

# تعیین درصد حجمی و ریخت شناسی فاز فریت دلتا در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI 431

مسعود رضمانی موفق<sup>۱</sup>، مالک نادری<sup>۲</sup>، محمدعلی سلطانی<sup>۳</sup>، رضا برادران<sup>۴</sup>

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد دانشکده معدن و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، M\_rm@aut.ac.ir

۲- استادیار دانشکده مهندسی معدن و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، Mnaderi@aut.ac.ir

۳- کارشناس ارشد شرکت فولاد آلیاژی اصفهان، ma.soltani47@yahoo.com

۴- کارشناس ارشد شرکت فولاد آلیاژی اصفهان، ree@iasc.ir

## Determination of Delta Ferrite Content and Morphology In 431 AISI Martensitic Stainless Steel

**M. Ramezani Movaffagh<sup>1</sup>, M. Naderi<sup>2</sup>, M. A. Soltani<sup>3</sup>, R. Baradaran<sup>4</sup>**

1- Msc Student, Mining and Metallurgical Engineering Department, Amirkabir University Of Technology, M\_rm@aut.ac.ir

2- Assistant Professor, Mining and Metallurgical Engineering Department, Amirkabir University Of Technology, Mnaderi@aut.ac.ir

3- Master of Metallurgical Engineering, Isfahan Alloy Steel Company, ma.soltani47@yahoo.com

4- Master of Metallurgical Engineering, Isfahan Alloy Steel Company, ree@iasc.ir

### چکیده

در این پژوهش سعی بر آن است که به کمک دستگاه دیلاتومتری تاثیر دما و زمان گرمایش در تشکیل فاز فریت دلتا در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI 431 بررسی شود که در نتیجهی آن بتوان یک دما و زمان بهینه با توجه به ریخت شناسی و درصد کمی فاز فریت دلتا برای پیش بینی رفتار ترمومکانیکی و مکانیکی فولاد مورد نظر انتخاب کرد. برای این منظور نمونه ها تحت عملیات گرمایش در بازه دمایی ۱۰۵۰ تا ۱۲۵۰ درجه سانتی گراد در دو زمان ۵ و ۱۰ دقیقه قرار گرفتند. نتایج منحنی های دیلاتومتری نشان می دهد که دماهای شروع استحاله مارتنزیت حین سرد کردن با افزایش دما و زمان گرمایش، کاهش می یابد. همچنین با توجه به تصاویر میکروسکوپی نوری، درصد کمی فاز فریت دلتا با افزایش دمای گرمایش ابتدا کاهش (کمتر از ۱ درصد) و سپس (به بیشتر از ۱۴ درصد) افزایش پیدا می کند که این روند در هر دو زمان مشاهده می شود. همچنین ریخت شناسی فریت دلتا از لایه ای به کرمی یا جزیره ای تغییر پیدا می کند.

واژه های کلیدی: فولاد زنگ نزن مارتنزیتی، فریت دلتا، دیلاتومتری

### Abstract

This research focused on formation of Delta Ferrite Phase in AISI 431 Martensitic Stainless Steel by dilatometric instrument. The paper aims to determine an optimum temperature and soaking time according to the morphology and percentage of Delta phase, in order to have a better prediction of the steel's mechanical and thermo-mechanical properties. Heating treatments were performed under temperatures from 1050 °C to 1250 °C and two time periods, 5 and 10 minutes. The dilatometric curves results show that temperature of Martensitic start transformation decreases with increasing of soaking temperature and time. The content of delta ferrite phase decreases when temperature is below of 1100 °C then increases to 14 percent of volume fraction and morphology of this phase is lathy ferrite that changes to vorfecular or island shape by increasing of temperature.

**Keywords:** Delta Ferrite Phase, Dilatometry, Martensitic stainless steel

(کد: ۹۱۱۰۶۲)

جدول ۱ - ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI 431 (درصد وزنی)

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%Al	% Fe
۰,۱۵	۰,۳	۰,۶۹	۰,۰۱۷	۰,۰۰۹	۱۵,۴۳	۰,۱۶	۲,۰۶	۰,۰۴۴	۰,۰۱	Balance

#### مقدمه

پورتو، کویتنیوسکی، (۲۰۰۳) و افزایش سرعت رشد ترک خستگی و در نتیجه کاهش عمر خستگی خواهد شد (رهو، هانگ، نام، ۲۰۰۰). تاثیر فریت دلتا در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی ۴۱۶ بر کارگرم پذیری این فولاد توسط کاردوسو و همکاران (۲۰۰۰) مورد بررسی قرار گرفت که نشان از ضعیف‌تر شدن کارگرم پذیری فولاد در اثر افزایش مقدار فریت دلتا دارد.

همچنین مطالعات نشان می‌دهند که درصد حجمی فریت دلتا تا دمای آستنیت‌شدن ۱۱۰۰ درجه سانتی‌گراد تغییر نمی‌کند و تا دمای ۱۱۰۰، فولاد در فاز آستنیت باقی می‌ماند و بالاتر از ۱۱۰۰ وارد منطقه دوفازی (آستنیت + فریت دلتا) می‌شود (رجاسخار و همکاران، ۲۰۰۹).

بالان و همکاران (۱۹۹۸) دمای آستنیت‌شدن بهینه فولاد 17Cr-2Ni را بین ۱۰۵۰ تا ۱۱۰۰ ذکر کرده‌اند، که به دلیل فریت دلتای مینیمم، حل شدن کاربیدها و اندازه دانه ریزتر باعث بهترین ترکیب سختی، استحکام، انعطاف پذیری و چقرمگی در شرایط کوئنچ می‌شود. یکی از روش‌های موجود برای بررسی تغییرات ریزساختاری حین گرم و سرد کردن، استفاده از منحنی‌های دیلاتومتر است. دیلاتومتر تغییرات طول را می‌سنجد که وابسته به دما و زمان است. دیلاتومتر اطلاعات کمی و کیفی فازهای موجود در ریزساختار را به خوبی نشان می‌دهد. همچنین دماهای آغاز و پایان تغییرات فازی و مقدار کسر حجمی فازهای تولید شده را نیز ارائه می‌دهد (اکبری، بلک، نادری، ۲۰۰۶).

#### مواد و روش تحقیق

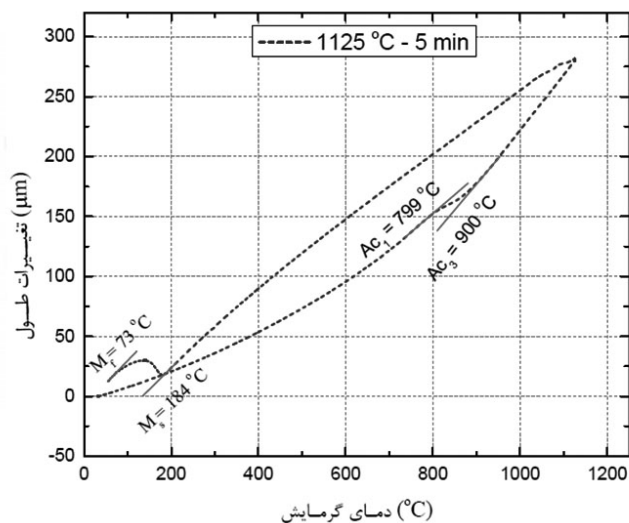
در این پژوهش فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI 431 مورد تحقیق و بررسی قرار گرفت. ترکیب شیمیایی این فولاد در جدول (۱) آمده است.

این فولاد طی مراحل ذوب در کوره قوس الکتریکی به صورت شمش‌هایی به قطر ۳۹۷ میلی‌متر و طول ۲۰۰۰ میلی‌متر ریخته‌گری شده و در ادامه توسط فرآیند ذوب دوباره سرباره تصفیه شده و سپس این شمش‌ها در محدوده دمایی  $1150^{\circ}\text{C} - 1180^{\circ}\text{C}$  آهنگری شده و عملیات تمپر در دمای  $680^{\circ}\text{C}$  انجام شد. سپس نمونه‌های استاندارد دیلاتومتر به شکل استوانه‌هایی به قطر  $1/4 \pm$  میلی‌متر

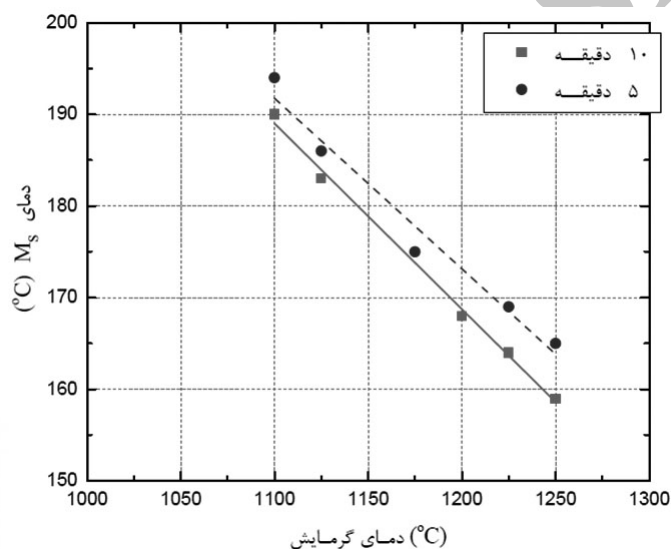
فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی حاوی ۱۶ درصد کروم، ۲ درصد نیکل و ۰/۱۵ درصد کربن به عنوان AISI 431 شناخته می‌شوند و معمولاً در شرایط کوئنچ و تمپر استفاده می‌شوند. این فولادها در هوافضا، صنایع دریایی، شیمیایی و غذایی، به خاطر ترکیب عالی از مقاومت به خوردگی و خواص مکانیکی مطلوب استفاده می‌شوند. برخی از کاربردهای این فولاد شامل شفت‌های پمپ، گیره‌های استحکام بالا، نازل‌ها، اجزای اگزوز، قالب‌های شیشه‌زنی و ... هستند. بنابر ترکیب و تاریخچه عملیات انجام شده، ریزساختار فولاد زنگ نزن مارتنزیتی شامل مارتنزیت، کاربید رسوب کرده، آستنیت باقیمانده و فریت دلتا می‌شود. مطالعات بر روی این فولادها نشان داده است که به خاطر عدم تعادل عناصر آلیاژی ترکیب بین پایدارکننده‌های آستنیت و فریت در فولاد و دماهای آستنیت‌شدن، ریزساختار فولاد می‌تواند شامل مقادیر مختلف آستنیت باقیمانده، فریت دلتا و کاربید شود. (بالان، ردی، سرما، ۱۹۹۸؛ رجاسخار، مدهوسودهان، مهندس، مورتی، ۲۰۰۹). بنابراین نقش فریت دلتا باید در این فولادها به صورت کامل بررسی شود، چرا که می‌تواند بر شکل دهی گرم، خواص مکانیکی و خوردگی تاثیرگذار باشد. در این پژوهش سعی بر آن شده است که درصد حجمی فریت دلتا و ریخت‌شناسی آن تحت شرایط دما و زمان نگهداری در دمای بالا اندازه‌گیری شود تا بتوان یک مقدار بهینه را برای هدف مورد نظر به دست آورد.

برخی محققان معتقدند که فریت دلتا اثر مخربی بر خواص ضربه ماده خواهد داشت که دلیل اصلی آن را عدم پیوستگی بین فریت دلتا و زمینه اطراف ذکر کرده‌اند (باشو، سینگ، راوات، ۱۹۹۰؛ کاروگ، بهاداشیا، ولین، ۲۰۰۴). ونگ و همکاران (وانگ، لو، ژیاو، ۲۰۱۰) نشان داده‌اند که حضور فریت دلتا باعث کاهش انرژی ضربه و افزایش دمای تبدیل نرمی به تدریج می‌شود. این در صورتی است که شفر (شفر، ۱۹۹۸) پیشنهاد کرده است که فریت دلتا نرم و باعث افزایش داکتیلیتی و انرژی ضربه فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی خواهد شد.

مقدار فریت دلتا باید یک مقدار بهینه باشد چرا که مقادیر بالای آن باعث کاهش استحکام تسلیم (کاردوسو، استروویکر، رگولی،



شکل ۱ - منحنی دیلاتومتری نمونه‌ی نگهداری شده در دمای ۱۱۲۵ به مدت ۵ دقیقه به همراه نقاط بحرانی.



شکل ۲ - تغییرات دمای شروع استحاله مارتنزیتی ( $M_s$ ) با دما و زمان نگهداری.

نمونه‌ها از وسط برش داده شده و پس از مانیت، مورد آزمون متالوگرافی قرار گرفتند برای بررسی ساختار نمونه‌ها از محلول اچ ویلا و ریزساختار نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری Olympos، مدل PMG3 بررسی شد. برای اندازه‌گیری درصد فازها از نرم افزار مهندسی Clemex استفاده شد.

### نتایج و بحث:

#### محاسبه دماهای بحرانی

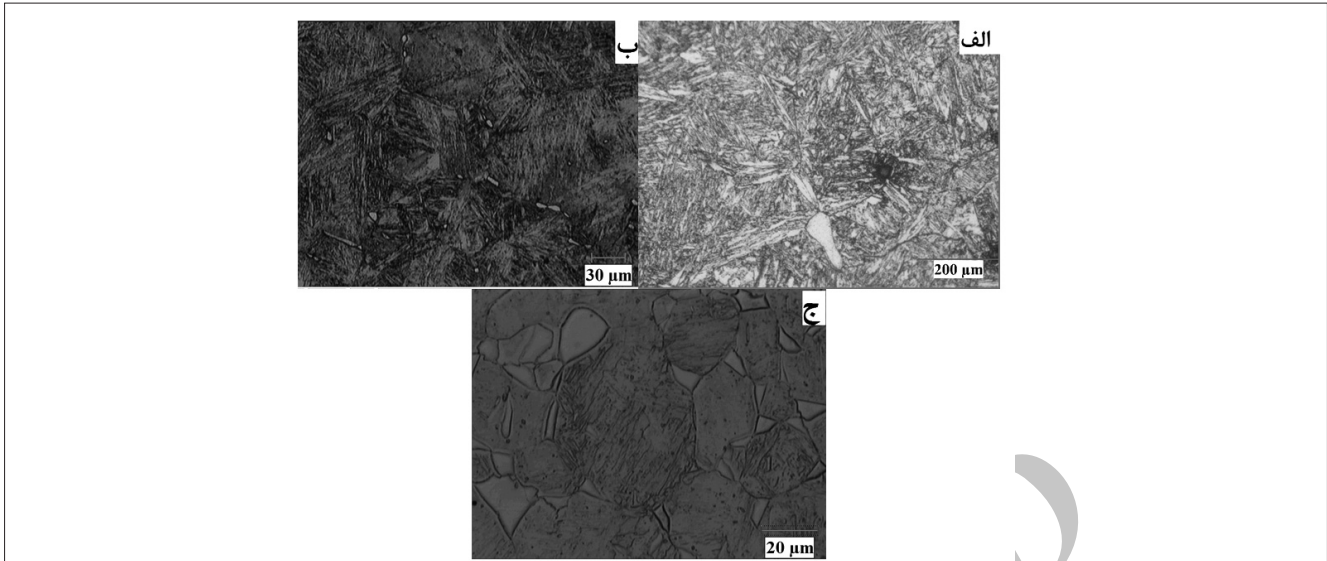
با توجه به منحنی‌های گرمایش دیلاتومتری و انحراف از انبساط خطی دمای  $A_{c1}$  برابر با ۷۸۹ با انحراف استاندارد از میانگین ۶

و طول  $1 \pm 0.1$  میلی‌متر به صورت طولی از مکان‌هایی یکسان از فاصله دو سوم از مرکز شمش تهیه شدند.

جهت ایجاد نمونه‌هایی با درصد فریت دلتای متفاوت، با استفاده از دستگاه دیلاتومتری A/D ۸۰۵ نمونه‌ها با نرخ گرمایش  $5 \text{ } ^\circ\text{C/s}$  تا دماهای ۱۰۵۰ تا ۱۲۵۰ با فاصله‌های دمایی  $20 \text{ } ^\circ\text{C}$  به مدت زمان ۵ و ۱۰ دقیقه نگهداری شده سپس با سرعت

$30 \text{ } ^\circ\text{C/s}$  تا دمای اتاق سرد شدند. ضمن آنکه سه نمونه هم جهت بررسی دمای پیشگرم در دمای ۱۱۷۵ به مدت ۵ دقیقه نگهداری شده و سپس به مدت ۳۰ ثانیه در دماهای ۱۱۰۰، ۱۰۵۰ و ۱۰۰۰ نیز نگهداری شده سپس سرد شدند.

پس از انجام سیکل‌های حرارتی توسط دستگاه دیلاتومتری،



شکل ۳- ریزساختار نمونه های الف- اولیه ب- ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه ج- ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ دقیقه

۱۱۲۵ به مدت ۵ دقیقه نگهداری شد، ثبت شده است که برابر با ۷۳ درجه سانتیگراد می باشد.

### ریزساختار

تصاویر میکروسکوپی نوری تعدادی از نمونه ها، در شکل ۳ نشان داده شده است. ریزساختار اولیه نمونه ها شامل ۱/۸ درصد فریت دلتا بود و آستنیت باقیمانده در این نمونه ها دیده نمی شد. شکل ۴ نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) را برای نمونه اولیه نشان می دهد. همانطور که مشخص است اثری از آستنیت باقیمانده دیده نمی شود، اما تشخیص پیک های فریت دلتا و مارتنزیت نیز از یکدیگر ممکن نیست چرا که پارامتر شبکه این دو فاز بسیار به هم نزدیک هستند. درصد های فریت دلتا در نمونه های مختلف توسط نرم افزار مهندسی Clemex اندازه گیری شد و نتایج آن در شکل ۵ نشان داده شده است.

از نمودار می توان دریافت که تا دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد هنوز استحاله تشکیل فریت دلتا شروع نشده است و در زیر این دما مقدار فریت دلتا در ۵ دقیقه نگهداری بیشتر از مقدار آن در همان دما در ۱۰ دقیقه نگهداری است. با توجه به پژوهش لی و همکاران (۲۰۱۲) که نشان می دهد سینتیک انحلال فریت دلتا هنوز کامل نشده است در مدت ۱۰ دقیقه مقدار بیشتری از فریت دلتا به آستنیت تبدیل شده است. اما با افزایش دما تقریباً از ۱۱۵۰ درجه، ترمودینامیک تشکیل فریت دلتا شروع شده است و همانطور که مشخص است با افزایش زمان نگهداری مقدار بیشتری هم فریت دلتا تشکیل شده است که نشان از زمان بر بودن این فرآیند و سینتیک تشکیل فریت دلتا است.

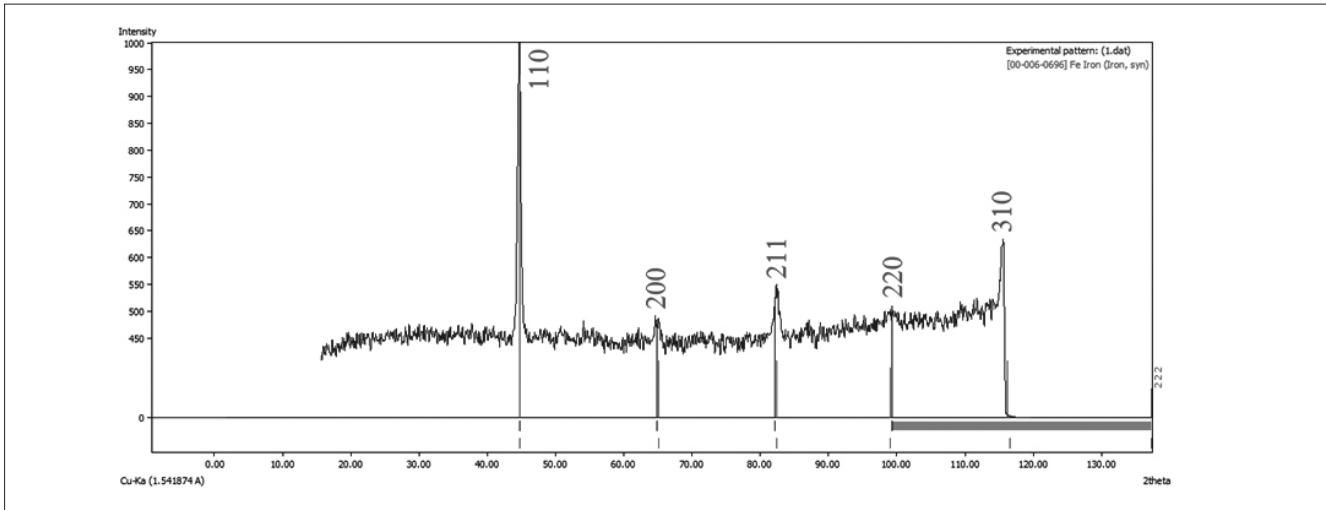
درجه سانتیگراد برای نمونه های مختلف و دمای  $Ac_3$  برابر با ۸۹۸ درجه با انحراف استاندارد از میانگین ۷ درجه بدست آمد. نمونه ای از نمودار دیلاتومتری در شکل ۱ نشان داده شده است.

دمای شروع مارتنزیت نیز در نمونه هایی که نمودار آنها توسط دستگاه کامل ثبت شده بود با رسم مماس بر منحنی ها بدست آمد که روندی مشابه با روند نشان داده شده در شکل ۲ دارد.

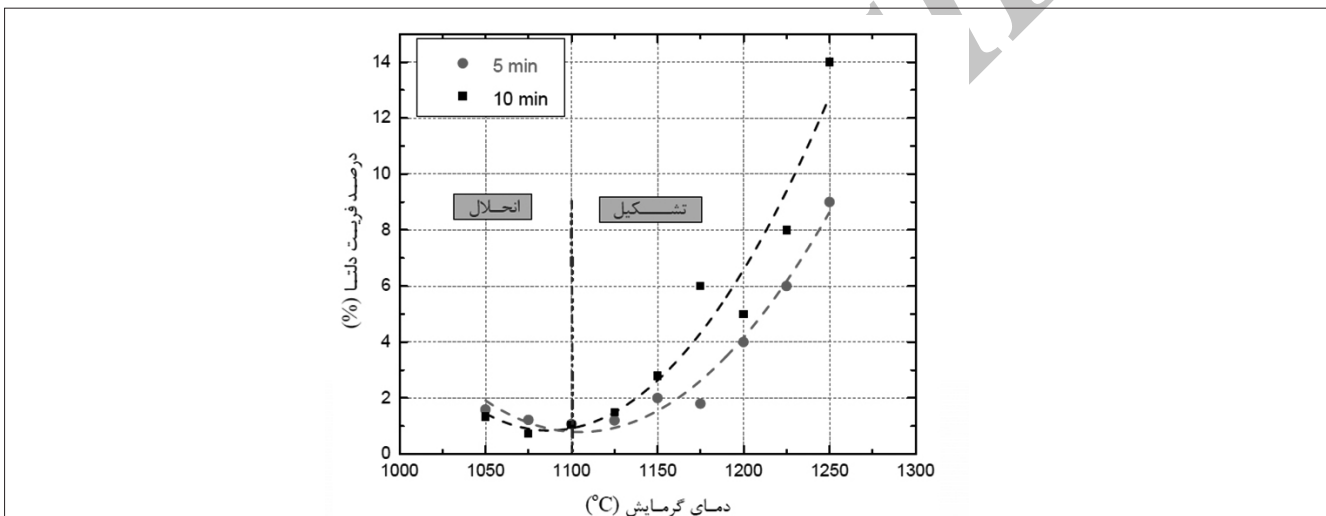
همانطور که مشخص است با افزایش دما، دمای شروع استحاله مارتنزیتی کاهش پیدا کرده است و برای نمونه ای که در دمای بالا به مدت ۱۰ دقیقه نگه داری شده کمی پایین تر از نمونه ای است که به مدت ۵ دقیقه نگهداری شده است، که این نتیجه با کارهای اکبری و همکاران (۲۰۰۶) همخوانی دارد.

با افزایش زمان نگهداری در دمای بالا، دمای شروع استحاله مارتنزیتی کمی کمتر شده است. یکی از دلایل می تواند کاهش مرز دانه با بزرگ شدن اندازه دانه باشد. چرا که مارتنزیت تشکیل شده به علت درصد کربن مارتنزیت بشقابی شکل است و چون مارتنزیت بشقابی شکل بیشتر از مرزدانه های آستنیت شروع به تشکیل می کند در نتیجه با کم شدن مرزدانه به نیروی محرکه بیشتری برای انجام استحاله نیاز است که این امر با کاهش بیشتر دما محقق می شود. همچنین با افزایش دما بالای ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد که استحاله فریت دلتا شروع شده است، این فاز غنی از عناصر فریت زا همچون کروم و عاری از عناصر آستنیت زا خواهد شد، در نتیجه آستنیت، غنی از عناصری همچون کربن و نیکل خواهد شد که باعث پایداری بیشتر آستنیت می شود لذا دمای شروع استحاله مارتنزیتی را کاهش خواهد داد.

دمای پایان استحاله مارتنزیتی تنها برای نمونه ای که در دمای



شکل ۳ - نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) نمونه اولیه.

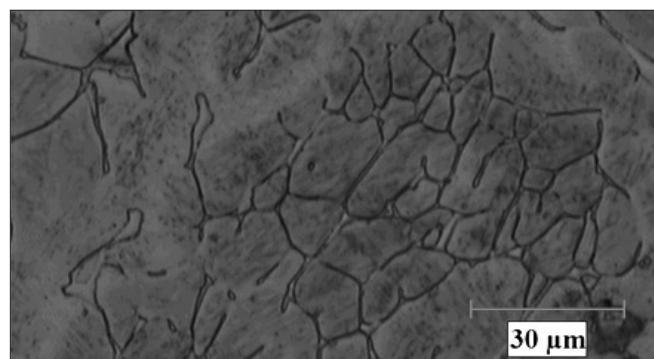


شکل ۵ - درصد فریت دلتای تشکیل شده در زمان و دماهای مختلف.

دهد برای نمونه هایی که زیر ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد گرم شده اند فریت دلتا به صورت لایه ای می باشد (شکل ۴-ب) اما در دماهای بالا و زمان کم، در واقع نقاط مستعد به جوانه زنی فریت دلتا شروع به جوانه زنی کرده و ریخت شناسی آن شبیه فریت دلتای کرمی شکل شده است (شکل ۶)، بالای این دما در واقع جایی است که ریخت شناسی به حالت جزایری از فریت دلتا تغییر خواهد یافت (شکل ۴-ج) که مطابق با پژوهش های ون و همکارانش می باشد.

#### میکروسختی

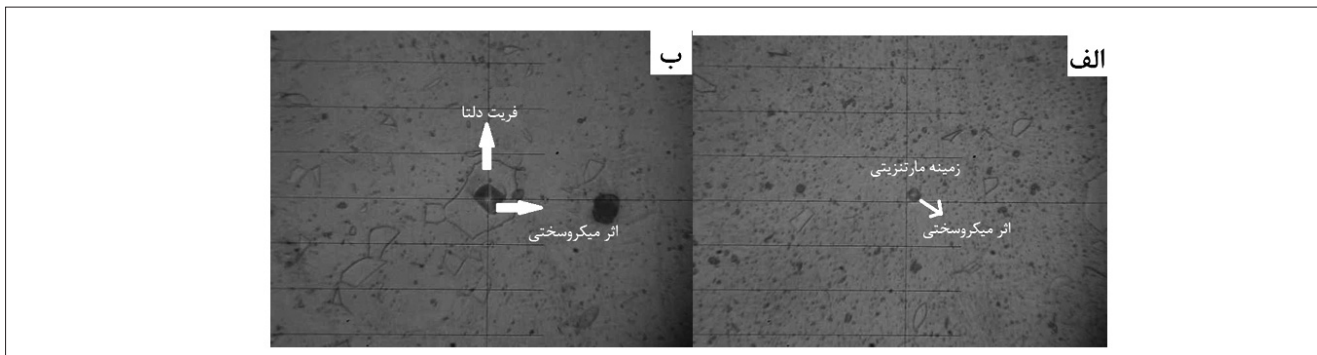
آزمون میکروسختی با بار ۱۵ گرم بر روی فازهای مارتنزیت و فریت دلتا انجام شد که سختی های میانگین به ترتیب ۵۳۰ و ۱۳۵ ویکرز اندازه گیری شد. همانطور که در شکل ۷ نشان داده شده است اثر میکروسختی در فاز فریت دلتا بزرگتر از آن در زمینه



شکل ۶ - ریزساختار نمونه نگهداری شده در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه.

#### ریخت شناسی فریت دلتا:

برای بررسی ریخت شناسی فریت دلتا از مقطع عرضی نمونه های دیلاتومتری عکس متالوگرافی تهیه شد. این تصاویر نشان می



شکل ۷ - اثر میکروسختی ویکرز بر الف - زمینه مارتنزیتی ب - فاز فريت دلتا

and Double Austenitization treatment on the microstructure and mechanical properties of 431", Journal of Materials Engineering and Performance, Volume 8(3), June 1999

2-A. Rajasekhar, G. Madhusudhan Reddy, T. Mohandas, V.S.R. Murti, "Influence of austenitizing temperature on microstructure and mechanical properties of AISI 431 martensitic stainless steel electron beam welds", Materials and Design 30 (2009)

3-Bashu, S.A. ;Singh, K. and Rawat, M.S. "Effect of heat treatment on mechanical properties and fracture behavior of a 12CrMoV steel", Mater. Sci. Eng. A, 127, 7-15, 1990.

4-Carrouge, D. ;Bhadeshia, H.K.D.H. and Woollin, P. "Effect of delta-ferrite on impact properties of supermartensitic stainless steel heat affected zones", Sci. Technol. Weld. Join. 9, 377-389, 2004

5-Wang, P. ;Lu, S.P. and Xiao, N.M. "Effect of delta ferrite on impact properties of low carbon 13Cr-4Ni martensitic stainless steel", Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 3210-3216.

6-Schffer, L. "Tensile and impact behavior of the reduced-activation steels OPTIFER and F82H mod", J. Nucl. Mater. 262, 1336-1339, 1998.

7-Cardoso, P.H.S. ; Kwietniewski, C. ;Porto, J.P. Reguly, A. and Strohaecker, T.R. "The influence of delta ferrite in the AISI 416 stainless steel hot workability", Materials Science and Engineering: A, Volume 351, Issues 1-2, 25, Pages 1-8, 2003.

8- Rho, B.S. ;Hong, H.U. and Nam, S.W. "The effect of d-ferrite on fatigue cracks in 304L steels", International Journal of Fatigue 22, 683-690, 2000.

9-Saeed-Akbari A., Bleck W., Naderi M. " Determination of steels microstructural component based on novel characterization techniques." Aachen University, Institute of Ferrous Metallurgy, pp. 4-9,(2006).

10-Y.H. Wen, H.B. Peng, P.P. Sun, G. Liu and N. Li, "a novel training-free cast Fe-18Mn-5.5Si-9.5Cr-4Ni shape memory alloy with lathy delta ferrite", Scripta Materialia, 62, (2010).

مارتنزیتی می باشد، بنابراین سختی کمتری را مشاهده می کنیم.

### نتیجه گیری

در تحقیق حاضر تاثیر دما و زمان گرمایش در فولاد زنگ نزن مارتنزیتی AISI 431 بررسی گردید و نتایج ذیل به دست آمد.

۱- دمای  $Ac_1$  برابر با ۷۸۹ درجه سانتیگراد و دمای  $Ac_3$  برابر با ۸۹۸ درجه سانتی گراد بدست آمد.

۲- با افزایش دما، دمای شروع استتاله مارتنزیتی کاهش پیدا کرده است و همچنین برای نمونه ای که به مدت ۱۰ دقیقه در دمای بالا نگه داری شده است پایین تر از نمونه ای است که به مدت ۵ دقیقه نگه داری شده است.

۳- مقدار فريت دلتا با افزایش دما تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد کاهش و سپس تا ۱۴ درصد افزایش پیدا می کند.

۴- مورفولوژی فريت دلتا ابتدا لایه ای می باشد که با افزایش دما و زمان به کرمی شکل یا به جزیره ای تغییر پیدا می کند.

### منابع و مراجع :

1- K.P. Balan, A. Venugopal Reddy, and D.S. Sarma, "Effect of Single