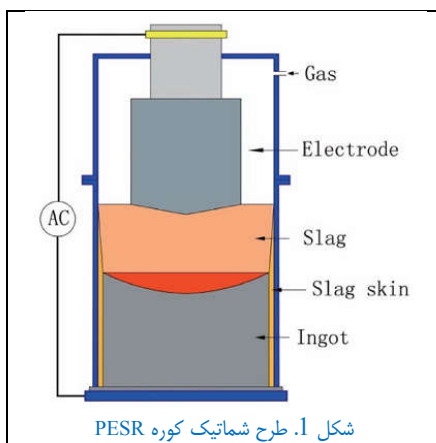


اثرات فشار گاز نیتروژن بر پارامترهای انجماد و تغییرریزساختار در طی فرآیند ذوب مجدد الکتریکی در سرباره در تحت فشار (PESR) فولاد ضد زنگ AISI 304¹

ترجمه: محمدحسین نشاطی
شرکت توسعه فولاد آلیاژی ایرانیان

سه الکتروود فولاد ضد زنگ AISI 304 با استفاده از کوره ذوب مجدد الکتریکی سرباره در تحت فشار (PESR) در مقیاس آزمایشگاهی تحت شرایط مختلف فشار گاز نیتروژن ذوب مجدد شدند. پارامترهای انجماد و تغییرریزساختار با روش چاپ گوگرد، متالوگرافی رنگی و EPMA مورد بررسی قرار گرفتند. نتایج نشان داد که عمق حوضچه مذاب،² SDAS و پهنای منطقه خمیری ابتدا افزایش یافته و سپس با ازدیاد فشار گاز از 0.1 به 1.2MPa کاهش می‌یابد. با سرعت ذوب تقریباً یکسان، تغییر در پارامترهای انجماد به رقابت بین سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه مذاب و سطح تماس شمش/قالب بستگی دارد، زیرا افزایش فشار گاز نیتروژن می‌تواند همزمان هر دو سرعت انتقال حرارت را افزایش دهد. تحت دامنه فشار فعلی، حالت انجماد و میکروجدایش در طی انجماد تحت تأثیر تغییر فشار گاز قرار نمی‌گیرد. علاوه بر این، تغییر فشار گاز نیتروژن می‌تواند به طور همزمان نیتروژن و سرعت خنک‌سازی در شمش (اینکات)ها را تغییر دهد. نیتروژن و سرعت خنک‌سازی می‌توانند بر مقدار و ترکیب فریت باقیمانده تأثیر بگذارند. اما، در شرایط آزمایش فعلی، تغییر مقدار نیتروژن نقش مهمتری در مقدار فریت باقیمانده نسبت به سرعت خنک‌سازی ایفا می‌کند، زیرا نیتروژن عنصری آستنیت-ساز قوی است و سرعت خنک‌سازی گستره تغییر زیادی ندارد.

1. مقدمه



طی سال‌ها، روش‌های مختلف ذوب کردن تحت فشار برای تولید فولادهای پرنیتروژن پیشنهاد شده‌اند. فرآیند ذوب مجدد الکتریکی سرباره در تحت فشار (PESR) به عنوان پابرجاترین روش ظاهر شده و مورد توجه روزافزون قرار گرفته است [1]. شکل 1 طرح شماتیک کوره PESR را نشان می‌دهد. ویژگی اصلی مخزن فشار بسته‌ای است که امکان تنظیم فشار و ترکیب گاز را فراهم می‌کند. فرآیند PESR نه تنها از مزایای فرآیند ذوب مجدد الکتریکی سرباره یا ESR معمولی، از قبیل ساختار جمع‌وجور، ترکیب همگن و انجماد کنترل شده برخوردار است، بلکه امکان وارد کردن مقادیر به اندازه کافی بالای نیتروژن فراتر از حد حلالیت آن به فولاد مذاب در فشار اتمسفر را فراهم می‌سازد، و اثرات مخرب

¹- Jia YU, et al., Effects of Nitrogen Gas Pressure on the Solidification Parameters and As-cast Microstructure Revolution during Pressurized Electroslag Remelting AISI 304 Stainless Steel, ISIJ 2020.

² - secondary dendrite arm spacing (SDAS)

اکسیژن یا هیدروژن را نیز کاهش می‌دهد [2،3]. محصولات تولید شده توسط PESR به طور گسترده‌ای در صنایع هوافضا، هواپیمایی، انرژی، پتروشیمی و غیره مورد استفاده قرار می‌گیرند.

در حال حاضر، بیشتر مطالب منتشر شده مربوط به فرآیند PESR بر همگنی ترکیب شیمیایی و خواص مکانیکی متمرکز است. G. Stain و همکاران [3،4] تولید فولادهای آلیاژ شده با نیتروژن با استفاده از PESR با نیتريدها به عنوان منبع نیتروژن را گزارش نموده و در مورد تأثیر نیتروژن بر خواص مواد بحث کرده‌اند. M. Bartosinski و همکاران [5] اثرات انواع افزودنی‌های نیتروژن‌دار بر همگنی شیمیایی فولادهای ضد زنگ آستنیتی و مارتنزیتی مقایسه کردند. علاوه بر این، آنها همچنین اکسیژن زدائی در طی تولید آلیاژهای تیتانیوم با استفاده از PESR را بررسی کردند [6]. A. Patel و همکاران [1] تأثیر فشار و انواع نیتريدها را بر توزیع نیتروژن در فولاد ضد زنگ مورد بررسی قرار دادند. F. Takahashi و همکاران [7] تأثیر مقدار نیتروژن بر تغییر شکل پذیری فولادهای Mn-Cr-N تولید شده با استفاده از PESR مقیاس آزمایشگاهی را مورد مطالعه قرار دادند.

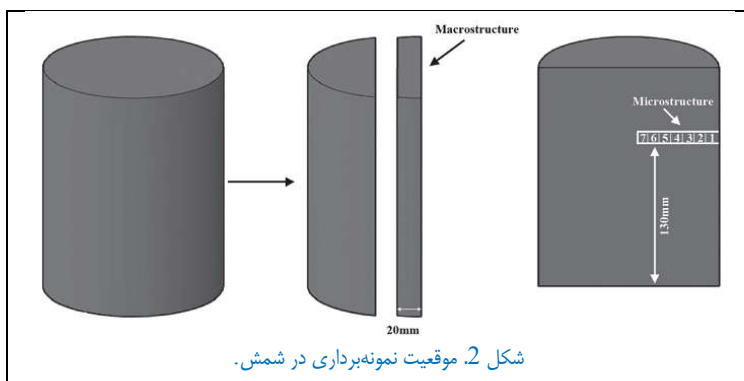
فشار، به عنوان یک پارامتر مهم ترمودینامیکی، تأثیرات قابل توجهی بر واکنش شیمیایی شامل واکنشگر یا محصول فاز گازی، مانند افزایش سرعت واکنش و حلالیت گاز یا عنصر فرار نشان می‌دهد [8،9]. علاوه بر این، فشار بر فرآیند انجماد نیز تأثیر می‌گذارد [10]. از یک طرف، افزایش فشار می‌تواند مقاومت حرارتی سطح تماس شمش/قالب را کاهش داده و سرعت خنک‌سازی شمش را افزایش دهد، یک ساختار انجماد ریز فراهم سازد [11-14]. از طرف دیگر، افزایش فشار می‌تواند بر پارامترهای ترمودینامیکی و سینتیکی تأثیر بگذارد، و حالت انجماد را تغییر دهد [15،16]. Zhu و همکاران [16] بیان کردند که تغییر فاز از حالت FA به حالت A ممکن است در انجماد فولاد ضد زنگ 19Cr14Mn4Mo0.8N با افزایش فشار از 0.1MPa به 1GPa رخ دهد.

تحقیقات فوق در مورد تأثیر فشار بر فرآیند انجماد ذوب القائی تحت فشار و فرآیند ریخته‌گری فشاری (squeeze casting) بعد از آن متمرکز هستند. اما، تاکنون تأثیر فشار گاز نیتروژن بر تغییر ریزساختار در حالت ریخته‌گری شده و پارامترهای انجماد (عمق حوضچه مذاب، پهنای منطقه خمیری، سرعت خنک‌سازی و SDAS) در طی فرآیند PESR گزارش نشده است. در این تحقیق، سه الکتروود فولاد ضد زنگ AISI 304 با استفاده از کوره PESR مقیاس آزمایشگاهی تحت [فشار نیتروژن] 0.1، 0.8 و 1.2MPa ذوب مجدد شدند. توجه زیادی به تأثیر فشار گاز بر عمق حوضچه مذاب، SDAS، پهنای منطقه خمیری و سرعت خنک‌سازی معطوف شد. علاوه بر این، تغییر ریزساختار با میکروسکوپ نوری (OM) و میکرو آنالیز پروب الکترونی (EPMA) مورد مطالعه قرار گرفت.

2. رویه آزمایش

آزمایش‌های ذوب مجدد با استفاده از PESR مقیاس آزمایشگاهی تحت فشار نیتروژن به ترتیب 0.1، 0.8 و 1.2MPa انجام شد. قطر بالای قالب 130mm، قطر پایین قالب 160mm بود. نیتروژن با خلوص بالا (99.999 درصد) برای رسیدن به فشار هدف وارد کوره می‌شد. تمام آزمایش‌های گرم در مقیاس آزمایشگاهی با ورودی برق یکسان انجام شد. جزئیات پارامترهای عملیاتی در جدول 1 نشان داده شده است. ماده الکتروود از فولاد ضد زنگ AISI 304 ساخته شده توسط شرکت فولاد

شماره	فشار، MPa	ولتاژ، V	جریان، KA
PESR-1	0.1	36	2.3
PESR-2	0.8	36	2.3
PESR-3	1.2	36	2.3



مخصوصاً XIHU (جیانگسو، چین) با قطر 70mm و طول 1m است. ترکیب شیمیایی الکترودها در **جدول 2** آمده است. پروفیل (نمای تغییرات) حوضچه مذاب با استفاده از 30 گرم FeS قرار داده شده در فاصله 90cm از پایین الکتروود فوقانی مشخص شد. سرباره ذوب مجدد متشکل از 60 درصد CaF_2 - 20 درصد CaO - 20 درصد Al_2O_3 در دمای 773K به مدت 4 ساعت تشویه شد تا رطوبت قبل از انجام آزمایش ذوب مجدد حذف شود.

جدول 2. ترکیب شیمیایی الکتروود (wt%).

Cr	Ni	Mn	Si	C	O	N	P	S	Fe
18.57	8.38	1.18	0.35	0.062	0.0028	0.044	0.038	0.009	موازنه

شکل 2 موقعیت نمونه برداری در شمش را نشان می‌دهد. مقطع طولی با ضخامت 20mm از شمش در امتداد محوری گرفته شد و با دستگاه سنگ‌زنی گردید.

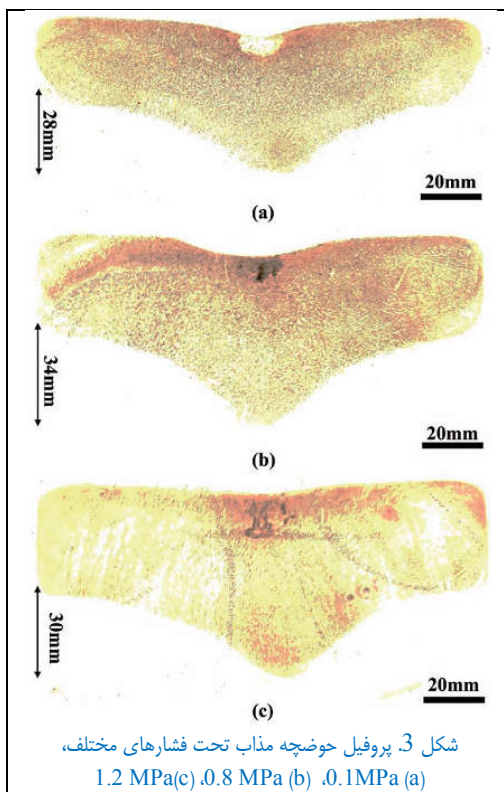
سپس، مقطع طولی با محلول آبی اشباع شده $\text{FeCl}_3 + \text{HCl}$ برای مشاهده ساختار ماکرو، که جهت رشد دانه‌ها را نشان داد، اچ شد. علاوه بر این، آزمایش چاپ گوگرد (روش Baumann) برای آشکار کردن پروفیل حوضچه مذاب انجام گردید [17]. نمونه‌هایی با ابعاد $10\text{mm} \times 10\text{mm} \times 10\text{mm}$ از نیمه دیگر شمش با فاصله 130mm از پایین گرفته شد. ریزساختارها پس از پولیش کاری با تکنیک‌های استاندارد با استفاده از محلول اچ Lichtenegger و Bloesch (20 گرم NH_4HF ، 0.5 گرم $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_5$ و 100 میلی‌لیتر H_2O) در دمای اتاق ظاهر شدند [18]. نمونه‌های متالوگرافی توسط میکروسکوپ نوری EPMA (JXA-8530F, Japan) آنالیز شدند. SDAS توسط نرم افزار Image Pro Plus 6.0 اندازه‌گیری شد. حداقل 500 داده بدست آمد تا اطمینان حاصل شود که مقدار میانگین تجمعی SDAS به سوی یک مقدار درست همگراست. نتایج بعدی در مورد پهنای منطقه خمیری، سرعت خنک‌سازی و میکروجدایش بر اساس نمونه حداکثر SDAS عرض شمش بود.

به منظور اندازه‌گیری میزان فریت باقیمانده با آنالیز تصویری، نمونه‌ها به صورت الکترولیتی با استفاده از محلول آبی 40 درصد NaOH با چگالی جریان $0.15\text{A}/\text{cm}^2$ در طی 30 ثانیه در دمای اتاق اچ شدند. محلول اچ فقط رنگ فریت را رنگ نموده و کنتراست بالایی را با آستنیت ایجاد می‌کند. با توجه به توزیع تصادفی ذرات فریت در شمش، کسر سطح می‌تواند نمایانگر حجم فریت باشد [19].

3. نتایج

3.1 تغییرات حوضچه مذاب

شکل 3 تغییرات حوضچه مذاب تحت فشار گاز مختلف را نشان می‌دهد. تغییرات حوضچه مذاب در فشار 0.1MPa با عمق 28mm کم عمق بود. تغییرات حوضچه شکل "V" را در فشار 0.8MPa، با عمق 34mm نشان داد. وقتی فشار گاز تا 1.2MPa افزایش یافت، عمق حوضچه به 30mm کاهش پیدا کرد. در فشار گاز 0.1، 0.8 و 1.2MPa، سرعت ذوب اندازه‌گیری شده الکتروود به ترتیب 38، 42 و 38kg/h بود. به طور معمول، عمق حوضچه به طور خطی با سرعت ذوب افزایش می‌یابد [20]. اما، در این مطالعه، عمق حوضچه با کاهش سرعت ذوب افزایش یافت. این نشان می‌دهد که عمق حوضچه نه تنها با سرعت ذوب بلکه همچنین با فشار گاز تعیین می‌شود. بحث مفصل در بخش 4.1 آورده شده است.

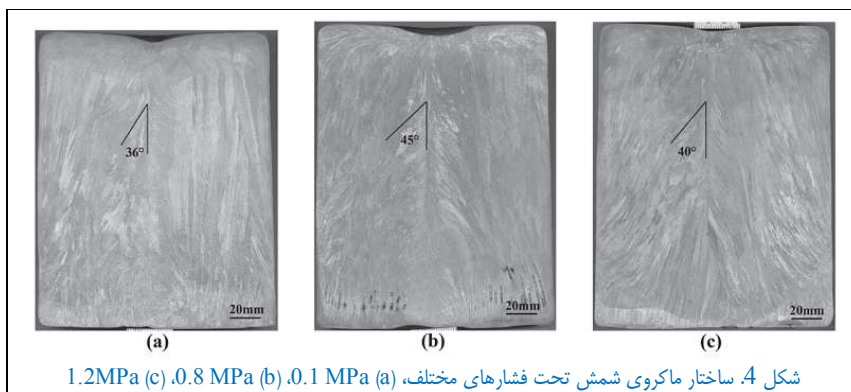


3.2 ساختار ماکروی شمش

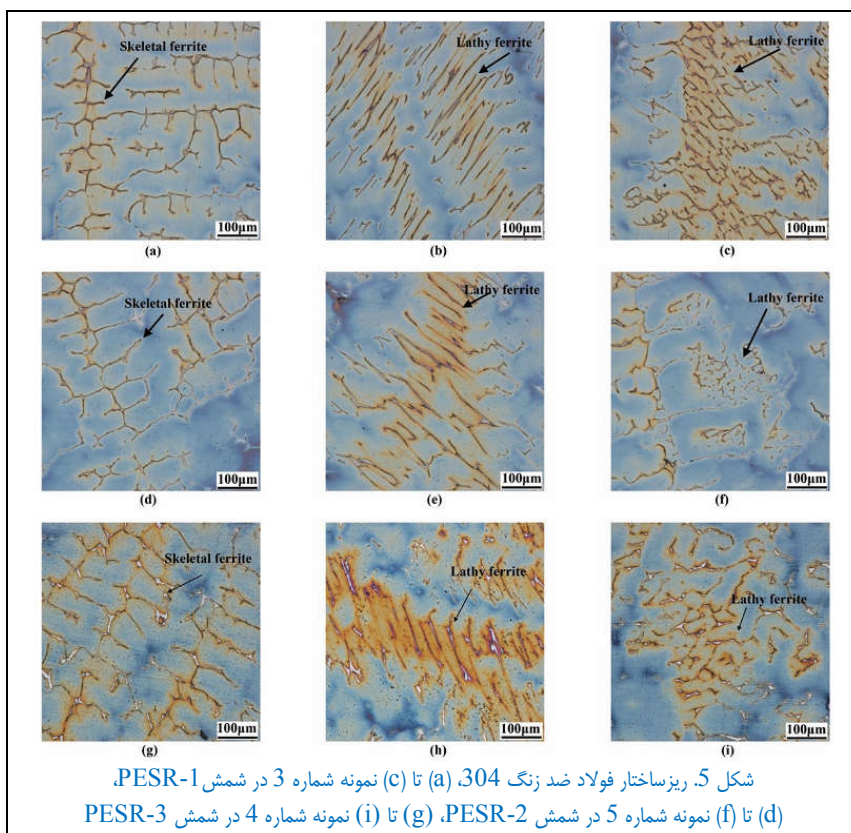
شکل 4 ساختار ماکروی شمش‌ها تحت فشارهای مختلف گاز را نشان می‌دهد. این شکل‌ها نشان دادند که شکل کلی دانه‌ها در PESR-1، PESR-2 و PESR-3 به صورت ستونی است. دانه‌های ستونی به طور عمودی در پایین شمش که در آن خنک‌سازی از صفحه پایه غالب بود رشد کردند. با افزایش ارتفاع شمش، دانه‌های ستونی به خوبی گسترش یافته و به طور مداوم از سطح شمش به مرکز رشد کردند. دانه‌های ستونی به موازات جهت جریان گرما رشد کردند [21]. هنگامی که فشار گاز 0.1، 0.8 و 1.2 MPa بود، در مرکز شمش، زاویه دانه‌ها نسبت به محور عمودی به ترتیب 36° ، 45° و 40° بود. زاویه بزرگتر به معنی حوضچه فلزی عمیق‌تر است. در قدرت ورودی یکسان، زاویه ابتدا افزایش یافته و سپس با افزایش فشار گاز کاهش پیدا کرد، که با تمایل عمق حوضچه سازگار است.

3.3 ریزساختار و آنالیز EPMA

شکل 5 ریزساختار نمونه‌ها را نشان می‌دهد. محلول اچ Lichtenegger و



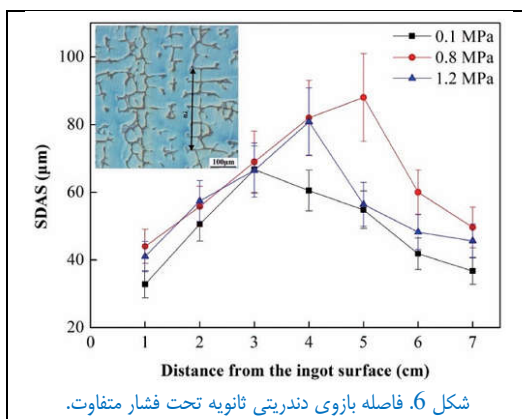
شکل 4. ساختار ماکروی شمش تحت فشارهای مختلف، (a) 0.1 MPa (b) 0.8 MPa (c) 1.2 MPa



شکل 5. ریزساختار فولاد ضد زنگ 304، (a) تا (c) نمونه شماره 3 در شمش PESR-1، (d) تا (f) نمونه شماره 5 در شمش PESR-2، (g) تا (i) نمونه شماره 4 در شمش PESR-3

Bloesch باعث می‌شود که فاز آستنیت بسته به میکروجدایش Cr رنگ-های مختلفی را نشان دهد. با افزایش زمان اچ رنگ به ترتیب زیر تغییر می‌کند: زرد ← قرمز ← بنفش ← آبی ← سبز [18]. فریت تحت تاثیر قرار نمی‌گیرد و سفید باقی می‌ماند [22]. این ریزساختارها از ماتریس آستنیتی و فریت باقیمانده تحت دامنه فشار فعلی تشکیل شده‌اند. فریت شامل فریت اسکلتی و فریت ورقه‌ای (lathy ferrite) بود. فریت اسکلتی در هسته دندریت ظاهر شد و فریت ورقه‌ای به صورت درهم یا موازی دیده شد [23].

شکل 6 توزیع SDAS تحت فشارهای مختلف را نشان می‌دهد.



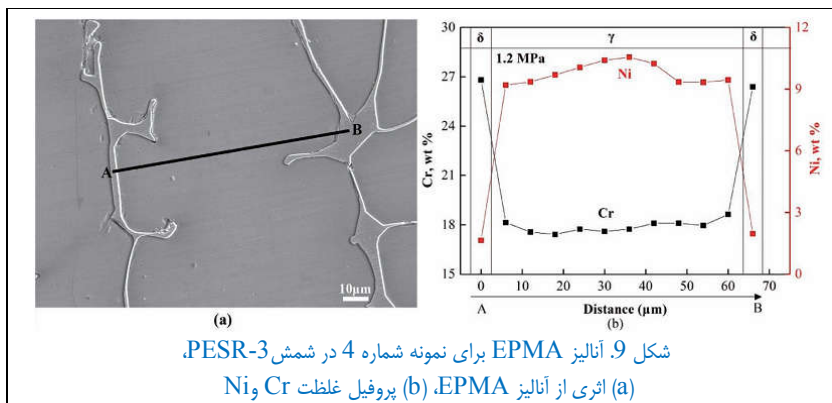
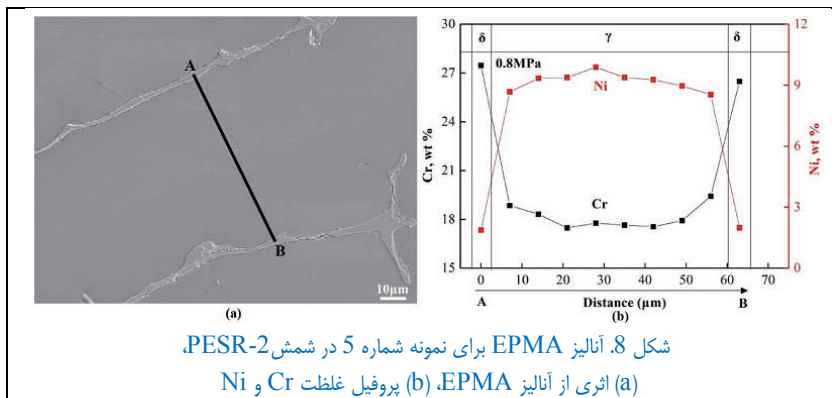
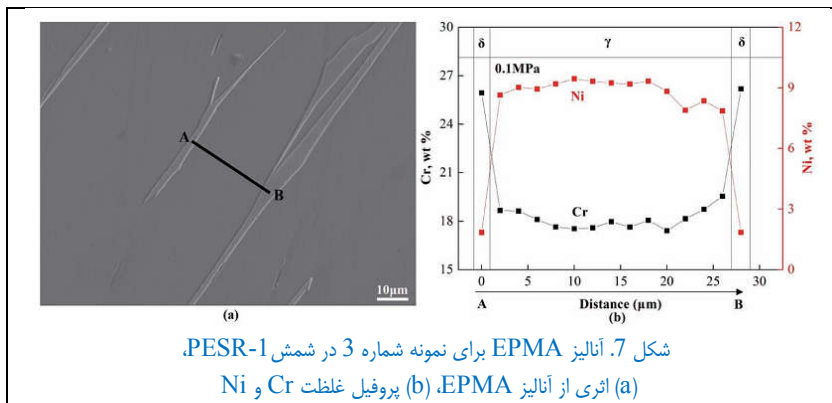
شکل 6. فاصله بازوی دندریتی ثانویه تحت فشار متفاوت.

جدول 3. مقدار Cr و Ni در فریت باقیمانده بر اساس آنالیز EPMA		
شماره	Cr, wt %	Ni, wt %
PESR-1	25.7	2.1
PESR-2	26.9	1.9
PESR-3	26.2	2.0

SDAS ابتدا از سطح شمش تا نیمه شعاع افزایش یافته و سپس به سمت مرکز کاهش پیدا کرد. در ناحیه خارجی شمش، فشار گاز تأثیر کمی بر SDAS داشت. اما، در منطقه داخلی شمش، SDAS در شرایط مختلف فشار گاز تفاوت آشکاری را نشان داد. وقتی فشار 0.1، 0.8 و 1.2MPa بود، حداکثر SDAS به ترتیب 67، 88 و 81 μ m بود. حداکثر SDAS شمش ابتدا افزایش یافته و سپس با افزایش فشار از 0.1 به 1.2MPa که تمایل مشابه عمق حوضچه را نشان داد، کاهش یافت. علاوه بر این، با افزایش عمق حوضچه، موقعیت حداکثر SDAS به سمت مرکز شمش حرکت کرد.

شکل 7 پروفیل ترکیب شیمیایی

بدست آمده از EPMA بین فریت ورقه‌ای برای شمش PESR-1 را نشان می‌دهد. فریت باقیمانده غنی از Cr و تخلیه شده از فریت و Ni (تهی‌سازی) شد زیرا Cr تثبیت‌کننده فریت و Ni تثبیت‌کننده آستنیت است. مقدار Cr در آستنیت در 17.4 درصد نسبتاً یکنواخت بود و در فاصله 8 μ m از مرز بین فاز به 19.1 درصد افزایش یافت. مقدار Ni در آستنیت به طور مداوم از مرز بین فاز به 9.5 درصد رسید. شکل 8 تغییرات ترکیبی بدست آمده از EPMA بین بازوهای دندریت ثانویه برای شمش PESR-2 را نشان می‌دهد. مقدار Cr آستنیت در نزدیکی مرز بین فاز به 19.4 درصد رسید و به یک مقدار اندازه‌گیری شده یکنواخت بین بازوهای دندریت ثانویه کاهش پیدا کرد. مقدار Ni در آستنیت در نزدیکی مرز بین فاز حداقل بود و در مرکز به 9.9 درصد افزایش یافت. شکل 9 پروفیل ترکیب شیمیایی بدست آمده از EPMA بین بازوهای دندریت اولیه برای شمش PESR-3 را نشان می‌دهد. مقدار Cr و Ni بین بازوهای دندریت اولیه مشابه مورد بازوهای دندریت ثانویه بود.



ترکیب شیمیایی فریت باقیمانده در **جدول 3** آمده است. در 0.8MPa، فریت باقیمانده شدیدترین غنی‌سازی از Cr و تهی‌سازی از Ni را نشان داد.

4. بحث

4.1 تأثیر فشار گاز نیتروژن بر پارامترهای انجماد

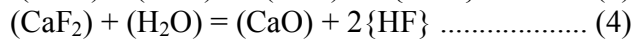
ساختار شمش در تعیین خواص ماده بسیار مهم است. به میزان زیادی، ساختار با پروفیل و عمق حوضچه مذاب تعیین می‌شود [24]. در شرایط آزمایش فعلی، هنگامی که فشار گاز 0.1، 0.8 و 1.2MPa بود، سرعت ذوب به ترتیب 38، 42 و 38kg/h بود. عموماً، عمق حوضچه فلزی با افزایش سرعت ذوب به طور خطی افزایش می‌یابد [20]. هر چند، در این تحقیق، با افزایش فشار از 0.1 به 1.2MPa، سرعت ذوب کاهش اندکی داشت، اما عمق حوضچه ابتدا افزایش و سپس کاهش یافت. بحث مفصل از نظر موازنه حرارت در ادامه آمده است.

منبع حرارت حوضچه فلزی شامل دو قسمت است: (1) گرمای قطرات فلزی؛ (2) و حرارت منتقل شده توسط حمام سرباره در سطح تماس سرباره/حوضچه. L. G. Hosaman و همکاران [25] پیشنهاد کردند که اندازه و شکل حوضچه فلزی نتیجه سرعت ورود حرارت به حوضچه فلزی و سرعت خروج حرارت از شمش است. هنگامی که پروفیل حوضچه به حالت پایدار می‌رسد، موازنه حرارت در حوضچه فلزی به شرح زیر است:

$$Q_{\text{droplet}} + Q_c = Q_{\text{loss}} \dots\dots\dots (1)$$

که در آن Q_{droplet} نشان‌دهنده سرعت ورود حرارت به حوضچه فلزی توسط قطرات، Q_c : J/s؛ سرعت ورود حرارت به حوضچه فلزی با انتقال حرارت جابجائی در سطح تماس سرباره/حوضچه، Q_{loss} : J/s؛ سرعت خروج حرارت از شمش، J/s است.

با افزایش فشار از 0.1 به 0.8MPa، به دلیل افزایش اتلاف حرارت در حمام سرباره، سرعت ذوب اندکی کاهش یافت و به کاهش Q_{droplet} منتج شد. در همین حال، Q_{loss} با افزایش فشار زیاد شد زیرا ازدیاد فشار می‌تواند شکاف هوا را کاهش دهد [14-10]. اما، عمق حوضچه از 28 به 34mm افزایش پیدا کرد. این نشان می‌دهد که در سطح تماس سرباره/حوضچه نیز افزایش سرعت انتقال حرارت وجود دارد. علاوه بر این، سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه افزایش بیشتری نسبت به سطح تماس شمش/قالب داشت، زیرا فشار 0.8MPa هنوز کوچک بود و شکاف هوا فقط اندکی کاهش داشت. افزایش سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه را می‌توان به افزایش هدایت حرارتی موثر سرباره مذاب در فرآیند PESR نسبت داد. در طی فرآیند ذوب مجدد ESR، گازهای فراری همانند SiF_4 ، AlF_3 و HF می‌توانند از طریق واکنش [4]-[2] تولید گردیده، و سپس به شکل حباب گاز از حمام سرباره خارج شوند. وجود حباب گاز در حمام سرباره می‌تواند هدایت حرارتی موثر سرباره مذاب را کاهش دهد.



که در آن { } فاز گاز و () فاز مایع را نشان می‌دهند.

تشکیل حباب گاز در سرباره مذاب شامل دو مرحله است: (1) جوانه‌زنی حباب گاز؛ (2) رشد حباب گاز. در اولین مرحله، ممکن است حباب گاز در سرباره مایع جوانه‌زنی کند وقتی که فشار ایجاد شده توسط گاز خارج شده از محلول (ex-solution) بیشتر از مجموع انرژی سطحی حباب گاز جدید و فشار مایع باشد [26،27]:

$$P_g > 2\sigma / r + P_{\text{liq}} \dots\dots\dots (5)$$

که در آن P_g فشار درونی حباب گاز، σ انرژی سطح تماس مایع/گاز، r شعاع حباب گاز جوانه‌زنی شده، P_{liq} فشار در فاز مایع است.

در طی فرآیند PESR، فشار گاز بر سطح سرباره وارد می‌شود و به افزایش P_{liq} منتج می‌گردد. با افزایش فشار می‌توان از جوانه‌زنی حباب گاز جلوگیری کرد، که برای بهبود هدایت حرارتی موثر سرباره مذاب مفید است.

هنگامی که فشار بازهم تا 1.2MPa افزایش یافت، سرعت ذوب به همان اندازه مورد فشار 0.8MPa باقی ماند، که نشان می‌دهد سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه افزایش بیشتری نداشته است. اما، شکاف هوا به دلیل افزایش فشار کاهش بیشتری پیدا کرد و به افزایش بیشتر سرعت انتقال حرارت در سطح تماس شمش/قالب منتج شد. سرانجام، در عمق حوضچه فلزی کاهش آشکاری وجود داشت. بر اساس نتایج آزمایش فعلی، می‌بایستی از انجام عملیات ذوب مجدد در محدوده فشار کم از نظر کنترل عمق حوضچه فلزی و SDAS خودداری شود.

پهنای منطقه خمیری به صورت زیر است [25]:

$$h_1 - h_s = V_c \cdot (\lambda_2 / k)^n \dots \dots \dots (6)$$

که در آن h_1 نشان‌دهنده ارتفاع لیکوئیدوس، h_s ارتفاع سالیدوس، V_c سرعت ریخته‌گری، λ_2 نشانگر SDAS، μm و k و n ثابت هستند، که برای فولاد ضد زنگ $k = 68.304$ ، $n = 0.45$ [28].

شکل 10 پهنای منطقه خمیری تحت شرایط فشار گاز مختلف را نشان می‌دهد. با افزایش فشار از 0.1 به 0.8MPa، عمق حوضچه از 28 به 34mm افزایش یافت و پهنای منطقه خمیری نیز از 5.7 به 9.6mm زیاد شد. هنگامی که فشار بازهم به 1.2MPa افزایش پیدا کرد، عمق حوضچه به 30mm کاهش یافت، و پهنای منطقه خمیری 7.9mm بود. Mitchell و

Ballantyne دریافته‌اند که حوضچه فلزی عمیق‌تر، نمایانگر یک منطقه خمیری پهن‌تر است [29]. پهنای محاسباتی منطقه خمیری مطابق با نتایج Mitchell است.

سرعت خنک‌سازی موضعی شمش در ارتباط با SDAS:

$$\lambda_2 = k\varepsilon^{-n} \dots \dots \dots (7)$$

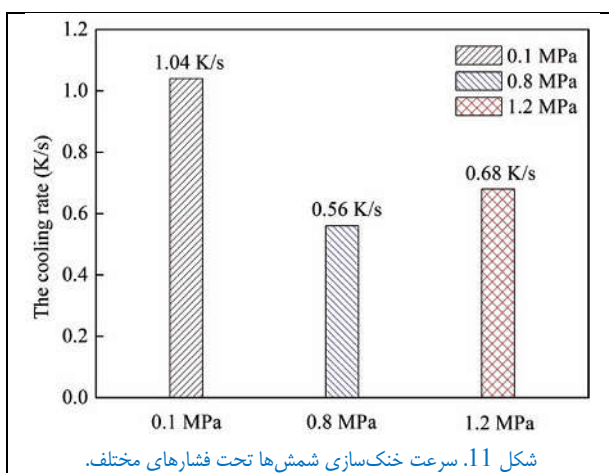
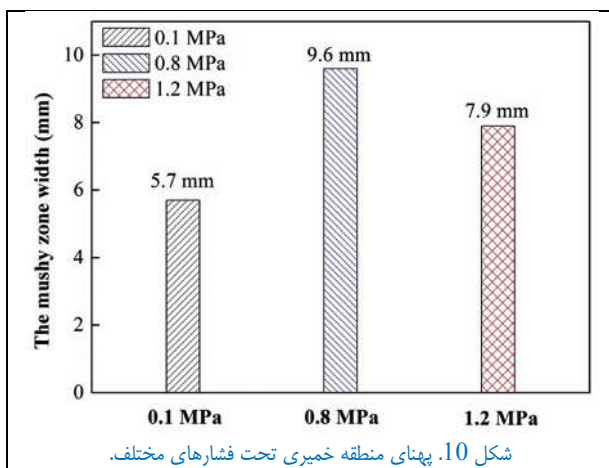
که در آن λ_2 نشانگر SDAS، μm ؛ ε سرعت خنک‌سازی موضعی، K/s ؛ k و n ثابت هستند، برای فولاد ضد زنگ $k = 68,304$ ، $n = 0.45$ [28].

شکل 11 سرعت خنک‌سازی محاسبه شده با استفاده از

SDAS اندازه‌گیری شده را نشان می‌دهد. با افزایش فشار از 0.1 به 0.8MPa، سرعت خنک‌سازی از 1.04 به 0.56K/s کاهش یافت زیرا سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه افزایش بیشتری نسبت به سطح تماس شمش/قالب داشت. هنگامی که فشار بیشتر به 1.2MPa افزایش یافت، سرعت انتقال حرارت در سطح تماس شمش/قالب بیشتر افزایش یافت، در حالی که سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه تغییر آشکاری نداشت و از این رو سرعت خنک‌سازی به 0.68K/s افزایش پیدا کرد.

4.2 اثرات فشار گاز نیتروژن بر تغییر ریزساختار

متالورژیست‌ها در تحقیق در مورد حالت انجماد فولاد ضد زنگ



بسیار فعال بوده‌اند، زیرا این موارد قابلیت ریخته‌گری، قابلیت کار گرم و ساختار دمای اتاق را تعیین می‌کنند [22]. حالت انجماد فولاد ضد زنگ آستنیتی را می‌توان به چهار نوع زیر دسته‌بندی کرد:

A حالت: $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow \gamma$

AF حالت: $L \rightarrow L + \gamma \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta \rightarrow \gamma$

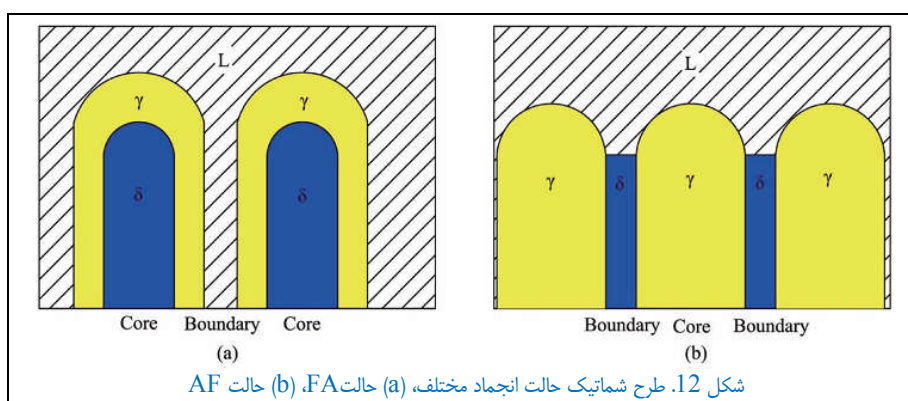
FA حالت: $L \rightarrow L + \delta \rightarrow L + \gamma + \delta \rightarrow \gamma + \delta \rightarrow \gamma$

F حالت: $L \rightarrow L + \delta \rightarrow \delta \rightarrow \gamma + \delta \rightarrow \gamma$

که در آن L ، δ و γ به ترتیب نشانگر مایع، فریت و آستنیت هستند.

به طور کلی، حالت انجماد فولاد ضد زنگ آستنیت به شدت به ترکیب شیمیایی و سرعت خنک‌سازی بستگی دارد. در شرایط انجماد تعادلی، فولاد ضد زنگ AISI 304 در حالت FA قرار می‌گیرد. اما، افزایش سرعت خنک‌سازی ممکن است منتج به تبدیل از FA به AF شود [30]. علاوه بر این، فشار نیز بر حالت انجماد تأثیر می‌گذارد [16]. کشف اثر فشار گاز نیتروژن بر حالت انجماد در طی فرآیند PESR، با ترکیب متالوگرافی رنگی و EPMA انجام شد.

فریت موجود در هسته‌های دندریت حالت FA، در حالی که فریت بین دندریتی نمایانگر حالت AF است [18]. همانطور که از شکل 5 دیده می‌شود، حالت انجماد حالت FA است زیرا فریت در هسته‌های دندریت وجود دارد. اما، هر دو حالت AF و FA حاوی مقداری فریت در ریزساختار نهایی هستند و هنگام شناسایی حالت AF و FA به مقداری دقت نیاز دارند [18]. از این رو، حالت انجماد با استفاده از EPMA بیشتر تأیید می‌شود. پروفیل غلظت Ni آزمایش شده با EPMA در شکل‌های 7-9 نشان داده شده است. J. A. Brooks و همکاران [31] پیشنهاد کردند که می‌توان از پروفیل غلظت Ni آستنیت بین فریت برای تشخیص حالت انجماد استفاده کرد. طرح شماتیک حالت AF و FA در شکل 12 نشان داده شده است. در حالت FA، مقدار Ni در آستنیت مجاور فریت در یک حداقل است و بین فریت (در مرز سلول) به یک حداکثر افزایش می‌یابد. در حالت AF، Ni در آستنیت مجاور فریت (در مرز سلول) حداکثر است و بین فریت در حداقل است. طبق پروفیل غلظت Ni در شکل‌های 7-9، تأیید شده است که حالت انجماد همچنان حالت FA باقی مانده است. تحت شرایط آزمایش فعلی، حالت انجماد تحت تأثیر فشار گاز نیتروژن نیست.



هنگامی که فوق تبرید به مقدار بحرانی می‌رسد، دندریت‌های فریت اولیه ابتدا از مذاب رسوب می‌کنند. به عنوان تثبیت‌کننده فریت، توسط فریت جذب می‌شود، و Ni، Cr، به عنوان تثبیت‌کننده آستنیت، به مایع باقیمانده رانده می‌شود. هنگامی که فوق تبرید مایع از جوانه‌زنی فوق تبریدی آستنیت فراتر

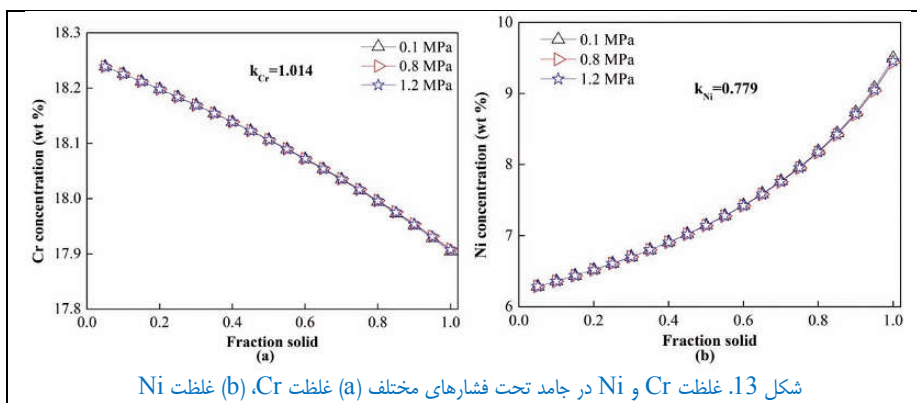
رود، آستنیت پایدارتر می‌شود و فریت منجمد شده را می‌پوشاند. پس از ناپدید شدن مایع، تغییر فاز حالت جامد $\delta \rightarrow \gamma$ هنگام خنک‌سازی رخ می‌دهد. فریت اولیه، بدون تغییر فاز کامل، تا دمای اتاق حفظ می‌شود و انواع مورفولوژی را می‌سازد. فریت‌های اسکلتی و ورقه‌ای اغلب در فولادهای آستنیتی مشاهده می‌شوند. فریت اسکلتی و فریت ورقه‌ای حاصل انجماد فریت اولیه و سپس تغییر فاز حالت جامد کنترل شده توسط نفوذ (دیفوزیون) در خنک‌سازی است [32].

توزیع محلول رخ داده در تغییر فاز حالت جامد، پروفیل غلظت عناصر آلیاژی بین دندریتها و مناطق بین دندریتی را در پایان انجماد تغییر می‌دهد. بررسی تأثیر فشار گاز نیتروژن بر میکروجدایش در طی انجماد از طریق آزمایش دشوار است. از این رو، از مدل میکروجدایش برای بررسی این مشکل استفاده شد. مقدار 75 تا 80 درصد مایع در فولاد ضد زنگ AISI 304 ممکن است قبل از شروع به تشکیل آستنیت از مایع باقیمانده به فریت اولیه منجمد شود [32]. از این رو، منطقی است که از تغییر فاز در پایان انجماد و تغییر فاز حالت جامد در پی آن چشم‌پوشی کرد، که امکان انجماد کل مایع به صورت فریت را می‌دهد [33]. پروفیل غلظت Cr و Ni در جامد را می‌توان با معادلات Clyne-Kurz پیش‌بینی کرد [34].

$$C_s = kC_0[1-(1-2\Omega k)f_s]^{(k-1)/(1-2\Omega k)} \dots\dots\dots (8)$$

$$\alpha = 4Dt_s/\lambda_2^2 \dots\dots\dots (9)$$

$$\Omega = \alpha[1-\exp(-1/\alpha)]-1/2\exp(-1/2\alpha) \dots\dots\dots (10)$$



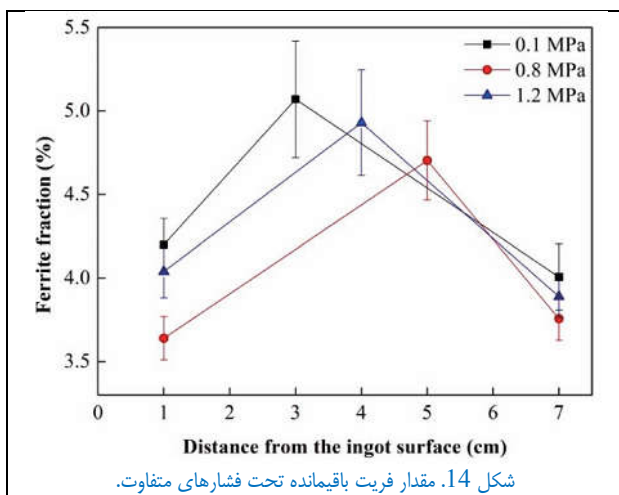
شکل 13. غلظت Cr و Ni در جامد تحت فشارهای مختلف (a) غلظت Cr، (b) غلظت Ni

که در آن D نشان‌دهنده ضریب نفوذ در جامد، t_s زمان انجماد موضعی (LST)، C_0 غلظت اسمی، $\lambda_2 = SDAS$ ، k ضریب توزیع تعادل؛ f_s کسر جامد است.

ضریب توزیع تعادل Cr و Ni به ترتیب 1.014 و 0.779 است [35]. ضریب نفوذ Cr و

Ni در فریت $D_{0Cr} = 7.8 \times 10^{-5} \text{ m}^2/\text{s}$ و $Q_{Cr} = 51240 \text{ Cal/mole}$ و $D_{0Ni} = 9.7 \times 10^{-4} \text{ m}^2/\text{s}$ و $Q_{Ni} = 62700 \text{ cal/mole}$ می‌باشند [33].

شکل 13 پروفیل غلظت Cr و Ni محاسبه شده با حداکثر LST و SDAS را نشان می‌دهد. Cr جدایش مثبت در فریت دارد، در حالی که Ni جدایش منفی دارد. چون $k_{Cr} > 1$ و $k_{Ni} < 1$ هسته فریت منجمد شده در ابتدا غنی از Cr و تهی شده از Ni است. مقدار Cr و Ni در هسته فریت به ترتیب 18.24 درصد و 6.23 درصد است. با پیشروی انجماد، مقدار Cr به تدریج کاهش می‌یابد، در حالی که مقدار Ni به تدریج افزایش می‌یابد. در این مطالعه، به دلیل سرعت خنک‌سازی سریع و اندازه کوچک شمش، تأثیر



شکل 14. مقدار فریت باقیمانده تحت فشارهای متفاوت.

فشارگاز نیتروژن بر میکروجدایش Cr و Ni در طول انجماد تقریباً ناچیز است.

شکل 14 مقدار فریت باقیمانده را تحت فشارهای مختلف گاز نیتروژن نشان می‌دهد. مقدار فریت باقیمانده به ترکیب شیمیایی و سرعت خنک‌سازی بستگی دارد. توزیع فریت باقیمانده در عرض شمش M-Saied [19] سازگار بود. این ممکن است به دلیل تغییر سرعت خنک‌سازی باشد. Martorano و همکاران مطرح کردند که افزایش سرعت خنک‌سازی باعث کاهش مقدار فریت باقیمانده می‌شود [36].

افزایش فشار گاز نیتروژن نه تنها بر سرعت خنک‌سازی شمش، بلکه بر میزان نیتروژن در شمش نیز تأثیر می‌گذارد. مقدار فریت باقیمانده در ابتدا کاهش یافت و سپس با افزایش فشار گاز نیتروژن از 0.1 به 1.2MPa زیاد شد. این ممکن است نتیجه ترکیبی از مقدار نیتروژن و سرعت خنک‌سازی باشد. کسر جرمی نیتروژن در الکتروود و شمش در **جدول 4** نشان داده شده است. جذب نیتروژن در شمش را می‌توان با افزایش فشار گاز نیتروژن در طی فرآیند PESR بهبود بخشید. هنگامی که فشار گاز نیتروژن 0.1، 0.8، 1.2MPa بود، به دلیل تفاوت مقدار نیتروژن اولیه در الکتروودها، مقدار نیتروژن نهایی در شمش‌ها به ترتیب 0.043، 0.05 و 0.0484 درصد بود. سپس مقدار فریت باقیمانده با معادلات (11) تا (13) با در نظر گرفتن تفاوت در مقدار نیتروژن، که توسط De Long توسعه یافته است، محاسبه شد [37]. در فشار 0.1، 0.8، 1.2MPa، مقدار محاسبه شده فریت باقیمانده به ترتیب 5.93، 5.37 و 5.5 درصد بود و گرایش تغییرات تطابق خوبی با نتایج اندازه‌گیری شده داشت.

با افزایش فشار گاز از 0.1 به 1.2MPa، سرعت خنک‌سازی

ابتدا کاهش و سپس افزایش یافت. مقدار فرضی فریت باقیمانده ابتدا می‌بایستی افزایش و سپس با افزایش فشار گاز کاهش یابد، که اما، متناقض با نتایج آزمایش است. این تناقض نشان می‌دهد که تغییر مقدار نیتروژن نقش مهمتری در مقدار فریت باقیمانده نسبت به سرعت خنک‌سازی دارد.

نمونه	کسر جرمی نیتروژن، wt %		
	PESR-1	PESR-2	PESR-3
الکتروود	0.0440	0.0450	0.0425
شمش	0.043	0.05	0.0484

$$\text{Ferrite\%} = 166.66 (\text{Cr}_{\text{eq}}/\text{Ni}_{\text{eq}} - 0.738) \dots \dots \dots (11)$$

$$\text{Cr}_{\text{eq}} = [\text{Cr\%}] + [\text{Mo\%}] + 1.5[\text{Si\%}] + 2.5[\text{Al\%}] + 2.5[\text{Ti\%}] + 18 \dots \dots \dots (12)$$

$$\text{Ni}_{\text{eq}} = [\text{Ni\%}] + 30[\text{C\%}] + 30[\text{N\%}] + 0.5[\text{Mn\%}] + 36 \dots \dots \dots (13)$$

کسر جرمی اندازه‌گیری شده Ni و Cr در فریت باقیمانده به ترتیب 25-27 درصد و 1.8-2.0 درصد است که انحراف زیادی از مقدار محاسبه شده از معادله Clyne-Kurz دارد. تغییر فاز حالت جامد مسئول انحراف است. همانطور که از جدول 3 دیده می‌شود، فریت باقیمانده دارای حداقل غنی شدن از Cr و تهی شدن از Ni در 0.1MPa بود، در حالی که حداکثر غنی شدن از Cr و تهی شدن از Ni در 0.8MPa رخ داد. در طی تغییر فاز حالت جامد از فریت به آستنیت، توزیع اضافی دیگری صورت می‌گیرد، که به جذب Cr و دفع Ni از درون فریت منتج می‌شود. هرچه تغییر فاز کامل‌تر باشد، غنی شدن از Cr و تهی شدن از Ni در فریت شدیدتر می‌شود [33].

5. نتیجه‌گیری

در این تحقیق، در یک ورودی قدرت یکسان، الکتروودهای فولاد ضد زنگ AISI 304 با استفاده از کوره PESR در مقیاس آزمایشگاهی تحت شرایط مختلف فشار گاز نیتروژن، ذوب مجدد شدند. اثر فشار گاز نیتروژن بر عمق حوضچه مذاب، پهنای منطقه خمیری، SDAS، سرعت خنک‌سازی و تغییر ریزساختار با استفاده از روش چاپ گوگرد، متالوگرافی رنگی و EPMA بررسی شد. نتیجه‌گیری اصلی به شرح زیر است:

- (1) تحت شرایط آزمایش فعلی، عمق حوضچه فلزی، SDAS و پهنای منطقه خمیری در ابتدا افزایش یافته و سپس با افزایش فشار گاز نیتروژن از 0.1 به 1.2MPa کاهش پیدا کرد، اما سرعت خنک‌سازی تمایل متضادی را نشان داد. سرعت انتقال حرارت در سطح تماس سرباره/حوضچه مذاب و در سطح تماس شمش/قالب را می‌توان با افزایش فشار گاز بهبود بخشید. با سرعت ذوب تقریباً برابر، تغییر پارامترهای انجماد بستگی به رقابت بین دو سرعت انتقال حرارت دارد.
- (2) تحت شرایط آزمایش فعلی، حالت انجماد در حالت FA باقی ماند، که تحت تأثیر فشار گاز نیتروژن قرار نگرفت. علاوه بر این، اثر فشار گاز نیتروژن بر میکروجدایش Ni و Cr در طی انجماد به دلیل سرعت خنک‌سازی سریع و اندازه کوچک شمش تقریباً ناچیز بود

(3) افزایش فشار گاز نیتروژن می‌تواند به طور همزمان مقدار نیتروژن و سرعت خنک‌سازی در شمش‌ها را تغییر دهد. مقدار نیتروژن و سرعت خنک‌سازی هر دو می‌توانند بر میزان و ترکیب فریت باقیمانده تأثیر بگذارند. اما، در شرایط آزمایش فعلی، تغییر مقدار نیتروژن نقش مهمتری در مقدار فریت باقیمانده نسبت به سرعت خنک‌سازی بازی می‌کند، زیرا نیتروژن یک عنصر آستنیت-ساز قوی است و سرعت خنک‌سازی تغییر گسترده‌ای ندارد.

مراجع:

- 1) A. D. Patel, J. Reitz, J. H. Magee, R. Smith, G. Maurer and B. Friedrich: *Int. Symp. on Liquid Metal Processing and Casting 2009 (LMPC 2009)*, TMS, Warrendale, PA, (2009), 253.
- 2) P. Pant, P. Dahlmann, W. Schlump and G. Stein: *Steel Res.*, 58 (1987), 18.
- 3) G. Stein and J. Menzel: *Int. J. Mater. Prod. Technol.*, 10 (1995), 478.
- 4) G. Stein, J. Menzel and A. Choudhury: *Steel Times*, 217 (1989), 146.
- 5) M. Bartosinski, J. H. Magee and B. Friedrich: 1st Int. Conf. on Ingot Casting, Rolling and Forging, TEMA, Aachen, (2012), 106.
- 6) M. Bartosinski, S. Hassan-Pour, B. Friedrich, S. Ratiev and A. Ryabtsev: *IOP Conf. Ser.: Mater. Sci. Eng.*, 143 (2016), 012009.
- 7) F. Takahashi, Y. Momoi, K. Kajikawa and H. Yamada: *ISIJ Int.*, 55 (2015), 578.
- 8) G. M. Simmons and D. M. Mason: *Chem. Eng. Sci.*, 27 (1972), 89.
- 9) Z. Jiang, H. Li, Z. Chen, Z. Huang, D. Zou and L. Liang: *Steel Res. Int.*, 76 (2005), 740.
- 10) Z. Jiang, H. Zhu, H. Li, G. Liu, P. Wang, J. Zhu, S. Zhang and H. Feng: *ISIJ Int.*, 58 (2018), 107.
- 11) P. Gurusamy, S. Balasivanandha Prabu and R. Paskaramoorthy: *Mater. Manuf. Process.*, 30 (2015), 381.
- 12) A. F. Ilkhchy, N. Varahraam and P. Davami: *Iran. J. Mater. Sci. Eng.*, 9 (2012), 11.
- 13) J. A. Sekhar, G. J. Abbaschian and R. Mehrabian: *Mater. Sci. Eng.*, 40 (1979), 105.
- 14) A. F. Ilkhchy, M. Jabbari and P. Davami: *Int. Commun. Heat Mass Transfer*, 39 (2012), 705.
- 15) J. J. Sobczak, L. Drenchev and R. Asthana: *Int. J. Cast Met. Res.*, 25 (2012), 1.
- 16) H. Zhu, Z. Jiang, H. Li, P. Wang and J. Zhu: *Steel Res. Int.*, 89 (2018), 1700475.
- 17) H. Cao, Z. Jiang, Y. Dong, F. Liu, Y. Cao, Z. Hou, K. Yao and M. Xu: *Steel Res. Int.*, 90 (2019), 1800337.
- 18) K. Rajasekhar, C. S. Harendranath, R. Raman and S. D. Kulkarni: *Mater. Charact.*, 38 (1997), 53.
- 19) M. Saied: Ph.D. thesis, Université Grenoble Alpes, (2016), <https://www.theses.fr/2016GREAI016.pdf>, (accessed 2019-03-29).
- 20) S. Radwitz, J. Morscheiser and B. Friedrich: Proc. European Metallurgical Conf. 2013, University of Defence, Belgrade, (2013), 1043.
- 21) M. Wang, X. Zha, M. Gao, Y. Ma, K. Liu and Y. Li: *Metall. Mater. Trans. A*, 46 (2015), 5217.
- 22) A. Di Schino, M. G. Mecozzi, M. Barteri and J. M. Kenny: *J. Mater. Sci.*, 35 (2000), 375.
- 23) J. W. Fu, Y. S. Yang, J. J. Guo, J. C. Ma and W. H. Tong: *Mater. Sci. Technol.*, 25 (2009), 1013.
- 24) H. Fredriksson and O. Jarleborg: *JOM*, 23 (1971), 32.
- 25) L. G. Hosamani, W. E. Wood and J. H. Devletian: Proc. Int. Symp. on Metallurgy and Applications of Alloy 718, TMS, Warrendale, PA, (1989), 49.
- 26) H. Zhu, Z. Jiang, H. Li, H. Feng, S. Zhang, G. Liu, J. Zhu, P. Wang, B. Zhang, G. Fan and G. Li: *Metall. Mater. Trans. B*, 48 (2017), 2493.
- 27) A. Mitchell and H. Frederiksson: *J. Mater. Sci.*, 39 (2004), 7275.
- 28) W. Löser, S. Thiem and M. Jurisch: *Mater. Sci. Eng. A*, 173 (1993), 323.
- 29) A. S. Ballantyne and A. Mitchell: Proc. 5th Int. Symp. on Electrosag and Other Special Melting Technology, Carnegie-Mellon Institute of Research, Pittsburgh, PA, (1974), 345.
- 30) J. W. Fu, Y. S. Yang, J. J. Guo and W. H. Tong: *Mater. Sci. Technol.*, 24 (2008), 941.
- 31) J. A. Brooks, J. C. Williams and A. W. Thompson: *Metall. Trans. A*, 14 (1983), 23.
- 32) J. A. Brooks, J. C. Williams and A. W. Thompson: *Metall. Trans. A*, 14 (1983), 1271.
- 33) J. A. Brooks, M. I. Baskes and F. A. Greulich: *Metall. Trans. A*, 22 (1991), 915.
- 34) T. W. Clyne and W. Kurz: *Metall. Trans. A*, 12 (1981), 965.
- 35) D. Baldissin, M. Baricco and L. Battezzati: *Mater. Sci. Eng. A*, 449–451 (2007), 999.
- 36) M. A. Martorano, C. F. Tavares and A. F. Padilha: *ISIJ Int.*, 52 (2012), 1054.
- 37) C. J. Long and W. T. DeLong: *Weld. J. Res. Suppl.*, 52 (1973), 281.