5 мм на лабораторной машине LM 120 за четыре пропуска с величиной обжатия на каждом пропуске ~0,1 мм. Заключительным этапом был рекристаллизационный отжиг (1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду).

Металлографический анализ структуры образцов в поперечном сечении проводили в программной среде ImageExpertPro по фотографиям, полученным с помощью оптического микроскопа MICROMET (Buehler). Для выявления микроструктуры использовали электрохимическое травление шлифов в водном растворе щавелевой кислоты при напряжении 8–10 В и выдержке около 2 мин. После этого измеряли размер зерна и толщину азотированного слоя.

Электронно-микроскопические исследования структуры образцов (на глубине ~100 мкм от поверхности) проводили на тонких фольгах с помощью микроскопа

JEM-2100 (JEOL) при увеличениях до 50 000. Размеры и химический состав частиц (нитридов) в структуре образцов определяли на сканирующем электронном микроскопе JSM-IT500 (JEOL) с микрорентгеноспектральным анализатором MPCA.

Исследование состава фаз проводили на рентгеновском дифрактометре RIGAKU Ultima IV. Для анализа изменения фазового состава по толщине образцов осуществляли их послойную шлифовку и полировку. Для обработки и анализа дифракционных спектров использовалось программное обеспечение PDXL.

Микротвердость образцов в поперечном сечении определяли по методу Виккерса (нагрузка 100 г) на микротвердомере MICROMET 5101.

Испытания на одноосное растяжение проводили на машине INSTRON 5966 со скоростью растяжения 1 мм/мин при комнатной температуре. Использовали плоские образцы в виде «лопатонок» общей длиной 65 мм. Длина и ширина рабочей части составляла 20,0 и 3,5 мм соответственно. Испытывали по три образца на каждое состояние.

## РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ И ИХ ОБСУЖДЕНИЕ

**Изменение микротвердости сталей при азотировании.** Средняя массовая доля азота в образцах после азотирования в течение 5 ч составила 0,6 и 0,7 % для сталей с 1,5 и 3 % титана соответственно, а после азотирования в течение 8 ч – 0,8 и 0,9 %. Таким образом, как увеличение массовой доли титана в сталях с 1,5 до 3 %, так и увеличение времени азотирования с 5 до 8 ч, повышает количество азота, продиффундировавшего в сталь при азотировании. Приблизительную оценку распределения азота по толщине листа осуществляли по кривым изменения микротвердости (рис. 1).

В исходном неазотированном состоянии (после рекристаллизационного отжига при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду) микротвердость составила 160 и 240 HV для сталей с 1,5 и 3 % титана соответственно. В случае рекристаллизационного отжига с охлаждением на воздухе микротвердость была выше (до 340 и 400 HV для сталей с 1,5 и 3 % титана соответственно).

Азотирование привело к существенному повышению микротвердости поверхностных слоев образцов на глубину до 150–200 мкм (см. рис. 1), что связано с насыщением металла азотом и формированием

Таблица 1

Химический состав исследуемых сталей, % (по массе)

Table 1. Chemical composition of the investigated steels, % (wt.)

Сталь	Fe	C	Mn	P	S	Cr	Ni	Ti
1	Основа	0,04	0,55	0,02	0,02	18,1	12,0	1,5
2	Основа	0,02	0,55	0,02	0,02	17,9	11,9	3,0

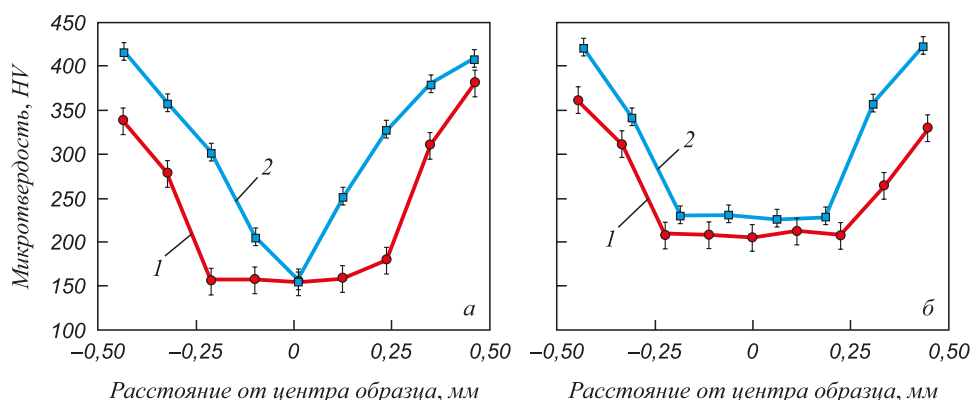


Рис. 1. Распределение микротвердости по толщине тонколистовой Cr–Ni–Ti стали до и после высокотемпературного азотирования: а – 1,5 % Ti; б – 3 % Ti; 1 – азотирование 5 ч; 2 – азотирование 8 ч

Fig. 1. Distribution of microhardness along the thickness of Cr–Ni–Ti steel samples before and after high-temperature nitriding: а – 1.5 % Ti; б – 3 % Ti; 1 – nitriding for 5 hours; 2 – nitriding for 8 hours

дисперсных нитридов. Микротвердость обеих сталей после азотирования в течение 5 – 8 ч повышается до 380 – 420 HV. При этом микротвердость в середине образцов составляет 150 – 220 HV, что меньше микротвердости неазотированной стали.

Для уменьшения избытка азота на поверхности образца осуществляли дополнительный отжиг в атмосфере аргона. Это приводило к снижению микротвердости на краях образца и обеспечивало более равномерное распределение микротвердости по сечению из-за дополнительной диффузии азота вглубь образца (рис. 2). Наиболее равномерное распределение азота по толщине наблюдается после отжига в аргоне в течение 3 – 5 ч.

**Структура и фазовый состав сталей.** По данным оптической микроскопии в исходном неазотированном состоянии (после рекристаллизационного отжига при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду) размер зерна в структуре сталей с 1,5 и 3 % титана составил  $35 \pm 11$  и  $8 \pm 2$  мкм соответственно. Таким образом, размер зер-

на в структуре неазотированной стали с 1,5 % титана в 4,3 раза больше, чем в стали с 3 % титана, что связано с меньшей скоростью диффузионных процессов в более легированной стали. Различный размер зерна в сталях обуславливает разницу в значениях микротвердости.

Азотирование сталей в течение 5 ч приводит к формированию приповерхностных азотированных слоев толщиной 230 – 250 мкм с ровной границей раздела (рис. 3, а, б). Ранее при высокотемпературном азотировании Cr–Ni сталей без титана или с его небольшой массовой долей (менее 0,4 %) формирования ровной границы раздела не наблюдалось [13, 18]. Наличие такой границы может быть связано с более резким изменением концентрации азота в образце в присутствии титана.

Как было отмечено выше, эти слои характеризуются повышенными значениями микротвердости. Увеличение длительности азотирования с 5 до 8 ч увеличивает толщину азотированных слоев для стали с 1,5 % титана до 350 мкм и не оказывает заметного влияния на

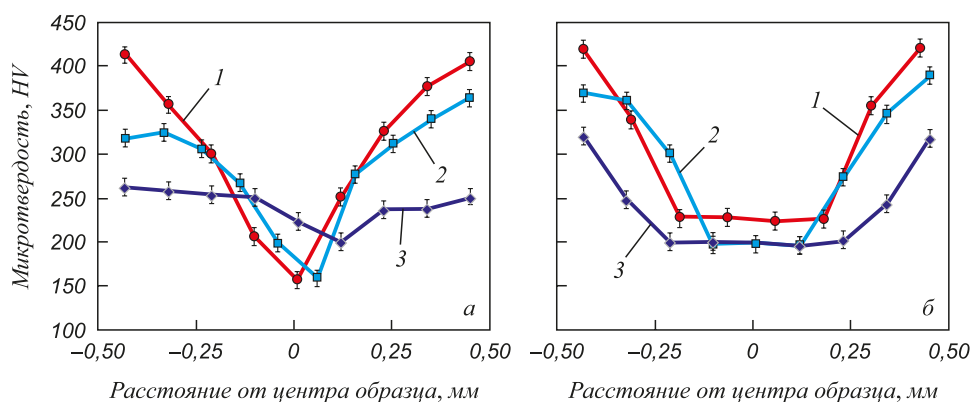


Рис. 2. Распределение микротвердости по толщине тонколистовой Cr–Ni–Ti стали после высокотемпературного азотирования и отжига в аргоне:

а – 1,5 % Ti; б – 3 % Ti; 1 – азотирование 8 ч; 2 – азотирование 8 ч и отжиг в аргоне 1 ч; 3 – азотирование 8 ч и отжиг в аргоне 5 ч

Fig. 2. Distribution of microhardness along the thickness of the Cr–Ni–Ti steel samples after high-temperature nitriding and annealing in argon: а – 1.5 % Ti; б – 3 % Ti; 1 – nitriding for 8 hours; 2 – nitriding for 8 hours and annealing in argon for 1 hour; 3 – nitriding for 8 hours and annealing in argon for 5 hours

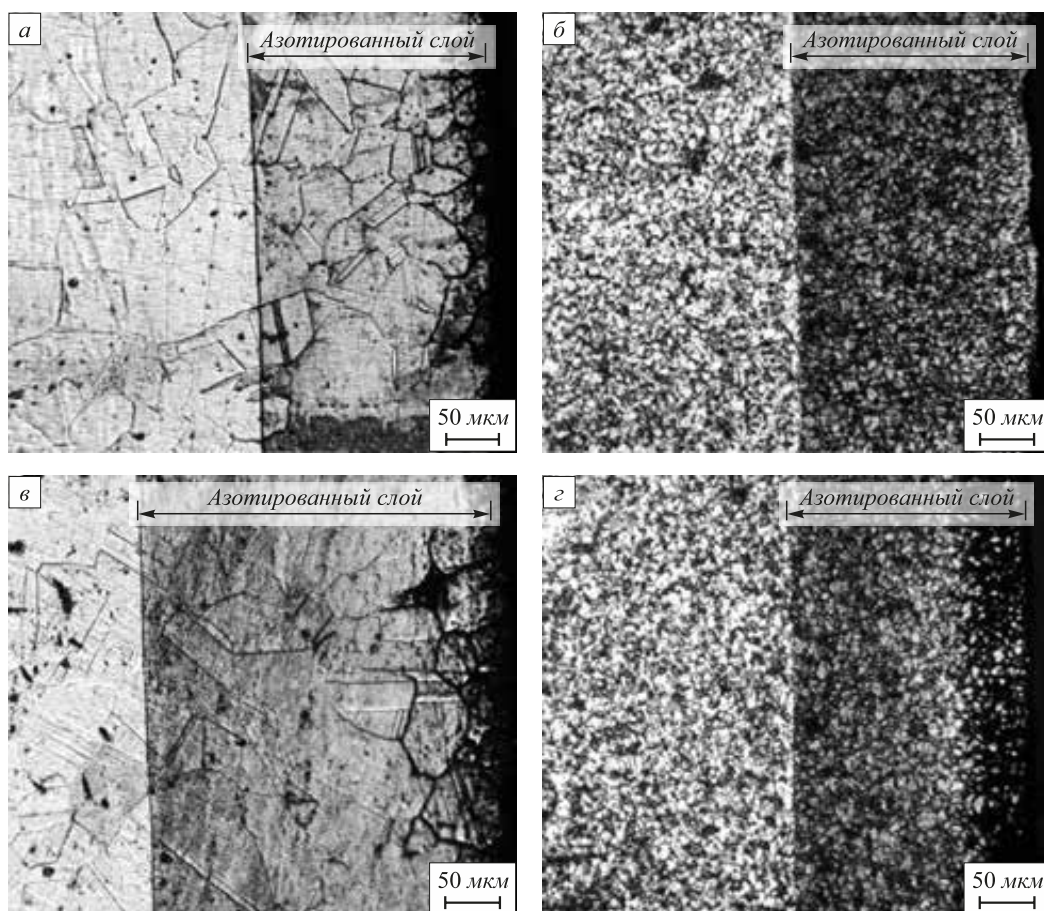


Рис. 3. Поперечное сечение образцов Cr–Ni–Ti сталей после высокотемпературного азотирования в течение 5 ч (а, б) и 8 ч (в, г) (оптическая микроскопия):  
а, в – 1,5 % Ti; б, г – 3 % Ti

Fig. 3. Cross section of Cr–Ni–Ti steel samples after high-temperature nitriding for 5 hours (а, б) and 8 hours (в, г) (optical microscopy):  
а, б – 1.5 % Ti; в, г – 3 % Ti

толщину азотированных слоев для стали с 3 % титана (рис. 3, в, г). Таким образом, диффузия азота в образец из стали с 1,5 % титана идет на большую глубину, чем в образец из стали с 3 % титана. При этом в процессе высокотемпературной выдержки при азотировании в средней (непроазотированной) части образца наблюдается небольшой рост зерна, более выраженный для стали с 1,5 % титана, чем для стали с 3 % титана. Очевидно, это и объясняет пониженные значения микротвердости в средней части образца (см. рис. 2).

Таким образом, при одинаковом времени азотирования массовая доля азота в стали с 3 % титана больше по сравнению со сталью с 1,5 % титана, а толщина азотированных слоев меньше или сопоставима. Это приводит к большему градиенту концентрации азота в стали с 3 % титана по сравнению со сталью с 1,5 % титана.

Отжиг в аргоне увеличивает толщину азотированных слоев в стали с 1,5 % титана и не оказывает заметного влияния на толщину азотированных слоев в стали с 3 % титана (рис. 4). Отжиг в аргоне в течение 5 ч приводит к сквозному насыщению азотом стали с 1,5 % титана.

Подобный характер структуры сохраняется в сталях после комбинированной обработки, включающей азотирование, отжиг в аргоне, холодную прокатку на толщину 0,5 мм и рекристаллизационный отжиг.

По данным рентгенофазового анализа в исходном неазотированном состоянии (после рекристаллизационного отжига при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду) структура обеих сталей состоит преимущественно из аустенита и небольшого количества феррита (не более 10 %). При охлаждении на воздухе с температуры рекристаллизационного отжига в структуре сталей появляется интерметаллидная фаза со структурой  $\alpha$ -Mn типа  $\text{Cr}_{13}\text{Fe}_{35}\text{Ni}_3\text{Ti}_7$ , что приводит к повышению значений микротвердости. Образование такой фазы было отмечено ранее в стали типа 08X18H10T при увеличении в ней массовой доли титана [20].

После азотирования в структуре сталей (на глубине 50 – 100 мкм от поверхности образца) появляется фаза нитрида типа TiN. В приповерхностных слоях стали также присутствуют нитриды типа  $\text{Cr}_2\text{N}$ . Наличие их подтверждено методом просвечивающей электронной микроскопии (рис. 5). Как видно на фотографиях



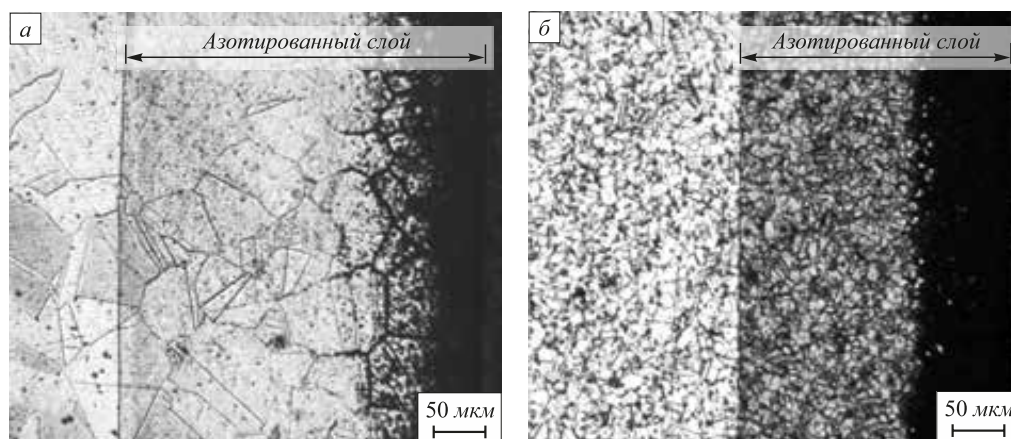


Рис. 4. Поперечное сечение образцов Cr–Ni–Ti сталей после высокотемпературного азотирования в течение 5 ч и отжига в аргоне в течение 1 ч:  
а – 1,5 % Ti; б – 3 % Ti

Fig. 4. Cross section of Cr–Ni–Ti steel samples after high-temperature nitriding for 5 hours and annealing in argon for 1 hour:  
а – 1.5 % Ti; б – 3 % Ti

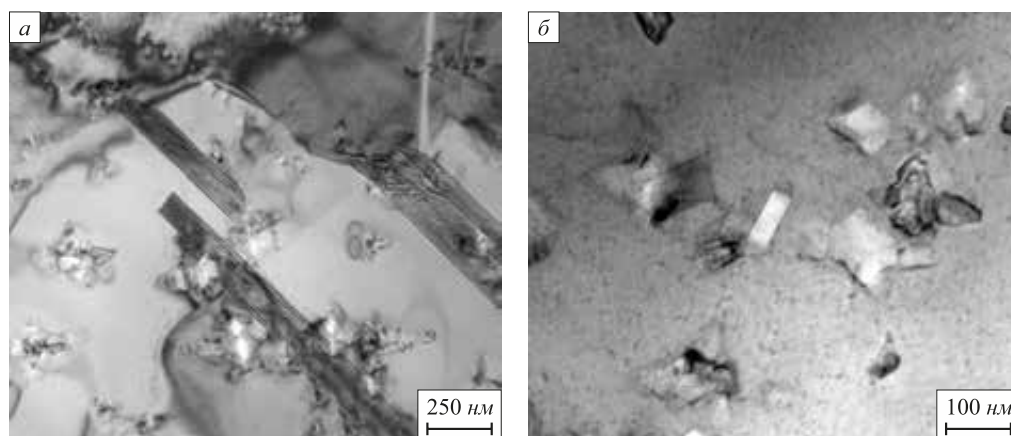


Рис. 5. Микроструктура Cr–Ni–Ti стали с 3 % титана после высокотемпературного азотирования (метод просвечивающей электронной микроскопии)

Fig. 5. Microstructure of Cr–Ni–Ti steel with 3 % of titanium after high-temperature nitriding (TEM)

микроструктуры, дисперсные частицы нитридов длиной 50 – 150 нм присутствуют как внутри тела аустенитных зерен, так и по их границам. Хорошо видны поля напряжений вокруг таких частиц, что возможно из-за значительного различия параметров кристаллических решеток матрицы и частиц. По данным сканирующей электронной микроскопии, крупных нитридов титана (размером свыше 1 мкм) в структуре сталей не выявлено. Отжиг в аргоне приводит к дополнительному выделению нитридов хрома.

#### **Механические свойства сталей при растяжении.**

В исходном неазотированном состоянии (после рекристаллизационного отжига при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду, толщина 1 мм) предел текучести и прочности стали с 1,5 % титана составил 180 и 540 МПа соответственно, а стали с 3 % титана – 355 и 716 МПа соответственно при относительном удлинении 54 и 39 % соответственно (табл. 2).

Азотирование тонколистовых образцов сталей приводит к небольшому повышению предела прочности и существенному повышению предела текучести (в 1,3 – 2 раза) по сравнению с исходным состоянием, при этом относительное удлинение уменьшается до 6 – 7 %, что может быть связано с присутствием азота в твердом растворе и укрупнением зерна. Механические свойства сталей приведены в табл. 2. Последующий отжиг в аргоне после азотирования дополнительно повышает как прочность, так и пластичность сталей. Это связано со снижением градиента концентрации азота по сечению образца, а также с дополнительным выделением нитридов хрома и обеднением азотом твердого раствора. Важно отметить, что пониженная пластичность стали непосредственно после азотирования тем не менее позволяет проводить ее холодную прокатку без образования дефектов и трещин.

**Механические свойства Cr–Ni–Ti сталей с различной массовой долей титана  
до и после высокотемпературного азотирования**

*Table 2. Mechanical properties of Cr–Ni–Ti steel samples with various mass fractions of titanium  
before and after high-temperature nitriding*

Сталь, состояние	Предел текучести, $\sigma_{0,2}$ , МПа	Предел прочности, $\sigma_b$ , МПа	Относительное удлинение, %
До азотирования (после рекристаллизационного отжига)			
Сталь с 1,5 % титана, рекристаллизационный отжиг при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду	179 ± 10	539 ± 8	54 ± 3
Сталь с 3 % титана, рекристаллизационный отжиг при 1040 °С, 30 мин, охлаждение в воду	355 ± 11	717 ± 10	40 ± 2
После азотирования, отжига в аргоне, холодной прокатки и рекристаллизационного отжига			
Сталь с 1,5 % титана, азотирование 5 ч, отжиг в аргоне 3 ч, прокатка с 1 на 0,5 мм, рекристаллизационный отжиг, охлаждение в воду	412 ± 12	730 ± 8	20 ± 2
Сталь с 3 % титана, азотирование 5 ч, отжиг в аргоне 3 ч, прокатка с 1 на 0,5 мм, рекристаллизационный отжиг, охлаждение в воду	410 ± 15	790 ± 10	24 ± 2
Сталь с 1,5 % титана, азотирование 8 ч, отжиг в аргоне 5 ч, прокатка с 1 на 0,5 мм, рекристаллизационный отжиг, охлаждение в воду	601 ± 16	971 ± 8	28 ± 2
Сталь с 3 % титана, азотирование 8 ч, отжиг в аргоне 5 ч, прокатка с 1 на 0,5 мм, рекристаллизационный отжиг, охлаждение в воду	516 ± 17	914 ± 8	21 ± 1

Наибольшее повышение прочности по сравнению с исходным неазотированным состоянием происходит после комбинированной обработки (включающей азотирование, отжиг в аргоне, холодную прокатку и рекристаллизационный отжиг) за счет формирования более однородной структуры с более мелким зерном и нитридами. После азотирования в течение 8 ч, отжига в аргоне в течение 5 ч, холодной прокатки с толщины 1 мм на толщину 0,5 мм и рекристаллизационного отжига предел прочности и текучести стали с 1,5 % титана составил 971 и 601 МПа (что в 1,8 и 3,3 раза выше по сравнению с исходным (рекристаллизованным) состоянием стали) при относительном удлинении 28 %. После такой же обработки прочностные свойства стали с 3 % титана несколько ниже, что может быть связано с более неоднородным распределением азота по сечению образца и, как следствие, с преждевременным разрушением при растяжении.

Следует отметить, что комплекс механических свойств стальных образцов будет зависеть не только от общей концентрации азота в металле и соотношения твердорастворного и дисперсионного упрочнения, но и от градиента концентрации азота по сечению образца. Например, в Cr–Ni сталях без титана и с массовой долей титана 0,31 % в результате высокотемпературного азотирования достигается сопоставимая концентрация азота (~0,6 %) и близкий уровень проч-

ности за счет преимущественно твердорастворного упрочнения. Однако градиенты концентрации азота по сечению образцов существенно меньше, чем для стали, исследуемой в данной работе [18, 21]. Это не позволяет проводить прямое сравнение механических свойств сталей.

### **Выводы**

Показана возможность получения высокоазотистой титансодержащей тонколистовой стали, для которой обычный ввод азота в жидкий металл невозможен, путем применения твердофазного высокотемпературного азотирования. На стали типа X18Ni2T с 1,5 % титана получено значительное повышение прочностных характеристик: предела текучести в 3,3 раза (с 180 до 600 МПа) и предела прочности в 1,8 раз (с 540 до 970 МПа) при относительном удлинении на уровне 28 %. При дальнейшем увеличении содержания титана до 3 % дополнительного увеличения прочностных характеристик не обнаружено.

### **БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК**

1. Гаврилюк В.Г. Физические основы азотистых сталей // Перспективные материалы. Т. II: Конструкционные материалы и методы управления их качеством. – Тольятти: ТГУ, – М.: МИСиС, 2007. С. 5 – 74.

2. Svyazhin A.G., Prokoshkina V.G., Kosyrev K.L. Effect of nitrogen on structure properties of thermomechanically strengthened steels // Proc. 10th Int. Conf. High Nitrogen Steels HNS 2009 (Moscow, Russia, July 6-8, 2009). – М.: MISIS, 2009. P. 77 – 82.
3. Шпайдель М.О. Новые азотосодержащие аустенитные нержавеющие стали с высокими прочностью и пластичностью // Металловедение и термическая обработка металлов. 2005. № 11. С. 9 – 14.
4. Berezovskaya V.V., Bobrova V.E., Melnik V.P. etc. Corrosion properties of austenitic Cr-Mn-Ni-N steels with various manganese concentrations // Russian metallurgy (Metally). 2008. No. 1. P. 29 – 33.
5. Рашев Ц.В. Высокоазотистые стали. Металлургия под давлением. – София: Изд-во Болгарской академии наук «Проф. Марин Дринов», 1995. – 218 с.
6. Поволоцкий Д.Я., Гудим Ю.А. Производство нержавеющей стали. – Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 1998. – 236 с.
7. Бородулин Г.М., Мошкевич Е.И. Нержавеющая сталь. – М.: Металлургия, 1973. – 320 с.
8. Yoo D.K., Lee H.J., Kang C.Y. etc. A study on nitrogen permeation and tempering heat treatment of AISI type 409L ferritic stainless steel // Solid State Phenomena. 2006. Vol. 118. P. 149 – 154.
9. Nikulin S.A., Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Rozhnov A.B. Hardening of ferritic corrosion-resistant steel by the method of internal nitriding // Metal Science and Heat Treatment. 2013. Vol. 55. P. 351 – 354.
10. Khatkevich V.M., Nikulin S.A., Rozhnov A.B. Rogachev, S.O. Mechanical properties and fracture of ferritic corrosion-resistant steels after high-temperature nitriding // Metal Science and Heat Treatment. 2015. Vol. 57. No. 7 – 8. P. 205 – 209.
11. Петрова Л.Г. Упрочнение аустенитных сталей и сплавов за счет формирования твердого раствора при азотировании // Упрочняющие технологии и покрытия. 2007. № 4. С. 9 – 17.
12. Sung J.H., Kong J.H., Yoo D.K. etc. Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment // Materials Science and Engineering A. 2008. Vol. 489. P. 38 – 43.
13. Peng D.Q., Kim T.H., Chung J.H., Park J.K. Development of nitride-layer of AISI 304 austenitic stainless steel during high-temperature ammonia gas-nitriding // Applied Surface Science. 2010. Vol. 256. P. 7522 – 7529.
14. Petrova L.G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys // Metal Science and Heat Treatment. 2001. Vol. 43. No. 1 – 2. P. 11 – 17.
15. Belomytsev M.Yu. A study of processes of phase formation and hardening in molybdenum alloys after internal nitriding // Metal Science and Heat Treatment. 2018. Vol. 60. No. 3 – 4. P. 243 – 252.
16. Garzón C.M., Tschiptschin A.P. EBSD texture analysis of a high temperature gas nitrided duplex stainless steel // Materials Science and Engineering A. 2006. Vol. 441. P. 230 – 238.
17. Lakhtin Yu.M. High-temperature nitriding // Metal Science and Heat Treatment. 1991. Vol. 33. P. 124 – 130.
18. Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Кадач М.В. и др. Применение высокотемпературного азотирования для повышения прочности тонколистовой титансодержащей стали типа X18H12AT // Деформация и разрушение материалов. 2017. № 6. С. 34 – 38.
19. Рогачев С.О., Хаткевич В.М., Кадач М.В. и др. Возможность получения титансодержащей высокоазотистой стали типа X18H12AT с применением высокотемпературного азотирования листа // Фазовые превращения и прочность кристаллов: Сб. тезисов IX Междунар. конф. – Черноголовка, 2016. С. 112.
20. Winowski A. Impact of conditions and parameters of brazing of stainless steel and titanium on mechanical and structural properties of joints // Archives of Metallurgy and Materials. 2007. Vol. 52. P. 593 – 608.
21. Okamoto M., Tanaka R., Naito T., Fujimoto R. On the manufacture of high-chromium steels in high-pressure nitrogen atmosphere and heat resisting properties of 316L-type steels // Tetsu-to-Hagane Overseas. 1962. Vol. 2. No. 1. P. 25 – 36.

Поступила в редакцию 28 января 2019 г.

После доработки 15 апреля 2019 г.

Принята к публикации 23 апреля 2019 г.

IZVESTIYA VUZOV. CHERNAYA METALLURGIYA = IZVESTIYA. FERROUS METALLURGY. 2019. Vol. 62. No. 5, pp. 366–373.

## STRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AUSTENITIC Cr–Ni–Ti STEELS AFTER HIGH-TEMPERATURE NITRIDING

S.O. Rogachev<sup>1</sup>, A.Ya. Stomakhin<sup>1</sup>, S.A. Nikulin<sup>1</sup>, M.V. Kadach<sup>2</sup>, V.M. Khatkevich<sup>1</sup>

<sup>1</sup>National University of Science and Technology “MISIS” (MISIS), Moscow, Russia

<sup>2</sup>Central Institute of Aviation Motors (CIAM), Moscow, Russia

**Abstract.** Alloying of corrosion-resistant austenitic steels with nitrogen is widely used in production to stabilize austenite and to improve the strength and other properties of the metal. The possibility of alloying titanium-containing steels with nitrogen by introducing nitrogen into the melt is not possible, as it causes formation of the coarse defects in steel during casting and solidification of the metal (twisting of the peel, large nitride inclusions, accumulations of nitrides, etc.). The method of high-temperature gas nitriding can be alternative to liquid-phase nitriding for alloying austenitic titanium-containing chromium-nickel steels with nitrogen in order to increase their strength properties. In this work, we investigated the possibility of increasing the strength characteristics of thin-sheet austenitic corrosion-resistant Cr–Ni–Ti (Kh18N12T type) steel, containing 1.5 % and 3 % of titanium, through the use of solid-phase high-temperature nitriding. The nitriding was carried out at a temperature of 1000 – 1100 °C in an atmosphere of pure nitrogen for 5 or 8 hours. The average mass fraction of nitrogen in the samples after nitriding for 5 hours was 0.6 % and 0.7 % for the steels with 1.5 and 3 % of titanium, respectively, and after nitriding

for 8 hours – 0.8 % and 0.9 %. It was shown that high-temperature nitriding followed by annealing provides a significant (by 2 – 3 times) increase in the metal strength characteristics compared with the state before nitriding, but reduces the ductility. Ductility of the steel is restored during final processing. For Kh18N12T type steel with 1.5 % of titanium, an increase in the yield strength is obtained – by 3.3 times (from 180 to 600 MPa), strength – by 1.8 times (from 540 to 970 MPa), with a relative elongation of 28 %. An additional increase in strength properties was not found for the steel with 3 % titanium. The obtained results show the possibility of obtaining thin-sheet titanium-containing high-nitrogen steel (or products from it, for example, thin-walled pipes) by applying solid-phase high-temperature nitriding.

**Keywords:** high-temperature solid-phase nitriding, austenitic Cr–Ni–Ti steel, rolling, mechanical properties, microstructure, phase transformations, nitrides.

DOI: 10.17073/0368-0797-2019-5-366-373

## REFERENCES

1. Gavriluk V.G. *Fizicheskie osnovy azotistyykh stalei. Perspektivnye materialy. T. II: Konstruktsionnye materialy i metody upravleniya ikh kachestvom* [Physical basis of nitrogen steels. Prospective materials. Vol. II: Construction materials and methods of quality management]. Tol'yatti: TGU, Moscow: MISIS, 2007, pp. 5–74. (In Russ.).

2. Svyazhin A.G., Prokoshkina V.G., Kosyrev K.L. Effect of nitrogen on structure properties of thermomechanically strengthened steels. In: *Proc. 10th Int. Conf. High Nitrogen Steels HNS 2009 (Moscow, Russia, July 6-8, 2009)*. Moscow: MISIS, 2009, pp. 77–82.
  3. Speidel M.O. New nitrogen-bearing austenitic stainless steels with high strength and ductility. *Metal Science and Heat Treatment*. 2005, vol. 47, no. 11-12, pp. 489–493.
  4. Berezovskaya V.V., Bobrova V.E., Melnik V.P., Kostina M.V., Blinov E.V., Bannykh I.O. Corrosion properties of austenitic Cr-Mn-Ni-N steels with various manganese concentrations. *Russian metallurgy (Metally)*. 2008, no. 1, pp. 29–33.
  5. Rashev Ts.V. *Vysokoazotistye stali. Metallurgiya pod davleniem* [High nitrogen steel. Pressure metallurgy]. Sofiya: Izdatel'stvo Bolgarskoi akademii nauk "Prof. Marin Drinov", 1995, 218 p. (In Russ.).
  6. Povolotskii D.Ya., Gudim Yu.A. *Proizvodstvo nerzhavyushchei stali* [Stainless steel production]. Chelyabinsk: Izdatel'stvo YuUrGU, 1998, 236 p. (In Russ.).
  7. Borodulin G.M., Moshkevich E.I. *Nerzhavyushchaya stal'* [Stainless steel]. Moscow: Metallurgiya, 1973, 320 p. (In Russ.).
  8. Yoo D.K., Lee H.J., Kang C.Y., Kim K.H., Kim Y.H., Sung J.H. A study on nitrogen permeation and tempering heat treatment of AISI type 409L ferritic stainless steel. *Solid State Phenomena*. 2006, vol. 118, pp. 149–154.
  9. Nikulin S.A., Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Rozhnov A.B. Hardening of ferritic corrosion-resistant steel by the method of internal nitriding. *Metal Science and Heat Treatment*. 2013, vol. 55, pp. 351–354.
  10. Khatkevich V.M., Nikulin S.A., Rozhnov A.B. Rogachev, S.O. Mechanical Properties and Fracture of Ferritic Corrosion-Resistant Steels After High-Temperature Nitriding. *Metal Science and Heat Treatment*. 2015, vol. 57, no. 7-8, pp. 205–209.
  11. Petrova L.G. Hardening of austenitic steels and alloys due to the formation of a solid solution at nitriding. *Uprochnyayushchie tekhnologii i pokrytiya*. 2007, no. 4, pp. 9–17. (In Russ.).
  12. Sung J.H., Kong J.H., Yoo D.K., On H.Y., Lee D.J., Lee H.W. Phase changes of the AISI 430 ferritic stainless steels after high-temperature gas nitriding and tempering heat treatment. *Materials Science and Engineering A*. 2008, vol. 489, pp. 38–43.
  13. Peng D.Q., Kim T.H., Chung J.H., Park J.K. Development of nitride-layer of AISI 304 austenitic stainless steel during high-temperature ammonia gas-nitriding. *Applied Surface Science*. 2010, vol. 256, pp. 7522–7529.
  14. Petrova L.G. Internal nitriding of high-temperature steels and alloys. *Metal Science and Heat Treatment*. 2001, vol. 43, no. 1-2, pp. 11–17.
  15. Belomyttsev M.Yu. A study of processes of phase formation and hardening in molybdenum alloys after internal nitriding. *Metal Science and Heat Treatment*. 2018, vol. 60, no. 3-4, pp. 243–252.
  16. Garzón C.M., Tschiptschin A.P. EBSD texture analysis of a high temperature gas nitrided duplex stainless steel. *Materials Science and Engineering A*. 2006, vol. 441, pp. 230–238.
  17. Lakhtin Yu.M. High-temperature nitriding. *Metal Science and Heat Treatment*. 1991, vol. 33, pp. 124–130.
  18. Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Kadach M.V., Lysenkova E.V., Stomakhin A.Ya. The use of high-temperature nitriding to increase strength of sheet titanium-containing Kh18N12AT type steel. *Deformatsiya i razrushenie materialov*. 2017, no. 6, pp. 34–38. (In Russ.).
  19. Rogachev S.O., Khatkevich V.M., Kadach M.V., Lysenkova E.V., Stomakhin A.Ya. Possibility of obtaining titanium-containing high-nitrogen Kh18N12AT type steel using high-temperature nitriding sheet. In: *Fazovye prevrashcheniya i prochnost' kristallov: sb. tezisev IX Mezhdunarodnoi konferentsii* [Phase transformations and strength of crystals: Abstracts of IX Int. Conf.]. Chernogolovka, 2016, p. 112. (In Russ.).
  20. Winiowski A. Impact of conditions and parameters of brazing of stainless steel and titanium on mechanical and structural properties of joints. *Archives of Metallurgy and Materials*. 2007, vol. 52, pp. 593–608.
  21. Okamoto M., Tanaka R., Naito T., Fujimoto R. On the manufacture of high-chromium steels in high-pressure nitrogen atmosphere and heat resisting properties of 316L-type steels. *Tetsu-to-Hagane Overseas*. 1962, vol. 2, no. 1, pp. 25–36.
- Acknowledgements.** TEM studies were carried out using the equipment of the CCP "Materials Science and Metallurgy" of NUST "MISIS". The authors are grateful to M.V. Morozov for his help in obtaining the research results.
- Information about the authors:**
- S.O. Rogachev**, Cand. Sci. (Eng.), Assist. Professor of the Chair "Metallography and Physics of Strength" (csaap@mail.ru)
- A.Ya. Stomakhin**, Dr. Sci. (Eng.), Professor of the Chair of Metallurgy of Steel, New Production Technologies and Metal Protection
- S.A. Nikulin**, Dr. Sci. (Eng.), Professor, Head of the Chair "Metallography and Physics of Strength"
- M.V. Kadach**, Engineer
- V.M. Khatkevich**, Cand. Sci. (Eng.), Junior Researcher

Received January 28, 2019

Revised April 15, 2019

Accepted April 23, 2019