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

مسعود رمضانی موفق[۱]، مالک نادری[۲]، محمدعلی سلطانی[۳]، رضا برادران[٤]

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

٤- 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[1], M. Naderi[2], M. A. Soltani[3], R.Baradaran[4]

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 ١٤ 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

(کد: ۹۱۱۰۶۲)

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

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

مقدمه

فولادهای زنگ نـزن مارتنزیتی حاوی ۱۶ درصد کروم، ۲ درصد نیـکل و ۰/۱۵ 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، شـیمیایی 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.

بنابـر ترکیب و تاریخچـه عملیات انجام شـده، ریزسـاختار فـولاد زنگ نـزن مارتنزیتـی شـامل مارتنزیت، کاربید رسـوب کرده، آسـتنیت باقیمانده و فریت دلتا می شـود. مطالعات بر روی این فولاد ها نشـان داده اسـت که بـه خاطر عدم تعـادل عناصر آلیـاژی ترکیب بین پایدار کننده های آسـتنیت و فریت در فولاد و دماهای آسـتنیته شدن، ریزسـاختار فولاد می تواند شامل مقادیر مختلف آسـتنیت باقیمانده، فریت دلتا و کاربید شـود. (بالان، ردی، سرما،۱۹۹۸ ; رجاسـخار، مدهوسودهان، مهنداس، مورتی، ۲۰۰۹). بنابرایـن نقش فریـت دلتا بایـد در این فولادها به صـورت کامل بررسی شود، چرا که می تواند بر شکل دهی گرم، خواص مکانیکی و خوردگی تاثیرگذار باشـد. در این پژوهش سعی بر آن شده است که درصد حجمی فریت دلتا و ریخت شناسـی آن تحت شرایط دما و زمان نگهداری در دمای بالا اندازه گیری شـود تا بتوان یک مقدار بهینه را برای هدف مورد نظر به دست آورد.

برخـی محققان معتقدند کـه فریت دلتا اثـر مخربی بر خواص ضربه ماده خواهد داشـت که دلیل اصلی آن را عدم پیوستگی بین فریت دلتا و زمینه اطراف ذکر کرده اند(باشـو، سینگ، راوات، ۱۹۹۰ ; کاروگ، بهاداشـیا، وولیـن، ۲۰۰۴). ونگ و همـکاران (وانگ، لو، ژیاو، ۲۰۱۰) نشـان داده اند کـه حضور فریت دلتـا باعث کاهش انرژی ضربه و افزایش دمای تبدیل نرمی به تردی می‌شود. این در صورتی است که شفر (شـفر،۱۹۹۸) پیشنهاد کرده است که فریت دلتا نرم و باعث افزایـش داکتیلیتی و انرژی ضربه فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی خواهد شد.

مقدار فریت دلتا باید یک مقدار بهینه باشـد چرا که مقادیر بالای آن باعث کاهش اسـتحکام تسلیم (کاردوسـو، استروهیکر، رگولی، پورتو، کویتنیوسـکی، ۲۰۰۳) و افزایش سرعت رشد ترک خستگی و در نتیجه کاهش عمر خستگی خواهد شد(رهو، هانگ، نام، ۲۰۰۰).

تاثیر فریت دلتا در فولاد زنـگ 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 نشـان می دهند کـه درصد حجمی فریت دلتا تا دمای آسـتنیته شدن ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد تغییر نمی کند و تا دمای ۱۱۰۰، فولاد در فاز آسـتنیت باقی می ماند و بالاتر از ۱۱۰۰ وارد منطقه دوفازی (آسـتنیت + فریت دلتا) می شود(رجاسخار و همکاران، ۲۰۰۹).

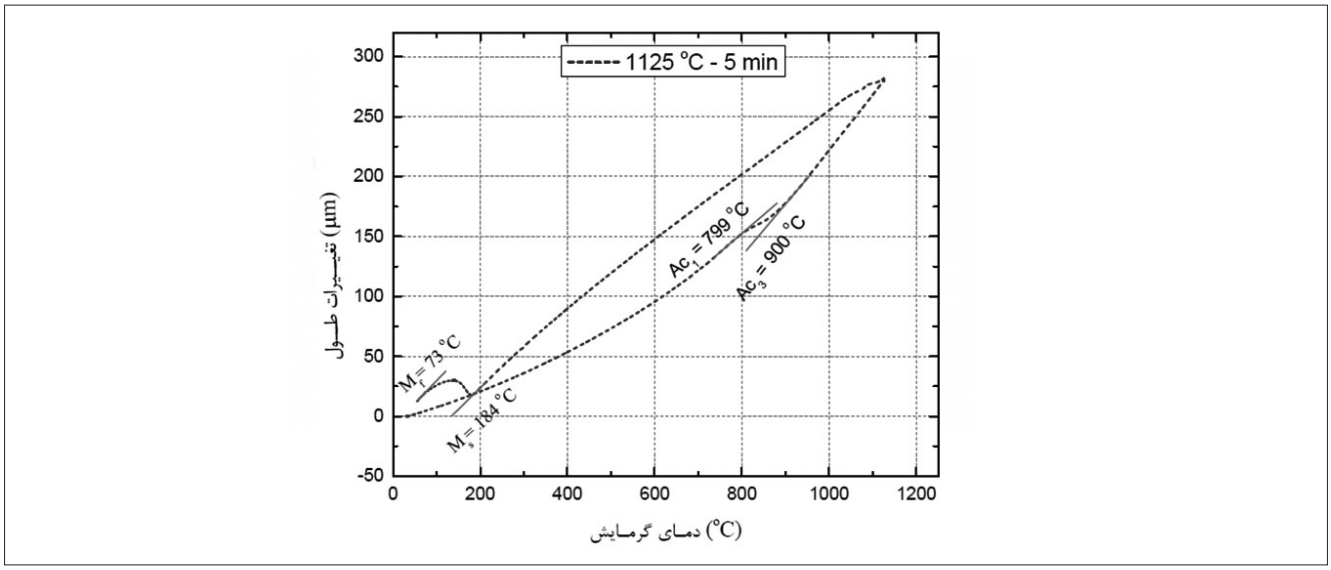
بالان و همکاران (۱۹۹۸) دمای آستنیته شدن بهینه فولاد 17Cr-2Ni را بین ۱۰۵۰ تا ۱۱۰۰ ذکر کرده اند، که به دلیل فریت دلتای مینیمم، حل شدن کاربید ها و اندازه دانه ریزتر باعث بهترین ترکیب سختی، استحکام، انعطاف پذیری و چقرمگی در شرایط کوئنچ می شود.

یکی از روش های موجود برای بررسی تغییرات ریزساختاری حین گرم و سـرد کـردن، اسـتفاده از منحنی هـای دیلاتومتری اسـت. دیلاتومتر تغییرات طول را می سـنجد که وابسـته به دما و زمان اسـت. دیلاتومتری اطلاعات کمی و کیفی فازهای موجود در ریزسـاختار را به خوبی نشـان می دهد. همچنین دماهای آغاز و پایان تغییرات فازی و مقدار کسـر حجمی فازهای تولید شده را نیز ارائه می دهد(اکبری، بلک، نادری، ۲۰۰٦).

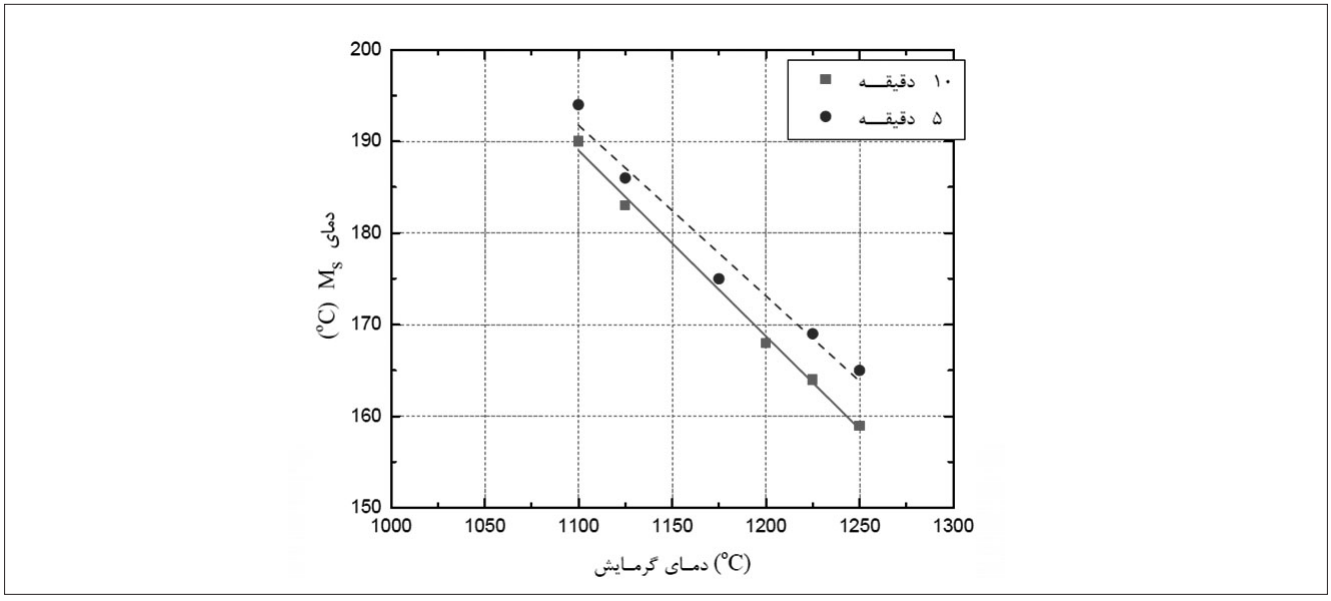
مواد و روش تحقیق

در ایـن پژوهش فولاد زنـگ نزن مارتنزیتـی AISI 431 مورد تحقیق و بررسـی قرار گرفت. تر کیب شیمیایی این فولاد در جدول (۱) آمده است.

این فـولاد 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 ^{o}C ۱۱۵۰ - ۱۱۸۰ آهنگری شـده و عملیات تمپر در دمای ^{o}C ٦٨٠ انجام شد. سپس نمونه های استاندارد دیلاتومتری به شکل استوانه هایی به قطر ٤±۰/۱ 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 طول ۰/۱ ±۱۰ میلیمتر به صورت طولی از مکان هایی یکسان ازفاصله دو سوم از مرکز شمش تهیه شدند.

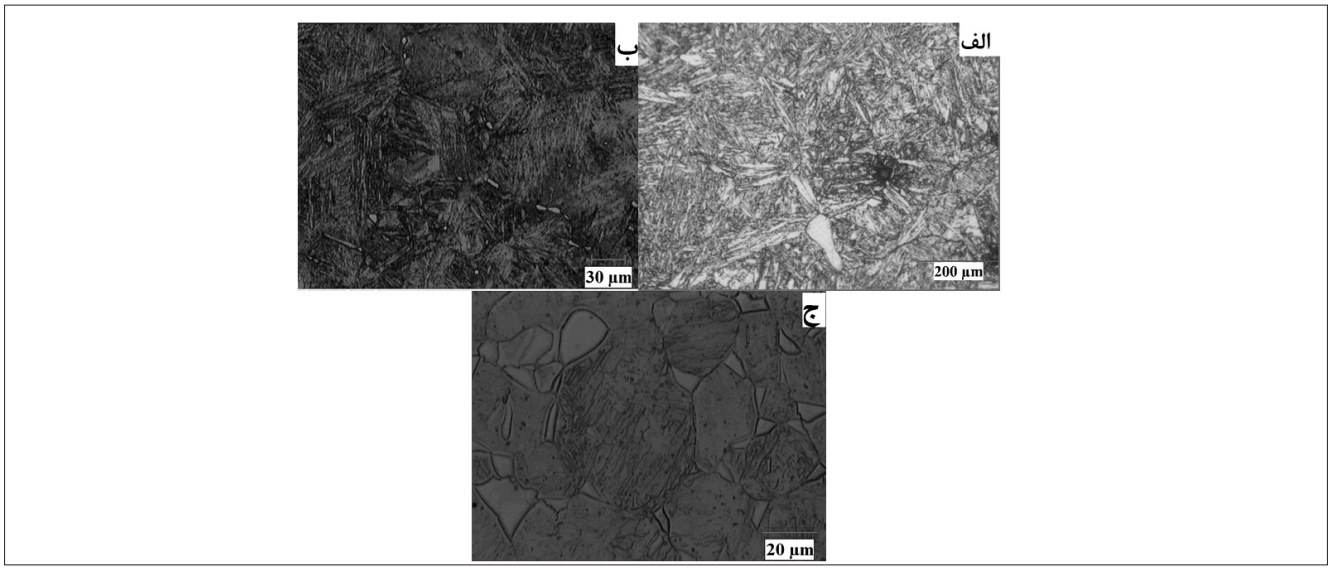
جهت ایجاد نمونه هایی با درصد فریت دلتای متفاوت، با استفاده از دستگاه دیلاتومتری A/D ۸۰۵ نمونه ها با نرخ گرمایش ۵ °C/s تا دماهای ۱۰۵۰ تا ۱۲۵۰ با فاصله های دمایی ۲۵ °C به مدت زمان ۵ و ۱۰ دقیقه نگهداری شده سپس با سرعت ۳۰ °C/s تا دمای اتاق سرد شدند. ضمن آنکه سه نمونه هم جهت بررسی دمای پیشگرم در دمای ۱۱۷۵ 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 سیکل های حرارتی توسط دستگاه دیلاتومتری، نمونه ها از وسط برش داده شده و پس از مانت، مورد آزمون متالوگرافی قرار گرفتند برای بررسی ساختار نمونه ها از محلول اچ ویلا و ریزساختار نمونه ها توسط میکروسکوپ نوری Olymous، مدل PMG3 بررسی شد. برای اندازه گیری درصد فاز ها از نرم افزار مهندسی Clemex استفاده شد.

نتایج و بحث:

محاسبه دماهای بحرانی

با توجه به منحنی های گرمایش دیلاتومتری و انحراف از انبساط خطی دمای Ac_1 برابر با ۷۸۹ با انحراف استاندارد از میانگین ٦



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

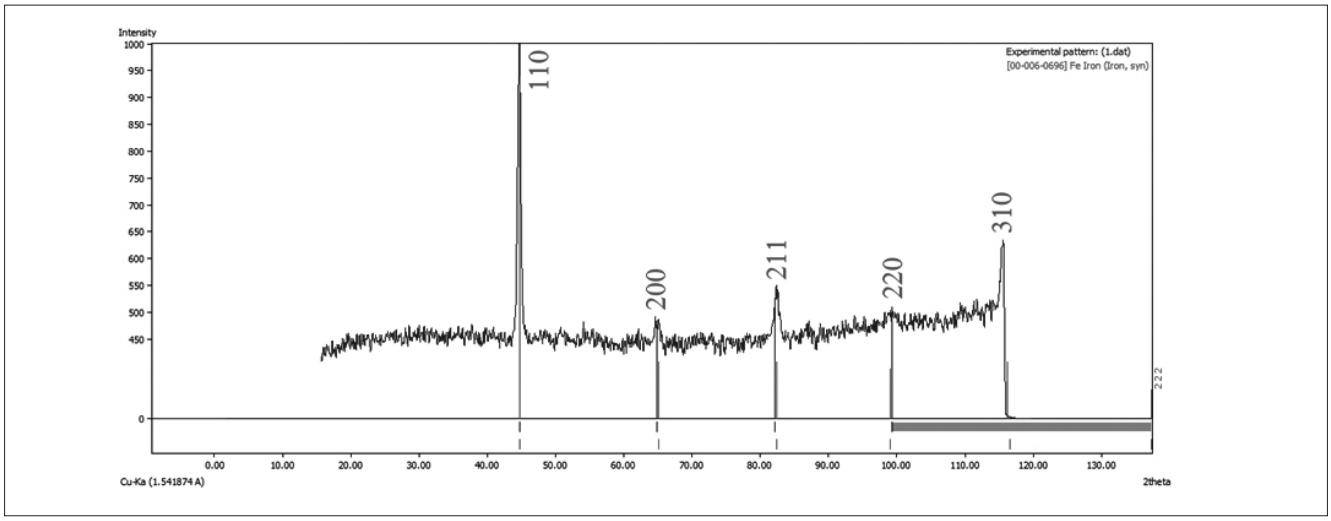
ریزساختار

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.

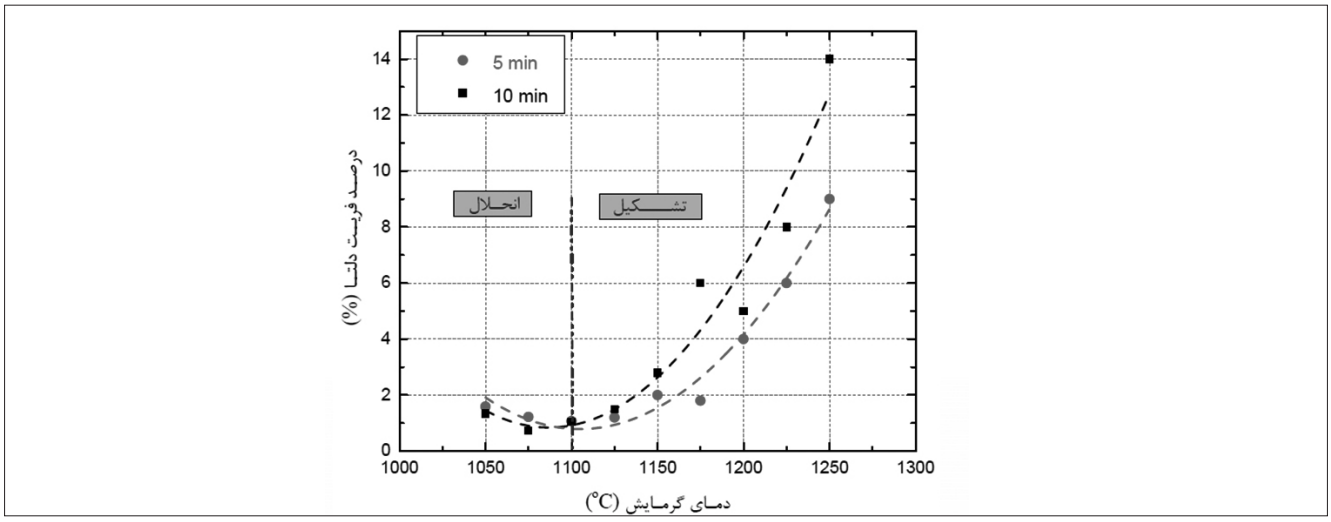
شکل ٤ نتایج تفرق اشعه ایکس (XRD) را برای نمونه اولیه نشان می دهد. همانطور که مشخص است اثری از آستنیت باقیمانده دیده نمی شود، اما تشخیص پیک های فریت دلتا و مارتنزیت نیز از یکدیگر ممکن نیست چرا که پارامتر شبکه این دو فاز بسیار به هم نزدیک هستند.

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.

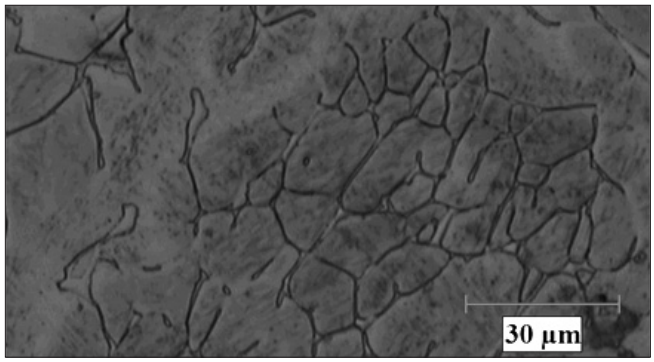
از نمودار می توان دریافت که تا دمای ۱۱۰۰ درجه سانتی گراد هنوز استحاله تشکیل فریت دلتا شروع نشده است و در زیر این دما مقدار فریت دلتا در ۵ دقیقه نگهداری بیشتر از مقدار آن در همان دما در ۱۰ دقیقه نگهداری است. با توجه به پژوهش لی و همکاران (۲۰۱۲) که نشان می دهد سینتیک انحلال فریت دلتا هنوز کامل نشده است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



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



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



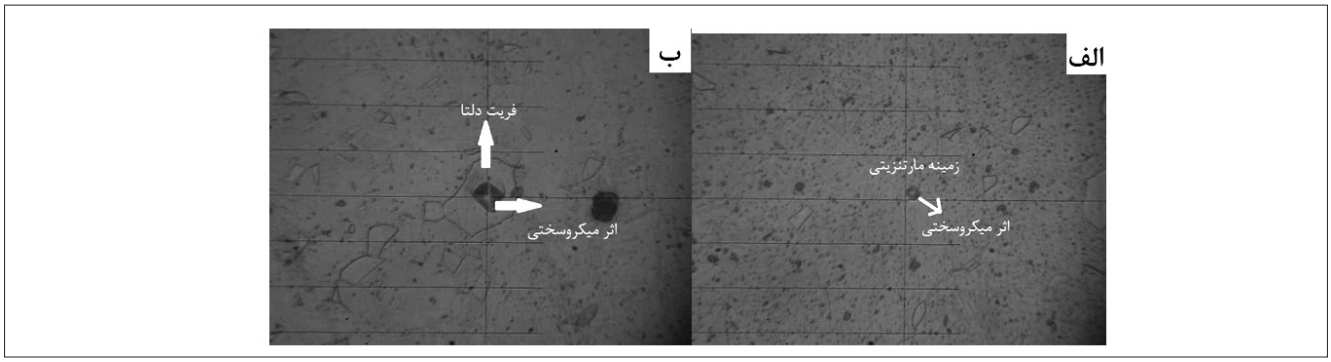
شکل ۶ – ریزساختار نمونه نگهداری شده در دمای ۱۲۵۰ درجه سانتیگراد به مدت ۵ دقیقه.

ریخت شناسی فریت دلتا :

برای بررسی 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 شبیه فریت دلتای کرمی شکل شده است(شکل ٦)، 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.

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

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 شـــروع استحاله مارتنزیتی کاهش پیدا کرده اســـت و همچنین برای نمونه ای که به مدت ۱۰ دقیقه در دمای بالا نگه داری شـــده اســـت پایین تر از نمونه ای است که به مدت ۵ دقیقه نگه داری شده است.

۳- مقدار فریت دلتا با افزایش دما تا ۱۱۰۰ درجه ســـانتی گراد کاهش و سپس تا ۱٤ درصد افزایش پیدا می کند.

٤- مورفولوژی فریت دلتا ابتدا لایه ای می باشـــد 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 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).