

# بررسی نقش افزودن ۰/۰۰۵٪ زیرکونیم، به عنوان یک عنصر میکروآلیاژ، به فولاد کم کربن

حامد علی اکبرزاده، مرتضی تمیزی فر، شمس‌الدین میردامادی و احمد عبدالحسینی

**چکیده:** فولادهای میکروآلیاژی به عنوان خانواده‌ای از فولادهای کم آلیاژ با استحکام بالا، دارای استحکام و خواص انعطاف‌پذیری مناسبی هستند. در فولادهای میکروآلیاژ ریختگی خواص مطلوب با انجام عملیات حرارتی مناسب بدست می‌آید؛ این عملیات حرارتی شامل همگن کردن، آستینیت و نرماله یا کوئنچ در آب، به همراه تمپر یا پیربرگشتی می‌باشند. از طرفی مشخصات ترمودینامیکی زیرکونیم نشان از تمایل شدید این عنصر برای ترکیب با اکسیژن، نیتروژن و کربن دارد. با این وجود در صورت اکسیژن‌زدایی مناسب مذاب، زیرکونیم می‌تواند تشکیل رسوبات کاربیدی، نیتریدی و یا کربونیتریدی دهد. از آنجا که خواص فیزیکی حالت جامد  $ZrN$  و  $TiN$  به یکدیگر نزدیک می‌باشند، می‌توان رفتار مشابهی بین نیترید زیرکونیم و نیترید تیتانیم پیش‌بینی نمود. در این پژوهش فولاد کم کربنی با ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم تهیه شد. سپس فرآیندهای عملیات حرارتی مورد نظر، بر روی نمونه انجام پذیرفت. با انجام آزمایش‌های سختی‌سنجی، ضربه، متالوگرافی و SEM نتایج حاصل با نمونه شاهد (نمونه بدون زیرکونیم) مقایسه و مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج نشان می‌دهند که با افزودن ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم به فولاد، چقرمگی ضربه حالت پیربرگشتی فولاد از ۲۰/۱ به ۳۸/۴ ژول افزایش می‌یابد. در حالیکه این تفاوت در حالت همگن شده محسوس نمی‌باشد. همچنین سختی حالت پیربرگشتی نیز افزایشی به میزان ۶۰ ویکرز را نشان می‌دهد. از طرفی متوسط اندازه دانه در حالت همگن، از ۱۵/۷ به ۱۱/۳ میکرون تنزل یافته است. در عین حال که MAP عناصر، توزیع نسبتاً یکنواختی از عناصر را نشان می‌دهد.

**واژه‌های کلیدی:** زیرکونیم، فولاد میکروآلیاژ ریختگی، عملیات حرارتی، خواص مکانیکی

## ۱. مقدمه

فولادهای میکروآلیاژی به فولادهای حاوی کربن و منگنزی اطلاق می‌شود که دارای حداکثر ۰/۱ درصد از عناصر وانادیم، نایوبیم و تیتانیم می‌باشند که اثر قوی بر ساختار از طریق کنترل واکنش‌های

نسخه اصلی مقاله در تاریخ ۱۳۸۲/۱۱/۱۴، اصل، و پس از بازنگری‌های لازم، در تاریخ ۱۳۸۳/۸/۴ به تصویب نهایی رسیده است.

سرپرستی داوری‌ها توسط دبیر تخصصی، دکتر گلستانی‌فرد صورت گرفته و مقاله توسط ایشان برای چاپ توصیه شده است.

حامد علی اکبرزاده، کارشناس ارشد مهندسی مواد، پژوهشکده علوم و فناوری مهم، [a.akbarzadeh@mail.iust.ac.ir](mailto:a.akbarzadeh@mail.iust.ac.ir)

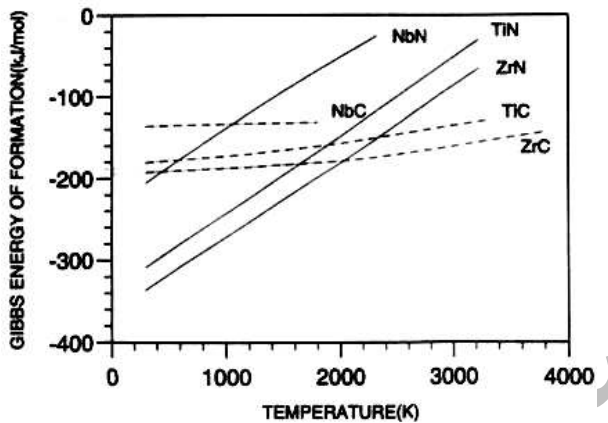
دکتر مرتضی تمیزی فر، استادیار دانشکده مهندسی مواد دانشگاه علم و صنعت ایران.

دکتر شمس‌الدین میردامادی، استاد دانشکده مهندسی مواد دانشگاه علم و صنعت ایران.

احمد عبدالحسینی، کارشناس گروه پژوهشی مواد پژوهشکده علوم و فناوری مهم

رسوب‌دهی و تشکیل رسوبات به صورت فاز دوم را بر عهده دارند [۱] و [2,3]. در مدت زمان توسعه و استفاده از فولادهای میکروآلیاژی، بیشتر مطالعات انجام شده بر روی انواع نوردی این فولادها بوده است. در نوع نوردی، از عملیات ترمومکانیکی برای رسیدن به ساختار ریزدانه به همراه رسوب سختی، به منظور دستیابی به خواص مورد نظر استفاده می‌شود؛ در حالی‌که در نوع ریختگی، حصول خواص مناسب تنها از طریق عملیات حرارتی امکان‌پذیر است [۴]. مشخصات مکانیکی مناسب فولادهای میکروآلیاژی با افزودن عناصر آلیاژی به مقدار جزئی، کنترل دقیق مراحل فولادسازی، ریخته‌گری، عملیات حرارتی و تغییر شکل مکانیکی حاصل می‌شود. بدیهی است مهم‌ترین جاذبه این نوع فولادها در مقایسه با فولادهای آلیاژی، جنبه‌های اقتصادی آنها یعنی قیمت تمام شده کم، قابلیت کاربرد، قابلیت دستیابی به کیفیت و کارایی بالا می‌باشد [5].

نکته قابل توجه اینکه ZrN و TiN خواص حالت جامد همچون نقطه ذوب بالا، سختی بالا و حتی ساختار بلوری مشابه دارند. بر این اساس رفتار مشابهی بین ZrN و TiN در فولادهای نایوبیم‌دار پیش‌بینی می‌شود که در این بین مطالعات کمی برای اثبات این نظریه صورت گرفته است [8,10]. بنابراین زیرکونیم در مواردی می‌تواند جایگزین تیتانیم شده تا نیتريد پایدار تشکیل دهد. در عین حال محققان استرالیایی [9] نشان داده‌اند که افزودن زیرکونیم به فولادهای میکروآلیاژی منجر به ریزدانه‌گی ساختار شده است. اما با این وجود مطالعات کمی بر روی رسوبات کربونیتريد زیرکونیم در فولاد انجام پذیرفته است. بر این اساس در این پژوهش، تاثیر افزودن ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم به مذاب فولاد کم کربن و بررسی نقش آن بر سختی، چقرمگی ضربه و ریزساختار فولاد مورد بررسی و ارزیابی قرار گرفت.



شکل ۱. مشخصات ترمودینامیکی نیتريد ها و کاربیدها

## ۲. روش تحقیق

برای تهیه فولاد مورد نظر، از قراضه فولادی با آنالیز مشخص در جدول ۱، به همراه فرو منگنز کم کربن و فروسیلیسیم زیرکونیم با آنالیز آورده شده در جدول ۲، استفاده گردید. برای تهیه مذاب از کوره القایی با فرکانس ۳۰۰۰ HZ و توان ماکزیمم ۷۵ KW استفاده شد.

### جدول ۱. آنالیز شیمیایی اسمی قراضه فولادی برای تولید

#### فولاد میکروآلیاژی

عنصر	C	Si	Mn	P	S	Fe
ماده	۰/۰۵	۰/۰۳	۰/۵۵	۰/۰۲	۰/۰۳	Rem
قراضه فولادی	۰/۰۵	۰/۰۳	۰/۵۵	۰/۰۲	۰/۰۳	Rem

نمونه شاهد (بدون زیرکونیم) و نمونه با ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم در کوره مافلی با حداکثر توان ۴/۵ KW و با دقت دمایی  $\pm 20^\circ\text{C}$  تحت

عملیات حرارتی فولادهای میکروآلیاژ ریختگی، معمولاً شامل سه مرحله: همگن کردن، آستینه کردن و نرمالیزه یا کوئنچ در آب به همراه تمپر یا پیربرگشتی<sup>۱</sup> می‌باشد [6,3]. عملیات همگن‌سازی معمولاً در محدوده دمایی  $950-1100^\circ\text{C}$  و زمان‌های طولانی حدود ۷ ساعت انجام گرفته و سپس نمونه در هوا سرد می‌شود [6]. آستینیته کردن فولادهای میکروآلیاژی به منظور انحلال کامل یا ناقص کربونیتريد های عناصر میکروآلیاژی صورت می‌گیرد [3]. بر همین اساس دمای آستینیته کردن برای این نوع فولادها، بر اساس نوع عنصر میکروآلیاژی و دمای حلالیت رسوبات کربونیتريدی، نیتريدی و کاربیدی و ضخامت قطعه تعیین می‌گردد [۴ و ۱] و [6]. لذا به منظور دستیابی به خواص مطلوب، این دما باید بطور دقیق کنترل شود. Voigt و همکارانش [3] نشان داده‌اند که با افزایش دمای آستینیته کردن فولاد Nb دار، از ۹۵۰ به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، از طریق کاهش در اندازه دانه، ۱۰ درصد در استحکام نمونه بهبود حاصل گردید؛ بدون آنکه افت محسوسی در چقرمگی مشاهده شود. همچنین برای فولادهای وانادیم‌دار، دمای آستینیته حدود  $1150^\circ\text{C}$  اعلام گردیده است تا حداکثر رسوب سختی در حالت پیربرگشتی حاصل شود [3]. بعد از آستینیته کردن فولاد، با توجه به خواص موردنیاز، نمونه در آب، روغن و یا هوا خنک می‌شود که ساختار مارتنزیتی به صورت محلول فوق اشباع، بینایتی و فریتی - پرلیتی تشکیل می‌گردد [6]. در نهایت برای فولادهای میکروآلیاژ کوئنچ شده فرآیند پیربرگشتی به دو منظور انجام می‌گیرد:

الف) تبدیل مارتنزیت تشکیل شده در فرآیند کوئنچ به مارتنزیت پیربرگشتی شده

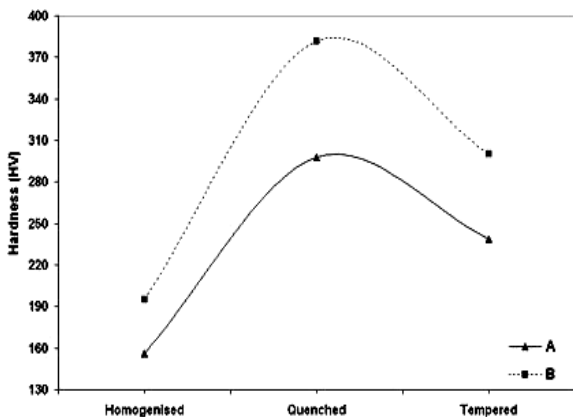
ب) توزیع ریز رسوبات عناصر میکروآلیاژی در ریزساختار  
لذا به آن پیربرگشتی گفته می‌شود زیرا دو فرآیند تمپر و پیرسازی به طور همزمان انجام می‌گیرد. بر این اساس محدوده دمایی  $580-660^\circ\text{C}$  و مدت زمان ۵ دقیقه تا ۵۰ ساعت برای انجام عملیات پیربرگشتی گزارش شده است [3,6].

زیرکونیم عنصری است که بیشتر به عنوان عامل کنترل‌کننده شکل آخال‌های سولفیدی در فولادهای آرام شده<sup>۲</sup> مورد استفاده قرار گرفته است [7-9]. بررسی مشخصات ترمودینامیکی در شکل ۱ [8] نشان می‌دهد که زیرکونیم مشابه تیتانیم یک کاربیدساز قوی در دماهای بالا و یک نیتريدشونده قوی در دماهای پایین است [8,10]. با این وجود در دماهای بالا، زیرکونیم با کربن ترکیب شده و کاربید و ترکیبات کاربیدی را تشکیل می‌دهد، سپس با نیتروژن ZrN را بوجود می‌آورد. بر این اساس ZrN در قبل و حین انجماد تشکیل می‌گردد و آخال‌های درشت، حتی تا قطر یک میکرون را به وجود می‌آوردند [8].

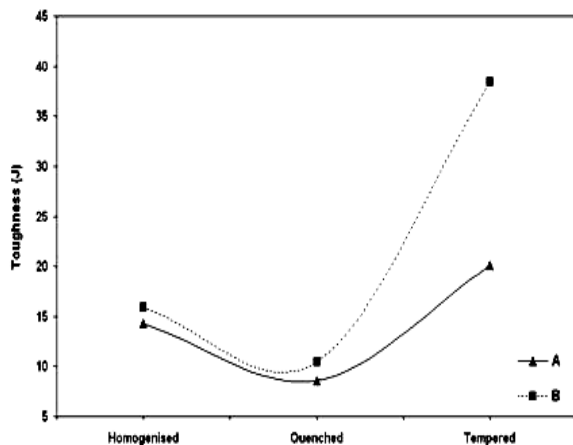
<sup>۱</sup> Tempering

<sup>۲</sup> Killed Steels

می‌شود که اختلاف سختی بین دو نمونه، در حالت کوئنچ و پیربرگشتی نسبت به حالت همگن بیشتر است (شکل ۲). از طرفی اختلاف میزان چقرمگی ضربه حالت همگن و کوئنچ دو نمونه ناچیز است ولی در حالت پیربرگشتی، نمونه B میزان افزایش چقرمگی بیشتری را نشان می‌دهد. در واقع در حالت همگن شده تشکیل رسوبات می‌تواند باعث بهبود سختی شده باشد؛ ولی در میزان چقرمگی تاثیری نداشته‌اند. اما در حالت پیربرگشتی شده، تشکیل مجدد رسوبات و توزیع آنها باعث بهبود توام سختی و چقرمگی ضربه فولاد شده است.



شکل ۲. نتایج سختی حاصل از عملیات حرارتی



شکل ۳. نتایج چقرمگی ضربه حاصل از عملیات حرارتی

شکل‌های ۴ و ۵ ریزساختار دو آلیاژ را در حالت همگن نشان می‌دهند. متوسط اندازه دانه‌های این دو آلیاژ برابر ۱۵/۷ و ۱۱/۳ میکرون بدست آمد. این کاهش مبین تاثیر افزودن زیرکونیم به فولاد و کاهش اندازه دانه به میزان ۲۸ درصد است؛ که می‌تواند عامل افزایش میزان سختی فولاد نسبت به نمونه بدون زیرکونیم باشد.

عملیات حرارتی قرار گرفتند. سیکل‌های عملیات حرارتی انجام گرفته بر روی نمونه‌ها به شرح زیر می‌باشد:

- عملیات همگن‌سازی در دمای ۱۰۰۰°C و در مدت زمان ۶ ساعت و سرد کردن در هوا
- عملیات آستنیت‌ه کردن در دمای ۹۵۰°C و مدت زمان ۲ ساعت و سرد کردن در آب
- عملیات پیربرگشتی در دمای ۴۵۰°C و در مدت زمان ۴ ساعت و سرد کردن در هوا

جدول ۲. ترکیب شیمیایی اسمی عناصر اصلی فروآلیاژهای

مورد استفاده در تولید فولاد میکروآلیاژی

عنصر	C	Si	Mn	Zr	Fe
فروآلیاژ					
فرو منگنز کم کربن	۱/۴	۰/۵	۷۹/۵	-	۱۸/۶
فروسیلیسیم زیرکونیم	-	۲۶	-	۵۲/۷	۲۱/۳

سپس برای ارزیابی نتایج از آزمایش‌های مکانیکی و مطالعات ریزساختاری استفاده گردید. آزمایش سختی‌سنجی بر اساس استاندارد DIN-۵۰۱۳۳، با روش ویکرز و نیروی ۶۰kg انجام شد. آزمایش ضربه شاریبی نیز بر اساس استاندارد DIN-۵۰۱۱۵ انجام گرفت. به منظور دستیابی به سختی و چقرمگی ضربه میانگین، در هر شرایط، آزمایش‌ها ۳ بار تکرار گردید. برای بررسی ریزساختاری، پس از مراحل آماده‌سازی، سمباده‌زنی و پولیش‌کاری با محلول آلومینا، نمونه‌ها در محلول نیتال ۲٪ اچ شدند. هم‌چنین برای تعیین متوسط اندازه دانه‌ها، از روش میانگین خطی استفاده شد. در نهایت به منظور بررسی رسوبات، نحوه توزیع عناصر و بررسی مقاطع شکست نمونه‌های ضربه از دستگاه SEM مدل ISIABT سری SR-50 استفاده گردید.

۳. نتایج و بحث

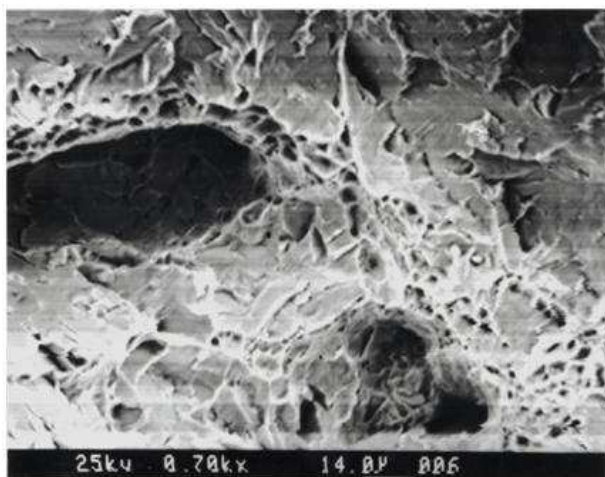
جدول ۳ آنالیز شیمیایی اسمی نمونه‌های A (نمونه شاهد) و B را نشان می‌دهد.

جدول ۳. آنالیز شیمیایی اسمی فولادهای میکروآلیاژ

ریختگی تهیه شده

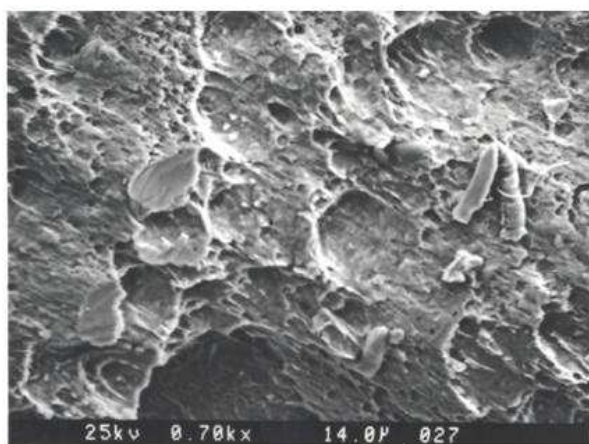
درصد عنصر	C	Mn	Si	S	P	Al	Zr	Fe
شماره نمونه								
A	۰.۰۴	۰.۰۵	۰.۰۴	۰.۰۰۰۵	۰.۰۰۰۲	۰.۰۰۰۳	۰.۰۰۰۱	Rem

در شکل‌های ۲ و ۳ نتایج سختی و چقرمگی ضربه حاصل از انجام عملیات حرارتی در مراحل مختلف آورده شده است. مشاهده

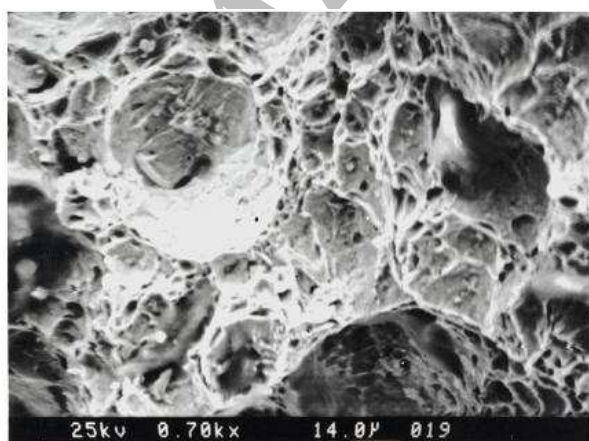


شکل ۷. مقطع شکست آلیاژ همگن شده B

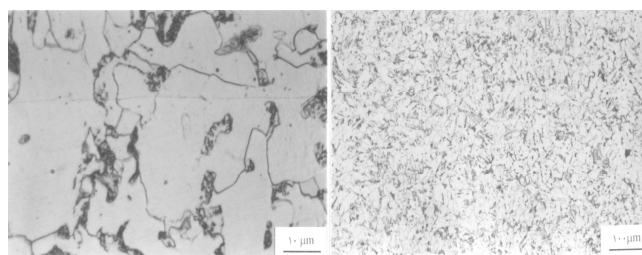
شکل ۱۰، MAP توزیع عناصر را در نمونه A پیربرگشت شده نشان می‌دهد. همچنین در شکل‌های ۱۱ و ۱۲ آنالیز EDS نقطه A و آنالیز سطحی شکل ۱۰ آورده شده است. مشاهده می‌شود که تنها عناصر اصلی آهن و منگنز تشخیص داده شده است.



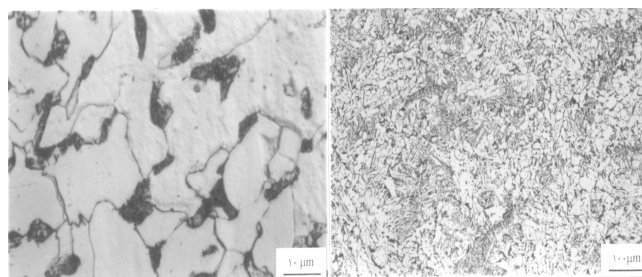
شکل ۸. مقطع شکست آلیاژ پیربرگشتی شده A



شکل ۹. مقطع شکست آلیاژ پیربرگشتی شده B

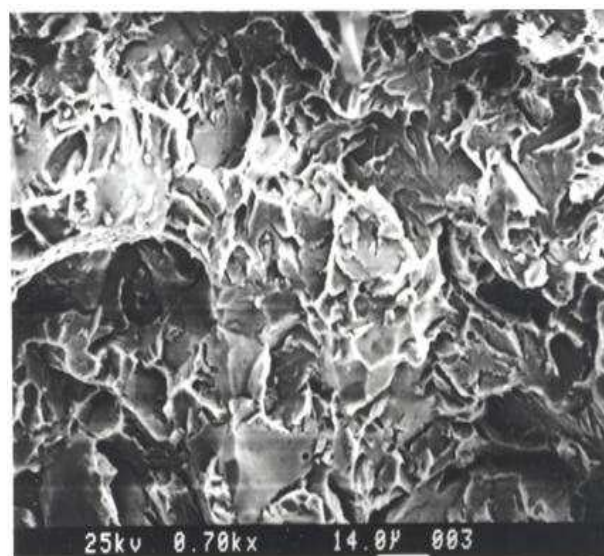


شکل ۴. ریزساختار آلیاژ A در حالت همگن شده



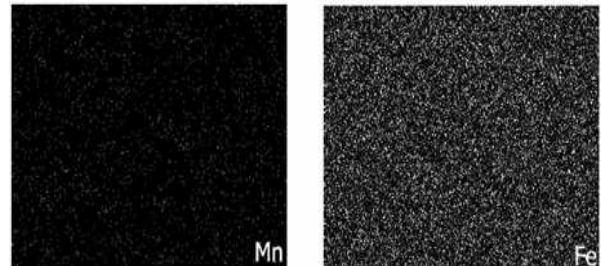
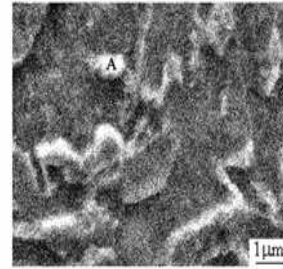
شکل ۵. ریزساختار آلیاژ B در حالت همگن شده

شکل‌های ۶ و ۷ مقطع شکست آلیاژهای A و B در حالت همگن شده را نشان می‌دهند. مشاهده می‌شود که شکست به صورت مرزدانه‌ای رخ داده است که ناشی از تشکیل رسوبات در مرز دانه‌ها می‌باشد. از طرفی مقایسه شکل‌های ۸ و ۹ که مقطع شکست حالت پیربرگشت شده است، شکست نرم آلیاژ B را به خوبی نشان می‌دهد. همچنین این تصاویر تاییدی بر نتایج چقرمگی ضربه (شکل ۳) می‌باشند.

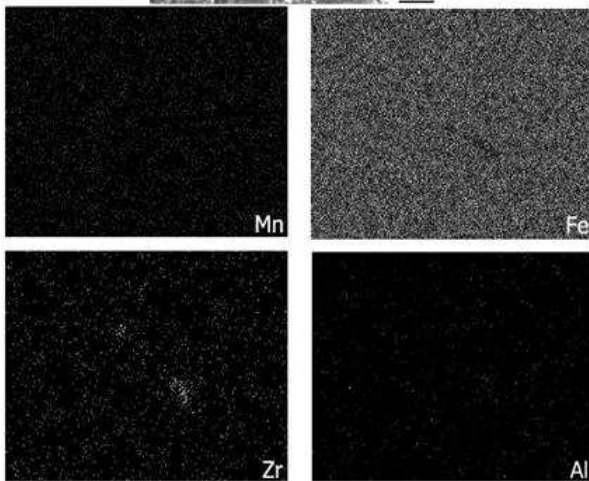
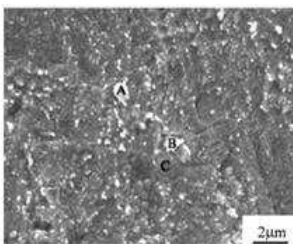


شکل ۶. مقطع شکست آلیاژ همگن شده A

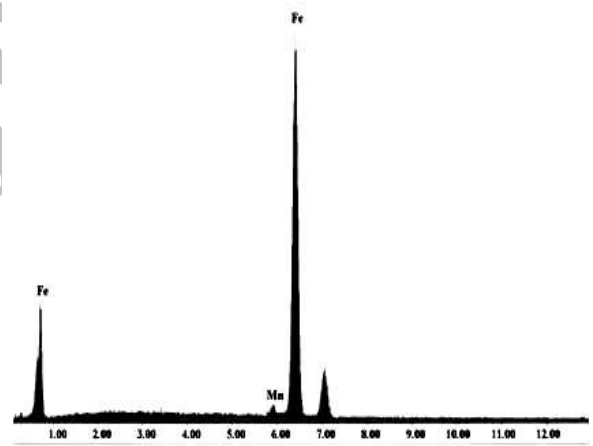
اما شکل ۱۳ که MAP توزیع عناصر نمونه پیربرگشت شده B است، عناصر زیرکونیم و آلومینیم نیز شناسایی شده‌اند. شکل‌های ۱۴ و ۱۵ و ۱۶ که آنالیز EDS نقاط مشخص شده A، B و C در شکل ۱۳ را نشان می‌دهند، نیز تایید کننده حضور رسوبات این عناصر هستند. همچنین مشاهده می‌شود که عناصر توزیع نسبتاً یکنواختی دارند. از آنجایی که شناخت عناصر سبک امکانپذیر نبود و از طرفی با توجه به رسوبات تشکیل شده می‌توان پیش‌بینی نمود که این رسوبات به صورت کاربید، نیتريد و یا کربونیتريد هستند. در عین حال کوچکی اندازه رسوبات، شناخت و تعیین آن‌ها را دشوار نموده بود که این خود می‌تواند تاییدی بر مناسب بودن شرایط انجام عملیات حرارتی باشد.



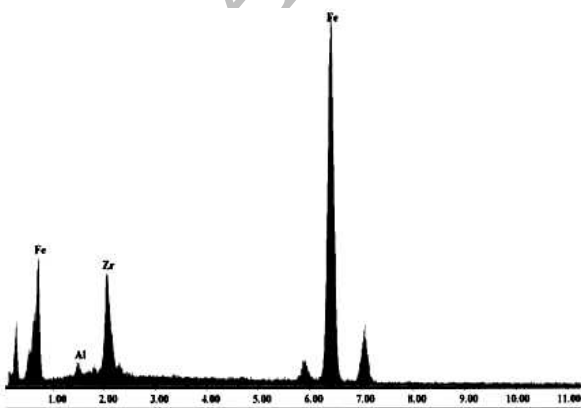
شکل ۱۰. MAP توزیع عناصر در نمونه پیربرگشتی شده A در مقطع نشان داده شده



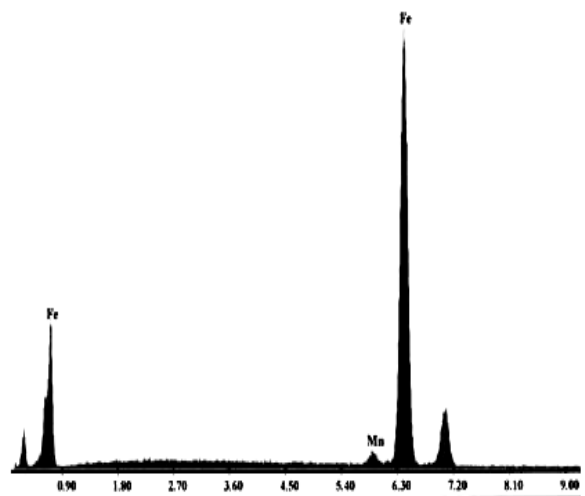
شکل ۱۳. MAP توزیع عناصر در نمونه پیربرگشتی شده B در مقطع نشان داده شده



شکل ۱۱. آنالیز EDS نقطه A در شکل ۱۰



شکل ۱۴. آنالیز EDS نقطه A در شکل ۱۳



شکل ۱۲. آنالیز EDS سطحی مقطع میکروسکوپی شکل ۱۰

### ۵. تشکر و قدردانی

نویسندگان این مقاله بر خود لازم می‌دانند تا از گروه صنایع مهمات‌سازی و متالورژی تهران، پژوهشکده علوم و فناوری مهمات، بخاطر فراهم آوردن امکانات اجرای این طرح کمال تشکر و امتنان خویش را اعلام دارند.

### مراجع

[۱] پریدار لعیا و همکاران، "تعیین دمای رشد دانه‌های آستینیت در فولادهای میکروآلیاژ ریختگی حاوی تیتانیوم، وانادیم و بر"، پنجمین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران، ۱۳۸۰.

[2] Militzer M. et al., "Precipitation Hardening of HSLA Steels", Materials Technology, No. 7, 1998, pp. 279-285.

[3] Voigt R. C. et al., "Development of HSLA Cast Steels Microalloyed with Vanadium and Niobium", AFS trans., 1995, pp. 791-802.

[۴] برادران رضا و همکاران، "تاثیر وانادیم بر ساختار و خواص مکانیکی فولادهای میکروآلیاژ ریختگی حاوی تیتانیوم و بر"، چهارمین کنگره سالانه انجمن مهندسی متالورژی ایران، ۱۳۷۹.

[5] Gray, J. M., "Microalloyed steels", Advanced Materials & Processes, Vol 1, 1990, pp.17-18.

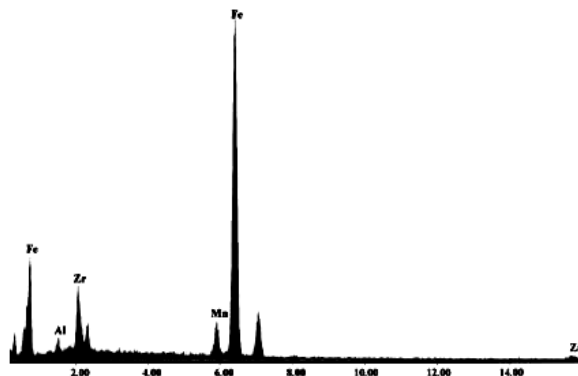
[6] Lebeau C., "Production and Control of HSLA Steel Castings", AFS trans., 1984, pp.645-654.

[7] Bramfitt B. L. et al., "Formable high strength low alloy steel sheet", Patent No. 4415376, 1982.

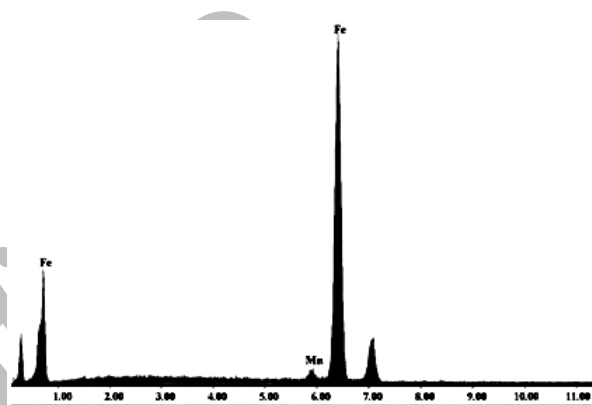
[8] He K., Baker T. N., "Zr-Containing Precipitates in a Ti-Nb microalloyed HSLA steel Containing 0.016wt% Zr addition", Materials Science & Engineering, Vol 215A, 1996, pp. 57-66.

[9] He K., Baker T. N., "Effect of Zirconium additions on Austenite grain Coarsening of C-Mn and Microalloyed Steels", Materials Science and Engineering, A256, 1998, pp. 111-119.

[10] He K., Baker T. N., "Complex Carbonitrides in Multi-Microalloyed Ti-Containing HSLA Steels and their Influence on the Mechanical Properties", Conf. Proc. Titanium technology in Microalloyed Steel, Institute of Materials London, 1996, pp. 115-132.



شکل ۱۵. آنالیز EDS نقطه B در شکل ۱۳



شکل ۱۶. آنالیز EDS نقطه C در شکل ۱۳

### ۴. نتیجه‌گیری

- ۱- افزودن زیرکونیم به فولاد باعث تشکیل رسوبات در حالت پیربرگشتی و بهبود در سختی و چقرمگی ضربه فولاد می‌شود.
- ۲- با انجام عملیات حرارتی اختلاف سختی حالت همگن دو فولاد برابر ۳۹ ویکرز بوده در حالیکه این میزان در حالت کوئنچ به ۸۴ و در حالت پیربرگشتی به ۶۱ ویکرز رسیده است.
- ۳- با افزودن ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم به فولاد ساده کربنی، چقرمگی حالت پیربرگشتی از ۲۰/۱ به ۳۸/۴ ژول افزایش یافته است؛ بطوری‌که این تفاوت در حالت همگن و کوئنچ شده محسوس نمی‌باشد.
- ۴- با افزودن ۰/۰۰۵ درصد زیرکونیم به فولاد ساده کربنی، اندازه متوسط دانه در حالت همگن، از ۱۵/۷ به ۱۱/۳ میکرون کاهش یافته است.
- ۵- MAP توزیع عناصر، توزیع نسبتاً یکنواختی از عناصر را بعد از انجام عملیات پیربرگشتی نشان می‌دهند.