



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

**ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΚΡΑΜΑΤΩΝ
ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΟΥ ΧΑΛΥΒΑ – ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΟΣ
ΝΙΚΕΛΙΟΥ**

Κοργιόπουλος Κωνσταντίνος

Διπλωματική Εργασία

Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γ. Φούρλαρης



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

ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΚΡΑΜΑΤΩΝ ΑΝΟΞΕΙΔΩΤΟΥ ΧΑΛΥΒΑ – ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΟΣ ΝΙΚΕΛΙΟΥ

Κοργιόπουλος Κωνσταντίνος

Διπλωματική Εργασία

Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γ. Φούρλαρης

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 17/07/2015

Γεώργιος Φούρλαρης, Καθηγητής, (Υπογραφή)

Ευάγγελος Χριστοφόρου, Καθηγητής, (Υπογραφή)

Σπύρος Παπαευθυμίου, Λέκτορας, (Υπογραφή)

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Η παρούσα διπλωματική εργασία πραγματεύεται την μελέτη της συγκόλλησης υπερκράματος νικελίου Haynes 625 και ανοξείδωτου ωστενιτικού χάλυβα 316L. Πιο συγκεκριμένα, γίνεται σύγκριση και συσχέτισμός των μικροδομών με τις μηχανικές ιδιότητες που προέκυψαν έπειτα από συγκόλληση με την μέθοδο TIG και την μέθοδο δέσμης ηλεκτρονίων.

Για την πραγματοποίηση της εργασίας θα ήθελα να ευχαριστήσω αρχικά τον επιβλέποντα καθηγητή μου κ. Γεώργιο Φούρλαρη, ο οποίος δέχτηκε να επιβλέψει την διπλωματική μου εργασία και να με συμβουλευσει κατάλληλα για την επιτυχή ολοκλήρωσή της.

Η παρούσα διπλωματική εργασία εκπονήθηκε σε συνεργασία με την Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία Α.Ε. και τον Δρ. μηχανικό Βασίλη Στεργίου, τον οποίο τον ευχαριστώ θερμά για την ευκαιρία που μου έδωσε να συνεργαστώ μαζί του αλλά και για την παροχή των υλικών και των πολύτιμων συμβουλών. Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω το προσωπικό της εταιρείας για την συνεισφορά τους.

Ακόμη, θέλω να εκφράσω τις θερμές μου ευχαριστίες στον Π. Τσακιρίδη, την Ε. Κυριακοπούλου, τον Σ. Δεληγιάννη, τον Γ. Χαραλαμπίτα, την Μ. Γεωργίου, την Β. Οικονόμου και όλους όσους με βοήθησαν στα διάφορα στάδια των πειραματικών δοκιμών.

Τέλος, ευχαριστώ πολύ την οικογένειά μου και τους φίλους μου, που με στηρίζουν σε όλες μου τις αποφάσεις.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία γίνεται μελέτη της συγκόλλησης υπερκράματος νικελίου Haynes 625 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5599) και ανοξείδωτου οστενιτικού χάλυβα 316L (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5507) με δύο διαφορετικές μεθόδους. Τα δύο υλικά συγκολλήθηκαν με την μέθοδο TIG (Tungsten Inert Gas), και τη μέθοδο δέσμης ηλεκτρονίων σε θάλαμο κενού (Electron Beam Welding - EBW). Τέλος, το σύρμα συγκόλλησης που χρησιμοποιήθηκε στην TIG είναι σύστασης 62Ni - 21.5Cr - 9.0Mo - 3.7Nb (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5837) ενώ η συγκόλληση EBW ήταν αυτογενής.

Σκοπός της παρούσας εργασίας υπήρξε η μελέτη της συγκόλλησης με βάση τις μικροδομές και τις μηχανικές ιδιότητες. Τα δοκίμια που προέκυψαν από τις δύο παραπάνω μεθόδους συγκόλλησης, μελετήθηκαν συγκριτικά και εξήχθησαν συμπεράσματα για την ποιότητα και την καταλληλότητα των τελικών προϊόντων, με στόχο την εφαρμογή τους σε απαιτητικά ως προς τις μηχανικές ιδιότητες περιβάλλοντα.

Για τον πλήρη χαρακτηρισμό των μικροδομών πραγματοποιήθηκε μελέτη με την βοήθεια του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (Scanning Electron Microscopy – SEM) σε συνδυασμό με την στοιχειακή ανάλυση ακτίνων – X (Energy Dispersive Spectroscopy – EDS). Επιπλέον, για την ταυτοποίηση των υπαρχουσών φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών, καθώς και τον προσδιορισμό προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης χρησιμοποιήθηκε η περιθλασιμετρία ακτίνων – X (X-Ray Diffraction – XRD). Τέλος, η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων προήλθε μέσω δοκιμών εφελκυσμού και μικροσκληρομετρήσεων.

Από την παραπάνω πειραματική διαδικασία προέκυψε πως οι δύο τύποι συγκόλλησης παρουσιάζουν παρόμοιες μηχανικές ιδιότητες. Από την μελέτη των μικροδομών δεν παρουσιάστηκαν επιβλαβείς φάσεις που υποβαθμίζουν τις ιδιότητες του υλικού, αν και η μορφολογία των υπαρχουσών φάσεων ήταν διαφορετική στις δύο συγκολλήσεις. Τέλος, αναφέρεται πως η συγκόλληση EBW παρουσίασε καλύτερα αποτελέσματα συγκριτικά με την TIG.

ABSTRACT

The present thesis seeks to develop a better understanding of the welding of nickel superalloy Haynes 625 (AMS5599) and stainless austenitic steel 316L (AMS5507), using two different welding methods. The two materials were welded using the TIG (Tungsten Inert Gas) method and the EBW (Electron Beam Welding) method. The EBW welding was autogenous, whereas a 62Ni - 21.5Cr - 9.0Mo - 3.7Nb (AMS 5837) filler metal was used in TIG welding.

The aim of this thesis is the characterization of the microstructures and the mechanical properties of the dissimilar welding. The two weldments were studied comparatively in order to assess their adequacy in demanding working conditions.

In order to determine the microstructures of the welded specimens, a Scanning Electron Microscope was used in combination with Energy Dispersive Spectroscopy. In addition to that, a X-Ray Diffractometer was used in order to identify the phases and the dominant crystallographic directions. Finally, the tensile and microhardness tests assessed the mechanical properties of the weldments.

As a result of the aforementioned experimentation, it was proved that the two weldments appeared similar mechanical properties, without any deleterious phases in the microstructures. Moreover, the microstructures that occurred from the two methods were different. In conclusion, the results of EBW were better than TIG method.

ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΩΝ

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ	1
1.1. Συγκόλληση Ανομοιογενών Κραμάτων	1
1.2. Υπερκράματα Νικελίου	2
1.3. Ανοξειδωτοι Χάλυβες	3
2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	4
2.1. Υπερκράματα.....	4
2.1.1. Υπερκράματα Σιδήρου – Νικελίου (Fe –Ni base)	5
2.1.2. Υπερκράματα Κοβαλτίου (Co – base).....	6
2.1.3. Υπερκράματα Νικελίου (Ni – base)	6
2.2. Εφαρμογές Υπερκραμάτων	7
2.3. Μικροδομή Υπερκραμάτων Νικελίου	8
2.3.1. Μητρική Φάση γ.....	8
2.3.2. Φάση γ' – (Ni, Co) ₃ (Ti, Al, Ta, Nb).....	8
2.3.3. Φάση γ'' - Ni ₃ (Nb,Ta)	10
2.3.4. Καρβίδια	10
2.3.5. Φάσεις TCP (Topologically Close Packed Phases)	12
2.4. Μεταλλουργία Συγκολλήσεων Υπερκραμάτων Νικελίου	13
2.4.1. Ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση (Solidification Cracking)	14
2.4.2. Ρωγμάτωση λόγω διαχωρισμού κατά την θέρμανση (Grain Boundary Liquation Cracking) 15	
2.4.3. Ρωγμάτωση λόγω γήρανσης υπό τάση (Srain – Age Cracking).....	16
2.4.4. Συγκολλησιμότητα Υπερκράματος Νικελίου Haynes 625.....	16
2.5. Ανοξειδωτοι Χάλυβες	17
2.6. Εφαρμογές Ανοξειδωτων Χαλύβων	19
2.7. Διάβρωση Ανοξειδωτων Χαλύβων.....	20
2.8. Επίδραση βασικών κραματικών στοιχείων στους Ανοξειδωτους Χάλυβες.....	21
2.8.1. Χρώμιο (Cr).....	21
2.8.2. Νικέλιο (Ni).....	22
2.8.3. Μολυβδαίνιο (Mo)	23
2.8.4. Πυρίτιο (Si)	23
2.8.5. Μαγγάνιο (Mn).....	23

2.8.6.	Άνθρακας (C)	24
2.8.7.	Άζωτο (N)	24
2.9.	Κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων (φάσεις σ, χ και Laves)	24
2.10.	Συγκολλησιμότητα Ανοξειδωτων Ωστενιτικών Χαλύβων	25
3.	ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	26
3.1.	Περιγραφή του υλικού	26
3.2.	Προετοιμασία δειγμάτων.....	29
3.2.1.	Κοπή δοκιμίων.....	29
3.2.2.	Εγκιβωτισμός.....	30
3.2.3.	Λείανση – Στίλβωση	30
3.2.4.	Ηλεκτρολυτική Προσβολή.....	31
3.3.	Τεχνικές Εξέτασης Μικροδομικών Χαρακτηριστικών	32
3.3.1.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy, SEM)	32
3.3.2.	Περίθλαση Ακτίνων-Χ (X-Ray Diffraction, XRD).....	33
3.4.	Τεχνικές Μέτρησης Μηχανικών Ιδιοτήτων	34
3.4.1.	Μικροσκληρομέτρηση Vickers (HV).....	34
3.4.2.	Δοκιμές Εφελκυσμού	35
4.	ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ	36
4.1.	Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης – Μικροανάλυση με EDS.....	36
4.1.1.	Μέταλλο Βάσης Haynes 625	36
4.1.2.	Μέταλλο Βάσης Ανοξειδωτου Χαλύβα 316L.....	40
4.1.3.	Δοκίμιο Συγκολλημένο με την μέθοδο TIG	42
A.	Ζώνη Τήξης - ZT (Fuzion Zone)	42
B.	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη - ΘΕΖ (Heat Affected Zone)	53
4.1.4.	Δοκίμιο Συγκολλημένο με την μέθοδο EBW.....	56
A.	Ζώνη Τήξης - ZT (Fusion Zone)	56
B.	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη – ΘΕΖ (Heat Affected Zone)	64
4.2.	Περιθλασιμετρία Ακτίνων – Χ (XRD)	66
4.3.	Μικροσκληρομέτρηση Vickers (HV).....	69
4.4.	Δοκιμές Εφελκυστικής Καταπόνησης	71
5.	ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	77
	ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	78

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ

Εικόνα 1 Σχεδιάγραμμα αντιδραστήρα όπου παρουσιάζονται διαφορετικές περιοχές με τα ακροφύσια και τις επαφές.....	2
Εικόνα 2 Τα κύρια κραματικά στοιχεία των υπερκραμάτων. Με οριζόντιες γραμμές παρουσιάζονται τα επιβλαβή στοιχεία, ενώ με τέμνουσες τα ευεργετικά.....	4
Εικόνα 3 Σχηματική απεικόνιση ατμογεννήτριας.....	7
Εικόνα 4 Συσχετισμός κλάσματος όγκου γ' φάσης και αντοχής στον ερπυσμό.....	9
Εικόνα 5 Καρβίδια τύπου M_6C και MC σε Inconel 625 [18].....	12
Εικόνα 6 Ανάπτυξη φάσεων σε Inconel 625 [18].....	13
Εικόνα 7 Διάγραμμα Schaeffler.....	19
Εικόνα 8 Τυπικές χρήσεις ανοξείδωτων χαλύβων σε πυρηνικό εργοστάσιο παραγωγής ενέργειας [28].....	20
Εικόνα 9 Διάγραμμα ισορροπίας Fe - Cr.....	22
Εικόνα 10 Συγκόλληση με την μέθοδο TIG.....	28
Εικόνα 11 Συγκόλληση με την μέθοδο EBW.....	29
Εικόνα 12 Σχέδιο κοπής δοκιμίων εφελκυσμού.....	30
Εικόνα 13 Μικροδομή μετάλλου βάσης Haynes 625 (δευτερογενή ηλεκτρόνια).....	36
Εικόνα 14 Μικροδομή μετάλλου βάσης Haynes 625 (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	37
Εικόνα 15 Μικροδομή μετάλλου βάσης του 316L(οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	40
Εικόνα 16 Μορφολογία δενδριτών προς το μέταλλο βάσης του Haynes 625. Φαίνονται οι χαρακτηριστικές δομές columnar, fine - coarse cellular δενδρίτες.....	43
Εικόνα 17 Μικροδομή των χονδρομερών δενδριτών στο κέντρο της ζώνης τήξης (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	44
Εικόνα 18 Μικροδομή της ζώνης τήξης (δευτερογενή ηλεκτρόνια).....	44
Εικόνα 19 Δενδρίτες στο κέντρο της ζώνης τήξης. Τα βέλη υποδεικνύουν καρβίδια που έχουν κατακρημνιστεί διαδενδριτικά και είναι πλούσια σε Nb.....	45
Εικόνα 20 Ανάπτυξη δενδριτών στην πλευρά του 316L. Τα βέλη υποδεικνύουν τα καρβίδια τύπου MC που είναι πλούσια σε Nb και Ti.....	45
Εικόνα 21 Διεπιφάνεια ΘEZ και ZT του υπερκράματος νικελίου.....	54
Εικόνα 22 $MB - \Theta EZ - ZT$ ανοξείδωτου χάλυβα (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).....	54
Εικόνα 23 Μικροδομή δευτερογενών ηλεκτρονίων των 3 ζωνών του ανοξείδωτου χάλυβα (δευτερογενή ηλεκτρόνια).....	55
Εικόνα 24 Ζώνη τήξης συγκόλλησης EBW. Φαίνονται χαρακτηριστικά οι δενδρίτες μορφολογίας cellular και columnar.....	57
Εικόνα 25 Κέντρο ζώνης τήξης όπου διακρίνονται οι δενδρίτες μορφολογίας cellular.....	58
Εικόνα 26 Δενδρίτες μορφολογίας columnar που κυριαρχούν στα άκρα της ZT	58
Εικόνα 27 Μικροδομή δευτερογενών ηλεκτρονίων. Τα βέλη υποδεικνύουν τους σχηματισμούς πλούσιων σε Nb και Mo.....	59
Εικόνα 28 ΘEZ υπερκράματος νικελίου.....	64
Εικόνα 29 ΘEZ ανοξείδωτου χάλυβα.....	65
Εικόνα 30 Διάγραμμα XRD μετάλλου βάσης ανοξείδωτου χάλυβα.....	66
Εικόνα 31 Διάγραμμα XRD μετάλλου βάσης υπερκράματος νικελίου.....	66
Εικόνα 32 Διάγραμμα XRD συγκόλλησης TIG.....	67

Εικόνα 33 Διάγραμμα XRD συγκόλλησης EBW.....	67
Εικόνα 34 Συγκριτικό διάγραμμα XRD μετάλλων βάσης και συγκολλήσεων	68
Εικόνα 35 Συνεχής σάρωση μικροσκληρομετρήσεων συγκόλλησης TIG.....	69
Εικόνα 36 Συνεχής σάρωση μικροσκληρομετρήσεων συγκόλλησης EBW.....	69
Εικόνα 37 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμών ανοξείδωτου χάλυβα as received ..	71
Εικόνα 38 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμών υπερκράματος νικελίου as received	72
Εικόνα 39 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 συγκολλημένων δοκιμών με την μέθοδο TIG	73
Εικόνα 40 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 συγκολλημένων δοκιμών με την μέθοδο EBW	74
Εικόνα 41 Συγκριτικό διάγραμμα μηχανικής απόκρισης δοκιμών	75

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 1 Κραματικά στοιχεία σταθεροποίησης α και γ φάσεων στους ανοξείδωτους χάλυβες	18
Πίνακας 2 Χημική σύσταση %κ.β. Haynes 625.....	26
Πίνακας 3 Τυπικές μηχανικές ιδιότητες Haynes 625 μετά από μερική ανόπτηση και γρήγορη ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.....	26
Πίνακας 4 Χημική σύσταση %κ.β. S31603	27
Πίνακας 5 Τυπικές μηχανικές ιδιότητες S31603 μετά από μερική ανόπτηση και γρήγορη ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.....	27
Πίνακας 6 Χημική σύσταση %κ.β. κράματος προσθήκης	27
Πίνακας 7 Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων HV.....	70
Πίνακας 8 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων ανοξείδωτου χάλυβα as received.....	71
Πίνακας 9 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων υπερκράματος νικελίου as received	72
Πίνακας 10 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων συγκόλλησης TIG.....	73
Πίνακας 11 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων συγκόλλησης EBW	74

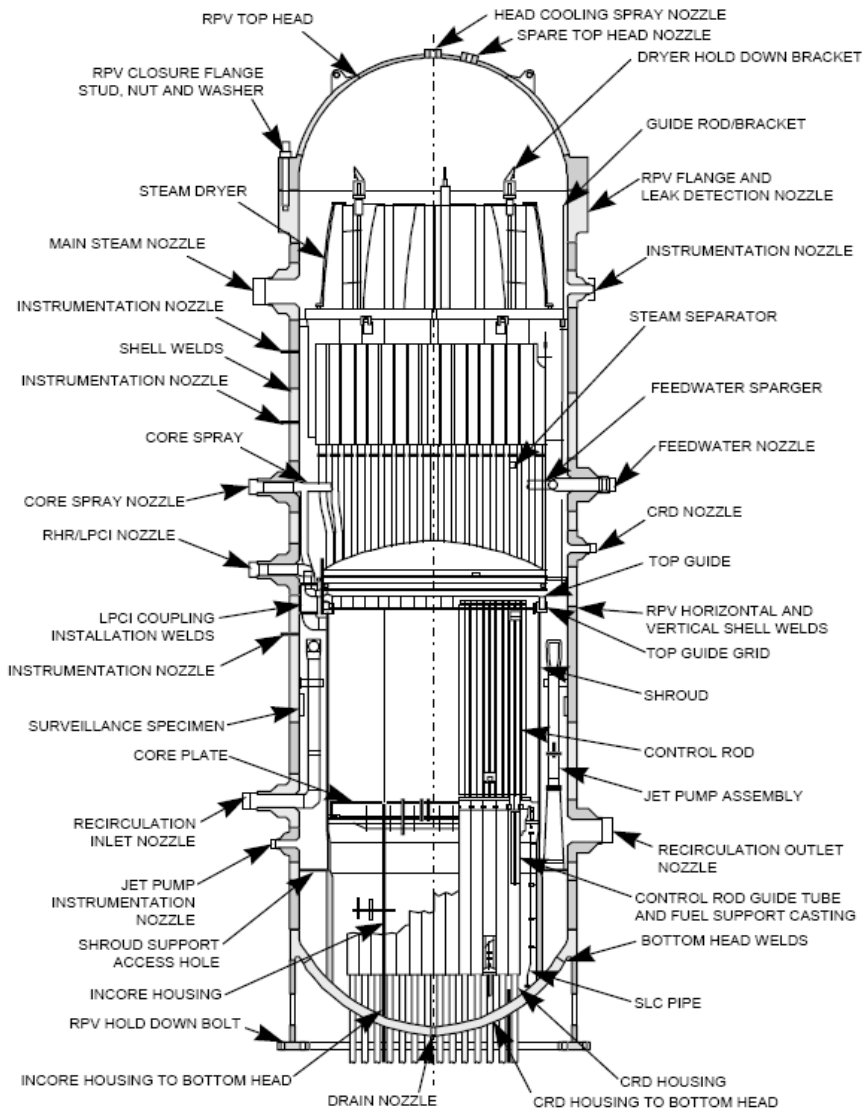
1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1.1. Συγκόλληση Ανομοιογενών Κραμάτων

Η συγκόλληση ανομοιογενών κραμάτων αποτελεί ενδιαφέρον θέμα πολλών ερευνητών λόγω της ευελιξίας που δημιουργείται στον σχεδιασμό και στην βιομηχανική εφαρμογή. Συγκολλήσεις υπερκράματος νικελίου και ωστενιτικού ανοξειδωτού χάλυβα χρησιμοποιούνται στην αεροναυπηγική, στα πυρηνικά εργοστάσια παραγωγής ενέργειας και στις πετροχημικές βιομηχανίες στοχεύοντας στην μείωση του κόστους της εφαρμογής. Αυτό πραγματοποιείται καθώς στα μέρη της κατασκευής που καταπονούνται λιγότερο, χρησιμοποιείται ανοξειδωτός χάλυβας που είναι οικονομικότερος από το υπερκράμα νικελίου και εμφανίζει κατάλληλες μηχανικές και φυσικές ιδιότητες. Αντιθέτως, τα πιο απαιτητικά σημεία της κατασκευής αποτελούνται από υπερκράματα νικελίου [1, 2].

Για παράδειγμα, το κάλυμμα του πυρηνικού αντιδραστήρα (pressure vessel) σε ένα πυρηνικό σταθμό ενέργειας, μπορεί να κατασκευαστεί από υπερκράματα νικελίου και αποτελείται από πολυάριθμα ακροφύσια, όπως φαίνεται στην Εικόνα 1. Για τη επιλογή του σχεδιασμού αλλά και των υλικών στις επαφές των ακροφυσίων, απαιτείται η μελέτη πολλών παραμέτρων όπως, η συγκολλησιμότητα, οι συντελεστές θερμικής διαστολής, η αντοχή σε εργοδιάβρωση, οι κατασκευαστικές λεπτομέρειες και η επίδραση των θερμικών κατεργασιών [3].

Η κεντρική γραμμή σωληνώσεων κατασκευάζεται από ανοξειδωτο χάλυβα. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την συγκόλληση ανομοιογενών κραμάτων των σωληνώσεων με το κύριο μέρος του αντιδραστήρα. Για να διευκολυνθεί η συγκεκριμένη σύνδεση, χρησιμοποιείται ένα μεταβατικό κομμάτι (safe end) το οποίο αποτελείται από ανοξειδωτο χάλυβα ή υπερκράμα νικελίου και ενώνει τις σωληνώσεις με τον αντιδραστήρα. Τέλος, παρόμοιες συνδέσεις υπάρχουν στις ατμογεννήτριες και τους διακόπτες πίεσης [3].



Εικόνα 1 Σχεδιάγραμμα αντιδραστήρα όπου παρουσιάζονται διαφορετικές περιοχές με τα ακροφύσια και τις επαφές

1.2. Υπερκράματα Νικελίου

Ο όρος «υπερκράματα» χρησιμοποιείται για να περιγράψει ένα μεγάλο εύρος υψηλής απόδοσης υλικών τα οποία συχνά συνδυάζουν υψηλές μηχανικές αντοχές και υψηλή επιφανειακή σταθερότητα, σε υψηλές θερμοκρασίες λειτουργικών συνθηκών. Απαρτίζονται συνήθως από στοιχεία του περιοδικού πίνακα που ανήκουν στην ομάδα VIIIΑ [4, 5].

Τα υπερκράματα αποτέλεσαν την κινητήριο δύναμη για την ανάπτυξη των στροβιλοκινητήρων στα αεροσκάφη όπου απαρτίζουν τα δομικά τους μέρη. Στην πορεία όμως, λόγω των εξαιρετικών αντοχών τους σε διαβρωτικά και οξειδωτικά περιβάλλοντα, άρχισαν να χρησιμοποιούνται ευρέως σε πυρηνικούς αντιδραστήρες, σε πετροχημικές και χημικές βιομηχανίες, σε υποθαλάσσιες κατασκευές, αλλά και σε διαστημόπλοια. Χωρίζονται σε τρεις βασικές κατηγορίες, ανάλογα με το κυρίαρχο κραματικό στοιχείο. Έτσι, υπάρχουν τα υπερκράματα με βάση το νικέλιο, με βάση το κοβάλτιο και με βάση τον σίδηρο [4, 5, 6].

1.3. Ανοξειδωτοι Χάλυβες

Όσον αφορά τους ανοξειδωτους χάλυβες, αντιστοιχούν μόλις στο 5% της παγκόσμιας παραγωγής χάλυβα. Ωστόσο, λόγω της αντοχής τους σε διαβρωτικά περιβάλλοντα ως δομικά υλικά σε μεγάλες βιομηχανικές μονάδες, έχουν υψηλή τεχνολογική και οικονομική σημασία [7].

Αποτελούν μία ομάδα υψηλά κραματομένων χαλύβων η οποία βασίζεται στα συστήματα Fe-Cr, Fe-Cr-C και Fe-Cr-Ni. Για να χαρακτηριστεί ένας χάλυβας ως ανοξειδωτος, θα πρέπει να περιέχει Cr σε ποσοστό τουλάχιστον 10.5% κ.β. [8]. Το χρώμιο σχηματίζει με το οξυγόνο ένα αόρατο, συνεκτικό παθητικό επίστρωμα πάχους 13nm (130Å), προστατεύοντας έτσι τον χάλυβα από την οξείδωση και την διάβρωση. Σε περίπτωση ρήξης του επιστρώματος, παρουσία οξυγόνου, αυτό αναπλάθεται μόνο του [7].

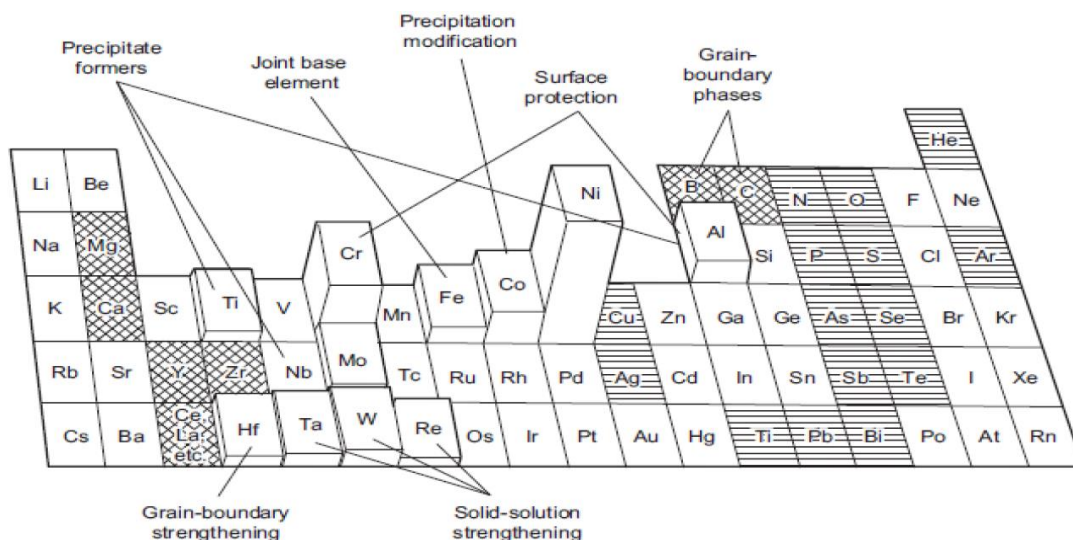
Η κατηγοριοποίηση των ανοξειδωτων χαλύβων γίνεται με βάση την μεταλλογραφική φάση που κυριαρχεί στην θερμοκρασία περιβάλλοντος. Έτσι, ταξινομούνται σε φερριτικούς, ωστενιτικούς, μαρτενσιτικούς, διπλής φάσης και σκληρυνόμενους με κατακρήμνιση [7, 8].

2. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

2.1. Υπερκράματα

Κάποιες κατηγορίες υλικών έχουν την δυνατότητα να διατηρούν τις ιδιότητές τους σε υψηλές θερμοκρασίες. Τα υπερκράματα νικελίου ανήκουν στην παραπάνω κατηγορία υλικών, αφού παρουσιάζουν υψηλή αντίσταση σε συνθήκες στατικής φόρτισης, ερπυσμού και κόπωσης, αλλά και υψηλές αντοχές σε διαβρωτικές και οξειδωτικές συνθήκες σε περιβάλλοντα υψηλών θερμοκρασιών (άνω των 800°C) [5, 9].

Τα υπερκράματα χωρίζονται σε τρεις κατηγορίες ανάλογα το κύριο κραματικό στοιχείο. Αυτές είναι: τα υπερκράματα με βάση το νικέλιο (Ni – base), τα υπερκράματα με βάση τον σίδηρο (Fe – base) και αυτά με βάση το κοβάλτιο (Co – base). Επιπλέον, τα υπερκράματα νικελίου – σιδήρου αποτελούν μια μεγάλη υποκατηγορία, καθώς παρουσιάζουν παρόμοια μεταλλουργικά χαρακτηριστικά με τα υπερκράματα με βάση το νικέλιο αλλά περιέχουν σχετικά υψηλά ποσοστά σιδήρου [4, 5, 10]. Στην παρακάτω εικόνα διακρίνονται τα κραματικά στοιχεία τα οποία συμμετέχουν κατά κύριο λόγο στα υπερκράματα [10].



Εικόνα 2 Τα κύρια κραματικά στοιχεία των υπερκραμάτων. Με οριζόντιες γραμμές παρουσιάζονται τα επιβλαβή στοιχεία, ενώ με τέμνουσες τα ευεργετικά.

Η ικανότητα των υπερκραμάτων να διατηρούν τις πολύ καλές τους μηχανικές αντοχές σε υψηλές θερμοκρασίες οφείλεται στους τρεις ακόλουθους μηχανισμούς:

➤ Σκλήρωση της μεταλλικής μήτρας λόγω σχηματισμού στερεού διαλύματος αντικατάστασης με τη προσθήκη στοιχείων όπως Cr, Mo, W για υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή και Ta, Zr, Nb, B για χαμηλή ποσοστιαία συμμετοχή.

➤ Σκλήρωση με σχηματισμό καρβιδίων τα οποία είναι ομοιόμορφα διεσπαρμένα στο εσωτερικό και στα όρια των κόκκων του νικελίου. Συνήθως απαντώνται TiC, BC, ZrC, TaC, Cr₇C₃, Cr₂₃C₆, Mo₆C και W₆C. Τα παραπάνω καρβίδια σχηματίζουν ένα δίκτυο, το οποίο παρεμποδίζει την κίνηση των διαταραχών και την ολίσθηση των ορίων των κόκκων, συμβάλλοντας θετικά στην αντοχή σε ερπυσμό.

➤ Σκλήρωση με κατακρήμνιση λεπτομερών και ομοιόμορφα διεσπαρμένων ενδομεταλλικών ενώσεων, έπειτα από θερμική κατεργασία γήρανσης. Τα υπερκράματα Ni τα οποία περιέχουν Al και Ti, σχηματίζουν ενδομεταλλικές φάσεις γ' - Ni₃(Ti, Al). Πρόκειται για κατακρημνίσματα που κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα και εμφανίζουν κρυσταλλική συνάφεια με τη μήτρα. Έτσι, αυξάνεται η μηχανική αντοχή και η αντοχή σε έντονα διαβρωτικά και οξειδωτικά περιβάλλοντα. Επιπλέον, η φάση γ' μπορεί να μετασχηματιστεί σε άλλες φάσεις εάν συμβεί υπερκορεσμός με τιτάνιο, νιόβιο ή ταντάλιο, όπως η φάση η (Ni₃Ti) εξαγωνικής δομής μέγιστης πυκνότητας, η φάση γ'' (Ni₃Nb) χωροκεντρωμένης τετραγωνικής δομής και η φάση δ (Ni₃Nb) ορθορομβικής δομής. Εκτός από την γ', και η γ'' φάση είναι συνεκτική με την μεταλλική μήτρα, με αποτέλεσμα την αύξηση της σκληρότητας του κράματος. Τέλος, η φάση δ μειώνει την αντοχή του κράματος, καθώς είναι χονδρομερής και επιμήκης [4 ,5, 7, 11].

2.1.1. Υπερκράματα Σιδήρου – Νικελίου (Fe –Ni base)

Έχουν αναπτυχθεί διάφοροι τύποι κραμάτων της συγκεκριμένης κατηγορίας, οι οποίοι περιέχουν κατ'ελάχιστο 10% Fe, αλλά γενικότερα τα ποσοστά κυμαίνονται μεταξύ 18% και 55% . Επιπλέον, περιέχουν τουλάχιστον 25% Ni και 10 – 25% Cr. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα τα κράματα της συγκεκριμένης κατηγορίας να εμφανίζουν αντοχή στην διάβρωση, χάρη στην παθητικοποίηση με Cr₂O₃.

Επιπρόσθετα, μπορεί να περιέχουν Mo έως 2%, Ti έως 4%, Nb έως 6% και Al έως 1%. Έτσι, η σκλήρωση επέρχεται με κατακρήμνιση της φάσης γ' $\text{Ni}_3(\text{Ti}, \text{Al})$, γ'' (Ni_3Nb) και η (Ni_3Ti). Τέλος, σε κάποια κράματα η σκλήρωση γίνεται με την βοήθεια καρβιδίων και στερεού διαλύματος [9 ,10 ,11 ,12].

2.1.2. Υπερκράματα Κοβαλτίου (Co – base)

Χαρακτηρίζονται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή με κύρια στοιχεία προσθήκης Cr (20-30%), W (5-15%) και Ni(έως 22%) [11]. Στα υπερκράματα κοβαλτίου η σκλήρωση επέρχεται μέσω στερεού διαλύματος αντικατάστασης και με σχηματισμό καρβιδίων. Τα καρβίδια κατακρημνίζονται στα όρια των κόκκων και εμποδίζουν την ολίσθησή τους. Σε σχέση με τα υπερκράματα νικελίου και νικελίου – σιδήρου, τα υπερκράματα κοβαλτίου δεν περιέχουν ενδομεταλλικές ενώσεις όπως γ' και γ'' . Τέλος, τα καρβίδια που σχηματίζονται είναι τα ίδια όπως και στα υπόλοιπα υπερκράματα [10].

2.1.3. Υπερκράματα Νικελίου (Ni – base)

Τα υπερκράματα με βάση το νικέλιο αποτελούνται από τις ακόλουθες τρεις κατηγορίες, ανάλογα με τον τρόπο σκλήρωσής τους:

- Σκλήρωση με στερεό διάλυμα
- Σκλήρωση με κατακρήμνιση
- Σκλήρωση με διασπορά οξειδίων (Oxide – Dispersion Strengthened – ODS)

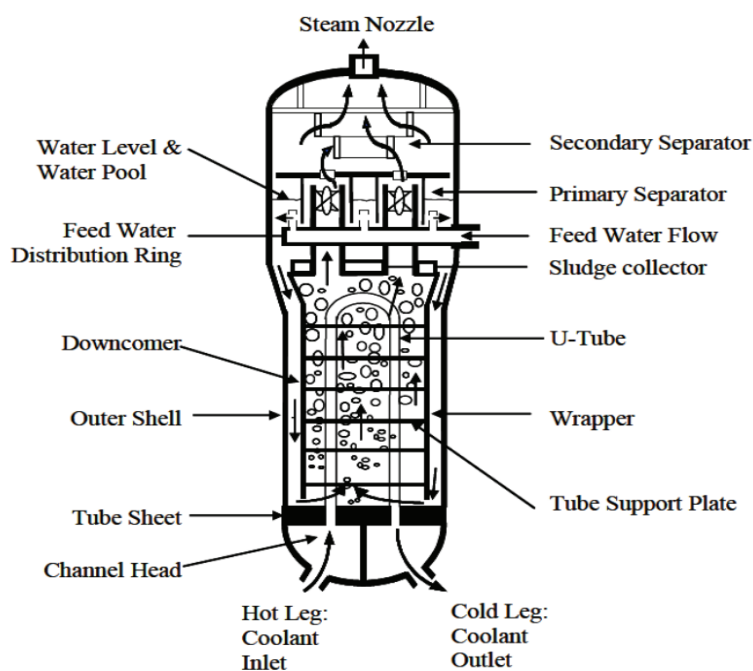
Τα κράματα που σκληραίνουν με στερεό διάλυμα, περιέχουν μικρές ή μηδενικές ποσότητες αλουμινίου, τιτανίου ή νιοβίου. Αντίστοιχα, τα κράματα σκλήρωσης με κατακρήμνιση περιέχουν υψηλά ποσοστά αλουμινίου και τιτανίου και σημαντικά ποσοστά νιοβίου. Τέλος, τα κράματα σκλήρωσης με διασπορά οξειδίων περιέχουν χαμηλά ποσοστά οξειδίων (0.5 έως 1% Y_2O_3) και παράγονται με μεθόδους κωνιομεταλλουργίας [10].

2.2. Εφαρμογές Υπερκραμάτων

Τα υπερκράματα βρίσκουν ευρύτατη εφαρμογή στους αεριοστροβίλους των πολιτικών και στρατιωτικών αεροσκαφών, στις γεννήτριες των σταθμών παραγωγής ενέργειας και τις μηχανές εσωτερικής καύσης των θαλάσσιων σκαφών.

Επιπλέον, χρησιμοποιούνται στην πετροχημική και χημική βιομηχανία, στα διαστημόπλοια, στα υποβρύχια, στους πυρηνικούς αντιδραστήρες, στους ηλεκτροκινητήρες, στις δεξαμενές όπου γίνονται χημικές διεργασίες, στους βιομηχανικούς φούρνους και στους εναλλάκτες θερμότητας. Η βασική τους χρήση στις παραπάνω βιομηχανίες είναι για την κατασκευή αντλιών, βαλβίδων, σωληνώσεων, εξοπλισμού διεργασιών, στροβίλων και συνδετικών υλικών [5, 12, 13].

Ένα από τα σημαντικότερα τμήματα των πυρηνικών σταθμών παραγωγής ενέργειας είναι οι ατμογεννήτριες οι οποίες λειτουργούν υπό ακραίες συνθήκες. Βασικά προβλήματα που παρουσιάζονται είναι η παραμόρφωση και η φθορά των σωληνώσεων, η θραύση και η παραμόρφωση των σωληνώσεων μορφολογίας U, οι δονήσεις λόγω της ροής του ρευστού μέσου, η διάβρωση, η θραύση και οι διαρροές των σωληνώσεων. Έτσι, η χρήση των υπερκραμάτων για την κατασκευή των δομικών τμημάτων των ατμογεννητριών είναι επιτακτική [14].



Εικόνα 3 Σχηματική απεικόνιση ατμογεννήτριας

2.3. Μικροδομή Υπερκραμάτων Νικελίου

Τα υπερκράματα νικελίου εμφανίζουν πολύπλοκη μικροδομή, καθώς αποτελούνται από μητρική φάση εδροκεντρωμένης κυβικής δομής (FCC) η οποία περιέχει σημαντικό αριθμό ενδομεταλλικών ενώσεων και φάσεων οι οποίες είναι διεσπαρμένες κατάλληλα ώστε να προσδώσουν στο υλικό τις επιθυμητές ιδιότητες [5,9]. Παρακάτω θα γίνει αναφορά στον ρόλο των κύριων συμμετεχουσών φάσεων και ενδομεταλλικών ενώσεων οι οποίες καθορίζουν τις ιδιότητες των υπερκραμάτων νικελίου.

2.3.1. Μητρική Φάση γ

Η μητρική φάση των υπερκραμάτων νικελίου αποτελείται από μία συνεχή ωστενιτική δομή η οποία έχει την δυνατότητα να διατηρεί τις πολύ καλές μηχανικές της ιδιότητες σε υψηλές θερμοκρασίες σε αντίθεση με τις χωροκεντρωμένες κυβικές δομές (BCC). Είναι αξιοσημείωτη η ικανότητα μερικών υπερκραμάτων νικελίου να λειτουργούν αποτελεσματικά σε θερμοκρασίες της τάξης του $0.9T_m$ (θερμοκρασία τήξης) και για χρονική διάρκεια μέχρι 100.000 ώρες.

Η γ φάση αποτελείται κυρίως από σίδηρο, χρώμιο, κοβάλτιο, τιτάνιο, αλουμίνιο, μολυβδαίνιο και βολφράμιο τα οποία σχηματίζουν στερεό διάλυμα αντικατάστασης. Επιπλέον, ένα μέρος της αντοχής της μητρική φάσης ενδέχεται να προέρχεται από την μείωση της ενέργειας των σφαλμάτων στοιβαξης εξαιτίας των κραματικών προσθηκών. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την δυσκολία της κίνησης των διαταραχών και την αύξηση της αντοχής του κράματος [4, 5].

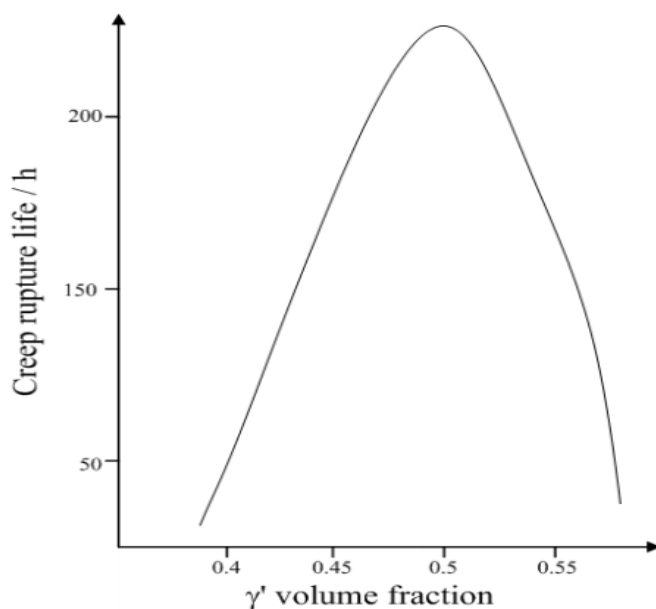
2.3.2. Φάση γ' – $(Ni, Co)_3(Ti, Al, Ta, Nb)$

Η γ' φάση προέρχεται από την μητρική φάση γ με την μορφή συνεκτικού κατακρημνίσματος. Η κατακρήμνιση της ενδομεταλλικής φάσης γ' είναι μία συνεχής διαδικασία, η οποία περιλαμβάνει τα κλασσικά στάδια της φύτρωσης και ανάπτυξης είτε μέσα στην μητρική φάση είτε στα όρια των κόκκων. Χαρακτηρίζεται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή και αποτελεί την κύρια φάση σκλήρωσης των υπερκραμάτων νικελίου.

Η τυπική της σύσταση είναι $Ni_3(Al, Ti)$, αλλά υπάρχει δυνατότητα αντικατάστασης του Ni από μικρά ποσοστά Cr, Co, Mo και αντικατάσταση των Al και Ti από Ta και Nb. Έτσι, προκύπτει η φάση με στοιχειομετρική αναλογία $(Ni, Co)_3(Ti, Al, Ta, Nb)$ που εκφράζει πλήθος ομάδων ισόμορφων ενώσεων [4, 5, 11].

Τα υπερκράματα νικελίου τελευταίας γενιάς περιέχουν την γ' φάση σε κλάσμα όγκου μέχρι 75%. Η μορφολογία της είναι συνήθως κυβική με μήκος ακμών 300 – 500nm και συνεκτική με την οστενιτική μήτρα. Η πυκνή και λεπτομερής διασπορά των κατακρημνισμάτων παρεμποδίζει την κίνηση των διαταραχών, με αποτέλεσμα την βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων, κυρίως σε υψηλές θερμοκρασίες [15].

Η μορφολογία της γ' εξαρτάται από τον βαθμό αναντιστοιχίας της με το μητρικό υλικό. Έτσι, για τιμές αναντιστοιχίας 0 – 0,2% η μορφολογία είναι σφαιρική, για 0,5% - 1% κυβοειδής και για τιμές πάνω από 1,25% πλακοειδής. Για τις μικρές τιμές αναντιστοιχίας η επιφανειακή ενέργεια είναι η ελάχιστη δυνατή, ενώ όσο η αναντιστοιχία αυξάνεται και το πλέγμα παραμορφώνεται, η μορφολογία γίνεται κυβοειδής ώστε να ελαχιστοποιηθεί και πάλι η ενέργεια. Τέλος, αναφέρεται πως οι επιφάνειες γ/γ' με υψηλές τιμές αναντιστοιχίας, λειτουργούν ως φράγμα παρεμπόδισης της κίνησης των διαταραχών, με συνέπεια την αύξηση της αντοχής σε ερπυσμό [4, 16, 17].



Εικόνα 4 Συσχετισμός κλάσματος όγκου γ' φάσης και αντοχής στον ερπυσμό

Εάν συμβεί υπερκορεσμός σε Ti, η φάση γ' μπορεί να μετασχηματιστεί στην φάση η με εξαγωνική δομή μέγιστης πυκνότητας (HCP) και σύσταση Ni_3Ti . Η φάση η δεν μπορεί να διαλυτοποιήσει άλλα στοιχεία και αναπτύσσεται ταχέως, παρόλο που ο ρυθμός κατακρήμνισής της είναι μικρός. Επιπρόσθετα, η φάση η εμφανίζεται με δύο μορφές. Στην πρώτη περίπτωση κατακρημνίζεται στα όρια των κόκκων του υλικού με κυτταροειδή μορφολογία και αποτελείται από εναλλασσόμενα πλακίδια γ και η. Στην δεύτερη περίπτωση αναπτύσσεται διακρυσταλλικά και παρουσιάζει δισκοειδή μορφολογία σε διάταξη Widmastatten. Η κυτταροειδής μορφολογία επηρεάζει αρνητικά την αντοχή στην θραύση και την ολκιμότητα (creep ductility), ενώ Widmastatten μειώνει μόνο την αντοχή [10].

2.3.3. Φάση γ'' - $Ni_3(Nb,Ta)$

Η φάση γ'' κατακρημνίζεται σε κράματα με τουλάχιστον 4%Nb, στα σημεία συσσώρευσης σφαλμάτων ή περικρυσταλλικά. Πρόκειται για φάση χωροκεντρωμένης τετραγωνικής δομής (BCT) με δισκοειδή μορφολογία. Χάρη στην συνεκτικότητά της με την οστενιτική μήτρα, αυξάνει την σκληρότητα του κράματος. Επειδή η γ'' φάση είναι μετασταθής, μετασχηματίζεται σε φάση δ Ni_3Nb ορθορομβικής δομής για εκθέσεις σε θερμοκρασίες άνω των 650 °C. Η φάση δ παρουσιάζει χονδρομερή και επιμήκη δομή με αποτέλεσμα την μείωση της αντοχής του κράματος [5, 7]. Πρόσφατα όμως ανακαλύφθηκε πως η φάση δ παρεμποδίζει την ολίσθηση των ορίων των κόκκων και ελέγχει το μέγεθος τους, αν και δεν αναφέρθηκε η διαδικασία σχηματισμού της [18].

2.3.4. Καρβίδια

Οι συνηθέστεροι τύποι καρβιδίων στα υπερκράματα νικελίου είναι οι MC, $M_{23}C_6$ και M_6C . Το MC συνήθως παρουσιάζει κυβοειδή και χονδρομερή μορφολογία, το $M_{23}C_6$ εμφανίζεται με ακανόνιστο σχήμα, αν και έχουν παρατηρηθεί πλακοειδείς δομές, ενώ το M_6C έχει ακανόνιστο σχήμα ή δομή μορφολογίας Widmanstatten [4, 10, 18].

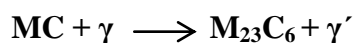
Τα καρβίδια κατακρημνίζονται στο εσωτερικό των κόκκων ή/και σχηματίζουν ασυνεχείς αλυσίδες στα όρια τους με αποτέλεσμα την αύξηση της αντοχής του κράματος σε υψηλές θερμοκρασίες, καθώς παρεμποδίζουν την κίνηση των διαταραχών στην πρώτη περίπτωση, ενώ δεν επιτρέπουν την ολίσθηση των ορίων στην δεύτερη.

Στην περίπτωση όμως που επέλθει σχηματισμός συνεχών αλυσίδων στα όρια των κόκκων, υπάρχει ο κίνδυνος δημιουργίας περικρυσταλλικής αστοχίας, εξαιτίας της αποκραμάτωσης της μήτρας από στοιχεία τα οποία προστατεύουν από την διάβρωση. Για παράδειγμα, η δέσμευση του χρωμίου από τον άνθρακα μπορεί να προκαλέσει απογύμνωση της περιοχής, με αποτέλεσμα την δημιουργία γαλβανικών κελιών [4, 7]. Τα καρβίδια MC, δομής FCC, σχηματίζονται συνήθως κατά την διάρκεια της στερεοποίησης και κατακρημνίζονται ετερογενώς είτε περικρυσταλλικά είτε διακρυσταλλικά.

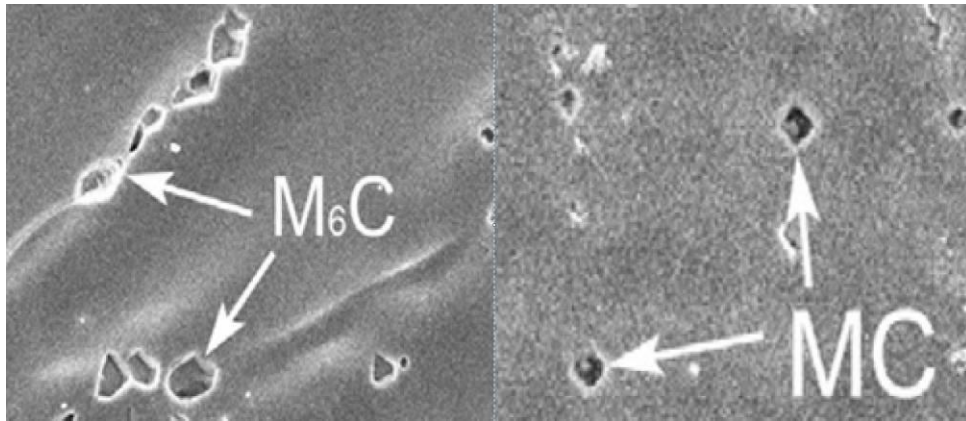
Τα καρβίδια του συγκεκριμένου τύπου περιέχουν υψηλά ποσοστά άνθρακα ο οποίος σχηματίζει ενώσεις με δραστικά ή πυρίμαχα μέταλλα, όπως TiC ή TaC. Η προτιμητέα σειρά σχηματισμού αυτών των καρβιδίων στα υπερκράματα είναι HfC, TaC, NbC και TiC, με μειούμενη σταθερότητα.

Επιπλέον, τα στοιχεία μπορούν να αντικαθιστούν το ένα το άλλο όπως στην περίπτωση του (Ti, Nb)C. Παρόμοια συμπεριφορά έχουν και τα Mo, W σχηματίζοντας καρβίδια όπως (Ti, Mo)C [4, 10, 32].

Όσον αφορά τα καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$, εμφανίζονται σε κράματα με υψηλά ποσοστά σε χρώμιο. Σχηματίζονται κατά την θερμική κατεργασία ή στις λειτουργικές συνθήκες σε θερμοκρασίες 760 – 980°C. Προέρχονται από τα καρβίδια MC και από την περίσσεια άνθρακα στο μητρικό υλικό. Συνήθως, σχηματίζονται στα όρια των κόκκων, στα όρια των διδυμιών σε μορφολογία “zipper” και στα σφάλματα στοιβαξης. Παρακάτω δίνεται η κυρίαρχη αντίδραση δημιουργίας των καρβιδίων $M_{23}C_6$:



Τέλος, τα καρβίδια τύπου M_6C σχηματίζονται σε θερμοκρασίες μεταξύ 815°C και 980°C. Είναι παρόμοια με τα καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ αλλά σχηματίζονται όταν το κράμα περιέχει υψηλά ποσοστά Mo και/ή W (άνω των 6-8%at). Τυπικές μορφές των καρβιδίων είναι $(Ni, Co)_3Mo_3C$ και $(Ni,Co)_2W_4C$ [4, 18, 19].



Εικόνα 5 Καρβίδια τύπου M_6C και MC σε Inconel 625 [18]

2.3.5. Φάσεις TCP (Topologically Close Packed Phases)

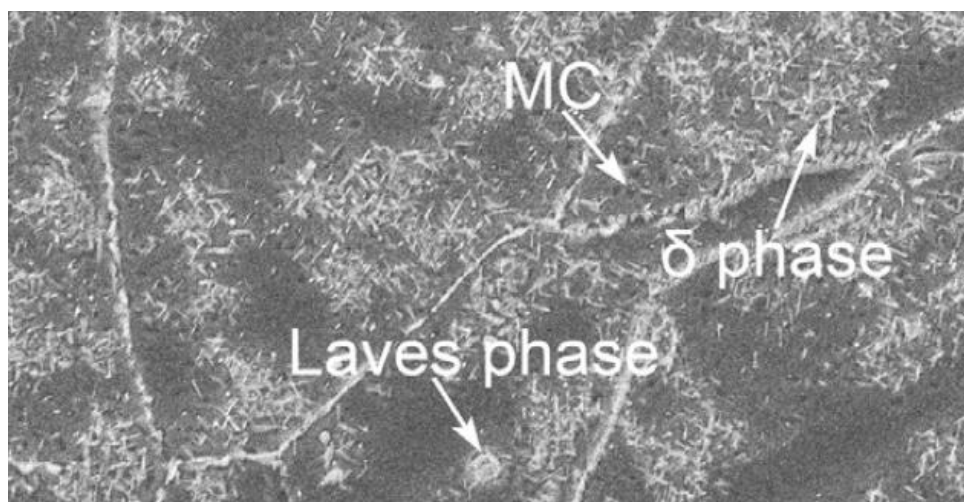
Οι φάσεις TCP αποτελούνται από ομάδες ατόμων σε υψηλής πλήρωσης στρώματα οι οποίες είναι παράλληλες στο επίπεδο $\{111\}$ της ωστενιτικής μήτρας. Δημιουργούνται σε κράματα των οποίων η χημική σύσταση δεν έχει ελεγχθεί προσεκτικά, κατά την διάρκεια θερμικών κατεργασιών ή της λειτουργίας του εξαρτήματος. Αποτελούν συνήθως επιβλαβείς φάσεις, οι οποίες κατακρημνίζονται στις διεπιφάνειες επαφής με καρβίδια στα όρια των κόκκων και έχουν επιμήκη πλακοειδή ή βελονοειδή μορφολογία. Τα υπερκράματα νικελίου είναι επιρρεπή στον σχηματισμό σ , μ και Laves φάσεων. Κράματα με υψηλά ποσοστά σε Ta, Nb, Cr, W και Mo είναι πιο επιδεκτικά στον σχηματισμό TCP φάσεων [4, 10]. Γενικά, οι φάσεις σ και μ εμφανίζονται όταν συμβούν αλλαγές στην σύσταση του κράματος κατά την διάρκεια εκτενούς θερμικής κατεργασίας. Επομένως, δεν υπάρχει ιδιαίτερη ανησυχία εμφάνισης των φάσεων στις συγκολλήσεις των υπερκραμάτων[20].

Η φάση σ περιγράφεται από τον τύπο $(Fe, Mo)_x (Ni, Co)_y$, όπου τα x, y μπορούν να λάβουν τιμές από 1 έως 7. Εξαιτίας της σκληρότητάς της αλλά και της πλακοειδούς μορφολογίας της, προκαλεί ψαθυρή θραύση σε χαμηλή θερμοκρασία, παρόμοια με την αντίστοιχη στους φερριτικούς ανοξειδωτούς χάλυβες. Επιπλέον, η φάση σ μειώνει το ποσοστό των πυρίμαχων μετάλλων από την ωστενιτική μήτρα, με αποτέλεσμα την μείωση της αντοχής της. Ακόμη, υπάρχει η πιθανότητα να υπάρξει αστοχία του υλικού σε υψηλή θερμοκρασία όπου το προτιμητέο μονοπάτι διάδοσης της ρωγμής να είναι διαμέσου της φάσης σ [4, 20].

Όσον αφορά την φάση μ , περιγράφεται από τον τύπο $(Fe, Co)_7(Mo, W)_6$ και έχει πλακοειδή μορφή. Ιδιαίτερο ενδιαφέρον παρουσιάζει η σχέση μεταξύ των καρβιδίων $M_{23}C_6 - M_6C$ και των φάσεων σ και μ . Όταν το ποσοστό Mo και W αυξηθεί πάνω από 7%, η φάση σ μετασχηματίζεται σε φάση μ . Αξίζει να σημειωθεί πως η κρυσταλλική δομή του καρβιδίου $M_{23}C_6$ είναι πολύ κοινή με την αντίστοιχη της φάσης σ , ενώ η δομή του M_6C είναι παρόμοια με της φάσης μ [10].

Τέλος, η φάση Laves χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή και κατακρημνίζεται σε μορφή επιμηκών πλακιδίων στα όρια των κόκκων. Η σύστασή της είναι AB_2 με γενικό τύπο $(Fe, Cr, Mn, Si)_2(Mo, Ti, Nb)$. Τυπικά παραδείγματα της φάσης Laves είναι Fe_2Ti , Fe_2Nb και Fe_2Mo . Όταν παρουσιάζεται σε υψηλά ποσοστά επηρεάζει αρνητικά την ολκιμότητα και την αντοχή σε ερπυσμό.

Ο έλεγχος του σχηματισμού της είναι αρκετά δύσκολος, καθώς σύμφωνα με πρόσφατες έρευνες η μορφολογία, η κατανομή και η σύσταση της εξαρτώνται σε μεγάλο βαθμό από τον διαφορισμό των στοιχείων όπως το Nb και το Cr, ο οποίος ελέγχεται δύσκολα [10, 18, 22].



Εικόνα 6 Ανάπτυξη φάσεων σε Inconel 625 [18]

2.4. Μεταλλουργία Συγκολλήσεων Υπερκραμάτων Νικελίου

Τα υπερκράματα νικελίου είναι γενικώς επιδεκτικά σε διεργασίες συγκολλήσεων όπου προκαλείται τήξη και επαναστερεοποίηση του μετάλλου. Πρέπει όμως να δοθεί ιδιαίτερη προσοχή ώστε να αποφευχθούν αστοχίες κατά τη συγκόλληση ή την μετέπειτα θερμική κατεργασία.

Χάρη στον χαμηλό συντελεστή θερμικής διαστολής τους, τα υπερκράματα παρουσιάζουν μικρότερες πιθανότητες εμφάνισης ρωγματώσεων σε σύγκριση με τους ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες [7]. Στην συνέχεια θα παρουσιαστούν μερικά από τα προβλήματα που προκύπτουν κατά την διεργασία των συγκολλήσεων και θέτουν σε κίνδυνο την ακεραιότητα της κατασκευής.

2.4.1. Ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση (Solidification Cracking)

Η ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση συμβαίνει σε υψηλές θερμοκρασίες, στο τελικό στάδιο της στερεοποίησης και εμφανίζεται περικρυσταλλικά στα όρια των κόκκων του υλικού.

Οφείλεται στις υψηλές εφελκυστικές τάσεις οι οποίες αναπτύσσονται στους γειτονικούς κόκκους και υπερβαίνουν την αντοχή του στερεοποιημένου μετάλλου. Το μέταλλο που έχει στερεοποιηθεί τείνει να συστέλλεται εξαιτίας της μείωσης των διαστάσεων του και της θερμικής συστολής. Επίσης, επέρχεται συστολή και του μετάλλου βάσης αλλά σε αρκετά χαμηλότερο βαθμό καθώς δεν επηρεάζεται από την θερμότητα της ζώνης τήξης.

Έτσι, η συστολή του στερεοποιημένου μετάλλου παρεμποδίζεται από το μέταλλο βάσης με αποτέλεσμα την ανάπτυξη εφελκυστικών τάσεων. Το μέγεθος των προκαλούμενων τάσεων εξαρτάται από τον βαθμό συστολής αλλά και το πάχος του υλικού [20, 21].

Οι μεταλλουργικοί παράγοντες που επηρεάζουν την επιδεκτικότητα σε ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση είναι οι ακόλουθοι:

- Το εύρος της θερμοκρασίας στερεοποίησης
- Η ποσότητα και η κατανομή της υγρής φάσης στο τελικό στάδιο της στερεοποίησης
- Η επιφανειακή εντατική κατάσταση του τήγματος στα όρια των κόκκων η οποία εξαρτάται από τις γωνίες που σχηματίζουν τα όρια
- Η δομή των κόκκων, όπου οι λεπτοί ισοαξονικοί κόκκοι είναι λιγότερο επιρρεπείς σε ρωγμάτωση σε σχέση με τους χονδρούς βελονοειδείς

Οι δύο πρώτοι παράγοντες επηρεάζονται από τον μικροδιαφορισμό των στοιχείων κατά την στερεοποίηση, ο οποίος με την σειρά του επηρεάζεται από τον ρυθμό απόψυξης.

Στα υπερκράματα νικελίου αλλά και στους ανοξείδωτους χάλυβες η προσθήκη ακαθαρσιών όπως S και P, προκαλούν σοβαρές ρωγματώσεις (θερμή ρωγμάτωση) κατά την στερεοποίηση καθώς διαχωρίζονται στα όρια των κόκκων και δημιουργούν σύνθετες ενώσεις με χαμηλό σημείο τήξης. Έτσι, μειώνεται η συνοχή των κόκκων οι οποίοι ρωγματώνονται υπό την επίδραση εξωτερικών ή εσωτερικών τάσεων [20].

2.4.2. Ρωγμάτωση λόγω διαχωρισμού κατά την θέρμανση (Grain Boundary Liquation Cracking)

Αυτού του είδους η ρωγμάτωση λαμβάνει χώρα στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη ως αποτέλεσμα τοπικής διάλυσης διαφόρων φάσεων στα όρια των κόκκων, όπως καρβίδια τύπου MC και M_6C και φάσεων Laves και σ . Αυτό συμβαίνει κατά την ταχεία θέρμανση του κράματος, καθώς οι φάσεις στα όρια των κόκκων δεν προλαβαίνουν να διαλυτοποιηθούν πλήρως στην μήτρα του υλικού, με αποτέλεσμα η μερική διαλυτοποίηση να οδηγεί στον σχηματισμό ευτηκτικών ενώσεων χαμηλού σημείου τήξης [23]. Έτσι, επέρχεται ο σχηματισμός λεπτών υμενίων τήγματος στα όρια των κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης ο οποίος μειώνει τις μηχανικές της ιδιότητες.

Στα υπερκράματα νικελίου με Nb, μπορεί να συμβούν δύο ευτηκτικές αντιδράσεις όπως $L \rightarrow \gamma + NbC$ και $L \rightarrow \gamma + Laves$, με την δεύτερη να συμβαίνει σε χαμηλότερη θερμοκρασία [20].

Η επιδεκτικότητα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης σε ρωγμάτωση, εξαρτάται από την χημική σύσταση του κράματος, το μέγεθος των κόκκων και την ταχύτητα συγκόλλησης. Αυξάνοντας την ταχύτητα της συγκόλλησης, αυξάνεται και η επιδεκτικότητα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης στην ρωγμάτωση καθώς επηρεάζεται η θερμοκρασιακή διαβάθμιση και η κατανομή των τάσεων [23]. Οι υπολειπόμενες τάσεις συσσωρεύονται στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη με αποτέλεσμα την ολίσθηση των ορίων των κόκκων με στόχο την αποτόνωσή τους. Επομένως, σε ένα κράμα με ευμεγέθεις κόκκους αυξάνεται η πιθανότητα ρωγμάτωσης αφού η αποτόνωση των τάσεων πραγματοποιείται με βραδύ ρυθμό, λόγω των λιγοστών ορίων.

Επιπρόσθετα, αυξάνεται η συσσώρευση τήγματος στα όρια των κόκκων κατά την διαλυτοποίηση διαφόρων κατακρημνισμάτων, λόγω της αντιστρόφου ανάλογης σχέσης μεγέθους κόκκων και επιφάνειας ορίων.

Επομένως, απαιτείται μεγαλύτερος χρόνος στερεοποίησης του τήγματος στην περίπτωση των χονδρόκοκκων υλικών, με αποτέλεσμα την πιθανή εμφάνιση ρωγματώσεων [6].

2.4.3. Ρωγμάτωση λόγω γήρανσης υπό τάση (Strain – Age Cracking)

Η συγκεκριμένη αστοχία ενδέχεται να παρουσιαστεί στα υπερκράματα όπου η σκλήρωση επέρχεται μέσω της κατακρήμνισης γ' - $\text{Ni}_3(\text{Al}, \text{Ti})$ κατά την διάρκεια της ανόπτησης μετά από συγκόλληση (post – weld heat treatment) ή κατά την λειτουργία του υλικού λόγω παραμενουσών τάσεων. Χαρακτηριστικό γνώρισμα των συγκεκριμένων ελαττωμάτων είναι η μικρορωγμάτωση περικρυσταλλικά των κόκκων στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη ή στην ζώνη τήξης. Το βασικό αίτιο της αστοχίας είναι η ύπαρξη των κατακρημνισμάτων και η διάδοση των τάσεων στα όρια των κόκκων, όπου τα καρβίδια δρουν ως πηγές έναρξης των ρωγμών [23].

Συχνά, έπειτα από την συγκόλληση λαμβάνει χώρα κατεργασία αποτατικής ανόπτησης για την ανακούφιση των τάσεων. Όμως, συχνά η θερμοκρασία ανόπτησης είναι μεγαλύτερη από την θερμοκρασία όπου έγινε η γήρανση, με αποτέλεσμα την πρόσκαιρη κατακρήμνιση φάσεων οι οποίες επιφέρουν υψηλότερη σκλήρωση και αυξάνεται η εντατική κατάσταση στα όρια των κόκκων .

Ένας τρόπος για να αποφευχθεί το συγκεκριμένο φαινόμενο, είναι η υπεργήρανση του κράματος πριν από την συγκόλληση. Αυτό μπορεί να συνδυαστεί με την χρήση ενός πιο όλκιμου και αραιωμένου μετάλλου προσθήκης σε συνδυασμό με προσεκτικό έλεγχο της θέρμανσης και απόψυξης κατά την ανόπτηση [23].

2.4.4. Συγκολλησιμότητα Υπερκράματος Νικελίου Haynes 625

Το υπερκράμα 625 παρουσιάζει πολύ καλή συγκολλησιμότητα με τις περισσότερες μεθόδους συγκόλλησης. Πρόκειται για ένα κράμα όπου ο κύριος μηχανισμός σκλήρωσης είναι μέσω στερεού διαλύματος και η ικανότητά του να μπορεί να διαλυτοποιεί διάφορα χημικά στοιχεία, το καθιστούν ως το πλέον υποψήφιο υλικό για συγκολλήσεις ανομοιογενών κραμάτων [24].

2.5. Ανοξειδωτοι Χάλυβες

Οι ανοξειδωτοι χάλυβες αποτελούν σημαντική κατηγορία κραμάτων τα οποία χρησιμοποιούνται ευρέως σε διάφορες βιομηχανίες και περιβάλλοντα. Αποτελούν μία ομάδα υψηλά κραματωμένων χαλύβων βασιζόμενοι στα συστήματα Fe – Cr, Fe – Cr – C και Fe – Cr – Ni. Ο ανοξειδωτος χαρακτήρας της συγκεκριμένης οικογένειας κραμάτων οφείλεται στο συνεκτικό παθητικό επίστρωμα οξειδίου του χρωμίου (Fe, Cr)₂O₃, πάχους 13nm, το οποίο προστατεύει το κράμα από τη διάβρωση και την οξείδωση. Για να δημιουργηθεί το παραπάνω συνεκτικό επίστρωμα, απαιτείται κατ' ελάχιστον 10.5%κ.β χρώμιο, το οποίο αντιδρά με το οξυγόνο για τον σχηματισμό του. Αξίζει να αναφερθεί πως το επίστρωμα έχει την ικανότητα να αναπλάθεται σε περίπτωση ρήξης του, παρουσία οξυγόνου. Σε μερικούς ανοξειδωτους χάλυβες το χρώμιο μπορεί να βρίσκεται σε ποσοστό 30% με αποτέλεσμα την αύξηση της σταθερότητας του παθητικού επιστρώματος και την αντίσταση σε υψηλές θερμοκρασίες. Για υψηλότερα ποσοστά χρωμίου προκαλούνται αρνητικές επιδράσεις σε άλλες ιδιότητες, όπως η συγκολλησιμότητα και η ολκιμότητα. Έτσι, προστίθενται διάφορα άλλα στοιχεία με στόχο να δώσουν συγκεκριμένες ιδιότητες ή να συμβάλλουν θετικά στην κατεργασία [7]. Για παράδειγμα, το νικέλιο και το μολυβδαίνιο προστίθενται για να ενισχύσουν την αντιδιαβρωτική προστασία. Επιπλέον, η προσθήκη άνθρακα, μολυβδαινίου, αζώτου, τιτανίου, αλουμινίου και χαλκού, συμβάλλει στην αύξηση της αντοχής. Τέλος, το θείο και το σελήνιο βοηθούν στην κατεργασιμότητα, ενώ το νικέλιο αυξάνει την δυνατότητα μορφοποίησης και την δυσθραυστότητα [25]. Περισσότερες όμως πληροφορίες για την επίδραση των κραματικών προσθηκών θα δοθούν παρακάτω.

Οι βασικές κατηγορίες ανοξειδωτων χαλύβων με βάση την μεταλλογραφική φάση που κυριαρχεί στην θερμοκρασία περιβάλλοντος είναι οι ακόλουθες [4, 8]:

- **Φερριτικοί ανοξειδωτοι χάλυβες (4XX):** περιέχουν 10.5 - 30% κ.β. χρώμιο και χαμηλό ποσοστό άνθρακα (μικρότερο από 0.2% κ.β.).
- **Ωστενιτικοί ανοξειδωτοι χάλυβες (2XX, 3XX):** περιέχουν 17-25% κ.β. χρώμιο, 7-35% κ.β. νικέλιο, το οποίο σταθεροποιεί την φάση του ωστενίτη (γ-φερρογόνο) σε θερμοκρασία δωματίου ή και σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, και άνθρακα σε ποσοστό 0.03 - 1.1% κ.β.

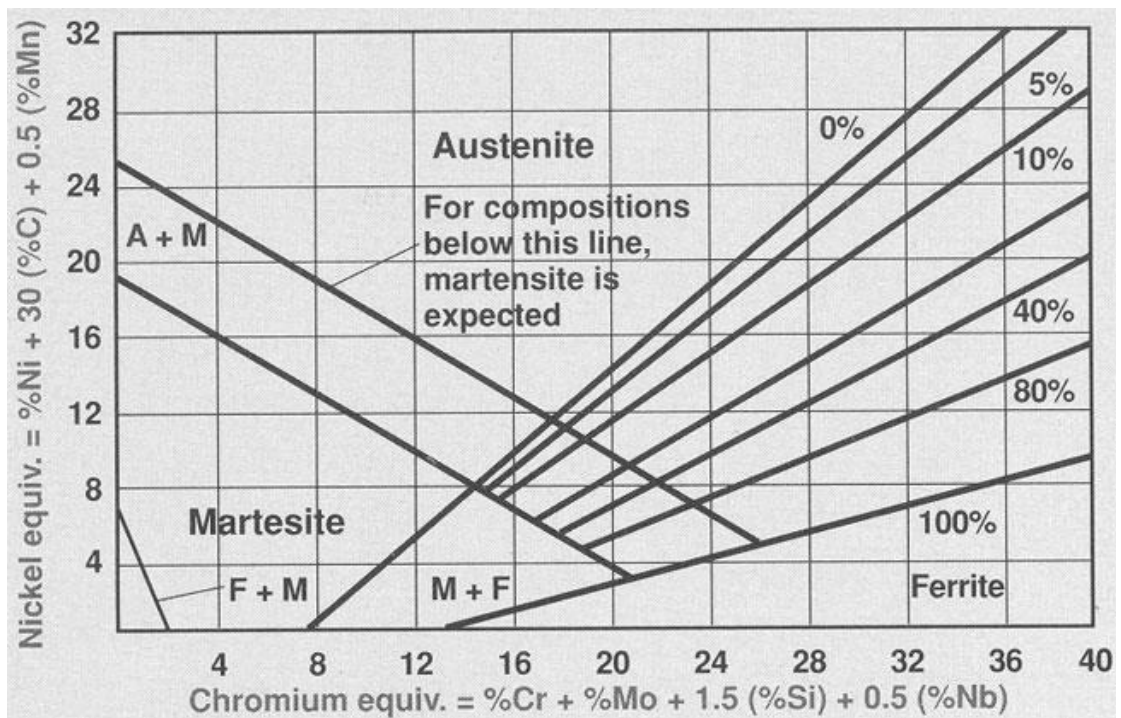
- **Μαρτενσιτικοί ανοξειδωτοι χάλυβες (4XX):** περιέχουν 10.5-17% κ.β. χρώμιο και χαμηλό ποσοστό άνθρακα (μικρότερο από 1.2% κ.β.). Υπόκεινται σε κατεργασίες βαφής και επαναφοράς.
- **Ανοξειδωτοι χάλυβες διπλής φάσης (Duplex):** αποτελούνται από 50% ωστενίτη και 50% φερρίτη και λαμβάνουν τα πλεονεκτήματα των επιθυμητών ιδιοτήτων της κάθε φάσης. Περιέχουν 23 - 30% κ.β. χρώμιο, 2-7% νικέλιο και μικροκραματικές προσθήκες τιτανίου και μολυβδαινίου.
- **Ανοξειδωτοι χάλυβες σκληρυνόμενοι με κατακρήμνιση (Precipitation-Hardenable, PH):** έχουν την δυνατότητα σκλήρυνσης με κατακρήμνιση έπειτα από θερμική κατεργασία γήρανσης. Κραματώνονται με μικρά ποσά Cu, Ti, Al και διαχωρίζονται περαιτέρω από την φάση ή την μήτρα στην οποία σχηματίζονται τα κατακρημνίσματα, σε μαρτενσιτικούς, ημι-ωστενιτικούς και ωστενιτικούς.

Στον ακόλουθο πίνακα παρουσιάζονται τα κραματικά στοιχεία που ευνοούν την σταθεροποίηση της φερριτικής και της ωστενιτικής φάσης αντίστοιχα [7].

Πίνακας 1 Κραματικά στοιχεία σταθεροποίησης α και γ φάσεων στους ανοξειδωτους χάλυβες

Φερρίτης (α)	Ωστενίτης (γ)
Cr, Mo, Si, Nb, V, Al, Ti, W	Ni, C, N, Mn, Cu, Co

Ένας απλός προσεγγιστικός τρόπος που συσχετίζει την ποιοτική πρόβλεψη των σταθερών φάσεων οι οποίες θα προκύψουν έπειτα από γρήγορη απόψυξη σε θερμοκρασία δωματίου από την θερμοκρασία των 1050 °C σε σχέση με την χημική σύσταση του ανοξειδωτου χάλυβα, είναι το διάγραμμα Schaeffler. Στον οριζόντιο άξονα βρίσκεται η ισοδύναμη σύσταση του χρωμίου, ενώ στον κατακόρυφο η ισοδύναμη σύσταση του νικελίου, όπου έχουν αναπτυχθεί διάφορες ισοδύναμες εξισώσεις για την εξαγωγή των δύο ισοδύναμων συστάσεων. Στο παρακάτω σχήμα απεικονίζεται το διάγραμμα Schaeffler με τις αντίστοιχες εξισώσεις του [7, 25].

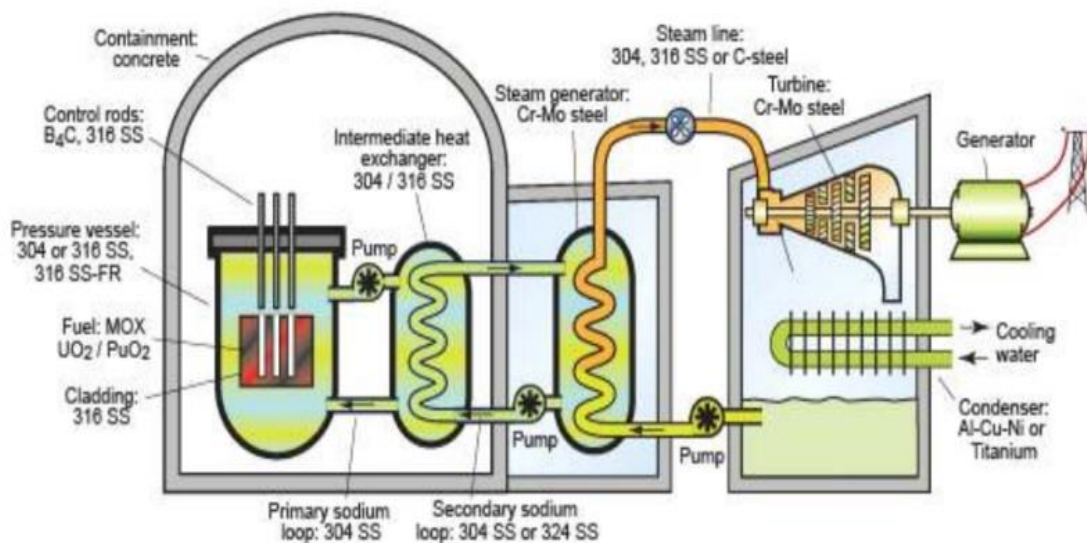


Εικόνα 7 Διάγραμμα Schaeffler

Τέλος, αξίζει να αναφερθεί πως το διάγραμμα Schaeffler χρησιμοποιείται μόνο για ποσοτική ανάλυση για τους χάλυβες οι οποίοι προκύπτουν έπειτα από συγκόλληση τόξου και ψύξη στον αέρα. Γενικά οι ποσοτικές προβλέψεις δεν είναι εφικτές, καθώς η σταθερότητα των φάσεων εξαρτάται από την ταχύτητα ψύξης [7].

2.6. Εφαρμογές Ανοξειδωτων Χαλύβων

Οι ανοξειδωτοι χάλυβες χρησιμοποιούνται ευρέως στις πιο απλές έως τις πιο απαιτητικές εφαρμογές λόγω των αντιδιαβρωτικών τους χαρακτηριστικών. Πιο συγκεκριμένα, αποτελούν καθιερωμένα υλικά στα μαγειρικά σκεύη, στα αυτοκίνητα, στις χημικές και πετροχημικές βιομηχανίες, στις φαρμακευτικές βιομηχανίες, στα ιατρικά εμφυτεύματα, στα εργοστάσια παραγωγής ενέργειας, ακόμη και στην αρχιτεκτονική. Βασικό τους πλεονέκτημα είναι η καλή συγκολλησιμότητά τους και η δυνατότητα για πλήρη ανακύκλωση [26, 27].



Εικόνα 8 Τυπικές χρήσεις ανοξειδωτων χαλύβων σε πυρηνικό εργοστάσιο παραγωγής ενέργειας [28]

2.7. Διάβρωση Ανοξειδωτων Χαλύβων

Οι ανοξειδωτοι χάλυβες επιλέγονται λόγω της αντίστασής τους στην διάβρωση και στην αντοχή τους σε υψηλές θερμοκρασίες. Από την φύση τους είναι ανθεκτικοί στην γενική διάβρωση, σε αντίθεση με τους κοινούς ανθρακούχους χάλυβες. Όμως, είναι επιρρεπείς σε άλλα είδη διάβρωσης όπως η διάβρωση οπών (pitting corrosion) και η διάβρωση χαραγών (crevice corrosion). Ο μηχανισμός ανάπτυξης των δύο ειδών διάβρωσης είναι παρόμοιος και οδηγεί σε τοπική υποβάθμιση του κράματος. Κατά την διάβρωση οπών το παθητικό προστατευτικό επίστρωμα υποβαθμίζεται τοπικά και αυτό συσχετίζεται με μεταλλουργικά χαρακτηριστικά όπως τα όρια κόκκων και οι ενδομεταλλικές ενώσεις. Καθώς καταστρέφεται το προστατευτικό επίστρωμα, διαβρώνεται το υπόστρωμα το οποίο πλέον είναι εκτεθειμένο, με αποτέλεσμα την εμφάνιση οπών στην επιφάνεια του μετάλλου. Καθώς το φαινόμενο εξελίσσεται, οι οπές αναπτύσσονται και στο τέλος επέρχεται αστοχία στο υλικό [8].

Όσον αφορά την διάβρωση χαραγών, διαφέρει σε σχέση με την διάβρωση οπών καθώς δεν απαιτείται η ύπαρξη ορίων κόκκων ή ενδομεταλλικών ενώσεων [8]. Δημιουργείται σε χαραγές ή σε προστατευμένες επιφάνειες όπου υπάρχει μόνιμα ένα χημικό διάλυμα. Τέτοιου είδους χαραγές ενδέχεται να δημιουργηθούν σε σημεία επαφής μετάλλου - μετάλλου ή μετάλλου - αμετάλλου, όπως μπουλόνια, φλάντζες, έδρες βαλβίδων, ανάπτυξη οργανισμών σε υποθαλάσσιες εγκαταστάσεις [25].

Από τους πιο σοβαρούς μηχανισμούς διάβρωσης είναι η περικρυσταλλική διάβρωση (Intergranular Attack, IGA) με συσχετιζόμενο φαινόμενο της εργοδιάβρωσης (Intergranular Stress Corrosion Cracking, IGSCC). Το φαινόμενο αυτό είναι σύνηθες στην συγκόλληση των οστενιτικών ανοξείδωτων χαλύβων και εμφανίζεται στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη ως αποτέλεσμα της ευαισθητοποίησης του χάλυβα. Η ευαισθητοποίηση λαμβάνει χώρα όταν στα όρια των κόκκων κατακρημνίζονται καρβίδια του χρωμίου με αποτέλεσμα την αποκραμάτωση της μήτρας σε χρώμιο και την μείωση της αντοχής σε διάβρωση.

Τέλος, σημαντικό πρόβλημα αποτελεί η διακρυσταλλική διάβρωση (Transgranular Stress Corrosion Cracking, TGSCC). Αναπτύσσεται κατά μήκος ορισμένων επιπέδων των ατόμων του κάθε κόκκου και συχνά αλλάζει διεύθυνση και διακλαδώνεται από τον ένα κόκκο στον άλλο. Η παρουσία χλωριόντων σε συνάρτηση με παραμένουσες ή εφαρμοζόμενες τάσεις προωθεί αυτού τους είδους την αστοχία [25].

2.8. Επίδραση βασικών κραματικών στοιχείων στους Ανοξείδωτους Χάλυβες

Εκτός από το χρώμιο, σημαντικά κραματικά στοιχεία των ανοξείδωτων χαλύβων είναι το νικέλιο, το μολυβδαίνιο, το άζωτο, το μαγγάνιο, ο άνθρακας και το πυρίτιο.

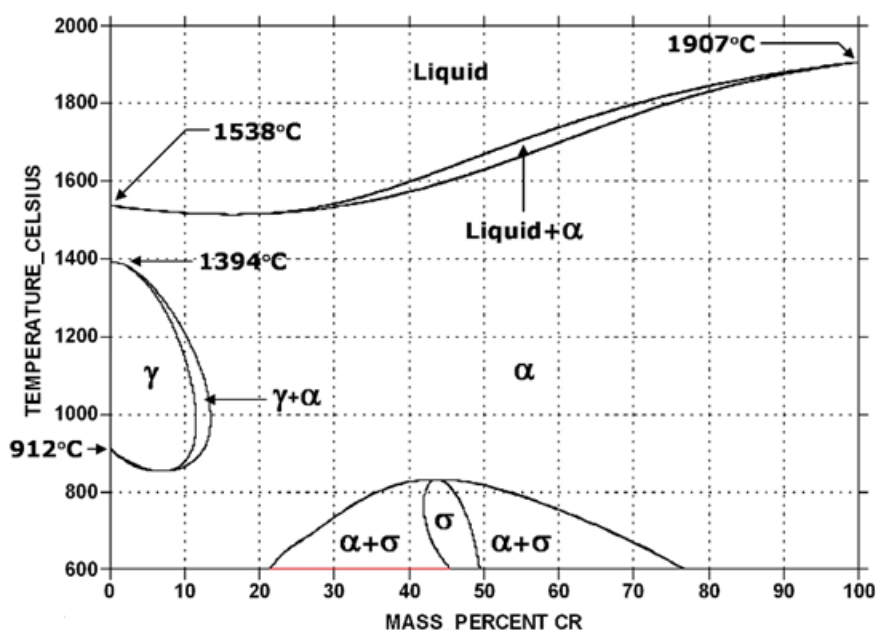
2.8.1. Χρώμιο (Cr)

Ο βασικότερος λόγος της προσθήκης του χρωμίου είναι για να προσδώσει τον ανοξείδωτο χαρακτήρα στον χάλυβα με την δημιουργία του προστατευτικού επιστρώματος. Η παρουσία του χρωμίου αυξάνει την σταθερότητα του οξειδίου καθώς έχει μεγαλύτερη χημική συγγένεια με το οξυγόνο από ότι έχει ο σίδηρος. Επιπλέον, το Cr επιδρά ως σταθεροποιητής του φερρίτη. Έτσι, σε κράματα Fe – Cr με ποσοστό σε Cr πάνω από 12%κ.β επικρατεί η φερριτική φάση, όπως φαίνεται και στο ακόλουθο διάγραμμα ισορροπίας Fe –Cr [8, 25].

Επιπρόσθετα, το Cr είναι ένα ισχυρά καρβιδιογόνο στοιχείο. Το πιο συνηθισμένο καρβίδιο πλούσιο σε Cr είναι το $M_{23}C_6$, όπου το M είναι κυρίως Cr, αν και μπορεί να υπάρξει μερική αντικατάσταση από Fe και Mo.

Υπάρχει όμως και η πιθανότητα σχηματισμού του καρβιδίου Cr_7C_3 , του νιτριδίου Cr_2N , αλλά και ανθρακονιτριδίων της μορφής $M_{23}(C, N)_6$. Όσον αφορά την επίδρασή του στις μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων, το Cr δημιουργεί στερεό διάλυμα αντικατάστασης με αποτέλεσμα την αύξηση της αντοχής [8].

Τέλος, αξίζει να γίνει αναφορά στην επίδραση του Cr στον σχηματισμό ψαθυρών ενδομεταλλικών ενώσεων οι οποίες υποβαθμίζουν τις ιδιότητες των ανοξειδωτων χαλύβων. Οι πιο συχνές είναι οι φάσεις σ , χ και Laves οι οποίες θα αναλυθούν παρακάτω [8].



Εικόνα 9 Διάγραμμα ισορροπίας Fe - Cr

2.8.2. Νικέλιο (Ni)

Ο βασικός ρόλος του νικελίου στους ανοξειδωτους χάλυβες είναι η σταθεροποίηση της φάσης του ωστενίτη σε θερμοκρασία δωματίου ή χαμηλότερα. Έτσι, δημιουργούνται χάλυβες πλήρως ωστενιτικοί ή ωστενιτικοί – φερριτικοί για ποσοστά νικελίου 8-11% κ.β [7]. Το Ni δεν θεωρείται καρβιδιογόνο στοιχείο και δεν συμμετέχει στον σχηματισμό ενδομεταλλικών ενώσεων, αν και σύμφωνα με έρευνες πιθανολογείται ότι επηρεάζει την κινητική των κατακρυσνήσεων [8]. Επιπλέον, προσδίδει προστασία κατά της διάβρωσης αν και για ποσοστά 8-12% κ.β. μειώνει την αντοχή των χαλύβων στην εργοδιάβρωση. Τέλος, το Ni δημιουργεί στερεό διάλυμα αντικατάστασης με αποτέλεσμα την βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων [7, 8].

2.8.3. Μολυβδαίνιο (Mo)

Το μολυβδαίνιο προσφέρει αντοχή στη διάβρωση, κυρίως οπών και χαραγών. Επιπλέον, στους ωστενιτικούς χάλυβες βελτιώνει την αντοχή στις υψηλές θερμοκρασίες. Για παράδειγμα, προσθήκη 2% κ.β Mo σε κράμα τύπου 18Cr-8Ni, προσφέρει αύξηση της αντοχής στον εφελκυσμό κατά 40% σε θερμοκρασία 760°C. Αυτό όμως μπορεί να αποτελέσει και μειονέκτημα καθώς τα κράματα με προσθήκη Mo, κατεργάζονται δυσκολότερα σε υψηλές θερμοκρασίες. Τέλος, η μέγιστη προσθήκη Mo στον χάλυβα περιορίζεται λόγω της τάσης του να προωθεί τον σχηματισμό της ψαθυρής φάσης σ [7, 8].

2.8.4. Πυρίτιο (Si)

Το πυρίτιο βρίσκεται σχεδόν σε όλους τους ανοξείδωτους χάλυβες σε ποσοστά 0,3 – 0,6 % κ.β. λόγω της προσθήκης του στο στάδιο της αποξείδωσης κατά την τήξη. Για υψηλότερα ποσοστά (4-5% κ.β), βελτιώνει την αντοχή στην διάβρωση και την αντίσταση σε υψηλές θερμοκρασίες. Επιπλέον, σχηματίζει ενδομεταλλικές ενώσεις όπως, FeSi, Fe₂Si, Fe₃Si, Fe₅Si₃ και Cr₃Si οι οποίες ψαθυροποιούν το κράμα. Ακόμα, διευρύνει τον βρόγχο σχηματισμού της φάση σ και δημιουργεί ευτηκτικές ενώσεις με χαμηλό σημείο τήξης κατά την στερεοποίηση. Τέλος, λόγω της ικανότητας του να μειώνει το ιξώδες του ρευστού μετάλλου, μπορεί να χρησιμοποιηθεί στα μέταλλα προσθήκης κατά την συγκόλληση [8].

2.8.5. Μαγγάνιο (Mn)

Αποτελεί σταθεροποιητή της ωστενιτικής φάσης παρόλο που η δράση του εξαρτάται από το ποσοστό του νικελίου. Είναι πολύ αποτελεσματικό στην σταθεροποίηση του ωστενίτη σε χαμηλές θερμοκρασίες ώστε να παρεμποδιστεί ο μετασχηματισμός σε μαρτενσίτη. Η ικανότητά του να προωθεί την ωστενιτική φάση έναντι της φερριτικής σε υψηλές θερμοκρασίες, εξαρτάται από την ολική σύσταση του κράματος. Όσον αφορά τους ωστενιτικούς χάλυβες δεν φαίνεται να έχει κάποια επίδραση στην προώθηση του ωστενίτη έναντι του φερρίτη. Επιπρόσθετα, το μαγγάνιο προστίθεται κυρίως για τον έλεγχο του θείου, σχηματίζοντας MnS και παρεμποδίζοντας το

σηματισμό της ψαθυρής ένωσης του FeS. Έτσι βελτιώνεται η ολκιμότητα και η ευχυτότητα του χάλυβα, αλλά ευνοείται η διάβρωση οπών [7, 8].

2.8.6. Άνθρακας (C)

Περιέχεται στους ανοξειδωτους χάλυβες σε ποσοστο 0,03 – 1%κ.β. και δημιουργεί στερεό διάλυμα παρεμβολής το οποίο διαταράσει τις κυβικές δομές με στόχο την παρεμπόδιση της πλαστικής παραμόρφωσης και την αύξηση της αντοχής. Στα περισσότερα κράματα, ο C συνδέεται με άλλα στοιχεία προς σχηματισμό καρβιδίων. Επιπλέον, ευθύνεται για το φαινόμενο της ευαισθητοποίησης, κυρίως στις συγκολλήσεις των ωστενιτικών ανοξειδωτων χαλύβων, καθώς τα καρβίδια δεσμεύουν το χρώμιο κι έτσι τα όρια των κόκκων αποκραματώνονται με αποτέλεσμα την περικρυσταλλική διάβρωση. Γι' αυτό το λόγο γίνεται προσπάθεια διατήρησης του σε χαμηλά ποσοστά [8].

2.8.7. Άζωτο (N)

Γενικά θεωρείται ακαθαρσία αν και προστίθεται σε κάποιους ωστενιτικούς και διπλής φάσης ανοξειδωτους χάλυβες για αύξηση της αντοχής λόγω της δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης. Επιπλέον, σταθεροποιεί την φάση του ωστενίτη, παρεμποδίζει τον σχηματισμό της ψαθυρής φάσης σ και αυξάνει την αντίσταση σε διάβρωση οπών και χαραγών [7, 8].

2.9. Κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων (φάσεις σ, χ και Laves)

Το ενδεχόμενο κατακρήμνισης των ενδομεταλλικών ενώσεων σ, χ και Laves, μπορεί να οδηγήσει σε ψαθυροποίηση των ωστενιτικών χαλύβων με αποτέλεσμα την αστοχία τους. Όσον αφορά την σκληρή και ψαθυρή φάση σ (τετραγωνική δομή), σχηματίζεται στα κράματα Fe - Cr με υψηλά ποσοστά σε Cr και σε υψηλό κλάσμα όγκου ελαττώνει την δυσθραυστότητα και την ολκιμότητα.

Σε πλήρως ωστενιτικούς χάλυβες, χωρίς παρουσία φερρίτη, η κατακρήμνιση της φάσης σ χαρακτηρίζεται ως αργή και απαιτείται εκτενής έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες για τον σχηματισμό της.

Το εύρος δημιουργίας της είναι μεταξύ 600 και 900°C (Εικόνα 9) και σχηματίζεται ταχέως κατά την συγκόλληση ωστενιτικών – φερριτικών χαλύβων στους 750°C. Επιπρόσθετα, κραματικές προσθήκες όπως Cr, Mo, Nb, Si, W, V, Ti, και Zr προωθούν την ανάπτυξή της, σε αντίθεση με τα C και N που την καθυστερούν.

Όσον αφορά την παρουσία εναπομείνοντος φερρίτη στην ωστενιτική δομή, λόγω της ικανότητάς του να διαλυτοποιεί περισσότερη ποσότητα Cr, επιταγχύνει τον σχηματισμό φάσης σ. Έτσι, οι συγκολλήσεις των συγκεκριμένων χαλύβων είναι πιο επιδεκτικές σε ψαθυροποίηση [8].

Επιπλέον, η αύξηση των ποσοστών χρωμίου και μολυβδαινίου προκαλούν τον σχηματισμό όχι μόνο της φάσης σ, αλλά και των φάσεων χ ($\text{Fe}_{36}\text{Cr}_{12}\text{Mo}_{10}$, Fe_3CrMo και $\text{Cr}_6\text{Fe}_{18}\text{Mo}_5$) και Laves (Fe_2Mo) [29]. Η φάση χ (BCC δομή) μπορεί να σχηματιστεί μαζί με την φάση σ και είναι σταθερή στην θερμοκρασία των 900 °C ή υψηλότερα [8]. Η φάση Laves είναι εξαγωνική και εμφανίζεται έπειτα από παρατεταμένη έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες. Τέλος, οι φάσεις Laves και χ περιέχουν υψηλά ποσοστά Mo, όπου στη φάση χ ενδέχεται να φθάσει το 17at %, ενώ στην Laves το 33 at% [25, 30, 31].

2.10. Συγκολλησιμότητα Ανοξειδωτων Ωστενιτικών Χαλύβων

Οι ανοξειδωτοι ωστενιτικοί χάλυβες παρουσιάζουν καλή συγκολλησιμότητα ειδικά αν περιέχουν χαμηλά ποσοστά άνθρακα. Όμως, ενδέχεται να παρουσιάσουν αρκετά προβλήματα αν δεν ληφθούν υπόψιν κάποιοι παράγοντες κατά την συγκόλληση. Βασικά προβλήματα που μπορεί να παρουσιαστούν είναι η ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση (Solidification Cracking) και ο διαχωρισμός κατά την θέρμανση (Liquation Cracking), όπως συζητήθηκαν και στα κεφάλαια 2.4.1 και 2.4.2, αντίστοιχα. Επιπλέον, παρόλο την αντοχή τους στην γενική διάβρωση, ενδέχεται να γίνουν επιδεκτικοί σε τοπικές μορφές διάβρωσης στα όρια των κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (IGA και IGSCC) ή στα σημεία συσσώρευσης τάσεων στην ζώνη τήξης.

Επιπλέον, εξαιτίας της ύπαρξης φερρίτη, υπάρχει πιθανότητα να προκύψει αστοχία της συγκόλλησης λόγω της φάσης σ κυρίως κατά την λειτουργία του κράματος ή την αποτατική ανόπτηση μετά την συγκόλληση (postweld heat treatment) [8, 21].

3. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

3.1. Περιγραφή του υλικού

Η παρούσα διπλωματική εργασία μελετά την συγκόλληση υπερκράματος νικελίου και ανοξείδωτου χάλυβα, με έμφαση στον συσχετισμό της μικροδομής με τις μηχανικές ιδιότητες. Το υπερκράμα είναι Haynes 625 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS5599) και ο ανοξείδωτος χάλυβας 316L – UNS S31603 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS5507).

Το υπερκράμα νικελίου ανήκει στην κατηγορία των υπερκραμάτων όπου η σκλήρωση επέρχεται μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος. Στους ακόλουθους πίνακες παρουσιάζονται η χημική σύσταση και οι μηχανικές ιδιότητες του υπερκράματος.

Πίνακας 2 Χημική σύσταση %κ.β. Haynes 625

	Ni	Co	Fe	Cr	Mo	Nb + Ta	Mn	Si	Al	Ti	C
Haynes 625	62 (bal)	1 max	5 max	21	9	3,7	0,5 max	0,5 max	0,4 max	0,4 max	0,1 max

Πίνακας 3 Τυπικές μηχανικές ιδιότητες Haynes 625 μετά από μερική ανόπτηση και γρήγορη ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

	Όριο Διαρροής (Mpa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα ε(%)	Σκληρότητα (HV)
Haynes 625	490	905	48,5	250

Όσον αφορά τον χάλυβα, ανήκει στην κατηγορία των ωστενιτικών ανοξείδωτων χαλύβων και περιέχει χαμηλή προσθήκη άνθρακα. Στους παρακάτω πίνακες δίνονται η χημική σύσταση και οι τυπικές μηχανικές του ιδιότητες.

Πίνακας 4 Χημική σύσταση %κ.β. S31603

	C	Mn	P	S	Si	Cr	Ni	Mo	N	Fe
S31603	0,03 max	2 max	0,045 max	0,03 max	0,75 max	16 – 18	10– 14	2– 3	0,10 max	(bal)

Πίνακας 5 Τυπικές μηχανικές ιδιότητες S31603 μετά από μερική ανόπτηση και γρήγορη ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος

	Όριο Διαρροής (Mpa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα ε(%)	Σκληρότητα (HV)
S31603	290	579	50	150

Το σύνολο των υλικών που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία παρελήφθησαν από την Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία. Τα υλικά προμηθεύτηκαν υπό μορφή ελασμάτων διαστάσεων 200 x 100 x 2 mm (μήκος, πλάτος, πάχος). Δύο ελάσματα από διαφορετικό κράμα συγκολλήθηκαν μεταξύ τους με την μέθοδο TIG, ενώ άλλα δύο συγκολλήθηκαν με την μέθοδο EBW. Επιπλέον, χρησιμοποιήθηκαν και μη συγκολλημένα ελάσματα από τα δύο κράματα ως υλικά αναφοράς.

Η συγκόλληση με την μέθοδο TIG έγινε χειρωνακτικά με μέταλλο προσθήκης Inconel 625 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5837). Παρακάτω δίνεται η χημική σύσταση του μετάλλου προσθήκης.

Πίνακας 6 Χημική σύσταση %κ.β. κράματος προσθήκης

	Al	C	Cr	Co	Fe	Mo	Nb+ Ta	Ni	Ti
Inconel 625	0,04	0,1	21	1	5	9	3,5	62	0,04

Οι παράμετροι που χρησιμοποιήθηκαν κατά την συγκόλληση με την μέθοδο TIG είναι οι εξής:

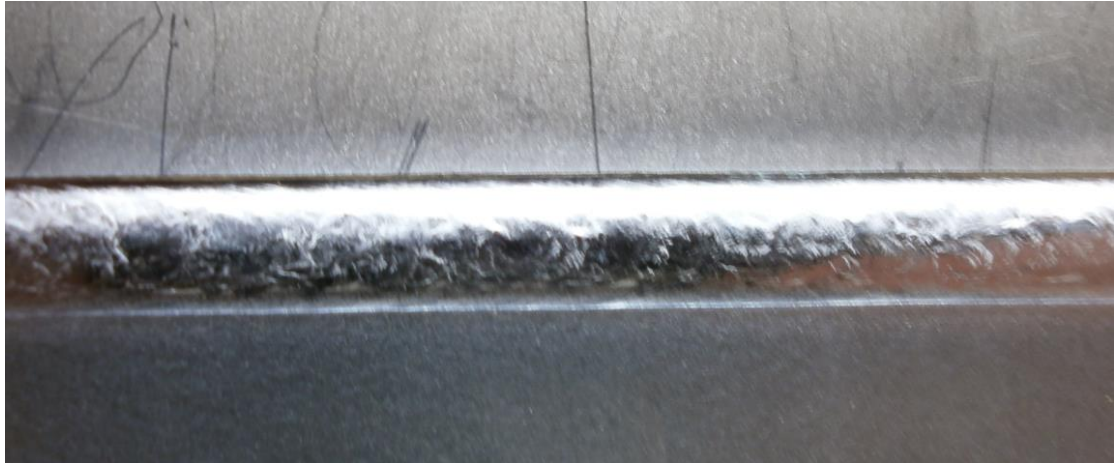
- ✓ Διάμετρος συρμάτων μετάλλου προσθήκης: 0,8mm
- ✓ Ηλεκτρόδιο βολφραμίου με 2% θόριο (EWTh-2), διαμέτρου 1,6mm
- ✓ Ένταση ρεύματος: 70A max
- ✓ Τάση ρεύματος: 12V
- ✓ Προστατευτικό αέριο: Αργό 99,999%



Εικόνα 10 Συγκόλληση με την μέθοδο TIG

Όσον αφορά την συγκόλληση με την μέθοδο EBW, ήταν αυτογενής με τις εξής παραμέτρους:

- ✓ Τάση επιτάχυνσης δέσμης: 50kV
- ✓ Ένταση δέσμης: 85mA
- ✓ Ρεύμα πηνίου εστίασης: 6,9A
- ✓ Ταχύτητα: 65 in/min



Εικόνα 11 Συγκόλληση με την μέθοδο EBW

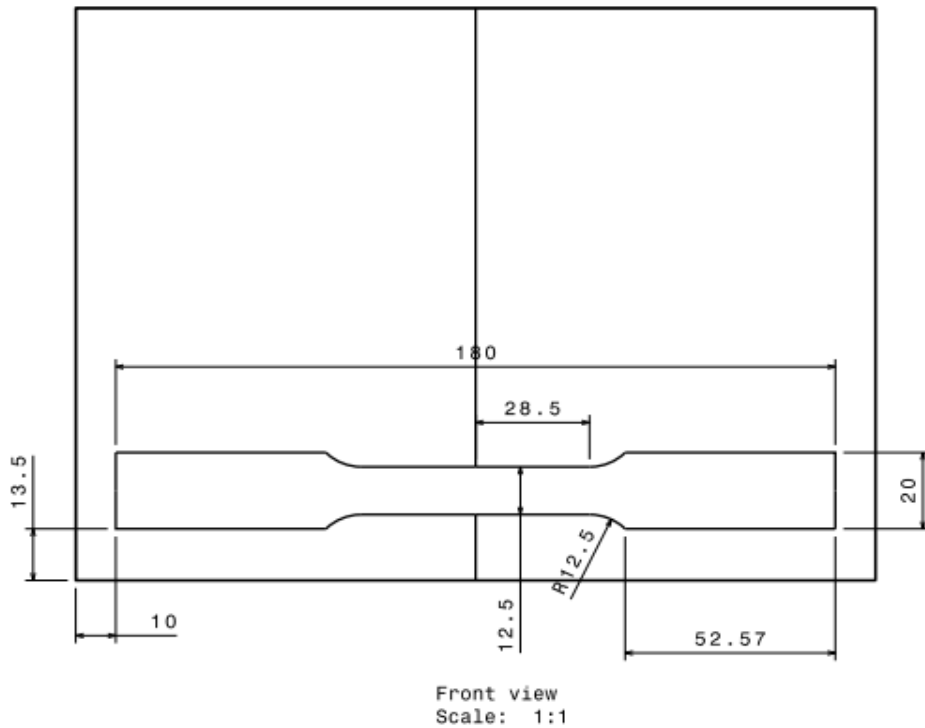
Θα πρέπει να σημειωθεί πως στο τέλος της κάθε συγκόλλησης πραγματοποιήθηκε έλεγχος με ακτίνες X, για να διαπιστωθεί αν υπήρχαν ατέλειες όπως πόροι και εγκλείσματα. Οι συγκολλήσεις και στις δύο μεθόδους θεωρήθηκαν άρτιες.

3.2. Προετοιμασία δειγμάτων

Για να είναι δυνατή η εξέταση ενός μεταλλικού υλικού με τις τεχνικές της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας και της περίθλασης των ακτίνων – X θα πρέπει η επιφάνεια του υλικού να είναι κατάλληλα προετοιμασμένη. Η διαδικασία της προετοιμασίας περιλαμβάνει την κοπή του υλικού στα επιθυμητά μεγέθη, τον εγκιβωτισμό του, την λείανση και στίλβωσή του και τέλος την προσβολή του με κατάλληλο χημικό αντιδραστήριο. Παρακάτω παρουσιάζονται τα στάδια προετοιμασίας.

3.2.1. Κοπή δοκιμίων

Από τα παραπάνω ελάσματα ελήφθησαν συνολικά 12 δοκίμια εφελκυσμού από τα οποία τα 6 αντιστοιχούσαν στις δύο συγκολλήσεις (3 για TIG και 3 για EBW), ενώ τα υπόλοιπα 6 αντιστοιχούσαν στα δύο μέταλλα βάσης (3 Haynes 625 και 3 S31603) . Η κοπή έγινε με την μέθοδο της υδροκοπής (waterjet cutting), ώστε να μην υπάρξει διατάραξη της μικροδομής. Στην παρακάτω εικόνα φαίνονται οι διαστάσεις των δοκιμίων με βάση το πρότυπο ASTM E8.



Εικόνα 12 Σχέδιο κοπής δοκιμίων εφελκυσμού

Επιπλέον, με την βοήθεια μικροτόμου κόπηκαν 4 δοκίμια διαστάσεων 20 x 10 x 20 mm (μήκος, πλάτος, πάχος), για μεταλλογραφική ανάλυση και περιθλασιμετρία ακτίνων – X, των συγκολλήσεων και των μετάλλων βάσης.

3.2.2. Εγκιβωτισμός

Τα δοκίμια για την μεταλλογραφική εξέταση εγκιβωτίστηκαν σε κάθετη τομή της συγκόλλησης σε καλούπια 3cm. Ο εγκιβωτισμός έγινε σε ψυχρή ρητίνη.

3.2.3. Λείανση – Στίλβωση

Σε αυτά τα δύο στάδια μειώνεται η επιφανειακή τραχύτητα του δοκιμίου, ώστε με την βοήθεια της προσβολής να αποκαλυφθεί η μικροδομή του. Η λείανση προηγείται της στίλβωσης και σε αυτό το στάδιο απομακρύνεται το επιφανειακό στρώμα του δοκιμίου που έχει παραμορφωθεί ή έχει υποστεί αλλοιώσεις. Η απομάκρυνση των επιφανειακών στρωμάτων γίνεται με μηχανικό τρόπο, μέσω εκτριβής σε ειδικά λειαντικά χαρτιά. Τα λειαντικά χαρτιά που χρησιμοποιήθηκαν είχαν στην επιφάνειά τους καρβίδιο του πυριτίου (SiC).

Τα δοκίμια τοποθετήθηκαν σε ένα περιστρεφόμενο δίσκο όπου η λείανση έγινε χειρωνακτικά, ενώ έρεε νερό καθ' όλη την διάρκεια ώστε να ψύχεται το δοκίμιο και να απομακρύνονται τα αποσπασζόμενα κομμάτια του υλικού. Στην αρχή χρησιμοποιήθηκαν λειαντικά χαρτιά με μεγαλύτερους κόκκους σωματιδίων και σταδιακά η κοκκομετρία μειωνόταν. Η σειρά των χαρτιών ήταν 400, 800, 1200 και 2000 grit. Γενικά, η λείανση διαρκεί μέχρι να εξαφανιστούν όλες οι ατέλειες από την επιφάνεια και να μείνουν μόνο οι γραμμές από την λείανση.

Μετά τα 2000 grit ακολούθησε η στίλβωση. Στόχος της είναι η απομάκρυνση όλων των γραμμών της λείανσης και η δημιουργία μιας ομοιόμορφης επιφάνειας. Για την στίλβωση έγινε χρήση ειδικού πανιού στο οποίο προστέθηκε το υγρό στίλβωσης και η διαμαντόπαστα. Στο πρώτο στάδιο η διαμαντόπαστα είχε μέγεθος κόκκου διαμαντιού 6μm ενώ στο δεύτερο στάδιο 1μm.

3.2.4. Ηλεκτρολυτική Προσβολή

Το στάδιο της χημικής προσβολής είναι σημαντικό, καθώς με αυτόν τον τρόπο αποκαλύπτεται η μικροδομή του υλικού για μελέτη με την βοήθεια μεθόδων μικροσκοπίας. Το δοκίμιο έρχεται σε επαφή με ένα διάλυμα προσβολής κατάλληλα επιλεγμένο με βάση την βιβλιογραφία.

Το διάλυμα προκαλεί αντιδράσεις οξείδωσης (ανοδικές) και αναγωγής (καθοδικές). Έτσι, στην επιφάνεια του δοκιμίου γίνεται εκλεκτική διάβρωση κάποιων φάσεων, λόγω των γαλβανικών κελιών που δημιουργούνται. Αυτή η εκλεκτική διάβρωση οφείλεται μεταξύ άλλων, σε διαφορές στη σύσταση, σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές όπως τα όρια των κόκκων, σε διαφορετικό βαθμό παραμόρφωσης περιοχών του δοκιμίου και στην παρουσία κατακρημνισμάτων.

Στην ηλεκτρολυτική προσβολή, τα δοκίμια τοποθετήθηκαν στο ηλεκτρολυτικό κελί που περιείχε το διάλυμα προσβολής. Στην κάθοδο του ηλεκτρολυτικού κελιού συνδέθηκε το ανοξειδωτο ηλεκτρόδιο, ενώ στην άνοδο συνδέθηκε το δοκίμιο. Στην συνέχεια εφαρμόστηκε διαφορά δυναμικού μέσω εξωτερικού κυκλώματος και το ρεύμα διέρρεε το κύκλωμα.

Για την προσβολή των συγκολλημένων δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε το διάλυμα Lucas, το οποίο περιείχε 50 mL lactic acid, 150 mL HCl και 3g οξαλικό οξύ. Η εφαρμοζόμενη τάση ήταν 1,5V ενώ το ρεύμα περίπου 0,2mA. Ο χρόνος προσβολής διήρκησε 20 δευτερόλεπτα.

Το μέταλλο βάσης του υπερκράματος νικελίου προσβλήθηκε με διάλυμα Lucas, όπου η εφαρμοζόμενη τάση ήταν 2 V για χρονικό διάστημα 20 δευτερολέπτων.

Τέλος, το μέταλλο βάσης του ανοξειδωτού χάλυβα προσβλήθηκε με διάλυμα 10% οξαλικού οξέος. Η εφαρμοζόμενη τάση ήταν 2,5V για χρονικό διάστημα περίπου 12 λεπτών.

3.3. Τεχνικές Εξέτασης Μικροδομικών Χαρακτηριστικών

Για την εξέταση της μικροδομής και των φάσεων χρησιμοποιήθηκαν το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης και η περιθλασιμετρία ακτίνων – X.

3.3.1. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy, SEM)

Με την βοήθεια του SEM μπορούμε να παρατηρήσουμε επιφάνειες όπου είναι αδύνατο να μελετήσουμε με την οπτική μικροσκοπία. Επιπλέον, υπάρχει η δυνατότητα της στοιχειακής ανάλυσης (Energy dispersive Spectroscopy- EDS) συγκεκριμένων περιοχών της εικόνας που παρατηρούμε. Η επιφάνεια των δοκιμίων σαρώνεται από μία δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας και από την αλληλεπίδραση εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary), οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered) ηλεκτρόνια και ακτίνες X.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από τις ανελαστικές συγκρούσεις των πρωτογενών ηλεκτρονίων της δέσμης με τα άτομα του υλικού και δίνουν πληροφορίες για την τοπογραφία της επιφάνειας. Όσον αφορά τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια, προέρχονται από τις ελαστικές συγκρούσεις των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων και δίνουν πληροφορίες για το τοπογραφικό ανάγλυφο και την χημική σύσταση του δοκιμίου. Τέλος, με την βοήθεια των ακτίνων – X γίνεται σημειακή μικροανάλυση της επιφάνειας.

Για τις ανάγκες της παρούσας διπλωματικής εργασίας, χρησιμοποιήθηκε το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο τύπου JEOL JSM-6380LV, με δυνατότητα ονομαστικής μεγέθυνσης από 10 μέχρι 300.000 φορές, ενώ ο θάλαμος του μικροσκοπίου λειτουργούσε υπό κενό της τάξης 10^{-6} . Τέλος, για τις χημικές αναλύσεις χρησιμοποιήθηκε ο στοιχειακός αναλυτής INCA x - sight .

3.3.2. Περίθλαση Ακτίνων-X (X-Ray Diffraction, XRD)

Για την ταυτοποίηση των υπάρχουσών φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών, καθώς και τον προσδιορισμό προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης χρησιμοποιήθηκε η περιθλασιμετρία ακτίνων – X

Όταν ακτίνες X διέρχονται από ένα κρύσταλλο, ένα μέρος από την ενέργεια τους απορροφάται από αυτόν και στην συνέχεια εκπέμπεται, καθώς οι δομικές μονάδες του κρυστάλλου λειτουργούν ως δευτερογενείς πηγές ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας. Οι δευτερογενείς ακτίνες-X, που οφείλονται στην περίθλαση της πρωτογενούς ακτινοβολίας, μπορεί να μην είναι ομοφασικές κι έτσι να μην ενισχύεται η ένταση της ακτινοβολίας, ή να είναι ομοφασικές για κάποια συγκεκριμένη γωνία πρόσπτωσης με αποτέλεσμα να συμβάλλουν και να ενισχύεται η ένταση της ακτινοβολίας.

Η σχέση της γωνίας πρόσπτωσης θ , του μήκους κύματος λ , των ακτίνων-X και της διαπλεγματικής απόστασης d , δίνεται από την εξίσωση του Bragg:

$$n\lambda = 2d\sin\theta$$

όπου n η τάξη της περίθλασης.

Η πηγή των ακτίνων-X αποτελείται από μια καθοδική λυχνία και ένα φίλτρο ώστε η ακτινοβολία να είναι μονοχρωματική. Επιπλέον, υπάρχει ένας υποδοχέας για το δείγμα όπου έχει την δυνατότητα να περιστρέφεται. Καθώς δημιουργείται η ακτινοβολία, διέρχεται από τον μονοχρωμάτορα και την εστιακή γραμμή, και στην συνέχεια προσπίπτει στο κρυσταλλικό δείγμα.

Η δευτερεύουσα ακτινοβολία που προκύπτει (περίθλαση), διέρχεται από μια σειρά σχισμών και καταλήγει στον ανιχνευτή. Αφού καταγραφεί η ένταση της περιθλώμενης ακτινοβολίας σε συνάρτηση με την γωνία 2θ , υπολογίζονται οι διαπλεγματικές αποστάσεις d για τα διάφορα επίπεδα (hkl) σύμφωνα με την εξίσωση του Bragg. Τέλος, με την βοήθεια κατάλληλης βάσης δεδομένων, προσδιορίζεται το είδος των φάσεων που εμφανίζονται στο υπό εξέταση υλικό.

Στην παρούσα εργασία οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν στο μηχάνημα περίθλασης ακτίνων-X τύπου D8 Focus, της εταιρείας Bruker με λυχνία Cu με μήκος κύματος $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ($\text{Cu}_{\text{KA}} 1,5406$). Η διαφορά δυναμικού που εφαρμόστηκε ήταν $\Delta V = 40 \text{ kV}$, το βήμα σάρωσης $0,03$ (μοίρες/sec) και το εύρος της γωνίας σάρωσης κυμαινόταν μεταξύ 30° και 110° .

3.4. Τεχνικές Μέτρησης Μηχανικών Ιδιοτήτων

Για την μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος της μικροσκληρομέτρης τύπου Vickers και η δοκιμή του εφελκυσμού.

3.4.1. Μικροσκληρομέτρηση Vickers (HV)

Ο όρος σκληρότητα αναφέρεται στην ικανότητα ενός υλικού να αντιστέκεται στην πλαστική παραμόρφωσή του όταν ένα άλλο σκληρότερο σώμα διεισδύει κάθετα προς αυτό. Η σκληρότητα προσδιορίζεται από το μέγεθος της πλαστικής παραμόρφωσης που έχει υποστεί η επιφάνεια του υπό εξέταση δοκιμίου.

Κατά την μικροσκληρομέτρηση με την μέθοδο Vickers ο διεισδυτής αποτελείται από αδαμαντοπυραμίδα κορυφής 136° και το φορτίο κυμαίνεται μεταξύ 1gr και 1000gr . Οι διαστάσεις του αποτυπώματος μετρώνται με μικροσκόπιο λόγω του μικρού μεγέθους.

Στην παρούσα εργασία χρησιμοποιήθηκε μικροσκληρόμετρο τύπου HMV – 2000 της εταιρίας SHIMADZU. Τα δοκίμια προς μικροσκληρομέτρηση είχαν προετοιμαστεί κατάλληλα μέχρι το στάδιο της προσβολής ώστε να συνδυάζεται σωστή διείσδυση της πυραμίδας και ευδιάκριτο αποτύπωμα. Η μικροσκληρομέτρηση ξεκίνησε στο μέταλλο βάσης του ενός μετάλλου και κατέληγε στο μέταλλο βάσης του άλλου, με στόχο την δημιουργία του προφίλ της συγκόλλησης. Το φορτίο που ορίστηκε ήταν 50 gr για τον ανοξειδωτο χάλυβα και 200gr για το υπερκράμα νικελίου, με χρόνο διείσδυσης 5 sec . Για κάθε σκληρομέτρηση ελήφθησαν οι μέσοι όροι και οι τυπικές αποκλίσεις που δίνουν το περιθώριο σφάλματος από την μέση τιμή.

3.4.2. Δοκιμές Εφελκυσμού

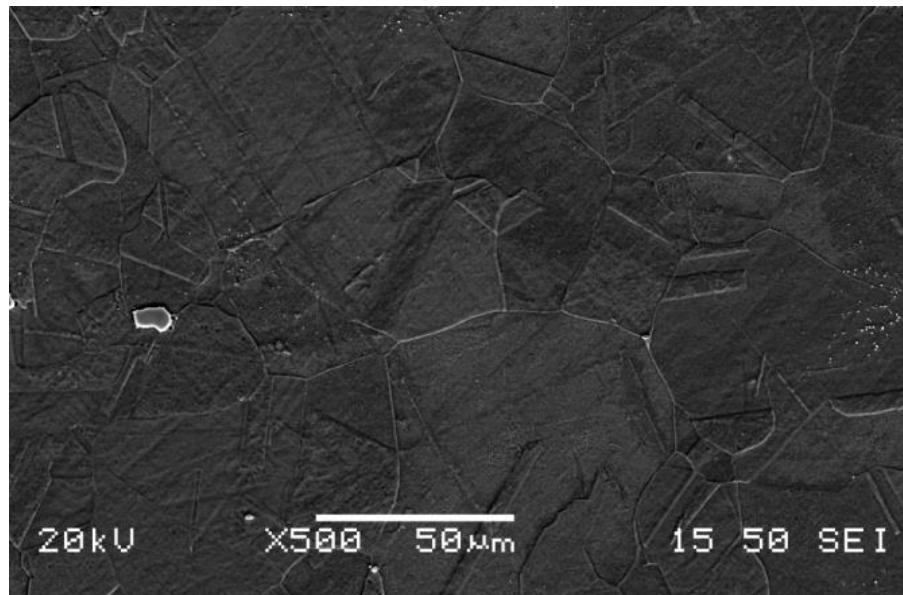
Για την δοκιμή του εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν τρεις μετρήσεις για κάθε συγκολλημένο δοκίμιο και τρεις μετρήσεις για τα κράματα αναφοράς, παράλληλα στη διεύθυνση της έλασης. Η συσκευή που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου Instron – Model 4482. Η ταχύτητα του εφελκυσμού ήταν 1mm/min ενώ τα δοκίμια διαμορφώθηκαν με βάση το πρότυπο ASTM E8 (§3.2.1)

4. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

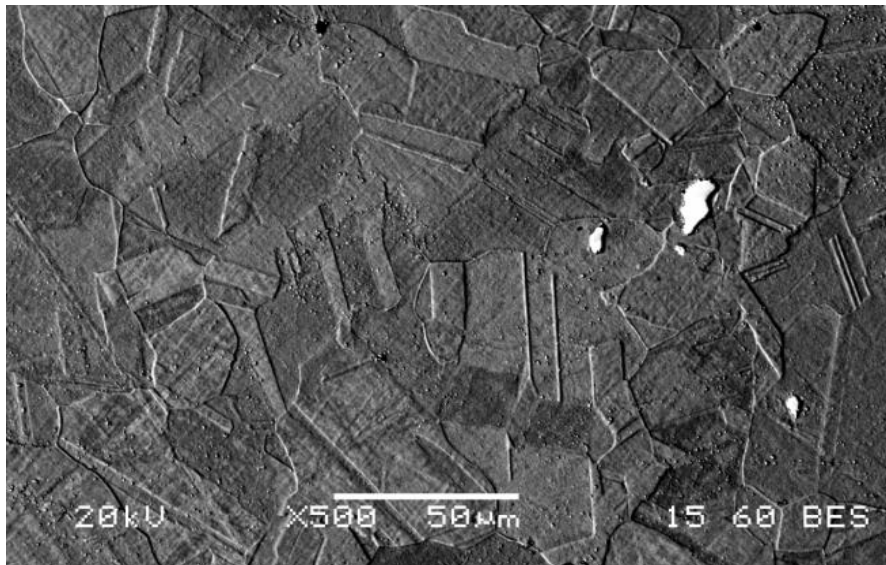
4.1. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης – Μικροανάλυση με EDS

4.1.1. Μέταλλο Βάσης Haynes 625

Η παρατήρηση της μικροδομής του μετάλλου βάσης του υπερκράματος νικελίου πραγματοποιήθηκε στην κατάσταση όπως παρελήφθη (as received). Όπως φαίνεται στις ακόλουθες μικροδομές, το υλικό αποτελείται από πολυγωνικούς χονδροειδείς κόκκους μεγέθους μεταξύ 20 και 80 μm . Το τοπογραφικό ανάγλυφο είναι έντονο και εμφανίζονται οι χαρακτηριστικές διδυμίες της ωστενιτικής μήτρας.



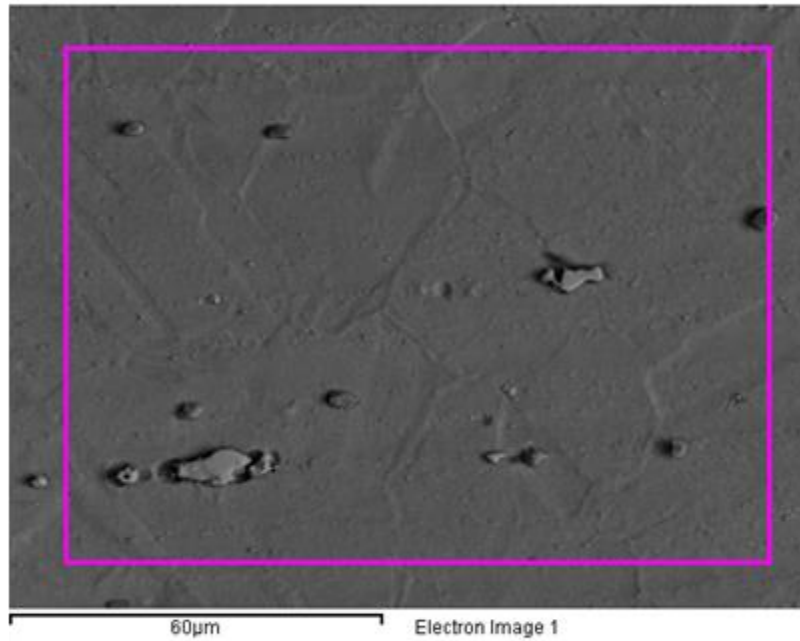
Εικόνα 13 Μικροδομή μετάλλου βάσης Haynes 625 (δευτερογενή ηλεκτρόνια)



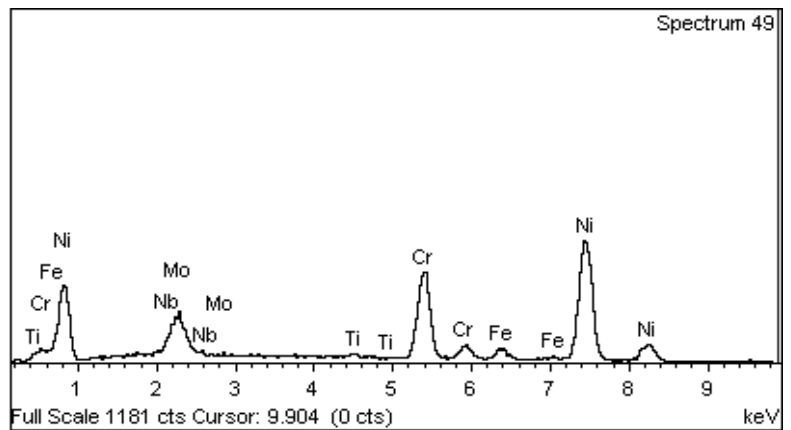
Εικόνα 14 Μικροδομή μετάλλου βάσης Haynes 625 (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)

Όσον αφορά την στοιχειακή ανάλυση της μήτρας του υπερκράματος αντιστοιχούσε στις τυπικές χημικές συστάσεις. Επιπλέον, υπήρχε σχετικά μεγάλος πληθυσμός καρβιδίων τόσο περικρυσταλλικά όσο και διακρυσταλλικά. Τα καρβίδια ήταν πλούσια σε Nb ενώ περιείχαν μικρά ποσοστά Ti. Από την μορφολογία αλλά και την θερμική προϊστορία του κράματος πιθανόν να πρόκειται για καρβίδια τύπου MC και πιο συγκεκριμένα (Ti,Nb)C.

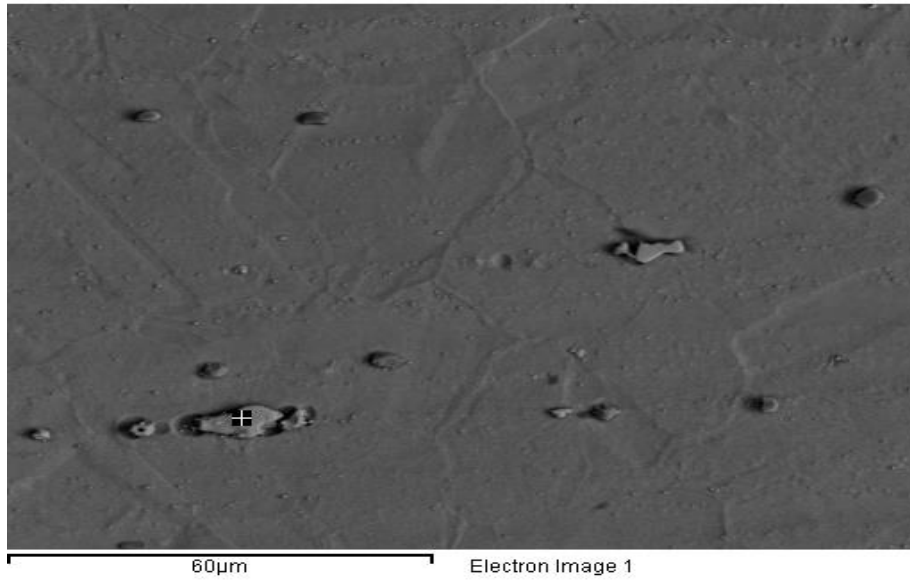
Γενική στοιχειακή ανάλυση μετάλλου βάσης Haynes 625



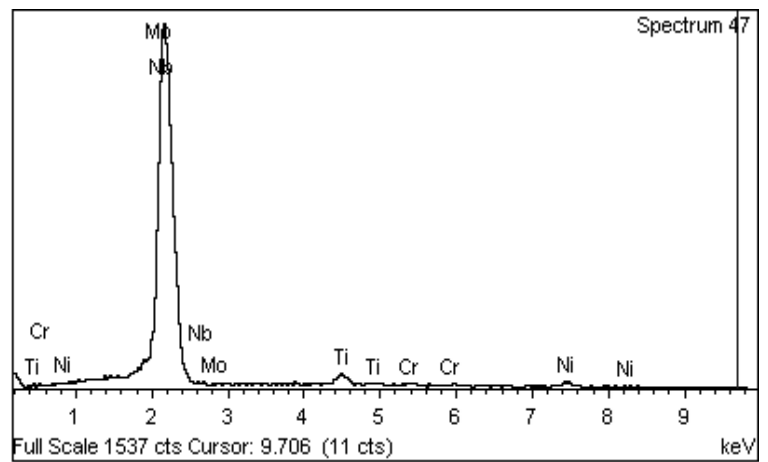
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	0.53	0.66
Cr K	22.16	25.49
Ni K	60.83	61.99
Fe K	3.34	3.58
Nb L	3.78	2.44
Mo L	9.36	5.84
Totals	100.00	



Σημειακή ανάλυση καρβιδίου στο Haynes 625

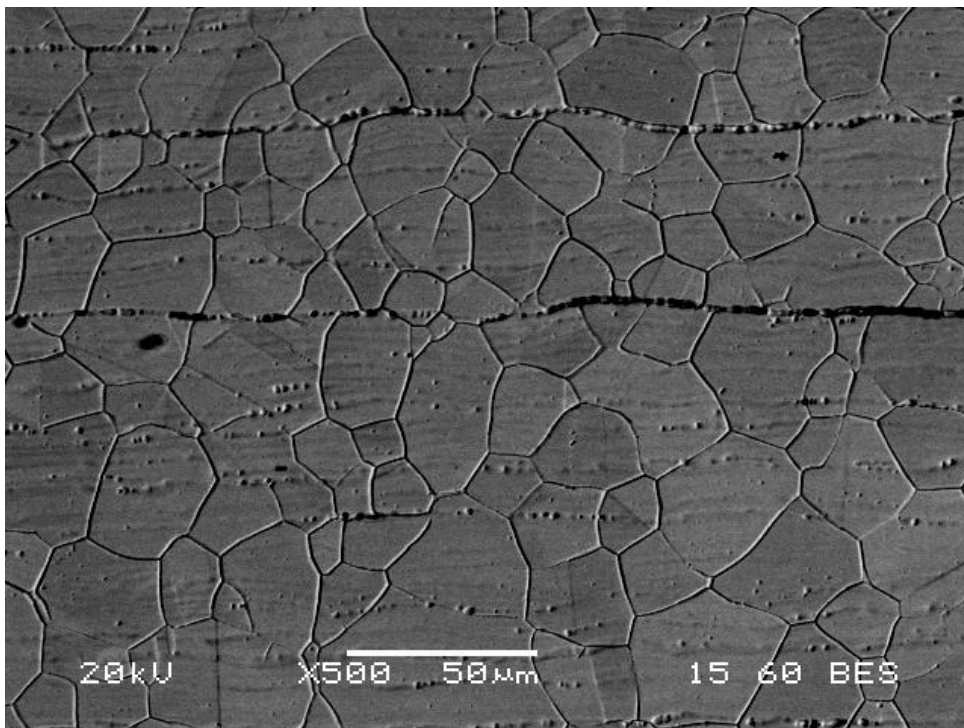


Element	Weight%	Atomic%
Ti K	2.76	5.13
Cr K	0.87	1.49
Ni K	1.93	2.92
Nb L	91.55	87.77
Mo L	2.89	2.68
Totals	100.00	



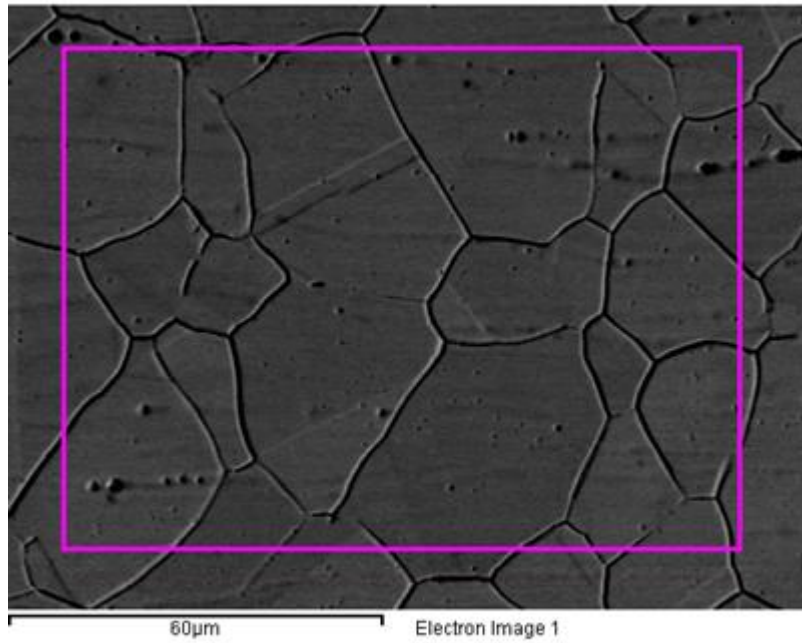
4.1.2. Μέταλλο Βάσης Ανοξειδωτου Χάλυβα 316L

Η παρατήρηση του μετάλλου βάσης του ανοξειδωτου χάλυβα έγινε στην κατάσταση as received. Το υλικό αποτελείται από λεπτομερείς κόκκους μεγέθους 10 έως 50 μm . Επιπλέον, εμφανίζονται διδυμίες σε κάποιους κόκκους ενώ χαρακτηριστική είναι η παρουσία φερριτίτη σε επιμήκη μορφολογία (stringers) στην ωστενιτική μήτρα. Όσον αφορά την χημική σύσταση του μετάλλου βάσης αντιστοιχούσε στις τυπικές χημικές συστάσεις.

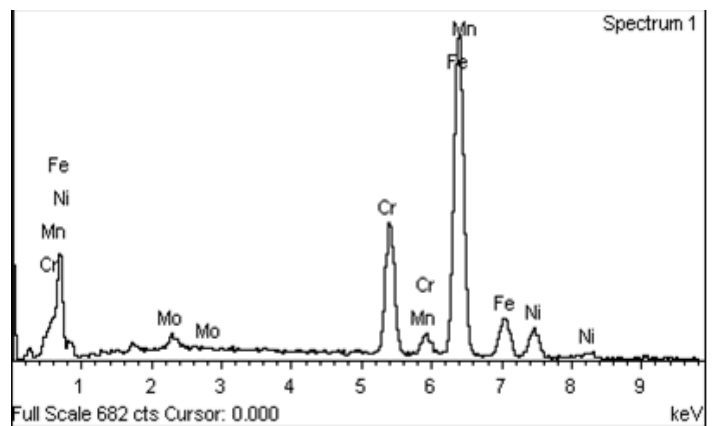


Εικόνα 15 Μικροδομή μετάλλου βάσης του 316L(οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)

Γενική στοιχειακή ανάλυση μετάλλου βάσης 316L



Element	Weight%	Atomic%
Cr K	17.77	19.09
Mn K	1.27	1.29
Fe K	69.13	69.14
Ni K	9.75	9.28
Mo L	2.07	1.21
Totals	100.00	



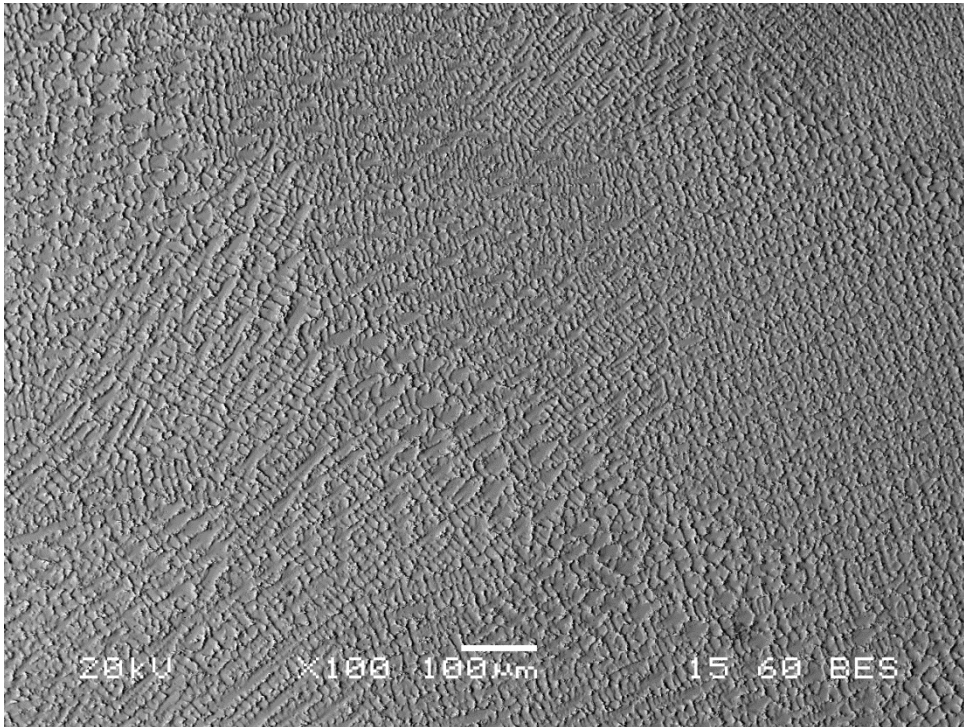
4.1.3. Δοκίμιο Συγκολλημένο με την μέθοδο TIG

A. Ζώνη Τήξης - ZT (Fuzion Zone)

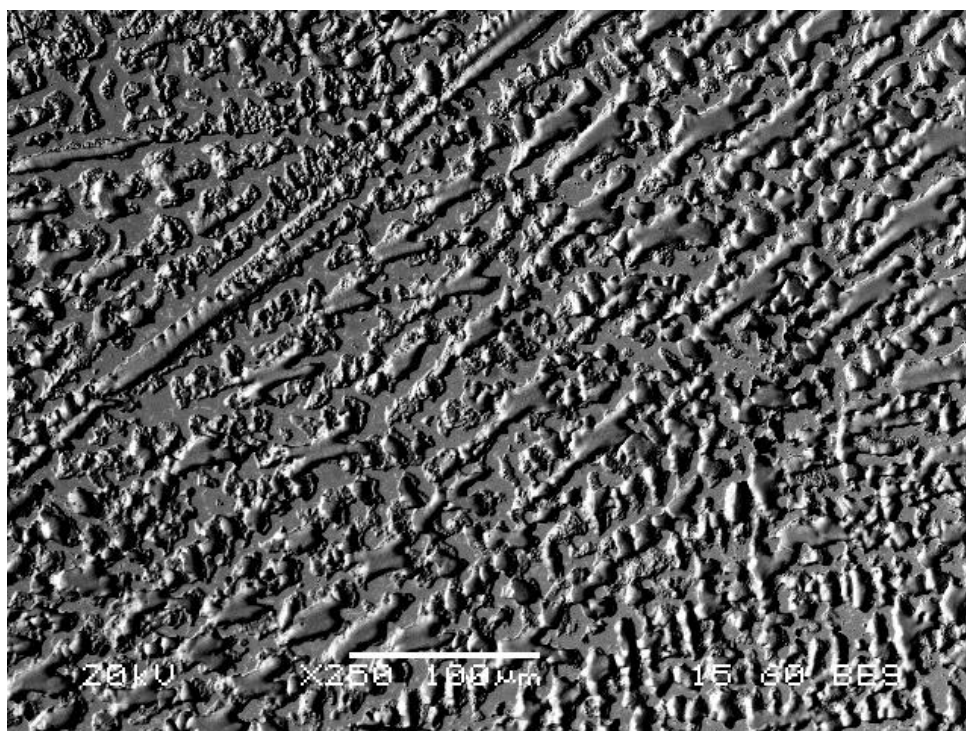
Τα δοκίμια που συγκολλήθηκαν δεν έχουν υποστεί περαιτέρω θερμικές κατεργασίες διαλυτοποίησης και γήρανσης. Η ζώνη τήξης αποτελεί ένα ξεχωριστό θερμοδυναμικό σύστημα, όπως και η θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Η κινητική της στερεοποίησης των δενδριτών αλλά και οι μετασχηματισμοί φάσεων καθορίζουν την κατανομή των στοιχείων τόσο στις ενδοδενδριτικές όσο και στις περιδενδριτικές περιοχές και επηρεάζουν τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού. Κατά μήκος της ζώνης τήξης δεν υπάρχουν σημαντικές διαφοροποιήσεις στην κατανομή των στοιχείων κάτι που αποδεικνύεται από τις στοιχειακές αναλύσεις αλλά και τις μικροσκοπιομετρήσεις. Η συγκόλληση αποτελείται από δενδρίτες ωστενιτικής δομής οι οποίοι παρουσιάζουν έντονο προσανατολισμό στα άκρα της ζώνης τήξης προς τα μέταλλα βάσης λόγω της θερμικής ροής κατά την συγκόλληση. Στο κέντρο της ζώνης τήξης οι δενδρίτες δεν εμφανίζουν έντονο προσανατολισμό και είναι πιο χονδρομερείς. Κοντά στο μέταλλο βάσης του νικελίου υπάρχουν χονδροειδείς και λεπτομερείς δενδρίτες κυταρροειδούς μορφής (fine and coarse cellular dendritic) αλλά και μορφολογίας διάταξης σε στήλες (columnar dendritic). Η μορφολογία columnar που είναι εντονότερη στην συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων, οφείλεται στην χαμηλή θερμική αγωγιμότητα του υπερκράματος νικελίου σε σχέση με τον ανοξείδωτο χάλυβα, με αποτέλεσμα την χαμηλότερη ροή θερμότητας στην περιοχή.

Επιπρόσθετα, με βάση τις στοιχειακές αναλύσεις υπάρχει μεγαλύτερος διαφορισμός του Nb και Mo στις περιδενδριτικές περιοχές σε σχέση με τις ενδοδενδριτικές. Όσον αφορά την συμμετοχή δευτερευουσών φάσεων, έχουν κατακρημνιστεί καρβίδια τύπου MC πλούσια σε Nb στις περιδενδριτικές περιοχές και έχουν κυρίως πλακοειδή και επιμήκη μορφή (rod – shaped carbides) . Επιπλέον, στην πλευρά του μετάλλου βάσης του χάλυβα έχουν κατακρημνιστεί χονδρομερή καρβίδια (blocky carbides) τύπου MC και πιο συγκεκριμένα NbC και (Nb,Ti)C, στις ενδοδενδριτικές περιοχές. Τέλος, δεν παρατηρείται κάποιο είδος ρωγμάτωσης στην ζώνη τήξης.

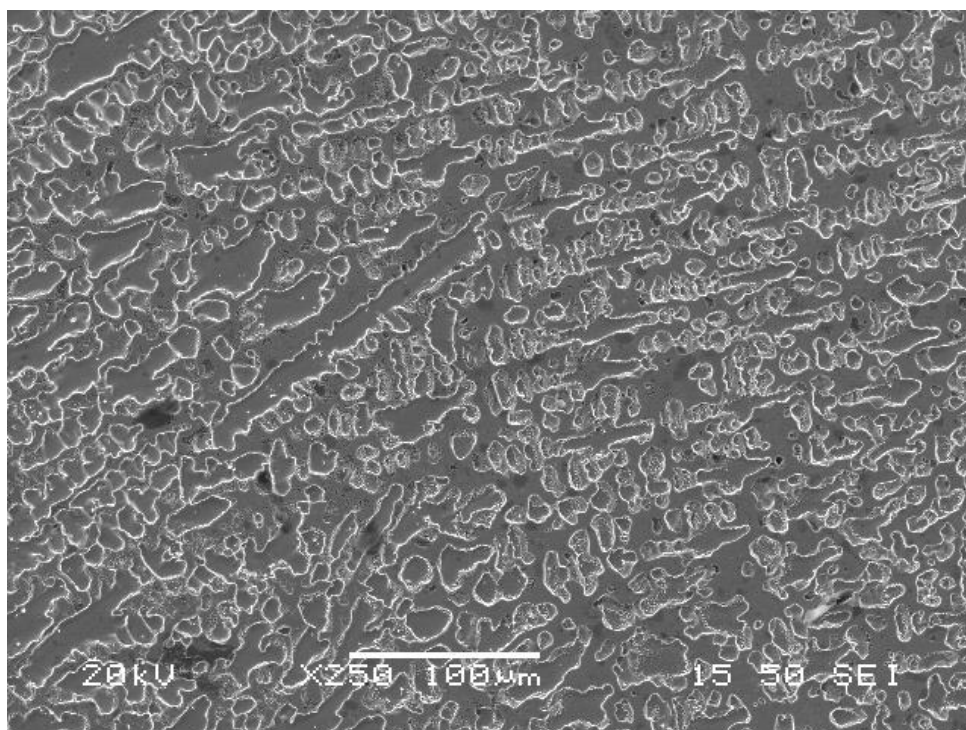
Στις παρακάτω εικόνες παρουσιάζονται οι μικροδομές που εμφανίζονται στην ζώνη τήξης αλλά και οι στοιχειακές αναλύσεις των υπαρχουσών φάσεων.



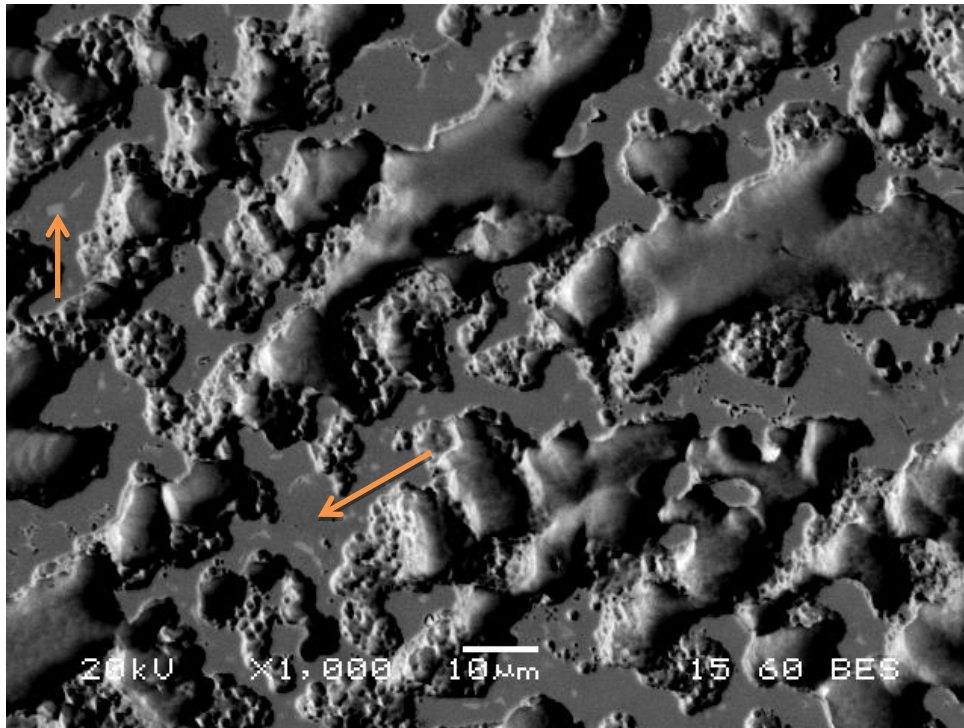
Εικόνα 16 Μορφολογία δενδριτών προς το μέταλλο βάσης του Haynes 625. Φαίνονται οι χαρακτηριστικές δομές columnar, fine - coarse cellular δενδρίτες



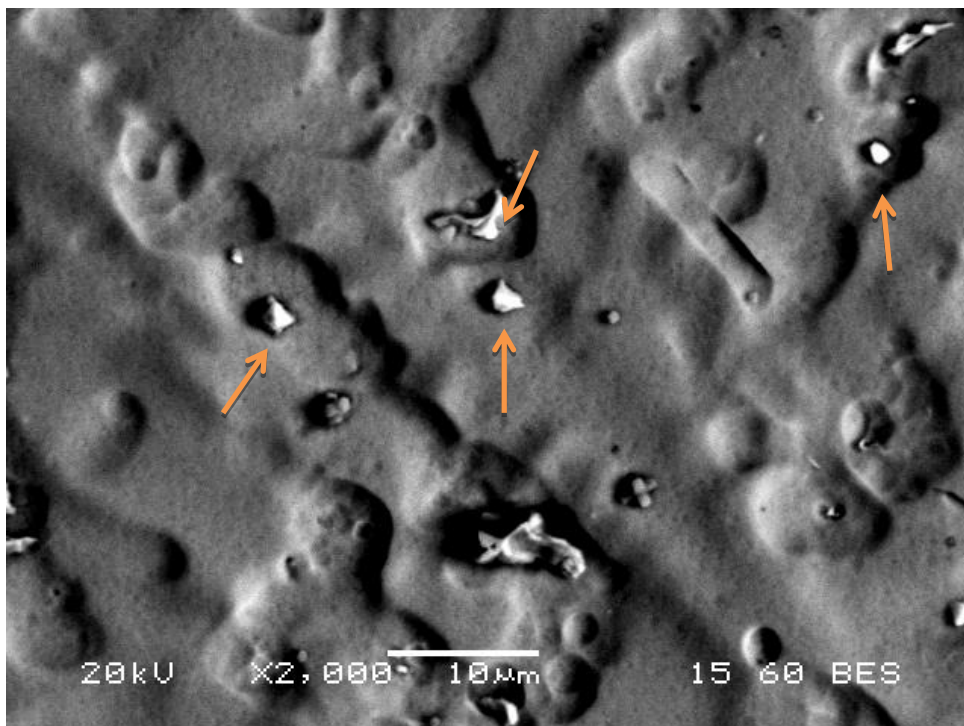
Εικόνα 17 Μικροδομή των χονδρομερών δενδριτών στο κέντρο της ζώνης τήξης (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)



Εικόνα 18 Μικροδομή της ζώνης τήξης (δευτερογενή ηλεκτρόνια)

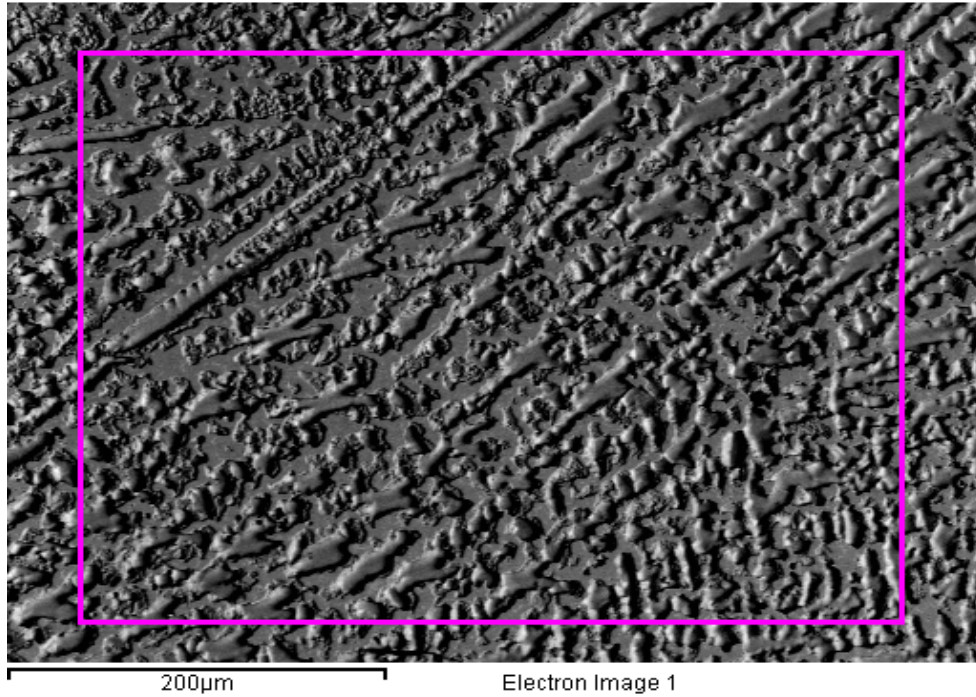


Εικόνα 19 Δενδρίτες στο κέντρο της ζώνης τήξης. Τα βέλη υποδεικνύουν καρβίδια που έχουν κατακρημνιστεί περιδενδριτικά και είναι πλούσια σε Nb

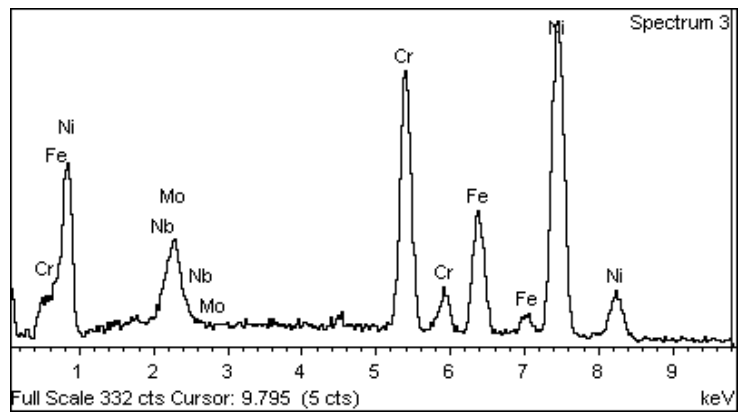


Εικόνα 20 Ανάπτυξη δενδριτών στην πλευρά του 316L. Τα βέλη υποδεικνύουν τα καρβίδια τύπου MC που είναι πλούσια σε Nb και Ti

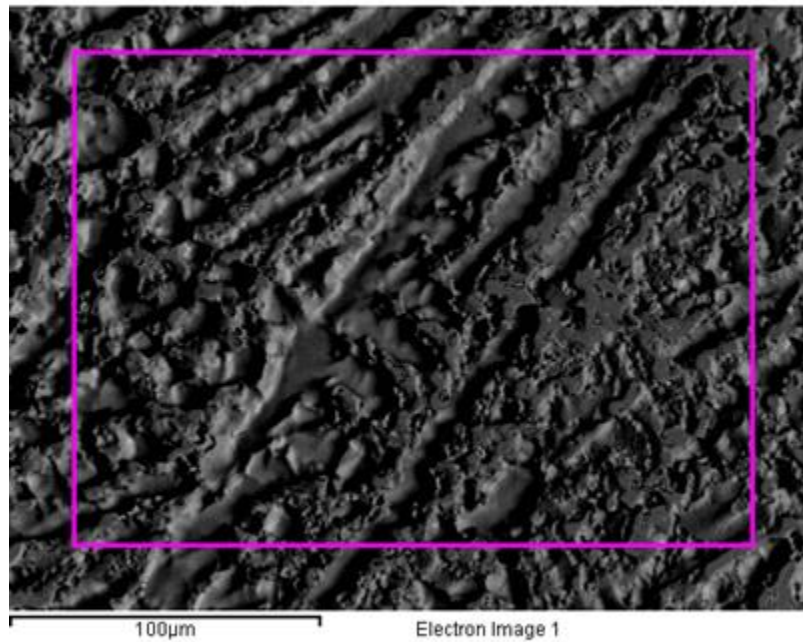
Γενική στοιχειακή ανάλυση στο κέντρο της ζώνης τήξης



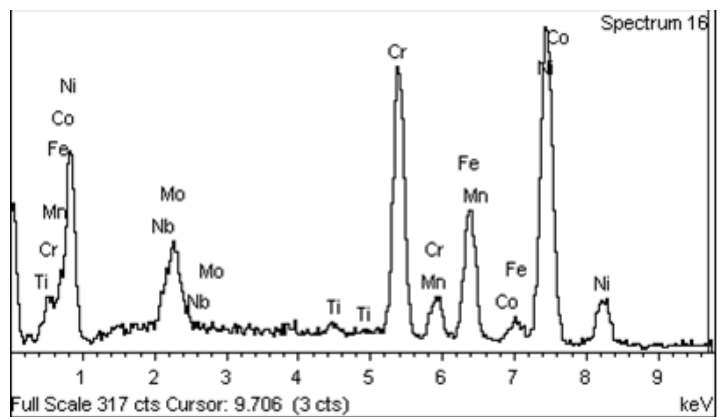
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	21.78	24.66
Fe K	13.85	14.61
Ni K	54.40	54.55
Nb L	3.47	2.20
Mo L	6.50	3.99
Totals	100.00	



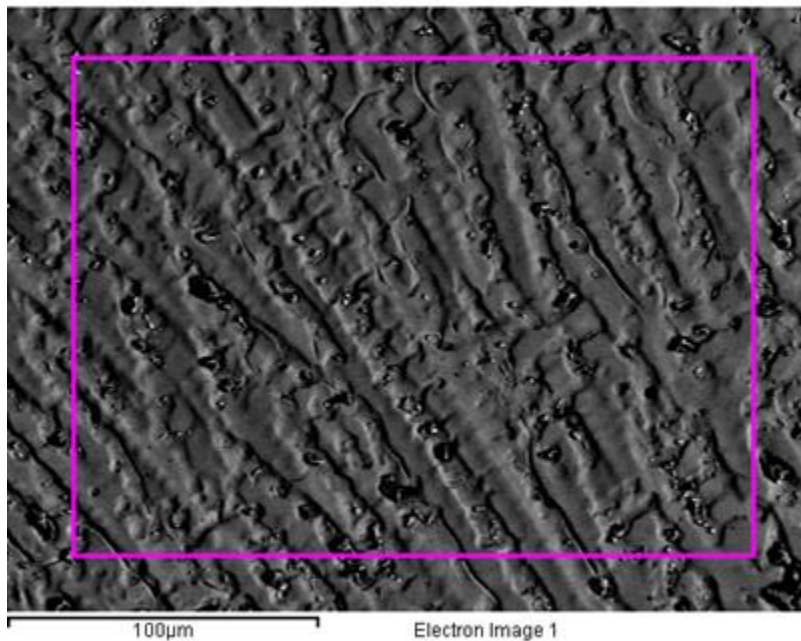
Γενική στοιχειακή ανάλυση στην άκρη της ζώνης τήξης προς το Haynes 625



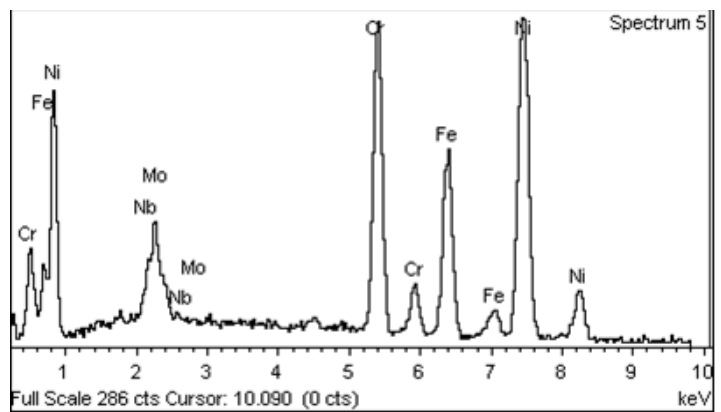
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	0.56	0.68
Cr K	21.37	24.17
Mn K	0.81	0.87
Fe K	13.96	14.70
Co K	0.57	0.57
Ni K	52.73	52.81
Nb L	4.00	2.53
Mo L	6.01	3.68
Totals	100.00	



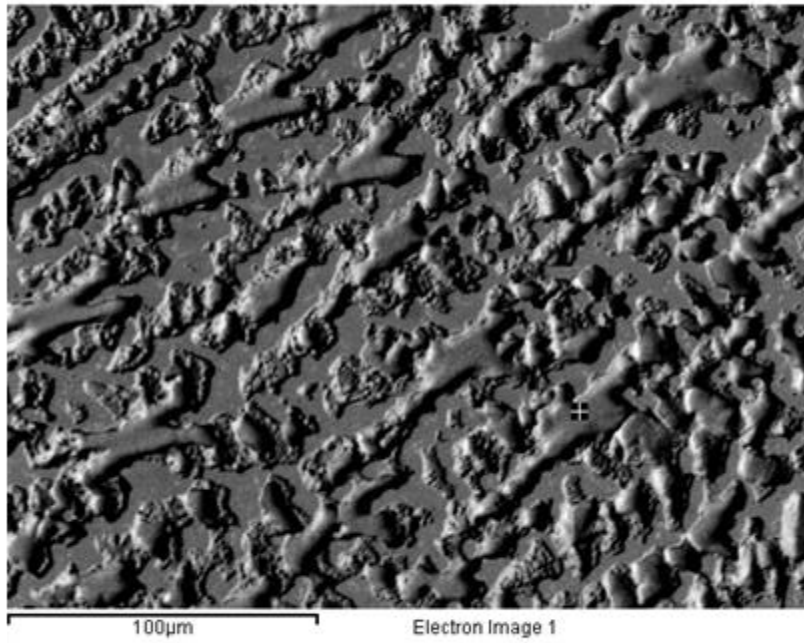
Γενική στοιχειακή ανάλυση στην άκρη της ζώνης τήξης προς το 316L



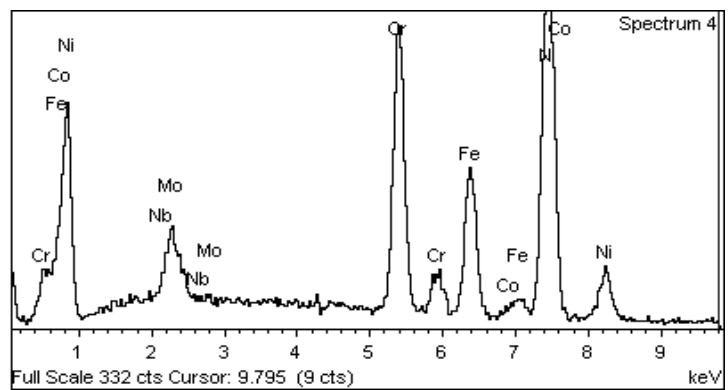
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	21.72	24.39
Fe K	17.85	18.67
Ni K	52.08	51.80
Nb L	3.11	1.95
Mo L	5.24	3.19
Totals	100.00	



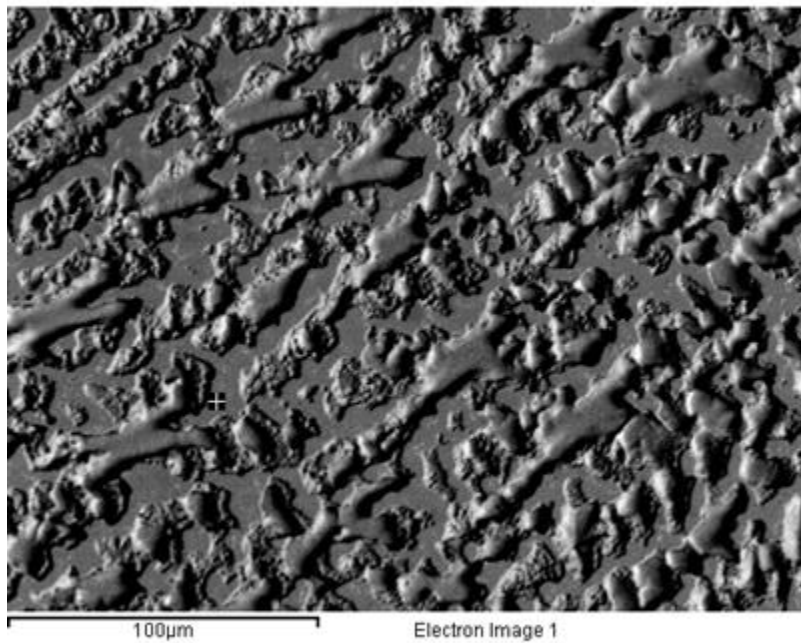
Στοιχειακή ανάλυση στην ενδοδενδριτική περιοχή



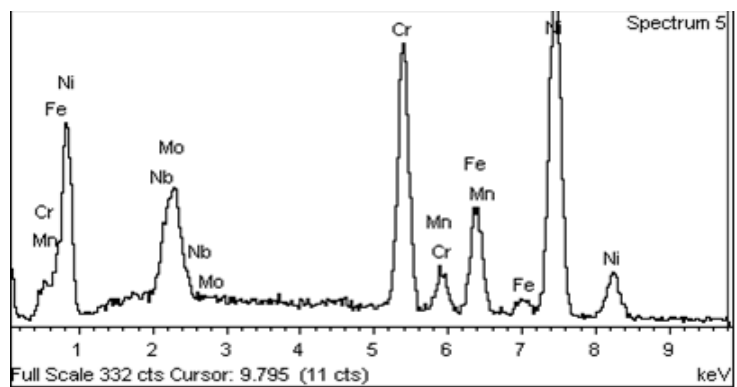
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	21.03	23.56
Fe K	14.49	15.12
Co K	0.69	0.68
Ni K	56.77	56.34
Nb L	1.54	0.96
Mo L	5.49	3.34
Totals	100.00	



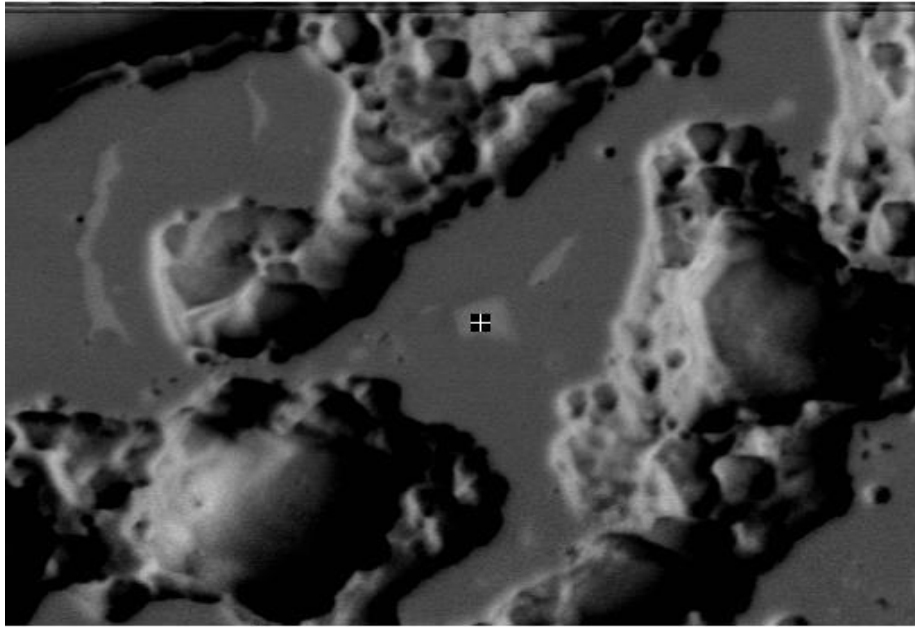
Στοιχειακή ανάλυση στην περιδενδριτική περιοχή



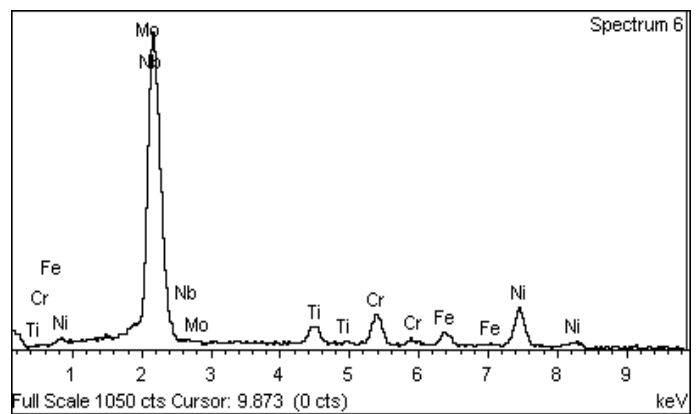
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	20.69	23.82
Mn K	0.73	0.80
Fe K	11.17	11.97
Co K	0.69	0.68
Ni K	53.67	54.73
Nb L	5.51	3.55
Mo L	8.23	5.14
Totals	100.00	



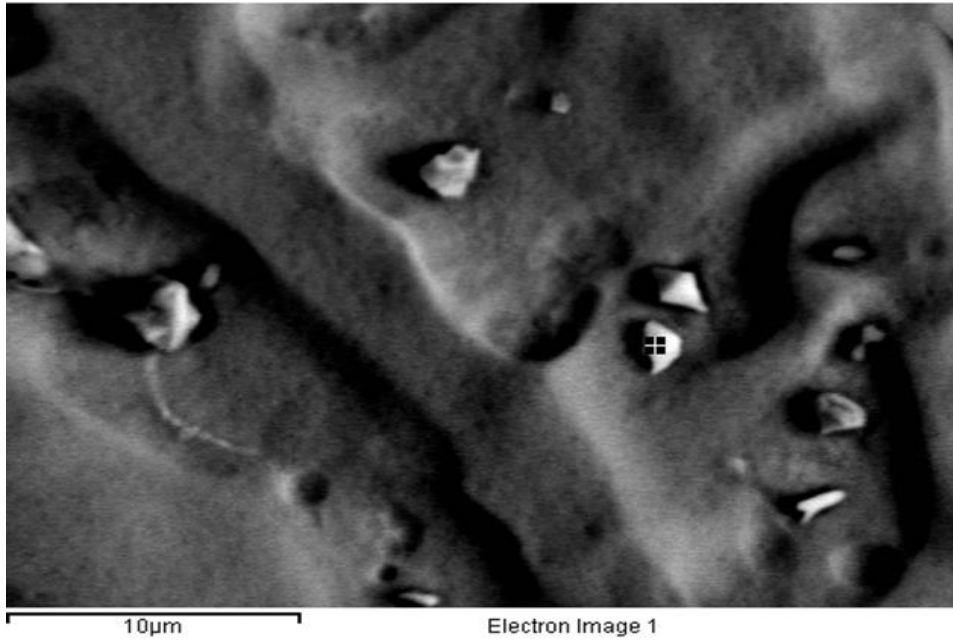
Στοιχειακή ανάλυση καρβιδίων στην περιδενδριτική περιοχή



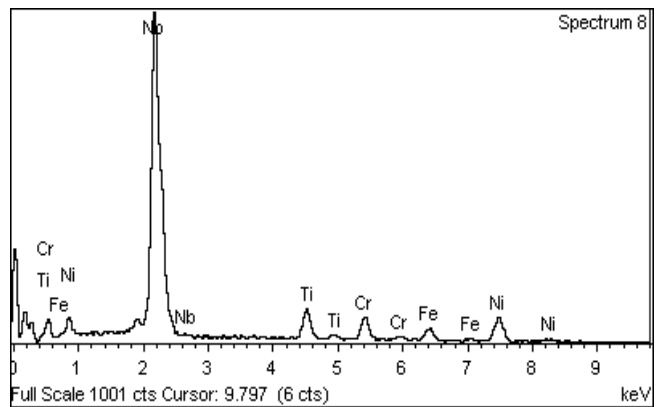
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	3.46	5.53
Cr K	7.62	11.21
Fe K	4.36	5.97
Ni K	16.20	21.11
Nb L	64.97	53.49
Mo L	3.39	2.70
Totals	100.00	



Χημική σύσταση καρβιδίων τύπου MC στις ενδοδενδριτικές περιοχές



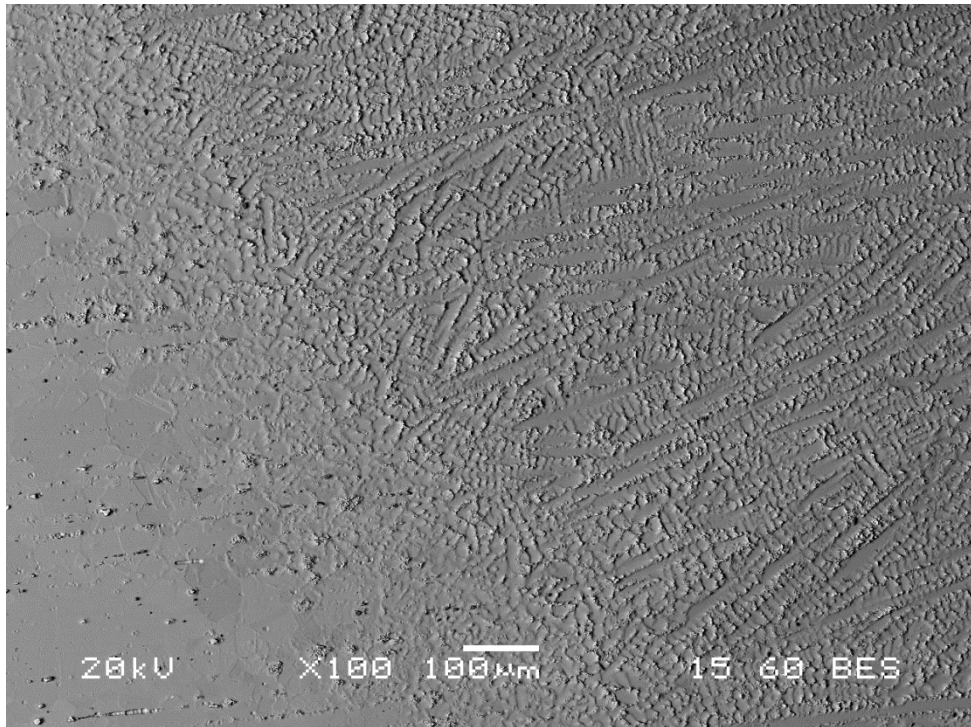
Element	Weight%	Atomic%
Ti K	6.13	9.87
Cr K	6.39	9.47
Fe K	4.33	5.99
Ni K	11.65	15.31
Nb L	71.50	59.37
Totals	100.00	



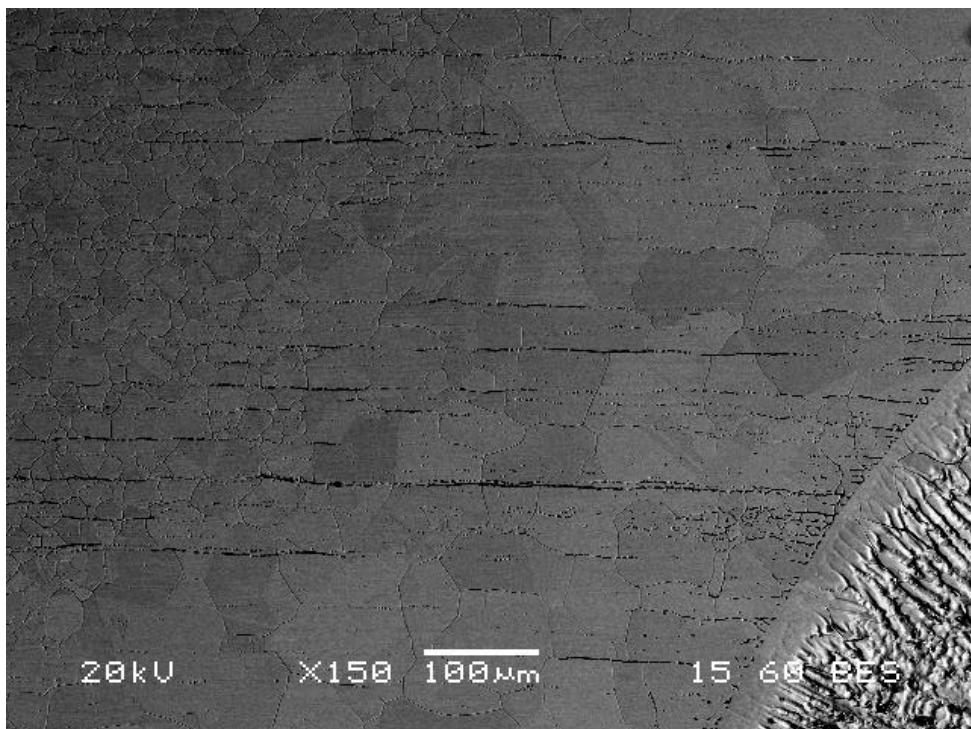
B. Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη - ΘΕΖ (Heat Affected Zone)

Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη αποτελεί και αυτή ένα ξεχωριστό θερμοδυναμικό σύστημα όπου υπάρχει σημαντική διαφοροποίηση της κινητικής των αντιδράσεων και των μετασχηματισμών φάσεων. Το πλάτος της ζώνης στην μέθοδο TIG είναι αρκετά διευρυμένο σε σχέση με την μέθοδο EBW που θα αναλυθεί παρακάτω. Επιπλέον, παρατηρείται σημαντική αύξηση του μεγέθους των κόκκων του ανοξείδωτου χάλυβα όπου κυμαίνεται μεταξύ 85 και 110 μm , ενώ όσον αφορά την θερμικά επηρεασμένη ζώνη από την πλευρά του υπερκράματος νικελίου υπάρχει σημαντική αραίωση των δενδριτών και μεγέθυνση κόκκων της τάξης των 60 – 90 μm . Από τις στοιχειακές αναλύσεις προκύπτει πως η γενική σύσταση της κάθε θερμικά επηρεασμένης ζώνης είναι ίδια με το μέταλλο βάσης των αντίστοιχων κραμάτων. Σε σύγκριση όμως με την ζώνη τήξης, όπως ήταν αναμενόμενο υπάρχει σημαντική διαφοροποίηση κυρίως στην περιεκτικότητα σε Fe και Ni. Πιο συγκεκριμένα οι δενδρίτες της ζώνης τήξης περιέχουν περισσότερο Fe σε σχέση με την ΘΕΖ του υπερκράματος και λιγότερο σε σχέση με την ΘΕΖ του χάλυβα. Αντίστοιχα, η περιεκτικότητα σε Ni είναι μεγαλύτερη από την ΘΕΖ του χάλυβα και μικρότερη από εκείνη του υπερκράματος.

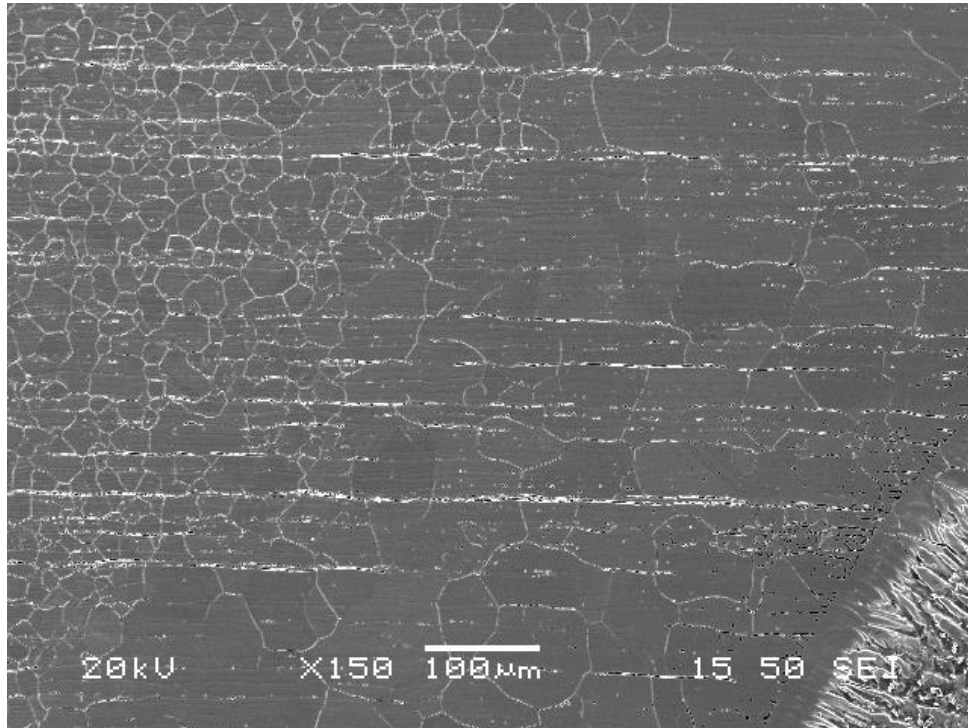
Επιπλέον, παρατηρήθηκαν καρβίδια MC και μορφολογίας rod-shaped στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη του υπερκράματος. Στην αντίστοιχη ζώνη του ανοξείδωτου χάλυβα δεν παρατηρήθηκε κατακρήμνιση φάσεων, παρά μόνο μεγέθυνση κόκκων. Τέλος, δεν υπήρξε κάποιου είδους ρωγμάτωση στις θερμικά επηρεασμένες ζώνες. Στις ακόλουθες μικροδομές παρουσιάζονται οι θερμικά επηρεασμένες ζώνες του υπερκράματος νικελίου και του ανοξείδωτου χάλυβα.



Εικόνα 21 Διεπιφάνεια ΘΕΖ και ΖΤ του υπερκράματος νικελίου



Εικόνα 22 MB - ΘΕΖ - ΖΤ ανοξειδωτου χάλυβα (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)



Εικόνα 23 Μικροδομή δευτερογενών ηλεκτρονίων των 3 ζωνών του ανοξειδωτού χάλυβα (δευτερογενή ηλεκτρόνια)

4.1.4. Δοκίμιο Συγκολλημένο με την μέθοδο EBW

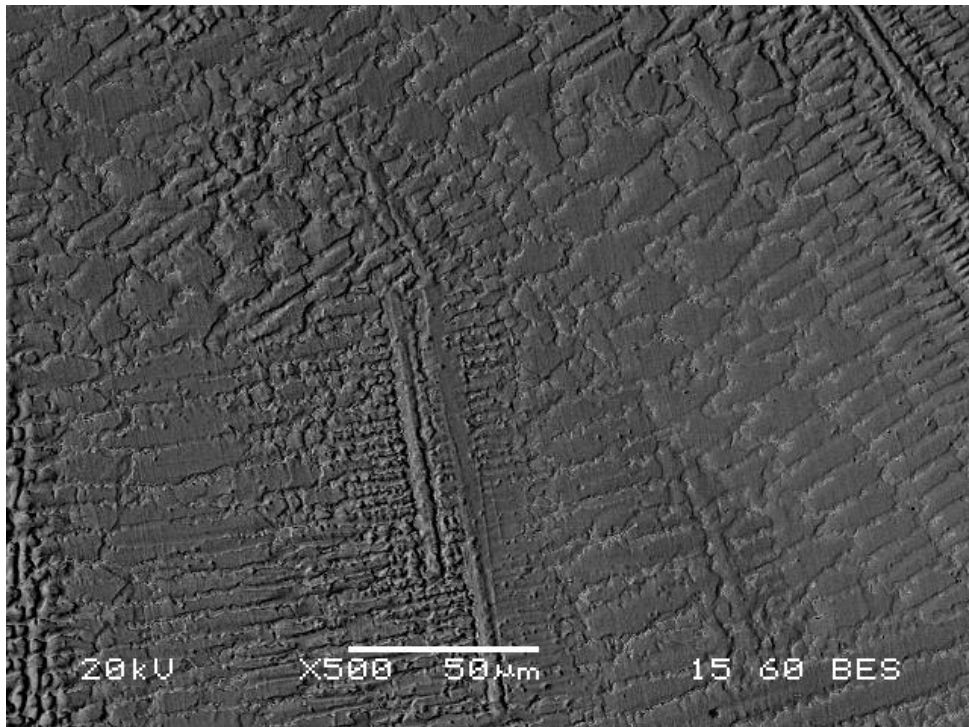
A. Ζώνη Τήξης - ZT (Fusion Zone)

Τα συγκολλημένα δοκίμια με την μέθοδο EBW δεν έχουν υποστεί περαιτέρω θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης και γήρανσης. Όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, η ζώνη τήξης αποτελεί ξεχωριστό θερμοδυναμικό σύστημα και έτσι μελετάται ξεχωριστά. Το εύρος της ζώνης είναι λιγότερο διευρυμένο συγκριτικά με την αντίστοιχη της TIG και παρατηρούνται φαινόμενα διαφορισμού (segregation) λόγω της ταχείας απόψυξης. Πιο συγκεκριμένα, οι δενδρίτες δεν εμφανίζουν την ίδια χημική σύσταση από τα άκρα της ZT προς το κέντρο κάτι το οποίο επιβεβαιώνεται και από την ανομοιομορφία της μικροσκληρότητας. Την μεγαλύτερη διακύμανση την εμφανίζουν το Ni και ο Fe τα οποία δεν έχουν κατανεμηθεί ομοιόμορφα στην ζώνη τήξης όπως στην περίπτωση της συγκόλλησης με TIG, λόγω της υψηλής ταχύτητας στερεοποίησης.

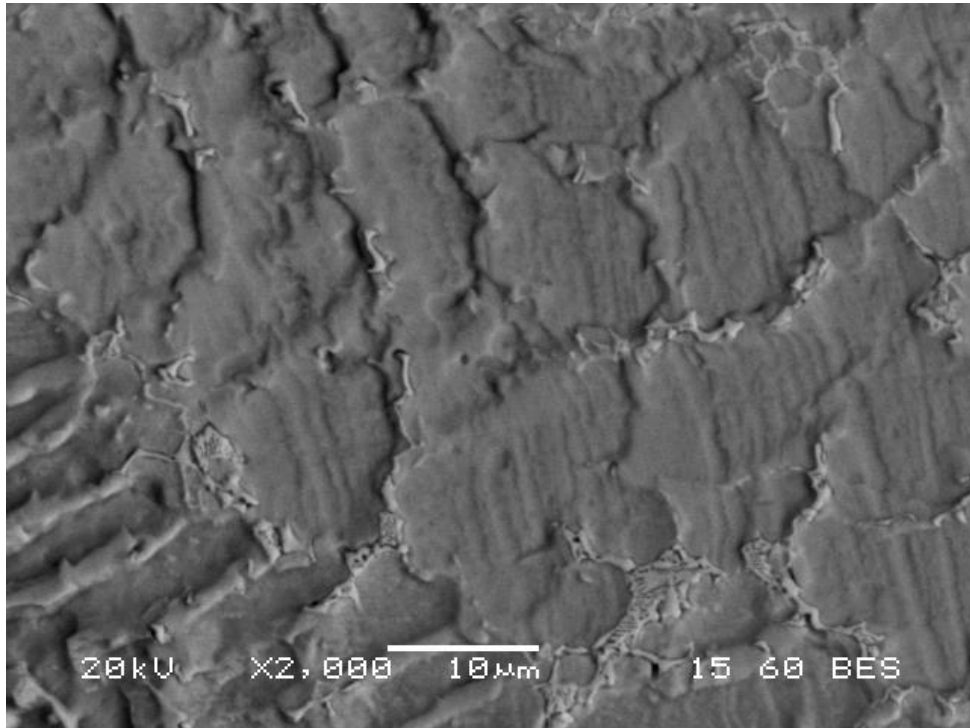
Οι δενδρίτες οστενιτικής δομής εμφανίζουν κυρίως λεπτομερή, ισοαξονική κυψελοειδή μορφολογία (fine cellular dendritic) στο κέντρο της συγκόλλησης λόγω της ομοιόμορφης απόψυξης κατά την στερεοποίηση. Αντιθέτως, οι δενδρίτες στα άκρα της ζώνης τήξης εμφανίζουν μορφολογία διάταξης σε στήλες (columnar dendritic). Αυτή η μορφολογία πιθανόν να οφείλεται στην χαμηλότερη θερμική αγωγιμότητα του υπερκράματος νικελίου ($10.7 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ – στους 100°C) συγκριτικά με τον ανοξείδωτο χάλυβα ($16.2 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ – στους 100°C), με αποτέλεσμα ο θερμικός κύκλος σε αυτές τις περιοχές να είναι μικρότερος.

Όσον αφορά την συμμετοχή δευτερευουσών φάσεων, εμφανίζονται επιμήκεις, ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου σχηματισμοί (rod-shaped) στις ενδοδενδριτικές περιοχές οι οποίοι παραπέμπουν σε καρβίδια πλούσια σε Nb και Mo. Όμως, λόγω του πολύ μικρού μεγέθους ($2\mu\text{m}$) δεν είναι αξιόπιστη η στοιχειακή ανάλυση καθώς η μέτρηση επηρεάζεται έντονα από την παρουσία των στοιχείων της οστενιτικής μήτρα. Επιπλέον, στην συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων υπάρχει η πιθανότητα να μην λάβει χώρα κάποιου είδους κατακρήμνιση κυρίως λόγω του υψηλού ρυθμού απόψυξης.

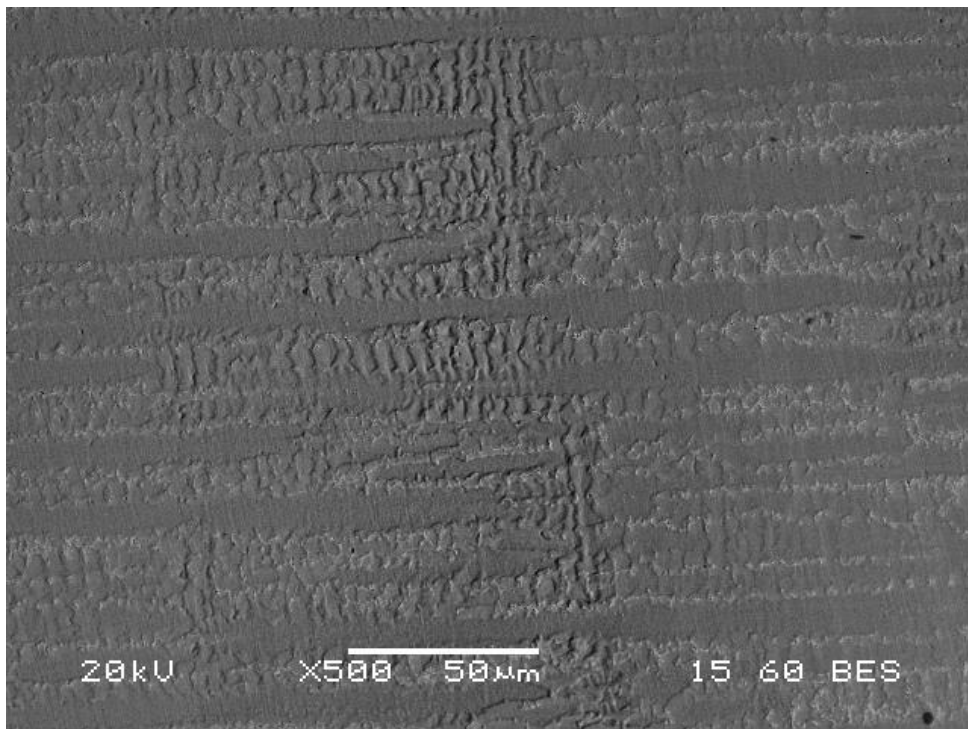
Έτσι, τα στοιχεία που συμμετέχουν κατά κύριο λόγο στα κατακρημνίσματα όπως το Nb και το Mo, παραμένουν στο στερεό διάλυμα της ωστενιτικής μήτρας του νικελίου και δεν συμμετέχουν στον σχηματισμό καρβιδίων ή άλλων φάσεων. Τέλος, δεν εμφανίζεται κάποιου είδους ρωγμάτωσης στην ζώνη τήξης και στην ζώνη μετάβασης προς το μέταλλο βάσης. Στις ακόλουθες μικροδομές παρουσιάζεται η ζώνη τήξης αλλά και οι στοιχειακές αναλύσεις.



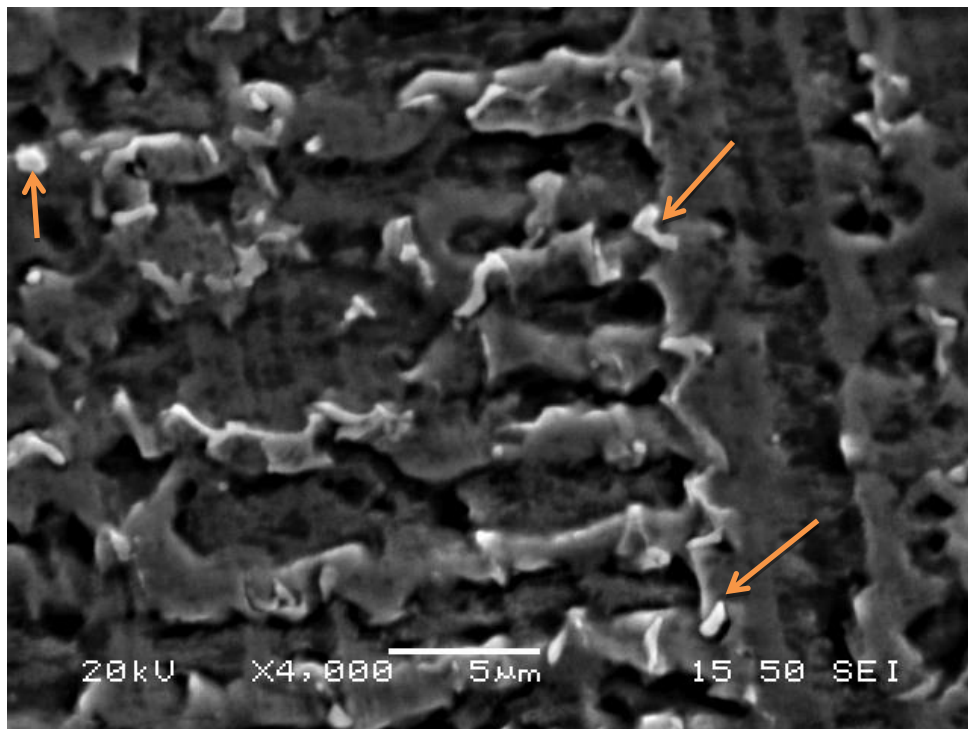
Εικόνα 24 Ζώνη τήξης συγκόλλησης EBW. Φαίνονται χαρακτηριστικά οι δενδρίτες μορφολογίας cellular και columnar



Εικόνα 25 Κέντρο ζώνης τήξης

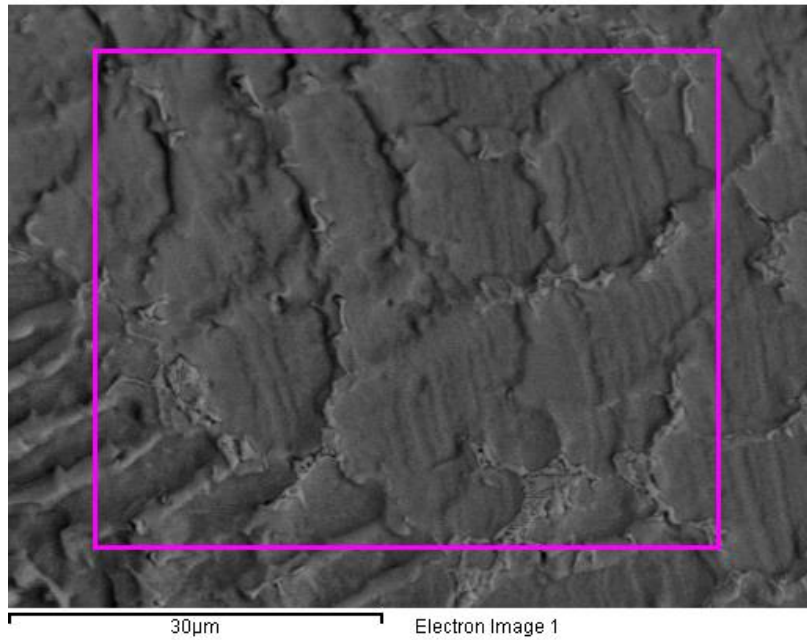


Εικόνα 26 Δενδρίτες που κυριαρχούν στα άκρα της ΖΤ

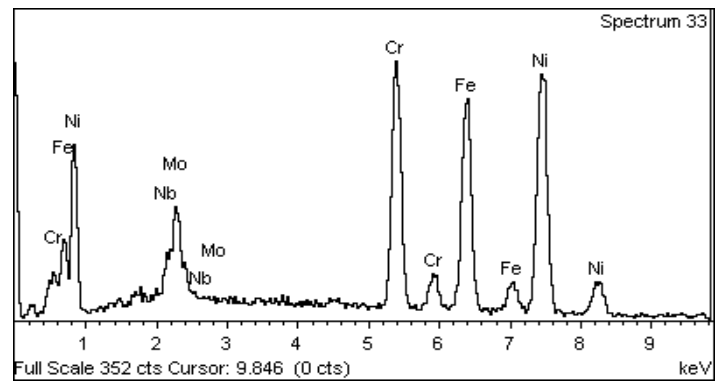


Εικόνα 27 Μικροδομή δευτερογενών ηλεκτρονίων. Τα βέλη υποδεικνύουν τους σχηματισμούς πλούσιων σε Nb και Mo

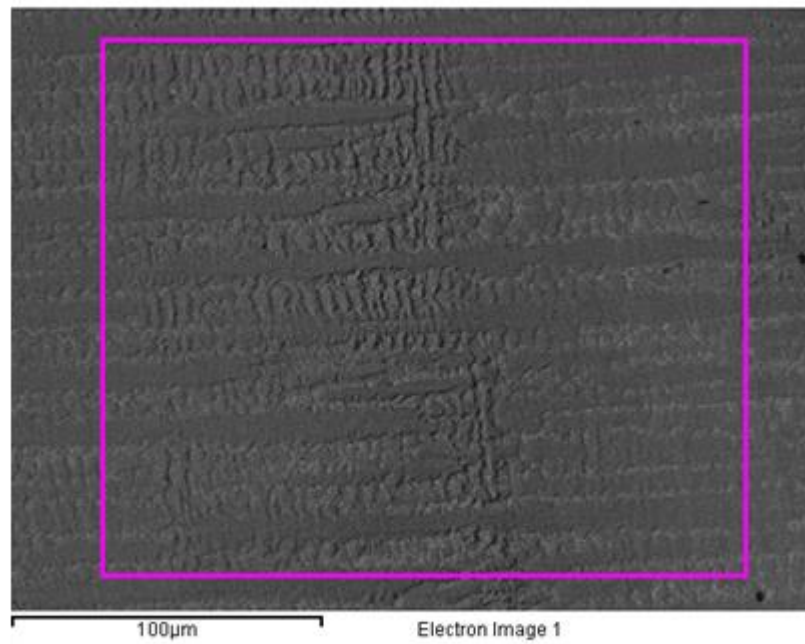
Γενική στοιχειακή ανάλυση κέντρου ζώνης τήξης



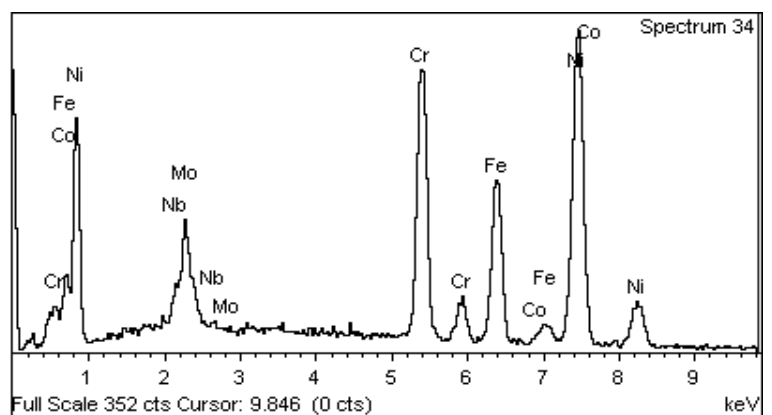
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	20.33	23.03
Fe K	24.16	25.48
Ni K	44.50	44.65
Nb L	3.58	2.27
Mo L	7.44	4.57
Totals	100.00	



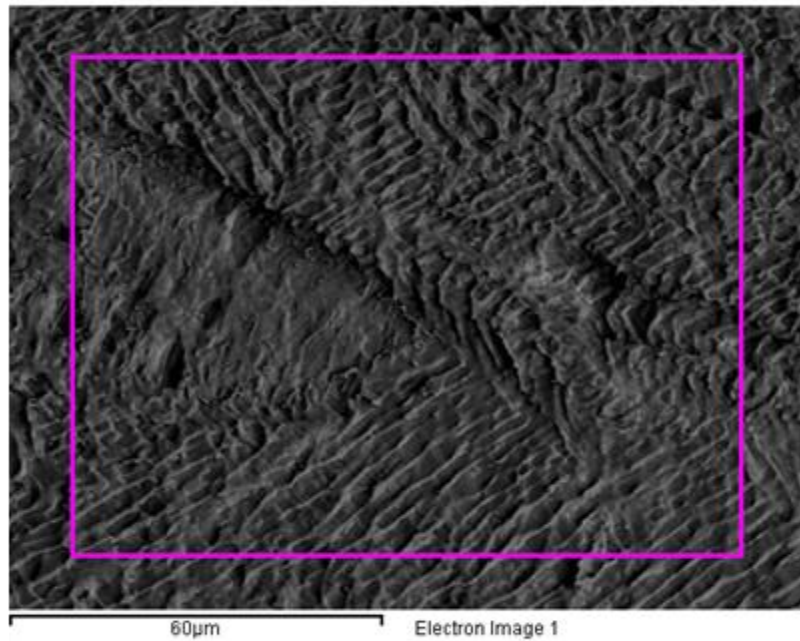
Γενική στοιχειακή ανάλυση στα άκρα της ζώνης τήξης προς την πλευρά του Haynes 625



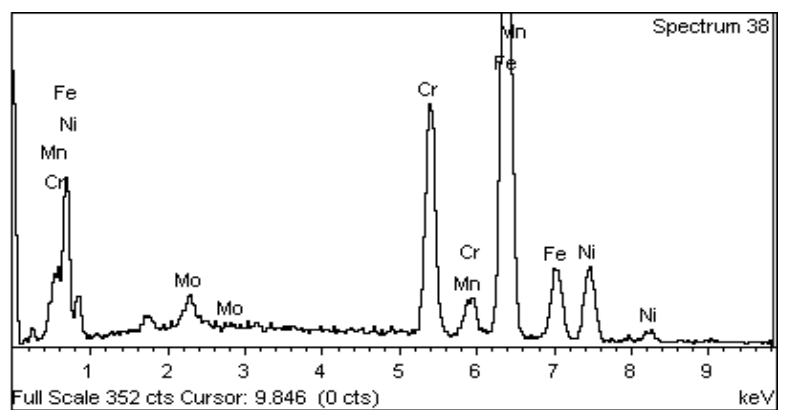
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	20.71	23.54
Fe K	16.77	17.75
Co K	0.73	0.73
Ni K	50.74	51.09
Nb L	3.53	2.25
Mo L	7.52	4.63
Totals	100.00	



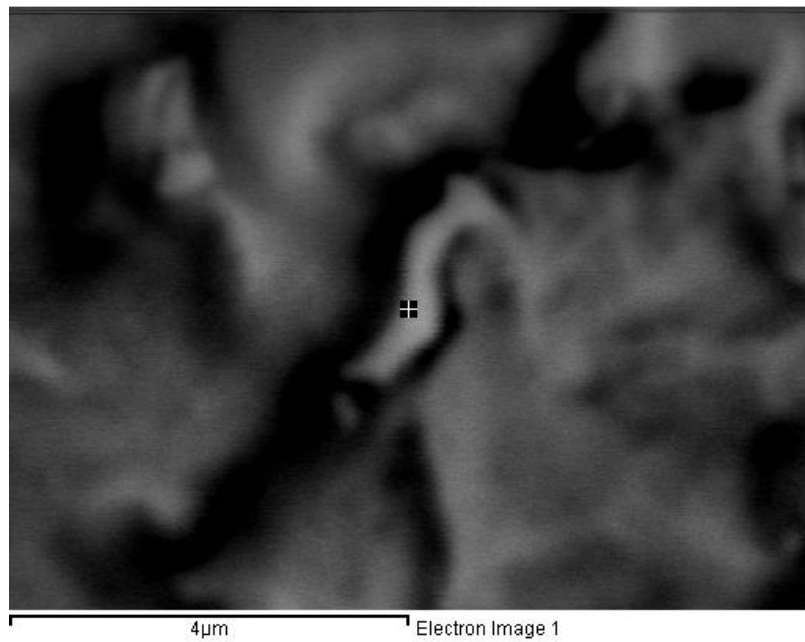
Γενική στοιχειακή ανάλυση στα άκρα της ζώνης τήξης προς την πλευρά του 316L



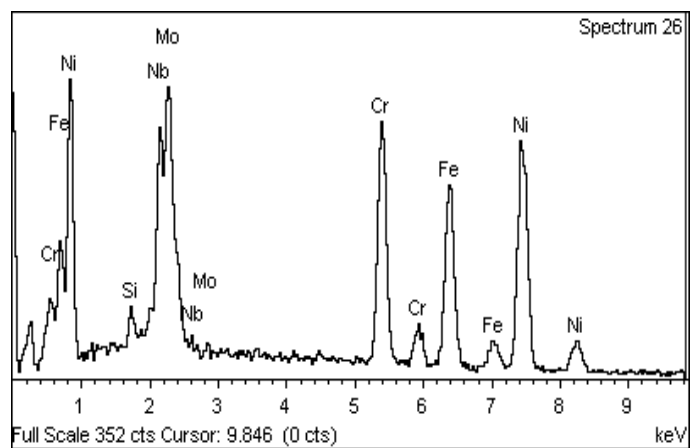
Element	Weight%	Atomic%
Cr K	17.87	19.26
Fe K	65.28	65.50
Ni K	13.62	13.00
Mn K	0.79	0.81
Mo L	2.44	1.42
Totals	100.00	



Στοιχειακή ανάλυση επιμήκη σχηματισμού στην ενδοδενδριτική περιοχή



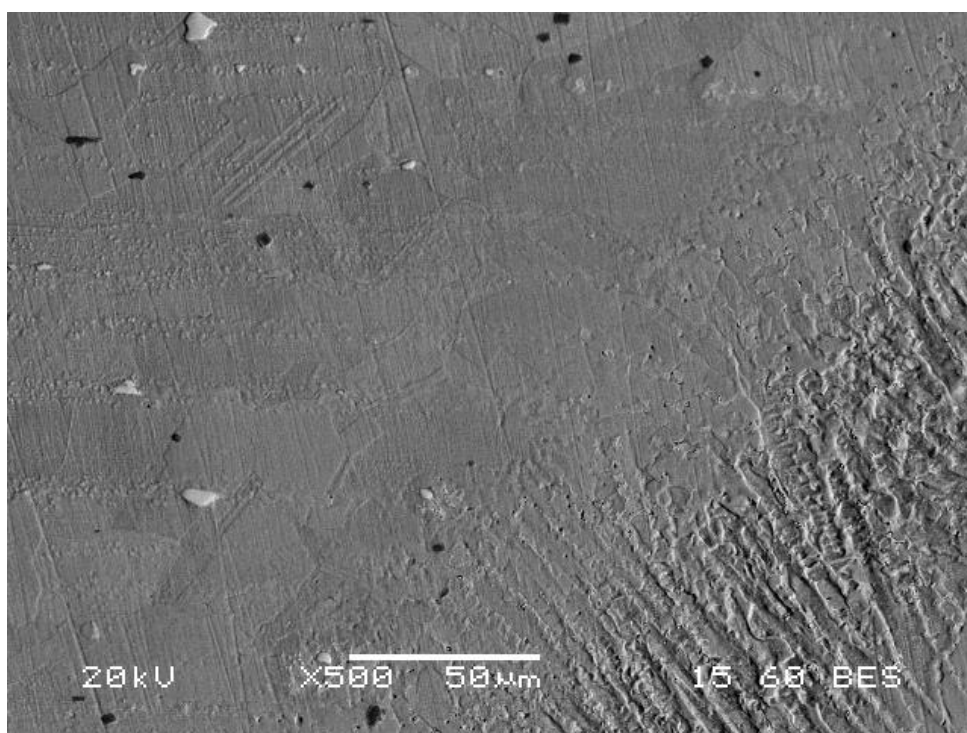
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.26	2.81
Cr K	17.26	20.86
Fe K	17.72	19.93
Ni K	34.51	36.93
Nb L	14.21	9.61
Mo L	15.05	9.86
Totals	100.00	



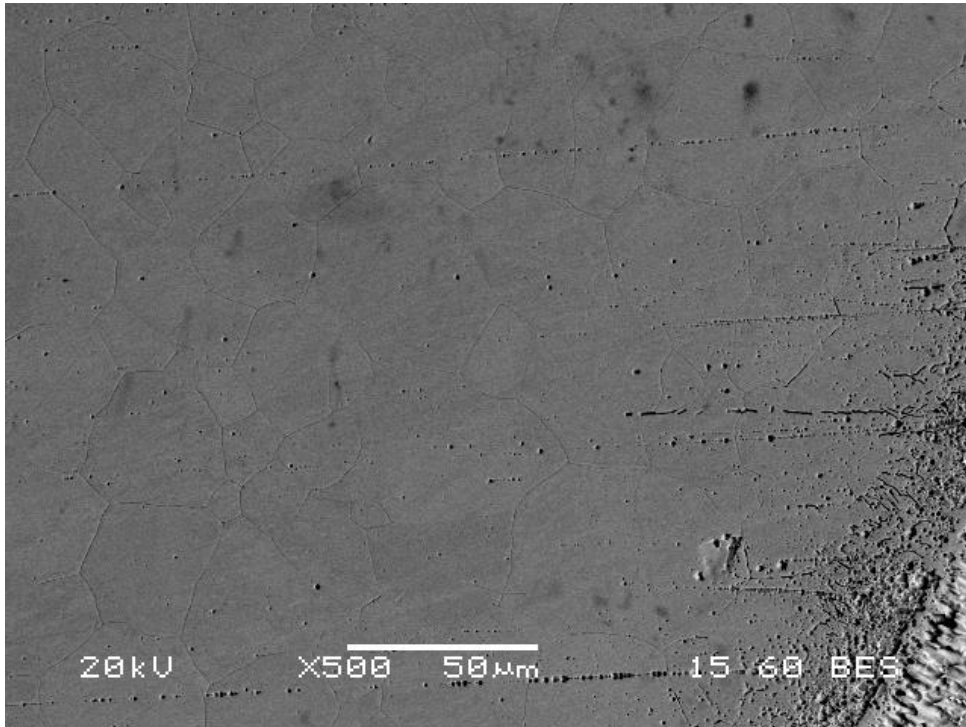
B. Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη – ΘΕΖ (Heat Affected Zone)

Σε αντίθεση με την TIG, η παρούσα συγκόλληση δεν εμφανίζει θερμικά επηρεασμένη ζώνη μεγάλου εύρους. Πιο συγκεκριμένα δεν παρατηρείται ιδιαίτερη μεγέθυνση των κόκκων και των δύο κραμάτων και έχει επέλθει αραίωση των δενδριτών στην διεπιφάνεια της ζώνης τήξης με το μέταλλο βάσης. Όσον αφορά τις δευτερεύουσες φάσεις, δεν παρατηρείται κατακρήμνιση καρβιδίων ή άλλων φάσεων, ενώ η ζώνη δεν εμφανίζει κάποιου είδους ρωγμάτωση. Η στοιχειακή ανάλυση των ΘΕΖ και των δύο κραμάτων δίνει τα ίδια αποτελέσματα με τα αντίστοιχα μέταλλα βάσης.

Στις ακόλουθες μικροδομές φαίνονται οι διεπιφάνειες μετάβασης από την ζώνη τήξης στο μέταλλο βάσης όπου αντιστοιχούν στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη.

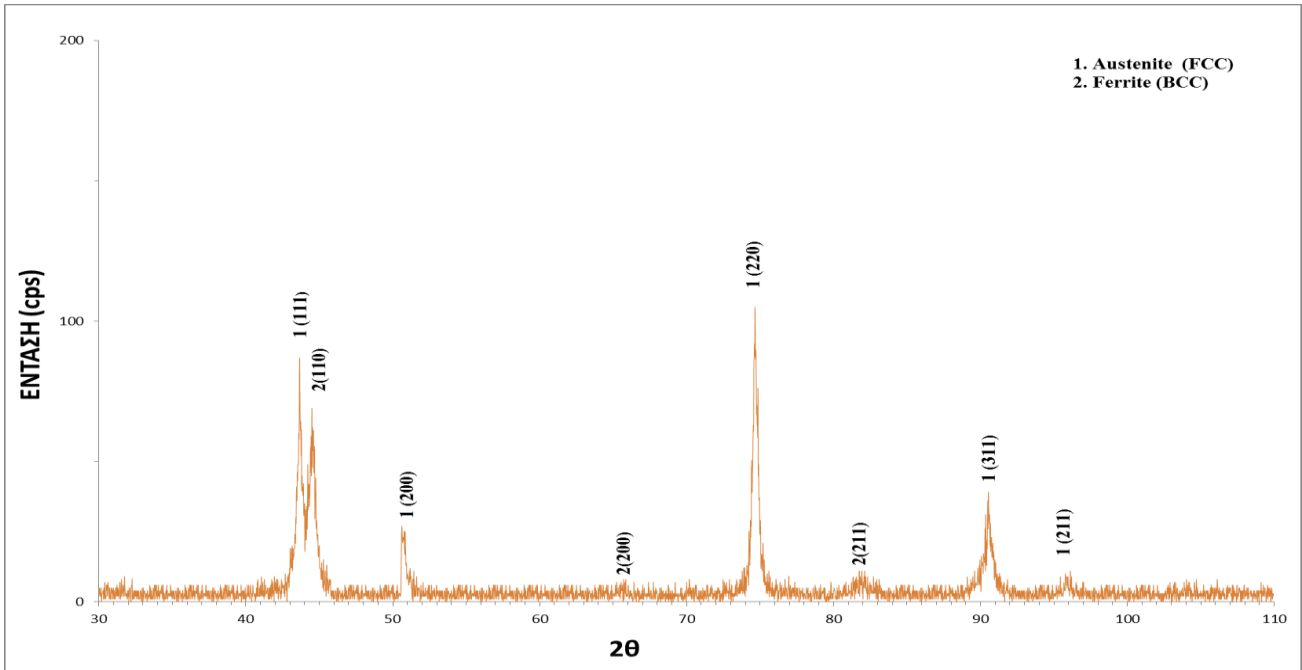


Εικόνα 28 ΘΕΖ υπερκράματος νικελίου

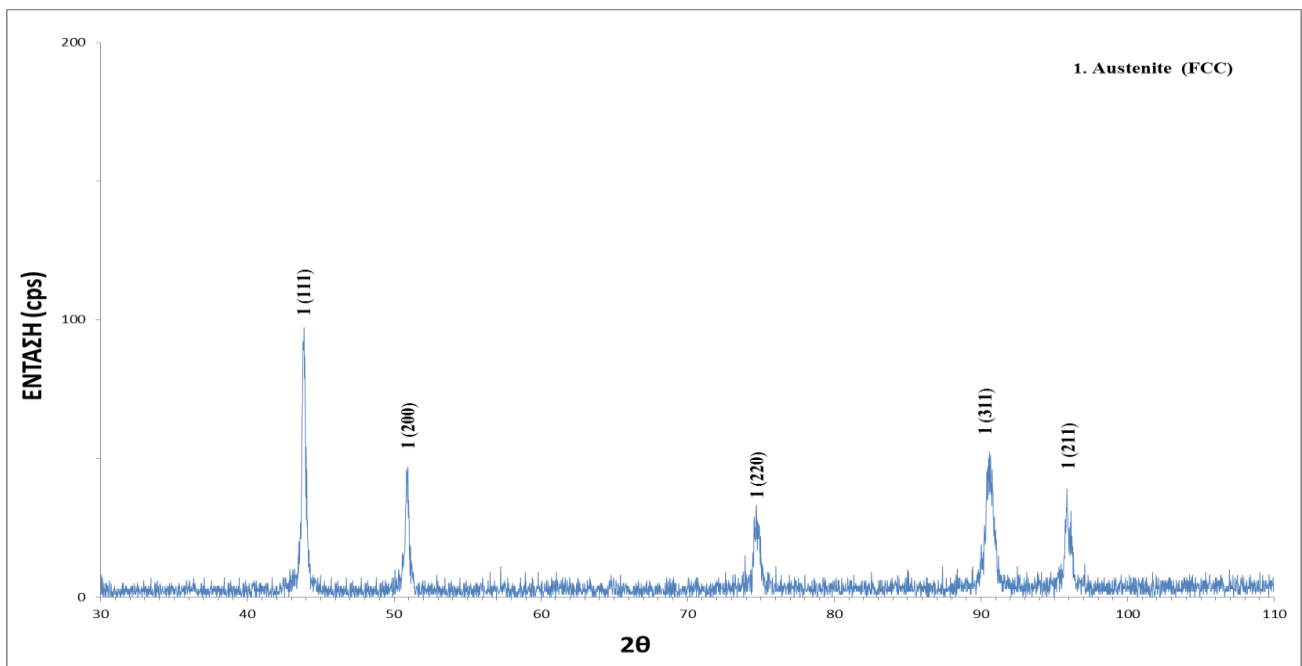


Εικόνα 29 ΘΕΖ ανοξείδωτου χάλυβα

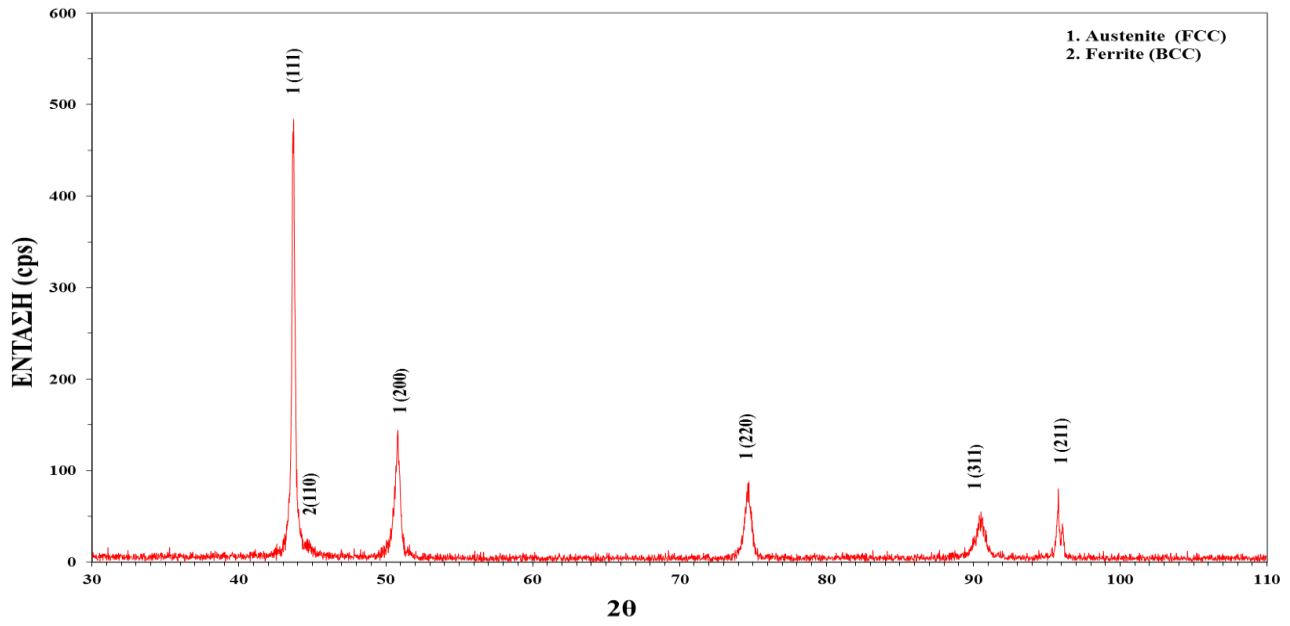
4.2. Περιθλασιμετρία Ακτίνων – X (XRD)



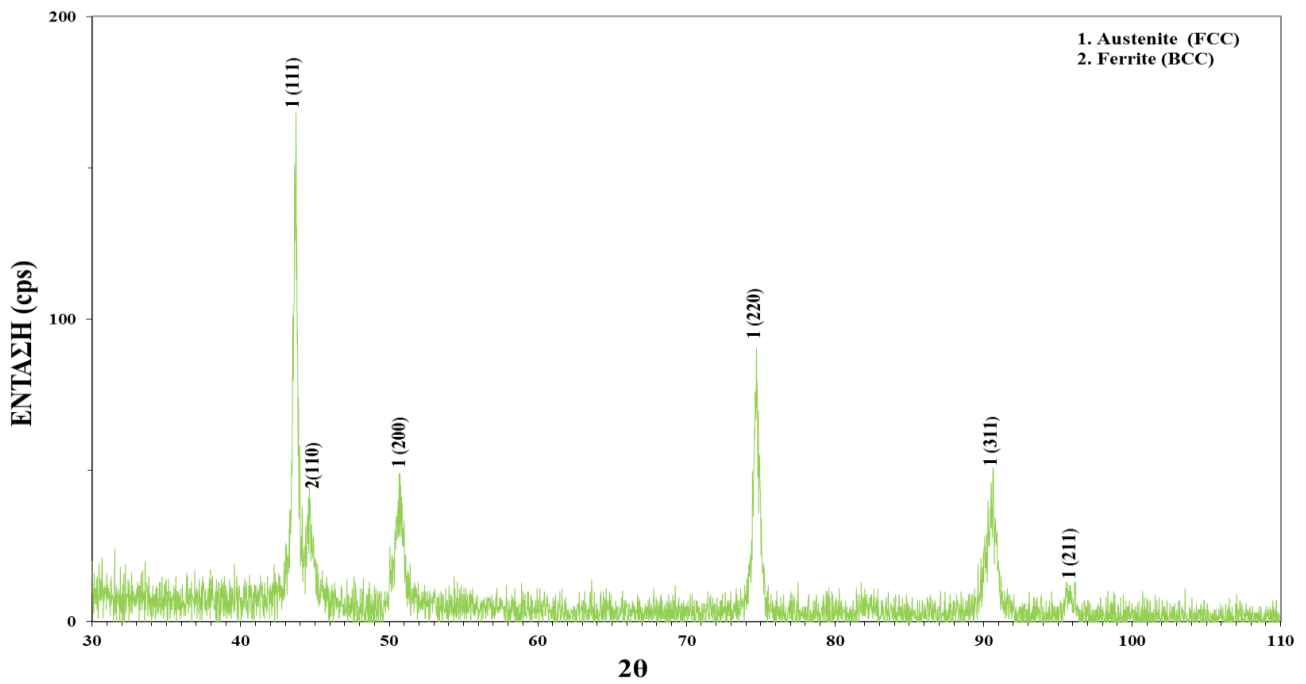
Εικόνα 30 Διάγραμμα XRD μετάλλου βάσης ανοξείδωτου χάλυβα



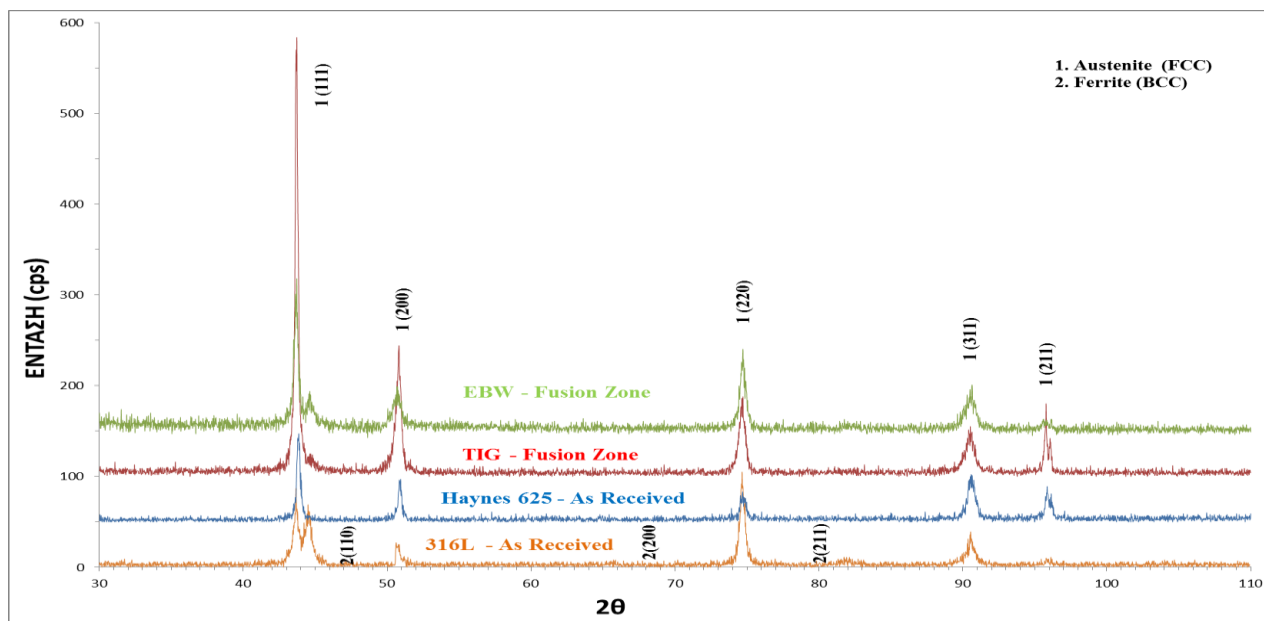
Εικόνα 31 Διάγραμμα XRD μετάλλου βάσης υπερκράματος νικελίου



Εικόνα 32 Διάγραμμα XRD συγκόλλησης TIG



Εικόνα 33 Διάγραμμα XRD συγκόλλησης EBW

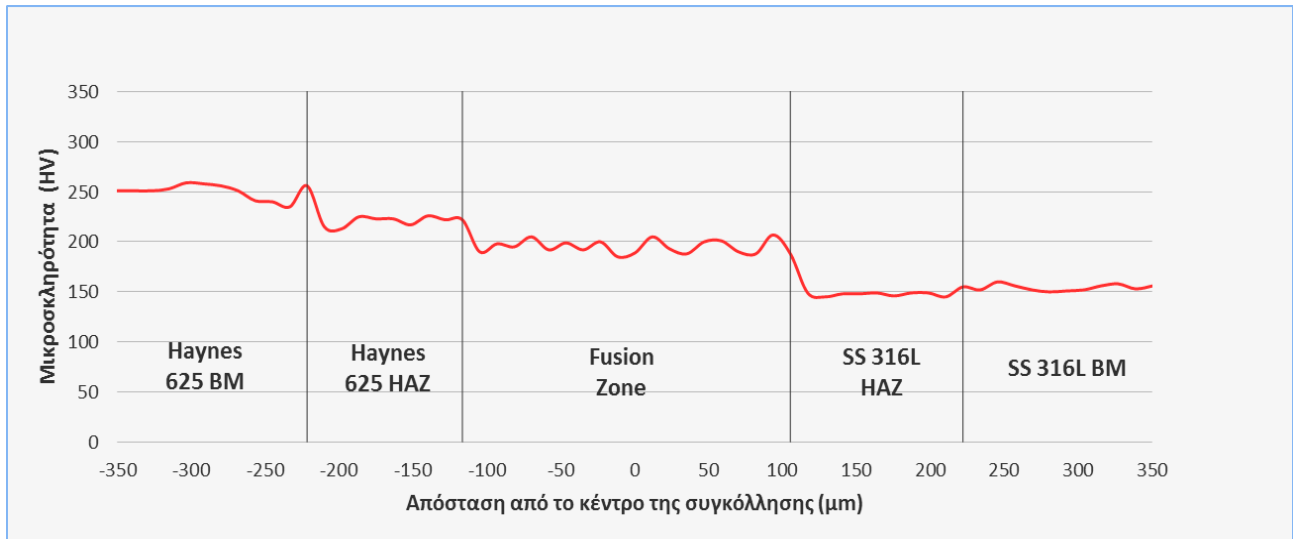


Εικόνα 34 Συγκριτικό διάγραμμα XRD μετάλλων βάσης και συγκολλήσεων

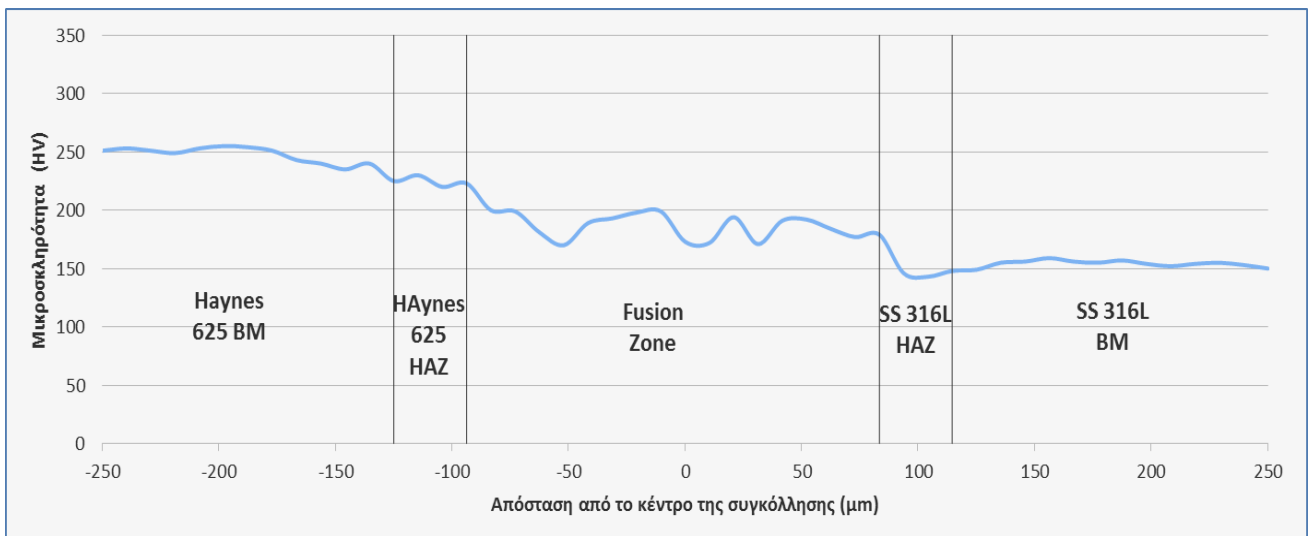
Από την περιθλασιμετρία ακτίνων – X επιβεβαιώθηκε η ωστενιτική δομή των μετάλλων βάσης και των συγκολλήσεων. Πιο συγκεκριμένα, για τον ανοξειδωτο χάλυβα ταυτοποιήθηκε η φάση του ωστενίτη και του φερρίτη, όπως ακριβώς επαληθεύεται και από την μικροδομή. Η παρουσία φερρίτη στα δύο είδη συγκολλήσεων δεν υφίσταται καθώς οι δενδρίτες είναι ωστενιτικής φύσης όπως αποδεικνύεται και από την μικροδομή. Η εμφάνιση του φερρίτη οφείλεται σε σφάλμα της μέτρησης καθώς έλαβε δεδομένα και από το μέταλλο βάσης του ανοξειδωτου χάλυβα. Επιπλέον, δεν ταυτοποιήθηκε η παρουσία καρβιδίων λόγω του περιορισμένου κλάσματος όγκου, της ετερογενούς διασποράς και της πιθανής λεπτοκρυσταλλικότητάς τους, κυρίως στην συγκόλληση EBW. Αξίζει να σημειωθεί πως το κλάσμα όγκου των φάσεων πρέπει να είναι τουλάχιστον 2% ώστε να γίνει η ταυτοποίησή τους.

Όσον αφορά την ελαφριά μετατόπιση των κορυφών των συγκολλημένων δοκιμίων προς τα αριστερά, οφείλεται στην ύπαρξη υπολειπόμενων τάσεων κατά την εφαρμογή της συγκόλλησης, ενώ πιθανή πάχυνση τους οφείλεται στην εκλέπτυνση της μικροδομής κυρίως στην συγκόλληση EBW. Τέλος, υπάρχει διαφοροποίηση στο ύψος των κορυφών καθώς το κάθε υλικό και το κάθε είδος συγκόλλησης δεν εμφανίζουν τον ίδιο προτιμητέο κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό.

4.3. Μικροσκληρομέτρηση Vickers (HV)



Εικόνα 35 Συνεχής σάρωση μικροσκληρομετρήσεων συγκόλλησης TIG



Εικόνα 36 Συνεχής σάρωση μικροσκληρομετρήσεων συγκόλλησης EBW

Στον παρακάτω πίνακα δίνονται οι μέσες τιμές και οι αποκλίσεις των μικροσκληρομετρήσεων (HV) σε κάθε ζώνη των συγκολλημένων δοκιμίων με τις μεθόδους TIG και EBW.

Πίνακας 7 Αποτελέσματα μικροσκληρομετρήσεων HV

	Haynes 625 BM	Haynes 625 HAZ	Fusion Zone	SS 316L HAZ	SS 316L BM
TIG (HV)	247,46 ± 12,17	221,38 ± 4,31	193 ± 6,71	147,56 ± 1,74	154,25 ± 3,05
EBW (HV)	247,92 ± 6,64	224,50 ± 4,20	186 ± 10,80	146,50 ± 2,65	154,67 ± 2,35

Από τα αποτελέσματα των μικροσκληρομετρήσεων της μεθόδου TIG παρατηρείται πως η σκληρότητα μειώνεται κατά την μετάβαση από το μέταλλο βάσης στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη και στα δύο κράματα. Αυτό οφείλεται στην μεγέθυνση των κόκκων και στον πιθανό μικροδιαφορισμό των χημικών στοιχείων λόγω της επίδρασης της θερμοκρασίας κατά την συγκόλληση. Επιπλέον, κατά την μετάβαση στη ζώνη τήξης από την πλευρά του υπερκράματος νικελίου, η μέση τιμή της σκληρότητα ακολουθεί πτωτική τάση και παραμένει σχετικά σταθερή μέχρι την μετάβαση στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη του ανοξειδώτου χάλυβα όπου και μειώνεται. Η μέση τιμή της σκληρότητας είναι $193 \text{ HV} \pm 9,34$ και βρίσκεται ανάμεσα στις τιμές των σκληροτήτων των δύο κραμάτων.

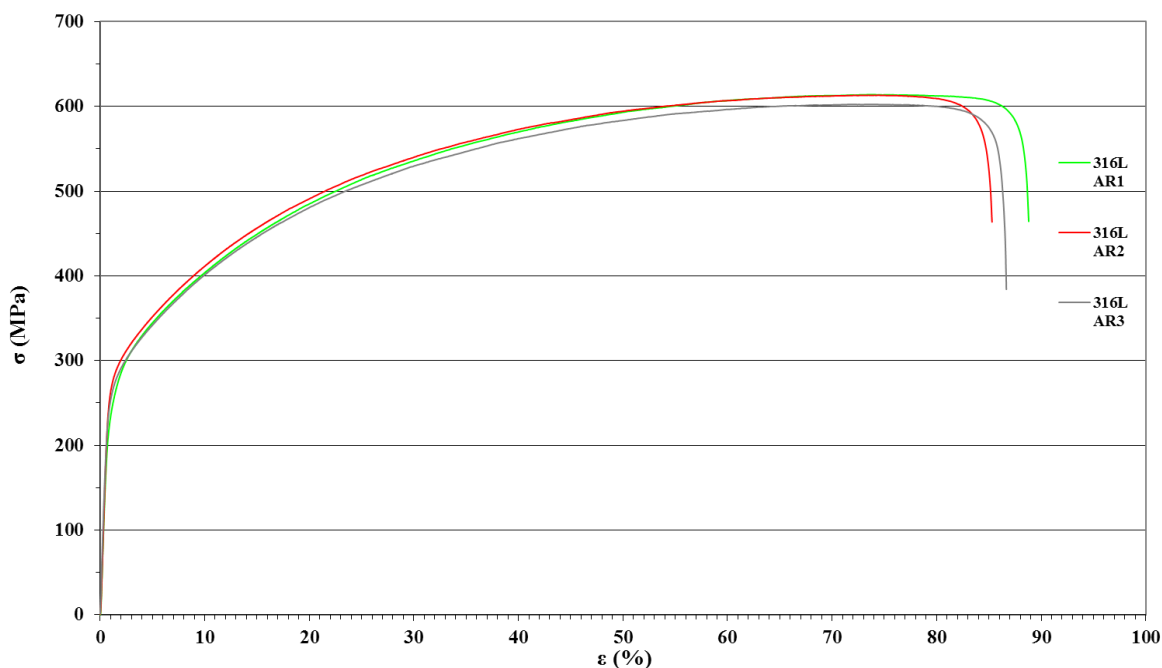
Όσον αφορά την συγκόλληση με την μέθοδο EBW, η σκληρότητα εμφανίζει πτωτική τάση κατά την μετάβαση από τα μέταλλα βάσης στις αντίστοιχες θερμικά επηρεασμένες ζώνες, οι οποίες όπως φαίνεται χαρακτηριστικά και στο διάγραμμα, εμφανίζουν περιορισμένο εύρος σε σχέση με τις αντίστοιχες της συγκόλλησης TIG. Επιπρόσθετα, η μετάβαση από την ΘΕΖ του υπερκράματος νικελίου στην ζώνη τήξης εμφανίζει χαμηλότερη τιμή σκληρότητας η οποία παραμένει σχετικά σταθερή μέχρι την ΘΕΖ του ανοξειδώτου χάλυβα, όπου και μειώνεται αισθητά.

Τέλος, η μέση τιμή της σκληρότητας ($186 \text{ HV} \pm 10,80$) στη ζώνη τήξης είναι χαμηλότερη από την αντίστοιχη της TIG λόγω της μικρότερης ποσοστιαίας συμμετοχής καρβιδίων αλλά και λόγω του μικροδιαφορισμού των διαφόρων στοιχείων, ο οποίος είναι εντονότερος στην μέθοδο EBW.

Όπως αναφέρθηκε παραπάνω (§4.1.4) οι δενδρίτες στην συγκόλληση με την μέθοδο EBW δεν παρουσιάζουν την ίδια χημική σύσταση από τα άκρα της ζώνης τήξης προς το κέντρο λόγω φαινομένων διαφορισμού, κυρίως Ni και Fe, εξαιτίας της ταχείας απόψυξης. Έτσι, μπορεί να δικαιολογηθεί η χαμηλότερη σκληρότητα αλλά και η ανομοιομορφία της ζώνης τήξης.

4.4. Δοκιμές Εφελκυστικής Καταπόνησης

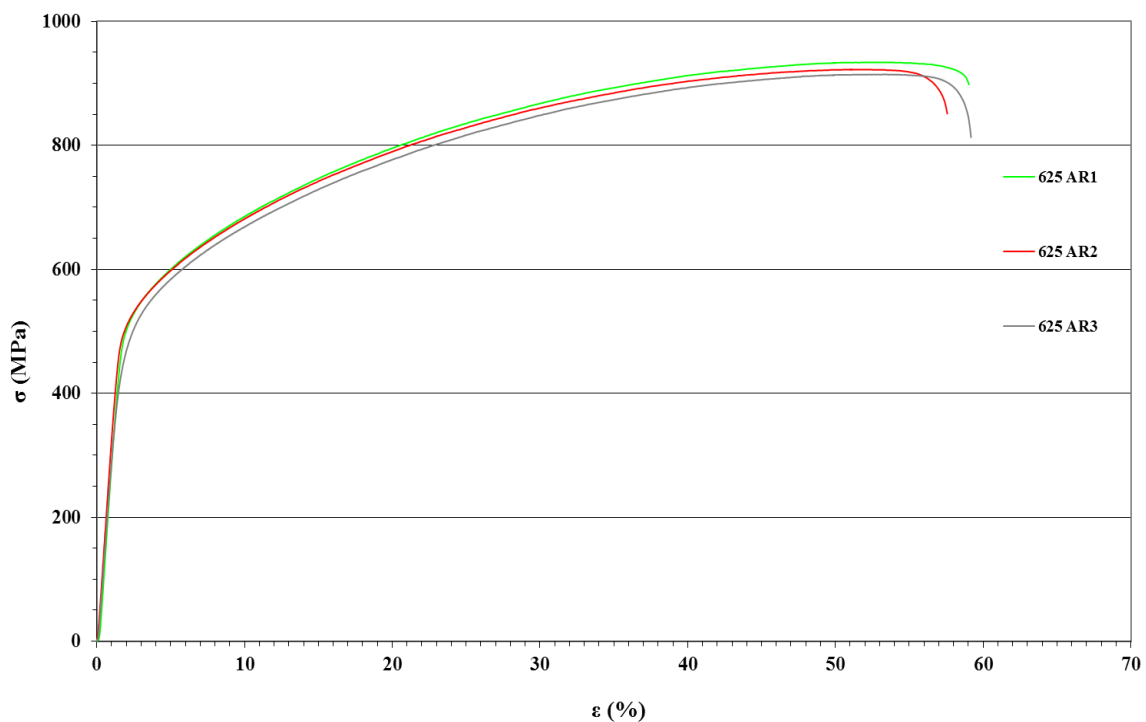
Παρακάτω παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της δοκιμής εφελκυσμού για τα as received δοκίμια και τα συγκολλημένα με τις μεθόδους TIG και EBW. Για κάθε δοκίμιο πραγματοποιήθηκαν 3 δοκιμές εφελκυσμού.



Εικόνα 37 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων ανοξείδωτου χάλυβα as received

Πίνακας 8 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων ανοξείδωτου χάλυβα as received

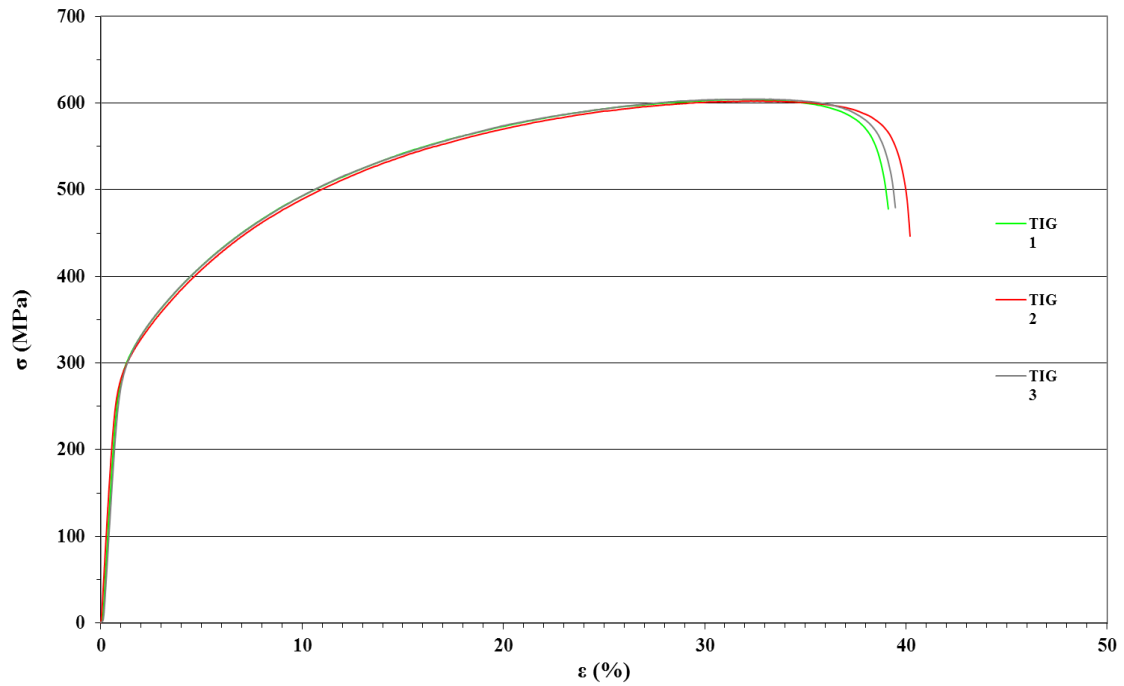
Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολκιμότητα (%)
264,66 ± 2,50	609,52 ± 6,72	86,94 ± 1,77



Εικόνα 38 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 δοκιμίων υπερκράματος νικελίου as received

Πίνακας 9 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων υπερκράματος νικελίου as received

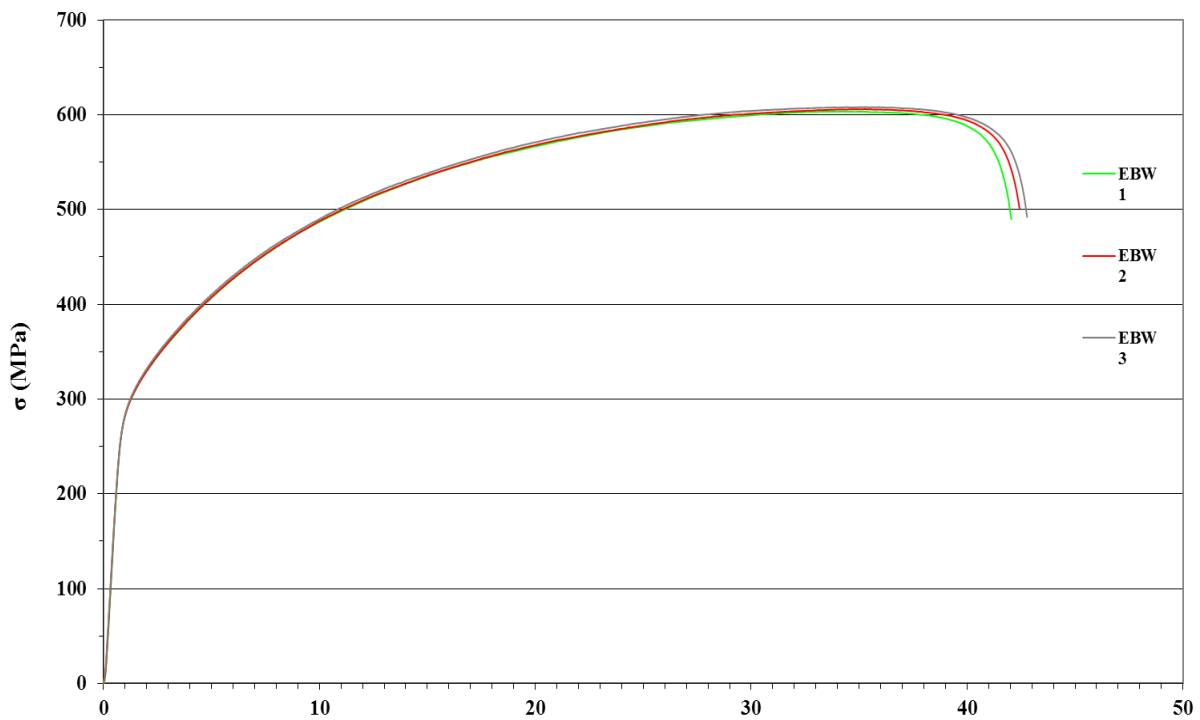
Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολικιότητα (%)
478,51 ± 7,20	923,28 ± 9,93	58,60 ± 0,89



Εικόνα 39 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 συγκολλημένων δοκιμίων με την μέθοδο TIG

Πίνακας 10 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων συγκόλλησης TIG

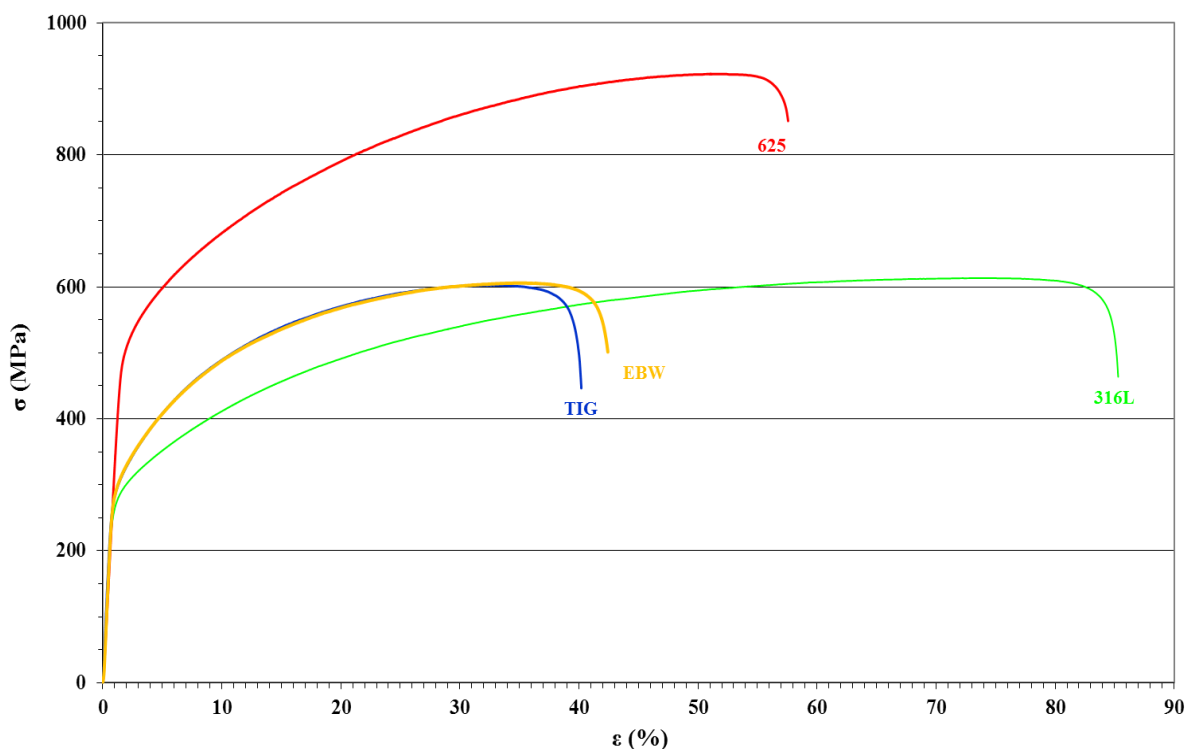
Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα (%)
265,33 ± 2,35	603,44 ± 1,09	39,6 ± 0,56



Εικόνα 40 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης 3 συγκολλημένων δοκιμίων με την μέθοδο EBW

Πίνακας 11 Μέση τιμή μηχανικών ιδιοτήτων συγκόλλησης EBW

Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (MPa)	Ολικιότητα (%)
264,72 ± 2,66	605,30 ± 2,26	42,41 ± 0,38



Εικόνα 41 Συγκριτικό διάγραμμα μηχανικής απόκρισης δοκιμίων

Από τα διαγράμματα μηχανικής απόκρισης των as received δοκιμίων παρατηρούμε πως το υπερκράμα νικελίου εμφανίζει υψηλότερο συμβατικό όριο διαρροής και όριο θραύσης από τον ανοξειδωτο χάλυβα, αλλά μικρότερη ολκιμότητα η οποία μετρήθηκε με βάση την ποσοστιαία επιμήκυνση.

Όσον αφορά τα συγκολλημένα δοκίμια και στα δύο είδη συγκολλήσεων η αστοχία επήλθε στο μέταλλο βάσης του ανοξειδωτου χάλυβα, ο οποίος παρουσίασε σημαντική πλαστική παραμόρφωση. Το όριο διαρροής και το όριο θραύσης των συγκολλημένων δοκιμίων είναι παρόμοια με τα αντίστοιχα του ανοξειδωτου χάλυβα, ενώ η ολκιμότητα εμφανίζεται σημαντικά μειωμένη και στις δύο συγκολλήσεις σε σχέση με τα as received δοκίμια.

Επιπλέον, η ολκιμότητα που εμφάνισαν τα συγκολλημένα δοκίμια με την μέθοδο TIG είναι μικρότερη συγκριτικά με την αντίστοιχη των δοκιμίων της EBW. Αυτό οφείλεται κυρίως στην παρουσία μεγαλύτερου κλάσματος όγκου καρβιδίων στις ενδοδενδριτικές και περιδενδριτικές περιοχές της συγκόλλησης TIG όπου εμποδίζεται η ολίσθηση των επιπέδων κατά την εφαρμογή μηχανικής τάσης.

Τέλος, η αστοχία στο μέταλλο βάσης του ανοξείδωτου χάλυβα και μακριά από την θερμικά επηρεασμένη ζώνη, θεωρείται ικανοποιητική όσον αφορά την ποιότητα της συγκόλλησης, καθώς αποδεικνύεται πως η μηχανική απόκρισή της είναι επιτυχής.

5. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην παρούσα διπλωματική εργασία έγινε μελέτη της συγκόλλησης υπερκράματος νικελίου Haynes 625 και ανοξείδωτου χάλυβα 316L. Για την συγκόλληση χρησιμοποιήθηκαν δύο διαφορετικές μέθοδοι. Η πρώτη αφορά την συγκόλληση με τη μέθοδο TIG και με μέταλλο προσθήκης κράμα παρόμοιας σύστασης με το 625. Η δεύτερη μέθοδος αφορά την αυτογενή συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων (EBW). Στόχος της εργασίας ήταν η μελέτη της μικροδομής και των μηχανικών ιδιοτήτων με σκοπό την σύγκριση των δύο μεθόδων.

Όσον αφορά την μελέτη της μικροδομής στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης αλλά και την ταυτοποίηση των φάσεων με την βοήθεια της περιθλασιμετρίας ακτίνων-X, οι συγκολλήσεις δεν εμφάνισαν καμία δυσμενή φάση και σε γενικά πλαίσια χαρακτηρίστηκαν άρτιες. Πιο συγκεκριμένα, όλες οι μικροδομές εμφάνισαν δενδρίτες ωστενιτικής φύσεως, όπου στην περίπτωση του EBW ήταν πιο εκλεπτυσμένοι και εμφάνιζαν έντονη μορφολογία cellular και columnar.

Στην περίπτωση της συγκόλλησης TIG, υπήρχε ομοιογένεια στην κατανομή των χημικών στοιχείων από τα άκρα της ζώνης τήξης προς το κέντρο της, ενώ οι περιδενδριτικές περιοχές εμφάνισαν μεγαλύτερο διαφορισμό Nb και Mo σε σχέση με τις ενδοδενδριτικές. Επιπλέον, υπήρξε κατακρήμνιση πλακοειδών και χονδρομερών καρβιδίων τύπου MC, τόσο περιδενδριτικά όσο και ενδοδενδριτικά, τα οποία ήταν πλούσια σε Nb και Mo. Όσον αφορά την θερμικά επηρεασμένη ζώνη του υπερκράματος νικελίου, παρατηρήθηκε μεγέθυνση κόκκων και αραίωση των δενδριτικών σχηματισμών με την παρουσία καρβιδίων MC, ενώ η χημική της σύσταση ήταν παρόμοια με την αντίστοιχη του μετάλλου βάσης. Αντίστοιχα, η ΘΕΖ του ανοξείδωτου χάλυβα παρουσίασε έντονη μεγέθυνση κόκκων ενώ η σύσταση της ήταν παρόμοια με εκείνη του μετάλλου βάσης.

Αντιθέτως, στην συγκόλληση EBW εμφανίστηκε έντονος διαφορισμός Ni και Fe, μεταξύ των άκρων της ζώνης τήξης. Αυτό οφείλεται κατά βάση στην ταχεία απόψυξη της μεθόδου που δεν επέτρεψε την ομοιόμορφη κατανομή των στοιχείων. Επιπρόσθετα, υπάρχει η υπόνοια παρουσίας καρβιδίων η οποία όμως δεν μπορούσε να επιβεβαιωθεί με τις παρούσες τεχνικές.

Με βάση την βιβλιογραφία, υπάρχει μεγάλη πιθανότητα να μην προκύψει κατακρήμνιση δευτερευουσών φάσεων κατά την συγκόλληση με EBW, καθώς τα στοιχεία όπως το Nb και το Mo παραμένουν στο στερεό διάλυμα λόγω της ταχείας απόψυξης. Τέλος, οι ΘΕΖ και των δύο κραμάτων ήταν λιγότερο διεγερμένες από τις αντίστοιχες της TIG, όπου υπήρξε απλή αραίωση δενδριτών.

Επιπλέον, με βάση τις μικροσκοπιομετρήσεις βρέθηκε πως η σκληρότητα της ζώνης τήξης είναι μικρότερη από το μέταλλο βάσης του υπερκράματος και μεγαλύτερη από τον ανοξείδωτο χάλυβα. Πιο συγκεκριμένα, η ζώνη τήξης της συγκόλλησης TIG εμφάνισε μεγαλύτερη σκληρότητα και ομοιογένεια από την αντίστοιχη της EBW. Αυτό οφείλεται στο μεγαλύτερο κλάσμα όγκου καρβιδίων αλλά και στην ομοιογενή κατανομή των χημικών στοιχείων στην ζώνη τήξης της μεθόδου TIG. Επιπρόσθετα, από τις δοκιμές εφελκυστικής καταπόνησης προέκυψε πως και οι δύο συγκολλήσεις αστόχησαν στο μέταλλο βάσης του ανοξείδωτου χάλυβα με αποτέλεσμα να χαρακτηριστεί αξιόπιστη η ζώνη τήξης των δύο συγκολλήσεων. Έτσι, το συμβατικό όριο διαρροής και το όριο θραύσης ήταν παρόμοια με εκείνα του ανοξείδωτου χάλυβα.

Απεναντίας, η ολκιμότητα ήταν αρκετά μικρότερη και στις δύο μεθόδους σε σχέση με την αντίστοιχη των μετάλλων βάσης. Ειδικότερα, η ολκιμότητα των δοκιμίων που συγκολλήθηκαν με την μέθοδο EBW ήταν μεγαλύτερη από την αντίστοιχη της TIG. Αυτό οφείλεται κυρίως στην απουσία μεγάλου κλάσματος όγκου καρβιδίων στις δενδριτικές περιοχές της συγκόλλησης με αποτέλεσμα να μην εμποδίζεται η ολίσθηση των επιπέδων κατά την εφαρμογή μηχανικής τάσης.

Συμπερασματικά, και οι δύο μέθοδοι επιφέρουν ικανοποιητικά αποτελέσματα στην συγκόλληση υπερκράματος νικελίου και ανοξείδωτου χάλυβα. Η μέθοδος EBW μπορεί να θεωρηθεί ιδανική για την συγκόλληση ανομοιογενών κραμάτων τέτοιου τύπου, λόγω του βελτιστοποιημένου συνδυασμού απόδοσης μέγιστης εφελκυστικής αντοχής σε θραύση, ορίου διαρροής και ολκιμότητας.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. M. Shakil, M. Ahmad, N.H Tariq et al, *Microstructure and hardness studies of electron beam welded Inconel 625 and stainless steel 304L*, Vacuum, Vol 110, pp. 121-126, Dec.2014
2. P. Mithilesh, D. Varun, Ajay Reddy Gopi Reddy et al, *Investigations on Dissimilar Weldments of Inconel 625 and AISI 304*, Procedia Engineering, Vol 75, pp. 66-70, 2014
3. H. Hanninem, P. Aaltonen, A. Brederholm et al., (2006), *Dissimilar metal weld joints and their performance in nuclear power plant and oil refinery conditions*, VTT: Finland
4. C. Sims, N. Stoloff, W. Hagel, (1987), *Superalloys II: High – Temperature Materials for Aerospace and Industrial Power*, New Jersey: John Wiley & Sons
5. M. Durand – Charre, (1997), *The Microstructures of Superalloys*, Florida: CRC Press
6. D. Devoll, (2014), Διπλωματική Εργασία: *Συγκόλληση Ανόμοιων Υπερκραμάτων Νικελίου και Κοβαλτίου – Μελέτη Μικροδομής και Μηχανικών Ιδιοτήτων*, Αθήνα: Σχολή Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών ΕΜΠ
7. Λεκάτου, Α. (2005), *Βιομηχανικά Κράματα*, Αθήνα: Παπασωτηρίου
8. Lippold, J. C. και Kotecki, D.J, (2005), *Welding Metallurgy and Weldability of Stainless Steels*, New Jersey: John Wiley & Sons, Inc
9. Reed, R. (2006), *The Superalloys – Fundamentals and Applications*, New York: Cambridge University Press
10. ASM Specialty Handbook, *Heat – Resistant Materials*, ASM International
11. Κυριακοπούλου Ε., (2009), Διπλωματική Εργασία: *Σχέσεις μικροδομής και μηχανικών ιδιοτήτων σε υπερκράματα νικελίου*, Αθήνα: Σχολή Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών ΕΜΠ
12. Χρυσουλάκης, Γ. και Παντελής, Δ. (2008), *Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών*, Αθήνα: Παπασωτηρίου
13. International Nickel Study Group, (2013), *Nickel – Based Super Alloy*, INSG Secretarian Briefing Paper
14. L. Bonavigo, M. De Salve, (2011), *Issues for Nuclear Power Plants Steam Generators*, Italy: Politecnico di Torino

15. F. Pyczak, B. Devrient, F.C Neuner, H. Mughrabi, *The influence of different alloying elements on the development of the γ/γ' microstructure of nickel – base superalloys during high – temperature annealing deformation*, Acta Materialia, Vol. 53, pp. 3879 – 3891, Aug. 2005
16. T. Grosdidier, A. Hazotte, A. Simon, *Precipitation and dissolution processes in γ/γ' single crystal nickel – based superalloys*, Materials Science and Engineering, Vol. 256, pp. 183-196, Nov. 1998
17. A. Plati, (2003), Dissertation: *Modelling of γ' Precipitation in Superalloys*, University of Cambridge
18. X. Xing, X. Di, B. Wang, *The effect of post-weld heat treatment temperature on the microstructure of Inconel 625 deposited metal*, Journal of Alloys and Compounds, Vol.593, pp. 110-116, 2014
19. Cleiton Carvalho Silva, Helio Cordeiro de Miranda et al, *New insight on the solidification path of an alloy 625 weld overlay*, Journal of Materials Research and Technology, pp.228-237, 2013
20. Sindo Kou, (2003), *Welding Metallurgy*, New Jersey: John Wiley & Sons
21. R.G. Thompson et al, (1993), *ASM Handbook: Welding, Brazing, and Soldering*, ASM International
22. K. Devendranath Ramkumar, P. Prabakaran et al, *Influence of filler metals and welding techniques on the structure – property relationships of Inconel 718 and -AISI 316L dissimilar weldments*, Materials and Design, Vol.62, pp. 175-188, 2014
23. M.B.Henderson, D.Arrel et Al, *Nickel based superalloy welding practices for industrial gas turbine application*, Science and Technology of Welding & Joining, Vol.9, pp.13-21, 2004
24. H.L. Eiselstein, D.J. Tillack, (1991), *The Invention and Definition of Alloy 625*, Huntington: Inco Alloys International
25. Sedricks, J.A. (1996), *Corrosion of Stainless steels*, New York: John Wiley & Sons, Inc
26. Πρίντεζης Α. (2013), Διπλωματική Εργασία: *Μελέτη των μετασχηματισμών φάσεων και μηχανικών ιδιοτήτων χάλυβα τύπου AISI 310 και των συγκολλήσεων του*, Αθήνα: Σχολή Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών ΕΜΠ
27. AK Steel, (2007), *Product Data Sheet 316/316L Stainless steel*
28. M.F Ashby, Smidman M., (2010), *Materials for Nuclear Power Systems*, Cambridge: Granta

29. H.P. Qu, Y.P. Lang et al (2011), *The effect of precipitation on microstructure, mechanic properties and corrosion resistance of two UNS S44660 ferritic stainless steels*, Elsevier, 436 – 445
30. Duyl D. et al (1991), *Heat Treating*, ASM Handbook
31. L. Tan, Y. Yang , *In situ phase transformation of Laves phase from chi-phase in Mo-containing Fe-CR-NI alloys*, Materials Letter, June 2015
32. YU Zhu – huan, LIU L in et al, *Effect of solidification rate on MC-type carbide morphology in single crystal Ni-base superalloy AM3*, Science Direct, Vol.20, pp.1835 – 1840, 2010