

بررسی تغییر حالت مارتنزیتی در اثر تغییر فرم پلاستیک در یک فولاد ضدزنگ آستنیتی با استفاده از XRD و OM

دکتر سیدعلی صدوq و نینی

استاد یار دانشکده مهندسی مکانیک دانشگاه صنعتی امیرکبیر

چکیده:

فولادهای ضدزنگ آستنیتی Fe-Cr-Ni از نوع ۱۸-۸ در اثر تغییر فرم پلاستیک به فاز مارتنزیت تحول پیدا می‌کنند. این تغییر حالت در دماهی پاسیونتر از نقطه M_d و یا با تکههای دماهای کمتر از نقطه M_s امکان‌پذیر است.

حاصل این تحول یک فاز " ϵ " با ساختار کریستالی HCP و یک فاز " α' " با ساختار کریستالی BCC است. بررسی تحول فازها با استفاده از میکروسکوپ نوری (OM) و تفرق اشعه ایکس (XRD) نشان میدهد که فاز آستنیت (γ) با دو مکانیزم زیر در اثر تغییر فرم پلاستیک تحول پیدا می‌کند:

۱- تغییر حالت از طریق ایجاد فاز " ϵ " و سپس فاز " α' " ($\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$)

۲- تغییر حالت مستقیم $\gamma \rightarrow \alpha'$

سرعت تغییر حالت در این مکانیزم به سهولت تشکیل فاز " ϵ " و سپس تغییر حالت آن به فاز " α' بستگی دارد. این مسأله به طور تکاتنگ به ابعاد شبکه کریستالی فاز " ϵ " بخصوص پارامتر C شبکه HCP مربوط می‌شود.

در این مقاله نتایج بررسیهای فوق با استفاده از OM و XRD بر روی یک آبیاز $4^{\circ}C$ که در دمای محیط و دمای ازت مایع تحت آزمایشات کشش و خستگی قرار گرفته است، ارائه می‌شود.

Investigation of Martensite transformation induced by plastic deformation on an austenitic stainless steel using XRD and OM methods

M. Sadough-Vanini, Ph.D

Assistant Prof. Of Mech. Eng. Dept.
Amir Kabir. Univ. of Technology

ABSTRACT:

Austenitic stainless steel(Fe-Cr-Ni) of the type 18-8 transforms into The martensite phase due the effect of plastic deformation. This transformation can occur at a temperature lower than M_d point or by holding it at temperatures lower Than M_s point. The result of this transformation is a " ϵ " phase with HCP crystal structure and an " α' " phase with BCC crystal structure. Studying of phase transformations were carried out using an optical microscopi (OM) and an X-ray diffraction (XRD). It was shown that " γ " austenite phase under the effect of plastic deformation develops by one the following mechanisms:

1- By creating " ϵ " phase and then " α' " phase. ($\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$).

2- Direct phase transformation ($\gamma \rightarrow \alpha'$).

The speed of phase transformation in this mechanisem depends on the ease of " ϵ " phase

formation and the phase change itself depends on "α'" phase. This problem is closely related to the dimensions of "ε" parameter phase crystal particularly to Parameter C of the HCP lattice. In this paper, the result of above investigations on the 304L alloy using OM and XRD techniques is presented for fatigue and tensile tests at room temperature and at liquid nitrogen temperature.

۱- مقدمه:

کریستالی فازهای مختلف بدهست می‌آیند. برتری این روش نسبت به روش مغناطیسی اطلاعات حاصله مربوط به فاز "ε" است.

در آلیاژ مورد آزمایش که تحت آزمایشات کشش و خستگی در دماهایی بین M_5 و M_d قرار گرفته است سه فاز "ε", "α'" و "ε" مشاهده می‌شوند.

فازهای "ε" و "ε'" دارای ساختار کریستالی فشرده‌اند. در ساختار FCC سطوح کریستالی نوع {111} به صورت ABCABC... تکرار می‌شوند. در حالی که در ساختار HCP... تکرار سطوح کریستالی {100} به صورت ABAB... است. نزدیکی فاز "ε" و "ε'" با رابطه صفحات و جهت‌های کریستالی زیر تفسیر می‌شود [۵] و [۶] و [۷].

$$\langle 1\bar{1}0 \rangle_{\epsilon} \parallel \langle 111 \rangle_{\epsilon} \parallel \langle 1\bar{1}20 \rangle_{\epsilon} \parallel \langle 110 \rangle_{\gamma}$$

از طرف دیگر بین پارامتر شبکه کریستالی این دو فاز نیز روابط زیر وجود دارد:

$$d(111)_{\gamma} = d(1002)_{\epsilon} \quad d(1120)_{\gamma} = d(220)_{\epsilon}$$

$$a_{\epsilon} = a_{\gamma} \times \frac{\sqrt{2}}{2} \quad c_{\epsilon} = a_{\gamma} \times \frac{2\sqrt{3}}{3}$$

در طیف اشعه X حاصل از آلیاژ پیکهای مربوط به صفحات {111} و {1002} و به همین ترتیب پیکهای {220} و {1120} بر هم منطبقند که خود دلیلی بر نزدیکی خصوصیات کریستالی فازهای "ε" و "ε'" است. این نزدیکی مشکلاتی در جهت شناسایی فازهای "ε" و "ε'" بوجود می‌آورد.

آلیاژ مورد استفاده در آزمایش کشش قبل از تست کشش در حرارت محیط نورد و سپس در دمای 1050°C آنل شده است، بنابراین امکان موجودیت بافت کریستالی در آن می‌رود. این بافت کریستالی اثراتی بر شدت پیکهای تفرق X در فازهای مختلف دارد. اثر بافت کریستالی در نمونه‌های آزمایش خستگی که از یک میلگرد استوانه‌ای تهیه شده‌اند کمتر خواهد بود، این بافت کریستالی احتمالاً بر کم شدن شدت پیکهای فاز "ε" اثر یافته خواهد داشت.

تركیب شیمیایی آلیاژ مورد آزمایش به قرار زیر است:

تحول فاز آستینیت تحت تغییر فرم پلاستیک بررسی شده در فولاد ۳۰۴L منجر به تشکیل دو فاز مختلف یکی فاز "ε" با ساختار HCP است و دیگری فاز "α'" با ساختار کریستالی BCC می‌شود.

این تحول با پایین آوردن درجه حرارت فاز "ε" و یا بطور ایزوتروم تحت تنش خارجی امکان‌پذیر است. در این مقاله تنها تغییر حالت تحت تنش خارجی بررسی می‌شود.

تشکیل فاز "α'" به دنبال تشکیل باندی از فاز "ε" است. بررسی با P. L. Mangonary [۸] نشان می‌دهد که باند فاز "ε" موادی با سطوح کریستالی (۱۱۱) فاز "ε" یا فاز "مادر" است. این سطوح کریستالی در فاز FCC از سطوح لغزش به شمار می‌روند.

لازمه تشکیل فاز "ε" کم بودن انرژی عیوب ابناشکی در فاز "ε" است [۲]. باندهای فاز "ε" در اثر تغییر فرم پلاستیک و بهم پیوستن عیوب ابناشکی در سطوح کریستالی مجاور بوجود می‌آیند [۳]، به عبارت دیگر عیوب ابناشکی، جوانه‌ای جهت تشکیل فاز "ε" می‌باشد.

در آلیاژهای سیستم Fe-Cr-Ni تغییر فرم پلاستیک انجام شده در درجه حرارت‌های بالای نقطه M_s سبب تشکیل فاز مارتزیت می‌شود. تغییر فرم باید در دماهای پایینتر از دمای M_d انجام شود [۴] زیرا در دمای بالاتر از نقطه M_d اعمال تنش تنها سبب تغییر فرم پلاستیک فاز "ε" می‌شود و تغییر حالتی در فاز ایجاد نمی‌کند.

شناسایی فاز مارتزیت حاصل از تغییر فرم پلاستیک با یکی از روش زیر امکان‌پذیر است:

۱- آنالیز مغناطیسی

۲- تفرق اشعه X (XRD)

۳- میکروسکوپ نوری (OM)

در اینجا تنها از دو روش اخیر استفاده شده است.

۲- کاربرد XRD در شناسایی فازهای آلیاژ

با استفاده از روش دبی شرر (Debye Sherrer) و کاربرد اشعه تک فام فازهای موجود در آلیاژ شناسایی شده و با اندازه‌گیری کمی آنها، حجم فازها نسبت به یکدیگر مقایسه می‌شوند.

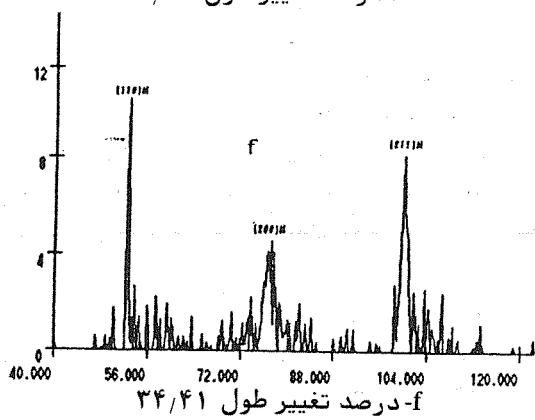
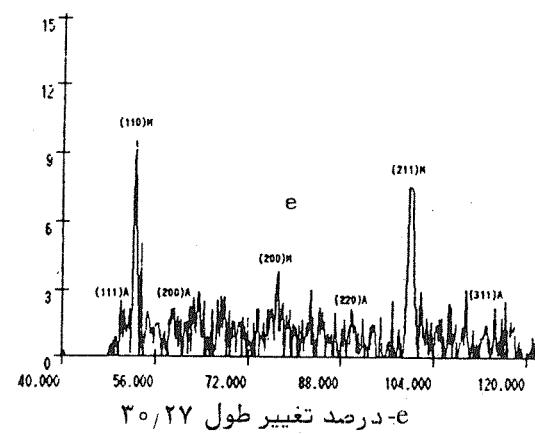
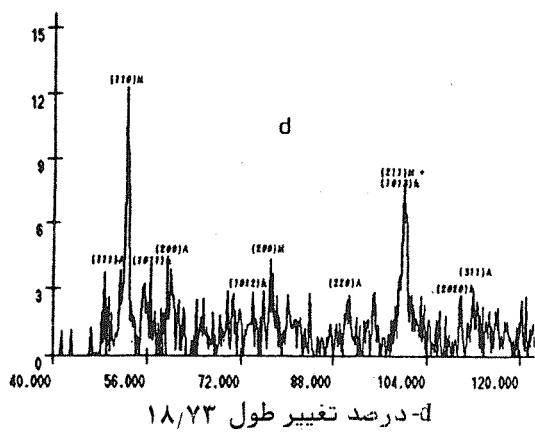
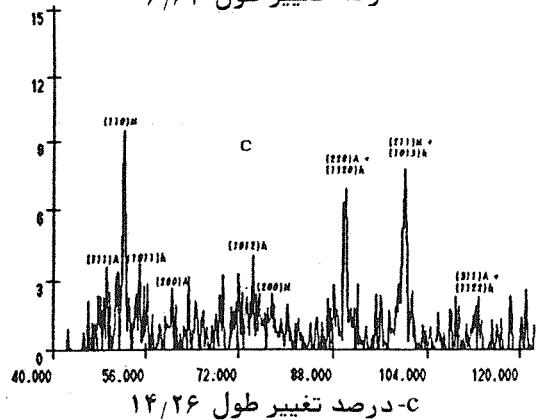
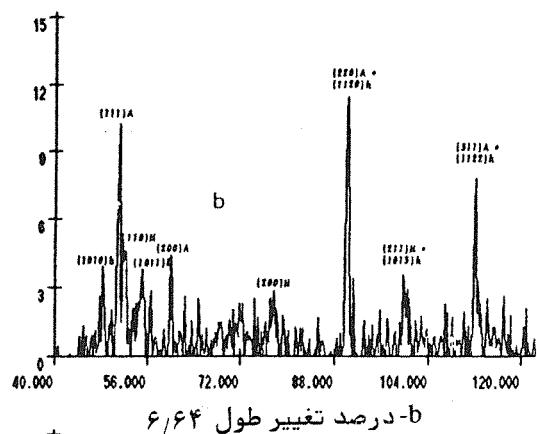
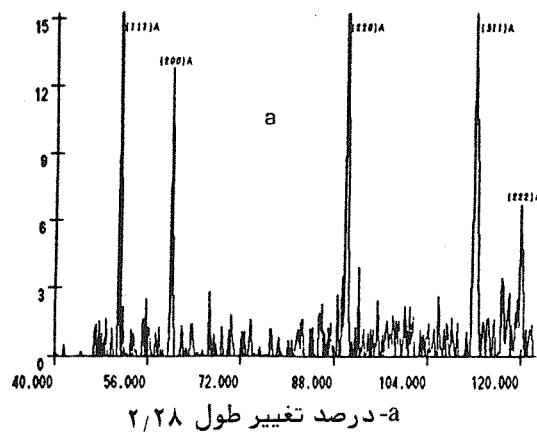
در بررسی کمی فازها میزان تحولات بر اثر تغییر فرم پلاستیک و در دماهای مختلف مشخص می‌شوند علاوه بر آن ابعاد شبکه

در شکل شماره ۱ دیاگرام تفرق X بدست آمده با استفاده از طول موج کیالت ($\lambda_{\text{co}} = 1,7889 \text{ Å}$) از نمونه هایی که در دمای 196°C - تحت آزمایش کشش قرار گرفته اند، نشان داده شده است.

C Si Mn Ni Cr S P Co
٠,١٣ ٠,٤ ٠,١٥ ٩,٢٦ ١٨,٣٦ ٠,٠٢٢ ٠,٠٢٥ ٠,١٧

$$R = 560 \text{ MPa} \quad E = 240 \text{ MPa} \quad A = \% 51$$

$$\text{KCU} = 18 \text{ daj/cm}^{-2}$$



شکل ۱. دیاگرام تفرق X قطعاتی که در دمای 196°C - تحت آزمایش کشش قرار گرفته اند.
(در این دیاگرامها محور قائم شدت پیکها (I) و محور افقی θ برآئی است).

α زاویه برآگ کریستال تک فام کننده اشعه می باشد که درایه از گرافیت استفاده شده $\alpha = 15/47$ برای سطح کریستالی

$$(2d = 6/71\text{A}), (002)$$

θ زاویه برآگ مربوط به سطوح کریستالی فلز مورد آزمایش M فاکتور مربوط به تعدد صفحات کریستالی T_F فاکتور درجه حرارت (یا فاکتور دبی Debye)

$$T_F = e^{-(\sin\theta/\lambda)(0.29 - 1.7^3 T)}$$

λ طول موج اشعه تفرق یافته $\lambda = 1/7889 \text{ A}$
 T درجه حرارت آزمایش (درجه سانتی گراد)
 v حجم سلول واحد فازهای مورد آزمایش
 μ ضریب جذب اشعه فازهای مورد آزمایش
 R فاکتور برای فازهای موجود در آلیاژ مورد بررسی بشرح زیر محاسبه شده است: جدول ۱

$R = 0.199$ برای سطوح (۱۱۲۰) فاز "ε" [سطوح (۱۱۲۰) و γ] بر هم مطابق شده اند]
 جهت کاهش خطای حاصل از بافت کریستالی بیشترین پیکهای مربوط به یک فاز با فازهای دیگر مقایسه شده اند.

۴- نتایج آلیز کمی فازهای "γ", "α", "ε" و "η".
 شکل ۲ تغییرات درصد حجمی فازهای "γ" و "ε" و "η" را بر حسب درصد تغییر طول در آزمایش کشش نشان میدهد. اثر کار سرد بر فاز "η" سبب ناپایداری آن و تبدیل به فازهای "α" و "ε" شده است. همین آلیاژ در آزمایش کشش و در دمای محیط هیچگونه تغییر فازی را نشان نمی دهد. نتیجه اینکه نقطه این آلیاژ در آزمایش کشش کمتر از دمای محیط است. در شکل شماره ۳ نتایج بدست آمده پس از آزمایش خستگی با تغییر فرم $1\% \pm$ در درجه حرارت 196°C - نشان داده شده است. نمونه های مربوط به سیکلهای ۱، ۳، ۱۰، ۳۰، ۱۱۰ و ۳۶ پس از آزمایش خستگی به طور عمود بر محور نمونه بریده شده اند و سپس درصد فازهای "η" و "α" و "ε" در سطح برش اندازه گیری گردیده اند. دیاگرامهای طیف اشعه X مربوط به این نمونه ها در شکل ۴ آمده است. فاز ع فقط تا سیکل شماره ۳۰ قبل اندازه گیری بوده و در سیکلهای بالاتر آثاری از این فاز

دیاگرام (a) مربوط به نمونه ای است که تغییر فرم آن تنها ۲/۲۸ درصد بوده که در آن، پیکهای مربوط به فاز "γ" موجودند به نظر می رسد، پیکهای مربوط به مقدار جزئی فاز ع و "α" تو سط طیف پیوسته پوشیده شده اند.
 در تغییر فرم ۶/۶ درصد پیکهای مربوط به فاز "α" ظاهر می شوند و برای تغییر فرم بیشتر شدت پیکهای فاز "γ" کاهش و فاز "α" افزایش می یابند. در موقع شکست (تغییر فرم ۳۶/۴۱ درصد) پیکهای فاز "η" وجود ندارند. نتیجه اینکه در آزمایش کشش و در دمای 196°C - فاز "η" کاملاً به فاز "α" تبدیل می شود. به دلیل وجود بافت کریستالی در این دیاگرامها شدت پیکهای (۲۲۰) فاز "η" و (۱۱۰) فاز "α" بیشتر است.

۳- اندازه گیری فازهای حاصل از تغییر فرم پلاستیک در بررسی کمی فازهای "η" و "ε" از پیکهای زیر استفاده شده است:

$$(110)\alpha' (111)\gamma (211)\alpha' (210)\epsilon (200)\eta (220)\gamma (311)\alpha' (112)\epsilon (1120)\epsilon (10\bar{1}2)\eta (10\bar{1}1)\alpha'$$

سطح زیر هر یک از پیکها با شمارش فتونهای اشعه X و کم کردن شماره فتونهای طیف پیوسته بدست آمده و سپس با استفاده از یک برنامه کامپیوتری که اساس آن رابطه بین شدت پیکها و درصد حجمی فازهای موجود است درصد حجمی فازها بدست آمده اند.

$$I = KRV \quad (1)$$

K ثابتی است که به دستگاه بستگی دارد

V کسر حجمی فاز مورد آزمایش R به ساختار فاز و سطوح کریستالی hkl آن بستگی دارد و به صورت زیر بیان می شود:

$$R = |F|^2 \cdot M \cdot PL \cdot T_F (1/\mu) (1/7^2) \quad (2)$$

در رابطه (۲)

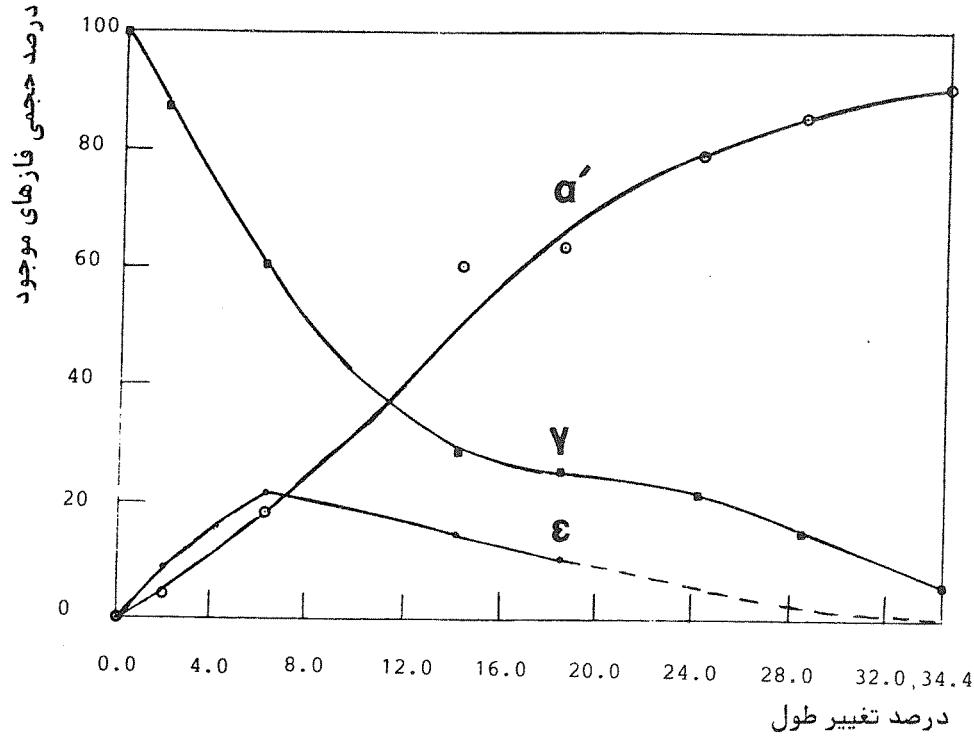
F فاکتور ساختمانی برای سطوح کریستالی PL فاکتور لورنتز LORENTZ

$$PL = \frac{1 + \cos^2 2\alpha \times \cos^2 2\theta}{\sin\theta \times \sin 2\theta}$$

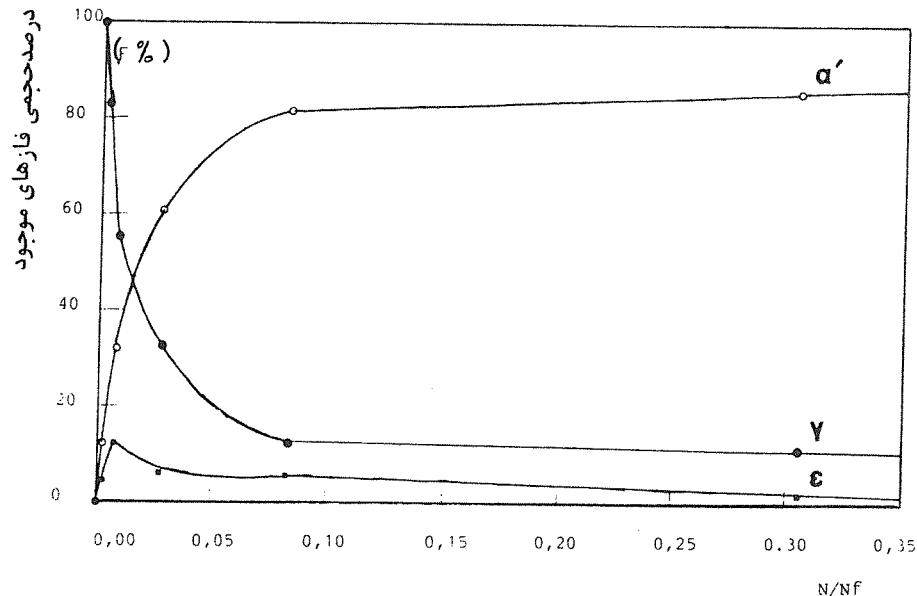
جدول ۱

$(10\bar{1}2)\epsilon$	$(10\bar{1}1)\epsilon$	$(10\bar{1}0)\epsilon$	$(2\bar{1}1)\alpha'$	$(200)\alpha'$	$(110)\alpha'$	$(311)\gamma$	$(220)\gamma$	$(200)\gamma$	$(113)\gamma$	$kh\ell$
۷۵	۵۵	۴۸	۹۹/۵	۷۷/۱	۵۲/۳	۱۱۱/۶	۸۹/۷	۵۹/۸	۵۱/۲	۲۰
۲/۶	۴/۴۶۸	۴/۴۷۲	۲۳/۱۴	۹/۴۶	۵۸/۲۳	۲۲/۸۷	۱۴/۰۹	۲۰/۵۷	۳۳/۵۵	R

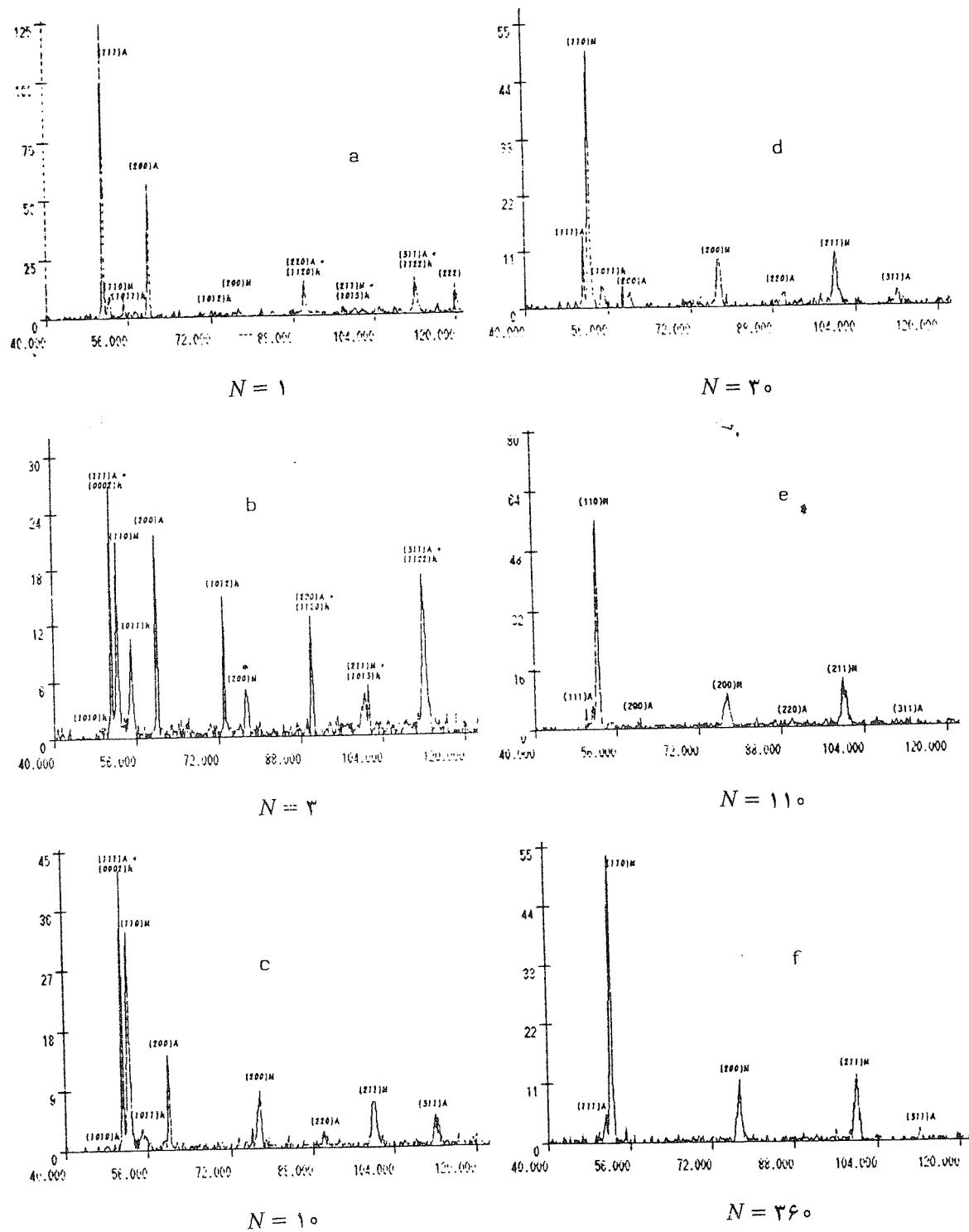
سپس با افزایش تعداد سیکلها و درصد تغییر فرم مقدار آن به صفر می‌رسد.
مشاهده نشده است. تغییرات منحنیهای شکل ۳ یاد آور
تغییرات مشاهده شده در شکل ۲ است که نشان می‌دهد فاز "γ"
یک فاز واسطه بین "γ" و "α'" است. درصد آن ابتدا زیاد، و



شکل ۲. تغییرات درصد حجمی فازهای γ , α' و ϵ بر حسب درصد تغییر طول در آزمایش گشش در دمای 196°C .



شکل ۳. تغییرات درصد حجمی فازهای γ , α' و ϵ بر حسب درصد تخریب (N/N_f)
برای یک تغییر فرم $1 \pm 1\%$ در آزمایش خستگی و دمای 196°C .

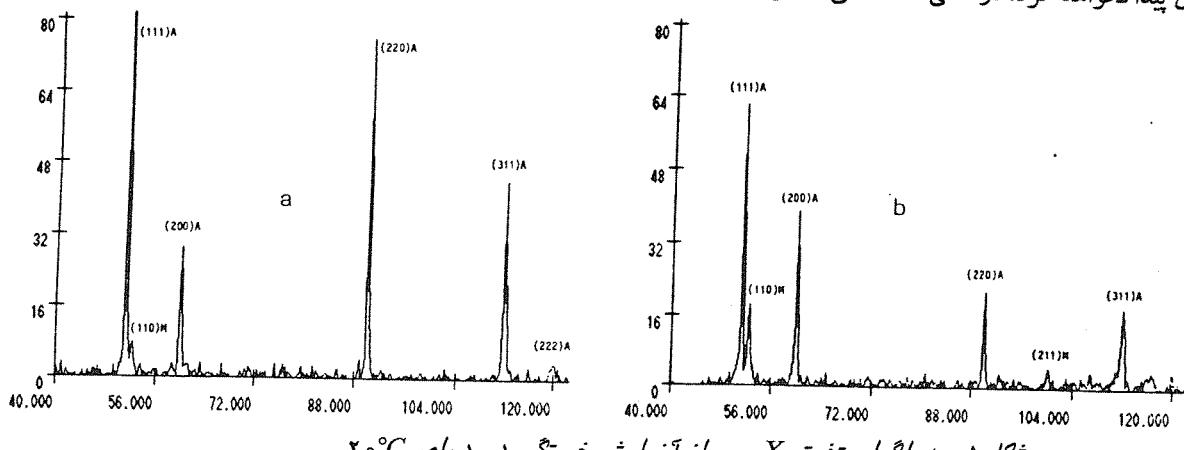


شکل ۴. دیاگرام تفرق X پس از آزمایش خستگی در دمای $196^{\circ}C$ و تغییر فرم $\pm 1\%$

تحت آزمایش خستگی قرار گرفته اند به فاز "γ" و "α'" تغییر پیدا کرده اند.

شکل ۵ طیف اشعه X پس از آزمایش خستگی با تغییر فرم می دهد. این تغییرات از یک طرف تغییر فرم پلاستیک طرف دیگر تغییر حالت مارنژیتی حاصل از تغییر فرم پلاستیک می باشند. حالت متالوگرافی فولاد پس از عملیات آنلی در ۱۰۵°C شاهد خصوصیات فاز "γ" بدون هر گونه تغییر فرم است. وقتی فولاد تحت آزمایش کشش در دمای محیط قرار گیرد فاز "γ" تحول پیدا نمی کند و حتی نمونه هایی که تا شکست تغییر فرم یافته اند، کاملاً آستینیتی باقی می مانند.

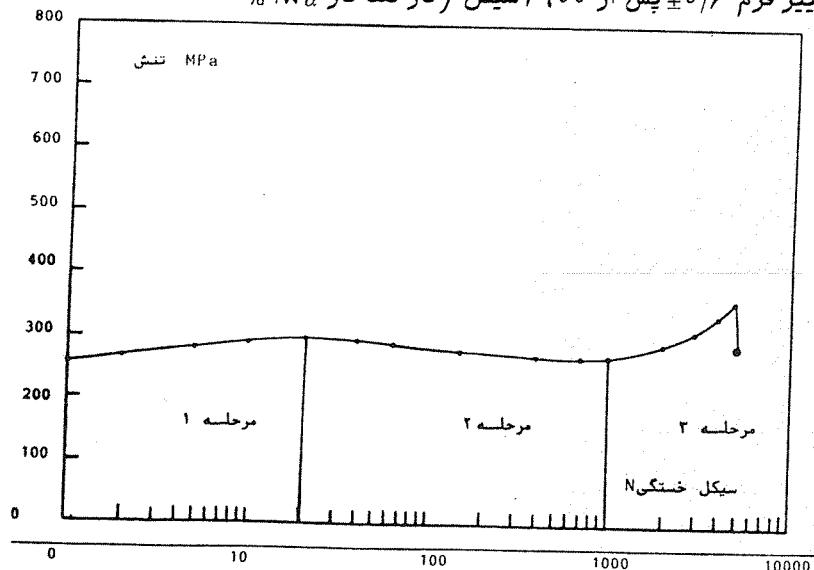
شکل فاز "γ" در این آبیار به نوع تشاهی اعمال شده و درجه حرارت آزمایش بستگی دارد به همین دلیل در آزمایش کشش در دمای محیط حتی با بالاترین درصد تغییر طول، فاز "γ" تحول پیدا نخواهد کرد، در حالی که قطعاتی که در دمای محیط



شکل ۵. دیاگرام تفرق X پس از آزمایش خستگی در دمای ۲۰°C

۱- در صد تغییر فرم $\pm ۰/۶\%$ پس از ۱۰۰۰ سیکل (در صد فاز α' ۲۴٪)

۲- در صد تغییر فرم $\pm ۰/۶\%$ پس از ۴۹۰۰ سیکل (در صد فاز α' ۱۸٪)

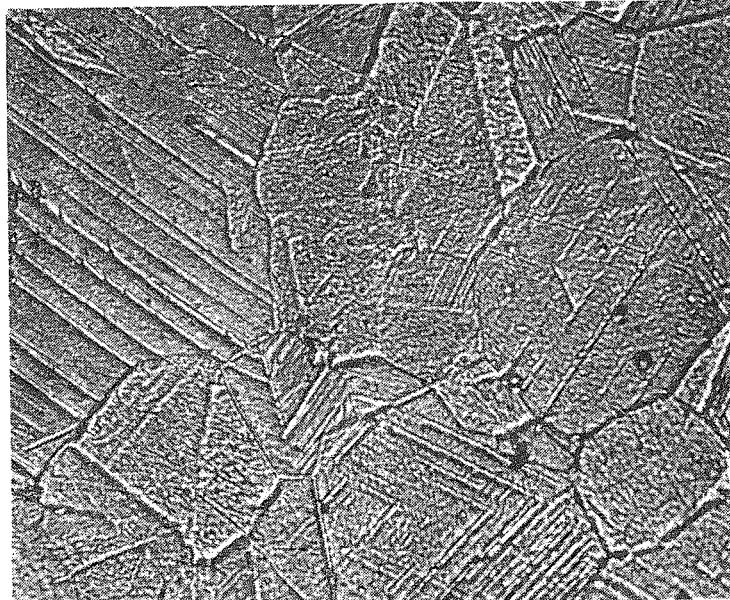


شکل ۶. تغییرات تنش در آزمایش خستگی و تغییر فرم $\pm ۰/۶\%$ در دمای ۲۰°C

فاز " α' " در این مرحله تشکیل می‌شود (شکل ۸ تصویر میکروسکوپی پس از شکست نمونه در اثر خستگی در پایان مرحله سوم است). بنابراین در صد فاز " α' " تشکیل شده در دمای محیط با تعداد سیکل و درصد تغییر فرم نسبت مستقیم و با درجه حرارت آزمایش نسبت معکوس دارد.

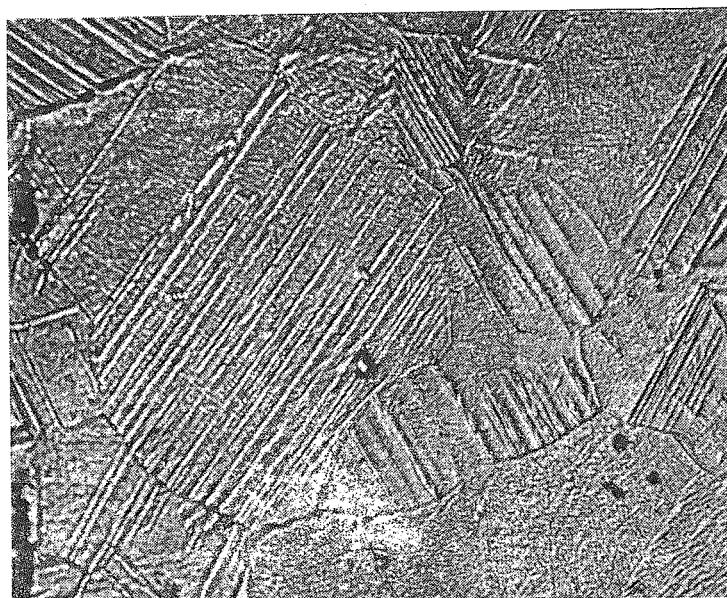
$$\% \alpha' = f(N, \Delta \epsilon_c, T)$$

مرحله اول سخت شدن آلیاژ به طور متوسط، در این مرحله تحول فاز γ مشاهده نشده است. مرحله دوم نرم شدن جزئی، طول این مرحله با تغییر فرم $\gamma \pm 0.6\%$ حدود ۱۰۰۰ سیکل است. در این مرحله فاز " γ " به مقدار جزئی تغییر یافته است. (حدود ۶٪ از فاز " γ " به فاز " α' " تبدیل شده است) شکل ۷ تصویر میکروسکوپی مربوط به این مرحله است. مرحله سوم سخت شدن چشم گیر که تا شکست ادامه دارد، بیشترین درصد



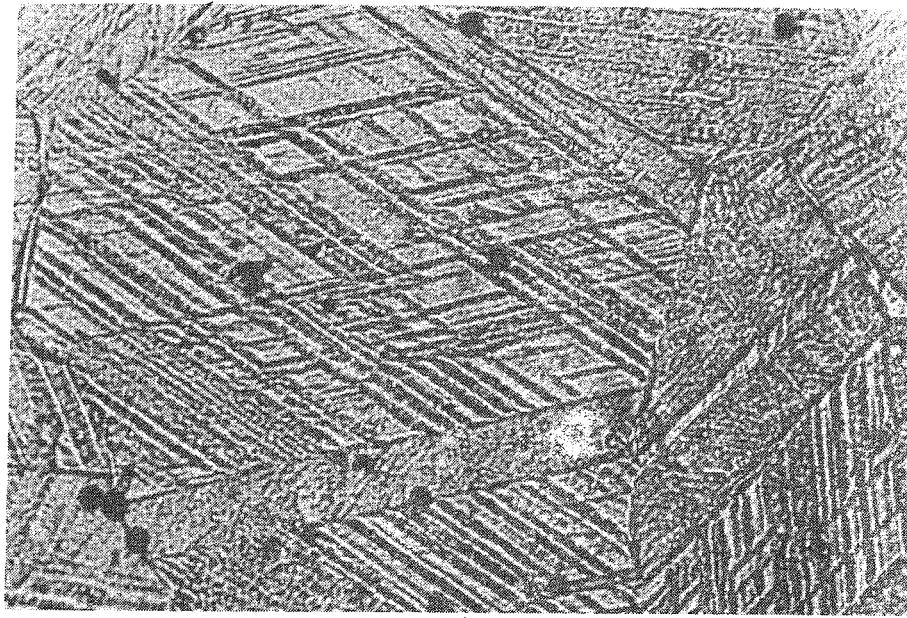
$X 800$

شکل ۷. مقطع نمونه آزمایش خستگی ($\pm 0.6\%$ تغییر فرم) در دمای محیط پس از ۱۰۰۰ سیکل ($V_{\alpha'} = 14\%$)



$X 800$

شکل ۸. مقطع نمونه آزمایش خستگی ($\pm 0.6\%$ تغییر فرم) در دمای محیط پس از ۴۹۰°C سیکل ($V_{\alpha'} = 18\%$)



شکل ۹ . مقطع نمونه آزمایش خستگی ($\pm 1\%$ تغییر فرم) در دمای 196°C - پس از سیکل سوم $V_{\gamma} = 55/15$ $V_{\alpha'} = 32/24$ $V_{\epsilon} = 12/61$

مایع فاز " α' " و " ϵ " در اولین سیکل خستگی و با کمترین درصد تغییر فرم اعمال شده ظاهر می‌شوند و در لحظه شکست در مقطع شکسته شده، فاز " γ " به طور کامل به فاز " α' " تحول یافته است.
 ۳) به نظر می‌رسد ناپایدار شدن فاز γ در اثر تنشهای مکانیکی و تغییر آن به فاز " α' " با همان مکانیزمی صورت می‌گیرد که در اثر تنشهای تک محوری انجام می‌شود. تغییر فرم پلاستیک با تولید عیوب انباستگی در سطوح کریستالی فاز " γ " همراه است و بهم پیوستن این عیوب انباستگی در سطوح مجاور، سبب تولید جوانه فاز " ϵ " خواهد شد. فاز مارتزیت " α' " بر روی باندهای فاز " ϵ " و بخصوص در محل تقاطع باندهای این فاز توسعه پیدامی کند.
 ۴) نتایج آزمایشات مکانیکی نشان می‌دهد تشکیل فازهای " ϵ " و " α' " اثرات فوق العاده‌ای بر مقاومت مکانیکی، مقاومت به توسعه ترک و طول عمر آلیاژ دارد که مورد بحث این مقاله نمی‌باشد.

بحث و نتیجه‌گیری:
 در بررسی آلیاژ آستینیتی تغییر فرم یافته، با استفاده از تفرق X و میکروسکوپ نوری نتایج زیر حاصل شده است:
 ۱) پس از آزمایش کشش در دمای محیط، آلیاژ کاملاً آستینیتی باقی می‌ماند. در حالی که آزمایش کشش در ازت مایع منجر به تحول تدریجی فاز " γ " شده و در لحظه شکست این تحول تقریباً کامل می‌گردد.
 ۲) در آزمایش خستگی (Low cycle fatigue) فازهای " ϵ " و " α' " حتی در دمای محیط تشکیل می‌شوند. درصد تغییر فاز " γ " به پارامترهای زیر بستگی دارد:
 الف - درجه حرارت انجام آزمایش مکانیکی
 ب - تعداد سیکل خستگی
 ج - درصد تغییر فرم پلاستیک اعمال شده ($\Delta\epsilon/2$)
 تحول فاز γ در دمای محیط به آستینیتی انجام می‌شود و کنندی این تحول به درصد تغییر فرم اعمال شده کمتر وابسته است. در این صورت تعداد سیکل خستگی جهت شروع تحول فاز " γ " بیشتر خواهد بود. در حالی که در دمای ازت

منابع :

1. P.L. MANGONON and G. THOMAS Met-Trans. 1(1970), pp 1577-1586.

2. J. L. STRUDEL J, *Micros. spectrosc - electron.*
3(1987), pp. 337-356.
3. H. FUJITA and S. UEDA *Acta. Met* 20(1972), pp
759-767.
4. F. LECROISEY and A. PINEAV *MET. TRANS.*
3(1972), pp 387-396.
5. R. LAGNEBORY *ACTa. Met* 12 (1964), pp 823- 843.
6. P.M REILX *ACTa. Met* 12 (1965), pp 635-643.
7. J.A.VENABLES *phil-may* 7 (1962), pp 35-44.
- 8.G.STONEet Thomas *Met-trans-* 5(1974), pp 2095-
2102.8)

