

به نام خدا



مرکز دانلود رایگان مهندسی متالورژی و مواد

www.Iran-mavad.com



Characterization of Multi-phase Microstructure of AISI5140 Steel

Absract

Microstructural characterization of multi-phase steels is one of the most important criterion to evaluate mechanical properties and heat treatment conditions. In this study, detection of multi-phase microstructure of AISI5140 steel has been performed by Nital and Lepera etching reagents. Experimental results show that the Lepera solution can be associated with more differentiation and higher contrast of microstructural components. The quality of the metallographic image by Lepera solution is suitable for the quantitative study used by images analysis software. Multi-phase microstructural observations under scanning electron microscope and microhardness test are consistent with the Lepera results.

Keywords: Multi-phase Microstructure, Image Analysis, AISI5140 Steel.

مشخصه یابی ریزساختار چند فازي فولاد AISI5140

چکیده

مشخصه یابی ریزساختاری فولاد های چند فازي برای بررسی خواص مکانیکی و بهینه سازی شرایط عملیات حرارتی امری ضروری و تأثیرگذار می باشد. در این پژوهش آشکارسازی ریزساختار چند فازي فولاد **5140 AISI** توسط محلول های حکاکی نایتال و لپرا انجام شد. نتایج تجربی نشان داد که محلول لپرا برای ریزساختار مورد پژوهش، توانایی ایجاد تمایز فازي بیشتر و کنتراست بالاتر را داراست. همچنین کیفیت و وضوح تصاویر متالوگرافی توسط این محلول، برای بررسی کمی فازها توسط نرم افزار آنالیز تصویری مناسب است. مشاهدات ریزساختار چند فازي با میکروسکوپ الکترونی روبشی و تعیین ریزسختی سنجی فازها، دقت بالای محلول لپرا برای آشکارسازی و تمایز فازي را اثبات نمودند.

واژه های کلیدی: ریزساختار چند فازي، آنالیز تصویری، فولاد AISI5140

مقدمه

شناسایی و مشخصه یابی انواع و مورفولوژی فازها در فولاد ها و آلیاژ ها از اهمیت بسزایی برخوردار است اما جهت بررسی مورفولوژی و کسر حجمی فاز ها، استفاده از روش های تجربی ضروری به نظر می رسد. مشاهدات ریز ساختاری معمولاً با استفاده از میکروسکوپ های نوری و الکترونی (روشی و عبوری) و همچنین آزمون پراش اشعه ی ایکس انجام می پذیرد [۱]. در میان این روش ها، استفاده از میکروسکوپ نوری به دلیل سهولت کار و هزینه ی پایین تر آن نسبت به سایر روش ها، کاربرد بسیار گسترده ای در بررسی های ریز ساختاری دارد [۲]. به منظور مشخصه یابی ریزساختاری فولاد ها، روش های حکاکی بسیاری وجود دارد که در میان آنها استفاده از محلول های حکاکی شیمیایی آسان ترین و پر کاربرد ترین روش محسوب می شود. در کنار محلول های شیمیایی متداول جهت بررسی ریزساختار فولاد های کربنی و کم آلیاژ مانند نایتال، محلول های شیمیایی دیگری نیز برای بررسی همزمان فازها و ایجاد کنتراست مناسب در ریز ساختار های چند فازی به دست آمده است [۳]. متالوگرافی رنگی روشی مؤثر در بررسی و تفکیک انتخابی ریز ساختارهای چند فازی توسعه یافته در فولاد ها و آلیاژ های پیشرفته می باشد. در این روش، با ایجاد لایه های نازک شیمیایی بر سطح نمونه، هر فاز در مشاهدات میکروسکوپ نوری به رنگ خاصی نمایان می شود [۴]. محلول های حکاکی رنگی با ایجاد رنگ های متفاوت، کنتراست بالایی بین فازها، به ویژه بینیت و مارتنزیت ایجاد می کنند که برای بررسی های کمی و کیفی ریز ساختاری بسیار مناسب می باشند. یکی از مهم ترین محلول های رنگی، محلول لپرا می باشد که بینیت را به رنگ قهوه ای و مارتنزیت را به رنگ سفید نمایان می کند [۵]. ریز ساختار های چند فازی در تولیدات جدید فولاد ها از اهمیت ویژه ای برخوردارند. از جمله ریز ساختار های چند فازی، می توان به فولاد های دو فازی اشاره کرد که توسط عملیات حرارتی آنیل میان بحرانی تولید می شوند. ریز ساختار فولاد های دو فازی شامل زمینه ی فریت و جزایر مارتنزیت می باشد. دست یابی به ریز ساختار های دو فازی در فولاد های کربن متوسط، چالشی مهم بوده است و همواره مشکلاتی را به همراه داشته است. محاسبه ی کسر حجمی فاز های موجود در ریز ساختار های دو فازی فولاد های کربن متوسط، به آسانی ریز ساختار های دو فازی فولاد های کم کربن نیست. همچنین، برای فولاد های کربن متوسط امکان تشکیل فازهای آستنیت باقی مانده، پرلیت و بینیت بیشتر است که در برخی موارد، تفکیک این فازها از یکدیگر را با مشکل رو به رو کرده است [۶]. آنالیز تصویری یکی از راهکار های بسیار مفید به منظور بررسی کمی ریز ساختار های چند فازی بوده که با استفاده از آن میتوان به اطلاعاتی همچون کسر حجمی فازها دست یافت. مشکل عمده ای که در استفاده از نرم افزار های آنالیز تصویری وجود دارد نیاز شدید آنها به وجود کنتراست مناسب بین فازهاست [۲]. در تحقیق پیش رو محلول حکاکی نایتال و لپرا برای بررسی ریزساختار ها در فولاد کربن متوسط AISI5140 با ریز ساختار دو فازی فریتی- مارتنزیتی، مورد استفاده قرار گرفت و با ایجاد تفکیک فازی مناسب کسر حجمی فازها توسط یک نرم افزار آنالیز تصویر محاسبه گردید.

مبانی نظری پژوهش

محلول حکاکی لپرا شامل مخلوطی از محلول آبی سدیم متابی سولفیت ۱ درصد و محلول شیمیایی پیکرال ۴ درصد با نسبت حجمی برابر می باشد که موجب کنتراست بالایی بین فازها می شود [۵]. معمولاً پیکرال موجب خوردگی انتخابی بینیت شده و به ایجاد کنتراست فازی پس از رنگی سازی کریستال های سوزنی شکل بینیت کمک می نماید؛ در حالی که محلول شیمیایی سدیم متابی سولفیت موجب تشدید خوردگی کریستال های سوزنی شکل مارتنزیت می گردد [۴].

پیشینه ی پژوهش

ذاکری نیا و همکاران برای تعیین نوع و درصد فازهای موجود در ریزساختار چند فازي با استفاده از محلول آبی سدیم متابی سولفیت ۱۰ درصد، فازهای بینیت و مارتنزیت را با رنگ های آبی و قهوه ای نمایان کردند و کنتراست مناسبی بین فاز ها ایجاد نمودند. آزمون نانوسختی سنجی صحت اطلاعات حاصل از متالوگرافی را تأیید نمود[۲]. پژوهش گیلارت و همکاران در مورد مشخصه یابی ریز ساختار های چند فازي توسط محلول حکاکی لپرا، بیانگر کنتراست مناسب فازهای فریت، مارتنزیت، بینیت و آستنیت باقی مانده می باشد[۳]. همچنین موسوی و همکاران برای تفکیک بینیت و مارتنزیت با استفاده از روش متالوگرافی سه مرحله ای بر پایه ی نایتال و مخلوطی از محلول آبی سدیم متابی سولفیت ۱ درصد و پیکرال ۴ درصد، کنتراست خوبی بین فازهای فریت، بینیت و مارتنزیت ایجاد نمودند. مشاهدات ریز ساختار های چند فازي با میکروسکوپ الکترونی و تعیین ریزسختی سنجی فازها، صحت اطلاعات به دست آمده از متالوگرافی رنگی را اثبات نمودند[۴].

روش پژوهش

ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در این پژوهش در جدول ۱ آورده شده است. نمونه های استوانه ای شکل به قطر ۲۰ میلی متر از فولاد مورد نظر تهیه شد. این فولاد ابتدا به مدت ۱ ساعت در دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد و سپس سرد کردن در هوا، نرماله^۱ گردید. سپس سیکل عملیات حرارتی به شرح زیر برای رسیدن به ریز ساختار چند فازي بر روی نمونه ها اعمال شد:

- ۱ - آستنیت کردن در دمای ۸۶۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ ساعت.
- ۲ - نگه داشتن نمونه ها در حمام نمک مذاب ($\text{NaNO}_3\text{-KNO}_3$ با نسبت ۱ به ۱) در دمای ۶۰۰ درجه سانتی گراد، به مدت زمان های ۱۵، ۲۰ و ۳۰ ثانیه به منظور دستیابی به ریزساختار فریتی-آستنیتی با کسر حجمی های مختلف فریت.
- ۳ - سرد کردن نمونه ها در روغن ۸۰ درجه سانتی گراد برای به دست آوردن ریزساختار فریتی - مارتنزیتی.

سپس نمونه ها پس از طی مراحل آماده سازی، به منظور آشکار سازی ریز ساختار ها توسط محلول های شیمیایی نایتال و لپرا مورد حکاکی قرار گرفتند. مشاهدات متالوگرافی توسط میکروسکوپ نوری مدل OLYMPUS PMG3 و میکروسکوپ الکترونی روبشی مدل TESCAN VEGA3 انجام شد. کسر حجمی فاز ها با استفاده از نرم افزار آنالیز تصویری کلمکس (CLEMEX) محاسبه شد. ریزسختی سنجی فازها توسط دستگاه Futur-tech، مدل Fm-700 با بار اعمالی ۵g/f برای اطمینان از نتایج متالوگرافی انجام شد.

¹ - Normalized

تجزیه و تحلیل داده ها

محلول نایتال

تصاویر متالوگرافی نمونه ی حکاکی شده در محلول شیمیایی نایتال ۲ درصد در شکل های ۱(الف) و ۱(ب) آورده شده است. فاز روشن در این تصاویر فریت می باشد که با وضوح و کنتراست بالا قابل مشاهده است. انتظار می رود که فاز تیره نمایان گر مارتنزیت باشد اما در شکل ۱(ب) در بزرگنمایی بالا تر فاز دیگری مشاهده می شود که می تواند بینیت، پرلیت و یا مارتنزیت بیش از حد حکاکی شده باشد. بنابراین محلول نایتال قادر به ایجاد تمایز و کنتراست مناسبی بین این فازها نمی باشد. البته محلول نایتال به دلیل حمله به مرز دانه های فریت، قدرت آشکارسازی این فاز را در ریزساختارهای چند فازی داشته و می توان از آن برای تفکیک فریت در ریزساختار های چند فازی استفاده کرد [۷].

محلول لپرا

همانطور که در شکل های ۲(الف) و ۲(ب) مشاهده می شود، محلول لپرا تمایز فازی مناسبی در ریز ساختار چند فازی مورد پژوهش ایجاد نموده است. در این تصاویر متالوگرافی مارتنزیت به رنگ سفید، فریت به رنگ قهوه ای مایل به زرد و فاز سومی به رنگ سیاه مشاهده می شود. در این تصاویر مرزبندی دانه های فریت با زمینه واضح نمی باشد اما کنتراست تصاویر برای بررسی کمی فازها و محاسبه ی کسر حجمی فازها توسط نرم افزار آنالیز تصویری بسیار مناسب می باشد.

مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی

در شکل های ۳(الف) و ۳(ب) تصاویر میکروسکوپ الکترونی روبشی (SEM) نمونه ی چند فازی آورده شده است. فاز های فریت و مارتنزیت و فاز سوم که میتواند پرلیت یا بینیت باشد، در این تصاویر مشاهده می شود که نتایج حاصل از متالوگرافی با محلول لپرا و وجود فاز سوم را تأیید می نماید.

نتایج نرم افزار آنالیز تصویری کلمکس (CLEMEX)

آنالیز تصویری یکی از روش های سودمند برای حصول اطلاعات کمی از یک تصویر دو بعدی با وضوح بالا می باشد که می تواند درصد فازها را در ریزساختار های چند فازی تعیین نماید [۸]. برای بررسی کمی ریزساختار نمونه ی مورد پژوهش، نرم افزار آنالیز تصویری کلمکس مورد استفاده قرار گرفت. با توجه به تأثیر بسزای کسر حجمی فاز ها بر خواص مکانیکی فولادها، محاسبه ی مقدار هر فاز ضروری می باشد بنابراین برای بررسی کمی فازها به تصاویری با تمایز و وضوح بالا نیازمندیم. در اینجا از تصاویر حکاکی شده توسط محلول لپرا استفاده شد که نسبت به تصاویر حکاکی شده توسط محلول نایتال تمایز فازی بیشتری دارا بود. نتیجه

تحلیل نرم افزار کلمکس جهت تعیین درصد فازها بیانگر ۴۸، ۳۶ و ۱۶ درصد به ترتیب برای فاز فریت، مارتنزیت و فاز سوم (بینیت یا پرلیت) می باشد.

آزمون ریزسختی سنجی

شکل ۴ نشان دهنده ی اثر ریزسختی سنجی فازهای آشکار شده با محلول حکاکی لپرا می باشد. ، متوسط عدد سختی برای فاز سفید ۴۱۰ ویکرز، فاز سیاه ۲۲۵ ویکرز و فاز قهوه ای مایل به زرد ۱۷۰ ویکرز می باشد که به ترتیب مربوط به فاز مارتنزیت، پرلیت و فریت می باشد. این نتایج صحت حاصل از متالوگرافی با محلول لپرا را تأیید می نماید.

نتیجه گیری

- ۱ - محلول نایتال برای آشکارسازی فریت و مرز دانه های آن از وضوح و کیفیت تصویر بالایی برخوردار است و موجب سهولت در بررسی کمی و کیفی فاز فریت در ریز ساختار های چند فازي می شود.
- ۲ - محلول لپرا تمایز فازي مناسبی برای تفکیک ریز ساختار های چند فازي فولاد کربن متوسط مورد پژوهش ایجاد می نماید تصاویر به دست آمده برای بررسی کمی توسط نرم افزار آنالیز تصویری از کیفیت و وضوح بالایی برخوردار می باشند.
- ۳ - کسر حجمی به دست آمده توسط نرم افزار کلمکس از تصاویر متالوگرافی محلول لپرا برای فازهای فریت، مارتنزیت و پرلیت به ترتیب برابر با ۴۸، ۳۶، ۱۶ می باشد.
- ۴ - مشاهدات میکروسکوپ الکترونی روبشی و آزمون ریزسختی سنجی فازها، بیانگر دقت بالای آشکارسازی ریز ساختار های چند فازي توسط محلول حکاکی لپرا می باشد.

مراجع

[1] H. Zakernia, et al., "Color Metallography: A Suitable Method for Characterization of Martensite and Bainite in Multiphase Steels", International Journal of ISSI, 2009, 6, pp. 14-18.

[۲] حسین ذاکری نیا و همکاران، "تعیین نوع و درصد فازهای موجود در یک میکروساختار فولادی با استفاده از متالوگرافی رنگی"، سمپوزیم فولاد ۸۸، شرکت فولاد آلیاژی ایران، ۱۳۸۸، ص ۳۵۹-۳۶۶.

[3] E. Girault, et al., "Metallographic Methods for Revealing the Multiphase Microstructures of TRIP-Assited Steels", Materials Characterization, 1998, 40, pp.111-118.

[۴] آسیه سادات موسوی محولاتی و همکاران، "تفکیک سازی بینیت و مارتنزیت به روش متالوگرافی رنگی در ریزساختارهای چند فازي یک فولاد کم آلیاژ استحکام بالا"، سمپوزیم فولاد ۹۲، شرکت فولاد هرمزگان، ۱۳۹۲، ۳۹۳-۴۰۰.

[5] F.S. Lepera, Improved Etchaing Technique for the Determination of Percent Martensite in High-Strenght Dual Phase Steels", Metallography, 1979, 12, pp. 263-268.

[6] E. Erisir, et al., "Microstructural Characterization of Medium Carbon Dual Phase Steels After Intermediate Quenching", Metal, 2013, 15, pp .

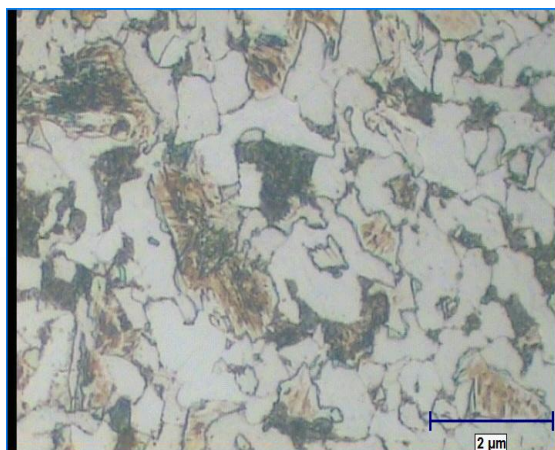
[۷] علی پور قاسمی و همکاران، "آشکارسازی بینیت و مارتنزیت با متالوگرافی رنگی در فولاد 42CrMo4"، سمپوزیم فولاد ۹۱، شرکت فولاد آلیاژی مبارکه اصفهان، ۱۳۹۱، ص ۴۱۹-۴۲۶.

[8] K. Burikova, G. Rosenberg, "Quantification of Microstructural Parameter Ferritic-Martensitic Dual Phase Steel by Image Analysis", Metal, 2009, 19, pp 21-26.

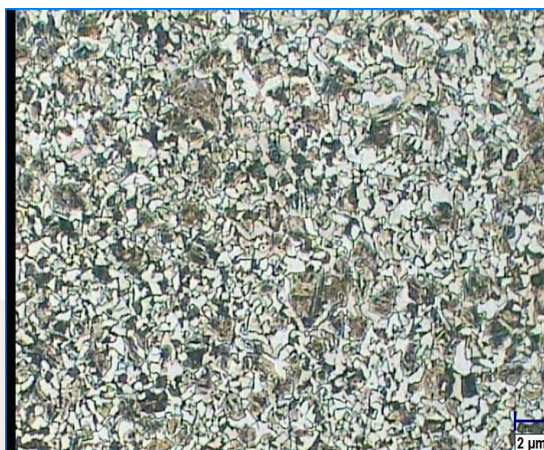
جدول ۱. ترکیب شیمیایی فولاد مورد استفاده در این پژوهش

| C | Si | Mn | P | S | Cr | Ni | Fe |
|------|------|-----|------|------|------|------|---------|
| 0.47 | 0.28 | 0.7 | 0.04 | 0.02 | 0.95 | 0.37 | Balance |

(ب)

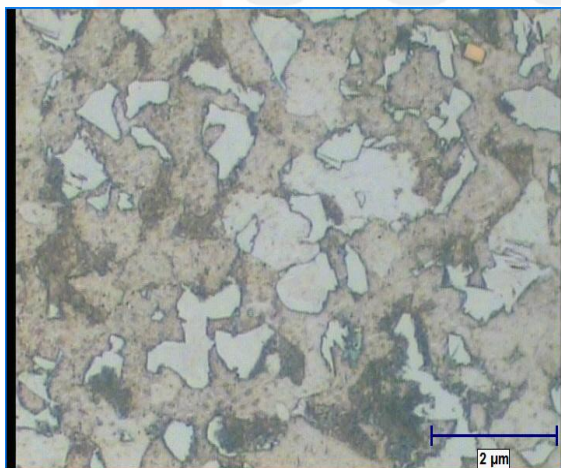


(الف)

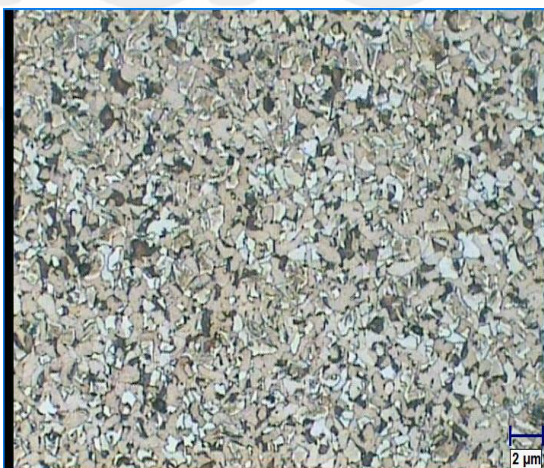


شکل ۱. تصاویر متالوگرافی محلول نایتال. الف) بزرگنمایی ۲۰۰ برابر، ب) بزرگنمایی ۸۰۰ برابر.

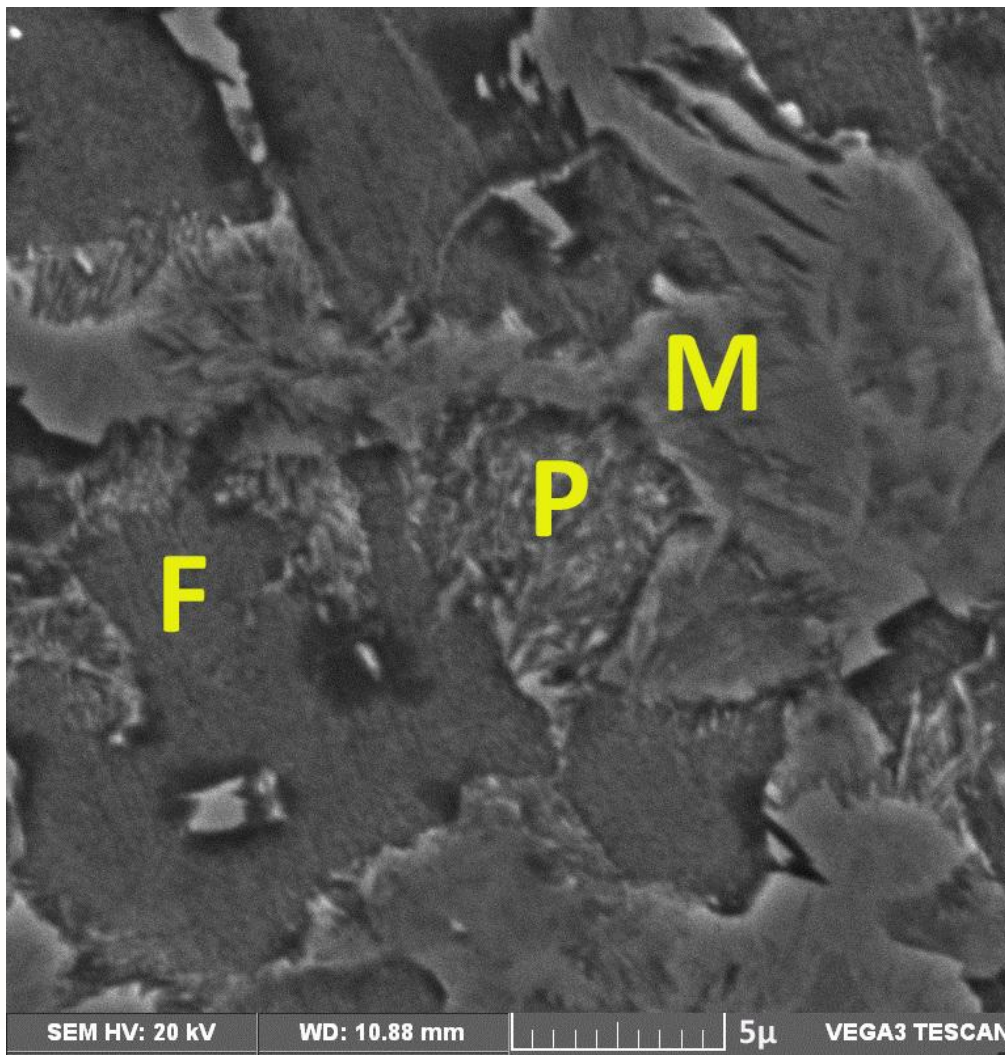
(ب)



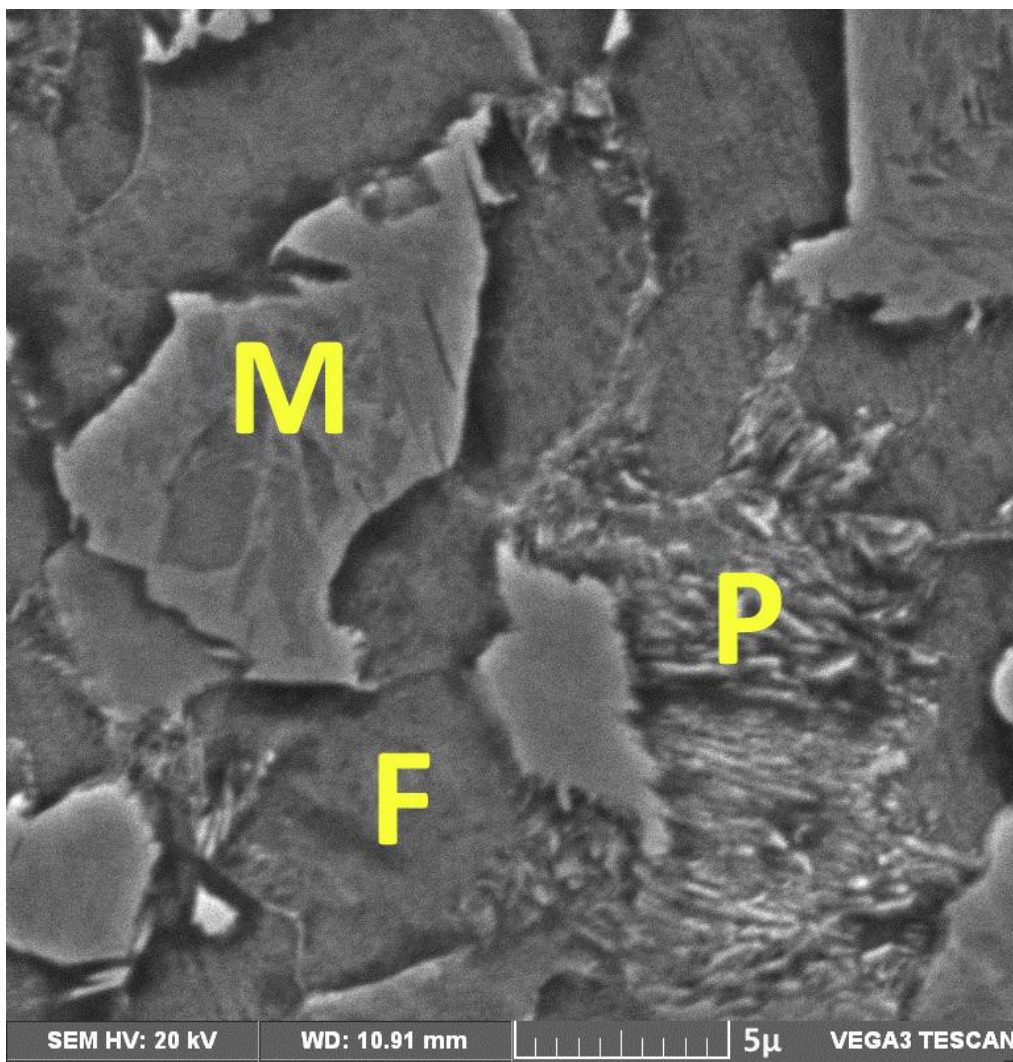
(الف)



شکل ۲. تصاویر متالوگرافی محلول لپرا. الف) بزرگنمایی ۲۰۰ برابر، ب) بزرگنمایی ۸۰۰ برابر.

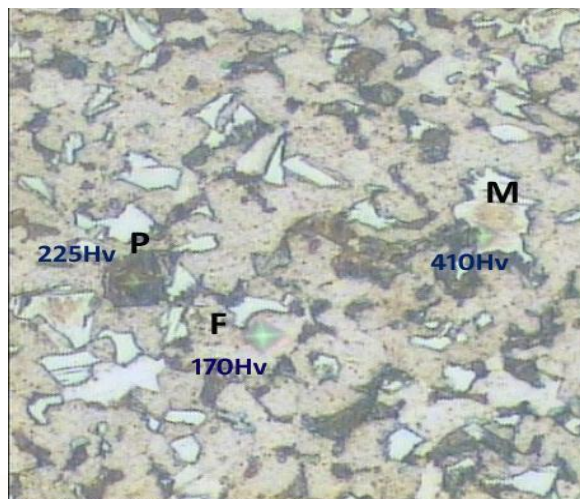


شکل ۳(الف). تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه ی چند فازي.
F : فریت، M : مارتنزیت، P : پرلیت.



شکل ۳(ب). تصویر میکروسکوپ الکترونی روبشی نمونه‌ی چند فازي.

F : فریت، M : مارتنزیت، P : پرلیت.



شکل ۴. تصویر اثر ریز سختی سنجی فازها.

F : فریت، M : مارتنزیت، P : پرلیت.

iMat
Conference 2014