

بررسی عملیات تمپر بر خواص مکانیکی فولاد زنگ نزن سوپر مارتنزیتی 13%Cr

ایمان خیراللهی حسین آبادی^{*}، سعید جبارزارع^۲، سید مسعود صهری^۱، رسول قاسمی^۳، محمد کویتی^۴،
ابراهیم شکرانه^۵

۱- کارشناس ارشد مهندسی مواد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد
اسلامی، نجف آباد، ایران

۲- کارشناس ارشد مهندسی مواد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد
اسلامی، نجف آباد، ایران

۳- کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی شریف، تهران، ایران

۴- کارشناس ارشد، فولاد آلیاژی اصفهان، اصفهان، ایران

۵- کارشناس مهندسی مواد، مرکز تحقیقات مواد پیشرفته، دانشکده مهندسی مواد، واحد نجف آباد، دانشگاه آزاد اسلامی،
نجف آباد، ایران

*Iman.kheirolahi@smt.iaun.ac.ir

(تاریخ دریافت: ۹۳/۰۲/۰۹، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۸/۲۴)

چکیده

به منظور بررسی تأثیر عملیات تمپر بر تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی فولاد زنگ نزن سوپر مارتنزیتی 13%Cr، نمونه‌ها در محدوده دمایی °C ۷۲۰ - ۵۲۰ و محدوده زمانی ۱۰-۳ ساعت تمپر، و سپس سرد شدن در هوا انجام گرفت. پس از عملیات حرارتی، ارزیابی خواص مکانیکی بوسیله آزمون‌های کشش و سختی و بررسی ریزساختار به روش میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی و همچنین ارزیابی میزان آستنیت باقیمانده، توسط پراش اشعه X نمونه‌ها انجام گرفت. نتایج نشان داد خواص مکانیکی مطلوب با عملیات آستنیت در °C ۱۰۵۰ به مدت ۱ ساعت، کوئنچ در آب و عملیات تمپر در °C ۶۰۰ به مدت ۳ ساعت و سرد شدن در هوا بدست می‌آید.

کلمات کلیدی:

فولاد زنگ نزن سوپر مارتنزیتی، تمپر، خواص مکانیکی، آستنیت باقیمانده.

۱- مقدمه

سایش بالا بطور گسترده در صنایع پتروشیمی، دریایی، هوا فضا و صنایع غذایی مورد استفاده قرار می‌گیرند [۱-۴]. ساختار

فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی با توجه به دارا بودن خواص مکانیکی مطلوب، مقاومت به خوردگی مناسب و مقاومت به

شمش به قطر ۳۹۷mm و طول ۲۰۰۰mm تولید گردیده است. ترکیب شیمیایی نمونه مطابق جدول (۱) توسط دستگاه کوانتومتر مدل Fundry Master 2005 تعیین شده است.

جدول (۱): ترکیب شیمیایی فولاد مورد آزمایش بر حسب درصد وزنی

Element	%C	%Cr	%Ni	%Mo	%Si
Content	۰/۰۶۶	۱۱/۵۴	۴/۴۳	۰/۶۹	۰/۴۱
%Mn	%P	%S	%V	%N	%Nb
۰/۶۴	۰/۰۱۷	۰/۰۱۵	۰/۱	۰/۰۴۴	۰/۰۲

آهن‌گری نمونه‌ها در محدوده دمایی °C ۱۱۸۰-۱۱۵۰ انجام گرفته، سپس نمونه‌ها در هواسرد شده و در ادامه آئیل در دمای °C ۷۸۰ به مدت زمان ۲ ساعت انجام گرفته است. فولاد مارتنزیتی با حرارت دادن نمونه‌ها به مدت زمان ۱ ساعت در محدوده پایداری آستنیت در دمای °C ۱۰۵۰ و در ادامه با کوئنچ کردن در آب تولید گردیده است. به منظور بررسی تأثیر درجه حرارت تمپر بر خواص نمونه‌ها و تعیین دمای تمپر بهینه، فرایند تمپر در محدوده دمایی °C ۷۲۰-۵۲۰ و زمان ۳ ساعت انجام شده است. با تعیین درجه حرارت بهینه، تمپر کردن نمونه‌ها در زمان‌های ۶، ۸ و ۱۰ ساعت و سپس سرد کردن در هوا به منظور تعیین زمان تمپر بهینه انجام گرفته است.

بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها با انجام آزمایش کشش مطابق استاندارد DIN-EN10001-2 و سختی سنجی به روش راکول سی انجام گرفته است. بررسی ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری Olympos مدل PMG3 و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل AIS-2100 انجام شده است. برای بررسی فازی ساختار نمونه‌ها و تعیین میزان آستنیت باقیمانده در نمونه‌ها بعد از عملیات تمپر از دستگاه پراش پرتو X مدل PW3710 و تابش پرتو $Cu_{K\alpha}$ استفاده شد. با توجه به رابطه (۱) می‌توان میزان آستنیت باقیمانده در ساختار را تعیین نمود. در این رابطه V_V کسر حجمی آستنیت، I_γ و I_α به ترتیب شدت تفرق اشعه X مربوط به صفحه‌های $(111)_\gamma$ و $(110)_\alpha$ می‌باشد [۱۱].

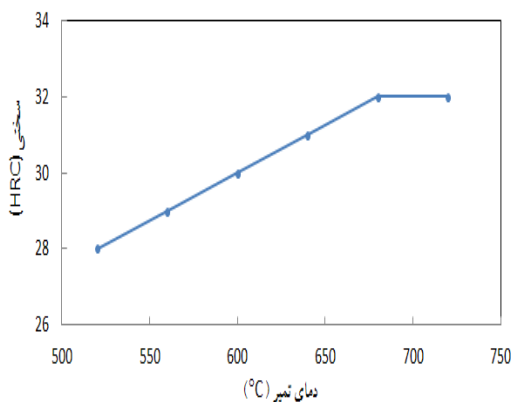
میکروسکوپی این آلیاژها در دمای محیط متشکل از یک زمینه مارتنزیتی با درصد ناچیزی از رسوب‌های ریز کاربیدی و مقداری آستنیت باقیمانده می‌باشد. مقدار آستنیت باقیمانده بسته به درصد کربن، عناصر آستنیت‌زا و شرایط عملیات حرارتی متفاوت خواهد بود [۵]. فاز مارتنزیت عامل اصلی در بهبود خواص مطلوب آلیاژ می‌باشد. در حالیکه افزایش استحکام توأم با تافنس و انعطاف پذیری فولاد منوط به وجود سایر فازها در ساختار همچون ذرات آستنیت باقیمانده و رسوب‌های پراکنده در زمینه می‌باشد. مثلاً توزیع یکنواخت آستنیت باقیمانده بر روی مرزخانه‌های مارتنزیت لایه‌ای، نقش قابل توجهی در بهبود همزمان قابلیت انعطاف پذیری و مقاومت به ضربه فولاد خواهد داشت. دلیل این رفتار ایجاد مارتنزیت همگن با اعمال عملیات تمپر مناسب می‌باشد [۶-۷].

در سال‌های اخیر فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی حاوی نیکل، مولیبدن و نیتروژن با قابلیت مقاومت در برابر خوردگی و انعطاف پذیری مناسب معرفی شده‌اند. عنصر Mo در فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی باعث بهبود مقاومت در برابر خوردگی و بهبود مرحله رسوب‌گذاری کاربید می‌گردد. عنصر آستنیت‌زای قوی Ni با توجه به بهبود شرایط شکل‌پذیری ترکیب‌های بین‌فلزی باعث افزایش چقرمگی شکست، استحکام و مقاومت در برابر خوردگی نمونه می‌گردد. نیتروژن با توجه به اینکه عامل قوی پایدارکننده آستنیت بوده و رسوب‌گذاری کاربیدهای کرم در عملیات تمپر را کنترل کرده، باعث افزایش مقاومت در برابر خوردگی آلیاژ شده و از این نظر می‌تواند جایگزین مناسب برای Ni باشد [۸-۱۰]. در این بررسی تأثیر عملیات تمپر بر خواص مکانیکی فولاد زنگ‌نزن سوپر مارتنزیتی 13%Cr با بررسی خواص مکانیکی و تعیین میزان آستنیت باقیمانده نمونه‌ها انجام گرفته است.

۲- مواد و روش انجام تحقیق

نمونه فولادی مطابق استاندارد ASTM E415 با ذوب کردن مواد اولیه در کوره القایی و ریخته‌گری محصول بصورت

تغییرات سختی نمونه‌های تمپر شده در دماهای متفاوت مطابق شکل (۲) بیانگر افزایش سختی با افزایش دمای تمپر تا حدود دمای ۶۸۰ °C می‌باشد.



شکل (۲): تغییرات سختی نمونه‌های تمپر شده در دماهای متفاوت و زمان ۳ ساعت

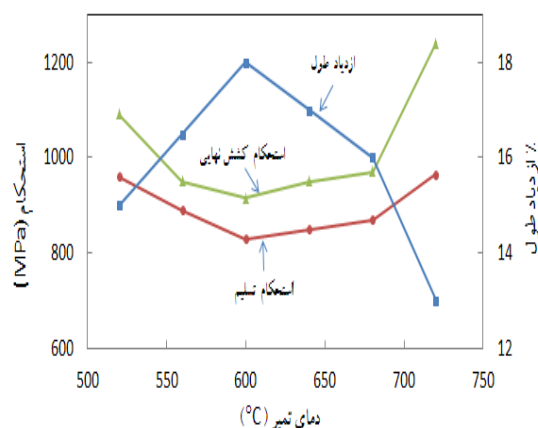
به منظور بررسی دلیل این نوع رفتار از تمامی نمونه‌ها پراش اشعه X گرفته شده است. این نتایج برای دمای ۶۰۰ °C در شکل (۳) و برای تمام دماهای تمپر در شکل (۴) نشان داده شده است. ملاحظه می‌گردد در دمای ۶۰۰ °C فاز کاربید کرم با ترکیب Cr₇C₃ پایدار می‌باشد.

$$V_{\gamma} = \frac{1.4I_{\gamma}}{I_{\alpha} + 1.4I_{\gamma}} \quad (1)$$

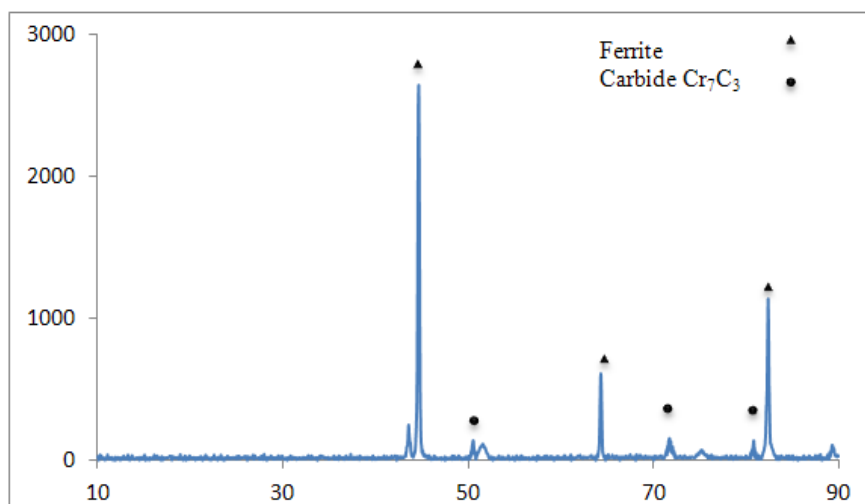
۳- نتایج و بحث

۳-۱- تعیین درجه حرارت بهینه تمپر

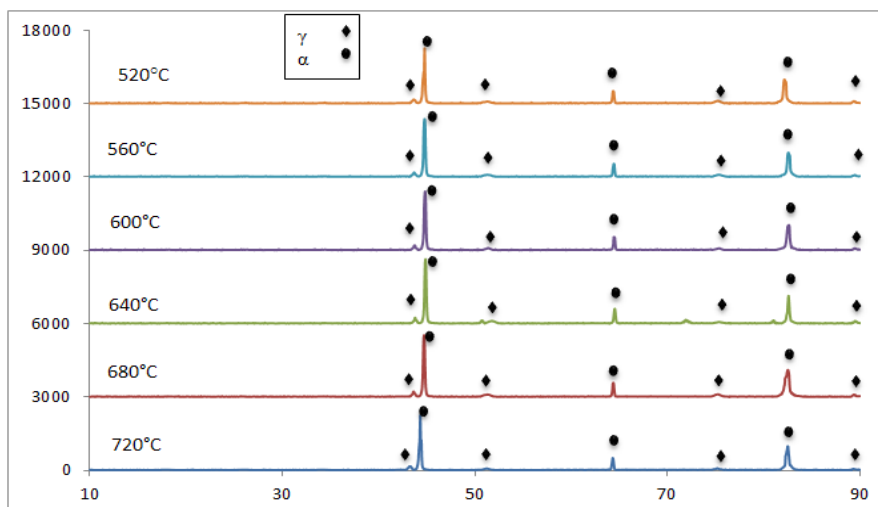
برای نمونه‌های تمپر شده در دماهای ۵۲۰ °C، ۵۶۰ °C، ۶۰۰ °C، ۶۴۰ °C، ۶۸۰ °C و ۷۲۰ °C به مدت زمان ۳ ساعت تغییرات استحکام تسلیم، استحکام کششی نهایی و درصد ازدیاد طول در شکل (۱) نشان داده شده است. این تغییرات بیانگر یک ماکزیمم برای درصد ازدیاد طول در دمای تقریبی ۶۰۰ °C می‌باشد.



شکل (۱): تغییرات خواص مکانیکی نمونه‌های تمپر شده در دماهای متفاوت و زمان ۳ ساعت



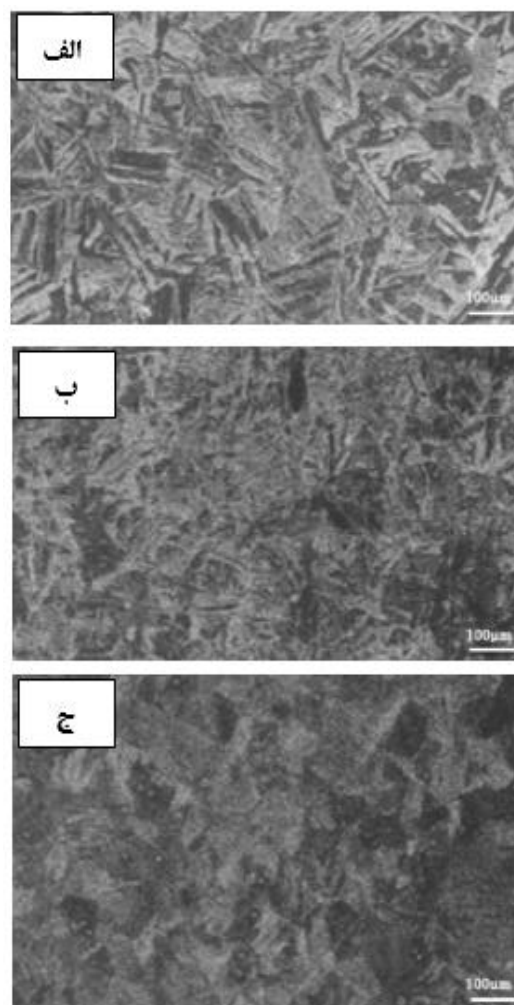
شکل (۳): الگوی پراش اشعه X برای نمونه تمپر شده در دمای ۶۰۰ °C و زمان ۳ ساعت



شکل (۴): الگوی پراش اشعه X برای نمونه‌های تمپر شده در دماهای متفاوت و زمان ۳ ساعت

بررسی ریزساختار نمونه‌های تمپر شده در دمای 520°C ، 600°C و 720°C مطابق شکل (۵) بیانگر پایداری مارتنزیت تمپر شده کم کربن با مورفولوژی لایه ای می‌باشد که آستنیت باقیمانده در میکروگراف‌ها قابل مشاهده است. با افزایش درجه حرارت تا 600°C ایجاد ساختار بهینه از لحاظ میزان مارتنزیت، کاربید و آستنیت باقیمانده مشاهده می‌شود در حالیکه با افزایش دما از 600°C به 720°C عرض لایه‌های مارتنزیت تشکیل شده افزایش یافته که دلیل اصلی آن کاهش میزان آستنیت باقیمانده می‌باشد. کم بودن میزان کربن در مارتنزیت تمپر شده عامل استحکام کششی مطلوب و سختی بالا در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی می‌باشد. تمپر کردن فولاد در محدوده دمایی 720°C - 520°C به دلیل حذف تنش‌های داخلی و کاهش دانسیته نابجایی‌ها باعث نرم شدن مارتنزیت گردیده است [۱۲].

تعیین میزان آستنیت باقیمانده برای نمونه‌های تمپر شده در زمان ۳ ساعت به کمک نتایج حاصل از پراش اشعه X با توجه به رابطه (۱) انجام گرفته و نتایج در شکل (۶) نشان داده شده است. ملاحظه می‌گردد حداکثر میزان آستنیت باقیمانده در دمای 600°C می‌باشد.



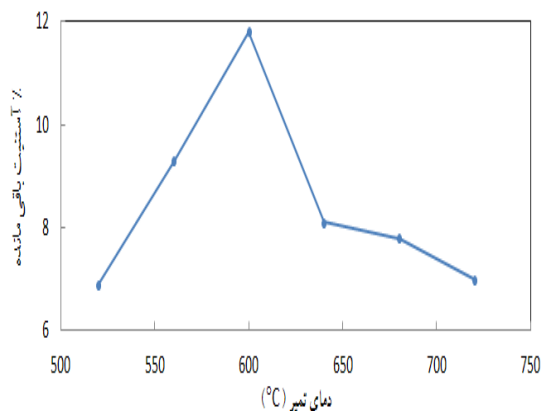
شکل (۵): ریز ساختارهای نمونه‌های تمپر شده در دماهای: (الف): 520°C ،

(ب): 600°C و (ج): 700°C و زمان ۳ ساعت

افزایش غلظت جاهای خالی پس از سرد کردن نیز می‌تواند باعث کاهش پایداری آستنیت بازگشتی در محدوده دمایی تمپر بین $600-720^{\circ}\text{C}$ باشد [۱۴-۱۵]. با توجه به این نتایج مناسب‌ترین دمای تمپر برای این نوع فولاد دمای 600°C بوده که دلیل آن نیز ظهور پدیده سختی ثانویه در این درجه حرارت در اثر تشکیل و رسوب کاربیدهای آلیاژی M_7C_3 می‌باشد. استحاله آستنیت بازگشتی به مارتنزیت جدید در مرحله سرد کردن فرایند تمپر نیز می‌تواند بر این فرایند مؤثر باشد. در بررسی رفتار فولاد AISI420 ظهور پدیده سختی ثانویه در محدوده دمایی $500-400^{\circ}\text{C}$ در اثر تشکیل رسوب کاربیدهای M_7C_3 تأیید گردیده است [۱۵]. در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی Cr15 افزایش سختی در محدوده دمایی تمپر $750-700^{\circ}\text{C}$ ناشی از استحاله آستنیت بازگشتی به مارتنزیت جدید در مرحله سرد کردن فرایند تمپر تأیید شده است [۱۷].

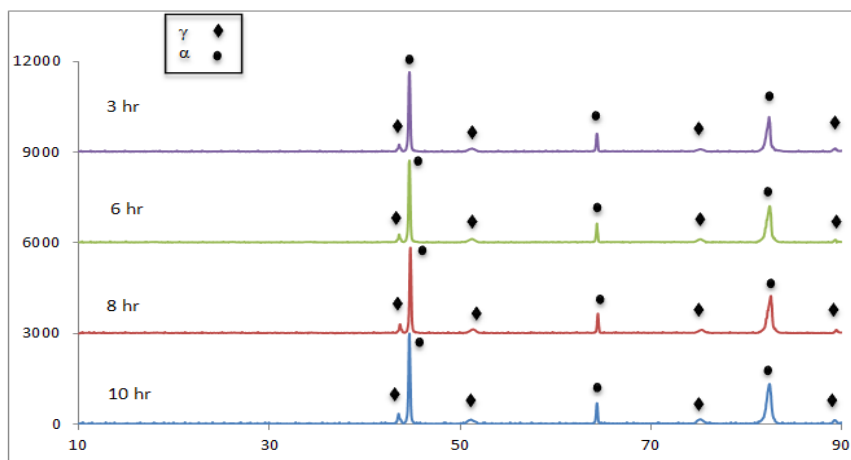
۳-۲- تعیین زمان تمپر

برای نمونه‌های تمپر شده در زمان‌های ۳، ۶، ۸ و ۱۰ ساعت در درجه حرارت بهینه تمپر، 600°C ، نتایج حاصل از پراش اشعه X در شکل (۷) نشان داده شده است. با توجه به این نتایج پایداری فازهای مارتنزیت، آستنیت باقیمانده و کاربید تأیید می‌گردد.



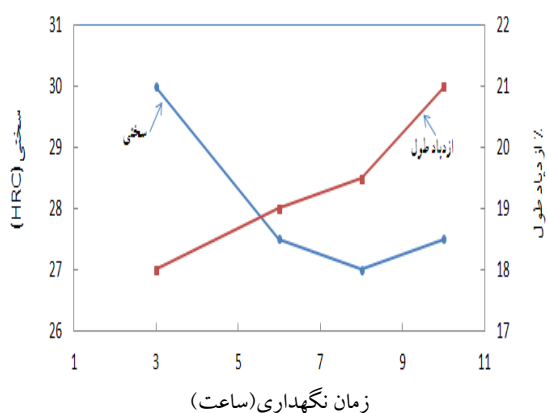
شکل (۶): تغییرات میزان آستنیت باقیمانده بر حسب دمای تمپر برای زمان تمپر ۳ ساعت

با افزایش دمای تمپر از 520°C به 600°C میزان آستنیت افزایش می‌یابد که این امر باعث کاهش استحکام کششی و استحکام تسلیم و افزایش درصد ازدیاد طول می‌گردد. در دمای 600°C فولاد تمپر شده دارای حداکثر مقدار آستنیت در حدود ۱۱/۸ می‌باشد. این رفتار به میزان آستنیت بازگشتی نسبت داده شده است که در طی فرایند تمپر پایدار می‌باشد. با افزایش دمای تمپر از 600°C تا 720°C میزان آستنیت کاهش می‌یابد. این امر باعث افزایش استحکام کششی و کاهش درصد ازدیاد طول می‌گردد. بررسی محققین نشان داده که افزایش دمای تمپر باعث کاهش پایداری آستنیت بازگشتی در محدوده دمایی $600-700^{\circ}\text{C}$ با توجه به افزایش دمای M_s می‌گردد [۱۲].



شکل (۷): الگوی پراش اشعه X برای نمونه‌های تمپر شده در زمان‌های متفاوت و دمای 600°C

تصویر میکروسکوپی نمونه‌های تمپر شده در زمان‌های مختلف در دمای 600°C در شکل (۹) بیانگر کشیده شدن دانه‌های آستنیت و افزایش درصد میزان آستنیت با افزایش زمان نگهداری می‌باشد. حضور آستنیت در بین لایه‌های مارتزیت در ریزساختار بدلیل جذب انرژی شکست، باعث بهبود چقرمگی فولاد می‌گردد [۱۶]. افزایش زمان نگهداری در فرایند تمپر با توجه به شکل (۱۰)، باعث کاهش خواص مکانیکی و افزایش درصد ازدیاد طول می‌گردد. دلیل این پدیده افزایش میزان آستنیت با افزایش زمان تمپر می‌باشد.



شکل (۱۰): تغییرات سختی و درصد ازدیاد طول بر حسب زمان تمپر در دمای 600°C

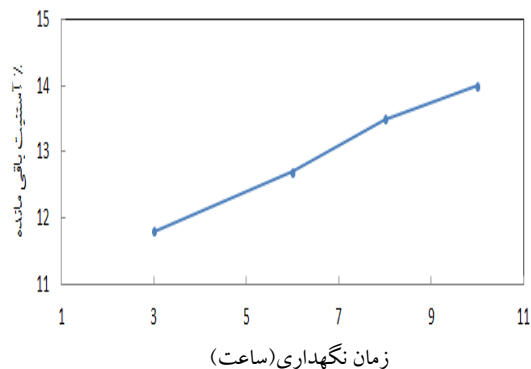
۴- نتیجه گیری

۱- برای فولاد زنگ نزن سوپر مارتنزیتی $13\% \text{Cr}$ آستنیت شده در دمای 1050°C به مدت زمان ۱ ساعت، کوئنچ شده در آب و تمپر شده در دمای 600°C به مدت زمان ۳ ساعت تشکیل کاربید کرم Cr_7C_3 تأیید و حداکثر مقدار آستنیت در نمونه به میزان $11/8$ درصد اندازه گیری شده است.

۲- نمونه تمپر شده در دمای 600°C به مدت زمان ۳ ساعت با توجه به پایداری کاربید کرم و میزان آستنیت بیشترین میزان ازدیاد طول در نمونه توأم با خواص مکانیکی و سختی مطلوب را دارد.

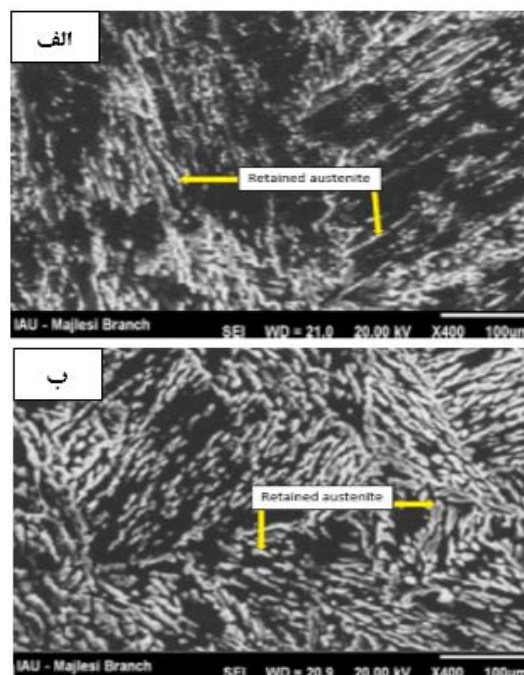
۳- در دمای بهینه تمپر، 600°C ، با افزایش زمان تمپر از ۳ ساعت به زمان‌های بالاتر تبدیل مارتنزیت به آستنیت باعث افزایش میزان آستنیت گردیده است که این میزان ۲۱ درصد برای زمان

تعیین میزان آستنیت باقیمانده در نمونه‌های تمپر شده در زمان‌های متفاوت به کمک رابطه (۱) و نتایج حاصل از پراش اشعه X انجام گرفته است.



شکل (۸): تغییرات میزان آستنیت باقیمانده بر حسب زمان تمپر برای دمای 600°C

در شکل (۸) تغییرات درصد آستنیت باقیمانده بر حسب زمان تمپر نشان داده شده است. افزایش زمان نگهداری در دمای تمپر به دلیل استحاله مارتنزیت به آستنیت باعث افزایش درصد آستنیت گردیده است.



شکل (۹): ریزساختار نمونه‌های تمپر شده در زمان‌های (الف): ۸ و (ب): ۱۰ ساعت و دمای تمپر 600°C

- [9] W. J. Kaluba, T. Kaluba & R. Taillard, "The Austenitizing Behavior of High-Nitrogen Martensitic Stainless Steels", *Journal of Scripta Mater*, pp. 1289-1293, 1999.
- [10] X. P. Ma, L. J. Wang, B. Qin, C. M. Liu & S. V. Subramanian, "Effect of N on Microstructure and Mechanical Properties of 16Cr5Ni1MoMartensitic Stainless Steel", *Journal of Materials and Design*, pp. 74-81, 2012.
- [11] P. D. Bilmes, M. Solari & C. L. Llorente, "Characteristics and Effects of Austenite Resulting from Tempering of 13CrNiMo Martensitic Steel Weld Metals", *Journal of Materials Characterization*, pp. 285-290, 2001.
- [12] B. Qin, Z. Y. Wang & Q. S. Sun, "Effect of Tempering Temperature on Properties of 00Cr16Ni5Mo Stainless Steel", *Journal of Materials Characterization*, pp. 1096-1100, 2008.
- [13] D. S. Leem, Y. D. Lee & J. H. Jun, "Amount of Retained Austenite at Room Temperature after Reverse Transformation of Martensite to Austenite in an Fe13%Cr7%Ni-3%Si Martensitic Stainless Steel", *Journal of Scripta Materialia*, pp. 767-772, 2001.
- [14] M. Al Dawood, S. I. El Mahallawi & E. M. Abd El Azim, "Thermal Aging of 16Cr5Ni-1Mo Stainless Steel Part 1: Microstructural Analysis", *Journal of Mater Sci Technol*, pp. 363-370, 2004.
- [15] K. P. Balan, A. Venugopal Reddy & D. S. Sarma, "Austenite Precipitation during Tempering in 16Cr2Ni Martensitic Stainless Steels", *Journal of Scripta Materialia*, pp. 901-905, 1998.
- [16] Nasery Isfahany, H. Saghafian & G. Borhani, "The Effect of Heat Treatment on Mechanical Properties and Corrosion Behavior of AISI420 Martensitic Stainless Steel", *Journal of Alloys and Compounds*, pp. 3931-3936, 2011.
- [17] J. Wen, Zh. Kun-yu, Y. Dong, L. Jun, L. Zhi-dong & S. Jie, "Effect of Heat Treatment on Reversed Austenite in Cr15 Martensitic Stainless Steel", *Journal of iron and steel research*, pp. 61-65, 2013.
- تمپر ۱۰ ساعت می باشد و با توجه به این استحاله، خواص مکانیکی نمونه کاهش یافته است.
- ### ۵- مراجع
- [1] C. Garica de Andres & L. F. Alvarez, "Optimization of Properties Obtained by Quenching Martensitic Stainless Steel X30-40Cr13 and X40-60CrMoV", *Journal of Material Science*, pp. 1264-1268, 1993.
- [2] S. K. Bhabri, "Intergranular Fracture in 13 wt% Chromium Martensitic Stainless Steel", *Journal of Material Science*, pp. 1741-1746, 1986.
- [۳] م. هدا شهرضا، ع. شفیعی، ک. امینی، م. سلطانی و ع. نقیان، "تاثیر عملیات حرارتی بر خواص مکانیکی و ریزساختار فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI4۳۱"، فصلنامه علمی پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، ۵۲-۴۵، سال ششم، شماره چهارم، زمستان ۱۳۹۱.
- [۴] م. خدیوی و ع. شفیعی، "تاثیر عملیات حرارتی بر ریزساختار خواص مکانیکی پوشش فولاد زنگ نزن ایجاد شده به روش پاشش شعله ای"، فصلنامه علمی پژوهشی فرایندهای نوین در مهندسی مواد، ۱۲۲-۱۰۵، سال ششم، شماره سوم، پاییز ۱۳۹۱.
- [5] Y. Y. Songa, D. H. Pingb, F. X. Yinb, X. Y. Li & Y. Y. Li, "Microstructural Evolution and Low Temperature Impact Toughness of a Fe-13%Cr-4%Ni-Mo Martensitic Stainless Steel", *Journal of Materials Science and Engineering*, pp. 614-618, 2010.
- [6] R. W. K. Honeycombe & H. K. D. H. Bhadeshia, "Steels-Microstructure and Properties", Edward Arnold, London, 1995.
- [7] D. H. Ping, M. Ohnuma, Y. Hirakawa, Y. Kadoya & K. Hono, "Microstructural Evolution in 13Cr-8Ni-2.5Mo-2Al Martensitic Precipitation-Hardened Stainless Steel", *Journal of Materials Science and Engineering*, pp. 285-295, 2005.
- [8] W. Uhlig H, Uhlig's Corrosion Handbook, 2nd ed., John Wiley, 2000.