



# Investigation of the phase transformation and the structure of the simulated heat affected zone of double pass welding in X70 microalloyed steel

Gh. Khalaj 

Department of Materials Science and Engineering, Saveh Branch, Islamic Azad University, Saveh, Iran.

Received 17 December 2022 ; Accepted 5 February 2023

## Abstract

In multi-pass welding, the heat-affected zone formed in each pass is re-heated by the next pass. This problem locally changes the microstructure of heat-affected zones, based on the position of each area relative to the melting line of the next pass, and the overlapping of heat-affected zones leads to complex microstructures. In this research, based on the practical conditions of pipe production in the factory, including submerged arc welding with four electrodes in two passes from the inside and outside of the pipe, the thermal cycles of the heat-affected zone were first analyzed. Then, the simulation of thermal cycles of heating and cooling up to the peak temperatures of 950, 1150 and 1350°C was performed in a dilatometer and the transformation behavior and microscopic structure were studied. The primary austenite grain size reaches 35 microns in the first thermal cycle and 70 microns in the second thermal cycle. Simultaneous modeling of precipitates dissolution and austenite grain growth showed that grain growth reaches a limit in 300 seconds. The main cause of grain growth at temperatures lower and higher than 1150 °C, respectively, is the dissolution of fine and coarse precipitates of niobium carbonitride. This model has the ability to predict precipitates dissolution and grain growth based on the thermal cycle. Also, the modeling of austenite formation and decomposition was done using the classic JMAK equation. It was observed that the parameter  $n$  (with an average value of 2) does not have much dependence on temperature; while parameter  $k$  strongly depends on temperature, transformation amount and austenite grain size. The value of  $k$  in the cooling of the second cycle varies between 0.02 and 0.067.


**Keywords:** Pipeline Steel, Submerge Arc Welding, Dilatometry, Phase Transformation, Heat Affected Zone.



Corresponding Author: [gh.khalaj@srbiau.ac.ir](mailto:gh.khalaj@srbiau.ac.ir)



## بررسی دگرگونی فاز و ساختار منطقه متاثر حرارتی شبیه‌سازی شده جوش دوپاسه در فولاد میکروآلیاژ X70

غلامرضا خلیج 

1- گروه مهندسی مواد، واحد ساوه، دانشگاه آزاد اسلامی، ساوه، ایران.

دریافت مقاله: 1401/09/26؛ پذیرش مقاله: 1401/11/16

### چکیده

در جوش‌های چند پاسه، منطقه متاثر حرارتی شکل گرفته در هر پاس، به وسیله پاس بعدی، تحت چرخه حرارتی مجدد قرار می‌گیرد. این مساله ریزساختار مناطق متاثر حرارتی را، نسبت به موقعیت هر منطقه نسبت به خط ذوب پاس بعدی، به طور موضعی تغییر می‌دهد و هم‌پوشانی مناطق متاثر حرارتی منجر به ریزساختارهای پیچیده می‌شود. در این پژوهش بر مبنای شرایط عملی تولید لوله در کارخانه، شامل جوشکاری زیرپودری با چهار الکتروود در دو پاس از داخل و خارج لوله، ابتدا تحلیل چرخه‌های حرارتی منطقه متاثر حرارتی، صورت گرفت. سپس، شبیه‌سازی چرخه‌های حرارتی گرم تا دماهای قله 950، 1150 و 1350°C و سرد کردن، در دستگاه دیلاتومتری انجام شد و رفتار دگرگونی و ساختار میکروسکوپی مطالعه شد. اندازه دانه آستنیت اولیه در چرخه اول حرارتی تا 35 میکرون و در چرخه دوم حرارتی تا 70 میکرون می‌رسد. مدل‌سازی هم‌زمان انحلال رسوبات و رشد دانه آستنیت نشان داد که رشد دانه در 300 ثانیه به اندازه حدی می‌رسد. علت اصلی رشد دانه در دماهای پایین‌تر و بالاتر از 1150°C به ترتیب، انحلال رسوبات ریز و درشت کربونیت‌رید نایوبیم است. این مدل توانایی پیش‌بینی انحلال رسوبات و رشد دانه را بر اساس چرخه حرارتی دارد. همچنین مدل‌سازی تشکیل و تجزیه آستنیت با استفاده از معادله کلاسیک JMAK انجام شد. مشاهده شد که پارامتر  $n$  (با مقدار متوسط 2) وابستگی زیادی به دما ندارد، در حالی که پارامتر  $k$  به شدت به دما، مقدار دگرگونی و اندازه دانه آستنیت وابسته است. مقدار  $k$  در سرمایش چرخه دوم بین 0/02 تا 0/067 متغیر است.

کلمات کلیدی: فولاد خط لوله، جوشکاری زیرپودری، دیلاتومتری، دگرگونی فاز، منطقه متاثر حرارتی.

\* پست الکترونیکی: [gh.khalaj@srbiau.ac.ir](mailto:gh.khalaj@srbiau.ac.ir)

### 1- مقدمه

لوله سازی از صفحات تخت به وسیله اسپیرال، خمش سه غلتکی و یا فرایند UOE (شکل دهی به صورت U، تغییر شکل به صورت O و سپس Expand) و جوشکاری عمدتاً به وسیله روش زیرپودری برای لوله‌های با قطر بزرگ صورت می‌گیرد. برای لوله‌های با قطر کمتر، شکل دهی مستقیم به دایره و جوشکاری مقاومتی الکتریکی انجام می‌شود [1 و 2]. انتخاب

لوله سازی از صفحات تخت به وسیله اسپیرال، خمش سه غلتکی و یا فرایند UOE (شکل دهی به صورت U، تغییر شکل به صورت O و سپس Expand) و جوشکاری عمدتاً به وسیله روش زیرپودری برای لوله‌های با قطر بزرگ صورت می‌گیرد. برای لوله‌های با قطر کمتر، شکل دهی مستقیم به دایره و جوشکاری مقاومتی الکتریکی انجام می‌شود [1 و 2]. انتخاب

دگرگونی دمای پایین مثل بینیت و احتمالاً مارتنزیت موضعی بسته به مقدار کربن در فلز پایه می‌شود [17].

در جوش‌های چند پاسه، منطقه متاثر حرارتی شکل گرفته در هر پاس، به وسیله پاس بعدی، تحت چرخه حرارتی مجدد قرار می‌گیرد. این مساله ریزساختار منطقه متاثر حرارتی را بسته به موقعیت هر منطقه نسبت به خط ذوب پاس بعدی، به طور موضعی تغییر می‌دهد. ترکیبات مختلف هم‌پوشانی مناطق متاثر حرارتی منجر به ریزساختارهای پیچیده خواهد شد. اثر بازپخت جوشکاری چند پاسه برای جوش‌های با حرارت ورودی کم، جایی که محصولات دگرگونی دما پایین تشکیل می‌شوند، اهمیت ویژه‌ای دارد [16-18]. در منطقه متاثر حرارتی درشت دانه، بازگرمایش در منطقه دوفازی آستنیت و فریت منجر به تشکیل مارتنزیت - آستنیت باقی‌مانده در دانه آستنیت قبلی و مرزهای لایه‌ای می‌شود، که ریزساختار را به شدت تضعیف می‌کند. اجزای مارتنزیت - آستنیت باقی‌مانده (M-A) به مناطق ترد موضعی در منطقه متاثر حرارتی جوش‌های چند پاسه فولادهای میکروآلیاژ بدل می‌شوند [19 و 20].

لی و شی و همکاران [21، 22] نشان دادند که تشکیل اجزای درشت مارتنزیت - آستنیت باقی‌مانده دلیل اصلی کاهش چقرمگی ضربه منطقه متاثر حرارتی درشت دانه شبیه سازی شده است. آن‌ها پیشنهاد کردند که اندازه دانه کوچک و کاهش مقدار مارتنزیت - آستنیت باقی‌مانده در منطقه متاثر حرارتی درشت دانه باعث افزایش چقرمگی ضربه می‌شود. علاوه بر این، اندازه دانه آستنیت اولیه نیز عامل اصلی موثر بر چقرمگی منطقه متاثر حرارتی درشت دانه است. برای فولاد کم آلیاژ استحکام بالا، رابطه بنیادی بین اندازه دانه آستنیت اولیه و تبدیل فاز در طی تجزیه آستنیت وجود دارد [23].

ژو و همکاران [24، 25] اثر حرارت ورودی جوش بر روی منطقه متاثر حرارتی درشت دانه شبیه سازی شده فولاد خط لوله X70 و X80، به ویژه بر روی تکامل ریزساختار و خواص چقرمگی به طور کامل مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها گزارش کرده‌اند که اندازه دانه آستنیت اولیه ریز موجب بهبود چقرمگی در مناطق متاثر حرارتی درشت دانه شبیه سازی شده

طرح جوش (یک پاسه یا چند پاسه و نیز یک طرفه یا دو طرفه) بر اساس چقرمگی مورد نیاز و کاربری خاص لوله است. به طور کلی در جوشکاری چند پاسه، حرارت ورودی کوچکتر، زمان در معرض قله دمایی کمتر و عرض منطقه متاثر حرارتی باریک‌تر است. همچنین پاس‌های بعدی، اجزای سخت تشکیل شده در منطقه متاثر حرارتی درشت دانه پاس قبلی را بازپخت می‌کنند [3-5].

در هنگام جوشکاری فولادهای میکروآلیاژی، دمای حداکثر در منطقه متاثر حرارتی جوش بین دمای یوتکتوئید و دمای نقطه ذوب قرار دارد. علاوه بر نرخ گرمایش، دمای حداکثر و زمان نگهداری، نرخ سرمایش نیز در مناطق مختلف منطقه متاثر حرارتی متفاوت است [6 و 7]. این تغییرات شدید باعث تنوع رفتاری رسوبات کاربیدی و نیتریدی از انحلال تا رسوب مجدد و تغییر در اندازه رسوبات می‌شود. به همین ترتیب، ریزساختار منطقه متاثر حرارتی نیز از مناطق ذوب شده موضعی تا نواحی تبلور مجدد یافته (ریزدانه) و درشت دانه تغییر می‌کند. اثر ممانعت‌کننده رسوبات در رشد دانه و اثر افت محلولی رسوبات حل شده، در تداخل با تغییرات ساختاری در زمینه، باعث تغییرات شدید و غیریکنواختی خواص در منطقه متاثر حرارتی می‌شود [8-10].

منطقه متاثر حرارتی درشت‌دانه معمولاً به‌عنوان قسمتی که دمای قله بین  $1100^{\circ}\text{C}$  و نقطه ذوب فولاد را تجربه می‌کند، تعریف می‌شود. باید در نظر داشت که این دماها مشابه محدوده دمایی است که در مرحله بازگرم فرایند کنترل شده ترمومکانیکی استفاده می‌شود [11]. اطلاعات کاملی از دگرگونی آستنیت به فریت و رسوبات فازهای میکروآلیاژی که می‌توانند در آستنیت حل شوند وجود دارد [12-14]. درجه درشت شدن آستنیت به ترکیب آلیاژ و انرژی ورودی از جوش بستگی دارد که توان سینتیکی انحلال رسوبات کاربیدی و نیتریدی که مرزدانه آستنیت را قفل کرده‌اند، نشان می‌دهد [15 و 16]. منطقه درشت دانه در فرایند جوشکاری زیرپودری به طور معمول در حدود 100 میکرون است. در این ناحیه رشد دانه آستنیت و انحلال اکثر رسوبات منجر به افزایش سختی پذیری و محصولات

می‌شود.

هدا و همکاران [26]، یک نمودار دگرگونی سرد کردن پیوسته (CCT) با استفاده از شبیه‌سازی حرارتی برای تشکیل منطقه متاثر حرارتی درشت دانه یک فولاد خط لوله X80 ایجاد کردند. آن‌ها نمونه‌ها را تا دمای قله 1350 درجه سانتی‌گراد با زمان نگهداری 1 ثانیه گرم کردند و به دنبال آن با سرعت‌های مختلفی بین 7,6 و 356 درجه سانتی‌گراد بر ثانیه خنک کردند. چرخه دوم حرارتی با گرمایش ریزساختار اولیه منطقه متاثر حرارتی درشت دانه (بینیت بالایی) به مدت 1 ثانیه تا حداکثر دمای 850 درجه سانتی‌گراد و سرمایش با سه سرعت مختلف (10، 5 و 2 درجه سانتی‌گراد در ثانیه) انجام شد. مشاهده شد که نرخ سرمایش 2 درجه سانتی‌گراد در ثانیه چقرمگی ضربه بهتری را در دمای پایین ارائه می‌کند.

سینگ و همکاران [27]، نمودارهای دگرگونی سرمایش پیوسته را برای منطقه متاثر حرارتی درشت دانه شبیه‌سازی شده فولادهای X80 و X65 با استفاده از شبیه‌سازی حرارتی- مکانیکی Gleeble-3800 به دست آوردند. نتایج دیلاتومتری نشان داد که نرخ سرد شدن، تأثیر معناداری بر رفتار دگرگونی فاز و ریزساختار فولادها دارد.

روی و همکاران [28]، رابطه بین ریزساختار و سختی را در منطقه متاثر حرارتی درشت دانه از شبیه‌سازی تجربی در فولادهای خط لوله X70 و X80 بررسی کردند. مشاهده شد که افزایش نرخ خنک‌سازی منجر به کاهش دمای شروع تبدیل، چگالی بیشتر مرزدانه‌های زاویه بزرگ و افزایش سختی می‌شود. ریزساختارهای حاصل عمدتاً بینیتی هستند و ویژگی‌ها، حداقل از نظر سختی، عمدتاً تحت تأثیر نرخ خنک‌کننده قرار می‌گیرند که مستقیماً به گرمای ورودی فرایند جوشکاری مرتبط است.

هاچینسون و همکاران [29]، ریزساختارهای منطقه متاثر حرارتی و تأثیر آن‌ها بر چقرمگی ضربه در دو فولاد میکروآلیاژی را با شبیه‌سازی ساختارهای منطقه متاثر حرارتی در طیف وسیعی از شرایط حرارت و ورودی مورد بررسی قرار دادند. آن‌ها نشان دادند که تفاوت بین این دو فولاد به دلیل رفتارهای دگرگونی

آن‌ها در خنک‌سازی از 800 تا 500 درجه سانتی‌گراد (Dt8/5) است که در آن رسوب نیتريد وانادیم در آستنیت تشکیل فریت را تسریع می‌کند و دمای تبدیل فاز در فولاد را افزایش می‌دهد. ژو و همکاران [30]، به بررسی اثر نسبت‌های مختلف N، Ti و Ti/N بر ریزساختار و خواص در منطقه متاثر حرارتی درشت دانه در جوش‌های دو پاس زیرپودری لوله X70 با استفاده از شبیه‌سازی دستگاه Gleeble پرداختند. مشاهده شد نسبت نزدیک به استوکیومتری Ti/N اثر مثبتی بر چقرمگی منطقه متاثر حرارتی دانه درشت دارد.

در تحقیقات گذشته، شبیه‌سازی چرخه حرارتی یک مرحله‌ای برای دو فولاد X65 و X70 انجام گرفت و مشاهده شد که عناصر میکروآلیاژ نقش مهمی در کنترل اندازه دانه آستنیت و دگرگونی فازی دارند. همچنین، مقایسه سینتیک تشکیل تجزیه آستنیت با استفاده از معادله JMAK کلاسیک انجام شد [31 و 32]. با توجه به کاربرد این نوع فولاد در ساخت لوله‌های نفت و گاز و بومی‌سازی دانش فنی ساخت و تولید ورق و لوله در شرکت‌های داخل کشور، تحقیق در خصوص تأثیر فرایند جوشکاری بر ساختار و خواص منطقه متاثر حرارتی ضروری می‌نماید. تاکنون در داخل کشور تحقیقی در این زمینه صورت نگرفته است، بر همین اساس، در تحقیق حاضر، آزمایش‌های شبیه‌سازی چرخه حرارتی، در دستگاه دیلاتومتری شرکت فولاد آلیاژی اصفهان انجام شد. در تحقیق حاضر بر مبنای شرایط عملی جوشکاری زیرپودری چهار سیمه، تحلیل چرخه حرارتی منطقه متاثر حرارتی صورت گرفت. به منظور بررسی اثر رسوبات نایوبیم بر دگرگونی، سه چرخه حرارتی اصلی انتخاب شدند. آزمایش‌های شبیه‌سازی چرخه حرارتی در دستگاه دیلاتومتری Baehr انجام شد. از نتایج دیلاتومتری برای تعیین دماهای بحرانی، تعیین تأثیر نرخ گرمایش (یا سرمایش) بر جابجایی دماهای بحرانی، تعیین نوع فازها و اندازه دانه آستنیت اولیه استفاده شد. برای بازسازی مناطق متاثر حرارتی دوبار حرارت دیده، چرخه‌های حرارتی تکرار شدند. همچنین، از نتایج دیلاتومتری برای تعیین تأثیر چرخه حرارتی اولیه بر رفتار دگرگونی در چرخه دوم استفاده شد.

## 2- مواد و روش تحقیق

### 2-1- مواد

نمونه‌های تحقیق از فولاد خط لوله X70 (ساخت شرکت Dillinger-Hutte آلمان) که به صورت ورق تحت عملیات ترمومکانیکی نورد شده بود، انتخاب شد. ترکیب شیمیایی فولاد در جدول (1) نشان داده شده است. آنالیز شیمیایی بوسیله دستگاه کوانتومتر ARL 2460 که کالیبراسیون آن بر پایه فولادهای میکروآلیاژی انجام شده بود صورت گرفت.

در کارخانه لوله سازی، ورق‌ها با استفاده از فرایند خمش سه غلتکی به شکل لوله با درز مستقیم در می‌آیند. طرح اتصال جوش به شکل V از دو طرف برای جوش درز مستقیم زیرپودری استفاده می‌شود. چهار سیم جوش هر یک با قطر 4mm برای فرایند جوشکاری از داخل و خارج لوله مورد استفاده قرار می‌گیرند.

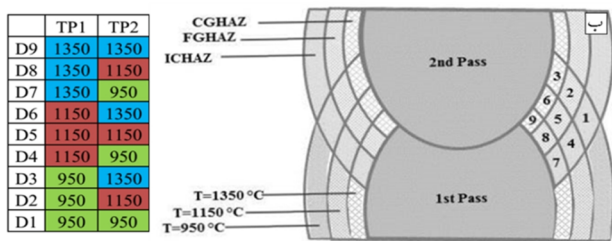
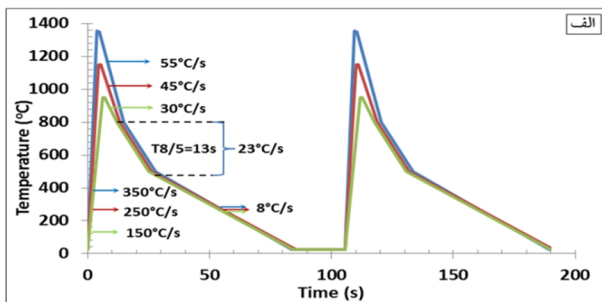
### 2-2- دیلاتومتری

دستگاه دیلاتومتر Baehr DIL 805 A/D برای شبیه‌سازی چرخه حرارتی استفاده شد. نمونه‌های استوانه‌ای توخالی با قطر خارجی 4 میلی‌متر و قطر داخلی 2 میلی‌متر و ارتفاع 10 میلی‌متر در راستای طول نورد از ورق اولیه ماشین‌کاری شد. چرخه گرم کردن تحت خلاء 0/5 mbar و چرخه سرد کردن با جریان گاز آرگون صورت گرفت. دقت نسبی اندازه‌گیری تغییرات ابعادی در حد 0/1 میکرون بود. شمایی از طرح آزمایش در شکل (1) مشاهده می‌شود.

### 2-2-1- آزمایش‌های چرخه حرارتی دو مرحله‌ای

طرح آزمایش بر مبنای حرارت ورودی در عمل که برابر با 4 kJ/mm بود و بر اساس ضخامت ورق و حل معادلات Rosenthal به صورت سه بعدی صورت گرفت. بر اساس روابط، دمای قله بر مبنای فاصله شعاعی یا عرضی از مرکز جوش محاسبه شد. پروفایل حرارتی برای فاصله‌های 12/5، 13/6 و 15 mm از مرکز جوش دارای دمای قله به ترتیب 1150 و 1350 °C است. به منظور انجام آزمایش با دستگاه

دیلاتومتر چرخه حرارتی در گرمایش و سرمایش به صورت خطی تقریب زده شد. نکته‌ای که در منابع به آن اشاره شده است، یکسان بودن شیب دمایی و زمان در منطقه دمایی 800 تا 500°C برابر 23 °C/s است (t8/5=13s). بر اساس جوشکاری دو پاسه از داخل و خارج لوله، به ترتیب انجام پذیرفت. بر این اساس طرح آزمایش چرخه حرارتی دو مرحله‌ای برای مطالعه دگرگونی فازی در مناطقی که منطقه متاثر حرارتی روی هم می‌افتند، صورت گرفت. شکل (1-الف) شمای چرخه حرارتی دو مرحله‌ای را نشان می‌دهد. شکل (1-ب) تصویر منطقه متاثر حرارتی جوشکاری دو مرحله‌ای را نشان می‌دهد.



شکل 1- طرح آزمایش (الف) چرخه حرارتی دو مرحله‌ای (ب) مناطق مختلف منطقه متاثر حرارتی در جوشکاری دوپاسه.

میکروسکوپ الکترونی FE-SEM مدل زایس سری زیگما با دکتور EDS برای تصویربرداری از ذرات رسوب با فاصله کاری 11,9 میلی‌متر و با سیگنال الکترون ثانویه استفاده شد. سختی‌سنجی نمونه‌های دیلاتومتری شده با روش ویکرز با نیروی 200 گرم (HV0.2) صورت گرفت. نتایج سختی‌سنجی میانگین سه بار اندازه‌گیری است.

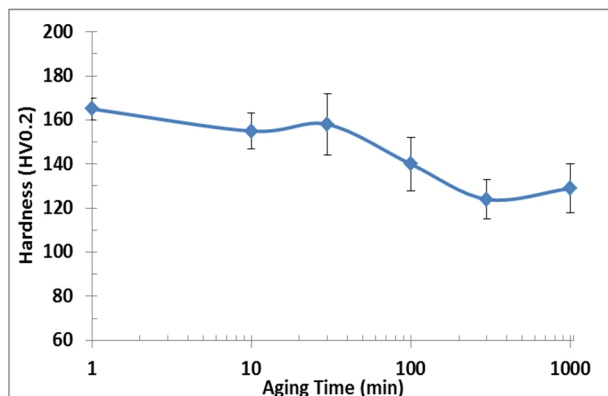
### 3- نتایج و بحث

#### 3-1- بررسی ریزساختار

ساختار فولاد اولیه شامل فریتی-پرلیتی نواری شده در راستای نورد است. قطر میانگین دانه فریت برابر 5 میکرون و معادل

جدول 1- ترکیب شیمیایی فولاد X70 (درصد وزنی)

C	Si	Mn	P	S	N	Al	Cu
۰/۰۸۷۸	۰/۳۰۳۵	۱/۶۱۰۰	۰/۰۱۰۵	۰/۰۰۴۲	۰/۰۰۳۸	۰/۰۲۸۵	۰/۰۲۳۵
Mo	Ni	Cr	V	Nb	Ti	B	Ca
۰/۰۰۹۰	۰/۰۴۰۳	۰/۰۴۱۳	۰/۰۰۱۳	۰/۰۳۶۳	۰/۰۱۸۰	۰/۰۰۰۱	۰/۰۰۱۳



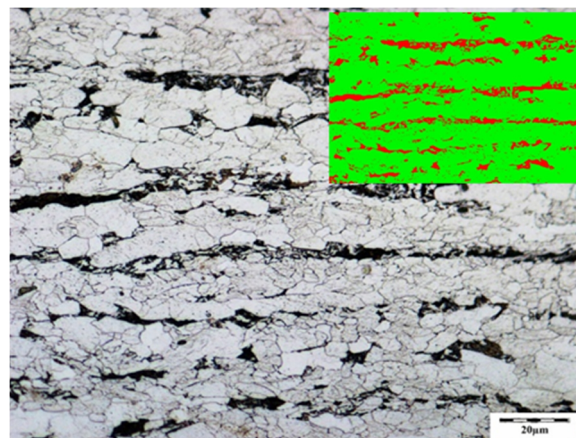
شکل 3- نتایج پیرسازی فولاد اولیه در دمای 400°C.

### 3-2-2 مطالعه نوع، درصد و توزیع اندازه رسوبات با آزمایش انحلال شیمیایی فولاد

به منظور بررسی نوع، درصد و توزیع اندازه رسوبات کاربیدی و نیتریدی در ساختار فولاد اولیه، از روش انحلال شیمیایی پایه فولاد استفاده شد. در این روش طبق استاندارد، 8/4979 گرم از نمونه فولاد اولیه در 100 میلی لیتر اسید کلریدریک (1+1) (50 میلی لیتر اسید+ 50 میلی لیتر آب مقطر) در دمای 65 تا 80 °C و با نرخ انحلال تقریبی 1 گرم بر ساعت حل شد. برای جدا کردن ذرات رسوب که اکثراً به صورت امولسیون در محلول بودند، از سانتریفوژ با 12000 دور بر دقیقه (نیروی نسبی 16000 RCF) به مدت 5 دقیقه در دمای 10 °C استفاده شد.

پس از جدا سازی اولیه ذرات و محلول، ذرات با آب مقطر شستشو شدند تا رنگ قهوه‌ای تیره ناشی از وجود محلول کلرید آهن از بین برود. عمل سانتریفوژ و رقیق سازی سه مرتبه تکرار شد. سپس ذرات رسوب را با الکل مخلوط کرده و 10 دقیقه در دستگاه التراسونیک در دمای 35 °C، ذرات از یکدیگر جداسازی شدند. در پایان مخلوط ذرات و الکل در دمای 40 °C خشک شد. در ابتدا و انتهای آزمایش نمونه‌ها با دقت 1 میلی گرم توزین شدند.

عدد استاندارد ASTM12 است. اندازه‌گیری با نرم افزار Clemex نشان داد که ساختار فولاد اولیه به طور تقریبی شامل 87 درصد فریت و 13 درصد پرلیت است. تصویر متالوگرافی فولاد اولیه در شکل (2) آمده است.



شکل 2-الف-تصویر متالوگرافی فولاد اولیه فریت (روشن) و پرلیت (تیره) گوشه سمت راست بالا: تصویر آنالیز درصد فازها فریت (سبز) و پرلیت (قرمز).

### 3-2-2 بررسی عناصر میکروآلیاژ در زمینه فولاد

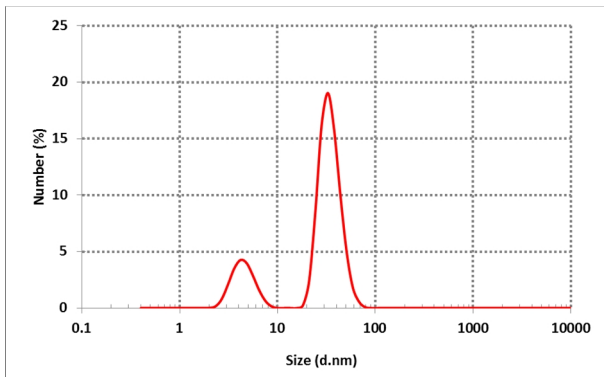
#### 3-2-1-1 آزمایش پیرسازی

به منظور بررسی احتمال وجود عناصر میکروآلیاژی به صورت محلول در زمینه فولاد، آزمایش پیرسازی در دمای 400 °C و در زمان‌های 60، 600، 1800، 6000، 18000 و 60000 ثانیه بر روی فولاد اولیه انجام شد. نمونه‌ها در هوا خنک شدند و تحت سختی سنجی قرار گرفتند. شکل (3) نتایج پیرسازی فولاد اولیه را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود با گذشت زمان 1000 دقیقه، سختی فولاد نه تنها افزایش نیافته است بلکه دچار نرمی شده است و موید این مطلب است که تمامی عناصر میکروآلیاژی نایوبیم و تیتانیم به صورت کاربید و نیترید در فولاد اولیه رسوب کرده اند [23 و 24]. چنین به نظر می‌رسد که در پیرسازی به علت درشت شدن رسوبات و یا تبلور مجدد مقداری از سختی اولیه کاهش پیدا کرده است.

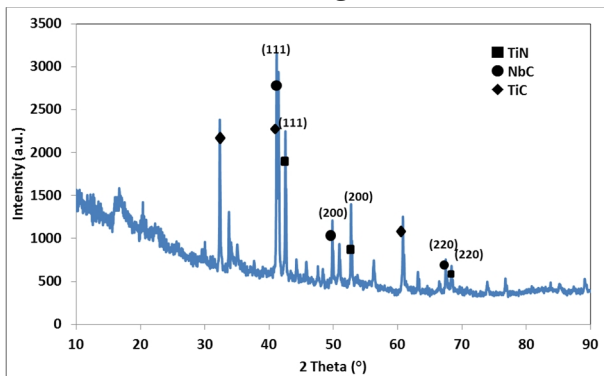
جدول 2- داده های نمونه های مختلف دیلاتومتري شده.

کد نمونه	Heating1		Cooling1				Heating2				Cooling2				سنجی (HV)					
	شروع آستنیت (°C)	پایان آستنیت (°C)	شروع دگرگونی (°C)	پایان دگرگونی (°C)	درصد فازها				شروع آستنیت (°C)	پایان آستنیت (°C)	اندازه دانه آستنیت	شروع دگرگونی (°C)	پایان دگرگونی (°C)	درصد فازها						
					F+C	WF	B	M						F+C		WF	B	M		
D1																			187.5	
D2	775	917	5	730	584	60	40	-	-	778	936	14	679	471	<5	35	60	-	-	156
D3										798	928	35	612	462	-	25	75	<1	<1	174.5
D4										791	931	16	740	563	35	65	-	-	-	174.5
D5	769	949	14	656	473	<5	35	60	-	777	924	20	648	465	<5	40	55	<1	<1	200
D6										779	972	36	623	461	-	30	70	<1	<1	170
D7										777	931	38	687	555	30	70	-	-	-	172.5
D8	793	935	34	629	462	-	10	90	<1	837	926	39	687	459	<5	40	55	<1	<1	193
D9										780	930	70	627	460	-	30	70	<1	<1	192.5

برای تعیین دقیق توزیع اندازه ذرات با استفاده از DLS، پس از رقیق کردن مخلوط ذرات در الکل و پراکنده کردن ذرات با استفاده از التراسونیک، نمونه‌ها با استفاده از دستگاه DLS آنالیز شد. نتایج حاصل از آنالیز در شکل (5) آورده شده است.



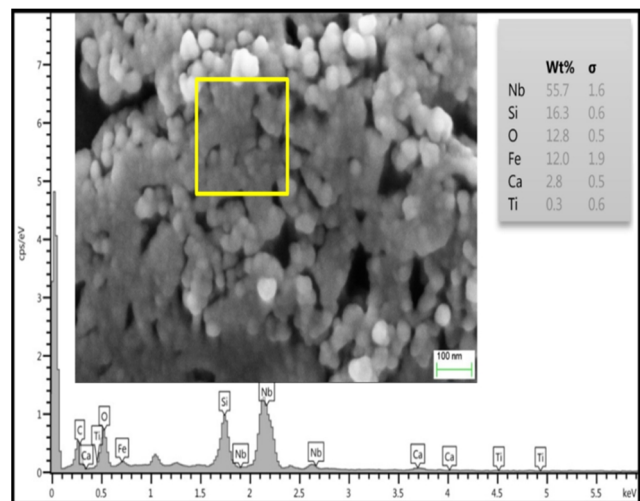
شکل 5- توزیع اندازه ذرات رسوب



شکل 6- طرح تفرق اشعه X از رسوبات باقی مانده از انحلال شیمیایی فولاد.

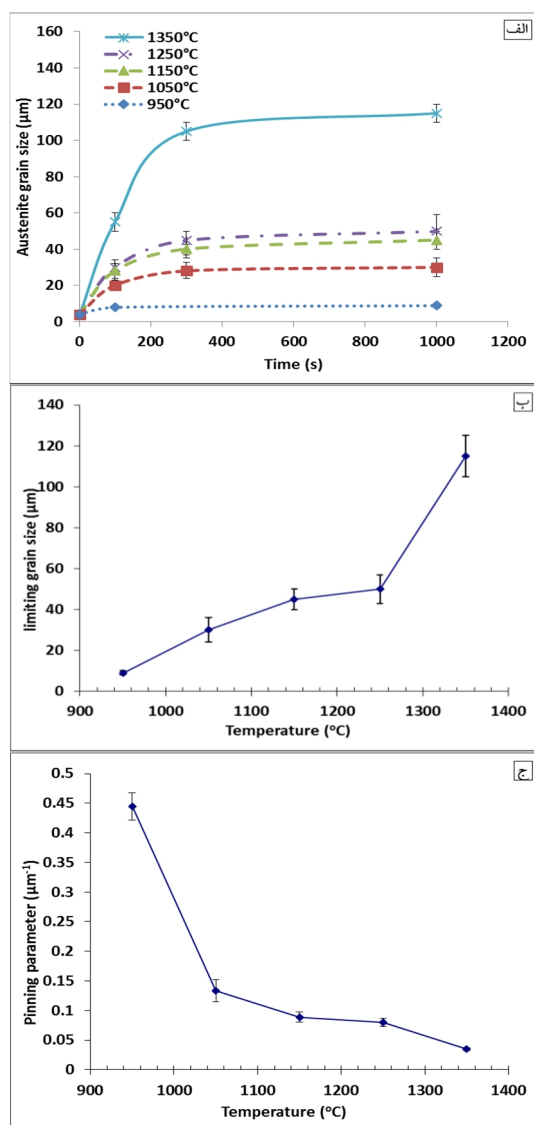
نتایج موید توزیع اندازه ذرات رسوب در دو گروه بین 2/5 تا 8 نانومتر و 20 تا 80 نانومتر است. رسوبات با قطر بیش از 10nm در حین انجماد یا در حین عملیات ترمومکانیکی در فولاد تشکیل می‌شوند این دسته از رسوبات عمدتاً شامل رسوبات نیتريد تیتانیم و کربونیتريد نایوبیم (درشت) هستند. رسوبات با قطر زیر 10 nm در حین سرد کردن شتاب یافته و

تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی از رسوبات حاصل از انحلال فولاد اولیه نشان دهنده وجود تعداد بسیار زیادی از رسوبات در ابعاد زیر 100 nm است (شکل 4). تعدادی از این رسوبات حین فرایند خشک کردن به یکدیگر چسبیده‌اند و تعیین دقیق مشخصات آن‌ها مشکل است. نتیجه آنالیز طیف سنجی انرژی اشعه ایکس نشان‌دهنده وجود نایوبیم در ترکیب رسوبات است. درصد تیتانیم بسیار کمتر از حد انتظار است. در توجه آن باید گفت، به علت تداخل انرژی پوشش طلا با تیتانیم و حذف انرژی‌های مربوط به طلا در بررسی میکروسکوپی، طیف سنجی انرژی تیتانیم هم حذف شده است. درصد بالای سیلیسیم ناشی از وجود رسوبات سیلیکایی است که در حین انحلال شیمیایی فولاد، در اسید حل نمی‌شوند. درصد کم آهن، موید انحلال تقریباً کامل فلز پایه آهن در اسید است. آنالیز EDS به این ترتیب است: O, 16,3 Si, 55,7Nb, 12,8 Fe, 12,8 Ca, 2,8 Ti کوچک‌تر از 1 درصد وزنی.



شکل 4- تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی و آنالیز طیف سنجی انرژی اشعه ایکس (EDS) رسوبات حاصل از انحلال فولاد اولیه.

اندازه دانه آستنیت مشاهده می‌شود که به علت انحلال رسوبات نیتريدیتانیوم است. انتظار می‌رود در  $1250^{\circ}\text{C}$  همه رسوبات کاربید نایوبیم حل شده باشند، در حالی که اغلب نیتريدیتانیوم به شکل رسوب باقی می‌ماند.



شکل 7- الف رشد دانه آستنیت به صورت تکدما در فولاد، ب- اندازه‌های حدی دانه به نسبت دمای آستنیت، ج- پارامتر قفل کنندگی مرزدانه به نسبت دمای آستنیت

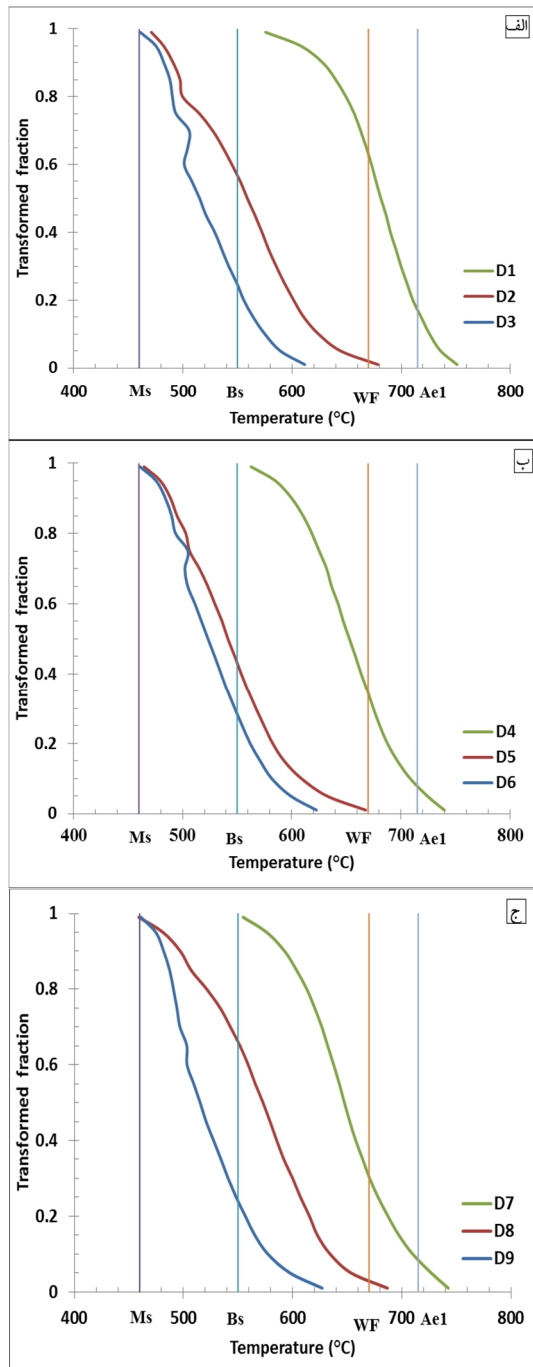
هنگامی که اندازه دانه آستنیت (در نگهداری تکدما) به اندازه حدی دانه می‌رسد، نرخ رشد دانه آستنیت به صفر میل می‌کند. پارامتر قفل کنندگی مرزدانه با اندازه حدی دانه نسبت معکوس دارد (شکل 7-ج)، مشاهده می‌شود که در نتیجه انحلال و/یا

دگرگونی از آستنیت تشکیل شده‌اند. این گروه اغلب شامل کربونیتريد نایوبیم (ریز) و کاربید وانادیم و کاربید مولیبدن است. این دو گروه در ادامه متن به اختصار رسوبات درشت و ریز نامیده می‌شوند. براساس نوع اندازه‌گیری، 95,9 درصد ذرات در محدوده اندازه‌گیری شده قرار داشتند. پیک‌های طرح تفرق اشعه X مویید حضور رسوبات پایه NbC، TiN، و TiC است. رسوبات NbC دارای ساختار NaCl و به صورت سیستم بلوری مکعبی با گروه فضایی Fm3m می‌باشد. در واقع تفاوت بین کاربیدها، نیتريدها و کربونیتريدها از آنالیز XRD مشکل است. زیرا همه رسوبات ساختار بلوری یکسان (NaCl) دارند و پارامترهای شبکه رسوبات با ترکیب تغییر می‌کند. نتیجه آنالیز XRD در شکل (6) آمده است.

### 3-2-3- آزمایش‌های رشد دانه آستنیت به صورت تکدما

به منظور بررسی رشد دانه آستنیت به صورت تکدما در شرایط شبیه سازی شده، از نمونه‌های استوانه‌ای مشابه نمونه‌های دیلاتومتری استفاده شد. رشد دانه آستنیت در دماهای 950، 1050، 1150، 1250 و  $1350^{\circ}\text{C}$  و در زمان‌های 100، 300 و 1000 ثانیه انجام شد. بدین منظور از کوره‌های الکتریکی Exciton و بدون اتمسفر محافظ استفاده شد. پس از گذشت زمان لازم، نمونه در آب تا دمای اتاق کوئنچ شدند. پس از آماده‌سازی نمونه‌ها، به منظور آشکارسازی مرزدانه‌های آستنیت اولیه از محلول اچ Picric Acid، 100 mL Saturated Aqueous، 80mg CuCl<sub>2</sub>، 3mL Wetting Agent استفاده شد. اندازه متوسط دانه آستنیت اولیه با استفاده از نرم‌افزار Clemex براساس استاندارد ASTM E1382-97 به روش برخورد خطی و با حداقل سه بار تکرار انجام شد. در شکل (7-الف) منحنی‌های حاصل از اندازه‌گیری دانه آستنیت برای فولاد آمده است. زمان‌های محاسبه شده پس از رسیدن به دمای کوره است. زمان صفر بیانگر اندازه دانه اولیه آستنیت است. اندازه‌های حدی دانه به نسبت دمای آستنیت در شکل (7-ب) رسم شده است. مشاهده می‌شود از 950 تا 1250 درجه، روند افزایش اندازه دانه آستنیت کاهشی است و پس از 1250 درجه افزایش شدیدی در





شکل 8- نتایج دیلاتومتری تغییرات ابعادی نمونه‌ها در حین سرمایش چرخه دوم

در شکل (10)، نوع و درصد فازهای نمونه‌های دیلاتومتری شده، نشان داده شده است. همانگونه که مشاهده می‌شود با افزایش دماهای قله و تکرار آن در چرخه حرارت‌دهی، با تغییر اندازه دانه آستنیت و انحلال رسوبات میکروآلیاژی، با وجود سرعت ثابت در منطقه 8/5 ( $23^\circ\text{C/s}$ ) ساختار از فریت چندوجهی به فریت ویدمن اشتاتن و سپس بینیت و مارتنزیت تغییر می‌یابد.

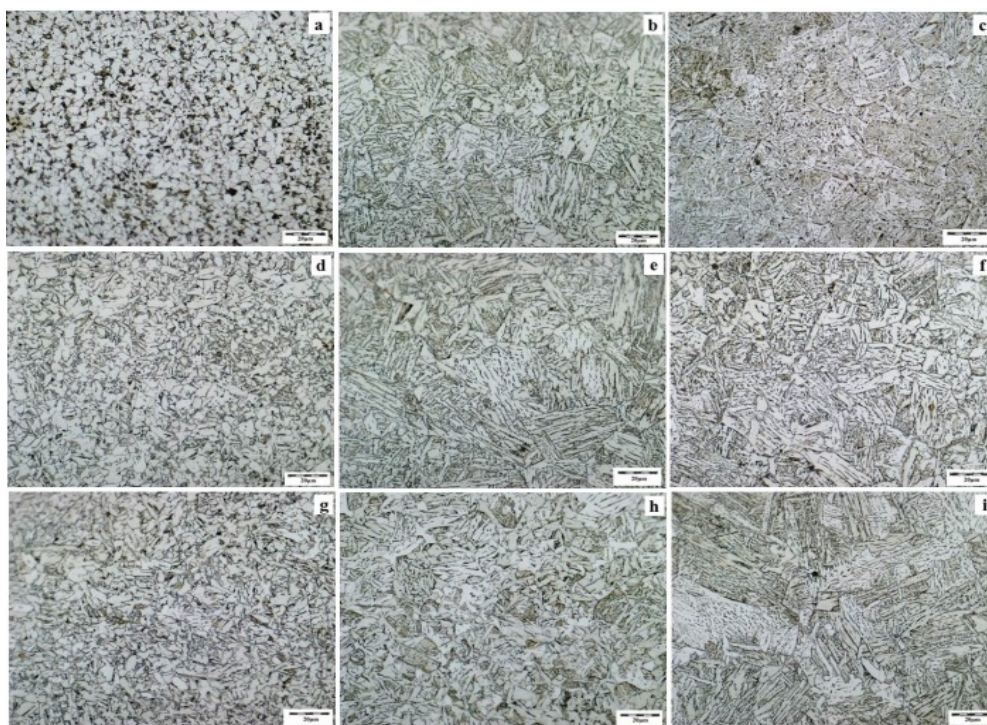
درشت شدن رسوبات پارامتر قفل‌کنندگی با دما کاهش می‌یابد. فشار قفل‌کنندگی در  $1250^\circ\text{C}$ ، تنها مربوط به حضور ذرات نیتريد تیتانیوم است. بیشترین تغییر در پارامتر قفل‌کنندگی مرز دانه مربوط به دمای  $950^\circ\text{C}$  درجه است.

### 3-3- بررسی نتایج دیلاتومتری

شکل (8)، نتایج دیلاتومتری تغییرات ابعادی نمونه‌های در حین سرمایش نمونه‌های سری D را نشان می‌دهد. تصاویر متالوگرافی نمونه‌های سری D در شکل (9) آمده است. براساس طرح آزمایش دیلاتومتری، نمونه‌های D1، D5 و D9 به عنوان نماینده انتخاب شدند و مورد بررسی قرار گرفتند. مشاهده می‌شود که در نمونه D1 تبلور مجدد تقریباً کامل شده است و ساختار شامل فریت و پرلیت بسیار ریز دانه است. در نمونه D5 ساختارهای فریت سوزنی و ویدمن اشتاتن دیده می‌شود. اندازه بسته‌های برشی و اندازه دانه آستنیت اولیه به طور محسوس بزرگ است. رشد دانه آستنیت در نمونه D9 محسوس است و ساختار عمدتاً فریت ویدمن اشتاتن و بینیت با درصد کمی مارتنزیت است.

جدول (2) دماهای شروع و پایان دگرگونی نمونه‌های سری D را در سرمایش و گرمایش نشان می‌دهد. نتایج دیلاتومتری نشان دهنده تاخیر در دماهای شروع و پایان دگرگونی در نمونه D9 و D5 به نسبت D1 است. علت این امر، ساختار اولیه متفاوت و نیز درشت شدن دانه آستنیت و انحلال رسوبات کاربید نایوبیم و اثر تاخیری نایوبیم محلول در آستنیت است [33].

در چرخه حرارتی دو مرحله‌ای، دگرگونی تشکیل و تجزیه آستنیت در مرحله دوم تحت تاثیر مرحله اول است. به عنوان مثال در نمونه‌های D1، D4 و D7 در مرحله اول دماهای قله  $950^\circ\text{C}$ ،  $1150^\circ\text{C}$  و  $1350^\circ\text{C}$  را به ترتیب تجربه می‌کنند و پس از سرد شدن در دمای اتاق در مرحله دوم همگی تا  $950^\circ\text{C}$  حرارت می‌بینند. در تشکیل آستنیت تا  $35^\circ\text{C}$  و در تجزیه آستنیت تا  $30^\circ\text{C}$  در دگرگونی تاخیر دمایی وجود دارد. چنین به نظر می‌رسد با درشت شدن اندازه دانه آستنیت و نیز انحلال رسوبات کاربید نایوبیم دگرگونی تشکیل و تجزیه آستنیت به تاخیر می‌افتد.



شکل 9- تصاویر متالوگرافی چرخه دو مرحله‌ای  
(a) D1, (b) D2, (c) D3, (d) D4, (e) D5, (f) D6, (g) D7, (h) D8, (i) D9

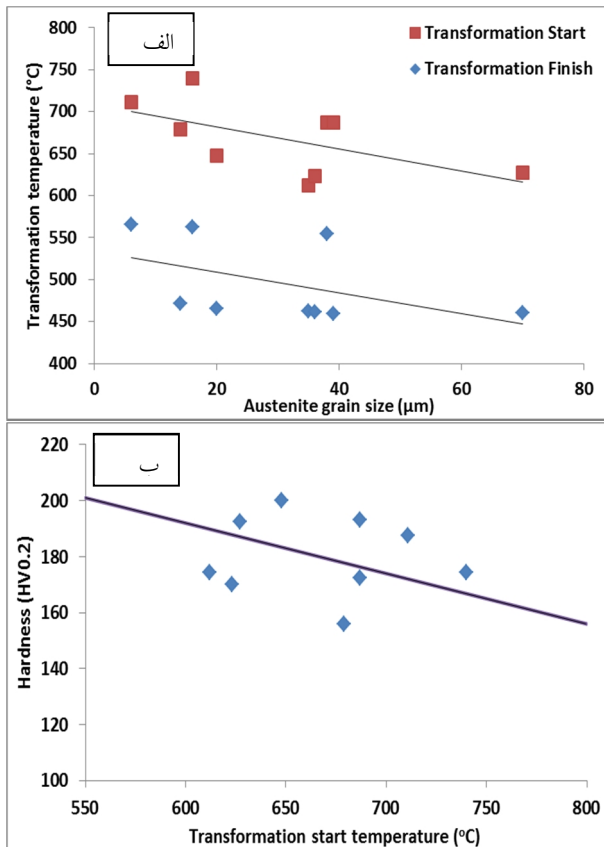
همان‌گونه که مشاهده می‌شود با کاهش دمای شروع دگرگونی، براساس ساختارهای برشی تشکیل شده، سختی افزایش می‌یابد.

### 3-4- مدل سازی انحلال رسوبات و رشد دانه آستنیت

مطالعه رشد دانه آستنیت در منطقه متاثر حرارتی، به دلیل تاثیر فراوان بر دگرگونی، از اهمیت به‌سزایی برخوردار است. آزمایش‌های رشد دانه آستنیت معمولاً به صورت تک دما صورت می‌گیرد. نتایج آزمایش‌ها مویید رسیدن اندازه دانه آستنیت به یک مقدار حدی بعد از گذشت زمان مشخصی است. اندازه دانه آستنیت به دمای نگهداری و مقدار و نوع رسوبات موجود بستگی دارد. براساس روابط ترمودینامیکی و سینتیکی، هر رسوب حاصل ضرب انحلال مشخصی دارد. با فرض این که تمامی رسوبات در فولاد اولیه رسوب کرده‌اند، و با داشتن اندازه دانه حدی آستنیت در هر دمایی، محاسبه تئوری کسرجمعی ذرات رسوب امکان پذیر است. برای بررسی مقدار تشکیل رسوب عناصر میکروآلیاژی از روش‌های مستقیم همانند بررسی میکروسکوپی رسوبات و استخراج ذرات رسوب از

مشاهده می‌شود که براساس چرخه حرارتی دوم، ساختار نمونه‌های D1, D4, D7 حالت فریت چندوجهی و فریت ویدمن اشتاتن است. تغییر در میزان فازهای این گروه، متاثر از چرخه حرارتی مرحله اول و انحلال رسوبات و اندازه دانه آستنیت است. مقدار فریت چندوجهی در ساختار نمونه‌های D2, D5, D8 کاهش یافته و فریت ویدمن اشتاتن و بینیت افزایش می‌یابد. همچنین در نمونه‌های D5, D8 مقدار کمی مارتنزیت مشاهده می‌شود. در نمونه‌های D3, D6, D9 مقدار فریت چندوجهی تقریباً صفر است و فریت ویدمن اشتاتن نسبت به سری قبل کاهش یافته و بینیت افزایش یافته است. در همه نمونه‌های اخیر، مقدار کمی مارتنزیت دارند. در شکل (11-الف) مشاهده می‌شود که با اندازه دانه آستنیت در چرخه دوم حرارتی، دمای شروع و پایان دگرگونی تجزیه آستنیت به تاخیر می‌افتد. کاهش محل‌های جوانه‌زنی و رشد، علاوه بر تاثیر حضور عناصر میکروآلیاژ (نایوبیوم) در محلول، باعث تاخیر در دگرگونی‌های نفوذی و تشکیل دگرگونی‌های برشی می‌گردد. شکل (11-ب) تاثیر دمای شروع دگرگونی تجزیه آستنیت بر سختی را نشان می‌دهد.

تقسیم شد. محاسبات ترمودینامیک تعادلی نشان می‌دهد که ذرات TiC در دماهای زیر  $950^{\circ}\text{C}$  حل می‌شوند؛ در حالی که دماهای انحلال برای رسوبات NbC و TiN به ترتیب حدود  $1150^{\circ}\text{C}$  و  $1450^{\circ}\text{C}$  است [34 و 35]. بنابراین برای محاسبه رشد دانه آستنیت فرض می‌شود تمامی رسوبات TiC در محلول هستند، در حالی که رسوبات TiN و NbC در مدل رشد دانه در نظر گرفته می‌شوند.

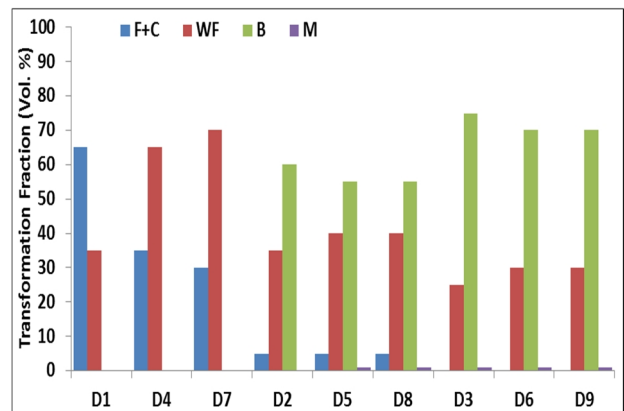


شکل 11- الف - تغییر دمای شروع و پایان دگرگونی تجزیه آستنیت با اندازه دانه آستنیت در چرخه دوم، ب - تاثیر دمای شروع دگرگونی تجزیه آستنیت بر سختی.

### 3-4-1- مدل رشد دانه آستنیت

مشاهدات تجربی موید این نکته است که رشد دانه آستنیت از حضور رسوبات غنی از تیتانیم و نایوبیم با توزیع اتفاقی تاثیر می‌پذیرد. به خصوص انحلال ذرات غنی از نایوبیم نیروهای قفل‌کنندگی را در دماهای بالاتر کاهش می‌دهد، بنابراین رشد دانه را ترغیب می‌کند. در نتیجه، یک مدل رشد دانه باید در ارتباط با مدل انحلال رسوبات بسط یابد. این دو مدل با یک

زمینه فولاد یا روش‌های غیرمستقیم همچون بررسی تغییرات سختی در اثر پیرسازی استفاده می‌کنند. آزمایش پیرسازی، فرض تشکیل تمامی رسوبات در فولاد اولیه را تایید کرد. انحلال شیمیایی فولاد اولیه برای مطالعه آماری نوع و توزیع اندازه ذرات رسوب استفاده شد. با فرض وجود همه رسوبات NbC در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  و رسوبات بزرگ NbC در دمای  $1150^{\circ}\text{C}$  بر مبنای پارامتر قفل‌کنندگی مرزدانه آستنیت، کسر حجمی رسوبات و شعاع و تعداد رسوبات NbC در دمای مشخص، تعیین می‌شود. سپس با تعیین ضریب نفوذ و حاصل ضرب انحلال براساس دما، کسر مولی Nb در محلول و در فصل مشترک رسوب/زمینه براساس دما و کسر حجمی و شعاع رسوبات تعیین می‌شود. در ادامه تغییرات اندازه شعاع رسوبات براساس شعاع رسوبات، ضریب نفوذ و کسر مولی Nb و N+C در محلول و در رسوب تعیین می‌گردد. تعیین کسر مولی N+C در محلول و در فصل مشترک رسوب/زمینه براساس دما، کسر حجمی و شعاع رسوبات، در پایان با شرط احراز دما و زمان فرایند، محاسبه می‌شود.



شکل 10- نوع و درصد فازهای نمونه‌های چرخه دو مرحله‌ای

با فرض اندازه دانه حدی آستنیت در نگهداری تک‌دما، پارامتر قفل‌کنندگی مرزدانه بر مبنای رسوبات تعیین می‌شود. سپس، تحرک و فشار محرک مرزدانه بر اساس دما و اندازه دانه محاسبه شده و دانه آستنیت براساس تحرک و قفل‌کنندگی مرزدانه در دما و زمان مشخص، تعیین می‌شود. برای ساده سازی محاسبات، رسوبات به چهار خانواده با ترکیب استوکیومتریک به صورت TiN، NbC و TiC

$$f_j = \frac{4}{3} n_j \pi r_j^3 \quad (5)$$

چگالی ذره  $n_j$  از اندازه ذره اولیه تعیین می‌شود با فرض این که همه عناصر آلیاژی در فولاد اولیه رسوب کرده‌اند.

حاصل ضرب انحلال NbCN با عبارت زیر بیان می‌شود:

$$\log_{10} K_{NbCN} = -\frac{6670}{T} - 1.32605 \quad (6)$$

شعاع ابتدایی رسوبات با مدل‌سازی سینتیک‌های انحلال در هر دمای نگهداری تخمین زده می‌شود. برای انعکاس مقادیر حدی اندازه دانه همانند سینتیک‌های انحلال رسوبات از نگهداری در زمان‌های مختلف (در هر دما) استفاده می‌شود.

انتظار می‌رود در  $1250^\circ\text{C}$  همه رسوبات کاربید نایوبیم حل شده باشند، در حالی که اغلب نیتريد تیتانیوم به شکل رسوب باقی می‌ماند. این مقادیر، نقطه شروع یک سری محاسبات تکرار شونده است که سینتیک‌های رشد دانه و انحلال رسوب در زمان‌های نگهداری در دماهای مختلف را بر مبنای اندازه دانه حدی پیش می‌برد.

شکل (12-الف) و (12-ب) سینتیک‌های رشد دانه محاسبه شده طبق روش بالا در چرخه حرارتی نمونه‌های D6 و D9 نشان می‌دهد. براساس شکل (13) سینتیک‌های رشد دانه آستنیت تطابق خوبی را با داده‌های تجربی نشان می‌دهد.

این مطلب موید این نکته است که مدل رشد دانه می‌تواند به طور منطقی برای سینتیک‌های رشد دانه در چرخه حرارتی دومرحله‌ای به کار رود. محاسبات نشان می‌دهند که ذرات کوچک NbC به جز در دماهای پایین ( $950^\circ\text{C}$ ) که در آن انحلال بسیار آهسته است، در دماهای بالاتر به سرعت حل می‌شوند (شکل 12-الف و 12-ب). در مقابل رسوبات درشت NbC پایدارتر هستند چنان که در  $950^\circ\text{C}$  حل نمی‌شوند.

مقدار کمی در  $1050^\circ\text{C}$  حل می‌گردند. با این وجود آن‌ها تقریباً به طور کامل در  $1150^\circ\text{C}$ ، پس از آن که به مدت زمان کافی در آن دما نگهداری شوند، حل می‌شوند. نرخ انحلال در دماهای بالاتر سریع‌تر می‌شود. در بالاترین دما ( $1250^\circ\text{C}$ ) ذرات TiN مقدار کمی حل می‌شوند که همراه با تغییر در پارامتر قفل کنندگی است [34].

پارامتر قفل کنندگی با هم مرتبط می‌شوند. در حضور ذرات، نرخ رشد دانه آستنیت چنین بیان می‌شود:

$$\frac{dD_\gamma}{dt} = M (P_D - P_P) \quad (1)$$

که  $D_\gamma$  اندازه متوسط دانه آستنیت،  $M$  تحرک مرز دانه،  $P_D$  فشار محرکه رشد دانه، و  $P_P$  فشار قفل کنندگی القا شده توسط رسوبات است. تحرک مرز دانه با عبارت زیر بیان می‌شود:

$$M = M_o \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

که  $M_o$  پارامتر ثابت،  $Q$  انرژی فعال سازی،  $R$  ثابت گازها و  $T$  دمای مطلق است. نیروی محرکه رشد دانه چنین بیان می‌گردد [35]:

$$P_d = \alpha \frac{\gamma}{D} \quad (3)$$

که  $\gamma$  انرژی مرزدانه و  $\alpha$  ثابت هندسی بدون بعد (برای رشد دانه سه بعدی برابر 4 [36]) است. آنالیز رسوبات در فولاد مورد نظر سه گروه از رسوبات را پیشنهاد می‌دهد:

- ذرات غنی از تیتانیوم که به صورت TiN در نظر گرفته می‌شوند.

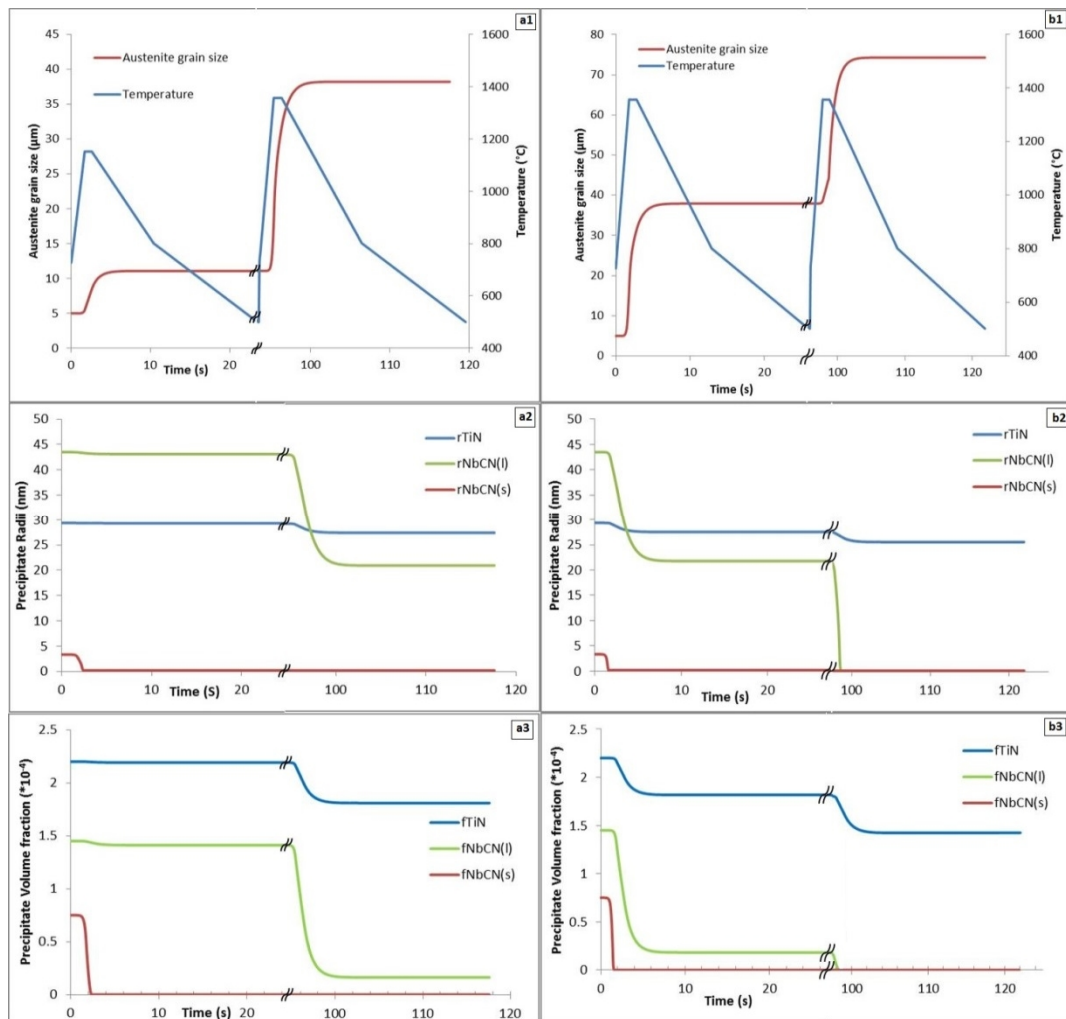
- ذرات غنی از نایوبیم بزرگ و (3) ذرات غنی از نایوبیم کوچک. در تقریب اول، ذرات غنی از نایوبیم به عنوان NbCN لحاظ می‌شوند چنانچه عنصر میکروآلیاژی تیتانیوم برای جذب همه نیتروژن در محلول و خارج کردن آن به صورت رسوب کافی نباشد. با صرف نظر از سایر رسوبات که در دماهای  $900^\circ\text{C}$  به بالا پایدار نیستند معادله قبلی را می‌توان به صورت زیر ساده کرد:

$$P_p = 12\gamma \left( \frac{f_{TiN}}{\Gamma_{TiN}} + \frac{f_{NbCN(s)}}{\Gamma_{NbCN(s)}} + \frac{f_{NbCN(l)}}{\Gamma_{NbCN(l)}} \right) \quad (4)$$

که  $f$  کسر حجمی رسوب،  $\Gamma$  شعاع متوسط ذره، اندیس‌های (s) و (l) به رسوبات ریز و درشت NbCN ارجاع می‌شود.

### 3-4-2- مدل انحلال رسوب

انحلال NbC در این مدل در نظر گرفته می‌شود در حالی که از انحلال TiN می‌توان صرف نظر کرد. کسر حجمی هر رسوب ( $f_j$ ) می‌تواند از شعاع ذره محاسبه شود یعنی:



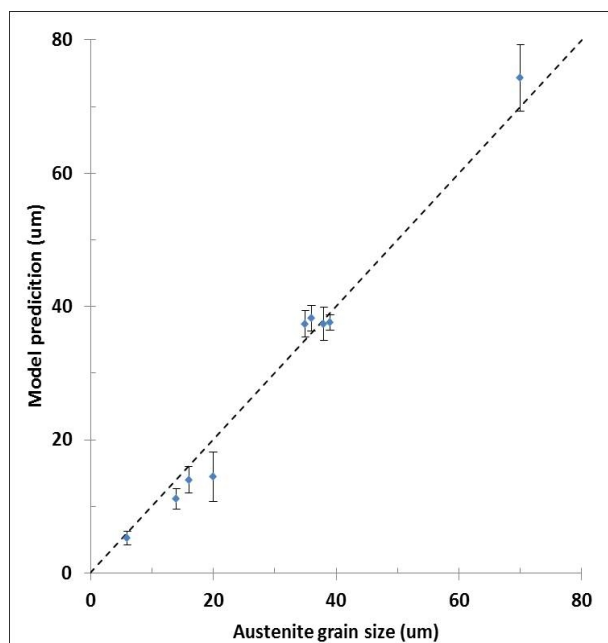
شکل 12-الف- رشد دانه آستنیت پیش بینی شده در چرخه حرارتی نمونه D6 و D9 ب- تغییر شعاع رسوبات و ج- کسر حجمی رسوبات کوچک و بزرگ NbC و رسوبات TiN

این ناشی از انحلال سریع رسوبات NbC کوچک در  $1050^{\circ}\text{C}$  و رسوبات NbC بزرگ در  $1250^{\circ}\text{C}$  است. برای ذرات با اندازه‌های در محدوده 1 تا 5 نانومتر حد حلالیت به طور عمده تحت تاثیر اثر گیبس- تامسون است. چنان که سیستیک‌های انحلال پیش بینی شده بستگی به انتخاب جزئیات مقدار انرژی فصل مشترک و توزیع اندازه ذره دارد [37].

از آنجایی که ذرات ریز اثر قفل کنندگی فوق العاده‌ای دارند، پیش‌بینی می‌شود رشد دانه آستنیت در نتیجه انحلال ذرات ریز باشد. بنابراین، اکثر رشد دانه در طی زمان نگهداری (1 ثانیه) در دمای قله صورت می‌گیرد. کاملاً واضح است که افزایش مشاهده شده در اندازه دانه (با نرخ گرمایش و دمای قله) فقط یک اثر ساده دما ناشی از افزایش تحرک مرز دانه (رشد دانه

اندازه متوسط ذرات محاسبه شده در دو نوع رسوبات NbC و TiN در شکل (12-الف) و (12-ب) نشان داده شده است و نشان می‌دهد که رسوبات NbC کوچک حل می‌شوند قبل از این که تغییر شدیدی در NbC بزرگ به وجود آید و در حالی که انحلال رسوبات TiN قابل چشم‌پوشی است. در مدل سازی، حد پایین پایداری رسوب برابر 2nm در نظر گرفته شد. همان‌گونه که در بالا توضیح داده شد، در  $1050^{\circ}\text{C}$  ذرات کوچک NbC به سرعت حل می‌شوند و در  $1250^{\circ}\text{C}$  ذرات درشت NbC حل می‌شوند. در حالی که تا  $1250^{\circ}\text{C}$  تغییر شعاع رسوبات TiN قابل صرف‌نظر است. سیستیک محاسبه شده رشد دانه نشان داد که اندازه دانه حدی تقریباً در 100 ثانیه برای دماهای نگهداری  $1050^{\circ}\text{C}$  و  $1250^{\circ}\text{C}$  به دست می‌آید.

است. با داشتن اندازه دانه اولیه، شرایط دمایی و محاسبه پارامترهای معادله JMAK، می‌توان دگرگونی‌های تشکیل و تجزیه آستنیت را مدل‌سازی کرد. برای دستیابی به یک رابطه فراگیر باید وابستگی پارامترهای معادله JMAK را به اندازه دانه اولیه، دما و کسر دگرگونی در نظر گرفت [35].



شکل 13- مقایسه نتایج اندازه‌گیری دانه آستنیت در چرخه حرارتی دو مرحله‌ای با مدل رشد دانه.

مدل کلاسیک JMAK، بر روی نتایج دیلاتومتری در چرخه حرارتی سرد کردن پیوسته، یک و دو مرحله‌ای ارزیابی شد. در تحلیل نتایج دیلاتومتری و براساس معادله JMAK (رابطه  $X=(1-\exp)-kt^n$ ) مقادیر  $k$  و  $n$  در گرمایش و سرمایش برای فولاد در جدول (4) فهرست شده‌اند.

در مدل‌سازی تشکیل آستنیت، مشاهده می‌شود که پارامتر  $k$  در سینتیک دگرگونی آستنیت سازی در نرخ گرم کردن  $150^\circ\text{C/s}$  برابر  $3/139614$ ، در نرخ گرم کردن  $250^\circ\text{C/s}$  برابر  $9/576383$  و در نرخ گرم کردن  $350^\circ\text{C/s}$  برابر  $34/40149$  است. پارامتر  $k$  بیانگر تاثیر نرخ حرارت‌دهی بر نرخ جوانه زنی و رشد آستنیت (نرخ تشکیل آستنیت) است. پارامتر  $n$ ، در مقایسه با  $k$  وابستگی زیادی به نرخ گرم کردن ندارد و از  $2/2305$  تا  $3/1439$  تغییر می‌کند.

معمولی) نیست، بلکه رشد دانه به طور بحرانی تحت تاثیر کاهش فشارقفل کنندگی ناشی از انحلال رسوبات است [38].

جدول (3) اندازه دانه آستنیت اندازه‌گیری شده به طور تجربی را در مقایسه با شبیه سازی چرخه‌های حرارتی دو مرحله‌ای آورده است. توافق خوبی بین اندازه دانه اندازه‌گیری شده و پیش بینی شده حاصل می‌گردد (شکل 12). در این مدل تحول اندازه دانه با یک مقدار میانگین نسبی بیان می‌شود. در شرایط گرمایش سریع، رشد دانه غیرنرمال انتظار نمی‌رود. با استفاده از داده‌های ترمودینامیکی و سینتیکی مشاهده شد که رسوبات ریز غنی از نایوبیم، تنها زمانی که در دمای به اندازه کافی بالا قرار بگیرند، با سرعت زیاد حل می‌شوند [35].

جدول 3- مقایسه نتایج اندازه‌گیری دانه آستنیت در چرخه حرارتی دو مرحله‌ای با مدل رشد دانه.

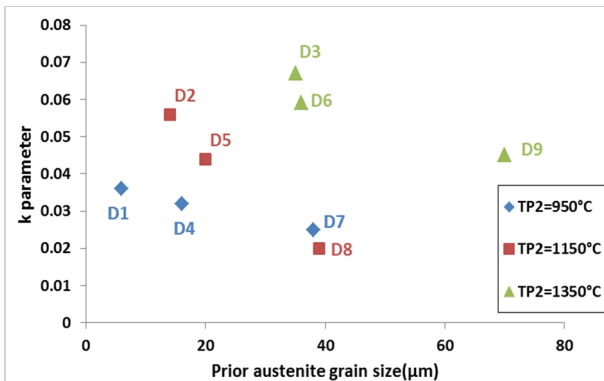
	Austenite Grain size (micron)	
	Test	Model
D1	$6 \pm 1$	5/2
D2	$1/5 \pm 14$	11/1
D3	$2 \pm 37/6$	37/4
D4	$1/2 \pm 16/1$	14/1
D5	$3/7 \pm 20/2$	14/5
D6	$1/9 \pm 53/3$	38/2
D7	$2/5 \pm 36$	37/4
D8	$1/1 \pm 38/5$	37/6
D9	$5 \pm 70$	73/3

### 3-5- ارزیابی مدل JMAK برای گرمایش و سرمایش

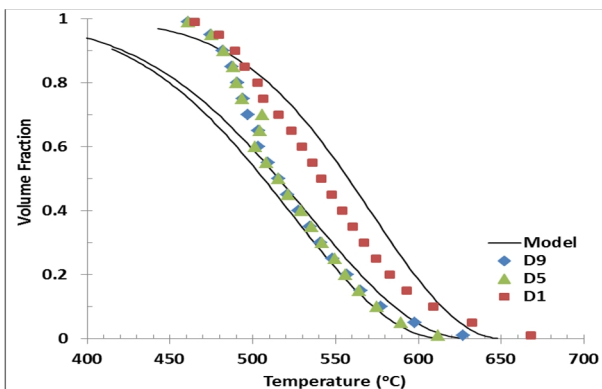
#### چرخه‌های حرارتی

با تشکیل مدل‌های جفت شده انحلال رسوب- رشد دانه آستنیت، در هر شرایط گرمایش و سرمایش چرخه حرارتی، کسر حجمی و شعاع رسوبات و نیز اندازه دانه آستنیت را می‌توان پیش‌بینی کرد. ورودی مدل، ترکیب شیمیایی فولاد، معادلات نفوذ، حاصل ضرب انحلال، نوع، کسر حجمی و تعداد ذرات اولیه رسوب، نرخ تغییرات دما با زمان است. خروجی مدل، کسر حجمی و شعاع رسوبات و نیز اندازه دانه آستنیت

حرارتی دو مرحله‌ای آورده شده است. با توجه به این که اندازه دانه آستنیت در چرخه حرارتی دو مرحله‌ای به سه گروه اصلی؛ کمتر از 20، 35 تا 38 و 70 میکرون تقسیم‌بندی می‌شود، می‌توان گفت مدل فوق مستقل از نوع چرخه حرارتی و صرفاً براساس اندازه دانه آستنیت، برای تمامی نمونه‌های چرخه حرارتی دو مرحله‌ای قابل قبول است. ملاحظه می‌شود که تطابق خوبی بین نتایج مدل‌سازی و دیلاتومتری وجود دارد. ضریب  $n$  برای نمونه‌ها تقریباً برابر 2 محاسبه شد و ضریب  $k$  برای D1، D5 و D9 به ترتیب برابر 0,035807، 0,043692 و 0,045456 تعیین شد. در دمای  $500^{\circ}\text{C}$  با تغییر سرعت سرمایش سیستیک دگرگونی نیز تغییر می‌کند و همین امر باعث ایجاد اختلاف در نتایج مدل‌سازی و دیلاتومتری می‌گردد.



شکل 14- تغییرات پارامتر  $k$  به نسبت اندازه دانه آستنیت در چرخه سرمایش مرحله دوم (در سرعت سرمایش ثابت برابر  $23^{\circ}\text{C/s}$ )



شکل 15- مقایسه نتایج مدل‌سازی و دیلاتومتری در سرمایش

## 5- نتیجه گیری

با تکرار چرخه‌های حرارتی، دماهای شروع و پایان دگرگونی به تاخیر می‌افتند و ساختارهای برشی جایگزین ساختارهای

جدول 4- مقادیر  $n$  و  $k$  در معادله JMAK در گرمایش و سرمایش

چرخه‌های حرارتی

چرخه حرارتی	Grian size ( $\mu\text{m}$ )	Heating /Cooling Rate ( $^{\circ}\text{C/s}$ )	n	k	
گرمایش چرخه اول	5	150	2.781	3.14	
	5	250	3.084	9.576	
	5	350	3.544	34.401	
سرمایش چرخه اول	5	23	2.1698	0.053025	
	14	23	1.8985	0.048409	
	34	23	2.1072	0.033641	
سرمایش چرخه دوم	D1	6	23	2.1416	0.035807
	D2	14	23	2.138	0.056028
	D3	35	23	2.2299	0.067239
	D4	16	23	1.9527	0.042126
	D5	20	23	1.9645	0.043692
	D6	36	23	1.7785	0.05941
	D7	38	23	2.105	0.035247
	D8	39	23	2.2875	0.020466
	D9	70	23	1.9291	0.045456

در مدل سازی تجزیه آستنیت، وابستگی پارامتر  $k$  به سرعت‌های مختلف سرد کردن و اندازه دانه آستنیت مشاهده می‌شود. با افزایش اندازه دانه آستنیت از 5 به 14 و  $34\ \mu\text{m}$  (با ثابت بودن سرعت سرد کردن)؛ پارامتر  $k$  از 0,035807 به 0,056028 و 0,067239 تغییر می‌یابد. شکل (14) تغییرات پارامتر  $k$  به نسبت اندازه دانه آستنیت اولیه (در سرعت سرمایش ثابت برابر  $23^{\circ}\text{C/s}$ ) را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که براساس تاریخچه حرارتی به خصوص دمای قله در چرخه حرارتی دوم (TP2)، با افزایش اندازه دانه آستنیت اولیه، پارامتر  $k$  کاهش می‌یابد. بر اثر تاریخچه حرارتی قبلی، انحلال رسوبات میکروآلیاژ و توزیع کربن و عناصر آلیاژی در ساختار، علاوه بر اندازه دانه آستنیت موجب تغییر در مقدار  $k$  می‌گردد.

در بررسی ضرایب  $n$  و  $k$  در سرمایش مشاهده می‌شود که تغییرات  $n$  در شرایط مختلف اندازه دانه آستنیت (با نرخ سرمایش ثابت) قابل صرف نظر است و تقریباً برابر عدد 2 است. در شکل (15) مقایسه نتایج مدل سازی و دیلاتومتری برای نمونه‌های منتخب سری D شامل D1، D5 و D9 از چرخه

گرفتن وابستگی پارامتر  $k$  به اندازه دانه آستنیت، سرعت سرد کردن و کسر حجمی دگرگونی، روابط فراگیری برای دگرگونی در همه شرایط سرمایش به دست می‌آید. مدل JMAK قادر است دماها و سینتیک‌های دگرگونی و کسر نهایی فازها را به‌طور مناسبی پیش بینی کند.

### منابع

- 1- Kah, P., & Martikainen, J. (2012). Current trends in welding processes and materials: improve in effectiveness. *Rev. adv. mater. Sci*, 30(2), 189-200.
- 2-Romualdi, N., Militzer, M., Poole, W., Collins, L., & Lazor, R. (2020, September). Austenite Grain Size Model for the Coarse Grain Heat Affected Zone in Line Pipe Steels. In *International Pipeline Conference (Vol. 84461, p. V003T05A031)*. American Society of Mechanical Engineers.
- 3-De Meester, B. (1997). The weldability of modern structural TMCP steels. *ISIJ international*, 37(6), 537-551.
- 4-Garcin, T., Militzer, M., Poole, W. J., & Collins, L. (2016). Microstructure model for the heat-affected zone of X80 linepipe steel. *Materials Science and Technology*, 32(7), 708-721.
- 5-Zhang, T., Roy, S., Patra, S., Poole, W. J., & Militzer, M. (2022). Intercritical Austenite Formation and Decomposition in the Coarse Grain Heat-Affected Zone of an X80 Line Pipe Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 53(9), 3239-3244.
- 6- N. Ishikawa, T. Shinmiya, S. Igi, and J. Kondo: in *Proceedings of the Biennial International Pipeline Conference, IPC, vol. 3 PART A, 2007, pp. 223-30*.
- 7- Davis, C. L., & King, J. E. (1994). Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone: Part I. Fractographic evidence. *Metallurgical and materials transactions A*, 25(3), 563-573.
- 8- Davis, C. L., & King, J. E. (1996). Cleavage initiation in the intercritically reheated coarse-grained heat affected zone: Part II. Failure criteria and statistical effects. *Metallurgical and materials transactions A*, 27(10), 3019-3029.
- 9-Davis, C. L., & King, J. E. (1993). Effect of cooling rate on intercritically reheated microstructure and toughness in high strength low alloy steel. *Materials Science and technology*, 9(1), 8-15.
- 10-Mohammadijoo, M., Valloton, J., Collins, L., Henein, H., & Ivey, D. G. (2018). Characterization of martensite-austenite constituents and micro-hardness in intercritical reheated and coarse-grained heat affected zones of API X70 HSLA steel. *Materials Characterization*, 142, 321-331.
- 11- Li, Y., & Baker, T. N. (2010). Effect of morphology

چندوجهی می‌گردند. علت این امر، درشت شدن دانه آستنیت و انحلال رسوبات کاربید نایوبیم و اثر تاخیری نایوبیم محلول در آستنیت است. اندازه بسته‌های برشی و اندازه دانه آستنیت اولیه نیز به‌طور محسوسی بزرگتر می‌شوند. انحلال رسوبات نایوبیم (به خصوص رسوبات کوچک) در فاصله دمایی  $950^{\circ}\text{C}$  تا  $1150^{\circ}\text{C}$  با سرعت زیادی پیش می‌رود و این امر منجر به تاخیر بیشتر در زمان و دمای دگرگونی می‌شود.

- مدل انحلال رسوبات نشان می‌دهد که ذرات کوچک NbC به جز در دمای  $950^{\circ}\text{C}$  که در آن انحلال بسیار آهسته است، در دماهای بالاتر به سرعت حل می‌شوند. در مقابل رسوبات درشت NbC پایدارتر هستند چنان‌که در  $950^{\circ}\text{C}$  حل نمی‌شوند. مقدار کمی در  $1050^{\circ}\text{C}$  حل می‌گردند. با این وجود، آن‌ها تقریباً به طور کامل در  $1150^{\circ}\text{C}$ ، پس از آن که به مدت زمان کافی در آن دما نگهداری شوند، حل می‌شوند. نرخ انحلال در دماهای بالاتر سریع‌تر می‌شود. در دمای  $1250^{\circ}\text{C}$  ذرات TiN مقدار کمی حل می‌شوند. زمان انحلال ذرات کوچک NbC در  $1050^{\circ}\text{C}$  و ذرات درشت NbC در  $1250^{\circ}\text{C}$  در حدود 100 ثانیه است.

- مدل ترکیبی انحلال رسوب - رشد دانه برای تعیین اندازه دانه با اندازه دانه آستنیت پیش بینی شده در چرخه‌های حرارتی دو مرحله‌ای توافق خوبی با مقادیر اندازه‌گیری شده به‌طور تجربی دارد. به علاوه مدل رشد دانه آستنیت توانایی پیش بینی سرعت رشد دانه را بر اساس چرخه حرارتی در هر دما و زمانی دارد.

- در سینتیک دگرگونی تشکیل آستنیت مشاهده می‌شود که پارامتر  $k$  در نرخ گرم کردن  $150^{\circ}\text{C/s}$  تا  $350^{\circ}\text{C/s}$  بسیار متغیر است و از مرتبه 3,14 تا 34,40 افزایش می‌یابد. در عمل پارامتر  $n$ ، در مقایسه با  $k$ ، وابستگی زیادی به نرخ گرم کردن ندارد و مقدار متوسط 3 برای فولاد به دست می‌آید. مشاهده می‌شود که ضرایب  $k$  در همه موارد با افزایش سرعت گرم کردن افزایش می‌یابد.

- در مدل سازی تجزیه آستنیت بر مبنای معادله JMAK، مقدار میانگین  $n$  برابر 2 برای دگرگونی‌ها انتخاب شد. با در نظر



- 22-Xie, H., Du, L. X., Hu, J., Sun, G. S., Wu, H. Y., & Misra, R. D. K. (2015). Effect of thermo-mechanical cycling on the microstructure and toughness in the weld CGHAZ of a novel high strength low carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 639, 482-488.
- 23- Hu, J., Du, L. X., Wang, J. J., & Gao, C. R. (2013). Effect of welding heat input on microstructures and toughness in simulated CGHAZ of V-N high strength steel. *Materials Science and Engineering: A*, 577, 161-168.
- 24-Zhu, Z., Han, J., Li, H., & Lu, C. (2016). High temperature processed high Nb X80 steel with excellent heat-affected zone toughness. *Materials Letters*, 163, 171-174.
- 25- Zhu, Z., Han, J., & Li, H. (2015). Influence of heat input on microstructure and toughness properties in simulated CGHAZ of X80 steel manufactured using high-temperature processing. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 46(11), 5467-5475.
- 26-Huda, N., Midawi, A., Gianetto, J. A., & Gerlich, A. P. (2021). Continuous cooling transformation behaviour and toughness of heat-affected zones in an X80 line pipe steel. *Journal of Materials Research and Technology*, 12, 613-628.
- 27- Singh, M. P., Arora, K. S., Shajan, N., Pandu, S. R., Shome, M., Kumar, R., & Shukla, D. (2019). Comparative analysis of continuous cooling transformation behaviour in CGHAZ of API X-80 and X-65 line pipe steels. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 137(4), 1155-1167.
- 28- Roy, S., Romualdi, N., Yamada, K., Poole, W., Militzer, M., & Collins, L. (2022). The Relationship Between Microstructure and Hardness in the Heat-Affected Zone of Line Pipe Steels. *JOM*, 1-7.
- 29- Hutchinson, B., Komenda, J., Rohrer, G. S., & Beladi, H. (2015). Heat affected zone microstructures and their influence on toughness in two microalloyed HSLA steels. *Acta Materialia*, 97, 380-391
- 30- Zhu, Z., Kuzmikova, L., Li, H., & Barbaro, F. (2014). The effect of chemical composition on microstructure and properties of intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone in X70 steels. *Metallurgical and Materials Transactions B*, 45(1), 229-235.
- 31- غلامرضا خلیج، "مدل سازی دگرگونی تجزیه آستنیت در منطقه متاثر از حرارت جوش دو فولاد خط لوله X70 و X65"، مواد نوین، (نشریه علمی پژوهشی دانشگاه آزاد اسلامی واحد مرودشت)، دوره 9، شماره 33، 1، پاییز 1397، صفحه 125-136.
- 32- جعفر احمدی راد، غلامرضا خلیج، "مدل سازی دگرگونی تشکیل آستنیت در منطقه متاثر حرارتی جوش دو فولاد خط لوله X65 و X70"، فرایندهای نوین در مهندسی مواد of martensite-austenite phase on fracture of weld heat affected zone in vanadium and niobium microalloyed steels. *Materials science and technology*, 26(9), 1029-1040.
- 12- Beladi, H., Nuhfer, N. T., & Rohrer, G. S. (2014). The five-parameter grain boundary character and energy distributions of a fully austenitic high-manganese steel using three dimensional data. *Acta materialia*, 70, 281-289.
- 13- Bismukhametov, I., Beladi, H., Wang, J., Tari, V., Rollett, A. D., Hodgson, P. D., & Timokhina, I. (2022). Interface characteristics and precipitation during the austenite-to-ferrite transformation of a Ti-Mo microalloyed steel. *Journal of Alloys and Compounds*, 893, 162224.
- 14-Mohseni, P., Solberg, J. K., Karlsen, M., Akselsen, O. M., & Østby, E. (2012). Investigation of mechanism of cleavage fracture initiation in intercritically coarse grained heat affected zone of HSLA steel. *Materials Science and Technology*, 28(11), 1261-1268.
- 15- Luo, X., Chen, X., Wang, T., Pan, S., & Wang, Z. (2018). Effect of morphologies of martensite-austenite constituents on impact toughness in intercritically reheated coarse-grained heat-affected zone of HSLA steel. *Materials Science and Engineering: A*, 710, 192-199.
- 16- Wang, Z., Shi, M., Tang, S., & Wang, G. (2017). Effect of heat input and MA constituent on microstructure evolution and mechanical properties of heat affected zone in low carbon steel. *Journal of Wuhan University of Technology-Mater. Sci. Ed.*, 32(5), 1163-1170.
- 17- Ramachandran, D. C., Kim, S. D., Moon, J., Lee, C. H., Chung, J. H., Biro, E., & Park, Y. D. (2020). Classification of martensite-austenite constituents according to its internal morphology in high-strength low alloy steel. *Materials Letters*, 278, 128422.
- 18- Far, S. M. (2011). Influence of thermal simulated and real tandem submerged arc welding process on the microstructure and mechanical properties of the coarse-grained heat-affected zone. *Materials and Manufacturing Processes*, 26(11), 1423-1429.
- 19-Huda, N., Wang, Y., Li, L., & Gerlich, A. P. (2019). Effect of martensite-austenite (MA) distribution on mechanical properties of inter-critical Reheated Coarse Grain heat affected zone in X80 linepipe steel. *Materials Science and Engineering: A*, 765, 138301.
- 20- Moenifar, S., Kokabi, A. H., & Hosseini, H. M. (2010). Influence of peak temperature during simulation and real thermal cycles on microstructure and fracture properties of the reheated zones. *Materials & design*, 31(6), 2948-2955.
- 21- Li, C., Wang, Y., & Chen, Y. (2011). Influence of peak temperature during in-service welding of API X70 pipeline steels on microstructure and fracture energy of the reheated coarse grain heat-affected zones. *Journal of materials science*, 46(19), 6424-6431.

- 36-Perez, M., Dumont, M., & Acevedo-Reyes, D. (2008). Implementation of classical nucleation and growth theories for precipitation. *Acta materialia*, 56(9), 2119-2132.
- 37-Radis, R., & Kozeschnik, E. (2012). Numerical simulation of NbC precipitation in microalloyed steel. *Modelling and simulation in materials science and engineering*, 20(5), 055010.
- 38-Mochtar, M. A., Manaf, A., & S Siradj, E. (2012). Effect of cooling rate and Nb composition on non-isothermal austenite grain growth kinetics in Nb-HSLA steel during hot rolling. In *Advanced Materials Research* (Vol. 479, pp. 414-420). Trans Tech Publications Ltd.
- (نشریه علمی - پژوهشی دانشگاه آزاد شهر مجلسی)، دوره 12، شماره 3، 46، پاییز 1397، صفحه 57-70.
- 33-Sha, Q., & Sun, Z. (2009). Grain growth behavior of coarse-grained austenite in a Nb-V-Ti microalloyed steel. *Materials Science and Engineering: A*, 523(1-2), 77-84.
- 34-Banerjee, K., Militzer, M., Perez, M., & Wang, X. (2010). Nonisothermal austenite grain growth kinetics in a microalloyed X80 linepipe steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 41(12), 3161-3172.
- 35-Maalekian, M., Radis, R., Militzer, M., Moreau, A., & Poole, W. (2012). In situ measurement and modelling of austenite grain growth in a Ti/Nb microalloyed steel. *Acta Materialia*, 60(3), 1015-1026.