

# آنیل بعد از تغییر شکل سرد فولاد کم کربن فرآوری شده با فورج چند جهتی

ویدا سلیمانی<sup>۱\*</sup>، بیت‌اله اقبالی<sup>۲</sup> و مهرناز روزبهانی<sup>۱</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز

۲- استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند تبریز

\*[vida\\_soleymani@yahoo.com](mailto:vida_soleymani@yahoo.com)

(تاریخ دریافت: ۸۹/۰۴/۰۵، تاریخ پذیرش: ۸۹/۰۶/۲۵)

## چکیده

امروزه شاهد پیشرفت‌های روزافزون در مطالعات مواد فلزی فوق ریزدانه به دلیل خواص مکانیکی قابل توجه نظیر استحکام با داکتیلیته خوب هستیم. در سال‌های اخیر، تکنیک‌های تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD)<sup>۱</sup> برای تولید مواد با مقیاس فوق ریزدانه با خواص قابل توجه به عنوان روشی مفید اهمیت پیدا کرده است. فورج چند جهتی (MDF)<sup>۲</sup> یکی از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید است که مزیت آن بازده بالا و هزینه کم فرآیند است. هدف از این مقاله، بررسی اثر زمان آنیل بر ریزساختار و سختی فولاد کم کربن فوق ریزدانه فرآوری شده با فورج چند جهتی است. نتایج نشان می‌دهد با افزایش زمان آنیل رشد دانه اتفاق می‌افتد و ریزسختی کاهش می‌یابد.

## واژه‌های کلیدی:

تغییر شکل پلاستیک شدید، فورج چند جهتی، زمان آنیل، فولاد فوق ریزدانه.

## ۱- مقدمه

روش‌های مختلف استحکام‌بخشی، ریز کردن اندازه دانه‌های فریت به عنوان روشی کم هزینه و مؤثر شناخته شده است. محققان نشان داده‌اند که با کاهش اندازه دانه‌ها در ساختار نهایی، استحکام افزایش می‌یابد. بنابراین اگر اندازه دانه‌های فریت در فولادهای ساده کربنی را بتوان در حد ۱ میکرون کاهش داد، در این صورت می‌توان انواع فولادهای آلیاژی گران قیمت را با فولادهای ساده کربنی جایگزین کرد [۱، ۲ و ۳].

در سال‌های اخیر روش‌های جدیدی برای فرآوری مواد نانومتری

در صنعت تولید محصولات فلزی، فولادهای کم کربن کاربرد وسیعی دارند. همواره یکی از خواسته‌های تولیدکنندگان این محصولات، استحکام‌بخشی به آنها بدون افت انعطاف‌پذیری و قابلیت جوشکاری آنها بوده است. از جمله روش‌های استحکام‌بخشی در مورد این مواد، می‌توان به اضافه کردن عناصر آلیاژی، عملیات حرارتی بعد از تغییر شکل مانند نرماله کردن، آنیل و همچنین کوئچ و تمپر اشاره کرد. اما امروزه در بین

جدول (۱): ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در این تحقیق.

عناصر	C	Si	Mn	P
درصد وزنی	۰/۰۸۸	۰/۰۰۸	۰/۴۹۶	۰/۰۱۴
عناصر دیگر	S	Al	Fe	
درصد وزنی	۰/۰۲	۰/۰۳۸	۹۹/۲	۰/۱۳۶

به منظور اصلاح ریزساختار غیر همگن نمونه‌هایی به ابعاد  $(l \times w \times t)$  mm  $50 \times 40 \times 32$  برش داده شد. این قطعات در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ دقیقه تحت عملیات آنیل محلولی قرار گرفتند و سپس در دمای محیط از بزرگترین بعد توسط دستگاه پرس هیدرولیک با ظرفیت ۴۵۰ تن تحت تغییر شکل قرار گرفتند. در هر پاس، عملیات فورج تا اعمال کرنش  $\epsilon = 0.5$  به نمونه‌ها صورت گرفت. پس از اتمام فرآیند فورج نمونه‌ها بلافاصله به وسیله آب خنک گردیدند. بعد از پایان هر مرحله با  $90^\circ$  چرخش نمونه‌ها، پروسه تا ۶ پاس متوالی تکرار گردید. جهت بررسی تأثیر آنیل، نمونه‌های تغییر شکل پلاستیک داده شده در ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان‌های مختلف تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفتند. برای بررسی تغییرات ریزساختاری، پس از عملیات سمباده‌زنی و پولیش نمونه‌ها با محلول نایتال اچ شدند و در نهایت ریزساختار توسط میکروسکوپ نوری مورد بررسی قرار گرفت. ریزسختی نمونه‌ها از روش ویکرز و تحت بار اعمالی ۵۰ Kg به دست آمد.

### ۳- نتایج و بحث

در ابتدا و قبل از اعمال تغییر شکل لازم است که فولاد اولیه مورد بررسی قرار گیرد. تصویر میکروسکوپ نوری از ساختار فولاد اولیه در شکل (۱) نشان داده شده است.

همانطور که ملاحظه می‌شود، ریزساختار فولاد اولیه شامل ۹۵/۱ درصد فریت هم‌محور و بدون کرنش با ۴/۹ درصد پرلیت است. بنابراین این فولاد قابلیت تغییر شکل بالایی دارد. توزیع اندازه

و فوق ریزدانه توسعه یافته‌اند که تحت عنوان روش‌های پایین به بالا<sup>۳</sup> و بالا به پایین<sup>۴</sup> شناخته می‌شوند. روش بالا به پایین از طریق تکنیک‌های تغییر شکل پلاستیک شدید (SPD) است که به صورت مستقیم مواد بالک درشت دانه را به مواد فوق ریزدانه و یا نانومتری تبدیل می‌کنند. روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید کرنش پلاستیک قابل توجهی را در دمای اتاق یا بالاتر به نمونه وارد می‌کنند. این تکنیک‌ها می‌توانند برای تولید فولادهای فوق ریزدانه با متوسط اندازه زیر ۱ میکرومتر مورد استفاده قرار گیرند. فورج چند جهتی (MDF) یکی از روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید است که شامل چند مرحله تکرار فورج آزاد است که با تغییر محور اعمال نیرو است. مزیت MDF بازده بالا و هزینه کم فرآیند است [۴ و ۵].

پارامترهای مختلفی بر میزان ریز شدن دانه‌های نهایی تأثیر می‌گذارند که از جمله این پارامترها می‌توان به دمای تغییر شکل، مقدار کرنش، نرخ کرنش، نرخ سرد کردن پس از تغییر شکل، حضور عناصر آلیاژی در ترکیب فولاد و اندازه دانه‌های اولیه اشاره کرد.

عملیات حرارتی پس از تغییر شکل نیز از جمله عوامل مؤثر بر اندازه نهایی دانه‌ها می‌باشد. در این خصوص زمان و دمای آنیل، تأثیر قابل توجهی بر شکل و اندازه دانه‌های نهایی دارند.

در این تحقیق، تأثیر میزان کرنش قبل از آنیل بر تحولات ریزساختاری و خواص مکانیکی مورد بررسی قرار گرفت. سپس تأثیر عملیات حرارتی آنیل در ایجاد ساختار فوق ریزدانه و خواص مکانیکی مورد مطالعه قرار گرفت.

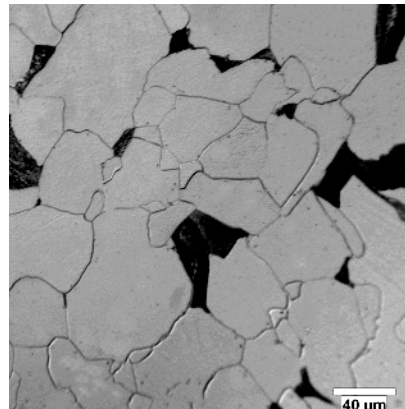
### ۲- روش تحقیق

در این تحقیق از یک نوع فولاد ساده کربنی استفاده شد که ترکیب شیمیایی آن در جدول (۱) نشان داده شده است. بعد از تهیه یک نوع فولاد ساده کربنی، ریزساختار نمونه از لحاظ نوع فازهای تشکیل‌دهنده و کسر حجمی فازها مورد بررسی قرار گرفت.

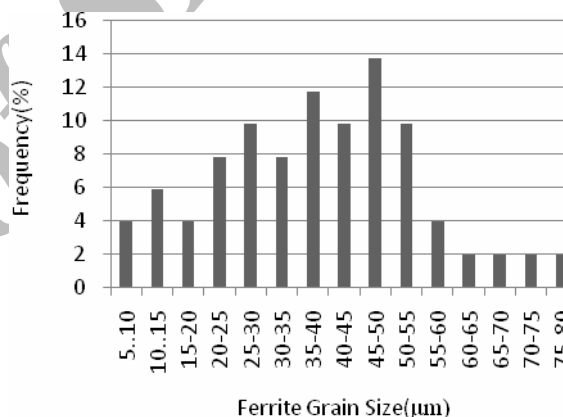
شدن دانه‌های فریتی<sup>۵</sup> در جهت تغییر شکل و ایجاد عيوب شبکه‌ای مانند جنگل‌های نابجایی، حفره‌ها و جاهای خالی اتمی در دانه‌ها می‌شود [۶]. بنابراین همانگونه که اشاره شد، با تغییر شکل و کار سخت شدن فریت، دانسته نابجایی‌ها در آن افزایش می‌یابد [۷]. با فرار گرفتن چنین ریزساختاری در حمام نمک، به تدریج تغییراتی در این دانه‌ها مشاهده می‌شود. به این ترتیب که شکل دانه‌ها از حالت کشیدگی ناشی از اعمال کرنش خارج شده و به صورت دانه‌های هم‌محورتری در می‌آیند. نیروی محرکه این رشد دانه‌ها ناشی از انرژی ذخیره شده در مرز دانه‌ها در نتیجه تغییر شکل است [۸]. در حین آنیل به تدریج طی تبلور مجدد استاتیکی فریت، از درصد حجمی دانه‌های کشیده شده کم شده و در نتیجه در نهایت ساختار هموزنی حاصل می‌شود [۹]. با ادامه فرآیند آنیل، فرآیند رشد در ساختار اتفاق می‌افتد.

شکل (۳) تأثیر عملیات آنیل بر تغییرات ریزساختاری فولاد تغییر شکل یافته تا کرنش ۲/۵ در دمای آنیل ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد و به مدت زمان‌های مختلف آنیل نشان می‌دهد. با آنیل نمونه تغییر شکل یافته به مدت زمان یک دقیقه، دانه‌های هم‌محور با متوسط اندازه دانه تقریباً ۱/۳ میکرومتر در ریزساختار مشاهده می‌شوند. با افزایش زمان آنیل، رشد دانه‌ها اتفاق می‌افتد به طوری که در زمان آنیل ۳ دقیقه متوسط اندازه دانه ۳/۸ میکرومتر می‌رسد. بعد از آنیل به مدت زمان ۳۰ دقیقه متوسط اندازه دانه‌های هم‌محور فریت به ۱۳/۲ میکرومتر می‌رسد. شکل (۴) ریزساختار نمونه آنیل شده به مدت زمان ۱ دقیقه را با وضوح بیشتری نشان می‌دهد.

شکل (۵) تغییرات متوسط اندازه دانه‌های فریت را در حین آنیل در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت زمان‌های مختلف نشان می‌دهد. نتایج رسم اندازه دانه بر حسب زمان آنیل برای کرنش‌های ۱ و ۱/۵ فقط برای بعد از ساختار کاملاً تبلور مجدد یافته رسم شده است. ساختارهای ایجاد شده در مراحل اولیه آنیل مخلوطی از کار سخت شده و ناحیه تبلور مجدد یافته است. بنابراین افزایش متوسط اندازه دانه با زمان آنیل نشان می‌دهد که



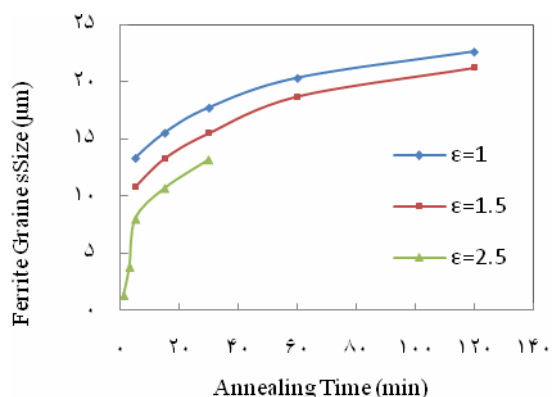
شکل (۱): تصویر میکروسکوپ نوری از ساختار اولیه فولاد مورد آزمون قبل از اعمال MDF.



شکل (۲): توزیع اندازه دانه‌های فریت در ساختار اولیه فولاد مورد آزمون قبل از اعمال MDF.

دانه‌های فریت در ساختار نمونه اولیه در شکل (۲) نشان داده شده است. متوسط اندازه دانه‌های فریت در ساختار اولیه توسط آنالیز تصویر با نرم‌افزار Clemex در حدود ۳۸/۲ میکرون برآورد شده است. ریزسختی این نمونه حدود ۱۱۸ HV اندازه‌گیری شد.

ریزساختار فولادهای کم کربن و کربن متوسط قبل از کار سرد، به صورت کروی شده و یا به صورت فریتی با مقدار کم پرلیت می‌باشد. هر دو این ریزساختارها قابلیت تغییر شکل بالایی دارند. فریت در این ریزساختارها هم‌محور و بدون کرنش است. انجام کار سرد موجب تغییر شکل یا کار سخت شدن فریت و کشیده



شکل (۵): تغییرات نهایی اندازه دانه‌های فریت بر حسب زمان‌های مختلف آنیل در دمای آنیل ۴۰۰°C و مقادیر مختلف کرنش.

### ۳- رشد تدریجی دانه‌ها

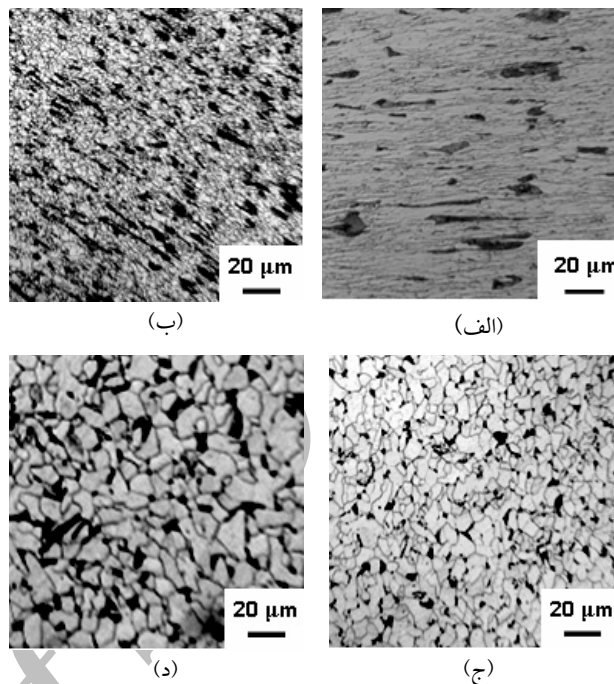
در ابتدا بازیابی در مرحله ۱ عمل می‌کند که تغییری در اندازه دانه اتفاق نمی‌افتد و فقط تنش‌های داخلی در نتیجه مرز دانه‌های غیر تعادلی آزاد می‌شوند. در مرحله ۲ رشد سریع اما محدود اتفاق می‌افتد که نیرو محرکه آن ناشی از غیر هموزن بودن ریزساختار و انرژی مرز دانه‌ها است. در مرحله ۳ آنیل بیشتر باعث رشد معمول دانه‌ها می‌شود [۱۰].

همانطور که در شکل (۵) مشاهده می‌شود، در منحنی اندازه دانه بر حسب زمان آنیل در نمونه تغییر شکل یافته تا کرنش ۲/۵ و آنیل شده به مدت زمان‌های مختلف شاهد ۲ مرحله نهایی هستیم. وقوع مرحله ۲ (رشد سریع) در حدود ۳ دقیقه اتفاق می‌افتد. به طوری که متوسط اندازه دانه از حدود ۳/۸ میکرومتر به ۸ میکرومتر می‌رسد.

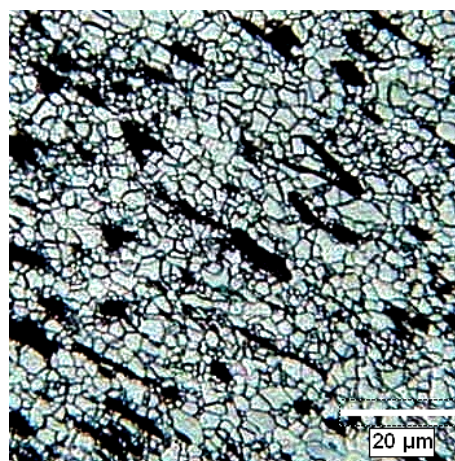
تحت شرایط آنیل ایزوترمال، رفتار رشد دانه از رابطه زیر پیروی می‌کند:

$$d^{1/N} - d_0^{1/N} = k_0 t \cdot \exp(-Q/RT) \quad (1)$$

که در آن  $d$  اندازه دانه بعد از آنیل،  $d_0$  اندازه دانه اولیه،  $N$  توان رشد دانه،  $k_0$  ثابت سینتیکی،  $t$  زمان آنیل و  $Q$  انرژی اکتیواسیون آنیل می‌باشد.  $N$  و  $Q$  هر دو پارامترهای مهم توصیف سینتیک و مکانیزم رشد دانه هستند.  $N$  از رسم منحنی لگاریتم اندازه دانه به لگاریتم زمان آنیل به دست می‌آید. به طور ایده‌آل  $N = 0.5$  در نظر گرفته می‌شود که در این حالت اندازه دانه با زمان آنیل



شکل (۳): ریزساختار فولاد مورد آزمون با تغییر شکل در دمای محیط با کرنش ۲/۵، (الف) در حالت تغییر شکل یافته و آنیل شده در دمای آنیل ۴۰۰°C و زمان آنیل، (ب) ۱ دقیقه، (ج) ۵ دقیقه و (د) ۳۰ دقیقه.



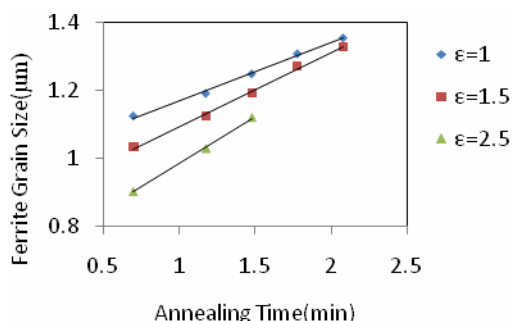
شکل (۴): بزرگنمایی بالاتر شکل (۳-الف).

رشد نرمال، بعد از تبلور مجدد کامل اتفاق می‌افتد.

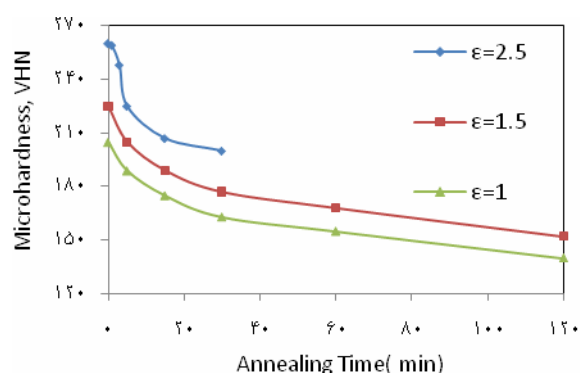
در کرنش‌های بالا منحنی اندازه دانه بر حسب زمان آنیل یک تغییر شاری را نشان می‌دهد. این منحنی دارای ۳ مرحله زیر است:

۱- دوره نهفتگی

۲- یک رشد سریع اما محدود



شکل (۶): لگاریتم اندازه دانه - لگاریتم زمان آئیل در مقادیر مختلف کرنش.



شکل (۷): تغییرات ریزسختی فولاد مورد آزمون بر حسب زمان آئیل در دمای آئیل ۴۰۰°C و مقادیر مختلف کرنش.

بالاست که نیروی محرکه آزاد شدن تنش را حین آئیل ایجاد می‌کنند. در زمان‌های ابتدایی آئیل به خصوص برای نمونه تغییر شکل یافته با کرنش ۲/۵، سختی کاهش قابل توجهی دارد که می‌تواند ناشی از بازیابی و تبلور مجدد که همراه با آزاد شدن تنش‌های داخلی باشد. با افزایش بیشتر زمان آئیل به دلیل اینکه تنش‌های داخلی قبلاً آزاد شده‌اند، تغییر محسوسی در ریزسختی ایجاد نشده است [۱۲].

بررسی‌ها نشان می‌دهد که مطابق رابطه هال - پیچ  $(HV = a + bd^{-1/2})$ ، سختی فولاد با اندازه دانه رابطه معکوس دارد. به طوری که با کاهش اندازه دانه‌ها ریزسختی افزایش می‌یابد. چون در رابطه هال - پیچ فرض بر این است که مرز دانه‌ها به عنوان موانع حرکت نابجایی‌ها عمل می‌کنند. به عنوان نتیجه، نابجایی‌هایی که روی یک سیستم لغزشی می‌لغزند، می‌توانند انباشتگی<sup>۶</sup> نابجایی‌ها را در مرز دانه تشکیل دهند. با

دارای یک رابطه پارابولیک خواهد بود. اما مقادیر مشاهده شده برای مواد به صورت آزمایشگاهی از ۰/۱ تا ۰/۵ تغییر می‌کند. مقدار N فقط زمانی به ۰/۵ افزایش می‌یابد که آئیل در دماهای بالا ( $T/T_m$ ) که در آن  $T_m$  دمای ذوب یا لیکوئیدوس مواد است) اتفاق بیفتد و مقدار عناصر ناخالصی در ترکیب اولیه کم باشد. در واقع مقدار ایده‌آل  $N = 0.5$  فقط در عناصر با خلوص خیلی بالا مثل کادمیم، آهن، قلع و مقادیر بالای  $T/T_m$  است [۶].

مطابق شکل (۵) در تمامی کرنش‌ها با افزایش زمان آئیل، اندازه دانه افزایش می‌یابد. از رابطه (۱) نیز برداشت می‌شود که تحت شرایط آئیل ایزوترمال، اندازه دانه با زمان آئیل نسبت عکس دارد.

با رسم لگاریتم اندازه دانه بر حسب لگاریتم زمان آئیل در شکل (۶) و به دست آوردن معادله بهترین خط عبوری از نقاط مقدار N برای کرنش ۱، ۱/۵ و ۲/۵ به ترتیب برابر ۰/۱۶۹، ۰/۲۱۷ و ۰/۲۷۸ به دست می‌آید که به حد پایین توان اندازه دانه نزدیک هستند، بنابراین رشد دانه آنها کند خواهد بود.

از آنجایی که دمای آئیل ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد در مقایسه با دمای یوتکتیک فولاد نسبتاً پایین است، بنابراین کم بودن توان رشد دانه نسبت به حالت ایده‌آل منطقی است [۱۱]. همچنین از آنجایی که N با انرژی اکتیواسیون طبق معادله (۱) نسبت عکس دارد، بنابراین نتیجه می‌شود که مقدار انرژی اکتیواسیون با افزایش مقدار انرژی ذخیره شده کاهش می‌یابد. از آنجایی که با افزایش میزان کرنش اعمالی مقدار انرژی ذخیره شده افزایش می‌یابد، بنابراین نمونه‌های تغییر شکل یافته با کرنش ۲/۵ جهت رشد نیاز به نیروی محرکه کمتری دارند که توسط مقدار ۰/۲۷۸  $N =$  نیز تأیید می‌شود.

شکل (۷) تغییرات ریزسختی را بعد از آئیل به مدت زمان‌های مختلف برای نمونه‌های تغییر شکل یافته تا کرنش‌های ۱، ۱/۵ و ۲/۵ نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود در تمامی نمونه‌ها با افزایش زمان آئیل سختی کاهش می‌یابد. افزایش قابل توجه سختی در حالت تغییر شکل یافته ناشی از تنش‌های داخلی

## ۵- مراجع

- [1] D. H. Shin and K. T. Park, "Ultrafine Grained Steels Processed by Equal Channel Angular Pressing", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 410- 411, pp. 299-302, 2005.
- [2] N. Tsuchida, H. Masuda, Y. Harada, K. Fukaura, Y. Tomo and K. Nagai, "Effect of Ferrite Grain Size on Tensile Deformation Behavior of a Ferrite-Cementite Low Carbon Steel", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 488, pp. 446-452, 2008.
- [3] K. Mysza, P. D. Hodgson and J. Majta, "Study of the Effect of Grain Size on the Dynamic Mechanical Properties of Microalloyed Steels", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 500, pp. 25-33, 2009.
- [4] T. C. Lowe and R. Z. Valiev, "The Use of Severe Plastic Deformation Techniques in Grain Refinement", *JOM*, 2004.
- [5] R. Z. Valiev, Y. Estrin, Z. Horita and T. G. Langdon, "Producing Bulk Ultrafine Grained Materials by Severe Plastic Deformation", *ProQuest Science Journals*, p. 33-39, 2006.
- [6] C. Suryanarayana, "The Structure and Properties of Nanocrystalline Materials: Issues and Concerns", *JOM*, 2002.
- [7] غ. اکبری، سمپوزیوم فولاد ۷۸، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، ص. ۵۱۵ - ۵۴۴، اردیبهشت ۱۳۷۸.
- [8] F. J. Humphreys and M. Hatherly, "Recrystallization and Related Annealing Phenomena", Pergamon, Chapter 1, pp. 1-10, 1995.
- [9] G. Azevedo, R. Barbosa, E. V. Pereloma and D. B. Santos, "Development of an Ultrafine Grained Ferrite in a Low C-Mn and Nb-Ti Microalloyed Steels after Warm Torsion and Inter-critical Annealing", *Mater. Sci. Eng. A* 402, pp. 98-108, 2005.
- [10] T. Sakai and H. Miura, "Annealing of Deformed Materials Developed by Continuous/Discontinuous Dynamic Recrystallization", *Materials Science Forum*, Vol. 550, pp. 327-332, 2007.
- [11] S. V. Dobatkin, G. A. Salishchev, A. A. Kuznetsov and T. N. Kon'kova, "Submicrocrystalline Structure in Copper after Different Severe Plastic Deformation Schemes", *Materials Science Forum*, Vols. 558-559, pp. 189-194, 2007.
- [12] D. T. Llewellyn and R. C. Hudd, "Low-Carbon Structural Steels", Butterworth-Heinemann, Chapter 2 in the *Handbook of Steels Metallurgy & Applications*, pp. 137-196, 1998.
- [13] M. Chen, En Ma and K. Hemker, "Mechanical Behavior of Nanocrystalline Metals", Chapter 17 in the *Handbook of Nanomaterials*, pp. 497, 2006.

## ۶- پی نوشت

- 1- Severe Plastic Deformation
- 2- Multi-Directional Forging
- 3- Bottom-Up Process
- 4- Top-Down Process
- 5- Pancake
- 6- Pileup

کاهش اندازه دانه‌ها، نابجایی‌های درون شبکه‌ای امکان حرکت و جابجایی نداشته و در نتیجه کار سختی و به تبع آن سختی ناشی از آن افزایش می‌یابد [۱۳]. همانطور که ملاحظه شد با افزایش زمان آنیل، اندازه دانه‌ها افزایش می‌یابد. بنابراین طبق رابطه هال - پیچ سختی کاهش خواهد یافت که توسط ریزسختی‌سنجی نیز تأیید می‌شود. به طوری که طبق شکل (۷) بعد از شروع آنیل ریزسختی فولاد در هر سه کرنش در ابتدا کاهش شدید نشان داده و سپس به صورت تدریجی کاهش یافته است.

همانطور که بیان شد، نتایج سختی‌سنجی نشان می‌دهد که در زمان‌های طولانی آنیل، کاهش تدریجی در سختی وجود دارد. این کاهش تدریجی در سختی نشان می‌دهد که ساختارهای فرآوری شده به وسیله SPD بعد از زمان‌های طولانی آنیل نیز پایدار هستند. حال آنکه در بعضی از گزارشات بیان شده است که ریزساختارهای فرآوری شده به وسیله SPD به دلیل دانسیته بالای نابجایی‌ها از نظر حرارتی ناپایدار هستند [۱۰].

## ۴- نتیجه‌گیری

با آنیل نمونه‌های کار سرد شده به مدت زمان‌های مختلف در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد ریزساختار هم‌محور و یکنواختی از فریت ایجاد می‌شود. این پدیده ناشی از تبلور مجدد استاتیکی در دانه‌های فریت کار سخت شده و رشد نرمال آنها می‌باشد.

هر چه مقدار کرنش قبل از آنیل در نمونه بیشتر باشد، در زمان آنیل یکسان اندازه دانه‌های فریت حاصله ریزتر بوده و ریزسختی نیز بیشتر خواهد بود.

با افزایش زمان آنیل اندازه دانه‌های فریت حاصل بزرگتر شده و ریزسختی کاهش می‌یابد. به طوری که ریزترین اندازه دانه در آنیل نمونه تغییر شکل داده شده با کرنش ۲/۵ در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱ دقیقه حاصل شده و دارای اندازه دانه حدود ۱/۳ میکرومتر است، حداقل ریزسختی ۱۴۰ و بیکرز برای نمونه تغییر شکل داده شده با کرنش ۱ و آنیل شده در دمای ۴۰۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۲۰ دقیقه به دست آمد.