

# بررسی تاثیر نورد سرد و آنیل بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد ماراجینگ نیکل - کروم - منگنز دار نانو ساختار شده

محمدعلی صبوچی<sup>۱</sup>، سیامک حسین نژاد<sup>۲</sup>

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 micro-structure and mechanical properties of nanostructured Ni-Cr-Mn Marajing steel

M. A. Saboohi<sup>1</sup>., S. Hosein nejad<sup>2</sup>

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

### چکیده

نورد سرد و آنیل ساختارهایی با درصد بالای مارتنزیت، زیر مجموعه جدیدی از فرآیندهای ترمومکانیکی پیشرفته می باشد که تحت عنوان فرآیند مارتنزیت شناخته 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 ۶۰۰°C با زمان یک ساعت، بهینه ترین حالت برای رسیدن به یک ساختار فوق ریزدانه/نانوساختار است. همچنین آستنیت باقیمانده حاصل از آنیل دوفازی در این آلیاژ از نظر مکانیکی ناپایدار بوده و حین بارگذاری کششی به مارتنزیت استحاله یافت و خاصیت TRIP از خود نشان داد. استحکام کششی این فولاد در شرایط بهینه ۱۰۵۰ MPa و درصد ازدیاد طول نسبی آن ۲۸ درصد بدست آمد که به صورت تغییر شکل یکنواخت قبل از گلوپی می باشد.

واژه های کلیدی: فوق ریزدانه/نانوساختار، ترمومکانیکی، آنیل، مارتنزیت، آستنیت

### 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 words:** ultra fine grained structure / nanostructure, thermomechanical processes, anneal, Martensite, austenite.

(کد: ۹۱۱۰۶۲)

جدول ۱: ترکیب شیمیایی بدست آمده از تست کوانتومتری

| عنصر      | Fe   | Mn  | Cr  | Ni  | C     | Ti    | S    | Si   | W    | Nb   | Al    | B     | P    |
|-----------|------|-----|-----|-----|-------|-------|------|------|------|------|-------|-------|------|
| درصد وزنی | پایه | ۷/۸ | ۹/۷ | ۴/۱ | ۰/۰۰۵ | ۰/۰۳۳ | ۰/۰۲ | ۰/۰۲ | ۰/۰۱ | ۰/۰۴ | ۰/۰۰۲ | ۰/۰۰۱ | ۰/۰۲ |

## مقدمه

جوانه‌زنی را برای بازگشت مارتنزیت به آستنیت در حین عملیات آنیل بعدی فراهم می‌کند و منجر به ریزدانه‌گی فولاد و بهبود خواص مکانیکی 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.

تولید فولادهای فوق ریزدانه از طریق روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید ( $SPD^1$ ) و فرآیند ترمومکانیکی پیشرفته ( $TMCP^2$ ) امکان‌پذیر است (Song & Pong, 2006). روش‌های تغییر شکل 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 یکسان (Segal, 1981 & Reznikov) ( $ECAP^3$ )، فرآیند اتصال نورد جمعی (Saito, 1999 & Utsunomiya) ( $ARB^4$ )، پیچش تحت فشار بالا (Ivanisenko, 2003 & Lojkowski) ( $HPT^5$ ) و اکستروژن برشی ساده (Pardis, 2009 & Ebrahimi) ( $SSE^6$ ) با اعمال کرنش پلاستیک شدید بر روی فلز، منجر به کاهش شدید اندازه دانه می‌شوند. فرآیندهای ترمومکانیکی سابقه طولانی برای کاهش اندازه دانه در فولادها دارند که کاربرد صنعتی گسترده‌ای نیز پیدا کرده‌اند. این فرآیندها با اعمال کرنش کمتر و پیوستگی فرآیند و کنترل رژیم حرارتی، روش مناسبی برای کاهش اندازه دانه به شمار می‌آیند (Tsuji & Maki, 2009).

## مواد و روش تحقیق

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 نوب و آلیاژ سازی در کوره ذوب قوسی تحت خلاء ( $VAR^8$ ) انجام شد. پس از عملیات آلیاژ سازی و ریخته‌گری، شمش تحت عملیات همگن کردن به منظور از بین بردن جدایش‌های ریخته‌گری به مدت ۴۰ ساعت تحت دمای  $1070^{\circ}C$  قرار گرفت. ترکیب شیمیایی بدست آمده از تست کوانتومتری در جدول ۱ نشان داده شده است.

در مرحله اول نمونه تحت عملیات نورد به میزان ۵۰٪ و آنیل در دمای  $600^{\circ}C$  به مدت یک ساعت قرار گرفت و در مرحله دوم نورد به میزان ۵۰٪ و آنیل در دما  $600^{\circ}C$  مجدداً انجام شد. سرد کردن نمونه پس از همگن سازی در داخل آب و پس از هر مرحله آنیل در داخل نیتروژن مایع انجام گرفت. در شکل ۱ نحوه‌ی انجام عملیات ترمومکانیکی بکار رفته در این تحقیق نشان داده شده است.

بررسی‌های متالوگرافی، پراش اشعه‌ایکس و سختی 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 نمونه‌ها، در دمای محیط و تحت سرعت فک ۱ mm/min انجام گرفت و آزمایش پراش الکترون برگشتی ( $EBS^9$ ) در راستای عمود بر نورد در مساحتی در حدود  $50 \times 25$  میکرومتر تصویربرداری شد.

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<sup>۷</sup> و همکارانش در سال ۲۰۰۱ برای تولید فولاد های فوق ریزدانه استفاده کردند (Tsuji, Ueji, 2002).

این فرآیند شامل نورد سرد سنگین برای تبدیل آستنیت (۷) نیمه پایدار به مارتنزیت ( $\alpha'$ ) در حین کرنش و در ادامه بازگشت مارتنزیت به آستنیت در طی آنیل در زمان‌ها و دماهای نسبتاً پایین می‌باشد.

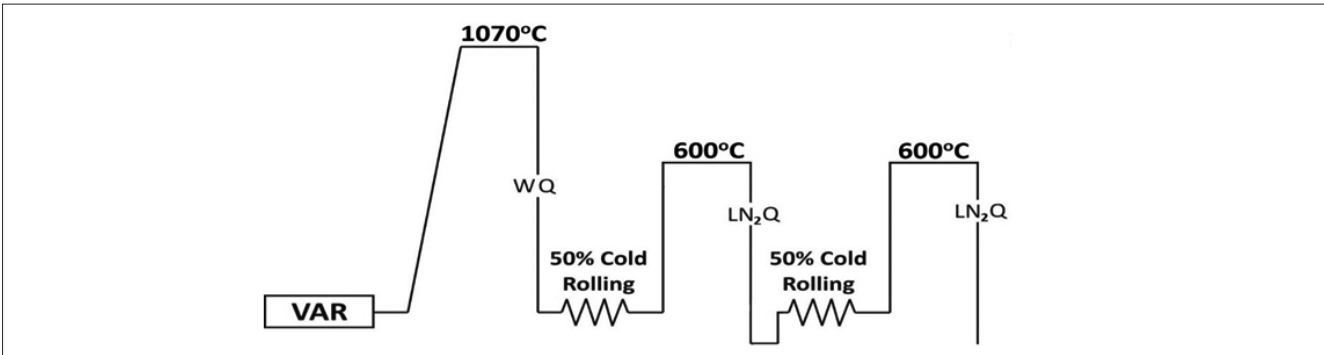
این روش به دلیل سهولت در تولید قطعات بزرگ نظیر ورق از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. در این روش آستنیت در اثر تغییر شکل سرد به مارتنزیت تبدیل می‌شود و در ادامه فرآیند تغییر شکل، مارتنزیت موجود در ریزساختار خرد شده و مکان‌های مناسب

- 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

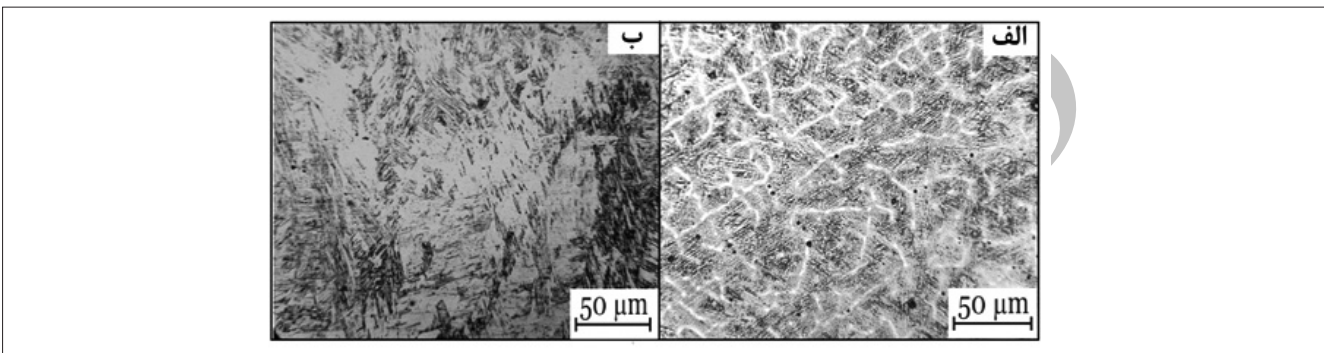
8- Vacuum Arc Remelting  
9- Electron Back Scatter Diffraction

## نتایج و بحث

شکل ۲ تصویر میکروسکوپ نوری ریزساختار قبل و بعد از همگن سازی را نشان می‌دهد. همانطور که در شکل ۲-الف دیده می‌شود نمونه ریختگی قبل از همگن سازی جدایش‌های دندریتی را نشان می‌دهد. در این تصویر مناطق تیره رنگ، مارتنزیت‌های تشکیل



شکل ۱: شماتیک عملیات ترمومکانیکی انجام شده جهت تولید فولاد فوق ریزدانه



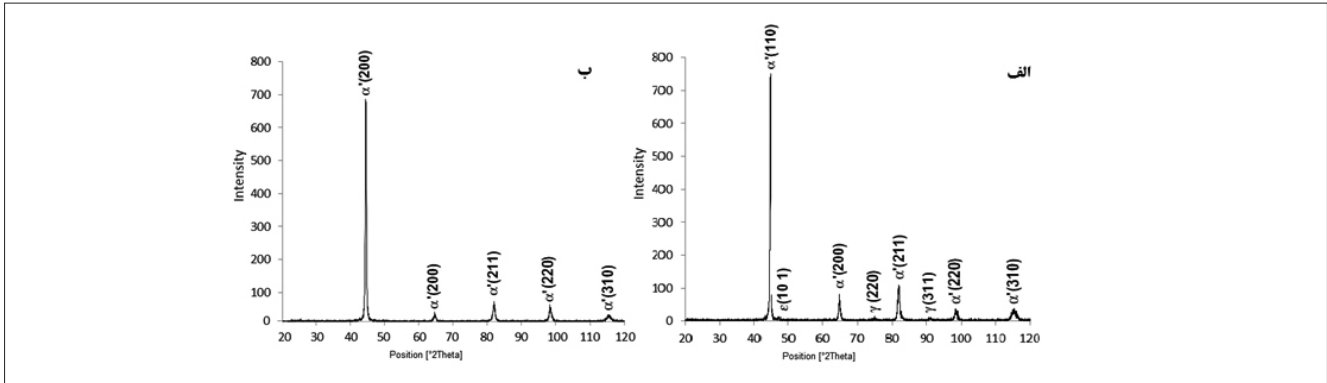
شکل ۲: نمونه ریخته‌گری شده الف) قبل از همگن سازی، ب) بعد از همگن سازی

مارتنزیت و در نتیجه پایداری شیمیایی گردد [۹]. شکل ۳-ب الگوی پراش اشعه ایکس ساختار نورد شده را نشان می‌دهد. همانطور که ملاحظه می‌شود، در حالت همگن پیک‌های آستنیت 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 ساختار انعطاف‌پذیر می‌باشد. در اثر ۵۰ درصد نورد سرد اول تمام فاز آستنیت به مارتنزیت تبدیل شده است و سختی نمونه به مقدار ۳۷۳ ویکرز افزایش یافت. در ادامه نمونه تحت دمای ۶۰۰ °C آنیل مرحله اول به مدت یک ساعت قرار گرفت.

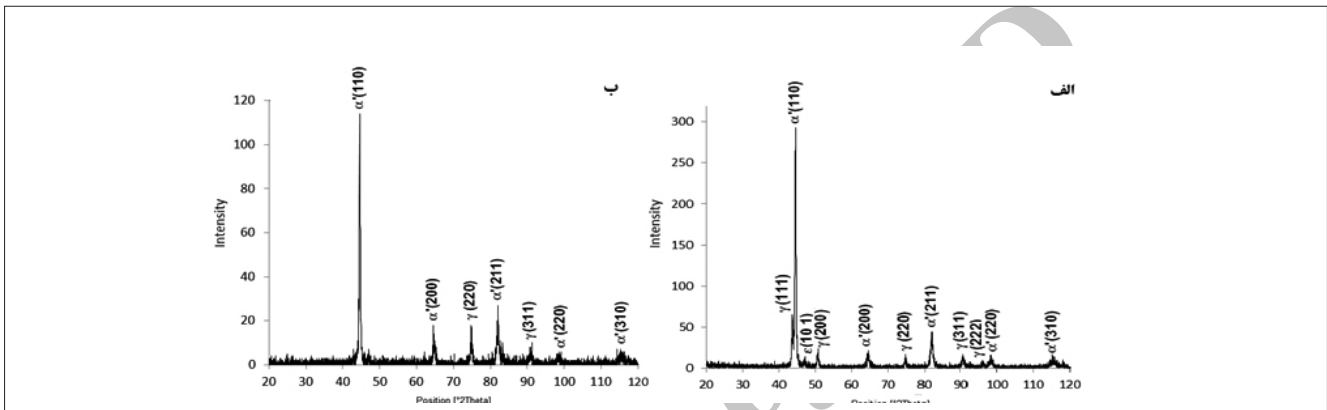
شکل ۴-الف الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه را نشان می‌دهد. خرد شدن دانه‌های مارتنزیت و کوچک شدن آنها سبب پایدار شدن فاز آستنیت شده است. همچنین در این فولادها نیکل و منگنز با تشکیل رسوب NiMn بر روی پایداری آستنیت تاثیر می‌گذارد و سبب تسریع در تشکیل آستنیت برگشتی می‌شود. سختی در این مرحله به میزان ۳۶۷ ویکرز بدست آمد که با توجه به اینکه در این فولادها کربن بسیار کمی وجود دارد میزان سختی فازهای آستنیت و مارتنزیت تفاوت چندانی با هم ندارند. تشکیل رسوبات آلیاژی بسیار ریز و با چگالی بالا در فاز مارتنزیت دلیل افزایش سختی در دماهای پایین می‌باشد (حسین نژاد &

شده و مناطق سفید رنگ آستنیت‌های باقی مانده در مناطق غنی از عناصر آلیاژی در بین بازوهای دندریتی را نشان می‌دهد. پدیده‌های مزبور ناشی از سرد شدن غیرتعدالی در ضمن انجام و عدم نفوذ کامل عناصر آلیاژی می‌باشد. این موضوع موجب افت خواص مکانیکی فولاد از جمله قابلیت کارگرم و کارسرد می‌شود (اصول و کاربرد عملیات حرارتی فولادها، ۱۳۷۸). از این رو، ساختار ریختگی فولاد باید به کمک عملیات همگن سازی مناسب یکنواخت شود. در تصویر ۲-ب ریزساختار نمونه همگن‌سازی شده در دمای ۱۰۷۰ °C و زمان ۴۰ ساعت و سرد شده در آب نشان داده شده است. شکل ۲-ب نشان می‌دهد که در اثر همگن‌سازی طولانی ساختار دندریتی از بین رفته و شبکه پیوسته فاز آستنیت بین دندریتی حذف شده و ساختار یکنواخت مارتنزیتی بدست آمده است.

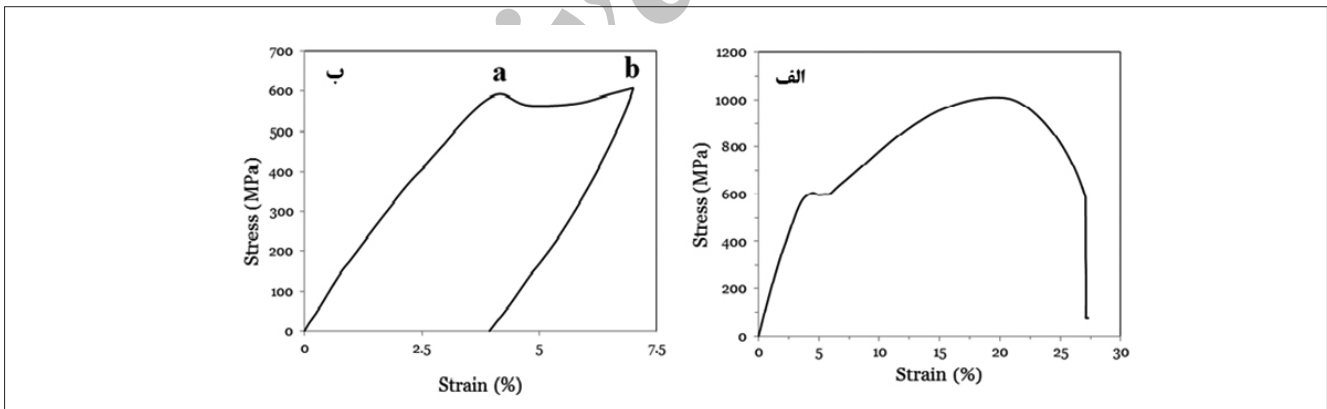
الگوی پراش اشعه ایکس نمونه همگن شده در شکل ۳-الف نشان داده شده است که خطوط پراش مربوط به آهن bcc را نشان می‌دهد که با ساختار مارتنزیتی  $\alpha'$  مطابقت دارد. در کنار این خطوط بازتاب‌های ضعیف مربوط به آهن fcc ( $\gamma$ ) و آهن bcc ( $\epsilon$ ) نیز مشاهده می‌شود که وجود آستنیت باقیمانده به مقدار جزئی در ساختار را نشان می‌دهد. دلیل پایداری آستنیت در نمونه همگن شده، وجود عناصر آلیاژی نیکل و منگنز در بین بازوهای دندریتی می‌باشد که غلظت بالای آنها می‌تواند سبب کاهش دمای تشکیل



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



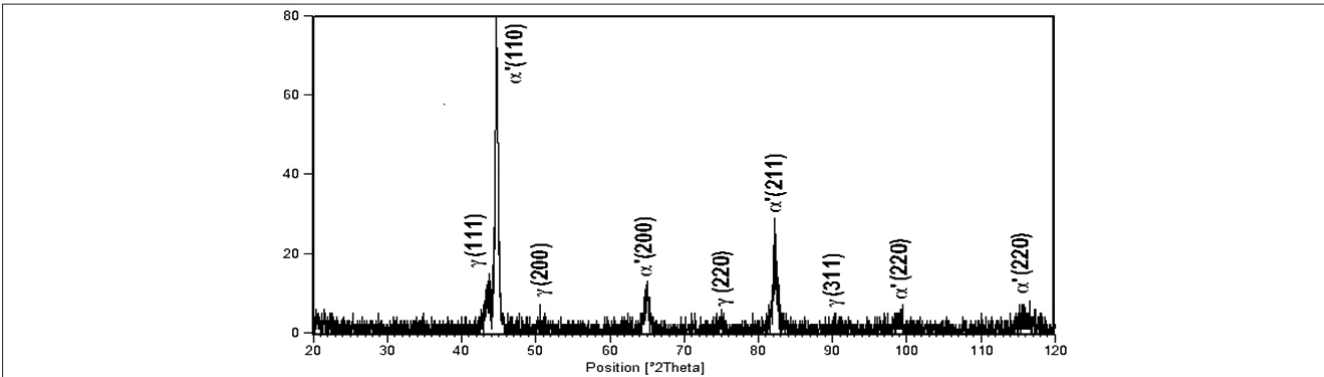
شکل ۴: الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه آنیل شده در دمای ۶۰۰°C در الف) مرحله اول ب) مرحله دوم



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

شد تا ساختار ریزدانه تر شده و سختی افزایش یابد و به میزان ۲۹۰ ویکرز بدست آید. برای آزمون کشش 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 ۵-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.

نیلی احمدآبادی، ۱۳۸۱). نمونه‌ها پس از آنیل مرحله اول تحت ۵۰ درصد نورد مرحله دوم و آنیل در دمای ۶۰۰°C در مدت زمان یک ساعت قرار گرفت. میزان آستنیت و مارتنزیت به کمک الگوی پراش اشعه ایکس در شکل ۴-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 ۶۰۰°C ساختار دو فاز آستنیت و مارتنزیت در نمونه تشکیل شود. این فرآیند سبب



شکل ۶: الگوی پراش اشعه ایکس از نمونه کشش

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 کارلی و همکاران (Ma, Jin, 2005, & Lee) پیش بینی شد که نمونه به ساختار فوق ریزدانه/نانو ساختار رسیده باشد که برای اثبات این موضوع آزمون پراش الکترون برگشتی (EBSD) از نمونه گرفته شد. آزمایش EBSD از نمونه در راستای عمود بر نور (ND) انجام گرفت و مساحتی در حدود  $25 \times 50$  میکرومتر تصویربرداری شد. فاصله روبش بین نقاط<sup>۱۱</sup> به میزان 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 پولیش مکانیکی از پولیش الکتروشیمیایی برای آماده سازی نهایی بر روی سطح انجام شد و تصاویری از اندازه دانه، جهت کریستالی، تصاویر فازی و داده های خام از نوع مرزدانه ها بدست آمد. شکل ۷ تصویر بدست آمده از EBSD نشان دهنده جهت کریستالی در نمونه می‌باشد که در راستای عمود بر نور بدست آمد. با در نظر گرفتن خط مقیاس و تفاوت در رنگ دانه‌ها، میانگین اندازه دانه‌ها زیر یک میکرومتر و در محدوده فوق ریزدانه/نانو ساختار بدست آمد. رنگ قالب در هر جهت نشان دهنده بیشترین دسته صفحات کریستالی در آن جهت می‌باشد. در مقایسه صفحات کریستالی 101 در راستای Y، و صفحات کریستالی 111 در راستای X نسبت به دیگر صفحات از دانیسته بیشتری برخوردار است (پایان نامه کارشناسی ارشد، ۱۳۹۲).

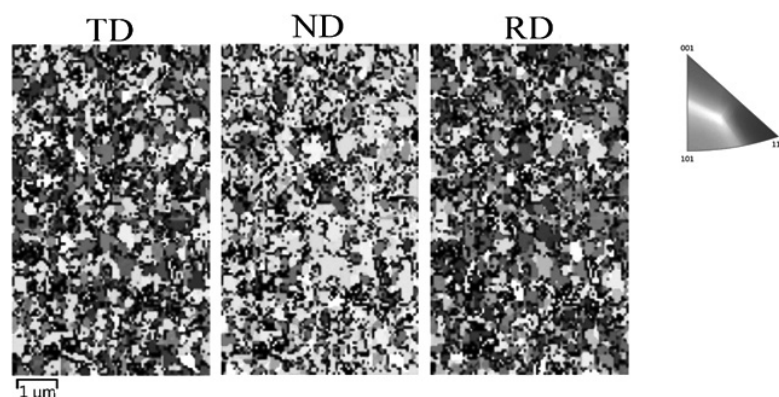
تصویر بدست آمده از EBSD نشان دهنده جهت کریستالی در نمونه می‌باشد که در راستای عمود بر نور بدست آمد. با در نظر گرفتن خط مقیاس و تفاوت در رنگ دانه‌ها، میانگین اندازه دانه‌ها

در شکل ۵-ب تغییرات تنش پس از باربرداری از انتهای ناحیه پلاتو نشان 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 شکل ۶ نشان داده شده است که مقادیر کمتر آستنیت را نشان می‌دهد و بنابراین می‌توان گفت که 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 حین انجام آزمایش کشش، فاز نرم آستنیت ابتدا تغییر شکل یافته و پس از کرنش دچار ناپایداری مکانیکی 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 کششی جلوگیری می‌کند. توان و نرخ کارسختی بالا در این نمونه ناشی از تغییر شکل و کارسخت شدن فاز آستنیت است و تبدیل آستنیت کارسخت شده به مارتنزیت از گلویی شدن موضعی در نقطه a تا b در شکل ۵-ب جلوگیری نموده و سبب شدت توان کارسختی یا میزان تغییر شکل یکنواخت در این نمونه افزایش یابد. تبدیل آستنیت به مارتنزیت در حین کار مکانیکی سبب افزایش انعطاف پذیری می‌شود و به TRIP<sup>10</sup> معروف است. فولادهایی که تغییر شکل پلاستیک، تحریک کننده دگرگونی در آنهاست و از آن تغییر حالت به منظور بهبود انعطاف پذیری کمک می‌گیرند 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 نایجایی‌ها در ساختار در برابر گلویی شدن مقاومت کرده و در نتیجه ترکیب خوبی از استحکام بالا و انعطاف پذیری خوب را موجب می‌شود (De Cooman, 2004). تحلیل داده‌های حاصل از

11- Step Size

10- Transformation Induced 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 ماراچینگ: از ابداع تا به امروز. مهندسی متالورژی، ۳، ۲۴-۳۵.  
 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, T., Saito, 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, micro-structure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. Materials Science and Engineering A, 1-17.  
 10- Saito, Y., Utsunomiya, H., Tsuji, N., Sakai, T. (1999). Novel Ultra-High Straining Process for Bulk Materials-Development of the Accumulative Roll-Bonding (ARB) Process, Acta Materialia, 579-583  
 11- Segal, V.M., Reznikov, V.I., Drobyshchevskiy, A.E., Kopylov, V.I. (1981), Plastic Working of Metals by Simple Shear. Russian Metallurgy 1, 99-105.  
 12- De Cooman, B. (2004). Structure Properties relationship in TRIP Steels containing carbide-free bainite. Current Opinion in Solid and Mater. Sci., 8, 285-303.  
 13- Ivanisenko, Y., Lojkowski, W., Valiev, 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 و در محدوده فوق ریزدانه/ نانو ساختار بدست آمد (پایان نامه کارشناسی ارشد، ۱۳۹۲).

### نتیجه گیری

(۱) عملیات مارتنزیتی دو مرحله در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  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/ نانو ساختار می شود.

(۲) فولاد نانو ساختار تولید شده دارای استحکام تسلیم  $1050\text{ Mpa}$  به همراه ازدیاد طول ۲۸٪ می باشد.

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

(۴) حداکثر تافتنس و انعطاف پذیری در این آلیاژ ناشی از وقوع پدیده TRIP و ریزدانه شدن است.

### منابع و مراجع

۱- گلعدار، م. (۱۳۷۸). اصول و کاربرد عملیات حرارتی فولادها. محل چاپ: دانشگاه صنعتی اصفهان.  
 ۲- صبوحی، محمدعلی. (۱۳۹۲). پایان نامه کارشناسی ارشد. محل چاپ: دانشگاه صنعتی سهند.