

Ảnh hưởng của các thông số nhiệt luyện của kỹ thuật tinh giới đến tổ chức và tính chất của thép không gỉ 316L

Trần Văn Nghĩa^{1*}, Trần Danh Tú¹, Đinh Xuân Hùng²

¹Học viện Kỹ thuật Quân sự, Số 236 Hoàng Quốc Việt, Bắc Từ Liêm, Hà Nội;

²Công ty TNHH Một thành viên Chiến Thắng, Đông Anh, Hà Nội.

*Email: Nghiatv@lqdtu.edu.vn

Nhận bài: 11/5/2023; Hoàn thiện: 14/7/2023; Chấp nhận đăng: 10/10/2023; Xuất bản: 25/10/2023.

DOI: <https://doi.org/10.54939/1859-1043.j.mst.90.2023.150-155>

TÓM TẮT

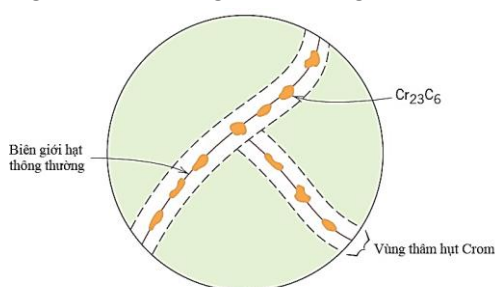
Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả đã sử dụng kỹ thuật tinh giới như một giải pháp công nghệ để cải thiện tính năng chống ăn mòn của thép không gỉ 316L. Mẫu thép sau khi được xử lý theo kỹ thuật tinh giới sẽ tạo ra một lượng lớn song tinh (một dạng điển hình của biên giới hạt góc nhỏ) từ đó có tác dụng cải thiện tính năng chống ăn mòn tinh giới của thép không gỉ 316L. Với lượng biến dạng lựa chọn 10%, kết quả thí nghiệm chỉ ra rằng: ở nhiệt độ 1150 °C và thời gian giữ nhiệt 30 phút, mẫu thép sau xử lý có khả năng chống ăn mòn tốt hơn so với mẫu thép chưa qua xử lý, đồng thời cũng là mẫu thép có khả năng chống ăn mòn tốt nhất so với các mẫu thí nghiệm được xử lý ở các điều kiện tham số khác.

Từ khoá: Thép không gỉ 316L; Kỹ thuật tinh giới; Ăn mòn tinh giới; Song tinh.

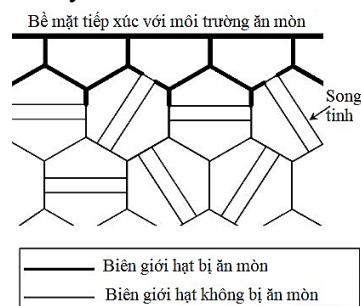
1. MỞ ĐẦU

Hiện tượng ăn mòn tinh giới đối với các loại thép không gỉ đã trở thành một trong những trở ngại chính của việc mở rộng ứng dụng của loại thép này trong thực tế sản xuất. Sự ăn mòn tinh giới thường xảy ra tại những điểm có mật độ khuyết tật lớn như các giao điểm của các đường biên giới hạt, nhất là ở nhiệt độ cao khoảng 450 ~ 500 °C [1-4].

Cơ chế ăn mòn tinh giới do Bain đưa ra dựa trên mô hình về sự thâm hụt Crom ở vùng gần biên giới hạt đã được công nhận rộng rãi như một lý thuyết giải thích cho quá trình ăn mòn tinh giới đối với thép không gỉ Austenit. Khi hàm lượng Crom ở khu vực gần biên giới hạt sụt giảm xuống dưới 12% thì khả năng tạo thụ động bị mất đi, khi đó giữa vùng thâm hụt Crom và vùng biên giới hạt có tập trung nhiều Crom hơn sẽ hình thành một hiệu điện thế ăn mòn (cặp pin galvanic). Do khả năng thụ động đã bị vô hiệu hóa nên vết ăn mòn sẽ lan truyền dọc biên giới hạt để và tạo ra các vết nứt tế vi, các vết nứt tế vi sau đó tiếp tục phát triển dưới tác dụng của môi trường ăn mòn và ứng suất bên ngoài cuối cùng dẫn đến phá hủy.



Hình 1. Cơ chế ăn mòn tinh giới theo mô hình thâm hụt Crom [7].



Hình 2. Cơ chế song tinh chặn đứng sự lan truyền ăn mòn dọc đường biên giới hạt [2].

Để giải quyết vấn đề thâm hụt Crom, một số giải pháp công nghệ đã được áp dụng như giảm hàm lượng Cacbon, thêm các nguyên tố hợp kim tạo Cacbit mạnh, ủ đồng đều hóa hay xử lý bề mặt tạo lớp bảo vệ [4, 7]. Tuy vậy, những giải pháp này chỉ mang tính tạm thời và có khả năng ứng dụng rất hẹp theo từng điều kiện sử dụng.

Kỹ thuật tinh giới (Grain boundary engineering – GBE) được phát triển nhằm giải quyết một cách căn bản vấn đề này. Khái niệm về kỹ thuật tinh giới được đưa ra lần đầu tiên bởi học giả người Nhật là Wantanabe [5, 6]. Nghiên cứu của ông chỉ ra rằng, các đường tinh giới góc nhỏ hay còn được gọi là các biên giới hạt đặc biệt sẽ có tác dụng cản trở sự phát triển của ăn mòn dọc theo đường biên giới hạt thông thường. Trong số các loại hình biên giới hạt đặc biệt này, song tinh là một dạng biên giới hạt đặc biệt phổ biến nhất đối với thép không gỉ Austenit.

Kỹ thuật tinh giới được thực hiện thông qua 2 quá trình cơ bản gồm biến dạng và kết tinh lại, trong đó có các dạng tổ hợp công nghệ chủ yếu gồm biến dạng + ủ thời gian ngắn + nhiệt độ cao, biến dạng + ủ trung bình + nhiệt độ trung bình và biến dạng + ủ thời gian dài + nhiệt độ thấp.

Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn tổ hợp công nghệ gồm biến dạng + ủ thời gian ngắn + nhiệt độ cao để tiến hành nghiên cứu ảnh hưởng của kỹ thuật tinh giới đến tổ chức và tính chất của thép không gỉ 316L, đồng thời đánh giá mức độ cải thiện tính năng chống ăn mòn tinh giới của vật liệu, tạo cơ sở cho các nghiên cứu chuyên sâu tiếp theo.

2. THÍ NGHIỆM

2.1. Vật liệu thí nghiệm

Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả lựa chọn mẫu thí nghiệm là mẫu thép không gỉ Austenit 316L, thành phần hóa học được cho trong bảng 1.

Bảng 1. Thành phần hóa học các nguyên tố chính của thép không gỉ 316L.

Thành phần hóa học, %			
Cr	Ni	Mo	Fe
16,5 – 18,5	10 – 13	2 – 2,5	Còn lại

Mẫu sau khi cắt thành các mẫu nhỏ có kích thước 10 mm x 10 mm x 5 mm và tiến hành ủ đồng đều hóa ở nhiệt độ 1050 °C, thời gian giữ nhiệt 60 phút, sau đó làm nguội trong nước đá. Ký hiệu các mẫu thí nghiệm được cho trong bảng 2.

Bảng 2. Quy tắc đánh số các mẫu thí nghiệm.

Ký hiệu mẫu	Tham số công nghệ		
	Nhiệt độ ủ/°C	Thời gian ủ/min	Mức độ cán/%
M0	-	-	Mẫu gốc
M1	1050	60	Không cán
M1050-60	1050	60	10
M1100-60	1100	60	10
M1150-60	1150	60	10
M1150-30	1150	30	10
M1150-90	1150	90	10

Tổ chức tế vi của mẫu thép sau khi ủ đồng đều hóa được cho trong hình 1.



Hình 3. Tổ chức của mẫu thép không gỉ 316L sau khi ủ đồng đều hóa.

2.2. Thiết bị thí nghiệm

Trong nghiên cứu này, nhóm tác giả đã sử dụng các thiết bị gồm có: Máy cán tiểu hình (Việt

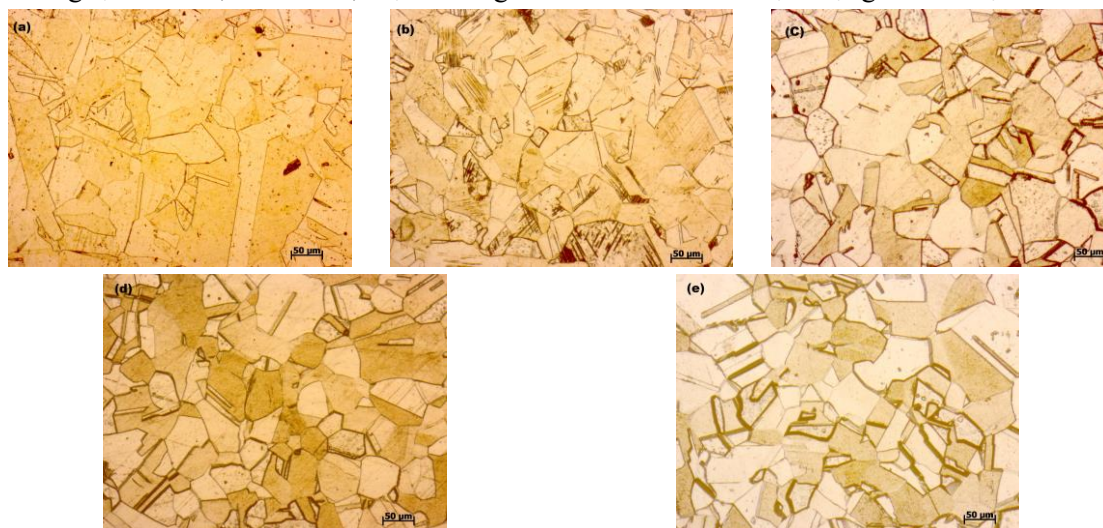
Nam), Lò nhiệt luyện Nabertherm N31/H, Máy đánh bóng mẫu Metaserv 2000, Kính hiển vi Axiovert 25CA tại phòng Thí nghiệm bộ môn Vật liệu và Công nghệ Vật liệu, HVKTQS; Thiết bị thử nghiệm độ ăn mòn Autolab tại Viện Hóa học Vật liệu, Viện KHCNQS.

3. KẾT QUẢ VÀ THẢO LUẬN

3.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý theo kỹ thuật tinh giới đến tổ chức và tính chất của thép không gỉ 316L

Kết quả phân tích tổ chức tế vi của các mẫu thép được ủ kết tinh lại ở các nhiệt độ khác nhau được cho trong hình 4, từ hình 4 có thể nhận thấy, khi nhiệt độ ủ tăng, quá trình kết tinh lại xảy ra càng triệt để hơn, tổ chức sau ủ nhỏ mịn hơn so với tổ chức mẫu gốc, nhiệt độ càng cao thì tổ chức tế vi dần chuyển từ dạng hạt lớn sang dạng hạt đẳng trục. Tuy vậy, khi nhiệt độ ủ tăng đến 1150 °C, thời gian ủ 60 phút thì từ hình 4.e có thể thấy, các hạt đã lớn hơn và một số hạt không còn dạng đẳng trục nữa. Sở dĩ có hiện tượng này là bởi vì ở nhiệt độ cao, thời gian giữ nhiệt 60 phút là tương đối dài, quá trình kết tinh lại lần 1 đã hoàn thiện, nhưng do tiếp tục giữ nhiệt nên một số hạt sẽ lớn lên (kết tinh lại lần 2).

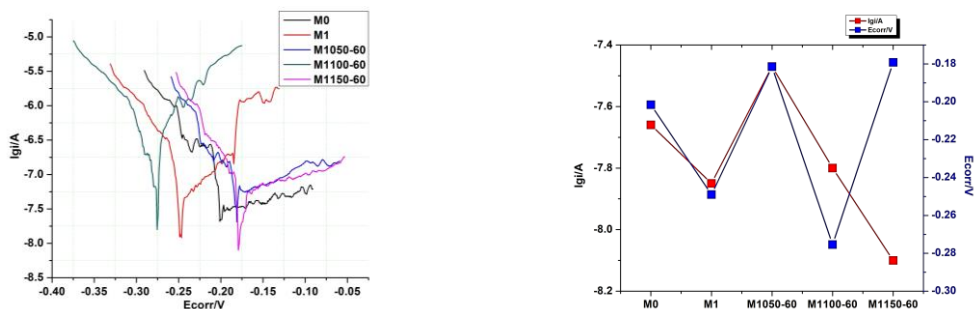
Kết quả phân tích tế vi cũng cho thấy, các mẫu sau khi ủ kết tinh lại đã hình thành một lượng đáng kể các tinh thể song tinh, hơn nữa, số lượng tinh thể song tinh tạo ra sẽ tăng theo nhiệt độ ủ. Tương tự như trên, ở hình 4.e, một số song tinh đã biến mất do hiện tượng kết tinh lại lần 2.



Hình 4. Tổ chức tế vi của mẫu thép không gỉ 316L sau khi ủ kết tinh lại ở các nhiệt độ khác nhau: a) Mẫu M0; b) Mẫu M1; c) Mẫu M1050-60; d) Mẫu M1100-60; e) Mẫu M1150-60.

Kết quả kiểm tra tính năng chống ăn mòn của các mẫu thép sau xử lý ở các điều kiện nhiệt độ khác nhau được cho trong hình 5. Kết quả thí nghiệm chỉ ra rằng, khi nhiệt độ tăng lên, tính năng chống ăn mòn của thép có xu hướng dần được cải thiện, từ hình 6b có thể thấy, cường độ dòng ăn mòn giảm dần khi tăng nhiệt độ ủ, trong khi đó điện thế bắt đầu xảy ra ăn mòn có sự thay đổi khá lớn, khi ủ thép ở nhiệt độ 1150 °C và giữ nhiệt 60 phút sẽ cho kết quả chống ăn mòn tốt nhất so với các mẫu còn lại. Điều này là do ở nhiệt độ cao, thời gian giữ nhiệt dài như đã phân tích ở trên, các hạt tinh thể xảy ra quá trình kết tinh lại lần hai, làm giảm số lượng các hạt tinh thể cũng như số lượng các đường biên giới hạt thường, tuy số lượng song tinh cũng giảm đi nhưng tỷ lệ các song tinh xuyên hạt tăng lên, làm cho khả năng chặn đứng sự lan truyền ăn mòn cũng tăng theo, kết quả là khả năng chống ăn mòn được vẫn được cải thiện.

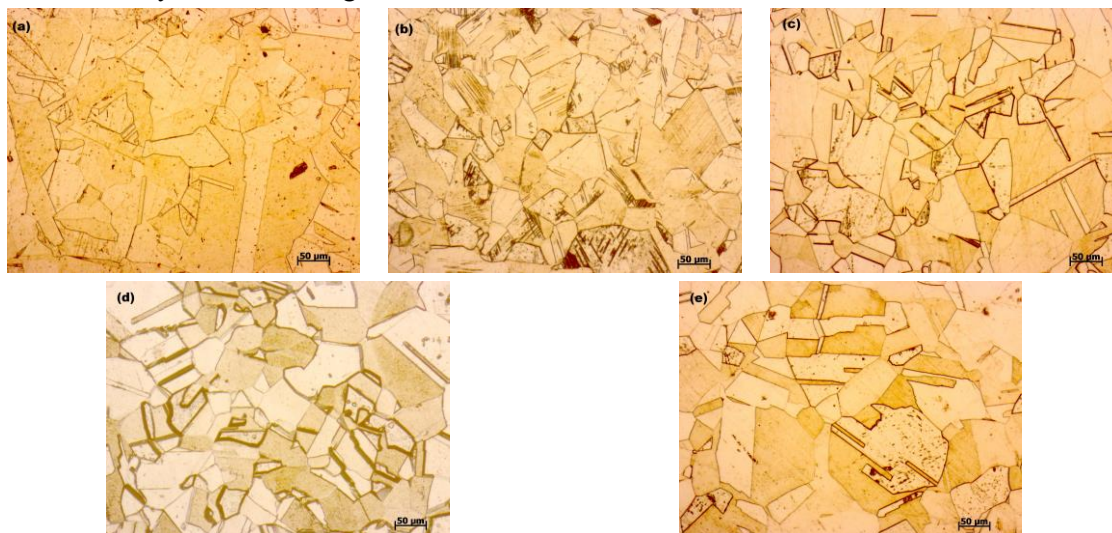
Ở nhiệt độ 1150 °C, giữ nhiệt 60 phút, quá trình kết tinh lại đã hoàn thiện và có được kết quả chống ăn mòn tốt nhất. Do vậy, nhiệt độ 1150 °C được lựa chọn để thực hiện nghiên cứu tiếp theo về ảnh hưởng của thời gian giữ nhiệt đến hiệu quả của kỹ thuật tinh giới.



Hình 5. Kết quả phân tích tính năng chống ăn mòn của thép không gỉ 316L sau khi ủ kết tinh lại ở các nhiệt độ khác nhau.

3.2. Ảnh hưởng của thời gian xử lý theo kỹ thuật tinh giới đến tổ chức và tính chất của thép không gỉ 316L

Khi ủ kết tinh lại các mẫu thép với các chế độ thời gian ủ khác nhau, tổ chức tế vi của các mẫu sau xử lý được cho trong hình 6.



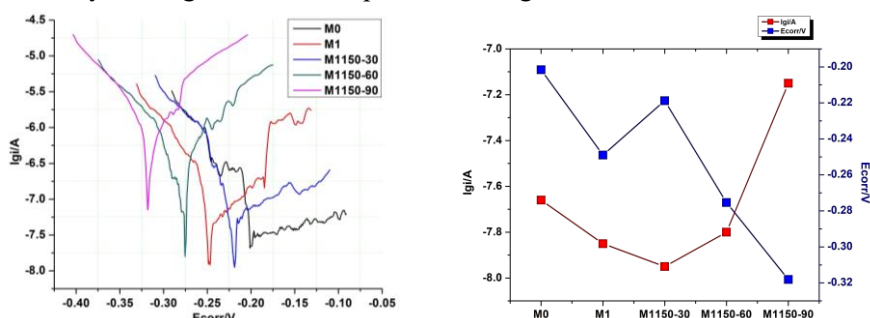
Hình 6. Tổ chức tế vi của mẫu thép không gỉ 316L sau khi ủ kết tinh lại với các thời gian giữ nhiệt khác nhau: a) Mẫu M0; b) Mẫu M1; c) Mẫu M1150-30; d) Mẫu M1150-60; e) Mẫu M1150-90.

Có thể thấy rằng, khi giữ nhiệt với thời gian 30 phút (hình 6c) và 60 phút (hình 6d), quá trình kết tinh lại đã xảy ra, các hạt tinh thể có kích thước tương đối đồng đều và độ hạt là nhỏ nhất. Nếu thời gian giữ nhiệt tăng lên 90 phút, có thể thấy một số hạt tinh thể đã phát triển là lớn át các hạt xung quanh, tạo ra tổ chức với các hạt tinh thể có đường kính khác nhau, nghĩa là đã xảy ra quá trình kết tinh lần hai. Kết quả phân tích kiểm tra tính năng chống ăn mòn của các mẫu ủ với các thời gian khác nhau khi so sánh với mẫu gốc cũng như mẫu không cán được cho trong hình 7.

Kết quả kiểm tra chỉ ra rằng, các mẫu ủ giữ nhiệt 30 phút và 60 phút có tính năng chống ăn mòn tốt hơn so với mẫu gốc cũng như mẫu không cán. Tuy vậy, có thể thấy rằng, đối với mẫu ủ giữ nhiệt 30 phút, cường độ dòng ăn mòn là nhỏ nhất, trong khi đó điện thế ăn mòn là dương nhất, cả hai giá trị này đều xác nhận rằng, khả năng chống ăn mòn của mẫu ủ ở 1150 °C với thời gian giữ nhiệt 30 phút cho kết quả tốt nhất.

Từ kết quả phân tích tổ chức tế vi đối với mẫu ủ 30 phút và 60 phút có thể thấy, ngay cả khi tổ chức tế vi của hai mẫu thí nghiệm không có nhiều khác biệt thì kết quả kiểm tra ăn mòn cũng cho thấy sự khác biệt tương đối rõ rệt. Điều này một lần nữa khẳng định vai trò quan trọng của các đường biên giới hạt góc nhỏ, những đường biên giới hạt đặc biệt này không thể quan sát

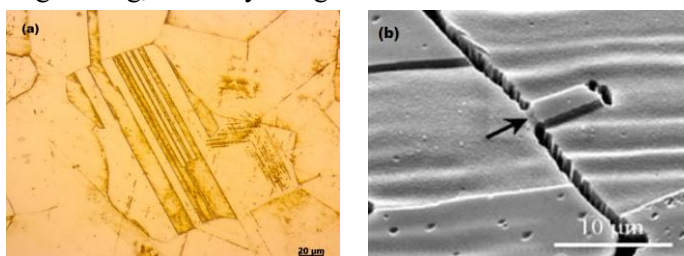
bằng các thao tác kiểm tra hiển vi quang học thông thường mà cần sử dụng các phương pháp hiển vi điện tử chuyên dụng để tiến hành quan sát, thống kê.



Hình 7. Kết quả phân tích tính năng chống ăn mòn của thép không gỉ 316L sau khi ủ kết tinh với các thời gian giữ nhiệt khác nhau.

3.3. Cơ chế hình thành song tinh giúp cải thiện tính năng chống ăn mòn tinh giới của thép không gỉ 316L

Song tinh là một dạng biên giới hạt góc nhỏ, ở đó sự liên kết giữa hai mặt tinh thể với nhau thường ở dạng liên mạng hoặc bán liên mạng, xô lệch mạng nhỏ, khuyết tật ít, khả năng hoạt hóa của các nguyên tử tại các đường biên giới song tinh không cao, ít có khả năng tham gia phản ứng hóa học (ăn mòn), do vậy, song tinh có thể ngăn chặn được sự lan truyền của các đường ăn mòn dọc biên giới hạt thông thường, như thấy trong hình 8.



Hình 8. Cơ chế tinh thể song tinh cắt đứt sự lan truyền ăn mòn dọc đường biên giới hạt tinh thể: a) Ảnh tế vi được thực hiện bởi nghiên cứu; b) Song tinh được hình thành trên mẫu thép 304L sau ủ kết tinh lại [3].

Một điểm đáng chú ý là, sau khi ủ kết tinh lại, đối với các loại vật liệu có dạng cấu trúc lập phương tâm mặt, một lượng lớn song tinh sẽ được hình thành. Tuy nhiên, không phải tất cả song tinh được tạo ra đều có đóng góp vào quá trình ngăn chặn sự lan truyền của các đường ăn mòn dọc biên giới hạt, mà chỉ có những tinh thể song tinh cắt ngang các đường biên giới, hay còn gọi là các song tinh xuyên hạt mới có tác dụng cải thiện tính năng chống ăn mòn tinh giới của vật liệu.

Để thống kê số lượng song tinh (và các dạng biên giới hạt góc nhỏ khác), số lượng song tinh hiệu dụng, cũng như cơ chế chuyển dịch các đường biên giới thường thành các đường biên giới hạt góc nhỏ trong quá trình ủ kết tinh lại thì cần có các phương pháp nghiên cứu hiện đại hơn như sử dụng phương pháp phân tích điện tử tán xạ ngược - EBSD và một số phương pháp khác.

4. KẾT LUẬN

Thực hiện các bước quy trình công nghệ của kỹ thuật tinh giới đối với thép không gỉ 316L, một lượng lớn biên giới hạt góc nhỏ đặc trưng đã được tạo ra giúp cải thiện đáng kể tính năng chống ăn mòn tinh giới của thép.

Ở điều kiện công nghệ với mức biến dạng 10%, nhiệt độ ủ 1150 °C, giữ nhiệt 30 phút, mức độ cải thiện về tính năng chống ăn mòn của thép là rõ rệt nhất. Điều này có được là do số lượng song tinh hiệu dụng tạo ra đối với điều kiện công nghệ này là lớn nhất.

Kết quả đạt được cho thấy, kỹ thuật tinh giới có thể được áp dụng để giúp cải thiện tổ chức, tính chất của thép không gỉ Austenit nói chung và thép không gỉ 316L nói riêng, khả năng ứng dụng thực tế là rất rõ ràng vì sự đơn giản của quy trình thực hiện.

Tuy vậy, những kết quả nghiên cứu trên đây chỉ là những kết quả nghiên cứu sơ bộ ban đầu, những nghiên cứu chuyên sâu để tìm hiểu về cơ chế của kỹ thuật tinh giới, sự phân bố và diễn tiến của quá trình chuyển dịch các đường biên giới hạt ở các điều kiện công nghệ khác nhau hay tỷ số hiệu dụng của các đường biên giới đặc biệt phụ thuộc như thế nào vào mỗi điều kiện công nghệ cần áp dụng những phương pháp kiểm tra vật liệu chuyên sâu hơn.

Kỹ thuật tinh giới theo nghĩa rộng là kỹ thuật điều khiển tinh giới, nếu các đường biên giới hạt tinh thể của các vật liệu đa tinh thể được khống chế, điều khiển chuyển dịch theo mong muốn, thì có thể làm thay đổi hoàn toàn tổ chức, tính chất của loại vật liệu, từ đó có thể cải thiện rõ rệt khả năng ứng dụng của vật liệu trong các điều kiện sử dụng thực tế.

Lời cảm ơn: Nhóm tác giả xin trân trọng gửi lời cảm ơn đến quỹ nghiên cứu khoa học cấp cơ sở của Học viện Kỹ thuật Quân sự đã hỗ trợ một phần kinh phí cho nghiên cứu này.

TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1]. Tingguang Liu, Shuang Xia, Bangxin Zhou, Qin Bai, “Three-dimension characteristics of the grain boundary networks of conventional and grain boundary engineered 316LL stainless steel,” *Materials Characterization*, **133**, pp. 61–70, (2017).
- [2]. Zilong Zhang, Shuang Xia, “Effects of 3-D grain boundary geometrical angles and the net normal stress on intergranular stress corrosion cracking initiation in a 316L stainless steel,” *Materials Science & Engineering A*, pp. 52-58, (2019).
- [3]. M. Shimada, H. Kokawa, Z. J. Wang, Y. S. Sato, I. Karibe, “Optimization of grain boundary character distribution for intergranular corrosion resistant 304 stainless steel by twin-induced grain boundary engineering,” *Acta Materialia*, **53**, pp. 2331-2341, (2002).
- [4]. Trần Văn Nghĩa, Phùng Tuấn Anh, “Nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian ủ kết tinh lại đến tính năng chống ăn mòn của thép không gỉ Austenit AISI 304 sau Laser xung kích,” *Tạp chí Khoa học và Công nghệ Hàng hải*, Số 43, pp. 32-38, (2015).
- [5]. V.Randle, “Grain boundary engineering: An overview after 25 years,” *Materials science and technology*, **26(30)**, pp. 253-260, (2012).
- [6]. V.Randle, “Role of grain boundary plane in grain boundary engineering,” *Materials science and technology*, **26(7)**, pp. 253-260, (2010).
- [7]. Callister, “*Materials science and engineering: an introduction; 7th ed.*,” John Wiley & Sons, pp. 644 – 648, (2007).

ABSTRACT

The influence of heat treatment parameters in grain boundary engineering on the microstructure and properties of stainless steel 316L

In this research, the authors used the grain boundary engineering technique as a technological solution to improve the corrosion resistance of stainless steel 316L. The steel sample, after being processed using the grain boundary engineering technique, generates a significant amount of twin boundaries (a typical form of small-angle grain boundaries), which effectively enhances the intergranular corrosion resistance of stainless steel 316L. With a selected deformation amount of 10%, the experimental results indicated that at a temperature of 1150 °C and a holding time of 30 minutes, the processed steel sample exhibited better corrosion resistance compared to the untreated steel sample. Additionally, it showed the highest corrosion resistance among the experimentally processed samples under different parameter conditions.

Keywords: Stainless steel 316L; Grain boundary engineering; Intergranular corrosion; Twin boundaries.