

## توليد فولاد زنگ نزن آستيني ۳۱۶L نانو ساختار توسط عمليات ترمومکانیکی پيشرفته

مصطفی اسکندری<sup>۱</sup>، احمد کرمانپور<sup>۲</sup>، عباس نجفی زاده<sup>۳</sup>

### چکیده

در پژوهش حاضر شرایط لازم برای دستیابی به ساختار دانه بندی نانو برای فولادزنگ نزن آستینی ۳۱۶L به کمک عمليات ترمومکانیکی پيشرفته مورد بررسی قرار گرفته است. این عمليات شامل مجموعه‌ای از فرایندهای نورد سرد و آنیل بوده است. به منظور کاهش اندازه دانه اولیه فولاد به کمک عمليات نورد داغ آستینیت، اندازه دانه ها تا  $18 \mu\text{m}$  کاهش داده شد. سپس برای انجام استحاله آستینیت به مارتنزیت، عمليات نورد سرد به میزان 90% کاهش ضخامت انجام گردید. استحاله بازگشت مارتنزیت به آستینیت، توسط عمليات آنیل در دماهای  $600^\circ\text{C}$  تا  $750^\circ\text{C}$  و زمانهای متفاوت انجام گرفت. اندازه گیری مارتنزیت تولید شده به کمک دستگاه فریتوسکوپ و بررسی های ریز ساختاری توسط میکروسکوپ های نوری و الکترونی روبشی (SEM) و نرم افزار Clemex انجام شد. نتایج این پژوهش نشان داد که عمليات آنیل به مدت ۵ دقیقه منجر به تولید دانه های با اندازه  $300\text{ nm}$ – $100\text{ nm}$  می گردد. با افزایش زمان آنیل تا ۲۰ دقیقه، دانه ها به میزان قابل ملاحظه ای رشد خواهند کرد.

### کلمات کلیدی

عمليات ترمومکانیکی، فولاد زنگ نزن ۳۱۶L، اندازه دانه نانو، نورد سرد، آنیل

### مقدمه

1- دانشجوی کارشناسی ارشد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

2- استادیار، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

3- استاد، دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان

فولادهای زنگ نزن آستنیتی نقطه تسلیم نسبتاً پایینی دارند اما به دلیل شکل پذیری عالی و مقاومت به خوردگی خوب به طور گسترده در صنعت مورد استفاده قرار می گیرند. علاقمندی و تحقیقات زیادی بر روی تولید نسل سوم فولادهای پیشرفته پر استحکام شامل فولادهای زنگ نزن به منظور حصول هم زمان استحکام و انعطاف پذیری با هدف کاهش وزن سازه ها در حال انجام است [1]. در میان مکانیزم های استحکام دهی ریز کردن دانه ها تنها روشی است که منجر به بهبود هم زمان استحکام و انعطاف پذیری می شود [2]. اما نکته مهم در کاهش اندازه دانه ها در خصوص فولادهای زنگ نزن عدم آسیب پذیری بر مقاومت خوردگی است که هدف اصلی استفاده از این فولادهاست. آقای DI Schino در تحقیقات خود بر روی تأثیر ریز کردن دانه ها بر مقاومت بخوردگی فولاد ۳۰۴ نشان داد که با کاهش اندازه دانه ها، مقاومت به خوردگی عمومی فولاد فوق ریز دانه قدری کاهش می یابد، اما نرخ خوردگی بین دانه ای (Intergranular) کاهش و همچنین مقاومت در برابر خوردگی حفره ای افزایش می یابد [3]. آستنیت در گونه هایی از فولادهای زنگ نزن گروه ۳۰۰ به صورت نیمه پایدار است و تحت عملیات تغییر فرم سرد زیر دمای  $M_d$  به راحتی به مارتنزیت تبدیل می شود. میزان مارتنزیت تولید شده تابع عواملی نظیر کرنش، نرخ کرنش، مسیر کرنش، اندازه دانه اولیه، دمای تغییر فرم و ... است. اما در گونه های پایدارتر نظیر فولادهای ۳۲۱ و ۳۱۶، آستنیت پایدارتر بوده و به منظور تبدیل آن به مارتنزیت، دانسیته ابتدایی نابجایی ها و دمای تغییر فرم سرد نقش ویژه ای در این تبدیل دارند. با قرارگیری مارتنزیت در دماهای آنیل، بازگشت مارتنزیت به آستنیت رخ می دهد و منجر به ریز دانگی می شود [2,4]. اکثر تحقیقات موجود بر روی فولادهایی با آستنیت پایدار به منظور تبدیل آستنیت به مارتنزیت و نهایتاً تولید فولاد نانو/ فوق ریز دانه شامل تغییر فرم سرد عمدتاً کشش در دماهای زیر صفر نظیر نیتروژن مایع بوده است [5-7].

هدف از پژوهش حاضر تولید مارتنزیت تبدیل یافته ناشی از کرنش توسط عملیات نورد سرد در دماهای نه چندان پایین و در ادامه عملیات آنیل و تولید فولاد زنگ نزن ۳۱۶ فوق ریز دانه/ نانو می باشد.

### مواد و روش تحقیق

ترکیب شیمیایی فولاد ۳۱۶ L در جدول ۱ آمده است. به منظور کاهش اندازه دانه اولیه فولاد عملیات نورد داغ مطابق شرایط نشان داده شده در جدول ۲ انجام گرفت و سپس به منظور تکمیل فرآیند تبلور مجدد عملیات آنیل در دمای  $1050^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳ دقیقه صورت پذیرفت.

جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن AISI 316L (درصد وزنی).

Fe	C	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Al	Cu
66.1	0.009	0.36	1.54	11.4	18.2	1.68	0.0062	0.29

Nb	Ti	V	S	P
0.003	0.08	0.14	0.03	0.03

جدول ۲. شرايط ترموميکانیکال مورد استفاده در کار حاضر.

شماره پاس	$\epsilon$	$\dot{\epsilon}$ ( $s^{-1}$ )	دما ( $^{\circ}C$ )
1	0.13	1.2	1200
2	0.13	1.2	1100
3	0.13	1.2	1010
گرمایش مجدد در دمای $1200^{\circ}C$ به مدت ۲ دقیقه			
4	0.2	1.2	1200
5	0.2	1.2	1020

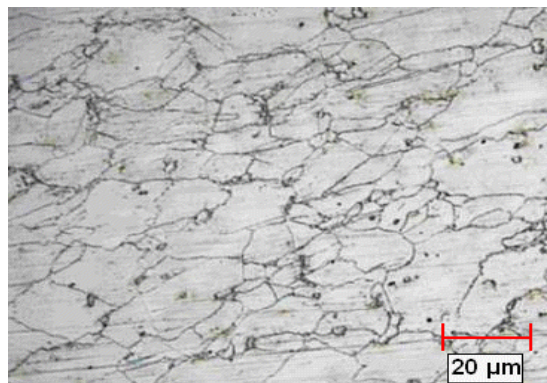
در ادامه نمونه ها در دمای  $250^{\circ}C$  به مدت ۱۰ دقیقه حرارت داده شدند و سپس در محلول الکل و یخ با دمای  $10^{\circ}C$  - سریع سرد شدند. سپس برای انجام استحاله آستنیت به مارتنزیت، عملیات نورد سرد به میزان ۹۰٪ کاهش ضخامت تحت نرخ کرنش  $2 s^{-1}$  و در دمای صفر درجه سانتیگراد انجام گرفت. استحاله بازگشت مارتنزیت به آستنیت، توسط عملیات آنیل در دماهای  $600, 700, 750^{\circ}C$  و زمانهای ۲-۳۰ دقیقه انجام گرفت. بررسی های ریز ساختاری توسط میکروسکوپ های نوری و الکترونی روبشی (SEM) و نرم افزار Clemex انجام شد.

#### یافته ها

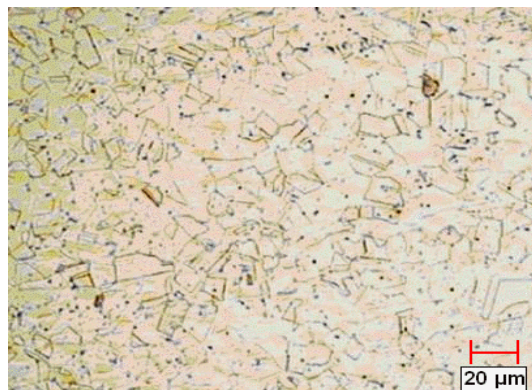
ریز ساختار اولیه فولاد قبل عملیات نورد داغ در شکل ۱ آمده است. در این حالت اندازه دانه ساختار  $36 \mu m$  می باشد. در شکل ۲ ریز ساختار بعد از عملیات نورد داغ و در شکل ۳ بعد از عملیات آنیل نشان داده شده است. میزان مارتنزیت تشکیل شده به ازای ۹۰٪ کاهش ضخامت در حدود ۶۰ درصد می باشد. همچنین نمودار سختی بر حسب کاهش ضخامت در شکل ۴ آمده است.



شکل ۱. ریز ساختار اولیه فولاد زنگ نزن ۳۱۶.



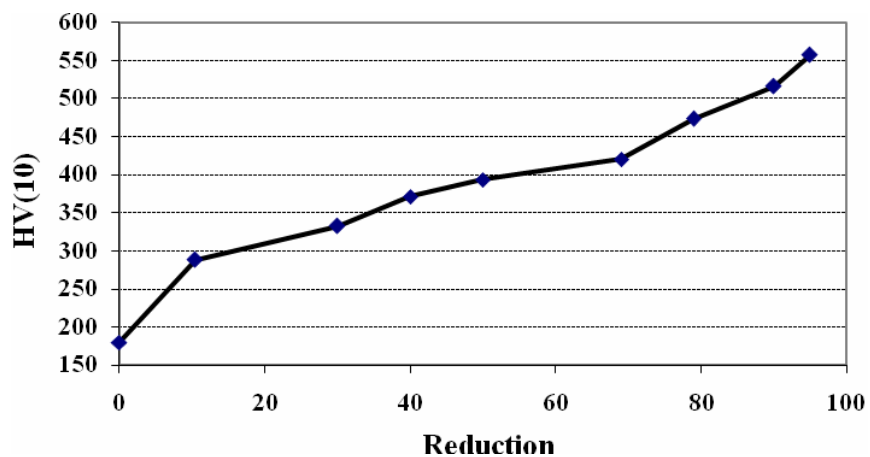
شکل ۲. ریز ساختار فولاد زنگ نزن ۳۱۶ بعد از عملیات نورد داغ.



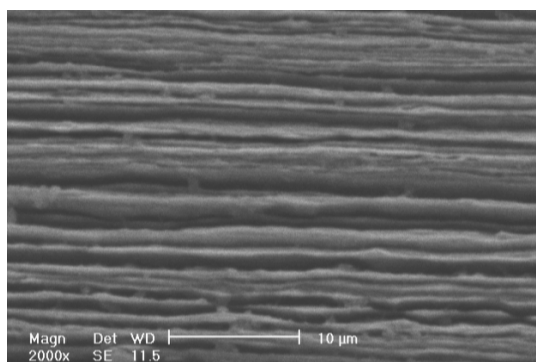
شکل ۳. ریز ساختار فولاد زنگ نزن ۳۱۶ آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ °C به مدت ۳ دقیقه بعد از عملیات نورد داغ.

تصویر میکروسکوپ الکترونی SEM نمونه نورد سرد شده به میزان ۹۰ درصد در شکل ۵ و ریز ساختارهای آنیل شده در دمای ۶۰۰ °C و زمانهای متفاوت در شکل ۶ آمده است. نمودار میزان سختی در دماهای مختلف آنیل با گذشت زمان در شکل ۷ آمده است. همچنین نمودار میزان درصد مارتنزیت با گذشت زمان آنیل در

دماهای مختلف در شکل ۸ نشان داده شده است. همانگونه که مشخص است با افزایش دمای آنیل نرخ بازگشت مارتنزیت به آستنیت افزایش یافته است. در شکل ۷ نیز تصویر میکروسکوپ نوری نمونه آنیل شده در دمای  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه حاوی مناطق آستنیت تبدیل نشده نشان داده شده است. اندازه دانه ها در این مناطق در حدود  $1\text{ }\mu\text{m}$  می باشد.

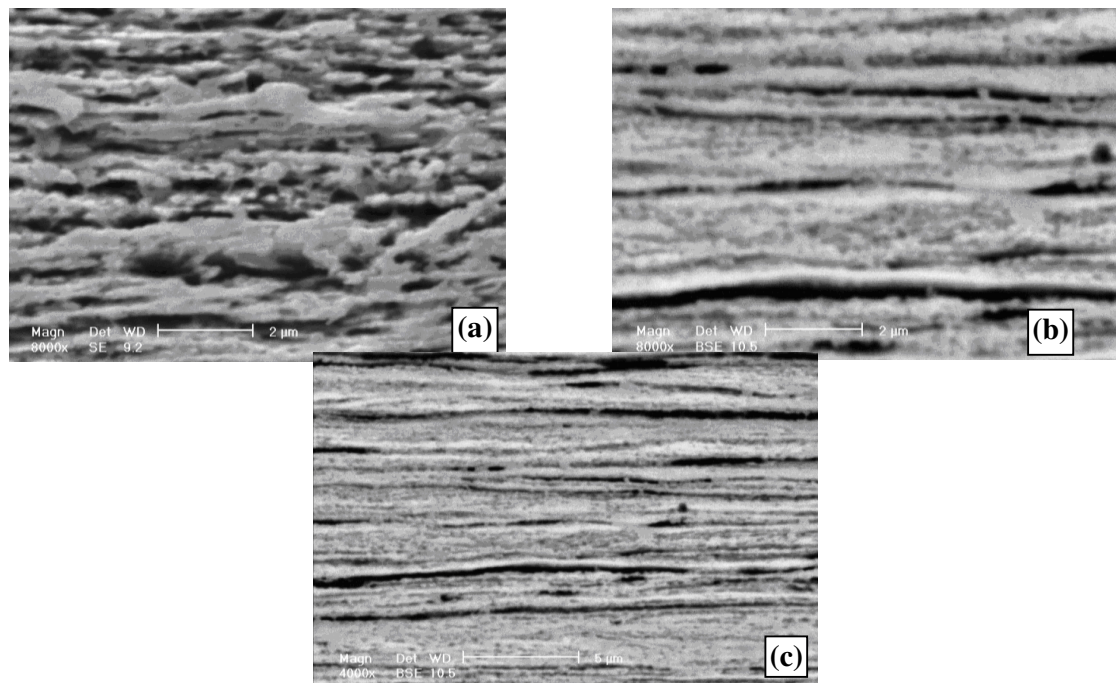


شکل ۴. نمودار میزان سختی بر حسب کاهش ضخامت نمونه نورد سرد شده.



شکل ۵. ریز ساختار میکروسکوپ الکترونی SEM حالت نورد سرد شده به میزان ۹۰٪.

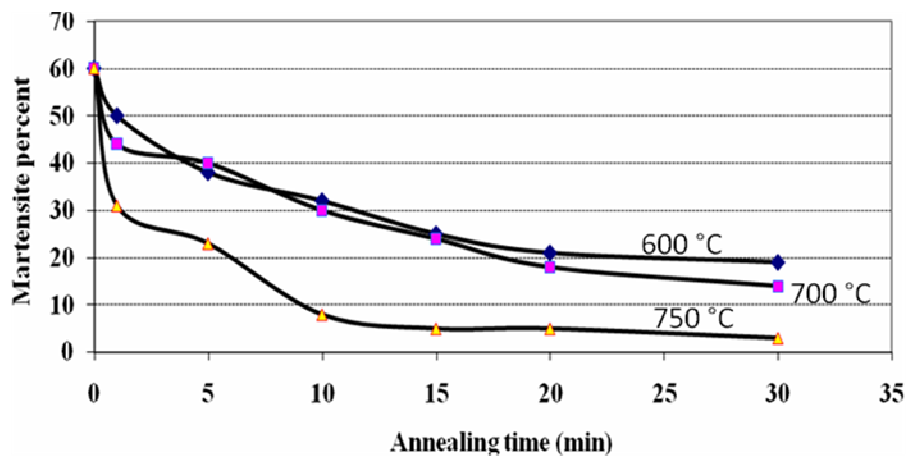
تولید فولاد زنگ نزن ...



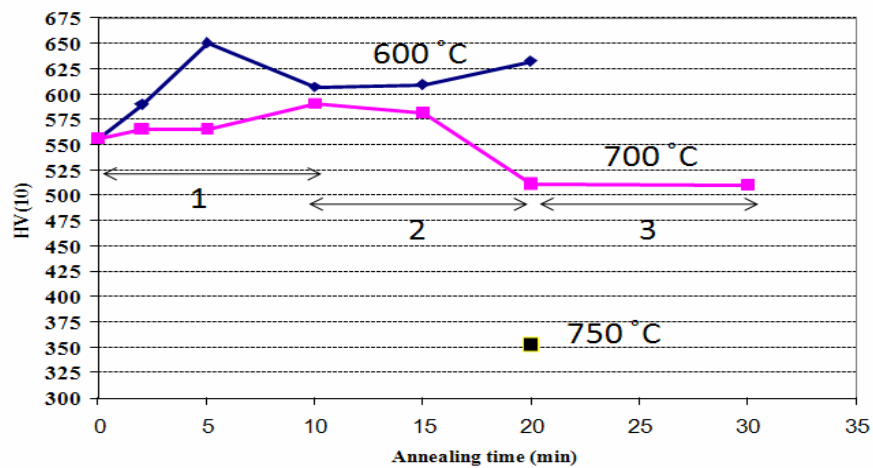
شکل ۶. تصویر SEM نمونه های آنیل شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و (a) ۵ دقیقه، (b) ۱۵ دقیقه، (c) ۲۰ دقیقه.



شکل ۷. ریز ساختار نوری نمونه آنیل شده در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه.



شکل 8. درصد مارتنزیت با گذشت زمان آتیل در دمای مختلف.



شکل 9. نمودار سختی در دماهای 600، 700 °C به ازای زمان های مختلف.

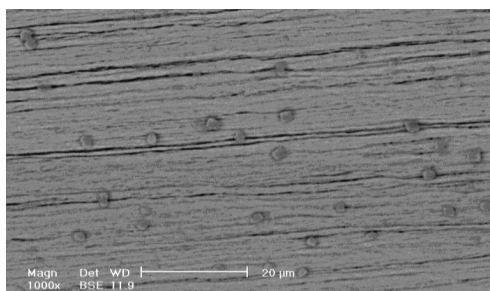
## بحث

میزان ریز شدن اندازه دانه ها در فولاد های فوق ریزدانه/نانو به روش ترمومکانیکال پیشرفته وابسته به کسر اولیه مارتنزیت تشکیل شده ناشی از کرنش دارد. با افزایش این کسر علاوه بر کاهش متوسط اندازه دانه ها در

عملیات آنیل، ساختار همگن تری نیز بدست خواهد آمد. با توجه به کسر مارتنزیت تولید شده ۶۰ درصد تحت شرایط این آزمایش، چنانچه بازگشت مارتنزیت کامل رخ دهد، به میزان کسر اولیه مارتنزیت تشکیل یافته، ساختار نانو/فوق ریزدانه تولید می شود. در مناطق آستنیت باقیمانده (تبدیل نشده)، چنانچه شرایط دمایی آنیل مناسب باشد، می تواند فرآیند تبلور مجدد معمولی در آن رخ دهد و اندازه دانه این مناطق نیز کوچکتر شود (شکل ۷).

همانگونه که در شکل ۳ مشخص است اندازه دانه ها در اثر فرآیند تبلور مجدد دینامیکی حین نورد داغ و تبلور مجدد استاتیکی پس از آنیل تا  $18 \mu\text{m}$  کاهش یافته است. هدف از این کار کاهش اندازه دانه اولیه و در نتیجه امکان سهولت بیشتر به منظور دستیابی به ساختاری فوق ریز دانه/نانو می باشد. میزان مارتنزیت تشکیل شده در دمای صفر درجه سانتیگراد با توجه به پایداری آستنیت مقدار قابل توجهی است. برای تولید کسر بالای مارتنزیت در دماهای نه چندان پائین، استفاده از نرخ کرنش های بالا امری ضروری است و این در حالی است که بایستی از ایجاد گرمای آدیاباتیک تولید شده در حین نورد جلوگیری نمود. در غیر اینصورت افزایش نرخ کرنش اثر معکوسی بر میزان مارتنزیت تولیدی خواهد داشت.

نمونه آنیل شده در دمای  $600^\circ\text{C}$  به مدت ۵ دقیقه پس از نورد سرد (شکل ۶a) شامل تعدادی جوانه با ابعاد  $150-100 \text{ nm}$  می باشد که به دلیل میزان بسیار کم کربن و تشکیل کمتر و دیر هنگام کاربرد این جوانه ها سریعاً رشد کرده اند. با افزایش زمان آنیل تا ۱۵ دقیقه (شکل ۶b)، متوسط اندازه دانه ها بین  $350-150 \text{ nm}$  نانومتر می گردد که نسبت به زمان ۵ دقیقه رشد کرده و تقریباً دو برابر شده اند. همچنین میزان کاربیدهای تشکیل یافته نسبت به نمونه ۵ دقیقه آنیل شده افزایش یافته است (شکل ۱۰).



شکل ۱۰. کاربرد های تشکیل یافته و رشد کرده با ابعاد  $3-4 \mu\text{m}$  در دمای  $600^\circ\text{C}$  به مدت ۱۵ دقیقه.

اندازه دانه ها برای نمونه آنیل شده به مدت ۲۰ دقیقه (شکل ۶c) تغییرات نا محسوسی نسبت به نمونه ۱۵ دقیقه آنیل دارد که علت آن را شاید بتوان به تشکیل کاربیدها و جلوگیری از رشد دانه ها نسبت داد.

در دماهای پایین آنیل دانه های آستنیت بازگشتی کوچکتر و حاوی دانسیته بالاتری از نابعجایی های درون دانه نسبت به دماهای بالاتر آنیل است [8,9]. به همین دلیل در شکل ۹ سختی نمونه ها در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  آنیل نسبت به  $600^{\circ}\text{C}$  کمتر است. همچنین در دمای آنیل  $750^{\circ}\text{C}$  و زمان ۲۰ دقیقه سختی شدیداً افت می کند. میزان مارتنزیت اندازه گیری شده در این حالت ۵ درصد است. در دماهای بالاتر آنیل علاوه بر اینکه نرخ بازگشت آستنیت افزایش می یابد، نرخ رشد دانه ها نیز با سرعت بیشتری انجام می گیرد. در این حالت نرخ رشد دانه ها و نرخ بازگشت آستنیت در بازه های زمانی متفاوت آنیل رقابتی شده و سبب ایجاد شیب های متفاوت در نمودار سختی می گردد.

همانگونه که در شکل ۹ مشخص است، در دمای  $700^{\circ}\text{C}$  سه منطقه با شیب های متفاوت قابل تفکیک است. در منطقه ۱ شیب مثبت و سختی در حال افزایش است. در این حالت به نظر می رسد نرخ بازگشت آستنیت مکانیزم غالب باشد. در منطقه ۲ شیب معکوس شده و سختی به سرعت کاهش می یابد که احتمالاً مکانیزم نرخ رشد دانه ها غالب می گردد. در منطقه ۳ وضعیت به گونه متفاوت از دو منطقه قبل می شود و شیب نمودار تقریباً صفر شده و سختی ثابت می شود. در این حالت نرخ رشد دانه ها و نرخ بازگشت آستنیت برابر می شوند. به عبارت دیگر همزمان با درشت شدن دانه ها و اثرات معکوس آن بر سختی، دانه های جدید آستنیت که حاوی دانسیته بالا ای از نابعجایی اند، متبلور می شوند و این کاهش سختی را جبران می کنند. این روند برای نمودار  $600^{\circ}\text{C}$  نیز قابل مشاهده است و تصاویر SEM نشان داده شده در شکل ۶ نیز مطلب فوق را تأیید می کنند. تنها تفاوت روند شیب نمودار سختی برای دماهای  $700^{\circ}\text{C}$  و  $600^{\circ}\text{C}$ ، وقوع این مناطق در فواصل زمانی متفاوت آنیل است. نکته مهم که بایستی به آن توجه شود نقش عناصر مختلف مخصوصاً کربن در تشکیل میزان و نرخ کاربید های تولیدی در حین آنیل و اثرات آنها در جلوگیری از رشد دانه هاست. به دلیل کربن بسیار پایین فولاد L ۳۱۶ انتظار می رود کاربید های کمی تشکیل شود. اما در مورد فولاد های حاوی کربن زیاد و به دلیل افزایش کسر کاربید های تشکیل یافته در محدوده دمای آنیل و اثرات آنها در کاهش نرخ رشد دانه ها، انتظار می رود روند شیب نمودار سختی بر حسب زمان آنیل توضیح داده شده در فوق متفاوت گردد. قابل ذکر است تجربه نویسنده در مورد فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۰۱ که حاوی عناصر تشکیل دهنده قوی کاربید زا بود، مطلب فوق را تأیید کرده است.

### نتیجه گیری

۱- در اثر نورد سرد به میزان ۹۰٪ تحت شرایط موجود آزمایش، مارتنزیت به میزان ۶۰٪ تشکیل می گردد.

- ۲- با افزایش نرخ کرنش حین عملیات نورد سرد، چنانچه از گرمای آدیاباتیک جلوگیری گردد کسرمارتنزیت تبدیل یافته افزایش می یابد.
- ۳- چنانچه عملیات نورد سرد در دماهای نه چندان پائین انجام گیرد بایستی از نرخ کرنش های بالا به منظور افزایش کسرمارتنزیت استفاده نمود.
- ۴- عملیات آنیل در دمای  $600^{\circ}\text{C}$  و زمان ۵ دقیقه منجر به تولید دانه های با ابعاد  $100-300\text{nm}$  می گردد و بعد از این زمان تا ۱۵ دقیقه از زمان آنیل، دانه ها رشد قابل ملاحظه ای می کنند.
- ۵- در دمای آنیل بالاتر، سختی نمونه ها کمتر از دماهای آنیل پایین تر است که نشان دهنده رشد سریعتر دانه هاست. همچنین در هنگام آنیل نرخ رشد دانه ها و نرخ بازگشت آستنیت رقابتی می شود و در برهه های زمانی متفاوت از آنیل سبب بروز شیب های متفاوت در نمودار سختی بر حسب زمان آنیل می شود.

### سپاسگزاری

نویسندگان مقاله از حمایت های مالی ستاد فناوری نانو ریاست جمهوری سپاسگزاری می نمایند.

### مراجع

- [1] N. Nakada, N. Hirakawa, T. Tsuchiyama, "Grain refinement of nickel-free high nitrogen austenitic stainless steel by reversion of eutectoid structure", *Scripta Materialia* 57 (2007) 153–156.
- [2] Song, R., Ponge, D., Raabe, D., Speer, J. G., Matlock, D. K, "Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels", *Materials Science and Engineering A*, Vol. 441, pp. 1-17, 2006.
- [3] DI Schino, A., and kenny, J.M.,2002, "Effects of the grain size on the corrosion behavior of refined AISI 304 austenitic stainless steels". *Journal of materials Science letters* 21 , PP.1631-1634.
- [4] Yunqing Ma, Jae-Eun Jin, Young-Kook Lee , "A repetitive thermomechanical process to produce nano-crystalline in a metastable austenitic steel", *Scripta Materialia* 52 (2005) 1311–1315.
- [5] X.H. Chen, J. Lu, L. Lu, "Tensile properties of a nanocrystalline 316L austenitic stainless steel", *Scripta Materialia*, volume 52, issue 10, May 2005, Pages 1039-1044.
- [6] M.Shimojo. T.Inamura, "formation of nanosized martensite particles in stainless steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, volume 32A, February 2001-261.
- [7] R.D.K. Misra,a, B. Ravi Kumar,a M. Somani, "Deformation processes during tensile straining of ultrafine/nanograined structures formed by reversion in metastable austenitic steels", *Scripta Materialia* 59 (2008) 79–82.

[8] Tomimura , K., Takaki, S., and Tokunaga Y.,1991, "Reversion mechanism from deformation inuced martensite to Austenite in metastable austenitic stainless Steels", ISIJ international , vol. 31 ,No. 12 , PP.1431 -1437 .

[9] D.L. Johannsen; " Influence of Annealing Treatment on the Formation of Nano/Submicron Grain Size AISI 301 Austenitic", University of Texas.

## Abstract

M. Eskandari<sup>1</sup>, A. kermanpur<sup>2</sup>, A.Najafizadeh<sup>3</sup>

1-Farzad\_eskandary@yahoo.com

2- ahmad\_k@cc.iut.ac.ir

3- a-najafi@cc.iut.ac.ir

Keywords: Nano grains; Thermomechanical; Cold work; Anneal

**In this work necessary conditions to achieve nano structure in austenitic stainless steel 316L were investigated. The initial grains size was reduced from 36  $\mu\text{m}$  to 18  $\mu\text{m}$  by hot rolling to facilitate effective grain refinement. To obtain a nano structure, thermomechanical process consisting of 90 pct cold rolling and subsequent annealing from 600 °C to ۷۵۰ °C for varying times, were used. Nano grains of about 100-300 nm were obtained when annealing took place at**

**600 °C for 5min and with increasing annealing time to 20 min significant grain growth took place.**

- 
- 1- Master Science, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology
  - 2- Associated professor, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology
  - 3- Professor, Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology