

تعیین پنجره عملیات حرارتی کوئچ میانی برای یک فولاد دوفازی کربن- منگنزدار بر اساس رفتار بازگشت، آنیل میان‌بحرانی و آنیل فرابحرانی

مهسا جابری^۱، محمد رضایت^{۲*} و سیامک حسین‌نژاد^۱

۱- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی سهند، تبریز، ایران

۲- دانشکده مهندسی مواد، دانشگاه صنعتی اصفهان، اصفهان، ایران

(تاریخ دریافت: ۱۴۰۳/۳/۳۱؛ تاریخ پذیرش: ۱۴۰۳/۵/۱۳)

<https://doi.org/10.47176/jame.43.3.1059>

چکیده: ریزساختار اولیه مارتنزیتی در فرآوری فولادهای دوفازی به علت منابع جوانه‌زنی زیاد آستنیت و توزیع رشته‌ای آن مورد توجه قرار گرفته است. در پژوهش حاضر، تحولات ریزساختاری حین عملیات کوئچ میانی روی یک فولاد کربن-منگنزدار در سه محدوده دمایی فرابحرانی ($Ac_3 < T$)، میان‌بحرانی ($Ac_1 < T < Ac_3$) و زیربحرانی ($T < Ac_1$) توسط میکروسکوپ نوری، الکترونی روبشی و پراش پرتو ایکس مورد مطالعه قرار گرفته است. با توجه به نتایج سختی‌سنجی مشخص شد فرآیند بازگشت در محدوده دمایی زیربحرانی دارای دو مرحله با سرعت‌های متفاوت است؛ مرحله اول با خروج کربن از ساختار و ایجاد کاربیدهایی در درون لایه‌های مارتنزیت و آستنیت باقیمانده و مرحله دوم با بزرگ شدن ذرات کاربیدی همراه است. همچنین آنیل در دماهای میان‌بحرانی نیز دارای سه مرحله می‌باشد؛ مرحله اول بازگشت مارتنزیت، مرحله دوم جوانه‌زنی و رشد دانه‌های آستنیت و حذف ذرات کاربیدی و مرحله سوم درشت شدن ساختار دوفازی و افت سختی می‌باشد. افزایش دما تا دماهای فرابحرانی نیز سبب ظهور این سه مرحله می‌شود ولی با توجه به این‌که افزایش دما سبب کاهش طول مدت این مراحل و ادغام آن‌ها در یکدیگر می‌شود، تمایز دو مرحله اول سخت‌تر است.

واژه‌های کلیدی: فولاد دوفازی، عملیات کوئچ میانی، سختی ثانوی، تحولات ریزساختار، سختی.

* مسئول مکاتبات، پست الکترونیکی: rezayat@iut.ac.ir

Microstructural Evolution of C-Mn Dual Phase Steel During Intermediate Quenching: A Comparative Study of Subcritical, Intercritical, and Supercritical Annealing

M. Jaber¹, M. Rezayat^{2*} and S. Hossein-Nedjad¹

1- Faculty of Materials Engineering, Sahand University of Technology, Tabriz, 51335-1996, Iran
2- Department of Materials Engineering, Isfahan University of Technology, Isfahan, 84156-83111, Iran

ABSTRACT

Martensitic microstructure, due to its numerous nucleation sites for austenite and its fibrous distribution, is considered as the initial microstructure in the dual-phase steel fabrication process, specifically during intermediate quenching. In the present study, the microstructural evolution of a carbon-manganese steel during intermediate quenching at three temperature ranges (upper-critical ($Ac_3 < T$), inter-critical ($Ac_1 < T < Ac_3$) and sub-critical ($T < Ac_1$)) was studied using optical microscopy, scanning electron microscopy, and X-ray diffraction analysis. Hardness measurements indicated that the sub-critical annealing process, which is the high-temperature tempering process, consists of two stages with different softening rates. The first stage is associated with the removal of carbon from the lattice structure to form carbides, and the second stage is accompanied by the coarsening of carbides. Annealing martensitic microstructure at intercritical temperatures also occurs in three stages: The first stage is the tempering of martensite, the second stage is the nucleation and growth of austenite in tempered martensite with the dissolution of carbides, and the third stage is the coarsening of the two-phase microstructure, which is associated with a reduction in hardness. An increase in temperature to upper-critical temperatures also causes the appearance of these three stages, but due to the accelerated diffusion at high temperatures, these stages are shortened and merged together.

Keywords: Dual-phase steel, Intermediate quenching, Secondary hardening, Microstructural evolution, Hardness.

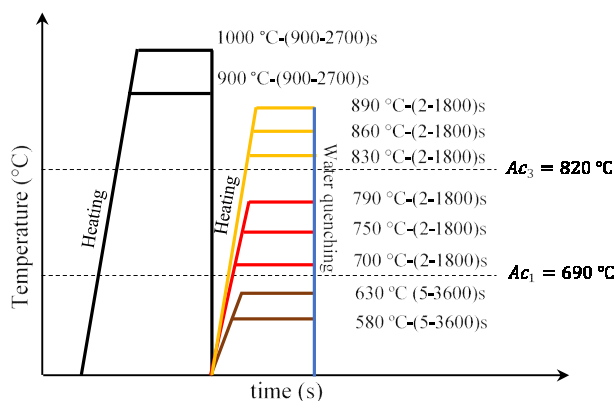
۱- مقدمه

تمام روش‌های عملیات حرارتی، فولاد در منطقه دوفازی فریتی-آستنیتی شده و سپس به سرعت سرد می‌شود تا فاز آستنیت به مارتنزیت تبدیل گردد (۹-۱۱). بر این اساس آستنیت شدن جزئی مهم از فرآیند تولید به حساب می‌آید. آرنولد و مک ویلیامز (۱۲)، آستنیت را به عنوان یک فرایند هسته‌زایی و رشد که حین گرم کردن فولاد معرفی کردند. پس از آن نرنبرگ (۱۳) نشان داد که آستنیت شدن تحت تأثیر ساختار اولیه می‌باشد. رابرتز و مهل (۴)، ماهیت فرآیند هسته‌زایی و رشد را با بحث در مورد جزئیات شکل‌گیری آستنیت از ریزساختار فریتی-سمتیتی تأیید کردند. در تحقیقات دیگری که توسط باربیر و همکاران (۹) صورت گرفته، ارتباط بین تبلور مجدد فریت و تشکیل آستنیت در فولادهای دوفازی با نرخ گرمایش بالا بررسی و مشخص شده که تبلور مجدد فریت و تشکیل آستنیت به یکدیگر وابسته هستند و سینتیک تشکیل آن‌ها به شدت تحت تأثیر یکدیگر است. آستنیت شدن در عملیات کوئنچ میانی با

به دنبال بحران انرژی در دهه‌های گذشته و افزایش چشم‌گیر قیمت سوخت، شرکت‌های خودروسازی برای بهبود استحکام و شکل‌پذیری بیش‌تر فولادها به منظور کاهش وزن خودرو و در نتیجه کاهش مصرف سوخت به چالش کشیده شده‌اند (۱-۳). به عنوان پاسخی برای این چالش، فولادهای دوفازی با ریزساختار فریتی-مارتنزیتی که متعلق به نسل اول فولادهای پیشرفته استحکام بالا^۱ هستند (۴)، معرفی شدند (۵-۷). برای تولید فولادهای دوفازی^۲ می‌توان از یکی از سیکل‌های عملیات حرارتی آنیل میان‌بحرانی^۳، کوئنچ پله‌ای^۴ و کوئنچ میانی^۵ استفاده کرد (۸). آنیل میان‌بحرانی، ریزساختاری هم‌محور با خواص کششی متوسط ایجاد می‌کند. کوئنچ پله‌ای، منجر به ریزساختاری درشت و بلوکی با خواص کششی ضعیف می‌شود. کوئنچ میانی مارتنزیت، ریزساختاری فیبری، با استحکام و انعطاف‌پذیری متعادل فراهم می‌آورد. به‌طور کلی در

جدول ۱- درصد وزنی عناصر آلیاژی در ترکیب شیمیایی فولاد

عنصر	Fe	Ti	Al	Si	Mn	C
درصد وزنی	باقیمانده	۰/۰۱۵	۰/۰۰۱	۰/۲۸۶	۲/۵۸۱	۰/۱۵۲



شکل ۱- شماتیک سیکل الف) آنیل زیر بحرانی،
ب) آنیل میان بحرانی، ج) آنیل فرا بحرانی.

فritی - مارتنزیتی بوده و بر اساس داده های آنالیز حرارتی دیلاتومتر دماهای Ac_1 و Ac_3 به ترتیب 690° و 820° درجه سانتی گراد تعیین شده اند (۲۳).

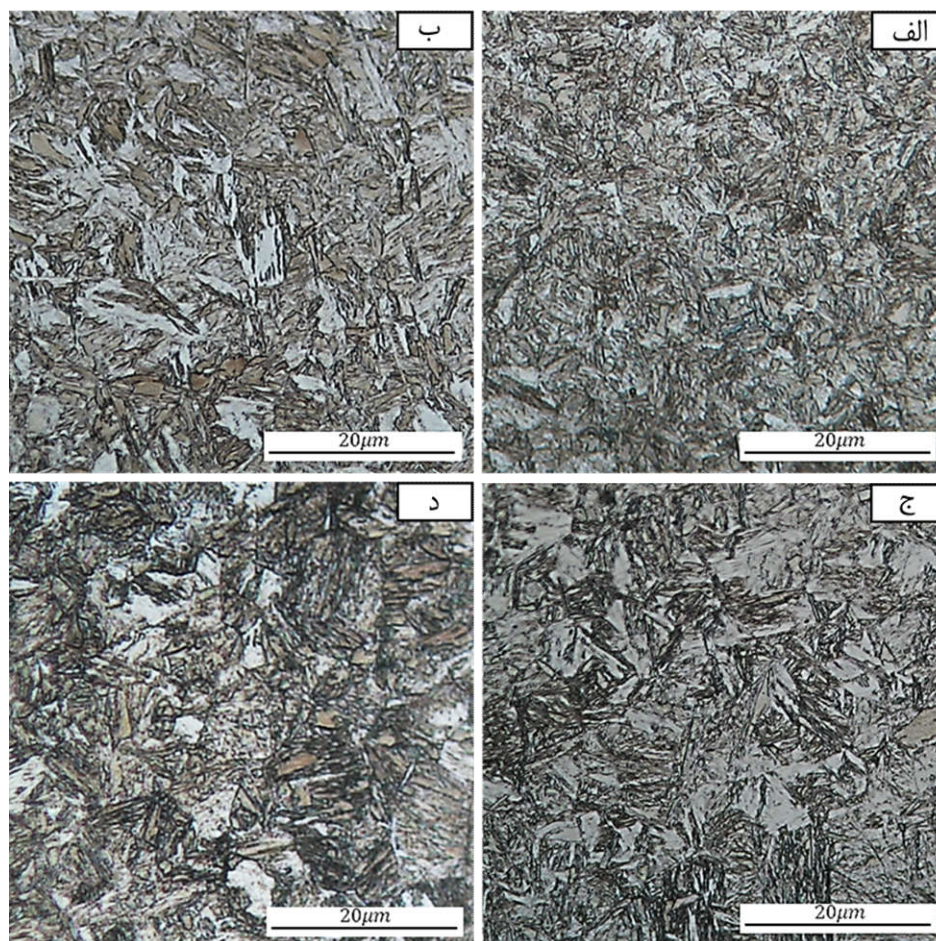
از ورق نورم گرم شده اولیه نمونه هایی در اندازه های mm^2 6×10 برش داده شد و به منظور دستیابی به ریزساختاری مارتنزیتی، نمونه ها به مدت 900 الی 2700 ثانیه در دمای 900 و 1000 درجه سانتی گراد، در کوره ای الکتریکی با اتمسفر هوا آستنیت شده و سپس در آب کوئنچ شدند. نمونه ها در سه منطقه تکفازی آستنیتی، دوفازی آستنیت- فریت و منطقه فریت- پرلیتی تحت فرایند عملیات حرارتی آنیل با شرایط دمایی و زمانی مختلف در محیط حمام نمک قرار گرفتند. شماتیک فرآیندهای عملیات حرارتی در شکل (۱) آورده شده است.

به منظور بررسی ریزساختار و حذف اثر اکسیداسیون سطحی، نمونه های متالوگرافی تا عمق $1/5 mm$ تحت سنگ زنی قرار گرفتند، سپس به روش متداول، سنباده زنی و پولیش کاری شده و با استفاده از محلول نایتال دو درصد حکاکی شدند. بررسی ریزساختار نمونه های آماده شده با استفاده از

بازگشت مارتنزیت همراه است. عملیات بازگشت فولادهای مارتنزیتی در دمای بالا، به طور کلی طی چهار مرحله مختلف اتفاق می افتد، شامل: جدایش و تجمع اتم های کربن در عیوب شبکه، رسوب کاربیدهای انتقالی، تجزیه آستنیت باقی مانده، رسوب ذرات کاربید در مرز دانه ها که اغلب این مراحل هم پوشانی دارند (۱۸-۱۴). همچنین جدایش عناصر آلیاژی و ایجاد کاربیدهای آن ها، بازیابی و تبلور مجدد ساختار مارتنزیتی نیز می تواند رخ دهد (۲۱-۱۹). استحکام مارتنزیت لایه ای با استفاده از چندین مکانیزم استحکام دهی، یعنی دانه های ریز، دانسیته بالای نابجایی، محلول جامد و پراکندگی ذرات، ایجاد می شود که حین عملیات بازگشت، با خروج کربن از ساختار، کاهش چگالی نابه جایی ها، تجزیه آستنیت و درشت شدن سریع کاربیدها، تغییر می کند (۲۲). چنانچه دما تا محدوده میان بحرانی افزایش یابد، ایجاد آستنیت نیز می تواند بر تغییرات سختی نهایی محصول اثرگذار باشد. این تحولات در دمای بالا، در چند ثانیه اول فرآیند کوئنچ میانی رخ داده و این موضوع بررسی آن را دشوار می نماید. اگرچه پژوهش های مختلفی در کنار تولید فولادهای دوفازی در این زمینه انجام شده است، انجام یک پژوهش هدفمند و متمرکز بر این موضوع می تواند به درک بهتر این پدیده کمک شایانی نماید. بر این اساس هدف از پژوهش حاضر، مطالعه تحولات ساختاری حین فرآیند کوئنچ میانی در محدوده دمایی زیر بحرانی، میان بحرانی و فرا بحرانی می باشد.

۲- مواد و روش تحقیق

در پژوهش حاضر، از یک ورق فولاد کربن - منگنزدار با ترکیب شیمیایی ارائه شده در جدول (۱) استفاده شده است. اطلاعات و مراحل تولید تا دستیابی به ورقی با ضخامت $4 mm$ قبلاً منتشر شده است (۲۳). ریزساختار فولاد پس از نورد گرم



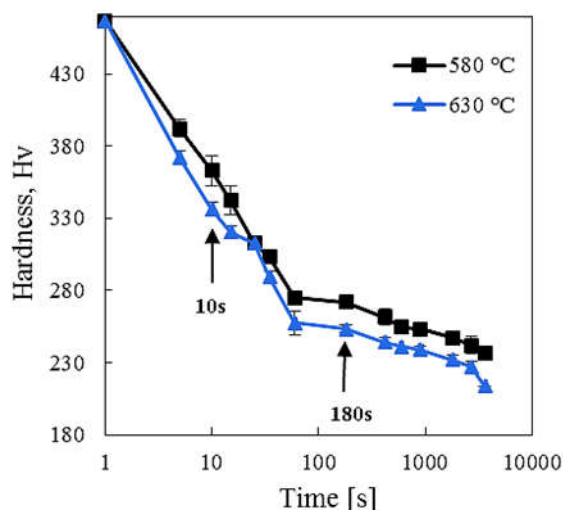
شکل ۲- تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار نمونه‌های آستنیت شده در دمای 900°C به مدت زمان‌های (الف) ۹۰۰، (ب) ۱۸۰۰، (ج) ۲۷۰۰ و (د) دمای 1000°C به مدت ۹۰۰ s.

۳- نتایج و بحث

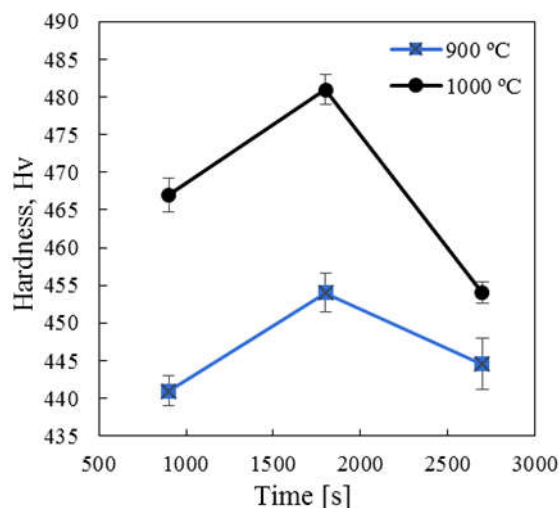
۳-۱- ریزساختار اولیه

به منظور دستیابی به ریزساختار اولیه مارتزیتی، نمونه‌ها در شرایط مختلف دمایی و زمانی، آستنیت شده و در آب کوئنچ شدند. نمونه‌هایی برای مدت زمان‌های ۹۰۰، ۱۸۰۰، ۲۷۰۰ ثانیه در دماهای ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی‌گراد آستنیت شده و در آب کوئنچ شدند. تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار برخی نمونه‌های آستنیت و کوئنچ شده در شکل (۲) نشان داده شده است. مقایسه تصاویر نشان می‌دهند که با افزایش زمان نگهداری در دمای ثابت آستنیت کردن، متوسط اندازه پکت‌های مارتزیتی افزایش پیدا کرده و بنابراین می‌توان نتیجه گرفت میانگین اندازه دانه‌های آستنیت با زمان افزایش یافته است. مقایسه شکل (۲- الف و د)

میکروسکوپ نوری و میکروسکوپ الکترونی روبشی^۶ (Camscan-MV2300F) و میکروسکوپ الکترونی روبشی نشر میدانی^۷ (MIRA3) انجام شد. به منظور بررسی فازهای تشکیل شده و تخمین فاصله اتمی از آنالیز پراش پرتو ایکس^۸ (BRUKER-D8) با طول موج پرتوی $1/54$ آنگسترم استفاده گردید. زمان هر گام روبش یک ثانیه، اندازه هر گام روبش 0.2° و زاویه پراش (2θ) در محدوده زاویه‌های $60-70^{\circ}$ و $87-77^{\circ}$ انتخاب شد. در نهایت، سختی تمام نمونه‌ها در مقیاس سختی سنجی ویکرز بر اساس استاندارد ASTM E92-82 با فرورونده الماس هرمی شکل و بار اعمالی ۳۰ کیلوگرم با تکرار پنج مرتبه اندازه‌گیری شد.



شکل ۴- نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان بازگشت در دماهای ۵۸۰ و ۶۳۰ درجه سانتی گراد.



شکل ۳- تغییرات سختی با زمان آستنیت کردن در دماهای ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد.

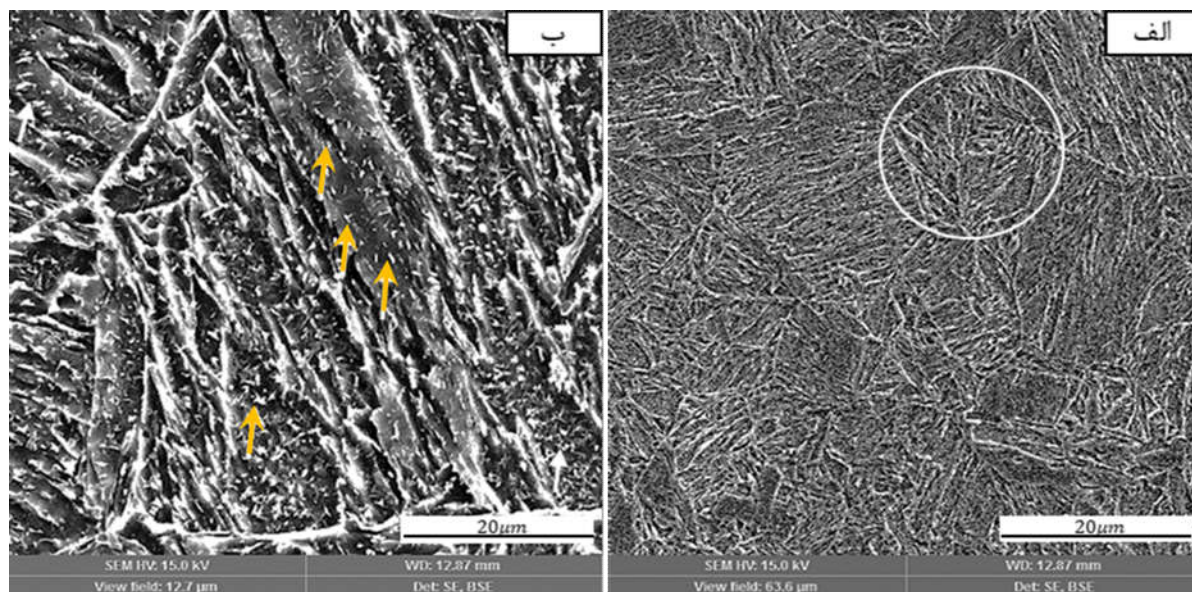
درشت شدن ساختار، افت سختی را به همراه خواهد داشت. با توجه به شکل (۳)، افزایش سختی در آستنیت کردن در دمای بالاتر جایی که ریزساختار درشت‌تری حاصل شده، نشان‌دهنده عدم انحلال کامل ذرات کاربیدی در دمای ۹۰۰ °C است. سرعت بیش‌تر کاهش سختی پس از زمان ۱۸۰ s در نمونه آستنیت شده در دمای ۱۰۰۰ °C به دلیل بزرگ‌تر بودن دانه‌های آستنیت در این نمونه و البته انحلال بیش‌تر کاربیدها و افزایش کربن محلول در آستنیت در نمونه آستنیت شده در دمای ۹۰۰ °C می‌باشد. با توجه به نتایج آزمون سختی سنجی دمای ۱۰۰۰ °C و زمان ۹۰۰ s که در آن سختی حداکثر و آستنیت باقیمانده محدود می‌باشد، به‌عنوان شرایط بهینه انتخاب و تمامی نمونه‌های موردنیاز برای عملیات بعدی در این شرایط آستنیت و کوئنچ شدند.

۳-۲- عملیات آنیل زیر بحرانی

از آنجایی که مرحله اول فرآیند کوئنچ میانی، بازگشت مارتنزیت است، به‌منظور بررسی رفتار بازگشت، نمونه‌های مارتنزیتی در دماهای زیر بحرانی ۵۸۰ و ۶۳۰ درجه سانتی گراد برای مدت زمان‌های ۵ الی ۳۶۰۰ s در حمام نمک قرار داده شدند و سپس در آب کوئنچ شدند. شکل (۴) نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان نگهداری در دو دمای بیان شده برای مدت زمان‌های

نشان می‌دهد با آستنیت کردن در دمای بالاتر (۱۰۰۰ °C) اندازه پاکت‌های مارتنزیتی افزایش قابل توجهی یافته است. به عبارتی دیگر اندازه آستنیت‌های تشکیل شده با افزایش دما، افزایش یافته است که البته با توجه به نفوذ سریع‌تر در دمای بالا و تحرک بیش‌تر مرزدانه‌ها، رشد بیش‌تر و سریع‌تر دانه‌های آستنیت قابل انتظار بود.

شکل (۳) تغییرات سختی نسبت به زمان آستنیت کردن را در دماهای ۹۰۰ و ۱۰۰۰ درجه سانتی گراد نشان می‌دهد. در هر دو دما، سختی با افزایش زمان، افزایش یافته و پس از رسیدن به یک حداکثر سختی در زمان ۱۸۰۰ s، دوباره کاهش می‌یابد. تغییرات سختی را می‌توان به ترکیب چندین عامل نسبت داد: الف) بزرگ شدن اندازه دانه‌های آستنیت اولیه، ب) افزایش مقدار عناصر محلول در آستنیت (کربن و منگنز) به دلیل انحلال کاربیدهای موجود در ساختار اولیه و ج) تغییر مقدار آستنیت باقی‌مانده در مارتنزیت (۲۴ و ۲۵). افزایش اندازه دانه‌های آستنیت اگرچه سبب ایجاد مارتنزیتی درشت‌تر و البته سختی کم‌تر ساختار خواهد شد، اما با افزایش سختی‌پذیری و کاهش آستنیت باقیمانده می‌تواند سبب افزایش سختی نیز گردد. بنابراین افزایش دما و زمان تا جایی که سبب انحلال بیش‌تر کاربیدها، توزیع بهتر کربن و عناصر آلیاژی در ساختار و افزایش سختی‌پذیری و کاهش آستنیت باقیمانده شود، سبب افزایش سختی خواهد شد. پس از آن



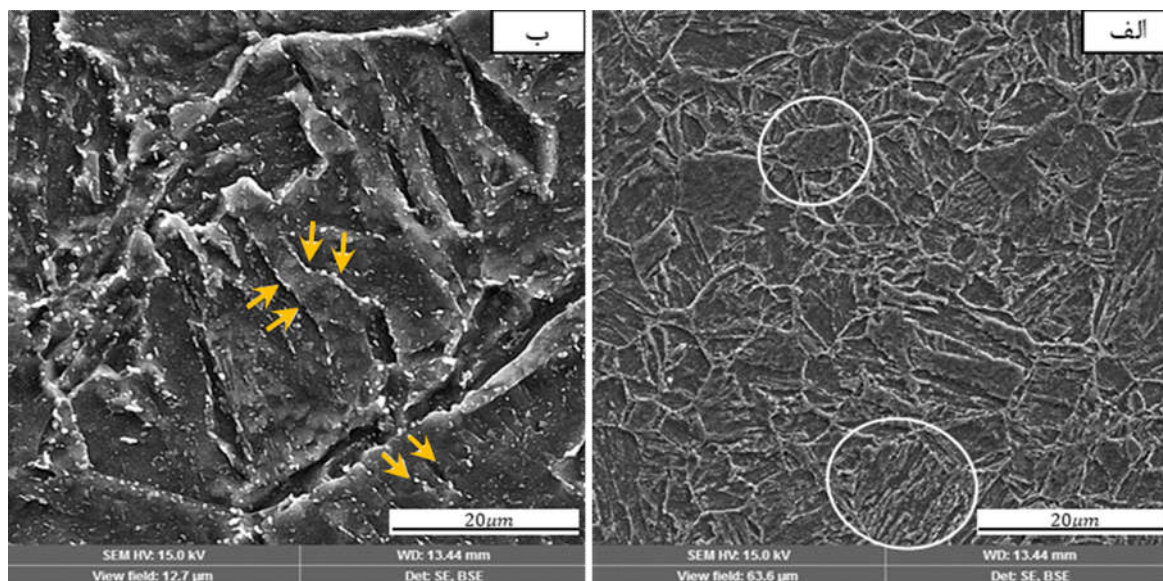
شکل ۵- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه مارتنزیتی بازگشت یافته در دمای 630°C به مدت 10 s . لازم به ذکر است که مناطق مشخص شده با فلش کاربیدهای رسوبی در ساختار مارتنزیت لایه‌ای و منطقه مشخص شده با دایره بلوک و پاکت مارتنزیت لایه‌ای تبلور مجدد نیافته می‌باشند.

سختی بالا هستند، اما با توجه به این‌که کربن محلول از مارتنزیت خارج می‌شود، اثر برآیند این دو پدیده کاهش سختی خواهد بود. همان‌طور که در شکل (۵-الف) نشان داده شده است ساختار بلوک و پاکت مارتنزیت لایه‌ای تا این زمان از بین نرفته است. همچنین در شکل (۵-ب) می‌توان مشاهده کرد که انبوهی از ذرات کاربید به‌صورت یکنواخت در ساختار مارتنزیت (در داخل پاکت‌ها و مرز لایه‌های مارتنزیتی و مرزخانه‌های آستنیت قبلی) تشکیل شده است.

با طولانی‌تر شدن فرآیند بازگشت، ذرات کاربیدی رشد می‌کنند و در نتیجه تعداد رسوبات کاربیدی کاهش می‌یابد. در واقع درشت شدن کاربید در مرحله دوم فرآیند بازگشت، غالب‌ترین عامل کاهش سختی به‌شمار می‌رود. در شکل (۶-الف) نیز مشاهده می‌شود که با گذشت 180 s از زمان آغاز بازگشت، پاکت‌ها و بلوک‌های ساختار مارتنزیت لایه‌ای حفظ شده است. با توجه به شکل (۶-ب) چیدمان و توزیع غیریکنواخت ذرات کاربید نشان‌دهنده رشد ذرات موجود در مرز بلوک‌ها می‌باشد. مرز بلوک‌ها بزرگ زاویه بوده و مکان

مختلف را نشان داده است. در هر دو دمای بررسی شده سختی فولاد با افزایش زمان کاهش می‌یابد و میزان کاهش سختی در دمای 630°C اندکی بیش‌تر از دمای 580°C است. علت آن به نفوذ سریع‌تر کربن در دماهای بالاتر و در نتیجه خروج بیش‌تر کربن از شبکه و ایجاد ذرات کاربیدی در ساختار لایه‌ای مارتنزیت، البته در زمان یکسان، مرتبط است. همچنین مشاهده می‌شود که نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان بازگشت در هر دو دمای بازگشت، دارای دو شیب متفاوت است. سختی نمونه‌های بازگشت یافته تا زمان 60 ثانیه با شیبی تندتر کاهش یافته اما بعد از 60 ثانیه، شیب کاهش سختی کم می‌شود و سختی، به تدریج کاهش می‌یابد. این تغییرات نشان می‌دهد که فرآیند بازگشت در منطقه زیر بحرانی از دو مرحله مجزا تشکیل شده است.

مطابق شکل (۵) که تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه مارتنزیتی بازگشت یافته در دمای 630°C به مدت 10 s را نشان می‌دهد، می‌توان دریافت که در مرحله اول فرآیند بازگشت ذرات کاربید تشکیل شده‌اند. اگرچه کاربیدها، ذراتی با

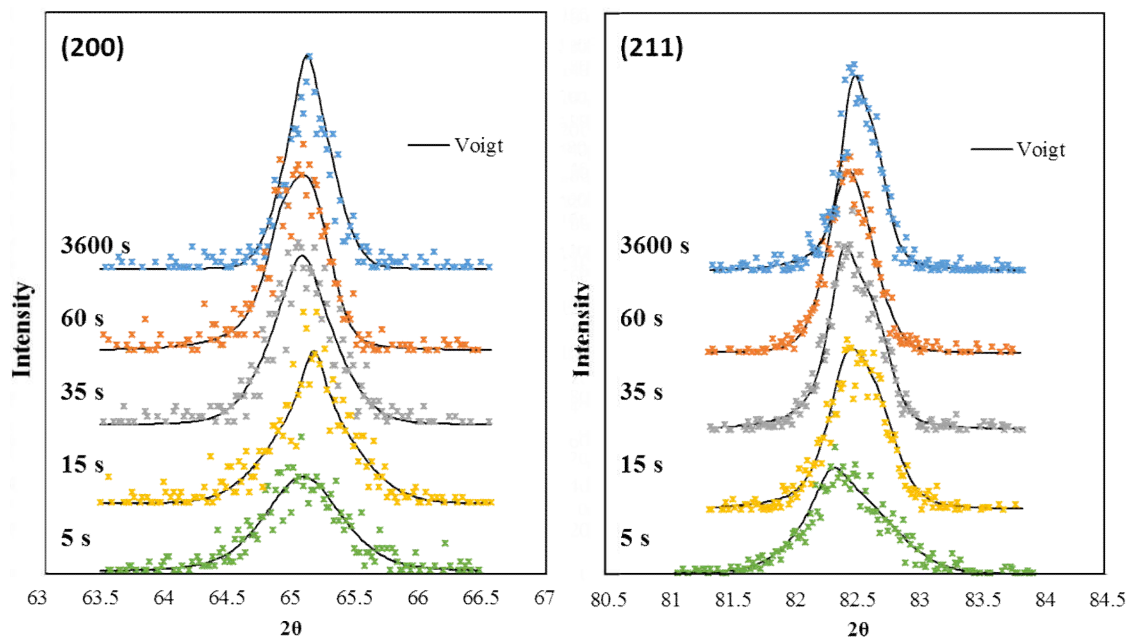


شکل ۶- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه بازگشت یافته در دمای 630°C به مدت ۱۸۰ s.

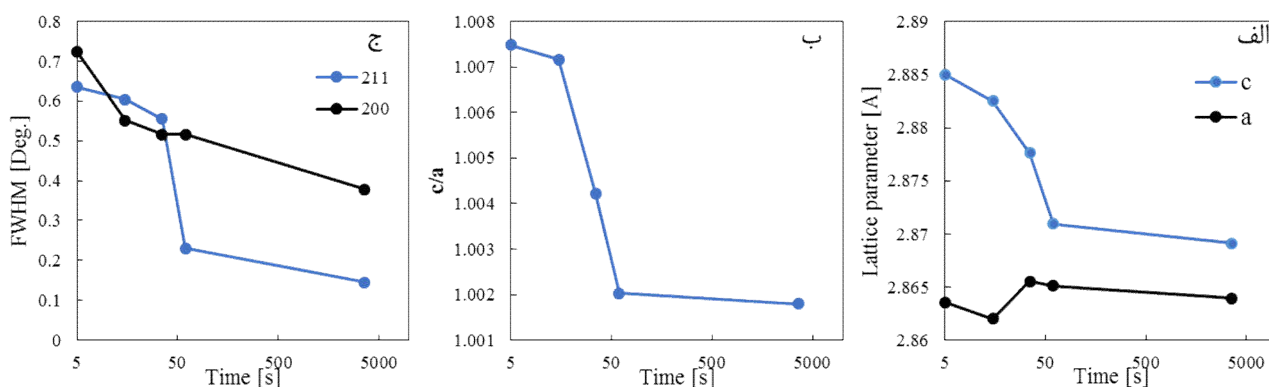
کاهش فاصله بین صفحه‌ای و در نتیجه کاهش پارامتر شبکه است. با دانستن فاصله بین صفحات بلوری، از صفحه (۲۰۰) می‌توان برای یافتن a و از صفحه (۲۱۱) می‌توان برای یافتن c در شبکه تتراگونال مرکز پر استفاده نمود. همان‌گونه که در شکل (۸-الف و ب) مشاهده می‌شود با افزایش زمان بازگشت، پارامتر c و نسبت c/a کاهش می‌یابد. با توجه به این که در شبکه بلوری مارتنزیت کربن در موقعیت اکتاهدراال قرار گرفته است، خروج آن سبب کاهش ارتفاع تتراگونال خواهد شد و نهایتاً با گذشت زمان زیاد، نسبت c/a به سمت واحد نزدیک خواهد شد. از آنجایی که اندازه کریستالیت (در مارتنزیت می‌توان آن را با ضخامت لایه‌ها مرتبط دانست) و کرنش‌های شبکه‌ای، بر پهنای پیک‌های پراش تأثیر می‌گذارند (۲۹)، بنابراین تغییرات پهنای پیک در نصف شدت بیشینه و مکان آن می‌تواند بیانگر تغییرات ریزساختاری در مرحله دوم نسبت به مرحله اول بازگشت باشد. شکل (۸-ج) تغییرات پهنای پیک در نصف شدت بیشینه برای دو صفحه ذکر شده را با زمان بازگشت در دمای 580°C را نشان می‌دهد. همان‌گونه که مشاهده می‌شود، پهنای پیک تمامی صفحات بلوری با افزایش زمان بازگشت کاهش می‌یابد. کرنش شبکه حاصل از حضور دانسیته بالای نابجایی‌ها

مرجح برای جوانه‌زنی ذرات در مراحل اولیه هستند. همچنین ذرات موجود در مرز بلوک‌ها درشت‌تر بوده و در رشد رقابتی نسبت به ذرات ریز درون لایه‌ای غالب می‌شوند. لازم به ذکر است با توجه به این که مقدار کربن ساختار زیاد نبوده و همچنین مارتنزیت نیز کارسرد نشده است، رخداد تبلور مجدد فریت مورد انتظار نبوده و در ساختار نیز مشاهده نشد. بر این اساس به نظر می‌رسد که مرحله دوم کاهش سختی حین بازگشت، مربوط به رشد رقابتی ذرات کاربید باشد (۲۸-۲۶).

تغییرات ریزساختاری مرحله اول بازگشت به کمک آنالیز پراش پرتو ایکس مورد بررسی بیش‌تر قرار گرفت. در شکل (۷) منحنی پراش دسته صفحات (۲۰۰) و (۲۱۱) از ساختار مکعب مرکز پر نمونه‌های مارتنزیتی بازگشت یافته نشان داده شده است که به ترتیب در محدوده زاویه $(66-64)$ و $(84-81)$ قرار می‌گیرند. برای تعیین بهتر زاویه پراش از تابع Voigt برای برازش نقاط تفرق یافته استفاده شد. در هر دو پراش مذکور، پیک‌های مربوط به زمان‌های ۵، ۱۵، ۳۵، ۶۰ ثانیه تقریباً زیر هم قرار گرفته‌اند، ولی پیک مربوط به نمونه بازگشت یافته به مدت 3600 ثانیه به سمت راست انتقال یافته است. انتقال پیک به سمت راست (زوایای بزرگ‌تر) در زمان 3600 ثانیه، نشان‌دهنده



شکل ۷- نقاط پراش پرتوی ایکس از دسته صفحات (۲۰۰) و (۲۱۱). به همراه منحنی برازش یافته Voigt روی نمونه‌های بازگشت یافته به مدت زمان‌های ۵، ۱۵، ۳۵، ۶۰ و ۳۶۰۰ ثانیه در دمای 580°C .



شکل ۸- تغییرات (الف) پارامترهای شبکه تتراگونال، (ب) نسبت c/a و (ج) پهنای پیک‌ها در نصف شدت بیشینه نسبت به زمان بازگشت در دمای 580°C .

خود ادامه می‌دهند. در این مرحله تغییر در پارامتر شبکه نیز کاهش می‌یابد. نیرو محرکه رشد ذرات کاربیدی کاهش سطح فصل مشترک و کرنش اطراف آن‌ها می‌باشد. درشت شدن ذرات کاربیدی و خروج بیش‌تر کربن از شبکه باعث افت سختی، البته با نرخ کمی‌تر، می‌شود.

در هر دو صفحه در مراحل اولیه بازگشت، پهنای پیک‌ها با شیب زیادی کاهش پیدا می‌کند و بعد از ۶۰ ثانیه، شیب و

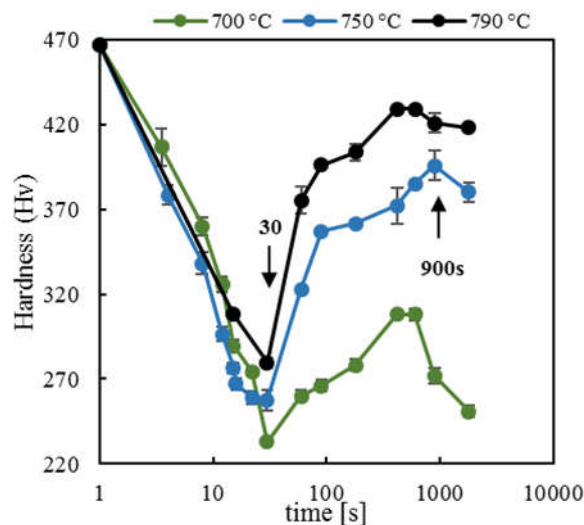
و اعوجاج ناشی از حضور کربن در ساختار سبب پهن شدن پیک‌های پراش خواهد شد. حین عملیات زیربحرانی (بازگشت)، چگالی نابه‌جایی‌ها توسط بازیابی کاهش یافته و همچنین کربن از ساختار خارج می‌شود. بنابراین پهنای پیک صفحات بلوری در طول بازگشت پیوسته کاهش می‌یابد. در ادامه فرآیند بازگشت، زمانی که عمده کربن در ثانیه‌های اولیه از شبکه خارج شده است، تنها کاربیدها هستند که به ادغام و رشد

بر پهنای پیک در این صفحه خواهد داشت. صفحه (۲۱۱) علاوه بر کرنش، تحت تأثیر تغییرات غلظت کربن محلول نیز می‌باشد. همان‌گونه که در شکل (۸-ج) دیده می‌شود، در زمان‌های طولانی‌تر سرعت کاهش پهنای پیک در این صفحه کم شده که به دلیل خروج مقدار قابل توجه کربن در مرحله اول بازیابی می‌باشد. لازم به ذکر است رشد ذرات کاربید نیز می‌توانند بر پهنای صفحات بلوری خصوصاً صفحه (۲۰۰) تأثیرگذار باشند.

۳-۳- عملیات آنیل میان‌بحرانی

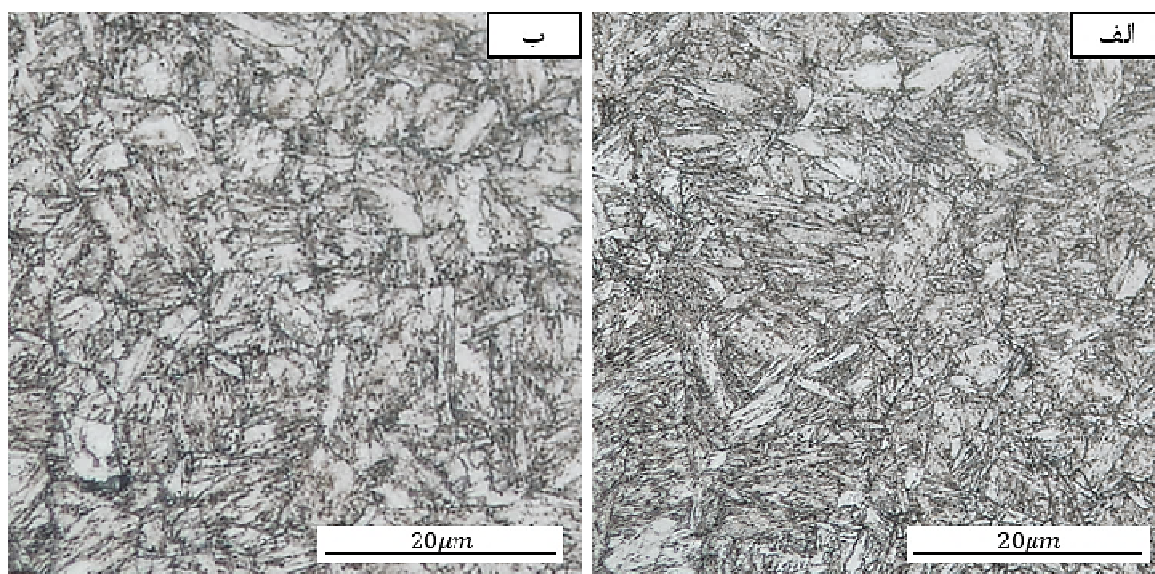
بر اساس نمودار تغییرات سختی - زمان در دماهای مختلف میان‌بحرانی نشان داده شده در شکل (۹)، هم‌زمان با افزایش زمان نگهداری، برای هر یک از دماهای گرمایش، سه رفتار قابل مشاهده است. به این صورت که، ابتدا سختی کاهش یافته (در عرض ۳۰ ثانیه)، سپس افزایش و نهایتاً دوباره کاهش یافته است. با توجه به نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان، دلیل کاهش سختی در ۳۰ ثانیه ابتدایی، مربوط به رسوب ذرات کاربید در زمینه مارتنزیتی می‌باشد. این موضوع را می‌توان در شکل (۱۰) که تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای 750°C به مدت زمان‌های ۱۵ و ۳۰ ثانیه تهیه شده، مشاهده کرد. ساختار مارتنزیتی در ابتدای فرآیند آنیل میان‌بحرانی (در مدت ۳۰s) به یک ساختار بازگشت یافته تبدیل می‌شود. مشاهده می‌شود هرچه دمای آنیل بالاتر باشد، سختی با شیب و سرعت بیشتری در ثانیه‌های ابتدایی فرآیند آنیل (۰ تا ۸ ثانیه) کاهش می‌یابد که این موضوع را می‌توان همانند آنچه در بخش قبل بیان شد، به تأثیر دما روی بازگشت ساختار مارتنزیتی نسبت داد.

شکل (۱۱) تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی از ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای 750°C به مدت ۱۵s را نشان می‌دهد. مشاهده می‌شود که با آنیل به مدت ۱۵s، مارتنزیت لایه‌ای ساختار بلوک و پاکتی خود را حفظ کرده و با توجه به شکل (۱۱-ب) می‌توان مشاهده کرد که انبوهی از ذرات کاربید در ساختار مارتنزیتی تشکیل شده است.

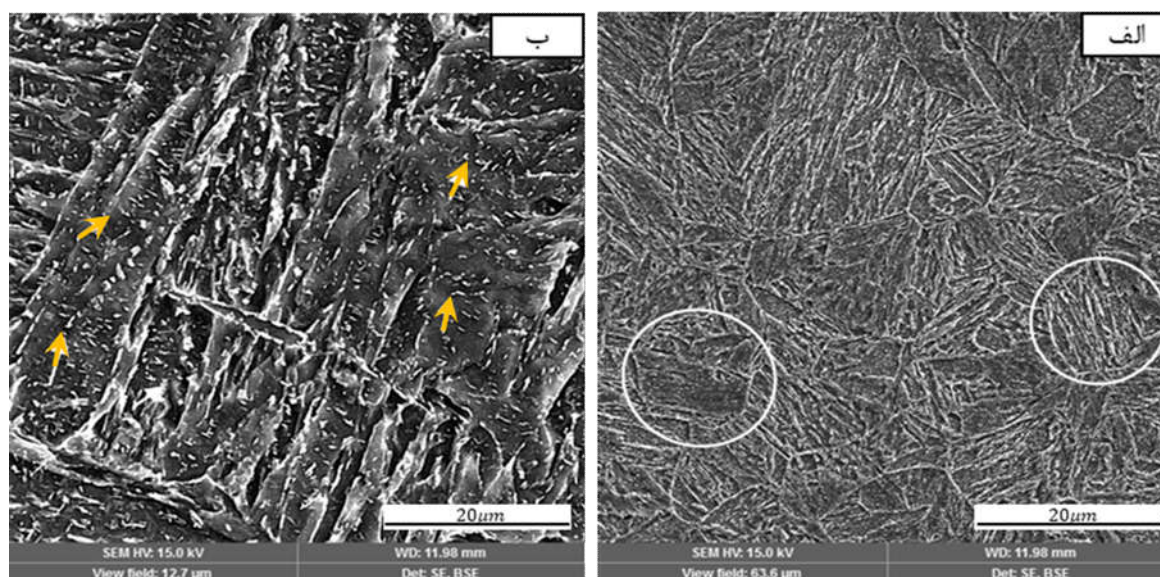


شکل ۹- نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان آنیل میان‌بحرانی در دماهای 700°C و 750°C و 790°C درجه سانتی‌گراد.

افت پهنای به مقدار جزئی کاهش می‌یابد، به طوری که در زمان 3600 ثانیه کاهش بسیار اندکی نسبت به 60 ثانیه ملاحظه می‌شود. می‌توان گفت که عمده تغییرات پهنای پیک در 60 ثانیه اول بازگشت اتفاق می‌افتد. در مراحل اولیه بازگشت تا 60 ثانیه، با توجه به انرژی زیاد ناشی از حضور نابجایی‌ها در ساختار، سرعت بازیابی بیشتر بوده و با توجه به تغییرات c/a مقدار زیادی از کربن محلول از ساختار خارج می‌شود. بنابراین سرعت کاهش FWHM در این مدت بسیار بیشتر خواهد بود. در حالی که در زمان‌های بیشتر از 60 s (مرحله دوم بازگشت)، تنها کاربیدها درشت می‌شوند. همچنین مقایسه روند کاهش پهنای پیک صفحه (۲۰۰) نسبت به پیک صفحه (۲۱۱)، نشان می‌دهد صفحه (۲۰۰) در ابتدا پهنای بیشتری داشته و همچنین با سرعت بیشتری بازیابی می‌شود. علت این موضوع به تأثیرپذیری بیشتر این جهت نسبت به تنش می‌باشد، چراکه جهت (۲۰۰) نسبت به سایر جهات بلوری به‌عنوان جهت بلوری نرم شناخته شده است (۳۰). به عبارتی دیگر، شبکه در این راستا در تنش برابر کرنش بیشتری از خود نشان می‌دهد و بنابراین انتظار می‌رود پهنای پیک این صفحه بیشتر از دیگر صفحات باشد. با رخداد بازیابی کاهش این کرنش اثری بیشتر



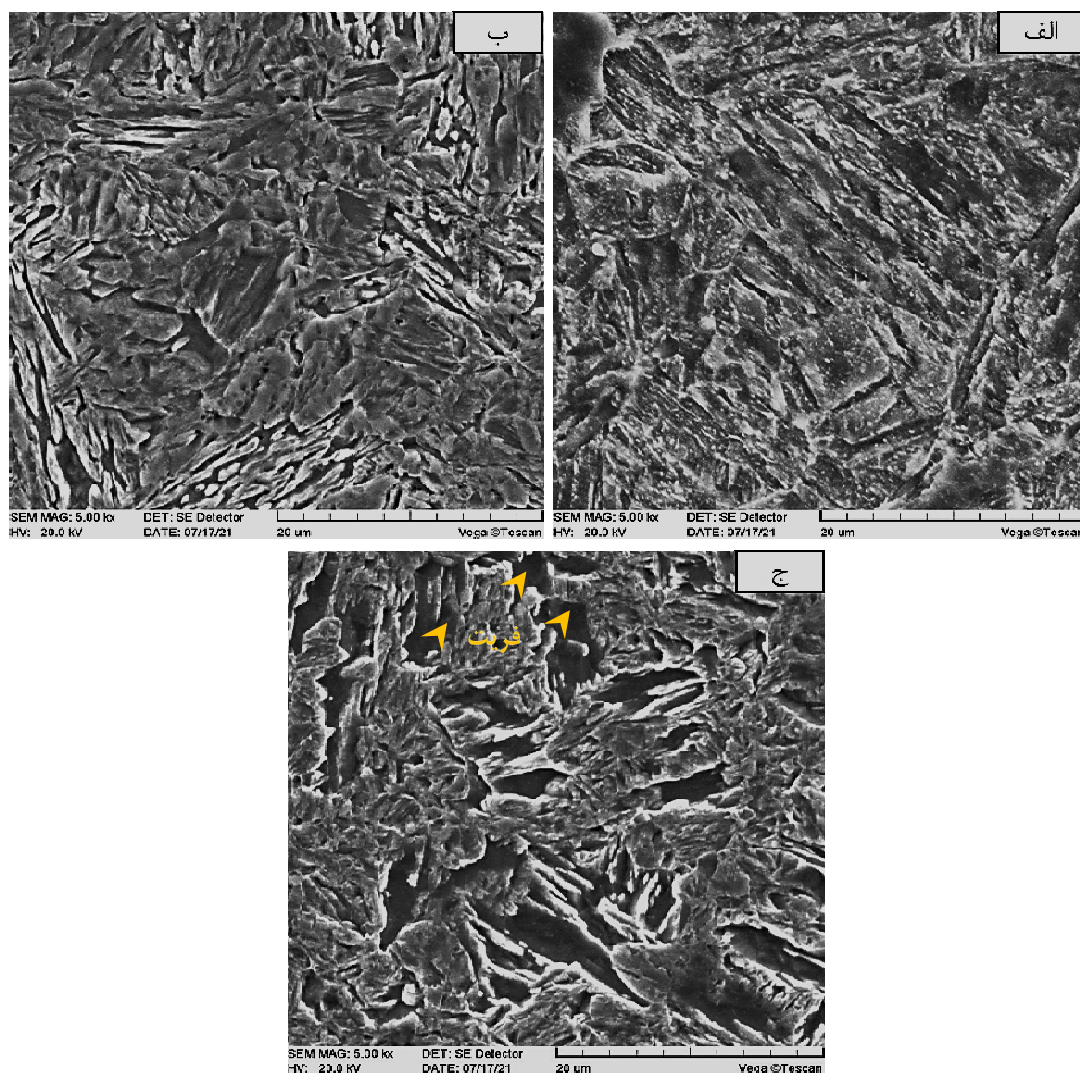
شکل ۱۰- تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار نمونه آنیل شده در دمای 750°C به مدت الف) ۱۵s و ب) ۳۰s.



شکل ۱۱- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه آنیل شده در دمای 750°C به مدت زمان ۱۵ s.

شکل (۹) مشاهده می‌شود، در مرحله دوم، آنیل در دمای بالاتر، سبب افزایش نرخ سخت شدن و همچنین مقدار سختی شده است. موضوع اول به فعال شدن زودتر فرآیند جوانه‌زنی آستنیت‌های تازه در دمای آنیل بالاتر و نفوذ سریع‌تر کربن در دمای بالاتر برمی‌گردد (۳۲ و ۳۳). موضوع دوم با توجه به دیگرام تعادلی فولاد قابل انتظار است، چراکه در دمای بالاتر

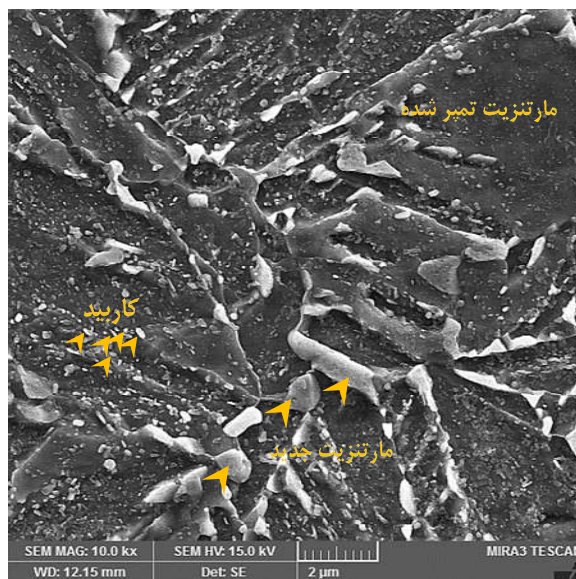
با گذشت زمان (۳۰ ثانیه به بعد)، سختی مجدداً افزایش می‌یابد. در حقیقت با افزایش زمان آنیل، آستنیت‌های جدید در ساختار مارتنزیت بازگشت‌یافته شروع به جوانه‌زنی می‌کنند (۳۱) و به دنبال آن به دلیل غالب بودن تأثیر مثبت جوانه‌زنی آستنیت نسبت به تأثیر منفی بازگشت یافتن مارتنزیت بر استحکام، سختی مجدداً افزایش می‌یابد (۱۱ و ۳۲). همان‌گونه که در



شکل ۱۲- تصاویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه‌های آنیل شده در دمای 750°C به مدت زمان‌های (الف): 90° ، (ب) 900° و (ج) 1800°s . لازم به ذکر است نواحی تاریک فرورفته نشان داده شده با پیکان، فریت و نواحی برجسته، مارتنزیت هستند.

سه مرحله در شکل (۱۲) نمایش داده شده است. مشاهده می‌شود پس از مرحله اول که با جوانه زنی ذرات کاربیدی همراه است، آستنیت (حین کوئنچ به مارتنزیت تبدیل شده است) در مرحله دوم در ساختار ظاهر شده و پس از آن در مرحله سوم ساختار درشت شده است. درشت بودن فریت و مارتنزیت، اولاً سبب می‌شود کسر نابجایی‌های هندسی اطراف مارتنزیت در دانه‌های فریت کاهش یابد و ثانیاً طول مسیر آزاد لغزش نابجایی‌ها را افزایش می‌دهد، که هر دو سبب افت تنش لازم برای تغییر شکل و سختی می‌شوند. بنابراین علت افت

مقدار آستنیت بیش‌تری نسبت به دماهای پایین‌تر پایدار است و افزایش کسر آستنیت نیز سبب افزایش مقدار سختی نهایی می‌شود. در واقع با توجه به آن‌که نمونه‌ها از دماهای بین‌بحرانی در آب کوئنچ شده‌اند، افزایش دمای آنیل در این مرحله باعث افزایش آستنیت و در نهایت باعث افزایش مارتنزیت در ساختار شده که خود افزایش سختی را به همراه دارد. با توجه به نمودار تغییرات سختی نسبت به زمان مشخص است که سختی تا مدت زمان 900°s به بیش‌ترین حد خود رسیده و پس آن افت سختی را مشاهده می‌شود (مرحله سوم). تحولات ریزساختاری در این



شکل ۱۳- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه آنیل شده در دمای 700°C به مدت زمان 1800 s .

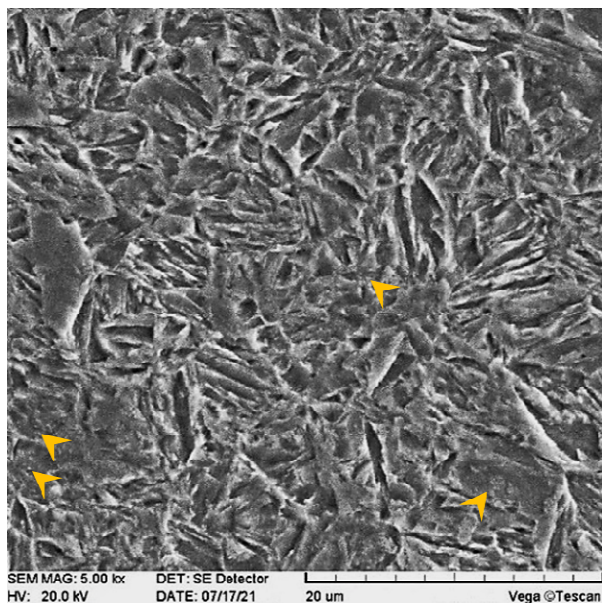
و مرز لایه‌های مارتنزیت جوانه‌زنی کرده را مشاهده کرد. همچنین می‌توان انبوهی از ذرات کاربید را که به صورت یکنواخت در ساختار مارتنزیتی (در مرزدانه‌های آستنیت قبلی و داخل بلوک و پاکت‌های مارتنزیتی) رسوب کرده را مشاهده کرد.

۳-۴- عملیات آنیل فرا بحرانی

با توجه به شکل (۱۴) می‌توان تغییرات سختی حین آنیل در دماهای 830°C ، 860°C و 890°C درجه سانتی‌گراد را مشاهده نمود. در این منحنی نیز می‌توان سه منطقه ذکر شده در بخش قبل را مشاهده نمود، با این تفاوت که به دلیل بالاتر بودن دمای آنیل، طول مدت همه مراحل کوتاه‌تر است. پس از مرحله اول (پس از 30 s) با ادامه آنیل نمونه مارتنزیتی تا مدت زمان 600 ثانیه، سختی دوباره روند صعودی درپیش می‌گیرد. چراکه با گذشت زمان، کاربیدها در ساختار حل می‌شوند و همین موضوع نقش به‌سزایی را در جوانه‌زنی آستنیت‌های جدید و همچنین رشد آن‌ها در مرزدانه آستنیت‌های قبلی ایفا می‌کند. بنابراین کسر حجمی آستنیت تشکیل شده با تشکیل دانه‌های آستنیت جدید افزایش می‌یابد و این خود باعث افزایش سختی می‌شود. در

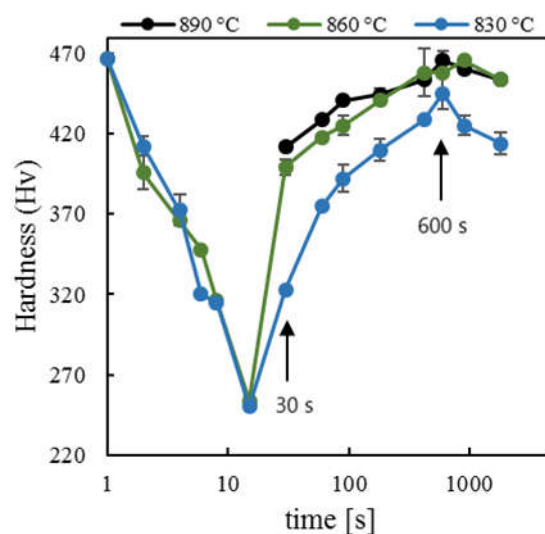
سختی در مرحله سوم جایی که حداکثر مقدار مارتنزیت در دمای مشخص تشکیل شده است، بزرگ شدن اندازه مارتنزیت و ذرات کاربیدی می‌باشد (۲۷، ۳۱ و ۳۲).

در واقع با آنیل به مدت زمان 1800 s ، چگالی نابه‌جایی‌ها کاهش یافته و با از بین رفتن دانه‌های کوچک با مرزهای کم زاویه، دانه‌های آستنیت باهم ادغام شده‌اند و در نتیجه باعث درشت شدن مارتنزیت شده است (۱۱ و ۳۳-۳۴). مشخص شده است که آستنیت در مناطقی با درصد کربن بالا جوانه‌زنی کرده و از طرفی مکان‌های نزدیک به مرزدانه‌ها، غلظت کربن بالاتری نسبت به دیگر مکان‌ها، دارا هستند (۳۵). در زمان‌های اولیه آنیل، درصد کربن آستنیت تشکیل شده زیاد بوده و از آنجایی که رشد آستنیت وابسته به نفوذ کربن از مناطق با غلظت بالا به مناطق با غلظت پایین است، لذا کربن از مناطق مرکزی آستنیت به مناطق دورتر نفوذ کرده و یک گرادیان غلظتی از کربن را به وجود آورده (۳۳، ۳۶ و ۳۷) و در ادامه با دریافت کربن، جوانه‌های آستنیت جدید به سمت دانه‌های فریت گسترش می‌یابند. با توجه به شکل (۱۳) که ساختار نمونه آنیل شده در دمای 700°C به مدت زمان 1800 s را نشان می‌دهد، می‌توان مارتنزیت‌های جدید را که در مرزدانه آستنیت‌های قبلی



شکل ۱۵- تصویر میکروسکوپی الکترونی روبشی نمونه مارتزیتی آنیل شده در دمای ۸۶۰ درجه سانتی گراد به مدت زمان ۶۰۰ ثانیه.

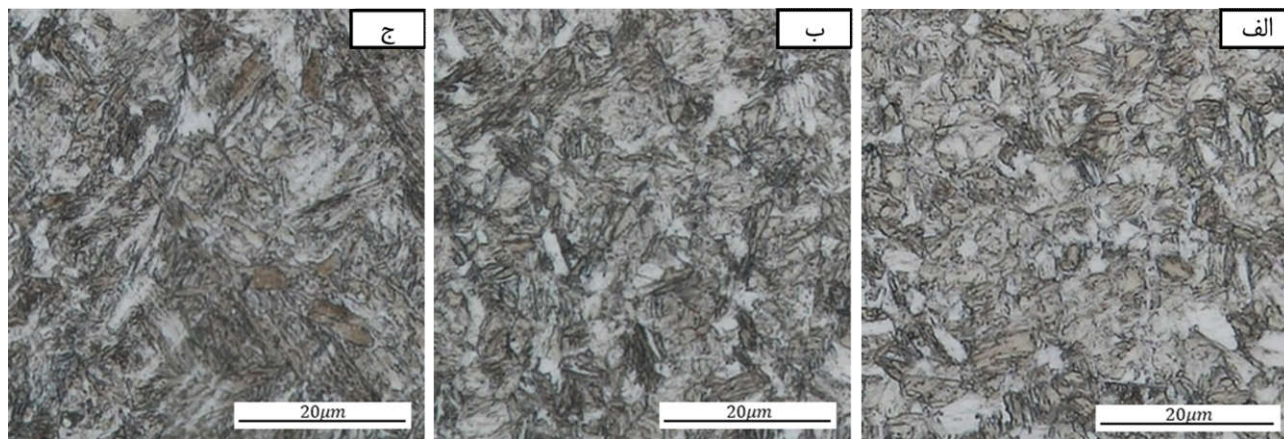
شدن لایه‌های مارتزیت در این تصاویر مشهود می‌باشد. به صورت خلاصه تمام تحولات ریزساختاری حین فرآیند آنیل بسته به دما و زمان آنیل در شکل (۱۷) گردآوری شده است. همان‌گونه که در این تصویر مشاهده می‌شود در زمان‌های ابتدایی و دماهای پایین بازگشت مارتزیت رخ خواهد داد. با افزایش زمان در دماهای میان‌بحرانی ساختار دوفازی فریت و مارتزیت ایجاد خواهد شد و با افزایش دما کسر حجمی مارتزیت افزایش می‌یابد. در دماهای فرابحرانی و زمان‌های کم (کمتر از ۲۰۰ s)، ساختار شامل مارتزیت، مارتزیت بازپخت شده و آستنیت باقیمانده از کوئنچ ابتدایی خواهد بود. با افزایش زمان ساختار تماماً آستنیتی بوده و پس از کوئنچ شامل مارتزیت و آستنیت باقیمانده خواهد بود. بیش‌ترین سختی در این فولاد در حالت مارتزیتی برابر 467 ± 4 ویکرز اندازه‌گیری شد. لازم به ذکر است آستنیت باقیمانده در ریزساختار کوئنچ شده وجود داشته و ساختار تماماً مارتزیتی نخواهد بود. در زمان‌های طولانی (بیش‌تر از ۹۰۰ s) درشت شدن ساختار سبب کاهش سختی در تمام نواحی دمایی خواهد شد.



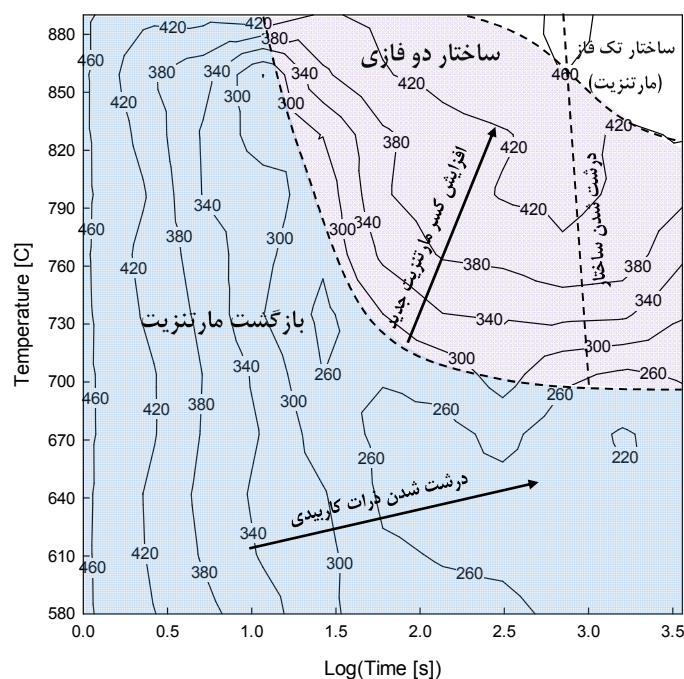
شکل ۱۴- نمودار سختی نسبت به زمان نمونه‌های آنیل شده در سه دمای ۸۳۰، ۸۶۰ و ۸۹۰ درجه سانتی گراد.

شکل (۱۵) یک ساختار مارتزیتی بدون ذرات کاربیدی قابل مشاهده است. با توجه به این‌که هر سه دما در محدوده فرابحرانی قرار دارند، یعنی دمایی که ساختار تماماً آستنیتی در آن پایدار است، انتظار می‌رود سختی نهایی در سه دما تفاوت چندانی نداشته باشد. لازم به ذکر است انحلال کامل ذرات، درشت شدن دانه‌های آستنیت و آستنیت باقیمانده پس از کوئنچ همه بر سختی اثرگذار بوده و بنابر این دور از انتظار نیست در نمونه آنیل در دمای ۸۳۰ °C سختی مقدار کم‌تری داشته باشد. علت آن به عدم انحلال کامل ذرات کاربیدی در آستنیت بر می‌گردد.

مشخص است که آستنیت کم-کربن سختی نهایی کم‌تری نیز به همراه خواهد داشت. همانند گذشته درشت شدن اندازه دانه‌های آستنیت در زمان‌های طولانی‌تر افت سختی در مرحله سوم را ناشی می‌شوند. شکل (۱۶- الف) تصویر میکروسکوپی نوری نمونه مارتزیتی بازگشت یافته که در دمای فرابحرانی ۸۶۰ به مدت زمان ۳۰ s، آنیل شده است را نشان می‌دهد. همچنین تصاویر ساختار مارتزیتی این نمونه در زمان‌های ۹۰۰ و ۱۸۰۰ ثانیه در شکل (۱۶- ب و ج) آورده شده است. درشت



شکل ۱۶- تصاویر میکروسکوپی نوری از ریزساختار نمونه مارتنزیتی تحت آنیل فرابحرانی در دمای 860°C به مدت زمان‌های (الف) ۳۰، (ب) ۹۰۰ و (ج) ۱۸۰۰ ثانیه.



شکل ۱۷- تغییرات سختی و تحولات ریزساختاری نسبت به دما و زمان عملیات آنیل و کوئچ نمونه‌هایی با ساختار اولیه مارتنزیت.

۴- نتیجه‌گیری

می‌باشد؛ مرحله اول که نرخ کاهش سختی بیش‌تر است، همراه با خروج کربن از شبکه و تشکیل ذرات ریز کاربیدی می‌باشد و مرحله دوم که در آن نرخ کاهش سختی افت کرده است، با درشت شدن ذرات کاربیدی همراه می‌باشد. در محدوده فرابحرانی و میان‌بحرانی تنها مرحله اول بازگشت مارتنزیت مشاهده شد که با توجه به نفوذ سریع کربن در این محدوده

برمبنای پژوهش انجام شده، تأثیر عملیات حرارتی آنیل زیربحرانی، آنیل میان‌بحرانی و آنیل فرابحرانی بر ریزساختار و سختی فولاد کربن- منگنزدار با ساختار اولیه مارتنزیتی مورد بررسی قرار گرفت. مشخص شد در محدوده دمایی زیربحرانی، کاهش سختی حین بازگشت مارتنزیت دارای دو مرحله

همچنین نتایج نشان داده با توجه به محدوده دمایی و زمانی عملیات آنیل می‌توان به فولادی با سختی بین ۲۲۰ تا ۴۸۰ ویکرز دست یافت.

تشکر و سپاسگزاری

این تحقیق حمایت خاصی از مؤسسات عمومی، صنعتی و غیرانتفاعی دریافت نکرده است.

تضاد منافع

نویسندگان مقاله اذعان دارند هیچ‌نوع تضاد منافی با شخص، شرکت یا سازمانی برای این پژوهش ندارند.

دمایی، نرخ نرم شدن بسیار بیش‌تر از محدوده زیربهرانی است. در آنیل میان‌بهرانی و فرابهرانی سه مرحله برای تغییرات سختی مشاهده شد. با شروع فرآیند آنیل، به دلیل جایگزینی ساختار مارتنزیتی با ساختاری بازگشت یافته و رسوب کاربیدها در داخل بلوک‌های مارتنزیتی، مرز بلوک‌های مارتنزیتی و در مرزخانه‌های آستنیت قبلی، سختی به یکباره کاهش یافته و سپس با گذشت زمان (از ۶۰۰-۳۰ ثانیه) با جوانه‌زنی دانه‌های آستنیت جدید در ساختار بازگشت یافته، سختی مجدداً افزایش پیدا می‌کند. درنهایت با طولانی‌تر شدن فرآیند آنیل (۹۰۰ ثانیه به بعد)، ساختار دوفازی در محدوده میان‌بهرانی و ساختار تک‌فازی آستنیت در محدوده فرابهرانی درشت‌تر شده و این موضوع سبب کاهش مجدد سختی می‌شود محسوب می‌شود.

واژه‌نامه

1. advanced high strength steel
2. dual phase steel
3. intercritical annealing
4. step quenching
5. intermediate quenching
6. scanning electron microscope (SEM)
7. field emission scanning electron microscope (FESEM)
8. X-ray diffraction (XRD)
9. full width at half maximum (FWHM)

مراجع

1. Rashid MS, High-Strength Low-Alloy Steels. Science 1980; 208: 862-869. <https://doi.org/10.1126/science.208.4446.862>
2. Matlock DK, Speer JG. Third Generation of AHSS: Microstructure Design Concepts. Microstructure and Texture in Steels 2009; 798:185-205. https://doi.org/10.1007/978-1-84882-454-6_11
3. Kalhor A, Karimi Taheri A, Mirzadeh H, Uthaisangsk V. Processing, microstructure adjustments, and mechanical properties of dual phase steels: a review. Mater Sci Tech, 2021; 37(6): 561-591. <https://doi.org/10.1080/02670836.2021.1944524>
4. Sugimoto K, Mukherjee M. TRIP aided and complex phase steels. Automotive Steels 2017; 217-257. <https://doi/10.1016/B978-0-08-100638-2.00008-0>
5. Sodjit S, Uthaisangsk V. Microstructure based prediction of strain hardening behavior of dual phase steels. Mater Des 2012; 41: 370-379. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2012.05.010>
6. Pallett RJ Lark RJ. The use of tailored blanks in the manufacture of construction components. J Mater Process Tech 2001; 117: 249-254. [https://doi.org/10.1016/S0924-0136\(01\)01124-4](https://doi.org/10.1016/S0924-0136(01)01124-4)
7. Kulakov M, Poole WJ, Militzer M. A Microstructure Evolution Model for Intercritical Annealing of a Low-carbon Dual-phase Steel. ISIJ Int 2014; 54(11): 2627-2636. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2627>
8. Liu Y, Shi L, Liu C, Yu L, Yan Z, Li H. Effect of step quenching on microstructures and mechanical properties of HSLA steel. Mater. Sci. Eng. A 2016; 675: 371-378. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.08.087>
9. Barbier D, Germain L, Hazotte A, Goune M, Chbihi A. Microstructures resulting from the interaction between ferrite recrystallization and austenite formation in dual-phase steels. J Mater Sci 2015; 50: 374-381. <https://doi.org/10.1007/s10853-014-8596-2>
10. Jamei F, Mirzadeh H, Zamani M. Synergistic effects of holding time at intercritical annealing temperature and initial microstructure on the mechanical properties of dual phase steel. Mater. Sci. Eng. A 2019; 750:125-131. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.02.052>
11. Jia C, Zheng C, Li D. Cellular automaton modeling of austenite formation from ferrite plus pearlite microstructures during intercritical annealing of a C-Mn steel. J. Mater. Sci. Technol 2020;47: 1-9.

- <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2020.02.002>
12. Arnold J.O, McWilliams A, Austenite Formation during Intercritical Annealing. *Iron Steel Inst*, 190 2:352-358. <https://doi.org/10.1007/s11661-004-0173-x>
 13. Nehrenberg AE. The Growth of Austenite as Related to Prior Structure. *Transaction* 1950;188: 162–174.
 14. Waterschoot T, Verbeken K, Cooman BC. Tempering Kinetics of the Martensitic Phase in DP Steel. *ISIJ Int* 2006;46(1):138–146. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.46.138>
 15. Jung M, Lee S, Lee Y. Tempering Kinetics of S45C Martensitic Steel. *Heat Treat. Mater* 2006; 118: 375–380. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.118.375>
 16. Jack KH. Structural Transformations in the Tempering of High Carbon Martensitic Steel. *ISIJ Int* 1951; 169: 26–36.
 17. Krauss G. Tempering of martensite in carbon steels. *Phase Trans Steels* 2012; 126–150. <https://doi.org/10.1016/B978-1-84569-971-0.50005-3>
 18. Krauss G. Tempering of Lath Martensite in Low and Medium Carbon Steels: Assessment and Challenges. *steel Res Int* 2017; 87: 1–18. <https://doi.org/10.1002/srin.201700038>
 19. Fujita K, Ueda M. Ikeda M. Hayashi K. Monitoring of Tempering Behavior in Fe-C-Mn Alloys by Precise Measurement of Electrical Resistivity. *Adv Mater Res* 2014; 922: 173–176. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.922.173>
 20. Caron RN, Krauss G. The Tempering of Fe-C Lath Martensite. *Metall Trans* 1972; 3: 2381–2389, 1972. <https://doi.org/10.1007/BF02647041>
 21. Emmy C, Christersdotter I, Weidow J, Thuvander M, Offerman SE. Effect of Ti on Evolution of Microstructure and Hardness of Martensitic Fe-C-Mn Steel during Tempering. *ISIJ Int* 2014; 54(12): 2890–2899. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.54.2890>
 22. Furuhashi T, Kobayashi K, Maki T. Control of Cementite Precipitation in Lath Martensite by Rapid heating and tempering. *ISIJ Int* 2004;44(11):1937–1944. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.44.1937>
 23. Karimi Y, Nedjad SH, Shirazi H, Ahmadabadi MN, Zargari HH, Ito K. Cold rolling and intercritical annealing of C-Mn steel sheets with different initial microstructures. *Mat Sci Eng A* 2017; 736:392-399 <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.09.008>
 24. Bajželj A, Burja J. Influence of Austenitisation Time and Temperature on Grain Size and Martensite Start of 51CrV4 Spring Steel, *Crystals* 2022, 12, 1449, 1-13. <https://doi.org/10.3390/cryst12101449>
 25. Białobrzeska B, Konat L, Jasinski R. The Influence of Austenite Grain Size on the Mechanical Properties of Low-Alloy Steel with Boron. *Metals* 2017; 7 (26): 1-20. <https://doi.org/10.3390/met7010026>
 26. Biro E, Mcdermid JR, Vignier S, Zhou YN. Decoupling of the softening processes during rapid tempering of a martensitic steel. *Mater. Sci. Eng. A* 2014;615: 395–404. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2023.112059>
 27. Revilla C, López B, Rodriguez-Ibabe J. Carbide size refinement by controlling the heating rate during induction tempering in a low alloy steel. *J Mater Des* 2014; 62: 296–304. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2014.05.053>
 28. Hernandez VH, Nayak SS, Zhou Y. Tempering of martensite in dual-phase steels and its effects on softening behavior. *Metall Mater Trans A* 2011; 42(10): 3115–3129. <https://doi.org/10.1007/s11661-011-0739-3>
 29. Bantikatta H, Devi L, Kanth Bhogoju R. Microstructural parameters from X-ray peak profile analysis by Williamson-Hall models; A review, *Materials Today: Proceedings* 2021; 47(14): 4891-4896. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2021.06.256>
 30. Morooka S, Umezawa O, Harjo S, Hasegawa K, Toji Y Quantitative. Analysis of Tensile Deformation Behavior by In-Situ Neutron Diffraction for Ferrite-Martensite Type Dual-Phase Steels. *Tetsu-to-Hagané* 2012; 98 :311-319 <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.98.311>
 31. Balbi M, Alvarez-Armas I, Armas A. Effect of holding time at an intercritical temperature on the microstructure and tensile properties of a ferrite-martensite dual phase steel. *Mater Sci Eng A* 2018; 733:1–8. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.07.029>
 32. Ghaemifar S, Mirzadeh H, Khorrami MS, Nasiri Z. Improved properties of dual-phase steel via pre-intercritical annealing treatment and thermal cycling. *Mater Sci Technol* 2020;6(15):1663–1670. <https://doi.org/10.1080/02670836.2020.1818511>
 33. Zhang X, Miyamoto G, Kaneshita T, Yoshida Y, Toji Y, Furuhashi T. Growth mode of austenite during reversion from martensite in Fe-2Mn-1.5Si-0.3C alloy: a transition in kinetics and morphology. *Acta Mater* 2018;154: 1–13. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.05.035>
 34. Luo H, Shi J, Wang C, Cao W, Sun X, Dong H. Experimental and numerical analysis on formation of stable austenite during the intercritical annealing of 5Mn steel. *Acta Mater* 2011; 59(10):4002–4014. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.03.025>
 35. Yi JJ, Kim I, Choi H. Austenitization during Intercritical Annealing of an Fe-C-Si-Mn Dual-Phase Steel. *Met Trans A* 1985;16: 1237–1245. <https://doi.org/10.1007/BF02670328>
 36. Shukla N, Das S, Maji S, Chowdhury SR. Effect of Pre-intercritical Annealing Treatments on the Microstructure and Mechanical Properties. *J Mater Eng Perform* 2015;24(12):4958–4965. <https://doi.org/10.1007/s11665-015-1750-4>
 37. Kalhor A, Mirzadeh H. Tailoring the Microstructure and Mechanical Properties of Dual Phase Steel Based on the Initial Microstructure. *Ssteel Res.Int* 2016; 87:1–8. <https://doi.org/10.1002/srin.201600385>