

Effects of Nb addition and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low-carbon steel after martensite process

Nasim Narimani-Rad¹, *Hamidreza Najafi², Mohammad Reza Afshar³

1- B.Sc., Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

2- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

3- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

Citation: Narimani-Rad N, Najafi H.R., Afshar M.R. Effects of Nb addition and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low-carbon steel after martensite process. Metallurgical Engineering 2019; 22(3): 194-203 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.112901.1256>

 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.112901.1256>

ABSTRACT

The effects of niobium addition (about 0.15 wt.%) and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low carbon steel (containing less than 0.2 wt.% carbon) after martensite process were investigated in this research. After casting and hot rolling at 1050 °C, the samples were austenitized at 900, 1000, 1100 and 1200 °C for one hour followed by quenching in water. The as-quenched microstructures consisted of martensite along with a small amount of widmanstatten ferrite. The maximum hardness and strength were obtained from the Nb-containing sample austenitized at 1200 °C. The hardness and tensile strength were 238 Vickers and 859 MPa, respectively. However, this sample showed an elongation of less than 1%. After 50% reduction in the thickness of the as-quenched samples by cold rolling, annealing was carried out at 600 °C for 90 min. Optical and scanning electron microscopy (SEM) showed that the microstructure of the niobium-free sample was completely annealed and the martensite process effects were eliminated. The tensile strength of this sample was approximately the same as that of the hot rolled specimen. On the other hand, the Nb-containing sample exhibited a fine-grained microstructure. In comparison with the as-quenched condition, the hardness of the microalloyed specimen was essentially preserved after martensite process. The results of the tensile test also revealed that the martensite process led to a good combination of strength and elongation in the microalloyed specimen because its tensile strength and elongation were higher than 700 MPa and 15%, respectively.

Keywords: Martensite Process; Microalloyed Steel; Grain Refinement; Nb; Cold Rolling; Annealing.

Received: 13 August 2019 | Accepted: 9 December 2019

■ ■
* **Corresponding Author:**

Hamid Reza Najafi, PhD

Address: Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 44868404

E-mail: hnajafi@srbiau.ac.ir

تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستنیت بر ریزساختار و خواص مکانیکی حاصل از فرآیند مارتنزیتی یک فولاد کم کربن

نسیم نریمانی راد^۱، حمیدرضا نجفی دژده منفرد^۲، محمدرضا افشارمقدم زنجانی

- ۱- کارشناسی ارشد مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.
 ۲- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.
 ۳- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

چکیده

در این پژوهش تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستنیت بر خواص مکانیکی و ریزساختار فولادی کم کربن پس از اعمال فرآیند مارتنزیتی مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه‌ها پس از ریخته‌گری و نورد داغ؛ در دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ °C به مدت یک ساعت آستنیت و سپس در آب کوئنچ شدند که حاصل آن ریزساختار مارتنزیتی (همراه مقدار کمی فریت ویدمن‌اشاتن) بود. بیشینه سختی در نمونه حاوی نایوبیم آستنیت‌شده در دمای ۱۲۰۰ °C حاصل شد. سختی این نمونه ۲۳۸ ویکرز و استحکام کششی آن نیز ۸۵۹ MPa بود. با این حال، این نمونه افزایش طول نسبی ناچیزی در حد ۱ درصد از خود نشان داد. در مرحله بعد، کاهش ۵۰ درصدی ضخامت نمونه‌های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم به وسیله نورد سرد و آنیل آن‌ها به مدت ۹۰ min در دمای ۶۰۰ °C انجام گرفت. بررسی‌های ریزساختاری با میکروسکوپ‌های نوری و الکترونی روبشی (SEM) نشان داد که ریزساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنیل و دانه‌ها هم‌محور شده‌اند و تأثیر کل فرآیند مارتنزیتی در آن خنثی شده است. آزمون کشش نیز نشان‌دهنده مشابهت استحکام نمونه آنیل شده و نورد داغ شده بود. از طرف دیگر، در نمونه حاوی نایوبیم، ساختاری ریزدانه حاصل شد که سختی آن (در مقایسه با حالت کوئنچ‌شده) تا حد زیادی حفظ شده بود. بررسی نتایج آزمون کشش نیز نشان داد که فرآیند مارتنزیتی در نمونه نایوبیم‌دار بسیار مؤثر بوده به گونه‌ای که پس از آنیل، استحکام کششی همچنان بیش از ۷۰۰ MPa بود. علیرغم استحکام بالا، افزایش طول نسبی این نمونه در سطحی بیش از ۱۵ درصد حفظ شد.

واژه‌های کلیدی: فرآیند مارتنزیتی؛ فولاد میکرو آلیاژی؛ ریزدانه‌گی؛ نورد سرد؛ آنیل.

دریافت: ۱۳۹۸/۵/۲۲ | پذیرش: ۱۳۹۸/۹/۱۸

۱. مقدمه

استحکام‌دهی در فلزات به فرآیندهایی مربوط است که حرکت نابجایی در بلور را محدود کنند. مکانیزم‌های شناخته‌شده در این زمینه شامل برهم‌کنش نابجایی‌ها با سایر نابجایی‌ها (کرنش سختی^۱)، مرز دانه‌ها، اتم‌های محلول (مستحکم شدن از طریق محلول جامد^۲)، رسوب‌ها (رسوب سختی^۳) و ذرات کوچک (پراکنده سختی^۴) می‌شود. استحکام‌دهی فولادها علاوه بر مکانیزم‌های پیش‌گفته به وسیله دگرگونی آستنیت به مارتنزیت نیز امکان‌پذیر است [۱].

با افزایش استحکام، انعطاف‌پذیری اساساً کاهش می‌یابد.

1. Strain Hardening
2. Solid Solution Strengthening
3. Precipitation Hardening
4. Dispersion Strengthening

* نویسنده مسئول:

دکتر حمیدرضا نجفی دژده منفرد

نشانی: تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد.

تلفن: ۴۴۸۶۸۴۰۴ (۲۱) ۹۸+

پست الکترونیکی: hnajafi@srbiau.ac.ir

همچنین، بهبود انعطاف‌پذیری غالباً با کاهش استحکام همراه است. بنابراین، اعمال فرآیندهایی که بهبود هم‌زمان استحکام و انعطاف‌پذیری را در پی داشته باشد از اهمیت ویژه‌ای برخوردار خواهد بود. یکی از روش‌های مؤثر در بهبود هم‌زمان چقرمگی و استحکام، کاهش اندازه دانه است [۲]. در حال حاضر دو روش مختلف برای ریزکردن دانه‌های مواد فلزی حجیم مانند فولادها وجود دارد [۳ و ۴] که عبارت‌اند از:

۱- تغییر شکل پلاستیک شدید^۵ (SPD)

۲- فرآیند مکانیکی - حرارتی پیشرفته مانند فرآیند مارتنزیت^۶

در سال ۲۰۰۲ تی سوچی^۷ و همکاران [۵] روش نوینی جهت ساخت فولادهای فوق‌ریزدانه ابداع کردند که با

5. Severe Plastic Deformation
6. Martensite Process
7. Tsuji

نایوبیم مانع بازبایی نابجایی‌های موجود در فریت شده و در نتیجه چگالی بالاتری از نابجایی‌ها در فریت ایجاد می‌شود که افزایش بیشتر استحکام را در پی خواهد داشت [۱۳]. ملکجانی^{۱۴} و همکاران [۱۴]، با بررسی تأثیر زمان آنیل در یک دمای مشخص (۵۵۰ °C) بر استحکام و انعطاف‌پذیری یک فولاد میکرو آلیاژ نشان دادند که افزایش زمان آنیل موجب کاهش استحکام و افزایش انعطاف‌پذیری می‌شود.

در بررسی‌های انجام‌گرفته تاکنون به تأثیر دمای آستنیت به خواص مکانیکی فولادهای میکروآلیاژی پس از فرآیند مارتنزیتی چندان پرداخته نشده است. چنان‌که در پاراگراف‌های پیشین به آن اشاره شد، حضور نایوبیم به دلیل تشکیل رسوب‌های کاربونیترییدی پایدار در دماهای زیاد بر اندازه دانه‌های آستنیت فولاد تأثیرگذار است. به این ترتیب، تغییر دمای آستنیت به دلیل تغییر در مقدار رسوب‌های کاربونیترییدی تشکیل‌شده در آستنیت، پتانسیل رسوب‌گذاری حین آنیل در فرآیند مارتنزیتی را تحت تأثیر قرار می‌دهد که بر ریزساختار و استحکام حاصل از این فرآیند مؤثر خواهد بود. هدف عمده از انجام پژوهش حاضر، بررسی تأثیر دمای آستنیت بر ریزساختار و خواص کششی حاصل از فرآیند مارتنزیتی فولادی کم کربن حاوی نایوبیم و مقایسه آن با فولاد ساده کربنی است.

۲. مواد و روش تحقیق

ماده

برای انجام این پژوهش فولادی کم کربن (دارای کربن کم‌تر از ۰/۲ درصد وزنی) به عنوان ترکیب پایه انتخاب و به آن ۰/۱۵ درصد وزنی نایوبیم اضافه شد. ریخته‌گری این فولادها، توسط کوره ESR^{۱۵} با ظرفیت ۱۰۰ کیلوگرم انجام شد. ترکیب شیمیایی فولادهای پایه و میکروآلیاژی در جدول ۱ نشان داده شده است.

قطعات به صورت تسمه‌هایی با ضخامت ۳۰ mm ریخته‌گری شدند. در مرحله بعد، عملیات پیش‌گرم در دمای ۱۱۵۰ °C انجام گرفت و قطعات طی چهار مرحله نورد داغ با غلتک‌هایی به قطر ۴۵۰ mm و سرعت ۸ rpm با کرنش‌های تقریباً برابر در هر مرحله به ضخامت نهایی ۱۵ mm کاهش ضخامت داده شدند.

فرآیند مارتنزیتی

برای ایجاد ساختار مارتنزیتی، نمونه‌های نورد داغ شده به عرض ۲۰ mm و طول ۱۲۰ mm بریده و در دماهای ۹۰۰ تا ۱۲۰۰ °C (به فاصله ۱۰۰ °C) به مدت یک ساعت در کوره و در اتمسفر هوا حرارت داده شده و سپس در آب تا

14. Malekjani

15. Electro Slag Remelting

نام "فرآیند مارتنزیتی" شناخته می‌شود. فرآیند مارتنزیتی یکی از فرآیندهای مکانیکی - حرارتی پیشرفته است که شامل ایجاد ساختار مارتنزیتی و نورد سرد و آنیل آن می‌باشد. در این فرآیند تشکیل ریزساختار فوق‌ریز به ریزساختار مارتنزیت نسبت داده می‌شود که در اثر تغییر شکل پلاستیک به دانه‌های ریزتری تقسیم می‌شود [۶]. نوع مارتنزیت به کاررفته در این روش، "مارتنزیت لایه‌ای"^۸ است. از این رو، این فرآیند برای فولادهای کم کربن کاربرد دارد. این فرآیند، شامل سه مرحله کلی زیر است [۷]:

- (۱) کوئنچ و دستیابی به ساختار مارتنزیتی
- (۲) نورد سرد ریزساختار اولیه مارتنزیتی
- (۳) آنیل ریزساختار نورد شده در دما و زمان‌های نسبتاً

پائین

در روشی دیگر، میرزاده^۹ و همکاران [۸] برای بهبود انعطاف‌پذیری، پس از مرحله سوم، فولاد را در محدوده دوفازی آستنیت + فریت حرارت‌دهی کردند.

تغییر شکل مارتنزیت موجب افزایش چگالی نابجایی‌ها و تغییر تدریجی مرزهای فرعی به مرزهای اصلی بر اثر افزایش "عدم انطباق جهتی"^{۱۱} می‌شود. در نتیجه، ساختار نهایی شامل دانه‌های فوق‌ریز فریت و کاربیدهای رسوبی غیریکنواخت است [۵، ۷ و ۹]. بر پایه بررسی انجام‌شده توسط نجفی^{۱۱} و همکاران [۱۰] تشکیل ساختار فوق ریزدانه حین آنیل به ترتیب ناشی از بازگشت^{۱۲} مارتنزیت، ادامه بازبایی و تبلور مجدد پیوسته است.

فولادهای میکرو آلیاژی، فولادهای حاوی مقادیر بسیار کمی از عناصر کاربیدزا و نیتريدزای قوی مانند تیتانیم (Ti)، نایوبیم (Nb) و وانادیم (V) هستند. هدف از افزودن این عناصر علاوه بر بهره‌گیری از رسوب‌سختی، بهبود استحکام و چقرمگی از طریق جلوگیری از رشد دانه‌ها است. عنصر نایوبیم نقش مهمی را در هدف دوم ایفا می‌کند [۱۱]. به همین دلیل، در سال‌های اخیر پژوهش‌هایی باهدف بررسی تأثیر حضور عنصر نایوبیم بر فرآیند مارتنزیتی فولادهای کم کربن انجام شده است.

کاربیدهای نایوبیم ایجادشده در حین فرآیند آنیل، تأثیر به‌مراتب بیشتری در کاهش اندازه دانه در مقایسه با رسوب‌های اولیه موجود در ریزساختار ایفا می‌کنند. بر پایه مشاهدات لن^{۱۳} و همکاران [۱۲]، رسوب‌های میکرو آلیاژی با قفل کردن حرکت نابجایی‌ها و مرزدانه‌ها به گونه‌ای مؤثر موجب پایداری حرارتی ریزساختار فوق ریزدانه می‌شوند. همچنین، تحقیق دیگری نشان داده است که کاربیدهای

8. Lath-type Martensite

9. Mirzadeh

10. Misorientation

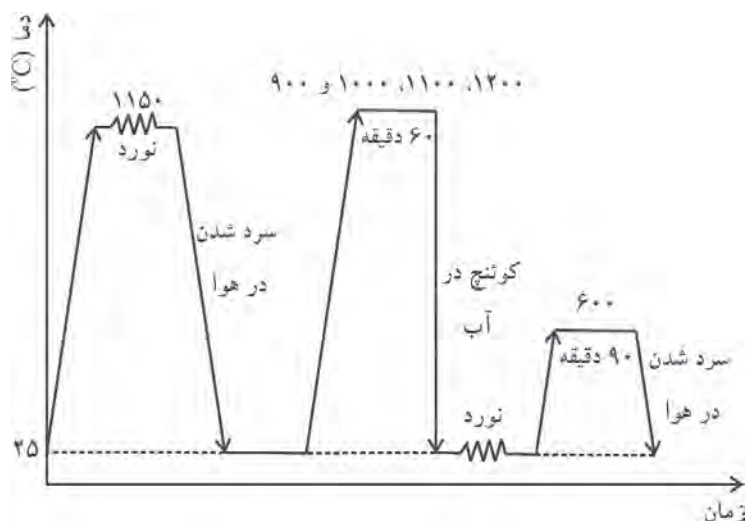
11. Najafi

12. Tempering

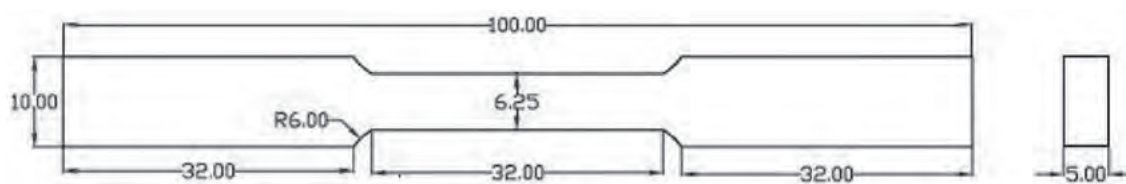
13. Lan

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولادهای به کار رفته در این پژوهش (برحسب درصد وزنی)

Nb	Al	Ni	Cr	P	Mn	Si	C	نمونه
۰	۰/۰۵	۰/۰۲	۰/۰۲	۰/۰۱	۰/۶۸	۰/۱۶	۰/۱۸	پایه
۰/۱۵	۰/۰۱	۰/۰۲	۰/۰۲	۰/۰۱	۰/۶۹	۰/۰۵	۰/۱۹	میکروآلیاژی



شکل ۱. نمایش شماتیک چرخه حرارتی اعمالی به نمونه‌ها از نورد داغ تا آنیل نهایی.



شکل ۲. شکل شماتیک نمونه آزمون کشش (ابعاد برحسب mm).

بررسی خواص مکانیکی

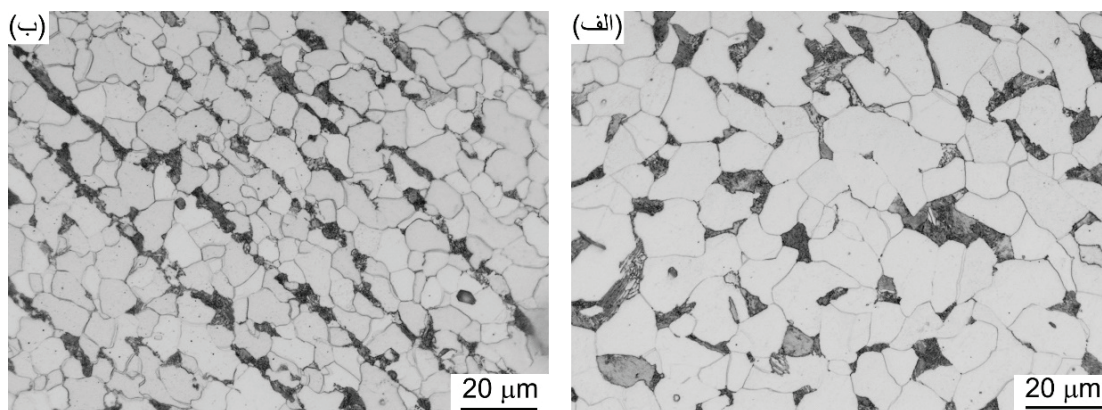
برای ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی از آزمون‌های سختی‌سنجی و کشش استفاده شده است. سختی‌سنجی با روش ویکرز و با نیروی ۳۰ kgf روی نمونه‌ها به ابعاد ۱۰×۱۰ mm انجام شد. اعداد گزارش شده میانگین حداقل ۵ سختی‌سنجی است.

برای آزمون کشش، نمونه‌سازی بر اساس استاندارد ASTM-A370 با ابعاد مشخص شده در شکل ۲ انجام شد. نمونه‌ها توسط دستگاه کشش SANTAM با ظرفیت ۳۰ تن و با سرعت حرکت فک ۱ mm/min در دمای محیط تحت آزمون قرار گرفتند. طبق داده‌های حاصل، منحنی‌های تنش- کرنش مهندسی رسم گردید تا استحکام تسلیم، استحکام کششی و درصد ازدیاد طول نسبی مشخص شود.

بررسی‌های ریزساختاری

برای آماده‌سازی نمونه‌ها به منظور بررسی‌های ریزساختاری، پس از طی مراحل مرسوم متالوگرافی (سنباده‌زنی و پولیش)

دمای محیط (۲۵ °C) کوئنچ شدند. به جهت از بین رفتن پوسته‌های سطحی ناشی از نورد داغ و همچنین یکنواخت شدن ضخامت، نمونه‌ها ابتدا کف تراشی شده و در نهایت سنگ‌زنی شدند تا نمونه‌های مربوط به نورد سرد با ابعاد ۱۲۰×۲۰×۱۲ mm حاصل گردد. نمونه‌ها توسط دستگاه نورد سرد به وسیله غلتک‌هایی با ویژگی‌های مشخص شده در پاراگراف پیشین طی ۱۰ مرحله نورد (میانگین ۵ درصد کاهش ضخامت در هر مرحله) در مجموع به میزان ۵۰ درصد کاهش ضخامت داده شدند. پس از نورد سرد، قطعات در دمای ۶۰۰ °C به مدت ۹۰ min در کوره با اتمسفر هوا آنیل شده و سپس در آب با دمای محیط (۲۵ °C) کوئنچ شدند. انتخاب زمان آنیل در این دما برپایه پژوهش پیشین [۱۵]، با معیار حساسیت کم سختی به دمای آنیل و وقع تبلور مجدد در ریزساختار انجام شده است. در شکل ۱، چرخه حرارتی اعمالی از نورد داغ تا آنیل نهایی به صورت شماتیک نشان داده شده است.



شکل ۳. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از نورد داغ نمونه: الف) بدون نایوبیم و ب) نایوبیم دار.

بازیابی دینامیکی را افزایش می‌دهد [۲۱-۱۶]. از سوی دیگر، در کرنش و نرخ کرنشی مشخص، افزایش نایوبیم موجب بالاتر رفتن دمای تبلور مجدد می‌گردد. به تأخیر افتادن بازیابی به نایوبیم محلول نسبت داده شده و به تأخیر افتادن تبلور مجدد و رشد دانه‌ها به رسوب‌های کاربونیترید نایوبیم نسبت داده شده‌اند [۲۲]. بنابراین، هنگام نورد داغ، نایوبیم فرآیندهای بازیابی و تبلور مجدد و رشد دانه‌ها بعد از آن را به تأخیر می‌اندازد و تأثیر مقادیر کم آن بر فرآیند مکانیکی - حرارتی، آن را از سایر عناصر میکروآلیاژی متمایز می‌سازد و نایوبیم به‌عنوان مؤثرترین عنصر در ریزدانگی حین نورد داغ شناخته می‌شود [۲۳-۲۶]. همچنین، نشان داده شده است که افزودن نایوبیم به مقادیر بیش از ۰/۰۶ درصد موجب بهبود ساختار با حساسیت کمتر به پارامترهای فرآیند می‌گردد [۲۷ و ۲۸]. رسیدن مقدار نایوبیم به بالاتر از ۰/۱۳ درصد به شدت جلوی رشد دانه‌های آستنیت را حین آستنیت‌زدن می‌گیرد و ریزدانگی قابل توجهی را در پی خواهد داشت [۲۹]. به‌طور کلی افزودن نایوبیم حداقل سه مزیت برای نورد داغ ایجاد می‌نماید: ۱- مراحل بیشتری زیر دمای تبلور مجدد انجام می‌شود و در نتیجه ساختار کشیده‌تر شده و جوانه‌زنی بیشتری برای تبلور مجدد صورت می‌گیرد و فریت ریزتری در نهایت ایجاد می‌شود، ۲- نسبت ضخامت به طول کم دانه‌های آستنیت (کشیدگی آن‌ها) قطر دانه فریتی که می‌تواند تشکیل شود را محدود می‌کند و ۳- تجمع عیوب در داخل دانه‌های کشیده شده مواضع جوانه‌زنی فریت را افزایش می‌دهد [۲۲]. علاوه بر ریزدانگی، نایوبیم محلول در آستنیت نیز بعد از نورد داغ داخل فریت حاصل از دگرگونی رسوب و به افزایش استحکام کمک می‌کند.

ریزساختار نمونه‌هایی که در دمای °C ۱۲۰۰ به مدت یک ساعت آستنیت‌زدن شده و سپس در آب کوئنچ شده‌اند در شکل ۴ مشاهده می‌شوند. همان‌گونه که مشخص است ساختار در هر دو نمونه تقریباً مارتنزیتی بوده که در بعضی نواحی فریت ویدمن‌اشاتن نیز مشاهده می‌گردد. تنها تفاوت قابل مشاهده در شکل‌ها درشت‌تر بودن دانه‌های آستنیت قبلی (که مارتنزیت در آن‌ها تشکیل شده) در نمونه بدون

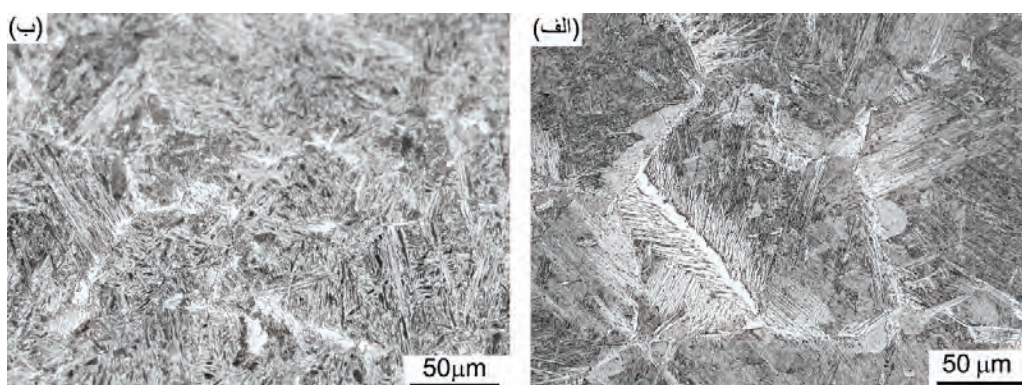
از محلول نایتال ۲٪ برای اچ آن‌ها استفاده شد. بررسی ریزساختاری با میکروسکوپ نوری OLYMPUS مدل MP63 و میکروسکوپی الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) TESCAN مدل MIRA II LMU مجهز به طیف‌سنج توزیع انرژی (EDS) انجام گرفت.

۳. نتایج و بحث ریزساختار

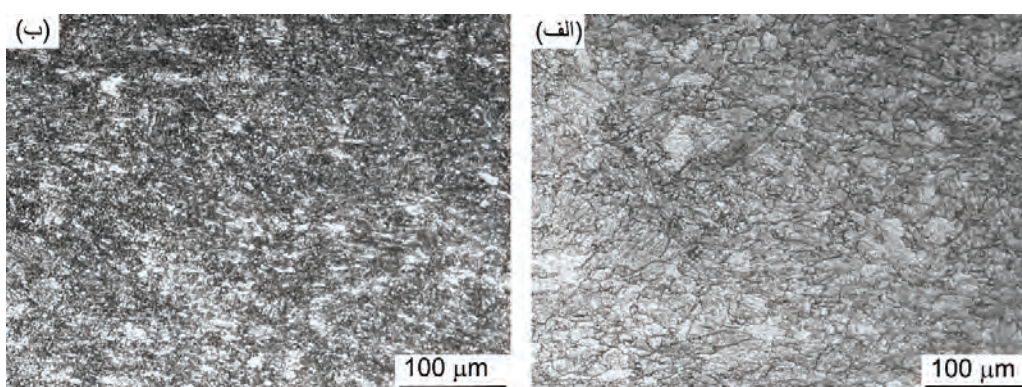
در شکل ۳ ریزساختار نمونه‌های نورد داغ شده بدون نایوبیم و دارای نایوبیم نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که در شکل ۳-الف مشاهده می‌شود نمونه بدون نایوبیم دارای ساختار فریتی - پرلیتی است که بخش عمده‌ای از ساختار را فریت‌های هم‌محور تشکیل می‌دهند و نواحی پرلیتی نیز به‌صورت نسبتاً یکنواخت در ریزساختار توزیع شده‌اند. با توجه به انجام نورد داغ نمونه‌ها و تبلور مجدد دینامیکی حین این فرآیند دستیابی به چنین ساختاری پیش‌بینی می‌شود. چنان‌که در شکل ۳-ب دیده می‌شود هرچند ریزساختار نمونه نایوبیم‌دار نیز به‌صورت فریتی - پرلیتی است در مقایسه با نمونه پایه (شکل ۳-الف) دانه‌های فریت ریزتر شده‌اند. با در نظر گرفتن این نکته که فریت‌های تشکیل شده از نوع آلوتریومورف هستند، کوچک شدن دانه‌های فریتی به معنای افزایش مواضع جوانه‌زنی فریت (افزایش مرزدانه‌های آستنیت قبلی یا ریزدانگی آستنیت) حین دگرگونی آستنیت به فریت است. نایوبیم انحلال محدودی در آستنیت داشته و رسوب‌های کاربونیتریدی به‌ویژه در مرزدانه‌های آستنیت قبلی تشکیل می‌دهد. کاربونیتریدهای نایوبیم به‌عنوان مانعی در مقابل تبلور مجدد و رشد دانه‌های آستنیت قبلی در هنگام آستنیت‌زدن فولاد عمل می‌کنند و موجب ریزدانگی دانه‌های آستنیت می‌شود. به این ترتیب، افزودن نایوبیم موجب افزایش تنش سیلان حین تغییر شکل داغ می‌شود و همچنین کرنش بحرانی برای تبلور مجدد و

16. Field Emission Scanning Electron Microscope

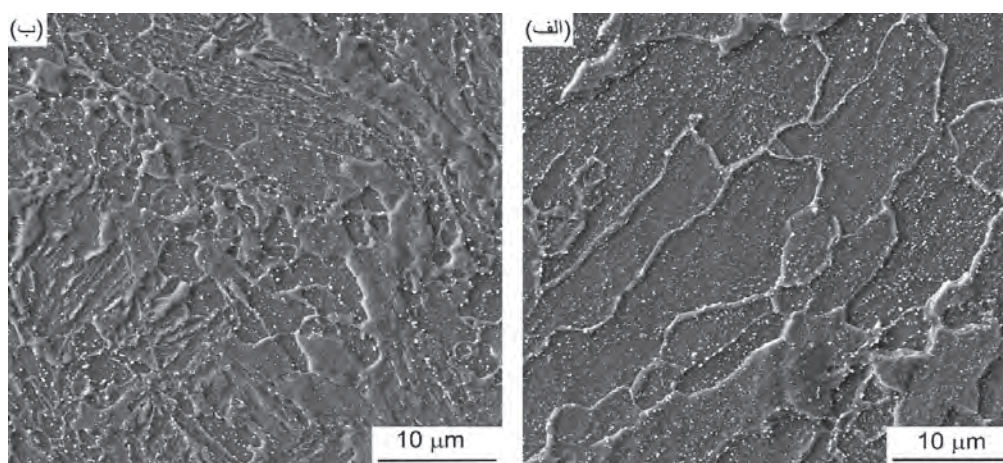
17. Energy Dispersive Spectroscopy



شکل ۴. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از آستنیت‌شدن در دمای $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ به مدت یک ساعت و کوئنچ شده در نمونه: الف) بدون نایوبیم و ب) نایوبیم‌دار.



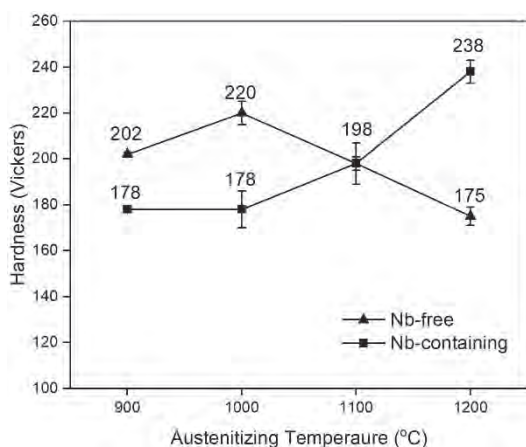
شکل ۵. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از نورد سرد و آنیل نمونه: الف) بدون نایوبیم و ب) نایوبیم‌دار.



شکل ۶. ریزساختار میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های نورد سرد و آنیل شده در نمونه: الف) بدون نایوبیم و ب) نایوبیم‌دار.

ریزساختار نمونه‌ها پس از نورد سرد و آنیل در شکل ۵ نشان داده شده است. بر پایه مشاهدات، انجام آنیل پس از کوئنچ به مقدار قابل توجهی موجب ریزی ساختار شده است. تأثیر افزودن نایوبیم در این تصاویر مشخص نیست و درک چگونگی ریزساختار در این حالت مستلزم مطالعه با SEM است. در شکل ۶ ریزساختار میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم با یکدیگر مقایسه شده‌اند. علاوه بر ساختار دانه‌ها، در این تصاویر ذرات سفیدرنگی داخل

نایوبیم می‌باشد. با توجه به اینکه نمونه‌ها در دمای بالای $1200\text{ }^{\circ}\text{C}$ آستنیت‌شده و در نمونه بدون نایوبیم عاملی که از رشد بی‌رویه آستنیت جلوگیری کند وجود نداشته دانه‌های آستنیت کاملاً درشت شده‌اند اما در نمونه نایوبیم‌دار تا زمان حل شدن رسوب‌های کاربونیتریدی نایوبیم از رشد دانه آستنیت جلوگیری می‌شود. همان‌گونه که در بخش پیشین نیز بیان شد رسوب‌های نایوبیم‌دار می‌توانند در مرزهای آستنیت قرار گرفته و رشد آن‌ها را محدود نمایند.



شکل ۷. تغییر میانگین سختی نمونه‌های بدون نایوبیم (Nb-free) و نایوبیم‌دار (Nb-containing) کونچ شده از دماهای مختلف.

در آستنیت بیشتر باشد هنگام دگرگونی مارتنزیتی اعوجاج شبکه بیشتر بوده و سختی بالاتری به دست می‌آید. در دمای ۹۰۰ °C بخش قابل توجهی از کاربیدهای آهن در فولاد بدون نایوبیم حل می‌شوند و موجب افزایش سختی مارتنزیت می‌گردند. از طرف دیگر، کاربونیتریدهای نایوبیم در این دما انحلال کمی دارند و مقدار کربن کمتری به صورت محلول وارد آستنیت می‌شود که در نتیجه مارتنزیت حاصل از آن سختی کمتری خواهد داشت. در دمای ۱۰۰۰ °C نیز وضع مشابهی وجود دارد و همچنان نمونه بدون نایوبیم سختی بالاتری از خود نشان می‌دهد. اما در دماهای ۱۱۰۰ °C و ۱۲۰۰ °C شرایط تغییر می‌یابد و سختی نمونه نایوبیم‌دار افزایش قابل توجهی یافته است در حالی که سختی نمونه بدون نایوبیم کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد در این دماها دیگر انحلال کربن در آستنیت در نمونه بدون نایوبیم افزایش نیافته و درشت‌تر شدن تیغه‌های مارتنزیت بر اثر رشد دانه‌های آستنیت موجب افت سختی شده باشد. از طرف دیگر، در نمونه نایوبیم‌دار دمای بالای آستنیت موجب انحلال بیشتر کاربونیتریدهای نایوبیم شده و در نتیجه سختی مارتنزیت افزایش یافته است. نشان داده شده است که انحلال کاربونیتریدهای نایوبیم در بازه دمایی ۹۰۰ تا ۱۳۰۰ °C انجام می‌شود و در دمای ۱۳۰۰ °C کل کاربونیتریدهای نایوبیم در ساختار حل می‌شوند [۲۲]. بنابراین، بالاتر رفتن سختی نمونه‌های نایوبیم‌دار با افزایش دمای آستنیت با انحلال کاربونیتریدهای نایوبیم و ورود کربن بیشتر به آستنیت می‌توان توجیه نمود. با توجه به سختی بالاتر در نمونه‌های ۱۲۰۰ °C، این دما برای آستنیت کردن نمونه‌ها انتخاب و برای مراحل بعدی تحقیق از این نمونه‌ها استفاده شد.

اعمال ۵۰ درصد نورد سرد موجب افزایش سختی قابل توجه نمونه‌ها شده به نحوی که سختی نمونه بدون نایوبیم از ۱۷۳ به ۲۴۸ ویکرز و سختی نمونه نایوبیم‌دار از ۲۳۸ به ۳۸۰ ویکرز

دانه‌ها و مرز دانه‌ها نیز دیده می‌شود که نشان‌دهنده سمندیت (در ترکیب پایه) و سمندیت و کاربونیترید نایوبیم (در ترکیب حاوی نایوبیم) است. چنان‌که ساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنیل شده است و دانه‌های حاصل از بازگشت مارتنزیت در آن بسیار درشت شده‌اند و به نظر می‌رسد این آنیل کل فرآیند مارتنزیت را خنثی نموده است. نتایج سایر محققین درباره فولاد ساده کربنی که فرآیند مارتنزیتی با مقادیر متفاوت کربن در نورد سرد بر آن اعمال شده است، نشان می‌دهد که آنیل در دمای ۶۰۰ °C موجب تبلور مجدد کامل ساختار گردیده به نحوی که منحنی تنش کرنش آن مشابه حالت ماده قبل از فرآیند مارتنزیتی شده است و فارغ از مقدار نورد سرد آنیل در این دما کل تاریخچه قطعه را از بین برده است [۳۰ و ۳۱]. در این نوع فولادها عاملی برای جلوگیری از تبلور مجدد و رشد دانه‌ها وجود نداشته است. در نمونه نایوبیم‌دار تبلور مجدد و درشت شدن دانه‌ها کم‌تر بوده است که تأثیر نایوبیم بر ریزساختار ماده را نشان می‌دهد. ساختار ریزدانه‌تر حاصل از افزودن نایوبیم شرایطی را ایجاد می‌کند که بتوان هم‌زمان استحکام بالا و انعطاف‌پذیری مناسب را به دست آورد. رسوب‌های حاوی نایوبیم بسته به اندازه رسوب بر بازیابی در ساختار مارتنزیتی تأثیر گذاشته و آن را به تأخیر می‌اندازد. به تأخیر افتادن بازیابی موجب چگالی بالاتر نابجایی و در نتیجه فاصله کم‌تر بین آن‌ها می‌شود که کاهش اندازه دانه‌های فرعی (ریز شدن سلول‌ها) را در پی خواهد داشت. حاصل این فرآیند، ریزدانه‌تری بیشتر فولاد خواهد بود. در ضمن رسوب‌ها از رشد دانه نیز جلوگیری می‌نمایند [۱۱ و ۱۳].

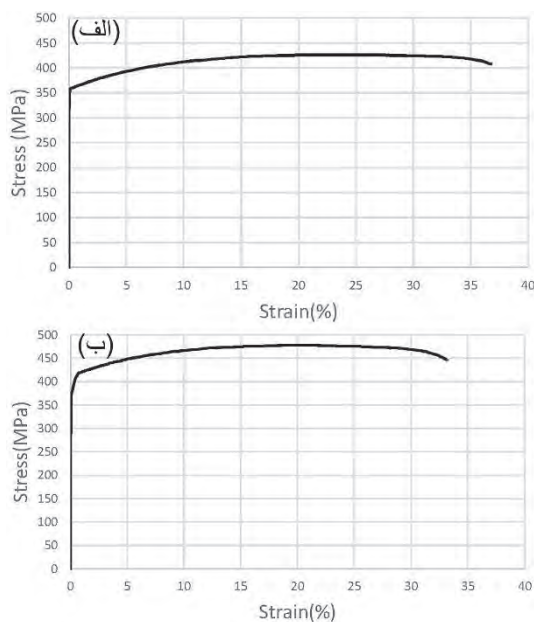
خواص مکانیکی

سختی سنجی

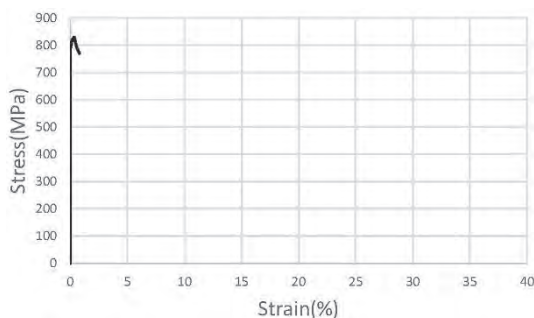
سختی نمونه نورد داغ شده بدون نایوبیم حدود ۱۲۸ ویکرز و نمونه نایوبیم‌دار حدود ۱۶۲ ویکرز است. این افزایش سختی را می‌توان با مکانیزم‌های استحکام‌دهی محلول جامد ناشی از افزودن نایوبیم و همچنین جلوگیری از حذف کامل ساختار کشیده شده حین نورد به دلیل وجود کاربونیتریدهای نایوبیم و ریزدانه‌تر بودن ریزساختار نمونه نایوبیم‌دار (شکل ۴) مرتبط دانست.

نمونه‌های نورد داغ شده بدون نایوبیم و نایوبیم‌دار به مدت یک ساعت در دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ °C آستنیت و سپس در آب کونچ شدند. تغییرات میانگین سختی این نمونه‌ها در شکل ۷ نشان داده شده‌اند.

همان‌گونه که در شکل ۷ دیده می‌شود در دمای ۹۰۰ °C نمونه بدون نایوبیم سختی بالاتری دارد. مهم‌ترین پارامتر در بالاتر رفتن سختی فولاد حین عملیات آستنیت و کونچ مقدار کربن محلول در آستنیت است [۳۲]. به دلیل اختلاف انحلال‌پذیری کربن در آستنیت و فریت، هرچه کربن محلول



شکل ۸. منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی پس از نورد داغ برای نمونه: (الف) بدون نایوبیم و (ب) نایوبیم‌دار.



شکل ۹. منحنی تنش - کرنش مهندسی نمونه نایوبیم‌دار پس از کوئنچ.

شکل ۱۰ منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی نمونه‌های آنیل شده را نشان می‌دهد. در نمونه بدون نایوبیم استحکام تسلیم و استحکام کششی به ترتیب ۳۶۰ و ۴۷۰ MPa و درصد افزایش طول نسبی ۲۵/۲ درصد می‌باشد. با مقایسه این مقادیر با شرایط نورد داغ شده و کوئنچ شده، مشخص است که قطعه کاملاً استحکام ناشی از ساختار مارتنزیتی و نورد سرد خود را از دست داده است. این موضوع نشان می‌دهد ۹۰ min آنیل در دمای ۶۰۰ °C به حد کافی زیاد بوده است تا ساختار کاملاً تبلور مجدد بیابد و اثر عملیات کوئنچ و نورد از بین برود. اما نمونه دارای نایوبیم شرایط کاملاً متفاوتی را نشان می‌دهد. استحکام تسلیم و کششی این نمونه‌ها پس از آنیل به ترتیب به ۶۴۵ و ۷۱۰ MPa رسیده است که در مقایسه با نمونه کوئنچ شده کاهش کمی تراز ۲۰ درصد را نشان می‌دهد؛ اما انعطاف‌پذیری بهبود قابل توجهی داشته و از ۱ درصد به بالای ۱۵ درصد افزایش یافته است. چنان‌که در بررسی ریزساختاری دیده شد، افزودن نایوبیم به ترکیب

افزایش یافته است. نورد سرد با افزایش چگالی نابجایی‌ها موجب افزایش تنش برشی مورد نیاز برای غلبه بر نابجایی‌ها و ادامه سیلان می‌گردد و ماده را کارسخت می‌نماید [۱].

پس از اعمال آنیل در دمای ۶۰۰ °C به مدت ۹۰ min که همراه با تبلور مجدد نمونه‌ها می‌باشد، سختی نمونه بدون نایوبیم تا حدود ۱۴۵ ویکرز کاهش یافته و عملاً سختی ایجاد شده در فرآیند مارتنزیت از بین رفته است. اما کاهش سختی نمونه نایوبیم‌دار به مراتب کمتر است و تا ۲۵۸ ویکرز کاهش یافته است. نتیجه سایر محققان نیز از تأثیر مثبت افزایش مقدار نایوبیم بر خواص مکانیکی حکایت دارد و گزارش شده است که افزایش نایوبیم از ۰/۰۴ به ۰/۱۲ درصد وزنی موجب افزایش ۱۰ درصدی استحکام کششی شده است [۱۱].

آزمون کشش

شکل ۸ منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی نمونه‌های بدون نایوبیم و نایوبیم‌دار را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود افزودن نایوبیم تأثیر کمی بر نمونه‌های نورد داغ شده گذاشته است به‌گونه‌ای که تنش تسلیم از ۳۵۹ MPa و استحکام کششی از ۴۲۶ MPa در نمونه بدون نایوبیم به ترتیب به ۳۸۵ و ۴۷۸ MPa در نمونه حاوی نایوبیم رسیده است. چنان‌که پیش‌تر بیان شد، کاربونیتریدهای نایوبیم موجب تأخیر در بازیابی و تبلور مجدد و رشد دانه شده و ساختار ریزدانه‌تری ایجاد می‌کنند و نایوبیم محلول نیز در دماهای پایین رسوب می‌کند که تأثیر مثبتی بر استحکام دارد [۲۲]. نتایج ریزساختاری و سختی‌سنجی نیز همین روند را نشان می‌دهد. درصد افزایش طول نسبی نیز در نمونه‌ها تقریباً مشابه بوده و در نمونه بدون نایوبیم ۳۶/۸ و در نمونه نایوبیم‌دار ۳۳/۱۵ درصد است.

به دلیلی که در بخش پیشین به آن اشاره شد، نمونه‌هایی که از دمای ۱۲۰۰ °C کوئنچ شده‌اند تحت بررسی قرار گرفتند. بررسی نتایج آزمون کشش نمونه‌های کوئنچ شده نشان از حدود دو برابر شدن استحکام نسبت به شرایط نورد داغ شده به ویژه در نمونه نایوبیم‌دار دارد. استحکام کششی در نمونه بدون نایوبیم به ۷۱۷ MPa و در نمونه نایوبیم‌دار به ۸۵۹ MPa افزایش یافته‌اند. اما تقریباً قطعه بلافاصله پس از تسلیم شکسته است و میزان افزایش طول نسبی زیر یک درصد می‌باشد و در مقایسه با افزایش طول نسبی در نمونه‌های نورد داغ شده که حدود ۳۰ درصد بود افت شدیدی یافته است. شکل ۹ منحنی تنش - کرنش مهندسی نمونه نایوبیم‌دار در حالت کوئنچ شده را نشان می‌دهد. این افزایش استحکام نسبت به حالت نورد داغ شده ناشی از تشکیل ساختار مارتنزیتی است. با توجه به دمای آستنیت، برتری استحکام نمونه حاوی نایوبیم ناشی از انحلال کاربونیتریدهای نایوبیم و ورود این عنصر به ساختار آستنیت است که استحکام‌زائی محلول جامد را در پی خواهد داشت.

نتیجه آن بسته‌های درشت‌تر مارتنزیتی و افت سختی است.

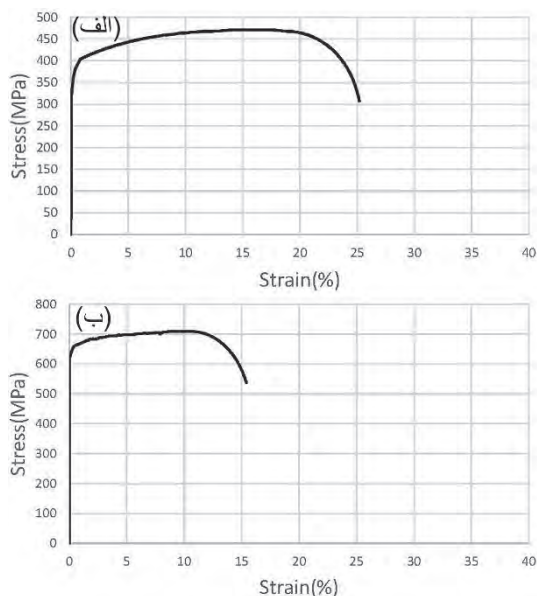
۳- کاهش ۵۰ درصدی ضخامت نمونه‌های مارتنزیتی به‌وسیله‌نورد سرد موجب افزایش سختی نمونه‌های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم شده است. در اثر اعمال آنیل به مدت ۹۰ min در دمای ۶۰۰ °C ریزساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنیل و دانه‌ها در آن بسیار درشت شده‌اند و تأثیر کل فرآیند مارتنزیتی در آن خنثی شده است. آزمون کشش نیز نشان‌دهنده مشابهت استحکام نمونه آنیل‌شده و نورد داغ شده است.

۴- در نمونه حاوی نایوبیم، سختی فولاد (در مقایسه با حالت کوئنچ‌شده) پس از آنیل تا حد زیادی حفظ شده است. بررسی نتایج آزمون کشش نشان می‌دهد که فرآیند مارتنزیت در نمونه نایوبیم‌دار بسیار مؤثر بوده به گونه‌ای که پس از آنیل، استحکام کششی همچنان بیش از ۷۰۰ MPa است. علیرغم استحکام بالا، افزایش طول نسبی این نمونه مقداری بیش از ۱۵ درصد را از خود نشان می‌دهد.

References

- [1] Hertzberg RW. Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. 4th ed. New York: John Wiley & Sons; 1996.
- [2] Korchynsky M. Advanced metallic structural materials and a new role for microalloyed steels. Materials Science Forum. 2009;500-501:471-80.
- [3] Han BQ, Yue S. Processing of ultrafine ferrite steels. Journal of Materials Processing Technology. 2003;136:100-4.
- [4] Song R, Ponge D, Raabe D, Speer JG, Matlock DK. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. Materials Science and Engineering: A. 2006;441(1):1-17.
- [5] Tsuji N, Ueki R, Minamino Y, Saito Y. A new and simple process to obtain nano-structured bulk low-carbon steel with superior mechanical property. Scripta Materialia. 2002;46(4):305-10.
- [6] Sharifi EM, Kermanpur A, Karimzadeh F. The effect of thermomechanical processing on the microstructure and mechanical properties of the nanocrystalline TiNiCo shape memory alloy. Materials Science and Engineering: A. 2014;598:183-9.
- [7] Ueki R, Tsuji N, Minamino Y, Koizumi Y. Ultragrain refinement of plain low carbon steel by cold-rolling and annealing of martensite. Acta Materialia. 2002;50:4177-89.
- [8] Mirzadeh H, Alibeyki M, Najafi M. Unraveling the initial microstructure effects on mechanical properties and work-hardening capacity of dual-phase steel. Metallurgical Transactions A. 2017;48:4565-73.
- [9] Lv Z, Sun SH, Wang ZH, Qv MG, Jiang P, Fu WT. Effect of alloying elements addition on coarsening behavior of pearlitic cementite particles after severe cold rolling and annealing. Materials Science and Engineering: A. 2008;489(1):107-12.
- [10] Najafi M, Mirzadeh H, Alibeyki M. Toward unraveling the mechanisms responsible for the formation of ultrafine grained microstructure during tempering of cold rolled martensite. Materials Science and Engineering A 2016;670:252-5.

فولاد با جلوگیری از تبلور مجدد و رشد دانه‌ها موجب ایجاد ساختاری ریزدانه شده است (شکل ۶) که نتیجه آن دستیابی به ترکیبی از استحکام و انعطاف‌پذیری مناسب است.



شکل ۱۰. منحنی تنش - کرنش مهندسی پس از آنیل برای نمونه: الف) بدون نایوبیم، ب) نایوبیم‌دار.

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستنیت‌بر فرآیند مارتنزیتی فولادی کم کربن بررسی شده است. نتایج حاصل از بررسی‌های ریزساختاری، سختی‌سنجی و آزمون کشش به شرح زیر هستند:

- ۱- نمونه‌های نورد داغ شده، ریزساختار فریتی - پرلیتی با دانه‌های هم‌محور از خود نشان دادند که افزودن نایوبیم ریزدانه‌گی را در پی داشت. سختی و استحکام نمونه‌ها نیز با افزودن نایوبیم بهبود یافت به گونه‌ای که نمونه حاوی نایوبیم نسبت به نمونه بدون نایوبیم حدود ۲۰ درصد سخت‌تر و استحکام تسلیم و استحکام کششی آن نیز حدود ۱۵ درصد بیشتر بود.
- ۲- کوئنچ نمونه‌های آستنیت‌شده موجب تشکیل فاز مارتنزیت به همراه مقدار کمی فریت ویدمن اشتاتن در فولاد گردیده که در نمونه نایوبیم‌دار سختی با افزایش دمای آستنیت‌بر از ۹۰۰ تا ۱۲۰۰ °C افزایش یافته اما در نمونه بدون نایوبیم افزایش دما موجب کاهش سختی شده است. علت این موضوع می‌تواند تفاوت در دماهای انحلال سمنتیت و کاربونیترید نایوبیم باشد. با افزایش دما، کاربونیتریدهای نایوبیم بیشتری حل می‌شود که نتیجه آن کربن محلول بیشتر برای دگرگونی مارتنزیتی فاز آستنیت است. اما سمنتیت در دماهای پایین حل شده و افزایش دمای بیشتر صرفاً موجب درشت‌تر شدن آستنیت می‌گردد که

- [11] Mohrbacher H. Strategies for producing dual phase steel using niobium microalloying. In: T'11 M, editor. Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2011; October 16-20 Ohio, USA: MTS & T'11; 2011.
- [12] Lan HF, Liu WJ, Liu XH. Ultrafine ferrite grains produced by tempering cold-rolled martensite in low carbon and microalloyed steels. ISIJ International. 2007;47:1652-7.
- [13] Rao MP, Sarma VS, Sankaran S. Development of high strength and ductile ultra fine grained dual phase steel with nano sized carbide precipitates in a V-Nb microalloyed steel. Materials Science and Engineering: A. 2013;568:171-5.
- [14] Malekjani S, Timokhina IB, Sabirov I, Hodgson PD. Deformation behaviour of ultrafine grained steel produced by cold rolling of martensite. Canadian Metallurgical Quarterly. 2009;48:229-36.
- [۱۵] نریمانی راد نسیم. تأثیر مقدار نایوبیم بر خواص مکانیکی و ریزساختار حاصل از تغییر شکل شدید مارتنزیت کم کربن. پایان نامه کارشناسی ارشد. دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران. ۱۳۹۷.
- [16] Jonas JJ, Weiss I. Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels. Metal Science. 1979;13(3-4):238-45.
- [17] Akben MG, Weiss I, Jonas JJ. Dynamic precipitation and solute hardening in A V microalloyed steel and two Nb steels containing high levels of Mn. Acta Metallurgica. 1981;29(1):111-21.
- [18] Kwon O, DeArdo AJ. Interactions between recrystallization and precipitation in hot-deformed microalloyed steels. Acta Metallurgica et Materialia. 1991;39(4):529-38.
- [19] Luton MJ, Dorvel R, Petkovic RA. Interaction between deformation, recrystallization and precipitation in niobium steels. Metallurgical Transactions A. 1980;11:411-20.
- [20] Robiller G, Meyer L. Recrystallization and grain growth multi-phase and particle containing materials. In: Hansen N, Jones A.N, T L, editors. 1st Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science; 8-12 september; Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark: Danmarks Tekniske Universitet, Riso Nationallaboratoriet for Bæredygtig Energi; 1980. p. 311.
- [21] Tiitto K, Fitzsimons G, DeArdo AJ. The effect of dynamic precipitation and recrystallization on the hot flow behavior of a Nb-V microalloyed steel. Acta Metallurgica. 1983;31(8):1159-68.
- [22] DeArdo AJ, Hua M, Garcia CI. Basic metallurgy of modern niobium steels. In: TMS, editor. International Symposium on Niobium Microalloyed Sheet Steel for Automotive Applications; December 5 - 8; Araxa, Brazil. TMS; 2005. p. 499-549.
- [23] LeBon AB, de Saint-Martin LN. Using laboratory simulations to improve rolling schedules and equipment. In proceedings of the international symposium on high-strength, low-alloy steels. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 90-9.
- [24] Mangonon PL, Heitmann WE. Subgrain and precipitation strengthening effects in hot-rolled columbium-bearing steels. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 59-70.
- [25] Kozasu I, Ouchi C, Sampei T, Okita T. Hot rolling as a high temperature thermo-mechanical process. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 120-34.
- [26] Sekine H, Maruyama T. Retardation of recrystallization of austenite during hot-rolling in Nb-containing low-C steels. Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan. 1976;16:427-36.
- [27] Shaughnessy RN, Witty RW, Ackert RJ, inventors; Algoma Steel Corp Ltd, assignee. Method for the production of high strength notch tough steel 1973.
- [28] Heitmann WE, Oakwood TG, Gray JM, Wilson WG. An economical alternative to control-rolled plate for pipe allocations. 13th Annual Conference of Metallurgists; August 25-28; Toronto, Ontario, Canada: MetSoc of CIM; 1974.
- [29] McCutcheon DB, Trumper TW, Embury JD. Controlled rolling of acicular ferrite plate. Journée Internationale de Sidérurgie; October 4; Paris, France 1974.
- [30] Ueji R, Tsuji N, Minamino Y, Koizumi Y. Effect of rolling reduction on ultrafine grained structure and mechanical properties of low-carbon steel thermomechanically processed from martensite starting structure. Science and Technology of Advanced Materials. 2004;5(1-2):153-62.
- [31] Tianfu J, Yuwei G, Guiying Q, Qun L, Wang TS, Wei W, et al. Nanocrystalline steel processed by severe rolling of lath martensite. Materials Science and Engineering: A. 2006;432:216-20.
- [32] Krauss G. Steels: Processing, Structure, and Performance. Ohio: ASM International; 2005.