

Effects of Nb addition and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low-carbon steel after martensite process

Nasim Narimani-Rad¹, *Hamidreza Najafi², Mohammad Reza Afshar³

1- B.Sc., Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

2- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

3- Assistant Professor, Department of Materials Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

Citation: Narimani-Rad N, Najafi H.R., Afshar M.R. Effects of Nb addition and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low-carbon steel after martensite process. Metallurgical Engineering 2019; 22(3): 194-203 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.112901.1256>

 <http://dx.doi.org/10.22076/me.2019.112901.1256>

ABSTRACT

The effects of niobium addition (about 0.15 wt.%) and austenitizing temperature on the mechanical properties and microstructure of a low carbon steel (containing less than 0.2 wt.% carbon) after martensite process were investigated in this research. After casting and hot rolling at 1050 °C, the samples were austenitized at 900, 1000, 1100 and 1200 °C for one hour followed by quenching in water. The as-quenched microstructures consisted of martensite along with a small amount of widmanstatten ferrite. The maximum hardness and strength were obtained from the Nb-containing sample austenitized at 1200 °C. The hardness and tensile strength were 238 Vickers and 859 MPa, respectively. However, this sample showed an elongation of less than 1%. After 50% reduction in the thickness of the as-quenched samples by cold rolling, annealing was carried out at 600 °C for 90 min. Optical and scanning electron microscopy (SEM) showed that the microstructure of the niobium-free sample was completely annealed and the martensite process effects were eliminated. The tensile strength of this sample was approximately the same as that of the hot rolled specimen. On the other hand, the Nb-containing sample exhibited a fine-grained microstructure. In comparison with the as-quenched condition, the hardness of the microalloyed specimen was essentially preserved after martensite process. The results of the tensile test also revealed that the martensite process led to a good combination of strength and elongation in the microalloyed specimen because its tensile strength and elongation were higher than 700 MPa and 15%, respectively.

Keywords: Martensite Process; Microalloyed Steel; Grain Refinement; Nb; Cold Rolling; Annealing.

Received: 13 August 2019

Accepted: 9 December 2019

.....
* Corresponding Author:

Hamid Reza Najafi, PhD

Address: Engineering, Science and Research Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran.

Tel: +98 (21) 44868404

E-mail: hnajafi@srbiau.ac.ir

تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستینیته بر ریزساختار و خواص مکانیکی حاصل از فرآیند مارتزیتی یک فولاد کم کربن

نسیم نریمانی راد^۱، حمیدرضا نجفی دژده منفرد^۲، محمد رضا افشار مقدم زنجانی

۱- کارشناسی ارشد مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۲- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

۳- استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، واحد علوم و تحقیقات، دانشگاه آزاد اسلامی، تهران، ایران.

چکیده

در این پژوهش تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستینیته بر خواص مکانیکی و ریزساختار فولادی کم کربن پس از اعمال فرآیند مارتزیتی مورد بررسی قرار گرفته است. نمونه ها پس از ریخته گری و نورد داغ؛ در دماهای ۹۰۰، ۱۰۰۰، ۱۱۰۰ و ۱۲۰۰ °C به مدت یک ساعت آستینیته و سپس در آب کوئینج شدند که حاصل آن ریزساختار مارتزیتی (همراه مقدار کمی فریت و بدمن اشتاتن) بود. بیشینه سختی در نمونه حاوی نایوبیم آستینیته شده در دمای ۱۲۰۰ °C حاصل شد. سختی این نمونه ۲۳۸ و بکرز استحکام کششی آن نیز ۸۵۹ MPa بود. با این حال، این نمونه افزایش طول نسبی ناچیزی در حد ۱ درصد از خود نشان داد. در مرحله بعد، کاهش ۵۰ درصدی ضخامت نمونه های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم به وسیله نورد سرد و آنل آنها به مدت ۶۰ min در دمای ۹۰ °C انجام گرفت. بررسی های ریزساختاری با میکروسکوپ های نوری و الکترونی روشنی (SEM) نشان داد که ریزساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنل و دانه ها هم محور شده اند و تأثیر کل فرآیند مارتزیتی در آن خنثی شده است. آزمون کشش نیز نشان دهنده مشابه استحکام نمونه آنل شده و نورد داغ شده بود. از طرف دیگر، در نمونه حاوی نایوبیم، ساختاری ریزدانه حاصل شد که سختی آن (در مقایسه با حالت کوئینج شده) تا حد زیادی حفظ شده بود. بررسی نتایج آزمون کشش نیز نشان داد که فرآیند مارتزیتی در نمونه نایوبیم دار مؤثر بوده به گونه ای که پس از آنل، استحکام کششی همچنان بیش از ۷۰۰ MPa بود. علیرغم استحکام بالا، افزایش طول نسبی این نمونه در سطحی بیش از ۱۵ درصد حفظ شد.

واژه های کلیدی: فرآیند مارتزیتی؛ فولاد میکرو آلیاژی؛ ریزدانگی؛ نورد سرد؛ آنل.

دربافت: ۱۳۹۸/۵/۲۲ | پذیرش: ۱۳۹۸/۹/۱۸

۱. مقدمه

همچنین، بهبود انعطاف پذیری غالباً با کاهش استحکام همراه است. بنابراین، اعمال فرآیندهایی که بهبود هم زمان استحکام و انعطاف پذیری را در پی داشته باشد از اهمیت ویژه ای برخوردار خواهد بود. یکی از روش های مؤثر در بهبود هم زمان چقرمگی و استحکام، کاهش اندازه دانه است [۱-۲]. در حال حاضر دو روش مختلف برای ریز کردن دانه های مواد فلزی حجیم مانند فولادها وجود دارد [۳ و ۴] که عبارت اند از:

- ۱- تغییر شکل پلاستیک شدید^۵ (SPD)
- ۲- فرآیند مکانیکی - حرارتی پیشرفتہ مانند فرآیند مارتزیت^۶ در سال ۲۰۰۲ تی سوجی^۷ و همکاران [۵] روش نوینی جهت ساخت فولادهای فوق ریزدانه ابداع کردند که با

استحکام دهی در فلزات به فرآیندهایی مربوط است که حرکت نابجایی در بلور را محدود کنند. مکانیزم های شناخته شده در این زمینه شامل برهم کشش نابجایی ها با سایر نابجایی ها (کرنش سختی^۸، مرز دانه ها، اتم های محلول (مستحکم شدن از طریق محلول جامد)، رسوب ها (رسوب سختی^۹) و ذرات کوچک (پراکنده سختی^{۱۰}) می شود. استحکام دهی فولادها علاوه بر مکانیزم های پیش گفته به وسیله دگرگونی آستینیت به مارتزیت نیز امکان پذیر است [۱۱].

با افزایش استحکام، انعطاف پذیری اساساً کاهش می یابد.

- 1. Strain Hardening
- 2. Solid Solution Strengthening
- 3. Precipitation Hardening
- 4. Dispersion Strengthening

* نویسنده مسئول:

دکتر حمیدرضا نجفی دژده منفرد

نشانی: تهران، دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، دانشکده فنی و مهندسی، گروه مهندسی مواد.

تلفن: +۹۸ (۲۱) ۴۴۸۶۴۰۴

پست الکترونیکی: hnajafi@srbiau.ac.ir

نایوبیم مانع بازیابی نابجایی‌های موجود در فریت شده و درنتیجه چگالی بالاتری از نابجایی‌ها در فریت ایجاد می‌شود. که افزایش بیشتر استحکام را در پی خواهد داشت [۱۳]. ملکجانی^{۱۴} و همکاران [۱۴]، با بررسی تأثیر زمان آنیل در یک دمای مشخص (۵۵۰ °C) بر استحکام و انعطاف‌پذیری یک فولاد میکرو آلیاژ نشان دادند که افزایش زمان آنیل موجب کاهش استحکام و افزایش انعطاف‌پذیری می‌شود.

در بررسی‌های انجام‌گرفته تاکنون به تأثیر دمای آستینیتی بر خواص مکانیکی فولادهای میکروآلیاژی پس از فرآیند مارتنتزیتی چندان پرداخته نشده است. چنان‌که در پاراگراف‌های پیشین به آن اشاره شد، حضور نایوبیم به دلیل تشکیل رسوب‌های کربونیتیریدی پایدار در دماهای زیاد بر اندازه دانه‌های آستینیت فولاد تأثیرگذار است. به‌این‌ترتیب، تغییر دمای آستینیتی به دلیل تغییر در مقدار رسوب‌های کربونیتیریدی تشکیل شده در آستینیت، پتانسیل رسوب‌گذاری حین آنیل در فرآیند مارتنتزیتی را تحت تأثیر قرار می‌دهد که بر ریزاساختار و استحکام حاصل از این فرآیند مؤثر خواهد بود. هدف عمله از انجام پژوهش حاضر، بررسی تأثیر دمای آستینیتی کردن بر ریزاساختار و خواص کششی حاصل از فرآیند مارتنتزیتی فولادی کم‌کربن حاوی نایوبیم و مقایسه آن با فولاد ساده کربنی است.

۲. مواد و روش تحقیق

ماده

برای انجام این پژوهش فولادی کم‌کربن (دارای کربن کمتر از ۰/۲ درصد وزنی) به عنوان ترکیب پایه انتخاب و به آن ۰/۱۵ درصد وزنی نایوبیم اضافه شد. ریخته‌گری این فولادهای توسط کوره ESR^{۱۵} با ظرفیت ۱۰۰ کیلوگرم انجام شد. ترکیب شیمیایی فولادهای پایه و میکروآلیاژی در جدول ۱ نشان داده شده است.

قطعات به صورت تسمه‌هایی با ضخامت ۳۰ mm ریخته‌گری شدند. در مرحله بعد، عملیات پیش‌گرم در دمای ۱۱۵۰ °C به انجام گرفت و قطعات طی چهار مرحله نورد داغ با غلتک‌هایی به قطر ۴۵۰ mm و سرعت ۸ rpm با کرنش‌های تقریباً برابر در هر مرحله به ضخامت نهایی ۱۵ mm کاهش ضخامت داده شدند.

فرآیند مارتنتزیتی

برای ایجاد ساختار مارتنتزیتی، نمونه‌های نورد داغ شده به عرض ۲۰ mm و طول ۱۲۰ mm بریده و در دماهای ۹۰۰ تا ۱۲۰۰ °C (به فاصله ۱۰۰ °C) به مدت یک ساعت در کوره و در اتمسفر هوای حرارت داده شده و سپس در آب تا

14. Malekjani

15. Electro Slag Remelting

نام "فرآیند مارتنتزیتی" شناخته می‌شود. فرآیند مارتنتزیتی یکی از فرآیندهای مکانیکی - حرارتی پیشرفته است که شامل ایجاد ساختار مارتنتزیتی و نورد سرد و آنیل آن می‌باشد. در این فرآیند تشکیل ریزاساختار فوق ریز به ریزاساختار مارتنتزیت نسبت داده می‌شود که در اثر تغییر شکل پلاستیک به دانه‌های ریزتری تقسیم می‌شود [۶]. نوع مارتنتزیت به کاررفته در این روش، "مارتنزیت لایه‌ای"^۸ است. از این‌رو، این فرآیند برای فولادهای کم‌کربن کاربرد دارد. این فرآیند، شامل سه مرحله کلی زیر است [۷]:

(۱) کوئنچ و دستیابی به ساختار مارتنتزیتی

(۲) نورد سرد ریزاساختار اولیه مارتنتزیتی

(۳) آنیل ریزاساختار نورد شده در دما و زمان‌های نسبتاً پائین

در روشهای دیگر، میرزاده^۹ و همکاران [۸] برای بهبود انعطاف‌پذیری، پس از مرحله سوم، فولاد را در محدوده دوفازی آستینیت + فریت حرارت دهی کردند.

تغییر شکل مارتنتزیت موجب افزایش چگالی نابجایی‌ها و تغییر تدریجی مرزهای فرعی به مرزهای اصلی بر اثر افزایش "عدم انتطاق جهتی"^{۱۰} می‌شود. درنتیجه، ساختار نهایی شامل دانه‌های فوق‌ریز فریت و کاربیدهای رسوبی غیریکنواخت است [۵، ۷ و ۹]. بر پایه بررسی انجام‌شده توسط نجفی^{۱۱} و همکاران [۱۰] تشکیل ساختار فوق ریزدانه حین آنیل به ترتیب ناشی از بازگشت^{۱۲} مارتنتزیت، ادامه بازیابی و تبلور مجدد پیوسته است.

فولادهای میکرو آلیاژی، فولادهای حاوی مقداری بسیار کمی از عناصر کاربیدزا و نیتریدزا قوی مانند تیتانیم (Ti)، نایوبیم (Nb) و وانادیم (V) هستند. هدف از افزودن این عناصر علاوه بر بهره‌گیری از رسوب‌سختی، بهبود استحکام و چقرمگی از طریق جلوگیری از رشد دانه‌ها است. عنصر نایوبیم نقش مهمی را در هدف دوم ایفا می‌کند [۱۱]. به همین دلیل، در سال‌های اخیر پژوهش‌هایی باهدف بررسی تأثیر حضور عنصر نایوبیم بر فرآیند مارتنتزیتی فولادهای کم‌کربن انجام شده است.

کاربیدهای نایوبیم ایجاد شده در حین فرآیند آنیل، تأثیر بهمراه بیشتری در کاهش اندازه دانه در مقایسه با رسوب‌های اولیه موجود در ریزاساختار ایفا می‌کنند. بر پایه مشاهدات لن^{۱۳} و همکاران [۱۲]، رسوب‌های میکرو آلیاژی با قفل کردن حرکت نابجایی‌ها و مرزدانه‌ها به گونه‌ای مؤثر موجب پایداری حرارتی ریزاساختار فوق ریزدانه می‌شوند. همچنین، تحقیق دیگری نشان داده است که کاربیدهای

8. Lath-type Martensite

9. Mirzadeh

10. Misorientation

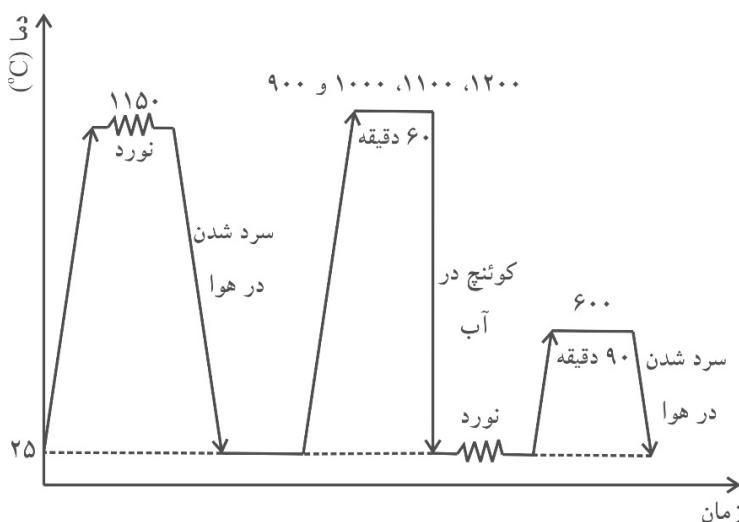
11. Najafi

12. Tempering

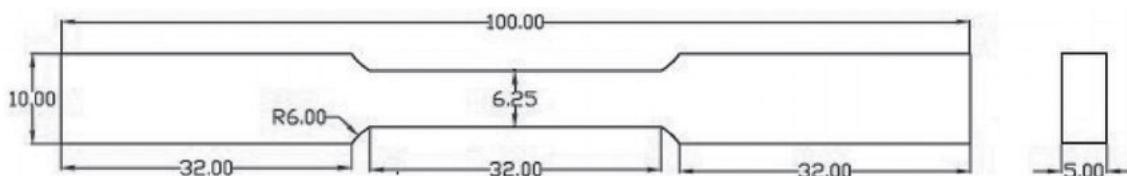
13. Lan

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولادهای به کاررفته در این پژوهش (بر حسب درصد وزنی)

Nb	Al	Ni	Cr	P	Mn	Si	C	نمونه
۰	۰/۰۵	۰/۰۲	۰/۰۲	۰/۰۱	۰/۶۸	۰/۱۶	۰/۱۸	پایه
۰/۱۵	۰/۰۱	۰/۰۲	۰/۰۲	۰/۰۱	۰/۶۹	۰/۰۵	۰/۱۹	میکروآلیاژی



شکل ۱. نمایش شماتیک چرخه حرارتی اعمالی به نمونه‌ها از نورد داغ تا آنیل نهایی.



شکل ۲. شکل شماتیک نمونه آزمون کشش (ابعاد بر حسب mm).

بررسی خواص مکانیکی

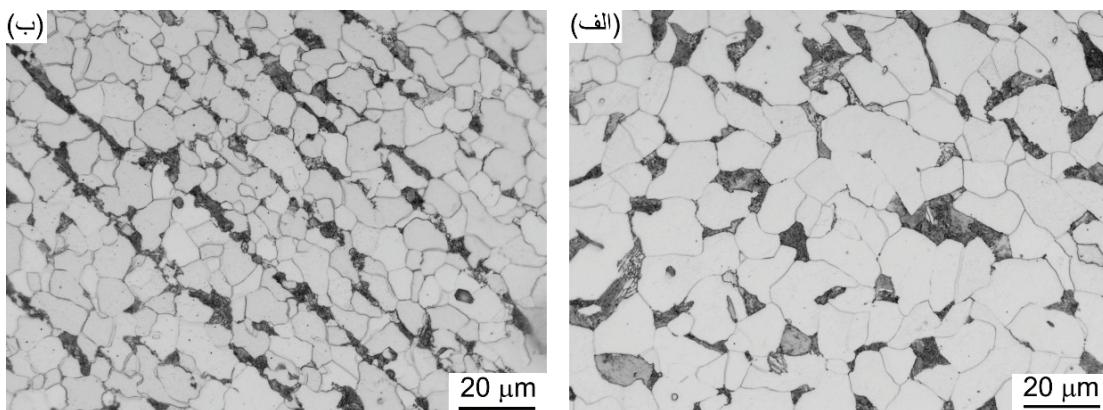
برای ارزیابی ویژگی‌های مکانیکی از آزمون‌های سختی‌سنجدی و کشش استفاده شده است. سختی‌سنجدی با روش ویکرز و با نیروی ۳۰ kgf ۳۰ روی نمونه‌ها به ابعاد ۱۰×۱۰ mm انجام شد. اعداد گزارش شده میانگین حداقل ۵ سختی‌سنجدی است.

برای آزمون کشش، نمونه‌سازی بر اساس استاندارد ASTM-A370 با ابعاد مشخص شده در شکل ۲ انجام شد. نمونه‌ها توسط دستگاه کشش SANTAM با ظرفیت ۳۰ تن و با سرعت حرکت فک ۱ mm/min در دمای محیط تحت آزمون قرار گرفتند. طبق داده‌های حاصل، منحنی‌های تنش-کرنش مهندسی رسم گردید تا استحکام تسلیم، استحکام کششی و درصد ازدیاد طول نسبی مشخص شود.

بررسی‌های ریزساختاری

برای آماده‌سازی نمونه‌ها به منظور بررسی‌های ریزساختاری، پس از طی مراحل مرسوم متالوگرافی (ستنبدزنی و پولیش)

دمای محیط (۲۵ °C) کوئنچ شدند. به جهت از بین رفتن پوسته‌های سطحی ناشی از نورد داغ و همچنین یکنواخت شدن ضخامت، نمونه‌ها ابتدا کف تراشی شده و درنهایت سنگزنی شدند تا نمونه‌های مربوط به نورد سرد با ابعاد ۱۲×۲۰×۱۲۰ mm حاصل گردد. نمونه‌ها توسط دستگاه نورد سرد به وسیله غلتک‌هایی با ویژگی‌های مشخص شده در پاراگراف پیشین طی ۱۰ مرحله نورد (میانگین ۵ درصد کاهش ضخامت در هر مرحله) در مجموع به میزان ۵۰ درصد کاهش ضخامت داده شدند. پس از نورد سرد، قطعات در دمای ۶۰۰ °C به مدت ۹۰ min در کوره با اتمسفر هوای آنیل شده و سپس در آب با دمای محیط (۲۵ °C) کوئنچ شدند. انتخاب زمان آنیل در این دما بر پایه پژوهش پیشین [۱۵]، با معیار حساسیت کم سختی به دمای آنیل و وقوع تبلور مجدد در ریزساختار انجام شده است. در شکل ۱، چرخه حرارتی اعمالی از نورد داغ تا آنیل نهایی به صورت شماتیک نشان داده شده است.



شکل ۳. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از نورد داغ نمونه: (الف) بدون نایوبیم و (ب) نایوبیم‌دار.

بازیابی دینامیکی را افزایش می‌دهد [۲۱-۲۶]. از سوی دیگر، در کرنش و نرخ کرنشی مشخص، افزایش نایوبیم موجب بالاتر رفتن دمای تبلور مجدد می‌گردد. به تأخیر افتادن بازیابی به نایوبیم محلول نسبت داده شده و به تأخیر افتادن تبلور مجدد و رشد دانه‌ها به رسوب‌های کاربونیترید نایوبیم نسبت داده شده‌اند [۲۲]. بنابراین، هنگام نورد داغ، نایوبیم فرآیندهای بازیابی و تبلور مجدد و رشد دانه‌ها بعد از آن را به تأخیر می‌اندازد و تأثیر مقادیر کم آن بر فرآیند مکانیکی - حرارتی، آن را از سایر عناصر میکروآلیاژی مستمازنی می‌سازد و نایوبیم به عنوان مؤثرترین عنصر در ریزدانگی حین نورد داغ شناخته می‌شود [۲۳-۲۶]. همچنین، نشان داده شده است که افزودن نایوبیم به مقادیر بیش از ۰/۰۶ درصد موجب بهبود ساختار با حساسیت کمتر به پارامترهای فرآیند می‌گردد [۲۷ و ۲۸]. رسیدن مقدار نایوبیم به بالاتر از ۰/۱۳ درصد به شدت جلوی رشد دانه‌های آستینیت را خین آستینیت کردن می‌گیرد و ریزدانگی قابل توجهی را در پی خواهد داشت [۲۹]. به طور کلی افزودن نایوبیم حداقل سه مزیت برای نورد داغ ایجاد می‌نماید: ۱- مراحل بیشتری زیر دمای تبلور مجدد انجام می‌شود و درنتیجه ساختار کشیده‌تر شده و جوانه‌زنی بیشتری برای تبلور مجدد صورت می‌گیرد و فریت ریزتری درنهایت ایجاد می‌شود، ۲- نسبت ضخامت به طول کم دانه‌های آستینیت (کشیدگی آن‌ها) قطر دانه فریتی که می‌تواند تشكیل شود را محدود می‌کند و ۳- تجمع عیوب در داخل دانه‌های کشیده شده مواضع جوانه‌زنی فریت را افزایش می‌دهد [۲۲]. علاوه بر ریزدانگی، نایوبیم محلول در آستینیت نیز بعد از نورد داغ داخل فریت حاصل از دگرگونی رسوب و به افزایش استحکام کمک می‌کند.

ریزساختار نمونه‌هایی که در دمای 0°C به مدت ۱۲۰۰ ساعت آستینیت شده و سپس در آب کوئنچ شده‌اند در شکل ۴ مشاهده می‌شوند. همان‌گونه که مشخص است ساختار در هر دو نمونه تقریباً مارتنتزیتی بوده که در بعضی نواحی فریت ویدمن‌اشتاون نیز مشاهده می‌گردد. تنها تفاوت قابل مشاهده در شکل‌ها درشت‌تر بودن دانه‌های آستینیت قبلی (که مارتنتزیت در آن‌ها تشکیل شده) در نمونه بدون

از محلول نایتال ۲٪ برای اج آن‌ها استفاده شد. بررسی ریزساختاری با میکروسکوپ نوری OLYMPUS مدل MP63 و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی TESCAN^{۱۶} (FESEM) مدل MIRA II LMU^{۱۷} مجهز به طیفسنج توزیع انرژی (EDS) SAMX انجام گرفت.

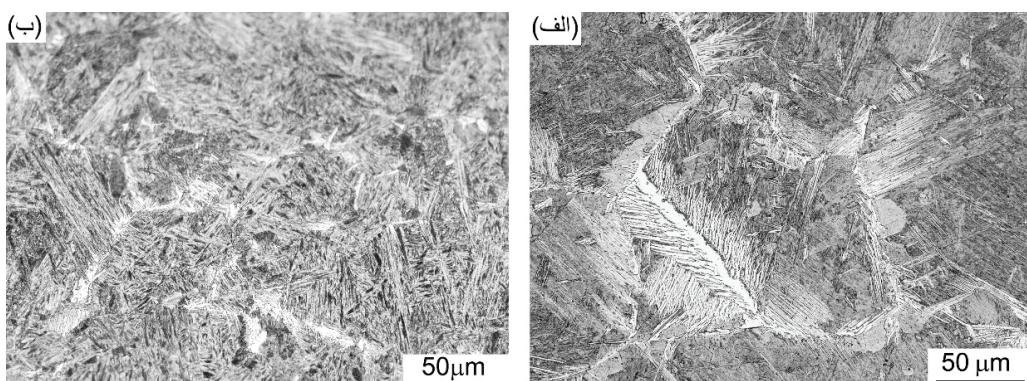
۳. نتایج و بحث

ریزساختار

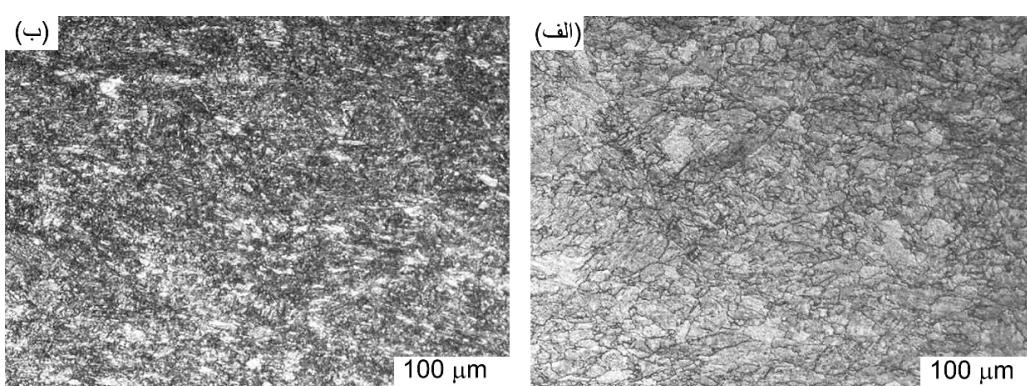
در شکل ۳ ریزساختار نمونه‌های نورد داغ شده بدون نایوبیم و دارای نایوبیم نشان داده شده‌اند. همان‌گونه که در شکل ۳-الف مشاهده می‌شود نمونه بدون نایوبیم دارای ساختار فریتی - پرلیتی است که بخش عمده‌ای از ساختار را فریت‌های هم محور تشکیل می‌دهند و نواحی پرلیتی نیز به صورت نسبتاً یکنواخت در ریزساختار توزیع شده‌اند. با توجه به انجام نورد داغ نمونه‌ها و تبلور مجدد دینامیکی حین این فرآیند دستیابی به چنین ساختاری پیش‌بینی می‌شود. چنان‌که در شکل ۳-ب دیده می‌شود هرچند ریزساختار نمونه نایوبیم‌دار نیز به صورت فریتی - پرلیتی است در مقایسه با نمونه پایه (شکل ۳-الف) دانه‌های فریت ریزتر شده‌اند. با در نظر گرفتن این نکته که فریت‌های تشکیل شده از نوع آلتوریومورف هستند، کوچک شدن دانه‌های فریتی به معنای افزایش مواضع جوانه‌زنی فریت (افزایش مرزدانه‌های آستینیت قبلی یا ریزدانگی آستینیت) حین دگرگونی آستینیت به فریت است. نایوبیم اتحلال محدودی در آستینیت داشته و رسوب‌های کاربونیتریدی به‌ویژه در مرزدانه‌های آستینیت قبلي تشکیل می‌دهد. کاربونیتریدهای نایوبیم به عنوان مانعی در مقابل تبلور مجدد و رشد دانه‌های آستینیت قبلی در هنگام آستینیت کردن فولاد عمل می‌کنند و موجب ریزدانگی دانه‌های آستینیت می‌شود. به این ترتیب، افزودن نایوبیم موجب افزایش تنش سیلان حین تغییر شکل داغ می‌شود و همچنین کرنش بحرانی برای تبلور مجدد و

16. Field Emission Scanning Electron Microscope

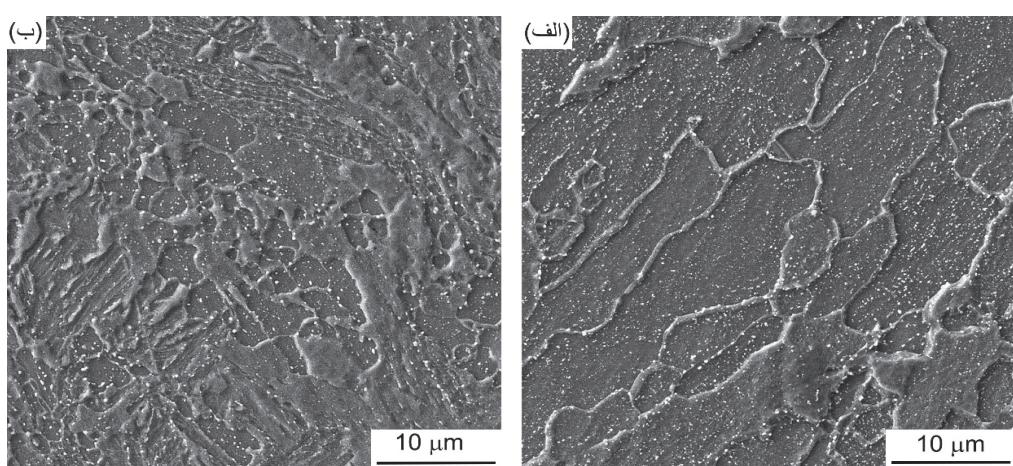
17. Energy Dispersive Spectroscopy



شکل ۴. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از آستینیته شدن در دمای 1200°C به مدت یک ساعت و کوئنچ شده در نمونه: (الف) بدون نایوبیم و (ب) نایوبیم‌دار.



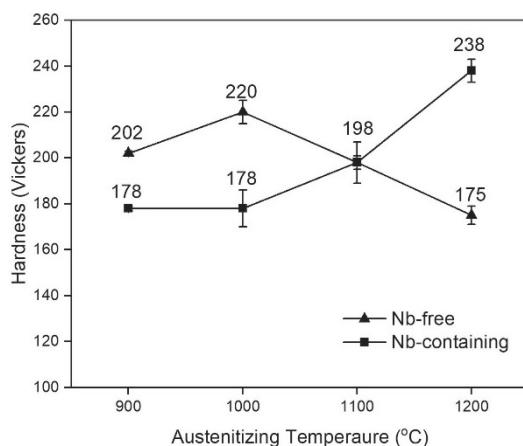
شکل ۵. ریزساختار میکروسکوپی نوری پس از نورد سرد و آنیل نمونه: (الف) بدون نایوبیم و (ب) نایوبیم‌دار.



شکل ۶. ریزساختار میکروسکوپی الکترونی روشنی نمونه‌های نورد سرد و آنیل شده در نمونه: (الف) بدون نایوبیم و (ب) نایوبیم‌دار.

ریزساختار نمونه‌ها پس از نورد سرد و آنیل در شکل ۵ نشان داده شده است. بر پایه مشاهدات، انجام آنیل پس از کوئنچ به مقدار قابل توجهی موجب ریزی ساختار شده است. تأثیر افزودن نایوبیم در این تصاویر مشخص نیست و در کمپونگی ریزساختار در این حالت مستلزم مطالعه با SEM است. در شکل ۶ ریزساختار میکروسکوپی الکترونی روشنی نمونه‌های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم با یکدیگر مقایسه شده‌اند. علاوه بر ساختار دانه‌ها، در این تصاویر ذرات سفیدرنگی داخل

نایوبیم می‌باشد. با توجه به اینکه نمونه‌ها در دمای بالای 1200°C آستینیته شده و در نمونه بدون نایوبیم عاملی که از رشد بی‌رویه آستینیت جلوگیری کند وجود نداشته دانه‌های آستینیت کاملاً درشت شده‌اند اما در نمونه نایوبیم‌دار تا زمان حل شدن رسوب‌های کاربونیتریدی نایوبیم از رشد دانه آستینیت جلوگیری می‌شود. همان‌گونه که در بخش پیشین نیز بیان شد رسوب‌های نایوبیم‌دار می‌توانند در مرزهای آستینیت قرار گرفته و رشد آن‌ها را محدود نمایند.



شکل ۷. تغییر میانگین سختی نمونه‌های بدون نایوبیم (Nb-free) و نایوبیم‌دار (Nb-containing) کوئنچ شده از دماهای مختلف.

در آستینیت بیشتر باشد هنگام دگرگونی مارتنتزیتی اعوجاج شبکه بیشتر بوده و سختی بالاتری به دست می‌آید. در دمای 900°C بخش قابل توجهی از کاربیدهای آهن در فولاد بدون نایوبیم حل می‌شوند و موجب افزایش سختی مارتنتزیت می‌گردند. از طرف دیگر، کاربونیتیریدهای نایوبیم در این دما انحلال کمی دارند و مقدار کربن کمتری به صورت محلول وارد آستینیت می‌شود که درنتیجه مارتنتزیت حاصل از آن سختی کمتری خواهد داشت. در دمای 1000°C نیز وضع مشابهی وجود دارد و همچنان نمونه بدون نایوبیم سختی بالاتری از خود نشان می‌دهد. اما در دماهای 1100°C و 1200°C شرایط تغییر می‌یابد و سختی نمونه نایوبیم‌دار افزایش قابل توجهی یافته است در حالی که سختی نمونه بدون نایوبیم کاهش می‌یابد. به نظر می‌رسد در این دماها دیگر انحلال کربن در آستینیت در نمونه بدون نایوبیم افزایش نیافتد و درشت تر شدن تیغه‌های مارتنتزیت براثر رشد دانه‌های آستینیت موجب افت سختی شده باشد. از طرف دیگر، در نمونه نایوبیم‌دار دمای بالای آستینیت موجب انحلال بیشتر کاربونیتیریدهای نایوبیم شده و درنتیجه سختی مارتنتزیت افزایش یافته است. نشان داده شده است که انحلال کاربونیتیریدهای نایوبیم در بازه دمایی 900°C تا 1300°C انجام می‌شود و در دمای 1300°C کل کاربونیتیریدهای نایوبیم در ساختار حل می‌شوند [۲۲]. بنابراین، بالاتر رفتن سختی نمونه‌های نایوبیم‌دار با افزایش دمای آستینیت به آستینیت می‌توان توجیه نمود. با توجه به سختی بالاتر در نمونه‌های 1200°C ، این دما برای آستینیت کردن نمونه‌ها انتخاب و برای مراحل بعدی تحقیق از این نمونه‌ها استفاده شد.

اعمال 50°C درصد نورد سرد موجب افزایش سختی قابل توجه نمونه‌ها شده بهنحوی که سختی نمونه بدون نایوبیم از 173°C به 248°C ویکرز و سختی نمونه نایوبیم‌دار از 238°C به 380°C ویکرز

دانه‌ها و مرز دانه‌ها نیز دیده می‌شود که نشان دهنده سمنتیت (در ترکیب پایه) و سمنتیت و کاربونیتیرید نایوبیم (در ترکیب حاوی نایوبیم) است. چنان‌که ساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنیل شده است و دانه‌های حاصل از بازگشت مارتنتزیت در آن بسیار درشت شده‌اند و به نظر می‌رسد این آنیل کل فرآیند مارتنتزیت را خنثی نموده است. نتایج سایر محققین درباره فولاد ساده کربنی که فرآیند مارتنتزیت با مقادیر متفاوت کرنش در نورد سرد بر آن اعمال شده است، نشان می‌دهد که آنیل در دمای 600°C موجب تبلور مجدد کامل ساختار گردیده بهنحوی که منحنی تنش کرنش آن مشابه حالت ماده قبل از فرآیند مارتنتزیتی شده است و فارغ از مقدار نورد سرد آنیل در این دما کل تاریخچه قطعه را از بین برده است [۳۰ و ۳۱]. در این نوع فولادها عاملی برای جلوگیری از تبلور مجدد و رشد دانه‌ها وجود نداشته است. در نمونه نایوبیم‌دار تبلور مجدد و درشت شدن دانه‌ها کمتر بوده است که تأثیر نایوبیم بر ریزساختار ماده را نشان می‌دهد. ساختار ریزدانه‌تر حاصل از افزودن نایوبیم شرایطی را ایجاد می‌کند که بتوان هم‌زمان استحکام بالا و انعطاف‌پذیری مناسب را به دست آورد. رسوب‌های حاوی نایوبیم بسته به اندازه رسوب بر بازیابی در ساختار مارتنتزیتی تأثیر گذاشته و آن را به تأخیر می‌اندازند. به تأخیر افتادن بازیابی موجب چگالی بالاتر نابجایی و درنتیجه فاصله کمتر بین آنها می‌شود که کاهش اندازه دانه‌های فرعی (ریز شدن سلول‌ها) را در پی خواهد داشت. حاصل این فرآیند، ریزدانگی بیشتر فولاد خواهد بود. در ضمن رسوب‌ها از رشد دانه نیز جلوگیری می‌نمایند [۱۱ و ۱۲].

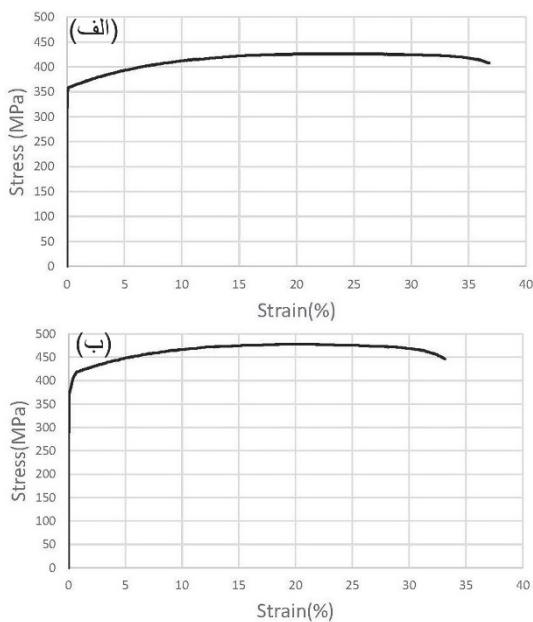
خواص مکانیکی

سختی سنجی

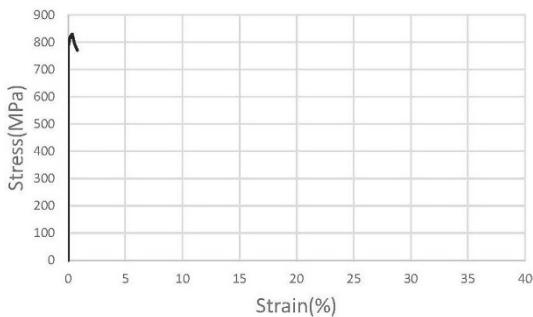
سختی نمونه نورد داغ شده بدون نایوبیم حدود 128°C ویکرز و نمونه نایوبیم‌دار حدود 162°C ویکرز است. این افزایش سختی را می‌توان با مکانیزم‌های استحکام‌دهی محلول جامد ناشی از افزودن نایوبیم و همچنین جلوگیری از حذف کامل ساختار کشیده شده حین نورد به دلیل وجود کاربونیتیریدهای نایوبیم و ریزدانه‌تر بودن ریزساختار نمونه نایوبیم‌دار (شکل ۴) مرتبط دانست.

نمونه‌های نورد داغ شده بدون نایوبیم و نایوبیم‌دار به مدت یک ساعت در دماهای 900°C ، 1000°C و 1100°C آستینیت و سپس در آب کوئنچ شدند. تغییرات میانگین سختی این نمونه‌ها در شکل ۷ نشان داده شده‌اند.

همان‌گونه که در شکل ۷ دیده می‌شود در دمای 900°C نمونه بدون نایوبیم سختی بالاتری دارد. مهم‌ترین پارامتر در بالاتر رفتن سختی فولاد حین نورد کوئنچ مقدار کربن محلول در آستینیت است [۳۲]. به دلیل اختلاف انحلال‌پذیری کربن در آستینیت و فریت، هرچه کربن محلول



شکل ۸. منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی پس از نورد داغ برای نمونه:
الف) بدون نایوبیم و ب) نایوبیم‌دار.



شکل ۹. منحنی تنش - کرنش مهندسی نمونه نایوبیم‌دار پس از کوئنج.

شکل ۱۰ منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی نمونه‌های آنیل شده را نشان می‌دهد. در نمونه بدون نایوبیم استحکام تسلیم و استحکام کششی به ترتیب ۳۶۰ و ۴۷۰ MPa و درصد افزایش طول نسبی ۲۵/۲ درصد می‌باشد. با مقایسه این مقادیر با شرایط نورد داغ شده و کوئنج شده، مشخص است که قطعه کاملاً استحکام ناشی از ساختار مارتنتزیتی و نورد سرد خود را از دست داده است. این موضوع عنوانشان می‌دهد آنیل شده را در دست داده است. این دست داده است که در دمای ۹۰ min آنیل در دمای ۶۰۰ °C به حد کافی زیاد بوده است تا ساختار کاملاً تبلور مجدد بیابد و اثر عملیات کوئنج و نورد از بین برود. اما نمونه دارای نایوبیم شرایط کاملاً متفاوتی را نشان می‌دهد. استحکام تسلیم و کششی این نمونه‌ها پس از آنیل به ترتیب به ۶۴۵ و ۷۱۰ MPa رسیده است که در مقایسه با نمونه کوئنج شده کاهشی کمتر از ۲۰ درصد را نشان می‌دهد؛ اما انعطاف‌پذیری بهبود قابل توجهی داشته و از ۱۵ درصد به بالای ۱۵ درصد افزایش یافته است. چنان‌که در بررسی ریزساختاری دیده شد، افروden نایوبیم به ترکیب

افزایش یافته است. نورد سرد با افزایش چگالی نابجایی‌ها موجب افزایش تنش برخی مورد نیاز برای غلبه بر نابجایی‌ها و ادامه سیلان می‌گردد و ماده را کارسخت می‌نماید [۱]. پس از اعمال آنیل در دمای ۶۰۰ °C به مدت ۹۰ min که همراه با تبلور مجدد نمونه‌ها می‌باشد، سختی نمونه بدون نایوبیم تا حدود ۱۴۵ ویکرز کاهش یافته و عملاً سختی ایجاد شده در فرآیند مارتنتزیت از بین رفته است. اما کاهش سختی نمونه نایوبیم‌دار به مراتب کمتر است و تا ۲۵۸ ویکرز کاهش یافته است. نتیجه سایر محققان نیز از تأثیر مثبت افزایش مقدار نایوبیم بر خواص مکانیکی حکایت دارد و گزارش شده است که افزایش نایوبیم از ۰/۰۴ درصد وزنی موجب افزایش ۱۰ درصدی استحکام کششی شده است [۱۱].

آزمون کشش

شکل ۸ منحنی‌های تنش - کرنش مهندسی نمونه‌های بدون نایوبیم و نایوبیم‌دار را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود افزودن نایوبیم تأثیر کمی بر نمونه‌های نورد داغ شده گذاشته است به‌گونه‌ای که تنش تسلیم از ۳۵۹ MPa و استحکام کششی از ۴۲۶ MPa در نمونه بدون نایوبیم به ترتیب به ۳۸۵ و ۴۷۸ MPa در نمونه حاوی نایوبیم رسیده است. چنان‌که پیش‌تر بیان شد، کاربونیتریدهای نایوبیم موجب تأخیر در بازیابی و تبلور مجدد و رشد دانه شده و ساختار ریزدانه‌تری ایجاد می‌کنند و نایوبیم محلول نیز در دمای‌های پایین رسوب می‌کند که تأثیر مثبتی بر استحکام دارد [۲۲]. نتایج ریزساختاری و سختی‌سنجی نیز همین روند را نشان می‌دهد. درصد افزایش طول نسبی نیز در نمونه‌ها تقریباً مشابه بوده و در نمونه بدون نایوبیم ۳۶/۸ و در نمونه نایوبیم ۳۳/۱۵ درصد است.

به دلیلی که در بخش پیشین به آن اشاره شد، نمونه‌هایی که از دمای ۱۲۰۰ °C کوئنج شده‌اند تحت بررسی قرار گرفتند. بررسی نتایج آزمون کشش نمونه‌های کوئنج شده نشان از حدود دو برابر شدن استحکام نسبت به شرایط نورد داغ شده به ویژه در نمونه نایوبیم‌دار دارد. استحکام کششی در نمونه بدون نایوبیم به ۷۱۷ MPa و در نمونه نایوبیم‌دار به ۸۵۹ MPa افزایش یافته‌اند. اما تقریباً قطعه بالاصله پس از تسلیم شکسته است و میزان افزایش طول نسبی زیر یک درصد می‌باشد و در مقایسه با افزایش طول نسبی در نمونه‌های نورد داغ شده که حدود ۳۰ درصد بود افت شدیدی یافته است. شکل ۹ منحنی تنش - کرنش مهندسی نمونه نایوبیم‌دار در حالت کوئنج شده را نشان می‌دهد. این افزایش استحکام نسبت به حالت نورد داغ شده ناشی از تشکیل ساختار مارتنتزیتی است. با توجه به دمای آستنیته، برتری استحکام نمونه حاوی نایوبیم ناشی از انحلال کاربونیتریدهای نایوبیم و ورود این عنصر به ساختار آستنیت است که استحکام زائی محلول جامد را در پی خواهد داشت.

نتیجه آن بسته‌های درشت‌تر مارتنتزیتی و افت سختی است.

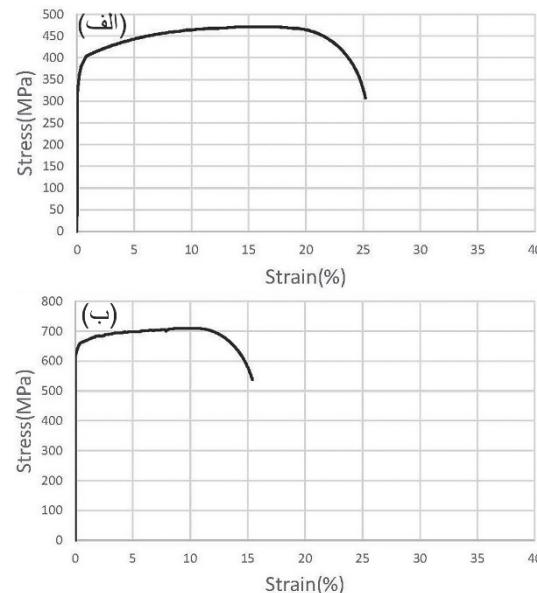
-۳- کاهش ۵۰ درصدی ضخامت نمونه‌های مارتنتزیتی به‌وسیله‌نورد سرد موجب افزایش سختی نمونه‌های بدون نایوبیم و حاوی نایوبیم شده است. در اثر اعمال آنیل به مدت ۹۰ min در دمای ۶۰۰ °C ریزساختار نمونه بدون نایوبیم کاملاً آنیل و دانه‌ها در آن بسیار درشت شده‌اند و تأثیر کل فرآیند مارتنتزیتی در آن خنثی شده است. آزمون کشش نیز نشان‌دهنده مشابه استحکام نمونه آنیل شده و نورد داغ شده است.

-۴- در نمونه حاوی نایوبیم، سختی فولاد (در مقایسه با حالت کوئنچ شده) پس از آنیل تا حد زیادی حفظ شده است. بررسی نتایج آزمون کشش نشان می‌دهد که فرآیند مارتنتزیت در نمونه نایوبیم‌دار بسیار مؤثر بوده به گونه‌ای که پس از آنیل، استحکام کششی همچنان بیش از ۷۰۰ MPa است. علیرغم استحکام بالا، افزایش طول نسبی این نمونه مقداری بیش از ۱۵ درصد را از خود نشان می‌دهد.

References

- [1] Hertzberg RW. Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials. 4th ed. New York: John Wiley & Sons; 1996.
- [2] Korchynsky M. Advanced metallic structural materials and a new role for microalloyed steels. Materials Science Forum. 2009;500-501:471-80.
- [3] Han BQ, Yue S. Processing of ultrafine ferrite steels. Journal of Materials Processing Technology. 2003;136:100-4.
- [4] Song R, Ponge D, Raabe D, Speer JG, Matlock DK. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. Materials Science and Engineering: A. 2006;441(1):1-17.
- [5] Tsuji N, Ueji R, Minamino Y, Saito Y. A new and simple process to obtain nano-structured bulk low-carbon steel with superior mechanical property. Scripta Materialia. 2002;46(4):305-10.
- [6] Sharifi EM, Kermanpur A, Karimzadeh F. The effect of thermomechanical processing on the microstructure and mechanical properties of the nanocrystalline TiNiCo shape memory alloy. Materials Science and Engineering: A. 2014;598:183-9.
- [7] Ueji R, Tsuji N, Minamino Y, Koizumi Y. Ultragrid refinement of plain low carbon steel by cold-rolling and annealing of martensite. Acta Materialia. 2002;50:4177-89.
- [8] Mirzadeh H, Alibeyki M, Najafi M. Unraveling the initial microstructure effects on mechanical properties and work-hardening capacity of dual-phase steel. Metallurgical Transactions A. 2017;48:4565-73.
- [9] Lv Z, Sun SH, Wang ZH, Qv MG, Jiang P, Fu WT. Effect of alloying elements addition on coarsening behavior of pearlitic cementite particles after severe cold rolling and annealing. Materials Science and Engineering: A. 2008;489(1):107-12.
- [10] Najafi M, Mirzadeh H, Alibeyki M. Toward unravelling the mechanisms responsible for the formation of ultrafine grained microstructure during tempering of cold rolled martensite. Materials Science and Engineering A 2016;670:252-5.

فولاد با جلوگیری از تبلور مجدد و رشد دانه‌ها موجب ایجاد ساختاری ریزدانه شده است (شکل ۶) که نتیجه آن دستیابی به ترکیبی از استحکام و انعطاف‌پذیری مناسب است.



شکل ۶. منحنی تنش - کرنش مهندسی پس از آنیل برای نمونه: (الف) بدون نایوبیم، (ب) نایوبیم‌دار.

۴. نتیجه‌گیری

در این پژوهش تأثیر افزودن نایوبیم و دمای آستینیتی بر فرآیند مارتنتزیتی فولادی کم کربن بررسی شده است. نتایج حاصل از بررسی‌های ریزساختاری، سختی‌سنجی و آزمون کشش به شرح زیر هستند:

۱- نمونه‌های نورد داغ شده، ریزساختار فریتی - پرلیتی با دانه‌های هم محور از خود نشان دادند که افزودن نایوبیم ریزدانگی را در پی داشت. سختی و استحکام نمونه‌ها نیز با افزودن نایوبیم بهبود یافت به گونه‌ای که نمونه حاوی نایوبیم نسبت به نمونه بدون نایوبیم حدود ۲۰ درصد سخت‌تر و استحکام تسلیم و استحکام کششی آن نیز حدود ۱۵ درصد بیشتر بود.

۲- کوئنچ نمونه‌های آستینیتی شده موجب تشکیل فاز مارتنتزیت به همراه مقدار کمی فریت ویدمن اشتاتن در فولاد گردیده که در نمونه نایوبیم‌دار سختی با افزایش دمای آستینیتی از ۹۰۰ تا ۱۲۰۰ °C افزایش یافته اما در نمونه بدون نایوبیم افزایش دما موجب کاهش سختی شده است. علت این موضوع می‌تواند تفاوت در دماهای انحلال سمنتیت و کاربونیترید نایوبیم باشد. با افزایش دما، کاربونیتریدهای نایوبیم بیشتری حل می‌شود که نتیجه آن کربن محلول بیشتر برای دگرگونی مارتنتزیتی فار آستینیت است. اما سمنتیت در دماهای پایین حل شده و افزایش دمای بیشتر صرفاً موجب درشت‌تر شدن آستینیت می‌گردد که

- [11] Mohrbacher H. Strategies for producing dual phase steel using niobium microalloying. In: T'11 M, editor. Materials Science and Technology Conference and Exhibition 2011; October 16-20 Ohio, USA: MTS & T'11; 2011.
- [12] Lan HF, Liu WJ, Liu XH. Ultrafine ferrite grains produced by tempering cold-rolled martensite in low carbon and microalloyed steels. *ISIJ International*. 2007;47:1652-7.
- [13] Rao MP, Sarma VS, Sankaran S. Development of high strength and ductile ultra fine grained dual phase steel with nano sized carbide precipitates in a V-Nb microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*. 2013;568:171-5.
- [14] Malekjani S, Timokhina IB, Sabirov I, Hodgson PD. Deformation behaviour of ultrafine grained steel produced by cold rolling of martensite. *Canadian Metallurgical Quarterly*. 2009;48:229-36.
- [۱۵] نریمانی راد نسیم. تأثیر مقدار ناپوییم بر خواص مکانیکی و ریزساختار حاصل از تغییر شکل شدید مارتزیت کم کربن. پایان نامه کارشناسی ارشد. دانشگاه آزاد اسلامی، واحد علوم و تحقیقات، تهران، ایران. ۱۳۹۷.
- [16] Jonas JJ, Weiss I. Effect of precipitation on recrystallization in microalloyed steels. *Metal Science*. 1979;13(3-4):238-45.
- [17] Akben MG, Weiss I, Jonas JJ. Dynamic precipitation and solute hardening in A V microalloyed steel and two Nb steels containing high levels of Mn. *Acta Metallurgica*. 1981;29(1):111-21.
- [18] Kwon O, DeArdo AJ. Interactions between recrystallization and precipitation in hot-deformed microalloyed steels. *Acta Metallurgica et Materialia*. 1991;39(4):529-38.
- [19] Luton MJ, Dorvel R, Petkovic RA. Interaction between deformation, recrystallization and precipitation in niobium steels. *Metallurgical Transactions A*. 1980;11:411-20.
- [20] Robiller G, Meyer L. Recrystallization and grain growth multi-phase and particle containing materials. In: Hansen N, Jones A.N, T L, editors. 1st Riso International Symposium on Metallurgy and Materials Science; 8-12 september; Riso National Laboratory, Roskilde, Denmark: Danmarks Tekniske Universitet, Risø Nationallaboratoriet for Bæredygtig Energi; 1980. p. 311.
- [21] Taitto K, Fitzsimons G, DeArdo AJ. The effect of dynamic precipitation and recrystallization on the hot flow behavior of a Nb-V microalloyed steel. *Acta Metallurgica*. 1983;31(8):1159-68.
- [22] DeArdo AJ, Hua M, Garcia CI. Basic metallurgy of modern niobium steels. In: TMS, editor. International Symposium on Niobium Microalloyed Sheet Steel for Automotive Applications; December 5 - 8; Araxa, Brazil. TMS; 2005. p. 499-549.
- [23] LeBon AB, de Saint-Martin LN. Using laboratory simulations to improve rolling schedules and equipment. In proceedings of the international symposium on high-strength, low-alloy steels. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 90-9.
- [24] Mangonon PL, Heitmann WE. Subgrain and precipitation strengthening effects in hot-rolled columbium-bearing steels. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 59-70.
- [25] Kozasu I, Ouchi C, Sampei T, Okita T. Hot rolling as a high temperature thermo-mechanical process. In: Union Carbide Corporatio MD, editor. International Symposium on High-strength, Low-alloy Steels (Microalloying 75); October 1-3; Washington D.C., USA: ASM; 1975. p. 120-34.
- [26] Sekine H, Maruyama T. Retardation of recrystallization of austenite during hot-rolling in Nb-containing low-C steels. *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan*. 1976;16:427-36.
- [27] Shaughnessy RN, Witty RW, Ackert RJ, inventors; Algoma Steel Corp Ltd, assignee. Method for the production of high strength notch tough steel1973.
- [28] Heitmann WE, Oakwood TG, Gray JM, Wilson WG. An economical alternative to control-rolled plate for pipe allocations. 13th Annual Conference of Metallurgists; August 25-28; Toronto, Ontario, Canada: MetSoc of CIM; 1974.
- [29] McCutcheon DB, Trumper TW, Embury JD. Controlled rolling of acicular ferrite plate. *Journée Internationale de Sidérurgie*; October 4; Paris, France1974.
- [30] Ueji R, Tsuji N, Minamino Y, Koizumi Y. Effect of rolling reduction on ultrafine grained structure and mechanical properties of low-carbon steel thermomechanically processed from martensite starting structure. *Science and Technology of Advanced Materials*. 2004;5(1-2):153-62.
- [31] Tianfu J, Yuwei G, Guiying Q, Qun L, Wang TS, Wei W, et al. Nanocrystalline steel processed by severe rolling of lath martensite. *Materials Science and Engineering: A*. 2006;432:216-20.
- [32] Krauss G. Steels: Processing, Structure, and Performance. Ohio: ASM International; 2005.