

## بررسی توزیع اندازه‌ی دانه حین رشد دانه در فولادهای زنگ نزن آستنیتی ۳۰۴H، ۳۱۶L و ۳۲۱\*

جواد راستی<sup>(۱)</sup>

### چکیده

توزیع اندازه‌ی دانه حین رشد دانه در فولادهای زنگ نزن آستنیتی به سه روش مقطع‌زنی متوالی، شبیه سازی سه بعدی مونت کارلو و مدل ابراز-لوک بررسی شد. نتایج نشان دادند که توزیع حجمی دانه‌ها در تعداد کم دانه بر توزیع نرمال لگاریتمی منطبق است، در حالی که برای تعداد زیاد دانه بر توزیع گاما منطبق می‌باشد. رشد غیر عادی دانه در فولاد ۳۰۴H حین تاب‌کاری رخ داد، و این می‌توانست ناشی از حضور رسوب کاربید کرم بر روی مرز دانه‌ها درون ساختار اولیه باشد. جدایش حاصل از انحلال این کاربیدها، تحرک مرز دانه را کاهش داد. در این فولاد با تخمین غلظت کرم در مرز دانه، رابطه‌ای زمانی برای تحرک مرز دانه به دست آمد. روشی هم برای یافتن درصد خطای تعیین اندازه‌ی دانه در سطح مقطع متالوگرافی ارائه شد.

**واژه‌های کلیدی** رشد دانه، توزیع اندازه‌ی دانه، فولادهای زنگ نزن آستنیتی، تحرک مرز دانه.

### Evaluation of Grain Size Distribution during Grain Growth in AISI 304H, 316L and 321 Austenitic Stainless Steels

J. Rasti

#### Abstract

Grain size distribution during grain growth in austenitic stainless steels was investigated using three different methods, namely serial sectioning analysis, 3D Monte Carlo simulation, and Abbruzzese-Lucke statistical approach. The results showed that the volumetric grain distribution can be well estimated by the log-normal and gamma distribution models for the low and high number of grains, respectively. The abnormal grain growth was taken place in 304H steel during annealing, probably due to the presence of chromium carbide on the grain boundaries within the initial microstructure. The segregation resulted from dissolution of these carbides decreased the grain boundary mobility. A time-dependent equation was obtained for the mobility of grain boundary in this steel after the estimation of chromium content in the grain boundary areas. Moreover, a method was introduced for quantitative evaluation of the error during the measurement of grain size using the metallographic cross sections.

**Key Words** Grain growth, Grain size distribution, Austenitic stainless steel, Grain boundary mobility.

\* نسخه‌ی نخست مقاله در تاریخ ۸۸/۲/۲۴ و نسخه‌ی پایانی آن در تاریخ ۸۹/۱۱/۳۰ به دفتر نشریه رسیده است.

(۱) نویسنده‌ی مسئول: عضو هیئت علمی دانشگاه آزاد اسلامی، واحد نراق

مقاله برای نمایش مقدار میانگین استفاده شده است. مطابق با روش جنسن و گاندرسن، [10] می‌توان حجم میانگین  $\langle V_v \rangle$  و ضریب انحراف  $CV_v$  را با استفاده از یک مقطع متالوگرافی به دست آورد. دانه‌ها در این روش به وسیله‌ی رأس‌های یک شبکه‌ی مربعی انتخاب می‌شوند. مساحت این دانه‌ها (a) و طول خط افقی عبور داده شده از نقطه‌های درون دانه‌ی (l) اندازه‌گیری شده و رابطه‌های زیر به دست می‌آیند:

$$\langle V_v \rangle = \frac{\pi}{3} \langle l^3 \rangle \quad (2)$$

$$CV_v = \left[ \frac{36k \langle a^3 \rangle}{\pi \langle l^3 \rangle^2} - 1 \right]^{1/2} \quad (3)$$

k ثابتی است که به شکل دانه‌ها وابسته است و مقدار آن بین ۰/۰۷۱ تا ۰/۰۸۳ تغییر می‌کند. در تحقیق حاضر از مقدار متوسط ۰/۰۷۷ استفاده شده است.

با محاسبه‌ی  $\langle V_v \rangle$  و  $CV_v$  به روش فوق،  $\langle V_N \rangle$ ،  $CV_N$  و عوامل مربوط به توابع توزیع را می‌توان با استفاده از رابطه‌های جدول (۲) به دست آورد.

روش‌های مدل‌سازی نیز می‌توانند توزیع حجمی دانه‌ها را تعیین کنند. در این تحقیق از روش مدل‌سازی سه بعدی مونت‌کارلو و مدل آماری ابراز-لوک، [12,13] استفاده شده است. در روش اخیر، فرض بر این است که دانه‌ها از نقطه نظر اندازه شامل توزیعی از n گروه هستند و هر گروه دارای  $n_i$  دانه با شعاع معادل  $R_i$  می‌باشد. با این فرض، رابطه‌ی زیر برای رشد دانه پیشنهاد شده است [12]:

$$\frac{dR_i}{dt} = M \sum_{j=1}^n P_{i,j} S_j, \quad P_{i,j} = 2\gamma \left( \frac{1}{R_j} - \frac{1}{R_i} \right) \quad (4)$$

در این رابطه‌ها،  $\gamma$  انرژی سطحی مرز دانه و  $R_i$  شعاع معادل دانه‌ی iام است. M نیز تحرک (Mobility) مرز دانه است که از رابطه‌ی زیر محاسبه می‌شود:

$$M = M_0 \exp\left(-\frac{Q_{gb}}{RT}\right) \quad (5)$$

## مقدمه

اندازه دانه و یکنواختی توزیع آن از جمله مهم‌ترین ویژگی‌های ریزساختاری فولادهای زنگ نزن آستنیتی هستند، و تأثیر بارزی بر خواص مکانیکی آن‌ها دارند [1,2]. توزیع حجمی دانه‌ها معمولاً به دو روش بررسی می‌شود: برآورد کسر حجمی دانه‌های متعلق به یک محدوده حجمی باریک،  $f_v(v)$  (The volume weighted distribution of grain volume) و برآورد تعداد نسبی دانه‌های متعلق به یک محدوده حجمی باریک،  $f_N(v)$  (The number-weighted distribution of grain volume) [3]. پنج رابطه برای روش دوم پیشنهاد شده است، و این رابطه‌ها در جدول (۱) آورده شده‌اند. در این رابطه‌ها، از حجم و یا حجم نرماله شده (نسبت حجم دانه به حجم میانگین) استفاده شده است [3-8]. در اغلب موارد تابع توزیع هیلرت با داده‌های تجربی تطابق خوبی ندارد [6]. تابع لوت یا ریلی نیز حالت خاصی از تابع ویبل با  $\beta=2$  است [7]. به این ترتیب، سه تابع توزیع نرمال لگاریتمی، ویبل و گاما در این تحقیق برای مقایسه با داده‌های تجربی استفاده شدند.

یکنواختی اندازه‌ی دانه‌ها را می‌توان با واریانس یا انحراف معیار حجم دانه‌ها بررسی کرد. اما اغلب انحراف معیار نسبت به اندازه یا حجم میانگین نرماله می‌شود. در این صورت، آن را ضریب انحراف ( $CV$ , Coefficient of variation نامیده و به صورت زیر تعریف می‌شود [9]):

$$\bar{x} = \langle x \rangle = \sum x_i / N$$

$$\sigma_x = \left( \frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{N} \right)^{1/2} = \sqrt{\langle x^2 \rangle - \langle x \rangle^2} \quad (1)$$

$$CV_x = \sigma_x / \bar{x}$$

که در آن، x شعاع یا حجم دانه،  $\bar{x}$  مقدار میانگین x، و  $\sigma_x$  انحراف معیار می‌باشد. از علامت  $\langle \rangle$  در این

جدول ۱ رابطه‌های آماری توزیع اندازه‌ی دانه برای  $f_N(v)$

اطلاعات بیشتر	تابع	نام تابع
A و B به ترتیب انحراف معیار و میانگین لگاریتم حجم نرماله شده (v) هستند	$f(v) = \frac{1}{A v \sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln(v)-B}{A}\right)^2\right]$	نرمال لگاریتمی [۳، ۵]
$\beta$ عامل شکل و $\alpha = 1/\Gamma(1+1/\beta)$ عامل اندازه است ( $\Gamma$ تابع گاما می‌باشد)	$f(v) = \frac{\beta}{\alpha^\beta} v^{\beta-1} \exp\left[-\left(\frac{v}{\alpha}\right)^\beta\right]$	ویبل [۶]
$ab^2$ و $ab$ میانگین و واریانس توزیع، $\Gamma$ تابع گاما و $v$ حجم نرماله شده است	$f(v) = \frac{v^{a-1}}{b^a \Gamma(a)} \exp\left(-\frac{v}{a}\right)$	گاما [۵]
با داده‌های تجربی تطابق خوبی ندارد. $r$ قطر معادل نرماله شده است	$f(r) = (2e)^2 \frac{2r}{(2-r)^4} \exp\left(-\frac{4}{2-r}\right)$	هیلت [۶]
همان تابع ویبل با $\beta = 2$ است، به گونه‌ای که $\kappa = (\Gamma(1+1/\beta))^2$ در تابع ریلی به جای ضریب $2\kappa$ از $\frac{8}{3\sqrt{\pi}} \kappa^{5/2}$ استفاده می‌شود	$f(v) = 2\kappa v \exp(-\kappa v^2)$	لوت [۷]، یا ریلی [۸]

جدول ۲ ارتباط بین  $\langle V_v \rangle$  و  $CV_v$  با  $\langle V_N \rangle$  و  $CV_N$  و عوامل توابع توزیع در رابطه‌های مختلف

تابع ویبل <sup>*۱، *۲</sup>	تابع لگاریتمی <sup>*۱</sup> [۵]	تابع گاما <sup>*۱</sup> [۵]
$\langle V_v \rangle = 2\alpha \frac{\Gamma(2/\beta)}{\Gamma(1/\beta)}$	$\langle V_N \rangle = \frac{\langle V_v \rangle^3}{\langle V_v^2 \rangle}$	$\langle V_N \rangle = 2\langle V_v \rangle - \frac{\langle V_v^2 \rangle}{\langle V_v \rangle}$
$CV_v = \sqrt{\frac{3}{4} \frac{\Gamma(1/\beta)\Gamma(3/\beta)}{\Gamma^2(2/\beta)} - 1}$	$CV_N = CV_v$	$CV_N = \frac{CV_v}{\sqrt{1-CV_v^2}}$
$\langle V_N \rangle = \frac{\alpha}{\beta} \Gamma(1/\beta)$	$A = \sqrt{\ln(1+CV_N^2)}$	$a = \frac{1}{CV_N^2}$
$CV_N = \sqrt{2\beta \frac{\Gamma(2/\beta)}{\Gamma^2(1/\beta)} - 1}$	$B = \ln\langle V_N \rangle - 0.5A^2$	$b = \frac{\langle V_N \rangle}{a}$

\*۱ در سه رابطه، به جای حجم نرماله شده (v) از حجم (V) استفاده شده است.

\*۲ رابطه‌های تابع ویبل به وسیله‌ی نویسنده‌ی مقاله به دست آمده است.  $\alpha$  و  $\beta$  از دو معادله‌ی اول و رابطه‌های (۲) و (۳) به دست می‌آید.

\*۳  $\langle V_v^2 \rangle = 4\pi k \langle a^3 \rangle = \langle V_v \rangle^2 (1+CV_v^2)$

جهانی گازها،  $Q_{gb}$  انرژی فعال‌سازی جابجایی مرز و دما بر حسب کلوین است.

که در آن،  $M_0 = b^2 D_0 / kT$ ،  $b$  اندازه‌ی بردار برگر،  $D_0$  ثابت نفوذ،  $k$  ثابت بولتزمن،  $R$  ثابت

می‌شود. پس از آن، توزیع حجمی دانه‌ها با بررسی عکس‌های متوالی به‌دست می‌آید.

در این کار تحقیقی، از چهار روش جنسن-گاندرسن، شبیه‌سازی سه بعدی مونت‌کارلو، مدل ابراز-لوک و مقطع‌زنی متوالی برای بررسی توزیع اندازه‌ی دانه حین فرایند رشد دانه در سه فولاد زنگ نزن آستنیتی نوع ۳۰۴H، ۳۱۶L و ۳۲۱ استفاده شده است. هدف به‌دست آوردن یک روش ساده و در عین حال دقیق برای تخمین حجم متوسط و توزیع حجمی دانه‌های در حال رشد بوده است. محاسبه‌ی توزیع حجمی دانه‌ها به‌عنوان ابزاری برای تشخیص وقوع رشد غیرعادی دانه‌ها حین فرایند تاب‌کاری به‌کار می‌رود. رشد غیرعادی دانه‌ها در نتیجه‌ی وجود رسوب‌های بسیار ریز بر روی مرز دانه‌ها و یا در نتیجه‌ی تبلور مجدد به‌وقوع می‌پیوندد.

### روش تحقیق

ترکیب شیمیایی سه نوع فولاد زنگ نزن آستنیتی، AISI ۳۰۴H، ۳۱۶L و ۳۲۱ در جدول (۴) آمده است. به‌منظور بررسی رشد طبیعی دانه، دو نوع فولاد اول در دمای ۱۲۰۰ °C به‌مدت زمان ۵، ۱۰ و ۱۵ دقیقه تاب‌کاری شدند. در فولاد ۳۲۱ حدود ۰/۸ درصد تیتانیم وجود دارد که می‌تواند در محدوده دمایی ۱۲۵۰ °C-۱۱۰۰ با تشکیل نیتريد تیتانیم حرکت مرز دانه‌ها را مشکل کرده و باعث رشد غیر عادی دانه‌ها شود [18]. بنابراین، دمای تاب‌کاری این فولاد به ۱۳۰۰ °C افزایش داده شد. بعد از فرایند تاب‌کاری، سطح مقطع نمونه‌ها متالوگرافی شده و ریزساختار آن‌ها به‌وسیله‌ی حکاکی الکترولیتی در محلول اشباع اسید نیتريك، آشکار شد. سپس برای ارزیابی توزیع حجمی دانه‌ها، مقطع‌زنی متوالی انجام شد و با سه روش دیگر ذکر شده در مقدمه مقایسه شد.

در رابطه‌ی (۴)، نیروی محرکه برای رشد دانه‌ای به شعاع  $R_i$  در مقابل دانه‌هایی به شعاع  $R_j$  می‌باشد، به‌طوری که اگر مثبت باشد دانه‌های به شعاع  $R_i$  رشد می‌کنند و اگر منفی باشد، این دانه‌ها کوچک‌تر می‌شوند. افزون بر این،  $S_j$  احتمال برخورد دانه‌های متعلق به گروه‌های مختلف می‌باشد که با سطح دانه‌ها در ارتباط است، یعنی:

$$S_j = \frac{n_j \cdot 4\pi R_j^2}{\sum_j n_j \cdot 4\pi R_j^2} = \frac{n_j \cdot R_j^2}{\sum_j n_j \cdot R_j^2} \quad (6)$$

رابطه‌ی (۴) در هر گام زمانی برای همه‌ی شعاع‌های  $R_i$  موجود به‌کار می‌رود تا این‌که توزیع اندازه‌ی دانه (با فرض توزیع حجمی دانه‌ها،  $V_i = \frac{4\pi}{3} R_i^3$ ) حین تاب‌کاری به‌دست آید. داده‌های مورد نیاز برای مدل‌سازی در جدول (۳) دیده می‌شوند [14,17].

جدول ۳ تحرک‌پذیری، انرژی فعال‌سازی نفوذ مرز دانه‌ای و انرژی سطحی برای سه فولاد مورد استفاده

$\gamma$ (mJ/m <sup>2</sup> )	$Q_{gb}$ (kJ/mol)	$M_0$ (m <sup>4</sup> /J.s)	نوع فولاد
۳۰	۱۷۸	$1 \times 10^{-5}$	304H [۱۴،۱۵]
۷۸	۱۶۹	$3 \times 10^{-6}$	316L [۱۴-۱۶]
۵۲	۱۷۲	$5 \times 10^{-6}$	321 [۱۷]

نتایج توزیع حجمی دانه‌ها که با استفاده از سه روش فوق به‌دست می‌آیند، می‌باید با یک روش استاندارد و دقیق مقایسه شوند. روش مقطع‌زدن متوالی [4] برای این منظور به‌کار رفت. در این روش سطح مقطع نمونه متالوگرافی شده و از آن عکس گرفته می‌شود. سپس از سطح نمونه به‌میزان ۱ درصد از اندازه‌ی بزرگ‌ترین دانه لایه‌برداری شده و پس از متالوگرافی مجدد، از آن عکس‌برداری می‌شود. این کار تا عمقی به‌میزان دو برابر قطر بزرگ‌ترین دانه انجام

جدول ۵ مقادیر  $\bar{D}_{int} = \frac{1}{1.68} \left( \frac{6}{\pi} \langle V_v \rangle \right)^{1/3}$  و  $CV_v$  که به کمک رابطه‌های (۲) و (۳) برای فولادهای مختلف محاسبه شده‌اند

۳۲۱	۳۱۶L	۳۰۴H	شرایط تاب کاری	
			قبل از تاب کاری	۵ دقیقه بعد از تاب کاری
۸	۶/۳	۷	$\bar{D}_{int} (\mu m)$	
۰/۳۲	۰/۴۹	۰/۳۵	$CV_v$	
۴۵	۴۲/۸	۲۶/۸	$\bar{D}_{int} (\mu m)$	
۰/۵۲	۰/۴۲	۱/۱	$CV_v$	
۷۲	۵۸	۴۳/۴	$\bar{D}_{int} (\mu m)$	
۰/۷۲	۰/۵۶	۱/۹	$CV_v$	
۸۲	۷۰	۵۵	$\bar{D}_{int} (\mu m)$	
۰/۴۴	۰/۴۷	۱/۷	$CV_v$	

جدول ۴ ترکیب شیمیایی سه نوع فولاد زنگ نزن آستنیتی به کار رفته در این تحقیق (درصد وزنی)

۳۲۱	۳۱۶L	۳۰۴H	عنصر
۰/۰۶۶	۰/۰۲۶	۰/۰۸۳	C
۱۷/۴	۱۷/۶	۱۹/۲	Cr
۹/۷۵	۱۰/۹	۸/۱۶	Ni
<۰/۰۵	۱/۸۸	۱/۵۴۲	Mo
۰/۵۹۶	۰/۳۶۶	۰/۳۳۵	Si
۱/۶۵	۱/۹۴	۱/۸۸	Mn
۰/۷۸۶	۰/۰۷۹	۰/۰۸۲	Ti
۰/۰۱۹	۰/۰۴۵	۰/۰۲۱	P
<۰/۰۳	<۰/۰۳	<۰/۰۳	S

همان گونه که مشاهده می‌شود، ضریب انحراف حجمی در نمونه‌های ۳۱۶L و ۳۲۱ کم‌تر از یک (حدود ۰/۸ - ۰/۴) و در نمونه‌های ۳۰۴H بزرگ‌تر از یک است، و این به معنای پراکنندگی زیاد در اندازه‌ی دانه‌ها در این فولاد است.

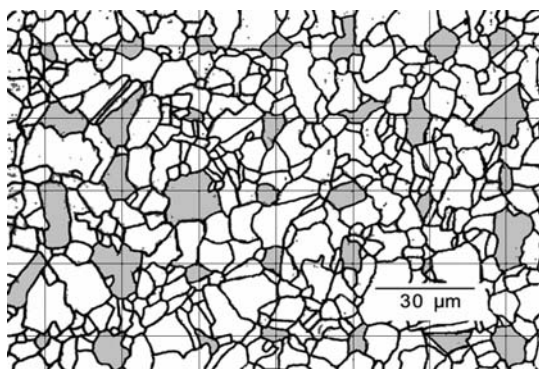
نتایج بررسی توزیع حجمی نمونه‌ها که به روش مقطع‌زنی متوالی به دست آمده است، در شکل (۲) مشاهده می‌شود. تابع‌های توزیع در این نمودارها نیز رسم شده‌اند. عوامل این تابع‌ها از روش حداقل مجموع مربعات (Least square method) به دست آمده‌اند.

در شکل (۲) نیز دیده می‌شود که توزیع حجمی دانه‌ها بر تابع توزیع نرمال لگاریتمی و تابع گاما نسبتاً منطبق است، و بنابراین می‌تواند به وسیله‌ی هر دو تابع توصیف شود. در این صورت، اگر توزیع حجم بر حسب حجم نرماله شده ( $v_N = V_N / \langle V_N \rangle$ ) رسم شود، عوامل تابع توزیع گاما برابر خواهند بود با:  $a = 2 \sim 6$  و  $b = 0.15 \sim 0.4$ ، و عوامل تابع توزیع نرمال لگاریتمی نیز برابر با  $A = 0.4 \sim 0.7$  و  $B = (-0.245) \sim (-0.08)$ ،  $\langle v_N \rangle = 1$  خواهند آمد ( $CV_N = 0.4$ ).

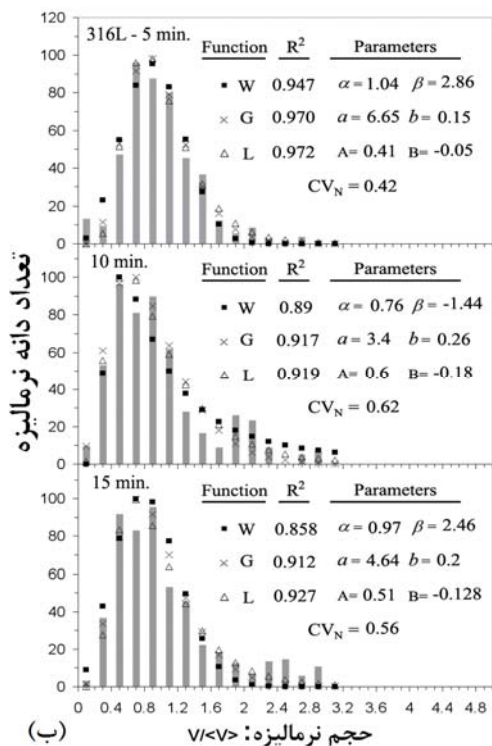
برنامه‌ی روش سه بعدی مونت کارلو برای رشد

### نتایج و بحث

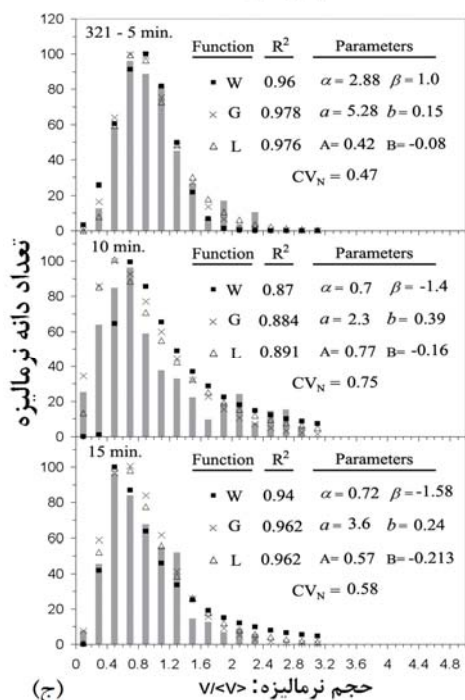
در شکل (۱)، ریزساختار اولیه‌ی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۶L قبل از فرایند تاب کاری نشان داده شده است. در اینجا، مقادیر  $\langle V_v \rangle$  و  $CV_v$  به کمک رابطه‌های (۲) و (۳) محاسبه شده‌اند. قطر متوسط معادل دانه‌ها با فرض کروی بودن آن‌ها از رابطه‌ی  $\bar{D}_v = \left( \frac{6}{\pi} \langle V_v \rangle \right)^{1/3}$  و قطر معادل مطابق روش تقاطع از رابطه‌ی  $\bar{D}_{int} = \bar{D}_v / 1.68$  [۱۹] محاسبه می‌شود. به همین روش مقادیر  $\bar{D}_{int}$  و  $CV_v$  برای همه‌ی ریزساختارها به دست آمد، و نتایج در جدول (۵) نشان داده شده‌اند.



شکل ۱ ریزساختار اولیه‌ی فولاد ۳۱۶L که به کمک رابطه‌های (۲) و (۳) به دست آمده است؛  $\langle V_v \rangle = 624 \mu m^3$  و  $CV_v = 0.49$



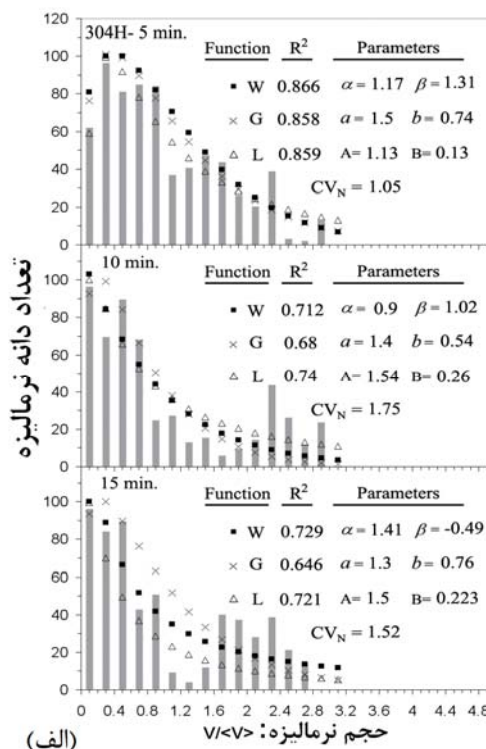
(ب)



(ج)

شکل ۲ نتایج بررسی توزیع حجمی نمونه‌ها به روش مقطع‌زنی متوالی (نمودار میله‌ای) و مقایسه‌ی آنها با تابع‌های توزیع در سه فولاد مورد آزمایش؛ (الف): ۳۰۴H، (ب): ۳۱۶L، و (پ): ۳۲۱. W: تابع ویبل، G: تابع گاما، و L: تابع نرمال لگاریتمی

دانه نیز نوشته شد. در این برنامه، یک شبکه‌ی  $200 \times 200 \times 200$  پیکسلی (هر پیکسل برابر با پنج میکرومتر) با  $Q=4000$  (تعداد جهت‌گیری تصادفی در شبکه) در نظر گرفته شد. همسایه‌های درجه اول انتخاب شدند (۲۶ همسایه)، و برنامه تا حالت مونت کارلوی (MCS) برابر با ۱۵۰۰ (هر حالت به اندازه‌ی  $200^3$  انتخاب نقطه) ادامه یافت. هر مرحله سه بار تکرار شد تا این که خطای آماری کاهش یابد. برنامه در محیط نرم‌افزار متلب (MATLAB) به شکل کد موازی نوشته شد و با استفاده از رایانه‌ی مناسب در مرکز محاسبات پیشرفته‌ی دانشگاه صنعتی اصفهان اجرا شد. ریزساختار به دست آمده بعد از اجرای ۸۰۰ حالت ( $D_{int} \approx 80 \mu m$ )، در شکل (۳) نشان داده شده است. ضریب انحراف حجمی در روش مونت کارلو بعد از اجرای ۶۰۰ حالت، به سمت مقدار متوسط ۰/۵۲ میل می‌کند. در شکل (۴-الف و ب)، توزیع حجمی دانه‌های حاصل از روش مونت کارلو و مدل ابراز-لوک با تابع‌های توزیع مقایسه شده‌اند.



(د)

دانه به شکل زیر ارائه شده است [20,21]:

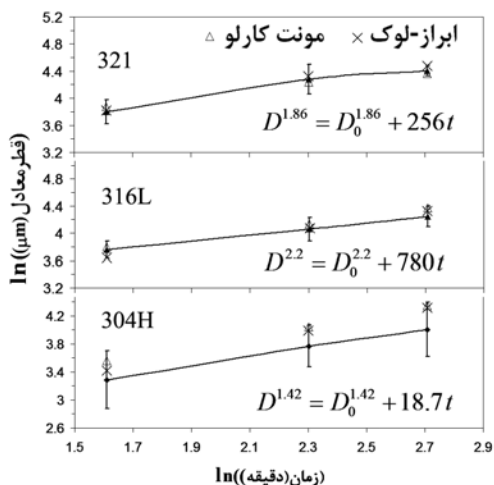
$$D^n = D_0^n + kt, \quad n \in (1-6) \quad (V)$$

که در آن،  $n$  ثابت ماده و  $k$  عامل وابسته به دما می باشد. شکل ۵ کاربرد رابطی فوق را برای سه فولاد مورد مطالعه نشان می دهد. برای هر فولاد و با فرض حاکم بودن توزیع نرمال لگاریتمی، انحراف معیار لگاریتم حجم ( $A = \sigma_V$ ) از مقادیر جدول (۵) و رابطه-های جدول (۲) به دست آمده اند. اگر حجم دارای توزیع نرمال لگاریتمی باشد، قطر معادل نیز توزیع نرمال لگاریتمی دارد، اما انحراف معیار لگاریتم قطر معادل برابر با  $\frac{1}{3}\sigma_V$  خواهد بود [22]. در این صورت، لگاریتم قطر معادل در روش تقاطع به همراه انحراف معیار برابر است با:

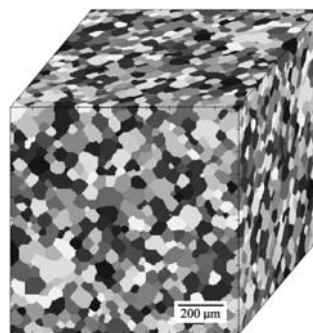
$$\ln(\bar{D}_{int}) \pm \frac{1}{3}\sigma_V = \ln(\bar{D}_{int} \times \exp(\pm \frac{1}{3}\sigma_V)) \quad (A)$$

$$\approx \ln(\bar{D}_{int} (1 \pm \frac{1}{3}\sigma_V))$$

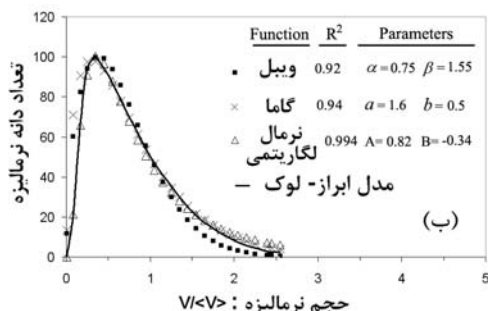
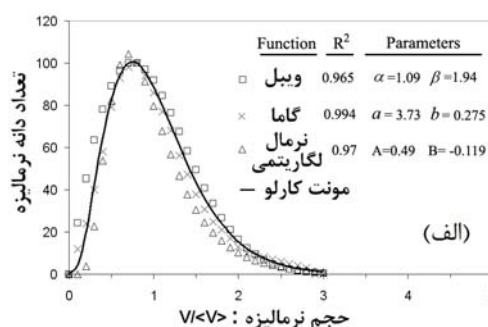
این معادله پس از اعمال تقریب  $e^x \approx 1+x$  به-زای مقادیر کوچک  $x$  به دست آمده است. بنابراین،  $\frac{1}{3}\sigma_V$  انحراف معیار قطر معادل  $\bar{D}_{int}$  می باشد که در عبارت خطا در شکل (۵) وارد شده است. به منظور مقایسه، مقادیر اندازه دانه‌ی پیش‌بینی شده با استفاده از روش مونت کارلو و مدل ابراز-لوک در شکل (۵) آورده شده اند.



شکل ۵ رشد دانه حین تاب کاری برای سه فولاد و مقایسه‌ی آن با روش مونت کارلو و مدل ابراز-لوک



شکل ۳ ریزساختار شبیه‌سازی شده به وسیله‌ی روش مونت کارلو بعد از اجرای ۸۰۰ حالت ( $D_{int} \approx 80 \mu m$ )

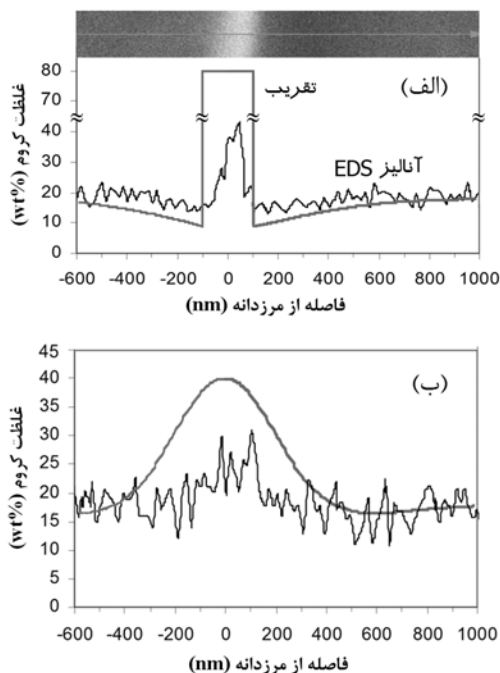


شکل ۴ نتایج توزیع حجمی دانه‌ها در دو روش شبیه‌سازی مونت کارلو (الف)، و مدل ابراز-لوک (ب) و مقایسه‌ی آن‌ها با تابع‌های توزیع

مقدار  $CV_N$  در مدل ابراز-لوک برابر با ۰/۹۶ تخمین زده شد که در مقایسه با مقدار تجربی آن در نمونه‌های ۳۱۶L و ۳۲۱، از حد بالایی بزرگ‌تر است. بنابراین، تخمین درستی از توزیع اندازه دانه به دست نخواهد آمد. افزون بر این، در شکل (۴) دیده می شود که روش مونت کارلو بر توزیع گاما و مدل ابراز-لوک بر توزیع نرمال لگاریتمی منطبق است. نکته‌ی دیگری را که می توان در مورد مدل‌های فوق بررسی کرد، کینتیک رشد دانه است. رابطه‌ی رشد

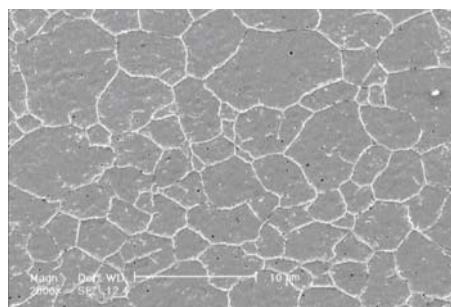
کرم در فصل مشترک کاربید/زمینه (قبل از انحلال کاربید) و در میان دانه هستند. این معادله، با فرض این‌که جامد نیمه بی‌نهایت است، غلظت کروم ( $C_x$ ) را در فاصله‌ی  $x$  از فصل مشترک به دست می‌دهد.

با بررسی ترکیب شیمیایی با استفاده از روش طیف‌سنجی توزیع انرژی (EDS) در میکروسکپ الکترونی روبشی مقادیر  $C_i \approx 9\%$ ،  $C_{Bulk} = 18\%$  و  $C_x = 13\%$  به ازای  $x = 200 \text{ nm}$  به دست آمدند. افزون بر این، غلظت کرم در ذرات کاربید  $M_{23}C_6$  برابر با  $85\sim 75\%$  درصد وزنی ( $80\%$  درصد به‌طور میانگین) است [25,26]، و ضخامت لایه‌ی کاربید تقریباً  $200 \text{ nm}$  می‌باشد (شکل (۷-الف)). البته چون قطر پرتوی الکترونی در حدود  $500 \text{ nm}$  بود، تعیین ترکیب شیمیایی در مجاورت کاربید دقت زیادی ندارد، اما الگوی کلی با نمودار غلظت مربوط به معادله‌ی (۹) یکی است.



شکل ۷ نمودارهای غلظت کرم در فولاد ۳۰۴H به دست آمده با اندازه‌گیری‌های SEM-EDS؛ (الف): نمونه‌ی اولیه، (ب): پس از پنج دقیقه تاب‌کاری در دمای  $1200^\circ \text{C}$  به‌همراه تخمین‌های ارائه شده

همان‌گونه که مشاهده می‌شود، رفتار رشد دانه در هر سه فولاد از رابطه‌ی (۷) پیروی می‌کند. تئرانس اندازه دانه در مورد فولاد ۳۰۴H، به دلیل  $CV_p > 1$ ، زیاد است. افزون بر این، هر دو روش مونت‌کارلو و مدل ابراز-لوک اندازه دانه‌ی بزرگ‌تری را در این فولاد حین تاب‌کاری پیش‌بینی می‌کنند. برای یافتن دلیل این رفتار، نمونه‌ی اولیه از این فولاد مورد بررسی قرار گرفت. ریزساختار اولیه‌ی این فولاد در شکل (۶) مشاهده می‌شود. حضور کاربیدهای کرم در مرز دانه‌ها کاملاً مشخص است.



شکل ۶ ریزساختار اولیه‌ی فولاد ۳۰۴H بعد از حکاکی در اسید اگزالیک. کاربیدهای کرم بر روی مرز دانه‌ها حضور دارند

این کاربیدها در دمای تاب‌کاری ( $1200^\circ \text{C}$ ) به سرعت حل می‌شوند، اما جدایش کرم تحرک‌پذیری مرز را با سازوکار پس زدن عنصر محلول (Solute drag) کاهش می‌دهد. از آنجا که انرژی جدایش و ضریب نفوذ کرم در این فولاد بسیار کم می‌باشند (به ترتیب  $1 \text{ kJ/mol}$  و  $10^{-15} \text{ cm}^2/\text{s}$ )، فرایند همگن‌سازی در آن کند بوده و جدایش تا مدت زمان زیادی وجود دارد.

تغییر غلظت کرم در راستای عمود بر مرز دانه را می‌توان به صورت زیر تخمین زد [24]:

$$C_x = C_i + (C_{Bulk} - C_i) \operatorname{erf}\left(\frac{x}{2\sqrt{Dt}}\right) \quad (9)$$

در این رابطه،  $C_i$  و  $C_{Bulk}$  به ترتیب غلظت‌های



$-\ln[(C_t - C_{bulk}) / (C_{carbide} - C_{bulk})]$  بر حسب زمان تابکاری  $t$ ، برابر با  $0.005 \text{ s}^{-1}$  به دست آمد.

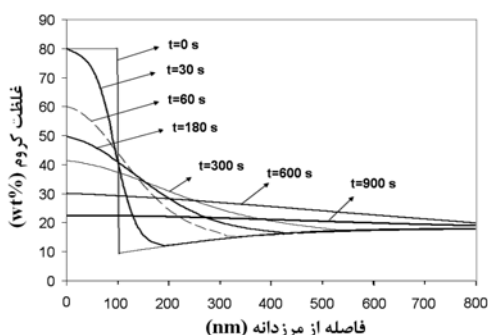
با فرض عدم تأثیر عناصر محلول بر روی یکدیگر، نشان داده شده است که اگر غلظت عنصر محلول در مرز دانه به اندازه  $\Delta C$  بیش از زمینه باشد، عنصر محلول با سازوکار کشش (Solute drag effect) تحرک مرز را به اندازه  $\Delta M$  کاهش می دهد.  $\Delta M$  از معادله ی خطی زیر به دست می آید [28]:

$$\frac{\Delta M}{\Delta C} = -\Gamma \quad (12)$$

در این رابطه،  $\Gamma$  ثابت وابسته به اندازه ی دانه و انرژی جدایش است، و  $\Delta M = M_t - M_\infty$  و  $\Delta C = C_t - C_{Bulk}$  می باشند. بنابراین، رابطه ی تحرک مرز با زمان تابکاری را می توان با استفاده از رابطه های (۱۱) و (۱۲) به صورت زیر نوشت:

$$M_t = M_\infty (1 - p \cdot \exp(-kt)) \quad (13)$$

که در آن،  $p = (C_{Carbide} - C_{Bulk})\Gamma / M_\infty$  و  $M_\infty$  تحرک مرز دانه بدون تأثیر جدایش است.  $M_\infty$  به کمک معادله ی (۵)، برابر با  $5.76 \times 10^{-12} \text{ m}^4/\text{J.s}$ ، برابر با  $5.76 \times 10^{-12} \text{ m}^4/\text{J.s}$  به دست آمد.



شکل ۸ نمودار تغییرات غلظت کرم در فولاد ۳۰۴H در زمان های مختلف تابکاری که از حل عددی معادله ی نفوذ فیک به روش اختلاف محدود به دست آمده است.

با در نظر گرفتن نمودار شکل (۸)، می توان فرض کرد که جدایش کرم در زمینه پس از ۱۵ دقیقه آنچنان کم شود که در نتیجه ی آن تحرک مرز دانه به  $0.99 M_\infty$  برسد. با این فرض، مقدار  $p$  برابر با  $0.9$

با جای گذاری غلظت های فوق در معادله ی (۹)، نمودار غلظت کرم در نمونه قبل از عملیات تابکاری به دست می آید (مربوط به زمان صفر در شکل (۸))، و این شرایط اولیه را برای حل عددی مسئله مشخص می کند. از معادله ی دوم نفوذ فیک و روش حل اختلاف محدود برای یافتن نمودارهای غلظت کرم در زمان های مختلف تابکاری در دمای  $1200^\circ \text{C}$  استفاده شد (شکل (۸)،  $t > 0$ ). دو شرط مرزی برای حل عددی مسئله لازم است. یک شرط از این فرض که نمودار غلظت کرم در دو طرف مرز متقارن است، به دست آمد، و برای شرط دوم، با توجه به شکل (۷-الف)، فرض شد که غلظت کرم در فاصله ی  $1000$  نانومتری برابر با غلظت کرم درون زمینه باشد. به این ترتیب، معادله ی زیر برای غلظت کرم به وسیله ی روش اختلاف محدود حل شد:

$$\begin{aligned} \frac{\partial C}{\partial t} &= D_{Cr} \frac{\partial^2 C}{\partial x^2}, \quad D_{Cr}(1200^\circ \text{C}) \approx 0.1 \text{ nm}^2/\text{s} \\ C(x \leq 100, t = 0) &= 0.8 \\ C(x > 100, t = 0) &= 0.09(1 + \text{erf}((x - 100) / 480)) \\ \frac{\partial C}{\partial x} \Big|_{(x=0,t)} &= 0, \quad C(1000, t) = 0.18 \end{aligned} \quad (10)$$

در شکل (۷-ب)، نتیجه ی این روش با نتایج تجربی حاصل از بررسی طیف سنجی توزیع انرژی برای نمونه ای که ۵ دقیقه تابکاری شده است، مقایسه شده است. با این تقریب زنی، غلظت کرم در مرز دانه ( $C_{(x=0,t)} = C_t$ ) در زمان های مختلف تابکاری به دست آمد، و نتیجه با دقت خوبی با معادله ی زیر تطابق داشت:

$$C_t = C_{Bulk} + (C_{Carbide} - C_{Bulk}) \exp(-kt) \quad (11)$$

که در آن،  $C_{Carbide}$  غلظت کرم در کاربید  $M_{23}C_6$  می باشد که برابر با ۸۰ درصد فرض شده است [26]. این رابطه مشابه با معادله ی همگن سازی فوریه است [27]. مقدار  $k$  با رسم نمودار تغییرات

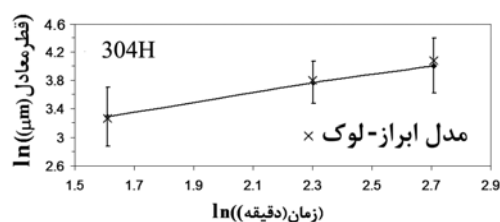
۲- نتایج توزیع حجمی دانه‌ها در روش مقطع‌زنی متوالی با در نظر گرفتن حجم نرماله شده بر تابع توزیع نرمال لگاریتمی با مقادیر  $A = 0/4 \sim 0/7$  و  $B = (-0/08) \sim (-0/245)$  و نیز بر تابع گاما با مقادیر  $a = 2 \sim 6$  و  $b = 0/15 \sim 0/4$  منطبق است.

۳- توزیع حجمی در روش مونت کارلو بر توزیع گاما با  $CV_N \sim 0/52$  و در مدل ابراز- لوک بر توزیع نرمال لگاریتمی با  $CV_N \sim 0/96$  منطبق است. بنابراین، روش اخیر تخمین درستی از توزیع اندازه دانه به دست نمی‌دهد.

۴- با تخمین غلظت کرم در فصل مشترک زمینه و کاربرد کرم در زمان‌های مختلف تاب‌کاری در فولاد ۳۰۴H از نوع حساس شده، یک رابطه‌ی زمانی برای تحرک مرز دانه به دست آمد.

۵- با تخمین ضریب انحراف حجمی ( $CV_V$ ) به روش جنسن و گاندرسن با استفاده از یک مقطع متالوگرافی و فرض برقراری توزیع نرمال لگاریتمی و یافتن انحراف معیار حجمی ( $\sigma_V = \sqrt{\ln(1+CV_V^2)}$ )، انحراف معیار قطر معادل در روش تقاطع را می‌توان از رابطه‌ی  $\frac{1}{3}\sigma_V$  به دست آورد.

به دست می‌آید. در شکل (۹)، نتایج کاربرد این رابطه برای تحرک مرز دانه در مدل ابراز- لوک (به جای M در معادله‌ی (۴)) به منظور پیش‌بینی اندازه دانه‌ی میانگین در فولاد ۳۰۴H مشاهده می‌شود. با مقایسه‌ی این نتایج با نتایج در شکل (۵)، دیده می‌شود که تطابق بین این دو سری نتایج تجربی بسیار بهتر شده است.



شکل ۹ مقایسه‌ی رشد دانه حین فرایند تاب‌کاری در فولاد ۳۰۴H با نتایج به دست آمده از مدل ابراز- لوک، با کاربرد معادله‌ی (۱۳) برای تحرک مرز دانه

### نتیجه‌گیری

۱- ضریب انحراف توزیع حجمی ( $CV_V$ ) حین فرایند رشد معمولی دانه در فولادهای زنگ نزن آستنیتی نوع ۳۱۶L و ۳۲۱ بین  $0/4 \sim 0/8$  به دست آمد، در حالی که این مقدار در فولاد ۳۰۴H با رشد غیر عادی دانه بزرگ‌تر از یک بود.

### مراجع

1. Kuck, D., Niewielski, G., and Cwajna, J., "Influence of Deformation Parameters and Initial Grain Size on the Microstructure of Austenitic Steels after Hot-Working Processes", *Mat. Characterization*, 56, pp. 318–324, (2006).
2. El Wahabi, M., Gavard, L., Montheillet, F., Cabrera, J. M., and Prado, J. M., "Effect of Initial Grain Size on Dynamic Recrystallization in High Purity Austenitic Stainless Steels", *Acta Materialia*, 53, pp. 4605–4612, (2005).
3. Yin, F., Sakurai, A., and Song, X., "Determination of Spatial Grain Size with the Area-Weighted Grain Area Distribution of the Planar Sections in Polycrystalline Materials", *Metall. Mater. Trans. A*, 37, p. 3707, (2006).
4. Rhines, F.N., Craig, K.R., and Rouse, D.A., "Measurement of Average Grain Volume and Certain Topological Parameters by Serial Section Analysis", *Metall. Trans. A*, 7, pp. 1729–1734, (1976).

5. Yu, H., Liu, G., and Song, X., "On the Relation between the Number-Weighted and Volume-Weighted Grain Volume Distribution Parameters", *Metall. Mater. Trans. A*, 29, p. 3081, (1998).
6. Wang, C., and Liu, G., "Grain Size Distribution Obtained from Monte Carlo Simulation and the Analytical Mean Field Model", *ISIJ Int.*, 43, pp. 774–776, (2003).
7. Sun, Y., Liu, G., and Wang, C., "On the Grain Size Distributions Obtained from Different Grain Growth Simulation Techniques", *J. Mat. Sci.*, 39, pp. 2553–2556, (2004).
8. Gusak, A. M., and Tu, K. N., "Theory of Normal Grain Growth in Normalized Size Space", *Acta Materialia*, 51, pp. 3895–3904, (2003).
9. Liu, G., and Yu, H., "On the Sampling of Serial Sectioning Technique for Three Dimensional Space-Filling Grain Structures", *Image Anal Stereol*, 19, pp. 81–84, (2000).
10. Kurzydowski, K.J., and Bucki, J.J., "A Method for Grain Size and Grain Size Uniformity Estimation- Application to Polycrystalline", *Scripta Metall.*, 27, pp. 117–120, (1992).
11. Matsuura, K., Itoh, Y., Kudoh, M., Ohmi, T., and Ishii, K., "Three-Dimensional Grain Size Distribution in SUS304 Stainless Steel", *ISIJ Int.*, 34, pp. 186–190, (1994).
12. Abbruzzese, G., and Lucke, K., *Acta Metall.*, 34, p. 905, (1986).
13. Schino, A. D., and Kenny, J. M., "Modeling Primary Recrystallization and Grain Growth in a Low Nickel Austenitic Stainless Steel", *J. Mat. Sci.*, 36, pp. 593–601, (2001).
14. Schino, A. D., Kenny, J. M., and Abbruzzese, G., "Analysis of the Recrystallization and Grain Growth Processes in AISI 316L Stainless Steel", *J. Mat. Sci.*, 37, pp. 5291–98, (2002).
15. Schramm, R. E., and Reed, R.P., "Stacking Fault Energies of Seven Commercial Austenitic Stainless Steels", *Metall. Trans. A*, 6, pp. 1345–1351, (1975).
16. Robert, A. V., "Grain Boundary Diffusion and Free Energy During the Recrystallization of type 316L Stainless Steel", *Mater. Sci. and Eng.*, 66, pp. 97–105, (1984).
17. Daruvala, H. S., and Bube, K. R., "Tracer Diffusion of Chromium in 321 Stainless Steel", *J. Nuclear Materials*, 87, pp. 211–213, (1979).
18. Tamura, I., Sekine, H., Tanaka, T., and Ouchi, C., *Thermomechanical Processing of High Strength Low Alloy Steels*, Butterworths-Heinemann, London, (1988).
19. Dehghan-Manshadi, A., Barnett, M. R., and Hodgson, P. D., "Recrystallization in AISI 304 Austenitic Stainless Steel during and after Hot Deformation", *Mater. Sci. Eng. A*, 485, p. 664, (2008).
20. Wejrzanowski, T., Batorski, K., and Kurzydowski, K. J., "Grain Growth Modelling: 3D and 2D Correlation", *Mat. Characterization*, 56, pp. 336–339, (2006).
21. Matsuura, K., and Itoh, A. Y., "Analysis of the Effect of Grain Size Distribution on Grain Growth by Computer Simulation", *ISIJ Int.*, 31, pp. 366–371, (1991).

22. Thorvaldsen, A., "The Intercept Method-1. Evaluation of Grain Shape", *Acta Mater.*, 45, pp. 587–594, (1997).
23. Stewart, G. R., and Jonas, J. J., "Static and Dynamic Strain Aging at High Temperatures in 304 Stainless Steel", *ISIJ Int.*, 44, pp. 1263–1272, (2004).
24. Tekin, A., Martin, J. W., and Senior, B. A., "Grain Boundary Sensitization and Desensitization during the Aging of 316L(N) Austenitic Stainless Steels", *J. Mat. Sci.*, 26, pp. 2458–2466, (1991).
25. Sourmail, T., Too, C. H., and Bhadeshia, H. K. D. H., "Sensitisation and Evolution of Chromium-depleted Zones in Fe–Cr–Ni–C Systems", *ISIJ Int.*, 43, pp. 1814–1820, (2003).
26. Too, C. H., "*Sensitization of Austenitic Stainless Steels*", PhD Thesis, University of Cambridge, Department of Material Science and Metallurgy, Pembroke Street, Cambridge CB2 3QZ, August (2002).
27. Porter, D. A., and Easterling, K. E., "*Phase Transformations in Metals and Alloys*", 2<sup>nd</sup> ed., CRC Press, New York, (1992).
28. Dillon, S. J., Behera, S. K., and Harmer, M. P., "An Experimentally Quantifiable Solute Drag Factor", *Acta Materialia*, 56, pp. 1374–1379, (2008).