EFFECT OF AGING TIME ON THE ULTIMATE TENSILE STRENGTH OF MARAGING STEEL (03Ni18Co9Mo5TiAl)

Nguyen Ngoc Minh[1], Nguyen Ngoc Lan[1*], Nguyen Bich Van[2]
[1]*School of Materials Science and Engineering - Hanoi University of Science and Technology (HUST)*
[2]*Center of Materials and Failure Analysis - Institute of Materials Science*

ARTICLE INFO

Received: 23/12/2023
Revised: 29/02/2024
Published: 29/02/2024

KEYWORDS

Maraging steel
Ultimate tensile strength
03Ni18Co9Mo5TiAl
Aging time
Ultra high strength steel

ABSTRACT

Maraging steel shows a very good combination of high tensile strength, high fracture toughness and dimensional stability during quenching and aging, so it is often used in high strength design applications. Research results proved that the above superior combination of maraging steel are completely dependent on its microstructure components. In this study, the microstructure of the steel was controlled through an appropriate heat treatment process including quenching and aging. Accordingly, the steel is quenched at a temperature of 830^{o}C and then aged at 490^{o}C for a period of 2 to 6 hours to evaluate the effect of aging time on the tensile strength of the steel. Analytical results on scanning electron microscopy (SEM) and energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) indicate that there is a precipitation of intermetallic phase during aging, which greatly increases the durability. The tensile test results also showed that, during the aging period of 2 to 6 hours, the increasing aging time increased the strength. The durability value reaches its maximum at 2210 MPa corresponding to an aging time of 6 hours.

ẢNH HƯỞNG CỦA THỜI GIAN HÓA GIÀ ĐẾN ĐỘ BỀN KÉO CỦA THÉP MARAGING (03Ni18Co9Mo5TiAl)

Nguyễn Ngọc Minh[1], Nguyễn Ngọc Lan[1*], Nguyễn Bích Vân[2]
[1]Trường Vật liệu - Đại học Bách khoa Hà Nội, [2]Trung tâm Đánh giá hư hỏng vật liệu (COMFA)

THÔNG TIN BÀI BÁO

Ngày nhận bài: 23/12/2023
Ngày hoàn thiện: 29/02/2024
Ngày đăng: 29/02/2024

TỪ KHÓA

Thép maraging
Độ bền kéo
03Ni18Co9Mo5TiAl
Thời gian hóa già
Thép độ bền cực cao

TÓM TẮT

Thép maraging cho thấy khả năng kết hợp rất tốt giữa độ bền kéo, độ dai phá hủy và sự ổn định kích thước trong suốt quá trình tôi và hóa già nên thường được ứng dụng nhiều trong các thiết kế làm việc cường độ cao. Các kết quả nghiên cứu đã chứng minh rõ ràng rằng sự kết hợp ưu việt kể trên của thép maraging hoàn toàn phụ thuộc vào các thành phần cấu trúc tế vi của thép. Trong nghiên cứu này, cấu trúc tế vi của thép được điều khiển thông qua quy trình nhiệt luyện thích hợp bao gồm tôi và hóa già. Theo đó, thép được tôi ở nhiệt độ 830^{o}C sau đó mang đi hóa già tại 490^{o}C trong khoảng thời gian từ 2h đến 6h nhằm đánh giá ảnh hưởng của thời gian hóa già đến độ bền kéo của thép. Các kết quả phân tích trên ảnh hiển vi điện tử quét (SEM) và phổ tán xạ năng lượng tia Rơn ghen (EDX) chỉ ra có sự tiết pha liên kim hóa bền trong quá trình hóa già làm tăng mạnh độ bền. Các kết quả thử độ bền kéo cũng cho thấy, trong khoảng thời gian hóa già từ 2h đến 6h, thời gian hóa già tăng làm tăng giới hạn bền. Giá trị độ bền đạt cực đại tại 2210 MPa tương ứng với thời gian hóa già 6h.

DOI: https://doi.org/10.34238/tnu-jst.9484

* Corresponding author. *Email: lan.nguyenngoc1@hust.edu.vn*

1. Giới thiệu

Thép maraging là loại thép mactensit có hàm lượng cácbon thấp, hàm lượng niken cao. Ngoài ra thép còn được hợp kim hóa thêm một lượng nhỏ các nguyên tố khác như Co, Mo và Ti giúp làm tăng khả năng hóa bền sau này nhờ tiết ra các hạt pha liên kim kích thước cỡ nano trên nền mactensit trong quá trình hóa già [1], [2]. Những ưu điểm nổi bật của loại thép này là sau khi hóa già sẽ cho giá trị độ bền đạt được rất cao trong khi độ dai của thép vẫn rất lớn và có tính hàn tốt. Điều mà các loại thép kết cấu thông thường khó mà đạt được [3]. Với các đặc điểm cơ tính kể trên, nhóm thép này được ứng dụng chủ yếu để chế tạo càng đáp và khung gầm máy bay trực thăng, ray phóng và vỏ động cơ tên lửa,… trong các lĩnh vực hàng không, quốc phòng [4], [5], chế tạo một số loại khuôn đùn ép, khuôn đúc, khuôn biến dạng nóng,... trong lĩnh vực cơ khí chế tạo máy [2], [6], [7].

Quy trình xử lý nhiệt áp dụng cho thép maraging bao gồm tôi và hóa già. Theo đó, thép sau khi được nung lên trạng thái hoàn toàn austenit sẽ được làm nguội rất nhanh để tránh hiện tượng tiết pha làm tập trung cácbon tại biên hạt, qua đó hạn chế được tính giòn của thép [8]. Quá trình hóa già tiếp theo sau dùng để tiết ra các hạt pha liên kim nhỏ mịn phân tán trên nền mactensit nhằm mục đích cải thiện độ bền cho thép. Đã có nhiều nghiên cứu chứng minh được tầm quan trọng của quá trình hóa già đến việc cải thiện độ bền [9]. Tuy nhiên, với mỗi mác thép có thành phần khác nhau, thông số cụ thể của quá trình hóa già cũng sẽ phải thay đổi để tối ưu hóa được giá trị độ bền của thép. Do đó, việc nghiên cứu chi tiết để tìm ra được thông số phù hợp ứng với từng thành phần đặc trưng là cần thiết. Trong các thông số được đề cập, thời gian hóa già có ảnh hưởng lớn đến giá trị độ bền sau này do nó ảnh hưởng đến mức độ phân bố và kích thước của các hạt pha liên kim tiết ra trong quá trình hóa già [10].

Trong nghiên cứu này, thép maraging được mang đi tôi sau đó hóa già với thời gian hóa già thực hiện trong khoảng 2÷6 giờ. Các kết quả nghiên cứu đã cho thấy, thời gian hóa già ảnh hưởng lớn đến sự phân bố, kích thước hạt của pha liên kim và giá trị độ bền của thép.

2. Thực nghiệm

Thực hiện nghiên cứu này, thép maraging (03Ni18Co9Mo5TiAl) sử dụng có thành phần như trong bảng 1.

Bảng 1. *Bảng thành phần hóa học của thép 03Ni18Co9Mo5TiAl.*

Nguyên tố	Ni	Co	Mo	Ti	Al	C	Cr	Mn	Si	Fe
% Khối lượng	18	9,1	5	0,63	0,06	≤ 0,03	0,08	0,04	0,08	66,98

Để thực hiện đánh giá về sự thay đổi của thời gian hóa già đến tổ chức, thép được cắt thành các mẫu khối nhỏ kích thước (10x10x10) mm trong khi để xác định được giới hạn bền kéo, các mẫu được chế tạo theo tiêu chuẩn ISO 6892-1:2009 – phần 1. Tất cả các mẫu đều được nung trong môi trường bảo vệ nhằm đảm bảo chất lượng bề mặt mẫu không bị ảnh hưởng đến quá trình đánh giá độ bền kéo sau này. Chế độ xử lý nhiệt theo đó được thực hiện bằng lò điện trở có điều khiển (Nabertherm, model N11/H) như sau: các mẫu sau khi tôi ở 830^{o}C sẽ được mang đi hóa già ngay tại 490^{o}C để tiết pha hóa bền. Việc lựa chọn nhiệt độ hóa già tại 490^{o}C cũng nhằm để đảm bảo các chỉ tiêu cơ tính khác phù hợp với mục đích ứng dụng để chế tạo càng đáp máy bay [11]. Thời gian hóa già được tiến hành lần lượt tại 2 giờ, 4 giờ và 6 giờ.

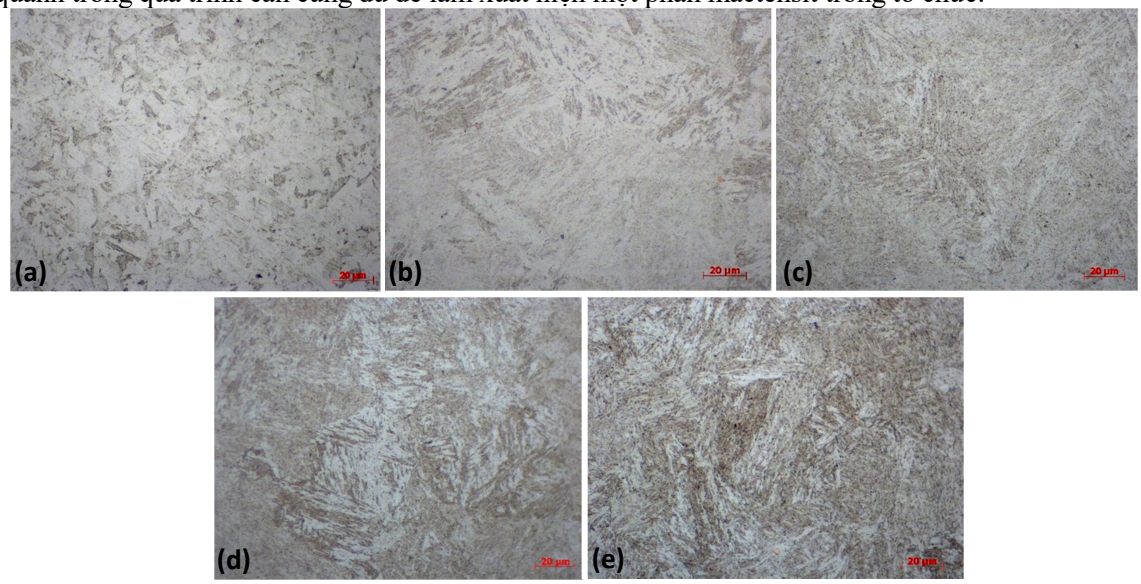
Để quan sát và đánh giá được sự thay đổi trong cấu trúc, các mẫu khối sau nhiệt luyện được cắt ngang, tiếp đó mài phẳng, đánh bóng và tẩm thực trước khi quan sát dưới kính hiển vi quang học (Axiovert 40MAT) và hiển vi điện tử quét (SEM, JEOL JSM-6500F). Ngoài ra, để xác định thành phần pha tiết ra trong quá trình hóa già, các mẫu cũng được kiểm tra bởi thiết bị nhiễu xạ Rơnghen (XRD, ARL EQUINOX 5000) sử dụng bức xạ Cu với chế độ điện áp 60 kV, 60 mA. Khoảng góc nhiễu xạ 2θ sử dụng trong phạm vi 20-90^{o} với tốc độ quét 2^{o}/phút và bước quét 2θ là

0,015º. Mẫu thử kéo cũng được làm sạch bề mặt để đảm bảo xác định được chính xác giá trị độ bền kéo thu được. Thiết bị thử kéo (WE-1000B, New Luda) thực hiện ở nhiệt độ phòng với tải 500 kN và tốc độ dịch tải 2 mm/phút. Các giá trị đều được ghi lại trên phần mềm điều khiển và việc tính toán hoàn toàn tự động.

3. Kết quả và bàn luận

3.1. Kết quả quan sát trên kính hiển vi quang học

Hình ảnh tổ chức tế vi của các mẫu trên kính hiển vi quang học được thể hiện như trên hình 1. Hình 1a cho thấy, mẫu ban đầu được cung cấp ở dạng phôi cán bao gồm tổ chức mactensit và ferit. Việc quan sát được tổ chức mactensit xuất hiện có thể do nguyên nhân xuất phát từ đặc điểm thành phần hóa học của thép này. Đây là loại thép có hàm lượng nguyên tố hợp kim trong thành phần rất lớn (bảng 1) nên dẫn đến hệ quả làm cho vận tốc nguội tới hạn (V_{th}) của thép rất nhỏ (khoảng 0,00215°C/s - tính toán bằng phần mềm JMatPro). Do đó, việc truyền nhiệt vào môi trường xung quanh trong quá trình cán cũng đủ để làm xuất hiện một phần mactensit trong tổ chức.



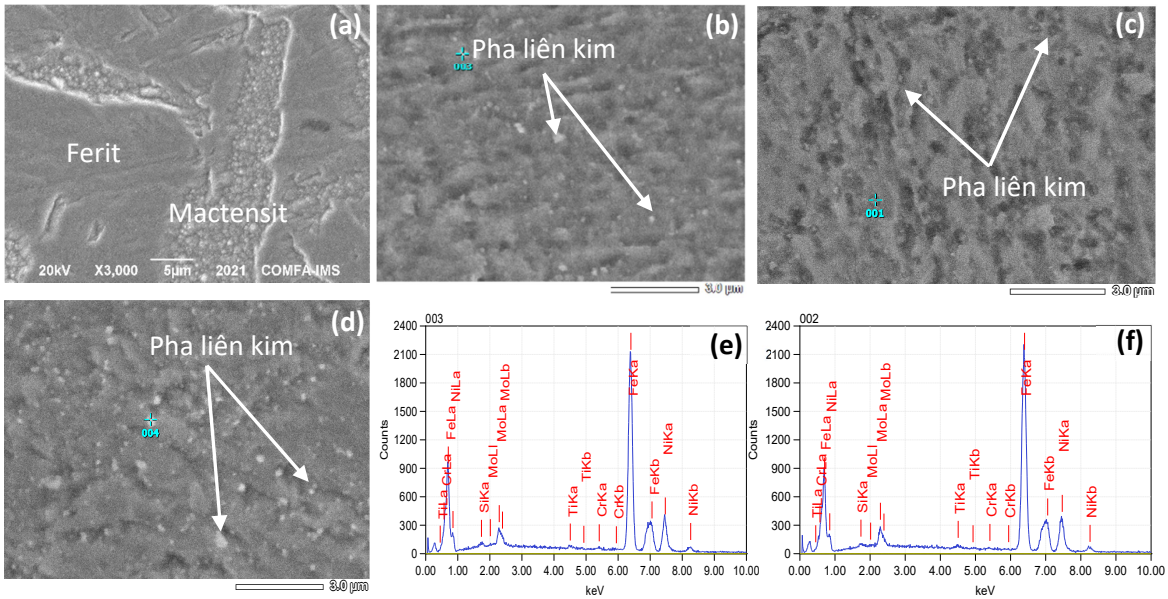
Hình 1. *Ảnh tổ chức tế vi của các mẫu thép ở độ phóng đại x500:*
(a) mẫu ban đầu; (b) mẫu sau tôi; (c) mẫu sau tôi và hóa già trong 2 giờ;
(d) mẫu sau tôi và hóa già trong 4 giờ và (e) mẫu sau tôi và hóa già trong 6 giờ

Ảnh tổ chức mẫu sau tôi (hình 1b) chỉ ra có sự khác biệt với mẫu ban đầu khi mà mật độ và số lượng các thanh mactensit hình kim tăng lên rõ rệt. Tuy nhiên, sự thay đổi về tổ chức rõ ràng nhất thực sự chỉ khi quan sát trên các mẫu sau hóa già (hình 1c-e). Trên hình ảnh quang học đối với mẫu sau hóa già, các pha liên kim tiết ra dưới dạng các hạt màu sáng phân bố trên nền mactensit. Sự phân bố khá đồng đều trên tất cả các mẫu nhưng lại thể hiện đã có sự khác nhau đáng kể về kích thước hạt nhận được. Với mẫu hóa già ở thời gian lâu hơn, quá trình phát triển động học dẫn đến kích thước các hạt màu sáng có xu hướng tăng theo. Mặc dù vậy, do sự hạn chế về giới hạn kỹ thuật đối với mức độ phóng đại của kính hiển vi quang học đã làm cho việc quan sát và đánh giá ảnh hưởng của thời gian hóa già đến kích thước hạt tiết pha hóa bền cũng chưa thực sự rõ ràng. Vì lý do này, các mẫu sau đó cũng được mang đi quan sát dưới kính hiển vi điện tử quét với độ phóng đại cao hơn được trình bày sau đây.

3.2. Kết quả SEM và EDX

Để làm rõ hơn nhận định có sự tiết pha hóa bền, các mẫu cũng được mang đi quan sát dưới kính hiển vi điện tử quét với độ phóng đại cao hơn. Kết quả như thể hiện trên hình 2. Hình 2a là

ảnh tổ chức của mẫu ở trạng thái ban đầu bao gồm các thanh mactensit xen kẽ với các vùng ferit. Không thấy có sự xuất hiện của các hạt màu sáng (pha liên kim) trong tổ chức.



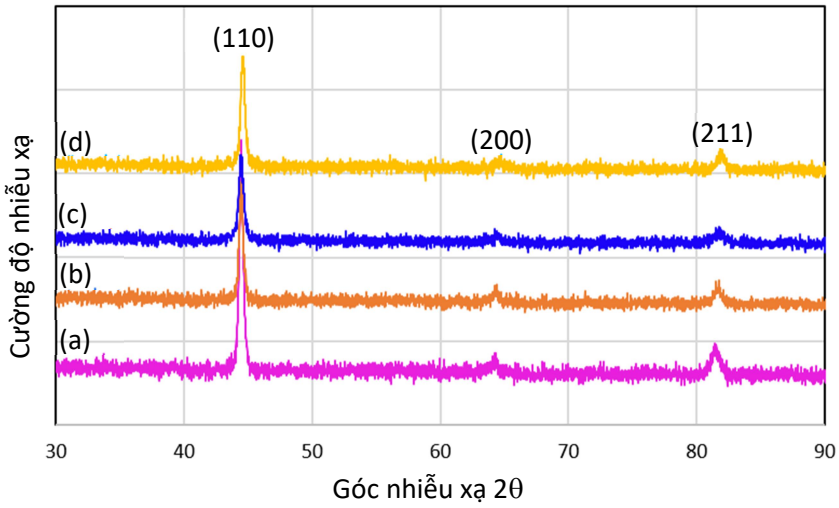
Hình 2. *Ảnh tổ chức tế vi của các mẫu thép: (a) mẫu ban đầu; (b) mẫu sau tôi và hóa già trong 2 giờ; (c) mẫu sau tôi và hóa già trong 4 giờ; (d) mẫu sau tôi và hóa già trong 6 giờ; (e) và (f) lần lượt theo thứ tự là phổ EDX của các điểm kiểm tra 003 và 004*

Với các mẫu sau hóa già (hình 2b-d), sự xuất hiện các hạt pha hóa bền (hạt màu sáng) đã chứng minh có sự thay đổi rõ rệt về tổ chức thép sau xử lý nhiệt so với mẫu ban đầu. Trên tất cả các mẫu sau hóa già, các hạt pha liên kim đều được tiết ra dày đặc và phân bố khá đồng đều. Tuy nhiên, hình ảnh cũng cho thấy kích thước các hạt màu sáng đã có sự khác nhau khá rõ nét khi thời gian hóa già thay đổi. Kết quả quan sát trên ảnh SEM chỉ ra rằng: trong khoảng thời gian nghiên cứu, thời gian hóa già tăng làm tăng kích thước của các hạt pha liên kim tiết ra trong quá trình hóa già. Ở thời gian hóa già ngắn (2 giờ - hình 2b), pha hóa bền tiết ra là những hạt nhỏ mịn li ti phân bố đều trên nền mactensit. Xu hướng gia tăng kích thước hạt thể hiện rõ rệt khi so sánh các hạt màu sáng của các mẫu sau hóa già tại 4 giờ (hình 2c) và sau 6 giờ (hình 2d). Xu hướng này có được là do, việc duy trì thời gian hóa già tăng lên sẽ làm tăng xu hướng sát nhập các hạt pha liên kim cũng như kéo dài quá trình phát triển hạt. Do đó kết quả dẫn đến làm tăng kích thước hạt. Trong nghiên cứu này, các tác giả cũng đã thực hiện việc kiểm tra EDX trên các hạt tiết pha hóa bền. Kết quả EDX (hình 2e-f) cho thấy: các hạt màu sáng thực sự là các hạt của pha liên kim được sinh ra trong quá trình hóa già.

3.3. Kết quả XRD

Kiểm tra nhiễu xạ Rơn ghen đối với mẫu ban đầu và sau hóa già cũng đã được tiến hành, kết quả như thể hiện trên hình 3. Các đỉnh nhiễu xạ chính lần lượt theo thứ tự từ góc nhiễu xạ thấp lên cao được xác định là (110), (200) và (211). Đây chính là các đỉnh nhiễu xạ đặc trưng của sắt alpha (Fe_α). Mặc dù vậy, không quan sát thấy có sự xuất hiện vạch nhiễu xạ đặc trưng của các pha liên kim tiết ra trong quá trình hóa già. Điều này có thể do hàm lượng các pha này vẫn còn khá bé nên tín hiệu Rơn ghen không đủ để xác nhận. Với mẫu ban đầu (hình 3a), kết quả XRD cũng đã phản ánh được tổ chức thép như khẳng định trong phần kết quả khi quan sát dưới kính hiển vi quang học bao gồm mactensit và ferit. Với các mẫu sau hóa già (hình 3b-d), thời gian hóa già tăng có xu hướng làm dịch chuyển các vạch nhiễu xạ chính tương ứng với mặt (110) và (211) di chuyển dần sang phía phải (theo chiều tăng góc nhiễu xạ 2θ). Điều này là do khi tăng thời gian

hóa già, các nguyên tố hợp kim đang hòa tan trong mactensit có xu hướng di chuyển nhiều hơn ra khỏi nền. Kết quả là làm giảm mức độ xô lệch mạng và giảm hằng số mạng tinh thể. Hệ quả là làm tăng góc nhiễu xạ 2θ.

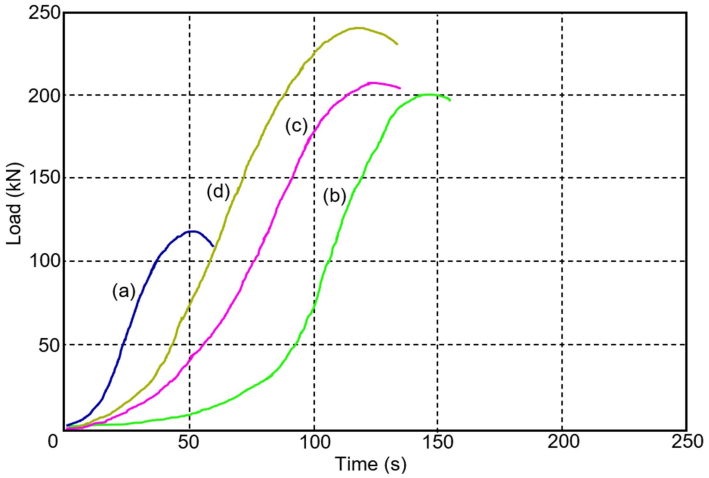


Hình 3. *Kết quả XRD của các mẫu thép: (a) mẫu ban đầu; (b) mẫu sau tôi và hóa già trong 2 giờ; (c) mẫu sau tôi và hóa già trong 4 giờ; (d) mẫu sau tôi và hóa già trong 6 giờ;*

Hệ quả trên cũng củng cố thêm khẳng định khi thời gian hóa già tăng, lượng nguyên tố hợp kim di chuyển ra khỏi mactensit sẽ nhiều hơn để hình thành các pha liên kim. Hệ quả là làm tăng kích thước các hạt pha liên kim như đã khẳng định trong mục kết quả SEM phía trên.

3.4. Kết quả thử độ bền kéo

Ảnh hưởng của thời gian hóa già đến độ bền kéo được thể hiện như trên hình 4 và bảng giá trị độ bền kéo của các mẫu như trong bảng 2.



Hình 4. *Kết quả thử độ bền kéo của các mẫu thép: (a) mẫu ban đầu; (b) mẫu sau tôi và hóa già trong 2 giờ; (c) mẫu sau tôi và hóa già trong 4 giờ; (d) mẫu sau tôi và hóa già trong 6 giờ;*

Bảng 2. *Giá trị độ bền kéo của các mẫu thử*

Ký hiệu mẫu	**(a)**	**(b)**	**(c)**	**(d)**
Giá trị bền kéo (MPa)	1034	2030	2070	2210

Kết quả so sánh giá trị độ bền kéo giữa các mẫu cho thấy: thép maraging sau khi áp dụng quy trình nhiệt luyện (tôi và hóa già) cho phép cải thiện được độ bền kéo rõ rệt. Điều này là do có sự tiết pha liên kim hóa bền trong quá trình hóa già, sự có mặt của các hạt liên kim này có tác dụng tốt trong quá trình cản trở chuyển động của lệch khi biến dạng. Qua đó nâng cao được độ bền kéo. Thời gian hóa già cũng đã chỉ ra mức độ ảnh hưởng đến độ bền của thép. Trong khoảng thời gian nghiên cứu, thời gian tăng đã làm tăng số lượng, kích thước các hạt pha liên kim tiết ra và có tác dụng tăng mạnh độ bền. Giá trị độ bền kéo đạt được lớn nhất trong điều kiện nghiên cứu là 2210 MPa khi mẫu thép được mang đi hóa già trong thời gian 6 giờ.

4. Kết luận

Thép maraging (03Ni18Co9Mo5TiAl) có thể áp dụng quy trình xử lý nhiệt bao gồm tôi ở 830^{o}C sau đó hóa già ở 490^{o}C để cải thiện được độ bền kéo.

Thời gian hóa già có ảnh hưởng đến giá trị độ bền. Trong khoảng thời gian hóa già từ 2 giờ đến 6 giờ, thời gian tăng làm tăng độ bền. Thép maraging (03Ni18Co9Mo5TiAl) đã đạt được giá trị độ bền kéo lớn nhất tại 2210 MPa ứng với thời gian hóa già 6 giờ.

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

[1] S. Dehgahi, R. Alaghmandfard, J. Tallon, A. Odeshi, and M. Mohammadi, "Microstructural evolution and high strain rate compressive behavior of as-built and heat-treated additively manufactured maraging steels," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 815, 2021, Art. no. 141183.

[2] S. H. Hong, S. Y. Ha, G. Song, *et al.,* "Correlation between micro-to-macro mechanical properties and processing parameters on additive manufactured 18Ni-300 maraging steels," *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 960, 2023, Art. no. 171031.

[3] S. Zhang, N. Zhou, C. Ma, J. Liu, S. Liu, and R. D. K. Misra, "Simultaneous enhancement of strength and hydrogen embrittlement resistance of laser-powder bed fusion maraging steel via long-term low-temperature aging," *Corrosion Science*, vol. 223, 2023, Art. no. 111440.

[4] A. P. Mouritz, *Introduction to Aerospace Materials*, Woodhead Publishing, 2012, pp. 232-250.

[5] F. Habiby, A. U. Haq, and A. Q. Khan, "The Properties and Applications of 18% Nickel Maraging Steels," *Materials Technology*, vol. 9, no. 11, pp. 246-252, 1994.

[6] F. Cajner, D. Landek, and V. Leskovšek, "Surface modifications of maraging steels used in the manufacture of moulds and dies," *Materiali in tehnologije*, vol. 44, no. 1, pp. 85-91, 2010.

[7] X. M. Mei, Y. Yan, and L. Qiao, "Research on hydrogen embrittlement behavior of L-PBF 18Ni(300) maraging steel by experiments and numerical simulations," *Acta Materialia*, vol. 256, 2023, Art. no. 119141.

[8] M. K. Banerjee, "Heat Treatment of Commercial Steels for Engineering Applications," *Comprehensive Materials Finishing*, vol. 2, pp. 180-213, 2017.

[9] S. Kolomy, J. Sedlak, J. Zouhar, M. Slany, M. Benc, D. Dobrocky, I. Barenyi, and J. Majerik, "Influence of Aging Temperature on Mechanical Properties and Structure of M300 Maraging Steel Produced by Selective Laser Melting," *Materials*, vol. 16, no. 3, 2023, Art. no. 977

[10] H. M. Zhu, J. W. Zhang, J. P. Hu, M. N. Ouyang, and C. J. Qiu, "Effects of aging time on the microstructure and mechanical properties of laser-cladded 18Ni300 maraging steel," *Journal of Materials Science*, vol. 56, no. 17, pp. 8835-8847, 2021.

[11] J. M. Pardal, S. Tavares, M. C. Fonseca, and M. R. Silva, “Influence of temperature and aging time on hardness and magnetic properties of the maraging steel grade 300,” *Journal of Materials Science*, vol. 42, no. 7, pp. 2276-2281, 2007.