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

مسعود رمضانی موفق مالک نادری ، محمدعلی سلطانی ، رضا برادران ^ی ۱- دانشجوی کارشناسی ارشد دانشکده معدن و متالورژی دانشگاه صنعتی امیرکبیر، M_maderi@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 3- کارشناس ارشد شرکت فولاد آلیاژی اصفهان، ree@iasc.ir

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

M. Ramezani Movaffagh¹, M. Naderi², M. A. Soltani³, R.Baradaran⁴

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

چکیدہ

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 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 فزایش دما و از ۱ درصد) و سپس (به بیشتر از ۱۶ 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.

واژههای 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 vormecular or island shape by increasing of temperature.

Keywords: Delta Ferrite Phase, Dilatometry, Martensitic stainless steel

%C	%Si	%Mn	%P	%S	%Cr	%Mo	%Ni	%Cu	%Al	% Fe
+,10	۰,۳	٠,۶٩	۰,۰۱۷	٠,٠٠٩	10,47	+,18	۲,+۶	•,•۴۴	۰,۰۱	Balance

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

مقدمه

فولادهای زنگ نـزن مارتنزیتی حاوی ۱۲ درصد کروم، ۲ درصد نیـکل و ۰/۱۰ درصد کربن به عنوان AISI 431 شـناخته می شـوند و معمولا در شـرایط کوئنچ و تمپر استفاده می شـوند. این فولادها در هوافضا، صنایع دریایی، شـیمایی و غذایی، بـه خاطر ترکیب عالی از مقاومت به خوردگی و خواص مکانیکی مطلوب اسـتفاده می شـوند. برخـی از کاربردهای این فولاد شـامل شـفت های پمـپ، گیره های استحکام بالا، نازل ها، اجزای اگزوز، قالب های شیشه زنی و ... هستند.

بناب ر ترکیب و تاریخچه عملیات انجام شده، ریز ساختار فولاد زنگ نزن مارتنزیتی شامل مارتنزیت، کاربید رسوب کرده، آستنیت باقیمانده و فریت دلتا می شود. مطالعات بر روی این فولاد ها نشان داده است که به خاطر عدم تعادل عناصر آلیاژی ترکیب بین پایدار کننده های آستنیت و فریت در فولاد و دماهای آستنیته شدن، ریز ساختار فولاد می تواند شامل مقادیر مختلف آستنیت باقیمانده، فریت دلتا و کاربید شود. (بالان، ردی، سرما، ۱۹۹۸ ; رجاسخار، مدهوسودهان، مهنداس، مورتی، ۲۰۰۹). بنابراین نقش فریت دلتا باید در این فولادها به صورت کامل و خوردگی تاثیرگذار باشد. در این پژوهش سعی بر آن شده است که درصد حجمی فریت دلتا و ریخت شناسی آن تحت شرایط دما و زمان نگهداری در دمای بالا اندازه گیری 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 کرده اند(باشو، سینگ، راوات، ۱۹۹۰ ; کاروگ، بهاداشیا، وولین، ۲۰۰٤). ونگ و همکاران (وانگ، لو، ژیاو، ۲۰۱۰) نشان داده اند که حضور فریت دلتا باعث کاهش انرژی ضربه و افزایش دمای تبدیل نرمی به تردی می شود. 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 باشــد چرا که مقادیر بالای آن باعث کاهش اســتحکام تسلیم (کاردوســو، استروهیکر، رگولی،

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 ٤١٦ 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 می دهند که درصد حجمی فریت دلتا تا دمای آستنیته شدن ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد تغییر نمی کند و تا دمای ۱۱۰۰، فولاد در فاز آستنیت باقی می ماند و بالاتر از ۱۱۰۰ وارد منطقه دوفازی (آستنیت + فریت دلتا) می شود(رجاسخار و همکاران، ۲۰۰۹).

بالان و همکاران (۱۹۹۸) دمای آستنیته شدن بهینه فولاد 17Cr-2Ni را بین ۱۰۰۰ تا ۱۱۰۰ ذکر کرده اند، که به دلیل فریت دلتای مینیمم، حل شدن کاربید ها و اندازه دانه ریزتر باعث بهترین ترکیب سختی، استحکام، انعطاف پذیری و چقرمگی در شرایط کوئنچ می شود.

یکی از روش های موجود برای بررسی تغییرات ریزساختاری حین گرم و سرد کردن، استفاده از منحنی های دیلاتومتری است. دیلاتومتر تغییرات طول را می سنجد که وابسته به دما و زمان است. دیلاتومتری اطلاعات کمی و کیفی فازهای موجود در ریزساختار را به خوبی نشان می دهد. همچنین دماهای آغاز و پایان تغییرات فازی و مقدار کسر حجمی فازهای تولید شده را نیز ارائه می دهد(اکبری، بلک، نادری، ۲۰۰۱).

مواد و روش تحقیق

در ایــن پژوهش فولاد زنــگ نزن مارتنزیتــی AISI 431 مورد تحقیق و بررســی قرار گرفت. تر کیب شیمیایی این فولاد در جدول (۱) آمده است.

این فولاد طی مراحل ذوب در کوره قوس الکتریکی به صورت شـمش هایی به قطر ۳۹۷ میلیمتر و طول ۲۰۰۰ میلیمتر ریختهگری شـده و در ادامه توسط فرآیند ذوب دوباره سرباره تصفیه شده و سپس این شـمش ها در محدوده دمایی ۲۵ ۱۱۰۰ – ۱۱۸۰ آهنگری شـده و عملیات تمپر در دمای ۲۵ ۱۸۰ انجام شد. سپس نمونه های استاندارد دیلاتومتری به شکل استوانه هایی به قطر ۲۰/۱±۵ میلیمتر



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 (Ms) با دما و زمان نگهداری.

و طـول ۰/۱ ±۱۰ میلیمتر به صورت طولی از مکان هایی یکسـان نمونه ها از وسـط برش داده شـده و پس از مانـت، مورد آزمون ازفاصله دو سوم از مرکز شمش تهیه شدند. متالوگرافی قرار گرفتند برای بررسی ساختار نمونه ها از محلول اچ

> جهت ایجاد نمونه هایی با درصد فریت دلتای متفاوت، با استفاده از دستگاه دیلاتومتری A۰۵ ۸/۵ نمونه ها با نرخ گرمایش C/s° ۵ تا دماهای ۱۰۰۰ تا ۱۲۰۰ با فاصله های دمایی C° ۲۵ به مدت زمان ۵ و ۱۰ دقیقه نگهداری شده سپس با سرعت

۲۰۰ ۳۰ تا دمای اتاق سرد شدند. ضمن آنکه سه نمونه هم جهت بررســی دمای پیشـگرم در دمای ۱۱۷۵ به مدت ۵ دقیقه نگهداری شده و سپس به مدت ۳۰ ثانیه در دماهای ۱۱۰۰، ۱۰۰۰ و ۱۰۰۰ نیز نگهداری شده سپس سرد شدند.

پس از انجام ســـیکل های حرارتی توسط دستگاه دیلاتومتری،

نمونه ها از وسـط برش داده شـده و پس از مانـت، مورد ازمون متالوگرافی قرار گرفتند برای بررسی ساختار نمونه ها از محلول اچ ویللا و ریزسـاختار نمونه ها توسط میکروسکوپ نوری Olymous، مدل PMG3 بررسـی شـد. برای اندازه گیری درصد فاز ها از نرم افزار مهندسی Clemex استفاده شد.

نتايج و بحث:

محاسبه دماهای بحرانی

با توجه به منحنی های گرمایش دیلاتومتری و انحراف از انبساط خطــی دمــای _۱Ac برابر با ۷۸۹ با انحراف اســتاندارد از میانگین ۲ مهندسی متالورژی عرت / تابستان سوس



شکل۳- ریزساختار نمونه های الف- اولیه ب- ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه ج- ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۱۰ دقیقه

درجه سانتیگراد برای نمونه های مختلف و دمای Ac₃ 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(۲۰۰٦) همخوانی دارد.

با افزایش زمان نگهداری در دمای بالا، دمای شـروع اسـتحاله مارتنزیتی کمی کمتر شـده است. یکی از دلایل می تواند کاهش مرز دانه با بزرگ شـدن اندازه دانه باشد. چرا که مارتنزیت تشکیل شده به علت درصد کربن مارتنزیت بشقابی شکل است و چون مارتنزیت بشـقابی شکل بیشتر از مرزدانه های آستنیت شروع به تشکیل می کند در نتیجه با کم شـدن مرزدانه به نیروی محرکه بیشتری برای انجام اسـتحاله نیاز است که این امر با کاهش بیشتر دما محقق می شـود. همچنین با افزایش دما بالای ۱۹۵۰ درجه سـانتی گراد که اسـتحاله فریت دلتا شروع شده است، این فاز غنی از عناصر فریت زا همچـون کروم و عاری از عناصر آسـتنیت زا خواهد شـد، در نتیجه آسـتنیت، غنی از عناصری همچون کربن و نیکل خواهد شد مارتنزیتی را کاهش خواهد داد.

دمای پایان استحاله مارتنزیتی تنها برای نمونه ای که در دمای

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

ريزساختار

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 ٤ 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.

درصدهای 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 تقریبا از ۱۱۰۰ 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.



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



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

ریخت شناسی فریت دلتا :

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

دهد برای نمونه هایی که زیر ۱۱۵۰ درجه سانتی گراد گرم شده اند فریت دلتا به صورت لایه ای می باشد(شکل ٤– 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 شیبیه فریت دلتای کرمی شکل شیده است(شکل ۱)، بالای این دما در واقع جایی است که ریخت شناسی به حالت جزایری از فریت دلتا تغییر خواهد یافت (شکل ٤– ج)که مطابق با پژوهش های ون و همکارانش می باشد.

ميكروسختى

آزمون میکروسـختی 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 شـد. همانطور که در شـکل ۷ نشان داده شده اسـت اثر میکروسـختی در فاز فریت دلتا بزرگتـر از آن در زمینه



الف – زمینه مارتنزیتی ب – فاز فریت دلتا

شکل ۷ – اثر میکروسختی ویکرز بر

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.

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.

نتيجه گيرى

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 Ac₁ برابر با ۷۸۹ درجه سانتیگراد و دمای Ac₃ برابر با ۸۹۸ درجه سانتی گراد بدست آمد.

۲ – با افزایش دما، دمای شروع استحاله 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 ٥
دقیقه نگه داری شده است.

۳ – مقدار فریت دلتا با افزایش دما تا ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد
کاهش و سپس تا ۱۶ درصد افزایش پیدا می کند.

٤- مورفولوژی فریت دلتا ابتدا لایه ای می باشــد 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