

**INVESTIGATION OF 20H13 AND 09G2S STEELS
AFTER LOW-TEMPERATURE ION NITRIDING***Vadim Alekseevich Azin, Georgy Sergeevich Yakovlev ^a, Yuldash Gamirovich Khusainov*

Ufa University of Science and Technology, 32 Zaki Validi st., 450076 Ufa, Russia

^a yakovlev.g.s@yandex.ru

ABSTRACT

Ion nitriding is one of the most effective chemical heat-treatment technologies that significantly improve the performance characteristics of steels. In modern manufacturing, where the requirements for material strength and wear resistance are continuously increasing, optimizing ion nitriding conditions is particularly important. The effects of treating 20H13 and 09G2S steels at 450–550 °C for 4–12 h at a pressure of 300 Pa in a gas mixture of 90% N₂ and 10% Ar, were investigated both with and without the hollow cathode effect (HCE). Surface microhardness, nitrided-layer depth, and microstructure were evaluated. The highest values were obtained at 450 °C after 12 h with HCE. The surface microhardness of 20H13 steel reached 1305 HV50 with a layer depth of 180 μm, while that of 09G2S steel reached 960 HV50 with a layer depth of 120 μm. The nitrided layers exhibited a gradual transition to the substrate and a well-defined diffusion zone. The use of HCE increased the surface microhardness by approximately 36% and 24% and the layer depth by 80% and 71% for 20H13 and 09G2S steels, respectively.

KEYWORDS

Ion plasma nitriding; corrosion-resistant steels; microstructure of the nitrided layer; 20H13 steel; 09G2S steel.

**ИССЛЕДОВАНИЕ СТАЛЕЙ 20Х13 И 09Г2С
ПОСЛЕ НИЗКОТЕМПЕРАТУРНОГО ИОННОГО АЗОТИРОВАНИЯ***Вадим Алексеевич Азин, Георгий Сергеевич Яковлев ^a, Юлдаш Гамирович Хусаинов*

Уфимский университет науки и технологий, Россия, 450076 Уфа, ул. Заки Валиди, 32

^a yakovlev.g.s@yandex.ru

АННОТАЦИЯ

Ионное азотирование представляет собой одну из наиболее эффективных технологий химико-термической обработки, позволяющих значительно улучшить эксплуатационные характеристики сталей. В условиях современного производства, где требования к прочности и износостойкости материалов постоянно растут, проблема оптимизации режимов ионного азотирования становится особенно актуальной. Исследовано влияние обработки сталей 20Х13

и 09Г2С в диапазоне 450–550 °С при выдержке 4–12 ч, давлении 300 Па и составе газовой смеси 90% N₂ + 10% Ar с использованием эффекта полого катода (ЭПК) и без него. Оценены микротвердость поверхности, глубина азотированного слоя и микроструктура. Максимальные показатели получены при 450 °С, выдержке 12 ч и применении ЭПК. Для стали 20Х13 микротвердость поверхности достигла 1305 HV50 при глубине слоя 180 мкм, для стали 09Г2С – 960 HV50 при глубине 120 мкм. Азотированные слои имели плавный переход к основному металлу и выраженный диффузионный слой. Применение ЭПК повысило микротвердость поверхности примерно на 36 и 24%, а глубину слоя – на 80 и 71% соответственно.

КЛЮЧЕВЫЕ СЛОВА

Ионное азотирование; коррозионностойкие стали; микроструктура азотированного слоя; сталь 20Х13; сталь 09Г2С.

Введение

Ионное азотирование сталей – это процесс улучшения износостойкости и механических свойств металлов путем насыщения их азотом. Актуальность темы ионного азотирования в России и мире обусловлена необходимостью повышения эксплуатационных характеристик деталей. В условиях глобализации и стремительного развития технологий эффективные методы обработки стали становятся залогом успешного производства.

Ионное азотирование является эффективным методом поверхностного упрочнения сталей, позволяющим повысить их износостойкость, коррозионную стойкость и усталостную прочность. В качестве исследуемого материала выбраны стали 20Х13 и 09Г2С. Эти материалы широко применяются в различных сферах промышленности и большой интерес представляет их упрочнение.

В литературных источниках описано, что при некоторых режимах ионного азотирования сталей 20Х13 и 09Г2С их коррозионная стойкость значительно снижается, что ограничивает их применение при производстве деталей машиностроения [1, 10].

Целью работы являлось определить влияние температуры, продолжительности обработки и применения эффекта полого катода (ЭПК) при низкотемпературном ионном азотировании на микротвердость, глубину и микроструктуру азотированного слоя сталей 20Х13 и 09Г2С, а также установить режим, обеспечивающий наилучшее сочетание этих показателей.

Сплав марки 20Х13 относится к хромистым коррозионностойким жаропрочным сталям. Это сплав мартенситного класса. Его активно применяют для деталей, работающих при температурах до 600 °С. Из данного материала делают диски, роторы, лопатки для турбин, кольцевые и другие детали. Главный признак сплава – это наличие хрома (более 10%, см. табл. 1). При этом химических и физических характеристик сплава недостаточно, чтобы отнести его к полноценной нержавеющей стали. Уникальный химический состав придает сплаву повышенный уровень стойкости к воздействию высокой температуры. Кроме того, 20Х13 не боится воздействия коррозии. По этой причине сталь нашла широкое применение в промышленности – от химической отрасли до судостроения и авиации [6, 7].

Таблица 1. Химический состав стали 20Х13 (ГОСТ 5632-72)

Table 1. Chemical composition of steel 20H13 (GOST 5632-72)

C	Si	Mn	Ni	S	P	Cr	Fe
0,16–0,25%	до 0,6%	до 0,6%	до 0,6%	до 0,025%	до 0,03%	12–14%	от 83,9%

Таблица 2. Химический состав стали 09Г2С (ГОСТ 19281-89)

Table 2. Chemical composition of steel 09G2S (GOST 19281-89)

Mn	Si	Cr	Cu	Ni	C	As	S	P	N	Fe
1,3–1,7%	0,5–0,8%	<0,3%	<0,3%	<0,3%	<0,12%	<0,08%	<0,04%	<0,035%	<0,008%	>96,3%

Сталь 09Г2С относится к классу низкоуглеродистых низколегированных сталей. Она является конструкционной углеродисто-марганцевой сталью. В сплаве присутствует 0,9% углерода, 2% магния, не более 1% кремния, в минимальных дозах содержится фосфор, мышьяк, т.е. является низколегированной (табл. 2). К главным особенностям сплава относятся высокая прочность, сохранение механических характеристик в широком температурном диапазоне, а также возможность влиять на свойства посредством термической обработки. Еще одной отличительной особенностью сплава является хорошая свариваемость. Подготовленные для сварки участки не нуждаются в предварительной термической или химической обработке, а само сваривание можно проводить широкодоступным оборудованием. Благодаря низкому содержанию углерода в сварном шве не образуется микротрещин и микропор, что делает соединения прочными и долговечными.

Высокие показатели прочности, простота обработки и низкая себестоимость делают сплав 09Г2С оптимальным выбором для большинства сфер бытовой и промышленной деятельности. Этим обусловлено при-

менение данного материала практически во всех сферах промышленности и строительства. Из него изготавливают строительные конструкции, оборудование для нефтехимии, детали машин, резервуары, запорную арматуру и трубы [6, 15].

1. Методика исследования

Экспериментальные образцы из сталей 20Х13 и 09Г2С подвергали низкотемпературному ионному азотированию на установке ЭЛУ-5М (рис. 1) по традиционной схеме и по схеме с эффектом полого катода (ЭПК).

Температуру обработки варьировали от 450 до 550 °С, продолжительность выдержки – от 4 до 12 ч. Конкретные сочетания температуры и времени для каждой марки стали представлены в табл. 3 и 4.

Во всех режимах использовали газовую смесь 90% N₂ и 10% Ar при постоянном давлении 300 Па. Для прямой оценки влияния ЭПК режим 450 °С, 12 ч выполняли с ЭПК и без него.

После азотирования из образцов готовили поперечные микрошлифы, с последующим травлением шлифов в растворе азотной кислоты для выявления структуры поверхностного слоя.



Рис. 1. Установка ионного азотирования ЭЛУ-5М

Fig. 1. Ion nitriding unit ELU-5M

Глубину азотированного слоя определяли на поперечных микрошлифах с использованием фотомикроскопа Zeiss Axiotech 25HD по границе видимого «почерневшего» диффузионного слоя. Микротвердость измеряли по методу Виккерса на микротвердомере Micromet-5101 при нагрузке 50 г: на поверхности и далее по глубине до достижения твердости основного материала. Толщину нитридной и диффузионной зон оценивали по микроструктуре и результатам измерений микротвердости.

2. Результаты и их обсуждение

В данном исследовании мы провели эксперименты с различными режимами ионного азотирования сталей 20Х13 и 09Г2С, а также сравнили эффективность применения ЭПК. В результате исследований были получены данные о микротвердости и микроструктуре обработанных образцов. Известно, что при нагреве стали 20Х13 в интервале 400–500 °С наблюдается подъем твердости и прочности из-за эффекта дисперсионного твердения. В интервале 500–780 °С происходит снижение этих характеристик вследствие интенсивного выделения карбидов, распада мартенсита на феррит и карбиды, коагуляции карбидов и их частичного растворения [4–6, 18].

В случае стали 09Г2С, легированной марганцем и кремнием, ионное азотирование приводит к формированию более тонкого, но достаточно твердого азотированного слоя. ЭПК особенно эффективен для этой стали, так как позволяет создать более высокую концентрацию активных ионов азота вблизи поверхности, что способствует ускоренному насыщению азотом и формированию однородного слоя по всей обрабатываемой поверхности. Однако азотирование может снизить коррозионную стойкость стали 09Г2С из-за образования в поверхностном диффузионном слое твердых растворов азота с легирующими элементами (железом, хромом, алюминием, молибденом и др.) и устойчивых нитридов [9, 14, 16, 20].

Поэтому выбран температурный диапазон низкотемпературного ионного азотирования в пределах 450–550 °С, что позволяет обеспечить достаточную диффузионную подвижность атомов азота, избегая при этом чрезмерного роста зерна и снижения механических свойств материала основы. Также при высоких температурах азотирования возможно образование хрупкой нитридной сетки по границам зерен, что может снизить пластичность, ударную вязкость и коррозионную стойкость. Критически важным является контроль температуры и времени обработки для предотвращения нежелательных структурных изменений [11, 12, 13, 19]. Выбран состав газовой смеси с преобладанием азота при постоянном давлении 300 Па для оптимизации плотности плазмы и равномерности покрытия. Продолжительность обработки варьировалась от 4 до 12 часов с целью изучения кинетики насыщения азотом и определения времени достижения глубины диффузионного слоя.

Выбранные диапазоны параметров послужили основой для формирования матрицы экспериментальных режимов, включающей в себя несколько дискретных точек в пределах указанных диапазонов. Данный подход позволяет системно исследовать влияние каждого параметра на характеристики азотированного слоя, а также выявить оптимальные комбинации параметров для достижения заданных свойств поверхности.

Полученные значения микротвердости и глубины азотированного слоя приведены в табл. 3 и 4, а микроструктуры и распределение микротвердости по глубине – на рис. 2–5.

Азотированный слой формируется вследствие диффузии атомов азота в сердцевину материала. При металлографическом анализе данный слой имеет характерное трехслойное строение: нитридная зона, диффузионная зона и основной материал. На шлифе азотированный слой имеет вид мелкодисперсных темных частиц, равномерно распределенных по зонам. Характерно, что по мере удаления от поверхности плотность слоя постепенно

снижается, что отражает убывающий градиент концентрации азота в диффузионной зоне. Граница между диффузионной зоной и основным металлом носит плавный, постепенный характер без резких структурных переходов, что является благоприятным при-

знаком с точки зрения сопротивления расслаиванию слоя при нагружении.

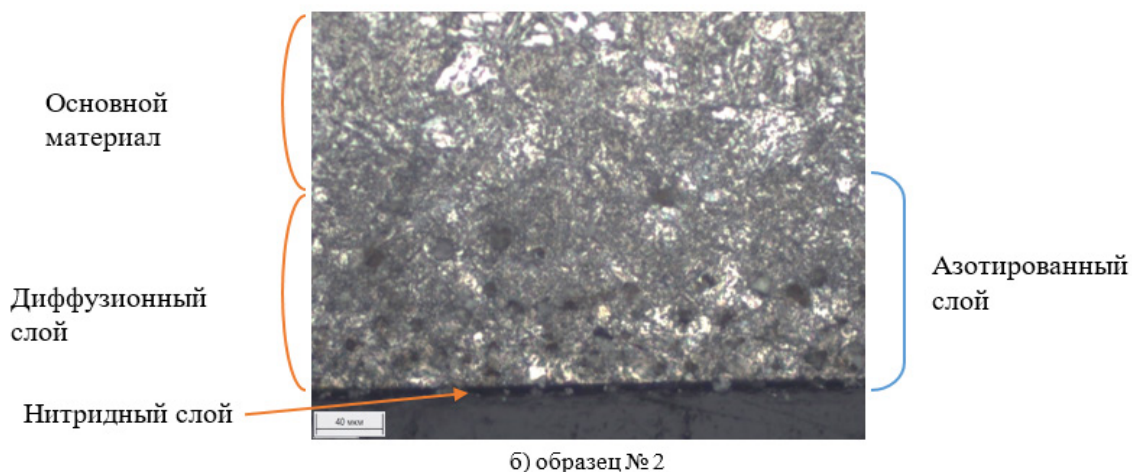
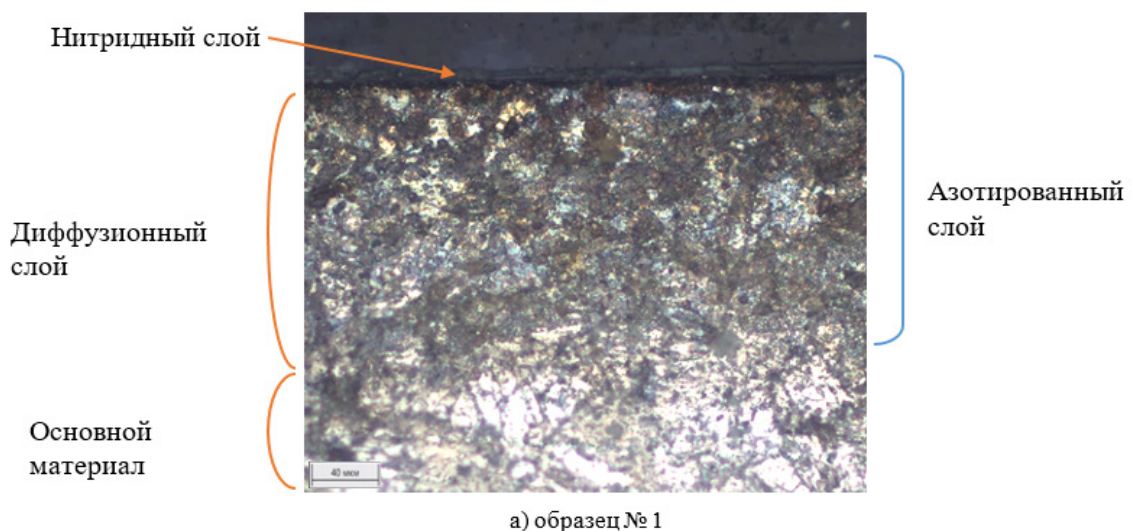
Режимы обработки и результаты приведены в табл. 3 и 4.

Микротвердость сердцевины стали 20X13 до ионного азотирования – 370 HV.

Таблица 3. Режимы обработки и результаты исследования стали 20X13

Table 3. The processing modes and the results of the study became 20H13

№ образца / No. of sample	Температура / temperature, °C	Длительность выдержки / holding time, ч	Состав газовой смеси / composition of the gas mixture	Давление газовой среды / gas pressure, Па	Микротвердость на поверхности / microhardness on the surface, HV	Глубина слоя / layer depth, мкм
1	450, ЭПК	12	90% N ₂ , 10% Ar	300	1305	180
2	450	12			961	100
3	450	8			702	60
4	500	6			534	45
5	550	4			414	40



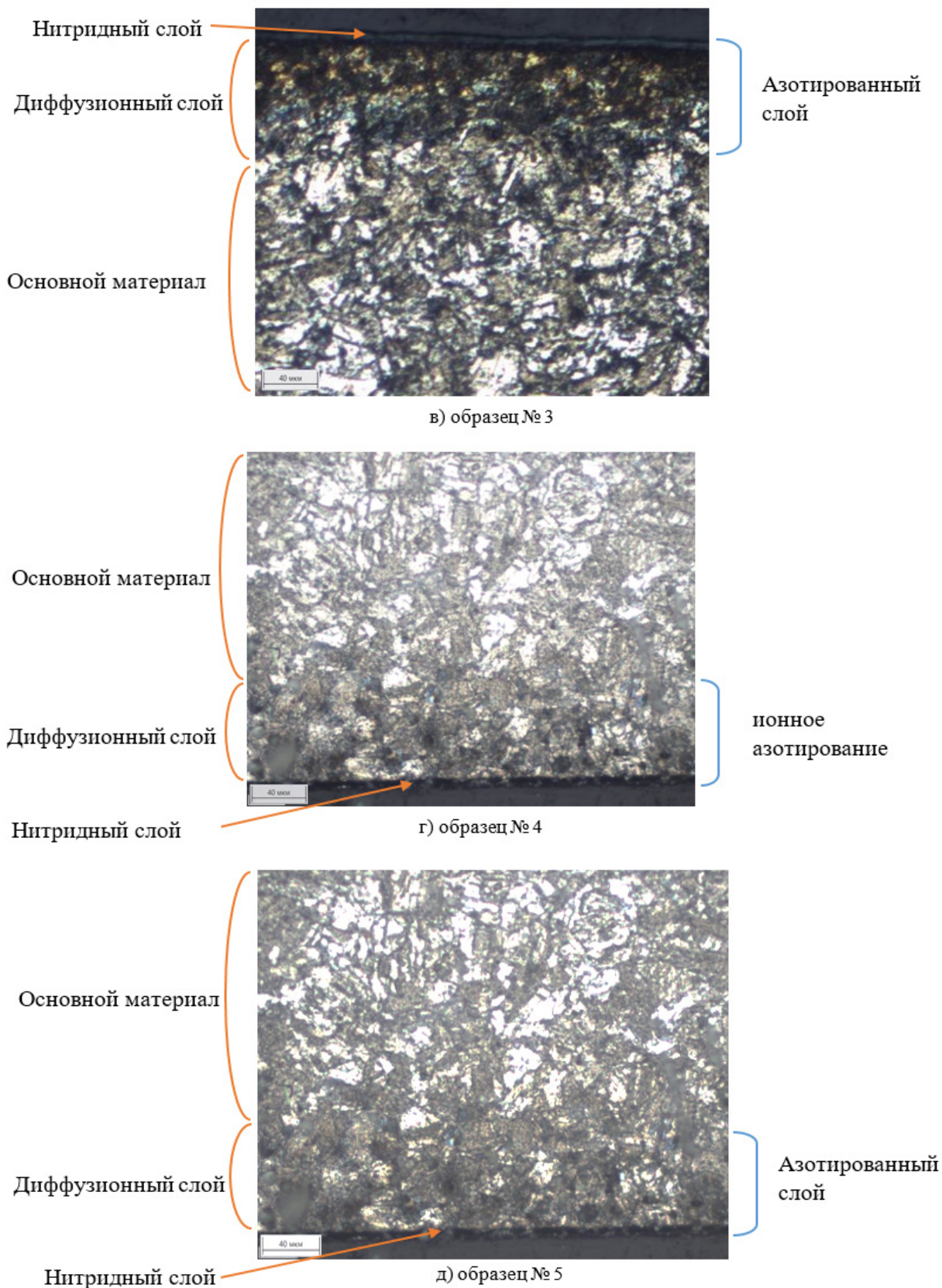


Рис. 2. Микроструктура образцов после ионного азотирования стали 20X13 ($\times 50$)

Fig. 2. Microstructure of samples after ion nitriding of 20X13 steel ($\times 50$)

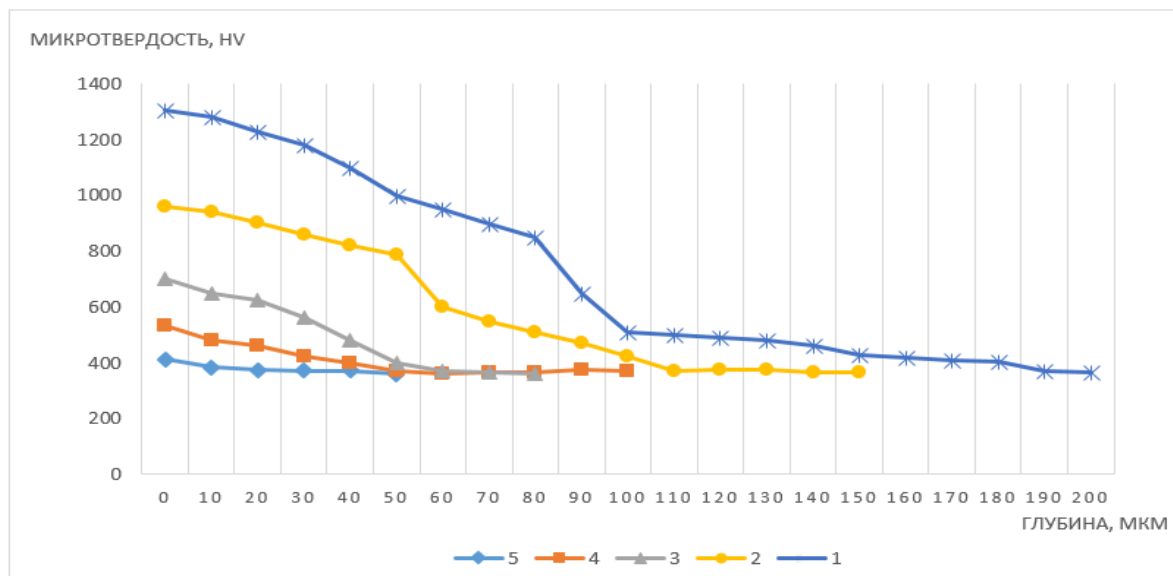


Рис. 3. Распределение твердости по глубине азотированного слоя стали 20X13 при различных режимах обработки

Fig. 3. Distribution of hardness across the technical nitrided layer of 20X13 steel under different processing conditions

При анализе микроструктуры азотированного слоя стали 20X13 (рис. 2), отчетливо видно нитридную (4–6 мкм) и диффузионную зоны. Глубина слоя по шлифу измеряется видимой (темной) частью, а глубина по микротвердости считалась до значения твердости основного материала.

Анализ микроструктуры и зависимость изменения микротвердости по толщине азотированного слоя (рис. 3) показывают, что образец № 1 (рис. 2а), обработанный по режиму 450 °С, 12 часов с ЭПК, имеет азотированный слой глубиной 180 мкм, твердость обработанной поверхности 1305 HV₅₀. Ми-

кроструктура и твердость данного образца характерна для азотированных сталей.

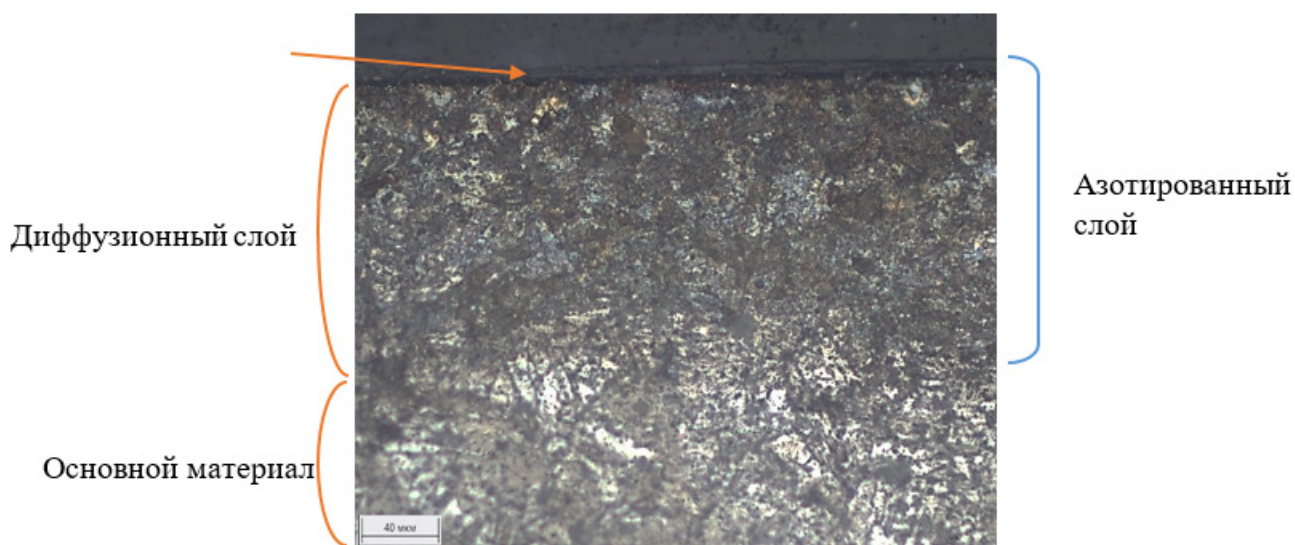
Предположение о том, что режим 450 °С позволяет лучше сохранить коррозионную стойкость стали 20X13, основано на литературных данных: при 500–550 сС возможно обеднение приповерхностной области хромом и ухудшение пассивного слоя [4, 5, 9]. Коррозионные испытания в настоящей работе не проводились, поэтому это предположение требует экспериментальной проверки.

Микротвердость сердцевины стали 09Г2С до ионного азотирования – 320 HV.

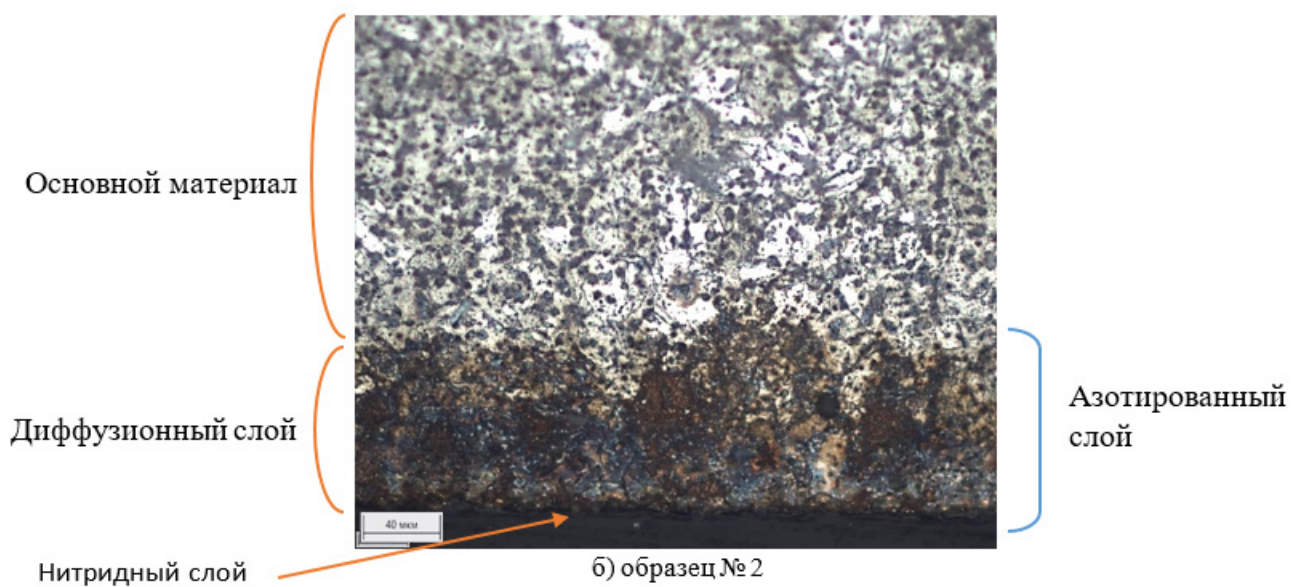
Таблица 4. Режимы обработки и результаты исследования стали 09Г2С

Table 4. The processing modes and the results of the study became 09G2S

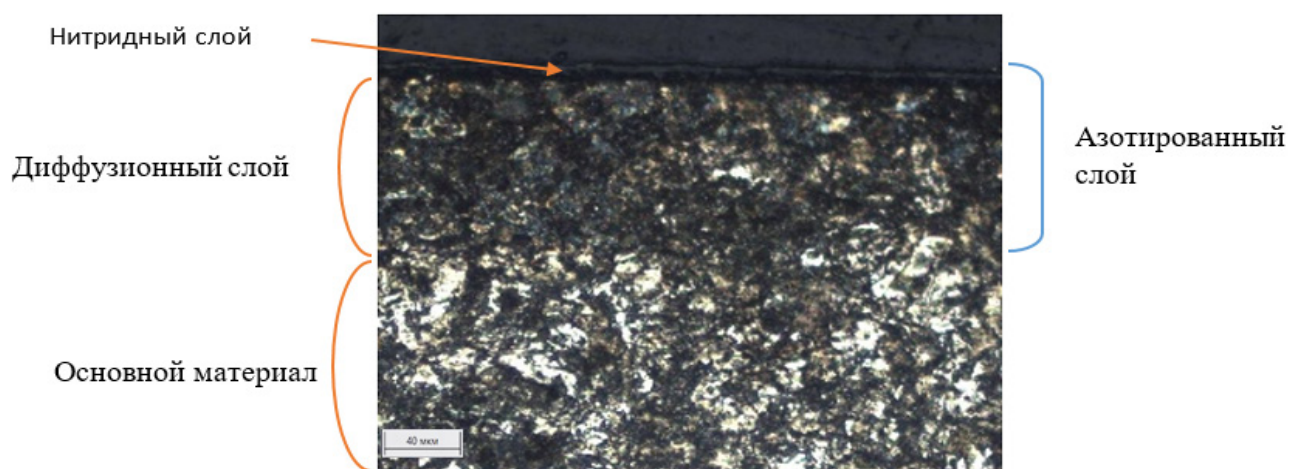
№ образца / sample	Температура / temperature, °С	Длительность выдержки / holding time, ч	Состав газовой смеси / composition of the gas mixture	Давление газовой / среды gas pressure, Па	Микротвердость на поверхности / microhardness on the surface, HV	Глубина слоя / layer depth, мкм
1	450, ЭПК	12	90% N ₂ , 10% Ar	300	960	120
2	450	12			777	70
3	450	8			658	55
4	500	6			670	40
5	550	4			447	30



а) образец № 1



б) образец № 2



в) образец № 3

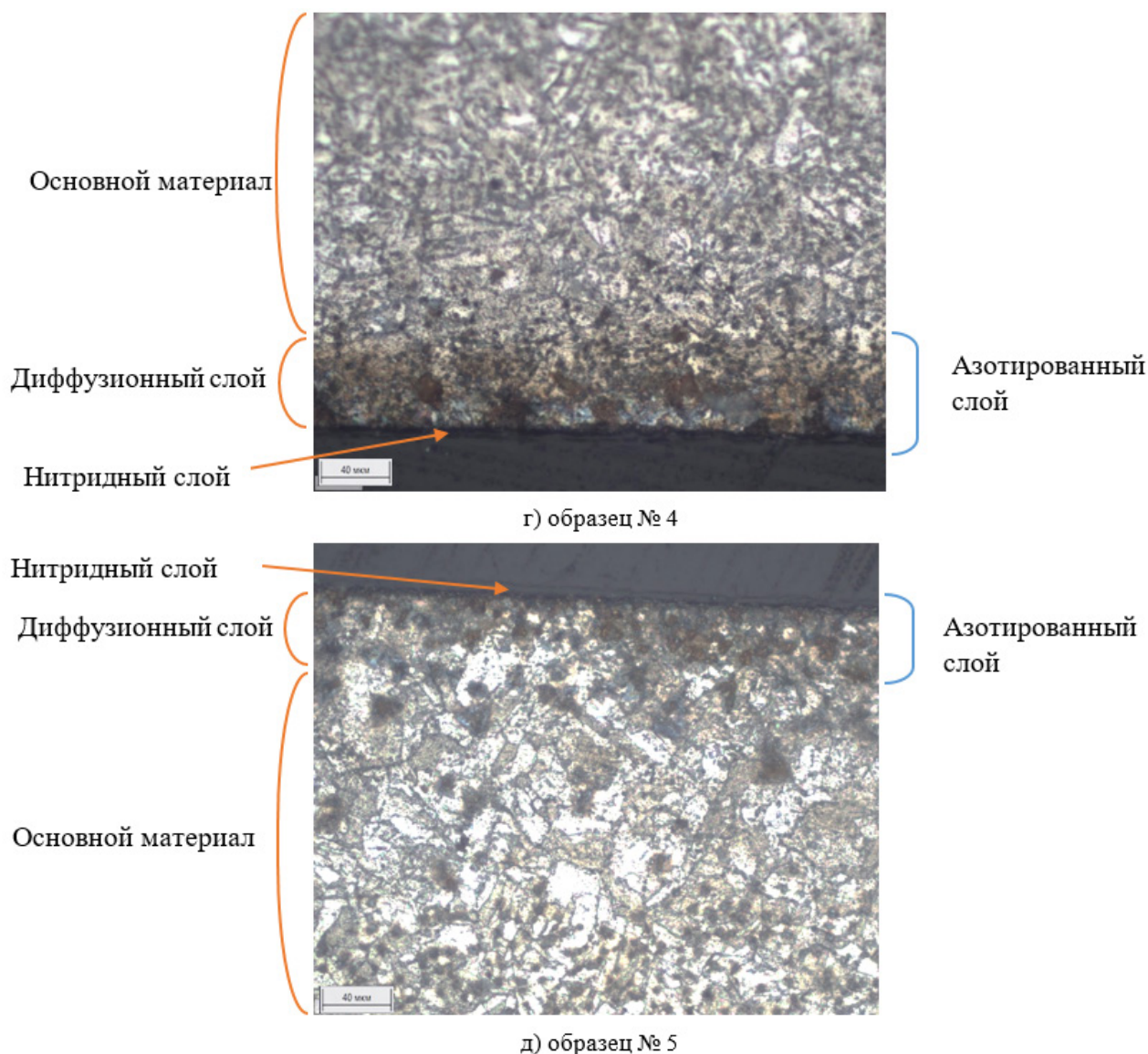


Рис. 4. Микроструктура образцов после ионного азотирования стали 09Г2С ($\times 50$)

Fig. 4. Microstructure of samples after ion nitriding of 09G2S steel ($\times 50$)

На изображениях микроструктуры азотированного слоя стали 09Г2С (рис. 4) видны нитридную (2–4 мкм) и диффузионную зоны. Меньшая глубина нитридного и диффузионного слоев обусловлена более низким содержанием легирующих элементов, по сравнению со сталью 20Х13. У образца № 1 (рис. 4, а), обработанного по режиму 450 °С, 12 часов с ЭПК толщина азотированного слоя 120 мкм, твердость обработанной поверхности 960 HV₅₀.

Сопоставление результатов (рис. 2–5, табл. 3 и 4) показывает, что при режиме

450 °С, 12 ч применение ЭПК по сравнению с обработкой без ЭПК повысило микротвердость поверхности стали 20Х13 примерно на 36%, а глубину слоя – на 80%; для стали 09Г2С приросты составили соответственно около 24 и 71%. Более высокая твердость и глубина слоя у стали 20Х13 связаны с различиями химического состава. Наблюдаемая интенсификация азотирования при ЭПК согласуется с литературными данными об эффективности усиленного ионно-плазменного воздействия [18, 19].

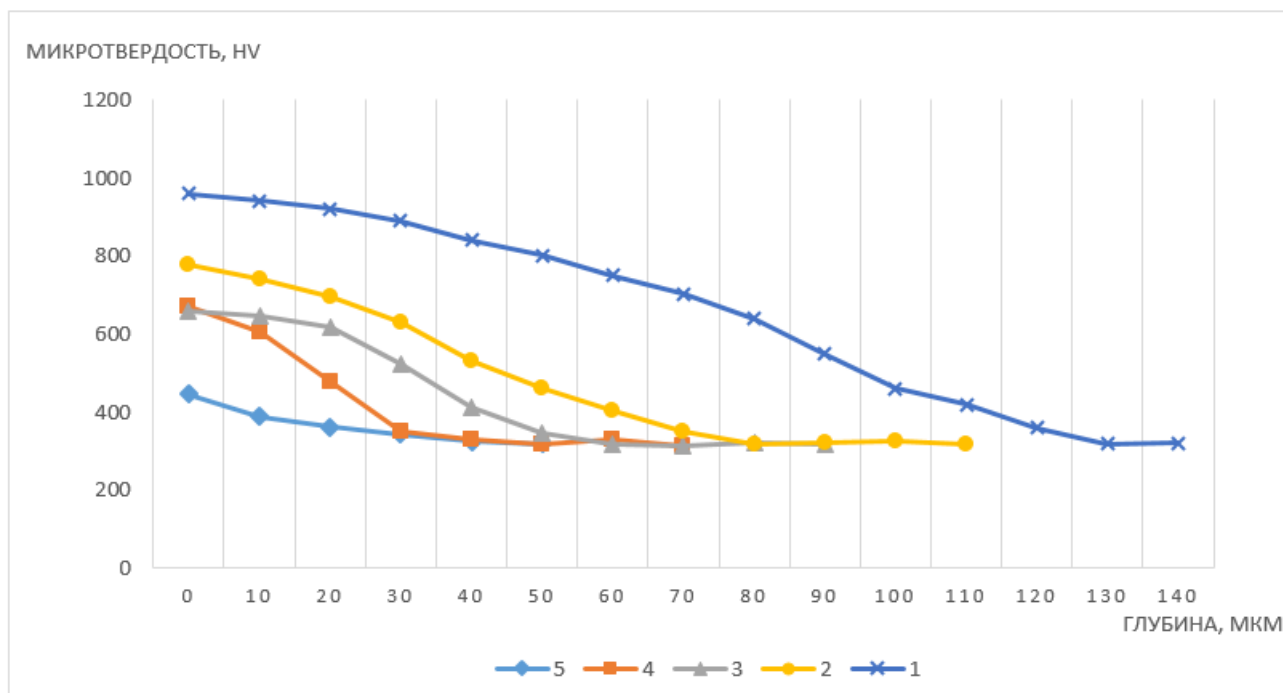


Рис. 5. Распределение твердости по глубине азотированного слоя стали 09Г2С при различных режимах обработки

Fig. 5. Distribution of hardness across the technical nitrided layer of 09G2S steel under different processing conditions

Выводы

Низкотемпературное ионное азотирование на установке ЭЛУ-5М сформировало упрочненные поверхностные слои в сталях 20Х13 и 09Г2С. Применение ЭПК повысило микротвердость поверхности и глубину азотированного слоя по сравнению с обработкой без ЭПК при одинаковых температуре и продолжительности.

В исследованной матрице оптимальным для обеих сталей является режим 450 °С, 12 ч с ЭПК. Для стали 20Х13 он обеспечил микротвердость поверхности 1305 HV₅₀ и глубину слоя 180 мкм, для стали 09Г2С – 960 HV₅₀ и 120 мкм соответственно. Азотированные слои имели выраженные нитридную и диффузионную зоны с плавным переходом к основному материалу.

Для идентификации фазового состава модифицированного слоя и подтверждения наличия нитридных фаз планируется провести рентгеноструктурный анализ. Для экс-

периментальной проверки предположения о сохранении коррозионной стойкости стали 20Х13 при 450 °С в дальнейшей работе будут выполнены сравнительные коррозионные испытания исходных и азотированных образцов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Lahtin U.M., Kogan Ya. D., Shpis G.I., Bomer Z. Theory and technology of nitriding. Moscow: Metallurgy, 1991. P. 234–266. (In Russian) [Лахтин Ю.М., Коган Я.Д., Шпис Г.И., Бемер З. Теория и технология азотирования. М.: Металлургия, 1991. С. 234–266]
2. Oborin A.V., Bordanov V.V., Progressive technology for strengthening critical products in the oil and gas industry // Oil and Gas Exhibition. 7(67), 48–50 (2018). (In Russian) [Оборин А.В., Богданов В.В. Прогрессивная технология упрочнения ответственных изделий нефтегазовой отрасли // Экспозиция нефть газ. 7(67), 48–50 (2018)].
3. Andrianov A.P., Makisha N.A., Chuvin V.A. Corrosion of shut-off valves in hot water supply systems [webpage]. (In Russian) [Андрианов А.П., Макиша Н.А., Чухин В.А. Коррозия запорной арматуры в системах ГВС [электронный ресурс]]. URL: <https://>

www.c-o-k.ru/articles/korroziya-zapornoy-armatury-v-sistemah-gvs.

4. Zhou Y., Engelberg D.L. Accessing the full spectrum of corrosion behaviour of tempered type 420 stainless steel // *Materials and Corrosion*. 72(11), 1718–1729 (2021). DOI: 10.1002/maco.202112442.
5. De Alcântara C.M., de Moura A.N., D'Azeredo Orlando M.T., da Silva Labiapari W., da Cunha M.A., de Oliveira T.R., Lopes Buono V.T. Microstructure and pitting corrosion resistance of quenched, single tempered and double tempered AISI 420 martensitic stainless steel // *Materials Research*. 24(6), 93–95 (2021). DOI: 10.17073/0368-0797-2023-1-8-26.
6. Kostina M.V., Rigina L.G., Kostina V.S., et al. Corrosion-resistant steels based on Fe – ~13% Cr: Heat treatment, corrosion- and wear resistance. Review // *Material Science*. 66, 8–26 (2023). DOI:10.17073/0368-0797-2023-1-8-26.
7. Ivashko V.V. Influence of heating modes on the structure and properties of stainless steel 20Kh13 // *Vestnik BarGU. Series: Technical Sciences*. 3, 45–48 (2015). (In Russian). [Ивашко В.В. Исследование влияния режимов нагрева на структуру и свойства нержавеющей стали 20X13. // *Вестник БарГУ. Серия: Технические науки*. 3, 45–48 (2015)].
8. Xiao Li, Yinghui Wei. Effect of austenitising heat treatment on microstructure and properties of a nitrogen bearing martensitic stainless steel // *Open Physics*. 17(1), 601–606 (2019). DOI: 10.1515/phys-2019-0061.
9. Bösing I., Cramer L., Steinbacher M., et al. Influence of heat treatment on the microstructure and corrosion resistance of martensitic stainless steel // *AIP Advances*. 9(6), 31–37 (2019). DOI:10.1063/1.5094615.
10. Zubchenko A.S., Koloskov M.M., Kashirskii Yu.V., et al. Grader of Steels and Alloys. Moscow: Mashinostroenie, 2003: P. 784. (In Russian) [Зубченко А.С., Колосков М.М., Каширский Ю.В. и др. Марочник сталей и сплавов. М.: Машиностроение; 2003: 784 с.].
11. Ma Hou-Yu, He Yin-Sheng, Lee Kwon-Yeong, Shin Keesam. Effect of heat treatment on microstructural evolution of 13Cr martensitic stainless steel // *Key Engineering Materials*. 727, 29–35 (2016). DOI: 10.4028/www.scientific.net/KEM.727.29.
12. Kukareko V.A., Kushnerov A.V. Influence of pre-heat treatment on wear resistance of 40Kh13 steel modified with nitrogen ions // *Uprochnyayushchie Tekhnologii i Pokrytiya*. 18(2), 61–65 (2022). (In Russian). [Кукареко В.А., Кушнеров А.В. Влияние предварительной термической обработки на износостойкость стали 40X13, модифицированной ионами азота. // *Упрочняющие технологии и покрытия*. 18(2), 61–65 (2022)]. DOI: 10.36652/1813-1336-2022-18-2-61-65.
13. Kulkarni S., Srinivas P., Biswal P.K., et al. Improvement in mechanical properties of 13Cr martensitic stainless steels using modified heat treatments. In: *Proceedings of the 28th ASM Heat Treating Society Conference*. Detroit, 2015. P. 335–341.
14. Minciuna M.G., Achitei D.C., Vizureanu P., et al. The effect of heat treatment and corrosion behavior of AISI 420 // *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*. 374, 12–39 (2018). DOI: 10.1088/1757-899X/374/1/012039.
15. Bonagani S.K., Bathula V., Kain V. Influence of tempering treatment on microstructure and pitting corrosion of 13 wt.% Cr martensitic stainless steel // *Corrosion Science*. 131, 340–354 (2018). DOI: 10.1016/j.corsci.2017.12.012.
16. Zhou Y., Engelberg D.L. Accessing the full spectrum of corrosion behaviour of tempered type 420 stainless steel // *Materials and Corrosion*. 72(11), 1718–1729 (2021). DOI: 10.1002/maco.202112442.
17. de Alcântara C.M., de Moura A.N., D'Azeredo Orlando M.T., et al. Microstructure and pitting corrosion resistance of quenched, single tempered and double tempered AISI 420 martensitic stainless steel // *Materials Research*. 24(6), 93–98 (2021). DOI: 10.1590/1980-5373-MR-2021-0093.
18. Sobol O.V., Andreev A.A., Stolbovoi V.A., et al. Study of the influence of ion nitriding modes on the structure and hardness of steel // *Metallurgy*. 5(80), 60–68 (2016). (In Russian) [Соболь О.В., Андреев А.А., Столбовой В.А., и др. Исследование влияния режимов ионного азотирования на структуру и твердость стали // *Металловедение*. 5(80), 63–68 (2016)]. DOI: 10/15587/1729-406.2016.63659.
19. Husainov Y.G. Promising ways to implement local ion nitriding of steels // *Bulletin of Magnitogorsk State Technical University named after G.I. Nosov*. 2(20), 82–90 (2022). (In Russian) [Хусаинов Ю.Г. Перспективные способы реализации локального ионного азотирования сталей // *Вестник Магнитогорского государственного технического университета им. Г.И. Носова*. 2(20), 82–90 (2022)]. DOI: 10.18503/1995-2732-2022-20-2-82-90.
20. Patent RF No. 2664106 RU, 10.07.2018. (In Russian) [Патент РФ № 2664106 RU, 10.07.2018].