



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ ΚΑΙ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΚΑΙ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΧΑΛΥΒΕΣ DUPLEX

Διπλωματική Εργασία της Χριστίνας Γιαννούλη
Επιβλέπων: Αναπλ. Καθ. Ευάγγελος Χριστοφόρου

ΑΘΗΝΑ

ΜΑΡΤΙΟΣ 2010



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ ΚΑΙ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΚΑΙ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΧΑΛΥΒΕΣ DUPLEX

Διπλωματική Εργασία της Χριστίνας Γιαννούλη

Επιβλέπων: Αναπλ. Καθ. Ευάγγελος Χριστοφόρου

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 5/02/2010

Ευάγγελος Χριστοφόρου, Αναπλ. Καθηγητής.....

Χρήστος Παναγόπουλος, Καθηγητής.....

Γεώργιος Φούρλαρης, Αναπλ. Καθηγητής.....

ΑΘΗΝΑ
ΜΑΡΤΙΟΣ 2010

*Copyright © Χριστίνα Γιαννούλη, 2010
Με επιφύλαξη κάθε δικαιώματος. All rights reserved*

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Με το πέρας της διπλωματικής μου εργασίας, θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους ανθρώπους που συνέβαλαν με κάθε τρόπο στην ολοκλήρωσή της.

- Τον κύριο Χριστοφόρου Ευάγγελο, αναπληρωτή καθηγητή ΕΜΠ, για την ανάθεση του θέματος και την καθοδήγησή του καθ' όλη την διάρκεια ολοκλήρωσης του.
- Τους κυρίους Δρ. Παναγόπουλο Χρήστο, καθηγητή ΕΜΠ και Δρ. Φούρλαρη Γεώργιο, αναπληρωτή καθηγητή ΕΜΠ, ως μέλη της τριμελούς εξεταστικής επιτροπής καθώς και για την διασαφήνιση ορισμένων θεμάτων και την ανάλογη υπόδειξη εκ μέρους τους.
- Τον κύριο Γεώργιο Τσανανά, τομέαρχη του κέντρου ΚΔΕΠ (Κέντρο Δοκιμών Ερευνών και Προτύπων) που υπάγεται στην ΔΕΗ, που επέτρεψε την διεξαγωγή των σκληρομετρήσεων στο ομώνυμο κέντρο καθώς και τους εκεί εργαζόμενους Σταμέλλου Β. και Λουκά Τ. που βοήθησαν στην πρακτική διεξαγωγή των αποτελεσμάτων.
- Τον κύριο Τσακιρίδη Πέτρο Δρ. Χημικό Μηχανικό, για την πολύτιμη βοήθειά του στον χειρισμό των μηχανημάτων που διεξάγουν πληροφορίες για την μικροδομή των μετάλλων καθώς και για την περαιτέρω ανάλυση των πληροφοριών αυτών.
- Τον κύριο Κοσμά Κώστα, Δρ. Μηχ.Μετ.Μετ. και την κυρία Μπάλλιου Αγγελική, Διπλωματούχο Μηχανικό ΣΕΜΦΕ, για τις πολύτιμες συμβουλές τους και την παρεχόμενη βοήθεια τους σε γραπτό και προφορικό επίπεδο.
- Όλο το προσωπικό του εργαστηρίου μεταλλογνωσίας για το ευχάριστο περιβάλλον και την ευγενή άμιλλα με ιδιαίτερη έμφαση στους κυρίους υποψήφιους διδάκτορες Μηχ.Μετ.Μετ. Κοκκωνίδη Παναγιώτη, και Ορφανό Παναγιώτη, για την πρακτική βοήθειά τους σε θέματα τεχνικών και επιπλέον τον πρώτο και σε θεωρητικά θέματα.
- Τέλος, ένα τεράστιο ευχαριστώ στην οικογένειά μου για την στήριξη που μου προσέφερε σε όλα τα επίπεδα! Επίσης, στους φίλους μου, συμφοιτητές και μη, και ιδιαίτερος την Βαρούτη Ειρήνη, για την ηθική αλλά και πρακτική συμπαράσταση της.

Πίνακας Περιεχομένων

ΠΕΡΙΛΗΨΗ	8
Εισαγωγή στους μη καταστροφικούς ελέγχους.....	10
1.1 Ορισμός και σκοπός των μη καταστροφικών ελέγχων	11
1.1.1 Ηλεκτρομαγνητικές μέθοδοι.....	13
1.2 Το υλικό	15
1.3 Σκοπός	16
Διφασικοί ανοξειδωτοι χάλυβες	17
2.1 Γενικά χαρακτηριστικά ανοξειδωτων χαλύβων	18
2.1.1 Ορισμός ανοξειδωτων χαλύβων	18
2.2 Κρυσταλλική δομή σιδήρου	20
2.3 Διαγράμματα φάσεων.....	24
2.3.1 ΣΥΣΤΗΜΑ Fe-Cr.....	24
2.3.2 ΣΥΣΤΗΜΑ Fe-Cr-Ni:	25
2.4 Κραματικά στοιχεία.....	28
2.4.1 Χρώμιο (Cr).....	28
2.4.3 Στοιχεία που βοηθούν στην δημιουργία καρβιδίων	30
2.5 Διφασικοί Ανοξειδωτοι Χάλυβες.....	31
2.5.2 ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑ ΤΩΝ ΔΙΦΑΣΙΚΩΝ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ ΚΑΙ ΑΠΟΡΡΕΟΥΣΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ	32
2.6 ΔΙΦΑΣΙΚΟΣ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΟΣ ΧΑΛΥΒΑΣ 2205.....	37
2.6.1 Χημική σύνθεση:	37
2.6.2 Μηχανικές Ιδιότητες	38
2.6.3 ΚΟΠΩΣΗ.....	38
2.6.4 ΑΝΤΟΧΗ ΣΤΗΝ ΔΙΑΒΡΩΣΗ.....	38
2.6.5 ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ	41
2.6.6 ΘΕΡΜΗ ΔΙΑΜΟΡΦΩΣΗ	42
2.6.7 ΨΥΧΡΗ ΔΙΑΜΟΡΦΩΣΗ	42
2.6.8 ΜΗΧΑΝΟΥΡΓΙΚΗ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΜΟΤΗΤΑ.....	42
2.6.9 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ:	43
Πειραματική διαδικασία και θεωρητικές έννοιες αυτής.....	45
3.1 ΤΑΞΙΝΟΜΗΣΗ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ	46
3.1.1 ΔΙΑΜΑΓΝΗΤΙΚΑ, ΠΑΡΑΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΚΑΙ ΦΕΡΡΟΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΥΛΙΚΑ.....	46
3.2 ΒΗΝ: ΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN.....	51

3.2.1 ΘΟΡΥΒΟΣ BARKHAUSEN – ΤΟ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟ!	52
3.3 ΔΟΚΙΜΗ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ	54
3.3.1 Όριο διαρροής	56
3.3.2 Εφελκυστική αντοχή (tensile strength)	57
3.3.3 Ολκιμότητα – Δυσθραυστότητα	57
3.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	58
3.4.1 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ ΜΕ ΔΙΑΤΑΞΗ ΣΗΜΕΙΑΚΗΣ ΜΕΤΡΗΣΗΣ	59
3.4.2 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΜΕΤΑ ΤΗΝ ΑΠΟΦΟΡΤΙΣΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ	70
3.5 ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ	77
3.5.1 ΟΡΙΣΜΟΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ	77
3.5.2 ΜΕΤΡΗΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΥΤΗΣ	78
3.5.3 ΕΛΕΓΧΟΣ ΜΙΚΡΟ-ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ	83
3.5.4 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ	84
3.5.5 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ ΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΕΩΝ	86
3.6 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN ΜΕ ΤΗΝ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ	89
3.6.1 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN ΜΕ ΤΗΝ ΜΑΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΚΑΙ ΤΗΝ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ	89
Μελέτη μικροδομής	93
4.1 SEM (Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης)	94
4.2 Περίθλαση οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (Electron Backscattering Diffraction (EBSD))	98
4.2.1 Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια	98
4.2.2 Η μέθοδος	100
4.3 Πειραματικά αποτελέσματα συσχέτισης των δύο τεχνικών	106
Συμπεράσματα	121
Βιβλιογραφία	123

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η παρούσα διπλωματική εργασία έχει ως θέμα τη συσχέτιση των μαγνητικών ιδιοτήτων, της μηχανικής καταπόνησης και της μικροδομής του διφασικού ανοξείδωτου χάλυβα τύπου 2205. Η μέτρηση των μαγνητικών ιδιοτήτων επιτυγχάνεται μέσω του θορύβου Barkhausen, της μηχανικής καταπόνησης μέσω της δοκιμής του εφελκυσμού ενώ η μικροδομή μελετάται στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM). Επιπλέον χρησιμοποιήθηκε η τεχνική EBSD καθώς και η μικροσκληρότητα – μάκροσκληρότητα για περεταίρω μελέτη της συμπεριφοράς της μικροδομής υπό συνθήκες μηχανικής καταπόνησης. Σκοπός της διπλωματικής εργασίας ήταν η προσπάθεια συσχετισμού των μαγνητικών ιδιοτήτων με τις μεταβολές της μικροδομής μετά από μηχανική καταπόνηση, με απώτερο στόχο την επίτευξη μιας μεθόδου μη καταστροφικού ελέγχου. Ο έλεγχος αυτός θα βασίζεται στην μέτρηση των παραμενουσών εσωτερικών τάσεων του υλικού.

Η διπλωματική εργασία διαρθρώνεται ως ακολούθως:

Κεφάλαιο 1 - Εισαγωγή στους μη καταστροφικούς ελέγχους: Στο παρόν κεφάλαιο ορίζεται η σημασία των μη καταστροφικών ελέγχων, παρατίθεται ο σκοπός τους και μερικοί τρόποι πραγματοποίησής τους. Επίσης πραγματοποιείται μια πρώτη γνωριμία με το υλικό των πειραματικών διαδικασιών και δίνεται το κίνητρο της παρούσας εργασίας.

Κεφάλαιο 2 – Διφασικοί ανοξείδωτοι χάλυβες: Στο παρόν κεφάλαιο αναπτύσσονται θεωρητικά στοιχεία των ανοξείδωτων χάλυβων, περιγράφεται η κινητική τους και δίνεται μεγάλη έμφαση στην παράθεση στοιχείων των διφασικών ανοξείδωτων χάλυβων και συγκεκριμένα του κράματος 2205 το οποίο αποτελεί και το υλικό των πειραματικών διαδικασιών.

Κεφάλαιο 3 – Πειραματική διαδικασία: Στο παρόν κεφάλαιο, μελετήθηκε η απόκριση του σήματος Barkhausen ως συνάρτηση μονοαξονικής εφελκυστικής καταπόνησης. Για τον λόγο αυτό πρώτα θα παρατεθεί η εισαγωγή και η ανάπτυξη του φαινομένου Barkhausen, κατόπιν θα δοθούν οι βασικές αρχές του εφελκυσμού και τελικά θα περιγραφούν οι πειραματικές διαδικασίες και θα παρατεθούν τα εξαγόμενα συμπεράσματα.

Κεφάλαιο 4 – Μελέτη μικροδομής: Στο παρόν κεφάλαιο μελετάται η μικροδομή των δοκιμίων που έχουν υποστεί παραμόρφωση σε διαφορετικό ποσοστό κάθε φορά, ώστε

μέσω των τεχνικών του sem και του ebsd να αποδοθεί η ανάλυση μικροδομής και να προσδιοριστεί το ποσοστό των παραμένουσων τάσεων από την δοκιμή εφελκυσμού των δοκιμίων αυτών. Αρχικά θα παρατεθούν θεωρητικά στοιχεία των τεχνικών sem και ebsd και τελικά θα δοθούν τα συμπεράσματα.

Κεφάλαιο 5- Συμπεράσματα: Στο τελευταίο κεφάλαιο της διπλωματικής παρουσιάζονται συγκεντρωτικά τα συμπεράσματα που εξήχθησαν.

Κεφάλαιο 1

Εισαγωγή στους μη καταστροφικούς
ελέγχους

1.1 Ορισμός και σκοπός των μη καταστροφικών ελέγχων

Μη-Καταστροφικές Δοκιμές (NDT – Non Destructive Testing), ή **Μη-Καταστροφικοί Έλεγχοι** (NDI – Non Destructive Inspection), ή, **Μη-Καταστροφικές Αξιολογήσεις** (NDE – Non Destructive Evaluation) ονομάζονται οι έλεγχοι που δεν καταστρέφουν το εξεταζόμενο αντικείμενο. Οι μέθοδοι ΜΚΕ είναι ζωτικής σημασίας για τη δημιουργία και συντήρηση κάθε εξαρτήματος και κατασκευής καθώς χρησιμοποιούνται για να διαπιστωθεί η ύπαρξη και το μέγεθος των ελαττωμάτων τους χωρίς όμως να τα καταστρέψουν ούτε να επηρεάσουν τη λειτουργικότητά τους.

Κάθε μέθοδος των ΜΚΕ έχει διαφορετικό βαθμό ακριβείας που όμως ποτέ δεν φτάνει την απόλυτη ακρίβεια ενός Καταστροφικού Ελέγχου. Καταστροφικοί και Μη έλεγχοι εφαρμόζονται σε συνδυασμό κατά τον έλεγχο της αξιοπιστίας μιας μεθόδου, οπότε τυχαία δείγματα ή δοκίμια ελέγχονται πρώτα με ΜΚΕ και στη συνέχεια με ΚΕ ώστε να συγκριθούν τα αποτελέσματά τους και να οριστεί ή να ρυθμιστεί καλύτερα η ακρίβεια της μεθόδου.

Οι εφαρμογές των ΜΚΕ, σήμερα, καλύπτουν ένα τεράστιο φάσμα βιομηχανικών και κατασκευαστικών δραστηριοτήτων και τις συναντάμε σχεδόν παντού:

- στην αυτοκινητοβιομηχανία (μηχανή, πλαίσιο),
- στην αεροδιαστημική (Πλαίσια αεροπλάνων & διαστημοπλοίων, πύραυλοι, κινητήρες τζετ)
- στις κατασκευές (κτίρια, γέφυρες)
- στη βιομηχανία (μηχανικά εξαρτήματα, καλούπια, πρέσες)
- σε εγκαταστάσεις πετροχημικές, πυρηνικές, παραγωγής ρεύματος, ορυχεία (πιεστικά δοχεία, δεξαμενές, λέβητες, εναλλάκτες, τουρμπίνες, σωληνώσεις, συγκολλήσεις)
- στο σιδηρόδρομο (σιδηροτροχιές, τροχοί και άξονες)
- σε αγωγούς αερίου και πετρελαιοαγωγούς
- στα πάρκα αναψυχής (παιχνίδια και τραίνα μεγάλης ταχύτητας)
- στην ιατρική (τομογραφίες, υπέρηχοι, ακτινογραφίες, καρδιογραφήματα, εγκεφαλογραφήματα, κλπ.).

Οι ΜΚΕ χρησιμοποιούν διάφορες μεθόδους, κάθε μια από τις οποίες βασίζεται σε συγκεκριμένη επιστημονική παραδοχή ή αρχή λειτουργίας και επίσης μπορεί να

διακρίνεται σε περισσότερες από μια τεχνικές. Η επιλογή της κάθε μεθόδου εξαρτάται από το είδος του προβλήματος και είναι σημαντική για την τελική απόδοση των ΜΚΕ. Οι κυριότερες κατηγορίες μεθόδων και τεχνικές ΜΚΕ περιέχονται στον πίνακα που ακολουθεί:

ΠΙΝΑΚΑΣ 1.1: Παραδείγματα Μεθόδων και Τεχνικών ΜΚΕ

<u>Οπτικές Μέθοδοι</u>
Οπτικός έλεγχος (Visual Inspection)
Οπτικός έλεγχος με μικροσκόπιο
Οπτικός έλεγχος με Βιντεοσκόπηση (Video Inspection)
Οπτικές μέθοδοι με Laser:
Ολογραφία (Holography)
Συμβολομετρία (ESP Interferometry)
Δυναμικός Έλεγχος Επιφανείας (Dynamic Surface-Inspection)
<u>Ραδιογραφικές μέθοδοι (Radiographic testing)</u> όπως:
Ακτίνες X (X-rays) και Ακτίνες Γάμα (Gamma rays)
Ψηφιακή Τομογραφία (Computed Tomography)
Υποατομικά Σωματίδια (νετρόνια, πρωτόνια) (Neutron Radiography)
<u>Μέθοδοι Υπερήχων</u> (Ultrasonic inspection)
Τεχνικές Ανάκλασης
Τεχνικές Περίθλασης (Time of Flight Diffraction ultrasonics – TOFD)
Συστοιχίες Φάσης Υπερήχων (Phased Array ultrasonics)
Περιστροφόμενα συστήματα (Internal Rotary Inspection System - IRIS)
<u>Έλεγχος με Διεισδυτικά Υγρά (Liquid Penetrant Flaw testing)</u>
<u>Μέθοδοι Ακουστικών Εκπομπών (Acoustic Emission, AE) – (φάσμα υπερήχων)</u>
<u>Μέθοδος Θερμικών Εκπομπών (Thermal Emission)</u>
<u>Ηλεκτρικές μέθοδοι</u>
Ρεύματα Eddy (Eddy-Current & Remote field testing - RFT)
Μέθοδος Πτώσης Δυναμικού (Potential Drop)
<u>Μαγνητικές μέθοδοι</u>
Έλεγχος Μαγνητικό Μελάνι/Σκόνη (Magnetic Ink/Powder)

Έλεγχος με Μαγνητικά σωματίδια (Magnetic Particles)
Μαγνητογραφία (Magnetography)
Απώλεια Μαγνητικής Ροής (Magnetic flux leakage - MFL)
Έλεγχος θορύβου Barkhausen.
<u>Μηχανικοί Έλεγχοι</u>
Μέθοδος Ακουστικής Πρόσκρουσης (Acoustic-Impact) – (ηχητικό φάσμα)
Θερμογραφικός Έλεγχος (Thermographic inspection) (υπέρυθροι έλεγχοι)
Μέθοδοι Μηχανικής Αντίστασης (Mechanical Impedance)
Έλεγχοι Ταλαντώσεων (Vibration Monitoring)
<u>Έλεγχοι Διαρροής (Leak Detection & testing)</u>
<u>Μικροκυματικές μέθοδοι (Microwave)</u>
κλπ.

Από τις προαναφερθείσες τεχνικές, θα αναλυθούν εκτενώς οι μαγνητικές μέθοδοι που αποτελούν μέρος των ηλεκτρομαγνητικών μεθόδων και σχετίζονται άμεσα με την παρούσα διπλωματική εργασία.

1.1.1 Ηλεκτρομαγνητικές μέθοδοι

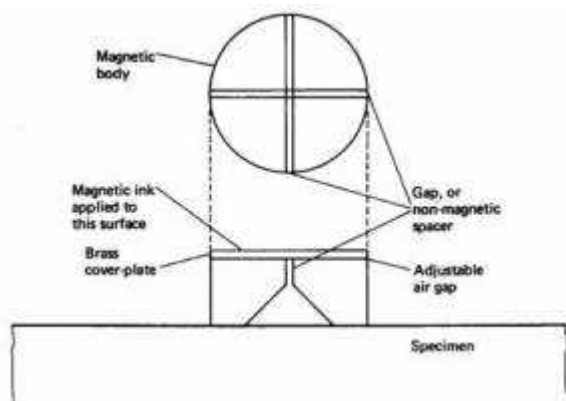
1.1.1.1 Μαγνητικές μέθοδοι

Οι μαγνητικές μέθοδοι των ΜΚΕ βασίζονται στον εντοπισμό των απωλειών της μαγνητικής ροής λόγω ατελειών του υλικού. Όταν ένα δοκίμιο μαγνητιστεί και περιέχει μια ασυνέχεια στην επιφάνειά του ή κάτω από αυτήν, δημιουργείται μια παραμόρφωση στη μαγνητική ροή η οποία προκαλεί ένα τοπικό πεδίο απώλειας μαγνητικής ροής. Οι μέθοδοι βασίζονται στους νόμους του Maxwell (1873) και χρησιμοποιούν σύγχρονες μεθόδους ανάλυσης πεπερασμένων στοιχείων και πολύ ισχυρούς υπολογιστές.

Οι μαγνητικές μέθοδοι των ΜΚΕ μπορούν να εφαρμοστούν μόνο σε υλικά που μαγνητίζονται. Η πλέον χρησιμοποιούμενη μαγνητική μέθοδος ελέγχου είναι η τεχνική των μαγνητικών ρινιδίων σε μελάνι ή σκόνη.

1.1.1.1.1 Έλεγχος με Μαγνητικά Ρινίδια (Magnetic Particles)

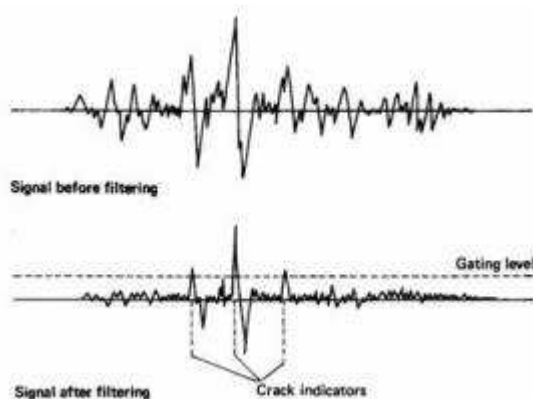
Τα υπό έλεγχο δοκίμια μαγνητίζονται κατάλληλα και στην επιφάνειά τους τοποθετούνται σιδηρομαγνητικά ρινίδια. Τα ρινίδια έλκονται και συγκεντρώνονται στα σημεία απώλειας της ροής, κάνοντας τις ατέλειες ορατές με γυμνό μάτι. Τα ρινίδια τοποθετούνται στην επιφάνεια ελέγχου είτε σαν χρωματιστό μαγνητικό μελάνι (magnetic ink) ή σαν μαγνητική σκόνη (magnetic particles).



Εικόνα 1.1.1.1.1 : Έλεγχος με Μαγνητικά Ρινίδια

1.1.1.1.2 Μαγνητογραφία (Magnetography)

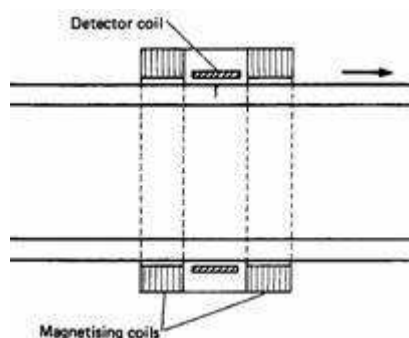
Εναλλακτικά η μέτρηση της μαγνητικής ροής μπορεί να γίνει με ένα είδος μαγνητοταινίας η οποία πιέζεται στην επιφάνεια του μαγνητισμένου υλικού. Στη συνέχεια η ταινία αφαιρείται για επεξεργασία και ανάλυση των ενδείξεων. Η διαδικασία αυτή λέγεται μαγνητογραφία αλλά δεν είναι ακόμα ιδιαίτερα διαδεδομένη.



Εικόνα 1.1.1.1.2 : Μαγνητογραφικά σήματα πριν και μετά το φιλτράρισμά τους

1.1.1.1.3 Εντοπισμός Απωλειών Μαγνητικής Ροής (Magnetic flux leakage - MFL)

Οι απώλειες μαγνητικής ροής μπορούν να καταγραφούν και με αισθητήρες που φέρουν πηνία ή μαγνητοδιόδους. Η τεχνική αυτή είναι ιδιαίτερα κατάλληλη για σωλήνες, αγωγούς, δεξαμενές και συρματόσχοινα.



Εικόνα 1.1.1.1.3 : Μέτρηση μαγνητικών απωλειών κατά μήκος αγωγού.

1.1.1.1.4 Έλεγχος Θορύβου Barkhausen (Barkhausen Noise)

Οι ατέλειες στη κρυσταλλική δομή ενός υλικού, οι οποίες είναι υπεύθυνες για τις μηχανικές ιδιότητές του, είναι οι ίδιες που επηρεάζουν και τις μαγνητικές του ιδιότητες. Η μεταξύ τους σχέση δεν έχει γίνει ακόμη πλήρως κατανοητή αλλά διαπιστώθηκε ότι οι μετρήσεις του μαγνητικού θορύβου Barkhausen και των βημάτων Barkhausen παρέχουν πληροφορίες για τις μηχανικές ιδιότητες.

Ο μαγνητισμός των υλικών συμβαίνει με μια σειρά μικρών βημάτων από τον ένα κόκκο στον άλλο. Αν συνδέσουμε το πηνίο μαγνητισμού με ένα μεγάφωνο, τα βήματα αυτά ακούγονται σαν μια σειρά από κλικ και συνθέτουν ένα θόρυβο (ένα ανάλογο φαινόμενο είναι η μαγνητοακουστική εκπομπή). Ο θόρυβος Barkhausen είναι ευαίσθητος στη παρουσία τάσεων, ρωγμών, μικρο-ατελειών, θερμικής κατεργασίας και πλαστικής παραμόρφωσης, και παρουσιάζει αιχμές και ακραίες τιμές που βοηθούν στον εντοπισμό τους.

1.2 Το υλικό

Για την επίτευξη της παρούσας διπλωματικής εργασίας χρησιμοποιήθηκε δείγμα του κράματος διαφασικού ανοξείδωτου χάλυβα 2205 / 1.4462 με χημική σύσταση που παρατίθεται στον παρακάτω πίνακα.

C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu	Ti	Ce
0,015	0,4	1,5	0,018	0,001	22,49	5,77	3,21	0,184	0,18	0	0,002

Το δείγμα αυτό είναι προϊόν της εταιρείας Outokumpu σε μορφή φύλλων A4 και πάχους 4mm. Τα φύλλα αυτά διαμορφώθηκαν σε δείγματα εφελκυσμού σύμφωνα με

το πρότυπο E8M με την μέθοδο υδατοκοπής προς αποφυγή προσθήκης τάσεων στο υλικό.

Σε επόμενα κεφάλαια παρατίθενται συνοπτικά, πληροφορίες για τα γενικά χαρακτηριστικά και τις διεργασίες που επιτυγχάνονται με τους διφασικούς ανοξείδωτους χάλυβες. Τα στοιχεία αυτά σε όλες τις περιπτώσεις πληρούν τις προδιαγραφές παραγωγής και κατασκευής του κράματος 2205.

Επιπλέον θα πρέπει να συμπληρωθεί ότι πίνακες και διαγράμματα που παρουσιάζονται στην αναφορά για το κράμα 2205 είναι προϊόντα της εταιρείας αυτής που αφορούσαν δικές της μελέτες. Συνεπώς, τα διαγράμματα και οι πίνακες είναι ακριβή ως προς το αναφερόμενο κράμα και σύμφωνα με την φύση του.

1.3 Σκοπός

Σκοπός της παρούσας διπλωματικής εργασίας αποτέλεσε η συσχέτιση των μαγνητικών ιδιοτήτων, της μηχανικής καταπόνησης και της μικροδομής του διφασικού ανοξείδωτου χάλυβα τύπου 2205. Αυτή επιτυγχάνεται μέσω της φερριτικής φάσης από την οποία αποτελείται ο συγκεκριμένος χάλυβας η οποία είναι μαγνητική και συνεπώς το υλικό επιδέχεται μαγνήτιση. Η μέτρηση των μαγνητικών ιδιοτήτων επιτυγχάνεται μέσω του θορύβου Barkhausen ο οποίος ως επιδερμική τεχνική παρουσιάζει ευαισθησία στο ποσοστό των εσωτερικών παραμένουσων τάσεων. Οι τάσεις αυτές είτε υπάρχουν ήδη στο υλικό, είτε προκαλούνται μέσω της μηχανικής καταπόνησης μέσω της δοκιμής του εφελκυσμού, όπως και έγινε.

Κεφάλαιο 2

Διφασικοί ανοξείδωτοι χάλυβες

2.1 Γενικά χαρακτηριστικά ανοξειδωτων χαλύβων

2.1.1 Ορισμός ανοξειδωτων χαλύβων

Οι ανοξειδωτοι χάλυβες είναι κράματα σιδήρου (Fe) – χρωμίου (Cr) – νικελίου (Ni), οι οποίοι έχουν δύο βασικά χαρακτηριστικά. Την ιδιότητα να αντιστέκονται στη διάβρωση και το περιέχων ποσοστό χρωμίου τους ξεπερνάει το 10% κ.β. Η αντίστασή τους στην διάβρωση οφείλεται στο σχηματισμό ενός πολύ λεπτού στρώματος (10–100 nm) τριοξειδίου του χρωμίου (Cr_2O_3) στην μεταλλική επιφάνειά τους (παθητικοποίηση της επιφάνειας) που παρουσιάζει εξαιρετική πρόσφυση σε αυτήν, απομονώνει και προστατεύει το υλικό ως «ασπίδα» από διαβρωτικά περιβάλλοντα (υγρά ή ξηρά). Εκτός από χρώμιο, οι ανοξειδωτοι χάλυβες μπορεί να περιέχουν και άλλα κραματικά στοιχεία, όπως νικέλιο, μολυβδαίνιο, μαγγάνιο, κ.λπ.

Οι ανοξειδωτοι χάλυβες παράγονται σε ηλεκτρικές καμίνους με ανάτηξη παλαιοσιδήρου (σκραπ), σιδηροκραμάτων (π.χ. σιδηροχρώμιο, σιδηρονικέλιο, κ.λπ.) και άλλων μεταλλικών προσθηκών.

Υπάρχουν πάνω από 60 κατηγορίες ποιότητας ανοξειδωτων χαλύβων με διαφορετικό βαθμό αντοχής στη διάβρωση, ανάλογα με την περιεκτικότητα του κράματος σε χρώμιο (Cr), νικέλιο (Ni) και μολυβδαίνιο (Mo). Η επιλογή εξαρτάται από την απαιτούμενη κάθε φορά αντίσταση στη διάβρωση, τις αναγκαίες μηχανικές αντοχές και οπωσδήποτε το κόστος.

Κατατάσσονται σε τέσσερις βασικούς τύπους ανάλογα με τη μικρογραφική τους δομή:

- Μαρτενσιτικοί
- Φερριτικοί
- Ωστενιτικοί
- Ειδικά κράματα όπως, χάλυβες DUPLEX, Inco Alloys, νέοι τύποι φερριτικών μαρτενσιτικών, ωστενιτικών χαλύβων κλπ.

Βασικοί τύποι ανοξείδωτου χάλυβα				
Τύπος ανοξείδωτου χάλυβα	%Cr	%Ni	%Mo	%C
Ωστενιτικός	12-18	<12	<4	<0,1
Φερριτικός	~12	<0,5	0	<0,12
Μαρτενσιτικός	~12	<1	0	0,3-1

Πίνακας 2.1.1: βασικοί τύποι ανοξείδωτου χάλυβα.

Με τη χρήση ανοξείδωτων χαλύβων επιτυγχάνεται προστασία από τη διάβρωση:

- σε έντονα διαβρωτικά περιβάλλοντα όπως παραθαλάσσιες περιοχές και λιμενικά έργα
- σε κατασκευές σε χημικές βιομηχανίες και βιομηχανίες τροφίμων
- σε περιπτώσεις στήριξης και ενίσχυσης κατασκευών ή ανακατασκευής μνημείων και αγαλμάτων (από μάρμαρο ή πέτρα), ιδιαίτερα όταν οι δυσκολίες προσπελάσεως ή η αδυναμία κλεισίματος(π. χ. σε αυτοκινητόδρομους γεφυρών) αποτρέπουν τη συχνή επέμβαση αποκατάστασης και συντήρησης
- σε περιπτώσεις όπου η χρήση ελαφροσκυροδέματος απαιτείται για μείωση του ίδιου βάρους κατασκευής ή για θερμική μόνωση
- σε κατασκευές όπου απαιτείται μεγάλη διάρκεια ζωής, π.χ. 75 έως 100 χρόνια (π.χ. γέφυρες)
- σε κατασκευές σε υγρό περιβάλλον (σήραγγες μετρό ή τρένων, υπόγειες διαβάσεις, οχετοί, οπλισμός θεμελίων σε υπόγεια νερά) ή και σε ειδικές κατασκευές (π.χ. πισίνες)
- λόγω χρήσης NaCl κατά τη διάρκεια του χειμώνα σε γέφυρες αυτοκινητοδρόμων (π.χ. Βόρεια Ευρώπη).

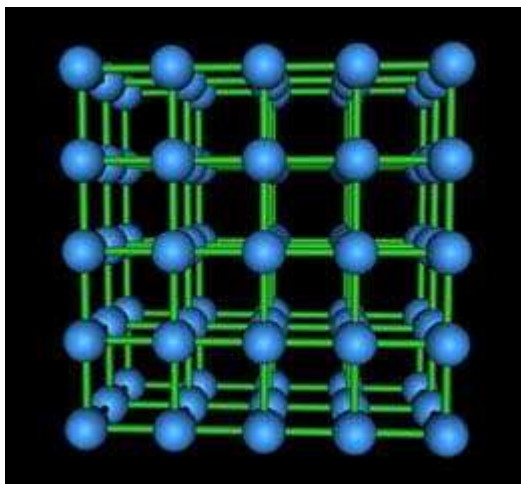
2.1.1.1 Μηχανικά χαρακτηριστικά

Γενικά:

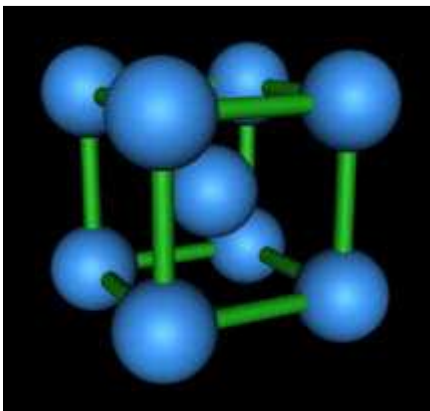
Έχουν καλή κατεργασιμότητα, καλή διαμορφωσιμότητα εν ψυχρώ και εν θερμώ και υψηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης (ενδοτράχυνση είναι το φαινόμενο, κατά το οποίο ένα μέταλλο, που υφίσταται ψυχρή πλαστική καταπόνηση, εμφανίζει αυξανόμενη αντίσταση σε περαιτέρω πλαστική παραμόρφωση). Τα εν ψυχρώ κατεργασμένα μέταλλα που έχουν υποστεί ενδοτράχυνση παρουσιάζουν αύξηση σκληρότητας, ορίου διαρροής, εφελκυστικής αντοχής και μείωση της ολκιμότητας και της δυσθραυστότητας (η συνολική ενέργεια που απαιτείται για την αστοχία του υλικού και το μέτρο της αποδίδεται από το εμβαδόν της καμπύλης του διαγράμματος τάσεων-παραμορφώσεων). Ανεξαρτήτως του τρόπου κατεργασίας τους, έχουν υψηλή αντιδιαβρωτική αντίσταση, ακόμη και σε υψηλές θερμοκρασίες που για τους κοινούς χάλυβες θεωρούνται καταστροφικές (>600 -1000°C), συνεπώς και μεγάλη αντοχή σε φωτιά. Επίσης έχουν εξαιρετική συμπεριφορά σε ακραίες χαμηλές θερμοκρασίες (έως και -100°C) και μεγαλύτερη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης (σε εν ψυχρώ διαμορφωμένους χάλυβες) καθώς και μικρότερο ποσοστό μείωσης της εν θερμώ αντοχής σε θερμοκρασίες μέχρι 550°C σε σύγκριση με τους κοινούς χάλυβες. Ωστόσο, οι ωστενιτικοί είναι χάλυβες ευαίσθητοι στη διάβρωση με βελονισμούς (pitting corrosion) σε περιβάλλοντα με υψηλά επίπεδα αλογονούχων ιόντων, κυρίως χλωριόντων, αλλά σε λιγότερο βαθμό από τους υπόλοιπους (ειδικά οι περιέχοντες υψηλό ποσοστό Ni και Mb).

2.2 Κρυσταλλική δομή σιδήρου

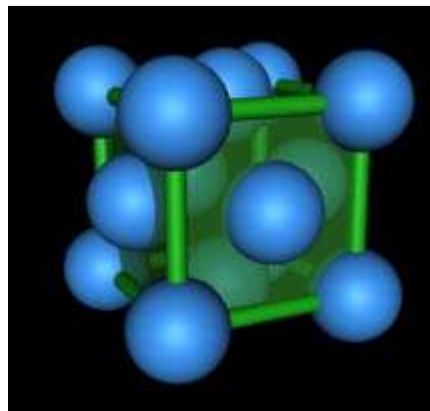
Ο καθαρός σίδηρος κρυσταλλώνεται σε δύο αλλοτροπικές μορφές ανάλογα με την θερμοκρασία και την πίεση. Η μία είναι η χωροκεντρωμένη κυβική δομή, α-σίδηρος στην οποία κρυσταλλώνεται ο φερρίτης (bcc) και η άλλη είναι η εδροκεντρωμένη κυβική δομή, γ-σίδηρος στην οποία κρυσταλλώνεται ο ωστενίτης (fcc).



Εικόνα 2.2.1: Κυβική πολυκρυσταλλική δομή σιδήρου.



Εικόνα 2.2.2: χωροκεντρωμένη κυβική δομή



Εικόνα 2.2.3: εδροκεντρωμένη κυβική δομή

Χωροκεντρωμένη κυβική δομή: Οκτώ άτομα στις κορυφές του κύβου και ένα στο κέντρο. Πρόκειται για την πιο συμπαγή δομή και σχηματίζεται σε χαμηλές θερμοκρασίες ή σε πολύ υψηλές.

Έδροκεντρωμένη κυβική δομή: Οκτώ άτομα στις κορυφές του κύβου και από ένα στο κέντρο κάθε πλευράς. Σχηματίζεται σε θερμοκρασίες από 900 - 1400°C. Ο 'κύβος' είναι περίπου κατά 25% μεγαλύτερος από την προηγούμενη μορφή, με αποτέλεσμα να υπάρχει περισσότερος κενός χώρος μεταξύ των ατόμων, ο οποίος μπορεί να φιλοξενήσει άτομα άλλων στοιχείων για τον σχηματισμό κραμάτων.

Οι ιδιότητες του φερριτή είναι σχεδόν ίδιες με τις ιδιότητες του καθαρού σιδήρου. Είναι όλκιμος και η εφελκυστική του αντοχή ανέρχεται σε περίπου 280 MPa. Η σκληρότητά του κυμαίνεται από 80 έως 100 HB (Brinell). Είναι επίσης ισχυρά μαγνητικός και μπορεί να αποκτήσει μόνιμη μαγνήτιση (σιδηρομαγνητικός) για θερμοκρασία χαμηλότερη από 770°C (θερμοκρασία Curie).

Ο ωστενίτης είναι όλκιμος και η σκληρότητά του κυμαίνεται από 250 έως 300 HB (Brinell). Σε αντίθεση με τον φερρίτη, ο ωστενίτης είναι ελάχιστα μαγνητικός (παραμαγνητικός).

Σύμφωνα με το διάγραμμα 2.2.1 σιδήρου – άνθρακα, που παρουσιάζεται κάτωθι, ο φερρίτης (α -Fe) είναι σταθερός σε θερμοκρασία έως και 910°C. Η μέγιστη περιεκτικότητά του σε άνθρακα ανέρχεται σε 0,021% κ.β. στους 723°C και μειώνεται σε 0,006% κ.β. σε θερμοκρασία δωματίου. Σε θερμοκρασίες από 910 έως 1390°C, η χωροκεντρωμένη κυβική δομή του φερρίτη μετασχηματίζεται στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή του ωστενίτη (γ -Fe). Σε θερμοκρασία ανώτερη από 1390°C έως το σημείο τήξης του σιδήρου (1535°C), ο ωστενίτης μετασχηματίζεται στην δομή του χωροκεντρωμένου κυβικού φερρίτη, που αποκαλείται δ -Fe για να ξεχωρίζει από τον φερρίτη των χαμηλών θερμοκρασιών. Η μέγιστη περιεκτικότητα του δ -Fe σε άνθρακα φτάνει το 0,09% στους 1493°C.

Οι αλλοτροπικές μορφές του σιδήρου σχηματίζουν στερεά διαλύματα παρεμβολής. Η διαλυτότητα των στοιχείων αυξάνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας καθώς επέρχεται χαλάρωση του πλέγματος και κατά συνέπεια λόγω της θερμικής διαστολής αύξηση των διαστάσεων του. Η θερμική διαστολή του α -σιδήρου είναι $12 \times 10^{-6} \text{deg}^{-1}$ και του γ -σιδήρου είναι $16 \times 10^{-6} \text{deg}^{-1}$.

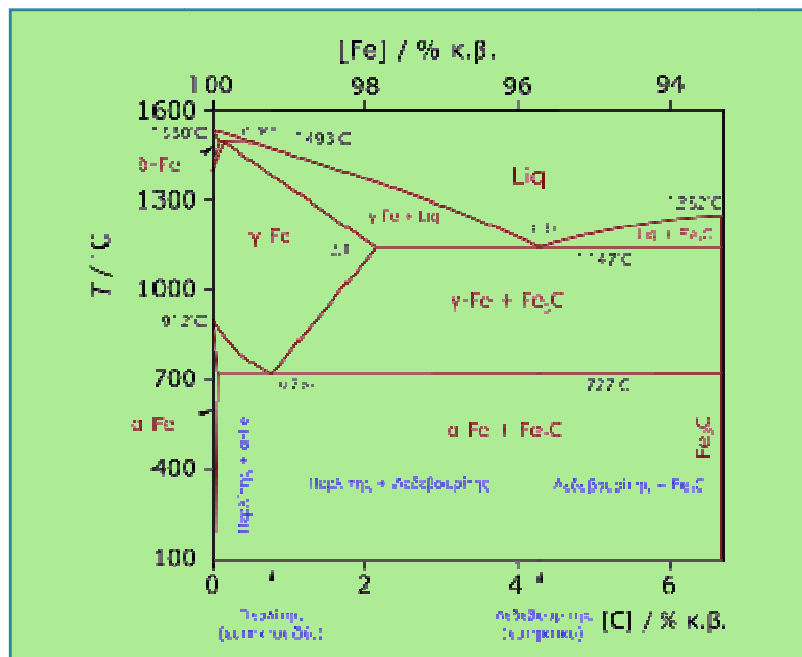
Η διαλυτότητα του άνθρακα στον φερρίτη είναι πολύ περιορισμένη, γιατί στο χωροκεντρωμένο κρυσταλλικό πλέγμα τα άτομα του άνθρακα καταλαμβάνουν θέσεις παρεμβολής, δηλ. παρεμβάλλονται ανάμεσα στα διατεταγμένα άτομα του σιδήρου και, εξαιτίας του μεγάλου μεγέθους τους, προκαλούν έντονες τοπικές παραμορφώσεις. Η διαλυτότητα του άνθρακα στον α -σίδηρο στην θερμοκρασία του περιβάλλοντος είναι μόλις 0,008% κ.β ενώ η μέγιστη διαλυτότητα παρατηρείται στην θερμοκρασία των 723°C και είναι 0,025% κ.β. η μέγιστη διαλυτότητα του δ -σιδήρου είναι 0.1% κ.β στην θερμοκρασία των 1492°C. Οι θέσεις παρεμβολής στον φερρίτη είναι τετραεδρικής μορφής. Εκτός από άνθρακα, ο φερρίτης μπορεί να περιέχει και μικρές ποσότητες από χρώμιο, νικέλιο, πυρίτιο ή και φώσφορο ως στοιχεία αντικατάστασης.

Στους κοινούς ανθρακούχους χάλυβες, η θερμοκρασιακή ζώνη σταθερότητας του ωστενίτη εξαρτάται από τον περιεχόμενο άνθρακα. Η διαλυτότητα του άνθρακα σε ωστενίτη φτάνει και 2,1% κ.β. στους 1153°C. Οι θέσεις παρεμβολής του ωστενίτη είναι οκταεδρικής μορφής. Στους κραματωμένους χάλυβες, η σταθερότητα του ωστενίτη ευνοείται από την παρουσία ορισμένων στοιχείων, όπως το μαγγάνιο, το νικέλιο και το κοβάλτιο, που αποκαλούνται *γ -φερρογόνα*. Έτσι, π.χ., ο ανοξείδωτος

χάλυβας «18/8» (18% κ.β. Cr, 8% κ.β. Ni) είναι ωστενιτικός ακόμα και σε θερμοκρασία δωματίου. Ορισμένα άλλα στοιχεία, όπως το μολυβδαίνιο, το χρώμιο και το πυρίτιο (*α-φερρογόνα*), περιορίζουν την σταθερότητα του ωστενίτη ενώ ευνοούν την σταθεροποίηση του φερρίτη.

Ο άνθρακας και το άζωτο εισέρχονται στο πλέγμα του α και γ σιδήρου ως άτομα παρεμβολής σε αντίθεση με τα κραματικά στοιχεία όπως το μαγγάνιο, το χρώμιο και το νικέλιο που εισέρχονται στο πλέγμα ως άτομα αντικατάστασης λόγω των μεγαλύτερων ατομικών τους διαστάσεων.

Τέλος, στην χωροκεντρωμένη κυβική δομή, το επίπεδο ολίσθησης είναι τύπου {110} ενώ η διεύθυνση ολίσθησης είναι τύπου $\square 111$. Αντίθετα στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή το επίπεδο ολίσθησης είναι τύπου {111} και η διεύθυνση ολίσθησης είναι τύπου $\square 110$. Η ολίσθηση στα πλέγματα που κρυσταλλώνονται σε αυτές τις δομές βασίζονται στο διάλυμα του Burger.

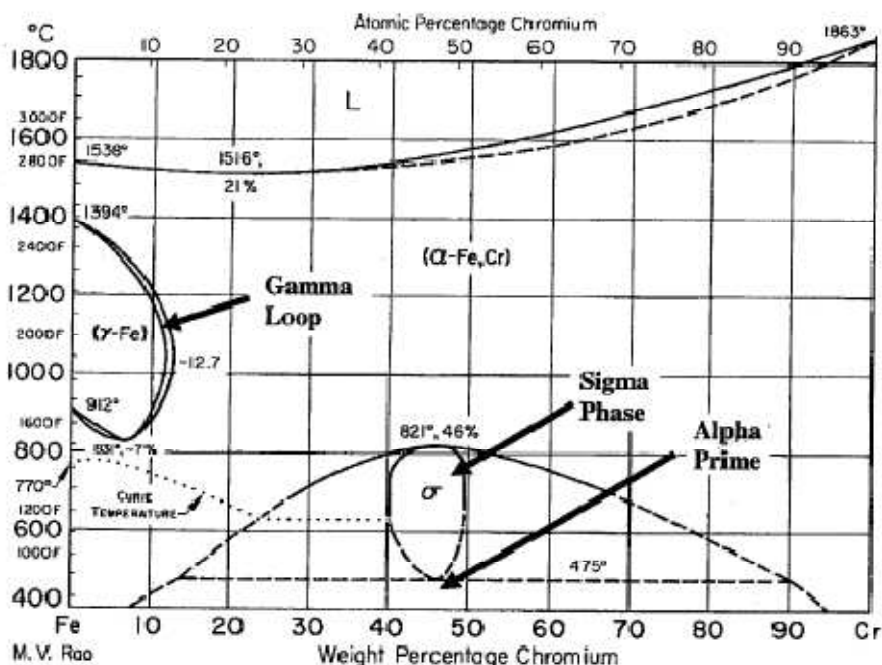


διάγραμμα 2.2.1: σιδήρου - άνθρακα σταθερό και ασταθές (από κοινού).

2.3 Διαγράμματα φάσεων

Διαγράμματα ισορροπίας φάσεων χρησιμοποιούνται για να περιγράψουν τις μετατροπές φάσεων και τις ισορροπίες φάσεων στους ανοξείδωτους χάλυβες. Σε αυτή την ενότητα θα περιγραφεί το διάγραμμα φάσεων Fe-Cr-Ni. Ο σκοπός είναι να δώσει στον αναγνώστη αυτής της διπλωματικής εργασίας γνώση των βασικών κινητικών ισορροπίας που μπορεί να χρησιμοποιηθούν για τον καθορισμό της μικροδομής σε διάφορα κράματα ανοξείδωτων χαλύβων. Αυτό το διάγραμμα αποτελεί προσέγγιση της πραγματικής μικροδομής που αναπτύσσεται στις διάφορες κατεργασίες.

2.3.1 ΣΥΣΤΗΜΑ Fe-Cr



Διάγραμμα 2.3.1.1: σχηματισμού ενδομεταλλικών ενώσεων Fe-Cr

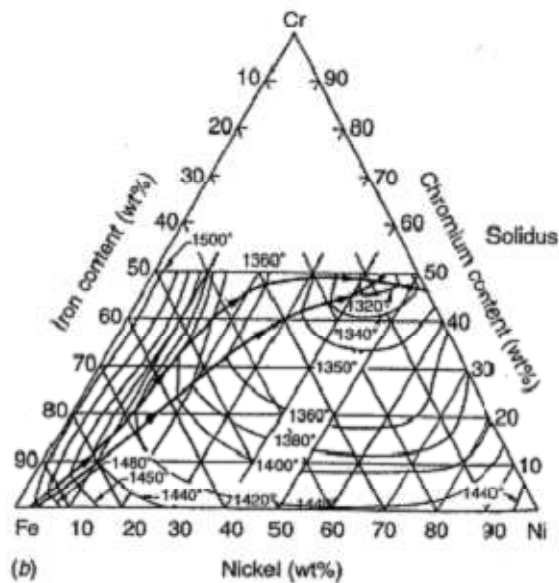
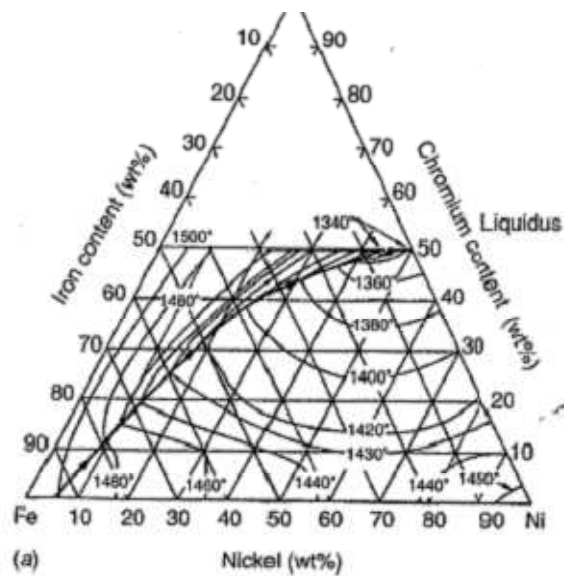
Το διάγραμμα φάσεων Fe-Cr του Σχήματος 2.3.1.1 είναι το αρχικό σημείο για να περιγραφούν οι φάσεις του ανοξείδωτου χάλυβα επειδή το Cr είναι το πρωτεύον κραματικό στοιχείο. Σημειώνεται ότι υπάρχει πλήρης διαλυτότητα του Cr στον Fe σε υψηλές θερμοκρασίες και η στερεοποίηση όλων των κραμάτων Fe-Cr γίνεται φερριτικά. Η περιοχή στερεοποίησης των κραμάτων Fe-Cr είναι πολύ στενή. Για χαμηλές συγκεντρώσεις Cr υπάρχει μία ωστενιτική περιοχή σε θερμοκρασίες από 912-1394°C, η οποία ονομάζεται *βρόγχος ωστενίτη* ή περιοχή-γ (στο διάγραμμα αναφέρεται ως Gamma Loop). Κράματα με ποσοστό χρωμίου περισσότερο από 12,7% κ.β. είναι

πλήρως φερριτικά σε υψηλές θερμοκρασίες, ενώ αυτά με λίγο λιγότερο από 12,7% κ.β. Cr θα σχηματίσουν ένα ποσοστό ωστενίτη σε θερμοκρασίες που υπάρχουν μέσα στο βρόγχο ωστενίτη. Κράματα με λιγότερο από 12% κ.β. Cr θα είναι πλήρως ωστενιτικά σε θερμοκρασίες μέσα στο βρόγχο ωστενίτη. Με απότομη ψύξη, ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη. Σε χαμηλές θερμοκρασίες εμφανίζεται μια άλλη φάση, η φάση σ στο σύστημα Fe-Cr, αυτή η φάση έχει μια στοιχειομετρία Fe-Cr και τετραγωνική κρυσταλλική δομή. Η σ -φάση σχηματίζεται συνήθως σε κράματα που περιέχουν πάνω από 20% κ.β. Cr. Επειδή η σ -φάση σχηματίζεται σε χαμηλές θερμοκρασίες, η κινητική του σχηματισμού της είναι αργή και απαιτείται αρκετός χρόνος παραμονής του κράματος σε θερμοκρασίες από 600 έως 800°C. Ακόμα, επειδή η σ -φάση είναι σκληρή και ψαθυρή, η παρουσία της σε ανοξείδωτους χάλυβες συνήθως δεν είναι επιθυμητή. Το διάγραμμα περιέχει επίσης μια οριζόντια διακεκομμένη γραμμή ανάμεσα στην περιοχή της (σ) και της (α) φάσης στους 475°C. Ένα φαινόμενο γνωστό ως *ευθραυστότητα των 475°C* προκύπτει από τον σχηματισμό ενώσεων, υψηλής περιεκτικότητας σε χρώμιο, μέσα στη φερριτική μήτρα. Αυτές οι ενώσεις ονομάζονται α -τόνος, ή α -prime (α' : στο διάγραμμα). Στην πραγματικότητα σχηματίζονται σε θερμοκρασίες από 400-540°C και φαίνεται να έχουν σοβαρές επιπτώσεις στην ευθραυστότητα των κραμάτων που περιέχουν περισσότερο από 14% κ.β Cr. Ο σχηματισμός του α -τόνος (α') είναι επίσης αρκετά αργός στα κράματα Fe-Cr, αλλά ο ρυθμός σχηματισμού του μπορεί να επιταχυνθεί με προσθήκη κραματικών στοιχείων.

2.3.2 ΣΥΣΤΗΜΑ Fe-Cr-Ni:

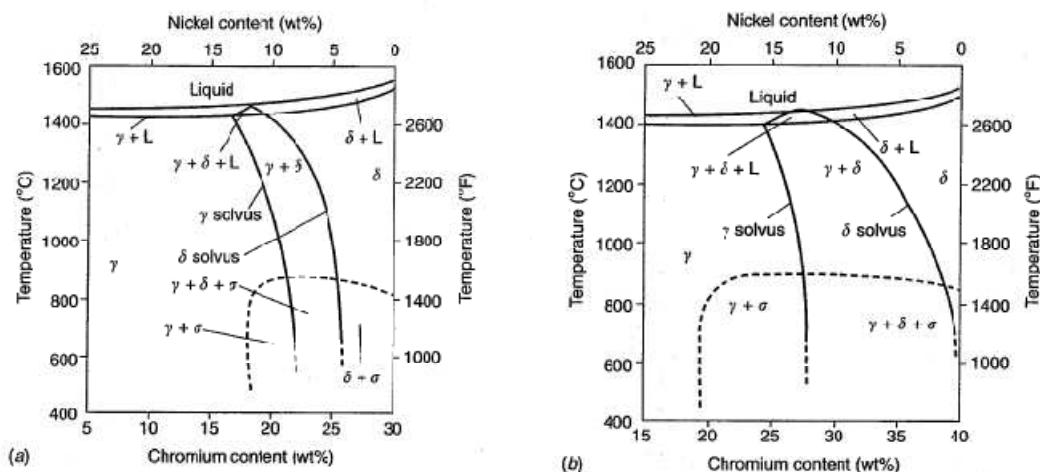
Πρόσθεση Ni στο σύστημα Fe-Cr (που αναλύθηκε σε προηγούμενη παράγραφο 2.3.1) σημαίνει επέκταση της περιοχής της ωστενιτικής φάσης και επιτρέπει στον ωστενίτη να είναι σταθερή φάση σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Αυτό το τετραξονικό σύστημα (Fe-Cr-Ni- Θερμοκρασία) είναι η βάση για τους ωστενιτικούς και Duplex ανοξείδωτους χάλυβες. Υπάρχουν διαγράμματα για το σύστημα Fe-Cr-Ni για την υγρή και την στερεή φάση, όπως αυτά του Σχήματος 2.3.2.1 Τα διαγράμματα αυτά (Σχήμα 2.3.2.1) μπορεί να χρησιμοποιηθούν ώστε να προβλεφθεί η συμπεριφορά στερεοποίησης των κραμάτων βλέποντας τις επιφάνειες στερεοποίησης και υγροποίησης, οι οποίες καθορίζουν την έναρξη και το πέρας της στερεής και υγρής φάσης αντίστοιχα. Εδώ πρέπει να σημειωθεί ότι η επιφάνεια υγροποίησης είναι μια συμπαγής μαύρη γραμμή που ξεκινά κοντά από τη υψηλή περιεκτικότητα σε Fe του

τριγώνου προς την πλευρά του Cr. Αυτή η γραμμή διαχωρίζει τα κράματα που στερεοποιούνται κυρίως φερριτικά (πάνω και προς τα αριστερά) από τα κράματα που στερεοποιούνται κυρίως ωστενιτικά. Περίπου στο 48%Cr - 44%Ni - 8%Fe υπάρχει ένα ευτηκτικό σημείο. Η επιφάνεια στερεοποίησης έχει δύο μαύρες γραμμές που ξεκινούν κοντά από την υψηλή περιεκτικότητα σε Fe και κινούνται προς το δεξί μέρος του διαγράμματος Fe-Cr-Ni. Ανάμεσα σε αυτές τις δύο γραμμές ωστενίτης και φερρίτης συνυπάρχουν. Αυτή η περιοχή διαχωρίζει την φερριτική από την ωστενιτική φάση κάτω από την γραμμή στερεοποίησης. Αυτές οι γραμμές τερματίζουν στο ευτηκτικό σημείο που αναφέρθηκε παραπάνω. Τα βέλη σε αυτές τις γραμμές παριστάνουν την κατεύθυνση μείωσης της θερμοκρασίας.



Σχήμα 2.3.2.1: Διαγράμματα Fe-Cr-Ni υγρής και στερεής φάσης

Παίρνοντας τώρα σταθερή περιεκτικότητα Fe από τα παραπάνω τριγωνικά διαγράμματα, από την υγροποίηση μέχρι την θερμοκρασία δωματίου, ένα ψευδοδυαδικό διάγραμμα φάσεων Fe-Cr-Ni μπορεί να σχηματιστεί. Δύο τέτοια διαγράμματα έχουν κατασκευαστεί στο (a) 70% κ.β. Fe και (b) 60% κ.β. Fe και παρατίθενται στο Σχήμα 2.3.2.2.



Σχήμα 2.3.2.2: ψευδοδυαδικά διάγραμμα φάσεων Fe-Cr-N με σταθερή περιεκτικότητα Fe (α) 70% Fe και (β) 60% Fe (από Lippold Savage [9]).

Επειδή αυτό είναι ένα σύστημα τεσσάρων αξόνων, τα πεδία των φάσεων υπάρχουν σε τρεις διαστάσεις, με αποτέλεσμα τρισδιάστατα πεδία να μην μπορούν να απεικονιστούν σε δισδιάστατο σύστημα. Αξίζει να σημειωθεί η μικρή τριγωνική περιοχή ανάμεσα στη γραμμή στερεοποίησης και στη γραμμή υγροποίησης. Αυτή είναι μια περιοχή όπου συνυπάρχει ωστενίτης, φερρίτης μαζί με υγρή φάση και διαχωρίζει τα κράματα που στερεοποιούνται ως ωστενίτικα (αριστερά) από αυτά που στερεοποιούνται φερριτικά. Στην στερεά φάση ο φερρίτης είναι σταθερός σε υψηλές θερμοκρασίες για περιεκτικότητα Cr πάνω από 20% κατά βάρος. Όσο η θερμοκρασία μειώνεται, αυτός ο φερρίτης θα μετασχηματιστεί μερικώς σε ωστενίτη στην περιοχή 20-25% κ.β.. Κράματα που στερεοποιούνται ως ωστενίτικα (αριστερά από το τρίγωνο τριών φάσεων) παραμένουν ωστενιτοποιημένα μέχρι να κρυώσουν σε θερμοκρασία δωματίου. Κράματα που στερεοποιούνται φερριτικά με συνθέσεις λίγο δεξιότερα από το τρίγωνο τριών φάσεων, καθώς ψύχονται περνούν μέσα από τη διαφασική ωστενιτική-φερριτική περιοχή. Σε συνθέσεις δεξιότερα του τριγώνου τριών φάσεων (υψηλές περιεκτικότητες Cr/Ni) ο φερρίτης γίνεται προοδευτικά σταθερός μέχρι που τελικά γίνεται πλήρης φερριτική δομή προς το δεξί άκρο του κάθε διαγράμματος

2.4 Κραματικά στοιχεία

Οι ανοξείδωτοι χάλυβες περιέχουν κραματικά στοιχεία (διαφορετικά από Cr-C-Ni) τα οποία χρησιμοποιούνται για να καθορίσουν την μικροδομή και συνεπώς να βελτιώσουν τις μηχανικές ιδιότητες και την αντοχή σε διάβρωση.

Οι ανοξείδωτοι χάλυβες είναι κράματα του σιδήρου (Fe) με περιεκτικότητα σε Fe από 50-80% κατά βάρος. Τα κύρια κραματικά στοιχεία των ανοξείδωτων χαλύβων είναι το χρώμιο (Cr) και το νικέλιο (Ni). Όλοι οι ανοξείδωτοι χάλυβες περιέχουν μαγγάνιο (Mn) και πυρίτιο (Si) σαν ειδικά πρόσθετα. Άλλα κραματικά στοιχεία που χρησιμοποιούνται είναι το μολυβδαίνιο (Mo), το Νιόβιο (Nb), το τιτάνιο (Ti), το αλουμίνιο (Al), ο χαλκός (Cu), το άζωτο (N) και άλλα ώστε να βελτιωθεί η κατεργασιμότητα, οι ιδιότητες (όπως η αντοχή σε διάβρωση) ή να επηρεαστεί η μικροδομή και ο σχηματισμός καρβιδίων. Ακαθαρσίες που συνήθως βρίσκονται στους ανοξείδωτους χάλυβες είναι το άζωτο (N), το οξυγόνο (O), το θείο (S) και ο φώσφορος (P).

Όλα τα παραπάνω κραματικά στοιχεία και οι ακαθαρσίες επιδρούν στη συγκολλησιμότητα και στις ιδιότητες του κράματος. Στις περισσότερες περιπτώσεις η περιεκτικότητα αυτών των στοιχείων στο βασικό μέταλλο ελέγχεται από την προδιαγραφή του υλικού ώστε να είναι σίγουρο ότι ο χάλυβας θα συμπεριφερθεί όπως αναμένεται. Παρακάτω παρατίθεται αναλυτικά η επίδραση κύριων κραματικών στοιχείων στους ανοξείδωτους χάλυβες.

2.4.1 Χρώμιο (Cr)

Το χρώμιο είναι το βασικό κραματικό στοιχείο των ανοξείδωτων χαλύβων και προστίθεται κυρίως για να προσδώσει αντοχή στην διάβρωση. Είναι πολύ αποτελεσματικό σε οξειδωτικά περιβάλλοντα καθώς σχηματίζει το οξείδιο $(FeCr)_2O_3$ στην επιφάνεια του χάλυβα το οποίο οδηγεί τον χάλυβα σε "παθητική κατάσταση". Σε θερμοκρασία περιβάλλοντος το πάχος αυτού δεν υπερβαίνει τα 100-300 Å.

Το χρώμιο συναντάται σε όλες τις περιεκτικότητες από 0,5% και πάνω. Σε ποσοστό μεγαλύτερο του 12% κ.β, ο χάλυβας θεωρείται ανοξείδωτος σε συνθήκες περιβάλλοντος και αποκτά ιδιότητες όπως: δεν σκουριάζει στην ατμόσφαιρα διατηρεί την μεταλλική του λάμψη. Ακόμα υψηλότερες περιεκτικότητες χρωμίου σταθεροποιούν περισσότερο το οξείδιο σε πιο διαβρωτικά περιβάλλοντα.

Το χρώμιο είναι α-φερρογόνο στοιχείο δηλαδή μειώνει το βρόχο του ωστενίτη και διαστέλλει το βρόχο του φερρίτη [1], [2], [3]. Το χρώμιο, είναι επίσης και ισχυρός παράγοντας σχηματισμού καρβιδίων. Το πιο κοινό χρωμιούχο καρβίδιο είναι το $M_{23}C_6$ (κυβικής δομής), όπου το M συμβολίζει κυρίως το Cr αλλά μπορεί να υπάρχει και παρουσία σιδήρου (Fe) ή και μολυβδαίνιου (Mo). Αυτό το καρβίδιο βρίσκεται στους περισσότερους ανοξειδωτους χάλυβες. Είναι επίσης δυνατό να σχηματιστεί ένα άλλο καρβίδιο, το M_7C_3 (εξαγωνικής δομής) αν και αυτό είναι κάπως πιο σπάνιο. Άλλα σύνθετα καρβίδια είναι τα καρβονιτρίδια όπως το $M_{23}(CN)_6$ και είναι επίσης δυνατόν να σχηματιστούν. Το Cr συνδυάζεται επίσης με το N και σχηματίζει νιτρίδια. Το πιο κοινό είναι το Cr_2N το οποίο παρατηρείται στους φερριτικούς και στους duplex. Πολλές από τις σχηματιζόμενες ενδομεταλλικές ενώσεις προσδίδουν ευθραυστότητα στους ανοξειδωτους χάλυβες. Η πιο κοινή είναι η φάση σ, η οποία στο σύστημα Fe-Cr αποτελείται από Fe-Cr που σχηματίζεται κάτω από τους $815^{\circ}C$. Η σ-φάση μπορεί να δημιουργηθεί πρακτικά σε οποιονδήποτε ανοξειδωτο χάλυβα αλλά είναι πιο κοινή στους υψηλής περιεκτικότητας σε Cr ωστενιτικούς, φερριτικούς και duplex ανοξειδωτους χάλυβες.

Από άποψη μηχανικής αντοχής το Cr προσδίδει κάποιο βαθμό αντοχής στο κράμα που λόγω των σχηματιζόμενων καρβιδίων αυξάνει την αντοχή σε εφελκυσμό κατά $80-100N/mm^2$ για κάθε 1% προστιθέμενου χρωμίου. Επίσης, μειώνει την δυσθραυστότητα και την επιμήκυνση κατά την θραύση και αυξάνει την αντοχή σε εκτριβή. Μέσω των σκληρών καρβιδίων αυξάνει την αντοχή στον ερπυσμό.

Τέλος, η προσθήκη χρωμίου, μειώνει την θερμική και την ηλεκτρική αγωγιμότητα των χαλύβων [1], [2], [3].

2.4.2 Νικέλιο (Ni):

Το νικέλιο είναι ισχυρό γ-φερρογόνο στοιχείο και η κύρια λειτουργία του είναι να σταθεροποιεί την ωστενιτική φάση. Το Ni δεν βοηθάει στον σχηματισμό καρβιδίων και γενικά δεν προάγει τον σχηματισμό ενδομεταλλικών ενώσεων αλλά καθιστά ανθεκτικό το κράμα σε οξειδωτικό περιβάλλον αλλά και σε ελαφρώς αναγωγικό. Επίσης, υπάρχει ένδειξη ότι η παρουσία του στο κράμα επηρεάζει την κινητικότητα των κατακρημνίσεων, όπως έχουν αναφέρει και ο Peckner P. και Bernstein [8].

Η παρουσία Ni σε φερριτικά κράματα βελτιώνει γενικά την αντίσταση σε διάβρωση, ειδικά σε περιβάλλοντα όπως αυτό του θεικού οξέως. Εντούτοις το Ni σχετίζεται με τη μείωση της αντοχής σε ρωγμάτωση από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση. Η

εργασία του Copson H.R. [29]. δείχνει καθαρά μείωση της αντοχής σε ρωγμάτωση από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση σε διαβρωτικό περιβάλλον που περιέχει χλώριο όταν προστεθεί Ni σε ένα κράμα Fe-20Cr. Η εργασία αυτή δείχνει επίσης, ότι η χαμηλότερη αντοχή σε ρωγμάτωση από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση προκύπτει στην περιοχή 8-12% κατά βάρος Ni και αυξάνεται είτε με αύξηση είτε με μείωση του Ni έξω από αυτή την περιοχή.

Το Ni αυξάνει την αντοχή στην στερεά κατάσταση του κράματος και εν γένει τα μηχανικά του χαρακτηριστικά όπως την δυσθραυστότητα σε χαμηλές θερμοκρασίες και τον ερπυσμό σε υψηλές θερμοκρασίες. Τέλος, η προσθήκη του νικελίου μειώνει την ηλεκτρική και θερμική αγωγιμότητα των χάλυβων ενώ αυξάνει την συγκολλησιμότητά τους.

2.4.3 Στοιχεία που βοηθούν στην δημιουργία καρβιδίων

Εκτός από το Cr και το Mo, ένας αριθμός άλλων στοιχείων προστίθεται στους ανοξείδωτους χάλυβες για να βοηθήσει στον σχηματισμό καρβιδίων. Σε αυτά τα στοιχεία περιέχεται το: Νιόβιο, το Τιτάνιο, το Βολφράμιο, το Ταντάλιο και το Βανάδιο. Το Νιόβιο και το Τιτάνιο προστίθενται στους ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες ώστε να προσδώσουν σταθερότητα στον άνθρακα και να αποφευχθεί η περικρυσταλλική διάβρωση. Και τα δυο αυτά στοιχεία σχηματίζουν ένα MC καρβίδιο, το οποίο δεν διασπάται κατά την τήξη και τη θερμική κατεργασία, αποτρέποντας έτσι τον σχηματισμό M₂₃C₆ (πλούσιο σε Cr) το οποίο προκαλεί περικρυσταλλική διάβρωση. Το Βοφράμιο, το ταντάλιο και το βανάδιο προστίθενται σε κάποιους ειδικούς ανοξείδωτους χάλυβες κυρίως για να προσδώσουν αντοχή σε υψηλή θερμοκρασία, με τον σχηματισμό διάσπαρτων μικρών καρβιδίων. Αυτά τα στοιχεία τείνουν να βοηθήσουν τον σχηματισμό φερρίτη στη μικροδομή επειδή δεσμεύουν τον άνθρακα και απενεργοποιούν αποτελεσματικά τον σχηματισμό ωστενίτη.

2.5 Διφασικοί Ανοξειδωτοί Χάλυβες

2.5.1 Γενικά χαρακτηριστικά:

Ο ωστενιτικό - φερριτικός ανοξειδωτός χάλυβας, επίσης αναφέρεται ως διφασικός ανοξειδωτός χάλυβας εξαιτίας της δομής του που είναι μείξη δύο φάσεων, του ωστενίτη και του φερρίτη και είναι κράμα σιδήρου – χρωμίου - νικελίου. Ως αποτέλεσμα, οι διφασικοί ανοξειδωτοί χάλυβες επιδεικνύουν χαρακτηριστικές ιδιότητες από τους ωστενιτικούς και αντίστοιχα τους φερριτικούς ανοξειδωτους έναντι των καθαρών ωστενιτικών ή καθαρών φερριτικών χαλύβων.

Περιέχουν χρώμιο, άζωτο, νικέλιο και συχνά επίσης μολυβδαίνιο σε υψηλές περιεκτικότητες. Οι πλεονεκτικότητες τους βασίζονται στην ειδική ισορροπία που εμφανίζει η μικροδομή τους. Σε τυπικές περιπτώσεις αυτοί οι χάλυβες περιέχουν περίπου 40 – 60% φάσεις ωστενίτη και φερρίτη, αντίστοιχα. Η διφασική μικροδομή συμβάλλει στην υψηλή αντοχή και στην αντοχή στην διάβρωση υπό μηχανική αντοχή σε διαβρωτικό περιβάλλον.

Οι διφασικοί ανοξειδωτοί χάλυβες, μπορούν επίσης να παρουσιάσουν το φαινόμενο της υπερπλαστικότητας, που συμβαίνει υπό συνθήκες εφελκυσμού, όταν η πλαστική παραμόρφωση κατανέμεται καθόλο το μήκος του δοκιμίου αντί να εντοπίζεται τοπικά [6].

Τέλος, οι διφασικοί χάλυβες έχουν καλή συγκολλητική ικανότητα.

2.5.1.1 Χαρακτηριστικές ιδιότητες:

- Καλή έως πολύ καλή αντοχή στην ομοιόμορφη διάβρωση
- Καλή έως πολύ καλή αντοχή στην βελονοειδή διάβρωση μετάλλου και στην σπηλαιώδη διάβρωση
- Υψηλή αντοχή στην διάβρωση υπό μηχανική αντοχή και την κόπωση υπό διαβρωτικές συνθήκες
- Υψηλή μηχανική δύναμη
- Καλή εκτριβή και αντοχή στην διαβρωτική φθορά
- Καλή αντοχή στην κόπωση
- Υψηλή απορρόφηση ενέργειας
- Χαμηλή θερμική διαστολή
- Καλή ικανότητα συγκόλλησης

2.5.1.2 Εφαρμογές:

- Πολτοποιητική και χαρτική βιομηχανία
- Εγκαταστάσεις αφαλάτωσης
- Καπνοσωληνικός-αέριος καθαρισμός
- Φορτία δεξαμενής και συστήματα σωλήνων σε βυτιοφόρα οχήματα χημικών
- Θαλάσσια συστήματα
- Τοίχοι πυροπροστασίας και ανατίναξης σε πλατφόρμες ανοιχτής θάλασσας
- Γέφυρες
- Συστατικά για δομικό σχεδιασμό
- Φορτία αποθήκευσης
- Δοχεία πίεσης
- Ανταλλαγείς θερμότητας
- Θερμοσίφωνες
- Στροφεία, υδραυλικά στροφεία και άξονες.

2.5.2 ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑ ΤΩΝ ΔΙΦΑΣΙΚΩΝ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ ΚΑΙ ΑΠΟΡΡΕΟΥΣΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ

Οι διφασικοί ανοξειδωτοί χάλυβες βασίζονται στο τριμερές διάγραμμα φάσεων Fe–Cr–Ni. Ωστόσο, μόνο η περιοχή που αντιστοιχεί στο 70% του σιδήρου απεικονίζει το ψευδο – διμερές διάγραμμα φάσεων που αντιπροσωπεύει τους διφασικούς ανοξειδωτούς χάλυβες.

Αρχικώς στερεοποιούνται ως 100% φερριτικά κράματα και εξαρτάται από τον μετασχηματισμό φάσεων σε στερεή κατάσταση αν θα αποκτήσουν την επιζητούμενη μικροδομή των ισόποσων φάσεων φερρίτη και ωστενίτη. Σε υψηλές θερμοκρασίες (πάνω από τη γραμμή solvus του φερρίτη), το κράμα παραμένει 100% φερριτικό. Ο ωστενίτης μπορεί να φυτρώσει και να αναπτυχθεί κάτω από τη γραμμή solvus του φερρίτη, σε χαμηλότερες θερμοκρασίες και το ποσοστό ωστενίτη-φερρίτη συνεπώς γίνεται υπαρκτό κάτω από την θερμοκρασία των 1000°C. Προτιμητέα επιτυγχάνεται σχηματισμός μιας ποσότητας 50 – 60% ωστενίτη.

Διαδικασίες ανόπτησης και θερμικές κατεργασίες μπορούν να πραγματοποιηθούν σε θερμοκρασίες κάτω από τη solvus φερρίτη, όπου ο φερρίτης και ο ωστενίτης

συνυπάρχουν σε ισορροπία. Με τον έλεγχο της θερμικής κατεργασίας και του ρυθμού ψύξης, η δημιουργούμενη αναλογία και η κατανομή του φερρίτη και του ωστενίτη μπορούν να ελεγχθούν. Καθώς η θερμοκρασία ανόπτησης ή θερμής κατεργασίας μειώνεται, η μικροδομή θα περιέχει προοδευτικά περισσότερο ωστενίτη από φερρίτη. Στην πράξη, η θερμοκρασία ανόπτησης ή θερμής κατεργασίας επιλέγεται όσο το δυνατό χαμηλότερη αλλά και επαρκώς υψηλή για τη διαλυτοποίηση των ενδεχόμενων φάσεων κατακρήμνισης.

Υπό συνθήκες ισορροπίας, τα α -φερρογόνα στοιχεία του φερρίτη (Cr, Mo, W) συγκεντρώνονται με διάχυση στον ωστενίτη. Ταυτόχρονα, τα γ -φερρογόνα στοιχεία του ωστενίτη (Ni, C, N, Cu) συγκεντρώνονται με διάχυση στον ωστενίτη. Με τη μείωση της θερμοκρασίας η σύσταση σε φερρίτη και ωστενίτη αλλάζει διαρκώς, σύμφωνα με τις συστάσεις των γραμμών solvus. Ταυτόχρονα η διάχυση επιβραδύνεται με μείωση της θερμοκρασίας. Σε κάποια θερμοκρασία κατά τη διάρκεια της ψύξης, επιτυγχάνεται ισορροπία φάσεων και οι συστάσεις αυτή τη δεδομένη στιγμή ισορροπούν.

Λόγω του υψηλού ποσοστού των κραματικών στοιχείων οι διφασικοί ανοξείδωτοι χάλυβες παρουσιάζουν μια σύνθετη συμπεριφορά ως προς την κατακρήμνιση και τις απορρέουσες ιδιότητες. Η επίδραση στις μηχανικές και στις διαβρωτικές ιδιότητες από τα διαφορετικά κατακρημνίσματα είναι ευρεία λόγω της κατανομής των διαφορετικών κραματικών στοιχείων στην ωστενιτική και φερριτική φάση αντίστοιχα. Μεγάλος αριθμός από διαφορετικές ενδομεταλλικές φάσεις (G-, α' , Laves – phases, κτλ.) μπορούν να σχηματιστούν κατά την διάρκεια θερμικών κατεργασιών στους διφασικούς χάλυβες. Οι περισσότεροι από αυτούς τους μετασχηματισμούς έχουν σχέση με τον φερρίτη γιατί ο ρυθμός στοιχειακής διάχυσης είναι περίπου 100 φορές ταχύτερος στον φερρίτη από ότι στον ωστενίτη. Η πιο σημαντική μεταλλουργική διαδικασία σε έναν διφασικό ανοξείδωτο χάλυβα είναι η ευτηκτοειδής διάσπαση του α φερρίτη σε φάση σίγμα (σ) και δευτερογενή ωστενίτη (γ_2), ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$) που σχηματίζεται λόγω θερμικών κατεργασιών.

Η φερριτική φάση των διφασικών κραμάτων (και του 2205) μπορεί να ψαθυροποιηθεί μετά από έκθεση σε θερμοκρασίες μεταξύ του εύρους 343 - 538°C. Η ευθραυστοποίηση στους 885°C μπορεί να αποφευχθεί μέσω θερμικής κατεργασίας του κράματος πάνω από τους 590°C. Άλλη μια περιοχή ψαθυροποίησης υπάρχει μεταξύ των θερμοκρασιών 538 – 1000°C λόγω της κατακρήμνισης πολλών φάσεων που είναι ανεπιθύμητες λόγω των αρνητικών τους επιπτώσεων στις υπάρχουσες διαβρωτικές και

μηχανικές ιδιότητες. Μια πλήρης αποστατική ανόπτηση και στη συνέχεια γρήγορη ψύξη είναι απαραίτητη για την απαλοιφή αυτής και είναι επίσης μια προτιμητέα τακτική για την ανακούφιση του υλικού από τις σχηματιζόμενες τάσεις και την ευθραυστοποίηση των 475°C.

Από τις πιο επικίνδυνες κατακρημνίσεις που αφορούν και πιθανή ψαθυροποίηση είναι οι κατακρημνίσεις εξαγωνικών νιτριδίων σε ένα θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των 700 - 900°C, η α' κατακρήμνιση (ευθραυστοποίηση στους 475°C) και ο σχηματισμός των ενδομεταλλικών φάσεων σίγμα και χ. Επίσης, η προσθήκη ή τα αυξημένα επίπεδα Cr, Mo και W τείνουν να επιταχύνουν το σχηματισμό κατακρημνισμάτων, ιδιαίτερα τις φάσεις χ και σ. Οι αντιδράσεις κατακρήμνισης χαμηλότερων θερμοκρασιών περιορίζουν τη χρήση των διφασικών ανοξειδωτων χάλυβων σε θερμοκρασίες χαμηλότερες από 280°C.

Πολλοί επιστήμονες έχουν μελετήσει την καταστροφική επίδραση της κατακρήμνισης της σ φάσης στην σκληρότητα και στην αντοχή της διάβρωσης του διφασικού ανοξειδωτου χάλυβα. Η σ φάση εμφανίζεται κατά προτίμηση στα όρια των κόκκων φερρίτη όπου οι συγκεντρώσεις χρωμίου και μολυβδαινίου είναι υψηλότερες. Κατά την διάρκεια του σχηματισμού – ανάπτυξης της σ φάσης, οι γύρω περιοχές εξαντλούνται σε χρώμιο και μολυβδαίνιο και μετατρέπονται σε φάση δευτερογενούς ωστενίτη. Αυτό συμβαίνει ταυτοχρόνως στην ευτηκτοειδή αντίδραση ($\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$). Ο σχηματισμός της αλλοτροπικής μορφής ωστενίτη (γ_2) στα α/α όρια κόκκων είναι επίσης κοινός και ευνοείται όταν το κλάσμα όγκου του ωστενίτη που παρουσιάζεται στον χάλυβα είναι χαμηλότερο από την αναλογία ισορροπίας.

Γενικά, οι διφασικοί ανοξειδωτοι χάλυβες δεν χρησιμοποιούνται στο εύρος των θερμοκρασιών όπου σχηματίζεται η φάση γ_2 και σ (600 - 900°C). Ωστόσο, καθώς οι κινητικές των αντιδράσεων $\alpha \rightarrow \sigma + \gamma_2$ και $\alpha \rightarrow \gamma_2$ είναι πολύ γρήγορες, εξαναγκασμός σε αυτό το θερμοκρασιακό εύρος μπορεί να σχηματιστεί κατά την διάρκεια θερμής κατεργασίας ή διαδικασιών συγκόλλησης.

Η κατακρήμνιση της α' φάσης, επίσης, μπορεί να επιφέρει μια προοδευτική σκλήρωση του υλικού και μείωση της σκληρότητας του. Στους διφασικούς ανοξειδωτους χάλυβες αυτή η κατακρήμνιση μπορεί να σχηματιστεί από σπινοειδή αποσύνθεση, έναν μηχανισμό του οποίου η φερριτική φάση μετατρέπεται σε μία πλούσια σε χρώμιο φάση, την α' και μία πλούσια σε σίδηρο φάση χωρίς πυρήνωση. Επειδή αυτή η αντίδραση είναι γρηγορότερη στους 475°C, η διαδικασία είναι γνωστή ως "ευθραυστότητα των 475°C". Ωστόσο, η αντίδραση αυτή μπορεί να δημιουργηθεί και

σε χαμηλότερες θερμοκρασίες όπως στους 300°C, όταν ο χάλυβας εκτίθεται σε αυτή την θερμοκρασία για χιλιάδες ώρες ή υποβάλλεται στην θερμοκρασία των 600°C για λίγα λεπτά, εξαρτώμενη πάντα από την χημική σύνθεση του χάλυβα.

2.5.2.1 Κατακρήμνιση της φάσης σ.

Η φάση σ είναι ενδομεταλλική και μη μαγνητική. Η αρχική της σύνθεση βασίζεται στο σύστημα σιδήρου – χρωμίου. Η φάση αυτή έχει τετραγωνική κρυσταλλογραφική δομή με στοιχειώδες κελί που αποτελείται από 32 άτομα και 5 διαφορετικές κρυσταλλογραφικές ατομικές περιοχές. Αυτές καταλαμβάνονται από διαφορετικά άτομα αν και το πλέγμα των ατόμων τα οποία το καταλαμβάνουν εξαρτώνται από την συγκέντρωση αυτό καθεαυτό. Όσο αναφορά το τριπλό διάγραμμα σιδήρου - χρωμίου - νικελίου, η σ φάση είναι μια θερμοδυναμικά σταθερή φάση που σχηματίζεται στην πλούσια σε χρώμιο πλευρά του ψευδοδωαδικού διαγράμματος φάσεων Fe – Cr – Ni. Τυπικά η φάση σ κατακρημνίζεται μεταξύ των 600 και 1000°C. Ο μηχανισμός της κατακρήμνισης είναι ένας ευτηκτοειδής μετασχηματισμός του φερρίτη σε δευτερογενή ωστενίτη και φάση σ. Η ονομασία του παρατηρήσιμου ωστενίτη ως τριτογενή ωστενίτη (γ_3) καθιστά δυνατή έναν σαφή διαχωρισμό από άλλες ωστενιτικές φάσεις οι οποίες δημιουργούνται με διαφορετικό μηχανισμό. Γενικά η ονομασία του ωστενίτη βασίζεται στον μηχανισμό σχηματισμού.

Όπως δείχνει το διάγραμμα μετασχηματισμού χρόνου – θερμοκρασίας, ο γρηγορότερος ρυθμός κατακρήμνισης για την φάση σ βρίσκεται μεταξύ των θερμοκρασιών 859 και 900°C. Σύμφωνα με την θερμοκρασία κατακρήμνισης, η μορφολογία κατακρήμνισης της σίγμα φάσης αλλάζει. Σε χαμηλότερες θερμοκρασίες κατακρήμνισης όπως των 750°C η κρυσταλλική δομή της φάσης σ αλλάζει. Η ποσότητα του αδιάσπαστου πυρήνα φάσης σ στην αρχή της κατακρήμνισης είναι μάλλον υψηλή και εξαρτάται από τις μικρές αποστάσεις διάχυσης σε χαμηλότερες θερμοκρασίες κατακρήμνισης. Για τον λόγο αυτόν χαμηλότερες ταχύτητες διάχυσης προκαλούν υψηλό τοπικό υπερκορεσμό και οδηγούν σε μία υψηλότερη πυκνότητα κατακρημνισμάτων. Μια διαφορετική συμπεριφορά κατακρήμνισης μπορεί να παρατηρηθεί σε υψηλότερες θερμοκρασίες των 950°C. Η φάση σ είναι μεγαλύτερη και πιο συμπαγής σε αυτές τις θερμοκρασίες αυτές και η σύνδεση μεταξύ των μονοκρυστάλλων φάσης σ είναι οριακή κάτι που απορρέει από μια πιο ανίσχυρη δύναμη σχηματισμού φύτρων και έναν υψηλό ρυθμό διάχυσης σε υψηλές θερμοκρασίες.

Η μετάβαση στην σύνδεση και στο μέγεθος των σωματιδίων βρίσκεται μετά την κατακρήμνιση των 850°C.

Αυτή την αλλαγή στην μορφολογία αριθμητικά προσδιορίζεται από τον παράγοντα f . Ο παράγοντας αυτός περιγράφει την στρογγυλότητα των κατακρημνισμάτων από την παρακάτω εξίσωση:

$$F = 4\pi \times (\text{περιοχή της κατακρήμνισης}) \times (\text{περίμετρος}^2 \text{ της κατακρήμνισης})$$

Οι τιμές του παράγοντα ποικίλουν από 1, για πλήρως στρογγυλεμένο σωματίδιο, σε 0 που αντιστοιχεί σε ένα εξιδανικευμένο γραμμικά σχηματισμένο σωματίδιο με μια περίμετρο αξιοσημείωτα μεγαλύτερη από την περιοχή της επιφάνειας του σωματιδίου [15], [16], [20].

2.5.2.2 Κατακρήμνιση της φάσης χ .

Είναι μη μαγνητική και η σύνθεση της βασίζεται στο τριμερές διάγραμμα Fe-Cr-Mo ή ακόμα και στα τετραμερή διαγράμματα Fe-Cr-Ni-Mo και Fe-Cr-Ni-Ti. Η κρυσταλλική της δομή είναι τύπου α -Mn, χωροκεντρωμένη κυβική. Είναι υπαρκτή σε ένα εύρος στοιχειομετριών όπως $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$ έως και $\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Ti}_{37}$. Η φάση χ δημιουργείται από ένα άτομο με ακτίνα που ποικίλει από 6,3 – 7,8 και η σύνθεση της ομοιάζει με αυτήν της φάσης σ με την διαφορά ότι ο άνθρακας μπορεί να διαλυτοποιηθεί στην φάση χ .

Σε αντίθεση με την φάση σίγμα, η κατακρήμνιση της φάσης χ στον διφασικό ανοξείδωτο χάλυβα είναι θερμοδυναμικά μη σταθερή φάση (μετασταθής φάση). Όσον αναφορά το κράμα 2205, η κατακρήμνιση της φάσης χ στους 750 και 850°C πάντα προηγείται της φάσης σίγμα, όπως και γίνεται. Με την αρχή της σίγμα κατακρήμνισης, η φάση χ έχει ήδη κατακρημνιστεί. Η κατακρήμνισή της αρχίζει στα όρια κόκκων φερρίτη. Παρατηρούνται κατάλοιπα φάσης χ μερικώς διαλυμένα στη φάση σίγμα που βρίσκονται στα προηγούμενα όρια των κόκκων. Μπορεί να ανιχνευθεί με την τεχνική sem και διαφοροποιείται από την φάση σ λόγω του μεγαλύτερου ποσοστού της σε περιέχων μολυβδαίνιο που είναι "βαρύ" στοιχείο και έτσι παρουσιάζεται πιο ανοιχτόχρωμη [19], [20].

2.5.2.3 Συμπεράσματα

Οι ενδομεταλλικές κατακρημνίσεις στον διφασικό ανοξείδωτο χάλυβα επηρεάζουν τις μηχανικές ιδιότητες καθώς και τις διαβρωτικές σε μεγάλο βαθμό. Κατακρημνίσεις ψαθυρών φάσεων οδηγούν σε ταχύτατη μείωση της σκληρότητας.

Είναι φυσικό ότι αυτός ο μετασχηματισμός φάσεων επιδρά δραστικά στο ποσό της φάσης του α φερρίτη. Για αυτό έχει μεγάλη σημασία η παραγωγή και η κατάσταση διάθεσης προς χρήση να μην αλλάζουν την αρχική αναλογία φάσεων του χάλυβα.

Επίσης τονίζει την σπουδαιότητα για περαιτέρω έρευνα με μη καταστροφικούς ελέγχους. Οι διφασικοί ανοξείδωτοι χάλυβες είναι μερικώς μαγνητικοί, μια ιδιότητα που μπορεί να χρησιμοποιηθεί άμεσα, ώστε να διαφοροποιούνται από τους κοινούς ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες. Αυτό οφείλεται στην φερριτική φάση που είναι φερρομαγνητική σε αντίθεση με τον παραμαγνητικό ωστενίτη και την φάση σ . Για τον λόγο αυτόν οι μαγνητικές μέθοδοι φαίνονται ιδανικές για τον έλεγχο διφασικών χαλύβων αφού είναι ευαίσθητες στο ποσό και στη δομή της φερρομαγνητικής φερριτικής φάσης.

2.6 ΔΙΦΑΣΙΚΟΣ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΟΣ ΧΑΛΥΒΑΣ 2205

2.6.1 Χημική σύνθεση:

Ένας από τους πιο ευρέως χρησιμοποιούμενους διφασικούς ανοξείδωτους χάλυβες τα τελευταία χρόνια λόγω της εξαιρετικής διαβρωτικής αντοχής, της ικανότητας διαμόρφωσης και των μηχανικών ιδιοτήτων είναι ο 1.4462 (κατά το πρότυπο EN) γνωστός επίσης και ως 2205 ή UNS S31803/ UNS S32205 (κατά το πρότυπο ASTM). Ο χαρακτηρισμός '2205' προέρχεται από την τυπική σύνθεση του κράματος η οποία αποτελείται από 22% χρώμιο και 5% νικέλιο.

Έχει ως μέσο όρο σύνθεσης 22%Cr, 5%Ni, 2,5%Mo, 0,03%C και 0,14%N κατά βάρος.

2.6.2 Μηχανικές Ιδιότητες

	minimum values according to EN 10088			typical values		
	P	H	C	P(15mm)	H(4mm)	C(1mm)
	2205					
Proof strength, Mpa	460	460	500	510	620	635
Tensile strength, Mpa	640	700	700	750	820	835
Elongation %	25	20	20	35	35	35
Hardness, HB				250	250	250

Οι μηχανικές ιδιότητες του κράματος 2205 βασίζονται στα πρότυπα EN 10088 και EN 10028. Τυπικές τιμές αυτών σε θερμοκρασία των 20°C δίνονται στον παραπάνω πίνακα όπου P = πλάκα θερμής έλασης, H= φύλλο θερμής έλασης και C= φύλλο ψυχρής έλασης.

2.6.3 ΚΟΠΩΣΗ

Το κράμα διφασικού χάλυβα 2205 παρουσιάζει υψηλή αντοχή στην κόπωση λόγω και της υψηλής εφελκυστική αντοχής του. Το όριο αντοχής του σε θερμοκρασία περιβάλλοντος είναι περίπου το 45% του ορίου διαρροής του.

Η ανθεκτικότητα καταπόνησης στην κόπωση έχει εκτιμηθεί σε 2 εκατομμύρια κύκλους και μία 50% πιθανότητα θραύσης (η δοκιμή έγινε χρησιμοποιώντας στρογγυλεμένες γυαλισμένες ράβδους).

2.6.4 ΑΝΤΟΧΗ ΣΤΗΝ ΔΙΑΒΡΩΣΗ

Το κράμα 2205 είναι ανθεκτικό στην εξασθένιση αναγωγικών οξέων και μέτριο σε υψηλές συγκεντρώσεις οξειδωτικών οξέων. Είναι, επίσης ανθεκτικό σε χαμηλές συγκεντρώσεις οργανικών οξέων αλλά πρέπει να χρησιμοποιείται με προσοχή σε υψηλές συγκεντρώσεις και αντίστοιχα, υψηλότερες θερμοκρασίες. Έχει μεγάλη διαβρωτική αντοχή σε ποικίλα περιβάλλοντα.

2.6.4.1 Ενιαία/ομοιόμορφη διάβρωση:

Η ομοιόμορφη διάβρωση χαρακτηρίζεται από μία ενιαία προσβολή στην επιφάνεια του χάλυβα που έχει έρθει σε επαφή με κάποιο μέσο διάβρωσης. Η ανθεκτικότητα της διάβρωσης γενικά θεωρείται καλή εάν ο δείκτης της διάβρωσης είναι μικρότερος από 0.1mm το χρόνο. Εξαιτίας της υψηλής περιεκτικότητάς του σε χρώμιο και της χαμηλής σε μολυβδαίνιο, το κράμα 2205 προσφέρει εξαιρετική αντοχή στη διάβρωση σε πολλά μέσα (θειικό οξύ, υδροχλωρικό οξύ, νιτρικό οξύ).

2.6.4.2 Βελονοειδής και σπηλαιώδης διάβρωση:

Η αντοχή στην βελονοειδή και σπηλαιώδη διάβρωση αυξάνεται με την περιεκτικότητα σε χρώμιο, μολυβδαίνιο και άζωτο στον χάλυβα. Αυτή συχνά απεικονίζεται από το ισοδύναμο αντοχής της δημιουργίας κοιλωμάτων (PRE) για το υλικό, το οποίο μπορεί να μετρηθεί χρησιμοποιώντας τον τύπο: $PRE = \%Cr + 3,3x\%Mo + 16N$. Η PRE τιμή για το συγκεκριμένο κράμα 2205 είναι 36,027. Η PRE τιμή μπορεί να χρησιμοποιηθεί για μια τραχεία σύγκριση ανάμεσα σε διάφορα υλικά.

Ένας περισσότερο αξιόπιστος τρόπος για να αξιολογηθούν οι χάλυβες είναι ανάλογα με την κρίσιμη θερμοκρασία (CPT) στην οποία δημιουργείται η βελονοειδής διάβρωση. Υπάρχουν ορισμένες διαθέσιμοι μέθοδοι μέτρησης της CPT. Η ηλεκτροχημική μέθοδος, που χρησιμοποιείται από την εταιρεία Outokumpu, κάνει δυνατή την μέτρηση της αντοχής της διαβρώσεως αυτής, χωρίς την παρέμβαση των κοιλωμάτων της σπηλαιώδους διάβρωσης χρησιμοποιώντας το πρότυπο ASTM G 150. Τα αποτελέσματα εκφράζουν την κρίσιμη θερμοκρασία έναρξης της βελονοειδούς διάβρωσης, CPT. Αυτή στο κράμα 2205 σε συνθήκες δωματίου (P320 mesh) και σε διάλυμα 1M NaCl, μετράται στους 55°C.

Όταν αξιολογείται η αντοχή της σπηλαιώδους διάβρωσης, μετράται η κρίσιμη θερμοκρασία στην οποία η διάβρωση αυτή αρχίζει να δρα σε ένα καλώς ορισμένο διάλυμα. Η τυπική κρίσιμη θερμοκρασία σπηλαιώδους διάβρωσης (CCT) μετρημένη σε συνθήκες δωματίου (120mesh) σε 6% FeCl₃ + 1% HCl σύμφωνα με το πρότυπο ASTM G48 Method F, μετράται στους 20°C.

Οι ακριβείς τιμές των κρίσιμων αυτών θερμοκρασιών διαφοροποιούνται ανάλογα με το τελικό προϊόν και την τελική επιφανειακή κατεργασία.

Το κριτήριο της κρίσιμης θερμοκρασίας σπηλαιώδους διάβρωσης είναι χρήσιμο αλλά δεν δηλώνει αναγκαία μία απόλυτα περιοριστική θερμοκρασία για χρήση της σε ένα συγκεκριμένο κράμα στην αντοχή σε χλωριούχο διάλυμα.

2.6.4.3 Διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση σε διάλυμα χλωριδίων (SCC) αλλά και υπό την παρουσία σουλφιδίων:

Οι ανοξειδωτοί διφασικοί χάλυβες είναι ανθεκτικοί σε αυτού του είδους τη διάβρωση και χρησιμοποιούνται διάφορες μέθοδοι για να αξιολογηθεί η αντοχή τους σε αυτή. Τα αποτελέσματα μπορεί να ποικίλουν και εξαρτώνται τόσο από τη μέθοδο όσο και από το περιβάλλον της δοκιμής.

Η ανθεκτικότητα στην διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση σε ένα διάλυμα χλωρίου υπό συνθήκες εξάτμισης μπορεί να προσδιοριστεί σύμφωνα με τη σταγονομετρική μέθοδο εξάτμισης . Αυτό σημαίνει ότι ένα διάλυμα άλατος αφήνεται να πέφτει αργά υπό μορφή σταγόνων πάνω σε ένα θερμασμένο δείγμα, το οποίο ταυτόχρονα υποβάλλεται σε εφελκυστική τάση. Με αυτήν την μέθοδο καθορίζεται ο μέσος όρος της υψηλότερης σχετικής αντοχής και το δοκίμιο δεν καταλήγει σε ρήξη μετά από 500 ώρες δοκιμών στους 100°C. Η τιμή του μέσου όρου εκφράζεται συνήθως ως ένα ποσοστό του ορίου αναλογίας του χάλυβα στους 200°C.

Η αντοχή στην διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση των διφασικών χαλύβων έχει συσχετιστεί με την περιεχόμενη αναλογία τους σε νικέλιο. Οι διφασικοί ανοξειδωτοί χάλυβες συμπεριφέρονται κατά ένα τρόπο σε ένα συνδυασμό χαρακτηριστικών της ωστενιτικής και της φερριτικής φάσης που τους αποτελούν.. Για τον λόγο αυτόν οι διφασικοί ανοξειδωτοί χάλυβες προτιμώνται έναντι των ωστενιτικών ανοξειδωτων σε πολλές εφαρμογές όπου η διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση σε χλωριούχο διάλυμα είναι το πρόβλημα.

Στην παρουσία των σουλφιδίων του υδρογόνου και των χλωριδίων, ο φόβος για έντονη διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση σε χαμηλές θερμοκρασίες αυξάνεται. Τέτοια περιβάλλοντα μπορούν να υπάρξουν, για παράδειγμα, στους κυλινδρικούς σωλήνες των πετρελαιοπηγών και των φρεατίων φυσικού αερίου. Οι διφασικοί τύποι χαλύβων, όπως το κράμα 2205, επιδεικνύουν καλή αντοχή. Παρόλα αυτά προσοχή πρέπει να δίνεται όταν οι συνθήκες αφορούν μερικώς υψηλή πίεση του σουλφιδίου του υδρογόνου και όταν ο χάλυβας υπόκειται σε υψηλές εσωτερικές τάσεις. Το κράμα 2205 είναι εγκεκριμένο υλικό σύμφωνα με το NACE MR0175 “Πρότυπες Υλικές Απαιτήσεις – Μέταλλα για Αντοχή στην Μηχανική Καταπόνηση σε διάλυμα

χλωριδίων και Αντοχή στην Διάβρωση υπό Μηχανική Καταπόνηση σε διάλυμα σουλφιδίου σε Οξίνα Ελαιώδη Περιβάλλοντα”

2.6.4.4 Περικρυσταλλική διάβρωση:

Η περικρυσταλλική διάβρωση εξαρτάται από την περιεκτικότητα του κράματος σε άνθρακα. Εξ αιτίας της διφασικής μικροδομής και της χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα (0.015% κ.β), το κράμα 2205 παρουσιάζει πολύ καλή αντοχή στην περικρυσταλλική διάβρωση.

Η διάβρωση αυτή συμβαίνει όταν ο ανοξειδωτος χάλυβας θερμανθεί και σχηματιστούν καρβίδια του χρωμίου (π.χ $(\text{FeCr})_7\text{C}_3$) γύρω από τους κρυστάλλους του κράματος. Τα καρβίδια αυτά αντικαθιστούν το οξείδιο του χρωμίου και έτσι ο χάλυβας χάνει την προστασία του.

2.6.4.5 Γαλβανική Διάβρωση:

Η γαλβανική διάβρωση μπορεί να εμφανιστεί όταν δύο ανόμοια μέταλλα έρθουν σε επαφή. Τότε δημιουργείται ένα τοπικό γαλβανικό στοιχείο με αποτέλεσμα την διάβρωση του πιο ηλεκτροθετικού μετάλλου. Το πιο ευγενές από τα δύο μέταλλο προστατεύεται ενώ το άλλο προσβάλλεται με συχνότερη διάρκεια. Όσο οι διφασικοί ανοξειδωτοι χάλυβες παραμένουν παθητικοί, είναι στα περισσότερα περιβάλλοντα ευγενέστεροι από άλλα μεταλλικά κατασκευαστικά υλικά, σημαίνει ότι οι ανοξειδωτοι αυτοί χάλυβες είναι προστατευμένοι ενώ ο βαθμός διάβρωσης τους αυξάνεται.

Η γαλβανική διάβρωση δεν εμφανίζεται ανάμεσα σε διαφορετικές κατηγορίες των ανοξειδωτων χαλύβων ενόσω και οι δύο κατηγορίες παραμένουν παθητικές.

2.6.5 ΚΑΤΑΣΚΕΥΗ

Ο διφασικός χάλυβας 2205 είναι κατάλληλος για τις περισσότερες διαμορφωτικές λειτουργίες. Η κατασκευή του πρέπει να γίνεται μόνο με την χρήση οργάνων που είναι ειδικά για την επεξεργασία ανοξειδωτων υλικών. Η επεξεργασία με εργαλεία και οι επιφάνειες εργασίας πρέπει να καθαρίζονται σχολαστικά πριν την χρήση. Οι προφυλάξεις αυτές είναι απαραίτητες για να αποφεύγονται μολύνσεις του ανοξειδωτου χάλυβα από εύκολα διαβρωνόμενα μέταλλα τα οποία μπορεί να αποχρωματίσουν την επιφάνεια του υπό κατασκευή προϊόντος.

2.6.6 ΘΕΡΜΗ ΔΙΑΜΟΡΦΩΣΗ

Η θερμή έλαση του κράματος 2205 διεξάγεται μεταξύ των θερμοκρασιών 950-1150°C. Η ανόπτηση και η ανόπτηση για ανακούφιση των εισαγόμενων τάσεων ακολουθεί σε ένα εύρος θερμοκρασιών μεταξύ των 1020-1100°C και έπειτα πρέπει να ψύχεται αμέσως. Η ανόπτηση κοντά στους 1100°C αυξάνει την ποσότητα παρουσίας του φερρίτη στην μικροδομή, συγκρινόμενη με τα αποτελέσματα της ανόπτησης κοντά στους 1020°C.

Οι διφασικοί ανοξείδωτοι χάλυβες δεν μπορούν να σκληρυνθούν με θερμικές κατεργασίες. Μπορούν όμως, να εργοσκληρυνθούν. Αφού θερμανθούν και ψυχθούν απότομα, ανόπτηση πραγματοποιείται περίπου στους 1100°C.

2.6.7 ΨΥΧΡΗ ΔΙΑΜΟΡΦΩΣΗ

Το κράμα 2205 μπορεί επιτυχώς να υποστεί ψυχρή έλαση και να επιμηκυνθεί. Μεγαλύτερα φορτία μπορεί να χρειαστούν ώστε να επιμηκύνουν το κράμα λόγω της μεγάλης του αντοχής, καθώς η φερριτική φάση εντός του, συμβάλει στην δημιουργία μειούμενης επιμήκυνσης. Το κράμα θα πρέπει να παραμορφώνεται με ακτίνα κάμψης πιο ομαλή από ότι ένα πλήρως ωστενιτικό υλικό και η ελάχιστη ακτίνα κάμψης που πρέπει να χρησιμοποιείται είναι ένα μέγεθος τουλάχιστον διπλάσιο από το πάχος του υλικού.

Έντονα ψυχρά ελασμένα τμήματα πρέπει να υπόκεινται σε πλήρη ανόπτηση μετά την έλαση ειδικά όταν υπάρχει υπόνοια για διάβρωση υπό μηχανική καταπόνηση σε χλωριούχο διάλυμα. Η ανακούφιση των τάσεων με θερμικές κατεργασίες στο θερμοκρασιακό εύρος των 316 - 926°C επιδρούν δυσμενώς στις ιδιότητες του κράματος και πρέπει να λαμβάνονται υπ' όψιν.

2.6.8 ΜΗΧΑΝΟΥΡΓΙΚΗ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΜΟΤΗΤΑ

Οι διφασικοί χάλυβες είναι γενικά πιο απαιτητικοί κατά την επεξεργασία από τους συμβατικούς ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες. Το κράμα 2205 πετυχαίνει δύσκολη μηχανουργική επεξεργασία, αν και είναι επεξεργάσιμο σε μηχανές, εξαιτίας της υψηλής αντοχής του.

Η μηχανουργική ικανότητά του μπορεί να διευκρινιστεί από έναν μηχανουργικό δείκτη. Αυτός ο δείκτης, ο οποίος αυξάνεται ανάλογα με τη βελτιωμένη μηχανουργική ικανότητα, είναι βασισμένος σε ένα συνδυασμό από στοιχεία δοκιμών σε διαφορετικές μηχανουργικές λειτουργίες τα οποία είναι αποτελέσματα της εταιρείας. Στην

επεξεργασιμότητα με εργαλεία κεραμικών καρβιδίων ο δείκτης είναι στην τιμή 0,6 ενώ με εργαλεία ταχυχαλύβων δίνεται 0,9.

2.6.9 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ:

Οι διαφασικοί χάλυβες γενικά έχουν καλή συγκολλητική ικανότητα και μπορούν να συγκολληθούν χρησιμοποιώντας τις περισσότερες από τις συγκολλητικές μεθόδους που χρησιμοποιούνται, με την χαμηλή θερμική διαστολή τους να μειώνει τις παραμένουσες τάσεις μετά την συγκόλληση:

- Συγκόλληση τόξου με επενδεδυμένο ηλεκτρόδιο (SMAW)
- Συγκόλληση τόξου με ηλεκτρόδιο βολφραμίου και προστατευτικό αέριο, TIG (GTAW)
- συγκόλληση τόξου με τηκόμενο ηλεκτρόδιο και προστατευτικό αέριο MIG (GMAW)
- συγκόλληση τόξου με τηκόμενο ηλεκτρόδιο (FCW)
- συγκόλληση τόξου πλάσματος (PAW)
- συγκόλληση βυθισμένου τόξου (SAW)
- Άλλα, οι ακτίνες λέιζερ, αυτογενής συγκόλληση, υψηλής συχνότητας συγκόλληση.

Λόγω της ισορροπημένης σύνθεσης, η θερμικά επηρεασμένη ζώνη απαιτεί μία αρκετά υψηλή περιεκτικότητα σε ωστενίτη για να διατηρήσει καλή αντοχή στην τοπική διάβρωση. Οι παρακάτω γενικές οδηγίες πρέπει να ακολουθούνται κάθε φορά που πραγματοποιείται συγκόλληση ανοξείδωτου διαφασικού χάλυβα και συγκεκριμένα του κράματος 2205:

- Το υλικό πρέπει να συγκολλάται χωρίς προθέρμανση.
- Το υλικό πρέπει να αφήνεται να ψυχθεί ανάμεσα στα πάσα, κατά προτίμηση κάτω από την θερμοκρασία των 150°C.
- Για να αποκτηθούν καλές μεταλλικές ιδιότητες στην κατάσταση της συγκόλλησης, πρέπει να χρησιμοποιηθεί μέταλλο προσθήκης στις περισσότερες εφαρμογές. Το προτεινόμενο μέταλλο προσθήκης για το κράμα 2205 είναι το AWS E2209. Τέτοιου είδους μέταλλα προσθήκης (AWS E2209) περιέχουν περισσότερο νικέλιο από το μέταλλο βάσης για να παράξουν μια φάση ισορροπίας μέσα στη συγκόλληση που είναι η ίδια με το μέταλλο

βάσης. Όταν το κράμα 2205 συγκολλάται με διαφορετικά μέταλλα, το μέταλλο προσθήκης που επιλέγεται πρέπει να περιέχει ικανή ποσότητα στοιχείων που σχηματίζουν ωστενίτη ώστε τελικά να σχηματιστεί μερική ή πλήρης ωστενιτική συγκόλληση. Οι μεγάλοι φερριτικοί κόκκοι που σχηματίζονται από την συγκόλληση και προέρχονται από φερριτικά μέταλλα προσθήκης μπορεί να ελαττώσουν την ελατότητα του κράματος σε θερμοκρασία δωματίου.

- Η συνιστώμενη ενέργεια του τόξου πρέπει να διατηρείται μέσα σε συγκεκριμένα όρια ώστε να αποκτηθεί μία καλή ισορροπία ανάμεσα στον φερρίτη και τον ωστενίτη κατά τη συγκόλληση. Η εισαγωγή θερμότητας πρέπει να προσαρμοστεί στην κατηγορία του χάλυβα και να προσαρμοστεί σε αναλογία προς το πάχος του υλικού που πρόκειται να συγκολληθεί.
- Μετά-συγκολλητική ανόπτηση μετά τη συγκόλληση με πληρωτικό δεν είναι απαραίτητη. Σε περιπτώσεις όπου λαμβάνεται υπόψη η θερμική επεξεργασία, π.χ. για ανακούφιση των τάσεων, πρέπει να διεξαχθεί σύμφωνα με τις θερμοκρασίες ανόπτησης που έχουν αναφερθεί, αλλά με την ελάχιστη αύξηση της θερμοκρασίας σε 30-50 °C, ώστε να εξασφαλιστεί η πλήρης διάλυση της ενδομεταλλικής φάσης στο συγκολλημένο υλικό.
- Για να διασφαλιστεί η βέλτιστη αντοχή στην εμφάνιση της βελονοειδούς διάβρωσης όταν χρησιμοποιείται οι μέθοδοι GTAW και PAW, συνίσταται μία επιπρόσθετη δόση αζώτου στο αέριο προστασίας.

Κεφάλαιο 3

Πειραματική διαδικασία και
θεωρητικές έννοιες αυτής

3.1 ΤΑΞΙΝΟΜΗΣΗ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ

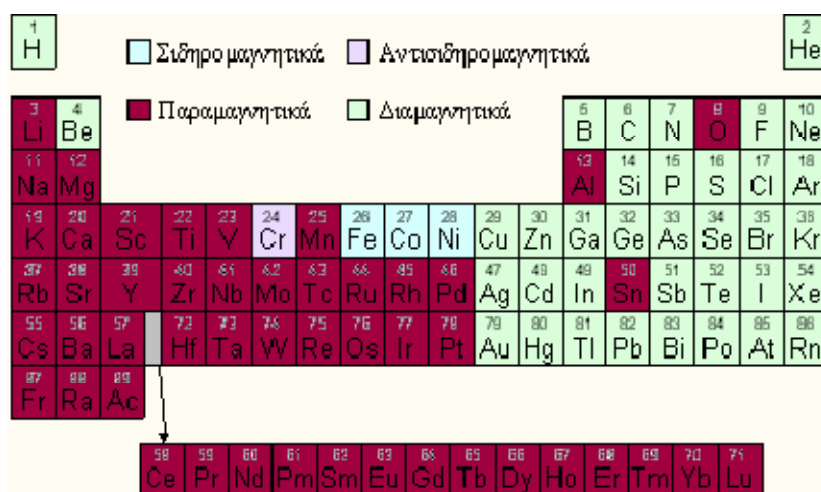
3.1.1 ΔΙΑΜΑΓΝΗΤΙΚΑ, ΠΑΡΑΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΚΑΙ ΦΕΡΡΟΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΥΛΙΚΑ

Τα μαγνητικά υλικά ταξινομούνται με βάση την επιδεκτικότητα που παρουσιάζουν. Η πρώτη κατηγορία περιλαμβάνει υλικά για τα οποία η επιδεκτικότητα είναι μικρή και αρνητική, $\chi \approx -10^{-5}$. Τα υλικά αυτά ονομάζονται διαμαγνητικά και η μαγνητική τους απόκριση αντιτίθεται στο εφαρμοζόμενο μαγνητικό πεδίο. Παραδείγματα αυτής της κατηγορίας αποτελούν ο χαλκός, ο άργυρος, το βισμούθιο και το βυρήλλιο. Οι υπεραγωγοί αποτελούν μία υποκατηγορία διαμαγνητικών υλικών με $\chi \approx -1$.

Η δεύτερη κατηγορία περιλαμβάνει υλικά για τα οποία η επιδεκτικότητα είναι μικρή και θετική. Τα υλικά αυτά λέγονται παραμαγνητικά και η επιδεκτικότητά τους κυμαίνεται από 10^{-3} έως 10^{-5} . Η μαγνήτιση των παραμαγνητικών υλικών είναι ασθενής αλλά προσανατολισμένη παράλληλα με το μαγνητικό πεδίο. Το αλουμίνιο είναι χαρακτηριστικό παράδειγμα αυτής της κατηγορίας.

Η σημαντικότερη κατηγορία μαγνητικών υλικών είναι τα σιδηρομαγνητικά (ferromagnetic-ferrimagnetic) των οποίων η επιδεκτικότητα είναι θετική, πολύ μεγαλύτερη της μονάδας, και τυπικά μπορεί να λάβει τιμές από 50 έως 10000. Τέτοια υλικά είναι ο σίδηρος, το νικέλιο, το κοβάλτιο (στοιχεία μετάπτωσης) καθώς και κάποιες σπάνιες μεταλλικές γαίες με τα κράματά τους.

Η μαγνητική επιδεκτικότητα (susceptibility) δίνεται από την σχέση που ακολουθεί $\chi = M/H$.



Πίνακας 3.1.1: Μαγνητικός περιοδικός πίνακας.

3.1.1.1 ΦΕΡΡΟΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΥΛΙΚΑ

Τα μαγνητικά υλικά έχουν οργανωμένες μαγνητικές ιδιότητες λόγω των αλληλεπιδράσεων μεταξύ των μαγνητικών μονάδων από τα μεμονωμένα άτομα.

Η χαμηλότερη προσέγγιση αυτής της αλληλεπίδρασης απαιτεί την σύζευξη των μονάδων να τείνουν να παραλληλίζονται ή να αντιπαραλληλίζονται. Τα φερρομαγνητικά υλικά είναι αυτά που τείνουν να έχουν τις μαγνητικές μονάδες τους παραλληλισμένες. Ο παραλληλισμός αντιμάχεται με τις θερμικές διεγέρσεις που τείνουν να κάνουν τυχαίους τους προσανατολισμούς των ατόμων. Η θερμοκρασία στην οποία οι θερμικές διεγέρσεις κυριαρχούν του προσανατολισμού είναι γνωστή ως θερμοκρασία Curie, TC.

Στην ενασχόληση με τα φερρομαγνητικά υλικά, το υλικό μπορεί να έχει την δική του εγγενή μαγνητική μονάδα. Συνεπώς, διαφοροποιείται το μαγνητικό πεδίο και η μαγνητική επαγωγή μέσα κι έξω από το υλικό. Έτσι, δίδονται οι εξής σαφείς ορισμοί:

B – Μαγνητική επαγωγή μέσα στο υλικό

B_e – Μαγνητική επαγωγή έξω από το υλικό

H – Μαγνητικό πεδίο μέσα στο υλικό

H_e – Μαγνητικό πεδίο έξω από το υλικό

M – Μαγνήτιση μέσα στο υλικό

Με τους ορισμούς αυτούς μπορούμε να γράψουμε:

$$\mathbf{B} = \mathbf{M} + \mathbf{H} \mu_0 \text{ και } \mathbf{B}_e = \mathbf{H}_e \mu_0$$

ορίζοντας έτσι την μαγνητική επαγωγή μέσα κι έξω από το υλικό.

Ένα από τα πιο συνηθισμένα φερρομαγνητικά υλικά είναι ο σίδηρος. Στην θερμοκρασία δωματίου, η μαγνήτιση κορεσμού του σιδήρου είναι της τάξης του Tesla. Ωστόσο, με την επιβολή ενός πεδίου της τάξης μόνο των 50 Gauss (5×10^{-3} T) στην θερμοκρασία δωματίου, μπορεί κάποιος να ελέγξει την διεύθυνση της μαγνήτισης. Αυτό από μόνο του είναι ένα εντυπωσιακό αποτέλεσμα. Επιπρόσθετα, ο σίδηρος εμφανίζει υστέρηση: η μαγνήτιση εξαρτάται από το τι μαγνητικό πεδίο εφαρμόστηκε πιο πρόσφατα και μπορεί να επαναφερθεί ξανά και ξανά. Αυτό δείχνει ότι η αρχική επίδραση δεν είναι τόσο συσχετισμένη με την διάσπαση μιας ασταθούς ισορροπίας. Η εξήγηση αυτής της φαινομενικά ανώμαλης συμπεριφοράς βρίσκεται μέσα στα δυναμικά των αλληλεπιδράσεων των μαγνητικών μονάδων των ατόμων. Δύο διαφορετικές δυνάμεις είναι που υπάρχουν:

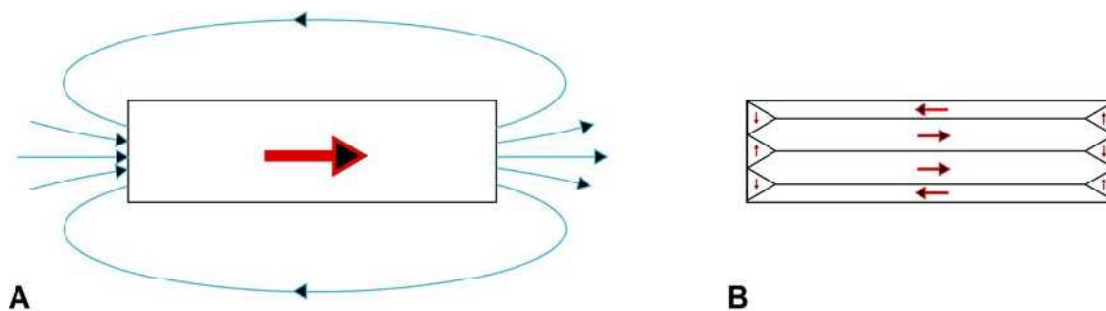
1. Μικρής ακτίνας αλληλεπιδράσεις (Short Range Interactions). Υπάρχει μία ισχυρή δύναμη ανταλλαγής, η οποία λειτουργεί ανάμεσα ενός συγκεκριμένου ατόμου και των

γειτονικών του. Η αλληλεπίδραση που ευθύνεται γι' αυτήν την δύναμη δεν έχει εξηγηθεί πλήρως, αλλά γενικά μπορεί να ειπωθεί πως προκύπτει από τον συναγωνισμό της άπωσης κατά Coulomb και τις στατιστικές Fermi.

2. Μεγάλης ακτίνας αλληλεπιδράσεις (Long Range Interactions). Οι μαγνητικές μονάδες αλληλεπιδρούν σαν δίπολα σε αποστάσεις κατά πολύ μεγαλύτερες από τις ατομικές. Παρόλο που η διπολική αλληλεπίδραση πέφτει κατά $1/r^2$, μπορεί να γίνει ισχυρή για μεγάλες συστάδες ατόμων.

Το αποτέλεσμα του συναγωνισμού μεταξύ των δύο αυτών δυνάμεων είναι ο σχηματισμός των μαγνητικών περιοχών. Οι μαγνητικές περιοχές είναι περιοχές όπου όλες οι μαγνητικές μονάδες δείχνουν προς το ίδιο σημείο, έχουν δηλαδή την ίδια διεύθυνση και φορά, επηρεαζόμενες από τις αλληλεπιδράσεις μικρής ακτίνας. Οι διαφορετικές μαγνητικές περιοχές χωρίζονται από τα μαγνητικά τοιχώματα, μία σχετικά μικρή περιοχή στην οποία περιστρέφεται η μαγνήτιση της μιας περιοχής και καταλήγει στην μαγνήτιση της άλλης. Τα μαγνητικά τοιχώματα είναι η εκδήλωση του ενεργειακού κόστους της δύναμης αλληλεπίδρασης μεγάλης ακτίνας. Η ύπαρξη μαγνητικών περιοχών και τοιχωμάτων προτάθηκε πρώτη φορά από το Pierre Weiss το 1930.

Ο Weiss ήταν αυτός που συνόψισε τις υποθέσεις όλων των προγενέστερων ερευνών σε μία ενοποιημένη θεωρία. Κύριο χαρακτηριστικό της θεωρίας αυτής ήταν η παραδοχή ότι οι μαγνητικές περιοχές καταλαμβάνουν όγκο πολύ μεγαλύτερο από αυτό που οι μέχρι τότε ερευνητές υποπεύονταν. Σε αυτούς τους όγκους τα άτομα ήταν με τέτοιο τρόπο προσανατολισμένα ώστε οι μαγνητικές τους ροπές να είναι προσανατολισμένες παράλληλα με κοινό άξονα έτσι ώστε οι περιοχές αυτές να παρουσιάζουν μαγνήτιση σχεδόν ίση με την τιμή κορεσμού. Παρόλα αυτά, ο προσανατολισμός των μεμονωμένων περιοχών είναι τυχαίος, αν και προτιμούνται συγκεκριμένοι κρυσταλλογραφικοί άξονες οι οποίοι στην περίπτωση απουσίας πεδίου είναι οι λεγόμενοι εύκολοι μαγνητικοί άξονες.



Εικόνα 3.1.1.1: Μία και μόνο μαγνητική περιοχή κυριαρχεί σε όλο το δείγμα. Η φορά της μαγνήτισης M σημειώνεται με το βέλος. Το δείγμα βρίσκεται υπό ισχυρά εξωτερικά μαγνητικά πεδία *A*. *B*: Το δείγμα είναι χωρισμένο αυθόρμητα σε πολλές μαγνητικές περιοχές. Η φορά τους σημειώνεται με τα βέλη.

Ανάλογα με το μέγεθος των συζεύξεων ανταλλαγής (μία σταθερά που επιδρά στη μαγνήτιση της δύναμης ανταλλαγής), το σύστημα θα ελαχιστοποιήσει την ενέργειά του με διαφορετικούς τρόπους. Στην εικόνα 6 παρουσιάζονται δύο ακραίες καταστάσεις:

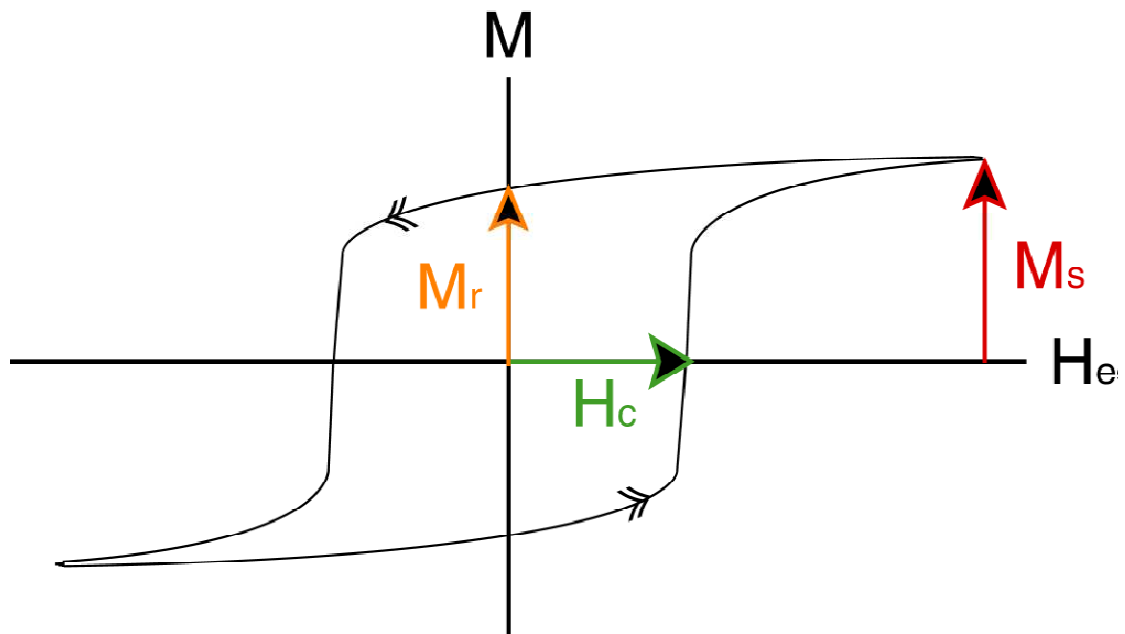
1. *A*: Μεγάλη σύζευξη ανταλλαγής. Η μεγάλη σύζευξη ανταλλαγής κάνει τα περιβάλλοντα αντιπαράλληλων μαγνητικών μονάδων να μην προτιμούνται. Επίσης, το δείγμα είναι αρκετά μικρό ώστε η ενέργεια που απαιτείται για να δημιουργηθεί η μαγνητική επαγωγή B_e εκτός του δείγματος είναι μικρότερη από την ενέργεια που απαιτείται για να δημιουργηθούν μαγνητικά τοιχώματα που θα διαμελίσουν την μαγνητική περιοχή.

1. *B*: Μικρή σύζευξη ανταλλαγής. Στην περίπτωση αυτή υπάρχει μικρή σύζευξη ανταλλαγής. Έτσι, του κοστίζει λιγότερη ενέργεια να δημιουργηθούν περιβάλλοντα με αντιπαράλληλες μαγνητικές μονάδες, απαραίτητες για να δημιουργηθούν τα μαγνητικά τοιχώματα. Έτσι, δημιουργείται ικανός αριθμός περιοχών, ώστε να δημιουργηθούν κλειστοί κύκλοι μαγνητικής επαγωγής μέσα στο δείγμα.

Έτσι έχουμε την απάντηση του γιατί υπάρχει τόσο μεγάλη απόκριση σε σχετικά μικρό εξωτερικά επιβαλλόμενο πεδίο για την περίπτωση του σιδήρου. Ένα επιβαλλόμενο μαγνητικό πεδίο μπορεί να αλλάξει τις κατανομές των μαγνητικών περιοχών παρά να προσθέσει ενέργεια στην μεταβολή πολλών τοπικών μαγνητικών μονάδων. Έτσι δεν εκπλήσσει το γεγονός πως η μαγνήτιση τέτοιων υλικών εξαρτάται εντόνως από το τι είχε συμβεί στις μαγνητικές περιοχές του πρόσφατα. Με άλλα λόγια, λόγω της δυναμικής των μαγνητικών περιοχών, τα φερρομαγνητικά υλικά παρουσιάζουν υστέρηση.

Η εικόνα 3.1.1.2 επιδεικνύει μία γενική μορφή της καμπύλης υστέρησης της μαγνήτισης για έναν φερρομαγνήτη, όταν επιβάλλεται εξωτερικό μαγνητικό πεδίο. Το πεδίο που απαιτείται για να μηδενίσει την μαγνήτιση M του υλικού λέγεται συνεκτικό πεδίο H_C

(coersivity field). Αν ένα πεδίο είναι αρκετά ισχυρό ώστε να φέρει το υλικό στην μαγνήτιση κορεσμού M_s (saturation magnetization), τότε όταν αυτό πάψει να ασκείται, η παραμένουσα μαγνήτιση M_r (remnant magnetization) θα εξακολουθεί να υφίσταται.



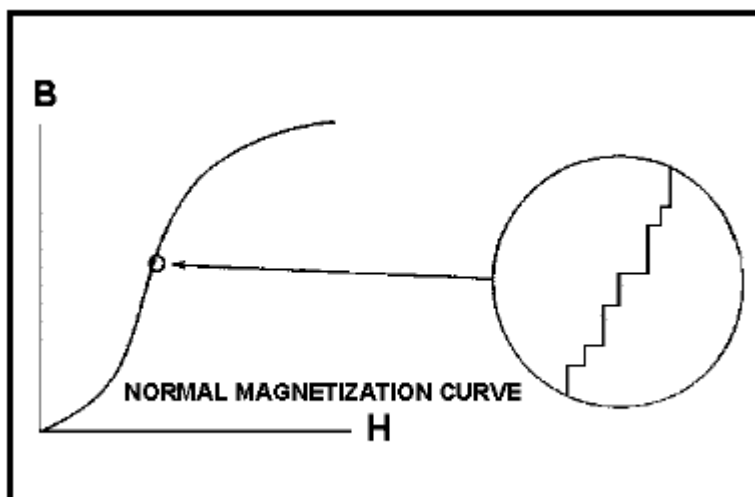
Εικόνα 3.1.1.2 Μία χαρακτηριστική καμπύλη υστέρησης ενός φερρομαγνήτη.

3.2 BHN: ΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN

Είναι μέθοδος η οποία αναφέρεται και ως μαγνητοελαστική ή μικρομαγνητική μέθοδος. Βασίζεται στην αρχή των επαγωγικών μετρήσεων ενός ακουστικού σήματος το οποίο παράγεται όταν ένα μαγνητικό πεδίο εφαρμόζεται σε ένα φερρομαγνητικό δείγμα. Ονομάστηκε θόρυβος Barkhausen από τον γερμανό καθηγητή Heinrich Barkhausen που πρώτος εξήγησε την φύση του φαινομένου αυτού.

Σύμφωνα με το φαινόμενο Barkhausen, καθώς το μαγνητικό πεδίο μεταβάλλεται με τρόπο συνεχή, υπάρχουν ασυνεχείς μεταβάσεις στην πυκνότητα μαγνητικής ροής στο εσωτερικό ενός σιδηρομαγνητικού υλικού. Αυτό παρατηρήθηκε αρχικά το 1919, όταν ένα πηνίο λήψης τυλιγμένο γύρω από ένα δείγμα σιδήρου συνδέθηκε με ενισχυτή και ηχείο. Καθώς το πεδίο H αυξανόταν ομοιόμορφα, το ηχείο παρήγαγε μία σειρά ασθενών κλικ, τα οποία οφείλονταν σε μικρού πλάτους παλμούς που επάγονταν στο πηνίο λήψης. Σε συμφωνία με το νόμο της επαγωγής, οι παλμοί αυτοί οφείλονταν σε μικρές αλλαγές της πυκνότητας μαγνητικής ροής δια μέσω του πηνίου που πήγαζαν από ασυνεχείς μεταβάσεις της μαγνήτισης και συνεπώς της μαγνητικής επαγωγής.

Αν η αρχική καμπύλη μαγνήτισης που μοιάζει συνεχής καθώς το H μεγαλώνει, μεγεθυνθεί σημαντικά, τότε οι ασυνεχείς μεταβάσεις που συνιστούν το φαινόμενο Barkhausen μπορούν να γίνουν άμεσα ορατές. Αρχικά το φαινόμενο αποδόθηκε σε απότομες ασυνεχείς περιστροφές της φοράς μαγνήτισης μέσα σε κάθε μαγνητική περιοχή. Σήμερα είναι γνωστό ότι η κίνηση των συνόρων των μαγνητικών περιοχών είναι ο σημαντικότερος παράγοντας που προκαλεί τις μεταβάσεις Barkhausen, μολονότι και οι δύο μηχανισμοί είναι υπαρκτοί και συνεισφέρουν στο φαινόμενο. Καθώς οι μεταβάσεις Barkhausen επηρεάζονται σημαντικά από την μεταβολή της μικροδομής του υλικού καθώς και από την επιβολή μηχανικών τάσεων, μετρήσεις του θορύβου Barkhausen είναι πολύ χρήσιμες στην εκτίμηση ιδιοτήτων των υλικών.



Σχήμα 3.2: σχηματική απόδοση φαινομένου Barkhausen.

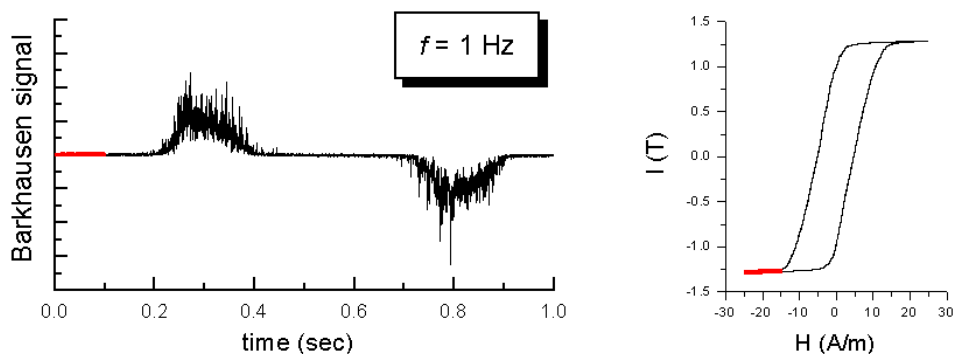
3.2.1 ΘΟΡΥΒΟΣ BARKHAUSEN – ΤΟ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟ!

Τα φερρομαγνητικά υλικά αποτελούνται από μικρές μαγνητικές περιοχές που ομοιάζουν ως ατομικοί μαγνητικοί ράβδοι οι οποίοι ονομάζονται περιοχές. Κάθε μαγνητική περιοχή μαγνητίζεται κατά μήκος ενός συγκεκριμένου κρυσταλλογραφικού άξονα εύκολης μαγνήτισης. Οι περιοχές είναι διαχωρισμένες μεταξύ τους από όρια γνωστά ως μαγνητικά τοιχώματα. Τα εναλλασσόμενα μαγνητικά πεδία θα προκαλέσουν στα μαγνητικά τοιχώματα να κινηθούν εμπροσθεν και όπισθεν. Τα εμπόδια στην κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων, είναι σημειακές ατέλειες, διαταραχές, όρια κόκκων καθώς και άλλα σημεία αγκύρωσης τα οποία έχουν μέγεθος μεγαλύτερο ή ίσο από το πάχος του μαγνητικού τοιχώματος. Για να μπορούν τα μαγνητικά τοιχώματα να κινηθούν, η περιοχή που βρίσκεται από την μια μεριά του τοιχώματος πρέπει να αυξηθεί σε μέγεθος σε σχέση με την περιοχή που βρίσκεται από την αντίθετη πλευρά του τοιχώματος που πρέπει να συρρικνωθεί σε μέγεθος. Το αποτέλεσμα είναι η αλλαγή στην συνολική μαγνήτιση του δείγματος.

Εάν τοποθετηθεί ένα πηνίο με αγωγίμο σύρμα κοντά σε ένα δείγμα κατά την διάρκεια κίνησης των μαγνητικών τοιχωμάτων, η απορρέουσα αλλαγή στην μαγνήτιση θα προκαλέσει έναν ηλεκτρικό παλμό στο πηνίο. Η διαδικασία μαγνήτισης η οποία χαρακτηρίζεται από την καμπύλη υστέρησης, δεν είναι συνεχής αλλά είναι κατασκευασμένη από μικρές ασυνεχείς διαβαθμίσεις οι οποίες προκαλούνται όταν οι μαγνητικές περιοχές κινούνται υπό την παρουσία εφαρμοσμένου μαγνητικού πεδίου. Όταν παράγονται οι ηλεκτρικοί παλμοί από την κίνηση των περιοχών και αθροίζονται

όλοι μαζί, δημιουργείται ένα είδος ακουστικού σήματος που ονομάζεται θόρυβος Barkhausen. Το φαινόμενο αυτό μπορεί να δημιουργηθεί από την κίνηση μαγνητικών τοιχωμάτων 180° και μη 180° . Η παρουσία μαγνητικών τοιχωμάτων 180° μειώνει την μαγνητοστατική ενέργεια αλλά αυξάνει την ενέργεια των τοιχωμάτων. Η παρουσία μαγνητικών τοιχωμάτων μη 180° ελαχιστοποιεί την μαγνητοστατική ενέργεια αλλά αυξάνει την ενέργεια ανισοτροπίας.

Ο θόρυβος Barkhausen έχει ένα ισχυρό ηλεκτρομαγνητικό φάσμα που εκτείνεται από την συχνότητα μαγνήτισης έως και πάνω από 2 MHz στα περισσότερα υλικά. Εκθετικά εξασθενεί όπως μια συνάρτηση της απόστασης που έχει "ταξιδέψει" μέσα στο υλικό. Αυτό δημιουργείται καταρχάς από την εξασθένιση των ρευμάτων αυτεπαγωγής ή δινορρεύματα που υπόκεινται στον πολλαπλασιασμό των ηλεκτρομαγνητικών πεδίων που δημιουργεί η κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων.



Σχήμα 3.2.1: σχηματική απόδοση του φαινομένου Barkhausen και του διαμορφούμενου μαγνητικού παλμού και η συσχέτισή του με το βρόχο μαγνήτισης.

Το μέγεθος της εξασθένισης προσδιορίζει το βάθος μέχρι το οποίο μπορούν να ληφθούν πληροφορίες. Οι κυριότεροι παράγοντες που μπορούν να επηρεάσουν αυτό το βάθος είναι οι εξής:

- η διακύμανση της συχνότητας στο αναλυόμενο σήμα του θορύβου Barkhausen και
- η αγωγιμότητα και η διαπερατότητα του υπό δοκιμή δείγματος.

Το βάθος πληροφοριών για πρακτικές εφαρμογές ποικίλει μεταξύ 0.01 – 1.5 mm.

3.2.1.1 ΘΟΡΥΒΟΣ BARKHAUSEN – ΟΙ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ.

Δύο σημαντικά χαρακτηριστικά του υλικού θα επηρεάσουν την ένταση του σήματος Barkhausen. Το ένα είναι η παρουσία και η κατανομή των ελαστικών τάσεων οι οποίες επηρεάζουν τον τρόπο που οι μαγνητικές περιοχές επιλέγουν και συγκρατούν την μαγνήτιση του εύκολου άξονα μαγνήτισης τους. Αυτό το φαινόμενο των ελαστικών ιδιοτήτων οι οποίες αλληλεπιδρούν με την δομή των περιοχών και τις μαγνητικές ιδιότητες του υλικού ονομάζεται μαγνητοελαστική αλληλεπίδραση. Ως αποτέλεσμα της μαγνητοελαστικής αλληλεπίδρασης στα υλικά με θετική μαγνητική ανισοτροπία οι θλιπτικές τάσεις θα μειώσουν την ένταση του θορύβου Barkhausen ενώ οι εφελκυστικές τάσεις θα την αυξήσουν. Το γεγονός αυτό μπορεί να εκμεταλλευτεί έτσι ώστε μετρώντας την ένταση του θορύβου Barkhausen να μπορεί να προσδιοριστεί το σύνολο των παραμενουσών τάσεων. Η μέτρηση αυτή επίσης υποδεικνύει την κατεύθυνση των κύριων τάσεων.

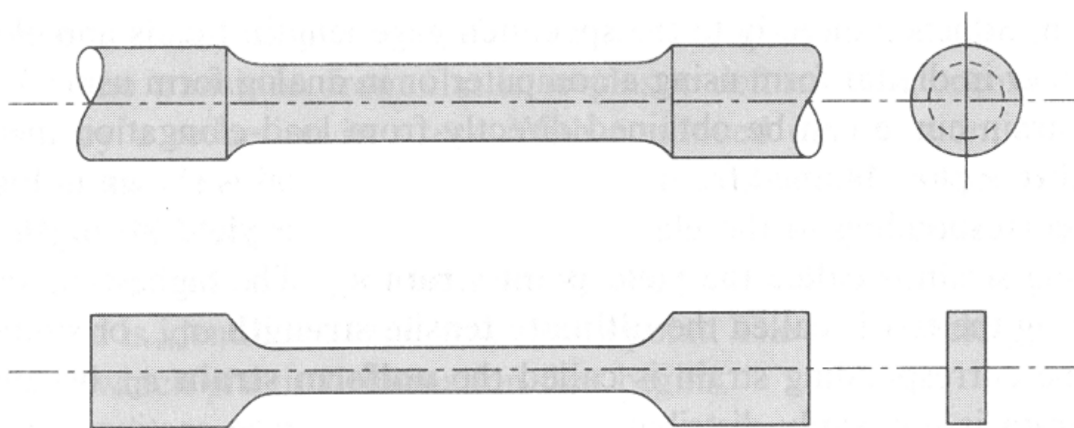
Το δεύτερο σημαντικό χαρακτηριστικό των υλικών που επηρεάζει τον θόρυβο Barkhausen είναι η μικροδομή του προς εξέταση δείγματος. Αυτή η έννοια μπορεί να περιγραφεί εκτενώς με όρους σκληρότητας: η ένταση του θορύβου συνεχώς μειώνεται σε μικροδομές που χαρακτηρίζονται από αυξανόμενη σκληρότητα. Κατά αυτόν τον τρόπο, οι μετρήσεις του θορύβου Barkhausen παρέχουν πληροφορίες για την μικροδομική κατάσταση του υλικού.

3.3 ΔΟΚΙΜΗ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ

Η δοκιμή εφελκυσμού είναι η σπουδαιότερη δοκιμή για την μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων των μετάλλων. Κατά τη δοκιμή εφελκυσμού, ένα φορτίο, του οποίου η τιμή αυξάνεται αργά και βαθμιαία με το πέρασμα του χρόνου, εφαρμόζεται κάθετα στην επιφάνεια και κατά μήκος του μεγαλύτερου άξονα του εξεταζόμενου υλικού. Η μηχανική ανταπόκριση του υλικού στην δοκιμασία καταγράφεται στην λεγόμενη καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης του υλικού. Πρέπει να αναφερθεί ότι η δοκιμασία λαμβάνει μέρος σε θερμοκρασία δωματίου.

Η κάθετη τομή του υλικού συνήθως είναι κυκλική αλλά και ορθογώνια δείγματα μπορούν να χρησιμοποιηθούν. Η παραμόρφωση του υλικού περιορίζεται στην στενή περιοχή του κέντρου του δείγματος. Τυπική διάμετρος αυτής της περιοχής είναι 0.5 in (12.8mm). Το μήκος του υλικού που χρησιμοποιείται στον υπολογισμό της

ολκιμότητας μετρείται με τη βοήθεια του επιμηκυσιόμετρου. Το αρχικό μετρούμενο μήκος του υλικού είναι συνήθως 2in (50mm). Το μηχάνημα εφελκυσμού είναι κατασκευασμένο έτσι ώστε, να προκαλεί την επιμήκυνση του υλικού με έναν σταθερό ρυθμό, να μετράει το φορτίο που εφαρμόζεται στο υλικό καθώς επίσης και τις προκαλούμενες επιμηκύνσεις (με τη βοήθεια του επιμηκυσιόμετρου). Η δοκιμασία εφελκυσμού διαρκεί μικρό χρόνο και είναι καταστρεπτική εφόσον το υλικό παραμορφώνεται μόνιμα και σπάει. Το εφαρμοζόμενο φορτίο και η αντίστοιχη επιμήκυνση καταγράφονται και σχεδιάζεται η λεγόμενη καμπύλη τάσης εφελκυσμού-παραμόρφωσης. Ακολουθεί εικόνα στην οποία φαίνονται δυο τυπικά δοκίμια για την δοκιμή εφελκυσμού.



Εικόνα 3.3 : Τυπικά δοκίμια δοκιμής εφελκυσμού

Η τάση εφελκυσμού δίνεται από τη σχέση: $\sigma = F / A_0$, όπου F είναι το στιγμιαίο εφαρμοζόμενο, κάθετα στην επιφάνεια του υλικού, φορτίο σε Newtons (N) ή pounds force (lb_f) και A_0 είναι η αρχική, πριν την εφαρμογή του φορτίου, επιφάνεια της κάθετης τομής του δοκιμίου, σε in² ή m². Η τάση έχει μονάδες σε pounds force per square inch. (psi) ή Megapascal (MPa), $1 \text{ MPa} = 10^6 \text{ N/m}^2$ και $1 \text{ MPa} = 145 \text{ psi}$.

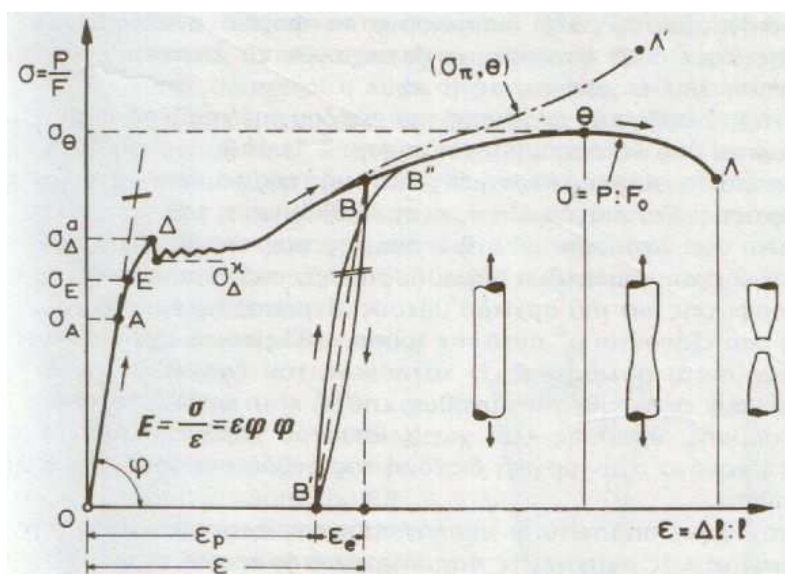
Η παραμόρφωση ορίζεται ως το πηλίκο της επιμήκυνσης ως προς το αρχικό μήκος του: $\epsilon = \Delta l / l_0$, όπου l_0 είναι το μήκος του υλικού πριν την εφαρμογή του φορτίου και Δl είναι η επιμήκυνση. Η παραμόρφωση όπως ορίστηκε είναι αδιάστατο μέγεθος, ενώ μερικές φορές εκφράζεται και σε ποσοστό(%).

3.3.1 Όριο διαρροής

Το όριο διαρροής (Re), είναι το βασικό μέγεθος σχεδιασμού σε ότι αφορά τις μηχανικές αντοχές των χάλυβων. Καθορίζεται με την πραγματοποίηση δοκιμής εφελκυσμού, όπου ένα δοκίμιο εφελκύεται σε ειδική μηχανή.

Με την προοδευτική αύξηση του φορτίου, οι αρπάγες της μηχανής απομακρύνονται μεταξύ τους κατά τη διάρκεια της δοκιμής και το δοκίμιο επιμηκύνεται. Σύμφωνα με όσα γνωρίζουμε για τη δοκιμή εφελκυσμού μεταλλικών υλικών, μέχρι κάποια συγκεκριμένη τιμή φορτίου, η επιμήκυνση είναι ανάλογη με αυτό. Η παραπάνω μεταβολή σχεδόν ταυτίζεται με τον ευθύγραμμο κλάδο του διαγράμματος τάσεων παραμορφώσεων, η κλίση του οποίου μας δίνει το μέτρο ελαστικότητας (E) (modulus of Elasticity).

Φόρτιση, πέρα από το σημείο διαρροής, προκαλεί στο δοκίμιο της ράβδου πλαστική παραμόρφωση, δηλαδή οι παραμορφώσεις (strain) που προκαλούνται είναι μόνιμες. Στα διαγράμματα τάσεων – παραμορφώσεων, οι τάσεις (stresses) υπολογίζονται με τη διαίρεση του εκάστοτε φορτίου με την αρχική διατομή του δοκιμίου ($\sigma = F/A$), όπου λαμβάνεται είτε η ονομαστική τιμή αυτής είτε η πραγματική. Στον άξονα των παραμορφώσεων, σημειώνονται οι ανηγμένες παραμορφώσεις, που προκύπτουν από το πηλίκο της μεταβολής μήκους, προς το αρχικό επιμετρούμενο μήκος ($\epsilon = \Delta l/l_0$). Το επιμετρούμενο μήκος δεν είναι ολόκληρο το μήκος του δοκιμίου, αλλά τμήμα αυτού, που καθορίζεται από τα διάφορα Πρότυπα.



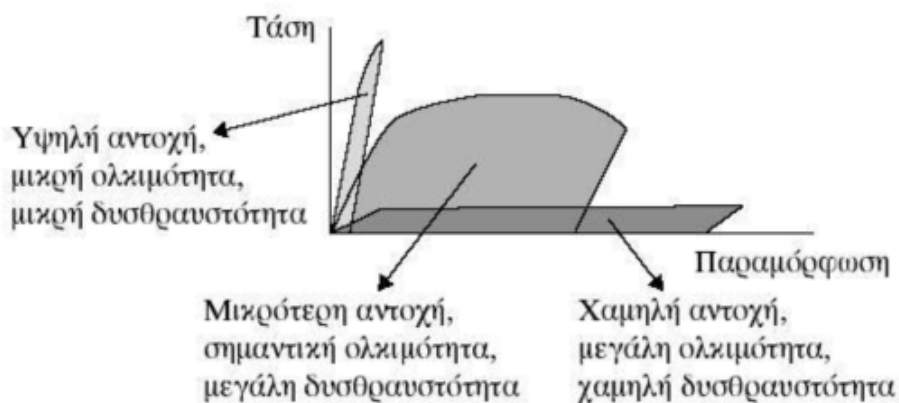
Εικόνα 3.3.1: τυπικό διάγραμμα τάσεων – παραμορφώσεων

3.3.2 Εφελκυστική αντοχή (tensile strength)

Με αύξηση του επιβαλλόμενου φορτίου πέραν της τιμής που αντιστοιχεί στο όριο διαρροής, η αντοχή του δοκιμίου αυξάνεται, λόγω ενδοτράχυνσης (strain hardening), μέχρις μιας ανώτερης τιμής, που είναι η εφελκυστική αντοχή – Rm. Μετά το σημείο αυτό, η παραμόρφωση του δοκιμίου παύει να είναι ομοιόμορφη, δημιουργείται “λαιμός”, η φέρουσα ικανότητα του δοκιμίου μειώνεται και τελικά αυτό θραύεται. Το φορτίο που αντιστοιχεί στο σημείο της θραύσης ονομάζεται φορτίο θραύσης και η αντίστοιχη τάση, τάση θραύσης.

3.3.3 Ολκιμότητα – Δυσθραυστότητα

Γενικά, η ολκιμότητα αποδίδεται με το μήκος των παραμορφώσεων στο διάγραμμα τάσεων – παραμορφώσεων. Η δυσθραυστότητα (toughness), αντιπροσωπεύει την συνολική ενέργεια που απαιτείται για την αστοχία του υλικού, άρα αναφέρεται ταυτόχρονα στη δυνατότητα ανάληψης υψηλών φορτίων και μεγάλων παραμορφώσεων. Το μέτρο της αποδίδεται από το εμβαδόν που περικλείεται μεταξύ της καμπύλης του διαγράμματος και του άξονα των παραμορφώσεων. Στην εικόνα που ακολουθεί φαίνεται ο συσχετισμός αντοχής, ολκιμότητας και δυσθραυστότητας.



Εικόνα 3.3.3: Συσχετισμός αντοχής, ολκιμότητας και δυσθραυστότητας

3.4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Η διαδικασία του συγκεκριμένου πειράματος περιλαμβάνει την απόκριση του θορύβου Barkhausen ως συνάρτηση της μονοαξονικής εφελκυστικής δοκιμής. Το πείραμα αποτελείται από δύο μέρη: α) δοκίμια στα οποία επιβλήθηκε η καταπόνηση μέσω εφελκυσμού σε διαφορετικές τιμές παραμόρφωσης, υπό την επίδραση τάσης (θορύβου Barkhausen) και β) δοκίμια στα οποία μετρήθηκε ο θόρυβος Barkhausen μετά την διαδικασία του εφελκυσμού, μετά την αποφόρτισή τους.

Η πειραματική διάταξη Barkhausen που χρησιμοποιήθηκε αποτελείται από τα εξής:

- έναν ηλεκτρομαγνήτη που τροφοδοτείται με ρεύμα διέγερσης σταθερής συχνότητας 10 Hz και διεγείρει με πεδίο το υπό εξέταση υλικό
 - τυλιγμένο στον πυρήνα του ηλεκτρομαγνήτη μέσω του οποίου ελέγχεται η σωστή ηλεκτρομαγνητική σύζευξη του αισθητήρα με το δοκίμιο (μεγιστοποιείται η ένδειξη του) και ταυτόχρονα παρέχει μια επιπλέον ποιοτική πληροφορία σχετικά με τη μαγνητική διαπερατότητα του υπό εξέταση υλικού, το οποίο εφεξής θα ονομάζεται πηνίο διαπερατότητας και η αντίστοιχη μέτρηση «ενδεικτική μέτρηση μαγνητικής διαπερατότητας» και
 - ένα πηνίο λήψης τοποθετημένο στο ενδιάμεσο μεταξύ των δύο πόδων του πυρήνα του ηλεκτρομαγνήτη στο οποίο είναι ενσωματωμένος ραβδόμορφος φερρίτης, ο οποίος αφενός έχει τη δυνατότητα να μεταβάλλει την απόστασή του καθ' ύψος και να προσαρμόζεται στην επιφάνεια του δείγματος όταν αυτό έχει μικρές επιφανειακές ανωμαλίες και αφετέρου ενισχύει το σήμα από το πηνίο λήψης (η όλη διάταξη θα ονομάζεται εφεξής διάταξη BHN)
- Συμπληρωματικά της διάταξης σημειακής μέτρησης χρησιμοποιούνται επίσης:
- μια γεννήτρια παραγωγής τριγωνικού εναλλασσόμενου ρεύματος 10 Hz και δυνατότητα ρύθμισης της ενίσχυσης του (*dB*) ώστε να βελτιστοποιείται η απόκριση του σήματος ανάλογα με το υπό εξέταση υλικό (σκληρό ή μαλακό μαγνητικό υλικό) και
 - μια κάρτα συλλογής δεδομένων (DAQ) που λαμβάνει, και ενισχύει το σήμα της διάταξης BHN και στην συνέχεια δίνει ως εξόδους τρεις ενδείξεις, τον αριθμό των σημείων τομής ενός κατώφλιου τάσης με τον BHN ο οποίος δείχνει τον αριθμό των παλμών Barkhausen πάνω από αυτό το κατώφλι (*counts*), την ενεργό τιμή του σήματος Barkhausen (*rms*) και την ενδεικτική μέτρηση

μαγνητικής διαπερατότητας. Η διάταξη έχει τη δυνατότητα να μεταβάλλει το κατώφλι τάσης σε 6 διαφορετικά επίπεδα. Στο συγκεκριμένο πείραμα έγινε χρήση μόνο του επιπέδου 1.

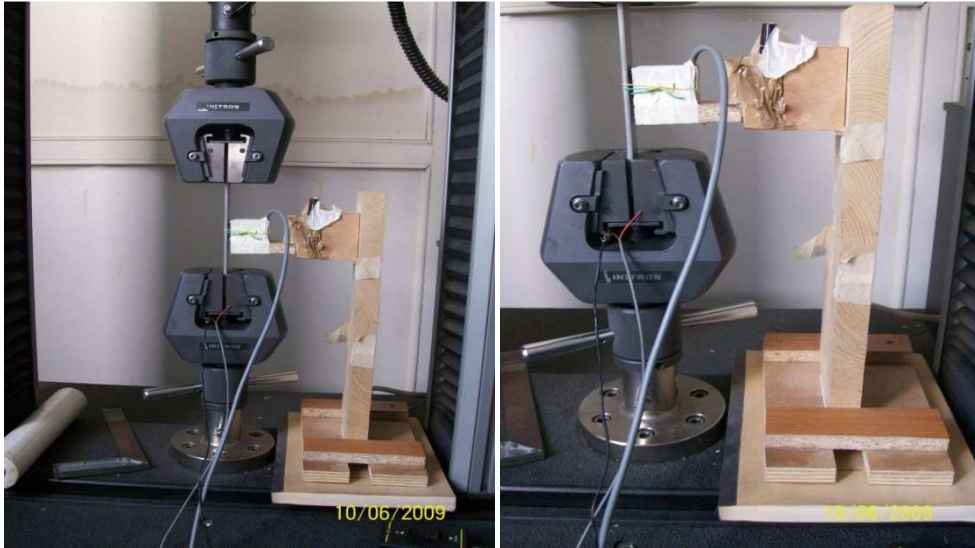
Η διάταξη αυτή δεν θα ήταν πλήρης χωρίς την παρουσία των δοκιμίων του εφελκυσμού καθώς και της μηχανής εφελκυσμού. Η μηχανή εφελκυσμού που χρησιμοποιήθηκε ήταν η INSTRON 4482 και τα δοκίμια εφελκυσμού διαμορφώθηκαν σύμφωνα με το πρότυπο E8M με υδρόψυκτη κοπή ώστε να μην εισάγουν τάσεις στο υλικό.

3.4.1 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ ΜΕ ΔΙΑΤΑΞΗ ΣΗΜΕΙΑΚΗΣ ΜΕΤΡΗΣΗΣ

Οι μετρήσεις που διεξήχθησαν ακολούθησαν τον εξής τρόπο:

- Η διάταξη σημειακής μέτρησης προσαρμόζεται πάνω στο δείγμα όταν αυτό τοποθετείται πάνω στη μηχανή εφελκυσμού και ελέγχεται η θέση βέλτιστης σύζευξης (εικόνα 3.4.1).
- το δείγμα παραμορφώνεται με ταχύτητα παραμόρφωσης 0,1 mm/min στο πρώτο επιθυμητό ποσοστό. Η μηχανή εφελκυσμού είναι έτσι διαμορφωμένη ώστε ανά λεπτό να επιτυγχάνεται επιμήκυνση 0,1 mm.
- λαμβάνεται η μέτρηση BHN (η σωστή σύζευξη ηλεκτρομαγνήτη και δοκιμίου ελέγχεται από την ενδεικτική μέτρηση μαγνητικής διαπερατότητας V_2) και καταγράφεται η παραμόρφωση (%) και η αντίστοιχη τάση αυτής σε Mpa. Κάθε μέτρηση αποτελείται από ένα σετ πέντε μετρήσεων του θορύβου Barkhausen ώστε να υπάρχει αξιοπιστία των αποτελεσμάτων.
- το δείγμα παραμορφώνεται στην επόμενη τιμή παραμόρφωσης και επαναλαμβάνονται τα παραπάνω βήματα.
- Οι τιμές παραμόρφωσης είναι συγκεκριμένες στο κάθε δείγμα και το κάθε δείγμα από τα έξι παραμορφώνεται σε ένα συγκεκριμένο ποσοστό κάθε φορά με συνεχή παραμόρφωση. Τα ποσοστά είναι τα εξής: 5% δηλαδή επιμήκυνση 5mm, 10% δηλαδή επιμήκυνση 10mm, 15% δηλαδή επιμήκυνση 15mm, 20% δηλαδή επιμήκυνση 20mm, 25% δηλαδή επιμήκυνση 25mm και τέλος, 30% δηλαδή επιμήκυνση 30mm (παρατηρείται θραύση του υλικού σε παραμόρφωση 28%).

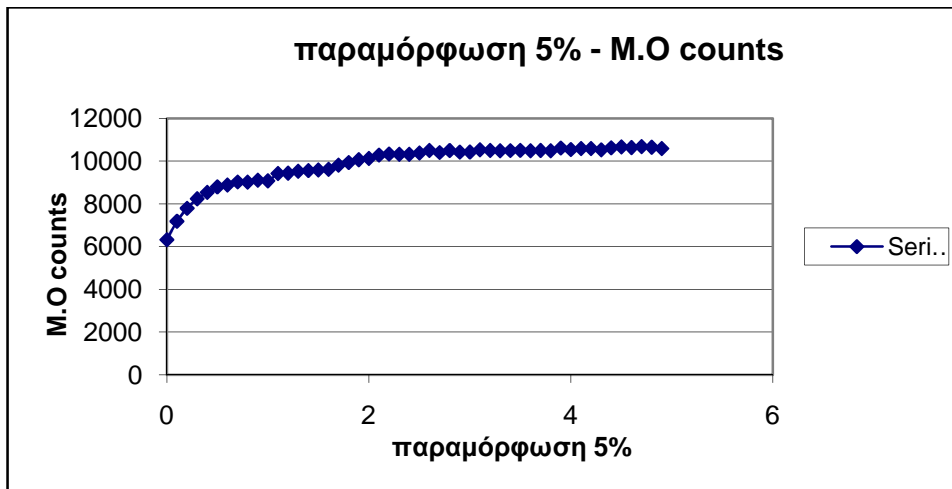
- Με το πέρας των μετρήσεων και για την δημιουργία των διαγραμμάτων, λαμβάνεται ο μέσος όρος των πέντε σημειακών μετρήσεων κάθε μέτρησης κάθε παραμέτρου ώστε σε κάθε παράμετρο να αντιστοιχεί μία μόνο τιμή σε ένα σημείο.



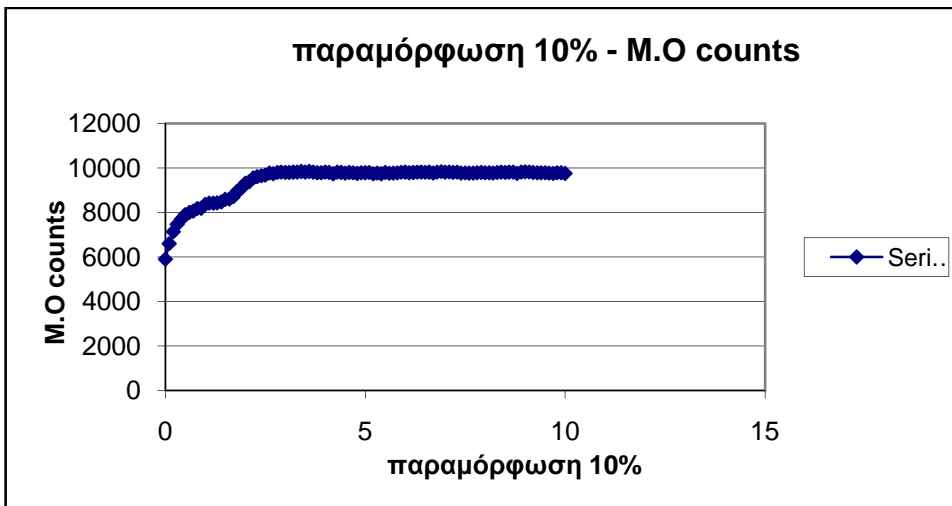
Εικόνα 3.4.1: διάταξη εφελκυσμού με εφαρμοσμένο τον επαπτόμενο φερρίτη. Η ξύλινη βάση απλώς βοηθάει στην επίτευξη του πειράματος μέσω του καθορισμού καλής επαφής και βέλτιστης θέσης.

Από την συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία διεξάγονται τα διαγράμματα μεταβολής του αριθμού των παλμών BHN (*counts*) σε συνάρτηση με την παραμόρφωση(%) καθώς και τα αντίστοιχα διαγράμματα διακύμανσης της ενεργού τιμής (*rms*) του BHN και της ενδεικτικής τιμής μαγνητικής διαπερατότητας σε συνάρτηση με την παραμόρφωση (%).

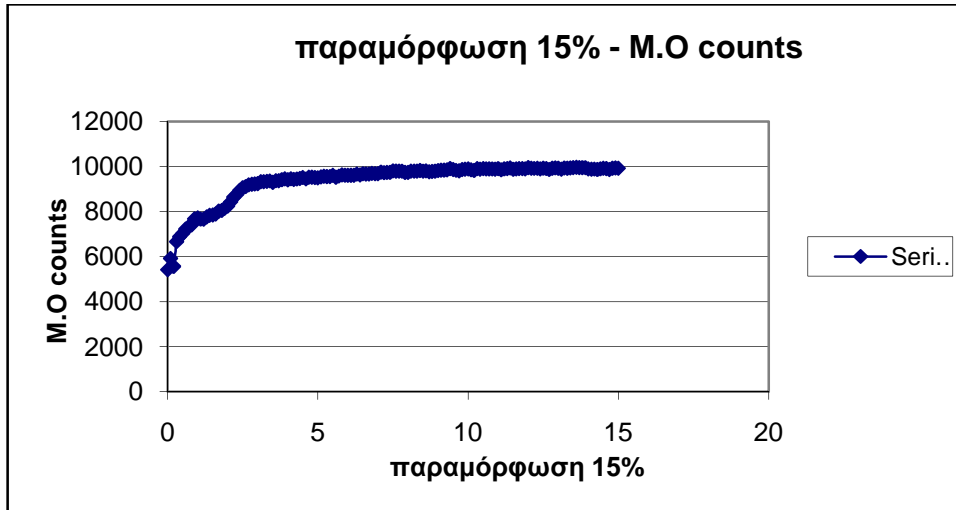
Τα διαγράμματα αυτά παρατίθενται κάτωθι:



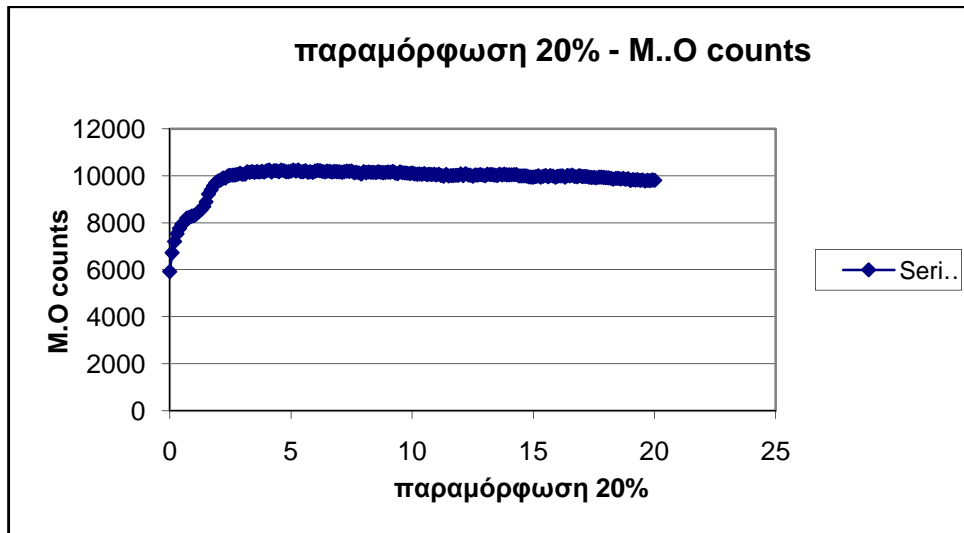
Διάγραμμα 3.4.1.1: συσχέτιση παραμόρφωσης 5% με τον M.O counts



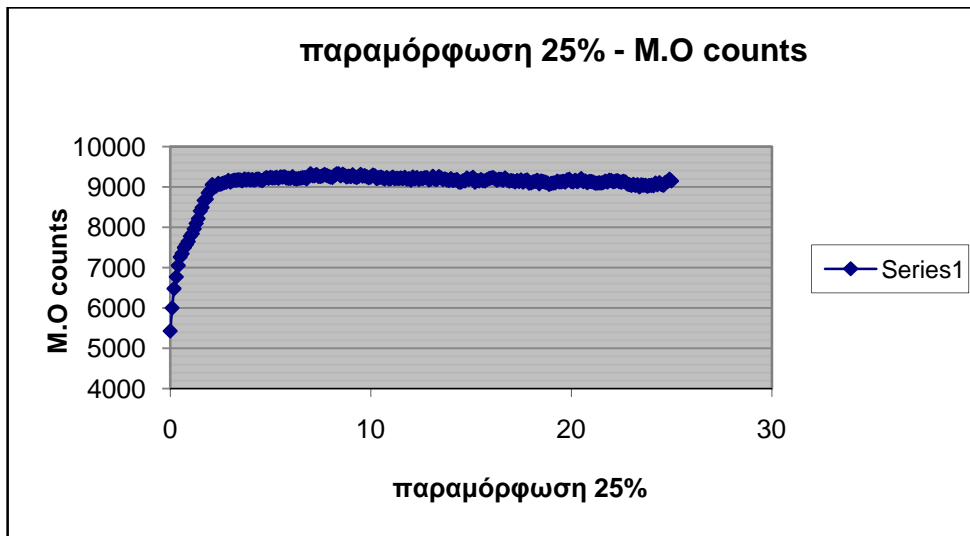
Διάγραμμα 3.4.1.2: συσχέτιση παραμόρφωσης 10% με τον M.O counts



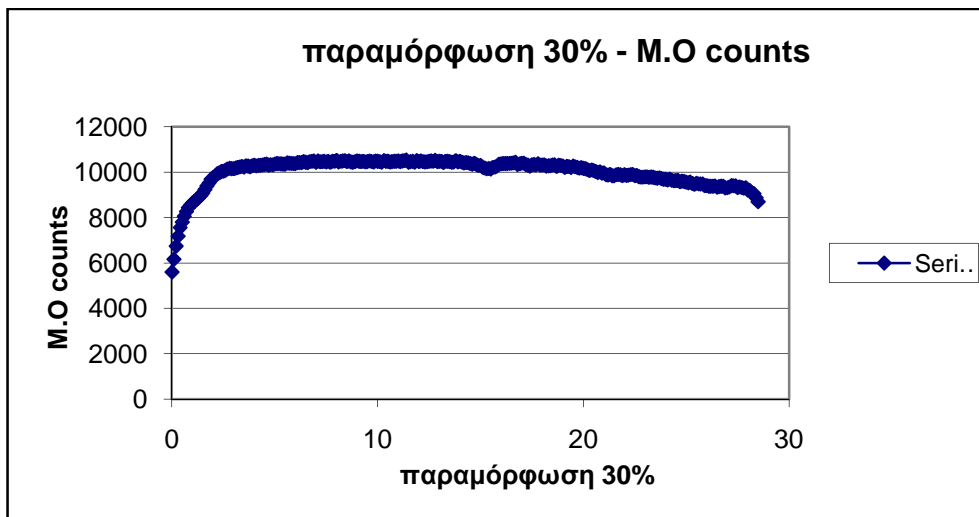
Διάγραμμα 3.4.1.3: συσχέτιση παραμόρφωσης 15% με τον M.O counts



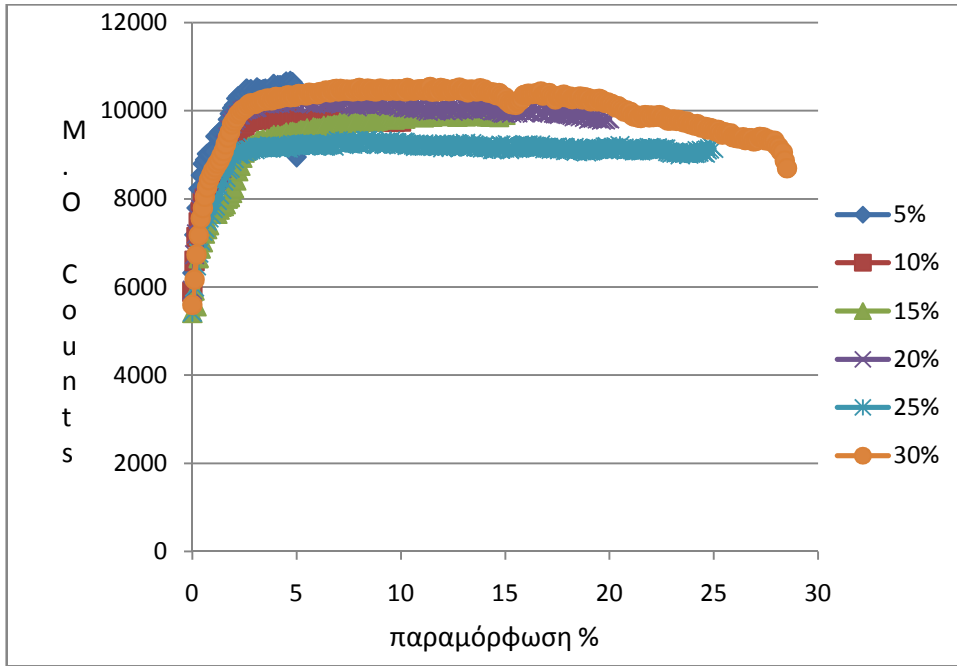
Διάγραμμα 3.4.1.4: συσχέτιση παραμόρφωσης 20% με τον M.O counts



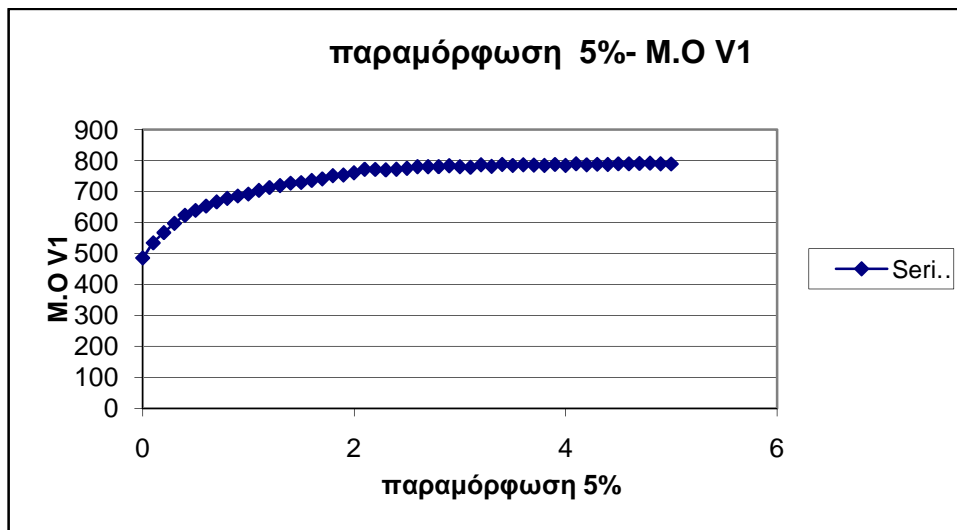
Διάγραμμα 3.4.1.5: συσχέτιση παραμόρφωσης 25% με τον M.O counts



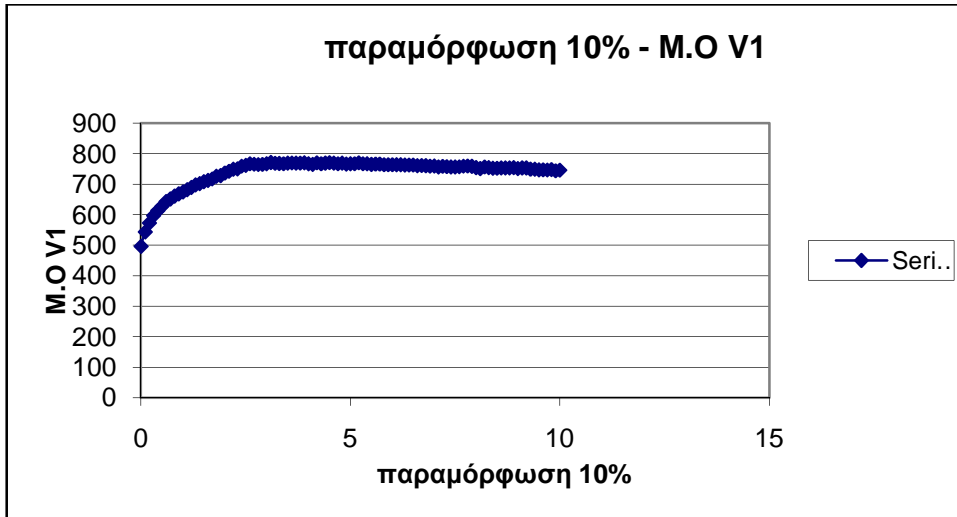
Διάγραμμα 3.4.1.6: συσχέτιση παραμόρφωσης 30% με τον M.O counts



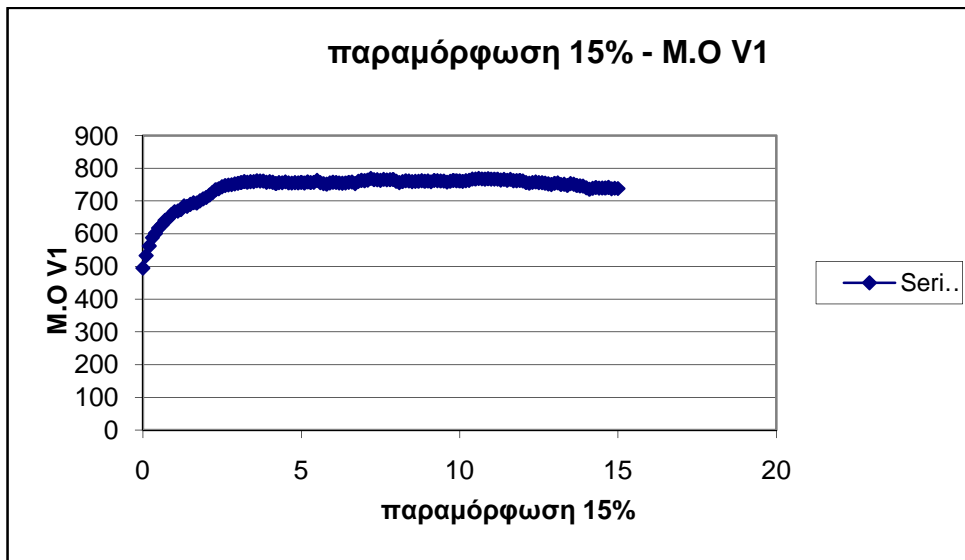
Διάγραμμα 3.4.1.7 απεικόνισης όλων των ανωτέρω για καλύτερη σύγκριση των αποτελεσμάτων



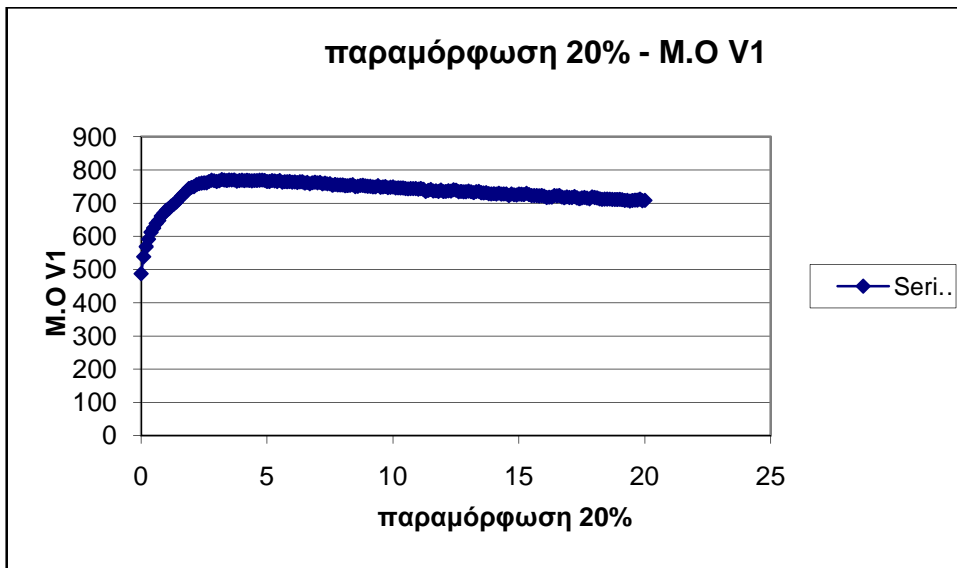
Διάγραμμα 3.4.1.8: συσχέτιση παραμόρφωσης 5% με τον M.O V1



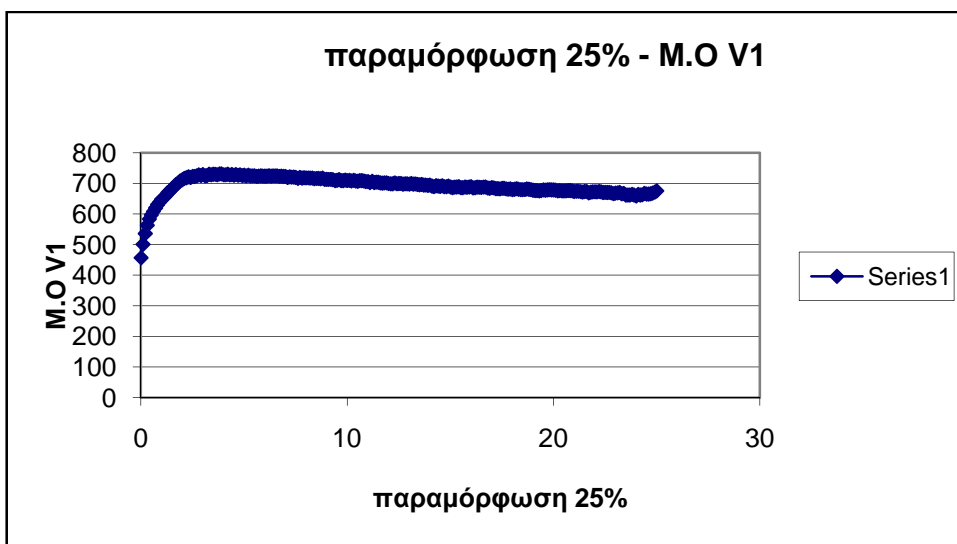
Διάγραμμα 3.4.1.9: συσχέτιση παραμόρφωσης 10% με τον M.O V1



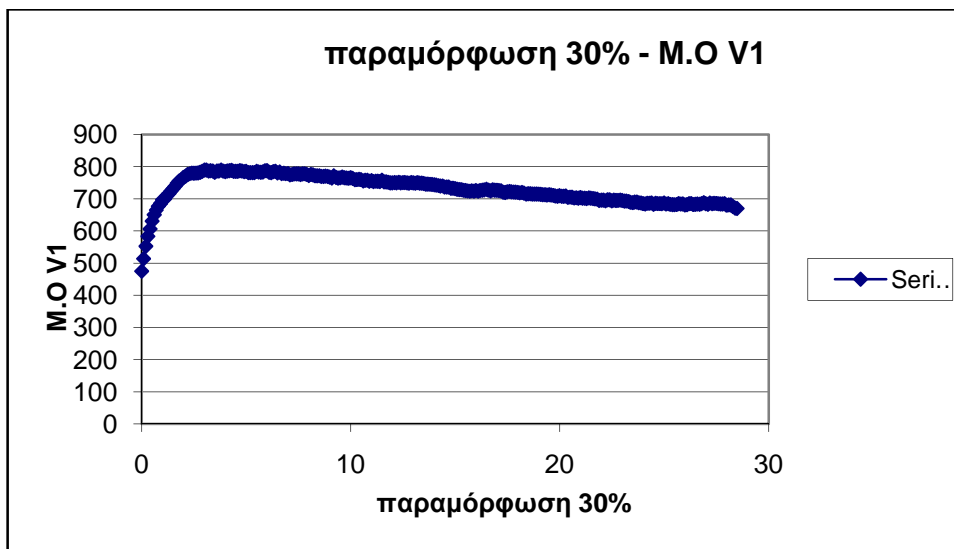
Διάγραμμα 3.4.1.10: συσχέτιση παραμόρφωσης 15% με τον M.O V1



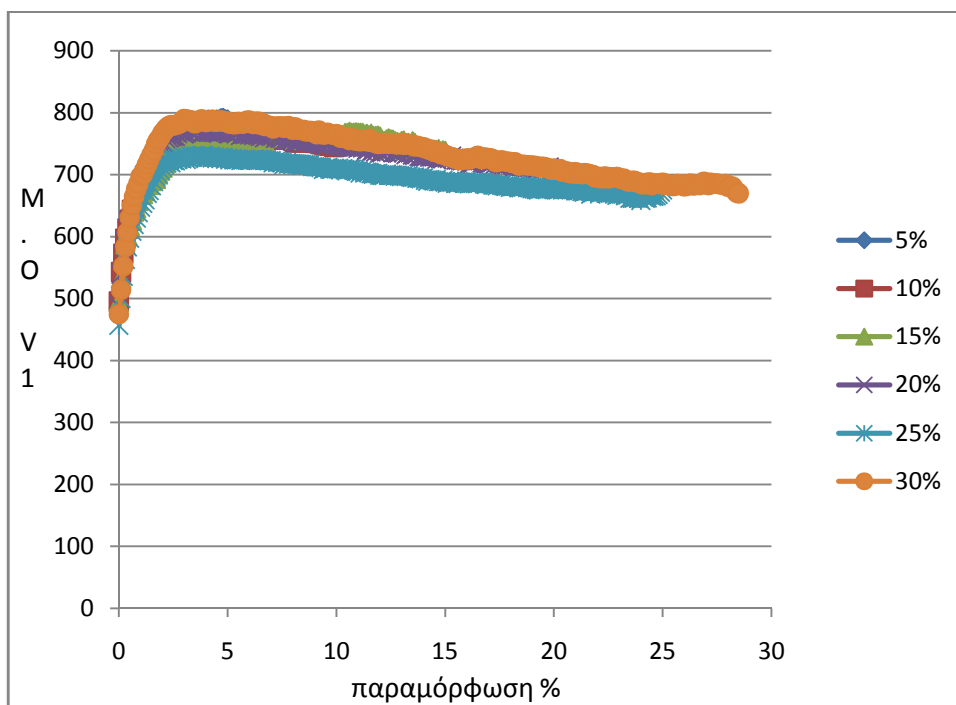
Διάγραμμα 3.4.1.11: συσχέτιση παραμόρφωσης 20% με τον M.O V1



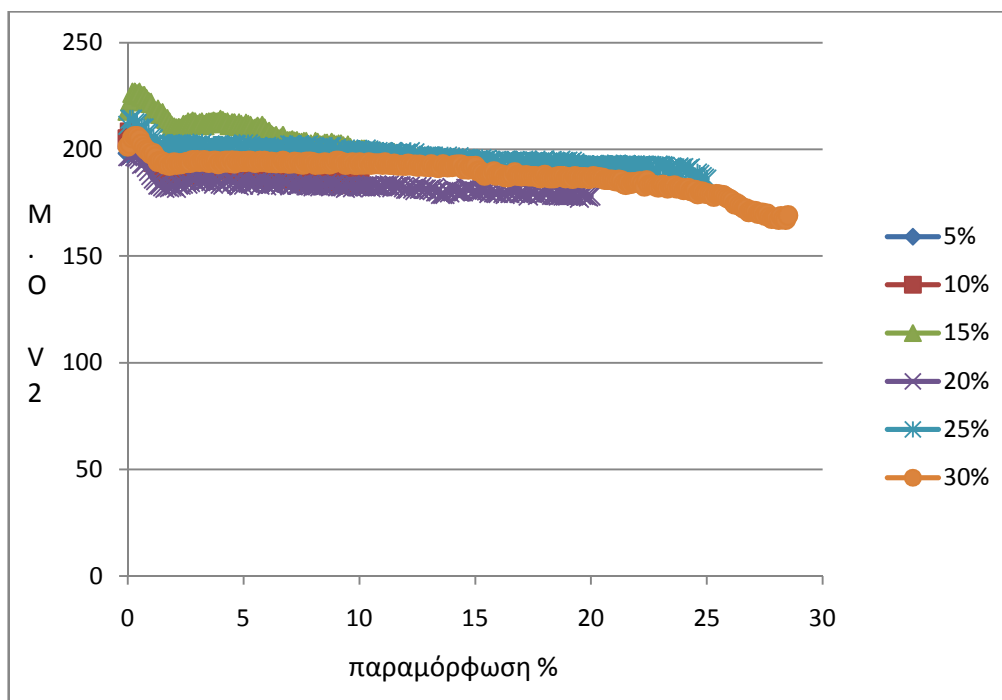
Διάγραμμα 3.4.1.12: συσχέτιση παραμόρφωσης 25% με τον M.O V1



Διάγραμμα 3.4.1.12: συσχέτιση παραμόρφωσης 30% με τον M.O V1



Διάγραμμα 3.4.1.13: απεικόνιση όλων των ζευγών παραμόρφωσης % με τον M.O V1 για καλύτερη συγκριτική οπτική.



Διάγραμμα 3.4.1.13: απεικόνιση όλων των ζευγών παραμόρφωσης % με τον M.O V2 των οποίων τα διαγράμματα δεν παρατίθενται λόγω λόγων παρουσίας.

Με προσεκτική παρατήρηση των παραπάνω διαγραμμάτων διαπιστώνονται οι εξής:

Η εξάρτηση των counts, της rms και της ενδεικτικής τιμής της μαγνητικής διαπερατότητας με την παραμόρφωση (%) παρουσιάζουν μια επαναλήψιμη μονοτονική συμπεριφορά.

Σε ένα φερρομαγνητικό υλικό, στην περίπτωσή μας η φερριτική φάση, το σήμα του θορύβου Barkhausen παράγεται από τις αμετάκλητες αλλαγές στον μαγνητισμό οι οποίες προκαλούνται από την κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων 180° . Αυτή η κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων προκαλείται εφαρμόζοντας στο υλικό μαγνητικό πεδίο το οποίο υποχρεώνει τα μαγνητικά τοιχώματα να προσανατολιστούν σε νέες θέσεις ισορροπίας. Μετά, οι προτιμητέα προσανατολισμένες περιοχές μεγαλώνουν σε βάρος άλλων περιοχών. Κατά την διάρκεια της αύξησης του μεγέθους τους, τα κινούμενα μαγνητικά τοιχώματα μπορεί να αγκυλωθούν από εγκλείσματα, όρια κόκκων κτλ. Η μη συνεχής κίνηση προκαλεί ένα σήμα θορύβου σε ένα πηνίο λήψης. Αυτό το σήμα ονομάζεται μαγνητικός θόρυβος Barkhausen.

Το πλάτος του θορύβου Barkhausen είναι ευαίσθητο στην μικροδομή του υλικού και στο μετρητικό σύστημα. Η μικροδομή καθορίζει την σχετική διάταξη ή τον

σηματισμό των μαγνητικών περιοχών και τα χαρακτηριστικά των μαγνητικών τοιχωμάτων. Είναι ορθώς τεκμηριωμένο ότι η κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων εμποδίζεται από τα όρια των κόκκων ή άλλες διεπιφάνειες όπως όρια φάσεων κτλ. Το υλικό μας έχει θετικό συντελεστή μαγνητοσυστολής, όταν βρίσκεται υπό τάση λαμβάνει χώρα αύξηση του πληθυσμού των τοιχωμάτων 180° εις βάρος των τοιχωμάτων 90° , τα οποία είναι λιγότερο ευκίνητα. Γενικά η αγκύρωση των μαγνητικών τοιχωμάτων επιβραδύνει την ταχύτητά τους και μικραίνει την μέση ελεύθερη τροχιά της κίνησης τους και για αυτόν τον λόγο μειώνεται το πλάτος θορύβου Barkhausen. Η κίνησή τους όμως, διευκολύνεται από την επιβαλλόμενη τάση η οποία μπορεί να θεωρηθεί ότι επιδρά ως ένα επιπρόσθετο ποσό πεδίου ενισχύοντας την υπερπήδηση σημείων αγκύρωσης, που για πολύ χαμηλές τάσεις αποτελούν κυρίως τα όρια κόκκων και ενδεχομένως κάποια εγκλείσματα.

Επίσης ο θόρυβος ενισχύεται από την αύξηση των μαγνητικών περιοχών στη διεύθυνση της μαγνητικής διέγερσης και τον ανεμπόδιτο επαναπροσανατολισμό τους σε άξονες εύκολης μαγνήτισης ώστε να ευθυγραμμιστούν κατά το δυνατό με το επιβαλλόμενο μαγνητικό πεδίο [21].

Παρατηρείται από τα διαγράμματα των counts ότι η παραπάνω αναλυόμενη συμπεριφορά παρουσιάζεται έως την παραμόρφωση των 5% δηλαδή μέχρι αυτό το ποσοστό παραμόρφωσης υπάρχει αύξηση του θορύβου Barkhausen και μετά συνεχίζει μια σταθερή πορεία. Παρατηρώντας όμως, το διάγραμμα παραμόρφωσης 30% - counts, μετά την επιμήκυνση των 25mm υπάρχει καθοδική πορεία η οποία εξηγείται ως εξής. Το υλικό έχει ως όριο θραύσης το ποσοστό παραμόρφωσης 28% η αλλιώς την επιμήκυνση των 28mm. Μετά την επιμήκυνση των 25mm οι κόκκοι αρχίζουν να παρουσιάζουν μια έντονη καταπόνηση με την δημιουργία πιθανών ρωγμών ή ασυνεχειών οι οποίες οδηγούν το υλικό στην θραύση. Οι ασυνέχειες αυτές, δρουν ως σημεία εκτόνωσης των εσωτερικών τάσεων με αποτέλεσμα στην συγκεκριμένη περιοχή να μην λαμβάνεται υπόψιν το σύνολο των τάσεων που υπολογίζονταν πριν με συνέπεια την μικρή μείωση του σήματος.

Καθώς η τάση αυξάνει το υλικό «σκληραίνει» ολοένα και περισσότερο μαγνητικά με αποτέλεσμα η ενέργεια που χρειάζεται για την εκτροπή των μαγνητικών περιοχών και την περιστροφή τους να είναι μεγαλύτερη. Επίσης η αρχική αύξηση του αριθμού των τοιχωμάτων 180° πλησιάζει τον κορεσμό και ο θόρυβος Barkhausen επηρεάζεται αποκλειστικά από τις συνθήκες που καθορίζουν την κίνησή τους. Το πιο σημαντικό μικροδομικό χαρακτηριστικό που δρα καταλυτικά, απουσία άλλων παραγόντων είναι η

πυκνότητα διαταραχών. Ο θόρυβος Barkhausen εμφανίζεται ανάλογος της πυκνότητας των διαταραχών στην ελαστική περιοχή, ενώ στην πλαστική περιοχή εμφανίζεται ανάλογος της ρίζας της πυκνότητας διαταραχών.

Τα σημεία αγκύρωσης επιδρούν στην περιστροφή των περιοχών προσθέτοντας ένα ενεργειακό φράγμα στην μετακίνηση σε νέους άξονες εύκολης μαγνήτισης που έχουν την ίδια διεύθυνση με την επιβαλλόμενη τάση και μαγνητική διέγερση. Εξαναγκάζονται δηλαδή οι περιοχές ενεργειακά σε μικρότερη περιστροφή σε άξονα που βρίσκεται πιο κοντά σε σχέση με την αρχική τους θέση με αποτέλεσμα να συμβαίνει απόσβεση (*damping*) του φαινομένου. Ανάλογα φαινόμενα συμβαίνουν και στην περίπτωση των τοιχωμάτων για τα οποία μειώνεται η μέση ελεύθερη απόσταση κίνησής τους [21].

Το διάγραμμα που δείχνει συλλογικά όλα τα διαγράμματα του ποσοστού της παραμόρφωσης με την ενδεικτική τιμή της διαπερατότητας, συμφωνεί με την θεωρία παρουσιάζοντας μαγνητική σκλήρωση του υλικού και διατήρηση αυτής αν και για πολύ μικρές τιμές παραμόρφωσης στην ελαστική περιοχή, αρχικά μαλακώνει. Η ίδια μαλάκυνση του υλικού παρατηρείται μόνο στην περιοχή 25% - 28% της γραφικής αναπαράστασης παραμόρφωση 30% - M.O counts για τον λόγο που εξηγήσαμε πριν, λόγω της εκτόνωσης μέρους των εσωτερικών τάσεων.

Από την συνολική παρατήρηση των διαγραμμάτων παρατηρείται αύξηση του αριθμού των counts ενώ παρατηρείται σχετική μείωση της συνολικής τιμής rms του θορύβου Barkhausen παρότι μειώνεται η ένταση των φαινομένων και αυξάνει η ο αριθμός των συμβάντων. Η μείωση αυτή αποτελεί αδύνατο σημείο επεξήγησης από την γράφουσα λόγω μάλλον ελλιπών γνώσεων, δύναται όμως να αποτελέσει αντικείμενο μελλοντικής έρευνας.

Στην συνέχεια της πειραματικής αυτής διαδικασίας ακολουθούν οι μετρήσεις των παραμέτρων του θορύβου Barkhausen μετά την παραμόρφωση των δοκιμίων στο επιθυμητό ποσοστό.

3.4.2 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΜΕΤΑ ΤΗΝ ΑΠΟΦΟΡΤΙΣΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ

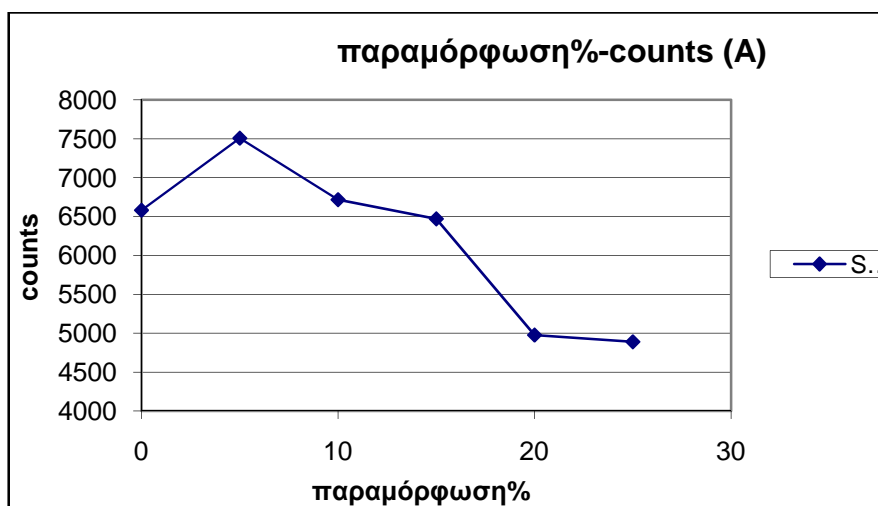
Οι συγκεκριμένες μετρήσεις λαμβάνουν χώρα ως εξής:

- Αφού το δείγμα παραμορφωθεί στο επιθυμητό ποσοστό με σχετικά αργό ρυθμό,

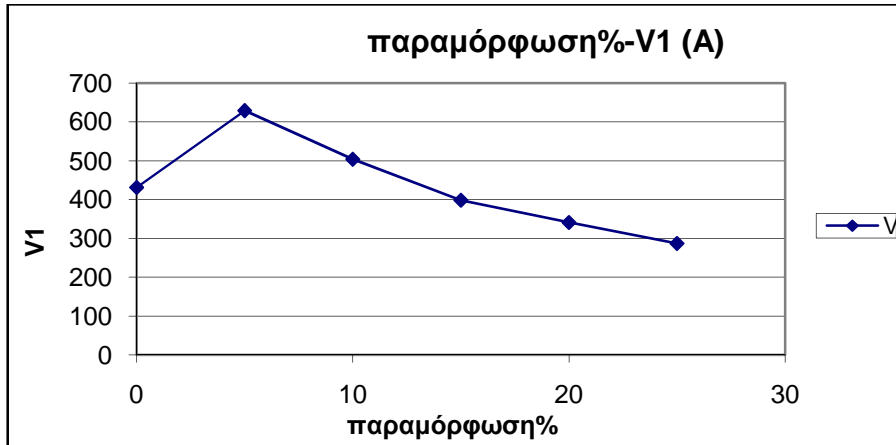
- ακολουθεί ένα χρονικό διάστημα μερικών δευτερολέπτων απαραίτητο για την ισορροπία της επιβαλλόμενης τάσης στην τελική τιμή παραμόρφωσης (*relaxation time*)
- μετά την απομάκρυνση του κάθε δείγματος από την μηχανή INSTRON λαμβάνεται η μέτρηση των παραμέτρων του θορύβου Barkhausen με την χρήση της πειραματικής διάταξης που χρησιμοποιήθηκε και στα υπό τάση δείγματα.
- Η μέτρηση λαμβάνεται στο φάσμα των δύο πλευρών (Α και Β) σε πέντε ισαπέχοντα σημεία της κάθε πλευράς στην ισομήκη περιοχή των δοκιμίων εφελκυσμού και λαμβάνονται πέντε μετρήσεις του θορύβου Barkhausen σε κάθε σημείο ώστε να υπάρχει αξιοπιστία των αποτελεσμάτων.

Η διαδικασία αυτή ακολουθείται για όλες τις παραμορφώσεις. Ιδιαίτερη προσοχή δόθηκε στην διατήρηση της σωστής σύζευξης μεταξύ του ηλεκτρομαγνήτη και του δοκιμίου μέσω της παρατήρησης και της καταγραφής της ενδεικτικής μέτρησης μαγνητικής διαπερατότητας. Οι μετρήσεις επαναλαμβάνονται για έξι δείγματα και λαμβάνεται ο μέσος όρος των μετρήσεων. Οι παραμορφώσεις που έχουν επιτευχθεί είναι 0%, 5%, 10%, 15%, 20% και τέλος, 25%.

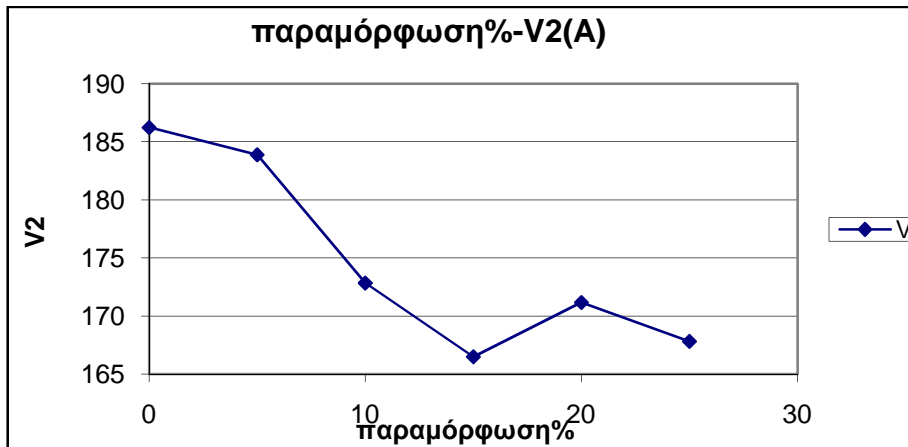
Τα διαγράμματα που λαμβάνονται παρατίθενται κάτωθι.



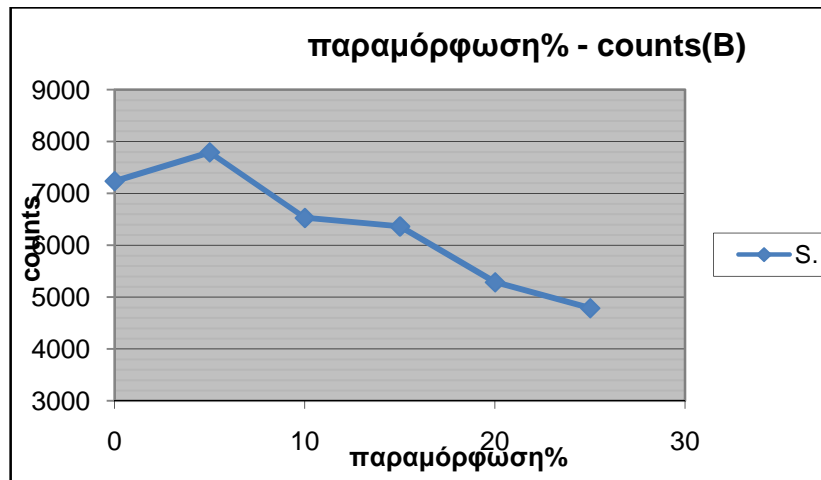
Διάγραμμα 3.4.2.1: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων των counts για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Α πλευρά.



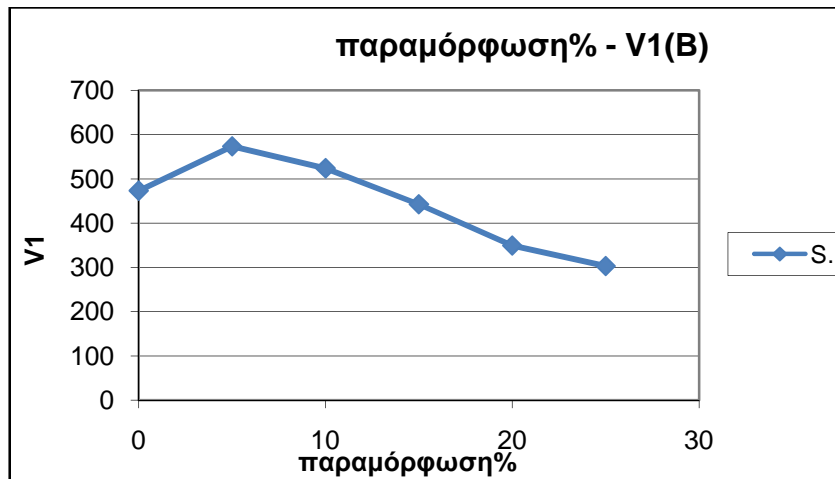
Διάγραμμα 3.4.2.2: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V1 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Α πλευρά.



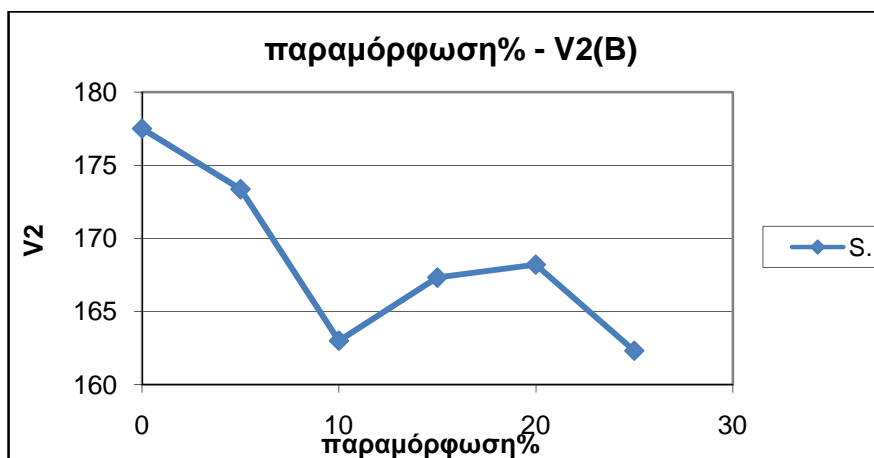
Διάγραμμα 3.4.2.3: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V2 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Α πλευρά.



Διάγραμμα 3.4.2.4: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων των counts για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Β πλευρά.

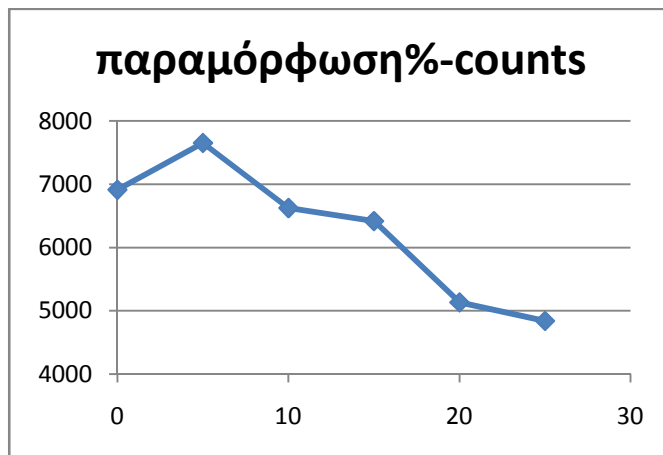


Διάγραμμα 3.4.2.5: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V1 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Β πλευρά.

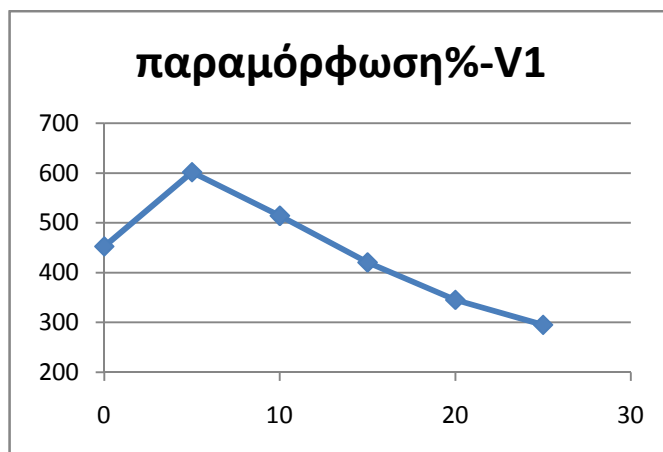


Διάγραμμα 3.4.2.6: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V2 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, στην Β πλευρά.

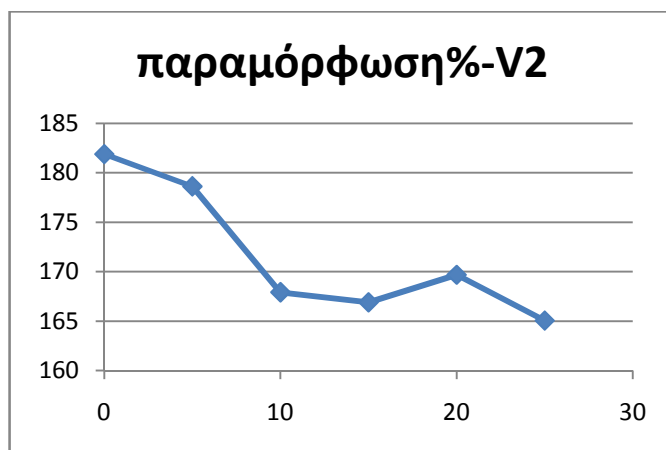
Τα παρακάτω διαγράμματα απεικονίζουν το μέσο όρο των παραμέτρων των δύο πλευρών σε συνάρτηση με την παραμόρφωση%.



Διάγραμμα 3.4.2.7: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων των counts για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, και για τις δύο πλευρές..



Διάγραμμα 3.4.2.8: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V1 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, και για τις δύο πλευρές..



Διάγραμμα 3.4.2.9: συσχέτιση του Μ.Ο των μετρήσεων του V2 για κάθε παραμόρφωση, με την παραμόρφωση %, και για όμως δύο πλευρές..

Τα σήματα (A) και (B) υποδηλώνουν όμως πλευρές A και B.

Παρατηρείται από την προσεκτική εξέταση των διαγραμμάτων ότι μόνο η rms παρουσιάζει μονοτονικότητα κάτι που αποδεικνύει την αναμενόμενη μαγνητική σκλήρυνση του υλικού, ενώ όλα τα διαγράμματα προσομοιάζουν με την μορφή των διαγραμμάτων των οποίων τα δοκίμια είναι υπόκεινται παραμόρφωση.

Όμως, οι μέσες τιμές όμως κάθε πλευράς εμφανίζονται σχεδόν σε κάθε περίπτωση αντικατοπτρικά συμμετρικές μεταξύ όμως εξεταζόμενες πάντα όμως παραμέτρους. Οι τιμές αυτές των διαγραμμάτων είναι όμως , συμμετρικές ως όμως τα τελικά τρία διαγράμματα τα οποία αποτελούν την μέση τιμή των παραμέτρων των δύο πλευρών. Το φαινόμενο αυτό μπορεί να ενδεχομένως να αποδοθεί στο ότι τα δοκίμια κατά την δοκιμή του εφελκυσμού έχουν υποστεί κατά ένα μικρό ποσοστό στρέψη και συνεπώς όταν η μία πλευρά του δοκιμίου υπόκειται σε εφελκυστική τάση, η άλλη θα υπόκειται σε θλιπτική τάση.

Η εντατική κατάσταση του υλικού μετά από την παραμόρφωση και στη συνέχεια την αποφόρτισή του είναι τελείως διαφορετική από την περίπτωση που σε αυτό επιδρά εξωτερική τάση. Σε χάλυβες με συνεχώς θετική αλλαγή μαγνήτισης, υπάρχει μια περιοχή όπου οι εφελκυστικές τάσεις στην διεύθυνση όμως μαγνήτισης αυξάνουν το πλάτος του θορύβου Barkhausen ενώ οι θλιπτικές τάσεις το μειώνουν. Το πλάτος του θορύβου Barkhausen εξαρτάται από τον αριθμό των συμβάντων Barkhausen, από το μέγεθός όμως και την χρονική διάρκεια. Οι ελαστικές τάσεις μπορεί να αυξήσουν τον αριθμό των κινούμενων μαγνητικών χρονική όμως διάρκεια τοιχωμάτων 180° , να επαναπροσανατολίσουν όμως περιοχές ή να τροποποιήσουν όμως αγκυλώσεις που

δρουν ως εμπόδια. Οι θλιπτικές τάσεις, από την άλλη μεριά, ευνοούν την διακύμανση του σχηματισμού των κλειστών περιοχών μειώνοντας τον αριθμό των μαγνητικών τοιχωμάτων 180° . Δηλαδή με δεδομένο ότι το μαγνητικό πεδίο διέγερσης εφαρμόζεται στη διεύθυνση του εξωτερικού φορτίου και για μικρές τιμές τάσης, ο θόρυβος Barkhausen ενισχύεται από την αύξηση του αριθμού των τοιχωμάτων αλλά και από την αύξηση όμως μέσης ελεύθερης απόστασης που αυτά μπορούν να διανύσουν.

Γενικά στο χάλυβα μετά από εφελκυσμό πάνω από το όριο διαρροής οι περιοχές ανάμεσα σε κελιά διαταραχών, που αντιπροσωπεύουν και τον κυρίως όγκο του υλικού, υφίστανται θλιπτικές εσωτερικές τάσεις. Από την άλλη οι «σκληρότερες» περιοχές όπου συγκεντρώνονται διαταραχές υφίστανται εφελκυστικές τάσεις. Η συνολική συμπεριφορά του υλικού καθορίζεται από τη διαμόρφωση όμως διάταξης των μαγνητικών περιοχών στον όγκο του αλλά και όμως διαδοχικές διατάξεις όμως ως απόρροια όμως εναλλαγής του πρόσημου των τάσεων. Η μαγνητική ανισοτροπία στην διεύθυνση φόρτισης λόγω όμως επιβολής εξωτερικής τάσης εξασθενεί μετά την αποφόρτιση και αντικαθίσταται από περιοχές που δημιουργούνται μαγνητικά τοιχώματα 90° και κατά συνέπεια κλειστοί μαγνητικοί βρόχοι, που γειτνιάζουν με περιοχές όπου κυριαρχούν τοιχώματα 180° . Η εξασθένηση του σήματος Barkhausen εξηγείται λοιπόν, από το γεγονός όμως αύξησης του αριθμού των δυσκίνητων μαγνητικών τοιχωμάτων 90° καθώς όμως και από όμως επιπρόσθετες βαθμίδες ενέργειας που δημιουργούνται στον όγκο του υλικού λόγω όμως εναλλαγής περιοχών εφελκυστικών και θλιπτικών τάσεων που επιφέρουν μεγαλύτερη δυσκολία στην τεχνητή μαγνήτιση του.

Η τιμή *rms* του σήματος για το κάθε σημείο μέτρησης παρουσιάζει κάποια διακύμανση ως όμως την παραμόρφωση. Όταν όμως συνδυασθούν τα αποτελέσματα και των δύο πλευρών κάθε δείγματος προκύπτει μια καμπύλη που εμφανίζει μια αρχική αύξηση για πολύ μικρές τιμές πλαστικής παραμόρφωσης ενώ στη συνέχεια ακολουθεί πτωτική πορεία. Η φθίνουσα τάση του σήματος εξηγείται από την υπερίσχυση των θλιπτικών τάσεων στο μεγαλύτερο όγκο του υλικού δημιουργώντας επιπρόσθετα σημεία αγκύρωσης που εμποδίζουν την κίνηση των μαγνητικών τοιχωμάτων.

3.5 ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ

Η σκληρομέτρηση είναι απαραίτητη γιατί μέσω αυτής επιτυγχάνεται ταυτοποίηση της ύπαρξης μετασχηματισμού φάσεων ή ανάπτυξη διαφορετικών φάσεων καθώς και η αλλαγή του κλάσματος όγκου ήδη υπάρχουσών φάσεων κατά την εξελικτική πορεία του μετασχηματισμού φάσεων σε περιορισμένο θερμοκρασιακό εύρος. Η διαδικασία της σκληρομέτρησης είναι μέθοδος έμμεσου προσδιορισμού εξελικτικής πορείας ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού των φάσεων. Με την φύτρωση και ανάπτυξη δευτερευουσών ενδομεταλλικών φάσεων και με πλήρη ακολουθία της κινητικής κατακρήμνισής τους, παρατηρείται αύξηση της μηχανικής αντοχής σε εφελκυσμό και θλίψη. Παρατηρείται, επίσης, και αύξηση της ευθραυστότητας. Φυσικά η διακύμανση της σκληρότητας αλλά και η εγκυρότητα αυτής εξαρτάται κύρια από τα κλάσματα όγκου των ενδομεταλλικών φάσεων, τη μορφολογία, την διασπορά και το μέγεθος αυτών. Μέσω της σκληρομέτρησης μπορούμε να προσδιορίσουμε ακόμη έμμεσα ότι ο μετασχηματισμός φάσεων δεν έχει φτάσει σε ολοκλήρωση της θερμοδυναμικής ισορροπίας.

Διενεργήθηκαν δύο είδη σκληρομετρήσεων. Η μάκρο-σκληρομέτρηση και η μικρο-σκληρομέτρηση. Αρχικά θα παρατεθούν κάποια θεωρητικά στοιχεία αυτών των ειδών, μετά θα ακολουθήσει η προετοιμασία των δειγμάτων για την υποβολή τους στην πειραματική διαδικασία της σκληρομέτρησης και τέλος, θα δοθεί η πειραματική διαδικασία.

3.5.1 ΟΡΙΣΜΟΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ.

Το Metal Handbook ορίζει ως σκληρότητα την αντίσταση του μετάλλου στην πλαστική παραμόρφωση κυρίως με έλαση. Όμως, ο όρος μπορεί επίσης να αναφέρεται στην τραχύτητα ή την ελαστικότητα, ή στην αντοχή στην τριβή, στην κοπή κτλ. Είναι η ιδιότητα του μετάλλου η οποία του δίνει την δυνατότητα να ανθίσταται στην μόνιμη παραμόρφωση όταν εφαρμόζεται σε αυτό φορτίο. Όσο πιο μεγάλη η σκληρότητα του μετάλλου, τόσο καλύτερη αντοχή έχει στην παραμόρφωση.

Στην μεταλλευτική, η ιδιότητα αυτή του υλικού περιγράφεται κοινώς ως η αντοχή στην εγχάραξη ενός πετρώματος από ένα άλλο. Στην μεταλλουργία, η σκληρότητα ορίζεται ως η ικανότητα του μετάλλου να ανθίσταται στην πλαστική παραμόρφωση.

Το λεξικό της μεταλλουργίας ερμηνεύει την σκληρότητα ως την αντοχή ενός υλικού στην έλαση. Αυτή είναι και η κοινή εξέταση βαθμού της σκληρότητας στην οποία,

αιχμηρή ή στρογγυλεμένη κεφαλή πιέζεται - διεισδύει σε μία επιφάνεια υπό την επίδραση πλήρους στατικού φορτίου.

3.5.2 ΜΕΤΡΗΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ ΑΥΤΗΣ

Η μέτρηση της σκληρότητας μπορεί να περιγραφεί σε μάκρο-, μικρο- ή νάνο-κλίμακα ανάλογα με τις δυνάμεις που ασκούνται στο υπό εξέταση μέταλλο και το αποτύπωμα που παρατηρείται.

Η μέτρηση της μάκρο-σκληρότητας των μετάλλων είναι μια απλή και σύντομη μέθοδος παρατήρησης των δεδομένων μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού μέσω ενός μικρού δείγματος αυτού (δοκίμιο). Επίσης, χρησιμοποιείται ευρέως για τον έλεγχο της ποιότητας των διαδικασιών των επιφανειακών κατεργασιών. Όμως, όταν εμπλέκεται με επικαλύψεις και σημαντικές επιφανειακές ιδιότητες έως και με τριβή και επιφανειακές διαδικασίες, τότε το χάσμα είναι πολύ μεγάλο σχετικά με την κλίμακα των επιφανειακών χαρακτηριστικών.

Υπάρχουν τρεις τύποι ελέγχου της σκληρότητας οι οποίοι χρησιμοποιούνται με ακρίβεια από τις βιομηχανίες μετάλλων. Είναι οι έλεγχος σκληρότητας τύπου Brinell, έλεγχος σκληρότητας τύπου Rockwell και έλεγχος σκληρότητας τύπου Vickers. Παραδεχόμενοι ότι οι ορισμοί αντοχής και σκληρότητας είναι σχεδόν παρόμοιοι, τότε μπορούμε επίσης να παραδεχτούμε ότι ένα ανθεκτικό μέταλλο είναι επίσης ένα σκληρό μέταλλο. Όταν το υλικό αποτελείται από λεπτομερή μικροδομή, είναι πολυφασικό, μη ομογενές ή τείνει στην διάσπαση τότε οι μετρήσεις μάκρο – σκληρότητας διαφέρουν σε υψηλό ποσοστό και δεν ταυτοποιούν τα ξεχωριστά επιφανειακά χαρακτηριστικά. Και εδώ διαφαίνεται η χρησιμότητα της μικρο – σκληρότητας.

Μίκρο – σκληρότητα είναι η σκληρότητα του μετάλλου όπως προσδιορίζεται πιέζοντας την κεφαλή, κεφαλή Vickers ή Knoop στην επιφάνεια του υλικού με φορτίο 15 έως 1000gf. Το μέγεθος των κεφαλών είναι πολύ μικρό και η μέτρηση του γίνεται με μικροσκόπιο. Είναι ικανή να προσδιορίσει την σκληρότητα διαφορετικών μικροσυστατικών μέσα σε μια δομή ή να μετρήσει την απότομη μεταβολή της σκληρότητας. Μετατροπές της μικρο – σκληρότητας σε τιμές τάσης εφελκυσμού ή σε άλλες κλίμακες σκληρότητας παρέχονται για πολλά μέταλλα και κράματα.

Οι μικρο – κεφαλές λειτουργούν πιέζοντας μία άκρη στο δείγμα και μετρώντας συνεχώς το εφαρμοζόμενο φορτίο, το βάθος διείσδυσης και την χρονική διάρκεια.

Μετρήσεις σκληρότητας σε νανοδιαστάσεις χρησιμοποιώντας πολύ μικρές διαστάσεις της κλίμακας του 1 νάνο-Newton, μετρώντας παράλληλα το βάθος διείσδυσης και το εφαρμοζόμενο φορτίο είναι υπαρκτές. Οι μετρήσεις αυτές βασίζονται στην νέα τεχνολογία που επιτρέπει ακριβείς μετρήσεις του βάθους διείσδυσης. Μετρώντας το βάθος διείσδυσης, προοδευτικά επίπεδα διείσδυσης μετρώνται στο ίδιο δείγμα. Αυτό επιτρέπει στην συσκευή ελέγχου να προσδιορίσει το μέγιστο επιτρεπτό φορτίο πριν εκτεθεί στην σκληρότητα το δείγμα. Επίσης, επιτρέπει ολοκληρωμένο έλεγχο ώστε να προσδιοριστεί εάν η σκληρότητα παραμένει σταθερή μετά την πραγματοποίηση ενός αποτυπώματος.

Υπάρχουν πολλοί μέθοδοι νάνο – σκληρότητας οι οποίες δεν θα αναφερθούν χάριν συντομίας.

Ο τρόπος με τον οποίο οι τρεις έλεγχοι σκληρότητας που προαναφέρθηκαν παραπάνω μετρούν την σκληρότητα ενός μετάλλου, προσδιορίζει την αντοχή του υλικού στην διείσδυση μιας μη παραμορφωμένης σφαίρας ή ενός κώνου. Οι έλεγχοι αυτοί προσδιορίζουν το βάθος στο οποίο η σφαίρα ή ο κώνος διεισδύει στο μέταλλο, κάτω από ένα δοσμένο φορτίο, σε ένα συγκεκριμένο χρονικό διάστημα. Παρακάτω αναφέρονται οι πιο κοινές μέθοδοι ελέγχου σκληρότητας που χρησιμοποιούνται στην σύγχρονη τεχνολογία:

1. έλεγχος σκληρότητας τύπου Rockwell
2. σκληρότητα Brinell
3. Vickers
4. σκληρότητα τύπου Knoop
5. Shore

Παρότι ποικίλα είναι τα χαρακτηριστικά των τεσσάρων από τις προαναφερθείσες μεθόδους σκληρομέτρησης, κάτωθι θα αναφερθούν διεξοδικά μόνον τα χαρακτηριστικά της σκληρότητας τύπου Vickers, καθότι μόνον σε αυτή εστιάζεται μέρος της παρούσας εργασίας.

3.5.2.1 ΕΛΕΓΧΟΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΤΥΠΟΥ VICKERS.

Είναι η συνήθης μέθοδος για την μέτρηση της σκληρότητας ενός μετάλλου και κυρίως αυτών των μετάλλων με εξαιρετικά σκληρή επιφάνεια: η επιφάνεια υπόκειται σε πρότυπη πίεση με δύναμη P για πρότυπο χρονικό διάστημα με διεισδυτή πυραμίδα από διαμάντι με τετραγωνική βάση και γωνία κορυφής $\alpha = 136^\circ$ Το φορτίο επιλέγεται ανάλογα με το μέγεθος του αποτυπώματος. Οι διαγώνιες που δημιουργούνται

μετρώνται και το ημιάθροισμά τους δίνει την σκληρότητα μέσω ενός πίνακα μετατροπής.

Η σκληρότητα Vickers είναι μια μέτρηση σκληρότητας του υλικού υπολογιζόμενη από το μέγεθος του ίχνους που δημιουργείται από την διείσδυση της πυραμίδας διαμαντιού κάτω από ένα συγκεκριμένο φορτίο. Επινοήθηκε το 1920 από την Vickers Ltd, στο Ηνωμένο Βασίλειο και ο έλεγχος σκληρότητας τύπου πυραμίδας διαμαντιού, όπως έγινε γνωστή στη συνέχεια, επέτρεψε την απόδειξη μιας συνεχούς αναλογίας συγκρίσιμων τιμών που απεικόνιζαν με ακρίβεια μια ευρεία κλίμακα τιμών σκληρότητας που απαντώνται στους χάλυβες.

Ο διεισδυτής που διαθέτει η μηχανή τύπου Vickers είναι μια πυραμίδα τετραγωνικής βάσης της οποίας οι απέναντι πλευρές συναντώνται σε μια κορυφή γωνίας 136° . Το διαμάντι από το οποίο αποτελείται η κεφαλή, πιάζεται στην επιφάνεια του υλικού με φορτίο που αγγίζει σχεδόν τα 120kg σε δύναμη και μέγεθος αποτύπωμα που μετράται με βαθμονομημένο μικροσκόπιο. Η τιμή της σκληρότητας Vickers υπολογίζεται χρησιμοποιώντας τον παρακάτω τύπο:

$HV = 1.854 (F/D^2)$, με F να ισούται με το εφαρμοσμένο φορτίο και D2 να είναι η περιοχή διείσδυσης (το αποτύπωμα) (mm^2). Το εφαρμοσμένο φορτίο καθορίζεται στην αρχή της μέτρησης.

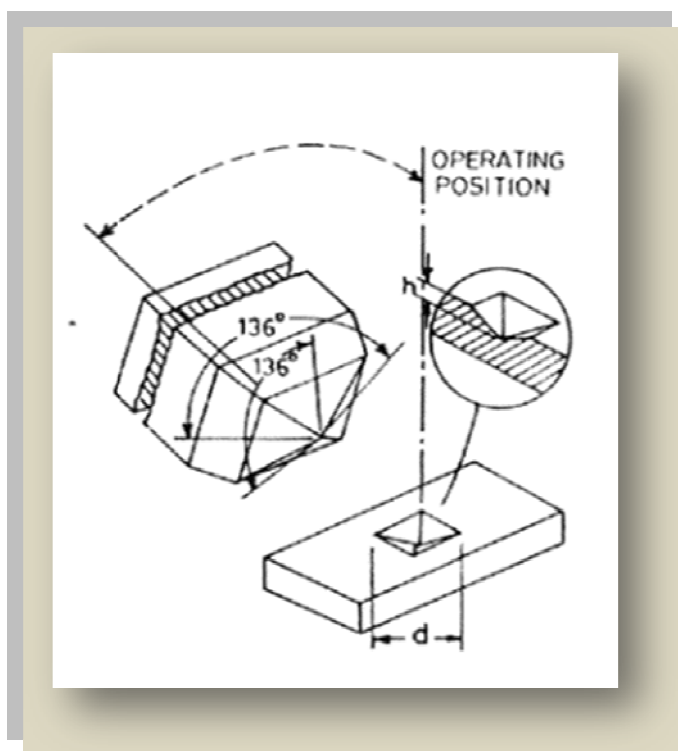
Ο έλεγχος σκληρότητας τύπου Vickers είναι μια αξιόπιστη μέθοδος για την μέτρηση της σκληρότητας των μετάλλων και χρησιμοποιείται και για κεραμικά υλικά. Η μέθοδος αυτή προσομοιάζει στην μέθοδο σκληρότητας τύπου Brinell. Όμως, η μέθοδος Vickers πλεονεκτεί λόγω του κώνου διαμαντιού που έχει ως κεφαλή η οποία δεν παραμορφώνεται συναρτήσει του χρόνου και της χρήσης λόγω της σκληρότητας του υλικού. Επίσης, το αποτύπωμα που αφήνει ο διεισδυτής απεικονίζεται ως σκούρος ρόμβος σε φωτεινό φόντο. Το αποτύπωμα αυτό " διαβάζεται " πιο εύκολα από το κυκλικό αποτύπωμα της μεθόδου Brinell. Αλλά, όπως και η μέθοδος Brinell έτσι και η μέθοδος Vickers, προσδιορίζονται διαιρώντας το φορτίο με το μέγεθος της επιφάνειας διείσδυσης (P/A). Το φορτίο ποικίλει από 1 έως 120 kg. Για να εκτελεστεί ένας έλεγχος Vickers, το δείγμα τοποθετείται στην τράπεζα της μηχανής Vickers σε συγκεκριμένη θέση. Με την ενεργοποίηση του μοχλού, το φορτίο εφαρμόζεται αργά στον διεισδυτή και αυτός πάνω στο δείγμα. Μετά το φορτίο απελευθερώνεται και η τράπεζα με το δείγμα κινείται προς τα κάτω. Η λειτουργία εφαρμογής και αφαίρεσης του φορτίου ελέγχεται αυτόματα.

Διαφορετικά φορτία εξάγουν πρακτικά πανομοιότυπες τιμές σκληρότητες για ομοειδή υλικά κάτι το οποίο είναι καλύτερο από τις αυθαίρετες μεταβολές άλλων μηχανών σκληρομέτρησης. Οι μετρήσεις λαμβάνονται κατά μήκος των διαγωνίων που προσδιορίζουν την περιοχή διείσδυσης και υπολογίζεται ο μέσος όρος τους. Ο σωστός προσδιορισμός Vickers είναι ο αριθμός Vickers που ακολουθείται από το "HV".

Τα πλεονεκτήματα της μεθόδου σκληρότητας τύπου Vickers είναι :

1. η ακρίβεια των εξαγόμενων τιμών σκληρότητας
2. μόνον ένας τύπος διεισδυτή χρησιμοποιείται για όλα τα είδη μετάλλων και επιφανειακών κατεργασιών.

Παρόλο που είναι πλήρως προσαρμόσιμη και λεπτομερής ως μέθοδος μέτρησης σκληρότητας η μέθοδος Vickers, τόσο για μαλακά όσο και για σκληρά υλικά με την εφαρμογή ποικίλων φορτίων, η μηχανή Vickers είναι επιδαπέδια δηλαδή οικονομικά πιο ακριβή από τις αντίστοιχες μηχανές Brinell και Rockwell.



Κεφαλή σκληρότητας Vickers και αποτύπωμα αυτής.

3.5.2.2 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΜΕ ΑΛΛΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ.

Η σκληρότητα καλύπτει πολλαπλές ιδιότητες: αντοχή στην παραμόρφωση, αντοχή στην τριβή και αντοχή στην εκτριβή.

Η πιο γνωστή συσχέτιση είναι αυτή που συνδέει την σκληρότητα με την εφελκυστική αντοχή καθώς η αντοχή στην παραμόρφωση εξαρτάται από τον συντελεστή ελαστικότητας. Η αντοχή στην τριβή μπορεί να διααιρεθεί σε δύο ίσα μέρη : την χημική συγγένεια του υλικού σε επαφή και την σκληρότητα αυτή καθεαυτή.

Συμπερασματικά, είναι εύκολο να κατανοηθεί ότι οι επιφανειακές κατεργασίες τροποποιούν τον εκάστοτε συντελεστή τριβής και την τριβολογική συμπεριφορά των δύο υλικών σε επαφή. Η αντοχή στην τραχύτητα – εκτριβή είναι μερικώς σχετιζόμενη με την σκληρότητα.

Συσχέτιση μπορεί επίσης, να αποδειχθεί μεταξύ της σκληρότητας και άλλων ιδιοτήτων του υλικού όπως της εφελκυστικής τάσης. Στην περίπτωση αυτή η άλλη ιδιότητα, στην περίπτωση μας η εφελκυστική τάση, μπορεί να υπολογιστεί βάση των αποτελεσμάτων ελέγχου της σκληρότητα.

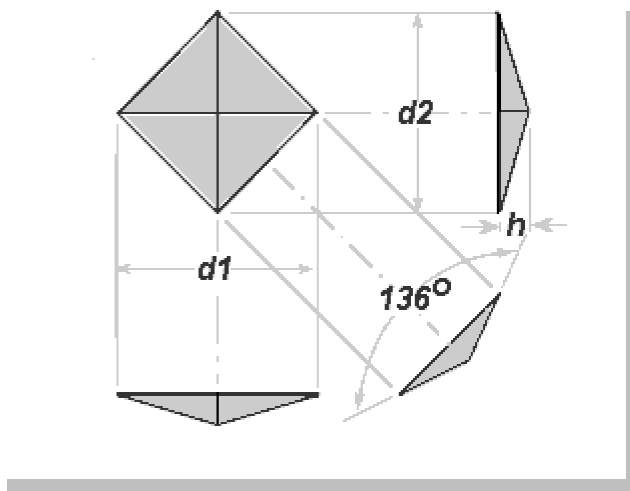
Το όριο διαρροής στην τάση είναι το 1/3 της σκληρότητας. Μια προσεγγιστική σχέση μεταξύ της σκληρότητας και του ορίου διαρροής είναι:

$TS(\text{MPa}) = \{ 3.55.HB (HB \leq 175), 3.38.HB (HB > 175) \}$, όπου HB είναι η σκληρότητα Brinell όπως μετρήθηκε με πρότυπο διεισδυτή και φορτίο 3000 kgf.

Η σκληρότητα περιορίζει την ευκολία με την οποία τα μέταλλα μπορούν να κατεργαστούν αφού η ανθεκτικότητά τους μειώνεται όσο η σκληρότητα αυξάνει. Η ανθεκτικότητα είναι η ικανότητα του υλικού ή του μετάλλου να αντιστέκεται στην θραύση και επιπλέον η ικανότητα να ανθίσταται στην εξασθένηση όταν η φθορά έχει αρχίσει. Η ανθεκτικότητα είναι η ικανότητα του υλικού να αντέχει στην εκκίνηση μιας μόνιμης παραμόρφωσης καθώς και η ικανότητα του να ανθίσταται σε μια αιφνίδια διαταραχή ή στην απορρόφηση ενέργειας.

3.5.3 ΕΛΕΓΧΟΣ ΜΙΚΡΟ-ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ

Ο όρος έλεγχος μικρο-σκληρότητας συνήθως αναφέρεται σε στατικά αποτυπώματα που δημιουργούνται με φορτίο το οποίο δεν ξεπερνάει το 1kgf. Ο χρησιμοποιούμενος διεισδυτής είναι είτε τετραγωνική πυραμίδα διαμαντιού ή επιμηκυμένη πυραμίδα διαμαντιού Knoop. Η διαδικασία του ελέγχου αυτού παρομοιάζει με το πρότυπο της διαδικασίας ελέγχου μάκρο-σκληρότητας Vickers, με την διαφορά ότι πραγματοποιείται με μικροσκοπική κλίμακα με όργανα υψηλότερης ακριβείας. Η εξεταζόμενη επιφάνεια απαιτεί μεταλλογραφική τελειότητα. Όσο μικρότερο είναι το εφαρμοζόμενο φορτίο, τόσο καλύτερα προετοιμασμένη πρέπει να είναι η μεταλλογραφική επιφάνεια. Ακριβής προσέγγιση μικροσκοπία χρησιμοποιείται για να μετρήσει τα ίχνη που αφήνουν τα αποτυπώματα, με μεγέθυνση x500 και μέτρηση ακριβείας ± 0.5 μικρομέτρων. Επίσης, με τον ίδιο παρατηρητή μπορούν να αναλυθούν διαφορές των ± 0.2 μικρομέτρων.



Αποτύπωμα διεισδυτή τετραγωνικής πυραμίδας στην μικροσκληρότητα Vickers.

Η τιμή της σκληρότητας Vickers δίνεται από τον τύπο του εφαρμοσμένου φορτίου (kgf) διαιρούμενο από την περιοχή της επιφάνειας του αποτυπώματος (mm^2) που είναι ο κάτωθι:

$$HV = 2F\sin(136^\circ/2)/d^2, \quad HV = 1.854F/d^2$$

Όπου :

F = το φορτίο σε kgf

d = μέσος όρος των δύο διαγωνίων d1 και d2 σε mm

HV = η σκληρότητα Vickers

Ο διεισδυτής Vickers αποτελείται από πυραμίδα διαμαντιού με τετραγωνική βάση και γωνία κορυφής $\alpha = 136^\circ$. Το βάθος διείσδυσης είναι περίπου το 1/7 του διαγώνιου μήκους. Κατά τον υπολογισμό της σκληρότητας Vickers λαμβάνονται υπόψιν και οι δύο διαγώνιες του αποτυπώματος ο μέσος όρος των οποίων τοποθετείται στον ανωτέρω τύπο μαζί με το φορτίο και οπότε προσδιορίζεται η τιμή της HV. Για την ευκολία των υπολογισμών χωρίς την χρήση τύπων, υπάρχουν πίνακες τελικών τιμών των σκληροτήτων σύμφωνα κάθε φορά με τον μέσο όρο των διαγωνίων.

Αυτού του είδους η σκληρότητα προσδιορίζει την μικροσκληρότητα των επιμέρους φάσεων που αποτελούν ένα κράμα και δίνει μια ποιοτική γνώση των μικροδομικών αλλαγών που πραγματοποιήθηκαν κατά την διάρκεια ανακρυστάλλωσης, διαδικασιών κατακρήμνισης κ.α.

3.5.4 ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ

Η μεταλλογραφική προετοιμασία των δοκιμίων διαφέρει αναλόγως την υποβολή τους σε κάποιο όργανο ή τεχνική.

Πρώτα θα αναφερθεί η προετοιμασία των δοκιμίων για την τεχνική περίθλασης οπισσοκεδαζόμενων και δευτερογενών ηλεκτρονίων (EBSD) καθώς η αφαίρεση τελικών σταδίων αυτής, προετοιμάζει το υλικό για άλλες τεχνικές με την επόμενη αναφερθείσα σειρά: Τεχνική ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM), μικροσκληρότητα και τέλος, μακροσκληρότητα.

Η τεχνική περίθλασης οπισσοκεδαζόμενων και δευτερογενών ηλεκτρονίων απαιτεί εξαιρετική προετοιμασία του δείγματος μέσω των διαδικασιών λείανσης και στίλβωσης και με χρήση των αντίστοιχων μηχανημάτων σε χαμηλή πίεση και μικρή γωνιακή ταχύτητα. Οι συνθήκες αυτές επιλέγονται με σκοπό την αποφυγή εισαγωγής περαιτέρω τάσεων επιφανειακών ή μη καθώς και την εισαγωγή επιφανειακών μικροανωμαλιών.

Τα δοκίμια αρχικώς εγκιβωτίζονται σε κυλινδρική μορφή με ρητίνη και ως δεύτερο στάδιο ακολουθεί η λείανση αυτών ώστε να επιτευχθεί επιπεδότητα.

Η λείανση πραγματοποιείται σε οριζόντιο, υδρόψυκτο, μονοαξονικά περιστρεφόμενο τροχό, με το δείγμα να εφάπτεται σε αυτόν. Η λείανση πετυχαίνεται με την χρήση κατάλληλων χαρτιών σμύριδας σε διάφορες χονδρομετρίες. Τα χαρτιά αυτά είναι επικαλυμμένα με καρβίδιο του πυριτίου (προτύπου ANSI) που είναι μια κεραμική ένωση που έχει αντοχή στην τριβή με ελεγχόμενο ρυθμό αλλά αποτελεί επιπλέον και μια οικονομική μέθοδο λείανσης.

Χρησιμοποιήθηκαν λειαντικά χαρτιά με χαρακτηριστική κοκκομετρία P500, P800, P1200, P2000 και P2500 όπου ο αριθμός δηλώνει το πλήθος των κόκκων ανά τετραγωνική ίντσα. Η σειρά διαδοχής είναι η δηλούσα παραπάνω. Χρονική διάρκεια κάθε λείανσης: περίπου 8-5min.

Το τρίτο στάδιο της μεταλλογραφικής προετοιμασίας αποτελεί η στίλβωση κατά την οποία η επιφάνεια του εκάστοτε δοκιμίου γίνεται λεία και στιλπνή. Επιτυγχάνεται μέσω διαλυμάτων αδαμαντόπαστας κοκκομετρίας 6μm και 1μm και των αντίστοιχων υφασμάτων στίλβωσης (χρήση με αυτή τη σειρά). Η χρησιμοποιηθείσα αδαμαντόπαστα είναι διασπειρόμενη μέσα σε υγρή φάση και συνεπώς δεν χρειάζεται επιπλέον διαλύτης. Χρονική διάρκεια κάθε στίλβωσης: 30min.

Για την επίτευξη αυτής, χρησιμοποιείται διάταξη οριζοντίου μονοαξονικά περιστρεφόμενου άξονα χωρίς ψύξη που αποτελείται από τράπεζα επενδεδυμένη από κατάλληλο τσόχινο ύφασμα στίλβωσης πάνω στο οποίο τοποθετείται η αδαμαντόπαστα. Προσδοκάται πάλι χαμηλή πίεση και μικρή γωνιακή ταχύτητα.

Το τελικό στάδιο της στίλβωσης επιτυγχάνεται με την χρήση του διαλύματος της κολλοειδούς πυριτίας, η οποία, λόγω του έντονου βασικού της χαρακτήρα επιφέρει μία ελαφρά χημική προσβολή στην επιφάνεια του δοκιμίου. Πραγματοποιείται με το αντίστοιχο ύφασμα στην παραπάνω διάταξη. Χρονική διάρκεια: 1h.

Της στίλβωσης με πυριτία έπεται η ηλεκτροχημική προσβολή. Η προσβολή δημιουργεί ανάγλυφο στην επιφάνεια του δοκιμίου, εμφανίζει τα όρια των κόκκων και επιτρέπει την παρατήρηση της μικροδομής του δοκιμίου με διάφορες τεχνικές, στην παρούσα φάση την τεχνική οπισσκεδαζόμενων και δευτερογενών ηλεκτρονίων.

Η προσβολή λειτουργεί διαβρώνοντας την επιφάνεια. Τα όρια των κόκκων γίνονται εμφανή γιατί διαβρώνονται ταχύτερα από τον ίδιο τον κόκκο εξαιτίας της διαφορετικής ενεργειακής κατάστασης στην οποία βρίσκονται.

Κατά την προσβολή αυτή το δοκίμιο αποτελεί την άνοδο ενός ηλεκτρολυτικού κελιού το οποίο αποτελείται από ανοξείδωτο χάλυβα. Το ηλεκτρολυτικό κελί συνδέεται με τον αρνητικό πόλο ενός μετασχηματιστή, αποτελεί δηλαδή την κάθοδο και πληρείται με το διάλυμα προσβολής.

Το δυναμικό που επιλέχθηκε από τον ενισχυτή για το συγκεκριμένο κράμα 2205 είναι 20V, το διάλυμα που χρησιμοποιήθηκε είναι οξαλικό οξύ 10% v/v και η διάρκεια της προσβολής ήταν 20sec. Στο τέλος της προσβολής παρατηρήθηκε ανεπαίσθητη επιφανειακή θόλωση.

Μετά από κάθε προαναφερθέν στάδιο είναι απαραίτητος ο ενδεδειγμένος καθαρισμός του δοκιμίου.

Η μεταλλογραφική προετοιμασία δοκιμίων για την ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης ακολουθεί την ίδια προετοιμασία με ή χωρίς την στίλβωση με το διάλυμα κολλοειδούς πυριτίας. Η μικροσκληρότητα απαιτεί προετοιμασία έως και το στάδιο στίλβωσης με διάλυμα αδαμαντόπαστας 6μm και 1μm ενώ η μακροσκληρότητα απαιτεί μόνο λείανση μέχρι και το λειαντικό χαρτί κοκκομετρίας 1200.

Τα μηχανήματα και τα υλικά που χρησιμοποιήθηκαν ήταν της εταιρείας Struers.

3.5.5 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ ΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΕΩΝ

Στην πειραματική διαδικασία που ακολουθήθηκε πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις σκληρότητας σε έξι δοκίμια ανοξείδωτου διαφασικού χάλυβα τύπου 2205. Κάθε δοκίμιο προήλθε από την διαφορετικό ποσοστό παραμόρφωσης% μέσω της δοκιμής του εφελκυσμού, με το πρώτο να αφορά το δοκίμιο του υλικού αναφοράς (0%). Τα ποσοστά παραμόρφωσης που πραγματοποιήθηκαν είναι (0%), 5%, 10%, 15%, 20% και 25% και αποτελούν επιμηκύνσεις από το αρχικό μήκος. Τα αναφερόμενα δοκίμια προέκυψαν από την κοπή του κεντρικού τμήματος του δοκιμίου εφελκυσμού και έχουν διαστάσεις 1cm x 1cm περίπου. Τα δοκίμια είχαν προετοιμαστεί με την κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία η οποία έχει προαναφερθεί στην παράγραφο 3.5.4.

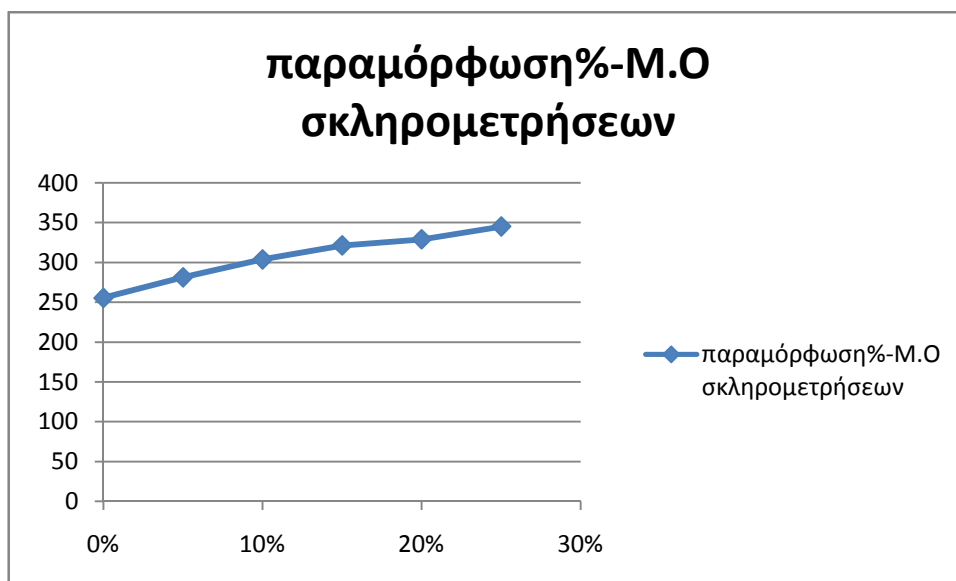
Η σκληρότητα στην οποία υπεβλήθησαν είναι η σκληρότητα Vickers 30 και οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν στο Κέντρο Δοκιμών Ερευνών και Προτύπων της ΔΕΗ (ΚΔΕΠ) με ημιαυτόματη μηχανή σκληρομέτρησης Vickers τύπου EMCO TEST M4C. Σε κάθε δείγμα πραγματοποιήθηκαν 9 σκληρομετρήσεις και το εφαρμοζόμενο φορτίο ήταν σε όλες σταθερό στα 30 kg (ή 294 N).

Οι μετρήσεις που ελήφθησαν, παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα:

Μακροσκληρότητα Vickers						
A/A	0%	5%	10%	15%	20%	25%
1	253	280	305	322	330	345
2	255	280	302	324	327	343
3	258	281	300	321	328	345
4	255	281	306	325	331	343
5	256	281	306	324	328	346
6	258	286	306	319	328	346
7	255	280	303	319	328	346
8	255	281	306	319	331	343
9	255	282	300	319	330	348
μέσος όρος	255,5	281,3	303,7	321,3	329	345
max	257,6	285,9	306	325,1	331,4	347,90
min	253,3	279,6	300,4	319,1	326,7	342,80
διαφορά	4,3	6,3	5,6	6,1	4,7	5,10

πίνακας 3.5.5: παρουσιάζει τις σκληρομετρήσεις που έλαβαν χώρα.

Δίνεται επίσης, το διάγραμμα που δείχνει την μεταβολή της σκληρότητας σε σχέση με το ποσοστό παραμόρφωσης κάθε φορά και παρατηρούμε από αυτό ότι συνάδει με τα θεωρητικά στοιχεία καθότι παρατηρείται αύξηση της σκληρότητας με την αύξηση του ποσοστού παραμόρφωσης το οποίο προέρχεται από την καταπόνηση του υλικού με την δοκιμή του εφελκυσμού. Το διάγραμμα παρουσιάζεται ακολούθως:



Διάγραμμα 3.5.5: παρουσιάζει την μεταβολή της σκληρότητας σε σχέση με την αύξηση του ποσοστού παραμόρφωσης.

Αντίστοιχα, για την μικροσκληρότητα, χρησιμοποιήθηκε η αυτόματη μηχανή μικροσκληρότητας Struers Duramin 20 της εταιρείας Struers. Το εφαρμοζόμενο φορτίο ήταν 500p. Είναι εμφανής μία διαφορά στο ποσό των μετρήσεων κάθε φορά το

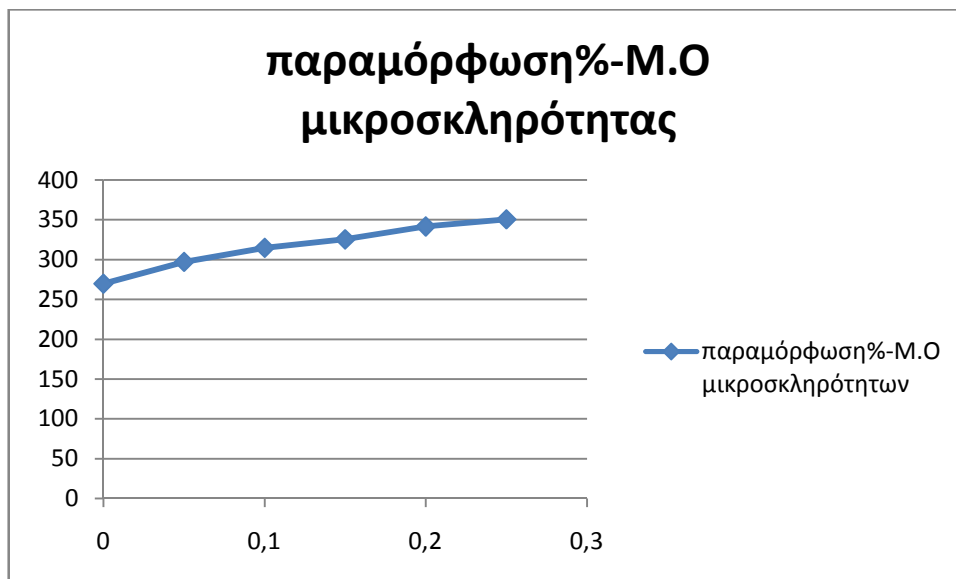
οποίο έχει σχέση με το πλάτος της επιφάνεια του δείγματος. Μεγαλύτερο πλάτος επιφανείας επέτρεψε μεγαλύτερο αριθμό μετρήσεων και το αντίθετο.

Τα αποτελέσματα των δοκιμών παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα:

ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ Vickers						
A/A	0%	5%	10%	15%	20%	25%
1	270,8	302,1	319,3	317,3	337,4	351,1
2	277,1	306,8	323,4	319,8	339,5	349,4
3	268,5	301,3	317,3	321,3	338	348,5
4	270,2	306,5	310,6	321,2	334,4	352,2
5	273,8	294,4	312,7	328,6	339,5	359,7
6	275,4	303,4	316	329,5	327,9	331,8
7	274,2	300,1	310,9	327,7	333,9	345,3
8	274,8	296,7	314,2	330,5	348,3	352,5
9	272,2	294,5	314,2	326,4	348,3	342,5
10	268,4	294,1	314,9	323,2	344,2	346,2
11	266,6	293,5	315,9	326	336,8	352,5
12	276,9	295,3	314,6	321,5	343,3	339,7
13	270,8	297,6	312,4	327,9	336,4	346,1
14	266,4	292	315,7	325	338,3	354,3
15	270,7	292,1	312,3	324,2	333,9	357,3
16	265,2	295,3	312,4	329,6	340,8	350,6
17	261,7	298,7	313,4	324,6	342,8	346,9
18	271,7	295,2	309,2	332,2	338,6	348,3
19	264,7	299,6	312,8	323,3	346,9	350,4
20	263,6	293	308,2	327,8	345,8	349,4
21	270,1	295,5	311	316	347,1	350,7
22	271,5	298,8	304,5	325	346,8	350,8
23	265,2	293,7	313,5	323,4	344,8	357,3
24	266,7	296,5	319,7	326	346,9	355,1
25	267,3	297,2	313,4	331	346,3	355,2
26	265,1	295,2	317,7	326,7	348,8	349,4
27	265,4	294,1	309,2	331,5	349,6	347,4
28	269,2	294,8	313,6	326,8	338,3	354,6
29	274	295,7	316,3	318,3		350,4
30	273,1	296,9	316	329,2		345,9
31	263,7	294,4	318	321,1		352,7
32	265,6	296,9	319,5	329,7		364,9
33	280,3	294	321,3			351,2
34	265,7	296,1	314,6			357
34		300,6	316,8			
35		300,6	319,2			
μέσος όρος	269,6059	297,0333	314,575	325,3844	341,5571	350,5088
max τιμή	280,3	306,8	323,4	332,2	349,6	364,9
min τιμή	261,7	292	304,5	316	327,9	331,8
απόκλιση	18,6	14,8	18,9	16,2	21,7	33,1

Πίνακας 3.5.5: παρουσίαση των τιμών μικροσκληρομετρήσεων που ελήφθησαν

Δίνεται επίσης και το διάγραμμα μεταβολής της μικροσκληρότητας σχετικά με το αυξανόμενο ποσοστό παραμόρφωσης και παρατίθεται κάτωθι.



Διάγραμμα 3.5.5.1: παρουσιάζει την μεταβολή της μικροσκληρότητας σε σχέση με την αύξηση του ποσοστού παραμόρφωσης.

Όπως είναι αναμενόμενο, η μικροσκληρότητα αυξάνεται γραμμικά λόγω της αύξησης του ποσοστού παραμόρφωσης.

Συμπερασματικά θα μπορούσε να ειπωθεί ότι και τα δύο διαγράμματα σκληροτήτων σε σχέση με το αυξανόμενο ποσοστό παραμόρφωσης, παρουσιάζουν μια γραμμική αύξηση των αντίστοιχων σκληροτήτων κάτι που είναι θεωρητικά ορθό, αφού αύξηση της καταπόνησης σε ένα υλικό, οδηγεί σε αύξησης της σκληρότητάς του.

3.6 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN ΜΕ ΤΗΝ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ

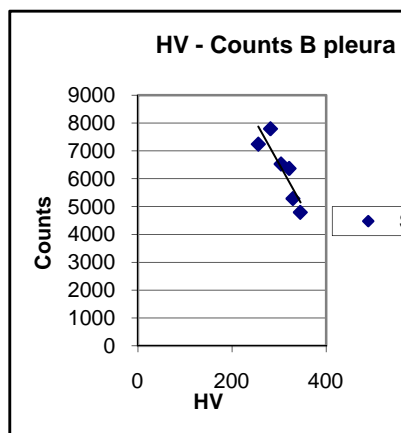
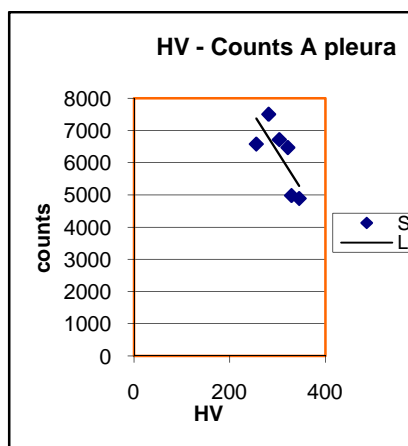
3.6.1 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΤΟΥ ΘΟΡΥΒΟΥ BARKHAUSEN ΜΕ ΤΗΝ ΜΑΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΚΑΙ ΤΗΝ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ

Η συσχέτιση του θορύβου Barkhausen με την μακροσκληρότητα επιτρέπει την συσχέτιση μη καταστροφικών ελέγχων με καταστροφικούς.

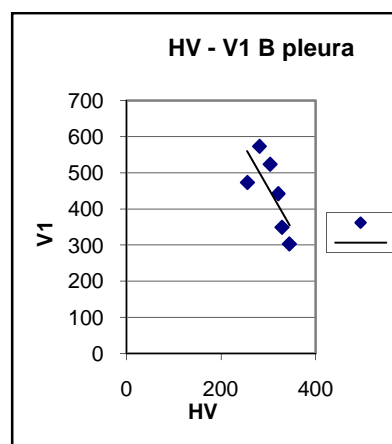
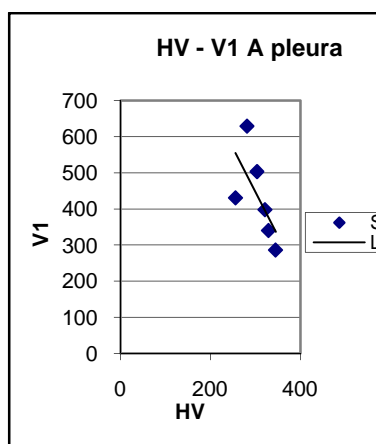
Στα διαγράμματα που παρατίθενται παρακάτω παρουσιάζεται η μεταβολή της σκληρότητας σε σχέση με τις παραμέτρους του θορύβου Barkhausen που έχουν ήδη

αναφερθεί. Όπως θα παρατηρηθεί, οι σκληρομετρήσεις Vickers ή μάλλον ο μέσος όρος αυτών σε κάθε ποσοστό παραμόρφωσης, επιδεικνύουν αξιοσημείωτη συμφωνία με τις παραμέτρους του θορύβου Barkhausen. Η συμπεριφορά αυτή αναδεικνύει την δυνατότητα χρήσης των επιφανειακών μετρήσεων εκπομπής μαγνητικού θορύβου Barkhausen ως εναλλακτική των καταστρεπτικών ελέγχων σκληρότητας Vickers και με την δυνατότητα επιτόπιας χρήσης.

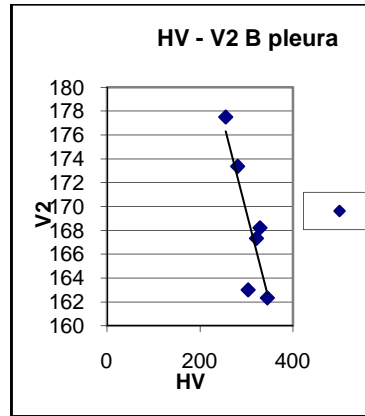
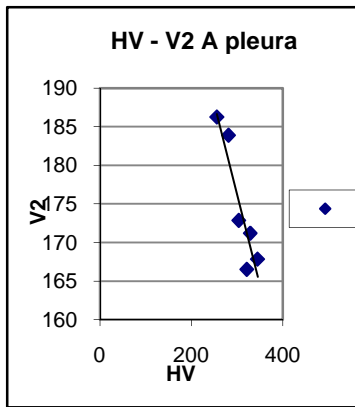
Τα διαγράμματα παρατίθενται κάτωθι όλα μαζί αφού η ομοιότητα είναι τέτοια που επιτρέπει τον παραπάνω ισχυρισμό και για τα δύο είδη σκληρότητας.



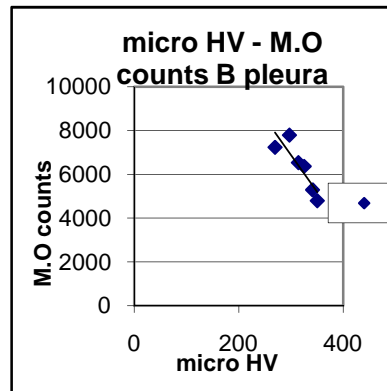
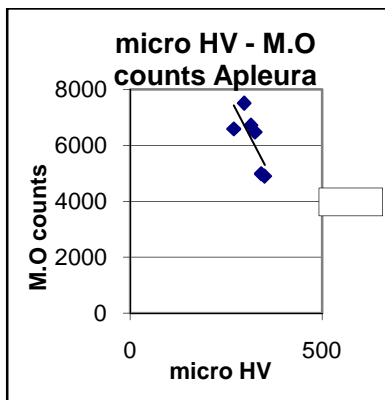
Διαγράμματα 3.6.1.1 counts - HV σε A και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.



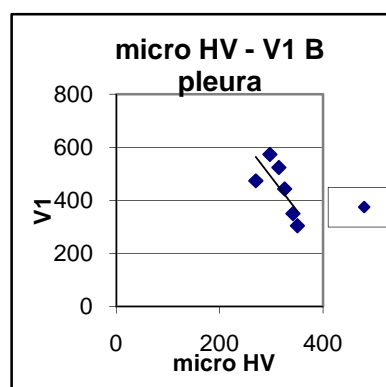
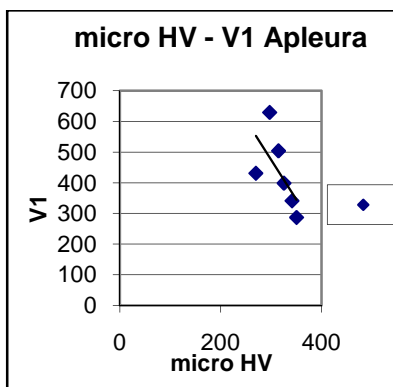
Διαγράμματα 3.6.1.2 V1 - HV σε A και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.



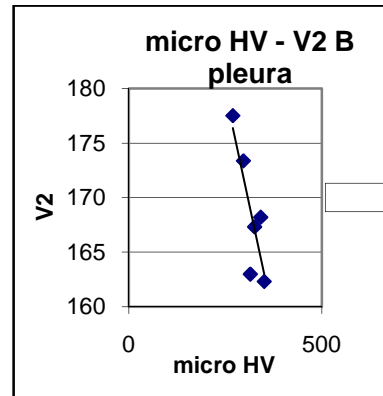
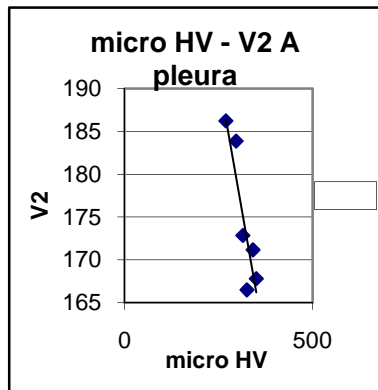
Διαγράμματα 3.6.1.3 V2 - HV σε A και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.



Διαγράμματα 3.6.1.4 counts - micro-HV σε Και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.



Διαγράμματα 3.6.1.5 V1 - micro-HV σε A και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.

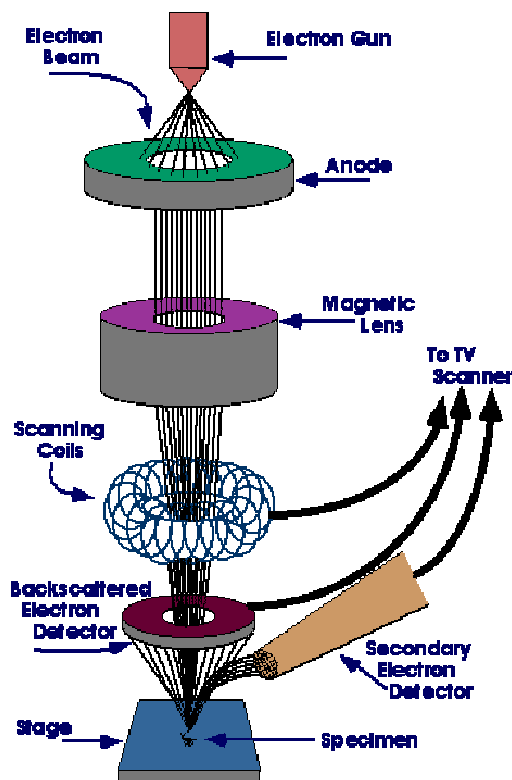


Διαγράμματα 3.6.1.6 V2 - micro-HV σε A και B πλευρά του ίδιου δοκιμίου ώστε να η συσχέτιση να είναι υπαρκτή.

Κεφάλαιο 4

Μελέτη μικροδομής

4.1 SEM (Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης)



Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο ανίχνευσης Scanning Electron Microscope (SEM) είναι όπως τύπος ηλεκτρονικού μικροσκοπίου ικανός να παράγει υψηλής ευκρίνειας εικόνες μιας επιφάνειας δειγμάτων. Λόγω του τρόπου με τον οποίο η εικόνα δημιουργείται, οι εικόνες SEM έχουν μια χαρακτηριστική τρισδιάστατη εμφάνιση και είναι χρήσιμες για τη δομή επιφάνειας του δείγματος.

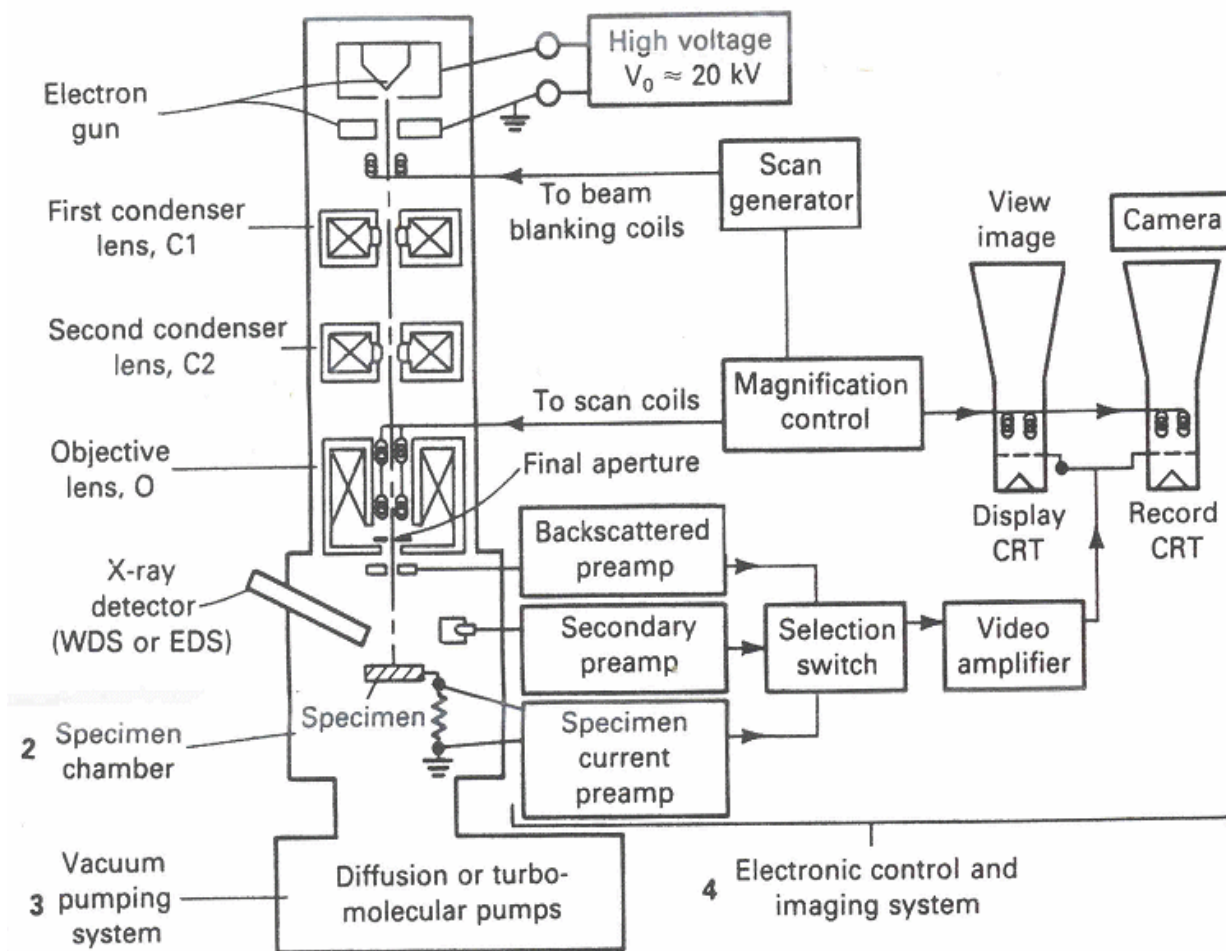
Μία ηλεκτρονική δέσμη μικρής διαμέτρου σαρώνει μία ορθογώνια περιοχή όπως επιφάνειας του δοκιμίου. Συγχρόνως και σε απόλυτο συγχρονισμό σαρώνεται μία αντίστοιχη επιφάνεια φθορίζουσας οθόνης που βρίσκεται στο άκρο όπως καθοδικού σωλήνα .

Όταν τα ηλεκτρόνια όπως δέσμης προσπίπτουν στην επιφάνεια του δοκιμίου διεγείρουν μία μικρή μάζα γύρω από το σημείο όπως σύγκρουσης και προκαλούν τη δευτερογενή εκπομπή ηλεκτρονίων χαμηλής ενέργειας (δευτερογενή ηλεκτρόνια. Η ένταση (δηλ. ο αριθμός ανά μονάδα χρόνου) των δευτερογενών ηλεκτρονίων που εκπέμπονται σχετίζεται κυρίως με την κλίση όπως επιφάνειας του δοκιμίου ως όπως τον άξονα όπως προσπίπτουσας δέσμης. Τα ηλεκτρόνια αυτά συλλέγονται από ανιχνευτή (detector) και η παραγόμενη τάση ενισχύεται και

διοχετεύεται στον καθοδικό σωλήνα. Η ένταση όπως δέσμης που προσπίπτει πάνω στην οθόνη του καθοδικού σωλήνα μεταβάλλεται ηλεκτρονικά ανάλογα με την ένταση όπως δέσμης των δευτερογενών ηλεκτρονίων. Έτσι επάνω στην φθορίζουσα οθόνη σχηματίζεται ανάγλυφη η εικόνα όπως επιφάνειας που σαρώνεται πάνω στο δοκίμιο. Η εικόνα αυτή μπορεί να παρατηρηθεί χάρη στο μεταίσθημα. Όταν η σάρωση είναι πολύ αργή παρατηρείται απλώς μία φωτεινή κηλίδα μεταβλητής έντασης να σαρώνει την οθόνη, όταν όπως η ταχύτητα όπως σάρωσης αυξηθεί πάνω από ένα όριο, τότε βλέπουμε την εικόνα. Η εικόνα μπορεί να φωτογραφηθεί, και για να γίνει αυτό πρέπει η σάρωση να είναι αρκετά αργή. Ωστε η δέσμη να προσβάλει αρκετά το φιλμ, αυτό βέβαια σε συνάρτηση με την ευαισθησία του.

Τα κύρια μέρη όπως ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης είναι:

- η στήλη (ή κολόνα) του μικροσκοπίου (electron column)
- ο θάλαμος του δοκιμίου (specimen chamber)
- το σύστημα δημιουργίας κενού (vacuum pumping system)
- το ηλεκτρονικό σύστημα ελέγχου (electronic control)
- το σύστημα εικόνας (imaging system)



Για την παρατήρηση των δοκιμίων στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι απαραίτητος ο απεγκιβωτισμός των δοκιμίων όπως γιατί η ρητίνη είναι πολυμερές και εμποδίζει την ηλεκτρική αγωγιμότητα και συνεπώς γίνεται παρατήρηση μόνο των γυμνών μετάλλων. Ο απεγκιβωτισμός όπως γίνεται μέσω όπως μηχανής θραύσεως, με προσοχή για να μην τραυματιστεί η επιφάνεια του μετάλλου. Το σπάσιμο γίνεται ακριβώς στην διεπιφάνεια ρητίνης-μετάλλου. Αμέσως μετά ξεπλένουμε το μέταλλο για να απολυμανθεί από τυχόν φθαρτά υλικά (εξωγενείς παράγοντες) που έχει προσβληθεί.

Τοποθετούμε το δοκίμιο σε βάση αλουμινίου η οποία λειτουργεί υποστηρικτικά ενώ το αλουμίνιο είναι αγώγιμο υλικό όπως το μέταλλο όπως. Για την υποβοήθηση όπως επαφής με το αγώγιμο υλικό προσθέτουμε μια μικρή επικάλυψη αποτελούμενη από αιώρημα αργύρου σε διασπορά (πχ. Σε διάλυμα ακετόνης που εξατμίζεται γρήγορα και

παραμένει μόνο το αγώγιμο ίχνος). Η προσβεβλημένη επιφάνεια είναι πάντα στο πάνω μέρος και προσκολλάται κάθετα στην βάση.

Το μικροσκόπιο λειτουργεί υπό συνθήκες κενού, εκτός από τα διαστήματα που διακόπτουμε το κενό για να εισάγουμε-εξάγουμε το δοκίμιο όπως-από τον κύριο θάλαμο του μικροσκοπίου. Όταν κλείνει ο θάλαμος βάζουμε πάλι συνθήκες κενού.

Από πάνω όπως τα κάτω στην στήλη του μικροσκοπίου έχουμε την παραγωγή ηλεκτρονίων από νήμα βολφραμίου (το βολφράμιο έχει υψηλό σημείο τήξης και είναι αγώγιμο, συνεπώς θερμαίνεται χωρίς να λειώνει και παράγει ηλεκτρόνια). Η παραγωγή αυτών των ηλεκτρονίων χαρακτηρίζεται ως θερμιοδική παραγωγή ηλεκτρονίων. Τα ηλεκτρόνια μετακινούνται όπως κατευθύνσεις και συνεπώς χρειάζονται ένα σύστημα συλλογής όπως. Αυτό είναι το σύστημα ηλεκτρομαγνητικών φακών μέσω των οποίων συλλέγεται η δέσμη των ηλεκτρονίων και επιταχύνεται ώστε να πέσει με ταχύτητα πάνω στο δοκίμιο μέσω δυναμικού που κυμαίνεται από 1-30kV. Στην περίπτωση όπως το δυναμικό είναι 20 kV.

Από την πρόσπτωση των επιταχυσμένων ηλεκτρονίων στην επιφάνεια του αγώγιμου υλικού δημιουργούνται αλληλεπιδράσεις, κύριες εκ των οποίων είναι:

1) Παραγωγή από τα προσπίπτοντα ηλεκτρόνια στην επιφάνεια του μετάλλου δευτερογενών ηλεκτρονίων τα οποία είναι αυτά που διεγείρονται από την επιφάνεια του μετάλλου και έχουν χαρακτηριστικό μήκος κύματος. Αυτά συλλέγονται μέσω ανιχνευτή δευτερογενών ηλεκτρονίων που υπάρχει στο μικροσκόπιο. Είναι πολύ χρήσιμα γιατί δίνουν την δυνατότητα σχηματισμού εικόνων που όπως πληροφορούν για την τοπογραφία (ανάγλυφο) του εκάστοτε δοκιμίου. Όπως δίνουν, αναλόγως, επιλεκτικές φωτογραφίες στα όρια των κόκκων.

2) Από την πρόσπτωση των πρωτογενών ηλεκτρονίων σε κάποιο βάθος από την επιφάνεια του δοκιμίου, σε βάθος διέγερσης 1 κυβικού μικρού, παίρνουμε σήμα από τα οπισωσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Αυτά, όπως, μειονεκτούν γιατί προερχόμενα από το βάθος του δοκιμίου απορροφούνται από την μάζα επειδή είναι χαμηλής ενέργειας. Για τον λόγο αυτό συλλέγονται με άλλο ανιχνευτή ο οποίος τοποθετείται όσο πιο κοντά γίνεται στην επιφάνεια του δοκιμίου και ονομάζεται ανιχνευτής οπισωσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων.

Τα οπισωσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι σημαντικά γιατί όπως πληροφορούν για τον μέσο ατομικό αριθμό όπως περιοχής από την οποία προέρχονται. Ο μέσος ατομικός αριθμός που είναι το ημίθροισμα δύο στοιχείων, δίνει πληροφορίες για την μέση σύσταση του κράματος ανάλογα με την αναμενόμενη χημική σύσταση όπως περιοχής.

Οι πληροφορίες που εξάγουμε για τον μέσο ατομικό αριθμό, πιστοποιούνται αργότερα με την μέθοδο χημικής ανάλυσης.

Οι εικόνες που παράγονται και οφείλονται στα οπισωσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, παρουσιάζουν αντίθεση εικόνας η οποία οφείλεται στον μέσο ατομικό αριθμό. Όσο μικρότερος ατομικός αριθμός τόσο σκουρόχρωμη αντίθεση, ενώ όσο μεγαλύτερος τόσο ανοιχτόχρωμη αντίθεση. Γενικά αναμένουμε πληροφορίες σχετικά με την ανακατανομή των χημικών στοιχείων.

3) Συλλογή πληροφοριών σχετικά με την χημική σύσταση επιλεγμένης περιοχής από το εκάστοτε δοκίμιο όπως. Αυτό πραγματοποιείται με το προστιθέμενο σύστημα μικροανάλυσης το οποίο λειτουργεί ως εξής: Η πρωτογενής δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει στην επιφάνεια του μετάλλου και τώρα παράγονται ακτίνες-Χ οι οποίες είναι χαρακτηριστικής ενέργειας ανάλογα με τα στοιχεία που συμμετέχουν στην περιοχή που μελετάμε. Η συλλογή των ακτίνων - Χ ερμηνεύεται μέσω λογισμικού του υπολογιστή και παρουσιάζεται υπό μορφή φάσματος στο οποίο ανιχνεύεται το ποσοστό συμμετοχής όλων των χημικών στοιχείων που υπάρχουν στο κράμα όπως, ανόργανων ή μη. Είναι, όπως εφικτές οι επιλεγμένες χημικές αναλύσεις ή σημειακές μικροαναλύσεις. Τέλος μπορούν να παρατηρηθούν κάποιες αλληλοκαλύψεις στοιβάδων στοιχείων όπως η Κβ του χρωμίου με την Κα του μαγγανίου και η Κβ του μαγγανίου με την Κα του σιδήρου.

4.2 Περίθλαση οπισωσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (Electron Backscattering Diffraction (EBSD))

4.2.1 Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια

Η ελαστική σκέδαση είναι το αποτέλεσμα της εκτροπής των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων είτε από τον ατομικό πυρήνα είτε από τα ηλεκτρόνια των εξώτατων ατομικών στοιβάδων με ενέργεια παρόμοια της αρχικής. Αυτού του είδους η αλληλεπίδραση χαρακτηρίζεται από αμελητέες ενεργειακές απώλειες κατά την κρούση και από μία αλλαγή διεύθυνσης μεγάλου γωνιακού εύρους όσον αφορά τα σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια. Τα προσπίπτοντα ηλεκτρόνια που σκεδάζονται ελαστικά σε γωνίες μεγαλύτερες ή ίσες των 90° ονομάζονται οπισωσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια backscattered electrons (BSE) και είναι ικανά

να παράγουν ένα σήμα ιδιαιτέρως χρήσιμο προς χαρτογράφηση του δείγματος. Η ανίχνευση των οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων είναι μία χρήσιμη μέθοδος για την παραγωγή εικόνας στην ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, παρέχοντας τόσο πληροφορίες σύστασης όσο και τοπογραφικές. Ένα ηλεκτρόνιο χαρακτηρίζεται ως οπισσοσκεδαζόμενο όταν έχει υποστεί μία ή πολλαπλές σκεδάσεις και έχει διαφύγει από την επιφάνεια του δείγματος με ενέργεια μεγαλύτερη των 50 eV.

Η ελαστική κρούση μεταξύ ενός ηλεκτρονίου και του ατομικού πυρήνα του δείγματος προκαλεί αναπήδηση του ηλεκτρονίου με διευθυντική αλλαγή ευρείας γωνίας. Μετά βίας το 10-50 % των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης οπισσοκεδάζονται προς τη διεύθυνση της πηγής τους και κατά μέσο όρο τα ηλεκτρόνια αυτά διατηρούν το 60-80% της αρχικής τους ενέργειας. Στοιχεία μεγαλύτερου ατομικού αριθμού έχουν μεγαλύτερο ποσό θετικού φορτίου στον πυρήνα και, συνεπακόλουθα, προκαλούν τον οπισσοσκεδασμό περισσότερων ηλεκτρονίων, προκαλώντας αύξηση της έντασης του ανιχνευόμενου σήματος οπισσοκέδασης.

Ως συνέπεια, η απόδοση σε οπισσοκέδαση, οριζόμενη ως το ποσοστό των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων που επανεκπέμπονται από το δείγμα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του δείγματος παρέχοντας αντίθεση προέλευσης ατομικού αριθμού στις εικόνες της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM). Για παράδειγμα η απόδοση σε οπισσοκέδαση είναι ~6% για ένα ελαφρύ στοιχείο όπως ο άνθρακας, ενώ αυξάνεται σε ~50% για βαρύτερα στοιχεία όπως το βολφράμιο ή ο χρυσός. Εξαιτίας του γεγονότος ότι τα οπισσοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν υψηλή ενέργεια, κάτι το οποίο αποτρέπει την απορρόφηση τους από το δείγμα, η περιοχή του δείγματος από την οποία παράγονται στην πραγματικότητα τα οπισσοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι σημαντικά μεγαλύτερη από ότι για τα δευτερογενή ηλεκτρόνια. Για τον λόγο αυτό η πλευρική διακριτική ικανότητα μίας εικόνας οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων είναι σημαντικά μικρότερη (1,0μm) από μία εικόνα δευτερογενών ηλεκτρονίων (10 nm).

Αλλά με ένα αρκετά ευρύ πλάτος βάθους διαφυγής, τα οπισσοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια μεταφέρουν πληροφορίες σχετικές με χαρακτηριστικές ιδιότητες του υλικού σε περιοχές που εκτείνονται αρκετά βαθύτερα από την επιφάνεια. Κατά την εξέταση σχετικά επίπεδων δειγμάτων, τα οπισσοσκεδαζόμενα

ηλεκτρόνια μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την παραγωγή τοπογραφικών εικόνων που διαφέρουν από αυτές που παράγονται με αξιοποίηση των δευτερογενών ηλεκτρονίων, εξαιτίας του γεγονότος ότι κάποια από τα οπισσοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια μπλοκάρονται από περιοχές του δείγματος όπου αντλούνται δευτερογενή ηλεκτρόνια.

Ο ανιχνευτής που χρησιμοποιείται στην ανίχνευση των οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων διαφέρει από τον αντίστοιχο για τα δευτερογενή ηλεκτρόνια, κυρίως ως προς το ότι δεν γίνεται χρήση πολωμένου κλωβού Faraday για την συλλογή των ηλεκτρονίων. Στην πραγματικότητα, ο κλωβός φορτίζεται αρνητικά ούτως ώστε να απωθεί κάθε δευτερογενές ηλεκτρόνιο από τον ανιχνευτή, δρώντας ως προστατευτικό πλέγμα κατωφλίου δυναμικού. Μόνο τα ηλεκτρόνια που ταξιδεύουν σε ευθύγραμμες τροχιές από το δείγμα στον ανιχνευτή διαφεύγουν του φράγματος και συμβάλλουν στο σχηματισμό της εικόνας οπισσοσκέδασης.

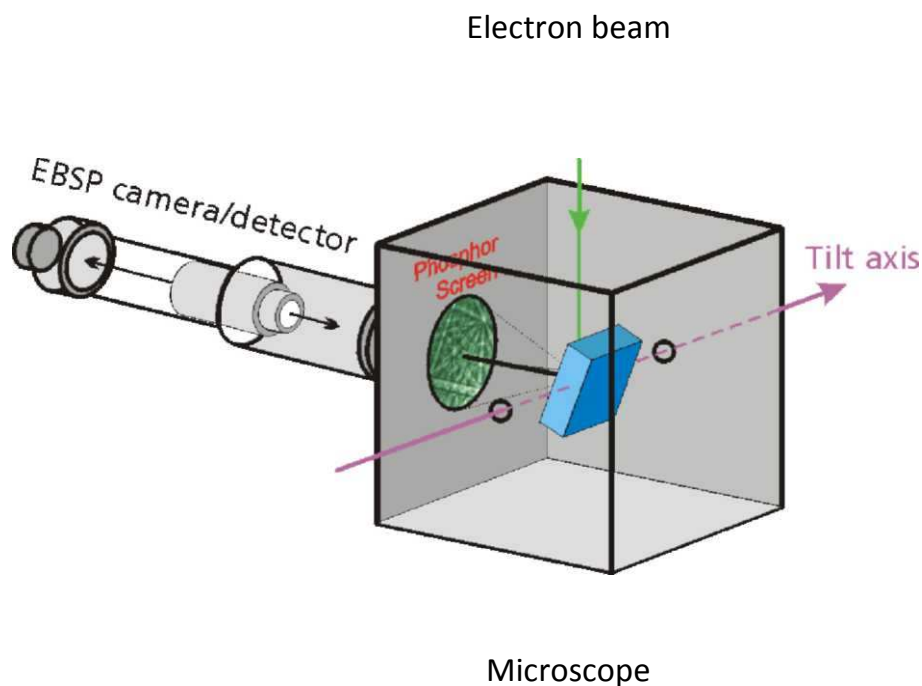
Σε περιπτώσεις νανοδομικών σχηματισμών διαφορετικών στοιχείων, οι διαφορές αντίθεσης με τη χρήση οπισσοσκεδαζόμενου σήματος υπερτερούν σαφώς του σήματος δευτερογενών ηλεκτρονίων, το οποίο συχνά δύσκολα ερμηνεύεται. Νεοαναπτυσσόμενες τεχνικές περίθλασης δευτερογενών ηλεκτρονίων, (EBSD) είναι σε θέση να προσδιορίσουν την κρυσταλλική δομή μιας πληθώρας δειγμάτων συμπεριλαμβανομένων, όπως προαναφέρθηκε, και νανοκρυσταλλικών δομών.

4.2.2 Η μέθοδος

Ο όρος "περίθλαση δευτερογενών ηλεκτρονίων" (EBSD) είναι πλέον συνώνυμος με την τεχνική ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM) και κάποιον πρόσθετο επιβοηθητικό εξοπλισμό που προσαρτάται στο σύστημα ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης. Το EBSD παρέχει ποσοτική μικροδομική πληροφορία σχετικά με την κρυσταλλογραφική φύση τόσο μετάλλων όσο και αλάτων, ημιαγωγών και κεραμικών υλικών. Στην πραγματικότητα, για τα περισσότερα ανόργανα κρυσταλλικά υλικά. Αποκαλύπτει πληροφορίες σχετικές με το μέγεθος των κόκκων, την φύση των ορίων τους, τον επιφανειακό και κυρίαρχο κρυσταλλογραφικό

προσανατολισμό, και την ταυτότητα των συμμετεχουσών φάσεων του ακτινοβολούμενου δείγματος.

Η τεχνική μπορεί να χρησιμοποιηθεί για ανάλυση δειγμάτων με κυμαινόμενα μεγέθη από την τάξη των εκατοστών με κόκκους της τάξεως των χιλιοστών, έως και μεταλλικών λεπτών υμενίων με νανοδιάστατους κόκκους. Η ελάχιστη γωνιακή ευκρίνεια είναι της τάξεως των $\sim 0,5^\circ$ και η χωρική ανάλυση είναι άμεσα συνυφασμένη με την διακριτική ικανότητα του SEM. Στην περίπτωση των σύγχρονων SEM εκπομπής πεδίου, κόκκοι 20nm μετρώνται με ακρίβεια. Το μακροσκοπικό μέγεθος του δείγματος εξαρτάται άμεσα από την ικανότητα του φέροντος το δείγμα σκέλους του SEM και του θαλάμου, ο οποίος οφείλει να έχει επαρκές μέγεθος τόσο για τον προσανατολισμό του δείγματος σε γωνία 70° όσο και για εξασφάλιση κατάλληλης απόστασης εργασίας, συνήθως της τάξεως των 5 με 30 mm.



Σχήμα 4.1: Σχηματική διάταξη βασικών μερών ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης σε λειτουργία EBSD, τοποθέτηση και προσανατολισμός δείγματος για ανίχνευση εικόνας περίθλασης οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων.

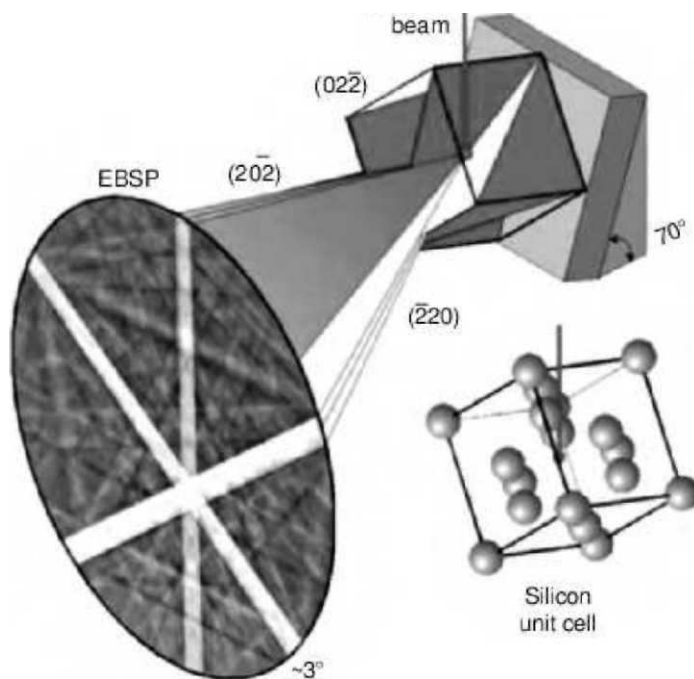
Το EBSD προϋποθέτει την τοποθέτηση επίπεδου, εξαιρετικά στιλβωμένου (ή εναλλακτικά επιταξιακά εναποτεθημένου λεπτού υμενίου) δείγματος σε κλίση μικρής γωνίας, συνήθως 20° σε σχέση με την προσπίπτουσα ηλεκτρονιακή δέσμη.

Λόγω του ότι το στέλεχος του δειγματοφορέα είναι αυτό που συνήθως χρησιμοποιείται για την κλίση του επιπέδου της επιφανείας του δείγματος, η τιμή της δικής του κλίσης είναι αυτή που για πρακτικούς λόγους αναφέρεται και είναι τυπικά 70° . Με τιμή τάσης επιτάχυνσης 10-30 KV και ένταση ρεύματος προσπίπτουσας δέσμης 1-50nA, η περίθλαση των ηλεκτρονίων λαμβάνει χώρα στο σημείο πρόσπτωσης της εισερχόμενης ηλεκτρονιακής δέσμης στην επιφάνεια του δείγματος. Κρατώντας τη δέσμη στατική, ένα μοτίβο EBSD (EBSDP) εκπέμπεται σφαιρικά από το σημείο αυτό (βλέπε εικόνα 4.2).

Όταν η πρωτογενής δέσμη αλληλεπιδρά με το κρυσταλλικό πλέγμα, οπισσοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχοντα υποστεί μικρές ενεργειακές απώλειες κατά την ελαστική τους κρούση με την επιφάνεια του δείγματος, αλλάζουν κατεύθυνση λόγω αλληλεπίδρασης με την προς εξέταση επιφάνεια και ανάλογα με την διαφορά οπτικού δρόμου τους, οδηγούν σε φαινόμενα ενισχυτικής και αναιρετικής συμβολής. Εάν μια φθορίζουσα οθόνη τοποθετηθεί σε κοντινή απόσταση από το κεκλιμένο δείγμα, στο δρόμο των περιθλαζόντων ηλεκτρονίων, είναι δυνατή η άμεση παρατήρηση της προκύπτουσας εικόνας περίθλασης.

Η χωρική ανάλυση της τεχνικής καθορίζεται από τα ηλεκτρονικά οπτικά μέρη του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, όπως στην περίπτωση της συμβατικής απεικόνισης οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Για εφαρμογές που απαιτούνται απεικονίσεις υψηλής ευκρίνειας π.χ. νανοκόκκων, απαιτούνται υψηλών επιδόσεων FE-SEMs σε συνδυασμό με μικρά μεγέθη δειγμάτων και μικρές αποστάσεις εργασίας.

Ο ανιχνευτής EBSP προσαρτάται στον θάλαμο του SEM. Ιδανικά, ο άξονας του ανιχνευτή πρέπει να σχηματίζει ορθή γωνία με τον άξονα γωνιακής περιστροφής του δείγματος, ούτως ώστε να εξασφαλίζεται η εύκολη επίτευξη της γωνίας των $\sim 70^\circ$ κατά τον ανιχνευτή, παρόλο που θεωρητικά είναι δυνατή και η χρήση άλλων γωνιών.



Σχήμα 4.2 αλληλεπίδραση ηλεκτρονίων προσπίπτουσας δέσμης με το πλέγμα υλικού.

Τον ρόλο του ανιχνευτή παίζει μία ψηφιακή κάμερα. Το CCD ολοκληρωμένο της κύκλωμα ακτινοβολείται από την φθορίζουσα οθόνη φωσφόρου και διατέμνει εγκάρσια το σφαιρικά παραγόμενο στο χώρο μοτίβο περίθλασης. Το στοιχείο του φωσφόρου χρησιμοποιείται προς μετατροπή των περιθλώμενων ηλεκτρονίων σε ορατό φως, κατάλληλο προς μαγνητοσκόπηση από την CCD κάμερα. Με την στατική ακτινοβολήση σημείου του δείγματος από την ηλεκτρονιακή δέσμη, ένα EBSP μπορεί να χρησιμοποιηθεί προς ανάλυση ή/και αποθήκευση. Το EBSP είναι κατά μοναδικό τρόπο καθορισμένο από τις πλεγματικές παραμέτρους της υπό ακτινοβολήση περιοχής του δείγματος, από την διάταξη του κρυστάλλου στο χώρο, το μήκος κύματος της προσπίπτουσας μονοχρωματικής δέσμης (ευθέως ανάλογη της επιταχύνουσας τάσης) και της εγγύτητας του EBSP ανιχνευτή στο εξεταζόμενο δείγμα.

Εξειδικευμένο λογισμικό αναλύει την εικόνα χαρτογράφησης φάσεων που προέκυψε μέσω της περίθλασης οπισοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ανιχνεύοντας τον αριθμό των ζωνών Kikuchi κάνοντας χρήση ενός βελτιστοποιημένου μετασχηματισμού Hough. Κάνοντας χρήση της πρόδρομης πληροφορίας των αναμενόμενων ενυπαρχουσών φάσεων στην ακτινοβολούμενη περιοχή, το λογισμικό προσδιορίζει όλους τους δυνατούς προσανατολισμούς που ενυπάρχουν σε κάθε φάση και υπολογίζει ποσοτικά την

βέλτιστη προσομοίωση σχετικά με τις ανιχνευόμενες πειραματικά φάσεις και τους κρυσταλλογραφικούς προσανατολισμούς. Το EBSD θεωρείται τότε το μόνο δεικτογραφημένο όταν οι φάσεις του και οι προσανατολισμοί των κρυσταλλογραφικών επιπέδων μέσα σε αυτές είναι πλέον γνωστές.

Τα περισσότερα SEMs είναι εξοπλισμένα παράλληλα και με φασματογράφους EDX επιτελώντας και χημική ανάλυση με χρήση των χαρακτηριστικών ακτίνων-x που επίσης παράγονται κατά τη διαδικασία της ηλεκτρονιακής ακτινοβολήσης του δείγματος. Το EBSD κάνει χρήση της ίδιας διασυνδεδετικής διάταξης H/Y με το SEM και, κατά συνέπεια, η κοινή χρήση τους μεταπίπτει σε ένα απλό θέμα διευθέτησης και συντονισμού ηλεκτρονικών διατάξεων. Ένας ευέλικτος μεταγωγέας τοποθετείται μεταξύ του EDX και του SEM, μια διάταξη η οποία επιτρέπει την εναλλακτική πρόσβαση των δύο συστημάτων στο SEM. Επιπρόσθετα με τον έλεγχο δέσμης, για κάλυψη μεγάλων περιοχών της επιφάνειας του δείγματος, απαιτείται ολοκληρωτικού τύπου κίνηση του στελέχους.

Καθώς η τεχνική εξελίχθηκε με αυτοματοποίηση της ακρίβειας και της συνολικής ταχύτητας, η ικανότητα σάρωσης πολλαπλών σημείων από τη δέσμη προς δημιουργία ενός χάρτη κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών του δείγματος έγινε και πρακτική δυνατότητα, ενώ σήμερα αποτελεί την πιο κοινή πρακτική για μικροδομική διερεύνηση με χρήση EBSD. Κάθε χάρτης καθορίζεται από την τοποθεσία του, το μέγεθος και το βήμα δειγματοληψίας μεταξύ διαδοχικών σημείων. Με τον τρόπο αυτό η ανάλυση της εικόνας του χάρτη δύναται να προσαρμοστεί με τρόπο που θα αναδείξει την μορφολογία των κόκκων και τον χαρακτήρα των ορίων των κόκκων και εξαρτάται άμεσα από την ανάλυση που παρέχεται από την ηλεκτρονιακή δέσμη με τις εκάστοτε συνθήκες δειγματοληψίας, τον διαθέσιμο χρόνο και το μέγεθος της υπό εξέταση δειγματικής περιοχής. Η βελτίωση της ταχύτητας λειτουργίας έχει με την πάροδο των ετών αντικαταστήσει την χειροκίνητη ταυτοποίηση των κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών με αυτόματη ταυτοποίηση 100 εικόνων περίθλασης/δευτερόλεπτο. Ο ρυθμός βελτίωσης της λειτουργίας της μεθόδου επιδεικνύει εκθετική ανάπτυξη από την στιγμή πρώτης χρήσης της ως σήμερα. Οι ανιχνευτές που χρησιμοποιούνται στο σύνηθες SEM παράγουν μονοδιάστατο σήμα εξόδου. Με τη δέσμη σε ένα συγκεκριμένο σημείο του δείγματος, το σήμα καταγράφεται και αναπαρίσταται ως φωτεινότητα στην

εικόνα εξόδου. Ωστόσο, η περίθλαση οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων γεννά ένα τρισδιάστατο το μοτίβο το οποίο πηγάζει από το υπό ακτινοβόληση σημείο και το οποίο τελικά εμφανίζεται σαν μια δισδιάστατη εικόνα στην οθόνη φωσφόρου, όντας η εγκάρσια τομή της αρχικής εικόνας περίθλασης στο χώρο. Ως εκ τούτου, για κάθε αναλυθέν σημείο του δείγματος αναλύεται ουσιαστικά μία δισδιάστατη εικόνα περίθλασης.

Επί παραδείγματι, για την ανάλυση μιας εικόνας 512 x 512 pixels χρησιμοποιούνται EBSPs μεγέθους 512 x 512 x 8 bit pixels = 512⁴ = 64 GB ασυμπίεστων σειριακών δεδομένων για έναν μόνο χάρτη. Στην πράξη δεν αποθηκεύεται όλος αυτός ο όγκος πληροφορίας. Μόνο η θέση, η φάση, ο προσανατολισμός και κάποια πληροφορία σχετιζόμενη με την ποιότητα των δεδομένων αποθηκεύονται για κάθε ακτινοβολούμενο σημείο.

Οι πίνακες δεδομένων που παράγονται από σάρωση ενός συνηθισμένου πλέγματος στην επιφάνεια του δείγματος είναι μια απλή βάση δεδομένων με μετρήσεις με κάθε γραμμή να εκπροσωπεί ένα σημείο συντεταγμένων του δειγματικού πλέγματος και κάθε στήλη κάποια από το πλήθος των μετρούμενων παραμέτρων. Το σήμα αρχικά λαμβάνεται, αναλύεται και στη συνέχεια, είτε υπολογίζεται η φάση και ο προσανατολισμός, είτε καταγράφεται μηδενική λύση, εάν το σύστημα δεν είναι σε θέση να υπολογίσει τον υπάρχοντα προσανατολισμό. Μηδενικές λύσεις προέρχονται, συνήθως, από σημεία όπου δεν υπάρχει διαθέσιμο EBSP ή αλληλεπικαλύπτοντα EBSPs δεν είναι δυνατόν να αναλυθούν, ή τέλος όταν υπεισέρχονται νέες φάσεις που δεν έχουν προβλεφθεί και τροφοδοτηθεί στο πρόγραμμα.

Επιπλέον, τα EBSPs είναι δυνατόν να μην παράγονται σε περίπτωση που η επιφανειακή παραμόρφωση του δείγματος είναι τόσο υψηλή που παρεμποδίζεται η δημιουργία εικόνων συνεκτικής περίθλασης, ή όταν συναντάται κατά τη σάρωση άμορφη περιοχή. Αλληλεπικαλύπτοντα EBSPs συναντώνται σε όρια κόκκων όταν η διάμετρος του μετώπου της ηλεκτρονικής δέσμης είναι αρκετά μεγάλη ώστε να ακτινοβολεί ταυτόχρονα δύο κόκκους. Στην περίπτωση που μια εικόνα EBSP μπορεί τελικώς να αναλυθεί, η φάση, οι συντεταγμένες στο επίπεδο, ο κρυσταλλογραφικός προσανατολισμός, το στατιστικό σφάλμα προσομοίωσης και η ποιότητα της εικόνας περίθλασης είναι μερικές μόνο από τις καταγραφόμενες παραμέτρους.

4.3 Πειραματικά αποτελέσματα συσχέτισης των δύο τεχνικών

Με την τεχνική EBSD εξετάστηκαν πέντε δείγματα ανοξειδωτού διφασικού χάλυβα τα οποία προήλθαν από τα δοκίμια εφελκυσμού στατικών συνεχών μετρήσεων σε διαφορετικά ποσοστά παραμόρφωσης τα οποία είναι τα ακόλουθα 0%, 5%, 10%, 15%, 20% και 25%. Τα δείγματα αυτά προετοιμάστηκαν για την υποβολή στην τεχνική EBSD σύμφωνα με κατάλληλες διεργασίες οι οποίες έχουν αναφερθεί στην παράγραφο 3.5.4.

Όπως έχει αναφερθεί, με την τεχνική αυτή μπορεί να υπάρξει ένας καθορισμός της εκάστοτε αλλαγής της μικροδομής φερρομαγνητικών και μη υλικών καθώς και συμπερασματικά, ένας συγκερασμός των μελετούμενων μαγνητικών ιδιοτήτων και των αλλαγών μικροδομής. Η αλλαγή της μικροδομής προέρχεται από την δεδομένη συμπεριφορά ενός υλικού υπό συνθήκες μηχανικής καταπόνησης, στην παρούσα εργασία υπό εφελκυστική καταπόνηση, και ότι αυτό συνεπάγεται από άποψη πληροφοριών, μέσω της τεχνικής EBSD όπως αλλαγή μεγέθους κόκκων, κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό αυτών, ύπαρξη παραμένουσων τάσεων καθώς και φασική σύσταση.

Η δημιουργία εικόνας χαρτογράφησης φάσεων της εξεταζόμενης επιφάνειας του δείγματος, εξαρτάται από την ένταση I των ανιχνευόμενων ζωνών Kikuchi η οποία υπολογίζεται με την χρήση ενός κινηματικού μοντέλου ηλεκτρονικής περίθλασης. Το μοντέλο αυτό εκτιμά τους δομικούς συντελεστές για κάθε συγκεκριμένο επίπεδο περίθλασης (hkl) ενώ οι συναρτήσεις πυκνότητας των κρυσταλλογραφικών διευθύνσεων (ODF's) υπολογίζονται με χρήση μεθόδων επέκτασης μέσω αρμονικών σειρών. Η επιταχύνουσα τάση τέθηκε ίση με 20kV, το ρεύμα ηλεκτρονικής δέσμης ίσο με 82μΑ, η διάμετρος του μετώπου της δέσμης ίση με 60nm, η απόσταση εργασίας ίση με 15mm και το βήμα σάρωσης ίσο με 0,7μm.

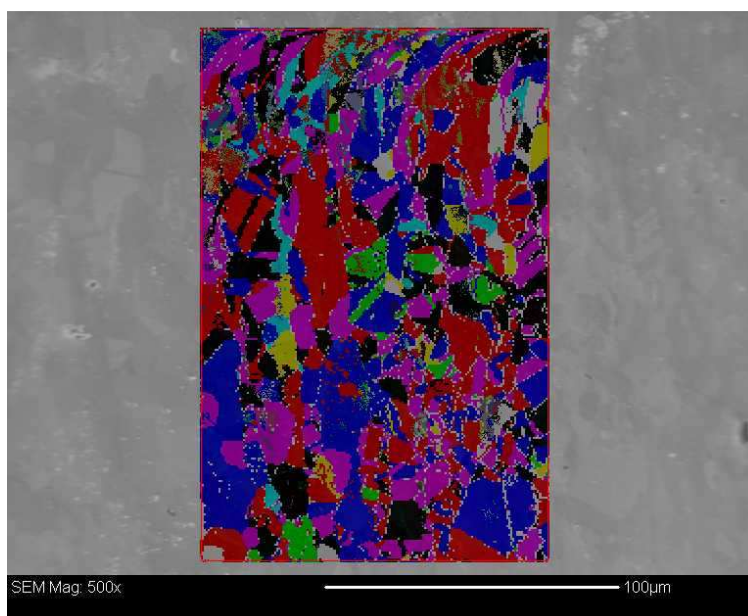
Επίδραση της τεχνικής EBSD στο δείγμα του υλικού αναφοράς (0%).

Το υλικό στο οποίο εφαρμόζεται πρώτα η παρούσα τεχνική είναι το υλικό αναφοράς, δηλαδή το υλικό στην πρότερη του κατάσταση, έτσι ακριβώς όπως παραλήφθηκε στην εμπορικά προμηθεύσιμη μορφή του χωρίς την επίδραση επιπλέον κατεργασιών.

Ο καθορισμός του δείγματος αυτού με την τεχνική EBSD είναι απαραίτητη ώστε να υπάρχει μία σύγκριση μεταξύ των αλλαγών της μικροδομής, των τάσεων και των

παραμορφώσεων και των συσχετίσεων αυτών με την μαγνητική τεχνική του θορύβου Barkhausen και τις απορρέουσες ιδιότητες αυτού ώστε τελικά να αποκλειστούν τυχόν επιδράσεις προηγούμενης μηχανικής κατεργασίας στις υφιστάμενες.

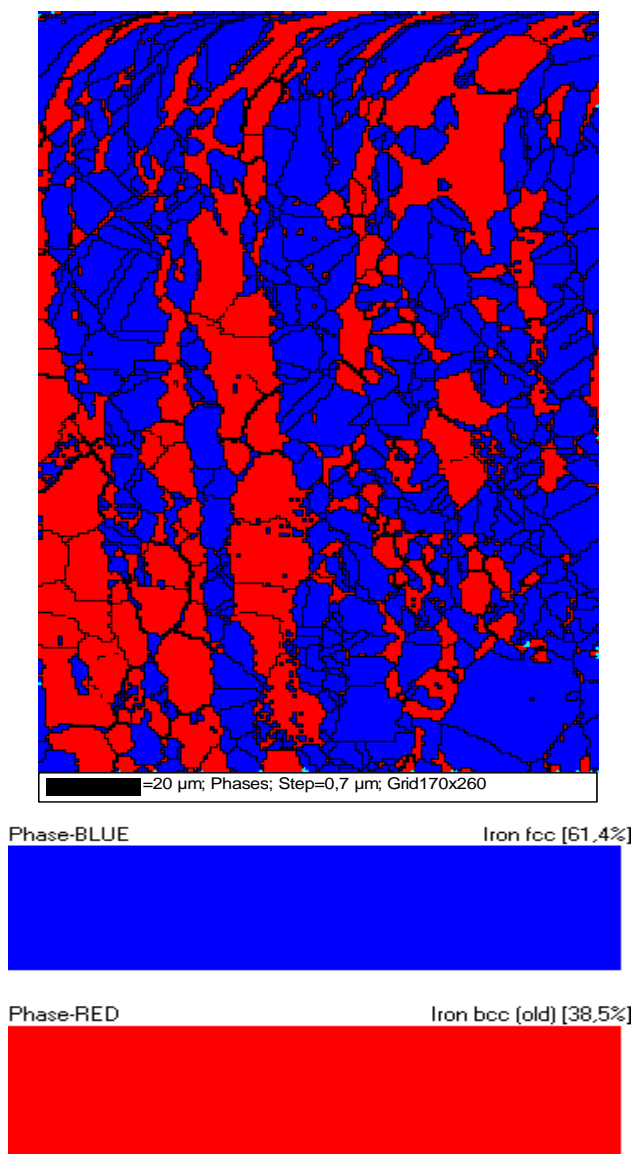
Η προμηθεύσιμη μορφή του υλικού είναι γνωστό ότι ήταν σε φύλλα προερχόμενα από την κατεργασία της θερμής έλασης. Η ψηφιακά επεξεργασμένη εικόνα περίθλασης οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στροφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων. Αναφέρεται ότι η τοπογραφία αυτή δεν έχει υποστεί προσβολή ώστε να αποκαλύπτονται τα όρια των κόκκων καθώς και το μέγεθος αυτών, για τον λόγο να υπάρχει καλύτερο εκπεμπόμενο σήμα. Παρόλα αυτά παρατηρούνται χρωματικές διαφορές οι οποίες οφείλονται μάλλον στην μερική προσβολή του δείγματος λόγω των διαδικασιών στίλβωσης.



Εικόνα 4.3.1: εικόνα περίθλασης οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στροφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων στο υλικό αναφοράς.

Από την εικόνα H-Phases προκύπτει η χαρτογράφηση φάσεων του διαφασικού χάλυβα τύπου 2205 ο οποίος όπως αναμένονταν αποτελείται από δύο φάσεις, τον φερρίτη και τον ωστενίτη σε ποσοστό 38,5% και 61,4 αντίστοιχα. Το ποσοστό αυτό είναι αποδεκτό για τον συγκεκριμένο τύπο χάλυβα αν και αναμενόταν μεγαλύτερο ποσοστό

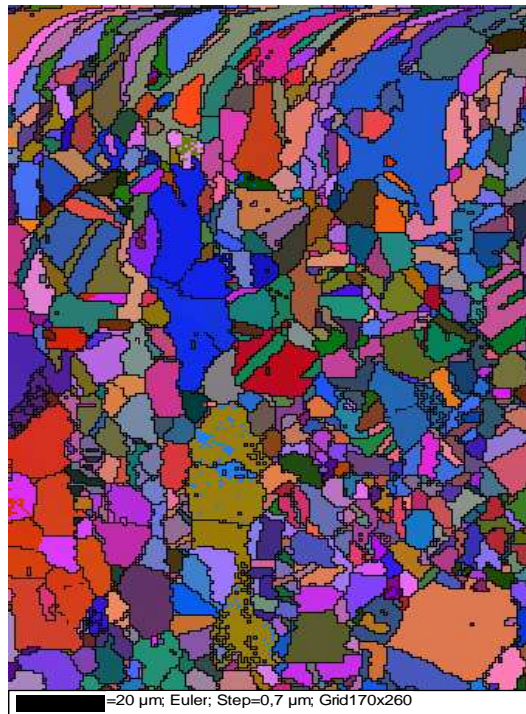
φερρίτη και όχι ωστενίτη. Αυτό αποδίδεται στην συγκεκριμένη επιλεγθείσα περιοχή της οποίας η κατανομή φάσεων είναι αυτή. Η εικόνα αυτή επίσης, δείχνει ιστο διαμόρφωσης που προέρχεται από συγκεκριμένη μεταλλοτεχνική κατεργασία και στην περίπτωση αυτή είναι εν θερμώ.



Εικόνα4.3.2 H-Phase στο δοκίμιο αναφοράς (0%)

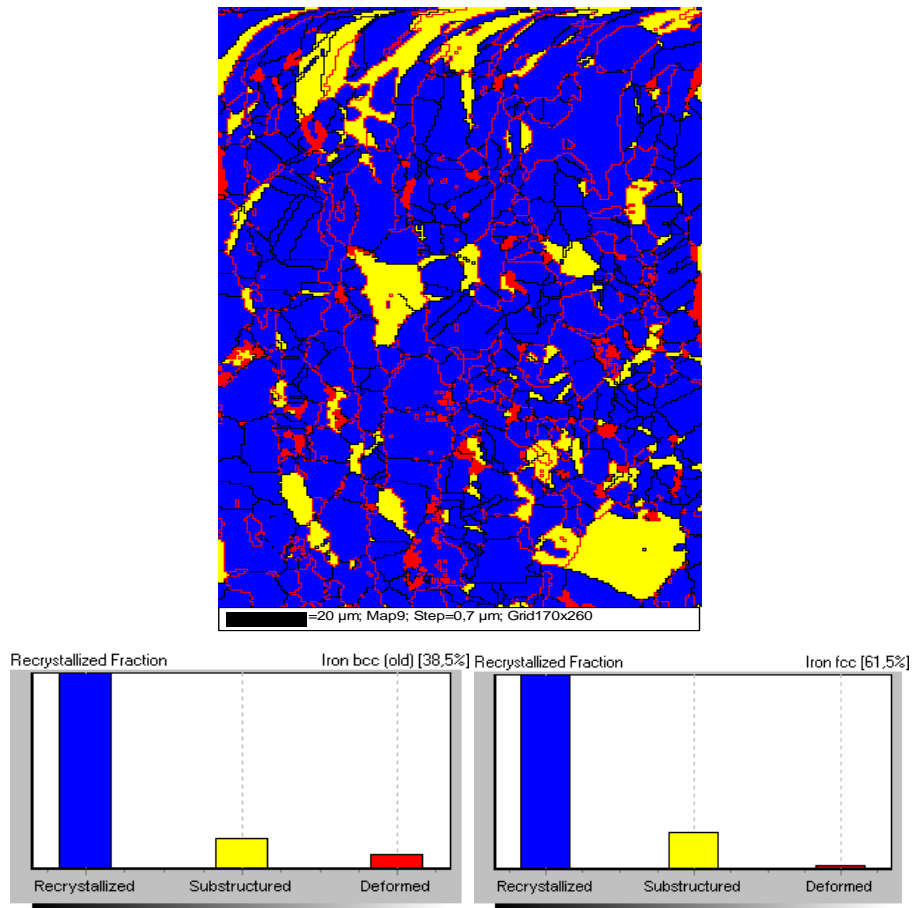
Στην χαρτογράφηση της εικόνας H-Euler που προκύπτει από την λογισμική επεξεργασία του καταγραφέντος σήματος σύμφωνα με την οριοθέτηση γωνιών, παρατηρείται η ελάχιστη έως καθόλου απόσταση των πλεγματικών σταθερών από αυτές του απαραμόρφωτου πλέγματος. Συνεπάγεται δηλαδή πάλι ότι η διαδικασία

μορφοποίησης διεξήχθη μέσω θερμής έλασης προς αποφυγή εισαγωγής παραμένουσων τάσεων και σημαντικών παραμορφώσεων.



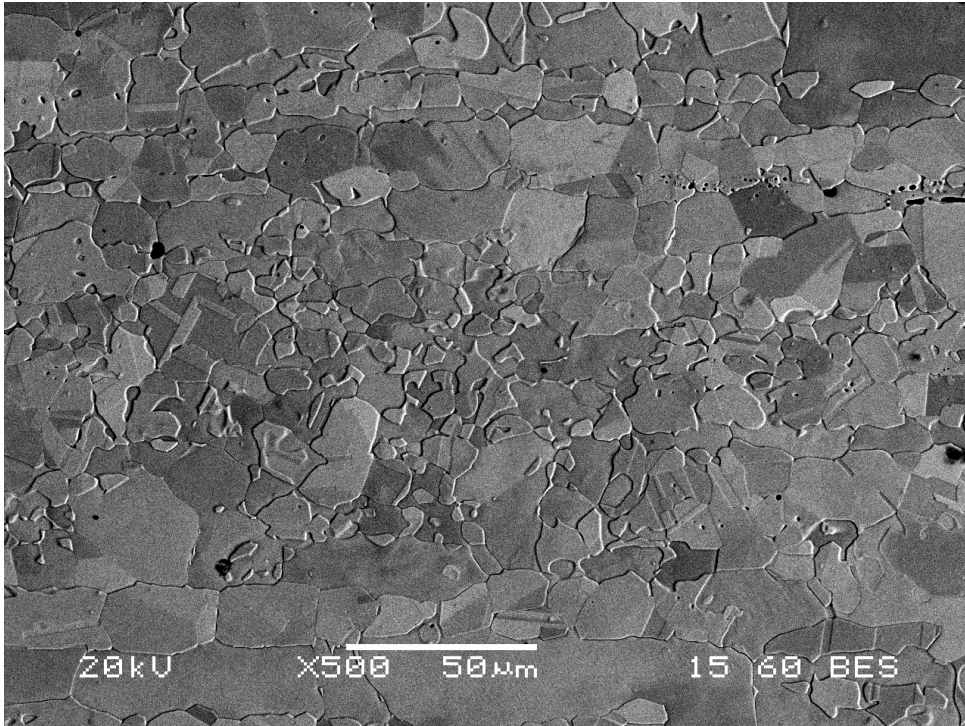
Εικόνα4.3.3 H-Euler του δοκιμίου αναφοράς.

Τελικά στον χάρτη που δείχνει τον χάρτη καθώς και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών από τις πλεγματικές σταθερές του απαραμόρφωτου κρυστάλλου, παρατηρείται η σχεδόν καθολική ανακρυστάλλωση του υλικού από την διαδικασία της θερμής έλασης και της επερχόμενης ανόπτησης. Παρατηρείται ελάχιστο ποσοστό παραμόρφωσης του φερρίτη ο οποίος είναι κατανεμημένος ομοιόμορφα σε όλη την εξεταζόμενη επιφάνεια.

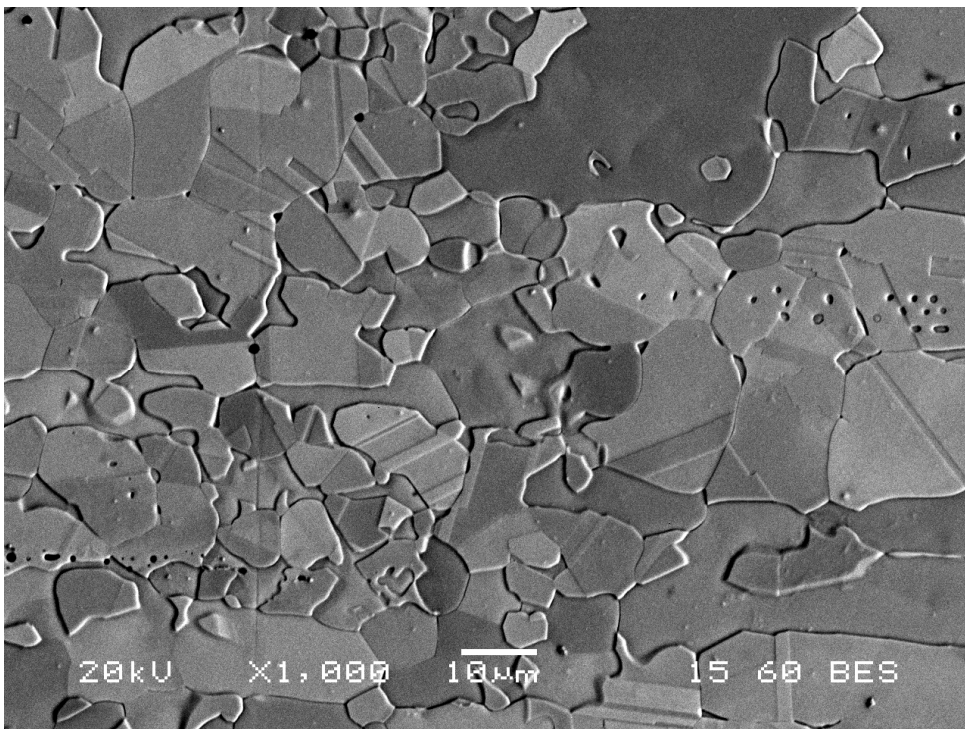


Εικόνα4.3.4: χάρτης ιστογράμματος κανονικοποίησης και της σχετικής απόκλισης του δοκιμίου αναφοράς

Τα παραπάνω συμπεράσματα αιτιολογούνται και από τις εικόνες που ελήφθησαν από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Ενδεικτικά παρατίθενται δύο εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων.



Εικόνα 4.3.5 οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων x500 μεγέθυνση στο υλικό αναφοράς



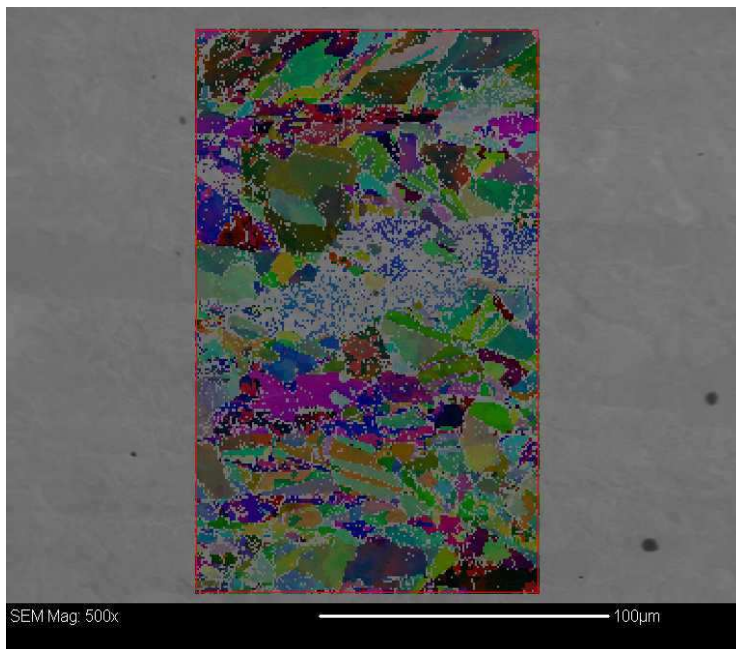
Εικόνα 4.3.6 οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων x1000 μεγέθυνση στο υλικό αναφοράς

Σε αυτές διακρίνεται ο αρχικός ιστός διαμόρφωσης από συνεχόμενους κόκκους ωστενίτη στην κατεύθυνση της έλασης καθώς και από συνεχόμενους κόκκους φερρίτη στην κατεύθυνση της έλασης, όλα δομημένα σε φερριτική μήτρα. Οι κόκκοι ωστενίτη διαφοροποιούνται λόγω της εμφάνισης διδυμίων. Παρατηρείται επίσης ελάχιστο

κατακρήμνισης στα όρια των κόκκων η οποία εμφανίστηκε λόγω της προσβολής υπολειπόμενων ενδομεταλλικών ενώσεων, εικάζεται η φάση σ.

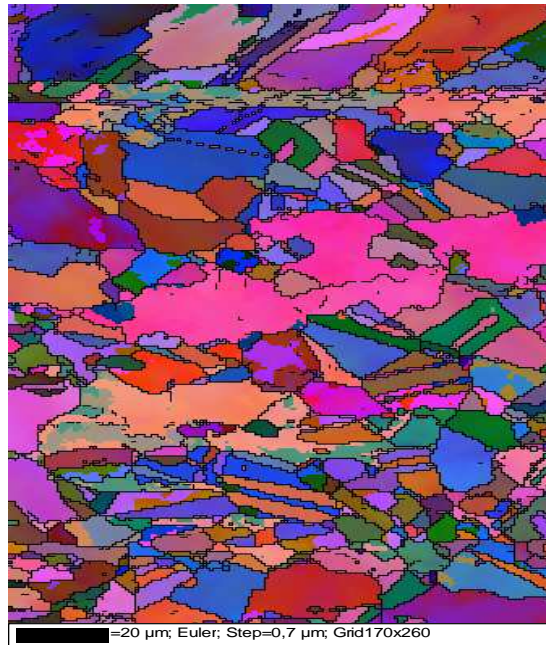
Επίδραση της τεχνικής EBSD στο δείγμα με ποσοστό παραμόρφωσης 15%

Η ψηφιακά επεξεργασμένη εικόνα περίθλασης οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στροφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων. Αναφέρεται ότι η τοπογραφία αυτή δεν έχει υποστεί προσβολή ώστε να αποκαλύπτονται τα όρια των κόκκων καθώς και το μέγεθος αυτών, για τον λόγο να υπάρχει καλύτερο εκπεμπόμενο σήμα. Παρόλα αυτά παρατηρούνται χρωματικές διαφορές οι οποίες οφείλονται μάλλον στην μερική προσβολή του δείγματος λόγω των διαδικασιών στίλβωσης. Ατέλειες όπως διαταραχές, μπορεί να οδηγήσουν από κάποια πυκνότητα και έπειτα σε μείωση της ευκρίνειας και της οξύτητας της εικόνας περίθλασης. Παρόλα αυτά αν και ο βαθμός παραμόρφωσης είναι μεγάλος και συνεπώς αντίστοιχα μεγάλη είναι και η παρουσιαζόμενη πυκνότητα διαταραχών, η εικόνα παραμένει αναλύσιμη από το λογισμικό.



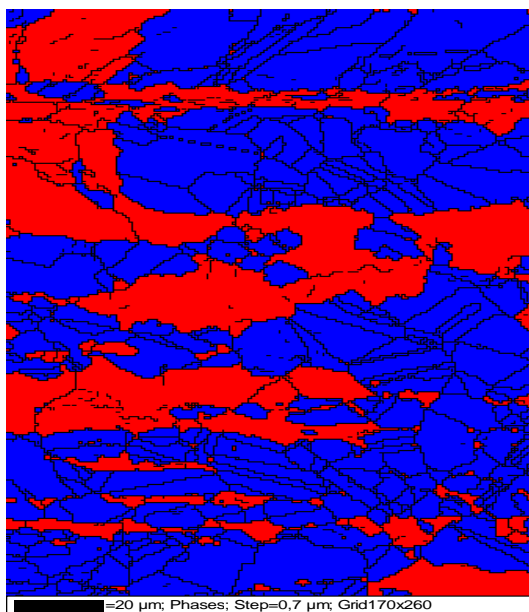
Εικόνα 4.3.7: εικόνα περίθλασης οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στροφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων στο υλικό με παραμόρφωση 15%.

Η παρατηρούμενη ύπαρξη αταυτοποίητων σημείων στο διάγραμμα του χάρτη στροφών του Euler, οφείλεται στην χαμηλή ευκρίνεια του διαγράμματος περίθλασης, η οποία με την σειρά της αποτελεί μια συμπεριφορά ενδογενούς διαδικασίας αυξανόμενης παραμόρφωσης.



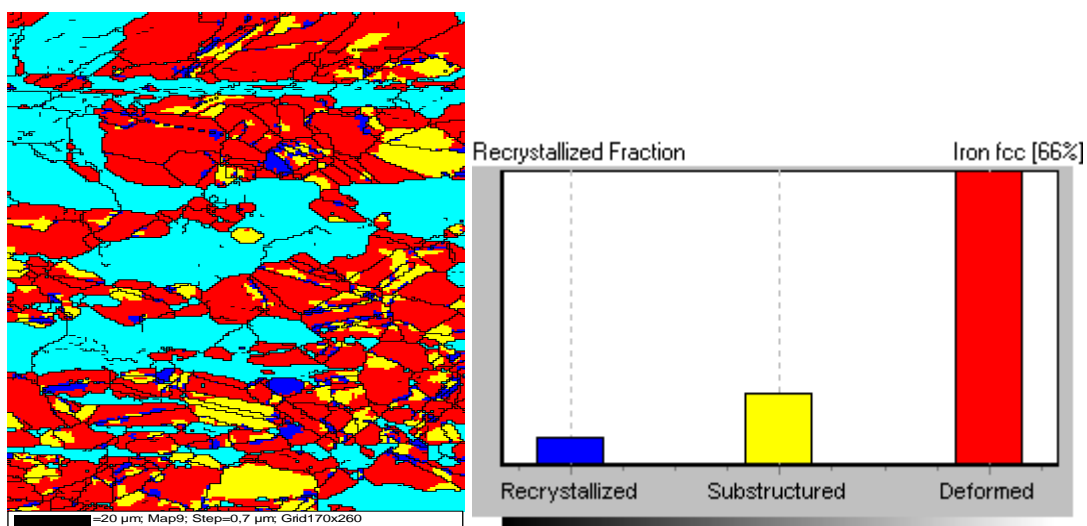
Εικόνα4.3.8 H-Euler του υλικού με παραμόρφωση 15%

Από την εικόνα H-Phases προκύπτει η χαρτογράφηση φάσεων του διφασικού χάλυβα με παραμόρφωση 15%. Αναλύονται ποσοστά φάσεων 33,5% φερρίτης και 66,5% ωστενίτης. Το ποσοστό ωστενίτη πάλι παρατηρείται μεγαλύτερο από αυτό του φερρίτη αν και είναι φυσιολογικό το ποσοστό του ωστενίτη να μην μεταβάλλεται και αφού στο δοκίμιο αναφοράς παρατηρήθηκε εξ αρχής μεγάλο ποσοστό αυτού το ίδιο αναμένεται και τώρα. Παρατηρούνται διαφορετικοί κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί από τον αντίστοιχο χάρτη.

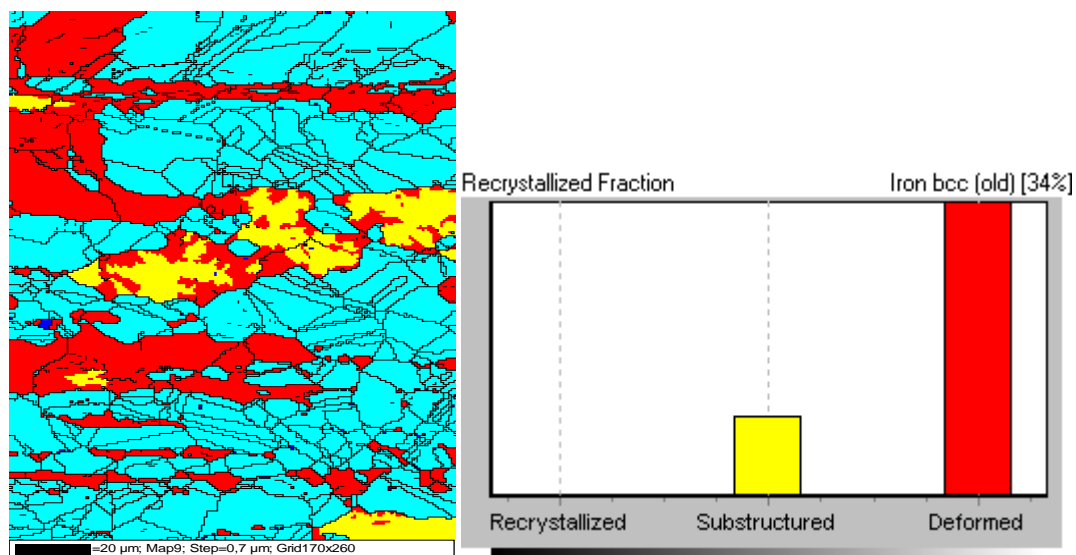


Εικόνα 4.3.9 H-Phase στο δοκίμιο με ποσοστό παραμόρφωσης 15%

Από τους αντίστοιχους χάρτες και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών από τις πλεγματικές σταθερές του απαμορφωτού κρυστάλλου, παρατηρείται ποσοστό παραμόρφωσης του φερριτή έως και 2/3 με το υπολειπόμενο 1/3 να παραμένει ανέπαφο και το ίδιο παρατηρείται για τον ωστενίτη με επιπλέον ένα μικρό ποσοστό ανακρυστάλλωσης των κόκκων.

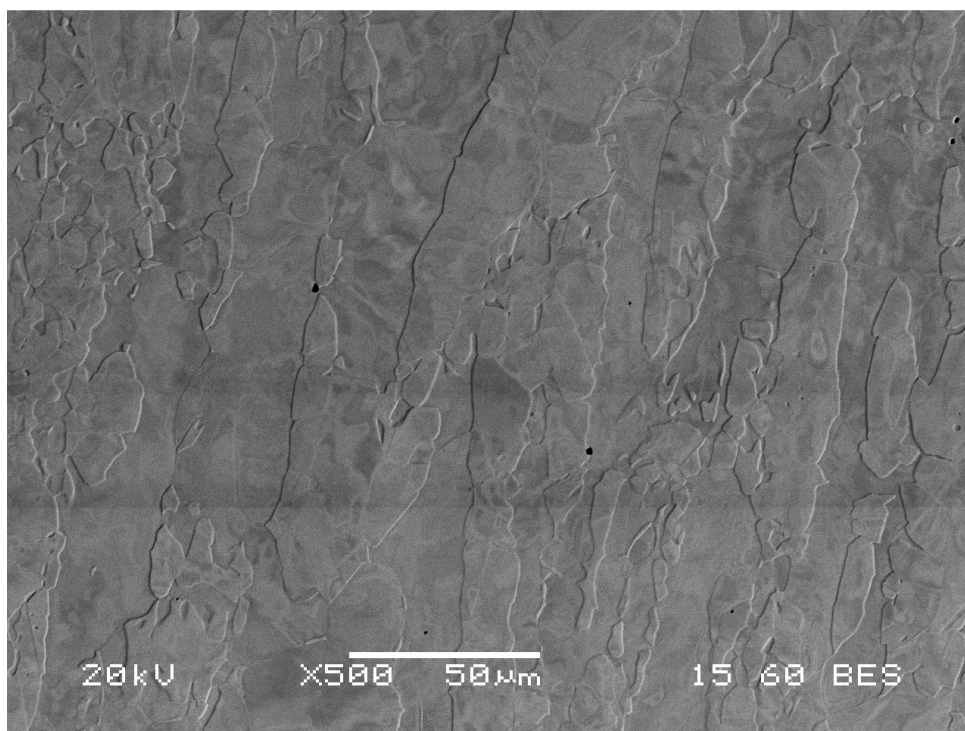


Εικόνα 4.3.10 χάρτης και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών του ωστενίτη του υλικού με παραμόρφωση 15%

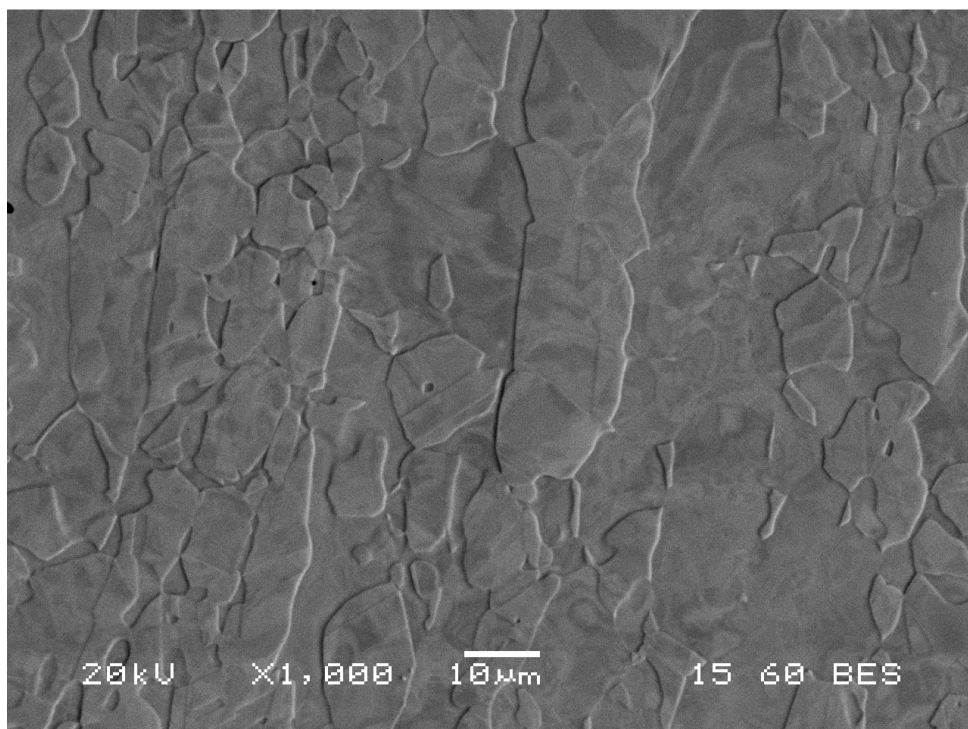


Εικόνα 4.3.11 χάρτης και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών του φερρίτη του υλικού με παραμόρφωση 15%

Στις αντίστοιχες εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης παρατηρείται φανερή επιμήκυνση των κόκκων στην διεύθυνση της μονοαξονικής καταπόνησης. Χαρακτηριστικές φωτογραφίες παρατίθενται παρακάτω



Εικόνα 4.3.12 οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων x500 μεγέθυνση στο υλικό με παραμόρφωση 15%

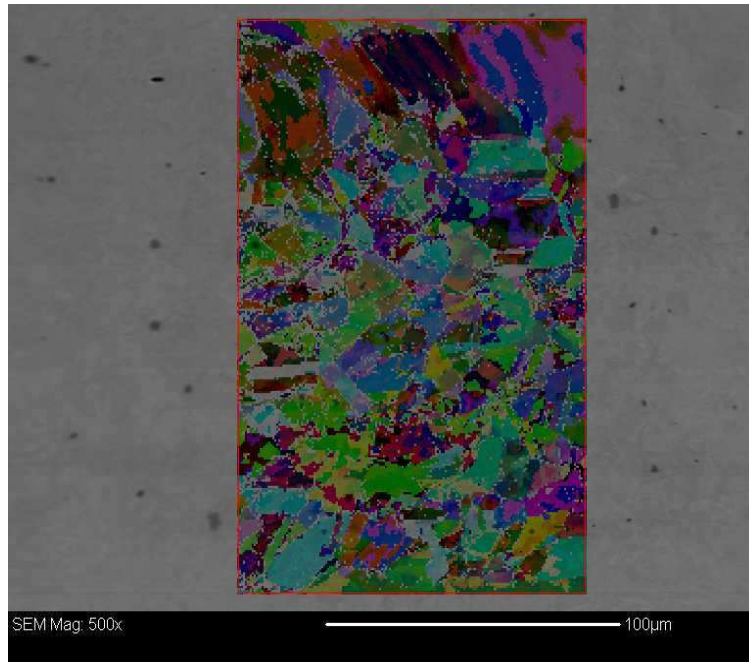


Εικόνα 4.3.13 οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων $\times 1000$ μεγέθυνση στο υλικό με παραμόρφωση 15%

Επίδραση της τεχνικής EBSD στο δείγμα με ποσοστό παραμόρφωσης 25%

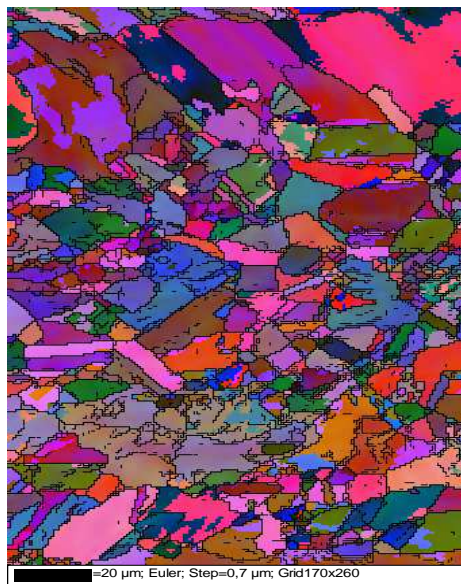
Η ψηφιακά επεξεργασμένη εικόνα περίθλασης οπισσοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στρωφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων. Αναφέρεται ότι η τοπογραφία αυτή δεν έχει υποστεί προσβολή ώστε να αποκαλύπτονται τα όρια των κόκκων καθώς και το μέγεθος αυτών, για τον λόγο να υπάρχει καλύτερο εκπαιδόμενο σήμα. Παρόλα αυτά παρατηρούνται χρωματικές διαφορές οι οποίες οφείλονται μάλλον στην μερική προσβολή του δείγματος λόγω των διαδικασιών στίλβωσης. Ατέλειες όπως διαταραχές, που εισάγονται σε αυξημένα ποσοστά πλεγματικής παραμόρφωσης μπορεί να οδηγήσουν από κάποια πυκνότητα και έπειτα σε μείωση της ευκρίνειας και της οξύτητας της εικόνας περίθλασης. Παρόλα αυτά αν και ο βαθμός παραμόρφωσης είναι μεγάλος και

συνεπώς αντίστοιχα μεγάλη είναι και η παρουσιαζόμενη πυκνότητα διαταραχών, η εικόνα παραμένει αναλύσιμη από το λογισμικό.



Εικόνα 4.3.14: εικόνα περίθλασης οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων που παρουσιάζει τον τοπογραφικό χάρτη κρυσταλλογραφικών στρωφών Euler, υπερτίθεται σε αντίστοιχη τοπογραφία της ίδιας περιοχής μέσω ανίχνευσης των παραγομένων δευτερογενών ηλεκτρονίων

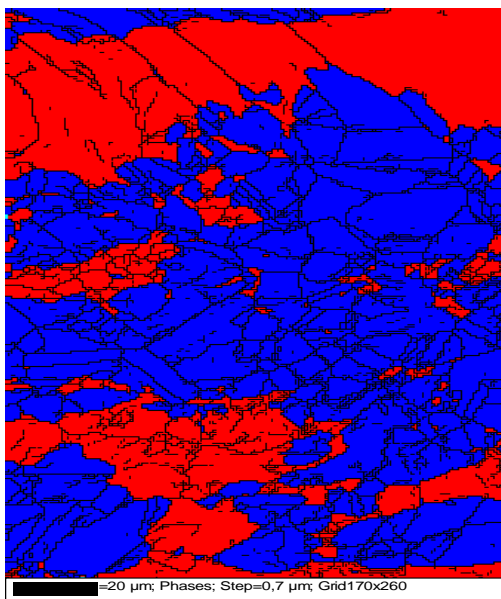
Η παρατηρούμενη ύπαρξη αταυτοποίητων σημείων στο διάγραμμα του χάρτη στρωφών του Euler, οφείλεται στην χαμηλή ευκρίνεια του διαγράμματος περίθλασης, η οποία με την σειρά της αποτελεί μια συμπεριφορά ενδογενούς διαδικασίας αυξανόμενης παραμόρφωση.



Εικόνα4.3.15 H-Euler του υλικού με παραμόρφωση 25%

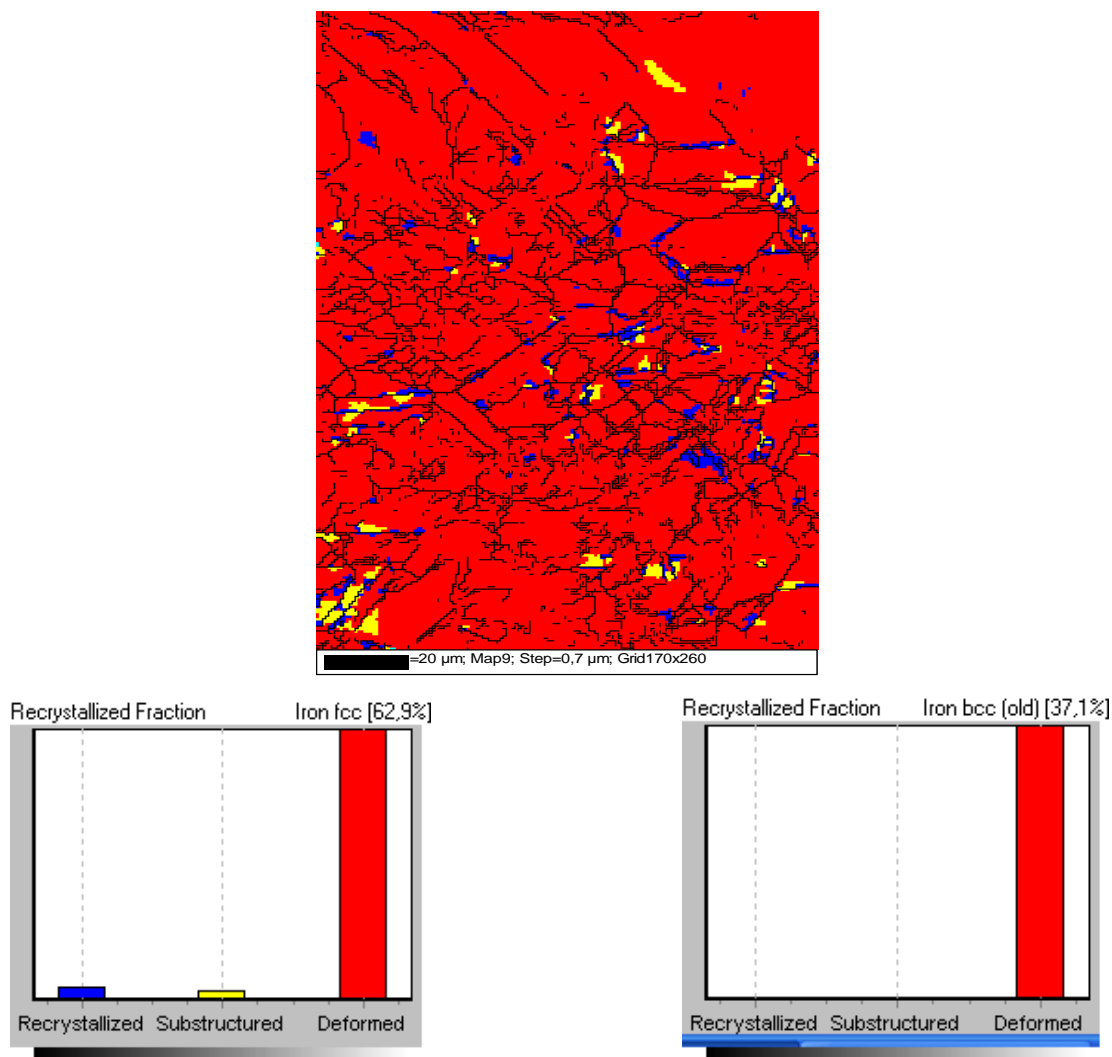
Η πυκνότητα ανάπτυξης ομοιόμορφα κατανεμημένων διευθύνσεων στον δειγματικό χώρο γωνιών Euler αυξάνει με αυξανόμενη παραμόρφωση εισαχθείσα μέσω της μηχανικής καταπόνησης.

Από την εικόνα H-Phases προκύπτει η χαρτογράφηση φάσεων του διφασικού χάλυβα με παραμόρφωση 15%. Αναλύονται ποσοστά φάσεων 37,1% φερρίτης και 62,9% ωστενίτης. Το ποσοστό ωστενίτη πάλι παρατηρείται μεγαλύτερο από αυτό του φερρίτη αν και είναι φυσιολογικό το ποσοστό του ωστενίτη να μην μεταβάλλεται και αφού στο δοκίμιο αναφοράς παρατηρήθηκε εξ αρχής μεγάλο ποσοστό αυτού το ίδιο αναμένεται και τώρα. Παρατηρούνται διαφορετικοί κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί από τον αντίστοιχο χάρτη και το υλικό σχεδόν τελείως παραμορφωμένο.



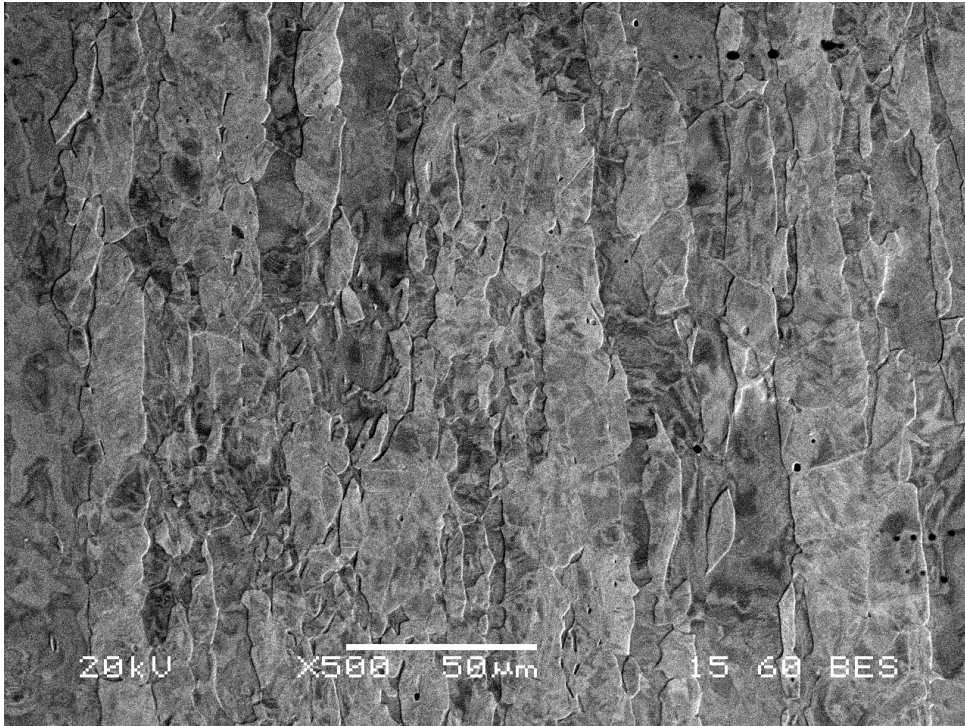
Εικόνα4.3.16 H-Phase στο δοκίμιο με ποσοστό παραμόρφωσης 25%

Από τους αντίστοιχους χάρτες και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών από τις πλεγματικές σταθερές του απαμορφωτού κρυστάλλου, παρατηρείται τόσο το ποσοστό του φερρίτη όσο και το ποσοστό του ωστενίτη να είναι πλήρως παραμορφωμένα.

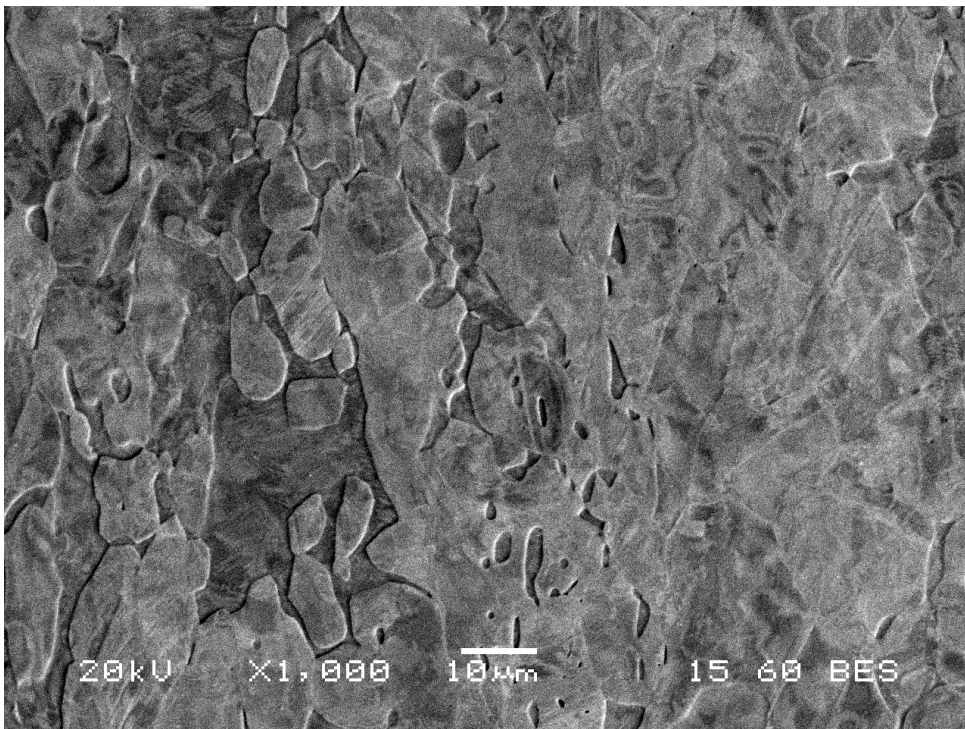


Εικόνα4.3.17 χάρτης και το ιστόγραμμα κανονικοποίησης της σχετικής απόκλισης των επιφανειακών περιοχών του φερρίτη - ωστενίτη του υλικού με παραμόρφωση 25%

Από την παρατήρηση των εικόνων οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων μέσω της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης, παρατηρείται η πλήρης παραμόρφωση του ιστού μέσω της επιβαλλόμενης μηχανικής καταπόνησης. Παρόλα αυτά η εικόνα με ανάλυση x500 παρουσιάζει επιμηκυμένο ιστό διαμόρφωσης. Εμφάνιση πιθανής διάβρωσης μέσω βελονισμών είναι υπαρκτή.



Εικόνα 4.3.18 οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων x500 μεγέθυνση στο υλικό με παραμόρφωση 25%



Εικόνα 4.3.19 Οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων x1000 μεγέθυνση στο υλικό με παραμόρφωση 25%

Κεφάλαιο 5

Συμπεράσματα

- ✓ Η μικροδομή του διαφασικού ανοξειδωτού χάλυβα τύπου 2205 αποτελείται από τις φάσεις του ωστενίτη και του φερρίτη. Η φερριτική φάση από την οποία αποτελείται ο συγκεκριμένος χάλυβας είναι μαγνητική και συνεπώς το υλικό επιδέχεται μαγνήτιση.
- ✓ Η μέτρηση των μαγνητικών ιδιοτήτων επιτυγχάνεται μέσω του θορύβου Barkhausen ο οποίος ως επιδερμική τεχνική παρουσιάζει ευαισθησία στο ποσοστό των εσωτερικών παραμένουσων τάσεων. Οι τάσεις αυτές είτε υπάρχουν ήδη στο υλικό, είτε προκαλούνται μέσω της μηχανικής καταπόνησης μέσω της δοκιμής του εφελκυσμού, όπως και έγινε.
- ✓ Κατά την πειραματική διαδικασία της μηχανικής καταπόνησης πρώτα παραμορφώνεται η φερριτική φάση ως έχουσα μικρότερη τιμή σκληρότητας από ότι η ωστενιτική και συνεπώς υπάρχει αύξηση των διαταραχών αρχικά σε αυτή.
- ✓ Από τα διεξαγόμενα πειράματα παρατηρήθηκε ότι οι σκληρομετρήσεις Vickers ή μάλλον ο μέσος όρος αυτών σε κάθε ποσοστό παραμόρφωσης, επιδεικνύουν αξιοσημείωτη συμφωνία με τις παραμέτρους του θορύβου Barkhausen. Η συμπεριφορά αυτή αναδεικνύει την δυνατότητα χρήσης των επιφανειακών μετρήσεων εκπομπής μαγνητικού θορύβου Barkhausen ως πιθανή εναλλακτική των καταστρεπτικών ελέγχων σκληρότητας Vickers και με την δυνατότητα επιτόπιας χρήσης αφού ο ίδιος αποτελεί μη καταστροφική τεχνική.

Βιβλιογραφία

1. Γ.Δ ΠΑΠΑΔΗΜΗΤΡΙΟΥ, 2000, ΦΥΣΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑ ΣΙΔΗΡΟΥ ΚΑΙ ΧΑΛΥΒΑ, ΕΜΠ
2. Γ.Δ.ΠΑΠΑΔΗΜΗΤΡΙΟΥ, 1993, ΓΕΝΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑ ΙΙ, ΤΑ ΚΡΑΜΑΤΑ, ΕΜΠ
3. Γ.Δ.ΠΑΠΑΔΗΜΗΤΡΙΟΥ, 1989, ΓΕΝΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑ Ι, ΕΜΠ
4. Γ.Δ.ΠΑΠΑΔΗΜΗΤΡΙΟΥ, ΜΕΤΑΛΛΟΤΕΧΝΙΑ, ΕΜΠ
5. Ε.ΧΡΙΣΤΟΦΟΡΟΥ, 2007, ΜΑΓΝΗΤΙΚΑ ΚΑΙ ΥΠΕΡΑΓΩΓΙΜΑ ΥΛΙΚΑ, ΕΠΜ
6. Γ.ΦΟΥΡΛΑΡΗΣ, 2007, ΣΗΜΕΙΩΣΕΙΣ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ ΣΤΟ ΜΑΘΗΜΑ ΦΥΣΙΚΗΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΣΙΔΗΡΟΥ ΚΑΙ ΧΑΛΥΒΑ, ΕΜΠ
7. ΟΥΤΟΚΟΥΜΠΟΥ, 2006, DUPLEX STAINLESS STEELS
8. I.MESZAROS, 2006, MAGNETIC CHARACTERIZATION OF DUPLEX STAINLESS STEELS, PHYSICA B
9. I.MESZAROS, P.J.SZABO, COMPLEX MAGNETIC AND MICROSTRUCTURAL INVESTIGATION OF DUPLEX STAINLESS STEELS, NDT&E INTERNATIONAL
10. AALCO, DUPLEX STAINLESS STEELS
11. LE PERA, 1979, IMPROVED ETCHING TECHNIQUE
12. PEDROSA, TEODOSIO, TAVARES, NETO, DA SILVA, 2001, MAGNETIC AND MECHANICAL HARDENING OF FE-BASED ALLOYS, JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS
13. LINDGREN, LEPISTO, 2002, RELATION BETWEEN RESIDUAL STRESS AND BARKHAUSEN NOISE IN A DUPLEX, NDT&E INTERNATIONAL
14. TAVARES, DA SILVA, PARDAL, ABREU, GOMES, 2006 MICROSTRUCTURAL CHANGES PRODUCED BY PLASTIC DEFORMATION IN THE UNS S31803 DUPLEX STAINLESS STEEL, JOURNAL OF MATERIALS PROCESSING TECHNOLOGY
15. SIEURIN, SANDSTROM, 2006, SIGMA PHASE PRECIPITATION IN DUPLEX STAINLESS STEEL 2205, MATERIALS SCIENCE & ENGINEERING A
16. LOPEZ, CID, PUIGGALI, 1998, INFLUENCE OF S-PHASE ON MECHANICAL PROPERTIES AND CORROSION RESISTANCE OF DUPLEX STAINLESS STEELS, CORROSION RESISTANCE
17. ASTM, E8M
18. POHL, STORZ, GLOGOWSKI, 2005, EFFECT OF INTERMETALLIC PRECIPITATIONS ON THE PROPERTIES OF DUPLEX STAINLESS STEELS, MATERIALS CHARACTERIZATION
19. ESCRIBA, MATERNA-MORRIS, PLAUT, PADILHA, 2009, CHI-PHASE PRECIPITATION IN A DUPLEX STAINLESS STEEL, MATERIALS CHARACTERIZATION

20. LO, SHEK, LAI, 2009, RECENT DEVELOPMENTS IN STAINLESS STEEL, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING R
21. ΚΟΣΜΑΣ Κ., 2009, ΑΝΑΠΤΥΞΗ , ΠΡΟΣΟΜΟΙΩΣΗ ΚΑΙ ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΗΛΕΚΤΡΟΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΤΕΧΝΙΚΩΝ ΜΗ ΚΑΤΑΣΤΡΟΦΙΚΩΝ ΔΟΚΙΜΩΝ ΣΕ ΜΑΓΝΗΤΙΚΕΣ ΚΑΙ ΜΗ ΜΑΓΝΗΤΙΚΕΣ ΜΕΤΑΛΛΙΚΕΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΕΣ, ΕΜΠ
22. ΜΠΑΛΛΙΟΥ Α., 2009, ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΚΑΙ ΜΑΓΝΗΤΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΜΑΛΑΚΟΥΣ ΧΑΛΥΒΕΣ, ΕΜΠ
23. S.Q.KASAP, 2004, ΑΡΧΕΣ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΩΝ ΥΛΙΚΩΝ ΚΑΙ ΔΙΑΤΑΞΕΩΝ, ΠΑΠΑΣΩΤΗΡΙΟΥ, ΚΕΦ 8^ο
24. LINDGREN,LEPISTO, 2003, ON THE STRESS VS BARKHAUSEN NOISE IN RELATION IN A DUPLEX STAINLESS STEEL,NDT&E INTERNATIONAL
25. AMERICAN STRESS TECHNOLOGIES, BARKHAUSEN
26. HORVATH, PRANTL, STROIßNIGG,WERNER, 1998, MICROHARDNESS AND MICROSTRUCTURE OF AUSTENITE AND FERRITE IN NITROGEN ALLOYED DUPLEX STEELS BETWEEN 20 AND 500^ο, 1998, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A256 227 – 236
27. ATI ALLEGHENY LUDLUM, DUPLEX STAINLESS STEEL AL 2205TM ALLOY, USN S31803 AND S32205
28. S.S.M TAVARES, M.R DA SILVA, J.M NETO, 2000 MAGNETIC PROPERTY CHANGES DURING EMBRITTLEMENT OF A DUPLEX STAINLESS STEEL, JOURNAL OF ALLOYS AND COMPOUNDS 313, 168 – 173
29. A. WEISBROT – REISCH, M. BRUMMER, B. HADLER, B. WOLBANK, E.A WERNER, 2006, INFLUENCE OF TEMPERATURE, COLD DEFORMATION AND CONSTANT MECHANICAL LOAD ON THE MICROSTRUCTURAL STABILITY OF NITROGEN ALLOYED DUPLEX STAINLESS STEEL, MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING, 1-10
30. WILLCOX, MYSAK, AN INTRODUCTION TO BARKHAUSEN NOISE AND ITS APPLICATIONS, INSIGHT NDT.
31. GAUTHIER, KRAUSE, ATHERTON, 1997, MEASUREMENT OF RESIDUAL STRESS IN STEEL USING THE MAGNETIC BARKHAUSEN NOISE TECHNIQUE, NDT & E INTERNATIONAL.