

Influence of Nitrogen Addition and Q&P Heat Treatment on the Microstructure and Tensile Properties of X12Cr13 Stainless Steel

Ahmad Nazari^{1*}, Behrouz Ghasemi²

¹ Ph.D. Graduate, Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran.

² Associate Professor, Faculty of Materials and Metallurgical Engineering, Semnan University, Semnan, Iran.

Abstract: Quenching and partitioning (Q&P) offers a route to combine strength and ductility in martensitic stainless steels (MSSs) through carbon- and nitrogen-stabilized austenite. In this work, two X12Cr13 steels containing 0.005% (steel A) and 0.13% (steel B) nitrogen were Q&P treated with partitioning at 370 and 450 °C and a range of initial quenching temperatures (T_q). The stabilized austenite fraction rose to a maximum and then fell with increasing T_q . Raising the nitrogen content lowered M_s and M_f by about 62 °C, shifted the optimum T_q from 270 to 210 °C and increased the maximum stabilized austenite from 13.4 to 15.9%. Compared with steel A, steel B (partitioned at 370 °C) showed a 14% higher tensile strength (1342 vs. 1178 MPa) and a 7% higher elongation (19.6 vs. 18.3%), attributed to austenite stabilization via the TRIP effect together with grain refinement and nitride/carbonitride strengthening.

Keywords: Quenching and partitioning (Q&P); Stabilized austenite; Martensitic stainless steel (MSS); Nitrogen; Tensile properties

1- Introduction

Stainless steels with 13% Cr are widely used for turbine blades, valves, shafts [1]. Nitrogen additions refine the prior-austenite grains, replace $M_{23}C_6$ by M_2N and raise strength and hardness [2,3]. Q&P, produces a multiphase martensite–austenite microstructure in which austenite is enriched in interstitials (C, N) during partitioning and retained at room temperature; it then improves ductility and toughness through the TRIP effect [4]. Despite this, the combined effect of nitrogen and Q&P parameters on stabilized austenite and tensile behavior of 13% Cr martensitic stainless steels has not been clarified, since nitrogen studies mostly concern austenitic and duplex grades [5]. This work therefore examines the effect of nitrogen content, initial quenching temperature and partitioning temperature on the stabilized austenite fraction, its C/N enrichment and the resulting tensile properties.

2- Experimental Procedure

X12Cr13 steel was used as base material. Nitrogen was introduced by adding 170 g of low-carbon nitrogen-bearing ferrochrome (65.6% Cr, 7.0% N) to 7 kg of AISI 410 scrap in a vacuum induction furnace (VIM); A contained 0.005% N (0.129% C, 12.41% Cr) and steel B 0.13% N (0.121% C, 13.01% Cr), the N levels being chosen from the ASTM A479 limit (0.03%) and the N solubility limit (about 0.2%). Critical temperatures were determined by dilatometry and empirical equations [6]. Samples of each steel were Q&P treated with partitioning at 370 and 450 °C. Tensile tests followed ASTM A370 at room temperature (Zwick Z1600E, 120 t). Sample codes: A15/A25 (0.005% N, T_q = 270 °C) and B15/B25 (0.13% N, T_q = 210 °C), where 15 and 25 denote partitioning at 370 and 450 °C.

3- Results and Discussion

3-1- Microstructure (EBSD)

EBSD gave 9.8% austenite for steel A (T_q = 270 °C) and 11.5% for steel B (T_q = 210 °C), both partitioned at 370 °C, i.e., the same ranking as XRD (13.4 and 15.9%). The lower EBSD values are attributed to very fine austenite grains below the EBSD resolution [5]. Steel B had a finer mean grain size and a smaller share of coarse grains, which is ascribed to nitride/carbonitride pinning of grain boundaries [11].

3-2- Tensile properties

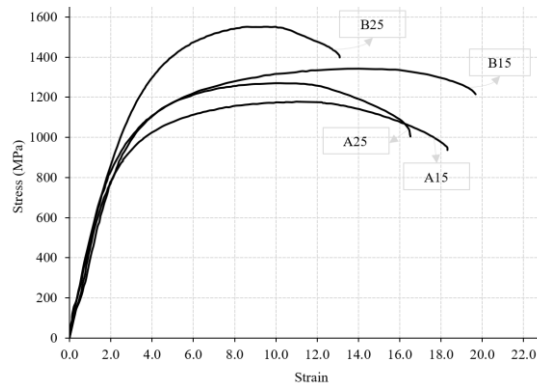
Table 1 and Fig. 1 summarize the tensile results together with the XRD austenite fraction (γ). Within each steel, the sample with more stabilized austenite (A15, B15) had lower yield strength but higher elongation than its 450 °C counterpart (A25, B25), since TRIP-induced gradual transformation of austenite to martensite raises the work-hardening rate, delays necking and increases elongation [11]. The higher UTS of A25 and B25 is attributed to more martensite and to carbide/nitride particles obstructing dislocations, at the expense of ductility. Contrary to most Q&P reports, where more austenite gives higher ductility but lower strength [8], the nitrogen-alloyed steel improved both.

* Corresponding author. Email: a.nazari@semnan.ac.ir

Table 1. Stabilized austenite (γ) and tensile properties of the Q&P-treated samples.

Sample	γ (%)	$R_{p0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	El (%)	Z (%)
A15	13.4	738	1178	18.3	47.2
A25	12.1	760	1270	16.5	43.6
B15	15.9	1053	1342	19.6	40.8
B25	15.1	1089	1551	13.1	25.1

Comparing B15 with A15, R_m rose by 14% (1178 to 1342 MPa), $R_{p0.2}$ by about 43% (738 to 1053 MPa) and elongation by 7% (18.3 to 19.6%), while reduction of area decreased (47.2 to 40.8%). Nitrogen therefore acts twofold: it increases the stabilized austenite fraction and, through grain refinement (Hall–Petch) and nitride/carbonitride strengthening, compensates the strength loss caused by extra austenite [11].

**Fig. 1.** Stress–strain curves (strain in %) of A15, A25, B15 and B25.

4- Conclusions

- (1) XRD showed a maximum stabilized austenite of 15.9% in the 0.13% N steel versus 13.4% in the 0.005% N steel (partitioning at 370 °C); the optimum T_q decreased from 270 to 210 °C because nitrogen lowers M_s and M_f by about 62 °C.
- (2) Raising the partitioning temperature from 370 to 450 °C reduced the stabilized austenite in both steels, owing to less C and N available for enrichment.
- (3) More stabilized austenite lowered yield strength and raised elongation via TRIP. Nitrogen gave simultaneous gains in strength and ductility, and B15 showed the best strength–elongation balance.

References

- [1] Isfahany, A.N., Saghaian, H., Borhani, G., The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel, *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 509, pp. 3931-3936, (2011).
- [2] Fan, R., Gao, M., Ma, Y., et al., Effects of heat treatment and nitrogen on microstructure and mechanical properties of 1Cr12NiMo martensitic stainless steel, *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 28, pp. 1059-1066, (2012).
- [3] Feng, H., et al., Influence of nitrogen on corrosion behaviour of high nitrogen martensitic stainless steels manufactured by pressurized metallurgy, *Corrosion Science*, vol. 144, pp. 288-300, (2018).
- [4] De Cooman, B.C., Speer, J.G., Quench and partitioning steel: a new AHSS concept for automotive anti-intrusion applications, *Steel Research International*, vol. 77, pp. 634-640, (2006).
- [5] Mola, J., De Cooman, B.C., Quenching and partitioning (Q&P) processing of martensitic stainless steels, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 946-967, (2013).
- [6] Godbole, K., Das, C., Joardar, J., et al., Toughening of AISI 410 stainless steel through quenching and partitioning and effect of prolonged aging on microstructure and mechanical properties, *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, pp. 3377-3383, (2020).
- [7] Koistinen, D.P., A general equation prescribing extent of austenite-martensite transformation in pure Fe-C alloys and plain carbon steels, *Acta Metallurgica*, vol. 7, pp. 50-60, (1959).
- [8] Sierra-Soraluce, A., et al., Effect of microstructure on tensile properties of quenched and partitioned martensitic stainless steels, *Materials Science and Engineering: A*, vol. 864, p. 144540, (2023).
- [9] Svyazhin, A., Kaputkina, L., Smarygina, I., Kaputkin, D., Nitrogen steels and high-nitrogen steels: industrial technologies and properties, *Steel Research International*, vol. 93, p. 2200160, (2022).
- [10] Masumura, T., Tsuchiyama, T., Effect of carbon and nitrogen on work-hardening behavior in metastable austenitic stainless steel, *ISIJ International*, vol. 61, pp. 617-624, (2021).
- [11] Tsuchiyama, T., Tsugumi, K., Ma, T., Masumura, T., Ono, Y., Nitrogen-enhanced temperature dependence of grain refinement strengthening in austenitic stainless steel, *Steel Research International*, vol. 94, p. 2200428, (2023).

فولاد زنگ‌زن X12Cr13

احمد نظری^{۱*}؛ بهروز قاسمی^۲

^۱ دانش آموخته دکتری مهندسی مواد و متالورژی؛ دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه سمنان

^۲ دانشیار؛ دانشکده مهندسی مواد و متالورژی، دانشگاه سمنان

چکیده

فرآیند عملیات حرارتی کوئنچ پارتیشن‌بندی به‌عنوان یکی از روش‌های جدید حرارتی در اصلاح ریزساختار، زمینه دستیابی به ترکیبی مناسبی از استحکام و شکل‌پذیری را در فولادهای زنگ‌زن مارتنزیتی فراهم می‌آورد. در تحقیق حاضر، نقش افزودن نیتروژن و تغییر پارامترهای فرآیند عملیات حرارتی کوئنچ پارتیشن‌بندی بر میزان آستنیت پایدارشده و خواص مکانیکی فولاد زنگ‌زن با ۱۳ درصد کروم مورد ارزیابی قرار گرفت. بر اساس نتایج به‌دست‌آمده، افزایش مقدار نیتروژن از ۰.۰۰۵ به ۰.۱۳ درصد منجر به افزایش بیشینه آستنیت پایدارشده از ۱۳.۴ به ۱۵.۹ درصد شد. این افزایش را می‌توان ناشی از اثر متقابل نیتروژن و کربن در فرآیند غنی‌سازی و تثبیت فاز آستنیت در حین عملیات پارتیشن‌بندی دانست. همچنین نتایج آزمون کشش بیانگر آن بود که با افزایش نیتروژن به ۰.۱۳ درصد، استحکام کششی و درصد ازدیاد طول به‌ترتیب در حدود ۱۴ و ۷ درصد نسبت به نمونه با نیتروژن پایین‌تر افزایش یافته است که نشان‌دهنده بهبود هم‌زمان استحکام و شکل‌پذیری است.

کلمات کلیدی: کوئنچ پارتیشن‌بندی، آستنیت پایدارشده، فولاد زنگ‌زن مارتنزیتی، خواص مکانیکی

Influence of Nitrogen Addition and Q&P Heat Treatment on the Microstructure and Tensile Properties of X12Cr13 Stainless Steel

Quenching and partitioning (Q&P) heat treatment comprises thermal processes to achieve desired microstructures and mechanical properties in 13% chromium martensitic stainless steel (MSSs). This study investigates the effect of nitrogen addition and Q&P heat treatment parameters on the fraction of stabilized austenite phase and the mechanical properties optimization of 13% chromium stainless steel. The results showed that increasing the initial quenching temperature led to a rise in stabilized austenite fraction, reaching a maximum before decreasing at higher temperatures. Furthermore, with increasing nitrogen content from 0.005 to 0.13%, the maximum fraction of stabilized austenite increased from 13.4 to 15.9%, attributed to the synergistic effect of nitrogen and carbon on the stability and enrichment of stabilized austenite. The tensile testing results of the heat-treated samples showed that by increasing the nitrogen content to 0.13%, the tensile strength enhanced by 14% and the deformability increased by 7% compared to the sample containing 0.005% nitrogen.

Keywords: Quenching and partitioning (Q&P); Stabilized austenite; Martensitic stainless steel (MSS);

Mechanical properties

فولاد زنگ‌نزن حاوی ۱۳ درصد کروم به‌طور گسترده در صنایع مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد. از جمله کاربردهای مهم این فولاد می‌توان به ساخت پره‌های توربین، انواع شیرآلات صنعتی، شفت‌ها، مخازن نگهدارنده، واحدهای تقطیر، اجزای کوره‌ها، تجهیزات پالایشگاهی، تأسیسات فولادسازی و همچنین قالب‌های مورد استفاده در صنعت پلاستیک اشاره کرد [۱-۳]. در میان فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی، گریدهای AISI410 و AISI420 از پرکاربردترین انواع محسوب می‌شوند. با این حال، حضور فازهای نامطلوبی نظیر فریت دلتا که می‌تواند منجر به افت استحکام، کاهش چقرمگی و تضعیف مقاومت به خوردگی شود، از چالش‌های اصلی این فولادها به‌شمار می‌آید. افزون بر این، رسوب کاربیدهای مرز دانه‌ای از نوع $M_{23}C_6$ ، به‌ویژه در دماهای بالا، موجب افت خواص مکانیکی و کاهش مقاومت به خوردگی می‌گردد. از این‌رو، اعمال کنترل دقیق بر فرآیند عملیات حرارتی شامل آستنیت‌سازی، کوئنچ و تمپر اهمیت ویژه‌ای دارد. به‌منظور بهبود عملکرد این فولادها، راهکارهایی نظیر بهینه‌سازی ترکیب شیمیایی، کاهش میزان کربن، افزایش نیتروژن و بهره‌گیری از فرآیند کوئنچ پارتیشن‌بندی (Q&P) پیشنهاد شده است [۴-۶]. Fan و همکاران [۷] گزارش کردند که افزودن نیتروژن به فولاد زنگ‌نزن مارتنزیتی 1Cr12NiMo موجب محدود شدن رشد دانه‌های آستنیت اولیه، بهبود مورفولوژی لایه‌های مارتنزیتی و در نهایت افزایش استحکام و سختی می‌شود. افزایش خواص مکانیکی در مقادیر بالاتر نیتروژن به نقش مفید رسوبات نیتريدی نسبت داده شد که با مهار رشد دانه‌ها و ریزتر شدن ریزساختار همراه است. Feng و همکاران [۸] نیز اثر نیتروژن بر ریزساختار و رفتار خوردگی فولاد زنگ‌نزن مارتنزیتی را مورد بررسی قرار دادند. نتایج آن‌ها نشان داد افزایش نیتروژن منجر به کاهش مقدار δ فریت، تغییر در نوع و کسر رسوبات، اصلاح اندازه دانه‌های آستنیت و جایگزینی کاربیدهای $M_{23}C_6$ با نیتريدیهای M_2N می‌شود. در مطالعه‌ای دیگر، Kudryavtsev و همکاران [۹] تأثیر افزودن نیتروژن بر ساختار و خواص مکانیکی فولاد کروم‌دار ۱۲ درصد با ریزساختار مارتنزیتی-فریتی را ارزیابی کردند. نتایج بیانگر آن بود که نیتروژن نقش قابل‌توجهی در بهبود خواص مکانیکی و مقاومت حرارتی دارد؛ به‌گونه‌ای که فولاد حاوی ۰.۰۶۱ درصد وزنی نیتروژن بیشترین سطح خواص مکانیکی را نشان داد، در حالی که کاهش مقدار نیتروژن به ۰.۰۱۷ درصد وزنی موجب افزایش شکل‌پذیری فولاد شد.

عملیات حرارتی کوئنچ-پارتیشن‌بندی (Q&P) به‌عنوان یکی از روش‌های نوین عملیات حرارتی، رویکردی امیدوارکننده برای تولید فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی با خواص مکانیکی برتر به‌شمار می‌آید. این فرآیند با هدف ایجاد ریزساختاری چندقازی متشکل از آستنیت و مارتنزیت طراحی شده است. از آنجا که Q&P امکان افزایش هم‌زمان استحکام و شکل‌پذیری را فراهم می‌کند، در ابتدا برای تولید ورق‌های فولادی حاوی آستنیت پایدار توسعه یافت [۱۰، ۱۱]. به‌منظور دستیابی به ساختاری یکنواخت و کاملاً آستنیتی، نمونه ابتدا تا دمایی بالاتر از A3 آستنیت می‌شود و سپس به‌سرعت تا محدوده دمایی بین شروع و پایان تشکیل مارتنزیت (M_s و M_f) کوئنچ می‌گردد. در ادامه، برای توزیع عناصر بین‌نشینی نظیر C، N و B در فاز آستنیت، مرحله پارتیشن‌بندی با نگهداری نمونه در دمایی اندکی بالاتر از M_s انجام می‌شود. در پایان، با کوئنچ سریع پس از پارتیشن‌بندی، آستنیت در ریزساختار پایدار می‌گردد. حضور آستنیت پایدارشده از طریق اثر TRIP منجر به بهبود چقرمگی و افزایش شکل‌پذیری فولاد می‌شود [۱۱-۱۳]. مرور مطالعات پیشین نشان می‌دهد که بررسی اثر نیتروژن و عملیات حرارتی Q&P در این دسته از فولادها همچنان با خلأهای پژوهشی قابل‌توجهی همراه است. اغلب تحقیقات بر نقش نیتروژن در فولادهای آستنیتی و دوفازی متمرکز بوده و مطالعه رفتار آن در فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی، به‌ویژه نوع حاوی ۱۳ درصد کروم، بسیار محدود گزارش شده است و اثرات نیتروژن بر مهار رشد دانه، استحکام‌بخشی ناشی از تشکیل نیتريدیها، کنترل مورفولوژی مارتنزیت، کاهش دمای M_s و پیامدهای آن بر خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی به‌طور جامع تبیین نشده است. از سوی دیگر، مطالعات محدودی به پایداری آستنیت پایدار شده و ارتباط آن با خواص مکانیکی پرداخته‌اند. علاوه بر این، اثر هم‌زمان نیتروژن و عملیات Q&P بر رفتار مکانیکی فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی هنوز به‌طور کامل شناخته نشده است.

بر این اساس، پژوهش حاضر به بررسی تأثیر افزودن نیتروژن و پارامترهای فرآیند کوئنچ-پارتیشن‌بندی، شامل دماهای مختلف کوئنچ اولیه و دماهای متفاوت پارتیشن‌بندی، بر مقدار آستنیت پایدارشده، تغییرات غلظت نیتروژن و کربن در آستنیت پایدار و همچنین تحول خواص مکانیکی نمونه‌های فولادی می‌پردازد.

۲- روش انجام آزمایش‌ها

مواد اولیه این تحقیق از تولیدات فولاد زنگ‌نزن X12Cr13 شرکت مجتمع صنعتی اسفراین تهیه شد. به‌منظور تولید فولاد ۱۳ درصد کروم نیتروژن‌دار، از فروکروم کم‌کربن نیتروژن‌دار به‌عنوان منبع افزودن نیتروژن استفاده گردید. برای ورود نیتروژن به مذاب و دستیابی به ترکیب شیمیایی یکنواخت، فروکروم نیتروژن‌دار کم‌کربن به شارژ قراضه فولادی در یک کوره القایی تحت خلأ افزوده شد. ترکیب شارژ شامل ۷

کیلوگرم قراضه فولادی AISI 410 و ۱۷۰ گرم فروکروم نیتروژن دار کم کربن بود. مذاب نیتروژن دهی شده در کوره ذوب القایی تحت خلأ (VIM) در قالب گرافیتی ریخته گری شد و نمونه ای با ابعاد تقریبی ۱۰۰×۶۰ میلی متر و طول ۱۵۰ میلی متر به دست آمد. آنالیز شیمیایی نهایی نمونه فولادی A (حاوی ۰,۰۰۵ درصد نیتروژن) و نمونه فولادی B (حاوی ۰,۱۳ درصد نیتروژن) بر حسب درصد وزنی مطابق استاندارد EN10088-3 در جدول ۱ ارائه شده است. مقادیر نیتروژن در این دو نمونه بر اساس حداکثر مقدار مجاز استاندارد ASTM A479 (۰,۰۳ درصد) و همچنین حد بالای حلالیت نیتروژن در فولاد (حدود ۰,۲ درصد) انتخاب گردید. همچنین آنالیز فروکروم نیتروژن دار کم کربن مورد استفاده در این تحقیق در جدول ۲ آمده است.

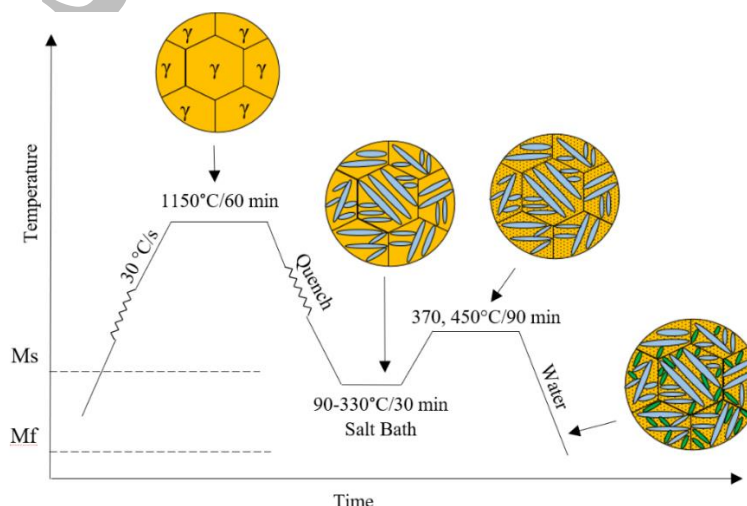
جدول ۱: ترکیب شیمیایی فولاد زنگ نزن X12Cr13 کروم حاوی ۰,۰۰۵ و ۰,۱۳٪ نیتروژن (درصد وزنی)

نمونه	C	Si	Mn	P	S	Cr	N	Fe
A	۰,۱۲۹	۰,۱۵۱	۰,۳۵۷	۰,۰۱۲	۰,۰۰۳	۱۲,۴۱	۰,۰۰۵	Bal.
B	۰,۱۲۱	۰,۱۸۲	۰,۳۶۳	۰,۰۱۳	۰,۰۰۶	۱۳,۰۱	۰,۱۳۰	Bal.

جدول ۲: ترکیب شیمیایی فروکروم نیتروژن دار کم کربن (درصد وزنی)

Cr	N	C	Si	P	S	Fe
۶۵,۶۰	۷,۰۰	۰,۰۴	۰,۹۰	۰,۰۴	۰,۰۳	Bal.

به منظور حذف ساختار ریختگی و افزایش یکنواختی ترکیب شیمیایی و ریزساختار، شمش های ریخته گری شده فولاد زنگ نزن حاوی ۰,۰۰۵ و ۰,۱۳ درصد نیتروژن تحت نورد گرم قرار گرفتند. در ادامه، برای انجام عملیات حرارتی، دماهای بحرانی هر دو ترکیب فولاد ۱۳ درصد کروم با استفاده از آزمون دیلاتومتری و همچنین روابط تجربی تعیین شد [۱۴]. به منظور انحلال حداکثری رسوبات موجود، اصلاح اندازه دانه ها و افزایش همگنی ترکیب شیمیایی پیش از اجرای سیکل کوئنچ-پارتیشن بندی، تمامی نمونه ها تحت عملیات آنیل همگن سازی دومرحله ای قرار گرفتند. برای بررسی اثر پارامترهای مختلف عملیات حرارتی Q&P بر خواص مکانیکی فولاد حاوی نیتروژن، نمونه ها در دو گروه با دماهای پارتیشن بندی ۳۷۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد و دماهای مختلف کوئنچ اولیه (Tq) عملیات حرارتی شدند. دماهای کوئنچ اولیه بر اساس دماهای Ms و Mf و با استفاده از روابط محاسباتی تعیین گردید. همچنین دماهای پارتیشن بندی با توجه به حداقل انرژی لازم برای تحرک و نفوذ عناصر بین نشینی کربن و نیتروژن در ریزساختار و با در نظر گرفتن دمای Ms انتخاب شدند [۱۵]. به منظور ارزیابی تأثیر دماهای پارتیشن بندی ۳۷۰ و ۴۵۰ درجه سانتی گراد بر خواص مکانیکی، از هر ترکیب فولادی هفت نمونه تهیه شد؛ به طوری که نمونه های فولاد A (با اندیس ۱) و فولاد B (با اندیس ۲) برای اجرای عملیات Q&P آماده سازی شدند. برای هر سری، هفت دمای مختلف کوئنچ اولیه در نظر گرفته شد؛ به گونه ای که نمونه های A در بازه ۱۵۰ تا ۳۷۰ درجه سانتی گراد و نمونه های B در بازه ۹۰ تا ۲۷۰ درجه سانتی گراد کوئنچ شدند. شکل ۱ چرخه عملیات حرارتی کوئنچ-پارتیشن بندی مربوط به نمونه های A و B را نشان می دهد.



شکل ۱: سیکل عملیات حرارتی کوئنچ پارتیشن بندی مربوطه به نمونه های A و B

یکی از دقیق‌ترین روش‌ها برای برآورد میزان آستنیت موجود در فولاد، استفاده از پراش پرتو ایکس (XRD) است. در این پژوهش مقدار آستنیت پدیدار شده با استفاده از دستگاه BRUKER D8 ADVANCE مجهز به تیوب مسی اندازه‌گیری شد. آزمون XRD بر روی نمونه‌های کوئنچ-پارتیشن‌بندی‌شده در بازه زاویه‌ای 2θ برابر با 40° تا 100° درجه، با گام زاویه‌ای 0.02° درجه و زمان تابش 5 ثانیه انجام گرفت. به‌منظور تعیین پارامتر شبکه آستنیت و شناسایی فازها، صفحات (۰۱۱) و (۰۰۲) به‌عنوان بازتاب‌های مربوط به مارتنزیت و صفحات (۱۱۱) و (۱۱۳) به‌عنوان بازتاب‌های متناظر با آستنیت در نظر گرفته شد. درصد حجمی آستنیت پدیدار شده نیز با استفاده از روش ریتولد و با کمک نرم افزار HighScore Plus محاسبه گردید [۱۶]. برای صحت‌گذاری نتایج حاصل از XRD در شناسایی ساختار بلوری و تعیین کسر حجمی فازها، آنالیز پراش الکترون بازگشتی (EBSD) با استفاده از سامانه DIGIVIEW (step size: $40\ \mu\text{m}$)، ولتاژ $20\ \text{kV}$ و فاصله کاری ($20\ \text{mm}$) متصل به میکروسکوپ الکترونی نشر میدان آزمایشگاه مرکزی دانشگاه صنعتی اصفهان انجام شد. در بخش ارزیابی خواص مکانیکی، آزمون کشش برای بررسی رفتار مکانیکی نمونه‌های عملیات حرارتی‌شده به کار گرفته شد. این آزمون در دمای محیط و مطابق استاندارد ASTM A370 با استفاده از دستگاه کشش Z1600E با ظرفیت 120 تن ساخت شرکت ZwickRoell انجام گرفت و داده‌های حاصل برای تحلیل رفتار مکانیکی نمونه‌ها مورد استفاده قرار گرفت.

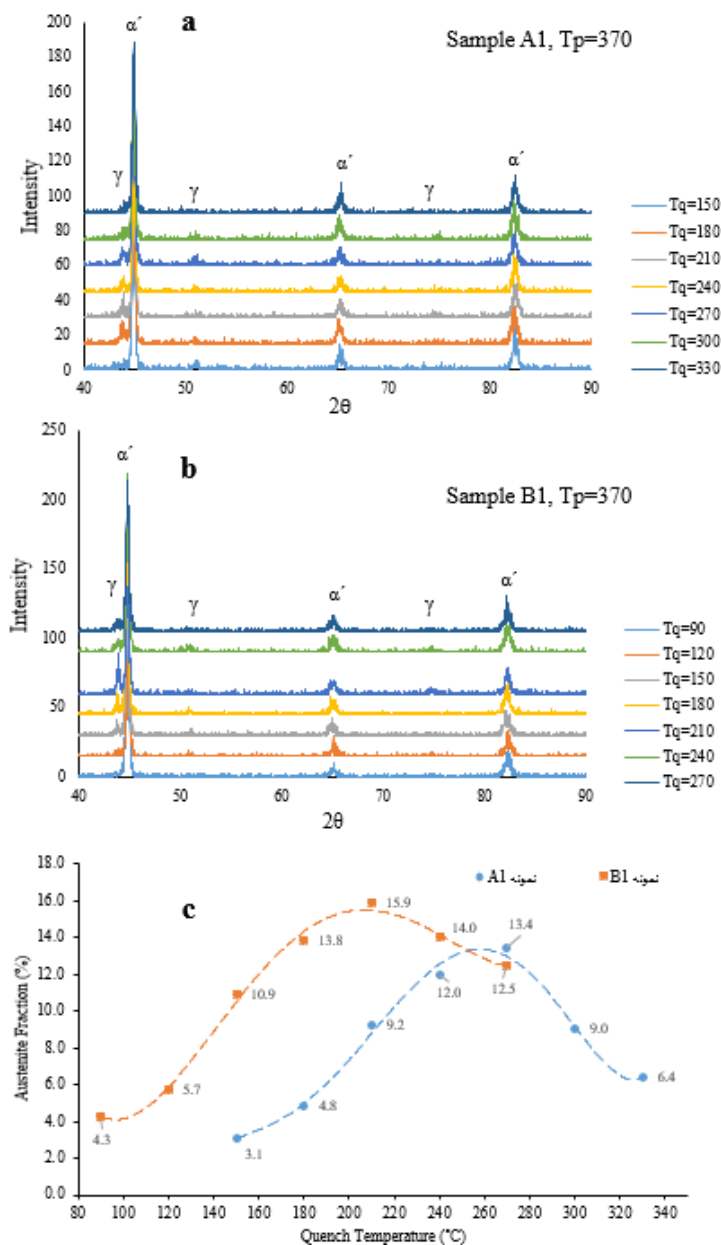
۳- نتایج و بحث

۳-۱- آنالیز پراش اشعه ایکس نمونه‌های عملیات حرارتی شده

به‌منظور برآورد میزان آستنیت پدیدار شده در فولاد زنگ‌نزن 13 درصد کروم حاوی 0.005% و 0.13% درصد نیتروژن پس از عملیات حرارتی کوئنچ-پارتیشن‌بندی، از روش ریتولد استفاده شد. شکل ۲ الگوهای پراش پرتو ایکس نمونه‌های Q&P مربوط به هر دو ترکیب فولادی را در دماهای مختلف کوئنچ اولیه و در دمای پارتیشن‌بندی 370°C درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. مطابق شکل ۲-a، در نمونه A (حاوی 0.005% درصد نیتروژن) با افزایش دمای کوئنچ اولیه از 150°C تا 330°C درجه سانتی‌گراد، مقدار آستنیت پدیدار شده ابتدا افزایش یافته و در حدود 270°C درجه سانتی‌گراد به بیشینه مقدار خود می‌رسد، سپس کاهش پیدا می‌کند. بیشترین مقدار آستنیت پدیدار شده در این فولاد در دمای کوئنچ 270°C درجه سانتی‌گراد و پارتیشن‌بندی 370°C درجه سانتی‌گراد برابر 13.4% درصد به‌دست آمد. رفتاری مشابه در نمونه حاوی 0.13% درصد نیتروژن مشاهده شد؛ به‌طوری‌که با افزایش دمای کوئنچ اولیه از 90°C تا 270°C درجه سانتی‌گراد، مقدار آستنیت پدیدار شده ابتدا افزایش یافته و در حدود 210°C درجه سانتی‌گراد به مقدار بیشینه 15.9% درصد رسید (شکل ۲-b). افزایش آستنیت پدیدار شده با افزایش دمای کوئنچ اولیه را می‌توان بر اساس رابطه Koistinen-Marburger تبیین کرد؛ به‌گونه‌ای که با افزایش دمای کوئنچ، کسر آستنیت باقیمانده پیش از مرحله پارتیشن‌بندی افزایش می‌یابد [۱۷]. در نتیجه، با افزایش مقدار آستنیت اولیه، میزان آستنیت قابل پیدارسازی در مرحله پارتیشن‌بندی نیز بیشتر می‌شود. با این حال، در دمای کوئنچ اولیه بیشتر از دمای 270°C و 210°C مقدار آستنیت اولیه بوجود آمده در لحظه کوئنچ اولیه به حدی می‌رسد که امکان پیدارسازی کافی توسط کربن و نیتروژن در دسترس در مرحله پارتیشن‌بندی وجود ندارد و بنابراین در مرحله نهایی پارتیشن‌بندی و کوئنچ به مارتنزیت تبدیل می‌شود [۱۸].

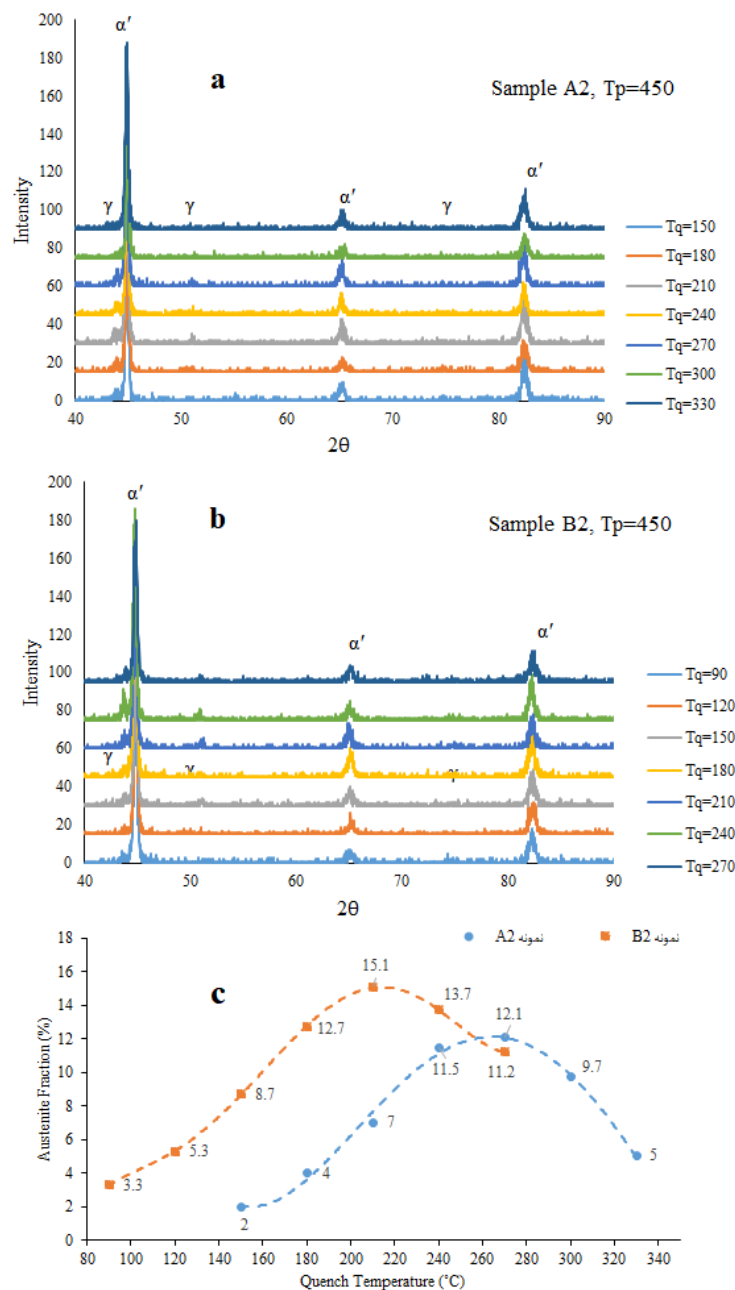
تصویر ۲- تغییرات کسر آستنیت پدیدار شده در نمونه‌های کوئنچ-پارتیشن‌بندی‌شده در دمای 370°C درجه سانتی‌گراد را که از آنالیز پراش پرتو ایکس و روش Rietveld refinement به‌دست آمده است، نشان می‌دهد. روند سهمی‌شکل نمودار آستنیت پدیدار شده بر حسب دمای کوئنچ اولیه بیانگر آن است که با افزایش دمای کوئنچ تا مقدار بهینه (270°C درجه سانتی‌گراد برای نمونه A و 210°C درجه سانتی‌گراد برای نمونه B)، میزان آستنیت قابل پیدارسازی افزایش می‌یابد. در دماهای بالاتر از این مقادیر، کسر آستنیت اولیه تشکیل‌شده پیش از پارتیشن‌بندی بیش از حد افزایش یافته و مقدار کربن فوق‌اشباع موجود برای غنی‌سازی و تثبیت آن کافی نیست؛ در نتیجه بخشی از آستنیت در مرحله پایانی پارتیشن‌بندی و کوئنچ نهایی مجدداً به مارتنزیت تبدیل می‌شود که از آن به‌عنوان مارتنزیت تمپر نشده یاد می‌شود [۱۹]. همانگونه که در شکل ۲-a مشاهده می‌شود، با افزایش میزان نیتروژن از 0.005% به 0.13% درصد، کسر آستنیت پدیدار شده در تمامی دماهای کوئنچ اولیه افزایش می‌یابد. با این حال، بیشینه آستنیت پدیدار شده در نمونه حاوی 0.13% درصد نیتروژن در دمای کوئنچ اولیه 210°C درجه سانتی‌گراد شکل می‌گیرد، که این نقطه نسبت به نمونه حاوی 0.005% درصد نیتروژن حدود 60°C درجه سانتی‌گراد کاهش یافته است. این کاهش به افت دمای شروع و پایان تشکیل مارتنزیت با افزایش نیتروژن فولاد مرتبط است. مطابق نتایج آزمون دیلاتومتري، افزایش نیتروژن از 0.005% به 0.13% درصد منجر به کاهش دمای شروع استحاله (Ms) و دمای پایان استحاله مارتنزیتی (Mf) به ترتیب 61.84°C و 61.82°C درجه سانتی‌گراد شد. به عبارت دیگر، با افزایش نیتروژن، دماهای Ms و Mf کاهش یافته و نشان‌دهنده اثر مستقیم نیتروژن

بر کاهش دمای استحاله مارتنزیتی است. از آنجا که تبدیل آستنیت به مارتنزیت یک فرآیند برشی و غیرنفوذی است، افزایش نیتروژن موجب افزایش مقاومت آستنیت شده و در نتیجه برای آغاز استحاله به مارتنزیت به درجه فوق‌تبرید بیشتری نیاز است؛ این موضوع به کاهش دمای M_s و M_f منجر می‌شود [۲۰]. با افزایش مقدار نیتروژن، نتایج آزمون XRD نشان می‌دهد کسر فاز آستنیت نسبت به سایر فازها افزایش پیدا می‌کند. این پدیده را می‌توان از دیدگاه متالوژیکی توضیح داد. نخست آنکه، نیتروژن به‌عنوان یک عنصر آستنیت‌زا عمل کرده و موجب کاهش دماهای AC_1 و AC_3 می‌شود؛ به عبارت دیگر، افزایش نیتروژن محدوده پایداری آستنیت را گسترش می‌دهد. بنابراین، در طول عملیات حرارتی و کوئنچ-پارتیشن‌بندی، بخش بیشتری از آستنیت در ساختار پایدار باقی می‌ماند. علاوه بر این، حل شدن نیتروژن در شبکه بلوری آستنیت باعث ایجاد اعوجاج‌های شبکه‌ای و افزایش انرژی لازم برای تغییر فاز می‌شود، که در نتیجه مقاومت آستنیت در برابر تبدیل به مارتنزیت افزایش می‌یابد. همچنین، افزایش سختی کار (work hardening) آستنیت با افزایش نیتروژن مانع از تبدیل فازی تحت اثر تغییرات دما یا اعمال تنش شده و به تثبیت آستنیت کمک می‌کند [۲۱].



شکل ۲: نمودار پراش پرتو ایکس نمونه‌های کوئنچ پارتیشن‌بندی از فولاد زنگ‌زن ۱۳٪ کروم حاوی ۰.۰۰۵٪ و ۰.۱۳٪ نیتروژن در دماهای مختلف کوئنچ اولیه و پارتیشن‌بندی شده در دمای $370^{\circ}C$

تحلیل تغییرات کسر آستنیت پایدار شده در نمونه‌های عملیات حرارتی شده نشان می‌دهد که دمای حداکثر تشکیل آستنیت در فولاد حاوی ۰,۰۰۵ درصد نیتروژن نزدیک به ۲۷۰ درجه سانتی‌گراد است و این مقدار بالاتر از متوسط دمای Ms و Mf نمونه‌ها (۲۳۶,۵ درجه سانتی‌گراد) قرار دارد. در مقابل، در نمونه‌های حاوی ۰,۱۳ درصد نیتروژن، بیشینه آستنیت پایدار شده در حدود ۲۱۰ درجه سانتی‌گراد مشاهده می‌شود که بالاتر از متوسط دمای Ms و Mf آن‌ها (۱۷۴,۷ درجه سانتی‌گراد) قرار گرفته است. به‌منظور بررسی اثر همزمان دمای کوئنچ اولیه و میزان نیتروژن بر مقدار آستنیت پایدار شده، نمونه‌ها تحت فرآیند پارتیشن‌بندی در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد مورد آزمون قرار گرفتند. شکل‌های a-۳ و b-۳ الگوهای پراش پرتو ایکس مربوط به نمونه‌های کوئنچ-پارتیشن‌بندی شده را نشان می‌دهد؛ به‌طوری‌که نمونه‌های فولادی با ۰,۰۰۵ و ۰,۱۳ درصد نیتروژن در بازه دمایی ۱۵۰ تا ۳۳۰ درجه سانتی‌گراد کوئنچ شده و سپس در دمای ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد پارتیشن‌بندی شدند.

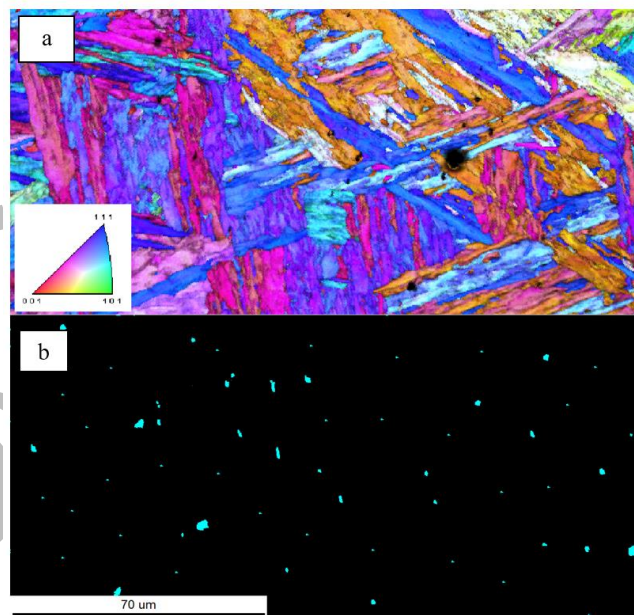


شکل ۳: نمودار پراش پرتو ایکس نمونه‌های کوئنچ پارتیشن‌بندی از فولاد زنگ‌نزن ۰,۱۳٪ کروم حاوی ۰,۰۰۵٪ و ۰,۱۳٪ نیتروژن در دماهای مختلف کوئنچ اولیه و پارتیشن‌بندی شده در دمای ۴۵۰ °C

مطابق شکل ۳-ا، در نمونه‌های عملیات حرارتی شده A با افزایش دمای کوئنچ از ۱۵۰ تا ۳۳۰ درجه سانتی‌گراد، شدت پیک مرتبط با فاز آستنیت افزایش می‌یابد. بیشینه مقدار آستنیت پایداری شده که از طریق آنالیز پراش پرتو ایکس تخمین زده شد، حدود ۱۲٫۱ درصد به دست آمد. شکل ۳-ب تغییرات مشابه را برای نمونه‌های B نشان می‌دهد. همان‌طور که نمودار مشخص می‌کند، با افزایش دمای کوئنچ اولیه، شدت پیک آستنیت نیز افزایش می‌یابد و بیشینه مقدار آن در دمای کوئنچ حدود ۲۱۰ درجه سانتی‌گراد به ۱۵٫۱ درصد رسید. برای نمونه حاوی ۰٫۰۵ درصد نیتروژن، بیشینه آستنیت پایداری شده در دمای کوئنچ ۲۷۰ درجه سانتی‌گراد مشاهده شد. شکل ۳-ج مقادیر آستنیت پایداری شده برای نمونه‌های A و B را پس از کوئنچ در بازه ۹۰ تا ۳۳۰ درجه سانتی‌گراد و پارتیشن‌بندی در ۴۵۰ درجه سانتی‌گراد نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود، با افزایش دمای کوئنچ اولیه، کسر آستنیت پایداری ابتدا افزایش یافته و پس از رسیدن به مقدار بیشینه، کاهش می‌یابد. این کاهش پس از نقطه اوج به دلیل ناکافی بودن کربن موجود در زمینه برای غنی‌سازی آستنیت رخ می‌دهد، که در نهایت منجر به تشکیل مارتنزیت در کوئنچ نهایی پس از پارتیشن‌بندی می‌شود. این روند پیش‌تر در بخش الف نیز مورد بحث قرار گرفت.

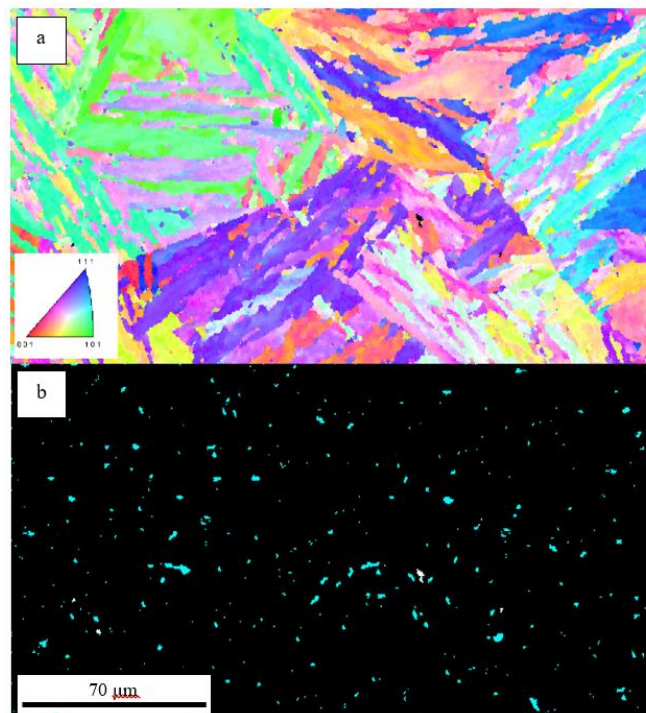
۳-۲- شناسایی ریزساختاری

با توجه به دقت بالای آنالیز EBSD، این تکنیک برای اندازه‌گیری دقیق کسر آستنیت پایداری شده و شناسایی فازهای تشکیل شده در نمونه‌های عملیات حرارتی شده به کار گرفته شد. شکل ۴ میکروگراف EBSD نمونه حاوی ۰٫۰۵ درصد نیتروژن، کوئنچ شده در دمای ۲۷۰ درجه سانتی‌گراد و پارتیشن‌بندی شده در ۳۷۰ درجه سانتی‌گراد را نشان می‌دهد و شامل نقشه جهت‌گیری EBSD با حضور فازهای آستنیت و مارتنزیت و همچنین نقشه فاز آستنیت می‌باشد. نتایج به دست آمده از EBSD نشان داد که کسر آستنیت پایداری شده در این نمونه حدود ۹٫۸ درصد است؛ این مقدار در مقایسه با برآورد حاصل از آنالیز XRD که ۱۳٫۴ درصد گزارش شده بود، اختلافی معادل ۳٫۶ درصد دارد. با توجه به اینکه نمونه‌ها با روش الکتروپولیش و تحت کنترل دقیق آماده شدند تا احتمال تبدیل آستنیت به مارتنزیت ناشی از تنش‌های مکانیکی کاهش یابد، این اختلاف عمدتاً به دلیل وجود دانه‌های بسیار ریز آستنیت است که اندازه آن‌ها کمتر از رزولوشن EBSD بوده و در نقشه ثبت نمی‌شوند. چنین تفاوت‌هایی در تحقیقات مشابه نیز گزارش شده است [۲۲].



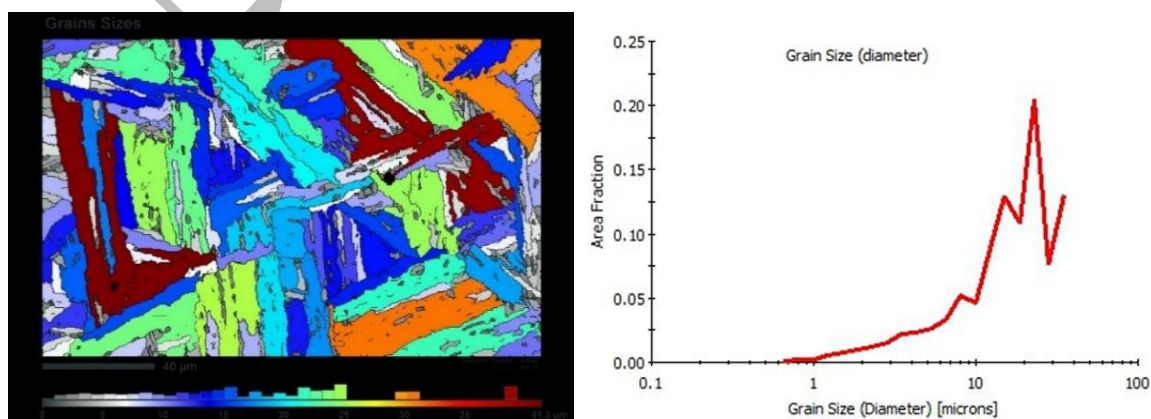
شکل ۴: تصویر میکروگراف EBSD نمونه حاوی ۰٫۰۵٪ نیتروژن کوئنچ شده در دمای ۲۷۰ °C و پارتیشن بندی شده در دمای ۳۷۰ °C. (a) نقشه جهت گیری EBSD با حضور آستنیت و مارتنزیت (b) نقشه فاز آستنیت EBSD

تصویر ۵ میکروگراف EBSD مربوط به نمونه حاوی ۰٫۱۳٪ نیتروژن را که در دمای ۲۱۰ °C کوئنچ و در دمای ۳۷۰ °C پارتیشن‌بندی شده است، نمایش می‌دهد؛ این شکل همچنین نقشه جهت‌گیری شامل فازهای آستنیت و مارتنزیت و نیز نقشه فازی آستنیت حاصل از آنالیز EBSD را در بر می‌گیرد.



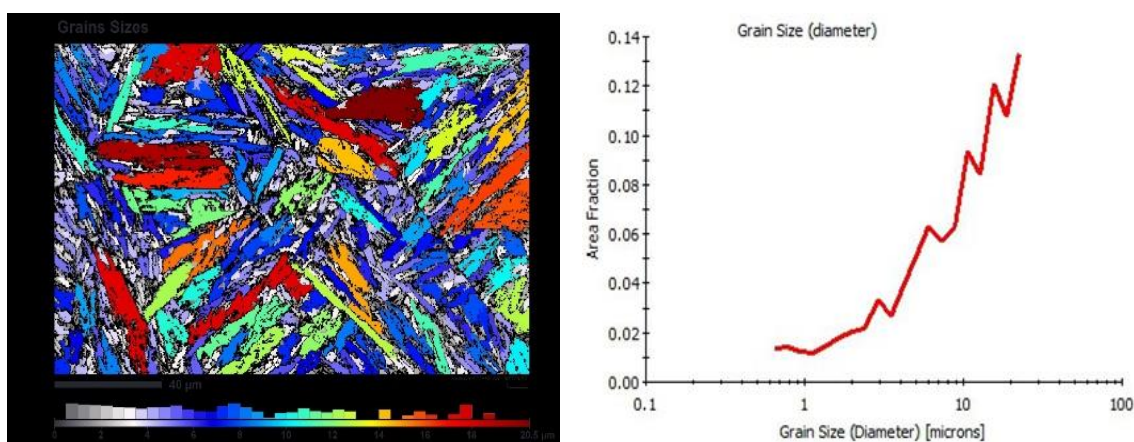
شکل ۵: تصویر میکروگراف EBSD نمونه حاوی ۰.۱۳٪ نیتروژن کوئنچ شده در دمای 210°C و پارتیشن بندی شده در دمای 370°C (a) نقشه جهت گیری EBSD با حضور آستنیت و مارتنیت (b) نقشه فاز آستنیت EBSD

نتایج حاصل از تحلیل تصاویر EBSD نشان داد که کسر آستنیت پایداری شده در این نمونه حدود ۱۱.۵ درصد است، در حالی که مقدار برآورد شده از طریق آزمون پراش پرتو ایکس حدود ۱۵.۹ درصد به دست آمد. اختلاف میان مقادیر حاصل از XRD و EBSD را می توان به محدودیت تفکیک پذیری فضایی در تکنیک EBSD و نیز حساسیت نتایج به کیفیت آماده سازی متالوگرافی نمونه های عملیات حرارتی شده نسبت داد. در ادامه، بررسی توزیع اندازه دانه بر اساس داده های EBSD انجام شد. شکل های ۶ و ۷ به ترتیب میکروگراف های EBSD به همراه نمودار تغییرات کسر سطحی اندازه دانه برای نمونه های حاوی ۰.۰۰۵ و ۰.۱۳ درصد نیتروژن را نشان می دهند که به ترتیب در دماهای 270°C و 210°C درجه سانی گراد کوئنچ شده اند. همان گونه که از مقایسه این تصاویر دریافت می شود، میانگین اندازه دانه در نمونه دارای ۰.۰۰۵ درصد نیتروژن بزرگتر از نمونه حاوی ۰.۱۳ درصد نیتروژن است. افزون بر این، سهم دانه های درشت تر در نمونه با نیتروژن کمتر نیز بیشتر بوده که بیانگر ریزدانه تر شدن ریزساختار با افزایش میزان نیتروژن است.



شکل ۶: تصویر میکروگراف EBSD نمونه حاوی ۰.۰۰۵٪ نیتروژن کوئنچ شده در دمای 270°C و پارتیشن بندی شده در دمای 370°C به همراه نمودار کسر سطحی اندازه دانه ریزساختار عملیات حرارتی شده.

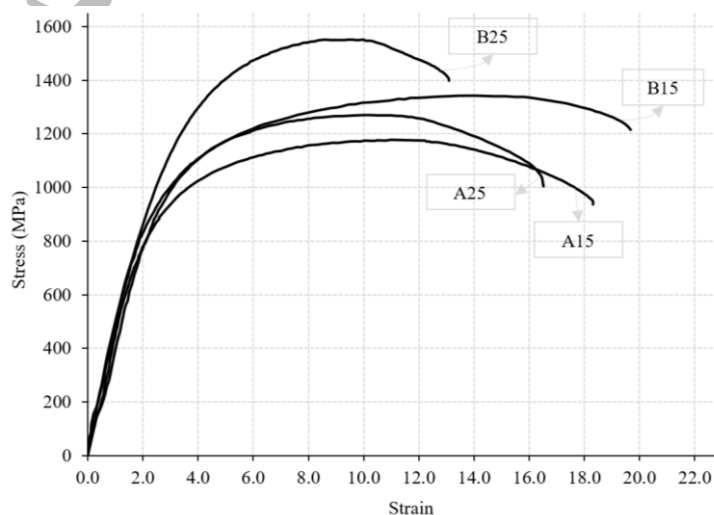
چنان‌که پیش‌تر اشاره شد، کوچک‌تر بودن میانگین اندازه دانه در نمونه حاوی ۰.۱۳ درصد نیتروژن را می‌توان به تشکیل رسوبات نیتريدی در امتداد مرز دانه‌ها نسبت داد؛ رسوباتی که با ایجاد مانع در برابر حرکت مرزها، رشد دانه را در آلیاژ با نیتروژن بالاتر محدود می‌کنند. این رفتار در واقع ناشی از ویژگی ذاتی اتم‌های نیتروژن است که با تشکیل نیتريد‌ها یا کربونیتريد‌ها، تحرک مرز دانه آستنیت اولیه را کاهش داده و فرآیند درشت شدن دانه‌ها را به تأخیر می‌اندازند در نتیجه، افزایش میزان نیتروژن منجر به ریزدانه شدن ریز ساختار و توزیع یکنواخت‌تر اندازه دانه‌ها می‌شود. این ریزدانه شدن علاوه بر افزایش استحکام از طریق مکانیزم هال-پچ، می‌تواند با بهبود پایداری مکانیکی آستنیت، بر رفتار تغییرشکل و خواص مکانیکی نیز تأثیرگذار باشد [۲۳].



شکل ۷: تصویر میکروگراف EBSD نمونه حاوی ۰.۱۳٪ نیتروژن کوئنچ شده در دمای 210°C و پارتیشن بندی شده در دمای 370°C به همراه نمودار کسر سطحی اندازه دانه ریزساختار عملیات حرارتی شده.

۳-۳ خواص کششی

در شکل ۸، منحنی‌های تنش-کرنش نمونه‌های عملیات حرارتی شده شامل A15 (۰.۰۰۵٪ نیتروژن، دمای کوئنچ اولیه 270°C درجه سانتی‌گراد، پارتیشن‌بندی در 450°C درجه سانتی‌گراد)، A25 (۰.۰۰۵٪ نیتروژن، کوئنچ در 270°C درجه سانتی‌گراد، پارتیشن‌بندی در 450°C درجه سانتی‌گراد)، B15 (۰.۱۳٪ نیتروژن، کوئنچ در 210°C درجه سانتی‌گراد، پارتیشن‌بندی در 370°C درجه سانتی‌گراد) و B25 (۰.۱۳٪ نیتروژن، کوئنچ در 210°C درجه سانتی‌گراد، پارتیشن‌بندی در 450°C درجه سانتی‌گراد) ارائه شده است.



شکل ۸: نمودار تنش-کرنش نمونه‌های عملیات حرارتی شده A15، A25، B15 و B25

نتایج آزمون کشش نشان می‌دهد که تغییرات کسر آستنیت پایداری شده نقش تعیین‌کننده‌ای در رفتار مکانیکی نمونه‌ها ایفا می‌کند؛ به‌گونه‌ای که این تغییرات مستقیماً بر استحکام، میزان ازدیاد طول و نیز مکانیزم‌های حاکم بر تغییر شکل اثرگذار است. جدول ۳ مقادیر شاخص‌ترین پارامترهای مکانیکی حاصل از آزمون کشش را به‌همراه درصد آستنیت پایداری شده در هر یک از نمونه‌های عملیات حرارتی شده نشان می‌دهد.

جدول ۳: مهمترین پارامترهای خواص مکانیکی حاصل از تست کشش نمونه‌های عملیات حرارتی شده به‌همراه درصد آستنیت پایداری شده

نمونه	% γ	$R_{p0.2}$ (N/mm ²)	R_m (N/mm ²)	%El	%Z
A15	۱۳,۴٪	۷۳۸,۲۱	۱۱۷۷,۷۸	۱۸,۳۱	۴۷,۲۴
A25	۱۲,۱٪	۷۵۹,۶۰	۱۲۷۰,۰۶	۱۶,۵۰	۴۳,۵۷
B15	۱۵,۹٪	۱۰۵۳,۰۸	۱۳۴۲,۴۳	۱۹,۶۴	۴۰,۷۸
B25	۱۵,۱٪	۱۰۸۹,۲۵	۱۵۵۱,۲۰	۱۳,۰۸	۲۵,۱۴

مطابق نتایج ارائه‌شده در شکل ۸، با افزایش کسر حجمی آستنیت پایداری شده در نمونه‌های عملیات حرارتی شده، مقادیر استحکام تسلیم و استحکام کششی نهایی کاهش می‌یابد. این رفتار ناشی از سختی و مقاومت کمتر فاز آستنیت در مقایسه با مارتنزیت است. بر همین اساس، نمونه A15 (۱۳,۴٪ آستنیت پایداری شده) نسبت به نمونه A25 (۱۲,۱٪ آستنیت پایداری شده) تنش تسلیم پایین‌تری از خود نشان می‌دهد. به‌طور مشابه، در سری حاوی نیتروژن بیشتر نیز نمونه B15 (۱۵,۹٪ آستنیت پایداری شده) در مقایسه با نمونه B25 (۱۵,۱٪ آستنیت پایداری شده) دارای تنش تسلیم کمتری است. کاهش تنش تسلیم را می‌توان به نحوه مشارکت آستنیت پایداری شده در فرآیند تغییر شکل نسبت داد؛ به‌طوری‌که این فاز در حین تغییر شکل پلاستیک تحت اثر کرنش مکانیکی به‌صورت تدریجی و از طریق پدیده TRIP به مارتنزیت تبدیل می‌شود [۲۴]. با افزایش کسر آستنیت پایداری شده، شکل‌پذیری و کرنش تا شکست به‌طور محسوسی افزایش می‌یابد. این بهبود رفتاری ناشی از فعال شدن مکانیزم TRIP است؛ به این معنا که آستنیت در حین اعمال کرنش و طی فرآیند تغییر شکل پلاستیک، به‌صورت تدریجی به مارتنزیت تبدیل می‌شود. این تبدیل تدریجی با جذب انرژی همراه بوده و از تمرکز تنش در نواحی موضعی جلوگیری می‌کند، در نتیجه فرآیند گلوپی شدن و شکست به تأخیر می‌افتد. بر همین اساس، نمونه‌های A15 و B15 که بیشترین مقدار آستنیت پایداری شده را دارند، بالاترین کرنش شکست را نیز نشان داده‌اند. در مقابل، نمونه‌های A25 و B25 به دلیل دارا بودن کسر کمتری از آستنیت پایداری، از کرنش شکست پایین‌تری برخوردارند. بنابراین، حضور آستنیت پایداری شده نقش مؤثری در ارتقای شکل‌پذیری فولاد ایفا می‌کند. مکانیزم کلی تغییر شکل در این نمونه‌های عملیات حرارتی شده تابعی از برهم‌کنش میان مارتنزیت، آستنیت پایداری شده و پدیده TRIP است. در نمونه‌هایی با درصد بالاتر آستنیت (نظیر A15 و B15)، تبدیل تدریجی آستنیت به مارتنزیت در حین بارگذاری منجر به افزایش نرخ کارسختی شده و از بروز ناپایداری پلاستیک جلوگیری می‌کند. در مقابل، در نمونه‌هایی با آستنیت کمتر (A25 و B25)، سهم بیشتر مارتنزیت اولیه سبب غلبه رفتار نسبتاً تردتر می‌شود. این وضعیت هرچند به افزایش استحکام منجر می‌گردد، اما به دلیل کاهش ظرفیت جذب انرژی، شکل‌پذیری افت کرده و شکست در کرنش‌های پایین‌تری رخ می‌دهد [۲۵]. نمونه‌های B25 و A25 در مقایسه با نمونه‌های B15 و A15، استحکام کششی نهایی بالاتری از خود نشان می‌دهند. افزایش استحکام تسلیم و استحکام نهایی در این نمونه‌ها را می‌توان به نقش بازدارنده رسوبات در برابر حرکت نابجایی‌ها نسبت داد؛ به‌گونه‌ای که حضور ذرات کاربیدی و نیتریدی با ایجاد موانع مؤثر، لغزش نابجایی‌ها را محدود کرده و موجب تقویت زمینه می‌شود. با این حال، در کنار بهبود استحکام، وجود این رسوبات می‌تواند اثر نامطلوبی بر شکل‌پذیری داشته باشد. این مسئله ناشی از ایجاد نواحی تمرکز تنش در اطراف ذرات سخت و کاهش قابلیت تغییر شکل پلاستیک یکنواخت است که در نهایت به افت کرنش تا شکست منجر می‌شود. از آنجا که نمونه‌های B15 و B25 دارای بیشترین میزان نیتروژن محلول بودند و نتایج آزمون کشش نیز نشان داد این دو نمونه بالاترین مقادیر استحکام تسلیم و استحکام نهایی را ارائه می‌دهند، این دو نمونه برای بررسی و تحلیل سطوح شکست پس از آزمون کشش انتخاب شدند.

رفتار کششی مشاهده شده در این پژوهش، در عین هم‌راستایی با برخی گزارش‌های پیشین درباره فولادهای زنگ‌نزن مارتنزیتی تحت عملیات Q&P، تفاوت‌های قابل‌توجهی نیز نشان می‌دهد. در اغلب مطالعات پیشین گزارش شده است که افزایش کسر آستنیت پایداری شده منجر به بهبود شکل‌پذیری و در مقابل کاهش استحکام می‌شود که این موضوع به ماهیت نرم‌تر آستنیت نسبت به مارتنزیت نسبت داده می‌شود [۱۹، ۲۲، ۲۴]. این روند به‌صورت محدود در نتایج حاضر نیز مشاهده می‌شود، به‌طوری‌که افزایش آستنیت پایداری موجب افزایش

کرنش شکست از طریق مکانیزم TRIP شده است. با این حال، برخلاف بسیاری از مطالعات پیشین، در این تحقیق افزایش همزمان استحکام و شکل پذیری با افزایش میزان نیتروژن مشاهده شد. این تفاوت را می توان به نقش دوگانه نیتروژن در تغییر همزمان پایداری فازی و ویژگی های ریزساختاری نسبت داد. در حالی که اغلب پژوهش های پیشین تمرکز خود را بر نقش آستنیت پایدار در کنترل خواص مکانیکی معطوف کرده اند، نتایج حاضر نشان می دهد که نادیده گرفتن اثرات ریزدانه شدن و استحکام بخشی ناشی از رسوبات می تواند منجر به تفسیر ناقص رفتار مکانیکی شود. در این پژوهش، نیتروژن علاوه بر افزایش کسر آستنیت پایدار شده، از طریق تشکیل نیتrideها و کربونیتrideها موجب استحکام بخشی رسوبی و نیز ریزدانه شدن ریزساختار شده است که این عوامل می توانند کاهش استحکام ناشی از افزایش آستنیت را جبران کنند.

۴- نتیجه و جمع بندی

در این پژوهش، اثر فرآیند عملیات حرارتی کوئنچ-پارتیشن بندی (Q&P) - به ویژه دماهای کوئنچ اولیه و پارتیشن بندی - همراه با افزودن نیتروژن، بر پایداری آستنیت و خواص مکانیکی فولاد زنگ نزن ۱۳٪ کروم مورد بررسی قرار گرفت. مهم ترین نتایج حاصل به شرح زیر است:

- بر پایه نتایج آنالیز XRD، بیشترین کسر حجمی آستنیت پایدار شده حاصل از فرآیند Q&P در فولاد حاوی ۰.۱۳٪ نیتروژن حدود ۱۵.۹٪ به دست آمد، در حالی که این مقدار برای نمونه دارای ۰.۰۰۵٪ نیتروژن حدود ۱۳.۴٪ اندازه گیری شد.
- ارزیابی داده های XRD نشان داد با افزایش دمای پارتیشن بندی از ۳۷۰ به ۴۵۰ درجه سانتی گراد، مقدار آستنیت پایدار شده کاهش می یابد. این کاهش به افت منابع در دسترس کربن و نیتروژن برای غنی سازی و پایداری سازی آستنیت طی مرحله پارتیشن بندی نسبت داده می شود.
- به طور کلی، افزایش کسر حجمی آستنیت پایدار شده باعث افزایش شکل پذیری و در مقابل کاهش استحکام تسلیم و استحکام نهایی می شود، زیرا فعال شدن مکانیزم TRIP رفتار تغییر شکل را بهبود داده و کرنش شکست را افزایش می دهد. در میان نمونه های بررسی شده، نمونه B15 به دلیل برخورداری از مقدار متعادل آستنیت پایدار و سختی، بهترین توازن بین استحکام و کرنش شکست را نشان داد.

واژه نامه

Martensitic Stainless Steel (MSS)	فولاد زنگ نزن مارتنزیتی	Carbonitride	کربونیتريد
Quenching and Partitioning (Q&P)	کوئنچ-پارتیشن بندی	Nitride	نیتريد
Stabilized (Retained) Austenite	آستنیت پایدار شده	Hall-Petch Strengthening	مکانیزم استحکام دهی هال-پچ
Low-Carbon Nitrogen-Bearing Ferrochrome	فروکروم نیتروژن دار کم کربن	Delta Ferrite	فریت دلتا
Homogenizing Annealing	آنیل همگن سازی	Dilatometry	دیلاتومتری
Initial Quenching Temperature (Tq)	دمای کوئنچ اولیه	Koistinen-Marburger Relation	رابطه کوئستین-ماربرگر
Partitioning Temperature	دمای پارتیشن بندی	Prior Austenite Grain	اندازه دانه آستنیت اولیه
Martensite Start Temperature (Ms)	دمای شروع استحاله مارتنزیتی	Vacuum Induction Melting (VIM)	ذوب القایی تحت خلأ

Martensite Finish Temperature (Mf)	دمای پایان استحاله مارتنزیتی	Grain Refinement	ریزدانه‌سازی
Transformation-Induced Plasticity (TRIP)	پدیده پلاستیسیته ناشی از استحاله	Supersaturation	فوق اشباع
X-ray Diffraction (XRD)	پراش پرتو ایکس	Electron Backscatter Diffraction (EBSD)	پراش الکترون برگشتی

مراجع

- [^۱] O. Lupyr, T. P. Hovorun, S. Vorobiov, A. Burlaka A, and R. Khvostenko, "Influence of heat treatment technologies on the structure and properties of the corrosion-resistant martensitic steel type AISI 420," 2020.
- [^۲] T. Kusunoki, B. Alexandrov, B. Lawson, J. Penso, and J. Bundy, "Tempering Response in Type 410 Stainless Steel Welds for Petrochemical Application," in *Pressure Vessels and Piping Conference*, 2020, vol. 83860: American Society of Mechanical Engineers, p. V006T06A067 .
- [^۳] A. N. Isfahany ,H. Saghafian, and G. Borhani, "The effect of heat treatment on mechanical properties and corrosion behavior of AISI420 martensitic stainless steel," *Journal of alloys and compounds*, vol. 509, no. 9, pp. 3931-3936, 2011.
- [^۴] Y. Cho, H.-J. Cho, H.-S. Noh, S.-H. Kim, and S.-J. Kim, "Strengthening mechanism and martensite transformation behavior in grain-refined low-Ni austenitic stainless steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 916, p. 147368, 2024.
- [^۵] E. Mabururi, S. Prifiarni, M. S. Anwar, T. B .Romijarso, and B. Adjiantoro, "Mechanical properties optimization of the modified 410 martensitic stainless steel by heat treatment process," *Materials Today: Proceedings*, vol. 5, no. 7, pp. 14918-14922, 2018.
- [^۶] J. L. Dossett, *Practical Heat Treating :Processes and Practices*. ASM International, 2024.
- [^۷] R. Fan, M. Gao, Y. Ma, X. Zha, X. Hao, and K. Liu, "Effects of heat treatment and nitrogen on microstructure and mechanical properties of 1Cr12NiMo martensitic stainless steel," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 28, no. 11, pp. 1059-1066, 2012.
- [^۸] H. Feng *et al.*, "Influence of nitrogen on corrosion behaviour of high nitrogen martensitic stainless steels manufactured by pressurized metallurgy," *Corrosion Science*, vol. 144, pp. 288-300, 2018.
- [^۹] A. Kudryavtsev, D. Artem'eva, and M. Mikhailov, "Nitrogen alloying of the 12% Cr martensitic-ferritic steel," *Physics of Metals and Metallography*, vol. 118, pp. 788-794, 2017.
- [^{۱۰}] B. C. De Cooman and J. G. Speer, "Quench and partitioning steel :a new AHSS concept for automotive anti- intrusion applications," *Steel research international*, vol. 77, no. 9-10, pp. 634-640, 2006.
- [^{۱۱}] L. Meng, W. Li, Q. Shi, H. Guo, W. Liang, and H. Lu, "Effect of partitioning treatment on the microstructure and properties of low-carbon ferritic stainless steel treated by a quenching and partitioning process," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 851, p. 143658, 2022
- [^{۱۲}] E. De Moor, S. Lacroix, L. Samek, J. Penning, and J. Speer, "Dilatometric study of the quench and partitioning process," in *The 3rd International Conference on Advanced Structural Steels*, 2006, pp. 1-6 .
- [^{۱۳}] D. K. Matlock, V. E. Bräutigam, and J. G. Speer, "Application of the quenching and partitioning (Q&P)

process to a medium-carbon, high-Si microalloyed bar steel," in *Materials Science Forum*, 2003, vol. 426: Trans Tech Publ, pp. 1089-1094 .

- [١٤] O. Kasatkin, B. Vinokur, and V. Pilyushenko, "Calculation models for determining the critical points of steel," *Metal science and heat treatment* ,vol. 26, no. 1, pp. 27-31, 1984.
- [١٥] K. Godbole, C. Das, J. Joardar, S. Albert, M. Ramji, and B. B. Panigrahi, "Toughening of AISI 410 stainless steel through quenching and partitioning and effect of prolonged aging on microstructure and mechanical properties," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 51, pp. 3377-3383, 2020.
- [١٦] H. M. Rietveld, "A profile refinement method for nuclear and magnetic structures," *Applied Crystallography*, vol. 2, no. 2, pp. 65-71, 1969.
- [١٧] D. P. Koistinen, "A general equation prescribing extend of austenite-martensite transformation in pure Fe-C alloys and plain carbon steels," *Acta metallurgica*, vol. 7, pp. 50-60, 1959.
- [١٨] J. Mola and B. C. De Cooman, "Quenching and partitioning processing of transformable ferritic stainless steels," *Scripta Materialia*, vol. 65, no. 9, pp. 834-837, 2011.
- [١٩] A. Sierra-Soraluce *et al.*, "Effect of microstructure on tensile properties of quenched and partitioned martensitic stainless steels," *Materials Science and Engineering :A*, vol. 864, p. 144540, 2023.
- [٢٠] A. Svyazhin, L. Kaputkina, I. Smarygina, and D. Kaputkin, "Nitrogen Steels and High- Nitrogen Steels: Industrial Technologies and Properties," *steel research international*, vol. 93, no. 9, p. 2200160, 2022.
- [٢١] T. Masumura and T. Tsuchiyama, "Effect of carbon and nitrogen on work-hardening behavior in metastable austenitic stainless steel," *isij international*, vol. 61, no. 2, pp. 617-624, 2021.
- [٢٢] J. Mola and B. C. De Cooman, "Quenching and partitioning (Q&P) processing of martensitic stainless steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 44, pp. 946-967, 2013.
- [٢٣] T. Tsuchiyama, K. Tsugumi, T. Ma, T. Masumura, and Y. Ono, "Nitrogen- Enhanced Temperature Dependence of Grain Refinement Strengthening in Austenitic Stainless Steel," *steel research international*, vol. 94, no. 10, p. 2200428, 2023.
- [٢٤] S. Kresser, R. Schneider, H. Zunko, and C. Sommitsch, "Influence of Partitioning Effects on the Retained Austenite Content and Properties of Martensitic Stainless Steel," *steel research international*, vol. 94, no. 4, p. 2200502, 2023.
- [٢٥] F. Gao, Z. Gao, Q. Zhu, F. Yu, and Z. Liu, "Deformation behavior of retained austenite and its effect on plasticity based on in-situ EBSD analysis for transformable ferritic stainless steel," *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 20, pp. 1976-1992, 2022.