

Thesis Title	Precipitation in 22wt%Cr-0.037wt%C Cast Duplex Stainless Steel	
Author	Mr. SurasakKuimalee	
Degree	Doctor of Philosophy (Materials Science)	
Thesis Advisory Committee	Assoc. Prof. Dr. TorraninChairuangstri	Advisor Assoc.
	Prof. Dr. NarinSirikulrat	Co-advisor Prof. Dr.
	SomchaiThongtem	Co-advisor

ABSTRACT

The microstructure and crystallography of cast 22wt%Cr-0.037wt%C duplex stainless steel have been studied by light microscopy (LM), scanning electron microscopy (SEM), electron probe microanalysis (EPMA), conventional transmission electron microscopy (CTEM) and field emission guntransmission electron microscopy (FEGTEM) with the electron energy loss spectroscopy (EELS). Precipitation behaviour in anisothermal and isothermal heat-treated steel was investigated.

The steel was produced by induction melting and refined before pouring by Argon-Oxygen-Decarburisation (AOD). The samples for this study were taken from a cast keel block measuring 300 x 150 x 40 mm. The specimens were prepared in a square centimetre in cross section. They were then solution heat-treated at 1175 °C for

1 hr. LM revealed that the as-cast duplex structure contained primary austenite (γ_1), delta ferrite (δ) and secondary phases in δ areas. On the other hand, solution heat-treated steel consisted of only γ_1 and δ , which were presented in approximately equal area fractions.

For anisothermally heat-treated steel, the sample was heated from room temperature to 1175 °C for 1 hr. After that, it was cooled down in the furnace, which was shut down and left overnight after heat treatment. LM showed that the furnace cooling resulted in a duplex microstructure of γ_1 and δ but with a secondary phase, which had a negative effect on corrosion resistance, at the γ_1/δ interphase boundaries. SEM and TEM investigations of the secondary phase revealed that its size was about 200-500 nm and faulting contrast was observed in TEM images. SEM-EDS shows some carbon content in this phase, but characterisation of this phase by SADP was ambiguous. A method for quantitative analysis using EELS in the TEM was therefore applied. This method utilises a standard-based *k*-factor approach, and together with the results from spot TEM-EDS, the composition of this complex secondary phase has been estimated to be $(\text{Cr}_{1.52} \text{Fe}_{2.33} \text{Mo}_{1.25} \text{Ni}_{0.17} \text{Si}_{0.46})\text{C}$, which is close to M_6C stoichiometry.

In the case of isothermally heat-treated steel, the samples were solution-treated at 1175 °C for 1 hr in a box furnace followed by water quenching. Isothermal heat treatment was carried out at 500, 600, 700, 800, 900 and 1000 °C for the holding times of 8, 16 and 32 hrs, and for 2, 4, 6, 8, 16 and 32 hrs for 800 °C, followed by water quenching. SEM and CTEM revealed that four secondary phases including χ (χ), σ (σ), secondary austenite (γ_2) and M_{23}C_6 were found after isothermal transformation within the temperature range 500-900 °C. These phases and the

surrounding matrices are easily distinguishable by the contrast levels in back-scattered electron images in scanning electron microscopy in the brightness order of $\chi > \sigma > \gamma_1$ or $\gamma_2 > \delta > M_{23}C_6$. However, TEM-SADP alone cannot identify these phases and CBED is favourable for phase identification in DSS. The morphology of these phases in cast and wrought steels is different. Although, almost all secondary phases are the same as those from both steels, but Cr_2N could not be found in the cast steel. Furthermore, these phases result in a deterioration in corrosion resistance. Transformation sequences at different transformation temperatures can be suggested as:

700 °C

At δ/γ_1 interphase boundaries : $\delta_1 \rightarrow \delta_2 + \text{carbide}$

$\delta_2 \rightarrow (\gamma_2 + \chi)$ aggregates

Inner- δ

: $\delta_1 \rightarrow \delta_2 + \text{globular } \chi$

$\delta_2 \rightarrow (\gamma_2 + \sigma)$ aggregates

800 °C

At δ/γ_1 interphase boundaries : $\delta_1 \rightarrow \delta_2 + \text{carbide}$

$\delta_2 \rightarrow (\gamma_2 + \chi)$ aggregates

Inner- δ

: $\delta_1 \rightarrow \chi + \text{eutectoid } (\gamma_2 + \sigma)$

$\chi \rightarrow \sigma$

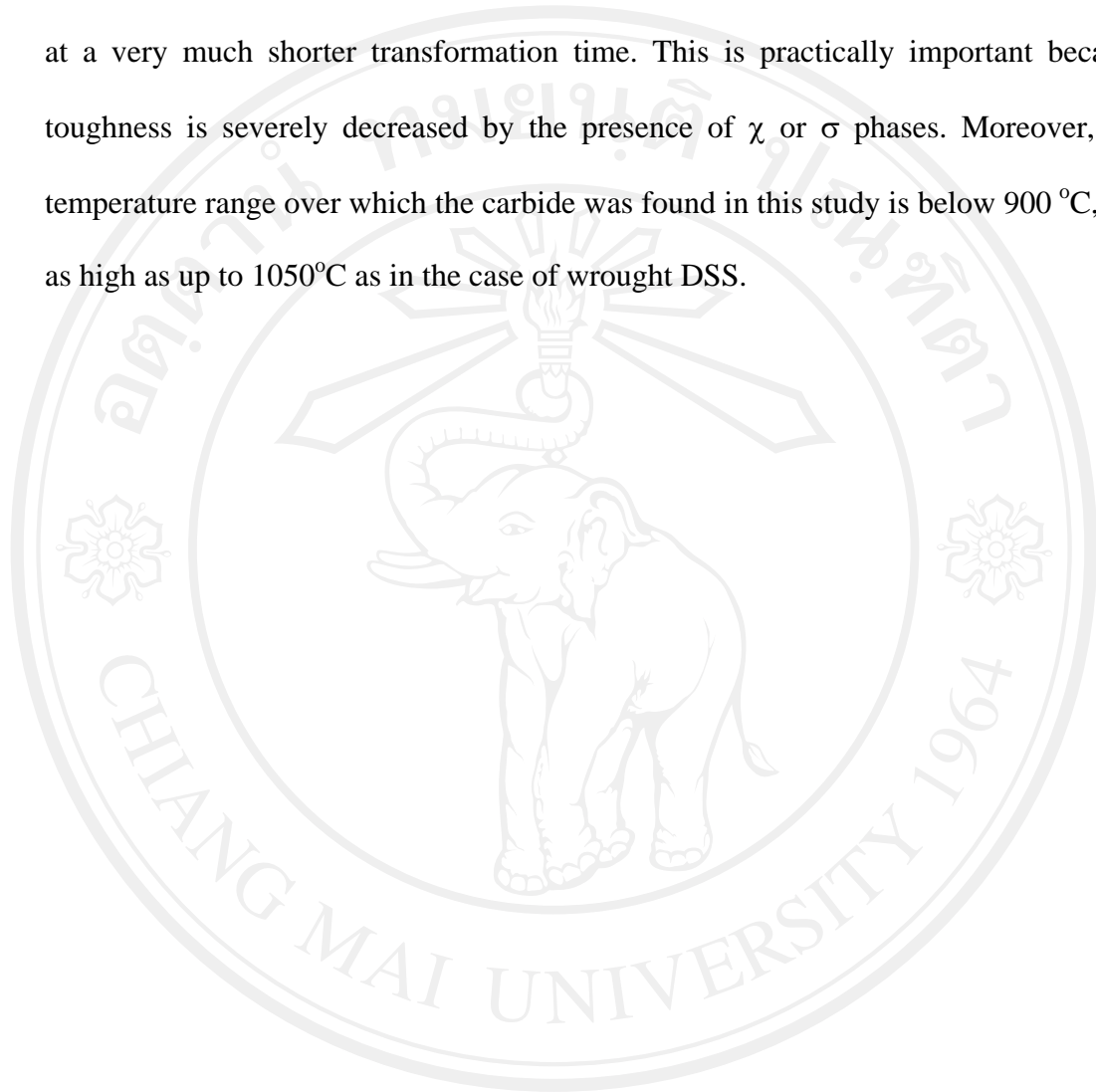
900 °C

Inner- δ

: $\delta_1 \rightarrow \chi + \text{eutectoid } (\gamma_2 + \sigma)$

$\chi \rightarrow \sigma$

A tentative TTT-diagram of this steel is different from that of wrought DSS reported previously. χ was found at higher temperature at least up to 900 °C and formed at a very much shorter transformation time. This is practically important because toughness is severely decreased by the presence of χ or σ phases. Moreover, the temperature range over which the carbide was found in this study is below 900 °C, not as high as up to 1050°C as in the case of wrought DSS.



ลิขสิทธิ์มหาวิทยาลัยเชียงใหม่
Copyright© by Chiang Mai University
All rights reserved

ชื่อเรื่องวิทยานิพนธ์	การตกตะกอนในเหล็กกล้าไร้สนิมหล่อดูเพล็กซ์ที่ประกอบด้วย โครเมียม 22 เปอร์เซ็นต์โดยมวลและคาร์บอน 0.037 เปอร์เซ็นต์โดยมวล	
ผู้เขียน	นายสุรศักดิ์ กุยมาลี	
ปริญญา	วิทยาศาสตร์ดุสิตบัณฑิต (วัสดุศาสตร์)	
คณะกรรมการที่ปรึกษาวิทยานิพนธ์	รศ. ดร. ชรณินทร์ไชยเรืองศรี	อาจารย์ที่ปรึกษาหลัก
	รศ. ดร. นรินทร์ศิริกุลรัตน์	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม
	ศ. ดร. สมชาย ทองเต็ม	อาจารย์ที่ปรึกษาร่วม

บทคัดย่อ

ได้ศึกษาโครงสร้างจุลภาคและผลึกศาสตร์ของเหล็กกล้าไร้สนิมดูเพล็กซ์ที่ประกอบด้วยโครเมียม 22 เปอร์เซ็นต์โดยมวลและคาร์บอน 0.037 เปอร์เซ็นต์โดยมวลด้วยจุลทรรศน์ศาสตร์แสง (แอลเอ็ม) จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราด (เอสอีเอ็ม) จุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านดั้งเดิม (ซีทีอีเอ็ม) และจุลทรรศน์ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องผ่านชนิดปืนปลดปล่อยด้วยสนาม (เอฟอีอีเอ็ม) และสเปกโทรสโกปีการสูญเสียพลังงานของอิเล็กตรอน (อีลซ์) และได้ศึกษาการตกตะกอนของเหล็กกล้าไร้สนิมสภาวะหลังหล่อ หลังการปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิไม่คงที่และอุณหภูมิคงที่

เหล็กกล้าถูกหลอมแบบอินดักชันและทำให้บริสุทธิ์ก่อนเตาด้วยอาร์กอน-ออกซิเจน-ดีคาร์บูไรเซชัน ตัวอย่างในการศึกษานี้นำมาจากแท่งหล่อขนาด 300 x 150 x 40 มิลลิเมตร ตัวอย่างถูกเตรียมให้มีขนาดพื้นที่หน้าตัดหนึ่งตารางเซนติเมตร จากนั้นทำเป็นสารละลายของแข็งที่อุณหภูมิ 1175 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง ภาพจากกล้องจุลทรรศน์แสงแสดงโครงสร้างของเหล็กกล้าหลังหล่อประกอบด้วย ออสเทนไนต์ปฐมภูมิ (แกมมา) เดลตาเฟอร์ไรต์ (เดลตา) และวัฏภาคทุติยภูมิในพื้นที่เดลตา ในทางตรงข้ามโครงสร้างของชิ้นงานหลังทำสารละลายของแข็งประกอบด้วย แกมมา และเดลตา ที่มีอัตราส่วนพื้นที่เท่ากันโดยประมาณ

สำหรับเหล็กกล้าหลังปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิไม่คงที่ ซึ่งงานถูกเพิ่มอุณหภูมิ จากอุณหภูมิห้องถึง 1175 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมง จากนั้นถูกทำให้เย็นโดยปล่อยให้ข้ามคืนใน เตาเผาที่ถูกล็อค แอลเอ็มแสดงโครงสร้างของเหล็กกล้าหล่อดูเพล็กซ์จากผลของการเย็นตัวในเตาเผา ประกอบด้วยแกมมา, เดลตา และวัฏภาคทุติยภูมิที่ส่งผลเสียต่อความต้านทานการกัดกร่อน ณ ตำแหน่งรอยต่อวัฏภาคแกมมา, เดลตา การตรวจสอบวัฏภาคทุติยภูมิด้วยเอสอีเอ็มและทีอีเอ็ม แสดง ขนาดเกรนประมาณ 200-500 นาโนเมตรและความต่างความเข้มจากการจัดเรียงระนาบ เอสอีเอ็ม- อีดีเอสแสดงปริมาณคาร์บอนในวัฏภาคนี้ แต่การตรวจสอบลักษณะเฉพาะของวัฏภาคนี้ด้วย เอสอีดีพีไม่สามารถระบุได้ชัดเจน ดังนั้นจึงใช้วิธีปริมาณวิเคราะห์โดยใช้อัลซันในทีอีเอ็ม วิธีนี้ใช้ค่า ปัจจัยตรวจแก้ k จากสารมาตรฐานรวมกับผลที่ได้จากทีอีเอ็ม-อีดีเอสแบบจุด ส่วนประกอบของวัฏ ภาคทุติยภูมิที่ซับซ้อนนี้ ได้แก่ $(Cr_{1.52} Fe_{2.33} Mo_{1.25} Ni_{0.17} Si_{0.46})C$ ซึ่งใกล้เคียงกับ M_6C

ในกรณีของเหล็กกล้าหลังการปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิคงที่ ซึ่งงานถูกทำเป็น สารละลายของแข็งที่อุณหภูมิ 1175 องศาเซลเซียส นาน 1 ชั่วโมงในเตาเผาแบบกล่องตามด้วยการ ทำให้เย็นอย่างรวดเร็วในน้ำ จากนั้นปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิคงที่ 500, 600, 700, 800, 900 และ 1000 องศาเซลเซียสเป็นเวลานาน 8, 16 และ 32 ชั่วโมง และ 2, 4, 6, 8, 16 และ 32 ชั่วโมง สำหรับ 800 องศาเซลเซียส ตามด้วยการทำให้เย็นอย่างรวดเร็วในน้ำ เอสอีเอ็มและซีทีอีเอ็ม แสดงวัฏภาคทุติยภูมิสี่ชนิด ได้แก่ ไค, ซิกมา, ออสเทนไนต์ทุติยภูมิ และ $M_{23}C_6$ ถูกพบหลังจากการ ปรับสภาพด้วยความร้อนที่อุณหภูมิคงที่ในช่วง 500-900 องศาเซลเซียส วัฏภาคเหล่านี้และเมทริกซ์ สามารถแยกแยะได้จากระดับความต่างความเข้มในภาพอิเล็กตรอนกระเจิงกลับจากจุลทรรศน- ศาสตร์อิเล็กตรอนแบบส่องกราดตามลำดับความสว่างของวัฏภาคต่างๆ จากมากไปน้อยได้แก่ <ไค> <ซิกมา> <แกมมา> หรือ <แกมมา> <เดลตา> < $M_{23}C_6$ > อย่างไรก็ตามทีอีเอ็ม-เอสอีดีพีอย่างเดียวไม่สามารถ ระบุวัฏภาคเหล่านี้ได้ซึ่งซีบีอีดีสามารถช่วยในการระบุวัฏภาคในเหล็กกล้าไร้สนิมหล่อดูเพล็กซ์ สัจฐานวิทยาของวัฏภาคเหล่านี้จากเหล็กกล้าหล่อและเหล็กกล้ารีดมีความแตกต่างกัน แม้ว่าวัฏภาค ส่วนใหญ่ที่พบในเหล็กกล้าทั้งสองชนิดจะเหมือนกันยกเว้น Cr_2N ที่ไม่พบในเหล็กกล้าหล่อ นอกจากนี้วัฏภาคเหล่านี้ทำให้ความต้านทานการกัดกร่อนของเหล็กกล้าลดลง ลำดับการเปลี่ยนวัฏ ภาค ณ อุณหภูมิต่างๆ สามารถเสนอได้ดังนี้

700 องศาเซลเซียส

รอยต่อของเดลตา/แกมมา₁ : เดลตา₁ → เดลตา₂ + คาร์ไบด์

เดลตา₂ → กลุ่ม (แกมมา₂ + ไค)

ภายในเดลตา

: เดลตา₁ → เดลตา₂ + ไค รูปร่างกลม

เดลตา₂ → กลุ่ม (แกมมา₂ + ซิกมา)

800 องศาเซลเซียส

รอยต่อของเดลตา/แกมมา₁ : เดลตา₁ → เดลตา₂ + คาร์ไบด์

เดลตา₂ → กลุ่ม (แกมมา₂ + ไค)

ภายในเดลตา

: เดลตา₁ → ไค + ยูเทคตอยด์ (แกมมา₂ + ซิกมา)

ไค → ซิกมา

900 องศาเซลเซียส

ภายในเดลตา

: เดลตา₁ → ไค + ยูเทคตอยด์ (แกมมา₂ + ซิกมา)

ไค → ซิกมา

แนวโน้มของแผนภาพที่ที่ที่ ของเหล็กกล้าไร้สนิมหล่อด้วยเหล็กแตกต่างจากของเหล็กกล้ารีด ไคถูกพบที่อุณหภูมิสูงอย่างน้อยถึง 900 องศาเซลเซียสและเกิดขึ้นเร็วมาก สิ่งนี้มีความสำคัญเชิงปฏิบัติเพราะความทนแรงฟัดกระทบจะลดลงอย่างมากหากมีวัฏภาคไคหรือซิกมาอยู่ นอกจากนี้ในการศึกษานี้พบคาร์ไบด์ที่อุณหภูมิต่ำกว่า 900 องศาเซลเซียสไม่ได้พบที่อุณหภูมิสูงถึง 1050 องศาเซลเซียสเหมือนเหล็กกล้าไร้สนิมรีดด้วยเหล็ก