



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

Μελέτη αστοχίας και μηχανικών ιδιοτήτων σε χάλυβα με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο

Διπλωματική Εργασία

Αγγελική Τζελέπη

Επιβλέπων Καθηγητής : Dr-Ing Σπύρος Παπαευθυμίου



Αθήνα

Οκτώβριος, 2019

Περιεχόμενα

| | |
|---|-----------|
| Ευχαριστίες..... | 4 |
| Κατάλογος Εικόνων | 5 |
| Κατάλογος Πινάκων | 6 |
| Ακρωνύμια | 7 |
| Περίληψη..... | 8 |
| Abstract | 9 |
| 1. Εισαγωγή..... | 10 |
| 2. Θεωρητικό Μέρος | 12 |
| 2.1. Μηχανική της Θραύσης..... | 12 |
| 2.1.1. Όλκιμη Θραύση | 12 |
| 2.1.2. Σχισμός | 14 |
| 2.1.3. Μετάβαση από όλκιμη στην ψαθυρή θραύση | 16 |
| 2.2. Προηγμένοι Χάλυβες υψηλής αντοχής..... | 17 |
| 2.3. Χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (MMnS) | 19 |
| 2.3.1. Μικροδομή | 19 |
| 2.3.2. Επίδραση ανόπτησης στην περιοχή α+γ στους χάλυβες MMnS | 20 |
| 2.3.3. Μηχανικές Ιδιότητες | 23 |
| 2.3.4. Επίδραση πρωτογενούς ωστενίτη στην αντοχή σε κρούση στους MMnS.... | 25 |
| 2.3.5. Μηχανισμοί Παραμόρφωσης..... | 26 |
| 2.3.6. Επίδραση κραματικών στοιχείων..... | 27 |
| 3. Πειραματικό Μέρος..... | 28 |
| 3.1. Περιγραφή του υλικού | 28 |
| 3.2. Charpy V-εγκοπής Τεστ | 33 |
| 3.3. Προετοιμασία των δειγμάτων..... | 36 |
| 3.4. Τεχνικές Ανάλυσης της Μικροδομής | 36 |
| 3.4.1. Θραυστογραφία Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (Scanning Electron Microscope, SEM)..... | 36 |
| 3.4.2. Δομικός Χαρακτηρισμός μέσω της Τεχνικής EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction)..... | 37 |
| 3.4.3. Περίθλαση ακτινών Χ (XRD) | 38 |
| 4. Αποτελέσματα | 40 |
| 4.1. Μικροδομή υλικού μετά την ανόπτηση..... | 40 |
| 4.2. Αποτελέσματα Δοκιμής Charpy | 41 |
| 4.3. Αποτελέσματα Θραυστογραφίας..... | 44 |

| | | |
|-----------|--|-----------|
| 4.4. | Αποτελέσματα της τεχνικής EBSD | 49 |
| 4.5. | Αποτελέσματα XRD | 53 |
| 5. | Συζήτηση Αποτελεσμάτων | 57 |
| 5.1. | Ιδιότητες Κρούσης..... | 57 |
| 5.2. | Σχέση αναπτυσσόμενης μικροδομής- εξέλιξη αστοχίας..... | 60 |
| 6. | Τελικά Συμπεράσματα | 62 |
| | Βιβλιογραφία | 63 |

Ευχαριστίες

Η διπλωματική αυτή εκπονήθηκε στο Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule Aachen από τον Μάρτιο του 2019 μέχρι τον Σεπτέμβριο του 2019.

Από τη θέση αυτή, θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου, Dr-Ing Σπύρο Παπαευθυμίου, επίκουρος καθηγητής της σχολής Μηχανικών Μεταλλείων- Μεταλλουργών για τις υποδείξεις και την καθοριστική συμβολή του σε οποιοδήποτε ζήτημα προέκυψε καθ' όλη την διάρκεια εκπόνησης της διπλωματικής εργασίας.

Ακόμα, τον καθηγητή Wolfgang Bleck και τον μεταδιδακτορικό Tarek Allam του πανεπιστημίου Rheinisch-Westfälische Technische Hochschule για την βοήθεια τους κατά τη διάρκεια της πειραματικής διαδικασίας της διπλωματικής μου στο Aachen. Τον διδακτορικό Αλέξανδρο Σεραφείμ για την καθοδήγηση του κατά τη διάρκεια της παραμονής μου στο Ινστιτούτο.

Τέλος, ευχαριστώ τους καθηγητές και όλο το υπόλοιπο προσωπικό του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας που με συμβούλευσαν και με καθοδήγησαν κατά τη διάρκεια της διπλωματικής μου.

Κατάλογος Εικόνων

| | |
|--|----|
| Εικόνα 1: Μηχανισμός Όλκιμης Θραύσης (α) διασπορά σωματιδίων (β) πυρήνωση μικροσπών (γ) ανάπτυξη μικροσπών (δ) συνένωση μικροσπών και (ε) θραύση (Χαιδεμενόπουλος Γρηγόρης 2007) | 14 |
| Εικόνα 2: Διακρυσταλλική και περικρυσταλλική ρωγμή σε κρύσταλλο (Wolfgang Bleck 2017) | 15 |
| Εικόνα 3: Διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης για προηγμένους χάλυβες υψηλής αντοχής κάθε γενιάς (Lee and Han 2015) | 17 |
| Εικόνα 4: Διάγραμμα μετασταθών φάσεων του συστήματος Fe-Mn-C (Métais et al. 2017). 20 | |
| Εικόνα 5: Σχηματισμός ωστενίτη πριν και μετά την ανόπτηση. | 21 |
| Εικόνα 6: Υπολογιζόμενος όγκος ωστενίτη για ψυχρής και θερμής έλασης MMnS καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία ανόπτησης (Liu et al. 2018)..... | 23 |
| Εικόνα 7: Αποτελέσματα μηχανικών ιδιοτήτων στον χάλυβα Fe-12Mn-3Al-0.05C μετά από ανόπτηση στους 675°C για δύο ώρες και ο όγκος του ωστενίτη μετά από δοκιμές εφελκυσμού (Shen et al. 2019)..... | 24 |
| Εικόνα 8: Αποτελέσματα δοκιμής κρούσης σε MMnS με 9% wt και προσθήκη B (Kuzmina et al. 2015)..... | 25 |
| Εικόνα 9: Επίδραση άνθρακα στην ενέργεια κρούσης χαλύβων σε διάφορες θερμοκρασίες δοκιμή. | 27 |
| Εικόνα 10: Salt Bath στο ινστιτούτο IENK..... | 28 |
| Εικόνα 11: Θερμικός Κύκλος του εξεταζόμενου χάλυβα MMnS μετά από θερμή έλαση..... | 29 |
| Εικόνα 12: Διαφορισμός κραματικών στοιχείων στην χωροκεντρωμένη (bcc) και ενδοκεντρωμένη (fcc) για τον χάλυβα X5MnAl12-3..... | 30 |
| Εικόνα 13 : Διάγραμμα υπολογισμού της ενέργειας επιστοίβαξης συναρτήσει της θερμοκρασίας ανοπτήσεως στη περιοχή α+γ και το προβλεπόμενο ποσοστό ωστενίτη μετά την ανόπτηση. | 31 |
| Εικόνα 14: Διαστάσεις εξεταζόμενου δοκιμίου για δοκιμή Charpy με RD: κατεύθυνση έλασης | 33 |
| Εικόνα 15: Απεικόνιση μηχανήματος δοκιμής Charpy στο Max Planck Institut. | 35 |
| Εικόνα 16: Εξεταζόμενη περιοχή δειγμάτων για το μηχάνημα EBSD (fracture e surface: επιφάνεια θραύσης και Notch facet:εγκοπή)..... | 38 |
| Εικόνα 17 Σχηματική αναπαράσταση της περίθλασης ακτίνων X (https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/BraggsLaw.html)..... | 39 |
| Εικόνα 18: EBSD- Χάρτης φάσεων μικροδομής του εξεταζόμενου χάλυβα X5MnAl12-3 ψυχρής έλασης μετά από ανόπτηση στην περιοχή α+γ τους 675°C για δύο ώρες (Shen et al. 2019)..... | 40 |
| Εικόνα 19: Ενέργεια Κρούσης vs. Θερμοκρασία που πραγματοποιήθηκε η δοκιμή Charpy. 41 | |
| Εικόνα 20:Διάγραμμα Φορτίου και Μετατόπισης δοκιμής Charpy για τον εξεταζόμενο χάλυβα ψυχρής έλασης για όλες τις θερμοκρασίες | 42 |
| Εικόνα 21: Διάγραμμα συνολικής ενέργειας κρούσης του X5MnAl12-3 χωρισμένο στην ενέργεια σχηματισμού των ρωγμών (Ei) και την ενέργεια ανάπτυξης τους (Ep)..... | 43 |
| Εικόνα 22: Σχηματική Απεικόνιση του δείγματος για την ανάλυση της επιφάνειας θραύσης στο SEM | 44 |
| Εικόνα 23: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στην περιοχή της εγκοπής και στο τελικό στάδιο ανάπτυξης των ρωγμών στην άλλη άκρη του δοκίμιου με μεγέθυνση x20 στις τέσσερις θερμοκρασίες. | 46 |

| | |
|---|----|
| Εικόνα 24: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στην περιοχή της εγκοπής, στη μέση και στο τέλος της επιφάνειας με μεγέθυνση x500 στις τέσσερις θερμοκρασίες..... | 48 |
| Εικόνα 25: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στους -50oC με μεγέθυνση x2000 | 49 |
| Εικόνα 26: Αποτελέσματα τεχνικής EBSD του X6MnAl12-3 ψυχρής έλασης στις -50°C, -100°C και -196°C. | 53 |
| Εικόνα 27: Αποτελέσματα XRD του εξεταζόμενου χάλυβα για τις τέσσερις θερμοκρασίες.. | 56 |
| Εικόνα 28: Διάγραμμα Φάσεων% από το XRD του X5MnAl12-3 σε όλες τις θερμοκρασίες.. | 58 |
| Εικόνα 29: Διάγραμμα Συνολικής Ενέργειας Κρούσης και θερμοκρασίας δοκιμής για MMnS χάλυβα θερμής έλασης (hot rolled annealed-HRA) και ψυχρής έλασης (cold rolled annealed-CRA) (Han et al. 2017b) | 58 |
| Εικόνα 30: Αποτελέσματα ενέργειας κρούσης για ανοξείδωτο χάλυβα X5CrNi18-8..... | 59 |

Κατάλογος Πινάκων

| | |
|---|----|
| Πίνακας 1: Χημική σύσταση του εξεταζόμενου χάλυβα σε wt%..... | 28 |
| Πίνακας 2 : Τιμές ενέργειας επιστοίβαξης σε mJ/m ² του εξεταζόμενου χάλυβα στις τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες με βάση το παραπάνω διάγραμμα. | 32 |
| Πίνακας 3: : Ex-Situ SYXRD αποτελέσματα του χάλυβα X5MnAl12-3 ψυχρής έλασης μετά από ενδοκρίσιμη ανόπτηση (Shen et al. 2019)..... | 40 |

Ακρωνύμια

| Ακρωνύμιο | Επεξήγηση |
|-----------|---|
| TRIP | transformation- induced plasticity |
| MMnS | Medium Manganese Steels |
| RA | Retained Austenite |
| TWIP | twinning-induced-plasticity |
| Θ.δ. | Θερμοκρασία δωματίου |
| IA | Intercritical Annealing |
| UFG | ultra-fine grained |
| ART | austenite-reverted-transformation |
| DBTT | ductile to brittle transition temperature |
| M_s | Start of Martensitic transformation Temperature |
| E_i | Cracks initiation energy |
| E_p | Cracks propagation energy |
| SEM | Scanning electron microscopy |
| EBS | Electron backscatter diffraction |

Περίληψη

Οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (3-12 % wt) παρουσιάζουν ιδιαίτερο ενδιαφέρον λόγω του συνδυασμού καλών μηχανικών ιδιοτήτων και του χαμηλού κόστους παραγωγής. Λόγω του ότι το υλικό βρίσκεται στο στάδιο της μελέτης- έρευνας, καθίσταται αναγκαία η διερεύνηση των μηχανικών ιδιοτήτων σε χαμηλές θερμοκρασίες και ο συνδυασμός του με τη μικροδομή του.

Στη συγκεκριμένη διπλωματική, στόχος ήταν η διερεύνηση των ιδιοτήτων κρούσης και του σχηματισμού και ανάπτυξη ρωγμών σε χάλυβα με χημική σύσταση Fe-12Mn-3Al-0.05C. Δοκιμή Charpy πραγματοποιήθηκε σε πέντε διαφορετικές θερμοκρασίες: 20°C, -50 °C, -100 °C, -150 °C και -196 °C. Ο χάλυβας δεν παρουσιάζει θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση και, σύμφωνα με το διάγραμμα ενέργειας κρούσης και θερμοκρασίας, μετά τους -100 °C, η ενέργεια κρούσης μειώνεται. Η ενέργεια σχηματισμού των ρωγμών είχε συναφείς τιμές στις αρνητικές θερμοκρασίες εκτός από τη θερμοκρασία δωματίου, συνεπάγοντας ότι η μικροδομή που σχηματίστηκε σε αυτές καθυστερεί το σχηματισμό τους.

Έπειτα, τα δοκίμια οδηγήθηκαν για ανάλυση της επιφάνειας θραύσης τους, ανάλυση με περίθλαση ακτινών X και με την τεχνική EBSD. Στη θερμοκρασία δωματίου, η επιφάνεια θραύσης ήταν, κυρίως, όλκιμη με μεγάλες κοιλότητες οι οποίες, όσο η θερμοκρασία μειώνεται, γίνονται μικρότερες καθώς δεν προλαβαίνουν να αναπτυχθούν. Στους -196 °C, εμφανίζονται και επίπεδα σχισμού (quasi cleavage) οπότε η επιφάνεια θραύσης γίνεται πιο ψαθυρή.

Σύμφωνα με τα αποτελέσματα του XRD και EBSD, όσο μειώνεται η θερμοκρασία, ο ωστενίτης αρχίζει και μετασχηματίζεται σε ε- και α'μαρτενσίτης, στους κόκκους των οποίων αναπτύσσονται οι ρωγμές. Η ενέργεια επιστοίβαξης, όσο μειώνεται η θερμοκρασία, μειώνεται με αποτέλεσμα στις χαμηλές θερμοκρασίες ο κύριος μηχανισμός παραμόρφωσης είναι το φαινόμενο TRIP.

Abstract

Steels containing 3-12% wt. Mn show great interest because they present great combination of mechanical properties and low production cost. Since this type of steel is still under survey, it seems major to investigate the mechanical properties in low temperatures in combination with their microstructure.

In this thesis, goal was to investigate the impact properties and crack initiation and propagation in steel with chemical composition Fe-12Mn-3Al-0.05C. Test Charpy was conducted in five different temperatures: 20°C, -50 °C, -100 °C, -150 °C και -196 °C. The steel didn't present ductile to brittle transition temperature, according to the diagram of force-deflection and after the 100°C, the total impact energy decreases. The crack energy initiation had similar values in low temperatures except in room temperature meaning that the microstructure in low temperatures delayed the crack initiation in comparison to 20°C.

Afterwards, the specimens were taken for investigation for fracture surface and X-Ray Diffraction and Electron Back-Scattered Diffraction analysis. In room temperature, the fracture was ductile with large dimples that become smaller as the test temperature decreases because they don't have time to develop. In -196 °C, the fracture surface is considered quasi-cleavage and it becomes more brittle.

According to XRD and EBSD results, the retained austenite transforms to α' and ϵ martensite and in their boundaries, cracks initiate and propagate. The stacking fault energy decreases as the temperature decreases and the main deformation mechanism in low temperatures is the TRIP effect.

1. Εισαγωγή

Τις τελευταίες δεκαετίες, η αυτοκινητοβιομηχανία προωθεί τους προηγμένους χάλυβες υψηλής αντοχής (advanced high strength steels), λόγω του εξαιρετικού συνδυασμού τους σε μηχανικές ιδιότητες και του χαμηλού τους βάρους. Η πρώτη γενιάς (1^{ης}) προηγμένοι χάλυβες υψηλής αντοχής, κατέχουν κυρίως φερριτική μικροδομή και οι κυριότεροι είναι οι διφασικοί φερριτομαγνητικοί (dual-phase) χάλυβες και οι χάλυβες transformation- induced plasticity (TRIP). Αλλά λόγω του περιορισμένου συνδυασμού ολκιμότητας και αντοχής, αναπτύχθηκαν οι προηγμένοι χάλυβες δεύτερης γενιάς (2^{ης}). Πρόκειται για ωστενιτικούς χάλυβες με υψηλή περιεκτικότητα σε μαγγάνιο και παρουσιάζουν παρόμοια συμπεριφορά με τους ανοξειδωτους χάλυβες. Παρόλα αυτά, η δύσκολη μεταλλουργική διεργασία τους και η υψηλή συγκέντρωση κραματικών στοιχείων είχαν ως αποτέλεσμα το υψηλό κόστος παραγωγής τους. Πρόσφατα, έντονο ενδιαφέρον έχει δημιουργηθεί γύρω από προηγμένους χάλυβες υψηλής αντοχής τρίτης γενιάς (3^{ης}). Οι εν λόγω, παρουσιάζουν βασικά πλεονεκτήματα όπως ότι εμφανίζουν καλύτερο συνδυασμό αντοχής με ολκιμότητα σε σχέση με της πρώτης γενιάς και χαμηλότερο κόστος παραγωγής σε σχέση με της δεύτερης (KUZIAK et al. 2008).

Οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (medium manganese steels- MMnS) ανήκουν στη κατηγορία προηγμένων χαλύβων υψηλής αντοχής τρίτης γενιάς, με περιεκτικότητα σε μαγγάνιο 3-12% wt. Πρόκειται για χάλυβες που παρουσιάζουν εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες : μέγιστη εφελκυστική αντοχή * συνολική επιμήκυνση > 35.000 MPa% (Han and Lee 2014). Ταυτόχρονα, παρουσιάζουν χαμηλότερο κόστος σε σχέση με της δεύτερης γενιάς καθώς η περιεκτικότητα σε μαγγάνιο είναι μικρότερη. Η μικροδομή τους αποτελείται από λεπτόκοκκο φερρίτη και μεγάλο ποσοστό παραμένου ωστενίτη (retained austenite), η οποία σχηματίζεται κατά τη διάρκεια ανόπτησης στην περιοχή α+γ (intercritical annealing). Κατά τη διάρκεια της παραμόρφωσης, ο παραμένον ωστενίτης μετασχηματίζεται σε α' μαρτενσίτη ή/και διδυμίες, οπότε αντίστοιχα εμφανίζεται το φαινόμενο TRIP (transformation-induced-plasticity) ή/και το φαινόμενο TWIP (twinning-induced-plasticity)(Ma et al. 2018). Ο παραμένον ωστενίτης έχει αποδειχθεί ότι βελτιώνει την αντοχή σε χαμηλές θερμοκρασίες, καθώς καθυστερεί την ανάπτυξη των ρωγμών. Με αυτό το τρόπο, αυτοί οι χάλυβες να κατέχουν καλό συνδυασμό μηχανικών ιδιοτήτων (tensile properties) και αντοχή σε κρούση (impact properties). Για αυτό το λόγο, η μικροδομή και οι μηχανικές ιδιότητες των

χαλύβων με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο καθίσταται αναγκαίο να μελετηθούν περαιτέρω.

Στόχος αυτής της διπλωματικής εργασίας ήταν η μελέτη και σύγκριση της αντοχής σε κρούση σε διαφορετικές θερμοκρασίες χαλύβων με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο ψυχρής έλασης. Οι μηχανικές ιδιότητες αυτές, συσχετίστηκαν με τη μικροδομή των χαλύβων στην αντίστοιχη θερμοκρασία και το μηχανισμό θραύσης.

2. Θεωρητικό Μέρος

2.1. Μηχανική της Θραύσης

Κάθε υλικό παρουσιάζει μέγιστη αντοχή κάτω από συγκεκριμένο φορτίο που ασκείται και, μετά, σπάει ή παραμορφώνεται. Η θραύση ξεκινάει όταν η τάση που ασκείται από εξωτερικές δυνάμεις στο υλικό, τέτοια δε που ξεπερνά την εσωτερική του τάση. Κατά τη διάρκεια που ασκείται το φορτίο, το υλικό αρχίζει να παραμορφώνεται. Για να μπορέσει να αναλυθεί η συμπεριφορά του υλικού όταν εφαρμόζεται φορτίο, πρέπει να μελετηθεί η αντοχή του. Η αντοχή σε κρούση θεωρείται η ενέργεια που απορροφά το υλικό πριν από τη θραύση του κατά τη διάρκεια υψηλής παραμόρφωσης (M. Möser). Όταν το υλικό έχει απορροφήσει υψηλό ποσοστό ενέργειας και παρουσιάζει υψηλή πλαστική παραμόρφωση πριν τη θραύση, θεωρείται όλκιμο. Αλλιώς, όταν απορροφά χαμηλό ποσοστό, ονομάζεται ψαθυρό. Συνεπώς, η αντοχή των υλικών που χρησιμοποιούνται σε κατασκευές πρέπει να μελετηθεί ώστε να μην υπάρξει απότομη αστοχία.

Ανάλογα με τη μικροδομή του υλικού, τη θερμοκρασία που εκτίθεται, τη χημική του σύσταση και την τάση που ασκείται, ο μηχανισμός θραύσης μεταβάλλεται. Οι δύο πιο κοινοί μηχανισμοί θραύσης είναι : (α) Όλκιμη θραύση και (β) Ψαθυρή θραύση.

Σε κάθε υλικό, η διαδικασία του σχηματισμού και της ανάπτυξης των ρωγμών περιέχει τα ακόλουθα στάδια: σχηματισμός ρωγμών, έναρξη ρωγμών και ανάπτυξη τους.

Το πρώτο στάδιο περιλαμβάνει την πυρήνωση ρωγμής στο αρχικό υλικό και το δεύτερο την έναρξη κίνησης της, λόγω στατικού ή δυναμικού φορτίου. Όταν η ρωγμή αρχίζει να αναπτύσσεται σταθερά κάτω από συνεχή κατανάλωση ενέργειας, πραγματοποιείται όλκιμη θραύση. Όταν η ενέργεια αρχίζει να απελευθερώνεται, τότε η ρωγμή αρχίζει να αναπτύσσεται μη σταθερά και η θραύση θεωρείται ψαθυρή (Wolfgang Bleck 2017).

2.1.1. Όλκιμη Θραύση

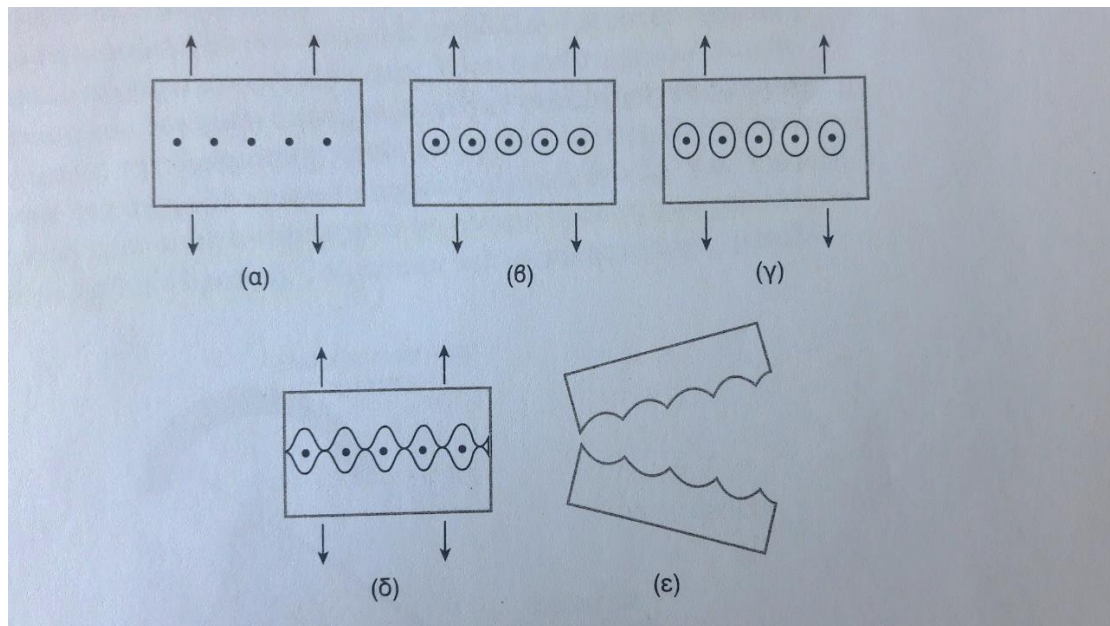
Μέσω της θραυστογραφίας μελετήθηκε η επιφάνεια θραύσης και διεξήχθη το συμπέρασμα ότι υπάρχουν δύο βασικά είδη θραύσης: όλκιμη και ψαθυρή. Η επιφάνεια της

όλκιμης θραύσης, σύμφωνα με τη θραυστογραφία, περιέχει μικρές κοιλότητες (dimples). Δημιουργούνται όταν το υλικό βρίσκεται σε κατάσταση αστάθειας και σχηματίζει μια περιοχή λαιμού μετά από την εφαρμογή μέγιστου φορτίου.

Η εξέλιξη της όλκιμης θραύσης χωρίζεται σε τρία στάδια : πυρήνωση μικροοπών , ανάπτυξη μικροοπών και, τέλος, η συνένωση των μικροοπών που σχηματίζουν ρωγμή. Συχνά, οι μικροοπές σχηματίζονται σε εγκλείσματα ή σε δεύτερης φάσης σωματίδια (καρβίδια, νιτρίδια και ενδομεταλλικές ενώσεις) όταν εφαρμόζεται τάση τέτοια ώστε αυτά τα σωματίδια να αποκολληθούν από τη μήτρα του υλικού επειδή δεν μπορούν να παρακολουθήσουν τη πλαστική παραμόρφωση της. Μεγάλα εγκλείσματα μπορούν να καθαρίσουν το σημείο έναρξης της όλκιμης θραύσης, καθώς όταν θραύονται συγκεντρώνονται τοπικά τάσεις οπότε και ο βαθμός παραμόρφωσης (D. Broek 1973). Διάφορα μοντέλα έχουν αναπτυχθεί για τον υπολογισμό της τάσης πυρήνωσης των μικροοπών. Εάν ο αρχικός όγκος των μικροοπών είναι μικρός (<10%), τότε κάθε μικροοπή αναπτύσσεται ξεχωριστά και αρχίζουν οι γειτονικές μικροοπές να αλληλοεπιδρούν. Η κατεύθυνση της ρωγμής εξαρτάται από την εντατική κατάσταση του υλικού (Anderson 2005).

Όταν οι μικροοπές σχηματιστούν, η επιπλέον παραμόρφωση και η υδροστατική πίεση προκαλούν τη μεγέθυνση τους και, τελικά, τη συνένωση τους.

Η ανάπτυξη της ρωγμής, οφείλεται στην παραπάνω στη συνένωση, όπως φαίνεται και στην εικόνα 1.



Εικόνα 1: Μηχανισμός Όλκιμης Θραύσης (α) διασπορά σωματιδίων (β) πυρήνωση μικροοπών (γ) ανάπτυξη μικροοπών (δ) συνένωση μικροοπών και (ε) θραύση (Χαιδεμενόπουλος Γρηγόρης 2007)

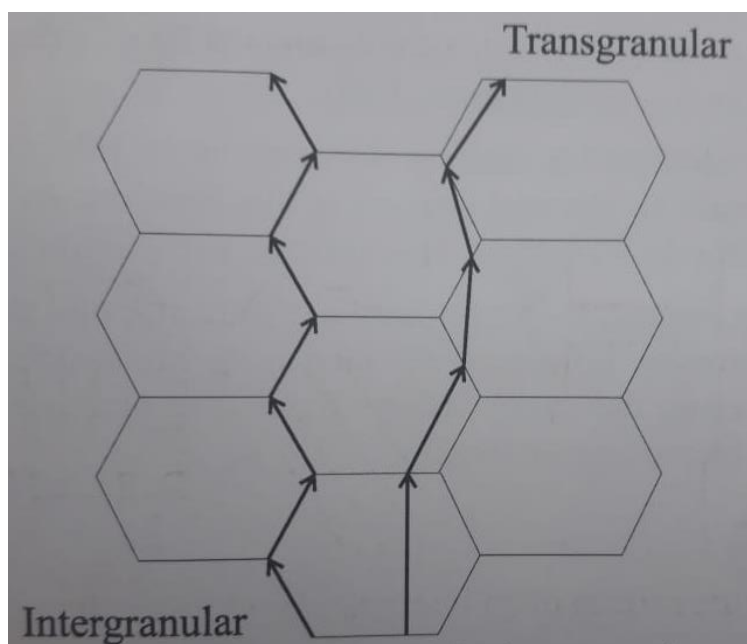
Σε γενικές γραμμές, η επιφάνεια της όλκιμης θραύσης σκεδάζει το φως λόγω των κοιλοτήτων που παρουσιάζει οπότε είναι και πιο σκοτεινή από την επιφάνεια ψαθυρής θραύσης.

2.1.2. Σχισμός

Η θραύση από σχισμό πραγματοποιείται λόγω της γρήγορης διάδοσης των ρωγμών σε συγκεκριμένο κρυσταλλογραφικό επίπεδο. Συνήθως, γίνεται σε επίπεδο with the lowest packing density, καθώς λιγότεροι δεσμοί πρέπει να σπάσουν και η απόσταση μεταξύ των επιπέδων είναι μικρότερη. Για παράδειγμα, στα μέταλλα με χωροκεντρομένη κυβική δομή, ο σχισμός πραγματοποιείται στα $\{100\}$ επίπεδα. Στα πολυκρυσταλλικά μέταλλα, η θραύση πραγματοποιείται διακρυσταλλικά (transgranular fracture) καθώς, λόγω των διαφορετικών προσανατολισμών των γειτονικών κόκκων, η ρωγμή αλλάζει κατεύθυνση από κόκκο σε κόκκο για να συνεχίσει τη διάδοση κατά μήκος των κρυσταλλογραφικών επιπέδων σχισμού. Η συνήθης κατεύθυνση της ρωγμής από σχισμό είναι κάθετη στην μέγιστη τάση που εφαρμόζεται (Anderson 2005). Η θραύση αυτού του τύπου μπορεί να διαχωριστεί σε δύο στάδια: δημιουργία μικρορωγμών γύρω από

το κόκκο και η διάδοση της ρωγμής. Η κίνηση των μικρορωγμών βασίζεται και στην κίνηση των διαταραχών. Τέλος, στα υλικά που αστοχούν λόγω σχισμού, η θραύση μπορεί να γίνεται και περικρυσταλλικά (Wolfgang Bleck 2017).

Η περικρυσταλλική και η διακρυσταλλική θραύση εμφανίζεται στην εικόνα 2.



Εικόνα 2: Διακρυσταλλική και περικρυσταλλική ρωγμή σε κρύσταλλο (Wolfgang Bleck 2017)

Η περικρυσταλλική θραύση μπορεί να συμβεί για τους ακόλουθους λόγους :

- λόγω της κατακρήμνισης ψαθυρής θραύσης στα όρια των κόκκων
- περικρυσταλλική διάβρωση
- Σπηλαιώση των ορίων κόκκων ή ρηγματώση σε υψηλές θερμοκρασίες

Η κατακρήμνιση της ψαθυρής θραύσης μπορεί να συμβεί λόγω λανθασμένου τρόπου θέρμανσης. Για παράδειγμα, η ψαθυροποίηση κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας προκαλεί εξασθένηση των ορίων των κόκκων, λόγω της καθίζησης φάσεων ή το διαφορισμό ανεπιθύμητων στοιχείων (π.χ. θείο ή φώσφορο) στο όρια του πρωτογενή οστενίτη (prior austenite) (Anderson 2005).

Σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες, η περικρυσταλλική θραύση είναι η κυρίαρχη μορφή ψαθυρής θραύσης, όταν η τάση της διακρυσταλλικής θραύσης είναι μεγαλύτερη από αυτή της περικρυσταλλικής (Kwon et al. 2013).

2.1.3. Μετάβαση από όλκιμη στην ψαθυρή θραύση

Τα περισσότερα μέταλλα παρουσιάζουν θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση, η οποία χρησιμοποιείται και σαν μέγεθος της ευθραυστότητας του υλικού. Υπάρχουν πολλοί τρόποι για να υπολογιστεί αυτή η θερμοκρασία. Πολλές φορές θεωρείται η θερμοκρασία, στην οποία το υλικό παρουσιάζει 50% όλκιμη θραύση και 50% ψαθυρή. Βασικός παράγοντας που επηρεάζει τη θερμοκρασία αυτή είναι η ύπαρξη εγχοπών. Στις εγχοπές συγκεντρώνονται τάσεις με αποτέλεσμα να παρουσιάζεται υψηλή συγκέντρωση παραμορφώσεων με τοπική εργοσκλήρυνση. Αυτή η εργοσκλήρυνση μπορεί να έχει ως αποτέλεσμα το σχηματισμό μικρορηγματώσεων που διευκολύνουν την θραύση (Χαιδεμενόπουλος Γρηγόρης 2007).

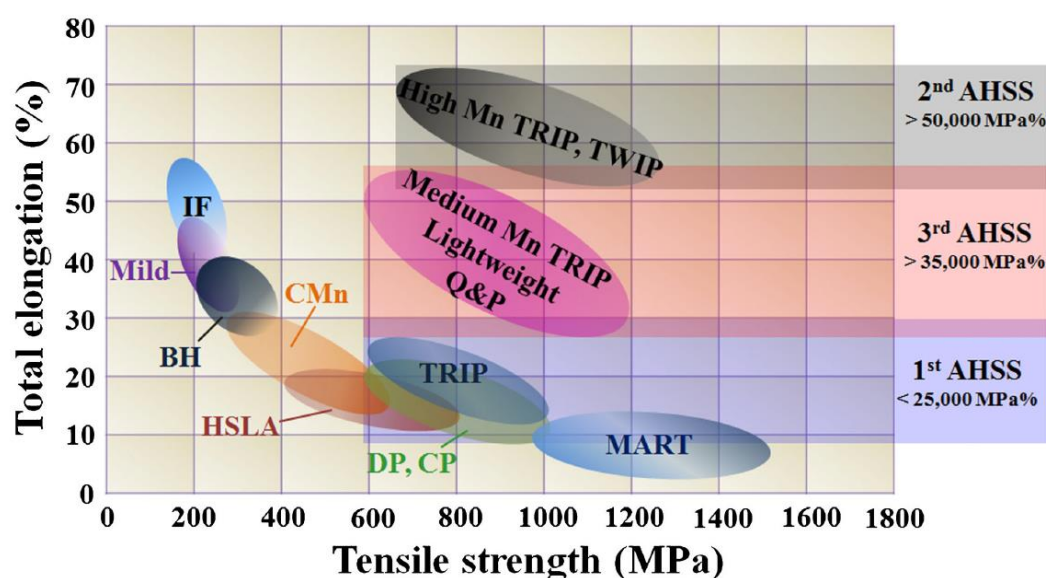
Άλλος σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει τη θερμοκρασία είναι η χημική σύσταση του υλικού. Για παράδειγμα, το μαγγάνιο και ο άνθρακας επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό τη θερμοκρασία. Το πρώτο την αυξάνει, ενώ το δεύτερο την μειώνει (Χαιδεμενόπουλος Γρηγόρης 2007).

2.2. Προηγμένοι Χάλυβες υψηλής αντοχής

Ο χάλυβας είναι το βασικό υλικό που χρησιμοποιείται στο «σώμα» του αυτοκινήτου λόγω της ποικιλομορφίας και του χαμηλού κόστους. Οι αρχικοί χάλυβες είχαν κυρίως φερριτική μικροδομή με αποτέλεσμα να έχουν χαμηλή αντοχή, αλλά υψηλή ολκιμότητα. Η σκλήρυνση του χάλυβα, χρησιμοποιώντας μηχανισμούς, όπως την ελάττωση του μεγέθους κόκκου, με στερεό διάλυμα ή με κατακρήμνιση, είχαν ως αποτέλεσμα την ελάττωση της ολκιμότητας του. Συνεπώς, η ανάγκη για την ανάπτυξη χαλύβων με υψηλή αντοχή για την αυτοκινητοβιομηχανία, κυρίως, για τη βελτίωσή της συμπεριφοράς του αυτοκινήτου, σε περίπτωση σύγκρουσης, ήταν απαραίτητη.

Για αυτό το λόγο, οι προηγμένοι χάλυβες υψηλής αντοχής αναπτύχθηκαν καθώς παρείχαν και τη δυνατότητα μείωσης εξαιρετικά του πάχους τους. Σήμερα, χρησιμοποιούνται στο μεγαλύτερο ποσοστό του σώματος του αυτοκινήτου και, κυρίως, στις περιοχές του που προβλέπεται να παραμορφωθούν λόγω σύγκρουσης (Shome and Tumuluru 2015a).

Στην εικόνα 3, παρουσιάζεται για διάφορους τύπους προηγμένων χαλύβων υψηλής αντοχής (π.χ. Dual Phase χάλυβες, χάλυβες TRIP κ.λ.π) ο συνδυασμός ολκιμότητας και της αντοχής.



Εικόνα 3: Διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης για προηγμένους χάλυβες υψηλής αντοχής κάθε γενιάς (Lee and Han 2015)

Η 1^η γενιάς προηγμένοι χάλυβες είχαν, κυρίως, μαρτενσιτική δομή με μία επιπλέον φάση με στόχο τη βελτίωση της ολκιμότητας τους. Ο πιο γνωστός χάλυβας που ανήκει σε αυτή τη κατηγορία είναι ο *διφασικός χάλυβας* με φερριτική και μαρτενσιτική μικροδομή. Αποτελείται από μαρτενσιτικές νησίδες σε μία μαλακή φερριτική μήτρα. Αυτό επιτυγχάνεται, κατά τη διάρκεια της ανόπτησης, που ο ωστενίτης εμπλουτίζεται σε άνθρακα και, μετά την ψύξη, μετασχηματίζεται σε μαρτενσίτη. Για να μπορέσει να διατηρηθεί η κατάλληλη σκληρότητα του χάλυβα, πρέπει να έχει τέτοια χημική σύσταση, ώστε να σταθεροποιηθεί μερικώς ο ωστενίτης στη θερμοκρασία δωματίου (θ.δ). Το νικέλιο, το μαγγάνιο και το μολυβδαίνιο μπορούν να παίξουν αυτό το ρόλο μαζί με ένα ποσοστό άνθρακα. Γενικά, αυτοί οι χάλυβες παρουσιάζουν χαμηλό σχετικά όριο διαρροής λόγω της ύπαρξης του φερρίτη και υψηλό βαθμό ενδοτράχυνσης λόγω της μαρτενσιτικής φάσης. Ο έλεγχος του μεγέθους του κόκκου του φερρίτη και του όγκου του μαρτενσίτη μπορεί να οδηγήσει στο βέλτιστο συνδυασμό μηχανικών ιδιοτήτων (Shome and Tumuluru 2015a).

Οι χάλυβες transformation-Induced Plasticity (TRIP) ανήκουν και αυτοί στους χάλυβες 1^η γενιάς. Πρόκειται για πολυφασικούς χάλυβες που αποτελούνται, κυρίως, φερρίτη, παραμένοντα ωστενίτη, μπαινίτη ή/ μαρτενσίτη. Ο ωστενίτης, όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, σταθεροποιείται στη θ.δ λόγω χημικής σύστασης με αποτέλεσμα ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός να ξεκινάει κάτω από τη θ.δ. Όσο πιο σταθερός είναι, τόση περισσότερη τάση απαιτείται για το μετασχηματισμό σε μαρτενσίτη και καθυστερεί και αρκετό χρόνο μετά τη παραμόρφωση. Ο μετασχηματισμός αυτός αυξάνει την σκληρότητα (high hardening rate), ακόμα και σε υψηλές παραμορφώσεις και από αυτό το φαινόμενο οι εν λόγω χάλυβες παίρνουν το όνομα τους. Λόγω των υψηλών ποσοστών ενδοτράχυνσης (high work hardening rates), έχουν εξαιρετική διαμορφωσιμότητα (Shome and Tumuluru 2015b).

Στους προηγμένους χάλυβες δεύτερης γενιάς, ανήκουν οι χάλυβες TWIP (twinning-induced plasticity). Παρουσιάζουν σημαντικό ενδιαφέρον, διότι εμφανίζουν εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες στη θ.δ., όπως υψηλή αντοχή (εφελκυστική αντοχή μέχρι και 1GPa) και εξαιρετική ολκιμότητα. Ειδικότερα, χαρακτηρίζονται από σταθερή ωστενιτική μικροδομή στη θ.δ., λόγω του υψηλού ποσοστού σε μαγγάνιο (μεταξύ 15-30 % wt) και του χαμηλού ποσοστού σε άνθρακα (κάτω από 0,6% wt). Καθώς ο χάλυβας παραμορφώνεται σχηματίζονται στον ωστενίτη διδυμίες, λόγω της μεταβολής της ενέργειας

επιστοίβαξης. Στη συνέχεια, οι διδυμίες αυτές δρουν σαν εμπόδια κίνησης των διαταραχών με αποτέλεσμα το υψηλό ποσοστό εργοσκλήρυνσης. Επιπλέον, οι κραματικές προσθήκες επιδρούν στην ενέργεια επιστοίβαξης με αποτέλεσμα την καθυστέρηση του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού.

Για παράδειγμα, η προσθήκη Si στον χάλυβα μειώνει την ενέργεια με αποτέλεσμα ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός παρατείνεται (Frommeyer et al. 2003). Σημειώνουμε ότι, οι χάλυβες αυτοί, παρα τα σημαντικά πλεονεκτήματά τους, δεν χρησιμοποιούνται στη βιομηχανία λόγω του υψηλού κόστους παραγωγής τους.

2.3. Χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (MMnS)

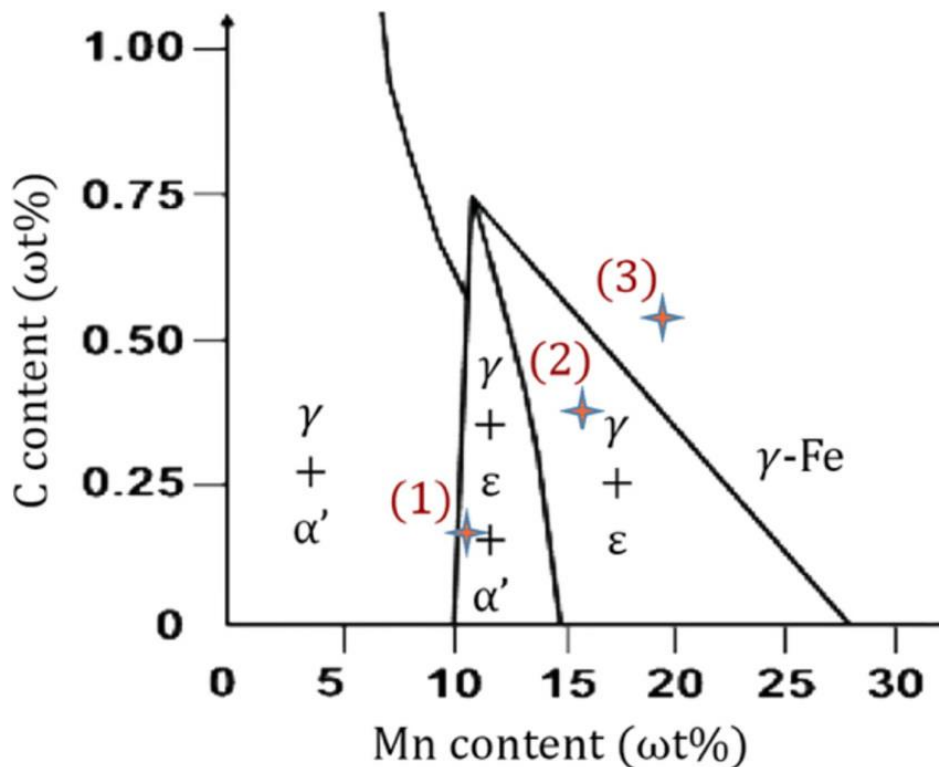
Στους προηγμένους χάλυβες τρίτης γενιάς, ανήκουν οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο, οι οποίοι παρουσιάζουν ιδιαίτερο ενδιαφέρον, λόγω του ότι συνδυάζουν τόσο σχετικά χαμηλό κόστος παραγωγής όσο και καλές μηχανικές ιδιότητες. Παρόλο, που οι μαρτενσιτικοί χάλυβες Fe-Ni χρησιμοποιούνται ευρέως σε εφαρμογές σε κρυγονική θερμοκρασία λόγω της υψηλής αντοχής τους, η τιμή του Ni δημιούργησε την ανάγκη για την ανάπτυξη κραμάτων με χαμηλότερο κόστος. Για αυτό το λόγο, αναπτύχθηκαν οι Fe-Mn χάλυβες και αυτοί με περιεκτικότητα σε Mn 3-12% wt και χαμηλό ποσοστό σε C, θεωρούνται οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (Kim et al. 2019).

2.3.1. Μικροδομή

Η μικροδομή τους μετά τη θερμική κατεργασία είναι λεπτόκκοκη και διαφασική περιλαμβάνοντας α φερρίτη και γ_R παραμένων ωστενίτη στη θ.δ.. Η σταθερότητα και η ανάπτυξη του ωστενίτη εξαρτάται από τον θερμικό κύκλο που ακολουθείται, τα κραματικά στοιχεία τα οποία θα αναλυθούν στα παρακάτω κεφάλαια (Xu et al. 2012).

Η πιο κοινή θερμική κατεργασία που εφαρμόζεται σε αυτούς τους χάλυβες είναι η θερμή και ψυχρή έλαση ακολουθούμενες από ανόπτηση στη περιοχή α+γ (intercritical annealing).

Στην παρακάτω εικόνα, παρουσιάζεται το διάγραμμα μετασταθών φάσεων του συστήματος Fe-Mn-C.



Εικόνα 4: Διάγραμμα μεταστατών φάσεων του συστήματος Fe-Mn-C (Métais et al. 2017)

Σύμφωνα με το διάγραμμα για ποσοστό Mn 10-15% wt και πολύ χαμηλά ποσοστά σε C, οι βασικές φάσεις του χάλυβα είναι ο ωστενίτης, ο α' -και ϵ -μαρτενσίτης.

2.3.2. Επίδραση ανόπτησης στην περιοχή $\alpha+\gamma$ στους χάλυβες MMnS

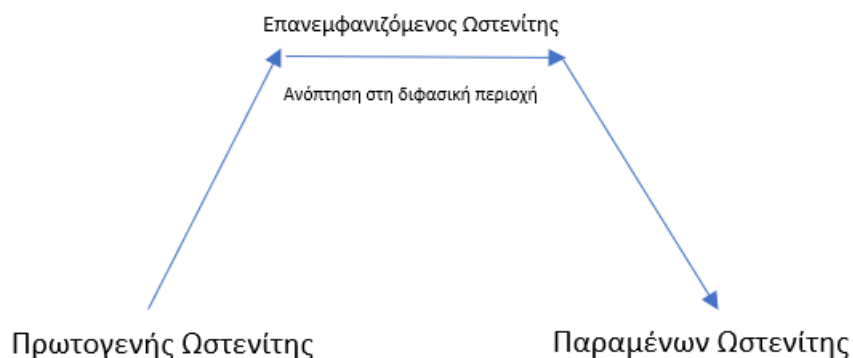
Κατά τη διάρκεια της ανόπτησης, παρατηρούνται τα τρία ακόλουθα στάδια:

- 1) **Αποκατάσταση:** πραγματοποιείται σε χαμηλές θερμοκρασίες και περιλαμβάνει μια αναδιάταξη των αταξιών και των διαταραχών σε σχηματισμούς χαμηλότερης ενέργειας, όπως ο σχηματισμός συνόρων μικρής γωνίας. Δεν περιλαμβάνει την μεταβολή της δομής του κόκκου του υλικού.
- 2) **Ανακρυστάλλωση:** όταν η ανόπτηση πραγματοποιείται σε υψηλότερες θερμοκρασίες, σχηματίζονται και αναπτύσσονται νέοι κόκκοι χωρίς αταξίες στο παραμορφωμένο υλικό. Λόγω της μείωσης της πυκνότητας των αταξιών μειώνεται και η σκληρότητα του υλικού. Η ανακρυστάλλωση που πραγματοποιείται πάνω από μια κρίσιμη θερμοκρασία, ονομάζεται θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης, η οποία είναι συχνά, το σημείο τήξης του υλικού.

- 3) **Ανάπτυξη κόκκων:** αν το υλικό που έχει υποστεί ανακρυστάλλωση, θερμανθεί περαιτέρω στην ίδια θερμοκρασία ή σε υψηλότερη, πραγματοποιείται ανάπτυξη των κόκκων. Τα όρια των ανοπτημένων κόκκων μετακινούνται με αποτέλεσμα να σχηματίζονται μεγαλύτεροι κόκκοι (Χαιδεμενόπουλος Γρηγόρης 2007).

Σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες, η ανόπτηση στην περιοχή $\alpha+\gamma$ (μεταξύ της θερμοκρασίας A_1 και A_3) είναι απαραίτητη για την απόκτηση καλών μηχανικών ιδιοτήτων και μικροδομής, όπως αναφέρθηκε παραπάνω, στη θ.δ. στους χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (Haupt et al. 2017). Η ανόπτηση στην περιοχή $\alpha+\gamma$ πρέπει να πραγματοποιείται μεταξύ των θερμοκρασιών έναρξης και λήξης του μετασχηματισμού από α' μαρτενσίτη (ο οποίος σχηματίζεται κατά τη διάρκεια ψύξης) σε επανεμφανιζόμενο ωστενίτη. Ο όρος επανεμφανιζόμενος ωστενίτης («reversed austenite») αναφέρεται σε αυτόν που σχηματίζεται κατά τη διάρκεια της ανόπτησης, λόγω του διαφορισμού κραματικών στοιχείων στον ωστενίτη από α' μαρτενσίτη (Haupt et al. 2017).

Ο συνολικός ωστενίτης στη θ.δ., είναι αυτός που υπήρχε πριν την ανόπτηση (πρωτογενής ωστενίτης) αλλά και εκείνος που σχηματίστηκε κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας (επανεμφανιζόμενος ωστενίτης), όπως φαίνεται και στην εικόνα 5.



Εικόνα 5: Σχηματισμός ωστενίτη πριν και μετά την ανόπτηση.

Σημαντικός παράγοντας που επηρεάζει την τελική μικροδομή και τις μηχανικές ιδιότητες των MMnS είναι η επιλογή της θερμοκρασίας και χρόνου παραμονής της ανόπτησης στη διαφασική περιοχή α+γ. Το ποσοστό του παραμένουτος ωστενίτη μεταβάλλεται, ανάλογα με τη θερμοκρασία της ανόπτησης, σε δοκίμια ψυχρής και θερμής έλασης.

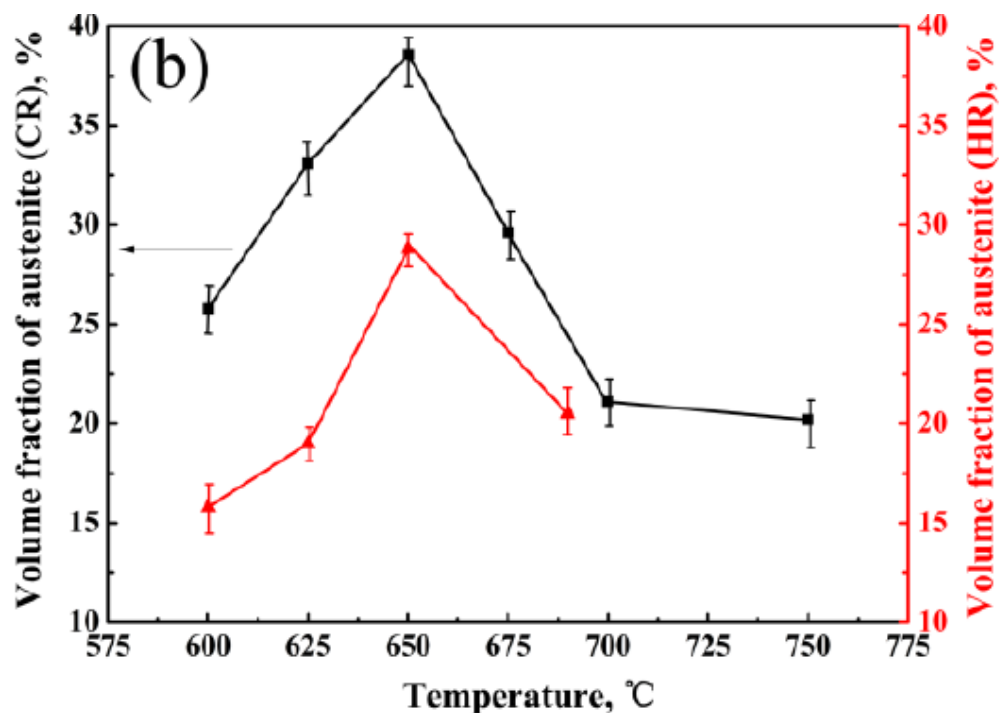
Για MMnS ψυχρής έλασης με υψηλό ποσοστό σε μαγγάνιο (10-12% wt), σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες, όταν υπέστησαν ανόπτηση σε χαμηλή θερμοκρασία (500-550°C), παρουσίασαν μη ανακρυσταλλωμένη διαφασική μικροδομή (α' μαρτενιτική με νησίδες παραμένουτος ωστενίτη). Η χαμηλή θερμοκρασία προκάλεσε μόνο αποκατάσταση του α' μαρτενσίτη. Όσο αυξάνεται η θερμοκρασία ανόπτησης, η μικροδομή αποκτά επιμήκεις και ισαξονικούς κόκκους, οπότε στην περίπτωση αυτή ξεκινά το στάδιο της ανακρυστάλλωσης. Σε ακόμα υψηλότερες θερμοκρασίες (700-750 °C), η μικροδομή αποτελείται μόνο από ισαξονικούς κόκκους φερρίτη και παραμένουτος ωστενίτη, οπότε η ανακρυστάλλωση έχει ολοκληρωθεί.

Επιπροσθέτως, ο μέσος όρος κόκκου του παραμένουτος ωστενίτη, αυξάνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας ανόπτησης. Η αύξηση του μεγέθους του κόκκου έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση της θερμικής σταθερότητας του παραμένουτος ωστενίτη. Ακολούθως, μειώνεται κατά τη διάρκεια ψύξης λόγω της αστάθειας του, μετασχηματίζεται σε α' μαρτενσίτη. Για αυτό το λόγο, το ποσοστό του ωστενίτη στη θ.δ. μειώνεται (Ma et al. 2018).

MMnS θερμής έλασης, σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες, που υπέστησαν ανόπτηση στους 600-650 °C βαθμούς, εμφάνιζαν πλακίδια φερρίτη και ωστενίτη. Παρατηρήθηκε δε, ότι όσο αυξάνεται η θερμοκρασία, ο ωστενίτης γίνεται βελονοειδής. Αλλά και σε υψηλότερες θερμοκρασίες, ο ωστενίτης γίνεται λιγότερο σταθερός, όπως και στην περίπτωση της ψυχρής έλασης (Liu et al. 2018).

Η κύρια διαφορά ανάμεσα σε δοκίμια ψυχρής και θερμής έλασης που δημιουργεί η διαφορετική θερμοκρασία ανόπτησης, βρίσκεται στη μορφολογία της μικροδομής και στον όγκο του ωστενίτη. Ο όγκος του ωστενίτη στις θερμής έλασης δοκίμια ήταν μικρότερος σε σχέση με της ψυχρής στην ίδια θερμοκρασία ανόπτησης.

Αυτό φαίνεται και στην εικόνα 6 για χάλυβα με χημική σύσταση Fe-0.12C-5Mn-1Al-0.2Mo-0.05Nb.

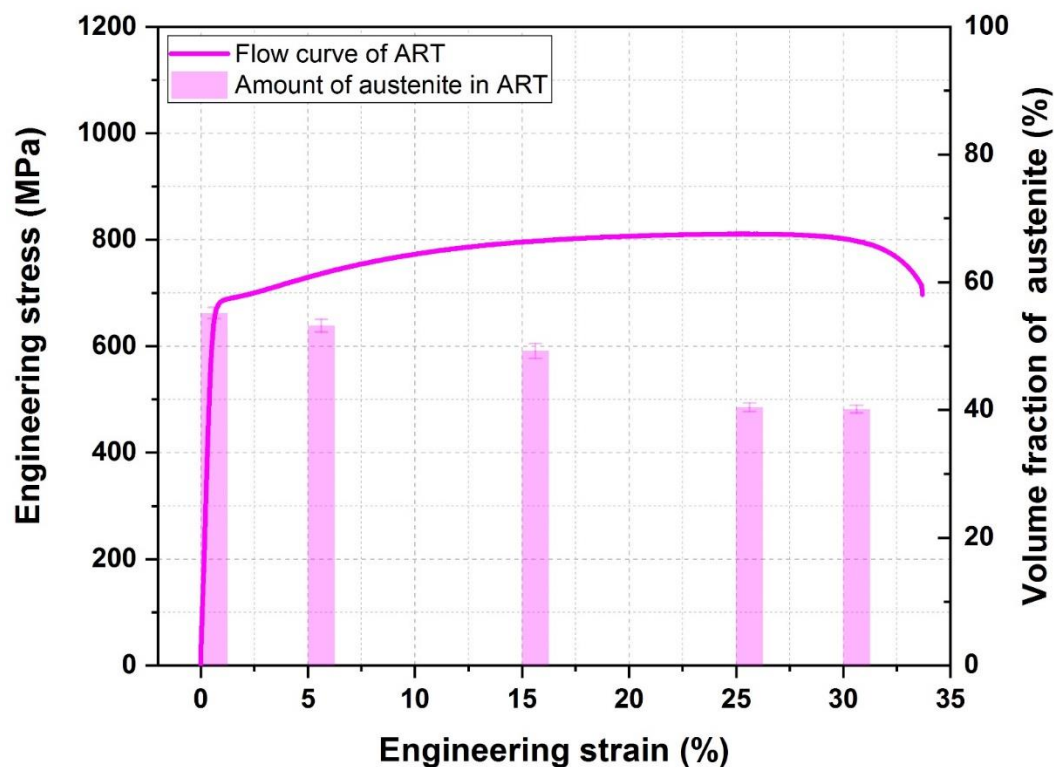


Εικόνα 6: Υπολογιζόμενος όγκος ωστενίτη για ψυχρής και θερμής έλασης MMnS καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία ανόπτησης (Liu et al. 2018)

Στα δοκίμια, που παρέμειναν στη θερμοκρασία ανόπτησης για 1-10 min, κόκκοι ωστενίτη σχηματίστηκαν στα όρια κόκκων μεγάλης γωνίας και αναπτύσσονται στη μαρτενσική δομή (Dong et al. 2013). Ο όγκος του ωστενίτη αυξάνεται όσο αυξάνεται ο χρόνος παραμονής, με αποτέλεσμα τη μείωση της σταθερότητας του. Μετά τον αρχικό σχηματισμό των κόκκων, το μέσο μέγεθος κόκκου αυξάνεται αργά με την αύξηση της παραμονής. Για αυτό και η επιλογή υψηλού χρόνου παραμονής στην ανόπτηση δεν επιφέρει μεγάλη διαφορά στον όγκο του ωστενίτη (Dong et al. 2013).

2.3.3. Μηχανικές Ιδιότητες

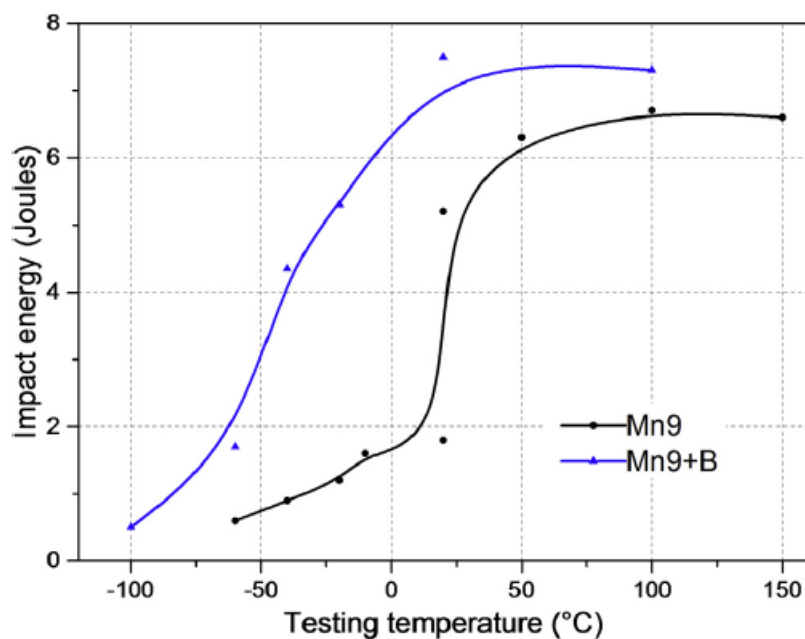
Η επιλογή θερμοκρασίας της ανόπτησης στην περιοχή $\alpha+\gamma$ επηρεάζει, επίσης, και τις μηχανικές ιδιότητες του χάλυβα. Για παράδειγμα, από τη μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων του χάλυβα Fe-12Mn-3Al-0.05C που έχει υποστεί ανόπτηση στους 675°C για δύο ώρες, προέκυψαν τα ακόλουθα αποτελέσματα (Shen et al. 2019) :



Εικόνα 7: Αποτελέσματα μηχανικών ιδιοτήτων στον χάλυβα Fe-12Mn-3Al-0.05C μετά από ανόπτηση στους 675°C για δύο ώρες και ο όγκος του ωστενίτη μετά από δοκιμές εφελκυσμού (Shen et al. 2019).

Η εφελκυστική αντοχή του υλικού ανέρχεται στα 811 MPa και η συνολική επιμήκυνση είναι 33,1%. Η ανόπτηση στην περιοχή $\alpha+\gamma$ είχε ως αποτέλεσμα το σχηματισμό επανεμφανιζόμενου ωστενίτη μειώνοντας, έτσι, την εφελκυστική αντοχή και αυξάνοντας την ολκομότητα του. Η αντοχή του χάλυβα μετά τη ψυχρή έλαση ήταν 1400 MPa (Ma et al. 2018).

Ο σχηματισμός του ωστενίτη επηρεάζει και τις ιδιότητες κρούσης. Προηγούμενες έρευνες, που πραγματοποιήθηκαν δοκιμές κρούσης σε MMnS με 9% wt Mn μετά από ανόπτηση σε 400-600°C έδωσαν τα ακόλουθα αποτελέσματα:



Εικόνα 8: Αποτελέσματα δοκιμής κρούσης σε MMnS με 9% wt και προσθήκη B (Kuzmina et al. 2015).

Η θερμοκρασία μεταβάσεως από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση υπολογίστηκε στους 20°C (Kuzmina et al. 2015) ενώ σε χάλυβα με 8% wt Mn , η ενέργεια κρούσης στους -196 °C ήταν κάτω από 1 J και θερμοκρασία μεταβάσεως -20 °C (Han et al. 2014).

2.3.4. Επίδραση πρωτογενούς ωστενίτη στην αντοχή σε κρούση στους MMnS

Οι χάλυβες MMnS παρουσιάζουν χαμηλή αντοχή σε κρούση σε χαμηλές θερμοκρασίες λόγω μεγάλων κόκκων ωστενίτη και τα όρια κόκκων του πρωτογενή ωστενίτη επηρεάζουν τις μηχανικές ιδιότητες.

Για παράδειγμα, σε χάλυβα MMnS με 7% wt Mn ψυχρής και θερμής έλασης πραγματοποιήθηκε ανόπτηση στους 640°C για 30 λεπτά και δοκιμές Charpy. Και τα δύο είδη δοκιμών, παρουσίασαν φερριτική και ωστενιτική (παραμένων) μικροδομή με τη διαφορά, ότι αυτά της θερμής έλασης παρουσίαζαν βελονοειδείς κόκκους και αυτά της ψυχρής έλασης σφαιροειδείς (Han et al. 2017b). Οι ενέργειες κρούσης της ψυχρής έλασης ήταν υψηλότερες από αυτές της θερμής εκτός από τις θερμοκρασίες κοντά στη

θ.δ.. Τα δοκίμια ψυχρής έλασης παρουσίασαν όλκιμη θραύση στις υψηλές θερμοκρασίες, ενώ σε χαμηλότερες εμφάνισαν περικρυσταλλική θραύση στα όρια κόκκων του φερρίτη και του α' μαρτενσίτη.

Σε αντίθεση, τα δοκίμια θερμής έλασης παρουσίασαν σε χαμηλότερες θερμοκρασίες περικρυσταλλική θραύση στα όρια κόκκων του πρωτογενούς ωστενίτη λόγω διαφορισμού κραματικών στοιχείων. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα, τη μείωση της ενέργειας κρούσης αυτών των δοκιμίων στις χαμηλές θερμοκρασίες (Han et al. 2017a).

2.3.5. Μηχανισμοί Παραμόρφωσης

Η ενέργεια επιστοίβαξης (ενέργεια που απαιτείται για την αλλαγή της αλληλουχίας των στρωμάτων του υλικού κατά τη διάρκεια της παραμόρφωσης) είναι ένας από τους βασικούς παράγοντες που επηρεάζουν το μηχανισμό παραμόρφωσης. Η ανόπτηση στην περιοχή α+γ επηρεάζει τη σταθερότητα του ωστενίτη, οπότε και την ενέργεια επιστοίβαξης του. Η χημική σύσταση του υλικού διαμορφώνει την τιμή της στον ωστενίτη λόγω του διαφορισμού κραματικών στοιχείων στον ωστενίτη (σε αυτούς του χάλυβες Mn και C). Η προσθήκη, επιπλέον, Al και Si επηρεάζουν την ενέργεια και, συνεπώς και το μηχανισμό παραμόρφωσης.

Αξιοσημείωτο είναι ότι, σύμφωνα με τις τιμές της ενέργειας επιστοίβαξης, και το φαινόμενο TWIP και TRIP μπορεί να πραγματοποιηθεί σε αυτούς τους χάλυβες. Για τιμές πάνω από $20 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$, ο κυρίαρχος μηχανισμός παραμόρφωσης είναι το φαινόμενο TWIP, ενώ για τιμές κάτω από $20 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$ επικρατεί το φαινόμενο TRIP. Για τιμές κοντά στα $20 \text{ mJ}\cdot\text{m}^{-2}$, ανάλογα το αν είναι πάνω ή κάτω από αυτή τη τιμή, το υλικό παραμορφώνεται σύμφωνα και με τα δύο φαινόμενα, αλλά κυρίως επικρατεί το ένα από τα δύο (Ma et al. 2018).

Στους MMnS, το φαινόμενο TRIP είναι υπεύθυνο για το σχηματισμό του α' (BCC/BCT) μαρτενσίτη από τον ωστενίτη ή το ε-μαρτενσίτη (HCP).

2.3.6. Επίδραση κραματικών στοιχείων

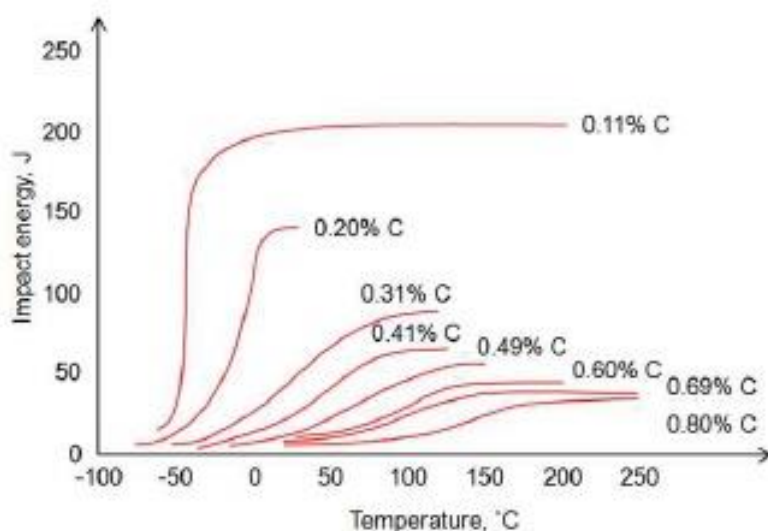
Μαγγάνιο

Ως το βασικό στοιχείο κραμάτωσης αυτών των χάλυβων, σταθεροποιεί τον ωστενίτη και αυξάνει τον όγκο του εις βάρος του φερρίτη. Όσο πιο υψηλή είναι η περιεκτικότητα σε μαγγάνιο, ο χάλυβας μπορεί να θερμανθεί σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, οδηγώντας έτσι σε λεπτότερους κόκκους. Όσο μεγαλύτερο είναι ποσοστό του ωστενίτη, ενεργοποιείται το φαινόμενο TRIP. Επίσης, επηρεάζει τη θερμοκρασία μεταβάσεως από όλκιμη σε ψαθυρή μειώνοντάς τη, σε συνδυασμό με χαμηλό ποσοστό σε άνθρακα (Lee and Han 2015). Τέλος, σχηματίζει σουλφίδια στη δομή του υλικού τα οποία συμβάλουν, επίσης, στην εκλέπτυνση του κόκκου (Lee and Han 2015).

Άνθρακας

Ο άνθρακας, όπως και το Mn, αποτελεί σταθεροποιητή του ωστενίτη και ο όγκος του αυξάνεται ανάλογα με το ποσοστό του. Επηρεάζει δε την εφελκυστική αντοχή και την αντοχή σε κρούση. Για παράδειγμα, χάλυβες με μεγάλη περιεκτικότητα σε άνθρακα παρουσίασαν υψηλή εφελκυστική αντοχή αλλά χαμηλή αντοχή σε κρούση, ιδιαίτερα, στην περιοχή της εγκοπής.

Στο παρακάτω διάγραμμα παρουσιάζεται η επίδραση του άνθρακα στην ενέργεια κρούσης χάλυβων σε διάφορες θερμοκρασίες:



Εικόνα 9: Επίδραση άνθρακα στην ενέργεια κρούσης χάλυβων σε διάφορες θερμοκρασίες δοκιμή.

3. Πειραματικό Μέρος

3.1. Περιγραφή του υλικού

Σ' αυτή τη διπλωματική εργασία, χρησιμοποιήθηκαν χάλυβες MMnS ψυχρής έλασης με την ακόλουθη χημική σύσταση:

| Χάλυβας | Fe | C | Mn | Al | Si |
|------------|----------|------|----|----|----|
| X5MnAl12-3 | Balanced | 0,05 | 12 | 3 | - |

Πίνακας 1: Χημική σύσταση του εξεταζόμενου χάλυβα σε wt%

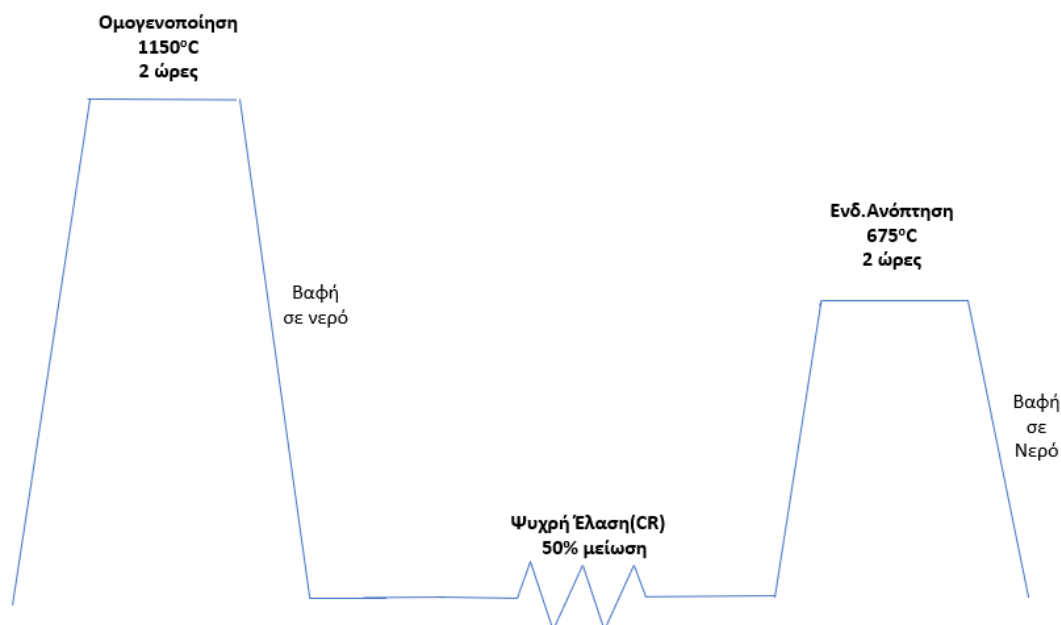
Όλα τα δείγματα, σε σχήμα παραλληλόγραμμου, σφυρηλατήθηκαν και, στη συνέχεια, πραγματοποιήθηκε θερμή και ψυχρή έλαση. Το τελικό πάχος του υλικού είναι 1,5 mm.

Μετά τη θερμή έλαση, το υλικό υπέστη ομογενοποίηση στους 1150°C για δύο ώρες και μετά βαφή σε νερό. Έπειτα, πραγματοποιήθηκε ψυχρή έλαση με 50% μείωση πάχους. Τέλος, πραγματοποιήθηκε ανόπτηση στη περιοχή α+γ με επιλεγόμενη θερμοκρασία 675°C για δύο ώρες και βαφή σε νερό μέχρι τη θ.δ.. Η ανόπτηση πραγματοποιήθηκε σε salt bath, όπως εμφανίζεται και στην εικόνα 10.



Εικόνα 10: Salt Bath στο Ινστιτούτο ΙΕΗΚ

Ο θερμικός κύκλος, που ακολουθήθηκε μετά τη θερμή έλαση, παρουσιάζεται στην εικόνα 5.



Εικόνα 11: Θερμικός Κύκλος του εξεταζόμενου χάλυβα MMnS μετά από θερμή έλαση

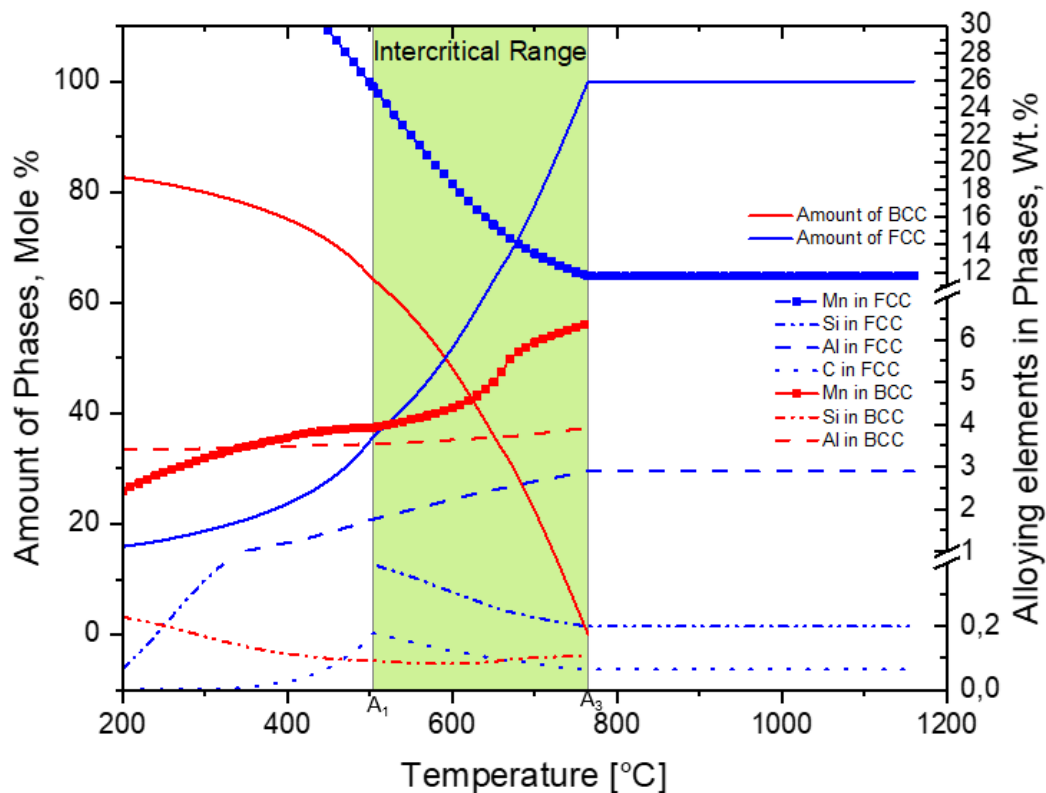
Οι λόγοι με βάση τους οποίους επιλέχθηκε αυτή η θερμοκρασία για την ανόπτηση είναι ακόλουθοι:

- Αρχικώς, επειδή η ψυχρή έλαση πριν την ανόπτηση δίνει την κινητήρια δύναμη για ανακρυστάλλωση (λόγω του αποθηκευμένου ψυχρού έργου στο υλικό που προέρχεται από την πλαστική παραμόρφωση), η θερμοκρασία της ανόπτησης επηρεάζει τον τρόπο ανακρυστάλλωσης του υλικού.
- Όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, σε χαμηλές θερμοκρασίες ανόπτησης στην περιοχή $\alpha+\gamma$ (κοντά στην A_1), όπως 500-550°C βαθμούς, δεν παρουσιάζεται ανακρυστάλλωση αλλά, μόνο, αποκατάσταση του παραμορφωμένου α' μαρτενσίτη. Η ανακρυστάλλωση έχει ως αποτέλεσμα τη μείωση της πυκνότητας των διαταραχών. Ο παραμένον ωστενίτης είναι πολύ θερμοδυναμικά σταθερός, με αποτέλεσμα τη χαμηλή εργοσκληύρυνση (strain hardening rate) του υλικού.

- Σε υψηλότερες θερμοκρασίες ανόπτησης (600-650°C), αρχίζει να πραγματοποιείται ανακρυστάλλωση σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες καθώς η μορφολογία του υλικού χαρακτηρίζεται από επιμήκης και ισαξονικούς κόκκους.
- Στους 700-750 °C βαθμούς, το ποσοστό του παραμένουτος ωστενίτη μειώνεται μετά την ανόπτηση. Αυτό συμβαίνει γιατί όσο αυξάνεται η θερμοκρασία, σχηματίζονται όλο και μεγαλύτεροι κόκκοι παραμένουτος ωστενίτη ο οποίος δεν είναι θερμοδυναμικά σταθερός και ως αποτέλεσμα, κατά τη διάρκεια της ψύξης, μπορεί να μετασχηματιστεί σε α' μαρτενσίτη.

Για τους παραπάνω λόγους, καθίσταται σημαντικό να επιλεγθεί μία θερμοκρασία στην οποία, ο παραμένων ωστενίτης να είναι θερμοδυναμικά σταθερός.

Οι θερμοκρασίες A_1 και A_3 υπολογίστηκαν από το πρόγραμμα Thermo-Calc με πακέτο δεδομένων (εικόνα 12) και προέκυψαν 510°C και 760°C αντίστοιχα.

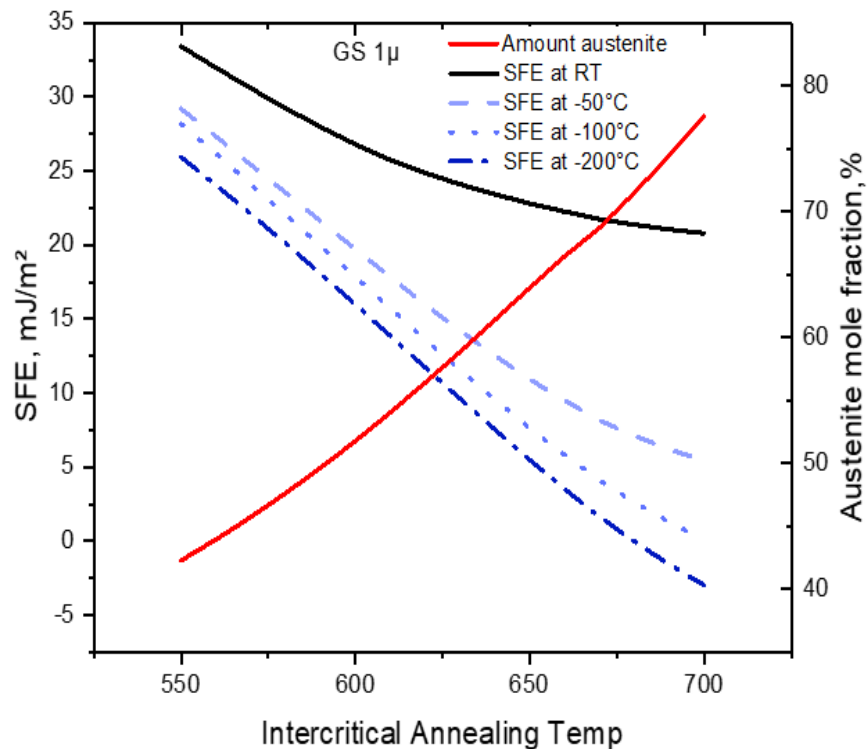


Εικόνα 12: Διαφορισμός κραματικών στοιχείων στην χωροκεντρωμένη (bcc) και ενδοκεντρωμένη (fcc) για τον χάλυβα X5AMnAl12-3

Το ίδιο διάγραμμα χρησιμοποιήθηκε για να υπολογιστεί η θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού (M_s).

Για τον υπολογισμό της ενέργειας επιστοιβάξης του εξεταζόμενου χάλυβα σε τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες (θερμοκρασία δωματίου, -50°C , -100°C και -200°C βαθμούς), χρησιμοποιήθηκε το ακόλουθο διάγραμμα, όπου διαγραμματικά εμφανίζεται ότι η ενέργεια επιστοιβάξης του εξεταζόμενου χάλυβα, εξαρτάται από την επιλεγόμενη θερμοκρασία ανόπτησης ανάμεσα στην A_1 και A_3 . Προέκυψε με βάση το πρόγραμμα Thermo-Calc.

Stacking Fault Energy Calculations



Εικόνα 13 : Διάγραμμα υπολογισμού της ενέργειας επιστοιβάξης συναρτήσει της θερμοκρασίας ανοπτήσεως στη περιοχή $\alpha+\gamma$ και το προβλεπόμενο ποσοστό ωστενίτη μετά την ανοπτήση.

Η ενέργεια επιστοίβαξης (ε.ε.) σε κάθε θερμοκρασία, παρουσιάζεται στον ακόλουθο πίνακα:

| Θερμοκρασία (°C) | Ενέργεια Επιστοίβαξης (mJ/m ²) |
|------------------|--|
| Θ.δ. | 21,0 |
| -50 | 10,2 |
| -100 | 2,5 |
| -200 | -2,0 |

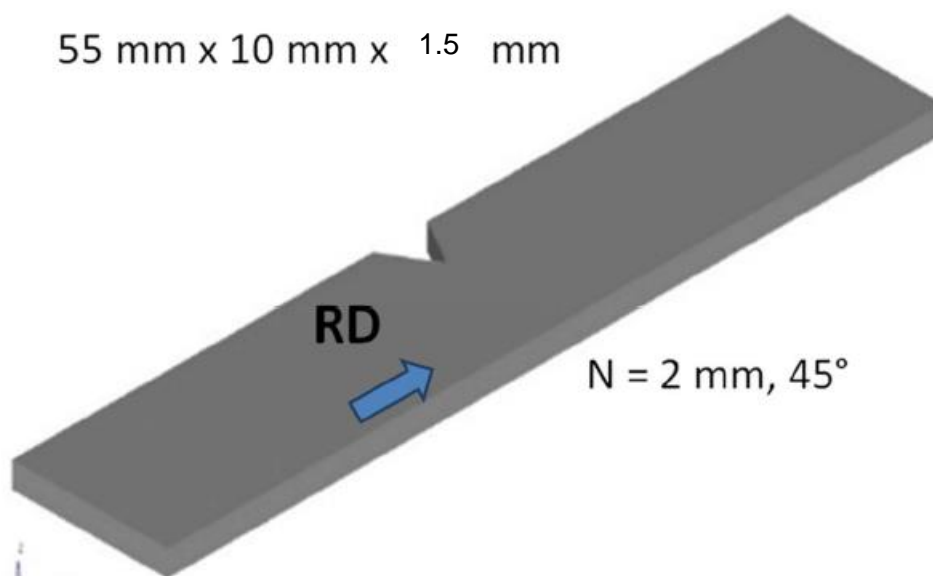
Πίνακας 2 : Τιμές ενέργειας επιστοίβαξης σε mJ/m² του εξεταζόμενου χάλυβα στις τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες με βάση το παραπάνω διάγραμμα.

3.2. Charpy V-εγκοπής Τεστ

Η δοκιμή Charpy χρησιμοποιείται πολύ συχνά για τον υπολογισμό της αντοχής σε κρούση. Στη δοκιμή, ένα υλικό που έχει εγκοπή, τοποθετείται ανάμεσα σε δύο στηρίγματα και στη θέση αυτή, κρούεται. Το φορτίο εφαρμόζεται ως κρουστικό κύτπημα μέσω σφυριού που απελευθερώνεται από ένα ανυψωμένο σημείο σταθερού ύψους h . Το σφυρί κρούει το δοκίμιο στην αντίθετη πλευρά από την εγκοπή.

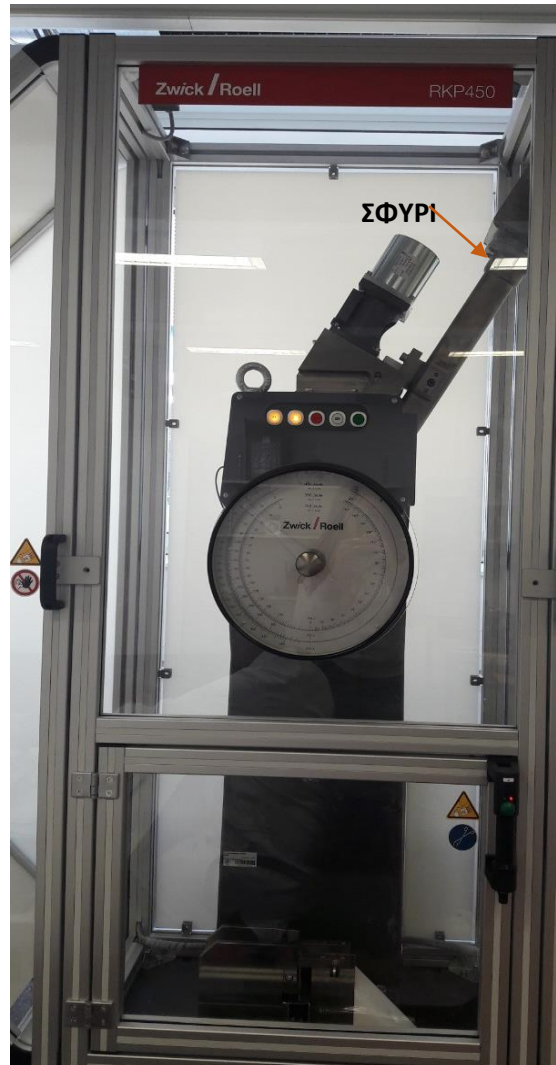
Η απορροφούμενη ενέργεια κατά τη θραύση αντανακλάται ως η διαφορά μεταξύ του αρχικού ύψους h του σφυριού και του ύψους του μετά την κρούση. Η μονάδα μέτρησης της είναι σε Joules (J) και στην περιοχή της εγκοπής, ονομάζεται δυσθραυστότητα εγκοπής η οποία μετριέται σε J/cm^2 (Saba et al. 2019). Συνήθως, το δείγμα έχει διαστάσεις 55 mm x 10 mm x 10 mm αλλά και μικρότερα μεγέθη σε πάχος είναι αποδεκτά ώστε να γίνει η δοκιμή.

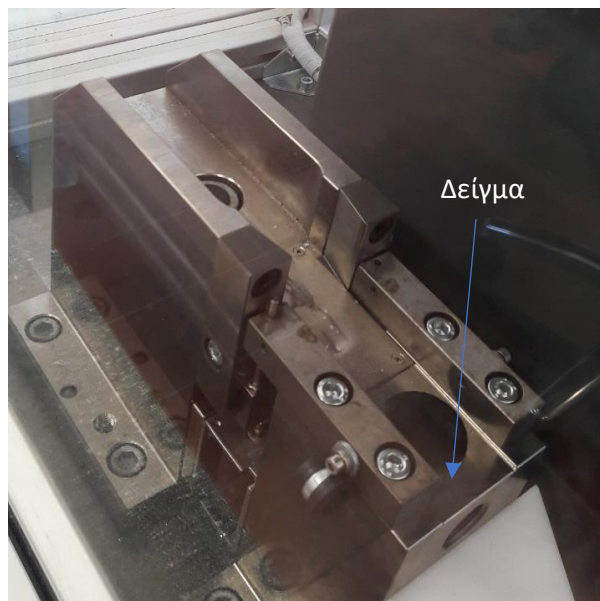
Στην παρούσα μελέτη, πραγματοποιήθηκε δοκιμή Charpy V-εγκοπής και το υλικό είχε διαστάσεις 55 mm x 10 mm x 1,5 mm, όπως μπορεί να φανεί και στην εικόνα 14.



Εικόνα 14: Διαστάσεις εξεταζόμενου δοκίμιου για δοκιμή Charpy με RD: κατεύθυνση έλασης

Στην εικόνα 15, παρουσιάζεται η σχηματική απεικόνιση της δοκιμής Charpy που πραγματοποιήθηκε για το εξεταζόμενο χάλυβα στο Max Plank Institute for Iron research στο Ντίσελντορφ.





Εικόνα 15: Απεικόνιση μηχανήματος δοκιμής Charpy στο Max Planck Institut.

Επιπροσθέτως, υπολογίστηκε το φορτίο που εφαρμόστηκε κατά τη διάρκεια της δοκιμής κατά μήκος του δείγματος. Από το τυπικό διάγραμμα, φορτίου-μετατόπισης, μπορεί να υπολογιστεί η δύναμη που εφαρμόστηκε για την έναρξη της πλαστικής παραμόρφωσης (F_{gy}). Μετά από αυτό το σημείο, το φορτίο παίρνει τη μέγιστη τιμή του (F_m) και, έπειτα, η τιμή του φορτίου αρχίζει να μειώνεται λόγω της θραύσης του υλικού (Patryk Jakubczak, Jarosław Bienias, Barbara Surowska 2014). Η F_m καθορίζει την περιοχή έναρξη της σταθερής ανάπτυξης των ρωγμών και, καθώς το φορτίο μειώνεται, F_u θεωρείται η δύναμη που εφαρμόστηκε για την ανάπτυξη ασταθώς των ρωγμών.

Συνολικά, πραγματοποιήθηκαν δοκιμές Charpy σε πέντε διαφορετικές θερμοκρασίες: θερμοκρασία δωματίου (20°C), -50°C , -100°C , -150°C και -196°C βαθμούς και τουλάχιστον δύο δείγματα για κάθε θερμοκρασία υπέστησαν τη δοκιμή. Οι εγκοπές στα δείγματα πραγματοποιήθηκαν κάθετα στη κατεύθυνση της έλασης πριν τη θερμική εξεργασία.

3.3. Προετοιμασία των δειγμάτων

Η λείανση των δοκιμίων ήταν το πρώτο στάδιο της προετοιμασίας της επιφάνειας τους ώστε να παρατηρηθούν σε οπτικό ή ηλεκτρονικό μικροσκόπιο (SEM), ή ανάλυση περίθλασης ακτινών-X (XRD) ή με την τεχνική EBSD.

Η διεργασία πραγματοποιήθηκε σε περιστρεφόμενο τροχό της εταιρείας ATM (Saphir 330). Ο τροχός καλυπτόταν με χαρτιά καρβιδίου του πυριτίου (SiC), που ήταν ουσιαστικά και το μέσο λείανσης. Τα χαρτιά που χρησιμοποιήθηκαν για προετοιμασία επιφανειών για μεταλλογραφία, ήταν ονομαστικής πυκνότητας κόκκων: 220-, 400-, 800-, 1200- και 2000-, 4000-grit λόγω του λεπτού υλικού. Τέλος τα δοκίμια, καθαρίστηκαν με αιθανόλη και στεγνώθηκαν με ρεύμα κρύου αέρα.

Το επόμενο στάδιο προετοιμασίας των επιφανειών των δοκιμίων για μεταλλογραφία ήταν η στίλβωση. Η στίλβωση είναι μια διαδικασία όπου γίνεται προσπάθεια στο μέτρο του δυνατού να ελαττωθεί το μέγεθος των γραμμών λείανσης και να δημιουργηθεί μια ομοιόμορφη επίπεδη επιφάνεια απαλλαγμένη από σφάλματα λείανσης. Πραγματοποιήθηκε σε πάνινους τροχούς που περιέχουν κόκκους διαμαντιού σε διασπορά διαμέτρου 6μm, ο δεύτερος κόκκους διαμαντιού με διάμετρο 3 μm και ο τελευταίος με 1 μm. Σαν λιπαντικό μέσο χρησιμοποιήθηκε το METADI diamond suspension. Τέλος, τα δοκίμια καθαρίστηκαν, επίσης, με αιθανόλη.

3.4. Τεχνικές Ανάλυσης της Μικροδομής

3.4.1. Θραυστογραφία Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (Scanning Electron Microscope, SEM)

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης χρησιμοποιείται στη διερεύνηση επιφανειών και μικροδομών σε κλίμακα μικρομέτρου αλλά και σε μικρότερη και μπορεί να παρουσιάσει εικόνα, ακόμα, και σε μεγάλο βάθος του δείγματος. Η πηγή δημιουργεί δέσμη ηλεκτρονίων (πρωτογενή ηλεκτρόνια), η οποία διερχόμενη μέσω μιας σειράς μαγνητικών φακών, επιταχύνεται και εστιάζεται πάνω στην επιφάνεια του δοκιμίου. Συνεπώς, το δοκίμιο, που εξετάζεται, σαρώνεται από αυτήν την προσπίπτουσα δέσμη ηλεκτρο-

νίων και, ανάλογα με την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των ατόμων του υλικού, προκαλείται η εκπομπή δευτερογενών και οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προέρχονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων ενώ τα οπισθοσκεδαζόμενα από τις ελαστικές παραμορφώσεις.

Όλα τα σήματα και, κυρίως των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων ενισχύονται και στη συνέχεια διαμορφώνουν την ένταση μιας εξωτερικής καθοδικής δέσμης, η οποία προσπίπτει σε φθορίζουσα οθόνη ακολουθώντας την ίδια σάρωση η οποία οδηγεί τη δέσμη του μικροσκοπίου. Το αποτέλεσμα είναι η μεγεθυσμένη απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος που σαρώνει η δέσμη του μικροσκοπίου (Χρυσουλάκης Γιάννης 2007)

Στη συγκεκριμένη διπλωματική, μετά τις δοκιμές Charpy, τα δείγματα οδηγήθηκαν για ανάλυση της επιφάνειας θραύσης τους σε ένα Zeiss Gemini ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης που κατέχει φασματοσκοπία ενεργειακής διασποράς ακτινών X (EDS).

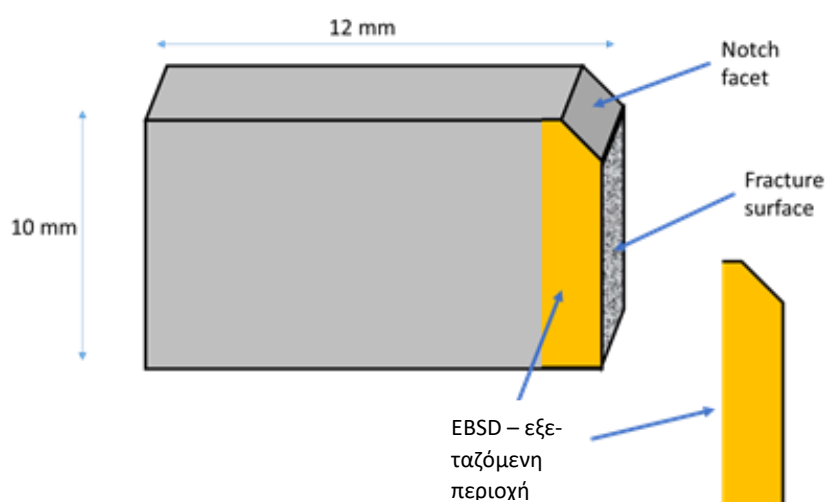
3.4.2. Δομικός Χαρακτηρισμός μέσω της Τεχνικής EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction)

Πρόκειται για μία τεχνική του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης με κάμερα backscatter ηλεκτρονίων, που χρησιμοποιείται για την διεξαγωγή συμπερασμάτων για τη κρυσταλλογραφική φάση, προσανατολισμό και τη μελέτη των ατελειών της μικροδομής. Επιπλέον, γίνεται ταυτοποίηση των φάσεων και προσδιορισμός της μορφολογίας των ορίων των κόκκων καθώς, και την ποσοτικοποίηση των τάσεων αλλά και κατανομή των διαταραχών.

Τα δείγματα αφού έχουν υποστεί κατάλληλη επεξεργασία, τοποθετούνται στο θάλαμο υποδοχής του μηχανήματος και η περίθλαση ανιχνεύεται από κάμερα φωσφορούχου οθόνης, η οποία εισάγεται στο θάλαμο με γωνία ίση ή μεγαλύτερη των 90° ως προς το δείγμα. Τα ηλεκτρόνια, που περιθλώνται, θα κατευθυνθούν προς τη φωσφορούχο οθόνη της κάμερας και θα εντοπιστούν λόγω φθορισμού από την CCD κάμερα που είναι υπεύθυνη για την καταγραφή της εικόνας του δείγματος.

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια προέρχονται από τις ελαστικές συγκρούσεις πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων. Κατά την περίθλαση και όταν η επιφάνεια του υλικού είναι κατάλληλα κρυσταλλική λαμβάνονται τα Kikuchi bands (ή αλλιώς Electron Backscatter Patterns). Από την γεωμετρία του, μπορεί να διεξαχθούν συμπεράσματα για τις κρυσταλλογραφικές φάσεις του δείγματος και το προσανατολισμό τους.

Τα εξεταζόμενα δοκίμια μετά την ανάλυση της επιφάνειας θραύσης τους, κόπηκαν και υπέστησαν λείανση και στίλβωση. Τέλος, οδηγήθηκαν στο μηχάνημα EBSD. Κάθε δοκίμιο είχε τη μορφή που φαίνεται και στην εικόνα 16.

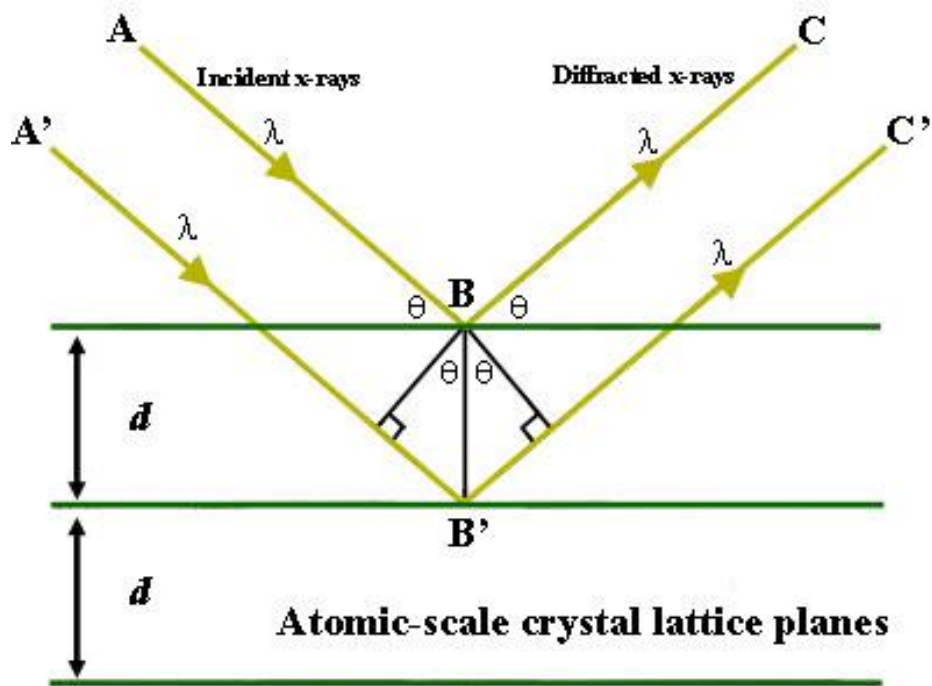


Εικόνα 16: Εξεταζόμενη περιοχή δειγμάτων για το μηχάνημα EBSD (fracture e surface: επιφάνεια θραύσης και Notch facet:εγκοπή).

3.4.3. Περίθλαση ακτίνων X (XRD)

Οι ακτίνες X είναι μια μορφή ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας η οποία έχει υψηλές ενέργειες και μικρά μήκη κύματος -της τάξης των αποστάσεων μεταξύ ατόμων στα στερεά. Όταν μια δέσμη ακτίνων X εισχωρήσει σε ένα στερεό υλικό υπό γωνία θ και μήκος κύματος λ , ένα τμήμα αυτής της δέσμης θα σκεδαστεί προς όλες τις διευθύνσεις από τα ηλεκτρόνια που αντιστοιχούν σε κάθε άτομο ή ιόν που βρίσκεται στην πορεία της.

Η παρακάτω εικόνα απεικονίζει τη περίθλαση των ακτίνων X.



Εικόνα 17 Σχηματική αναπαράσταση της περίθλασης ακτίνων X (https://serc.carleton.edu/research_education/geochemsheets/BraggsLaw.html)

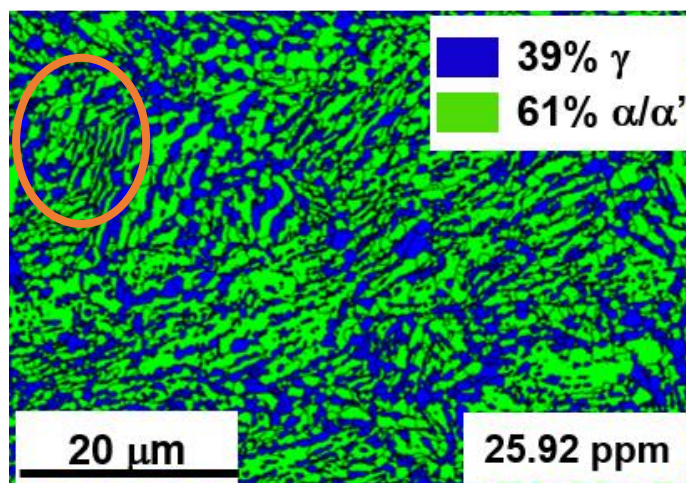
Στη συγκεκριμένη διπλωματική, η περίθλαση ακτίνων X έγινε με λάμπα Fe (μήκος κύματος 1.93604 Angstrom). Στόχος ήταν η ανίχνευση των φάσεων που εμπεριέχονται στο πολυφασικό υλικό και ο υπολογισμός των φάσεων από τον υπολογισμό του εμβαδού των κορυφών. Η περιοχή που έγινε η περίθλαση ήταν η ίδια με την τεχνική EBSD όπως φαίνεται και στην εικόνα 16.

4. Αποτελέσματα

4.1. Μικροδομή υλικού μετά την ανόπτηση

Όπως αναφέρθηκε παραπάνω, ο εξεταζόμενος χάλυβας X5AMnAl12-3 υπόκειται σε θερμή έλαση με αποτέλεσμα να έχει ωστενιτική μικροδομή σε τέτοια υψηλή θερμοκρασία, η οποία παραμένει σταθερή και κατά τη διάρκεια της ομογενοποίησης. Το γεγονός αυτό επιβεβαιώνεται και από το διάγραμμα φάσεων (εικόνα 12).

Μετά την ανόπτηση, ο Fe-12Mn-3Al-0.05C παρουσιάζει διφασική φερριτική και ωστενιτική μικροδομή. Αυτή η μικροδομή μπορεί να φανεί και στην εικόνα 18. Ο ωστενίτης (μπλε περιοχή) βρίσκεται κυρίως στην περιοχή με τους σφαιροειδής κόκκους και στην περιοχή με τις μαρτενσιτικές βελόνες (πορτοκαλί κύκλος στην εικόνα 18). Το ποσοστό του ωστενίτη μετά την ανόπτηση ανέρχεται στο 39% και με ποσοστό μετασχηματισμού 23,9% , όπως φαίνεται και στο πίνακα 2.



Εικόνα 18: EBSD- Χάρτης φάσεων μικροδομής του εξεταζόμενου χάλυβα X5MnAl12-3 ψυχρής έλασης μετά από ανόπτηση στην περιοχή α+γ τους 675°C για δύο ώρες (Shen et al. 2019)

| Heat treatment condition | γ before def. | γ after def. | Transformed | Trans. ratio |
|--------------------------|---------------|--------------|-------------|--------------|
| ART @ 675°C, 2h | 55.2% | 40.2% | 12.6% | 23.9% |

Πίνακας 3: : Ex-Situ SYXRD αποτελέσματα του χάλυβα X5MnAl12-3 ψυχρής έλασης μετά από ανόπτηση στην περιοχή α+γ (Shen et al. 2019)

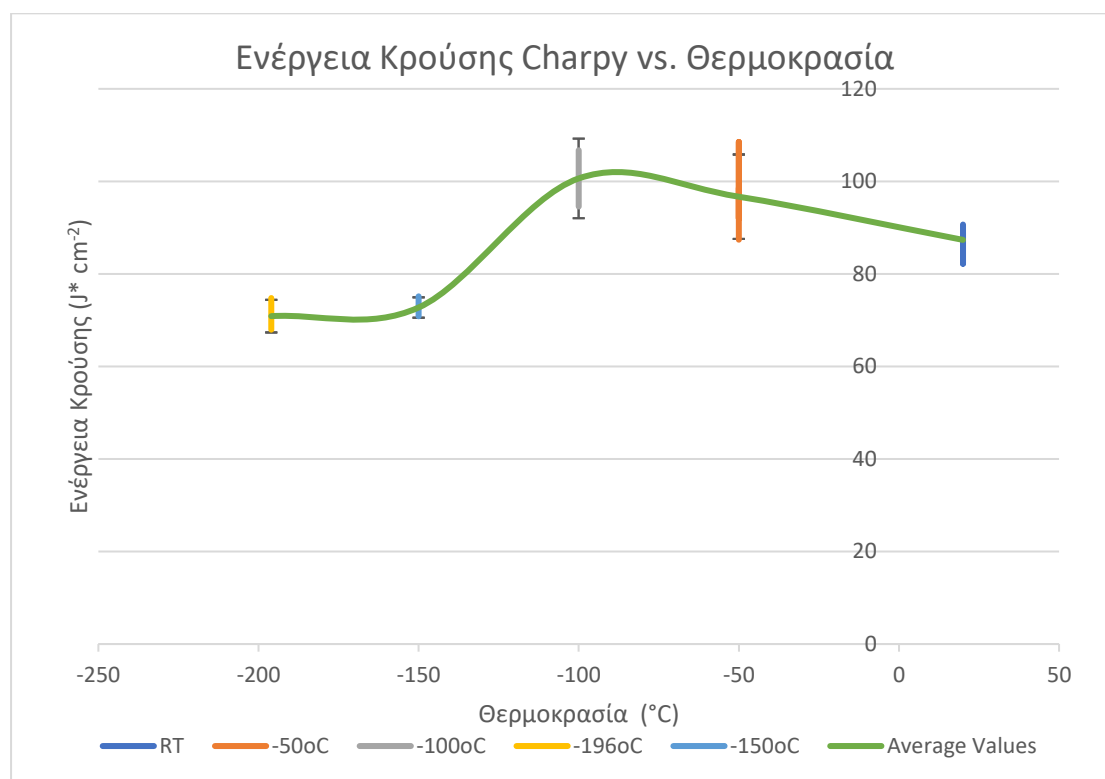
Σημειώνεται ότι τα παραπάνω αποτελέσματα EBSD του εξεταζόμενου χάλυβα μετά την ανόπτηση, πάρθηκαν από άλλο ερευνητικό πρόγραμμα των Xiao Shen, Wenwen

Song, Simon Sevsek, Yan Ma, Claas Hüter, Robert Spatschek and Wolfgang Bleck του πανεπιστημίου RWTH στο Ινστιτούτο ΙΕΗΚ.

4.2. Αποτελέσματα Δοκιμής Charpy

Όπως αναφέρθηκε παραπάνω, δοκιμές Charpy πραγματοποιούνται σε πέντε διαφορετικές θερμοκρασίες 20°C , -50 °C, -100 °C, -150 °C και -196 °C βαθμούς. Συνεπώς, υπολογίστηκαν: η ενέργεια κρούσης, η ενέργεια έναρξης των ρωγμών (Energy initiation-Ei) και η ενέργεια ανάπτυξης τους (Energy propagation- E_p).

Στο ακόλουθο διάγραμμα, παρουσιάζονται οι ενέργειες κρούσης των δοκιμών διαιρέμενες με την επιφάνεια τους, σε όλες τις θερμοκρασίες. Στη θ.δ, η μέση ενέργεια κρούσης είναι 13,1 J και στη κρυογονική θερμοκρασία, 10,6 J.

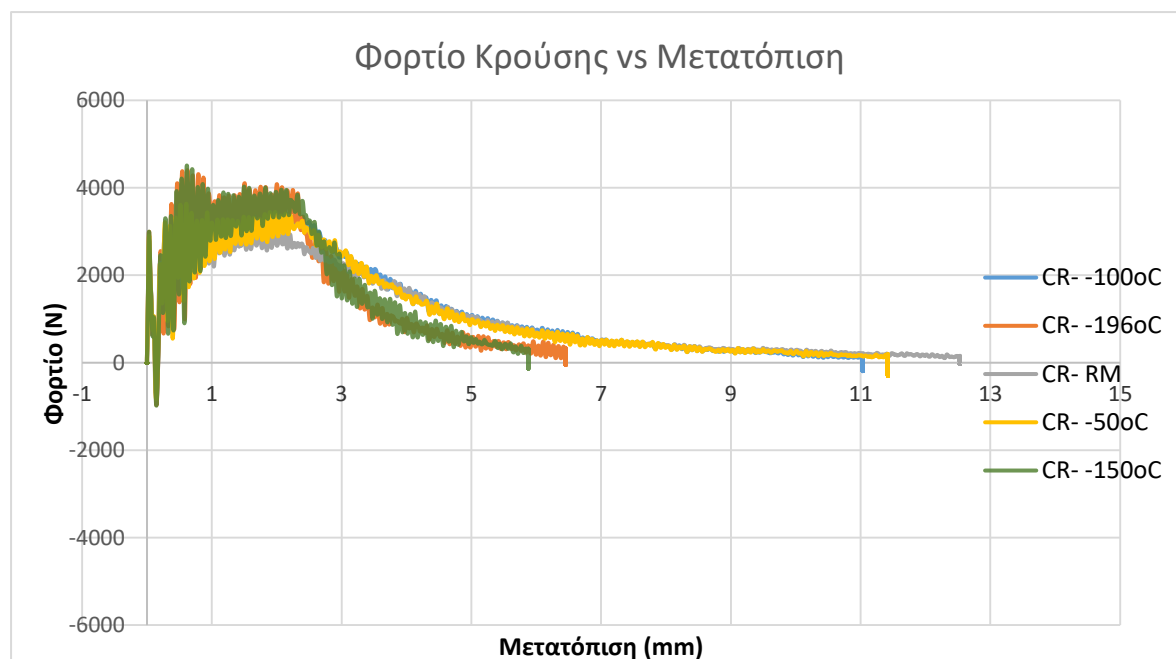


Εικόνα 19: Ενέργεια Κρούσης vs. Θερμοκρασία που πραγματοποιήθηκε η δοκιμή Charpy

Παρατηρείται ότι όσο αυξάνεται η θερμοκρασία, η συνολική ενέργεια κρούσης αυξάνεται μέχρι και λίγο πιο πάνω από τους -100°C βαθμούς. Στους -50°C, υπάρχει πτώση της ενέργειας στα 14,5 J από 15,1 στους -100°C με σταθερό ρυθμό. Σύμφωνα με το

διάγραμμα, ο εξεταζόμενος χάλυβας δεν παρουσιάζει θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση.

Στην εικόνα 20, παρουσιάζεται το διάγραμμα φορτίου κατά τη διάρκεια της δοκιμής με την μετατόπιση (deflection) κατά μήκος του δοκιμίου στις πέντε θερμοκρασίες που έγιναν οι δοκιμές. Το μέγιστο φορτίο φαίνεται να ασκείται στους -150°C (4532,7 N) αλλά με αυτή στους -196°C να είναι αρκετά κοντά.



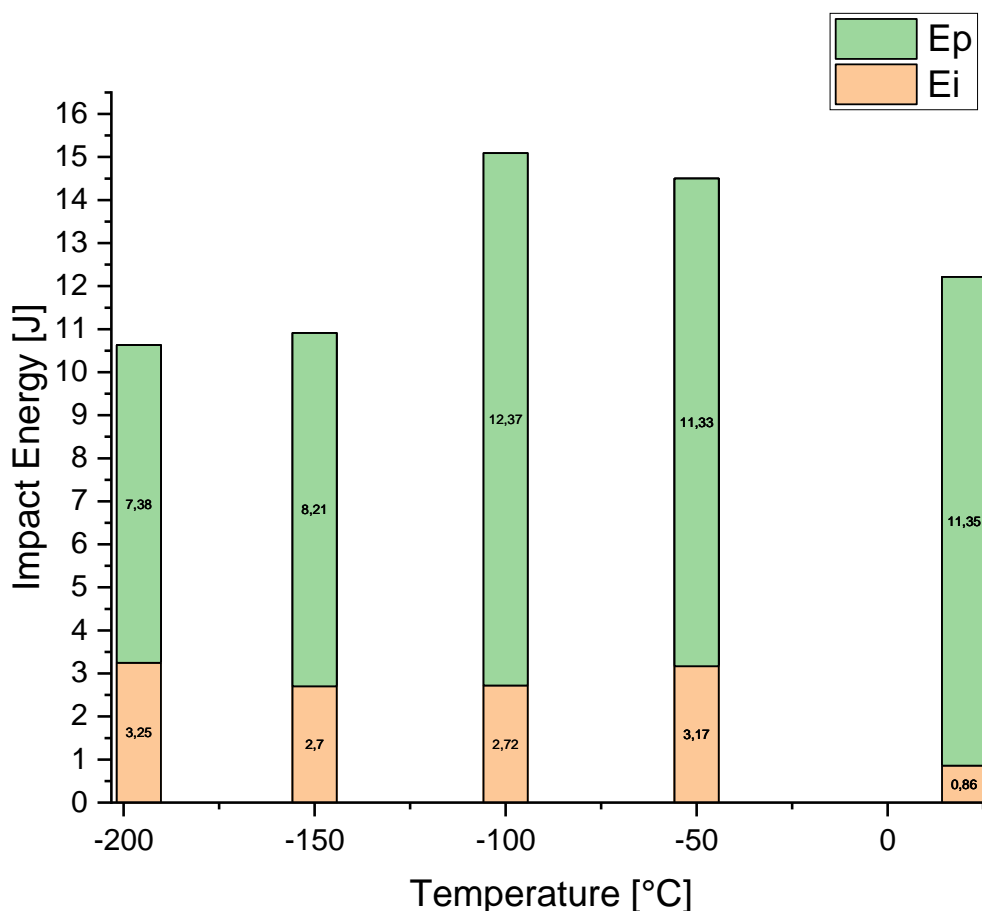
Εικόνα 20: Διάγραμμα Φορτίου και Μετατόπισης δοκιμής Charpy για τον εξεταζόμενο χάλυβα ψυχρής έλασης για όλες τις θερμοκρασίες

Τη μεγαλύτερη μετατόπιση πριν τη θραύση του υλικού, την παρουσιάζει το δοκίμιο στη θ.δ. (12,5 mm). Όσο η θερμοκρασία στη δοκιμή Charpy μειώνεται, η μετατόπιση του δοκιμίου μειώνεται και στην κρυογονική θερμοκρασία έχει μειωθεί στα 6,5 mm.

Από αυτό το διάγραμμα υπολογίστηκε για κάθε θερμοκρασία, η E_i και E_p . Το εμβαδόν της κάτω από την καμπύλη φορτίου-μετατόπισης αντιστοιχεί στην συνολική ενέργεια κρούσης που απορροφήσε το δοκίμιο. Όταν εφαρμόστηκε η μέγιστη δύναμη κρούσης, η ενέργεια που απορροφήθηκε μέχρι εκείνο το σημείο, θεωρείται η ενέργεια που χρειάστηκε για να σχηματιστούν οι ρωγμές. Υπολογίζεται, συνεπώς, ως το εμβαδόν από την αρχή της καμπύλης (αρχή της δοκιμής) μέχρι το σημείο που ασκήθηκε F_{max} .

Αντίστοιχα, η ενέργεια που απορροφήθηκε μετά την άσκηση της μέγιστης δύναμης μέχρι την θραύση του δοκιμίου, θεωρείται ως η E_p . Υπολογίζεται, ομοίως όπως η E_i ,

ως το εμβαδόν από την F_{max} μέχρι το τέλος της δοκιμής. Όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, το άθροισμα των δύο ενεργειών αποτελούν τη συνολική ενέργεια κρούσης που απορρόφησε το υλικό κατά τη διάρκεια της κρούσης. Τα αποτελέσματα των E_p και των E_i παρουσιάζονται στο παρακάτω διάγραμμα:

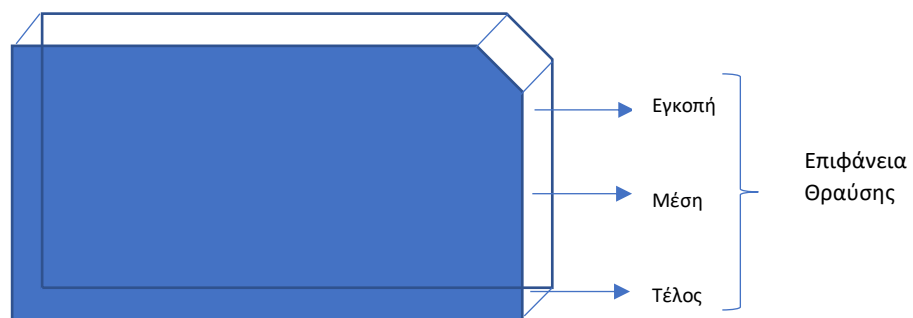


Εικόνα 21: Διάγραμμα συνολικής ενέργειας κρούσης του X5MnAl12-3 χωρισμένο στην ενέργεια σχηματισμού των ρωγμών (E_i) και την ενέργεια ανάπτυξης τους (E_p).


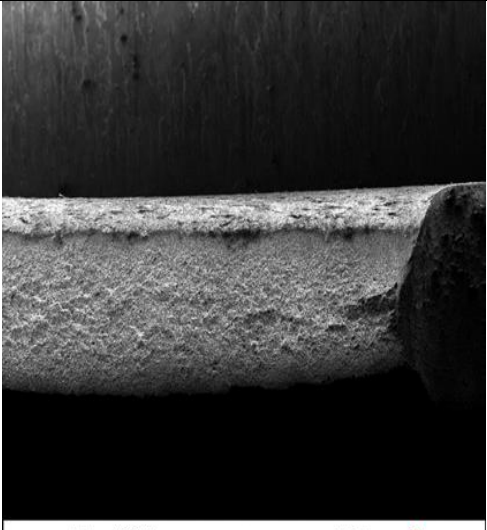
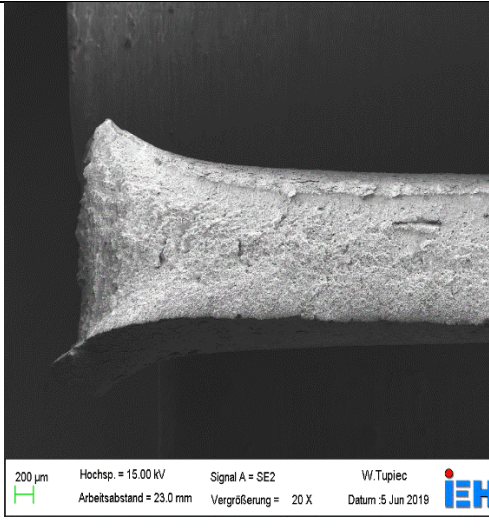
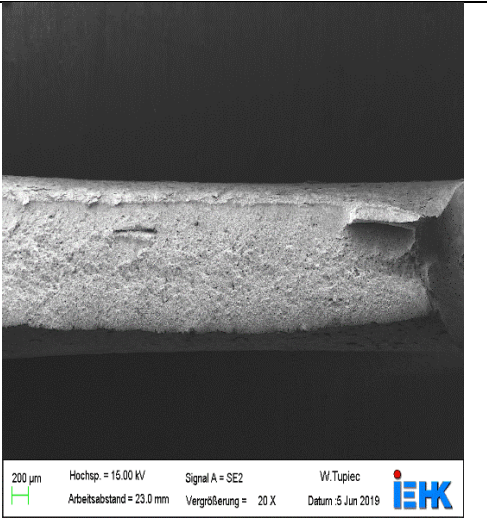
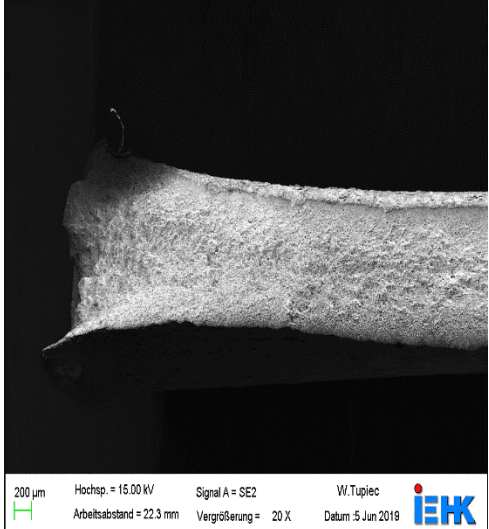
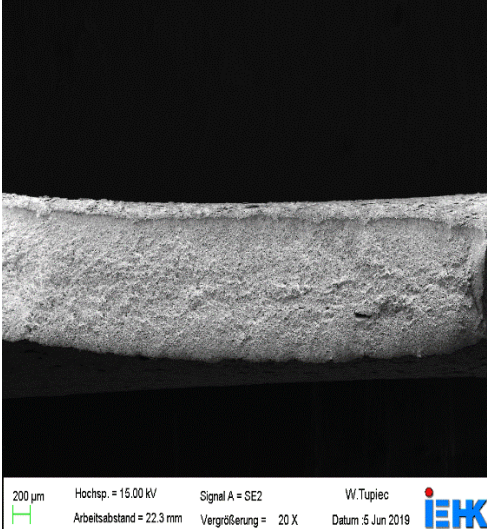
Η E_i , όσο η θερμοκρασία μειώνεται από τη θ.δ. στους -50°C βαθμούς, αυξάνεται από 0,86 J στα 3,17 J ενώ στις υπόλοιπες θερμοκρασίες η τιμή της παραμένει σταθερή με μικρές αυξομειώσεις (όπως στους -150°C). Αντιθέτως, η E_p παραμένει σταθερή με εύρος 11,35-12,37 J από τη θ.δ. στους -100°C . Σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, η E_p μειώνεται στα 8,21 J and 7,38 στους -150°C και -196°C , αντίστοιχα. Τα αποτελέσματα αυτά δικαιολογούν τη μείωση της συνολικής ενέργειας κρούσης σε χαμηλότερες θερμοκρασίες.

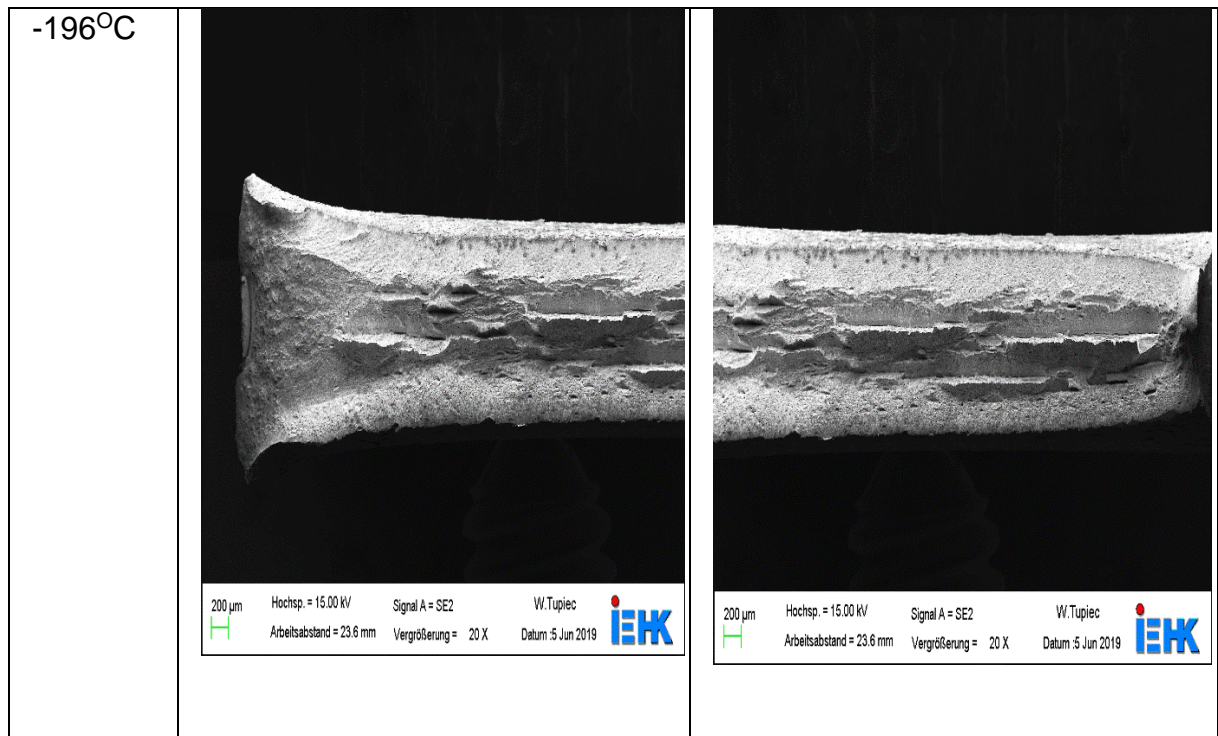
4.3. Αποτελέσματα Θραυστογραφίας

Στις ακόλουθες φωτογραφίες, παρουσιάζονται τα αποτελέσματα της ανάλυσης της επιφάνειας θραύσης του X5MnAl12 -3 ψυχρής έλασης από το SEM. Η ανάλυση της επιφάνειας θραύσης έγινε στα δοκίμια τα οποία υπέστη τη δοκιμή στις θερμοκρασίες : 20°C, -50 °C, -100 °C, - και -196 °C. Η περιοχή που έγινε η ανάλυση της επιφάνειας θραύσης παρουσιάζεται στο παρακάτω διάγραμμα:

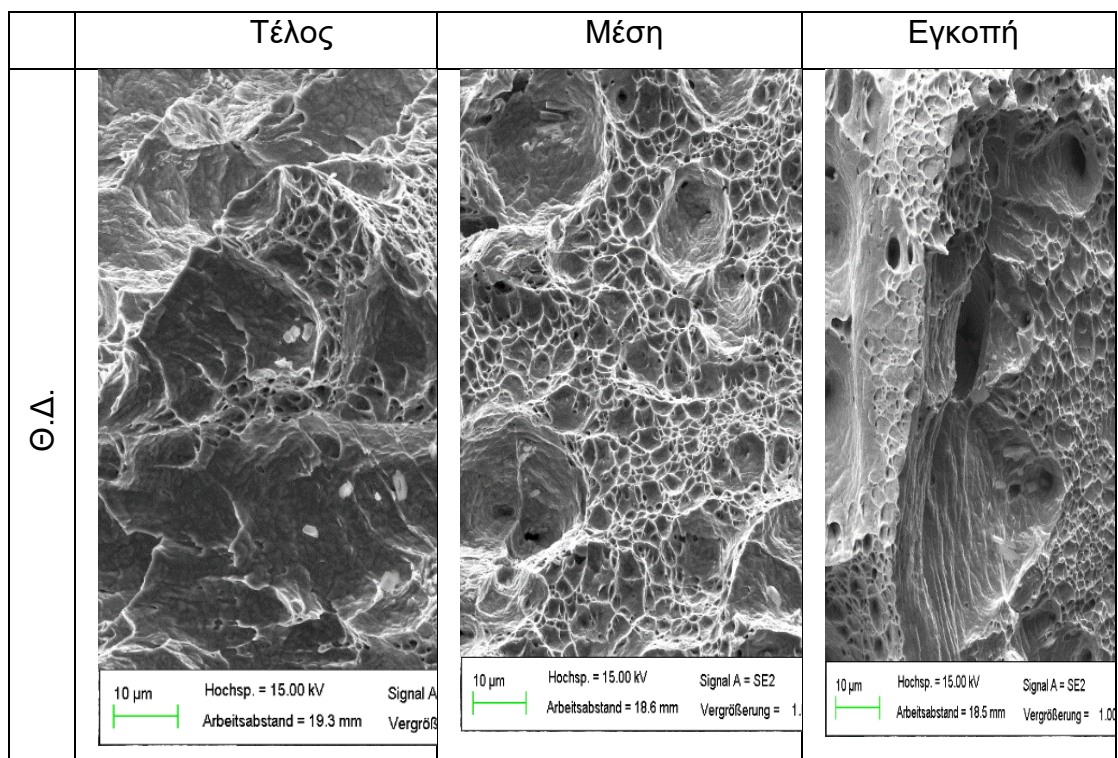


Εικόνα 22: Σχηματική Απεικόνιση του δείγματος για την ανάλυση της επιφάνειας θραύσης στο SEM.

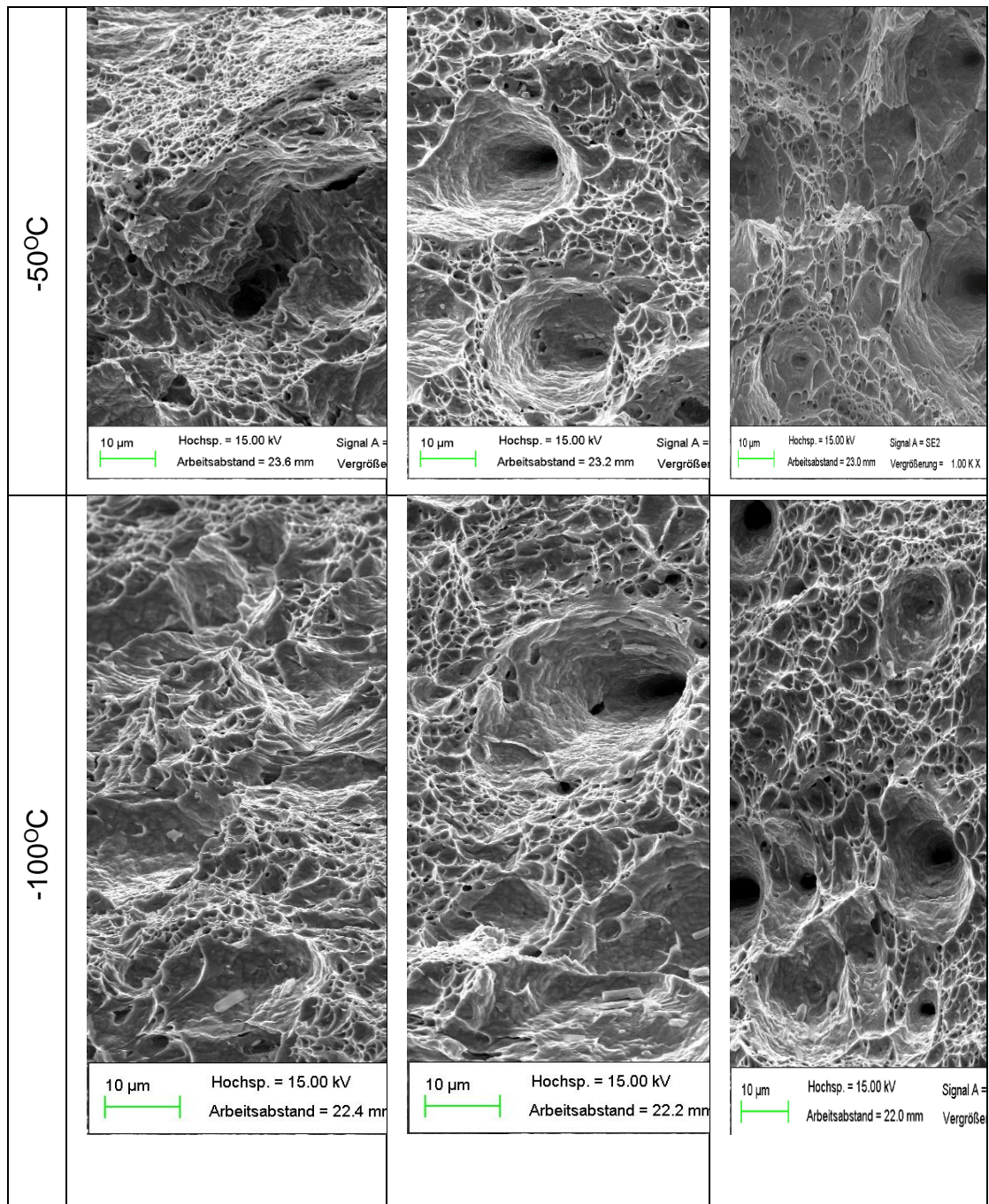
| | Άκρη Επιφάνειας Θραύσης (Τέλος) | Εγκοπή |
|--------|--|---|
| Θ.δ. |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 18.7 mm Vergrößerung = 23 X Datum :9 Jul 2019 IEHK</p> |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 18.7 mm Vergrößerung = 23 X Datum :9 Jul 2019 IEHK</p> |
| -50°C |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 23.0 mm Vergrößerung = 20 X Datum :5 Jun 2019 IEHK</p> |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 23.0 mm Vergrößerung = 20 X Datum :5 Jun 2019 IEHK</p> |
| -100°C |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 22.3 mm Vergrößerung = 20 X Datum :5 Jun 2019 IEHK</p> |  <p>200 μm Hochsp. = 15.00 kV Signal A = SE2 W.Tupiec Arbeitsabstand = 22.3 mm Vergrößerung = 20 X Datum :5 Jun 2019 IEHK</p> |

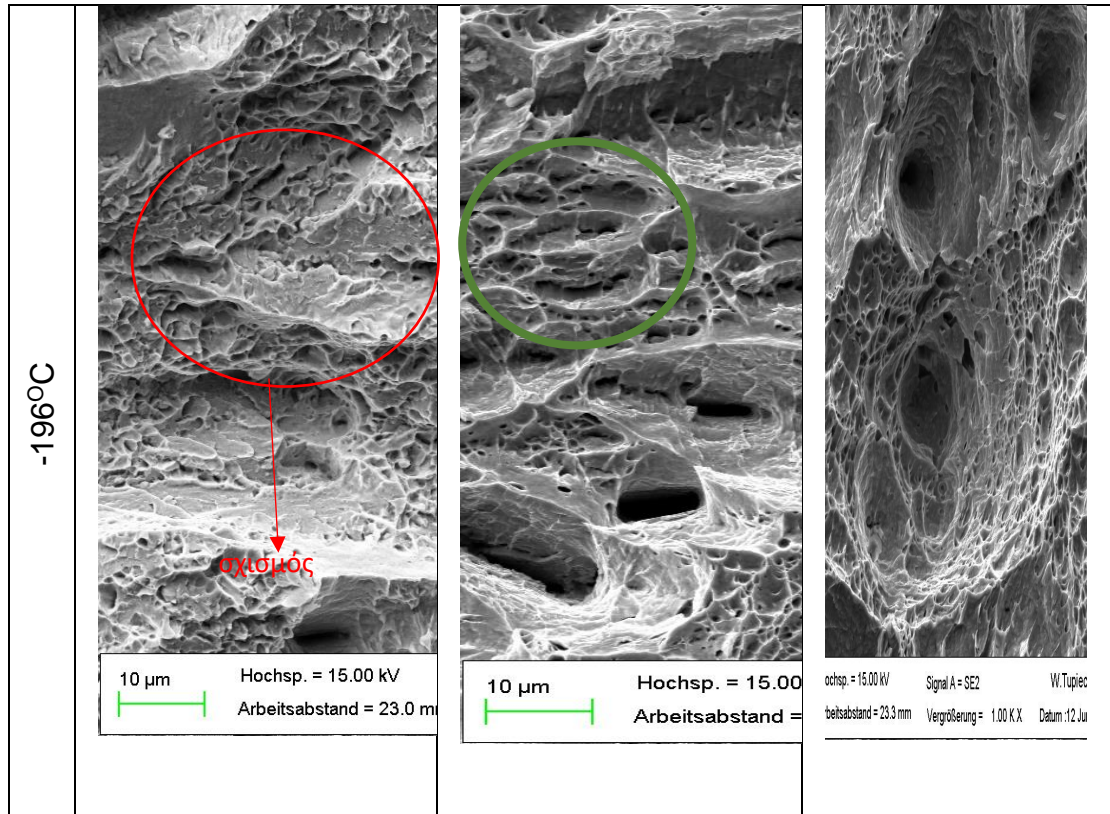


Εικόνα 23: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στην περιοχή της εγκοπής και στο τελικό στάδιο ανάπτυξης των ρωγμών στην άλλη άκρη του δοκιμίου με μεγέθυνση x20 στις τέσσερις θερμοκρασίες.



Μελέτη αστοχίας και μηχανικών ιδιοτήτων σε χάλυβα με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο

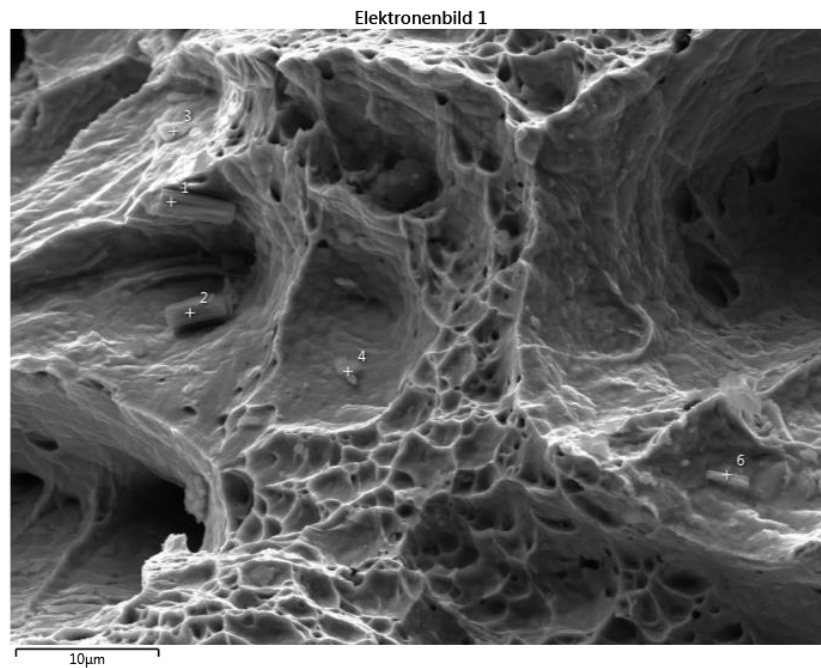




Εικόνα 24: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στην περιοχή της εγκοπής, στη μέση και στο τέλος της επιφάνειας με μεγέθυνση x500 στις τέσσερις θερμοκρασίες.

Στη θ.δ., σε όλες τις ζώνες, η επιφάνεια θραύσης περιέχει κοιλότητες (dimples) και μικροοπές (voids). Ιδιαίτερα, στη μέση της επιφάνειας θραύσης, οι κοιλότητες είναι έντονες, με αποτέλεσμα η θραύση σε αυτή τη θερμοκρασία να χαρακτηρίζεται όλκιμη. Όσο μειώνεται η θερμοκρασία, οι κοιλότητες δεν παρουσιάζουν το ίδιο μέγεθος καθώς δεν προλαβαίνουν να αναπτυχθούν. Στην περιοχή της ανάπτυξης της θραύσης (τέλος), φαίνεται οι κοιλότητες να έχουν μεγαλύτερο βάθος. Στους -196°C βαθμούς, η επιφάνεια θραύσης παρουσιάζει κοιλότητες που δεν μπορούσαν να αναπτυχθούν, λόγω χαμηλής θερμοκρασίας ακόμα πιο έντονα (πράσινος κύκλος). Σε αυτή τη θερμοκρασία, επίσης, εμφανίζονται και επίπεδα σχισμού (κόκκινος κύκλος). Το γεγονός αυτό επιβεβαιώνει ότι η θραύση σε χαμηλότερες θερμοκρασίες γίνεται πιο ψαθυρή. Η επιφάνεια αυτή μπορεί να χαρακτηριστεί και ως quasi cleavage.

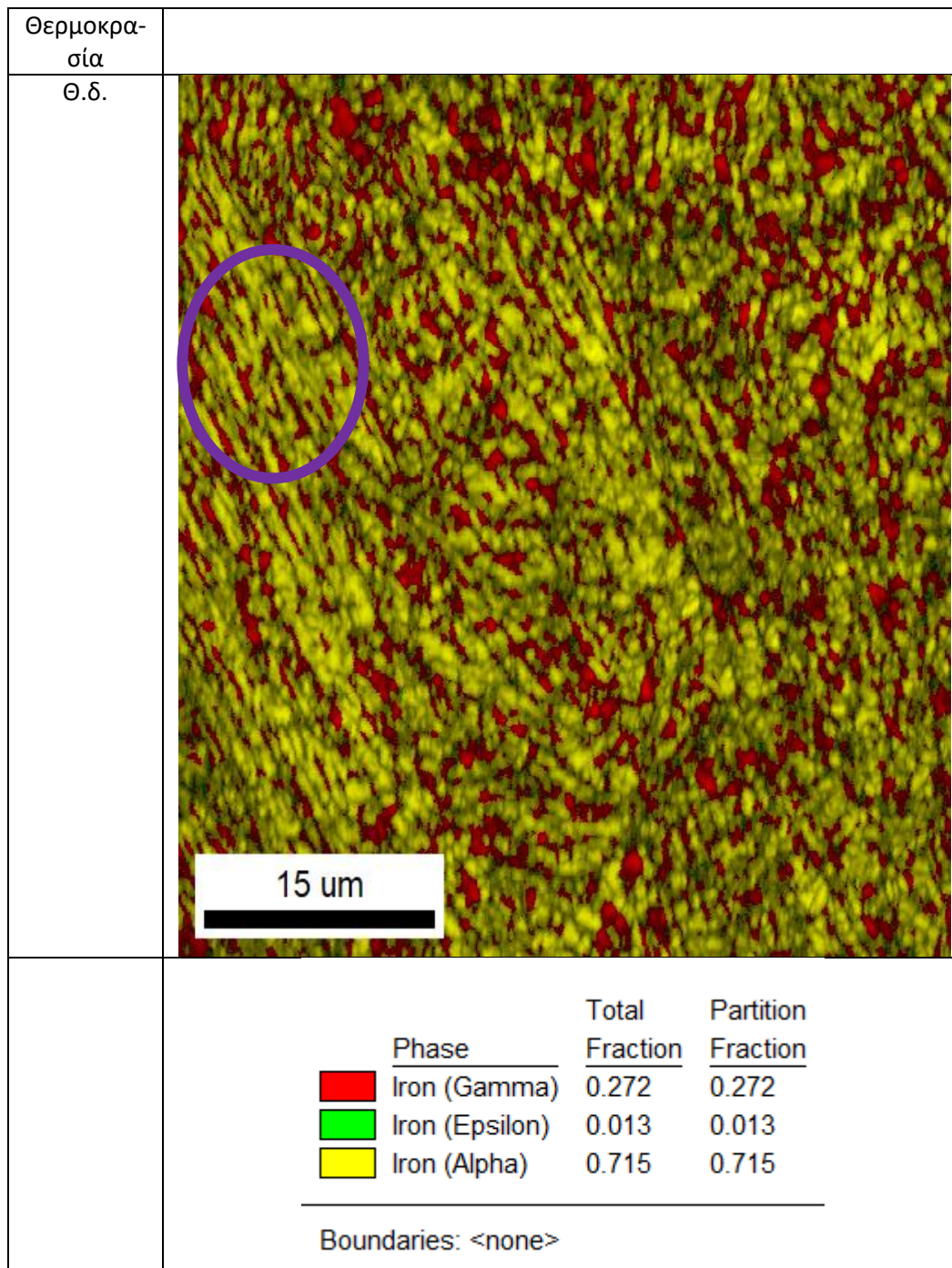
Στους -50°C βαθμούς, υπάρχουν μεγάλες κοιλότητες μέσα σε εγκλείσματα που περιέχουν MnS και Al_2N_3 σύμφωνα με τη χημική ανάλυση του SEM (spot 1,2,3) στην εικόνα 18.

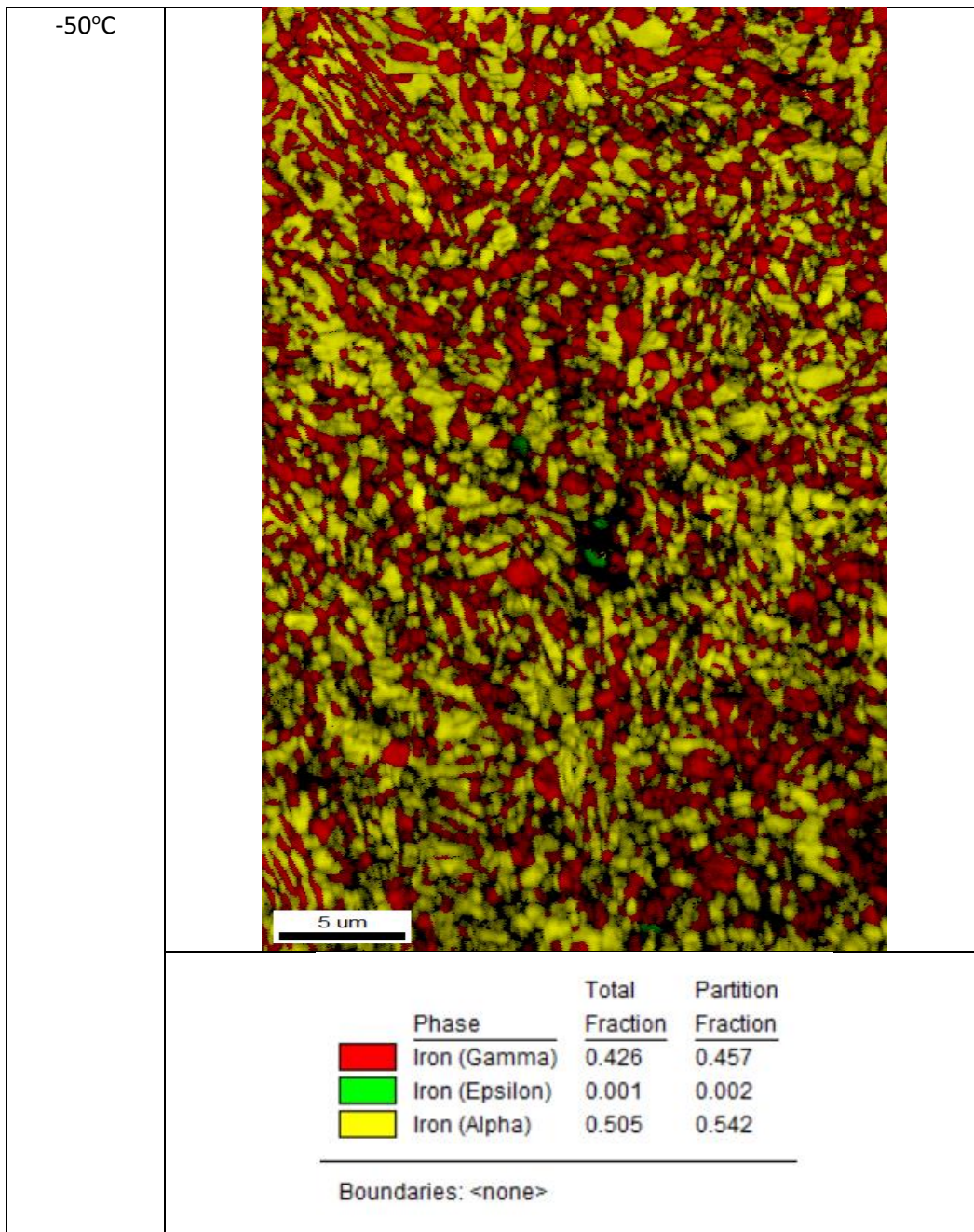


Εικόνα 25: Αποτελέσματα SEM- θραυστογραφίας για τον X5MnAl12-3 στους -50oC με μεγέθυνση x2000.

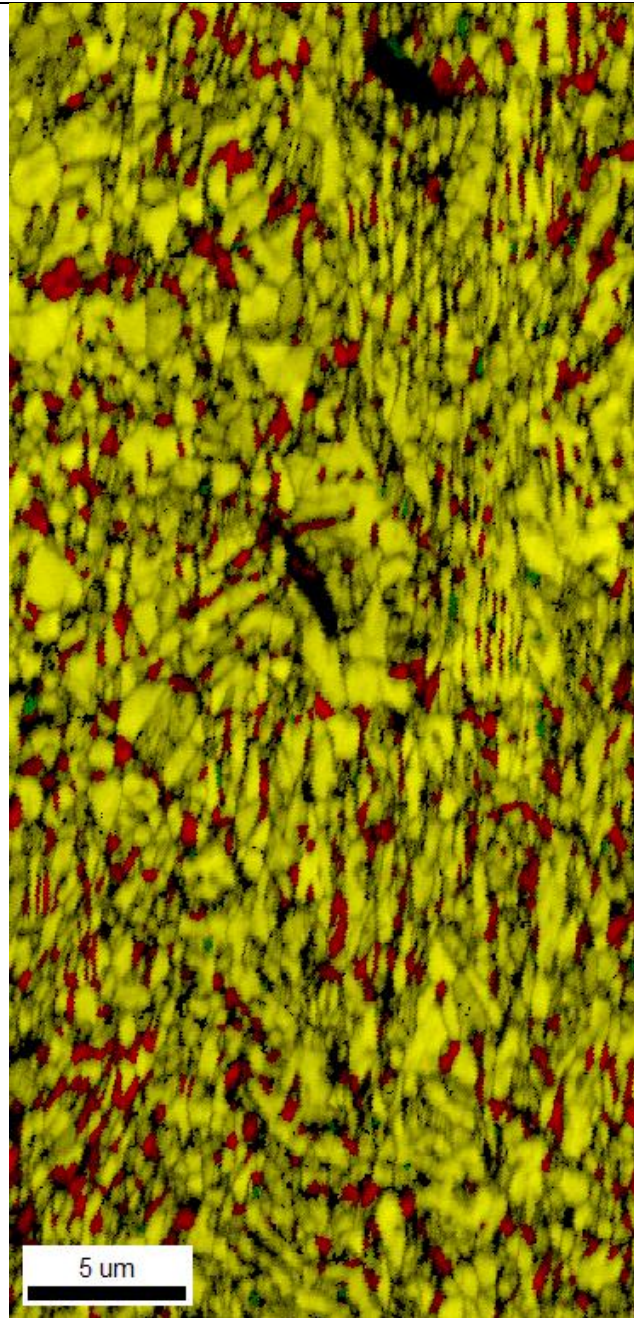
4.4. Αποτελέσματα της τεχνικής EBSD

Με τη χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM), και πιο συγκεκριμένα, με την τεχνική EBSD, στο υλικό έγινε χαρακτηρισμός της δομής του σε επίπεδο μικροκλίμακας. Τα αποτελέσματα της τεχνικής παρατίθενται παρακάτω:



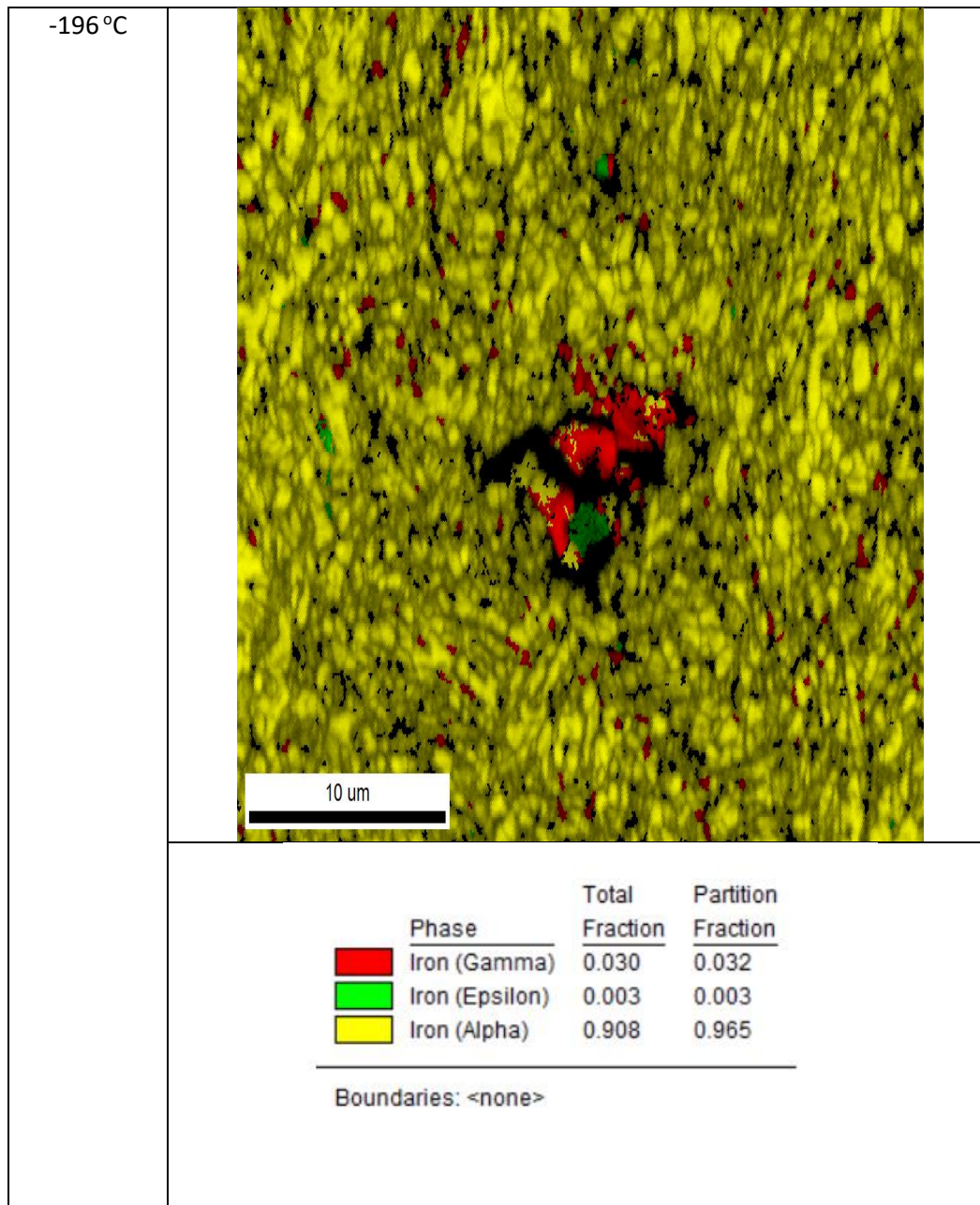


-100 °C



| Phase | Total Fraction | Partition Fraction |
|----------------|----------------|--------------------|
| Iron (Gamma) | 0.123 | 0.130 |
| Iron (Epsilon) | 0.003 | 0.003 |
| Iron (Alpha) | 0.823 | 0.867 |

Boundaries: <none>



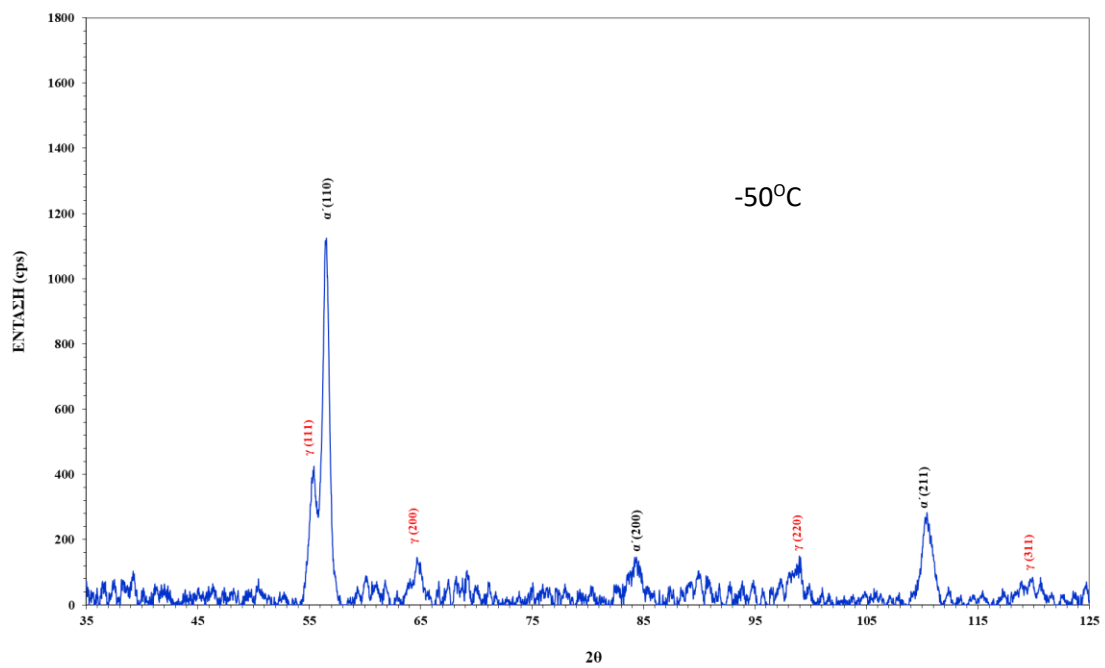
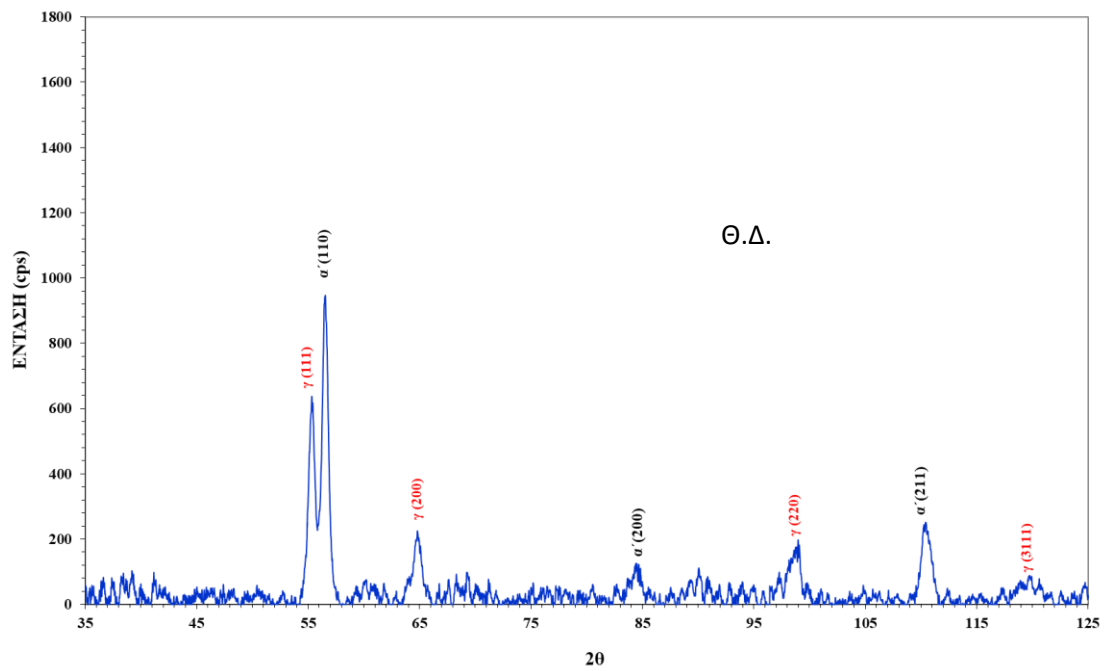
Εικόνα 26: Αποτελέσματα τεχνικής EBSD του X6MnAl12-3 ψυχρής έλασης στις -50°C, -100°C και -196°C.

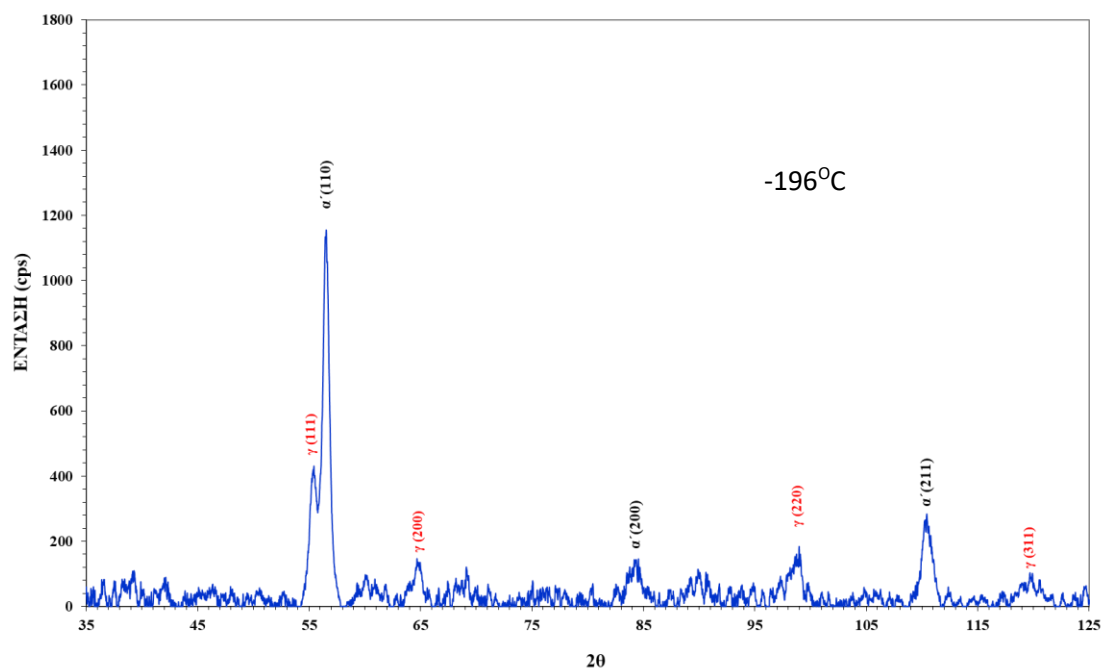
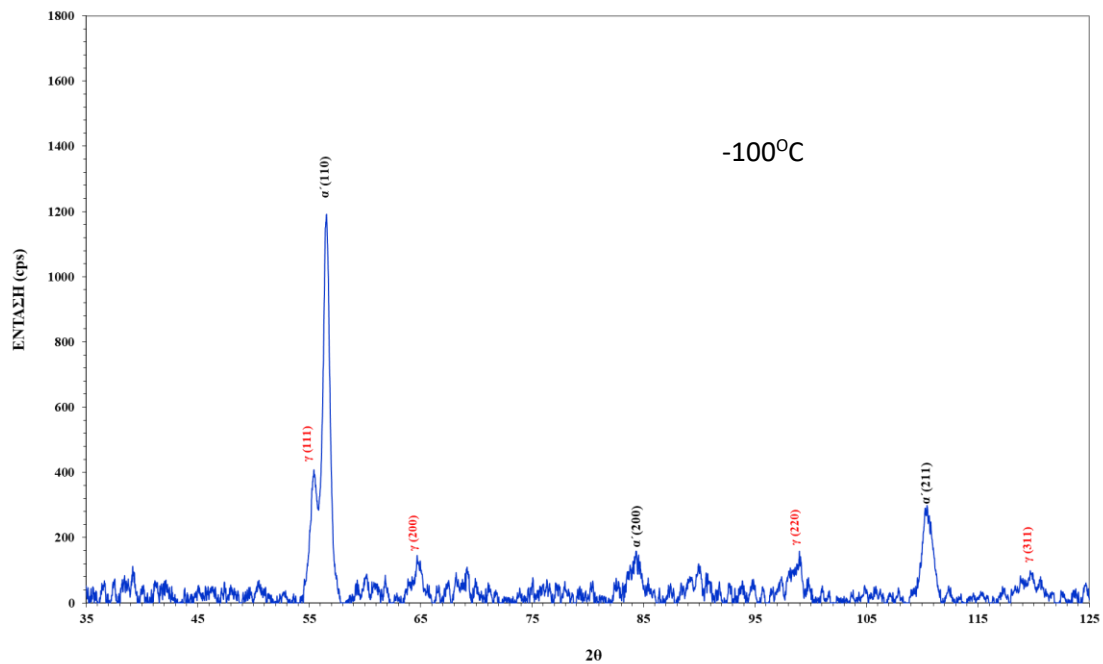
Όσο η θερμοκρασία μειώνεται, η φάση α γίνεται όλο και πιο έντονη. Στη θ.δ. παρατηρούνται πιθανόν διδυμίες (μωβ κύκλος) ενώ στους -196°C η μαύρη περιοχή που δεν μπορεί να αναγνωρίσει το μηχάνημα, μπορεί να θεωρηθεί ρωγμή.

4.5. Αποτελέσματα XRD

Η περίθλαση ακτίνων X για να διεξαχθούν συμπεράσματα για τη μικροδομή των δοκιμίων στις παραπάνω τέσσερις θερμοκρασίες, έδωσε τα ακόλουθα αποτελέσματα:

Μελέτη αστοχίας και μηχανικών ιδιοτήτων σε χάλυβα με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο

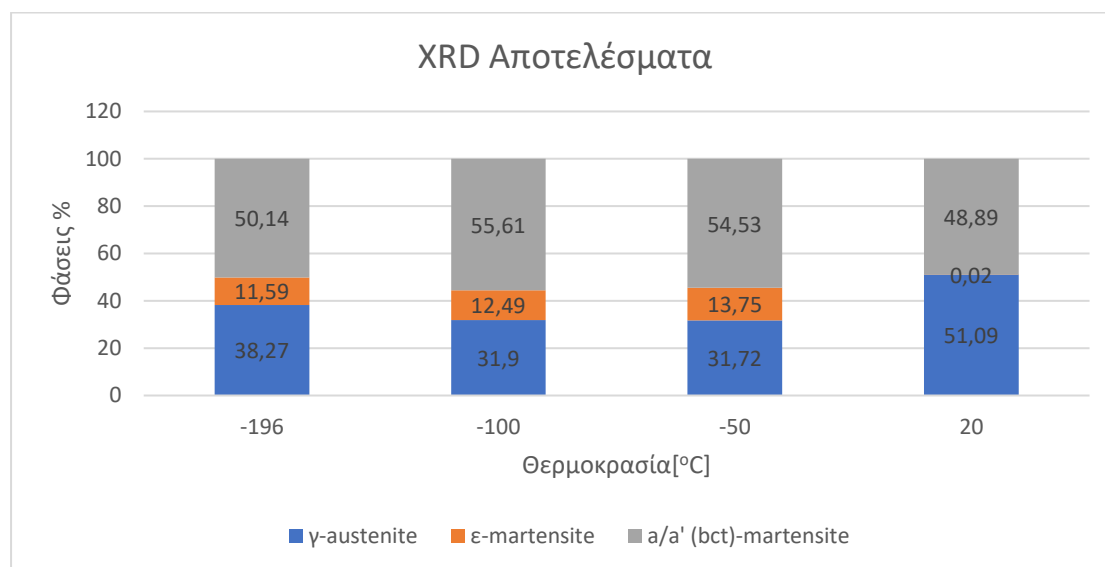




Εικόνα 27: Αποτελέσματα XRD του εξεταζόμενου χάλυβα για τις τέσσερις θερμοκρασίες

Η κύρια διαφορά των τεσσάρων αποτελεσμάτων βρίσκεται ανάμεσα στις 50 και 60 2 θ . Στη θ.δ., το ποσοστό του ωστενίτη ανέρχεται στο 51% ενώ στους -50°C βαθμούς, ενώ όσο η θερμοκρασία μειώνεται, το ποσοστό του μειώνεται στο 38%. Η διαφορά αυτή διακρίνεται και οπτικά από την υψηλότερη κορυφή που παρουσιάζει η φάση α' στις χαμηλότερες θερμοκρασίες.

Η μέθοδος αυτή, δεν μπορεί να διακρίνει σαν ξεχωριστή κορυφή το διαφορετικό σύστημα που κρυσταλλώνεται ο μαρτενσίτης. Αλλά σύμφωνα με τη ποσοτική ανάλυση του XRD, εκτός από τη θερμοκρασία δωματίου, τα δοκίμια παρουσιάζουν και μαρτενσίτη που κρυσταλλώνεται στο εξαγωνικό σύστημα. Στους -50°C βαθμούς, φτάνει στο 13,8 % και σε χαμηλότερες θερμοκρασίες φτάνει στο 12,4% και 11,6% στους -100°C βαθμούς και -196°C βαθμούς. Στο παρακάτω διάγραμμα παρουσιάζονται οι φάσεις % (γ , α/α' and ϵ) σε κάθε θερμοκρασία:



Εικόνα 28: Διάγραμμα Φάσεων% από το XRD του X5MnAl12-3 σε όλες τις θερμοκρασίες.

Τα ποσοστά των φάσεων υπολογίστηκαν από τις κορυφές των παραπάνω διαγραμμάτων. Οι αποκλίσεις στις τιμές που παρουσιάζονται οφείλεται ότι κατά μεγαλύτερη πιθανότητα δεν πραγματοποιήθηκε η εξέταση του κάθε δοκιμίου στην ίδια ακριβώς περιοχή. Η μικρή διαφορά στην περιοχή εξέτασης, ανάλογα με τον αν ήταν κοντά ή μακριά από την επιφάνεια θραύσης, μπορεί να έχει και διαφορετικά αποτελέσματα φάσεων.

5. Συζήτηση Αποτελεσμάτων

Στη παρούσα διπλωματική εργασία, όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, ο εξεταζόμενος χάλυβας Fe-12Mn-3Al-0.05C μετά την ανόπτηση στην περιοχή $\alpha+\gamma$, υπόκειται σε δοκιμή Charpy σε τέσσερις διαφορετικές θερμοκρασίες με στόχο τη διερεύνηση των ιδιοτήτων κρούσης του υλικού και τη μελέτη της επιφάνειας θραύσης.

Μετά τις δοκιμές Charpy, τα δοκίμια οδηγήθηκαν για διερεύνηση της μικροδομής τους με περίθλαση ακτίνων X (XRD) και μέσω της τεχνικής EBSD.

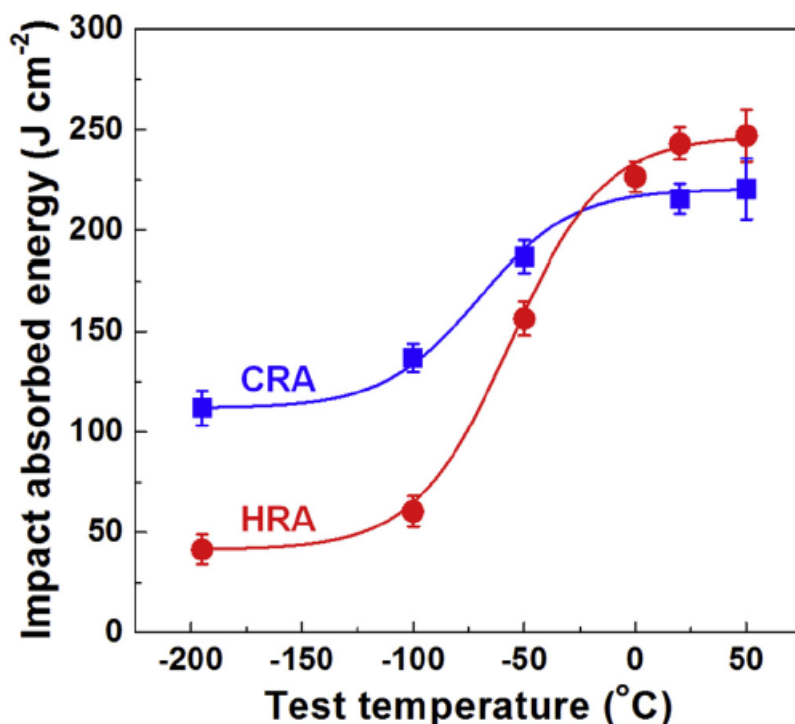
5.1. Ιδιότητες Κρούσης

Το διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης χρησιμοποιήθηκε για τον υπολογισμό της ενέργειας που απαιτήθηκε για την έναρξη των ρωγμών και της ανάπτυξης τους (E_i και E_p). Εκτός από τη θερμοκρασία του δωματίου, η E_i είχε τιμές με πολύ μικρές διαφορές σε όλες τις άλλες θερμοκρασίες που έγινε η δοκιμή Charpy. Συνεπώς, στη θερμοκρασία δωματίου, οι ρωγμές ξεκίνησαν με μεγαλύτερη ευκολία σε σχέση με τις άλλες θερμοκρασίες λόγω της χαμηλής ενέργειας που απορρόφησε το δοκίμιο. Το γεγονός αυτό, αιτιολογείται και από το σχηματισμό μαρτενσίτη σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, είτε εξαγωνικός (ϵ -HCP) είτε τετραγωνικός (α -BCT). Η μαρτενσιτική μικροδομή συμβάλει στην αύξηση της σκληρότητας του υλικού με αποτέλεσμα η E_i να αυξάνεται στις χαμηλότερες θερμοκρασίες.

Σε αντίθεση, η E_p παρουσιάζει μείωση στις χαμηλότερες τιμές θερμοκρασίας και, συνεπώς, οι ρωγμές αναπτύχθηκαν με μεγαλύτερη ευκολία σε εκείνες τις θερμοκρασίες. Η διαφορά, επίσης, στην E_p ανάμεσα στους -50°C , -100°C , -150°C και 196°C βαθμούς αιτιολογεί και τη διαφορά στη συνολική ενέργεια κρούσης των δοκιμίων καθώς η E_i παρουσιάζει παρόμοιες τιμές.

Συμπερασματικά, όσο μειώνεται η θερμοκρασία της δοκιμής, η θραύση γίνεται όλο και πιο ψαθυρή και αυτό γίνεται αντιληπτό και από το διάγραμμα φορτίου-μετατόπισης, καθώς, όσο μειώνεται η θερμοκρασία, το δοκίμιο σπάει σε μικρότερες μετατοπίσεις και η πλαστική παραμόρφωση ξεκινάει σε υψηλότερα φορτία.

Όσο αναφορά τη συνολική ενέργεια κρούσης, σύμφωνα με προηγούμενες έρευνες σε ιδιότητες κρούσης σε MMnS (Fe-7.22Mn-0.093C-0.49Si-0.013Al-0.005P-0.007S) ψυχρής έλασης (Han et al. 2017b), η καμπύλη συνολικής ενέργειας και θερμοκρασίας διαμορφώνεται ως εξής:

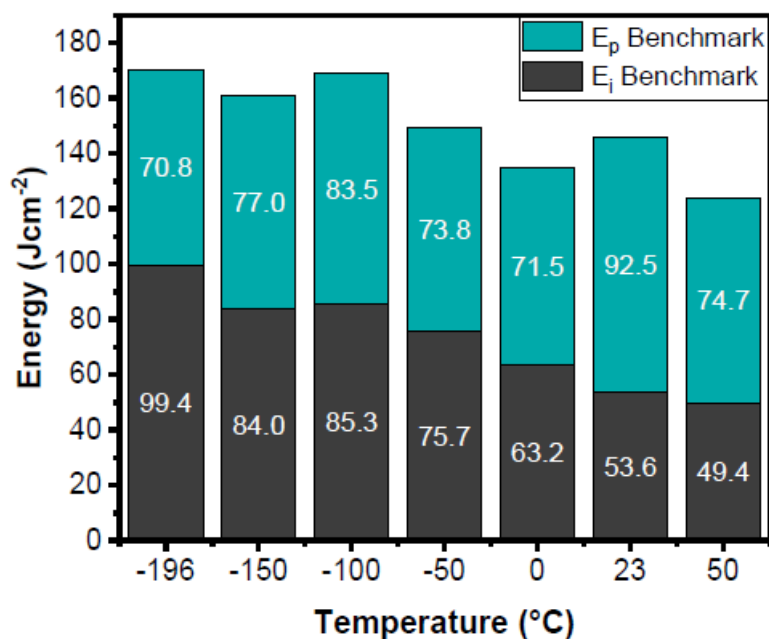


Εικόνα 29: Διάγραμμα Συνολικής Ενέργειας Κρούσης και θερμοκρασίας δοκιμής για MMnS χάλυβα θερμής έλασης (hot rolled annealed-HRA) και ψυχρής έλασης (cold rolled annealed- CRA) (Han et al. 2017b)

Τα δοκίμια υποβλήθηκαν σε ψυχρή έλαση και μετά σε ανόπτηση στην περιοχή α+γ στους 640°C για 30 λεπτά.

Οι δύο χάλυβες ψυχρής έλασης παρουσιάζουν πανομοιότυπο διάγραμμα συνολικής ενέργειας κρούσης με τη θερμοκρασία δοκιμής. Ο χάλυβας με 7%wt Mn παρουσιάζει υψηλότερες τιμές ενέργειας κρούσης και μετά τους 0°C, η συνολική ενέργεια παραμένει σχεδόν σταθερή και στη θ.δ. να έχει μεγάλο εύρος απόκλισης.

Σύμφωνα με έρευνες σε δοκιμή κρούσης σε ανοξειδωτο χάλυβα X5CrNi18-8, τα αποτελέσματα ήταν τα ακόλουθα:



Εικόνα 30: Αποτελέσματα ενέργειας κρούσης για ανοξείδωτο χάλυβα X5CrNi18-8

Τα δοκίμια μετά τη θερμή και ψυχρή έλαση, υπέστησαν ανόπτηση στους 900°C βαθμούς. Ακόμη εμφανίζουν μεγαλύτερες τιμές στη συνολική ενέργεια και κυρίως στις τιμές ενέργειας που απαιτήθηκαν για το σχηματισμό των ρωγμών.

Όπως επισημάνθηκε και ανωτέρω, η ενέργεια επιστοίβαξης, όσο μειώνεται η θερμοκρασία, μειώνεται (πίνακας 2). Σύμφωνα με τις τιμές της ενέργειας και τα ποσοστά των φάσεων από το XRD, πραγματοποιούνται οι ακόλουθοι μετασχηματισμοί: ο $\gamma \rightarrow \alpha'$ α-πευθείας, ο $\gamma \rightarrow \epsilon$ και ο $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$. Ο πρώτος μετασχηματισμός μπορεί να εξηγήσει τη μείωση της E_p στις χαμηλές θερμοκρασίες, καθώς ο κύριος μηχανισμός παραμόρφωσης είναι το φαινόμενο TRIP, το οποίο οδηγεί σε πιο ψαθυρή συμπεριφορά. Ο μετασχηματισμός αυτός, μπορεί να συμβεί ακόμα και με υψηλές τιμές ενέργειας επιστοίβαξης, όταν ο ε-μαρτενσίτης είναι θερμοδυναμικά πιο ασταθής σε σχέση με τον α'-μαρτενσίτη. Με άλλα λόγια, επειδή η διαφορά της ελεύθερης ενέργειας Gibbs ($\Delta G_{\text{hcp-fcc}}$) αυξάνεται ενώ η $\Delta G_{\text{bcc-hcp}}$ μειώνεται, ο α'-μαρτενσίτης είναι πιο σταθερός από τον ε (Sohn et al. 2015).

5.2. Σχέση αναπτυσσόμενης μικροδομής- εξέλιξη αστοχίας

Τα αποτελέσματα XRD και της τεχνικής EBSD υπέδειξαν την παρουσία ϵ - και α' -μαρτενσίτη σε όλες τις θερμοκρασίες δοκιμής Charpy εκτός από τη θ.δ. για τον εξεταζόμενο χάλυβα. Όσο η θερμοκρασία της δοκιμής μειώνεται, το ποσοστό του ϵ - και α' μαρτενσίτη που αυξάνεται, γεγονός που αιτιολογεί και τη μείωση στην ενέργεια επιστοίβαξης και τον μηχανισμό παραμόρφωσης TRIP. Στη θ.δ. που η ενέργεια επιστοίβαξης είναι 21 mJ/m^2 , πραγματοποιούνται δύο μηχανισμοί παραμόρφωσης : TWIP και TRIP.

Παρόλο που η τεχνική με EBSD δεν μπορεί να ποσοτικοποιήσει το συνολικό ποσοστό των φάσεων αλλά μόνο της εξεταζόμενης περιοχής, μπορεί να γίνει μία σύγκριση των μικροδομών. Στους -100°C βαθμούς (εικόνα 20) και στους -196°C βαθμούς, η φάση α κυριαρχεί στη μικροδομή σε σχέση με τους -50°C βαθμούς. Το γεγονός αυτό, αποδεικνύει ότι ο μηχανισμός παραμόρφωσης TRIP κυριαρχεί στις χαμηλότερες θερμοκρασίες.

Συνεπώς, και από τις τιμές των E_i και τα αποτελέσματα των ποσοστών των φάσεων, ο μετασχηματισμός σε ϵ -και α' -μαρτενσίτη έχει ως αποτέλεσμα την καθυστέρηση του σχηματισμού των ρωγμών σε σχέση με τη θ.δ.. Κυρίως, ο ϵ -μαρτενσίτης ο οποίος αυξάνεται στους -50°C βαθμούς κατά 12%. Ταυτόχρονα, όμως, σε αυτές τις φάσεις σχηματίστηκαν οι ρωγμές και αναπτύχθηκαν και όχι στον ωστενίτη. Επιπλέον, στους -196°C βαθμούς, ο σχηματισμός αυτών των δύο φάσεων έχει ως αποτέλεσμα την εμφάνιση επιπέδων σχισμού και στην περιοχή κοντά στην εγκοπή και στην αρχή της επιφάνειας θραύσης. Στην ίδια θερμοκρασία, υπάρχει μία περιοχή μαύρη η οποία δεν μπορεί να αναγνωριστεί από το μηχάνημα. Η περιοχή αυτή θα μπορούσε να αποτελέσει ρωγμή η οποία βρίσκεται στην περιοχή του α' μαρτενσίτη.

Αυτό που οφείλεται να μελετηθεί είναι το αν ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός πραγματοποιήθηκε λόγω χαμηλής θερμοκρασίας, καθώς η M_s βρίσκεται κάτω από τους 0°C ή λόγω της δοκιμής Charpy που έγινε σε χαμηλή θερμοκρασία. Με άλλα λόγια, το αν ο μετασχηματισμός πραγματοποιήθηκε κατά τη διάρκεια της κρούσης, θα έχει ως αποτέλεσμα την πυρηνοποίηση του μαρτενσίτη στα όρια των κόκκων (Shen et al. 2012).

Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ευκολότερη θραύση του υλικού καθώς οι ρωγμές αναπτύσσονται ευκολότερα στα όρια των κόκκων και η συνολική ενέργεια κρούσης μειώνεται.

Εν κατακλείδι, η μορφή του διαγράμματος της συνολικής ενέργειας κρούσης δεν αποδεικνύει θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση.

6. Τελικά Συμπεράσματα

Όπως αναφέρθηκε και παραπάνω, οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο (3-12 % wt) παρουσιάζουν ιδιαίτερο ενδιαφέρον λόγω του συνδυασμού καλών μηχανικών ιδιοτήτων και του χαμηλού κόστους παραγωγής. Λόγω του ότι το υλικό βρίσκεται στο στάδιο της μελέτης- έρευνας, καθίσταται αναγκαία η διερεύνηση των μηχανικών ιδιοτήτων σε χαμηλές θερμοκρασίες και ο συνδυασμός του με τη μικροδομή του.

Τα δοκίμια του X5MnAl12-3 υπέστησαν δοκιμή σε κρούση Charpy και, σύμφωνα με το διάγραμμα ενέργειας κρούσης- θερμοκρασίας, δεν παρουσιάστηκε θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση. Όσο μειώνεται η θερμοκρασία, ο παραμένων ωστενίτης αρχίζει και μετασχηματίζεται σε ε- και α' μαρτενσίτη. Το γεγονός αυτό, προκάλεσε τη παραμόρφωση του υλικού, κυρίως, σύμφωνα με το φαινόμενο TRIP και να οδήγησε, πιθανών, στην οδήγησε στη μεγαλύτερη ενέργεια απορρόφηση για το σχηματισμό των ρωγμών (E_i). Παρόλα αυτά, φαίνεται ότι στους κόκκους του α' μαρτενσίτη γίνεται η εξάπλωση των ρωγμών που οδήγησε και στη τελική αστοχία του υλικού.

Επισημαίνεται, ότι οι χάλυβες με μέση περιεκτικότητα σε μαγγάνιο βρίσκονται υπό στάδιο έρευνας της συμπεριφοράς τους σε χαμηλές θερμοκρασίες και κατά συνέπεια, τα παραπάνω αποτελέσματα καθίστανται ακόμα επισφαλής για την πλήρη ορθότητα τους. Στόχος είναι η μελλοντική τους χρήση σε εφαρμογές σε χαμηλές θερμοκρασίες με έντονες καταπονήσεις λόγω του καλού συνδυασμού μηχανικών ιδιοτήτων.

Βιβλιογραφία

1. Anderson, T. L. (2005): *Fracture Mechanics: Fundamentals and Applications*: Taylor & Francis Group.
2. Cai, Z. H.; Ding, H.; Misra, R.D.K.; Ying, Z. Y. (2015): Austenite stability and deformation behavior in a cold-rolled transformation-induced plasticity steel with medium manganese content. In *Acta Materialia* 84, pp. 229–236. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.10.052.
3. Chen, Jun; Lv, Mengyang; Tang, Shuai; Liu, Zhenyu; Wang, Guodong (2015): Correlation between mechanical properties and retained austenite characteristics in a low-carbon medium manganese alloyed steel plate. In *Materials Characterization* 106, pp. 108–111. DOI: 10.1016/j.matchar.2015.05.026.
4. D. Broek (1973): The role of inclusions in ductile fracture and fracture toughness. In *Acta Materialia*, pp. 55–63.
5. Dong, Han; Cao, Wen Quan; Shi, Jie (2013): Formation of an Ultrafine-Grained Austenite-Containing Microstructure from a Cold-Rolled Medium-Manganese Steel Processed Using Intercritical Annealing. In *MSF* 762, pp. 31–37. DOI: 10.4028/www.scientific.net/MSF.762.31.
6. Frommeyer, Georg; Brück, Udo; Neumann, Peter (2003): Supra-Ductile and High-Strength Manganese-TRIP/TWIP Steels for High Energy Absorption Purposes. In *ISIJ International* 43 (3), pp. 438–446. DOI: 10.2355/isijinternational.43.438.
7. Han, Jeongho; da Silva, Alisson Kwiatkowski; Ponge, Dirk; Raabe, Dierk; Lee, Sang-Min; Lee, Young-Kook et al. (2017a): The effects of prior austenite grain boundaries and microstructural morphology on the impact toughness of intercritically annealed medium Mn steel. In *Acta Materialia* 122, pp. 199–206. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.09.048.
8. Han, Jeongho; da Silva, Alisson Kwiatkowski; Ponge, Dirk; Raabe, Dierk; Lee, Sang-Min; Lee, Young-Kook et al. (2017b): The effects of prior austenite grain boundaries and microstructural morphology on the impact toughness of intercritically annealed medium Mn steel. In *Acta Materialia* 122, pp. 199–206. DOI: 10.1016/j.actamat.2016.09.048.
9. Han, Jeongho; Lee, Seung-Joon; Jung, Jae-Gil; Lee, Young-Kook (2014): The effects of the initial martensite microstructure on the microstructure and tensile properties of intercritically annealed Fe–9Mn–0.05C steel. In *Acta Materialia* 78, pp. 369–377. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.07.005.
10. Han, Jeongho; Lee, Young-Kook (2014): The effects of the heating rate on the reverse transformation mechanism and the phase stability of reverted austenite in medium Mn steels. In *Acta Materialia* 67, pp. 354–361. DOI: 10.1016/j.actamat.2013.12.038.

11. Haupt, Marco; Dutta, Aniruddha; Ponge, Dirk; Sandlöbes, Stefanie; Nellessen, Monika; Hirt, Gerhard (2017): Influence of Intercritical Annealing on Microstructure and Mechanical Properties of a Medium Manganese Steel. In *Procedia Engineering* 207, pp. 1803–1808. DOI: 10.1016/j.proeng.2017.10.942.
12. Kim, Min Tae; Park, Tak Min; Baik, Kyeong-Ho; Choi, Won Seok; Choi, Pyuck-Pa; Han, Jeongho (2019): Crucial microstructural feature to determine the impact toughness of intercritically annealed medium-Mn steel with triplex-phase microstructure. In *Acta Materialia* 164, pp. 122–134. DOI: 10.1016/j.actamat.2018.10.043.
13. KUZIAK, R.; KAWALLA, R.; WAENGLER, S. (2008): Advanced high strength steels for automotive industry. In *Archives of Civil and Mechanical Engineering* 8 (2), pp. 103–117. DOI: 10.1016/S1644-9665(12)60197-6.
14. Kuzmina, Margarita; Ponge, Dirk; Raabe, Dierk (2015): Grain boundary segregation engineering and austenite reversion turn embrittlement into toughness: Example of a 9 wt.% medium Mn steel. In *Acta Materialia* 86, pp. 182–192. DOI: 10.1016/j.actamat.2014.12.021.
15. Kwon, K. H.; Yi, I.-C.; Ha, Y.; Um, K.-K.; Choi, J.-K.; Hono, K. et al. (2013): Origin of intergranular fracture in martensitic 8Mn steel at cryogenic temperatures. In *Scripta Materialia* 69 (5), pp. 420–423. DOI: 10.1016/j.scriptamat.2013.05.042.
16. Lee, Y.-K.; Han, J. (2015): Current opinion in medium manganese steel. In *Materials Science and Technology* 31 (7), pp. 843–856. DOI: 10.1179/1743284714Y.0000000722.
17. Liu, Chunquan; Peng, Qichun; Xue, Zhengliang; Wang, Shijie; Yang, Chengwei (2018): Microstructure and Mechanical Properties of Hot- Rolled and Cold-Rolled Medium-Mn TRIP Steels. In *Materials (Basel, Switzerland)* 11 (11). DOI: 10.3390/ma11112242.
18. Ma, Yan; Song, Wenwen; Zhou, Shixin; Schwedt, Alexander; Bleck, Wolfgang (2018): Influence of Intercritical Annealing Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of a Cold-Rolled Medium-Mn Steel. In *Metals* 8 (5), p. 357. DOI: 10.3390/met8050357.
19. Métails, Alexandre; Mattei, Simone; Tomashchuk, Iryna; Cicala, Eugen; Gaied, Sadok (2017): Dissimilar steels laser welding: Experimental and numerical assessment of weld mixing. In *Journal of Laser Applications* 29 (2), p. 22420. DOI: 10.2351/1.4983168.
20. Mishra, G.; Chandan, A. K.; Kundu, S. (2017): Hot rolled and cold rolled medium manganese steel: Mechanical properties and microstructure. In *Materials Science and Engineering: A* 701, pp. 319–327. DOI: 10.1016/j.msea.2017.06.088.
21. Patryk Jakubczak, Jarosław Bieniaś, Barbara Surowska (2014): ANALYSIS OF LOAD-DISPLACEMENT CURVES AND ENERGY ABSORPTION RELATIONS OF SELECTED FIBRE METAL LAMINATES SUBJECTED TO LOW-VELOCITY IMPACT.
22. Saba, N.; Jawaid, M.; Sultan, M.T.H. (2019): An overview of mechanical and physical testing of composite materials. In : *Mechanical and Physical Testing of Biocomposites, Fibre-Reinforced Composites and Hybrid Composites*: Elsevier, pp. 1–12.

23. Shen, Xiao; Song, Wenwen; Sevsek, Simon; Ma, Yan; Hüter, Claas; Spatschek, Robert; Bleck, Wolfgang (2019): Influence of Microstructural Morphology on Hydrogen Embrittlement in a Medium-Mn Steel Fe-12Mn-3Al-0.05C. In *Metals* 9 (9), p. 929. DOI: 10.3390/met9090929.
24. Shen, Y. F.; Li, X. X.; Sun, X.; Wang, Y. D.; Zuo, L. (2012): Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. In *Materials Science and Engineering: A* 552, pp. 514–522. DOI: 10.1016/j.msea.2012.05.080.
25. Shome, M.; Tumuluru, M. (2015a): Introduction to welding and joining of advanced high-strength steels (AHSS). In Mahadev Shome, Muralidhar Tumuluru (Eds.): *Welding and joining of advanced high strength steels (AHSS)*. Amsterdam: Elsevier (Woodhead publishing series in welding and other joining technologies, number 85), pp. 1–8.
26. Shome, Mahadev; Tumuluru, Muralidhar (Eds.) (2015b): *Welding and joining of advanced high strength steels (AHSS)*. Amsterdam: Elsevier (Woodhead publishing series in welding and other joining technologies, number 85).
27. Sohn, Seok Su; Hong, Seokmin; Lee, Junghoon; Suh, Byeong-Chan; Kim, Sung-Kyu; Lee, Byeong-Joo et al. (2015): Effects of Mn and Al contents on cryogenic-temperature tensile and Charpy impact properties in four austenitic high-Mn steels. In *Acta Materialia* 100, pp. 39–52. DOI: 10.1016/j.actamat.2015.08.027.
28. Wolfgang Bleck (2017): *Characterization of Materials*: RWTH University.
29. Xu, H. F.; Zhao, J.; Cao, W. Q.; Shi, J.; Wang, C. Y.; Wang, C. et al. (2012): Heat treatment effects on the microstructure and mechanical properties of a medium manganese steel (0.2C–5Mn). In *Materials Science and Engineering: A* 532, pp. 435–442. DOI: 10.1016/j.msea.2011.11.009.
30. M. Möser: *Fractography with the SEM (Failure Analysis)*. Available online at <https://pdfs.semanticscholar.org/067a/d6710433d3ab1f711785305d3145abd6048f.pdf>.
31. Χαϊδεμενόπουλος Γρηγόρης (2007): *Φυσική Μεταλλουργία*. Εκδόσεις Τζιόλα.
32. Χρυσουλάκης Γιάννης, Παντελής Δημήτρης (2007): *Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών*: Εκδόσεις Παπασωτηρίου.