

Effect of cold rolling on the microstructure and texture evolution of API 5L X70 steel in normal in 45° -tilted cross sections^{*}

Research Article

Seyed Hossein Hosseini Mortazavi¹, Mostafa Mirjalili² ^(D), Mohammad Hadi Moayed³, Gholamreza Ebrahimi⁴,

Ghasem Barati Darband⁵

DOI: 10.22067/jmme.2024.87104.1146

1- Introduction

Due to the rising demand for oil and natural gas, energy companies have been compelled to explore these resources in harsh and cold environments such as Arctic climate. In this regard, High-strength low-alloy (HSLA) steels due to their high strength, desirable toughness, and good weldability are considered as the best options for use in sour gas environments, such as natural gas pipeline. These pipeline steels characterized by their low carbon bainitic microstructures, consisting of bainitic ferrite phase and martensite and/or austenite microconstituents (MA islands). However, when these steels are exposed to hydrogen atoms generated during the corrosion process, they can undergo failure through mechanisms known as hydrogen-induced cracking (HIC). The HIC susceptibility in all pipeline steels is influenced by some factors such as the types of presented phases, texture, distribution of misorientation angles, and the nature of grain boundaries. To the best of our knowledge, the majority of research has concentrated on investigating the influence of hot and warm rolling (various TMCP schedules) on microstructure and texture evolution of an industrially-manufactured pipeline steel. Therefore, the objective of our current study is to examine the effects of cold rolling on the microstructure and texture evolution of API 5L X70 pipeline steel across two different surfaces.

2- Experimental

In this study, experiments were conducted on API 5L X70 pipeline steel with an initial thickness of one inch and the chemical composition of table 1.

Table 1. Quantometer results. The chemical composition o
the "as-received" API 5L X70 steel

С	0.166
Si	0.435
Mn	1.676
Р	0.009
S	0.005
Cr	0.094
Mo	0.309
Ni	0.270
Nb	0.040
Ti	0.012
V	0.005

The prepared samples were subjected to an 80% reduction in thickness through cold rolling at room temperature. Another set of samples was subjected to solution annealing for texture-related calculations (texture parameters). These samples were heated to 1200°C for one hour and then aircooled. Subsequently, laboratory equipment such as X-ray diffraction (XRD) equipped with a goniometer, field emission scanning electron microscope (FESEM), and optical microscope were used to examine the microstructural and texture changes of the samples in two sections: the normal surface and the surface at a 45° angle. These two sections were selected to demonstrate the angle between two important crystallographic planes, (100) and (110), as shown in figure 1 (a) to (c).

Manuscript received: March 2, 2024 Revised, May 8, 2024, Accepted, June 23, 2024.

¹ Ph.D. Graduate in Materials Engineering, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

² Corresponding author: Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran. **Email**: mirjalili@um.ac.ir.

³ Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

⁴ Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.

⁵ Assistant Professor, Department of Materials Science and Engineering, Faculty of Engineering, Ferdowsi University of Mashhad, Mashhad, Iran.



Figure 1. Cutting directions. A) cut from the normal surface, B) cut from twice-tilted cross section with 45° angles relative

to the normal surface, and C) the important crystallographic planes of {001} and {011} are associated with the dominant {100}<110> texture component when it is present in the surface.

3- Result and discussion

FESEM and optical microscopy analyses revealed that the initial sample had a fine-grained microstructure comprising a ferritic matrix phase with a banded morphology of secondary phases of upper bainite, along with retained martensite/austenite islands. Additionally, the initial microstructure predominantly consisted of equiaxed grains, which transformed into a microstructure with elongated grain morphology in the normal surface, and especially in the 45° surface, after cold working.

Crystallographic texture changes analysis by X-ray diffraction (XRD) indicated that the density of $\{100\}$ crystallographic planes decreased on the surface as a result of the applied cold work, while the density of $\{110\}$ crystallographic planes increased simultaneously. Moreover, the results demonstrated that $\{100\}$ crystallographic planes on the 45° section of the sample replaced the $\{110\}$ crystallographic planes (as shown in figure 2).

Texture parameter calculations for the initial sample showed that its normal surface had a predominant cube or rotated cube texture components of {100} crystallographic planes with a relatively high texture parameter. The 45° section of the initial sample exhibited a strengthened Goss rotated Goss texture components of {110} or crystallographic planes, confirming the surface texture. However, for the cold-worked sample, it was shown that, contrary to the normal surface texture, the 45° section exhibited a dominant cube texture component and a weakened Goss texture component, while the amount of Goss texture component weakening being significantly greater than the amount of cube texture components strengthening (as shown in table 2).



Figure 2. Comparison of the X-ray diffraction results of the initial and cold work samples in two surface cutting sections.

Sample name	Texture Parameter						
	T.P. {110}	T.P. {200}	T.P. {211}				
I - 0	0.468	1.879	0.653				
I - 45	1.921	0.821	1.164				
C - 0	1.167	0.980	0.852				
C - 45	0.346	1.464	1.190				

Table 2. Texture parameters for each peak in each sample

4- Conclusions

The important results of this research could be summarized as follows:

- 1) FESEM and optical microscope images showed that the microstructure of the primary steel includes granular ferrite, upper bainite and residual martensite/austenite islands.
- 2) FESEM and optical microscope images also confirm the formation of elongated grains in the 45° tilted surface of the sample due to cold working.
- 3) The {100} crystallographic planes changed to {110} crystallographic planes on the surface as a result of cold work, and this phenomenon was observed in reverse order in the 45° tilted surface sample.



مهندسی متالورژی و مواد



https://jmme.um.ac.ir/

اثیر کار سرد بر ریزساختار و بافت کریستالی ورق فولادی API 5L X70 در سطح و مقطع ۴۵ درجه آن* مقاله پژوهشی

سیدحسین حسینی مرتضوی ^(۱) مصطفی میرجلیلی ^(۳) محمدهادی مؤید ^(۳) غلامرضا ابراهیمی ^(۴) قاسم براتی دربند ^(۵) DOI: 10.22067/jmme.2024.87104.1146

چکیده در مطالعه حاضر، ترکیبی از روش های آنالیز طیف سنجی پراش پرتو ایکس، میکرو سکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (FESEM) و میکرو سکوپ نوری برای بررسی تغییرات ریز ساختار و بافت کریستالی فولاد خط لوله API 5L X70 به دنبال یک فرآیند کار سرد شدید که منجر به کاهش ضخامت ۸۰ درصدی در نمونه شد، استفاده شد. تمام بررسی ها بر روی دو مقطع مختلف نمونه شامل سطح و مقطع شیبدار ۴۵° نسبت به سطح انجام شد. در واقع، این دو مقطع به گونهای انتخاب شدهاند که زاویه بین دو صفحه کریستالوگرافی مهم (۱۰۰) و (۱۰۱) را نشان دهند. تجزیه و تحلیل های FESEM و میکروسکوپ نوری نشان داد نمونه اولیه دارای ریز ساختاری ریزدانه شامل فاز زمینه فریتی و فازهای ثانویه بینیت بالایی به همراه جزایر مارتنزیت/آستنیت باقیمانده با مورفولوژی نواری در بین آن بود. همچنین مورفولوژی ریز ساختار اولیه شامل دانه های اکثرا هم محور بود که پس از اعمال کار سرد در اثر قرار گرفتن تحت فشار شدید به ریز ساختاری با مورفولوژی دانه های کشیده شده در سطح نرمال و به خصوص در سطح با زاویه ۴۵° تبدیل می شود. تجزیه و تحلیل می تغییرات جهتگیری کریستالی توسط مورفولوژی دانه های کشیده شده در سطح نرمال و به خصوص در سطح با زاویه ۴۵° تبدیل می شود. تجزیه و تحلیل تغییرات جهتگیری کریستالی توسط طیف سنجی پراش پرتو ایکس نشان داد چگالی صفحات کریستالوگرافی (۱۰۰۶ در اثر کار سرد اعمالی در سطح کاهش یافته و به صورت همزمان چگالی صفحات کریستالوگرافی (۱۰۱۰ پردوی نوری از مقطع ۴۵° جای تایج حاصل ثابت کرد صفحات کریستالوگرافی (۱۰۰۶ بر روی نمونه از مقطع ۴۵° جایگزین صفحات کریستالوگرافی (۱۰۱۰ پردوی نه از می می باد. همچنین نتایج حاصل ثابت کرد صفحات کریستالوگرافی (۱۰۰۶ بر روی نمونه از مقطع ۴۵° جایگزین صفحات

واژه های کلیدی فولاد X70، کار سرد، ریزساختار، بافت، مرزدانه.

The Effect of Cold Rolling on the Microstructure and Texture Evolution of API 5L X70 Steel in Normal and 45°-Tilted Cross Sections

Seyed Hossein Hosseini Mortazavi, Mostafa Mirjalili, Mohammad Hadi Moayed, Gholamreza Ebrahimi, Ghasem Barati Darband

Abstract In the present study, a combination of analytical methods including X-ray diffraction spectroscopy, field emission scanning electron microscopy (FESEM), and optical microscopy was employed to investigate the microstructural and crystallographic texture changes in API 5L X70 pipeline steel following a severe cold-working process that resulted in an 80% thickness reduction in the sample. All examinations were conducted on two distinct sections of the sample: the surface and a 45° inclined section relative to the surface. These two sections were selected specifically to demonstrate the angle between two important crystallographic planes, (100) and (110). FESEM and optical microscopy analyses indicated that the initial sample exhibited a fine-grained microstructure comprising a ferritic matrix phase with upper bainite phases and residual martensite/austenite islands with a banded morphology interspersed within. Additionally, the primary microstructure displayed predominantly equiaxed grains, which, upon exposure to severe deformation, transformed into a structure characterized by elongated grains on both the normal surface and particularly the 45° inclined section. X-ray diffraction analysis of the crystallographic orientation changes revealed that the density of {100} crystallographic planes decreased on the surface due to the applied cold work, while the density of {110} crystallographic planes simultaneously increased. Furthermore, the results confirmed that the {100} crystallographic planes on the sample from the 45° inclined section were replaced by {110} crystallographic planes.

Keywords X70 steel, Cold rolling, Microstructure, Texture, Grain boundary.

^{*} تاريخ دريافت مقاله ١٢٠٢/١٢/١٢ و تاريخ پذيرش أن ١٢٠٣/۴/٣ مي باشد.

⁽۱) دانش آموخته دکتری مهندسی مواد و متالورژی، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

⁽۲) نویسنده مسئول، استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران. (۲) تویسنده مسئول، استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

⁽۳) استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

⁽۴) استاد، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

⁽۵) استادیار، گروه مهندسی مواد و متالورژی، دانشکده مهندسی، دانشگاه فردوسی مشهد، ایران.

و اولیه ایجاد آسیب در خطوط لوله مخصوصا هنگامی که در تماس با یک محیط ترش (Sour environment) حاوی آب و شناسایی شده است که منجر به خسارات اقتصادی قابل H_2S توجهي مي شود [10]. مكانيزم شكست ناشي از HIC به طور كامل شناخته شده نیست. با این حال مطالعات مختلفی پدیده HIC را در فولادهای خط لوله بررسی کردهاند [13-11]. احتمال رخداد HIC در تمام فولادهای خط لوله تحت تأثیر عوامل ریزساختاری مانند نوع فازهای موجود، بافت (Texture) دانهها، توزیع زوایای عدم تطابق (Misorientation angle distributions) و نوع مرز دانهها (Grain boundary types) است. علاوه بر اینها، ترکیب شیمیایی فولاد، نوع و تعداد تلههای هیدروژنی (Hydrogen traps) و همچنین عوامل محیطی و مکانیکی مانند نوع تنش اعمال شده و نوع مایع یا گاز در حال انتقال نقش مهمی در میزان حساسیت فولاد به HIC دارند [14]. اندازه بسیار کوچک اتمهای هیدروژن، نفوذ آنها در شبکه کریستالی درون فولاد را تسهیل میکند. نیرو محرکه این نفوذ نیز شیب غلظت این اتمها در ریزساختار است [15]. همچنین اتمهای هیدروژن میتوانند در داخل شبکه فلزی دوباره ترکیب شوند و مولکولهای هیدروژن را تشكيل دهند. اين تجمع گاز داخلي باعث ايجاد فشار ميشود که منجر به کاهش شکل پذیری (Ductility)، چقرمگی، مقاومت در برابر ضربه (Impact resistance) و خواص مکانیکی کلی فولاد می شود که به عنوان تردی هیدروژنی (Hydrogen embrittlement) نيز شناخته مي شود [16]. بنابراين، ارزيابي مقاومت زیرساخت های فولادی در برابر تخریبهای مرتبط با هیدروژن قبل از استفاده از آنها بسیار مهم است.

مهندسان روش های مختلفی را برای کاهش میزان خطر ناشی از HIC پیشنهاد کردهاند. از جمله این روش ها می توان به افزودن عناصر میکروآلیاژی، اصلاح مورفولوژی سولفید منگنز، به حداقل رساندن میزان گوگرد و فسفر در فولاد، حذف رسوبات و عناصر مرتبط با جدایش (Segregation) و توسعه تکنیکهایی برای کاهش جذب هیدروژن از نفت خام، اشاره کرد [19-17]. با این حال، تجربه اثبات کرده است که این روش ها کاملا کارآمد نیستند. از این رو، اتخاذ یک رویکرد جدید که بر کنترل ریزساختار متمرکز است برای دستیابی به مقاومت بالای HIC حیاتی است. یافتههای اخیر نشان میدهد که هر دو ویژگی بافت کریستالوگرافی و مرز دانه نقش مهمی بر خواص مکانیکی مروری بر مطالعات انجام شده

با توجه به افزایش تقاضا برای نفت و گاز طبیعی، شرکتهای تولید کننده انرژی مجبور به کشف منابع آن در محیطهای صعب العبور و سرد مانند آب و هوای قطب شمال شدهاند [1]. در این راستا، آنها به فولادهای برای تولید خطوط لولهای نیاز خواهند داشت که در این شرایط چالش برانگیز به طور مؤثر عمل کنند [2]. در حال حاضر، آمریکای شمالی و کانادا به طور خاص، با مشكلات قابل توجهي در مورد ايمني فولادهاي خطوط لوله زيرزميني مواجه هستند. اين نگراني حول ميزان احتمال شكست است که می تواند منجر به نشت نفت در طبیعت و مخصوصا مزارع کشاورزی شود. به طور کلی فولادهای خطوط لوله در معرض شرايط تخريب مختلفي قرار دارند. گزارش ها نشان داده است که فولادهای خط لولهای مانند X60 و X70 دارای خواص جوش یذیری (Weldability)، استحکام (Strength) و چقرمگی (Toughness) خوبی هستند که ایمنی نسبتا بالایی را در مناطق عملیاتی خطوط لوله از خود نشان دادهاند و همچنین نسبتا ارزان هستند [3]. لذا از این فولادها اغلب در شرکتهای تولید کننده و انتقال دهنده انرژی برای انتقال نفت خام و گاز طبیعی استفاده می شود [4]. این فولادهای کم کربن، ریزساختاری متشکل از فاز فریت بینیتی (Bainitic ferrite) و در حجم کمتر جزایر مارتنزيت/أستنيت باقىماندە (Martensite/Austenite islands (M/A islands)) (M/A) دارند [5]. استحکام و چقرمگی قابل توجه این فولادها به دانهبندی بسیار ریز با تراکم بالای مرز دانه-های آن باز میگردد که وجود فاز فریت بینیتی با چگالی نابجایی بالا در ریزساختار آن، خواص مکانیکی آن را تقویت کرده است [6]

با این حال، در سالهای اخیر چندین مورد از تخریبهای مربوط به هیدروژن در این فولادها گزارش شده است. این رویدادها در درجه اول به ناتوانی خطوط لوله در جلوگیری از رشد ترک در حین سرویس نسبت داده می شود [7]. دو نوع از مهم ترین انواع شکست در محیطهای مخرب، ترک خوردگی ناشی از هیدروژن (HIC) (Hydrogen induced cracking) (OH) و ترک خوردگی تنشی (SCC) Stress corrosion cracking) (SCC) ترک خوردگی تنشی (Stress corrosion cracking) (SCC) ستند [8]. در بیشتر موارد شکستهایی که با فاجعه همراه بوده است، هیدروژن به ساختار فولادی خط لوله نفوذ کرده بوده و منجر به OH شده بوده است [9]. لذا HIC به عنوان عامل اصلی

نشریهٔ مهندسی متالورژی و مواد

فولادها دارند [20].

گزارش شده است که توزیع مرز دانهها و جهت گیری بافت كريستالو گرافي ترجيحي فولادها در طول تغيير شكل و عمليات حرارتی تغییر گستردهای میکنند [21]. رایت و فیلد [22] نشان دادند که خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی فولادها با کنترل بافتهای کریستالوگرافی و مهندسی مرز دانهها بهبود مییابد. علاوه بر این، هررا و همکاران [23] گزارش دادند که در فولادهای با ساختار bcc زمانی که جهت تنش اعمالی با جهت-گیری سیستمهای لغزش (Slip systems) درون دانهها (صفحات {۱۱۰}، {۱۱۲}، و {۱۲۳}) مطابقت داشته باشد، شکل پذیری بسيار زياد مي شود. به صورت عكس، قوش و همكاران [24] دریافتند که بافت مرجحی که در آن صفحات کریستالی {۰۰۱} موازی با سطح باشند، می تواند به عنوان مسیرهای ترجیحی برای رشد ترک عمل کنند که منجر به کاهش قابلتوجهی در خواص مکانیکی و مقاومت به HIC می شود. علاوه بر این، چندین مطالعه دیگر [20,25,26] ثابت کردهاند که فرآیندهایی که منجر به تبلور مجدد در ناحیه پایداری آستنیت و به دنبال آن استحاله به فریت شوند، می توانند سبب ایجاد دانه هایی با صفحات کریستالی {۰۰۱} موازی با سطح شوند که موجی تقویت هیدروژن تردی و در نتیجه کاهش شکل پذیری فولاد می شوند.

با توجه به مطالعات ذکر شده در بالا، مشخص می شود که دو عامل ریزساختار و بافت کریستالی در افزایش مقاومت به HIC فولادها نقش بسزايي ايفا ميكنند. در اين راستا البته توجه كمترى به تأثیر نورد سرد بر ریزساختار و بافتهای کریستالوگرافی در گریدهای فولادی خط لوله با استحکام بالاتر مانند API 5L X70 شده است. به نظر میرسد بیشتر تحقیقات در این زمینه بر روی تأثیر نورد گرم (فرآیندهای مختلف عملیات ترمومکانیکی کنترل شده (TMCP) یا (Thermomechanical control processing) بر روی فولادهای خطوط لوله تولید شده در صنعت متمرکز شده است. از این رو، هدف ما در پژوهش حاضر، بررسی تاثیر نورد سرد بر ریزساختار و تغییرات جهت گیری دانهها برای فولاد خط لوله API 5L X70 است. براي اين موضوع سعى شد برخلاف تحقيقات حاضر كه عموما سطح يا لايه مياني موازي با سطح نمونهها را مورد بررسی قرار میدهند، در این پژوهش دو مقطع متفاوت از نمونه که زاویهای خاص برابر با زاویه دو صفحه کریستالوگرافی (۱۰۰) و (۱۱۰) را دارند مورد بررسی و تحلیل قرار گرفتند. هدف اصلی از این انتخاب، رسیدن به دو بافت

کریستالوگرافی متفاوت (ترجیحا دارای چگالی بالایی از دو صفحه کریستالوگرافی {۱۰۰} و {۱۰۰}) بود. در راستا، از تکنیک طیفسنجی پراش پرتو ایکس (X-ray diffraction یس ray diffraction) برای درک بهتر تغییرات جهت گیری دانه ها پس از نورد سرد استفاده شد. از میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ Field-emission scanning (pesen یه جهت بررسی تغییرات ریزساختاری فولاد پس از نورد سرد استفاده شد.

روش انجام پژوهش ماده اولیه

فولاد اولیه مورد استفاده در این پژوهش، فولاد API 5L X70 با ضخامت اولیه یک اینچ بود که از بدنه لولههای بکار رفته در صنعت نفت و گاز کشور که به دلایل مختلف از خط انتقال خارج شدهاند جداسازی شده بود. از آنجایی که روش تولید این لولهها نیز نورد گرم کنترل شده می باشد، لذا انتظار می رود از قبل دارای ریزساختار کشیده و احیانا بافت مرجح خاصی باشند. از این رو جهت گیری برش ها به گونهای باشد که جهت طول نمونههای حاصل موازی با جهت نورد (Rolling direction) (RD) قبلی و جهت عرض نمونهها موازی با جهت عرضی نورد (sour ransvers) در مطالعات بعدی بر روی بافت نمونهها، تاریخچه آنها یکسان بوده و امکان مقایسه بین شرایط مختلف کار مکانیکی فراهم شود. شکل (۱) نمای شماتیک از جهت برش نمونهها را نمایش می-دهد.



شکل ۱ شکل شماتیک لوله و جهتگیری برش نمونه در آن به همراه جهتگیری نورد قبلی

Cu	Al	Nb	Ni	Mo	Cr	S	Р	Mn	Si	С	عنصر
•/••٩	•/•14	•/•۴	•/YV	•/٣•٩	•/•94	•/••۵	•/••9	1/979	•/430	•/199	درصد وزنى
Fe	Te	Sb	Sn	Pb	Ca	Ν	В	W	V	Ti	عنصر
٩۶/٨٩۵	•/••1	•/•79	•/••۴	•/•11	•/••٢	•/•1٣	•/••1	•/••٣	•/••۵	•/•17	درصد وزنى

جدول ۱ نتایج حاصل از آزمون کوانتومتری برای عناصر موجود در آلیاژ فولاد X70

به صورت کلی ترکیب شیمیایی فولاد API 5L X70 در استاندارد ASTM A1024 مشخص شده است. اما در این پژوهش برای حصول اطمینان از انطباق ترکیب شیمیایی فولاد مورد مطالعه و استاندارد مد نظر، از یک طیفسنج نوری کوانتومتری NDRY MASTER مدل Optical emission Quantometer بهره گرفته شد. جدول (۱) نتیجه حاصل از این آزمون و عناصر آلیاژی موجود در فولاد X70 به همراه درصد آنها را نشان می-دهد.

فرايند كارسرد

نمونه بریده شده از لوله با استفاده از ماشین کاری به ابعاد دقیق ۲۰۰ × ۵۰ × ۲۵ میلیمتر (به ترتیب جهت نورد × جهت عرضی × جهت نرمال (Normal direction) (RD)) آماده شد تا قوس کوچک آن (ناشی از انحنای لوله) حذف و سطح صافی بر روی آن فراهم شود. نمونه حاصل جهت اعمال کار سرد در دمای اتاق، تحت ۱۵ مرحله نورد تک جهتی (Unidirectional) به میزان کلی ۸۰ درصد کاهش ضخامت قرار گرفت به صورتی که ضخامت نمونه پس از تغییر شکل از ۲۵ میلیمتر به ۵ میلیمتر کاهش یافت. به دلیل کارسخت (Work hardening) شدن نمونه در حین اعمال کار مکانیکی تعداد مراحل نورد ۱۵ بار انتخاب شد به گونهای که در ۵ مرحله اول هر کدام به میزان ۲ میلیمتر و در ۱۰ مرحله بعد هر كدام به ميزان ۱ ميليمتر كاهش ضخامت به نمونه اعمال شد. به دلیل افزایش دمای فولاد در حین نورد، دماهای شروع و پایان هر مرحله توسط یک ترمومتر فروسرخ (Infrared thermometer) مدل UNI-T UT305C اندازه گیری شد که به ترتیب ۲۵ و ۶۵ درجه سانتی گراد بودند.

شایان ذکر است که عبور نورد همیشه در همان جهت نورد

تولید اولیه صفحه لوله X70 دریافت شده انجام می شود. اما، به دلیل اجتناب از گوشواره، نمونه ها در هر پاس نورد ۱۸۰ درجه به دور تبر RD چرخانده شدند. همچنین، سرعت غلتک و فاصله زمانی بین هر پاس نورد در تمام مراحل ثابت می ماند. نمونه های اولیه و سرد کار شده به ترتیب به صورت مختصر I و C بودند. همچنین جهات نورد، عرضی و نرمال فولاد X70 به ترتیب با اختصار RD و ND می باشد.

نکته حائز اهمیت درباره نحوه اعمال کار سرد، جهت گیری نمونه در حین نورد است. بدین صورت که همواره نمونه در جهت نورد قبلي (شناسايي شده از طريق جهت برش از لوله) خود مورد اعمال تغییر شکل قرار میگرفت و هیچگاه و در هیچ مرحله از نورد جهتگیری نمونه تغییر نکرد. البته پس از هر مرحله نورد، نمونه ۱۸۰ درجه حول محور RD چرخش داده می-شد تا از خمیده گی (Bending) (شمشیری شدن) و گوشوارهای (Earring) شدن نمونه جلوگیری شود. نکته حائز اهمیت دیگر در حین تمامی مراحل نورد ثابت ماندن سرعت چرخش غلطک (ثابت بودن سرعت اعمال تغییر شکل) و همچنین ثابت ماندن زمان بین هر مرحله نورد (۳۰ ثانیه) بود. نامگذاری نمونهها نیز به جهت تقريب به ذهن با حروف اختصاري كه مخفف حرف اول نام هر نمونه بودند صورت گرفت. نمونه اولیه یا شاهد با حرف I و نمونهای که تحت اعمال کار سرد در دمای اتاق قرار گرفته بود با حرف C نام گذاری شدند. شکل (۲) نمای شماتیک فرآیند اعمال کار سرد بر روی نمونه را نشان می دهد. ۶۴



شکل ۲ نمایی شماتیک از فرآیند نورد سرد اعمال شده بر فولاد X70 مورد مطالعه

أنيل انحلالي

سری دیگری از نمونه ها به جهت استفاده در محاسبات مرتبط با بافت (پارامتر بافت (Texture parameter))، تحت فرآیند آنیل انحلالی قرار گرفتند. بدین صورت که به مدت یک ساعت در دمای ۱۲۰۰ درجه سانتی گراد قرار گرفته و پس از آن در هوای آزاد خنک شدند. نمونه هایی که در این مرحله فقط تحت فرآیند آنیل انحلالی قرار گرفته بودند و کار مکانیکی بر روی آن اعمال نشده بود با حرف اختصاری A نام گذاری شدند.

آماده سازي نمونهها

جهت آمادهسازی نمونه ها برای بررسی های بعدی، دو دسته نمونه جدید از درون نمونه نورد شده توسط وایر کات (Wire cut) برش خورد. همان طور که در شکل (۳) قابل مشاهده است، سری اول نمونه ها از سطح بریده شدند. انتخاب سطح نمونه نورد شده به دو دلیل عمده صورت گرفت. دلیل اول تجمع بیشتر ناخالصی ها (Inclusions) در لایه مرکزی نمونه نورد شده طبق گزارش پیشینیان بود [25]. لذا با انتخاب لایه سطحی، ریزساختار یکنواخت تر و تجمع ناخالصی در آن کمتر خواهد بود. دلیل دوم وجود تنش برشی بیشتر در سطح نمونه در حین نورد است که خود سبب ایجاد ریزساختار کشیده تر و همچنین بافت مرجح قوی تری در سطح می شود [25].

همان طور که در شکلهای (۴-الف و ب) مشاهده می شود سری دوم نمونهها به صورت مایل با دو چرخش با زاویههای ۴۵ درجه از نمونه نورد شده برش خوردند. دلیل انتخاب این جهت-گیری، زاویه خاص آن با سطح نمونه بود. به دلیل اهمیت بالاتر

و همچنین چگالی اتمی (Atomic density) بیشتر صفحات کریستالوگرافی {۰۰۱} و {۰۱۱} در ریزساختار شبکه بلوری مکعبی مرکز پر (Body centered cubic) فولاد در دمای اتاق، سعی شد جهت گیری این دو برش به گونهای باشد که در صورت تقویت بافت شامل یکی از این صفحات در یک جهت، نمونه دیگر حاوی بافت تقویت شده صفحه کریستالی دیگر شود. به عبارت دیگر زاویه بین این دو جهت برش دقیقا مشابه با زاویه بین این دو صفحه کریستالوگرافی در یک شبکه بلوری مکعبی مي باشد. جهت روشن تر شدن دليل اين انتخاب، تصاوير شماتيك شکل (۴) زاویه این دو صفحه کریستالی را در بافتهای مختص به خود نشان میدهد. گزارش شده است که با اعمال تغییر شکل شديد به فولاد، انتظار ميرود مولفه بافت مكعبي چرخيده بر روی ($\{\cdot, \cdot\} < 1$) (Rotated cube texture component) سطح آن تقویت شود [27]. برای شناسایی این نمونهها در ادامه این مقاله، از کد "0" و "45" به ترتیب برای نمونههای سطحی و چرخیده شده استفاده شده است.

ضخامت همه نمونهها ۲ میلی متر انتخاب شد. پس از برش-کاری، نمونهها برای بررسی های میکروسکوپی و طیف سنجی با کاغذ سمباده SiC با شماره های ۱۲۰، ۲۲۰، ۵۰۰، ۱۲۰۰ و ۲۰۰۰ و سپس با نمد آغشته به پودر الماسه (Diamond suspension) ۳ و ۱ میکرون پالیش شدند. جهت نیل به کیفیت مطلوب برای بررسی های میکروسکوپی، از محلول استاندارد ۲٪ نایتال (Nital) برای اچ (Etch) نمونه ها به مدت حدود ۱۰ ثانیه در دمای اتاق استفاده شد. شکل های (۵) و (۶) نشان داده شده است. همان طور که در این شکل ها مشاهده می شود، فاز غالب و زمینه که سفیدرنگ دیده می شود، فریت می باشد که با مور فولوژی های مختلفی چون هم-محور (Equiaxed)، شبه چند ضلعی (Quasi-polygonal) و کشیده شده دیده می شود. همچنین کسر کوچکتری از فازهای تیره رنگ که در شکل ها قابل مشاهده است، اکثرا فاز بینیت است. حلالیت کربن در فاز فریت بسیار ناچیز است تا جایی که در دمای اتاق به مقادیر کمتر از ۰۰/۰۰ درصد محدود می شود [28]. فریت همچنین با سختی تقریبی ۲۰۰ HV نرم ترین فاز در فولادها است و مقاومت فوقالعاده بالایی در برابر تخریبهای ناشی از هيدروژن (HIC) دارد. در فرآيند توليد فولاد X70 ، جوانهزني فریت معمولا در مرزهای دانههای آستنیت به شدت تغییر شکلیافته و در محدوده دمایی عدم تبلور مجدد (Non recrystallization temperature) رخ می دهد و کربن اضافی به داخل اَستنیت باقیماندہ پس زدہ میشود [29]. هر چه تغییر شکل شدیدتر میشود و دما پایینتر میآید، میزان کربن موجود در آستنیت باقی مانده افزایش می یابد تا جایی که پس از استحاله يوتكتوئيد (Eutectoid transformation) بخش بزرگی از اين آستنیت پر کربن به فاز بینیت تبدیل شده و بخش اندکی از آن نيز يا با استحاله مارتنزيتي روبرو شده و يا بدون تغيير به صورت آستنیت باقیمانده (Retained austenite) در ریزساختار باقی می-مانند که جزایر مارتنزیتی/آستنیتی را تشکیل میدهند. همچنین به نظر میرسد میزان اندکی از ناخالصیهای کاربیدی و یا نیتریدی در این حین تشکیل شوند که اکثرا در مرزدانهها قرار می گیرند [28,29]

شبکه آهن اکثرا اتمهای کربن را در فضاهای بیننشین نگه میدارد. با این حال، در فولادهای کم کربن مانند فولاد X70، به ندرت اتمهای کربن فضاهای هشتوجهی بیننشین (Interstitial octahedral positions) در شبکه مکعبی cd آهن را اشغال میکند. این وضعیت منحصر به فرد سبب ایجاد مارتنزیت با ساختار bcc به جای ساختار تتراگونال مرکز پر (Body centered tetragonal) (bct) مرسوم در فولادهای پر کربن میشود. به عبارت دیگر میتوان اعوجاج (Distortion) یا تتراگونالیتی (Tetragonality) شبکه مکعبی در فاز مارتنزیت فولادهای با کربن کمتر از ۲/۰٪ را نادیده گرفت. مارتنزیت bc دارای ساختاری نرمتر و در عین حال چقرمهتر از مارتنزیت است [30].



شکل ۴ (الف) نمایش نحوه قرارگیری یک سلول واحد در شبکه کریستالوگرافی هنگام تقویت شدن بافت مکعبی چرخیده <110>{001} در سطح و محل و جهتگیری قرار گرفتن صفحه {011 در آن و (ب) نحوه و جهتگیری برش انتخاب شده با کد "45" از نمونه نورد شده

بررسی های ریز ساختاری و بافت کریستالی برای بررسی ریز ساختار فولاد و بررسی ترکیب شیمیایی نمونه های مختلف از میکروسکوپ نوری مدل (Olympus) (Olympus محور سکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی (ESEM) میکرو سکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی انرژی پرتو ایکس (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) انرژی پرتو ایکس (Energy-dispersive X-ray spectroscopy) (EDS) استفاده شد. طیف سنجی پراش پرتو ایکس نیز جهت بررسی تغییر در جهت گیری کریستالی یا بافت غالب نمونه ها به عنوان یک روش ساده و در دسترس بهره گرفته شد. در این راستا تمامی نمونه ها در بازه زوایه ای 20 بین ۲۰ تا ۱۰۰ درجه مورد آزمایش قرار گرفتند.

نتایج و بحث بررسیهای ریزساختاری

میکروسکوپ نوری. پس از آمادهسازی نمونهها برای متلوگرانی، تصاویر ریزساختاری نمونههای I و C که توسط میکروسکوپ نوری گرفته شده است در هر دو جهت برش در

در شکل های (۵ -الف تا د) ریزساختار نمونه های I-D و -I 45 نشان داده شده است. شکل های (۵ –الف و ب) مربوط به نمونه I-0 و شکلهای (۵ –ج و د) مربوط به نمونه I-45 میباشد. شایان ذکر است که در این شکلها و شکلهای بعدی که نشان داده می شود، در گوشه پایین سمت راست هر شکل، جهت گیری آن نسبت به جهات RD و TD و ND مشخص شده است. بدیهی است که در مورد نمونههای سطحی بدین منظور صرفا از دو جهت بهره گرفته شده است اما برای نمونههای چرخیده شده با کد 45 لازم است از تلفیقی از چند جهت گیری استفاده شود. در این شکلها میتوان مشاهده کرد که دانه های فریت مخصوصا در سطح بیشتر دارای مورفولوژی شبه چند ضلعی و کشیده شده هستند (بعضي از دانه ها کشيدگي در جهت نورد قبلي نشان مي-دهند، در حالی که برخی دیگر دارای کشیدگی در جهات تصادفی هستند). همچنین شکلهای (ج) و (د) که از مقطع چرخیده شده نمونه تهیه شدهاند نشان می دهند که فازهای ثانویه (Secondary phases) به صورت شبه خطی (Semi linearity) و همسو با جهت گیری نورد قبلی تشکیل شدهاند. این ریزساختار در فولادهای کم آلیاژ با استحکام بالا (High strength low alloy "Pancaked")، به عنوان ريزساختار "پنکيکی ("HSLA) (steel microstructure) " شناخته می شوند و گزارش شده است که

وجود آن به تضعیف مقاومت به هیدروژن تردی منجر می شود. در حین تولید این نوع فولادها، دانه های آستنیت در دمای بالا و طی فرآیند نورد گرم کشیده شده و مرزدانه هایی همسو با جهت نورد ایجاد می شود که مکان های مستعد جوانه زنی برای فازهای ثانویه و همچنین دانه های جدید ایجاد شده در اثر تبلور مجدد می شود. این امر سبب تولید یک ساختار پنکیک مانند از فازهای ثانویه در ریز ساختار فریت نهایی می شود که احتمالا اکثر آن ها نشان دهنده مرزهای دانه آستنیت مادر آن می باشد [31].

فازهای موجود در ریزساختار فولاد X70 نقش بسزایی در ارزیابی خطرات مرتبط با هیدرژون دارند. فاز فریت دارای توانایی sub-grain) با چگالی نابجاییهای فرعی (Mobile Mobile) با چگالی نابجاییهای متحرک (Mobile استحکام و چقرمگی فولاد میشود [32]. با نفوذ اتمهای هیدروژن در ریزساختار فولاد و تجمع آنها بر روی خطوط مرکزی نابجاییها (Central dislocation line)، توانایی آنها برای تحرکپذیری کاهش مییابد، اما در فاز فریت به دلیل چگالی بالای نابجاییها این امر سبب افت قابل ملاحظه در خواص مکانیکی فولاد نمی گردد [33].



شکل ۵ تصاویر میکروسکوپ نوری در دو بزرگنمایی مختلف از ریزساختار نمونههای I-۵ در شکلهای (الف) و (ب) و نمونههای I-45 در شکلهای (ج) و (د) نشان شده است. جهتگیری تصاویر نسبت به جهتگیری نورد قبلی نمونهها در پایین اشکال در کنار اسکیل بار نشان داده شده است. بدیهی است برای نمونههای ۴۵ درجه چرخیده ترکیبی از چند محور نمایش داده شده است

فازهای ثانویه در این ریزساختار مخلوطی از بینیت بالایی (Upper bainite) است که ممکن است حاوی کسر کوچکی از جزایر مارتنزیت/آستنیت باقی مانده (M/A) نیز باشد. حضور بینیت در ریزساختار با به دام انداختن اتمهای هیدروژن در فصل مشترک بین فریت و سمنتیت (Cementite) سبب افزایش حساسیت به هیدروژن فولاد میشود [34]. بسته به زاویه عدم انطباق مرزدانهها، انرژی آنها نیز متفاوت است. در واقع مرزهای دانه با زاویه کم (Low angle grain boundary) از چندین نابجایی که در بالای یکدیگر قرار گرفتهاند تشکیل شدهاند و نابجايىها، به عنوان تلەھاي ھيدروژنى برگشتپذير (Reversible hydrogen traps) در نظر گرفته می شوند. در حالی که مرزهای دانه با زاویه زیاد (High angle grain boundary) به عنوان تلههای هیدروژنی برگشتناپذیر (Irreversible hydrogen traps)قلمداد می شوند [35]. مشاهده شده است که تجمع اتمهای هیدروژن در اینگونه تلهها منجر به افزایش فشار در آن منطقه شده و مکانهای مستعدی برای ایجاد و رشد ترک تولید میکنند. همچنین گزارش شده است که سطح فولادهای تولید شده با روش نورد گرم به دلیل دارا بودن ریزساختار دانه-ریزتر نسبت به مقاطع میانی، چگالی مرزهای دانه بیشتری داشته و در نتیجه هیدروژن با ضریب نفوذ بیشتری در آن مناطق حرکت کرده و همچنین هیدروژن بیشتری در خود انباشت میکنند که سبب تضعيف خواص سطحي اين فولادها مي شود. حضور بينيت در ریزساختار به عنوان یک فاز با کسر حجمی نسبتا زیادی از فصول مشترک و مرزدانهها سبب تشدید این مشکل میشود، هر چند در این فولادها کسر حجمی فاز بینیت در مقایسه با فریت بسيار كمتر است [19,35,36].

به صورت کلی گزارش شده است که اندازه دانه یک عامل بسیار مهم در میزان حساسیت فولادها به هیدروژن است [37]. همان طور که در شکل های (۵ –الف و ب) دیده می شود، توزیعی از دانه های ریز و درشت از فاز فریت بر روی سطح فولاد X70 اولیه مشاهده می شود. دانه های با اندازه ریزتر را شاید بتوان به وقوع تبلور مجدد در سطح در اثر کار مکانیکی شدید در دمایی بالاتر از دمای عدم تبلور مجدد و پایین تر از دمای تبلور مجدد کامل (Recrystallization temperature) (در محدوده دمایی تبور مجدد جزئی (Partial recrystallization temperature)) نسبت داد [28]. با این حال، متوسط اندازه دانه مشاهده شده در نمونه-I

0 و I-45 به ترتیب برابر با ۳/۱ و ۷/۷ میکرومتر بود. به عبارت بهتر، دانههای موجود روی سطح فولاد در مقایسه با دانههای مشاهده شده در نمونه چرخیده شده که تقریبا خواص ریزساختاری مرکزی نمونه را نمایندگی میکنند، اندازه ریزتر و کوچکتری را نشان میدهند. برای این مشاهده میتوان سه دلیل عمده را ذکر کرد [17,37,38]:

- ۱. از آنجایی که ناحیه سطحی فولاد در حین فرآیند تولید و تغییر شکل شدید، تنشهای برشی بیشتر و قابل توجهی را به دلیل اصطکاک با غلتکهای نورد تجربه میکند، لذا در طی فرآیند تبلور مجدد، تعداد بیشتری از محلهای مستعد برای جوانهزنی را داراست.
- ۲. در مرحله سرد کردن فولاد، خنکسازی در اطراف ناحیه سطح سریع تر از نواحی مرکزی رخ میدهد. این سرعت سرد شدن نسبتا بالاتر بر روی سطح، تعداد جوانههای فعال شده برای تبلور مجدد را افزایش داده و به صورت همزمان رشد دانهها را نیز محدود میکند.
- ۳. از آنجایی که سطح دارای چگالی مرزدانه ای بیشتری است، بیشتر تحت تاثیر اثر قفل کنندگی (Pinning effect) برخی عناصر آلیاژی (مانند Nb) قرار می گیرد. بنابراین، دانه های روی سطح عمدتا با مرزدانه های قفل شده با رسوب عناصر آلیاژی خاص احاطه شده اند و رشد قابل توجهی را تجربه نمی کنند. این امر سبب افزایش سختی ناحیه سطحی فولاد در مقایسه با نواحی مرکزی آن نیز می شود.

یافته ها نشان می دهد که عناصر آلیاژی مانند Ti ،Nb و V برای فولاد X70 به عنوان یک ریزکننده دانه آستنیت در طول فرآیند ترمومکانیکی کنترل شده (TMCP) عمل می کنند. اندازه دانه کوچکتر آستنیت سبب تولید دانه هایی با اندازه ریزتر در ریز ساختار نهایی می شود [39]. تأثیر این عنا صر بر ریز ساختار نهایی فولاد به دو صورت محتمل است [40,41]:

 ۱. افزایش دمای عدم تبلور مجدد، که امکان تغییر شکل بیشتر و ایجاد تراکم بالاتر از نابجاییها در ریزساختار را فراهم می کند.
 ۲. بازیابی (Recovery) ریزساختار و حذف عیوبی همچون نابجاییها پس از تغییر شکل را به تاخیر می اندازد.

جودکی و همکاران [38] گزارش کردند که تعداد بیشــتر دانهها در سطح سبب ایجاد چگالی مرزهای دانه بیشتر می شود که به طور بالقوه حسـاسـیت به هیدروژن را افزایش میدهد. از نسبت به نمونه وجود داشته است، فازهای ثانویه به وضوح قابل مشاهده هستند و می توان دید که ریزساختار پنکیکی آنها فشرده شده و فاصله نوارهای آن کاهش یافته است. از آنجایی که دانههای کشیده شده در اثر نورد دارای انرژی درونی بالاتری نسبت به دانههای هم محور هستند، به نظر می رسد افزایش دانههای کشیده شده مقاومت کمتری در برابر رشد ترکهای ناشی از هیدروژن از خود نشان می دهند [36]. در این راستا گزارش شده است که در برخی موارد دانههای کشیده شده مقاومت بیشتری در برابر رشد ترک از خود نشان می دهند. این مهم زمانی اتفاق می افتد که تنش اعمالی موازی با جهت نورد با شد. در این حالت هنگامی که ترکی بخواهد در جهت عرضی رشد کند، از آنجایی که دانههای کشیده شده دارای عرض کمی هستند به سرعت به مرزهای دانه می رسد و رشد بیشتر آن طرف دیگر یافتههای یزدی پور و همکاران [42] نشان میدهند که بالاترین مقاومت به هیدروژن تردی در فولادهایی با اندازه دانه بهینه مشاهده می شود. با این حال حجازی و همکاران [81] نشان میدهند که دانههایی با اندازه ریز تر، چقرمگی شکست را افزایش داده و در نتیجه مقاومت در برابر هیدروژن تردی بهبود می یابد. لذا به نظر می رسد تأثیر اندازه دانه و توزیع مرزهای دانه بر حسا سیت هیدروژنی یک موضوع بحث برانگیز است که با نظرات مختلف و گاها متضادی در مورد آن وجود دارد [17,18]. ریزساختار نمونههای 0-C و 54-C را نشان می دهند که به آنها مشاهده می شود. همانطور که در این شکلها می توان دید، میزان بالای کرنش اعمال شده به ریز ساختار، تشخیص مرزهای دانه را د شوار کرده است. با این حال در شکلهای (۶ - ج و د) به تر تیب به دلیل دید، و در این شکلها می توان دید، و ضوح اثر تغییر شکل شدید و کاهش ضخامت ۸۰٪ فولاد در میزان بالای کرنش اعمال شده به ریز ساختار، تشخیص مرزهای دانه را د شوار کرده است. با این حال در شکلهای (۶ - ج و د)



شکل ۶ تصاویر میکروسکوپ نوری در دو بزرگنمایی مختلف از ریزساختار نمونههای C-D در شکلهای (الف) و (ب) و نمونههای C-45 در شکلهای (ج) و (د) نشان شده است. جهتگیری تصاویر نسبت به جهتگیری نورد قبلی نمونهها در پایین اشکال در کنار اسکیل بار نشان داده شده است. بدیهی است برای نمونههای ۴۵ درجه چرخیده ترکیبی از چند محور نمایش داده شده است

شایان ذکر است که در مقابل، دانههای هممحور دارای خواص مکانیکی همسانگرد (Isotropic mechanical properties) هستند. این بدان معنی است که خواص مکانیکی فولاد با دانههای هممحور در همه جهات یکسان است. چنین فولادهایی هنگامی که تحت تنش در جهات مختلف قرار می گیرند، در مقایسه با فولادهایی با دانههای کشیده شده استحکام بیشتری از خود نشان میدهند. با این حال، گزارش شده است که فولادهایی با دانههای هممحور عمدتا دارای چگالی بالاتری از مرزهای دانه با زاویه زیاد هستند که به عنوان یک مسیر نفوذ سریع برای هیدروژن و تجمع اتمهای آن در نظر گرفته میشوند [36]. از سوی دیگر، اخیرا توماس و اسپونار [43] گزارش دادند که به دنبال کار سرد بر روی فولاد X70، ضریب نفوذ هیدروژن در دانههای تغییر شکل یافته در مقایسه با دانههای تغییر شکل نیافته افزایش می یابد. به عبارت دیگر، مشاهده شد که دانههای تغيير شكل يافته سريعترين مسير نفوذي براي اتمهاي هيدروژن هستند. همچنین نشان داده شده است که اعمال کار سرد بر روی فولاد به طور قابل ملاحظهای به دام افتادن اتمهای هیدروژن در ريزساختار را افزايش مي دهد [44].

ریزساختار و دانهبندی فولادها نقش مهمی در مقاومت آنها به خوردگی نیز دارد. گزارش شده است که کار سرد منجر به افزایش نرخ خوردگی می شود [45]. در مطالعات دیگری مشاهده شده است که فولاد X70 که ریزساختاری متشکل از عمدتا فریت شده است که فولاد محمقایسه با نوع فولادی دیگر که ریزساختاری فریتی و پرلیتی داشته است، فعالیت الکتروشیمیایی کمتری از خود نشان می دهد. محققان چقرمگی نسبتا بالاتر بینیت در کنار اندازه دانه نسبتا کوچکتر آن در مقایسه با پرلیت (Pearlite) را عامل این موضوع دانستهاند [46]. همچنین گزارش شده است که ترکیب فریت و پرلیت در ریزساختار منجر به ایجاد مرزهای دانه حساس تر می شود که به نوبه خود فعالیتهای الکتروشیمیایی را تسهیل می کند [29,47].

میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی. شکلهای (۷) و (۹) تصاویر میکروسکوپ الکترونی نمونههای I و C را نشان میدهد. شکل (۷ –الف تا د)، مربوط به نمونه O-I است که یک ریزساختار فریتی شامل ترکیبی از بینیت بالایی مرسوم (UB)، فریت دانهای (GF) و همچنین جزایر مارتنزیت/آستنیت باقیمانده

I- می دهد. شکل (۷ – و و) ریزساختار نمونه -I را دارد. 45 را نشان می دهد که ترکیب فازی مشابه با نمونه 0-I را دارد. به صورت کلی گزارش شده است که اعمال تغییر شکل مکانیکی بر فولاد X70 در زیر دمای عدم تبلور مجدد، سبب تشکیل یک ریزساختار اکثرا فریتی و بینیتی پس از استحاله فاز آستنیت می-شود. این موضوع برخلاف رفتار فولاد X52 است که پس از فرایند تولید یک ریزساختار فریتی و پرلیتی را از خود نشان می-فرایند تولید یک ریزساختار فریتی و پرلیتی را از خود نشان می-از میکروسکوپ الکترونی برای شناسایی بهتر اجزای ریزساختاری آن استفاده شد. با توجه به این که این تصاویر از سطح مقطع نمونه اولیه گرفته شده است، تا حدی اثرات کشیدگی دانه ما در اثر اعمال تغییر شکل اولیه ناشی از فرآیند تولید فولاد را می توان در آنها مشاهده کرد.

به صورت کلی ریز ساختارهای مر سومی که در فولادهای HSLA مشاهده و گزارش شدهاند، عبارتند از [48-50]: ۱. فریت دانهای، سوزنی (Acicular ferrite) و ویدمن اشتاتن (Widmanstatten ferrite).

۲. پرلیت ریز دانه.

- ۳. بینیت بالایی، پایینی (Lower bainite) با مورفولوژی های بشقابی (Plate-like) و یا صفحهای (Lath-like).
 - ۴. مقدار كمي جزاير مارتنزيت/آستنيت باقىمانده.
 - ۵. رسوبات ریز کاربیدی/نیتریدی.

در حین استحاله آستنیت، بینیت مستقیما از طریق جوانهزنی و رشد فریت بینیتی تشکیل می شود [51]. این فرآیند با تشکیل سمنتیت بین صفحات فریت بینیتی و یا حتی در داخل آن ها همراه است که منجر به تبدیل آستنیت به بینیت بالایی و یا پایینی می شود [31]. مطالعات متعددی روی فاز بینیت انجام شده است و طبقهبندی های مختلفی برای آن بر اساس مورفولوژی آن بیان شده است [45-15]. در میان این طبقهبندی ها، سیستم پیشنهاد شده توسط کمیته بینیت در موسسه آهن و فولاد ژاپن (Isu Iron and اron and ایج ترین سیستمی است که برای فولاد های کم کربن ایمانده می شود. در طبقهبندی این کمیته به طور سیستماتیک از ریزساختارهای مختلفی که معمولا در فولادهای کم آلیاژی و کم استفاده می شود نام برده شده است. به صورت کلی این طبقه-بندی شامل دو نوع ریزساختار بینیتی است: فریت دانهای نیز ماندا دانهای نیز

شناخته میشود و فریت بینیتی که شامل بینیت بالایی (UB) و یا پایینی است.

فریت دانهای (GF): مطابق با این طبقهبندی، زمانی که به دلیل کم کربن بودن فولاد، تشکیل سمنتیت به تأخیر میافتد، فریت دانهای ایجاد میشود. تصویر میکروسکوپ الکترونی در شکل (۷ –ج) نشان میدهد که نواحی فریت دانهای عمیق تر اچ شدهاند که این موضوع در مقایسه با جزایر M/A که به طور قابل توجهی دارای سطح صاف تر، برجسته تر و همچنین دارای مرزدانههای مستقیم تر هستند، به وضوح قابل رؤیت است. سیژک و همکاران [55] پیشنهاد کردند که فریت دانهای در واقع نوعی

فریت ویدمناشتاتن است که در فرآیند رشد خود دچار نوعی رفتار به غیر قاعده شده است. در واقع فریت دانهای از دانههای فریتی تشکیل شده است که با چگالی نابجایی بالا شناخته شده و زوایای عدم انطباق کمی در بین آنها وجود دارد. این ریزساختار معمولا همراه است با جزایر تقریبا نیمه هممحور M/A که در بین آن توزیع شدهاند. معمولا در تجزیه و تحلیل تصاویر حاصل از میکروسکوپ نوری، GF یک مورفولوژی شبه چند ضلعی فریتی را از خود نشان می دهد که تشخیص آن را از جزایر M/A دشوار میکند. با این حال، جزایر M/A معمولا مورفولوژی شبه چند ضلعی کمتری دارد [28,55].



شکل ۷ تصاویر FESEM مرتبط با (الف) ریزساختار نمونه I-۵، (ب) فازهای مختلف نمونه I-۵، از جمله فریت دانهای (GF)، بینیت بالایی (UB) و جزایر مارتنزیت/استنیت باقیمانده (M/A)، (ج) بزرگنمایی بیشتر فازهای GF، و M/A و M/A در نمونه I-۵، (د) بزرگنمایی بیشتر فقط فاز UB، (ه) ریزساختار نمونه I-45، (و) فازهای مختلف نمونه I-45



شکل ۸ (الف) نمایش شماتیک از GF به همراه جزایر M/A و (ب) نمایش شماتیک از مورفولوژی فاز UB

بينيت بالايي (UB): طبقهبندي كميته بينيت UB ،ISIJ را به عنوان یک ریزساختار شامل صفحههای فریت تعریف میکند که توسط مرزهای با زاویه کم، با لایههای پیوسته یا متناوب از فاز سمنتیت در هم تنیده شدهاند. با این حال، به دلیل میزان کربن محدود در این فولادها، سمنتیت به طور قابل توجهی بین صفحات فریت تشکیل نمی شود و در عوض، فیلم های M/A جای آن را می گیرد [56]. به عبارت دیگر، دو نوع مورفولوژی از فاز M/A در ریزساختار وجود دارد: دانههای M/A نیمه هممحور و فیلمهای M/A در ریزساختار UB. در این راستا تیرومالاستی و همکاران [57] و جواهری و همکاران [28] گزارش دادهاند که جزایر کوچکی از M/A در ریزساختار UB، کنتراست (Contrast) روشن تری نسبت به سمنتیت نشان میدهند. در شکل (۷ –د)، تصویری با بزرگنمایی بالا از یک دانه UB نشان داده شده است. همانطور که در این شکل مشاهده می شود، ضخامت لایه های درونی UB بسیار کم بوده و کمتر از یک میکرومتر برآورد می-شود. شکلهای (۸ –الف و ب) نیز یک طرح شماتیک از مورفولوژیهای فریت دانهای و بینیت بالایی را نشان میدهند. همان طور که در شکل (۸ –الف) مشاهده می شود ترکیبی از دانه-های فریت به عنوان فاز پسزمینه و جزایر مارتنزیت/اًستنیت باقیمانده توزیع شده در بین آنها به عنوان فربت دانهای شناخته می شوند. همچنین در شکل (۸ –ب) می توان دید که لایه های موجود در بین فریتهای بینیتی در یک دانه بینیت که در فولادهای کم کربن ایجاد میشوند، میتوانند هر دو فاز سمنتیت و یا استنیت/مارتنزیتهای باقیمانده از استحاله بینیتی باشند [28] شکل (۹ –الف تا د) ریزساختار نمونههای کار سرد شده را که کاهش ۸۰ درصدی ضخامت داشتهاند، نشان میدهد. شکل

(۹ – الف و ب) مربوط به ریزساختار نمونه 0-C است که یک مورفولوژی دوگانه از دانههای شبه چند ضلعی و کشیده شده را نشان می دهد که پس از کار سرد ایجاد شدهاند. در این شکلها، ریزساختار سه فاز متفاوت به وضوح قابل شناسایی هستند: فریت دانهای تغییر شکل یافته (DGF)، بینیت بالایی تغییر شکل یافته (DUB) و جزایر مارتنزیت/آستنیت باقیمانده تغییر شکل یافته نشان دهنده تنش اعمال شده قابل ملاحظه به ریزساختار است. همچنین شکل (۹ –ج و د) ریزساختار نمونه C-45 که توسط میکروسکوپ الکترونی به دست آمده است را نشان می دهد. از آنجایی که تصویر موجود در شکل (۹ –ج) از سطح مقطع چرخیده شده نمونه نورد شده گرفته شده است، به وضوح ریزساختار کشیده شده در آن مشخص است.

شایان ذکر است که فازهایی مثل UB و M/A که سختی نسبی بالاتری نیز دارند به همراه سایر رسوبات ریز مانند کاربیدها، نیتریدها و آخالهای سولفید منگنز که دارای انرژی پیوند بالایی هستند به عنوان تلههای هیدروژنی برگشت ناپذیر شناخته می-شوند. این فازها و رسوبات عموما ناسازگار با فاز پس زمینه، سبب افزایش حساسیت به هیدروژن می شوند. اتمهای هیدروژن در فصل مشترک بین این فازها، آخالها و ریزساختار پس زمینه تجمع میکنند. سپس با هم ترکیب می شوند و مولکولهای هیدروژن را تشکیل می دهند که موجب ایجاد و تسهیل رشد ترکها با کاهش انرژی مورد نیاز برای رشد آنها می شوند [58].



شکل ۹ تصاویر FESEM مرتبط با (الف) ریزساختار نمونه C-0، (ب) فازهای مختلف نمونه C-0، از جمله فریت دانهای تغییر شکل یافته (DGF)، بینیت بالایی تغییر شکل یافته (DUB) و جزایر مارتنزیت/آستنیت تغییر شکل یافته (DMA)، (ج) ریزساختار نمونه 45- C و (د) فازهای مختلف نمونه C-45

همان طور که قبلا نیز اشاره شد، در پروژه حاضر تمامی نمونهها در بازه 20 بین ۲۰ تا ۱۰۰ درجه مورد طیف سنجی پراش پرتو ایکس قرار گرفتند. در شکل (۱۱) نتیجه حاصل از طیف-سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه 0-I نمایش داده شده است. همان طور که در این نمودار مشاهده می شود تنها سه قله در زوایای حدودی 20 برابر با ۴۲/۷، ۶۵/۱ و ۲۸/۴ درجه مشاهده شد. این سه قله با قدرتهای متفاوت در نمونههای دیگر نیز ظاهر شدند، اما قله جدیدی در نمونههای دیگر به این مجموعه اضافه نشد، لذا به جهت ساده سازی، در شکلهای آتی، نمودارها در بازه 20 بین ۳۰ تا ۹۰ درجه رسم و مقایسه خواهند شد.

با استفاده از معادله (۱) و (۲) که به ترتیب نشاندهنده قانون براگ (Bragg law equation) و فاصله بین صفحات کریستالوگرافی را نشان میدهد و همچنین روش محاسبه فاصله مفحات کریستالی و با فرض طول موج Å 1/47414=(۲۰/۵ ۴۴/۷ ، می توان نتیجه گرفت که قله پدیدار شده در 20 با زاویه

بررسی های مرتبط با بافت کریستالو گرافی

طیف سنجی پراش پرتو ایکس. یکی از ساده ترین و در دسترس ترین روش های بررسی بافت فلزات، استفاده از روش طیف سنجی پراش پرتو ایکس میباشد. لذا در این پژوهش نیز سعی شد از این روش برای بررسی بافت آلیاژ مورد مطالعه استفاده شود. نتایج حاصل از طیف سنجی پراش پرتو ایکس در راستای شود. نتایج حاصل از طیف سنجی پراش پرتو ایکس در راستای هر کدام از آنها روش های مختلفی قابل نمایش است، که اطلاعات متعددی در اختیار قرار میدهند. ساده ترین روش نمایش، مقایسه و تحلیل نتایج حاصل از طیف سنجی پراش پرتو ایکس، مقایسه نمودارهای نرماله شده (Normalized) آن با یکدیگر است. در این روش نمودارهای بدست آمده برای نمونه-های مختلف نسبت به قله (Peak) بیشینه یکدیگر نرماله شده و تغییرات سایر قلهها نسبت به یکدیگر مورد بررسی و تحلیل قرار می گیرند [59].

درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر (Miller indices) {۱۱۰}، زوایه ۶۵/۱ درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر {۱۰۰} البته با فرض 2=n و در نهایت زاویه ۸۲/۴ درجه مربوط به خانواده صفحات کریستالی با اندیس میلر {۲۱۱} می باشد.

- $n\lambda = 2d\sin\theta$ (1)
- $d^{2}=a^{2}/(h^{2}+k^{2}+l^{2})$ (Y)

که در آن n مرتبه تابش (Diffraction order)، λ طول موج پرتو ایکس تابیده شـده، d فاصـله بین صـفحات کریسـتالی، θ نصف زاویه بین پرتو تابیده شده و بازتابیده شده و (hkl) اندیس های میلر صفحه مد نظر است [27,59].

همان طور که در شکل (۱۱) قابل مشاهده است قدرت قله-های مرتبط با صفحات کریستالی {۱۱۰}، {۲۰۰ } و {۲۱۱ } پس از اعمال فرآیند کار سرد تغییراتی داشته اند که همه آنها نسبت به قله بیشینه یعنی قله موجود در زاویه 20 برابر با ۴۴/۷ درجه نرماله شده اند. به عبارت دیگر کاهش در قدرت قلههای مرتبط با صفحات کریستالی {۲۰۱ } و {۲۱۱ } به معنی افزایش قدرت قله مرتبط با صفحات کریستالی {۲۰۱ } بوده و بالعکس. به عبارت بهتر، به دلیل این که نسبت شدت قلهها به یکدیگر در طیف سنجی پراش پرتو ایکس حائز اهمیت است و به عنوان مثال اگر شدت رخ نداده است، می توان این گونه بیان کرد کاهش شدت یک یا چند قله نسبت به سایر قله یا قلهها می تواند به دو صورت صفحات مرتبط با آنها و یا تقویت چگالی صفحات مرتبط با سایر قله یا قلهها می تواند به دو صورت

همان طور که مشاهده می شود، شکل (۱۲) به مقایسه نتایج حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس نمونه کار سرد شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و چرخیده شده یرداخته است. همانطور که در این شکل مشاهده میشود با اعمال تغییر شکل سرد به صورت معناداری از قدرت قلههای مربوط به صفحات کریستالی {۲۰۰} و {۲۱۱} در سطح نمونهها کاسته شده (به قدرت قله {۱۱۰} افزوده شده است) و به صورت هم-زمان به قدرت آنها در نمونه چرخیده شده اضافه می شود (از قدرت قله {١١٠} كاسته شده است). با توجه به مطالعات پيشينيان [59,60] اعمال کار سرد سبب تقويت بافت مرجح و غالب بر روی سطح نمونههای دارای مؤلفه بافت مکعبی (Cube texture component) يا مؤلفه مكعبي چرخيده (texture component texture component) می شود. لذا تضعیف قلههای {۲۰۰} و {۲۱۱} نسبت به قله {۱۱۰} در سطح نمونهها می تواند نشان دهنده عدم وجود بافت مرجح مكعبي در سطح نمونه اوليه موسوم به I باشد.

همچنین با مشاهده شکل (۱۲) می توان نتیجه گرفت که شدت قله {۲۱۱} در مقایسه با قله {۲۰۰ } تغییرات کمتری داشته است. شایان ذکر است که شدت قله {۲۰۰ } در واقع چگالی صفحات کریستالی {۱۰۰ } در نمونه را مشخص می کنند. این موضوع اولا به این جهت مهم است که صفحات کریستالی ا ۱۱۰ } و {۱۰۰ }، به ترتیب صفحاتی با بیشترین چگالی اتمی در فلزات با ساختار بلوری مکعب مرکز پر (bcc) هستند و دوما انتخاب این دو صفحه با فلسفه انتخاب دو جهت برش نمونهها (سطح و مقطع چرخیده شده با دو چرخش ۴۵ درجه) هم خوانی دارد.



شکل ۱۱ نتیجه حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه I-O



شکل ۱۲ مقایسه نتایج حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس نمونه کار سرد شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه چرخیده

میکنند. مزیت اصلی این روش، ارائه نتایج کمی و قابل مقایسه و عدم حذف یک قله در هر طیف به عنوان قله بیشینه و مرجع است. البته لازم به ذکر است که در این روش نیز به یک مرجع برای مقایسه تغییرات شدت و ضعف قلهها نیاز است که باید یک نمونه با بافت تصادفی را برای این منظور انتخاب کرد. برای این منظور نمونه آنیل شده انتخاب شد. شکل (۱۳) نشاندهنده نتایج بدست آمده از طیفسنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه آنیل شده موسوم به A در مقایسه با نمونه اولیه موسوم به I است. از آنجایی که نتایج حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه آنیل شده در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه دمونه آنیل شده در دو جهت برش سطحی از ۲۱۱} و ۱۰۱۶ درای بافت تصادفی برای این نمونه آنیل شده تا حدود زیادی دارد، می توان نتیجه گرفت این نمونه آنیل شده تا حدود زیادی دارای بافت تصادفی برای ادامه محاسبات در این مرحله انتخاب کرد. معادله (۳) مفهوم پارامتر بافت با توضیحات فوق را در

خود گنجانده و به صورت کاربردی به نمایش می گذارد:

$$T.P. = \frac{\frac{I_{hkl}}{I_{hkl}^{0}}}{\frac{1}{n} \Sigma \frac{I_{hkl}}{I_{hkl}^{0}}}$$
(°)

که در آن I^o_{hkl} شدت قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (hkl) در طیفسنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه مرجع با بافت تصادفی، I_{hkl} شدت قله مربوط به صفحه با اندیس میلر (hkl) در طیف سنجی پراش پرتو ایکس برای نمونه مورد نظر و n تعداد قلههای ظاهر شده و مورد مقایسه قرار گرفته می با شد [59]. البته باید توجه داشت که تنها با اتکا به نتایج این آزمون نمی توان این دو نمونه را دارای بافت مرجح معرفی کرد. لذا تحلیلهای ارائه شده مبتنی بر طیف سنجی پراش پرتو ایکس، تنها یک دید کلی از چگالی صفحات کریستالی فوق الذکر و تغییرات آنها را در مقایسه با یکدیگر ارائه می دهند. در این راستا با مقایسه نمودارهای موجود در شکل (۱۲) می توان نتیجه گرفت که اعمال کار سرد بر روی نمونه I سبب تضعیف چگالی صفحات کریستالی {۱۰۰} بر روی سطح آن شده است. به عبارت دیگر صفحات کریستالی {۱۰۰} در مقایسه با صفحات کریستالی روی سطح نمونه هستند. این امر را می توان ناشی از تقویت مؤلفه بافت گوس (Goss texture component) در سطح نمونه چرخیده (Rotated Goss texture component) در سطح نمونه دانست.

پارامتر بافت (Texture parameter). یکی دیگر از روشهای نمایش نتایج حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس فلزات، استفاده از روش محاسبه پارامتر بافت میباشد. در این روش که اساسا مشابه روش نرماله کردن نمودارهاست، نتایج ملموس و کمیتری در مقایسه با تحلیلهای کیفی روش قبل حاصل می-شود. تفاوت اصلی این روش با روش نرماله کردن نمودارها در این است که در روش محاسبه پارامتر بافت، میزان تغییرات قلهها نسبت به میزان میانگین کلی تغییر در همه قلهها، نرماله میشود. به عبارت دیگر ابتدا میانگینی از میزان تغییرات همه قلهها در اثر اعمال هر نوع عملیات مکانیکی یا ترمومکانیکی بدست آورده میشود و آنگاه میزان تغییرات هر قله را با آن میانگین مقایسه



شکل ۱۳ مقایسه نتایج حاصل از طیفسنجی پراش پرتو ایکس نمونه آنیل شده و نمونه اولیه در دو جهت برش سطحی و مقطع ۴۵ درجه

شکل (۱۳) نیز متوجه شد. جدول (۲) نشان میدهد سطح نمونه اولیه دارای یک بافت مرجح مکعبی یا مکعبی چرخیده از صفحات {۱۰۰} با پارامتر بافت نسبتا بالایی است. همین امر در مقطع ۴۵ درجه نمونه اولیه با تقویت شدن پارامتر بافت گوسی یا گوسی چرخیده از صفحات {۱۱۰} تایید کننده بافت سطحی است. همان طور که در فصلهای گذشته نیز ذکر شد، نمونه اولیه موسوم به I، قطعه جدا شده از یک فولاد X70 می باشد که از خطوط انتقال صنایع گازی و نفتی جدا شده است. لذا با علم به این که این قطعه فولاد، قبل از هر گونه عملیات اضافی بر روی آن، از یک فرآیند ترمومکانیکی مشخص و استاندارد تولید شده است، داشتن یک بافت مرجح برای نمونه اولیه، توجیه می شود.

جدول ۲ پارامترهای بافت برای هر یک قلهها در هر نمونه

Sample name	Texture Parameter					
	T.P. {110}	T.P. {200}	T.P. {211}			
I - 0	0.468	1.879	0.653			
I - 45	1.921	0.821	1.164			
C - 0	1.167	0.980	0.852			
C - 45	0.346	1.464	1.190			

با مشاهده سطرهای بعدی در جدول (۲) و تغییرات پارامتر بافت برای نمونه کار سرد شده موسوم به C، می توان دریافت که

اگر نمونه پس از اعمال تغییر شکل هیچ گونه تفاوتی در بافت آن ایجاد نشود، صورت و مخرج کسر بالا به گونهای تغییر میکنند که حاصل آن یک باشد. به عبارت دیگر مقدار پارامتر بافت بدست آمده نزدیک به عدد یک نشان دهنده نزدیک بودن بافت مورد مطالعه به بافت تصادفی است. از طرف دیگر اگر یکی از قلههای مرتبط با طیفسنجی پراش پرتو ایکس فلز مورد نظر میزان تغییرات نسبتا زیادی را در مقایسه با میزان تغییرات سایر قلهها به نمایش بگذارد یا به عبارتی چگالی صفحه کریستالی مرتبط با آن افزایش چشم گیری در مقایسه با سایر صفحات كريستالو گرافي داشته باشد، پارامتر بافت مرتبط با آن قله به سمت عدد n میل خواهد کرد. به عبارت دیگر عدد پارامتر بافت بین دو عدد صفر و n متغیر خواهد بود. عددهای زیر یک تا صفر به معنی تضعیف یک قله در مقایسه با قله مشابه در نمونه با بافت تصادفی و عددهای بالاتر از یک تا n به معنی تقویت شدن یک قله نسبت به قله مشابه در نمونه با بافت تصادفی است. با این تفاسير و با انجام محاسبات فوق الذكر، جدول (٢) كه نشاندهنده پارامترهای بافت برای هر یک قلهها در هر نمونه میباشد، بدست آمد. در این مرحله و با بدست آوردن این جدول با اطمینان خاطر بیشتری می توان در مورد بافت مرجح نمونهها پس از اعمال کار سرد اظهار نظر کرد.

با در نظر گرفتن موارد فوق، از جدول (۲) می توان دریافت حتی نمونه اولیه موسوم به I نیز نسبت به بافت تصادفی، دارای یک بافت مرجح است. این موضوع را می توان تا حدودی از روی

با اعمال تغییر شکل شدید ۸۰٪ بر روی نمونه اولیه، به نظر می-رسد شدت بافت مرجح با صفحات کریستالی {۱۰۰} در سطح نمونه تضعیف شده و در مقابل شدت بافت مرجح صفحات کریستالی {۱۱۰} در آن تقویت که شده است. به عبارت دیگر جدول (۲) نشان میدهد، نمونه C در مقایسه با نمونه I بر روی سطح خود دارای بافت مکعبی تضعیف شده و بافت گوسی تقویت شده می باشد. نکته جالب توجه این جاست که با بررسی پارامترهای بافت در مقطع ۴۵ درجه نمونه موسوم به C، مشخص میشود که در این حالت بر خلاف بافت سطحی، بافت مکعبی نقر می رسد میزان تضعیف شدن است، با این تفاوت که به میزان تقویت شدن بافت مکعبی است.

گزارش شده است که صفحات کریستالی {۱۰۰} به دلیل داشتن سیستمهای لغزشی ناکافی در شبکه بلوری مکعبی مرکز پر (bcc)، دارای مسیرهای شکست بیندانهای (Intergranular) و دروندانهای (Intragranular) با مقاومت کم بیشتری است [8]. البته درک کامل نقش بافت کریستالوگرافی بر خواص مکانیکی و مخصوصا شکستهای مرتبط با هیدروژن (HIC) بسیار پیچیده است،. با این حال محققین دریافتهاند که ارتباطی قطعی بین آنها وجود دارد. به عنوان نمونه گزارش شده است که بافتهای مکعبی و مکعبی چرخیده به دلیل توانایی کمی که در آزادسازی تمركز تنش دارند، سبب تضعيف خواص مكانيكي فولاد مي شوند [61]. در مقابل نشان داده شده است که بافت گوسی با چگالی بالای صفحات کریستالی {۱۱۰} مقاومت بیشتری در برابر شکستهای ناشی از هیدروژن از خود نشان میدهند [62]. لذا به نظر میرسد که می توان این گونه نتیجه گرفت که فرآیند کار سرد به لحاظ تحليل بافت كريستالوگرافي مي تواند سبب بهبود خواص مكانيكي سطحي فولاد مورد مطالعه شود.

همچنین می توان تغییرات بافت سطحی فولاد را به خواص الکتروشیمیایی و مخصوصا مقاومت به خوردگی آن مرتبط دانست. درک ارتباط بین بافت سطحی و خوردگی فولاد مستلزم توجه به این نکته است که صفحات کریستالی متراکمتر، که با انرژی سطحی کم شناخته می شوند (بدلیل تعداد پیوند شکسته شده کمتر)، با سرعت کمتری نسبت به صفحات کریستالی با تراکم کمتر که انرژی سطحی بالاتری دارند دچار خوردگی می شوند. به طور کلی گزارش شده است که صفحات

کریستالوگرافی با چگالی اتمی کمتر (انرژی سطحی بالاتر) محلهای مناسبتری برای واکنش آندی انحلال فراهم میکنند [63]. در نتیجه، خوردگی را میتوان با جهتگیری دانهها مرتبط دانست و یه نظر میرسد با اعمال فرآیندهای متالورژیکی که منجر به قرارگیری صفحات کریستالی متراکم در سطح شوند، بتوان مقاومت به انحلال آندی فولاد را کاهش داد. در همین راستا گزارش شده است که با افزایش کسر حجمی بافت کریستالی گوسی با چگالی بالای صفحات {۱۱۰ مقاومت بالایی در برابر خوردگی ایجاد کرده است، در حالی که افزایش شدت بافت کریستالی مکعبی با چگالی صفحات {۱۰۰ منجر به انحلال آندی بیشتر شده است [64].

البته شایان ذکر است که قضاوت فقط بر اساس اطلاعات بدست آمده از طیفسنجی پراش پرتو ایکس برای مشخص کردن بافتهای مرجح در فلزات و همچنینی نتیجه گیری در مورد خواص مکانیکی آنها، میتواند کمی از واقعیت فاصله داشته باشد، چرا که در این روش از استفاده از پراش پرتو ایکس، بدلیل تک زاویه بودن تابش، فقط صفحات کریستالو گرافی کمی مورد بررسی قرار می گیرند و نمیتوان یک دید کلی از چگالی تمام صفحات کریستالو گرافی نمونه بدست آورد.

نتيجه گيري

بررسیها در این پژوهش بر روی بررسی تغییرات ریزساختاری و جهت گیری کریستالی فولاد خط لوله API 5L X70 در دو مقطع مختلف در اثر اعمال کار سرد متمرکز شده است. نتایج و تحلیل-های مهم حاصل شده از این پژوهش به شرح زیر خلاصه می-شود:

- ۱. تصاویر FESEM و میکروسکوپ نوری نشان داد که ریزساختار فولاد اولیه شامل فریت دانهای، بینیت بالایی و جزایر مارتنزیت/ آستنیت باقیمانده است.
- ۲. تصاویر FESEM و میکروسکوپ نوری همچنین تشکیل دانههای کشیده شده را در مقطع ۴۵ درجه چرخیده نمونه در اثر کار سرد تایید میکنند که در نتیجه آن انرژی ذخیره شده در ریزساختار افزایش یافته است.
- ۳. جهت گیری کریستالی صفحات کریستالو گرافی {۱۰۰} در اثر
 اعمال کار سرد به صفحات کریستالو گرافی {۱۱۰} در سطح
 ۳۰ تبدیل شـد و این اتفاق به صـورت معکوس در مقطع ۴۵

تقدير و تشكر

چرخیده نمونه مشاهده شد.

مراجع

- [1] H. Tamehiro, T. Takeda, S. Matsuda, K. Yamamoto, and N. Okumura, "Effect of Accelerated Cooling after Controlled Rolling on the Hydrogen Induced Cracking Resistance of Line Pipe Steel," *Transactions of the Iron and Steel Institute* of Japan, vol. 25, no. 9, pp. 982-988, 1985. https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.25.982
- [2] E. Ohaeri, U. Eduok, and J. Szpunar, "Relationship between microstructural features in pipeline steel and hydrogen assisted degradation," *Engineering Failure Analysis*, vol. 96, pp. 496-507, 2019. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2018.11.008
- [3] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, K. M. M. Rahman, R. Ouellet, and J. A. Szpunar, "An extensive study of hydrogen-induced cracking susceptibility in an API X60 sour service pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 41, no. 7, pp. 4185-4197, 2016. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2016.01.031
- [4] M. Eskandari, M. A. Mohtadi-Bonab, and J. A. Szpunar, "Evolution of the microstructure and texture of X70 pipeline steel during cold-rolling and annealing treatments," *Materials & Design*, vol. 90, pp. 618-627, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.11.015
- [5] C. Lesch, N. Kwiaton, and F. B. Klose, "Advanced High Strength Steels (AHSS) for Automotive Applications Tailored Properties by Smart Microstructural Adjustments," *steel research international*, vol. 88, no. 10, pp. 1700210, 2017. https://doi.org/10.1002/srin.201700210
- [6] F. G. Caballero, H, Roelofs, St. Hasler, C. Capdevila, J. Chao, J. Cornide, and C. Garcia-Mateo, "Influence of bainite morphology on impact toughness of continuously cooled cementite free bainitic steels," *Materials Science and Technology*, vol. 28, no. 1, pp. 95-102, 2012. https://doi.org/10.1179/1743284710Y.0000000047
- [7] E. Sadeghi Meresht, T. Shahrabi Farahani, and J. Neshati, "Failure analysis of stress corrosion cracking occurred in a gas transmission steel pipeline," *Engineering Failure Analysis*, vol. 18, no. 3, pp. 963-970, 2011. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2010.11.014
- [8] M. A. Mohtadi-Bonab, J. A. Szpunar, and S. S. Razavi-Tousi, "Hydrogen induced cracking susceptibility in different layers of a hot rolled X70 pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 38, no. 31, pp. 13831-13841, 2013. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2013.08.046
- [9] Y. Baik and Y. Choi, "The effects of crystallographic texture and hydrogen on sulfide stress corrosion cracking behavior of a steel using slow strain rate test method," *The Physics of Metals and Metallography*, vol. 115, no. 13, pp. 1318-1325, 2014. https://doi.org/10.1134/S0031918X14130031
- [10] E. Fallahmohammadi, F. Bolzoni, G. Fumagalli, G. Re, G. Benassi, and L. Lazzari, "Hydrogen diffusion into three metallurgical microstructures of a C–Mn X65 and low alloy F22 sour service steel pipelines," *International Journal* of Hydrogen Energy, vol. 39, no. 25, pp. 13300-13313, 2014. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.06.122
- [11] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Texture, local misorientation, grain boundary and recrystallization fraction in pipeline steels related to hydrogen induced cracking," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 620, pp. 97-106, 2015. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.009

- [12] M. A. Mohtadi-Bonab, J. A. Szpunar, R. Basu, and M. Eskandari, "The mechanism of failure by hydrogen induced cracking in an acidic environment for API 5L X70 pipeline steel," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 40, no. 2, pp. 1096-1107, 2015. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2014.11.057
- [13] R. A. Oriani and P. H. Josephic, "Hydrogen-enhanced load relaxation in a deformed medium-carbon steel," Acta Metallurgica, vol. 27, no. 6, pp. 997-1005, 1979. https://doi.org/10.1016/0001-6160(79)90187-1
- [14] A. H. S. Bueno, E. D. Moreira, and J. A. C. P. Gomes, "Evaluation of stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement in an API grade steel," *Engineering Failure Analysis*, vol. 36, pp. 423-431, 2014. https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2013.11.012
- [15] E. Ohaeri, J. Szpunar, F. Fazeli, and M. Arafin, "Hydrogen induced cracking susceptibility of API 5L X70 pipeline steel in relation to microstructure and crystallographic texture developed after different thermomechanical treatments," *Materials Characterization*, pp. 142-156, 2018. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.08.034
- [16] J. A. Lee, D. H. Lee, M. Y. Seok, U. B. Baek, Y. H. Lee, S. H. Nahm, and J. I. Jang, "Hydrogen-induced toughness drop in weld coarse-grained heat-affected zones of linepipe steel," *Materals Chara Cterization*, vol. 82, 2013/08 2013. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2013.05.001
- [17] A. J. Haq, K. Muzaka, D. P. Dunne, A. Calka, and E. V. Pereloma, "Effect of microstructure and composition on hydrogen permeation in X70 pipeline steels," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 38, no. 5, pp. 2544-2556, 2013. https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2012.11.127
- [18] D. Hejazi, A. J. Haq, N. Yazdipour, D. P. Dunne, A. Calka, F. Barbaro, and E. V. Pereloma, "Effect of manganese content and microstructure on the susceptibility of X70 pipeline steel to hydrogen cracking," *Materials Science and Engineering*: A, vol. 551, pp. 40-49, 2012. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.04.076
- [19] J. Moon, C. Park, and S.-J. Kim, "Influence of Ti addition on the hydrogen induced cracking of API 5L X70 hotrolled pipeline steel in acid sour media," *Metals and Materials International*, vol. 18, no. 4, pp. 613-617, 2012. https://doi.org/10.1007/s12540-012-4007-x
- [20] V. Venegas, F. Caleyo, T. Baudin, J. H. Espina-Hernández, and J. M. Hallen, "On the role of crystallographic texture in mitigating hydrogen-induced cracking in pipeline steels," *Corrosion Science*, vol. 53, no. 12, pp. 4204-4212, 2011. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2011.08.031
- [21] C. Junjia, G. Sun, J. Xu, X. Huang, and G. Li, "A method to evaluate the formability of high-strength steel in hot stamping," *Materials and Design*, vol. 77, pp. 95-109, 2015. https://doi.org/10.1016/j.matdes.2015.04.009
- [22] S. I. Wright and D. P. Field, "Recent studies of local texture and its influence on failure," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 257, no. 1, pp. 165-170, 1998. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(98)00835-1
- [23] C. Herrera, N. B. Lima, A. F. Filho, R. L. Plaut, and A. F. Padilha, "Texture and mechanical properties evolution of a deep drawing medium carbon steel during cold rolling and subsequent recrystallization," *Journal of Materials Processing Technology*, vol. 209, no. 7, pp. 3518-3524, 2009. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2008.08.007
- [24] A. Ghosh, S. Kundu, and D. Chakrabarti, "Effect of crystallographic texture on the cleavage fracture mechanism and effective grain size of ferritic steel," *Scripta Materialia*, vol. 81, pp. 8-11, 2014. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2014.02.007

- [25] M. A. Mohtadi-Bonab, R. Karimdadashi, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Hydrogen-Induced Cracking Assessment in Pipeline Steels Through Permeation and Crystallographic Texture Measurements," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 25, no. 5, pp. 1781-1793, 2016. https://doi.org/10.1007/s11665-016-2021-8
- [26] M. A. Arafin, and J. A. Szpunar, "A new understanding of intergranular stress corrosion cracking resistance of pipeline steel through grain boundary character and crystallographic texture studies," *Corrosion Science*, vol. 51, no. 1, pp. 119-128, 2009. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2008.10.006
- [27] R. K. Ray, J. J. Jonas, M. P. Butrón-Guillén, and J. Savoie, "Transformation Textures in Steels," *ISIJ International*, vol. 34, no. 12, pp. 927-942, 1994. https://doi.org/10.2355/isijinternational.34.927
- [28] V. Javaheri, N. Khodaie, A. Kaijalainen, and D. Porter, "Effect of niobium and phase transformation temperature on the microstructure and texture of a novel 0.40% C thermomechanically processed steel," *Materials Characterization*, vol. 142, pp. 295-308, 2018. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.05.056
- [29] J. Li, X. Gao, L. Du, and Z. Liu, "Relationship between microstructure and hydrogen induced cracking behavior in a low alloy pipeline steel," *Journal of Materials Science & Technology*, vol. 33, no. 13, pp. 1504-1512, 2017. https://doi.org/10.1016/j.jmst.2017.09.013
- [30] U. K. Viswanathan, G. K. Dey, and M. K. Asundi, "Precipitation Hardening in 350 Grade Maraging Steel," *Metallurgical Transactions A*, vol. 24, no. 11, pp. 2429-2442, 1993. https://doi.org/10.1007/BF02646522
- [31] M. Masoumi, C. C. Silva, and H. F. G. d. Abreu, "Effect of Rolling in the Recrystallization Temperature Region Associated with a Post-Heat Treatment on the Microstructure, Crystal Orientation, and Mechanical Properties of API 5L X70 Pipeline Steel," *Materials Research*, vol. 20, no. 1, 2017. https://doi.org/10.1590/1980-5373-MR-2016-0651
- [32] M. W. Zhou, and H. Yu, "Effects of precipitates and inclusions on the fracture toughness of hot rolling X70 pipeline steel plates," International Journal of Minerals, *Metallurgy, and Materials*, vol. 19, no. 9, pp. 805-811, 2012. https://doi.org/10.1007/s12613-012-0632-0
- [33] J. Song, and W. A. Curtin, "Mechanisms of hydrogen-enhanced localized plasticity: An atomistic study using α-Fe as a model system," *Acta Materialia*, vol. 68, pp. 61–69, 2014. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2014.01.008
- [34] G. W. Hong, and J. Y. Lee, "The interaction of hydrogen and the cementite-ferrite interface in carbon steel," *Journal of Materials Science*, vol. 18, no. 1, pp. 271-277, 1983. https://doi.org/10.1007/BF00543835
- [35] W. Y. Choo, and J. Y. Lee, "Effect of cold working on the hydrogen trapping phenomena in pure iron," *Metallurgical Transactions A*, vol. 14, no. 7, pp. 1299-1305, 1983. https://doi.org/10.1007/BF02664812
- [36] M. A. Mohtadi-Bonab, M. Eskandari, and J. A. Szpunar, "Effect of arisen dislocation density and texture components during cold rolling and annealing treatments on hydrogen induced cracking susceptibility in pipeline steel," *Journal* of Materials Research, vol. 31, no. 21, pp. 3390-3400, 2016. https://doi.org/10.1557/jmr.2016.357
- [37] A. Laureys, T. Depover, R. Petrov, and K. Verbeken, "Microstructural characterization of hydrogen induced cracking in TRIP-assisted steel by EBSD," *Materials Characterization*, vol. 112, pp. 169-179, 2016. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.12.017
- [38] R. Joodaki, S. R. Alavi Zaree, K. Gheisari, and M. Eskandari, "Effect of Annealing Treatments on the Microstructure and Texture Development in API 5L X60 Microalloyed Pipeline Steel," *Journal of Materials Engineering and*

Performance, vol. 26, pp. 2003-2013, 2017. https://doi.org/10.1007/s11665-017-2673-z

- [39] M. Gomez, P. Valles, and S. F. Medina, "Evolution of microstructure and precipitation state during thermomechanical processing of a X80 microalloyed steel," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 528, no. 13-14, pp. 4761-4773, 2011. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.087
- [40] K. Nishioka, and K. Ichikawa, "Progress in thermomechanical control of steel plates and their commercialization," *Science and Technology of Advanced Materials*, vol. 13, no. 2, pp. 023001, 2012. https://doi.org/10.1088/1468-6996/13/2/023001
- [41] Y. Atsuhiko, H. Morikawa, O. Yasumitsu, and K. Itoh, "Formulation of Static Recrystallization of Austenite in Hot Rolling Process of Steel Plate," *Isij International*, vol. 27, pp. 425-431, 1987. https://doi.org/10.2355/isijinternational1966.27.425
- [42] N. Yazdipour, A. J. Haq, K. Muzaka, and E. V. Pereloma, "2D modelling of the effect of grain size on hydrogen diffusion in X70 steel," *Computational Materials Science*, vol. 56, pp. 49-57, 2012. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2012.01.003
- [43] A. Thomas, and J. Szpunar, "Effect of Cold-Rolling on Hydrogen Diffusion and Trapping in X70 Pipeline Steel," *Journal of Engineering Materials and Technology, Transactions of the ASME*, vol. 143, no. 3, pp. 031002-031013, 2021. https://doi.org/10.1115/1.4049320
- [44] H. M. Ha, J.-H. Ai, and J. R. Scully, "Effects of Prior Cold Work on Hydrogen Trapping and Diffusion in API X-70 Line Pipe Steel During Electrochemical Charging," *Corrosion*, vol. 70, no. 2, pp. 166-184, 2013. https://doi.org/10.5006/0990
- [45] H. Huang, and W. J. D. Shaw, "Electrochemical Aspects of Cold Work Effect on Corrosion of Mild Steel in Sour Gas Environments," *Corrosion*, vol. 48, no. 11, pp. 931–939, 1992. https://doi.org/10.5006/1.3315896
- [46] M. Zhu, X. Li, Zh. Liu, Sh. Wang, T. Zhao, and J. Jia, "Effect of Strength and Microstructure on Stress Corrosion Cracking Behavior and Mechanism of X80 Pipeline Steel in High pH Carbonate/Bicarbonate Solution," *Journal of Materials Engineering and Performance*, vol. 23, pp. 1358–1365, 2014. https://doi.org/10.1007/s11665-014-0880-4
- [47] J. Xu, R. D. K. Misra, B. Guo, Z. Jia, and L. Zheng, "Understanding variability in mechanical properties of hot rolled microalloyed pipeline steels: Process-structure-property relationship," *Materials Science and Engineering: A*, vol. 574, pp. 94-103, 2013. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.03.017
- [48] J. Q. Wang, A. Atrens, D. R. Cousens, P. M. Kelly, C. Nockolds, and S. Bulcock, "Measurement of grain boundary composition for X52 pipeline steel," *Acta Materialia*, vol. 46, no. 16, pp. 5677-5687, 1998. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(98)00246-8
- [49] M. Jiang, L. N. Chen, J. He, G. Chen, and C. Li, "Effect of controlled rolling/controlled cooling parameters on microstructure and mechanical properties of the novel pipeline steel," *Advances in Manufacturing*, vol. 2, pp. 265-274, 2014. https://doi.org/10.1007/s40436-014-0084-z
- [50] B. Hwang, Y. M. Kim, S. Lee, N. J. Kim, and J. Y. Yoo, "Correlation of rolling condition, microstructure, and lowtemperature toughness of X70 pipeline steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 36, no. 7, pp. 1793-1805, 2005. https://doi.org/10.1007/s11661-005-0043-1

- [51] H. K. D. H. Bhadeshia, and J. W. Christian, "Bainite in steels," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, no. 3, pp. 767-797, 1990. https://doi.org/10.1007/BF02656561
- [52] S. Zajac, V. Schwinn, and K. H. Tacke, "Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels," *Materials Science Forum - MATER SCI FORUM*, vol. 500-501, pp. 387-394, 2005. https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.500-501.387
- [53] B. L. Bramfitt, and J. G. Speer, "A perspective on the morphology of bainite," *Metallurgical Transactions A*, vol. 21, no. 3, pp. 817-829, 1990. https://doi.org/10.1007/BF02656565
- [54] T. Araki, I. Kozasu, H. Tankechi, K. Shibata, M. Enomoto, and H. Tamehiro, "Atlas for bainitic microstructures," *ISLJ*, Tokyo, Japan, vol. 1, pp. 4-5, 1992.
- [55] P. Cizek, B. P. Wynne, C. H. J. Davies, B. C. Muddle, and P. D. Hodgson, "Effect of composition and austenite deformation on the transformation characteristics of low-carbon and ultralow-carbon microalloyed steels," *Metallurgical and Materials Transactions A*, vol. 33, no. 5, pp. 1331-1349, 2002. https://doi.org/10.1007/s11661-002-0059-8
- [56] M. X. Zhang, and P. M. Kelly, "Accurate orientation relationship between ferrite and austenite in low carbon martensite and granular bainite," *Scripta Materialia*, vol. 47, no. 11, pp. 749-755, 2002. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00196-3
- [57] G. K. Tirumalasetty, M. A. Van Huis, C. M. Fang, Q. Xu, F. D. Tichelaar, D. N. Hanlon, J. Sietsma, and H. W. Zandbergen, "Characterization of NbC and (Nb,Ti)N nanoprecipitates in TRIP assisted multiphase steels," *Acta Materialia*, vol. 59, no. 19, pp. 7406-7415, 2011. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.08.012
- [58] S. M. Lee, and J. Y. Lee, "The effect of the interface character of TiC particles on hydrogen trapping in steel," *Acta Metallurgica*, vol. 35, no. 11, pp. 2695-2700, 1987. https://doi.org/10.1016/0001-6160(87)90268-9
- [59] A. Haldar, S. Suwas, and D. Bhattacharjee, "Microstructure and Texture in Steels: and Other Materials," 2009.
- [60] R. K. Ray, J. J. Jonas, and R. E. Hook, "Cold rolling and annealing textures in low carbon and extra low carbon steels," *International Materials Reviews*, vol. 39, no. 4, pp. 129-172, 1994. https://doi.org/10.1179/imr.1994.39.4.129
- [61] M. Koyama, E. Akiyama, T. Sawaguchi, K. Ogawa, I. V. Kireeva, Y. I. Chumlyakov, and K. Tsuzaki, "Hydrogenassisted quasi-cleavage fracture in a single crystalline type 316 austenitic stainless steel," *Corrosion Science*, vol. 75, pp. 345–353, 2013. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2013.06.018
- [62] J. I. Verdeja, J. Asensio, and J. A. Pero-Sanz, "Texture, formability, lamellar tearing and HIC susceptibility of ferritic and low-carbon HSLA steels," *Materials Characterization*, vol. 50, no. 1, pp. 81-86, 2003. https://doi.org/10.1016/S1044-5803(03)00106-2
- [63] D. H. Dwivedi, K. Lepkova, and T. Becker, "Carbon steel corrosion: a review of key surface properties and characterization methods," *RSC Advances*, vol. 7, no. 8, pp. 4580-4610, 2017. https://doi.org/10.1039/C6RA25094G
- [64] S. A. Park, J. G. Kim, Y. S. He, K. S. Shin, and J. B. Yoon, "Comparative study on the corrosion behavior of the cold rolled and hot rolled low-alloy steels containing copper and antimony in flue gas desulfurization environment," *The Physics of Metals and Metallography*, vol. 115, no. 13, pp. 1285-1294, 2014. https://doi.org/10.1134/S0031918X14130201