

Research Paper

Investigating the Effect of Intercritical Annealing Heat Treatment on the Quenching and Partitioning of Ferrite-Bainite-Martensite Microphases in High-Silicon Low-Alloy DIN 1.5025 Steel

Shima Pashangeh^{1*}, Soheil Afkhami², Seyyed Sadegh Ghasemi Banadkouki³

1. Assistant prof. of Materials Engineering, Department of Materials Engineering, Yasouj University, Yasouj, Iran
2. MSc of Materials Engineering, Department of Mining and Metallurgical Engineering, Yazd University, Yazd, Iran
3. Associate prof., Department of Mining and Metallurgical Engineering, Yazd University, Yazd, Iran

Received: 2024/02/14

Revised: 2024/03/19

Accepted: 2024/04/03

Use your device to scan and read the article online



DOI:

[10.30495/jnm.2024.33076.2033](https://doi.org/10.30495/jnm.2024.33076.2033)

Keywords:

High-silicon low-alloy steel, intercritical annealing, quenching and partitioning, ferrite-bainite-martensite microphases, superior tensile properties

Abstract

In this study, the influence of intercritical annealing heat treatment on the quenching and partitioning (Q&P) of ferrite-bainite-martensite multiphase in high-silicon low-alloy DIN 1.5025 steel was investigated. Initially, a normalization heat treatment process involving austenitization at 900°C for 5 minutes followed by air cooling to room temperature was conducted to achieve homogeneous and uniform initial ferritic-pearlitic microstructures for all of the specimens. Subsequently, the Q&P heat treatment cycles comprising partial austenitization in the intercritical austenite-ferrite region at 775°C for 60 minutes, followed by quenching in a molten salt bath of partitioning at temperatures of 250, 300, and 350°C for various durations of 2, 5, 15, 30, and 60 minutes were performed. Optical microscopy (OM) and field-emission scanning electron microscopy (FE-SEM) observations, standard tensile tests, and hardness measurements were employed to evaluate the microstructural changes in relation to the mechanical properties of the specimens. The results demonstrate that the presence of ferrite phase during partial austenitization in the intercritical austenite-ferrite region enriches austenite with carbon, reduces the martensite start temperature (M_s), promotes the formation of fine bainite crystals, and consequently leads to unconventional continuous yield behavior in the specimens. A partitioning heat treatment time of 30 minutes in the molten salt bath at 350°C induces the formation of multiphase microstructures containing a mixture of ferrite-bainite-martensite microphases, along with optimizing the formability and tensile strength properties to values of 16% and 1350 MPa, respectively.

Citation: Shima Pashangeh, Soheil Afkhami, Seyyed Sadegh Ghasemi Banadkouki, Investigating the Effect of Intercritical Annealing Heat Treatment on the Quenching and Partitioning of Ferrite-Bainite-Martensite Microphases in High-Silicon Low-Alloy DIN 1.5025 Steel, Quarterly Journal of New Materials. 2023; 14 (52): 88-108.

***Corresponding author:** Shima Pashangeh

Address: Department of Materials Engineering, Yasouj University, Yasouj, Iran

Tell: +989171901935

Email: S.Pashangeh@yu.ac.ir

Extended Abstract

Introduction

Throughout the world, due to the automotive industry's need to reduce fuel consumption and increase passenger safety, steelmakers have been compelled to search for alternative solutions (1, 2). One of the major advancements in this industry is the introduction of Advanced High-Strength Steels (AHSS), where the driving forces for the development of AHSS in the automotive sector include factors such as weight reduction, performance enhancement, and rational methods for producing thin sheets for sensitive applications in future vehicles (3). In general, Advanced High-Strength Steels (AHSS) are divided into three generations. Current research on the development of third-generation advanced steels has focused on utilizing the practical advantages of producing steels from the first and second generations. The third generation of advanced steels consists of a mixture of multiphase microstructures, including a high-strength phase such as martensite, and bainite, and varying amounts of a flexible and highly hard phase such as austenite and ferrite. Steels in the Quenching and Partitioning (Q&P) category fall into this classification (4).

Various parameters such as temperature and time for partial austenitization, heating and cooling rates, salt bath quenching and partitioning temperature, and time are key factors for the design and production of multiphase microstructures in Q&P steels (5). This study aims to investigate the effect of intercritical annealing heat treatment cycles on the quenching and partitioning of microphases including ferrite, bainite, and martensite in DIN 1.5025 steel, with a focus on optimizing the microstructure and mechanical properties.

Findings and Discussion

Microstructural and hardness measurements for intercritical samples

By performing intercritical annealing heat treatment at 775 °C as seen in Fig. 1, ferrite and martensite phases are transformed with white and brown colors, respectively. On the other hand, it can be seen that the nucleation and intense growth of austenite grains occurred in less than 20 minutes (Fig. 1(a)) so it grows with increasing holding time the austenite growth in the ferrite phase is almost complete until 130 minutes (Fig. 1 (b)).

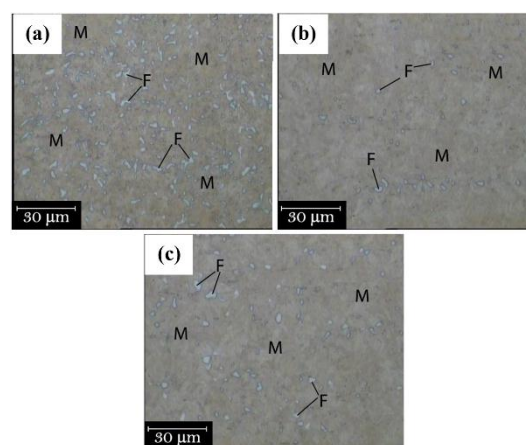


Fig. 1. Metallographic images of samples annealed intercritically at a temperature of 775 °C for the duration of (a) 20; (b) 130 and (d) 190 minutes.

Microstructural investigation of Q&P samples

Selected examples of the electronic observations of the microstructure of Q&P samples are shown in Fig. 2. For samples quenched in a molten salt bath with temperatures of 300 and 350 °C for partitioning times of 5 and 30 minutes, dark-colored ferrite grains can be seen on a light-gray martensite background with traces of the formation of fine bainite crystals. By increasing the isothermal partitioning time at the above temperatures, the growth of bainite crystals in austenite (martensite) has caused the formation of a two-phase ferrite-bainite microstructure within 30 minutes (Figs. 2 (b) and (d)).

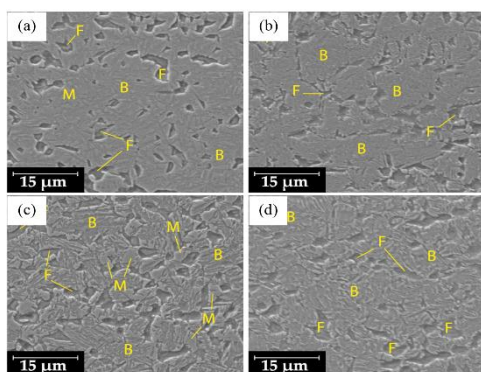


Fig. 2. FE-SEM images of quenched and partitioned samples in isothermal conditions at 300 °C for the durations of: (a) 5 minutes and (b) 60 minutes and 350 °C for the durations: (c) 5 minutes and (d) 60 minutes.

Mechanical Properties of Q&P Samples

The hardness change curves of the Q&P samples reported in Fig. 3 show the hardness changes according to the partitioning time for three temperatures of 250, 300, and 350 °C. Hardness decreasing up to 2 minutes happens due to the bainite formation. The decrease in hardness with time is caused by the decrease in the volume fraction of martensite and the growth of the bainite phase in the microstructure of the samples.

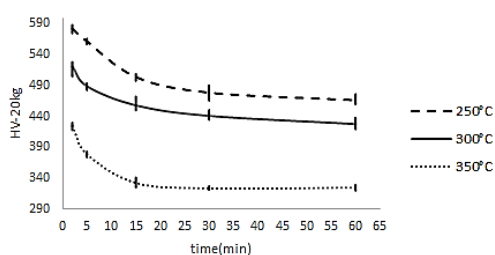


Fig. 3. Hardness curves for Q&P samples.

The tensile results extracted from true stress-strain curves related to Q&P samples are shown in Table 1. By increasing the sample partitioning time from 5 minutes to 30 minutes at temperatures of 300 °C and 350 °C, the tensile strength has decreased from 1902 to 1629 and from 1494 to 1350 MPa, respectively; On the contrary, the overall length increase of these samples has increased significantly from 4 to 7.6% and from 12.8 to 16%, respectively.

Table 1. Tensile results for Q&P sample.

Q&P sample	Ys (MPa)	TS (MPa)	Uniform elongation (UE%)	Total elongation (TE%)	TS * UE (GPa)
300 °C-5 min	1486	1902	4	4	7.61
300 °C-30 min	1378	1629	6.4	7.6	12.38
350 °C-5 min	1098	1494	11.6	12.8	19.12
350 °C-30 min	1035	1350	13.6	16	21.60

Conclusions

The results obtained are:

- 1- The formation of the ferrite phase in the two-phase ferrite-austenite microstructure during inter-critical annealing has caused the enrichment of austenite.
- 2- Intercritical annealing and quenching and partitioning heat treatment has resulted in multiphase microstructures containing a mixture of ferrite, bainite, and martensite microphases.
- 3- Optimum tensile properties (product of total length increase in final tensile strength: 21.6 GPa) have been established for partitioned samples at 350 °C temperature for 30 minutes.

Ethical Considerations compliance with ethical guidelines

The cooperation of the participants in the present study was voluntary and accompanied by their consent.

Funding

No funding.

Authors' contributions

Experiments perform: Soheil Afkhamy, Data analysis: Shima Pashangeh, Seyyed Sadegh Ghasemi Banadkouki, Final writing: Shima Pashangeh, Seyyed Sadegh Ghasemi Banadkouki.

Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest.

References

1. Fonstein N. Advanced high strength sheet steels: physical metallurgy, design, processing, and properties. Springer; 2015.
2. Pashangeh S, Banadkouki SSG, Somani MC. Abnormal mechanical response in a silicon bearing medium carbon low alloy steel following quenching and bainitic holding versus quenching and partitioning treatment. *J Mater Res Technol.* 2020;9(3):5007–23.
3. Czerwinski F. Current trends in automotive lightweighting strategies and materials. *Materials (Basel).* 2021;14(21).
4. Kang S, Pierce D, Matlock DK, Speer JG, de Moor E. Quench and Partitioning Steels. *Encycl Mater Met Alloy.* 2021;84–94.
5. Wang H, Cao L, Li Y, Schneider M, Detemple E, Eggeler G. Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of a low-carbon low-alloyed steel. *J Mater Sci [Internet].* 2021;56(18):11098–113.

مقاله پژوهشی

بررسی تأثیر عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی بر کوئنچ و پارتیشن‌بندی میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت در فولاد کم‌آلیاژ سیلیسیم بالا DIN 1.5025

شیما پشنگه^{1*}، سهیل افخمی²، سید صادق قاسمی بنادکوکوی³

1. استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران
2. کارشناسی ارشد مهندسی مواد، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، یزد، ایران
3. دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، یزد، ایران

چکیده

امروزه فولادهای کوئنچ و پارتیشن‌بندی (Q&P) با ترکیب منحصر به فرد از استحکام و شکل‌پذیری، امکان استفاده در نسل سوم از فولادهای پیشرفته AHSS را فراهم می‌نمایند. در این پژوهش، تأثیر عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی بر کوئنچ و پارتیشن‌بندی (Q&P) میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت در فولاد کم‌آلیاژ سیلیسیم بالای DIN 1.5025 مورد بررسی قرار گرفت. بدین منظور، ابتدا فرآیند عملیات حرارتی نرماله کردن شامل آستنیت‌کردن در دمای 900 °C به مدت 5 دقیقه به همراه سرد شدن در هوا تا دمای اتاق برای دستیابی به ریزساختارهای همگن و یکنواخت اولیه فریتی-پرلیتی برای تمام نمونه‌ها انجام شد. در ادامه، سیکل‌های عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن‌بندی شامل آستنیت‌کردن جزئی در ناحیه میان‌بحرانی آستنیت-فریت با دمای 775 °C به مدت زمان نگهداری 60 دقیقه و متعاقباً کوئنچ در حمام نمک مذاب پارتیشن‌بندی با دماهای 300، 250 و 350 °C به مدت زمان‌های مختلف 2، 5، 15، 30 و 60 دقیقه انجام شدند. برای ارزیابی تغییرات ریزساختاری و خواص مکانیکی نمونه‌ها از مشاهدات میکروسکوپ‌های نوری (OM) و الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM)، آزمون‌های مکانیکی استاندارد کشش و سختی‌سنجی استفاده شدند. نتایج نشان می‌دهد وجود فاز فریت در طی آستنیت‌کردن جزئی در ناحیه میان‌بحرانی آستنیت-فریت، موجب غنی‌سازی آستنیت از کربن، کاهش دمای شروع تشکیل مارتنزیت (M_s)، تشکیل بلورهای ظریف بینیت می‌گردد. بنابراین ریزساختارهای حاصل سبب مشاهده‌ی رفتار کششی غیر متعارف تسلیم پیوسته در نمونه‌ها شدند. از سوی دیگر زمان عملیات حرارتی پارتیشن‌بندی 30 دقیقه در حمام نمک مذاب 350 °C باعث ایجاد ریزساختارهای چندفازی حاوی مخلوطی از میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت گردید. این ریزساختارهای چندفازی سبب بهینه‌سازی خواص مکانیکی شامل فرم‌پذیری و استحکام کششی به ترتیب در مقادیر 16% و 1350 MPa شد.

تاریخ دریافت: 1402/11/25

تاریخ داوری: 1402/12/29

تاریخ پذیرش: 1403/01/15

از دستگاه خود برای اسکن و خواندن مقاله به صورت آنلاین استفاده کنید



DOI:

[10.30495/jnm.2024.33076.2033](https://doi.org/10.30495/jnm.2024.33076.2033)

واژه‌های کلیدی:

فولاد کم‌آلیاژ سیلیسیم بالا، آنیل میان‌بحرانی، کوئنچ و پارتیشن‌بندی، میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت، خواص کششی شگرف

* نویسنده مسئول: شیما پشنگه

نشانی: گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران

تلفن: 09171901935

پست الکترونیکی: S.Pashangeh@yu.ac.ir

مقدمه

بررسی‌های انجام شده توسط اسپیچ و همکاران (20) نشان می‌دهد تشکیل آستنیت در حین آنیل میان‌بحرانی در یک سری از فولادهای ساده کربنی منگن‌دار (0/06 تا 0/20% کربن، 1/5% منگنز) با ریزساختارهای اولیه فریت-پرلیت به شدت متغییر و در سه مرحله انجام می‌گردد. این مراحل شامل: 1) رشد بسیار سریع آستنیت در ساختار پرلیت تا زمانی که انحلال پرلیت کامل شود؛ 2) رشد آهسته‌تر آستنیت در فریت با سرعتی که توسط نفوذ کربن در آستنیت در دماهای نسبتاً بالا (حدود 850 °C) و با نفوذ منگنز در فریت (یا در امتداد مرز دانه‌ها) در دماهای پایین (حدود 750 °C) کنترل می‌شود؛ 3) تعادل نهایی بسیار آهسته فریت و آستنیت با سرعتی که توسط نفوذ منگنز در آستنیت کنترل می‌گردد، هستند. این نکته آشکار است که اجزای ریزساختاری فولادهای استحکام بالای پیشرفته عمدتاً توسط شرایط حاکم بر استحاله فازی آستنیت کنترل می‌شود. به عبارت دیگر، پارامترهای مختلفی نظیر دما و زمان آستنیت‌دهی، نرخ گرمایش و سرمایش، دمای حمام نمک مذاب کوئچ و پارتیشن‌بندی، دما و زمان پارتیشن‌بندی از عوامل کلیدی برای طراحی و تولید ریزساختارهای چندفازی در فولادهای Q&P هستند (21,22). در پژوهش انجام شده بر روی فولاد DIN 1.5025 در شرایط آنیل کامل و کوئچ و پارتیشن‌بندی تک‌مرحله‌ای نشان داده شد که با افزایش زمان پارتیشن‌بندی از 5 ثانیه تا 1 ساعت، به واسطه‌ی افزایش محتوای آستنیت باقی‌مانده خواص مکانیکی بهبود می‌یابد (17). با این حال تاکنون شرایط عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی بر روی این فولاد مورد بررسی قرار نگرفته است. اهمیت فولاد DIN 1.5025، از آنجایی است که این نوع فولاد یک فولاد کم‌آلیاژ سیلیسیم بالا و عملیات حرارتی‌پذیر است که به عنوان ساده‌ترین و اساسی‌ترین خانواده از فولادهای مورد استفاده در تولید فنر برای صنعت خودروسازی و راه‌آهن است. این نوع فولاد دارای درصد‌های مناسبی از عناصر آلیاژی به منظور انجام عملیات حرارتی Q&P جهت حصول ریزساختارهای چندفازی است؛ از جمله سیلیسیم و منگنز که به ترتیب باعث پارتیشن‌بندی کربن بین مارتنزیت-آستنیت و پایدارسازی نسبی آستنیت در حمام نمک پارتیشن‌بندی جهت گسترش تحول بینیتی در دماهای پایین می‌گردد. با توجه به مطالعات محدودی که در این زمینه توسط پژوهشگران مختلف انجام شده است، هدف از انجام این پژوهش، بررسی تأثیر سیکل‌های عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی بر کوئچ و پارتیشن‌بندی میکروفازهای فریت، بینیت و مارتنزیت در فولاد DIN 1.5025 با تمرکز بر بهینه‌سازی ریزساختاری و خواص مکانیکی است.

مواد و روش‌ها

1-2. نمونه فولاد اولیه و سیکل‌های عملیات حرارتی

در سرتاسر جهان، به دلیل نیاز صنعت خودروسازی به کاهش مصرف سوخت و افزایش ایمنی مسافران، فولادسازان را مجبور به جستجوی راه‌حل‌های جایگزین کرده است (1,2). یکی از بزرگترین پیشرفت‌ها در این صنعت، معرفی فولادهای استحکام بالای پیشرفته (AHSS¹) است (3) به طوری که انگیزه‌های توسعه فولادهای AHSS در صنایع خودروسازی شامل عواملی همچون کاهش وزن، افزایش عملکرد و روش‌های منطقی تولید ورق‌های نازک برای کاربردهای حساس در خودروهای آینده است (4,5).

به‌طور کلی، فولادهای پیشرفته AHSS به سه نسل تقسیم‌بندی می‌گردند. نسل اول از این گروه شامل فولادهای کم‌آلیاژ با ریزساختارهای چند فازی بر پایه فریت هستند، که فولادهای دوفازی (DP²) فریتی-مارتنزیتی از پرکاربردترین آن‌ها است (6). تمایل به تولید فولادهایی با خواص مکانیکی به مراتب بالاتر از نسل اول منجر به طراحی و توسعه نسل دوم این نوع از فولادها شد که به دلیل مقادیر بالای عناصر آلیاژی، اغلب آن‌ها دارای ریزساختارهای آستنیتی بوده و ارتباط نزدیکی با فولادهای زنگ‌زن آستنیتی دارند (7). این فولادها ترکیب قابل قبولی از استحکام و انعطاف‌پذیری را نسبت به نسل اول دارا بوده؛ اما به علت افزایش جهانی قیمت عناصر آلیاژی و چالش‌های فرایند تولید با محدودیت‌های کاربردی روبرو هستند. پژوهش‌های کنونی بر توسعه فولادهای پیشرفته نسل سوم با بکارگیری مزایای کاربردی تولید فولادهای دو نسل اول و دوم متمرکز شده است. نسل سوم از فولادهای پیشرفته حاوی مخلوطی از ریزساختارهای چندفازی متشکل از یک فاز با استحکام بالا نظیر مارتنزیت، بینیت و مقادیری از یک فاز با انعطاف‌پذیری و کارسختی بالا نظیر آستنیت و فریت هستند، که فولادهای کوئچ و پارتیشن‌بندی (Q&P³) در این دسته قرار می‌گیرند (8,9).

در سال‌های اخیر، توجه زیادی به طراحی و تولید فولادهای چندفازی به دلیل خواص مکانیکی جالب آن‌ها معطوف شده است؛ که فولادهای TRIP⁴ (استحاله ناشی از پلاستیسیته)، فولادهای آستمپر شده سیلیسیم بالا و فولادهای Q&P مناسب‌ترین خانواده‌ها هستند (10-13). فرایند عملیات حرارتی Q&P، نیز یک روش عملیات حرارتی برای تولید فولادهای با استحکام بالا به همراه مقادیر قابل توجهی آستنیت باقی‌مانده و همچنین راه‌حلی بالقوه برای ارائه ترکیب بهینه‌ای از استحکام و شکل‌پذیری ارزیابی شده است (14). فولادهای Q&P شامل کاربرد جدیدی از اثر TRIP با استحکام و شکل‌پذیری عالی هستند (15-17)، به طوری که خواص مکانیکی نهایی آن‌ها عمدتاً تحت تأثیر کسر حجمی، مورفولوژی و توزیع اجزای ریزساختاری است که می‌تواند همزمان شامل مخلوطی از میکروفازهای بینیت و مارتنزیت در زمینه فریت باشد (18,19).

³ -Quenching and Partitioning

⁴ -Transformation-Induced Plasticity

¹ - Advanced High-Strength Steels

² -Dual-Phase

لازم به ذکر است تمامی نمونه‌ها با هدف همگن‌سازی و ایجاد یک حالت مرجع پیش از انجام عملیات حرارتی Q&P در دمای 900°C به مدت زمان 5 دقیقه آستنیته شده و سپس در هوای آزاد نرماله⁵ شدند. در ادامه با توجه به دماهای بحرانی محاسبه شده و به منظور تعیین دما و زمان آستنیته کردن جزئی جهت حصول ریزساختار فریتی-آستنیته مطابق با شماتیک نشان داده شده در شکل 1، عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی در دماهای 760، 745، 775 $^{\circ}\text{C}$ به مدت زمان‌های 20، 70، 100، 130، 160 و 190 دقیقه انجام و در پایان نمونه‌ها در آب 25°C به مدت 2 دقیقه تحت سرمایش سریع قرار گرفتند. با توجه به بررسی‌های ریزساختاری و سختی‌سنجی نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی، سیکل‌های نهایی عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن-بندی (Q&P) تعیین شد که شامل آنیل میان‌بحرانی، کوئنچ و پارتیشن‌بندی تک مرحله‌ای مطابق با سیکل‌های نشان داده شده در شکل 2 است. با توجه به قانون اهرم و با در نظر گرفتن 10% فریت در ساختار دوفازی در دمای آنیل میان‌بحرانی 775°C ، درصد کربن محلول در آستنیته محاسبه و با فرض ثابت ماندن دیگر عناصر آلیاژی در آستنیته، با استفاده از رابطه تجربی جدول 2 دمای شروع تحول مارتنزیت (M_s) در شرایط آنیل میان‌بحرانی پیش‌بینی شد. عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن‌بندی پس از آستنیته کردن جزئی نمونه‌ها از ناحیه میان‌بحرانی آستنیته-فریت در دماهای 250، 300 و 350°C به مدت زمان‌های مختلف 2، 5، 15، 30 و 60 دقیقه انجام شد.

در این پژوهش مراحل انجام پژوهش شامل انتخاب نمونه فولاد اولیه، تعیین دماهای بحرانی، طراحی و انجام سیکل‌های عملیات حرارتی و در پایان بررسی‌های ریزساختاری و خواص مکانیکی نمونه‌های عملیات حرارتی شده است. به این منظور از فولاد کم‌آلیاژ حاوی مقادیر نسبتاً بالای منگنز و سیلیسیم مطابق با استاندارد آلمانی DIN1.5025 و ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول 1 به شکل تسمه با ضخامت 1 mm و عرض 30 mm استفاده شد (نمونه از شرکت فولاد امین عدل تهیه شد). لازم به ذکر است ترکیب شیمیایی قید شده در جدول 1 با استفاده از آزمون اسپکترومتری نشری (کوانتومتری) تعیین شده است. در این نوع فولاد، عناصر کربن و منگنز به‌عنوان عناصر پایدارکننده فاز آستنیته می‌باشد و سیلیسیم (1/5%wt) موجب به تأخیر انداختن و اجتناب از تشکیل کاربید می‌شود که در نتیجه منجر به افزایش کربن موجود در آستنیته می‌گردد. کربن بیشتر در آستنیته موجب پایداری آستنیته تا دمای محیط و متعاقباً استحکام بخشی فولاد می‌شود. در این پژوهش، نمونه‌های فولادی DIN1.5025 در ابعاد $10 \times 30 \times 1$ برش داده شده و به منظور انجام سیکل‌های عملیات حرارتی مورد استفاده قرار گرفتند. به منظور انجام عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی و سپس کوئنچ و پارتیشن‌بندی، لازم است قبل از طراحی سیکل‌های عملیات حرارتی، دماهای بحرانی این فولاد مشخص شود. بدین منظور از روابط تجربی گزارش شده در جدول 2 برای اندازه‌گیری دماهای بحرانی استفاده شد.

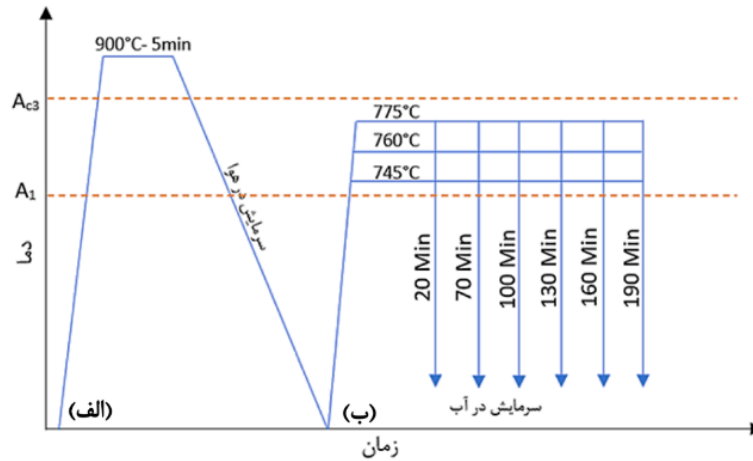
جدول 1- آنالیز شیمیایی فولاد مورد پژوهش برحسب درصد وزنی عناصر

عنصر	C	Mn	Si	Cr	S	P	Fe
درصد وزنی	0/529	0/721	1/670	0/120	0/023	0/022	باقیمانده

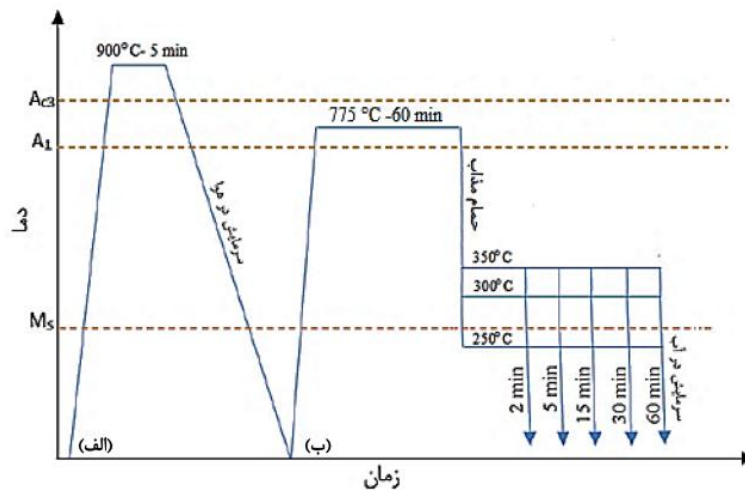
جدول 2- محاسبه تقریبی دماهای بحرانی فولاد DIN 1.5025 با استفاده از روابط تجربی

مرجع	مقدار محاسبه شده $^{\circ}\text{C}$	رابطه تجربی (عناصر آلیاژی برحسب درصد وزنی)	دمای بحرانی
(23)	754	$739/3 - 22/8C - 6/8Mn + 18/2Si + 11/7Cr - 15Ni - 6/4Mo - 5V - 28Cu$	A_{c1}
(23)	819	$937/3 - 224/5\sqrt{C} - 17Mn + 34Si - 14Ni + 21/6Mo + 41/8V - 20Cu$	A_{c3}
(23)	284	$561 - 474C - 33Mn - 17Cr - 17Ni - 21Mo$	M_s

5- Normalizing



شکل 1- شمایی از سیکل‌های عملیات حرارتی نرماله (الف) و آنیل میان بحرانی هم‌دما (ب) برای فولاد DIN 1.5025



شکل 2- شمایی از سیکل‌های عملیات حرارتی نرماله (الف) و آنیل میان بحرانی هم‌دما و کوئچ و پارتیشن بندی تک مرحله‌ای (ب) برای فولاد DIN 1.5025

میکروسکوپ نوری شرکت OLYMPUS مدل PMG3 ساخت کشور ژاپن انجام شد. به‌منظور

2-2. بررسی‌های ریزساختاری و خواص مکانیکی

ارزیابی جزئیات بیشتر ریزساختار نمونه‌ها از میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM) شرکت Tescan مدل VEGA3 با اختلاف ولتاژ 20 Kv با کمک الکترون ثانویه و برگشتی استفاده شد همچنین نرم‌افزار Mip4 برای اندازه‌گیری کسر حجمی فازها مورد استفاده قرار گرفت.

به‌منظور بررسی ریزساختار نمونه‌ها با استفاده از میکروسکوپ‌های نوری (OM) و الکترونی روبشی گسیل میدانی (FE-SEM)؛ ابتدا نمونه‌ها در دستگاه Hergon ML40 جهت سهولت در انجام مراحل پولیش، مانع گرم شدند. در ادامه، آماده‌سازی سطحی نمونه‌ها مطابق با استاندارد ASTM E3-01 صورت گرفت (24) آشکارسازی ریزساختار نمونه‌ها به روش‌های متالوگرافی یک مرحله‌ای و دو مرحله‌ای با استفاده از محلول‌های اچ شیمیایی لیپرا (4 g پیکریک اسید در 100ml اتانول) به مدت 3-6 ثانیه، آمونیوم پرسولفات (10 g آمونیوم پرسولفات در 100 ml آب مقطر) به مدت 8-12 ثانیه و سدیم متابی‌سولفیت (محلول 10 درصد) به مدت 5-8 ثانیه انجام شد. مشاهدات ریزساختاری نمونه‌های متالوگرافی شده با استفاده از

به‌منظور بررسی ماکروسختی نمونه‌های عملیات حرارتی شده از دستگاه سختی سنج Instron Wolpert GmbH مدل DIA-Testor 722 استفاده شد آزمون به روش ویکرز با بار اعمالی 20kg مطابق با استاندارد ASTM E92-82 انجام گردید و میانگین پنج عدد سختی بعنوان سختی نمونه‌ها گزارش گردید. به‌منظور مطالعه رفتار کششی نمونه‌های منتخب عملیات حرارتی شده از دستگاه کشش

کاربیدها در زمینه فریتی مشاهده می‌شود. اما با افزایش زمان عملیات حرارتی آنیل هم‌دما به 70 دقیقه، تعدادی مکان‌های جوانه‌زنی آستنیت در ریزساختار نمونه ایجاد شده است (شکل 3 (ب)). جوانه‌زنی و رشد آستنیت با افزایش زمان نگهداری هم‌دما در دمای 745°C تا 190 دقیقه ادامه دارد (شکل‌های 3 (ج) و (د)). بنابراین، دمای پایین عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی و در نتیجه کاهش سرعت نفوذ کربن و منگنز در آستنیت منجر به کاهش سرعت رشد فاز آستنیت در دمای 745°C می‌شود. همچنین در ساختار تمامی نمونه‌ها ذرات ریز کاربیدهای کروی شکل مشاهده می‌شود؛ که این پدیده بیانگر آن است که مدت زمان بیش از 190 دقیقه برای حل شدن کامل کاربیدها در دمای 745°C لازم است (25).

با افزایش دمای آنیل میان‌بحرانی به 760°C و نگه‌داری برای زمان‌های متفاوت مطابق با تصاویر گزارش شده در شکل 4 مشاهده می‌شود که دانه‌های فریت با رنگ سفید و فاز مارتنزیت با رنگ قهوه‌ای تیره قابل تفکیک سازی از یکدیگر هستند. مطابق شکل 4 (الف) مقادیر بسیار زیادی از مارتنزیت در ریزساختار نمونه‌های نگه‌داری شده به مدت زمان 20 دقیقه ایجاد شده که نشان می‌دهد در دمای 760°C ، جوانه‌زنی و رشد آستنیت در همان زمان‌های اولیه شروع شده و رشد شدید دانه‌های آستنیت در این دما در مقایسه با دمای 745°C انجام شده است (26). با افزایش زمان آنیل میان‌بحرانی، رشد فاز آستنیت در فریت تا زمان 190 دقیقه همچنان ادامه یافته است (شکل‌های 4 (الف) تا (د)).

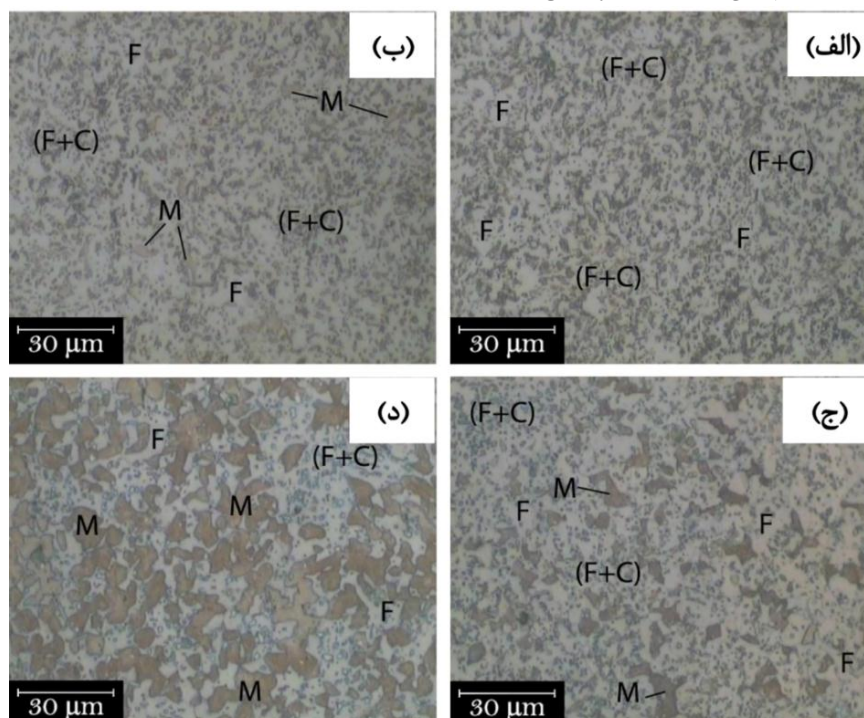
SANTAM مدل STM-150 استفاده شد و نمونه‌ها مطابق با استاندارد ASTM E8M، آماده‌سازی شد.

نتایج و بحث

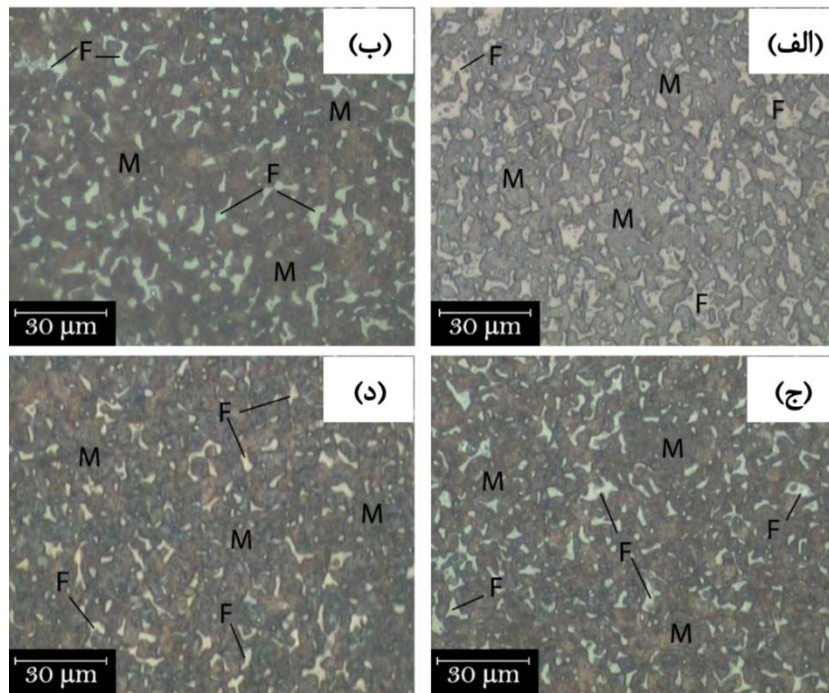
3-1- بررسی ریزساختاری و سختی‌سنجی نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی

3-1-1- مشاهدات نوری ریزساختار نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی

تصاویر متالوگرافی از نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی برای سه دمای 745°C ، 760°C و 775°C طی زمان‌های نگه‌داری 20، 70، 130 و 190 دقیقه به ترتیب در شکل‌های 3، 4 و 5 نشان داده شده است. در تمامی نمونه‌ها از روش متالوگرافی دو مرحله‌ای برای آشکارسازی میکروفازها استفاده شده است. بدین ترتیب در مرحله اول متالوگرافی از محلول اچ آمونیوم پرسولفات برای آشکارسازی دانه‌های فریت و سپس در مرحله دوم متالوگرافی از محلول اچ سدیم متابی‌سولفیت جهت آشکارسازی زمینه مارتنزیتی استفاده شده است. همان‌طور که در شکل 3 مشاهده می‌شود، دانه‌های فریت با رنگ سفید، مارتنزیت با رنگ قهوه‌ای و تجمع ذرات کاربیدها در زمینه فریت با رنگ خاکستری آشکارسازی شده است. شکل 3 (الف) نشان می‌دهد در ریزساختار نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای 745°C برای مدت زمان 20 دقیقه تغییرات ریزساختاری شدیدی ایجاد نشده است و مقادیر کمی از لایه‌های سمنتیت در ریزساختار پرلیتی شکسته شده و تجمع ذرات



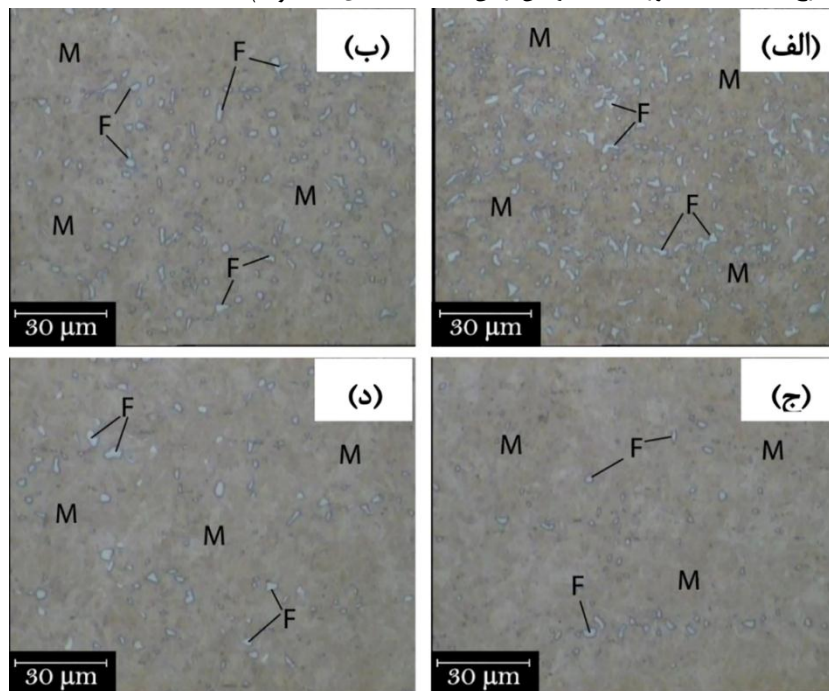
شکل 3- تصاویر متالوگرافی از ریزساختار نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی هم‌دما در 745°C برای مدت زمان‌های: (الف) 20؛ (ب) 70؛ (ج) 130 و (د) 190 دقیقه



شکل 4- تصاویر متالوگرافی از نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی در دمای 760°C برای مدت زمان‌های: (الف) 20؛ (ب) 70؛ (ج) 130 و (د) 190 دقیقه

نگهداری نمونه‌ها، رشد آستنیت در فاز فریت تا زمان 130 دقیقه (شکل 5 ج)) تقریباً کامل شده است. مشاهدات ریزساختاری نشان می‌دهد که در دمای 775°C ، تعادل فازی بین فریت و آستنیت در زمان کمتری در مقایسه با دماهای آنیل میان‌بحرانی 745°C و 760°C ایجاد شده است (مقایسه تصاویرهای ریزساختاری نشان داده شده در شکل-های 3، 4 و 5).

در ادامه و با افزایش دمای عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی به 775°C همان‌طور که در شکل 5 مشاهده می‌شود، فازهای فریت و مارتنزیت به ترتیب با رنگ‌های سفید و قهوه‌ای آشکارسازی شده است. در شکل 5 (الف) برای نمونه‌های نگهداری شده برای زمان 20 دقیقه، مشاهده می‌شود که جوانه‌زنی و رشد شدید دانه‌های آستنیت در مدت زمانی کمتر از 20 دقیقه رخ داده است، به‌طوری‌که با افزایش زمان



شکل 5- تصاویر متالوگرافی از نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی در دمای 775°C برای مدت زمان‌های: (الف) 20؛ (ب) 70؛ (ج) 130 و (د) 190 دقیقه

2-1-3. سختی سنجی و آنالیز فازی نمونه‌های آنیل میان-بحرانی

بحرانی

نتایج سختی سنجی و کسر حجمی آستنیت (مارتنزیت) ایجاد شده در نمونه‌های آنیل میان‌بحرانی هم‌دما بر حسب زمان در جدول 3 گزارش شده است. نتایج سختی سنجی در دمای °C 745 نشان می‌دهد به علت شکسته شدن لایه‌های سمنتیت و کروی شدن نسبی آن‌ها قبل از تشکیل فاز آستنیت در، ابتدا سختی نمونه‌ها بطور ملایمی با افزایش زمان آنیل میان‌بحرانی تا 70 دقیقه به 217 HV_{20Kg} کاهش یافته است. با گذشت زمان آنیل میان‌بحرانی به مدت 100 دقیقه و با پیشرفت تشکیل آستنیت (افزایش مقدار مارتنزیت)، سختی نمونه‌ها به عدد 220 HV_{20Kg} افزایش یافت. با افزایش مضاعف زمان‌های نگه‌داری در دمای °C 745 به 160 و 190 دقیقه، سختی نمونه‌ها به ترتیب به 334 و 390 HV_{20Kg} افزایش یافت. افزایش دما از 745 °C به 760 °C، موجب تشکیل کسر حجمی بیشتری از فاز آستنیت در زمان‌های اولیه حرارت‌دهی شده است بطوریکه در نمونه‌های نگه‌داری شده در این دما به مدت 20 دقیقه، کسر حجمی مارتنزیت به 61% و عدد سختی به 595 HV_{20Kg} افزایش یافته است. افزایش زمان نگه‌داری آنیل هم‌دما باعث ادامه رشد فاز آستنیت در زمینه فریت شده که منجر به افزایش کسر حجمی آستنیت (مارتنزیت) به مقدار 88% در ریزساختار نهایی و افزایش سختی میانگین HV_{20Kg} 673 برای نمونه‌های نگه‌داری شده به مدت 190 دقیقه شده است.

کسر حجمی مارتنزیت ایجاد شده در نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای آنیل میان‌بحرانی °C 775 نیز در مقایسه با نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای °C 760 برای مدت زمان‌های مشابه، افزایش قابل توجهی یافته است. بطوریکه برای نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای °C 775 برای مدت زمان 20 دقیقه، کسر حجمی فاز آستنیت (مارتنزیت) 90% و سختی HV_{20Kg} 695 اندازه‌گیری شده است. با گذشت زمان تا 130 دقیقه برای نمونه‌ها، کسر حجمی آستنیت به مقدار 98% افزایش یافت (جدول 3). در حالت کلی افزایش دما و زمان نگه‌داری در ناحیه میان‌بحرانی منجر به افزایش کسر حجمی مارتنزیت، کاهش کسر حجمی فریت در ریزساختار نهایی و نتیجتاً افزایش سختی نمونه‌ها می‌شود. این رفتار در تغییرات سختی با بررسی‌های ریزساختاری در شکل‌های 3، 4 و 5 در انطباق است.

نتایج ریزساختاری و سختی سنجی نشان می‌دهد دمای آنیل میان-بحرانی °C 775 به مدت 60 دقیقه را می‌توان به‌عنوان شرایط بهینه آنیل میان‌بحرانی به‌منظور انجام فرآیند عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن‌بندی فولاد مورد پژوهش در نظر گرفت. در حالت کلی در ناحیه میان‌بحرانی، حضور فاز فریت در ساختار دوفازی فریتی-آستنیتی منجر به غنی‌سازی آستنیت از کربن و در نتیجه پایدارسازی نسبی فاز آستنیت در مقایسه با همین فولاد در شرایط آستنیت کامل از ناحیه تک فاز آستنیت می‌شود. با انجام عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی می‌توان به فاز آستنیت در فولاد کم‌کربن مورد پژوهش اجازه داد تا تحولات فازی بینیتی در آن انجام گردد (27,28).

جدول 3- تغییرات در سختی و میزان پیشرفت تشکیل آستنیت (کسر حجمی مارتنزیت) بر حسب زمان برای نمونه‌های عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی در دماهای 745، 760 و 775°C

775		760		745		دما (°C) زمان (دقیقه)
کسر حجمی آستنیت سختی (HV _{20Kg})	کسر حجمی آستنیت (مارتنزیت) (%)	کسر حجمی آستنیت سختی (HV _{20Kg})	کسر حجمی آستنیت (مارتنزیت) (%)	کسر حجمی آستنیت سختی (HV _{20Kg})	کسر حجمی آستنیت (مارتنزیت) (%)	
695	90	602	75	223	-	20
725	94	615	81	217	6	70
740	96	630	83	220	12	100
752	98	655	84	235	22	130
750	98	668	86	334	42	160
746	98	673	88	390	53	190

(شکل 6 د)، تغییرات قابل توجهی در ریزساختار نمونه‌ها ایجاد نشده است. بنابراین بررسی‌های ریزساختاری نشان‌دهنده‌ی سرعت بالای تشکیل ریزساختار دوفازی فریتی-بینیتی در دمای 350°C می‌باشد که در زمان‌های کمتر از 30 دقیقه اتفاق افتاده است با افزایش زمان نگهداری، پارتیشن‌بندی مضاعف کربن از نواحی فریتی-بینیتی به فاز آستنیت مجاور انجام شده است. غنی‌سازی آستنیت از کربن می‌تواند موجب کاهش دمای M_s و پایداری مضاعف آستنیت در دمای پارتیشن-بندی گردد.

با کاهش دمای حمام نمک پارتیشن‌بندی به 300°C (شکل 7)، فاز بینیت در ریزساختار نمونه‌ها تقریباً مشابه با ساختار نمونه‌های پارتیشن-بندی شده در دمای 350°C تشکیل می‌شود. بطوریکه در ساختار متالوگرافی حاضر، فریت با رنگ سفید، مارتنزیت به رنگ قهوه‌ای روشن و نواحی قهوه‌ای تیره رنگ بینیت است. با توجه به شکل 7 (الف)، فریت تشکیل شده از ناحیه میان‌بحرانی مشابه با ریزساختار نمونه‌های حاصل از دمای پارتیشن‌بندی 350°C است؛ اما بینیت کمتری در زمان 2 دقیقه تشکیل شده و نواحی زیادی از ریزساختار فاز مارتنزیت است. با توجه به شکل 7 (الف) تا (د)، با افزایش زمان پارتیشن‌بندی در دمای 300°C تا مدت زمان 30 دقیقه، در مقایسه با زمان مشابه با دمای 350°C ، تحول بینیتی پایان یافته است در حالیکه ساختار بینیتی ایجاد شده در دمای 300°C نسبت به دمای 350°C ظریف‌تر است. شروع و پایان سریع تشکیل بینیت در این دو دما نشان‌دهنده نزدیک بودن این دماها به محدوده‌ی دمایی دماغه تشکیل بینیت است.

با کاهش دمای حمام نمک پارتیشن‌بندی به زیر دمای M_s (284°C) (مطابق با محاسبات ارائه شده در جدول 2) یعنی دمای 250°C ، انتظار می‌رود ریزساختار ایجاد شده در نمونه‌ها در مقایسه با دماهای پارتیشن-بندی بالای M_s (300°C و 350°C) متفاوت باشد. مثال‌هایی از تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های پارتیشن‌بندی شده در دمای 250°C در شکل 8 نشان داده شده است. در زمان 2 دقیقه، ریزساختار ایجاد شده کاملاً دوفازی فریتی-مارتنزیتی است که فریت مرزدانه‌ای در زمینه مارتنزیتی با رنگ سفید براق قابل مشاهده است (شکل 8 (الف)). برای زمان 5 دقیقه، بلورهای سوزنی شکل بسیار ظریف بینیت با رنگ قهوه‌ای تیره در زمینه مارتنزیتی با رنگ قهوه‌ای روشن قابل مشاهده است (شکل 8 (ب)). با گذشت زمان پارتیشن‌بندی در دمای ثابت 250°C ، تشکیل فاز بینیت و کاهش اندازه بسته‌های مارتنزیتی تا زمان 60 دقیقه، با توجه به شکل‌های 8 (ب) تا (د) ادامه یافته است. تشکیل بینیت در دمای 250°C نشان‌دهنده تغییرات قابل توجه در دمای M_s این فولاد در اثر آنیل میان‌بحرانی است. بنابراین، تشکیل فاز فریت با توجه به پیش‌بینی‌های انجام شده موجب کاهش دمای M_s به زیر دمای 250°C و تشکیل بلورهای ظریف بینیت در این دما شده است.

به عبارت دیگر برای محاسبه میزان کربن محلول در آستنیت در ساختار دوفازی فریتی-آستنیتی توسعه یافته در طی آنیل میان‌بحرانی بهینه 775°C و 60 دقیقه، می‌توان از رابطه قانون اهرم استفاده نمود. با در نظر گرفتن مقدار $0/0022$ به عنوان حداکثر مقدار حلالیت کربن در فریت بر اساس دی‌گرام فازی تعادلی آهن-کربن و تشکیل فریت با کسر حجمی 10٪ در ریزساختار (جدول 3)، رابطه زیر برقرار می‌شود:

$$\frac{C_{\gamma}-C_0}{C_{\gamma}-C_{\alpha}} = X_{\alpha} \quad (X_{\alpha} = 0.10, C_{\alpha} = 0.022, C_0 = 0.53) \quad (1)$$

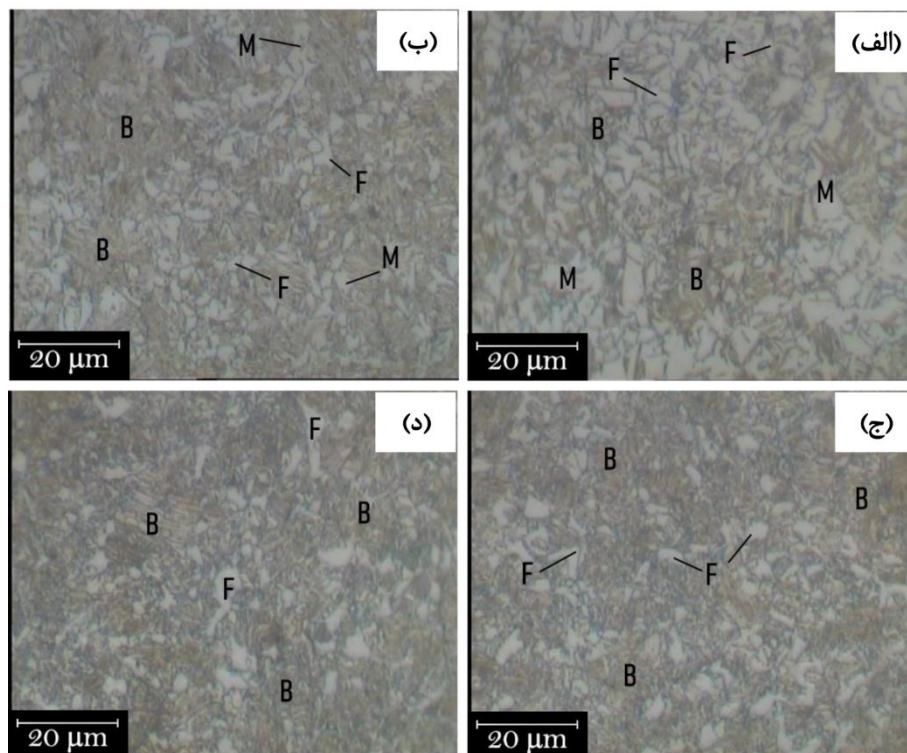
$$0.1 \times (C_{\gamma} - 0.022) = C_{\gamma} - 0.53 \rightarrow C_{\gamma} \approx \frac{0.53}{0.9} = 0.59$$

بر این اساس میزان کربن محلول در آستنیت در ساختار دوفازی فریتی-آستنیتی موردنظر برابر با 0/59٪ است. افزایش کربن محلول در آستنیت موجب پایداری مضاعف آستنیت و کاهش دمای M_s می‌شود (250°C) (23). بنابراین تحولات فازی بینیتی در درجه-حرارت‌های کم‌تری امکان‌پذیر است و منجر به تشکیل بلورهای ظریف بینیت و اصلاح ریزساختار و خواص مکانیکی می‌گردد. لذا انجام عملیات حرارتی Q&P از ناحیه میان‌بحرانی با دمای 775°C شرایطی متفاوت‌تر از شرایط کاملاً آستنیتی برای فولاد موردنظر خواهد داشت.

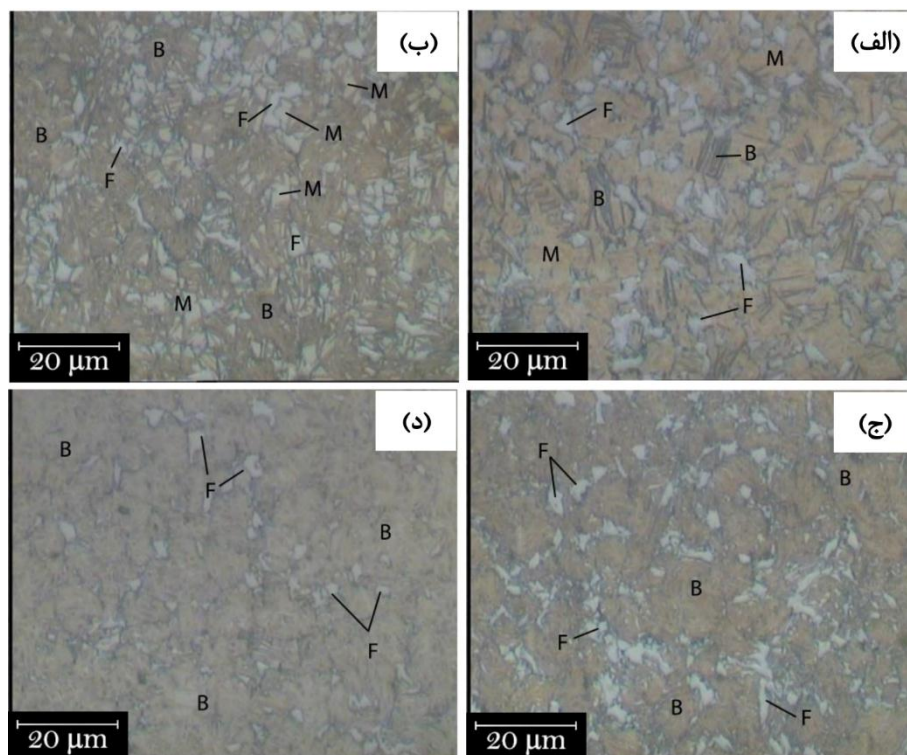
3-2. بررسی ریزساختاری نمونه‌های Q&P

3-2-1. مشاهدات نوری ریزساختار نمونه‌های Q&P

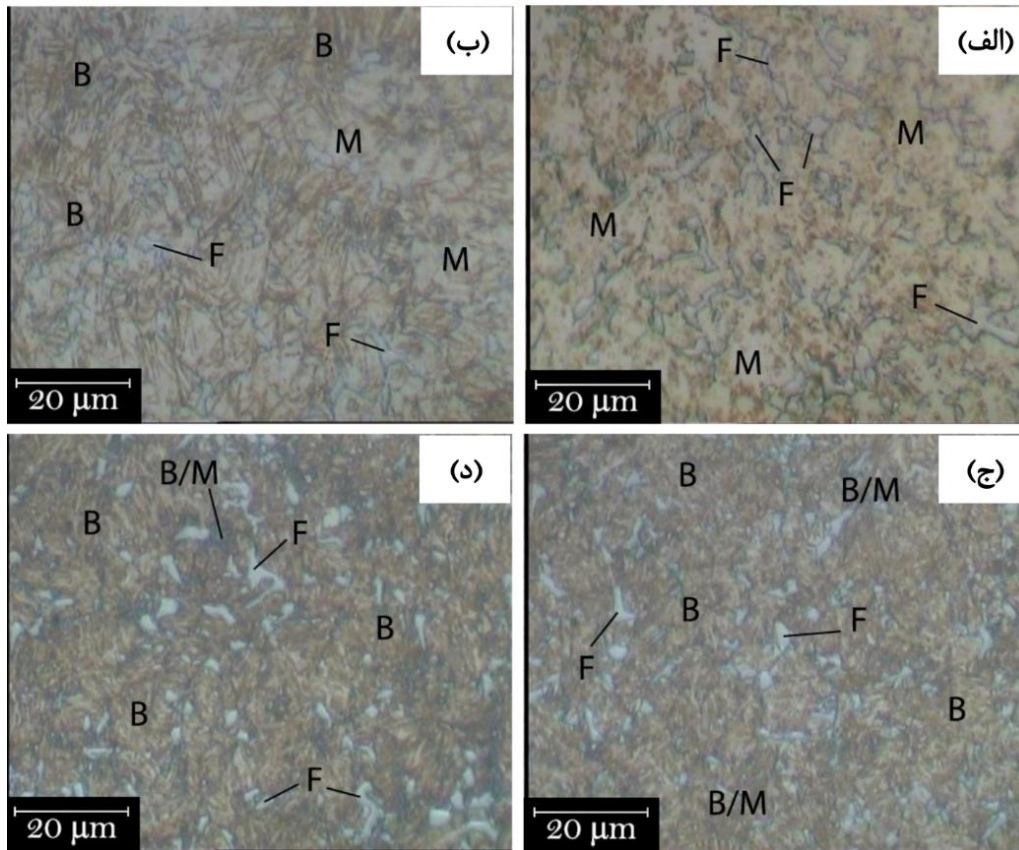
تصاویر میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه‌های Q&P شده از ناحیه میان‌بحرانی در حمام نمک مذاب با دماهای کوئچ 300، 350 و 300°C برای مدت زمان‌های پارتیشن‌بندی مختلف 2، 5، 30 و 60 دقیقه به ترتیب در شکل‌های 6، 7 و 8 نشان داده شده است. قابل ذکر است که ریزساختار نمونه‌ها به روش متالوگرافی تک مرحله و با استفاده از محلول اچ لیبرا آشکارسازی شدند. با توجه به تصویر میکروسکوپ نوری در شکل 6 (الف) مربوط به نمونه‌های Q&P شده در دمای 350°C به مدت زمان 2 دقیقه، ریزساختار عمدتاً از فاز مارتنزیت (نواحی قهوه‌ای رنگ روشن) تشکیل شده است همچنین فریت مرز دانه‌ای تشکیل شده در دمای میان‌بحرانی با رنگ سفید و مقدار اندکی بینیت به شکل تیغه‌های ظریفی به رنگ قهوه‌ای تیره قابل مشاهده است. با افزایش زمان پارتیشن‌بندی نمونه‌ها از 2 تا 60 دقیقه، همان‌گونه که در تصاویر شکل 6 (الف) تا (د) مشاهده می‌شود، کسر حجمی فاز فریت تقریباً ثابت ولی مقدار فاز بینیت با قرار گرفتن در محدوده دمایی تشکیل بینیت در حال افزایش است. بطوریکه با گذشت زمان 30 دقیقه در تصویر متالوگرافی شکل 6 (ج) آشکار شده است، تقریباً تحول فازی بینیتی پایان یافته است و با افزایش زمان پارتیشن‌بندی تا 60 دقیقه



شکل 6- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های Q&P شده در دمای 350 °C برای زمان‌های: (الف) 2؛ (ب) 5؛ (ج) 30 و (د) 60 دقیقه



شکل 7- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های Q&P شده در دمای 300 °C برای زمان‌های: (الف) 2؛ (ب) 5؛ (ج) 30 و (د) 60 دقیقه

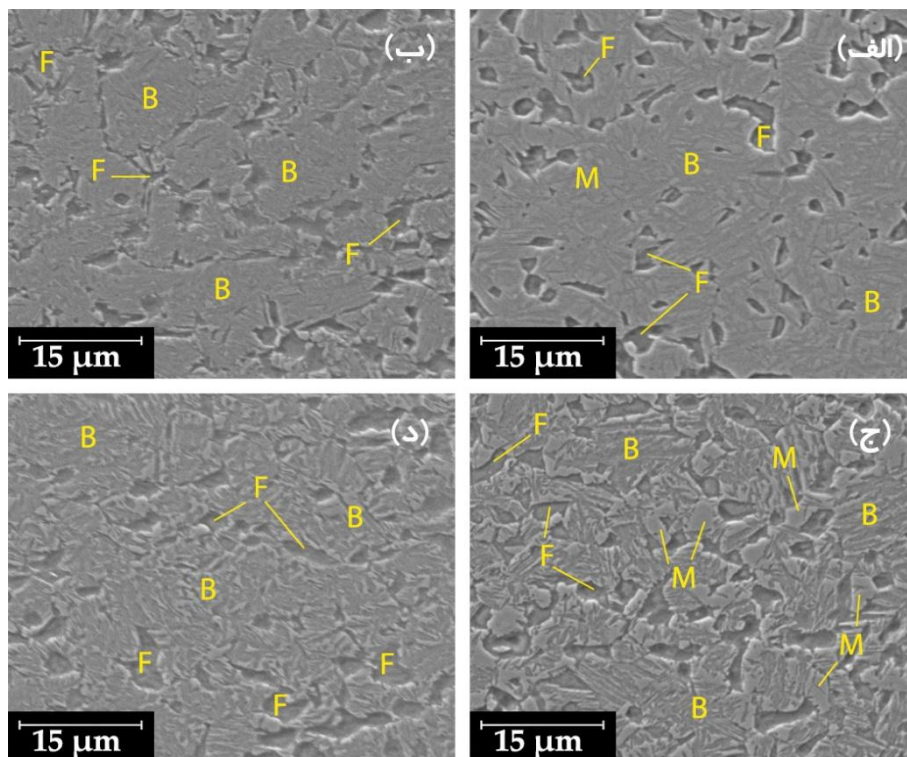


شکل 8- تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های Q&P شده در دمای 250 °C برای زمان‌های: (الف) 2؛ (ب) 5؛ (ج) 30 و (د) 60 دقیقه

3-2-2. مشاهدات الکترونی ریزساختار نمونه‌های Q&P

(مارتنزیتی) در مدت زمان 5 دقیقه در دماهای 300 و 350 °C تشکیل شده‌اند. با افزایش زمان پارتیشن‌بندی هم‌دما در دماهای فوق، رشد بلورهای بینیت در آستنیت (مارتنزیت) موجب تشکیل ریزساختار دوفازی فریتی-بینیتی در مدت زمان 30 دقیقه گردیده است (شکل‌های 9 (ب) و (د)). همچنین در دماهای پارتیشن‌بندی 300 و 350 °C، بسته‌های مارتنزیت بلوکی شکل بسیار کوچک در زمینه بینیتی مشاهده می‌گردد؛ که بیانگر تشکیل ریزساختارهای چندفازی حاوی مخلوطی از میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت است. انتظار می‌رود به بهینه‌سازی خواص مکانیکی نمونه‌ها گردد. حضور فازهای نرم و سخت در کنار یکدیگر که می‌توان ترکیبی از خواص آن‌ها از جنبه‌ی استحکام و انعطاف‌پذیری را مورد استفاده قرار داد می‌تواند منجر به بهبود خواص مکانیکی گردد (15).

مثال‌هایی منتخب از مشاهدات الکترونی ریزساختار نمونه‌های Q&P در شرایط عملیات حرارتی کوئچ و پارتیشن‌بندی شده در شرایط هم‌دماهای 300 °C برای مدت زمان‌های 5 و 60 دقیقه و همچنین 350 °C برای مدت زمان‌های 5 و 60 دقیقه با هدف مقایسه و بررسی جزئیات بیشتر ریزساختاری در شکل 9 نشان داده شده است. برای نمونه‌های کوئچ شده در حمام نمک مذاب با دماهای 300 و 350 °C برای مدت زمان‌های پارتیشن‌بندی 5 و 30 دقیقه، دانه‌های فریت با رنگ تیره در زمینه خاکستری رنگ روشن مارتنزیت همراه با ردپایی از تشکیل بلورهای ظریف بینیت قابل مشاهده است. با توجه به شکل‌های 9 (الف) و (ج)، مقادیر کمی بلورهای ظریف بینیت در زمینه آستنیتی



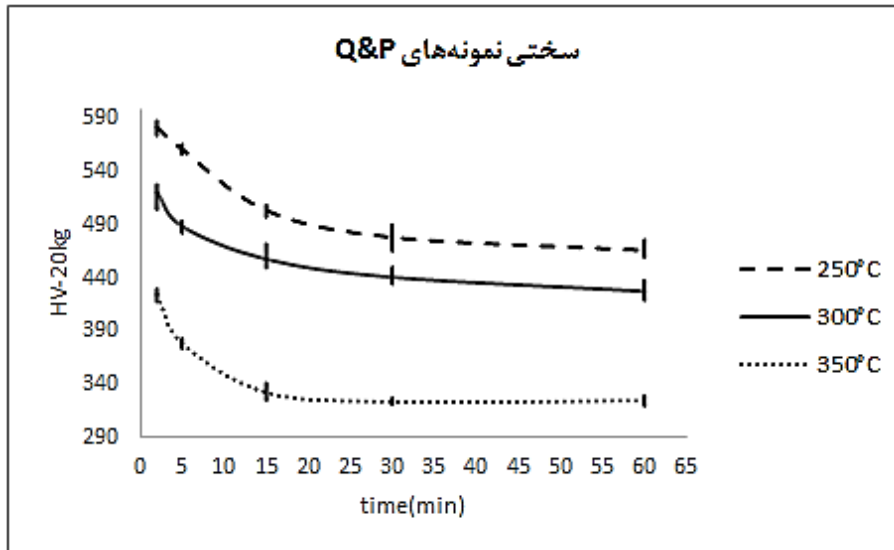
شکل 9- تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی گسیل میدان FE-SEM از نمونه‌های کوئچ و پارتیشن‌بندی شده در شرایط هم‌دما 300°C برای مدت زمان‌های: (الف) 5 دقیقه و (ب) 60 دقیقه و 350°C برای مدت زمان‌های: (ج) 5 دقیقه و (د) 60 دقیقه

افزایش زمان پارتیشن‌بندی در دمای 350°C منجر به تشکیل کسر بیشتری از فاز بینیت و کاهش کسر فازی آستنیت (ظریف شدن بسته-های مارتنزیت) در ریزساختار شده که در نتیجه سختی نمونه‌ها از 430 به $320\text{HV}_{20\text{Kg}}$ کاهش یافته است. تشکیل مضاعف فاز بینیت در دمای 350°C موجب کاهش شدیدتری در سختی نمونه‌ها نسبت به سایر دماها شده است. کاهش دمای پارتیشن‌بندی از 350°C به 300°C باعث کند شدن تحول بینیتی و در نتیجه خشن‌تر شدن بسته‌های مارتنزیتی می‌گردد (شکل 9) بطوریکه سختی بالاتری نسبت به دمای 350°C در نمونه‌های پارتیشن‌بندی شده با زمان مشابه ایجاد گردیده است. کاهش سختی با گذشت زمان ناشی از کاهش کسر حجمی مارتنزیت و رشد فاز بینیت در ریزساختار نمونه‌ها است. با کاهش دمای حمام نمک مذاب پارتیشن‌بندی به 250°C و نزدیک شدن به دمای M_s ، تأخیر قابل توجهی در رشد بینیت اتفاق افتاده است بطوریکه منجر به روند کاهشی ملایمی در سختی نمونه‌ها شده است.

3-3. بررسی خواص مکانیکی نمونه‌های Q&P

3-3-1. سختی‌سنجی نمونه‌های Q&P

منحنی‌های تغییرات سختی نمونه‌های Q&P گزارش شده در شکل 10 بیانگر تغییرات سختی بر حسب زمان پارتیشن‌بندی برای سه دمای 300، 250 و 350°C است روند کاهش سختی نمونه‌ها در دماهای مورد نظر در مدت زمان 2 دقیقه ناشی از تشکیل فاز نرم بینیت در مقایسه با فاز سخت مارتنزیت است. لازم به ذکر است سختی نمونه‌های مستقیماً سرد شده در آب از دمای میان‌بحرانی 775°C برابر با $690\text{HV}_{20\text{Kg}}$ است.



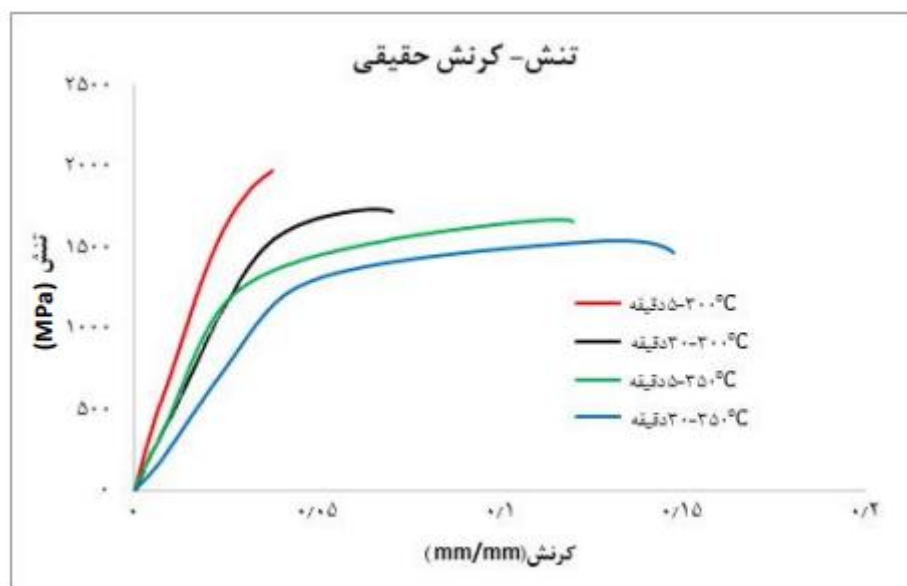
شکل 10- منحنی‌های تغییرات سختی نمونه‌های Q&P بر حسب زمان پارتیشن‌بندی در دماهای 250، 300 و 350 °C

2-3-3. بررسی رفتار کششی نمونه‌های Q&P

در نواحی فریت مجاور ایجاد شده و موجب رفتار تسلیم پیوسته در نمونه‌های Q&P می‌شود (10,29).

به منظور مقایسه بیشتر خواص کششی نمونه‌های Q&P جزئیات، نتایج خواص کششی حاصل از منحنی‌های تنش-کرنش مهندسی گزارش شده در شکل 10 در جدول 5 مرتب شده است. نمونه‌های Q&P با استحکام کششی بیش از 1350 MPa در محدوده استاندارد خواص مکانیکی نسل سوم فولادهای استحکام بالای پیشرفته قرار می‌گیرند (10,11,30). با توجه به نتایج گزارش شده در جدول 5، با افزایش زمان پارتیشن‌بندی نمونه‌ها از 5 دقیقه به 30 دقیقه در دماهای 300 و 350 °C، استحکام کششی به ترتیب از 1902 به 1629 و از 1494 به 1350 MPa کاهش یافته است؛ در مقابل، ازدیاد طول کلی این نمونه‌ها بطور قابل توجهی به ترتیب از 4 به 7/6٪ و از 12/8 به 16٪ افزایش یافته است. همان‌طور که در بررسی‌های ریزساختاری نشان داده شده، ریزساختار نمونه‌ها پس از 5 دقیقه پارتیشن‌بندی شامل فازهای فریت، بینیت و کسر قابل توجهی مارتنزیت است (مقایسه شکل‌های 6، 7 و 9). حال آنکه با افزایش زمان پارتیشن‌بندی به 30 دقیقه کسر فاز بینیت افزایش و کسر فاز مارتنزیت کاهش می‌یابد (شکل‌های 6 و 7). افزایش طول ناشی از افزایش زمان پارتیشن‌بندی را می‌توان به تشکیل مضاعف بلورهای ظریف بینیت و کاهش کسر حجمی مارتنزیت (ظریف‌تر شدن بسته‌های مارتنزیت) در ریزساختار نمونه‌ها نسبت داد (31,32). نتایج فوق نشان می‌دهد خواص مکانیکی پهنه در نمونه‌های Q&P شده در شرایط پارتیشن‌بندی 350 °C به مدت 30 دقیقه که ریزساختار نمونه‌ها حاوی مخلوطی از میکروفازهای فریت-بینیت-مارتنزیت است، حاصل شده است.

به منظور بررسی تأثیر ریزساختار بر خواص مکانیکی نمونه‌های عملیات حرارتی Q&P، نمونه‌های منتخب تحت آزمون کشش قرار گرفتند. منحنی‌های تنش-کرنش حقیقی مربوط به نمونه‌های Q&P تهیه شده در دماهای پارتیشن‌بندی 300 و 350 °C به مدت زمان‌های 5 و 30 دقیقه در شکل 11 نشان داده شده است. منحنی‌های تنش کرنش نشان می‌دهند، بالاترین میزان استحکام کششی برای نمونه‌های مربوط به دمای 300 °C با مدت زمان 5 دقیقه حاصل شده است بطوریکه فرم‌پذیری نمونه‌ها کاهش یافته و موجب شکست ترد در این شرایط عملیات حرارتی Q&P شده است. با افزایش زمان نگه‌داری در دمای 300 تا 30 دقیقه، با توجه به افزایش کسر حجمی بینیت (شکل 7)، ازدیاد طول بطور قابل توجهی بهبود یافته و استحکام کششی روند کاهش ملایمی از خود نشان داده است. نمونه‌های پارتیشن‌بندی شده در دمای 350 °C به مدت زمان 5 دقیقه نسبت به نمونه‌های با زمان مشابه گزارش شده در دمای 300 °C، از استحکام تسلیم کمتر و ازدیاد طول بیشتری برخوردار است. این تغییرات در خواص مکانیکی ارتباط مستقیمی با ریزساختار حاصل از فرآیندهای عملیات حرارتی دارد. همان‌طور که بررسی‌های ریزساختاری در شکل‌های 6 و 7 نشان داد، با افزایش زمان دمای پارتیشن‌بندی، محتوای مارتنزیت کاهش و بینیت افزایش می‌یابد که در انطباق با رفتار کششی نمونه‌ها است. از همچنین افزایش زمان پارتیشن‌بندی در این دما منجر به کاهش ملایمی در استحکام کششی و افزایش شدید ازدیاد طول به 16٪ در زمان نگه‌داری 30 دقیقه شده است. بررسی نمودارها نشان می‌دهد، رفتار تسلیم پیوسته در تمام نمونه‌های Q&P رخ داده است این رفتار کششی پیوسته ناشی از تولید و حضور چگالی بالایی از نابجایی‌های متحرک در فاز فریت است که این نابجایی‌های متحرک در اثر استحاله برشی تحول بینیتی



شکل 10- منحنی های تنش- کرنش حقیقی نمونه های Q&P شده در دماهای 300 و 350 °C برای زمان های 5 و 30 دقیقه

جدول 5- مقایسه خواص کششی نمونه های Q&P

نمونه Q&P	استحکام تسلیم (YS) MPa	استحکام کششی (TS) MPa	طول ازدیاد یکنواخت (%UE)	ازدیاد طول کلی (%TE)	TS * UE (GPa)
دقیقه 5-300 °C	1486	1902	4	4	7/61
دقیقه 30-300 °C	1378	1629	6/4	7/6	12/38
دقیقه 5-350 °C	1098	1494	11/6	12/8	19/12
دقیقه 30-350 °C	1035	1350	13/6	16	21/60

1. افزایش دما و زمان آنیل هم‌دما در ناحیه میان‌بحرانی منجر به افزایش کسر حجمی آستنیت تا تعادل فاز با فریت شد با کاهش دمای آنیل هم‌دما از 745 °C به 775 °C زمان تعادل فاز فریت-آستنیت از 190 دقیقه به 130 دقیقه کاهش یافته است.

نتیجه گیری

در این پژوهش، تأثیر عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی بر ریزساختار و خواص مکانیکی فولاد DIN1.5025 در شرایط کوئنچ و پارتیشن‌بندی (Q&P) بررسی شد. نتایج به‌دست آمده عبارتند از:

6. عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی و کوئچ و پارتیشن‌بندی سبب حصول ریزساختارهای چندفازی حاوی مخلوطی از میکروفازهای فریت، بینیت، مارتنزیت شده است.

7. خواص کششی بهینه (حاصل‌ضرب ازدیاد طول کلی در استحکام کششی نهایی: 21/6 GPa) برای نمونه‌های پارتیشن‌بندی شده در دمای 350°C به مدت زمان 30 دقیقه ایجاد شده است که ریزساختار چند فازی آن‌ها حاوی مخلوطی از 10٪ فریت، 90٪ بینیت و در صورت امکان مارتنزیت است (نتایج تصاویر میکروسکوپ نوری).

ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

همکاری مشارکت‌کنندگان در تحقیق حاضر به صورت داوطلبانه و با رضایت آنان بوده است.

حامی مالی

هزینه تحقیق حاضر توسط نویسندگان مقاله تامین شده است.

مشارکت نویسندگان

انجام آزمایش‌ها: سهیل افخمی؛
تحلیل داده‌ها و نتایج: شیما پشنگه، سید صادق قاسمی بنادکوک،
نگارش نهایی: شیما پشنگه، سید صادق قاسمی بنادکوک.

تعارض منافع

بنابر اظهار نویسندگان، مقاله حاضر فاقد هرگونه تعارض منافع بوده است.

2. با انجام عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی در دماهای 745، 760 و 775°C حداکثر سختی نمونه‌ها به ترتیب در مدت زمان‌های 190، 190 و 130 دقیقه تحقق یافته است و مقادیر برابر با $390\text{ HV}_{20\text{Kg}}$ ، 673 و 752 است.

3. تشکیل فاز فریت در ریزساختار دو فازی فریت-آستنیت طی آنیل میان‌بحرانی موجب غنی‌سازی آستنیت و در نتیجه کاهش دمای M_s در نتیجه افزایش گسترده دمایی تحول بینیتی شده است. دمای M_s فولاد موردنظر از 284°C برای شرایط آستنیت کردن کامل از ناحیه تک فاز آستنیت به دمای کمتر از 250°C برای شرایط آنیل میان‌بحرانی کاهش یافته است.

4. در شرایط پارتیشن‌بندی بهینه (350°C ، 30 دقیقه)، با توجه به قرار گرفتن نمونه‌ها در دماهای بالاتر از دمای M_s ، با افزایش زمان پارتیشن‌بندی تا زمان 30 دقیقه، سختی نمونه‌ها روند کاهشی ملایمی از خود نشان داد. کاهش سختی ناشی از افزایش زمان پارتیشن‌بندی کربن بین بینیت-آستنیت و در نتیجه جوانه‌زنی و رشد بلورهای ظریف بینیت است.

5. رفتار تسلیم پیوسته در تمام نمونه‌های Q&P مشاهده شده است تسلیم پیوسته ناشی از حضور چگالی بالای نابجایی‌های متحرک ایجاد شده در فاز نرم فریت در اثر تحول برشی بینیتی و استحکام کششی بالای آن‌ها ناشی از مخلوطی از نواحی سخت بینیت و مارتنزیت در ریزساختار نمونه‌ها است.

References

1. Heimbuch R. An overview of the auto/steel partnership and research needs. In: *Advanced high-strength steels: fundamental research issues workshop*, Arlington, Virginia. 2006.
2. Maresca F, Polatidis E, Šmíd M, Van Swygenhoven H, Curtin WA. Measurement and prediction of the transformation strain that controls ductility and toughness in advanced steels. *Acta Mater.* 2020;200:246–55. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.08.028>
3. Bouaziz O, Zurob H, Huang M. Driving force and logic of development of advanced high strength steels for automotive applications. *Steel Res Int.* 2013;84(10):937–47.
4. Christian Lesch Norbert Kwiaton FBK. *Advanced High Strength Steels (AHSS) for Automotive Applications & Tailored Properties by Smart Microstructural Adjustments.* *Steel Res Int.* 2017;88(10).
5. Czerwinski F. Current trends in automotive lightweighting strategies and materials. *Materials (Basel).* 2021;14(21).
6. Tsipouridis P. Mechanical properties of dual-phase steels. *Technische Universität München*; 2006.
7. Tisza M. Three Generations of Advanced High Strength Steels in the Automotive Industry. In: Jármai K, Voith K, editors. *Vehicle and Automotive Engineering 3.* Singapore: Springer Singapore; 2021. p. 81–94.
8. Nayak SS, Anumolu R, Misra RDK, Kim KH, Lee DL. Microstructure – hardness relationship in quenched and partitioned medium-carbon and high-carbon steels containing silicon. 2008;498:442–56.
9. De Moor E, Speer JG. Bainitic and quenching and partitioning steels. *Automotive Steels: Design, Metallurgy, Processing and Applications.* Elsevier Ltd; 2016. 289-316 p. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-08-100638-2.00010-9>
10. Pashangeh S, Banadkouki SSG, Somani MC. Abnormal mechanical response in a silicon bearing medium carbon low alloy steel following quenching and bainitic holding versus quenching and partitioning treatment. *J Mater Res Technol.* 2020;9(3):5007–23. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2238785419320095>
11. Soleimani M, Kalhor A, Mirzadeh H. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review. Vol. 795, *Materials Science and Engineering A.* Elsevier B.V.; 2020. 140023 p. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>
12. Avishan B. Transformation induced plasticity effect under tensile and compression stresses in nanostructured bainite. *Mater Sci Eng A.* 2018;729:362–9. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509318307548>
13. پشنگه ش، کریمی زارچی ح، قاسمی بنادکوکوی سص. بررسی رفتار مکانیکی غیرمتعارف فولاد کم‌آلیاژ فئر حاوی wt Si7/1% wt C- 5/0 در شرایط سه فازی بینیتی-مارتنزیتی-آستنیت باقیمانده. *مهندسی متالورژی و مواد.* 2020;31(2):137–52. Available from: https://jmme.um.ac.ir/article_33613.html
14. Franceschi M, Pezzato L, Gennari C, Fabrizi A, Polyakova M, Konstantinov D, et al. Effect of intercritical annealing and austempering on the microstructure and mechanical properties of

- a high silicon manganese steel. *Metals* (Basel). 2020;10(11):1–19.
15. Pashangeh S, Somani M, Sadegh S, Banadkouki G. Structure-Property Correlations of a Medium C Steel Following Quenching and Isothermal Holding above and below the M_s Temperature. 2021;61(1):1–10.
16. Yan S, Liu X, Liu WJ, Liang T, Zhang B, Liu L. Materials Science & Engineering A Comparative study on microstructure and mechanical properties of a C-Mn- Si steel treated by quenching and partitioning (Q & P) processes after a full and intercritical austenitization. *Mater Sci Eng A*. 2017;684(October 2016):261–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.12.026>
17. پشنگه ش، قاسمی بنادکوکى س. اصلاح شگرف خواص کششی یک فولاد کم‌آلیاژ سیلیسیم متوسط DIN 1.5025 در شرایط عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن‌بندی تک مرحله‌ای در مقایسه با شرایط کاملاً مارتنزیتی. فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین . 2020;11(40):59–74. Available from: https://jnm.marvdasht.iau.ir/article_4319.html
18. Kong H, Chao Q, Cai MH, Pavlina EJ, Rolfe B, Hodgson PD, et al. One-step quenching and partitioning treatment of a commercial low silicon boron steel *Materials Science & Engineering A One-step quenching and partitioning treatment of a commercial low silicon boron steel. Mater Sci Eng A*. 2017;707(December):538–47. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.09.038>
19. Xia S, Zhang F, Yang Z. Materials Science & Engineering A Microstructure and mechanical properties of 18Mn3Si2CrMo steel subjected to austempering at different temperatures below M_s. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2018;724(March):103–11. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.03.067>
20. Speich GR, Szirmai A, Richards MJ. Formation of austenite from ferrite and ferrite-carbide aggregates. *TRANS MET SOC AIME*. 1969;245(5):1063–74.
21. Md Arif S, Ghorai S, Nandan Bar H, Mandal D. Effect of quenching and partitioning time on microstructure and mechanical properties of low carbon micro-alloyed steel. *Mater Today Proc*. 2022;66:3865–9. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S2214785322043309>
22. Wang H, Cao L, Li Y, Schneider M, Detemple E, Eggeler G. Effect of cooling rate on the microstructure and mechanical properties of a low-carbon low-alloyed steel. *J Mater Sci*. 2021;56(18):11098–113. Available from: <https://doi.org/10.1007/s10853-021-05974-3>
23. Trzaska J, Jagiełło A St., Dobrzański LA. The calculation of CCT diagrams for engineering steels. *Arch Mater Sci Eng*. 2009;39:13–20.
24. Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens. *Am Soc Test Mater*. 2001;3(July).
25. Garcia CI, Deardo AJ. Formation of austenite in 1.5 pct Mn steels. *Metall Trans A* [Internet]. 1981;12(3):521–30. Available from: <https://doi.org/10.1007/BF02648551>
26. Speich GR, Demarest VA, Miller RL. Formation of austenite during intercritical annealing of dual-phase steels. *Metall Mater Trans A*. 1981;12(8):1419–28.
27. Fonstein N. Advanced high strength sheet steels: physical metallurgy, design, processing, and properties. Springer; 2015.
28. Ghatei Kalashami A, Kermanpur A, Najafizadeh A, Mazaheri Y. The Effect of Intercritical Annealing Time on the Microstructures and Mechanical Properties of an Ultrafine Grained Dual Phase Steel Containing Niobium. *Int J Iron Steel Soc Iran*.

2015;11(1):7–11. Available from:
https://journal.issiran.com/article_12093.html

29. Byun TS, Kim IS. Tensile properties and inhomogeneous deformation of ferrite-martensite dual-phase steels. *J Mater Sci*. 1993;28(11):2923–32.

30. Singh AK, Chouhan DK, Bhattacharya B, Biswas S. High strength-ductility combination by quenching and partitioning of a low carbon microalloyed dual-phase steel. *Mater Sci Eng A*. 2023;870(February):144854. Available from:
<https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.144854>

31. Guo H, Gao G, Gui X, Misra RDK, Bai B. Materials Science & Engineering A Structure-property relation in a quenched-partitioned low alloy steel involving bainite transformation. *Mater Sci Eng A [Internet]*. 2016;667:224–31. Available from:
<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2016.05.004>

32. De Diego-Calderón I, Santofimia MJ, Molina-Aldareguia JM, Monclús MA, Sabirov I. Deformation behavior of a high strength multiphase steel at macro-and micro-scales. *Mater Sci Eng A*. 2014;611:201–11.