

## Research Paper

# The Effect Of Microstructural Changes On The Corrosion Properties Of 310s Austenitic Stainless Steel After Thermomechanical Treatment

Reza Bolouk Heidari<sup>1</sup>, Mostafa Eskandari<sup>2\*</sup>, Mehdi Yeganeh<sup>3</sup>

1. MSc graduated of Materials Engineering, Identification and Selection of Engineering Materials, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

2. Assistant Professor, Faculty member of Materials Engineering, Department of materials engineering, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

3. Assistant Professor, Faculty member of Materials Engineering, Department of materials engineering, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

Received: 2022/04/30

Revised: 2022/10/05

Accepted: 2022/10/06

Use your device to scan and read the article online



DOI:

10.30495/jnm.2022.30360.1956

### Keywords:

310s steel, Thermomechanical treatment, Corrosion, Microstructure,

### Abstract

**Introduction:** In this study, microstructural changes and their effect on corrosion properties of 310s austenitic stainless steel during thermomechanical treatment were investigated.

**Methods:** The cold rolling process was performed with a 90% reduction in thickness. The samples were then annealed at 750, 850, 950, and 1050 °C for 10 minutes. The microstructure of the samples was examined by an optical microscope. Electrochemical impedance spectroscopy and potentiodynamic polarization tests were performed in 3.5 wt. % NaCl to investigate the corrosion properties of the samples.

**Findings and Conclusion:** The results showed that the cold rolling process reduces the grain size and converts the austenite phase to strain-induced  $\alpha'$ -martensite. Subsequently, a reverse transformation of  $\alpha'$ -martensite to austenite occurs due to the annealing. Increasing the annealing temperature also causes grain growth and an increase in the average grain size. Corrosion resistance improved by reduction in grain size. Annealing at 750 °C also increased the corrosion resistance from 26800  $\Omega\cdot\text{cm}^2$  compared to the un-annealed sample. Reverse transformation is one of the main factors in this increase in corrosion resistance. While increasing the annealing temperature leads to grain growth and a decrease in corrosion resistance. So that the amount of corrosion resistance in the annealed sample at 1050 °C is reduced to 5400  $\Omega\cdot\text{cm}^2$ .

**Citation:** Reza Bolouk Heidari, Mostafa Eskandari, Mehdi Yeganeh, The effect of microstructural changes on the corrosion properties of 310s austenitic stainless steel after thermomechanical treatment, Quarterly Journal of New Materials. 2022; 13 (47): 21-38.

**\*Corresponding author:** Mostafa Eskandari

**Address:** Department of materials engineering, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran.

**Tell:** +989120603482

**Email:** [m.eskandari@scu.ac.ir](mailto:m.eskandari@scu.ac.ir)

## Extended Abstract

### 1. INTRODUCTION

Austenitic stainless steels are used in sensitive environments, such as advanced nuclear industries and power plants, due to their high corrosion resistance. Austenitic stainless steel 310s is also strategic steel with improved oxidation and corrosion resistance. The disadvantage of austenitic stainless steels is their poor mechanical properties and thermomechanical treatment is used to strengthen these steels. During thermomechanical treatment and as a result of cold rolling, the transformation of austenite to martensite phase occurs. By performing thermomechanical treatment on 310s austenitic stainless steel, Nezakat et al. [6] observed that in the early stages of deformation, strain-induced martensite is formed from deformed austenite. Then, the reversion of martensite to the austenite phase occurs due to the subsequent annealing. Increasing the annealing time and temperature also leads to grain growth. Decreasing grain size increases grain boundaries density and causes rapid diffusion of chromium, formation of a more stable passive layer, and increased corrosion resistance [10]. Eskandari et al. [12] also reported an increase in corrosion resistance due to a decrease in grain size in 316L austenitic stainless steel. In the present study, thermomechanical treatment has been applied on 310s austenitic stainless steel to change the microstructure, and its effect on corrosion properties has been investigated.

### 2. Materials and Methods

Austenitic stainless steel 310s were used as the raw material in this study. The samples were cryo-rolled up to 90% thickness reduction after

immersion into liquid nitrogen. The cryo-rolled samples were then annealed at 750, 850, 950, and 1050 °C for 10 minutes and then cooled by water to ambient temperature. The dimensions of the prepared samples were 1×1.5 cm<sup>2</sup>. Optical microscope images were used to examine the microstructure of the samples. To prepare the samples, after sanding, they were electropolished and electroetched. After preparing the images, the average grain size of the samples was calculated using ImageJ software and the Heyn intercept method. The volume fraction of martensite was also measured using a feritoscopic test. Potentiodynamic polarization and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) tests were used to investigate the corrosion properties of the samples. Corrosion tests were performed in 3.5% NaCl solution. The results of the electrochemical impedance spectroscopy test were also analyzed using ZView software.

### 3. RESULTS AND DISCUSSION

Figure 1 shows the microstructure of the as-received and 90% cryo-rolled samples. In the as-received sample, the coaxial grain structure is observed. 90% cold reduction has caused elongation of the microstructure along the rolling direction and the formation of 69% of strain-induced  $\alpha'$ -martensite phase. Recrystallization occurred in the sample by annealing at 750 °C. Reverse transformation of  $\alpha'$ -martensite to austenite phase has also occurred due to the annealing process. Increasing the annealing temperature has caused grain growth and more reversion of martensite to the austenite phase. In the 1050 °C annealed sample, recrystallization and reversion of martensite to austenite phase has been done completely due to the high annealing temperature.

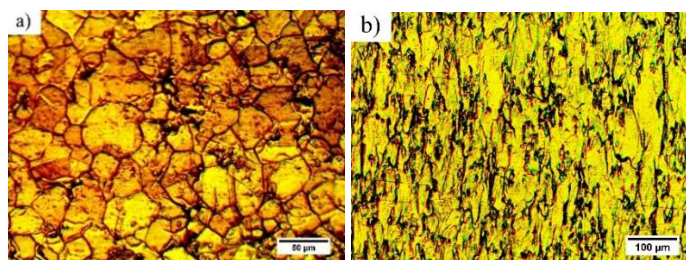
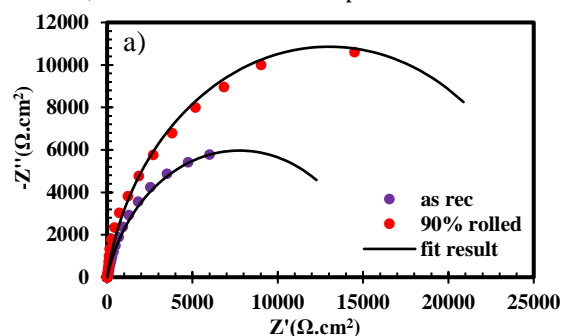


Figure 1. Optical microscope images of 310s austenitic stainless steel; a) as-received sample b) 90% cryo-rolled sample.

Nyquist curves of the as-received and 90% cryo-rolled samples are given in Figure 2a. After 90% cold reduction, the Semicircular diameter formed in the Nyquist curve and the corrosion resistance increased compared to the as-received sample, while The  $Q_{ct}$  value decreased. Less  $Q_{ct}$  can mean less charge transfer at the interface between the metal and the passive layer and an increase in corrosion resistance [23]. The main reason for the increase in corrosion resistance due to the cold rolling process can be attributed to the reduction in grain size, which causes the rapid diffusion of



chromium and the formation of a thicker passive layer. Figure 2b shows the Nyquist curves of the annealed samples. With annealing at 750 °C, the corrosion resistance increased compared to the as-received and cold-rolled samples. Small grain size, the occurrence of recovery, and reverse transformation are the reasons for the good corrosion resistance of this sample. Further, with increasing the annealing temperature and as a result of grain growth, the corrosion resistance decreased, frequently.

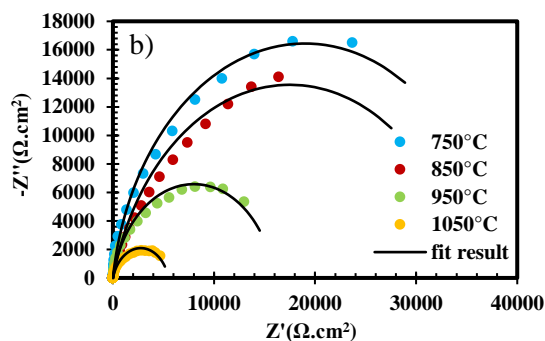


Figure 2. Nyquist curves of 310s austenitic stainless steel, a) as-received and 90% cryo-rolled samples, b) annealed samples.

#### 4- CONCLUSION

The cold rolling process causes a reduction in the grain size and transformation of the austenite phase to strain-induced  $\alpha'$ -martensite. Subsequently, reversion of  $\alpha'$ -martensite to austenite occurs due to the annealing treatment. Increasing the annealing temperature causes grain growth and increases the average grain size. Cold rolling with a 90% reduction in thickness increases the corrosion resistance compared to the as-received sample. Annealing at 750 °C also increases corrosion resistance. Revers phase transformation and fine-grained microstructure are the reasons for improving corrosion resistance. However, increasing the annealing temperature leads to grain growth and a gradual decrease in corrosion resistance.

#### Ethical Considerations Compliance with ethical guidelines

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

#### Funding

Thanks to Shahid Chamran University of Ahvaz for financial support of this research with the grant number of SCU.EM99.30796.

#### Authors' contributions

Design experiments and perform: Reza Bolouk Heidari, Mostafa Eskandari, Mehdi Yeganeh; Results and Data analysis: Reza Bolouk Heidari, Mostafa Eskandari, Mehdi Yeganeh; Supervision and final writing: Reza Bolouk Heidari, Mostafa Eskandari;

#### CONFLICT OF INTERESTS

The authors declared no conflict of interest.

## مقاله پژوهشی

تاثیر تحولات ریزساختاری بر خواص خوردگی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S  
پس از عملیات ترمومکانیکیرضا بلوک حیدری<sup>۱</sup>، مصطفی اسکندری<sup>۲\*</sup>، مهدی یگانه<sup>۳</sup>

۱. دانش آموخته کارشناسی ارشد رشته مهندسی مواد، گرایش شناسایی و انتخاب مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران.

۲. استادیار، عضو هیئت علمی رشته مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران.

۳. استادیار، عضو هیئت علمی رشته مهندسی مواد، گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران.

## چکیده

**مقدمه:** در این پژوهش تحولات ریزساختاری و تاثیر آن بر خواص خوردگی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S طی عملیات ترمومکانیکی بررسی شد.

**روش:** فرایند نورد سرد به میزان ۹۰ درصد کاهش در ضخامت انجام پذیرفت. سپس نمونه‌ها در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ دقیقه آنیل شدند. به کمک میکروسکوپ نوری ریزساختار نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. جهت بررسی خواص خوردگی نمونه‌ها از آزمون‌های طیف-سنجی امپدانس الکتروشیمیایی و پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد وزنی استفاده گردید.

**یافته‌ها و نتیجه‌گیری:** نتایج نشان داد که فرایند نورد سرد موجب کاهش اندازه دانه و تبدیل فاز آستنیت به مارتنزیت  $\alpha'$  ناشی از کرنش می‌شود. در ادامه در اثر عملیات آنیل استحاله برگشتی مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت اتفاق می‌افتد. افزایش دمای آنیل نیز موجب رشد دانه و افزایش متوسط اندازه دانه می‌شود. کاهش اندازه دانه در اثر فرایند نورد سرد موجب افزایش مقاومت به خوردگی می‌شود. همچنین مقاومت به خوردگی در اثر آنیل نمونه در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش پیدا کرده و مقدار آن نسبت به نمونه بدون آنیل از ۲۶۸۰۰ به  $38950 \Omega \cdot \text{cm}^2$  می‌رسد. انجام استحاله برگشتی از عوامل اصلی این افزایش در مقاومت به خوردگی می‌باشد. درحالی که افزایش دمای آنیل رشد دانه و کاهش تدریجی مقاومت به خوردگی را به دنبال دارد. به گونه‌ای که مقدار مقاومت به خوردگی در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد به  $5400 \Omega \cdot \text{cm}^2$  کاهش می‌یابد.

تاریخ دریافت: ۱۴۰۱/۰۲/۱۰

تاریخ داوری: ۱۴۰۱/۰۷/۱۳

تاریخ پذیرش: ۱۴۰۱/۰۷/۱۴

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



DOI:

10.30495/jnm.2022.30360.1956

## واژه‌های کلیدی:

فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S، عملیات ترمومکانیکی، ریزساختار، خوردگی.

\* نویسنده مسئول: مصطفی اسکندری

نشانی: گروه مهندسی مواد، دانشکده مهندسی، دانشگاه شهید چمران اهواز، اهواز، ایران.

تلفن: ۰۹۱۲۰۶۰۳۴۸۲

پست الکترونیکی: [m.eskandari@scu.ac.ir](mailto:m.eskandari@scu.ac.ir)

## ۱- مقدمه

با افزایش میزان نفوذ کروم، لایه روئین ضخیم‌تر با نسبت کروم به آهن بالاتر ایجاد می‌شود که مقاومت به خوردگی را افزایش می‌دهد [۱۱]. اسکندری و همکاران [۱۲] افزایش مقاومت به خوردگی در نتیجه کاهش اندازه دانه در فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۶L را گزارش کردند. در تحقیقات دیگری بر روی فولادهای ۳۰۱، ۳۰۴ و ۳۱۶ نیز بهبود مقاومت به خوردگی در اثر کاهش اندازه دانه گزارش شده است [۱۱، ۱۳، ۱۴]. لازم به ذکر است که در تحقیقات گذشته نتایج متناقضی مبنی بر کاهش مقاومت به خوردگی در اثر کاهش اندازه دانه گزارش شده است [۱۵]. فاز مارتنزیت نیز نسبت به آستنیت دارای پتانسیل گالوانیک منفی‌تر است و حضور آن در کنار فاز آستنیت باعث ایجاد پیل گالوانیک و خوردگی می‌شود [۱۴]. علی‌رغم مطالعاتی که در گذشته بر روی خواص خوردگی فولادهای زنگ نزن آستنیتی انجام شده است، همچنان نبود یک تحقیق جامع در رابطه با خواص خوردگی فولاد ۳۱۰s و نحوه تغییر آن حین عملیات ترمومکانیکی احساس می‌شود. در تحقیق حاضر عملیات ترمومکانیکی بر روی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s به منظور تغییر ریزساختار اعمال شده و تأثیر آن بر خواص خوردگی مورد بررسی قرار گرفته است. به منظور دستیابی به شرایط بهینه، عملیات ترمومکانیکی در چندین دما صورت گرفته است.

## ۲- مواد و روش تحقیق

## ۲-۱- ماده مورد استفاده

از فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s به عنوان ماده‌ی اولیه در این پژوهش استفاده شد. ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده بوسیله‌ی آنالیز کوانتومتری به دست آمده و در جدول ۱ گزارش شده است. ضخامت ماده اولیه ۱۰ میلی‌متر بوده که به صورت نورد گرم شده، در دسترس قرار گرفت. در ادامه نمونه‌ها تا رسیدن به ۹۰ درصد کاهش در ضخامت، در دمای نیتروژن مایع نورد سرد شدند. میزان کاهش ضخامت در هر پاس نورد سرد ۰/۱ میلی‌متر بوده و نمونه هر ۴ پاس یکبار در نیتروژن مایع غوطه‌ور شد. سپس نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد به مدت ۱۰ دقیقه آنیل شدند و در نهایت توسط آب تا دمای محیط سرد شدند. ابعاد نمونه‌های تهیه شده ۱/۵ × ۱ سانتی‌متر مربع بود و برای سهولت متالوگرافی نمونه‌ها مانع سرد شدند.

فولادهای زنگ نزن آستنیتی دارای مقاومت به خوردگی زیاد و قابلیت شکل‌پذیری و جوش‌پذیری خوبی هستند. همچنین مقاومت در برابر اکسیداسیون عالی و خواص خزشی مطلوبی دارند و به این دلایل، به عنوان یکی از مواد ساختاری مهم برای کاربردها در محیط‌های حساس، مانند صنایع هسته‌ای پیشرفته و نیروگاه‌ها انتخاب شده‌اند [۱]. در این میان فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s به عنوان یک فولاد پیشرفته با مقاومت به اکسیداسیون و خوردگی بهبود یافته، برای کاربردهای دمای بالا طراحی شده است و یک فولاد استراتژیک به حساب می‌آید [۲]. نقطه ضعف فولادهای زنگ نزن آستنیتی خواص مکانیکی ضعیف آن‌هاست. با توجه به استفاده از این فولادها در مهندسی مدرن، بهبود خواص مکانیکی آن‌ها مورد توجه بوده است [۳]. کنترل ریزساختار و پالایش دانه از روش‌های مهم در بهبود خواص مکانیکی فولادها می‌باشد که عمدتاً به وسیله تغییر شکل پلاستیک شدید انجام می‌شود [۴]. از ترکیب عملیات شکل‌دهی و حرارتی که به آن عملیات ترمومکانیکی گفته می‌شود، برای استحکام بخشی فولادهای زنگ نزن آستنیتی استفاده می‌شود. همچنین به دنبال تغییر ریزساختار در عملیات ترمومکانیکی، تغییر و بهبود خواص خوردگی نیز دور از انتظار نیست.

حین عملیات ترمومکانیکی و در نتیجه نورد سرد، استحاله فازی آستنیت به مارتنزیت اتفاق می‌افتد و مارتنزیت ناشی از کرنش در باندهای برشی و دوقلوبی‌ها جوانه زنی می‌کند. افزایش در سطح تغییر شکل باعث افزایش کسر مارتنزیت می‌شود [۵]. نزاکت و همکاران [۶] با انجام عملیات ترمومکانیکی بر روی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s مشاهده کردند که در مراحل اولیه تغییر شکل، مارتنزیت ناشی از کرنش از آستنیت تغییر شکل یافته تشکیل می‌شود. سپس در اثر آنیل بعدی، استحاله برگشتی رخ داده و مارتنزیت با مکانیزم برشی یا نفوذی به آستنیت تبدیل می‌شود. وقوع این استحاله برگشتی موجب تشکیل ساختار فوق ریزدانه در فولادهای زنگ نزن آستنیتی می‌شود. ایجاد ساختار فوق ریزدانه در اثر انجام عملیات ترمومکانیکی در فولادهای ۳۰۴ و ۳۱۶ نیز گزارش شده است [۷، ۸]. افزایش دما و زمان آنیل نیز باعث افزایش متوسط اندازه دانه ناشی از رشد دانه می‌شود. همچنین برگشت بیشتر مارتنزیت به آستنیت را به دنبال دارد [۹].

کاهش اندازه دانه، افزایش چگالی مرزدانه‌ها را به دنبال دارد و موجب نفوذ سریع کروم و تشکیل لایه روئین پایدارتر می‌شود [۱۰]. از طرفی

## جدول ۱- ترکیب شیمیایی بر حسب درصد وزنی فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s

Fe	P	Si	S	Mn	Ni	Cr	C	ترکیب
۵۰/۳	۰/۰۴۵	۱/۵	۰/۰۳	۲	۲۱	۲۵	۰/۰۸	درصد وزنی

## ۲-۲- بررسی ریزساختار

برای بررسی ریزساختار نمونه‌ها از میکروسکوپ نوری Meijitechno مدل IM 7200 استفاده شد. به این منظور ابتدا آماده‌سازی سطح نمونه‌ها و متالوگرافی انجام شد. نمونه‌ها تحت عملیات سنباده‌زنی قرار گرفته (سنباده ۱۰۰ تا ۱۵۰۰) و سپس الکتروپولیش شدند. برای الکتروپولیش از محلول ۳۵ درصد سولفوریک اسید، ۴۵ درصد فسفریک اسید و ۲۰ درصد آب دیونیزه، ولتاژ ۳۰ ولت و زمان حدوداً ۱ دقیقه استفاده شد. در ادامه نمونه‌ها در محلول ۶۵ درصد اسید نیتریک با شرایط ولتاژ ۱۰ ولت و زمان متغیر بین ۲ تا ۵ ثانیه، الکتروپولیش شدند. پس از تهیه‌ی تصاویر، متوسط اندازه دانه‌ی نمونه‌ها با استفاده از نرم افزار ImageJ محاسبه شد. به این منظور از روش تقاطع<sup>۱</sup> و اندازه-گیری حداقل ۱۰ دانه با مرز دانه کامل استفاده شد. اندازه دانه در تصاویری از مناطق مختلف نمونه محاسبه و میانگین مقادیر بدست آمده گزارش شد. کسر حجمی مارتنزیت در نمونه‌های شاهد و نورد سرد شده نیز با استفاده از آزمون فریتوسکوپی اندازه‌گیری شد.

## ۳-۲- آزمون‌های خوردگی

جهت بررسی خواص خوردگی نمونه‌ها از آزمون‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک و طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی (EIS<sup>۲</sup>) استفاده گردید. آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در بازه ۰/۲- تا ۱/۳ ولت نسبت به پتانسیل مدار باز (OCP<sup>۳</sup>) با نرخ خوردگی ۲ میلی ولت بر ثانیه انجام شد. طیف‌سنج امپدانس الکتروشیمیایی نیز در بازه فرکانسی ۱۰ کیلوهرتز تا ۱۰ میلی هرتز صورت گرفت. همچنین دستگاه راد استات ۱۰ با الکترومد مرجع Ag/AgCl و الکترودم کمکی پلاتین برای انجام آزمون‌های خوردگی مورد استفاده قرار گرفت. نتایج آزمون

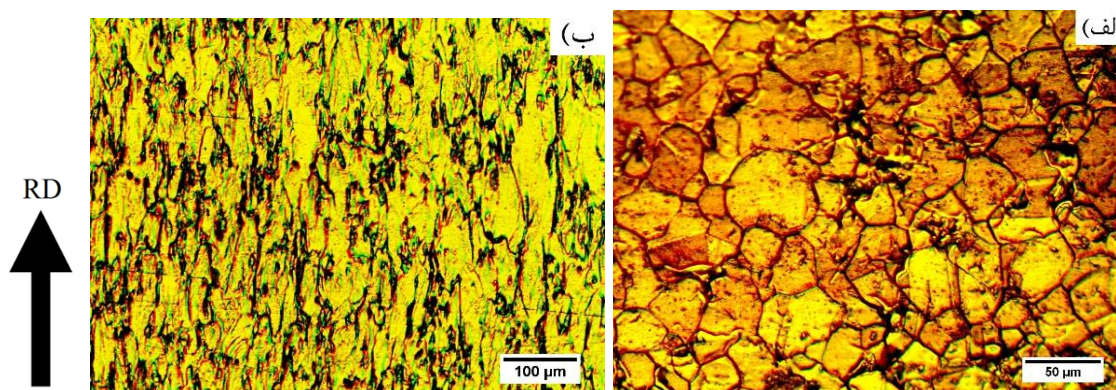
طیف‌سنج امپدانس الکتروشیمیایی نیز با استفاده از نرم افزار ZView تحلیل و بررسی شد. محلول مورد استفاده در آزمون‌های خوردگی سدیم کلرید (NaCl) ۳/۵ درصد وزنی در نظر گرفته شد. همچنین نمونه‌ها برای اندازه‌گیری ولتاژ OCP به مدت ۲۵ دقیقه در محلول غوطه‌ور شدند.

## ۳- بحث و یافته‌های تحقیق

### ۳-۱- بررسی تحولات ریزساختاری

#### ۳-۱-۱- نمونه شاهد و نورد سرد شده

در شکل ۱ ریزساختار نمونه شاهد و نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده با استفاده از تصویر میکروسکوپ نوری نشان داده شده است. با توجه به شکل ۱ الف دانه‌بندی هم محور در نمونه مشاهده می‌شود. بنابراین می‌توان نتیجه گرفت که تبلور مجدد استاتیکی و دینامیکی در اثر عملیات نورد گرم در ماده اتفاق افتاده است. متوسط اندازه دانه‌ها نیز تقریباً برابر  $12 \pm 30$  میکرومتر است. همچنین نتایج فریتوسکوپی نشان می‌دهد که درصد فاز آستنیت در حدود ۹۹/۵ درصد بوده و مابقی فاز فریت دلتا است. با توجه به شکل ۱ ب مشاهده می‌شود که پس از ۹۰ درصد کاهش ضخامت در نورد سرد، ریزساختار دچار کشیدگی در جهت نورد شده و نمونه بافت ظاهری پیدا کرده است. همچنین عملیات نورد سرد کاهش اندازه دانه را به دنبال دارد. از طرفی در اثر نورد سرد، فاز آستنیت به مارتنزیت  $\alpha'$  ناشی از کرنش تبدیل شده و نتایج فریتوسکوپی وجود ۶۹ درصد فاز مارتنزیت در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته را نشان می‌دهد.



شکل ۱: تصاویر میکروسکوپ نوری فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S (الف) نمونه شاهد (ب) نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده.

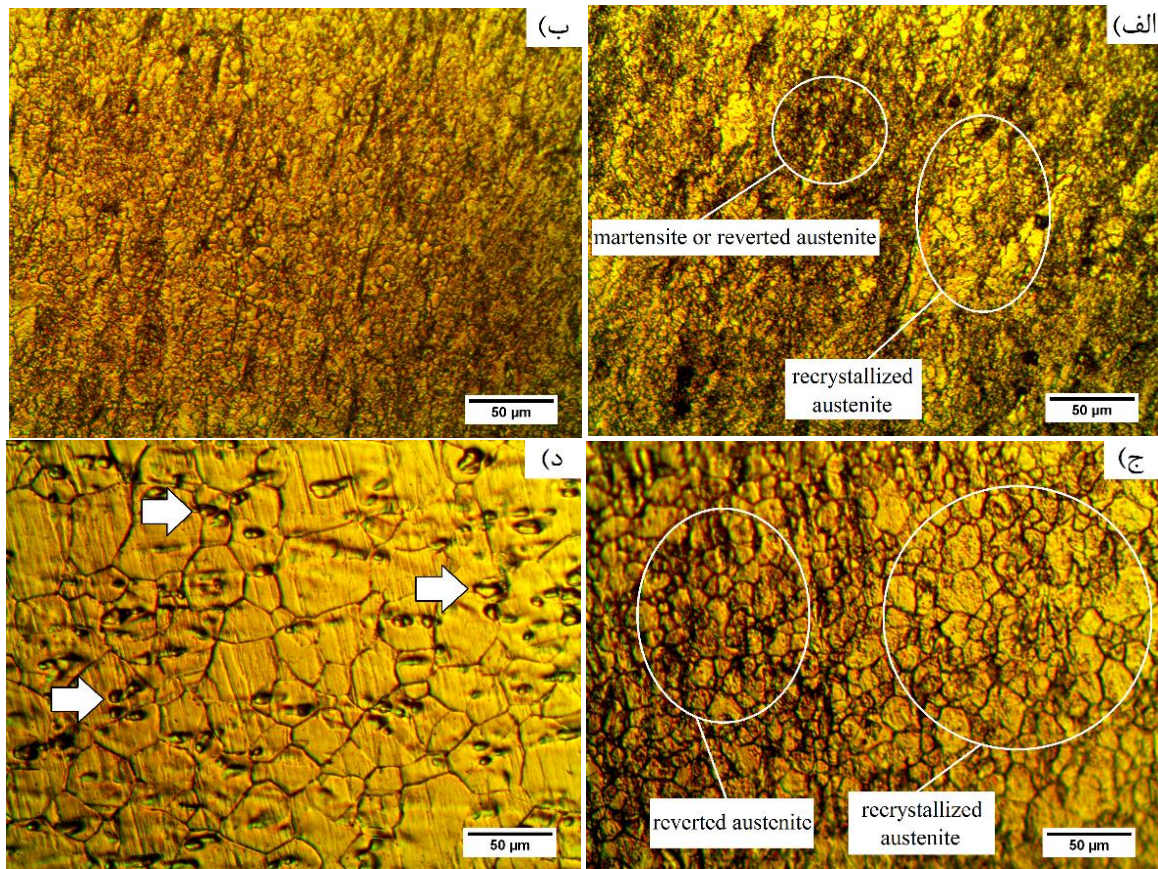
## ۳-۱-۲- نمونه‌های آنیل شده

ریزساختار با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، با توجه به انجام استحاله برگشتی مارتنزیت به آستنیت، در تایید این نکته است که نواحی روشن مربوط به فاز آستنیت می‌باشند. از طرفی رشد دانه در فاز آستنیت برگشتی نیز باعث شده تا دانه بندی این نواحی در تصویر میکروسکوپ نوری مشاهده شده و به رنگ روشن دیده شوند.

با افزایش دمای آنیل به ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد (شکل ۲ ج)، رشد دانه ادامه پیدا کرده و متوسط اندازه دانه به  $11 \pm 8$  میکرومتر رسیده است. همچنین توزیع اندازه دانه در نمونه یکنواخت نیست و نواحی شامل دانه بندی درشت و ریز مشاهده می‌شود که به ترتیب نمایانگر فاز آستنیت باقی مانده تبلور مجدد یافته و فاز آستنیت برگشتی می‌باشند. این ریزساختار دوحالته در فولادهای زنگ نزن آستنیتی ۳۱۶ و ۳۲۱ نیز مشاهده شده است [۱۸، ۱۹]. وجود مساحت زیاد با رنگ روشن و دارای دانه بندی نیز نشان از برگشت قابل توجه فاز مارتنزیت به آستنیت در این نمونه دارد. با توجه به شکل ۲ د، افزایش اندازه دانه با افزایش دمای آنیل از ۹۵۰ به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد مشاهده می‌شود و متوسط اندازه دانه به مقدار  $26 \pm 15$  میکرومتر رسیده است. در این نمونه به علت دمای آنیل زیاد (۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد) در تمام مساحت نمونه دانه بندی به وضوح دیده می‌شود، تبلور مجدد و استحاله برگشتی مارتنزیت به آستنیت کاملاً انجام شده و رشد دانه در نمونه اتفاق افتاده است. نکته قابل توجه در ریزساختار نمونه‌ی آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، دیده شدن حفره‌هایی در سطح نمونه می‌باشد (نشان داده شده با فلش در شکل ۲ د). این حفره‌ها که از آن‌ها به عنوان تاول یاد می‌شود هنگام آنیل نمونه‌ها در نتیجه اکسیداسیون در سطح ایجاد می‌شوند. به این صورت که در این دما در قسمت‌هایی از سطح تماس لایه محافظ اکسیدی با زیرلایه فلزی از بین رفته و نفوذ اکسیژن در این مناطق اتفاق می‌افتد. در نتیجه زیرلایه فلزی اکسید شده و ادامه این فرآیند موجب تشکیل تاول می‌شود. استوت و همکاران [۲۲] هنگام آنیل فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰ در دمای بالا، تشکیل این حفره‌ها را گزارش کرده‌اند. مقادیر متوسط اندازه دانه برای نمونه شاهد و نمونه‌های آنیل شده در دماهای مختلف در جدول ۲ ارائه شده است.

تصاویر میکروسکوپ نوری نمونه‌های آنیل شده در دماهای مختلف و زمان ۱۰ دقیقه در شکل ۲ نمایش داده شده است. در شکل ۲ الف مربوط به ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد دانه‌بندی به صورت پراکنده مشاهده می‌شود که نشان دهنده وقوع تبلور مجدد درون آستنیت نورد سرد شده است. به طور کلی، کلیه متغیرهایی که باعث افزایش انرژی ذخیره شده در اثر تغییر شکل می‌شوند، مانند افزایش میزان کرنش، کاهش دمای تغییر شکل و کاهش مقدار SFE<sup>۴</sup>، باعث کاهش دمای تبلور مجدد می‌شوند [۱۶، ۱۷]. از آنجا که نمونه‌ها قبل از آنیل در دمای بسیار پایین (دمای کرایوژنیک) و با درصد کرنش بالا (۹۰ درصد کاهش ضخامت) نورد سرد شده‌اند، میزان انرژی درونی و عیوب درون نمونه بسیار بالاست. به همین علت در این حالت شاهد وجود جنگل‌های نابجایی و در نتیجه ایجاد باندهای برشی یا مرزخانه‌های فرعی در نمونه هستیم. باندهای برشی به دلیل انرژی زیادی که نسبت به نواحی دیگر دانه دارند به عنوان مکان‌های ترجیحی برای جوانه‌زنی دانه هنگام تبلور مجدد به حساب می‌آیند و به وقوع تبلور مجدد کمک می‌کنند [۱۸]. بنابراین روی‌دادن پدیده‌ی تبلور مجدد با وجود دمای آنیل نسبتاً پایین ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، می‌تواند ناشی از وجود کسر حجمی بالای این باندهای برشی در نمونه باشد. همچنین در اثر عملیات آنیل استحاله برگشتی مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت اتفاق افتاده است. از آنجا که تبلور مجدد و تشکیل دانه‌بندی جدید تنها در فاز آستنیت تغییر شکل یافته باقی مانده اتفاق می‌افتد، بنابراین همانگونه که در شکل ۲ الف نشان داده شده است، مناطق روشن و حاوی دانه بندی مربوط به فاز آستنیت باقی مانده تبلور مجدد یافته و نواحی تیره مربوط به فاز مارتنزیت و یا آستنیت برگشتی فوق ریز دانه می‌باشد [۱۶، ۱۹]. در فاز آستنیت برگشتی، گمان می‌شود به دلیل کوچکتر بودن اندازه دانه از حد تفکیک میکروسکوپ نوری، دانه‌بندی این نواحی در تصویر میکروسکوپ نوری قابل مشاهده نبوده و از این رو به رنگ تیره دیده می‌شوند. متوسط اندازه دانه در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد نیز برابر  $5 \pm 3$  میکرومتر می‌باشد.

با توجه به شکل ۲ ب مشاهده می‌شود که با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، رشد دانه در نمونه اتفاق افتاده و متوسط اندازه دانه‌ها به  $6 \pm 5$  میکرومتر افزایش پیدا کرده است. با این حال مقدار افزایش اندازه دانه ناچیز است. زیرا در دماهای کمتر از ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد رشد دانه در فولادهای زنگ نزن آستنیتی بسیار کند است و این رفتار را می‌توان به دلایل متعددی که به هم پیوسته‌اند از جمله نفوذ آهسته در آستنیت، تحرک کم مرزخانه‌های بزرگ زاویه، ذرات و نیروی محرک کم نسبت داد [۱۶]. همچنین دانه بندی در مساحت بیشتری از نمونه مشاهده می‌شود که می‌تواند گواه بر افزایش استحاله برگشتی مارتنزیت به آستنیت باشد. هنگام آنیل فولادهای زنگ نزن آستنیتی ۳۰۴، ۳۱۰ و ۳۱۶ در این محدوده دمایی و دماهای بیشتر، برگشت مارتنزیت به آستنیت بوسیله مکانیزم مارتنزیت برشی گزارش شده است [۶، ۲۰، ۲۱]. افزایش کسر حجمی مناطق روشن در



شکل ۲- تصاویر میکروسکوپ نوری فولاد زنگ نزن آستنییتی ۳۱۰S برای نمونه‌های آنیل شده در دمای: (الف) ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، (ب) ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، (ج) ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد، (د) ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد

جدول ۲- مقادیر متوسط اندازه دانه نمونه شاهد و نمونه‌های آنیل شده در دماهای مختلف (بر حسب میکرومتر)

نمونه	شاهد	۷۵۰°C	۸۵۰°C	۹۵۰°C	۱۰۵۰°C
متوسط اندازه دانه	۳۰±۱۲	۵±۳	۶±۵	۱۱±۸	۲۶±۱۵

ثابت ( $Q_{ct}$ ) در فصل مشترک فلز و لایه روئین، مقاومت انتقال بار ( $R_{oxid}$ ) و عنصر فاز ثابت ( $Q_{oxid}$ ) در سطح لایه روئین می‌باشد. مقادیر کمی شبیه‌سازی شده به کمک مدار معادل در جدول ۳ گزارش شده است. همچنین متغیرهای خوردگی آزمون پلاریزاسیون مربوط به نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده نیز در جدول ۴ ارائه شده است. مقدار  $R_{ct}$  برابر با قطر حلقه تشکیل شده در منحنی‌های نایکوئیست است که متناسب با مقاومت در برابر خوردگی می‌باشد. هر چه قطر حلقه تشکیل شده بزرگتر باشد، نشان دهنده مقاومت بیشتر در برابر خوردگی است [۱۵]. بنابراین حلقه بزرگتر تشکیل شده در نمونه

### ۲-۳- بررسی رفتار خوردگی

#### ۱-۲-۳- نمونه شاهد و نورد سرد شده

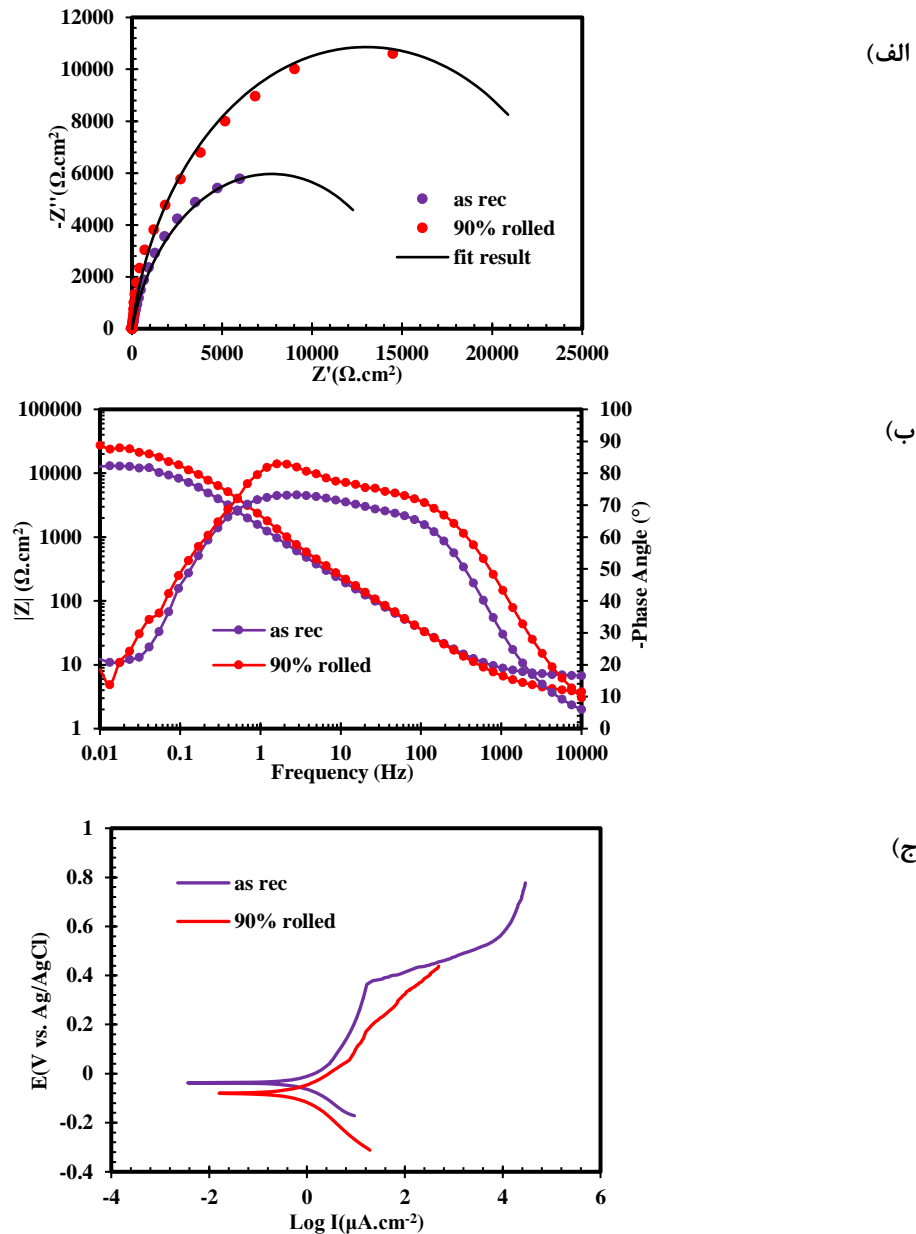
منحنی‌های امپدانس و پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده در شکل ۳ نشان داده شده است. برای شبیه‌سازی داده‌های تجربی در منحنی نایکوئیست، از مدار معادل مناسب دو حلقه مطابق شکل ۴ استفاده شده است [۲۳]. مدار معادل دو حلقه شامل مقاومت محلول ( $R_s$ )، مقاومت انتقال بار ( $R_{ct}$ ) و عنصر فاز



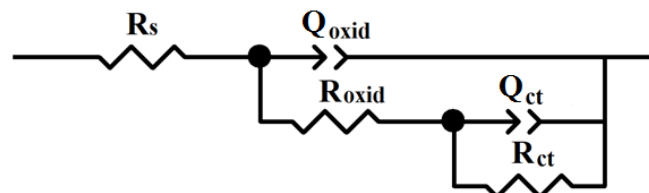
وجود نقاط سه‌گانه نیز از عوامل افزایش مقاومت به خوردگی در مواد ریزدانه محسوب می‌شود. از طرفی تشکیل مقدار زیادی فاز مارتزیت در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده، موجب تبدیل تنش‌های پسماند کششی به فشاری می‌شود و می‌تواند به بهبود مقاومت به خوردگی کمک کرده باشد. همچنین عوامل دیگری از جمله بافت کریستالی بر مقاومت به خوردگی نمونه‌ها تأثیر گذار است [۱۳، ۲۷]. در تحقیق پیشین بر روی فولاد ۳۱۰s [۲۸] تغییرات بافت حین نورد سرد مورد بررسی قرار گرفت و مشاهده شد که در اثر نورد سرد و با افزایش درصد نورد، بافت نمونه تقویت می‌شود. همچنین براس  $\langle 112 \rangle$  {۱۱۰} (Brass) و گاس  $\langle 001 \rangle$  {۱۱۰} (Goss) به عنوان مؤلفه‌های بافت غالب در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده معرفی شدند. از طرفی وجود این مؤلفه‌های بافت حاوی صفحات فشرده موجب بهبود مقاومت به خوردگی می‌شود [۱۳، ۲۷]. بنابراین نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته حاوی بافت تقویت شده با صفحات فشرده، مقاومت به خوردگی بهتری نسبت به نمونه شاهد از خود نشان می‌دهد. از طرفی گزارش‌هایی مبنی بر افزایش پتانسیل خوردگی حفره‌ای ناشی از کاهش اندازه دانه و افزایش تعداد مکان‌های مناسب برای جوانه‌زنی و رشد حفره‌ها ارائه شده است [۱۵]. توجه به این نکته لازم است که با وجود اینکه به دنبال کاهش اندازه دانه تمایل به ایجاد حفره افزایش می‌یابد، اما حفره‌های ایجاد شده در ساختارهای دانه ریز ناپایدارند. به گونه‌ای که این حفره‌های ناپایدار کمتر به پایدار تبدیل شده و در اکثر مواقع از بین می‌روند. دلیل این امر نیز تشکیل سریع لایه روئین غنی از کروم و همچنین وجود قابلیت روئین شدن مجدد خوب در ساختارهای دانه ریز است [۲۹]. وجود قابلیت روئین شدن مجدد سریع و همچنین ناپایدار بودن حفره‌ها در ساختارهای نورد شده و دانه ریز، در فولادهای ۳۰۴، ۳۱۶ و ۳۲۱ نیز گزارش شده است [۲۹-۳۱].

۹۰ درصد نورد سرد شده، حاکی از افزایش مقاومت به خوردگی در این نمونه نسبت به نمونه شاهد می‌باشد (شکل ۳ الف). با توجه به داده‌های جدول ۳، مقاومت به خوردگی نمونه‌ی شاهد برابر  $0.1495 \text{ cm}^2$  می‌باشد که این مقدار در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده افزایش یافته و به  $0.2680 \text{ cm}^2$  رسیده است. از سویی دیگر  $Q$  نشان دهنده انتقال بار و مربوط به ناحیه واکنش خوردگی است و  $Q$  کمتر نشانگر سطح کمتر در معرض خوردگی و مقاومت به خوردگی بیشتر می‌باشد [۲۳]. به همین ترتیب  $Q_{ct}$  کمتر می‌تواند به معنای انتقال بار و سطح خورده شده کمتر در فصل مشترک فلز و لایه روئین باشد و افزایش مقاومت به خوردگی را نشان دهد. مشاهده می‌شود که مقدار  $Q_{ct}$  در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده نسبت به نمونه شاهد از  $10^{-6} \times 19$  به  $10^{-6} \times 10$  کاهش پیدا کرده که نشان دهنده افزایش مقاومت به خوردگی در این نمونه می‌باشد. در منحنی‌های بد و فاز منطقه با فرکانس پایین (حدود  $0.1 \text{ Hz}$ ) مقاومت انتقال بار را نشان می‌دهد، در حالی که منطقه با فرکانس بالا (حدود  $100 \text{ Hz}$ ) مربوط به تشکیل لایه روئین است [۲۴]. بالاتر بودن مقدار بد نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده در منطقه فرکانس پایین منحنی بد (شکل ۳ ب) نیز مقاومت بیشتر این نمونه نسبت به نمونه شاهد را نشان می‌دهد. مطابق شکل ۳ ب، در منحنی فاز و فرکانس حدود  $100 \text{ Hz}$  مقدار زاویه فاز در نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده به ترتیب برابر  $-64^\circ$  و  $-71^\circ$  درجه می‌باشد. از طرفی هرچه مقدار زاویه فاز به  $-80^\circ$  نزدیک‌تر باشد نشان دهنده لایه روئین یکنواخت‌تر با محافظت بیشتر است [۲۵]. بنابراین مقدار بیشتر زاویه فاز در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده حاکی از بهبود لایه روئین و مقاومت به خوردگی در این نمونه می‌باشد. در حالی که با توجه به منحنی پلاریزاسیون نمونه‌های شاهد و نورد سرد شده (شکل ۳ ج) مشاهده می‌شود که رفتارها تا حدی متناقض است. زیرا نمونه شاهد جریان آندی کمتری نشان می‌دهد اما در منطقه آندی دچار شکستگی شده و پتانسیل حفره‌دار شدن دارد. همچنین در جدول ۴ نیز مشاهده می‌شود که مقدار پتانسیل خوردگی در نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده نسبت به نمونه شاهد کاهش پیدا کرده و از  $-37.4$  به  $-82.9 \text{ mv}$  رسیده است. با این حال در نمونه‌ی ۹۰ درصد نورد سرد شده دانسیته جریان خوردگی نسبت به نمونه شاهد کاهش یافته و مقدار آن از  $0.66$  به  $0.47 \frac{\mu\text{A}}{\text{cm}^2}$  رسیده که به معنای افزایش مقاومت به خوردگی و در تایید نتایج آزمون امپدانس است [۲۶].

مشاهده شد که نورد سرد موجب بهبود رفتار خوردگی نسبت به نمونه شاهد می‌شود. افزایش مقاومت به خوردگی در اثر فرآیند نورد سرد در فولادهای ۳۰۱، ۳۰۴ و ۳۱۶ نیز گزارش شده است [۱۱، ۱۳، ۱۴]. علت اصلی افزایش مقاومت به خوردگی در اثر فرآیند نورد سرد را می‌توان به کاهش اندازه دانه نسبت داد. کاهش اندازه دانه افزایش چگالی مرزخانه‌ها را به دنبال دارد و موجب نفوذ سریع کروم و تشکیل لایه روئین پایدارتر می‌شود [۱۰، ۱۲]. در اثر افزایش میزان نفوذ کروم، لایه روئین ضخیم‌تر با نسبت کروم به آهن بالاتر ایجاد می‌شود که مقاومت به خوردگی را افزایش می‌دهد [۱۱].



شکل ۳- منحنی‌های الف) نایکوئیست، ب) بد و فاز و ج) پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده مربوط به فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد (در تصویر الف نقاط رنگی مربوط به داده‌های تجربی و خطوط مشکی مربوط به داده‌های شبیه‌سازی شده می‌باشند)



شکل ۴- مدار معادل استفاده شده در شبیه‌سازی منحنی‌های نایکوئیست (شامل مقاومت محلول  $R_s$ )، مقاومت انتقال بار  $(R_{ct})$  و عنصر فاز ثابت  $(Q_{ct})$  در فصل مشترک فلز و لایه روئین، مقاومت انتقال بار  $(R_{oxid})$  و عنصر فاز ثابت  $(Q_{oxid})$  در سطح لایه روئین

جدول ۳- مقادیر کمی شبیه‌سازی شده آزمون طیف سنج امپدانس الکتروشیمیایی نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده مربوط به فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد

متغیرهای خوردگی نمونه	$R_{ct}(\Omega.cm^2)$	$Q_{ct}(F.S^{\alpha-1}.cm^{-2})$	$\alpha_{ct}$	$R_{oxid}(\Omega.cm^2)$	$Q_{oxid}(F.S^{\alpha-1}.cm^{-2})$	$\alpha_{oxid}$	$R_s(\Omega.cm^2)$
شاهد	۱۴۹۵۰	$19 \times 10^{-6}$	۰٫۹۲	۴۱	$176 \times 10^{-6}$	۰٫۸۳	۶٫۲
۹۰ درصد	۲۶۸۰۰	$10 \times 10^{-6}$	۰٫۹۳	۴۲	$159 \times 10^{-6}$	۰٫۸۵	۳٫۸

جدول ۴- مقادیر متغیرهای خوردگی آزمون پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک نمونه‌های شاهد و ۹۰ درصد نورد سرد شده مربوط به فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰s درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد

متغیرهای خوردگی نمونه	دانسیتته جریان خوردگی ( $\frac{\mu A}{cm^2}$ )	پتانسیل خوردگی نسبت به الکترود مرجع (mv)	شیب آندی ( $\beta_a$ )	شیب کاتدی ( $\beta_c$ )
شاهد	۰٫۶۶	-۳۷٫۴	۰٫۱۱۰۹	-۰٫۱۰۷۸
۹۰ درصد	۰٫۴۷	-۸۲٫۹	۰٫۱۰۳۳	-۰٫۱۰۲۶

### ۳-۲-۲- نمونه‌های آئیل شده

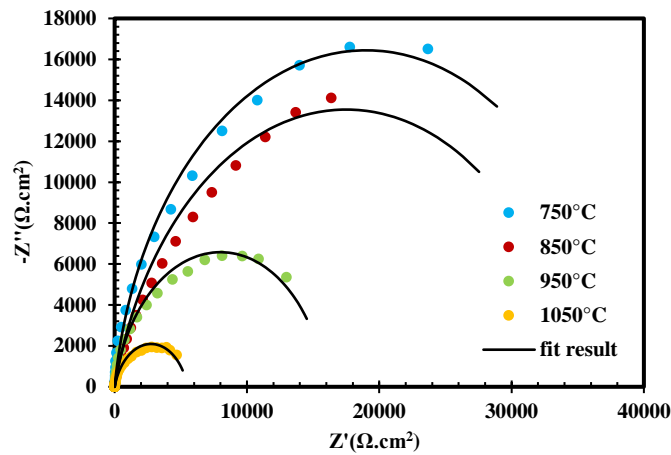
منحنی‌های امپدانس و پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک نمونه‌های ۹۰ درصد نورد سرد شده و سپس آئیل شده به مدت زمان ۱۰ دقیقه و در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در شکل ۵ نمایش داده شده است. از شکل ۵ الف، مشاهده می‌شود که حلقه تشکیل شده در منحنی ناپکوئیست برای نمونه آئیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد بزرگتر از سایر نمونه‌ها می‌باشد. مقادیر کمی مقاومت به خوردگی شبیه‌سازی شده به کمک مدار معادل برای نمونه‌های آئیل شده نیز در جدول ۵ گزارش شده است. مشاهده می‌شود که با آئیل نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد مقاومت به خوردگی نسبت به نمونه شاهد و همچنین نمونه نورد سرد شده افزایش پیدا کرده و به مقدار  $38950 \Omega.cm^2$  رسیده است. مقدار  $Q_{ct}$  نیز در نمونه ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد با کاهش نسبت به نمونه شاهد و نورد سرد شده، به مقدار  $F.S^{\alpha-1}.cm^{-2} \times 10^{-6}$  رسیده است، که بیانگر خوردگی کمتر در فصل مشترک فلز و لایه روئین و افزایش مقاومت به خوردگی می‌باشد. جدول ۶ نیز نشان دهنده متغیر-های خوردگی آزمون پلاریزاسیون برای نمونه‌های آئیل شده می‌باشد. با توجه به جدول ۶، دانسیته جریان خوردگی برای نمونه ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد برابر  $\frac{\mu A}{cm^2}$  ۰٫۳۳ می‌باشد که نسبت به نمونه شاهد  $\frac{\mu A}{cm^2}$

۰٫۶۶) و نمونه نورد سرد شده ( $\frac{\mu A}{cm^2}$  ۰٫۴۷) کاهش پیدا کرده است و نشان از افزایش مقاومت به خوردگی در این نمونه دارد. این افزایش در مقاومت به خوردگی را می‌توان به دلایل متفاوتی نسبت داد. می‌دانیم که فاز مارتنزیت نسبت به آستنیت در سری پتانسیل گالوانیک منفی‌تر است و حضور آن در کنار فاز آستنیت باعث ایجاد پیل گالوانیک و خوردگی می‌شود [۱۴]. از این رو انجام استحاله برگشتی فاز مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت در اثر آئیل، از جمله دلایل افزایش مقاومت به خوردگی می‌باشد. همچنین به دنبال آئیل نمونه، میزان تنش‌های پسماند کششی و تراکم نابجایی‌ها در نتیجه بازیابی ساختار تغییر شکل یافته به طور قابل توجهی کاهش می‌یابد و موجب بهبود مقاومت به خوردگی می‌شود [۲۷]. مقدار متوسط اندازه دانه برای نمونه آئیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد برابر  $5 \pm 3$  میکرومتر می‌باشد و ریزساختار نمونه در محدوده ریزدانه قرار دارد که از دلایل مقاومت به خوردگی خوب آن به حساب می‌آید. زیرا همانطور که پیشتر گفته شد، کاهش اندازه دانه و افزایش چگالی مرزدانه‌ها موجب نفوذ بیشتر کروم به سطح و تشکیل لایه روئین پایدارتر می‌شود که افزایش مقاومت به خوردگی را به دنبال دارد.

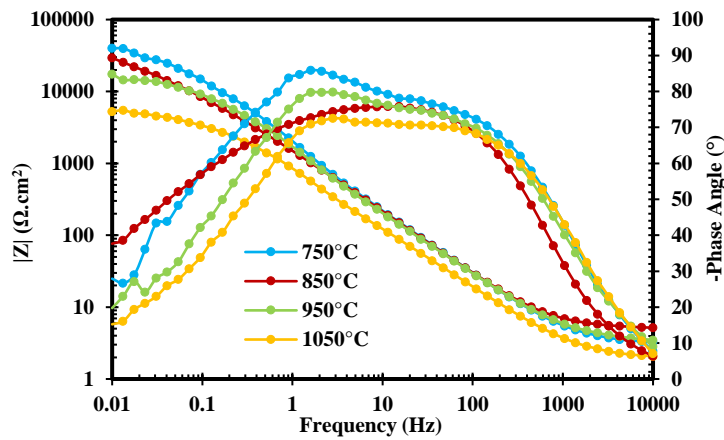
اکسیداسیون بوجود می‌آید. استوت و همکاران [۲۲] نیز با مشاهده این حفرات هنگام آنیل فولاد ۳۱۰ در دمای بالا، گزارش کردند که این حفرات شامل یک حلقه غنی از کروم و مرکز فقیر از کروم می‌باشند. بنابراین وجود این حفرات، به عنوان یک عیب سطحی، یکنواختی سطح را تضعیف می‌کند و موجب کاهش مقاومت به خوردگی می‌شود. با توجه به شکل ۵ ج، مشاهده می‌شود که نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد با وجود مقاومت به خوردگی کمتر از سایر نمونه‌ها رفتار روئین‌تری نشان داده و منحنی پلاریزاسیون آن شامل یک ناحیه جریان ثابت می‌باشد. این پدیده را می‌توان به انحلال کاربیدهای کروم هنگام آنیل در دماهای بالا نسبت داد که موجب افزایش مقدار کروم در دسترس برای تشکیل لایه روئین می‌شود. اما از سویی دیگر انحلال کاربیدها محتوای کربن درون ساختار کریستال را افزایش می‌دهد که منجر به اعوجاج شبکه بیشتر شده و می‌تواند کاهش مقاومت به خوردگی را به دنبال داشته باشد [۲۳]. در منحنی بد نشان داده شده در شکل ۵ ب، در منطقه فرکانس پایین و در فرکانس حدود ۰٫۱ Hz، نمونه ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد بالاتر از سایر نمونه‌ها مشاهده می‌شود و مابقی نمونه‌های آنیل شده به ترتیب افزایش دما در زیر آن قرار دارند که کاهش مقاومت به خوردگی در اثر افزایش دمای آنیل را نشان می‌دهد. در منحنی فاز (شکل ۵ ب) و در فرکانس حدود ۱۰۰ Hz نیز نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد با زاویه فاز ۷۳- درجه، بالاتر از سایر نمونه‌ها قرار گرفته است که بهبود لایه روئین و مقاومت به خوردگی در این نمونه را نشان می‌دهد.

با افزایش دمای آنیل به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، کاهش جزئی در مقاومت به خوردگی مشاهده می‌شود و مقدار  $R_{ct}$  برابر با  $\Omega.cm^2$  ۳۴۱۰۰ می‌باشد. دانسیته جریان خوردگی نیز برای نمونه آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد نسبت به نمونه ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش یافته و از  $0.33 \mu A/cm^2$  به  $0.38 \mu A/cm^2$  رسیده است. همچنین مقدار  $Q_{ct}$  نیز نسبت به نمونه ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش یافته و به  $F.S^{-1}.cm^{-2}$   $10^{-6} \times 2.5$  رسیده است که کاهش مقاومت به خوردگی در این نمونه را نشان می‌دهد. افزایش جزئی در متوسط اندازه دانه و رسیدن آن به  $6 \pm 5$  میکرومتر در نمونه ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، علت افت نسبی در مقاومت به خوردگی این نمونه می‌باشد. با این حال، به دلیل وجود ریزساختار ریزدانه در نمونه ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد و همچنین انجام استحاله برگشتی مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت در اثر آنیل، مقاومت به خوردگی بیشتری در این نمونه نسبت به نمونه بدون آنیل مشاهده می‌شود. همانطور که پیشتر گفته شد، با افزایش دمای آنیل از ۸۵۰ به ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد متوسط اندازه دانه تقریباً دو برابر شده و مقدار آن از  $6 \pm 5$  به  $11 \pm 8$  میکرومتر رسیده است. مشاهده می‌شود که این افزایش در اندازه دانه موجب کاهش قابل توجه در مقاومت به خوردگی نمونه شده و مقدار آن به  $\Omega.cm^2$  ۱۶۸۵۰ رسیده است. دانسیته جریان خوردگی نیز برای نمونه آنیل شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به  $1.32 \mu A/cm^2$  افزایش یافته که نمایانگر کاهش مقاومت به خوردگی در این نمونه می‌باشد. مقدار پتانسیل خوردگی نیز با افزایش دمای آنیل از ۸۵۰ به ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش پیدا کرده و از  $273.4 - mv$  به  $404.2 - mv$  رسیده است که در تایید کاهش مقاومت به خوردگی نمونه آنیل شده در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد می‌باشد. همچنین مقدار  $Q_{ct}$  در نمونه ۹۵۰ نسبت به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد از  $10^{-6} F.S^{-1}.cm^{-2}$   $2.5 \times 10^{-6}$  به  $12 \times 10^{-6}$  افزایش پیدا کرده که خوردگی شدن بیشتر این نمونه را نشان می‌دهد.

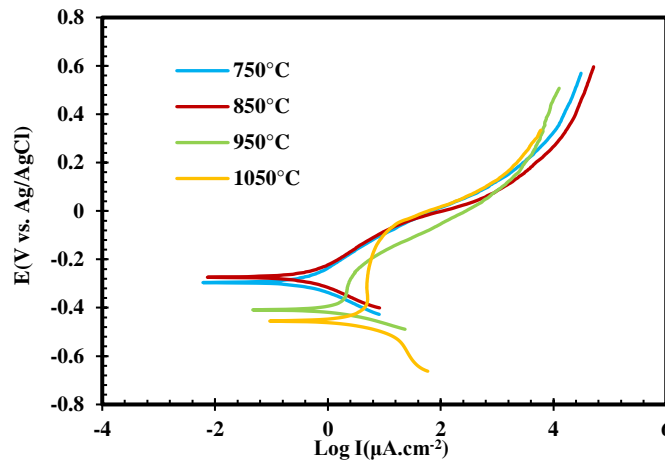
مشاهده می‌شود که به دنبال افزایش بیشتر دمای آنیل تا ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، مقاومت به خوردگی همچنان روند نزولی خود را ادامه می‌دهد. این روند نزولی ناشی از رشد قابل توجه دانه در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد و رسیدن متوسط اندازه دانه آن به  $26 \pm 15$  میکرومتر می‌باشد. مقاومت به خوردگی و دانسیته جریان خوردگی برای این نمونه به ترتیب برابر  $\Omega.cm^2$  ۵۴۰۰ و  $\mu A/cm^2$  ۲٫۶۰ می‌باشد که نشان دهنده افزایش دانسیته جریان خوردگی و کاهش مقاومت به خوردگی در این نمونه است. پتانسیل خوردگی نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد نیز با کاهش بیشتر نسبت به نمونه ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد به مقدار  $451.7 - mv$  رسیده است. همچنین مقدار  $Q_{ct}$  در این نمونه برابر با  $F.S^{-1}.cm^{-2}$   $23 \times 10^{-6}$  می‌باشد که بیشترین مقدار خوردگی در فصل مشترک فلز و لایه روئین را میان سایر نمونه‌ها از خود نشان می‌دهد. همچنین از عوامل مقاومت به خوردگی ضعیف در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، می‌توان به وجود حفرات در ریزساختار آن اشاره کرد. همانطور که گفته شد و با توجه به شکل ۲ د، هنگام آنیل نمونه در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، حفراتی در ریزساختار ناشی از



(الف)



(ب)



(ج)

شکل ۵- منحنی‌های الف) نایکوئیست، ب) بد و فاز و ج) پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه‌های ۹۰ درصد نورد سرد شده و سپس آنیل شده به مدت ۱۰ دقیقه در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، مربوط به فولاد زنگ نزن آستنیتی ۳۱۰S درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد (در تصویر الف نقاط رنگی مربوط به داده‌های تجربی و خطوط مشکی مربوط به داده‌های شبیه‌سازی شده می‌باشند)

جدول ۵- مقادیر کمی شبیه‌سازی شده آزمون طیف سنج امپدانس الکتروشیمیایی نمونه‌های آنیل شده به مدت ۱۰ دقیقه در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد مربوط به فولاد زنگ نزن آستینیتی ۳۱۰s درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد

متغیرهای خوردگی نمونه	$R_s(\Omega.cm^2)$	$\alpha_{oxid}$	$Q_{oxid}(F.S^{\alpha-1}.cm^{-2})$	$R_{oxid}(\Omega.cm^2)$	$\alpha_{ct}$	$Q_{ct}(F.S^{\alpha-1}.cm^{-2})$	$R_{ct}(\Omega.cm^2)$
۷۵۰°C	۳,۳	۰,۸۹	$143 \times 10^{-6}$	۳۶	۰,۹۶	$1 \times 10^{-6}$	۳۸۹۵۰
۸۵۰°C	۴,۹	۰,۸۶	$151 \times 10^{-6}$	۳۵	۰,۹۵	$2,5 \times 10^{-6}$	۳۴۱۰۰
۹۵۰°C	۳,۴	۰,۸۴	$164 \times 10^{-6}$	۳۴	۰,۹۲	$12 \times 10^{-6}$	۱۶۸۵۰
۱۰۵۰°C	۲	۰,۸۲	$195 \times 10^{-6}$	۲۳	۰,۸۹	$23 \times 10^{-6}$	۵۴۰۰

جدول ۶- مقادیر متغیرهای خوردگی آزمون پلاریزاسیون پتانسیو دینامیک نمونه‌های آنیل شده به مدت ۱۰ دقیقه در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰، ۹۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، مربوط به فولاد زنگ نزن آستینیتی ۳۱۰s درون محلول سدیم کلرید ۳/۵ درصد

متغیرهای خوردگی نمونه	دانشیته جریان خوردگی ( $\frac{\mu A}{cm^2}$ )	پتانسیل خوردگی نسبت به الکتروود مرجع (mv)	شیب آندی ( $\beta_a$ )	شیب کاتدی ( $\beta_c$ )
۷۵۰°C	۰,۳۳	-۲۹۲,۳	۰,۱۱۶۶	-۰,۰۹۱۵
۸۵۰°C	۰,۳۸	-۲۷۳,۴	۰,۱۲۳۷	-۰,۰۹۹۰
۹۵۰°C	۱,۳۲	-۴۰۴,۲	۰,۲۶۲۶	-۰,۰۶۸۲
۱۰۵۰°C	۲,۶۰	-۴۵۱,۷	۰,۲۲۳۹	-۰,۰۸۷۰

#### ۴- نتیجه‌گیری

برگشتی می‌باشند. نکته قابل توجه در ریزساختار نمونه‌ی آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، دیده شدن حفره‌هایی در سطح نمونه می‌باشد. این حفره‌ها که از آن‌ها به عنوان تاول یاد می‌شود هنگام آنیل نمونه‌ها در نتیجه اکسیداسیون در سطح ایجاد می‌شوند.

نورد سرد به میزان ۹۰ درصد کاهش در ضخامت، موجب افزایش مقاومت به خوردگی نسبت به نمونه شاهد می‌شود. علت اصلی این افزایش در مقاومت به خوردگی را می‌توان به نفوذ سریع کروم، ناشی از کاهش اندازه دانه و افزایش چگالی مرزدهانه‌ها نسبت داد که موجب تشکیل لایه روئین پایدارتر می‌شود. همچنین وجود قابلیت روئین شدن مجدد خوب در ساختارهای دانه ریز بر افزایش مقاومت به خوردگی تاثیر گذار است. علاوه بر این تبدیل تنش‌های پسماند کششی به فشاری ناشی از تشکیل مارتنزیت و همچنین عوامل دیگری از جمله بافت کریستالی می‌تواند به بهبود مقاومت به خوردگی کمک کرده باشد.

(۱) فرایند نورد سرد موجب کاهش اندازه دانه و تبدیل فاز آستنیت به مارتنزیت  $\alpha'$  ناشی از کرنش می‌شود. نتایج فریتوسکوپی وجود ۶۹ درصد فاز مارتنزیت  $\alpha'$  در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته را نشان می‌دهد. در ادامه در اثر عملیات آنیل استحاله برگشتی مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت اتفاق می‌افتد. همچنین پدیده تبلور مجدد درون آستنیت تغییر شکل یافته باقی مانده رخ می‌دهد. مناطق روشن و حاوی دانه بندی در تصویر میکروسکوپ نوری مربوط به فاز آستنیت باقی مانده تبلور مجدد یافته و نواحی تیره مربوط به فاز مارتنزیت و یا آستنیت برگشتی فوق ریز دانه می‌باشد.

(۲) افزایش دمای آنیل موجب رشد دانه و افزایش متوسط اندازه دانه می‌شود. همچنین برگشت بیشتر فاز مارتنزیت  $\alpha'$  به آستنیت را به دنبال دارد. در دمای ۹۵۰ درجه سانتی‌گراد ریزساختار دو حالته و نواحی شامل دانه بندی درشت و ریز مشاهده می‌شود که به ترتیب نمایانگر فاز آستنیت باقی مانده تبلور مجدد یافته و فاز آستنیت

### مشارکت نویسندگان

انجام آزمایش‌ها: رضا بلوک حیدری، مصطفی اسکندری، مهدی یگانه؛  
تحلیل داده‌ها و نتایج: رضا بلوک حیدری، مصطفی اسکندری، مهدی  
یگانه؛

نگارش نهایی: رضا بلوک حیدری، مصطفی اسکندری؛

### تعارض منافع

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

### واژه‌نامه

1. Heyn intercept
2. Electrochemical Impedance Spectroscopy
3. Open Circuit Potential
4. Stacking Fault Energy

۴) آنیل نمونه ۹۰ درصد نورد سرد شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، موجب افزایش مقاومت به خوردگی نسبت به نمونه‌های شاهد و نورد سرد شده بدون آنیل می‌شود. انجام استحالته فازی برگشتی و دانه‌ریز بودن ریزساختار از دلایل بهبود مقاومت به خوردگی می‌باشد. با این وجود افزایش دمای آنیل موجب رشد دانه و افزایش متوسط اندازه دانه شده و کاهش تدریجی مقاومت به خوردگی را به دنبال دارد.

### ملاحظات اخلاقی پیروی از اصول اخلاق پژوهش

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

### حامی مالی

با کمال تشکر و قدردانی از دانشگاه شهید چمران اهواز به جهت حمایت مالی از این پژوهش با شماره گرنت پژوهشی SCU.EM99.30796

## References:

- [1]Sun, H., Sun, Y., Zhang, R., Wang, M., Tang, R., Zhou, Z., (2015). Study on hot workability and optimization of process parameters of a modified 310 austenitic stainless steel using processing maps. *Materials and Design*, 67 165–172.
- [2]Christian, J. L., Gruner, J. D., & Girton, L. D., (1962). The Effects of Cold Rolling on the Mechanical Properties of Type 310 Stainless Steel at Room and Cryogenic Temperatures. *Characterization of Minerals, Metals, and Materials*, 127–133.
- [3]Somani, M. C., Juntunen, P., Karjalainen, L. P., Misra, R. D. K., Kyröläinen, A., (2009). Enhanced mechanical properties through reversion in metastable austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 40 (3), 729–744.
- [4]Mostafaei, M.A., Kazeminezhad, M., (2020). The effect of temperature on microstructure during ultra-rapid annealing of severely deformed low-carbon steel. *Journal of New Materials*, 11 (40), 1–12.
- [5]Xu, D., Wan, X., Yu, J., Xu, G., Li, G., (2018). Effect of cold deformation on microstructures and mechanical properties of austenitic stainless steel. *Metals*, 8 (7), 1–14.
- [6]Nezakat, M., Akhiani, H., Sabet, S. M., Szpunar, J., (2017). Electron backscatter and X-ray diffraction studies on the deformation and annealing textures of austenitic stainless steel 310S. *Materials Characterization*, 123 115–127.
- [7]Shirdel, M., Mirzadeh, H., Parsa, M. H., (2015). Enhanced Mechanical Properties of Microalloyed Austenitic Stainless Steel Produced by Martensite Treatment. *Advanced Engineering Materials*, 17 (8), 1226–1233.
- [8]Kheiri, S., Mirzadeh, H., Naghizadeh, M., (2019). Tailoring the microstructure and mechanical properties of AISI 316L austenitic stainless steel via cold rolling and reversion annealing. *Materials Science and Engineering A*, 759 (March), 90–96.
- [9]Di Schino, A., Barteri, M., Kenny, J. M., (2003). Effects of grain size on the properties of a low nickel austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 38 (23), 4725–4733.
- [10]Gupta, R. K., Birbilis, N., (2015). The influence of nanocrystalline structure and processing route on corrosion of stainless steel: A review. *Corrosion Science*, 92 1–15.
- [11]Feng, X., Lu, X., Zuo, Y., Chen, D., (2014). The passive behaviour of 304 stainless steels in saturated calcium hydroxide solution under different deformation. *Corrosion Science*, 82 347–355.
- [12]Eskandari, M., Yeganeh, M., Motamedi, M., (2012). Investigation in the corrosion behaviour of bulk nanocrystalline 316L austenitic stainless steel in NaCl solution. *Micro and Nano Letters*, 7 (4), 380–383.
- [13]Ravi Kumar, B., Mahato, B., Singh, R., (2007). Influence of cold-worked structure on electrochemical properties of austenitic stainless steels. *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science*, 38 A (9), 2085–2094.
- [14]Hamada, A. S., Karjalainen, L. P., Somani, M. C., (2006). Electrochemical corrosion behaviour of a novel submicron-grained austenitic stainless steel in an acidic NaCl solution. *Materials Science and Engineering A*, 431 (1–2), 211–217.



- [15]Fu, X., Ji, Y., Cheng, X., Dong, C., Fan, Y., Li, X., (2020). Effect of grain size and its uniformity on corrosion resistance of rolled 316L stainless steel by EBSD and TEM. *Materials Today Communications*, 25 101429.
- [16]Padilha, A. F., Plaut, R. L., Rios, P. R., (2003). Annealing of cold-worked austenitic stainless steels. *ISIJ International*, 43 (2), 135-143.
- [17]Yang, S. W., Spruiell, J. E., (1982). Cold-worked state and annealing behaviour of austenitic stainless steel. *Journal of Materials Science*, 17 (3), 677-690.
- [18]Donadille, C., Valle, R., Dervin, P., Penelle, R., (1989). Development of texture and microstructure during cold-rolling and annealing of F.C.C. alloys: Example of an austenitic stainless steel. *Acta Metallurgica*, 37 (6), 1547-1571.
- [19]Rezaei, H. A., Ghazani, M. S., Eghbali, B., (2018). Effect of post deformation annealing on the microstructure and mechanical properties of cold rolled AISI 321 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering A*, 736 364-374.
- [20]Odnobokova, M., Belyakov, A., Enikeev, N., Molodov, D. A., Kaibyshev, R., (2017). Annealing behavior of a 304L stainless steel processed by large strain cold and warm rolling. *Materials Science and Engineering A*, 689 (October 2016), 370-383.
- [21]Nezakat, M., Akhiani, H., Hoseini, M., Szpunar, J., (2014). Effect of thermo-mechanical processing on texture evolution in austenitic stainless steel 316L. *Materials Characterization*, 98 10-17.
- [22]Stott, F. H., Wei, F. I., (1989). High temperature oxidation of commercial austenitic stainless steels. *Materials Science and Technology (United Kingdom)*, 5 (11), 1140-1147.
- [23]Yeganeh, M., Omidi, M., Eskandari, M., (2018). Superhydrophobic Surface of AZ31 Alloy Fabricated by Chemical Treatment in the NiSO<sub>4</sub> Solution. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 27 (8), 3951-3960.
- [24]Saremi, M., Yeganeh, M., (2010). Corrosion behavior of copper thin films deposited by EB-PVD technique on thermally grown silicon dioxide and glass in hydrochloric acid media. *Materials Chemistry and Physics*, 123 (2-3), 456-462.
- [25]Mandal, S., Singh, J. K., Lee, D. E., Park, T., (2020). Effect of phosphate-based inhibitor on corrosion kinetics and mechanism for formation of passive film onto the steel rebar in chloride-containing pore solution. *Materials*, 13 (16), 3642.
- [26]Shaeri Karimi, M. H., Yeganeh, M., Alavi Zaree, S. R., Eskandari, M., (2021). Corrosion behavior of 316L stainless steel manufactured by laser powder bed fusion (L-PBF) in an alkaline solution. *Optics and Laser Technology*, 138 (January), 106918.
- [27]Kumar, B. R., Singh, R., Mahato, B., De, P. K., Bandyopadhyay, N. R., Bhattacharya, D. K., (2005). Effect of texture on corrosion behavior of AISI 304L stainless steel. *Materials Characterization*, 54 (2), 141-147.
- [28]Bolouk Heidari, R., Eskandari, M., Yeganeh, M., (2020). Investigation of Microstructural and Texture Changes of 310 Austenitic Stainless Steel After Cold Rolling Process. *3<sup>rd</sup> National Conference on Materials Engineering, Metallurgy and Mining, Iran*.
- [29]Tiamiyu, A. A., Eduok, U., Szpunar, J. A., Odeshi, A. G., (2019). Corrosion behavior of metastable AISI 321 austenitic stainless

[steel: Investigating the effect of grain size and prior plastic deformation on its degradation pattern in saline media. \*Scientific Reports\*, 9 \(1\), 1-18.](#)

[30] [Abbasi Aghuy, A., Zakeri, M., Moayed, M. H., Mazinani, M., \(2015\). Effect of grain size on pitting corrosion of 304L austenitic stainless steel. \*Corrosion Science\*, 94 368-376.](#)

[31] [Kwok, C. T., Cheng, F. T., Man, H. C., Ding, W. H., \(2006\). Corrosion characteristics of nanostructured layer on 316L stainless steel fabricated by cavitation-annealing. \*Materials Letters\*, 60 \(19\), 2419-2422.](#)

[32] [Bösing, I., Marquardt, G., Thöming, J., \(2020\). Effect of Heat Treatment of Martensitic Stainless Steel on Passive Layer Growth Kinetics Studied by Electrochemical Impedance Spectroscopy in Conjunction with the Point Defect Model. \*Corrosion and Materials Degradation\*, 1 \(1\), 77-91.](#)