

# بررسی اثر افزودن نیوبیوم بر رفتار کارگرم فولاد زنگ نزن مارتنزیتی ۴۰۳ AISI

سعید علی اکبری ثانی\*<sup>۱</sup>، غلامرضا ابراهیمی<sup>۲</sup>

۱- دانشجوی دکترا، دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران.

۲- دانشیار، گروه مهندسی مواد و پلیمر، دانشکده مهندسی، دانشگاه حکیم سبزواری، سبزوار، ایران

Saas.mk@gmail.com

(تاریخ دریافت: ۹۳/۰۵/۱۲، تاریخ پذیرش: ۹۳/۰۷/۲۵)

## چکیده

با توجه به اثرات مهم عنصر نیوبیوم بر خواص نهایی فولادها، تحقیق حاضر به بررسی افزودن نیوبیوم بر رفتار کارگرم فولاد زنگ نزن مارتنزیتی ۴۰۳ AISI پرداخته است. بدین منظور دو فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb تحت آزمون‌های فشار گرم قرار گرفتند. نتایج منحنی‌های سیلان نشان می‌دهد که در تمام شرایط کارگرم فولاد ۴۰۳ و در بسیاری از شرایط در فولاد ۴۰۳Nb، پدیده تبلور مجدد دینامیکی (DRX)، کنترل کننده رفتار آلیاژها است. هرچند در فولاد ۴۰۳Nb و تنها در بعضی از شرایط دمای پایین، به واسطه حضور عنصر نیوبیوم و رسوبات کاربیدی آن و اندرکنش مابین آنها با تبلور مجدد، DRX متوقف شده است. با استفاده از نتایج آزمون رهایی تنش، پدیده رسوب‌دهی مورد بررسی قرار گرفت و مشخص شد که رسوبات توانایی به تعویق انداختن ترمیم را دارند. تصویر SEM و آنالیز EDS از رسوبات حضور کاربید نیوبیوم را اثبات کرد.

## واژه‌های کلیدی:

فولاد ۴۰۳ AISI، عملیات ترمومکانیکال، DRX، آزمون رهایی تنش، رسوبات کاربید نیوبیوم.

## ۱- مقدمه

در فولادهای HSLA به واسطه حضور عناصر میکروآلیاژی مانند Nb, V, Ti, ... که منجر به تولید رسوبات کاربیدی می‌شود به شدت بر روند تغییرات در حین عملیات ترمومکانیکال فولاد اثر گذاشته و خواص نهایی را به صورت چشمگیری بهبود می‌دهد. همانطور که رسوب‌گذاری در حین کارگرم فولادها از نظر علمی یک پدیده جالب توجه است، در مقیاس صنعتی نیز از اهمیت بالایی برخوردار می‌باشد [۲]. رسوبات با به تعویق انداختن تبلور مجدد (افزایش  $T_{nr}$ )، ممانعت از رشد دانه‌های آستنیت و همچنین با کاهش دمای استحاله آستنیت به فریت،

فولادهای زنگ نزن مارتنزیتی به واسطه حضور مقدار بالای کروم، خواص مقاومت به خوردگی مناسبی از خود نشان می‌دهند. این گرید از فولادها در پره‌های روتور و تیغه‌های کمپرسور مورد استفاده قرار می‌گیرند [۱]. حصول شکل نهایی در کنار خواص مطلوب این نوع از فولادها به اطلاعات دقیقی در مورد رفتار تغییرشکل آنها، به خصوص در دمای بالا نیاز دارد. کنترل پارامترهایی چون دما، نرخ کرنش، کرنش و ... بر روند تغییراتی مانند کارسختی، کارنرمی، تبلور مجدد، رسوب‌گذاری و ... به منظور دستیابی به خواص مطلوب ضروری است.

HSLA انجام شده و اثر پارامترهای شکل‌دهی بر مکانیزم‌های دمای بالا مورد دقت قرار گرفته و اصول و اساس آنها به خوبی استخراج شده است. هرچند در مورد اثر عناصر رسوب‌دهنده در سایر فولادها تحقیقات کمتری صورت گرفته شده است، اما بیان شده است [۱۲-۱۵] که افزودن عناصر رسوب‌دهنده موجب تغییر عملکرد ترمیم در سایر فولادها نیز شده است. به علاوه تحقیق مختصری بر روی اثر نیویوم بر کارگرم فولاد زنگ‌نزن مارتنزیتی صورت گرفت که نشان داد [۱۶] افزودن نیویوم می‌تواند از وقوع تبلور مجدد دینامیکی جلوگیری کند، اما تاکنون اطلاعات دقیقی درباره اثرات نیویوم بر کارگرم فولاد زنگ‌نزن مارتنزیتی گزارش نشده است.

هدف از این تحقیق مطالعه اثر عنصر نیویوم بر رفتار کارگرم یک فولاد زنگ‌نزن مارتنزیتی ۴۰۳ با استفاده از آزمون فشار گرم است. در این تحقیق ابتدا رفتار ترمومکانیکی دو فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb با یکدیگر مقایسه شد و در ادامه اثر رسوبات نیویوم با استفاده از آزمون‌های تنش مورد بحث و دقت قرار گرفت.

## ۲- روش تحقیق

جهت بررسی اثر نیویوم بر رفتار کارگرم فولاد ۴۰۳، دو فولاد از سری محصولات مجتمع فولاد اسفراین در دسترس قرار گرفت. ترکیب شیمیایی دو فولاد به روش اسپکترومتری اندازه‌گیری شد. در این تحقیق آلیاژ ۴۰۳ به عنوان فولاد شاهد و آلیاژ ۴۰۳Nb به عنوان فولاد نیویوم‌دار در نظر گرفته شدند. جهت بررسی رفتار کارگرم از آلیاژهای اولیه نمونه‌های استوانه‌ای فشار با ابعاد ۱۵ mm در ارتفاع و ۱۰ mm در قطر (نسبت ارتفاع به قطر ۳ به ۲) تهیه گردید و از دستگاه کشش-فشار از نوع Zwick - Roell با ظرفیت ۲۵ تن و مجهز به کوره مقاومتی با دقت ۵ °C به منظور عملیات ترمومکانیکال استفاده گردید.

عملیات پیش‌گرم برای آستنیت‌سازی کامل فولادها و نتیجتاً افزایش کارپذیری آنها استفاده می‌شود [۱۷-۱۸]، در این تحقیق دمای پیش‌گرم فولاد شاهد ۱۲۰۰ °C انتخاب شد [۱۹]. همچنین در فولادهایی که به واسطه عناصر آلیاژی مانند Nb, V, Ti...

موجب تشکیل دانه‌های ریز فریت در ریزساختار نهایی می‌شوند، به علاوه استحکام بخشی از طریق تشکیل رسوبات نیز موجب بروز خواص نهایی بالاتری می‌شوند [۳-۵]. از بین عناصر آلیاژی عنصر نیویوم (Nb) با دو اثر کشش اتم‌های حل شده (Solute Drag) و رسوب‌گذاری (Precipitation) بیشترین تاثیر را در بهبود خواص فولادها از خود نشان می‌دهد [۶]. رسوبات در حین شکل‌دهی در مناطق پرنرژی مانند نابجایی‌ها، مرزهای اصلی و فرعی، دوقلویی‌ها و باندهای برشی که به عنوان محل‌های مرجح رسوب‌دهی شناخته شده‌اند، ایجاد می‌شوند. پس از تشکیل رسوبات ریز نیویوم و با توجه به اثر کشش زرنر، شرایط قفل شدن مرزها و نتیجتاً ممانعت از توسعه تبلور مجدد (استاتیکی و دینامیکی) فراهم می‌شود [۷]. هرچند با گذشت زمان و درشت شدن رسوبات، اثر فوق‌الذکر کاهش یافته و شرایط گسترش تبلور مجدد مهیا می‌گردد [۸]. در بررسی کارگرم یک فولاد میکروآلیاژی در دمای ۱۰۰۰ °C گزارش شده است که اثر رسوب‌گذاری بر عدم گسترش تبلور مجدد در بازه زمانی ۳۰ الی ۳۰۰ ثانیه رخ می‌دهد [۹].

رسوب‌گذاری در حین کارگرم و اندرکنش آن با پدیده تبلور مجدد به شرایط تغییرشکل، و مخصوصاً دما حساس است. در شرایط دمایی پایین با توجه به پتانسیل بالای رسوب‌گذاری و کاهش نیرو محرکه تبلور مجدد، رسوبات تشکیل شده به صورت جدی مانع فعالیت فرآیندهای ترمیم می‌شوند. اما در دماهای بالاتر با به تعویق افتادن رسوب‌گذاری از طرفی و توسعه ترمیم از سوی دیگر، اثر رسوب‌گذاری کمرنگ می‌شود [۱۰]. روش‌های مختلفی جهت بررسی اثر رسوبات بر کارگرم فولادها ابداع شده است، استفاده از تکنیک‌های مستقیم جهت مشاهده و اندازه‌گیری مقدار، ترکیب و سائز رسوبات رایج است [۹]، اما تنها آزمون‌های مختلف ترمومکانیکی توانایی نمایش و تحلیل این اندرکنش را مهیا می‌سازند. آزمون‌های فشار گرم، تغییر شکل دومرحله‌ای، رهایی تنش از جمله مهمترین این روش‌ها هستند [۸-۹، ۱۱].

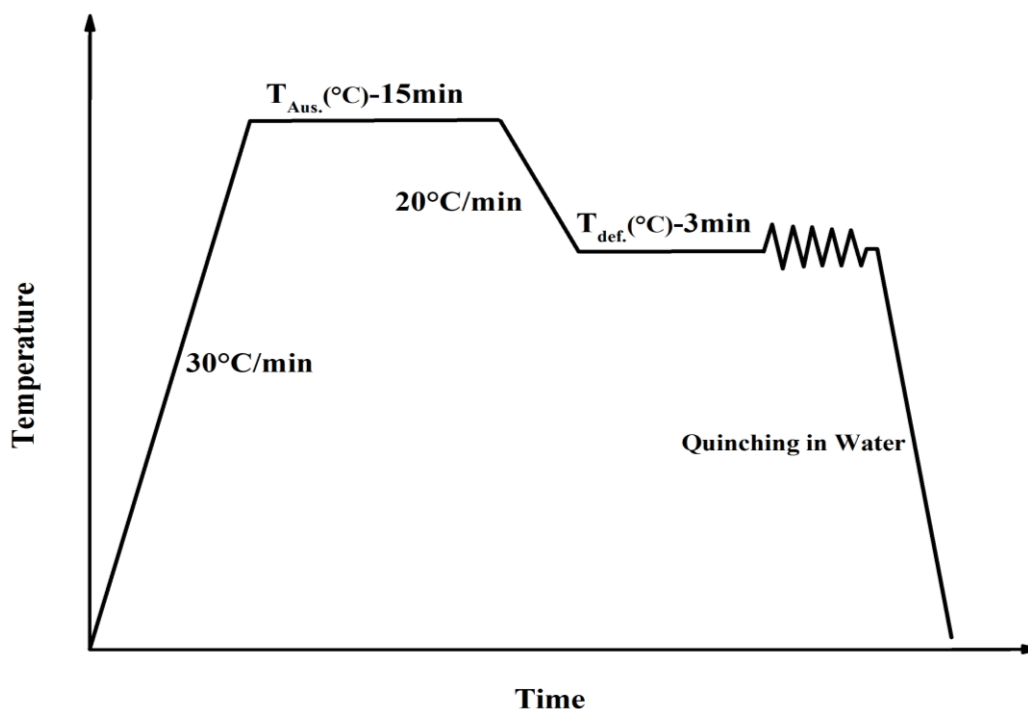
تاکنون تحقیقات زیادی در مورد رفتار کارگرم فولادهای

مدت ۱۵ min در این دما با سرعت  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا دمای شکل‌دهی سرد شده و پس از ۳ min نگهداری در این دما تا کرنش  $0/8$  تحت تغییرشکل قرار گرفتند. شرایط شکل‌دهی در  $4^{\circ}\text{C}$  (دما  $1200^{\circ}\text{C} - 900^{\circ}\text{C}$ ) و نرخ کرنش  $(1 \text{ sec}^{-1} - 4 \text{ sec}^{-1})$  (۰.۰۰۱) صورت پذیرفت. شماتیک عملیات کارگرم در شکل (۱) آورده شده است. لازم به ذکر است که جهت کاهش اصطکاک مابین نمونه و اجزاء درگیر دستگاه از ورقه‌های میکا استفاده گردید.

که به تشکیل رسوبات کاربیدی منجر می‌شود، دمای پیش‌گرم علاوه بر حصول آستنیت‌سازی به دمای انحلال این رسوبات نیز وابسته است [۲۰]. طبق روابط استخراج شده دمای انحلال رسوبات تابعی از ترکیب شیمیایی فولاد است. طبق رابطه زیر دمای انحلال رسوبات  $1524 \text{ K}$  محاسبه شد و از این رو دمای پیش‌گرم فولاد نیوبیوم‌دار  $1260^{\circ}\text{C}$  انتخاب گردید [۲۰].

$$\log [Nb][C] = 4.55 - 9350/T \quad (1)$$

جهت اعمال عملیات ترمومکانیکال، نمونه‌ها با سرعت  $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا  $30^{\circ}\text{C}$  دمای پیش‌گرم حرارت داده شدند و پس از نگهداری به



شکل (۱): شماتیک عملیات ترمومکانیکال

مکانیزم‌ها در تحولات ریزساختار، تمامی نمونه‌ها پس از شکل‌دهی بلافاصله در آب سرد کویچینگ شدند (کمتر از ۳ ثانیه). سرد کردن سریع نمونه‌ها منجر به تولید حجم بالایی از مارتنزیت در ریزساختار خواهد شد که از وضوح تصاویر خواهد کاست، بدین منظور از یک عملیات حرارتی تمپر میانی در شرایط دمایی  $600^{\circ}\text{C}$  و زمان ۳ ساعت جهت بازگشت استفاده شد. پس از تمپر میانی هر یک از نمونه‌ها در جهت ارتفاع مقطع خورده و در پس از قرارگیری در مانت گرم با سمباده‌های  $200$ ،

همچنین جهت بررسی دقیق‌تر اثر نیوبیوم بر رفتار کارگرم علاوه بر آزمون‌های فشار گرم، با استفاده از آزمون‌های رهایی تنش به مطالعه دقیق‌تر فرآیندهایی مانند ترمیم، رسوب‌دهی و اندرکنش آنها پرداخته شد. در این آزمون، نمونه‌ها پس از آستنیت‌سازی و رسیدن به دمای مورد نظر در نرخ کرنش  $0/1 \text{ sec}^{-1}$  و تا کرنش  $0/25$  تغییرشکل داده شد و سپس تحولات تنش با زمان توسط دستگاه جمع‌آوری گردید.

برای بررسی ریزساختار در شرایط کارگرم و عدم ورود سایر

۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰، ۱۵۰۰، ۲۰۰۰ و ۲۵۰۰ و سپس

با پولیش مکانیکی صیقل داده شد.

جدول (۱): ترکیب شیمیایی فولادهای مورد استفاده در این تحقیق (برحسب درصد وزنی)

فولاد	C	Cr	Ni	Mn	Si	S	P	Nb	Fe
۴۰۳	۰/۱۳	۱۲/۶۴	۰/۸۶	۰/۸۶	۰/۳۷	۰/۰۱	۰/۰۴	-	بقیه
۴۰۳Nb	۰/۱۲	۱۳/۵۷	۱/۰۴	۰/۸۲	۰/۴۱	۰/۰۱	۰/۰۲	۰/۲۲	بقیه

کرنش  $0.01 \text{ sec}^{-1}$  و  $0.1 \text{ sec}^{-1}$  اثری از افت تنش مشاهده نمی‌شود و سطح تنش در مقدار مشخصی ثابت باقی مانده است. به عبارت دیگر رفتار کارگرم فولاد نیویوم‌دار در بسیاری از شرایط شکل‌دهی با وقوع تبلور مجدد دینامیکی همراه بوده و تنها در چند حالت اثری از این پدیده وجود ندارد [۱۶، ۲۴].

محلول حکاکی مورد استفاده در این تحقیق شامل  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  ۳۵ gr و ۱۰ ml اسید کلرید و ۱۰۰ ml آب انتخاب شد [۲۱]. تصاویر نمونه‌ها توسط میکروسکوپ نوری مدل Olampuse X51 و همچنین میکروسکوپ روبشی الکترونی (SEM) مجهز به آنالیزور EDS تهیه شدند.

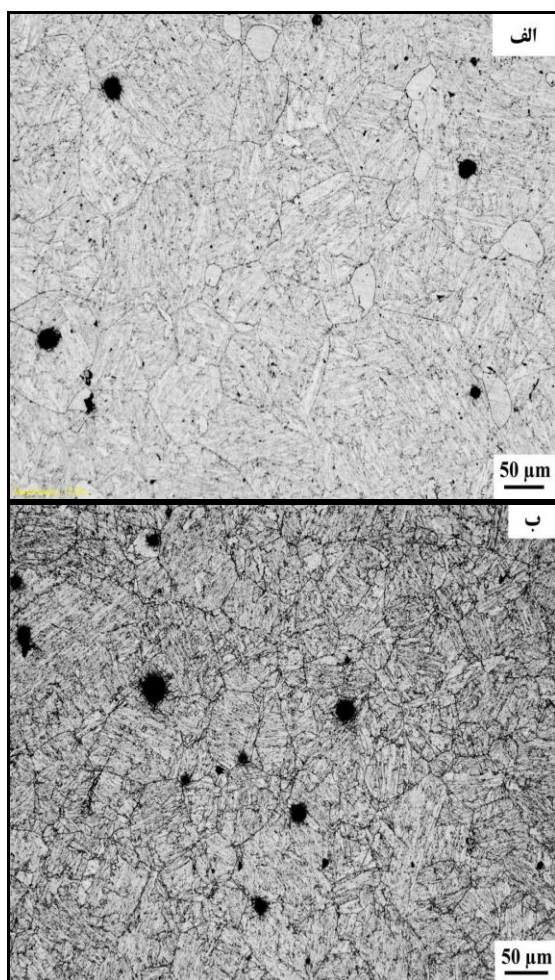
### ۳- نتایج و بحث

#### ۳-۱- آلیاژهای اولیه

ترکیب شیمیایی دو فولاد در جدول (۱) ذکر شده است. با توجه به مقدار ۰/۲۲ درصد وزنی عنصر نیویوم، فولاد ۴۰۳Nb جزء فولادهایی پرنیویوم دسته‌بندی می‌شود. همچنین تصاویر متالوگرافی از دو فولاد پس از عملیات پیش‌گرم در شکل (۲) آورده شده است، اندازه دانه‌ها در دو فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb به ترتیب حدود ۷۰ و ۴۰ میکرومتر اندازه‌گیری شد.

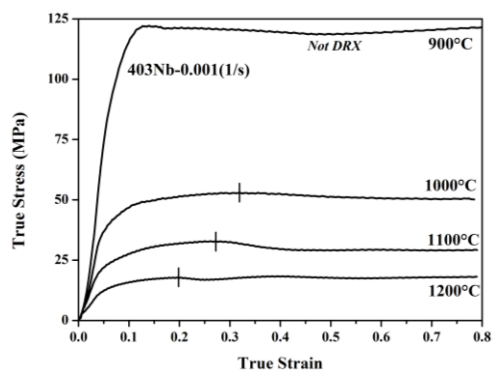
#### ۳-۲- منحنی‌های کارگرم

منحنی‌های تنش حقیقی - کرنش حقیقی دو فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb در شکل (۳) ارائه شده است. منحنی‌های مربوط به آلیاژ ۴۰۳ در تمامی شرایط همواره با افزایش تنش تا نقطه پیک و سپس افت تنش سیلان همراه است، این تغییرات معادل با وقوع و گسترش پدیده تبلور مجدد دینامیکی (DRX) در حین شکل‌دهی گرم این فولاد می‌باشد [۲۲-۲۳]. با دقت در منحنی‌های مرتبط به فولاد نیویوم‌دار (۴۰۳Nb) یک رفتار دوگانه مشاهده می‌گردد، به شکلی که در بسیاری از حالات شکل‌دهی تغییرات تنش سیلان با افت تنش همراه است و در چند حالت (دمای  $900^\circ\text{C}$  و  $4^\circ\text{C}$  نرخ کرنش و همچنین دمای  $1000^\circ\text{C}$  و دو نرخ

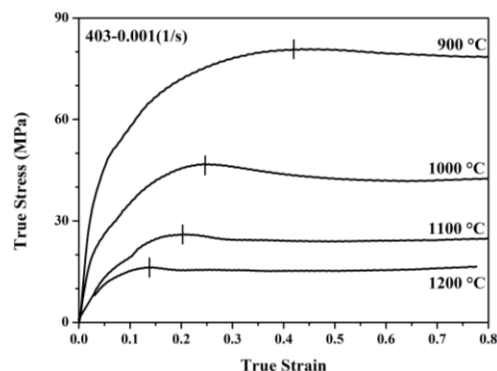


شکل (۲): تصاویر متالوگرافی پس از عملیات پیش‌گرم (الف): فولاد ۴۰۳ و

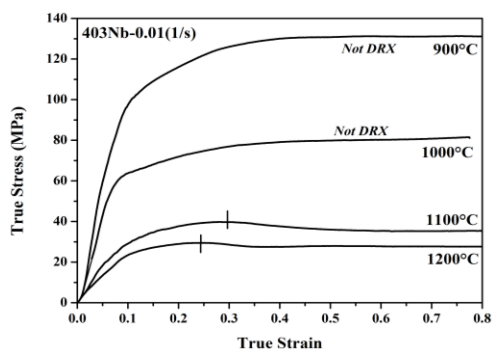
(ب): فولاد ۴۰۳Nb



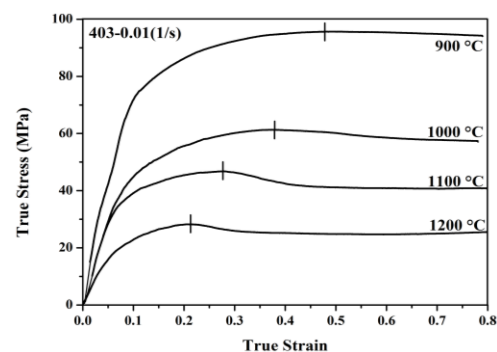
ب



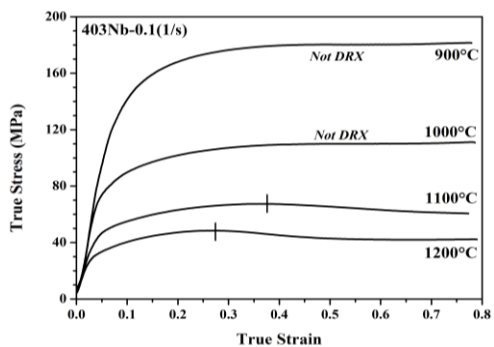
الف



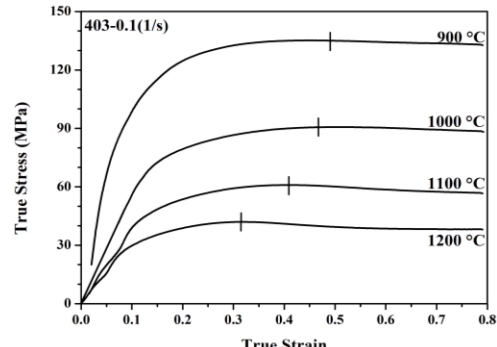
د



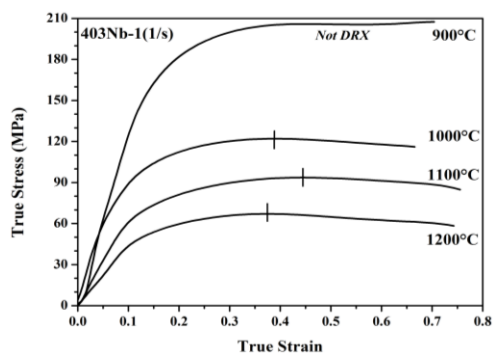
ج



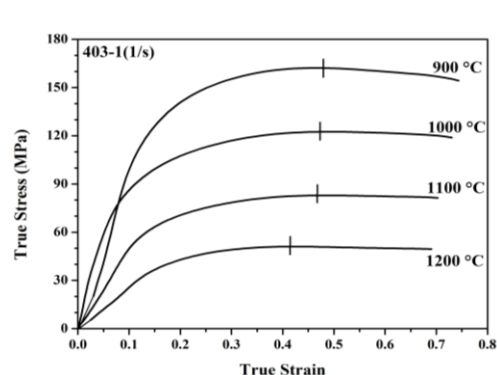
و



ه



ک



ز

شکل (۳): منحنی‌های تنش حقیقی - کرنش حقیقی در شرایط مختلف شکل دهی در فولادهای ۴۰۳ و ۴۰۳Nb



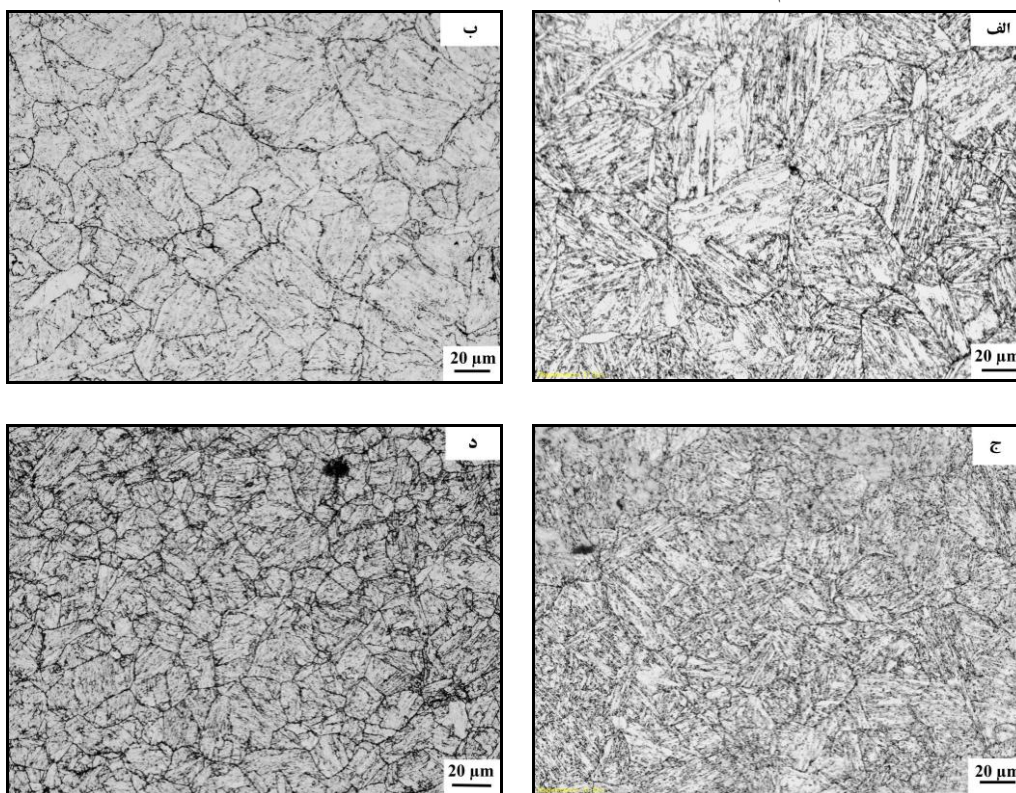
نشان داده شده است [۲۴] که با کاهش دما تمایل خروج عناصر حل شده از آستینیت بیشتر و مقدار رسوبات افزایش می‌یابد. همچنین نشان داده شد که [۲۸-۲۹] مقدار و اهمیت عناصر انحلال یافته در دماهای بالا جدی است، اما با کاهش دما اثر رسوبات مهم می‌شود [۳۰]. لازم به ذکر است که در تمام دماها و نرخ کرنش‌ها، شرایط شکل‌دهی گرم فولاد ۴۰۳ با تبلور مجدد دینامیکی همراه است.

### ۳-۳- تصاویر ریزساختاری

جهت توجه به رفتار تبلور مجدد دینامیکی، تصاویر متالوگرافی در شرایط دمایی  $1100^{\circ}\text{C}$  و  $1200^{\circ}\text{C}$  در دو فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb در شکل (۴) ارائه شده است. در تصاویر ارائه شده دانه‌های کروی در ریزساختار هر دو آلیاژ مشاهده می‌شود که به پدیده تبلور مجدد دینامیکی در حین کارگرم مرتبط است [۳۱-۳۲].

همچنین با توجه به وقوع DRX در این شرایط می‌توان نتیجه گرفت که عنصر حل شده نیوبیوم توانایی متوقف کردن تبلور مجدد را ندارد. با توجه به دو پدیده متضاد رخ داده در یک دما ( $1000^{\circ}\text{C}$ ) و ۴ نرخ کرنش، و ارتباط آن با نقش رسوبات می‌توان ادعا کرد که در این دما اثر رسوبات مهمتر از سخت‌گردانی محلولی عنصر نیوبیوم است. همچنین در دمای  $900^{\circ}\text{C}$  به واسطه پتانسیل بالای رسوب‌گذاری و تاثیر آنها از سویی و نیرو محرکه کمتر تبلور مجدد از سوی دیگر، پدیده تبلور مجدد دینامیکی به صورت کلی در فولاد ۴۰۳Nb رخ نداده است.

در فولاد مورد تحقیق با توجه به مقدار بالای C و Nb (به ترتیب حدود ۰/۲۲ و ۰/۱۲ درصد وزنی) در ترکیب اولیه پتانسیل بالای رسوب‌گذاری وجود دارد. در واقع اثر عنصر نیوبیوم در دمای پایین با رسوب‌دهی و در دماهای بالا با سخت‌گردانی محلولی عنصر نیوبیوم می‌تواند بر روند کارگرم فولاد تاثیرگذار باشد.



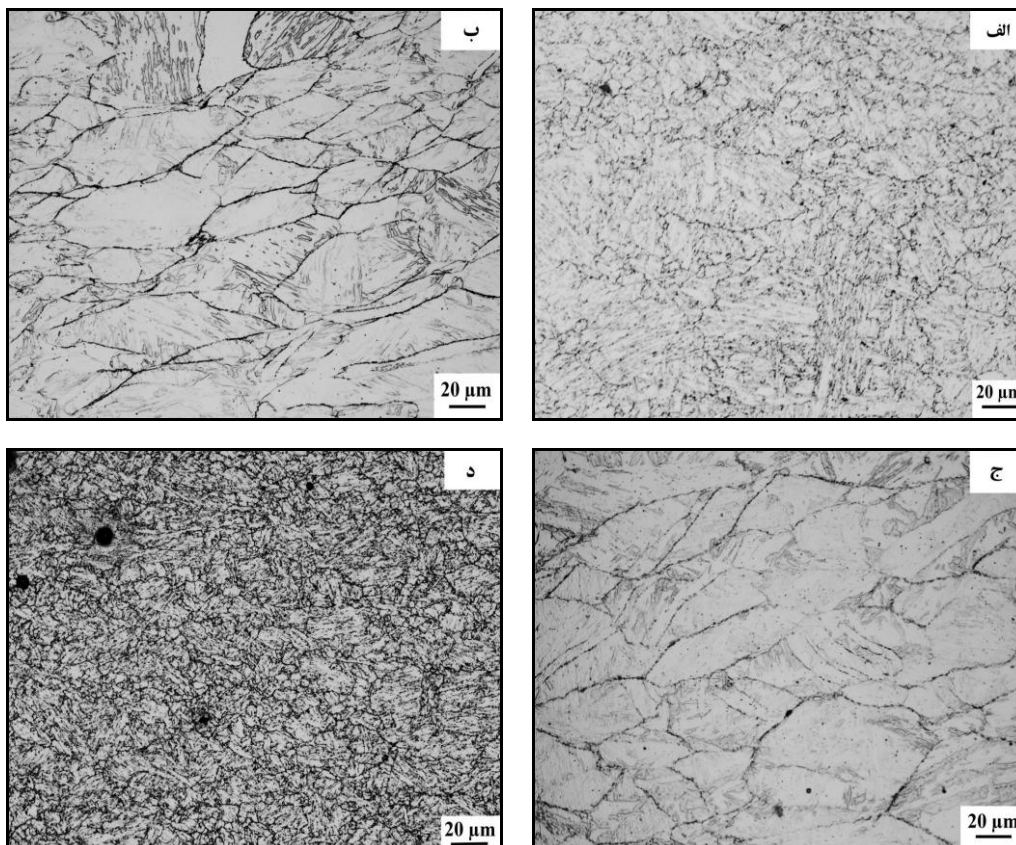
شکل (۴): ریزساختار فولادها پس از کارگرم در نرخ کرنش  $0.1 \text{ sec}^{-1}$ : (الف): فولاد ۴۰۳ و دمای  $1200^{\circ}\text{C}$ ، (ب): فولاد ۴۰۳Nb و دمای  $1200^{\circ}\text{C}$ ، (ج): فولاد ۴۰۳ و دمای  $1100^{\circ}\text{C}$  و (د): فولاد ۴۰۳Nb و دمای  $1100^{\circ}\text{C}$

چنین ریزساختاری ساختار گردنبندی (Necklace Structure) اطلاق می‌گردد [۷]. ریزساختار فولاد ۴۰۳Nb در شرایط مشابه با دانه‌های کشیده شده اولیه همراه است (شکل (۵) -ب) که هیچ‌گونه اثری از وقوع تبلور مجدد دینامیک را نشان نمی‌دهد. در واقع بر خلاف آلیاژ شاهد، در فولاد نیویوم دار هیچ‌اثری از DRX نیست. این موضوع به تاثیر رسوبات نیویوم در حین شکل‌دهی بازمی‌گردد که به صورت اساسی از وقوع تبلور مجدد ممانعت به عمل آورده‌اند.

تصویر شکل (۵) -ج و د ریزساختار فولاد ۴۰۳Nb در دمای °C ۱۰۰۰ و دو نرخ کرنش  $0.001 \text{ sec}^{-1}$  و  $0.1 \text{ sec}^{-1}$  را که به ترتیب حاکی از وقوع و عدم وقوع DRX است را نشان می‌دهد. همانطور که بیان شد این رفتار متضاد در شرایط دمایی یکسان به پارامتر زمان و تغییر سنیتیک رسوب‌دهی مرتبط است.

در واقع با پیشرفت ترمیم، ساختار جدید به جای دانه‌های کشیده شده در حین کارگرم جایگزین می‌شوند. با مقایسه بین تصاویر ارایه شده با ریزساختار هر دو فولاد قبل از شکل‌دهی مشخص می‌گردد که اندازه دانه‌ها در حین عملیات ترمومکانیکال اصلاح شده است و با کاهش دما از °C ۱۲۰۰ به °C ۱۱۰۰، اندازه دانه‌ها در هر دو فولاد کوچکتر می‌گردد. همچنین با توجه به تصاویر، اندازه نهایی دانه‌ها در فولاد نیویوم دار ریزتر از فولاد ۴۰۳ است، به نظر می‌رسد تفاوت در اندازه دانه دو فولاد در این شرایط به اندازه اولیه دانه‌ها مرتبط باشد [۳۳].

تصاویر متالوگرافی در دماهای پایین برای هر دو فولاد در شکل (۵) نشان داده شده است. در شرایط دمایی °C ۹۰۰ و نرخ کرنش  $0.1 \text{ sec}^{-1}$  در آلیاژ ۴۰۳ تبلور مجدد دینامیک رخ داده است (شکل (۵) -الف). دانه‌های ریز در اطراف دانه‌های بزرگ اولیه شاهدهی بر حضور DRX در این آلیاژ است، اصطلاحاً به



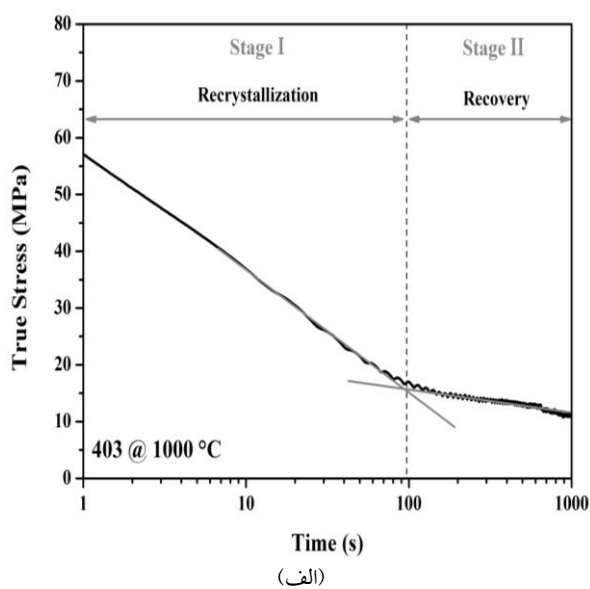
شکل (۵): ریزساختار فولادها پس از کارگرم در: (الف): فولاد ۴۰۳ و شرایط °C ۹۰۰- $0.1 \text{ sec}^{-1}$ ، (ب): فولاد ۴۰۳Nb و شرایط °C ۹۰۰- $0.1 \text{ sec}^{-1}$ ، (ج): فولاد ۴۰۳Nb و شرایط °C ۱۰۰۰- $0.1 \text{ sec}^{-1}$  و (د): فولاد ۴۰۳Nb و شرایط °C ۱۰۰۰- $0.001 \text{ sec}^{-1}$



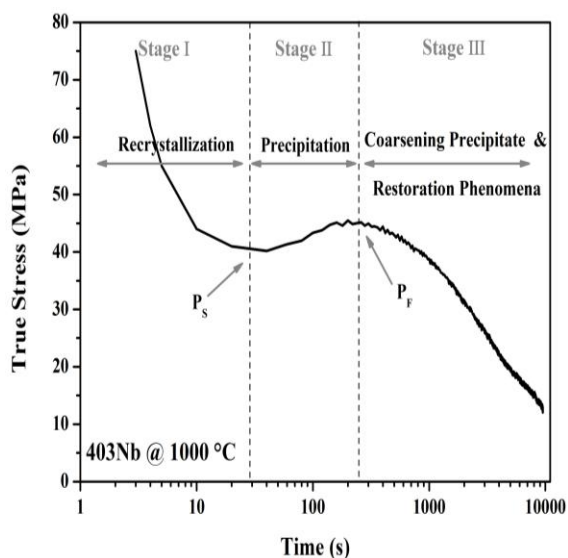
### ۳-۴- رهایی تنش

مجدد، از وقوع تبلور مجدد ممانعت به عمل می‌آید. با افزایش زمان عملیات با توجه به اصل کاهش انرژی، رسوبات تمایل به تجمع و بزرگ شدن پیدا می‌کنند. درشت شدن رسوبات موجب از بین رفتن اثر ممانعت‌کنندگی آنها از DRX می‌شود. در واقع با گذر زمان اثر رسوبات از بین رفته و پدیده تبلور مجدد به صورت دوباره توسعه می‌یابد. کاهش مجدد سطح تنش پس از زمان ۲۵۰ ثانیه به همین موضوع باز می‌گردد.

جهت درک بهتر اثر رسوبات و اندرکنش آنها با تبلور مجدد دینامیکی، از تحلیل نتایج آزمون‌های رهایی تنش استفاده شد. لازم به ذکر است که نتایج حاصل از آزمون رهایی تنش جهت بررسی مکانیزم‌های حاکم بر رفتار استاتیکی و متادینامیکی آلیاژها به کار می‌رود اما با توجه به قدرت بالای آن در نمایش تحلیل رسوب‌گذاری و اندرکنش آن با تبلور مجدد به عنوان ابزار مهم و پرکاربردی مبدل شده است [۱۲-۲۵]. شکل (۶) تغییرات تنش دو فولاد در شرایط دمایی  $1000^{\circ}\text{C}$  را نشان می‌دهد، رفتار رهایی تنش فولاد ۴۰۳ و ۴۰۳Nb به ترتیب با دو و سه مرحله قابل تفسیر است.



(الف)



(ب)

شکل (۶): منحنی‌های تنش رهایی در شرایط دمایی  $1000^{\circ}\text{C}$ : (الف): ۴۰۳ و

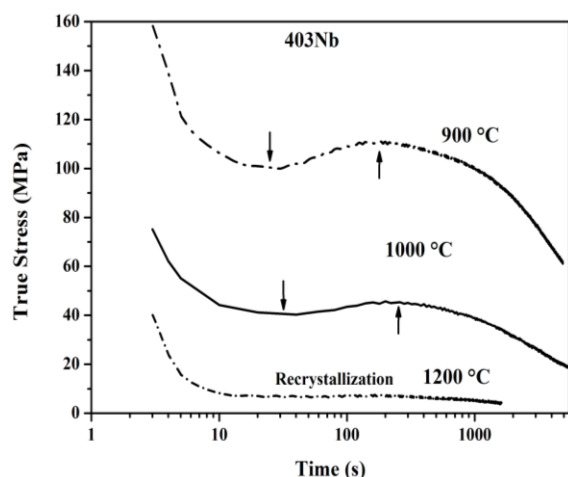
(ب): ۴۰۳Nb

در فولاد ۴۰۳ و پس از اعمال کرنش سطح تنش فولاد کم می‌شود (مرحله ۱)، این موضوع به گسترش و پیشرفت فرآیند تبلور مجدد نسبت داده می‌شود [۳۴-۳۵]. شیب افت تنش تا زمان‌های حدود ۱۰۰ ثانیه زیاد است و پس از آن با ورود به مرحله ۲ با شیب کمتری ادامه می‌یابد، این تغییر شیب به بازایی مرتبط است [۳۶]. به طور خلاصه آزمون رهایی تنش فولاد ۴۰۳ وقوع تبلور مجدد را نشان می‌دهد. در فولاد ۴۰۳Nb پس از افت تنش تا حدود زمان ۳۰ ثانیه که مرتبط به گسترش تبلور مجدد است (مرحله ۱)، یک افزایش قابل توجه تنش در نمونه رخ داده است که تا حدود ۲۵۰ ثانیه ادامه دارد (مرحله ۲) و پس از آن به صورت مجدد تغییرات افت تنش تا زمان‌های بسیار طولانی ادامه یافته است (مرحله ۳). افزایش سطح تنش در مرحله ۲ و به صورت دقیق‌تر عدم ادامه روند کاهشی تنش در فولاد ۴۰۳Nb به پدیده رسوب‌دهی و اندرکنش آن با تبلور مجدد مرتبط است. در واقع مرحله ۲ که با رسوب‌گذاری ( $P_s$ ) آغاز می‌شود در نقطه  $P_f$  با تکمیل رسوب‌گذاری به اتمام می‌رسد [۳۷].

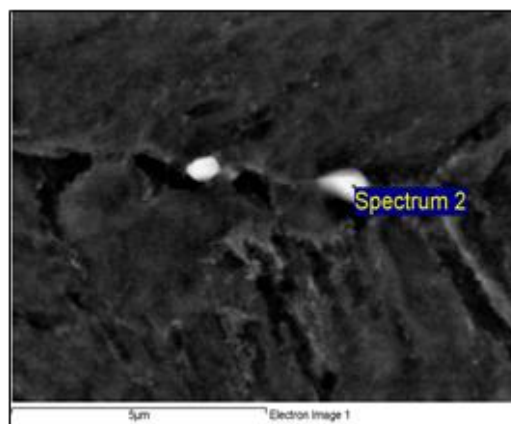
آزمون رهایی تنش فولاد نیویوم‌دار نشان می‌دهد که در زمان‌های اولیه اثری از رسوبات و تاثیر آنها بر تبلور مجدد وجود ندارد و تنها ترمیم در ریزساختار به وقوع می‌پیوندد. اما با گذر زمان که فاکتوری تاثیر گذار در تحرک و نفوذ اتم‌ها است شرایط رسوب‌دهی مهیا شده و با اندرکنش بین رسوبات و تبلور

می‌دهد. همان طور که مشاهده می‌شود در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  اثری از افزایش سطح تنش و یا به عبارت دیگر پدیده رسوب گذاری وجود ندارد. در واقع در این دما تنها تبلور مجدد در رفتار آلیاژ مشاهده می‌شود که تطابق مناسبی با رفتار تبلور مجدد دینامیکی منحنی‌های تنش حقیقی - کرنش حقیقی فولاد  $403\text{Nb}$  در دمای  $1200^{\circ}\text{C}$  و چهار نرخ کرنش دارد (شکل (۳)).

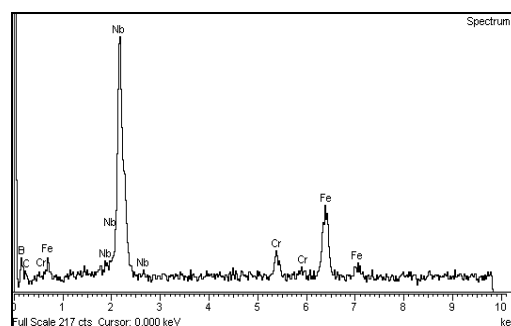
منحنی رهایی تنش در شرایط دمای  $1000^{\circ}\text{C}$  نشان می‌دهد که زمان شکل‌دهی یک پارامتر مهم در تعیین عملکرد رسوبات و اندرکنش آنها با ترمیم است. بر طبق منحنی رهایی تنش هرچند ابتداً تنها تبلور مجدد در آلیاژ توسعه می‌یابد اما در بازه‌ای از زمان رسوب گذاری از تبلور مجدد ممانعت به عمل می‌آورد و در ادامه با درشت شدن رسوبات در زمان‌های طولانی اثر آنها کاسته شده و ترمیم به صورت مجدد در آلیاژ ادامه می‌یابد. تحلیل فوق با نتایج آزمون فشار گرم در این دما و ۴ نرخ کرنش مختلف همخوانی دارد، در شرایط نرخ کرنش  $1\text{ sec}^{-1}$  (زمانی در حدود ۲ ثانیه) رسوبات فرصت جوانه‌زنی و تولید ندارند و ترمیم در آلیاژ توسعه می‌یابد. در شرایط زمان طولانی (نرخ کرنش  $0.001\text{ sec}^{-1}$ ) با درشت شدن رسوبات اثر آنها از بین رفته و در دو نرخ کرنش میانی (نرخ کرنش  $0.1\text{ sec}^{-1}$  و  $1\text{ sec}^{-1}$ ) که با زمان‌های مناسب همراه است تبلور مجدد به صورت اساسی متوقف شده است.



شکل (۸): منحنی‌های رهایی تنش فولاد  $403\text{Nb}$  در دماهای مختلف



الف



ب

شکل (۷): تصویر SEM و آنالیز EDS از آلیاژ  $403\text{Nb}$  پس از آزمون رهایی تنش در شرایط دمایی  $1000^{\circ}\text{C}$

شکل (۷) الف- تصویر SEM از نمونه فولاد  $403\text{Nb}$  در شرایط دمایی  $1000^{\circ}\text{C}$  و پس از اتمام آزمون رهایی تنش را نشان می‌دهد. طبق تصویر، رسوبات درشتی در مرزخانه مشاهده می‌شوند که آنالیز EDS حضور رسوب کاربید نیویوم را اثبات می‌کند (شکل (۷) ب). در فولادهای میکرو آلیاژی نیویوم دار، رسوبات کربونیترات که از عناصر کربن، نیتروژن و نیویوم تشکیل شده اند با فرمول کلی  $\text{Nb}(\text{C},\text{N})$  نشان داده می‌شوند [۳۸]. اما در این تحقیق علاوه بر رسوبات فوق الذکر عناصر کروم و آهن نیز در رسوب حل شده‌اند، Zeng و همکارانش [۳۹] نیز حضور عناصر کروم و آهن را در رسوبات نیویومی در فولاد  $403\text{Nb}$  را نیز گزارش داده‌اند.

رفتار فولاد  $403\text{Nb}$  و عملکرد رسوب دهی و ترمیم به شدت تابع دما و زمان است. منحنی شکل (۸) تغییرات منحنی رهایی تنش فولاد  $403\text{Nb}$  در دماهای  $900^{\circ}\text{C}$  الی  $1200^{\circ}\text{C}$  را نشان

$1/10^1$  و  $1/10^0 \text{ sec}^{-1}$ ) به واسطه حضور و اثر رسوبات، تبلور مجدد متوقف شده است. رشد رسوبات نیوبیوم دار در دمای  $1000^\circ\text{C}$  و زمان طولانی (نرخ کرنش  $1/10^0 \text{ sec}^{-1}$ ) منجر به از بین رفتن اثر رسوبات بر DRX شده است.

۴- آزمون رهایی تنش به خوبی اندرکنش رسوب دهی و ترمیم را بیان کرده و نشان می‌دهد که با افزایش دما و یا زمان عملیات، اثر رسوبات کمتر می‌شود.

۵- هر چند آزمون رهایی تنش روش موثر و قدرتمندی برای تحلیل رسوب دهی و اندرکنش آن با ترمیم است، اما به علت تفاوت در ماهیت آن با آزمون دینامیکی، توانایی تحلیل اثر رسوبات در تمام شرایط را ندارد.

#### ۵- مراجع

- [1] J. C. Lippold & D. J. Kotecki, "Welding metallurgy and weldability of stainless steels", New York, 2005 .
- [2] J. Jonas, "Dynamic recrystallization—scientific curiosity or industrial tool?", Materials Science and Engineering: A, Vol. 184, pp. 155-165, 1994.
- [3] N. Fujita, R. Sahara, T. Narushima & C. Ouchi, "Austenitic grain growth behavior immediately after dynamic recrystallization in HSLA steels and austenitic stainless steel", ISIJ international, Vol. 48, pp. 1419-1428, 2008.
- [4] Q.-Y. Liu, S.-H. Deng, X.-J. Sun, H. Dong & Y.-Q. Weng, "Effect of dissolved and precipitated niobium in microalloyed steel on deformation induced ferrite transformation (DIFT)", Journal of Iron and Steel Research, International, Vol. 16, pp. 67-71, 2009.
- [5] E. Pereloma, B. Crawford & P. Hodgson, "Strain-induced precipitation behaviour in hot rolled strip steel", Materials Science and Engineering: A, Vol. 299, pp. 27-37, 2001.
- [6] M. Akben, I. Weiss & J. J. Jonas, "Dynamic precipitation and solute hardening in AV microalloyed steel and two Nb steels containing high levels of Mn", Acta Metallurgica, Vol. 29, pp. 111-121, 1981.

منحنی رهایی تنش در شرایط دمای  $900^\circ\text{C}$  با پیک قابل توجهی همراه است که به صورت مشابه به تولید رسوبات و اندرکنش آنها با تبلور مجدد است مرتبط است. در این شرایط برخلاف دو دمای قبلی نمی‌توان از تحلیل نتایج آزمون رهایی تنش به منظور بررسی و تحلیل نتایج فشار گرم استفاده کرد، چرا که بر مبنای منحنی شکل (۸) باید در زمان‌های طولانی شکل دهی اثر رسوبات از بین رفته و تبلور مجدد در آلیاژ گسترش یابد اما نتایج کارگرم فولاد  $403\text{Nb}$  در شرایط دمایی  $900^\circ\text{C}$  و نرخ کرنش  $1 \text{ sec}^{-1}$   $0.001$  خلاف این را نشان می‌دهد (شکل (۳)). این تناقضات اصالتاً به تفاوت دو نوع آزمون بازمی‌گردد. هرچند با مقایسه پیک تنشی در دمای  $900^\circ\text{C}$  با شرایط دمایی  $1000^\circ\text{C}$  مشخص می‌گردد که اثر رسوب گذاری در این دما بسیار بیشتر است و احتمالاً حجم و اثر رسوبات از سویی و تمایل پایین تر ترمیم از سوی دیگر موجب عدم DRX حتی در نرخ کرنش کم ( $1 \text{ sec}^{-1}$ ) شده است. همچنین با تحلیل فوق می‌توان نتیجه گرفت که حتی در زمان‌های کم (نرخ کرنش  $1 \text{ sec}^{-1}$ ) پدیده رسوب دهی رخ داده است و از DRX ممانعت کرده است (جدول (۲)).

#### ۴- نتیجه گیری

به منظور ارزیابی تاثیر نیوبیوم بر رفتار ترمومکانیکال فولاد زنگ نزن مارتنزیتی از آزمون فشار گرم استفاده شد. همچنین با تحلیل نتایج آزمون رهایی تنش به مطالعه دقیق تر رسوبات و اثر آنها پرداخته شده و نتایج زیر حاصل شد:

۱- آلیاژ  $403$  در تمام شرایط با تبلور مجدد دینامیکی در حین کارگرم تغییر شکل می‌دهد.

۲- نیوبیوم توانایی متوقف کردن تبلور مجدد دینامیکی در حین کارگرم فولاد  $403\text{Nb}$  را دارد، این پدیده به شدت تابع شرایط آزمون است، در دمای  $1200^\circ\text{C}$  و  $1100^\circ\text{C}$  تبلور مجدد در فولاد نیوبیوم دار رخ داده است، هرچند در دمای  $900^\circ\text{C}$  رسوب گذاری مانع پیشرفت ترمیم شده است.

۳- در فولاد  $403\text{Nb}$  و در دمای  $1000^\circ\text{C}$  و دو نرخ کرنش ( $1 \text{ sec}^{-1}$ )

- Deformation”, *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 27, pp. 913-919, 2011.
- [17] G. Ebrahimi, H. Keshmiri, A. Maldad & A. Momeni, “Dynamic recrystallization behavior of % $^{13}\text{Cr}$  martensitic stainless steel under hot working condition”, *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 28, pp. 467-473, 2012.
- [18] C. Imbert & H. McQueen, “Dynamic recrystallization of A2 and M2 tool steels”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 313, pp. 104-116, 2001.
- [19] A. Momeni & K. Dehghani, “Characterization of hot deformation behavior of 410 martensitic stainless steel using constitutive equations and processing maps”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, pp. 5467-5473, 2010.
- [20] T. Sourmail, “Precipitation in creep resistant austenitic stainless steels”, *Materials science and technology*, Vol. 17, pp. 1-14, 2001.
- [21] G. V. Voort, “ASM Handbook-Metallography and microstructures”, American Society for Metals, 2004.
- [22] A. Momeni, H. Arabi, A. Rezaei, H. Badri & S. Abbasi, “Hot deformation behavior of austenite in HSLA-100 microalloyed steel”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528, pp. 2158-2163, 2011.
- [23] B. Wang, W. Fu, Z. Lv, P. Jiang, W. Zhang & Y. Tian, “Study on hot deformation behavior of 12% Cr ultra-super-critical rotor steel”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 487, pp. 108-113, 2008.
- [24] A. Momeni, K. Dehghani, H. Keshmiri & G. Ebrahimi, “Hot deformation behavior and microstructural evolution of a superaustenitic stainless steel”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 527, pp. 1605-1611, 2010.
- [25] Z.-h. Zhang, Y.-n. Liu, X.-k. Liang & Y. She, “The effect of Nb on recrystallization behavior of a Nb micro-alloyed steel”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 474, pp. 254-260, 2008
- [26].
- [27] B. Verlinden, J. Driver, I. Samajdar & R. D. Doherty, “Thermo-mechanical processing of metallic materials”, 2007.
- [7] F. Humphreys & M. Hatherly, “Recrystallization and Related Annealing Phenomena”, Elsevier, 2004.
- [8] M. Akben, B. Bacroix & J. Jonas, “Effect of vanadium and molybdenum addition on high temperature recovery, recrystallization and precipitation behavior of niobium-based microalloyed steels”, *Acta Metallurgica*, Vol. 31, pp. 161-174, 1983.
- [9] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux & Y. Houbaert, “Recrystallization – precipitation interaction during austenite hot deformation of a Nb microalloyed steel”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528, pp. 5519-5528, 2011.
- [10] K. Tiitto, G. Fitzsimons & A. DeArdo, “The effect of dynamic precipitation and recrystallization on the hot flow behavior of a Nb-V microalloyed steel”, *Acta Metallurgica*, Vol. 31, pp. 1159-1168, 1983.
- [11] S. Vervynckt, K. Verbeken, P. Thibaux, M. Liebeherr & Y. Houbaert, “Austenite Recrystallization–Precipitation Interaction in Niobium Microalloyed Steels”, *ISIJ international*, Vol. 49, pp. 911-920, 2009.
- [12] M. Mirzaee, H. Keshmiri, G. R. Ebrahimi & A. Momeni, “Dynamic recrystallization and precipitation in low carbon low alloy steel 26NiCrMoV 14-5”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 551, pp. 25-31, 2012.
- [13] A. Abdollah-Zedeh & D. Dunne, “Effect of Nb on recrystallization after hot deformation in austenitic Fe-Ni-C”, *ISIJ international*, Vol. 43, pp. 1213-1218, 2003.
- [14] H. Wu, L. Du & X. Liu, “Dynamic Recrystallization and Precipitation Behavior of Mn-Cu-V Weathering Steel”, *Journal of Materials Science & Technology*, Vol. 27, pp. 1131-1138, 2011.
- [15] G. R. Ebrahimi, H. Keshmiri, A. Momeni & M. Mazinani, “Dynamic recrystallization behavior of a superaustenitic stainless steel containing 16% Cr and 25% Ni”, *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 528, pp. 7488-7493, 2011.
- [16] Z. Zeng, L. Chen, F. Zhu & X. Liu, “Dynamic Recrystallization Behavior of a Heat-resistant Martensitic Stainless Steel 403Nb during Hot

- Journal of Iron and Steel Research, International, Vol. 16, pp. 75-80, 2009.
- [38] A. Pandit, A. Murugaiyan, A. S. Podder, A. Haldar, D. Bhattacharjee, S. Chandra & R. Ray, "Strain induced precipitation of complex carbonitrides in Nb-V and Ti-V microalloyed steels", Scripta materialia, Vol. 53, pp. 1309-1314, 2005.
- [39] A. DeArdo, J. Gray & L. Meyer, "Fundamental metallurgy of niobium in steel", Niobium, Vol. pp. 685-759, 1981.
- [40] Z. Zeng, L. Chen, F. Zhu & X. Liu, "Static recrystallization behavior of a martensitic heat-resistant stainless steel 403 Nb", Acta Metallurgica Sinica(English Letters), Vol. 24, pp. 381-389, 2011.
- [28] C. Roucoules, S. Yue & J. Jonas, "Effect of alloying elements on metadynamic recrystallization in HSLA steels", Metallurgical and Materials Transactions A, Vol. 26, pp. 181-190, 1995.
- [29] F.-r. XIAO, Y.-b. CAO, G.-y. QIAO, X.-b. ZHANG & B. LIAO, "Effect of Nb Solute and NbC Precipitates on Dynamic or Static Recrystallization in Nb Steels", Journal of Iron and Steel Research, International, Vol. 19, pp. 52-56, 2012.
- [30] Y.-b. Cao, F.-r. Xiao, G.-y. Qiao, X.-b. Zhang & B. Liao, "Quantitative research on effects of Nb on hot deformation behaviors of high-Nb microalloyed steels", Materials Science and Engineering: A, Vol. 530, pp. 277-284, 2011.
- [31] M. Akben, T. Chandra, P. Plassiard & J. Jonas, "Dynamic precipitation and solute hardening in a titanium microalloyed steel containing three levels of manganese", Acta Metallurgica, Vol. 32, pp. 591-601, 1984.
- [32] L. XU, C.-y. WANG, G.-q. LIU & B.-z. BAI, "Hot deformation behavior of medium carbon VN microalloyed steel", Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Vol. 19, pp. 1389-1394, 2009.
- [33] M. Yazdani, S. Abbasi, A. Momeni & A. Karimi Taheri, "Hot ductility of a Fe-Ni-Co alloy in cast and wrought conditions", Materials & Design, Vol. 32, pp. 2956-2962, 2011.
- [34] M. El Wahabi, L. Gavard, F. Montheillet, J. Cabrera & J. Prado, "Effect of initial grain size on dynamic recrystallization in high purity austenitic stainless steels", Acta materialia, Vol. 53, pp. 4605-4612, 2005.
- [35] Y.-b. Cao, F.-r. Xiao, G.-y. Qiao, C.-j. Huang, X.-b. Zhang, Z.-x. Wu & B. Liao, "Strain-induced precipitation and softening behaviors of high Nb microalloyed steels", Materials Science and Engineering: A, Vol. 552, pp. 502-513, 2012.
- [36] C. Garcia-Mateo, B. Lopez & J. Rodriguez-Ibabe, "Static recrystallization kinetics in warm worked vanadium microalloyed steels", Materials Science and Engineering: A, Vol. 303, pp. 216-225, 2001.
- [37] J.-h. YANG, Q.-y. LIU, D.-b. Sun & X.-y. LI, "Recrystallization behavior of deformed austenite in high strength microalloyed pipeline steel",