



**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ**

**ΕΛΕΓΧΟΣ ΜΕΓΕΘΟΥΣ ΚΟΚΚΟΥ ΣΕ ΧΑΛΥΒΕΣ
ΑΠΑΛΛΑΓΜΕΝΟΥΣ ΑΠΟ ΣΤΟΙΧΕΙΑ ΠΑΡΕΜΒΟΛΗΣ**

Γιωτάκης Δ. Κωνσταντίνος

Διπλωματική Εργασία

Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γ. Φούρλαρης



Νοέμβρης 2010
ΑΘΗΝΑ

Περιεχόμενα

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ

ΠΕΡΙΛΗΨΗ - ABSTRACT

1	ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΣΤΟΧΟΙ ΤΗΣ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ.....	12
2	ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ.....	13
2.1	Χάλυβες για την αυτοκινητοβιομηχανία.....	13
2.1.1	Μικροκραματομένοι χάλυβες υψηλής αντοχής (High-Strength Low-Alloy Steels, HSLA).....	14
2.1.2	Χάλυβες διπλής φάσεως (Dual-Phase Steels, DP).....	14
2.1.3	Χάλυβες TRIP (Transformation Induced Plasticity Steels)....	15
2.2	Μηχανισμοί ισχυροποίησης των μετάλλων.....	17
2.2.1	Ισχυροποίηση από σύνορα κόκκων.....	18
2.3	Γενικά περί χαλύβων IF (Interstitial Free).....	19
2.4	Σχέση θερμικών κατεργασιών – Μικροδομής – Μηχανικών ιδιοτήτων στους χάλυβες.....	19
2.5	Παραγωγή χαλύβων IF.....	20
2.6	Χημικές ιδιότητες χαλύβων IF.....	21
2.6.1	Χημική σύσταση.....	21
2.6.1.1	Γενικά.....	21
2.6.2	Δράση των στοιχείων.....	22
2.6.2.1	Στοιχεία παρεμβολής C, N.....	22
2.6.2.2	Σταθεροποιητικά στοιχεία Ti, V και Nb.....	23
2.6.2.3	Θείο.....	27
2.6.2.4	Μαγγάνιο.....	27
2.6.2.5	Στοιχεία σκλήρωσης Mn, Si, P.....	27
2.6.2.6	Επίδραση Ακαθαρσιών Cu, Ni, Cr, Sn.....	28
2.6.2.7	Οξειδωση.....	28
2.6.2.8	Επιφανειακός Διαφορισμός.....	28
2.6.3	Αντιδιαβρωτική προστασία.....	28
2.6.3.1	Γαλβανισμός (hot dip coating).....	28
2.7	Θερμικές κατεργασίες χαλύβων IF.....	30
2.7.1	Θερμή έλαση.....	30
2.7.1.1	Ιστός κατά την έλαση.....	31

2.7.1.2	Παράγοντες που επηρεάζουν τον ιστό της θερμής έλασης.....	32
2.7.2	Ψυχρή έλαση.....	33
2.7.3	Ανόπτηση - Ανακρυστάλλωση.....	33
2.7.3.1	Θεωρητική προσέγγιση της ανακρυστάλλωσης κατά τη θερμή έλαση.....	35
2.7.4	Επιδράσεις στον τελικό ιστό.....	37
2.7.4.1	Επίδραση των κατακρημνισμάτων στον τελικό ιστό....	38
2.7.4.2	Επίδραση του άνθρακα στον τελικό ιστό.....	38
2.8	Μειονεκτήματα των χαλύβων IF.....	39
2.8.1	Ψαθυρότητα κατά τη Δευτερογενή Διαμόρφωση εν ψυχρώ (Secondary Cold Work Embrittlement – SCWE).....	39
2.8.2	Κόπωση.....	40
2.9	Μηχανικές ιδιότητες χαλύβων IF.....	40
2.9.1	Γενικά.....	40
2.9.2	Διαμόρφωση φύλλων από χάλυβα IF.....	41
2.10	Μικροδομή χαλύβων IF.....	41
2.10.1	Γενικά.....	41
2.10.2	Ιστός.....	42
2.11	Περιγραφή κόκκων χαλύβων IF – Θεωρητικές προσεγγίσεις – Μαθηματικά μοντέλα.....	44
2.11.1	Όρια των κόκκων.....	44
2.11.2	Σχήμα των κόκκων.....	44
2.11.3	Μέτρηση μεγέθους.....	45
2.11.3.1	Μέτρηση μέσω μαθηματικών μοντέλων – Θεωρητική προσέγγιση.....	45
2.11.3.2	Μέτρηση μέσω πειραματικών μεθόδων.....	45
2.11.4	Μεταβολή μεγέθους κόκκων χαλύβων IF.....	47
2.11.4.1	Θεωρητικές προσεγγίσεις.....	47
2.11.4.2	Μαθηματικά μοντέλα μεταβολής μεγέθους.....	47
2.11.5	Παρεμπόδιση μεταβολής μεγέθους κόκκων – Ο ρόλος των κατακρημνισμάτων – Φαινόμενο Zener.....	50
2.11.5.1	Γενικά.....	50
2.11.5.2	Μαθηματικές προσεγγίσεις μεταβολής μεγέθους κόκκων.....	52
2.11.5.3	Μεγέθυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα τυχαίας διασποράς.....	52
2.11.5.4	Σμίκρυνση κόκκων – κατακρημνίσματα τυχαίας διασποράς.....	53

2.11.5.5	Μεγέθυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα στα όρια των κόκκων.....	53
2.11.5.6	Σμίκρυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα στα όρια των κόκκων.....	54
2.11.5.7	Δράση κατακρημνισμάτων διαφορετικού μεγέθους - τυχαίας διασποράς - Μεγέθυνση κόκκων.....	55
2.11.5.8	Δράση κατακρημνισμάτων διαφορετικού μεγέθους – διασπορά στα όρια των κόκκων – Μεγέθυνση των κόκκων.....	55
2.11.6	Κατακρήμνιση – Μεταβολή μεγέθους κατακρημνισμάτων..	57
2.11.6.1	Σχηματισμός σωματιδίων.....	57
2.11.6.2	Σχηματισμός σύνθετων καρβιδονιτριδίων.....	57
2.11.6.3	Κατακρήμνιση.....	57
2.11.6.4	Μεταβολή μεγέθους.....	58
2.11.7	Επίλογος.....	60
2.11.7.1	Μελλοντικές προοπτικές των χαλύβων IF.....	60
2.11.7.2	Σύνοψη.....	60
3	ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ.....	62
3.1	Εγκιβωτισμός.....	62
3.2	Λείανση.....	62
3.3	Στίλβωση.....	63
3.4	Σκληρομέτρηση.....	63
3.5	Περίθλαση Ακτίνων Χ (XRD).....	67
3.6	Προσβολή.....	68
3.7	Οπτικό Μικροσκόπιο.....	69
3.8	Μέτρηση του μεγέθους κόκκου.....	79
3.9	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM).....	83
3.10	Δοκιμές Εφελκυσμού.....	93
4.	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ.....	114
4.1	Μηχανικές Ιδιότητες στα Δοκίμια Αναφοράς.....	114
4.2	Μηχανικές Ιδιότητες σε ανοπτημένα Χαλυβδόφυλλα	114
4.2.1	Εξέλιξη σκληρότητας σε αναπτημένα χαλυβδόφυλλα με Ti και Ti-V.....	115
5.	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	116
6.	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ – ΑΝΑΦΟΡΕΣ.....	117

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου, Δρ. Γεώργιο Φούρλαρη, για την καθοριστική του συμβολή καθώς και για την επιμονή και υπομονή που έδειξε καθ' όλη τη διάρκεια της εκπόνησης της διπλωματικής μου άσκησης. Η καθοδήγησή του υπήρξε αποφασιστικός παράγοντας για την ποιότητα και την αίσια ολοκλήρωση της παρούσας εργασίας.

Θα ήθελα, επίσης, να ευχαριστήσω τους διδακτορικούς φοιτητές, Ελίνα Παπαδοπούλου και Πάνο Κοκκωνίδη για το χειρισμό του SEM καθώς, επίσης, την Βάλια Τζορμπατζίδη και τον Θοδωρή Κουτσούκη που είχαν μαζί με τους προαναφερθέντες ένα σημαντικό μερίδιο στη λύση οποιουδήποτε προβλήματος ή απορίας που κατά καιρούς ανέκυπτε σχετικής με την εκπόνηση της παρούσας διπλωματικής εργασίας.

Ευχαριστώ θερμά τον Δρ. Πέτρο Τσακιρίδη για την βοήθειά του στον χειρισμό της συσκευής εφελκυσμού καθώς και για την αμέριστη και πολύτιμη αρωγή του στην επεξεργασία και επεξήγηση των αποτελεσμάτων των δοκιμών αυτών.

Ευχαριστώ, τον κ. Γιάννη Χαρλαμπίτα για την καταλυτική παρέμβασή του σε προβλήματα που αφορούσαν στον εξοπλισμό του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας. Η άμεση ανταποκρισή του ήταν ενθαρρυντική για τη διασφάλιση της ακρίβειας των δεδομένων των μετρήσεων.

Τέλος, θέλω να ευχαριστήσω όλους τους προπτυχιακούς και μεταπτυχιακούς φοιτητές του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας για το φιλικό και ευχάριστο κλίμα που εξασφάλιζε την αρμονική λειτουργία του.

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 1. Χημική σύσταση των χαλύβων με Ti και με Ti-V.....	22
Πίνακας 2. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση των τιμών της σκληρότητας για καθεμιά από τις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.....	66
Πίνακας 3. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση των τιμών του μεγέθους κόκκου για καθεμιά από τις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.....	82
Πίνακας 4. Οι τύποι των είκοσι τεσσάρων δοκιμίων εφελκυσμού με τα χαρακτηριστικά μεγέθη (μήκος, απόσταση δαγκάνων και πάχος) του καθενός.....	94
Πίνακας 5. Οι τύποι των είκοσι τεσσάρων δοκιμίων με το όριο διαρροής και το μέτρο ελαστικότητας που τους αντιστοιχεί.....	95
Πίνακας 6. Μηχανικές ιδιότητες σε χαλυβδόφυλλα IF σε κατάσταση αναφοράς (ψυχρή έλαση κατά 80%).....	111
Πίνακας 7. Οι τιμές της τάσης ορίου διαρροής, της τάσης και της επιμήκυνσης των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού στις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.....	114

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ

Εικόνα 1. Συγκριτική παρουσίαση των μηχανικών ιδιοτήτων των χαλύβων που χρησιμοποιούνται στην αυτοκινητοβιομηχανία.....	16
Εικόνα 2. Διάγραμμα σκληρότητας – θερμοκρασίας ανόπτησης.....	66
Εικόνα 3. Το περιθλασίμετρο του εργαστηρίου Επιστήμης και Τεχνολογίας Υλικών....	67
Εικόνα 4. Το οπτικό μικροσκόπιο του εργαστηρίου Επιστήμης και Τεχνολογίας Υλικών.....	69
Εικόνα 5. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X20).....	71
Εικόνα 6. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X20).....	71
Εικόνα 7. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X20).....	72
Εικόνα 8. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X20).....	72
Εικόνα 9. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X20).....	73
Εικόνα 10. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X20).....	73
Εικόνα 11. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X20).....	74
Εικόνα 12. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X20).....	74
Εικόνα 13. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X20).....	75
Εικόνα 14. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X20).....	75
Εικόνα 15. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X20).....	76
Εικόνα 16. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X20).....	76
Εικόνα 17. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X20).....	77
Εικόνα 18. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X20).....	77
Εικόνα 19. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X20).....	78
Εικόνα 20. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X20).....	78

Εικόνα 21. Ο κάνναβος που δημιουργήσαμε για τη μέτρηση του μεγέθους κόκκου των δοκιμίων.....	79
Εικόνα 22. Φωτογραφία ενός εκ των δοκιμίων στα οποία εφαρμόσαμε τη μέθοδο του καννάβου για τη μέτρηση του μεγέθους των κόκκων τους.....	80
Εικόνα 23. Η μέθοδος του καννάβου που χρησιμοποιήσαμε για τη μέτρηση του μεγέθους κόκκου των δοκιμίων.....	80
Εικόνα 24. Διάγραμμα μεγέθους κόκκου – θερμοκρασίας ανόπτησης.....	82
Εικόνα 25. Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope) όπου έγινε η ανάλυση των δοκιμίων.....	83
Εικόνα 26. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).....	85
Εικόνα 27. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).....	85
Εικόνα 28. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).....	86
Εικόνα 29. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).....	86
Εικόνα 30. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X500).....	87
Εικόνα 31. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X500).....	87
Εικόνα 32. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X500).....	88
Εικόνα 33. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 °C (μεγέθυνση X500).....	88
Εικόνα 34. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X500).....	89
Εικόνα 35. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X500).....	89

Εικόνα 36. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X500).....	90
Εικόνα 37. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 °C (μεγέθυνση X500).....	90
Εικόνα 38. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X500).....	91
Εικόνα 39. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X500).....	91
Εικόνα 40. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X500).....	92
Εικόνα 41. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 °C (μεγέθυνση X500).....	92
Εικόνα 42. Η μηχανή εφελκυσμού όπου υποβλήθηκαν τα δοκίμια σε εφελκυστική καταπόνηση.....	96
Εικόνα 43. Η μηχανή εφελκυσμού και ένα από τα δοκίμια έτοιμο για εφελκυστική καταπόνηση.....	96
Εικόνα 44. Το δοκίμιο αρχίζει να καταπονείται εφελκυστικά.....	97
Εικόνα 45. Η εφελκυστική καταπόνηση βρίσκεται σε εξέλιξη.....	97
Εικόνα 46. Η εφελκυστική καταπόνηση βρίσκεται στο τελικό της στάδιο όπου ήδη είναι εμφανής η δημιουργία λαιμού και το σημείο της επερχόμενης θραύσης.....	98
Εικόνα 47. Το πέρας της εφελκυστικής καταπόνησης με την θραύση του δοκιμίου.....	98
Εικόνα 48. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 A.....	99
Εικόνα 49. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 B.....	99
Εικόνα 50. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 C.....	100
Εικόνα 51. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 D.....	100
Εικόνα 52. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 E.....	101
Εικόνα 53. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 F.....	101
Εικόνα 54. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 G.....	102
Εικόνα 55. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 H.....	102
Εικόνα 56. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 I.....	103
Εικόνα 57. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 G.....	103
Εικόνα 58. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 K.....	104
Εικόνα 59. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 L.....	104
Εικόνα 60. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 A.....	105
Εικόνα 61. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 B.....	105

Εικόνα 62. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 C.....	106
Εικόνα 63. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 D.....	106
Εικόνα 64. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 E.....	107
Εικόνα 65. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 F.....	107
Εικόνα 66. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 G.....	108
Εικόνα 67. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 H.....	108
Εικόνα 68. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 I.....	109
Εικόνα 69. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 J.....	109
Εικόνα 70. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 K.....	110
Εικόνα 71. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 L.....	110
Εικόνα 72. Το διάγραμμα τάσης ορίου διαρροής - θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού.....	112
Εικόνα 73. Το διάγραμμα τάσης - θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού.....	112
Εικόνα 74. Το διάγραμμα παραμόρφωσης-θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού.....	113

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η εργασία αυτή έχει ως αντικείμενο τη συσχέτιση της μικροδομής με τις μηχανικές ιδιότητες χαλύβων απαλλαγμένων από στοιχεία παρεμβολής και μικροκραματωμένων με Ti ή Ti-V και σκοπό την βελτιστοποίηση των λαμβανόμενων μηχανικών ιδιοτήτων, μέσω του ελέγχου της πάχυνσης μεγέθους κόκκου για εφαρμογές στην αυτοκινητοβιομηχανία. Τα δοκίμια του χάλυβα παραλήφθηκαν αφού είχαν ήδη ανοπτηθεί σε τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες : 660⁰C, 690⁰C, 720⁰C και 750⁰C. Ακολούθησε διερεύνηση του αν και κατά πόσο οι διαφορετικές αυτές θερμοκρασίες ανόπτησης είχαν ως αποτέλεσμα την αλλαγή της μικροδομής αλλά και των μηχανικών ιδιοτήτων.

Ο προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων των δικιμίων έγινε με δοκιμές σκληρομέτρησης σε σκληρόμετρο τύπου Vickers και δοκιμές εφελκυσμού και η μελέτη της μικροδομής έγινε με χρήση οπτικού μικροσκοπίου και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (Scanning Electron Microscopy – SEM).

Πριν από τις μετρήσεις και τις παρατηρήσεις αυτές τα δοκίμια αυτά διήλθαν από το στάδιο της κοπής ώστε να αποκτήσουν σχήμα ορθογωνίου παραλληλεπιπέδου και διαστάσεων 2X1X0,3 cm κι έπειτα από τα στάδια του εγκιβωτισμού, της λείανσης, της στίλβωσης και της χημικής προσβολής. Η προετοιμασία αυτή των δοκιμίων που περιλαμβάνει τα παραπάνω στάδια είναι απαραίτητη και επηρεάζει καταλυτικά την ποιότητα του τελικού αποτελέσματος.

ABSTRACT

The subject of this assignment is the correlation between the microstructure and the mechanical properties of interstitial free steels and low alloyed with Ti or Ti-V and the purpose is the optimization of received mechanical properties through the examination of the grain's size growth for automobile applications.

The steel specimens were received after their annealing at four different temperatures: 660⁰C, 690⁰C, 720⁰C and 750⁰C. Research of whether these different annealing temperatures had as a result the change of microstructure and mechanical properties followed. The determination of specimens' mechanical properties was done through hardening tests at a Vickers type durometer and tensile tests and the study of the microstructure was made with the use of optical microscope and scanning electron microscope (SEM).

Before these measurements and observations, the specimens passed through the phase of cutting in order to obtain cuboid shape and dimensions 2X1X0.3 cm and after the phases of the encasement, grinding, polishing and etching. This preparation of the specimens which includes the above phases is necessary and weightly affects the quality of the final result.

1 ΑΝΤΙΚΕΙΜΕΝΟ ΚΑΙ ΣΤΟΧΟΙ ΤΗΣ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Το θέμα της Διπλωματικής Εργασίας διαπραγματεύεται την επίδραση των θερμικών κατεργασιών ανόπτησης στις μηχανικές ιδιότητες και την μικροδομή πειραματικών τύπων χαλύβων απαλλαγμένων από στοιχεία παρεμβολής και μικροκραματωμένων με Ti ή Ti-V με σκοπό την βελτιστοποίηση των λαμβανόμενων μηχανικών ιδιοτήτων, μέσω του ελέγχου της πάχυνσης μεγέθους κόκκου για εφαρμογές στην αυτοκινητοβιομηχανία.

Στην Διπλωματική Εργασία μελετήθηκε η μεταλλογραφία των θερμικά ανοπτημένων δοκιμίων, μετρήθηκαν οι μηχανικές τους ιδιότητες (δοκιμές εφελκυσμού και σκληρομέτρησης στο ΕΜΠ) και έγινε, επίσης, μέτρηση με μεταλλογραφικές τεχνικές της εξέλιξης του μεγέθους κόκκου με την θερμοκρασία ανόπτησης.

2 ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία μελετώνται οι χάλυβες που προορίζονται για εφαρμογές στην αυτοκινητοβιομηχανία οπότε παρακάτω γίνεται μια αναφορά στις κατηγορίες χαλύβων που έχουν αναπτυχθεί τα τελευταία χρόνια στον τομέα αυτόν και στην ανταπόκρισή τους στις απαιτήσεις που επιβάλλουν οι σύγχρονες μέθοδοι κατασκευής αυτοκινήτων.

2.1 Χάλυβες για την αυτοκινητοβιομηχανία

Ο χάλυβας αποτελεί πάνω από το 70% του βάρους ενός αυτοκινήτου. Στο ποσοστό αυτό περιλαμβάνονται ο κινητήρας, το κιβώτιο ταχυτήτων, οι αναρτήσεις και φυσικά η λαμαρίνα από την οποία κατασκευάζονται οι πόρτες, το δάπεδο, η οροφή και τα κατώ της μηχανής και του χώρου αποσκευών. Ιδιαίτερη σημασία έχει η λαμαρίνα, αφού συμμετέχει με το μεγαλύτερο ποσοστό στο βάρος του αυτοκινήτου. Οι χάλυβες που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή της λαμαρίνας πρέπει, εκτός των άλλων, να ικανοποιούν τρεις σημαντικές απαιτήσεις: (α) υψηλή αντοχή, (β) διαμορφωσιμότητα (formability) και (γ) συγκολλησιμότητα. Οι απαιτήσεις αυτές δεν είναι δυνατόν να ικανοποιηθούν ταυτόχρονα σε μεγάλο βαθμό από ένα συγκεκριμένο χάλυβα. Έτσι αναγκαστικά γίνεται συμβιβασμός ανάμεσα στις ιδιότητες. Για παράδειγμα, η απαίτηση της συγκολλησιμότητας θέτει ένα άνω όριο στην περιεκτικότητα σε άνθρακα (περίπου 0,2% max). Αυτό σημαίνει ότι για την αύξηση της αντοχής του χάλυβα πρέπει να αναζητηθούν άλλοι μηχανισμοί ισχυροποίησης πέρα από την ισχυροποίηση που προσφέρει ο άνθρακας. Από την άλλη μεριά η αύξηση της αντοχής συνοδεύεται από μείωση της ολκιμότητας και κατά συνέπεια της διαμορφωσιμότητας, η οποία είναι σημαντικός παράγοντας αφού για την κατασκευή του αυτοκινήτου εφαρμόζονται κατεργασίες διαμορφώσεων όπως η βαθεία κοίλανση (deep drawing) και η τάνυση (stretch forming).

Επιπρόσθετα στις απαιτήσεις που επιβάλλει το ίδιο το προϊόν, έχουν επιβληθεί και γενικότερες απαιτήσεις στο αυτοκίνητο, που με την σειρά τους επηρεάζουν την ανάπτυξη νέων χαλύβων. Οι κυριότερες από αυτές είναι:

- (α) χαμηλή κατανάλωση καυσίμου και
- (β) μειωμένη παραγωγή αέριων ρύπων.

Και οι δύο απαιτήσεις ωθούν προς την κατεύθυνση της μείωσης του βάρους του οχήματος είτε με την χρήση ελαφρύτερων υλικών (π.χ. αλουμίνιο, μαγνήσιο) είτε με την ανάπτυξη χαλύβων υψηλής αντοχής, ώστε με την χρήση λαμαρίνας μικρότερου πάχους να επιτυγχάνεται εξοικονόμηση βάρους [2, 9, 17].

Τα τελευταία χρόνια έχουν αναπτυχθεί διάφορες κατηγορίες χαλύβων, που ανταποκρίνονται με τον ένα ή τον άλλο τρόπο στις πιο πάνω απαιτήσεις.

Οι χάλυβες αυτοί είναι:

(α) οι μικροκραματωμένοι χάλυβες υψηλής αντοχής (High-Strength Low-Alloy Steels, HSLA)

(β) οι χάλυβες διπλής φάσεως (Dual-Phase Steels, DP) και

(γ) οι χάλυβες TRIP (Transformation Induced Plasticity Steels) [13, 14].

2.1.1 Μικροκραματωμένοι χάλυβες υψηλής αντοχής (High-Strength Low-Alloy Steels, HSLA)

Οι χάλυβες HSLA έχουν κατ' αρχήν χαμηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα (0,03-0,15% κ.β.) ώστε να διαθέτουν συγκολλησιμότητα και επαρκή διαμορφωσιμότητα. Το κύριο χαρακτηριστικό τους είναι ότι διαθέτουν μικροποσότητες (όχι πάνω από 0,2%) κραματικών στοιχείων για τον σχηματισμό καρβιδίων και νιτριδίων. Τα σημαντικότερα κραματικά στοιχεία είναι τα Nb, V και Ti, τα οποία σχηματίζουν καρβίδια (π.χ. NbC, VC, TiC), νιτρίδια (π.χ. AlN, VN) και καρβονιτρίδια (π.χ. V(CN), Nb(CN), Ti(CN), (Nb,Ti)CN, (Nb,V)CN, κ.λ.π.). Τα σωματίδια αυτά παρεμποδίζουν την ανακρυστάλλωση του ωστενίτη κατά την θερμή κατεργασία του χάλυβα (π.χ. θερμή έλαση). Αυτό έχει σαν συνέπεια την διατήρηση του μεγέθους του ωστενιτικού κόκκου σε χαμηλά επίπεδα, ώστε κατά τον μετασχηματισμό να προκύψει λεπτόκοκκος φερρίτης. Πρόκειται επομένως για ισχυροποίηση με σύνορα κόκκων, οπότε σύμφωνα με την σχέση Hall-Petch, το όριο διαρροής των χαλύβων αυτών είναι: $\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$

Όπου d είναι το μέσο μέγεθος του φερριτικού κόκκου. Οι χάλυβες HSLA έχουν μεν υψηλή αντοχή και δυσθραυστότητα, μειονεκτούν όμως σε διαμορφωσιμότητα και έτσι δεν μορφοποιούνται εύκολα σε ψυχρές κατεργασίες διαμορφώσεων (π.χ. βαθεία κοίλανση) [4, 5, 13, 18].

2.1.2 Χάλυβες διπλής φάσεως (Dual-Phase Steels, DP)

Όπως δηλώνει το όνομά τους, οι χάλυβες DP αποτελούνται από μίγμα δύο φάσεων, μαλακού φερρίτη (μήτρα) και διασπορά σκληρού μαρτενσίτη. Είναι ο συνδυασμός αυτός που προσδίδει στον χάλυβα εξαιρετικές ιδιότητες. Η αντοχή των χαλύβων αυτών είναι ανάλογη του ποσοστού του μαρτενσίτη που περιέχουν. Το κύριο, όμως, χαρακτηριστικό τους είναι το σχετικά χαμηλό όριο διαρροής, λόγω του φερρίτη, σε συνδυασμό με μεγάλη εργοσκληύρυνση, (σ_y/σ_{UTS} περίπου 0.5), λόγω του μαρτενσίτη. Τα χαρακτηριστικά αυτά

οδηγούν σε σταθεροποίηση της πλαστικής ροής και σε μεγάλες ομοιόμορφες παραμορφώσεις με αποτέλεσμα την αύξηση της διαμορφωσιμότητας. Έτσι οι χάλυβες DP διαθέτουν υψηλότερη διαμορφωσιμότητα από τους χάλυβες HSLA. Η κατεργασία των χαλύβων DP περιλαμβάνει ενδοκρίσιμη ανόπτηση (intercritical annealing) στην διφασική περιοχή $\alpha+\gamma$, μεταξύ των θερμοκρασιών A_1 και A_3 . Κατά την διάρκεια της ανοπτήσεως, ο άνθρακας διαχέεται στον ωστενίτη αυξάνοντας έτσι την εμβαισιμότητά του. Έτσι κατά την ψύξη στην θερμοκρασία δωματίου, ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη [9, 11, 13].

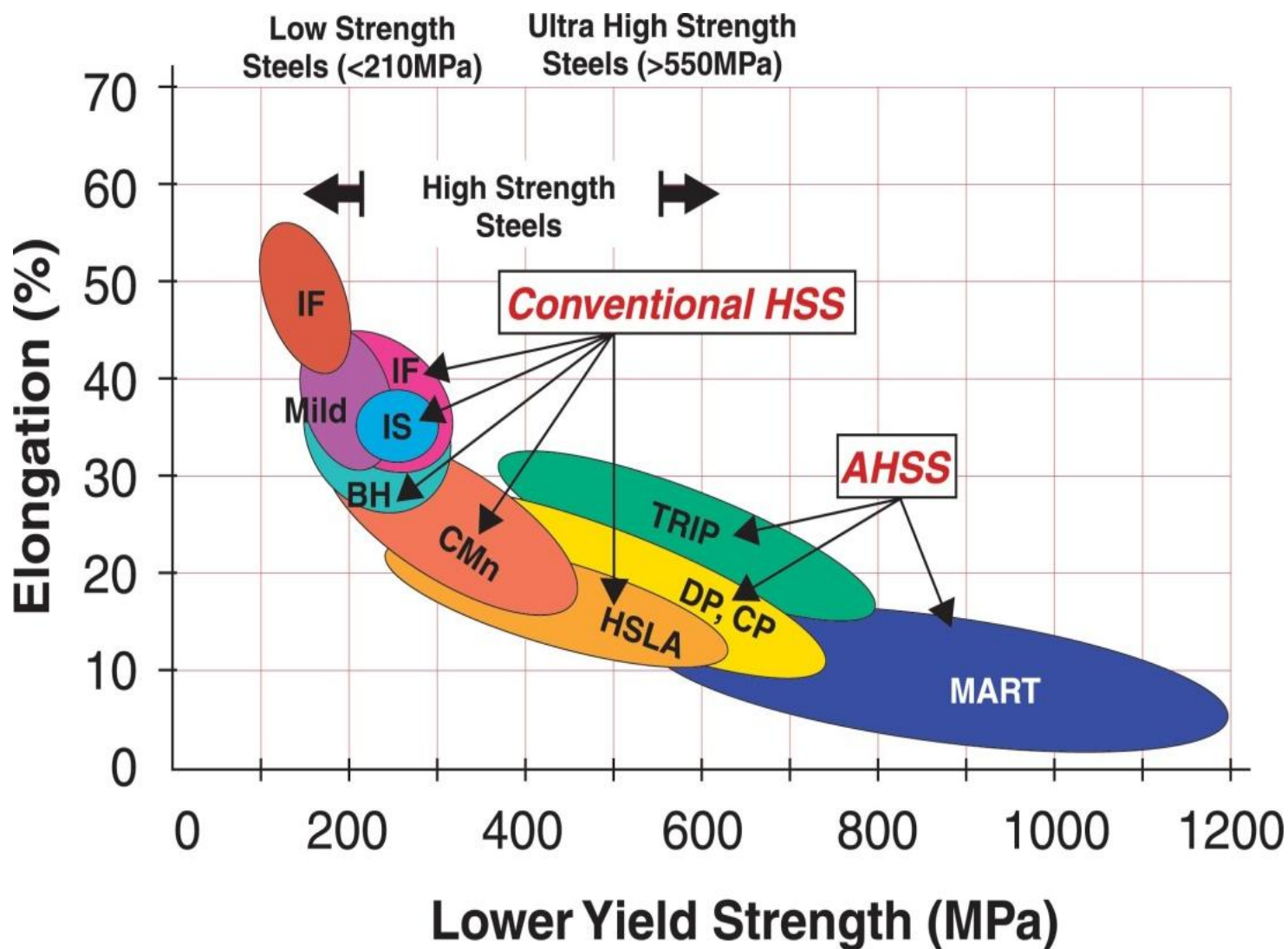
2.1.3 Χάλυβες TRIP (Transformation Induced Plasticity Steels)

Οι χάλυβες TRIP περιέχουν τρεις φάσεις: φερρίτη, μπαινίτη και παραμένοντα ωστενίτη. Στους χάλυβες αυτούς γίνεται αξιοποίηση του φαινομένου TRIP όπου ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός είναι δυνατόν να ενεργοποιηθεί με την εφαρμογή μηχανικών τάσεων ή πλαστικών παραμορφώσεων. Το φαινόμενο TRIP συνοδεύεται από σταθεροποίηση της πλαστικής ροής με συνέπεια την αύξηση της ομοιόμορφης παραμορφώσεως και της διαμορφωσιμότητας. Η πλαστικότητα μετασχηματισμού (transformation plasticity) εμφανίζεται κατά την ψυχρή διαμόρφωση ενός χάλυβα που περιέχει διασπορά παραμένοντα ωστενίτη. Κατά την διαμόρφωση (βαθεία κοίλανση ή τάνυση), ο παραμένων ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη αυξάνοντας έτσι την διαμορφωσιμότητα του χάλυβα. Όσον αφορά στην κατεργασία για την διαμόρφωση της μικροδομής των χαλύβων TRIP, η σημαντικότερη προϋπόθεση είναι η διατήρηση διασποράς ωστενίτη σε θερμοκρασία δωματίου.

Μία θερμική κατεργασία ενός χάλυβα TRIP με τυπική σύσταση Fe-0.2C-1Mn-1Si περιγράφεται ακολούθως:

Η αρχική μικροδομή αυτού του TRIP χάλυβα με την παραπάνω σύσταση είναι φερριτοπερλιτική. Ο χάλυβας υφίσταται ενδοκρίσιμη ανόπτηση, μεταξύ των θερμοκρασιών A_1 και A_3 , για τον σχηματισμό μίγματος φερρίτη και ωστενίτη σε ποσοστά περίπου 50%. Στη συνέχεια ο χάλυβας φέρεται σε χαμηλότερη θερμοκρασία (π.χ. 400 °C) για τον ισόθερμο μετασχηματισμό του ωστενίτη σε μπαινίτη. Λόγω της σχετικά υψηλής περιεκτικότητας σε πυρίτιο (Si), αποτρέπεται ο σχηματισμός σεμεντίτη κατά την διάρκεια του μπαινιτικού μετασχηματισμού. Έτσι ο άνθρακας που αποβάλλεται από τον μπαινίτη περιέρχεται στον υπολειπόμενο ωστενίτη γ_R . Ο εμπλουτισμός του ωστενίτη σε άνθρακα μειώνει την θερμοκρασία M_s σε τιμές κάτω από τη θερμοκρασία δωματίου. Η ισόθερμη παραμονή στους 400 °C διακόπτεται πριν ολοκληρωθεί ο μπαινιτικός μετασχηματισμός και να παραμείνει ένα ποσοστό της τάξεως του 10% ωστενίτη. Ο ωστενίτης αυτός δεν μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη κατά την ψύξη του χάλυβα σε θερμοκρασία δωματίου, διότι έχει σταθεροποιηθεί από τον άνθρακα. Είναι αυτός ο παραμένων ωστενίτης, που

κατά την ψυχρή διαμόρφωση του χάλυβα εμφανίζεται το φαινόμενο TRIP και οδηγεί σε αύξηση της διαμορφωσιμότητας [9, 11, 13].



Εικόνα 1. Συγκριτική παρουσίαση των μηχανικών ιδιοτήτων των χάλυβων που χρησιμοποιούνται στην αυτοκινητοβιομηχανία

Γενική αναφορά στους μηχανισμούς ισχυροποίησης των μετάλλων και ανάλυση του μηχανισμού της ισχυροποίησης από τα σύνορα των κόκκων (boundary strengthening) που αφορά και την παρούσα Διπλωματική Εργασία.

2.2 Μηχανισμοί ισχυροποίησης των μετάλλων

Η αντοχή των μετάλλων μπορεί να αυξηθεί με την παρεμπόδιση της ολισθήσεως των αταξιών. Η μελέτη των μηχανισμών ισχυροποίησης αφορά στην αλληλεπίδραση μεταξύ των αταξιών και των εμποδίων. Εμπόδια στην ολίσθηση των αταξιών αποτελούν: το ίδιο το κρυσταλλικό πλέγμα, άλλες αταξίες, ξένα άτομα παρεμβολής ή αντικαταστάσεως, τα σύνορα των κόκκων καθώς και σωματίδια ή ιζήματα άλλων φάσεων. Έτσι σε αντιστοιχία με τα εμπόδια αυτά, οι βασικότεροι μηχανισμοί ισχυροποίησης είναι:

(1) Η πλεγματική αντίσταση (lattice resistance), που οφείλεται στην αντίσταση, που προβάλλει το ίδιο το κρυσταλλικό πλέγμα στην ολίσθηση αταξιών μέσα σ' αυτό. Η πλεγματική αντίσταση λειτουργεί πάντα, ανεξάρτητα από την λειτουργία ή όχι άλλων εμποδίων. Στους μονοκρυστάλλους η πλεγματική αντίσταση οδηγεί στη εξάρτηση του ορίου διαρροής από την πυκνότητα του επιπέδου και της διεύθυνσεως της ολισθήσεως.

(2) Η εργοσκλήρυνση (strain hardening, work hardening), που οφείλεται αφ' ενός στη ραγδαία αύξηση της πυκνότητας των αταξιών και αφ' ετέρου στη αλληλεπίδραση μεταξύ αταξιών κατά την διάρκεια της πλαστικής παραμορφώσεως. Η εργοσκλήρυνση οδηγεί στην εξάρτηση του ορίου διαρροής από την παραμόρφωση.

(3) Η ισχυροποίηση στερεού διαλύματος (solid solution strengthening) που οφείλεται στην αλληλεπίδραση των αταξιών με τα άτομα παρεμβολής ή αντικαταστάσεως. Τα άτομα αυτά προέρχονται από την κραμάτωση. Στην ισχυροποίηση στερεού διαλύματος συμμετέχουν μόνο τα άτομα, που βρίσκονται διαλυμένα σε μία φάση και σχηματίζουν στερεό διάλυμα. Δεν συμμετέχουν εκείνα τα άτομα, τα οποία σχηματίζουν ιζήματα ή ενδομεταλλικές ενώσεις. Η ισχυροποίηση στερεού διαλύματος οδηγεί στην εξάρτηση του ορίου διαρροής από τη χημική σύσταση ενός κράματος.

(4) Η ισχυροποίηση από τα σύνορα των κόκκων (boundary strengthening), που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλλουν τα σύνορα των κόκκων στην ολίσθηση των αταξιών, οδηγεί στην εξάρτηση του ορίου διαρροής από το μέγεθος των κόκκων.

(5) Ισχυροποίηση από καθίζηση και διασπορά φάσεων και ενδομεταλλικών ενώσεων (precipitation and dispersion strengthening), που οφείλεται στην αντίσταση, που προβάλλουν σωματίδια άλλων φάσεων, τα οποία σχηματίζονται είτε από καθίζηση είτε από μηχανική διασπορά. Οδηγεί στην εξάρτηση του ορίου διαρροής από το κλάσμα όγκου και το μέσο μέγεθος των σωματιδίων.

Σε ένα κραματικό σύστημα είναι δυνατόν να λειτουργεί ένας ή περισσότεροι από τους παραπάνω μηχανισμούς. Αξίζει να σημειωθεί ότι η σύγχρονη τάση στο σχεδιασμό κραμάτων είναι η συμμετοχή περισσότερων μηχανισμών ισχυροποίησης για τη διαμόρφωση της συνολικής αντοχής του κράματος [11, 13, 19, 20].

2.2.1 Ισχυροποίηση από σύνορα κόκκων

Τα σύνορα των κόκκων παρεμποδίζουν την ολίσθηση των αταξιών αφού κατά μήκος των συνόρων αλλάζει ο προσανατολισμός των κρυσταλλικών επιπέδων και επομένως του συστήματος ολισθήσεως, από τον ένα κόκκο στον επόμενο. Το γεγονός αυτό οδηγεί στην εξάρτηση του ορίου διαρροής σ_y από το μέγεθος των κόκκων, αφού ένα λεπτόκοκκο υλικό περιέχει περισσότερα σύνορα.

Πρώτοι οι Hall και Petch καθιέρωσαν τη σχέση μεταξύ ορίου διαρροής και μεγέθους κόκκων ως:

$$\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$$

όπου d η μέση διάμετρος των κόκκων, k_y ο συντελεστής Hall-Petch και σ_0 η πλεγματική αντίσταση ή το όριο διαρροής μονοκρυστάλλου. Η παραπάνω σχέση είναι γνωστή ως σχέση Hall-Petch και ακολουθείται από πολλά μέταλλα [13, 18].

2.3 Γενικά περί χαλύβων IF (Interstitial Free)

Πρόκειται για μαλακούς χάλυβες πολύ χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα που χαρακτηρίζονται από εξαιρετική εν ψυχρώ διαμορφωσιμότητα (deep drawability). Ονομάζονται έτσι καθώς τα στοιχεία παρεμβολής (interstitial elements) C και N βρίσκονται σε πολύ χαμηλή περιεκτικότητα – της τάξης των 30 ppm (0,003% κ.β.). Πρωτοπαρήχθησαν στις αρχές της δεκαετίας του 1980 στην Ιαπωνία και το 1995 η παγκόσμια παραγωγή τους έφτασε τα 15 εκατομμύρια τόνους.

Η υψηλή εν ψυχρώ διαμορφωσιμότητά τους οφείλεται κυρίως στην κυριαρχία του ιστού {111} και στη σχετικά χονδρόκοκκη μικροδομή που επιτυγχάνονται με τη σταθεροποιητική δράση καρβιδίων και νιτριδίων του Ti, του Nb ή του V κατά την ανακρυστάλλωση.

Αυτή η κατηγορία χαλύβων χρησιμοποιείται ευρύτατα στην αυτοκινητοβιομηχανία για την κατασκευή των αποσπώμενων τμημάτων του αμαξώματος (θύρες, προφυλακτήρες, καλύμματα κινητήρα και χώρου αποσκευών). Εκτός από εξαιρετική εν ψυχρώ διαμορφωσιμότητα, χαρακτηρίζονται και από πολύ υψηλή ποιότητα επιφάνειας.

Η διαμορφωσιμότητα αυτών των χαλύβων αφορά κυρίως στη συμπεριφορά των φύλλων κατά τη βαθειά κοίλανση εν ψυχρώ (deep drawing).

Ως μέγεθος ενδεικτικό της ικανότητας διαμορφωσιμότητας και της αντίστασης στη μείωση πάχους (thinning) κατά τη διαμόρφωση ορίζεται το μέγεθος r , γνωστό ως <<Lankford value>> που ισούται με το λόγο της παραμόρφωσης στη διεύθυνση του πλάτους (e_w) προς την παραμόρφωση στη διεύθυνση του πάχους (e_t) και υπολογίζεται κυρίως κατά τη δοκιμή εφελκυσμού : $r = e_w / e_t$

Η τιμή του r διαφέρει με τη διεύθυνση λόγω της ανισοτροπίας του χαλύβδινου φύλλου που οφείλεται στον ιστό της έλασης. Αυτή η ανισοτροπία γίνεται μακροσκοπικά αντιληπτή με την εμφάνιση <<αυτιών>> (earring) κατά τη δοκιμή βαθειάς κοίλανσης εν ψυχρώ – Swift cup test [7, 8, 10].

2.4 Σχέση θερμικών κατεργασιών – Μικροδομής – Μηχανικών ιδιοτήτων στους χάλυβες

Οι διάφορες θερμικές κατεργασίες, όπως η ανόπτηση, επιδρούν έντονα στο μέγεθος των κόκκων του χάλυβα. Η θέρμανση προκαλεί την ανακρυστάλλωση της παραμορφωμένης μικροδομής και επιπλέον επιδρά στο μέγεθος και τη διασπορά των κατακρημνισμάτων (καρβιδίων, νιτριδίων κλπ) που παρεμποδίζουν την αύξηση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων (φαινόμενο Zener). Πιθανή πάχυνση των

κατακρημνισμάτων (Ostwald ripening) τα καθιστά αδρανή και ανίκανα να σταθεροποιήσουν το μέγεθος των κόκκων του χάλυβα.

Βασικές παράμετροι που επηρεάζουν τα παραπάνω φαινόμενα, είναι ο χρόνος και η θερμοκρασία ανόπτησης, λόγω των μεταβολών που επιφέρουν στο μέγεθος και την κατανομή των κατακρημνισμάτων του Τιτανίου, του Νιοβίου ή του Βαναδίου.

Η μεταβολή της μικροδομής επιφέρει δραστικές μεταβολές στις μηχανικές ιδιότητες του χάλυβα. Από τις εργασίες των Hall – Petch ($R_e = R_o + kd^{-1/2}$) είναι γνωστό ότι οι τιμές των ορίων διαρροής και της σκληρότητας είναι αντιστρόφως ανάλογες του μεγέθους κόκκου [3, 7, 18].

2.5 Παραγωγή χαλύβων IF

Οι χάλυβες IF υπάγονται στους μαλακούς χάλυβες και προορίζονται κυρίως για εφαρμογές βαθιάς κοίλανσης (deep drawing). Συνεπώς παράγονται και διατίθενται εμπορικά υπό μορφή ελασμάτων – φύλλων (sheets).

Παράγονται από καθησυχασμένους με αλουμίνιο χάλυβες (aluminium killed steels). Η παραγόμενη – από τη διαδικασία αποξείδωσης – μπιγιέττα (πλίνθωμα) υφίσταται θερμή έλαση ώστε να προσεγγίσει τις επιθυμητές διαστάσεις του τελικού προϊόντος. Η θερμή έλαση περιλαμβάνει και την ανόπτηση κατά την οποία λαμβάνει χώρα η ανακρυστάλλωση, διαδικασία απαραίτητη για τη διαμόρφωση του τελικού ιστού. Η ανόπτηση σε αυτήν την περίπτωση διαρκεί λίγα δευτερόλεπτα ή λεπτά μέχρι ο χάλυβας να επαναδιέλθει από το έλαστρο.

Στην περίπτωση των χαλύβων IF, προτιμάται η εφαρμογή ψυχρής έλασης μετά τη θερμή καθώς έχει βρεθεί πειραματικά ότι αυτός ο συνδυασμός εξασφαλίζει τις βέλτιστες μηχανικές ιδιότητες. Η ιδανική συνολική μείωση πάχους κατά την ψυχρή έλαση είναι 80 – 90 % καθώς αυτή επιφέρει μεγιστοποίηση του μεγέθους r . Στην περίπτωση αυτή, η ανακρυστάλλωση λαμβάνει χώρα κατά την ακόλουθη ανόπτηση. Η ανόπτηση μπορεί να είναι συνεχής (continuous annealing) ή να γίνεται κατά παρτίδες / στάδια (batch annealing). Ο χρόνος ανόπτησης μπορεί να υπερβαίνει και τη μία εβδομάδα στην περίπτωση της ανόπτησης κατά παρτίδες (στάδια).

Κατά την ανόπτηση, λαμβάνει χώρα ανακρυστάλλωση κόκκων του παραμορφωμένου – από την έλαση – χάλυβα. Ο έλεγχος της ανακρυστάλλωσης επιτυγχάνεται μέσω της δράσης των κατακρημνισμάτων (καρβίδια, νιτρίδια και καρβονιτρίδια του Ti, του Nb ή του V), το μέγεθος και η διασπορά των οποίων επίσης επηρεάζεται από τις συνθήκες ανόπτησης. Με το πέρας της ανακρυστάλλωσης έχει σχηματιστεί ο τελικός ιστός του χαλύβδινου φύλλου και συνεπώς έχουν οριστικοποιηθεί οι μηχανικές του ιδιότητες και ιδιαίτερα η διαμορφωσιμότητά του (deep drawability), δηλαδή η συμπεριφορά του σε βαθιά κοίλανση εν ψυχρώ.

Εκτός από την ψυχρή έλαση και την επακόλουθη ανόπτηση, σημαντικές παράμετροι που επηρεάζουν τον τελικό ιστό, είναι ο ιστός μετά το πέρας της θερμής έλασης – αλλά και ο αρχικός ιστός στερεοποίησης.

Το παραγόμενο έλασμα υφίσταται αντιδιαβρωτική επικάλυψη, συνήθως γαλβανισμό σε λουτρό (τήγμα) ψευδαργύρου ή κραμάτων του. Το τελικό προϊόν είναι έτοιμο για εν ψυχρώ μορφοποίηση. Όπως θα εξεταστεί παρακάτω, η αντιδιαβρωτική επικάλυψη υποβιβάζει ελαφρώς τη διαμορφωσιμότητα του ελάσματος [1, 8, 17, 20].

Όλα τα προαναφερθέντα εξετάζονται εκτενέστερα παρακάτω.

2.6 Χημικές ιδιότητες χαλύβων IF

2.6.1 Χημική σύσταση

2.6.1.1 Γενικά

Όπως προαναφέρθηκε, οι χάλυβες αυτού του τύπου περιέχουν αμελητέες περιεκτικότητες διαλυμένου άνθρακα και αζώτου, της τάξεως των <0,003 % κ.β. C και <0,004 % κ.β. N. Η χαμηλή περιεκτικότητα άνθρακα εξασφαλίζει στο χάλυβα αυξημένη ολκιμότητα, αυξημένη διαμορφωσιμότητα, αντίσταση στη μείωση πάχους κατά τη μορφοποίηση (thinning), δυσθραυστότητα (toughness), μηχανουργική κατεργασιμότητα, συγκολλησιμότητα και μειωμένη σκληρότητα.

Επιπλέον, η απουσία του άνθρακα ως εν διαλύσει στοιχείο, καθιστά τους χάλυβες IF ανθεκτικούς στη γήρανση και υποβολή σε γαλβανισμό. Η χαμηλή περιεκτικότητα αζώτου εγγυάται βελτίωση της ολκιμότητας και της δυσθραυστότητας (toughness). Η δέσμευση των δύο στοιχείων παρεμβολής επιτυγχάνεται με προσθήκη καρβιδιογόνων και νιτριδιογόνων σταθεροποιητικών στοιχείων, Ti, Nb και V που οδηγεί σε σχηματισμό καρβιδίων, νιτρίδιων και καρβιδονιτρίδιων.

Οι χάλυβες IF περιέχουν επιπλέον και κάποια στοιχεία σκλήρυνσης, όπως το μαγγάνιο και το πυρίτιο. Πιθανόν επίσης να περιέχουν αλουμίνιο (αποξειδωτικό), φώσφορο, θείο και βόριο [11, 13, 20].

Ακολουθεί συνοπτική περιγραφή της επίδρασης των παραπάνω στοιχείων στις μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων IF.

Πίνακας 1. Χημική σύσταση των χαλύβων με Ti και με Ti-V.

ΧΑΛΥΒΕΣ	C	N	S	Al	Mn	Si	P	Ti	Nb	V
Ti only	0,0025	0,0038	0,003	0,02	0,16	0,016	0,012	0,026	0,003	<0,001
Ti - V	0,0033	0,0029	0,003	0,036	0,17	0,014	0,012	0,02	0,004	0,081

2.6.2 Δράση των στοιχείων

2.6.2.1 Στοιχεία παρεμβολής C, N

Κατά την ανακρυστάλλωση του ημιτελικού - μετά την έλαση - προϊόντος, τα άτομα άνθρακα και αζώτου που βρίσκονται διαλυμένα στο πλέγμα του υλικού (στερεό διάλυμα), συμβάλλουν στην ανάπτυξη των ανεπιθύμητων ιστών {110} και {100} που υποβιβάζουν τη διαμορφωσιμότητα του τελικού προϊόντος. Αντιθέτως, η μειωμένη παρουσία τους ευνοεί την ανάπτυξη του επιθυμητού ιστού {111} και συνεπώς την επίτευξη υψηλής διαμορφωσιμότητας.

Ειδικότερα το άζωτο, μειώνει την ολκιμότητα των χαλύβων και αυξάνει τη θερμοκρασία μετάβασης από την όλκιμη στην ψαθυρή συμπεριφορά. Έχει βρεθεί ότι πιθανόν να σχηματίζει λεπτό στρώμα στα όρια των κόκκων ωστενίτη σε χάλυβες χαμηλού άνθρακα. Άλλοι ερευνητές θεωρούν πως τα νιτρίδια που κατακρημνίζονται στα όρια των κόκκων είναι υπεύθυνα για αυτό το φαινόμενο και τα υψηλά ποσοστά N στο υλικό, δεν επιφέρουν ψαθυρότητα. Γενικότερα πάντως η παρουσία ατόμων N στα όρια επηρεάζει τη συνοχή τους λόγω παραγόντων όπως, η ενέργεια παραμόρφωσης λόγω παρουσίας των ατόμων N, οι αλλαγές στην πυκνότητα της ηλεκτρονικής ενέργειας και οι αλλαγές στην πυκνότητα της μαγνητικής ενέργειας. Ο τελευταίος παράγοντας αφορά τα μαγνητικά υλικά όπως ο σίδηρος και οι χάλυβες. Γενικότερα, το άζωτο εξασθενεί τους δεσμούς των ατόμων Fe στα όρια των κόκκων και μειώνει τοπικά την πυκνότητα της μαγνητικής ενέργειας [13, 20].

2.6.2.2 Σταθεροποιητικά στοιχεία Ti, V και Nb

Ο ρόλος των δύο αυτών στοιχείων είναι διττός. Αφενός, δεσμεύουν τον άνθρακα και το άζωτο σχηματίζοντας καρβίδια, νιτρίδια και καρβιδονιτρίδια. Μειώνουν συνεπώς το ποσοστό του διαλυμένου C και N συμβάλλοντας στην ενίσχυση του ιστού {111} και συνεπώς στη βελτίωση της διαμορφωσιμότητας. Παράλληλα, τα σχηματιζόμενα κατακρημνίσματα ελέγχουν την κίνηση των ορίων των κόκκων κατά την ανακρυστάλλωση (Zener Drag Effect), σταθεροποιώντας το μέγεθος των κόκκων του τελικού προϊόντος. Τα συνήθη σωματίδια που κατακρημνίζονται είναι τα :

TiC NbC TiN NbN Ti₄C₂S₂ TiS AlN VC VN

(Το Al εισέρχεται στο χάλυβα κατά τη διαδικασία της αποξείδωσης).

Το Ti επιλέχθηκε και προτιμάται έναντι των V και Nb καθώς αφενός τα σιδηροκράματά του είναι φθηνότερα, αφετέρου έχει καλύτερο ατομικό λόγο (atomic ratio) Me/C. Το Τιτάνιο αντιδρά με πολλά μεταλλοειδή, κατά σειρά με το Οξυγόνο, Άζωτο, Θείο, Άνθρακα και Φώσφορο.

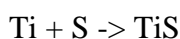
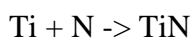
Βάσει της περιεκτικότητάς τους στα δύο παραπάνω στοιχεία, οι χάλυβες IF διακρίνονται στις τρεις ακόλουθες κατηγορίες:

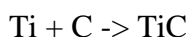
1. Χάλυβες IF Τιτανίου,
2. Χάλυβες IF Βαναδίου
3. Χάλυβες IF Τιτανίου και Βαναδίου [1, 6, 10].

Ακολουθεί συνοπτική αναφορά και περιγραφή των κυριότερων χαρακτηριστικών των τριών παραπάνω κατηγοριών:

Χάλυβες IF με προσθήκες Τιτανίου

Το Τιτάνιο δεσμεύει τα στοιχεία C, N, S σχηματίζοντας TiN και TiS. Εφόσον δεσμευτεί όλο το Άζωτο και το Θείο, σχηματίζεται καρβίδιο TiC. Επιπλέον, είναι δυνατόν να κατακρημνιστεί και Ti₄C₂S₂. Ο μηχανισμός κατακρήμνισης σε αυτούς τους χάλυβες είναι ο εξής:





Το ελάχιστο ποσό Ti που απαιτείται για να σταθεροποιήσει το χάλυβα, να δεσμεύσει δηλαδή όλα τα διαλελυμένα άτομα C, N, S, υπολογίζεται από τη σχέση

$$\text{Ti} = 4\text{C} + 3,42\text{N} + 1,5\text{S}$$

Γενικότερα συνίσταται η χρήση επιπλέον ποσότητας Τιτανίου από την στοιχειομετρικώς απαιτούμενη (περίσσεια).

Οι χάλυβες IF Τιτανίου παραμένουν ανεπηρέαστοι από μεταβολές στη σύσταση και στις μεταβολές στις κατεργασίες. Αυτό συμβαίνει καθώς τα κατακρημνίσματα TiN και TiS σχηματίζονται σε υψηλές θερμοκρασίες και παραμένουν ανεπηρέαστα από τις κατεργασίες χαμηλότερων θερμοκρασιών.

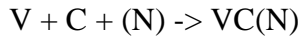
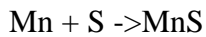
Η δράση των TiS και $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ αποτελεί αντικείμενο μελέτης. Βάσει ερευνών, προέκυψαν τα παρακάτω πιθανά συμπεράσματα:

1. Πιθανόν τα τεμαχίδια TiS να αποτελούν περιοχές πυρήνωσης για TiC. Συνεπώς, η μείωση της ποσότητας Θείου επιφέρει καθυστέρηση στην κατακρήμνιση TiC.
2. Η μείωση του Ti συνεπάγεται κατακρήμνιση $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ στη θέση του TiS. Αυτό το γεγονός ελέγχει τη σταθεροποίηση του άνθρακα καθώς τα κατακρημνίσματα $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ απομακρύνουν το διαλυμένο C νωρίτερα (σε υψηλότερες T), είναι μεγαλύτερα και πιο σταθερά.
3. Το TiS κατακρημνίζεται πρώτο και εν συνεχεία μετασχηματίζεται σε $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$.

Συνοψίζοντας, το ποσοστό Θείου στους Χάλυβες IF, θα πρέπει να ρυθμίζεται βάσει της περιεκτικότητας σε C και Ti ώστε να εξασφαλίζεται η επιθυμητή κατακρήμνιση του $\text{Ti}_4\text{C}_2\text{S}_2$ [1, 6, 10].

Χάλυβες IF με προσθήκες Βαναδίου

Σε αυτήν την περίπτωση ο μηχανισμός κατακρήμνισης είναι ο εξής:



Όπως προαναφέρθηκε, το Al εισέρχεται στο χάλυβα κατά τη διαδικασία της αποξείδωσης (καθησυχασμού). Το AlN κατακρημνίζεται σε υψηλές θερμοκρασίες με αποτέλεσμα τη μείωση του διαθέσιμου αζώτου για το σχηματισμό του VCN [10, 17].

Χάλυβες IF με προσθήκες Τιτανίου και Βαναδίου

Οι χάλυβες αυτοί αποτελούν τον ιδανικό συνδυασμό των δύο κατηγοριών που εξετάστηκαν παραπάνω. Επιπλέον, αποτελούν ιδανικό υλικό για υποβολή σε γαλβανισμό, διαδικασία που ακολουθείται εκτενώς στις αυτοκινητοβιομηχανίες. Οι ελάχιστες (στοιχειομετρικές) ποσότητες Τιτανίου και Βαναδίου που απαιτούνται για τη σταθεροποίηση των χαλύβων αυτής της κατηγορίας είναι οι εξής:

$$\text{V} = 7,75 \text{ C}$$

$$\text{Ti} = 3,42\text{N} + 1,5\text{S}$$

Εάν υπάρχει έλλειμμα Τιτανίου, πρώτα σχηματίζεται TiN και όσο S παραμένει μετά το σχηματισμό TiS, δίνει MnS. Εάν υπάρχει έλλειμμα Τιτανίου και/ή Βαναδίου, τότε ο διαλυμένος άνθρακας πιθανόν να προκαλέσει σκλήρωση κατά τη βαφή με μογιά του διαμορφωμένου εξαρτήματος (bake hardenability).

Επιπλέον, το εναπομείναν Τιτάνιο πιθανόν να προκαλέσει επιφανειακές ατέλειες στο υλικό, όπως επιφανειακές ραβδώσεις (surface streaking).

Γενικότερα, οι Χάλυβες IF Τιτανίου και Βαναδίου επιδεικνύουν μεγαλύτερη αντίσταση στην δευτερογενή ψαθυρότητα (cold work embrittlement) και καλύτερη συμπεριφορά στην κόπωση σημειακά συγκολλημένων εξαρτημάτων (spot weld fatigue characteristics) [10, 11, 13].

Σύγκριση

1. Μία βασική και σημαντική διαφορά των τριών τύπων χάλυβων που αναφέρθηκαν είναι η θερμοκρασία μετάβασης από την όλκιμη στην ψαθυρή συμπεριφορά. Οι χάλυβες τιτανίου παρουσιάζουν την υψηλότερη ενώ οι άλλες δύο κατηγορίες τη χαμηλότερη.

2. Επιπλέον, οι χάλυβες IF-V παρουσιάζουν χαμηλότερη όλκιμότητα και διαμορφωσιμότητα (r) σε σχέση με τους IF-Ti.

Στους χάλυβες IF με προσθήκες Ti, οι κορυφαίες τιμές όλκιμότητας και r είναι 50% και 1,9 αντίστοιχα και επιτυγχάνονται σε περιεκτικότητες 0,0025 % κ.β. C και 0,035 % κ.β. Ti. Χαμηλότερες περιεκτικότητες σε άνθρακα θεωρούνται μη ρεαλιστικές για εμπορική χρήση. Στους χάλυβες IF με προσθήκες V οι κορυφαίες τιμές όλκιμότητας και r είναι 50% και 1,87 αντίστοιχα και επιτυγχάνονται σε περιεκτικότητες 0,0023 % κ.β. C και 0,065 % κ.β. V. Οι χαμηλότερες τιμές όλκιμότητας και διαμορφωσιμότητας, πιθανόν να οφείλονται στην κατακρήμνιση λεπτομερών καρβονιτριδίων που εκλεπτύνουν τους κόκκους κατά την ανακρυστάλλωση (λόγω φαινομένου Zener pinning).

3. Γενικότερα, οι χάλυβες IF με προσθήκες V χαρακτηρίζονται από υψηλότερη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης απ' ό,τι οι χάλυβες IF με προσθήκες Ti. Ίσως αυτό οφείλεται στην παρουσία λεπτομερέστερων κατακρημνισμάτων στους χάλυβες IF με προσθήκες V που πιθανόν απαιτούν υψηλότερες θερμοκρασίες ώστε να ενεργοποιηθεί η διαδικασία της ανακρυστάλλωσης και βέβαια αντιστέκονται εντονότερα στην ανάπτυξη των κόκκων λόγω του μικρού μεγέθους τους (Zener pinning). Επιπλέον, αύξηση των V(C,N) και του διαλυμένου V επιφέρει αύξηση της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης. Λόγω των παραπάνω, η περιεκτικότητα σε Νιόβιο δεν πρέπει να ξεπερνά το 0,025 % [10, 12, 13].

2.6.2.3 Θείο

Χαμηλή περιεκτικότητα S στους Χάλυβες IF συνεπάγεται καθυστέρηση στην κατακρήμνιση λεπτομερών TiC λόγω προτιμητέας κατακρήμνισης $Ti_4C_2S_2$. Αυτό συνεπάγεται αυξημένη τάση για ανακρυστάλλωση και ανάπτυξη κόκκων κατά την ανόπτηση λόγω της μειωμένης παρουσίας λεπτομερών κατακρημνισμάτων TiC που θα εμπόδιζαν τη μεγέθυνση των ανακρυσταλλωμένων κόκκων (Zener Drag Effect). Ο συνδυασμός κατάλληλης περιεκτικότητας σε Θείο και κατάλληλης Θερμοκρασίας Αναθέρμανσης Πλινθώματος (Slab Reheat Temperature – SRT) (< 1150 °C), μειώνει την περιεκτικότητα TiC στο υλικό και συνεπώς επηρεάζει την πορεία της ανακρυστάλλωσης και συνεπώς την τιμή του r [13, 17].

2.6.2.4 Μαγγάνιο

Στους Χάλυβες IF που περιέχουν μαγγάνιο και θείο σε ποσοστά άνω του 0,08 % κ.β. και 0,001 % κ.β. αντίστοιχα, παρατηρείται σχηματισμός MnS. Αυτά τα κατακρημνίσματα προκαλούν εκλέπτυνση του κόκκου στη θερμοκρασιακή περιοχή του μετασχηματισμού ωστενίτη -> φερρίτη. Όταν η περιεκτικότητα σε Mn είναι χαμηλή ($< 0,005$ %) και η περιεκτικότητα σε C, S και Ti είναι κατάλληλη, πιθανόν να κατακρημνιστούν TiS και $Ti_4C_2S_2$ [13, 17].

2.6.2.5 Στοιχεία σκλήρωσης Mn, Si, P

Τα τρία αυτά στοιχεία αυξάνουν το όριο διαρροής και την αντοχή σε εφελκυσμό του χάλυβα. Ωστόσο μειώνουν την ολκιμότητά του και τη διαμορφωσιμότητά του. Την ασθενέστερη αρνητική επίδραση επιφέρει ο φώσφορος και τη μέγιστη το μαγγάνιο. Παρά τα οφέλη του P (αύξηση της αντοχής σε συνδυασμό με σχετικά μικρή μείωση του r), η χρήση του για την ενίσχυση του χάλυβα δεν ενδείκνυται καθώς προκαλεί άνοδο της θερμοκρασίας μετάπτωσης από την όλκιμη στην ψαθυρή συμπεριφορά. Συνεπώς ελλοχεύει ο κίνδυνος δευτερογενούς ψαθυρότητας κατά την ψυχρή διαμόρφωση (secondary cold work embrittlement) ενός ήδη διαμορφωμένου τεμαχίου. Το φαινόμενο σχετίζεται με τη συγκέντρωση του φωσφόρου στα όρια των κόκκων (grain boundary segregation) κατά την ψύξη στις διάφορες φάσεις της παραγωγής [13, 17, 19].

2.6.2.6 Επίδραση Ακαθαρσιών Cu, Ni, Cr, Sn

Τα τέσσερα παραπάνω στοιχεία εισέρχονται στο χάλυβα όταν αυτός βρίσκεται ακόμη υπό μορφή τήγματος.

Αξιοσημείωτη είναι η μείωση του r που επιφέρει η παρουσία του Χρωμίου και του Κασσιτέρου. Η δράση τους εξαρτάται και από τη θερμοκρασία SRT [13, 17].

2.6.2.7 Οξείδωση

Η οξείδωση των συστατικών των χαλύβων IF αφορά κυρίως τα ιδιαίτερος ευοξειδωτά στοιχεία όπως τα Al, Mn, Si. Επίσης ο άνθρακας σε υψηλές θερμοκρασίες ενώνεται με το οξυγόνο, γεγονός που οδηγεί σε απανθράκωση του χάλυβα (έκλυση CO_2). Η απανθράκωση μπορεί να οδηγήσει σε μεγέθυνση του κόκκου καθώς η οξείδωση δεν προσβάλλει μόνο τον διαλυμένο άνθρακα αλλά και τον άνθρακα των καρβιδίων [13, 17].

2.6.2.8 Επιφανειακός Διαφορισμός

Κατά την ανόπτηση των χαλύβων IF, παρατηρείται διάχυση των εν διαλύσει στοιχείων, όπως το άζωτο, ο άνθρακας και τα στοιχεία P, Sn, Sb, As, S, προς την επιφάνεια του χαλύβδινου σώματος. Αυτή η μετακίνηση ατόμων σε συνδυασμό με την απορρόφηση αζώτου από την ατμόσφαιρα πιθανόν να οδηγήσουν στο σχηματισμό νιτριδίων στην επιφάνεια του χάλυβα, όπως το νιτρίδιο του Βορίου. Αυτό το φαινόμενο πρέπει να λαμβάνεται υπόψη καθώς επηρεάζει διάφορες επακόλουθες επιφανειακές κατεργασίες, όπως ο γαλβανισμός που εφαρμόζεται ευρύτατα στην αυτοκινητοβιομηχανία [8, 13, 17].

2.6.3 Αντιδιαβρωτική προστασία

2.6.3.1 Γαλβανισμός (hot dip coating)

Η συνήθης αντιδιαβρωτική κατεργασία για αυτού του τύπου τους χάλυβες είναι ο γαλβανισμός – High Temperature Batch Hot-Dip Galvanizing (HT – HDG). Το χαλύβδινο έλασμα βυθίζεται σε λουτρό Zn ή κραμάτων του και στη διεπιφάνεια λαμβάνει χώρα σχηματισμός επιστρώματος αποτελούμενος από κράματα Fe-Zn, όπως οι φάσεις ζ (FeZn_{13}), δ, Γ ($\text{Fe}_3\text{Zn}_{10}$) και α. Ο τυπικές θερμοκρασίες του λουτρού είναι 520 – 560 °C. Παρά τις αντιδιαβρωτικές και αντιτριβικές (wear and abrasion resistance) ιδιότητες των επιστρωμάτων, αυτά χαρακτηρίζονται από ψαθυρότητα – τόσο οι επικαλύψεις HT – HDG όσο και αυτά που παράγονται με γαλβανοανόπτηση (galvannealing). Αυτό οφείλεται στο ότι η επικάλυψη αποτελείται κυρίως από την ψαθυρή δ φάση. Η όλκιμη φάση ζ έχει περιορισμένη παρουσία. Η μείωση της θερμοκρασίας γαλβανισμού καθώς και άλλες παράμετροι ενισχύουν την παρουσία της φάσης αυτής αυξάνοντας την ολκιμότητα του επιστρώματος.

Η μέθοδος HT – HDG παρέχει καλύτερη επιφάνεια επιστρώματος για βαφή σε σχέση με τις συμβατικές μεθόδους αντιδιαβρωτικής προστασίας (προστασία με καθαρό Zn και όχι με κράματα Fe-Zn) καθώς η επιφάνεια της επικάλυψης είναι πορώδης και επιτρέπει τη διείσδυση της βαφής στους πόρους εξασφαλίζοντας καλύτερο αποτέλεσμα.

Η επικάλυψη των φύλλων από Χάλυβα IF γίνεται πριν τη μορφοποίηση. Συνεπώς, βασική προϋπόθεση είναι η διατήρηση της διαμορφωσιμότητας και της επιφανειακής ποιότητας του υλικού μετά την επικάλυψη. Ουσιαστικά, θα πρέπει οι μηχανικές ιδιότητες και η συνολική ποιότητα του προϊόντος εν γένει, να διατηρούνται στα επίπεδα του αρχικού χαλύβδινου ελάσματος. Γενικότερα, αναμένεται μείωση της τάξης του 0,2 και 1% για την τιμή του r και της επιμήκυνσης αντίστοιχα σε σχέση με το μη επικαλυμμένο προϊόν. Αυτές οι μειώσεις σχετίζονται με τις ιδιότητες της επικάλυψης και με τη διεπιφάνεια χαλύβδινου υποστρώματος/επικάλυψης και είναι αναπόφευκτες. Μπορούν, ωστόσο, να ελαχιστοποιηθούν. Θα πρέπει γενικά η διαμορφωσιμότητα και γενικότερα οι μηχανικές ιδιότητες του μη επικαλυμμένου χαλύβδινου υλικού να είναι ανώτερες των απαιτούμενων ώστε να αντισταθμιστεί η αρνητική επίδραση του γαλβανισμού.

Γενικότερα η συμπεριφορά του επιστρώματος κατά τη μορφοποίηση εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό του ιστό, το βάρος του και τις κυρίαρχες φάσεις. Εάν η κατανομή φάσεων δεν είναι καλή, πιθανόν κατά τη μορφοποίηση τα φύλλα να παρουσιάσουν επιφανειακά σφάλματα, όπως ξεφλούδισμα (flaking) και κονιορτοποίηση (powdering). Η κατανομή των φάσεων εξαρτάται – τόσο στη γαλβανοανόπτηση όσο και στη HD - HDG – από τη χημική σύσταση του χαλύβδινου υποστρώματος και από το ρυθμό σχηματισμού (rate of formation) των κραμάτων Fe-Zn. Γενικότερα, αυτός ο ρυθμός αυξάνεται με την προσθήκη Τιτανίου στο χάλυβα καθώς στους Ti-IF χάλυβες, η συγκέντρωση άνθρακα στα όρια των κόκκων (segregation) είναι περιορισμένη και συνεπώς τα άτομα Fe διαχέονται εύκολα προς αυτά – σχηματίζοντας ευκολότερα τα κράματα με τον Zn. Ωστόσο, οι χάλυβες Ti-V IF αποτελούν καλύτερο υπόστρωμα για εφαρμογή HT – HDG σε σχέση με τους Ti IF λόγω του πιο ομοιόμορφου επιστρώματος που σχηματίζουν. Η απουσία

Βαναδίου θα προκαλούσε επιτάχυνση των αντιδράσεων του Fe με τον Zn που θα οδηγούσε σε σημαντικά προβλήματα επιφανειακών ανωμαλιών (outburst phenomena).

Η παρουσία πολύ χαμηλής περιεκτικότητας σιδήρου στο τήγμα επικάλυψης οδηγεί στην επικράτηση της φάσης ζ. Αυτό συνεπάγεται υψηλό συντελεστή τριβής καθώς και πιθανά φαινόμενα ξεφλουδίσματος (flaking) και/ή αναποτελεσματική ροή υλικού κατά τη μορφοποίηση. Εάν η περιεκτικότητα του σιδήρου είναι πολύ υψηλή, το επίστρωμα έχει την τάση να τρίβεται υπό μορφή κόνεως κατά τη μορφοποίηση. Αυτό οφείλεται στην παρουσία της φάσης Γ κοντά στο υπόστρωμα.

Γενικότερα, στους χάλυβες IF, η κινητική των αντιδράσεων σιδήρου-ψευδαργύρου είναι πιο αργή απ' ό,τι στους συμβατικούς χάλυβες και συνεπώς για την ανόπτηση απαιτείται μεγαλύτερος χρόνος και υψηλότερη θερμοκρασία ώστε να αναπτυχθεί στρώμα Fe-Zn με 10% Fe. Επιπλέον, όσον αφορά στη μέθοδο galvannealing, τα κραματικά στοιχεία όπως το Ti, Nb, V, Mn, P, Si επηρεάζουν το σχηματισμό των συστατικών του επιστρώματος.

Επιφανειακές αναλύσεις με XPS (X-ray photoelectron spectroscopy) έδειξαν ότι στοιχεία όπως ο P και το Mn που συγκεντρώνονται (segregation) στην επιφάνεια και κατακρημνίζονται ως οξειδία στο ανοπτημένο χαλύβδινο υπόστρωμα, προκαλούν μείωση στις ενώσεις σιδήρου - ψευδαργύρου της επικάλυψης. Όσον αφορά στους χάλυβες IF - Ti-V με P, η ανόπτηση σε ατμόσφαιρα με σημείο δρόσου $-45\text{ }^{\circ}\text{C}$ ή $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$, παρατηρείται απουσία του σιδήρου από το επίστρωμα. Η παρεμπόδιση της ανάπτυξης των συστατικών σιδήρου – ψευδαργύρου στο επίστρωμα εξαρτάται άμεσα από το ποσοστό του χαλύβδινου υποστρώματος που επικαλύφθηκε με οξειδία του μαγγανίου και του φωσφόρου κατά την ανόπτηση [11, 12, 18].

2.7 Θερμικές κατεργασίες χάλυβων IF

2.7.1 Θερμή έλαση

Με τον όρο έλαση, περιγράφεται η διαδικασία μορφοποίησης μεταλλικών πλινθωμάτων - μπιγιέττες – μέσω πλαστικής παραμόρφωσης που προκαλείται κατά τη διέλευσή του ανάμεσα σε δύο κυλίνδρους που περιστρέφονται κατά αντίθετη φορά γύρω από σταθερούς άξονες και παρασύρουν το υλικό μέσω δυνάμεων τριβής. Το διάκενο ανάμεσα στους κυλίνδρους καθορίζει και την τελική διατομή του υλικού και κάθε μείωση του πάχους συνοδεύεται και από αντίστοιχη αύξηση του μήκους του μεταλλικού σώματος. Για να επιτευχθεί το επιθυμητό τελικό πάχος του παραγόμενου ελάσματος, απαιτούνται αρκετά περάσματα από τους κυλίνδρους έλασης.

Η έλαση μπορεί να λαμβάνει χώρα σε υψηλές θερμοκρασίες, οπότε καλείται θερμή έλαση ή μπορεί να εκτελείται στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος, οπότε καλείται ψυχρή έλαση.

Η βασική διαφορά έγκειται στο ότι αφενός κατά τη θερμή έλαση, το υλικό είναι μαλακότερο και υφίσταται ευκολότερα παραμόρφωση, αφετέρου η υψηλή θερμοκρασία της θερμής έλασης επιφέρει ταυτόχρονη ανακρυστάλλωση του υλικού χωρίς να απαιτείται ακόλουθη ανόπτηση, όπως στην περίπτωση της ψυχρής έλασης. Επιπλέον, αυτή η ανόπτηση διαρκεί λίγα λεπτά σε αντίθεση με την ανόπτηση που ακολουθείται μετά από ψυχρή έλαση, που μπορεί να διαρκέσει μέρες.

Η πλειοψηφία των μεταλλικών φύλλων, έχει υποστεί σε κάποιο προηγούμενο στάδιο της παραγωγικής διαδικασίας θερμή έλαση ώστε να επιτευχθεί η μετατροπή του πλινθώματος σε έλασμα.

Στην περίπτωση των χαλύβων IF, τη θερμή έλαση διαδέχεται ψυχρή έλαση [3, 8, 16].

2.7.1.1 Ιστός κατά την έλαση

Ο παραγόμενος ιστός κατά την έλαση των χαλύβων παρουσιάζει επίπεδη συμμετρία. Οι κρύσταλλοι προσανατολίζονται με τέτοιο τρόπο ώστε να αποκτήσουν ένα κοινό κρυσταλλογραφικό επίπεδο παράλληλο στο επίπεδο του ελάσματος και με διεύθυνση ίδια με τη διεύθυνση έλασης. Ο ιστός που προκύπτει μετά τη θερμή ή την ψυχρή έλαση εξαρτάται από τις συνθήκες έλασης και από τις προηγούμενες κατεργασίες στις οποίες υπεβλήθη το υλικό, καθώς και από τον αρχικό ιστό στερεοποίησης.

Όσον αφορά στις συνθήκες έλασης, οι βασικές παράμετροι που επιδρούν στον τελικό ιστό είναι η θερμοκρασία και ο βαθμός παραμόρφωσης. Επιπλέον, σημαντικό ρόλο παίζει το μέγεθος κόκκου του μετάλλου, η πιθανή λίπανση των ελάστρων και ο τρόπος έλασης, καθώς η έλαση μπορεί είτε να γίνεται προς μία κατεύθυνση εμπρός – πίσω (πολλές διελεύσεις από το ίδιο έλαστρο), είτε εμπρός εγκάρσια, ανάλογα με τη διάταξη και τον αριθμό των ελάστρων.

Στην περίπτωση των χαλύβων IF της αυτοκινητοβιομηχανίας επιδιώκεται η επίτευξη ισότροπων ελασμάτων ώστε να υφίστανται ομοιόμορφα βαθιά κοίλανση. Η πιθανή ανισοτροπία, εκδηλώνεται μέσω ανισότροπης επιμήκυνσης που γίνεται μακροσκοπικά αντιληπτή με το σχηματισμό "αυτιών" κατά τις δοκιμές κοίλανσης (φαινόμενο "earring"). Γενικότερα, όπως προαναφέρθηκε, ο ιδανικός ιστός για τέτοιες εφαρμογές είναι ο {111} καθώς αφενός παρουσιάζει μειωμένα φαινόμενα "earring" - μειωμένη σπατάλη υλικού - αφετέρου διαθέτει μεγάλη ικανότητα εκλέπτυνσης.

Ειδικότερα στα ελάσματα, η ανισοτροπία μπορεί να εξετασθεί λαμβάνοντας υπ' όψιν ότι στην ουσία, ένα χαλύβδινο έλασμα είναι ένα σύνθετο υλικό που αποτελείται από επιμήκεις κόκκους – ίνες που περιβάλλονται από μία ομογενή μεταλλική μήτρα. Συνεπώς, οι μηχανικές ιδιότητες κατά την έννοια του μήκους είναι σαφώς καλύτερες απ' ότι κατά την έννοια του πλάτους. Αυτό ισχύει ιδιαίτερα για τα έντονα πλαστικά παραμορφωμένα μεταλλικά σώματα. Ιδανικός θεωρείται ο ιστός που προσδίδει στα συστήματα ολίσθησης

τέτοιο προσανατολισμό ώστε η αντοχή (strength) στη διεύθυνση του πάχους να είναι μεγαλύτερη απ' ό τι η αντοχή στην οριζόντια επιφάνεια του φύλλου [7, 13].

2.7.1.2 Παράγοντες που επηρεάζουν τον ιστό της θερμής έλασης

Θερμοκρασία αναθέρμανσης του πλινθώματος (Slab reheating temperature – SRT)

Κατά την αναθέρμανση του χαλύβδινου πλινθώματος, διαλύονται τα προϋπάρχοντα κατακρημνίσματα. Σε θερμοκρασία κοντά στους 1250 °C το σύνολο των καρβιδίων και καρβονιτριδίων διαλύονται πλήρως, ενώ τα TiN και TiS διατηρούνται. Η επίδραση της SRT στην τιμή του r , σχετίζεται με τη διάλυση και επανακατακρημνιση καρβιδίων και νιτριδίων. Γενικότερα πάντως, η θερμοκρασία αναθέρμανσης (SRT) δεν επηρεάζει ιδιαίτερα την τιμή r του τελικού προϊόντος εκτός αν είναι χαμηλότερη των 1150 °C [7, 8].

Θερμοκρασία ολοκλήρωσης θερμής έλασης (Finishing temperature)

Η θερμοκρασία τελειώματος θερμής έλασης επηρεάζει τη διαμορφωσιμότητα ανάλογα με την SRT, τη χημική σύσταση του Χάλυβα και τις συνθήκες της θερμής έλασης. Γενικότερα, όταν η θερμοκρασία ολοκλήρωσης θερμής έλασης είναι κοντά στη θερμοκρασία μετασχηματισμού γ (ωστενίτη) \rightarrow α (φερρίτη), το τελικό μέγεθος κόκκου είναι μικρό και συνεπώς η τιμή του r , υψηλή.

Πρέπει να επισημανθεί πως η ύπαρξη λεπτομερούς μικρογραφικής δομής πριν τη θερμή έλαση αποτελεί σημαντική βάση για το σχηματισμό του επιθυμητού ιστού (και συνεπώς για την επίτευξη υψηλής τιμής r) μετά την ψυχρή έλαση και την επακόλουθη ανόπτηση [13, 18].

Θερμοκρασία περιέλιξης του ελάσματος (Coiling temperature)

Όσον αφορά στους Χάλυβες IF Τιτανίου, η θερμοκρασία περιέλιξης δεν επιδρά ουσιαστικά στις μηχανικές τους ιδιότητες, γεγονός που οφείλεται στη σταθερότητα του TiN. Στους Χάλυβες IF με προσθήκες Τιτανίου και Βαναδίου ωστόσο, η αύξηση της θερμοκρασίας επιφέρει αναβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων που βελτιστοποιούνται όταν ο λόγος V/C είναι μικρότερος της μονάδας. Επιπλέον, οι υψηλές θερμοκρασίες "coiling"

συνεπάγονται μεγέθυνση των κατακρημνισμάτων (Ostwald ripening) και συνεπώς τη σχετικά ανεμπόδιστη ανακρυστάλλωση και μεγέθυνση των κόκκων κατά την ανόπτηση. Άμεσο αποτέλεσμα είναι η βελτίωση της διαμορφωσιμότητας του υλικού (για τις εφαρμογές αυτές επιθυμούμε σχετικά μεγάλους κόκκους).

Τέλος, αξίζει να σημειωθεί ότι αύξηση της θερμοκρασίας "coiling" προκαλεί μείωση της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης με όλα τα συνεπαγόμενα οφέλη στο τελικό κόστος [6, 18].

2.7.2 Ψυχρή έλαση

Μετά τη θερμή έλαση, οι χάλυβες IF υποβάλλονται σε ψυχρή έλαση με σκοπό αφ' ενός μεν την επίτευξη του επιθυμητού τελικού πάχους, αφετέρου δε την υποβολή των κόκκων σε πλαστική παραμόρφωση ώστε να αποκτήσει το υλικό την απαιτούμενη ενέργεια για να λάβει χώρα ανακρυστάλλωση κατά την επακόλουθη διαδικασία της ανόπτησης και να επιτευχθούν συνεπώς υψηλές τιμές διαμορφωσιμότητας στο τελικό προϊόν.

Η επίδραση της μείωσης του πάχους του υλικού κατά την ψυχρή έλαση (cold reduction) στην τιμή r είναι σημαντική και για τους τρεις τύπους χαλύβων IF.

Η μέγιστη τιμή επιτυγχάνεται για συνολική μείωση πάχους κατά 90%. Στην πράξη, η μέγιστη δυνατή μείωση είναι 80% λόγω περιορισμών στο πάχος του εν θερμώ ελασμένου υλικού και στην ισχύ των ελάστρων.

Όσον αφορά στις υπόλοιπες μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων IF, όπως η αντοχή σε θραύση (strength), η ολκιμότητα και ο συντελεστής ενδοτράχυνσης n (strain hardening index), οι τιμές τους επηρεάζονται λίγο από το βαθμό μείωσης του πάχους. Ο βαθμός (ένταση) ψυχρής έλασης, επηρεάζει επιπλέον και τις τιμές της διαμορφωσιμότητας στις διάφορες διευθύνσεις (Directional r value). Γενικότερα ισχύει $r_{90} > r$ στις υπόλοιπες διευθύνσεις. Για μείωση άνω του 90%, η r_{45} είναι η μέγιστη.

Να σημειωθεί ότι κατά την ψυχρή έλαση, δεν παρατηρείται μόνο επιμήκυνση των κόκκων αλλά και στροφές των πλεγμάτων κατά συγκεκριμένη διεύθυνση [13, 16].

2.7.3 Ανόπτηση - Ανακρυστάλλωση

Οι δύο κύριες κατηγορίες ανοπτήσεων που εφαρμόζονται στους χάλυβες IF, είναι η συνεχής (continuous annealing) και η ανόπτηση κατά παρτίδες (batch annealing). Κατά την ανόπτηση λαμβάνει χώρα ανακρυστάλλωση και ανάπτυξη κόκκων του εν ψυχρώ διαμορφωμένου υλικού.

Η συνεχής ανόπτηση λαμβάνει χώρα σε υψηλές θερμοκρασίες, 800-900 °C ενώ η ανόπτηση κατά στάδια σε χαμηλότερες, της τάξεως των 650-750 °C.

Κατά τη συνεχή ανόπτηση, ο λόγος r αυξάνεται με αύξηση της θερμοκρασίας μέχρι τη θερμοκρασία μετασχηματισμού $\alpha \rightarrow \gamma$. Σε υψηλότερη θερμοκρασία, αύξηση της T επιφέρει μείωση της τιμής της r λόγω της παρουσίας μείγματος λεπτομερών και χονδροειδών κόκκων. Επιπλέον, βασική παράμετρος είναι ο χρόνος παραμονής στη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης.

Η ανόπτηση εν ψυχρώ ελασμένων χαλύβων χαμηλού άνθρακα, περιλαμβάνει τρία στάδια :

1)Μερική διάλυση καρβιδίων (κατά τη θέρμανση) και απελευθέρωση άνθρακα (διαχέεται μέσα στο μητρικό υλικό).

2)Επαναφορά

3)Ανακρυστάλλωση του παραμορφωμένου φερρίτη

Όσον αφορά στη συνεχή ανόπτηση, πρέπει να σημειωθεί πως η ανακρυστάλλωση και η μεγέθυνση των ανακρυσταλλωμένων κόκκων, πρέπει να διαρκεί πολύ λίγο ώστε να συμβαδίζει με τους υψηλούς ρυθμούς θέρμανσης και τα μικρά χρονικά διαστήματα παραμονής

στη θερμοκρασία ανόπτησης (soaking time) της παραγωγικής διαδικασίας. Προς την κατεύθυνση της μείωσης του απαιτούμενου για την ανακρυστάλλωση χρόνου, πρέπει να συμβάλει ο σχηματισμός των καρβιδίων, νιτριδίων και καρβονιτριδίων.

Όσον αφορά στη μεγέθυνση των κόκκων κατά την ανακρυστάλλωση, αυτή είναι επιθυμητή και σχετίζεται άμεσα με τη διασπορά και το μέγεθος των διαφόρων κατακρημνισμάτων. Γενικότερα, ο έλεγχος των κατακρημνισμάτων στη φάση της ανόπτησης, αποτελεί μια μέθοδο ελέγχου της τελικής μικροδομής. Τα λεπτομερή και πυκνά διασπαρμένα κατακρημνίσματα δεν παρεμποδίζουν την πυρήνωση (και την επαναφορά) των κόκκων με επιθυμητό προσανατολισμό ($\{111\}$). Παρεμποδίζουν ωστόσο την ανάπτυξη αυτών των κόκκων δίνοντας τη δυνατότητα ανάπτυξης του ανεπιθύμητου ιστού $\{100\}$ ή $\{110\}$.

Τα στάδια της ανακρυστάλλωσης στους χάλυβες χαμηλού άνθρακα, παρατίθενται συνοπτικά ακολούθως :

1) Αρχικά, λόγω υψηλής αποθηκευμένης ενέργειας παραμόρφωσης του εν ψυχρώ ελασμένου υλικού (υψηλή κινητήριος δύναμη για επαναφορά), λαμβάνει χώρα πυρήνωση πυρήνων προσανατολισμού $\{111\}$.

2) Αυτοί οι πυρήνες μεγαλώνουν εις βάρος των πλαστικά διαμορφωμένων (deformed) κόκκων ιδίου προσανατολισμού.

3) Όταν το μέγεθός τους πλησιάσει κάποια κρίσιμη τιμή, συνεχίζουν να αναπτύσσονται εις βάρος των γειτονικών διαμορφωμένων κόκκων.

4) Εν συνεχεία, εμφανίζονται πυρήνες με προσανατολισμούς χαμηλότερης ενέργειας (low stored energy orientations) – όπως {112} και {100}.

Το πέρας της ανακρυστάλλωσης επέρχεται όταν οι νέοι κόκκοι καταλάβουν όλο τον όγκο του υλικού.

Οι ανοπτήσεις στην περίπτωση των χαλύβων IF, πραγματοποιούνται σε αδρανή ατμόσφαιρα.

Η ανακρυστάλλωση επηρεάζεται από τους ακόλουθους παράγοντες :

1) Την παραμόρφωση. Η αποθηκευμένη ενέργεια παραμόρφωσης – σε μορφή συμπίεσης διαταραχών και παραμόρφωσης ορίων κόκκων – αποτελεί την κινητήριο δύναμη της ανακρυστάλλωσης.

2) Τη θερμοκρασία. Αύξησή της προκαλεί αύξηση του ρυθμού ανακρυστάλλωσης. Υψηλή θερμοκρασία ανόπτησης συνεπάγεται μεγάλο μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων.

3) Το βαθμό παραμόρφωσης. Υψηλή ένταση διαμόρφωσης συνεπάγεται ανακρυσταλλωμένους κόκκους μικρού μεγέθους.

4) Το μέγεθος του αρχικού κόκκου. Οι κύριες περιοχές πυρήνωσης κατά την ανακρυστάλλωση είναι τα όρια των κόκκων. Μικρότεροι και επομένως περισσότεροι αρχικοί κόκκοι συνεπάγονται περισσότερους πυρήνες ανακρυστάλλωσης [2, 13, 16].

2.7.3.1 Θεωρητική προσέγγιση της ανακρυστάλλωσης κατά τη θερμή έλαση

Για την περιγραφή του φαινομένου της ανακρυστάλλωσης κατά τη θερμή έλαση έχουν διατυπωθεί διάφορες μαθηματικές εξισώσεις, μερικές από τις οποίες παρατίθενται ακολούθως (θεωρείται πως η ανακρυστάλλωση λαμβάνει χώρα ανάμεσα σε δύο διαδοχικά "περάσματα" από το έλαστρο και πως η κάθε παραμόρφωση συνοδεύεται από πλήρη ανακρυστάλλωση και ανάπτυξη κόκκου) [8, 16]:

Εξίσωση του Avrami

$$f_R = 1 - \exp(-c(t-t_{50})^n)$$

όπου f_R είναι το ποσοστό κατ' όγκον του υλικού που ανακρυσταλλώθηκε, t είναι ο χρόνος, t_{50} είναι ο απαιτούμενος χρόνος για την ανακρυστάλλωση του 50% κ.ό. του υλικού και c, n σταθερές.

$$d_{\text{rex}} = 0,5 d_0^{2/3} \varepsilon^{-1}$$

όπου d_{rex} η διάμετρος του ανακρυσταλλωμένου κόκκου, d_0 η διάμετρος των κόκκων πριν την -εκάστοτε- παραμόρφωση και ε η πραγματική παραμόρφωση του υπό έλαση υλικού [8, 16].

Εξισώσεις του Sellars (1980)

$$t_{50} = BS^m \varepsilon^{-4} d_0^2 \exp(Q_r / RT)$$

όπου t_{50} είναι ο απαιτούμενος χρόνος για την ανακρυστάλλωση του 50% κ.ό. του υλικού, B είναι σταθερά σχετική με τη σύσταση του χάλυβα, S είναι ο βαθμός παραμόρφωσης, ε είναι η παραμόρφωση, d_0 είναι το μέγεθος (διάμετρος) του αρχικού κόκκου, Q_r είναι η ενέργεια ενεργοποίησης της ανακρυστάλλωσης, T είναι η θερμοκρασία και m είναι σταθερά. Αύξηση της θερμοκρασίας επιφέρει ταχύτερη ανακρυστάλλωση ενώ υψηλή τιμή παραμόρφωσης επιβραδύνει το φαινόμενο.

$$d_r = C d_0^{2/3} \varepsilon^{-1}$$

όπου d_r είναι η διάμετρος του ανακρυσταλλωμένου κόκκου και C είναι μία σταθερά.

$$d^n - d_r^n = k t$$

όπου d είναι η διάμετρος του κόκκου μετά από χρόνο t , n είναι ο εκθέτης ανάπτυξης κόκκου και k είναι σταθερά εξαρτώμενη από τη θερμοκρασία [8, 16] .

Οι παραπάνω εξισώσεις δεν ανταποκρίνονται απόλυτα στην πραγματικότητα. Στην πράξη, κατά τη θερμή έλαση, παρατηρούνται αποκλίσεις από τις ιδανικές συνθήκες. Η θερμοκρασία των ελάστρων και του υλικού αυξάνεται καθώς μεγάλο ποσοστό της ενέργειας παραμόρφωσης (περίπου 90%) μετατρέπεται σε θερμότητα. Επιπλέον, παρατηρούνται φαινόμενα τριβής. Ως αποτέλεσμα παρατηρείται διαφορετικός βαθμός παραμόρφωσης στη μάζα του υλικού. Σχετικά μαθηματικά μοντέλα που λαμβάνουν υπόψη τα παραπάνω, εξομοιώνουν καλύτερα τη διαδικασία [8, 16] .

2.7.4 Επιδράσεις στον τελικό ιστό

Επίδραση της δομής της θερμής έλασης στον ιστό της ψυχρής έλασης και στον ιστό της ανόπτησης (τελικός ιστός)

Εάν μετά το πέρας της θερμής έλασης παραχθεί ο επιθυμητός ιστός (hot band texture), η επακόλουθη ψυχρή έλαση και ανόπτηση ελάχιστα ενισχύουν τον τελικό ιστό. Εάν αντιθέτως η δομή της θερμής έλασης δεν είναι η επιθυμητή, το τελικό προϊόν (μετά την ψυχρή έλαση και την ανόπτηση) θα χαρακτηρίζεται από ποικιλία (variability) στις ιδιότητες και από σχετικά χαμηλές τιμές r . Αναφορές για σχετικά πειράματα σε αναβράζοντες χάλυβες αποδεικνύουν πως ο ιστός της θερμής έλασης δε μεταβάλλεται ιδιαίτερα μετά την ψυχρή έλαση. Μεταβάλλεται ωστόσο κατά την ανόπτηση δίνοντας τον τελικό επιθυμητό ιστό.

Όπως προαναφέρθηκε, βρέθηκε πως υψηλότερα ποσοστά αυτού του ιστού ($\{111\}$) και συνεπώς καλύτερη διαμορφωσιμότητα, επιτυγχάνεται μέσω ψυχρής έλασης και επακόλουθης ανόπτησης κατά στάδια. Πειράματα έδειξαν πως η θερμή έλαση επιφέρει μικρότερα ποσοστά αυτού του ιστού. Επιπλέον κάποιοι μελετητές υποδεικνύουν πως η εφαρμογή εν ψυχρώ έλασης που επιφέρει μείωση πάχους μεγαλύτερη από τη συμβατική 70% , π.χ. 90%, έχει ως αποτέλεσμα εντονότερη παρουσία του επιθυμητού ιστού γ στο τελικό ανοπτημένο προϊόν. Επιπλέον ισχυρίζονται πως υψηλή διαμορφωσιμότητα επιτυγχάνεται με ομοαξονική φερριτική μικροδομή και όχι με την παρουσία σχετικά επιμηκυμένων κόκκων (pancake morphology).

Να σημειωθεί ότι ο επιθυμητός ιστός των ινών γ , ενισχύεται στη φάση της ανόπτησης, καθώς μετά τη θερμή έλαση και την τελική ψυχρή έλαση, η απουσία του είναι σχετικά ασθενής, όπως έδειξαν σχετικά πειράματα σε κοινούς χάλυβες St15 [8, 16].

2.7.4.1 Επίδραση των κατακρημνισμάτων στον τελικό ιστό

Τα διάφορα κατακρημνίσματα επηρεάζουν, κυρίως με δύο τρόπους, τη διαδικασία της ανακρυστάλλωσης και συνεπώς επιδρούν στο σχηματισμό του τελικού ιστού. Κάποια μεγάλα κατακρημνίσματα, όπως τα νιτρίδια του Τιτανίου με μέγεθος της τάξεως των 0,1 μm , πιθανόν να αποτελέσουν τόπο προτιμητέας πυρήνωσης κόκκων. Αντιθέτως, τα διάφορα λεπτομερή κατακρημνίσματα, όπως το MnS , παρεμποδίζουν την ανάπτυξη των νέων κόκκων (Zener pinning force).

Η συμπεριφορά των κατακρημνισμάτων εξαρτάται και από τη θερμοκρασία ανόπτησης (soaking temperature). Αν αυτή είναι σχετικά χαμηλή, η ανάπτυξη των κόκκων ανακρυστάλλωσης εμποδίζεται λόγω σχηματισμού λεπτομερών κατακρημνισμάτων. Σε υψηλές θερμοκρασίες ανόπτησης - άνω των 830 $^{\circ}\text{C}$ - η ανάπτυξη των κόκκων επιταχύνεται καθώς λαμβάνει χώρα πάχυνση των κατακρημνισμάτων - Ostwald ripening - και συνεπώς η σταθεροποιητική τους δράση εξασθενεί.

Μελέτες έδειξαν πως τα κατακρημνίσματα στους χάλυβες Τιτανίου είναι διασπαρμένα πιο χονδροειδώς (dispersed more coarsely) σε σχέση με αυτά των χαλύβων Βαναδίου με αποτέλεσμα το μεγαλύτερο τελικό μέγεθος κόκκων των πρώτων.

Στους χάλυβες Βαναδίου, εκτός από τα κατακρημνίσματα, εμπόδιο στην κίνηση των ορίων των κόκκων ανακρυστάλλωσης μπορεί να αποτελέσουν και τα εν διαλύσει άτομα - solute drag - με τα επακόλουθα δυσάρεστα αποτελέσματα - μείωση του r και αύξηση της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης [6, 7, 10, 12].

2.7.4.2 Επίδραση του άνθρακα στον τελικό ιστό

Το ποσό του άνθρακα που απελευθερώνεται κατά την ανόπτηση, εξαρτάται κυρίως από τη θερμοκρασία περιέλιξης και ανόπτησης. Η δράση του σχετίζεται με τη συμβολή του στο μηχανισμό μεγέθυνσης των κατακρημνισμάτων - Ostwald ripening - και συγκεκριμένα των καρβιδίων. Σύμφωνα με μελέτες, ο επιθυμητός ιστός $\{111\}$ επιτυγχάνεται με χονδροειδή διασπορά (coarse dispersion) καρβιδίων στη συνεχή ανόπτηση, λόγω του ότι από χονδροειδώς και αραιά διασπαρμένα καρβίδια (widely spaced coarse carbides) διαλύεται λιγότερος άνθρακας - βάσει του φαινομένου Ostwald ripening [11, 19, 20].

Δηλαδή ισχύει η αλληλουχία:

Αραιή διασπορά χονδροειδών αρχικών - πριν την ανόπτηση - καρβιδίων -> επικράτηση του φαινομένου ostwald ripening (διότι τα ευμεγέθη κατακρημνίσματα μεγαλώνουν

ευκολότερα) -> μεγάλα και αραιά διασπαρμένα κατακρημνίσματα μετά την ανόπτηση -> ανεπαρκής Zener pinning force -> μεγάλοι κόκκοι -> σχετικά χονδρομερής δομή -> επιθυμητό.

Αντιθέτως, στην ανόπτηση κατά παρτίδες, το ποσό του C που απελευθερώνεται (διαλύεται) στο φερρίτη είναι πρακτικά ανεξάρτητο της απόστασης (διασποράς) των καρβιδίων λόγω των χαμηλότερων ρυθμών θέρμανσης (heating rates) και του μεγαλύτερου χρόνου παραμονής (soaking time) – μέρες στην κατά παρτίδες ανόπτηση, λεπτά στη συνεχή) [11, 20].

2.8 Μειονεκτήματα των χάλυβων IF

2.8.1 Ψαθυρότητα κατά τη Δευτερογενή Διαμόρφωση εν ψυχρώ (Secondary Cold Work Embrittlement – SCWE)

Με τον όρο αυτό περιγράφεται η ψαθυρότητα που επιδεικνύουν αυτοί οι χάλυβες μετά τη μορφοποίησή τους, όταν δεχθούν κρουστικό φορτίο σε χαμηλές θερμοκρασίες. Ως κύριο αίτιο θεωρείται η θραύση των φερριτικών κόκκων στα όριά τους (intergranular fracture) που οφείλεται σε εξασθένιση των δυνάμεων συνοχής των ορίων λόγω της περιορισμένης παρουσίας άνθρακα και αζώτου (στα όρια).

Το φαινόμενο οξύνεται με την αύξηση του βαθμού παραμόρφωσης, τη μείωση της θερμοκρασίας και την παρουσία στοιχείων όπως ο φώσφορος στα όρια. Οι χάλυβες IF τιτανίου έχουν υψηλότερες SCWE θερμοκρασίες μετάπτωσης από την όλκιμη στην ψαθυρή συμπεριφορά (SCWE Ductile to Brittle Transition Temperatures – SCWE DBBTs) σε σχέση με τους χάλυβες IF Βαναδίου και συνεπώς οι δυνάμεις συνοχής των ορίων των κόκκων είναι ασθενέστερες. Αυτό συμβαίνει λόγω εντονότερης απουσίας των C και N στα όρια των κόκκων των IF-Ti. Επομένως είναι πιο επιρρεπείς στο φαινόμενο SCWE σε σχέση με τους IF-V.

Το πρόβλημα αμβλύνεται με έλεγχο της σύστασης των ορίων των κόκκων, κυρίως μέσω προσθήκης 2 – 3 ppm B και γενικότερα μέσω αλλαγών στη σύσταση του χάλυβα και στις κατεργασίες.

Σχετικές εργαστηριακές δοκιμές που περιλαμβάνουν δοκιμή κρούσης σε διαμορφωμένο έλασμα χάλυβα IF, έδωσαν χρήσιμες πληροφορίες σχετικά με το φαινόμενο της δευτερογενούς ψαθυρότητας. Η θραύση συμβαίνει στα όρια των κόκκων (intergranular fracture). Η γένεση των ρωγμών και η εξάπλωσή τους – που οδηγεί σε θραύση – εξαρτάται άμεσα από τον τύπο των ορίων των κόκκων και γενικότερα από την κατανομή των

διαφόρων τύπων ορίου, στο υλικό αλλά και από τη διαδικασία ανόπτησης που εφαρμόστηκε στο έλασμα.

Να σημειωθεί ότι και μετά την ανακρυστάλλωση εν ψυχρώ ελασμένου χάλυβα IF, ο τελικός ιστός στα όρια των κόκκων είναι ασθενέστερος από αυτόν του εσωτερικού τους [1, 2, 10, 11].

2.8.2 Κόπωση

Χάλυβες IF με υψηλές τιμές SCWE DBBTs είναι επιρρεπείς στη διακρυσταλλική (intergranular) θραύση κατά τις κυκλικές φορτίσεις και συνεπώς επιδεικνύουν χαμηλή αντοχή σε κόπωση. Σχετικές έρευνες έχουν δείξει (3) ότι τέτοια διακρυσταλλική θραύση σε χάλυβες IF, μπορεί να συμβεί και σε κυκλικές φορτίσεις χαμηλής έως μεσαίας έντασης, όπως $<18 \text{ MPa} / \text{m}^2$.

Όπως αναφέρθηκε στην προηγούμενη παράγραφο, η παρουσία του βορίου μειώνει την τάση για διακρυσταλλική θραύση στα όρια των κόκκων και συνεπώς βελτιώνει την αντοχή στην κόπωση.

Ωστόσο η παρουσία του προκαλεί μείωση της ολκιμότητας. Στη μείωση της αντοχής σε κόπωση συμβάλλει και η παρουσία συγκολλήσεων στο χαλύβδινο σώμα. Η μεγέθυνση των κόκκων και η συγκέντρωση τάσεων στην ευρύτερη περιοχή της συγκόλλησης, καθιστά το υλικό πιο επιρρεπές στη θραύση.

Υψηλή αντοχή στην κόπωση πρέπει να έχουν και τα τελικά γαλβανισμένα προϊόντα. Σχετικές μελέτες ωστόσο (3) έχουν δείξει πως ο γαλβανισμός μειώνει την αντοχή στην κόπωση ορισμένων χάλυβων. Υπεύθυνη θεωρείται η παρουσία μικρορωγμών στη φάση δ που βρίσκεται κοντά στο χαλύβδινο υπόστρωμα. Οι μικρορωγμές μπορεί να επεκταθούν σε όλο το επίστρωμα και να εισέλθουν στο υπόστρωμα [13, 15, 18].

2.9 Μηχανικές ιδιότητες χάλυβων IF

2.9.1 Γενικά

Βασικότερο χαρακτηριστικό αυτής της κατηγορίας χάλυβων είναι η πολύ καλή διαμορφωσιμότητα (deep drawability), η υψηλή ολκιμότητα και η υψηλή αντοχή σε επέκταση (stretchability). Ο όρος διαμορφωσιμότητα ουσιαστικά περιγράφει τη συμπεριφορά του χαλύβδινου ελάσματος σε βαθιά κοίλανση και προσδιορίζεται από τον δείκτη r , γνωστό και ως Lankford value. Η τιμή του κυμαίνεται από 1,8 έως 2.

Η τιμή r μετράται κυρίως με δοκιμές βαθιάς κοίλανσης μέσω σφυρηλασίας, όπως οι δοκιμές swift cup test, Erichsen test αλλά και έμμεσα μέσω της δοκιμής εφελκυσμού. Στην παρούσα Διπλωματική Εργασία, εκτίμηση της διαμορφωσιμότητας θα γίνει μέσω της μέτρησης της ολκιμότητας των μελετούμενων χαλύβων κατά τον εφελκυσμό.

Κατά τη δοκιμή Swift cup, το λαμβανόμενο κυλινδρικό προϊόν εξετάζεται σε σχέση με τη σταθερότητα του πάχους του και σε σχέση με το ύψος. Αυξημένη έκταση συνεπάγεται μείωση του πάχους του υλικού.

Εξίσου σημαντικό είναι το μέγεθος Δr καθώς είναι ενδεικτικό του φαινομένου earing και σχετίζεται άμεσα με απώλεια υλικού κατά τη διαμόρφωση. Συνεπώς η τιμή του πρέπει να είναι μηδενική.

Γενικότερα οι μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων IF έχουν σχετικά υψηλές τιμές. Έχουν σχετικά χαμηλό όριο διαρροής – περίπου 150 MPa και υψηλή τιμή επιμήκυνσης – περίπου 50%. Η εφελκυστική τους αντοχή έχει τιμή περίπου 300 MPa.

Οι IF με προσθήκες Τιτανίου παρουσιάζουν την υψηλότερη επιμήκυνση. Κατά τη χρήση V στους χάλυβες IF επιτυγχάνεται υψηλή επίπεδη ισοτροπία που μειώνει τα φαινόμενα «αυτιών» (earing phenomena). Συνεπώς οι ιδανικές ιδιότητες παραμορφωσιμότητας εν ψυχρώ επιτυγχάνονται με συνδυασμένη σταθεροποίηση και με τα δύο στοιχεία.

Όπως προαναφέρθηκε, οι μηχανικές τους ιδιότητες εξαρτώνται από τα ιστολογικά χαρακτηριστικά και τη χημική σύσταση [2, 11, 18].

2.9.2 Διαμόρφωση φύλλων από χάλυβα IF

Κατά την παραμόρφωση με σφυρηλασία ενός χαλύβδινου φύλλου λαμβάνουν χώρα δύο διεργασίες. Η δημιουργία κοιλότητας (draw-in) και η έκταση του υλικού (stretching). Τα δύο αυτά φαινόμενα χαρακτηρίζονται από σταθερές που σχετίζονται με μεταβολές της οριζόντιας επιφάνειας του φύλλου πριν και μετά τη διαμόρφωση [3].

2.10 Μικροδομή χαλύβων IF

2.10.1 Γενικά

Στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος και μετά το πέρας των διαφόρων θερμομηχανικών κατεργασιών (Θερμή έλαση → ψυχρή έλαση → ανόπτηση), οι χάλυβες IF αποτελούνται από κόκκους φερρίτη και από διάσπαρτα κατακρημνίσματα (κυρίως καρβίδια και νιτρίδια του Ti, V). Οι κόκκοι έχουν σχετικά μικρό μέγεθος και σχετικά συμμετρικό ως προς το

κέντρο τους σχήμα. Τα κατακρημνίσματα βρίσκονται είτε εντός των κόκκων είτε στα όρια αυτών. Τόσο το μέγεθος των κόκκων όσο και των κατακρημνισμάτων, δεν είναι σταθερό αλλά κυμαίνεται σε ένα εύρος. Σχετικά διαγράμματα κατανομής μεγέθους έχουν σχεδιαστεί βάσει πειραμάτων. Γενικά, τα κατακρημνίσματα κυμαίνονται σε μία τάξη μεγέθους 50 nm μέγιστο και οι κόκκοι 20-30 μm (διάμετρος) [5, 8, 10].

2.10.2 Ιστός

Η διαμορφωσιμότητα των ελασμάτων από χάλυβα IF σχετίζεται με τον κρυσταλλογραφικό ιστό τους. Η τιμή της αυξάνεται όσο μεγαλώνει το % κ.ο. ποσοστό του ιστού $\{111\} \langle h k l \rangle$ και μειώνεται το ποσοστό του $\{100\} \langle 0 k l \rangle$. Μεγάλο ποσοστό των κόκκων πρέπει να έχει τα επίπεδα $\{111\}$ παράλληλα στην εξωτερική επιφάνεια του ελάσματος. Κατά την είσοδό του στα έλαστρα, το χαλύβδινο σώμα αποτελείται από τυχαία προσανατολισμένους κόκκους. Κατά την έλαση οι κόκκοι περιστρέφονται και το υλικό αποκτά ινώδη ιστό (fibre texture). Οι ίνες-α περιέχουν κρυστάλλους με τη διεύθυνση $\langle 110 \rangle$ παράλληλη στη διεύθυνση της έλασης ενώ οι ίνες-γ περιέχουν κρυστάλλους με τα επίπεδα $\{111\}$ παράλληλα στην επιφάνεια του ελάσματος (φύλλου). Ο ιστός $\{111\}$ απαντάται και ως «ίνες-γ» ή «ίνες κανονικού προσανατολισμού» (ίνες ND).

Η ανόπτηση αυτού του υλικού προκαλεί ανακρυστάλλωση και επιφέρει ενίσχυση των ινών-γ και εξάλειψη των α και συνεπώς μείωση της αντοχής και αύξηση της ολκιμότητας του χάλυβα (στην πραγματικότητα η ανόπτηση και η ανακρυστάλλωση προκαλούν σχηματισμό ιστού $\{554\} \langle 225 \rangle$ που είναι στραμμένος κατά 8 μοίρες από τον επιθυμητό $\{111\} \langle 112 \rangle$, δηλαδή οι τελικές ίνες γ έχουν προσανατολισμό με απόκλιση κατά 8 περίπου μοίρες από τον επιθυμητό $\{111\} \langle 112 \rangle$). Η παρουσία υψηλής περιεκτικότητας άνθρακα δυσχεραίνει και παρεμποδίζει -για άγνωστους λόγους- το σχηματισμό ινών γ. Αυτό το πρόβλημα επιλύεται με την προσθήκη καρβιδιογόνου Τιτανίου ή/και Νιοβίου.

Στην ουσία, κατά την ανακρυστάλλωση δε λαμβάνει χώρα πυρήνωση παρά μία ανώμαλη ανάπτυξη των υποκόκκων (subgrains) μιας μικρής περιοχής του εν ψυχρώ ελασμένου υλικού. Τυπικές θέσεις ανακρυστάλλωσης αποτελούν τα όρια των κόκκων και τα τριπλά σημεία (σημεία τομής τριών γειτονικών κόκκων). Να σημειωθεί ότι μετά την ανόπτηση των IF, το μέγεθος κόκκου πρέπει να είναι σχετικά μικρό - 20-30 μm- ώστε η επιφανειακή ποιότητα και οι μηχανικές ιδιότητες να είναι ικανοποιητικές.

Εκτιμάται ότι τον ουσιαστικότερο ρόλο στη δημιουργία του επιθυμητού τελικού ιστού $\{111\}$, παίζουν τα κατακρημνίσματα κατά την ανόπτηση. Σημαντικό ρόλο επιπλέον παίζει το "ιστορικό" του υλικού, δηλαδή οι διάφοροι ιστοί που σχηματίστηκαν πριν την ανόπτηση (πχ μετά από κάποια προκατεργασία και θερμή έλαση που προηγήθηκε της ψυχρής, ή μετά από κάποια ψυχρή έλαση). Εάν για παράδειγμα πριν την ψυχρή έλαση κυριαρχεί στο υλικό ασθενής ιστός $\{111\}$ και ισχυρή παρουσία ιστού $\{001\}$, τότε είναι δύσκολο να

κυριαρχήσει τελικά -μετά την ανόπτηση- ο ιστός {111} παρά την παρουσία κατακρημνισμάτων ευνοϊκού -μεγάλου- μεγέθους και ευνοϊκής -αραιής- διασποράς.

Διάφοροι μελετητές πιστεύουν πως η παρουσία μικρών και πυκνά διασπαρμένων καρβιδίων, εμποδίζει το σχηματισμό ιστού {111}. Το αντίθετο ισχύει όταν στο χάλυβα κυριαρχούν χονδρομερή και αραιά διασπαρμένα καρβίδια καθώς η δύναμη που ασκείται από τα κατακρημνίσματα στα όρια των κόκκων είναι μικρότερη.

Μετά από ανόπτηση κατά στάδια στους 710 °C ενός εν ψυχρώ ελασμένου χαλύβδινου δοκιμίου Ti-IF, τα παρατηρούμενα μεγέθη TiC κυμάνθηκαν από 7 έως 70 nm.

Να σημειωθεί ότι εκτός από τα κατακρημνίσματα, εμπόδιο για την ανακρυστάλλωση μπορεί να αποτελέσουν και οι διάφορες προσμίξεις ή τα διαλυμένα άτομα, όπως πχ ο άνθρακας που προήλθε από διάλυση καρβιδίων κατά την ανόπτηση. Επιπλέον, η παρεμπόδιση της μεγέθυνσης των ανακρυσταλλωμένων κόκκων, επιτυγχάνεται κυρίως με την παρουσία κατακρημνισμάτων της τάξεως των 5 nm. Τόσο μικρά κατακρημνίσματα ωστόσο είναι σπάνια. Γι' αυτό κάποιοι ερευνητές ισχυρίζονται ότι κύριοι φορείς του φαινομένου είναι τα διαλυμένα άτομα C.

Η διάλυση χονδρομερών καρβιδίων κατά τη συνεχή ανόπτηση είναι δυσκολότερη. Συνεπώς και η απελευθέρωση του C είναι δυσκολότερη. Αυτός είναι ίσως ο λόγος που στις μικροδομές που κυριαρχεί αραιή διασπορά χονδρομερών καρβιδίων, το φαινόμενο καθήλωσης ορίων κόκκων είναι μειωμένο και ο κυρίαρχος ιστός είναι ο {111}. Κάτι τέτοιο δεν ισχύει στην ανόπτηση κατά στάδια καθώς οι σχετικά χαμηλές θερμοκρασίες δεν επιφέρουν ικανοποιητική διάλυση καρβιδίων.

Αξίζει να σημειωθεί ότι κατά την παραμόρφωση (έλαση) του υλικού, οι κόκκοι {111} διαχωρίζονται λαμβάνοντας διάφορους προσανατολισμούς ο καθένας (orientation splitting), όπως κατά μήκος του $\langle 111 \rangle$ ND. Αυτό το γεγονός επιφέρει παραμόρφωση στο πλέγμα που απαιτείται για την πυρήνωση του ιστού ανόπτησης {111}.

Η πυκνότητα / ένταση / ποσοστό του κάθε ιστού στο συνολικό υλικό, προσδιορίζεται από τον παράγοντα ODF (Orientation Distribution Function) – Συνάρτηση Κατανομής Κρυσταλλογραφικών Διευθύνσεων – και από σχετικά διαγράμματα. Έντονη παρουσία του ιστού {111} συνεπάγεται υψηλή τιμή του μεγέθους Lankford, r και συνεπώς υψηλή ικανότητα ψυχρής μορφοποίησης [5, 7, 8, 17].

2.11 Περιγραφή κόκκων γαλύβων IF – Θεωρητικές προσεγγίσεις – Μαθηματικά μοντέλα

2.11.1 Όρια των κόκκων

Κατά το παρελθόν δόθηκαν πολλές πιθανές ερμηνείες σχετικά με τη φύση και τις διαστάσεις των ορίων των κόκκων. Βάσει της κυρίαρχης σύγχρονης θέσης, τα όρια των κόκκων παρεμβάλλονται ανάμεσα σε κρυσταλλικά πλέγματα διαφορετικού προσανατολισμού και οι θέσεις των ατόμων των ορίων απέχουν αποστάσεις της τάξεως 3-4 ατομικών αποστάσεων. Εντός των ορίων απαντάται πλήθος διαταραχών που μειώνουν την ασυμφωνία των πλεγμάτων σε κάποιες θέσεις του ορίου. Στην ουσία πρόκειται για περιοχές πυκνά διατεταγμένων ατόμων πλάτους περίπου 5nm. Είναι περιοχές με υψηλή πυκνότητα διαταραχών και αποτελούν τοποθεσίες ανακρυστάλλωσης διαμορφωμένων υλικών που υφίστανται ανόπτηση [13, 14, 16].

2.11.2 Σχήμα των κόκκων

Κατά το παρελθόν επιχειρήθηκε η μαθηματική και γεωμετρική προσομοίωση των κόκκων των μετάλλων με διάφορα πολύγωνα. Σήμερα, το κυρίαρχο μαθηματικό μοντέλο είναι το δεκατετράεδρο με οκτώ εξαγωνικές και έξι τετραγωνικές έδρες, ή "κυβο-οκτάεδρο" ή "δεκατετραεδρικό στερεό του Kelvin". Επιλέχθηκε διότι οι τοπογραφικές ιδιότητες, οι επιφανειακές ιδιότητες (σχετιζόμενες με την κατανομή ακμών και γωνιών στην επιφάνεια του πολυέδρου) και η ικανότητα κάλυψης κενών χώρων ομοιάζουν με τις αντίστοιχες ιδιότητες των κόκκων.

Συνοψίζοντας, το μέσο σχήμα των κόκκων αντιστοιχεί σε ένα δεκατετράεδρο, κάθε έδρα του οποίου μοιράζεται σε δύο κόκκους, ήτοι επτά έδρες ανά κόκκο. Ο κόκκος έχει 24 ακμές που ανήκουν σε τέσσερις κόκκους, ήτοι 6 ακμές ανά κόκκο. Πρέπει να επισημανθεί ότι κατά τη θεωρητική μελέτη της σμίκρυνσης των κόκκων, ο υπό σμίκρυνση κόκκος προσομοιάζεται με τετράεδρο ενώ κατά τη μεγέθυνσή του, προσομοιάζεται με το προαναφερθέν δεκατετράεδρο [13, 14, 16].

2.11.3 Μέτρηση μεγέθους

2.11.3.1 Μέτρηση μέσω μαθηματικών μοντέλων – Θεωρητική προσέγγιση

Το μέγεθος των κόκκων επηρεάζει έντονα τις ιδιότητες των μεταλλικών υλικών. Στα μαγνητικά υλικά επιδιώκεται η παρουσία μεγάλων κόκκων ενώ όταν απαιτούνται καλές μηχανικές ιδιότητες επιδιώκεται η παρουσία μικρών κόκκων, ειδικά στα σιδηρούχα κράματα ή σε άλλα του χωροκεντρωμένου κυβικού συστήματος.

Κατά το παρελθόν επιχειρήθηκε η μέτρηση του μεγέθους με οπτικές μεθόδους. Ωστόσο, η αδιαφάνεια των μεταλλικών κόκκων αποτελεί εμπόδιο στο σαφή προσδιορισμό της μορφής του κόκκου. Η λύση δόθηκε από τις ακτίνες X (Andrews 1973) όμως λόγω δυσχερειών στην προετοιμασία και στην επεξεργασία των αποτελεσμάτων, επικράτησαν οι απλούστερες μεταλλογραφικές μέθοδοι. Το υπό μελέτη δοκίμιο κόβεται και κατά συνέπεια οι κόκκοι τέμνονται από ένα επίπεδο. Η μέτρηση επιτυγχάνεται με δύο μεθόδους. Επιφανειακές ή γραμμικές, δηλαδή μέσω μέτρησης επιφανειών, μέτρησης μήκους και μέτρησης σημείων. Από τα αποτελέσματα υπολογίζονται έμμεσα οι όγκοι και οι διαστάσεις. Το επίπεδο τέμνει τους κόκκους αποκαλύπτοντας επιφάνειες και καμπύλες που μπορούν να προσομοιαστούν με τμήματα εδρών και ακμών αντίστοιχα ενός πολυέδρου που και αυτό προσομοιάζει τον κόκκο.

Ως βοήθημα σε αυτήν τη θεωρητική προσέγγιση χρησιμοποιήθηκαν στερεολογικές μελέτες, όπως αυτή των Hull και Houk το 1952 που αφορούσαν αιωρούμενους κύβους, δεκατετράεδρα και πενταγωνικά δωδεκάεδρα εντός υγρής μάζας.

Τέτοιου είδους μελέτες βοήθησαν πολύ στη διατύπωση θεωρητικών εξισώσεων υπολογισμού του μεγέθους κόκκων, λαμβάνοντας υπόψη και τις διάφορες αποκλίσεις και σφάλματα [13].

2.11.3.2 Μέτρηση μέσω πειραματικών μεθόδων

Εκτός από τις παραπάνω θεωρητικές προσεγγίσεις, η μέτρηση του μεγέθους των κόκκων επιτυγχάνεται και με πειραματικές διαδικασίες που χρησιμοποιούνται τόσο για ερευνητικούς σκοπούς όσο και για ποιοτικούς ελέγχους. Ακολούθως περιγράφονται συνοπτικά τρεις μέθοδοι:

Comparator chart method

Η μικροδομή κατάλληλα προσβεβλημένου δοκιμίου μελετάται οπτικά σε δεδομένη ανάλυση. Η δομή συγκρίνεται με πίνακες αναφοράς (charts) που αντιστοιχούν σε δεδομένα μεγέθη κόκκων κατά ASTM που συμβολίζονται με G και προσδιορίζονται από τον τύπο $n = 2^{(G-1)}$ όπου n είναι ο αριθμός των κόκκων ανά ίντσα όπως φαίνεται σε μεγέθυνση $\times 100$. Η μέθοδος είναι για σχετικά χονδροειδείς μετρήσεις καθώς αυξομείωση κατά μία μονάδα G αντιστοιχεί σε μεταβολή 40% της διαμέτρου του κόκκου. Ωστόσο, είναι ιδιαίτερα χρήσιμη στον προσδιορισμό των κόκκων ωστενίτη σε διάφορους χάλυβες [13].

Μέθοδος Heyn Intercept

Πρόκειται για την πιο διαδεδομένη μέθοδο, ιδιαίτερα για τα κράματα που δεν υφίστανται μετασχηματισμούς φάσης αλλά και για τις σταθερές φάσεις χαμηλών θερμοκρασιών των κραμάτων που υφίστανται μετασχηματισμούς. Μία ευθεία στην προσβεβλημένη επιφάνεια του δοκιμίου, είτε γραμμένη με μικρογράφο είτε κάποιο είδος σταυρονήματος οπτικού μικροσκοπίου, τέμνει τους κόκκους διαδοχικά. Με δεδομένο τον αριθμό των τεμνόμενων κόκκων και το μήκος της τέμνουσας ευθείας, υπολογίζεται ο αριθμός των κόκκων ανά μονάδα μήκους και το μέσο μήκος τομής (μήκος Heyn). Μέσω κατάλληλων εξισώσεων υπολογίζεται το μέγεθος του κόκκου.

Jeffries Planimetric method

Σε αυτήν την περίπτωση, υπολογίζεται ο αριθμός των κόκκων σε επιφάνεια 5000 τετραγωνικών χιλιοστών (N). Το ζητούμενο μέγεθος είναι ο αριθμός των κόκκων ανά τετραγωνικό χιλιοστό n_A και υπολογίζεται από τη σχέση $n_A = NM^2 / 5000$ όπου M είναι η μεγέθυνση [13].

Να σημειωθεί ότι κάποια από τα μαθηματικά μεγέθη που χαρακτηρίζουν τις τρεις παραπάνω μεθόδους, σχετίζονται μαθηματικά μεταξύ τους. Για παράδειγμα το μέγεθος n_A της μεθόδου Jeffrie σχετίζεται με το μέγεθος G με τη σχέση $n_A = 15,5 \cdot 2^{G-1}$

2.11.4 Μεταβολή μεγέθους κόκκων χαλύβων IF

2.11.4.1 Θεωρητικές προσεγγίσεις

Οι κόκκοι των χαλύβων μπορούν να υποστούν μεγέθυνση ή σμίκρυνση. Η διεργασία αυτή ενεργοποιείται θερμικά. Η κινητήριος δύναμη αυτών των μεταβολών είναι η μείωση της διεπιφάνειας μεταξύ των κόκκων (δηλαδή της επιφάνειας των ορίων) και συνεπώς της επιφανειακής ενέργειας ορίων των κόκκων του συστήματος, καθώς οι μεγάλοι κόκκοι "καταναλώνουν" τους μικρότερους γειτονικούς κόκκους. Εφόσον κάποιοι κόκκοι μεγεθύνονται, κάποιοι άλλοι συρρικνώνονται ώστε ο όγκος του μεταλλικού σώματος να διατηρείται σταθερός. Γενικότερα, οι κόκκοι μικρότερου μεγέθους υφίστανται σμίκρυνση και τείνουν να εξαφανιστούν, ενώ οι μεγαλύτεροι υφίστανται μεγέθυνση[13].

2.11.4.2 Μαθηματικά μοντέλα μεταβολής μεγέθους

Για να μελετηθούν θεωρητικά τα παραπάνω φαινόμενα, λαμβάνεται ως δεδομένο πως σμικρύνονται κόκκοι που ομοιάζουν με πολύεδρα λίγων εδρών και μεγεθύνονται κόκκοι που ομοιάζουν με πολύεδρα πολλών εδρών. Όπως ήδη αναφέρθηκε, βάσει αυτού του μοντέλου οι υπό σμίκρυνση κόκκοι προσομοιάζονται με τετράεδρα και οι υπό μεγέθυνση κόκκοι με δεκατετράεδρα. Βάσει των γεωμετρικών χαρακτηριστικών αυτών των δύο πολυγώνων, προέκυψαν εξισώσεις που περιγράφουν το φαινόμενο και συμφωνούν ικανοποιητικά με τις πειραματικές παρατηρήσεις. Για παράδειγμα, καθώς το μέγεθος – το μήκος της ακμής (e) – ενός δεκατετράεδρου αυξάνεται, η επιφάνεια ανά όγκο του δεκατετράεδρου μειώνεται, όπως προέκυψε από τους υπολογισμούς των Rutherford, Arbom, Bain (1973) :

$$A = (6+12 \cdot 3^{1/2})e^2 \quad V = 8 \cdot 2^{1/2} e^3$$

$$A/V = (6+12 \cdot 3^{1/2}) / 8 \cdot 2^{1/2} e$$

ή

$A_v = (A/V) / 2 = (6+12 \cdot 3^{1/2}) / 16 \cdot 2^{1/2} e$ (Εξ. 1) καθώς η κάθε έδρα ανήκει σε δύο κόκκους [13].

Μαθηματικές εξισώσεις

Διάφορες εξισώσεις περιγράφουν τη μεταβολή του μεγέθους των κόκκων. Ακολούθως αναφέρονται οι πιο χαρακτηριστικές :

$$dR/dT = \alpha (1/R_c - 1/R) \text{ (Hillert 1965)}$$

Κόκκοι με ακτίνα μεγαλύτερη της "κρίσιμης ακτίνας R_c " παρουσιάζουν θετικό dR/dt , συνεπώς μεγεθύνονται και αντίστροφα. Κόκκοι με ακτίνα ίση της R_c παραμένουν σταθεροί. Βασικό μειονέκτημα αυτής της θεώρησης είναι πως δε λαμβάνει υπόψη το μέγεθος των γειτονικών κόκκων (R_o). Όπως αποδείχθηκε αργότερα, το μέγεθος ενός κόκκου σε σχέση με τους γειτονικούς αποτελεί καθοριστικό παράγοντα στην εξέλιξη του φαινομένου. Αυτός ο συσχετισμός εκφράζεται με το λόγο $Z = R/R_o$.

Βάσει της εξίσωσης 1, θεωρώντας ως ακτίνα R του τετραέδρου το μισό της απόστασης ανάμεσα σε δύο εξαγωνικές έδρες, και ίση με $R = \sigma^{1/2} e / 2$ και θεωρώντας ότι αύξηση της ακτίνας κατά δR επιφέρει αύξηση της επιφάνειας κατά δA , λαμβάνεται η σχέση

$$dA/dR = 2(4+8\sigma^{1/2})R \rightarrow dE/dR = 2(4+8\sigma^{1/2})R\gamma \text{ (Εξ. 2α)}$$

όπου dE/dR είναι η μεταβολή της επιφανειακής ενέργειας ανά μεταβολή μεγέθους και γ είναι η επιφανειακή τάση. Εκφράζοντας την τελευταία σχέση ως λόγο μεταβολής της επιφανειακής ενέργειας ανά επιφάνεια, λαμβάνεται η εξίσωση

$$(dE/dR)/A = 2\gamma/R \text{ (Εξ. 2β)} \quad \text{όπου } A = (6+12\sigma^{1/2})e^2 = (4+8\sigma^{1/2})R^2$$

Το δεύτερο μέλος της εξίσωσης 2 είναι πάντα θετικό. Αύξηση του μεγέθους κόκκου συνοδεύεται από αύξηση της ενέργειας. Συνεπώς ο λόγος dE/dR δεν παριστά κάποια κινητήριο δύναμη αλλά μία δύναμη που αντιτίθεται στη μεταβολή μεγέθους. Βάσει παρόμοιων εξισώσεων με τις παραπάνω και λαμβάνοντας υπόψη ότι καθοριστικό παράγοντα στη μεταβολή του μεγέθους ενός κόκκου παίζει το μέγεθος των γειτονικών, λαμβάνονται οι χαρακτηριστικές εξισώσεις:

$$G = -dE/dR = -(2/Z - 3/2)\gamma/R_o = -(2/R - 3/2R_o)\gamma \text{ (Εξ. 3)}$$

όπου G είναι η κινητήριος δύναμη της μεγέθυνσης κόκκου, R είναι η ακτίνα του κόκκου, R_0 η ακτίνα των γειτονικών κόκκων και $Z = R/R_0$. Η μεγέθυνση θα λάβει χώρα στους κόκκους για τους οποίους ισχύει

$$dE/dR < 0 \rightarrow dR/dt = -M\gamma (2/Z - 3/2) R_0 \quad (\text{Εξ. 4})$$

όπου M είναι η κινητικότητα των ορίων του κόκκου. Κόκκοι με τιμή Z μεγαλύτερη του $4/3$ τείνουν να μεγεθυνθούν καθώς η μεταβολή της ενέργειας είναι αρνητική (η ενέργεια τείνει να μειωθεί). Οι δύο τελευταίες σχέσεις, μπορούν να περιγράψουν και τη σμίκρυνση κάποιων κόκκων, που όπως προαναφέρθηκε προσομοιάζονται με τετράεδρα. Το υποτιθέμενο τετράεδρο συρρικνώνεται μέχρις ότου εξαφανιστεί. Θεωρώντας ως ενδεικτική τιμή του μεγέθους ενός τετραέδρου την ακτίνα ενός εγγεγραμμένου κύκλου (R), συμβολίζοντας το μήκος της ακμής του με a και λαμβάνοντας υπόψη τη γεωμετρία του τετραέδρου, προκύπτει η αντίστοιχη της (Εξ. 2α):

$$dE/dR = (2 - (3/2)^{1/2}) \gamma / R \quad (\text{Εξ. 5})$$

Μείωση του μεγέθους του τετραεδρικού κόκκου (R) επιφέρει μείωση της ενέργειας [13].

Σύγχρονες εξελίξεις

Πέρα από τα παραπάνω μαθηματικά μοντέλα, από τα μέσα της δεκαετίας του 1980, η χρήση των υπολογιστών επέτρεψε τη δημιουργία πιο σύνθετων μοντέλων, όπως το Potts model (1983) και τα Vertex models που πρωτοπαρουσιάστηκαν το 1952 και εξελίχθηκαν μέσω των H/Y [13].

2.11.5 Παρεμπόδιση μεταβολής μεγέθους κόκκων – Ο ρόλος των κατακρημνισμάτων – Φαινόμενο Zener

2.11.5.1 Γενικά

Η τάση μερικών κόκκων να μεγεθύνονται ή να σμικρύνονται, εκδηλώνεται κατά την ανόπτηση – λόγω παροχής θερμότητας – με αποτέλεσμα το τελικό ανοπτημένο υλικό να μην έχει την επιθυμητή μικροδομή και κατά συνέπεια τις επιθυμητές μηχανικές ιδιότητες. Ο αποτελεσματικότερος τρόπος σταθεροποίησης του μεγέθους ενός κόκκου είναι η παρεμπόδιση μετακίνησης των ορίων του. Βάσει μελετών (Zener 1949) προέκυψε ότι αυτή η παρεμπόδιση μπορεί να επιτευχθεί με τη παρουσία στερεών μορίων, δηλαδή κατακρημνισμάτων.

Όπως ήδη διατυπώθηκε, στους χάλυβες IF, τα μόρια αυτά είναι συνήθως καρβίδια και νιτρίδια του Ti και/ή V, όπως τα:

TiC, VC, TiN, VN και πιθανόν $Ti_4(CS)_2$, TiS, AlN.

Τα τεμαχίδια αυτά ασκούν στα όρια των κόκκων δύναμη γνωστή ως Zener pinning force και εμποδίζουν την κίνησή τους. Η ένταση και συνεπώς η αποτελεσματικότητα αυτών των δυνάμεων σχετίζεται με το μέγεθος, τον αριθμό και τη θέση (τυχαία διασπορά μέσα στους κόκκους ή συγκεντρωμένα στα όρια) των κατακρημνισμάτων. Ο απαιτούμενος αριθμός μειώνεται όταν τα μόρια είναι καταναμημένα στα όρια των κόκκων.

Βάσει της θεωρίας του Zener, τα μόρια θεωρούνται σφαιρικά σώματα ακτίνας r . Το καθένα από αυτά ασκεί στο όριο του κόκκου δύναμη

$$P = \pi r \gamma \quad (\text{Εξ. 6}) \quad \text{όπου } \gamma \text{ είναι η ενέργεια του ορίου}$$

Εάν N_A είναι ο αριθμός των μορίων που βρίσκονται στα όρια των κόκκων, N_v είναι ο αριθμός των μορίων ανά μονάδα όγκου του μεταλλικού σώματος, V είναι ο όγκος που προσδιορίζεται από το γινόμενο [$2r$ * διεπιφάνεια (μορίου-ορίου)] και f_v είναι η κατ' όγκον περιεκτικότητα του μεταλλικού υλικού σε κατακρημνίσματα (μόρια), τότε ισχύουν οι ακόλουθες σχέσεις :

$$N_A = V N_v = 2r N_v$$

$$f_v = N_v 4\pi r^3/3$$

$$N_A = 6r f_v / 4\pi r^3$$

Συνεπώς, η ολική δύναμη Zener δίνεται από τη σχέση:

$$P = N_A P = 3 \gamma f_v / 2r \quad (\text{Εξ. 7})$$

Όσον αφορά στο σχήμα των κόκκων, βάσει των θεωρήσεων του Zener, λαμβάνονται ως σφαίρες ακτίνας R. Επομένως, η επιφάνεια του κόκκου ισούται με $A = 4\pi R^2$. Για τη μεταβολή του λόγου dE/dR ισχύει $dE/dR = (dA/dR)\gamma = 8\pi R\gamma$. Εκφράζοντας την τελευταία σχέση ως δύναμη ανά μονάδα επιφάνειας, προκύπτει ο τύπος:

$$F = \gamma (dA/dR) / 4\pi R^2 = 2\gamma / R \quad (\text{Εξ. 8})$$

που εκφράζει την κινητήριο δύναμη για τη μετακίνηση του ορίου. Από τα παραπάνω συνεπάγεται ότι μετακίνηση ορίων, δηλαδή μεταβολή στο μέγεθος του κόκκου παρατηρείται μόνο εάν η τιμή της δύναμης F υπερβεί την τιμή της P:

$$F > P$$

Η σταθεροποίηση του κόκκου επιτυγχάνεται όταν ισχύει:

$$F = P \rightarrow 2\gamma / R = 3\gamma f_v / 2r \rightarrow R = 4r/3 f_v \quad (\text{Εξ. 9})$$

Κατά την ανακρυστάλλωση εν ψυχρώ ελασμένου ελάσματος χάλυβα IF, η δύναμη Zener των καρβιδίων, νιτριδίων και καρβιδιονιτριδίων των Ti, V, αποτρέπει την ανεξέλεγκτη μεγέθυνση των κόκκων του φερρίτη συμβάλλοντας στη διαμόρφωση της επιθυμητής μικροδομής και συνεπώς των επιθυμητών μηχανικών ιδιοτήτων.

Βάσει της τελευταίας εξίσωσης και λαμβάνοντας υπόψη την κατανομή θέσης των κατακρημνισμάτων, μπορεί να υπολογιστεί το απαιτούμενο μέγεθος κατακρημνίσματος (r) και το απαιτούμενο κλάσμα όγκου (κατ' όγκον ποσοστό) κατακρημνισμάτων ώστε να σταθεροποιηθεί το μέγεθος του κόκκου στην επιθυμητή τιμή [10, 11, 13, 17].

2.11.5.2 Μαθηματικές προσεγγίσεις μεταβολής μεγέθους κόκκων

Ακολούθως, αναφέρονται συνοπτικά οι περιπτώσεις παρεμπόδισης μεγέθυνσης και συρρίκνωσης κόκκων από κατακρημνίσματα που βρίσκονται είτε τυχαία διασπαρμένα στο υλικό είτε στα όρια των κόκκων. Σε αυτές τις θεωρητικές προσεγγίσεις λαμβάνεται υπόψη και ο λόγος Z , δηλαδή το μέγεθος των γειτονικών κόκκων. Τέλος, εξετάζεται η δράση μορίων διαφορετικού μεγέθους που αφορά ιδιαίτερα τους χάλυβες IF στους οποίους απαντούν καρβίδια, νιτρίδια και καρβιδονιτρίδια διαφορετικού μεγέθους και κατ' όγκον περιεκτικότητας [10, 11, 13].

2.11.5.3 Μεγέθυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα τυχαίας διασποράς

Η σταθεροποίηση κόκκων που τείνουν να μεγεθυνθούν και ομοιάζουν με δεκατετράεδρα, θα επιτευχθεί όταν η κινητήριος δύναμη της ανάπτυξης $G = -dE/dR = -(2/R - 3/2R_0)\gamma$ (Εξ.3) εξισωθεί με τη δύναμη Zener (Zener pinning force) (Εξ.7): $(2/R - 3/2 R_0)\gamma = 3 \gamma f_v / 2 r$

$$\rightarrow R_0 = (1 - 4/3Z) r / f_v \quad \text{ή}$$

$$f_v = (1 - 4/3Z) r / R_0 \quad \text{ή}$$

$$r = R_0 f_v / (1 - 4/3Z) \quad (\text{Εξ. 10})$$

Από τις παραπάνω εξισώσεις εξάγονται ενδιαφέροντα συμπεράσματα.

1. Εάν η τιμή του Z στη μικροδομή του χάλυβα είναι υψηλή – ως R_0 λαμβάνεται το μέσο μέγεθος των γειτονικών κόκκων – τότε προκειμένου να αποφευχθεί η μεγέθυνση του κόκκου, απαιτείται μεγάλο κατ' όγκον ποσοστό μορίων (f_v) για δεδομένη ακτίνα μορίων – δηλαδή για δεδομένο τύπο μορίου, π.χ καρβίδια TiC.

2. Εάν το ποσοστό είναι δεδομένο, τότε απαιτείται χρήση μορίων μικρού μεγέθους (r). Αυτό το συμπέρασμα πρέπει να ληφθεί υπόψη καθώς, όπως θα αναφερθεί παρακάτω, κατά τη θέρμανση του υλικού, τα μόρια έχουν την τάση να μεγεθύνονται (Ostwald ripening). Επιπλέον, κατά την παρατεταμένη θέρμανση σε υψηλές θερμοκρασίες, πιθανόν το κλάσμα όγκου f_v να μειωθεί λόγω διάλυσης των μορίων [13].

2.11.5.4 Σμίκρυνση κόκκων – κατακρημνίσματα τυχαίας διασποράς

Και σε αυτήν την περίπτωση, η σταθεροποίηση κόκκων που τείνουν να σμικρυνθούν και ομοιάζουν με τετράεδρα, θα επιτευχθεί όταν η κινητήριος δύναμη της ανάπτυξης $G = dE/dR = (2 - (3/2)^{1/2}) \gamma / R$ (Εξ. 5) εξισωθεί με τη δύναμη Zener:

$$(2 - (3/2)^{1/2}) \gamma / R = 3 \gamma f_v / 2 r$$

(R είναι η ακτίνα του εγγεγραμμένου στο τετράεδρο κύκλου)

Από πειραματικά αποτελέσματα προκύπτει ότι η παρεμπόδιση της συρρίκνωσης μικρών κόκκων επιτυγχάνεται δυσκολότερα από ότι η παρεμπόδιση της μεγέθυνσης μεγάλων κόκκων και απαιτεί μεγάλο κατ' όγκον ποσοστό κατακρημνισμάτων συγκεκριμένου μεγέθους ή μικρά μόρια δεδομένου κατ' όγκον ποσοστού [13].

2.11.5.5 Μεγέθυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα στα όρια των κόκκων

Γενικά, η δύναμη Zener που ασκούν τα σωματίδια – συγκεκριμένου μεγέθους που βρίσκονται στο μεταλλικό σώμα σε δεδομένη κατ' όγκον περιεκτικότητα- είναι πολύ μεγαλύτερη όταν βρίσκονται στα όρια των κόκκων, παρά όταν είναι τυχαία κατανεμημένα.

Για την σταθεροποίηση κόκκων που έχουν την τάση να μεγεθυνθούν πρέπει να ισχύει $dE/dR = \text{Δύναμη Zener (P)}$

Σε αυτήν την περίπτωση, η δύναμη Zener δίνεται από τη σχέση:

$$P = R_o f_v \gamma / 2 r^2 \quad (\text{Εξ. 11})$$

Συνεπώς πρέπει να ισχύει:

$$dE/dR = P$$

$$\rightarrow -(2/R - 3/2R_o) \gamma = R_o f_v \gamma / 2 r^2$$

$$\rightarrow R_o^2 = (3 - 4/Z) r^2 / f_v \quad \text{ή}$$

$$f_v = (3 - 4/Z) r^2 / R_o^2 \quad \text{ή}$$

$$r^2 = f_v R_o^2 / (3 - 4Z) \quad (\text{Εξ. 12})$$

Ισχύει και πάλι ό, τι περίπου ίσχυε και για την περίπτωση της τυχαίας διασποράς. Ωστόσο, αξίζει να σημειωθεί πως ο λόγος

$P_{\text{στα όρια των κόκκων}} / P_{\text{τυχαία διασπορά}}$

ισούται με $R_o / 3r$ και επειδή ο λόγος R_o / r έχει συνήθως τιμή της τάξης του 1000, συνεπάγεται ότι η P (διασπορά στα όρια των κόκκων) $> 300 P$ (τυχαία διασπορά) [13].

2.11.5.6 Σμίκρυνση κόκκων – Κατακρημνίσματα στα όρια των κόκκων

Και πάλι πρέπει να ισχύει dE/dR (Εξ. 5) = P

$$\rightarrow (2 - (3/2)^{1/2}) \gamma / R = R_o f_v \gamma / 2 r^2$$

$$\rightarrow r^2 / f_v = R R_o / 2 (2 - (3/2)^{1/2}) \quad (\text{Εξ. 13})$$

Σε αυτήν την περίπτωση, το κλάσμα όγκου f_v είναι μεγαλύτερο από το αντίστοιχο κλάσμα στην τυχαία διασπορά κατακρημνισμάτων, κατά ένα παράγοντα $R_o / 3r$.

Όπως προκύπτει από τα παραπάνω, το απαιτούμενο κλάσμα όγκου f_v – για δεδομένο r – ώστε να σταθεροποιηθεί κόκκος, είναι πολύ μικρότερο όταν τα σωματίδια βρίσκονται στα όρια των κόκκων απ’ ότι όταν είναι τυχαία διεσπαρμένα στο υλικό.

Προσαρμόζοντας το παραπάνω συμπέρασμα στους χάλυβες IF, συμπεραίνεται πως εάν τα διάφορα καρβίδια και νιτρίδια – δεδομένης ακτίνας r – κατακρημνίζονται στα όρια των κόκκων, τότε η δράση τους είναι ικανοποιητική ακόμη και για πολύ χαμηλό κατ’ όγκον ποσοστό. Συνεπώς, απαιτούνται μικρές ποσότητες Ti και V με προφανή πλεονεκτήματα στο κόστος παραγωγής [15, 18, 19].

2.11.5.7 Δράση κατακρημνισμάτων διαφορετικού μεγέθους - τυχαίας διασποράς - Μεγέθυνση κόκκων

Στους περισσότερους χάλυβες IF απαντούν διάφοροι τύποι κατακρημνισμάτων, όπως τα TiC, VC, TiN, VN και σπανιότερα τα Ti₄(CS)₂, Tis, AlN. Εάν συνυπολογιστεί το γεγονός ότι το μέγεθος των σωματιδίων της ίδιας ομάδας πιθανόν να ποικίλει (Ostwald ripening), τότε στις παραπάνω σχέσεις οι μεταβλητές f_v και r πρέπει να αναθεωρηθούν.

Πρέπει, επίσης, να ληφθεί υπόψη πως τα μέταλλα πιθανόν να περιέχουν ανεπιθύμητες προσμίξεις όπως οξείδια ή σουλφίδια που μπορούν να δράσουν όπως τα κατακρημνίσματα επηρεάζοντας το συνολικό αποτέλεσμα. Η ολική δύναμη Zener σε αυτήν την περίπτωση δίνεται από τη σχέση:

$$P = \pi \gamma \sum N_i r_i$$

Όπου N_i και r_i ο αριθμός ανά επιφάνεια μεταλλικού υλικού και ακτίνα του σωματιδίου τύπου i αντίστοιχα. Θεωρώντας ότι $N_A = 6 f_v r / 4\pi r^3$, ή $N_i = 6 f_i r_i / 4\pi r_i^3$, προκύπτει

$$P = (3\gamma / 2) \sum (f_i r_i) \quad (\text{Εξ. 14})$$

Η σταθεροποίηση επιτυγχάνεται όταν ισχύει $P = G$, δηλαδή – (Εξ. 3)

$$P = dE/dR \rightarrow (3\gamma / 2) \sum (f_i r_i) = - (2/Z - 3/2)\gamma / R_o$$

$$\rightarrow R_o = (1 - 4 / 3Z) / \sum (f_i / r_i) \quad (\text{Εξ. 15}) [15, 18, 19].$$

2.11.5.8 Δράση κατακρημνισμάτων διαφορετικού μεγέθους – διασπορά στα όρια των κόκκων – Μεγέθυνση των κόκκων

Σε αυτήν την περίπτωση ισχύει

$$P = R_o \gamma \sum (f_i / r_i^2) / 2 \quad (\text{Εξ. 16})$$

και, συνεπώς, για να επιτευχθεί σταθεροποίηση του κόκκου πρέπει να ικανοποιείται η συνθήκη

$$P = dE/dR \rightarrow R_o \gamma \Sigma (f_i / r_i^2) / 2 + (2/Z - 3/2) \gamma / R_o = 0$$

$$R_o^2 = (4 - 3Z) / \Sigma (f_i / r_i^2) \quad (\text{Εξ. 17})$$

Από τα παραπάνω γίνεται προφανής η σημασία του μεγέθους και του κλάσματος όγκου (σε σχέση με τη μεταλλική μάζα) των διαφόρων τύπων σωματιδίων.

Όσον αφορά στην κατανομή μεγέθους των σωματιδίων – είτε πρόκειται μόνο για κατακρημνίσματα είτε και για προσμίξεις – υπάρχει η πιθανότητα είτε να έχουν παρεμφερείς ακτίνες είτε να παρατηρούνται μεγάλες αποκλίσεις. Ωστόσο, υπάρχει η πιθανότητα παρουσίας πολύ μεγάλων αντιθέσεων. Για παράδειγμα, στους χάλυβες που περιέχουν Βανάδιο, τα μικρά καρβίδια του V συνυπάρχουν με χονδρομερή σουλφίδια και οξειδία – που προέρχονται συνήθως από ακαθαρσίες ή από τα αποξειδωτικά. Επίσης, στους χάλυβες που περιέχουν τιτάνιο, συνυπάρχουν υπερμεγέθη TiN κυβοειδούς σχήματος, μεγέθους 2μm, που σχηματίστηκαν στο χαλύβδινο τήγμα. Τα κατακρημνίσματα που προκύπτουν μετά τη στερεοποίηση, έχουν μεγέθη της τάξης των 0,01 μm.

Συνοψίζοντας, στην περίπτωση της παρουσίας μορίων διαφορετικού σχήματος, η σταθεροποίηση οφείλεται κυρίως στα λεπτομερή σωματίδια. Ακόμη και αν τα χονδροειδή έχουν υψηλές τιμές του κλάσματος f_i σε σχέση με τα λεπτομερή, η συνεισφορά τους στο φαινόμενο Zener είναι πολύ περιορισμένη.

Σχετικά με τη σταθεροποιητική δράση των ανεπιθύμητων προσμίξεων κατά την ανακρυστάλλωση, αναφέρεται ενδεικτικά η παρακάτω σχέση:

$$v = M (G - I) \quad (\text{Lucke and Detert, 1975})$$

όπου v είναι η ταχύτητα κίνησης των ορίων, M είναι η κινητικότητα του ορίου, G είναι η κινητήριος δύναμη της μεταβολής μεγέθους του κόκκου και I η δύναμη αντίστασης των προσμίξεων (impurity drag force). Το μέγεθος της I εξαρτάται από τη συγκέντρωση των προσμίξεων [15, 18, 19].

2.11.6 Κατακρήμνιση – Μεταβολή μεγέθους κατακρημνισμάτων

2.11.6.1 Σχηματισμός σωματιδίων

Κατά τη διάρκεια των θερμοκρασιακών μεταβολών που συνοδεύουν τη στερεοποίηση και τις διάφορες θερμικές κατεργασίες των χαλύβων, η τιμή της διαλυτότητας των καρβιδίων και νιτρίδιων τους μεταβάλλεται με αποτέλεσμα κάποια να κατακρημνίζονται και κάποια να διαλύονται.

Γενικά, για ένα μέταλλο M (Ti, Nb, V) και ένα στοιχείο X (C ή N) – και τα δύο διαλυμένα στο πλέγμα του μητρικού υλικού (σίδηρος) – που με την ένωσή τους δίνουν τη φάση $M_A X_B$, ισχύει:



$$K_s = [M]^A [X]^B \quad \text{και} \quad \log K_s = A \log [M] + B \log [X] \quad [15, 18, 19].$$

2.11.6.2 Σχηματισμός σύνθετων καρβιδονιτρίδιων

Τα κυριότερα καρβίδια και νιτρίδια των χαλύβων IF κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα και έχουν παραπλήσιο μέγεθος κυψελίδας. Συνεπώς, μπορούν να σχηματίσουν μεταξύ τους στερεά διαλύματα καρβιδονιτρίδιων, όπως το V(CN) [10].

2.11.6.3 Κατακρήμνιση

Η διαδικασία της κατακρήμνισης ξεκινά μόλις το μητρικό κρυσταλλικό πλέγμα υπερκορεστεί σε κραματικά στοιχεία (Ti, V, Nb κλπ). Αυτό το γεγονός επιφέρει αποβολή των εν λόγω στοιχείων από το πλέγμα, την ένωσή τους με ελεύθερα άτομα C και N και συνεπάγεται την πυρήνωση του κατακρημνίσματος. Συνήθεις περιοχές πυρήνωσεις αποτελούν τα όρια των κόκκων και οι διαταραχές. Η κατακρήμνιση στους χάλυβες λαμβάνει χώρα σε θερμοκρασίες κάτω των 700 °C, κοντά στη θερμοκρασιακή περιοχή των μετασχηματισμών φάσεων. Η διεργασία επιταχύνεται εάν το υλικό έχει υποστεί

παραμόρφωση. Τυπικό παράδειγμα αποτελεί η κατακρήμνιση καρβιδίων και νιτρίδιων στα όρια των κόκκων κατά την ανόπτηση εν – θερμώ παραμορφωμένου ωστενιτικού χάλυβα που περιέχει V. Το μέγεθος των κατακρημνισμάτων εξαρτάται από το ρυθμό απόψυξης, το χρόνο και τη θερμοκρασία παραμονής του χάλυβα σε κάποιες διεργασίες καθώς και από τη χημική του σύσταση [10].

2.11.6.4 Μεταβολή μεγέθους

Όπως ήδη αναφέρθηκε στην εισαγωγή, τα κατακρημνίσματα των χαλύβων, με την αύξηση της θερμοκρασίας μεγεθύνονται, διεργασία γνωστή με τον όρο "Ostwald ripening". Αυτή η αύξηση πιθανόν να υπονομεύσει τη σταθεροποιητική τους δράση επιτρέποντας τη μεγέθυνση του κόκκου. Το φαινόμενο λαμβάνει χώρα κατά την ανόπτηση προκαλώντας ανεξέλεγκτη ανάπτυξη των ανακρυσταλλωμένων κόκκων και, συνεπώς, αποκλίσεις από τις επιθυμητές μηχανικές ιδιότητες.

Η διαδικασία μοιάζει με τη μεγέθυνση κόκκου. Τα μεγαλύτερα σωματίδια μεγεθύνονται και τα μικρότερα σμικρύνονται ώστε ο συνολικός όγκος του μετάλλου να διατηρείται σταθερός. Η μεγέθυνση προκαλεί μείωση της διεπιφάνειας κατακρημνισμάτων – μητρικού υλικού και, συνεπώς, μείωση της ολικής ενέργειας του συστήματος.

Κατά το πρόσφατο παρελθόν διατυπώθηκε πληθώρα εξισώσεων που περιγράφουν το φαινόμενο Ostwald. Μερικές χαρακτηριστικές παρατίθενται ακολούθως [13]:

1. Εξίσωση Thomson – Freundlich (Freundlich 1922)

$$\ln (S_r / S) = 2\Omega\sigma / RTr$$

όπου :

r είναι η ακτίνα του κατακρημνίσματος

S_r είναι η συγκέντρωση του διαλυμένου στοιχείου (C, N, Ti, V, Nb κλπ.) όταν αυτό βρίσκεται σε ισορροπία με το κατακρήμνισμα, στην διεπιφάνειά του

S είναι η πραγματική συγκέντρωση του στοιχείου, όταν αυτό βρίσκεται σε ισορροπία με κατακρήμνισμα απείρου μεγέθους

Ω είναι ο μοριακός όγκος του κατακρημνίσματος

σ είναι η διεπιφανειακή ενέργεια

R είναι η σταθερά των αερίων

Οι τοπικές συγκεντρώσεις S_r, S είναι καθοριστικές για την εξέλιξη του φαινομένου διότι η μεταβολή του μεγέθους του κατακρημνίσματος γίνεται με διάχυση στοιχείων προς αυτό ή από αυτό. Πρέπει να σημειωθεί ότι τα προαναφερθέντα διαλυμένα στοιχεία, μπορεί να είναι στοιχεία παρεμβολής (C, N), είτε κραματικά στοιχεία (Ti, V, Nb). Εάν στην παραπάνω σχέση υπεισέλθει το γινόμενο διαλυτότητας K_s , αυτή μετασχηματίζεται ως εξής:

$$\ln (K_r / K_s) = 2\Omega\sigma / RT_r$$

όπου K_r είναι το γινόμενο διαλυτότητας των στοιχείων σε ισορροπία με κατακρήμνισμα ακτίνας r [13].

2. Εξίσωση Wagner (1961)

$$dr / dt = D\Omega ds/dx$$

όπου r είναι η ακτίνα του κατακρημνίσματος, Ω ο μοριακός του, D ο συντελεστής διάχυσης του διαλυμένου στοιχείου και ds/dx η βαθμίδα της συγκέντρωσης του στοιχείου κοντά στην επιφάνεια του κατακρημνίσματος (x η απόσταση του κατακρημνίσματος από την εξεταζόμενη περιοχή). Η εξίσωση Wagner γράφεται και ως

$$r^3 = r_0^3 + (8D\sigma\Omega S / 9RT)t$$

όπου r_0 είναι η (μέση) αρχική ακτίνα των κατακρημνισμάτων και S είναι το ατομικό κλάσμα του στοιχείου, όταν αυτό βρίσκεται σε ισορροπία με κατακρημνίσματα ακτίνας r_0 [13].

3. Εξίσωση Kirchner (1971)

$$r^4 - r_0^4 = kt \quad [13]$$

2.11.7 Επίλογος

2.11.7.1 Μελλοντικές προοπτικές των χαλύβων IF

Η μελλοντική πορεία των χαλύβων IF θα εξαρτηθεί κυρίως από τη ζήτηση στην αυτοκινητοβιομηχανία. Αυτή η ζήτηση θα κριθεί από νομοθετικές και καταναλωτικές απαιτήσεις για λεπτότερα, καθαρότερα και περιβαλλοντικά φιλικότερα αυτοκίνητα με βελτιωμένη συμπεριφορά σε σύγκρουση και χαμηλή κατανάλωση καυσίμων.

Στο άμεσο μέλλον οι χάλυβες αυτοί θα συνεχίσουν να είναι πρωταρχικής σημασίας στο χώρο της αυτοκινητοβιομηχανίας, αλλά στο απώτερο μέλλον πιθανόν η χρήση τους – για τα ίδια μέρη – να περιοριστεί προς όφελος των χαλύβων υψηλότερης αντοχής ή χαλύβων σκλήρωσης κατά τη βαφή με βογιό του εξαρτήματος «bake hardenable steels» των οποίων η αντοχή και η διαμορφωσιμότητα αυξάνεται κατά τη βαφή [9].

2.11.7.2 Σύνοψη

Ο Χάλυβες IF παράγονται δυσκολότερα από τους καθησυχασμένους με αλουμίνιο χάλυβες (Al killed steels). Γενικότερα, η ιδιαίτερη παραγωγή και κατεργασία που απαιτείται, τους καθιστούν ακριβότερους από τους συμβατικούς. Τα χαμηλά επιτρεπόμενα όρια άνθρακα επιβάλλουν χρήση εξαέρωσης υπό κενό (vacuum degassing) του τήγματος και ειδικών τύπων χαμηλού άνθρακα. Επιπλέον, κατά τις κατεργασίες πρέπει να αποφεύγεται η υπέρμετρη δέσμευση άνθρακα (unacceptable amounts of carbon pick – up). Επιπλέον, οι μεγαλύτεροι χρόνοι εξαέρωσης αυξάνουν πολύ το κόστος σε σχέση με τους καθησυχασμένους με αλουμίνιο χάλυβες. Η προσθήκη του Ti και του V ανεβάζουν επιπλέον το κόστος παραγωγής.

Οι ιδανικές ιδιότητες επιτυγχάνονται με χαμηλές θερμοκρασίες αναθέρμανσης των πλινθωμάτων (Slab Reheating Temperature – SRT), κάτω των 1150 °C και χαμηλότερες θερμοκρασίες finishing, κοντά στην A_{r3} .

Γενικότερα, οι θερμοκρασίες ανακρυστάλλωσης των χαλύβων IF, είναι υψηλότερες σε σχέση με των άλλων χαλύβων.

Όσον αφορά στην επιφανειακή τραχύτητα, ελέγχεται με επαναφορά μέσω έλασης (temper rolling) [5, 7, 13].

3 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Στο εργαστήριο ασχοληθήκαμε με τη μελέτη δεκαεπτά μεταλλικών δοκιμίων. Τα δοκίμια αυτά ήταν σχήματος ορθογωνίου παραλληλεπίπεδου και διαστάσεων 2X1X0,3 cm. Τα δοκίμια αυτά ήταν άγνωστης σύστασης και σκοπός του εργαστηρίου ήταν να αποφανθούμε για τη δομή και τη χημική τους σύσταση.

Τα εργαστήρια, με τη σειρά που διεξήχθησαν, περιλάμβαναν : προετοιμασία των δοκιμίων (εγκιβωτισμός, λείανση, στίλβωση),σκληρομέτρηση, περίθλαση ακτινών X (XRD), χημική προσβολή, οπτικό μικροσκόπιο και ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM). Παρακάτω αναφέρονται αναλυτικά οι διαδικασίες αυτές με τα συμπεράσματά τους.

Ξεκινάμε με την περιγραφή του εγκιβωτισμού των δοκιμίων μιας και, στην περίπτωσή μας, έχει προηγηθεί η κοπή τους στις προαναφερθείσες διαστάσεις.

3.1 Εγκιβωτισμός :

Κατά τη διαδικασία αυτή, τοποθετούμε τα δοκίμια σε καλούπι (αδρανές πολυμερές υλικό) για να έχουμε τη δυνατότητα πραγματοποίησης των περαιτέρω απαραίτητων διεργασιών, από τις οποίες θα εξαχθούν και τα τελικά συμπεράσματα. Μέσα στα καλούπια τοποθετούμε μικρές ετικέτες, όπου αναγράφεται το όνομα του δοκιμίου. Έπειτα, το καλούπι πληρώνεται με ρητίνη, στην οποία προσθέτουμε σκληρυντή για την πραγματοποίηση της εξώθερμης αντίδρασης πολυμερισμού και της ταχείας στερεοποίησης του μίγματος αυτού. Η πλήρωση πραγματοποιείται σε ύψος λίγο μικρότερο από το συνολικό ύψος του δοκιμίου, ώστε να αφήνεται μια μικρή επιφάνειά του ελεύθερη. Η ρητίνη ανήκει στην κατηγορία των ακρυλικών ρητινών. Είναι εύκολες στη χρήση τους και έχουν αμελητέα συρρίκνωση. Στο συγκεκριμένο εργαστήριο, στερεοποιήθηκε σε 20min.

3.2 Λείανση :

Το στάδιο αυτό προηγείται πάντοτε της στίλβωσης και σε αυτό απομακρύνεται το επιφανειακό στρώμα του υλικού που έχει παραμορφωθεί ή έχει υποστεί διάφορες ζημιές κατά την κοπή ή τη λειτουργία του κομματιού. Η απομάκρυνση του υλικού γίνεται μηχανικά, με εκτριβή του από ένα σκληρό μέσο, το οποίο στην περίπτωσή μας είναι χαρτιά από καρβίδια του πυριτίου (SiC). Κάθε χαρτί χαρακτηρίζεται από έναν αριθμό, ο οποίος αντιστοιχεί σε ένα μέγεθος κόκκου του λειαντικού μέσου. Εμείς χρησιμοποιήσαμε τα παρακάτω λειαντικά χαρτιά : P220, P400, P800, P1200, P2000. Η διαδικασία της

λείανσης ήταν η ακόλουθη: Τα λειαντικά χαρτιά τοποθετήθηκαν διαδοχικά σε περιστρεφόμενο δίσκο και η λείανση των δοκιμίων έγινε χειρωνακτικά. Πάνω στο χαρτί, σε όλα τα στάδια, έρεε νερό για να ψύχονται τα δοκίμια και να απομακρύνονται τα αποσπασζόμενα κομμάτια του μετάλλου και του λειαντικού από την επιφάνεια επαφής. Πρώτα τοποθετήσαμε το πιο χονδρόκοκκο χαρτί (P220) και η λείανση διάρκησε μέχρι που εξαφανίστηκαν όλες οι προηγούμενες κακώσεις από την επιφάνεια και έμειναν μόνο οι γραμμές που προκάλεσε το πρώτο χαρτί. Στη συνέχεια, τοποθετήθηκε το δεύτερο χαρτί (P400) και το δοκίμιο λειάνθηκε, έτσι ώστε οι γραμμές της λείανσης να είναι κάθετες με τις γραμμές που είχαν δημιουργηθεί στο προηγούμενο στάδιο. Η διαδικασία συνεχίστηκε με αλλαγή των χαρτιών, προσέχοντας πάντα να μη μένουν γραμμές από το προηγούμενο χαρτί, δηλαδή να είναι ομοιόμορφη η επιφάνεια. Μετά το τελευταίο χαρτί (P2000), το δοκίμιο ήταν έτοιμο για να στίλβωθεί.

3.3 Στίλβωση :

Η στίλβωση έγινε μηχανικά πάνω σε δύο κατάλληλα υφάσματα, στα οποία απλώθηκε αδαμαντόπαστα 6 μ m και 2 μ m, αντίστοιχα. Τα υφάσματα τοποθετήθηκαν σε περιστρεφόμενο τροχό και η διαδικασία απαιτήσε και υγρό λιπαντικό μέσο για καλύτερη στίλβωση. Τέλος, ξεπλύναμε το κάθε δοκίμιο με νερό και οινόπνευμα και, ύστερα, τα στεγνώσαμε αμέσως, ώστε να αποτραπεί η δημιουργία οξειδίων στην επιφάνεια των δοκιμίων.

Τα στάδια της λείανσης και της στίλβωσης αποσκοπούν στη μείωση της επιφανειακής τραχύτητας των δοκιμίων, ώστε να είναι δυνατή η αποκάλυψη της δομής τους, μετά από την προσβολή τους με το κατάλληλο αντιδραστήριο.

3.4 Σκληρομέτρηση :

Στο εργαστήριο, μετρήσαμε τη σκληρότητα των δεκαεπτά δοκιμίων με τη μέθοδο Vickers. Μια πυραμίδα από διαμάντι με τετραγωνική βάση και γωνία κορυφής $\alpha = 136^\circ$ πιεζόταν με δύναμη $P = 49\text{N}$ στις λειασμένες επιφάνειες των δεκαεπτά μεταλλικών δοκιμίων. Η λείανση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε μέχρι το χαρτί ονομαστικής ποιότητας κόκκου 800 grit έτσι ώστε να συνδυάζεται σωστή διείδυση της διαμαντένιας πυραμίδας με ευδιάκριτο αποτύπωμα και ευδιάκριτες γραμμές λείανσης για σωστή εστίαση του μικροσκοπίου του σκληρόμετρου στην επιφάνεια του δοκιμίου. Σε κάθε ένα εκ των δεκαεπτά δοκιμίων, δημιουργήσαμε δώδεκα αποτυπώματα, τα οποία έπρεπε να απέχουν μεταξύ τους απόσταση τουλάχιστον ίση με $3d$, όπου d η διάμετρος του αποτυπώματος. Σε

κάθε αποτύπωμα μετρήσαμε τις δύο του διαγώνιες, οριζόντια και κάθετη και βρίσκοντας το μέσο όρο τους, ανατρέξαμε σε ειδικούς πίνακες, όπου αντιστοιχήσαμε τις τιμές αυτές με αυτές της σκληρότητας, βρίσκοντας έτσι, τη σκληρότητα των δεκαεπτά δοκιμίων. Έπειτα, πήραμε το μέσο όρο αυτών των δώδεκα μετρήσεων για το κάθε δοκίμιο και υπολογίσαμε τις αποκλίσεις (πειραματικά σφάλματα).

Κάποιες φορές που παρουσιάστηκαν μεγάλες αποκλίσεις, ίσως λόγω απόστασης μικρότερης από 3d των αποτυπωμάτων μεταξύ τους ή λόγω της πραγματοποίησης των αποτυπωμάτων αυτών στα άκρα των δοκιμίων, επαναλάβαμε τις μετρήσεις.

Ακολουθούν τα αποτελέσματα των σκληρομετρήσεων των 17 δοκιμίων στις τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες ανόπτησης: 660 °C, 690 °C, 720 °C και 750 °C.

ΔΟΚΙΜΙΟ 1 – 59K – 690 °C

74,38 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 2 – 59L – 690 °C

74,38 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 3 – 89L – 660 °C

83,64 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 4 – 89T – 660 °C

83,12 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 5 – 59M – 660 °C

81,9 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 6 – 89N – 690 °C

78,85 HV

ΔΟΚΙΜΙΟ 7 – 89O – 690 °C

81,6 HV

ΔOKIMIO 8 – 89 – 720 °C

78,19 HV

ΔOKIMIO 9 – 59 – 720 °C

69,36 HV

ΔOKIMIO 10 – 59 – 720 °C

76,99 HV

ΔOKIMIO 11 – 89 – 720 °C

76,89 HV

ΔOKIMIO 12 – 56M – 750 °C

82,91 HV

ΔOKIMIO 13 – 56M – 750 °C

81,5 HV

ΔOKIMIO 14 – 56M – 750 °C

81 HV

ΔOKIMIO 15 – 56M – 750 °C

77,35 HV

ΔOKIMIO 16 – 78M – 750 °C

68,49 HV

ΔOKIMIO 17 – 78M – 750 °C

73,07 HV

Πίνακας 2. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση των τιμών της σκληρότητας για καθεμιά από τις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.

Τ (°C)	ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ (HV)
660	82,89±0,89
690	77,30±3,55
720	75,36±4,04
750	77,39±5,62



Εικόνα 2. Διάγραμμα σκληρότητας – θερμοκρασίας ανόπτησης.

3.5 Περίθλαση Ακτίνων Χ (XRD) :



Εικόνα 3. Το περιθλασίμετρο του εργαστηρίου Επιστήμης και Τεχνολογίας Υλικών.

Ο διαθέσιμος εξοπλισμός αποτελείται από το περιθλασίμετρο Siemens D5000 με λάμπα Cu-K, από έναν υπολογιστή κι έναν εκτυπωτή συνδεδεμένους με αυτό. Το περιθλασίμετρο διαθέτει άνοδο Cu και το μήκος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας είναι $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$. Το φιλτράρισμα της ακτινοβολίας γίνεται με φίλτρο Ni. Η κάθοδος είναι από W και η αντικάθοδος από χαλκό. Το XRD δίνει τις φάσεις στις οποίες βρίσκεται το κάθε στοιχείο οπότε δεν κάνει χημική ανάλυση. Οι παράμετροι με τις οποίες θα γίνει η μέτρηση είναι τάση $V=40\text{kV}$, ένταση 30 mA και η γωνία 2θ κυμαίνεται από 40 έως 100 μοίρες με βήμα μετατόπισης 0,04 (μοίρες / sec). Σε κάθε διαφορετική μοίρα θα έχουμε διαφορετική ανάκλαση και θα πρέπει σε κάθε φάση να αντιστοιχούν τρεις κορυφές για να ισχύει η ταυτοποίηση. Οι παρατηρήσεις μας από τη χρήση της μεθόδου περίθλασης ακτίνων X είναι οι παρακάτω:

Όλα τα δοκίμια αποτελούνται από την ίδια φάση, αυτήν του φερρίτη.

Σε αυτήν την Διπλωματική Εργασία γνωρίζαμε εξ αρχής ότι και τα δεκαεπτά δοκίμια αποτελούνται από την ίδια φάση όμως για την επαλήθευση του δεδομένου αυτού προβήκαμε στην εξέταση δύο τυχαία επιλεγμένων δοκιμίων, τα αποτελέσματα της οποίας το επιβεβαίωσαν.

3.6 Προσβολή :

Μετά την εφαρμογή της μεθόδου περίθλασης ακτινών X και προτού προχωρήσουμε την παρατήρηση των δοκιμίων στο οπτικό μικροσκόπιο προσβάλλουμε τα δοκίμιά μας. Το στάδιο αυτό είναι απαραίτητο για να αποκαλυφθεί η δομή του εξεταζόμενου υλικού με μικροσκοπικές μεθόδους, μιας και η απρόσβλητη επιφάνεια μπορεί να δώσει λίγες σχετικά πληροφορίες. Στο εργαστήριο εφαρμόστηκε στα δεκαεπτά δοκίμια χημική προσβολή η οποία υπάγεται στη γενικότερη κατηγορία των καταστρεπτικών μεθόδων προσβολής. Όταν η προσβολή του δοκιμίου γίνεται χωρίς την επιβολή ρεύματος από μια εξωτερική πηγή, η τεχνική ονομάζεται χημική προσβολή. Είναι η πλέον χρησιμοποιούμενη τεχνική αποκάλυψης των χαρακτηριστικών της δομής μεταλλικών δοκιμίων και βασίζεται στην εκλεκτική διάλυση των μικρογραφικών συστατικών, ανάλογα με τα ηλεκτροχημικά χαρακτηριστικά τους.

Η προσβολή έγινε με εμβάπτιση των δοκιμίων για 25 sec περίπου σε αραιό διάλυμα νιτρικού οξέος 2% με οινόπνευμα (Nital). Το διάλυμα αυτό αποτελεί το αντιδραστήριό μας. Μετά από την προσβολή ήταν απαραίτητη η έκπλυση των δοκιμίων με νερό και οινόπνευμα (ακολούθησε το γρήγορο στέγνωμά τους) για την απομάκρυνση του αντιδραστήριου μας και για να σταματήσει η προσβολή. Αν αφήναμε το αντιδραστήριο για μεγαλύτερο χρονικό διάστημα θα είχαμε το φαινόμενο της υπερπροσβολής που θα μπορούσε να οδηγήσει ακόμα και σε εξαφάνιση κάποιας φάσης.

Χημική προσβολή έγινε και στα δεκαεπτά δοκίμια.

Η διαφορετική διάλυση (προσβολή) των φάσεων ή άλλων στοιχείων της δομής (όρια κόκκων, κατακρημνίσεις κ.ά.) επιτρέπει τη διάκρισή τους με οπτικό μικροσκόπιο ανακλώμενου φωτός.

3.7 Οπτικό Μικροσκόπιο :



Εικόνα 4. Το οπτικό μικροσκόπιο του εργαστηρίου Επιστήμης και Τεχνολογίας Υλικών.

Μετά από τη διαδικασία της προσβολής μελετήσαμε τα δοκίμιά μας στο οπτικό μικροσκόπιο για να δούμε τη μικροδομή τους. Το υλικό μας από το μικροσκόπιο αποτελείται από εννέα φωτογραφίες για καθένα από τα παρακάτω οκτώ δοκίμια. Από τις εννέα φωτογραφίες παρακάτω επιλέχθηκαν να παρουσιαστούν δύο φωτογραφίες της ίδιας μεγέθυνσης για κάθε δοκίμιο με κριτήριο την καθαρότητα της μικροδομής και την ευκρίνειά τους.

Δοκίμιο 1 – 59K – 690⁰ C

Δοκίμιο 2 – 59L – 690⁰ C

Δοκίμιο 3 – 89L – 660⁰ C

Δοκίμιο 4 – 89T – 660⁰ C

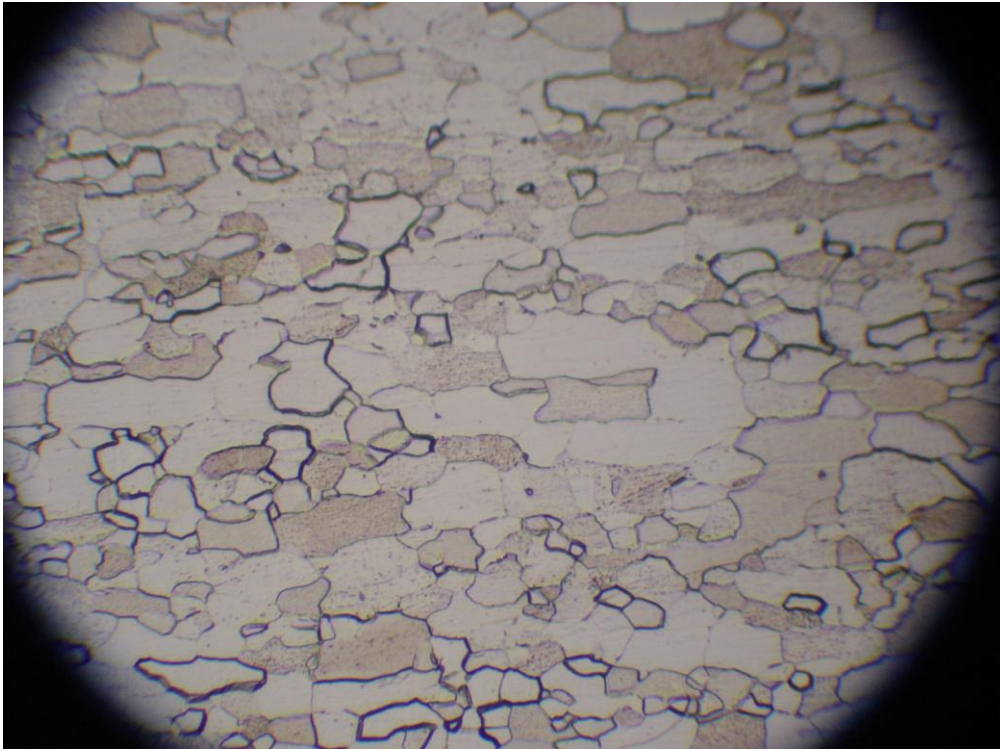
Δοκίμιο 8 – 89 – 720⁰ C

Δοκίμιο 9 – 59 – 720⁰ C

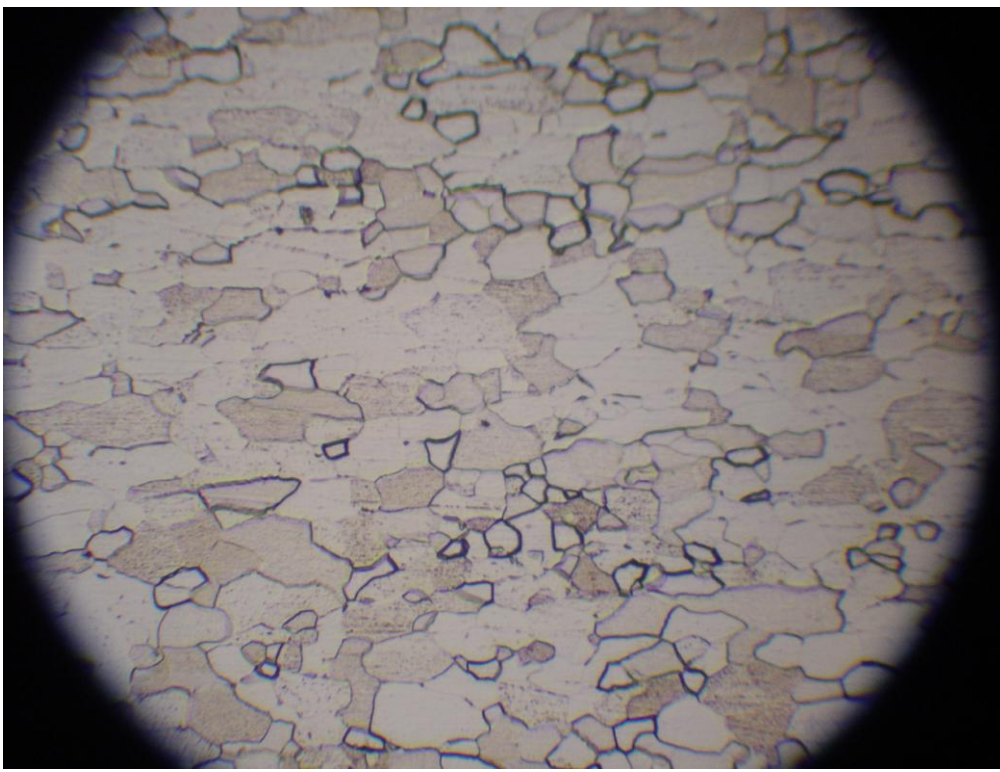
Δοκίμιο 15 – 56M – 750⁰ C

Δοκίμιο 16 – 78M – 750⁰ C

ΔΟΚΙΜΙΟ 1 – 59K – 690⁰C

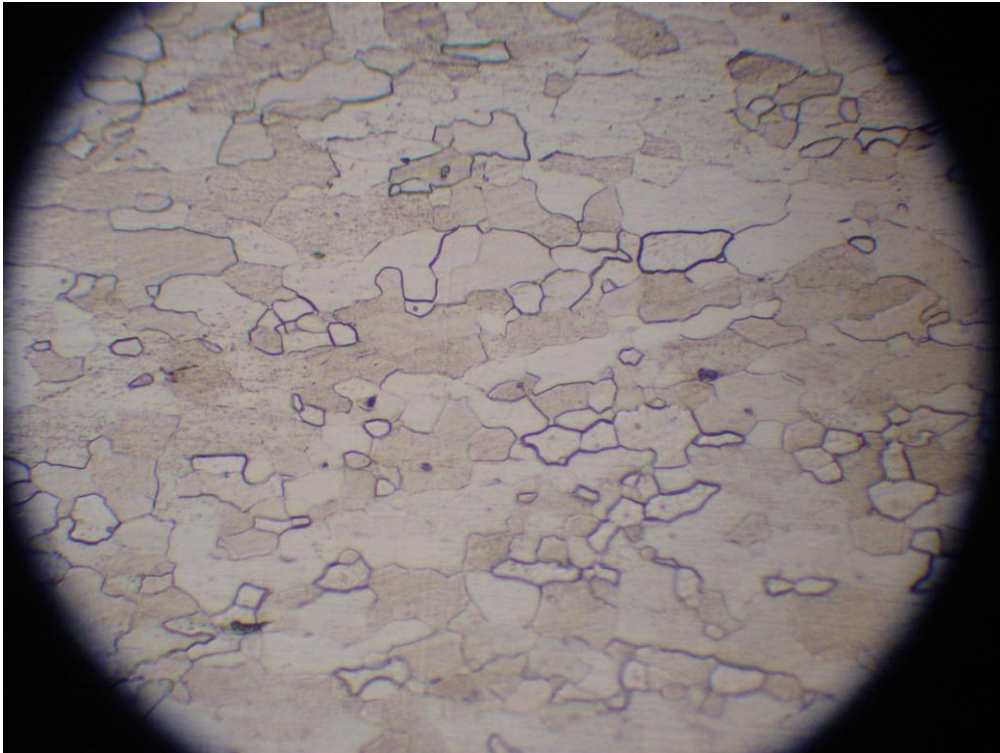


Εικόνα 5. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X20).

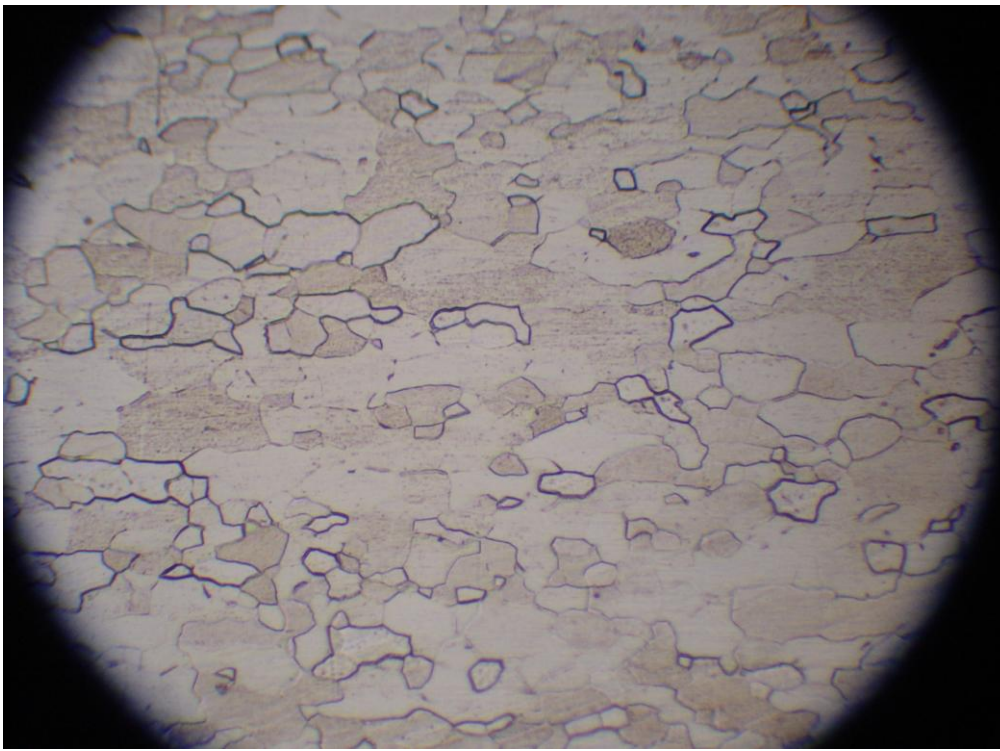


Εικόνα 6. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X20).

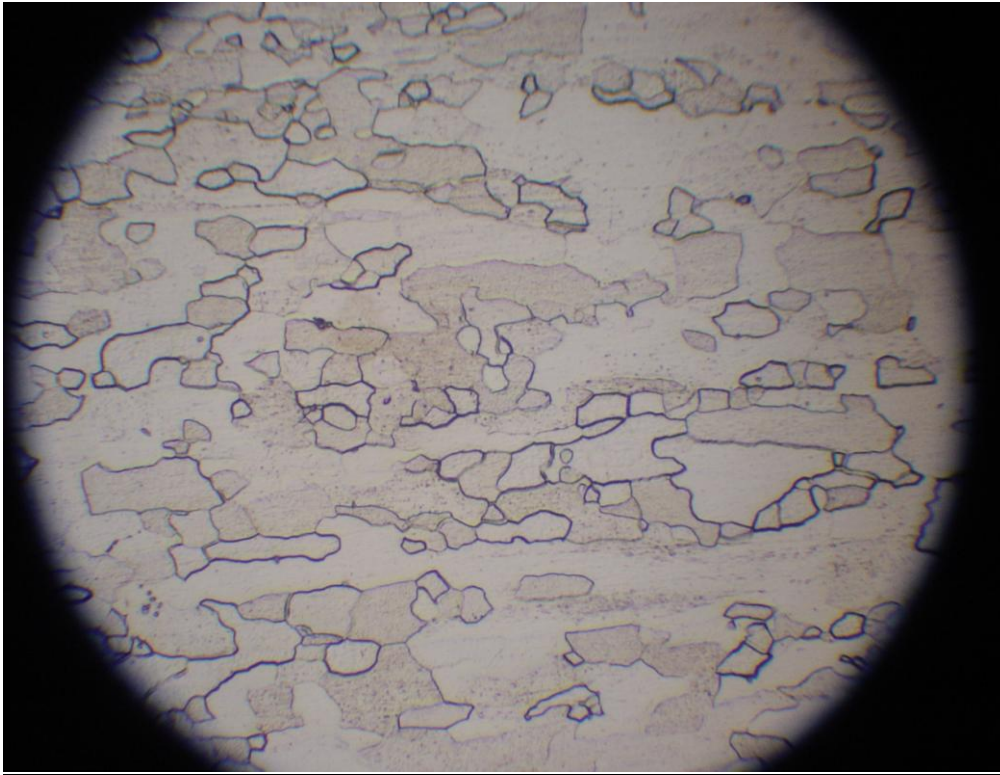
ΔΟΚΙΜΙΟ 2 – 59L – 690⁰ C



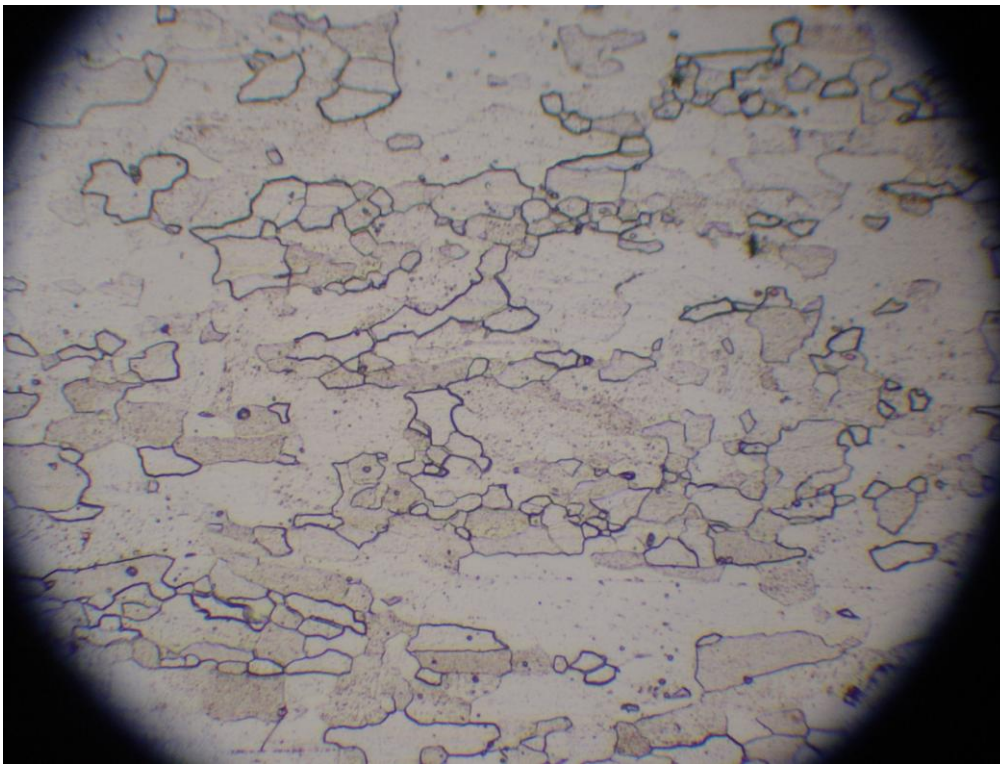
Εικόνα 7. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X20).



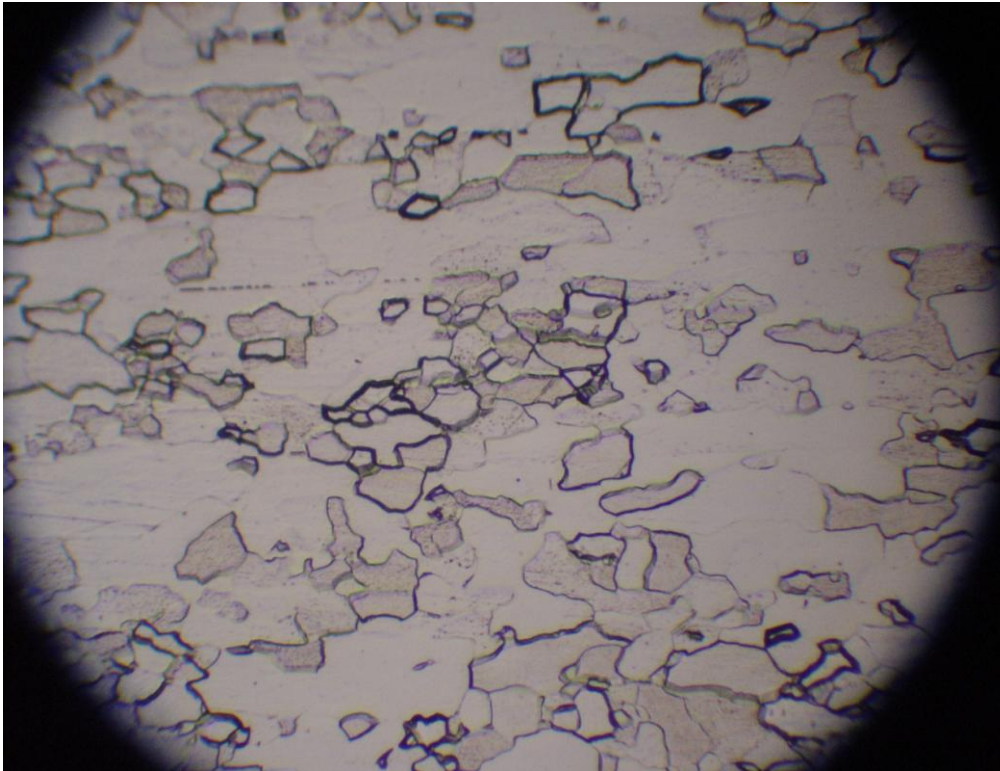
Εικόνα 8. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X20).



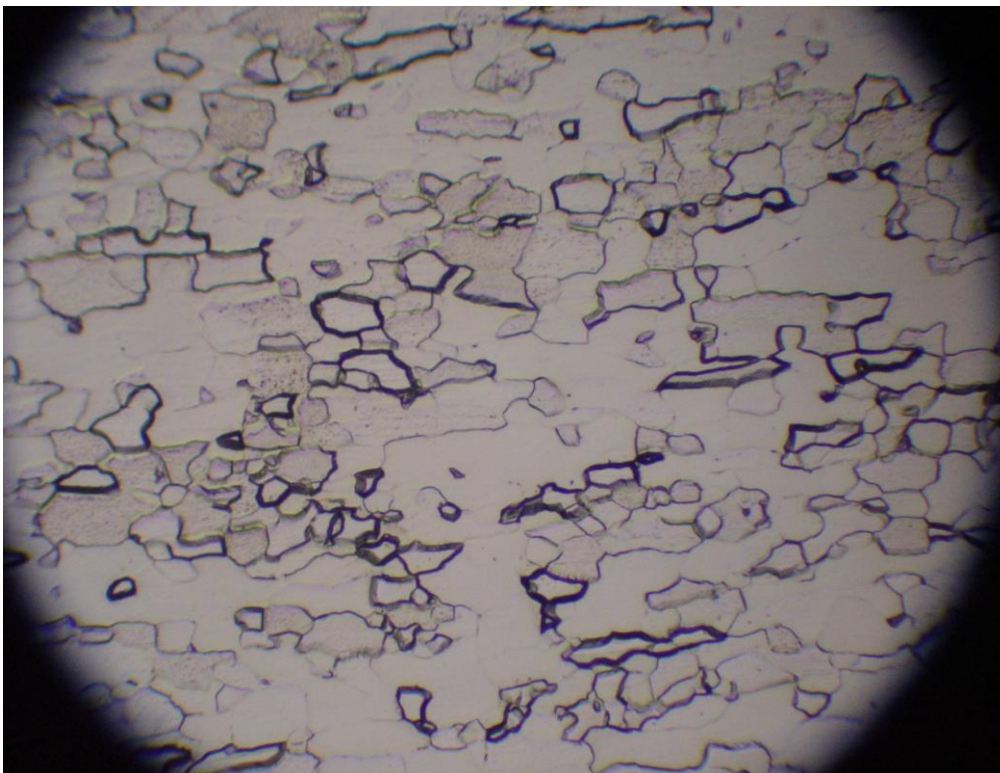
Εικόνα 9. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X20).



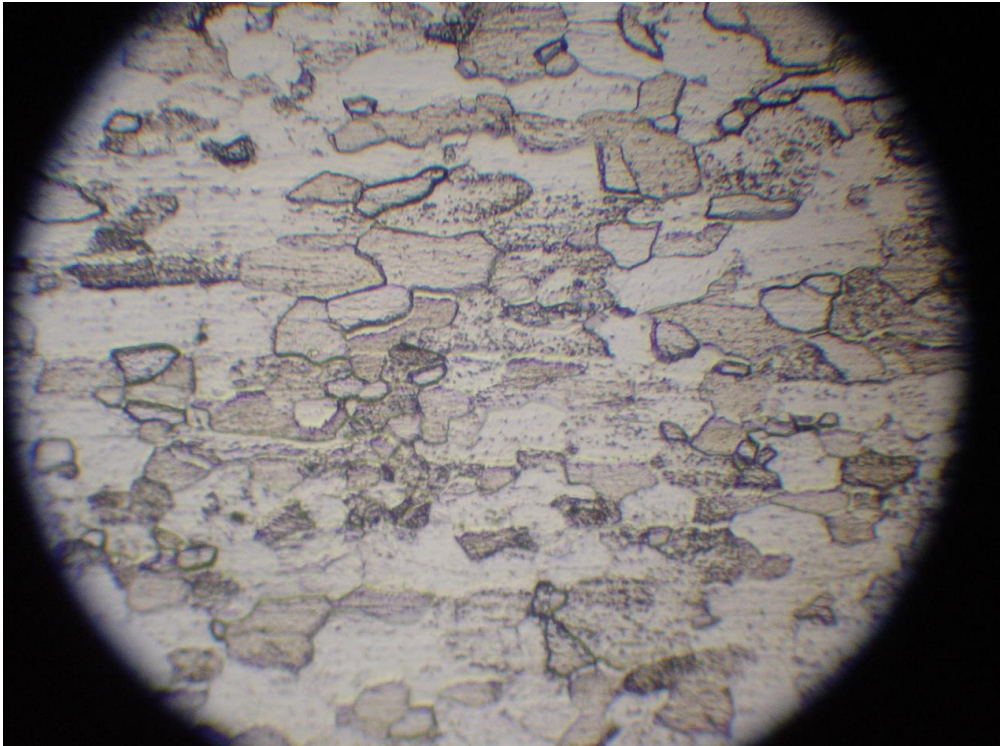
Εικόνα 10. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X20).



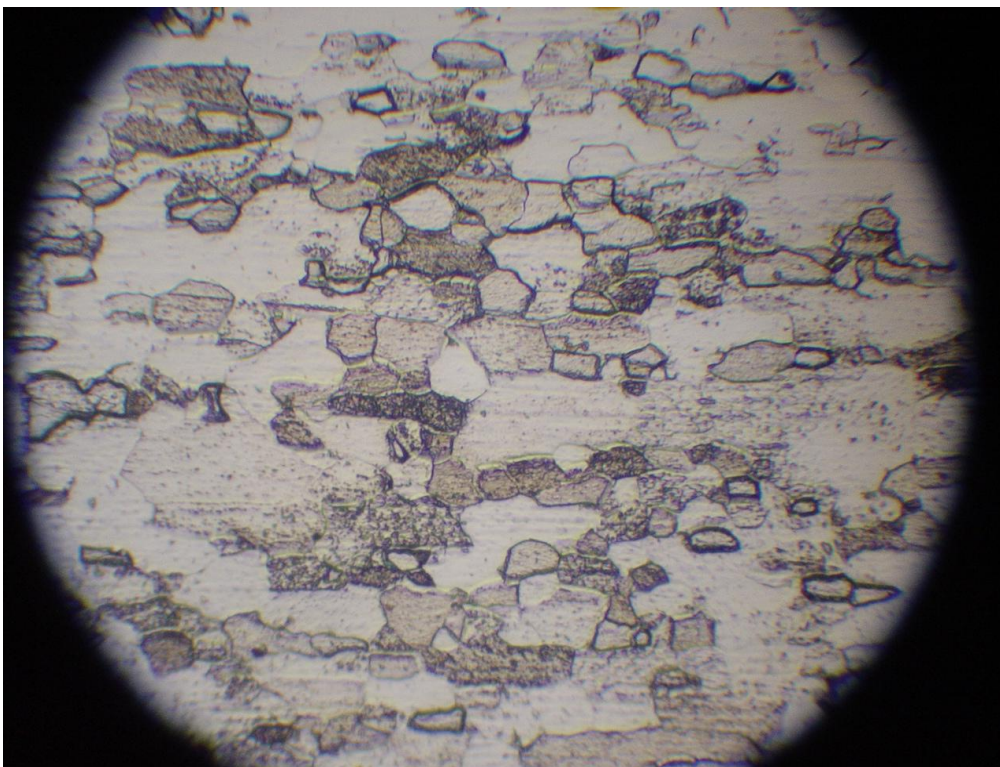
Εικόνα 11. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X20).



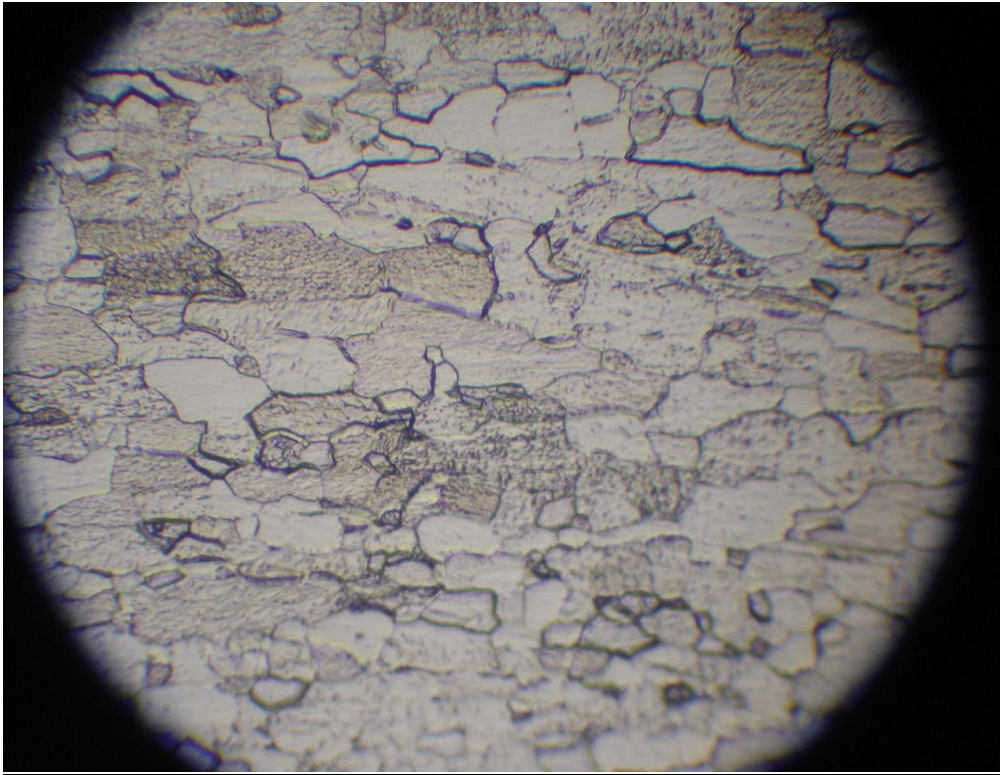
Εικόνα 12. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X20).



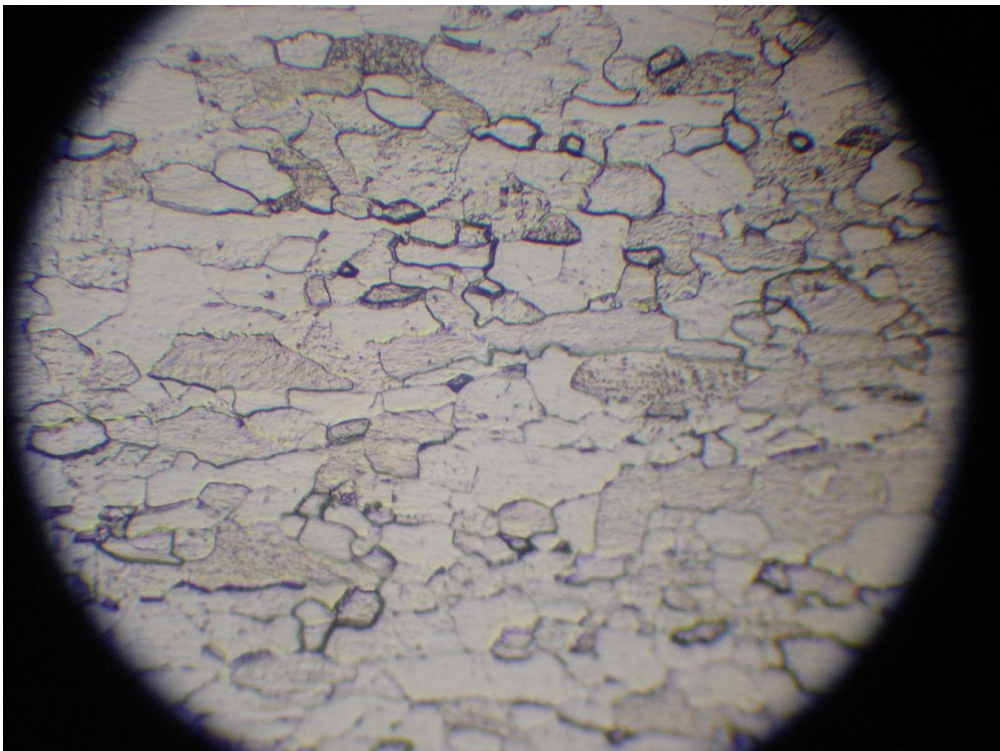
Εικόνα 13. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X20).



Εικόνα 14. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X20).

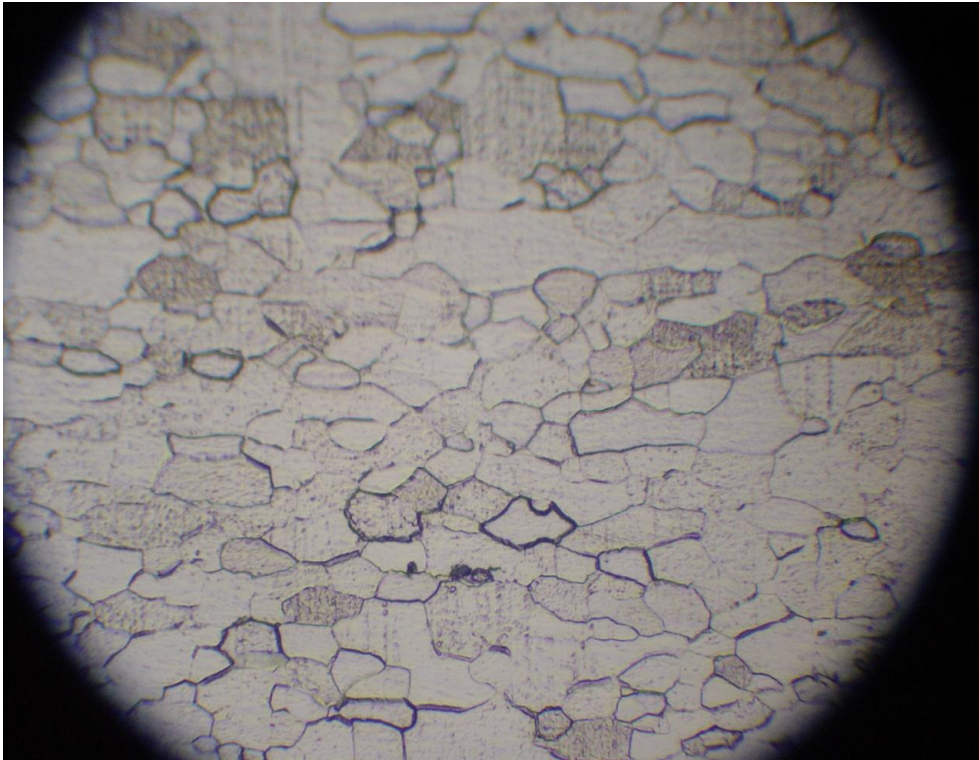


Εικόνα 15. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X20).

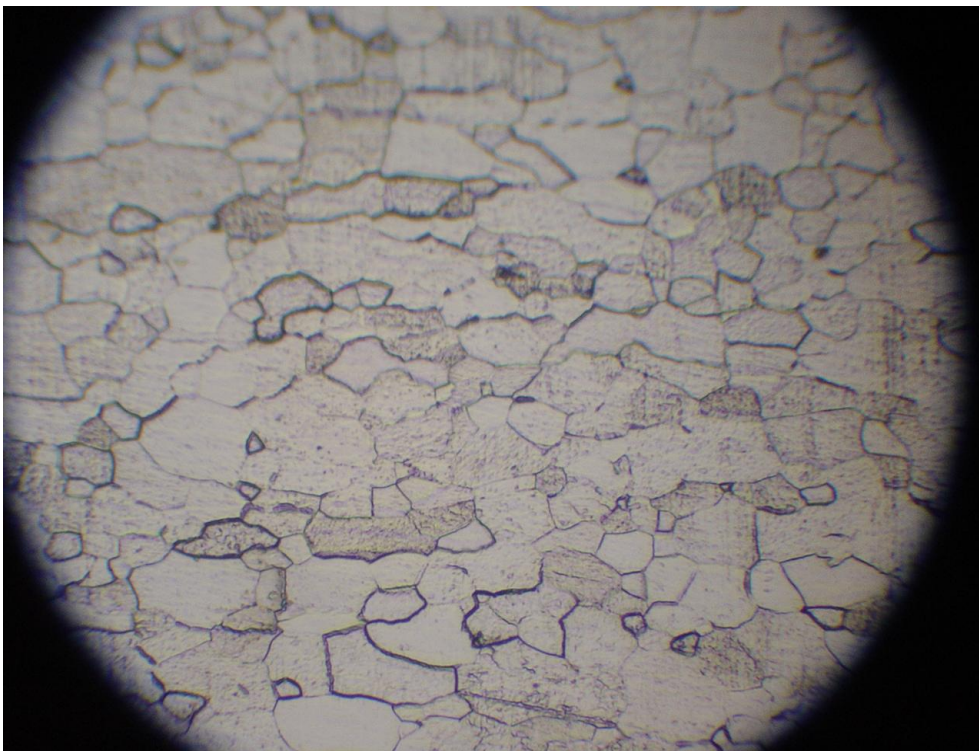


Εικόνα 16. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X20).

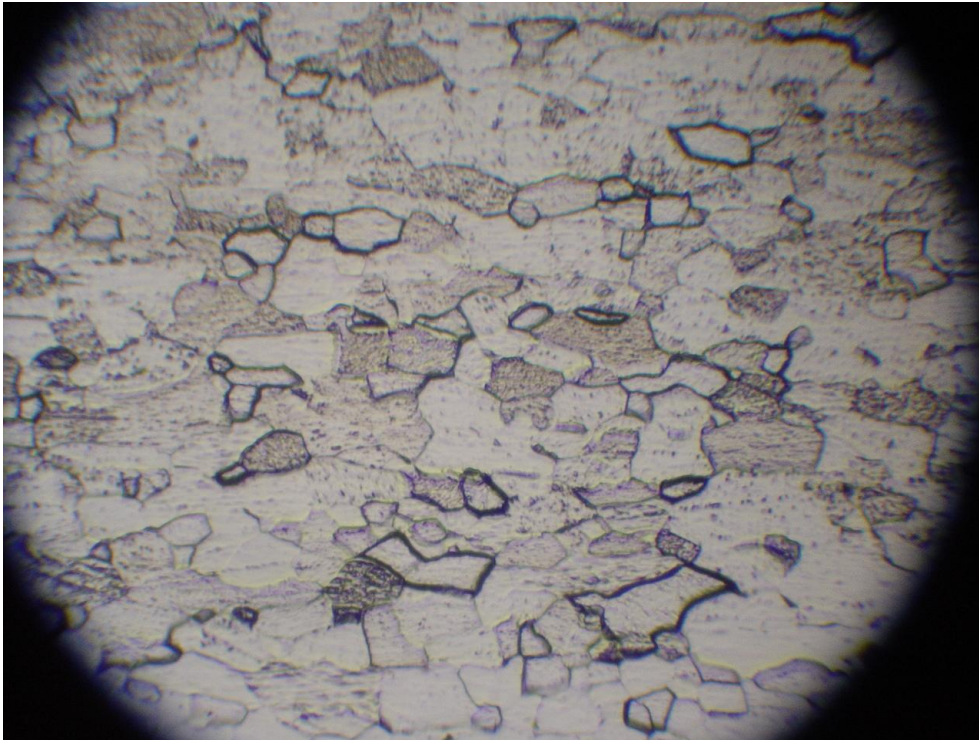
ΔΟΚΙΜΙΟ 15 – 56M – 750⁰C



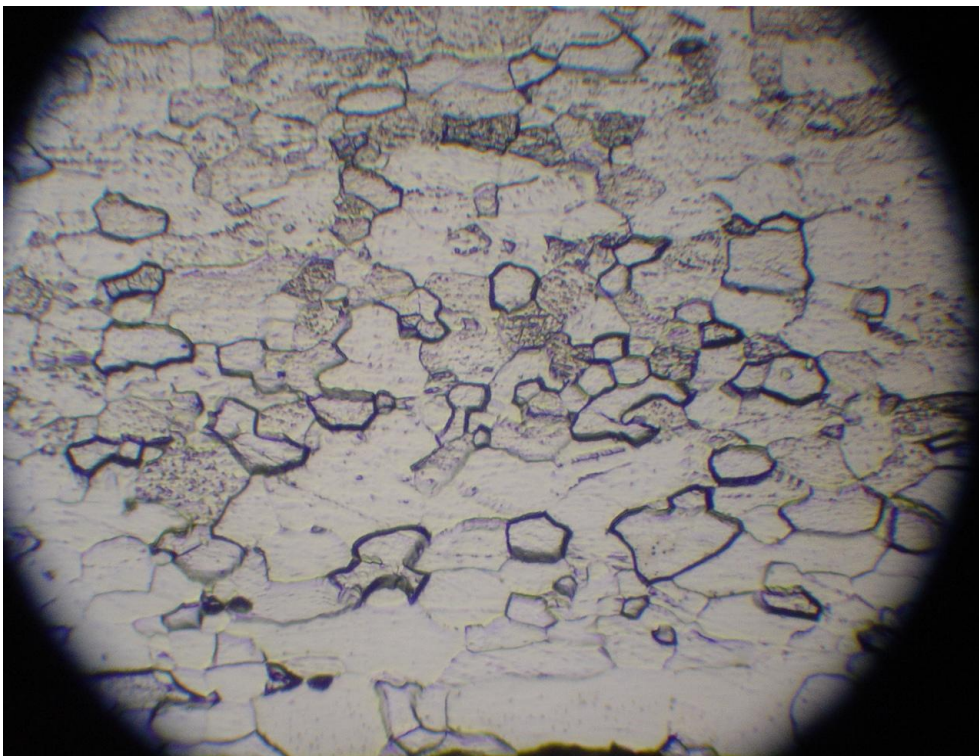
Εικόνα 17. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X20).



Εικόνα 18. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X20).



Εικόνα 19. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X20).

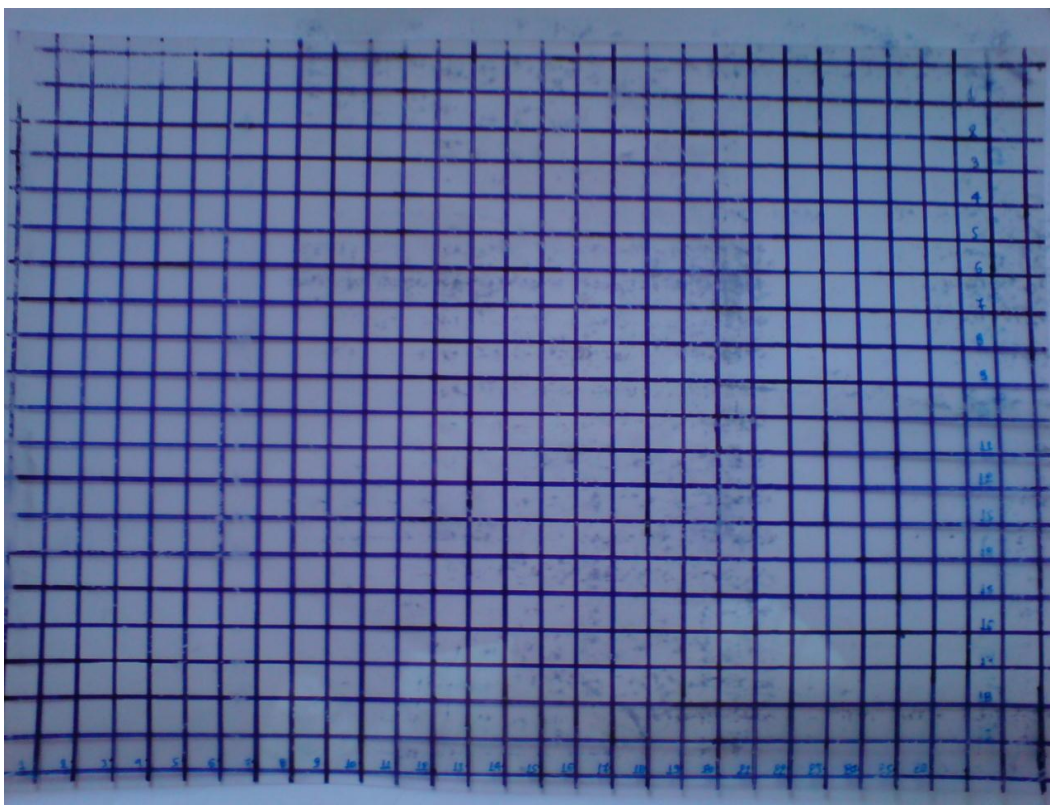


Εικόνα 20. Ηλεκτρονική μικρογραφία του οπτικού μικροσκοπίου της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X20).

3.8 Μέτρηση του μεγέθους κόκκου

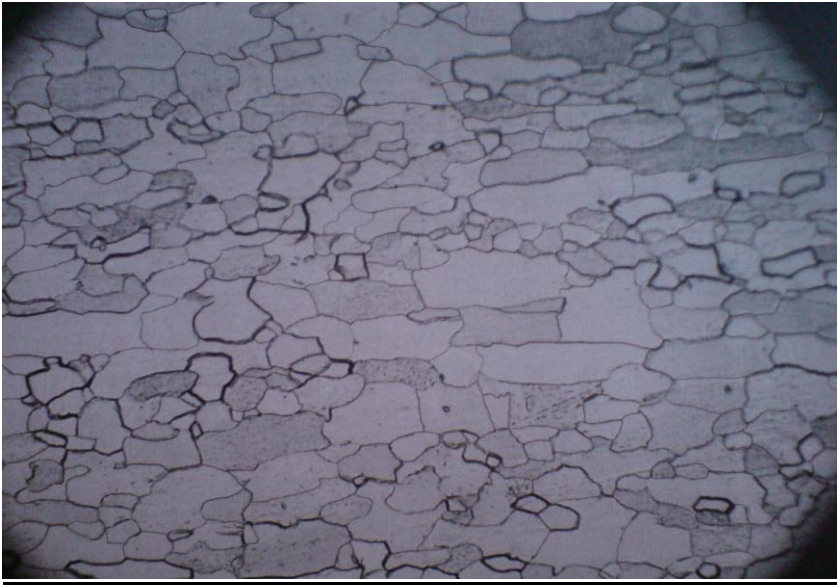
Μετά την ολοκλήρωση της οπτικής μικροσκοπίας προχωρήσαμε στη μέτρηση του μεγέθους κόκκου των οχτώ αυτών δοκιμίων (δύο δοκίμια για καθεμιά από τις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης : 660°C 690°C , 720°C και 750°C) για να μελετήσουμε τη συσχέτιση της θερμοκρασίας ανόπτησης με το μέγεθος του κόκκου.

Η μέθοδος που χρησιμοποιήσαμε για τη μελέτη ονομάζεται "μέθοδος του καννάβου". Χωρίσαμε δηλαδή μια διαφανή επιφάνεια σε ίσα μικρά τετράγωνα με πλευρά ίση με 1 cm όπως απεικονίζεται στην παρακάτω εικόνα :



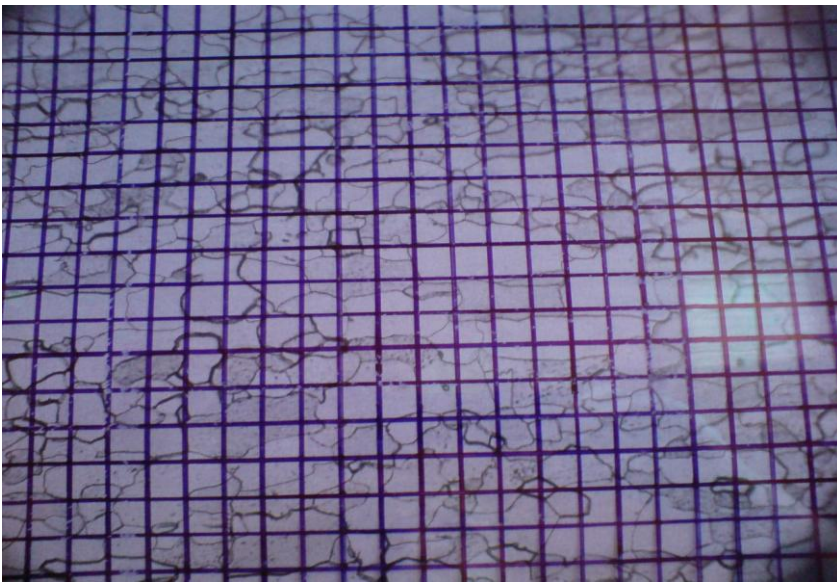
Εικόνα 21. Ο κάνναβος που δημιουργήσαμε για τη μέτρηση του μεγέθους κόκκου των δοκιμίων.

Έπειτα τοποθετήσαμε τον διαφανή αυτόν κάνναβο πάνω σε καθεμιά από τις φωτογραφίες των οχτώ δοκιμίων



Εικόνα 22. Φωτογραφία ενός εκ των δοκιμίων στα οποία εφαρμόσαμε τη μέθοδο του καννάβου για τη μέτρηση του μεγέθους των κόκκων τους.

όπως απεικονίζεται στην ακόλουθη εικόνα :



Εικόνα 23. Η μέθοδος του καννάβου που χρησιμοποιήσαμε για τη μέτρηση του μεγέθους κόκκου των δοκιμίων.

Με τη μέθοδο αυτή, λοιπόν, υπολογίστηκαν τα αριθμητικά δεδομένα από τα οποία τελικά εξήχθη με μεγάλη ακρίβεια ο μέσος όρος του μεγέθους κόκκου του κάθε δοκιμίου.

ΔΟΚΙΜΙΟ 1 – 59K – 690 °C

0,95 cm / κόκκος = 10,5 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 2 – 59 L – 690 °C

1,03 cm / κόκκος = 11,4 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 3 – 89 L – 660 °C

1,02 cm / κόκκος = 11,3 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 4 – 89T – 660 °C

1,02 cm / κόκκος = 11,3 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 8 – 89 – 720 °C

1,08 cm / κόκκος = 12 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 9 – 59 – 720 °C

1,03 cm / κόκκος = 11,4 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 15 – 56M – 750 °C

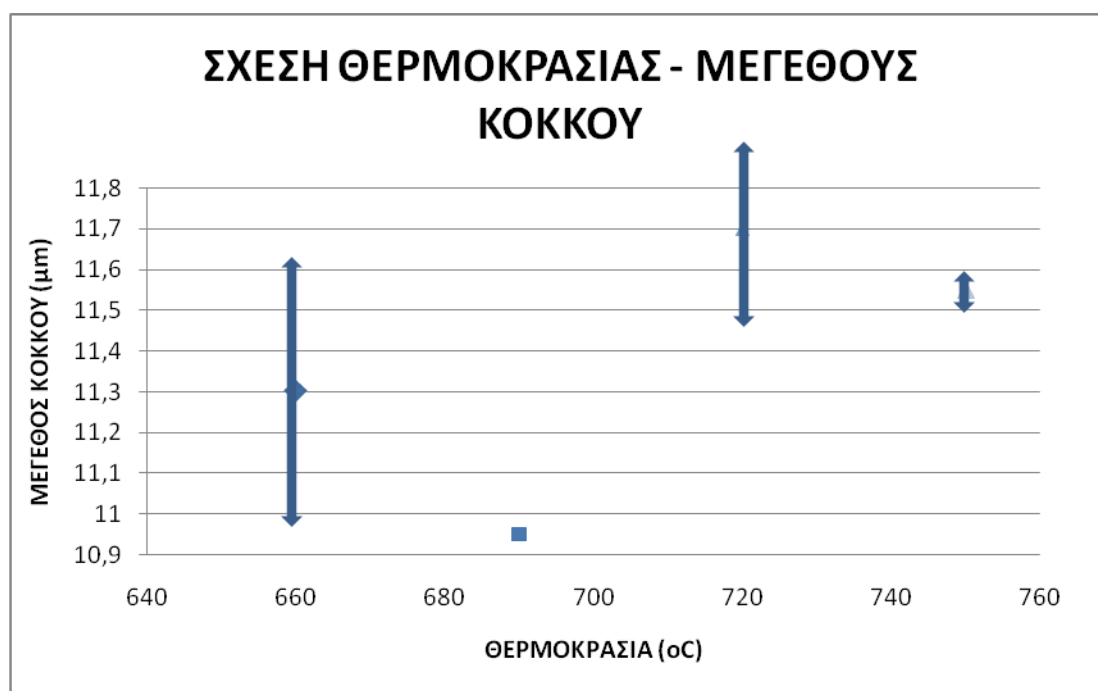
1,05 cm / κόκκος = 11,6 μm / κόκκος

ΔΟΚΙΜΙΟ 16 – 78M – 750 °C

1,04 cm / κόκκος = 11,5 μm / κόκκος

Πίνακας 3. Η μέση τιμή και η τυπική απόκλιση των τιμών του μεγέθους κόκκου για καθεμιά από τις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.

T (οC)	Μέγεθος κόκκου (μm)
660	11,3±0,63
690	10,95±0
720	11,7±0,42
750	11,55±0,07



Εικόνα 24. Διάγραμμα μεγέθους κόκκου – θερμοκρασίας ανόπτησης

3.9 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM) :



Εικόνα 25. Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope) όπου έγινε η ανάλυση των δοκιμίων.

Παρακάτω επιχειρείται μια γενική περιγραφή της μεθόδου:

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (Scanning Electron Microscope) χρησιμεύει για την παρατήρηση επιφανειών και σε συνδυασμό με κατάλληλα συστήματα μικροανάλυσης (Electron probe microanalysis-EPMA) για την στοιχειακή ανάλυση συγκεκριμένων περιοχών της υπό παρατήρησης εικόνας.

Μια ηλεκτρονική δέσμη μικρής διαμέτρου σαρώνει (scan) μια ορθογώνια περιοχή της επιφάνειας του δοκιμίου (raster). Συγχρόνως και σε απόλυτο συγχρονισμό σαρώνεται μια αντίστοιχη επιφάνεια φθορίζουσας οθόνης που βρίσκεται στο άκρο ενός καθοδικού σωλήνα (cathode ray tube – CRT).

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης προσπίπτουν στην επιφάνεια του δοκιμίου, εκπέμπονται από αυτό διάφορες ακτινοβολίες : δευτερογενή ηλεκτρόνια, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, ηλεκτρόνια Auger και ακτίνες X. Τα δευτερογενή και τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια συλλαμβάνονται από ανιχνευτές και χρησιμοποιούνται για το σχηματισμό της εικόνας. Οι ακτίνες X χρησιμοποιούνται για σημειακή μικροανάλυση.

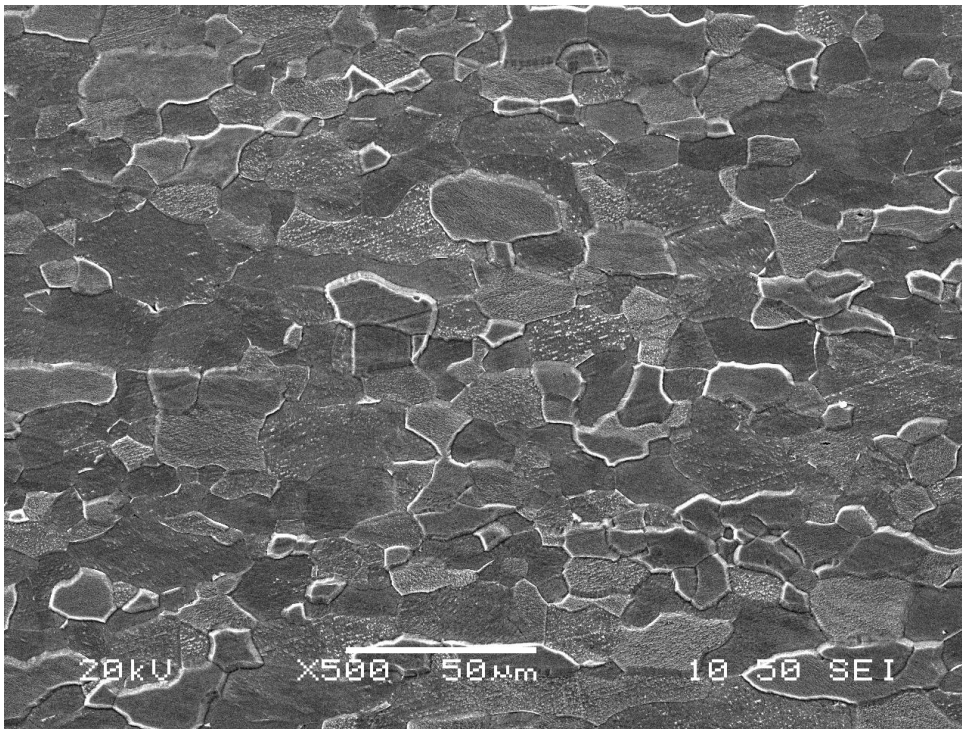
Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια (secondary electrons) είναι ηλεκτρόνια που παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των ηλεκτρονίων της δέσμης με το δοκίμιο και χαρακτηρίζονται από ενέργεια κάτω των 50 eV (ανελαστικές λέγονται οι συγκρούσεις που συνοδεύονται από μεταβολή της ορμής, δηλαδή πρακτικά από μεταβολή της ταχύτητας).

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια εκτινάσσονται από το δοκίμιο από την πρόσκρουση των ηλεκτρονίων της δέσμης και είναι ηλεκτρόνια της στοιβάδας αγωγιμότητας (προκειμένου για μέταλλα) ή της στοιβάδας σθένους (προκειμένου για ημιαγωγούς και μονωτές), δηλαδή ηλεκτρόνια χαλαρά συνδεδεμένα με τα άτομα του δοκιμίου. Ο ανιχνευτής δευτερογενών ηλεκτρονίων τα συλλαμβάνει και τα μετατρέπει σε ηλεκτρικό σήμα για τη διαμόρφωση της εικόνας.

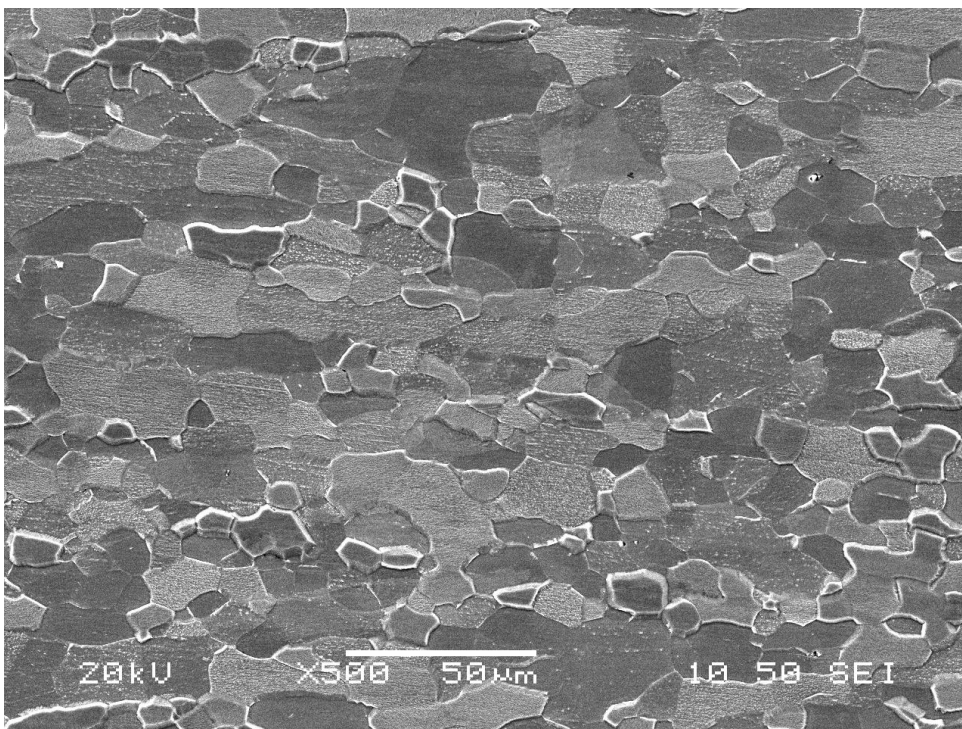
Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για να δώσουν την κύρια εικόνα του δοκιμίου. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι ηλεκτρόνια της δέσμης που διαχέονται είτε ελαστικά, είτε ανελαστικά κατά την πρόσκρουσή τους στην επιφάνεια του δοκιμίου.

Στο εργαστήριο η ανάλυση των δεκαεπτά δοκιμίων μας με το SEM απαιτούσε το σπάσιμο της ρητίνης. Εν συνεχεία, για να έχουν τα δοκίμια αγωγιμότητα σε όλο τους το μήκος, τα καλύψαμε με διάλυμα ακετόνης και γραφίτη. Έπειτα τα δοκίμια ήταν έτοιμα για την έναρξη της διαδικασίας ανάλυσής τους. Τα αποτελέσματα της στοιχειακής ανάλυσης παρουσιάζονται παρακάτω :

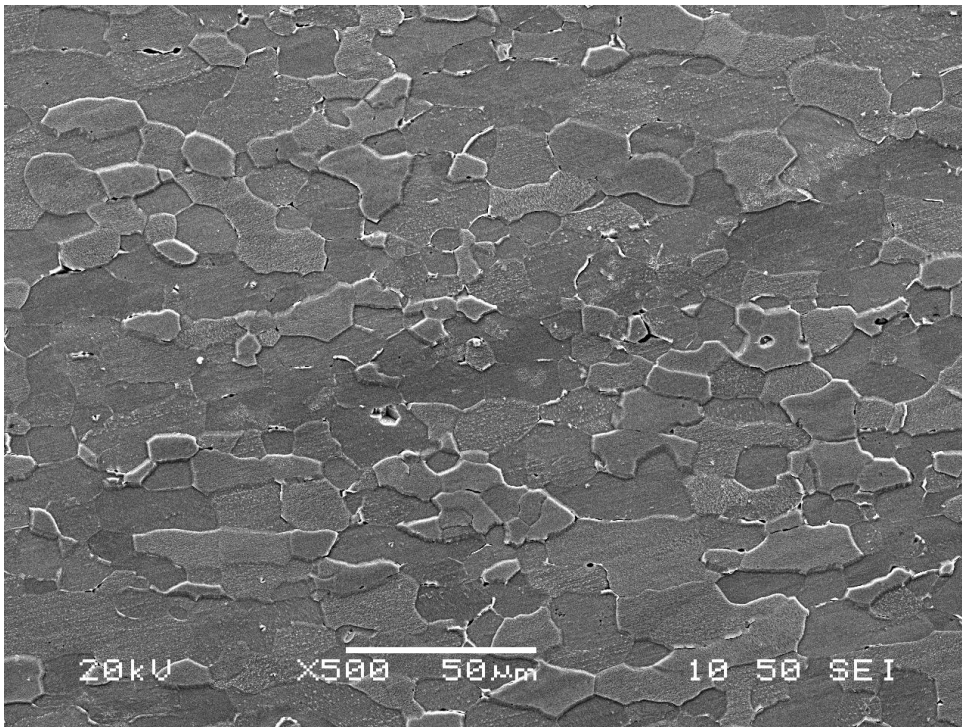
ΔΟΚΙΜΙΟ 1 – 59K – 690°C



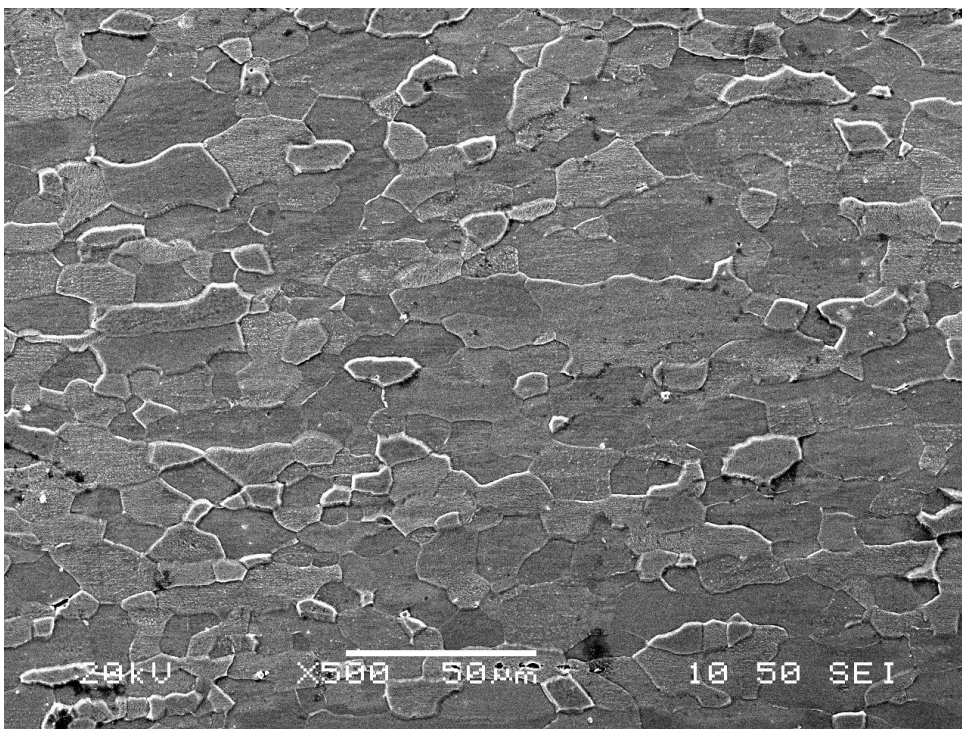
Εικόνα 26. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).



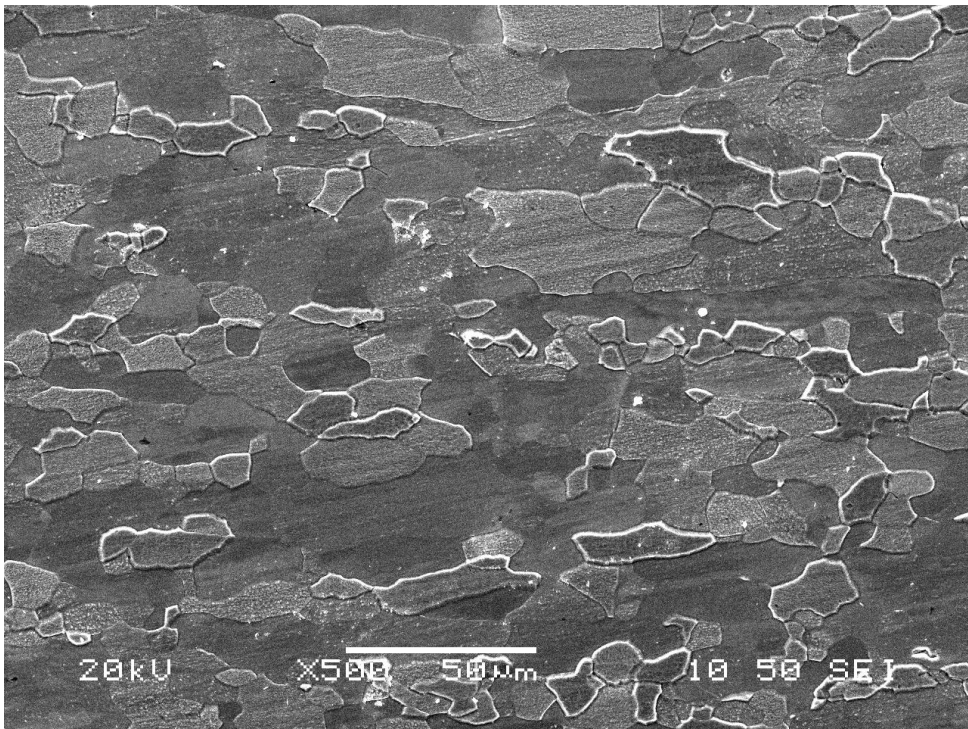
Εικόνα 27. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 °C (μεγέθυνση X500).



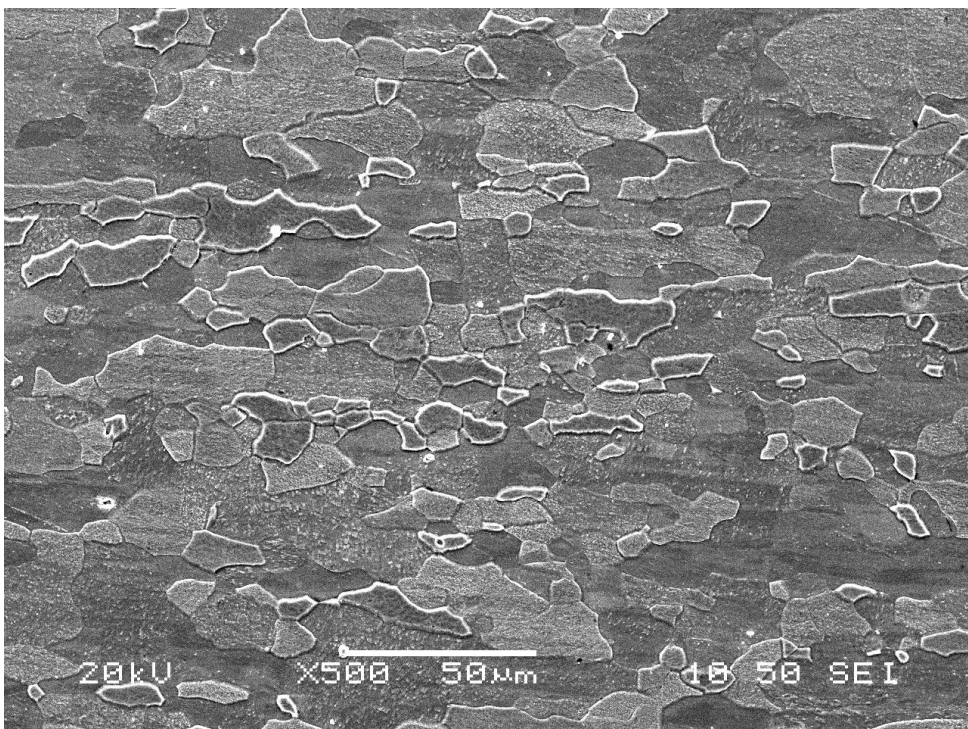
Εικόνα 28. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X500).



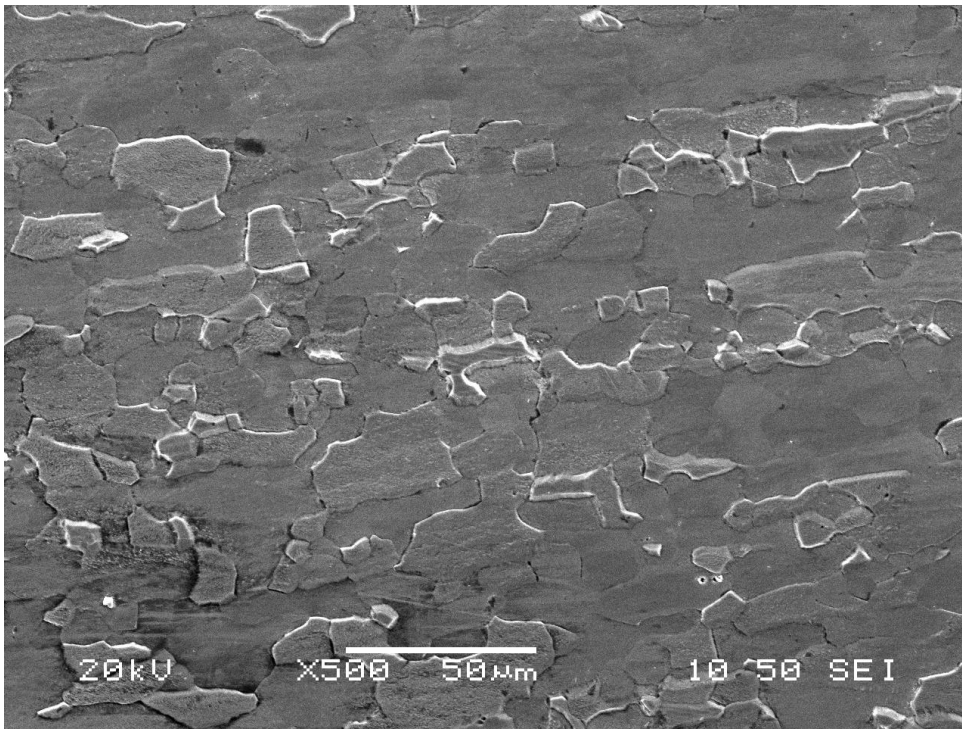
Εικόνα 29. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 690 ⁰C (μεγέθυνση X500).



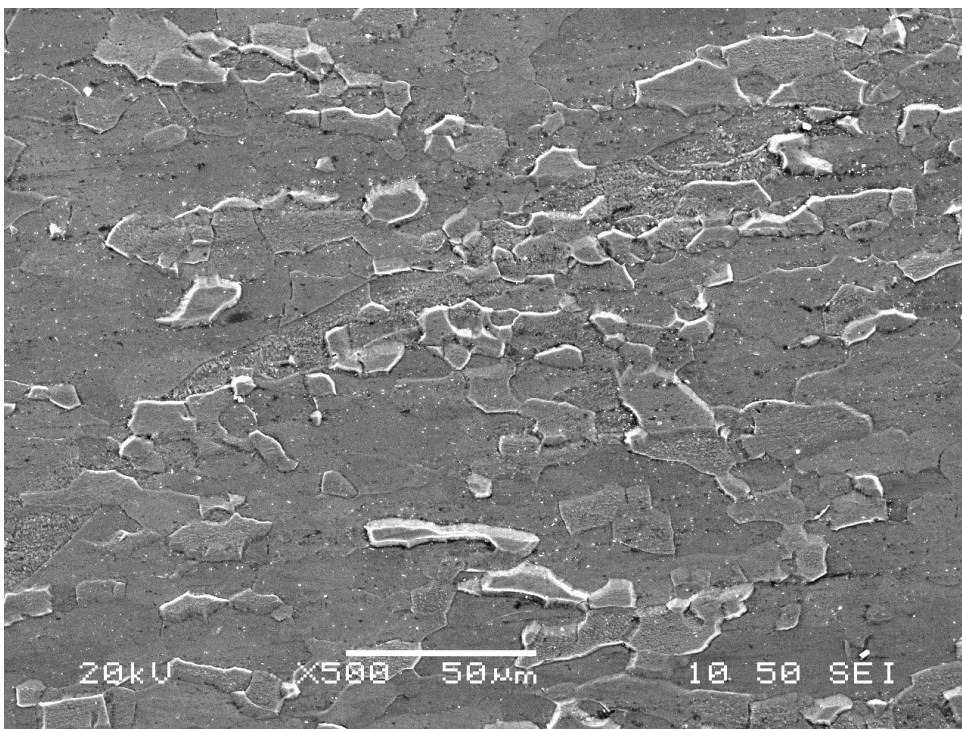
Εικόνα 30. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X500).



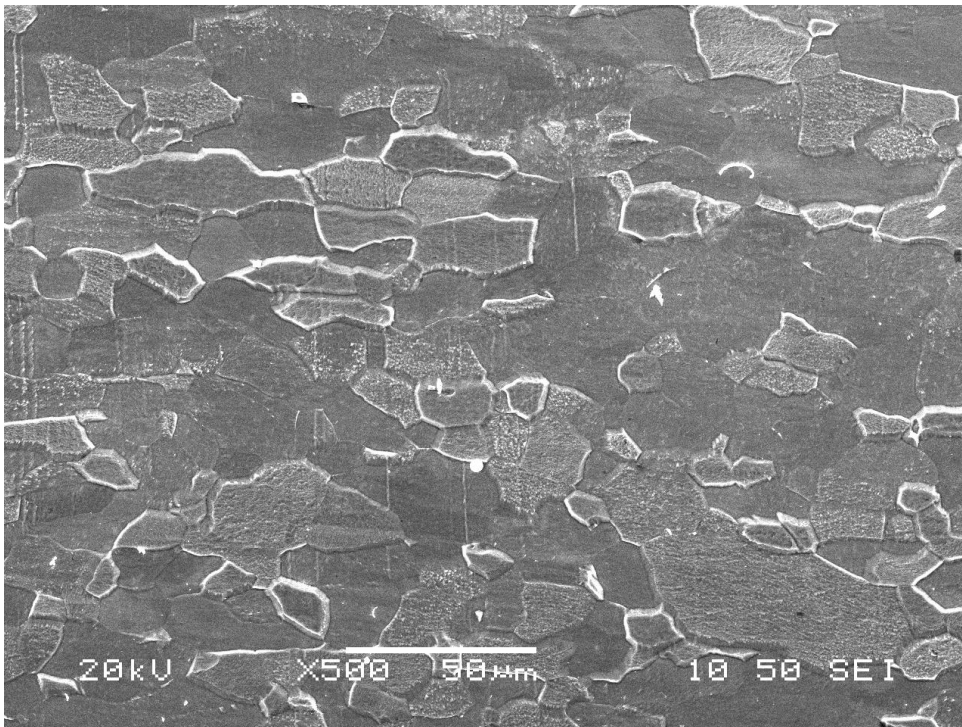
Εικόνα 31. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X500).



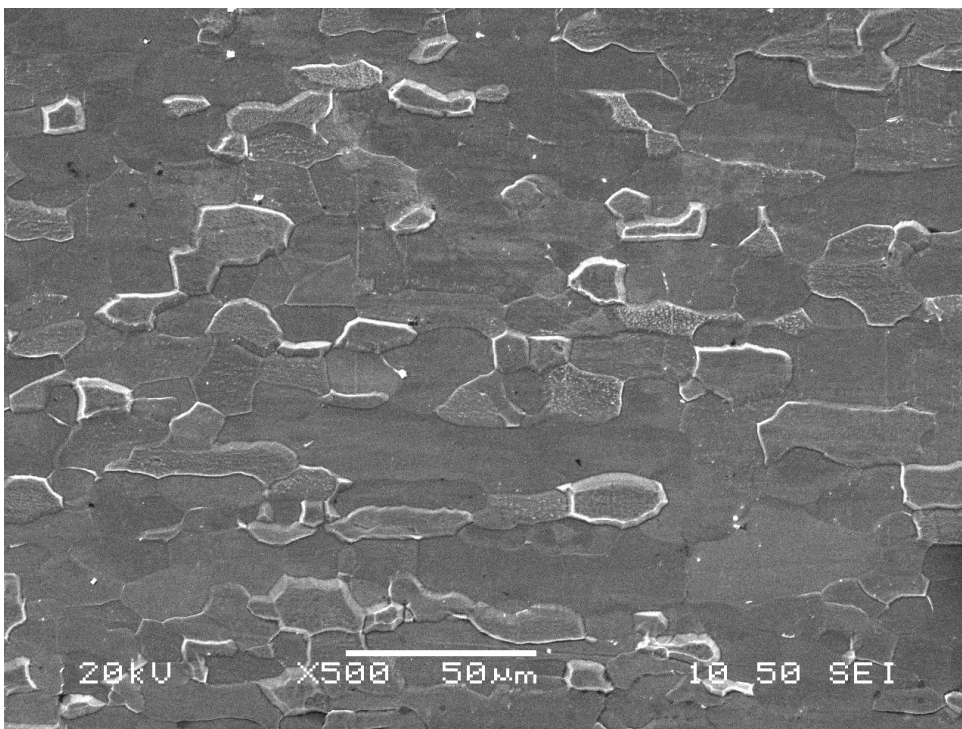
Εικόνα 32. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X500).



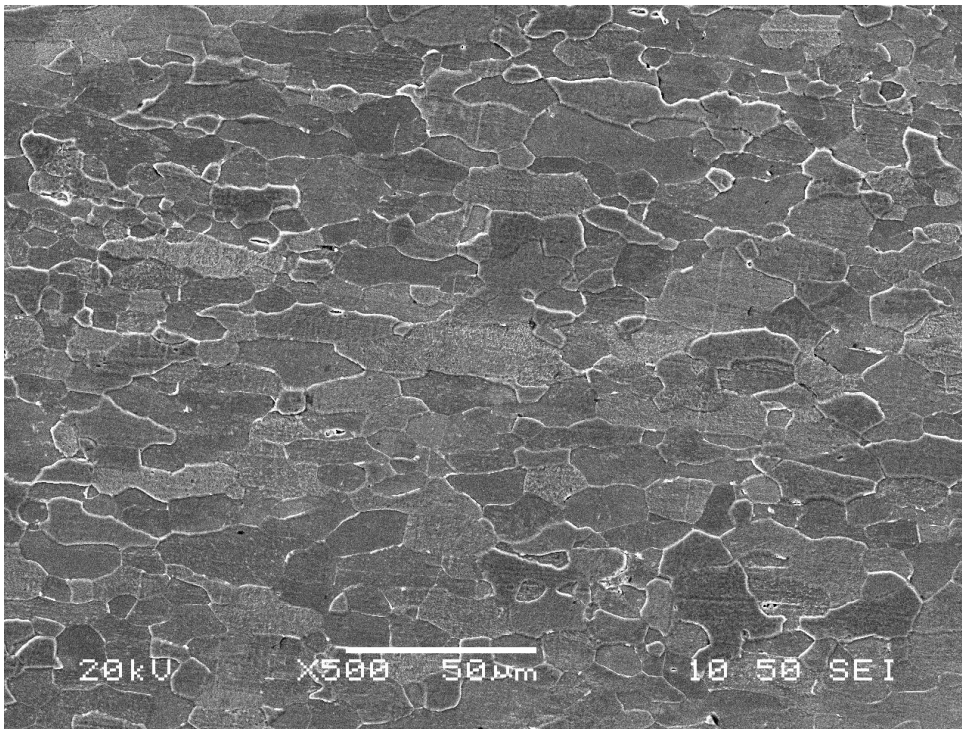
Εικόνα 33. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 660 ⁰C (μεγέθυνση X500).



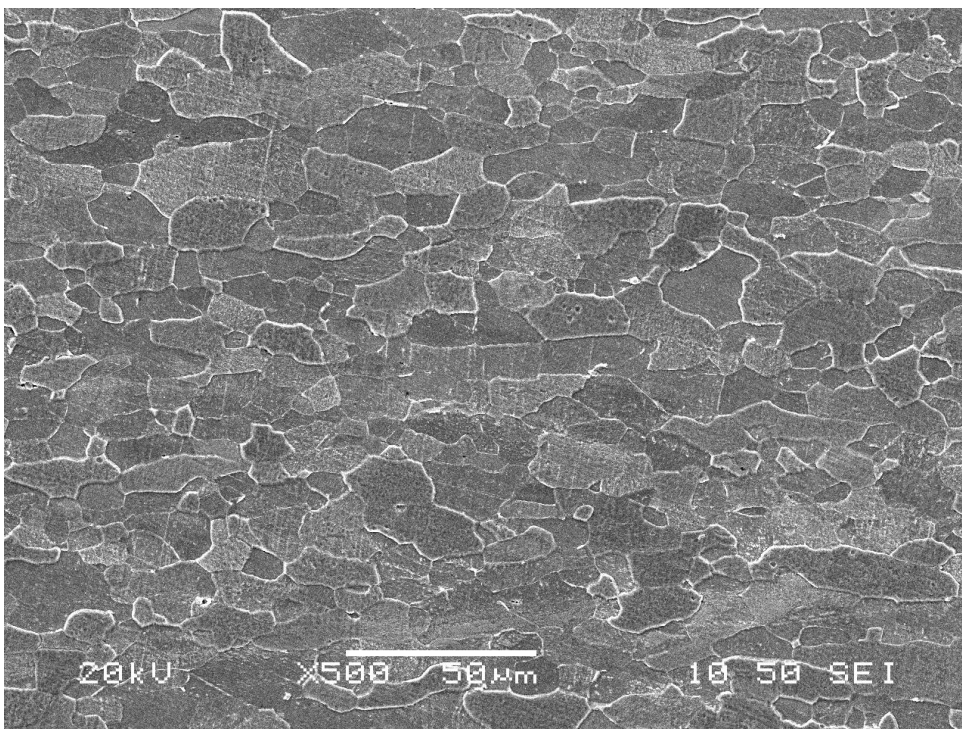
Εικόνα 34. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X500).



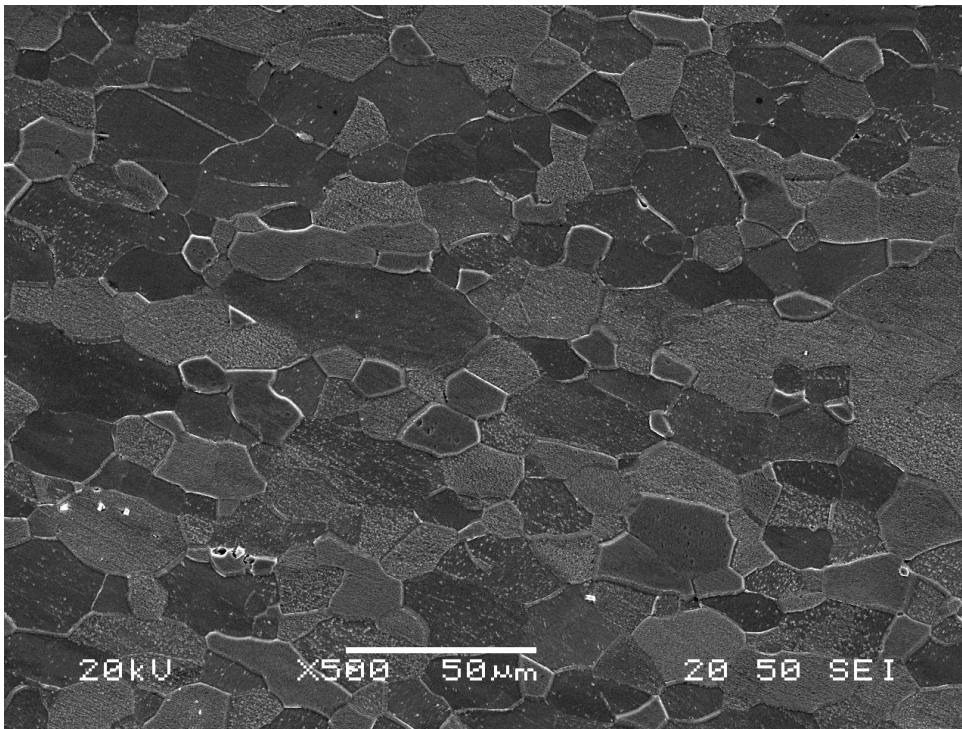
Εικόνα 35. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X500).



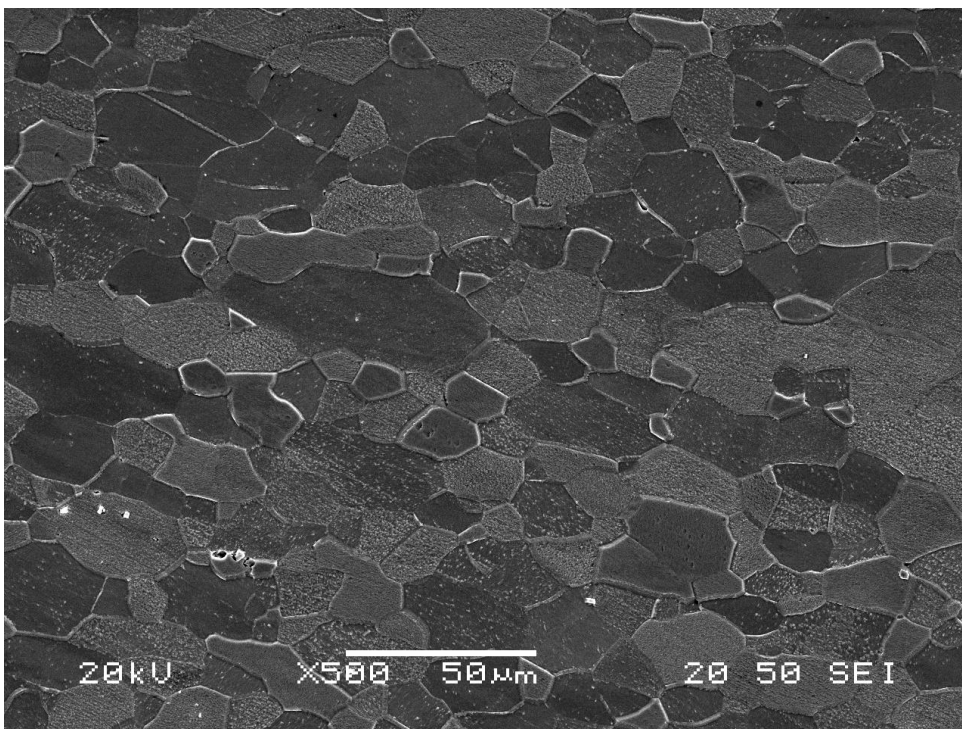
Εικόνα 36. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X500).



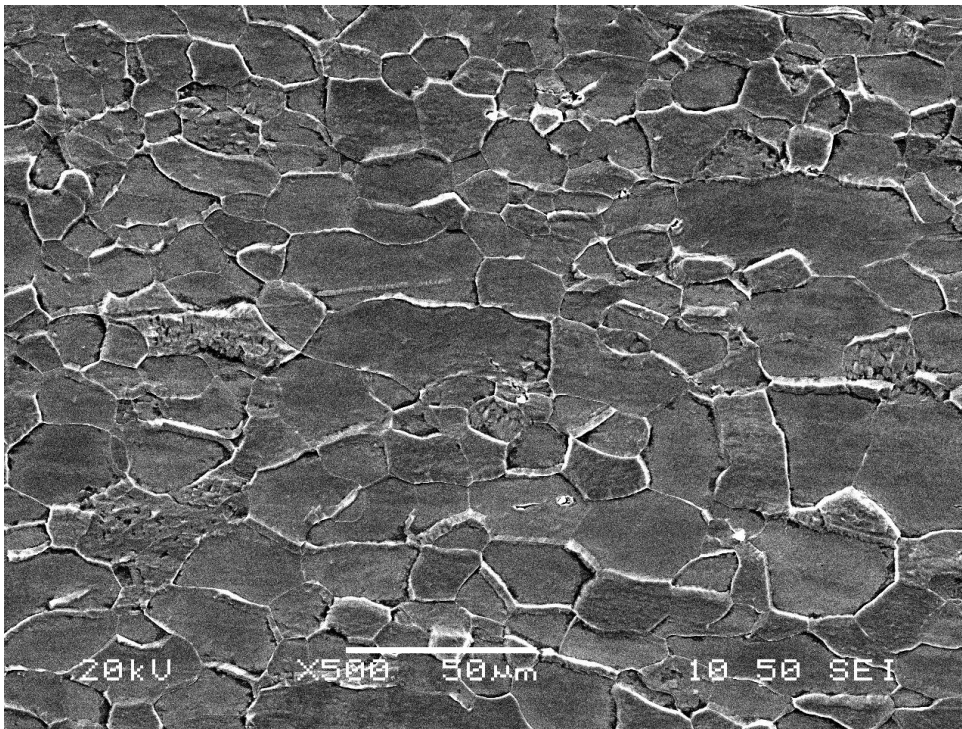
Εικόνα 37. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 720 ⁰C (μεγέθυνση X500).



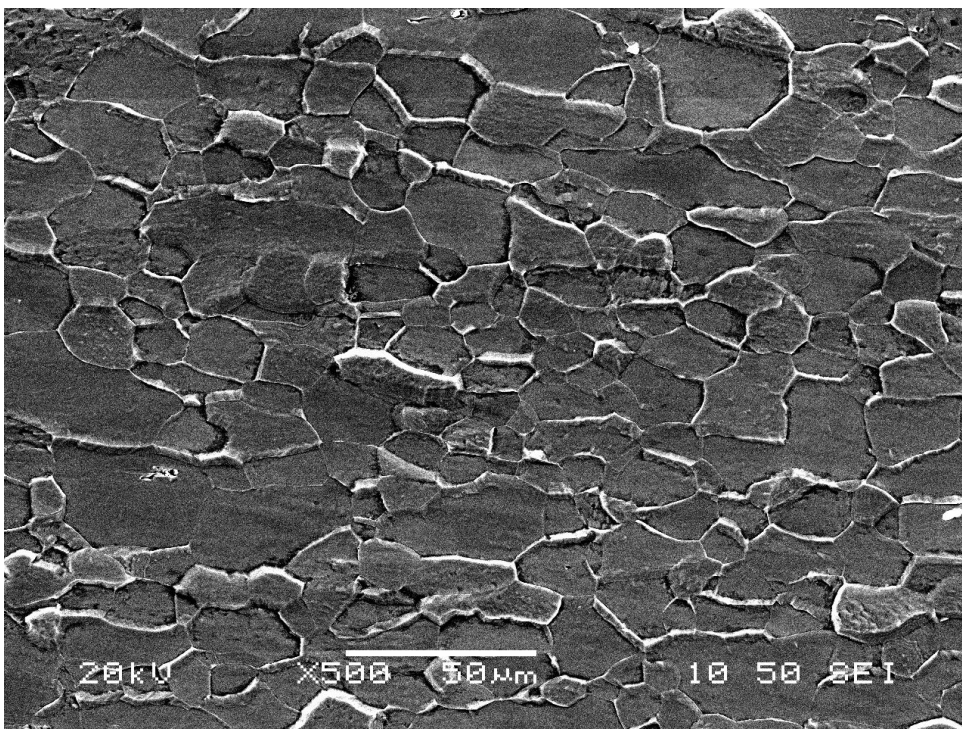
Εικόνα 38. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X500).



Εικόνα 39. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X500).



Εικόνα 40. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X500).



Εικόνα 41. Ηλεκτρονική μικρογραφία scan δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής δοκιμίου που έχει ανοπτηθεί στη θερμοκρασία των 750 ⁰C (μεγέθυνση X500).

3.10 Δοκιμές Εφελκυσμού

Η δοκιμή εφελκυσμού αποτελεί μια συνήθη μηχανική δοκιμή η οποία συνίσταται στην υποβολή ενός δοκιμίου σε εφελκυστική καταπόνηση κατά τη διάρκεια της οποίας καταγράφεται η προκαλούμενη επιμήκυνση Δl . Έτσι η δοκιμή εφελκυσμού μπορεί να μας βοηθήσει στην διεξαγωγή συμπερασμάτων για την μηχανική συμπεριφορά των υλικών.

Είκοσι τέσσερα πρότυπα δοκίμια, ειδικά διαμορφωμένα ώστε να μπορούν να στερεωθούν στις αρπάγες της μηχανής εφελκυσμού, υπέστησαν τη δοκιμή εφελκυσμού.

Πίνακας 4. Οι τύποι των εικοσιτεσσάρων δοκιμίων εφελκυσμού με τα χαρακτηριστικά μεγέθη (μήκος, απόσταση δαγκάνων και πάχος) του καθενός.

ΤΥΠΟΣ ΔΟΚΙΜΙΟΥ	ΜΗΚΟΣ	ΑΠΟΣΤΑΣΗ ΔΑΓΚΑΝΩΝ	ΠΑΧΟΣ
56 E	19,15 cm	12,57 mm / 11,15 cm	1,05 mm
78 J	19,15 cm	12,54 mm / 11,15 cm	1,06 mm
56 D	19,1 cm	12,57 mm / 11,1 cm	1,04 mm
56 J	19,1 cm	12,57 mm / 11,1 cm	1,04 mm
56 H	19,1 cm	12,52 mm / 11,15 cm	1,05 mm
78 G	19,15 cm	12,59 mm / 11,15 cm	1,05 mm
56 A	19,15 cm	12,62 mm / 11,1 cm	1,02 mm
78 I	19,1 cm	12,53 mm / 11,1 cm	1,06 mm
78 K	19,1 cm	12,57 mm / 11,1 cm	1,06 mm
56 K	19,15 cm	12,58 mm / 11,1 cm	1,05 mm
78 H	19,1 cm	12,55 mm / 11,1 cm	1,06 mm
56 G	19,1 cm	12,51 mm / 11,1 cm	1,05 mm
56 F	19,15 cm	12,61 mm / 11,15 cm	1,04 mm
78 A	19,15 cm	12,59 mm / 11,1 cm	1,04 mm
78 L	19,1 cm	12,53 mm / 11,1 cm	1,05 mm
56 L	19,1 cm	12,53 mm / 11,15 cm	1,04 mm
56 I	19,15 cm	12,58 mm / 11,15 cm	1,04 mm
56 B	19,1 cm	12,52 mm / 11,15 cm	1,03 mm
78 B	19,15 cm	12,60 mm / 11,15 cm	1,04 mm
56 C	19,1 cm	12,52 mm / 11,1 cm	1,02 mm
78 E	19,15 cm	12,55 mm / 11,15 cm	1,08 mm
78 F	19,15 cm	12,58 mm / 11,15 cm	1,06 mm
78 D	19,15 cm	12,59 mm / 11,1 cm	1,06 mm
78 C	19,15 cm	12,60 mm / 11,1 cm	1,05 mm

Πίνακας 5. Οι τύποι των εικοσιτεσσάρων δοκιμίων με το όριο διαρροής και το μέτρο ελαστικότητας που τους αντιστοιχεί.

ΤΥΠΟΣ ΔΟΚΙΜΙΟΥ	0,2 i	Modulus
78 J	88,86 MPa	53,66 GPa
56 E	121,2 MPa	57,76 GPa
56 D	95,53 Mpa	66,41 GPa
56 J	99,77 MPa	65,3 GPa
56 H	78, 56 Mpa	57,59 GPa
78 G	96,13 MPa	65,95 GPa
56 A	180,1 MPa	66,67 GPa
78 I	98,96 MPa	79,15 GPa
78 C	70,48 MPa	58,67 GPa
78 K	122,6 MPa	65,04 GPa
56 K	91,49 MPa	60,95 GPa
78 H	104,6 MPa	58,22 GPa
56 G	99,36 MPa	69,79 GPa
56 F	100,2 MPa	71,87 GPa
78 A	67,66 MPa	60,77 GPa
78 L	103,8 MPa	68,23 GPa
56 L	95,93 MPa	55,04 GPa
56 I	108,5 MPa	69,14 GPa
56 B	175,5 MPa	65,04 GPa
78 B	68,26 MPa	66,41 GPa
56 C	173,3 MPa	47,71 GPa
78 E	88,2 MPa	66,41 GPa
78 F	84,82 MPa	57,70 GPa
78 D	101,8 MPa	64,85 GPa



Εικόνα 42. Η μηχανή εφελκυσμού όπου υποβλήθηκαν τα δοκίμια σε εφελκυστική καταπόνηση.



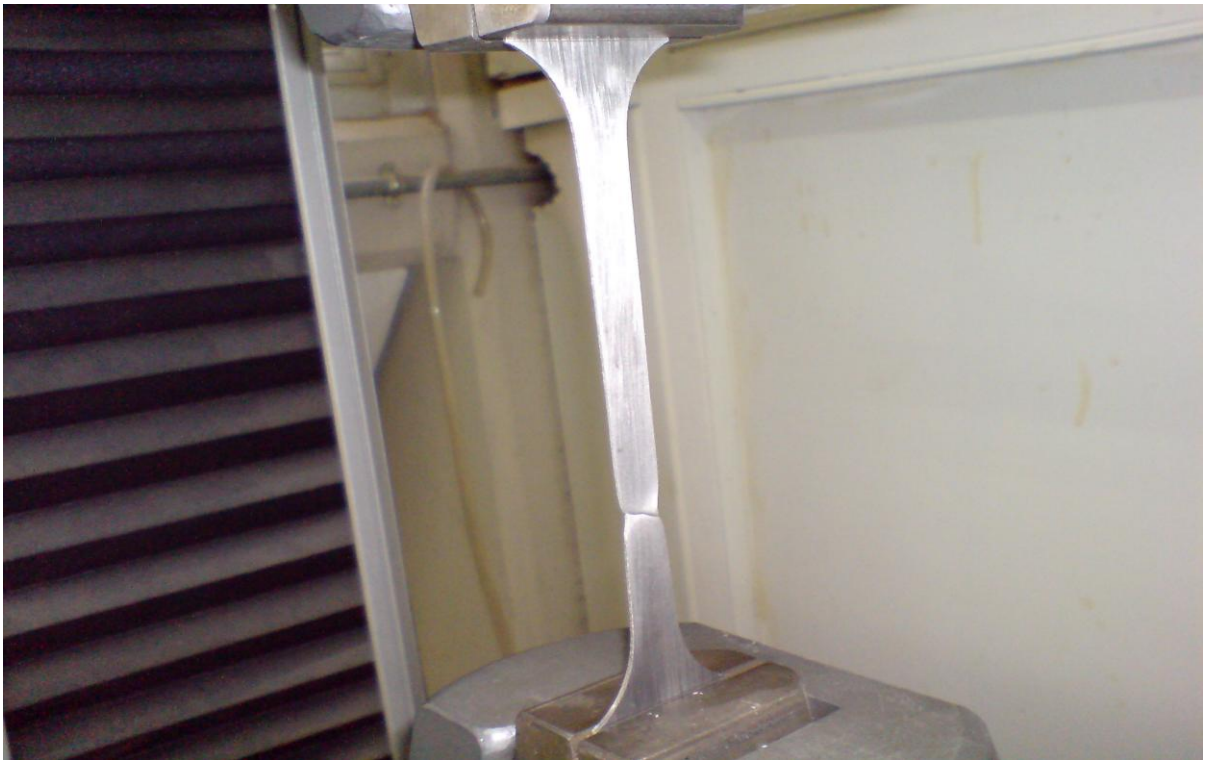
Εικόνα 43. Η μηχανή εφελκυσμού και ένα από τα δοκίμια έτοιμο για εφελκυστική καταπόνηση.



Εικόνα 44. Το δοκίμιο αρχίζει να καταπονείται εφελκυστικά.



Εικόνα 45. Η εφελκυστική καταπόνηση βρίσκεται σε εξέλιξη.

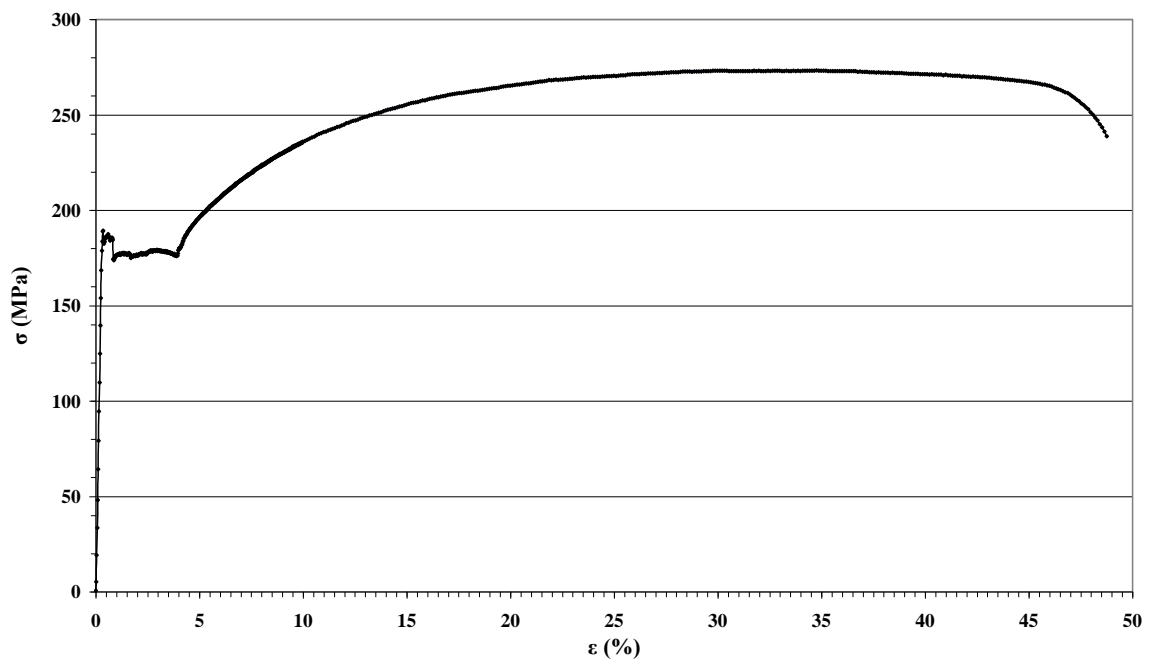


Εικόνα 46. Η εφελκυστική καταπόνηση βρίσκεται στο τελικό της στάδιο όπου ήδη είναι εμφανής η δημιουργία λαιμού και το σημείο της επερχόμενης θραύσης.



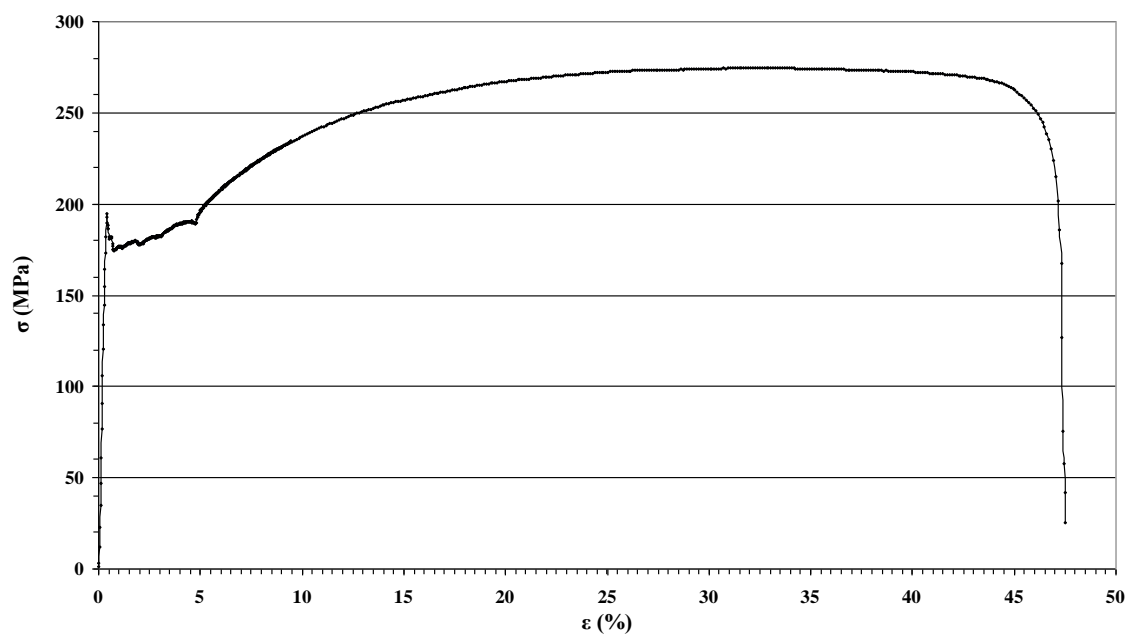
Εικόνα 47. Το πέρας της εφελκυστικής καταπόνησης με την θραύση του δοκιμίου.

56 A



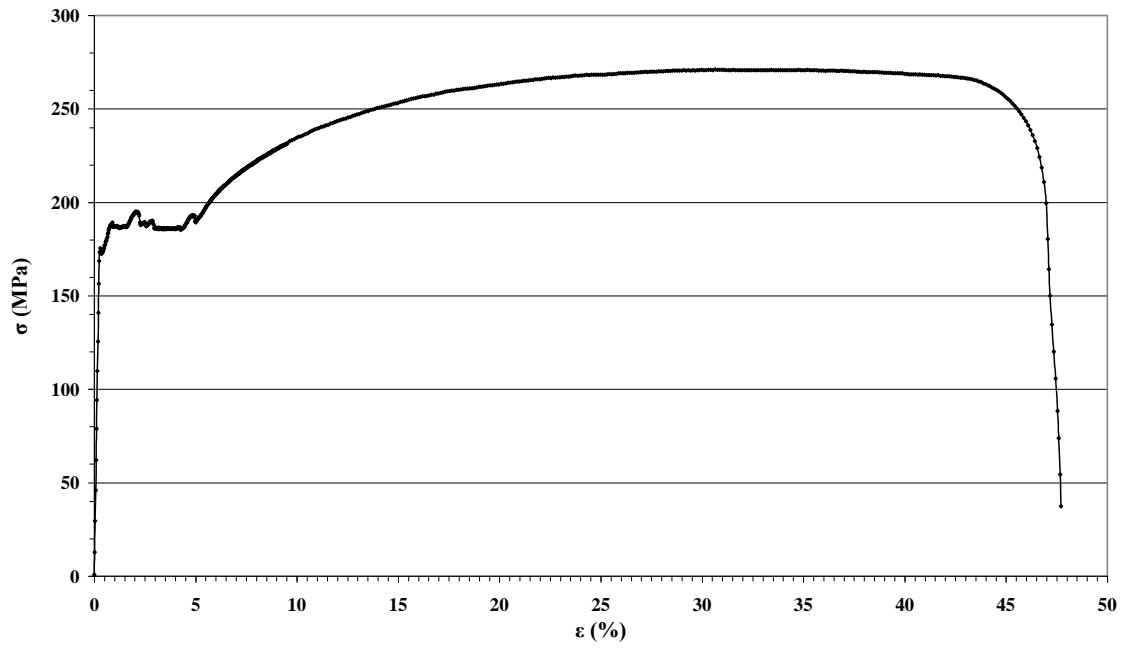
Εικόνα 48. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 A.

56 B



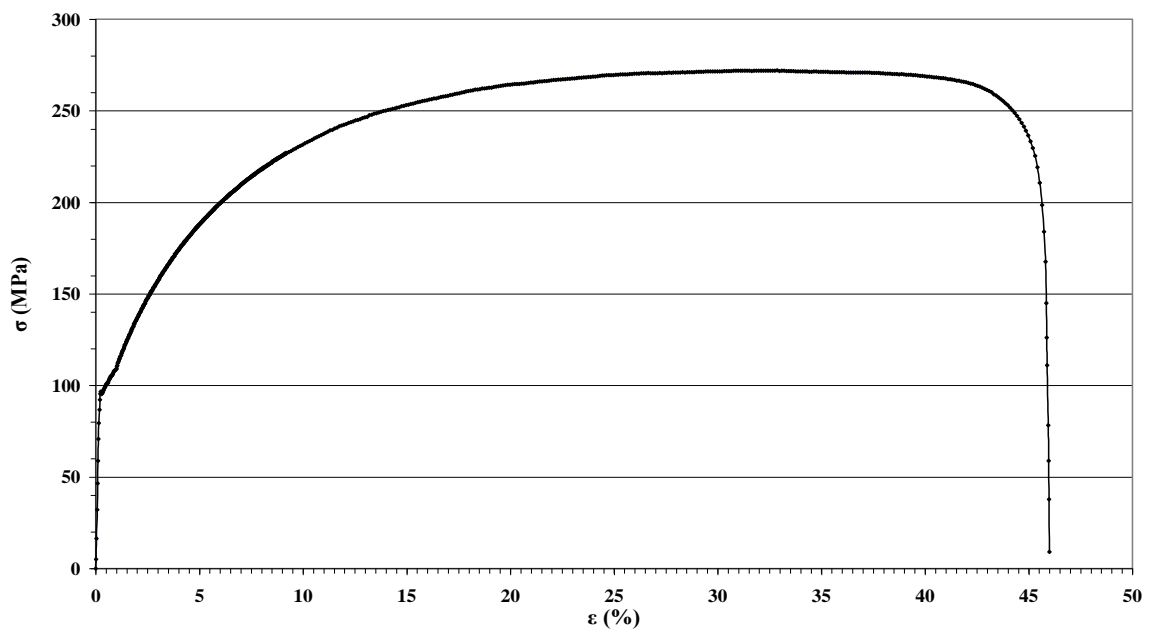
Εικόνα 49. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 B.

56 C



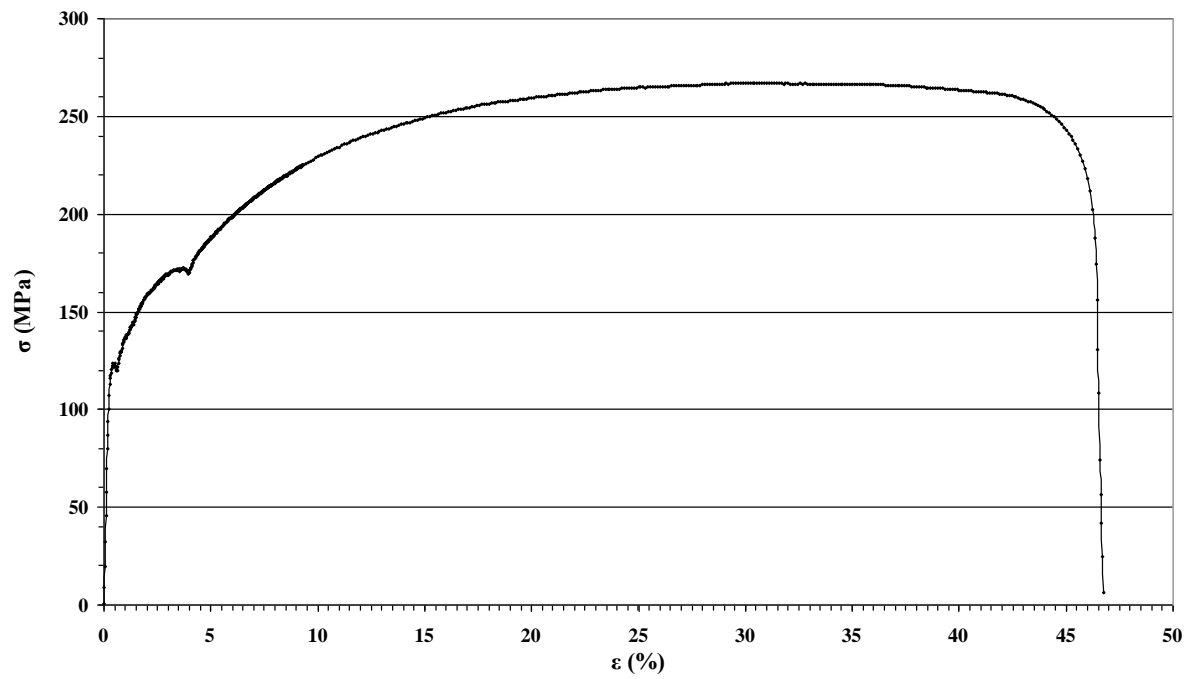
Εικόνα 50. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 C.

56D



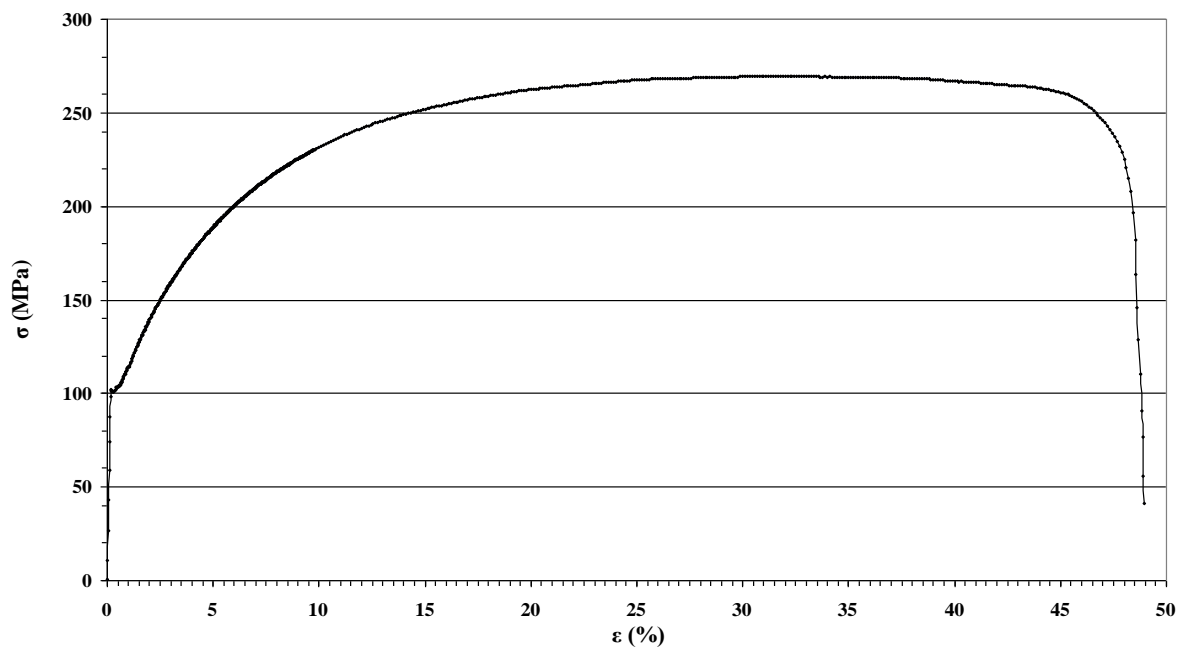
Εικόνα 51. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 D.

56E



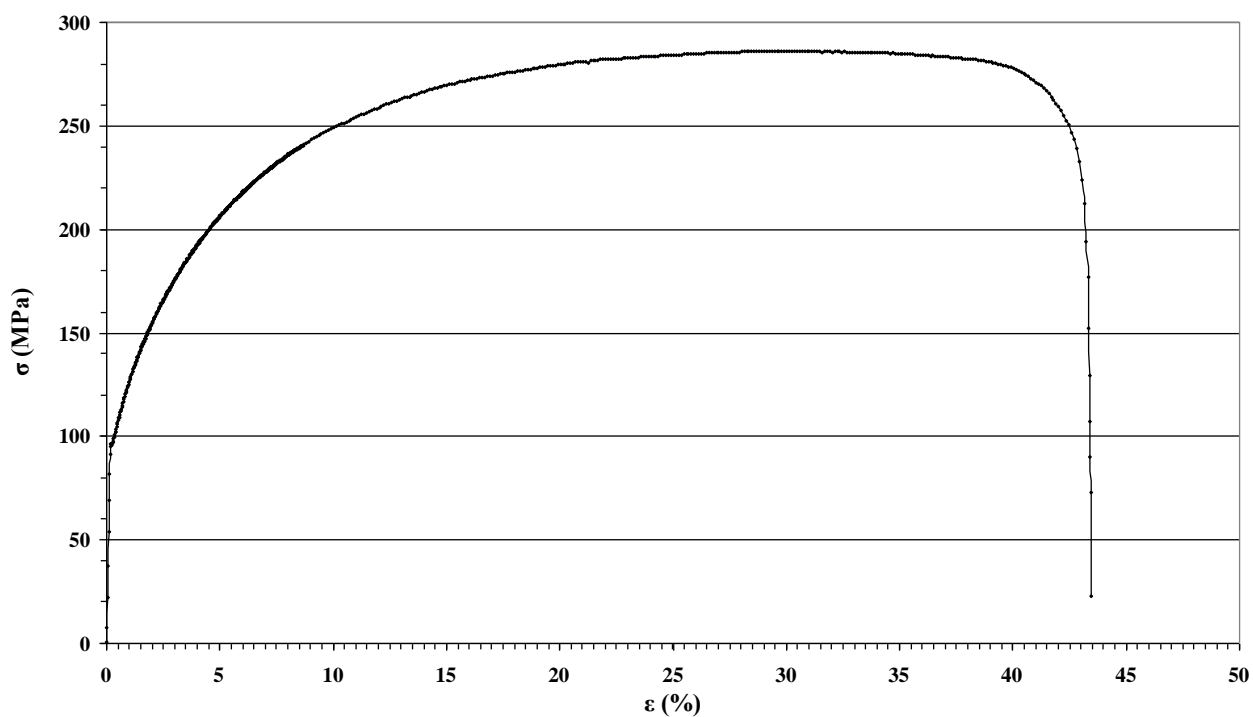
Εικόνα 52. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 E.

56F



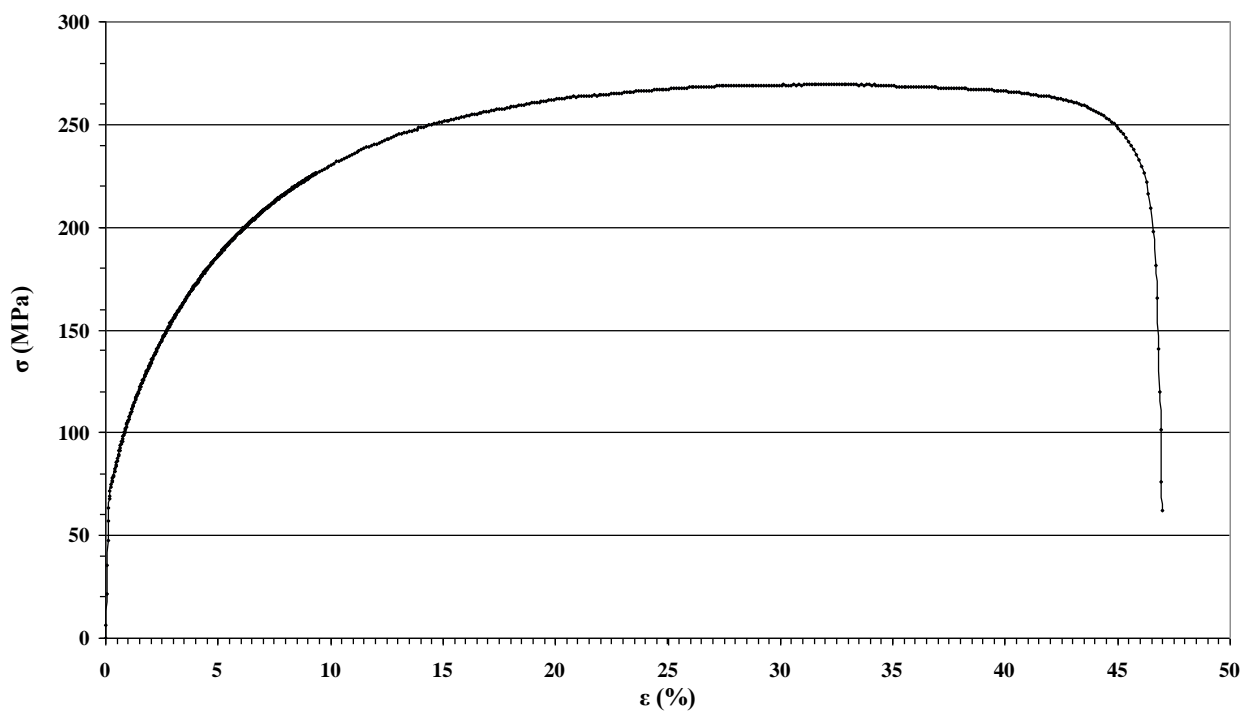
Εικόνα 53. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 F.

56G



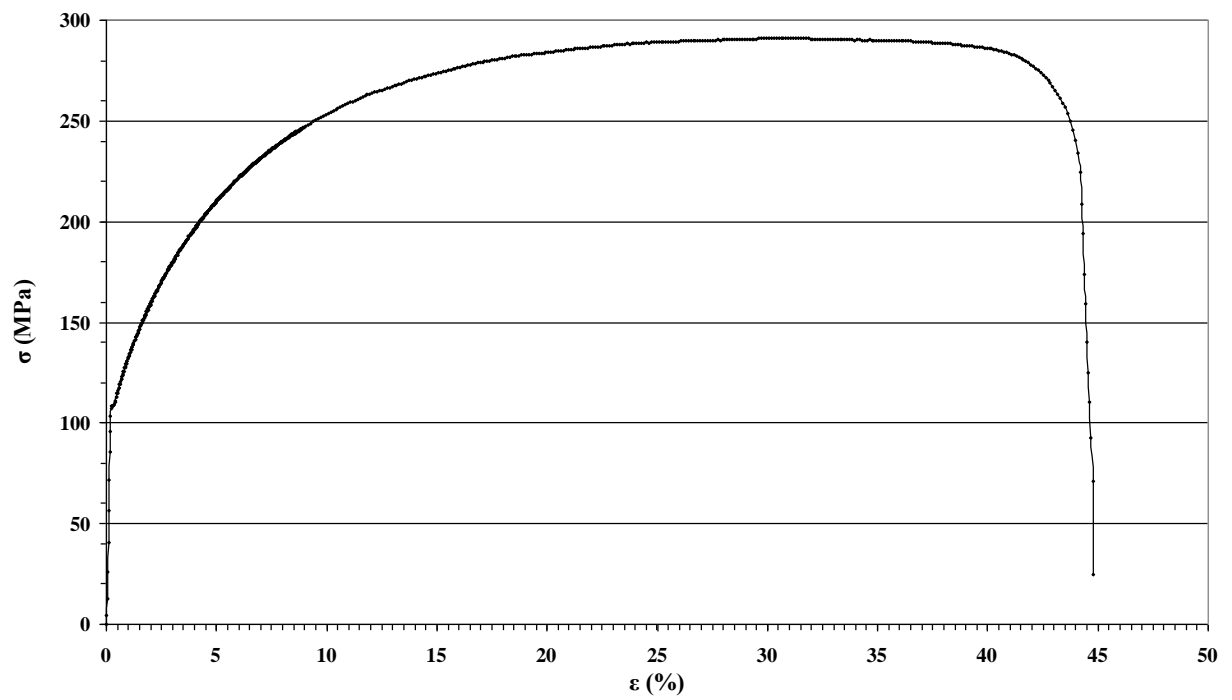
Εικόνα 54. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 G.

56H



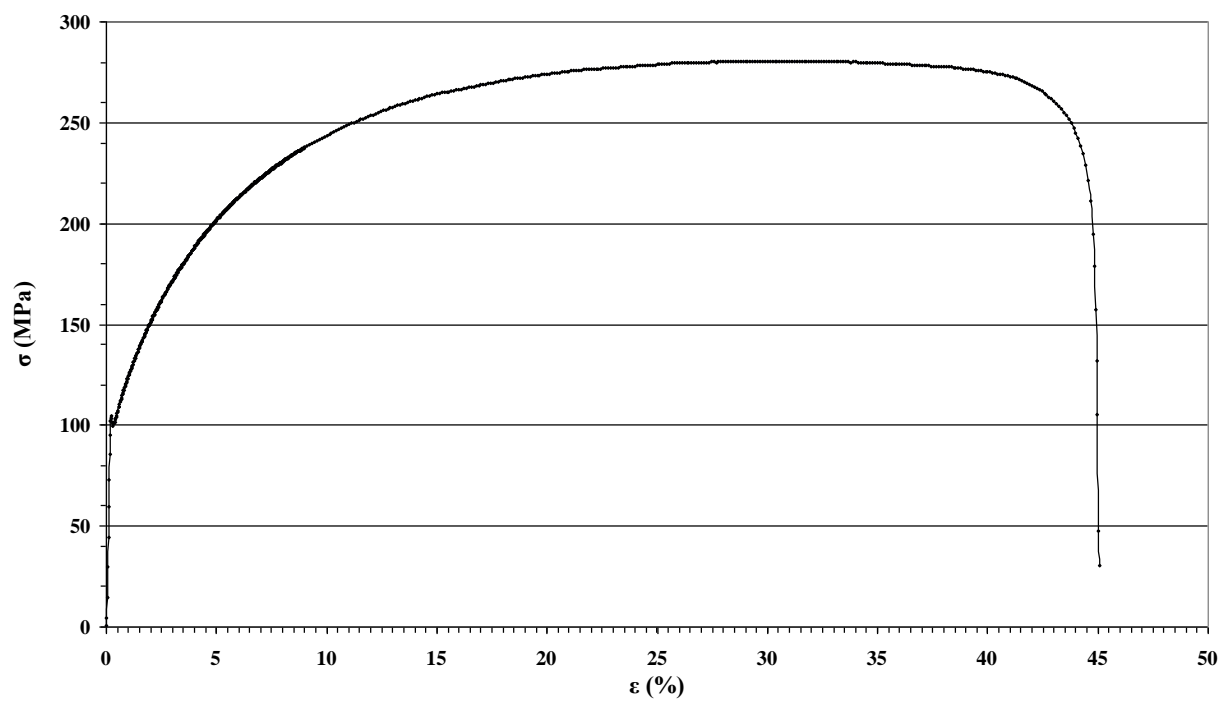
Εικόνα 55. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 H.

56I



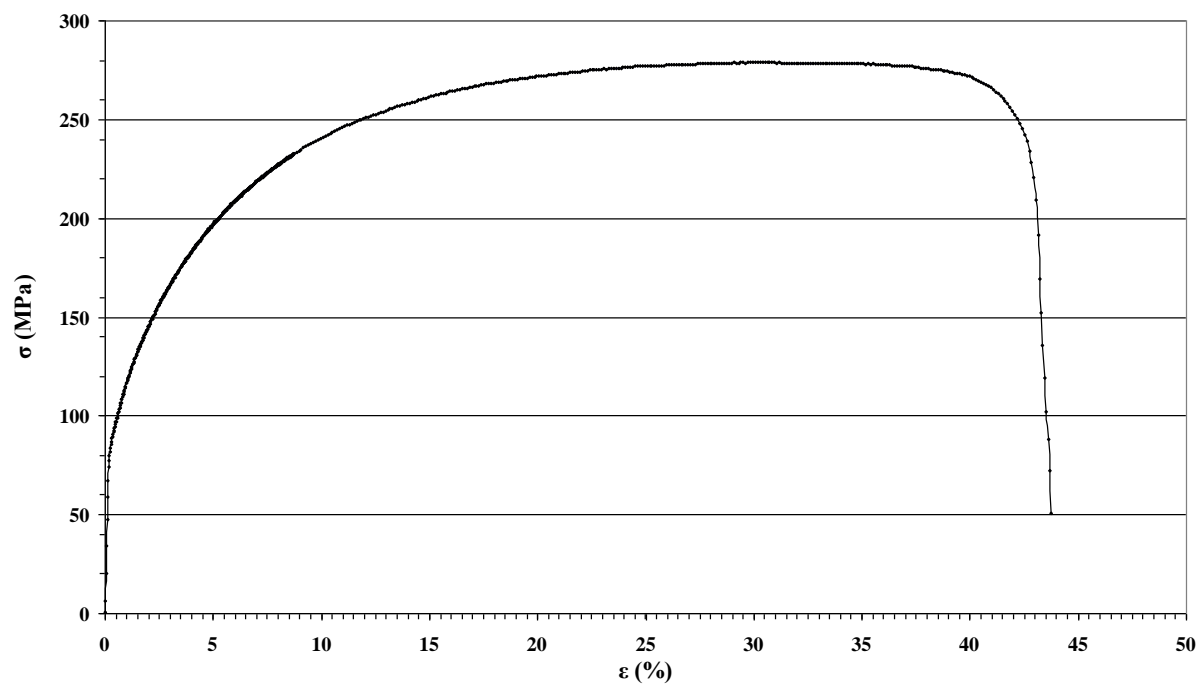
Εικόνα 56. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 I.

56J



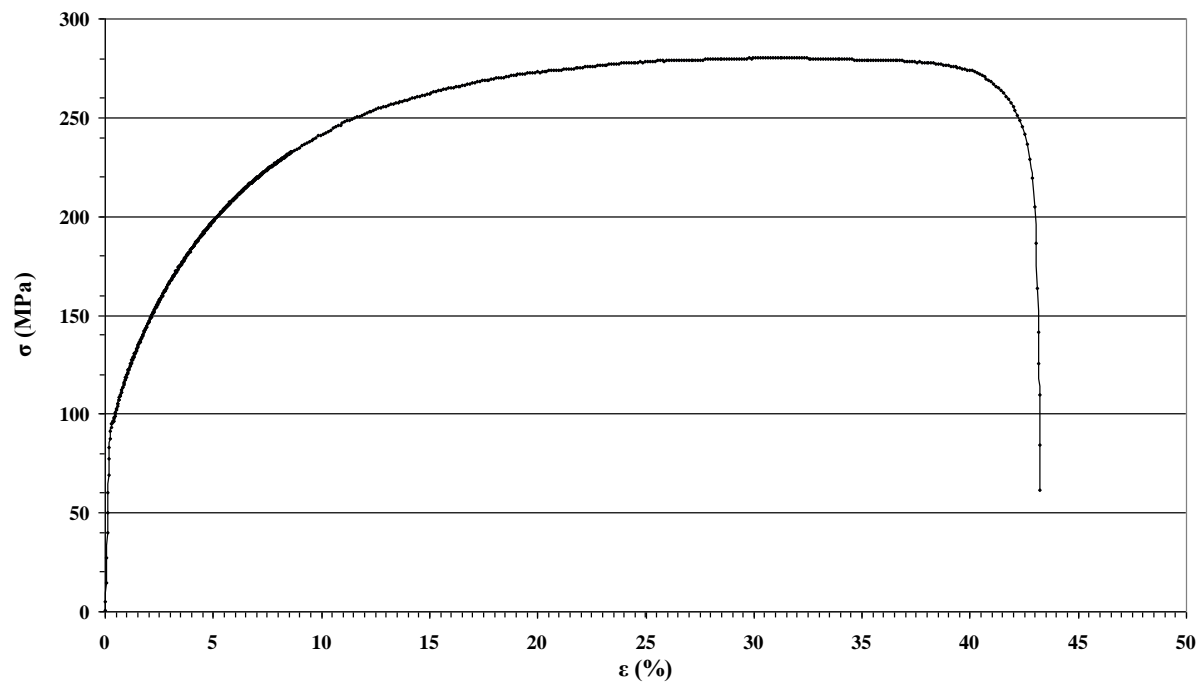
Εικόνα 57. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 G.

56K



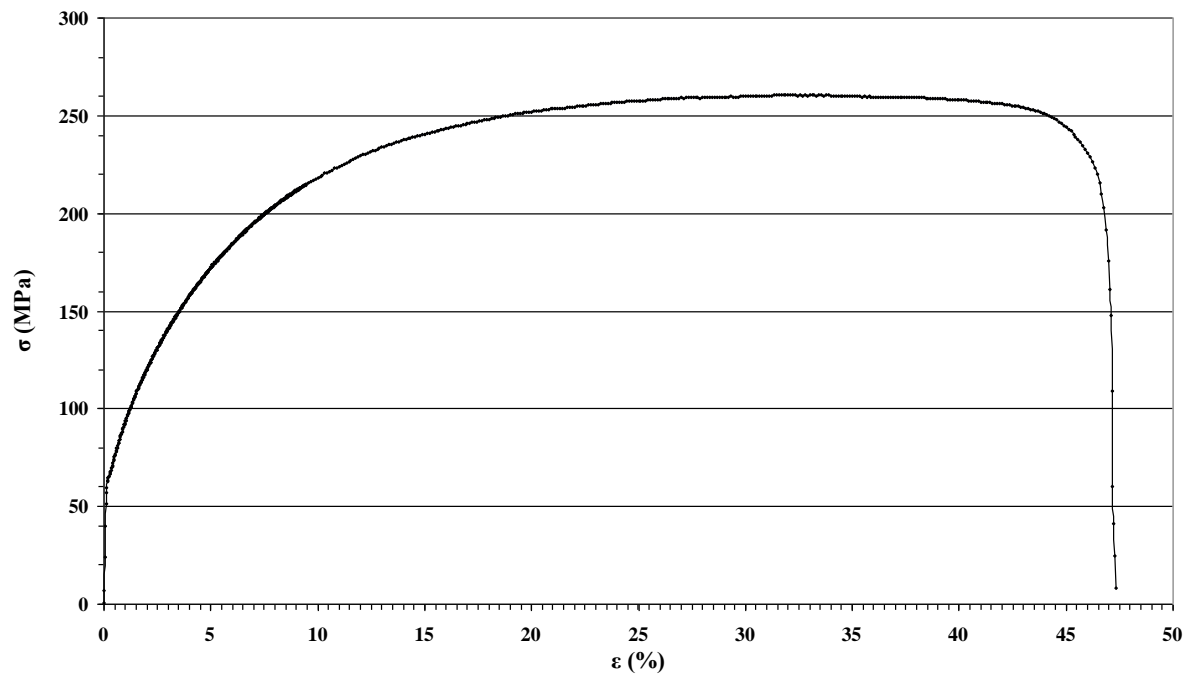
Εικόνα 58. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 K.

56L



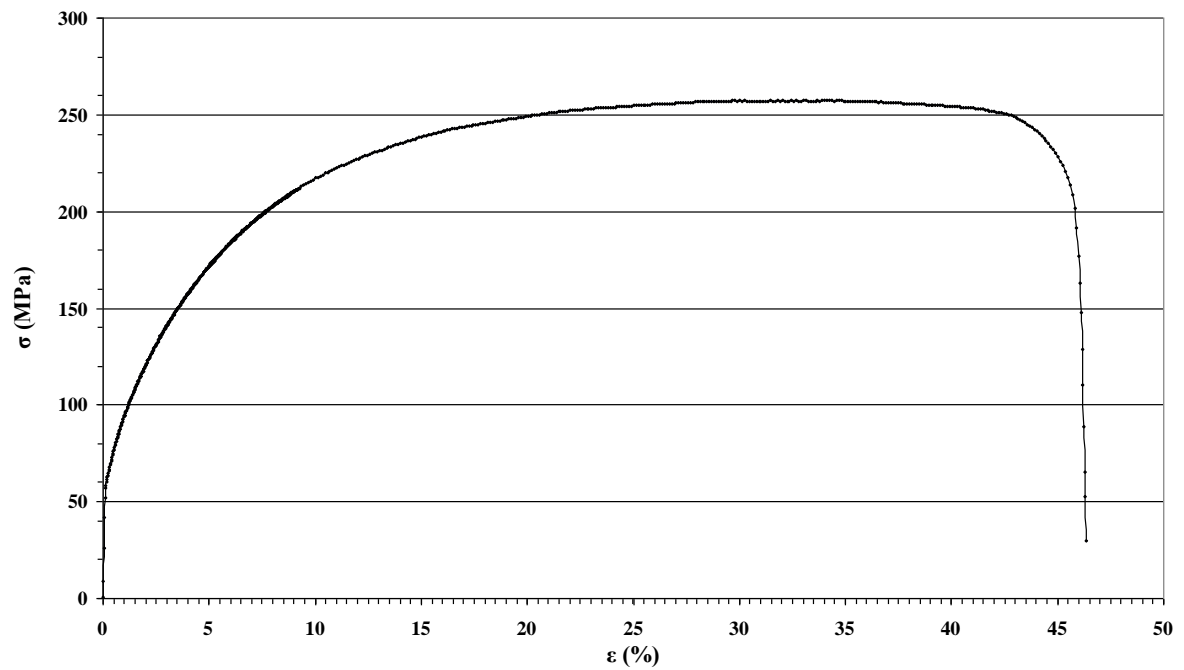
Εικόνα 59. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 56 L.

78A



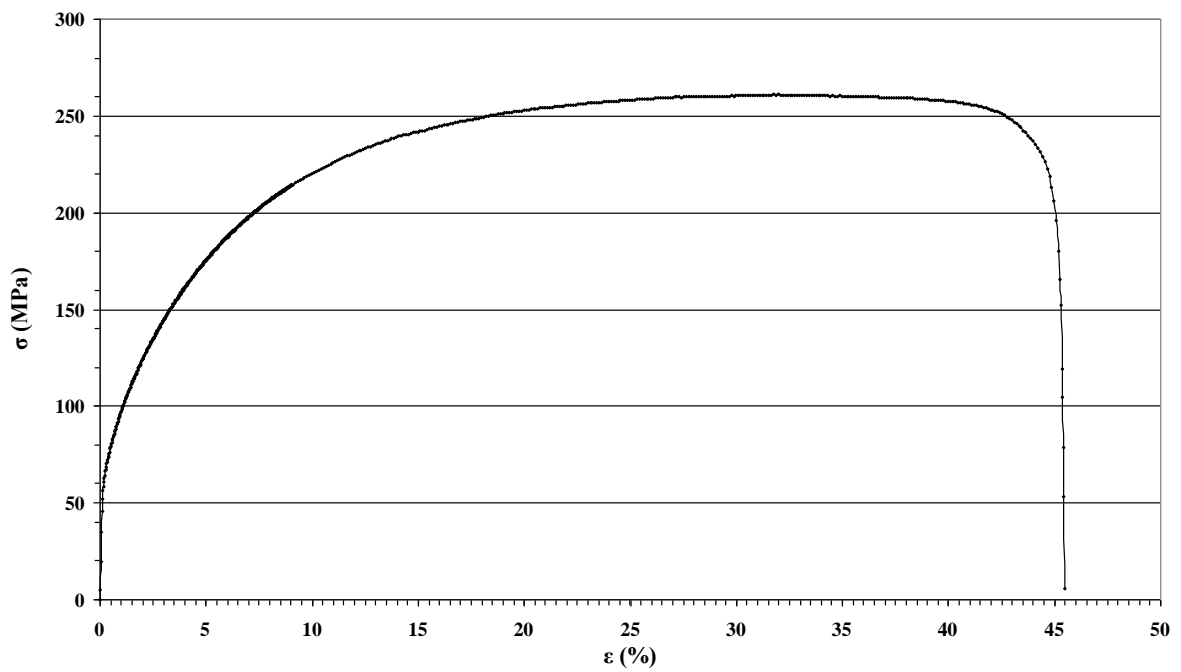
Εικόνα 60. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 Α.

78B



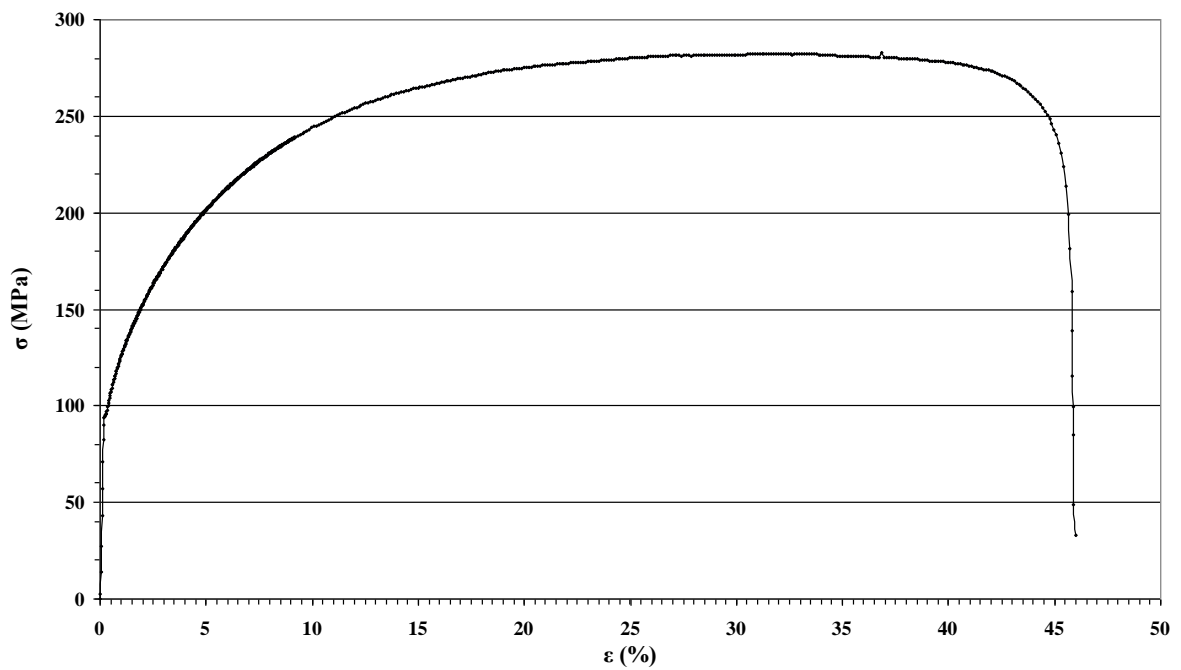
Εικόνα 61. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 Β.

78C



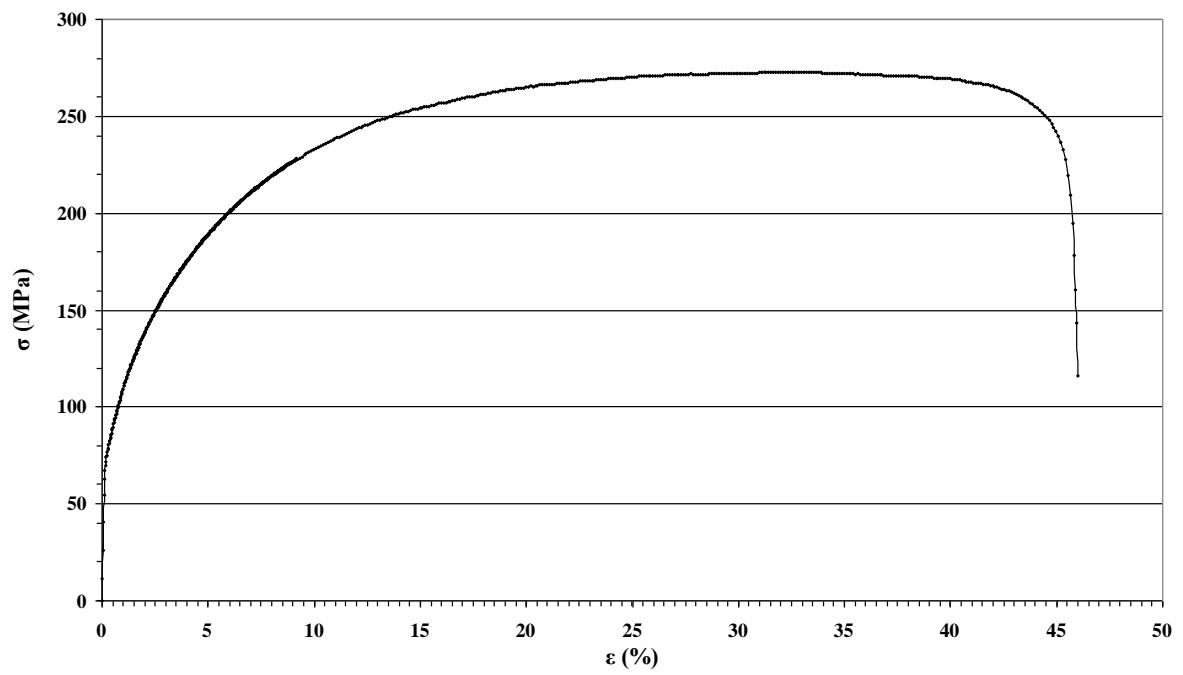
Εικόνα 62. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 C.

78D



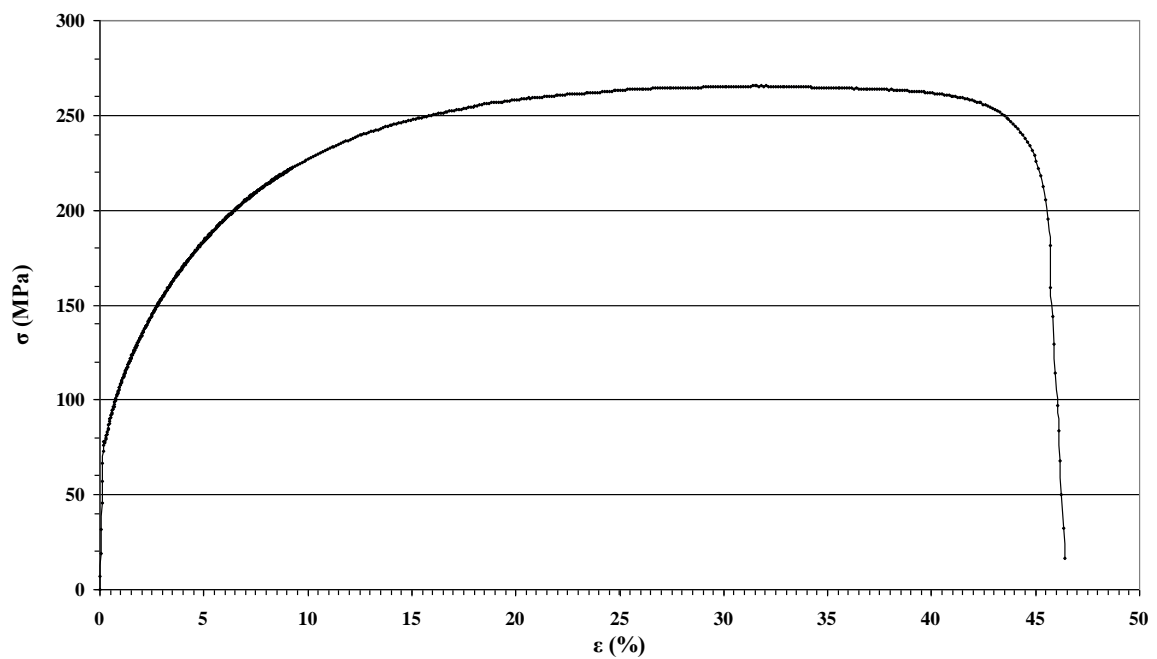
Εικόνα 63. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 D.

78E



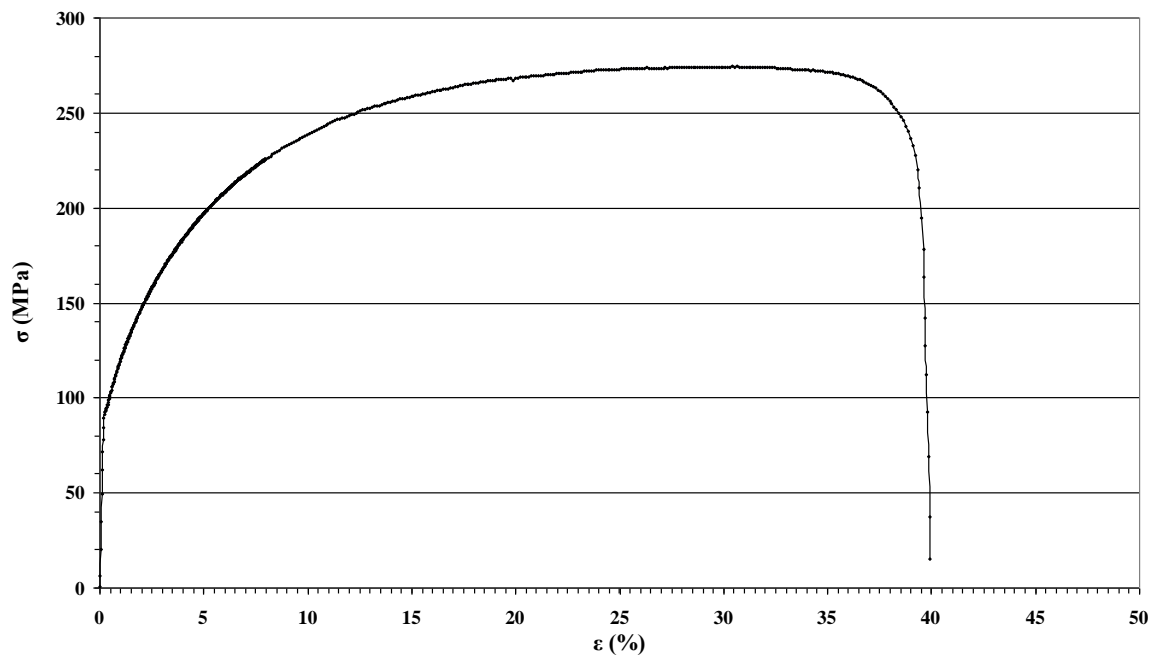
Εικόνα 64. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 Ε.

78F



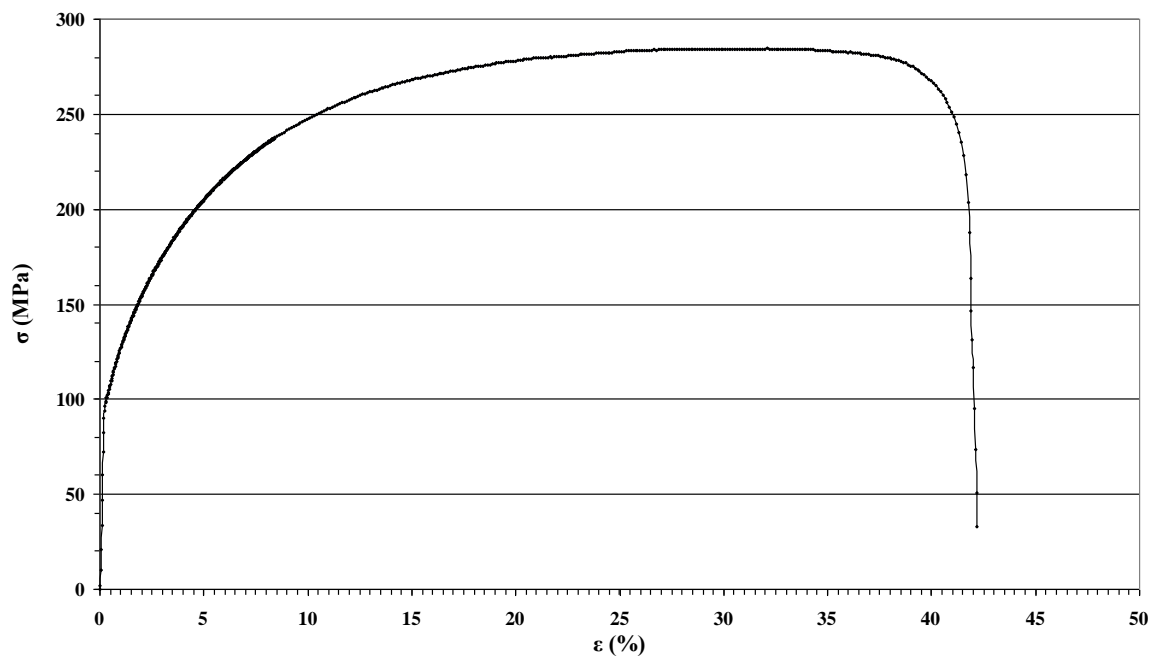
Εικόνα 65. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 F.

78G



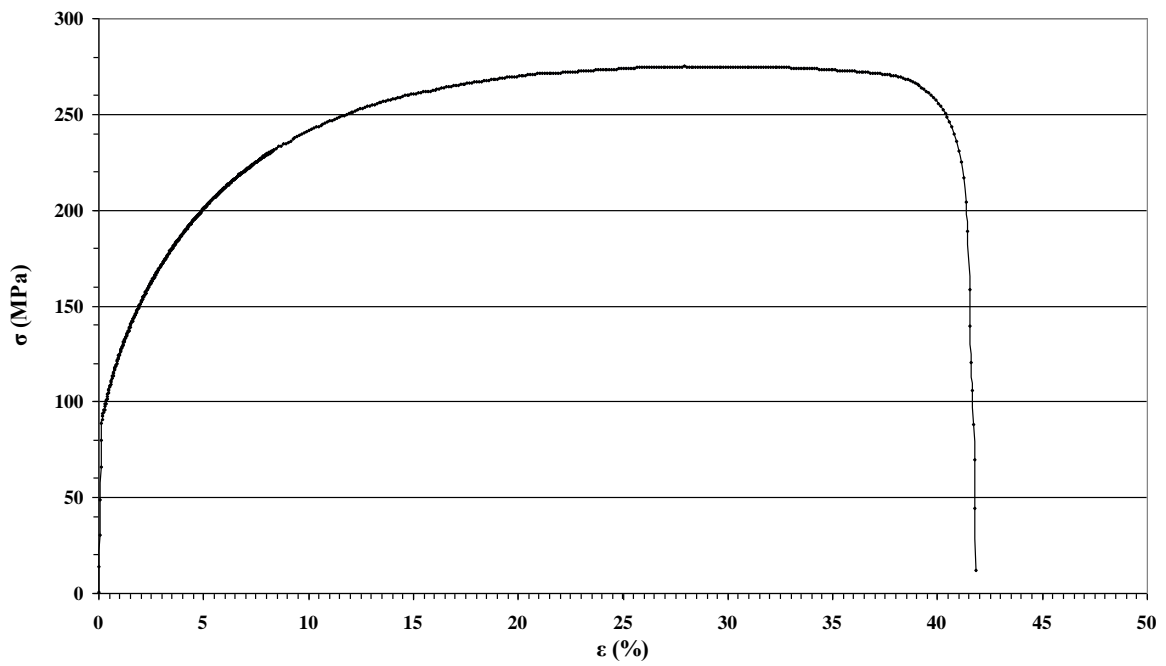
Εικόνα 66. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 G.

78H



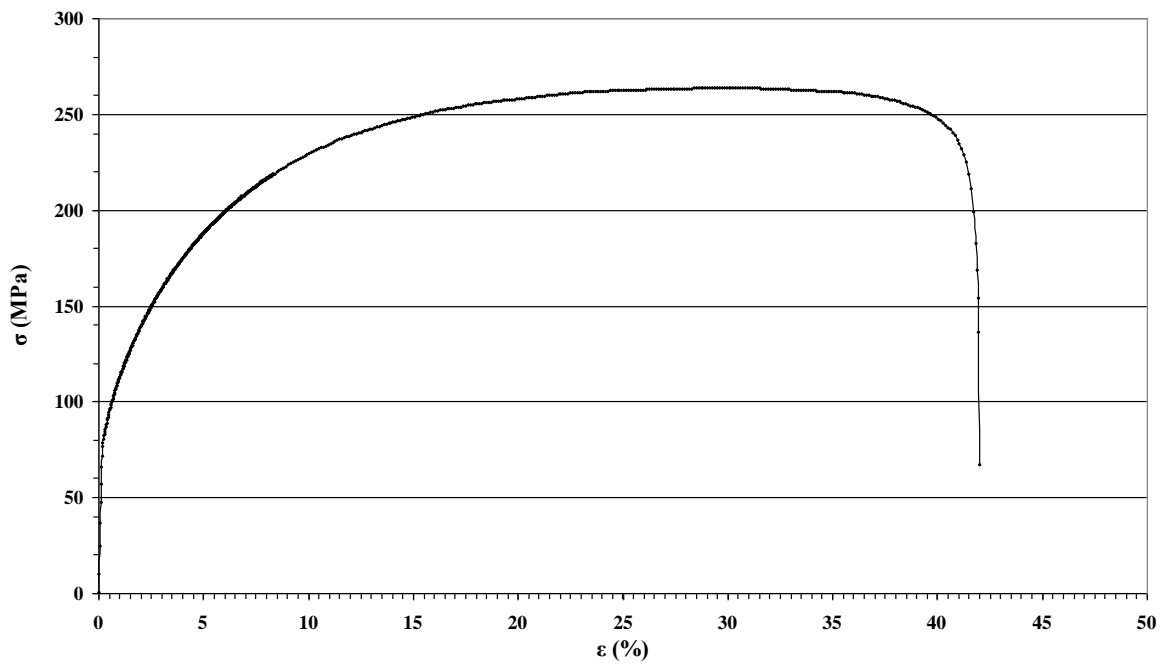
Εικόνα 67. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 H.

78I



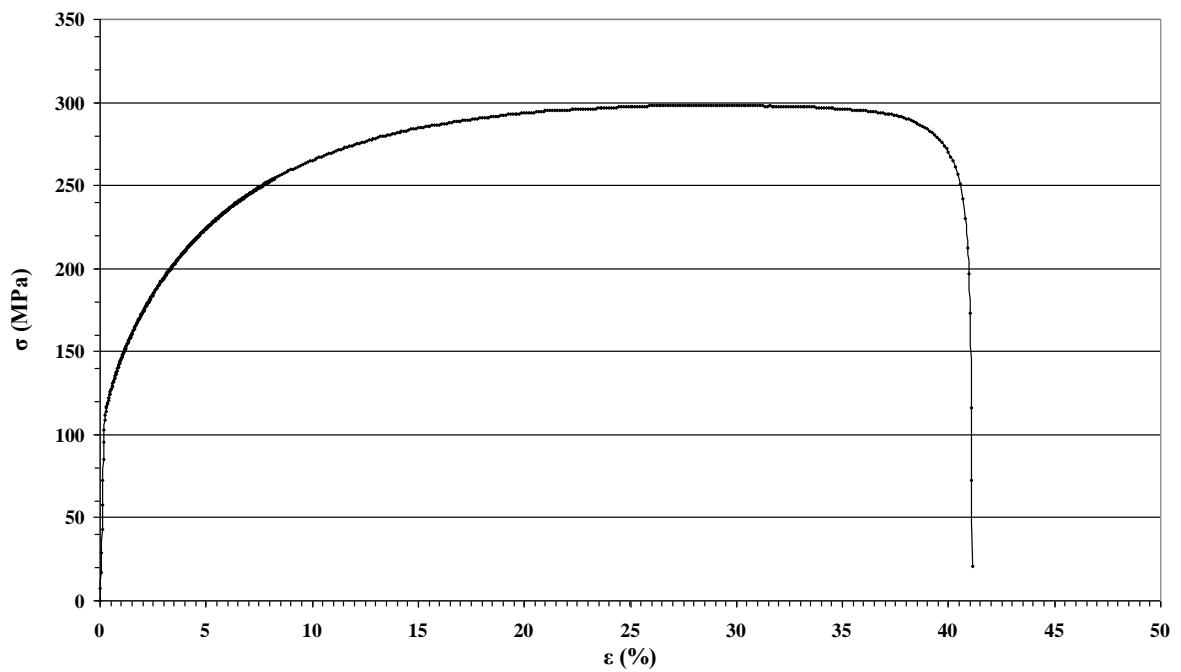
Εικόνα 68. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 I.

78J



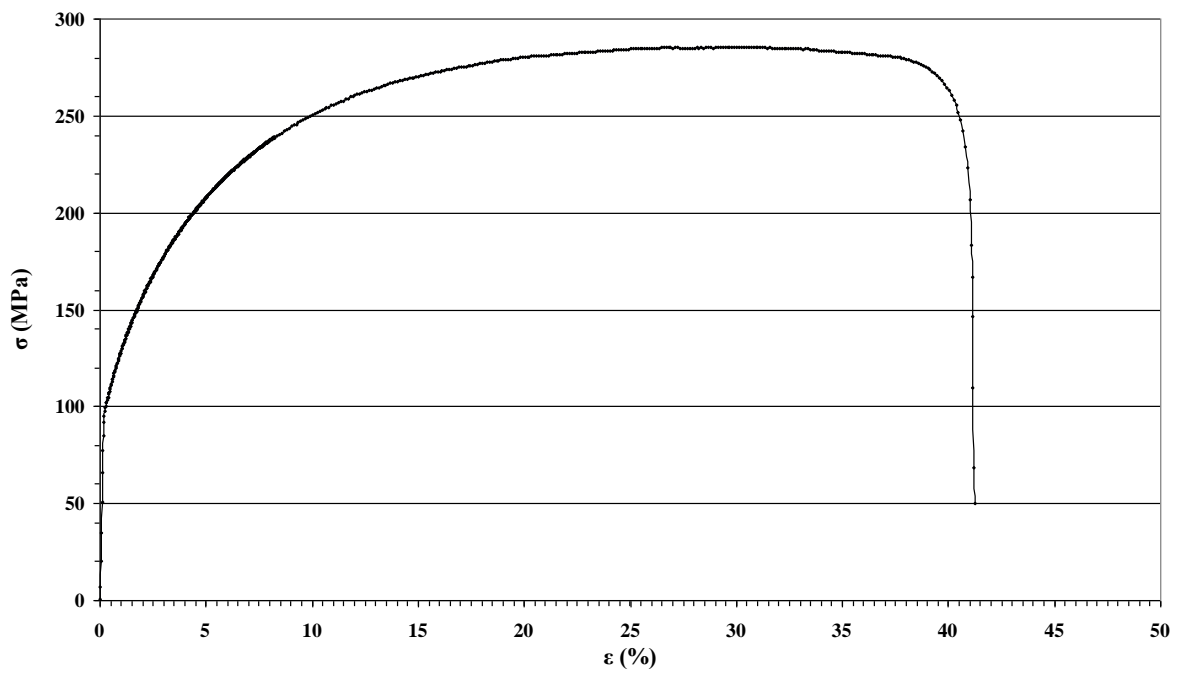
Εικόνα 69. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 J.

78K



Εικόνα 70. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 K.

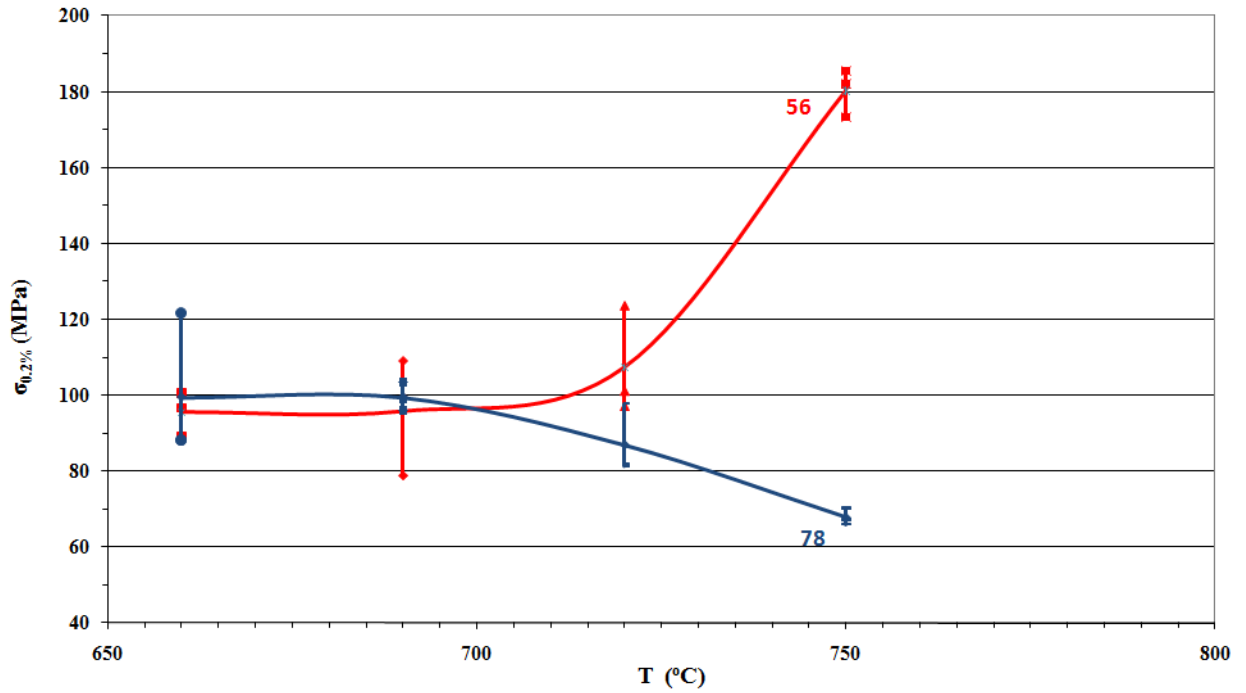
78L



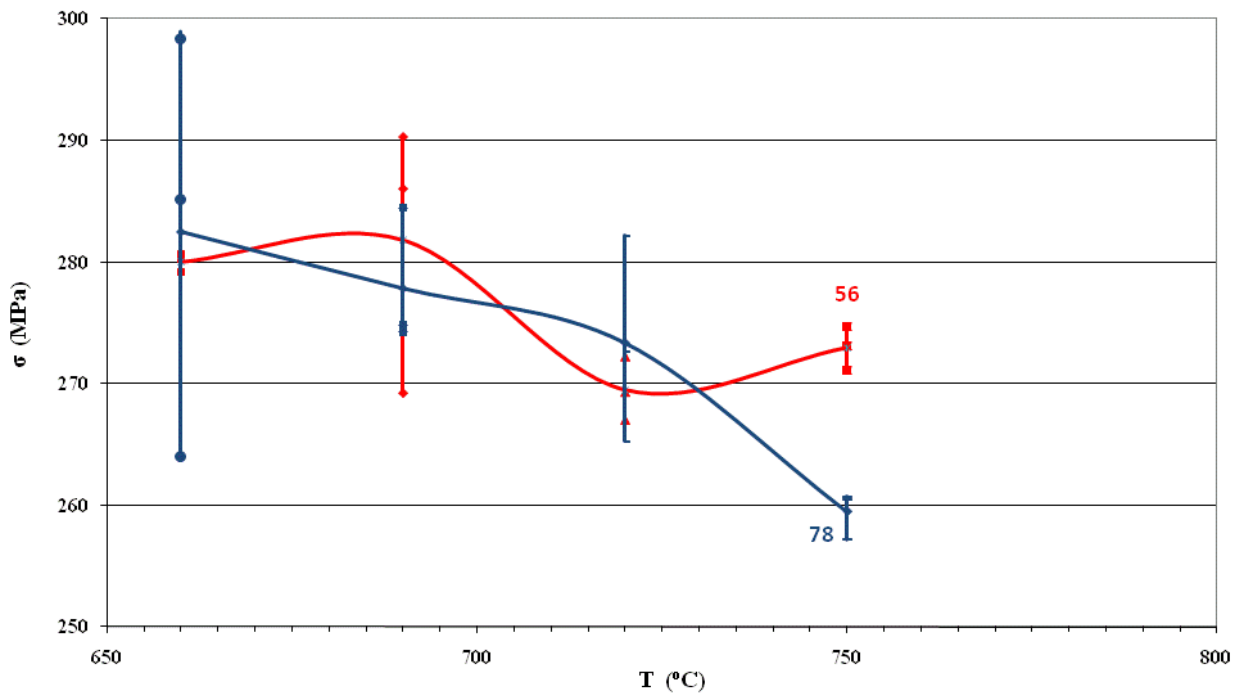
Εικόνα 71. Το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης του δοκιμίου 78 L.

Πίνακας 6. Οι τιμές της τάσης ορίου διαρροής, της τάσης και της επιμήκυνσης των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού στις τέσσερις θερμοκρασίες ανόπτησης.

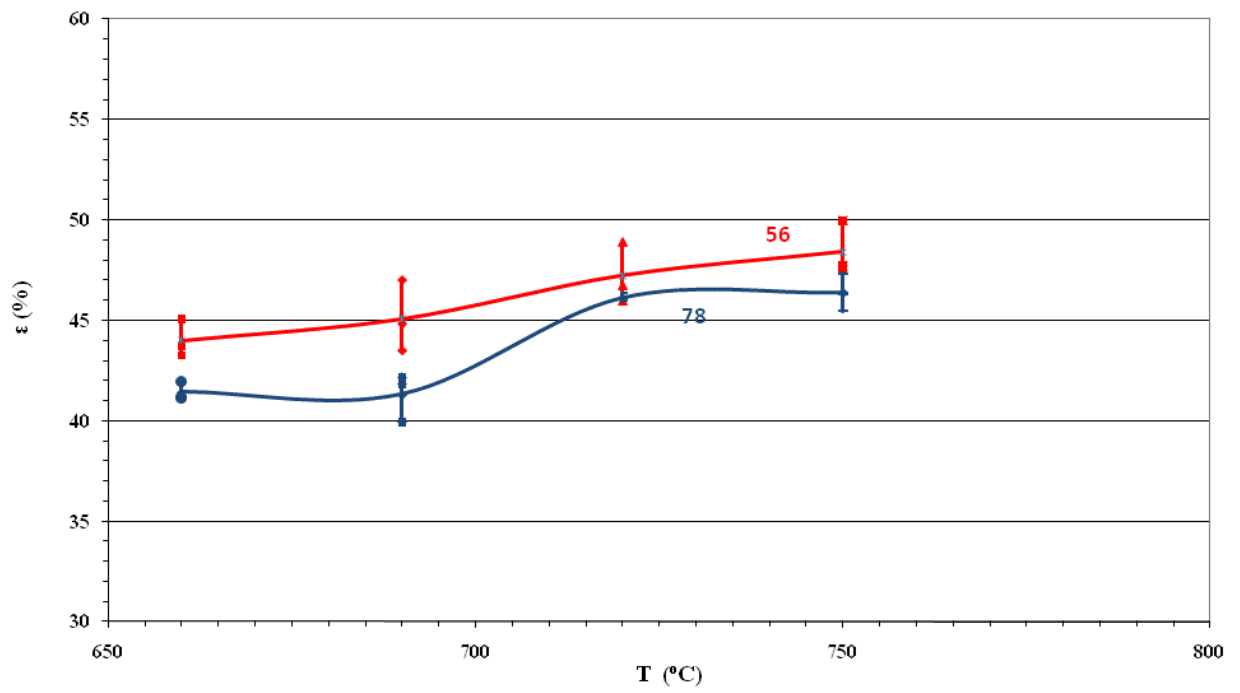
		$\sigma_{0,2\%}(\text{Mpa})$		$\sigma (\text{Mpa})$		$\varepsilon (\%)$		
		T	Code: 56	Code:78	Code: 56	Code:78	Code: 56	Code:78
L	660		96,65	88,29	280,28	285,16	43,24	41,22
K	660		89,25	121,74	279,15	298,31	43,74	41,11
J	660		100,66	88,29	280,62	264,00	45,06	41,98
MO	660		95,52	99,44	280,02	282,49	44,01	41,44
I	690		109,00	98,87	290,25	274,79	44,80	41,82
H	690		78,80	103,36	269,25	284,45	46,98	42,17
G	690		99,36	96,09	286,00	274,25	43,47	39,94
MO	690		95,72	99,44	281,83	277,83	45,08	41,31
F	720		101,16	81,76	269,28	265,24	48,93	46,38
E	720		123,51	81,24	266,96	272,64	46,76	46,00
D	720		97,17	97,80	272,20	282,14	46,00	45,97
MO	720		107,28	86,93	269,48	273,34	47,23	46,12
C	750		173,30	70,23	271,08	260,44	47,71	45,47
B	750		182,00	66,00	274,69	257,20	47,53	46,33
A	750		185,40	67,28	273,10	260,69	49,96	47,33
MO	750		180,23	67,84	272,96	259,44	48,40	46,38
		T	MO	MO	MO	MO	MO	MO
		660	95,52	99,44	280,02	282,49	44,01	41,44
		690	95,72	99,44	281,83	277,83	45,08	41,31
		720	107,28	86,93	269,48	273,34	47,23	46,12
		750	180,23	67,84	272,96	259,44	48,40	46,38



Εικόνα 72. Το διάγραμμα τάσης ορίου διαρροής - θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού



Εικόνα 73. Το διάγραμμα τάσης - θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού



Εικόνα 74. Το διάγραμμα παραμόρφωσης-θερμοκρασίας των δύο τύπων δοκιμίων εφελκυσμού

4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

4.1 Μηχανικές Ιδιότητες στα Δοκίμια Αναφοράς

Τα ψυχρά ελασμένα δοκίμια (κατάσταση αναφοράς) είχαν αξιολογηθεί σε προηγούμενες εργασίες από άποψη μηχανικών ιδιοτήτων. Στον Πίνακα 6 δίνονται οι μηχανικές ιδιότητες (σκληρότητα, 0.2% όριο διαρροής, όριο θραύσης και ολκιμότητα) για καθένα από τους δύο τύπους χαλύβων IF που μελετήθηκαν.

Πίνακας 7. Μηχανικές ιδιότητες σε χαλυβδόφυλλα IF σε κατάσταση αναφοράς (ψυχρή έλαση κατά 80%).

	Σκληρότητα	0.2% Όριο Διαρροής (Mpa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα %
Χάλυβας με κραμάτωση μόνο με Ti	212.17±4.31	720	720.40	8.91
Χάλυβας με κραμάτωση με Ti-V	201.71±3.95	700	718.02	10.82

Παρατηρείται ότι παρουσιάζονται υψηλότερες τιμές ορίου διαρροής, θραύσης και σκληρότητας στον τύπο χάλυβα με κραμάτωση μόνο με Ti σε σχέση με τον χάλυβα κραματωμένο με συνδυασμένες προσθήκες Ti-V. Ο χάλυβας με συνδυασμένες προσθήκες Ti-V έχει όμως υψηλότερες τιμές ολκιμότητας .

4.2 Μηχανικές Ιδιότητες σε ανοπτημένα Χαλυβδόφυλλα

Όπως έχει αναλυθεί σε προηγούμενα κομμάτια της εργασίας αυτής, η ανόπτηση πραγματοποιήθηκε στην θερμοκρασιακή περιοχή 660-750°C. Τα δείγματα αυτά χαρακτηρίστηκαν πλήρως από άποψη μηχανικών ιδιοτήτων.

Και στους δύο τύπους χαλύβων ελαττούμενες τιμές ορίου διαρροής και θραύσης μετρήθηκαν, καθώς αυξανόταν η θερμοκρασία ανόπτησης. Όμως τα κραματωμένα

χαλυβδόφυλλα με συνδυασμένες Ti-V δείχνουν χαρακτηριστική άνοδο στη θερμοκρασία των 720°C.

Αναφορικά με την επίπτωση της θερμοκρασίας ανόπτησης στην ολκιμότητα, και οι δύο τύποι χαλύβων, δείχνουν χαρακτηριστική πτώση σκληρότητας με την συνακόλουθη αύξηση της ολκιμότητας. Όμως οι μέγιστες τιμές που παρατηρούνται είναι σε διαφορετικές τιμές θερμοκρασιών ανόπτησης για κάθε τύπο χάλυβα. Στην περίπτωση των δειγμάτων του χάλυβα με συνδυασμένες κραματικές προσθήκες σε Ti-V, παρόμοιες τιμές ολκιμότητας μετρήθηκαν σε όλες τις θερμοκρασίες ανόπτησης.

4.2.1 Εξέλιξη σκληρότητας σε αναπτημένα χαλυβδόφυλλα με Ti και Ti-V.

Μετά την ολοκλήρωση των πειραμάτων ανόπτησης (batch annealing) μετρήθηκε η σκληρότητα τους, για τις διάφορες θερμοκρασίες ανόπτησης (660°C - 690°C - 720°C - 750°C). Ο κραματωμένος χάλυβας μόνο με Ti παρουσιάζει υψηλότερες τιμές σκληρότητας στις θερμοκρασίες των 660°C και 700°C. Σε αντίθεση, ο χάλυβας με συνδυασμένες κραματικές προσθήκες Ti-V παρουσιάζει υψηλότερες τιμές σκληρότητας όταν η ανόπτηση κατά στάδια (batch annealing) διεξάγεται μεταξύ των θερμοκρασιών 720°C - 750°C. Γενικά, και οι δύο τύποι χαλύβων έχουν πτώση της σκληρότητας, η οποία είναι πιο σημαντική στην περίπτωση του κραματωμένου μόνο με Ti χάλυβα.

5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

- Σε συμφωνία με προηγούμενες μελέτες καταδεικνύεται ο καθοριστικός ρόλος του Τιτανίου, που καθυστερεί τις αντιδράσεις ανακρυστάλλωσης των κόκκων λόγω του σχηματισμού διαφασικών κατακρημνισμάτων TiC. Κατά συνέπεια οι χάλυβες IF πρέπει να παράγονται με προσεκτικά ελεγχόμενα ποσοστά τιτανίου στη σύσταση τους.
- Η κραμάτωση είτε με τιτάνιο είτε με συνδυασμένες προσθήκες τιτανίου-βαναδίου, επηρεάζει διαφορετικά τη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης, όσο και την ανάπτυξη διαφορετικού μέσου μεγέθους κόκκων, με συνακόλουθες διαφορετικές τιμές στις λαμβανόμενες μηχανικές ιδιότητες και στην σκληρότητα των αναπτημένων χαλυβδόφυλλων.
- Η τελική επιλογή της σύστασης του χάλυβα θα εξαρτηθεί από τη συσχέτιση οφέλους κατά την πρόσθετη κραμάτωση με βανάδιο σε σχέση με την υψηλότερη τιμή του χάλυβα λόγω της προσθήκης του σχετικά ακριβού κραματικού στοιχείου, βαναδίου.

6. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ – ΑΝΑΦΟΡΕΣ

1. R. Mendoza, M. Alanis, O. Alvarez-Fregoso and J.A. Juarez-Islas : «Processing conditions of an ultra low carbon/Ti stabilized steel developed for automotive applications», *Scripta Materialia*, τόμος 43 (σελ. 771-775) 2000
2. R. Mendoza, J. Huante, M. Alanis, C. Gonzalez-Rivera, J.A. Juarez-Islas : «Processing of ultra low carbon steels with mechanical properties adequate for automotive applications in the as-annealed condition», *Materials Science & Engineering A*, τόμος A276 (σελ. 203-209) 2000
3. M. Jahazi, B. Eghbali : «The influence of hot forging conditions on the microstructure and mechanical properties of two microalloyed steels», *Journal Of Materials Processing Technology*, τόμος 113 (σελ. 594-598) 2001
4. C. Garcia-Mateo, F.G. Caballero : «Design of carbide-free low-temperature ultra high strength bainitic steels», *International Journal of Materials Research*, τόμος 98 (2) (σελ. 137-143) FEB 2007
5. A. Ghosh, B. Mishra, S. Chatterjee : «Development of low carbon microalloyed ultra high strength steels», *Microalloying For New Steel Processes And Applications Materials Science Forum*, τόμος 500-501 (σελ. 551-558) 2005
6. W. Yan, Y.Y. Shan, K. Yang : «Effect of TiN inclusions on the impact toughness of low-carbon microalloyed steels», *Metallurgical And Materials Transactions A-Physical Metallurgy And Materials Science*, τόμος 37 A (7) (σελ. 2147-2158) JUL 2006
7. X.H. Xue, Y.Y. Shan, L. Zheng, S.N. Lou : «Microstructural characteristic of low carbon microalloyed steels produced by thermo-mechanical controlled process», *Materials Science And Engineering A-Structural Materials Properties Microstructure And Processing*, τόμος 438 (σελ. 285-287) 25 DEC 2006
8. R. Varughese, A.W. Pense : «Microstructural development in the coarse-grained, heat-affected zone in titanium vanadium microalloyed HSLA steels», *Materials Characterization*, τόμος 30 (1) (σελ. 35-43) JAN 1993
9. P. Bordignon, K. Hulka : «Modern microalloyed steels to the automotive industry», *Transactions Of The Indian Institute Of Metals*, τόμος 49 (3) (σελ. 197-206) JUN 1996
10. I.M. Robertson : «Temper resistance of pressure hull steel microalloyed with niobium, titanium and vanadium», *Materials Science And Technology*, τόμος 9 (11) (σελ. 1031-1036) NOV 1993
11. T. Gladman : «The physical metallurgy of microalloyed steels», *The Institute Of Materials*, τόμος 265 (σελ. 150-151) London 1997

12. S.W. Ooi, G. Fourlaris : «A comparative study of precipitation effects in Ti only and Ti-V Ultra Low Carbon (ULC) strip steels», *Materials Characterization*, τόμος 56 (σελ. 214-226) 2006
13. Γ.Ν. Χαιδεμενοπουλος : «Φυσική Μεταλλουργία», εκδόσεις Τζιόλα
14. Γ. Φούρλαρης : «Βελτιωμένοι μικροκραματομένοι χάλυβες υψηλής αντοχής με χρήση συνδυασμένων μικροκραματικών προσθηκών.
15. Γ. Φούρλαρης : «Μετασχηματισμοί Φάσεων», εκδόσεις Ε.Μ.Π.
16. Γ.Δ. Παπαδημητρίου : «Μεταλλοτεχνία», εκδόσεις Ε.Μ.Π.
17. Γ.Δ. Παπαδημητρίου : «Φυσική Μεταλλουργία Σιδήρου Χάλυβα», εκδόσεις Ε.Μ.Π.
18. Γ.Δ. Παπαδημητρίου : «Γενική Μεταλλογνωσία 1», εκδόσεις Ε.Μ.Π.
19. Γ. Φούρλαρης : «Μηχανισμοί Σκλήρωσης Χαλύβων», συμπληρωματικό φυλλάδιο στο μάθημα «Γενική Μεταλλογνωσία 1».
20. Γ.Δ. Παπαδημητρίου : «Γενική Μεταλλογνωσία 2, Τα Κράματα», εκδόσεις Ε.Μ.Π.