

بررسی اثر فرایند ترمومکانیکی بر ریزساختار و مقاومت به خوردگی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱

محمد صالحی، مصطفی اسکندری* و مهدی یگانه

دانشگاه شهید چمران اهواز، دانشکده مهندسی، گروه مهندسی مواد، اهواز، ایران

(دریافت مقاله: ۱۳۹۹/۱۰/۰۶ - دریافت نسخه نهایی: ۱۴۰۰/۳/۱۷)

چکیده- در این پژوهش، تغییرات ریزساختار در فرایند ترمومکانیکی و تأثیر آن بر خواص خوردگی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ بررسی شد. آزمون طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس و میکروسکوپ نوری به ترتیب برای شناسایی رسوبات و ریزساختار استفاده شدند. به منظور ارزیابی خواص خوردگی، آزمون‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک و طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی انجام شد. ابتدا نمونه اولیه تحت عملیات نورد سرد در کاهش ضخامت ۹۰ درصد در دمای نیتروژون مایع قرار گرفت و در ادامه عملیات آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه، روی آن انجام شد. نتایج نشان داد که نورد سرد شدید موجب بهبود جزئی خواص خوردگی می‌شود و در نمونه‌های آنیل شده با یکنواخت‌تر شدن ریزساختار، برگشت بیشتر فاز مارتنزیت به آستنیت و کاهش اندازه دانه، مقاومت به خوردگی افزایش می‌یابد. نمونه‌های آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد با مقاومت پلاریزاسیون $(k\Omega.cm^2)$ ۸/۲۰۰ و دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد با مقاومت پلاریزاسیون $(\Omega.cm^2)$ ۳/۸۰۰ به ترتیب دارای بیشترین و کمترین مقاومت به خوردگی در مقایسه با سایر نمونه‌ها بودند.

واژه‌های کلیدی: ریزساختار، فولاد، فرایند ترمومکانیکی، خوردگی.

۱- مقدمه

مخازن تحت فشار، مبدل‌های حرارتی، توربین‌های موتور هوایی و راکتورهای هسته‌ای است [۲]. با وجود مزایای فراوان، فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی دارای استحکام تسلیم کم در حدود ۲۰۰ مگاپاسکال هستند [۳]. از طرفی دیگر، خواص مکانیکی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی متأثر از ریزساختار آنها است و با عملیات حرارتی نمی‌توان ساختار مارتنزیتی برای ارتقای استحکام مکانیکی ایجاد کرد. بنابراین از تلفیق عملیات شکل‌دهی و حرارتی (که به آن عملیات ترمومکانیکی گفته می‌شود) می‌توان برای استحکام‌بخشی و تغییر ساختار این فولادها بهره برد [۴].

فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی به دلیل قابلیت شکل‌پذیری و مقاومت به خوردگی عالی، به‌طور گسترده در صنایع مختلف استفاده می‌شوند [۱]. فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ که به‌عنوان فولاد پایدار شده با عنصر تیتانیوم شناخته می‌شود، به دلیل تشکیل رسوبات TiC، از ایجاد کاربید کروم جلوگیری کرده و باعث می‌شود که در برابر پدیده حساس شدن و خوردگی بین دانه‌ای از خود مقاومت بیشتری نشان دهد. همچنین، فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ دارای کاربردهای فراوانی از جمله:

*: مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: m.eskandari@scu.ac.ir

جدول ۱- ترکیب شیمیایی (درصد وزنی) فولاد زنگ‌نزن آستینیتی ۳۲۱

ترکیب	منگنز	تیتانیوم	سیلیسیوم	فسفر	گوگرد	نیکل	کروم	کربن	آهن
درصد وزنی	۲	۰/۱۵	۱	۰/۰۴۵	۰/۰۳	۱۱	۱۸	۰/۰۸	باقیمانده

عملیات آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه، صورت گرفت و سپس به کمک آزمون‌های خوردگی، اثر ریزساختار حاصل بر مقاومت به خوردگی فولاد ارزیابی شد.

۲- مواد و روش تحقیق

۲-۱- آلیاژ مورد بررسی

ماده اولیه مورد استفاده، فولاد زنگ‌نزن آستینیتی ۳۲۱ است که به منظور بررسی ترکیب شیمیایی آن، آزمون کوانتومتری انجام شد. نتایج حاصل از این آزمون در جدول (۱) آورده شده است. ماده اولیه در این پژوهش، دارای ضخامت شش میلی‌متر بوده که به صورت نورد گرم شده، در دسترس قرار گرفت. سپس نمونه‌ها، تحت ۹۰ درصد کاهش ضخامت در عملیات نورد سرد در دمای نیتروژن مایع قرار گرفتند. در هرپاس از نورد سرد، ۰/۱ میلی‌متر از ضخامت کاهش یافته و بعد از هر چهار پاس نورد، نمونه در نیتروژن مایع غوطه‌ور شده است. در ادامه، روی نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته، عملیات حرارتی (آنیل) در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه انجام گرفت. بعد از عملیات آنیل، از دمای بالا نمونه‌ها توسط آب در دمای محیط، سرد شدند.

۲-۲- مطالعات ریزساختاری

به منظور بررسی ریزساختار نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد و نمونه‌های آنیل شده، در ابتدا نمونه‌ها مانت شده و برای آماده‌سازی سطح نمونه‌ها، عملیات سنباده‌زنی از سنباده ۱۰۰ تا ۱۵۰۰ انجام شد. سپس پالیش نهایی به صورت الکتروپالیش در محلول ۳۵ درصد

انرژری نقص در چیده شدن، حالت تغییر شکل و دمای نورد، از جمله عوامل تأثیرگذار روی ریزساختار این دسته از فولادها حین عملیات نورد، محسوب می‌شوند [۵].

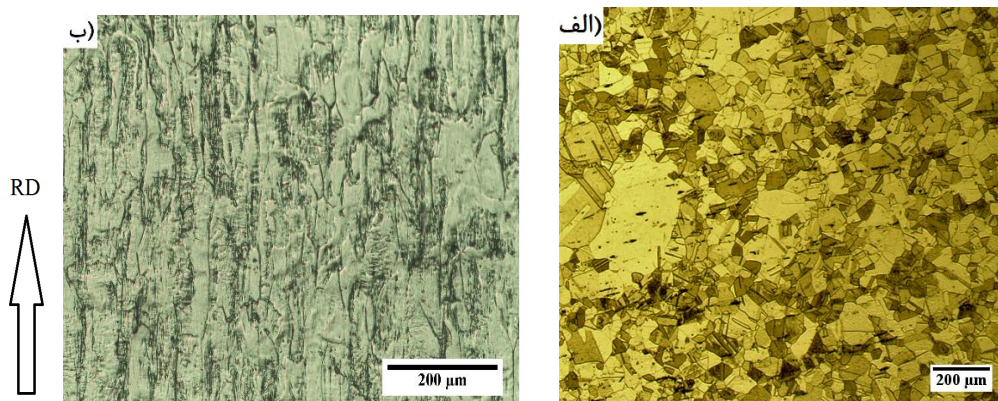
تأثیر متقابل بین جنس ماده و فرایندهایی که روی آن صورت می‌گیرد، خصوصیات مختلف ماده مانند توزیع اندازه دانه، یکنواختی شیمیایی، تنش‌های پسماند، چگالی نابه‌جایی‌ها، کسر حجمی مرز دانه‌ها و بافت را تحت تأثیر قرار می‌دهد که همه آنها بر مقاومت به خوردگی مؤثرند [۶]. در پژوهشی توسط اسکندری و همکاران [۷]، گزارش شده است که با کاهش اندازه دانه در مقیاس نانو در اثر فرایند ترمومکانیکی، مقاومت به خوردگی فولاد زنگ‌نزن آستینیتی 316L افزایش یافته است. زیرا با کاهش اندازه دانه، مسیرهای نفوذ آسان (مرز دانه‌ها) برای نفوذ کروم به لایه روئین افزایش یافته و لایه روئین غنی از کروم شده و موجب افزایش مقاومت به خوردگی می‌شود. به طور کلی، تحقیقات بسیاری کاهش اندازه دانه را به عنوان عاملی برای افزایش مقاومت به خوردگی دانسته‌اند [۲، ۸ و ۹]. این درحالی است که بر اساس نتایج [۱۰]، ایجاد دانه‌های فوق ریزدانه در اثر فرایند ترمومکانیکی در فولاد زنگ‌نزن آستینیتی ۳۲۱، موجب افت خواص خوردگی آن شده است. همچنین در تحقیق دیگری توسط آقای و همکاران [۱۱] روی فولاد زنگ‌نزن آستینیتی 304L، نشان داده شد که کاهش اندازه دانه موجب افزایش مقاومت به خوردگی حفره‌ای نمی‌شود.

با توجه به اهمیت و ارزش فولاد زنگ‌نزن آستینیتی ۳۲۱، بررسی تغییرات ریزساختاری و اثر آن بر خواص خوردگی به عنوان انگیزه‌ای برای این تحقیق به حساب آمد. در این پژوهش، ابتدا تغییرات ریزساختاری در فرایند ترمومکانیکی شامل عملیات نورد سرد در دمای نیتروژن مایع و در ادامه

۲-۳- آزمون‌های خوردگی

به منظور بررسی خواص خوردگی نمونه شاهد، نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد و سپس آنیل شده در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان‌های ۵، ۱۵ و ۳۰ دقیقه، آزمون‌های پلاریزاسیون پتانسیودینامیک^۳ و طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی^۴ (EIS)، انجام شد. آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در بازه ۰/۲- تا ۱/۳ ولت نسبت به پتانسیل مدار باز^۵ (OCP) با نرخ روبش پتانسیل دو میلی‌ولت بر ثانیه و طیف‌سنج امپدانس الکتروشیمیایی نسبت به پتانسیل مدار باز و در بازه فرکانسی ۱۰ کیلوهرتز تا ۱۰ میلی‌هرتز، انجام گرفت. برای انجام آزمون‌های خوردگی از دستگاه راد استات ۱۰ و الکترومد مرجع Ag/AgCl و الکترومد کمکی پلاتین، استفاده شد. همچنین برای تحلیل و بررسی نتایج آزمون طیف‌سنج امپدانس الکتروشیمیایی، از نرم‌افزار ZView استفاده شد. در این پژوهش، نمونه‌های تهیه شده در ابعاد ۱/۵×۱ سانتی‌متر مربع ابتدا یک سیم مسی خشک به نمونه‌ها متصل شده و سپس مانع سرد شدند. به منظور انجام آزمون‌های خوردگی، سطح نمونه‌ها با روش متالوگرافی از سنباده ۱۰۰ تا ۱۵۰۰، آماده‌سازی شد. برای اندازه‌گیری ولتاژ OCP، نمونه‌ها به مدت ۲۵ دقیقه در محلول غوطه‌ور شدند. از ۱۰۰ میلی‌لیتر محلول ۳/۵ درصد وزنی نمک طعام NaCl، برای انجام آزمون‌های خوردگی، استفاده شد. داده‌های کمی قابل استخراج از منحنی پلاریزاسیون، شامل چگالی جریان خوردگی (i_{corr})، پتانسیل خوردگی (E_{corr})، شیب خط آندی (β_a) و کاتدی (β_c) هستند. شاخه‌های آندی و کاتدی به ترتیب در خارج از نقطه ۵۰ میلی‌ولت کمتر و بیشتر نسبت به پتانسیل مدار باز (OCP) برون‌یابی شدند. پتانسیل خوردگی و چگالی جریان خوردگی، در نقطه تلاقی شیب خطوط ترسیم شده، به صورت دستی محاسبه و گزارش شدند. با استفاده از مدار معادل مناسب، داده‌های امپدانس در نرم‌افزار ZView شبیه‌سازی شدند و انطباق‌سازی خوبی بین داده‌های تجربی و شبیه‌سازی شده دیده شد.

سولفوریک اسید، ۴۵ درصد فسفریک اسید و ۲۰ درصد آب دیونیزه با شرایط ولتاژ ۳۰ ولت و زمان یک دقیقه، استفاده شد. در ادامه، برای بررسی و نمایان شدن ریزساختار، نمونه‌ها در محلول ۶۵ درصد اسید نیتریک با شرایط ولتاژ ۱۰ ولت و زمان متغیر بین دو تا شش ثانیه، الکترواچ شدند. برای مشاهده ریزساختار نمونه‌ها بعد از آماده‌سازی متالوگرافی، از میکروسکوپ نوری Meijitechno مدل IM 7200، استفاده شد. همچنین تصاویر با بزرگنمایی‌های مختلف تهیه شدند. برای اندازه‌گیری متوسط اندازه دانه‌ها، نرم‌افزار Image J استفاده شد. در این نرم‌افزار، اندازه‌گیری میانگین اندازه دانه‌ها از روش تقاطع^۱ و اندازه‌گیری حداقل هشت دانه با مرز دانه کامل، انجام گرفت. همچنین، برای شناسایی رسوبات، از آزمون طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس^۲ (EDS)، استفاده شد. برای تخمین کسر حجمی فاز فریت و مارتنزیت از دستگاه فریتوسکوپ مدل FMP30 ساخت شرکت Fischer استفاده شد. این دستگاه قابل حمل بوده و دارای یک پروب است که با استفاده از روش القای مغناطیسی کسر حجمی فاز مغناطیسی را در فولادهای متشکل از فازهای مغناطیسی و غیرمغناطیسی اندازه‌گیری می‌کند. روش اندازه‌گیری فریتوسکوپ به این صورت است که ابتدا یک میدان مغناطیسی به وسیله یک سیم‌پیچ وارد نمونه می‌شود و با فاز یا فازهای مغناطیسی درون نمونه‌ها فعل و انفعال می‌دهد. تغییرات در میدان مغناطیسی القا شده، متناسب با مقدار فاز مغناطیسی درون نمونه ولتاژی در یک سیم پیچ ثانویه القا می‌کند. از طریق اندازه‌گیری این ولتاژ می‌توان درصد حجمی فاز مغناطیسی را محاسبه کرد [۱۲]. دستگاه فریتوسکوپی معمولاً مقدار فاز فریت در فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی و دوفازی را به صورت عدد فریت یا درصد فریت اندازه‌گیری می‌کند که با یک رابطه تجربی می‌توان آن را به درصد فاز مارتنزیت تبدیل کرد. در محاسبه کسر حجمی مارتنزیت، عدد فریت در ۱/۷ ضرب شد [۱۳].



شکل ۱- تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نوری از نمونه:

(الف) شاهد و (ب) ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱

۳- نتایج و بحث

۳-۱- بررسی ریزساختار

۳-۱-۱- نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته

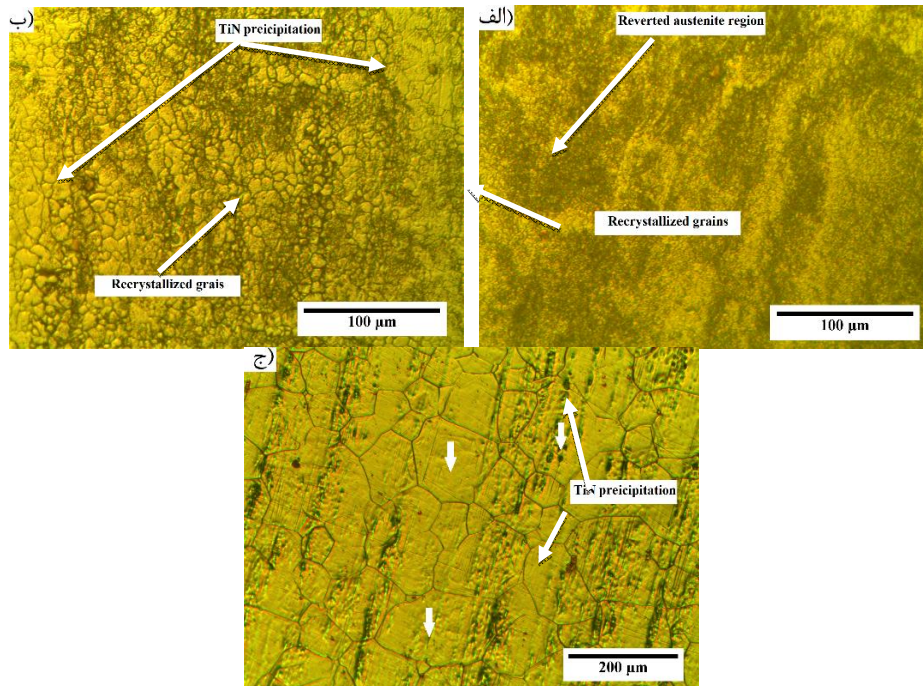
تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نوری از ریزساختار نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد، در شکل (۱) نشان داده شده است. همان‌طور که در شکل (۱-الف) مشاهده می‌شود، متوسط اندازه دانه‌های آستنیت در نمونه شاهد تقریباً برابر با 32 ± 22 میکرومتر بوده و شکل دانه‌ها به صورت هم‌محور است که بیانگر این موضوع است که عملیات تبلور مجدد استاتیکی و دینامیکی در حین یا پس از عملیات نورد گرم در ماده رخ داده است. همچنین نتایج فریتوسکوپی نشان می‌دهد که درصد فاز آستنیت در حدود ۹۹/۵ درصد بوده و مابقی فاز فریت دلتا است. دوقلویی‌های آنیلی درون دانه‌های آستنیت با فلش نشان داده شده است. با در نظر گرفتن نقش دوقلویی‌های آنیلی در ریز کردن دانه‌ها، متوسط اندازه دانه‌ها از ۳۲ به ۱۷ میکرومتر کاهش می‌یابد. همچنین نتایج پژوهش‌ها [۱۴ و ۱۵]، بیانگر عدم وجود فاز مارتنزیت α' و تشکیل دوقلویی‌های آنیلی در نمونه شاهد نورد گرم شده فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ است.

در شکل (۱-ب)، ریزساختار نوری نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته پس از عملیات نورد سرد نشان داده

شده است. برخلاف نمونه شاهد که دارای دانه‌های هم‌محور آستنیت است، در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته، کشیدگی دانه‌ها دیده می‌شود. لازم به ذکر است که با توجه به مورفولوژی دانه‌های نورد شده، اندازه دانه در این حالت به راحتی قابل اندازه‌گیری نیست. همچنین، نتایج آزمون فریتوسکوپی نشان داد که کسر حجمی فاز مارتنزیت α' در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته ۵۹ درصد است. به عبارت دیگر، پس از ۹۰ درصد کاهش ضخامت، قسمتی از فاز آستنیت در اثر تنش‌های برشی به فاز مارتنزیت α' تبدیل شده است که به عنوان مارتنزیت ناشی از کرنش شناخته می‌شود و در پژوهش قبلی توسط صالحی و همکاران [۱۶]، این پدیده در کاهش ضخامت‌های مختلف بحث شده است.

۳-۱-۲- نمونه‌های آنیل شده

در این پژوهش، نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد تحت عملیات آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه قرار گرفت. در شکل (۲) و جدول (۲)، به ترتیب تصاویر به دست آمده از میکروسکوپ نوری نمونه‌های آنیل شده به همراه نقشه عنصری آزمون طیف‌سنجی پراش انرژی پرتو ایکس از نمونه آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد و متوسط اندازه دانه‌ها گزارش شده است.



شکل ۲- تصویر میکروسکوپی نوری از نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد و در ادامه آنیل شده در زمان ۱۰ دقیقه در دمای: الف) ۷۵۰، ب) ۸۵۰، ج) ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد از فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱

جدول ۲- متوسط اندازه دانه نمونه‌های نورد سرد و آنیل شده در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد

در زمان‌های ۱۰ دقیقه در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱

نمونه	متوسط اندازه دانه (میکرومتر)
شاهد	۳۲±۲۲
آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد	۳،۵±۲
آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد	۷،۵±۴
آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد	۸۳±۹۸

طی آنیل کردن، است. همان‌طور که در شکل (۲- الف و ۲- ب) مشاهده می‌شود، با انجام عملیات آنیل در دماهای ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه، پدیده تبلور مجدد در مناطق روشن اتفاق افتاده و متوسط اندازه دانه‌ها به ترتیب به $۳/۵ \pm ۲$ و $۷/۵ \pm ۴$ میکرومتر رسیده است (جدول ۲). این درحالی است که در تحقیقی توسط رضایی و همکاران [۱۷]، تبلور مجدد استاتیکی در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ را پس از دمای ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد گزارش کرده‌اند. در پژوهشی [۳] گزارش شده است که افزایش انرژی ذخیره شده در ماده از

با توجه به اینکه با افزایش دما، کسر حجمی بیشتری از فاز مارتزیت به آستنیت تبدیل می‌شود، در تصاویر به‌دست آمده از میکروسکوپ نوری، افزایش مناطق روشن با افزایش دما مشاهده می‌شود. همچنین با توجه به اینکه در استحاله برگشت فاز آستنیت از مارتزیت، اندازه دانه‌های آستنیت برگشتی در مقیاس فوق ریزدانه است، زیر حد تفکیک میکروسکوپ نوری قرار می‌گیرد. می‌توان از دلایل گفته شده این برداشت را کرد که مناطق تیره رنگ در همه تصاویر بیانگر فاز مارتزیت α' یا دانه‌های آستنیتی فوق ریزدانه برگشتی ناشی از مارتزیت α'

در دماهای بالای آنیل (۱۲۰۰ درجه سانتی‌گراد)، رسوبات TiN نقش مهمی در جلوگیری از رشد دانه‌ها بازی می‌کنند [۱۸]. پس از تبلور مجدد اولیه، انرژی مرز دانه‌ها زیاد بوده و به‌عنوان نیرو محرکه‌ای برای رشد دانه‌ها به‌حساب می‌آید [۳]. رسوبات به‌دلیل نقش بازدارنده‌ای که در رشد دانه‌ها دارند [۱۷]، به‌عنوان نیروی محرکه‌ای برای تبلور مجدد ثانویه (رشد غیریکنواخت) محسوب می‌شوند [۳]. همچنین براساس نتایج [۳]، گزارش شده است که رشد دانه‌ها در فولادهای زنگ‌نزن آستنی‌تی در عملیات آنیل در دماهای کمتر از ۹۰۰ درجه سانتی‌گراد، به‌دلیل تحرک کم مرز دانه‌های پر زاویه، رسوبات و نیروی محرکه کم، بسیار آهسته است.

۳-۲- بررسی اثر ریزساختار بر خواص خوردگی

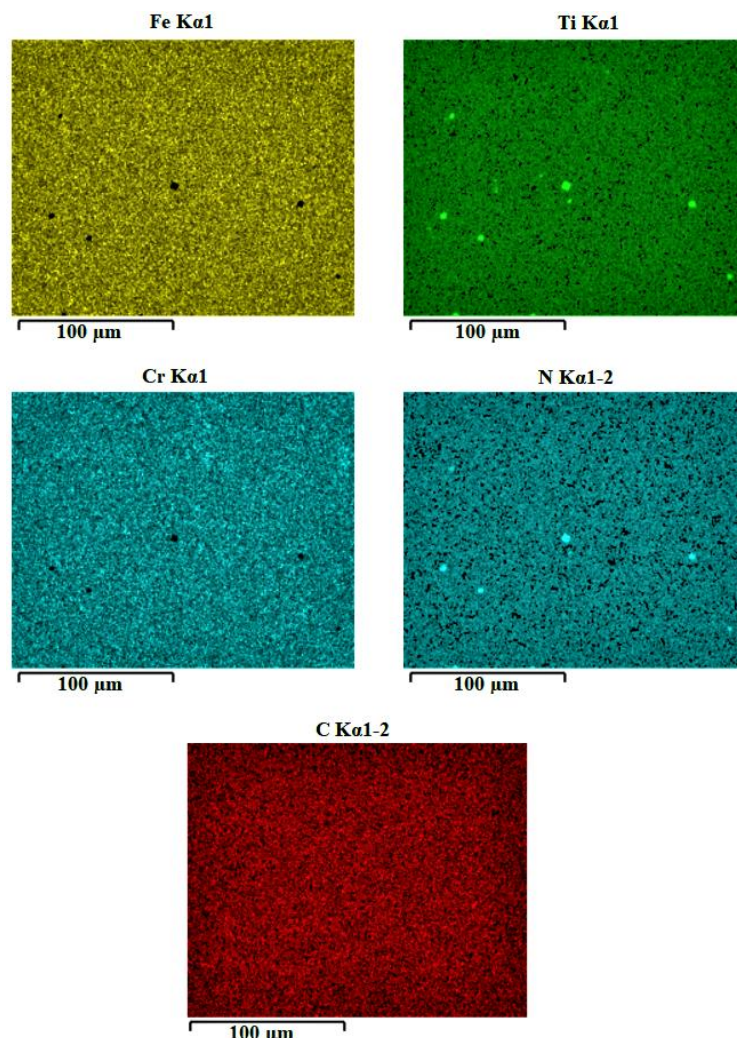
۳-۲-۱- نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد

در شکل (۴- الف و ۴- ب)، به‌ترتیب منحنی نایکوئیست و باد- زاویه فاز نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد، نشان داده شده است. در منحنی‌های نایکوئیست، محورهای عمودی و افقی به‌ترتیب بیانگر بخش موهومی و حقیقی امپدانس هستند [۷]. در شکل (۴- الف) مشاهده می‌شود که نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته حلقه خازنی بزرگ‌تری نسبت به نمونه شاهد دارد و نشان‌دهنده مقاومت پلاریزاسیون بالاتر آن است. به‌عبارت دیگر، هرچه حلقه خازنی بزرگ‌تر باشد، بیانگر بیشتر بودن مقاومت به خوردگی است [۲]. با توجه به شکل (۴- ب)، در فرکانس ۱۰۰ هرتز، مقدار زاویه فاز برای نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته به‌ترتیب ۵۷- و ۶۳- درجه است. گزارش شده است که هرچه مقدار زاویه فاز به ۸۰- درجه نزدیک باشد، لایه روئین ایجاد شده یکنواخت‌تر و محافظ‌تر خواهد بود [۱۹]. بنابراین، نتایج این پژوهش بیانگر بهبود جزئی لایه روئین در اثر عملیات نورد سرد شدید نسبت به نمونه شاهد است.

طریق متغیرهایی مانند: کاهش میزان انرژی نقص در چیده شدن، افزایش میزان کرنش، افزایش نرخ کرنش و کاهش در دمای عملیات نورد، موجب کاهش دمای تبلور مجدد می‌شود. علت اختلاف دمای شروع تبلور مجدد در این پژوهش و پژوهش رضایی و همکاران [۱۷] را می‌توان به‌دلیل تفاوت در دمای عملیات نورد سرد دانست. با توجه به انجام عملیات نورد سرد در دمای نیتروژن مایع در این پژوهش، میزان انرژی کرنشی ذخیره شده در مقایسه با پژوهش گفته شده که در دمای محیط تحت نورد سرد قرار گرفته است، بیشتر بوده و باعث می‌شود که با توجه به نیروی محرکه بیشتر تبلور مجدد استاتیکی در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد صورت گیرد.

از طرفی دیگر، با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی مارتزیت کاهش پیدا کرد و با افزایش دمای آنیل به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، نمونه جذب آهنربا نشد که نشان می‌دهد مارتزیت تشکیل شده ناشی از تغییر شکل پلاستیک در عملیات نورد سرد، کاملاً به فاز آستنیت تبدیل شده است. با افزایش دمای آنیل به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، پدیده تبلور مجدد ثانویه (رشد غیریکنواخت) اتفاق افتاده و باعث غیریکنواختی ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در مقایسه با سایر نمونه‌ها است. با توجه به جدول (۲)، متوسط اندازه دانه‌ها در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، 83 ± 98 میکرومتر بوده و دانه‌های با رشد غیریکنواخت با فلش در شکل (۲- ج) نشان داده شده‌اند.

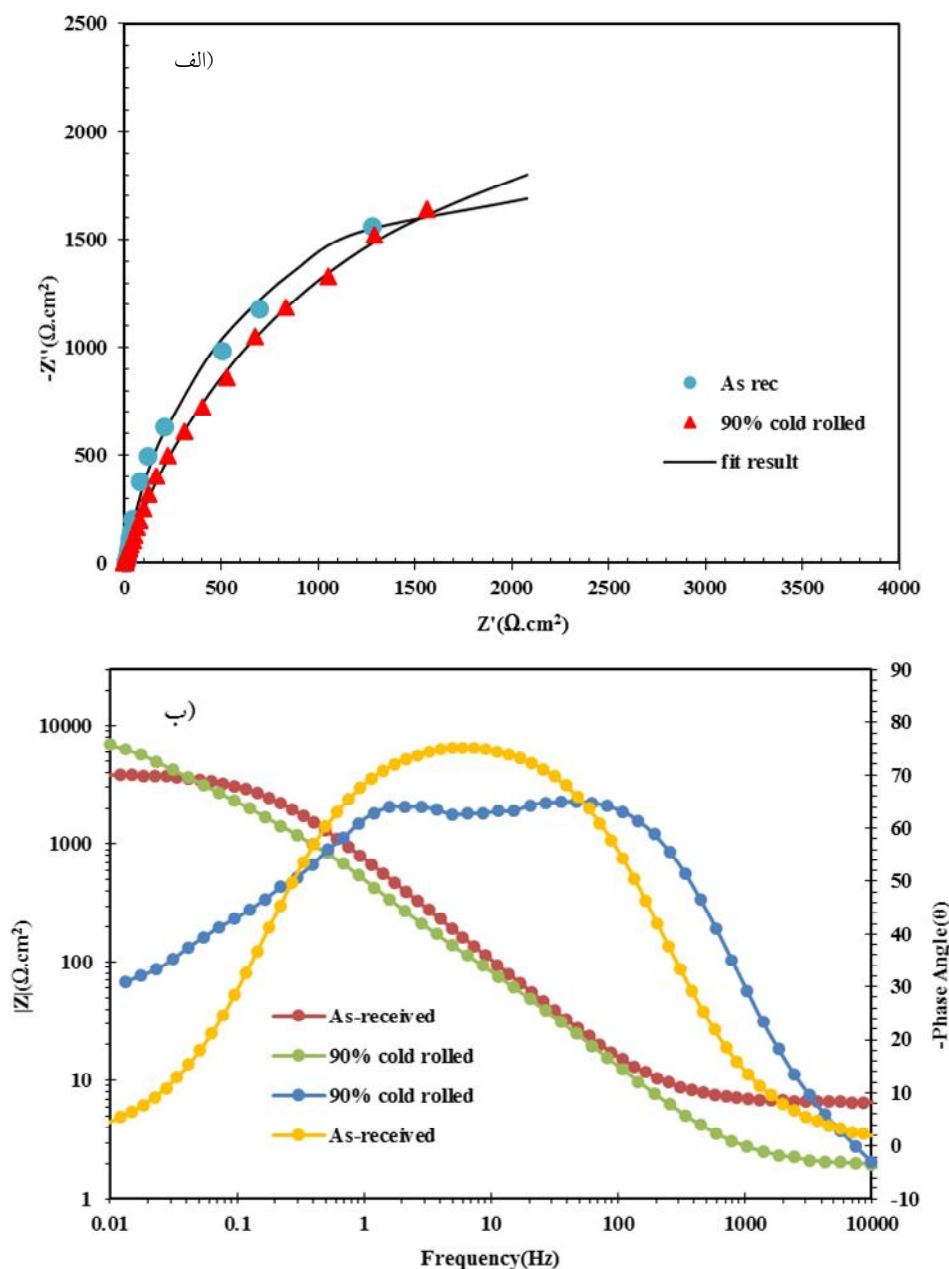
پدیده تبلور مجدد (رشد غیریکنواخت) در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد را می‌توان به‌دلیل ویژگی بازدارندگی رسوبات TiN دانست که در شکل (۳) مشخص شده‌اند. زیرا به‌عنوان مانع از رشد دانه‌ها جلوگیری کرده و موجب رشد دانه‌ها به‌صورت غیریکنواخت و ترجیحی می‌شوند. در پژوهش‌های گذشته گزارش شده است که رسوبات TiN در ابعاد نانومتر در فاز زمینه آستنیت توزیع شده و با کاهش تحرک مرز دانه‌ها به‌عنوان مانعی برای رشد دانه‌های آستنیت عمل می‌کنند [۱۷]. در تحقیقات پیشین گزارش شده که



شکل ۳- نقشه عنصری آزمون طیفسنجی پراش انرژی پرتو ایکس در نمونه آیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی گراد از فولاد زنگ‌نزن آستیتی ۳۲۱

است [۲۰ و ۲۱]. در جدول (۳)، داده‌های کمی آزمون طیفسنجی امپدانس الکتروشیمیایی ارائه شده است. نتایج جدول (۳) افزایش جزئی مقاومت به خوردگی در اثر عملیات نورد سرد را نشان داد. به عبارت دیگر، مقاومت پلاریزاسیون از $3/950 \text{ (k}\Omega\cdot\text{cm}^2\text{)}$ در نمونه شاهد به $5/100 \text{ (k}\Omega\cdot\text{cm}^2\text{)}$ در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته افزایش پیدا کرد. همچنین، مقدار Q_2 در نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته به ترتیب $83 \times 10^{-6} \text{ (F s}^{\alpha-1} \text{ cm}^2\text{)}$ و 68×10^{-6} است. کاهش مقدار Q_2 در اثر عملیات نورد سرد نشان‌دهنده کاهش واکنش‌های انتقال بار در فصل مشترک فلز و لایه روئین است که می‌تواند منجر به افزایش مقاومت به خوردگی شود [۲۱].

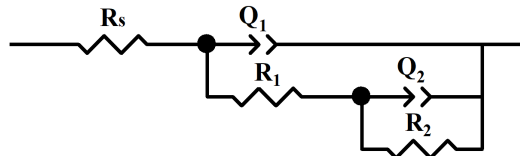
در شکل (۵)، مدار معادل مناسب دو حلقه برای شبیه‌سازی داده‌های امپدانس توسط نرم‌افزار ZView نشان داده شده است. در مدار معادل از عنصر فاز ثابت $^{\alpha} \text{ (Q و } \alpha\text{)}$ استفاده شده است. عنصر فاز ثابت رفتارهای متفاوتی را بیان می‌کند. اگر $\alpha=1$ باشد، بیانگر خازن ایده‌آل و اگر مقدار α ، ۰/۵ یا صفر باشد به ترتیب نشان‌دهنده امپدانس واربورگ^۷ و مقاومت است. Q_1 و R_1 با یکدیگر موازی بوده و در فرکانس‌های بالا مربوط به ظرفیت خازنی و مقاومت لایه اکسیدی هستند. همچنین، Q_2 و R_2 با یکدیگر موازی بوده و نشان‌دهنده پدیده‌های انتقال از میان تخلخل‌های پوشش در فرکانس‌های کم هستند. مقاومت محلول (R_s) مرتبط با مقاومت بین محلول و الکتروود مرجع



شکل ۴- الف) منحنی نایکوئیست و ب) منحنی باد- زاویه فاز نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت داده شده در عملیات نورد سرد در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

پلاریزاسیون بالاتری نسبت به نمونه شاهد دارد و در تأیید نتایج آزمون طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی است. همچنین پتانسیل خوردگی نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته (میلی‌ولت) 27 ± 7 - است که در محدوده نجیب‌تری نسبت به نمونه شاهد با پتانسیل خوردگی 291.3 ± 5 - میلی‌ولت قرار داشت.

شکل (۶) و جدول (۴)، به ترتیب نشان‌دهنده منحنی‌ها و داده‌های کمی آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک هستند. با توجه به جدول (۴)، چگالی جریان خوردگی نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته، به ترتیب 2.4 ± 0.3 و 1.9 ± 0.1 میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع است که نشان می‌دهد نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته، مقاومت

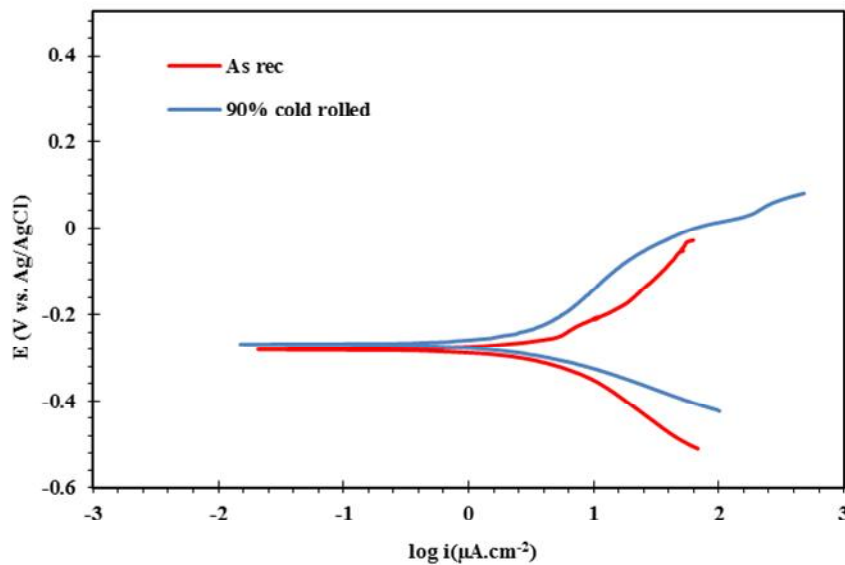


شکل ۵- مدار معادل استفاده شده برای تطبیق نتایج خوردگی تجربی و شبیه‌سازی شده در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱

جدول ۳- داده‌های کمی متغیرهای خوردگی آزمون طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی نمونه شاهد و

۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در نورد سرد در محلول ۳/۵wt%NaCl

XX ²	R _s (Ω.cm ²)	R ₁ (Ω.cm ²)	Q ₁ (F s ^{α-1} cm ⁻²)	α ₂	Q ₂ (F s ^{α-1} cm ⁻²)	R ₂ (kΩ.cm ²)	α ₂	متغیرهای خوردگی نمونه
۰/۱۵	۶/۲۱	۱۸	۱۷۰ × ۱۰ ^{-۶}	۰/۸۹	۸۳ × ۱۰ ^{-۶}	۳/۹۵۰	۰/۷۰	شاهد
۰/۰۹	۱/۸۱	۱۷	۱۶۷ × ۱۰ ^{-۶}	۰/۹۰	۶۸ × ۱۰ ^{-۶}	۵/۱۰۰	۰/۶۷	۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته



شکل ۶- منحنی پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت داده شده در عملیات

نورد سرد در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

جدول ۴- داده‌های کمی متغیرهای خوردگی آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش

ضخامت یافته در نورد سرد در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

پتانسیل خوردگی (mV vs. Ag/AgCl)	چگالی جریان خوردگی میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع	β _a (mV/dec)	β _c (mV/dec)	متغیرهای خوردگی نمونه
-۲۹۱/۳±۵	۲/۴±۰/۰۳	۱۷۴±۲	۱۰۵±۶	شاهد
-۲۷۰±۷	۱/۹±۰/۰۱	۱۴۵±۱	۷۶±۲	۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته

ضخامت‌های بیشتر ۷۰ درصد در عملیات نورد سرد، تقویت بافت نوردی، اثر منفی تنش‌های پسماند کششی بر مقاومت به خوردگی را جبران می‌کند. در پژوهش قبلی توسط صالحی و همکاران [۱۶] روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱، مشاهده شد که در اثر عملیات نورد سرد، بافت نوردی تقویت شده و شدت بافت از ۱/۷ در نمونه شاهد به چهار در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته افزایش یافت.

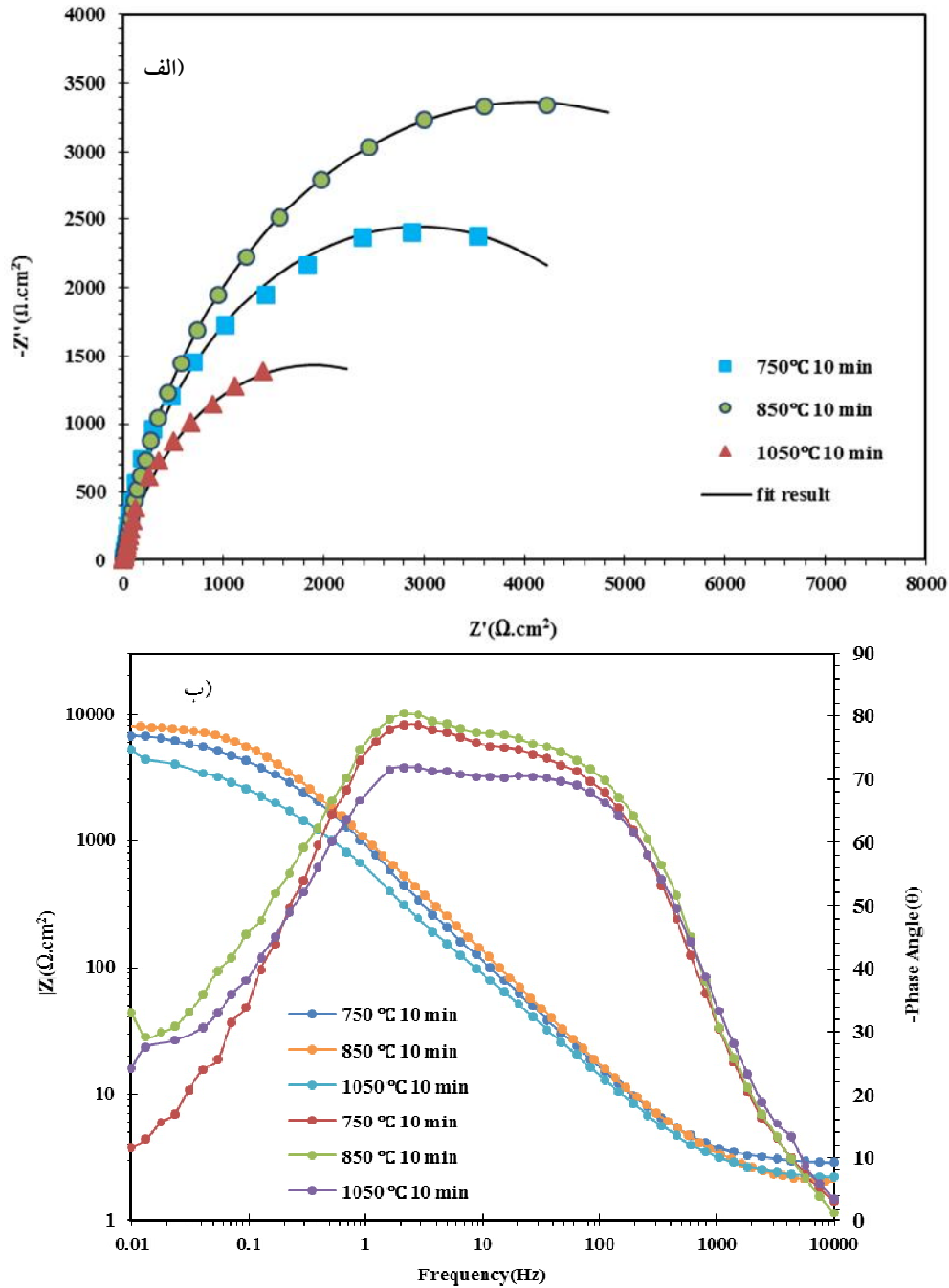
بنابراین، تقویت شدت بافت در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته اثر منفی فاز مارتزیت را از بین برده و از افت مقاومت به خوردگی جلوگیری کرد. همچنین، بر اساس مراجع [۲۶ و ۲۷] می‌توان افزایش جزئی مقاومت به خوردگی در عملیات نورد سرد شدید (۹۰ درصد کاهش ضخامت) را، به دلیل از بین رفتن تنش‌های پسماند کششی و تبدیل آنها به تنش‌های پسماند فشاری دانست.

۳-۲-۲- نمونه‌های آنیل شده

در این بخش، مقاومت به خوردگی نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد و در ادامه آنیل شده در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه، بررسی می‌شود. در شکل (۷-الف)، منحنی نایکوئیست نمونه‌های آنیل شده، نشان داده شده است. مشاهده می‌شود که با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، حلقه خازنی بزرگ‌تر شده و نشان‌دهنده افزایش مقاومت به خوردگی است. این در حالی است که نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد دارای کوچک‌ترین حلقه خازنی بوده و بیانگر افت خواص خوردگی نسبت به نمونه‌های آنیل شده در دمای ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد است [۲]. در شکل (۷-ب)، منحنی باد-فاز نمونه‌های آنیل شده ارائه شده است. با توجه به شکل (۷-ب)، در فرکاس ۱۰۰ هرتز، مقدار زاویه فاز از ۶۷- درجه در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ به ۷۰- درجه در نمونه آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد افزایش یافته و بیانگر یکنواخت‌تر شدن و تقویت لایه روئین [۱۹] با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد است.

پژوهش‌های قبلی نتایج متضادی را در خصوص تأثیر عملیات نورد سرد بر مقاومت به خوردگی فولادهای زنگ‌نزن آستنیتی، گزارش کردند. به طور کلی، در حالی که برخی از پژوهشگران افزایش مقاومت به خوردگی در اثر عملیات نورد سرد را گزارش داده‌اند، برخی دیگر اثر عملیات نورد سرد بر رفتار خوردگی را، منفی یا ناچیز دانسته‌اند. در پژوهشی روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی X5CrNi18-10، به این نتیجه رسیدند که افزایش میزان کاهش ضخامت در عملیات نورد سرد، موجب افت خواص خوردگی در محلول ۳/۵ wt% NaCl شده است [۲۲]. در پژوهش دیگری توسط حمدا و همکاران [۲۳]، ایجاد مارتزیت ناشی از کرنش در عملیات نورد سرد را به عنوان عاملی برای کاهش مقاومت به خوردگی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی 301LN دانسته‌اند. همچنین، بر اساس مرجع [۲۴]، افزایش چگالی جریان خوردگی در کاهش ضخامت‌های بیشتر از ۳۰ درصد در عملیات نورد سرد در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۱۶ گزارش شده است. این در حالی است که در تحقیقی توسط لو و همکاران [۲۵] روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی 304L، کاهش ضخامت‌های بیشتر از ۵۰ درصد در عملیات نورد سرد را بر مقاومت به خوردگی، بی‌تأثیر دانسته‌اند.

از طرف دیگر، افزایش مقاومت به خوردگی در کاهش ضخامت‌های زیاد در عملیات نورد سرد، توسط برخی پژوهشگران گزارش شده است. در پژوهشی توسط رامیرز و همکاران [۲۶] روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی NBR ISO 5832-1 (مورد استفاده در مصارف پزشکی)، دریافتند که در اثر ۵۰ درصد کاهش ضخامت، مقاومت به خوردگی کاهش می‌یابد. در حالی که در نورد سرد شدید (۷۰ درصد کاهش ضخامت)، فاز زمینه به شدت تغییر شکل یافته و منجر به محافظت از ترک‌ها و حفرات ایجاد شده در فصل مشترک فاز زمینه و ناخالصی شده و باعث بهبود رفتار خوردگی می‌شود. در پژوهش دیگری توسط کومار و همکاران [۲۷] روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۰۴ و ۳۱۶، تأثیر بافت‌های ایجاد شده در حین نورد سرد را با وجود نداشتن صفحات در فشرده‌ترین حالت، به عنوان عاملی برای افزایش مقاومت به خوردگی دانسته‌اند و نشان دادند که در کاهش



شکل ۷- الف) منحنی نایکوئیست و ب) منحنی باد- زاویه فاز نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در نورد سرد و در ادامه آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه در فولاد زنگ‌زن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

قابلیت روئینگی بهتری نسبت به نمونه‌های درشت دانه دارند [۲]، افزایش متوسط اندازه دانه به 83 ± 98 میکرومتر در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد را، می‌توان عاملی برای تضعیف قابلیت روئینگی دانست.

کاهش کسر حجمی فاز مارتنزیت در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد را می‌توان به‌عنوان عاملی برای بهبود قابلیت روئینگی دانست [۱۸]. با افزایش دمای آنیل به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، مقدار زاویه فاز به ۶۵- درجه کاهش یافت. با توجه به اینکه، نمونه‌های ریزدانه

جدول ۵- داده‌های کمی متغیرهای خوردگی آزمون پنج طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی در نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در نورد سرد و در ادامه آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در

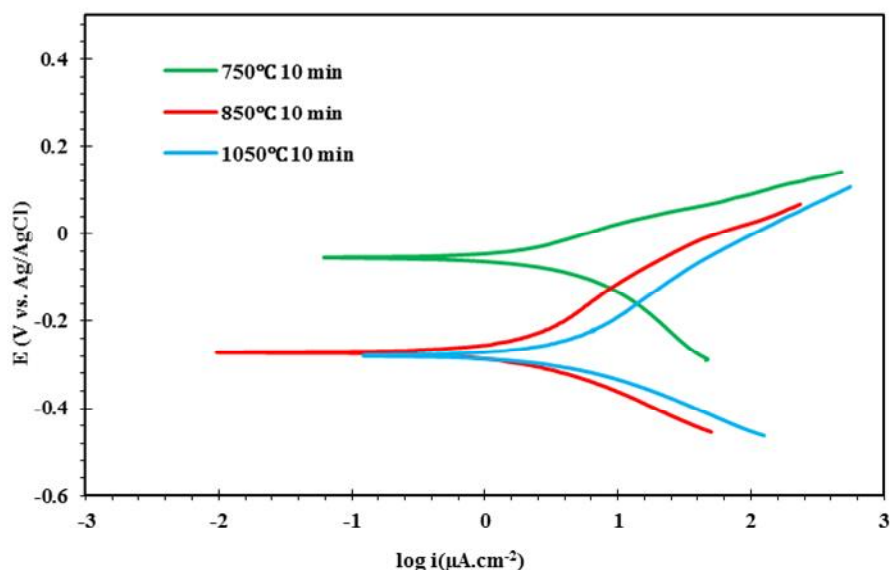
محلول ۳/۵wt%NaCl

XX ²	R _s (Ω.cm ²)	R ₁ (Ω.cm ²)	Q ₁ (F s ^{α-1} cm ⁻²)	α ₁	Q ₂ (F s ^{α-1} cm ⁻²)	R ₂ (kΩ.cm ²)	α ₂	متغیرهای خوردگی نمونه آنیل شده
۰/۱۴	۲/۷۸	۲۲	۱۶۵ × ۱۰ ^{-۶}	۰/۹۱	۵۹ × ۱۰ ^{-۶}	۵/۹۰۰	۰/۶۵	دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد
۰/۱۱	۲/۸۳	۲۶	۱۶۲ × ۱۰ ^{-۶}	۰/۹۳	۳۸ × ۱۰ ^{-۶}	۸/۲۰۰	۰/۶۲	دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد
۰/۰۶	۲/۴۳	۲۰	۱۶۶ × ۱۰ ^{-۶}	۰/۸۸	۸۶ × ۱۰ ^{-۶}	۳/۸۰۰	۰/۷۱	دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد

همکاران [۲۳]، برگشت مارتنزیت به آستنیت در عملیات آنیل را به‌عنوان عاملی برای بهبود خواص خوردگی در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی 301LN دانسته‌اند.

از طرفی دیگر، در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد افت مقاومت به خوردگی مشاهده شد و مقاومت پلاریزاسیون و مقدار Q₂ در این حالت به ترتیب (kΩ.cm²) ۳/۸۰۰ و (F s^{α-1} cm⁻²) ۸۶ × ۱۰^{-۶} است. در پژوهشی توسط فرو و همکاران [۲۸] روی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی 316L نورد سرد شده، نشان داده شده که به میزانی که ریزساختار غیریکنواخت‌تر باشد و دانه‌هایی با رشد غیریکنواخت در ریزساختار افزایش یابد، کاهش مقاومت به خوردگی در محلول ۳/۵ wt%NaCl حاصل می‌شود. همچنین، بر اساس مرجع [۲۹]، گزارش شده است که با افزایش دمای آنیل تا محدوده آستنیت‌زدن، رسوبات کاربیدی انحلال یافته و باعث افزایش مقدار عنصر کربن در فاز زمینه می‌شوند که به دلیل افزایش اعوجاج شبکه، منجر به کاهش مقاومت به خوردگی می‌شوند. به‌طور کلی نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد دارای ضعیف‌ترین رفتار خوردگی در مقایسه با سایر نمونه‌ها است. با توجه به افزایش متوسط اندازه دانه به ۸۳±۹۸ میکرومتر، قرار گرفتن در محدوده دمای آستنیت‌زدن و غیریکنواخت‌تر شدن ریزساختار به دلیل پدیده تبلور مجدد ثانویه در نمونه آنیل شده در دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد، افت خواص خوردگی نسبت به نمونه‌های دیگر منطقی به نظر می‌رسد.

جدول (۵) مربوط به داده‌های کمی آزمون طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی است. داده‌های کمی آزمون پلاریزاسیون و طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی هستند. مقدار Q₂ و مقاومت پلاریزاسیون در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، به ترتیب (F s^{α-1} cm⁻²) ۵۹ × ۱۰^{-۶} و (kΩ.cm²) ۵/۹۰۰ است که نسبت به نمونه شاهد، مقاومت به خوردگی بیشتری را نشان می‌دهد. علت بهبود خواص خوردگی در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد نسبت به نمونه شاهد، به دلیل کاهش متوسط اندازه دانه از ۳۲±۲۲ میکرومتر در نمونه شاهد به ۳/۵±۲ میکرومتر در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد است. همچنین از مقایسه نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته با نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، افزایش جزئی در مقاومت پلاریزاسیون نمونه آنیل شده مشاهده می‌شود که علت آن را می‌توان کاهش انرژی ذخیره شده در ماده در اثر عملیات آنیل دانست. با افزایش دمای آنیل به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، مقاومت پلاریزاسیون به (kΩ.cm²) ۸/۲۰۰ افزایش یافت. همچنین، مقدار Q₂ در نمونه آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد نسبت به ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد کاهش یافته و به (F s^{α-1} cm⁻²) ۳۸ × ۱۰^{-۶} رسید. با توجه به اینکه با افزایش دمای آنیل از ۷۵۰ به ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، کسر حجمی بیشتری از فاز مارتنزیت به آستنیت تبدیل می‌شود، می‌توان آن را به‌عنوان عاملی برای بهبود خواص خوردگی با افزایش دمای آنیل دانست. در پژوهش حمدا و



شکل ۸- منحنی پلاریزاسیون پتانسیودینامیک نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در نورد سرد و در ادامه آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

جدول ۶- داده‌های کمی متغیرهای خوردگی آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک در نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در نورد سرد و در ادامه آنیل در دماهای ۷۵۰، ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد در زمان ۱۰ دقیقه در فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در محلول ۳/۵wt%NaCl

پتانسیل خوردگی (mV vs. Ag/AgCl)	چگالی جریان خوردگی (میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع)	β_a (mV/dec)	β_c (mV/dec)	متغیرهای خوردگی نمونه آنیل شده
$-۸۹/۴ \pm ۲$	$۱/۷ \pm ۰/۰۱$	۹۳ ± ۳	۱۰۱ ± ۲	دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد
$۲۷۵/۲ \pm ۰/۰۴$	$۱/۲ \pm ۰/۰۴$	۱۷۱ ± ۹	۸۵ ± ۳	دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد
-۲۷۱ ± ۴	$۲/۵ \pm ۰/۰۵$	۱۶۱ ± ۷	۷۹ ± ۱	دمای ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد

۲/۵±۰/۰۱ میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع است که نتایج آزمون طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی را تأیید می‌کند.

۴- نتیجه‌گیری

در این تحقیق تحولات ریزساختاری و اثر آن بر مقاومت به خوردگی فولاد زنگ‌نزن آستنیتی ۳۲۱ در فرایند ترمومکانیکی بررسی شد و مهم‌ترین نتایج آن عبارتند از:

۱- ریزساختار نمونه شاهد شامل دانه‌های هم‌محور آستنیت و مقدار ناچیزی فاز فریت دلتا درون دانه‌ها است. با انجام عملیات

شکل (۸) و جدول (۶)، به ترتیب نشان‌دهنده منحنی و داده‌های کمی آزمون پلاریزاسیون پتانسیودینامیک هستند. چگالی جریان خوردگی در نمونه آنیل شده در دمای ۷۵۰ درجه سانتی‌گراد، $۱/۷ \pm ۰/۰۱$ میکروآمپر بر سانتی‌متر مربع است که بیانگر بهبود رفتار خوردگی نسبت به نمونه شاهد و ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد است و دارای روندی مشابه با نتایج آزمون طیف‌سنجی امپدانس الکتروشیمیایی است. همچنین چگالی جریان خوردگی نمونه‌های آنیل شده در دمای ۸۵۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب $۱/۲ \pm ۰/۰۱$ و

۳/۸۰۰ به ترتیب دارای بیشترین و کمترین مقاومت به خوردگی در مقایسه با سایر نمونه‌ها است.

۳- به‌طور کلی، در نمونه‌های ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته در عملیات نورد سرد و در ادامه آنیل شده، هرچه ریزساختار یکنواخت‌تر، متوسط اندازه دانه‌ها کمتر و کسر حجمی فاز برگشتی آستنیت از مارتنزیت بیشتر باشد، موجب بهبود خواص خوردگی می‌شود.

تشکر و سپاسگزاری

بدین وسیله از حمایت مالی دانشگاه شهید چمران اهواز با شماره گرنت پژوهشی SCU.EM99.30796 در انجام این پژوهش، کمال تشکر و قدردانی را داریم.

نورد سرد، تغییرات محسوس در ریزساختار نمونه شامل تغییرات ابعاد دانه (مورفولوژی)، کشیدگی دانه‌ها، استحاله فازی آستنیت به مارتنزیت α دیده می‌شود. همچنین در نمونه‌های آنیل شده در دمای ۷۵۰ و ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد، پدیده تبلور مجدد اتفاق افتاد و با افزایش دمای آنیل به ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد به ترتیب رشد غیریکنواخت دانه‌ها (تبلور مجدد ثانویه) مشاهده شد.

۲- نتایج نشان داد که در اثر عملیات نورد سرد شدید، مقاومت پلاریزاسیون از $3/950 (k\Omega.cm^2)$ در نمونه شاهد به $(k\Omega.cm^2)$ ۵/۱۰۰ در نمونه ۹۰ درصد کاهش ضخامت یافته، افزایش می‌یابد. از طرفی دیگر، نمونه‌های آنیل شده در دمای ۸۵۰ درجه سانتی‌گراد با مقاومت پلاریزاسیون $(k\Omega.cm^2)$ ۸/۲۰۰ و ۱۰۵۰ درجه سانتی‌گراد با مقاومت پلاریزاسیون $(k\Omega.cm^2)$

واژه‌نامه

1. intercept
2. energy-dispersive X-ray spectroscopy
3. potentiodynamic polarisation
4. electrochemical impedance spectroscopy
5. open circuit potential
6. constant phase elements
7. Warburg impedance

مراجع

1. Nezakat, M., Akhiani, H., Hoseini, M., and Szpunar, J., "Effect of Thermo-Mechanical Processing on Texture Evolution in Austenitic Stainless Steel 316L". *Materials Characterization*, Vol. 98, pp. 10-17, 2014.
2. Tiamiyu, A., Eduok, U., Szpunar, J., and Odeshi, A. G., "Corrosion Behavior of Metastable AISI 321 Austenitic Stainless Steel: Investigating the Effect of Grain Size and Prior Plastic Deformation on Its Degradation Pattern in Saline Media". *Scientific Reports*, Vol. 9, pp. 1-18, 2019.
3. Padilha, A. F., Plaut, R. L., and Rios, P. R., "Annealing of Cold-Worked Austenitic Stainless Steels". *ISIJ International*, Vol. 43, pp. 135-143, 2003.
4. Zhao, J., and Jiang, Z., "Thermomechanical Processing of Advanced High Strength Steels", *Progress in Materials Science*, Vol. 94, pp. 174-242, 2018.
5. Nezakat, M., Akhiani, H., Sabet, S. M., and Szpunar, J., "Electron Backscatter and X-Ray Diffraction Studies on the Deformation and Annealing Textures of Austenitic Stainless Steel 310S". *Materials Characterization*, Vol. 123, pp. 115-127, 2017.
6. Krawczynska, A.T., Chrominski, W., Binczyk, E. U., Kulczyk, M., and Lewandowska, M., "Mechanical Properties and Corrosion Resistance of Ultrafine Grained Austenitic Stainless Steel Processed by Hydrostatic Extrusion", *Materials & Design*, Vol. 136, pp. 34-44, 2017.
7. Eskandari, M., Yeganeh, M., and Motamedi, M., "Investigation in the Corrosion Behaviour of Bulk Nanocrystalline 316L Austenitic Stainless Steel in NaCl Solution", *Micro & Nano Letters*, Vol. 7, pp. 380-383, 2012.
8. Ye, W., Li, Y., and Wang, F., "Effects of Nanocrystallization on the Corrosion Behavior of 309 Stainless Steel". *Electrochimica Acta*, Vol. 51, pp. 4426-4432, 2006.
9. Lv, Y., Luo, H., Tang, J., Guo, J., Pi, J., and Ye, K., "Corrosion Properties of Phase Reversion Induced Nano/Ultrafine Grained AISI 304 Metastable Austenite Stainless Steel". *Materials Research Bulletin*, Vol. 107, pp. 421-429, 2018.

10. Jinlong, L., and Hongyun, L., "Comparison of Corrosion Properties of Passive Films Formed on Phase Reversion Induced Nano/Ultrafine-Grained 321 Stainless Steel", *Applied Surface Science*, Vol. 280, pp. 124-131, 2013.
11. Aghuy, A. A., Zakeri, M., Moayed, M. H., and Mazinani, M., "Effect of Grain Size on Pitting Corrosion of 304L Austenitic Stainless Steel", *Corrosion Science*, Vol. 94, pp. 368-376, 2015.
12. H. Fisher, *Feritscope® MP30: Measurement of the Ferrite Content in Austenitic and Duplex Steel*, Sindelfingen, Helmut Fischer, 2010.
13. Talonen, J., Hänninen, H., Nenonen, P., and Pape, G., "Effect of Strain Rate on the Strain-Induced $\gamma \rightarrow \alpha'$ -Martensite Transformation and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 36, pp. 421-432, 2005.
14. Tihamiyu, A., Szpunar, J., Odeshi, A. G., Oguocha, I., and Eskandari, M., "Development of Ultra-Fine-Grained Structure in AISI 321 Austenitic Stainless Steel", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 48, pp. 5990-6012, 2017.
15. Tihamiyu, A., Odeshi, A. G., and Szpunar, J., "Austenitic Reversion of Cryo-Rolled Ti-Stabilized Austenitic Stainless Steel: High-Resolution EBSD Investigation", *Materials Engineering and Performance*, Vol. 27, pp. 889-904, 2018.
16. Salehi, M., Eskandari, M., and Yeganeh, M., "Investigation of Microstructural Changes and Texture of 321 Austenitic Stainless Steel After Cold Rolling", *3rd National Conference on Materials Engineering, Metallurgy and Mining*, Iran, 2020.
17. Rezaei, H., Ghazani, M. S., and Eghbali, B., "Effect of Post Deformation Annealing on the Microstructure and Mechanical Properties of Cold Rolled AISI 321 Austenitic Stainless Steel", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 736, pp. 364-374, 2018.
18. Gui, L., Long, M., Zhang, H., Chen, D., Liu, S., Wang, Q., and Duan, H., "Study on the Precipitation and Coarsening of TiN Inclusions in Ti-Microalloyed Steel by a Modified Coupling Model", *Journal of Materials Research and Technology*, Vol. 9, pp. 5499-5514, 2020.
19. Mandal, S., Singh, J. K., Lee, D. E., and Park, T., "Effect of Phosphate-Based Inhibitor on Corrosion Kinetics and Mechanism for Formation of Passive Film onto the Steel Rebar in Chloride-Containing Pore Solution", *Materials*, Vol. 13, p. 3642, 2020.
20. Boissy, C., Alemany-Dumont, C., and Normand, B., "EIS Evaluation of Steady-State Characteristic of 316L Stainless Steel Passive Film Grown in Acidic Solution", *Electrochemistry Communications*, Vol. 26, pp. 10-12, 2013.
21. Kocijan, A., Merl, D. K., and Jenko, M., "The Corrosion Behaviour of Austenitic and Duplex Stainless Steels in Artificial Saliva with the Addition of Fluoride", *Corrosion Science*, Vol. 53, pp. 776-783, 2011.
22. Kurc, A., Kciuk, M., and Basiaga, M., "Influence of Cold Rolling on the Corrosion Resistance of Austenitic Steel", *Achievements in Materials and Manufacturing Engineering*, Vol. 38, pp. 154-162, 2010.
23. Hamada, A., Karjalainen, L., and Somani, M., "Electrochemical Corrosion Behaviour of a Novel Submicron-Grained Austenitic Stainless Steel in an Acidic NaCl Solution", *Materials Science and Engineering: A*, Vol. 431, pp. 211-217, 2006.
24. Štefec, R., and Franz, F., "A Study of the Pitting Corrosion of Cold-Worked Stainless Steel", *Corrosion Science*, Vol. 18, pp. 161-168, 1978.
25. Luo, H., Su, H., Ying, G., Dong, Ch., and Li, X., "Effect of Cold Deformation on the Electrochemical Behaviour of 304L Stainless Steel in Contaminated Sulfuric Acid Environment", *Applied Surface Science*, Vol. 425, pp. 628-638, 2017.
26. Ramirez, A. H., Ramirez, C. H., and Costa, I., "Cold Rolling Effect on the Microstructure and Pitting Resistance of the nbr iso 5832-1 Austenitic Stainless Steel", *International Journal of Electrochemical Science*, Vol. 8, pp. 12801-12815, 2013.
27. Kumar, B. R., Mahato, B., and Singh, R., "Influence of Cold-Worked Structure on Electrochemical Properties of Austenitic Stainless Steels", *Metallurgical and Materials Transactions A*, Vol. 38, pp. 2085-2094, 2007.
28. Fu, X., Ji, Y., Cheng, X., Dong, Ch., Fan, Y., and Li, X., "Effect of Grain Size and Its Uniformity on Corrosion Resistance of Rolled 316L Stainless Steel by EBSD and TEM", *Materials Today Communications*, Vol. 25, p. 10142, 2020.
29. Bösing, I., Marquardt, G., and Thöming, J., "Effect of Heat Treatment of Martensitic Stainless Steel on Passive Layer Growth Kinetics Studied by Electrochemical Impedance Spectroscopy in Conjunction with the Point Defect Model", *Corrosion and Materials Degradation*, Vol. 1, p. 6, 2020.

INVESTIGATION OF THE EFFECT OF THERMOMECHANICAL PROCESSING ON MICROSTRUCTURE AND CORROSION RESISTANCE OF 321 AUSTENITIC STAINLESS STEEL

M. Salehi, M. Eskandari* and M. Yeganeh

Department of Material Science and Engineering, Faculty of Engineering, Shahid Chamran University of Ahvaz, Ahvaz, Iran

(Received: 26 December 2020; Accepted: 7 June 2021)

ABSTRACT

In this study, microstructural changes in the thermomechanical processing and its effect on the corrosion behavior of 321 austenitic stainless steel were investigated. EDS analysis and optical microscopy were used to identify precipitates and microstructure, respectively. To evaluate the corrosion properties, potentiodynamic polarization test and electrochemical impedance spectroscopy were performed. First, the as-received sample was subjected to cold rolling with a 90% thickness reduction at liquid nitrogen temperature, and then annealing was performed at temperatures of 750, 850, and 1050 °C for 10 min. The results showed that severe cold rolling slightly improved the corrosion properties and in annealed samples, the corrosion resistance increased with more uniform microstructure, more reversion of martensite phase to austenite, and reduction of grain size. Annealed samples at 850 °C and 1050 °C with polarization resistance values of 8.200 kΩ.cm² and 3.800 kΩ.cm² depicted the highest and lowest corrosion resistance compared to other samples, respectively.

Keywords: Microstructure, Steel, Thermomechanical processing, Corrosion.

1. INTRODUCTION

Austenitic stainless steels (ASSs) are widely used in various industries due to their ductility and excellent corrosion resistance. Despite their many advantages, ASSs have low yield strength. On the other hand, in ASSs, the martensitic structure cannot be created by heat treatment to increase mechanical strength, because the mechanical properties of ASSs are affected by their microstructure. To strengthen and change the structure of ASS, a combination of forming and annealing can be used, which is called the “thermomechanical processing” [1].

The subsequent processes on the material affect the various properties, such as grain size distribution, chemical uniformity, residual stresses, the density of dislocations, volume fraction of grain boundaries, and texture that they all affect corrosion resistance [2]. In general, many studies have reported that grain refinement is a key factor for improved corrosion resistance. For example, in 316L AISI stainless steel, it has been reported that grain refinement increases chromium diffusion

into the passive film. The passive film becomes rich in chromium and increases the corrosion resistance, because grain boundaries are known as the easy diffusion paths for diffusion [3]. Given the importance of 321 ASS, it is necessary to study its corrosion behavior. In this study, microstructural changes in the thermomechanical processing and their influence on corrosion resistance were evaluated.

2. MATERIAL AND METHOD

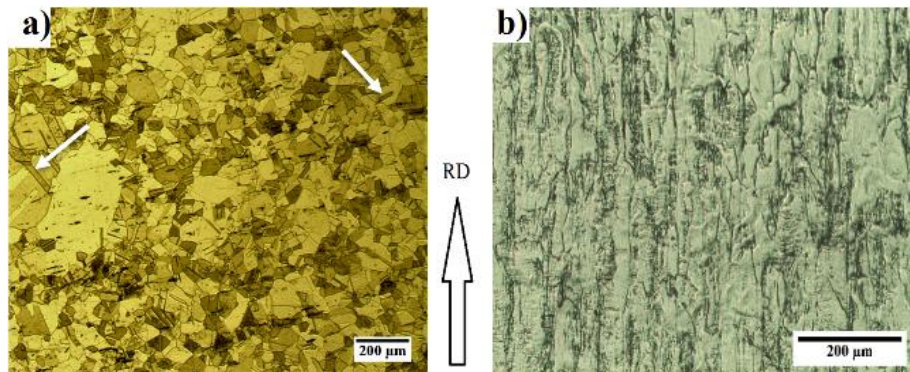
The as-received material (321 ASS) was Spark Optical Emission Spectrometer analyzed to investigate its chemical composition. The results of this analysis is shown in Table 1. The samples were 90% cold-rolled (CR) at liquid nitrogen temperature and then annealed at 750, 850, and 1050 °C for 10 min.

To investigate the microstructure of the CR and annealed samples, the specimens were mounted and grinded by 100 to 1500 sandpapers to prepare the surface of the samples. The final polishing was then applied by electro polishing process in a solution of 35% sulfuric acid, 45% phosphoric acid, and 20% deionized water with a voltage of 30

*: m.eskandari@scu.ac.ir

Table 1. Chemical composition of 321 ASS (wt. %)

elements	C	Cr	Ni	S	P	Si	Ti	Mn	Fe
Wt. (%)	0.08	18	11	0.03	0.045	1	0.15	2	Balance

**Figure 1. Optical microscope images of a) as-received sample and b) 90% CR sample of 321 austenitic stainless steel.**

volts for 1 min. Then, the samples were electro-etched in 65% nitric acid solution with voltage conditions of 10 volts and a time-varying between 2 to 6 seconds to investigate and reveal the microstructure. To study the corrosion properties of as-received samples, thickness reduction in cold-rolled and annealed samples, potentiodynamic polarization (Tafel) tests, and electrochemical impedance spectroscopy (EIS) were performed, respectively. Potentiodynamic polarization test was performed in the range of -0.2 to 1.3 V relative to open circuit potential (OCP) with a corrosion rate of 2 mV/s and EIS in the frequency range of 10 kHz to 10 mHz. The corrosion test was performed in 3.5 wt. % NaCl solution with the Radstat 1A device, Ag/AgCl reference electrode, and Pt auxiliary electrode. The samples were immersed in the solution for 25 min to measure the OCP voltage.

3. RESULT AND DISCUSSION

3.1. Microstructural study

Figures 1.a and 1.b show the microstructural images of the as-received and 90% CR samples, respectively. The average grain size of the as-received sample was approximately $32 \pm 22 \mu\text{m}$, and the shape of the grains was equiaxed, indicating that static and dynamic recrystallization occurred during or after hot rolling in the material. Also, feritoscopic results showed that the percentage of the austenite phase was about 99.5% while the rest was the delta ferrite phase. Unlike the as-received sample, elongated austenite grains were observed in 90% CR sample. Also, part of the austenite phase was transformed into the α' martensite phase due to shear stresses. This phenomenon was

discussed in our previous study [1]. The recrystallization phenomenon occurred in bright areas by annealing at 750°C and 850°C for 10 min, and the average grain size reached $3.5 \pm 2 \mu\text{m}$ and $7.5 \pm 4 \mu\text{m}$, respectively. With increasing the annealing temperature to 1050°C , the grain growth was occurred, and the average grain size reached $83 \pm 98 \mu\text{m}$. The secondary recrystallization (abnormal grain growth) was occurred at 1050°C and caused the non-uniform microstructure of the annealed sample at 1050°C compared to other samples. Previous research has reported that at high annealing temperatures (1200°C), TiN precipitations play a significant role in preventing grain growth [4]. Therefore, the presence of TiN precipitations in the annealed sample at 1050°C could be a factor of non-uniformity of microstructure.

3.2. Effect of microstructure on corrosion resistance

In this section, the effect of microstructural changes on the corrosion resistance of CR and annealed samples were investigated. Figure 2. shows the polarization curves of the as-received, 90% CR, and annealed samples. The polarization resistance of the as-received and 90% CR samples were 3.950 and $5.100 \text{ k}\Omega\cdot\text{cm}^2$, respectively. Also, the corrosion current density decreased from $2.4 \pm 0.03 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ for the as-received sample to $1.9 \pm 0.01 \mu\text{A}\cdot\text{cm}^{-2}$ for 90% CR, which indicates a slight improvement in corrosion resistance due to cold rolling. Previous studies have reported conflicting results regarding the effect of cold rolling on the corrosion resistance of ASS. In general, while some researchers have reported an

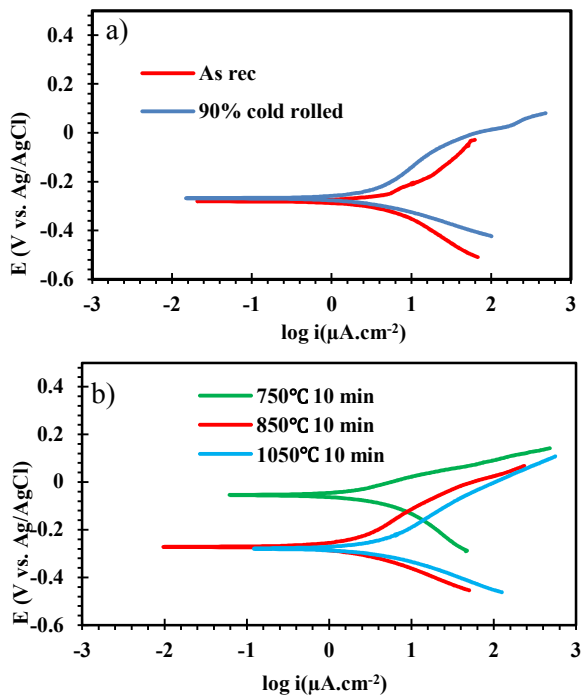


Figure 2. The polarization curves of a) as-received and 90% CR samples, and b) annealed samples of 321 austenitic stainless steel at different temperatures.

increase in corrosion resistance due to cold rolling, others have found the effect of cold rolling on corrosion behavior to be negative or negligible [2]. A study conducted by Salehi et al [1] on 321 ASS, reported that due to cold rolling, the rolling texture strengthened and the texture intensity increased from 1.7 for the as-received sample to 4 for the 90% CR sample. Therefore, strengthening the texture intensity in the 90% CR sample eliminated the negative influence of the martensite phase and prevented a decrease in corrosion resistance.

The annealed fine-grained sample at 750°C had a higher corrosion resistance than those of the as-received and 90% CR samples. The polarization resistance and corrosion current density were found 5.900 kΩ.cm² and 1.7±0.01 μA.cm⁻², respectively. Past research has shown that grain refinement is a factor for increasing the corrosion resistance of ASS [3]. As the annealing temperature increased from 850 to 1050 °C, the polarization resistance decreased from 8.200 kΩ.cm² to 3.800 kΩ.cm². The corrosion current densities in the annealed samples at 850 and 1050 °C were 1.2±0.04 μA.cm⁻² and 2.5±0.05 μA.cm⁻², respectively. Increased grain size and non-uniform microstructure in the annealed sample at 1050 °C

resulted in a decrease in corrosion resistance compared to others.

4. CONCLUSION

In this study, microstructural changes and their effect on the corrosion resistance of 321 ASS in the thermomechanical processing were investigated. By performing cold rolling, a slight improvement in corrosion resistance was observed. In general, in annealed samples, the more uniform microstructure, the smaller average grain size, and the higher volume fraction of the reverted austenite resulted in the better corrosion resistance.

ACKNOWLEDGEMENT

Shahid Chamran University of Ahvaz financially supported this research with the grant number of SCU.EM99.30796.

CONFLICT OF INTERESTS

The authors declare that they have no known competing financial interests or personal relationships that could have appeared to influence the work reported in this paper.

REFERENCES

1. Salehi, M., Eskandari, M., and Yeganeh, M., *Investigation of microstructural changes and texture of 321 austenitic stainless steel after cold rolling*, 3rd National Conference on Materials Engineering, Metallurgy and Mining, Iran, 2020.
2. Monrreal, G., Bautista, A., Guzman, S., Gutierrez, C., Velasco, F., "Influence of the cold working induced martensite on the electrochemical behavior of AISI 304 stainless steel surfaces", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 8, PP. 1335-1346, 2019.
3. Tiarniyu, A., Eduok, U., Szpunar, J., and Odeshi, A.G., "Corrosion behavior of metastable AISI 321 austenitic stainless steel: Investigating the effect of grain size and prior plastic deformation on its degradation pattern in saline media". *Scientific reports*, vol. 9, pp. 1-18, 2019.
4. Gui, L., Long, M., Zhang, H., Chen, D., Liu, S., Wang, Q., Duan, H., "Study on the precipitation and coarsening of TiN inclusions in Ti-microalloyed steel by a modified coupling model", *Journal of Materials Research and Technology*, vol. 9, pp. 5499-5514, 2020.