ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ ΣΕ ΧΑΛΥΒΕΣ TRIP

Σταθάκης Ευστάθιος

Διπλωματική Εργασία

Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γ. Φούρλαρης



ΑΘΗΝΑ

ΜΑΡΤΙΟΣ 2015

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ

ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ ΣΕ ΧΑΛΥΒΕΣ TRIP

Σταθάκης Ευστάθιος

Διπλωματική Εργασία

Τριμελής Επιτροπή:

1. **Γ. Φούρλαρης (Επιβλέπων)**
2. **Α. Τσετσέκου**
3. **Σ. Παπαευθυμίου**

ΑΘΗΝΑ

ΜΑΡΤΙΟΣ 2015

Περιεχόμενα

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ 8

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ ΕΙΚΟΝΩΝ 9

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ ΠΙΝΑΚΩΝ 16

ΠΕΡΙΛΗΨΗ 18

1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ 20

1.1 Χάλυβες αυτοκινητοβιομηχανίας 20

1.1.1 Χάλυβες Χαμηλής Αντοχής (Low Strength Steels) 22

1.1.2 Συμβατικοί Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (Conventional High Strength Steels) 23

1.1.3 Προηγμένοι Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (Advanced High Strength Steels) 25

1.1.4 Χάλυβες Υψηλότερης Αντοχής (Higher Strength Steels) 26

2 ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ 29

3 ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ 30

3.1 Διαδικασία Παραγωγής χάλυβα TRIP 31

3.1.1 Ενδοκρίσιμη Ανόπτηση (Intercritical Anneal) 33

3.1.2 Ισοθερμοκρασιακός Μπαινιτικός Μετασχηματισμός (Isothermal Bainitic Transformation) 36

3.1.3 Απόψυξη ως την θερμοκρασία περιβάλλοντος 38

3.2 Επίδραση κραματικών στοιχείων 38

3.2.1 Άνθρακας (C) 40

3.2.2 Μαγγάνιο (Mn) 40

3.2.3 Πυρίτιο (Si) 41

3.2.4 Άλλα κραματικές προσθήκες 43

3.3 Φυσική Μεταλλουργία Χάλυβα TRIP 48

3.3.1 Ωστενίτης 48

3.3.2 Σταθεροποίηση του Ωστενίτη (Austenite stability) 49

3.3.3 Φερρίτης 51

3.3.4 Μπαινίτης 53

3.3.5 Μαρτενσίτης 59

4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ 62

4.1 Χαρακτηριστικά Υλικού 62

4.2 Προετοιμασία δοκιμίων 62
4.2.1 Κοπή 62
4.2.2 Θερμικές κατεργασίες 64
4.2.3 Εγκιβωτισμός 65
4.2.4 Λείανση 65
4.2.5 Στίλβωση 66
4.2.6 Χημική Προσβολή 66
4.2.7 Ονομασία Δοκιμίων 67
4.3 Μέθοδοι εξέτασης της μικροδομής 67
4.3.1 Οπτικό Μικροσκόπιο (Light Optical Microscope, LOM) 67
4.3.2 Ανάλυση με περίθλαση ακτίνων – X (XRD) 67
4.3.3 Ανάλυση με Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM) 70
4.3.4 Μικροανάλυση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (EDS, X Ray Microanalysis) 73
4.4 Μέθοδοι Μέτρησης των Μηχανικών Ιδιοτήτων 73
4.4.1 Δοκιμή σκληρότητας 73
5 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ 75
5.1 Εξέταση της μικροδομής 75
5.1.1 Δοκίμιο Αναφοράς D 75
5.1.2 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 ^{o}C 80
5.1.2.1 Δοκίμιο A1 (350 ^{o}C - 1 min) 80
5.1.2.2 Δοκίμιο A2 (350 ^{o}C - 3 min) 84
5.1.2.3 Δοκίμιο A3 (350 ^{o}C - 30 min) 88
5.1.2.4 Δοκίμιο A4 (350 ^{o}C - 60 min) 93
5.1.2.5 Δοκίμιο A5 (350 ^{o}C - 180 min) 97
5.1.3 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 ^{o}C 100
5.1.3.1 Δοκίμιο B1 (350 ^{o}C - 1min) 100
5.1.3.2 Δοκίμιο B2 (350 ^{o}C - 3 min) 104
5.1.3.3 Δοκίμιο B3 (350 ^{o}C - 30 min) 108
5.1.3.4 Δοκίμιο B4 (350 ^{o}C - 60 min) 112
5.1.3.5 Δοκίμιο B5 (350 ^{o}C - 180 min) 116
5.1.4 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 ^{o}C 120
5.1.4.1 Δοκίμιο C1 (350 ^{o}C - 1 min) 120

5.1.4.2 Δοκίμιο C2 (350 ^{o}C - 3 min) 124
5.1.4.3 Δοκίμιο C3 (350 ^{o}C - 30 min) 128
5.1.4.4 Δοκίμιο C4 (350 ^{o}C - 60 min) 132
5.1.4.5 Δοκίμιο C5 (350 ^{o}C - 180 min) 137
5.2 Μηχανικές Ιδιότητες 141
6 ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ 147
6.1 Αποτελέσματα περίθλασης ακτίνων Χ 147
6.2 Αποτελέσματα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM) 148
6.3 Αποτελέσματα σκληρομέτρησης 149
6.4 Επίδραση θερμοκρασίας ενδοκρίσιμης ανόπτησης στην τελική μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες 150
6.5 Επίδραση του χρόνου παραμονής στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού στην τελική μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες 151
6.5.1 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 ^{o}C 151
6.5.2 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 ^{o}C 153
6.5.3 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 ^{o}C 155
7 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ 159
8 Προτάσεις για συνέχιση της έρευνας 161
9 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ - ΑΝΑΦΟΡΕΣ 162

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Αρχικά θα ήθελα να ευχαριστήσω ιδιαιτέρως θερμά των επιβλέποντα καθηγητή μου, κ. Γεώργιο Φούρλαρη ο οποίος με βοήθησε καθοριστικά με τις συμβουλές και τις υποδείξεις του και αφοσιώθηκε σημαντικά στην επίβλεψη της προόδου της παρούσας εργασίας. Στην αφοσίωση αυτή οφείλω να αποδώσω τόσο την ποιότητα της παρούσας διπλωματικής εργασίας όσο και την συντόμευση του χρόνου εκπόνησής της.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τους διδακτορικούς φοιτητές Μαρία Γεωργίου και Σταύρο Δεληγιάννη για τον χειρισμό του SEM και το ενδιαφέρον τους για όποιο άλλο πρόβλημα ανέκυψε κατά καιρούς, στα διάφορα κρίσιμα στάδια για την εκπόνηση της εργασίας.

Ευχαριστώ τον κ. Πέτρο Τσακιρίδη για τη βοήθειά του στην διεξαγωγή αποτελεσμάτων με την τεχνική του XRD και στον χειρισμό των φούρνων του εργαστηρίου και για την γενικότερη βοήθεια που μου προσέφερε απλόχερα όποτε την χρειάστηκα.

Ευχαριστώ τον κ. Γιάννη Χαρλαμπίτα για την αδιάκοπη προθυμία του να βοηθήσει σε θέματα λειτουργίας του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας.

Ευχαριστώ όλους τους προπτυχιακούς και μεταπτυχιακούς φοιτητές του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας για την κατά καιρούς βοήθειά τους και για την συνδρομή τους στην αρμονική λειτουργία του εργαστηρίου.

Ευχαριστώ όλους τους παραπάνω για την ανιδιοτελή τους προσφορά που υπερέβη τις τυπικές τους αρμοδιότητές.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ ΕΙΚΟΝΩΝ

Εικόνα 1. Σημεία του αμαξώματος που χρησιμοποιούνται χάλυβες διαφόρων κατηγοριών αλλά και άλλα υλικά 21
Εικόνα 2. Κατηγορίες χαλύβων αυτοκινητοβιομηχανίας 22
Εικόνα 3. Σκελετός αμαξώματος του μοντέλου Volvo S60. 31
Εικόνα 4. Διαδικασία παραγωγής ενός τυπικού χάλυβα TRIP ψυχρής έλασης. 32
Εικόνα 5. Διαδικασία παραγωγής ενός τυπικού χάλυβα TRIP θερμής ελάσης. 33
Εικόνα 6. Επίδραση της ενδοκρίσιμης ανόπτησης σε χάλυβα TRIP 36
Εικόνα 7. Σχηματική αναπαράσταση της εξέλιξης του μετασχηματισμού. 37
Εικόνα 8. Επίδραση των κραματικών στοιχείων. 39
Εικόνα 9. Επίδραση κραματικών στοιχείων στο ποσοστό του υπολειπόμενου ωστενίτη .. 42
Εικόνα 10. Μικρογραφία Sem στην οποία φαίνονται οι διάφορες μορφολογίες του φερρίτη στους χάλυβες TRIP 51
Εικόνα 11. Επίδραση του κλάσματος όγκου του μπαινίτη σε χάλυβα TRIP κατά τη διάρκεια του ισοθερμοκρασιακού μπαινιτικού μετασχηματισμού 55
Εικόνα 12. Σχηματική αναπαράσταση της μικροδομής του μπαινίτη. 56
Εικόνα 13. Σχηματική αναπαράσταση της μορφολογίας του ανώτερου και κατώτερου μπαινίτη. 58
Εικόνα 14. Μικρογραφία SEM από χάλυβα TRIP C-Mn-Si στην οποία φαίνονται τα μικρογραφικά χαρακτηριστικά των φάσεων. 61
Εικόνα 15. Μηχανή κοπής δοκιμίων, Struers Discotom 63
Εικόνα 16. Θερμικοί κύκλοι δοκιμίων χάλυβα TRIP 64
Εικόνα 17. Σχηματική απεικόνιση της λειτουργίας του περιθλασίμετρου ακτίνων Χ. 68
Εικόνα 18. Περιθλασίμετρο D8 Focus Bruker. 69
Εικόνα 19. Σχηματική απεικόνιση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης 70
Εικόνα 20. Διάταξη της πυραμίδας του σκληρόμετρου για μέτρηση Vickers 74
Εικόνα 21. Διάγραμμα XRD δοκιμίου αναφοράς D. 76
Εικόνα 22. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x500. 76
Εικόνα 23. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x1000. 77
Εικόνα 24. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x1000. 77

Εικόνα 25. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x2000. Διακρίνεται η χαρακτηριστική δομή του περλίτη. 78
Εικόνα 26. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου D. 78
Εικόνα 27. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε περλιτική δομή. 79
Εικόνα 28. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο. 79
Εικόνα 29. Διάγραμμα XRD δοκιμίου A1 80
Εικόνα 30. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A1 με μεγέθυνση x500. 81
Εικόνα 31. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A1 με μεγέθυνση x1000. 81
Εικόνα 32. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A1 με μεγέθυνση x2000. 82
Εικόνα 33. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A1 με μεγέθυνση x3000. 82
Εικόνα 34. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A1. 83
Εικόνα 35. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A1. 83
Εικόνα 36. Διάγραμμα XRD δοκιμίου A2. 84
Εικόνα 37. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A2 με μεγέθυνση x500. 85
Εικόνα 38. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A2 με μεγέθυνση x1000. 85
Εικόνα 39. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A2 με μεγέθυνση x2000. 86
Εικόνα 40. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A2 με μεγέθυνση x3000. 86
Εικόνα 41. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A2. 87
Εικόνα 42. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μπαινιτικό κόκκο του δοκιμίου A2. 87
Εικόνα 43. Διάγραμμα XRD δοκιμίου A3. 88
Εικόνα 44. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A3 με μεγέθυνση x500. 89
Εικόνα 45. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A3 με μεγέθυνση x1000. 89
Εικόνα 46. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A3 με μεγέθυνση x2000. 90

Εικόνα 47. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A3 με μεγέθυνση x3000. 90
Εικόνα 48. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A3. 91
Εικόνα 49. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A3. 91
Εικόνα 50. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε ωστενιτικό κόκκο. 92
Εικόνα 51. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε κενό του υλικού (σημειακή ατέλεια). 92
Εικόνα 52. Διάγραμμα XRD δοκιμίου A4. 93
Εικόνα 53. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A4 με μεγέθυνση x500. 94
Εικόνα 54. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A4 με μεγέθυνση x1000. 94
Εικόνα 55. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A4 με μεγέθυνση x2000. 95
Εικόνα 56. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου A4. 95
Εικόνα 57. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A4. 96
Εικόνα 58. Διάγραμμα XRD δοκιμίου A5. 97
Εικόνα 59. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A5 με μεγέθυνση x500. 98
Εικόνα 60. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A5 με μεγέθυνση x1000. 98
Εικόνα 61. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου A5 με μεγέθυνση x2000. 99
Εικόνα 62. Γράφημα XRD δοκιμίου B1. 100
Εικόνα 63. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B1 με μεγέθυνση x500. 101
Εικόνα 64. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B1 με μεγέθυνση x1000. 101
Εικόνα 65. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B1 με μεγέθυνση x2000. 102
Εικόνα 66. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B1 με μεγέθυνση x3000. 102
Εικόνα 67. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B1..... 103
Εικόνα 68. Γράφημα XRD δοκιμίου B2. 104

Εικόνα 69. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x500. 105
Εικόνα 70. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x1000. 105
Εικόνα 71. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x2000. 106
Εικόνα 72. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x3000. 106
Εικόνα 73. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου Β2..... 107
Εικόνα 74. Γράφημα XRD δοκιμίου Β3. 108
Εικόνα 75. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x500. 109
Εικόνα 76. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x1000. 109
Εικόνα 77. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x2000. 110
Εικόνα 78. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x3000. 110
Εικόνα 79. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β3..... 111
Εικόνα 80. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου Β3..... 111
Εικόνα 81. Γράφημα XRD δοκιμίου Β4. 112
Εικόνα 82. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x500. 113
Εικόνα 83. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x1000. 113
Εικόνα 84. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x2000. 114
Εικόνα 85. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x3000. 114
Εικόνα 86. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β4..... 115
Εικόνα 87. Γράφημα XRD δοκιμίου Β5. 116
Εικόνα 88. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β5 με μεγέθυνση x500. 117

Εικόνα 89. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B5 με μεγέθυνση x1000. 117
Εικόνα 90. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B5 με μεγέθυνση x2000. 118
Εικόνα 91. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου B5 με μεγέθυνση x3000. 118
Εικόνα 92. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B5. 119
Εικόνα 93. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C1. 120
Εικόνα 94. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x500. 121
Εικόνα 95. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x1000. 121
Εικόνα 96. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x2000. 122
Εικόνα 97. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x3000. 122
Εικόνα 98. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C1. 123
Εικόνα 99. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C1. ... 123
Εικόνα 100. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C1. 123
Εικόνα 101. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C2. 124
Εικόνα 102. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x500. 125
Εικόνα 103. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x1000. 125
Εικόνα 104. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x2000. 126
Εικόνα 105. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C2. 126
Εικόνα 106. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C2. 127
Εικόνα 107. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C2. . 127
Εικόνα 108. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C3 128
Εικόνα 109. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x500. 129
Εικόνα 110. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x1000. 129

Εικόνα 111. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x2000. 130
Εικόνα 112. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x3000. 130
Εικόνα 113. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C3. 131
Εικόνα 114. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C4. 132
Εικόνα 115. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x1000. 133
Εικόνα 116. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x2000. 133
Εικόνα 117. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x3000. 134
Εικόνα 118. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x3000. 134
Εικόνα 119. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C4. 135
Εικόνα 120. Μικροανάλυση (EDS) ενδοκρίσιμου φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 135
Εικόνα 121. Μικροανάλυση (EDS) ωστενιτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 135
Εικόνα 122. Μικροανάλυση (EDS) μπαινιτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 136
Εικόνα 123. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C5. 137
Εικόνα 124. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x500. 138
Εικόνα 125. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x1000. 138
Εικόνα 126. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x2000. 139
Εικόνα 127. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C5. 139
Εικόνα 128. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C5. 140
Εικόνα 129. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 775 ^{o}C. 142
Εικόνα 130. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 725 ^{o}C. 142
Εικόνα 131. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 825 ^{o}C. 143
Εικόνα 132. Συγκριτικό διάγραμμα σκληροτήτων. 144

Εικόνα 133. Καμπύλες σχέσης σκληρότητας - ορίου διαρροής. [134] 144
Εικόνα 134. Καμπύλες σχέσης σκληρότητας - ορίου θραύσης. [134] 145
Εικόνα 135. Δοκίμιο A1 Εικόνα 136. Δοκίμιο B1 150
Εικόνα 137. Δοκίμιο C1 150
Εικόνα 138. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια A1, A2, A3, A4 και A5. 152
Εικόνα 139. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια B1, B2, B3, B4 και B5. 154
Εικόνα 140. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια C1, C2, C3, C4 και C5. 156

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 1. Χημική Σύσταση κ.β.% χάλυβα TRIP 62
Πίνακας 2. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου D. 78
Πίνακας 3. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε περλιτική δομή. 79
Πίνακας 4. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο. 79
Πίνακας 5. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A1. 83
Πίνακας 6. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A1. 83
Πίνακας 7. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A2. 87
Πίνακας 8. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μπαινιτικό κόκκο του δοκιμίου A2. 87
Πίνακας 9. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου A3. 91
Πίνακας 10. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A3. 91
Πίνακας 11. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε ωστενιτικό κόκκο. 92
Πίνακας 12. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε κενό του υλικού (σημειακή ατέλεια). 92
Πίνακας 13. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου A4. 95
Πίνακας 14. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου A4. 96
Πίνακας 15. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B1. 103
Πίνακας 16. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου B2. 107
Πίνακας 17. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B3. 111
Πίνακας 18. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου B3. 111
Πίνακας 19. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B4. 115
Πίνακας 20. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου B5. 119
Πίνακας 21. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C1. 123
Πίνακας 22. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C1.. 123
Πίνακας 23. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C1. 123
Πίνακας 24. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C2. 126
Πίνακας 25. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C2. 127
Πίνακας 26. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C2.. 127
Πίνακας 27. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C3. 131
Πίνακας 28. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C4..... 135
Πίνακας 29. Μικροανάλυση (EDS) ενδοκρίσιμου φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 135
Πίνακας 30. Μικροανάλυση (EDS) ωστενιτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 135
Πίνακας 31. Μικροανάλυση (EDS) μπαινιτικού κόκκου του δοκιμίου C4. 136
Πίνακας 32. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C5..... 139

Πίνακας 33. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C5. 140
Πίνακας 34. Μέσος όρος και τυπική απόκλιση σκληρότητας όλων των δοκιμίων 141
Πίνακας 35. Όρια διαρροής και θραύσης σε σχέση με την σκληρότητα των δοκιμίων ... 146

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η εργασία αυτή έχει ως αντικείμενο την συσχέτιση της μικροδομής με τις μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων αυτοκινητοβιομηχανίας TRIP 800 με στοιχεία κραμάτωσης Mn-Si με στόχο την μελέτη των επιπτώσεων του ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού του ωστενίτη, σε διαφορετικούς χρόνους βαφής για ίδιες ανά χρόνους θερμοκρασίες. Η αξιολόγηση και η ερμήνευση των αποτελεσμάτων αυτής της μελέτης έγινε βάσει σύγχρονων θεωριών και ιδεών που αναφέρονται στην βαφή των χαλύβων για τους χάλυβες TRIP.

Τα δοκίμια του χάλυβα TRIP υπέστησαν θερμικές κατεργασίες σύμφωνα με την παρακάτω διαδικασία, αρχικά ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725, 775 και 825 °C για 15 λεπτά, στην συνέχεια ισοθερμοκρασιακή βαφή στους 350 °C για 1, 3, 30, 60 και 180 λεπτά ανά θερμοκρασία και τέλος βαφή σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Αυτές οι συνθήκες είχαν ως αποτέλεσμα την αλλαγή της μικροδομής αλλά και των μηχανικών ιδιοτήτων οι οποίες μετρήθηκαν με δοκιμές σκληρότητας.

Για τη μελέτη της μικροδομής των δοκιμίων έγινε χρήση ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (Scanning Electron Microscopy – SEM) καθώς και περιθλασίμετρου ακτίνων Χ (X-Ray Diffraction – XRD). Οι σκληρομετρήσεις έγιναν σε σκληρόμετρο τύπου Vickers, σε φορτίο 98 N, σταθερά για όλα τα δοκίμια.

Τα αποτελέσματα και οι παρατηρήσεις που διεξήχθησαν είναι σύμφωνα με μελέτες που έχουν πραγματοποιηθεί σε αντίστοιχους χάλυβες στο πρόσφατο παρελθόν. Η αύξηση της θερμοκρασίας ενδοκρίσιμης ανόπτησης αυξάνει το κλάσμα όγκου του ωστενίτη και την σταθερότητα του. Ο μπαινιτικός μετασχηματισμός ξεκινά από τα πρώτα λεπτά, με πολύ αργό ρυθμό, της ισοθερμοκρασιακής βαφής του δοκιμίου και προχωρά όσο αυξάνεται ο χρόνος παραμονής. Αντίθετα ο υπολειπόμενος ωστενίτης ενώ αρχικά αυξάνεται το κλάσμα όγκου του με αύξηση της διάρκειας παραμονής στην μπαινιτική περιοχή, στην συνέχεια μειώνεται.

Η σκληρότητα των δοκιμίων επηρεάζεται από την θερμοκρασία ανόπτησης. Μεγαλύτερη θερμοκρασία συνεπάγεται με μεγαλύτερες τιμές σκληρότητας. Επίσης η αύξηση της διάρκειας παραμονής στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού αυξάνει την σκληρότητα των δοκιμίων.

Η μελέτη αυτή οδήγησε στην πληρέστερη κατανόηση των επιπτώσεων στις μηχανικές ιδιότητες του χάλυβα TRIP μέσω των διαφόρων θερμικών κατεργασιών που πραγματοποιήθηκαν.

1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ

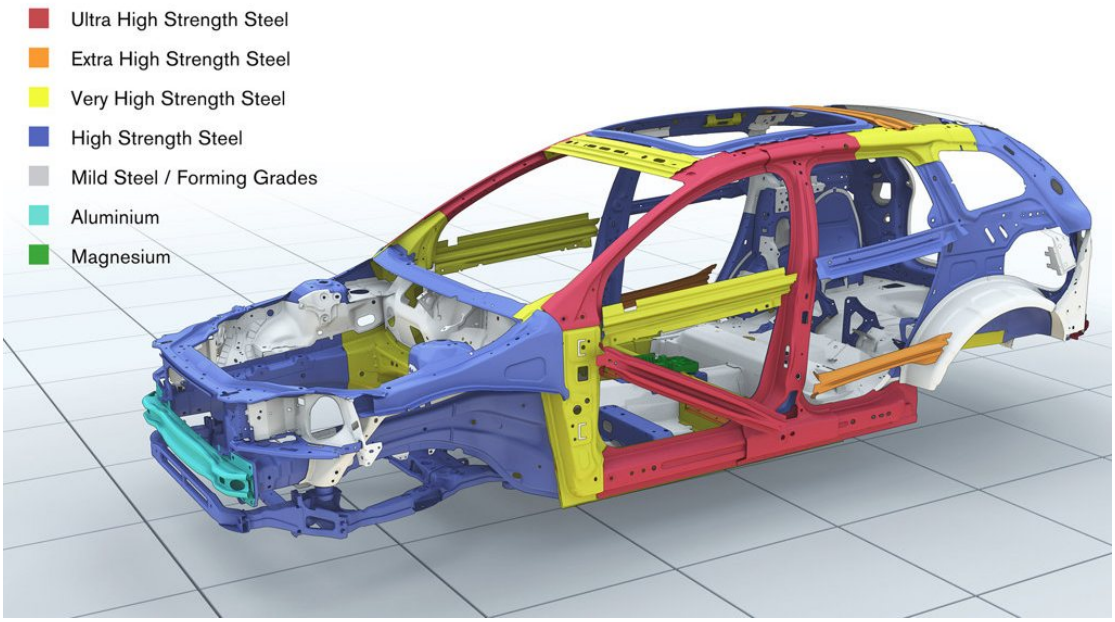
Η κρίση του πετρελαίου την δεκαετία του 1970 ανάγκασε την αυτοκινητοβιομηχανία να αναζητήσει νέους τρόπους δημιουργίας ελαφρύτερων οχημάτων ώστε να μειωθεί η κατανάλωση καυσίμου. Αυτή η κατάσταση ανάγκασε τις βιομηχανίες χάλυβα να δημιουργήσουν προηγμένα κράματα με αυξημένη αντοχή σε θραύση, ολκιμότητα και διαμορφωσιμότητα σε σχέση με τους έως τότε χρησιμοποιούμενους τύπους χάλυβα [2,3,4]. Ένα από τα κύρια χαρακτηριστικά που κάνει το χάλυβα εξαιρετικό υλικό για την αυτοκινητοβιομηχανία είναι η αυξημένη αντοχή σε κόπωση που παρουσιάζει το συγκεκριμένο υλικό σε σχέση με άλλα. Στις μέρες μας βελτιώνοντας τις ιδιότητες των χαλύβων πετυχαίνουμε τη μείωση του συνολικού βάρους των χαλύβδινων στοιχείων του οχήματος χωρίς να επηρεάζεται η εμφάνιση. Επίσης η αύξηση των μηχανικών ιδιοτήτων, η καλύτερη διαμορφωσιμότητα, η μεγάλη ενεργειακή απορρόφηση και η αντοχή στη διάβρωση είναι κάποια χαρακτηριστικά που ενισχύουν την παρουσία του χάλυβα στα αυτοκίνητα. Σε συνδυασμό με το γεγονός ότι η διαδικασία παραγωγής των Χαλύβων Αυξημένης Αντοχής (HSS) είναι παρόμοια με των κοινών χαλύβων χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα καθιστά τους χάλυβες αυτούς αρκετά ελκυστικούς εφόσον μειώνεται το τελικό κόστος παραγωγής αυξάνοντας παράλληλα την παραγωγικότητα με την χρήση λιγότερου υλικού στο τελικό προϊόν [4].

1.1 Χάλυβες αυτοκινητοβιομηχανίας

Το 55% της συνολικής μάζας του αυτοκινήτου αποτελείται από χάλυβες. Από το ποσοστό αυτό το 50% των χαλύβων που χρησιμοποιούνται ανήκουν στην κατηγορία High-strength steels (χάλυβες πολύ υψηλής αντοχής σε θραύση). Για παράδειγμα η εταιρεία Volvo στα μοντέλα της μετά το 2007 χρησιμοποιεί HSS (Χάλυβες Υψηλής Αντοχής) σε ποσοστό 27% της συνολικής μάζας του οχήματος. Ο λόγος για τον οποίο συμβαίνει αυτό είναι διότι με την χρησιμοποίηση τέτοιου τύπου χαλύβων έχει μετρηθεί μείωση στην κατανάλωση καυσίμου της τάξης του 50% εξαιτίας της μείωσης του συνολικού βάρους του οχήματος, χωρίς να επηρεάζεται η παθητική ασφάλεια των επιβατών.

Οι χάλυβες που χρησιμοποιούνται στην αυτοκινητοβιομηχανία χωρίζονται στην βιβλιογραφία με διάφορους τρόπους. Από όλους αυτούς επιλέξαμε να αναπτύξουμε τους δύο πιο βασικούς οι οποίοι είναι και οι πιο ευρύτερα χρησιμοποιούμενοι. Ο πρώτος περιλαμβάνει τους Χάλυβες Χαμηλής Αντοχής (Low Strength Steels), τους τυπικούς

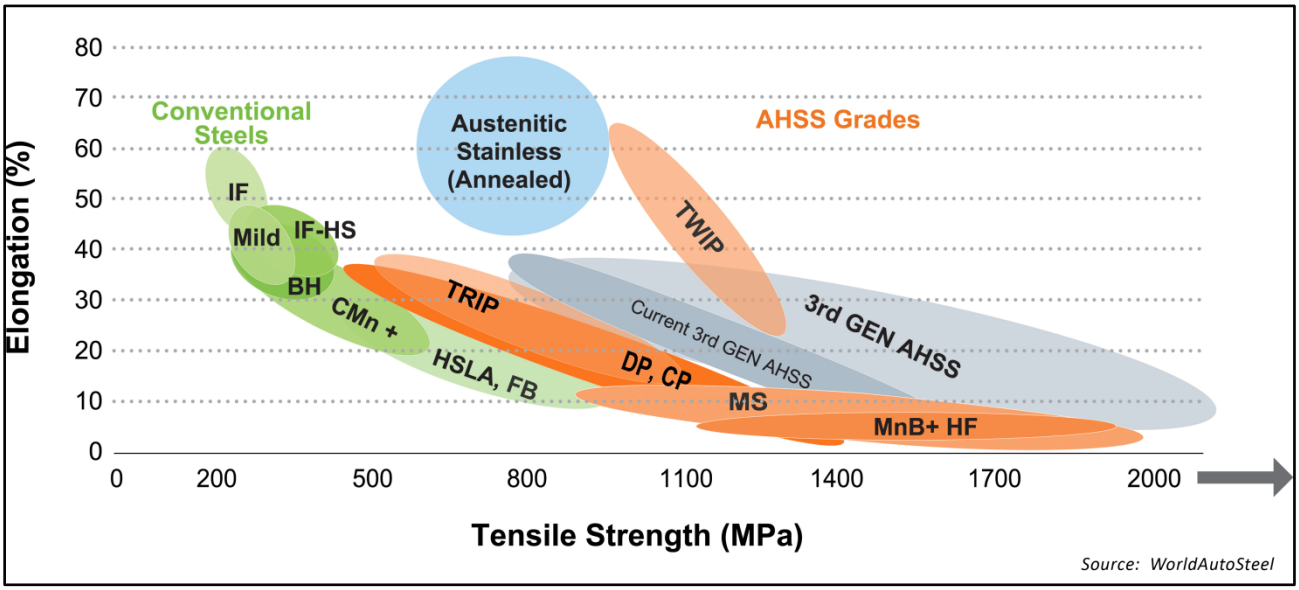
Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (conventional HSS), τους πιο εξελιγμένους τύπους χάλυβα δηλαδή τους Προηγμένους Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (AHSS) και τους Χάλυβες Υψηλότερης Αντοχής (Higher Strength Steels). Στην εικόνα 1 που ακολουθεί παρουσιάζονται τα κυριότερα μέρη του αυτοκινήτου στα οποία χρησιμοποιούνται χάλυβες των διαφόρων κατηγοριών.



Εικόνα 1. Σημεία του αμαξώματος που χρησιμοποιούνται χάλυβες διαφόρων κατηγοριών αλλά και άλλα υλικά [47]

Ο δεύτερος τρόπος διαχωρισμού που ενδιαφέρει ιδιαίτερα τους σχεδιαστές των τμημάτων είναι ο μεταλλουργικός τρόπος δηλαδή με βάση τα μεταλλουργικά χαρακτηριστικά του κάθε υλικού. Έτσι κάθε χάλυβας κατανέμεται με βάση το όριο διαρροής του και το όριο θραύσης του σε MPa [15]. Έχουμε λοιπόν την κατηγορία των Χαλύβων Χαμηλής Αντοχής (Low Strength Steels) με όριο θραύσης που δεν υπερβαίνει τα 270MPa, την κατηγορία των Χαλύβων Υψηλής Αντοχής (High Strength Steels) στην οποία ανήκουν χάλυβες με όριο διαρροής από 210 MPa έως 550MPa και όριο θραύσης που κυμαίνεται από 270 MPa έως 700 MPa και την κατηγορία των Ιδιαιτέρως Υψηλής Αντοχής Χαλύβων (Ultra High Strength Steels) στην οποία ανήκουν χάλυβες με όριο διαρροής υψηλότερο από τα 550MPa και όριο θραύσης μεγαλύτερο των 700MPa. Όλα τα παραπάνω παρουσιάζονται αναλυτικά στο διάγραμμα της εικόνας 2. Στις παραγράφους που ακολουθούν θα ακολουθήσει περιγραφή των κύριων κατηγοριών χαλύβων αυτοκινητοβιομηχανίας,

ακολουθώντας τον πρώτο τρόπο διαχωρισμού καθώς και των υποομάδων που τον απαρτίζουν.



Εικόνα 2. Κατηγορίες χαλύβων αυτοκινητοβιομηχανίας [77]

1.1.1 Χάλυβες Χαμηλής Αντοχής (Low Strength Steels)

Στην κατηγορία αυτή ανήκουν οι χάλυβες Απαλλαγμένοι από Στοιχεία Παρεμβολής (Interstitial-Free -IF) και οι Μαλακοί Χάλυβες (Mild Steel).

Οι χάλυβες IF/ULC (πολύ χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα) είναι μαλακοί χάλυβες με πολύ χαμηλή περιεκτικότητα σε C και N της τάξης των 30ppm (0,003%κ.β). Σε αυτό το λόγο οφείλουν και την ονομασία τους (Στοιχεία Παρεμβολής - Interstitial elements). Είναι παρόμοιοι με τους μικροκραματωμένους χάλυβες διότι περιέχουν μικρές προσθήκες ισχυρά καρβιδιογόνων στοιχείων όπως Nb, Ti και V. Σε αρκετές περιπτώσεις προστίθεται P για αύξηση της σκληρότητας καθώς και B για να μειώσει τις βλαβερές συνέπειες του P. Εμφανίζουν εξαιρετική συμπεριφορά στην εν ψυχρώ διαμόρφωση (deep drawablity), μέτρια μηχανική αντοχή και εξαιρετική ποιότητα επιφανείας. Στο όχημα χρησιμοποιούνται σε μέρη όπως οι θύρες, καλύμματα κινητήρα (καπό), πορτ μπαγκάζ κ.α.[5,6]

Οι Μαλακοί Χάλυβες (Mild Steel) είναι το πιο συχνά χρησιμοποιούμενο υλικό στην βιομηχανία του αυτοκινήτου. Εμφανίζουν φερριτική μικροδομή. Η ποιότητα DQ (Drawing Quality) και AKDQ (Aluminium Killed-καθησυχασμένοι με προσθήκη Al) αποτελούν χαρακτηριστικά παραδείγματα αυτού του τύπου χάλυβα γιατί χρησιμοποιούνται εκτεταμένα εξαιτίας των πολλών εφαρμογών τους και του μεγάλου όγκου παραγωγής [14,15].

1.1.2 Συμβατικοί Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (Conventional High Strength Steels)

Σε αυτή την κατηγορία ανήκουν οι τύποι Χαλύβων με συνδυασμένη προσθήκη Άνθρακα – Μαγγανίου (Carbon-Manganese C-Mn), οι Σκλήρωσης κατά τη διαδικασία έψησης (μπογιάς αμαξωμάτων π.χ.170^{o}C) Bake Hardenable (BH), οι Ισοτροπικοί Χάλυβες (Isotropic steels-IS), οι χάλυβες Απαλλαγμένοι από στοιχεία παρεμβολής Υψηλής Αντοχής (High Interstitial Free IF-HS) και οι Μικροκραματωμένοι Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (High Strength Low Alloy - HSLA). Η βασική διαφορά των τυπικών HSS από τους AHSS βρίσκεται στην μικροδομή τους. Οι τυπικοί HSS είναι μονοφασικοί φερριτικοί χάλυβες ενώ οι AHSS είναι πολυφασικοί χάλυβες, η μικροδομή των οποίων περιέχει φερρίτη, μαρτενσίτη, μπαινίτη και σε κάποιες περιπτώσεις υπολειπόμενο ωστενίτη σε ποσοστά τέτοια ώστε να προσδώσει στο υλικό κάποιες συγκεκριμένες ιδιότητες [15].

Οι Χάλυβες με συνδυασμένες προσθήκες Άνθρακα – Μαγγανίου (C-Mn) περιέχουν Mn σε ποσοστό από 1.2% κ.β. έως και 1.8% κ.β.. Το Mn προστίθεται στους ανθρακούχους χάλυβες για αύξηση της αντοχής, της σκληρότητας καθώς και της δυσθραυστότητας [17]. Επίσης εμφανίζουν αυξημένη αντοχή στην κόπωση και επιτρέπουν στους κατασκευαστές να αυξήσουν την μηχανική αντοχή του τελικού προϊόντος ή να μειώσουν το πάχος του χάλυβα ή και τα δύο. Στα αυτοκίνητα χρησιμοποιείται σε μέρη όπως στις ζάντες (wheel rims), στους δίσκους των τροχών (wheel discs), στις αναρτήσεις (suspension housings), (transverse links) κ.α. [18].

Οι χάλυβες Bake Hardenable (BH) είναι χάλυβες ψυχρής διαμόρφωσης χαμηλού C, οι οποίοι αυξάνουν την αντοχή τους εξαιτίας ενός συνδυασμού βαφής (staining) και γήρανσης (age hardening) μετά τη διαμόρφωση [15]. Παρουσιάζουν φερριτική μικροδομή και ισχυροποιούνται μέσω του μηχανισμού σκλήρωσης στερεού διαλύματος. Ένα μοναδικό χαρακτηριστικό αυτών των χαλύβων είναι η χημεία τους και η διαδικασία παραγωγής τους που είναι σχεδιασμένη να κρατά τον C στο διάλυμα κατά την παραγωγή τους και στη συνέχεια να του επιτρέπει να διαχυθεί κατά την διάρκεια της βαφής που πραγματοποιείται με έψηση στους 120-170^{o}C ή έπειτα από κάποιες εβδομάδες σε θερμοκρασία δωματίου. Αυτό αυξάνει το όριο διαρροής (yield strength) των διαμορφωμένων κομματιών με αντίστοιχη αύξηση στην αντοχή σε κοίλανση (dent resistance) [14].

Η μικροδομή των Ισοτροπικών Χαλύβων (IS) είναι κυρίως φερριτική και συνδυάζει πολύ καλή διαμορφωσιμότητα καθώς και υψηλή αντοχή σε θραύση. Η εξαιρετική τους διαμορφωσιμότητα επιτυγχάνεται από τις ιδιαίτερες ρεολογικές τους ιδιότητες. Εμφανίζουν ομοιόμορφη διαρροή (uniform flow) κατά την έλαση ή την διαμόρφωσή τους (isotropic flow). Αυτό έχει σαν αποτέλεσμα κατά την κοίλανση να μην δημιουργούν "αυτιά" όπως συμβαίνει με τους τυπικούς χάλυβες βαθειάς κοίλανσης. Το πάχος του διαμορφωμένου εξαρτήματος μπορεί να φθάσει και κάτω από τα 0.7 mm. χωρίς να χάσουν σε μηχανική αντοχή. Γενικώς χρησιμοποιούνται γιατί εμφανίζουν σχετικά μέτριο όριο διαρροής που κυμαίνεται από 220-340 MPa, υψηλή πλαστικότητα κατά την διάρκεια της μορφοποίησης, μεγάλη ολκιμότητα, υψηλή αντοχή, ομοιόμορφες μηχανικές ιδιότητες κ.α. Χρησιμοποιούνται στα μέρη του αμαξώματος που διαμορφώνονται με ψυχρή έλαση όπως στις πόρτες των αυτοκινήτων, στα φτερά κ.λ.π. [19].

Οι χάλυβες Απαλλαγμένοι από στοιχεία παρεμβολής Υψηλής Αντοχής (IF-HS) βρήκαν ευρεία εφαρμογή στην αυτοκινητοβιομηχανία εξαιτίας της ανάγκης για μείωση του συνολικού βάρους τους αμαξώματος, ώστε το όχημα να γίνει πιο φιλικό προς το περιβάλλον και πιο οικονομικό με την κατανάλωση λιγότερου καυσίμου. Περιέχουν P και Mn σαν στοιχεία ισχυροποίησης μέσω του μηχανισμού σκλήρωσης μέσω στερεού διαλύματος. Ο στόχος ήταν η επίτευξη υψηλών τιμών αντοχής χωρίς να θυσιαστεί η ικανότητα σε βαθειά κοίλανση (deep drawability). Ωστόσο, ο περιορισμός της ικανότητας στην κοίλανση συχνά έχει αναφερθεί στου IFHS και ειδικά σε εκείνους που περιέχουν P. Οι χάλυβες IF ονομάζονται και "καθαροί" χάλυβες μιας και το συνολικό κλάσμα όγκου των κατακρημνισμάτων εμφανίζεται αρκετά μικρό. Σε αντίθεση με το παραπάνω τα κατακρημνίσματα δείχνουν να επιδρούν σημαντικά στις ιδιότητες του υλικού και ειδικά στην διαμορφωσιμότητα [20,21,22]. Μεγάλη συσχέτιση κατακρημνισμάτων και δημιουργίας ιστού έχει παρατηρηθεί από μελετητές [23].

Η ομάδα των Μικροκραματωμένων Χαλύβων Υψηλής Αντοχής (HSLA) ανήκουν στην κατηγορία των χαλύβων που ισχυροποιούνται κυρίως από τα στοιχεία μικροκραμάτωσης, τα οποία συμβάλλουν στην κατακρήμνιση των καρβιδίων και νιτριδίων καθώς και στην εκλέπτυνση του μεγέθους του κόκκου [15]. Εμφανίζουν πολύ καλή συγκολλησιμότητα και μέτρια διαμορφωσιμότητα, ιδιότητες που τις οφείλουν στη χαμηλή περιεκτικότητα σε C (0.03-0.15%κ.β.). Περιέχουν σε μικρές περιεκτικότητες (όχι πάνω από 0.2%κ.β.) κραματικά στοιχεία όπως Nb, V και Ti τα οποία σχηματίζουν καρβίδια, νιτρίδια και καρβονιτρίδια. Η παρουσία αυτών των κατακρημνισμάτων εμποδίζει την

ανακρυστάλλωση του ωστενίτη κατά την θερμή έλαση με αποτέλεσμα την διατήρηση μικρού μεγέθους κόκκου φερρίτη κατά την απόψυξη. Δηλαδή η αντοχή του χάλυβα αυξάνει χρησιμοποιώντας τον μηχανισμό σκλήρωσης με εκλέπτυνση κόκκων [16].

1.1.3 Προηγμένοι Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (Advanced High Strength Steels)

Στην κατηγορία αυτή ανήκουν οι Διφασικοί Χάλυβες (DP), οι Αυξανόμενης αντοχής-πλαστικότητας κατά την παραμόρφωση (TRIP), οι Σύνθετης μικροδομής Χάλυβες (CP) και οι Μαρτενσιτικοί Χάλυβες (MART).

Η μικροδομή των Διφασικών χαλύβων (Dual Phase - DP), αποτελείται από μια μαλακή μήτρα φερρίτη μέσα στην οποία είναι διασπαρμένες νησίδες σκληρού μαρτενσίτη ή ακόμη και ωστενίτη σε ποσοστό από 10-40%. Η αντοχή του χάλυβα εξαρτάται από το κλάσμα όγκου και τη σκληρότητα του μαρτενσίτη στη δομή του. Γι' αυτό το λόγο το όριο θραύσης του υλικού κυμαίνεται από 500-1200MPa [7]. Είναι χάλυβες χαμηλού ποσοστού C (0.05-0.2%κ.β.) που συνήθως περιέχουν Mn, Si και άλλα στοιχεία (Cr, Mo, V, Nb) σε μικρότερα ποσοστά. Εμφανίζουν ταυτόχρονα υψηλή μηχανική αντοχή και μέτρια ολκιμότητα, κάτι που τους καθιστά ιδανικούς σε εφαρμογές όπως στης ψυχρής διαμόρφωσης για ζάντες του αυτοκινήτου [8,9].

Οι χάλυβες Αυξανόμενης Αντοχής κατά την Παραμόρφωση (TRansformation Induced Plasticity - **TRIP**), απέκτησαν το προσωνύμιο τους από τον μεταλλουργό Zackay [10] όταν εργάστηκε με χάλυβες υψηλής κραμάτωσης σε μια προσπάθεια μετατροπής τους σε πλήρως ωστενιτικούς σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Η μικροδομή τους αποτελείται από τρείς κύριες φάσεις: φερρίτη, μπαινίτη (bainite) και υπολειπόμενο ωστενίτη (retained austenite) ενώ συνήθως εμφανίζεται και μικρό ποσοστό μαρτενσίτη[8,10]. Τα τελευταία χρόνια εμφανίστηκε μια άλλη κατηγορία χαλύβων οι "TRIP - assisted multiphase steels" που ενώ ονομαστικά παραπέμπουν στους TRIP διαφέρουν αρκετά διότι στην πραγματικότητα ανήκουν στην κατηγορία των DP περιέχοντας στη μικροδομή τους μικρά ποσοστά σε υπολειπόμενο ωστενίτη. Τα ποσοστά σε C και Si ή Al είναι μεγαλύτερα από τους DP ώστε να επιτευχθεί η πολυφασική (multiphase) δομή τους. Οι χάλυβες TRIP εμφανίζουν καλύτερες τιμές ολκιμότητας και ενδοτράχυνσης (work hardening) σε σύγκριση με τους DP της ίδιας μηχανικής αντοχής. Αυτό οφείλεται στην παρουσία του ωστενίτη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ο οποίος μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη όταν το υλικό δεχθεί την απαραίτητη ενέργεια ενεργοποίησης για το μετασχηματισμό του σε μαρτενσίτη κατά τη διάρκεια της παραμόρφωσης [8,11]. Οι χάλυβες χρησιμοποιούνται

στις μπάρες προστασίας του αυτοκινήτου, στις κολώνες και γενικά σε όποιο σημείο απαιτείται αυξημένη παθητική ασφάλεια στο αμάξωμα. Περισσότερες λεπτομέρειες για το υλικό θα αναπτυχθούν παρακάτω.

Οι Σύνθετης μικροδομής Χάλυβες (Complex Phase - CP), είναι χάλυβες που εμφανίζουν πολύ μεγάλο όριο θραύσης καθώς και υψηλή αντίσταση στην εκτριβή [13]. Η μικροδομή τους είναι ιδιαιτέρως λεπτοκρυσταλλική και αποτελείται από φερρίτη, μπαινίτη και υπολειπόμενου ωστενίτη. Η εκλέπτυνση των κόκκων επιτυγχάνεται επιβραδύνοντας την ανακρυστάλλωση ή την κατακρήμνιση των στοιχείων μικροκραμάτωσης όπως του Ti ή του Nb. Σε σύγκριση με τους DP χάλυβες, οι CP χάλυβες εμφανίζουν εμφανώς υψηλότερο όριο διαρροής στο ίδιο περίπου όριο θραύσης, που κυμαίνεται από 800MPa και πάνω. Χαρακτηρίζονται για την υψηλή ενεργειακή απορρόφηση που επιδεικνύουν καθώς και για την υψηλή παραμένουσα ικανότητα παραμόρφωσης (residual deformation capacity). Στην αυτοκινητοβιομηχανία χρησιμοποιούνται σαν "μαξιλάρια" ενίσχυσης (pillar reinforcements), σε τμήματα του πλαισίου στήριξης (chassis parts), στις κολώνες (intrusion beams) κ.α. [4,13].

Όσον αφορά τους Μαρτενσιτικούς Χάλυβες (Martensitic - MART) είναι χάλυβες που παρουσιάζουν πλήρως μαρτενσιτική μικροδομή. Είναι χάλυβες χαμηλού C με προσθήκες Mn και Si σαν στοιχεία ισχυροποίησης του πλέγματος. Το όριο θραύσης των συγκεκριμένων υλικών κυμαίνεται από 800MPa έως 1700MPa. Σε σύγκριση με τυπικούς χάλυβες ψυχρής έλασης προσφέρουν υψηλότερο λόγο αντοχής-βάρους και για το λόγο αυτό η χρησιμοποίησή τους κρίνεται πιο οικονομική. Παρά την μεγάλη αντοχή τους δεν παρουσιάζουν καλή διαμορφωσιμότητα. Στο αυτοκίνητο χρησιμοποιούνται κυρίως στους προφυλακτήρες (pumper reinforcrment beam), εσωτερικές μπάρες προστασίες στις πόρτες (door intrusion beams), ελατήρια αναρτήσεων (springs) κ.α. [12]

1.1.4 Χάλυβες Υψηλότερης Αντοχής (Higher Strength Steels)

Στην κατηγορία αυτή ανήκουν οι Φερριτικοί-Μπαινιτικοί Χάλυβες (FB), οι χάλυβες που σχηματίζουν διδυμίες κατά την παραμόρφωση (TWIP), οι θερμής διαμόρφωσης (HF) και οι Θερμικά κατεργασμένοι μετά τη διαμόρφωση (PFHT).

Η μικροδομή των Φερριτικών-Μπαινιτικών Χαλύβων (Ferritic-Bainitic - FB) αποτελείται από μικροκρυσταλλικούς κόκκους φερρίτη και μπαινίτη. Η αύξηση της μηχανικής αντοχής σε αυτού του είδους τους χάλυβες πραγματοποιείται τόσο με την εκλέπτυνση του μεγέθους

των κόκκων όσο και με τον μηχανισμό σκλήρωσης μέσω σωματιδίων δεύτερης φάσης που στην προκειμένη περίπτωση είναι ο μπαινίτης. Διατίθενται συνήθως σαν προϊόντα θερμής έλασης. Παρουσιάζουν πολύ καλή συγκολλησιμότητα, καλή συμπεριφορά κατά την σύγκρουση (crash performance) και καλή αντοχή στην κόπωση [14].

Οι χάλυβες που σχηματίζουν διδυμίες κατά την παραμόρφωση (Twinning-induced plasticity - TWIP) περιέχουν στη σύνθεσή τους υψηλό ποσοστό Mn (17-24% κ.β.) που κάνει τον χάλυβα να παρουσιάζει πλήρως ωστενιτική μικροδομή σε θερμοκρασία δωματίου. Μεγάλο ποσοστό της πλαστικότητας κατά την παραμόρφωση οφείλεται στο σχηματισμό των διδυμιών. Σε αυτόν τον μηχανισμό παραμόρφωσης οφείλουν και το όνομά τους αυτοί οι χάλυβες. Οι διδυμίες προκαλούν υψηλό βαθμό ακαριαίας σκλήρωσης (τιμή n-συντελεστής ενδοτράχυνσης) όσο η μικροδομή γίνεται περισσότερο λεπτοκρυσταλλική. Τα όρια των διδυμιών λειτουργούν σαν όρια κόκκων και ισχυροποιούν τον χάλυβα. Οι χάλυβες TWIP συνδυάζουν εξαιρετικά υψηλή αντοχή με εξαιρετικά υψηλή ολκιμότητα. Το όριο θραύσης ξεπερνά το 1000MPa [14].

Οι χάλυβες θερμής διαμόρφωσης (Hot-formed - HF) δημιουργήθηκαν στα τέλη της δεκαετίας του 1990 για να παραχθούν κάποια απλά τμήματα του αμαξώματος όπως οι κολώνες των πορτών (door beams) και οι προφυλακτήρες (bumper beams). Επιλέχθηκε η διαδικασία αυτή για να ξεπεραστούν κάποιες τυπικές δυσκολίες που προκύπτουν κατά την ψυχρή διαμόρφωση (cold stamping). Οι χάλυβες αυτοί περιέχουν συνήθως B και Mn και εμφανίζουν υψηλή αντοχή (πάνω από 1600MPa), χαμηλή επαναφορά στην αρχική κατάσταση μετά από εν ψυχρώ παραμόρφωση (springback) και μειώνουν το πάχος του ελάσματος. Υπάρχουν δύο τρόποι παραγωγής αυτού του τύπου χάλυβα ο άμεσος (direct) και ο έμμεσος (indirect). Στον άμεσο τρόπο ο χάλυβας ωστενιτοποιείται σε θερμοκρασία 900-950 ^{o}C για 4-10 λεπτά. Σε θερμοκρασία 650-850 ^{o}C το υλικό εμφανίζει εξαιρετική διαμορφωσιμότητα και διαμορφώνεται στο επιθυμητό σχήμα με κοίλανση (stamped). Κατά την απόψυξη ασκείται πίεση για συγκεκριμένο χρονικό διάστημα μέχρι να επιτευχθεί το επιθυμητό πάχος. Έπειτα αποψύχεται απότομα με νερό ώστε να επιτευχθεί ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός.

Κατά τον έμμεσο (indirect) τρόπο παραγωγής το εξάρτημα υπόκειται σε κοίλανση (drawn) χωρίς θέρμανση σε ποσοστό 90-95% του τελικού του σχήματος σε ένα κοινό καλούπι και στη συνέχεια βελτιστοποιούνται ο άκρες του. Έπειτα το υλικό θερμαίνεται μέχρι τη θερμοκρασία ωστενιτοποίησης σε συνεχές φούρνο και ισχυροποιείται μέσα στο καλούπι

(die). Ο λόγος του επιπρόσθετου βήματος της θερμικής κατεργασίας στην διαδικασία είναι για να επεκταθούν τα όρια της διαμορφωσιμότητας για σύνθετης μορφολογίας εξαρτήματα [24].

Οι χάλυβες Θερμικά κατεργασμένοι μετά την διαμόρφωση (Post-Forming Heat-Treated steels - PFHT) παράγονται με μια εναλλακτική μέθοδο κατά την οποία τα τμήματα επεξεργάζονται θερμικά μετά την διαμόρφωσή τους [25]. Η θέρμανση μπορεί να γίνει τόσο με συμβατικό όσο και με επαγωγικό φούρνο. Η κοίλανση (stamping) γίνεται όταν το υλικό έχει χαμηλή αντοχή και έπειτα αυξάνεται η αντοχή του κατά την θερμική κατεργασία. Αυτή η μέθοδος δίνει στους χάλυβες υψηλές τιμές αντοχής.

2 ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

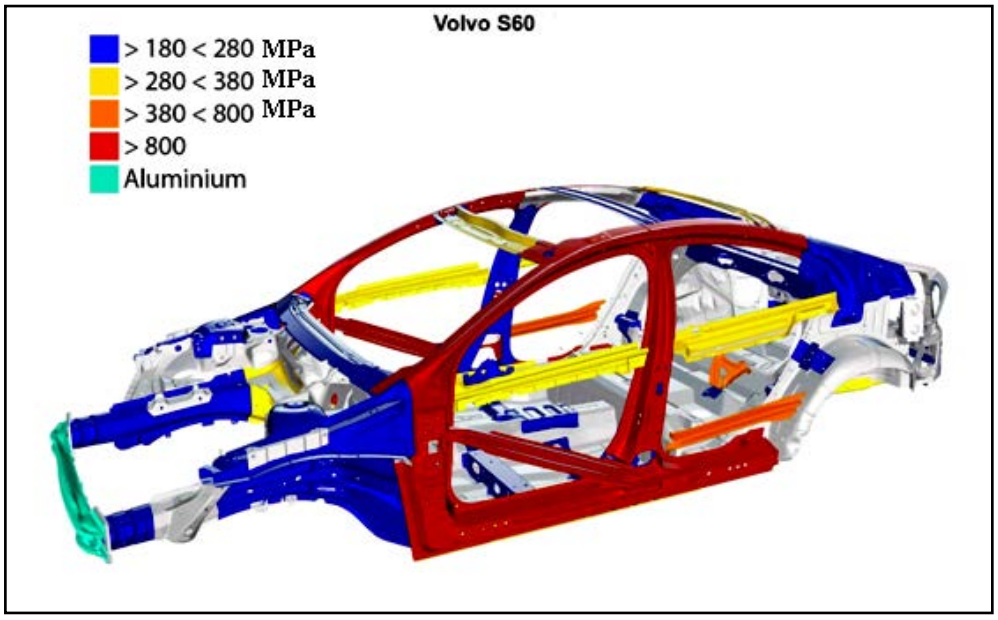
Οι σκοποί της εργασίας αυτής είναι οι παρακάτω:

1. Να μελετηθεί η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στην μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες του χάλυβα TRIP, στις θερμοκρασίες ενδοκρίσιμης ανόπτησης 775, 725 και 825 °C για 15 λεπτά και στην συνέχεια για διαφορετικούς χρόνους ισοθερμοκρασιακής βαφής, 1, 3, 30, 60 και 180 λεπτά στους 350 °C για κάθε θερμοκρασία ανόπτησης.
2. Να χαρακτηριστούν πλήρως οι μικροδομές όλων των δοκιμίων με την βοήθεια των τεχνικών του οπτικού (LOM) και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου (SEM), της περίθλασης ακτίνων X (XRD) και την τεχνική της σκληρομέτρησης (HV) για την μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων.
3. Να επιβεβαιωθούν και να βελτιωθούν πειραματικά οι τεχνικές που αναφέρονται βιβλιογραφικά στους χάλυβες TRIP.
4. Να βελτιστοποιηθούν οι μηχανικές ιδιότητες των θερμικά κατεργασμένων δοκιμίων με επιλογή κατάλληλων θερμοκρασιών ενδοκρίσιμης ανόπτησης και χρόνων ισοθερμοκρασιακής βαφής.

3 ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Οι χάλυβες TRIP οφείλουν την ονομασία τους στο φαινόμενο TRIP που δεν είναι τίποτα άλλο παρά ένας μαρτενσιτικός μετασχηματισμός που προκαλείται εξαιτίας της άσκησης κάποιας μηχανικής τάσης στο υλικό [26]. Η μικροδομή τους αποτελείται κατά κύριο λόγο από φερρίτη, αλλοτριόμορφο (allotriomorphic) φερρίτη με μικρά κλάσματα όγκου μπαινιτικού φερρίτη και υπολειπόμενου ωστενίτη, ενώ σε κάποιες περιπτώσεις έχει ανιχνευθεί και μαρτενσίτης [28]. Η μετασταθής ωστενιτική φάση είναι εκείνη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσιτική κατά την παραμόρφωση [26,27]. Για την δημιουργία της συγκεκριμένης μικροδομής απαιτείται χαμηλή κραμάτωση και μια καλά ελεγχόμενη θερμική κατεργασία [26,27,29]. Εξαιτίας των παραπάνω οι χάλυβες εμφανίζουν εξαιρετική ισορροπία αντοχής-ολκιμότητας καθώς και μεγάλη δυνατότητα απορρόφησης ενέργειας (high-energy absorption potential). Στην αυτοκινητοβιομηχανία χρησιμοποιούνται σε εκείνα τα σημεία του οχήματος τα οποία θα δεχθούν την ενέργεια της κρούσης κατά την σύγκρουση , πχ ράγες πλαισίου και οροφής, βάση κινητήρα [14,29].

Οι αυτοκινητοβιομηχανίες τα τελευταία χρόνια χρησιμοποιούν και εμπιστεύονται πολυφασικούς χάλυβες στους σκελετούς των αμαξωμάτων τους. Η BMW χρησιμοποιεί χάλυβες TRIP στις σειρές 1 και 5. Η VW στο Touareg και στο νέο Golf. Η Volvo στα μοντέλα S60 και C30. Στην εικόνα 3 που ακολουθεί παρουσιάζεται ο σκελετός του αμαξώματος του μοντέλου της Volvo S60, ενώ με κόκκινο χρώμα τα σημεία του αμαξώματος στα οποία έχουν χρησιμοποιηθεί χάλυβες TRIP.



Εικόνα 3. Σκελετός αμαξώματος του μοντέλου Volvo S60. Τα χρώματα αντιστοιχούν στις αντοχές του μετάλλου σε θραύση όπως αποδίδονται στο αριστερό πάνω μέρος της εικόνας. [85]

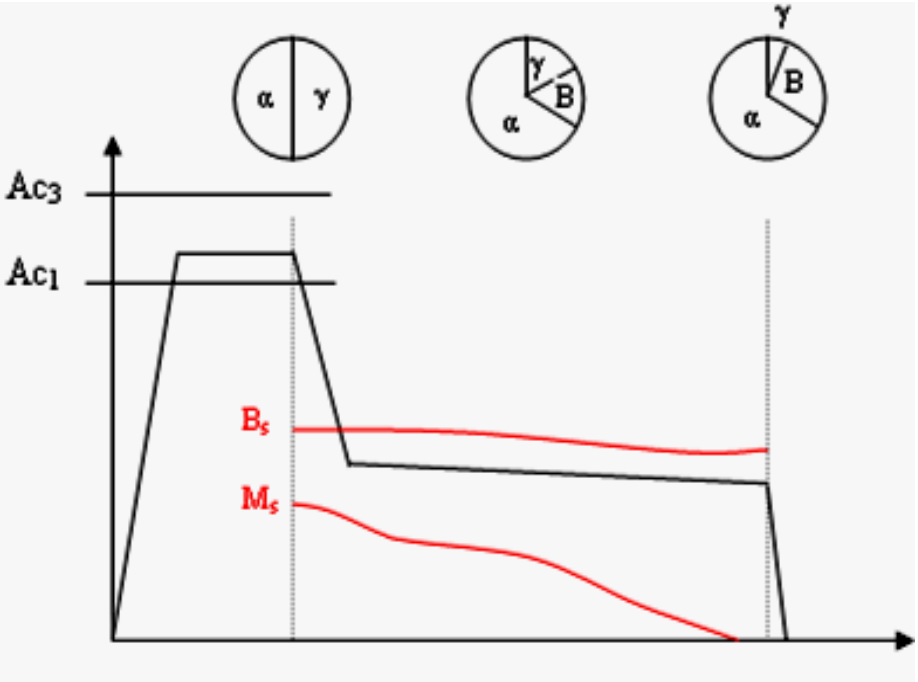
Οι χάλυβες TRIP έκανα την εμφάνιση τους στα τέλη της δεκαετίας του 1980 [37]. Ένας τυπικός χάλυβας TRIP εμπεριέχει C σε ποσοστό 0.2-0.4 % κ.β., 1- 2.5% κ.β. Mn, και 1.2-2%κ.β. Si [59]. Η μικροδομή τους αποτελείται από 50-60%κ.ο. αλλοτριόμορφο φερρίτη, 20-30%κ.ο. ελεύθερο καρβιδίων μπαινίτη και υπολειπόμενο ωστενίτη σε ποσοστό 10-30%κ.ο.. Εμφανίζεται επίσης και ένα μικρό ποσοστό μαρτενσίτη [81,82,83,84].

3.1 Διαδικασία Παραγωγής χάλυβα TRIP

Οι χάλυβες TRIP παράγονται μέσω μιας θερμικής κατεργασίας δύο σταδίων που αποτελείται από ενδοκρίσιμη ανόπτηση (intercritical annealing) ($1^{ο}$ στάδιο) και από ισοθερμοκρασιακή παραμονή στην μπαινιτική περιοχή (austempering) ($2^{ο}$ στάδιο) [26-32]. Στην εικόνα 4 παρουσιάζονται τα στάδια παραγωγής των χαλύβων TRIP ψυχρής έλασης. Κατά την διάρκεια της ενδοκρίσιμης ανόπτησης δημιουργείται ένα μείγμα δύο φάσεων που αποτελείται από φερρίτη και ωστενίτη (α + γ). Ακολουθεί ταχεία απόψυξη μέχρι τη θερμοκρασία μπαινιτικού μετασχηματισμού κατά την διάρκεια της οποίας δημιουργείται αλλοτριόμορφος φερρίτης (allotriomorphic or epitaxial ferrite). Εκεί παραμένει το υλικό για εύλογο χρονικό διάστημα μέχρι να μετασχηματιστεί μέρος του ωστενίτη σε μπαινίτη.

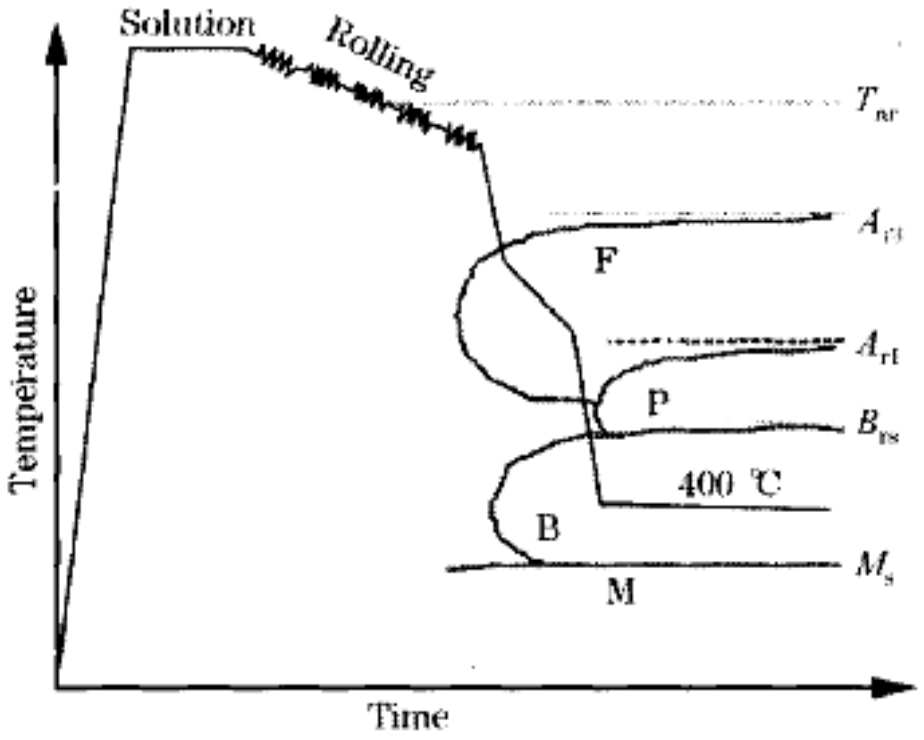
Τόσο κατά την διάρκεια της ενδοκρίσιμης ανόπτησης όσο και κατά την παραμονή στην μπαινιτική περιοχή ο παραμένων ωστενίτης εμπλουτίζεται σε C [30]. Με αυτό τον τρόπο ο ωστενίτης σταθεροποιείται και παραμένει κατά την περαιτέρω απόψυξη στη θερμοκρασία περιβάλλοντος [30,8]. Ο ωστενίτης σταθεροποιείται σύμφωνα με τον Bhadeshia [43] εξαιτίας του φαινομένου της "μη ολοκληρωμένης αντίδρασης" (incomplete reaction phenomenon) του μπαινιτικού μετασχηματισμού. Σύμφωνα λοιπόν με την θεωρία αυτή ο μπαινιτικός φερρίτης αναπτύσσεται χωρίς διάχυση (διατμησιακός μετασχηματισμός) ενώ η περίσσεια C εμπλουτίζει τον παραμένοντα ωστενίτη και τον σταθεροποιεί. Η σταθεροποίηση του ωστενίτη παίζει ιδιαίτερα σημαντικό ρόλο και πρέπει να επιτευχθεί επιτυχώς, για να αποτρέψει τον μαρτενσιτικό μετασχηματισμό κατά την απόψυξη [30]. Κατά την διάρκεια της επιβολής τάσης (παραμόρφωση) στο υλικό αυτός ο παραμένων ωστενίτης, ο οποίος βρίσκεται σε μετασταθή κατάσταση σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, μετατρέπεται σε μαρτενσίτη με αντίστοιχη αύξηση της τελικής αντοχής του υλικού [30-32].

Στο εμπόριο υπάρχουν δύο κατηγορίες χαλύβων TRIP που διαχωρίζονται ανάλογα με τον διαδικασία παραγωγής τους. Οι χάλυβες ψυχρής έλασης (cold rolled) και οι χάλυβες θερμής έλασης (hot rolled). Στην πρώτη περίπτωση ένα ψυχρά ελασμένο έλασμα (strip) θερμαίνεται με γρήγορο ρυθμό σε θερμοκρασία μερικής ωστενιτοποίησης με σκοπό τον σχηματισμό κάποιου ποσοστού ωστενίτη. Το στάδιο αυτό αντιστοιχεί στο πρώτο στάδιο που αναφέραμε παραπάνω της ενδοκρίσιμης ανόπτησης. Το έλασμα στην συνέχεια ψύχεται με ελεγχόμενο ρυθμό που οδηγεί στον μετασχηματισμό του ωστενίτη αρχικώς σε αλλοτριόμορφο (allotriomorphic) φερρίτη και στη συνέχεια σε μπαινίτη. Όλη η διαδικασία παραγωγής φαίνεται χαρακτηριστικά στην εικόνα 4 που ακολουθεί.



Εικόνα 4. Διαδικασία παραγωγής ενός τυπικού χάλυβα TRIP ψυχρής έλασης.

Ο μετασχηματισμός του ωστενίτη σε μπαινιτικό φερρίτη κατά την διάρκεια του μπαινιτικού μετασχηματισμού εμπλουτίζει τον υπολειπόμενο ωστενίτη σε C εξαιτίας της αποβολής του τελευταίου με αποτέλεσμα να τον σταθεροποιεί. Η μικροδομή αλλά και οι μηχανικές ιδιότητες μπορούν να μεταβληθούν αλλάζοντας τόσο τον ρυθμό απόψυξης όσο και τις θερμοκρασίες των επιμέρους σταδίων. Για παράδειγμα προτιμάται η παραμονή στην μπαινιτική περιοχή στην οποία δημιουργείται ο μπαινίτης για μεγαλύτερο χρονικό διάστημα από ότι σε υψηλότερες θερμοκρασίες στις οποίες έχουμε ανάπτυξη αλλοτριόμορφου φερρίτη.



Εικόνα 5. Διαδικασία παραγωγής ενός τυπικού χάλυβα TRIP θερμής έλασης με μπαινιτική βαφή στους 400 °C. [90]

Η διαδικασία παραγωγής των χαλύβων θερμής έλασης (Εικόνα 5) συνίσταται στην απόψυξη ενός πλήρως ωστενιτικού ελάσματος, που έχει υποστεί θερμή έλαση, στην θερμοκρασία περιβάλλοντος, με παραμονή στις θερμοκρασίες ενδοκρίσιμης ανόπτησης και μπαινιτικής βαφής για τη δημιουργία της μικροδομής των χαλύβων TRIP. Το γεγονός αυτό δίνει το πλεονέκτημα της απευθείας παραγωγής της μικροδομής στις τελικές διαστάσεις του ελάσματος. Η διαδικασία είναι ιδιαιτέρως φθηνή καθώς τα ελάσματα δεν χρειάζεται να θερμανθούν εκ νέου στην θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης. Ωστόσο, οι χάλυβες θερμής έλασης παράγονται με περιορισμό στο πάχος του ελάσματος έως 3mm με δυνατότητα έως 1.4mm σε κάποια σύγχρονα έλαστρα. Αντίθετα, οι ψυχρής έλασης συνήθως παράγονται και σε μικρότερα πάχη (έως 1mm). Οι χάλυβες θερμής έλασης προτιμώνται σε εφαρμογές της αυτοκινητοβιομηχανίας στις οποίες το κόστος παίζει πρωταρχικό λόγο για την επιλογή του υλικού [43].

3.1.1 Ενδοκρίσιμη Ανόπτηση (Intercritical Anneal)

Κατά την διάρκεια της ανόπτησης πάνω από την θερμοκρασία A_1 ή A_{C1} πραγματοποιείται σχηματισμός ωστενίτη, πλήρης διαλυτοποίηση του σεμεντίτη καθώς και ανακρυστάλλωση του φερρίτη. Ως θερμοκρασία A_{C1} νοείται η ευτηκτοειδής θερμοκρασία (≈723^{o}C) όταν

έχει μετρηθεί κατά τη θέρμανση (εικόνα 4). Η ίδια θερμοκρασία όταν έχει μετρηθεί κατά την απόψυξη συμβολίζεται με A_{r1} (εικόνα 5). Η καμπύλη ισορροπίας ωστενίτη/φερρίτη χαρακτηρίζεται ως A_3 ή A_{C3} ή A_{r3}. Η καμπύλη αυτή στο διάγραμμα Fe-Fe_3C παριστάνει την επέκταση του αλλοτροπικού μετασχηματισμού α/γ του καθαρού σιδήρου στην περίπτωση κραμάτωσης με άνθρακα [78]. Στους χάλυβες ψυχρής έλασης λαμβάνει χώρα η φύτρωση και ανάπτυξη των κόκκων του ωστενίτη στα όρια των κόκκων του φερρίτη-σεμεντίτη εξαιτίας της διαλυτοποίησης του τελευταίου με διαχυσιακό μηχανισμό [30]. Ο σχηματισμός του ωστενίτη λειτουργεί παράλληλα και ανταγωνιστικά της ανακρυστάλλωσης του φερρίτη [35] ενώ ο ωστενίτης εμπλουτίζεται σε C. Ο χρόνος παραμονής στην θερμοκρασιακή περιοχή (α+γ) είναι ιδιαιτέρως σημαντικός παράγοντας διαμόρφωσης της τελικής μικροδομής στους χάλυβες TRIP. Για παράδειγμα, υψηλή θερμοκρασία ανόπτησης και μεγάλος χρόνος παραμονής μπορεί να προκαλέσει πάχυνση (coarsening) των κόκκων που έχει σαν αποτέλεσμα πτωχές μηχανικές ιδιότητες. Αντίθετα, αρκετά χαμηλή θερμοκρασία και μικρός χρόνος παραμονής στην θερμοκρασία ανόπτησης ίσως να επιτρέψει την εμφάνιση καρβιδίων στην τελική μικροδομή [132]. Στο τέλος της μερικής ωστενιτοποίησης η μικροδομή εμπεριέχει κόκκους ωστενίτη σε σχέση προσανατολισμού κατά KS (Kurdjumov/Sachs-OR), με έναν γειτονικό ανακρυσταλλωμένο κόκκο φερρίτη [30]. Την παραδοχή αυτή έχει επιβεβαιώσει και πειραματικά ο Bruckner [34] και η σχέση αυτή ισχύει γενικά για τους χάλυβες χαμηλής κραμάτωσης.

Ο σχηματισμός του ωστενίτη κατά την διάρκεια της ενδοκρίσιμης ανόπτησης εξαρτάται από τη θερμοκρασία ανόπτησης, το χρόνο παραμονής στην θερμοκρασία αυτή και τη χημική σύσταση του χάλυβα [33]. Οι Evans και Hillis [36] παρατήρησαν ότι σε χάλυβα Al-TRIP, αυξάνοντας την θερμοκρασία ανόπτησης (annealing temperature) αυξάνεται και το ποσοστό του ενδοκρίσιμου ωστενίτη. Στην ίδια παρατήρηση κατέληξε και ο Emmadoddin et.al [38] για τον ίδιου τύπου χάλυβα ωστόσο υποστηρίζει ότι το ποσοστό του παραμένων ωστενίτη στην τελική μικροδομή σε Si-TRIP χάλυβα, δεν συμπεριφέρεται το ίδιο γιατί ενώ αυξάνει αρχικώς με την αύξηση της θερμοκρασίας στην συνέχεια μειώνεται με την περαιτέρω αύξηση. Αυτό το αποδίδει στο γεγονός ότι σε υψηλές θερμοκρασίες, υψηλότερα ποσοστά της αρχικής ωστενιτικής φάσης, οδηγούν σε αυξημένη πυρήνωση του μπαινίτη κατά το στάδιο της παραμονής στην ισοθερμοκρασιακή μπαινιτική περιοχή [39]. Σε υψηλές θερμοκρασίες ανόπτησης κοντά στην A_{C3}, αναμένεται ότι το ποσοστό του παραμένων ωστενίτη να εμφανιστεί μειωμένο στην τελική μικροδομή.

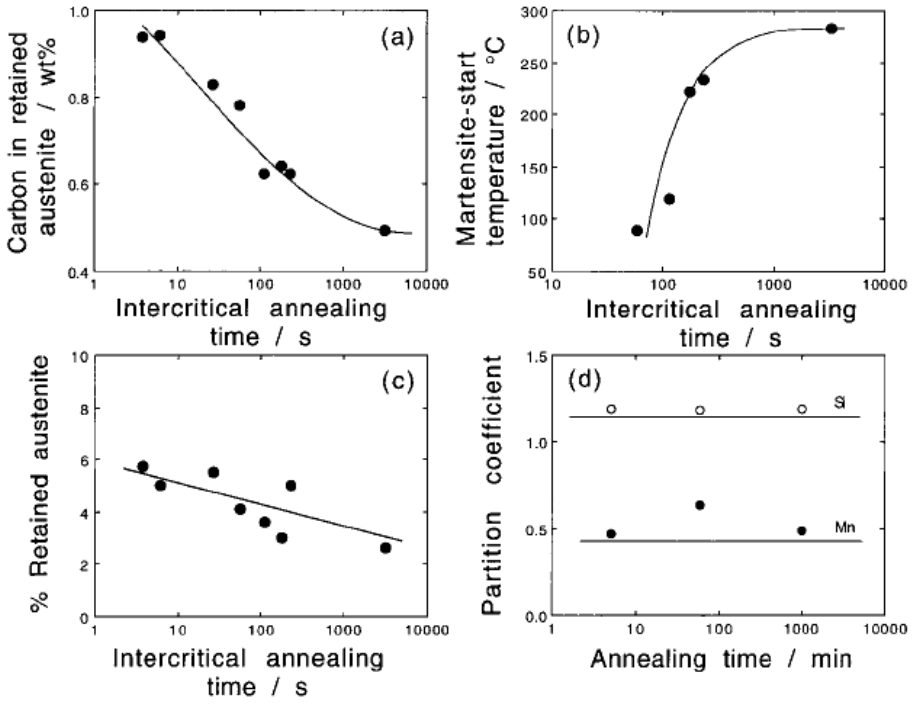
Επίσης, για θερμοκρασίες ανόπτησης κοντά στην A_{C1}, το κλάσμα όγκου του παραμένων ωστενίτη μειώνεται εξαιτίας της μικρής παρουσίας της ωστενιτικής φάσης στη θερμοκρασία αυτή. Η βέλτιστη θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης ώστε να παραχθεί το μέγιστο κλάσμα όγκου ωστενίτη στην τελική μικροδομή, έχει υπολογιστεί από τον Chung et.al [40] ότι δίνεται από την εξίσωση 3-1 :

$$(A_{C1} + A_{C3}) /2 + 20^{o}C \quad [40] \qquad (3\text{-}1)$$

Ο χρόνος παραμονής στην ωστενιτική περιοχή επηρεάζει εξίσου το ποσοστό της ωστενιτικής φάσης και μάλιστα όσο αυξάνει ο διάρκεια παραμονής τόσο αυξάνεται και το κλάσμα όγκου του ενδοκρίσιμου ωστενίτη. Κάτι τέτοιο βέβαια δεν σημαίνει και συνακόλουθη αύξηση του παραμένοντος ωστενίτη στην τελική μικροδομή (εικόνα 6 (c)).

Η χημική σύσταση του χάλυβα επηρεάζει σημαντικότατα στον καθορισμό του κλάσματος όγκου του ενδοκρίσιμου ωστενίτη (intercritical austenite). Συγκεκριμένα η παρουσία των κραματικών στοιχείων C και Mn παίζει τον σημαντικότερο ρόλο με πιο καθοριστικό ρόλο από τα δύο να έχει ο C [41]. Έτσι έχει παρατηρηθεί ότι αύξηση των κραματικών στοιχείων και αύξηση της θερμοκρασίας ανόπτησης οδηγεί σε αύξηση του κλάσματος όγκου του ωστενίτη [42].

Ένας άλλος σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει το τελικό κλάσμα όγκου του ωστενίτη στο τελικό προϊόν είναι το μέγεθος των κόκκων του ωστενίτη στο τέλος της ενδοκρίσιμης ανόπτησης. Έχει παρατηρηθεί ότι μεγάλοι κόκκοι ωστενίτη μετασχηματίζονται πιο εύκολα σε μαρτενσίτη. Αυτό εξαρτάται από τη σταθερότητα του τελευταίου [43]. Τέλος η θερμική κατεργασία επηρεάζει και τον κρυσταλλογραφικό ιστό τόσο του ωστενίτη όσο και του ανακρυσταλλωμένου φερρίτη [44]. Οι νέοι κόκκοι του ωστενίτη οι οποίοι δημιουργήθηκαν από τα πλακίδια του σεμεντίτη δεν φαίνεται να εμφανίζουν συγκεκριμένο προσανατολισμό (preferred orientation). Ο ιστός μεταβάλλεται κατά την διάρκεια της ανόπτησης χωρίς όμως ο μηχανισμός να έχει κατανοηθεί πλήρως [43].



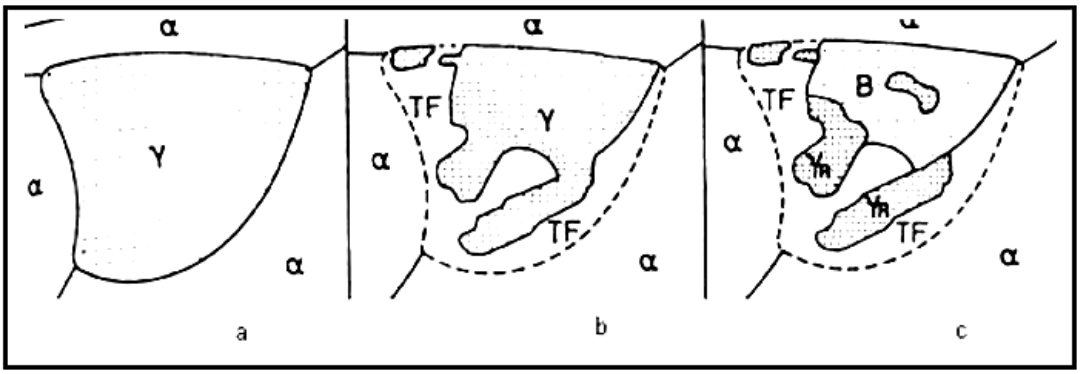
Εικόνα 6. Επίδραση της ενδοκρίσιμης ανόπτησης σε χάλυβα TRIP (Si - Mn) στους 750 ^{o}C.

Έπειτα από την ενδοκρίσιμη ανόπτηση ακολουθεί μια ταχεία απόψυξη μέχρι την θερμοκρασία της μπαινιτικής περιοχής. Ο ρυθμός απόψυξης επηρεάζει ιδιαίτερα την διαμόρφωση της μικροδομής. Από παλιότερες έρευνες [88,89] γνωρίζουμε ότι ο ρυθμός της απόψυξης πρέπει να είναι μεγαλύτερος από 10^{o}C/s κατά το πέρασμα από το θερμοκρασιακό διάστημα σχηματισμού του περλίτη (700-650^{o}C/s) ώστε να μην έχουμε σχηματισμό περλίτη. Η γρήγορη απόψυξη έχει σαν αποτέλεσμα τον σχηματισμό "νέου" φερρίτη ο οποίος αναπτύσσεται στα όρια των κόκκων του ωστενίτη με τον ενδοκρίσιμο φερρίτη [45]. Οι Ghosh και Olson [46] περιέγραψαν την ανάπτυξη αυτού του επιταξιακού (epitaxial) φερρίτη σαν ανάπτυξη υπό συνθήκες παραϊσορροπίας (para-equilibrium) του φερρίτη. Ο ρυθμός της απόψυξης επιλέγεται να είναι γρήγορος ώστε να εμποδιστεί η κατακρήμνιση του σεμεντίτη μέχρι την μπαινιτική περιοχή.

3.1.2 Ισοθερμοκρασιακός Μπαινιτικός Μετασχηματισμός (Isothermal Bainitic Transformation)

Κατά την διάρκεια της ισοθερμοκρασιακής μπαινιτικής βαφής ο μετασταθής ενδοκρίσιμος ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μπαινίτη. Ο μπαινίτης αναπτύσσεται με ισοθερμοκρασιακό μετασχηματισμό σε όλες τις θερμοκρασίες στις οποίες ο σχηματισμός του περλίτη και του προευτηκτοειδή φερρίτη επιβραδύνεται δηλαδή σε θερμοκρασίες

κάτω από τη θερμοκρασία μετασχηματισμού ωστενίτη-περλίτη και πάνω από τη θερμοκρασία σχηματισμού μαρτενσίτη (M_S) [43]. Ο μετασχηματισμός πραγματοποιείται σε δύο ξεχωριστά στάδια. Αρχικά την ανάπτυξη του μπαινιτικού φερρίτη και στη συνέχεια την κατακρήμνιση των καρβιδίων [43, 48]. Τα προϊόντα της μπαινιτικής αντίδρασης εξαρτώνται από τη θερμοκρασία μετασχηματισμού και τη χημική σύσταση του κράματος [48]. Στην εικόνα 7 φαίνεται η σχηματική αναπαράσταση της εξέλιξης του μετασχηματισμού που αρχίζει από την ενδοκρίσιμη ανόπτηση και τελειώνει με την μπαινιτική βαφή. Αρχικά στο στερεό διάλυμα συνυπάρχουν κόκκοι φερρίτη και ωστενίτη (α+γ) στη θερμοκρασία της ενδοκρίσιμης ανόπτησης (εικόνα 7 (a)). Στην συνέχεια (εικόνα 7 (b)) μέρος του ωστενίτη, κατά την γρήγορη απόψυξη μέχρι την θερμοκρασία σχηματισμού του μπαινίτη, μετατρέπεται σε επιταξιακό φερρίτη (TF) και τέλος (εικόνα 7 (c)) κατά την διάρκεια της μπαινιτικής βαφής ένα μέρος του ωστενίτη που δεν έχει μετασχηματιστεί μετατρέπεται σε μπαινίτη (B), ενώ ο υπολειπόμενος ωστενίτης (γ_R) σταθεροποιείται εξαιτίας του εμπλουτισμού του σε C και είναι εκείνος που θα παραμένει σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ως αμετασχημάτιστος ωστενίτης.



Εικόνα 7. Σχηματική αναπαράσταση της εξέλιξης του μετασχηματισμού.

Το στάδιο αυτό της θερμικής κατεργασίας αποτελεί το πιο σημαντικό για τους χάλυβες TRIP διότι είναι αυτό που καθορίζει την τελική μικροδομή του υλικού και σαν προέκταση αυτού και τις τελικές μηχανικές ιδιότητες. Το κλάσμα όγκου του μπαινίτη εξαρτάται από τέσσερις βασικούς παράγοντες οι οποίοι είναι:

1. το κλάσμα όγκου του ενδοκρίσιμου ωστενίτη
2. η σύνθεση του ενδοκρίσιμου ωστενίτη
3. η χρονική διάρκεια της μπαινιτικής βαφής και
4. η θερμοκρασία της μπαινιτικής βαφής

Από τους τέσσερις παράγοντες που προαναφέρθηκαν οι πιο σημαντικοί είναι η θερμοκρασία και ο χρόνος παραμονής στην μπαινιτική περιοχή [48]. Όπως έχει παρατηρήσει ο Jacques [50] μια ταχεία απόψυξη από την θερμοκρασία της ενδοκρίσιμης ανόπτησης κατευθείαν στη θερμοκρασία περιβάλλοντος χωρίς παραμονή στην μπαινιτική περιοχή θα έδινε μια δομή διφασικού χάλυβα (φερρίτη - μαρτενσίτη - DP).

Αντιθέτως, μια παραμονή στην μπαινιτική περιοχή για μεγάλο χρονικό διάστημα θα μας έδινε μια δομή αποτελούμενη από φερρίτη, μπαινίτη και καρβίδια καθώς η μεγάλης διάρκειας παραμονή αποσταθεροποιεί των ωστενίτη και ευνοεί την κατακρήμνιση των καρβιδίων. Επομένως ενδιάμεση χρόνοι παραμονής είναι εκείνοι που παράγουν την μικροδομή TRIP και για αυτό η μπαινιτική αντίδραση στους χάλυβες αυτούς χαρακτηρίζεται ως "μη ολοκληρωμένη".

3.1.3 Απόψυξη ως την θερμοκρασία περιβάλλοντος

Στο τελικό στάδιο της θερμικής κατεργασίας ο χάλυβας αποψύχεται από την ισοθερμοκρασιακή μπαινιτική περιοχή στην θερμοκρασία περιβάλλοντος με βαφή στο νερό. Η απότομη ψύξη σταθεροποιεί τη μικροδομή που σχηματίστηκε κατά την διάρκεια της μπαινιτικής βαφής. Η χημική σταθεροποίηση του ωστενίτη δεν επιτρέπει τον σχηματισμό μαρτενσίτη κατά την τελική απόψυξη. Έτσι ο υπολειπόμενος ωστενίτης παραμένει σε μετασταθή κατάσταση στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος. Η σταθερότητα του ωστενίτη που επιτυγχάνεται κυρίως με τον υπερκορεσμό σε C του ωστενίτη, παίζει καθοριστικό παράγοντα για τις τελικές ιδιότητες του υλικού. Έτσι υψηλά ποσοστά C ρίχνουν την θερμοκρασία M_S κάτω από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος και σταθεροποιούν τον ωστενίτη [35]. Για την διαμόρφωση των μηχανικών ιδιοτήτων παίζει σημαντικό ρόλο η τελική μικροδομή η οποία διαμορφώνεται κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας.

3.2 Επίδραση κραματικών στοιχείων

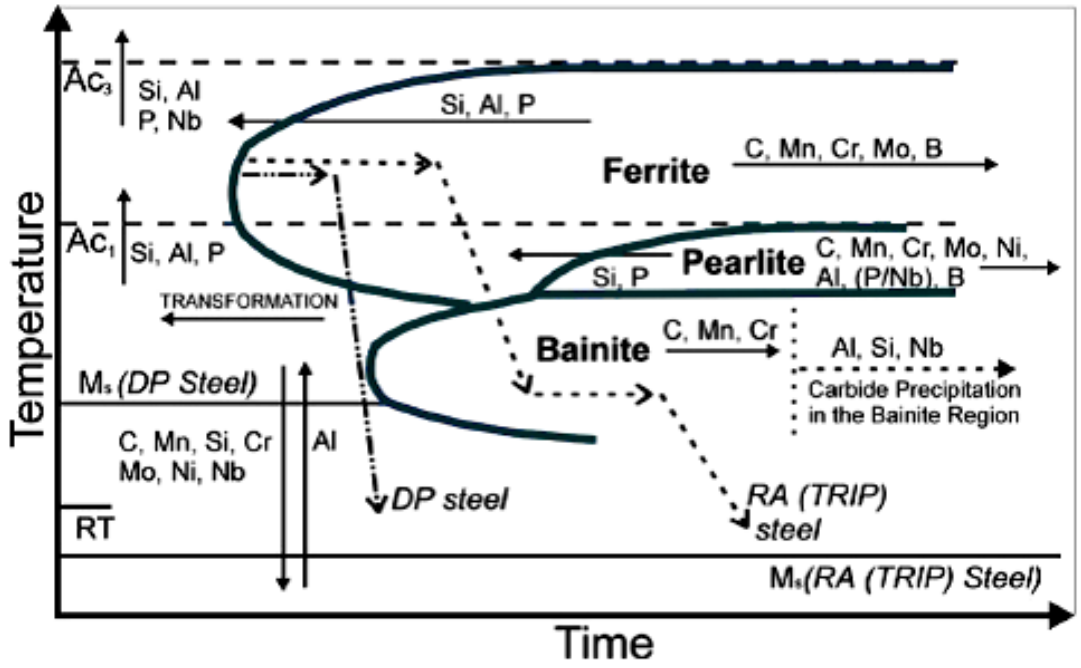
Εισαγωγή

Τα κυριότερα κραματικά στοιχεία που συναντάμε σε ένα χάλυβα TRIP είναι ο C, το Mn, το Si, το Ni, το Al, ο P, το Mo, το V, το Nb και ο Cu. Από αυτά κυρίως χρησιμοποιούμενα είναι το Mn, Si, Al και ο P τα οποία και έχουν μελετηθεί επαρκώς ενώ σαν δευτερεύοντα θεωρούνται ο Cu, Cr, Mo, V και Nb τα οποία τα συναντά κανείς στην βιβλιογραφία. Στην

εικόνα 8 η οποία προέρχεται από μελέτη του Bleck [51] παρουσιάζεται η επίδραση του κάθε στοιχείου στο θερμοκρασιακό εύρος των περιοχών των αντιδράσεων.

Σύμφωνα με τους Sverdlin και Ness [52] ο υπολογισμός της θερμοκρασίας Ms πραγματοποιείται σύμφωνα με την ακόλουθη εξίσωση 2-3:

$$M_S\ (^oC) = 520 - 320°C - 50Mn - 30Cr - 20(Ni+Mo) - 5(Cu+Si) \quad [52] \qquad (3\text{-}2)$$



Εικόνα 8. Επίδραση των κραματικών στοιχείων. [87]

Συνοπτικά θα μπορούσαμε να υποστηρίξουμε ότι τα κραματικά στοιχεία προστίθενται στους χάλυβες TRIP για του παρακάτω λόγους:

- να ελέγξουν το κλάσμα όγκου του παραμένοντος ωστενίτη
- να επιβραδύνουν την κατακρήμνιση του σεμεντίτη
- να αποτρέψουν τον σχηματισμό του περλίτη πριν από την μπαινιτική αντίδραση
- να σταθεροποιήσουν τον ωστενίτη
- να ισχυροποιήσουν τον φερρίτη

3.2.1 Άνθρακας (C)

Ο άνθρακας αποτελεί το κυριότερο κραματικό στοιχείο στους χάλυβες TRIP διότι χωρίς αυτό δεν θα μπορούσε να επιτευχθεί το φαινόμενο TRIP που προσδίδει ιδιαίτερα χαρακτηριστικά στους χάλυβες αυτούς. Καθορίζει τη σταθερότητα του υπολειπόμενου ωστενίτη, ισχυροποιεί τον μαρτενσίτη και επιδρά στη διασπορά των φάσεων στην τελική μικροδομή. Ο ωστενίτης εμπλουτίζεται με C τόσο κατά την διάρκεια της ενδοκρίσιμης ανόπτησης όσο και κατά την διάρκεια της μπαινιτικής βαφής και σε αυτό οφείλεται η σταθερότητά του στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Η περιεκτικότητα σε C ενός τυπικού χάλυβα TRIP κυμαίνεται μεταξύ 0.1-0.2%κ.β. [30]. Σε σύγκριση με τους DP οι χάλυβες TRIP περιέχουν υψηλότερα ποσοστά σε C. Η προσθήκη C σε μεγαλύτερα ποσοστά δημιουργεί προβλήματα συγκολλησιμότητας γι' αυτό και αποφεύγεται.

3.2.2 Μαγγάνιο (Mn)

Το μαγγάνιο είναι το κυριότερο και πιο σημαντικό στοιχείο σταθεροποίησης του ωστενίτη. Όπως φαίνεται και στην εξίσωση 3-2 το μαγγάνιο έχει αρνητικό συντελεστή στην θερμοκρασία M_s ($-50^oC/\%$κ.β.), τον πιο αρνητικό από τα άλλα κραματικά στοιχεία. Για παράδειγμα στους χάλυβες Hadfield προστίθεται μαγγάνιο σε ποσοστό της τάξης του 12% ώστε να σταθεροποιηθεί ο ωστενίτης σε θερμοκρασία περιβάλλοντος [53]. Στους χάλυβες TRIP, σχετικά μεγάλα ποσοστά μαγγανίου χρησιμοποιούνται ως κραματικές προσθήκες ~1.5- 2.5%κ.β. [54].

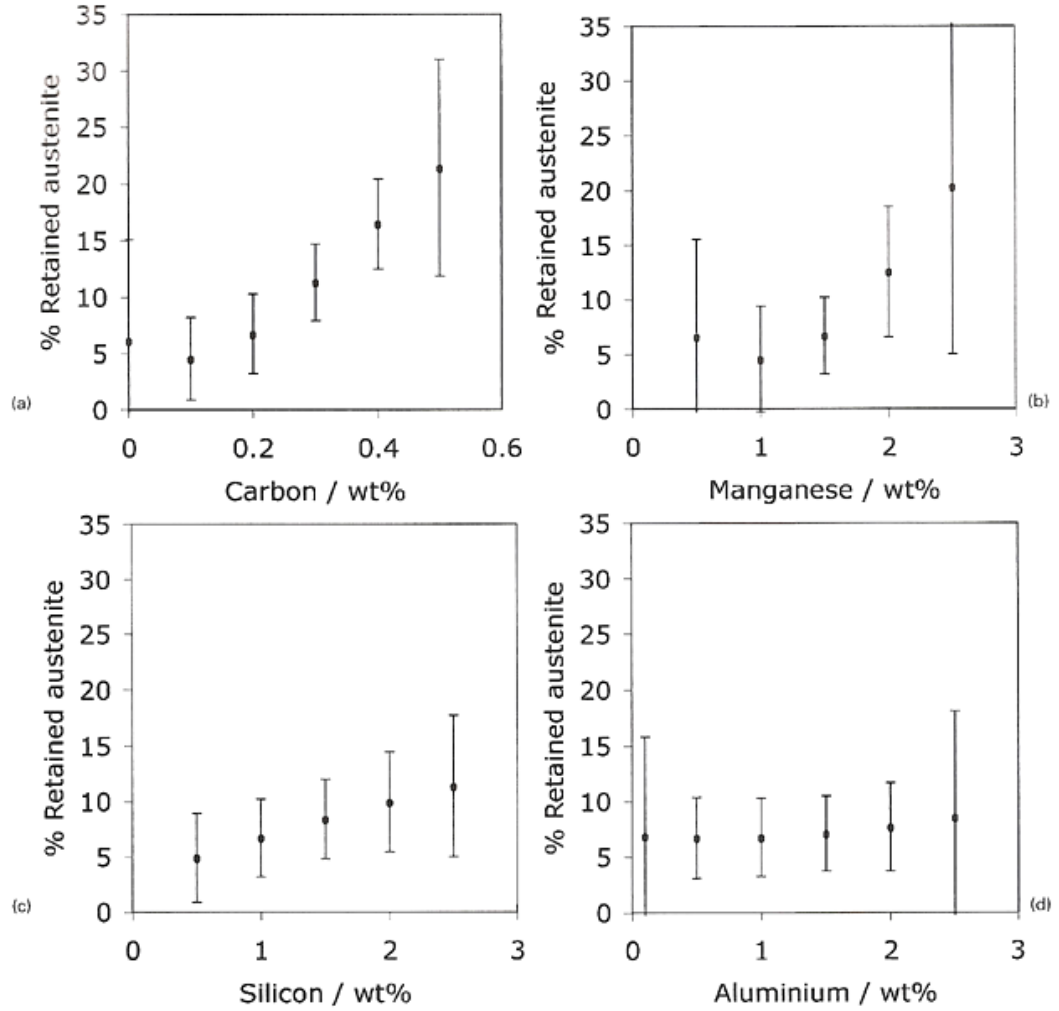
Η προσθήκη του μαγγανίου αυξάνει το κλάσμα όγκου του ωστενίτη (f_γ), μειώνει τη θερμοκρασία μετασχηματισμού του ωστενίτη [35], αυξάνει τη διαλυτότητα του C στον ωστενίτη και επιβραδύνει την αντίδραση του περλίτη, που σαν αποτέλεσμα έχει να διευρύνει την περιοχή των ρυθμών απόψυξης. Επιπλέον αυξάνει σημαντικά την σκληρότητα του φερρίτη μέσω του μηχανισμού "σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος" [35]. Ωστόσο μεγάλα ποσοστά μαγγανίου μειώνουν την ενεργότητα του άνθρακα στον ωστενίτη, επιταχύνοντας αρκετά την κατακρήμνιση του καρβιδίου και γι' αυτό πρέπει να αποφεύγονται [35, 51].

Τέλος το μαγγάνιο είναι σχετικά φθηνή προσθήκη, κάτι που το κάνει οικονομικά ελκυστικό και για το λόγο αυτό αντικατέστησε το νικέλιο στους χάλυβες TRIP [30,35].

3.2.3 Πυρίτιο (Si)

Στην θερμοκρασιακή περιοχή της ενδοκρίσιμης ανόπτησης το Si διαλύεται περισσότερο στον φερρίτη παρά στον ωστενίτη και αυτό γιατί το Si είναι α-φερογόνο σε αντίθεση με το Mn που είναι γ-φερογόνο [55]. Επομένως το πυρίτιο δεν είναι στοιχείο που σταθεροποιεί τον ωστενίτη· αυξάνει τη ευτηκτοειδή θερμοκρασία φερρίτη - ωστενίτη και μειώνει σημαντικά την ενεργότητα του άνθρακα στον φερρίτη [53]. Στους TRIP το Si καθυστερεί αρκετά ή και εμποδίζει ολοκληρωτικά την κατακρήμνιση των καρβιδίων και ειδικά του σεμεντίτη (εξαιτίας της χαμηλής του διαλυτότητας σε αυτόν) [57] που συνήθως πραγματοποιείται κατά τη διάρκεια του μπαινιτικού μετασχηματισμού και οδηγεί σε υψηλότερα ποσοστά άνθρακα στο στερεό διάλυμα [56], [30] που χρησιμοποιούνται για εμπλουτισμό του ωστενίτη. Αυτό επιτυγχάνεται διότι η παρουσία του πυριτίου όπως και του αλουμινίου, βοηθά στη διατήρηση του ωστενίτη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος όχι αυξάνοντας την σταθερότητα του ωστενίτη θερμοδυναμικά, αλλά με την παρεμπόδιση της κατακρήμνισης του σεμεντίτη [27]. Σύμφωνα με μελέτη σε χάλυβα με αυξημένο ποσοστό πυριτίου, δεν παρατηρήθηκε κατακρήμνιση καρβιδίου ακόμη και μετά από παραμονή του δοκιμίου για αρκετές ώρες στην ισοθερμοκρασιακή μπαινιτική περιοχή [43]. Τέλος το Si αυξάνει επιπλέον την σκληρότητα του φερρίτη μέσω σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος εφόσον όπως αναφέραμε και πιο πάνω διαχέεται περισσότερο στον φερρίτη [35].

Το πυρίτιο προστίθεται σε ποσοστά περίπου από 1.5% έως 2.5% κ.β. [54] και όσο αυξάνει η περιεκτικότητά του αυξάνεται και το ποσοστό του υπολειπόμενου ωστενίτη όπως φαίνεται και στην εικόνα 2.9 c) που προέκυψε από μαθηματικό μοντέλο [27] υπολογισμού σύμφωνα με τους Chatterjee, Murugananth και Bhadeshia.



Εικόνα 9. Επίδραση κραματικών στοιχείων στο ποσοστό του υπολειπόμενου ωστενίτη: a) άνθρακας, b) μαγγάνιο, c) πυρίτιο και d) αλουμίνιο.

Ωστόσο, η αυξημένη χρησιμοποίηση Si δημιουργεί προβλήματα τόσο κατά τον γαλβανισμό (hot-dip galvanizing) όσο και στη συγκολλησιμότητα των χαλύβων, εξαιτίας της δημιουργίας ενός λεπτού στρώματος οξειδίων (SiO_2, $MnSiO_4$) [60,61]. Τα οξείδια που σχηματίζονται στην επιφάνεια του ελάσματος κατά την διάρκεια της έλασης είναι αόρατα και δύσκολα απομακρύνονται [76]. Για την αντιμετώπιση του προβλήματος μελετάται η χρησιμοποίηση διαφόρων άλλων κραματικών στοιχείων σε αντικατάσταση του Si όπως Al, P, V, Ti, Mo, Nb [58]. Από τα στοιχεία αυτά ευρέως έχει μελετηθεί και έχει ήδη αρχίσει να χρησιμοποιείται η προσθήκη του Al [55]. Ωστόσο, οι μηχανικές ιδιότητες που προέκυψαν δεν έφθασαν στα επίπεδα των ιδιοτήτων των χαλύβων αυτών με προσθήκες Si.

3.2.4 Άλλα κραματικές προσθήκες

Αλουμίνιο (Al)

Ο ρόλος του αλουμινίου είναι παρόμοιος με αυτόν του πυριτίου, δηλαδή καθυστερεί την κατακρήμνιση των καρβιδίων [57], [43], [58]. Στους χάλυβες TRIP προστίθεται σαν εναλλακτικό κραματικό στοιχείο ώστε να μειωθεί το ποσοστό του πυριτίου ή να αντικατασταθεί εξ ολοκλήρου με σκοπό να αντιμετωπιστεί το πρόβλημα που παρουσιάζεται κατά τον γαλβανισμό σε θερμό λουτρό (hot-dip galvanizing problem) εξαιτίας του σχηματισμού στην επιφάνεια των οξειδίων SiO_2 και Mn_2SiO_4 [58]. Σε έρευνα του De Meyer [79] ο οποίος μελέτησε χάλυβες με Si καθώς και χάλυβες που περιείχαν τόσο Si όσο και Al κατέληξε ότι οι χάλυβες με Al επιδεικνύουν μεγαλύτερη διαμορφωσιμότητα από αυτούς με το Si καθώς και καλύτερο συνδυασμό αντοχής-διαμορφωσιμότητας. Επίσης παρατήρησε ότι ο παραμένων ωστενίτης που δημιουργήθηκε εμφανίστηκε πιο σταθερός. Ωστόσο, υποστηρίζει ότι το Si δεν μπορεί να αντικατασταθεί εξ' ολοκλήρου από Al στους χάλυβες TRIP, διότι υπερβολικά μεγάλη προσθήκη Al θα είχε σαν αποτέλεσμα την μείωση του ωστενιτικού βρόγχου και επομένως τη μείωση του παραγόμενου ωστενίτη. Στο ίδιο συμπέρασμα κατέληξε και ο Jacques [80] ο οποίος παρατήρησε ότι η υπερβολική μείωση του Si και αντικατάσταση με Al οδηγεί σε χάλυβες TRIP με χαμηλές μηχανικές ιδιότητες, με χειρότερους εκείνους που έχουν μικρά ποσοστά Si της τάξης του 0.4%κ.β.. Το αλουμίνιο εκτός από τα παραπάνω φαίνεται να επιδρά στη χημικά κινητήρια δύναμη για τον σχηματισμό του μπαινιτικού φερρίτη, αυξάνοντας την ελεύθερη ενέργεια για τον μετασχηματισμό του ωστενίτη σε φερρίτη [61]. Από την σύγκριση των δύο χαλύβων ο χάλυβας με το Al εμφάνισε περισσότερο φερρίτη από αυτόν με το Si. Συνοψίζοντας θα μπορούσαμε να καταλήξουμε ότι η προσθήκη του Al πρέπει να γίνεται με προσοχή και πάντα με την παρουσία του Si που ο συνδυασμός τους βελτιώνει τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού.

Φώσφορος (P)

Ο φώσφορος είναι γ-φερογόνο στοιχείο και επιδεικνύει παρόμοια συμπεριφορά με το Si. Δηλαδή εμποδίζει τη δημιουργία καρβιδίων αφήνοντας περισσότερο C στο διάλυμα για τον εμπλουτισμό του ωστενίτη και ισχυροποιεί τον φερρίτη [49]. Ο Chen [49] παρατήρησε ότι αυξάνοντας το ποσοστό του φωσφόρου αυξάνεται το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη. Στο ίδιο συμπέρασμα κατέληξαν και οι E. Jimenez-Melero [58]

οι οποίοι έδειξαν ότι η παρουσία του φωσφόρου οδηγεί σε αύξηση της κινητικής του μπαινιτικού μετασχηματισμού και μάλιστα εμφανίζει μεγαλύτερη επίδραση από αυτή του Al. Την αύξηση του κλάσματος όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη την απέδωσε στο γεγονός ότι ο τελευταίος δεν σταθεροποιείται χημικώς στη θερμοκρασία περιβάλλοντος, αλλά μηχανικώς μέσω του μηχανισμού της "σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος". Επομένως επειδή ο P αποτελεί στοιχείο παρεμβολής βοηθά στην σταθεροποίηση του ωστενίτη [49]. Ωστόσο, μεγάλες συγκεντρώσεις προκαλούν ψαθυροποίηση στο χάλυβα και γι' αυτό δεν πρέπει να χρησιμοποιείται στους χάλυβες TRIP σε ποσοστό μεγαλύτερο του 0.1%κ.β. [62]. Τέλος ο Bleck [51] υποστηρίζει πως η προσθήκη P επιβραδύνει την κατακρήμνιση των καρβιδίων μόνο με την παρουσία Mn και Si και επιλέγεται σε περιπτώσεις που επιβάλλεται εξαιτίας άλλων παραγόντων να μειωθούν οι συγκεντρώσεις των παραπάνω.

Χρώμιο (Cr)

Το χρώμιο είναι α-φερογόνο στοιχείο, μειώνει τον βρόχο του ωστενίτη και επιβραδύνει τον σχηματισμό του περλίτη και του μπαινίτη. Η συμπεριφορά του στους χάλυβες TRIP είναι παρόμοια με αυτή του Si. Αυξάνει τη σταθερότητα του ενδοκρίσιμου ωστενίτη και εμποδίζει το μετασχηματισμό του σε φερρίτη κατά την απόψυξη [66]. Οδηγεί σε αύξηση του κλάσματος όγκου του μπαινίτη επιβραδύνοντας την μπαινιτική αντίδραση και βοηθά στον σχηματισμό μαρτενσίτη σε μικρό ποσοστό ο οποίος ανιχνεύεται στην τελική μικροδομή. Αυξάνει τις τιμές της αντοχής αλλά μειώνει το κλάσμα όγκου του παραμένοντος ωστενίτη και την ολκιμότητα [66]. Ο Mintz [67] υποστηρίζει ότι το χρώμιο παρουσιάζει μια επίδραση στην κατακρήμνιση των καρβιδίων παρόμοια με αυτή του Al, του Si και του P αλλά η προσθήκη σε ποσοστό μεγαλύτερο από 0.5% κ.β. οδηγεί σε προβλήματα κατά τον γαλβανισμό. Γενικά η προσθήκη του χρωμίου δίνει μια συμπεριφορά παρόμοια με τους διφασικούς (DP) χάλυβες, δηλαδή υψηλή αντοχή (πάνω από 1000MPa) και χαμηλή ολκιμότητα (περίπου 20%) [59].

Νικέλιο (Ni)

Το νικέλιο αποτελεί ισχυρό γ-φερογόνο στοιχείο με αποτέλεσμα στους χάλυβες TRIP να προστίθεται με σκοπό τη σταθεροποίηση του ωστενίτη. Η συμπεριφορά του είναι παρόμοια με αυτή του Mn [73]. Ο Kim [59] στην έρευνά του υποστηρίζει ότι με την προσθήκη του Ni αύξησε τόσο την αντοχή σε θραύση όσο και την ολκιμότητα με

αντίστοιχη αύξηση του κλάσματος όγκου του παραμένοντος ωστενίτη. Ωστόσο στους χάλυβες TRIP το Ni χρησιμοποιείται μαζί με το Cu μιας και το Ni μειώνει τη επίδραση του Cu στην υποβάθμιση της ποιότητας της επιφάνεια του υλικού.

Τιτάνιο (Ti)

Το τιτάνιο που προστίθεται στους χάλυβες σε μικρές αναλογίες, ισχυροποιεί τον φερρίτη μέσω του μηχανισμού "σκλήρωσης με κατακρήμνιση" και βοηθά στον έλεγχο του μεγέθους του κόκκου (εκλέπτυνση του κόκκου). Στους χάλυβες TRIP κατά την κατακρήμνιση δημιουργεί καρβίδια (TiC), νιτρίδια (TiN) καθώς και καρβονιτρίδια (Ti(C,N)) [74]. Η παρουσία του Ti φαίνεται να επηρεάζει αρνητικά το κλάσμα όγκου του ωστενίτη που η σταθερότητά του αποδίδεται στον εμπλουτισμό του σε C διότι δεσμεύει τον C για τον σχηματισμό των καρβιδίων. Στην έρευνα του Kammouni [74] που μελέτησε χάλυβες TRIP με προσθήκη Ti ανιχνεύθηκαν μικρά ποσοστά υπολειπόμενου ωστενίτη της τάξης τους 1.5%.

Νιόβιο (Nb)

Το νιόβιο είναι α-φερογόνο στοιχείο, ισχυρά καρβιδιογόνο που συστέλλει το βρόχο του ωστενίτη. Στους χάλυβες TRIP αυξάνει την σταθερότητα του ωστενίτη βοηθώντας στον εμπλουτισμό του σε άνθρακα [63,64]. Επιβραδύνει την ισοθερμοκρασιακή μπαινιτική βαφή με συνέπεια την αύξηση του κλάσματος όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη [65]. Σε σύγκριση με τους τυπικούς χάλυβες TRIP προσφέρει μια βελτιωμένη σχέση αντοχής - ολκιμότητας και βελτιώνει τη διαμορφωσιμότητα του υλικού ειδικά όταν αυτή πραγματοποιείται με ψυχρή διαμόρφωση [65]. Κατεβάζει τη θερμοκρασία M_S, είναι υπεύθυνο για την εκλέπτυνση του κόκκου και καθυστερεί τον σχηματισμό του φερρίτη και του περλίτη [64].

Χαλκός (Cu)

Ο χαλκός αν και είναι γ-φερογόνο στοιχείο και χρησιμοποιείται και αυτός σαν εναλλακτικό στοιχείο για την αντικατάσταση του Si [70]. Επιβραδύνει την κατακρήμνιση των καρβιδίων και επιδεικνύει συμπεριφορά παρόμοια με αυτή του Si και Al [66]. Σταθεροποιεί τον ωστενίτη ενώ η παρουσία κατακρημνισμάτων ε-Cu καθιστά την πυρήνωση του ωστενίτη πιο εύκολη. Η επίδραση του Cu στην ισχυροποίηση των χαλύβων TRIP είναι μικρότερη από αυτή του Mn, Mo ή Cr και παρόμοια με αυτή του Ni [71].

Επειδή ο χαλκός εμφανίζει περιορισμένη στερεά διαλυτότητα, χρησιμοποιείται στην ισχυροποίηση (αύξηση της αντοχής) του φερρίτη μέσω του μηχανισμού "σκλήρυνσης με κατακρήμνιση". Γενικά η χρήση του σε ποσοστά από 0.3% έως 0.5%κ.β. δείχνει να βελτιώνει τις ιδιότητες [72]. Στα ίδια συμπεράσματα καταλήγει και ο Kim [59] ο οποίος στην έρευνά του καταλήγει ότι η προσθήκη του χαλκού αυξάνει το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη και προσδίδει στο υλικό έναν εξαιρετικό συνδυασμό αντοχής-ολκιμότητας. Για παράδειγμα η αντοχή σε θραύση κυμαίνεται μεταξύ 800-850MPa ενώ η ολκιμότητα από 34-38%.

Μολυβδαίνιο (Mo)

Το μολυβδαίνιο είναι ισχυρό α-φερογόνο στοιχείο, ισχυροποιεί τον φερρίτη μέσω του μηχανισμού "σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος" και επιβραδύνει τον σχηματισμό του περλίτη [68]. Στους χάλυβες με χαμηλά ποσοστά σε Si, η προσθήκη μολυβδαινίου μπορεί να οδηγήσει σε μηχανικές ιδιότητες παρόμοιες με χάλυβες που έχουν υψηλά ποσοστά Si και γι' αυτό χρησιμοποιείται για αντικατάσταση του τελευταίου όταν αυτό απαιτείται. Ενδεικτικά αναφέρουμε σε χάλυβες με Mo το όριο θραύσης έφθασε τα 1000MPa με συνολική επιμήκυνση 36% [68]. Ως ισχυρά καρβιδιογόνο στοιχείο από θερμοδυναμικής άποψης ευνοεί τον σχηματισμό καρβιδίων, αλλά από την οπτική γωνία της κινητικής της αντίδρασης έδειξε να επιβραδύνει την κατακρήμνιση των καρβιδίων [51]. Στο ίδιο συμπέρασμα κατέληξε και ο Mintz [67,69] ο οποίος υποστηρίζει ότι με την προσθήκη του Mo επιτρέπονται μικρότεροι ρυθμοί απόψυξης μιας και το τελευταίο μειώνει τον ρυθμό απόψυξης από τη θερμοκρασία της ενδοκρίσιμης ανόπτησης μέχρι την μπαινιτική περιοχή καθώς επιβραδύνει τον σχηματισμό του περλίτη.

Βανάδιο (V)

Το βανάδιο προστίθεται για τον ίδιο λόγο με το τιτάνιο. Αποτελεί στοιχείο μικροκραμάτωσης των χαλύβων και προστίθεται για σταθεροποίηση του φερρίτη ώστε να μην σχηματιστεί περλίτης κατά την απόψυξη από την ενδοκρίσιμη ανόπτηση στη θερμοκρασία της μπαινιτικής βαφής. Έρευνες έχουν δείξει ότι σταθεροποιεί καλύτερα των ωστενίτη από το Cr.

Βόριο (Β)

Μικρές προσθήκες από βόριο αυξάνουν την αντοχή σε θραύση. Χάλυβες χαμηλής κραμάτωσης σε Si που περιέχουν και Β έχει βρεθεί ότι περιέχουν αυξημένο κλάσμα όγκου υπολειπόμενου ωστενίτη και επιδεικνύουν αρκετή ευαισθησία κατά το φαινόμενο TRIP [75].

3.3 Φυσική Μεταλλουργία Χάλυβα TRIP

Κρατώντας ίδια τη χημική σύσταση και ρυθμίζοντας τα κλάσματα όγκου των δευτερευουσών φάσεων (ωστενίτη - μπαινίτη), την κατανομή αυτών και κυρίως τη σταθερότητα του υπολειπόμενου ωστενίτη προκύπτει ένα ευρύ φάσμα μηχανικών ιδιοτήτων που μπορούμε να χρησιμοποιήσουμε ανάλογα με τις ανάγκες μας στις διάφορες εφαρμογές, στους χάλυβες TRIP [91]. Γι' αυτό λοιπόν θα ήταν χρήσιμο να κατανοήσουμε τους μηχανισμούς ανάπτυξης των διαφόρων φάσεων ώστε να προβλέψουμε τις τελική μικροδομή. Κατά την παραμονή λοιπόν στην θερμοκρασία της ενδοκρίσιμης ανόπτησης, στους χάλυβες ψυχρής έλασης, έχουμε δημιουργία ενδοκρίσιμου ωστενίτη, ο οποίος σχηματίζεται με πυρήνωση στα όρια κόκκων φερρίτη-σεμεντίτη, που προέρχεται από τη διαλυτοποίηση του σεμεντίτη με συνακόλουθο εμπλουτισμό του ωστενίτη σε άνθρακα. Στο πέρας της ανόπτησης στο στερεό διάλυμα συνυπάρχουν κλάσματα όγκου φερρίτη που δεν πρόλαβε να μετασχηματιστεί και ενδοκρίσιμου ωστενίτη. Κατά την διάρκεια τώρα της απόψυξης και μέχρι την θερμοκρασία της μπαινιτικής περιοχής μέρος του ωστενίτη μετασχηματίζεται σε προευτηκτοειδή φερρίτη (epitaxial ferrite). Στη συνέχεια κατά την εισαγωγή και παραμονή στη θερμοκρασία της μπαινιτικής βαφής, ο ενδοκρίσιμος ωστενίτης που έχει απομείνει μετατρέπεται σε μπαινίτη ενώ ποσοστό του ωστενίτη σταθεροποιείται εξαιτίας του εμπλουτισμού του σε άνθρακα και παραμένει σε μετασταθή κατάσταση στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος ως υπολειπόμενος ή παραμένων ωστενίτης [30]. Επομένως μια ιδανική μικροδομή ενός χάλυβα TRIP χαμηλής κραμάτωσης (low-alloy TRIP steel) θα αποτελούνταν από φερρίτη, μπαινίτη και υπολειπόμενο ωστενίτη. Ωστόσο συχνά στην μικροδομή εμφανίζονται καρβίδια καθώς και μαρτενσίτης [119]. Η ανάλυση λοιπόν των επιμέρους χαρακτηριστικών των φάσεων αυτών όπως είναι η μορφολογία τους, ο μηχανισμός ανάπτυξής τους και τα κρυσταλλογραφικά τους χαρακτηριστικά αποκτούν ιδιαιτέρως σημαντική αξία στην κατανόηση της επίδρασης τους στην τελικές ιδιότητες του υλικού. Στις παραγράφους που ακολουθούν θα γίνει μια προσπάθεια λεπτομερούς περιγραφής των μικρογραφικών χαρακτηριστικών που εμφανίζονται στην μικροδομή των χαλύβων TRIP.

3.3.1 Ωστενίτης

Στους χάλυβες TRIP ο ωστενίτης εμφανίζεται με τουλάχιστον δύο διαφορετικές μορφολογίες. Σαν χονδρομερής κόκκοι (blocky-type grain) μέσα στο πλέγμα του ενδοκρίσιμου φερρίτη ή σαν εναλλασσόμενα υμένια (film-type lamellae) ωστενίτη -

μπαινιτικού φερρίτη μέσα στον μπαινίτη [118,93,74]. Ο χονδροειδής ωστενίτης είναι και εκείνος που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη κατά την επιβολή του φορτίου και δίνει το φαινόμενο TRIP. Αντιθέτως ο ωστενίτης που συναντάται στην μπαινιτική φάση σαν λεπτά υμένια γενικά δεν μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη [116]. Στην παραπάνω παρατήρηση κατέληξε με την εργασία του και ο Sugimoto [122] ο οποίος κατάφερε να παράγει τρεις διαφορετικούς τύπους υπολειπόμενου ωστενίτη από έναν χάλυβα TRIP με σύσταση 0.17C-1.41Si- 2Mn. Ο ωστενίτης στον τύπο Ι εμφανίστηκε με την μορφή νησίδων ωστενίτη (austenite islands) μέσα σε ένα φερριτικό πλέγμα. Ο τύπος ΙΙ εμφανίστηκε σαν στενά υμένια (narrow austenite films) κατά μήκος των ορίων του μπαινίτη (bainite lath boundaries) ενώ στον τύπο ΙΙΙ ο ωστενίτης εμφανίστηκε με βελονοειδής μορφής νησίδες (acicular austenite islands) μέσα στο φερριτικό πλέγμα [122]. Από τους τρείς τύπους ο χάλυβας με τον τύπο ΙΙ ωστενίτη παρουσίασε πολύ φτωχές μηχανικές ιδιότητες, ειδικά χαμηλή ολκιμότητα, σε σύγκριση με τους άλλους δύο τύπους. Αυτό το απέδωσε στην υψηλή υδροστατική πίεση που ασκείται στα υμένια (films) του υπολειπόμενου ωστενίτη στον τύπο ΙΙ. Τελικώς κατέληξε ότι ο χάλυβας με τον τύπο ΙΙ ωστενίτη δεν είχε τις χαρακτηριστικές ιδιότητες των χαλύβων TRIP και στην πραγματικότητα δεν ήταν χάλυβας TRIP παρά το μεγάλο κλάσμα όγκου του ωστενίτη.

Ο υπολειπόμενος ωστενίτης και ο φερριτικός μπαινίτης είναι γειτονικές φάσεις που εμφανίζουν ειδικό κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό ο οποίος διατηρείται κατά τη διάρκεια της παραμόρφωσης [121]. Ο Zaefferer [30] στην έρευνά του έδειξε ότι η κρυσταλλογραφική σχέση κατά Kurdjumov-Sachs (KS) ανάμεσα στον υπολειπόμενο ωστενίτη και το φερρίτη, δύναται να διατηρηθεί εξαιτίας της ανάπτυξης ισχυρής κρυσταλλογραφικής μεταβολής (strong orientation gradients) στους γειτονικούς φερριτικούς κόκκους και ερμηνεύει αυτόν τον τύπο του διαταραγμένου (dislocated) φερρίτη σαν μπαινίτη. Ωστόσο ο σημαντικότερος παράγοντας για την εμφάνιση του φαινομένου TRIP αποτελεί η σταθεροποίηση του ωστενίτη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Η σταθεροποίηση επιτυγχάνεται με διάφορους μηχανισμούς και επομένως η ανάπτυξή τους θα ήταν σημαντική. Στην παράγραφο που ακολουθεί γίνεται μια προσπάθεια ανάλυσης των μηχανισμών αυτών.

3.3.2 Σταθεροποίηση του Ωστενίτη (Austenite stability)

Η σταθεροποίηση του παραμένοντος ωστενίτη επιτυγχάνεται με την ανάπτυξη δύο μηχανισμών. Με τον πρώτο μηχανισμό η σταθεροποίηση πραγματοποιείται

θερμοδυναμικά (thermodynamic) [103,29] ενώ κατά τον δεύτερο η σταθεροποίηση γίνεται μηχανικά (mechanical) [104,29].

Η θερμοδυναμική σταθεροποίηση συνίσταται στην ικανότητα του ωστενίτη να αντιστέκεται στον μετασχηματισμό μέχρι και κατά την διάρκεια του μπαινιτικού μετασχηματισμού και να παραμένει σταθερός στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος [105,106]. Η θερμοδυναμική σταθεροποίηση επιτυγχάνεται κυρίως με τον εμπλουτισμό του ωστενίτη σε άνθρακα που πραγματοποιείται κατά την διάρκεια της μπαινιτικού μετασχηματισμού, καθώς και με την προσθήκη άλλων κραματικών στοιχείων.

Η μηχανική σταθεροποίηση αναφέρεται στο βαθμό κατά τον οποίο ο ωστενίτης είναι ικανός να αντισταθεί στην παραμόρφωση, στην θερμοκρασία του περιβάλλοντος, πριν μετασχηματιστεί σε μαρτενσίτη. Επιτυγχάνεται τόσο με τη διατήρηση μικρού μεγέθους κόκκου ωστενίτη όσο και από τις τάσεις μετασχηματισμού που δημιουργούνται στο γύρω πλέγμα κατά τον σχηματισμό του μπαινίτη [30,29]. Σύμφωνα με έρευνες που έγιναν σε πλήρως ωστενιτικούς χάλυβες καθώς και σε χάλυβες TRIP έχει παρατηρηθεί ότι η αντίσταση στον μαρτενσιτικό μετασχηματισμό αυξάνει με την μείωση του μεγέθους του κόκκου του ωστενίτη [117,118]. Όσον αναφορά τις τάσεις μετασχηματισμού, έχει παρατηρηθεί ότι κατά τον σχηματισμό του μπαινίτη δημιουργούνται υψηλές υδροστατικές πιέσεις (hydrostatic stresses) που ενεργούν ενάντια σε έναν πιθανό μαρτενσιτικό μετασχηματισμό του γειτονικού ωστενίτη [112,30]. Η μηχανική σταθεροποίηση καθορίζει και τον βαθμό του φαινομένου TRIP.

Η σταθεροποίηση του ωστενίτη σύμφωνα με τον Tjahjanto [92], ο οποίος στην έρευνά του ανέπτυξε ένα μοντέλο συσχέτισης των μικρομηχανικών ιδιοτήτων των χαλύβων TRIP με την μικροδομή τους, έδειξε ότι εξαρτάται από τέσσερις παράγοντες:

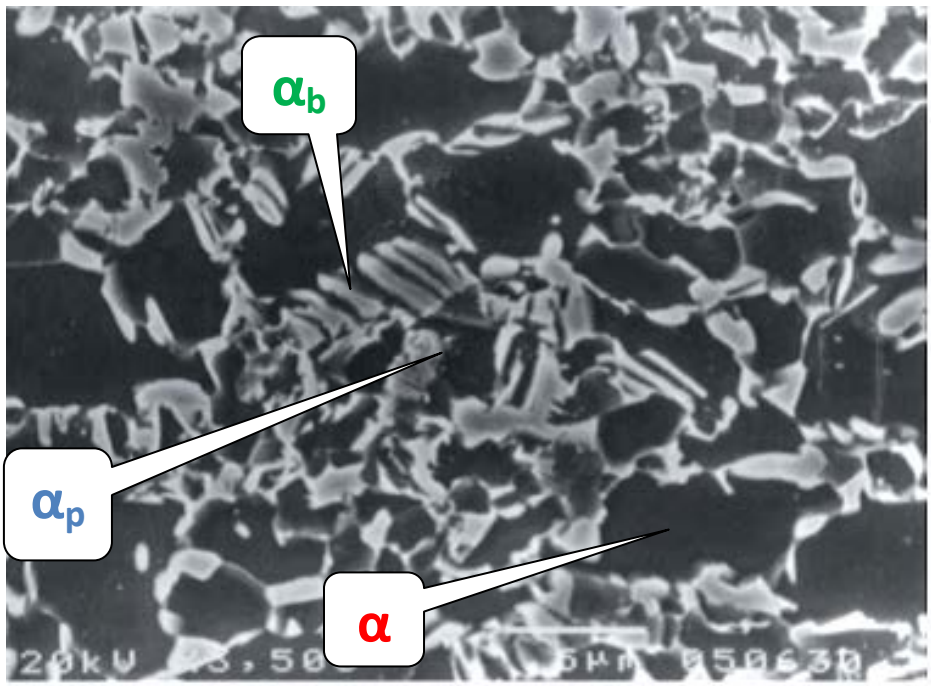
i. το αρχικό κλάσμα όγκου και το μέγεθος κόκκου του ωστενίτη [93,94,95]
ii. τη μηχανική σταθεροποίηση που προκαλείται από τις γειτονικές φάσεις του υπολειπόμενο ωστενίτη [96,97]
iii. τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό των κόκκων σε σχέση με τη διεύθυνση του φορτίου (loading direction) [98,99]
iv. την συγκέντρωση του άνθρακα στον υπολειπόμενο ωστενίτη [93,96,100,101,102]

Όπως έχουμε αναφέρει και προηγουμένως, το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη καθώς και η συγκέντρωσή του σε άνθρακα εξαρτάται από τη θερμική κατεργασία που έχει

υποστεί το υλικό και ιδιαίτερα από την θερμοκρασία και το χρόνο παραμονής τόσο στο στάδιο της ενδοκρίσιμης ανόπτησης όσο και κατά το στάδιο της ισοθερμοκρασιακής μπαινιτικής βαφής [92,93,96,102]. Μείωση του μεγέθους κόκκου του ωστενίτη σημαίνει και μεγαλύτερη σταθεροποίησης του ωστενίτη [111]. Αντίθετα περισσότερος αρχικώς υπολειπόμενος ωστενίτης στην μικροδομή δεν σημαίνει απαραίτητα και αύξηση της πραγματικής αντοχής κατά την διάρκεια των πρώιμων σταδίων της παραμόρφωσης.

3.3.3 Φερρίτης

Οι μορφές του φερρίτη που συναντάμε στους χάλυβες TRIP θα μπορούσαμε να υποστηρίξουμε ότι συνοψίζονται σε τρείς κύριους τύπους. Στον φερρίτη που προϋπάρχει πριν την ενδοκρίσιμη ανόπτηση και παραμένει μετά το τέλος αυτής και στην βιβλιογραφία [30,29] αναφέρεται και σαν ενδοκρίσιμος φερρίτης ή υπολειπόμενος φερρίτης (retained ferrite) [108,110], στον προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη (epitaxial ferrite) [107-110] που δημιουργείται κατά την διάρκεια της απόψυξης μέχρι τη θερμοκρασία της ισοθερμοκρασιακής μπαινιτικής περιοχής και στον μπαινιτικό φερρίτη που σχηματίζεται κατά την διάρκεια της μπαινιτικής αντίδρασης και αποτελεί συστατικό της μπαινιτικής φάσης [30,29].



Εικόνα 10. Μικρογραφία Sem στην οποία φαίνονται οι διάφορες μορφολογίες του φερρίτη στους χάλυβες TRIP: α) ενδοκρίσιμος φερρίτης, α_p) προευτηκτοειδής φερρίτης και α_b) μπαινιτικός φερρίτης. [132]

Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης είναι ο φερρίτης που δεν μετασχηματίζεται σε ωστενίτη κατά την διάρκεια της ενδοκρίσιμης ανόπτησης. Το ποσοστό που απομένει μετά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση εξαρτάται από την διάρκεια παραμονής στην θερμοκρασία αυτή. Η μορφή του στην τελική μικροδομή χαρακτηρίζεται από αρκετές γωνίες και γι' αυτό στην βιβλιογραφία αναφέρεται και σαν πολυγωνικός φερρίτης (polygonal ferrite) [119,124,125,127]. Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης εμφανίζει μικρή πυκνότητα διαταραχών ενώ η σχέση προσανατολισμού με τις νησίδες ωστενίτη είναι κατά KS [30].

Ο προευτηκτοειδής φερρίτης (epitaxial ferrite) δημιουργείται κατά την διάρκεια της απόψυξης από την θερμοκρασία της ενδοκρίσιμης ανόπτησης έως και τη θερμοκρασία της μπαινιτικής βαφής. Αναλύσεις με EPMA (Electron probe microanalysis) [107] έδειξαν ότι ο σχηματισμός αυτού του είδους του φερρίτη λαμβάνει χώρα με μερική ανακατανομή (redistribution) των κραματικών στοιχείων μεταξύ του προευτηκτοειδή φερρίτη και του ωστενίτη. Αυτή η ανακατανομή των κραματικών στοιχείων προκαλεί μεταβολές στη σύσταση του προευτηκτοειδή φερρίτη σε σχέση με τον ενδοκρίσιμο, με αποτέλεσμα τη διαφορετική συμπεριφορά κατά την προσβολή των δύο φερριτών [107]. Σύμφωνα με τον Zaefferer [30] κατά την απόψυξη δεν έχουμε φύτρωση (nucleation) "νέων" κόκκων φερρίτη αλλά μια κίνηση α-γ-α των ορίων των φάσεων, η οποία οδηγεί αρχικά στην ανάπτυξη κάποιου προευτηκτοειδή φερρίτη και στην συνέχεια στον σχηματισμό του μπαινίτη. Ο σχηματισμός του φερρίτη επιβεβαιώνεται και από τις μετρήσεις διασταλομετρίας (dilatometric) [128] οι οποίες έδειξαν ότι τα δοκίμια που βάφτηκαν στην θερμοκρασία μπαινιτικού μετασχηματισμού εμφάνισαν στην μικροδομή τους μεγαλύτερο κλάσμα όγκου μπαινίτη και λιγότερο φερρίτη (το κλάσμα όγκου του ωστενίτη παρέμεινε περίπου το ίδιο) από τα δοκίμια τα οποία αποψύχθηκαν πιο αργά με έναν ρυθμό περίπου στους 20^{o}K/sec. Στο ίδιο συμπέρασμα καταλήγει και η παρατήρηση του κρυσταλλογραφικού ιστού του φερρίτη [30]. Σύμφωνα με έρευνες [107,108,110] η παρουσία του προευτηκτοειδή φερρίτη στην τελική μικροδομή (20-25%), οδηγεί σε αύξηση της ολκιμότητας με μικρή μείωση στην αντοχή σε σχέση με έναν χάλυβα που περιέχει μόνο ενδοκρίσιμο φερρίτη.

Ο μπαινιτικός φερρίτης αναπτύσσεται κατά την παραμονή του υλικού στην μπαινιτική περιοχή και σύμφωνα με τον Bhadeshia [43] η ανάπτυξή του δεν πραγματοποιείται με ανακατανομή ατόμων σιδήρου ή άλλων στοιχείων αντικατάστασης, ακόμη και στην αρχική φάση του μετασχηματισμού. Ο μηχανισμός ανάπτυξής του είναι διατμησιακός (displacive) χωρίς καθόλου διάχυση [43]. Η μπαινιτική φάση σχηματίζεται με αλλαγή

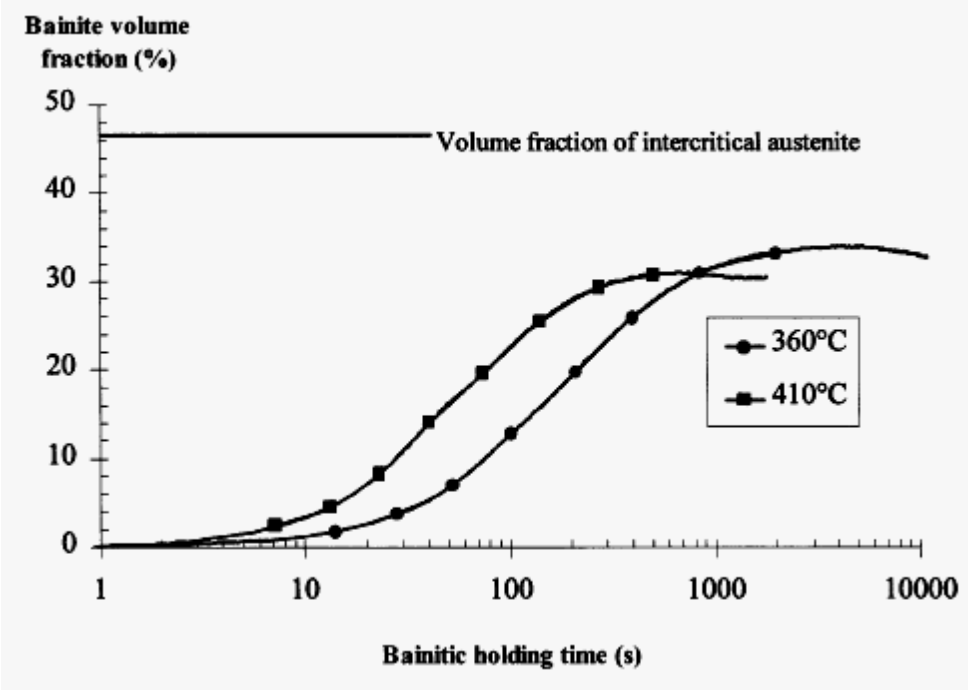
σχήματος και όγκου. Αυτή η μεταβολή συνοδεύεται με τη γέννηση διατμητικών και υδροστατικών τάσεων (shear and hydrostatic stresses). Οι διατμητικές τάσεις (shear stresses) οδηγούν στη δημιουργία των γεωμετρικά απαραίτητων διαταραχών (GNDs-Geometrically Necessary Dislocations) [30] την πυκνότητα των οποίων ο Bhadeshia κατάφερε να μετρήσει χρησιμοποιώντας TEM και να την υπολογίσει περίπου στα $\rho_d = 4x10^{14}m^{-2}$ ($B_S \approx 650^oC$). Το χαρακτηριστικό αυτό του μπαινιτικού φερρίτη, το EBSD έχει την ικανότητα να το αναγνωρίσει και συγκεκριμένα ανιχνεύει την αλλαγή στον προσανατολισμό (orientation gradient) που δημιουργείται από τις διαταραχές, με αποτέλεσμα το συγκεκριμένο όργανο να δύναται να χρησιμοποιηθεί στον διαχωρισμό του μπαινιτικού φερρίτη από τον ενδοκρίσιμο φερρίτη [29]. Ο Zaefferer [30] από παρατηρήσεις του στο TEM κατέληξε ότι οι λωρίδες (lamellae) του μπαινιτικού φερρίτη εμφανίζουν σχέση προσανατολισμού κατά KS-OR με τις λωρίδες (lamellae) του ωστενίτη και μάλιστα πιο ακριβής σε σχέση με τους φερριτικούς κόκκους εκτός μπαινίτη. Αυτό αποδεικνύει ότι ο μπαινίτης ακολουθεί ισχυρή σχέση προσανατολισμού κατά KS για την ανάπτυξή του κάτι που είναι ενδεικτικό του διατμητικού μηχανισμού ανάπτυξης του μπαινίτη [30].

3.3.4 Μπαινίτης

Ο μπαινίτης είναι ένα μικρογραφικό συστατικό στους χάλυβες TRIP που αποτελείται από φερρίτη (μπαινιτικό φερρίτη), ωστενίτη (υπολειπόμενο) και σε κάποιες περιπτώσεις από διάφορες μορφές σεμεντίτη [30]. Στους χάλυβες TRIP εμφανίζεται με την μορφή του κοκκώδη μπαινίτη (granular bainite) [30,124,125,126] ή του κοινού μπαινίτη των εναλλασσομένων πλακιδίων (lamellae bainite) [30,43]. Σύμφωνα με τους Honeycombe και Bhadeshia [114] ο κοκκώδης μπαινίτης δεν μπορεί εύκολα να διακριθεί από τον κοινό μπαινίτη παρατηρώντας τον με το TEM διότι ο μηχανισμός σχηματισμού του είναι παρόμοιος. Ωστόσο επειδή η μικροδομή δημιουργείται κυρίως κατά τη διάρκεια της απόψυξης οι δεσμίδες (sheaves) του μπαινίτη εμφανίζονται αρκετά παχιές, Η παρατήρηση στο οπτικό μικροσκόπιο δίνει την μορφή των αποικιών (blocks) μπαινίτη και ωστενίτη και γι' αυτό χρησιμοποιείται ο χαρακτηρισμός κοκκώδης (granular). Πάντως ένα χαρακτηριστικό γνώρισμα του κοκκώδη μπαινίτη είναι η απουσία καρβιδίων στην μικροδομή. Αντί αυτού, ο άνθρακας που απορρίπτεται από τον μπαινιτικό φερρίτη σταθεροποιεί τον παραμένοντα ωστενίτη, και για αυτό στην τελική μικροδομή συνυπάρχουν υπολειπόμενος ωστενίτης με υψηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα, μαρτενσίτης μαζί με τον μπαινιτικό φερρίτη [114]. Ο Jacques [86] στην έρευνα του με την

οποία μελέτησε τον μπαινιτικό μετασχηματισμό του ενδοκρίσιμου ωστενίτη σε χαμηλού άνθρακα χάλυβες TRIP Mn-Si με διαφορετικό ποσοστό Si, κατέληξε ότι στους χάλυβες με υψηλό ποσοστό Si (0.29C-1.4Mn-1.5Si) ο μπαινιτικός μετασχηματισμός εμφανίζει τη συμπεριφορά της "μη ολοκληρωμένης αντίδρασης"[43] που εμφανίζεται και στους τυπικούς χάλυβες με υψηλό ποσοστό Si. Σύμφωνα λοιπόν με τον μηχανισμό αυτό κατά τον μπαινιτικό μετασχηματισμό έχουμε συνεχή εμπλουτισμό του ωστενίτη σε άνθρακα μέχρι ένα μέγιστο σημείο. Στην συνέχεια ο μπαινιτικός μετασχηματισμός σταματά πριν ολοκληρωθεί ο πλήρης μετασχηματισμός του ενδοκρίσιμου ωστενίτη σε μπαινίτη και ο ωστενίτης που δεν μετασχηματίστηκε παραμένει σαν υπολειπόμενος ωστενίτης εξαιτίας του εμπλουτισμού του σε άνθρακα. Αυτή η συμπεριφορά αποδίδεται σε τρείς παράγοντες: i) στο διατμησιακό μηχανισμό (displacive mechanism) του μπαινιτικού μετασχηματισμού ii) στον εμπλουτισμό σε άνθρακα του ωστενίτη μεταξύ του μπαινιτικού φερρίτη και του υπολειπόμενου ωστενίτη (carbon partitioning) και τέλος iii) στην παρεμπόδιση της κατακρήμνισης του σεμεντίτη (inhibition of cementite) [120]. Σύμφωνα λοιπόν με τον Jacques [86] ο μπαινιτικός φερρίτης αναπτύσσεται χωρίς διάχυση ενώ και η μπαινιτική αντίδραση σταματά νωρίτερα στον χάλυβα με το υψηλότερο ποσοστό Si. Αυτό φαίνεται και στην εικόνα 11 που παρουσιάζεται η εξέλιξη του κλάσματος όγκου του μπαινίτη στον TRIP με υψηλό Si. Όπως παρατηρούμε στους 410 ^{o}C η αντίδραση σταματά περίπου στα 1300 δευτερόλεπτα ενώ στους 360 ^{o}C η αντίδραση συνεχίζεται και περαιτέρω. Αντίθετα στον χάλυβα με χαμηλό ποσοστό Si (0.16C-1.3Mn-0.38Si) το φαινόμενο της "μη ολοκληρωμένης" αντίδρασης δεν εμφανίστηκε.

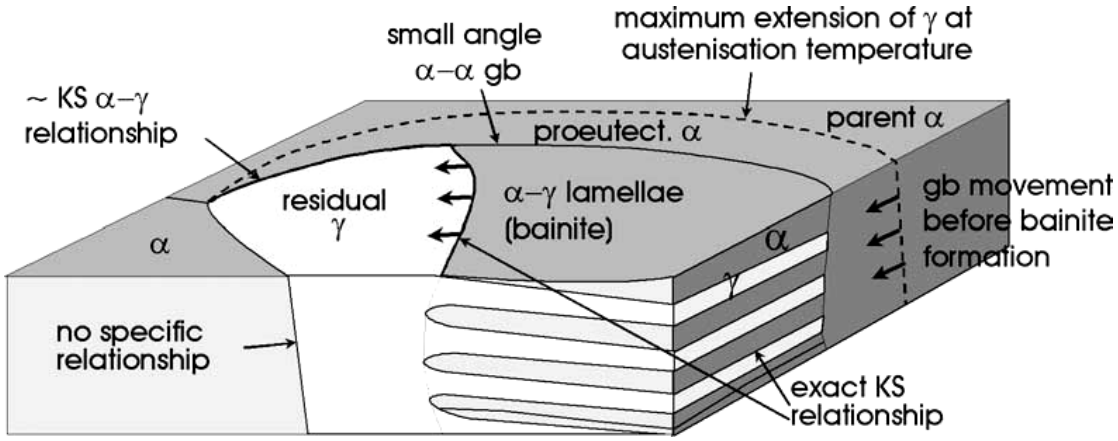
Σε αυτόν τον χάλυβα παρατηρήθηκε ταυτόχρονα σχηματισμός μπαινιτικού φερρίτη με κατακρήμνιση σεμεντίτη και για αυτό το λόγο ο εμπλουτισμός του ωστενίτη σε C εμφανίστηκε μειωμένος. Τέλος, η πραγματοποίηση του μπαινιτικού μετασχηματισμού σε υψηλή θερμοκρασία έδειξε να επιταχύνει την μπαινιτική αντίδραση και αυτό αποδόθηκε στον πιο εύκολο σχηματισμό των πλακιδίων μπαινιτικού φερρίτη (plate) εξαιτίας της μείωσης του ποσοστού σε άνθρακα.



Εικόνα 11. Επίδραση του κλάσματος όγκου του μπαινίτη σε χάλυβα TRIP (0.29C-1.4Mn-1.5Si) κατά τη διάρκεια του ισοθερμοκρασιακού μπαινιτικού μετασχηματισμού στους 360°C και 410 °C (ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 760 °C για 6 λεπτά). [86]

Ωστόσο, ο Zaeferer [30] στην μελέτη της μικροδομής ενός χάλυβα (0.2C-1.4Mn-0.5Si-0.7Al-0.04P) TRIP με τη χρήση TEM και EBSD δεν παρατήρησε καμία κατακρήμνιση καρβιδίου παρά το χαμηλό ποσοστό Si. Ο μπαινίτης εμφανίστηκε αποτελούμενος από λεπτά εναλλασσόμενα πλακίδια (lamellae μπαινίτη) φερρίτη-ωστενίτη με υψηλή πυκνότητα διαταραχών σε σχέση με τους γειτονικούς κόκκους, δεν εντοπίστηκε σεμεντίτης, ενώ εντοπίστηκαν και κόκκοι με την μορφή του κοκκώδη μπαινίτη. Οι περισσότεροι από τους κόκκους ωστενίτη εμφάνισαν σχέση κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού κατά Kurdjumov-Sachs (KS) με τους γειτονικούς κόκκους φερρίτη. Όλα τα πλακίδια του φερρίτη εμφάνισαν τον ίδιο προσανατολισμό, αλλά στον ωστενίτη παρατηρήθηκαν και διδυμισμοί. Τα πλακίδια του φερρίτη είχαν χαμηλής γωνίας όριο κόκκου ($\theta \approx 1^o$) σε σχέση με έναν γειτονικό κόκκου φερρίτη. Οι μετρήσεις με το EBSD σε πολλές περιπτώσεις δεν μπόρεσαν να ανιχνεύσουν τα μικρά πλακίδια του ωστενίτη του μπαινίτη αλλά έδειξαν ότι ο μπαινίτης εμφάνισε μια βαθμιαία μεταβολή προσανατολισμού σε σχέση με το γειτονικό κόκκο φερρίτη. Αυτή την μεταβολή ο Zaefferer την απέδωσε στις διαταραχές που δημιουργήθηκαν εξαιτίας των τάσεων του μετασχηματισμού γ-α. Από αυτή την παρατήρηση κατέληξε ότι ο σχηματισμός του μπαινίτη προκύπτει από την αναστροφή της κίνησης των ορίων των φάσεων γ-α. Δηλαδή κατά την απόψυξη μέχρι τη

θερμοκρασία μπαινιτικής βαφής δεν έχουμε την πυρήνωση (nucleation) νέων κόκκων α, αλλά μετακίνηση των ορίων α-γ-α των φάσεων. Στην εικόνα 12 δίνεται η σχηματική αναπαράσταση του σχηματισμού του μπαινίτη που αποτελείται από λεπτά εναλλασσόμενα πλακίδια φερρίτη-ωστενίτη. Επίσης φαίνεται και η μετακίνηση των ορίων α-γ-α που σύμφωνα με τον Zaefferer πραγματοποιείται κατά την απόψυξη χωρίς την δημιουργία νέων κόκκων α.



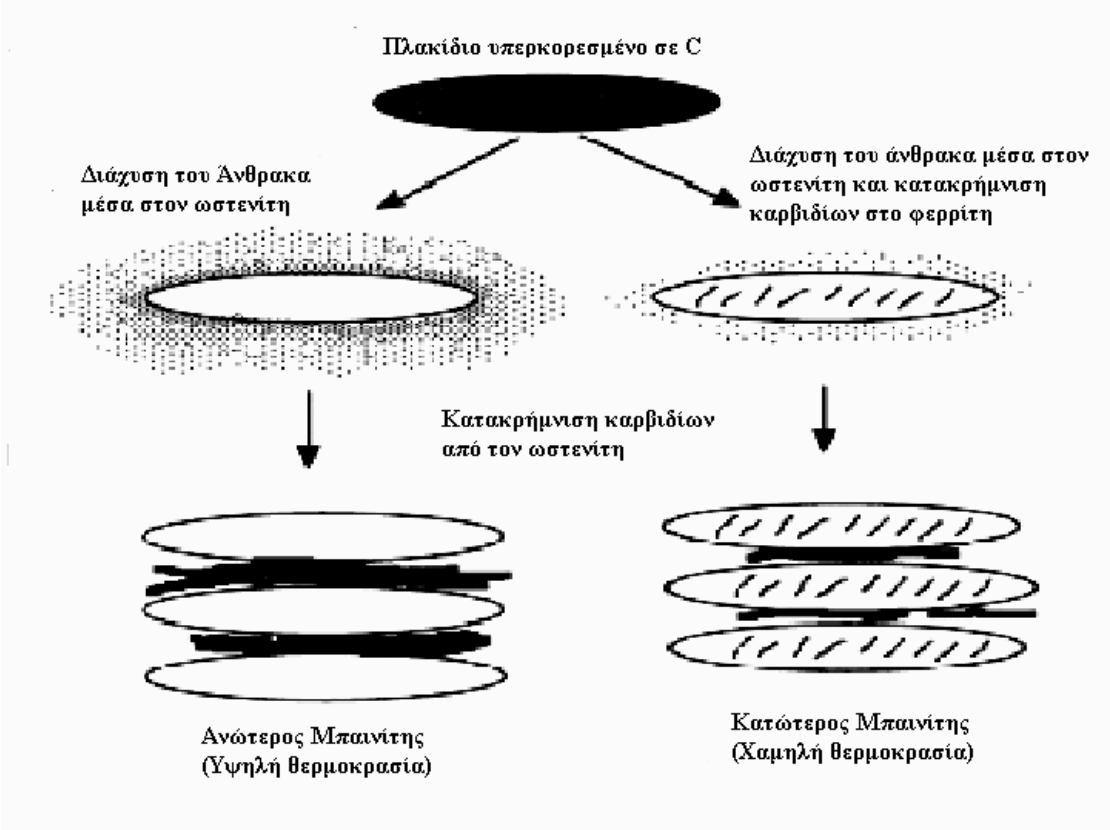
Εικόνα 12. Σχηματική αναπαράσταση της μικροδομής του μπαινίτη. Η διακεκομμένη γραμμή δείχνει τη θέση του α-γ ορίου κόκκου στο τέλος της ενδοκρίσιμης ανόπτησης. Κατά την διάρκεια της απόψυξης ο κόκκος του ωστενίτη συρρικνώνεται και το όριο κινείται προς την κατεύθυνση που δείχνουν τα βέλη. Όταν πλησιάζει την θερμοκρασία σχηματισμού του μπαινίτη τα πλακίδια του μπαινιτικού φερρίτη αναπτύσσονται. [30]

Κατά την διάρκεια της μερικής ωστενιτοποίησης, οι κόκκοι του ωστενίτη δημιουργούνται με προσανατολισμό κατά KS-OR σε σχέση με τον γειτονικό κόκκο φερρίτη ενώ κατά την απόψυξη ο κόκκος του ωστενίτη συρρικνώνεται πάλι αλλά διατηρεί την σχέση προσανατολισμού KS σε σχέση με τον γειτονικό κόκκο φερρίτη. Σε σχετικά υψηλές θερμοκρασίες πάνω από 500^{o}C ο μετασχηματισμός πραγματοποιείται με την ανάπτυξη προευτηκτοειδή φερρίτη. Καθώς πλησιάζουμε την θερμοκρασία μπαινιτικού μετασχηματισμού ο μετασχηματισμός προχωρά με υπερκορεσμό σε άνθρακα. Η ανάπτυξη του μπαινίτη προχωρά με ισχυρή σχέση προσανατολισμού κατά KS. Αυτή η ισχυρή σχέση προσανατολισμού δείχνει ότι ο μπαινιτικός μετασχηματισμός πραγματοποιείται με έναν διατμησιακό μηχανισμό.

Σε αυτό το σημείο είναι απαραίτητο να κάνουμε την διάκριση μεταξύ του ανώτερου μπαινίτη που σχηματίζεται στις υψηλές θερμοκρασίες (550-400^{o}C) και του κατώτερου μπαινίτη που σχηματίζεται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες (400-250^{o}C) κοντά στην M_S

[113]. Η μικροδομή του ανώτερου μπαινίτη αποτελείται από λεπτά πλακίδια (fine plates) φερρίτη με πάχος περίπου 0.2μm το καθένα και μήκος που μπορεί να φθάσει τα 10μm. Τα πλακίδια αναπτύσσονται σε ομάδες (clusters) που ονομάζονται δεσμίδες (sheaves). Μέσα σε κάθε δεσμίδα (sheaf) τα πλακίδια εμφανίζονται παράλληλα και με ίδιο κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό, καθώς και με συγκεκριμένη κρυσταλλογραφική συνάφεια (crystallographic habit). Αυτά τα ξεχωριστά πλακίδια που βρίσκονται μέσα στην δεσμίδα ονομάζονται υπο-μονάδες (sub-units) του μπαινίτη.

Συνήθως διαχωρίζονται από όρια αναντιστοιχίας με μικρές γωνίες (low-misorientation boundaries) ή από σωματίδια (particles) σεμεντίτη. Με την προσθήκη κραματικών στοιχείων όπως Si ή Al που επιβραδύνουν τον σχηματισμό του σεμεντίτη, η μικροδομή του ανώτερου μπαινίτη αποτελείται από μπαινιτικό φερρίτη και εμπλουτισμένο σε C υπολειπόμενο ωστενίτη. Επίσης στην μικροδομή ενδέχεται να περιέχεται και μαρτενσίτης που δημιουργείται όταν μέρος του ωστενίτη μετασχηματίζεται κατά την απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος [114]. Ο κατώτερος μπαινίτης εμφανίζει μικροδομή αλλά και κρυσταλλογραφικά χαρακτηριστικά παρόμοια με αυτά του ανώτερου μπαινίτη. Η κυριότερη διαφορά τους είναι ότι τα σωματίδια του σεμεντίτη κατακρημνίζονται τόσο ενδιάμεσα από τα πλακίδια του μπαινιτικού φερρίτη όσο και μέσα σε αυτά (εικόνα 13) [43,114].



Εικόνα 13. Σχηματική αναπαράσταση της μορφολογίας του ανώτερου και κατώτερου μπαινίτη. [43]

Εμφανίζονται ωστόσο δύο είδη κατακρημνισμάτων σεμεντίτη: αυτά που αναπτύσσονται από τον εμπλουτισμένο σε άνθρακα ωστενίτη, ο οποίος διαχωρίζει τα πλακίδια του μπαινιτικού φερρίτη και εκείνα που κατακρημνίζονται εξαιτίας του υπερκορεσμού σε άνθρακα του φερρίτη. Τα καρβίδια στον φερρίτη δεν είναι απαραίτητο να είναι πάντα σεμεντίτης. Μπορεί να είναι καρβίδιο ε, η, χ ή και σεμεντίτης. Η διαφοροποίηση αυτή στα προϊόντα της αντίδρασης οδηγεί στο συμπέρασμα ότι ο μπαινίτης δεν αποτελεί ένα κλασικό διφασικό ευκτηκτοειδές προϊόν όπως ο περλίτης που σχηματίζεται σε υψηλότερες θερμοκρασίες [115] αλλά για την ανάπτυξή του χρησιμοποιείται διαφορετικός μηχανισμός. Ο μπαινιτικός μετασχηματισμός είναι διατμησιακός (displacive) συνοδευόμενος από ένα διαχυσιακό (diffusion) μηχανισμό αναφορικά με τον C [43]. Η μορφή των καρβιδίων εξαρτάται από τη χημική τους σύσταση καθώς και τη θερμοκρασία μετασχηματισμού. Έτσι σε χάλυβες που περιέχουν περισσότερο από 1%κ.β. πυρίτιο έχει παρατηρηθεί η εμφάνιση του ε-καρβιδίου στον μπαινιτικό φερρίτη. Τα καρβίδια στον κατώτερο μπαινίτη είναι εξαιρετικά λεπτά, μόλις μερικά νανόμετρα πάχος και περίπου 500nm μήκος. Επειδή κατακρημνίζονται μέσα στον φερρίτη, ένα μικρότερο ποσοστό άνθρακα εμπεριέχεται στον υπολειπόμενο ωστενίτη. Αυτό σημαίνει ότι λιγότερα και

λεπτότερα σωματίδια σεμεντίτη κατακρημνίζονται μεταξύ των πλακιδίων φερρίτη σε σύγκριση με τον ανώτερο μπαινίτη. Μια σημαντική παρατήρηση είναι ότι ο κατώτερος μπαινίτης συνήθως εμφανίζεται περισσότερο δύσθραυστος (tougher) από των ανώτερο μπαινίτη παρά το γεγονός ότι τείνει να είναι και ισχυρότερος (stronger). Αυτό αποδίδεται στα χοντρά σωματίδια του σεμεντίτη τα οποία είναι γνωστά για την ικανότητά τους να δημιουργήσουν ρωγμές ή κενά [114].

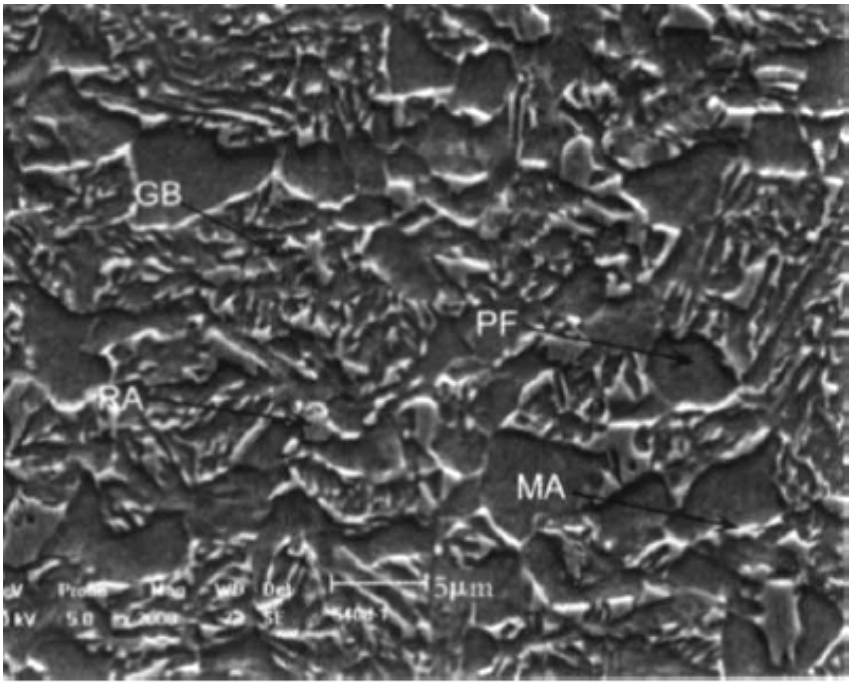
Στους χάλυβες TRIP εξαιτίας της προσθήκης των κραματικών στοιχείων αντί για κατακρήμνιση καρβιδίων έχουμε την παραμονή του ωστενίτη εξαιτίας του εμπλουτισμού του σε άνθρακα και σχηματισμό εναλλασσόμενων πλακιδίων μπαινιτικού φερρίτη με υπολειπόμενο ωστενίτη. Επομένως η μορφολογία του μπαινίτη στους χάλυβες TRIP αποτελείται από λεπτά πλακίδια μπαινιτικού φερρίτη που διαχωρίζονται από εμπλουτισμένες σε άνθρακα λωρίδες ωστενίτη και προσομοιάζει με την μορφή του ανώτερου μπαινίτη [114,123]. Η μικροδομή μπορεί επίσης να περιέχει και μαρτενσίτη ο οποίος μπορεί να δημιουργηθεί κατά την απόψυξη στην θερμοκρασία δωματίου [114]. Σύμφωνα με τον Zaefferer το πάχος των εναλλασσομένων πλακιδίων φερρίτη-ωστενίτη του μπαινίτη στους C-Mn-Si TRIP είναι της τάξης των 150nm με αυξημένη πυκνότητα διαταραχών σε σχέση με το γειτονικό πλέγμα [30]. Στους TRIP με Al ο μπαινίτης δείχνει να εμφανίζει μια κοκκώδη μορφή (granular form) με τους κόκκους του ωστενίτη και του μπαινιτικού φερρίτη ο ένας δίπλα στον άλλο [29].

3.3.5 Μαρτενσίτης

Ο μαρτενσίτης στους χάλυβες TRIP δημιουργείται κατά την τελική απόψυξη στην θερμοκρασία περιβάλλοντος. Μέρος του ωστενίτη που δεν κατάφερε να σταθεροποιηθεί μετατρέπεται σε μαρτενσίτη. Αυτό συμβαίνει συχνότερα σε χάλυβες TRIP ισχυρά κραματωμένους με Al και λιγότερα στους TRIP με Si [104]. Ο τύπος του μαρτενσίτη που συναντάμε στους TRIP είναι πλακοειδής μαρτενσίτης με διδυμίες (twinned plate martensite). Ο πλακοειδής μαρτενσίτης που έχει δημιουργηθεί θερμικά προκύπτει εξαιτίας του υψηλού ποσοστού σε άνθρακα πάνω από 1.4%κ.β. στην ωστενιτική φάση [133]. Για την ίδια περιεκτικότητα σε άνθρακα, ο θερμικά δημιουργούμενος μαρτενσίτης είναι παρόμοιος με τον μαρτενσίτη που δημιουργείται μετά την επιβολή της τάσης. Ένας κόκκος υπολειπόμενου ωστενίτη περιέχει πλακίδια (platelets) διδυμιών μαρτενσίτη (twinned martensite) ενδιάμεσα από ενδοδιδυμικό (intertwined) μη μετασχηματισμένο ωστενίτη [116]. Αντίθετα με τις σχέσεις προσανατολισμού KS και NW, το υψηλής

ατομικής πλήρωσης (close - packed plane) επίπεδο του μαρτενσίτη ή του μπαινίτη δεν είναι παράλληλο με αυτό του ωστενίτη. Η γωνία αναντιστοιχίας του μαρτενσίτη μειώνεται με την αύξηση της περιεκτικότητας σε άνθρακα. Αντίθετα η γωνία μεταξύ των κρυσταλλογραφικών διευθύνσεων υψηλής ατομικής πλήρωσης (close - packed directions) του μαρτενσίτη και του ωστενίτη είναι ανεξάρτητες από την περιεκτικότητα σε άνθρακα. Συγκρίνοντας τη σχέση προσανατολισμού του μεταξύ του μαρτενσίτη και ωστενίτη, η σχέση προσανατολισμού μεταξύ του μπαινίτη και ωστενίτη έχει μικρότερη γωνία αναντιστοιχίας από το τις διευθύνσεις (close - packed) του μπαινίτη και παρόμοια γωνία αναντιστοιχίας με τα επίπεδα υψηλής ατομικής πλήρωσης (close - packed) στους χάλυβες χαμηλού άνθρακα [129].

Μια άλλη μορφή εμφάνισης του μαρτενσίτη στους χάλυβες TRIP είναι και οι νησίδες ωστενίτη-μαρτενσίτη (austenite - martensite islands) που αναφέρονται στην βιβλιογραφία [130,131]. Οι νησίδες αυτές βρίσκονται μέσα στον κοκκώδη μπαινίτη διασπαρμένες μέσα στη φερριτική μήτρα και αποτελούνται από υπολειπόμενο ωστενίτη-μαρτενσίτη. Συνήθως στο ένα άκρο της νησίδας εμφανίζεται ο μαρτενσίτης και στο άλλο ο ωστενίτης (εικόνα 14). Μάλιστα έχει παρατηρηθεί ότι το κλάσμα όγκου της φάσης αυτής αυξάνει μετά την επιβολή της τάσης ενώ αντίστοιχα μειώνεται το κλάσμα όγκου των νησίδων του καθαρά υπολειπόμενου ωστενίτη [130]. Στην παρατήρηση αυτών των νησίδων κατέληξε και ο Girault [131] που μάλιστα προχώρησε ένα βήμα παρακάτω και πέτυχε τον διαχωρισμό των δύο φάσεων και την παρατήρησή τους τόσο στο οπτικό όσο και στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο.



Εικόνα 14. Μικρογραφία SEM από χάλυβα TRIP C-Mn-Si στην οποία φαίνονται τα μικρογραφικά χαρακτηριστικά των φάσεων. GB: όρια κόκκου, MA: Νησίδα Μαρτενσίτη-ωστενίτη, PF: προευτηκτοειδής φερρίτης, RA: Υπολειπόμενος ωστενίτης. [130]

Για τον διαχωρισμό του ωστενίτη από τον μαρτενσίτη στους πολυφασικούς χάλυβες ο Girault [131] ανέπτυξε μια μέθοδο επαναφοράς του χάλυβα κατά την οποία θέρμαινε το χάλυβα για 2 ώρες σε θερμοκρασία 200^{o}C. Με αυτόν τον τρόπο προκάλεσε την κατακρήμνιση καρβιδίων – ε στον μαρτενσίτη και επομένως δημιούργησε ανάγλυφο ώστε να διαχωρίσει των ωστενίτη από τον μαρτενσίτη κατά την παρατήρηση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο. Η επαναφορά του χάλυβα έδειξε να μην επηρεάζει το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη που σύμφωνα με την έρευνα έμεινε ίδιο πριν και μετά την επαναφορά. Το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη μετρήθηκε χρησιμοποιώντας την τεχνική της περίθλασης ακτίνων-Χ (XRD).

4 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

4.1 Χαρακτηριστικά Υλικού

Για την πραγματοποίηση της μελέτης επιλέχθηκε χάλυβας της κατηγορίας TRIP800. Ο χάλυβας που εξετάστηκε ήταν της κατηγορίας C-Mn-Si. Η χημική σύσταση του χάλυβα που χρησιμοποιήθηκαν παρουσιάζεται αναλυτικά στον πίνακα 2 που ακολουθεί. Τα δοκίμια είχαν παραχθεί εργοστασιακά και ήταν σχεδιασμένα να παρουσιάζουν αντοχές περίπου 800 MPa.

	C	Mn	Si	Al	Ni	Cr	Ti	P	Nb
TRIP 800	0.181	1.33	1.67	0.131	0.021	0.026	0.014	0.008	0.001

Πίνακας 1. Χημική Σύσταση κ.β.% χάλυβα TRIP

4.2 Προετοιμασία δοκιμίων

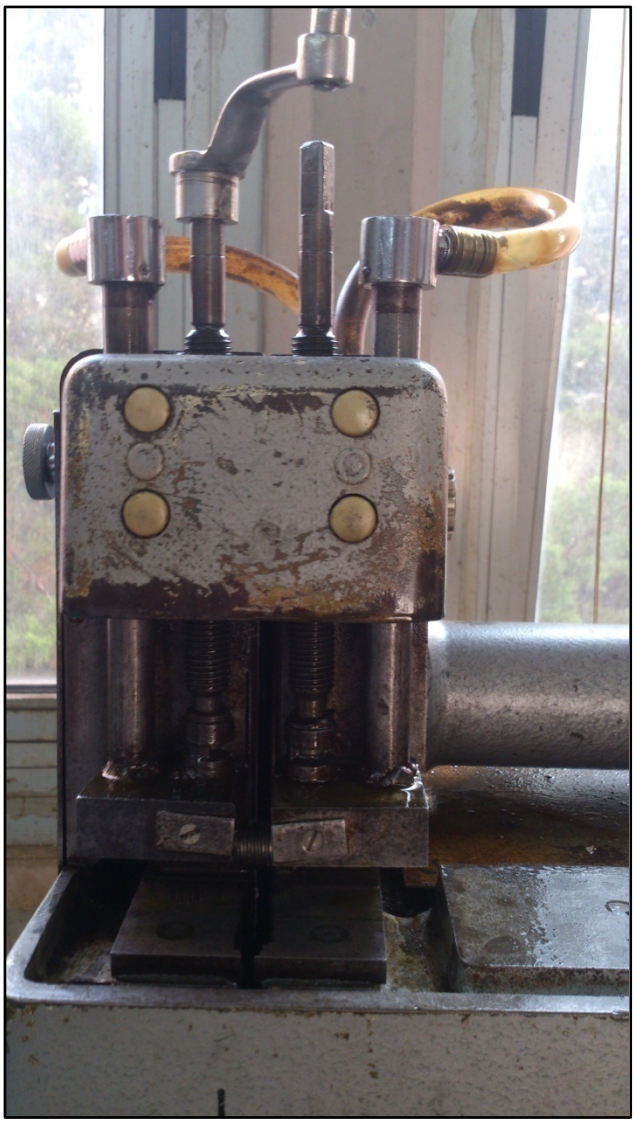
Το υλικό που χρησιμοποιήθηκε ήταν σε μορφή χαλυβδόφυλλου (έλασμα) ορθογώνιου σχήματος, με διαστάσεις περίπου 190mm x 40mm και πάχος 0,8mm. Από προηγούμενη έρευνα, το δοκίμιο είχε ανοπτηθεί σε φούρνο αδρανούς ατμόσφαιρας και ακολούθησε ελεγχόμενη απόψυξη για την παραγωγή φερριτικής - περλιτικής δομής. Στη συνέχεια υπέστησε ψυχρή έλαση για μείωση της διατομής κατά 50%. Η έλαση πραγματοποιήθηκε σε έλαστρο με δυο κυλίνδρους, τύπου Laminoir/Mod. M. 100/55 και έγινε αποκλειστικά προς μια κατεύθυνση. Το δοκίμιο σε κάθε πάσο περιστρέφονταν κατά 180^{o} ώστε να αποφευχθούν οι δημιουργούμενες στρεβλώσεις.

4.2.1 Κοπή

Το προς εξέταση υλικό έχει μέγεθος αρκετών εκατοστών, οπότε είναι δύσκολος ο χειρισμός του ή η τοποθέτηση του σε διάφορα όργανα. Σε άλλες περιπτώσεις απαιτείται η εξέταση πολλών διαφορετικών επιφανειών των κομματιών για να αποκαλυφθούν τυχόν διαφορές στις δομές τους, όπως για παράδειγμα σε ένα χυτό αντικείμενο το οποίο έχει διαφορετική δομή κοντά στην εξωτερική επιφάνεια και διαφορετική στο κέντρο του ή ένα αντικείμενο διελάσης λόγω του προσανατολισμού των κόκκων. Επίσης, από τον ίδιο αρχικό όγκο του υλικού απαιτείται συνήθως η κατασκευή πολλών δοκιμίων ώστε το καθένα να εξεταστεί με διαφορετική τεχνική.

Για την αποκοπή δοκιμίων από το αρχικό υλικό χρησιμοποιούνται διάφορες τεχνικές. Η πιο συνηθισμένη είναι η κοπή με κοπτικό τροχό ή μηχανικό πριόνι. Η επιλογή του τροχού ή του πριονιού γίνεται με βάση τη σκληρότητα του υλικού και άλλους παράγοντες όπως η επιθυμητή ακρίβεια της κοπής και η επιθυμητή ποιότητα της επιφάνειας κοπής. Για μεγάλα δοκίμια έχουμε δύο σταδία, $1^{ο}$ στάδιο κοπής με πριόνι για ευκολία κοπής από μεγαλύτερα κομμάτια σε μικρότερα και $2^{ο}$ στάδιο με τροχό για μεγαλύτερη ακρίβεια. Για την κοπή δοκιμίων, σε ένα αρχικό στάδιο, μπορούν να χρησιμοποιηθούν και άλλες τεχνικές όπως κοπή με λέιζερ, με πλάσμα ή με νερό [135].

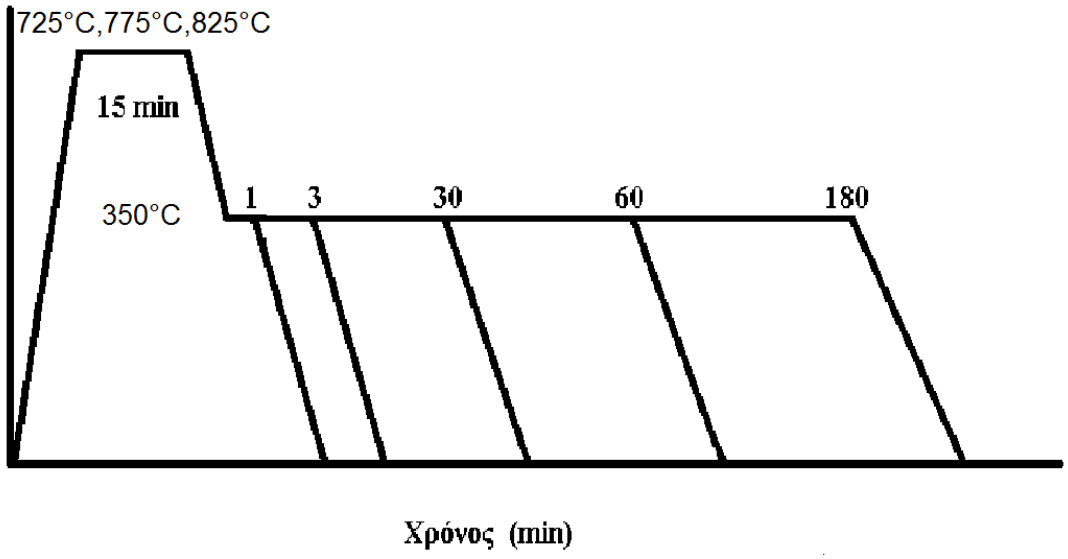
Τα δοκίμια που χρησιμοποιήθηκαν κόπηκαν από χαλυβδόφυλλο, όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, διαστάσεων 190x40 mm σε ορθογώνια δοκίμια διάστασης 20x10 mm περίπου. Οι κοπές πραγματοποιήθηκαν με χρήση δισκοτόμου, τύπου Struers Discotom.



Εικόνα 15. Μηχανή κοπής δοκιμίων, Struers Discotom

4.2.2 Θερμικές κατεργασίες

Μετά την κοπή των δοκιμίων, ακολούθησαν οι θερμικές κατεργασίες αυτών. Οι κατεργασίες χωρίζονται σε τρεις κατηγορίες, ανάλογα με τις παραμέτρους της θερμοκρασίας και του χρόνου. Όλα τα δοκίμια, όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, είχαν ανοπτηθεί σε φούρνο αδρανούς ατμόσφαιρας και ακολούθησε ελεγχόμενη απόψυξη για την παραγωγή φερριτικής-περλιτικής δομής. Στη συνέχεια υπέστησαν ψυχρή έλαση για μείωση της διατομής κατά 50% και η έλαση έγινε αποκλειστικά προς μια κατεύθυνση. Στην συνέχεια πραγματοποιήθηκαν οι τρεις κύκλοι θερμικών κατεργασιών, σε διαφορετικά δοκίμια. Αρχικά ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 °C για 15 λεπτά, στην συνέχεια ισοθερμοκρασιακή βαφή, σε λουτρό μολύβδου (σημείο τήξης μολύβδου 327 °C) στους 350 °C για 1, 3, 30, 60 και 180 λεπτά ανά δοκίμιο και τέλος βαφή σε νερό σε θερμοκρασία δωματίου. Η ακριβώς ίδια κατεργασία πραγματοποιήθηκε για δύο ακόμα διαφορετικές θερμοκρασίες ενδοκρίσιμης ανόπτησης, στους 725 °C και 825 °C.



Εικόνα 16. Θερμικοί κύκλοι δοκιμίων χάλυβα TRIP

Οι θερμοκρασίες ενδοκρίσιμης ανόπτησης επιλέχθηκαν ώστε να διαφοροποιηθεί το ποσοστό σχηματισμού του ωστενίτη. Επίσης η επιλογή των χρόνων στην ισοθερμοκρασιακή βαφή έγινε έτσι ώστε να διαφοροποιηθούν τα κλάσματα όγκου του σχηματιζόμενου μπαινίτη.

4.2.3 Εγκιβωτισμός

Η διαδικασία αυτή δεν είναι πάντα απαραίτητη. Συνήθως τα δοκίμια εγκιβωτίζονται όταν είναι πολύ μικρά ή έχουν έντονα ανομοιόμορφο σχήμα ώστε να είναι πιο εύκολη η συγκράτηση τους στα επόμενα στάδια. Επίσης, εγκιβωτίζονται για καλύτερη διατήρηση των άκρων των δοκιμίων και για να εμποδιστεί η αποκόλληση επιφανειακών επιστρωμάτων ή προϊόντων διάβρωσης. Ο εγκιβωτισμός γίνεται είτε με ειδικές μεταλλικές διατάξεις συγκράτησης, οι οποίες όμως χρησιμοποιούνται μόνο για την συγκράτηση των δοκιμίων κατά τη λείανση και στίλβωση, είτε με διαφόρων ειδών ρητίνες. Οι ρητίνες χωρίζονται σε θερμού και ψυχρού εγκιβωτισμού ανάλογα με το αν απαιτούν ή όχι θέρμανση για να χυτευτούν. Πριν από τον εγκιβωτισμό σε ρητίνη πρέπει η επιφάνεια του δοκιμίου να καθαρίζεται από ακαθαρσίες και λιπαρές ουσίες ώστε να επιτυγχάνεται καλύτερη πρόσφυση μεταξύ του μεταλλικού δοκιμίου και της ρητίνης [135].

Τα δοκίμια εγκιβωτίστηκαν σε καλούπια χωρητικότητας 60ml. Για το κάθε καλούπι – δοκίμιο χρησιμοποιήθηκε 15ml ρητίνης και 9 σταγόνες σκληρυντή για την ταχύτερη και αποτελεσματικότερη στερεοποίηση της ρητίνης (αναλογία 10ml ρητίνης / 6 σταγόνες σκληρυντή). Αρχικά τοποθετούμε το δοκίμιο στην βάση του καλουπιού και στην συνέχεια προσθέτουμε το μείγμα ρητίνης – σκληρυντή στο καλούπι. Κατά την παρασκευή του μείγματος αναμειγνύουμε καλά για μην δημιουργηθούν φυσαλίδες στο μείγμα. Στην βάση των τοιχωμάτων του καλουπιού έχει τοποθετηθεί βαζελίνη για εύκολη εξαγωγή του δοκιμίου από αυτό.

4.2.4 Λείανση

Η λείανση πάντοτε προηγείται της στίλβωσης και σε αυτό απομακρύνεται το επιφανειακό στρώμα του υλικού που έχει παραμορφωθεί ή έχει υποστεί διάφορες ζημιές κατά την κοπή ή τη λειτουργία του κομματιού. Η απομάκρυνση του υλικού γίνεται μηχανικά, με εκτριβή του από ένα σκληρό μέσο. Ο πιο διαδεδομένος τρόπος λείανσης των δοκιμίων είναι με χαρτιά καρβιδίων του πυριτίου (SiC). Τα χαρτιά χαρακτηρίζονται από έναν αριθμό ο οποίος αντιστοιχεί σε ένα μέγεθος κόκκου του λειαντικού μέσου ανά τετραγωνικό χιλιοστό, το grit [135].

Στο εργαστήριο πραγματοποιήθηκε λείανση με χαρτιά (πλήρης σειρά) 220, 400, 800, 1200 και 2000 grit για το δοκίμια που θα εξετάζονταν στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) και στο περιθλασίμετρο ακτίνων X (XRD). Η ταχύτητα περιστροφής του δίσκου

ήταν στα 200rpm καθ' όλη την διάρκεια της λείανσης. Για την δοκιμή της σκληρομέτρησης χρησιμοποιήθηκαν χαρτιά μέχρι 800 grit για δύο λόγους, κυρίως για την επιπέδωση της επιφάνειας ώστε να παρθούν ικανοποιητικά αποτελέσματα και δεύτερον για να είναι ορατές οι γραμμές λείανσης στο μικροσκόπιο και να επιτευχθεί ορθή εστίαση. Σε κάθε νέο χαρτί, το δοκίμιο περιστρεφόταν κατά 90° για τον έλεγχο απαλοιφής τον γραμμών της προηγούμενης κάθε φορά κοκκομετρίας.

4.2.5 Στίλβωση

Η στίλβωση γίνεται είτε μηχανικά ή είτε ηλεκτρολυτικά.

Η μηχανική στίλβωση γίνεται πάνω σε κατάλληλα υφάσματα στα οποία απλώνεται διαμαντόπαστα ή πάστα οξειδίων (π.χ. αλούμινας). Η στίλβωση που γίνεται με ηλεκτρολυτικό τρόπο ονομάζεται ηλεκτροστίλβωση και χρησιμοποιείται κυρίως για μέταλλα και κράματα που στιλβώνονται δύσκολα με τις συμβατικές μηχανικές μεθόδους [135]. Τα δοκίμια υπέστησαν στίλβωση με πανιά, και διαμαντόπαστα Metadi BUEHLER. Στο $1^{ο}$ στάδιο χρησιμοποιήθηκε διαμαντόπαστα με μέγεθος κόκκου 6μm και στο $2^{ο}$ στάδιο με μέγεθος κόκκου 1μm. Το κάθε στάδιο διήρκησε τόσο όσο να εξαφανιστούν οι γραμμές της λείανσης. Μετά από την κάθε στίλβωση τα μεταλλικά δοκίμια καθαρίστηκαν με: νερό με βαμβάκι → οινόπνευμα → θερμό υπό γωνία.
Τα στάδια αυτά, λείανση και στίλβωση, αποσκοπούν στη μείωση της επιφανειακής τραχύτητας του δοκιμίου, ώστε να είναι δυνατή η αποκάλυψη της δομής του μετά από την προσβολή του με το κατάλληλο αντιδραστήριο.

4.2.6 Χημική Προσβολή

Το στάδιο αυτό είναι απαραίτητο για να αποκαλυφθεί η δομή του εξεταζόμενου υλικού με μικροσκοπικές μεθόδους, μιας και η απρόσβλητη επιφάνεια μπορεί να δώσει λίγες σχετικά πληροφορίες. Αντίθετα, δεν είναι απαραίτητο για να μελετηθεί η δομή με άλλες μεθόδους, όπως με περίθλαση ακτίνων – Χ. Η χημική προσβολή είναι η πλέον χρησιμοποιούμενη τεχνική αποκάλυψης των χαρακτηριστικών της δομής μεταλλικών δοκιμίων και βασίζεται στην εκλεκτική διάλυση των μικρογραφικών συστατικών ανάλογα με τα ηλεκτροχημικά χαρακτηριστικά τους [135].

Στα δοκίμια πραγματοποιήθηκε χημική προσβολή σε όλα τα δοκίμια. Η χημική προσβολή έγινε με εμβάπτιση τους στο αντιδραστήριο Nital 2% για κατάλληλο χρόνο ώστε να

υπάρξει θόλωση του δοκιμίου, ένδειξη πως η προσβολή επετεύχθη. Αμέσως μετά την εμβάπτιση γίνεται καθαρισμός των δοκιμίων με: νερό με βαμβάκι → οινόπνευμα → θερμό αέρα υπό γωνία.

4.2.7 Ονομασία Δοκιμίων

Κατά την ονομασία των δοκιμίων επιλέχθηκαν δύο παράμετροι για κάθε δοκίμιο ώστε να αποφεύγεται η σύγχυση μεταξύ αυτών. Η πρώτη είναι η θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης και συμβολίζεται με τα τρία πρώτα γράμματα του αγγλικού αλφαβήτου, A, B και C. Το A αντιστοιχεί στους 775 °C, το B στους 725 °C και το C στους 825 °C. Η δεύτερη παράμετρος είναι οι αριθμοί 1 έως 5 για την αντιστοίχιση των χρόνων παραμονής στην μπαινιτική βαφή, δηλαδή 1, 3, 30, 60 και 180 λεπτά αντίστοιχα.

4.3 Μέθοδοι εξέτασης της μικροδομής

4.3.1 Οπτικό Μικροσκόπιο (Light Optical Microscope, LOM)

Το οπτικό μικροσκόπιο χρησιμοποιήθηκε με σκοπό την παρατήρηση των μεταβολών της μικροδομής των δοκιμίων, που αναμένονταν να προκύψουν από τις θερμικές κατεργασίες. Κρίθηκε όμως ανεπαρκής, διότι οι δομές αυτές ήταν εξαιρετικά λεπτομερείς. Ακόμη έγινε χρήση του οπτικού μικροσκοπίου με σκοπό την παρατήρηση και τον έλεγχο των δοκιμίων όταν υπέστησαν χημική προσβολή έτσι ώστε να παρατηρηθούν στην συνέχεια στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Το μεταλλογραφικό μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου Olympus BX41M.

4.3.2 Ανάλυση με περίθλαση ακτίνων – Χ (XRD)

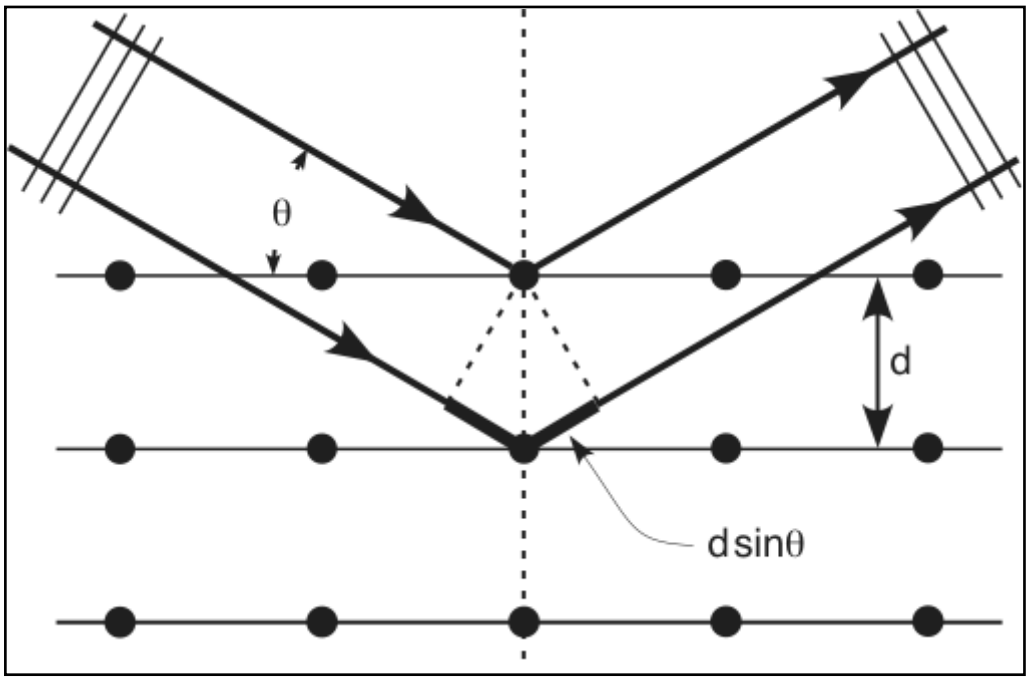
Η τεχνική της περίθλασης των ακτίνων – Χ χρησιμοποιείται ευρέως για την ταυτοποίηση μιας κρυσταλλικής ουσίας. Οι ακτίνες Χ είναι εγκάρσια ηλεκτρομαγνητικά κύματα με μήκη κύματος πολύ μικρά, από 0.01 έως 0.25 nm. Η μέθοδος βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής ακτινοβολίας ακτίνων – Χ γνωστού μήκους κύματος λ, επάνω στα επίπεδα του κρυσταλλικού πλέγματος του εξεταζόμενου δείγματος και στη συνέχεια τον προσδιορισμό των εσωτερικών διαστημάτων d των επιπέδων του πλέγματος τα οποία είναι χαρακτηριστικά της κάθε φάσης. Για τον υπολογισμό του d, καταγράφεται η ένταση της περιθλώμενης ακτινοβολίας σε συνάρτηση με τη γωνία 2θ, όπου θ η γωνία πρόσπτωσης. Από την εξίσωση του νόμου του Bragg υπολογίζεται το d για τα διάφορα κρυσταλλικά επίπεδα (hkl). Στη συνέχεια με τη βοήθεια κατάλληλης

βάσης δεδομένων και από προσωπική εμπειρία και αξιολόγηση, προσδιορίζεται το είδος των φάσεων του υπό εξέταση υλικού. Σύμφωνα με το νόμο του Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \qquad (4\text{-}3)$$

όπου:

- n = ένας ακέραιος αριθμός
- λ = το μήκος κύματος της ακτινοβολίας της προσπίπτουσας ακτινοβολίας των ακτίνων X
- d = η απόσταση μεταξύ των ατομικών επιπέδων στον κρύσταλλο



Εικόνα 17. Σχηματική απεικόνιση της λειτουργίας του περιθλασίμετρου ακτίνων Χ.

Η πειραματική διάταξη του XRD αποτελείται από τα εξής:

- Πηγή εκπομπής ακτίνων – Χ. Η πηγή εκπομπής είναι μία λυχνία που λειτουργεί σε κενό. Ηλεκτρόνια επιταχύνονται από την άνοδο (μέταλλο Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ag) προς την κάθοδο που αποτελείται από W εκπέμποντας ακτίνες Χ. Μπροστά από την λυχνία υπάρχει φίλτρο ώστε η εκπεμπόμενη ακτινοβολία να έχει αυστηρά καθορισμένο μήκος κύματος (μονοχρωματική)
- Γωνιόμετρο. Κατευθύνει την ανακλώμενη ακτινοβολία προς τον αισθητήρα καθώς το δείγμα σαρώνεται στις γωνίες 2θ από 0^o ως 90^o.

Ο αισθητήρας είναι ένας κρύσταλλος NaI ενεργοποιημένος με θάλιο. Η απορρόφηση της περιθλόμενης ακτινοβολίας Χ προκαλεί την εκπομπή ενός φωτονίου στο ορατό φάσμα που ανιχνεύεται από ένα φωτοπολλαπλασιαστή και μετράται η ένταση του [135].

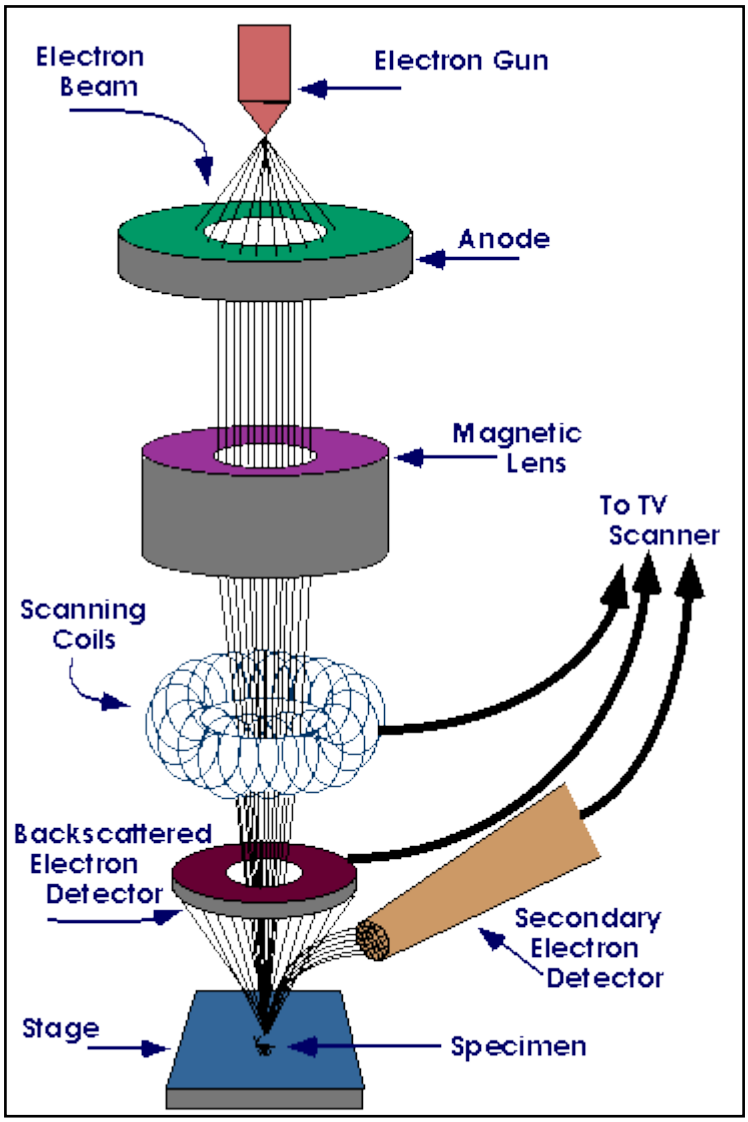


Εικόνα 18. Περιθλασίμετρο D8 Focus Bruker.

Στο εργαστήριο τα μεταλλικά δοκίμια εξετάστηκαν με περιθλασίμετρο ακτίνων – Χ τύπου D8 Focus Bruker με τις ακόλουθες λειτουργίες: ακτινοβολία (λάμπα παραγωγής ακτίνων Χ) Cu με λ = 1.5405 Å, ένταση ρεύματος 40 mA και τάση 40 kV. Η ταυτοποίηση των φάσεων, έγινε με βάση τις χαρακτηριστικές τους ανακλάσεις. Η σάρωση πραγματοποιήθηκε με εφαρμοζόμενη γωνία 2θ από 30 - 100^{o} με βήμα 0.02^{o}/sec.

4.3.3 Ανάλυση με Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM) χρησιμοποιείται για την παρατήρηση επιφανειών και σε συνδυασμό με κατάλληλα συστήματα μικροανάλυσης για την στοιχειακή ανάλυση συγκεκριμένων περιοχών της υπό παρατήρηση εικόνας. Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στην αλληλεπίδραση του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων σε αυτό. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης αποτελείται κυρίως από το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το θάλαμο που τοποθετείται το δείγμα, την αντλία κενού και το σύστημα ανιχνευτών και παρουσίασης.



Εικόνα 19. Σχηματική απεικόνιση λειτουργίας του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης

Τα ηλεκτρόνια παράγονται από ένα σύρμα βολφραμίου (κάθοδος) και επιταχύνονται προς την άνοδο, στην οποία εφαρμόζεται ένα δυναμικό 1- 30KV. Η άνοδος δημιουργεί

ισχυρές ελκτικές δυνάμεις στα ηλεκτρόνια, με αποτέλεσμα να τα επιταχύνει και να τα κατευθύνει. Η παραγόμενη δέσμη ηλεκτρονίων έχει τυπικά ενέργεια από μερικές εκατοντάδες eV μέχρι περίπου 50KeV και εστιάζεται από ένα σύστημα φακών εστίασης, οι οποίοι είναι συνδεδεμένοι με κατάλληλα διαφράγματα. Αμέσως μετά, αυτή η εστιασμένη δέσμη περνά μέσα από ζεύγη πηνίων σάρωσης, τα οποία την εκτρέπουν οριζόντια και κάθετα έτσι ώστε να σαρώνουν μια τετραγωνική περιοχή της επιφάνειας του δείγματος. Τα πηνία αυτά είναι τοποθετημένα σε δύο ζεύγη γύρω από τη δέσμη, με το ένα ζεύγος να ελέγχει την κίνηση της δέσμης στην κατεύθυνση X και το άλλο την κίνησή της στην κατεύθυνση Y. Ένα χρονικά μεταβαλλόμενο ρεύμα καθορίζει το μαγνητικό πεδίο και άρα την εκτροπή της δέσμης ώστε αυτή να στέλνεται στο σωστό σημείο. Τα ίδια τα πηνία ελέγχονται με την γεννήτρια σάρωσης, η οποία με τη σειρά της συνδέεται με τον έλεγχο μεγέθυνσης και την οθόνη. Η δέσμη των ηλεκτρονίων προσπίπτει στο δείγμα και το είδος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας από την επιφάνεια του δείγματος εξαρτάται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των ατόμων του υλικού, και μπορεί να είναι:

- Δευτερογενή ηλεκτρόνια
- Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια
- Ηλεκτρόνια Auger
- Ακτίνες-Χ

Τα σήματα των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, κυρίως, ενισχύονται και δημιουργούν ένα οπτικό σήμα. Έτσι είναι δυνατή η μεγεθυμένη απεικόνιση σε μια οθόνη, της επιφάνειας του δείγματος που σαρώνει η δέσμη των ηλεκτρονίων. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από την ανελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα που βρίσκονται στα επιφανειακά στρώματα του δοκιμίου (συγκεκριμένα σε βάθος 10nm). Έχουν ενέργεια 50eV και δίνουν πληροφορίες κυρίως για την τοπογραφία της επιφάνειας του δοκιμίου. Η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και τις επιφανειακές ανωμαλίες του δείγματος. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν ενέργεια από 5 έως 50KeV. Προκύπτουν από την ελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων του δοκιμίου, που βρίσκονται σε βάθος 100nm. Η ένταση του παραγόμενου σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων. Δίνουν μια εικόνα κατανομής των στοιχείων (οι φωτεινές περιοχές αντιστοιχούν σε βαριά στοιχεία ενώ οι

πιο σκουρόχρωμες σε ελαφριά). Τα ηλεκτρόνια Auger προέρχονται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των υποστοιβάδων των επιφανειακών ατόμων (σε βάθος 1nm). Το φάσμα που προκύπτει είναι κατάλληλο για στοιχειακές χημικές αναλύσεις της επιφάνειας του υλικού. Οι χαρακτηριστικές ακτίνες Χ, παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος. Όταν φεύγει ένα ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα καλύπτει το κενό πέφτοντας στην χαμηλότερη στοιβάδα και εκπέμποντας την διαφορά ενεργείας σαν ακτίνες Χ. Η ενέργεια αυτών των ακτινών είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια του ατόμου. Το βάθος πεδίου του SEM και η διακριτική του ικανότητα είναι πολύ μεγαλύτερα σε σχέση με το οπτικό μικροσκόπιο. Το SEM, μπορεί να φτάσει σε μεγεθύνσεις της τάξης x10000-30000. Επίσης τα δοκίμια δε χρειάζεται να έχουν τόσο καλή επιπεδότητα όσο στο οπτικό μικροσκόπιο, έτσι μετά από κοπή, λείανση και χημική προσβολή είναι δυνατόν να παρατηρηθούν στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Η χημική προσβολή είναι απαραίτητη έτσι ώστε να είναι πιο έντονη η τοπογραφία της επιφάνειας και η ένταση του σήματος που προέρχεται από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια να είναι αυξημένη. Κατά τη χρήση του SEM, η στήλη πρέπει να βρίσκεται υπό κενό για να μπορεί να παραχθεί και να διατηρηθεί σταθερή η δέσμη των ηλεκτρονίων. Με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης υπάρχει και η δυνατότητα χημικής στοιχειακής ανάλυσης (EDS). Η ανάλυση EDS είναι μια διαδικασία που πραγματοποιείται για να προσδιοριστεί η χημική σύνθεση μιας μεγάλης ή μιας μικρή περιοχής του δείγματος. Κατά την παρατήρηση ενός δοκιμίου στο SEM η δέσμη των ηλεκτρονίων που προσπίπτει πάνω στο δείγμα έχει σαν αποτέλεσμα και την παραγωγή ακτίνων Χ, όπως προαναφέρθηκε. Οι ακτίνες Χ παράγονται από το επιφανειακό στρώμα του δοκιμίου και συγκεκριμένα μέχρι βάθος 1μm. Η ανάλυση αυτής της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας οδηγεί σε στοιχειακή χημική ανάλυση της επιφάνειας [135].

Στο εργαστήριο, το μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου JEOL JSM-6380LV και ο τύπος της στήλης Oxford Instruments INCA x – sight. Οι συνθήκες λειτουργίας του παραπάνω μικροσκοπίου για τα μεταλλικά δοκίμια ήταν:

- Accelerating voltage: 20 kV
- Working distance: 15 mm (απόσταση φακού – δείγματος)
- Spot size: 50

4.3.4 Μικροανάλυση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (EDS, X Ray Microanalysis)

Κατά την εξέταση της μικροδομής, στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, πραγματοποιήθηκαν ποσοτικές αναλύσεις από κατάλληλο προσαρμοσμένο σύστημα μικροανάλυσης (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS). Συνεπώς, πραγματοποιήθηκε συγκριτική ανάλυση συμμετοχής κυρίαρχων χημικών στοιχείων.

4.4 Μέθοδοι Μέτρησης των Μηχανικών Ιδιοτήτων

4.4.1 Δοκιμή σκληρότητας

Η σκληρότητα ενός μετάλλου μετριέται με την διείσδυση ενός σκληρού εκτυπωτικού εργαλείου μέσα στην μάζα του. Το εκτυπωτικό εργαλείο έχει μικρές διαστάσεις ώστε η δοκιμή να είναι, γενικά, μη καταστρεπτική και γι' αυτό είναι συνηθισμένη και πολύ χρήσιμη. Οι τρεις κυριότεροι τρόποι μέτρησης της σκληρότητας είναι:

- Σκληρότητα Brinell, όπου χρησιμοποιείται για μέγιστες τιμές σκληρότητας 630 HB (Hardness Brinell)
- Σκληρότητα Rockwell, όπου χωρίζεται σε δεκαπέντε διαφορετικές κλίμακες, με κυριότερες την B και την C
- Σκληρότητα Vickers

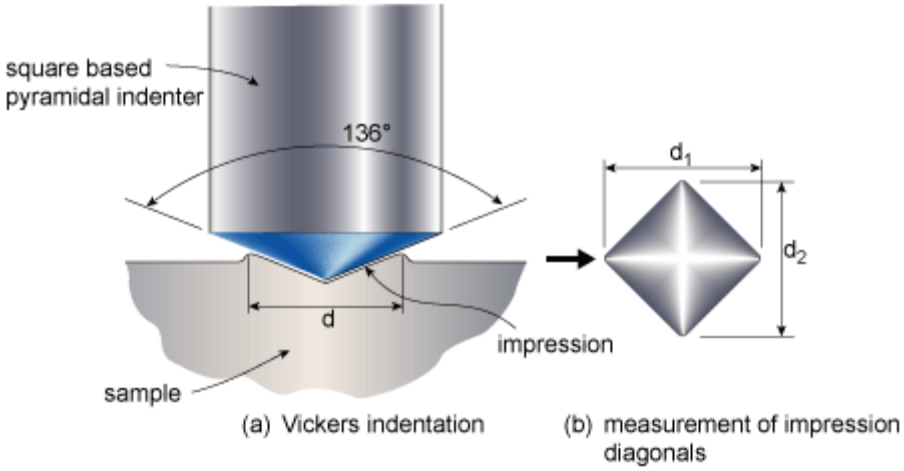
Στο εργαστήριο πραγματοποιήθηκε σκληρομέτρηση με τη δοκιμή Vickers και το φορτίο που χρησιμοποιήθηκε ήταν σε όλες τις μετρήσεις 98 N. Σε όλα τα δοκίμια πάρθηκαν 12 μετρήσεις σκληρομέτρησης. Αυτό έγινε για να υπολογισθεί ένας μέσος όρος σκληρότητας καθώς και η τυπική απόκλιση των μετρήσεων.

Μια πυραμίδα από διαμάντι με τετραγωνική βάση και γωνία κορυφής α = 136^o πιέζεται με δύναμη P στη λειασμένη επιφάνεια του μετάλλου. Η σκληρότητα Vickers (HV = Hardness Vickers ή DPN = Diamond Pyramid Number) προκύπτει αν διαιρέσουμε το φορτίο P (kp) με την επιφάνεια της κοιλότητας του αποτυπώματος s (mm^2) με τη διαγώνιο d.

$$\mathrm{HV} = \frac{\mathbf{P\ (kp)}}{\mathbf{s\ (mm^2)}} = \frac{\mathbf{2 \times P \times \sin\frac{a}{2}}}{\mathbf{d^2}} = \frac{\mathbf{1.8544 \times P}}{\mathbf{d^2}} \quad (4\text{-}4)$$

Η σκληρότητα Vickers είναι σταθερή μέσα σε μία μεγάλη περιοχή μεταβολής του φορτίου P, από 1 ως 120 kp, με την προϋπόθεση ότι η γωνία α της κορυφής είναι

136^{o}. Γι’ αυτό και η μέθοδος αυτή θεωρείται σαν η πιο αντικειμενική και επιστημονική. Η δοκιμή Vickers είναι η μόνη που χρησιμοποιείται για πολύ σκληρά υλικά.



Εικόνα 20. Διάταξη της πυραμίδας του σκληρόμετρου για μέτρηση Vickers

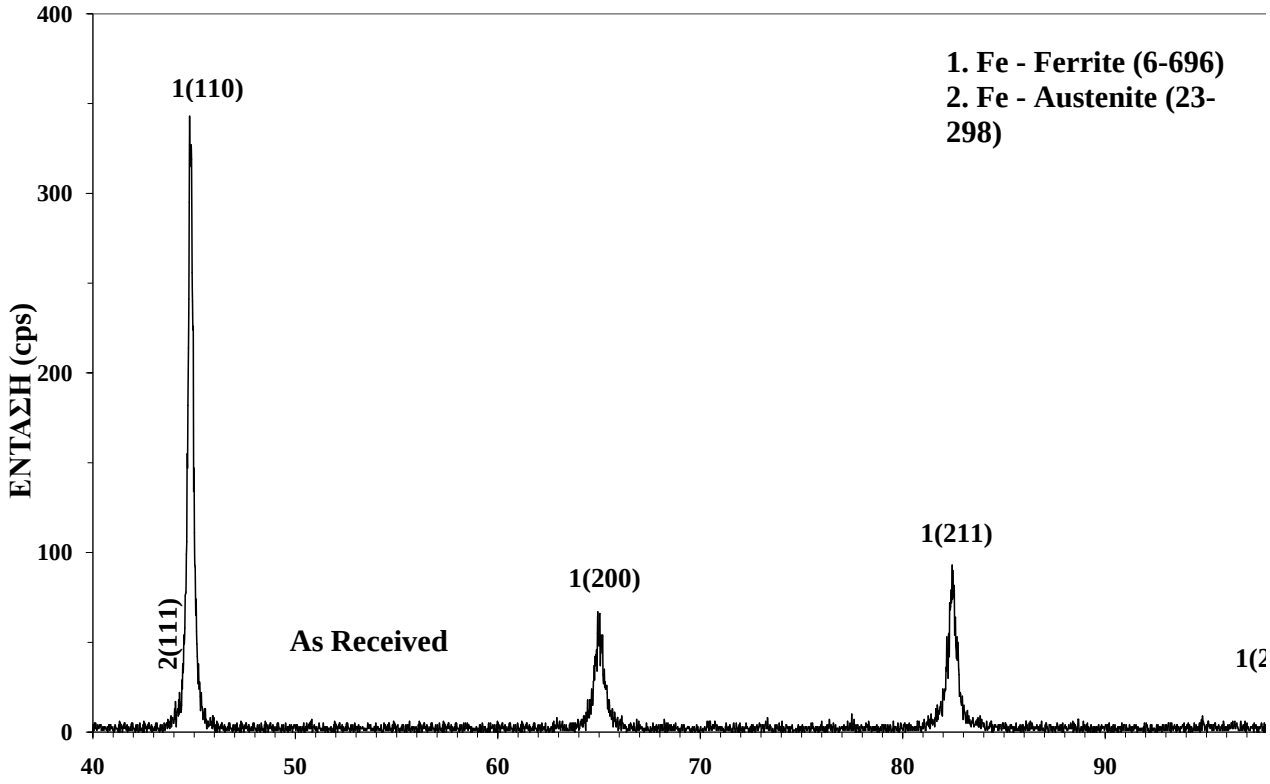
5 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

5.1 Εξέταση της μικροδομής

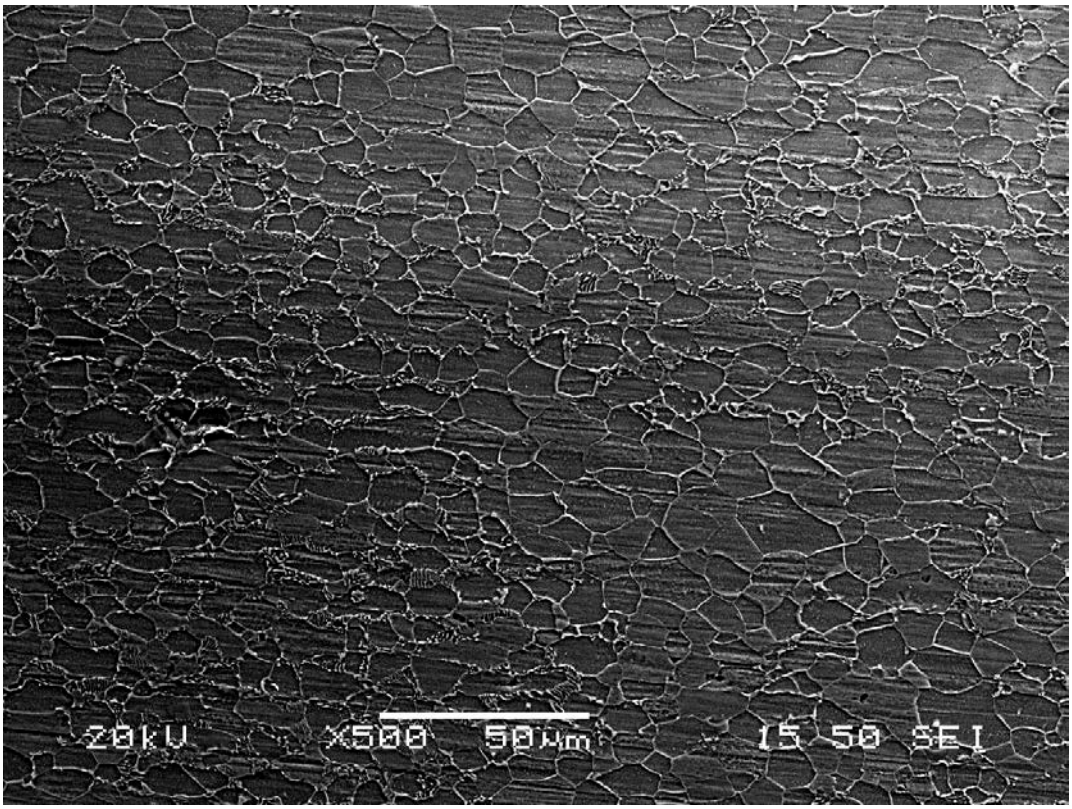
5.1.1 Δοκίμιο Αναφοράς D

Το δοκίμιο αναφοράς D δεν έχει υποστεί κάποια θερμική κατεργασία όπως όλα τα άλλα δοκίμια. Ωστόσο, το δοκίμιο D πάρθηκε από το αρχικό υλικό το οποίο είχε ανοπτηθεί σε φούρνο αδρανούς ατμόσφαιρας και ακολούθησε ελεγχόμενη απόψυξη για την παραγωγή φερριτικής - περλιτικής δομής. Στη συνέχεια υπέστησε ψυχρή έλαση για μείωση της διατομής κατά 50%.

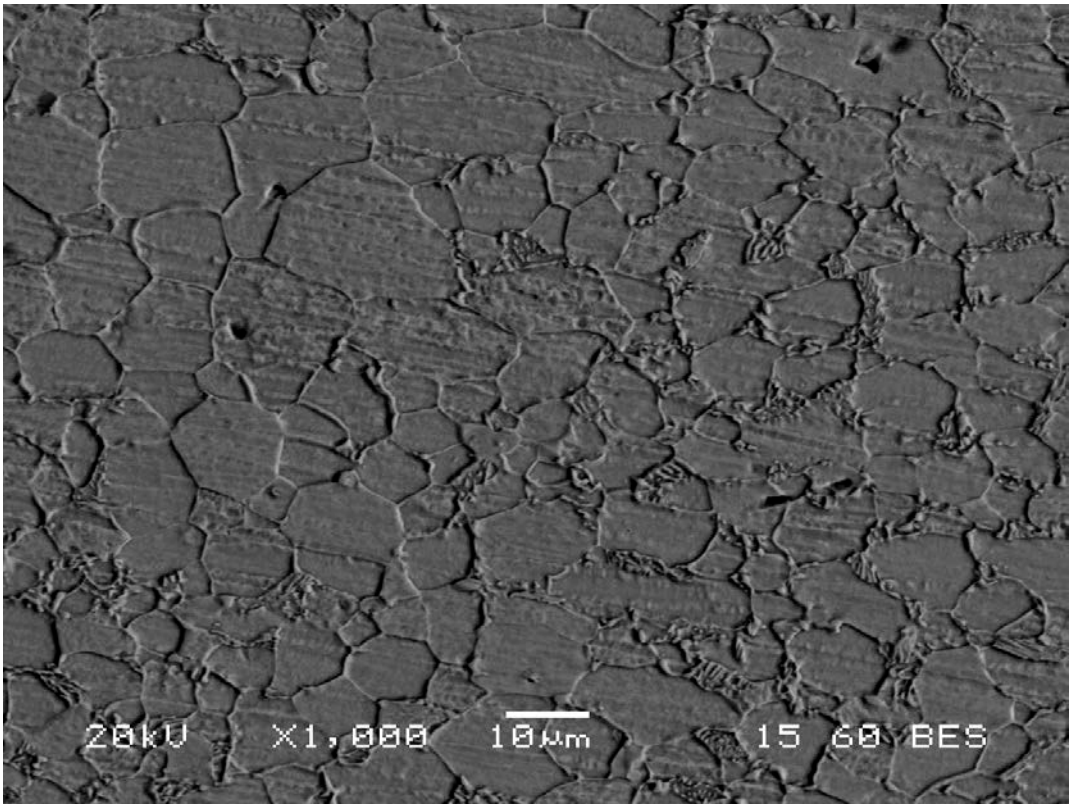
Στις παρακάτω μικρογραφίες παρουσιάζεται η μικροδομή του, όπου διακρίνεται η χαρακτηριστική εξομαλυμένη φερριτική - περλιτική δομή. Παρατηρούμε πως η δομή έχει ομοιόμορφη ανάπτυξη ισαξονικών - κυτταροειδών κρυστάλλων λόγω της αργής απόψυξης που είχε προηγηθεί. Ωστόσο ο περλίτης έχει αναπτυχθεί σε πολύ μικρότερο βαθμό (εικόνα 22) και αυτό οφείλεται στο χαμηλό ποσοστό άνθρακα και στις συνδυασμένες κραματικές προσθήκες μαγγανίου - πυριτίου. Το μαγγάνιο, ως γ - φερογόνο στοιχείο, μειώνει την θερμοκρασία μετασχηματισμού του ωστενίτη και αυξάνει την διαλυτότητα του C σε αυτόν και επομένως την περιοχή σταθερότητας του, οπότε επιβραδύνεται ο μετασχηματισμός του περλίτη. Παράλληλα και σύμφωνα με την μικροανάλυση με eds, παρατηρούμε αυξημένο ποσοστό του σε σημειακή στοιχειομέτρηση περλίτη. Επίσης το πυρίτιο, ως α - φερογόνο στοιχείο, διαλύεται περισσότερο στον φερρίτη (παρουσία αυξημένου ποσοστού Si στην μικροανάλυση με eds σε φερριτικό κόκκο) και εμποδίζει την κατακρήμνιση καρβιδίων και κυρίως του σεμεντίτη που θα μπορούσαν να παρουσιαστούν (εικόνα 23). Επίσης παρατηρούμε πως οι κόκκοι του φερρίτη δεν έχουν προσβληθεί ομοιόμορφα, αποτέλεσμα της διαφορετικής διεύθυνσης ανάπτυξης του φερρίτη, ανάλογα και με την θερμοκρασία σχηματισμού του. Σύμφωνα με την γραφική απεικόνιση, από την εξέταση του δοκιμίου D με το περιθλασίμετρο ακτίνων - Χ για την ταυτοποίηση των φάσεων, οι φάσεις που ταυτοποιούνται είναι φερρίτης και ωστενίτης (ένταση κορυφής μικρότερη από 50 cps). Αν και ο υπολειπόμενος ωστενίτης δεν μπορεί να εμφανιστεί στις μικρογραφίες είναι δυνατή η ύπαρξη του στο δοκίμιο. Κατά τον μετασχηματισμό του ωστενίτη σε περλίτη, νησίδια όπου εμπλουτίστηκαν σε άνθρακα, δεν μετασχηματίστηκαν σε περλίτη και ο ωστενίτης παρέμεινε ως υπολειπόμενος σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.



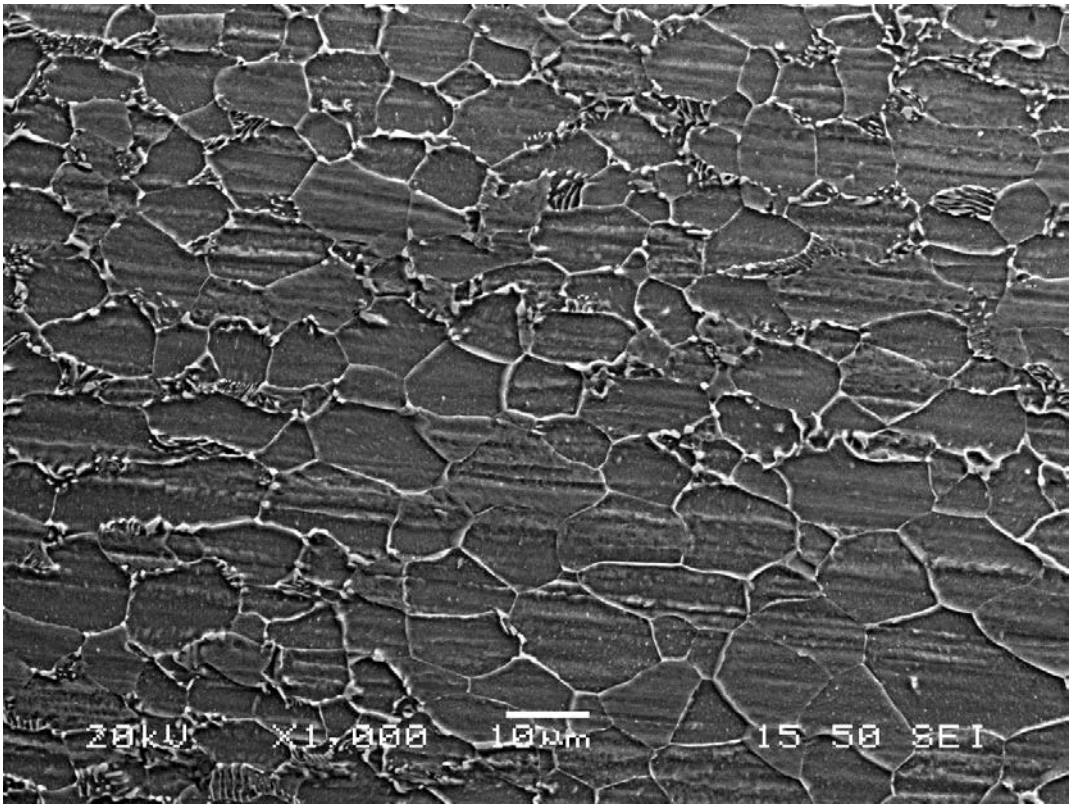
Εικόνα 21. Διάγραμμα XRD δοκιμίου αναφοράς D. Διακρίνονται οι κορυφές του φερρίτη και δίπλα στην κορυφή (110) αυτή του ωστενίτη



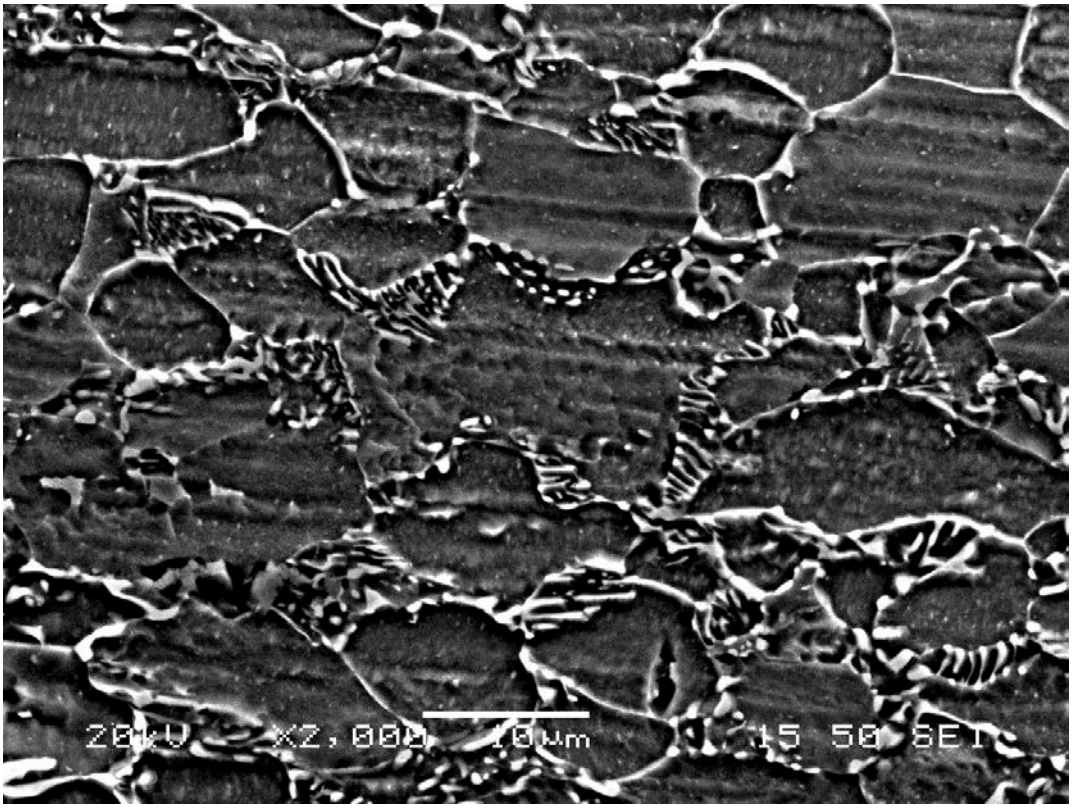
Εικόνα 22. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 23. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x1000.

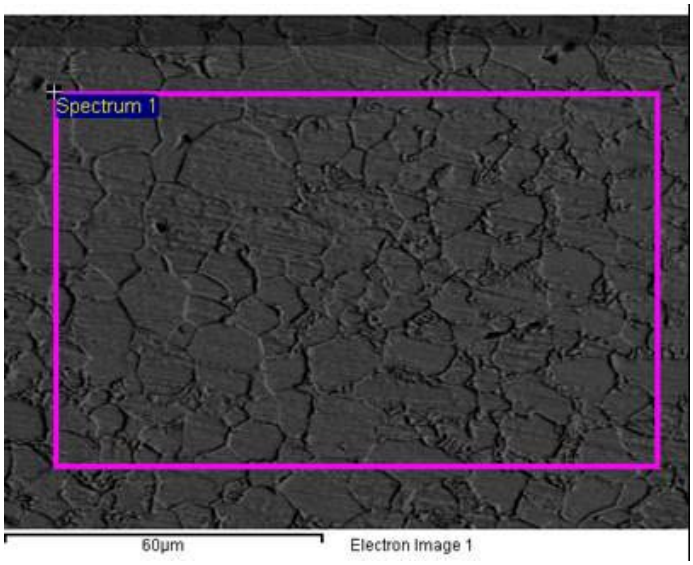


Εικόνα 24. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x1000.



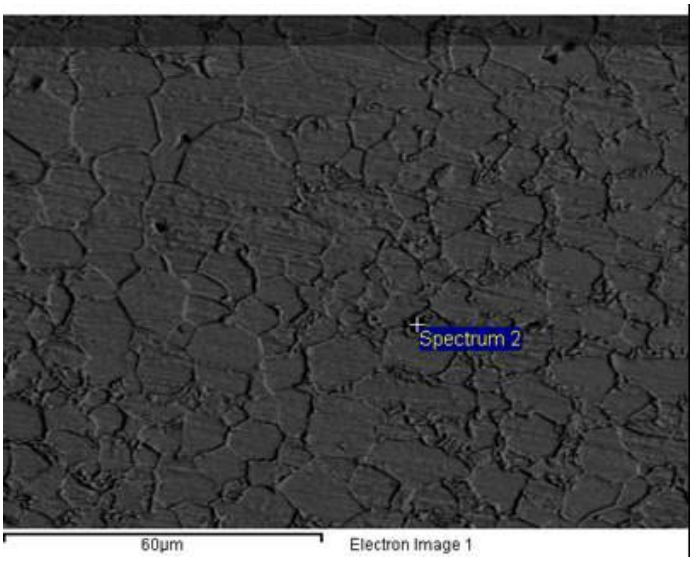
Εικόνα 25. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου D με μεγέθυνση x2000. Διακρίνεται η χαρακτηριστική δομή του περλίτη.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.83	3.58
Mn K	1.71	1.71
Fe K	96.46	94.71
Totals	100.00	



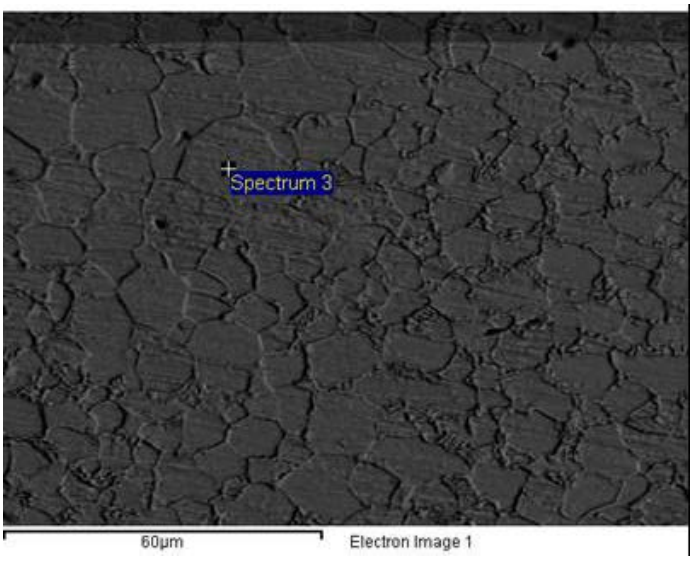
Πίνακας 2 - Εικόνα 26. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου D.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.42	2.79
Mn K	4.43	4.44
Fe K	94.15	92.77
Totals	100.00	



Πίνακας 3 - Εικόνα 27. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε περλιτική δομή. Παρατηρούμε το υψηλό ποσοστό σε μαγγάνιο (γ - φερογόνο), αποτέλεσμα του μετασχηματισμού του ωστενίτη σε περλίτη αλλά και της πιθανής παρουσίας υπολειπόμενου ωστενίτη στο όρια του περλίτη.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.15	4.18
Mn K	1.18	1.17
Fe K	96.67	94.65
Totals	100.00	

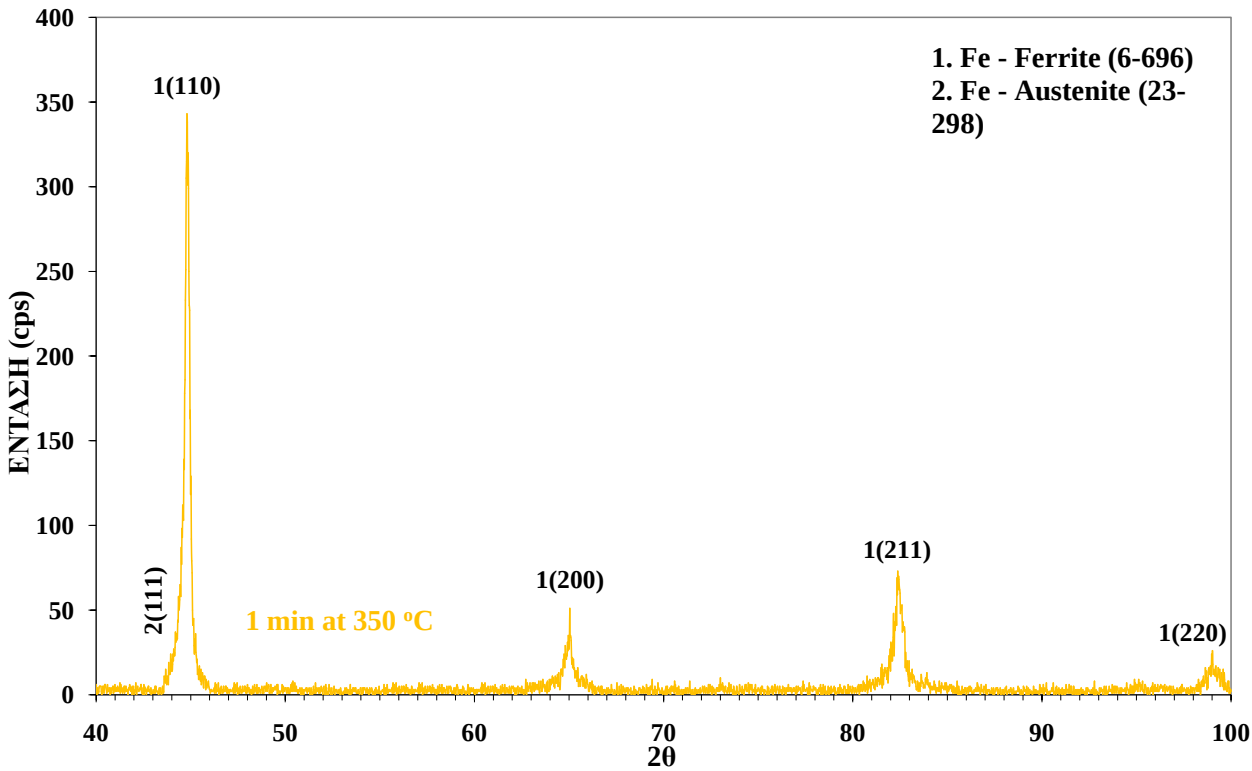


Πίνακας 4 - Εικόνα 28. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο. Σε αντίθεση με τον περλίτη, παρατηρούμε αυξημένο ποσοστό πυριτίου (α - φερογόνο).

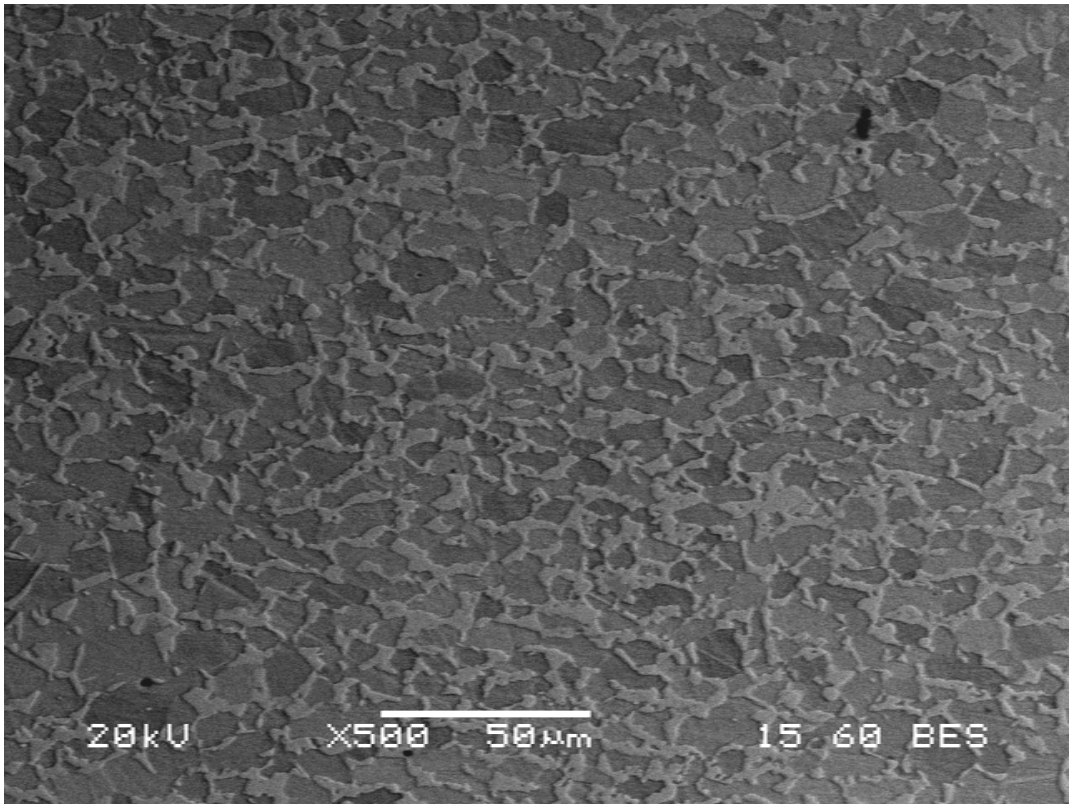
5.1.2 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 ^{o}C

5.1.2.1 Δοκίμιο Α1 (350 ^{o}C - 1 min)

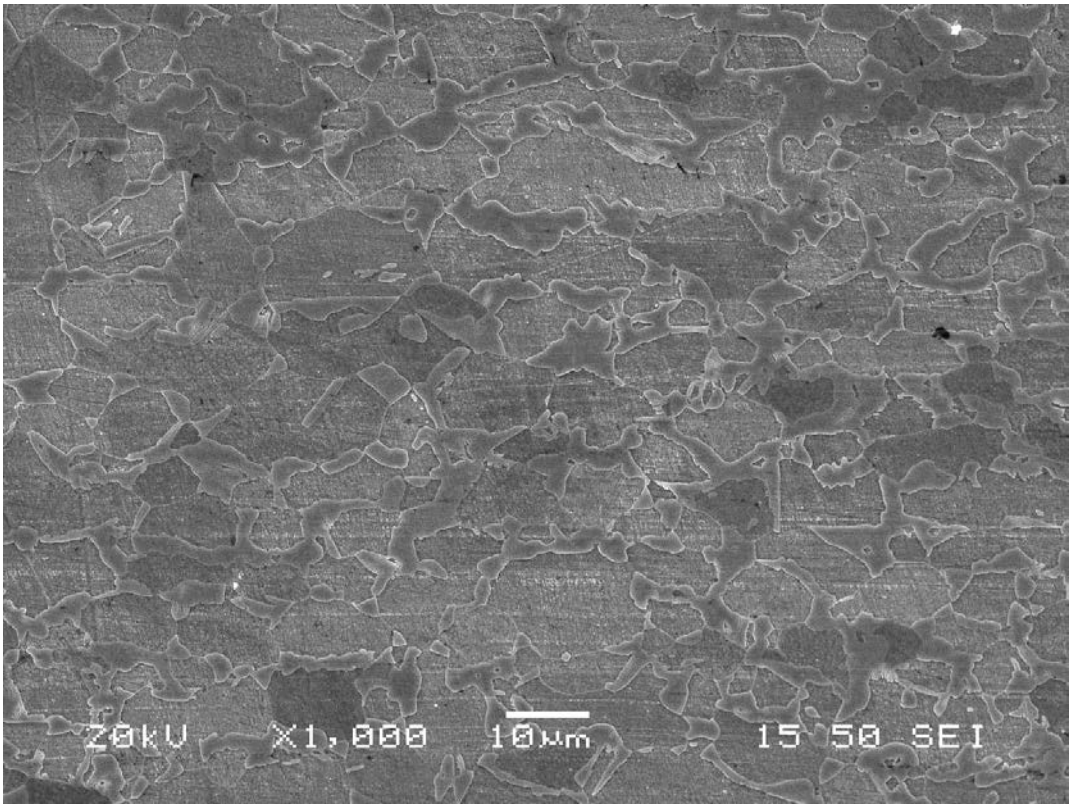
Σύμφωνα με το γράφημα του xrd, στο δοκίμιο συναντάμε φερρίτη και ωστενίτη. Η μικροδομή εμφανίζεται ως ένα διφασικό υλικό. Η μήτρα του υλικού αποτελείται από ενδοκρίσιμο φερρίτη και στα όρια αυτής έχουν αναπτυχθεί πλακίδια ωστενίτη. Παρατηρούμε ότι οι κόκκοι του φερρίτη διαφέρουν, παρουσιάζοντας διαφορετική αντίθεση. Κατά την ισοθερμοκρασιακή βαφή άρχισε ο μετασχηματισμός τους από ωστενίτη σε επιταξιακό φερρίτη ωστόσο διακόπηκε προτού μετασχηματισθούν σε μπαινιτικό φερρίτη. Ο ωστενίτης, καθώς το δοκίμιο παρέμεινε μόνο ένα λεπτό στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού δεν πρόλαβε να σταθεροποιηθεί και μετασχηματίστηκε σε μαρτενσίτη. Επομένως το υλικό είναι κυρίως διφασικό, φερριτικό - μαρτενσιτικό. Ο μπαινίτης έχει αναπτυχθεί σε ελάχιστο βαθμό ωστόσο κάποιοι κόκκοι έχουν αρχίσει να εμφανίζονται. Στην εικόνα 33 παρατηρούμε κάποιες μικρές νησίδες υπολειπόμενου ωστενίτη. Από την μικροανάλυση με eds παρατηρούμε το αυξημένο ποσοστό του πυριτίου σε ένα φερριτικό κόκκο.



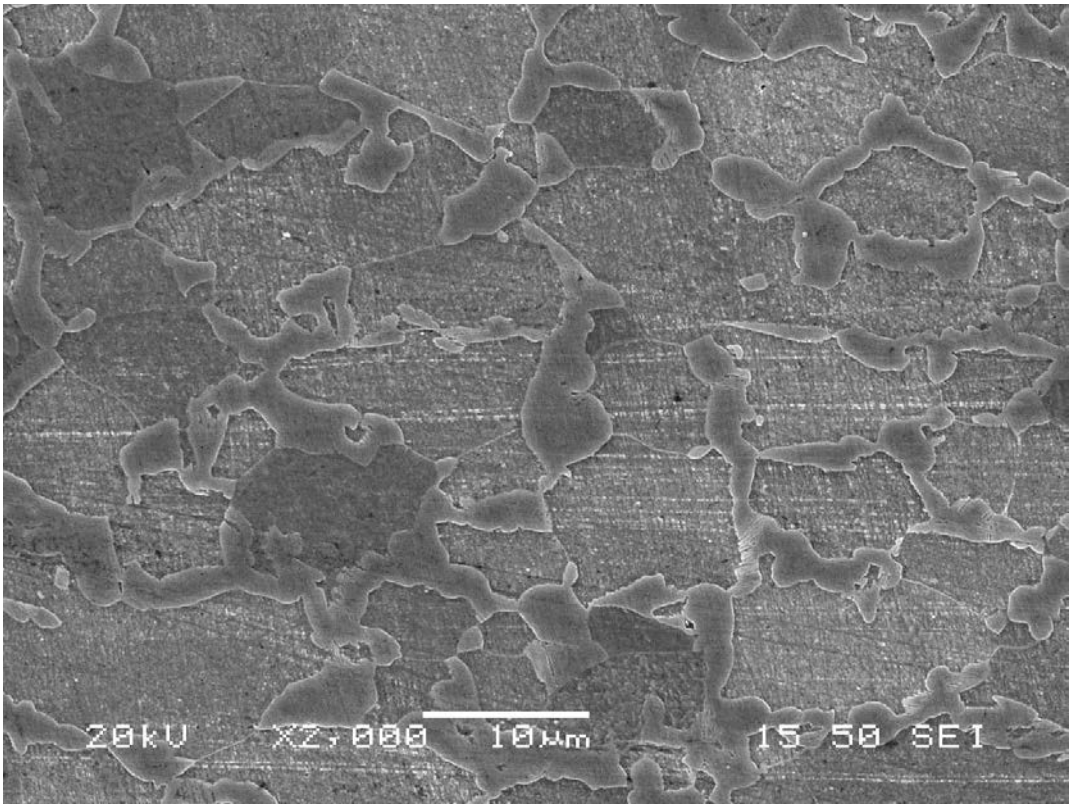
Εικόνα 29. Διάγραμμα XRD δοκιμίου Α1



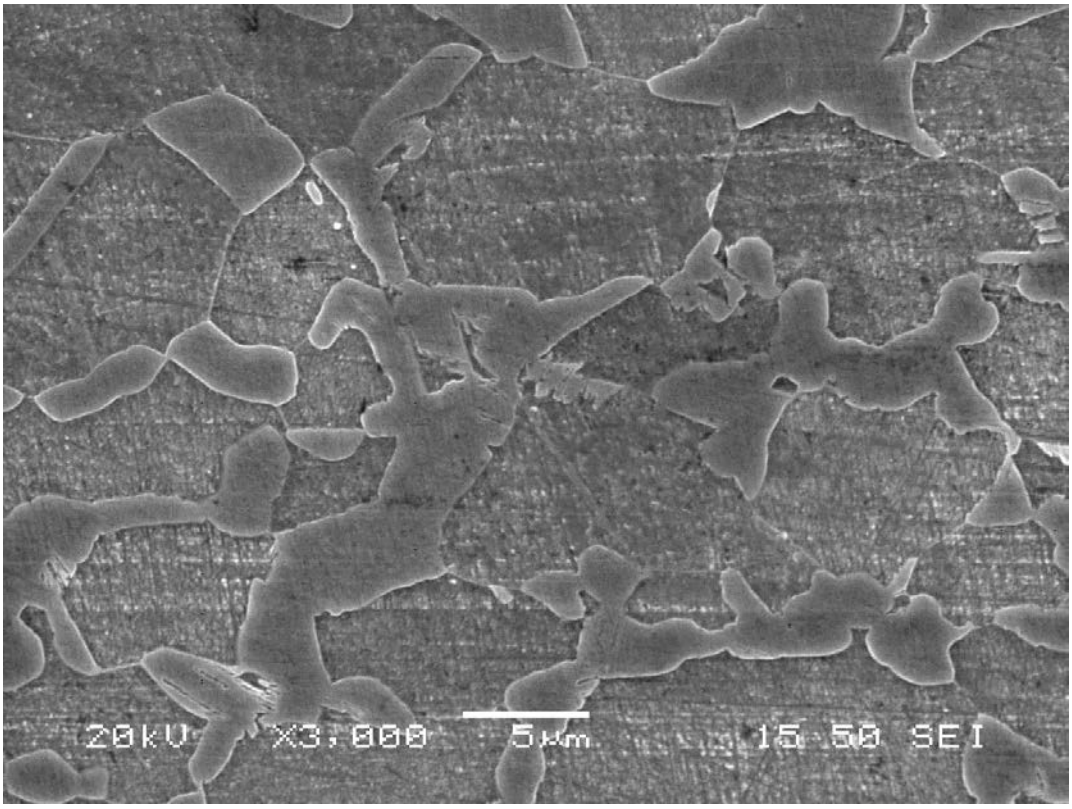
Εικόνα 30. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α1 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 31. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α1 με μεγέθυνση x1000.

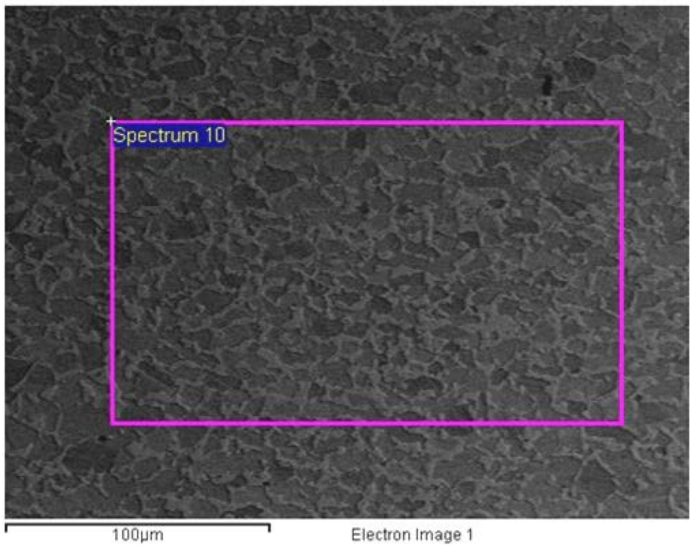


Εικόνα 32. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α1 με μεγέθυνση x2000.



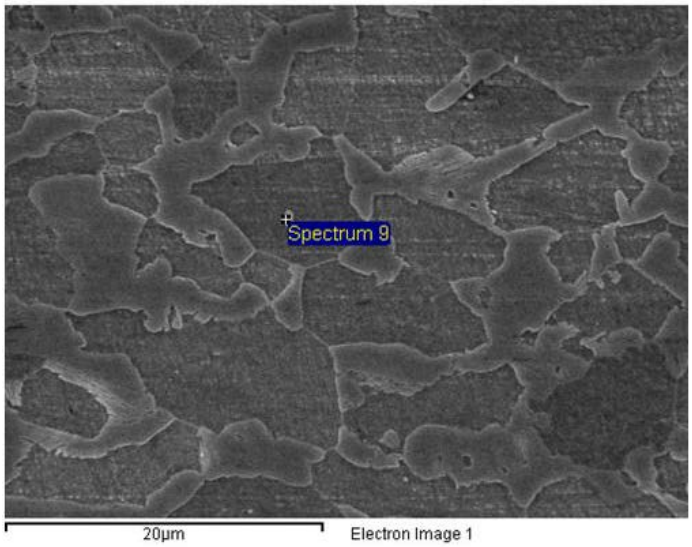
Εικόνα 33. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α1 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.58	3.10
Mn K	1.78	1.79
Fe K	96.63	95.12
Totals	100.00	



Πίνακας 5 - Εικόνα 34. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Α1.

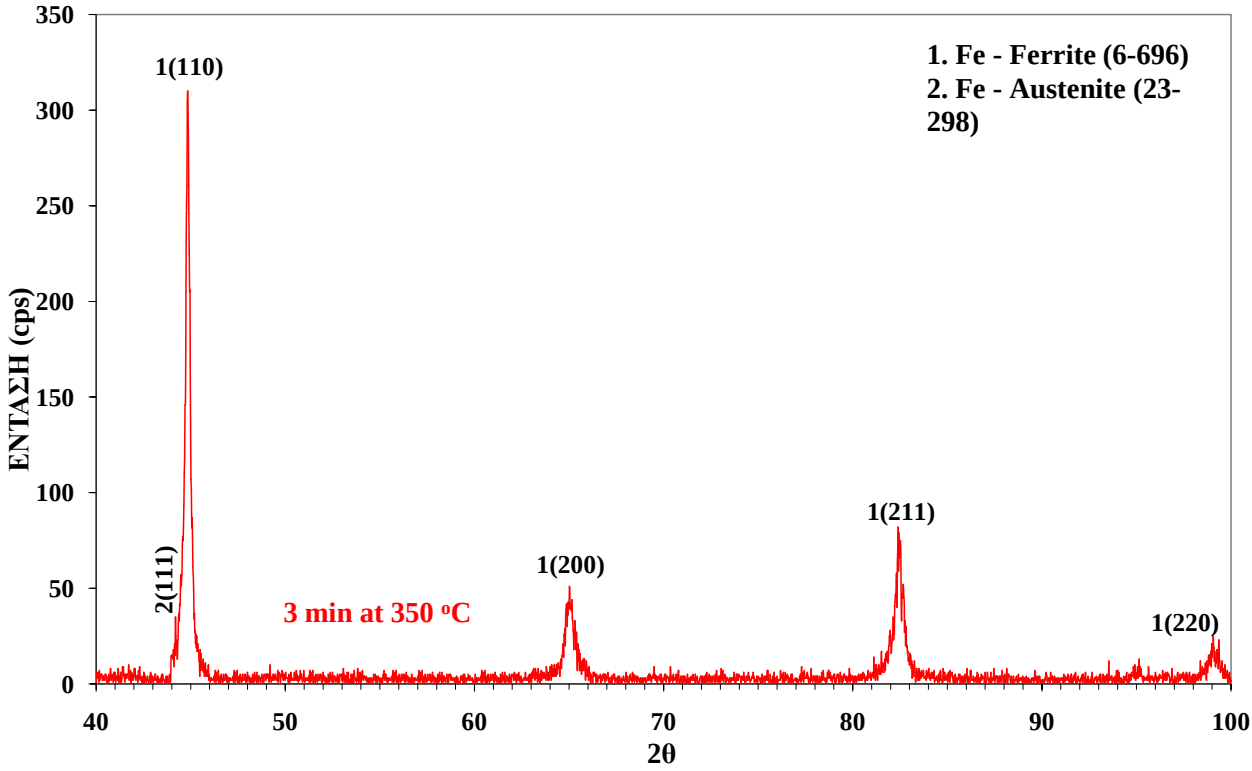
Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.40	4.64
Fe K	97.21	94.49
Totals	100.00	



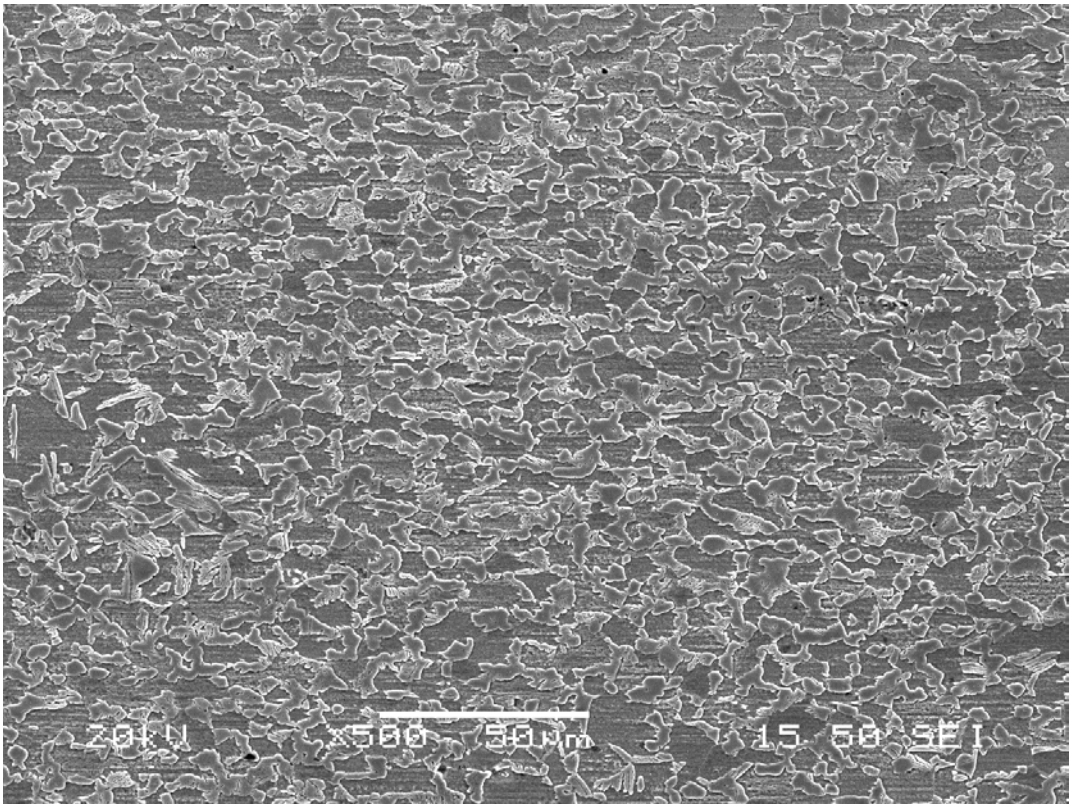
Πίνακας 6 - Εικόνα 35. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου Α1.

5.1.2.2 Δοκίμιο Α2 (350 ^{o}C - 3 min)

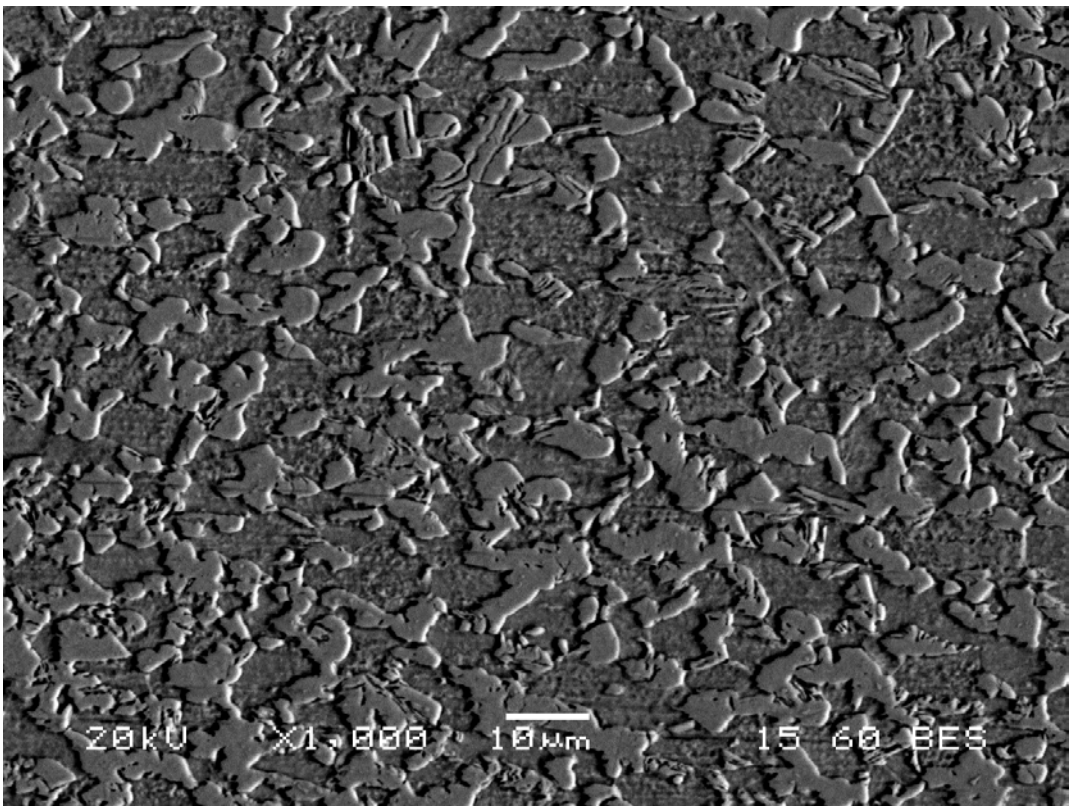
Από το γράφημα του xrd παρατηρούμε πως το δοκίμιο αποτελείται από φερρίτη και ωστενίτη. Το δοκίμιο είναι ομοιόμορφο ως προς την σύσταση (μικρογραφία x1000, έλλειψη έντονων αντιθέσεων - απουσία κατακρημνισμάτων). Παρατηρούμε πως ο ενδοκρίσιμος φερρίτης είναι σε περίπου ίση αναλογία με την ανάπτυξη του ωστενίτη. Ο ωστενίτης δεν πρόλαβε να εμπλουτισθεί σε άνθρακα και κατά την βαφή του δοκιμίου στο νερό μετασχηματίστηκε σε μαρτενσίτη. Επίσης ο μπαινίτης έχει αρχίσει να αναπτύσσεται στα όρια του μαρτενσίτη (ωστενίτη πριν βαφτεί). Ο υπολειπόμενος ωστενίτης δεν διακρίνεται εύκολα στις εικόνες ωστόσο σε όρια κόκκων, νησίδες έντονης αντίθεσης, με λευκό χρώμα, ίσως απαντούν ωστενίτη. Αναλύσεις με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διερχόμενης δέσμης (TEM) ή με την μέθοδο EBSD μπορούν να επιβεβαιώσουν αυτή την υπολειπόμενη φάση.



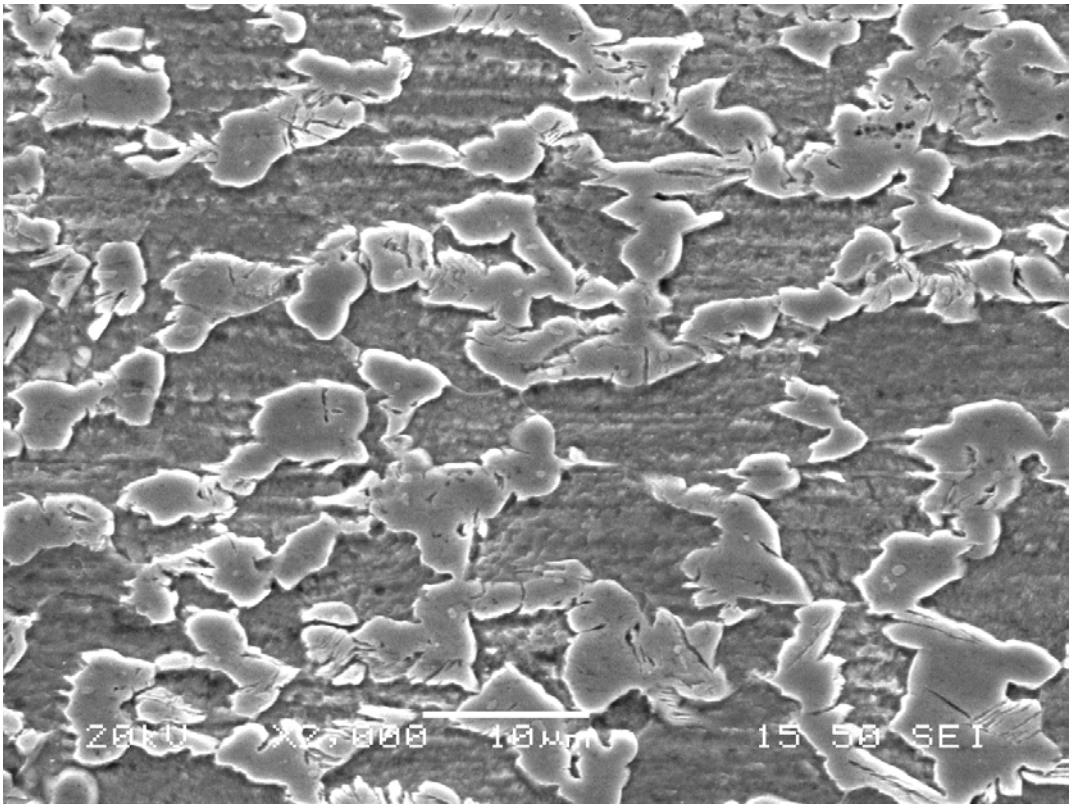
Εικόνα 36. Διάγραμμα XRD δοκιμίου Α2.



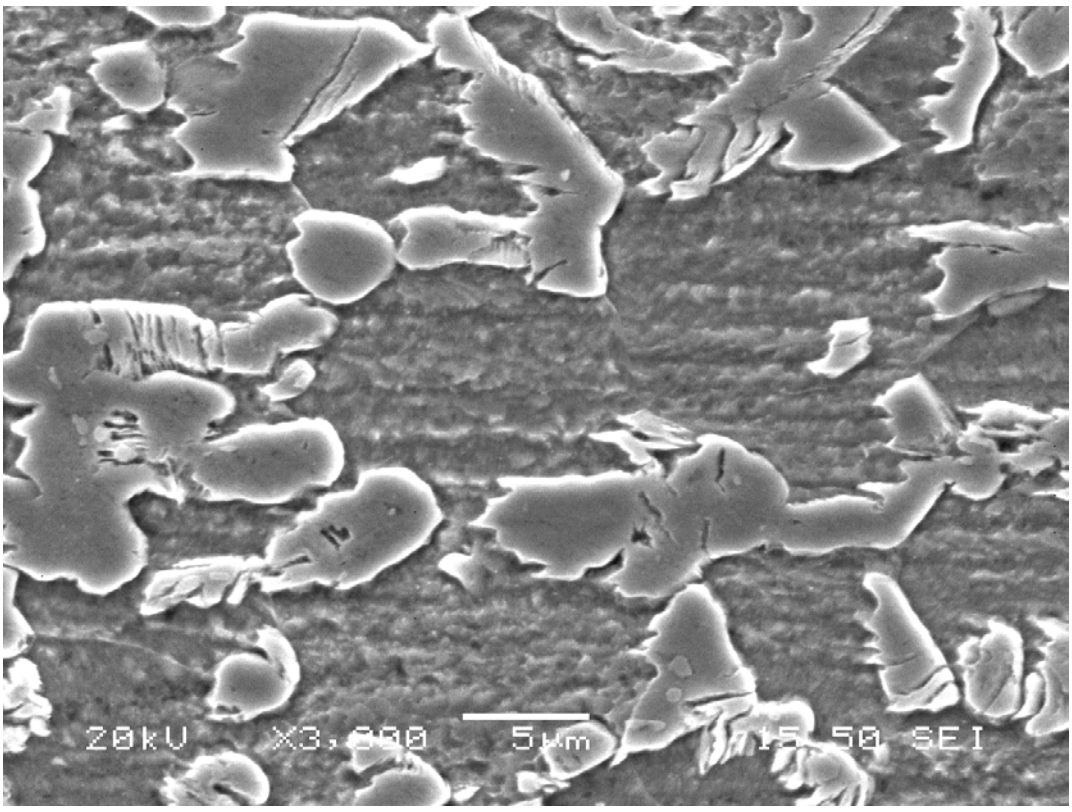
Εικόνα 37. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α2 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 38. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α2 με μεγέθυνση x1000.

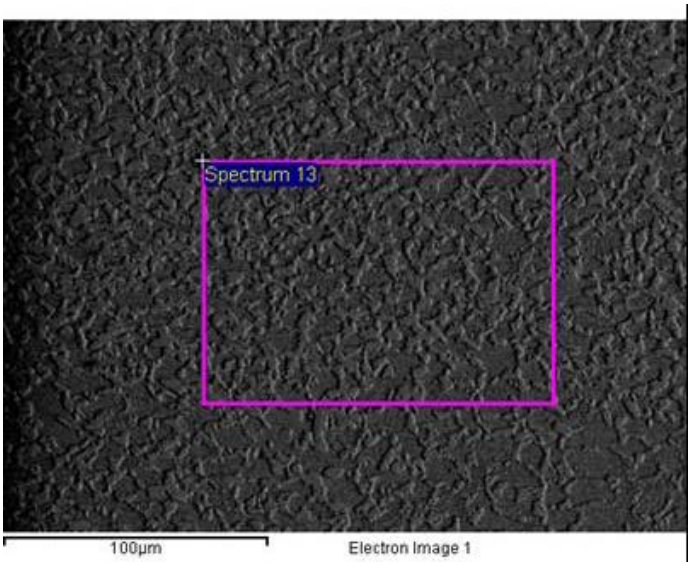


Εικόνα 39. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α2 με μεγέθυνση x2000.



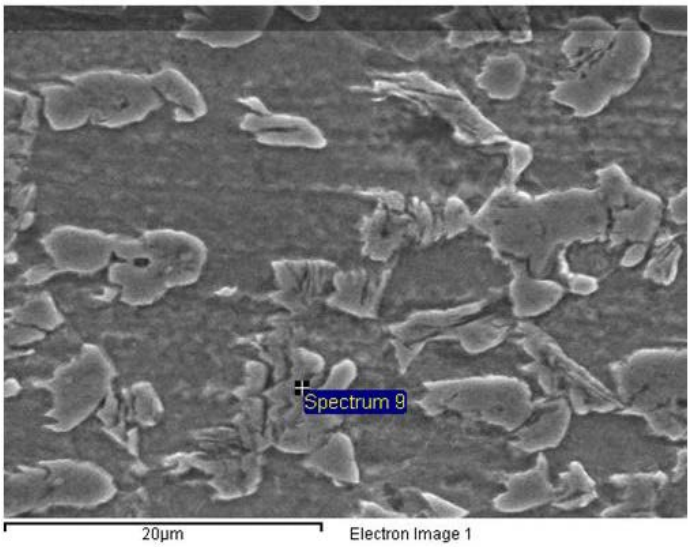
Εικόνα 40. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α2 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.78	3.48
Fe K	98.22	96.52
Totals	100.00	



Πίνακας 7 - Εικόνα 41. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Α2.

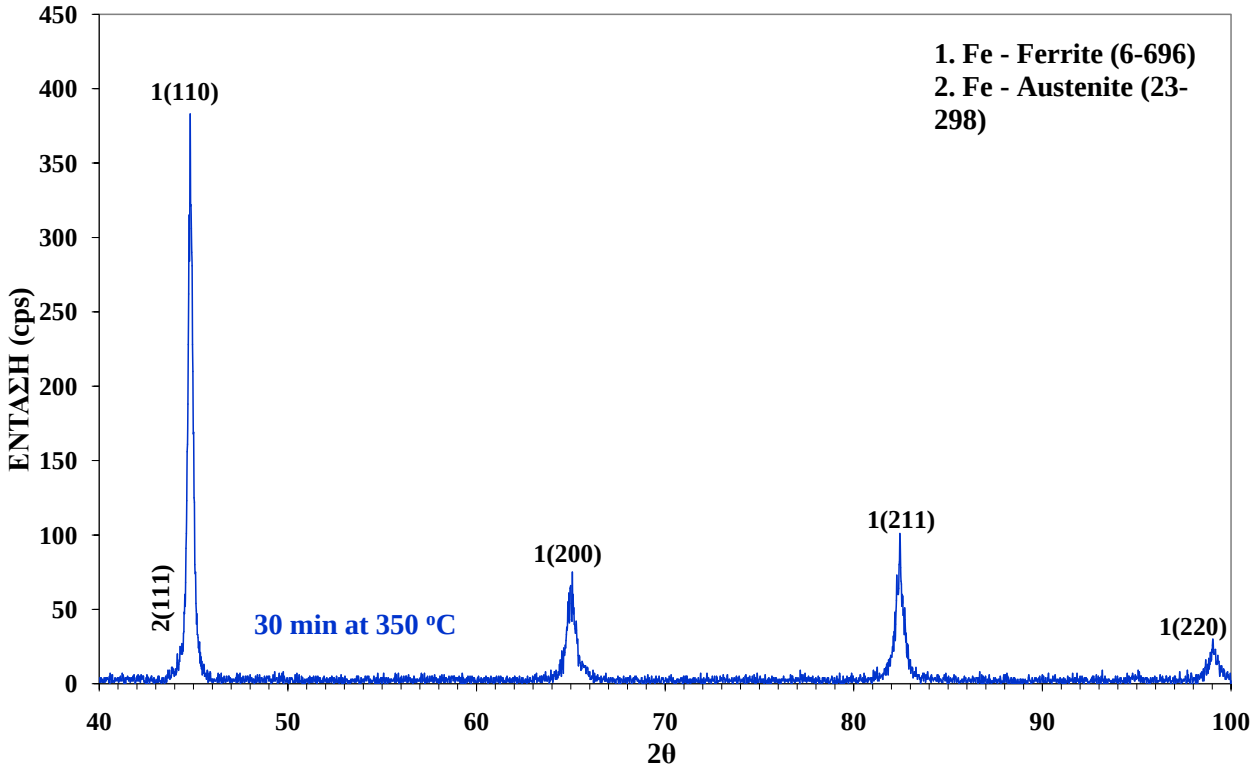
Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.12	4.14
Fe K	97.88	95.86
Totals	100.00	



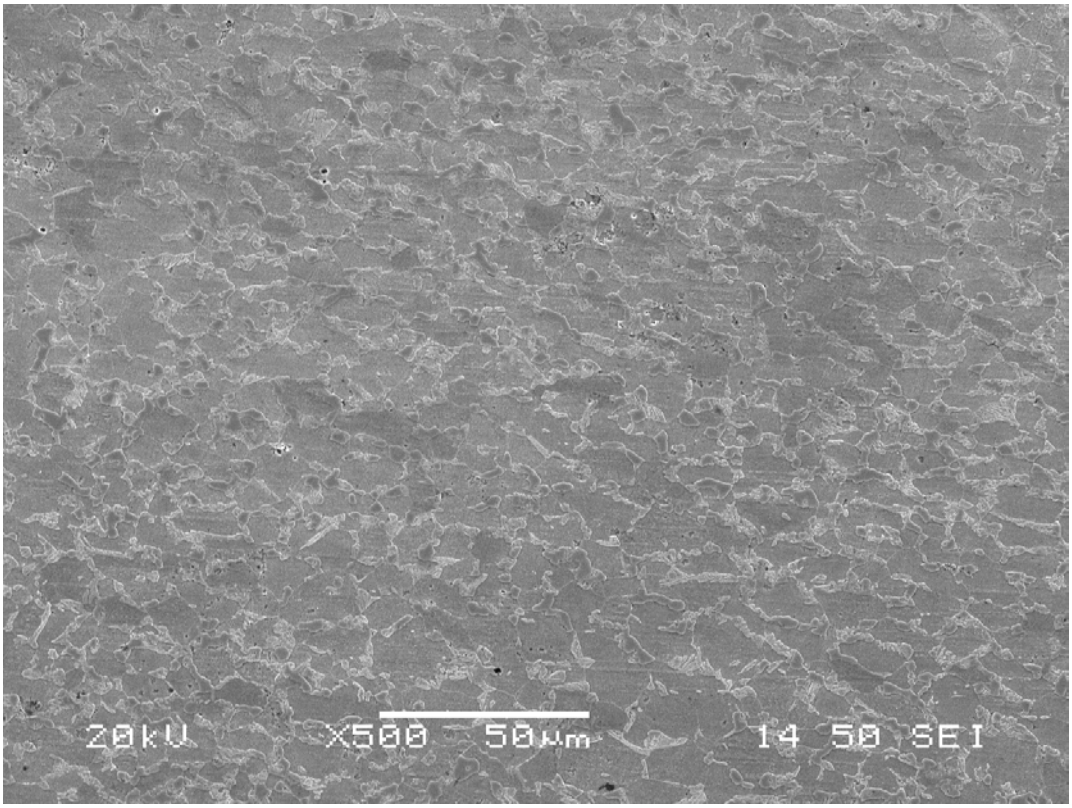
Πίνακας 8 - Εικόνα 42. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μπαινιτικό κόκκο του δοκιμίου Α2.

5.1.2.3 Δοκίμιο Α3 (350 ^{o}C - 30 min)

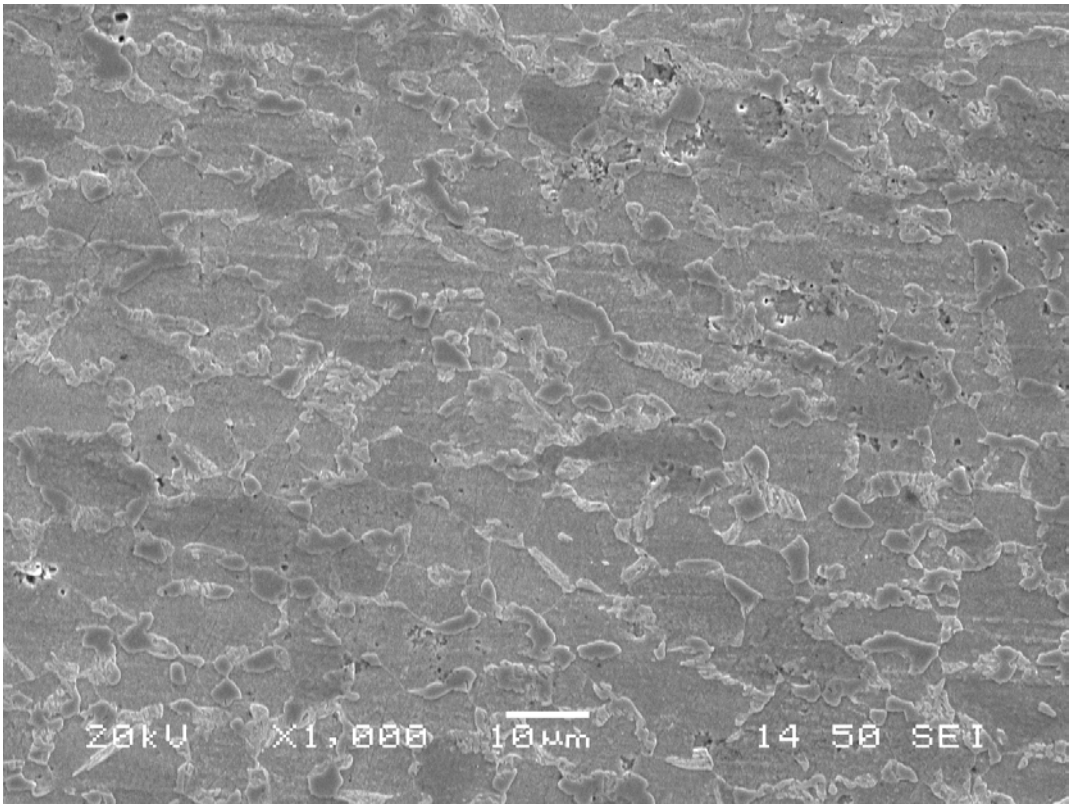
Οι δύο φάσεις που ταυτοποιούνται από το περιθλασίμετρο ακτίνων Χ είναι φερρίτης και ωστενίτης. Από τις μικρογραφίες του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου παρατηρούμε πως ο ωστενίτης έχει μετασχηματισθεί σε μεγάλο βαθμό, αρχικά μερικώς σε προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη και τελικά, μαζί με τον εμπλουτισμένο σε άνθρακα υπολειπόμενο ωστενίτη, σε μπαινίτη. Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης, που στην μικροανάλυση με eds παρουσιάζει αυξημένο ποσοστό Si, παρουσιάζει μία μικρή αύξηση όγκου των κόκκων του χωρίς αλλοιώσεις στην μορφολογία του. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης που έχει εμπλουτισθεί με άνθρακα κατά την παραμονή του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού εμφανίζεται καθαρά στις μικρογραφίες και κόκκοι με αυξημένο μαγγάνιο (γ - φερογόνο στοιχείο) στην μικροανάλυση με eds, μαρτυρούν την παρουσία του στο δοκίμιο. Ωστόσο θα μπορούσε να έχει μετασχηματισθεί και σε μαρτενσίτη. Η διάκριση αυτών των δύο φάσεων είναι δύσκολη χωρίς κάποια μέθοδο διαχωρισμού τους. Η παρουσία κάποιων κενών στις μικρογραφίες επιβεβαιώνεται από την μικροανάλυση με eds (σημειακή ατέλεια).



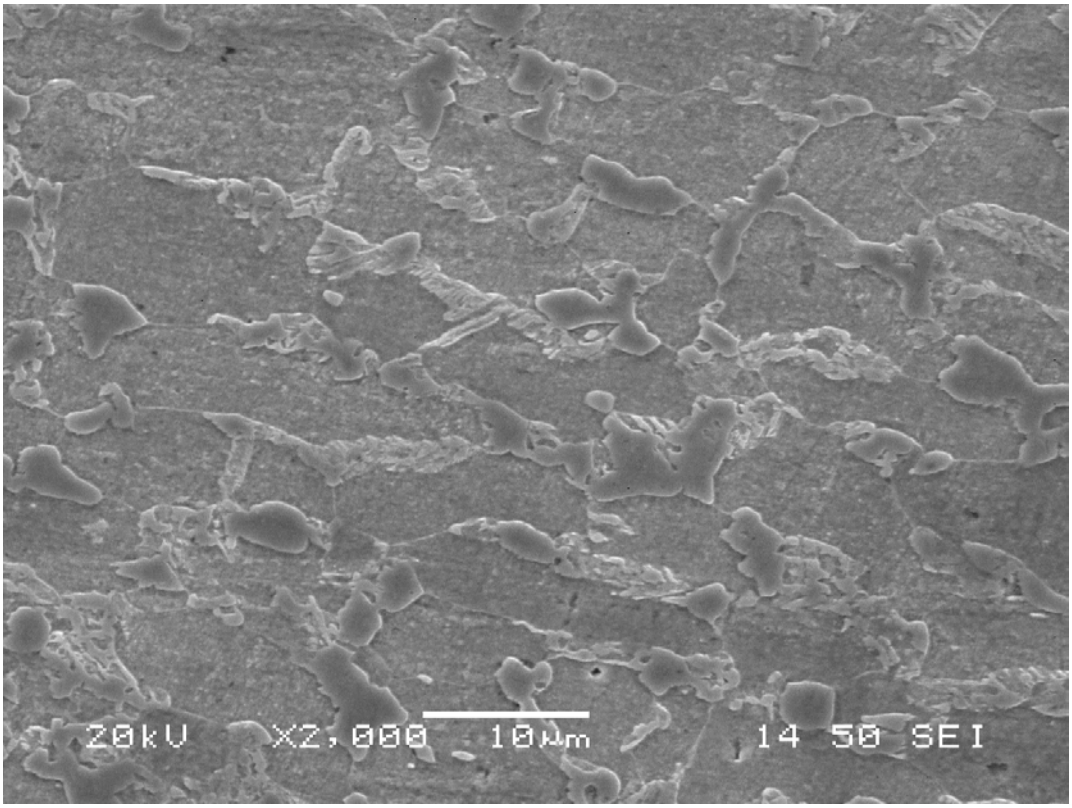
Εικόνα 43. Διάγραμμα XRD δοκιμίου Α3.



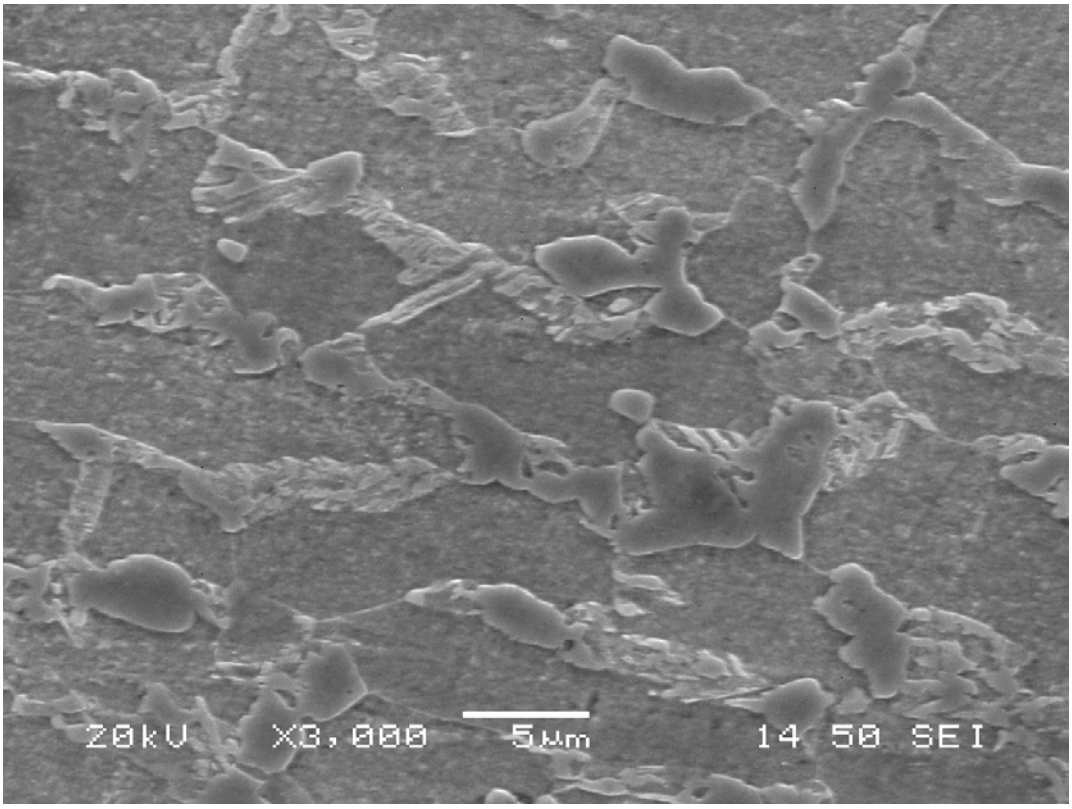
Εικόνα 44. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α3 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 45. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α3 με μεγέθυνση x1000.

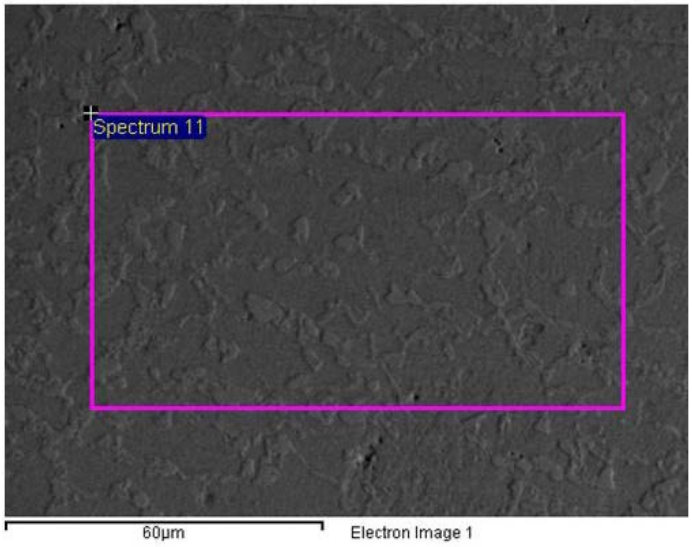


Εικόνα 46. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α3 με μεγέθυνση x2000.



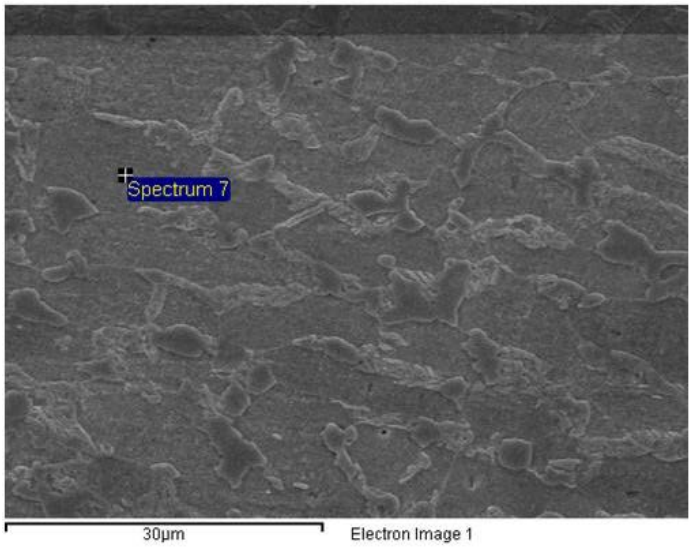
Εικόνα 47. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α3 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.96	3.82
Mn K	2.00	1.99
Fe K	96.04	94.19
Totals	100.00	



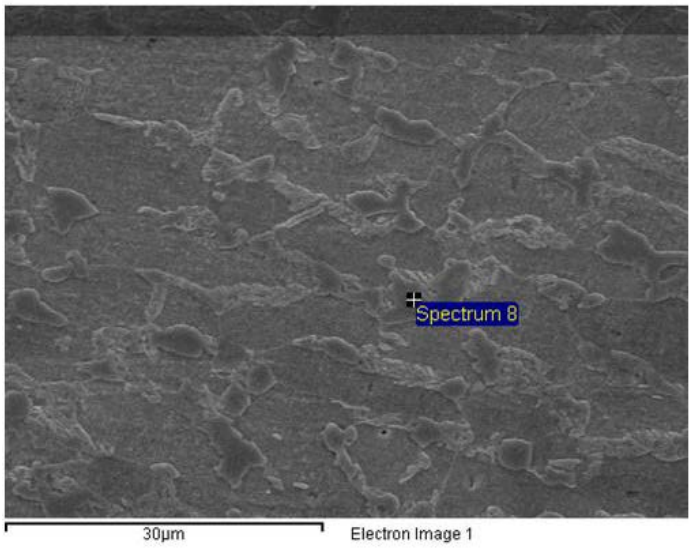
Πίνακας 9 - Εικόνα 48. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Α3.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.38	4.63
Mn K	1.06	1.06
Fe K	96.55	94.32
Totals	100.00	



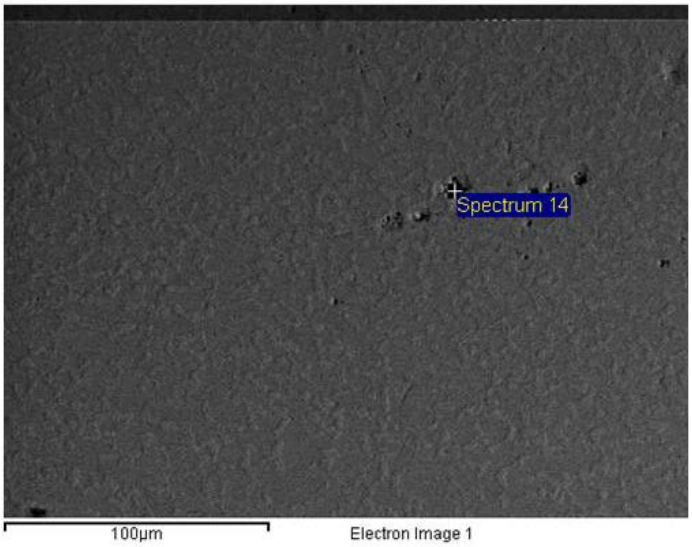
Πίνακας 10 - Εικόνα 49. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου Α3.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.03	2.04
Mn K	2.94	2.95
Fe K	96.03	95.01
Totals	100.00	



Πίνακας 11 - Εικόνα 50. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε ωστενιτικό κόκκο. Παρατηρούμε το αυξημένο ποσοστό του μαγγανίου.

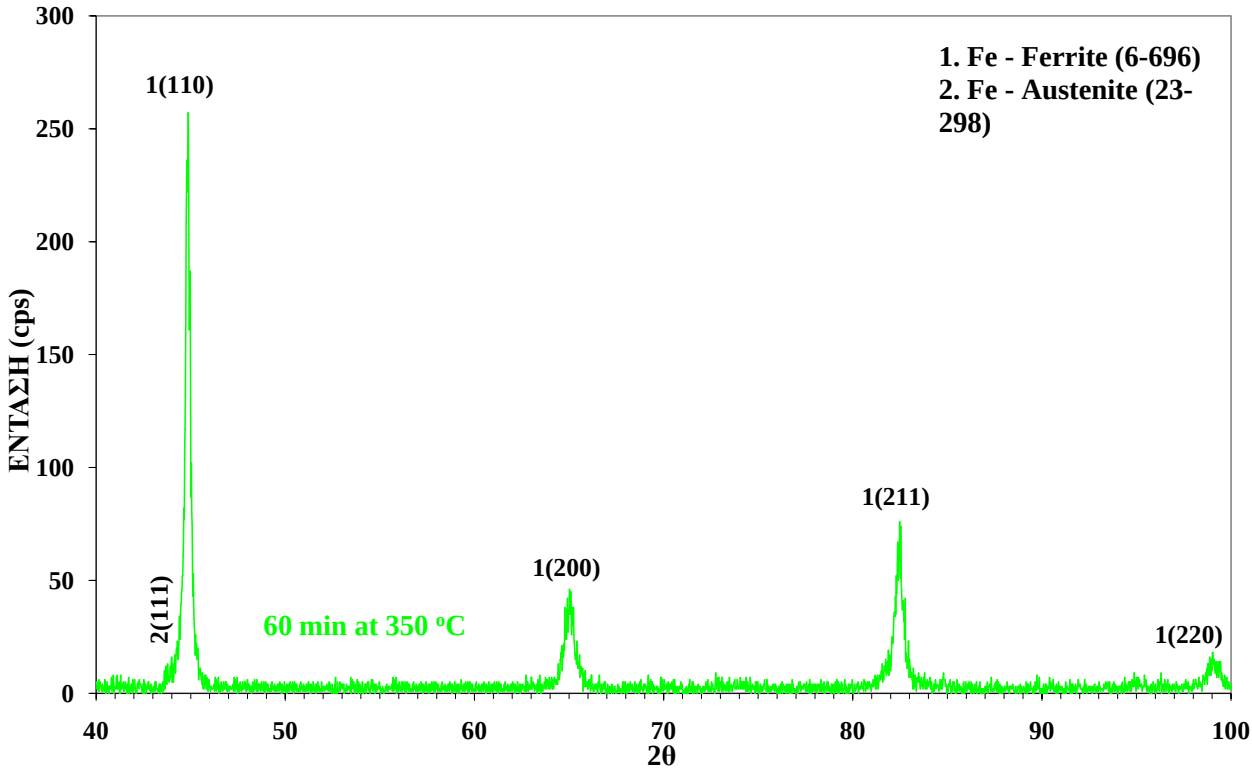
Element	Weight%	Atomic%
O K	3.25	10.32
Si K	1.79	3.24
Mn K	2.09	1.93
Fe K	92.87	84.51
Totals	100.00	



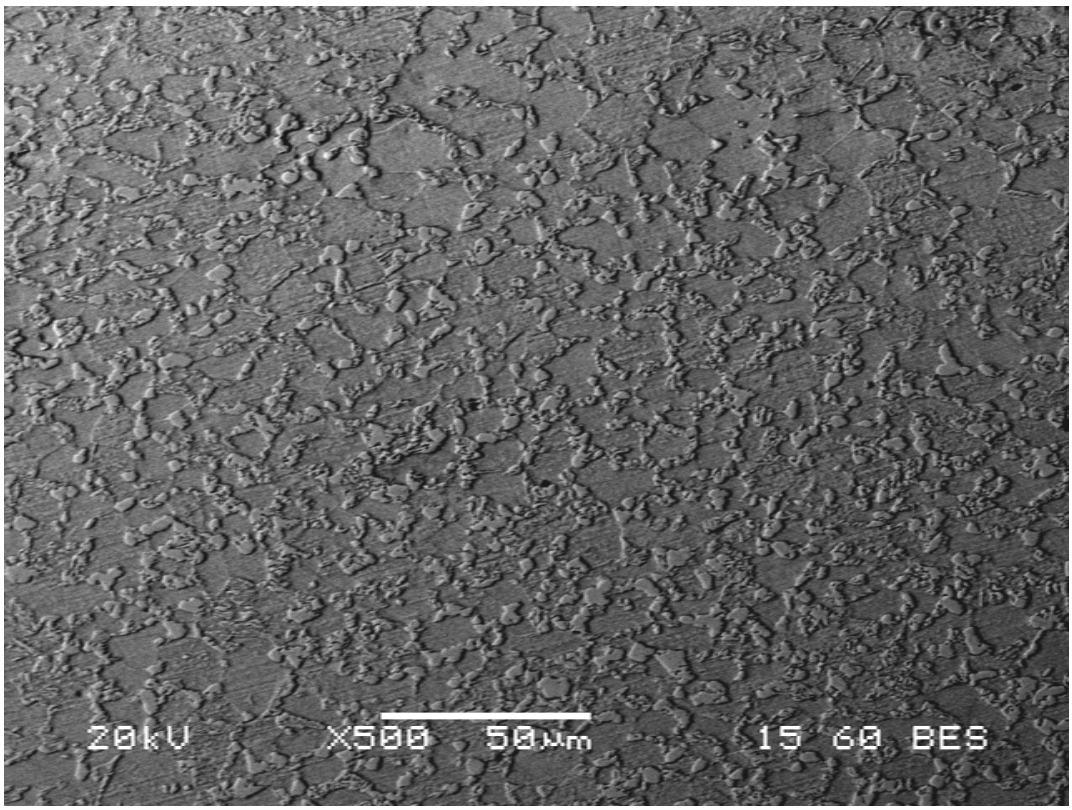
Πίνακας 12 - Εικόνα 51. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε κενό του υλικού (σημειακή ατέλεια).

5.1.2.4 Δοκίμιο Α4 (350 ^{o}C - 60 min)

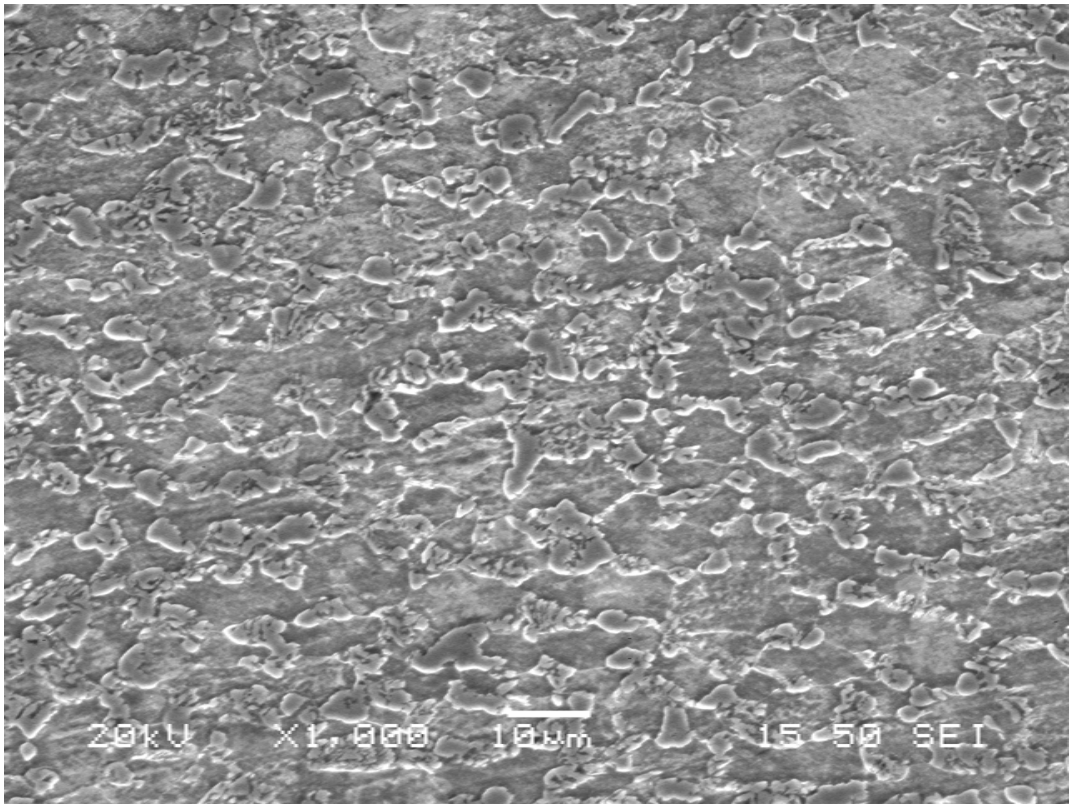
Από το γράφημα του xrd ταυτοποιούνται οι φάσεις του φερρίτη και ωστενίτη. Από την μικρογραφία x500 παρατηρούμε πως στο δοκίμιο δεν εμφανίζονται κατακρημνίσματα (απουσία έντονων αντιθέσεων). Ο ωστενίτης έχει μετασχηματισθεί μερικώς σε προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη και στην συνέχεια σε μπαινιτικό φερρίτη με τον υπολειπόμενο ωστενίτη να σταθεροποιείται, εμπλουτισμένος σε άνθρακα, ανάμεσα στα πλακίδια του σχηματίζοντας τον μπαινίτη. Ο μπαινίτης παρουσιάζει μια μικρή αύξηση όγκου των κόκκων του λόγω της μεγάλης διάρκειας παραμονής στην μπαινιτική περιοχή. Η μήτρα του δοκιμίου, ο ενδοκρίσιμος φερρίτης, δεν παρουσιάζει κάποια μεταβολή (οι "χρωματισμοί" προέρχονται από την προσβολή). Στα όρια των κόκκων του μπαινίτη παρατηρούμε νησίδες που είναι ο υπολειπόμενος ωστενίτης. Η μεγάλη διάρκεια της μπαινιτικής βαφής αποτρέπει τον σχηματισμό μαρτενσίτη καθώς ο ωστενίτης έχει σταθεροποιηθεί με τον εμπλουτισμό του σε άνθρακα.



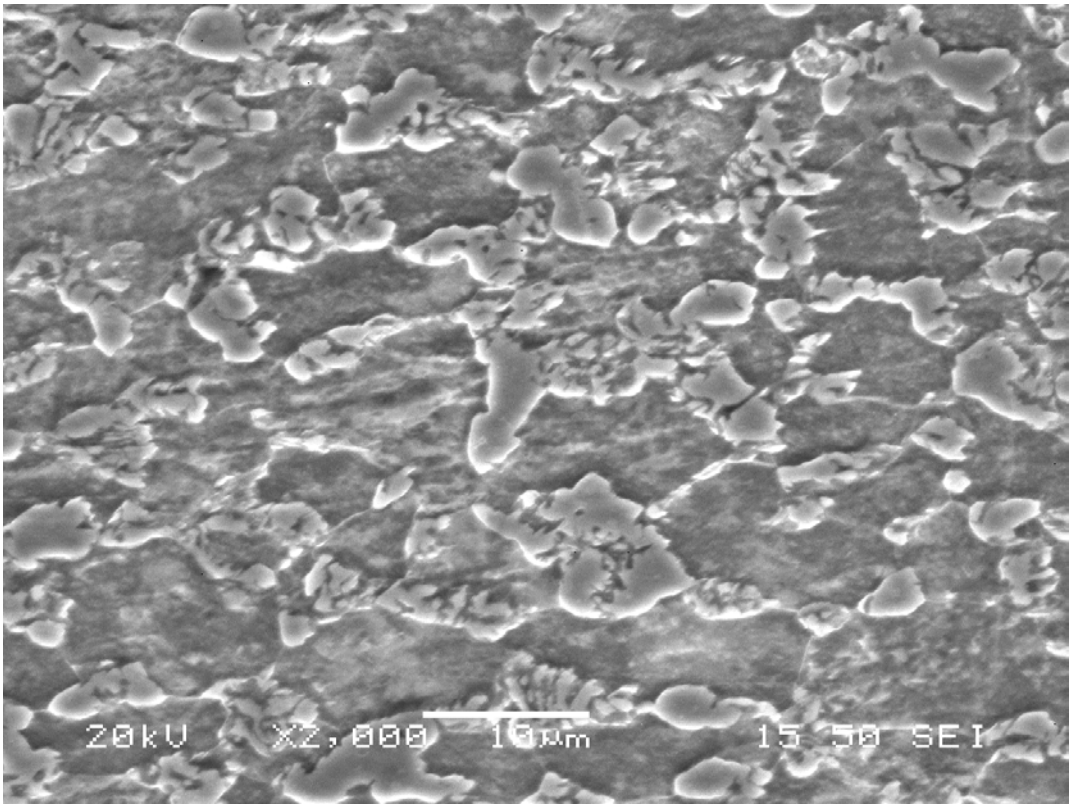
Εικόνα 52. Διάγραμμα XRD δοκιμίου Α4.



Εικόνα 53. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α4 με μεγέθυνση x500.

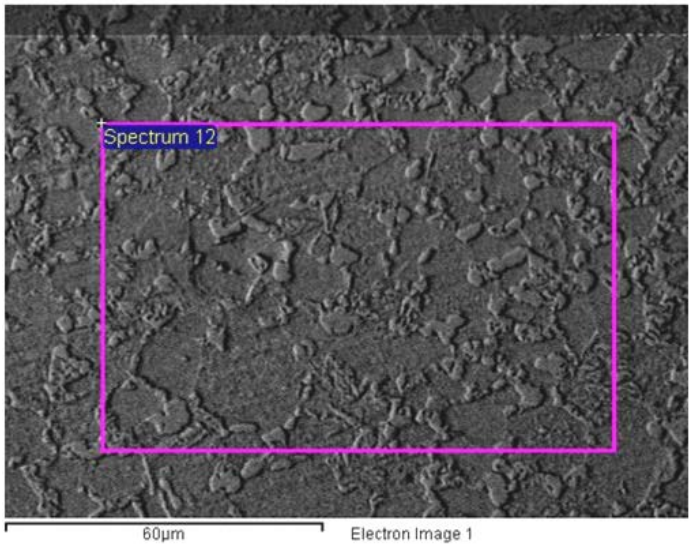


Εικόνα 54. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α4 με μεγέθυνση x1000.



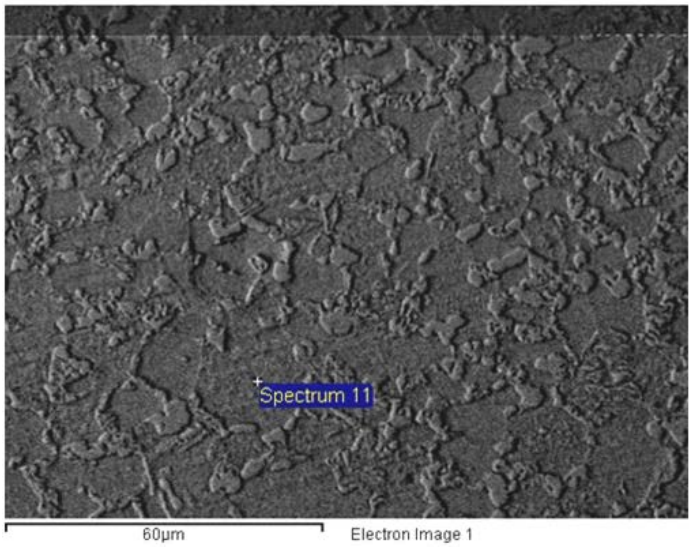
Εικόνα 55. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α4 με μεγέθυνση x2000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.04	3.98
Mn K	1.87	1.86
Fe K	96.09	94.16
Totals	100.00	



Πίνακας 13 - Εικόνα 56. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου Α4.

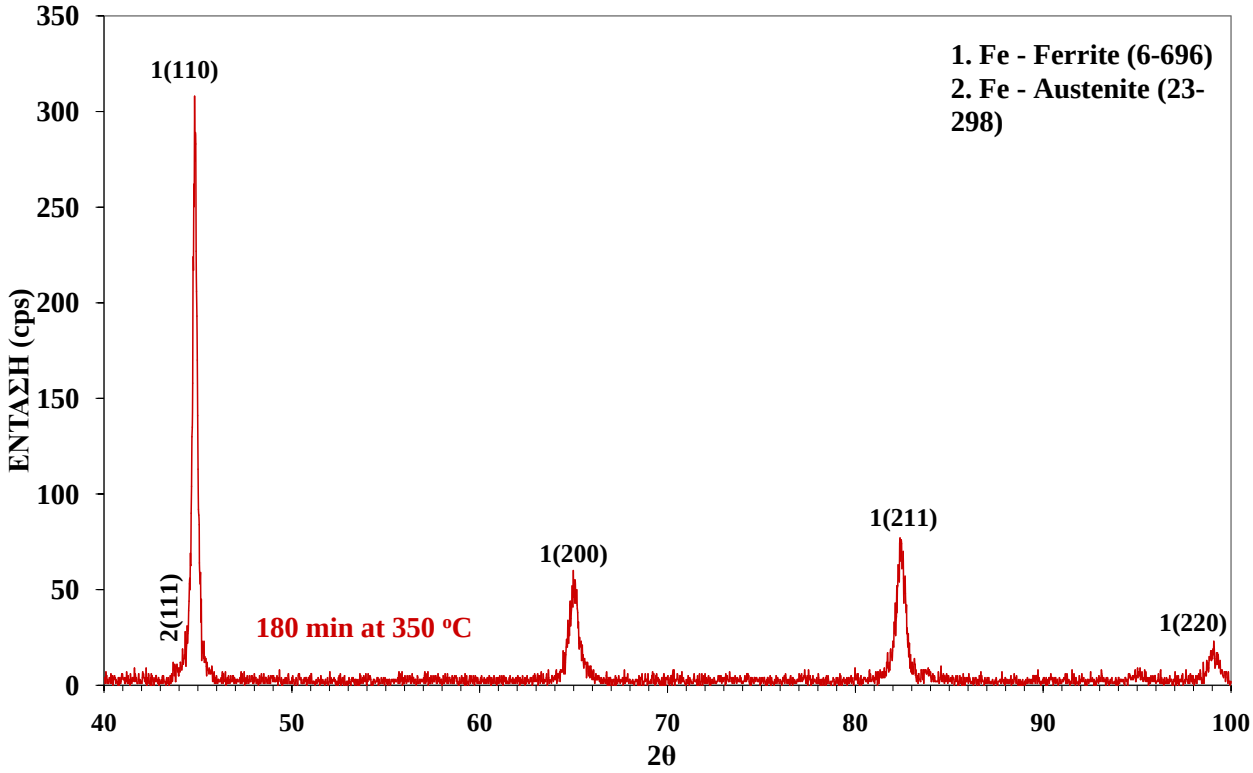
Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.14	4.17
Mn K	1.74	1.74
Fe K	96.12	94.10
Totals	100.00	



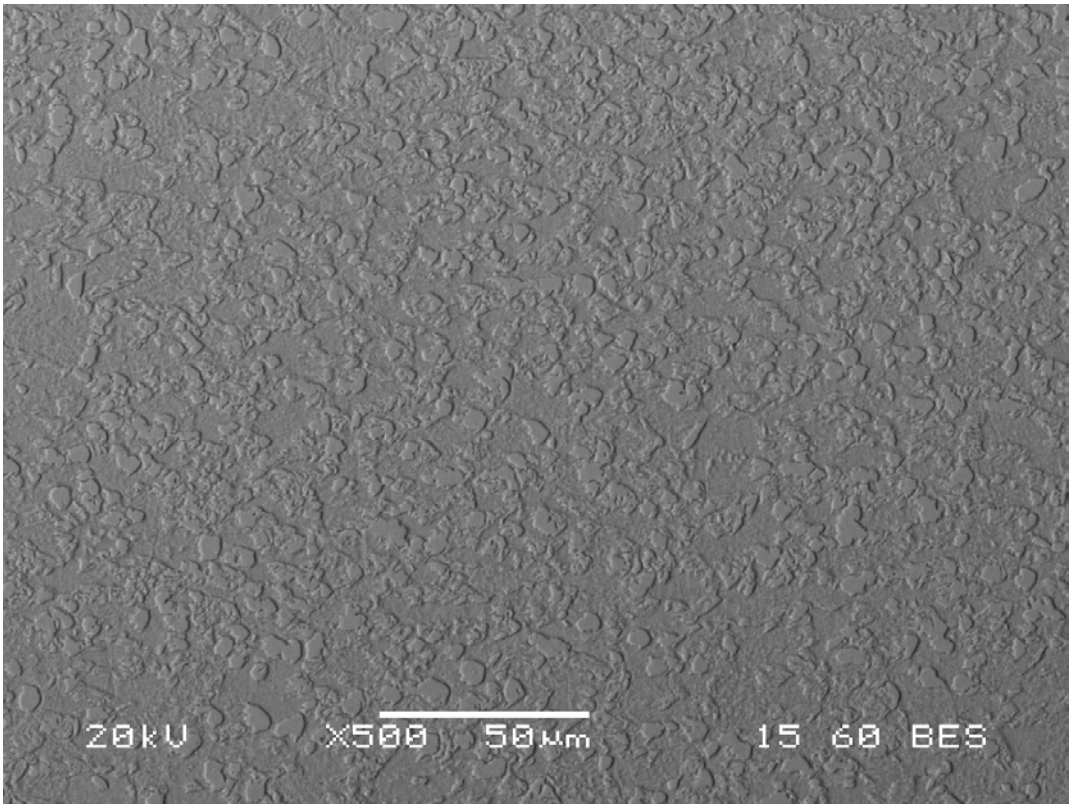
Πίνακας 14 - Εικόνα 57. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου Α4.

5.1.2.5 Δοκίμιο Α5 (350 ^{o}C - 180 min)

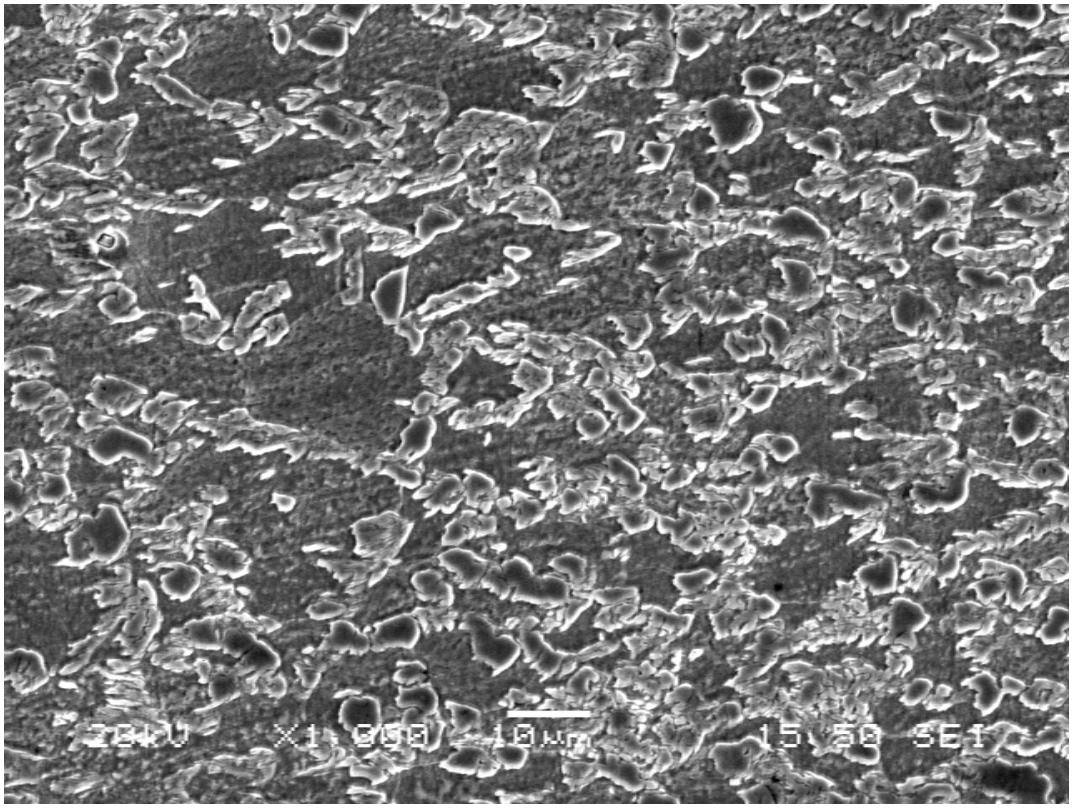
Από την γραφική απεικόνιση του xrd ταυτοποιούνται οι φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Απουσία κατακρημνισμάτων επιβεβαιώνεται από την μικρογραφία x500 όπου το δοκίμιο παρουσιάζει ομοιόμορφη κατανομή των στοιχείων και δεν εμφανίζονται αντιθέσεις "χρώματος". Ο μπαινίτης έχει αναπτυχθεί, μετασχηματιζόμενος από προευτηκτοειδή φερρίτη και εμπλουτισμένο σε C ωστενίτη, σε μέγιστο βαθμό και παρουσιάζει μια μικρή αύξηση κλάσματος όγκου αλλά και μία μικρή αλλοίωση στην μορφολογία του. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης διακρίνεται εύκολα στις εικόνες, καθώς νησίδες με έντονη προσβολή (σημάδια "καψίματος" του υλικού) τον κάνει ευδιάκριτο σε σχέση με τις άλλες φάσεις. Καθώς έχει εμπλουτισθεί σε άνθρακα και σε συνδυασμό με την παρουσία του μαγγανίου και την μεγάλη διάρκεια παραμονής του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή ο ωστενίτης έχει σταθεροποιηθεί αποτρέποντας τον μετασχηματισμό του σε μαρτενσίτη.



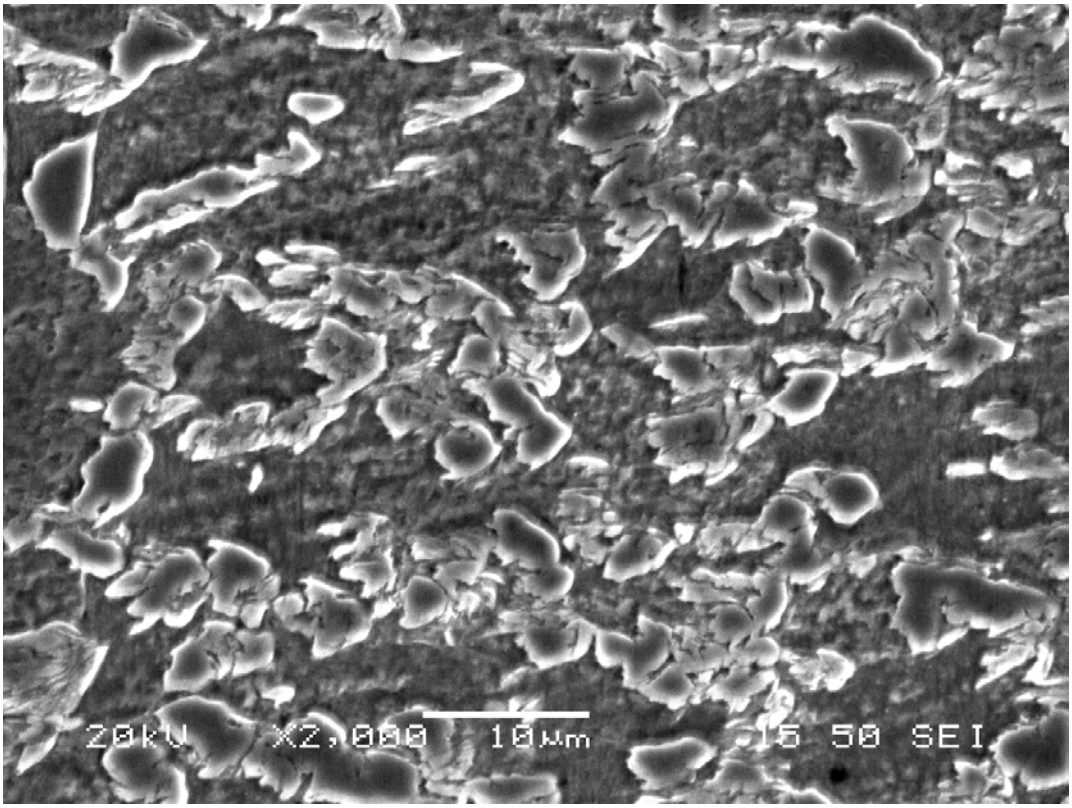
Εικόνα 58. Διάγραμμα XRD δοκιμίου Α5.



Εικόνα 59. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α5 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 60. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α5 με μεγέθυνση x1000.

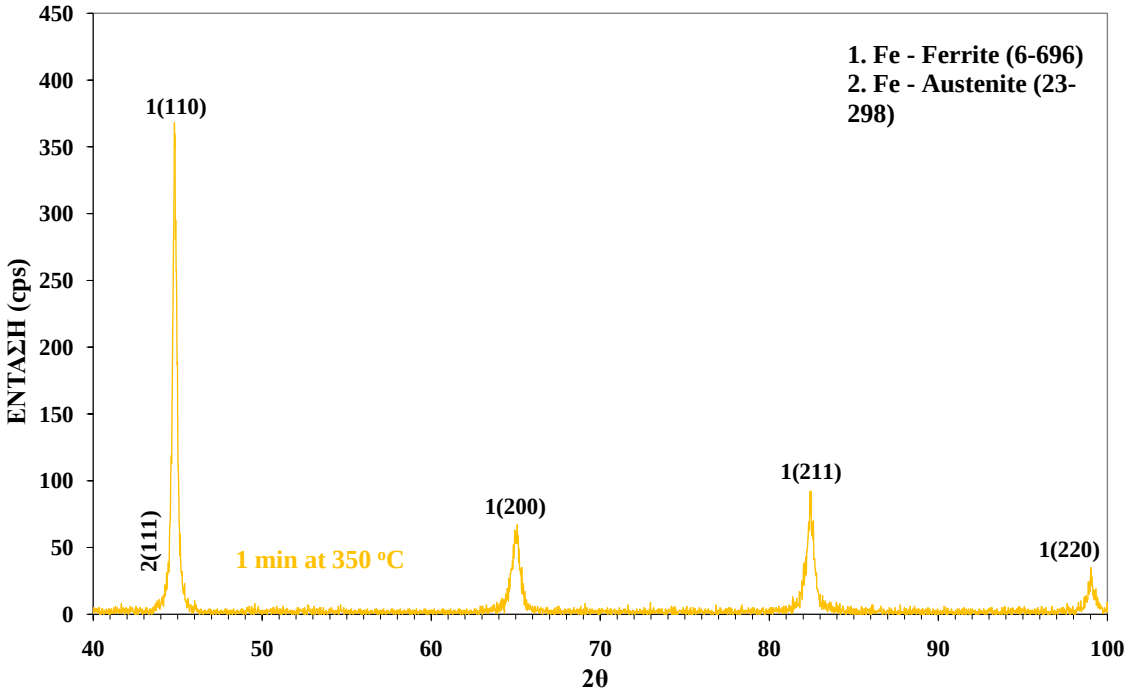


Εικόνα 61. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Α5 με μεγέθυνση x2000.

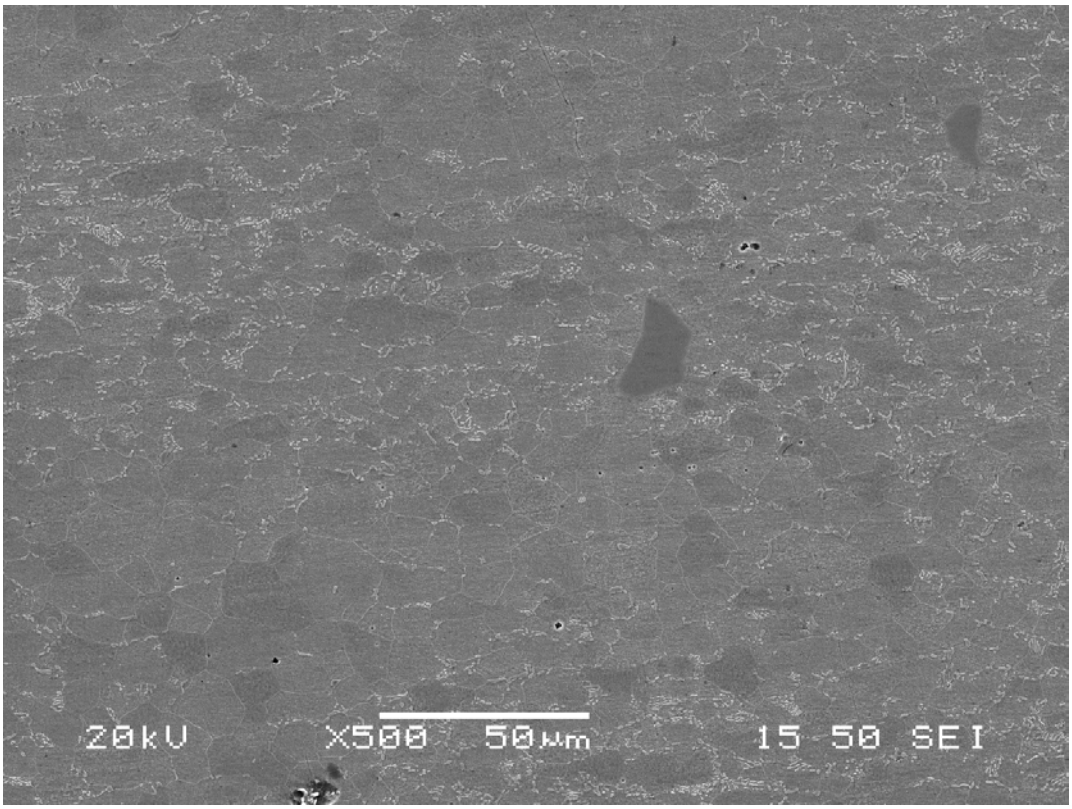
5.1.3 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 ^{o}C

5.1.3.1 Δοκίμιο Β1 (350 ^{o}C - 1min)

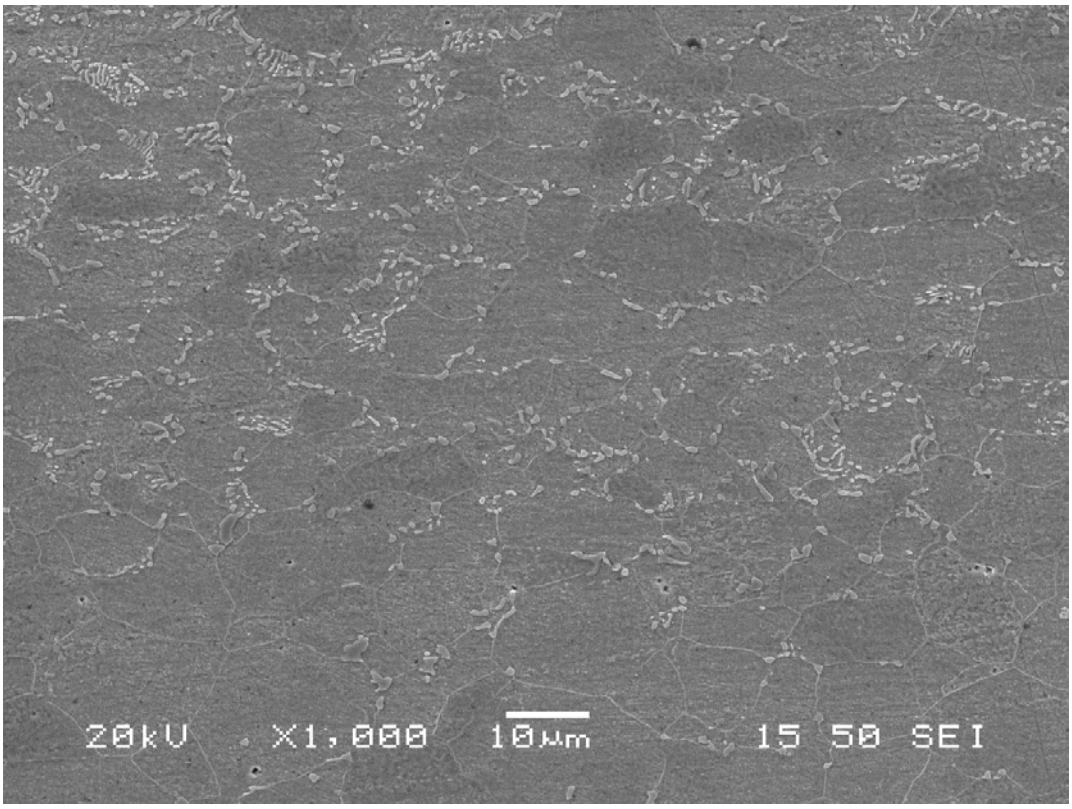
Το περιθλασίμετρο ακτίνων Χ ταυτοποίησε τις φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Ο ωστενίτης αν και εμφανίζεται στο γράφημα, έχει αναπτυχθεί σε ελάχιστο βαθμό διότι η θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης είναι οριακά πάνω από την ευτηκτοειδή θερμοκρασία των 723 ^{o}C. Αυτό ισχύει για όλα τα δοκίμια με αυτή την θερμοκρασία ανόπτησης. Σύμφωνα με τις μικρογραφίες παρατηρούμε πως το δοκίμιο αποτελείται κυρίως από ενδοκρίσιμο φερρίτη. Στα όρια αυτού, έχει αρχίσει να μετασχηματίζεται μία φάση, ο ωστενίτης και έχει αναπτυχθεί ελάχιστα. Όμως ο ωστενίτης μετασχηματίσθηκε σε μαρτενσίτη καθότι δεν πρόλαβε να σταθεροποιηθεί στο ένα λεπτό της μπαινιτικής βαφής. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης που ίσως έχει παραμείνει στο δοκίμιο δεν μπορεί να διαχωριστεί από τον μαρτενσίτη. Παρατηρούμε ωστόσο και μια ακόμα φάση, αυτή του περλίτη. Ο περλίτης δεν πρόλαβε να μετασχηματισθεί κατά την παραμονή του δοκιμίου στην διφασική περιοχή (α + γ). Σχηματισμός μπαινίτη δεν παρατηρείται στο δοκίμιο.



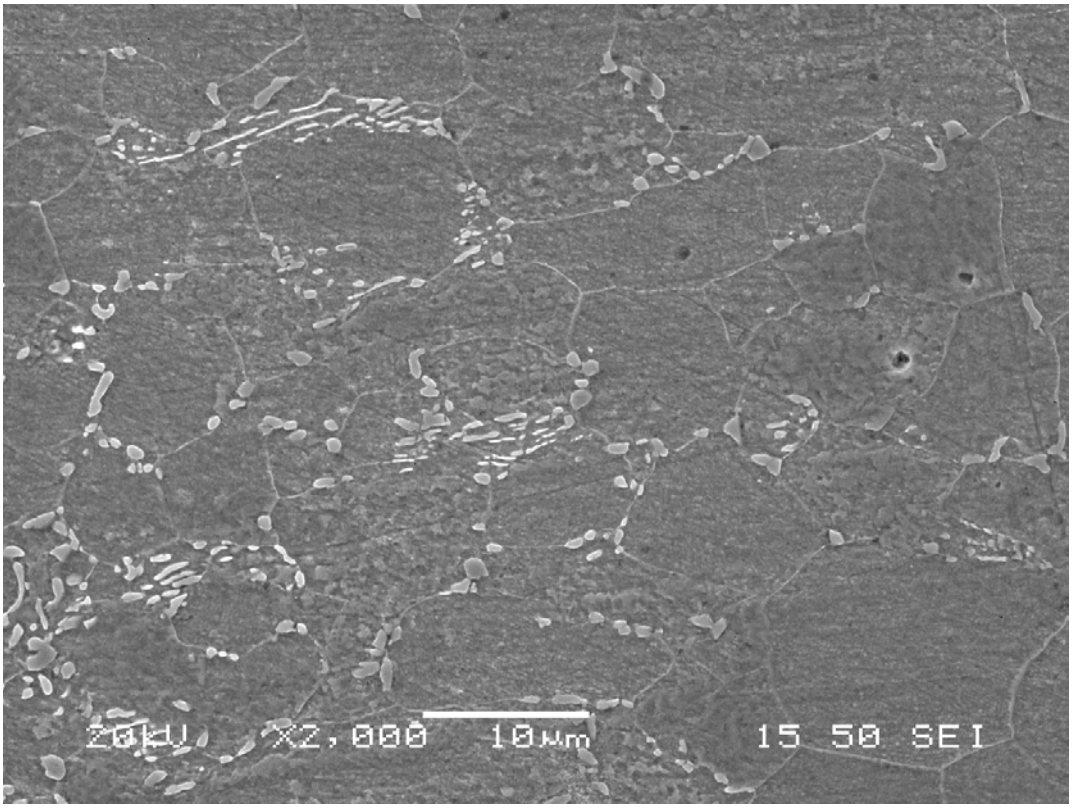
Εικόνα 62. Γράφημα XRD δοκιμίου Β1.



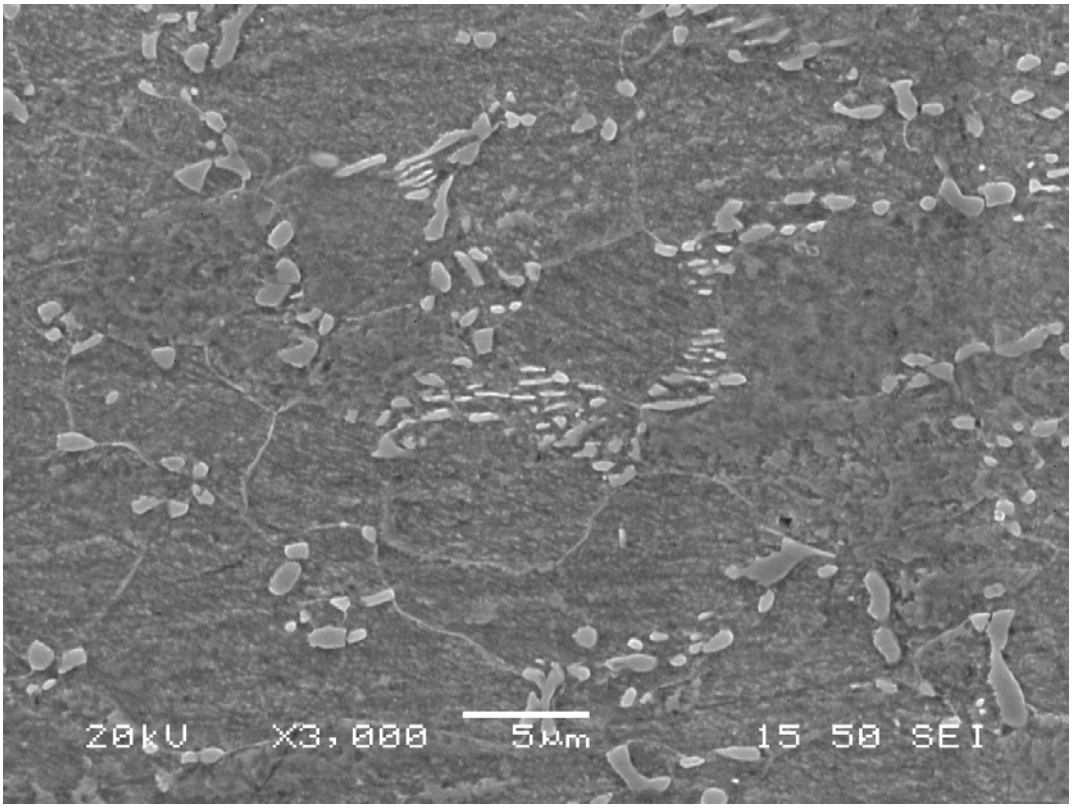
Εικόνα 63. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β1 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 64. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β1 με μεγέθυνση x1000.

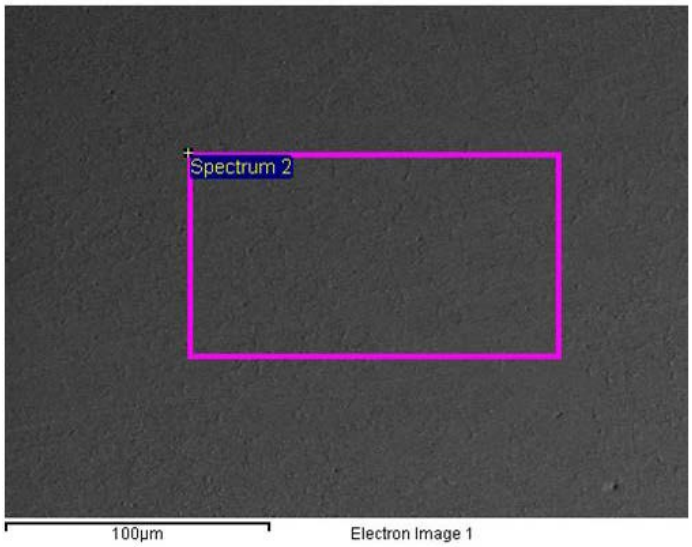


Εικόνα 65. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β1 με μεγέθυνση x2000.



Εικόνα 66. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β1 με μεγέθυνση x3000.

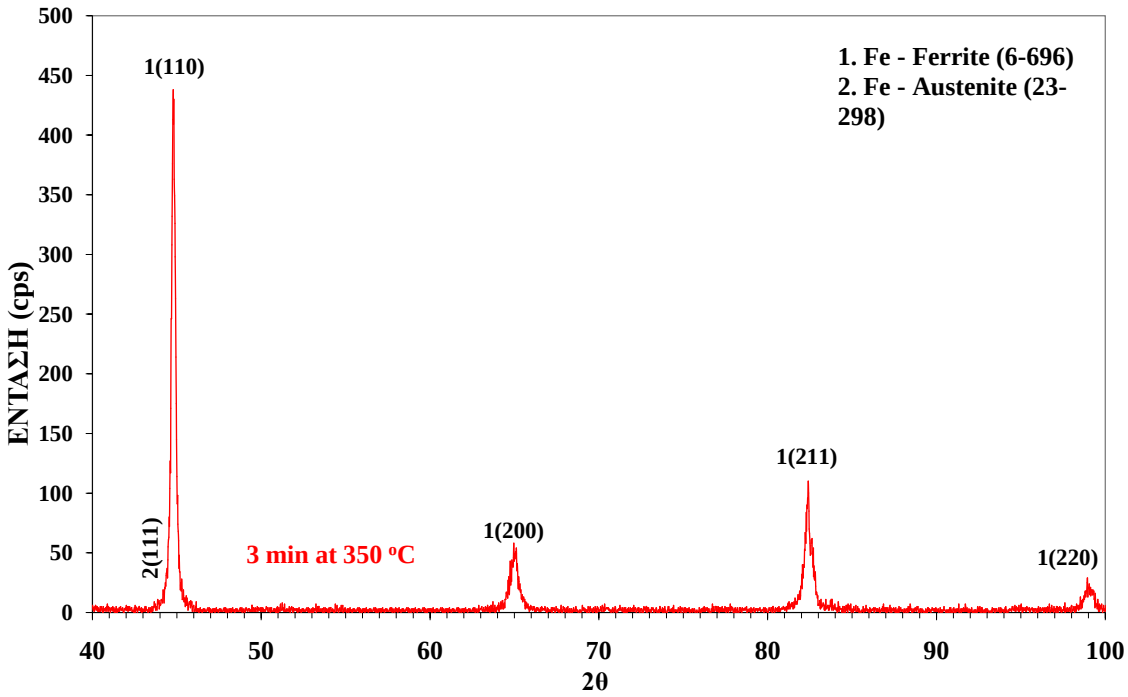
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.66	3.24
Mn K	1.35	1.35
Fe K	96.99	95.41
Totals	100.00	



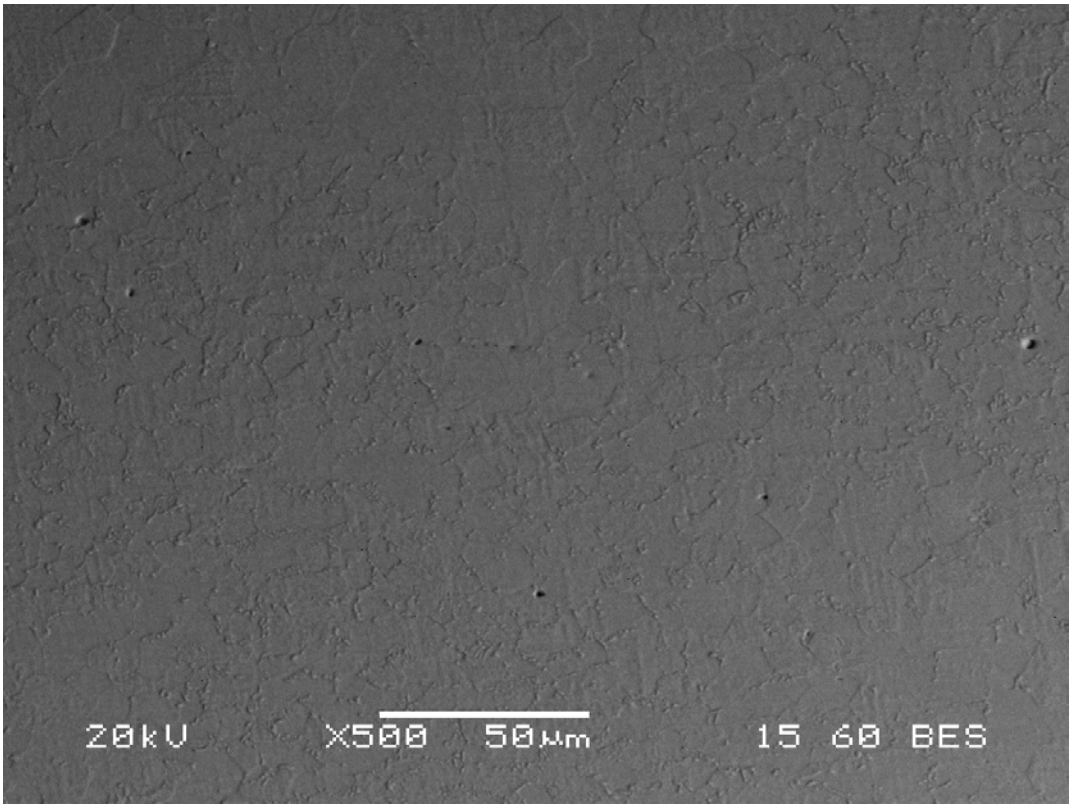
Πίνακας 15 - Εικόνα 67. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β1.

5.1.3.2 Δοκίμιο Β2 (350 ^{o}C - 3 min)

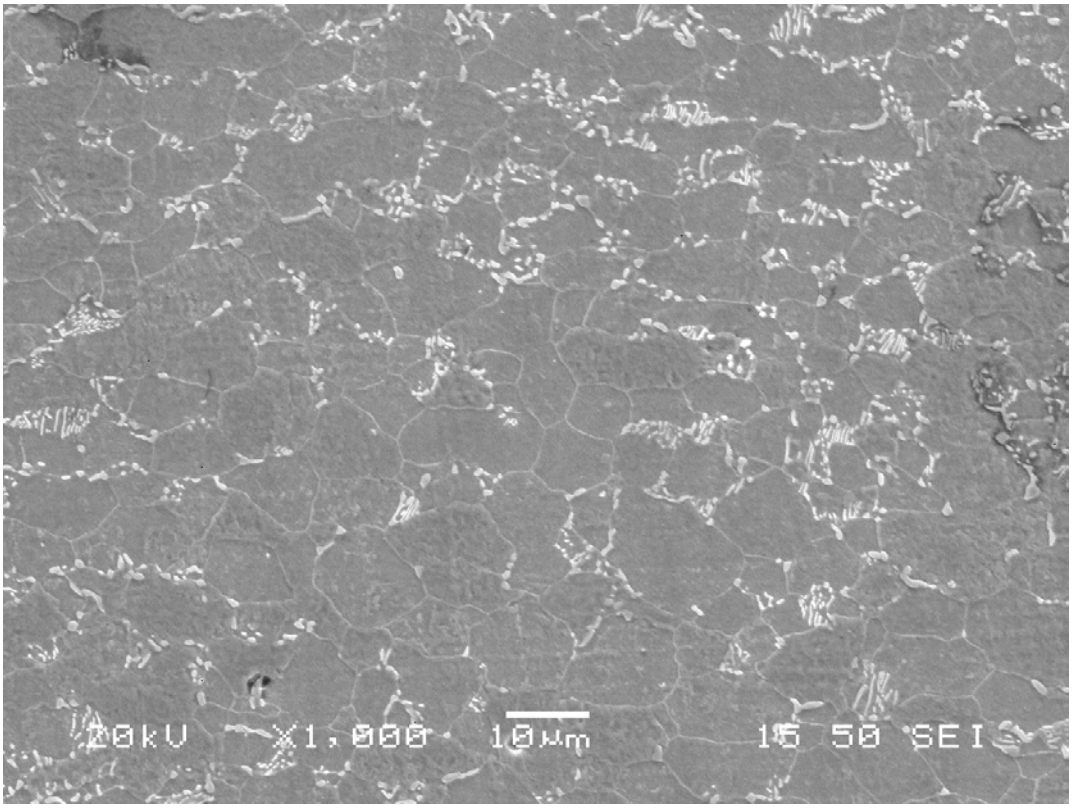
Οι φάσεις που ταυτοποιούνται από το xrd είναι φερρίτης και ωστενίτης. Σύμφωνα με την μικρογραφία x500 παρατηρούμε πως το υλικό παρουσιάζει ομοιόμορφη κατανομή των στοιχείων χωρίς κατακρημνίσματα. Το δοκίμιο αποτελείται κυρίως από ενδοκρίσιμο φερρίτη, στα όρια του οποίου έχει σχηματισθεί ο ωστενίτης. Με την σειρά του αυτός έχει μετασχηματισθεί σε μαρτενσίτη καθώς δεν είχε προλάβει να εμπλουτισθεί σε άνθρακα και να σταθεροποιηθεί. Υπολειπόμενος ωστενίτης δεν διακρίνεται ωστόσο νησίδες εμπλουτισμένου άνθρακα θα μπορούσαν να τον σταθεροποιήσουν. Παρατηρούμε επίσης και την περλιτική δομή στα όρια των κόκκων του ενδοκρίσιμου φερρίτη, η οποία δεν μετασχηματίσθηκε στην ανόπτηση του δοκιμίου στους 725 ^{o}C. Η απουσία μπαινιτικής δομής είναι χαρακτηριστική.



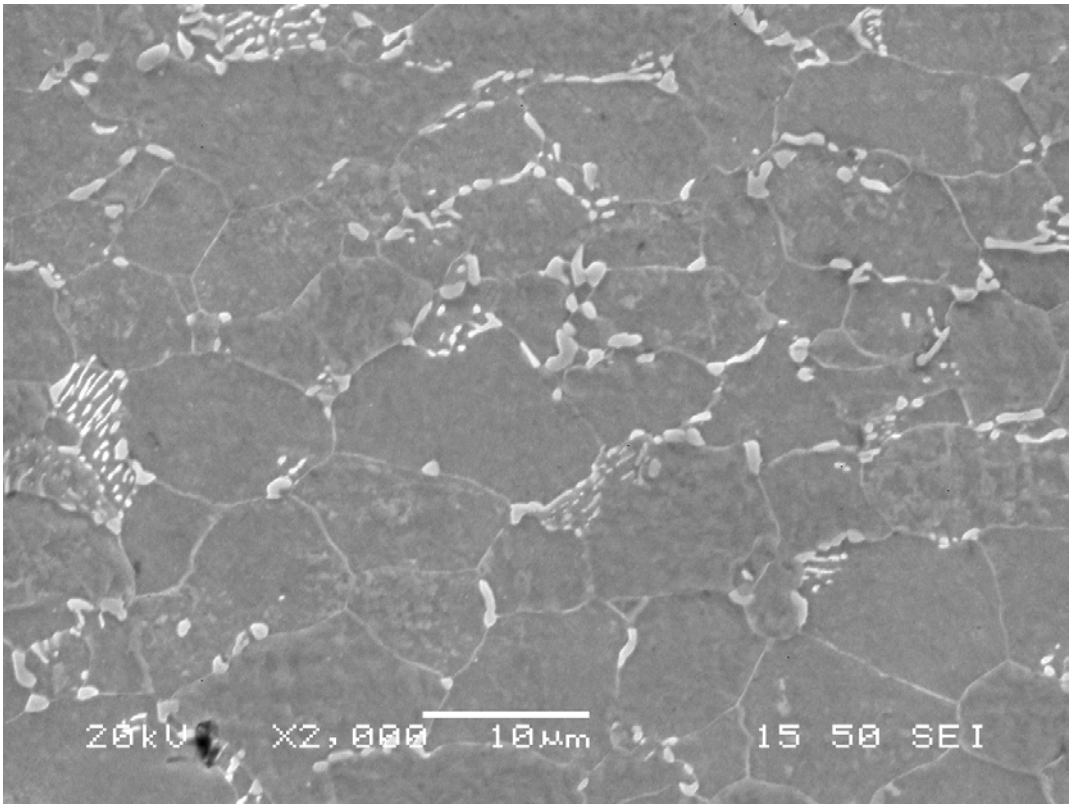
Εικόνα 68. Γράφημα XRD δοκιμίου Β2.



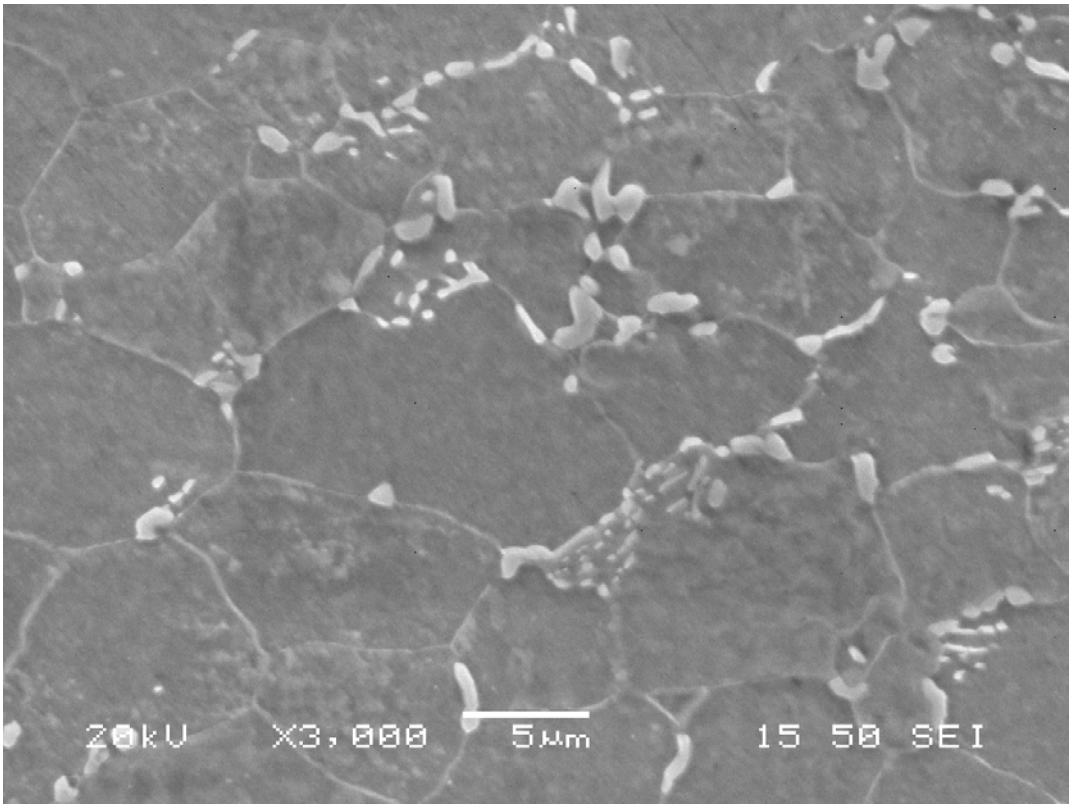
Εικόνα 69. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 70. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x1000.

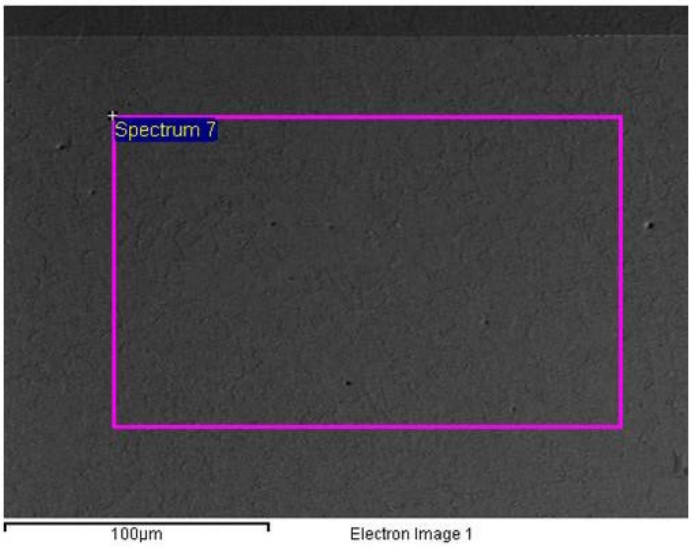


Εικόνα 71. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x2000.



Εικόνα 72. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β2 με μεγέθυνση x3000.

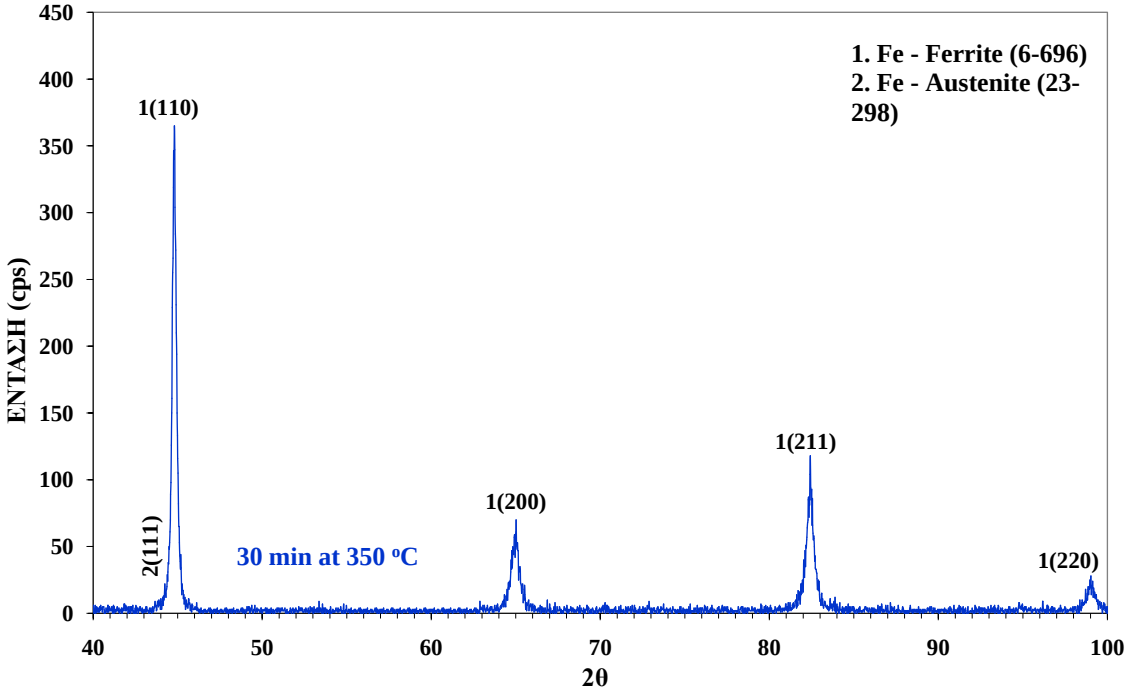
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.72	3.36
Mn K	1.84	1.84
Fe K	96.44	94.80
Totals	100.00	



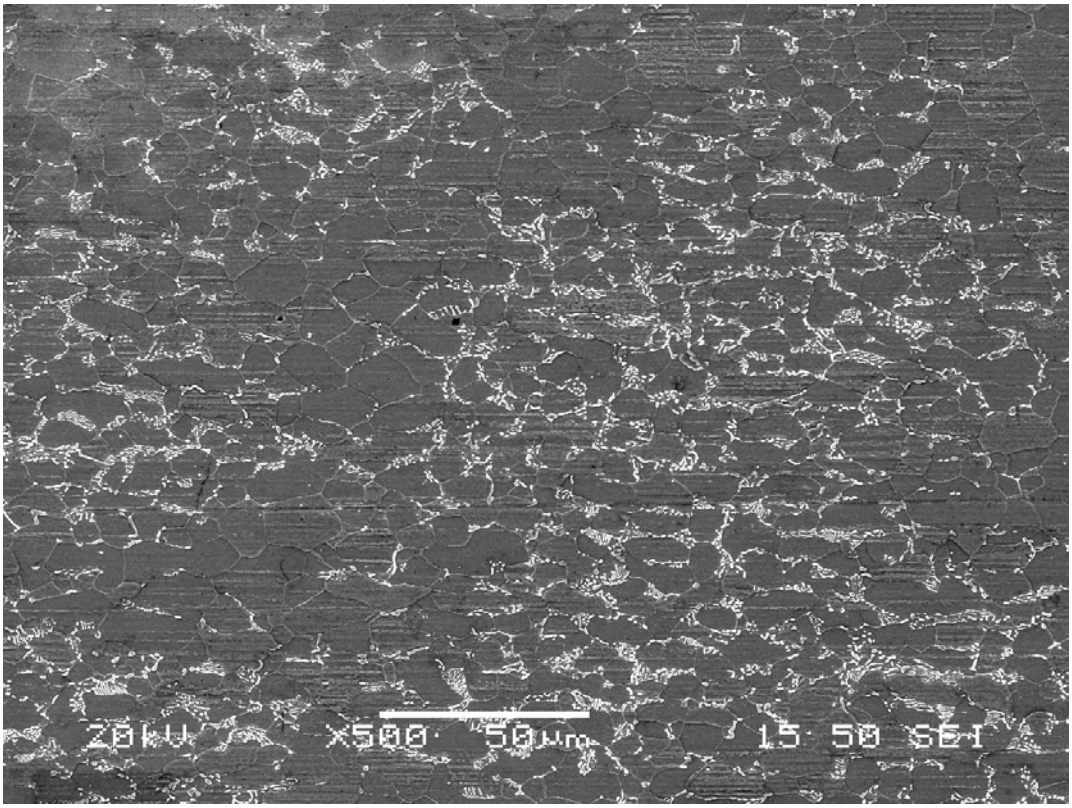
Πίνακας 16 - Εικόνα 73. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο του δοκιμίου Β2.

5.1.3.3 Δοκίμιο Β3 (350 ^{o}C - 30 min)

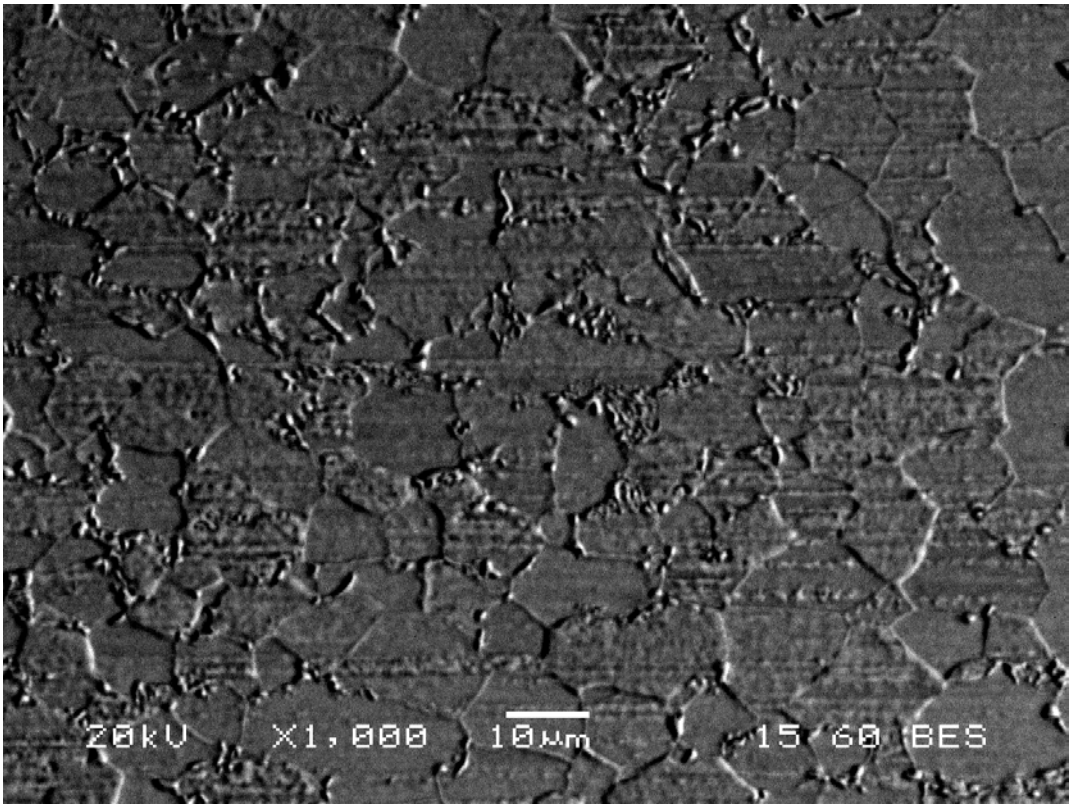
Η ταυτοποίηση των φάσεων με το περιθλασίμετρο ακτίνων Χ, έδωσε αποτέλεσμα φερρίτη και ωστενίτη. Στο δοκίμιο παρατηρείται μια πάχυνση των κόκκων του ωστενίτη καθώς και του περλίτη που δεν διαλυτοποιήθηκε κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση. Ο ωστενίτης δεν φαίνεται να έχει μετασχηματισθεί σε μαρτενσίτη, και εμφανίζεται ως υπολειπόμενος. Ωστόσο νησίδια πιθανόν να έχουν μετασχηματισθεί, με δύσκολη διαφοροποίηση μεταξύ τους. Η μήτρα του υλικού παραμένει ενδοκρίσιμος φερρίτης. Παρά την παραμονή του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού για 30 λεπτά, δεν φαίνεται στις μικρογραφίες να έχει σχηματισθεί μπαινίτης.



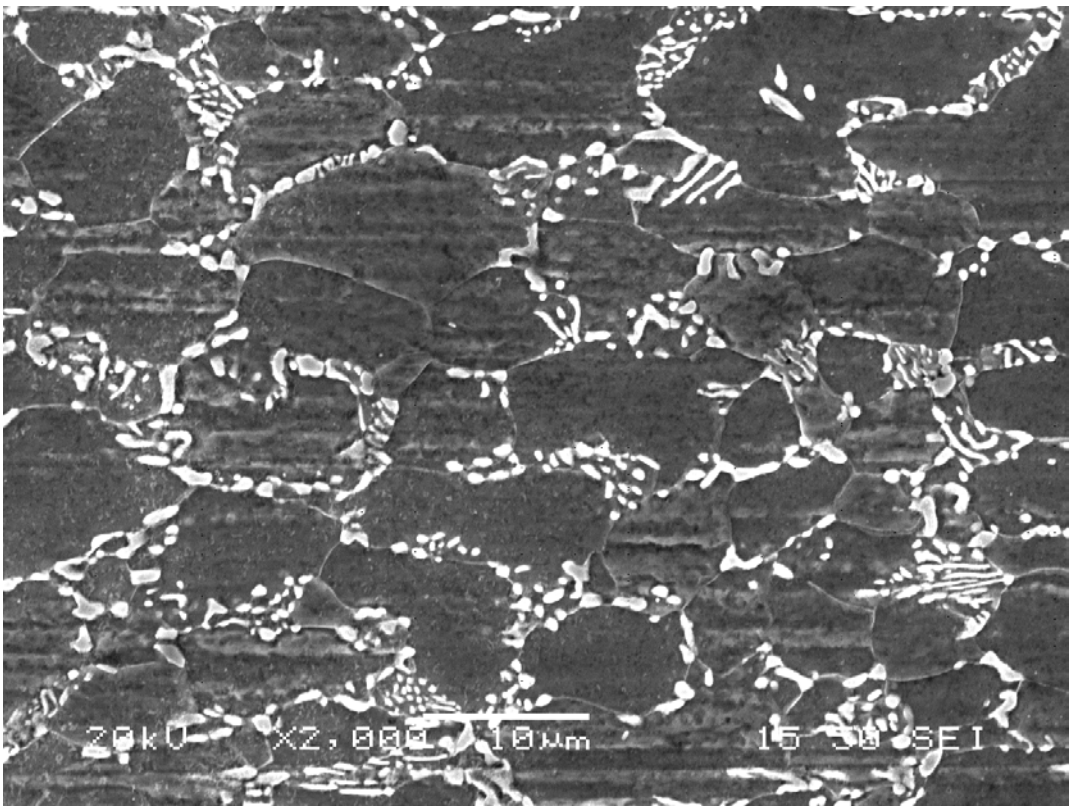
Εικόνα 74. Γράφημα XRD δοκιμίου Β3.



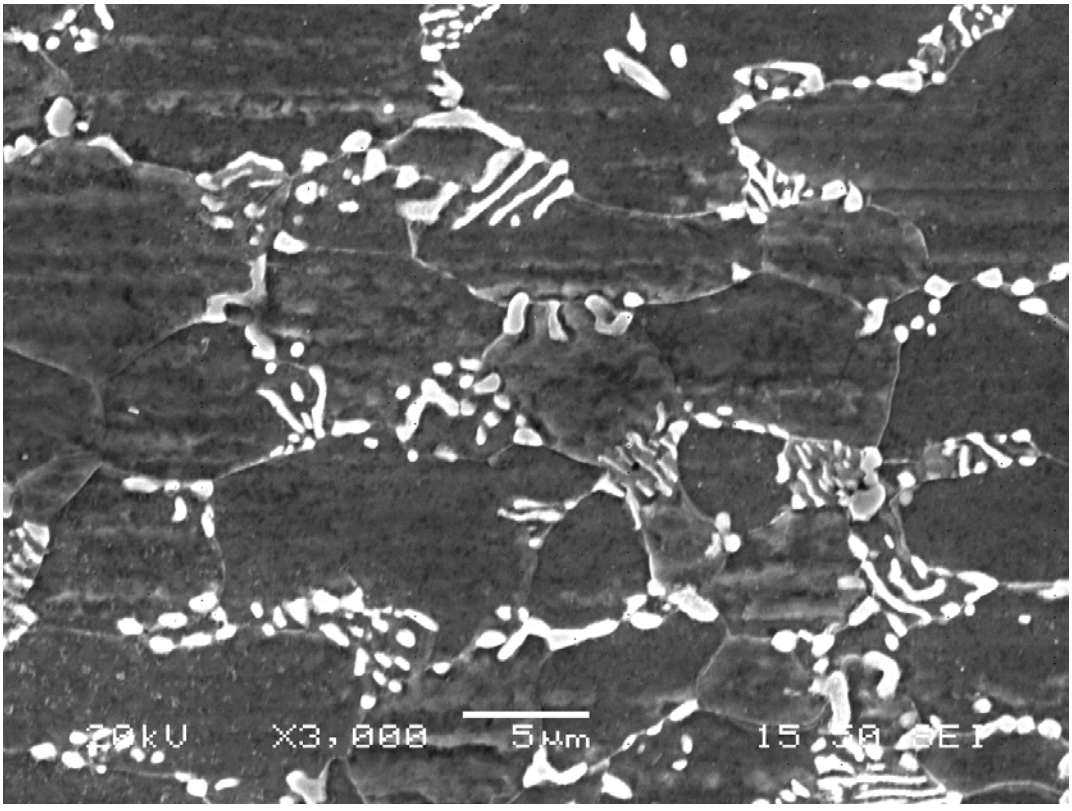
Εικόνα 75. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 76. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x1000.

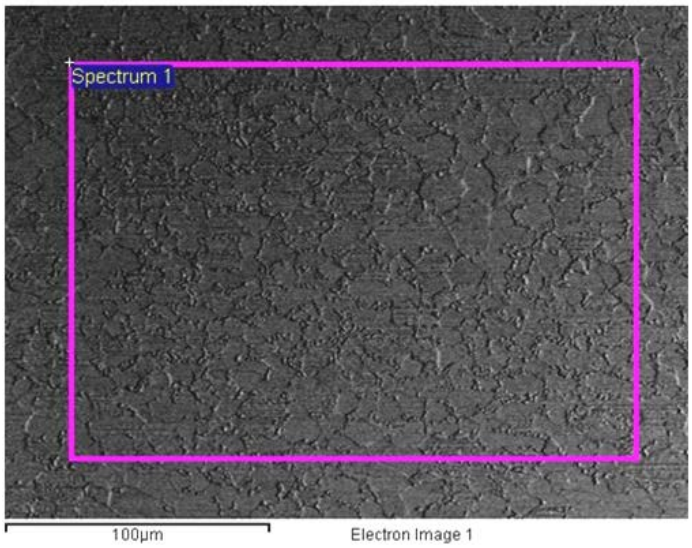


Εικόνα 77. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x2000.



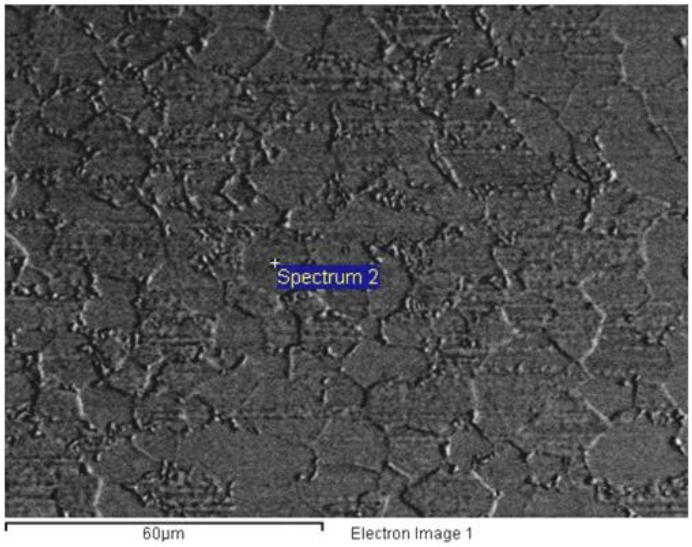
Εικόνα 78. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β3 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.44	2.82
Mn K	1.84	1.84
Fe K	96.72	95.34
Totals	100.00	



Πίνακας 17 - Εικόνα 79. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β3.

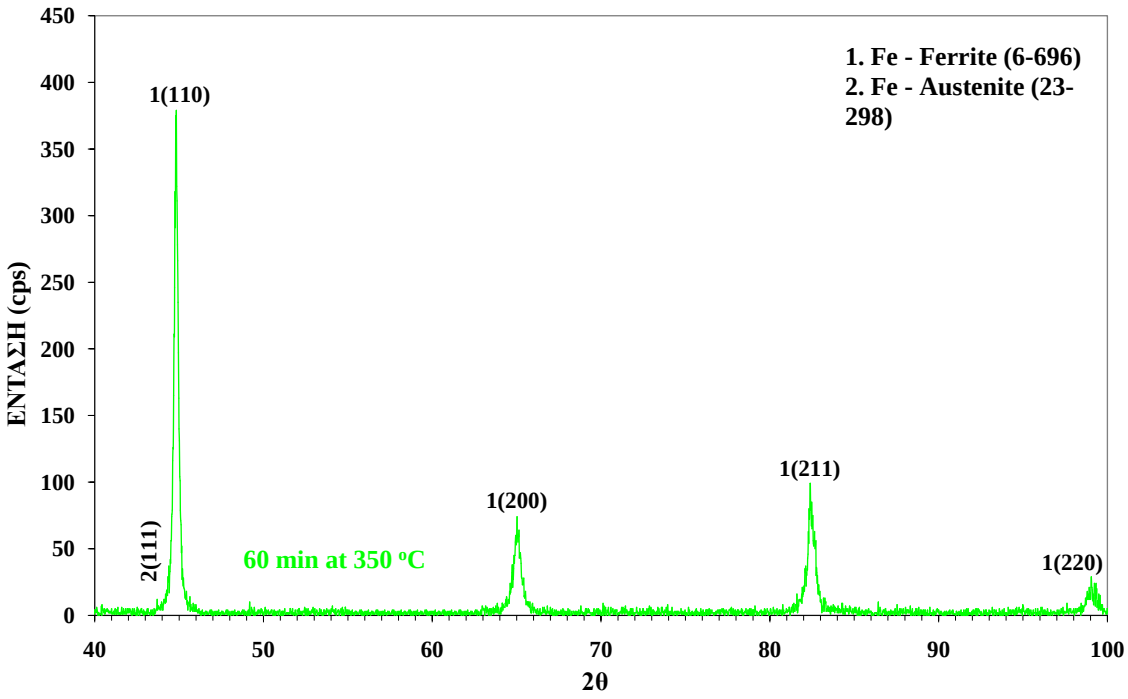
Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.35	4.56
Mn K	1.59	1.58
Fe K	96.06	93.86
Totals	100.00	



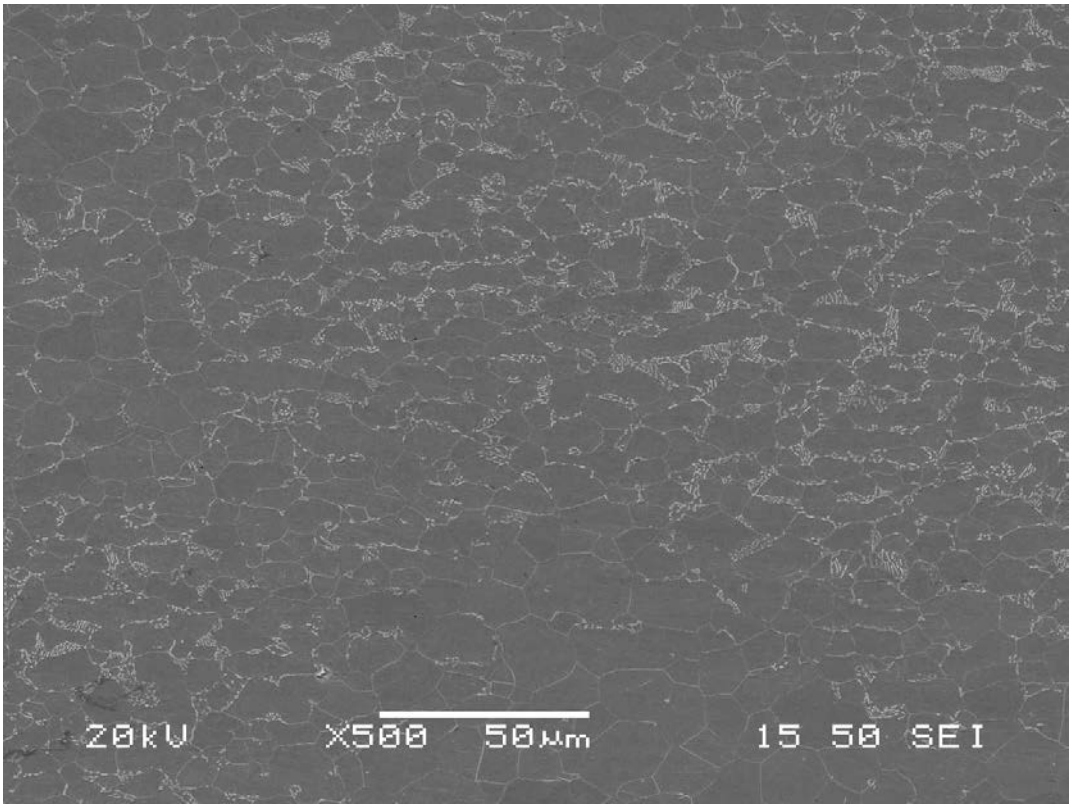
Πίνακας 18 - Εικόνα 80. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου Β3.

5.1.3.4 Δοκίμιο Β4 (350 ^{o}C - 60 min)

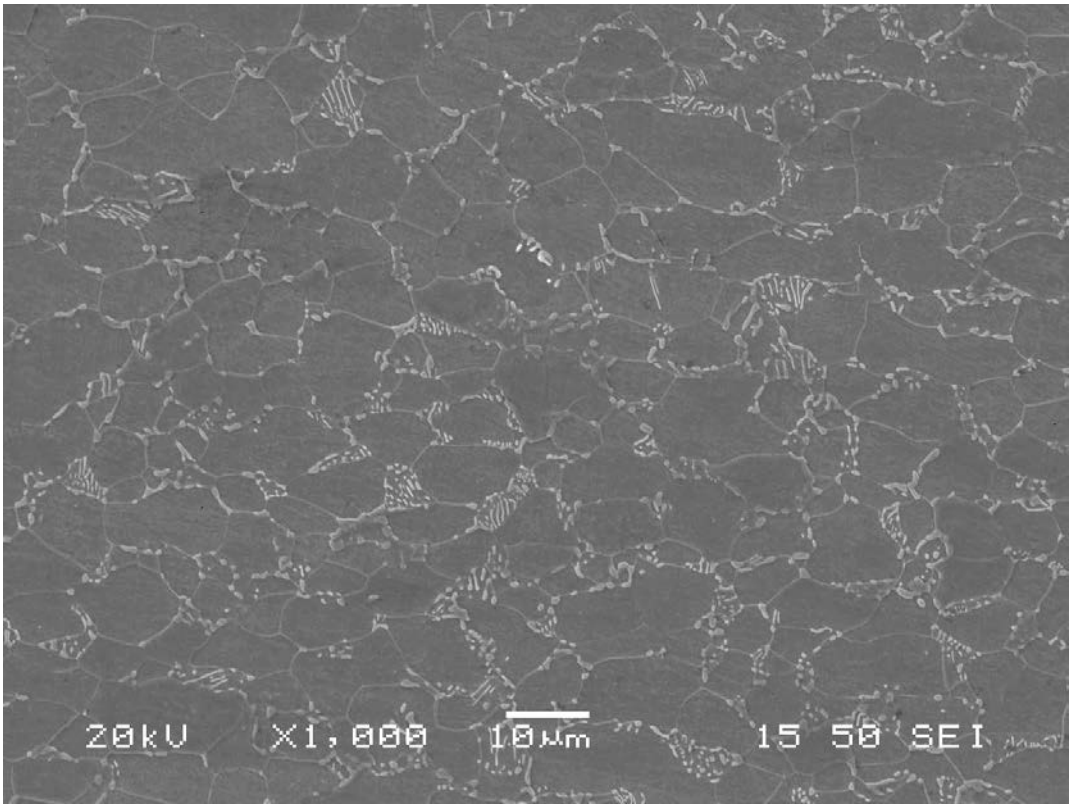
Από το αποτέλεσμα του xrd ταυτοποιούνται οι φάσεις του ωστενίτη και του φερρίτη. Οι μικρογραφίες από το sem δείχνουν πως το υλικό αποτελείται από ενδοκρίσιμο φερρίτη, υπολειπόμενο ωστενίτη και περλίτη. Νησίδες ωστενίτη έχουν σχηματισθεί, σταθεροποιηθεί χημικά και διατηρηθεί σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, κυρίως στα όρια του περλίτη, αλλά σε μικρό βαθμό. Ο ωστενίτης έχει εμπλουτισθεί σε άνθρακα και σε συνδυασμό με το μαγγάνιο διατηρείται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος χωρίς τον περαιτέρω μετασχηματισμό του σε μαρτενσίτη. Παρά την μεγάλη διάρκεια παραμονής του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού, η απουσία μπαινίτη είναι χαρακτηριστική και οφείλεται στο μικρό κλάσμα όγκου του ωστενίτη, απαραίτητη φάση για τον σχηματισμό του, με την κίνηση των ορίων των φάσεων α-γ-α.



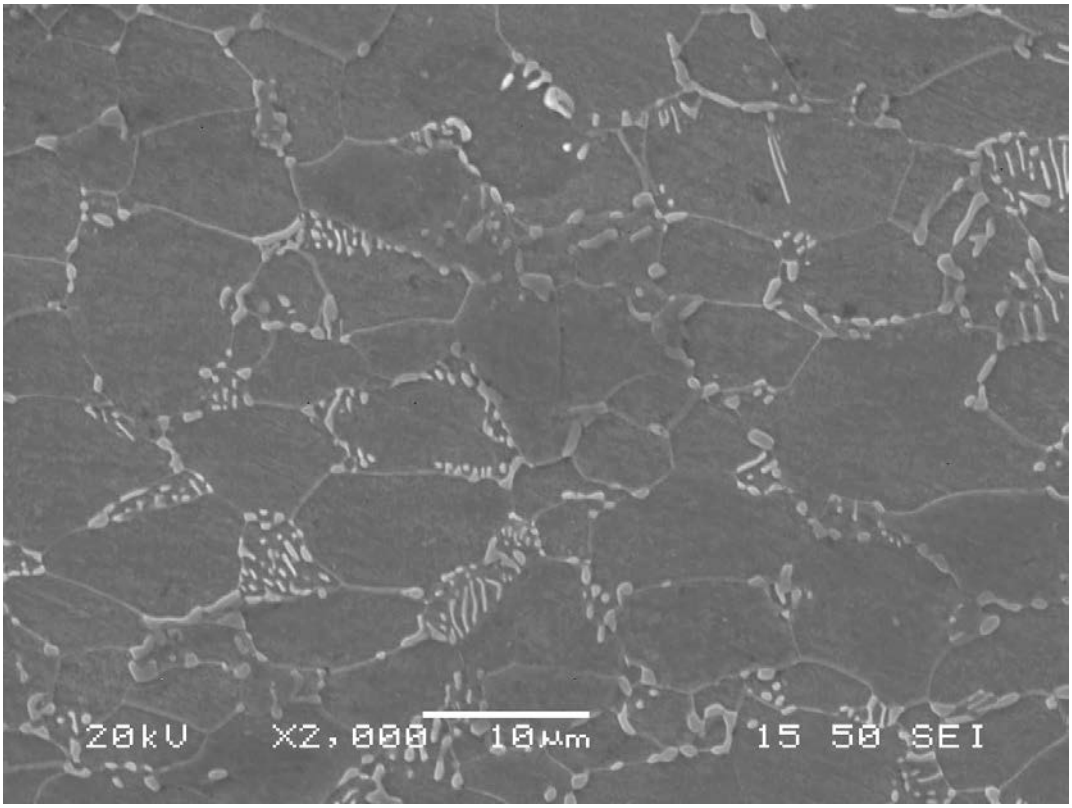
Εικόνα 81. Γράφημα XRD δοκιμίου Β4.



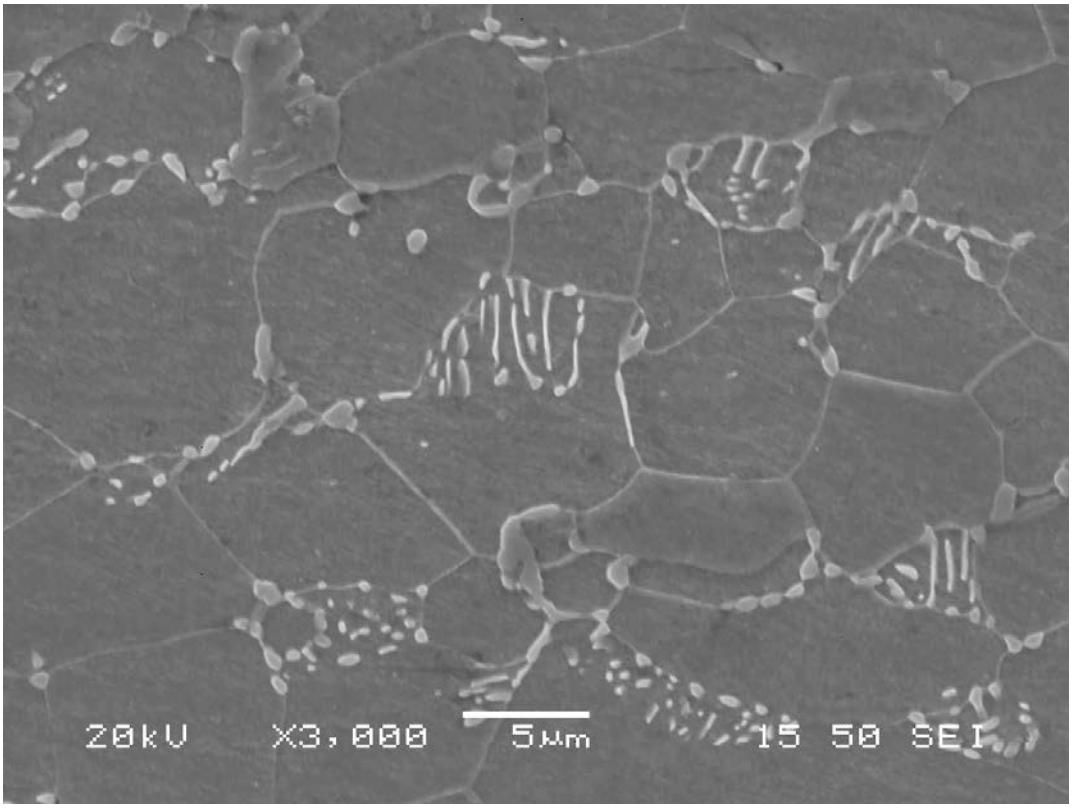
Εικόνα 82. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 83. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x1000.

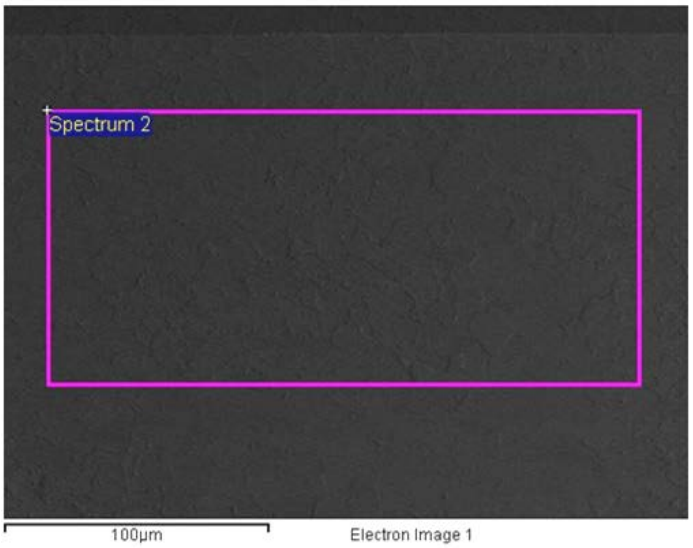


Εικόνα 84. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x2000.



Εικόνα 85. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β4 με μεγέθυνση x3000.

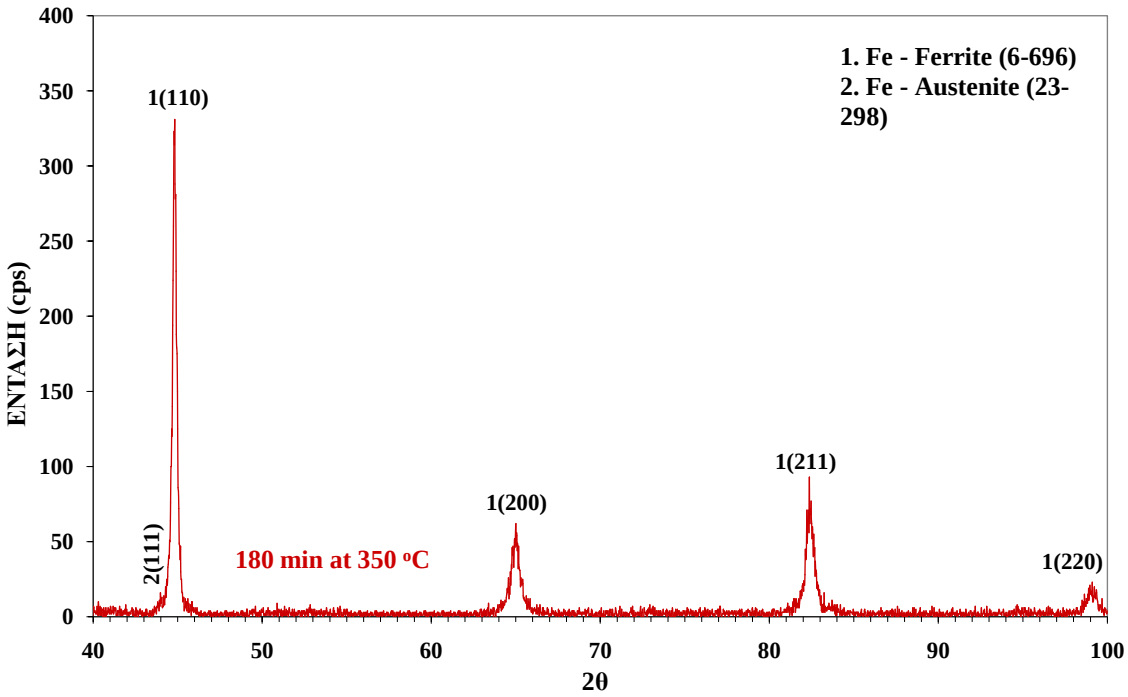
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.89	3.68
Mn K	2.41	2.40
Fe K	95.71	93.92
Totals	100.00	



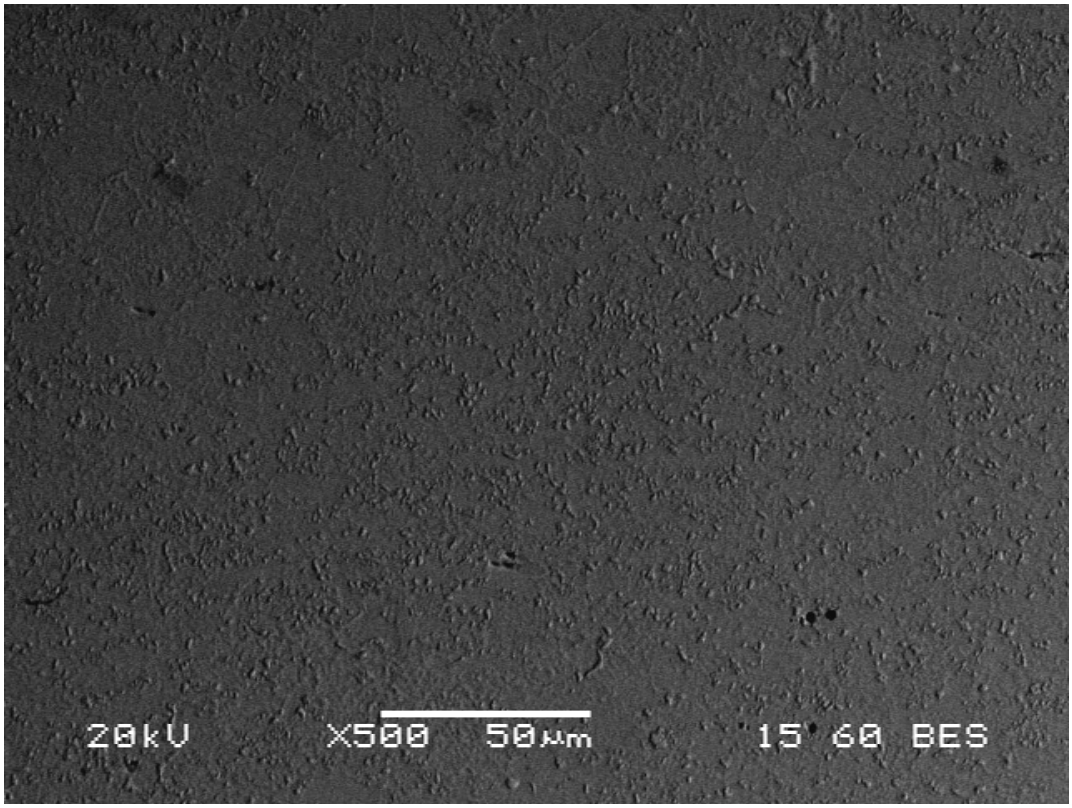
Πίνακας 19 - Εικόνα 86. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β4.

5.1.3.5 Δοκίμιο Β5 (350 ^{o}C - 180 min)

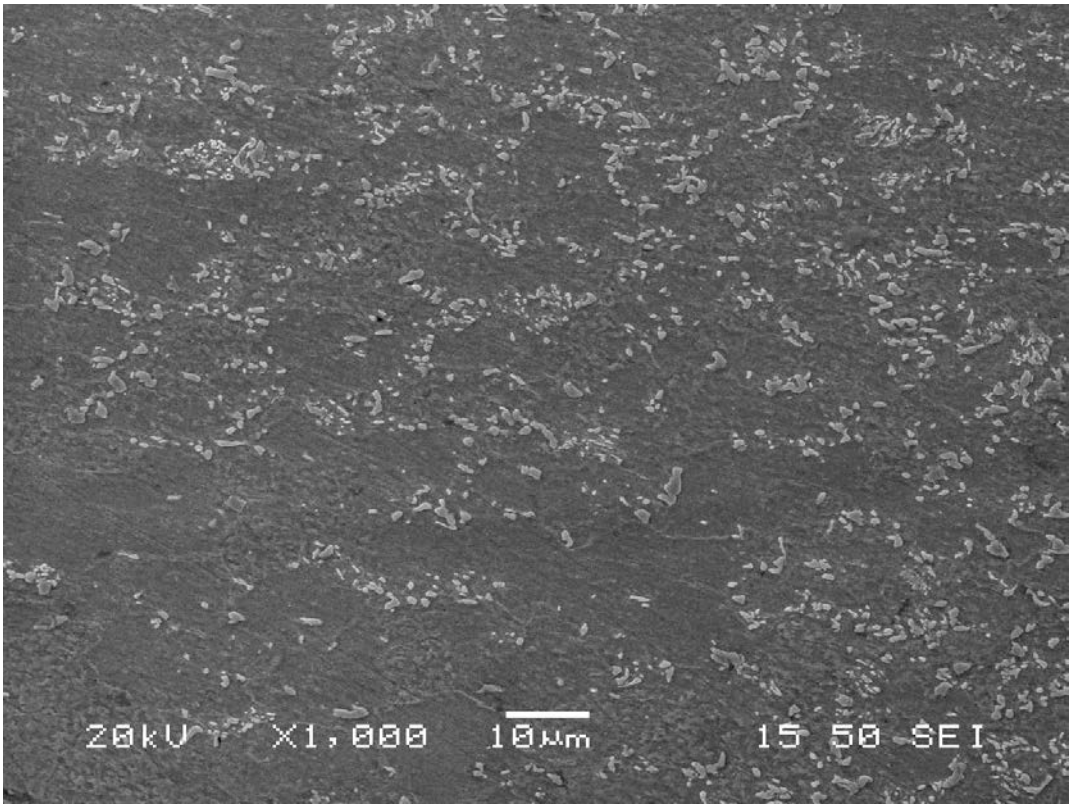
Το περιθλασίμετρο ακτίνων Χ ταυτοποίησε τις φάσεις του φερρίτη και ωστενίτη. Στην μικρογραφία x500 οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, η απουσία αντιθέσεων σημαίνει έλλειψη κατακρημνισμάτων και ομοιόμορφη κατανομή των στοιχείων. Στις υπόλοιπες μικρογραφίες παρατηρούμε πως το δοκίμιο αποτελείται από ενδοκρίσιμο φερρίτη κυρίως και ωστενίτη. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης διακρίνεται, σε μεγάλες μεγεθύνσεις, κυρίως στα όρια του περλίτη. Η μεγάλη διάρκεια της μπαινιτικής βαφής δεν επιτρέπει τον μετασχηματισμό του ωστενίτη σε μαρτενσίτη, ο οποίος έχει σταθεροποιηθεί. Η περλιτική δομή δεν διακρίνεται εύκολα καθώς η μεγάλη διάρκεια παραμονής στην μπαινιτική περιοχή έχει αλλοιώσει την μορφολογία της. Αλλοίωση δομής παρουσιάζει και η φάση του ενδοκρίσιμου φερρίτη.



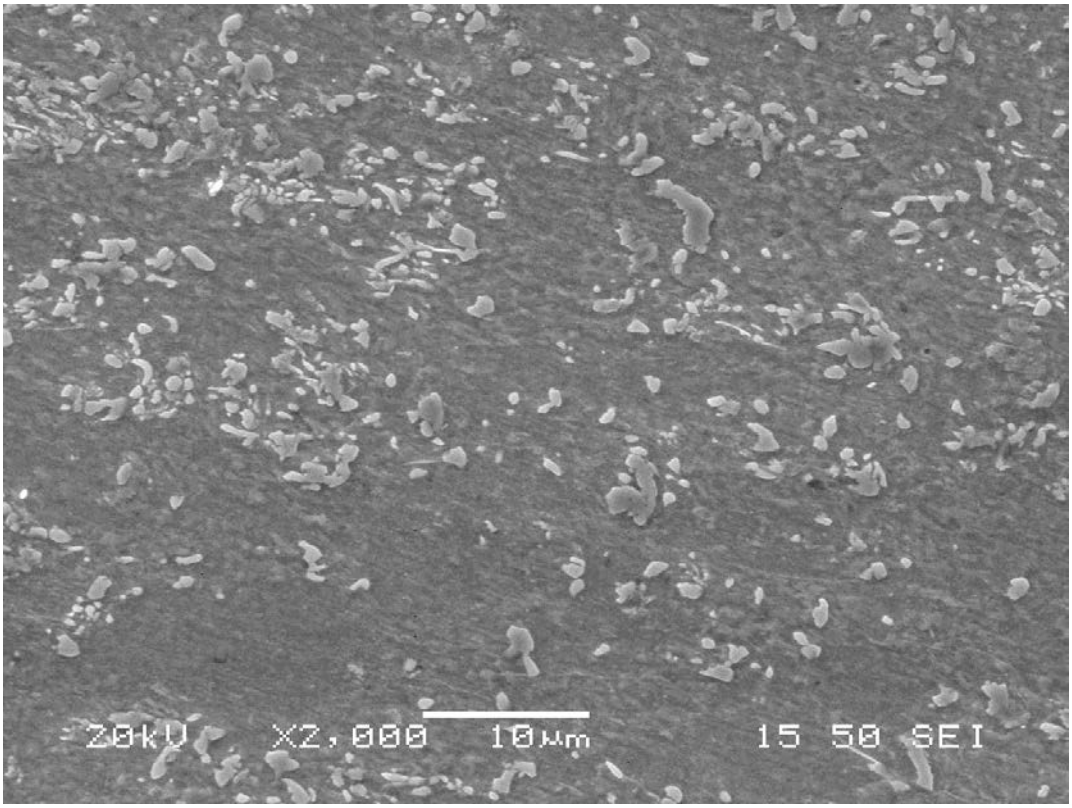
Εικόνα 87. Γράφημα XRD δοκιμίου Β5.



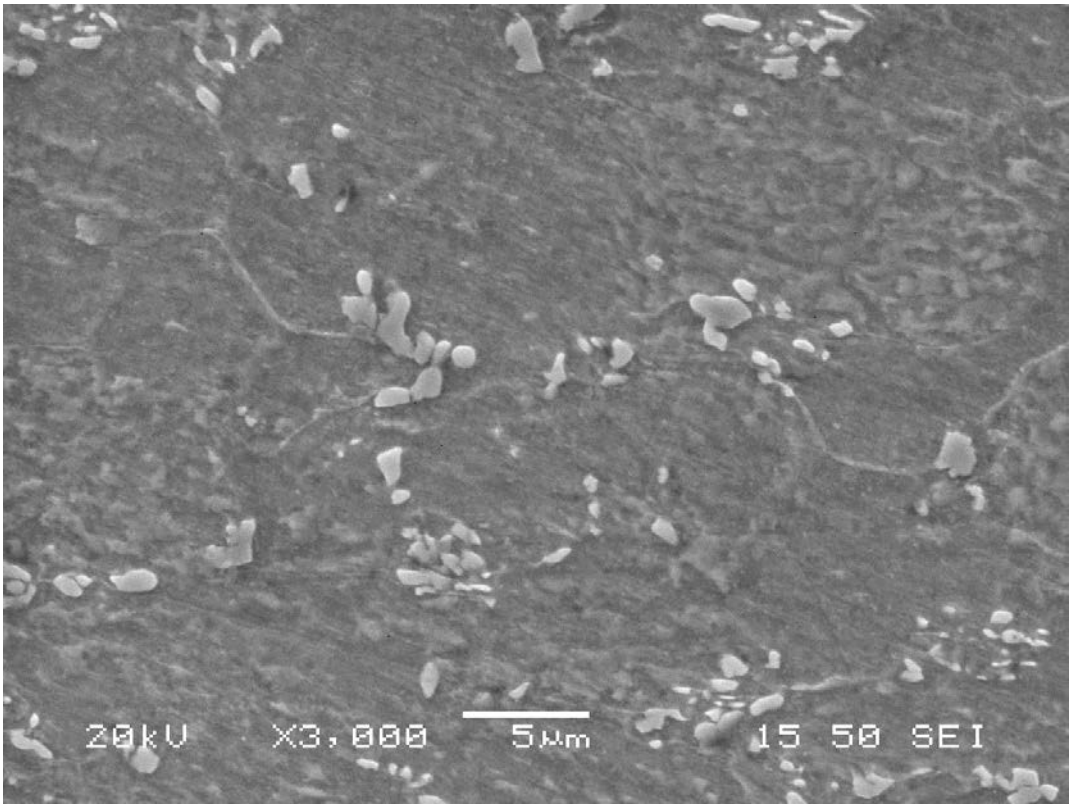
Εικόνα 88. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β5 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 89. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β5 με μεγέθυνση x1000.

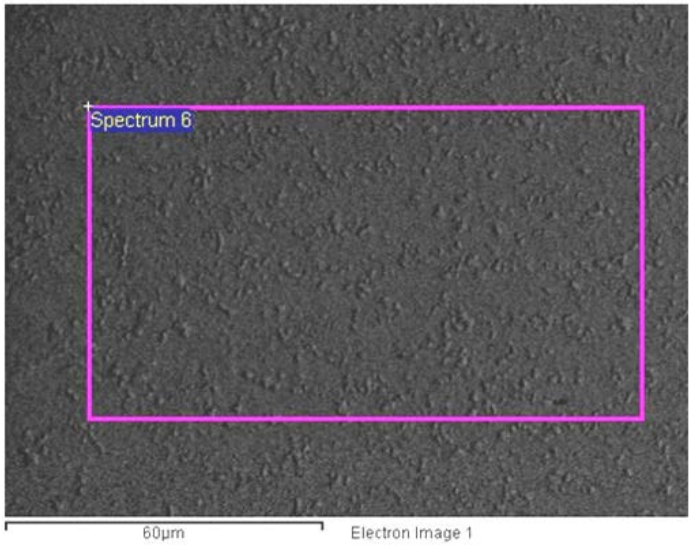


Εικόνα 90. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β5 με μεγέθυνση x2000.



Εικόνα 91. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου Β5 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.04	3.98
Mn K	1.88	1.87
Fe K	96.08	94.15
Totals	100.00	

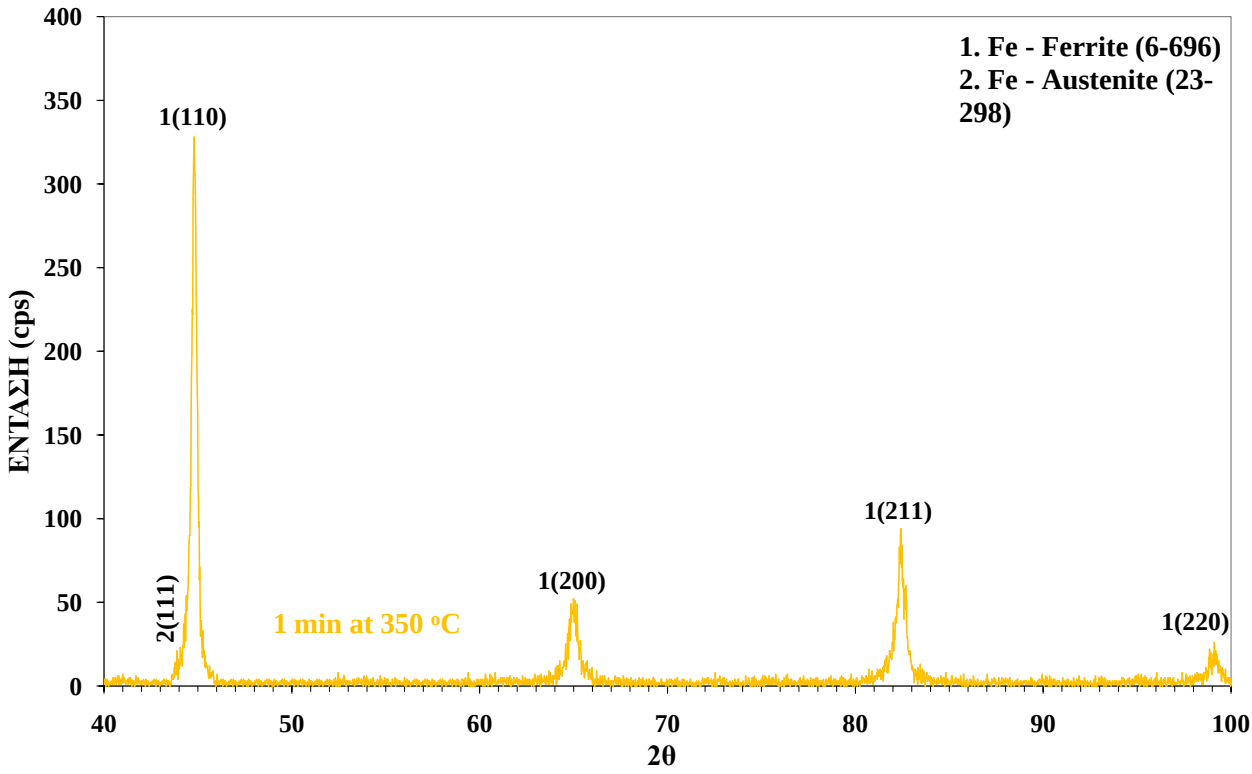


Πίνακας 20 - Εικόνα 92. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου Β5.

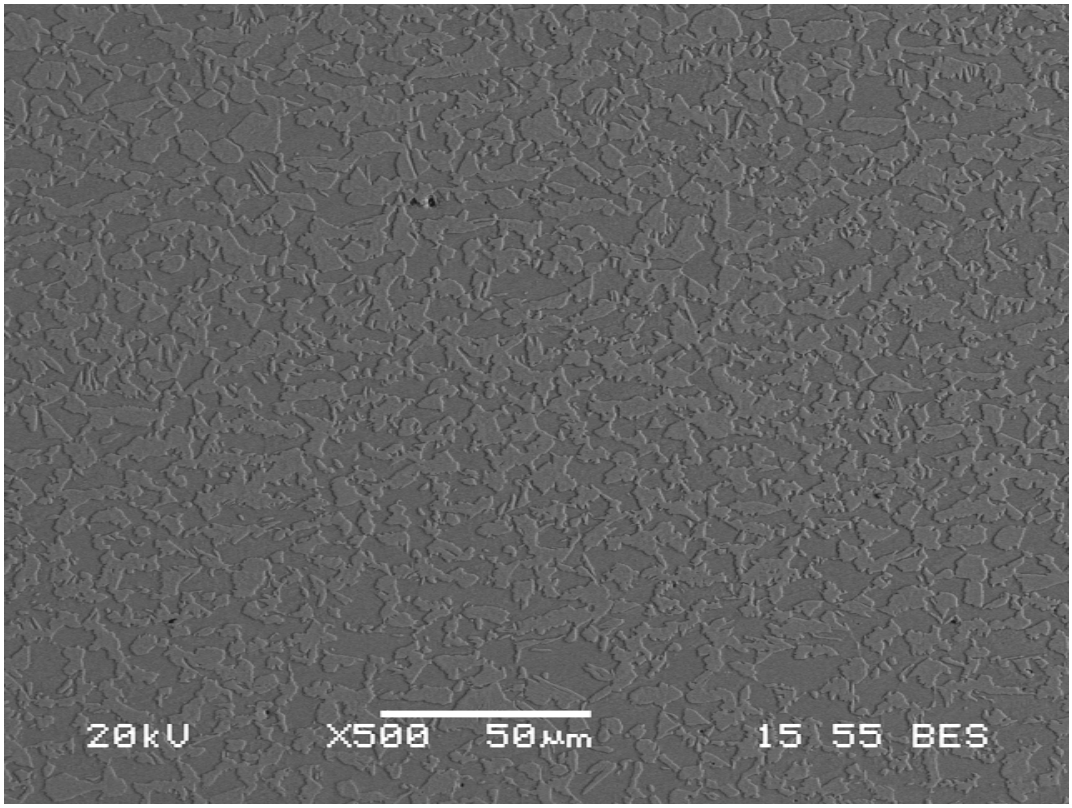
5.1.4 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 ^{o}C

5.1.4.1 Δοκίμιο C1 (350 ^{o}C - 1 min)

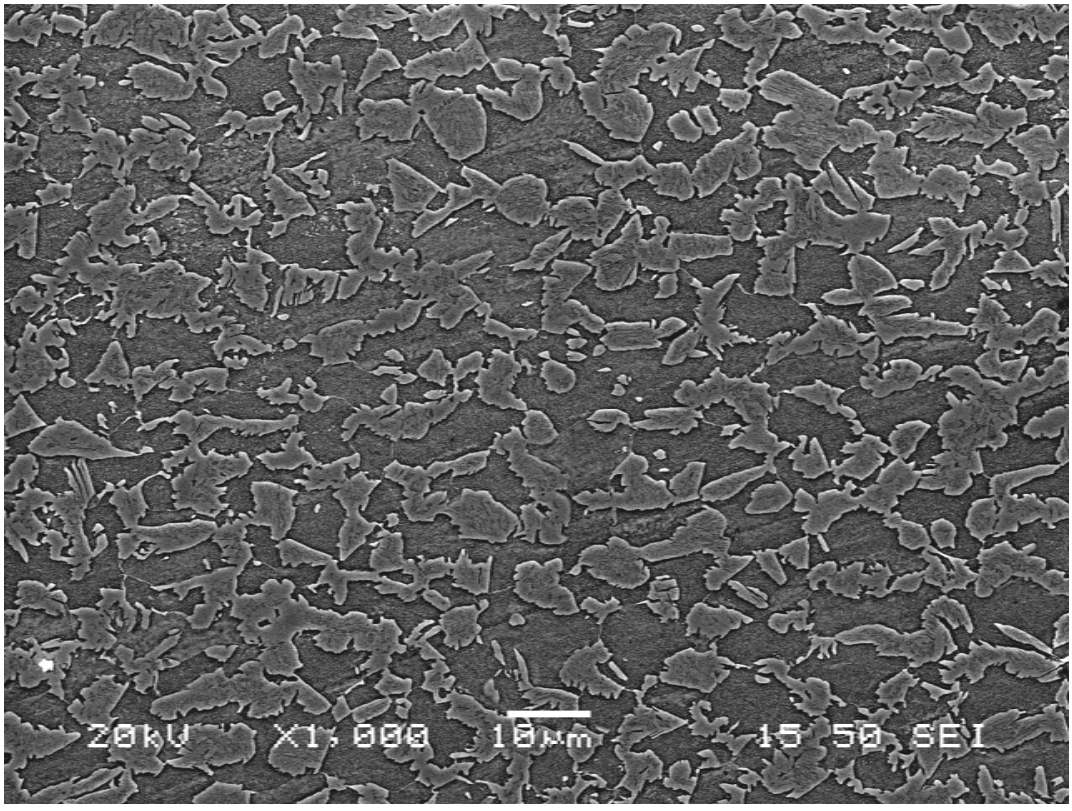
Από το XRD ταυτοποιήθηκαν οι φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Στο δοκίμιο παρατηρούμε κυρίως δύο φάσεις, τον ενδοκρίσιμο φερρίτη και ωστενίτη. Ωστόσο όλος ο ωστενίτης βάφτηκε σε μαρτενσίτη καθώς η μικρή διάρκεια παραμονής του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού δεν πρόλαβε να τον σταθεροποιήσει χημικά. Επομένως μιλάμε για ένα διφασικό υλικό, φερριτικό - μαρτενσιτικό. Μπαινίτης δεν έχει σχηματισθεί διότι όλος ο ωστενίτης μετασχηματίσθηκε σε μαρτενσίτη. Στην μικρογραφία x3000, παρατηρούμε πως ο ωστενίτης, που στην συνέχεια έγινε μαρτενσίτης, έχει μετασχηματισθεί από την μήτρα του ενδοκρίσιμου φερρίτη, καθώς η προσβολή έχει αποκαλύψει μερικώς την "εσωτερική" δομή του. Στα όρια του μαρτενσίτη, νησίδες με έντονη αντίθεση, ίσως αποτελούν υπολειπόμενο ωστενίτη. Η εξακρίβωση αυτού μπορεί να γίνει με εφαρμογή κατάλληλων τεχνικών.



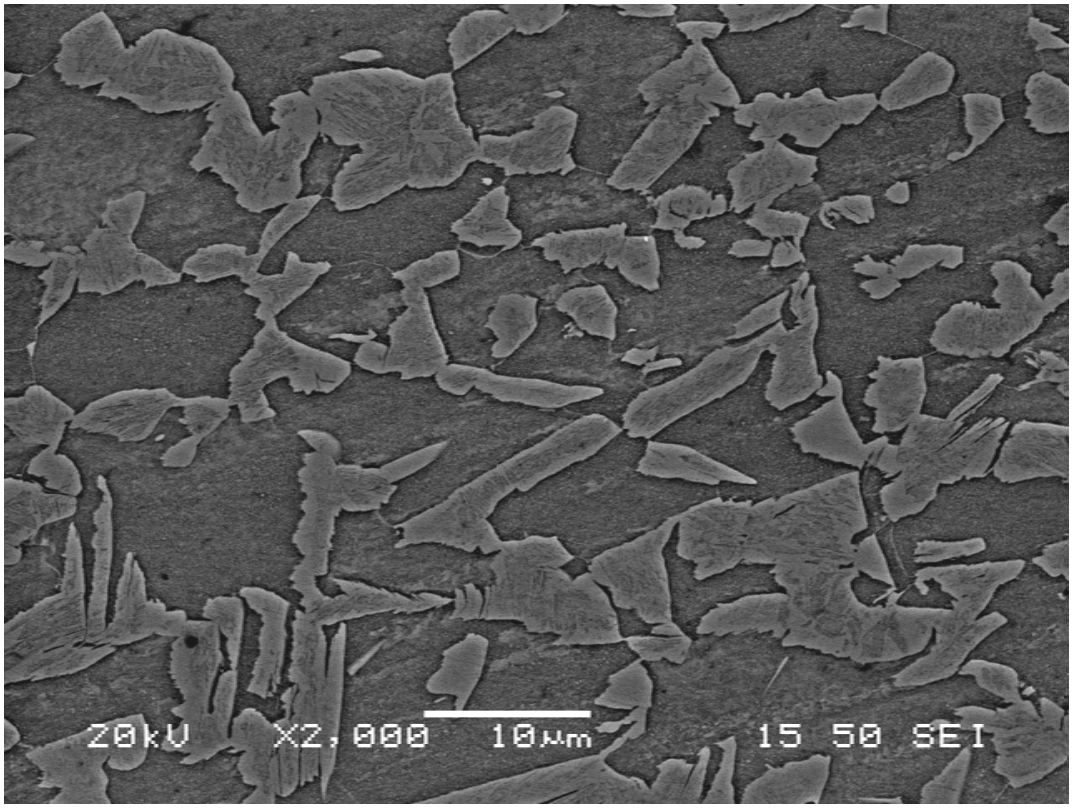
Εικόνα 93. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C1.



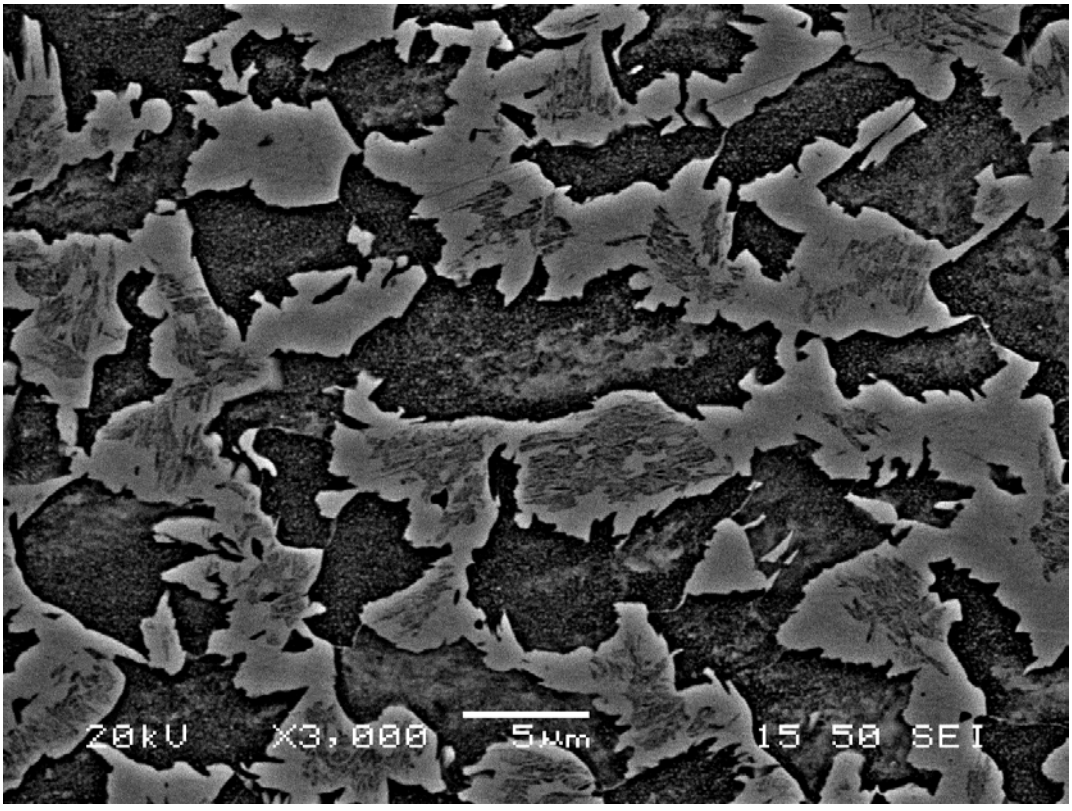
Εικόνα 94. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 95. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x1000.

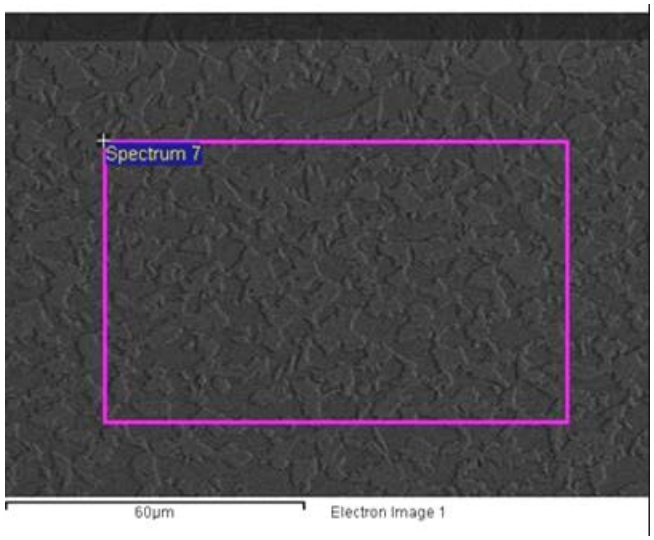


Εικόνα 96. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x2000.



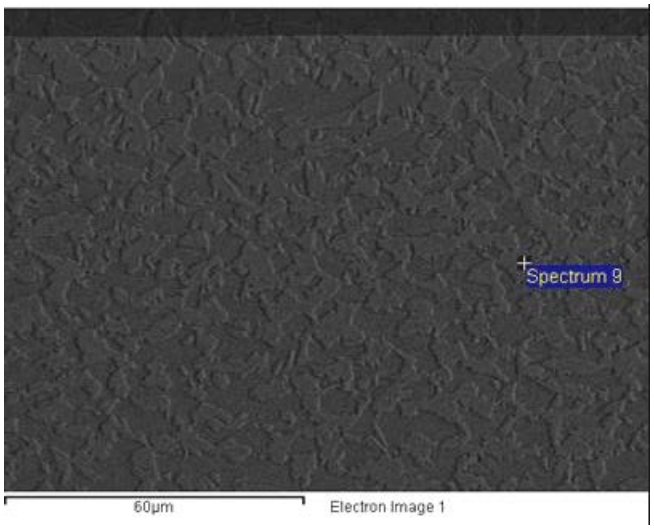
Εικόνα 97. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C1 με μεγέθυνση x3000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.84	3.60
Mn K	1.64	1.64
Fe K	96.51	94.76
Totals	100.00	



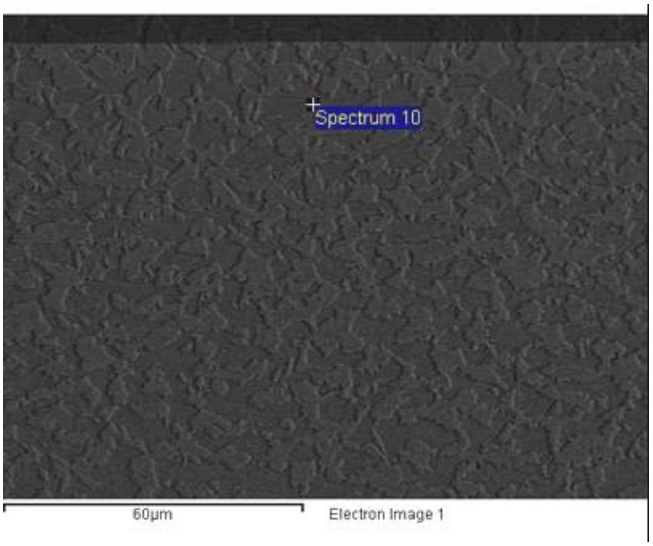
Πίνακας 21 - Εικόνα 98. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C1.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.51	2.95
Mn K	2.38	2.39
Fe K	96.11	94.67
Totals	100.00	



Πίνακας 22 - Εικόνα 99. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C1.

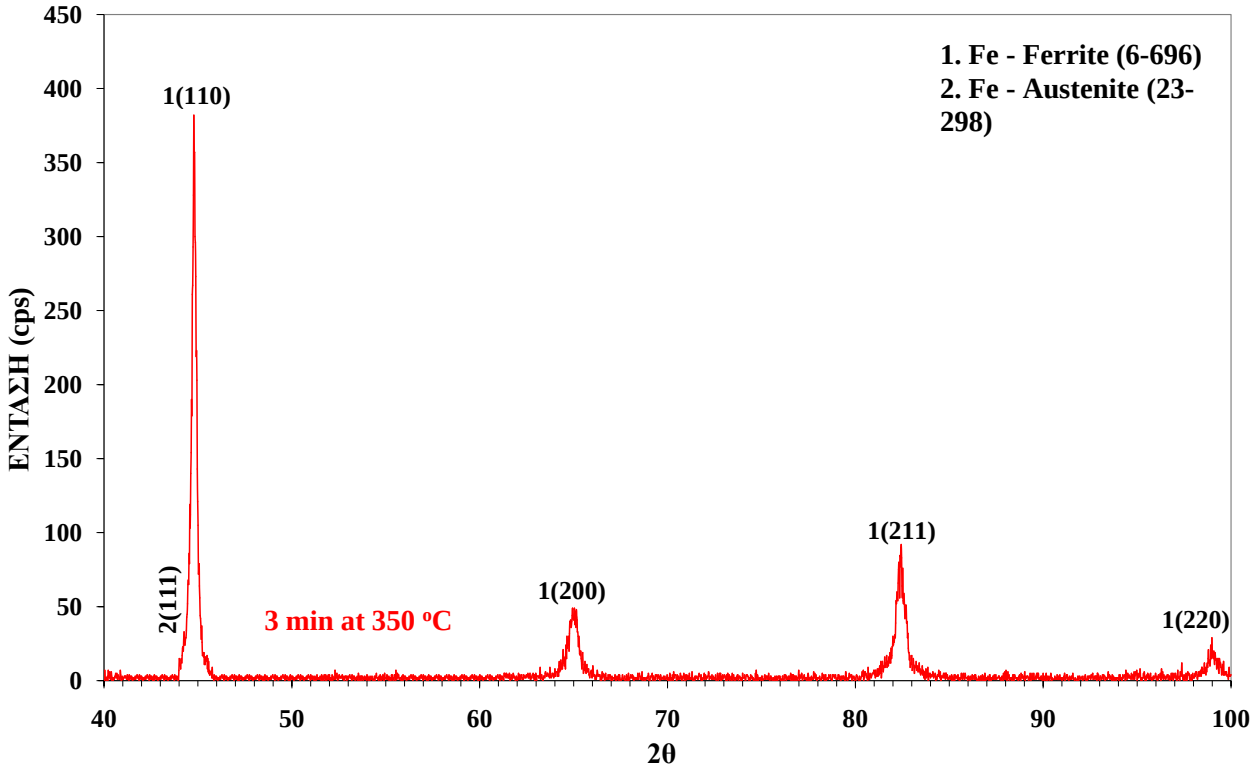
Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.03	3.95
Mn K	1.24	1.24
Fe K	96.73	94.81
Totals	100.00	



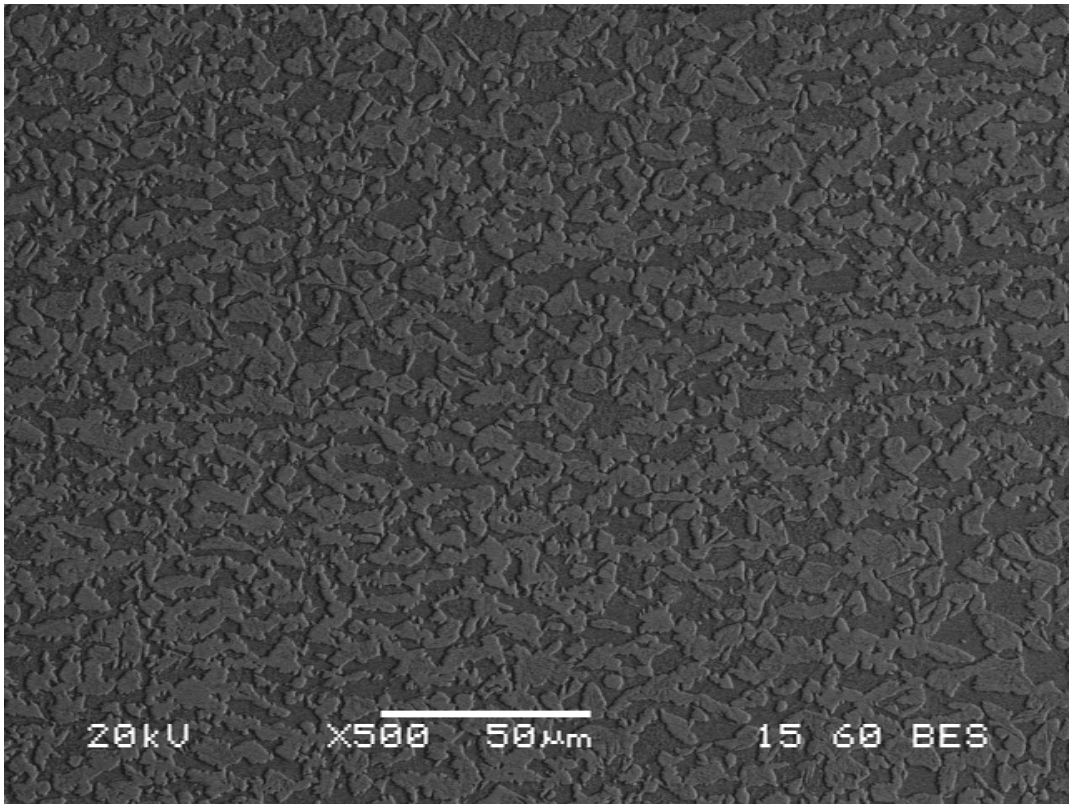
Πίνακας 23 - Εικόνα 100. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C1.

5.1.4.2 Δοκίμιο C2 (350 ^{o}C - 3 min)

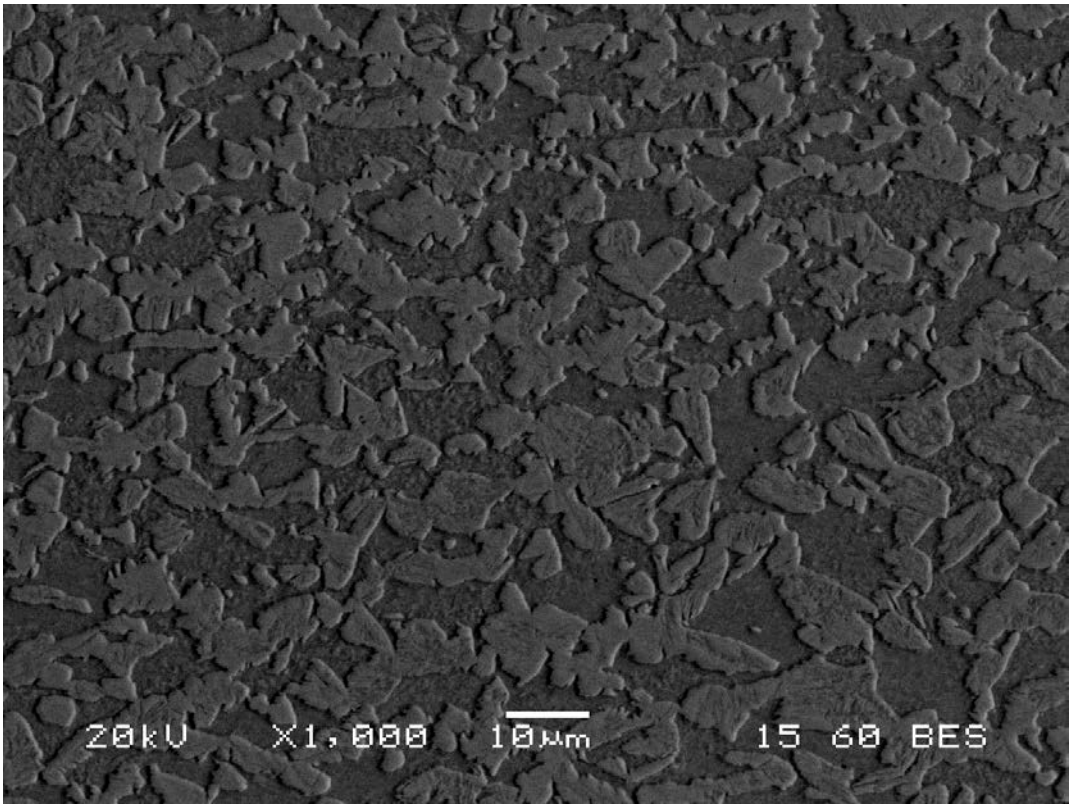
Από την ταυτοποίηση των φάσεων με το XRD, ανιχνεύθηκαν φερρίτης και ωστενίτης. Η αναλογία όγκου μητρικής φάσης (ενδοκρίσιμος φερρίτης) και της φάσης που μετασχηματίσθηκε κατά την ανόπτηση, δηλαδή του ωστενίτη, είναι περίπου ίση. Ο ωστενίτης έχει μετασχηματισθεί σε μαρτενσίτη, από την βαφή του δοκιμίου στο νερό, καθώς η γραμμή έναρξης (Ms) του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού βρίσκεται ακόμα πάνω από την θερμοκρασία περιβάλλοντος. Παρατηρούμε πως ο μπαινιτικός μετασχηματισμός βρίσκεται ακόμα σε πρωταρχικό στάδιο και ο μαρτενσίτης διακρίνεται στα όρια αυτού. Αυξημένη περιεκτικότητα στο κραματικό στοιχείο μαγγάνιο (γ - φερογόνο), σύμφωνα με τις μετρήσεις του eds, παρατηρείται σε μαρτενσιτικό κόκκο, που προέρχεται από μετασχηματισμό ωστενίτη. Η μέτρηση σε ένα ενδοκρίσιμο φερριτικό κόκκο έδωσε σε αντίθεση, αυξημένο πυρίτιο (α - φερογόνο).



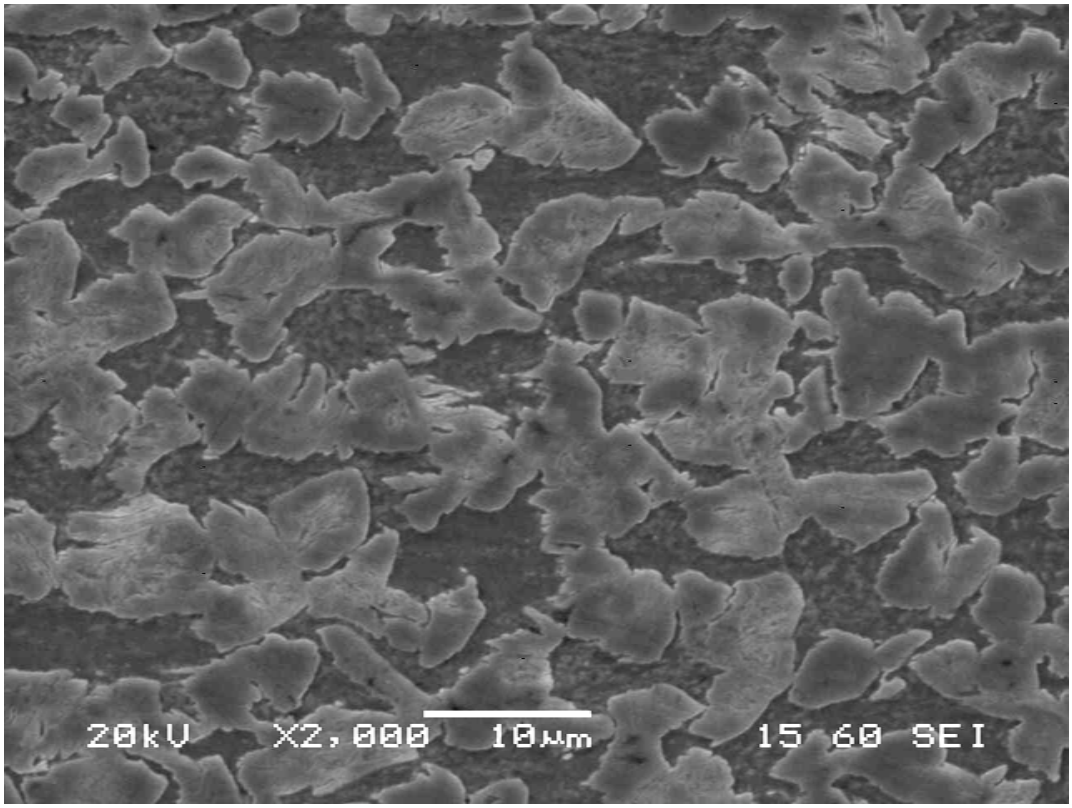
Εικόνα 101. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C2.



Εικόνα 102. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x500.

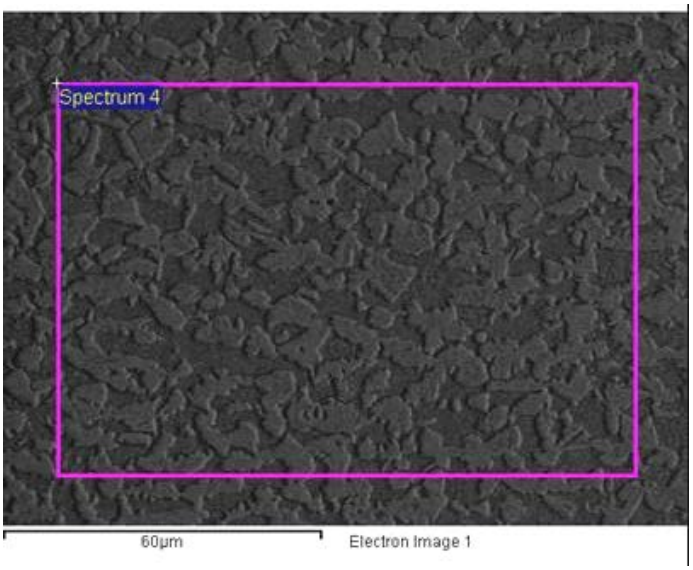


Εικόνα 103. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x1000.



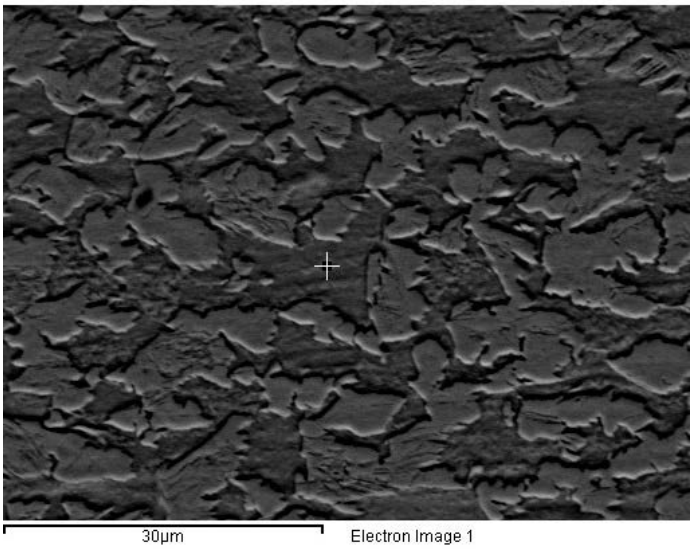
Εικόνα 104. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C2 με μεγέθυνση x2000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.91	3.73
Mn K	1.58	1.58
Fe K	96.51	94.69
Totals	100.00	



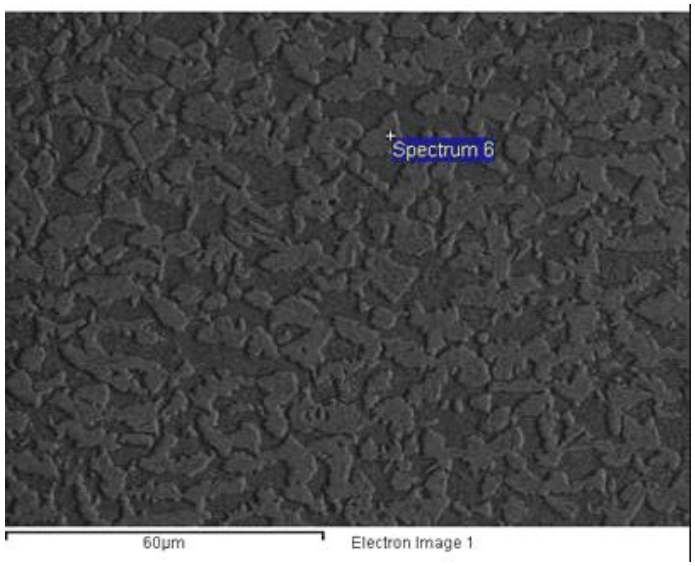
Πίνακας 24 - Εικόνα 105. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C2.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.44	4.74
Mn K	0.93	0.92
Fe K	96.63	94.34
Totals	100.00	



Πίνακας 25 - Εικόνα 106. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε φερριτικό κόκκο του δοκιμίου C2.

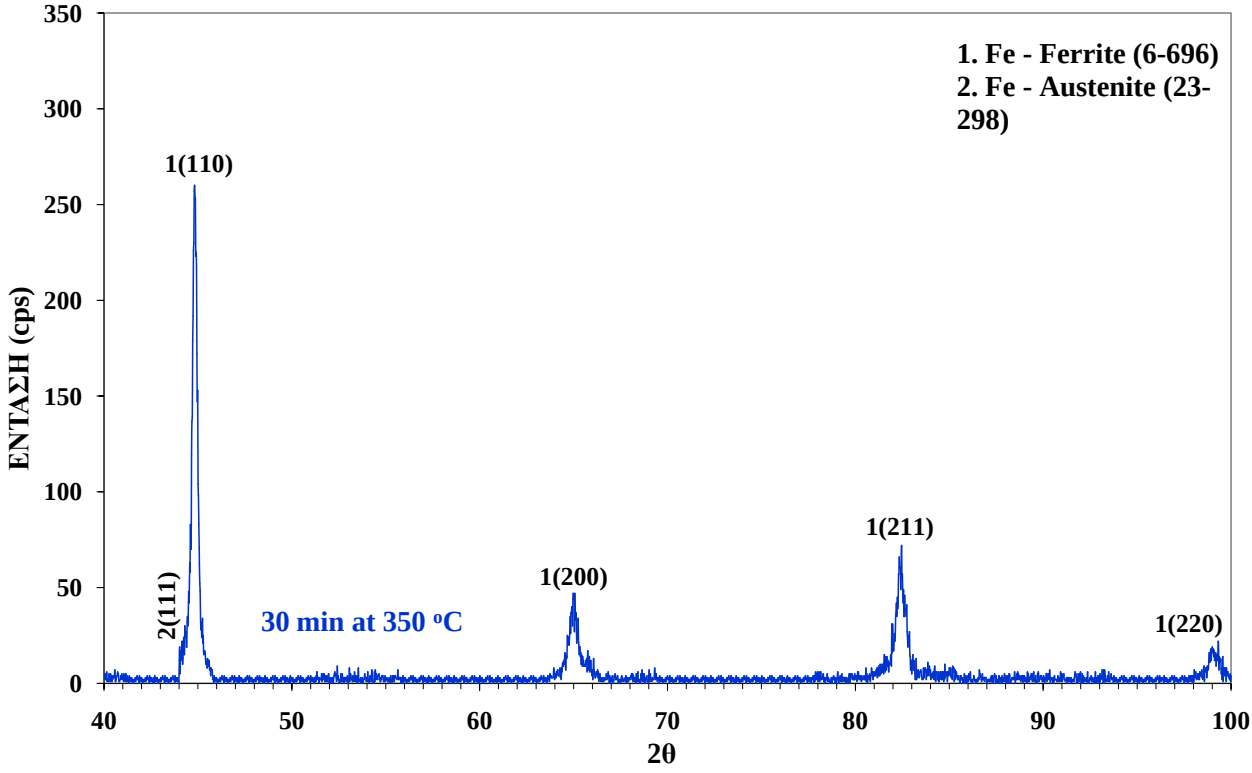
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.61	3.15
Mn K	1.99	1.99
Fe K	96.40	94.86
Totals	100.00	



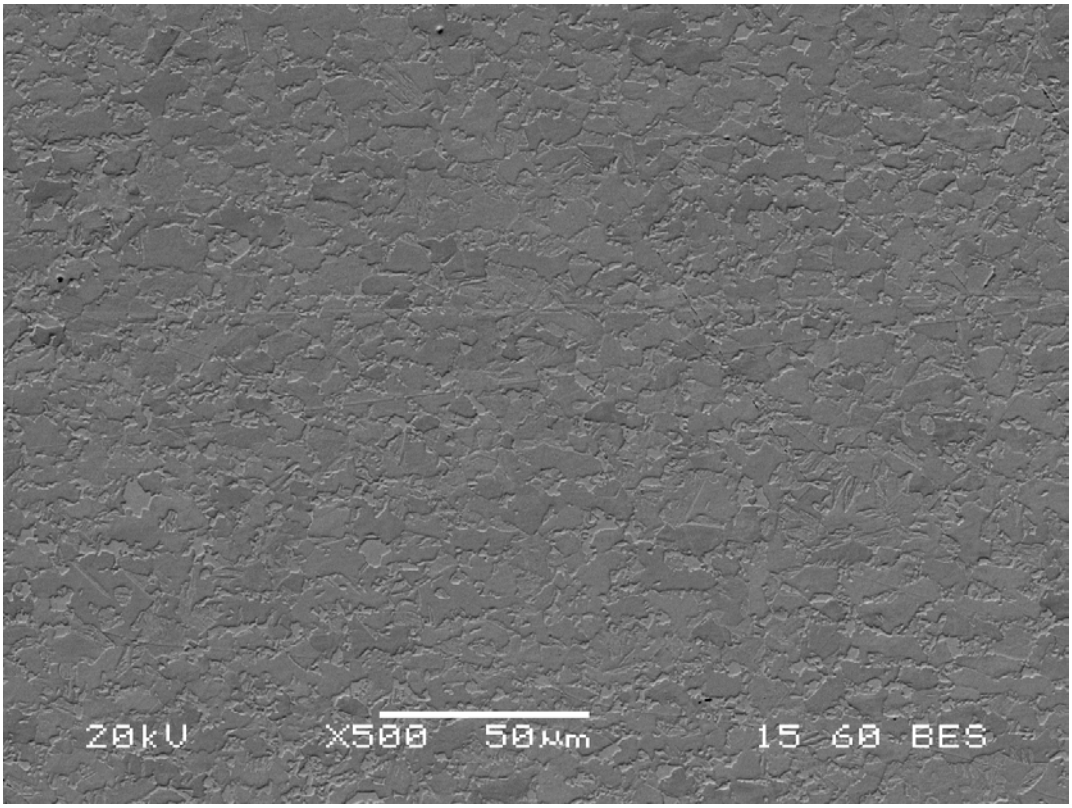
Πίνακας 26 - Εικόνα 107. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) σε μαρτενσιτικό κόκκο του δοκιμίου C2.

5.1.4.3 Δοκίμιο C3 (350 ^{o}C - 30 min)

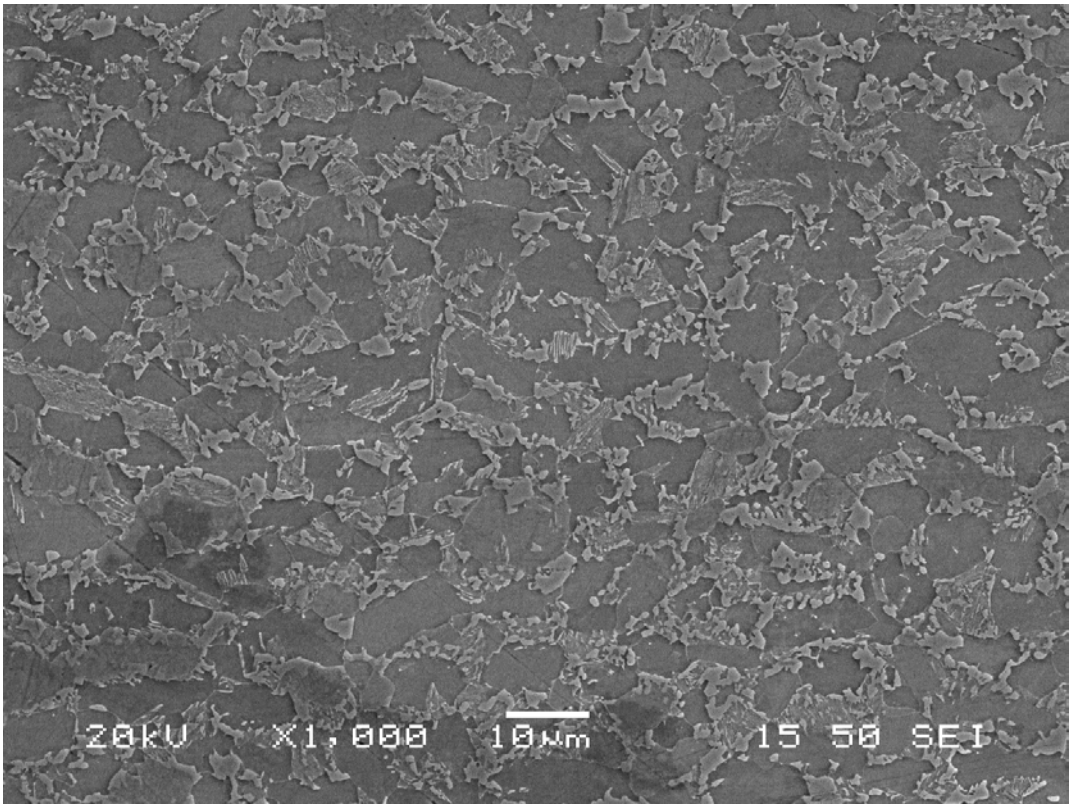
Από το διάγραμμα του xrd, ταυτοποιούνται οι φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Παρατηρούμε από την μικρογραφία x500 πως το δοκίμιο δεν παρουσιάζει κατακρημνίσματα και έχει ομοιόμορφη κατανομή των στοιχείων. Σε όλες τις μικρογραφίες παρατηρούμε τρεις φάσεις να συνυπάρχουν στο δοκίμιο, ο ενδοκρίσιμος φερρίτης, ο ωστενίτης ως υπολειπόμενος και ο μπαινίτης. Παρατηρούμε πως μερικοί κόκκοι φερρίτη είχαν αρχίσει να μετασχηματίζονται καθώς παρουσιάζουν διαφορετική μορφολογία και προσβολή από τους υπόλοιπους. Πρόκειται για προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη όπου δεν ολοκληρώθηκε ο μετασχηματισμός του, σε μπαινιτικό και στην συνέχεια, μαζί με εμπλουτισμένο σε άνθρακα ωστενίτη, με την κίνηση των ορίων α-γ-α σε μπαινίτη. Ο μπαινιτικός μετασχηματισμός έχει ξεκινήσει και έχει σχηματισθεί μπαινίτης στα όρια του ωστενίτη. Οι νησίδες του υπολειπόμενου ωστενίτη, που διακρίνονται δίπλα σε κόκκους μπαινίτη ίσως αποτελούν και μαρτενσίτη όμως ο διαχωρισμός των δύο αυτών φάσεων επιβεβαιώνεται δύσκολα με την χρήση του sem.



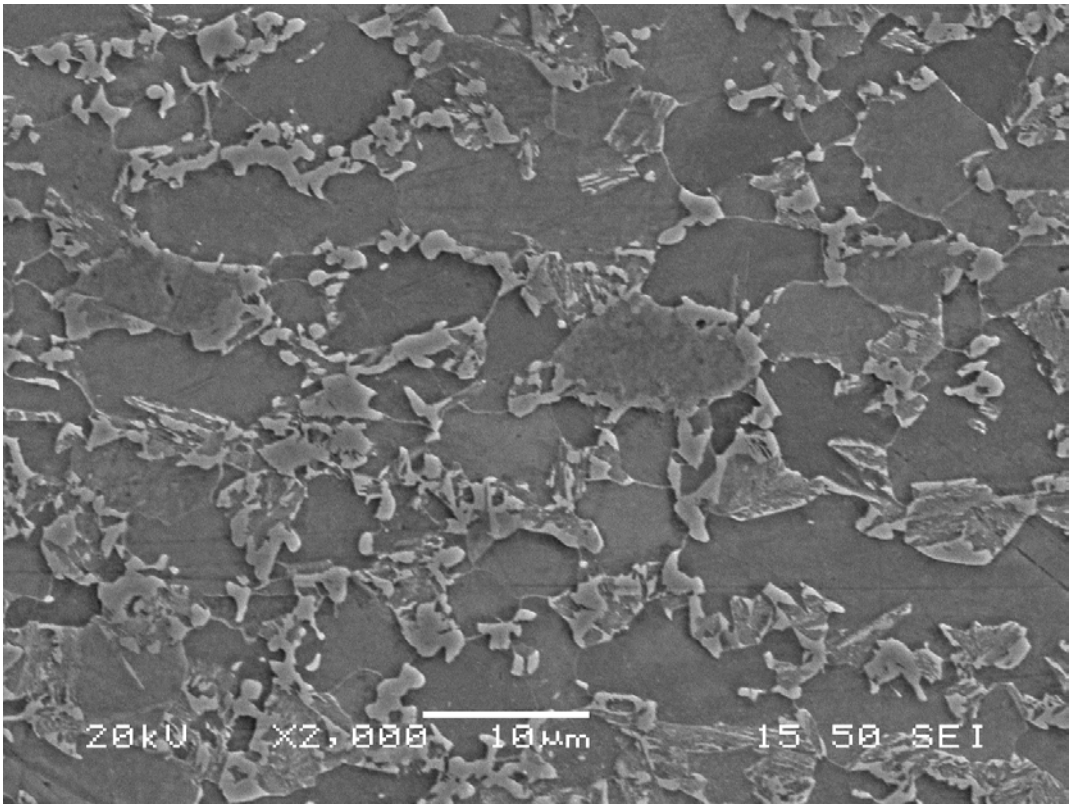
Εικόνα 108. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C3



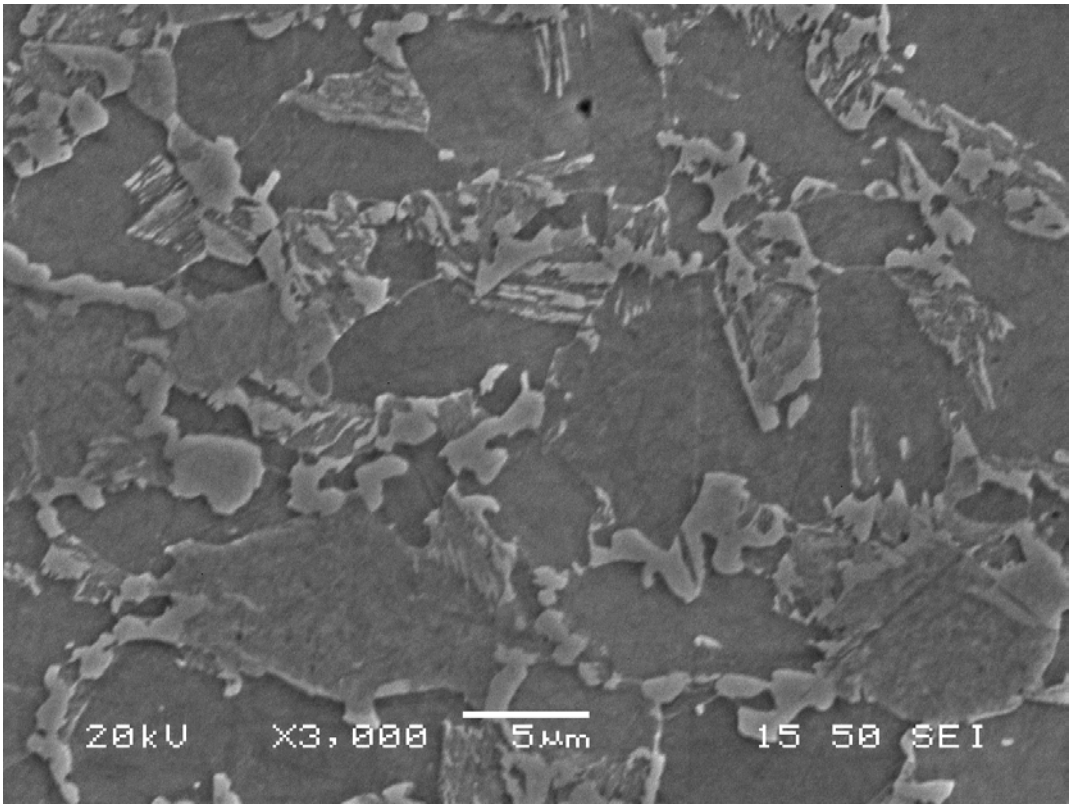
Εικόνα 109. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x500.



Εικόνα 110. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x1000.

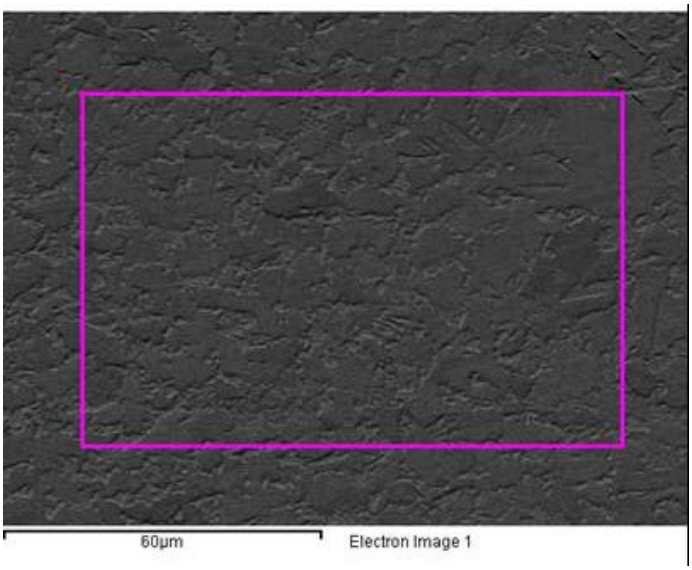


Εικόνα 111. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x2000.



Εικόνα 112. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C3 με μεγέθυνση x3000.

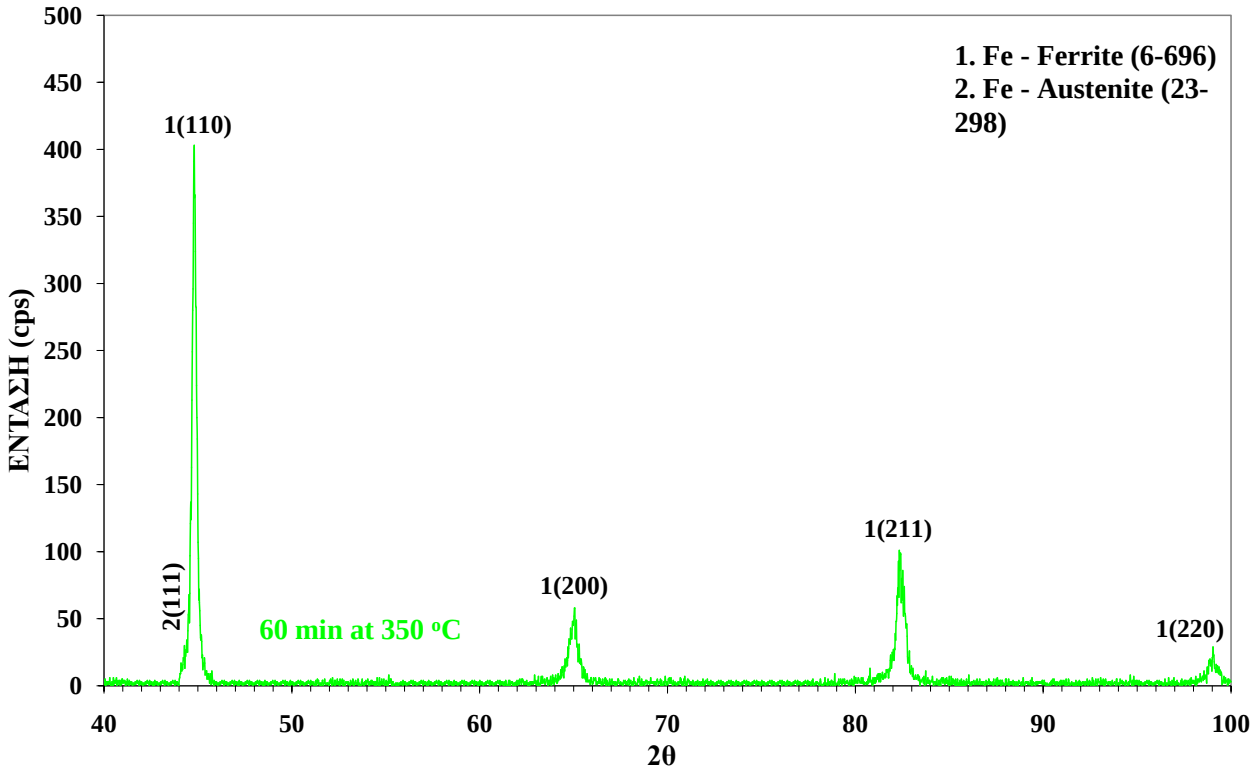
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.87	3.64
Mn K	1.58	1.58
Fe K	96.55	94.78
Totals	100.00	



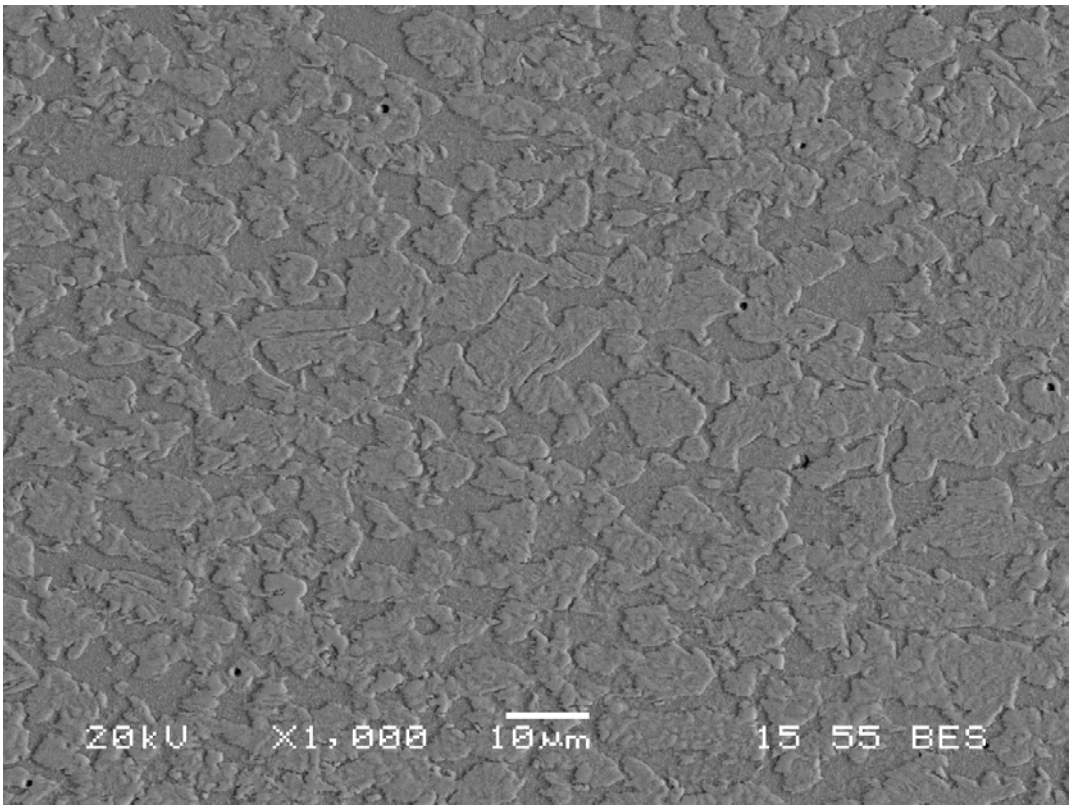
Πίνακας 27 - Εικόνα 113. Μικροανάλυση (EDS) στο σύνολο της δομής του δοκιμίου C3.

5.1.4.4 Δοκίμιο C4 (350 ^{o}C - 60 min)

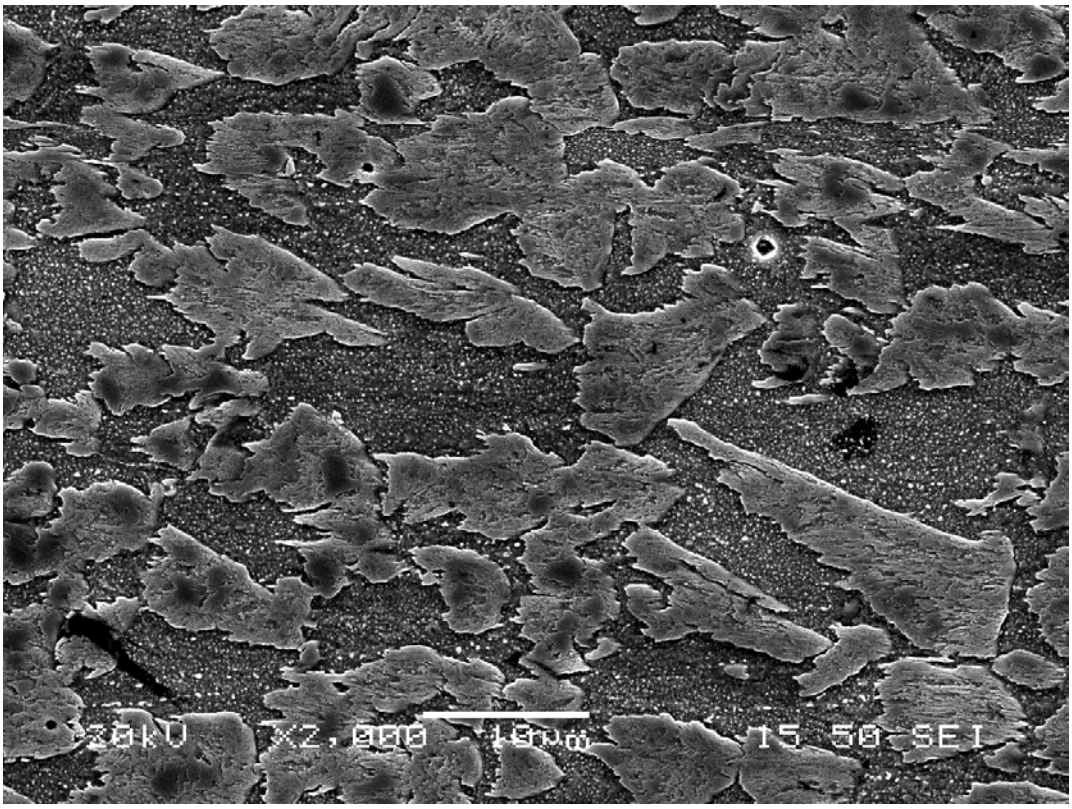
Η περίθλαση ακτίνων Χ ταυτοποίησε τις φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Από τις μικρογραφίες παρατηρούμε πως το δοκίμιο αποτελείται κυρίως από ενδοκρίσιμο φερρίτη και μπαινίτη. Ο μπαινιτικός μετασχηματισμός είναι σε πλήρη ανάπτυξη και ο μπαινίτης παρουσιάζει μία αλλοίωση σε σχέση με την γνωστή πλακοειδή μορφή του. Εντός των κόκκων του μπαινίτη αλλά και στα όρια του παρατηρούμε νησίδια υπολειπόμενου ωστενίτη που διακρίνονται λόγω της διαφορετικής μορφολογίας και προσβολής. Παρατηρώντας τις μικροαναλύσεις (eds) βλέπουμε πως για απόσταση μικρότερη των 2 μm (εικόνα 121, 122) διαφοροποιούνται αρκετά τα κατά βάρος ποσοστά των κραματικών στοιχείων, αποτέλεσμα των διαφορετικών φάσεων, ωστενίτη (αυξημένο μαγγάνιο, γ - φερογόνο) και μπαινίτη (αυξημένο μαγγάνιο και πυρίτιο, συνδυασμός ωστενίτη και μπαινιτικού φερρίτη). Μαρτενσίτης δεν διακρίνεται να έχει σχηματισθεί καθώς η θερμοκρασία έναρξης σχηματισμού του έχει κατέβει σε υπομηδενικές θερμοκρασίες και ο ωστενίτης έχει εμπλουτισθεί σε άνθρακα και έχει σταθεροποιηθεί πλήρως.



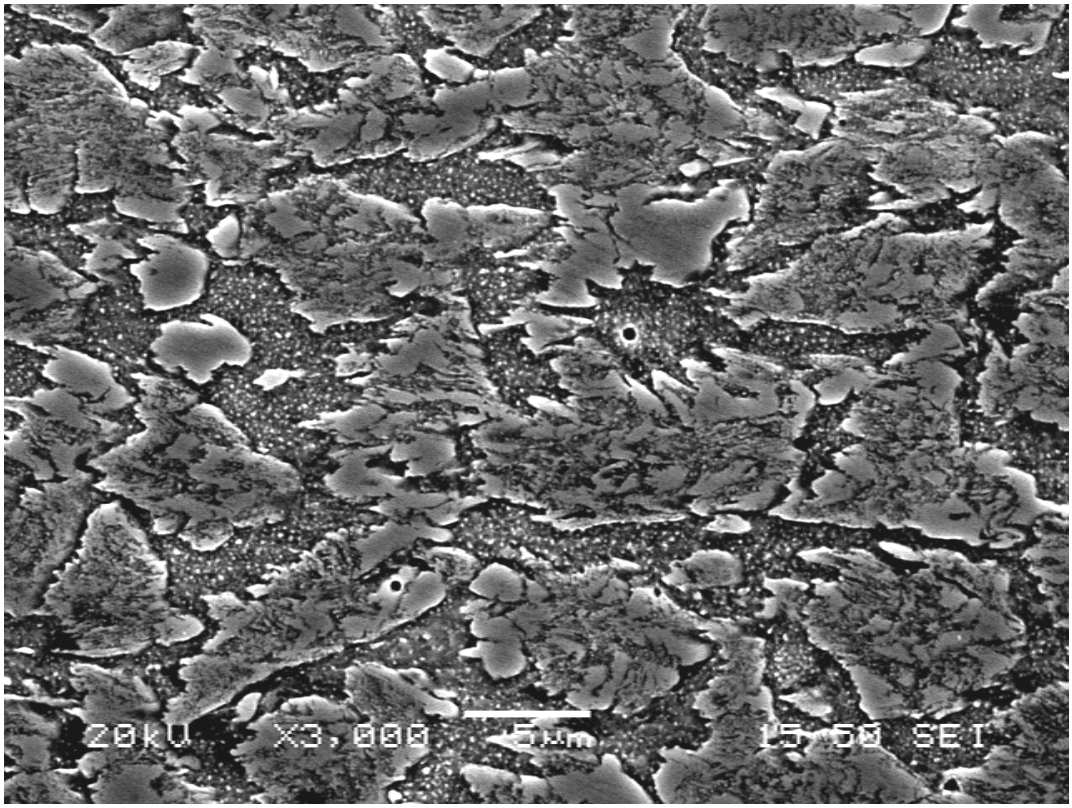
Εικόνα 114. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C4.



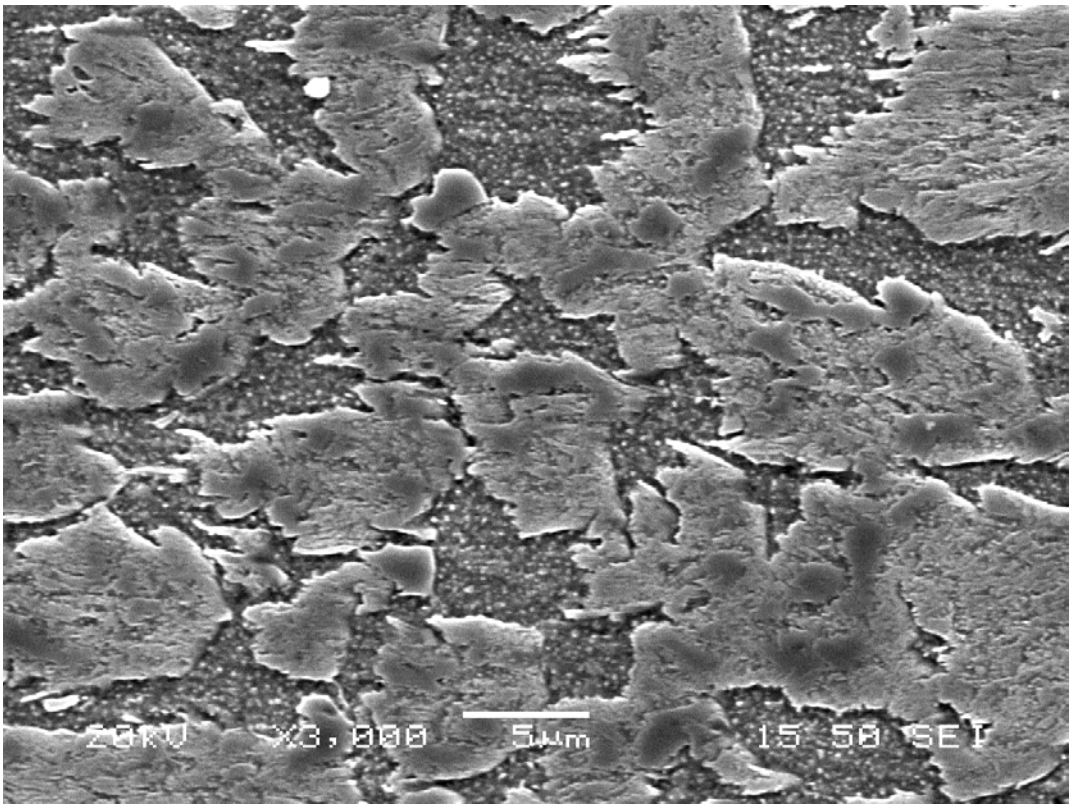
Εικόνα 115. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x1000.



Εικόνα 116. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x2000.

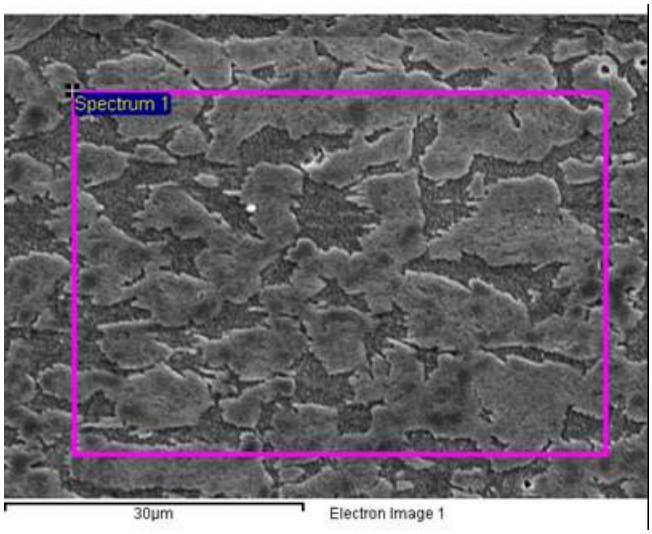


Εικόνα 117. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x3000.



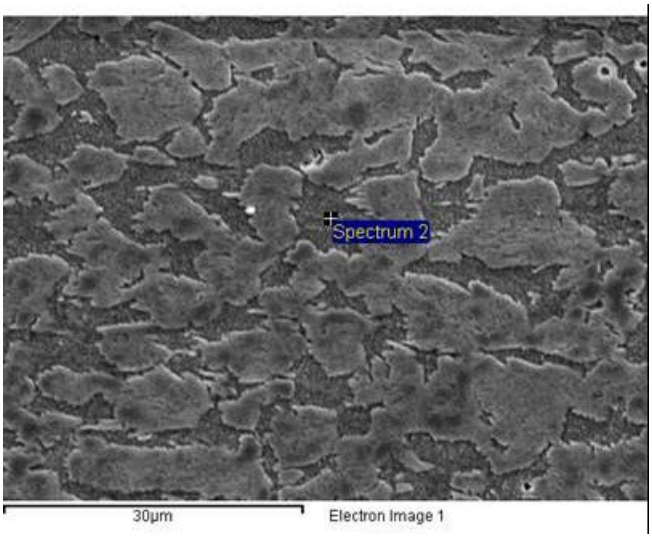
Εικόνα 118. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C4 με μεγέθυνση x3000. Διακρίνεται ο υπολειπόμενος ωστενίτης, σαν λεπτά "φιλμ", πάνω και στα όρια των κόκκων του μπαινίτη (παρατηρείται και η διαφορετική προσβολή των δύο φάσεων).

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.89	3.69
Fe K	98.11	96.31
Totals	100.00	



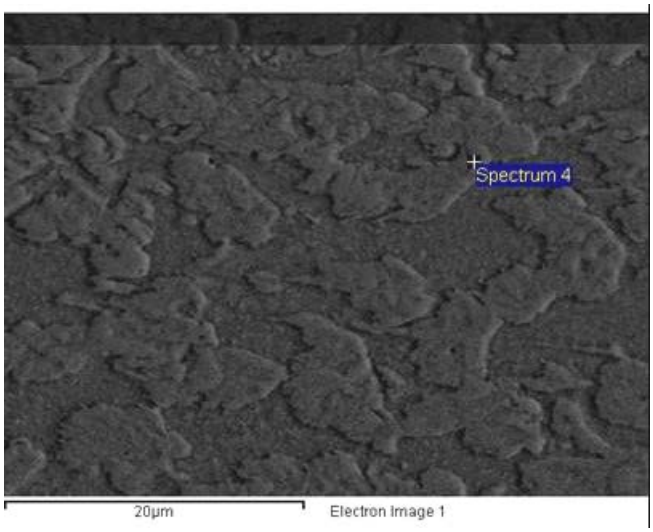
Πίνακας 28 - Εικόνα 119. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C4.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.97	5.73
Mn K	1.91	1.88
Fe K	95.13	92.39
Totals	100.00	



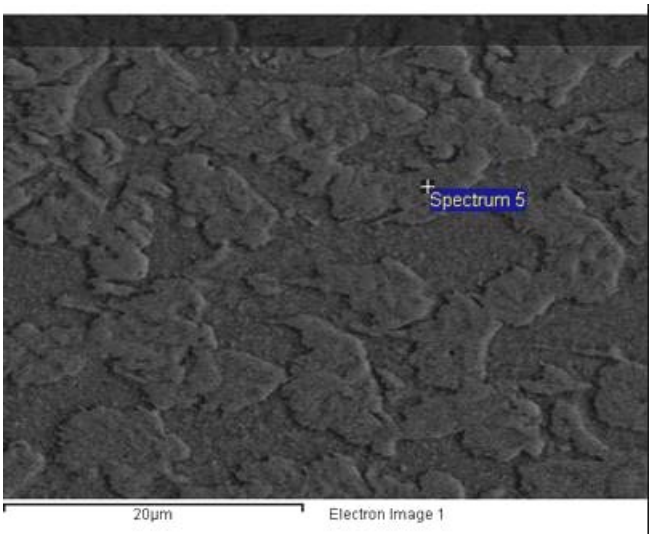
Πίνακας 29 - Εικόνα 120. Μικροανάλυση (EDS) ενδοκρίσιμου φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C4.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.18	2.32
Mn K	2.80	2.81
Fe K	96.02	94.86
Totals	100.00	



Πίνακας 30 - Εικόνα 121. Μικροανάλυση (EDS) ωστενιτικού κόκκου του δοκιμίου C4.

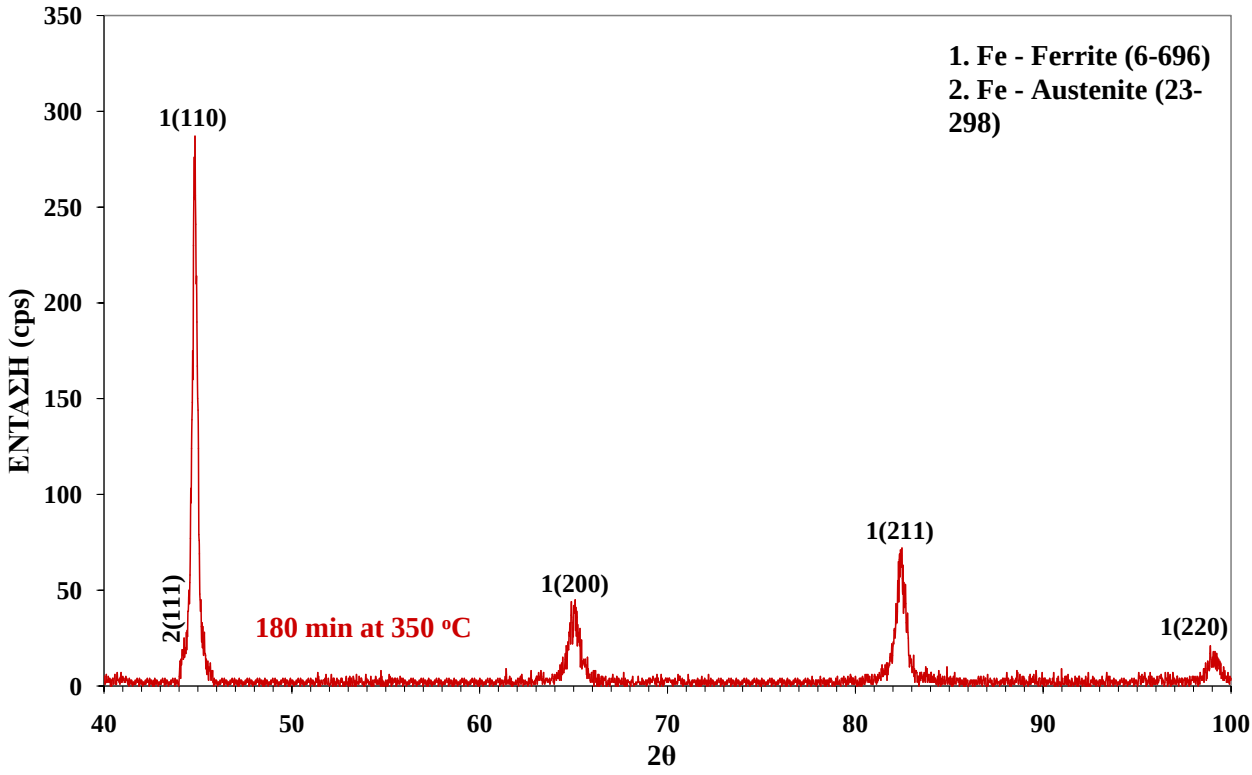
Element	Weight%	Atomic%
Si K	1.93	3.76
Mn K	2.25	2.25
Fe K	95.82	93.99
Totals	100.00	



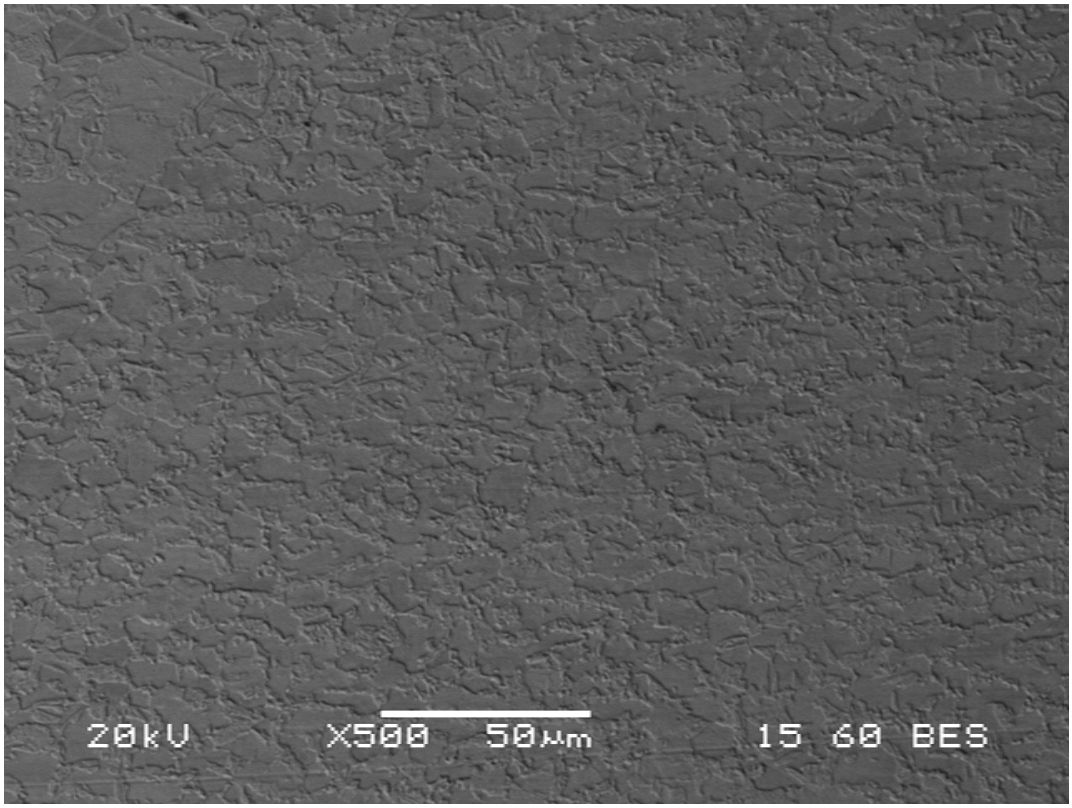
Πίνακας 31 - Εικόνα 122. Μικροανάλυση (EDS) μπαινιτικού κόκκου του δοκιμίου C4.

5.1.4.5 Δοκίμιο C5 (350 ^{o}C - 180 min)

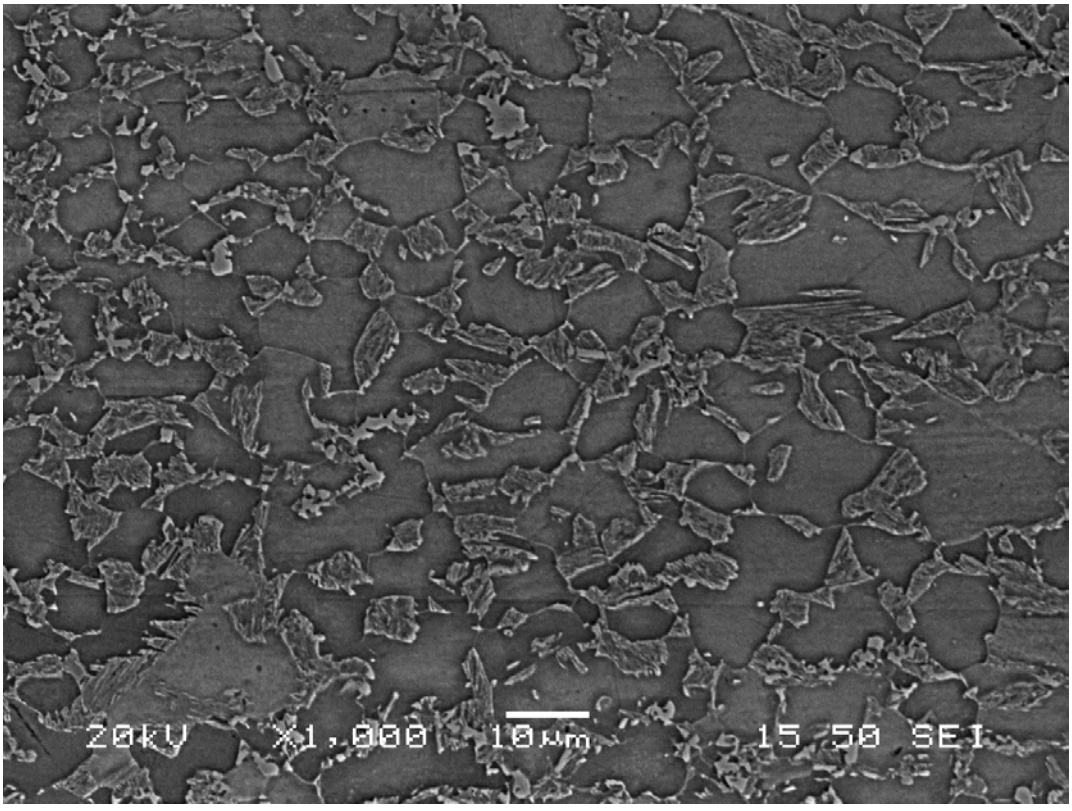
Η τεχνική της περίθλασης ακτίνων Χ ταυτοποίησε τις φάσεις του φερρίτη και του ωστενίτη. Παρατηρούμε στις μικρογραφίες πως ο μπαινίτης έχει αναπτυχθεί σε μέγιστο βαθμό μετασχηματιζόμενος από προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη και υπολειπόμενο ωστενίτη ο οποίος έχει καταναλωθεί προς την δημιουργία αυτού, καθώς το δοκίμιο παρέμεινε για μεγάλο χρονικό διάστημα στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού. Η μήτρα του υλικού παραμένει ενδοκρίσιμος φερρίτης. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης, έχει εμπλουτισθεί σε άνθρακα, λόγω της παρατεταμένης παραμονής του δοκιμίου στην μπαινιτική περιοχή, και διακρίνεται στα όρια κόκκων του μπαινίτη. Η μεγάλη διάρκεια παραμονής της μπαινιτικής βαφής και ο εμπλουτισμός του ωστενίτη σε άνθρακα δεν επιτρέπει τον μετασχηματισμό του σε μαρτενσίτη.



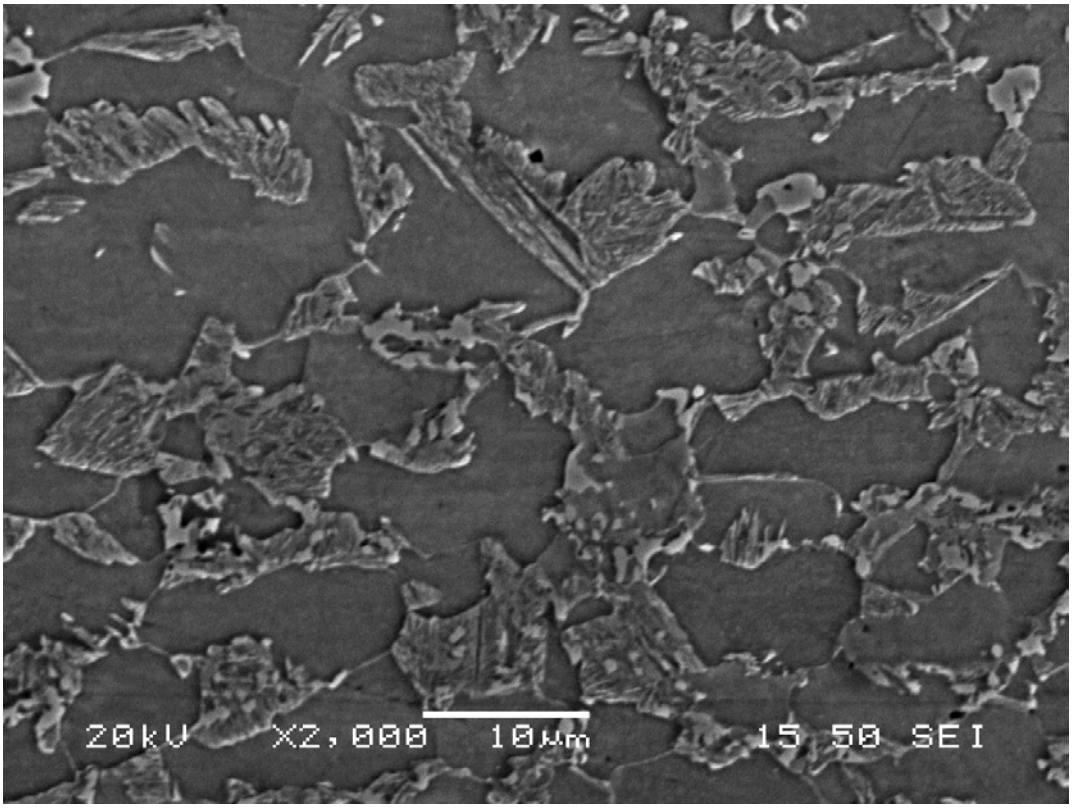
Εικόνα 123. Διάγραμμα XRD δοκιμίου C5.



Εικόνα 124. Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x500.

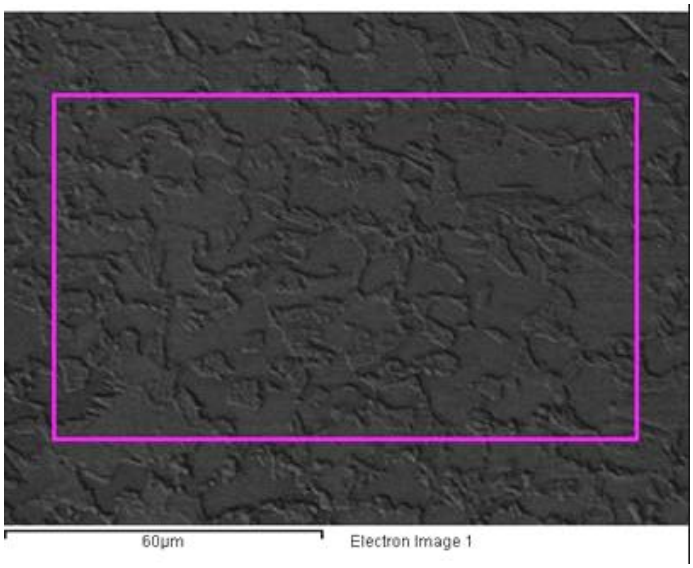


Εικόνα 125. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x1000.



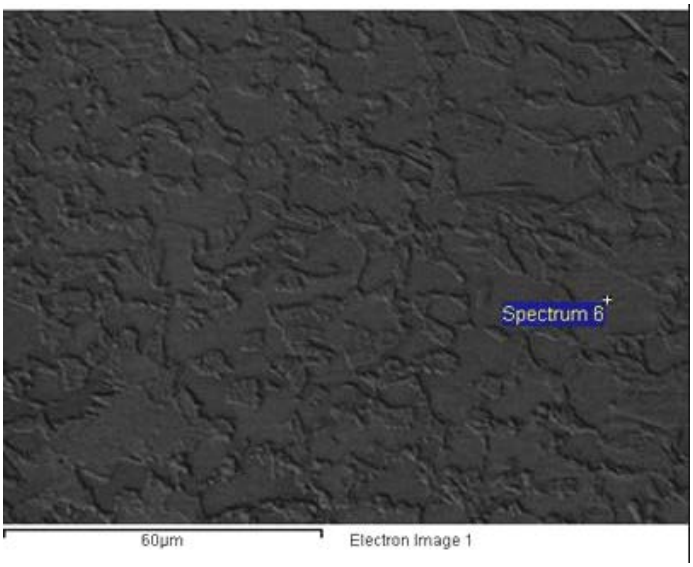
Εικόνα 126. Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) της μικροδομής του δοκιμίου C5 με μεγέθυνση x2000.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.18	4.24
Fe K	97.82	95.76
Totals	100.00	



Πίνακας 32 - Εικόνα 127. Μικροανάλυση (EDS) του συνόλου της δομής του δοκιμίου C5.

Element	Weight%	Atomic%
Si K	2.09	4.07
Mn K	1.68	1.67
Fe K	96.23	94.26
Totals	100.00	



Πίνακας 33 - Εικόνα 128. Σημειακή μικροανάλυση (EDS) φερριτικού κόκκου του δοκιμίου C5.

5.2 Μηχανικές Ιδιότητες

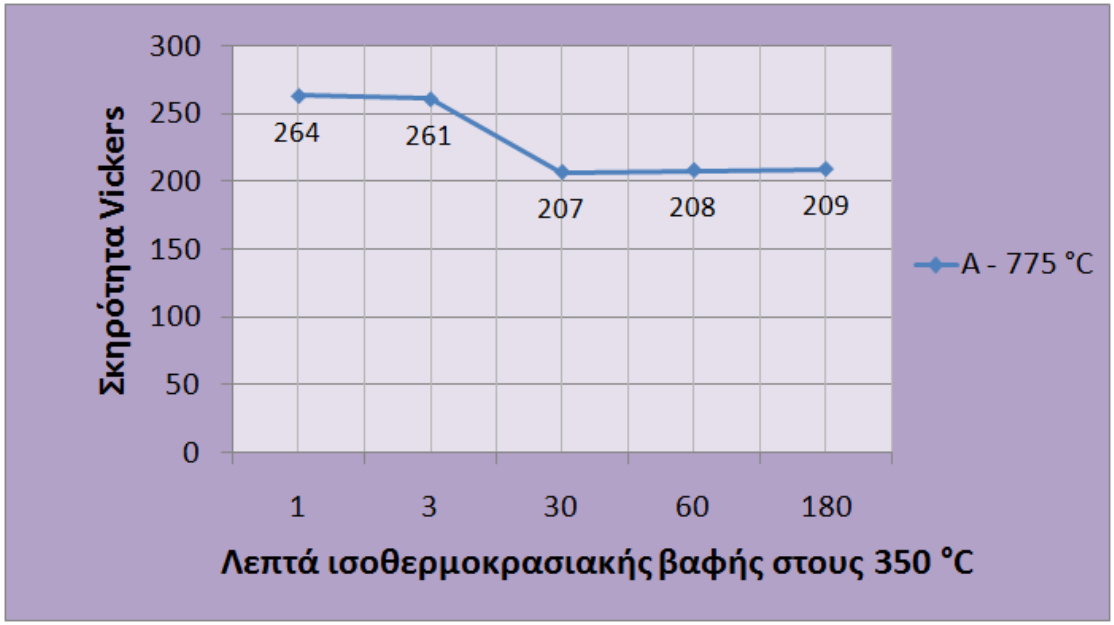
Για την μέτρηση των μηχανικών ιδιότητων, όλα τα δοκίμια υποβλήθηκαν σε σκληρομέτρηση με την μέθοδο Vickers. Στόχος αυτής ήταν να διαπιστωθούν οι διαφορές που θα είχαν επιφέρει οι θερμικές κατεργασίες που έγιναν σε κάθε δοκίμιο. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στους παρακάτω πίνακες.

Όνομα Δοκιμίου	HV (σκληρότητα)	SD (τυπική απόκλιση)
A1	264	±5,68
A2	261	±5,82
A3	207	±7,8
A4	208	±4,55
A5	209	±2,97
B1	187	±5,83
B2	184	±7,48
B3	179	±7,66
B4	179	±5,14
B5	174	±8,37
C1	290	±15,17
C2	279	±12,84
C3	241	±16,14
C4	281	±14,54
C5	259	±6,74
D - AR	180	±3,94

Πίνακας 34. Μέσος όρος και τυπική απόκλιση σκληρότητας όλων των δοκιμίων

Το δοκίμιο αναφοράς D έχει μέση σκλήρότητα 180 HV με τυπική απόκλιση από την μέση τιμή ±3,94. Η τιμή αυτή είναι αναμενόμενη καθώς όπως είδαμε και παραπάνω, το δοκίμιο αποτελείται κυρίως απο φερρίτη. Επίσης η αργή απόψυξη που ακολουθήθηκε για τον σχηματισμό της αρχικής φερριτικής - περλιτικής δομής, έδωσε ένα χονδρόκοκκο περλίτη άρα και με μικρότερη σκληρότητα.

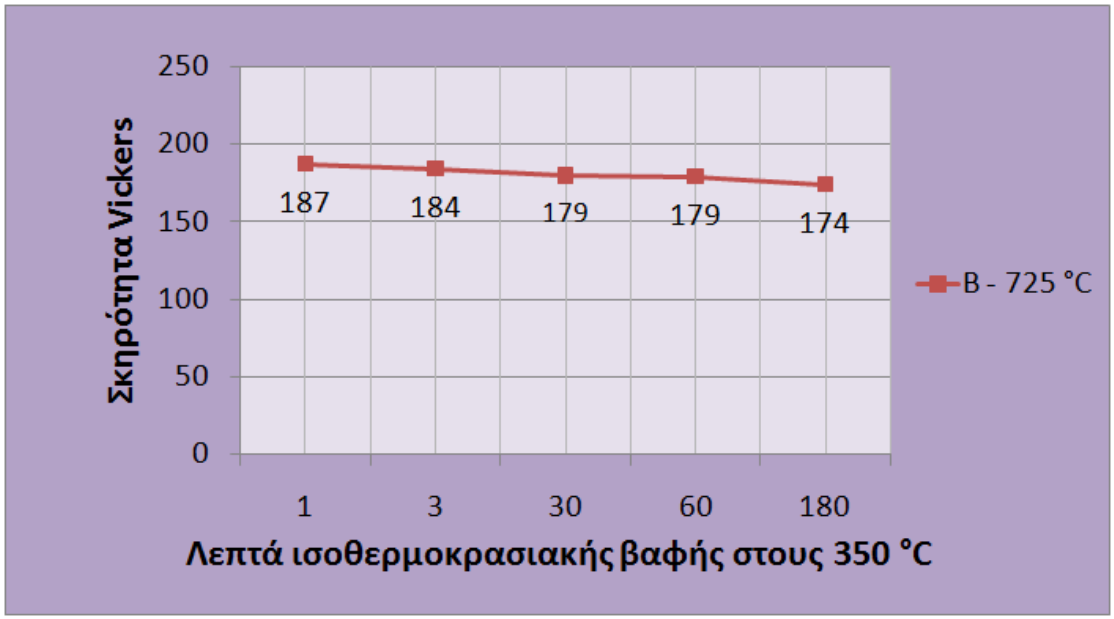
Ακολουθεί το συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 ^{o}C.



Εικόνα 129. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 775 °C.

Παρατηρούμε πως η σκληρότητα του υλικού, με το πέρας του χρόνου παραμονής στην μπαινιτική περιοχή, μειώνεται μέχρι και τα 30 λεπτά στους 350 °C. Από εκείνο το σημείο, όπου ο μπαινίτης έχει σχηματισθεί, παρουσιάζεται μία ελάχιστη αύξηση στην σκληρότητα, αποτέλεσμα της αύξησης του κλάσματος όγκου του μπαινίτη. Στους πρώτους χρόνους (1 και 3 λεπτά) η υψηλότερη τιμή σκληρότητας οφείλεται στην παρουσία του ωστενίτη, πρωτού αναλωθεί στον σχηματισμό του μπαινίτη, που βάφτηκε σε μαρτενσίτη.

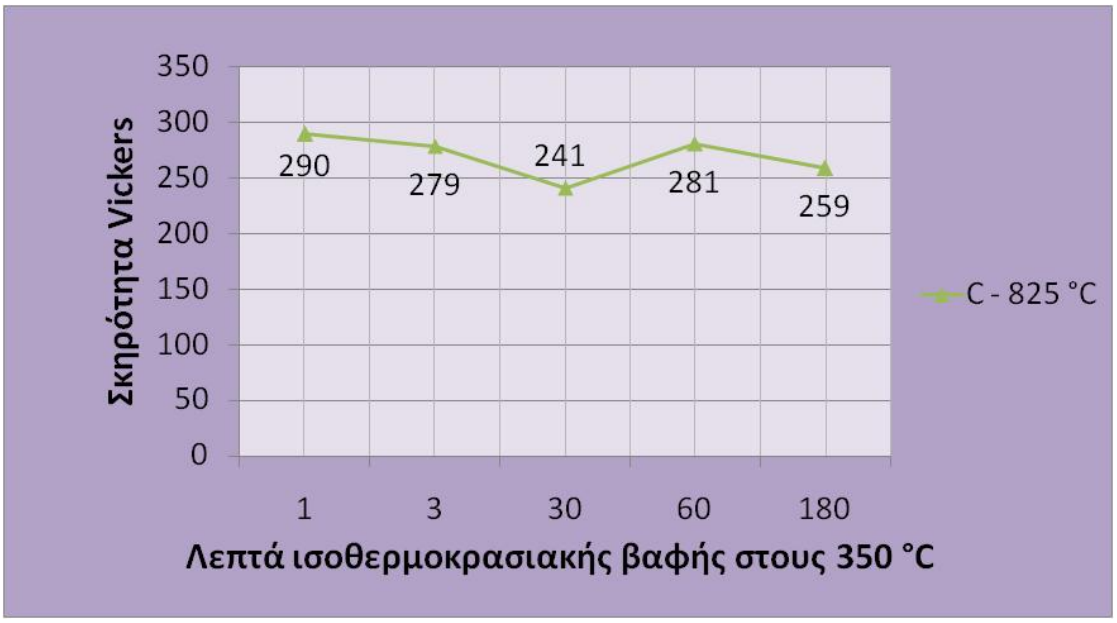
Ακολουθεί το συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C.



Εικόνα 130. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 725 °C.

Χαρακτηριστικό του παραπάνω διαγράμματος είναι πως οι τιμές της σκληρότητας έχουν μικρές διαφορές. Όπως είδαμε και στις μικρογραφίες, στα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 ^{o}C, δεν μετασχηματίσθηκε πλήρως ο περλίτης που βρισκόταν στην αρχική δομή καθώς και ο ωστενίτης απο την ενδοκρίσιμη ανόπτηση δεν είχε αναπτυχθεί παρά σε ελάχιστο βαθμό. Επομένως οι τιμές της σκληρότητας είναι παρόμοιες με την μέση τιμή του δοκιμίου αναφοράς. Για μικρούς χρόνους παραμονής το δοκίμιο παρουσιάζει μία μικρή αύξηση στις τιμές σκληρότητας, αποτέλεσμα της παρουσίας μαρτενσίτη. Παρατηρούμε επίσης μια μικρή σταδιακή πτώση της σκληρότητας από τον πρώτο προς τον τελευταίο χρόνο βαφής, καθώς από τον αρχικό ωστενίτη που βάφοταν σε μαρτενσίτη, καταλήγουμε σε υπολειπόμενο ωστενίτη με μικρότερη σκληρότητα.

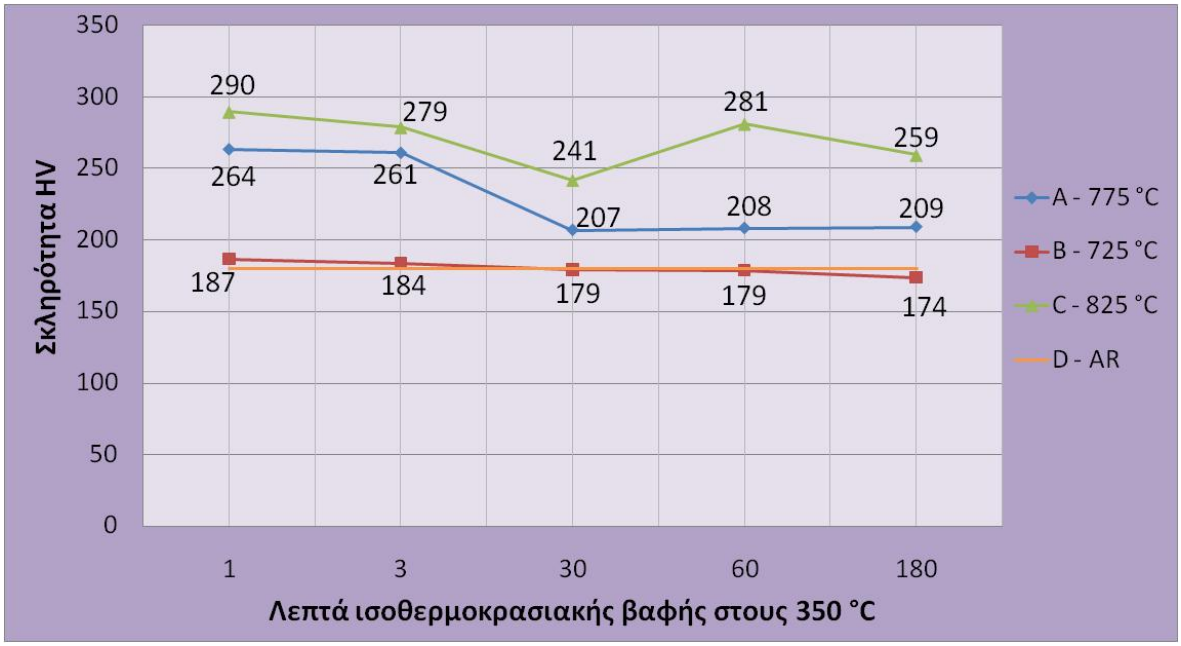
Ακολουθεί το συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 ^{o}C.



Εικόνα 131. Συγκριτικό διάγραμμα σκληρότητας για τα δοκίμια με ανόπτηση στους 825 ^{o}C.

Σύμφωνα με το διάγραμμα, σε μικρούς χρόνους παραμονής (1 και 3 λεπτά) τα δοκίμια έχουν αυξημένη σκληρότητα, αποτέλεσμα της παρουσίας του μαρτενσίτη, η οποία μειώνεται στην συνέχεια. Τα δοκίμια C3 και C5 ακολουθούν την πορεία του σχηματισμού του μπαινίτη, δηλαδή καθώς προχωρά ο μετασχηματισμός του, αυξάνεται η σκληρότητα. Στο δοκίμιο των 60 λεπτών παρατηρείται μία απότομη αύξηση στην σκληρότητα, αποτέλεσμα της αλλοίωσης και διόγκωσης του μπαινίτη.

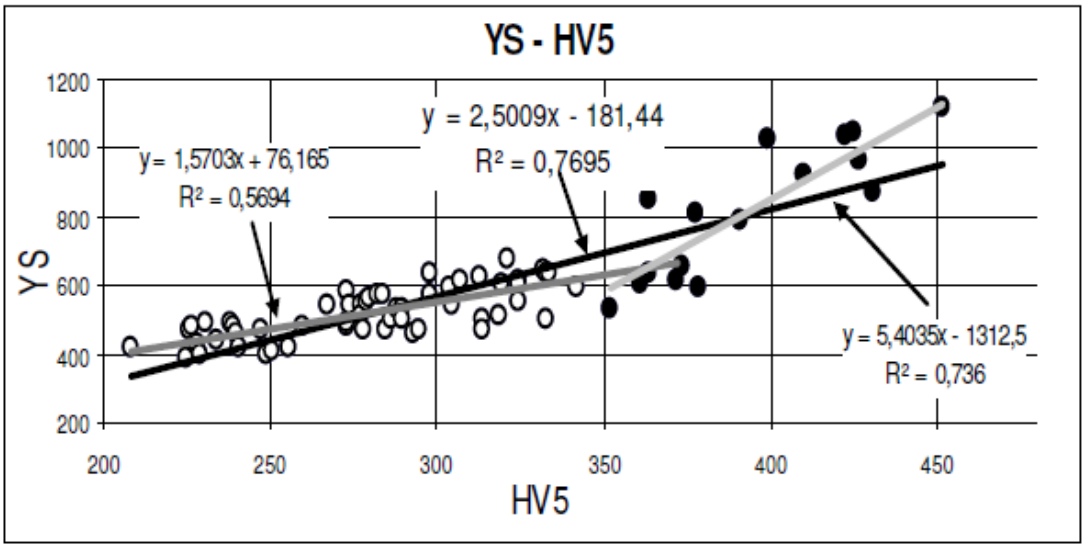
Το διάγραμμα που ακολουθεί είναι συγκριτικό και για τις τρεις θερμοκρασίες ανόπτησης:



Εικόνα 132. Συγκριτικό διάγραμμα σκληροτήτων.

Με βάση την τιμή της σκληρομέτρησης, υπάρχουν δύο σχέσεις που μπορούν να υπολογίσουν το όριο διαρροής και το όριο θράυσης αντίστοιχα. Οι σχέσεις αυτές υπολογίστηκαν προσεγγιστικά απο έρευνα του Gasko και Rosenberg για χάλυβες DP (Dual Phase). Για το όριο διαρροής η σχέση είναι η παρακάτω:

$$y = 1{,}5703*x + 76{,}165 \text{ (a) [134]}$$

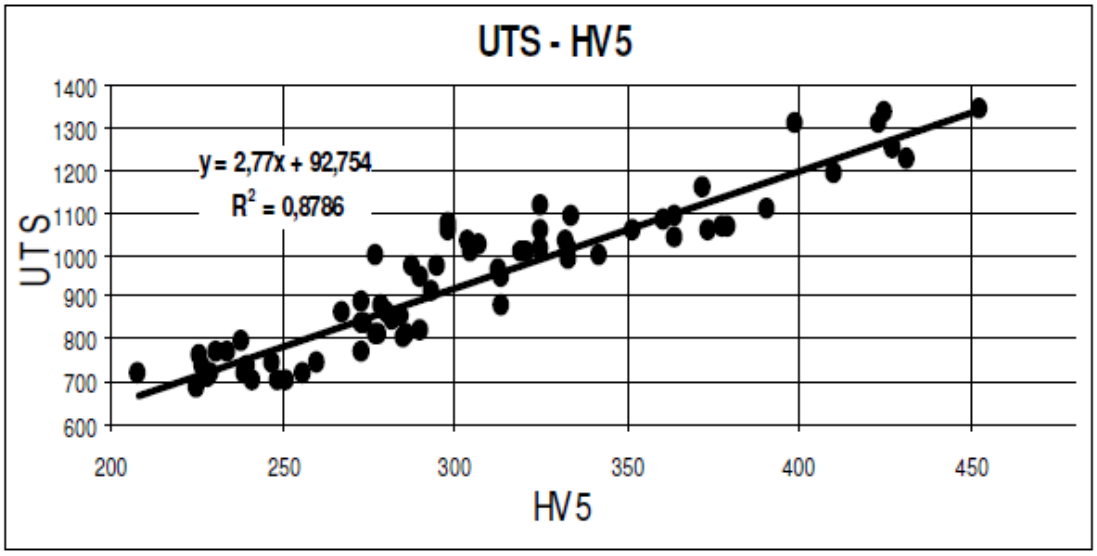


Εικόνα 133. Καμπύλες σχέσης σκληρότητας - ορίου διαρροής. [134]

Όπου
y = όριο διαρροής (MPa)
x = σκληρότητα χάλυβα

Η χρησιμοποίηση της σχέσης αυτής αναφέρεται για τιμές σκληρότητας μέχρι ≈350 MPa και χρησιμοποιούμε αυτή διότι σε κανένα δοκίμιο δεν παρουσιάστηκε σκληρότητα μεγαλύτερη από 300 MPa. Η σχέση μεταξύ σκληρότητας και ορίου θραύσης ειναι η παρακάτω:

$$y = 2{,}77*x + 92{,}754 \text{ (b) [134]}$$



Εικόνα 134. Καμπύλες σχέσης σκληρότητας - ορίου θραύσης. [134]

Όπου
y = όριο διαρροής (MPa)
x = σκληρότητα χάλυβα

Εδώ πρέπει να τονιστεί πως οι σχέσεις αυτές αναφέρονται σε χάλυβες DP (Dual Phase) και όχι σε χάλυβες TRIP. Ωστόσο μπορούν να μας δώσουν μία εικόνα για το όριο διαρροής και θραύσης του υλικού καθώς οι χάλυβες αυτοί έχουν κοινά χαρακτηριστικά με του χάλυβες TRIP. Σύμφωνα με τον παραπάνω πίνακα 35 και την σχέση (a) και (b) υπολογίζουμε τα όρια διαρροής και θραύσης του κάθε δοκιμίου:

Όνομα Δοκιμίου	HV (σκληρότητα)	Όριο διαρροής (YS) σε MPa	Όριο θραύσης (TS) σε MPa
A1	264	490	822,8
A2	261	486,11	816
A3	207	401	665,7
A4	208	403	669,4
A5	209	404,5	671,9

B1	187	369,3	609,8
B2	184	364,6	601,6
B3	179	357,5	589,1
B4	179	356,9	587,9
B5	174	349	574
C1	290	530,8	894,7
C2	279	513,6	864,4
C3	241	455,2	761,4
C4	281	517,4	871,1
C5	259	482,9	810,2
D - AR	180	358,5	590,8

Πίνακας 35. Όρια διαρροής και θραύσης σε σχέση με την σκληρότητα των δοκιμίων

Οι παραπάνω σχέσεις έδωσαν προσεγγιστικές τιμές που μπορεί να κυμαίνονται τα δοκίμια του χάλυβα TRIP, πάντως δεν αντικατοπτρίζουν τις πραγματικές. Είναι προφανές πως όσο μεγαλώνει η σκληρότητα κάθε δοκιμίου αυξάνει και το όριο διαρροής και θραύσης. Όμως για την πλήρη και ορθή μέτρηση των αντοχών εφελκυσμού κάθε δοκιμίου θα πρέπει να πραγματοποιηθούν δοκιμές εφελκυσμού ώστε να βρεθεί το πραγματικό όριο διαρροής και θράυσης.

6 ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Η δομή των δοκιμίων χάλυβα TRIP 800 χαρακτηρίζεται από τις φάσεις, ενδοκρίσιμο φερρίτη, μπαινίτη (μικρογραφικό συστατικό) και υπολειπόμενο ωστενίτη. Ο περλίτης (μικρογραφικό συστατικό) εμφανίζεται μόνο στα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C καθώς δεν πρόλαβε να μετασχηματισθεί πλήρως κατά την ανόπτηση των δοκιμίων στην διφασική περιοχή (α + γ). Τα δοκίμια αυτά δεν παρουσιάζουν στην δομή τους μπαίνίτη. Ο μαρτενσίτης έχει σχηματισθεί στα δοκίμια με μικρή διάρκεια ισοθερμοκρασιακής βαφής, δηλαδή στα δοκίμια $1^{ος}$ και $3^{ων}$ λεπτών, ανεξαρτήτως θερμοκρασίας ανόπτησης. Σε μεγαλύτερους χρόνους βαφής, ο ωστενίτης σταθεροποιείται κυρίως λόγω του εμπλουτισμού του σε άνθρακα αλλά και των κραματικών προσθηκών, όπου αποτρέπουν τον σχηματισμό του μαρτενσίτη, όπως το μαγγάνιο ως γ - φερογόνο στοιχείο αλλά το κλάσμα όγκου του μειώνεται.

6.1 Αποτελέσματα περίθλασης ακτίνων Χ

Η περιθλασιμετρία ακτίνων Χ βοήθησε στην ταυτοποίηση των φάσεων των δοκιμίων. Όλα τα δοκίμια, ανεξαρτήτως θερμικής κατεργασίας, έδωσαν όμοια αποτελέσματα ως προς ποιές φάσεις εμφανίζονται σε αυτά. Οι φάσεις αυτές ήταν φερρίτης και ωστενίτης. Φυσικά, όλα τα δοκίμια είχαν διαφορές στην ένταση των κορυφών ανάλογα με τη θερμική κατεργασία. Ωστόσο, είχαν τις ίδιες κορυφές για τις φάσεις που ταυτοποιούνταν. Οι πληροφορίες που δίνονται απο το XRD είναι λίγες, κυρίως για τον ωστενίτη. Ο φερρίτης εμφανίζεται με 4 κορυφές, με διευθύνσεις (110), (200), (211) και (220). Όμως οι μικρές διαφορές της έντασης των κορυφών για δοκίμια με διαφορετική ενδοκρίσιμη ανόπτηση δεν επιτρέπουν την ασφαλή σύγκριση μεταξύ τους για εξαγωγή ικανοποιητικών αποτελεσμάτων. Σε αντίθεση, ο ωστενίτης εμφανίζεται στα διαγράμματα με μόνο μία κορυφή με διεύθυνση (111). Η ένταση της κορυφής είναι αρκετά μικρή για όλα τα δοκίμια και λόγω της θέσης που εμφανίζεται, ακριβώς δίπλα στην κορυφή του φερρίτη με διεύθυνση (110), δεν μπορούν να εξαχθούν αποτελέσματα για το κλάσμα όγκου του ωστενίτη. Στο συγκεκριμένο υλικό, η περίθλαση ακτίνων Χ μπορεί να χρησιμοποιηθεί μόνο για την σύγκριση των διαφορών της έντασης των κορυφών του φερρίτη καθώς και σαν συγκριτική τεχνική παράλληλα με άλλες μεθόδους για την εξαγωγή αποτελεσμάτων.

6.2 Αποτελέσματα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM)

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) αποτέλεσε μία απο τις βασικές μεθόδους για την ανάλυση και σύγκριση των δοκιμίων χάλυβα TRIP. Σε όλα τα δοκίμια πάρθηκαν οι κατάλληλες μικρογραφίες για την πλήρη αναγνώριση όλων των φάσεων που βρίσκονταν σε αυτά. Τα όρια των φάσεων ηταν ευδιάκριτα και έτσι οι φάσεις μπορούσαν να διαχωριστούν και αναγνωριστούν. Ωστόσο η μεγάλη διάρκεια παραμονής των δοκιμίων στην μπαινιτική περιοχή αλλόιωνε την μικροδομή και τα όρια δεν εμφανίζονταν, όπως στο δοκίμιο B5 (180 min). Όλα τα δοκίμια χαρακτηρίζονται απο την μήτρα του ενδοκρίσιμου φερρίτη όπου δεν μετασχηματίζεται κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση και είναι εύκολα διακριτός. Στα όρια αυτού σχηματίζεται ο ωστενίτης. Ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη στα δοκίμια με μικρή διάρκεια (1 και 3 min) μπαινιτικής βαφής καθώς δεν μπορεί να σταθεροποιηθεί. Η φάση του μαρτενσίτη δεν παρουσιάζει διαφορετική μορφολογία από τον ωστενίτη ωστόσο η θερμική κατεργασία δεν επιτρέπει την παρουσία ωστενίτη στα συγκεκριμένα δοκίμια παρά σε ελάχιστο ποσοστό. Για τους υπόλοιπους χρόνους παραμονής (30, 60 και 180 min), ο ωστενίτης σταθεροποιείται και εμφανίζεται με την ίδια μορφολογία, με διαφορετική όμως αντίθεση. Η χημική προσβολή βοηθάει λίγο στον διαχωρισμό μαρτενσίτη και υπολειπόμενου ωστενίτη καθώς αντιδρούν διαφορετικά. Παρατηρούμε πως κάποιοι κόκκοι φερρίτη, ενώ έχουν όμοια μορφολογία με τον ενδοκρίσιμο φερρίτη, διαφέρουν ως προς αυτόν. Πρόκειται για τον προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη, μετασχηματιζόμενος απο ωστενίτη. Από την θερμοκρασία ανόπτησης εως την ισοθερμοκρασιακή βαφή ένα ποσοστό του ωστενίτη, το οποίο δεν εμπλουτίζεται σε άνθρακα, μετασχηματίζεται σε προευτηκτοειδή φερρίτη ο οποίος στην συνέχεια θα σχηματίσει τον μπαινίτη, μαζί με τον υπερκορεσμένο σε C ωστενίτη. Ο μπαινίτης που σχηματίζεται στην συνέχεια λόγω της μετακίνησης των ορίων α-γ-α διακρίνεται χάρη στην χαρακτηριστική του μορφολογία. Στα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C διακρίνουμε και την δομή του περλίτη. Άλλες στοιχεία που συλλέχθηκαν από την ηλεκτρονική μικροσκοπία είναι απο τις μικρογραφίες με την χρήση οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Οι μικρογραφίες αυτές δίνουν πληροφορίες για την κατανομή των στοιχείων και σε όλα τα δοκίμια δεν παρατηρήθηκε συγκέντρωση στοιχείων με μορφή κατακριμνήσματος. Παράλληλα με τις μικρογραφίες του SEM χρησιμοποιήθηκε και η τεχνική του EDS, για την ποσοτική ανάλυση χημικών στοιχείων στο υλικό. Τα στοιχεία που αναγνωρίστηκαν είναι σίδηρος, μαγγάνιο και πυρίτιο. Άλλα στοιχεία κάτω του 1% κ.β. δεν αναγνωρίζονται με την τεχνική αυτή. Σε τοπικές μικροαναλύσεις σε κόκκους

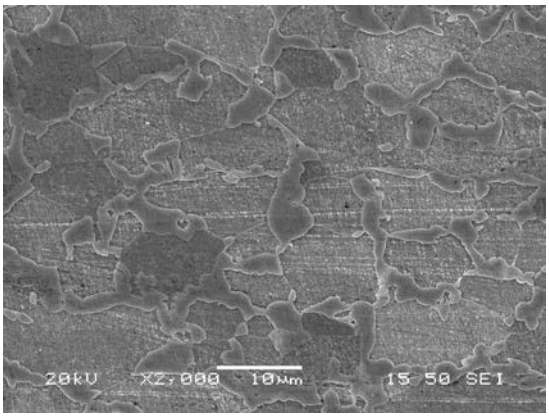
ενδοκρίσιμου φερρίτη το ποσοστό του πυριτίου (α - φερογόνο) ήταν αυξημένο (>1,67% κ.β. έναντι του αρχικού υλικού) και του μαγγανίου μειωμένο. Αντίθετα, οι κόκκοι ωστενίτη και μαρτενσίτη παρουσίαζαν αυξημένο ποσοστό μαγγανίου (>1,33% κ.β. έναντι του αρχικού υλικού) και μειωμένο πυριτίου. Με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) μπορούν να αναγνωριστούν όλες οι φάσεις που έχουν αναπτυχθεί επαρκώς στη μικροδομή των δοκιμίων χάλυβα TRIP.

6.3 Αποτελέσματα σκληρομέτρησης

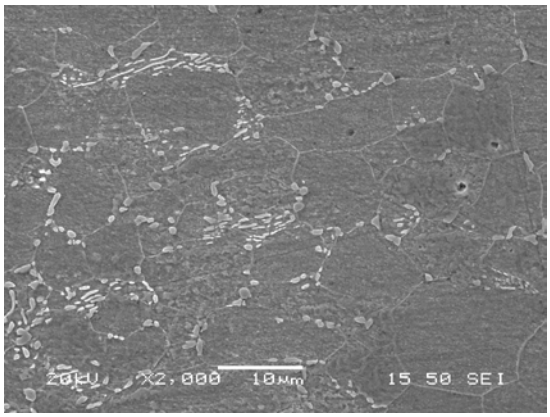
Η σκληρομέτρηση αποτέλεσε την μοναδική μέθοδο για την μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων. Επιλέχθηκε αυτή η τεχνική για τον λόγο, πως αποτελεί την απλούστερη μέθοδο για την μέτρηση αυτών. Σε όλα τα δοκίμια πάρθηκαν ίσες μετρήσεις (12) και υπολογίστηκε ο μέσος όρος καθώς και η τυπική απόκλιση των της μέσης τιμής. Χαρακτηριστικό όλων των δοκιμίων είναι πως οι τιμές της μέτρησης στα άκρα του δοκιμίου διέφεραν ώς προς το μέσο αυτού, δίνοντας μεγαλυτερες τιμές. Αυτό το φαινόμενο ίσως προέρχεται από απανθράκωση κατά την θερμική κατεργασία. Αυτές οι ακραίες τιμές αποκλείστηκαν από το μέσο όρο για καλύτερα αποτελέσματα. Γενική παρατήρηση αποτελεί πως για μεγαλύτερη θερμοκρασία ενδοκρίσιμης ανόπτησης η σκληρότητα του υλικού αυξάνεται, καθώς αυξάνεται το κλάσμα όγκου του ωστενίτη και των προϊόντων του, αφού αποτελούν σκληρότερες φάσεις από τον φερρίτη. Στα δοκίμια με 1 και 3 λεπτά μπαινιτικής βαφής η σκληρότητα ήταν αυξημένη λόγω της παρουσίας του μαρτενσίτη και στην συνέχεια μειωνόταν. Η πτώση αυτή επιβεβαιώνει πως ο ωστενίτης δεν μετασχηματίζεται πια σε μαρτενσίτη αλλά παραμένει ως υπολειπόμενος. Από τα 30 λεπτά παραμονής και μετά, οι τιμές της σκληρότητας παρουσίαζαν μία μικρή αύξηση, παράλληλα με την αύξηση στο κλάσμα όγκου του μπαινίτη που σχηματιζόταν. Στα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C λόγω της έλλειψης σχηματισμού του μπαινίτη, η σκληρότητα μειωνόταν συνέχώς με την αύξηση της διάρκειας ισοθερμοκρασιακής βαφής. Από τις τιμές της σκληρομέτρησης υπολογίστηκαν προσεγγιστικά, με την βοήθεια τύπου που συνδέει το όριο διαρροής με την σκληρότητα, οι τιμές του όρίου διαρρόης. Ωστόσο δεν αντικαθιστούν σε καμία περίπτωση τις πραγματικές τιμές που θα έδινε ο εφελκυσμός των δοκιμίων. Τα συνδυασμένα αποτελέσματα σκληρομέτρησης και εφελκυσμού θα προσδιορίσουν σε μεγάλο βαθμό τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού.

6.4 Επίδραση θερμοκρασίας ενδοκρίσιμης ανόπτησης στην τελική μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες

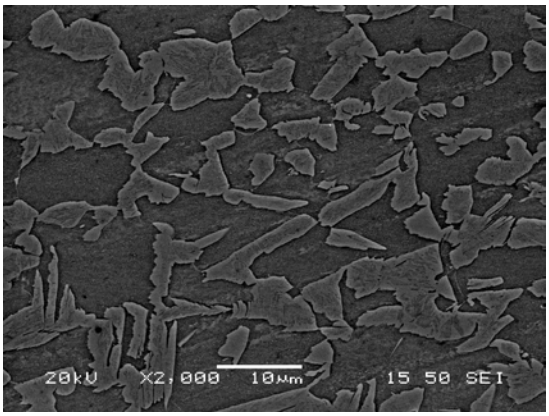
Οι θερμοκρασίες που είχαν επιλεχθεί αρχικά για την ανόπτηση των δοκιμίων ήταν 775 °C (δοκίμια με ονομασία Α) και 725 °C (δοκίμια με ονομασιά Β). Ωστόσο στην συνέχεια επιλέχθηκε μία ακόμα θερμοκρασία ανόπτησης, 825 °C (δοκίμια με ονομασία C) για την πληρέστερη σύγκριση αποτελεσμάτων. Ανεξαρτήτως θερμοκρασίας, όλα τα δοκίμια ανοπτήθηκαν για 15 λεπτά, χρόνος που κρίθηκε ικανός για την πλήρη θέρμανση και ανακρυστάλλωση των δοκιμίων καθώς έχουν μικρές διαστάσεις. Για την ανάλυση αυτή, συγκρίνουμε τις μικρογραφίες από τα δοκίμια A1, B1 και C1, τα οποία έχουν την ελάχιστη παραμονή στην μπαινιτική περιοχή και δίνουν περισσότερες πληροφορίες για τις διαφορές της θερμοκρασίας ενδοκρίσιμης ανόπτησης.



Εικόνα 135. Δοκίμιο A1



Εικόνα 136. Δοκίμιο A1



Εικόνα 137. Δοκίμιο C1

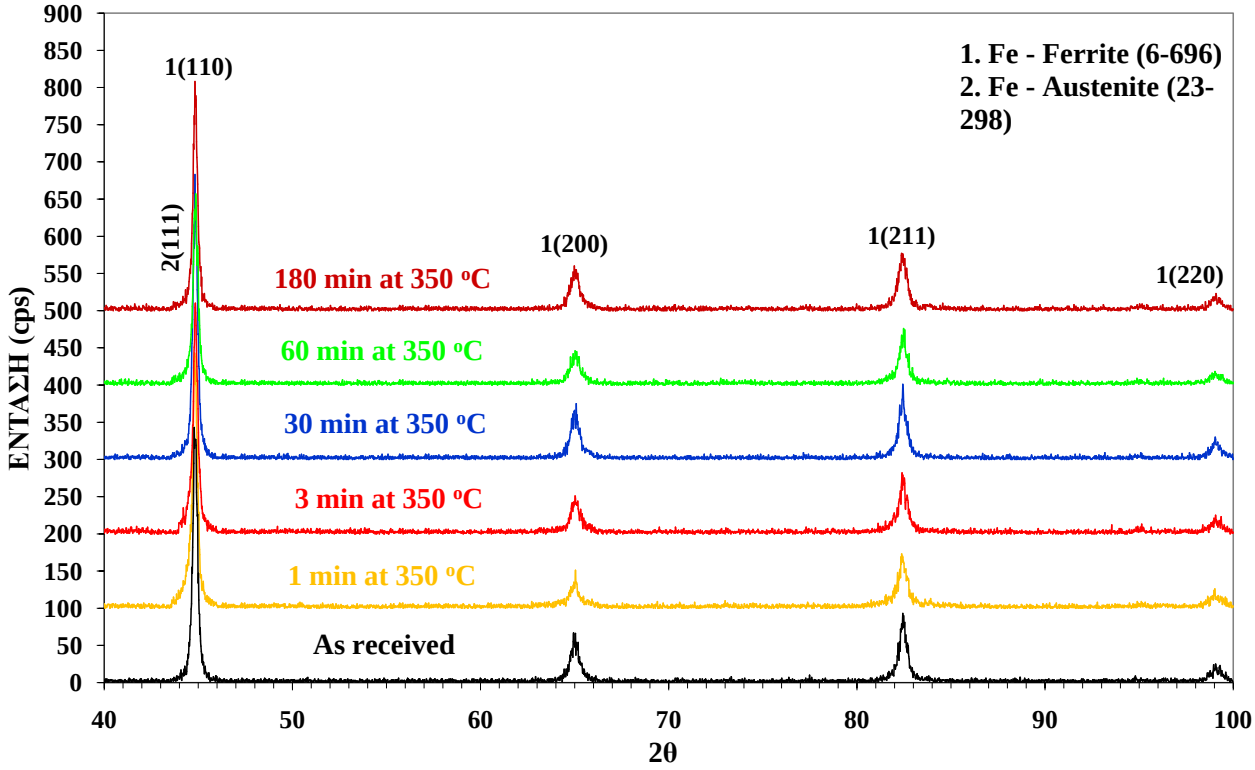
Άμεση παρατήρηση είναι πως στα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C δεν έχει ολοκληρωθεί ο μετασχηματισμός του περλίτη και πως η ανάπτυξη του ωστενίτη είναι ελάχιστη. Σε αντίθεση στις άλλες δύο θερμοκρασίες ανόπτησης, ο περλίτης έχει

μετασχηματισθεί πλήρως και η φάση του ωστενίτη έχει εμφανιστεί. Από το δοκίμιο Α1 παρατηρούμε πως κάποιοι κόκκοι φερρίτη, ενώ έχουν όμοια μορφολογία με τον ενδοκρίσιμο φερρίτη, διαφέρουν ως προς αυτόν. Πρόκειται για τον προευτηκτοειδή επιταξιακό φερρίτη, μετασχηματιζόμενος απο ωστενίτη (διαφορετική αντίθεση). Ο ωστενίτης που έχει σχηματισθεί, έχει βαφτεί σε μαρτενσίτη. Η δομή του δοκιμίου είναι κυρίως διφασική, φερριτική - μαρτενσιτική. Στο δοκίμιο C1 ο σχηματισμός του ωστενίτη, από την διφασική περιοχή, είναι εντονότερος σε σχέση με τα άλλα δύο δοκίμια. Και σε αυτό το δοκίμιο, ο ωστενίτης έχει μετασχηματισθεί σε μαρτενσίτη, προτού προλάβει να σταθεροποιηθεί, και πάλι η δομή αποτελείται από δύο φάσεις, φερρίτη και μαρτενσίτη. Όσο μεγαλύτερη θερμοκρασία ανόπτησης, τόσο μεγαλύτερο το κλάσμα όγκου του ωστενίτη. Γενικά, παρατηρούμε πως η μικροδομή διαμορφώνεται, και έχει άμεση σχέση, ανάλογα με την θερμοκρασία ανόπτησης. Μεγαλύτερη θερμοκρασία θα δώσει μεγαλύτερο κλάσμα όγκου ωστενίτη και τελικά μπαινίτη. Οι μηχανικές ιδιότητες επηρεάζονται και αυτές από την θερμοκρασία ανόπτησης. Η σκληρότητα μειώνεται αισθητά όσο μειώνεται και η θερμοκρασία ανόπτησης. Αυτό συμβαίνει διότι μειώνεται και το κλάσμα όγκου του ωστενίτη που μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη καθώς και στην συνέχεια σε μπαινίτη.

6.5 Επίδραση του χρόνου παραμονής στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού στην τελική μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες

6.5.1 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 ^{o}C

Το συγκριτικό διάγραμμα του XRD για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 775 °C είναι το παρακάτω:



Εικόνα 138. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια Α1, Α2, Α3, Α4 και Α5. Φαίνονται οι αυξομειώσεις της έντασης των κορυφών για τον φερρίτη.

Οι κορυφές του φερρίτη παρουσιάζουν μία αύξηση μέχρι και τα 30 λεπτά μπαινιτικής βαφής. Από εκεί πέρα υπάρχει μία μικρή μείωση. Στις κορυφές του φερρίτη με διεύθυνση (110) δεν διακρίνεται η αύξηση αυτή ωστόσο από την σύγκριση των ξεχωριστών διαγραμμάτων του XRD επιβεβαιώνεται η αύξηση καθώς και η μείωση μετά τα 30 λεπτά (από τα 380cps πέφτει στα 260cps). Η ένταση των κορυφών του ωστενίτη είναι πολύ μικρή, επομένως δεν μπορούν να συγκριθούν μέσω του XRD οι διαφορές στο κλάσμα του όγκου του. Ο μαρτενσίτης που εμφανίζεται στις μικρογραφίες δεν μπορεί να διαβαστεί από το XRD καθώς οι κορυφές του βρίσκονται δίπλα σε αυτή του φερρίτη και έχουν μικρή ένταση.

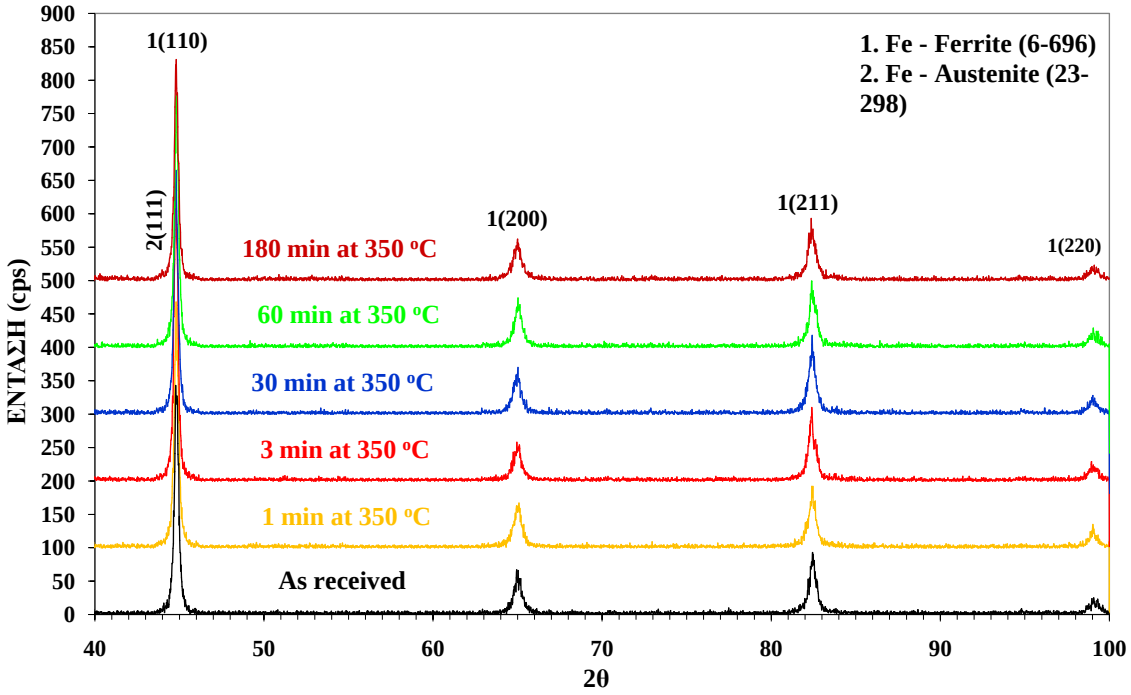
Από τις μικρογραφίες, διαπιστώνουμε τα παρακάτω:

- Η μπαινιτική δομή αναπτύσσεται από το $1^{ο}$ λεπτό παραμονής, σε ελάχιστο βαθμό, μέχρι και τα 180 λεπτά όπου έχει αναπτυχθεί πλήρως. Όμως στα 60 λεπτά παρατηρούμε πως αρχίζει να αλλοιώνεται, όπου στα 180 έχει χάσει την αρχική της μορφολογία. Αύξηση του κλάσματος όγκου του μπαινίτη, αυξάνει σε μικρή κλίμακα την σκληρότητα του υλικού.

- Ο ωστενίτης για μικρούς χρόνους (1 και 3 min) παραμονής μετασχηματίζεται στο μεγαλύτερο ποσοστό του σε μαρτενσίτη. Σε μεγαλύτερους χρόνους εμπλουτίζεται με άνθρακα που τον σταθεροποιεί και παραμένει στο υλικό ως υπολειπόμενος. Γενικά, παρουσιάζει μια σταθερή πτώση στο κλάσμα όγκου του, αποτέλεσμα του μερικού μετασχηματισμού του σε προευτηκτοειδή φερρίτη (επιταξιακός) και στην συνέχεια σε μπαινιτικό φερρίτη όπου μαζί με τον υπολειπόμενο ωστενίτη σχηματίζουν τον μπαινίτη.
- Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης δεν παρουσιάζει κάποια σημαντική αλλαγή ωστόσο στους μεγάλους χρόνους παραμονής παρουσιάζει μία αλλοίωση της μορφολογίας του, φαινόμενο των περισσότερων φάσεων. Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης είναι αυτός που δεν μετασχηματίζεται κατά την ανόπτηση του δοκιμίου.
- Σε όλα τα δοκίμια δεν παρατηρήθηκε η δημιουργία κατακρημνισμάτων ή καρβιδίων. Εξαίρεση αποτελεί το δοκίμιο Α3 όπου εμφανίστηκαν κάποια κενά στο υλικό, που μάλλον πρόκειται για αστοχίες του υλικού.
- Ο μαρτενσίτης εμφανίζεται στα δοκίμια με μικρούς χρόνους παραμονής στην μπαινιτική περιοχή. Η θερμοκρασία έναρξης του σχηματισμού του βρίσκεται ακόμα πάνω από την θερμοκρασία περιβάλλοντος και επομένως ο υπολειπόμενος ωστενίτης μετασχηματίζεται. Η παρουσία του αυξάνει την σκληρότητα των δοκιμίων.

6.5.2 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 ^{o}C

Το συγκριτικό διάγραμμα του XRD για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C είναι το παρακάτω:



Εικόνα 139. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια B1, B2, B3, B4 και B5.

Η 1η παρατήρηση από την παραπάνω σύγκριση είναι πως τα αποτελέσματα από την ταυτοποίηση των φάσεων όλων των δοκιμίων είναι παρόμοια. Ωστόσο διακρίνονται κάποιες διαφορές. Η ένταση των κορυφών του φερρίτη με διεύθυνση (110), συγκρίνοντας και τα μεμονωμένα διαγράμματα του εκάστοτε δοκιμίου, παρουσιάζει μία αύξηση από το 1ο λεπτό ως το 3ο παραμονής. Στην συνέχεια όμως μειώνεται, και επανέρχεται στην ένταση του 1ου λεπτού (30 και 60 λεπτά). Τελικά, μετά από 180 λεπτά παραμονής παρατηρούμε μία περαιτέρω πτώση της έντασης της κορυφής. Η κορυφή με διεύθυνση (211) ενώ αυξάνεται ελαφρώς η ένταση της μέχρι τα 30 λεπτά παραμονής, στην συνέχεια μειώνεται. Τέλος, η κορυφή με διεύθυνση (200), παρουσιάζει μια μικρή αύξηση της έντασης της για τους χρόνους 30 και 60 λεπτών παραμονής και η κορυφή με διεύθυνση (200) εμφανίζει μια μικρή πτώση σε όλα τα δοκίμια από το 1ο λεπτό μπαινιτικής βαφής. Η ένταση της κορυφής του ωστενίτη είναι πολύ μικρή και καθώς βρίσκεται πολύ κοντά στην κορυφή του φερρίτη είναι δυσδιάκριτη χωρίς ορατές διαφορές ανάμεσα στα δοκίμια.
Από τις μικρογραφίες παίρνουμε τις παρακάτω πληροφορίες:

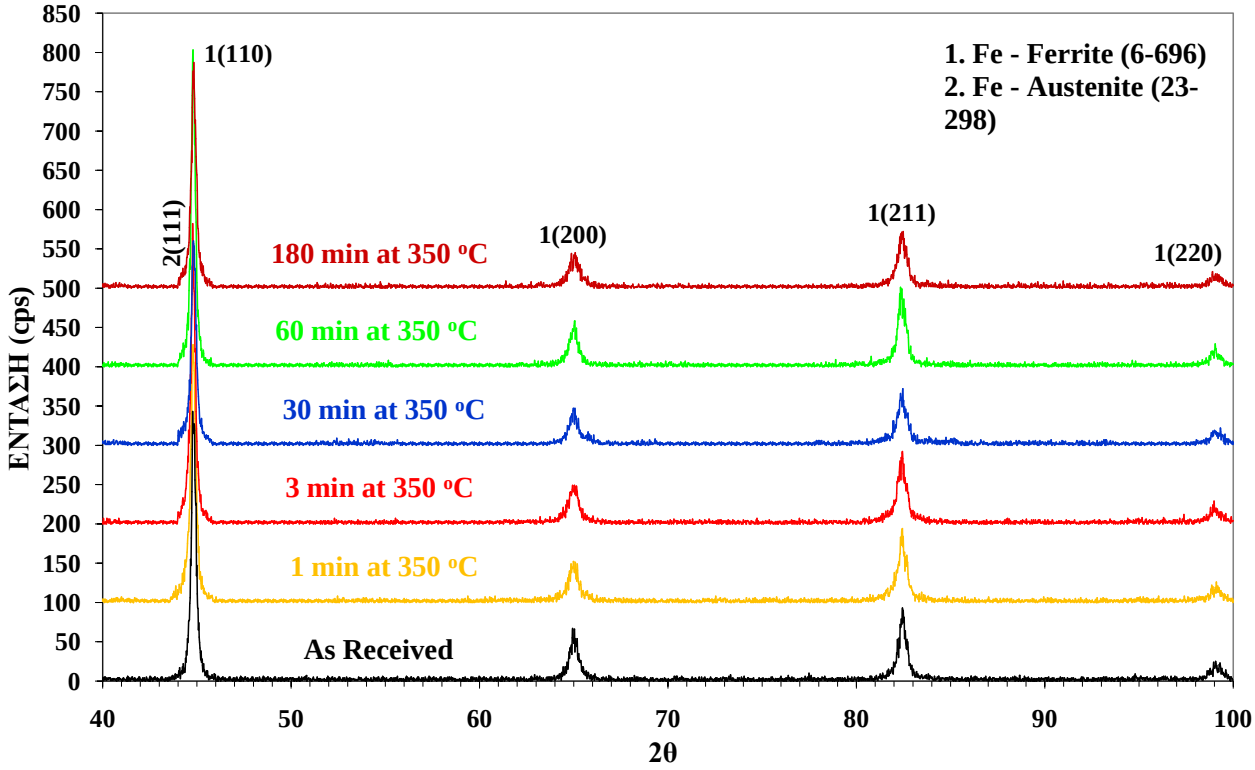
- Σε όλα τα δοκίμια δεν έχει ολοκληρωθεί ο μετασχηματισμός του αρχικού περλίτη σε ωστενίτη κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση των δοκιμίων. Η θερμοκρασία

ανόπτησης (725 °C) βρίσκεται οριακά πάνω από την ευτηκτοειδή θερμοκρασία και ένα μέρος του περλίτη έχει παραμείνει στα δοκίμια. Ο περλίτης δεν παρουσιάζει κάποια μεταβολή με την αύξηση του χρόνου παραμονής στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού, ωστόσο στο δοκίμιο B5 (350 °C - 180 min) δεν εμφανίζεται καθαρά η μορφολογία του σε σχέση με τους άλλους χρόνους.

- Ο ωστενίτης, όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, έχει αναπτυχθεί σε μικρό βαθμό. Παρατηρούμε πως σε όλα τα δοκίμια το κλάσμα όγκου του δεν μεταβάλλεται. Ωστόσο για τους χρόνους παραμονής 1 και 3 λεπτά έχει μετασχηματισθεί σε μαρτενσίτη καθώς δεν πρόλαβε να σταθεροποιηθεί.
- Μαρτενσιτική δομή παρατηρούμε κυρίως στα δοκίμια B1 και B2. Σε αυτά, δεν υπήρξε ο κατάλληλος χρόνος για τον εμπλουτισμό του ωστενίτη σε άνθρακα για την σταθεροποίηση του καθώς και η θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού βρισκόταν πάνω από την θερμοκρασία περιβάλλοντος. Ο ωστενίτης που μετασχηματίσθηκε σε μαρτενσίτη, αύξησε την σκληρότητα αυτών των δοκιμίων, σε πολύ μικρή κλίμακα βέβαια λόγω του μικρού κλάσματος όγκου.
- Ο ενδοκρίσιμος φερρίτης είναι η φάση με την μεγαλύτερη ανάπτυξη στα δοκίμια με ανόπτηση στους 725 °C. Αυτό συμβαίνει λόγω του ατελούς μετασχηματισμού του περλίτη σε ωστενίτη. Δεν παρουσιάζει σημαντικές αλλαγές ως προς το ποσοστό του, σε όλους τους χρόνους παραμονής. Στο δοκίμιο με παραμονή για 180 λεπτά στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού, η μορφολογία του αρχίζει να αλλοιώνεται και δεν διακρίνονται εμφανώς τα όρια μεταξύ των κόκκων.
- Για όλους τους χρόνους παραμονής δεν εμφανίζεται μπαινιτική δομή στα δοκίμια με ανόπτηση 725 °C. Ο μπαινίτης των χαλύβων TRIP, προέρχεται από μετακίνηση των ορίων α-γ-α των φάσεων, επομένως είναι απαραίτητη η παρουσία ωστενίτη στην θερμοκρασία μπαινιτικής βαφής. Ωστόσο λόγω της ελάχιστης ανάπτυξης αυτού, μπαινίτης δεν σχηματίζεται.

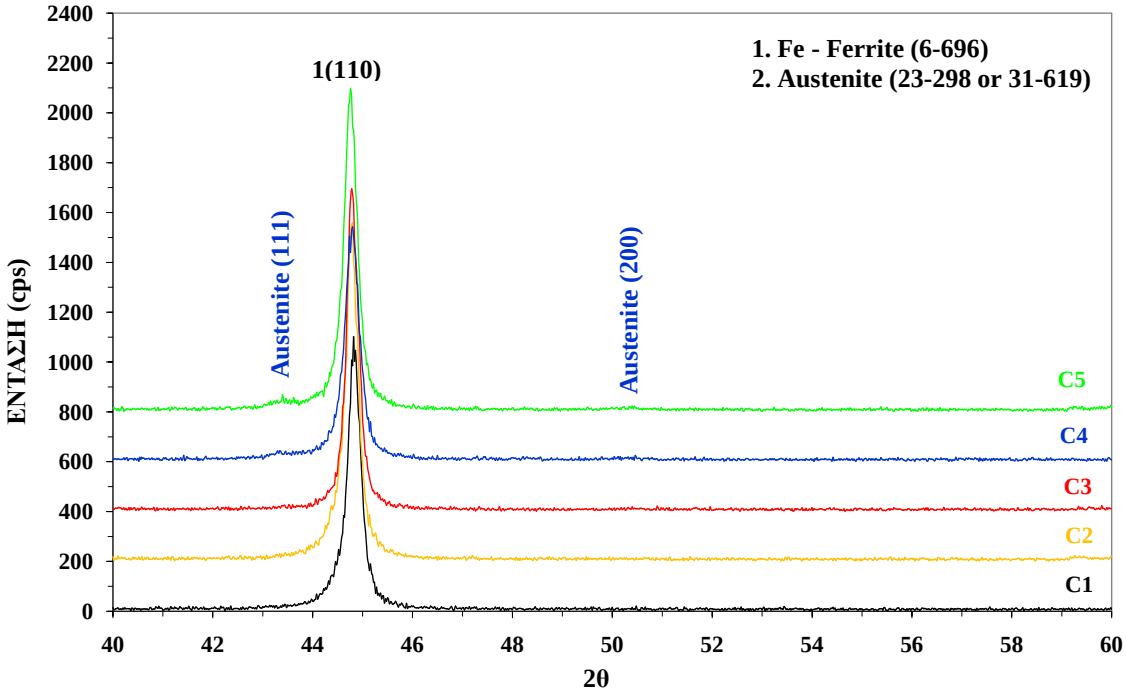
6.5.3 Δοκίμια που υπέστησαν ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 ^{o}C

Το συγκριτικό διάγραμμα του XRD για τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 825 °C είναι το παρακάτω:



Εικόνα 140. Συγκριτικό διάγραμμα XRD για τα δοκίμια C1, C2, C3, C4 και C5.

Από το συγκριτικό διάγραμμα του XRD και από τα μεμονομένα διαγράμματα των δοκιμίων παρατηρούμε πως με την αύξηση του χρόνου παραμονής στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού η ένταση όλων των κορυφών του φερρίτη μειώνεται. Εξαίρεση αποτελεί το δοκίμιο C4 (60 min) όπου η ένταση αυξάνεται. Συγκριτικά αποτελέσματα για τον ωστενίτη δεν μπορούν να εξαχθούν καθώς η κορυφή του έχει μικρή ένταση και βρίσκεται πολυ κοντά σε αυτή του φερρίτη. Ωστόσο στα δοκίμια με αυτή την ενδοκρίσιμη ανόπτηση πραγματοποιήθηκε ένα συμπληρωματικό XRD, μόνο για το εύρος γωνιών 2θ={40°-60°} για την καλύτερη αποτύπωση της διακύμανσης της τιμής της κορυφής του ωστενίτη με διεύθυνση (111). Το συγκριτικό διάγραμμα είναι το παρακάτω:



Άμεση παρατήρηση είναι η διαφοροποίηση της κορυφής του ωστενίτη από του φερρίτη, κάτι που δεν μπορούσε να επιτευχθεί προηγουμένως. Παρατηρούμε πως με την αύξηση της διάρκειας παραμονής στην μπαινιτική περιοχή, και ενώ ο υπολειπόμενος ωστενίτης εμπλουτίζεται σε άνθρακα, μεγαλώνει η ένταση της κορυφής του. Επίσης διακρίνεται έστω και ελάχιστα, για το δοκίμιο C5, η κορυφή του ωστενίτη με διεύθυνση (200).

Οι μικρογραφίες δίνουν τις παρακάτω πληροφορίες:

- Σε όλα τα δοκίμια η μήτρα του υλικού αποτελείται από ενδοκρίσιμο φερρίτη. Η φάση αυτή δεν μετασχηματίζεται κατα την ενδοκρίσιμη ανόπτηση. Κατα την ισοθερμοκρασιακή βαφή και με την αύξηση του χρόνου παραμονής, το κλάσμα όγκου του μειώνεται καθώς σχηματίζεται όλο και περισσότερος μπαινίτης. Στο δοκίμιο C4 (60 min), παρατηρούμε μια αλλοίωση της μορφολογίας του.
- Ο ωστενίτης που σχηματίστηκε κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση των δοκιμίων διατηρείται ως υπολειπόμενος, καθώς εμπλουτίζεται με άνθρακα, μόνο στα δοκίμια για χρόνους παραμονής άνω των 3 λεπτών (δοκίμια C3, C4 και C5). Όσο αυξάνει ο χρόνος παραμονής, μετασχηματίζεται μερικώς στην μετασταθή φάση του προευτηκτοειδή φερρίτη και στην συνέχεια σε μπαινιτικό φερρίτη όπου μαζί με τον

εμπλουτισμένο σε C ωστενίτη σχηματίζουν τα πλακίδια του μπαινίτη. Στα δοκίμια με διάρκεια παραμονής $1^{ος}$ και $3^{ων}$ λεπτών στην μπαινιτική περιοχή ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη κατά την βαφή του δοκιμίου σε νερό, σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. Ωστόσο και σε αυτούς τους χρόνους, μικρά νησίδια με έντονη αντίθεση ίσως αποτελούν υπολειπόμενο ωστενίτη. Γενικά παρουσιάζει μία σταθερή πτώση στο κλάσμα όγκου του από τα 30 λεπτά και μετά όπου εμφανίζεται ως υπολειπόμενος.

- Μαρτενσιτική δομή παρατηρείται, όπως αναφέρθηκε στα δοκίμια με μικρή διάρκεια παραμονής (1 και 3 min) στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού. Ο ωστενίτης δεν προλαβαίνει να σταθεροποιηθεί και μετασχηματίζεται μέσω αυτού του διατμησιακού μηχανισμού. Ο μαρτενσίτης επηρεάζει τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού. Τα δοκίμια που αποτελούνται και αυτή την φάση έχουν αυξημένη την σκληρότητα τους.
- Ο σχηματισμός του μπαινίτη αρχίζει κυρίως από τα 3 λεπτά μπαινιτικής βαφής. Η αύξηση του χρόνου ισοθερμοκρασιακής βαφής ενισχύει τον σχηματισμό του. Στο δοκίμιο C4 (60 min) παρατηρούμε μία αλλοίωση της μορφολογίας του καθώς και μία αύξηση του κλάσματος όγκου του. Η αύξηση του ποσοστού του μπαινίτη αυξάνει και την σκληρότητα του υλικού. Αν και η σκληρότητα μειώνεται απο τα 3 στα 30 λεπτά ισοθερμοκρασιακής βαφής, ενώ έχει ξεκινήσει ο μπαινιτικός μετασχηματισμός, αυτό οφείλεται στην παρουσία μαρτενσίτη, ο οποίος όμως δεν σχηματίζεται στα 30 λεπτά. Από εκείνο το χρόνο και μετά η σκληρότητα αυξάνεται. Στο δοκίμιο C4 η σκληρότητα παρουσιάζει μια μεγάλη αύξηση, που οφείλεται στην διόγκωση της φάσης του μπαινίτη.

7 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

- Διερευνήθηκε η επίδραση των θερμικών κατεργασίων στην μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες του χάλυβα TRIP, στις θερμοκρασίες ενδοκρίσιμης ανόπτησης 775, 725 και 825 °C για διαφορετικούς χρόνους ισοθερμοκρασιακής βαφής, 1, 3, 30, 60 και 180 λεπτά στους 350 °C για κάθε θερμοκρασία ανόπτησης. Από αυτή την μελέτη προέκυψε πως η αύξηση της θερμοκρασίας ανόπτησης αυξάνει το κλάσμα όγκου του ωστενίτη που σχηματίζεται στο υλικό. Επίσης δημιουργεί τελικά και λεπτότερες δομές, άρα και μικρότερους κόκκους των φάσεων που δημιουργούνται. Υπερβολική αύξηση θα οδηγήσει όμως σε χονδρόκοκκες δομές. Ο φερρίτης που παραμένει αμετασχημάτιστος κατά την ενδοκρίσιμη ανόπτηση δεν παρουσιάζει αλλαγές στην δομή του, σε όλα τα δοκίμια. Ωστόσο η μορφολογία του αλλοιώνεται για 180 λεπτά μπαινιτικής βαφής στα δοκίμια Α5 και Β5. Ο ωστενίτης μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη, καθώς δεν προλαβαίνει να σταθεροποιηθεί, στα δοκίμια με μικρή διάρκεια μπαινιτικής βαφής (1 και 3 min), ανεξαρτήτως θερμοκρασίας ανόπτησης. Ο ωστενίτης διακρίνεται στα δοκίμια με διάρκεια παραμονής μεγαλύτερης των 30 λεπτών στην μπαινιτική περιοχή μετασχηματισμού διότι ο εμπλουτισμός του σε άνθρακα τον σταθεροποιεί. Ωστόσο το κλάσμα όγκου του υπολειπόμενου ωστενίτη μειώνεται με την αύξηση του χρόνου βαφής. Για θερμοκρασία ανόπτησης 725 °C, ο περλίτης που υπήρχε αρχικά στο υλικό δεν διαλυτοποιείται πλήρως και παραμένει στην μικροδομή. Ο σχηματισμός του μπαινίτη που πραγματοποιείται κατά την βαφή του υλικού στους 350 °C σχετίζεται άμεσα με το κλάσμα όγκου του ωστενίτη επομένως και με την θερμοκρασία ανόπτησης. Ο μπαινίτης δεν έχει σχηματισθεί στα δοκίμια με ανόπτηση στους 725 °C ανεξαρτήτως διάρκειας μπαινιτικής βαφής. Στην ισοθερμοκρασιακή βαφή, κατά την παραμονή $1^{ος}$ και $3^{ων}$ λεπτών, δεν σχηματίζεται μπαινίτης ανεξαρτήτως θερμοκρασίας ανόπτησης, παρά σε ελάχιστο βαθμό. Σε μεγαλύτερους χρόνους παραμονής, 30, 60 και 180 λεπτά, ο μπαινίτης έχει σχηματισθεί και η αύξηση της διάρκειας παραμονής στην μπαινιτική περιοχή ενισχύει το κλάσμα όγκου του. Για την διάρκεια των 60 και 180 λεπτών, τα δοκίμια με ανόπτηση στους 775 °C παρουσίασαν μια αλλοίωση στην μορφολογία όλης της μικροδομής τους και κυρίως του μπαινίτη. Αντίστοιχη αλλοίωση στην μορφολογία του ενδοκρίσιμου φερρίτη, είχαν τα δοκίμια με ανόπτηση στους 725 °C για την διάρκεια μόνο των 180 λεπτών. Αλλοίωση στην μορφολογία του μπαινίτη παρουσίασε και το δοκίμιο C4 (60 min).

- Η σκληρότητα του δοκιμίου αναφοράς D (as received) μετρήθηκε στα 180 HV. Όλα τα δοκίμια που υπέστησαν θερμικές κατεργασίες αύξησαν την σκληρότητα τους εκτός από το δοκίμιο B5 (174 HV) και τα δοκίμια B3 και B4 που μεταβλήθηκε οριακά η σκληρότητα τους (179 HV και για τα δύο). Η αύξηση της σκληρότητας συνδέεται άμεσα με τις φάσεις που υπάρχουν στην μικροδομή του εκάστοτε δοκιμίου. Η παρουσία της φάσης του μαρτενσίτη, του ωστενίτη αλλά και του μπαινίτη ενισχύουν την τιμή της σκληρότητας καθότι σκληρότερες του φερρίτη που υπήρχε ως κυρίαρχη φάση στο δοκίμιο αναφοράς D. Τα δοκίμια με παραμονή στην μπαινιτική περιοχή για 1 και 3 λεπτά παρουσίασαν μεγαλύτερη σκληρότητα, από τα υπόλοιπα δοκίμια με ίδια ενδοκρίσιμη ανόπτηση, σε σχέση με τους χρόνους παραμονής, για όλες τις θερμοκρασίες ανόπτησης. Η παρουσία του μαρτενσίτη σε αυτά, αφότου μετασχηματισθεί από τον ωστενίτη δικαιολογεί αυτό το αποτέλεσμα. Από τα 3 στα 30 λεπτά η σκληρότητα παρουσίασε πτώση για όλες τις θερμοκρασίες ανόπτησης καθώς δεν σχηματιζόταν μαρτενσίτης. Όμως με την αύξηση του χρόνου παραμονής (από 30 στα 180 λεπτά) η σκληρότητα αυξανόταν πάλι αλλά με μικρότερη κλίμακα. Σε αυτό οφείλεται η αύξηση του κλάσματος όγκου του σχηματιζόμενου μπαινίτη. Στο δοκίμιο C4 (60 min) υπήρξε μία απότομη αύξηση της σκληρότητας, απόρροια της διόγκωσης του μπαινίτη. Τα δοκίμια με ενδοκρίσιμη ανόπτηση στους 725 °C δεν παρουσίασαν αντίστοιχη πορεία στις τιμές της σκληρότητας. Στους μικρούς χρόνους παραμονής (1 και 3 λεπτά), η σκληρότητα είχε αυξηθεί ελάχιστα, λόγω της παρουσίας του πολύ μικρού ποσοστού κλάσματος όγκου του μαρτενσίτη. Για τους χρόνους μπαινιτικής βαφής από τα 30 ως τα 180 λεπτά υπάρχει πτώση της σκληρότητας, καθώς δεν είχε σχηματισθεί μπαινίτης και υπερτερούσε η φάση του φερρίτη. Βάσει της σκληρότητας των δοκιμίων υπολογίστηκαν προσεγγιστικά και τα όρια διαρροής και θραύσης, χωρίς να αποτελούν τις πραγματικές τιμές. Ο εφελκυσμός δοκιμίων με αντίστοιχες θερμικές κατεργασίες θα δώσει ορθά αποτελέσματα.

8 Προτάσεις για συνέχιση της έρευνας

- Επιλογή διαφορετικών θερμοκρασιών ενδοκρίσιμης ανόπτησης για την διαφοροποίηση του κλάσματος όγκου του σχηματιζόμενου ωστενίτη και των προϊόντων του.
- Επιλογή διαφορετικής θερμοκρασίας και διαφορετικών χρόνων ισοθερμοκρασιακής βαφής για την διαφοροποίηση της μικροδομής του υλικού.
- Χρήση διαφορετικών μεθόδων για την μελέτη της μικροδομής, όπως το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (TEM) για την πλήρη διάκριση μεταξύ των φάσεων του υλικού αλλά και την κατανόηση των μετασχηματισμών του. Επίσης η χρήση της τεχνικής του EBSD στην ανάλυση των δοκιμίων θα βοηθούσε στην ποσοτικοποίηση των διαφόρων φάσεων.
- Πραγματοποίηση δοκιμών εφελκυσμού και κρούσης στα θερμικά κατεργασμένα δοκίμια για την εύρεση των ορίων διαρροής και θραύσης καθώς και της δυσθραυστότητας του υλικού για την πλήρη εύρεση των μηχανικών ιδιοτήτων.

9 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ - ΑΝΑΦΟΡΕΣ

1. Παναγιώτης Κοκκωνίδης, "Σχέση Μικροδομής-Ιδιοτήτων σε χάλυβες TRIP αυξημένης πλαστικότητας κατά την παραμόρφωση", Διδακτορική Διατριβή
2. Horvath DC, Fekete JR, “Opportunities and challenges for increased usage of advanced strength steels in automotive applications. Advanced high strength sheet steels for automotive applications”, Colorado, USA, 2004 (June 6-9) pp.3-10
3. DeArdo AJ, “New challenges in the thermo mechanical processing of HSLA steels”, Mat Sci Forum 2003, pp.427-432
4. Silva F, Lopes N.I.A., Santos D.B, “Microstructural characterization of the C-Mn multiphase high strength cold rolled steel”, Materials Characterization 56 2006, pp.3
5. Engl B, Heidmann U, Muschenborn W, “Cold Formability and Light Weight Construction-Driving forces for recent steel development, in Modern LC and ULC Sheet Steels for Cold Forming: Processing and Properties”, ed.W.Bleck, Verlag Mainz, Aachen, 1998, pp.39-50
6. Aj DeArdo, ed.IF Steels 2000 Conference Proceedings, ISS, Warrendale 2000
7. Kuziak R, Kawalla R, Waengler S, “Advanced high strength steels for automotive industry”, Archives of civil and mechanical engineering, 2008, pp.104-107
8. Oliver S, Jones T.B, Fourlaris G, ‘’Dual Phase versus TRIP strip steels: Microstructural changes as a consequence of quasi-static and dynamic tensile testing’’, Materials Characterization 2007, vol. 58, pp.390-400
9. Smith WA, ‘’Structure and Properties of Engineering Alloys’’, 2nd ed. McGraw-Hill, 1993, pp.119-123
10. Zackay VF, Parker ER, Fahr D, Busch R, ‘’The enhancement of Ductility in High Strength Steel’’, Transactions of the ASM, 1967, vol.60, pp.252-259
11. Choi ID, et.al. Deformation behavior of low carbon TRIP sheet steels at high strain rates, ISIJ Int 2002, vol. 42(12), pp.1483-9
12. Arcelor Mittal, Automotive Worldwide, Martensitic Steels, www.arcelormittal.com
13. www.incar.thyssenkrupp.com
14. World Auto Steel, ‘’ Advanced High Strength Steels (AHSS), Application Guideline’’, Version 5, May 2014, *www.worldautosteel.org*
15. Auto/Steel Partnership, Advanced High-Strength Steels Product and Process, Application Guidelines, Southfield Michigan, April 2008

16. Varughese R, Pense A.W: “Microstructural development in the coarse-grained, heat-affected zone in titanium vanadium microalloyed HSLA steels”, Materials Characterization, 1993, vol.30 (1), pp.35-43
17. www.azom.com/article.aspx.ArticleID=2537
18. www.tatasteeleurope.com/en/products/strip_products/hotrolled_strip_steels/tenform_hot-rolled_carbon-manganese_steel
19. www.salzgitter-flachstahl.de/en/Produkte/I_Stah
20. De Cooman BC and De Vyt A, Int. Forum for the Properties and Application of IF Steels, IF Steels 2003, ISIJ, Tokyo, (2003), pp.249
21. Takechi H: *ISIJ Int.*, 1994, vol.34, pp.1
22. Takechi H: IF STEELS 2000 PROCEEDINGS, Pittsburgh, 2000, pp.1
23. Ghosh P, Ghosh C, RAY RK, ‘’Precipitation in Interstitial Free High Strength Steels’’, ISIJ International, 2009, vol.49 (7), pp. 1080–1086
24. Altan T, ‘’Hot-stamping boron-alloyed steels for automotive parts’’, Stamping Journal, An FMA Publication December 2006, www.stampingjournal.com
25. Hilditch T, Toman S, Fabijanic D, ‘’Post-Forming Heat Treatment of Dual phase steel components for automotive applications using a fluid bed furnace’’, Materials Forum, 2007, vol. 31
26. Jacques PJ, ‘’Transformation-induced plasticity for high strength formable steels’’ Curr. Opin. Solid State Material Science, vol.8, pp.259-265
27. Chatterjee S, Murugananth M, Bhadeshia HKDH, ‘’δ TRIP steel’’ , Materials Science and Technology, 2007, vol.23 (7), pp.819-827
28. Girault E, Jacques P, Harlet P, Mols PH, Van Humbeeck Y, Aernoudt E, Delannay F, ‘’Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels.’’, Material Characterization, 1998, vol.40, pp.111-118
29. Zaefferer S, Romano P, Friedel F, ‘’EBSD as a tool to identify and quantify bainite and ferrite in low-alloyed Al-TRIP steels’’, Journal of Microscopy, 2008, vol.230 (3) , pp.499-508
30. Zaefferer S, Ohlert J, Bleck W, ‘’A study of microstructure, transformation mechanisms and correlation between microstructure and mechanical properties of a low alloyed TRIP steel’’ , Acta Materialia, 2004, vol.52, pp.2765-2778
31. Choi KS, Liu WN, Sun X, Khaleel MA, ‘’Microstructure-based constitutive modeling of TRIP steel: Prediction of ductility and failure modes under different loading conditions’’, Acta Materialia, 2009, vol.57, pp.2592-2604

32. Tjahjanto DD, Suiker ASJ, Turteltaub S, Rivera Diaz del Castillo PEJ, Van der Zwaag S, ‘’Micromechanical predictions of TRIP steel behavior as a function of microstructural parameters’’, Computational Materials Science, 2007, vol.41, pp.107-116
33. Katsamas A, Vasilakos AN, Haidemenopoulos GN, ‘’Simulation of intercritical annealing in low alloy TRIP steels’’, vol.71, 2000, pp.351-356
34. Bruckner G, Pospiech J, Seidl I, Gottstein G, Scripta Materialia, 2001, vol.44, pp.2635
35. Papaefthymiou S, ‘’Failure mechanisms of multiphase steels’’, Phd Thesis, RWTH Aachen, 2005, pp.19,20
36. De AK, Speer JG, Matlock DK, ‘’Colour tint-etching for multiphase steels. Adavanced materials and processing’’, ASM International, 2003, pp.27-30
37. M. Tisza, Advanced Materials for Automotive Application, http://iopscience.iop.org/1757-899X/47/1/012010/pdf/1757-899X_47_1_012010.pdf
38. Emadoddin E,Akbarzadeh A, Daneshi GH, ‘’Effect of intercritical anneling on retained austenite characterization in textured TRIP-assisted steel sheet’’, Materials Characterization, 2006, vol.57, pp.408-413
39. Lee CG, Kim SJ, Song BH, Lee S, Metal Mater Int, 2002, vol.8(5), pp.435-41
40. Chung JH, PhD thesis: Pohang University of Science Technology 1994, 45:39, Pohang, 64
41. Sakuma Y, Matsumura O, Akisue O, ISIJ Int., 1991, vol.31(11), pp.1348-1353
42. Dey S, Datta S, Chattopadhyay PP, Sil J, ‘’Modelling the properties of TRIP steel using AFIS: A distributed approach’’, Computational Materials Science, 2008, vol.43, pp.501-511
43. Bhadeshia HKDH, ‘’BAINITE IN STEELS. Transformation, Microstructure and Properties’’, Second Edition, IOM Communication LTD, 2001, pp.362-366, 140-141
44. Samajdar I, Girault E, Aernoudt B, Van Humbeeck J, J. ISIJ International, 1998, vol.38, pp. 998-1006
45. De Cooman BC, ‘’Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite’’, Curent Opinion in Solid State and Materials Science, 2004, vol.8, pp.285-303

46. Ghosh G, Olson GB, ‘’Simulation of paraequilibrium growth in multicomponent systems’’, Metal Mater Trans, A 2001, pp. 455-67
47. http://wheelerzworld.blogspot.gr/2011/06/volvo-xc60.html
48. Muddle BC, Nie JF, ‘’Formation of bainite as a diffusional-displacive phase transformation’’, Scripta Materialia 2002, vol.47, pp.187-192
49. Chen HC, Era H, Shimizu M, ‘’Effect of Phosphorus on the formation of retained austenite and mechanical properties in Si-Containing Low-Carbon Steel Sheet’’, Met Trans A, 1989, vol.20A, pp.437-445
50. Jacques P, Cornet X, Harlett PH, Ladriere J, Delannay F, Met. Trans., 1998, vol. 29A, pp.2383-2393
51. Bleck W, ‘’Using the TRIP Effect -- The Dawn of a Promising New Group of Cold Formable Sheets’’, Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, ed BC De Cooman, GRIPS, Ghent, 2002, pp.13-23
52. Sverdlin AV, Ness AR, ‘’The Effects of Alloying Elements on the Heat Treatment of Steel’’, in Steel Heat Treatment Handbook, ed. GE Totten and MA Howes, Marcel-Dekker, New York, 1997, pp.45-91
53. Smith WA, Structure and Properties of Engineering Alloys, 2nd ed., McGraw-Hill, 1993, pp.141-143, 130
54. Jacques P, Cornet X, Harlett Ph, Ladrière J, Delannay F, ‘’Enhancement of the Mechanical Properties of a Low-Caron, Low-silicon Steel by the Formation of a Multiphased Microstructure Containing Retained Austenite’’, *Met Trans A*, 1998, vol.29A, pp.2383-2393
55. Gong YF, Birosca S, Kim HS, De Cooman BC, ‘’Oxide formation and alloying elements enrichment on TRIP steel surface during inter-critical annealing’’ Journal of microscopy, 2008, vol.230, pp.426
56. Garcia-Mateo C, Caballero FG, Bhadeshia HKDH, ISIJ Int 2003, vol.11, pp.1821
57. Leslie WC, Rauch GC, ‘’Precipitation of Carbides in Low-Carbon Fe-Al-C Alloys’’, Met Trans A, 1978, vol.9A, pp.343-349
58. Jimenez-Melero E, Van Dijk NH, Zhao L, Sietsma J, Offerman SE, Wright JP, Van der Zwaag S, ‘’The effect of aluminium and phosphorous on the stability of individual austenite grains in TRIP steels’’ Acta Materialia, 2009, vol.57, pp.533-543

59. Kim SJ, Lee CG, Lee TH, Oh CS, ‘’Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15wt.% TRIP-aided cold rolled steels’’ , Scripta Materialia, 2003, vol.48, pp.539-544
60. Mahieu J, Maki J, De Cooman BC, Claessens S, Metal Materials Trans, 2002, vol.33A, pp.2573
61. Suh DW, Park SJ, Oh CS, Kim SJ, ‘’Influence of partial replacement of Si by Al on the change of phase fraction during heat treatment of TRIP steels’’, Sripta Materialia, 2007, vol.57, pp.1097-1100
62. Barbe L, Toscal-Martinez BC, De Cooman BC, ‘’Effect of phosphorous on the properties of the cold rolled and intercritically annealed TRIP-aided steel’’, Proc. Internatonal Conference on TRIP-aided High Strength Ferrous Alloys, Gent, 2002, vol.19, pp.147-151
63. Zarei-Hanzaki A, Hodgson PD, Yue S, ‘’The Influence of Bainite on Retained Austenite Characteristics in Si-Mn TRIP Steels’’, ISIJ Int, 1995, vol.35, pp.79-85
64. Zarei-Hanzaki A, Hodgson PD, Yue S, ‘’Retained Austenite Characteristics in Thermomechanically Processed Si-Mn Transformation-Induced Plasticity Steels’’, Met. Trans A, 1997, vol.28A, pp.2405-2414
65. Bleck W, Hulka K, Papamantellos K, ‘’Effect of Niobium on the mechanical properties of TRIP steels’’, Materials Science Forum, 1998, vol.284-286, pp.327-334
66. Kim S-J, Lee C-G, Jeong W-C, Park I, ‘’Microstructure and Mechanical Properties of the 0.15%C TRIP-Aided Cold-Rolled Steels Containing Cu, Ni and Cr’’, Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, ed BC De Cooman, GRIPS, Ghent, 2002, pp.165-169
67. Mintz B, ‘’Hot Dip Galvanizing of Transformation Induced Plasticity and Other Intercritically Annealed Steels’’, International Materials Reviews, 2001, vol.46, pp.169-197
68. Bouet M, Root J, Es-Sadiqui E, Yue S, 40th Mechanical Working and Steel Processing Conference Proceedings, Iron and Steel Society/AIME, USA, 1998, vol.36, pp. 675
69. Kang JY, Lee HC, Han SH, ‘’Effect of Al and Mo on the Textures and Microstructures of Dual Phase Steels’’, Materials Science and Engineering A, 2011

70. Kim SJ, Lee CG, Lee TH, Oh CS, ‘’Effect of Copper addition on mechanical properties of 0.15C-1.5Mn-1.5Si TRIP-aided cold rolled steels’’, ISIJ International, 2002, vol.42 (11), pp.1452-1456
71. Okada H, Sekino S, Hosoi Y, Murata T, ‘’Copper-Containing Structural Steels in Copper in Iron and Steel’’, ed. I LeMay and LM Schetky, Wiley-Interscience, 1982, pp. 83-133
72. Lee GC, Kim SJ, Lee TH, Lee S, ‘’Effects of volume fraction and stability of retained austenite on formability in a 0.1C-1.5Si-1.5Mn-0.5Cu TRIP-aided cold-rolled steel sheet’’, Materials Science and Engineering, 2004, vol.A371, pp.16-23
73. Kim S-J, Lee CG, Lee T-H, Lee S, ‘’Effects of Coiling Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of High-Strength Hot-Rolled Steel Plates Containing Cu, Cr and Ni’’, ISIJ Int, 2000, vol.40, pp.692-698
74. Kammouni A, Saikaly W, Dumont M, Marteau C, Bano X, Charai A, ‘’Effect of the bainitic transformation temperature on retained austenite fraction and stability in Ti microalloyed TRIP steels’’, Materials Science and Engineering, 2009, vol.A518, pp.89-96
75. Sadhukhan, S, Das KP, Bandyopadhyay NR, Banerjee MK, Journal of the Institution of Engineers, India, 2001, vol.82, pp.65
76. Bodin A, Flemming J, Jansen EFM, ‘’Development of As-Hot-Rolled Low-silicon and Micro-Alloyed Dual-Phase Steels’’, 42nd MWSP Conf. Proc., 2000, pp.563-571
77. http://www.worldautosteel.org/wp-content/uploads/2012/03/AHSSDiagram_WorldAutoSteel-copy.png
78. Παπαδημητρίου Γ.Δ., ‘’ΓΕΝΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑ ΙΙ’’, Αθήνα 1993
79. De Meyer M, Vanderschueren D, De Cooman BC, ‘’The Influence of the Substitution of Si by Al on the Properties of Cold-Rolled C-Mn-Si TRIP Steels’’, ISIJ Int, 1999, vol.39, pp.813-822
80. Jacques PJ, Harlet Ph, Delannay F, ‘’Critical Assessment of the Phase Transformations Occurring During the Heat-Treatment of TRIP-Assisted Multiphase Steels’’, Int. Conf. on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys, ed BC De Cooman, GRIPS, Ghent, 2002, pp.129-134
81. Matsumura O, Sakuma Y, Takechi H, ISIJ International, 1992, vol.32, pp.1014
82. Sugimoto K-I, Usui N, Kobayashi M, Hashimoto S, I. ISIJ International, 1992, vol.32, pp.1311

83. Sugimoto K-I, Kobayashi M, Hashimoto SI, Metallurgical and Materials, Transactions, 1992, vol. A23, pp.3085
84. Sakuma Y, Matsumara O, Takechi H, Metallurgical and Materials Transactions, 1991, vol. A 22, pp. 489
85. http://www.alahmadymotors.com/models/volvo/s60/S60-features_Performance.html Volvo interactive safety technologies
86. Jacques P, Girault E, Catlin T, Geerlofs N, Kop T, Zwaag SVD, Delannay F, ‘’Bainite transformation of low carbon Mn-Si TRIP-assisted multiphase steels: influence of silicon content on cementite precipitation and austenite retention’’, Materials Science and Engineering,1999, vol. A273-275, pp.475-479
87. Ehrhardt E, Gerber T, Hofmann H, Schaumann TW, Stell Grips, 2004, vol.2 (4), pp.247-255
88. Lis AK, Gajda B, ‘’Modeling of the DP and TRIP microstructure in the CMnAlSi automotive steel’’, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2006, vol.15, pp.127-134
89. Gajda B, Lis AK, ‘’Thermal processing of CMnAlSi steel at (α+γ) temperature range’’, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2006, vol.18, pp.355-358
90. Zhu L-J, Wu D, Zhao X-M, ‘’Modelling of Austenite Decomposition in Low Si-Mn TRIP Steel during Cooling’’, Journal of iron and steel research, International, 2008, vol.15(6), pp.68-71
91. Wang XD, Huang BX, Rong YH, Wang L, ‘’Microstructure and stability of retained austenite in TRIP Steels’’ Materials Science and Engineering, 2006, vol.A438-440, pp. 300-305
92. Tjahjanto DD, Suiker ASJ, Turteltaub S, Rivera Diaz del Castillo PEJ, Zwaag S, ‘’Micromechanical predictions of TRIP steel behavior as a function of microstructural parameters’’, Computational Materials Science, 2007, vol.41, pp.107-116
93. Jacques P.J., Ladriere J., Dellanay F., ‘’On the influence of interactions between phases on the mechanical stability of retained austenite in transformation-induced plasticity multiphase steels’’, Metall. Mater. Trans., 2001, vol.A32, pp.2759-2768
94. Jacques P.J., Furnemont Q., Mertens A., Dellanay F., Philos. Mag., 2001, vol.A81 (7), pp.1789-1812

95. Zrnik J, Muransky O, Lukas P, Sittner P, Novy Z, Mater. Sci. Forum, 2005, vol.502, pp.339-344
96. Pereloma EV, Timokhina IB, Hodgson PD, Iron making Steelmaking, 2001, vol.28 (2), pp.198-202
97. Tikokhina IB, Hodgson PD, Pereloma EV, Metall. Mater. Trans., 2003, vol.A34, pp.1599-1609
98. Oliver EC, Whithers PJ, Daymond MR, Ueta S, Mori T, Appl. Phys. A: Mater. Sci. Proc., 2002, vol.74, pp.1143-1145
99. Kruijver SO, Zhao L, Sietsma J, Offerman SE, Dijk NH, Lauridsen EM, Margulies L, Grigull S, Poulsen HF, Zwaag S, J. Phys. IV 2003, vol.104, pp.499-502
100. Dijk N.H., Butt A.M., Zhao L., Sietsma J., Offerman S.E., Wright J.P., Zwaag S., Acta Mater.2005, vol.53, pp.5439-5447
101. Barbe L, Conlon K, Cooman BC, Metallkd Z, 2002, vol.93 (12), pp. 1217-1227
102. Samek L., Moor E., Penning J., Cooman B.C., Metall. Mater. Trans. 2006, vol.A37 (1), pp. 109-124
103. Jacques P.J., Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2004, vol.8, pp.259
104. De Cooman BC, ‘’Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite’’, Current Opinion in Solid State and Materials Science, 2004, vol.8, pp.285-303
105. Girault E., Jacques P., Ratchev P., Van Humbeeck J., Verlinden B., Aernoudt E., Materials Science and Engineering, 1999, vol.A273-275, pp.471
106. Jun H.J., Park S.H., Choi S.D., Park C.G., Materials Science and Engineering, 2004, vol.A379, pp.204
107. Santofimia MJ, Kwakernaak C, Sloof WG, Zhao L, Sietsma J, ‘’Experimental study of the distribution of alloying elements after the formation of epitaxial ferrite upon cooling in a low-carbon steel’’, Materials Characterization 2010. vol.61, pp.937-942
108. Sawar M, Ahmad E, Qureshi KA, Manzoor T, ‘’Influence of epitaxial ferrite on tensile properties of dual phase steel’’, Materials and Design 2007, vol.28, pp.335-340
109. Saha A, Ghosh G, Olson GB, ‘’An assessment of interfacial dissipation effects at reconstructive ferrite-austenite interfaces’’, Acta Materialia 2005, vol.53, pp141-149

110. Matlock DK, Krauss G, ‘’An evaluation of the importance of epitaxial ferrite in Dual-Phase steel microstructures’’, Scripta Metallurgica 1980, vol.14, pp.1239-1243
111. Haidemenopoulos GN, Vasilakos AN, ‘’Modelling of austenite stability n low alloy triple phase steels’’, Steels Research 1996, vol.67, pp.513-518
112. Pichler A, Stiaszny P, Steel, 1999, vol.70, pp. 459
113. Nishiyama Z, Martensitic transformation, Academic Press, 1978, Ch.5
114. Honeycombe R.W.K., Bhadeshia H.K.D.H., ´´STEELS Microstructure and Properties´´, Edward Arnold, Second Edition, 1995
115. Muddle B.C., Nie J.F., ´´ Formation of bainite as a diffusional-displacive phase transformation´´, Scripta Materialia, 2002, vol.47, pp.187-192
116. Turteltaub S, Suiker ASJ, ‘’Grains size effects in multiphase steels assisted by transformation-induced plasticity’’, International Journal of Solids and Structures, 2006, vol.43, pp.7322-7336
117. Leal RH, Guimaraes JRC, ‘’Microstructure evolution during mechanically induced martensitic-transformation in Fe-31-percent-Ni-0.1-percrnet-C’’ Materials Science Engineering, 1981, vol.48 (2), pp.249-254
118. Jeong WC, Matlock DK, Krauss G, ‘’Observation of deformation and transformation behavior of retained austenite in a 0.14C-1.2Si-1.5Mn steel with ferrite bainite austenite structure’’ , Materials Science Engineering, vol.A165 (1), pp.1-8
119. De Cooman BC, ‘’Structure-properties relationship in TRIP steels containing carbide-free bainite’’ , Current Opinion in Solid State & Materials Science 2004, vol.8, pp.285-303
120. Ohmori Y, Maki T, Matr. Trans. JIM 1991, vol.32 (8), pp.631
121. Wasilkowska A, Petrov R, Kestens L, Werner EA, Krempaszky C, Traint S, Pichler A, ‘’Microstructure and Texture Changes in a Low-alloyed TRIP-aided Steel Induced by Small Plastic Deformation’’, ISIJ International, 2006, vol.46, (2), pp.302-309
122. Sugimoto K, Misu M, Kobayashi M, Shirasawa H, ‘’Effect of Second Phase Morphology on Retained Austenite Morphology and Tensile Properties in a TRIP-aided Dual Phase Steel Sheet’’, ISIJ International, 1993, vol. 33, pp.775-782
123. Bhadeshia HKDH, ‘’The bainite transformation: unresolved issues’’, Materials Science Engineering A, pp. 273-275

124. Zhuang LI, Di W, Hui-sheng LV, Fang A-R, ‘’Continuous Cooling Transformation Behaviour of C-Si-Mn TRIP Steel’’, Proceedings of Sino-Swedish Structural Materials Symposium 2007, pp.277-281
125. Di W., Zhuang L.I., Hui-sheng L.V., ‘’Effect of Controled Cooling After Hot Rolling on Mechanical Properties of Hot Rolled TRIP Steel’’, Journal of Iron and Steel research, International, 2008, vol.15(2), pp.65-70
126. Zhang M-X, Kelly PM, Scripta Materialia, 2002, vol.47, pp.749
127. Lis AK, Gajda B, ‘’Modelling of the DP and TRIP microstructure in the CMnAlSi automotive steel’’, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2006, vol.15 (1-2), pp.127-134
128. Ohlert J, Phd Thesis, RWTH Aachen, 2003
129. Miyamoto G, Takayama N, Furuhara T, ‘’Accurate measurement of the orientation relationship of lath martensite and bainite by electron backscatter diffraction analysis’’, Scripta Materialia 2009, vol.60, pp.1113-1116
130. Li Z, Wu D, ‘’Effect of austempering on transformation induced plasticity of hot-rolled multiphase steels’’, Acta Metall. Sin., 2007, vol.20 (1), pp.1-8
131. Girault E, Jacques P, Harlet P, Mols PH, Van Humbeeck Y, Aernoudt E, Delannay F, Metallographic methods for revealing the multiphase microstructure of TRIP-assisted steels. Material Characterization 1998, vol.40, pp.111-118
132. Gajda B, Lis AK, ‘’Intercritical anneling with isothermal holding of TRIP CMnAlSi steel’’, Journal of Achievements in Materials and Manufacturing Engineering, 2007, vol.20, pp.439-442
133. Christian JW, ‘’The theory of Transformations in Metals and Alloys’’ (Part II), Third ed., Pergamon Press
134. Martin Gaško, Gejza Rosenberg, CORRELATION BETWEEN HARDNESS AND TENSILE PROPERTIES IN ULTRA-HIGH STRENGTH DUAL PHASE STEELS – SHORT COMMUNICATION, http://fstroj.uniza.sk/journal-mi/PDF/2011/27-2011.pdf
135. Παπαδημητρίου Γ.Δ., "ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑ Ι, Εργαστηριακές Ασκήσεις", Αθήνα 1999