

## Identification of Phase Transformations During Heating and Cooling for High Iron Chromium Alloy by Dilatometric Method

Dr. Hassan Shakir Majdi 

College of Al-Mustaqbal/ Babel.

Email: mustabal c@yahoo

Dr. Khidhair Jasim Mohammed

College of Al-Mustaqbal/Babel.

Received on: 17/11/2014 & Accepted on: 8/10/2015

### ABSTRACT

The phase transformations occur in metals and alloys involves important changes in microstructures according to chemical composition and kinetic of transformations in alloy, this work deals with many operations and investigation, especially dilatometric test, which enable the achievement of important results for the aim of research.

Phase transformation points during heating and cooling by different rates (2-100) C°/min, for high CR-Fe with high Cr, using dilatometric tests. these tests showed that cooling of this alloy from (950)C°, had more than phase transformation during cooling at rate (2-50)C°/min. while only one transformation –martinsite –during cooling at a rate of (100)C°/min, as no other transformation at that low temperature. This transformation has high importance to obtain high strength, hardness and wear resistance. Those properties are useful for many applications. The phase transformation points of alloy enable the choose of heat treatment required to get the suitable properties. The important results achieved by heating and cooling rates were indication of phase transformation and the time periods of those transformations.

### تحديد نقاط التحول الطوري عند التسخين والتبريد لسبيكة الحديد عالية الكروم بطريقة التمدد

الخلاصة:

إن التحول الطوري في المعادن والسبائك يشمل تغيرات مهمة في التركيب البنيوي تعتمد على تركيب السبيكة الكيماوي وآلية التحول الحاصل في السبيكة لذا فقد تناول هذا البحث مجموعة من العمليات والفحوصات وخاصة فحوصات التمدد التي أمكن من خلالها تحقيق نتائج مهمة تحقق أهداف البحث. فقد تم تحديد نقاط التحول الطوري عند التسخين والتبريد بمعدلات تسخين وتبريد مختلفة تراوحت بين (2-100) م°/دقيقة لسبيكة الحديد عالية الكروم باستخدام جهاز التمدد الوارد ذكره في لاحق البحث. لقد أظهرت تلك الفحوصات وما نتج منها من مخططات عديدة، أما تبريد السبيكة المذكورة من درجة حرارة (950) م° تمر بأكثر من تحول طوري في معدلات التبريد بين (50 – 2) م°/دقيقة بينما يحدث تحول واحد عند التبريد بمعدل (100) م°/دقيقة، وهذا هو تحول مارتنسائي لا يحدث عادة دونه تحول آخر. ولهذا التحول أهمية كبيرة لتحقيق خواص، متانة وصلادة ومقاومة احتكاك عالية وهي صفات مطلوبة لأغراض عديدة ومهمة. إن تحديد تركيب السبيكة ونقاط تحولها الطوري يضع الأساس الصحيح باختيار المعاملات الحرارية المناسبة للخواص المطلوبة. وأهم نتائج البحث تم تحديد نقاط التحول الطوري باستخدام معدلات تسخين وتبريد مختلفة إضافة إلى تحديد فترات زمنية لتلك التحولات.

هدف البحث :-

إن هدف هذا البحث هو دراسة سلوك سبيكة حديد عالية الكروم أثناء التسخين والتبريد بمعدلات مختلفة من 2- (100) م°/دقيقة وتحديد نقاط بدايات ونهايات التحولات الطورية الحاصلة أثناء ذلك. وعلى ضوء ذلك يمكن تحديد

معدلات التبريد المناسبة للطلب للحصول على المواصفات المطلوبة في العمليات التكنولوجية اللاحقة والتي تتحقق من خلال تحول أطوار السبيكة واختلاف خواص كل طور منها ، حيث أن التبريد السريع يحقق أعلى الخواص الميكانيكية وأن التبريد البطيء يحقق خواص واطئة نسبياً.

### المقدمة:

إن التحول الطوري في الحالة الصلبة يعتمد على عدة عوامل إضافة إلى عامل الزمن ودرجة الحرارة فهو يحدث على ثلاث مراحل :

- 1- آلية التحول .
  - 2- عملية تكون نويات التحول .
  - 3- عملية نمو النويات وتكوين التركيب النهائي . [1]
- إن أهمية التحولات الطورية في السبائك والمعادن لها أهمية كبيرة في تحسين الفولاذ عالي المتانة. وهذا ما شجع الكثير من الباحثين في دخول هذا المجال الواسع الذي يرتبط بكثير من العمليات التكنولوجية المتعلقة بالتركيب البنيوي وآلية التبلور [2] كذلك يتعلق بالية الزحف ( creep ) والاجهادات الناتجة من عمليات اكتساب الحرارة وفقدانها وفق نظام معين .

وتكون تلك التحولات أكثر تعقيداً عند توفر عدد من العناصر السبائكية فيها وخاصة في نسبها العالية . [3] إن لإضافة الكروم أثر واضح على خواص الفولاذ ، كما إن التركيب الكيميائي عموماً يلعب دوراً هاماً في تركيب السبائك ومن ثم خواصها المختلفة وسلوكها عند التسخين والتبريد . [4] إن الكروم يلعب دوراً مهماً في عملية التحول الطوري خاصة عندما تزيد نسبته في الفولاذ عن (7.5%) (بالوزن) حيث يسهل تحول التركيب إلى المارتنسايت مما يؤدي إلى تحسين مطيلية الفولاذ [5].

إن معظم سبائك الحديد عالية الكروم والكربون تمتلك قابلية عالية على التحولات من حالة الأوستنايت – في درجات الحرارة العالية إلى عدة أطوار تختلف في تراكيبها البنيوية وخواصها الميكانيكية إن تلك التحولات تكتب أهمية كبيرة ، حيث أن التركيب الأوستنايتي ذا النظام البلوري FCC يكون مستقرًا فوق درجة حرارة (910) م° (شكل 1) باستعمال المعاملات الحرارية المناسبة لاحقاً. تجدر الإشارة إلى أن تركيب حديد (X) يحاول الاستقرار بوجود الكروم وهو استقرار نسبي لأنه يقع ضمن الحلقة المغلقة لحديد (X) .

أن تكون الأوستنايت عند التسخين بوجود نسبة كروم (13.5%) يتسع مدها كلما زادت نسبة الكربون معه [6] . ومن الطبيعي هذه السبائك إن نسبة الذوبان الكروم في الحديد (X) تصل (12%) كما يذوب بلا حدود في حديد (α) . ويرفع الكروم درجة التحول اليوتكتويدي (A1)-(8-9) .

إن لعنصر الكروم ثلاثة ادوار رئيسية في الحديد المصبوب :-

- 1- تكوين الكريبيدات
- 2- المحافظة على استقرار التركيب في درجات الحرارة العالية .
- 3- زيادة مقاومة التآكل الكيميائي والحت . [12] .

إن أنواع الكريبيدات وعلاقتها بنسبة الكروم والكربون كذلك بينها وبين درجات الحرارة ، ففي النسب العالية تتكون كاريبيدات من أنواع (CrM7C3) وكذلك (M3C). [11 – 12]

إن أهم التحولات الطورية التي تحدث في السبيكة عالية الكروم عند التبريد بسرعة عالية هي التحول المارتنسايتي الذي يبدأ في درجة حرارة (Ms) ، [14 - 16] ويستمر هذا التحول عند زيادة نسبة الكربون أو بزيادة نسب عناصر السبيكة كما في المعادلة (1):

$$Ms=561-474(C\%)-33(Mn\%)-17(Ni\%)-17(Cr\%)-21(Mo\%) \dots (1)$$

وتكون سبيكة (Fe-Cr) عالية الكربون قابلة للمعاملات الحرارية وتحسين خواصها [17]. وعند انخفاض درجة الحرارة دون (200)م° يأخذ المارتنسايت شكلاً مسطحاً أو متشابكاً. وقد يستمر التحول المارتنسايتي إلى درجات واطئة [15]

ويعتبر التحليل الحراري ايسط طرق فحص التحولات الطورية وأكثرها استعمالاً في التسخين او التبريد البطيء لسبائك معروفة التركيب الكيميائي . لذلك تم اختيارها طريقة الفحص لهذا البحث .

### تكوين مخططات الأطوار:

إن المعلومات اللازمة لتكوين أو رسم مخططات الأطوار يمكن الحصول عليها بعدة طرق أو (تقنيات) :

- 1- التحليل الحراري (THENMAL ANALYSIS) .

٢- الدراسات الميكروسكوبية (MICROSCOPIC STUDIES).

٣- الفحص بأشعة (X) . (X-RAY DIFFRACTION).

ويعتبر التحليل الحراري أبسط تلك الطرق وأكثرها استعمالاً. في التسخين البطيء أو التبريد البطيء لسبائك معروفة التركيب الكيماوي وأثناء قياس دقيق لدرجات الحرارة للسبيكة بفترات زمنية مناسبة. ولذلك تم اختيار طريقة التمدد لتحديد مخططات الأطوار (Dilatometric).

ويمكن الحصول على مخطط يبين تغير درجة الحرارة مع الزمن، أي أن أي تغير في اتجاه المخطط ( المنحني) يمثل تغير في الطور في تلك الدرجة. ويمكن تحويل مخططات (درجة الحرارة- الزمن) إلى مخططات أكثر وضوحاً تشمل العلاقة بين سرعة التبريد والاستطالة النسبية. ويرسم خطوط بداية ونهاية التحول في الطور يمكن تحديد حدود مجال التحول الطوري. كما ويمكن تحديد درجات حرارة حدوث التحولات الطورية في السبيكة

ويعرف المارتنسايت بأنه محلول صلب لحديد ( $\alpha$ ) يحتوي على نسبة من الكربون تفوق الإشباع. تكون صلابته عالية جداً خاصة عندما يحتوي على توزيع متجانس من الكريبيدات كما في حالة السبيكة (BC 18). ويحدث التحول المارتنسايتي للأوستنايت عادة في درجات حرارة تقل كثيراً عن درجة حرارة التحول البينكتويدي، عندما تزيد سرعة تبريده الأوستنايت عن سرعة التبريد الحرجة للتحول البينكتويدي ولا تعتبر عملية تكوين المارتنسايت عكسية إذ لا يتحول أوستنايت مره ثانية عند تسخينه إلى درجات حرارة أقل من درجة حرارة التحول البينكتويدي. ويبدأ التحول المارتنسايتي عند درجة الحرارة (MS) التي ترمز إلى بداية ذلك التحول [16,14]. ويستمر التحول المارتنسايتي للأوستنايت على مدى واسع نسبياً من درجات الحرارة.

وتنخفض درجة حرارة بداية التحول المارتنسايتي عند زيادة نسبة الكربون أو بزيادة عناصر السبيكة كما في المعادلة التالية [15]:

$$MS(C^{\circ})=561-474(C\%)-33(MN\%)-17(NI\%)-17(CR\%)-21(MO\%) \dots (2)$$

#### المواد والطرق المستخدمة:

تضمن هذا القسم من البحث مجموعة من الفحوصات التي أظهرت النتائج الواردة في أدناه.

#### عملية صهر السبيكة وفحص تركيبها:

لقد تمت عملية صهر سبيكة الحديد عالية الكروم نوع (BC 18) في فرن حث كهربائي متوسط التردد (induction furnace coreless Medium Frequency) ذي تردد (400 - 600) هيرتز تتراوح (3.5 - 4) ميغاواط. وبعد صهر شحنة المواد تؤخذ عينة أولية من المنصهر وتصب في قالب نحاسي بشكل أقراص ذات قطر (30) ملم تقريباً ليتم تحليل تركيبها الكيميائي بجهاز التحليل الطيفي وعند معرفة تركيب السبيكة المصهورة تحسب كميات المواد المراد إضافتها لتحقيق التركيب الكيميائي المطلوب من سبائك الكروم الموليبدنيوم والمنغنيز والسيلكون مع الحديد. وعند إتمام عملية الصهر يؤخذ نموذج جديد من السبيكة لفحصه والتأكد من مطابقة تركيبه للنسب المطلوبة. وقد تحدث بعض التغيرات البسيطة بين صهره وأخرى وضمن حدود المسموح بها. وفي الجدول رقم (1) يظهر نتيجة تحليل التركيب الكيماوي لسبيكة الحديد - عالية الكروم (BC18) المستعملة في البحث.

#### عملية فحص التمدد (Dilatation)

لتحديد نقاط التحول الطوري لسبيكة الحديد- كروم BC 18 تحدث في سبيكة الحديد- كروم نوع BC 18 تحولات طورية عديدة في تركيبها المجهرى أثناء تسخينها وتبريدها بسرعة مختلفة. وقد استعمل جهاز فحص التمدد (Dilatometer) نوع (402ES 3/6) إنتاج شركة Geratebau لغرض تسجيل التغير الحاصل في طول النموذج المستعمل لهذا الغرض والذي تكون أبعاده الأولية: (الطول 50 ملم والقطر 5-5.5 ملم) أثناء عملية التسخين أو التبريد بسرعة معينة.

وتجدر الإشارة إلى إن الأحداثي الأفقي في المنحني الذي يرسمه الجهاز يمثل الزمن في حين يمثل الأحداثي الشاقولي درجة الحرارة معبر عنها بوحدات فرق الجهد (ملي فولت) والتغيير بالطول (ميكرون)، كما يتضح في الشكلين (4,5) ومنها يمكن معرفة وقت التحول الطوري. ومن أجل تحديد واضح لنقاط التحول فقد تم تحويل تلك المنحنيات بالاستعانة بجدول خاصة إلى منحنيات أخرى يمثل الأحداثي الأفقي فيها درجة الحرارة والشاقولي يمثل مقدار التمدد النسبي للنموذج المستعمل في الفحص.

ويتضح من خلال الأشكال (6-10) مواقع التحولات الطورية الحاصلة في هذه السبيكة عند التسخين والتبريد بسرعة (2، 10، 20، 50 و 100) م°/ الدقيقة. وللزيادة في توضيح مواقع درجات حرارة التحول الطوري عند التسخين والتبريد لسبيكة الحديد -كروم (BC 18) فقد نظمت في الجدول رقم (2). وقد تم تصنيع نماذج فحص

التمدد لتحديد بداية ونهاية التحولات الطورية من أجزاء مصبوبة من سبيكة الحديد- كروم نوع ( BC 18 ) وذلك بعملية التشغيل بالمخرطة للحصول على الأبعاد القياسية المطلوبة والملائمة للفحص ، حيث كان طول كل نموذج (50) ملم وقطره يتراوح بين (5- 5.5) ملم توضع في فرن التسخين العائد لجهاز الفحص ويربط مع النموذج مزدوج حراري (Thermocouple) متصل بمنظومة لرسم منحنى يمثل الاحداثي الشاقولي درجات الحرارة المعبر عنها بوحدات فرق الجهد (Microvolt) وكذلك التغير الحاصل من طول النموذج (Micron) ويمثل الاحداثي الأفقي الفترة الزمنية (بالدقيقة) .

### النتائج:

لقد أمكن التوصل إلى النتائج التالية من خلال هذا البحث وكما يلي :

- 1- تحديد بداية ونهاية التحولات الطورية في سبيكة الحديد عالية الكروم موضوعة البحث أثناء التسخين والتبريد بمعدلات سرعة مختلفة (2، 10، 20، 50، 100) °م / الدقيقة وكما مؤشر في الجدول (2) .
- 2- إن درجة حرارة بداية ونهاية التحول إلى الأوستنايت أثناء التسخين ازدادت بزيادة سرعة التسخين .
- 3- إن فترة التحول إلى الأوستنايت عند التسخين قلت بزيادة سرعة التسخين .
- 4- إن درجات حرارة بداية ونهاية التحولات الطورية عند التبريد بمعدلات التبريد المشار إليها في الفقرة (1) أعلاه قلت بزيادة سرعة التبريد .
- 5- إن الفترة الزمنية للتحولات الطورية أثناء التبريد قلت كذلك بزيادة سرعة التبريد .
- 6- يمكن تحديد التحولات الطورية الحاصلة عند التبريد بأنها تحولات إلى محلول (α-Cr) في التبريد بطيء السرعة وظهور التحول البيوتكتويدي وكذلك تكوين كبريدات الكروم أو الحديد كروم أو الحديد كروم عند سرعة التبريد المتزايدة (10-50) °م / الدقيقة إلى جانب وجود نسبة من بقايا الأوستنايت .
- 7- عند التبريد بمعدل (100) °م / الدقيقة بدء التحول المارتنسايتي في درجة (144) °م / الدقيقة وانتهى في درجة حرارة (55) °م كما يتضح من المنحنى واستغرق فترة 43.5دقيقة، حيث لا يحدث تحول غيره في هذه الدرجة الحرارية الواطنة وقد تميز هذا التحول إلى المارتنسايت بالتمدد كما يظهر من المخططات المبينة في نهاية البحث حيث تميزت بقية التحولات الحاصلة بالتقلص أثناء التبريد .

### مناقشة النتائج:

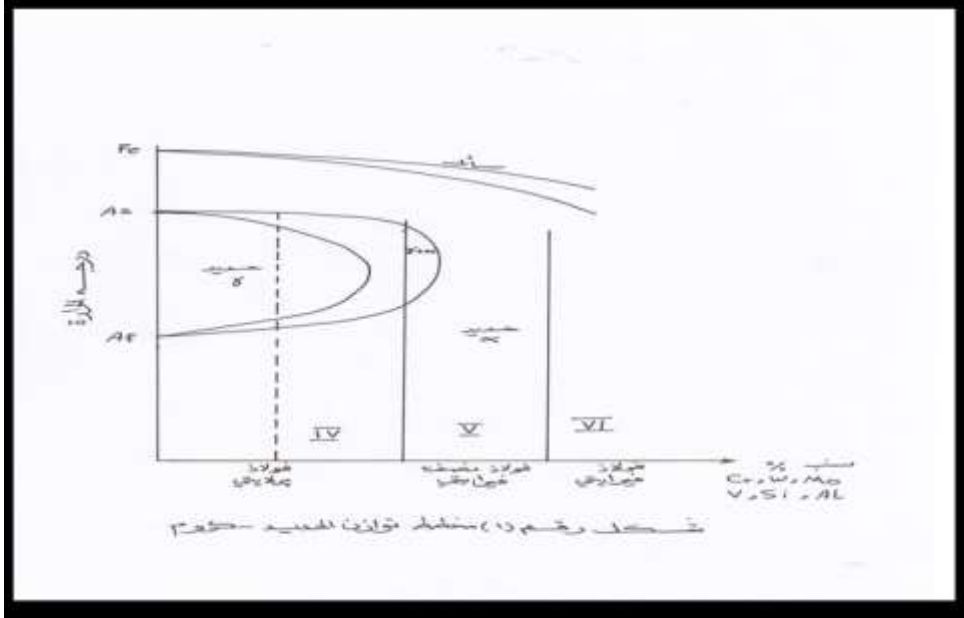
إن أهمية تحديد نقاط التحولات الطورية تحتل مكانة عالية في تحسين مواصفات الفولاذ وخاصة متانة الشد والصلادة بعد المعاملات الحرارية التي هي ليست ضمن مجال بحثنا. لقد وجد العديد من الباحثين مجال واسعاً للبحث في تركيب الفولاذ وخواصه والعمليات التكنولوجية اللازمة للحصول على الخواص المطلوبة. ولا يزال البحث مستمر لتحسين خواص الفولاذ عالي المتانة . وفي هذا المجال تم تخصيص التركيب المجهرى المراد تحسينه وتحديد ديناميكية والية التحولات الطورية وعمليات التبلور الحاصلة جرائها . إن تسخين هذه السبيكة بالمعدلات (100-2) °م/دقيقة إلى درجات حرارة (950) °م أو أعلى قليلاً تؤدي إلى تحولها إلى الأوستنايت أو محلول (α - X ) حسب نسب الكربون والكروم كما مبين في الشكل (1) . كثير من الاجهادات تكون مسؤولة عن الأشكال المهمة للتركيب الناتج . لم يحدد الباحثون التأثيرات الحرارية الميكانيكية لعملية التحول الطوري . إن تحول الأوستنايت يزيد من الخواص الميكانيكية للسبيكة وطريقة تكون النواة الأولى وبداية التحول المارتنسايتي (Ms) بالنسبة لدرجة الحرارة بعد عملية التحول [16] وان هذا التحول يصاحبه تقلص في الطول أو الحجم لان كثافة الأوستنايت أكثر من كثافة بقية نواتج التحولات من الأطوار، في حين يحصل التمدد عند التحول المارتنسايتي وكما يظهر بوضوح في المنحنيات التي أمكن الحصول عليها نتيجة فحص التمدد ( Dilatometric tests ) وعلى ضوء هذه النتائج يمكن تحديد أنواع وسائل تبريد السبيكة (أي تحديد معدل سرعة التبريد) لغرض الحصول على التركيب المطلوب وذلك بالمعاملات الحرارية كما يمكن تقليل نسبة الأوستنايت المتبقي بمراجعة السبيكة بعد تصليدها ، في درجات حرارة مناسبة تسمح لبقايا الأوستنايت بالتحول إلى المارتنسايت وإزالة الكثير من الاجهادات الداخلية التي تسبب تشوهات في التركيب البلوري للسبيكة وبذلك تتحقق حالة أكثر استقرارا في التركيب البلوري لهذه السبيكة مع الاحتفاظ بخواص ميكانيكية عالية.

جدول رقم (1) التركيب الكيميائي لسبيكة الحديد - \* كروم ( BC 18 ) بنسب وزنيه

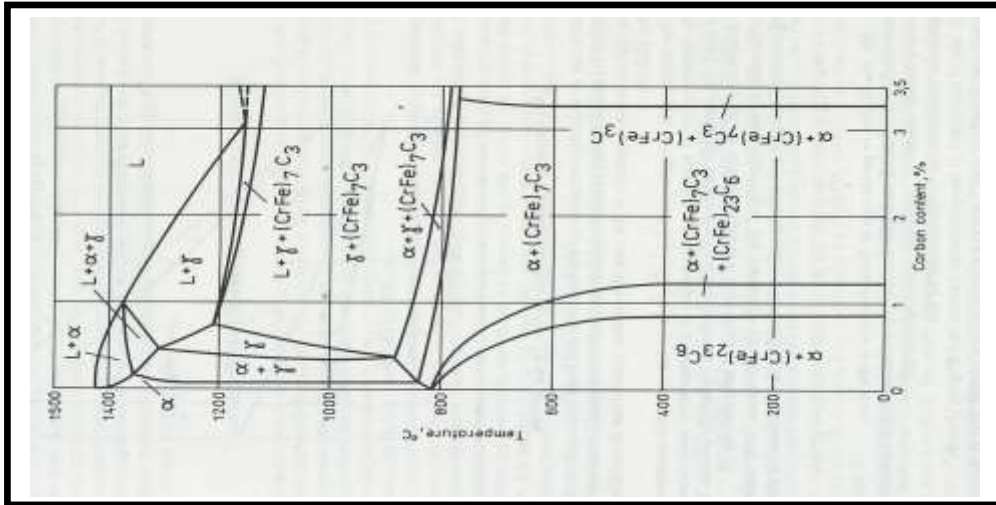
العناصر	Al	v	P-S	Cu	Mo	Ni	Cr	Mn	Si	C
نسبها %	0.002	0.05	0.033	0.22	0.35	0.22	14.7	0.45	0.93	2.45

جدول (2) نتائج الفحص بجهاز التمدد بين بداية ونهاية التحولات الطورية

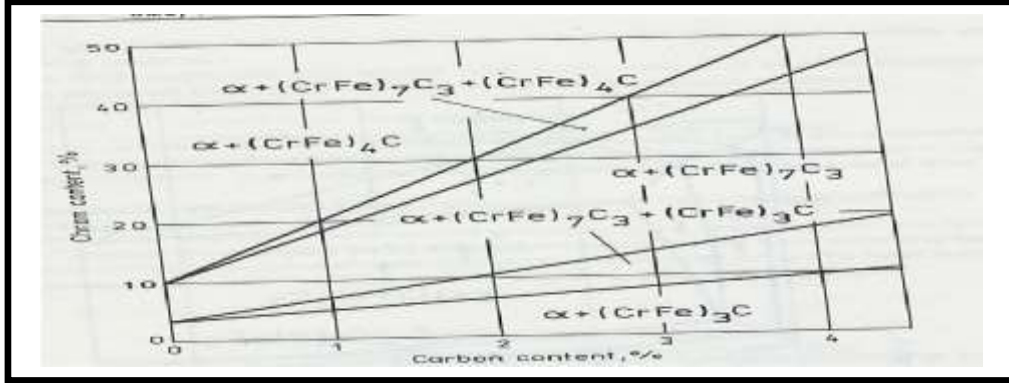
نوع السبيكة	سرعة التسخين د/°م	سرعة التبريد د/°م	التحولات					
			أثناء التسخين			أثناء التبريد		
			درجة بداية التحول °م	درجة نهاية التحول °م	طول فترة التحول دقيقة	درجة بداية التحول °م	درجة نهاية التحول °م	طول فترة التحول دقيقة
BC 18	2	2	804	851	20.5	777	736	23.5
حديد عالي الكروم	10	10	819	866	4.5	758	690	7.0
	20	20	833	888	2.25	742	679	4.0
	50	50	847	918	1.0	722	656	3.75
الكروم	---	100	----	---	---	144	55	43.5



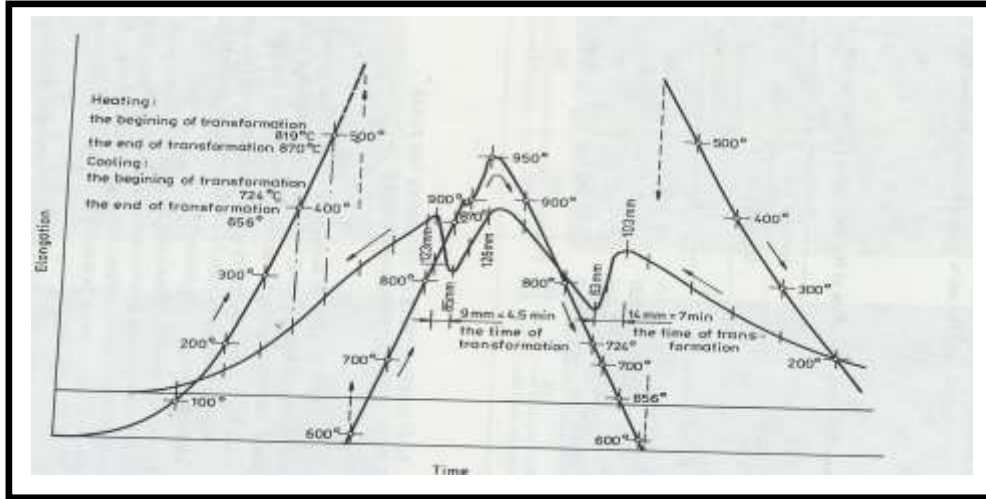
شكل رقم (1) العلاقة بين الحديد والكروم



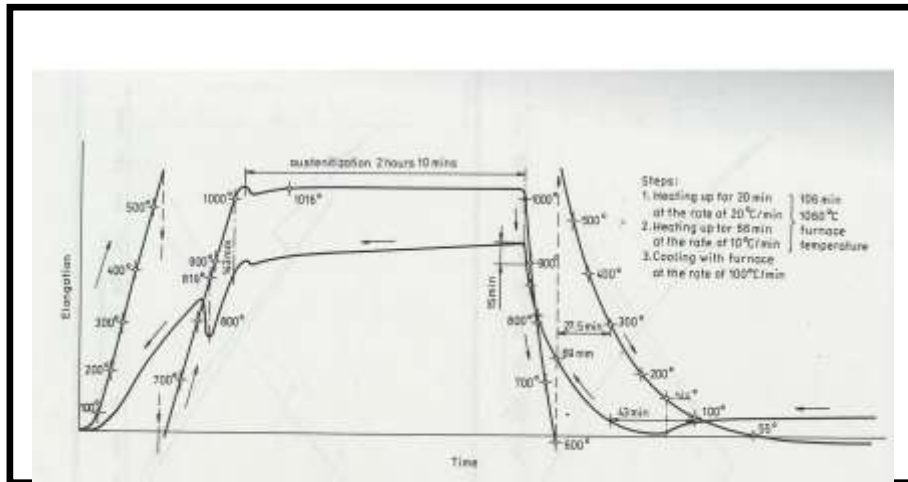
شكل رقم (2) تأثير نسبة الكربون ودرجة الحرارة على نوع الكريبيدات المتكونة والتراكيب الاساسي للسبيكة المحتملة (0-15%) ك.م



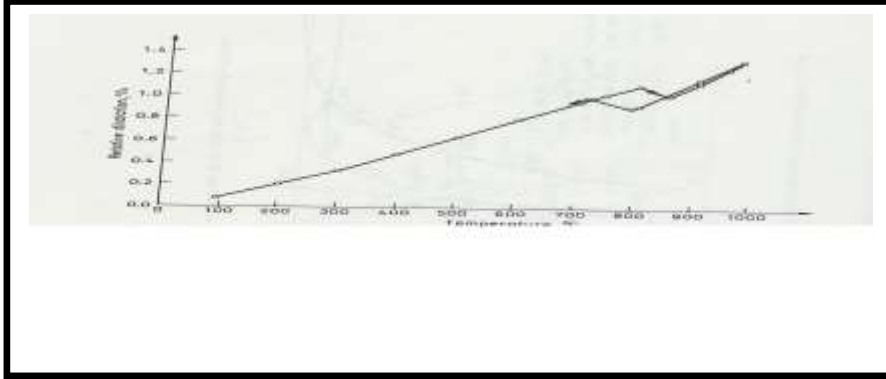
الشكل رقم (3) العلاقة بين نسبة الكروم والكربون وانواع الكريبيدات المتكونة في تركيب السبيكة (Fe- Cr - C).



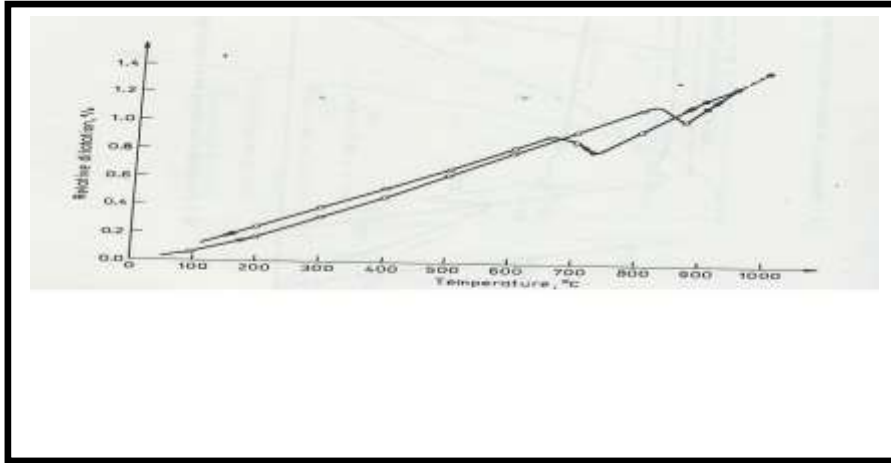
شكل رقم (4) تحديد نقاط التحول الطوري للسبيكة (Bc18) عند التسخين والتبريد بمعدل (10) م / دقيقة .



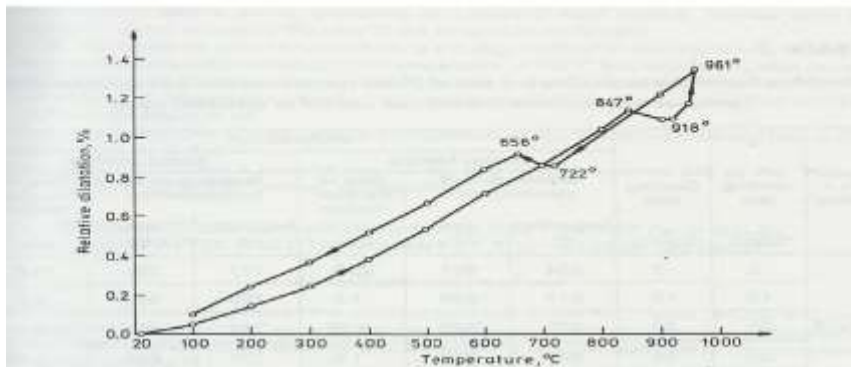
شكل رقم (5) تحديد نقاط التحول الطوري للسبيكة (Bc18) عند التسخين كما مبين أعلاه والتبريد بمعدل (100) م/دقيقة .



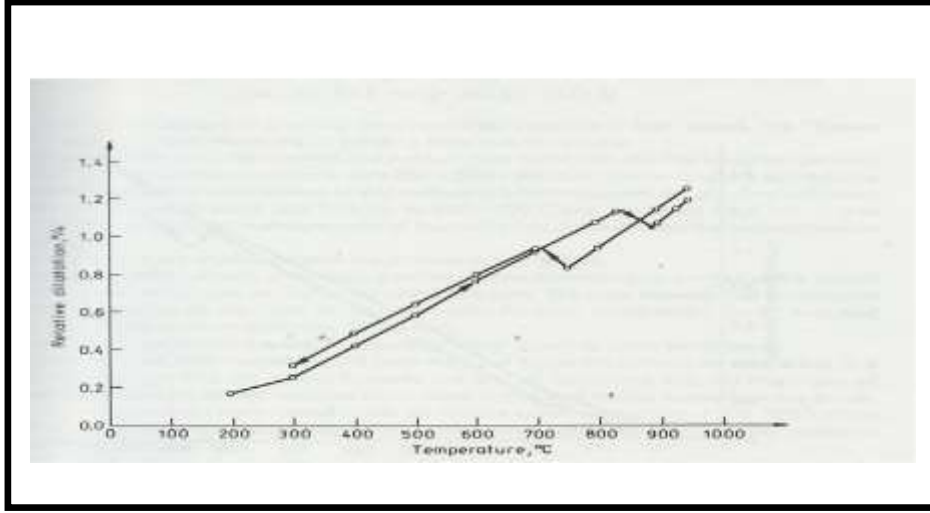
شكل رقم (6) منحنى التمدد عند التسخين والتبريد للسبيكة (Bc18) بمعدل (2) م/دقيقة .



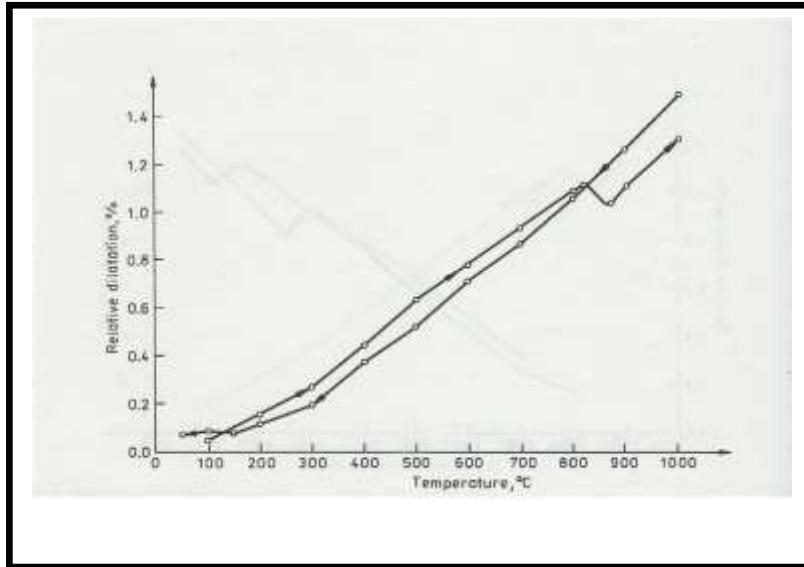
شكل رقم (7) منحنى التمدد عند التسخين والتبريد للسبيكة (Bc18) بمعدل (10) م/دقيقة



شكل رقم (8) منحنى التمدد عند التسخين والتبريد للسبيكة (Bc18) بمعدل (20) م/دقيقة



شكل رقم (9) منحنى التمدد عند التسخين والتبريد للسبيكة (Bc18) بمعدل (50) م / ° دقيقة .



شكل رقم (10) منحنى التمدد عند التسخين والتبريد للسبيكة (Bc18) بمعدل (100) م / ° دقيقة

## REFERENCE

## المصادر

- [1]. F.Liu ,F. Sommer /Analysis of solid state phase trans. Kinetics/2014
- [2].LIEVEN Bracker and Greet-Springer-Influence of phase transformation on Mechanical properties of high-strength-Austenitic Fe-Cr-Mn steel-2014.
- [3].Link Springer.com/10-1007-Influence of Cr on phase transformation of martensite.-2013
- [4].PTM-WWW-Brager masrter org.-solid-solid phase transformation in inorganic material – PTM- 2015
- [5]. Metaoznawstwo – Czwsoc. II - Karol przybylowicz – Krakow 1982 . p.157



- [6]. Production of Ferroalloys – M.Riss – Moscow 1976 . p.169 .
- [7]. Alloy cast irons Metal – Handbook – 9ted . ASM vol.1 p.75 .
- [8]. Wysoko chromowa p.638 Metaloznastwo I odlewnictwo Zeliwa – CZ.Podrzucki ICZ. Kalata – Wyd. II – 1976.
- [9]. Metal Process Engineering – p. Polikhin – Mir Publisher – Moscow 1973. P.112 .
- [10]. Heat treatment of Ferrous alloys – charli R. , Brooks . New York – London – 1979 – p.29.
- [11]. The physical metallurgy of steels – Leslie International Student Edition – London – Tokyo- 1982- p.211 .
- [12]. Engineering physical Metallurgy – Prof. Lakhtin – Mir. Publicher – Moscow – p.151 .
- [13] – Steel Topics – High Chrom Steels – Quench hardening of steel 2009- UK.
- [14] – Stainlees steel – T.Sourmail –Filellg –Stainlees steel .htm.
- [15]. Transactions of the foundry Research inst. – Tom xl 11 - 1992 J.pioskowski and Khidhair J. Mohammed. (( Nasser Method of heat treatment of grinding balls cast in Fe – Cr alloy (Bc 18) .
- [16].Khidhair Jasim. Influence of heat treatment on hardness and microstructure of high (Cr-iron) alloy. S.J.P.U of Tech. vol27- No-9-2009-baghdad.
- [17] . wood head publishers conclusion about phase transf. / 2012 .