بررسی تاثیر نورد سرد و آنیل بر ریزسـاختار و خواص مکانیکی فولاد ماراجینگ نیکل ـ کروم ـ منگنز دار نانو ساختار شده

محمدعلی صبوحی^۱، سیامک حسین نژاد^۲ ۱- کارشناسی ارشد مهندسی مواد دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی سهند ، m.a.saboohi818@gmail.com ۲- دانشیار دانشکده مهندسی مواد دانشگاه صنعتی سهند ،:hossein@sut.ac.ir

Investigating of the cold rolling and annealing effects on microstructure and mechanical properties of nanostructured Ni-Cr-Mn Marajing steel

M. A. Saboohi¹, S. Hosein nejad²

1- MSc of Material Science engineering, faculty of Material Science engineering, Sahand university of technology, E-Mail: m.a.saboohi818@gmail.com

2- Associate Professor of Material Science engineering, faculty of Material Science engineering, Sahand university of technology, E-Mail: hossein@sut.ac.ir

چکیدہ

نورد سرد و آنیل ساختارهایی با درصد بالای مارتنزیت، زیر مجموعه جدیدی از فرآیندهای ترمومکانیکی پیشرفته میباشد که تحت عنوان فرآیند مارتنزیت شاخته شده است. در این تحقیق یک فولاد آلیاژی با ترکیب اسمی Fe-5Ni-10Cr-8Mn (درصد وزنی)در کوره خلاء ریخته گری شد و پس از همگن سازی تحت دو مرحله نورد سرد به میزان ۵۰٪ و دو مرحله آنیل پس از نورد در دماهای مختلف قرار گرفت.آزمایش های XRD، سختی سنجی، آزمایش کشش و EBSD بر روی نمونه ها انجام شد. نتایج نشان داد که نورد در دو مرحله و دمای آنیل ۲۰۰۵ با زمان یک ساعت ، بهینه ترین حالت برای رسیدن به یک ساختار فوق ریزدانه/ نانو ساختار است. همچنین آستنیت باقیمانده حاصل از آنیل ۲۰۰۵ با زمان یک ساعت ، بهینه ترین حالت حین بارگذاری کششی به مارتنزیت استحاله یافت و خاصیت TRIP از خود نشان داد. استحکام کششی این فولاد در شرایط بهینه ازدیاد طول نسبی آن ۲۸ درصد بدست آمد کهبه صورت تغییر شکل یکنواخت قبل از گلویی میباشد. واژدهای کلیدی:

Abstract

cold rolling and annealing of structures with a high percent of Martensite are the new subgroups of advanced thermomechanical processes that are known as Martensite process. In this study, an alloying steel with the Nominal composition of Fe-5Ni-10Cr-8Mn (weight percent), was casted InaVacuum Arc Remeltingfurnace and after homogenizing, was placed under two steps cold rolling (until 50 %) and two steps of annealing after rolling (in different temperatures). XRD, hardness and tensile tests and EBSDinvestigation was done on samples. Results show that two step rolling and annealing at 600 °C for 1 hour is the most optimize state for receiving to ultra fine grained structure / nanostructure. Also, residual austenite that caused during two phase annealing in this alloy, is mechanically unstable and this phase is transferred to Martensite phase during loading and is shown TRIP property. Tensile strength of this steel is 1050 MPa under optimal state and the percent of elongation of this steel is about 28 %. This elongation creates before necking.

Key worlds: ultra fine grained structure / nanostructure, thermomechanical processes, anneal, Martensite, austenite.

(کد: ۹۱۱۰٦۲)

جدول ۱: ترکیب شیمیایی بدست آمده از تست کوانتومتری

Р	В	Al	Nb	W	Si	S	Ti	С	Ni	Cr	Mn	Fe	عنصر
•/•۲	•/••1	•/••۲	•/•۴	•/•1	•/•۲	•/•۲	•/•٣٣	•/••۵	۴/۱	٩/٧	٧/٨	پايە	درصد وزنی

مقدمه

توليد فولادهای فوق ریزدانه از طریق روشهای تغییر شکل یلاستیک شدید (SPD¹) و فرآیند ترمومکانیکی پیشرفته (TMCP²) امكان يذبر است (Song & Ponge, 2006). روش هاى تغيير شكل پلاستیک شدید بسیاری در تولید انواع فلزات فوق ریز دانه/ نانوساختار ابداع شدهاند اما فقط تعداد محدودی از این روشها در مقالات گزارش شدهاند که در زمینه تولید فولاد های فوق ریز دانه/ نانوساختار مفید بودهاند که شامل فشار تحت کانال زاویهای با مقطع بكسان (ECAP³)(Segal, 1981&Reznikov)، فرآينداتصال نورد تجمعی(ARB⁴)(Saito, 1999&Utsunomiya)، پیچش تحت فشار بالا (HPT⁵)(Ivanisenko, 2003&Lojkowski) واكسيتروژن برشی ساده (SSE⁶)(Pardis, 2009&Ebrahimi))با اعمال كرنش يلاستيك شديد بر روی فلز، منجر به کاهش شدید اندازه دانه می شوند. فر آیندهای ترمومكانيكي سابقه طولاني براي كاهش اندازه دانه در فولادها دارند که کاربرد صنعتی گسترده ای نیز پیدا کردهاند. این فرآیندها داده شده است. با اعمال کرنش کمتر و پیوستگی فرآیند و کنترل رژیم حرارتی، روش مناسبی بـرای کاهش اندازه دانه به شــمار میآیند(& Tsuji .(Maki , 2009

> یکی از فرآیندهای ترمومکانیکی که امروزه برای تولید فولادهای زنگ نزن آستنیتی فوق ریزدانه توجه زیادی را به خود جلب کرده، فرآیند مارتنزیت است. نورد سرد و آنیل فولاد مارتنزیتی روشی است که به وسیله تیسوجی^۷ و همکارانش در سال ۲۰۰۱ برای تولید فولاد های فوق ریزدانه استفاده کردند(Tsuji, Ueji, 2002).

> این فرآیند شامل نورد سرد سانگین برای تبدیل آستنیت (γ) نیمه پایدار به مارتنزیت (α') در حین کرنش و در ادامه بازگشت مارتنزیت به آستنیت در طی آنیل در زمانها و دماهای نسبتاً پایین مى باشد.

> این روش به دلیل سهولت درتولید قطعات بزرگ نظیر ورق از اهمیت ویژهای برخوردار است. در این روش آستنیت در اثر تغییر شکل سرد به مارتنزیت تبدیل می شود و در ادامه فر آیند تغییر شکل، مارتنزیت موجود در ریزساختار خرد شده و مکانهای مناسب

جوانهزنی را برای بازگشت مارتنزیت به آستنیت در حین عملیات آنیل بعدی فرآهم میکند و منجر به ریزدانگی فولاد و بهبود خواص مکانیکے آن میگردد. در این فرآیند انتخاب صحیح پارامترهای موثر بر آنیل بازگشت، جهت حصول ساختاری با اندازه دانههای نانو و زیرمیکرون از اهمیت ویژهای برخوردار است.

مواد و روش تحقيق

در این تحقیق به منظور تهیه یک فولاد آلیاژی با ترکیب اسمی Fe-5Ni-10Cr-8Mn (درصد وزنی) از مواد اولیه با خلوص بالا استفاده شد. عملیات ذوب و آلیاژ سازی در کوره ذوب قوسی تحت خلاء (VAR⁸) انجام شد. يس از عمليات آلياژسازي و ريخته-گري، شمش تحت عملیات همگن کردن به منظور از بین بردن جدایشهای ریختهگری به مدت ٤٠ ساعت تحت دمای C°۱۰۷۰ قرار گرفت. ترکیب شیمیایی بدست آمده از تست کوانتومتری در جدول ۱ نشان

در مرحله اول نمونه تحت عملیات نورد به میزان ۵۰٪ و آنیل در دمای C۰۰°C به مدت یک ساعت قرار گرفت ودر مرحله دوم نورد به میزان ۵۰٪ و آنیل در دما C⁻⁰C مجدداً انجام شـد. سـرد کردن نمونه پس از همگن سبازی در داخل آب و پس ازهر مرحله آنیل در داخل نیتروزن مایع انجام گرفت. در شکل ۱ نحوهی انجام عملیات ترمومکانیکی بکار رفته در این تحقیق نشان داده شده است.

بررسے های متالو گرافی، پراش اشعهایکس و سے تی سنجی ویکرز با بار ۱۰۰ Kg بعد از هر مرحله بر روی نمونه انجام شد و در انتها آزمون کشش مطابق استاندارد JIS Z 2201 شماره ۷ بر روی نمونه ها، در دمای محیط و تحت سرعت فک nm/min انجام گرفت و آزمایش پراش الکترون برگشــتی (EBSD⁹) در راســتای عمود بر نورد در مساحتی در حدود ۲۵×۵۰ میکرومتر تصویربرداری شد.

نتايج و بحث

شکل۲ تصویر میکروسکوپ نوری ریزساختار قبل و بعد از همگن ســازی را نشــان میدهد. همانطور که در شکل۲– الف دیده میشود نمونه ریختگی قبل از همگن سازی جدایشهای دندریتی را نشان میدهد. در این تصویر مناطق تیره رنگ، مارتنزیتهای تشکیل

۲D

¹⁻ Severe Plastic Deformation

²⁻ Thermo-Mechanical Control Process 3- Equal channel angular pressing

⁴⁻ Accumulative roll bonding

⁵⁻ High pressure torsion

⁶⁻ Simple shear extrusion

⁷⁻ Tsuji

⁸⁻ Vacuum Arc Remelting

⁹⁻ Electron Back Scatter Diffraction



شکل۱ : شماتیک عملیات ترمومکانیکی انجام شده جهت تولید فولاد فوق ریزدانه



شکل ۲ : نمونه ریختهگری شده الف) قبل از همگن سازی، ب) بعد از همگن سازی

شده و مناطق سفید رنگ آستنیتهای باقی مانده در مناطق غنی از عناصر آلیاژی در بین بازوهای دندریتی را نشان می دهد. پدیدههای مزبور ناشی از سرد شدن غیرتعادلی در ضمن انجماد و عدم نفوذ کامل عناصر آلیاژی می باشد. این موضوع موجب افت خواص مکانیکی فولاد از جمله قابلیت کارگرم و کارسرد می شود (اصول و کاربرد عملیات حرارتی فولادها, ۱۳۷۸). از این رو، ساختار ریختگی فولاد باید به کمک عملیات همگن سازی مناسب یکنواخت شود. در و زمان ٤٠ ساعت و سرد شده در آب نشان داده شده است. شکل از بین رفته و شبکه پیوسته فاز آستنیت بین دندریتی حذف شده و ساختار رکنواخت مارتنزیتی دست آمده است.

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه همگن شده در شکل ۳–الف نشان داده شده است که خطوط پراش مربوط به آهن od را نشان میدهد که با ساختار مارتنزیتی (α مطابقت دارد. در کنار این خطوط بازتابهای ضعیف مربوط به آهن (γ) fcc و آهن od (ع) نیز مشاهده می شود که وجود آستنیت باقیمانده به مقدار جزئی در ساختار را نشان میدهد. دلیل پایداری آستنیت در نمونه همگن شده، وجود عناصر آلیاژی نیکل و منگنر در بین بازوهای دندریتی می باشد که غلظت بالای آنها می تواند سبب کاهش دمای تشکیل

مار تنزیت و در نتیجه پایداری شیمیایی گردد[۹]. شکل ۳–ب الگوی پراش اشـعه ایکس ساختار نورد شده را نشان میدهد. همانطور که ملاحظه میشـود، در حالت همگن پیکهای آسـتنیت بصورت جزئی نمایان است، در حالی که پس از نورد سرد، این پیکها جای خود را به پیکهای مارتنزیت میدهند. مارتنزیت در این فولادها به دلیل کربن کم، دارای سـاختار انعطاف پذیر میباشد. در اثر ۰۰ درصد نورد سـرد اول تمام فاز آستنیت به مارتنزیت تبدیل شده اسـت و سختی نمونه به مقدار ۳۷۳ ویکرز افزایش یافت. در ادامه نمونه تحـت دمای ۲۰۰۰ آنیل مرحله اول به مدت یک سـاعت قرار گرفت.

شــكل ٤-الف الگـوی پراش اشـعه ایكس از نمونه را نشـان میدهد. خرد شـدن دانههای مارتنزیت و كوچك شـدن آنها سبب پایدار شـدن فاز آستنیت شده است. همچنین در این فولادها نیكل و منگنز با تشـكیل رسـوب NiMn بر روی پایداری آستنیت تاثیر میگذارد و سبب تسـریع در تشكیل آسـتنیت برگشتی میشود. سـختی در این مرحله به میزان ٣٦٧ ویكرز بدست آمد كه با توجه به اینكه در این فولادها كربن بسیار كمی وجود دارد میزان سختی فازهای آسـتنیت و مارتنزیت تفاوت چندانی با هم ندارند. تشكیل رسـوبات آلیاژی بسـیار ریز و با چگالی بالا در فـاز مارتنزیت دلیل افزایش سـختی در دماهای پایین میباشد(حسـین نژاد &



شکل ۳: الگوی پراش اشعه ایکس از الف) نمونه همگن شده ، ب) نمونه ۵۰% نورد شده



شکل ۵ : نمودار تنش ـ کرنش مهندسی الف) تا مرحله شکست ب) باربرداری شده در نقطه b

نیلی احمدآبادی, ۱۳۸۱). نمونه ها پس از آنیل مرحله اول تحت ۵۰ درصد نورد مرحله دوم و آنیل در دمای ۲۰۰۰ در مدت زمان یک ساعت قرار گرفت. میزان آستنیت و مارتنزیت به کمک الگوی پراش اشعه ایکس در شکل ٤– ب نشان داده شده است. ریز شدن اندازه دانه در اثر نورد سرد مرحله دوم و کاهش دمای MS سبب شده تا در فرآیند آنیل مرحله دوم در دمای ۲۰۰۰ ساختار دو فازی آستنیت و مارتنزیت در نمونه تشکیل شود. این فرآیند سبب

شد تا ساختار ریزدانه تر شده و سختی افزایش یابد و به میزان ۲۹۰ ویکرز بدست آید.

برای آزمون کشــش مطابق استاندارد توضیح داده شده نمونه تهیه شد و سپس تحت آزمایش کشش قرار گرفت. نتایج این آزمایش به صورت منحنی تنش – کرنش مهندسی در شکل ٥–الف نشان داده شده است. درنمونه بعد از تسلیم، وجود یک پلاتو شبیه پدیده نقطه تسلیم را نشان میدهد. این موضوع مورد توجه بیشتر قرار گرفت.



شکل ۶: الگوی پراش اشعه ایکساز نمونه کشش

در شــکل ٥–ب تغییــرات تنش پس از باربــرداری از انتهای ناحیه پلاتو نشــان داده شده است که عدم برگشت پذیری کامل کرنش را نشان میدهد.

الگوی پراش اشعه ایکس نمونه باربرداری شده در قسمت وسط نمونه تست کشش در شکل٦ نشان داده شده است که مقادیر كمتر آستنيت را نشان مىدهد و بنابراين مىتوان گفت كه پلاتو ناشی از استحاله دینامیک آستنیت باقیمانده به مارتنزیت در حین آزمایش کشش بوده است. با توجه به میزان آستنیت و مارتنزیت قبل و بعد از انجام آزمایش به این نتیجه میتوان رسید که در حين انجام آزمايش كشــش، فاز نرم آستنيت ابتدا تغيير شكل يافته و یـس از کرنش دچار ناپایداری مکانیکــی میگردد. به عبارت دیگر ابتدا آستنیت، تغییر شکل یافته و بدنبال آن به مارتنزیت تبدیل میگردد. تبدیل فوق سبب افزایش حجم و کارسختی موضعی شده و از ناپایداری کششے جلوگیری میکند.توان و نرخ کارسختی بالا در این نمونه ناشی از تغییر شکل و کارسیخت شدن فاز آستنیت است و تبدیل آستنیت کارسخت شده به مارتنزیت از گلویی شدن موضعی در نقطه a تا b در شکل ۰-ب جلوگیری نموده و سبب شد توان کارسـختی یا میزان تغییر شـکل یکنواخت در این نمونه افزایش یابد. تبدیل آستنیت به مارتنزیت در حین کار مکانیکی سبب افزایش انعطاف پذیری می شود و به TRIP¹⁰معروف است. فو لادهایی که تغییر شکل پلاســتیک، تحریک کننده دگرگونی در آنهاست و از آن تغییر حالت به منظور بهبود انعطاف پذیری کمک می گیرند به فولادهای TRIP معروف هستند. در این فولادها در اثر کرنش یا همان تغییر شکل پلاستیک، آستنیت به مارتنزیت تبدیل میشود. از طرف دیگر مارتنزیت ایجاد شده در اثر کرنش به علت وجود چگالی بالایی از نابجاییها در ساختار در برابر گلویی شدن مقاومت کرده و در نتیجه ترکیب خوبی از استحکام بالا و انعطاف پذیری خوب را موجب می شــود(De Cooman , 2004). تحلیل دادههای حاصل از

الگوی پراش اشعه ایکس در نقطه b نیز نشان میدهد که در این فولاد در حین انجام آزمایش کشش، آستنیت به مارتنزیت تبدیل میشود.

در مقایسه نتایج با کار لی و همکاران(Ma, Jin, 2005, &Lee) پیش بینی شد که نمونه به ساختار فوق ریزدانه / نانو ساختار رسيده باشــد كه براى اثبات اين موضوع آزمون پراش الكترون برگشتی (EBSD)از نمونه گرفته شد. آزمایش EBSD از نمونه در راستای عمود بر نورد(ND) انجام گرفت و مساحتی در حدود ۲۵×۰۰ میکرومتر تصویربرداری شد. فاصله روبش بین نقاط^{۱۱} به میرزان ۳۰۰ نانومتر انتخاب گردید. برای داشتن یک الگوی EBSD با کیفیت خوب نیاز به آماده سازی مناسب نمونه است. در این پروژه برای آماده سازی نمونه بعد از مراحل سنباده زنی و انجام بولیش مکانیکی از پولیش الکتروشیمیایی برای آماده سازی نهایی بر روی سطح انجام شد و تصاویری از اندازه دانه، جهات کریستالی، تصاویر فازی و داده های خام از نوع مرزدانه ها بدست آمد. شکل۷ تصویر بدست آمده از EBSD نشــان دهنده جهات کریســتالی در نمونه میباشد که در راستای عمود بر نورد بدست آمد. با در نظر گرفتن خط مقیاس و تفاوت در رنگ دانهها، میانگین اندازه دانهها زیر یک میکرومتر ودر محدوده فوق ريزدانه/ نانو سي ختار بدست آمد. رنگ قالب در هر جهت نشــان دهنده بيشترين دســته صفحات كريستالي در آن جهت می باشــد. در مقایســه صفحات کریستالی 1 0 1 در راستای ۲، و صفحات کریستالی ۱۱۱ در راستای X نسبت به دیگر صفحاتاز دانسیته بیشتری برخوردار است(پایان نامه کارشناسی ارشد, ۱۳۹۲).

تصویر بدست آمده از EBSD نشان دهنده جهات کریستالی در نمونه میباشــد که در راستای عمود بر نورد بدست آمد. با در نظر گرفتــن خط مقیاس و تفاوت در رنگ دانههـــا، میانگین اندازه دانهها

11- Step Size

¹⁰⁻ Transformation Indaced Plasticity



شکل ۶: نتایج خام استخراج شده از جهات کریستالی در آزمایش EBSD

3- Pampilo.A ,Paxton. H ,(1972) , Metall, Trans, 3

۴- حسین نژاد، س . نیلی احمدآبادی،م . (۱۳۸۱) . فولادهای ماراجینگ : ازابداع تا به امروز . مهندسی متالورژی. ۳٫۵–۲۲

5- Ma.Y.,Lee,Y .(2005). A repetitive thermomechanical process to produce nano-crystalline in a metastable austenitic steel. Scripta material , 52, 1311-1315

6- Tsuji,N., Ueji,T .,Minamino, TSaito,Y. (2002). A new and simple process to obtain nano-structured bulk low-carbon steel with superior mechanical property. Scripta Material , 46, 305-310.

7- Pardi,N.,Ebrahimi, R., (2009) . Deformation Behavior in Simple Shear Extrusion(SSE)as a new severe plastic deformation technique. Materials Science and Engineering A, 572, 355-360.

8- Tsuji, N.,Maki, T.,(2009). Enhanced structural refinement by combining phase transformation and plastic deformation in steels. Scripta Materialia, 60, 1044-1049.

9- Song, R., Ponge, D Raabe, D. (2006). Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. Materials Science and Engineering A, 1-17.

10- Saito, Y., Utsunomiya, H., Tsuji, NSakai, T. (1999). Novel Ultra-High Straining Process for Bulk Materials-Development of the Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process, Acta Materialia, 579-583

 Segal, VM., Reznikov, VI., Drobyshevskiy, AE Kopylov. VI, (1981), Plastic Working of Metals by Simple Shear.Russion Metallurga 1, 99-105.
De Cooman,B. (2004). Structure Properties relationship in TRIP Steels containing carbid-free bainite.Current Opinion in Solid and Mater.Sci , 8, 285-303.

13- Ivanisenko,Y .,Lojkowski, WValiev,R. (2003). The mechanism of formation of nanostructure and dissolution of cementite in a pearlitic steel during high pressure torsion , Acta Materialia, 51, 5555-5570. زیر یک میکرومتر ودر محدوده فوق ریزدانه/ نانو ساختار بدست آمد(پایان نامه کارشناسی ارشد, ۱۳۹۲).

نتيجەگىرى

۱) عملیات مارتنزیتی دو مرحله در دمای۲۰۰۰ به مدت یک ساعت و نورد ۵۰ درصد در هر مرحله در این فولاد سبب بدست آمدن ساختار زیر یک میکرون و در محدوده فوق ریزدانه/ نانوساختار میشود.

۲) فولاد نانو ساختار تولید شده دارای استحکام تسلیم Mpa ۱۰۵۰ به همراه ازدیاد طول ۲۸٪ میباشد.

۳) ریزدانه کردن در این آلیاژ سبب پایداری فاز آستنیت می شود.

٤) حداکثر تافنس و انعطاف پذیری در این آلیاژ ناشیی از وقوع پدیده TRIP و ریزدانه شدن است .

منابع و مراجع

۲- صبوحی، محمدعلی . (۱۳۹۲) . پایان نامه کارشناسی ارشد . محل چاپ : دانشگاه صنعتی سهند .

۱ - گلعــذار ،م . (۱۳۷۸) . اصــول و کاربــرد عمليات حرارتی فولادهـا . محل چاپ : دانشگاه صنعتی اصفهان .