

Research Paper

The Effect of "Repetitive Corrugation and Straightening by Rolling" (RCSR) Process above M_{d30} temperature on the Microstructure of 304 stainless steel

*Shima Ahmadzadeh salout¹, Mahmoud Nili-Ahmadabadi², Hasan Shirazi³

1- MSc. Student, School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

2- Full Professor, School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

3- PhD, School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Citation: Ahmadzadeh salout Sh, Nili-Ahmadabadi M, Shirazi H. The Effect of "Repetitive Corrugation and Straightening by Rolling" (RCSR) Process above M_{d30} temperature on the Microstructure of 304 stainless steel. Metallurgical Engineering 2017: 20(1) 15-25
<http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.62705.1131>

 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2017.62705.1131>

ABSTRACT

The current research is an attempt to study the effect of a novel severe plastic deformation technique called "repetitive corrugation and straightening by rolling" (RCSR) and subsequent annealing on the microstructure and mechanical properties of AISI type 304 austenitic stainless steel. In this study, RCSR process was carried out at 200 °C on the 304 austenitic stainless steel (above M_{d30} temperature) in order to avoid the formation of martensite phase when a high density of dislocations was introduced into the austenite phase. Thereafter, annealing treatment was applied in order to refine the microstructure of 304 stainless steel. In order to determine the beginning and the end of recrystallization temperature of deformed samples, dilatometer tests were used. The specimens were examined by optical microscopy (OM), tensile and micro-hardness tests. The results indicate that by increasing the cycles of RCSR process, more mechanical twins are induced, the hardness and in particular, the yield stress of specimens have been increased.

Keywords: 304 stainless steel, severe plastic deformation, RCSR.

■ ■
*** Corresponding Author:**

Mahmoud Nili-Ahmadabadi, Full Professor

Address: School of Metallurgy and Materials Engineering, College of Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 82084078

E-mail: nili@ut.ac.ir

تاثیر فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید نورد تکرار شونده با غلتک‌های انحناءدار و صاف (RCSR) بر ریزساختار فولاد زنگ نزن ۳۰۴ در دمای بالای M_{d30}

شیمای احمدزاده سلوط^۱، محمود نیلی احمدآبادی^۲، حسن شیرازی^۳

۱- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۲- استاد، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

۳- دکتری، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشگاه تهران، تهران، ایران.

چکیده

هدف از این پژوهش بررسی تاثیر روش تغییر شکل پلاستیک شدید نورد تکرار شونده با غلتک‌های صاف و انحناءدار (RCSR) و نیز تاثیر عملیات حرارتی پس از آن بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ است. در این پژوهش، ابتدا روش RCSR در دمای 200°C (در دمای بالای M_{d30})، به منظور تشکیل دانسیته بالایی از نابیایی‌ها و دوقلوبی‌های مکانیکی در فاز آستنیت و جلوگیری از تشکیل فاز مارتنزیت، به نمونه فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ اعمال شده است. سپس، به منظور دست یافتن به ریزساختار ریزدانه، نمونه تغییر شکل یافته تحت عملیات حرارتی آنیل قرار گرفته است. در ادامه به منظور مشخص نمودن دمای شروع و پایان تبلور مجدد نمونه تغییر شکل یافته، از تست دیلاتومتری استفاده شده است. در نهایت نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری و الکترونی روبشی، تست‌های کشش و میکروسختی مورد مطالعه قرار گرفته‌اند. نتایج نشان می‌دهند که با افزایش تعداد سیکل‌های فرآیند RCSR، دوقلوبی‌های مکانیکی بیشتری تشکیل شده و سختی و استحکام تسلیم نمونه‌ها افزایش یافته است.

واژه‌های کلیدی: فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴، تغییر شکل پلاستیک شدید، RCSR.

۱. مقدمه

افزایش استحکام، میزان ازدیاد طول را نیز حفظ می‌کند. از این رو، توجه بر توسعه فولادهای زنگ نزن آستنیتی نانو/فوق ریز دانه تا حدود بسیار زیادی افزایش یافته است. بنابراین در مواردی که هم‌زمان به استحکام تسلیم بالا و ازدیاد طول قابل قبول نیاز بود، می‌توان از فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی نانو و فوق ریزدانه استفاده کرد. همچنین این فولادهای زنگ‌نزن فوق ریزدانه دارای قابلیت جوشکاری بالایی نیز هستند. از این جهت می‌توان از ورق‌های فلزی آن در صنعت خودروسازی و در اتصال ورق‌های آن استفاده کرد [۲، ۳]. روش‌های متفاوتی به منظور ریزدانگی در فولادهای زنگ نزن آستنیتی مورد استفاده قرار می‌گیرند. یکی از این روش‌ها ایجاد مقدار زیادی مارتنزیت α' توسط اعمال کرنش به همراه عملیات آنیل بعدی به منظور بازگشت مارتنزیت ایجاد شده است [۴]. روش دیگر تبلور مجدد دانه‌های آستنیت تغییر شکل یافته به منظور دست یافتن به دانه‌های ریز است. در هر دو روش، نکته مهم در ریزدانه شدن فولادهای زنگ نزن آستنیتی، اعمال تغییر شکل به منظور ایجاد مقدار زیادی کرنش در ساختار است [۵-۷].

فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی معرف بزرگترین گروه‌های عام فولادهای زنگ‌نزن هستند. که به دلیل شکل‌پذیری عالی، چقرمگی زیاد و مقاومت خوب در برابر اکسایش بیشترین کاربرد را در صنعت نسبت به سایر فولادهای زنگ‌نزن به خود اختصاص داده‌اند. فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی مواد ترجیحی برای استفاده در کاربردهای بدنه قطارها و وسیله نقلیه ریلی می‌باشند. اما استحکام پایین این دسته از فولادها در حالت آنیل محلولی (حدود ۲۵۰-۳۵۰ MPa)، بزرگ‌ترین محدودیت آنها می‌باشد. به همین علت استفاده از این دسته از فولادها در کاربردهای صنعتی محدود می‌شود [۱].

مکانیزم‌های استحکام‌دهی متفاوتی برای فولادهای زنگ نزن آستنیتی وجود دارد مانند: ریزدانگی^۱، استحکام‌دهی از طریق استحاله^۲ و کارسختی^۳. در میان این مکانیزم‌ها، ریزدانگی مناسب‌ترین و رایج‌ترین روشی است که هم‌زمان با

1. grain refining
2. transformation strengthening
3. work hardening

* نویسنده مسئول:

دکتر محمود نیلی احمدآبادی

نشانی: تهران، دانشگاه تهران، پردیس دانشکده‌های فنی، دانشکده مهندسی متالورژی و مواد.

تلفن: ۰۲۸۴۰۸۴۰۸۲۱(۲۱)۹۸+

پست الکترونیکی: nili@ut.ac.ir

اختلاف (d-8) برابر با یک باشد، $1/4^{\circ}\text{C}$ از دمای M_{d30} کاهش خواهد یافت [۱۸]. شرایط اعمال کرنش نیز درصد فازهای تشکیل دهنده را نیز تحت تاثیر قرار می‌دهد، جاییکه اعمال بار دوجبهه نسبت به شرایط تک جبهه تمایل دارد تا ظهور فاز مارتزیت را افزایش دهد [۱۷].

دانستن ارتباط میان دما، انرژی نقص در چینش (SFE) و رفتار کرنش‌سختی جهت آلیاژسازی و طراحی این فولادها امری بسیار ضروری است. انرژی نقص در چینش به شدت تحت تاثیر دمای تغییرشکل قرار می‌گیرد. SFE با دما افزایش می‌یابد و منجر به تغییر مکانیزم‌های تغییرشکل فعال از (۱) استحاله مارتزیت ϵ_{hcp} و دوقلویی مکانیکی به (۲) دوقلویی مکانیکی و لغزش نابجایی‌ها به (۳) لغزش نابجایی خالص می‌گردد [۱۸]. بر طبق گزارشات، دوقلویی شدن تقریباً در محدوده انرژی نقص در چینش $45-18\text{ mJ m}^{-2}$ اتفاق می‌افتد [۲۰، ۱۹]. در حالیکه استحاله مارتزیت در انرژی نقص در چینش کمتر از 18 mJ m^{-2} غالب بوده و لغزش نابجایی‌ها نیز زمانی که SFE بیشتر از 45 mJ m^{-2} باشد، رخ می‌دهد [۲۱].

در سال‌های اخیر، تحقیقات زیادی جهت دست یافتن به ریزساختار ریز دانه از طریق بازگشت مارتزیت ایجادشده توسط کرنش ایجاد شده صورت گرفته و تحولات ریزساختاری آن نیز مورد بررسی قرار گرفته، درحالیکه تحقیقات کمی بر روی تغییرشکل در بالای دمای M_{d30} همراه با فرآیند آنیل پس از آن انجام گرفته است. بنابراین، در این پژوهش فولاد زنگ نزن ۳۰۴ AISI در دمای بالاتر از دمای M_{d30} به منظور اعمال کرنش پلاستیک شدید تحت فرآیند RCSR قرار گرفته است. در حقیقت هدف از این پژوهش تغییر شکل شدید فولاد زنگ نزن ۳۰۴ در حالت کاملاً استاتیکی است بدون اینکه مارتزیت α تشکیل شود. سپس، با آنیل نمونه‌ای که تحت فرآیند RCSR قرار گرفته است، می‌توان به ساختار ریزدانه دست یافت. علاوه بر این، تاثیر این فرآیند بر ریزساختار و خواص مکانیکی به صورت کامل مورد بررسی قرار گرفته است.

۲. مواد و روش تحقیق

در این پژوهش فولاد زنگ نزن ۳۰۴ با ترکیب شیمیایی که در جدول ۱ نشان داده شده است، مورد استفاده قرار گرفت. ابتدا این فولاد در دمای 1150°C به مدت نیم ساعت در داخل کوره تحت خلاء، آنیل محلولی شده و سپس در آب کوئنچ گردید. فرآیند RCSR به تعداد ۶۰ سیکل و در دمای 200°C بر روی نمونه‌های آنیل محلولی شده اعمال گردید. سپس، فرآیند آنیل بر روی نمونه‌های RCSR شده در دماها و زمان‌های مختلف در حمام نمک مذاب انجام شد و به دنبال آن ریزساختار حاصله بررسی شد.

تصویر شماتیکی از مراحل فرآیند RCSR در شکل ۱ نشان داده شده است. هر سیکل فرآیند RCSR از پنج مرحله تشکیل

10. stacking fault energy

درسال‌های اخیر، به منظور تولید مواد با مقدار زیادی کرنش، روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید (SPD^۴) به شدت مورد توجه قرار گرفته‌اند. روش‌های متعددی برای تغییرشکل پلاستیک مواد وجود دارد که برخی از آنها عبارتند از: ECAP،^۵ [۸] HPT، [۹]، [۱۰] ARB، [۱۱] CGP و [۱۲] CGR. در سال ۲۰۱۲، یک روش نوین تغییر شکل پلاستیک به نام فرآیند نورد تکرارشونده با غلتک‌های صاف و انحناءدار (RCSR) معرفی شد [۱۳]. در این روش با بکارگیری از نورد تکرارشونده با غلتک‌های انحناءدار، کرنش‌های جمع شونده در ماده اعمال می‌شود. بطوریکه با این روش می‌توان به آسانی کرنش بالایی را در نمونه ورقه‌ای شکل با حداقل کاهش ضخامت اعمال کرد. فرآیند RCSR در مقایسه با سایر روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید دارای مزایایی است که از میان آنها می‌توان به سادگی فرآیند، مداوم بودن آن و نیز قابلیت اعمال آن در تعداد سیکل‌های بالا اشاره کرد. علاوه بر آن، غلتک‌های انحناءدار RCSR را می‌توان به جای غلتک‌های صاف در دستگاه نورد قرار داد. از این رو، در میان روش‌های تغییرشکل پلاستیک شدید، روش RCSR از پتانسیل بالایی جهت تجاری شدن برخوردار است [۱۴]. تاکنون، روش RCSR بر روی آلیاژ $[\text{Fe-10Ni-7Mn (wt \%)}]$ ، آلومینیم خالص [۱۵]، مس خالص، آلیاژ $\text{A}356$ و $\text{A}413$ آلومینیم، آلیاژ $[\text{NiTi} 14]$ و فولاد زنگ نزن 304 [۴، ۱۶] با موفقیت اعمال گردیده است.

از طرف دیگر، پایداری مکانیکی آستنیت از طریق ترکیب شیمیایی قابل کنترل است. پارامتری که معمولاً استفاده می‌شود، دمای M_{d30} است که کمترین دمایی را که مارتزیت توسط کرنش حقیقی 0.3 ایجاد می‌شود را نشان می‌دهد [۱۷]. به عبارت دیگر، ماده با کمترین دمای M_{d30} دارای بیشترین میزان پایداری مکانیکی است. برای این دما به صورت تجربی براساس تاثیر عناصر مختلف آلیاژی روابطی تعریف می‌گردد. یکی از این روابط مورد استفاده برای تخمین دمای M_{d30} رابطه (۱) است [۱۷]:

معادله ۱.

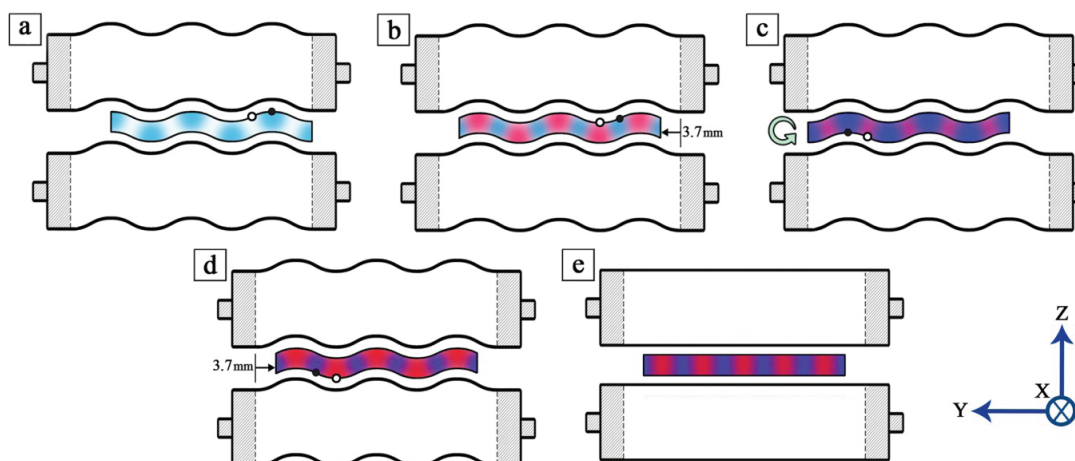
$$M_{d30} (^{\circ}\text{C}) = 551 - 462(\text{C} + \text{N}) - 9.2\text{Si} - 8.1\text{Mn} - 13.7\text{Cr} - 29(\text{Ni} + \text{Cu}) - 18.5\text{Mo} - 68\text{Nb} - 1.42(\text{d}-8)$$

مقدار عناصر آلیاژی براساس درصد وزنی (wt. %) ارائه می‌شوند و d اندازه دانه ASTM آستنیت را بیان می‌کند. با کاهش اندازه دانه آستنیت، دمای M_{d30} کاهش یافته و پایداری مکانیکی آستنیت نیز افزایش خواهد یافت. به طور نمونه، اگر

4. severe plastic deformation
5. equal channel angular pressing
6. high pressure torsion
7. accumulative roll-bonding
8. constrained groove pressing
9. constrained groove rolling

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد زنگ‌زن ۳۰۴ بکار رفته در این پژوهش.

Element	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	N	Fe
% .wt	0.04	0.33	1.28	0.035	0.008	18.5	8.0	0.03	.Bal



شکل ۱. شماتیک فرآیند RCSR [۱۶].

که در این رابطه t ضخامت نمونه و R شعاع انحناء نمونه در یک مرحله از RCSR است. در این پژوهش ضخامت نمونه ۴ میلی‌متر و شعاع انحناء نمونه ۳۵ میلی‌متر می‌باشد. با توجه به ضخامت و شعاع انحناء نمونه، مقدار متوسط کرنش اعمالی برای هر سیکل فرآیند RCSR در حدود ۰/۱۶۵ می‌باشد.

جهت آماده‌سازی سطحی نمونه‌ها، ابتدا بر روی نمونه‌ها عملیات سمباده‌زنی صورت گرفته و سپس عملیات حکاکی به روش الکترولیز توسط محلول HNO_3 خالص و ولتاژ ۲ ولت و در مدت زمان ۵ ثانیه انجام شد. به منظور تحلیل تغییرات ریزساختار نمونه‌های RCSR شده و همچنین نمونه‌های آنیل شده از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی استفاده شد.

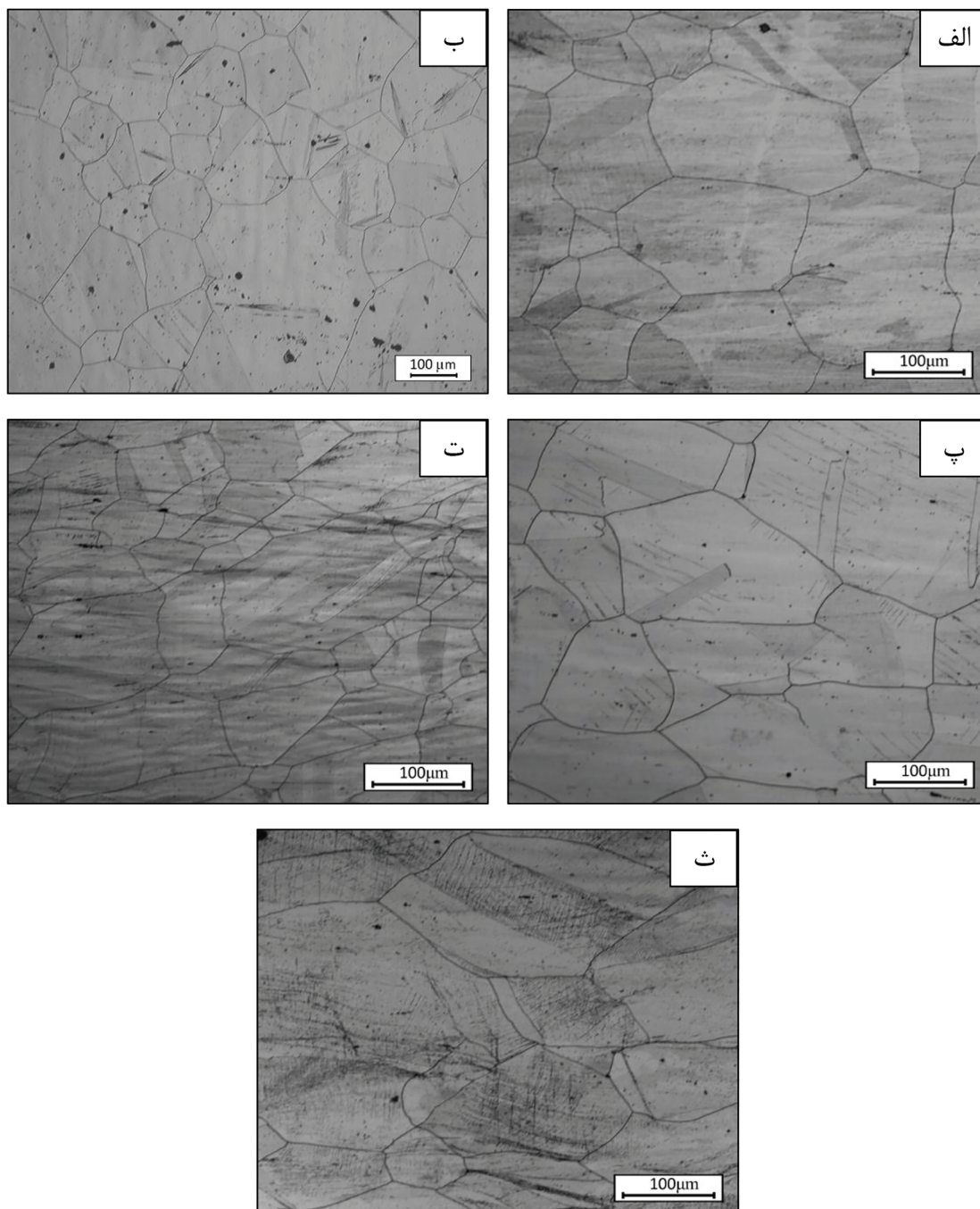
به منظور بررسی فازهای موجود در نمونه و بررسی وقوع تغییرات فازی در نمونه از آزمون پراش پرتو ایکس استفاده شد. برای این آزمون از دستگاه Philips Pw-1730 با تابش $Cu-K\alpha$ در محدوده 2θ بین ۱۰ تا ۱۱۰ درجه استفاده شد و آنالیز داده‌های آن با برنامه X'pert High Score انجام گرفت. دیلاتومتری جهت بررسی دمای شروع و پایان تبلور مجدد در نمونه‌های فولادی RCSR شده با نرخ گرمایش $0.1^\circ C/s$ انجام گرفت. این تست با دستگاه دیلاتومتری مدل ADMEL DT1000 و در خلأ 10^{-3} mbar انجام شد. ابعاد نمونه دیلاتومتری استفاده شده در این پژوهش به شکل استوانه‌ای با طول ۱۰ mm و قطر ۲.۵ mm می‌باشد [۲۲]. جهت عملیات حرارتی نمونه‌های RCSR شده از کوره حمام نمک مذاب استفاده شد.

برای اندازه‌گیری سختی نمونه‌ها از دستگاه میکروسختی

شده است: ابتدا چهار مرحله نورد با غلتک‌های انحناءدار و در پایان یک مرحله نورد با غلتک‌های صاف. در مرحله اول، نمونه بین دو غلتک انحناءدار قرار گرفته و نورد می‌شود. در این مرحله، مناطق ماکزیمم و مینیمم تحت تغییر شکل از نوع خمشی قرار می‌گیرند، درحالی‌که نقاطی که در موقعیت عطف قرار گرفته‌اند تغییر شکل قابل توجهی را تجربه نمی‌کنند. همانگونه که در شکل ۱ که مشاهده می‌شود، در مرحله اول، مناطقی که با رنگ آبی روشن نشان داده شده‌اند تحت خمش بوده‌اند و به مناطق عطف کرنش قابل ملاحظه‌ای اعمال نشده است. در مرحله دوم، نمونه به اندازه شعاع انحناء غلتک‌ها جابجا می‌شود تا موقعیت نقاط اکسترمم و عطف در مرحله اول با یکدیگر جابجا شوند. بنابراین در مرحله دوم، مناطقی که در مرحله اول خمش را تجربه نکرده‌اند، تحت خمش قرار می‌گیرند. این مناطق نیز در شکل ۱ با رنگ قرمز روشن نشان داده شده‌اند. سپس، نمونه به اندازه 180° حول محور X می‌چرخد. در مرحله سوم و چهارم، نمونه دوباره تحت خمش قرار می‌گیرد و برای مشخص کردن افزایش میزان کرنش در این مناطق از رنگ‌های آبی و قرمز تیره در شکل ۱ استفاده شده است. سپس، در مرحله آخر به منظور صاف کردن و یکنواخت کردن کرنش اعمال شده به نمونه از غلتک‌های صاف استفاده می‌شود. مدل سازی تحلیلی برای محاسبه کرنش اعمالی متوسط در هر مرحله انجام پذیرفته و رابطه ارائه شده برای کرنش هر مرحله به صورت زیر است [۱۵]:

معادله ۲.

$$\varepsilon_{avg} = \frac{-t + (R+t) \ln(1 + \frac{t}{R})}{t}$$



شکل ۲. تصاویر میکروسکوپ نوری از نمونه‌های (الف) آنیل محلولی و نمونه‌های (ب) ۱۵ سیکل، (پ) ۳۰ سیکل، (ت) ۴۵ سیکل و (ث) ۶۰ سیکل RCSR شده.

کیلونیوتن و سرعت ۱ mm/min بر روی تمام نمونه‌ها انجام شد که مقدار نرخ کرنش معادل آن $4 \times 10^{-4} S^{-1}$ می‌باشد.

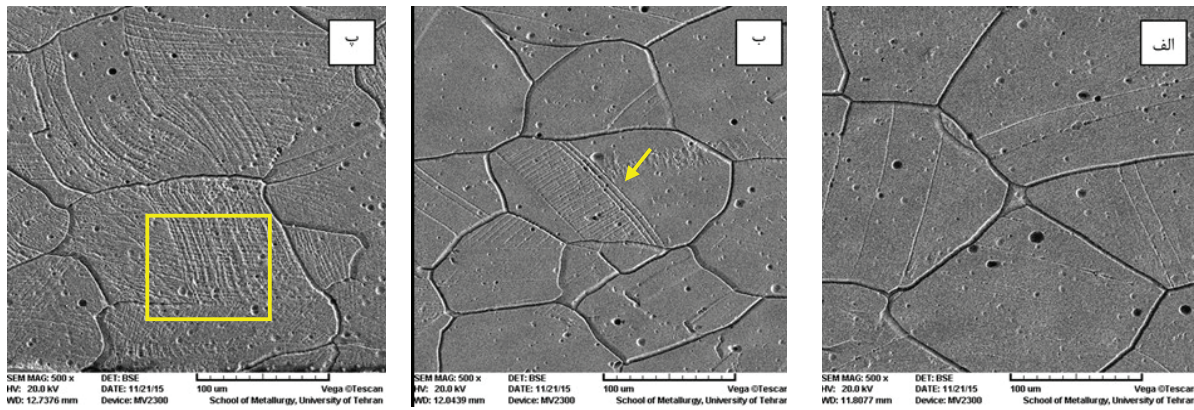
۳. نتایج و بحث

تحولات ریزساختاری حین تغییر شکل با فرآیند RCSR
تصویر میکروسکوپ نوری از نمونه آنیل محلولی شده در شکل ۲(الف) نشان داده شده است. فولاد زنگ‌زن ۳۰۴ در حالت آنیل محلولی دارای ساختار کاملاً آستنیتی می‌باشد و در

ویکرز استفاده شد. ریزسختی سنجی نمونه‌های فولادی RCSR شده تحت نیروی ۱۰۰ گرم و در مدت زمان ۱۰ ثانیه انجام گرفت.

به منظور اندازه‌گیری خواص کششی تمامی نمونه‌ها از تست کشش استفاده شد. تست کشش برای تمام نمونه‌ها در دمای اتاق و مطابق استاندارد JIS Z2201 انجام شد. همچنین تست کشش با استفاده از دستگاه سنتام^{۱۱} و با نیروی ۲

11. Santam universal testing machine



شکل ۳. تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های (الف) ۳۰، (ب) ۴۵ و (پ) ۶۰ سیکل RCSR شده.

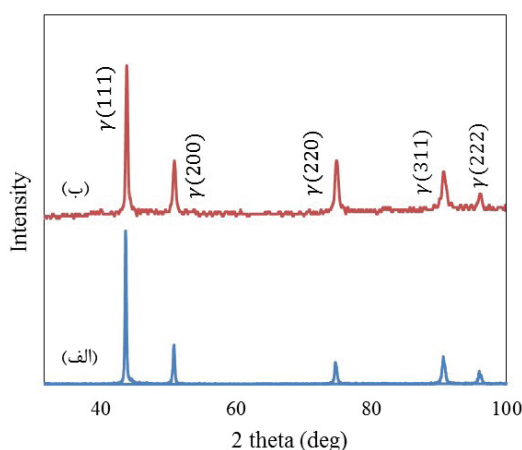
اعمال شده به نمونه افزایش یافته، که منجر به بیشتر شدن دانسیته دوقلویی‌های مکانیکی می‌گردد.

از آنجایی که تشخیص فازهای تشکیل شده در حین تغییر شکل با استفاده از میکروسکوپ نوری مشکل می‌باشد، برای مطالعه بیشتر از آزمون پراش اشعه ایکس استفاده شد. با توجه به شکل ۴-الف می‌توان دریافت که نمونه آنیل محلولی کاملاً آستنیتی است. الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده در شکل ۴-ب نشان داده شده است. با توجه به اینکه هیچ‌گونه پیک فاز مارتنزیتی در نتیجه آزمون پراش مشاهده نشده است، می‌توان اطمینان حاصل پیدا کرد که در حین فرآیند تغییر شکل در دمای 200°C استحاله مارتنزیتی رخ نداده و فاز مارتنزیت در نمونه تشکیل نشده و نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده همچنان آستنیتی باقی مانده است. با مقایسه دو شکل ۴-الف و ۴-ب می‌توان مشاهده کرد که پهنای پیک پراش پرتو ایکس نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده نسبت به نمونه آنیل محلولی کمی افزایش یافته است که طبق مدل ویلیامسون-هال این افزایش به دلیل اعمال کرنش‌های شبکه‌ای در نمونه RCSR شده می‌باشد که وجود

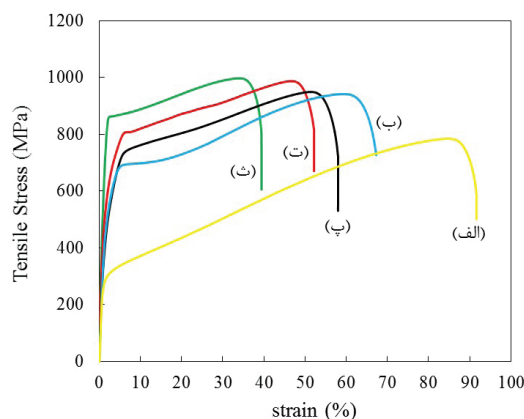
ریزساختار آن، تنها دوقلویی‌های آنیلی مشاهده می‌شود. اندازه دانه‌های آستنیت در حالت آنیل محلولی در حدود $220\text{ }\mu\text{m}$ اندازه‌گیری شده است.

ارتباط مهمی میان انرژی نقص در چینش، دما و مکانیزم تغییر شکل در فلزات وجود دارد [۲۱، ۱۸]. همان‌گونه که در تحقیقات قبلی گزارش شده است، M_{d30} و انرژی نقص در چینش برای فولاد زنگ‌زن ۳۰۴ به ترتیب 50°C و 21 mJm^{-2} محاسبه شده است [۲۳]. به دلیل پایین بودن انرژی نقص در چینش این فولاد در دمای محیط (21 mJm^{-2})، مکانیزم‌های تغییر شکل این ماده در دمای محیط، تشکیل دوقلویی‌های مکانیکی و استحاله مارتنزیتی خواهد بود [۲۵، ۲۴]. زمانی که دما افزایش یابد، انرژی نقص در چینش هم افزایش خواهد یافت. بنابراین، در دمای حدود 200°C استحاله مارتنزیتی متوقف خواهد شد و تشکیل دوقلویی‌های مکانیکی و لغزش نابجایی‌ها مکانیزم غالب تغییر شکل می‌گردد [۲۱-۱۸]. در سیکل‌های اولیه فرآیند RCSR، کرنش پلاستیک به ورق فولاد زنگ‌زن ۳۰۴ اعمال می‌شود و به دنبال آن دانه‌های آستنیت به آرامی شروع به تغییر شکل می‌کنند (شکل ۲-ب). با افزایش تعداد سیکل‌های فرآیند RCSR، کرنش اعمال شده به ورق افزایش یافته، که منجر به تشکیل دوقلویی‌های مکانیکی و لغزش نابجایی‌ها می‌گردد (شکل ۲-پ و ت). بنابراین، افزایش تعداد سیکل‌های این فرآیند، منجر به افزایش دانسیته دوقلویی‌های مکانیکی می‌شود (شکل ۲-ث) [۲۱، ۱۸].

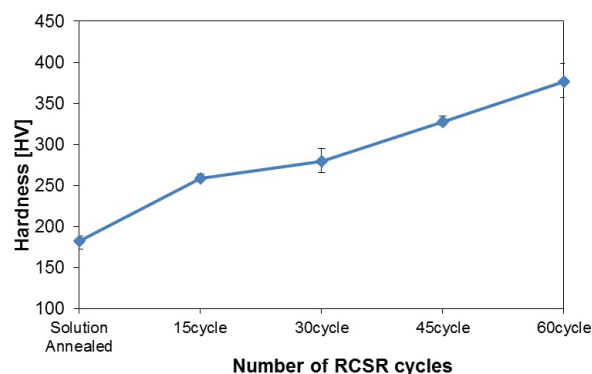
شکل ۳، تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌های RCSR شده در سیکل‌های مختلف را نشان می‌دهد. همان‌گونه که در تصاویر مشخص است، پس از ۴۵ سیکل RCSR دوقلویی‌های مکانیکی در داخل دوقلویی آنیل تشکیل شده‌اند که توسط پیکان در شکل ۳-ب نشان داده شده‌اند. در ادامه پس از ۶۰ سیکل RCSR دوقلویی‌های مکانیکی بیشتری در داخل دانه‌ها تشکیل می‌شوند که توسط مستطیل زرد رنگ در شکل ۳-پ مشخص شده است. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که با افزایش تعداد سیکل‌های اعمال شده، کرنش



شکل ۴. الگوی پراش اشعه ایکس برای نمونه (الف) آنیل محلولی و (ب) ۶۰ سیکل RCSR شده.



شکل ۶. منحنی‌های تنش-کرنش مهندسی نمونه‌های (الف) آنیل محلولی، (ب) ۱۵ سیکل، (پ) ۳۰ سیکل، (ت) ۴۵ و (ث) ۶۰ سیکل RCSR شده.



شکل ۵. میکروسختی نمونه‌های RCSR شده در سیکل‌های مختلف.

جدول ۲. خواص مکانیکی فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ در حالت‌های مختلف.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	Toughness (Mj/m ³)	EL%
آنیل محلولی	۲۷۹	۷۸۲	۵۱۲/۷۲	۹۱
۱۵ سیکل	۶۷۸	۹۴۳	۴۹۸/۰۷	۶۸
۳۰ سیکل	۷۴۱	۹۴۵	۳۶۶/۰۵	۵۸
۴۵ سیکل	۸۰۷	۹۷۸	۳۳۹/۴۷	۵۲
۶۰ سیکل	۸۵۳	۹۹۷	۲۸۹/۱۹	۳۹

حدود ۷۸۲ MPa است. با اعمال فرآیند RCSR، استحکام تسلیم به طور قابل ملاحظه‌ای افزایش یافته است. نتایج نشان می‌دهد که با افزایش تعداد سیکل‌های RCSR، استحکام تسلیم به طور پیوسته افزایش پیدا می‌کند، در حالی که از قابلیت کرنش‌سختی نمونه‌ها کاسته می‌شود. دلیل این افزایش استحکام در نمونه‌های RCSR شده، به خاطر افزایش کرنش اعمال شده در نمونه و تشکیل دوقلوبی‌های مکانیکی و افزایش دانسیته آنها با افزایش تعداد سیکل‌ها می‌باشد که در نهایت منجر به افزایش استحکام ماده می‌گردد [۲۷]. همان‌گونه که در شکل ۶ مشخص است، استحکام تسلیم نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده در حدود ۸۵۳ MPa است که حدوداً ۳ برابر استحکام تسلیم اولیه ماده است.

در جدول ۲ تمامی خواص مکانیکی فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ در حالت‌های مختلف که از شکل ۶ استخراج شده، آورده شده است. با توجه به آن می‌توان مشاهده نمود که در اثر اعمال فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید RCSR، استحکام تسلیم ماده افزایش و به دنبال آن ازدیاد طول نمونه و همچنین چقرمگی ماده کاهش یافته است. اما هنوز هم نمونه تغییر شکل یافته دارای ازدیاد طول قابل قبول و نیز میزان چقرمگی مطلوبی در مقایسه با سایر روش‌های تغییر شکل پلاستیک شدید (مانند ECAP و ARB) می‌باشد. همچنین می‌توان مشاهده نمود که با افزایش تعداد سیکل‌های اعمالی و به دنبال آن افزایش کرنش اعمال شده به نمونه از میزان چقرمگی ماده کاسته می‌شود.

این کرنش فاصله صفحات کریستالی در نمونه را تغییر داده و در نهایت منجر به افزایش پهنای پیک‌های XRD می‌گردد [۲۶].

بررسی تغییرات خواص مکانیکی حین تغییر شکل با فرآیند RCSR

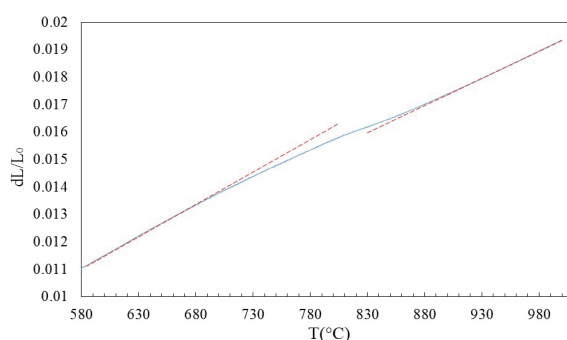
میکروسختی نمونه‌های RCSR شده در سیکل‌های مختلف در شکل ۵ نشان داده شده است. نتایج نشان می‌دهد که در اثر اعمال فرآیند RCSR، با افزایش تعداد سیکل‌های فرآیند و به دنبال آن افزایش کرنش اعمال شده، میزان سختی نمونه افزایش می‌یابد. نمونه آنیل محلولی دارای کمترین میزان سختی ۱۸۱ ویکرز است. شکل ۵ نشان می‌دهد که سختی نمونه‌های ۱۵، ۳۰، ۴۵ و ۶۰ سیکل RCSR شده به ترتیب ۲۵۸، ۲۷۸، ۳۲۸ و ۳۷۶ ویکرز است که این افزایش سختی به علت تشکیل و افزایش دانسیته دوقلوبی‌های مکانیکی در اثر اعمال فرآیند تغییر شکل می‌باشد.

شکل ۶ منحنی تنش-کرنش مهندسی نمونه‌های (الف) آنیل محلولی، (ب) ۱۵، (پ) ۳۰، (ت) ۴۵ و (ث) ۶۰ سیکل RCSR شده را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۶-الف، نمونه آنیل محلولی استحکام تسلیم^{۱۲} پایین در حدود ۲۷۹ MPa و با قابلیت کرنش‌سختی^{۱۳} بالا و استحکام کششی نهایی^{۱۴} در

12. Yield strength
13. Strain hardening
14. Ultimate tensile strength

با توجه به این بازه دمایی، دو دمای 800°C و 850°C به عنوان دمای تبلور مجدد انتخاب شدند. سپس نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده در این دو دما در کوره حمام نمک و در زمان‌های نگهداری مختلف تحت عملیات حرارتی قرار گرفته‌اند.

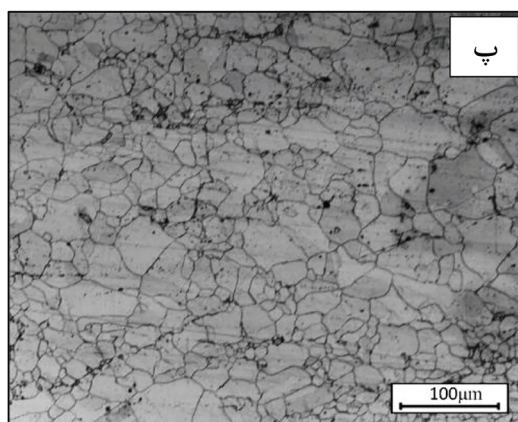
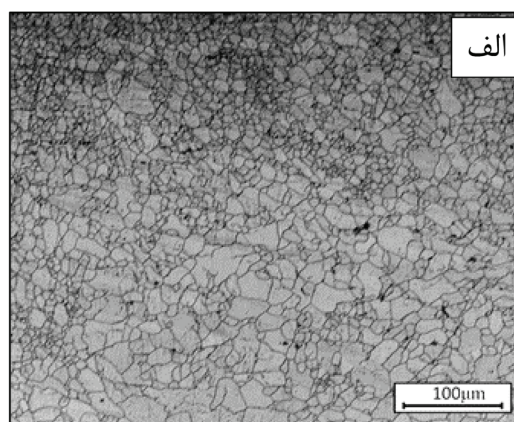
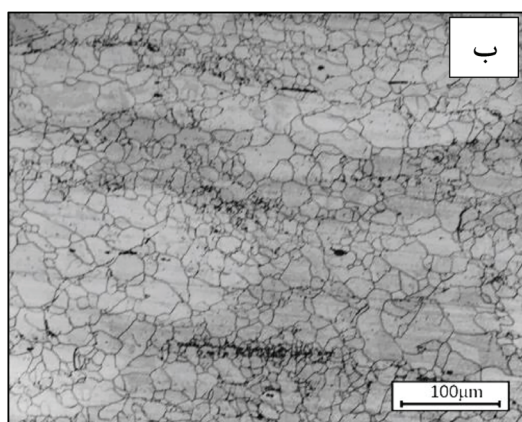
شکل ۸ و شکل ۹ تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده را نشان می‌دهد که به ترتیب در دمای 800°C و 850°C و زمان‌های مختلف نگهداری تحت عملیات حرارتی قرار گرفته است. در شکل ۸ نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده در دمای 800°C در سه زمان مختلف ۲۰، ۳۰ و ۶۰ دقیقه تحت عملیات حرارتی قرار گرفته است. در حین عملیات حرارتی، تبلور مجدد استاتیکی رخ داده و دانه‌های جدید در مرز دانه‌های درشت اولیه و تقاطع دوقلوبی‌ها جوانه زده و با گذشت زمان شروع به رشد می‌کنند. با توجه به تصاویر میکروسکوپ نوری دانه‌های اولیه درشت آستنیت که در حدود $220\text{ }\mu\text{m}$ بوده‌اند، پس از عملیات حرارتی در دمای 800°C و مدت ۲۰ دقیقه (شکل ۸-الف) به دانه‌های ریز آستنیت تبدیل شده‌اند، که در این حالت اندازه دانه‌های آستنیت ریز حاصله در محدوده $20\text{--}50\text{ }\mu\text{m}$ قرار دارد.



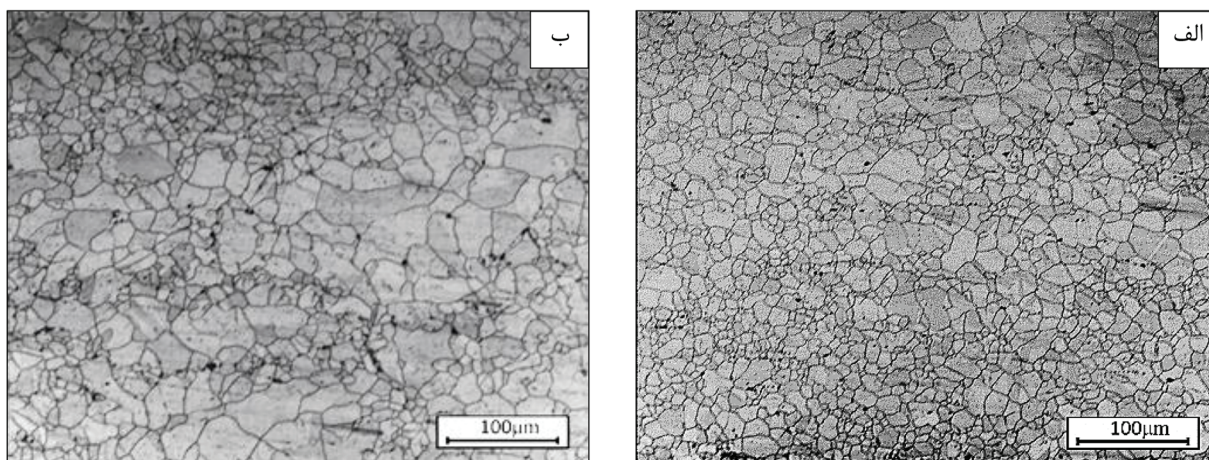
شکل ۷. منحنی دیلاتومتری نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده با نرخ گرمایش 10°C/s تا دمای 1000°C .

تحولات ریزساختاری حین عملیات حرارتی نمونه تغییرشکل یافته توسط فرآیند RCSR

جهت بررسی تبلور مجدد و دست یافتن به محدوده دمایی که تبلور مجدد در آن رخ می‌دهد از دستگاه دیلاتومتری استفاده شد که منحنی به دست آمده در شکل ۷ نشان داده شده است. مطابق این منحنی در حین گرمایش پیوسته نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده، دمای شروع و پایان تبلور مجدد 680°C و 910°C به دست آمده است.



شکل ۸. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده پس از عملیات حرارتی در دمای 800°C و زمان نگهداری (الف) ۲۰ دقیقه، (ب) ۳۰ دقیقه و (پ) ۶۰ دقیقه.



شکل ۹. تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده پس از عملیات حرارتی در دمای ۸۵۰ °C و زمان نگهداری (الف) ۱۰ دقیقه، (ب) ۲۰ دقیقه.

جدول ۳. میکروسختی نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده پس از عملیات حرارتی در دماها و زمان‌های نگهداری مختلف.

میکروسختی (HV)	زمان عملیات حرارتی (دقیقه)			
	۱۰	۲۰	۳۰	۶۰
دمای عملیات حرارتی (°C)	۸۰۰	۲۵۰	۲۲۵	۲۲۲
	۸۵۰	۲۶۲	۱۹۵	-

شکل ۹ نیز تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده را که تحت عملیات حرارتی در دمای ۸۵۰ °C و در دو زمان مختلف (الف) ۱۰ و (ب) ۲۰ دقیقه قرار گرفته است را نشان می‌دهد. با توجه به شکل ۹-الف، پس از آنیل نمونه به مدت ۱۰ دقیقه به ریزساختار با اندازه دانه‌های در محدوده ۱۰-۱۰۰ µm دست یافت. با افزایش زمان آنیل در این دما (شکل ۹-ب) اندازه دانه‌های نهایی افزایش یافته و غیریکنواختی ساختار نیز افزایش می‌یابد. همان‌گونه در دو شکل ۸ و ۹ مشخص است، هرچه دمای عملیات حرارتی ماده تغییر شکل یافته افزایش یابد، زمان مورد نیاز برای دست یافتن به ریزساختار ریز و یکدست کاهش می‌یابد.

جدول ۳ میکروسختی نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده را در دو دمای عملیات حرارتی ۸۰۰ °C و ۸۵۰ °C و در زمان‌های نگهداری مختلف نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهد که در دمای عملیات حرارتی ۸۰۰ °C سختی نمونه در زمان‌های ۲۰، ۳۰ و ۶۰ دقیقه به ترتیب در حدود ۲۵۰، ۲۲۵ و ۲۲۲ ویکرز و در دمای عملیات حرارتی ۸۵۰ °C در زمان‌های ۱۰ و ۲۰ دقیقه به ترتیب ۲۶۲ و ۱۹۵ ویکرز است. که این کاهش سختی با افزایش زمان نگهداری به این علت است که تبلور مجدد به اتمام رسیده و دانه‌ها شروع به رشد می‌کنند.

با بررسی تصاویر میکروسکوپ نوری و سختی نمونه ۶۰ سیکل RCSR شده در شرایط آنیل مختلف (شکل ۸، ۹ و ۱۰) می‌توان نتیجه گرفت که بهترین دما و زمان آنیل برای نمونه

با افزایش زمان آنیل، فرآیند تبلور مجدد استاتیکی به اتمام رسیده و دانه‌های آستنیت ریز تشکیل شده شروع به رشد می‌کنند. با توجه به شکل ۸ نیز می‌توان این افزایش اندازه دانه‌های تبلور مجدد یافته را در اثر افزایش زمان آنیل بررسی کرد. همان‌طور که در این شکل مشخص است در زمان آنیل ۶۰ دقیقه (شکل ۸-پ)، به ساختاری با بزرگترین اندازه دانه آستنیت می‌توان دست یافت که اندازه دانه‌های آن در حدود ۵۰-۵۰۰ µm می‌باشد. این غیریکنواختی در ریزساختار به دست آمده پس از آنیل در نمونه می‌تواند دلایل مختلفی داشته باشد. یکی از مهم‌ترین این دلایل می‌تواند مربوط به نحوه توزیع کرنش در نمونه توسط فرآیند تغییر شکل پلاستیک RCSR باشد. از طرف دیگر دانه‌های اولیه درشت آستنیت که پس از اعمال فرآیند تغییر شکل در باند‌های برشی قرار می‌گیرند، دارای کرنش بیشتر و نیز تجمع نابجایی‌های بیشتری در این نواحی در مقایسه با سایر قسمت‌های نمونه هستند. بنابراین نمی‌توان به یک ریزساختار کاملاً یکنواخت پس از عملیات حرارتی دست یافت که با افزایش زمان آنیل این غیریکنواختی در ریزساختار افزایش می‌یابد [۲۸]. این ریزساختار ریزدانه حاصله که دارای دانه‌هایی با اندازه‌های متفاوت است، خواص مکانیکی نمونه را نسبت به حالت آنیل محلولی و نیز تغییر شکل یافته تغییر می‌دهد و می‌تواند باعث شود تا همزمان به ازدیاد طول یکنواخت و استحکام کششی نهایی مناسبی در نمونه می‌تواند دست یافت [۲۹].

تغییر شکل یافته و دوقلویی‌های مکانیکی در ریزساختار ماده تشکیل شدند.

۲. سختی و استحکام نمونه‌های RCSR شده در مقایسه با نمونه آنیل محلولی افزایش یافته که علت آن اعمال کرنش به نمونه حین تغییر شکل و تشکیل دوقلویی‌های مکانیکی است.

۳. با افزایش تعداد سیکل‌های فرآیند RCSR، سختی و استحکام نمونه تغییر شکل یافته افزایش می‌یابد.

۴. با آنیل نمونه‌های تغییر شکل یافته توسط فرآیند RCSR، می‌توان به ساختار ریز دانه و یکنواخت دست یافت.

۵. با افزایش دمای تبلور مجدد زمان لازم برای اتمام تبلور مجدد و دست یافتن به ساختار ریز دانه کاهش می‌یابد.

۶۰ سیکل RCSR شده، دمای 850°C و در مدت ۱۰ دقیقه است. زیرا دارای بالاترین سختی (۲۶۲ HV) و یکدست‌ترین ریزساختار است.

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید RCSR بر فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ در دمای بالاتر از دمای M_{d30} انجام پذیرفت و سپس عملیات حرارتی بر روی آن صورت گرفت و تحولات ریزساختاری آن مورد بررسی قرار گرفت و نتایج زیر به دست آمد:

۱. با اعمال فرآیند تغییر شکل پلاستیک شدید RCSR بر فولاد زنگ‌نزن ۳۰۴ تحت دمای بالاتر از دمای M_{d30} ، دانه‌های شبه پایدار آستنیت، بدون تشکیل فاز مارتنزیت

References

- [1] A.F. Padilha, R.L. Plaut and P.R. Bios, "Annealing of cold-worked austenitic stainless steels", ISIJ Int. 43, 135-143, 2003.
- [2] M. Moallemi, A. Kermanpur, A. Najafzadeh, A. Rezaee and H. Samaei Baghbadorani, "Formation of nano/ultrafine grain structure in a 201 stainless steel through the repetitive martensite thermomechanical treatment", Journal of Materials Letters, 89, 22-24, 2012.
- [3] C.Y. Lee, C.S. Yoo, A. Kermanpur and Y.K. Lee, "The effects of multi-cyclic thermomechanical treatment on the grain refinement and tensile properties of a metastable austenitic steel", Journal of Alloys and Compounds, 583, 357-360, 2014.
- [4] P. Asghari-Rad, M. Nili-Ahmadabadi, H. Shirazi, S. Hossein Nedjad and S. Koldorf, "A significant improvement in the mechanical properties of AISI 304 stainless steel by a combined RCSR and annealing process", Advanced Engineering Materials, 2016 (10.1002/adem.201600663).
- [5] Y. Ma, J.E. Jin and Y.K. Lee, "A repetitive thermomechanical process to produce nanocrystalline in a metastable austenitic steel", Journal of scripta materialia, 52, 1311-1315, 2005.
- [6] A. Rezaee, A. Najafzadeh, A. Kermanpur and M. Moallemi, "The influence of reversion annealing behavior on the formation of nanograined structure in AISI 201L austenitic stainless steel through martensite treatment", Journal of Materials and Design, 32, 4437-4442, 2011.
- [7] F.J. Humphreys and M. Hatherly, "Recrystallization and related annealing phenomena", second edition, 221-229, 2004.
- [8] R.Z. Valier and T.G. Langdon, "Principles of equal-channel angular pressing as a processing tool for grain refinement", Journal of Progress in Materials Science, 51, 881-981, 2006.
- [9] A.P. Zhilyaev and T.G. Langdon, "Using high-pressure torsion for metal processing: Fundamentals and applications", Journal of Progress in Materials Science, 53, 893-979, 2008.
- [10] N. Tsuji, Y. Saito, S.H. Lee, and Y. Minamino, "ARB (accumulative roll-bonding) and other new techniques to produce bulk ultrafine grained materials", Journal of Advanced Engineering Materials, 5, 338-344, 2003.
- [11] S.C. Yoon, A. Krishnaiah, U. Chakkingal, and H.S. Kim, "Severe plastic deformation and strain localization in groove pressing", Journal of Computational Materials Science, 43, 641-645, 2008.
- [12] J. Lee, and J. Park, "Numerical and experimental investigations of constrained groove pressing and rolling for grain refinement", Journal of Materials Processing Technology, 130, 208-213, 2002.
- [13] A. Mirsepasi, M. Nili-Ahmadabadi, M. Habibi-Parsa, H. Ghasemi-Nanesa, and A.F. Dizaji, "Microstructure and mechanical behavior of martensitic steel severely deformed by the novel technique of repetitive corrugation and straightening by rolling", Journal of Materials Science and Engineering A, 551, 32-39, 2012.
- [14] H. Shahmir, M. Nili-Ahmadabadi, A. Razzaghi, M. Mohammedi, C. T. Wang, J. M. Jung, H. S. Kim and T.G. Langdon, "Using dilatometry to study martensitic stabilization and recrystallization kinetics in a severely deformed NiTi alloy", Journal of Materials Science, 50, 4003-4011, 2015.
- [15] S. Mirab, M. Nili-Ahmadabadi, A. Khajezade, M. Abshirini, M. H. Parsa, and N. Soltani, "On the Deformation Analysis during RCSR Process Aided by Finite Element Modeling and Digital Image Correlation", Advanced Engineering Materials, 2016.
- [16] پیمان. اصغری راد، محمود. نیلی احمد آبادی، حسن شیرازی، "تحولات ریزساختاری فولاد زنگ نزن ۳۰۴ نیمه جامد شده پس از تغییر شکل پلاستیک شدید"، انجمن مهندسی متالورژی ایران، ۱۳۹۵.
- [17] M. R. Rocha and C. A. S. Olivier, "Evaluation of the martensitic transformations in austenitic stainless steels, Evaluation of the martensitic transformations in austenitic stainless steels", Materials Science and Engineering A, 517, 281-285, 2009.
- [18] L. Mosecker, D.T. Pierce, A. Schwedt, M. Beighmohamadi, J. Mayer, W. Bleck and J.E. Wittig, "Temperature effect on deformation mechanisms and mechanical properties of a high manganese C+N alloyed austenitic stainless steel", Materials Science & Engineering A, 642, 71-78, 2015.
- [19] G.B. Olson and M. Cohen, "A general mechanism of martensitic nucleation: Part I. General concepts and the FCC $\rightarrow$ HCP transformation", Metallurgical Transactions A, 7, 1897-1904, 1976.

- [20] S. Allain, J.P. Chateau and O. Bouaziz, "A physical model of the twinning-induced plasticity effect in a high manganese austenitic steel", *Materials Science and Engineering A*, 143, 387-389, 2004.
- [21] Y.F. Shen, X.X. Li, X. Sun, Y.D. Wang and L. Zuo, "Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel", *Materials Science and Engineering A*, 552, 514- 522, 2012.
- [22] G. Liu, J. Li, S. Zhang, J. Wang, Q. Meng, "Dilatometric study on the recrystallization and austenization behavior of cold-rolled steel with different heating rates", *Alloys and Compounds*, 666, 309- 316, 2016.
- [23] A. Hedayati, A. Najafizadeh, A. Kermanpur, F. Forouzan, "The effect of cold rolling regime on microstructure and mechanical properties of AISI 304L stainless steel", *Journal of Materials Processing Technology*, 210, 1017-1022, 2010.
- [24] L.E. Murr, "Stacking-fault anomalies and the measurement of stacking-fault free energy in fcc thin films", *Thin Solid Films*, 4, 389-412, 1969.
- [25] M. J. Whelan, P. B. Hirsch, R. W. Horne, W. Bollmann, "Dislocations and stacking faults in stainless steel", *Proceedings of the Royal Society*, 524-538, 1957.
- [26] Cullity, Bernard Dennis, and John W. Weymouth, "Elements of X-ray Diffraction. American Journal of Physics", 25.6, 394-395, 1957.
- [27] X.H. Chen, J. Lu, L. Lu and K. Lu, "Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel", *Journal of scripta materialia*, 52, 1039-1044, 2005.
- [28] F.J. Humphreys and M. Hatherly, "Recrystallization and related annealing phenomena", second edition, 221-229, 2004.
- [29] H. Azizi-Alizamini, M. Militzer and W.J. Poole, "A novel technique for developing bimodal grain size distributions in low carbon steels", *Journal of scripta materialia*, 57, 1065-1068, 2007.