

Research Paper

Phase Transformations of Low-Alloy Steel DIN 1.5025 under Isothermal Holding in the Bainitic Region and the Formation of Microcomposite Microstructures

Shima Pashangeh^{1*}, Seyyed Sadegh Ghasemi Banadkouki², Mohammad Hadi Moradi Ardakani³

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

Received: 2023/05/04

Revised: 2023/08/19

Accepted: 2023/08/20

Use your device to scan and read the article online



DOI:

[10.30495/jnm.2023.31857.1995](https://doi.org/10.30495/jnm.2023.31857.1995)

Keywords:

Heat treatment, Microcomposite structures, Multi-phase steels, Bainite, Hardness testing.

In this study, a medium-carbon steel sheet sample (wt.%C: 0.529) with high silicon content (wt.%Si: 1.67) was selected. The process involved applying heat treatment cycles with isothermal holding in the bainitic region, which included austenitizing at 900°C for 5 minutes, followed by rapid transfer to a molten salt bath in the temperature range of 400-500°C. The samples were held for varying times, from 5 seconds to 1 hour, and then quenched rapidly in water. The goal of the heat treatment process was to investigate phase transformations in microcomposite structures. In the next step, initial microstructural investigations and phase transformations under different heat treatment conditions were conducted using laser and scanning electron microscopes, along with dilatometry tests. Subsequently, the mechanical behavior of the heat-treated samples under different conditions was evaluated using macrohardness tests. The results indicated that achieving microcomposite structures was possible using these heat treatment conditions. Additionally, increasing the holding temperature in the bainitic region accelerated the kinetics of bainite formation. Prolonged holding times at these temperatures led to a tempering process, as confirmed by dilatometry tests. Hardness tests also revealed that the hardness increased with decreasing isothermal holding temperatures in the range of 400-500°C. Specifically, the maximum hardness values at 500°C, 450°C, and 400°C were measured at 341, 370, and 442 HV30kg, respectively.

Citation:

*Corresponding author:

Address:

Tell:

Email:

Extended Abstract

Introduction

Advanced high-strength low-alloy (HSLA) steels are a group of engineering materials known for their desirable properties and numerous advantages, attributed to a balance in their microstructure. This microstructural balance arises from various factors, including multiphase microstructures, metastable austenite, and deformations driven by thermally or mechanically activated transformations, as well as the development of complex dislocation substructures, precipitation, and changes at their interfaces. Advanced high-strength steels (AHSS) encompass various groups, including dual-phase steels, multiphase steels, twinning-induced plasticity (TWIP) steels, transformation-induced plasticity (TRIP) steels, quenched and partitioned (Q&P) steels, nanobainitic steels, and strain-hardened steels through severe plastic deformation, among others. These steels are classified into different generations and have been developed to overcome the limitations and shortcomings of one another. The bainitic region, which forms at temperatures lower than the austenite transformation temperature but above the martensitic transformation temperature (M_s), exhibits unique characteristics due to the formation of various phases, including ferrite and bainite. These features can significantly influence the mechanical and structural properties of steel.

Findings and Discussion

In this study, a low-alloy steel sample was selected, followed by a heat treatment process involving isothermal holding in the bainitic region for various times and at different temperatures. Subsequently, microstructural examinations and phase transformations were conducted, along with hardness measurements, to determine the kinetics of the bainitic transformation. Typical combination of image quality and phase map images for different heat

treatment cycles are shown in Fig. 1. As can be seen after 1 h isothermal holding at different temperatures between 500 to 400°C, bainitic transformation is relatively completed and only small amount of retained austenite (RA) phase is detectable in these microstructures.

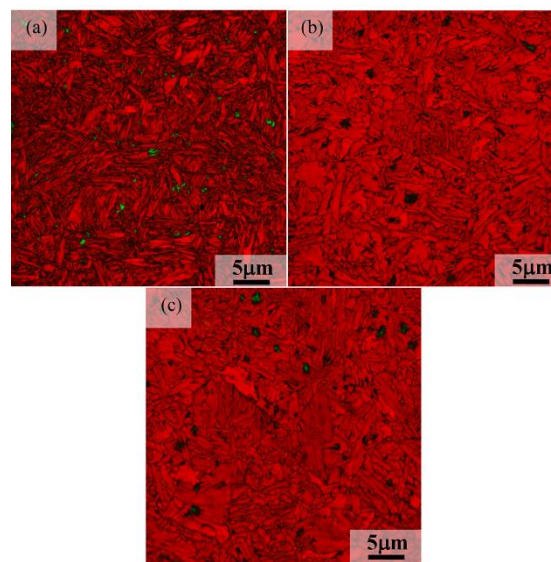


Fig.1. Combination of image quality and phase map images for different heat treatment cycles including: (a) 500°C-1h, (b) 450°C-1h, and (c) 400°C-1h.

Phase transformation was investigated by using dilatation measurements that are presented in Fig. 2. As can be seen by increasing isothermal holding temperatures from 400 to 500°C, bainitic transformation starts sooner. Besides the dilatation results shows that tempering happens at longer isothermal holding times. These results are in agreement with microstructural investigation by using EBSD analyzing (see Fig. 1).

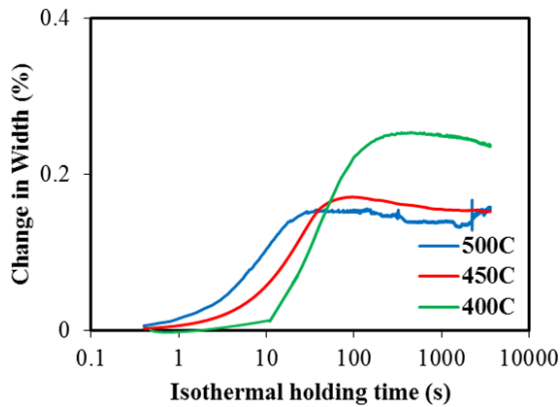


Fig. 2. Dilatation measurement data at different isothermal holding temperatures.

The chart depicting the variations in macrohardness of the samples held isothermally at 500°C, 450°C, and 400°C for different durations is shown in Fig. 3. As observed, the macrohardness remains almost constant over the time range of 50 to 600 seconds. On the other hand, a comparison of the macrohardness changes indicates a decrease in hardness with an increase in isothermal holding temperature from 400°C to 500°C. During short isothermal holding periods, the presence of a high fraction of soft retained austenite alongside hard martensite and bainite phases, and during longer holding periods, the formation of a large fraction of bainite and the reduction or even complete elimination of newly formed martensite during final cooling, result in a drop in hardness. Consequently, the macrohardness changes remain relatively stable.

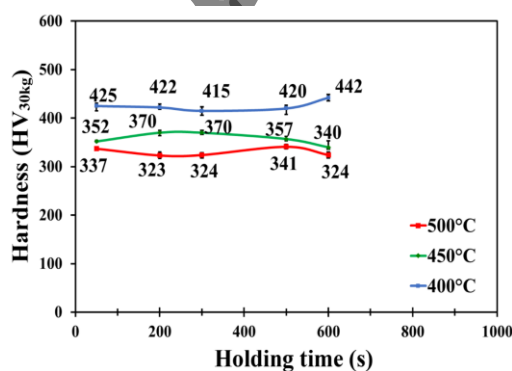


Fig. 3. Macrohardness data at different isothermal holding temperatures.

Conclusion

Microstructural examinations revealed that the bainitic transformation begins at shorter times with an increase in isothermal holding temperature in the bainitic region. Phase transformation analysis using dilatometry testing showed contraction in the samples held at temperatures between 500°C and 400°C, which is associated with the occurrence of annealing in these samples. Macrohardness variations indicated that in heat-treated samples at temperatures between 500°C and 400°C, the hardness changes with increasing isothermal holding time were not significant, and the trend remained relatively stable. This behavior in hardness variations was explained by the microstructural examinations.

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

: Writing- Original draft preparation, Conceptualization, Methodology, Formal analysis, Writing- Reviewing and Editing. : Supervision, Validation, Investigation, Data curation,. : Software, Visualization, Writing- Reviewing and Editing.

Conflicts of interest

The authors declared no conflict of interest.

بررسی تحولات فازی فولاد کم‌آلیاژ DIN 1.5025 در شرایط نگه‌داری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی و حصول ریزساختارهای میکروکامپوزیتی

شیمیا پشنگه^{۱*}، سید صادق قاسمی بنادکوکي^۲، محمد هادی مرادی اردکانی^۳

۱. استادیار، گروه مهندسی مواد، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران

۲. دانشیار، دانشکده مهندسی معدن و متالورژی، دانشگاه یزد، یزد، ایران

۳. استادیار، گروه مهندسی برق، دانشکده فنی و مهندسی، دانشگاه یاسوج، یاسوج، ایران

تاریخ دریافت: ۱۴۰۲/۰۲/۱۴ چکیده

تاریخ داوری: ۱۴۰۲/۰۵/۲۸

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۲/۰۵/۲۹

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



DOI:

[10.30495/jnm.2023.31857.1995](https://doi.org/10.30495/jnm.2023.31857.1995)

واژه‌های کلیدی:

عملیات حرارتی، ساختارهای میکروکامپوزیتی، فولادهای چند فازی، بینیت، سختی‌سنجی.

در پژوهش حاضر نمونه‌ی ورق فولادی کربن متوسط (C) با محتوای سیلیسیم بالا (۱/۶۷۰wt.% Si) انتخاب شد؛ و سپس سیکل‌های عملیات حرارتی نگه‌داری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی شامل آستنیت‌زدن در دمای 900°C به مدت ۵ دقیقه، انتقال سریع به حمام نمک مذاب در محدوده‌ی دمایی 500°C تا 400°C و نگه‌داری به مدت زمان‌های مختلف در محدوده‌ی ۵ ثانیه تا ۱ ساعت و در نهایت سریع سرد کردن در آب بر روی نمونه‌های نرماله شده صورت گرفت. هدف از انجام فرآیند عملیات حرارتی بررسی تحولات فازی در ساختارهای میکروکامپوزیتی بود. در مرحله‌ی بعدی، بررسی‌های ریزساختاری اولیه و همچنین بررسی تحولات فازی در شرایط مختلف عملیات حرارتی با استفاده از میکروسکوپ‌های لیزری، الکترونی روبشی در کنار آزمون‌های دیلاتومتری صورت گرفت. در ادامه نیز رفتار مکانیکی نمونه‌های عملیات حرارتی شده در شرایط مختلف عملیات حرارتی با استفاده از آزمون‌های ماکروسختی‌سنجی مورد ارزیابی قرار گرفت. نتایج بررسی‌ها نشان داد که امکان دستیابی به ریزساختارهای میکروکامپوزیتی با استفاده از این شرایط عملیات حرارتی وجود داشته است و با افزایش دمای نگه‌داری در ناحیه‌ی بینیتی سینتیک تشکیل بینیت افزایش می‌یابد. همچنین فرآیند بازپخت در زمان‌های طولانی نگه‌داری در دماهای مذکور رخ داد که نتایج آزمون دیلاتومتری این موضوع را تایید کرد. از سوی بررسی‌های سختی نشان‌دهنده‌ی افزایش عدد سختی با کاهش دمای نگه‌داری هم‌دما در محدوده‌ی 500°C تا 400°C بود. به گونه‌ای که عدد سختی بیشینه در دماهای 500°C تا 400°C به ترتیب برابر با ۳۴۱، ۳۷۰ و $442\text{HV}_{30\text{kg}}$ اندازه‌گیری شد.

* نویسنده مسئول:

نشانی:

تلفن:

پست الکترونیکی:

افزایش می‌یابد و توزیع ظرفیتی از میکروفازها در ریزساختار نهایی حاصل می‌شود (۱۹).

در سال‌های اخیر، تحقیقات گسترده‌ای بر روی تغییرات فازی در فولادهای آلیاژی و تاثیرات آن‌ها بر روی خواص نهایی فولادها انجام شده است. مطالعات جدید نشان داده‌اند که فرآیندهای عملیات حرارتی و به ویژه نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی می‌تواند منجر به ایجاد ساختارهای نانو و میکروسکوپی خاصی شوند که به طور مستقیم بر روی ویژگی‌های مکانیکی و عملکرد نهایی فولاد تاثیر می‌گذارد (۱۰، ۱۵، ۲۰). در پژوهشی که توسط فرانسیسچی و همکارانش (۱۵) بر روی فولادهای کربن متوسط نگهداری شده در ناحیه‌ی بینیتی انجام شد، نشان داد که حصول ریزساختارهای نانوبینیتی سبب بهبود مقاومت به سایش می‌گردد. در پژوهشی که توسط لیو و همکارانش (۲۱) انجام شد، فرآیندهای نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی و مارتنزیتی بر روی یک نمونه فولاد کم‌آلیاژ مورد بررسی قرار گرفت. نتایج این تحقیقات نشان داد که حصول ریزساختارهای دانه ریز سبب بهبود انعطاف‌پذیری ریزساختارهای بینیتی شده است. تحلیل دقیق این تغییرات فازی می‌تواند به درک بهتر فرآیندهای عملیات حرارتی و بهینه‌سازی آن‌ها کمک کند، و به نوبه خود می‌تواند به بهبود کیفیت و عملکرد فولادهای آلیاژی در کاربردهای صنعتی کمک نماید. با این حال تا کنون در زمینه‌ی بررسی تحولات فازی در ناحیه‌ی بینیتی بر روی فولادهای با محتوای کربن متوسط و سیلیسیم بالا پژوهش‌های محدودی انجام شده است. در اغلب پژوهش‌های انجام شده از عناصر پایدارکننده‌ی فاز آستنیت در ترکیب فولاد استفاده شده است که سینتیک تحول فازی بینیتی را کاهش می‌دهد. بنابراین هدف این پژوهش بررسی و تحلیل تغییرات فازی در فولاد DIN 1.5025 (با محتوای کربن متوسط و سیلیسیم بالا) (نقش ممانعت‌کننده از تشکیل کاربید را دارد) و محتوای کم‌منگنز که پایدارکننده‌ی آستنیت است) تحت شرایط نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی است. با استفاده از تکنیک‌های پیشرفته میکروسکوپی و تحلیل‌های ریزساختاری، و همچنین بررسی تحولات فازی و تغییرات سختی، این مطالعه به دنبال ارائه مسیرهای مطالعاتی جدیدی در مورد تاثیرات تغییرات فازی بر روی خواص مکانیکی و عملکرد فولاد در شرایط مختلف عملیات حرارتی است.

مواد و روش‌ها

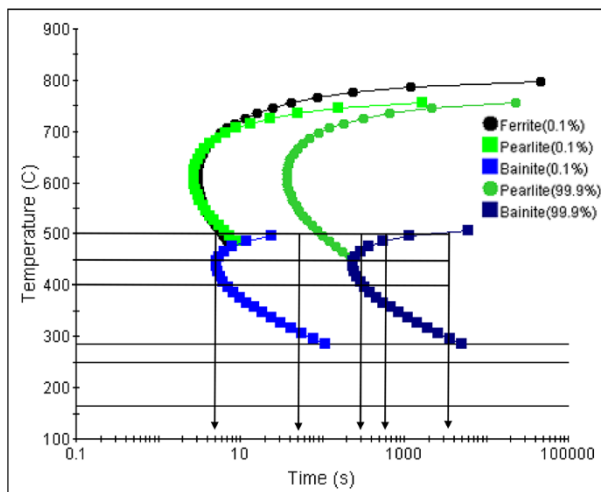
در مرحله نخست و پس از بررسی پژوهش‌های پیشین در زمینه عملیات حرارتی‌های Q&P و تشکیل بینیت، فولاد کم‌آلیاژ DIN 1.5025 با ترکیب شیمیایی نمایش داده شده در جدول ۱ به صورت تسمه با ضخامت ۱ میلی‌متر و عرض ۳۰ میلی‌متر انتخاب و تهیه شد. حضور عناصر کربن و منگنز در ترکیب این نمونه‌ی فولادی به عنوان عناصر پایدارکننده‌ی فاز آستنیت می‌باشد. در حالی که افزودن بیش از ۱/۵wt.% سیلیسیم به منظور اجتناب و یا در نهایت به تاخیر انداختن

فولادهای کم‌آلیاژ استحکام بالای پیشرفته گروهی از مواد مهندسی هستند که به واسطه‌ی تعادل در ریزساختارشان دارای ویژگی‌های مطلوب و مزیت‌های بی‌شماری می‌باشند (1,2). تعادل ریزساختاری در این گروه از مواد مهندسی به دلایل مختلفی از جمله ریزساختارهای چندفازی، آستنیت نیمه پایدار و تغییرشکل‌هایی که به واسطه تحولات فعال شده با گرما یا کار مکانیکی، زیرساختارهای پیچیده نایجابی‌ها، رسوب‌گذاری و تغییر در فصل مشترک‌هایشان ایجاد شده است (۳،۴). این گروه از آلیاژها شامل خانواده‌ای از مواد با استحکام بالا و شکل-پذیری مطلوب هستند که اغلب به صورت ورق تولید شده و در صنایع حمل و نقل بیشترین کاربرد را دارند. فولادهای استحکام بالای پیشرفته اغلب دارای ریزساختارهای چند فازی پیچیده می‌باشند که شامل فازهایی مانند فریت، آستنیت، مارتنزیت و بینیت با توزیعی از یک یا چند فاز و گاهی حتی رسوبات است (۵،۶).

فولادهای استحکام بالای پیشرفته گروه‌های مختلفی از جمله فولادهای دو فازی، فولادهای چند فازی، فولادهای با مومسانی حاصل از دوقلویی (TWIP) (۷)، فولادهای با مومسانی حاصل از تحول (TRIP) (۸)، فولادهای کوئچ و پارتیشن‌بندی (Q&P) (۹)، فولادهای نانوبینیتی (۱۰)، فولادهای سخت‌گردانی شده توسط پرس (۴) و ... را شامل می‌شوند که در نسل‌های مختلف جای گرفته و با هدف رفع معایب و محدودیت‌های یکدیگر توسعه یافته‌اند.

عملیات حرارتی یکی از فرآیندهای کلیدی در تولید و بهینه‌سازی خواص فولاد است (۱۱،۱۲). در این میان، عملیات حرارتی نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی یکی از روش‌های متداول برای بهبود خواص مکانیکی فولادهای آلیاژی است (۱۳). این روش به دلیل توانایی ایجاد فازهای مختلف در ساختار میکروسکوپی، به بهبود خواص فولاد از جمله سختی، مقاومت به سایش و عمر خستگی کمک می‌کند (۱۴،۱۵).

ناحیه‌ی بینیتی، که در محدوده‌ی دماهای پایین‌تر از دمای آستنیت و بالاتر از دمای تحول مارتنزیتی (M_s) تشکیل می‌شود، به دلیل تشکیل فازهای مختلفی از جمله فریت و بینیت، ویژگی‌های منحصر به فردی دارد که می‌تواند به طور قابل توجهی بر روی خواص مکانیکی و ساختاری فولاد تاثیر بگذارد (۱۶،۱۷). این فازها به دلیل ساختار میکروسکوپی خاصی که دارند، می‌توانند خواص متفاوتی از جمله مقاومت به خستگی و سختی را به فولاد بیفزایند و کاربردهای گوناگونی برای این گروه از فولادها در صنایع مختلف از جمله صنعت خودروسازی و خطوط ریل معرفی نمایند (۱۸). در پژوهشی که توسط هیوج و همکارانش بر روی یک نمونه فولاد کم‌آلیاژ با ترکیب شیمیایی شامل $0.2C-1/4Si-2/3Mn$ انجام شد، نشان داده شده که با افزایش زمان نگهداری در ناحیه‌ی بینیتی (در دمای $400^{\circ}C$) محتوای فاز بینیت



شکل ۱- نمودار TTT فولاد DIN 1.5025

در ادامه، سیکل‌های عملیات حرارتی گوناگون با هدف دستیابی به ریزساختارهای چند فازی شامل درصدهای مختلف از فازهای آستنیت باقیمانده، مارتنزیت و بینیت طراحی شدند. شرایط سیکل‌های عملیات حرارتی بر اساس دماهای بحرانی بدست آمده و با توجه به هدف دستیابی به ریزساختارهای میکروکامپوزیتی انجام شده در پژوهش حاضر در جدول ۲ آورده شده است. لازم به ذکر است که انتخاب دماها و زمان‌های نگهداری بر اساس دیاگرام TTT و دماهای بحرانی انجام شده است.

جدول ۲- فرآیندهای عملیات حرارتی انجام شده بر روی نمونه فولاد DIN 1.5025

اطلاعات تکمیلی	زمان	دما (°C)	مراحل عملیات حرارتی
سرد کردن در هوا	۵ دقیقه	۹۰۰	مرحله ۱
انتقال به حمام نمک مذاب	۵ دقیقه	۹۰۰	مرحله ۲
سرد کردن نهایی در آب	۵ ثانیه تا ۱ ساعت	۴۵۰، ۵۰۰، ۴۰۰	مرحله ۳

در مرحله نخست پس از انجام سیکل‌های گوناگون عملیات حرارتی در شرایط نگهداری هم‌دما نمونه‌ها به منظور بررسی‌های ریزساختاری برش داده شدند و سپس با استفاده از مانت سرد، مانت گردیدند. در مرحله‌ی بعد، مراحل آماده‌سازی سطحی بر اساس استاندارد ASTM E3-01 بر روی آن‌ها انجام شد. پس از آماده‌سازی، در مرحله پایانی حکاکی نمونه‌ها با استفاده از محلول نایتال ۲٪ (۹۸ میلی‌لیتر اتانول و ۲ میلی‌لیتر اسید نیتریک (HNO₃)) انجام شد و بررسی‌های اولیه

تشکیل کاربید (سمانتیت) انجام می‌گیرد. این عنصر آلیاژی به دلیل انحلال‌پذیری بسیار کم در سمانتیت از تشکیل این نوع کاربید ممانعت کرده و بنابراین کربن کافی به منظور نفوذ به ناحیه‌ی آستنیتی اولیه در حین تحول‌های فازی وجود داشته و در نهایت سبب پایداری کسری از فاز آستنیت باقیمانده تا دمای محیط خواهد شد (۲۲-۲۵). از سوی دیگر این عنصر آلیاژی به عنوان استحکام‌بخش فاز آستنیت نیز می‌باشد. همچنین عنصر آلیاژی منگنز نیز به عنوان پایدارکننده‌ی فاز آستنیت در ترکیب شیمیایی فولادها مورد استفاده قرار می‌گیرد (26).

جدول ۱- ترکیب شیمیایی فولاد DIN 1.5025 مورد استفاده در پژوهش حاضر

عنصر	C	Si	Mn	Cr	S	P
درصد وزنی (wt.%)	۰/۵۳۹	۱/۶۷۰	۰/۷۲۱	۱/۱۲۰	۰/۰۲۳	۰/۰۲۲

پیش از طراحی سیکل‌های عملیات حرارتی در ابتدا لازم است که دماهای بحرانی نمونه فولادی DIN 1.5025 انتخاب شده به دست آید. به این منظور از آزمون دیلاتومتری استفاده شد و دماهای بحرانی Ac_1 ، Ac_3 و M_s که به ترتیب نشان‌دهنده‌ی دماهای آغاز و پایان تحول آستنیتی و آغاز تحول مارتنزیتی می‌باشند، تعیین شدند. آزمون دیلاتومتری با نرخ گرمایش $۰/۳^{\circ}C/s$ و نرخ سرمایش $۵۰^{\circ}C/s$ با استفاده از دستگاه ترمومکانیکی Gleeble مدل ۳۸۰۰ انجام شد. انتخاب نرخ گرمایش آهسته و نرخ سرمایش سریع به دلیل نیاز به دستیابی به شرایط تعادلی در گرمایش و جلوگیری از بازگشت آستنیت از مارتنزیت حین سرمایش می‌باشند (۲۷). همچنین دیاگرام TTT این فولاد با استفاده از نرم افزار JMatPro v7.0 x86 استخراج شد که در شکل ۱ نشان داده شده است. همچنین شماتیک فرآیند عملیات حرارتی در ناحیه بینیتی بر روی شکل نمایش داده شده است. این دیاگرام تا حدودی می‌تواند تغییرات فازی در شرایط مختلف را پیش‌بینی کند و در طراحی فرآیند عملیات حرارتی مفید واقع شود.

ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ لیزری مدل KEYENCE VK-X200 با بزرگ‌نمایی ۱۵۰۰ برابر استفاده گردید.

در ادامه و به منظور بررسی جزئیات بیشتر و در بزرگ‌نمایی بالاتر ریزساختاری، نمونه‌هایی منتخب از شرایط عملیات حرارتی گوناگون انتخاب شدند و بررسی‌های ریزساختاری با استفاده از میکروسکوپ الکترونی روبشی FE-SEM مدل Zeiss Ultra Plus مجهز به دوربین میکروسکوپ الکترون‌های برگشتی (EBSD) مورد بررسی - های ریزساختاری قرار گرفتند. بررسی‌ها در بزرگ‌نمایی ۵۰۰۰ برابر و با step size در محدوده‌ی ۴۰ تا ۵۰nm انجام گرفت. به این منظور نمونه‌ها پس از آماده‌سازی سطحی اولیه الکتروپولیش شدند و مورد بررسی قرار گرفتند. عملیات آماده‌سازی الکتروپولیش با استفاده از محلول شامل ۲۰ درصد پرکلریک اسید (HClO_4) و ۸۰ درصد اتانول ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$) در دمای اتاق و ولتاژ و جریان به ترتیب ۱۵ ولت و ۰/۸ آمپر به مدت زمان در محدوده‌ی ۱۵ تا ۶۰ ثانیه انجام شد.

به منظور بررسی رفتار مکانیکی در شرایط مختلف عملیات حرارتی از ماکروسختی‌سنجی با روش ویکرز و با بار اعمالی ۳۰kg و مدت زمان اعمال بار ۱۵ ثانیه استفاده شد و نتایج گزارش شده در این پژوهش میانگین ۵ اندازه‌گیری در نقاط گوناگون نمونه‌های مختلف عملیات حرارتی شده می‌باشند.

در ادامه با هدف بررسی تحول‌های فازی از دستگاه ترمومکانیکی Gleeble مدل ۳۸۰۰ استفاده شد. در این بررسی با طراحی سیکل‌های عملیات حرارتی مشابه با آنچه که در آزمایشگاه و با استفاده از کوره مقاومتی و حمام نمک انجام شده بود، تحول‌های فازی رخ داده در شرایط گوناگون عملیات حرارتی مورد بررسی قرار گرفت. به این منظور نمونه‌هایی با ابعاد $1 \times 9 \times 30$ میلی‌متر تهیه شدند. در ادامه نمونه‌ها با نرخ گرمایش 50°C/s تا دمای 900°C تحت گرمایش قرار گرفته و به مدت ۵ دقیقه در این دما نگهداری شدند و سپس با نرخ مشابه گرمایش تا دماهای در محدوده‌ی 50°C تا 400°C سرد شده و برای زمان‌های مختلف در محدوده‌ی مدت زمان ۵ ثانیه تا ۱ ساعت در این دماها نگهداری شده و در پایان تا دمای محیط با نرخ مشابه سرد شدند. تغییرات در ابعاد نمونه با استفاده از دیلاتومتر ثبت گردید و در ادامه این تغییرات مورد بررسی قرار گرفت. به منظور ثبت تغییرات دمایی در نمونه از ترموکوپل نوع K استفاده شد که بر روی سطح نمونه جوش داده شد.

نتایج

۱- بررسی تحول‌های فازی فرآیند عملیات حرارتی کوئنچ و نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی

تصویرهای میکروسکوپ لیزری مربوط به ریزساختار نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای 500°C برای زمان‌های متفاوت در محدوده‌ی ۵ ثانیه تا ۱ ساعت در مقایسه با نمونه‌ی کوئنچ مستقیم در شکل ۲ نشان

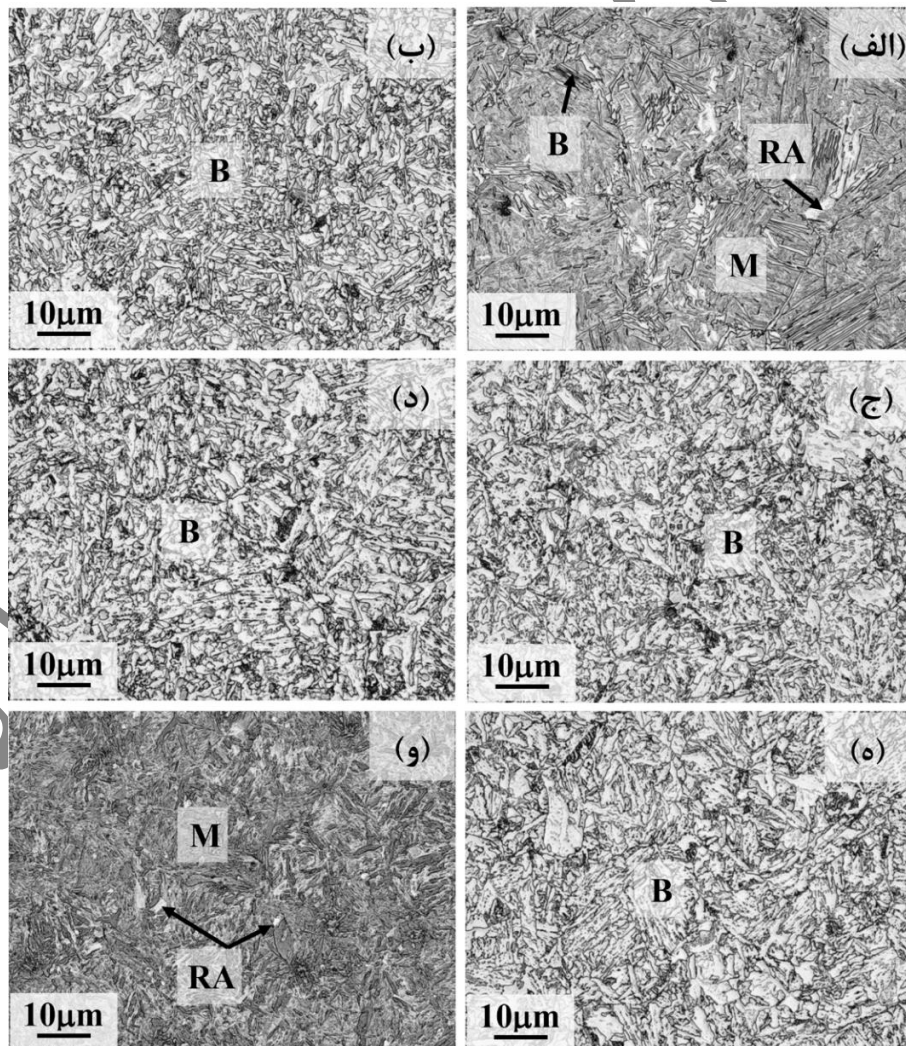
داده شده است. در تصویر (الف) از شکل ۲ که مربوط به نمونه‌ی نگه‌داری شده به مدت ۵ ثانیه در این دما می‌باشد، ریزساختار عمدتاً از فاز مارتنزیت تشکیل شده (مناطق تیره رنگ) و تنها بخش‌های کوچکی بینیت اولیه (تیغه‌های تیره رنگ) و آستنیت (مناطق روشن) در این نمونه قابل تشخیص می‌باشد که رشد این فاز همان‌طور که دیده می‌شود از مرزهای آستنیت اولیه آغاز شده است. در ادامه و با افزایش مدت زمان نگه‌داری هم‌دما از ۵۰ ثانیه تا ۱ ساعت، همان‌طور که در تصویرهای شکل ۲- (ب) تا (ه) مشاهده می‌گردد، کسر فاز فریت بینیتی فوق اشباع از کربن (به دلیل نبود زمان کافی برای نفوذ و پارتیشن‌بندی کربن از فاز فریت که محتوای کربن بالایی نسبت به حالت تعادلی خود دارد) که با گذشت زمان کربن آن پس زده می‌شود (مناطق خاکستری رنگ در زمینه روشن) و بنابراین به سمت حالت تعادلی حرکت می‌کند (۲۸)، (افزایش مناطق روشن در نمونه‌های عملیات حرارتی شده مختلف با افزایش زمان نگه‌داری هم‌دما) افزایش می‌یابد و در نمونه‌ی نگه‌داری شده به مدت ۱ ساعت در این دما همان‌گونه که تصویر ۲- (ه) مشاهده می‌گردد عمده‌ی ریزساختار نهایی از فاز فریت بینیتی (مناطق روشن) تشکیل شده است. از سوی دیگر بررسی و مقایسه‌ی تصویرهای ریزساختاری نشان‌دهنده‌ی تشکیل فریت بینیتی با سرعت بالا در دمای 500°C می‌باشد (تنها پس از ۵ ثانیه نگه‌داری در این دما کسر قابل توجهی تیغه‌های فریت بینیتی در تصویر ۲- الف قابل شناسایی است و با افزایش بیشتر مدت زمان مناطق بینیتی پس از ۵۰ ثانیه بخش قابل توجه ریزساختار را در بر گرفته است) که به سرعت ریزساختار (تصویرهای الف) تا (ه) از شکل ۲) را در بر می‌گیرد. همچنین در این تصویرهای ریزساختاری، تشکیل کاربید (مناطق خاکستری رنگ در زمینه سفید رنگ بینیتی) به راحتی قابل مشاهده می‌باشد که در نواحی فریت بینیتی توزیع شده‌اند. از سوی دیگر مقایسه تصویرهای ۲- (الف) و (و) که به ترتیب مربوط به نمونه‌ی نگه‌داری شده به مدت ۵ ثانیه در دمای 500°C و نمونه‌ی کوئنچ مستقیم در آب هستند، نشان‌دهنده‌ی این موضوع است که تنها ۵ ثانیه نگه‌داری در دمای 500°C سبب تشکیل مناطق جزئی بینیتی می‌شود در حالی که عمده‌ی ریزساختار نمونه‌ی کوئنچ مستقیم از فاز مارتنزیت تشکیل شده و تنها مناطق جزئی به رنگ روشن فاز آستنیت باقیمانده در ریزساختار نمونه‌ی کوئنچ مستقیم حضور دارد. با این وجود شایان ذکر است که تفکیک فازهای مارتنزیت، بینیت و آستنیت باقیمانده با استفاده از تصویرهای تهیه شده توسط میکروسکوپ لیزری به راحتی قابل انجام نبوده و نیاز به تکنیک‌های بررسی ریزساختاری دیگری می‌باشد.

بنابراین نمونه‌هایی منتخب در شرایط نگه‌داری هم‌دما در دمای 500°C و همچنین نمونه‌ی کوئنچ مستقیم توسط آنالیز تصویری الکترون‌های برگشتی (EBSD) مورد بررسی قرار گرفتند. مثال‌هایی از تصویرهای تهیه شده (شامل نقشه فازی (PM) و تصویرهای کیفیت سطحی (IQ)) مربوط به نمونه‌های نگه‌داری شده به صورت هم‌دما در دمای 500°C و همچنین نمونه‌ی کوئنچ مستقیم در شکل ۳ نشان داده شده است. همان‌طور که آنالیزهای فازی نشان می‌دهند با افزایش مدت زمان نگه‌داری هم‌دما در دمای 500°C ، کسر مناطق بینیتی (ناحیه‌ی به رنگ قرمز روشن) رشد کرده و در نتیجه کسر مناطق آستنیتی

مناطق مرکزی که مقدار کربن کم‌تری دارند ناپایدار بوده و به فاز مارتنزیت تحول خواهند یافت (۲۰). این نتایج با تصویرهای تهیه شده توسط میکروسکوپ لیزری (شکل ۲) نیز در انطباق می‌باشند. همچنین تصویر نقشه‌ی فازی ۳-۵) مربوط به نمونه‌ی کوئنچ مستقیم حضور کسر کوچکی فاز آستنیت باقیمانده (مناطق سبز رنگ-۴ درصد حجمی) در ریزساختار مارتنزیتی را تایید می‌کند و بنابراین با نتایجی که توسط میکروسکوپ لیزری در این شرایط عملیات حرارتی در شکل ۲-۵) نشان داده شد در انطباق می‌باشد.

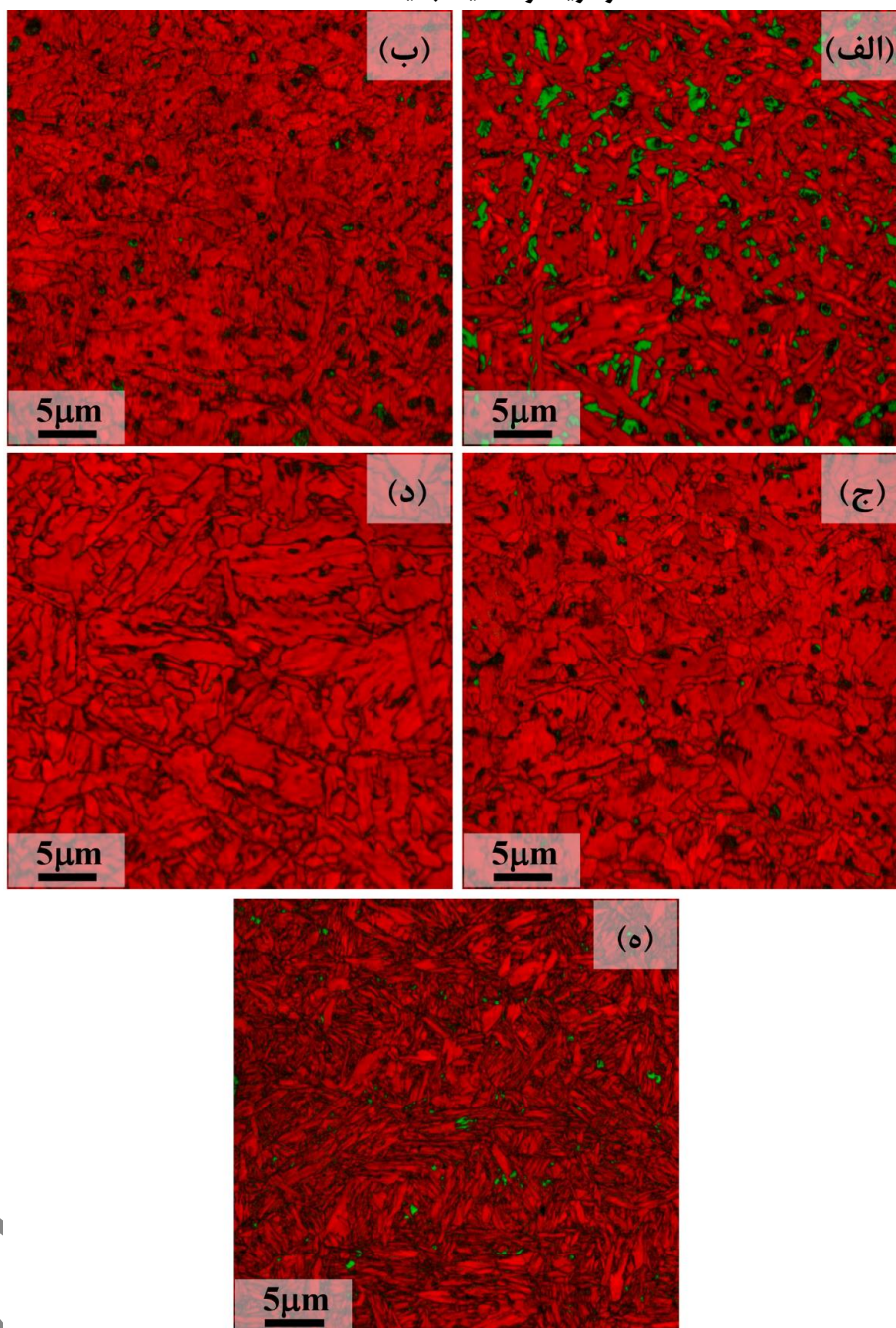
جنبه‌ی دیگری که با توجه به تصویرهای توزیع فازی نشان داده شده در شکل ۳ قابل بیان می‌باشد، رشد بسته‌های بینیتی با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما در دمای 500°C می‌باشد که با مقایسه تصویرهای ۳-۳) تا (د) به راحتی قابل تایید می‌باشد. به گونه‌ای که دانه‌های فاز بینیت در شکل ۳-۳) (مدت زمان نگهداری ۱ ساعت) در مقایسه با شکل ۳-۳) (ب) که مربوط به مدت زمان نگهداری ۳۰۰ ثانیه است رشد قابل توجهی را نشان می‌دهند (مرزهای فازی تیره رنگ این موضوع را به وضوح تایید می‌کنند).

(ناحیه‌ی سبز رنگ) کاهش می‌یابد. درصد فاز آستنیت باقیمانده در نمونه‌های نگهداری شده به مدت زمان‌های ۵۰ ثانیه تا ۱ ساعت از مقدار ۱۰/۱ تا مقدار ۱/۴ درصد حجمی کاهش می‌یابد. از سوی دیگر بررسی تصویرها نشان می‌دهد که در زمان ۵۰ ثانیه نیز پارتیشن‌بندی و نفوذ کربن از مناطق بینیتی به مناطق آستنیتی مجاور آن‌ها رخ داده است. در تصویر ۳-الف) مناطقی مشاهده می‌گردد که در مرکز قرمز تیره رنگ و در نواحی اطراف آن سبز رنگ هستند. در حقیقت این مناطق نواحی آستنیتی هستند که در مرحله سرمایش سریع نهایی در آب به صورت جزئی به فاز مارتنزیت تحول یافته‌اند (۲۹). نفوذ و پارتیشن‌بندی کربن در نواحی آستنیتی به دلیل دارا بودن ساختار فشرده FCC به کندی صورت می‌گیرد (با وجود دمای بالا) (با توجه به این نکته که ضریب نفوذ کربن در فاز آستنیت در این دما بر اساس رابطه بدست آمده در مرجع (30) برابر با $10^{-10} \times 633 \times 1/20$ m^2/s می‌باشد). بنابراین نفوذ کربن در این دما بسیار آهسته می‌باشد و سبب شده که در جزایر بلوکی شکل مرکز محتوای کربن کم‌تری داشته باشد و بنابراین با فاصله گرفتن از فصل مشترک فازهای آستنیت و بینیت غلظت کربن در نواحی آستنیتی کاهش یافته و در مرحله سرمایش سریع پایانی،



شکل ۲- تصویرهای ریزساختاری مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای 500°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵ ثانیه؛ (ب) ۵۰ ثانیه؛ (ج) ۳۰۰ ثانیه؛ (د) ۶۰۰ ثانیه؛

(ه) ۱ ساعت و (و) نمونه‌ی کوئنچ مستقیم در آب. علامت‌های اختصاری M, B, RA به ترتیب نشان‌دهنده‌ی فازهای بینیت، مارتنزیت و آستنیت باقیمانده هستند.



شکل ۳- تصویرهای آنالیز فازی (نقشه فازی (PM) و تصویرهای کیفیت سطحی (IQ)) تهیه شده توسط الکترون‌های برگشتی (EBSD) مربوط به نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای 50°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵۰ ثانیه؛ (ب) ۳۰۰ ثانیه؛ (ج) ۶۰۰ ثانیه؛ (د) ۱ ساعت و (ه) کوئنچ مستقیم. مناطق قرمز روشن مربوط به فاز بینیت، قرمز تیره فاز مارتنزیت و مناطق سبز رنگ فاز آستنیت باقیمانده می‌باشند.

در دماهای 450°C و 400°C به ترتیب در شکل‌های ۴ و ۵ نشان داده شده‌اند. شکل ۴ مربوط به نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای 450°C می‌باشد که نشان‌دهنده‌ی آغاز تشکیل فاز بینیت از زمان‌های بسیار کوتاه نگه‌داری هم‌دما (۵ ثانیه) (تصویر (الف) در شکل ۴) است. در حالی که در نمونه‌ی کوئنچ مستقیم مناطق بینیتی مشاهده نشد (شکل

مشابه با شرایط نگه‌داری هم‌دما در دمای 50°C در ناحیه‌ی بینیتی، با کاهش دمای نگه‌داری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی به دماهای 450°C و 400°C نیز تشکیل بینیت با افزایش مدت زمان نگه‌داری رخ داده و پیشروی می‌کند. مثال‌هایی از تصویرهای تهیه شده توسط میکروسکوپ لیزری از نمونه‌های نگه‌داری شده برای زمان‌های متفاوت

۲- (و). با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما در محدوده‌ی مدت زمان ۳۰ ثانیه تا ۱ ساعت به تدریج مناطق بینیتی گسترش یافته و در پایان ۱ ساعت نگهداری در این دما می‌توان مشاهده نمود که ریزساختار عمدتاً از فاز بینیت تشکیل شده است. در این ریزساختارهای بینیتی نیز همانند نمونه‌های نگهداری شده به صورت هم‌دما در دمای 500°C تشکیل کاربرد با وجود حضور بیش از ۱/۵wt.% سیلیسیم رخ داده است، که در مناطق بینیتی قابل مشاهده هستند. تفاوتی که در مقایسه با دمای نگهداری هم‌دمای بالاتر 500°C (شکل ۲) در نمونه‌های نگهداری شده در دمای 450°C (شکل ۴) مشاهده می‌گردد، توزیع ظریف‌تر فازها در ریزساختار نمونه‌های عملیات حرارتی هم‌دما شده در دمای 450°C می‌باشد، که قابل انتظار نیز است.

شکل ۵ نیز مربوط به نمونه‌های نگهداری شده به صورت هم‌دما در دمای 400°C برای زمان‌های متفاوت در محدوده‌ی ۵ ثانیه تا ۱ ساعت می‌باشد. در تصویر ۵- (الف) مربوط به نمونه‌ی نگهداری شده به مدت ۵ ثانیه همان‌طور که مشاهده می‌گردد ریزساختار اغلب مارتنزیتی است و تنها مناطق جزئی بینیتی (مناطق تیره رنگ) و آستنیتی (مناطق روشن) در ریزساختار مشاهده می‌گردد. با افزایش مدت زمان نگهداری به زمان‌های ۵۰ ثانیه (تصویر (ب) در شکل ۵) و سپس زمان‌های طولانی‌تر ۳۰۰ ثانیه تا ۱ ساعت (تصویرهای (ج) تا (ه)) مناطق تیره رنگ بینیتی در ریزساختار ظاهر شده و گسترش پیدا کرده‌اند و مناطق بیشتری از ریزساختارها را در بر گرفته‌اند. بررسی و مقایسه‌ی کلی تصویرهای ریزساختاری در دماهای نگهداری هم‌دمای 500°C تا 400°C (شکل‌های ۴، ۲ و ۵) نشان‌دهنده‌ی تکمیل فرآیند تحول فازی بینیتی پس از مدت زمان نگهداری ۱ ساعت می‌باشند. از طرف دیگر مقایسه‌ی تصویرهای ریزساختاری توسط میکروسکوپ لیزری نشان داده شده در شکل‌های ۲، ۴ و ۵ نشان‌دهنده‌ی توزیع ظریف‌تر فاز بینیت با کاهش دمای نگهداری هم‌دما از دمای 500°C تا 400°C می‌باشند.

در ادامه نمونه‌هایی منتخب از مجموعه نمونه‌های عملیات حرارتی شده به صورت هم‌دما در دماهای 450°C و 400°C به منظور بررسی جزئیات بیشتر با استفاده از آنالیز فازی توسط الکترون‌های برگشتی (EBSD) مورد بررسی قرار گرفتند. مثال‌هایی از تصویرهای توزیع فازی حاصل در شکل‌های ۶ و ۷ نشان داده شده‌اند. شکل ۶ مربوط به نمونه‌های نگهداری شده برای مدت زمان‌های متفاوت در دمای 450°C می‌باشند. همان‌گونه که در تصویر ۶- (الف) مربوط به نمونه‌ی نگهداری شده به مدت زمان ۵۰ ثانیه مشاهده می‌گردد فازهای بینیت (قرمز روشن)، مارتنزیت (قرمز تیره) و آستنیت باقیمانده (فاز سبز رنگ) در ریزساختار به آسانی قابل شناسایی و تفکیک هستند. مقایسه تصویرهای توزیع فازی در شکل ۶ نشان‌دهنده‌ی کاهش سریع کسر فاز آستنیت باقیمانده (مناطق سبز رنگ) و یا به عبارت دیگر افزایش کسر فاز بینیت با افزایش مدت زمان نگهداری تا ۳۰۰ ثانیه (تصویر ۶- (ب)) و سپس زمان‌های نگهداری طولانی‌تر تا ۱ ساعت می‌باشند. کسر فاز آستنیت باقیمانده از مقدار ۲۳/۱ درصد حجمی برای نمونه نگهداری شده به مدت ۵۰ ثانیه به مقدار تنها ۲ درصد حجمی پس از ۱ ساعت نگهداری در دمای 450°C کاهش می‌یابد. با کاهش دمای نگهداری هم‌دما تا دمای 400°C ، رفتار متفاوتی در تحول‌های فازی قابل مشاهده می‌باشد.

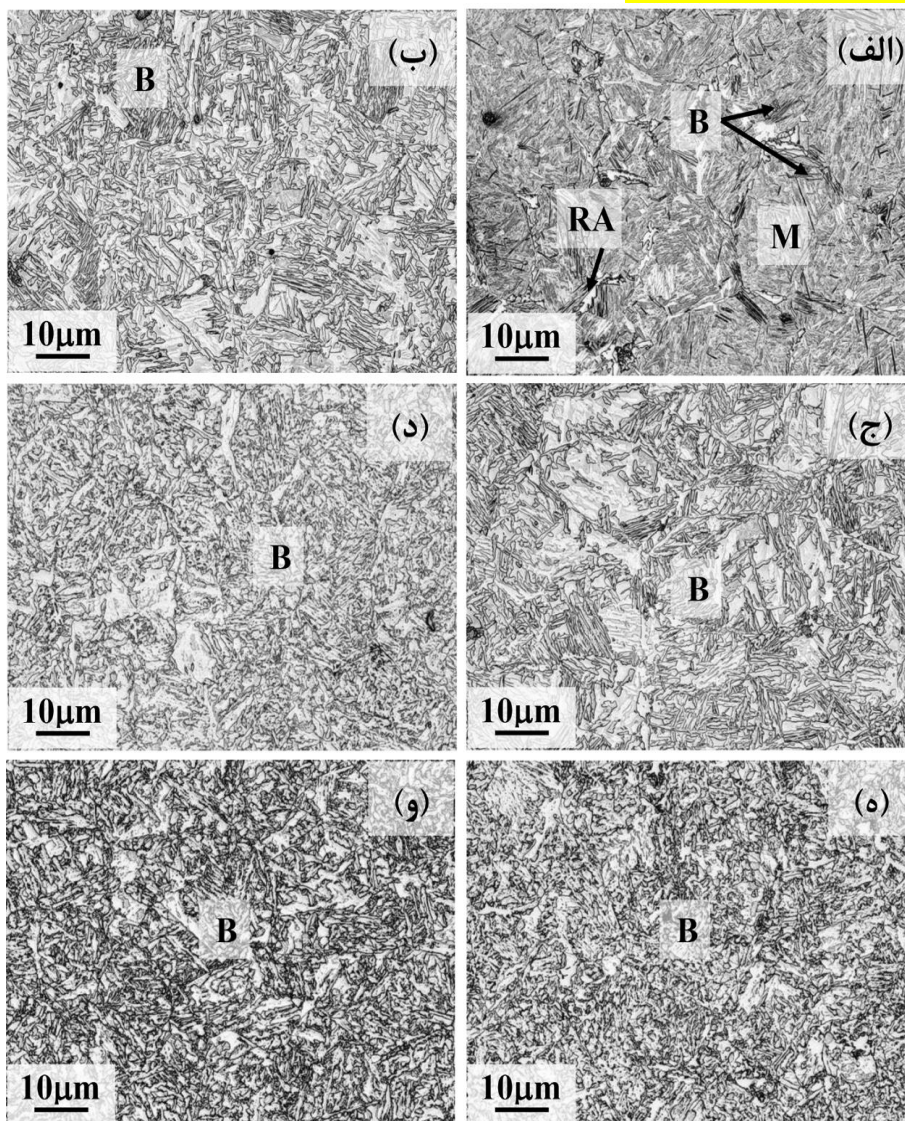
همان‌گونه که در شکل ۷ مشاهده می‌گردد، کسر فاز آستنیت باقیمانده با سرعت کم‌تری تا مدت زمان نگهداری ۶۰۰ ثانیه کاهش یافته و در ادامه در نمونه نگهداری شده به مدت ۱ ساعت می‌توان بیان کرد که کسر قابل توجهی از فاز آستنیت باقیمانده قابل مشاهده نمی‌باشد. از سوی دیگر فاز مارتنزیت حتی در زمان‌های کوتاه نگهداری در این دما بر خلاف نمونه‌های نگهداری شده در دمای 450°C نیز قابل مشاهده نمی‌باشد که این موضوع نشان‌دهنده‌ی پایداری فاز آستنیت باقیمانده در مرحله نهایی سرعید در آب در این شرایط عملیات حرارتی می‌باشد. کسر فاز آستنیت باقیمانده در نمونه نگهداری شده در دمای 400°C به مدت ۵۰ ثانیه (تصویر ۷- (الف)) ۲۸/۴ درصد حجمی بوده که با افزایش زمان نگهداری به ۲۰۰، ۳۰۰، ۶۰۰ ثانیه و سپس ۱ ساعت کسر این فاز کاهش یافته و به ترتیب به مقدارهای ۱۸، ۱۸/۹، ۱۴/۲ و ۲ درصد حجمی می‌رسد. به منظور مقایسه آسان‌تر، کسر فازهای مختلف بر اساس نتایج آنالیز EBSD در شرایط عملیات حرارتی در دماهای ۵۰۰، ۴۵۰ و 400°C در جدول ۳ آورده شده است.

مقایسه‌ی شکل‌های ۳ و ۶ نشان می‌دهد که با وجود کاهش ۵۰ درجه-ای در دمای نگهداری هم‌دما از دمای 500°C به 450°C تشکیل بینیت تقریباً کامل می‌شود به گونه‌ای که پس از تنها ۳۰۰ ثانیه نگهداری هم‌دما می‌توان گفت که ریزساختار عمدتاً بینیتی است (به ترتیب تصویرهای ۳- (ب) و ۶- (ب)) (به ترتیب حضور ۹۷ و ۹۶/۶ درصد حجمی فاز بینیت). این نتایج نشان می‌دهد که این دماها بایستی نزدیک به دماغه‌ی تشکیل بینیت باشند که با وجود کاهش ۵۰ درجه‌ای در دمای نگهداری از 500°C به 450°C تشکیل بینیت با سرعت بالایی پیشروی کرده و به سمت کامل شدن می‌رود.

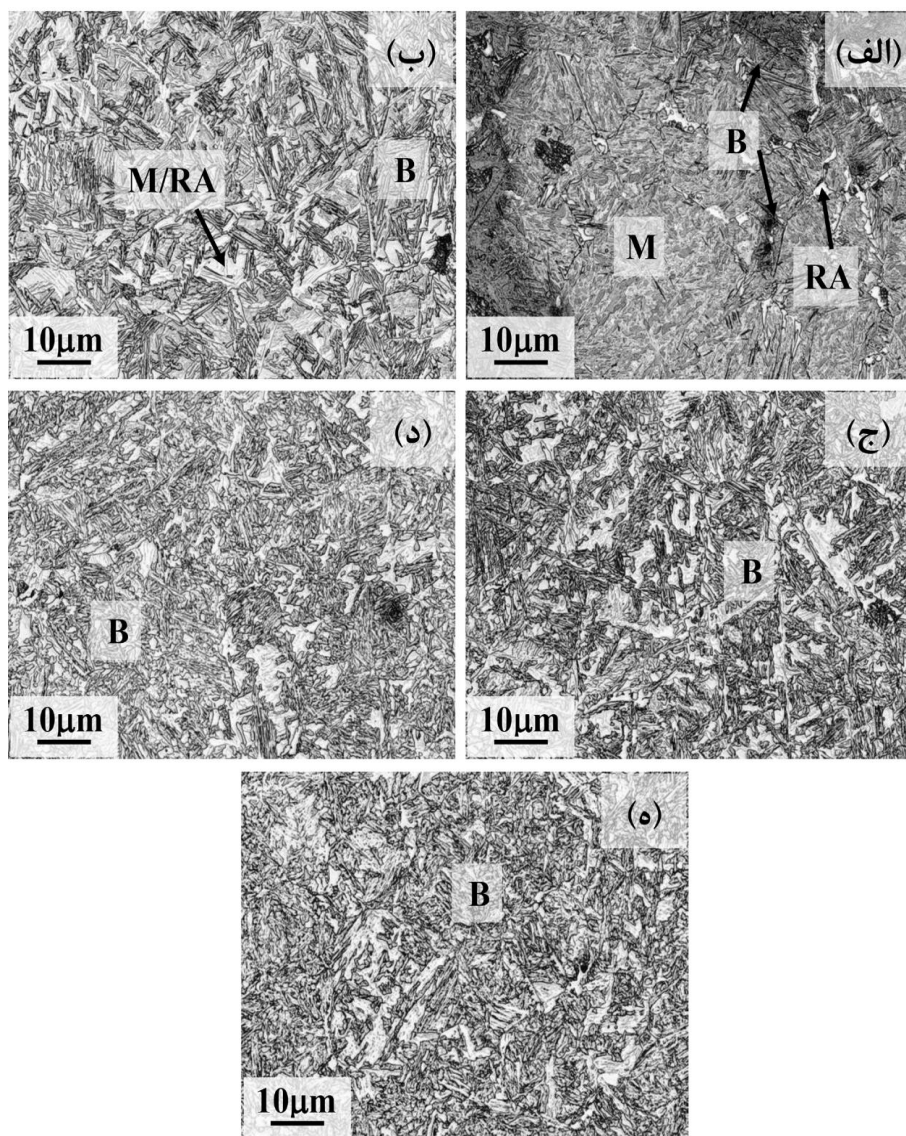
از سوی دیگر از جمله عوامل بسیار مهم در تعیین خواص مکانیکی و ریزساختار قطعات فولادی، سرعت گرمایش یا سرمایش آنها حین عملیات حرارتی است. در این رابطه سرعت سرد شدن نقاط مختلف قطعه خصوصاً در عملیات کوئنچ در محیط‌های مختلف دارای اهمیت بیشتری است، زیرا بوسیله آن می‌توان خواص مکانیکی و ریزساختار آن نقاط را پیش‌بینی نمود. در پژوهش حاضر به دلیل ضخامت کم نمونه‌های فولادی (ضخامت ۱ میلی‌متر) و سرعت بالای سرد شدن ($50^{\circ}\text{C}/\text{s}$) در ضمن انتقال به دماهای در محدوده‌ی 500°C تا 400°C امکان تشکیل فازهای غیرتعادلی مانند مارتنزیت و بینیت افزایش می‌یابد که می‌توان تشکیل بینیت در زمان‌های کوتاه نگهداری هم‌دما را به این موضوع نیز مربوط دانست (با توجه به اینکه بررسی‌های ریزساختاری از سطح نمونه‌های عملیات حرارتی شده انجام شده است). بر اساس پژوهشی که در این زمینه انجام شده است با افزایش شدت سرد کنندگی تاثیر دمای نمونه بر سرعت سرد شدن افزایش می‌یابد که این موضوع در فولادهای مختلف و شرایط سرمایش متفاوت متغیر می‌باشد (31). بر این اساس پیش‌بینی می‌شود که در دمای 500°C سرعت سرد شدن در نقاط مختلف نمونه بیشتر بوده که بر تشکیل ریزساختارهای غیرتعادلی تاثیرگذار می‌باشد.

مقایسه نتایج این پژوهش با پژوهش‌های پیشین در این زمینه حاکی از آن است که با توجه به محتوای پایین عناصر پایدارکننده آستنیت سرعت تشکیل بینیت در این دماها در ناحیه‌ی بینیتی بالاست و از سوی دیگر

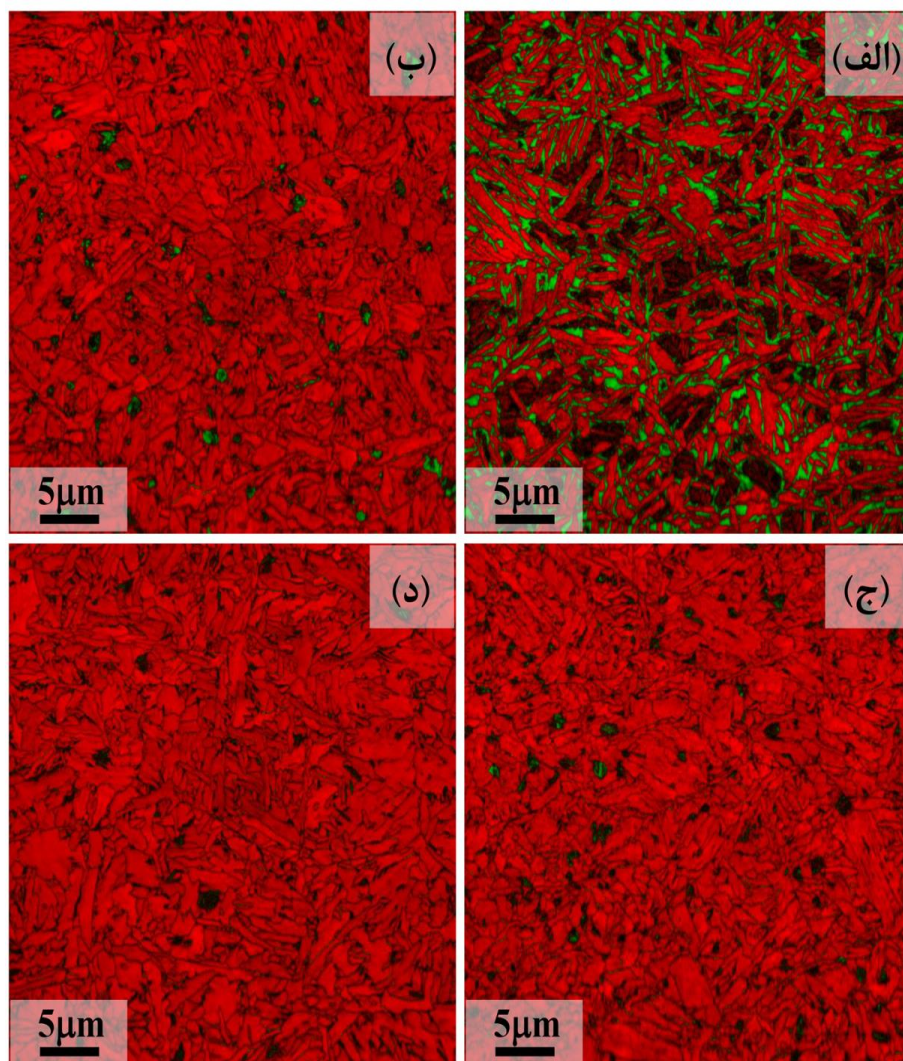
مقدار ۱/۶۷ درصد سیلیسیم قابلیت ممانعت از تشکیل کاربید را ندارد و تشکیل کاربید در این ریزساختارها رخ داده است (32).



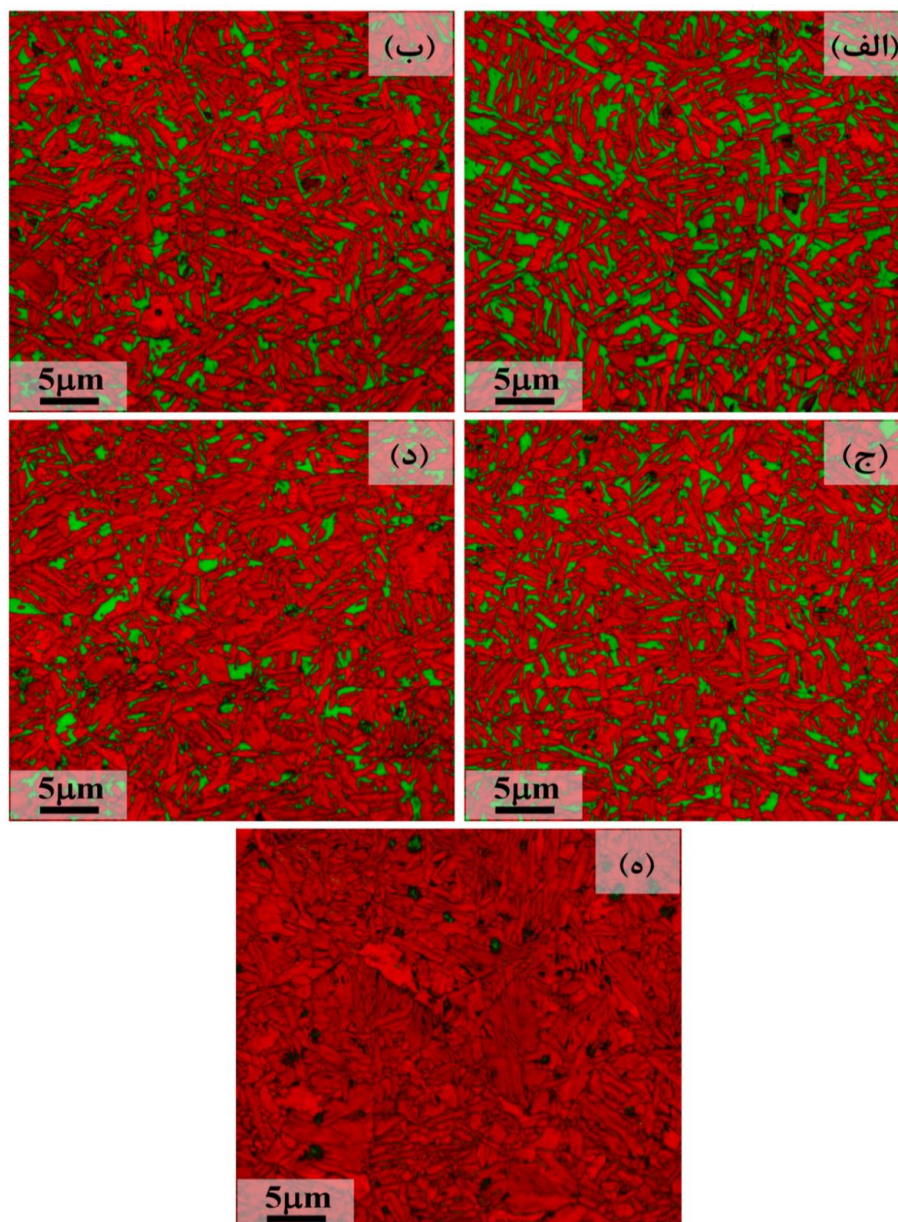
شکل ۴- تصویرهای ریزساختاری مربوط به نمونه‌های نگه‌داری شده در دمای 450°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵ ثانیه؛ (ب) ۳۰ ثانیه؛ (ج) ۵۰ ثانیه؛ (د) ۳۰۰ ثانیه؛ (ه) ۶۰۰ ثانیه و (و) ۱ ساعت. علامت‌های اختصاری B، M و RA به ترتیب نشان‌دهنده‌ی فازهای بینیت، مارتنزیت و آستنیت باقیمانده هستند.



شکل ۵- تصویرهای ریزساختاری مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای 400°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵ ثانیه؛ (ب) ۵۰ ثانیه؛ (ج) ۳۰۰ ثانیه؛ (د) ۶۰۰ ثانیه و (ه) ۱ ساعت. علامت‌های اختصاری B، M و RA به ترتیب نشان‌دهنده‌ی فازهای بینیت، مارتنزیت و آستنیت باقیمانده هستند.



شکل ۶- تصویرهای آنالیز فازی تهیه شده توسط الکترون‌های برگشتی (EBSD) نقشه فازی (PM) و تصویرهای کیفیت سطحی (IQ)) مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای 450°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵۰ ثانیه؛ (ب) ۳۰۰ ثانیه؛ (ج) ۶۰۰ ثانیه و (د) ۱ ساعت. مناطق قرمز روشن مربوط به فاز بینیت، قرمز تیره فاز مارتنزیت و مناطق سبز رنگ فاز آستنیت باقیمانده می‌باشند.



شکل ۷- تصویرهای آنالیز فازی تهیه شده توسط الکترون‌های برگشتی (EBSD) نقشه فازی (PM) و تصویرهای کیفیت سطحی (IQ) مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای 400°C (دمای بالاتر از دمای آغاز تحول مارتنزیتی (M_s)) در ناحیه‌ی بینیتی برای زمان‌های مختلف شامل: (الف) ۵۰ ثانیه؛ (ب) ۲۰۰ ثانیه؛ (ج) ۳۰۰ ثانیه؛ (د) ۶۰۰ ثانیه و (ه) ۱ ساعت. مناطق قرمز روشن مربوط به فاز بینیت، قرمز تیره فاز مارتنزیت و مناطق سبز رنگ فاز آستنیت باقیمانده می‌باشند.

جدول ۳- داده‌های درصد‌های حجمی (± 1) مربوط به آنالیزهای فازی با استفاده از الکترون‌های برگشتی (EBSD) در شرایط عملیات حرارتی هم‌دما در دماهای 400°C و 450°C و نمونه کوئچ مستقیم در آب

کسر فاز مارتنزیت- بینیت (کسر حجمی)	کسر فاز مارتنزیت (کسر حجمی)	کسر فاز بینیت (کسر حجمی)	کسر فاز آستنیت باقیمانده (کسر حجمی)	مدت زمان نگهداری هم-دما (ثانیه)	دمای نگهداری هم‌دما ($^{\circ}\text{C}$)
۸۹/۹	-	-	۱۰/۱	۵۰	۵۰۰
-	-	۹۷	۳	۳۰۰	
-	-	۹۷/۸	۲/۲	۶۰۰	
-	-	۹۸/۶	۱/۴	۳۶۰۰	

۷۶/۹	-	-	۳۳/۱	۵۰	۴۵۰
-	-	۹۶/۶	۳/۴	۳۰۰	
-	-	۹۷/۲	۲/۸	۶۰۰	
-	-	۹۸	۲	۳۶۰۰	
۷۱/۶	-	-	۲۸/۴	۵۰	۴۰۰
۸۲	-	-	۱۸	۲۰۰	
-	-	۸۱/۱	۱۸/۹	۳۰۰	
-	-	۸۵/۸	۱۴/۲	۶۰۰	
-	-	۹۸	۲	۳۶۰۰	
-	۹۶	-	۴	۰	کوئچ مستقیم

نیافته است) رخ می‌دهد. از سوی دیگر، بررسی شکل‌های ۸- (ب) و (ج) که به ترتیب مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دماهای ۴۵۰ و ۴۰۰°C می‌باشند نیز رفتاری مشابه با نمودارهای ۸- (الف) نشان می‌دهند. با این تفاوت که در نمونه‌های نگهداری شده در دمای ۴۰۰°C تحول مارتنزیتی حین مرحله‌ی سرمایش نهایی به صورت محسوس تا مدت زمان نگهداری ۳۰ ثانیه رخ می‌دهد (شکل ۸- (ج)) (تغییر در شیب نمودارها حین سرمایش که با افزایش زمان نگهداری به دماهای کمتر منتقل می‌شود (منحنی‌های آبی و زرد رنگ) که حاکی از پارتیشن‌بندی و نفوذ کربن به آستنیت تحول نیافته و افزایش پایداری آن تا دماهای پایین‌تر). از سوی دیگر مقایسه‌ی نمودارهای دیلاتومتری نشان‌دهنده‌ی کاهش در دمای آغاز تحول مارتنزیتی در مرحله سرمایش نهایی، با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما در دمای ۴۰۰°C می‌باشد. در حقیقت با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما به واسطه پارتیشن‌بندی و نفوذ کربن به فاز آستنیت تحول نیافته، محتوای کربن این فاز افزایش یافته و بنابراین سبب کاهش در دمای آغاز تحول فاز مارتنزیتی حین مرحله‌ی سرمایش نهایی می‌شود.

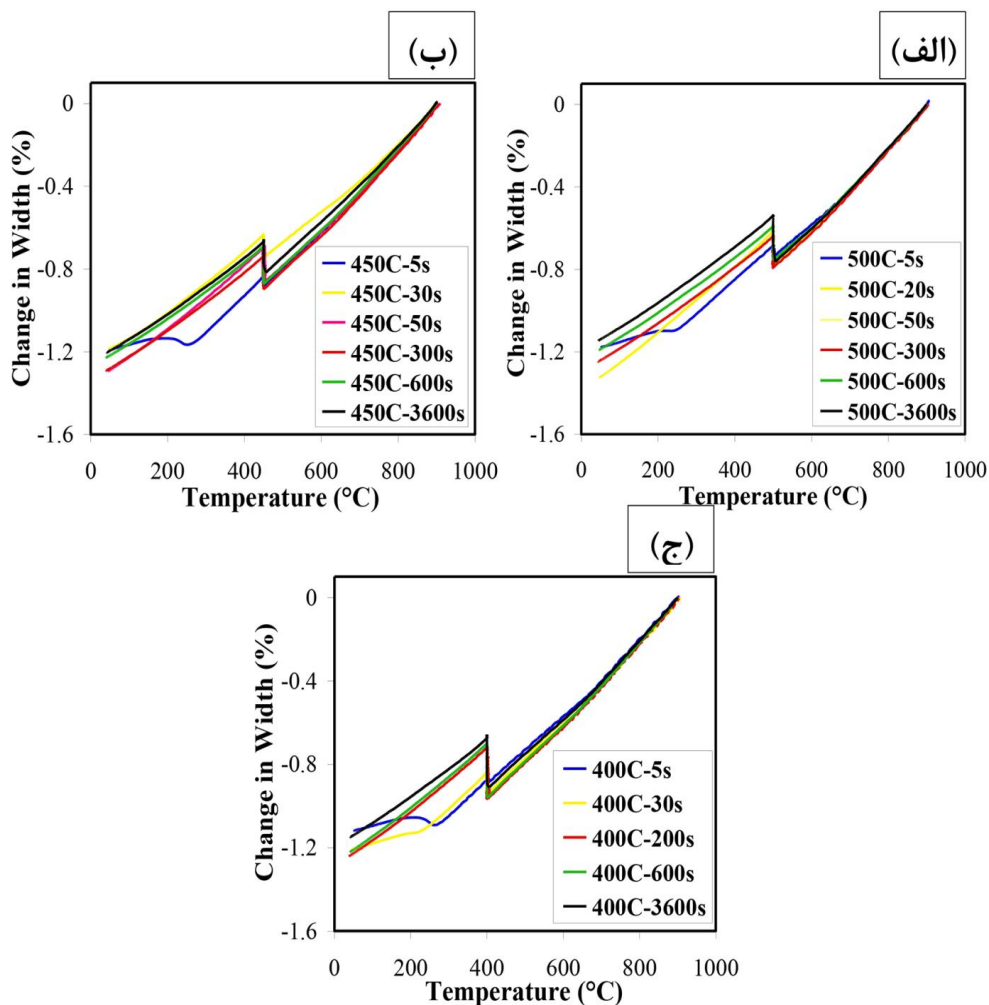
به منظور بررسی جزئیات تحول‌های فازی در مدت زمان‌های متفاوت در محدوده‌ی ۵ ثانیه تا ۱ ساعت نگهداری در این دماها (۵۰۰ تا ۴۰۰°C)، نمودارهای تغییرات در عرض نمونه‌ها برحسب زمان نگهداری در شرایط عملیات حرارتی Q&B در محدوده‌ی دمایی ۵۰۰ تا ۴۰۰°C در شکل ۹ آورده شده است. شکل ۹- (الف) مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای ۵۰۰°C می‌باشد که آغاز تحول بینیتی در محدوده‌ی ۱ تا ۳ زمانی کم‌تر از ۳ ثانیه مشخص شده با نمودارهای S شکل در مقیاس لگاریتمی زمان می‌باشد و در مدت زمان حدود ۵۰ ثانیه کامل می‌شود (در حالی که فاز آستنیت در ریزساختار همچنان وجود دارد (شکل ۳- (الف)). این نتایج با بررسی‌های ریزساختاری که در بخش قبل انجام شد (شکل ۲) در انطباق می‌باشد. همچنین بررسی نمودارهای تغییرات در عرض نمونه‌ها با مدت زمان نگهداری در دماهای در محدوده‌ی ۵۰۰ تا ۴۰۰°C، نشان‌دهنده‌ی تغییر در مدت زمان لازم برای شروع تحول بینیتی می‌باشد. همان‌طور که در تصویر ۹- (ب) مربوط به نمونه‌های نگهداری شده در دمای ۴۵۰°C مشاهده می‌گردد، تحول بینیتی در محدوده‌ی زمانی ۵ ثانیه آغاز شده و پس از ۱۰۰ ثانیه به سمت کامل

۲- بررسی تحول‌های فازی با استفاده از آزمون دیلاتومتری

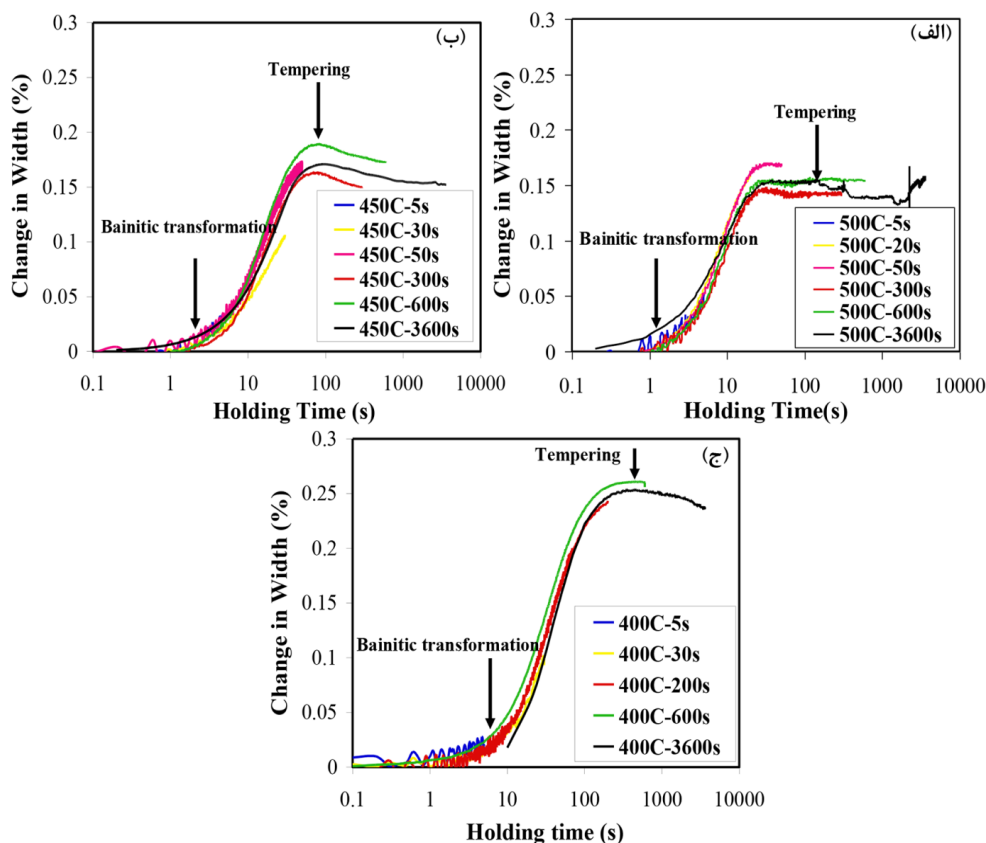
در این بخش تحول‌های فازی رخ داده حین فرآیندهای عملیات حرارتی Q&B در محدوده‌ی دمایی ۵۰۰ تا ۴۰۰°C (در ناحیه‌ی بینیتی) با استفاده از آزمون‌های دیلاتومتری با تشابه‌سازی شرایط عملیات حرارتی که با استفاده از کوره‌های مقاومتی و حمام نمک انجام شد، مورد بررسی قرار گرفته است. شکل‌های ۸ و ۹ به ترتیب نمودارهای تغییرات در عرض نمونه‌ها حین سرمایش از دمای آستنیت ۹۰۰°C و تغییرات در عرض نمونه‌ها در ناحیه‌ی نگهداری هم‌دما برای زمان‌های متفاوت در محدوده‌ی ۵ ثانیه تا ۱ ساعت که توسط اندازه‌گیری‌های دیلاتومتری انجام شده بر روی نمونه‌های نگهداری شده به صورت هم‌دما (Q&B) در دماهای ۵۰۰، ۴۵۰ و ۴۰۰°C می‌باشند را نشان می‌دهند. شکل ۸ تغییرات در عرض نمونه‌ها پس از سرد کردن از دمای ۹۰۰°C (دمای آستنیت) را نمایش می‌دهد. همان‌طور که ملاحظه می‌گردد، در دماهای نگهداری متفاوت انبساط در عرض نمونه‌ها به طور محسوس قابل مشاهده است. این انبساط‌ها در بازه‌های مختلف نگهداری هم‌دما در محدوده‌ی ۵۰۰ تا ۴۰۰°C به دلیل تشکیل فاز بینیت می‌باشد. همچنین انقباض‌های در زمان‌های نگهداری طولانی مدت به فرآیند بازپخت مربوط می‌شود. شایان ذکر است نوساناتی که در داده‌ها مشاهده می‌شود مربوط به دستگاه بوده که باعث تغییر در شیب نمودارها حین سرمایش شده است. همچنین بررسی نمودارها نشان می‌دهد که در زمان‌های کوتاه نگهداری در این دماها در مرحله پایانی سرمایش سریع تا دمای اتاق تحول مارتنزیتی (تغییر در شیب نمودارها) رخ داده است (نمونه‌های نگهداری شده به مدت ۵، ۳۰ و ۵۰ ثانیه). تحول مارتنزیتی به دلیل عدم تکمیل فرآیند تحول بینیتی و ناپایداری فاز آستنیت باقیمانده به واسطه پارتیشن‌بندی و نفوذ کم کربن در مرحله سرمایش سریع نهایی رخ می‌دهد. همان‌طور که نمودارهای مربوط به نگهداری برای زمان‌های متفاوت در دمای ۵۰۰°C (شکل ۸- (الف)) نشان می‌دهد تغییر در شیب مربوط به تحول مارتنزیتی حین سرمایش نهایی به‌ویژه در زمان‌های کوتاه نگهداری (منحنی آبی رنگ) در دماهای بالاتر از ۲۵۰°C که به معنی پارتیشن‌بندی محدود کربن به آستنیت تحول

لازم برای پایان این تحول در این دما بیش از ۶۰۰ ثانیه می‌باشد. یکی دیگر از نکات جالب توجه در نمودارهای نشان داده شده در شکل ۹ مشاهده‌ی انقباض در عرض نمونه‌ها در مدت زمان‌های طولانی نگه‌داری هم‌دما می‌باشد. این انقباض‌های مشاهده شده می‌تواند در نتیجه رسوب کاربید و بازپخت فاز بینیت با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما باشد (۳۴-۳۶).

شدن پیش می‌رود. این رفتار تحول فازی و سرعت بالای تحول بینیتی از حاکی از این موضوع می‌باشد که دمای 450°C می‌تواند دمای مربوط به دماغه‌ی تحول بینیتی باشد که با نتایج بدست آمده در پژوهش کومار نیز در انطباق است (33). این نتایج با بررسی‌های ریزساختاری و نتایج حاصل از آنالیز EBSD در انطباق می‌باشد. با کاهش دمای نگهداری هم‌دما به دمای 400°C مدت زمان لازم به منظور آغاز تحول بینیتی افزایش یافته و به حدود ۱۰ ثانیه می‌رسد (شکل ۹-ج).



شکل ۸- تغییرات در عرض نمونه‌ها با دما حین سرمایش از دمای آستنیت به 900°C مربوط به عملیات حرارتی در شرایط نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی (Q&B) در دماهای: (الف) 500°C ؛ (ب) 450°C و (ج) 400°C بر اساس آزمون دیلاتومتری.

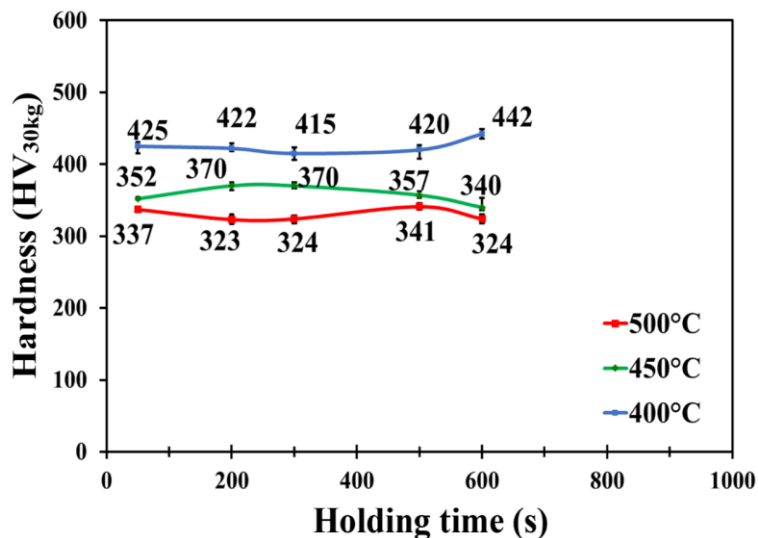


شکل ۹- نمودارهای تغییرات در عرض نمونه‌ها با مدت زمان نگهداری هم‌دمای مربوط به عملیات حرارتی در شرایط نگهداری هم‌دمای در ناحیه بینیتی (Q&B) در دماهای: (الف) 500°C ؛ (ب) 450°C و (ج) 400°C بر اساس آزمون دیلاتومتری.

۳- ماکروسختی‌سنجی

آزمون‌های دیلاتومتری در توافق می‌باشند. به بیان دیگر در زمان‌های کوتاه نگهداری هم‌دمای در این محدوده‌ی دمایی با حضور درصد نسبتاً بالای فاز استنیت باقیمانده افت سختی رخ نداده است که دلیل آن تشکیل کسری از فاز مارتنزیت سخت در مرحله‌ی نهایی سرمایش تا دمای محیط می‌باشد. در ادامه و با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دمای کسر فاز بینیت افزایش می‌یابد و بنابراین تغییرات محسوس و ملموسی در روند تغییرات سختی مشاهده نمی‌گردد. در حقیقت نمونه‌های چند فازیه مشابه با کامپوزیت‌ها عمل می‌کنند. به بیان دیگر خواص نهایی این گروه متأثر از خواص هر یک از میکروفازهای موجود در ریزساختار و کسر حجمی آن‌ها می‌باشد. از سوی دیگر بررسی‌های انجام شده نشان داد که تشکیل فاز بینیت در این محدوده‌های دمایی به سرعت آغاز شده و با سرعت زیادی پیشروی می‌کند. بنابراین ریزساختارها عمدتاً از بینیت تشکیل شده و در نتیجه مقادیر سختی نسبتاً یکسانی را با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دمای از خود نشان می‌دهند.

نمودار مربوط به تغییرات ماکروسختی نمونه‌های نگهداری شده به صورت هم‌دمای در دماهای 500°C ، 450°C و 400°C برای زمان‌های متفاوت در شکل ۱۰ نشان داده شده است. همان‌طور که مشاهده می‌گردد، تغییرات ماکروسختی در زمان‌های مختلف در بازه‌ی زمانی ۵۰ تا ۶۰۰ ثانیه تقریباً ثابت می‌باشد. از سوی دیگر مقایسه‌ی تغییرات ماکروسختی نشان‌دهنده‌ی افت سختی با افزایش دمای نگهداری هم‌دمای از ۴۰۰ تا 500°C می‌باشد. در مدت زمان‌های کوتاه نگهداری هم‌دمای حضور کسر بالایی فاز استنیت باقیمانده نرم در کنار فاز مارتنزیت سخت و همچنین فاز بینیت و در مدت زمان‌های طولانی نگهداری هم‌دمای تشکیل کسر زیادی از فاز بینیت و کاهش و حتی در زمان‌های طولانی حذف کامل فاز مارتنزیت جدید که حین سرمایش نهایی حاصل می‌شوند، سبب افت سختی می‌شوند و بنابراین روند تغییرات ماکروسختی نسبتاً ثابت باقی می‌ماند. این مقادیر نسبتاً ثابت ماکروسختی در زمان‌های مختلف نگهداری هم‌دمای با استفاده از بررسی‌های ریزساختاری و همچنین نتایج



شکل ۱۰- منحنی‌های تغییرات ماکروسختی بدست آمده با روش ویکرز برحسب مدت زمان نگهداری هم‌دما در نمونه‌های نگهداری شده به صورت هم‌دما در دماهای بین ۵۰۰ تا ۴۰۰°C.

نتیجه گیری

۵. تغییرات ماکروسختی نشان داد که در نمونه‌های عملیات حرارتی شده در دماهای بین ۵۰۰ تا ۴۰۰°C تغییرات سختی با افزایش مدت زمان نگهداری هم‌دما قابل توجه نبوده و روند تغییرات آن نسبتاً ثابت است. این رفتار در تغییرات سختی با بررسی‌های ریزساختاری قابل توجیه بود. به گونه‌ای که در زمان‌های ابتدایی نگهداری به دلیل وجود کسر بالایی آستنیت پایدار در ریزساختار نهایی با وجود تشکیل فاز مارتنزیت سخت، سختی مشابهی را با نمونه‌های نگهداری شده در زمان‌های طولانی با دارا بودن ساختار بینیتی نشان دادند.

پس از انجام سیکل‌های عملیات حرارتی نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی با هدف بررسی تغییرات میکروفازی و رابطه‌ی آن با سختی برروی نمونه‌ی فولاد کم‌آلیاژ DIN 1.5025 نتایج زیر را می‌توان بیان نمود:

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 تأمین شده است.

مشارکت نویسندگان

انجام آزمایش‌ها:

تحلیل داده‌ها و نتایج:

نگارش نهایی:

تعارض منافع

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

۱. بررسی‌های ریزساختاری نشان‌دهنده‌ی آغاز تحول بینیتی در زمان‌های کوتاه‌تر با افزایش دمای نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی بود.

۲. ریزساختارهای میکروکامپوزیتی شامل فازهای بینیت، مارتنزیت و آستنیت باقیمانده در شرایط عملیات حرارتی نگهداری هم‌دما در ناحیه‌ی بینیتی در فولاد کم‌آلیاژ کربن متوسط DIN 1.5025 حاصل شد.

۳. تغییرات محتوای فاز آستنیت باقیمانده با مدت زمان نگهداری در ناحیه‌ی بینیتی با کاهش دمای نگهداری هم‌دما نشان داد که سرعت تشکیل فاز بینیت کاهش می‌یابد و درصد بالاتری از فاز آستنیت در ریزساختار نهایی باقی می‌ماند.

۴. بررسی تحول‌های فازی با استفاده از آزمون دیلتومتری نشان‌دهنده‌ی انقباض در نمونه‌های نگهداری شده در دماهای مابین ۵۰۰ تا ۴۰۰°C بود که مربوط به وقوع بازپخت در این نمونه‌ها می‌باشد.

References

1. Tasan CC, Diehl M, Yan D, Bechtold M, Roters F, Schemmann L, et al. An Overview of Dual-Phase Steels: Advances in Microstructure-Oriented Processing and Micromechanically Guided Design. *Annu Rev Mater Res* [Internet]. 2015;45(1):391–431. Available from: <http://www.annualreviews.org/doi/10.1146/annurev-matsci-070214-021103>
2. Song R, Ponge D, Raabe D, Speer JG, Matlock DK. Overview of processing, microstructure and mechanical properties of ultrafine grained bcc steels. *Mater Sci Eng A*. 2006;441(1–2):1–17.
3. 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.
4. Raabe D, Sun B, Kwiatkowski Da Silva A, Gault B, Yen HW, Sedighiani K, et al. Current Challenges and Opportunities in Microstructure-Related Properties of Advanced High-Strength Steels. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2020;51(11):5517–86. Available from: <https://doi.org/10.1007/s11661-020-05947-2>
5. Wang L, Speer JG. Quenching and Partitioning Steel Heat Treatment. *Metallogr Microstruct Anal* [Internet]. 2013;2(4):268–81. Available from: <http://link.springer.com/10.1007/s13632-013-0082-8>
6. Soleimani M, Kalhor A, Mirzadeh H. Transformation-induced plasticity (TRIP) in advanced steels: A review [Internet]. Vol. 795, *Materials Science and Engineering A*. Elsevier B.V.; 2020. 140023 p. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140023>
7. Shterner V, Molotnikov A, Timokhina I, Estrin Y, Beladi H. A constitutive model of the deformation behaviour of twinning induced plasticity (TWIP) steel at different temperatures. *Mater Sci Eng A*. 2014;613:224–31.
8. Sherif MY, Mateo CG, Sourmail T, Bhadeshia HKDH. Stability of retained austenite in TRIP-assisted steels. *Mater Sci Technol* [Internet]. 2004;20(3):319–22. Available from: <http://www.tandfonline.com/doi/full/10.1179/026708304225011180>
9. Speer JG, Assunção FCR, Matlock DK, Edmonds D V. The “quenching and partitioning” process: background and recent progress. *Mater Res* [Internet]. 2005;8(4):417–23. Available from: http://www.scielo.br/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S1516-14392005000400010&lng=en&nrm=iso&tlang=en
10. Gong W, Tomota Y, Harjo S, Su YH, Aizawa K. Effect of prior martensite on bainite transformation in nanobainite steel. *Acta Mater* [Internet]. 2015;85:243–9. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359645414008829>
11. Nakagawa AH, Thomas G. Microstructure-mechanical property relationships of dual-phase steel wire. *Metall Trans A*. 1985;16(May):831–40.
12. Science-poland M. Effect of long duration intercritical heat treatment on the mechanical properties of AISI 4340 steel. 2010;28(2).
13. Varshney A, Sangal S, Kundu S, Mondal K. Superior work hardening behavior of moderately high carbon low alloy super strong and ductile multiphase steels with dispersed retained austenite. *Mater Des* [Internet]. 2016;99:439–48. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0264127516303677>
14. Mohammadi Zahrani M, Ketabchi M, Ranjbarnodeh E. Microstructure

- development and mechanical properties of a C-Mn-Si-Al-Cr cold rolled steel subjected to quenching and partitioning treatment. *J Mater Res Technol* [Internet]. 2023;22:2806–18. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2022.12.130>
15. Franceschi M, Soffritti C, Fortini A, Pezzato L, Garagnani GL, Dabalà M. Evaluation of wear resistance of a novel carbide-free bainitic steel. *Tribol Int*. 2023;178(September 2022).
 16. Pan Y, Wang B, Barber GC. Study of bainitic transformation kinetics in SAE 52100 steel. *J Mater Res Technol* [Internet]. 2019;8(5):4569–76. Available from: <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.08.001>
 17. Acharya P, Kumar A, Bhat R. Microstructure and wear behavior of austempered high carbon high silicon steel. *MATEC Web Conf*. 2018;144:1–7.
 18. Odder BYASAHAP, Onardelli IL, Olinari AM. Thermal stability of retained austenite in bainitic steel : an in situ study. 2011;(March):3141–56.
 19. Huyghe P, Malet L, Caruso M, Georges C, Godet S. Materials Science & Engineering A On the relationship between the multiphase microstructure and the mechanical properties of a 0.2C quenched and partitioned steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2017;701(February):254–63. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.058>
 20. Zhao J, Lv B, Zhang F, Yang Z, Qian L, Chen C, et al. Effects of austempering temperature on bainitic microstructure and mechanical properties of a high-C high-Si steel. *Mater Sci Eng A*. 2019;742(October 2018):179–89.
 21. Liu M, Hu H, Kern M, Lederhaas B, Xu G, Bernhard C. Effect of integrated austempering and Q&P treatment on the transformation kinetics, microstructure and mechanical properties of a medium-carbon steel. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2023;869:144780. Available from: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0921509323002046>
 22. Edmonds D, Matlock D, Speer J. The recent development of steels with carbide-free acicular microstructures containing retained austenite. *La Metall Ital*. 2011;(1).
 23. Gao G, Zhang H, Tan Z, Liu W, Bai B. Materials Science & Engineering A A carbide-free bainite / martensite / austenite triplex steel with enhanced mechanical properties treated by a novel quenching – partitioning – tempering process. *Mater Sci Eng A* [Internet]. 2013;559:165–9. Available from: <http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.064>
 24. Hell JC, Dehmas M, Allain S, Prado JM, Hazotte A, Chateau JP. Microstructure-properties relationships in carbide-free bainitic steels. *ISIJ Int*. 2011;51(10):1724–32.
 25. پشنگه ش، قاسمی بنادکوی سص. اصلاح شگرف خواص کنششی یک فولاد کم‌آلیاژ در شرایط DIN 1.5025 سیلیسیم متوسط عملیات حرارتی کوئنچ و پارتیشن‌بندی تک مرحله‌ای در مقایسه با شرایط کاملاً مارتنزیتی. فصلنامه علمی - پژوهشی مواد نوین [Internet]. 2020;11(40):59–74. Available from: https://jnm.marvdasht.iau.ir/article_4319.html
 26. Mašek B, Jirková H, Hauserova D, Kučerová L, Klauberová D. The Effect of Mn and Si on the Properties of Advanced High Strength Steels Processed by Quenching and Partitioning. In: *PRICM7*. Trans Tech Publications Ltd; 2010. p. 94–7. (Materials Science Forum; vol. 654).
 21. Liu M, Hu H, Kern M, Lederhaas B,

27. Escobar JD, Faria GA, Wu L, Oliveira JP, Mei PR, Ramirez AJ. Austenite reversion kinetics and stability during tempering of a Ti-stabilized supermartensitic stainless steel: Correlative in situ synchrotron x-ray diffraction and dilatometry. *Acta Mater.* 2017;138:92–9.
28. Crystallography A, Technion K dieter L. Growth of bainitic ferrite and carbon partitioning during the early stages of bainite transformation in a 2 mass % silicon steel stu 2016;(March).
29. Pashangeh S, Somani MC, Ghasemi Banadkouki SS, Karimi Zarchi HR, Kaikkonen P, Porter DA. On the decomposition of austenite in a high-silicon medium-carbon steel during quenching and isothermal holding above and below the Ms temperature. *Mater Charact* [Internet]. 2020;162:110224. Available from: <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1044580319330657>
30. Thibaux P, Métenier A, Xhoffer C. Carbon Diffusion Measurement in Austenite in the Temperature Range 500 °C to 900 °C. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2007;38(6):1169–76. Available from: <https://doi.org/10.1007/s11661-007-9150-5>
31. Kang SH, Im YT. Three-dimensional finite-element analysis of the quenching process of plain-carbon steel with phase transformation. *Metall Mater Trans A* [Internet]. 2005;36:2315–25. Available from: <https://api.semanticscholar.org/CorpusID:8429573>
32. Xin X, Rendong L, Baoyu X, Hongliang Y, Guodong W. Effects of Bainite Isothermal Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of a δ -TRIP Steel. *IOP Conf Ser Mater Sci Eng.* 2020;739(1).
33. Kumar S. Isothermal Transformation Behavior and Microstructural Evolution of Micro-Alloyed Steel. In: Sharma A, Duriagina Z, Kumar S, editors. *Engineering Steels and High Entropy-Alloys* [Internet]. Rijeka: IntechOpen; 2019. Available from: <https://doi.org/10.5772/intechopen.85900>
34. Bohemen SMC Van, Santofimia MJ, Sietsma J. Experimental evidence for bainite formation below Ms in Fe – 0.66C. 2008;58:488–91.
35. Somani MC, Porter DA, Karjalainen LP, Misra RDK. On Various Aspects of Decomposition of Austenite in a High-Silicon Steel During Quenching and Partitioning. 2014;45(3):1247–57.
36. Somani MC, Porter DA, Karjalainen LP, Misra DK. Evaluation of DQ & P Processing Route for the Development of Ultra-high Strength Tough Ductile Steels. 2012;