



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΝΑΥΠΗΓΩΝ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΘΑΛΑΣΣΙΩΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΩΝ

**Μελέτη Επίδρασης του Υδρογόνου στη Μηχανική
Συμπεριφορά Μεταλλικών Σωληνώσεων Μεταφοράς
Πετρελαιοειδών και Υδρογονανθράκων**

ΔΙΔΑΚΤΟΡΙΚΗ ΔΙΑΤΡΙΒΗ

της

ΕΛΕΝΑΣ – ΑΛΕΞΙΑΣ Π. ΚΥΡΙΑΚΟΠΟΥΛΟΥ

Επιβλέπων : Δ. Μανωλάκος
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Αθήνα, Σεπτέμβριος 2020



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΝΑΥΠΗΓΩΝ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΘΑΛΑΣΣΙΩΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΩΝ

Μελέτη Επίδρασης του Υδρογόνου στη Μηχανική Συμπεριφορά Μεταλλικών Σωληνώσεων Μεταφοράς Πετρελαιοειδών και Υδρογονανθράκων

ΔΙΔΑΚΤΟΡΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

της

ΕΛΕΝΑΣ – ΑΛΕΞΙΑΣ Π. ΚΥΡΙΑΚΟΠΟΥΛΟΥ

Επιβλέπων : Δ. Μανωλάκος
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Εγκρίθηκε από την επταμελή εξεταστική επιτροπή την Σεπτεμβρίου 2020

(Υπογραφή)

(Υπογραφή)

(Υπογραφή)

Δ. Μανωλάκος
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Ν. Τσούβαλης
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Κ. Χαριτίδης
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

(Υπογραφή)

(Υπογραφή)

(Υπογραφή)

Ε. Σαμουηλίδης
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Γ. Φούρλαρης
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Κ. Κόλλια
Καθηγήτρια Ε.Μ.Π.

(Υπογραφή)

Π. Τσακρίδης
Επίκουρος Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Αθήνα, Σεπτέμβριος 2020

Αφιερωμένο στη μνήμη του Καθηγητή – Επιβλέποντά μου Δ.Ι. Παντελή

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η διδακτορική αυτή διατριβή ξεκίνησε το Φεβρουάριο του 2017 υπό την επίβλεψη του Καθηγητή της Σχολής Ν.Μ.Μ Δ.Ι. Παντελή. Τον Ιανουάριο του 2019 την συνέχιση αυτής ανέλαβε ο Καθηγητής της Σχολής Μ.Μ. Δ.Ε. Μανωλάκος λόγω της φυσικής απώλειας του πρώτου επιβλέποντα. Βάσει των δεδομένων συνθηκών, οι οποίες συνεπάγονται βαθιά θλίψη και σημαντικό πεδίο πρακτικών δυσκολιών, θα ήθελα να ευχαριστήσω ολόψυχα τον κ. Μανωλάκο για τη δυνατότητα που μου προσέφερε, χωρίς δεύτερη σκέψη, να ολοκληρώσω αυτή την προσπάθεια μου σε ένα περιβάλλον γεμάτο υποστήριξη, διάθεση για εξέλιξη, νέους ερευνητικούς ορίζοντες, θαλπωρή και πολύ ανθρώπινη στάση. Ο ίδιος με έναν χαρακτήρα πρᾶο, γεμάτο καλοσύνη και γενναιοδωρία και με συνεχή ανάγκη να γεννά νέες αναζητήσεις και ευκαιρίες, αλλά και ισχυρή πυγμή τις στιγμές τις οποίες χρειάστηκε να στοχεύσει στην επιθυμητή έκβαση και να πιστέψει σε εμένα την ίδια περισσότερο και από τον ίδιο μου τον εαυτό, αποτέλεσε τον άνθρωπο στον οποίο θα οφείλω πάντα το γεγονός ότι έφθασα στο τέλος. Είμαι σίγουρη ότι χωρίς τη δική του καθοδήγηση και αμέριστη συμπαράσταση τόσο σε επιστημονικά θέματα όσο και σε θέματα διαχείρισης των συνθηκών και της καθημερινότητας θα ήταν αδύνατη η όποια θετική εξέλιξη των πραγμάτων. Είναι ιδιαίτερα τιμητικό για εκείνον ότι ανέλαβε μια πολύ δύσκολη συνθήκη και κατάφερε να οδηγήσει στη δημιουργία νέων πεδίων έρευνας και στην ολοκλήρωση του συνολικού έργου, να αντιπαραβεί την όποια κακή ψυχολογία, να σβήσει κάθε εμπόδιο και να γεμίσει με φως μια διαδρομή δύσκολη. Με απόλυτο σεβασμό στη συμβολή και στο έργο του προηγούμενου επιβλέποντα και με αξιοζήλευτη αξιοπρέπεια αποτέλεσε το μοχλό πίεσης, ώστε όχι μόνο να μη χαθεί η ήδη υπάρχουσα προσπάθεια, αλλά να εξελιχθεί, να αναβαθμισθεί και η συνέχεια της να συνοδεύεται μόνο από όμορφες αναμνήσεις και υπερηφάνεια για τον κόπο και την αφοσίωση στη συγκεκριμένη δουλειά. Αναλαμβάνοντας ευθύνες πολλές φορές που δε του αναλογούσαν σε απόλυτο βαθμό απέδειξε τη δύναμη και την ευθύτητα του χαρακτήρα και της στάσης του, την υπερβολικά καλή και πηγαία πρόθεση για ουσιαστική συνεισφορά και τη δυνατότητα να αναδεικνύει κάθε ερευνητικό πεδίο προσηνές ή μη με το δικό του επιστημονικό αντικείμενο. Νιώθω πολύ υπερήφανη που μετά από μια πολύ μεγάλη απώλεια στάθηκα τόσο τυχερή, ώστε να ενταχθώ στην ομάδα ενός ανθρώπου που τον εμπιστευόμουν χρόνια, θαύμαζα την προσωπικότητα και το έργο του και γνώριζα ότι θα σταθεί με απόλυτο σεβασμό απέναντι σε μια δύσκολη κατάσταση με μόνο στόχο το δικό μου καλό. Του οφείλω απεριόριστη ευγνωμοσύνη, όχι μόνο για την ολοκλήρωση της διατριβής μου, αλλά και για τον τρόπο με τον οποίο με οδήγησε ο ίδιος σε αυτή. Στιγμές γεμάτες σταθερότητα και σιγουριά, καλοπροαίρετη παραίνεση, υποστηρικτική συμπόρευση, κομβικές συμβουλές και πραγματική έγνοια για τη δική μου εξισορρόπηση και πρόοδο απάλειψαν οποιοδήποτε πρόβλημα και αστάθμητη παράμετρο ανέκυπτε στην πορεία και άφησαν την πιο όμορφη, ήρεμη και ζεστή ανάμνηση μέσα από μια αρκετά δύσκολη διαδρομή.

Ένα τεράστιο ευχαριστώ και οφείλω αλλά και θέλω από καρδιάς να απευθύνω στο δεύτερο μέλος της τριμελούς μου επιτροπής τον κ. Ν. Τσουβάλη, Καθηγητή της Σχολής Ν.Μ.Μ. Ο ίδιος, μετά την απώλεια του επιβλέποντά μου, ανέλαβε ταχύτατα τη διεκπεραίωση όλων των διαδικαστικών θεμάτων ώστε να καταφέρω να προχωρήσω απρόσκοπτα την εκπόνηση της διδακτορικής μου διατριβής. Επιπρόσθετα, ως Διευθυντής του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας μου επέτρεψε χωρίς κανέναν περιορισμό τη χρήση του εξοπλισμού του για την ολοκλήρωση των τελευταίων πειραμάτων μου και με στήριξε ουσιαστικά, ηθικά και επιστημονικά οποιαδήποτε στιγμή και αν ζήτησα τη βοήθειά του. Θέλω να τον ευχαριστήσω όμως ακόμη περισσότερο, διότι με τη στάση του μου αποδείκνυε συνεχώς ότι είχε έγνοια τόσο ερευνητική όσο και ανθρώπινη για εμένα έτσι ώστε να θέλει να γνωρίζει ότι προχωρώ αβίαστα,

χωρίς προβλήματα, στενοχώριες και καθυστερήσεις, με δική του πάντοτε πρωτοβουλία. Μπορεί τα επιστημονικά αντικείμενα και των δύο μας να μην ταυτίζονταν απόλυτα, η ευθυκρισία όμως, η διορατικότητα, η έντονη αίσθηση της ευθύνης, οι πολύπλευρες ικανότητες και η πνευματική αναζήτηση που τον χαρακτηρίζουν με έφεραν σε επαφή με έναν άνθρωπο ιδιαίτερα δεκτικό, όχι μόνο να μεταβεί από το πεδίο ανάλυσης της μακροκλίμακας στη μικροκλίμακα, αλλά και ικανό να αντιμετωπίσει με ιδιαίτερη σοβαρότητα τις υψηλές απαιτήσεις και να διαισθανθεί το όποιο πρόβλημα μπορούσε να ανακύψει πριν ακόμη αυτό προλάβει να εμφανισθεί. Τον ευχαριστώ, λοιπόν, θερμά γιατί και εκείνος υπήρξε για εμένα ικανή και αναγκαία συνθήκη για την ολοκλήρωση της διδακτορικής μου διατριβής και διότι τον τιμά ιδιαίτερα το γεγονός ότι, χωρίς να του αναλογεί καμία απολύτως ευθύνη, στάθηκε διακριτικά με τον δικό του τρόπο δίπλα μου, δίνοντάς μου πολύ ουσιαστική στήριξη, παροτρύνοντάς με να τελειοποιώ συνέχεια την εργασία και τις προσπάθειές μου και προστατεύοντάς με από οποιοδήποτε λάθος. Είναι ο άνθρωπος από την τριμελή επιτροπή που ενδεχομένως να γνωρίζω το μικρότερο χρονικό διάστημα, αλλά η συνολική συμπεριφορά του, η υποστηρικτική του διάθεση και οι νέοι τρόποι της σφαιρικότερης προσέγγισης που μου πρότεινε απέναντι στα πάσης φύσεως ερευνητικά ζητήματα κατέστησαν ιδιαίτερα σημαντική τη συνεισφορά του ως προς την εξέλιξη της διατριβής μου, την απεμπόληση οποιασδήποτε δύσκολης κατάστασης και τη συνέχιση της πορείας μου. Ιδιαίτερα ανθρώπινος, διαλλακτικός αλλά και αυστηρός όπου χρειαζόταν με καθοδήγησε και διασφάλισε την επιτυχή έκβαση όλων των ζητημάτων, γεγονός το οποίο του το οφείλω αποκλειστικά και θα το θυμάμαι πάντα με ιδιαίτερα θετικά συναισθήματα και αναγνώριση της προσωπικότητας, των δημιουργικών τοποθετήσεων και της αδιαμφισβήτητα καλής προαίρεσης με επιδίωξη την ουσιαστική βελτίωση μου.

Ο κ. Κώστας Χαριτίδης, Καθηγητής της Σχολής Χ.Μ, αποτελεί το τρίτο μέλος της Επιτροπής, το οποίο προτάθηκε από εμένα την ίδια το Νοέμβριο του 2020 απόλυτα συνειδητά αλλά και αυθόρμητα χωρίς δεύτερη σκέψη. Τον κ.Χαριτίδη τον γνώρισα πριν από αρκετά χρόνια στη συνέντευξη του μεταπτυχιακού της Επιστήμης και Τεχνολογίας των Υλικών, όπου τον είχα Καθηγητή μου σε πληθώρα μαθημάτων για δύο συνεχόμενα έτη. Ιδιαίτερα επικοινωνιακός, υποστηρικτικός, με καθαρή κρίση απέναντι στα εμπόδια και τις προκλήσεις της δουλειάς, χωρίς να εφησυχάζει ποτέ και χωρίς να θεωρεί το παραμικρό επίτευγμα δεδομένο, αποτέλεσε για εμένα βέβαιη συνθήκη επιτυχούς συνεργασίας, με δυνατότητα επίλυσης πολλαπλών ζητημάτων σε θέματα τόσο ηλεκτροχημείας όσο και σε πιθανούς τρόπους αντιμετώπισης και ανάσχεσης των φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου. Η αξιοπρέπεια με την οποία αντιμετώπισε και αγκάλιασε την όλη προσπάθεια, η ώθηση που μου παρείχε για τη συνεχή πρόοδο και την υπερσκέδαση οποιασδήποτε συνθήκης που παρεμπόδιζε την πορεία της διατριβής μου επιβεβαίωσαν την επιλογή μου αυτή πολυάριθμες φορές, κάνοντάς με να νιώθω ιδιαίτερα τυχερή που μπορούσα να συνεργαστώ με ένα άνθρωπο, ο οποίος μου έδειχνε με αισιοδοξία και δύναμη πάντα την επόμενη κίνηση, χωρίς ποτέ να ξεχνά την πορεία και τους ανθρώπους που συνεισέφεραν μέχρι αυτό το χρονικό σημείο στην εκπόνηση της διατριβής μου. Η ανωτερότητα την οποία επέδειξε σε συνεχή βάση και η επαγρύπνηση για τη διευκόλυνση και την εξομάλυνση οποιασδήποτε συνθήκης ήταν καίρια χαρακτηριστικά της στάσης του, η οποία παρέμεινε σταθερή, ξεκάθαρη και γεμάτη ετοιμότητα για την ανάληψη της όποιας ευθύνης. Τον ευχαριστώ θερμά γιατί αντιμετώπισε με ιδιαίτερο σεβασμό και ακεραιότητα την όλη μου προσπάθεια, με ενθάρρυνε αμέτρητες φορές να συνεχίσω απερίσπαστη προς το στόχο και έδωσε λύση σε πολύ κρίσιμες στιγμές της πορείας μου. Είμαι βέβαιη ότι πέρα από τη χαρά της συνεργασίας που είχαμε, χωρίς τη δική του συμβολή τόσο σε επιστημονικό όσο και σε ηθικό επίπεδο θα ήταν αδύνατη η ολοκλήρωση αυτής της διατριβής.

Ιδιαίτερες ευχαριστίες θα ήθελα να αποδώσω και στην υπόλοιπη επταμελή επιτροπή, αφού κάθε ένας από τους συμμετέχοντες Καθηγητές αποτέλεσε καθοριστικό παράγοντα κατά την εξέλιξη της προσπάθειας αυτής. Ξεκινώντας από τον κ. Ε. Σαμουηλίδη, Καθηγητή της Σχολής Ν.Μ.Μ., νιώθω βαθιά την ανάγκη να αναφέρω την εκτίμησή μου για την πολύ ενθαρρυντική και επιβοηθητική στάση του, με την ξεχωριστή αξιοπρέπεια, τον πηγαίο σεβασμό και την πραγματική διάθεση προσέγγισης και υποστήριξης που διατήρησε απέναντι στο πρόσωπό μου όλα αυτά τα χρόνια. Η διακριτική αλλά και ισχυρή παρουσία του με την καλοπροαίρετη αίσθηση που μου μετέδιδε πάντα αποτέλεσαν για εμένα πηγή σταθερότητας, ασφάλειας και αισιοδοξίας. Στη συνέχεια, θα ήταν αδύνατο να μην αναφέρω τις θερμές μου ευχαριστίες στον κ. Γ. Φούρλαρη, Καθηγητή της Σχολής Μ.Μ.Μ και επιβλέποντα της προπτυχιακής μου εργασίας, στον οποίο οφείλω τη θεμελίωση όλων των επιστημονικών εννοιών από τα πρώτα στάδια της εξέλιξής μου μέχρι και σήμερα, καθώς και τον τρόπο προσέγγισης, τους ορίζοντες και της αναζητήσεως όλης μου της ερευνητικής πορείας. Η άριστη συνεργασία που είχαμε όλα αυτά τα χρόνια καθόρισε την προσωπικότητά μου στην αντιμετώπιση του εκάστοτε επιστημονικού αντικειμένου, με αποτέλεσμα σε κάθε πεδίο ενασχόλησης με το οποίο ενεπλάκην στη συνέχεια οι κυριότερες πτυχές ανάλυσης και τα ποιοτικά χαρακτηριστικά της δουλειάς μου να έχουν επηρεαστεί στο σημαντικότερο βαθμό από εκείνον και να οφείλονται αποκλειστικά και μόνο στη συνεχή εκπαίδευση και στα πνευματικά εφόδια που μου προσέφερε από καρδιάς με αξιοθαύμαστη γενναιοδωρία, υπομονή και περηφάνεια μέχρι και σήμερα. Πάρα πολύ καθοριστική για την πορεία μου ήταν επίσης και η συνεργασία μου με την κ. Κ. Κόλλια, Καθηγήτρια της Σχολής Χ.Μ, τόσο κατά τη διάρκεια των μεταπτυχιακών μου σπουδών όσο και κατά τη διάρκεια εκπόνησης της διδακτορικής μου διατριβής. Ο ιδιαίτερα ευγενικός χαρακτήρας της με την αστείρευτη δοτικότητα και μεγαλοψυχία ως προς την απόδοση επιβοηθητικών συμβουλών καθώς και την ουσιαστική και γόνιμη μετάδοση γνώσεων, λειτούργησαν με τον πιο επωφέλη τρόπο ώστε να καταφέρω να προσεγγίσω δυσκατάληπτες επιστημονικές έννοιες. Σε όλους γνώριμη ως άριστη γνώστρια της ηλεκτροχημείας με στήριξε ουσιαστικά, με προστάτευσε από σοβαρά λάθη και με βοήθησε στη διακριτοποίηση της μεθοδολογικής προσέγγισης τόσο θερμοδυναμικών όσο και κινηματικών μεγεθών, τα οποία απαντώνται στον κλάδο της θεωρητικής και της πειραματικής ηλεκτροχημείας και ιδιαίτερα στο επιστημονικό πεδίο των φαινομένων ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου σε περιβάλλον καθοδικής πόλωσης. Κατάφερε να μου μεταδώσει ακόμη σωστά, με αξιοθαύμαστο και ιδιαίτερα θελκτικό τρόπο, μέσα στα απαιτούμενα χρονικά πλαίσια, τα ζητήματα που θα έπρεπε να θίξω και την κύρια στόχευση της διδακτορικής μου διατριβής, καθώς και να αποδεσμεύσει οποιαδήποτε επισφαλή παράμετρο, δίνοντας λύση σε κάθε ερευνητικό ζήτημα με αμεσότητα και βεβαιότητα. Την ευχαριστώ ολόψυχα για την ηρεμία, την ασφάλεια, το κουράγιο και τη χαρά που μου προσέφερε η συνεργασία μαζί της, ενώ δε θα ξεχάσω το σεβασμό και την ανωτερότητα που τη χαρακτήριζαν, ώστε να δείχνει ουσιαστική αναγνώριση σε ένα νέο άνθρωπο. Τέλος, ένα πολύ μεγάλο ευχαριστώ από τα βάθη της καρδιάς μου θα ήθελα να απευθύνω στον κ. Π. Τσακίριδη, Επίκουρο Καθηγητή της Σχολής Μ.Μ.Μ, ο οποίος από την έναρξη της προπτυχιακής μου εργασίας μέχρι και σήμερα στέκεται δίπλα μου σε οποιαδήποτε ερευνητική μου δραστηριότητα, σε οποιοδήποτε αναπάντητο ερώτημα, επιτυχία ή αποτυχία, με ιδιαίτερη ψυχραιμία, υπομονή, διάθεση για ενθάρρυνση και μετάδοση των ποικίλων γνώσεών του στα πάσης φύσεως επιστημονικά πεδία (από τη μικροδομική ανάλυση υπερκρυστάτων νικελίου, στη κατανόηση των στατικών και ημιστατικών μηχανικών δοκιμών, στις ηλεκτροχημικές διεργασίες ανοδικής και καθοδικής πόλωσης, στην ανάπτυξη νανοσωματιδιακών κεραμικών επικαλύψεων, στις μεθόδους ηλεκτρονικής μικροσκοπίας κ.ο.κ.). Η πολύπλευρη προσέγγιση του εκάστοτε επιστημονικού ή τεχνολογικού ζητήματος αποτελεί το χαρακτηριστικό του γνώρισμα, με αποτέλεσμα μέσα από τη

συνεργασία μας να έχει διαμορφώσει ισχυρά το χαρακτήρα μου και να μου έχει χαρίσει εφόδια πολύτιμα και αναντικατάστατα, συνοδευόμενα από το βαθύ αίσθημα της εμπιστοσύνης και της αξιοπιστίας. Η ευγενική στάση του, γεμάτη κατανόηση, ουσιαστική διάθεση για βελτίωση και πρόοδο, η ευθύτητα και η αμεσότητα που τον διακρίνουν, η δύναμη της προσωπικότητας και η πηγαία ικανότητα μετάδοσης των πολυποίκιλων και πολύ ουσιαστικών γνώσεων του αποτέλεσαν για εμένα πολλές φορές πεδίο στήριξης και κατευθυντήρια δύναμη για να προχωρήσω μπροστά.

Θερμές ευχαριστίες θα ήθελα να απευθύνω στο επιστημονικό προσωπικό του Εθνικού Ιδρύματος Ερευνών (ΕΙΕ), του Εθνικού Κέντρου Έρευνας Φυσικών Επιστημών ΔΗΜΟΚΡΙΤΟΣ, και του Πολυτεχνείου της Πολωνίας (AGH University of Science and Technology, Department of Non – Ferrous Alloys, Cracow, Poland), στη Σωληνουργία Κορίνθου, στην Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία (ΕΑΒ) και στο Εργαστήριο του Τομέα Τεχνολογίας Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών. Ακόμη, για την αντιμετώπιση πολλαπλών τεχνικών δυσκολιών και την υπομονή τους θα ήθελα να ευχαριστήσω από το Ειδικό Τεχνικό Προσωπικό τους κ.κ Χ. Ξάνθη, Ν. Μελισά και Κ. Κερασιώτη, καθώς και από το Ερευνητικό Διδακτικό Προσωπικό τους κ.κ Θ. Μαρκουλή και Π. Κωστάτζο. Τέλος, θα ήταν πολύ μεγάλη παράλειψη να μην ευχαριστήσω για την άριστη συνεργασία που είχαμε όλα αυτά τα χρόνια και την ισχυρή αλληλεπίδραση σε επίπεδο ανταλλαγής τόσο επιστημονικής γνώσης όσο και τεχνολογικής κατάρτισης τους κ.κ. Α. Ταζεδάκη, Ε. Δουρδούνη, Ν. Βουδούρη και Ν. Δανιόλο από τη Σωληνουργία Κορίνθου, τους κ.κ. Γ. Πανταζόπουλο και Θ. Βαζδιρβανίδη από το Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων (ΕΛΚΕΜΕ) και τον κ. Δ. Μουζάκη, Καθηγητή της Στρατιωτικής Σχολής Ευελπίδων.

Τέλος, δικαιωματικά το μεγαλύτερο ευχαριστώ ανήκει στην οικογένειά μου και στους φίλους μου Δ. Γεωργιάδη, Ε. Αναστασίου, Δ. Χρόνη, Β. Μάργαρη, Γ. Παπαντωνίου, Ι. Μπελντέκο, Μ. Καζασίδη, Θ. Τσαούση, Π. Καρμίρη, Μ. Παπάζογλου και Η. Μπιλάλη, οι οποίοι στάθηκαν δίπλα μου με περίσσεια υπομονή, ψυχραιμία, συμβουλευτικό χαρακτήρα και αγάπη, ακόμη και σε στιγμές κατά τις οποίες η αντοχή μου λύγισε, ώστε να καταφέρω να ολοκληρώσω με όμορφη διάθεση το στόχο μου και να προχωρήσω κοιτώντας πάντα προς τα καλύτερα που μπορούσαν να έρθουν και αφήνοντας πίσω κάθε άσχημη στιγμή. Τους ευχαριστώ μέσα από την καρδιά μου, η παρουσία τους ήταν καταλυτική καθώς αντιμετώπισαν την προσπάθειά μου ως δική τους και με στήριξαν με την ειλικρινή, δημιουργική και ιδιαίτερα ενθαρρυντική τους στάση. Η εμπιστοσύνη, η ευθύτητα και η αγάπη που έδειξαν στο πρόσωπό μου με τιμά ειλικρινά.

Αφιέρωμα στη μνήμη του Καθηγητή Δ.Ι. Παντελή

Τη διδακτορική αυτή διατριβή την ξεκίνησα τον Φεβρουάριο του 2017 γνωρίζοντας καλά ότι το κυριότερο κίνητρο αποτελούσε η δυνατότητα που θα είχα να συνεργαστώ με τον Καθηγητή μου πλέον κ. Δ.Ι. Παντελή. Και οι δύο μας, παρά κάποιες ενδείξεις που υπήρχαν για την πορεία της υγείας του,

ποτέ δε πιστέψαμε ότι θα έφθανε η μέρα που θα ολοκληρώνα την προσπάθειά μου και δε θα βρισκόταν πρώτος εκείνος δίπλα μου για να με καθοδηγήσει, να με υποστηρίξει και να μου ανοίξει νέους ορίζοντες για καινούργιους και ακόμη υψηλότερους στόχους. Φθάνοντας λοιπόν στην ημέρα υποστήριξης της διδακτορικής μου διατριβής, παρά τον πόνο της απώλειάς του που ακόμα κυριαρχεί στο μυαλό μου, θέλω να προσπαθήσω να φωτίσω και να εκφράσω τις πιο ουσιαστικές και αξιόλογες πτυχές του ανθρώπου που υπήρξε η αφορμή και ο πυλώνας στήριξης όλων μου των προσπαθειών.

Είναι αδύνατον να μην αναφερθώ στις αμέτρητες στιγμές θαυμασμού που ένιωσα για το πρόσωπό του, καθώς με έναν ισχυρό χαρακτήρα, μια πολύπλευρη προσωπικότητα με μεγάλο εκτόπισμα, σοβαρότητα, ακριβοδίκαιο πνεύμα, ισχυρή ευθυκρισία αλλά και με έναν ψυχικό κόσμο γεμάτο προστατευτικότητα, δοτικότητα, έγνοια για την προόδο των φοιτητών του, αγάπη και ολοκληρωμένη προσέγγιση στα πάσης φύσεως ζητήματα που προέκυπταν, δε θα μπορούσε να υπάρξει η παραμικρή αμφιβολία για το αν αυτό το ταξίδι θα άξιζε τον κόπο. Το γεγονός ότι στον προορισμό δεν καταλήγουμε μαζί καθιστά όλα όσα μου έδωσε αναντικατάστατα, καθώς δε θα μπορέσω ποτέ να ξεχάσω ότι όσο μακριά κατάφερα να φθάσω το οφείλω αποκλειστικά στην πορεία που χαράξαμε μαζί με πολύ κόπο, πίστη, αμοιβαία εμπιστοσύνη, αγάπη και αφοσίωση στη δουλειά.

Νιώθω λοιπόν τυχερή, υπερήφανη, γεμάτη ευγνωμοσύνη απέναντι στην ίδια τη ζωή που υπήρξα ένα μέρος της συνολικής του προσπάθειας για το επιστημονικό αντικείμενο που ο ίδιος λάτρευε και υποστήριζε με όλες του τις δυνάμεις. Θα ήταν επίσης μεγάλη παράλειψη να μην αναφέρω ότι μετά την απώλειά του κατάφερα να αντιταχθώ στην πληθώρα των πρακτικών δυσκολιών που αναγκάστηκα να αντιμετωπίσω έχοντας στο μυαλό μου τη θύμησή του με τις αξίες που ο ίδιος πρέσβευε και που ήθελε να μεταδώσει σε εμάς την αξία της εργατικότητας χωρίς δόλο, την αναγκαιότητα για ουσιαστική βελτίωση και την επιθυμία που πρέπει να πλημμυρίζει τους νέους ανθρώπους να θέτουν τον πήχη όλο και πιο ψηλά και να διεκδικούν ουσιαστικές εμπειρίες ζωής υπό το πρίσμα της απόλυτης ελευθερίας. Αυτές οι αξίες χαρακτήθηκαν βαθιά μέσα μου χάρη σε εκείνον και είμαι σίγουρη ότι θα αποτελέσουν παντοτινές αξίες ζωής.

Ελπίζω, λοιπόν, με όλα όσα προσπάθησα να ολοκληρώσω αξιοπρεπώς παρά την απουσία του να μη διέψευσα τις προσδοκίες που είχε και εκείνος από εμένα. Το μόνο που θα ευχηθώ είναι και στην υπόλοιπη πορεία μου να μπορέσω να ζήσω στιγμές, οι οποίες θα θυμίζουν έστω και λίγο ως προς την πληρότητα και τη βαρύτητά τους εκείνες που ζήσαμε, όσο παλεύαμε μαζί για έναν κοινό και **άξιο σκοπό**. Τελειώνοντας, θα παραθέσω το απόφθεγμα με το οποίο του υποσχέθηκα ότι θα κλείσω τη διδακτορική μου διατριβή στην τελευταία επικοινωνία που είχαμε πριν φύγει από τη ζωή.

“Ο έπαινος ανήκει στον άνθρωπο που είναι πραγματικά μέσα στην αρένα, με πρόσωπο γεμάτο ιδρώτα και αίμα, που έχει όμως ενθουσιασμό και αφοσίωση γιατί ξοδεύει τον εαυτό του σε έναν **άξιο σκοπό**”.

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η παρούσα διδακτορική διατριβή έχει ως θεματικό άξονα τη μελέτη της επίδρασης του ατομικού υδρογόνου στη μηχανική συμπεριφορά μεταλλικών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων.

Στο πρώτο κεφάλαιο διερευνήθηκε η ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου συγκολλημένων κραμάτων αλουμινίου, τα οποία βρίσκουν εκτεταμένη εφαρμογή στο τεχνολογικό πεδίο των γραμμών μεταφοράς φυσικού αερίου και στις πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου. Τα δοκίμια που μελετήθηκαν είχαν εξαχθεί από σωληνώσεις με πάχος τοιχώματος 3 mm και εξωτερική διάμετρο 16 in (406,4 mm). Κατά το πρώτο στάδιο της πειραματικής διαδικασίας πραγματοποιήθηκε η καθοδική πόλωση των συγκολλημένων δειγμάτων εντός του ηλεκτροδυναμικά και ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενου πεδίου διάχυσης των υδρογονοκατιόντων και, στη συνέχεια, έλαβε χώρα η εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης αυτών σε περιβάλλον ατμοσφαιρικού αέρα (Ex – situ hydrogen cathodic charging and slow strain rate tensile testing). Η συγκεκριμένη εργασία διεκπεραιώθηκε σύμφωνα με τα πρότυπα ISO 3183, ASTM G148 - 97, ASTM E 8M - 04 και τους νέους άξονες αναγκασίας ερευνητικής δραστηριότητας, οι οποίοι έχουν οριστεί για την κάλυψη των λειτουργικών απαιτήσεων στο πραγματικό πεδίο συνθηκών από τα διεθνή πρωτόκολλα διασφάλισης ποιότητας της πετρελαιοβιομηχανίας, σε συνεργασία με τους οργανισμούς της European Industry και του American Petroleum Institute.

Το συγκεκριμένο κεφάλαιο επικεντρώνεται κυρίως στην αξιολόγηση της ευαισθησίας που επιδεικνύουν ως προς την εκδήλωση των φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω της ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενης μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου τα ανομοιογενώς συγκολλημένα κράματα αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 με τη χρήση της τεχνικής δια τριβής μέσω ανάδευσης (Friction Stir Welding). Στη συγκεκριμένη περίπτωση, μελετήθηκε η συνέργεια των κυριότερων μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ του πεδίου τιμών των 20, των 50 και των 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τα χρονικά κατώφλια των 2 και των 4 ωρών. Στη συνέχεια, η εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έλαβε χώρα με ταχύτητα απομάκρυνσης των αρπαγών 0,01 mm/min, προκειμένου να ενισχυθεί τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά η διάχυση του ατομικού υδρογόνου και η παγίδευση του μοριακού υδρογόνου (σε υψηλής ενέργειας ενεργοποίησης και μη αντιστρεπτού τύπου παγίδες συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων), σύμφωνα με το πρότυπο ASTM E 8M - 04.

Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 20 έως τα 80 mA/cm² διαπιστώθηκε σημαντική υποβάθμιση της ολκιμότητας και μικρότερη πτωτική τάση για το όριο διαρροής και τη μέγιστη εφελκυστική αντοχή. Επιπρόσθετα, οι θραυσίγενείς επιφάνειες χαρακτηρίστηκαν από αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής ψαθυροποιημένων περιοχών με μορφολογία τύπου κοίτης ποταμού, πριονωτών οδοντώσεων περιμετρικά των κορυφογραμμών απόσχισης (saw - teeth or stair - like morphology), μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (quasi – cleavage facets) και πεδίων συσσώρευσης μικροκενών με μορφολογία που προσομοιάζει σε ‘μάτι ψαριού’ (microvoid coalescence with fish eye morphology). Για τις πιο ακραίες και εντατικοποιημένες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης (80 mA / cm², 4 ώρες) η θραύση έλαβε χώρα στη λεπτοκρυσταλλική δομή της ζώνης ανάδευσης, πλευρικά της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης του κράματος AA6082 – T6.

Ακόμη, μέσω χρήσης στερεοσκοπικής ανάλυσης, ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης, περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ και EBSD αναλυτικής τεχνικής ταυτοποιήθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃ καθώς και αυξημένη

πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου και διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων, τα οποία αποδίδονται στον περιορισμό των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς και στην πέδηση και στην αντιστροφή των κατιοντικών ροών σε όρια κόκκων υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων, καθώς και σε ημι-συνεκτικού ή μη συνεκτικού τύπου διαφασικά όρια συνάφειας μεταξύ των ομάδων φάσεων στερεοποίησης, των ενδομεταλλικών φάσεων σκλήρυνσης και της μητρικής δομής. Τέλος, προσδιορίστηκαν οι πορείες διάδοσης των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή (stepwise microcracking), οι προτιμητέες τοπολογίες εκκίνησης αυτών στις διεπιφάνειες επαφής μεταξύ των υδριδίων, των ψαθυροποιητικών φάσεων με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_3Mg_2 και του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου.

Στο δεύτερο κεφάλαιο, μελετήθηκε το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου σε συγκολλητές χαλύβδινες σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων σε περιπτώσεις υπεδάφιας εγκατάστασης. Κατά τη διάρκεια της πειραματικής διεξαγωγής του δεδομένου ερευνητικού αντικειμένου, σε πρώτο στάδιο έλαβε χώρα η καθοδική πόλωση των δοκιμίων εντός ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης των υδρογονοκατιόντων, ενώ στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε η μηχανική καταπόνηση αυτών μέσω της δοκιμής Crack Tip Opening Displacement test (Ex – Situ hydrogen cathodic charging and CTOD test).

Στο συγκεκριμένο κεφάλαιο, διερευνήθηκε διεξοδικά η συσχέτιση μεταξύ των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης και των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα των συγκολλημένων δοκιμίων χάλυβα X65 μέσω της τεχνικής SAWL. Τα δοκίμια χάλυβα που μελετήθηκαν είχαν εξαχθεί από σωληνώσεις με πάχος τοιχώματος 19 mm και εξωτερική διάμετρο 29 in (736,6 mm), οι οποίες δεν είχαν υποβληθεί προγενέστερα στο πραγματικό πεδίο των λειτουργικών συνθηκών. Η σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD έλαβε χώρα έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων σύμφωνα με τα πρότυπα BS7448 και ISO12135, με ταχύτητα μετατόπισης του εμβόλου 0,95 mm/min και κυριότερο στόχο τον προσδιορισμό των χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα, όπως είναι η παράμετρος J, ο παράγοντας έντασης τάσης κατά την έναρξη της πλαστικοποίησης K_Q και η παράμετρος CTOD τόσο για την ελαστική όσο και για την πλαστική περιοχή. Η καθοδική πόλωση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε σε κατακόρυφο ηλεκτρολυτικό κελί για επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος τα 10, τα 20 και τα 30 mA/cm² και με χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 48 ώρες. Μέσω αυτής της μελέτης, αποδόθηκαν ενδιαφέροντα αποτελέσματα σχετικά με το βάθος διείσδυσης, τον συντελεστή διάχυσης και τον απαιτούμενο χρόνο εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου, την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης, τη μορφολογία και τις τοπολογίες πυρηνοποίησης των φλυκταινών υδρογόνου, τα σημεία εκκίνησης και τις πορείες διάδοσης των δικτύων των μικρορωγματώσεων σε συνάρτηση με τα κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη της δυσθραυστότητας και τη θραυστογραφική μελέτη των θραυσιγενών επιφανειών. Η μέγιστη τιμή του βάθους διείσδυσης και οι υψηλότεροι συντελεστές διάχυσης του ατομικού υδρογόνου αποδόθηκαν συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό της περιοχής της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, ενώ αντίθετα οι μικρότερες τιμές για τα προαναφερθέντα θερμοδυναμικά και ηλεκτροκινητικά μεγέθη που σχετίζονται με το φαινόμενο

της ηλεκτροδιάχυσης παρατηρήθηκαν σε όλες τις περιπτώσεις στο μικρογραφικό ιστό της ζώνης τήξης. Τέλος, η περιοχή της ζώνης τήξης για τα συγκολλημένα δοκίμια χάλυβα X65 κρίθηκε ως ιδιαίτερα επιρρεπής έναντι της εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων λόγω της διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα σε σύγκριση με την περιοχή του μετάλλου βάσης. Ο μεγαλύτερος ρυθμός της μείωσης των μηχανικών μεγεθών τα οποία σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα προσδιορίστηκε για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των πεδίων τιμών των 0 - 10 mA /cm² και των 20 - 30 mA /cm², όπου στο μη φαρανταϊκού τύπου ηλεκτροχημικό πεδίο διέγερσης πραγματοποιείται ηλεκτροδυναμική και ηλεκτροκινητική κατάλυση των ημιαντιδράσεων αναγωγής των υδρογονοκατιόντων στη διεπιφάνεια καθόδου και ηλεκτρολυτικού διαλύματος.

Στο τρίτο κεφάλαιο μελετήθηκε η ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων X52, X65 και X70 σε περιπτώσεις υποθαλάσσιας εγκατάστασης. Για την πειραματική διεκπεραίωση αυτού του ερευνητικού αντικειμένου έλαβε χώρα η ανάπτυξη ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης των υδρογονοκατιόντων και η καθοδική πόλωση των δοκιμίων ταυτόχρονα με τη μηχανική καταπόνηση αυτών μέσω της τεχνικής CTOD, σε οριζόντιου τύπου ηλεκτρολυτική κυψέλη σύμφωνα με τα πρότυπα ISO 3183 και ASTM G148 – 97 (In situ hydrogen cathodic charging and CTOD test).

Πιο συγκεκριμένα, κύρια στόχευση του παρόντος κεφαλαίου αποτέλεσε η συσχέτιση της μείωσης της δυσθραυστότητας με τις επιβαλλόμενες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης για τους χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων X52, X65 και X70. Τα δοκίμια χάλυβα που μελετήθηκαν είχαν εξαχθεί από σωληνώσεις με πάχος τοιχώματος 11 mm και εξωτερική διάμετρο 26 in (660,4 mm). Τα κρισιμότερα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη, τα οποία σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα, αποδόθηκαν για τα προρωγατωμένα δοκίμια σε περιβάλλον αέρα (fatigue pre – cracked), μέσω της ελαστικής προφόρτισης και της καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης αυτών εντός ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης των υδρογονοκατιόντων σε ειδική ηλεκτρολυτική κυψέλη (elastic pre - strain and slow strain rate bending in hydrogen enriched electrolytic environment). Κατά τη διάρκεια της μηχανικής δοκιμής η ταχύτητα μετατόπισης του εμβόλου είχε ορισθεί ίση με 0,01 mm/min σύμφωνα με τα πρότυπα BS7448 και ISO12135, ενώ η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 και 20 mA / cm² και χρονική διάρκεια παραμονής τις 26 ώρες. Στη συνέχεια, μέσω χρήσης των καμπυλών F – Crack Mouth Open Displacement (F – CMOD) και των συναρτησιακών σχέσεων της θραυστομηχανικής ανάλυσης προσδιορίστηκαν τα μηχανικά μεγέθη J, K_Q, CTOD_{el}, CTOD_{pl}. Σύμφωνα με τα πειραματικά αποτελέσματα, διαπιστώθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης η δυσθραυστότητα και για τα τρία είδη χαλύβων ακολουθούσε συνεχή πτωτική τάση.

Επιπρόσθετα, μέσω της δεδομένης ερευνητικής μελέτης προέκυψαν πολύ ενδιαφέροντα αποτελέσματα σχετικά με την επιφανειακή σκλήρυνση των κραματικών συστημάτων που αποδίδεται κυρίως στην αλληλεπίδραση των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου με τα δίκτυα των διαταραχών, τους μικρομηχανισμούς που συμβάλλουν στην εκδήλωση των φαινομένων της ψαθυροποίησης λόγω της μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό, τη μορφολογία, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των

μικρορωγματώσεων, το βάθος διείσδυσης και το συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου σε συνάρτηση με τις επιβαλλόμενες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Η καινοτομία που εισάγει το παρόν κεφάλαιο της διδακτορικής διατριβής στο συγκεκριμένο ερευνητικό πεδίο αποδίδεται στη χρήση ενός φιλικού προς το περιβάλλον ηλεκτρολύτη που αποτελείται από 30 g/L NaCl και 3 g/L NH₄SCN, με αποτέλεσμα να ικανοποιούνται οι απαιτήσεις των διεθνών πρωτοκόλλων διασφάλισης της οικολογικότητας των ηλεκτροχημικών διεργασιών σε εργαστηριακή, ημιπilotική και βιομηχανική κλίμακα (“πράσινη χημεία”) για ιδιαίτερα αυξημένες τιμές της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (10 και 20 mA / cm²) κατά τη διάρκεια της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD συγκριτικά με αντίστοιχες ερευνητικές μελέτες. Επίσης, με τη χρήση του δεδομένου ηλεκτροχημικού περιβάλλοντος πραγματοποιήθηκε η μελέτη της ανάπτυξης των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electro – kinetically assisted pulsed atomic hydrogen diffusion fronts) στο μικρογραφικό ιστό των δοκιμών χωρίς την ανεπιθύμητη συμβολή παράπλευρων φαινομένων διάβρωσης (τοπική ανοδική πόλωση), τα οποία αποπροσανατολίζουν την εξαγωγή συμπερασμάτων ως προς το είδος των μικρομηχανισμών που συνεργούν στην εκδήλωση του δεδομένου φαινομένου της ψαθυροποίησης. Τέλος, διερευνήθηκε η ύπαρξη ή μη ενός θερμοδυναμικού - ηλεκτροδυναμικού κατωφλιού πάνω από το οποίο πραγματοποιείται αντιστροφή των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου λόγω φαινομένων τοπικού υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με αποτέλεσμα να μειώνεται το ανάδελτα (μερική αθροιστική παράγωγος) της ιοντικής ροής και να περιορίζεται το προσροφούμενο υδρογόνο ανεξάρτητα από την αύξηση της εφαρμοζόμενης πυκνότητας ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Συνολικά, λοιπόν, και για τα τρία ερευνητικά πεδία που προαναφέρθηκαν η καινοτομία της παρούσας διατριβής βασίζεται κυρίως στη συσχέτιση των θερμοδυναμικών μεγεθών τόσο με τα κινηματικά μεγέθη του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης όσο και με την υποβάθμιση των κυριότερων μηχανικών ιδιοτήτων, όπως αυτές προσδιορίζονται είτε μέσω στατικών είτε ημι-στατικών μηχανικών δοκιμών σε σιδηρούχα και μη σιδηρούχα κραματικά συστήματα, τα οποία βρίσκουν εφαρμογή τόσο σε υπεδάφεις όσο και σε υποθαλάσσιες εγκαταστάσεις μεταφοράς καυσίμου (είτε σε αέρια είτε σε υγρή φάση). Τέλος, δεν υπάρχει δημοσιευμένο έργο στη διεθνή ερευνητική κοινότητα όπου να αναπτύσσεται η διεξοδική μελέτη των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης λόγω ηλεκτροδιεγερμένου μετώπου διάχυσης των υδρογονοκατιόντων, είτε σε ομοιογενώς είτε σε ανομοιογενώς συγκολλημένα κράματα αλουμινίου μέσω της τεχνικής FSW, τα οποία αποτελούν κύρια κατασκευαστικά τμήματα της δομικής επιστελέχωσης αγωγών μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης και υπεράκτιων μονάδων εξόρυξης πετρελαίου και υδρογονανθράκων.

ABSTRACT

The main target of this doctoral dissertation is the study of the effect of atomic hydrogen electrodiffusion phenomenon on the mechanical behavior of metallic pipelines, which are used in transportation of petroleum products and hydrocarbon gases.

In the first chapter, the hydrogen embrittlement phenomenon due to the electro - migration effect of atomic hydrogen in the crystalline structure of welded aluminum alloys, that are applied to gas transmission lines and oil extraction platforms, was studied. The studied Friction Stir Welded specimens were extracted from pipes with 3 mm wall thickness and an external diameter of 16 in. During the experimental implementation of this research project in the first stage, the cathodic polarization process of welded specimens took place within an electrodynamically and electrokinetically controlled hydrogen diffusion field and then the pre - charged specimens were subjected to slow strain rate tensile test at air ambient (according to ISO 3183, ASTM G148 - 97, ASTM E 8M - 04 standards and the research activity to meet the technological requirements as indicated by the Europipe organization in Germany in collaboration with American Petroleum Institute).

The present study focused on the evaluation of the Hydrogen Embrittlement susceptibility of dissimilar friction stir welds of AA5083-H111 and AA6082-T6 aluminum alloys. The main embrittlement mechanisms were studied for applied cathodic polarization current densities of 20, 50 and 80 mA/cm² and duration of cathodic charging process for 2 and 4h. The slow strain rate tensile tests were performed with a grab removal speed of 0.01 mm/min in order to favor hydrogen diffusivity and hydrogen trapping effect (in deep and irreversible traps), according to the ASTM E 8M – 04 standard. With the increment of applied current density from 20 to 80 mA/cm² a severe reduction of ductility and a lower decrease of yield stress and ultimate tensile strength were observed. The fractured surfaces were characterized by increased volume fraction of embrittling features such as river patterns, quasi-cleavage facets and teardrop ridges. For the most extreme cathodic polarization conditions (80 mA/cm², 4h) the fracture was realized into the fine - grained microstructure of stir zone. Furthermore, by stereoscopic analysis, scanning electron microscopy, X-ray diffractometry and EBSD analytical technique an increased volume fraction of hydride and blister formation was determined, which was related to the restriction of the atomic hydrogen electrodiffusion field in high angle grain boundaries with elevated misorientation angle distribution factor and in semi – coherent or non – coherent interphases between solidification phases, intermetallic precipitates and matrix material. Additionally, it was detected the evolution of stepwise microcracking phenomenon, with preferential points for crack initiation the interfaces between hydrides, embrittling phases with stoichiometrical ratio Al₃Mg₂ and aluminum substitutional solid solution.

In the second chapter, the embrittlement effect due to the electrodiffusion of atomic hydrogen into the crystalline structure of welded pipeline steels transporting petroleum products and hydrocarbon gases in cases of underground installation was investigated. During the experimental implementation of this thematic object, in the first stage, the cathodic polarization procedure took place within an electrochemical stimulated field enriched with hydrogen cations. In the second stage the mechanical testing was carried out through the Crack Tip Opening Displacement technique (Ex – situ hydrogen cathodic charging and CTOD testing).

This research work focused on the investigation of the correlation between hydrogen cathodic charging conditions and toughness properties of SAWL welded X65 pipeline steels. The studied steel specimens were extracted from pipes with 19 mm wall thickness and an external diameter of 29 in, without been

subjected previously to operational conditions. The experimental technique which was applied to determine the characteristic parameters associated with toughness drop (K_{Q} , J , $CTOD_{el}$, $CTOD_{pl}$) was the CTOD testing after hydrogen cathodic charging process according to BS7448 and ISO12135 standards, with a piston displacement speed of 0.95 mm/min. The hydrogen cathodic polarization process was carried out in a vertical electrolytic cell with applied current densities of 10, 20, 30 mA/cm² and hydrogen cathodic charging duration 48 h. Through this study, interesting results were provided concerning the diffusion depth, the diffusion coefficient and the desorption time of atomic hydrogen, the surficial density, the morphology and nucleation sites of blisters, the initiation points and the propagation mode of stepwise microcracking as far as toughness properties and fractographic analysis. The maximum diffusion depth value and the highest diffusion coefficient is assigned for each current density field in the region of heat affected zone and the minimum in the area of fusion zone. Finally, the fusion zone is considered to be more prone to the occurrence of embrittlement phenomena compared to base metal. The rate of toughness parameters drop was detected to be higher for current densities between 0 – 10 mA/cm² and 20 – 30 mA/cm², where the non - faradaic cathodic polarization field promotes the electrochemical reduction of hydrogen cations to atomic hydrogen between metal and electrolyte interface.

In the third chapter, the embrittlement effect due to the electrodiffusion phenomenon and electro - migration effect of atomic hydrogen in X52, X65 and X70 pipeline steels, which are used for the transportation of petroleum products and hydrocarbon gases in cases of underwater installation, was studied. For the experimental implementation of this project, the development of an aggressive electrostimulated field for the creation of electrodynamically and electrokinetically assisted diffusion fronts of hydrogen cations and the cathodic polarization of specimens took place simultaneously with their mechanical testing through the CTOD technique, in a horizontal type electrolytic cell according to ISO 3183 and ASTM G148 – 97 standards (In – situ hydrogen cathodic charging and CTOD testing). More precisely, the present research domain focused on the investigation of in – situ hydrogen charging effect during Crack Tip Opening Displacement testing (CTOD) on the fracture toughness properties of X52, X65 and X70 pipeline steels. The studied steel specimens were extracted from pipes with 11 mm wall thickness and external diameter 26 in. The fracture toughness parameters were determined after imposing the fatigue pre-cracked specimens on air, on a specific electrolytic cell under a slow strain rate bending loading (with a piston displacement speed of 0.01 mm/min according to BS7448 and ISO12135 standards), for applied current densities of 10 or 20 mA/cm² and hydrogen cathodic charging duration 26 h. In sequence, the characteristic parameters related to fracture toughness (such as J , K_{Q} , $CTOD_{el}$, $CTOD_{pl}$) were calculated by the aid of the Force – Crack Mouth Open Displacement curves and the relevant analytical equations. According to the obtained experimental results, by increasing the applied current density field during in – situ hydrogen cathodic polarization process the fracture toughness parameters were decreasing continuously.

Through this study, interesting results were provided concerning the hydrogen induced toughness decrease, the micro - mechanisms which contribute to failure, the morphology and surficial density of blisters and microcracks, the microhardness increment at pipeline steel surfaces, as far the diffusion depth and the diffusion coefficient of atomic hydrogen into the structure correlated to the applied

current density during the in - situ hydrogen cathodic charging process. The novelty of this research work is attributed to the use of an environmental friendly electrolyte consisted of 30 g/L NaCl and 3 g/L NH_4SCN (which satisfies green chemistry's requirements) for elevated values of the applied current density field (10 and 20 mA/cm^2) during the in – situ hydrogen cathodic charging process and slow strain rate bending. The applied current densities exceeded the above of other researchers, which haven' t been higher than 10 mA/cm^2 . Also, with the use of the given electrochemical environment, the study of the development of electro-kinetically assisted pulsed atomic hydrogen diffusion fronts in the micrographic texture of the specimens without the unwanted contribution of corrosion phenomena (localized anodic polarization effect) which disorient the main conclusions about the type of micro-mechanisms that contribute to the manifestation of hydrogen embrittlement phenomenon was achieved. Moreover, these experiments took place in order to investigate the existence or not of a thermodynamic or electrokinetic - electrodynamic potential threshold which leads to the hydrogen absorbed diminishing effect independently of the increment of the applied current density.

In total through the ensemble of the obtained results the novelty of the present dissertation is mainly based on the correlation of both thermodynamic quantities (penetration depth and diffusion coefficient of atomic hydrogen, surface coverage density of blisters and microcracks) as well as kinematic magnitudes (required atomic hydrogen desorption time and time threshold for stabilizing the cathodic overvoltage potential of the electrolytic system) with the degradation of the main mechanical properties, as they arise either from static or semi-static mechanical testing in ferrous and non-ferrous alloy systems, which find application in subsoil and submarine fuel transport facilities (either gas or liquid phase). Finally, there is no published work in the international research community that refers to embrittling micro-mechanisms due to hydrogen electro – diffusion phenomenon, either in homogeneous or inhomogeneous welded aluminum alloys through the FSW technique, which are used in high voltage insulated natural gas pipelines and on oil extraction platforms (platforms in offshore sectors mainly for assembling). The above treaty, however, has been an urgent technological necessity for the last five years to be solved, by both Europe and the American Petroleum Institute, as a result of which the first research part of the present doctoral dissertation is substantiated.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

1. Θεωρητικό Μέρος

1.1 Παράγοντες που επιδρούν στη δυσθραυστότητα	24
1.2 Η σημασία της ψαθυρής θραύσης	25
1.3 Βιβλιογραφική μελέτη επί των παραγόντων που επιδρούν στην εκδήλωση ψαθυροποιητικών φαινομένων λόγω προσρόφησης υδρογόνου (Hydrogen attack, hydrogen blistering, hydrogen embrittlement, hydrogen induced cracking - HIC)	28
1.4 Βιβλιογραφική ανασκόπηση επί των συνθηκών εκδήλωσης ψαθυροποιητικών μηχανισμών HIC ΚΑΙ SSCC	63
1.5 Βιβλιογραφική μελέτη επί των παραγόντων που επιδρούν στην ενίσχυση του φαινομένου της εργοδιάβρωσης για χημικά περιβάλλοντα υψηλής συγκέντρωσης σε μοριακά σύμπλοκα του υδροθείου (Sulfide Stress Cracking)	79
1.6 Βασικές αρχές κόπωσης	101
1.7 Συνεργιστικοί μικρομηχανισμοί που λαμβάνουν χώρα κατά την εκδήλωση θραύσης από κόπωση	106
1.7.1. Συμπεριφορά σε κόπωση μη ρωγματωμένων δοκιμίων	111
1.7.2. Συμπεριφορά σε κόπωση προ-ρωγματωμένων δοκιμίων	113
1.8 Παράγοντες που ενισχύουν την εκδήλωση της ψαθυρής θραύσης [47-50]	116
1.9 Μελέτη της επίδρασης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στην αντοχή έναντι κόπωσης	121
1.10 Μελέτη συμπεριφοράς έναντι κόπωσης χαλύβδινων αγωγών μεταφοράς αερίων υδρογονανθράκων	125
1.10.1 Κριτήρια για την ανάπτυξη ρωγμής λόγω κόπωσης υποβοηθούμενης από την παρουσία υδρογόνου (HAFCG)	126
1.10.2 Μηχανισμοί οι οποίοι συμβάλλουν σε φαινόμενα ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου υπό το καθεστώς μονοτονικής φόρτισης	127
1.10.3 Επιμέρους μελέτες που επικεντρώνονται στο φαινόμενο της ενισχυμένης ταχύτητας διάδοσης μιας ρωγμής από κόπωση λόγω της παρουσίας υδρογόνου (HAFCG)	127
1.10.4 Μηχανική της θραύσης	130
1.10.5 Επίδραση του υδρογόνου στο μέγεθος της δυσθραυστότητας	130
1.10.6 Διάδοση ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου	131
1.10.7 Δεδομένα ανάπτυξης των ρωγμών λόγω κόπωσης για διάφορους τύπους χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων	138
1.10.8 Επίδραση της πίεσης του αερίου υδρογόνου στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμών λόγω κόπωσης (Hydrogen Assisted Fatigue Crack Growth– HAFCG)	145
1.10.9 Επίδραση του ορίου διαρροής και της μικροδομής στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμών λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου (Hydrogen Assisted Fatigue Crack Growth – HAFCG)	147
1.10.10 Άλλες μεταβλητές που επιδρούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμών λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου (Hydrogen Assisted Fatigue Crack Growth– HAFCG)	147
1.11 Βιβλιογραφική μελέτη επί των παραγόντων που ενισχύουν την αντιμετώπιση του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου κατά τη διάρκεια κοπτικής καταπόνησης σε σωλήνες μεταφοράς αερίων υδρογονανθράκων	150
1.12 Μελέτη φαινομένου ψαθυροποίησης υδρογόνου σε κραματικά συστήματα αλουμινίου	159

2. Πειραματικό μέρος

Μελέτη ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου ανομοιογενών κραμάτων αλουμινίου συγκολλημένων μέσω της τεχνικής Friction Stir για γραμμές μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης (gas insulated high voltage lines) και πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου (drilling and casing structures, platforms in offshore sectors mainly for assembling)	167
--	-----

2.1 Μικροδομικός χαρακτηρισμός των κραματικών συστημάτων AA5083-H111, AA6082 και των επιμέρους περιοχών της ανομοιογενούς συγκόλλησης μεταξύ των δύο	169
2.2 Ταυτοποίηση φάσεων και μικρογραφικών συστατικών μέσω περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (XRD) για το μικρογραφικό ιστό των κραμάτων AA5083 – H111, AA6082 – T6 και της ζώνης ανάδευσης, πριν την καθοδική πόλωση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου	175
2.3 Προσδιορισμός του κρυσταλλογραφικού ιστού των κραματικών συστημάτων AA5083-H111, AA6082-T6 και της ζώνης ανάδευσης μέσω της αναλυτικής τεχνικής της περιθλασιμετρίας οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (Texture Identification by EBSD Analysis)	176
2.4 Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων	182
2.5 Παρουσίαση του χρησιμοποιηθέντος εργαστηριακού εξοπλισμού και περιγραφή της ηλεκτρολυτικής διάταξης όπου έλαβε χώρα η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμών εντός πεδίου καθοδικής όπλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα	184
2.6 Φωτογραφική απεικόνιση της υδραυλικής μηχανής δοκιμών όπου πραγματοποιήθηκαν τα πειράματα εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης	186
2.7 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα του κράματος AA5083-H111	188
2.8 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο ως προς τον συντελεστή διάχυσης και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κραματικού συστήματος AA5083-H111	190
2.9 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο ως προς την επιφανειακή τραχύτητα του κραματικού συστήματος AA5083-H111	196
2.10 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ σε καθοδικά πολωμένα δοκίμια του κράματος AA5083-H111	197
2.11 Μελέτη της κατανομής, της μορφολογίας και της επιφανειακής πυκνότητας των φλукταινών υδρογόνου για το καθοδικά πολωμένο κράμα αλουμινίου AA5083-H111	198
2.12 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής όλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα του κράματος AA6082-T6	200
2.13 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα ως προς το συντελεστή διάχυσης και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κραματικού συστήματος AA6082-T6	202
2.14 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας Ακτινών Χ σε καθοδικά δοκίμια του κράματος AA6082 – T6	210
2.15 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082	211
2.16 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα ως προς τον συντελεστή διάχυσης και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082	218
2.17 Μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο ως προς την επιφανειακή τραχύτητα της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης ΗΣ FSW AA5083-AA6082	219
2.18 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας Ακτινών Χ σε καθοδικά πολωμένα δοκίμια της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082	221
2.19 Συγκριτική μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα των αρχικών κραμάτων και της ζώνης ανάδευσης της συγκόλλησης	226
2.20 Συγκριτική μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου ως προς τον συντελεστή διάχυσης και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός των κραματικών συστημάτων AA5083 – H111, AA6082 – T6 και της ζώνης ανάδευσης της συγκόλλησης	229
2.21 Συγκριτική μελέτη της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου ως προς	

την επιφανειακή τραχύτητα των κραματικών συστημάτων και της ζώνης ανάδευσης της συγκόλλησης FSW AA5083 – AA6082	233
2.22 Συγκριτική μελέτη της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων για όλες τις υπό μελέτη δομές έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση μέσω καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου	236
2.23 Μελέτη της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου ως προς τις μηχανικές ιδιότητες των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής δια τριβής με ανάδευση	262
2.24 Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης των θραυσιγενών επιφανειών ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083-H111-AA6082-T6 χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση	265
2.25 Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης των θραυσιγενών επιφανειών ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083-H111/AA6082-T6 με προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου	274
2.26 Συγκριτική παράθεση της ποσοστιαίας συμμετοχής των ψαθυροποιημένων περιοχών στις εξωτερικές παρυφές των δοκιμών έναντι των όγκιμων περιοχών στο κεντρικό τμήμα των δοκιμών για όλα τα πεδία των επιβαλλόμενων συνθηκών κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης	276
2.27 Θραυστογραφική μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083-H111/AA6082-T6 χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου	277
2.28 Θραυστογραφική μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083-H111/AA6082-T6 με προγενέστερη καθοδική πόλωση αυτών σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογόνο	279
2.29 Μικροδομικός χαρακτηρισμός του κραματικού συστήματος AA6082-T6 και της ζώνης ανάδευσης συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083-AA6082 μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 ma/cm ² , 4 ώρες και εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης	281
2.30 Μέτρηση παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου μέσω της φασματοσκοπίας θερμικής εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy/TDS)	296
2.31 Συμπεράσματα	298

3. Πειραματικό μέρος

Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών σε περιπτώσεις υπεδάφιας εγκατάστασης (subsoil pipelines)	313
3.1 Μικροδομικός χαρακτηρισμός συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65 μέσω οπτικού μικροσκοπίου (OM) και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM)	315
3.2 Ταυτοποίηση φάσεων και μικρογραφικών συστατικών μέσω περιθλασιμετρίας ακτινών Χ, στην περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης χάλυβα X65, πριν την καθοδική πόλωση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου	330
3.3 Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων για δυο διαφορετικά υψομετρικά επίπεδα της κάθετης διατομής συγκολλημένου δοκιμίου SAWL X65	332
3.4 Προσδιορισμός επιφανειακής τραχύτητας των περιοχών της ζώνης τήξης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και του μετάλλου βάσης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65	333
3.5 Παρουσίαση του χρησιμοποιηθέντος εργαστηριακού εξοπλισμού	333
3.5.1 Σκαρίφημα της ηλεκτρολυτικής διάταξης όπου έλαβε χώρα η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμών εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης	333
3.5.2 Φωτογραφική απεικόνιση της υδραυλικής μηχανής δοκιμών ιπποδύναμης 10 tn όπου πραγματοποιήθηκαν τα πειράματα σύνθετων μηχανικών δοκιμών μέσω της αρχικής επιβολής παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης και την εν συνεχεία αστοχία των μεταλλικών συστημάτων μέσω καμπτικής φόρτισης	338
3.6 Συγκεντρωτικός πίνακας που αφορά στην παραμετροποίηση και στην επιλογή των τελικών	

συνθηκών της καθοδικής πόλωσης για καθορισμένο ηλεκτροχημικό περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα	344
3.7 Συγκεντρωτικός πίνακας των τιμών της επιφανειακής μικροσκληροτητας για όλες τις περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση χρονικής διάρκειας 48 ωρών για τρία διαφορετικά επίπεδα επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	345
3.8 Υπολογισμός του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου για τις τρεις περιοχές μελέτης σε όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης	348
3.9 Υπολογισμός του συντελεστή διάχυσης βάσει του προσδιορισθέντος βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του μετάλλου βάσης χάλυβα X65	350
3.10 Υπολογισμός συντελεστή διάχυσης και βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό της θερμικά επηρεασμένης ζώνης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65	353
3.11 Υπολογισμός του συντελεστή διάχυσης και βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65	356
3.12 Συγκεντρωτικοί πίνακες και συγκριτικά διαγράμματα της μεταβολής των συντελεστών διάχυσης και του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για τις κυριότερες ζώνες της συγκόλλησης (ΖΤ - ΘΕΖ) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	358
3.13 Προσδιορισμός της επιφανειακής τραχύτητας, της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων καθώς και του μεγίστου μήκους και πλάτους αυτών, για τις υπό μελέτη δομές συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	362
3.13.1 Συγκεντρωτικός πίνακας που αφορά στην μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων	362
3.13.2 Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια 48 ωρών στην επιφανειακή τραχύτητα των περιοχών του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης	364
3.13.3 Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια 48 ωρών στην πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης, το μέγιστο μήκος και το μέγιστο πλάτος των μικρορωγματώσεων, για τις περιοχές του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης.	364
3.14 Ταυτοποίηση ανάπτυξης υδριδίων στις προαναφερθείσες περιοχές (ΜΒ, ΘΕΖ, ΖΤ) μέσω περιθλασιμετρίας ακτινών Χ για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm ²	368
3.15 Ανάλυση μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης της κατανομής, της μορφολογίας και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων για την περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση 48 ωρών σε πεδία πυκνότητας έντασης ρεύματος 10, 20 και 30 mA/cm ²	369
3.15.1 Μελέτη της μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου, συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, για τις περιοχές του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης	371
3.16 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη της δυσθραυστοτητας, για προδιαμορφωμένα δοκίμια που έχουν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης, χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε υδρογονωμένο περιβάλλον	374
3.16.1 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65	386
3.16.2 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65	389
3.17 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα μηχανικά χαρακτηριστικά μεγέθη της δυσθραυστοτητας, για προδιαμορφωμένα δοκίμια που έχουν εγκοπή	

στην περιοχή του μετάλλου βάσης X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα με χρονική διάρκεια παραμονής 48 ώρες	394
3.17.1 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm ²	394
3.17.2 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm ²	400
3.18 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα μηχανικά χαρακτηριστικά μεγέθη της ευθραυστότητας για προδιαμορφωμένα δοκίμια που έχουν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα x65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα με χρονική διάρκεια παραμονής 48 ώρες	412
3.18.1 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm ²	412
3.18.2 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm ²	419
3.18.3 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm ²	426
3.18.4 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65 και είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση και για τα τρία πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.	434
3.18.5 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65 και είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση και για τα τρία πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	443
3.18.6 Συγκριτικά διαγράμματα F – CMOD τα οποία προέκυψαν έπειτα από την επιβολή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, σε προδιαμορφωμένα δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, τόσο πριν όσο και έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα.	452
3.18.7 Συγκριτικά διαγράμματα F – CMOD τα οποία προέκυψαν έπειτα από την επιβολή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, σε προδιαμορφωμένα δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65, τόσο πριν όσο και έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα.	453
3.18.8 Συμπεράσματα ως προς τους μικρομηχανισμούς ψαθυροποίησης που επενεργούν στα κραματικά συστήματα του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης με την ανάπτυξη ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.	453
3.18.9 Συγκριτική συσχέτιση της μεταβολής των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών K ₀ , J, δ ₀₁ και δ ₀₂ μεταξύ δοκιμίων τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65, πριν και έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτών σε πυκνότητες έντασης ρεύματος 10, 20 και 30 mA/cm ² , με χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 48 ώρες.	456
3.19 Μέτρηση παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου μέσω της φασματοσκοπίας θερμικής εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy/TDS)	458
3.20 Συμπεράσματα	459

4. Πειραματικό Μέρος

Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων για υποθαλάσσιες εφαρμογές (subsea or submarine pipelines)	468
4.1 Μικροδομικός χαρακτηρισμός των χαλύβων X52, X70 ΚΑΙ X65 μέσω Οπτικής Μικροσκοπίας (OM) και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (sem)	472
4.2 Ταυτοποίηση φάσεων και μικρογραφικών συστατικών μέσω περιθλασιμετρίας ακτινών Χ, για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X65 ΚΑΙ X70, πριν την καθοδική πόλωση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου	478
4.3 Προσδιορισμός κρυσταλλογραφικού ιστού μέσω της αναλυτικής τεχνικής περιθλασιμετρίας οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (texture identification by EBSD analysis)	480
4.4 Παρουσίαση του χρησιμοποιηθέντος εργαστηριακού εξοπλισμού και περιγραφή της ηλεκτρολυτικής διάταξης όπου έλαβε χώρα η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων εντός πεδίου	

καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα	485
4.5 Φωτογραφική απεικόνιση της υδραυλικής μηχανής δοκιμών όπου πραγματοποιήθηκαν τα πειράματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, μέσω της αρχικής επιβολής παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αέρα και της εν συνεχεία ελαστικής προφόρτισης και καμπτικής καταπόνησης των δοκιμών σε περιβάλλον υδρογόνου	487
4.6 Συγκεντρωτικός πίνακας που αφορά στην παραμετροποίηση και την επιλογή των τελικών συνθηκών της καθοδικής πόλωσης για καθορισμένο ηλεκτροχημικό περιβάλλον διέγερσης με υψηλή συγκέντρωση σε υδρογονοκατιόντα	490
4.7 Καμπύλες μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληροτητας για όλους τους τύπους χάλυβα X52, X70 και X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση χρονικής διάρκειας 26 ωρών για δυο διαφορετικά πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	494
4.8 Συγκεντρωτικοί πίνακες των τιμών του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης των υδρογονοκατιόντων και καμπύλες μεταβολής αυτού για όλους τους τύπους χάλυβα X52, X70 ΚΑΙ X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση χρονικής διάρκειας 26 ωρών για δυο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης	498
4.9 Συγκεντρωτικοί πίνακες και συγκριτικά διαγράμματα μεταβολής του βάθους διείδυσης του ατομικού υδρογόνου για τους τρεις τύπους χάλυβα (X52, X70 ΚΑΙ X65) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση τόσο σε In-Situ όσο και σε Ex-Situ Hydrogen Cathodic Charging δόκιμη	503
4.10 Υπολογισμός συντελεστή διάχυσης βάσει του προσδιορισθέντος βάθους διείδυσης των υδρογονοκατιόντων στο μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X70 ΚΑΙ X65 μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων σε κάθετες διατομές αυτών	508
4.11 Συγκεντρωτικοί πίνακες και συγκριτικά διαγράμματα της μεταβολής του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου για τους τρεις τύπους χάλυβα (X52, X70 ΚΑΙ X65) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για ηλεκτροχημική διέγερση In-Situ ΚΑΙ Ex-Situ	513
4.12 Προσδιορισμός της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών υδρογόνου (Blisters) καθώς και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών, για τις τρεις υπό μελέτη δομές (χάλυβες X52, X70 και X65) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για ηλεκτροχημική διέγερση In-Situ ΚΑΙ Ex-Situ	516
4.13 Προσδιορισμός της επιφανειακής τραχύτητας, της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης και του μεγίστου μήκους και πλάτους των μικρορωγματώσεων, για τις τρεις υπό μελέτη δομές (χάλυβες X52, X70 και X65) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τόσο για In-Situ όσο και Ex-Situ Hydrogen Cathodic Charging ΔΟΚΙΜΗ	522
4.14 Ταυτοποίηση ανάπτυξης υδριδίων στους χάλυβες X52, X70 ΚΑΙ X65 με τη χρήση περιθλασιμετρίας ακτινών X για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm ² και 20 mA/cm ² έπειτα από In – Situ HYDROGEN Cathodic Charging δόκιμη	539
4.15 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη της δυσθραυστότητας, για δοκίμια χάλυβα X52, X70 και X65 χωρίς την επίδραση πεδίου καθοδικής πόλωσης όντος υδρογονωμένου περιβάλλοντος	543
4.16 Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε περιβάλλον αέρα	563
4.17 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη της δυσθραυστότητας, για δοκίμια χάλυβα X52, X70 ΚΑΙ X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση πεδίου καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm ²	567
4.18 Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών χάλυβα X52, X70 και X65 έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD με ταυτόχρονη ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο καθοδικής πόλωσης όντος υδρογονωμένου περιβάλλοντος για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm ²	586
4.19 Αποτελέσματα σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, που αφορούν στα κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη της δυσθραυστότητας, για δοκίμια χάλυβα X52, X70 και X65 υπό	

την ταυτόχρονη επίδραση πεδίου καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm ²	589
4.20 Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών χάλυβα X52, X70 ΚΑΙ X65 έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD με ταυτόχρονη ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο καθοδικής πόλωσης όντος υδρογονωμένου περιβάλλοντος για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm ²	615
4.21 Μέτρηση παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου μέσω της φασματοσκοπίας θερμικής εκρόφησης	621
4.22 Συμπεράσματα	624
5. Συνολικά Συμπεράσματα	636
6. Καινοτομία	651
7. Προτάσεις για μελλοντική έρευνα	652
8. Βιβλιογραφία	654
9. Δημοσιευμένο έργο και διεκπεραίωση ερευνητικών προγραμμάτων 2017 - 2020	670

1. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ



1.1. ΠΑΡΑΓΟΝΤΕΣ ΠΟΥ ΕΠΙΔΡΟΥΝ ΣΤΗ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑ

Η δυσθραυστότητα αποτελεί ένα από τα κυριότερα μηχανικά μεγέθη που σχετίζονται τόσο με στατικά όσο και με δυναμικά πεδία φόρτισης, καθώς εκφράζει την ικανότητα ενός μεταλλουργικού συστήματος να απορροφά ενέργεια μέχρι και τη θραύση του. Σε ένα γενικότερο πλαίσιο ανάλυσης μπορεί να προσεγγισθεί μέσω της αντίστασης που προβάλλει το υπό μελέτη υλικό στη βίαιη διάδοση των ρωγμών. Επιπρόσθετα, το μηχανικό αυτό μέγεθος επιφέρει μια έμμεση εκτίμηση του βαθμού όλκιμης ή ψαθυρής συμπεριφοράς του συστήματος. Ουσιαστικά πρόκειται για μία σύνθετη μηχανική ιδιότητα, η οποία σχετίζεται τόσο με την ικανότητα του υλικού να υφίσταται πλαστική παραμόρφωση πριν τη θραύση όσο και με την ικανότητά του να αναλαμβάνει φορτία.

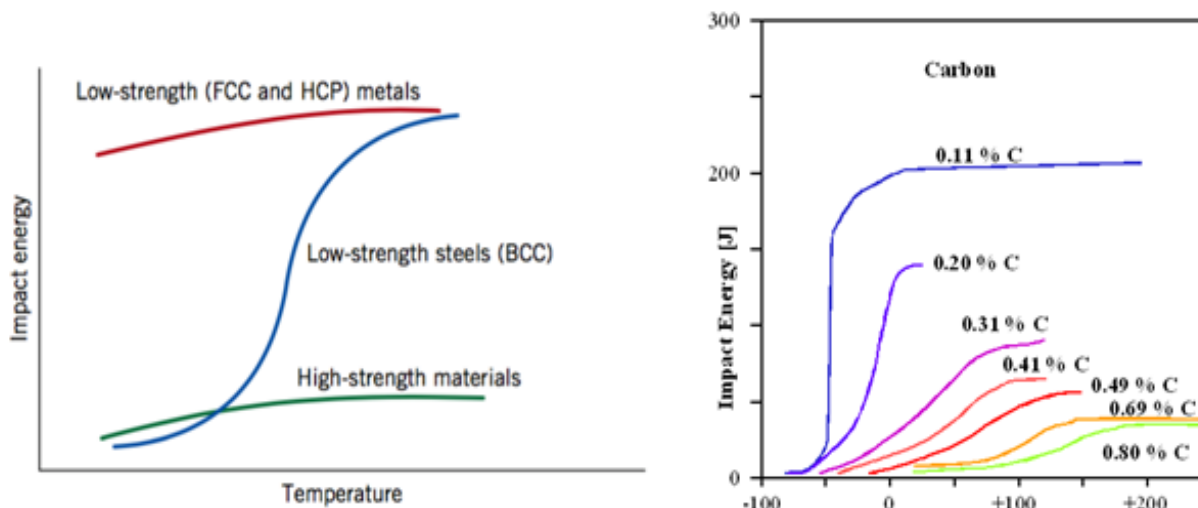
Όπως είναι γνωστό, ο μηχανισμός θραύσης ενός μετάλλου εξαρτάται σε σημαντικό βαθμό από την επικρατούσα θερμοκρασία. Για θερμοκρασιακά πεδία πολύ χαμηλότερα της θερμοκρασίας περιβάλλοντος, η θραύση των κραματικών συστημάτων πραγματοποιείται μέσω ανάπτυξης ψαθυροποιητικών μηχανισμών, ενώ σε υψηλές θερμοκρασιακές βαθμίδες η θραύση επέρχεται με όλκιμο τρόπο. Ο μηχανισμός μετάβασης από τη ψαθυρή στην όλκιμη συμπεριφορά, με την αύξηση της θερμοκρασίας, βασίζεται στα μικρομηχανιστικά μοντέλα που περιγράφουν τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά τα διάφορα στάδια διάδοσης των δικτύων των διαταραχών. Έχει αποδειχθεί στη διεθνή ερευνητική βιβλιογραφία ότι η κίνηση των διαταραχών αποτελεί θερμικά ενεργοποιήσιμη διεργασία. Σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών τα συστήματα εύκολης ολίσθησης (easy shear planes) αδρανοποιούνται, καθώς ενεργειακά ο πυρήνας των διαταραχών υποβαθμίζεται κατά πολλές τάξεις μεγέθους (πάγωμα διαταραχών/frozen dislocation networks), με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται η πλαστική παραμόρφωση του υλικού (Εικόνα 1)[1,2].

Για κάθε μεταλλικό σύστημα υφίσταται μια χαρακτηριστική θερμοκρασία (T_t) ή ακόμα και ένα ευρύτερο θερμοκρασιακό πεδίο μετάβασης από την όλκιμη στη ψαθυρή θραύση. Η έκταση της ζώνης μετάβασης ποικίλλει για τα διάφορα κράματα ενώ ταυτόχρονα η θερμοκρασία μετάβασης φαίνεται να εξαρτάται κατά κύριο λόγο από τις πειραματικές συνθήκες, όπως είναι η ταχύτητα επιβολής του φορτίου, η γεωμετρία του δοκιμίου, η γεωμετρία της εγκοπής αλλά και από ενδογενή χαρακτηριστικά του υλικού όπως αποτελεί το μέσο μέγεθος των κόκκων, η ποσοστιαία συμμετοχή των ακαθαρσιών εντός της κρυσταλλικής δομής κ.α [3-5].

Στα μεταλλικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται στο χωροκεντρωμένο κυβικό πλέγμα BCC (χάλυβες υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης) το φαινόμενο της μετάβασης είναι έντονο και χαρακτηρίζεται από πολύ υψηλή κλίση. Αντίθετα στα μεταλλουργικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό πλέγμα FCC (ωστενιτικοί ανοξείδωτοι χάλυβες) το φαινόμενο της μετάβασης εξελίσσεται βαθμιαία, καθώς αυτά χαρακτηρίζονται από ιδιαίτερα αυξημένη ικανότητα απορρόφησης ενέργειας κατά τη θραύση, λόγω της χαμηλής ενέργειας ενεργοποίησης που απαιτείται για την ολίσθηση των πλεγματικών τους επιπέδων [1,3,5].

Οι χάλυβες με χαμηλή ποσοστιαία συμμετοχή σε άνθρακα ($C < 0.15\%$) παρουσιάζουν στενότερη και πιο απότομη περιοχή μετάβασης εν συγκρίσει με την αντίστοιχη περιοχή μετάβασης χαλύβων με υψηλότερη περιεκτικότητα σε άνθρακα. Επιπρόσθετα ιδιαίτερα καθοριστικό καθίσταται το γεγονός ότι η μετάβαση αυτή πραγματοποιείται σε σημαντικά χαμηλότερα πεδία θερμοκρασιών για τους χάλυβες με χαμηλό ποσοστό σε άνθρακα έναντι αυτών με υψηλότερο ποσοστό.

Όσο αυξάνει η περιεκτικότητα σε άνθρακα στους ανοπτημένους κοινούς ανθρακούχους χάλυβες, τόσο αυξάνει και ο κλασματικός όγκος συμμετοχής του περλίτη, με αποτέλεσμα τα μεταλλουργικά αυτά συστήματα να γίνονται περισσότερο ψαθυρά και να απορροφούν συνολικά πολύ χαμηλότερα ποσοστά ενέργειας έως και τη θραύση τους [4,5].



Εικόνα 1: (α) Επίδραση του συστήματος κρυστάλλωσης ως προς τη μορφή και την έκταση της περιοχής μετάβασης, (β) Επίδραση της ποσοστιαίας συμμετοχής του άνθρακα στις καμπύλες μετάβασης ανοπτημένων κοινών ανθρακούχων χάλυβων.

Η επικινδυνότητα του αναλυθέντος αυτού φαινομένου έγκειται στο γεγονός ότι η ψαθυρή θραύση επέρχεται χωρίς προγενέστερη εκδήλωση πλαστικής παραμόρφωσης, ενώ ακόμη στην περίπτωση επιβολής δυναμικής φόρτισης τα παραπάνω φαινόμενα λαμβάνουν χώρα για πεδία τάσεων κατά πολλές τάξεις μεγέθους χαμηλότερα από αυτά που προβλέπει η στατική ανάλυση [2,5].

1.2 Η ΣΗΜΑΣΙΑ ΤΗΣ ΨΑΘΥΡΗΣ ΘΡΑΥΣΗΣ

Σε περιπτώσεις εκδήλωσης ψαθυρής αστοχίας για υλικά τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή δυσθραυστότητα, η θραυσίγενής επιφάνεια έχει σιλιπνή και επίπεδη μορφολογία. Όλα σχεδόν τα μεταλλικά συστήματα, με τη μικρότερη ευαισθησία να επιδεικνύουν εκείνα που κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα, παρουσιάζουν τον κίνδυνο εκδήλωσης ψαθυρής θραύσης. Τις δύο καθοριστικότερες προϋποθέσεις για την έναρξη του φαινομένου αποτελούν τα χαμηλά πεδία θερμοκρασιών καθώς και η επικράτηση στο εσωτερικό του μεταλλικού συστήματος ορθών τάσεων έναντι διατμητικών, με τρόπο ώστε να μην ευνοείται η πλαστική παραμόρφωση αλλά η αποκόλληση κατά μήκος των επιπέδων σχισμού.

Ο μικροσκοπικός μηχανισμός της θραύσης και η μαθηματική του διερεύνηση αποτελούν κυρίαρχα κριτήρια προσέγγισης και αιτιολόγησης όλων των ανωτέρω φαινομένων αλλά ξεφεύγουν από τα πλαίσια διεξαγωγής και τους στόχους της παρούσας διδακτορικής διατριβής.

Ακόμη γίνεται εύκολα κατανοητό ότι σε περιπτώσεις μονοαξονικής εφελκυστικής καταπόνησης, οι διατμητικές τάσεις είναι αδύνατον να υπερβούν σε ένταση το ήμισυ της εφαρμοζόμενης ορθής τάσης κατά τον διαμήκη άξονα του δοκιμίου. Σε περιπτώσεις όμως σύνθετων μηχανικών καταπονήσεων, αναπτύσσονται σε κάθε σώμα διευθύνσεις όπου οι διατμητικές τάσεις μηδενίζονται ή περιορίζονται σε τόσο μεγάλο βαθμό ώστε να αποκλείεται η ανάπτυξη πεδίων πλαστικής παραμόρφωσης. Ως συνέπεια των παραπάνω καθίσταται το γεγονός ότι οι ορθές τάσεις οδηγούν στη δημιουργία σχισμού, δηλαδή ψαθυρής θραύσης [1,2].

Τέλος η χαμηλή θερμοκρασία ανήκει στο πεδίο των λειτουργικών συνθηκών μίας κατασκευής με αποτέλεσμα να μη μπορεί να περιορισθεί ο ρόλος της, παρά μόνο να αντιμετωπισθεί με την επιλογή κατάλληλων υλικών ανθεκτικών σε χαμηλές θερμοκρασίες. Παράλληλα σε ότι αφορά στη σύνθετη μηχανική καταπόνηση, δηλαδή την τριαξονική φόρτιση μιας κατασκευής, η οποία δημιουργεί ευνοϊκές συνθήκες ψαθυρής αστοχίας αποκλείοντας την απόδοση πλαστικής παραμόρφωσης, αυτή φαίνεται να σχετίζεται άμεσα με τη σύλληψη, τη σχεδίαση και την εκτέλεση της κατασκευής.

Έχει διαπιστωθεί επανειλημμένα ότι τα περισσότερα ατυχήματα λαμβάνουν χώρα σε ολόσωμες συγκολλητές κατασκευές οι οποίες λειτουργούν σε υπομηδενικά πεδία θερμοκρασιών (αγωγοί υπό πίεση, πλοία, γέφυρες). Έτσι οι συνδέσεις με συγκολλήσεις αποτέλεσαν ένα επιπρόσθετο στοιχείο για το πρόβλημα, καθώς οι τεχνικές των συγκολλήσεων άρχισαν πριν κάποια χρόνια να αντικαθιστούν με ραγδαίο ρυθμό τη τεχνική των ηλώσεων. Αποτελεί αδιαμφισβήτητο γεγονός ότι οι συγκολλήσεις εν συγκρίσει με τις ηλώσεις δημιουργούν δύσκαμπτα κατασκευαστικά στοιχεία, καθώς η άρθρωση αντικαθίσταται από την πάκτωση οδηγώντας αυτόματα στην ανάπτυξη τριαξονικών καταπονήσεων, οι οποίες σε συνέργεια με τα χαμηλά επίπεδα θερμοκρασιών ευνοούν τη ψαθυρή θραύση [2].

Η ψαθυρή θραύση διαδίδεται συνηθέστερα υπό τη μορφή ρωγμής με την ταχύτητα του ήχου μέσα στη μεταλλική κατασκευή. Εάν το κατασκευαστικό στοιχείο διαθέτει ηλώσεις, η ρωγμή συναντώντας τυχαία μια εξ' αυτών θα παρεμποδιστεί ως προς την περαιτέρω προχώρησή της γιατί επέρχεται άμεσα εκτόνωση των τάσεων. Η διαδικασία αυτή δε λαμβάνει χώρα σε συγκολλητές κατασκευές, όπου μία ρωγμή η οποία έχει ήδη ξεκινήσει είναι αδύνατο να ακινητοποιηθεί και διασχίζει μέσα σε κλάσματα του δευτερολέπτου ολόκληρο το σώμα. Το παραπάνω πρόβλημα οδήγησε σε μία αναθεώρηση των απόψεων για την ποιότητα των διαφόρων κραματικών συστημάτων έναντι δεδομένων συνθηκών λειτουργίας όσο και για το στατικό υπολογισμό των κατασκευών που καταπονούνται σε δυναμικές φορτίσεις.

Η απαίτηση για χάλυβες με αυξημένη δυσθραυστότητα ώθησε τον ερευνητικό κλάδο στη διερεύνηση νέων συνθηκών κραμάτωσης και τεχνολογιών θερμομηχανικής διαμόρφωσης. Οι νικελιούχοι χάλυβες, οι μικροκραματωμένοι χάλυβες και οι χάλυβες ελεγχόμενης έλασης ανήκουν σε αυτή την κατηγορία των ανασχεδιασμένων υλικών, τα οποία παρουσιάζουν ικανοποιητική δυσθραυστότητα σε χαμηλές θερμοκρασιακές βαθμίδες.

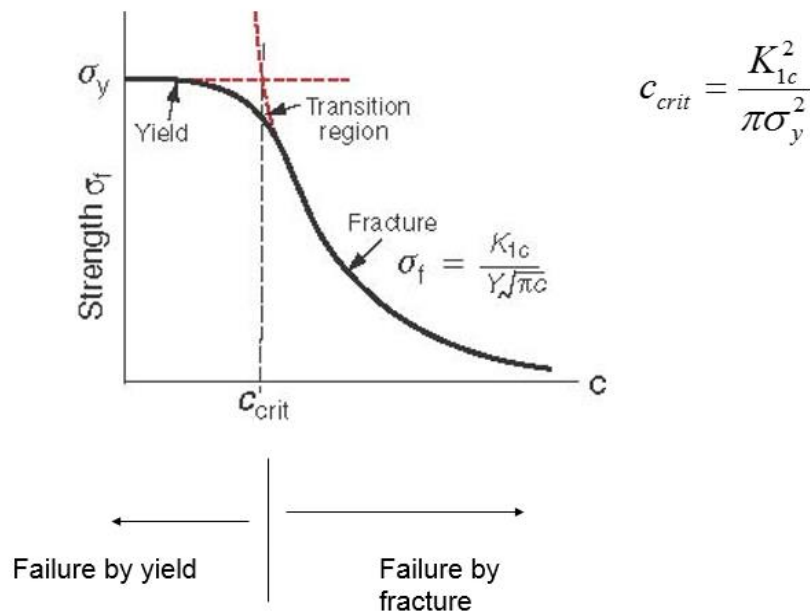
Οι θεωρίες προσέγγισης των μηχανισμών που συσχετίζονται με το μέγεθος της δυσθραυστότητας είναι οι ακόλουθες:

- Η γραμμική ελαστική προσέγγιση που ως κύρια παράμετρο θέτει τον κρίσιμο παράγοντα έντασης τάσης K_{Ic} (critical stress intensity factor). Το μέγεθος αυτό αφορά στο μέτρο του εντατικού πεδίου το οποίο αναπτύσσεται δυναμικά στο άκρο της ρωγμής

- Δεύτερο άξονα θεωρητικής προσέγγισης αποτελεί αυτή του ελαστοπλαστικού μοντέλου η οποία ορίζει ως κυρίαρχη παράμετρο ανάλυσης τη συνολικά απορροφούμενη ενέργεια από το μεταλλουργικό σύστημα μέχρι την εκδήλωση της θραύσης J_m .

Το χαρακτηριστικό μέγεθος J_m φαίνεται να έχει ισχυρή εξάρτηση από την τοπολογία της ρωγμής, τη γεωμετρία και την ακτίνα καμπυλότητας στο άκρο αυτής, τις περιμετρικές συνθήκες γεινιάσης με μικρογραφικά συστατικά εντός ή εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας (ύπαρξη μετασταθών-υπέρκορων δομών) καθώς και από τον προσανατολισμό και τη χωρική κατανομή του εντατικού πεδίου ως προς τον άξονα ανάπτυξης της ρωγμής [1,5].

Σε κάθε περίπτωση για να εκδηλωθεί αστοχία πρέπει η διάδοση της ρωγμής να υπερβεί ένα κρίσιμο μήκος c_{crit} , που αποτελεί το ενεργειακό κατώφλι κάτω από το οποίο διεξάγονται μόνο φαινόμενα διαρροής και πλαστικοποίησης. Όταν ο παράγοντας έντασης τάσης εξισωθεί τοπικά με την κρίσιμη τιμή του, τότε επέρχεται ασταθής και μη ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής, η οποία οδηγεί σε ακαριαία μηχανική υποβάθμιση του μεταλλουργικού συστήματος (Εικόνα 2) [2-4,6].



Εικόνα 2: Σχηματική απόδοση του κρίσιμου ενεργειακού κατωφλιού, η υπέρβαση του οποίου οδηγεί στην ολική κατάρρευση του μεταλλικού συστήματος.

Οι πειραματικές διαδικασίες προσδιορισμού της δυσθραυστότητας διαχωρίζονται σε τρεις κύριες ομάδες συναρτήσε του επιβαλλόμενου ρυθμού παραμόρφωσης $\dot{\epsilon}$:

1. Την πρώτη εξ αυτών αποτελεί η δοκιμή εφελκυστικής καταπόνησης η οποία διεξάγεται για χαμηλά επιβαλλόμενα πεδία ρυθμών παραμόρφωσης (Modulus of toughness – slow strain rate).
2. Η δεύτερη αφορά στη δοκιμή Charpy η οποία διεξάγεται μέσω επιβολής δυναμικής κρουστικής καταπόνησης σε υψηλά πεδία ρυθμών παραμόρφωσης (Impact toughness – high strain rate).

3. Τέλος η δοκιμή CTOD, η οποία θα αποτελέσει και τη βασική πειραματική διαδικασία προσδιορισμού της δυσθραυστότητας στην παρούσα διδακτορική διατριβή. Η δοκιμή αυτή διεξάγεται σε δοκίμια που έχουν εγκοπή, στην απόληξη της οποίας εγείρεται η ελεγχόμενη ανάπτυξη ρωγμής μέσω επιβολής κοπωτικής φόρτισης. Μόλις επιτευχθεί ένα κρίσιμο μήκος διάδοσης αυτής, το σύστημα οδηγείται στη θραύση μέσω εφαρμογής καμπτικού πεδίου παραμορφώσεων (Fracture toughness – moderate strain rate).

Συμπερασματικά η δυσθραυστότητα αποτελεί χαρακτηριστική ενδογενή μηχανική ιδιότητα του εκάστοτε κραματικού συστήματος. Οι κυριότεροι παράγοντες που επενεργούν άμεσα στο μέγεθος αυτό είναι το σύστημα κρυστάλλωσης, το κλάσμα όγκου συμμετοχής και η χωρική κατανομή των δομικών ατελειών, η πυκνότητα σφαλμάτων επιστοίβασης, τα μικρογραφικά συστατικά (είδος, μορφολογία, προσανατολισμός), ο συντελεστής ενδοτράχυνσης (n) και ο συντελεστής ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (m), η κρίσιμη ελάχιστη ενέργεια ενεργοποίησης των συστημάτων εύκολης ολίσθησης, η ύπαρξη ετερογενειών και ανισοτροπίας εντός του μικροδομικού ιστού (ζώνη τήξης, διεύθυνση έλασης, πεδίο μικροδιδυμιακών παραμορφώσεων, ταινίες Luders), η ανάπτυξη ισχυρού πεδίου επιφανειακών παραμενουσών τάσεων καθώς και μικροπλαστικών ζωνών ολίσθησης (micro-plasticstraininducedfields), η ανάπτυξη επιφανειακών στιβάδων διαφορετικής στοιχειομετρίας και κρυστάλλωσης (π.χ. επιφανειακή κραμάτωση και αμορφοποίηση δομής), η θερμοκρασιακή διαβάθμιση και τέλος ο προσανατολισμός του επιβαλλόμενου εντατικού πεδίου σε σχέση με τη διεύθυνση της έλασης [1-5].

Σημειώνεται τέλος ότι συγκριτικά τη σημαντικότερη επίδραση ως προς το μέγεθος της δυσθραυστότητας έχουν το είδος και η μορφολογία των συμμετεχουσών φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών, η διεξαγωγή των θερμομηχανικών διεργασιών, η επιλογή των επιβαλλόμενων συνθηκών συγκόλλησης, η ύπαρξη χημικής ανομοιογένειας (chemical inhomogeneities) και μικροδιαφορισμού (micro segregation and partitioning effect) καθώς και η έκταση του πεδίου διείδυσης του ατομικού υδρογόνου σε περιπτώσεις εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου [1,4,5].

1.3 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΕΠΙ ΤΩΝ ΠΑΡΑΓΟΝΤΩΝ ΠΟΥ ΕΠΙΔΡΟΥΝ ΣΤΗΝ ΕΚΔΗΛΩΣΗ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΤΙΚΩΝ ΦΑΙΝΟΜΕΝΩΝ ΛΟΓΩ ΠΡΟΣΡΟΦΗΣΗΣ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (HYDROGEN ATTACK, HYDROGEN BLISTERING, HYDROGEN EMBRITTLEMENT, HYDROGEN INDUCED CRACKING - HIC)

Οι κρίσιμότεροι παράγοντες οι οποίοι επιδρούν άμεσα στην κινητικότητα του ατομικού υδρογόνου και μπορούν να μεταστρέψουν το πεδίο διάχυσης λειτουργώντας είτε ενισχυτικά είτε παρεμποδιστικά είναι: η αναπτυσσόμενη θερμοκρασιακή βαθμίδα λαμβανομένου υπόψη και του pH, η ποσοστιαία συμμετοχή του διαλυτοποιημένου οξυγόνου εντός του ηλεκτρολυτικού διαλύματος, τα επίπεδα συγκέντρωσης του ατομικού υδρογόνου έπειτα από τη διάσπαση του μοριακού υδρογόνου, η ταχύτητα ροής του διαβρωτικού περιβάλλοντος και η ύπαρξη πεδίων στροβιλισμού, η επιφανειακή τραχύτητα των δοκιμίων, η ανάπτυξη πεδίου παραμενουσών τάσεων και παραμορφωσιακών ζωνών λόγω πρότερης διεξαγωγής θερμομηχανικών κατεργασιών, η χημική και η θερμοδυναμική πολυπλοκότητα του λειτουργικού περιβάλλοντος, η ύπαρξη σημείων διασύνδεσης διαφορετικών μεταλλικών συστημάτων (με διακριτά πεδία τιμών του πρότυπου ηλεκτροχημικού δυναμικού διάβρωσής τους), η διεξαγωγή μετασχηματισμών φάσεων με την επερχόμενη αλλαγή του μικροδομικού ιστού ως προς τη μορφολογία και τον προσανατολισμό των μικρογραφικών συστατικών και τέλος η ύπαρξη χημικής ανομοιογένειας και μικροδιαφορισμού (inhomogeneity of localized chemical Ipotential) [6-11].

Για να εκδηλωθεί εκτεταμένη ρωγμάτωση και αστοχία λόγω διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλογραφικής δομής πρέπει να πληρείται η συνθήκη του κρίσιμου τοπικού χημικού δυναμικού συγκέντρωσης ατομικού υδρογόνου (critical localized chemical potential and concentration of atomic hydrogen), της επαρκούς ευαισθησίας των μικρογραφικών συστατικών ως προς την προσρόφηση και τη διάχυση του ατομικού υδρογόνου (πυκνότητα διαταραχών, ενδογενής - εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων, μορφολογία και προσανατολισμός) καθώς και η ταυτόχρονη συσσώρευση παραμορφωσιακών πεδίων (μικροπλαστικές ζώνες ολίσθησης) (Εικόνα 3a) [6-8,10].

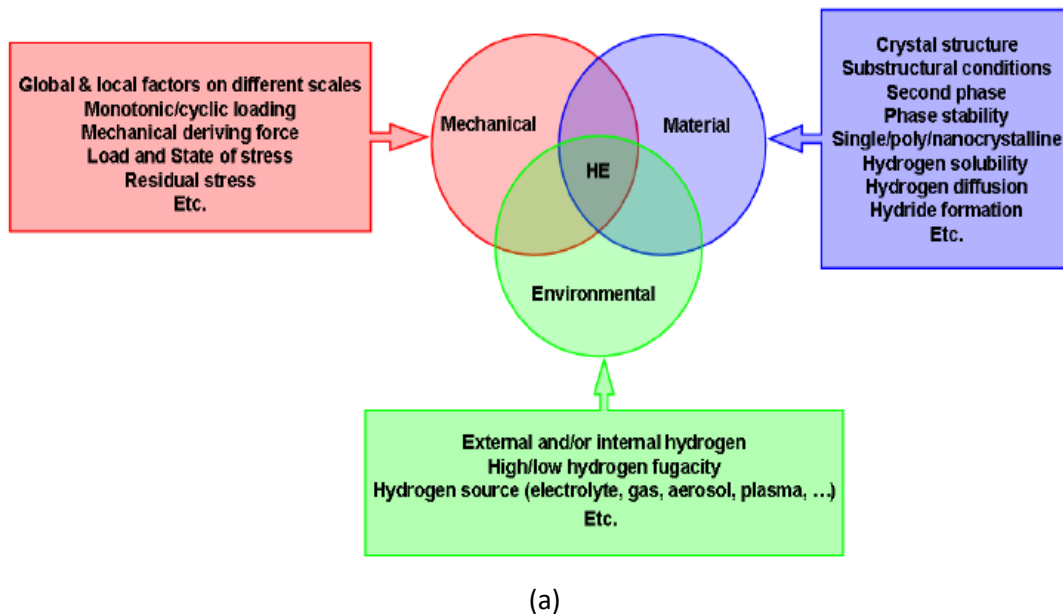
Οι περιοχές παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου οι οποίες δύναται να οδηγήσουν σε πυρηνοποίηση υδριδίων ή φυσαλίδων υδρογόνου (blisters) διαχωρίζονται σε δύο ανεξάρτητες κατηγορίες ανάλογα με την ενέργεια ενεργοποίησης και το φράγμα δυναμικού που τις χαρακτηρίζει. Πρώτη κατηγορία εξ' αυτών αποτελούν οι υψηλής ενέργειας ενεργοποίησης παγίδες συσσώρευσης μη αντιστρεπτού τύπου (High energy irreversible deep traps), όπως είναι οι μικροδομικές περιοχές με ζωνώδη διάταξη (banded structure), τα τοιχώματα αντίφασης (antiphase boundaries), τα όρια κόκκων και οι διαφασικές περιοχές με μεγάλη γωνία διαφοράς προσανατολισμού (high misorientation angle distribution factor), οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης που με μικρό βαθμό συνάφειας με το μητρικό πλέγμα (non-coherent interphasial boundary) και τέλος τα μετασταθή μικρογραφικά συστατικά με υψηλή πυκνότητα διαταραχών και γωνιώδη μορφολογία. Στη δεύτερη κατηγορία συγκαταλέγονται οι χαμηλής ενέργειας ενεργοποίησης παγίδες συσσώρευσης αντιστρεπτού τύπου (Low energy reversible shallow traps), όπως αποτελούν οι χονδροκρυσταλλικές ομάδες φάσεων στερεοποίησης, οι διακενώσεις, τα όρια κόκκων και οι διδυμίες μικρής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού, οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης με υψηλό βαθμό συνάφειας ως προς το μητρικό πλέγμα και τέλος τα δίκτυα διαταραχών (dislocation networks) [8,10,11].

Συνολικά το υδρογόνο επιδρά καθοριστικά ως προς το είδος της αποδιδόμενης θραύσης των μεταλλικών συστημάτων μέσω: της κατακρήμνισης ψαθυροποιητικών υδριδίων ή/και φυσαλίδων υδρογόνου με πολύ υψηλές εσωτερικές πιέσεις, της ανάπτυξης συνεχών αποσχίσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος με αποτέλεσμα τον σχηματισμό επίπεδων και στυλπνών περιοχών (quasi-cleavage facets) και τέλος της επερχόμενης μείωσης της δύναμης συνάφειας μεταξύ των διεπιφανειών (degradation of interphasial cohesive strength) [11].

Τα είδη των καταστροφών που μπορεί να επιφέρει η διάχυση του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής διακρίνονται στις ακόλουθες κατηγορίες βάσει της επικρατούσας πίεσης και θερμοκρασίας (Εικόνα 3b):

1. Προσβολή από υδρογόνο (Hydrogen attack) για υψηλά θερμοκρασιακά πεδία και πιέσεις.
2. Επιφανειακή ανάπτυξη φυσαλίδων υδρογόνου (Hydrogen blistering-HIC) για διαβρωτικό περιβάλλον εμπλουτισμένο σε υδρόθειο, με τη συνεργιστική δράση υψηλού υγροσκοπικού βαθμού και θερμοκρασιακού πεδίου της τάξης των 100°C.
3. Ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου (Hydrogen embrittlement), η οποία εκδηλώνεται για συνθήκες όμοιες με αυτές του Hydrogen Attack.
4. Ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking), η οποία εκδηλώνεται για συνθήκες όμοιες με αυτές του φαινομένου Hydrogen Attack.

Τα προαναφερθέντα ψαθυροποιητικά φαινόμενα δύναται να εκδηλωθούν συνδυαστικά σε κατασκευαστικά στοιχεία που χαρακτηρίζονται από συνεχείς και μη ελεγχόμενες μεταβολές των αναπτυσσόμενων συνθηκών εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Συνήθως ο αρχικά εκδηλωμένος μηχανισμός ψαθυροποίησης λειτουργεί καταλυτικά ως προς την ενεργοποίηση του επόμενου, με ελάχιστες περιπτώσεις να έχουν καταγραφεί τεχνολογικά όπου παρατηρείται η αντιστροφή του συνεργιστικού τρόπου επίδρασης μεταξύ αυτών σε παρεμποδιστική δράση – πέδηση [6,8,10].



Classification of hydrogen damages

No.	Type of attack	Environment	Source of atomic hydrogen	Type of metal deterioration	Method of prevention
1.	Hydrogen attack	Temperature > 450°F (230°C). H ₂ Pressure > 100 psi (7 kg/cm ² . G)	Equilibrium dissociation of H ₂ molecules: H ₂ → 2H ⁰	Decarburization and fissuring; possibly methane blisters. Serious loss of strength.	Use of adequately resistant alloys.
2.	Hydrogen blistering (hydrogen induced crack, HIC)	Temperature 212°F (100°C) in the presence of moisture and usually H ₂ S. Promoted by cyanides.	Generated by corrosion: H ⁺ + e → H	Blisters when defects are shallow from the surface. Cracks parallel to the surface, when defects are deep.	1. Protective linings. 2. Use of adequate materials (anti-HIC steel). 3. Chemical treatment of corrosive medium with water, polysulfides or inhibitors.
3.	Hydrogen embrittlement	High strength steel in environments same as above.	Same as above.	Severe loss of ductility at low strain rates and delayed fracture	Same as hydrogen blistering.
4.	Hydrogen cracking	Nearly atmospheric temperature by rapid cooling of high strength equipment operating in conditions similar to those in hydrogen attack.	As in hydrogen attack.	Severe loss of ductility at low strain rates and hydrogen assisted crack growth.	1) Use of adequate materials. 2) Hydrogen degassing. 3) Appropriate startup procedures.

(b)

Εικόνα 3: (a) Απαιτούμενη συνέργεια παραγόντων για την εκδήλωση ψαθυροποίησης μέσω υδρογόνου, (b) Κατηγοριοποίηση των καταστροφών που μπορεί να επιφέρει η διάχυση υδρογόνου στα μεταλλικά συστήματα συναρτήσει της επικρατούσας πίεσης και θερμοκρασίας.

➤ Ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου (Hydrogen Embrittlement)

Η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου προκαλείται από τη διείσδυση ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής και συνεπάγεται την άμεση μείωση της δυσθραυστότητας και της εφελκυστικής αντοχής του μεταλλικού συστήματος. Το είδος αυτό της ψαθυροποίησης περιορίζεται ως προς την εκδήλωσή του σε θερμοκρασιακά πεδία ανώτερα των 150°C, όπου καταλύεται η ανάπτυξη ισχυρών καταστρεπτικών μηχανισμών που επιφέρουν σημαντική μείωση της αποδιδόμενης ολκιμότητας.

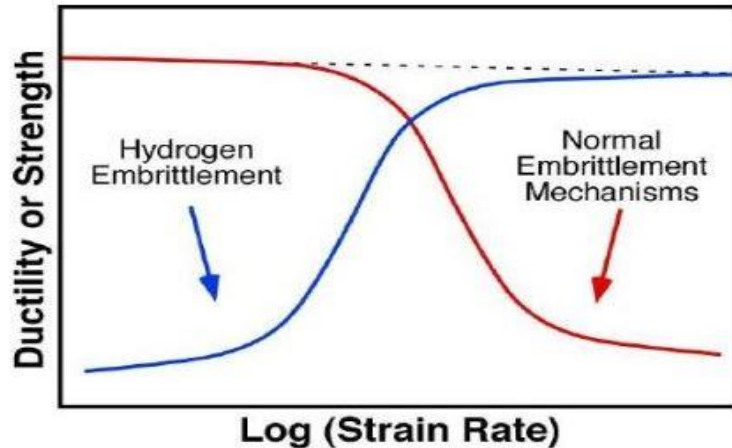
Η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου μπορεί να παρεμποδιστεί ως προς την επίτευξη της απαιτούμενης ενέργειας ενεργοποίησης για την έναρξη του φαινομένου (θερμοδυναμική παράμετρος) και να κατασταλεί ως προς το κινηματικό μέρος μέσω:

1. Χρήσης καθοδικών ή ακόμη και μικτού τύπου αναστολέων διάβρωσης
2. Ελεγχόμενου επανασχεδιασμού και ρύθμισης των επιβαλλόμενων συνθηκών ηλεκτροαπόθεσης
3. Συνεχούς θέρμανσης σε πεδίο θερμοκρασιών της τάξης των 100-150 °C, όπου πραγματοποιείται εκρόφιση του υδρογόνου μέσω μιας αντιστρεπτής φυσικοχημικής διεργασίας
4. Μεταλλουργικού σχεδιασμού και κατάλληλης ποσοστιαίας κραμάτωσης των χαλύβων υψηλής αντοχής σε Ni και Mo.
5. Ελέγχου των αναπτυσσόμενων συνθηκών συγκόλλησης μέσω του περιορισμού της υγρασίας στα ηλεκτρόδια και στην προστατευτική ατμόσφαιρα του τόξου.

➤ Ψαθυροποίηση λόγω περιβάλλοντος υδρογόνου (Hydrogen Environment Embrittlement)

Η ψαθυροποίηση λόγω επίδρασης υδρογονωμένου περιβάλλοντος πραγματοποιείται κατά την πλαστική παραμόρφωση των κραματικών συστημάτων, τα οποία είτε βρίσκονται σε επαφή με αέρια φάση που περιέχει υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή σε ατομικό υδρογόνο είτε συμμετέχουν ενεργά σε μία αντίδραση διάβρωσης όπου μεταβάλλεται τοπικά με συνεχή τρόπο η πολικότητα του υλικού. Ως άμεση συνέπεια των παραπάνω γίνεται αντιληπτή η εξάρτηση της εκδήλωσης των φαινομένων αυτών από τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης. Στη διεθνή ερευνητική κοινότητα έχει αποδειχθεί επανειλημμένα μέσω εργαστηριακών μετρήσεων, ότι το μεγαλύτερο ποσοστό της ψαθυροποίησης σε μαρτενσιτικά και φερριτικά σιδηρούχα κραματικά συστήματα, οφείλεται στην αλληλεπίδραση της ρωγμής με το ηλεκτροκινητικά προωθούμενο μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Με την πτώση του επιβαλλόμενου ρυθμού παραμόρφωσης και την αύξηση της μερικής πίεσης και της καθαρότητας του υδρογονωμένου περιβάλλοντος παρατηρείται ανάλογη αύξηση της τάσης ψαθυροποίησης, με ταυτόχρονα συστηματική υποβάθμιση των μηχανικών αντοχών του μεταλλουργικού συστήματος. Τα πιο ευπαθή μεταλλουργικά συστήματα έναντι αυτού του είδους της αστοχίας είναι τα υψηλής αντοχής κράματα τόσο για επίπεδα φόρτισης κοντά στο όριο διαρροής όσο και στο όριο θραύσης (Εικόνα 4).

Άλλωστε είναι γνωστό ότι τα κυριότερα φαινόμενα που εκδηλώνονται έπειτα από την καθοδική φόρτιση των μεταλλικών υλικών εντός περιβάλλοντος υδρογόνου σχετίζονται με την αύξηση της ευαισθησίας του μικροδομικού ιστού ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor (m)) και την αύξηση της ευαισθησίας ως προς την εκδήλωση θραύσης με χρονική υστέρηση (susceptibility to delayed fracture).



Εικόνα 4: Απόδοση της επίδρασης του επιβαλλόμενου ρυθμού παραμόρφωσης σε κραματικό σύστημα το οποίο είναι ενταγμένο σε διαβρωτικό περιβάλλον υψηλής περιεκτικότητας σε υδρογονοκατιόντα ως προς τη συνολικά αποδιδόμενη ολκιμότητα και τη μέγιστη εφελκυστική αντοχή.

Τα κραματικά συστήματα τα οποία δεν έχουν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός υδρογνομένου περιβάλλοντος, ανεξαρτήτως της κρυσταλλικής τους δομής, παρουσιάζουν σημαντική πτώση της ολκιμότητας και περιορισμένη αύξηση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής με την επιβολή υψηλότερου ρυθμού παραμόρφωσης. Το γεγονός αυτό προσεγγίζεται θεωρητικά βάσει της κινητικότητας, της δυνατότητας πολλαπλασιασμού και της ενέργειας που έχουν οι διαταραχές στον πυρήνα τους (dislocation mobility – multiplication process and dislocation core energy). Κατά τελείως αντίστροφο τρόπο όταν τα ίδια κραματικά συστήματα έχουν υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση εντός υδρογνομένου περιβάλλοντος, με την επιβολή υψηλότερων ρυθμών παραμόρφωσης χαρακτηρίζονται από σημαντική αύξηση της ολκιμότητας, του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής. Το παραπάνω φαινόμενο είναι λογικό καθώς μονάχα σε χαμηλούς ρυθμούς παραμόρφωσης είναι δυνατόν το μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου να καταλάβει μεγαλύτερα βάθη και πεδία διείδυσης προκαλώντας έτσι την ενεργοποίηση και την εντατικοποίηση ισχυρότερων ψαθυροποιητικών μηχανισμών, οι οποίοι οδηγούν σε σημαντική υποβάθμιση της ολκιμότητας και της δυσθραυστότητας του συστήματος.

➤ Ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου και φόρτισης (Hydrogen Stress Cracking)

Η ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου και φόρτισης αναφέρεται βιβλιογραφικά και ως πυρόλυση ή στατική κόπωση λόγω υδρογόνου. Χαρακτηρίζεται από την απόδοση ψαθυρής θραύσης σε ένα όλκιμου τύπου κραματικό σύστημα, το οποίο υποβάλλεται σε συνεχή φόρτιση παρουσία υδρογόνου. Τις περισσότερες φορές η θραύση καταγράφεται σε επίπεδα φόρτισης χαμηλότερα του ορίου ελαστικότητας του υλικού. Ο ψαθυροποιητικός αυτός μηχανισμός φαίνεται να έχει εξάρτηση από την πτητικότητα του υδρογόνου, το επίπεδο αντοχής του υλικού, τις θερμομηχανικές κατεργασίες που έχουν αναπτυχθεί σε αυτό και τον μικροδομικό ιστό που το χαρακτηρίζει, την εφαρμοζόμενη τάση και τη θερμοκρασιακή βαθμίδα εντός του λειτουργικού περιβάλλοντος.

Για πολλά σιδηρούχα κραματικά συστήματα αναφέρεται ένα κατώφλι τάσης κάτω από το οποίο δε λαμβάνει χώρα η ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου και φόρτισης. Το κατώφλι αυτό εκφράζεται ως μια συναρτησιακή σχέση μεταξύ του επιπέδου αντοχής του χάλυβα και των κρίσιμων φυσικοχημικών χαρακτηριστικών του συγκεκριμένου περιβάλλοντος υδρογόνου. Ως εκ τούτου το χαρακτηριστικό αυτό μέγεθος δεν αποτελεί ενδογενή ιδιότητα του υλικού, ενώ ταυτόχρονα φαίνεται να μειώνεται όσο αυξάνει το όριο ελαστικότητας και η αντοχή έναντι εφελκυσμού του μεταλλουργικού συστήματος.

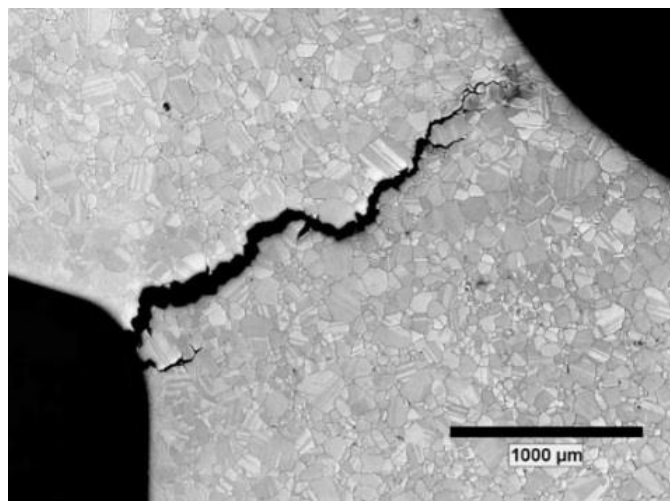
Η ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου και φόρτισης σχετίζεται με τη ρόφηση (absorption) του υδρογόνου και το χρόνο υστέρησης ως προς την απόδοση της αστοχίας, κατά τον οποίο το υδρογόνο διαχέεται σε περιοχές υψηλής τριαξονικής έντασης. Η ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου και φόρτισης προωθεί και επιταχύνει τη διάδοση της ρωγμής στα σιδηρούχα συστήματα πολύ ευκολότερα εν συγκρίσει με οποιοδήποτε άλλο είδος ρωγμής που αναπτύσσεται σε ευνοϊκά περιβάλλοντα. Μορφολογικά παρατηρείται η συμμετοχή έντονων και απλών ρωγμών σε αντίθεση με τα συνεχόμενα διακλαδιζόμενα δίκτυα που παρατηρούνται στη περίπτωση της διάβρωσης με μηχανική καταπόνηση (Stress Corrosion Cracking). Τέλος η καταστροφική ρωγμάτωση των χαλύβων σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρόθειο αναφέρεται ως θειούχα ρωγμάτωση και αποτελεί μια ειδική περίπτωση ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου και φόρτισης όπως θα αναλυθεί παρακάτω.

➤ **Απώλεια ολκιμότητας εφελκυσμού (Loss in tensile ductility)**

Η απώλεια ολκιμότητας ήταν μία από τις πρώτες μορφές αστοχίας η οποία συσχετίστηκε με την παρουσία του υδρογόνου. Για διάφορα κραματικά συστήματα χαλύβων και ανοξειδώτων χαλύβων παρατηρήθηκε σημαντική ελάττωση της αποδιδόμενης επιμήκυνσης και της μείωσης της διατομής μέχρι τη θραύση. Το φαινόμενο αυτό φάνηκε να εκδηλώνεται εντονότερα σε χαμηλότερης αντοχής υλικά ενώ ταυτόχρονα ο βαθμός απώλειας της ολκιμότητας συνδέθηκε μέσω μιας εκθετικής συναρτησιακής σχέσης με την ποσοστιαία συμμετοχή του υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Συνολικά η υποβάθμιση της μηχανικής συμπεριφοράς, με ιδιαίτερη έμφαση στην απώλεια της ολκιμότητας, έχει άμεση εξάρτηση από τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης και το ποσοστό της παραμόρφωσης και γίνεται τόσο εντονότερη όσο μειώνονται οι δύο αυτοί προαναφερθέντες παράγοντες.

➤ **Ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking)**

Ως αναγκαίες λειτουργικές συνθήκες ανάπτυξης για την εκδήλωση φαινομένων ρωγμάτωσης περιμετρικά του πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (HIC) καθίστανται ο υψηλός υγροσκοπικός βαθμός εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος, η υπέρβαση της κρίσιμης συγκέντρωσης σε ατομικό υδρογόνο, η κατάλληλη φυσικοχημεία των διεπιφανειών και η θερμοδυναμική απόκριση αυτών, η αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης ορίων κόκκων με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού, ο υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων εντός του μεταλλουργικού συστήματος, η χημικομηχανική ενεργότητα των επιφανειακών στιβάδων (chemicomechanical surface activity) και τέλος η ύπαρξη ασυνεχειών και διακενώσεων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (Εικόνα 5).



Εικόνα 5: Ανάπτυξη βηματωειδούς ρωγμάτωσης (stepwise cracking), με συνεχή εκτροπή ως προς τη πορεία διάδοσής της, σε ωστενιτικό ανοξείδωτο χάλυβα κατά τη διάρκεια εκδήλωσης του φαινομένου HIC.

➤ Προσβολή από υδρογόνο (Hydrogen attack)

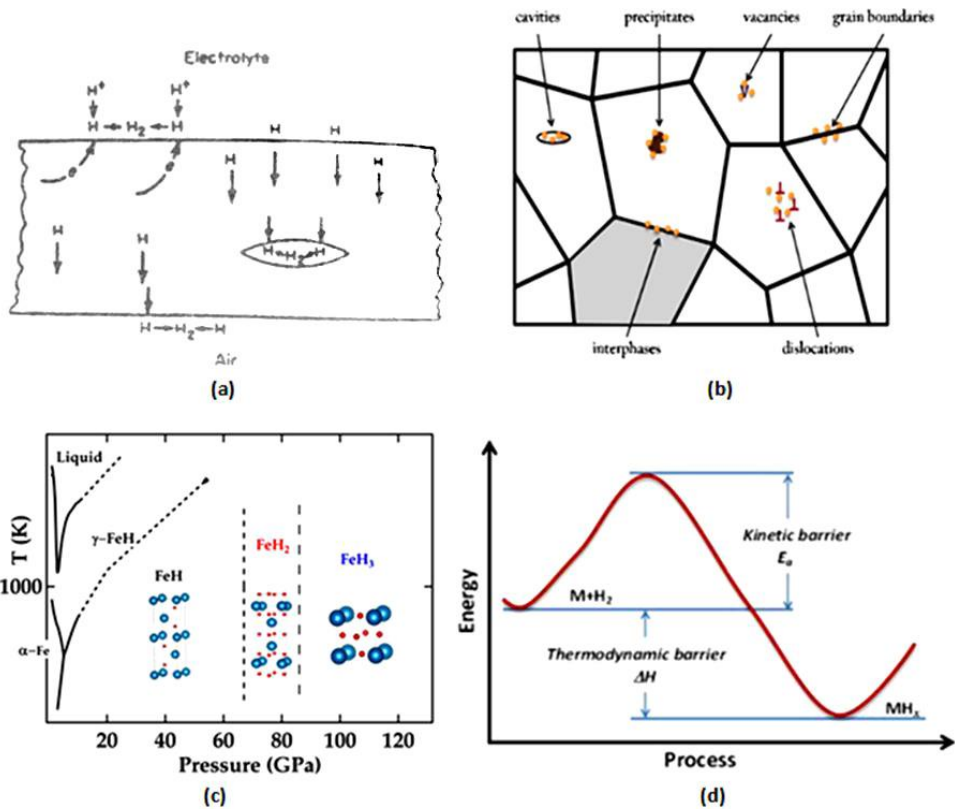
Η προσβολή από υδρογόνο αναφέρεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ του ατομικού υδρογόνου και ενός από τα κραματικά συστατικά του μεταλλουργικού συστήματος για υψηλά πεδία θερμοκρασιών. Συνήθως απαντάται σε ανθρακούχους χάλυβες χαμηλής κραμάτωσης, οι οποίοι εκτίθενται σε υψηλής πίεσης περιβάλλον υδρογόνου, υπό την ταυτόχρονη ανάπτυξη υψηλών θερμοκρασιών για παρατεταμένα χρονικά διαστήματα. Το ατομικό υδρογόνο εισέρχεται στη κρυσταλλική δομή του χωροκεντρωμένου κυβικού πλέγματος και αντιδρά με το διαλυτοποιημένο άνθρακα ή τα καρβίδια σχηματίζοντας αέρια φάση μεθανίου. Κατά συνέπεια επέρχεται άμεσα η απανθράκωση του σιδηρούχου κραματικού συστήματος (decarburation), η οποία συνεπάγεται την ταυτόχρονη μείωση της αντοχής και τη δημιουργία εκτεταμένων δικτύων μικρορωγματώσεων. Το είδος αυτό της αστοχίας δεν παρατηρείται για πεδία θερμοκρασιών χαμηλότερα των 200°C, ενώ έχει καταγραφεί στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών ότι οι χάλυβες που εκδηλώνουν την ανάπτυξη του μηχανισμού αυτού δεν παρουσιάζουν πρόβλημα για πολύ μεγάλο χρονικό διάστημα, μέχρις ότου πολύ απότομα γίνει αισθητή η καθολική πτώση της ολκιμότητας και της αντοχής τους.

Βασικό διαφοροποιό παράγοντα από την ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου αποτελεί το γεγονός ότι η προσβολή από υδρογόνο δε συγκαταλέγεται στις αντιστρεπτές διεργασίες, ενώ ταυτόχρονα λαμβάνει χώρα μόνο σε πολύ υψηλά θερμοκρασιακά πεδία. Κατά τη χημική διαδικασία της προσβολής, το μεθάνιο δημιουργεί ευμεγέθεις φυσαλίδες, οι οποίες πυρηνοποιούνται σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές (όπως αποτελούν τα όρια και υποόρια κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού) και συνενώνονται μεταξύ τους μέχρι τελικής αστοχίας του υλικού. Η προσβολή από υδρογόνο λαμβάνει χώρα πολύ συχνά σε πετροχημικές εγκαταστάσεις και σε δομικά τμήματα αποθήκευσης ατμού. Η σοβαρότητα της προσβολής εξαρτάται από την παραμετροποίηση πολλών τεχνολογικών συνθηκών, όπως είναι η θερμοκρασία, η μερική πίεση του υδρογόνου, ο υγροσκοπικός βαθμός, το σημείο δρόσου του υδρογόνου, η μηχανική τάση, η χρονική διάρκεια έκθεσης καθώς και η χημική σύσταση του υπό μελέτη κραματικού συστήματος. Έχει παρατηρηθεί ότι η ελεγχόμενη προσθήκη κραματικών στοιχείων Cr και Mo οδηγεί σε άμεση βελτίωση της αντίστασης του χάλυβα έναντι αυτού του τύπου της αστοχίας.

➤ **Δημιουργία φλукταινών από υδρογόνο (Blistering effect)**

Η δημιουργία φλукταινών συμβαίνει κυρίως σε χαμηλής αντοχής κράματα, είτε όταν το ατομικό υδρογόνο αρχίζει να διαχέεται στα δίκτυα των διαταραχών, είτε όταν σχηματίζει μοριακό υδρογόνο ελαττώνοντας έτσι τη δυνατότητα πλαστικής παραμόρφωσης και οδηγώντας στην ανάπτυξη εύθραυστων χονδροκρυσταλλικών υδριδίων. Η πίεση του εγκλωβισμένου μοριακού υδρογόνου μπορεί να καταλάβει τόσο υψηλές τιμές ώστε να πραγματοποιηθεί εντοπισμένη ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, περιμετρικά του πεδίου πυρηνοποίησης μιας φλύκταινας, η οποία στη συνέχεια διαρρηγνύεται. Οι φλύκταινες αναπτύσσονται σε χαμηλής αντοχής χάλυβες, οι οποίοι έχουν εκτεθεί προγενέστερα σε επιθετικό διαβρωτικό περιβάλλον (όπως H_2S) ή έχουν υποστεί αποξείδωση.

Στην παρακάτω εικόνα παρουσιάζεται ο μηχανισμός δημιουργίας φλукταινών υδρογόνου στην επιφάνεια του τοιχώματος μιας δεξαμενής (Εικόνα 6(a)). Στο εσωτερικό της δεξαμενής περιέχεται όξινος ηλεκτρολύτης ενώ η εξωτερική επιφάνεια εκτίθεται στην ατμόσφαιρα. Στην εσωτερική επιφάνεια δημιουργείται μοριακό υδρογόνο είτε λόγω διάβρωσης (μέσω συμμετοχής των καθοδικών ημιαντιδράσεων) είτε λόγω αστοχίας του καθοδικού πολυμερικού επιστρώματος και ταυτόχρονης απορρύθμισης του pH εντός της ασυνέχειας. Ένα ποσοστό του ατομικού υδρογόνου που συγκεντρώνεται στην εσωτερική επιφάνεια του μετάλλου διαχέεται μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων μεταξύ των πλεγματικών κενών χωρίς να δημιουργείται μοριακό υδρογόνο (Εικόνα 6(b)). Αντίθετα όμως επειδή το μοριακό υδρογόνο δε μπορεί να διαχυθεί, η συγκέντρωση και η μερική πίεση αυτού εντός των δομικών ατελειών της κρυσταλλικής διάταξης αυξάνουν συνεχώς. Η πίεση ισορροπίας του εγκλωβισμένου μοριακού υδρογόνου που βρίσκεται σε επαφή με το αέριο υδρογόνο λαμβάνει τιμές μεταξύ των πεδίων εκατοντάδων χιλιάδων ατμοσφαιρών που αρκούν για την καταστροφή όλων των κατασκευαστικών στοιχείων του σύγχρονου τεχνολογικού πεδίου εφαρμογών.



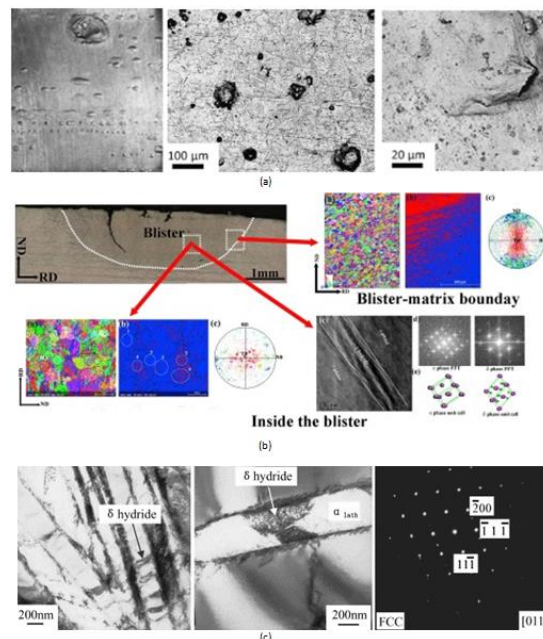
Εικόνα 6: (a) Μηχανισμός δημιουργίας φλукταινών υδρογόνου στην επιφάνεια τοιχώματος δεξαμενής καυσίμων,

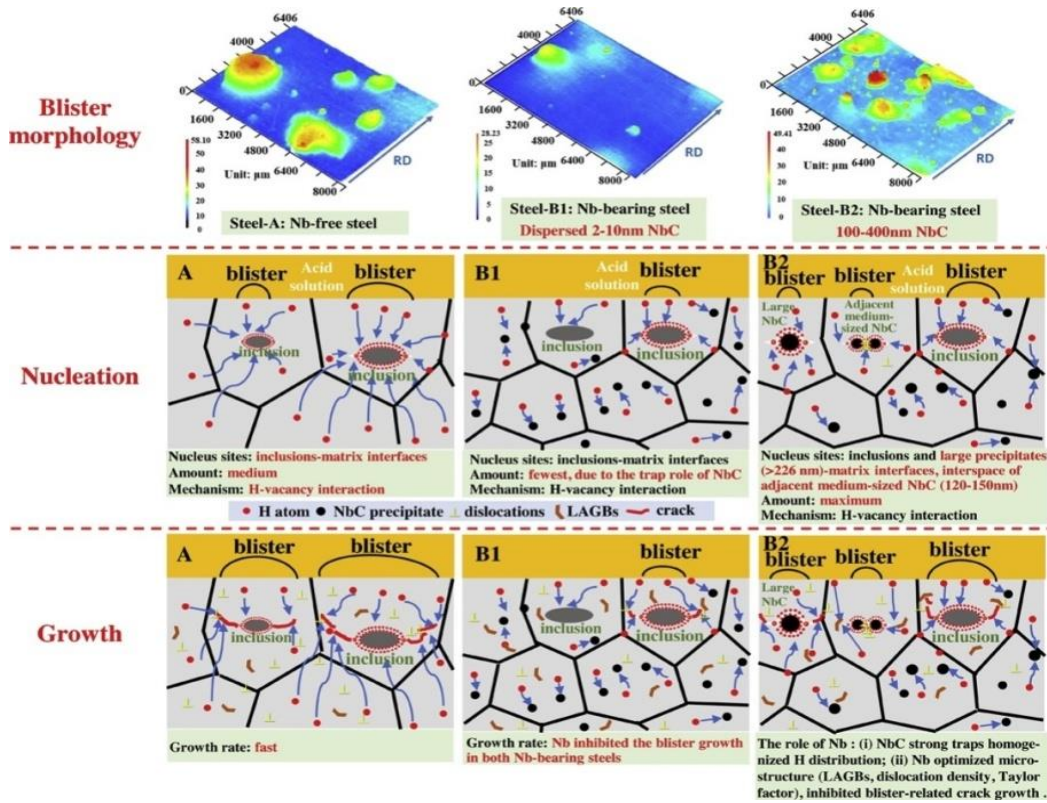
(b) Απόδοση της θερμοδυναμικής προσέγγισης και των τοπολογιών πυρηνοποίησης-ανάπτυξης φλукταινών υδρογόνου, με κατάλληλη ενέργεια ενεργοποίησης, σε χάλυβες υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης, (c) Συνθήκες ανάπτυξης και κρυσταλλογραφικά χαρακτηριστικά των κυριότερων ομάδων φάσεων υδριδίων σε σιδηρούχα κραματικά συστήματα, (d) Διαγραμματική απεικόνιση που σχετίζεται με την αναγκαιότητα συνεισφοράς τόσο των θερμοδυναμικών (θερμοδυναμικό κατώφλι δυναμικού) όσο και των κινηματικών παραγόντων (κινηματικό φράγμα δυναμικού) για την ολοκλήρωση καθοδικών ημιαντιδράσεων που οδηγούν στο σχηματισμό ψαθυροποιητικών υδριδίων.

Ως αναγκαίο συμβαλλόμενο πεδίο συνθηκών για την εκδήλωση του φαινομένου ανάπτυξης επιφανειακών φυσαλίδων εγκλωβισμένου μοριακού υδρογόνου (blisters) στη διεθνή ερευνητική κοινότητα αναφέρεται:

- Η απαίτηση για υψηλή πυκνότητα συσσώρευσης ατομικού υδρογόνου σε δευτερεύουσες φάσεις και μη μεταλλικά εγκλείσματα του χωροκεντρωμένου κυβικού πλέγματος.
- Η κατά τόπους ανάπτυξη υψηλού εντακτικού πεδίου, λόγω της πίεσης που ασκεί στο πλέγμα ο μοριακός επανασχηματισμός και η προσρόφηση του υδρογόνου. Η πίεση αυτή δύναται να οδηγήσει σε περιστροφή του κρυσταλλικού πλέγματος (lattice rotation) καθώς και σε στρεβλωτικά παραμορφωσιακά φαινόμενα εντός της κρυσταλλικής δομής (crystal stretching), όταν τα πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου ταυτίζονται με τα όρια και υποόρια κόκκων ή διδυμίων.

Πολλές φορές ο σχηματισμός επιφανειακών φυσαλίδων εγκλωβισμένου μοριακού υδρογόνου μπορεί να αποτελέσει πρώιμο στάδιο της εμφάνισης βηματοειδούς ρωγμάτωσης. Καθώς πολλαπλοί πυρήνες υδριδίων συνενώνονται δημιουργούνται επαναλαμβανόμενα πεδία αλληλεπίδρασης των τάσεων, τα οποία καθορίζουν το ελεύθερο μήκος προώθησης της ρωγμής πριν το επόμενο σημείο εκτροπής της πορείας διάδοσής της (deflection of crack path trajectory) (Εικόνα 7 a–d).





(d)

Εικόνα7: (α) Ανάπτυξη πεδίων συσσώρευσης φυσαλίδων υδρογόνου παράλληλα στις ροϊκές γραμμές έλασης χάλυβα TWIP (παρατηρείται σε μεγαλύτερη μεγέθυνση η διάρρηξη των εξωτερικών τοιχωμάτων των υδριδίων λόγω εκτόνωσης της μερικής πίεσης του εγκλωβισμένου μοριακού υδρογόνου), (β) Ευνοϊκές τοπολογίες πυρηνοποίησης υδριδίων και διαμόρφωση του κρυσταλλογραφικού ιστού μεταξύ των περατωτικών ορίων της μητρικής περιοχής και των χονδροκρυσταλλικών υδριδίων σε χάλυβα TRIP, (γ) Εικόνες ανοιχτού πεδίου σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης (Bright Field TEM) όπου ταυτοποιείται μέσω των δακτυλίων περιθλάσης (Selected Area Diffraction Pattern) η ανάπτυξη υδριδίων εντός βελονών φερρίτη Widmanstätten σε ωστενιτοφερριτικό ανοξείδωτο χάλυβα (duplex stainless steel), (δ) εξελικτική πορεία σταδίων ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου

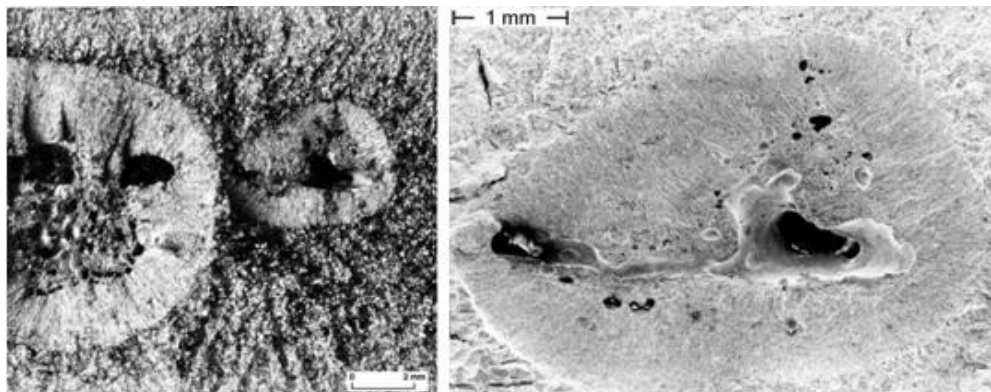
Ο μηχανισμός ανάπτυξης φλυκταινών κρίνεται ως ιδιαίτερα επιζήμιος για όλες τις βιομηχανίες διύλισης

πετρελαίου και ιδιαίτερα για τις δεξαμενές αποθήκευσης καυσίμων υπό συνθήκες υψηλής πίεσης. Για τον κινηματικό έλεγχο και την παρεμπόδιση της διεξαγωγής του φαινομένου χρησιμοποιούνται ειδικοί αναστολείς διάβρωσης, οι οποίοι επιδρούν στη φυσικοχημεία των διεπιφανειών, τροποποιώντας τόσο το επιφανειακό δυναμικό (surface potential) όσο και τη διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activation energy) μεταξύ αυτών.

- Ρωγμές από θρυμματισμό, ξεφλούδισμα, δημιουργία ελαττώματος τύπου 'μάτι ψαριού' (Shatter cracks, flakes, fish - eyes)

Η δημιουργία ρωγμών από θρυμματισμό, το ξεφλούδισμα καθώς και η ανάπτυξη συστηματικών διακενώσεων με μορφολογία 'μάτι ψαριού' αποτελούν σύνηθες χαρακτηριστικό γνώρισμα της βλάβης

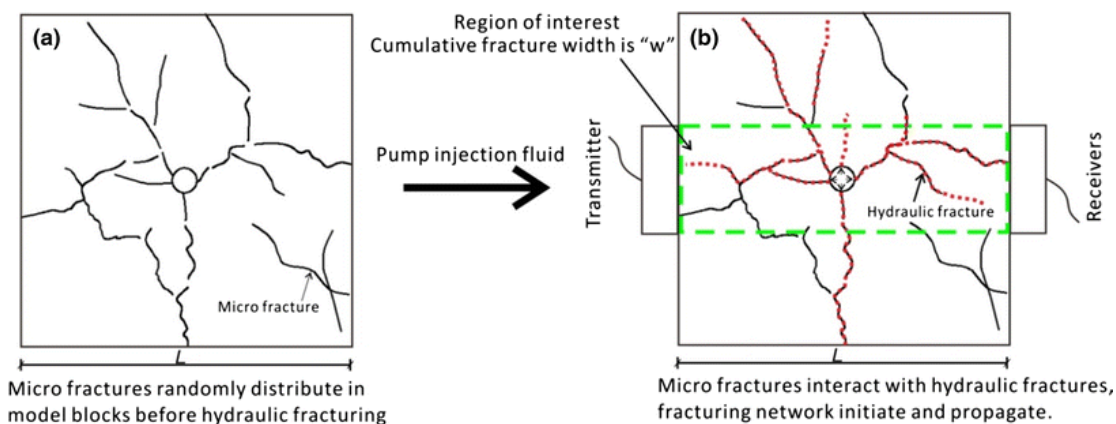
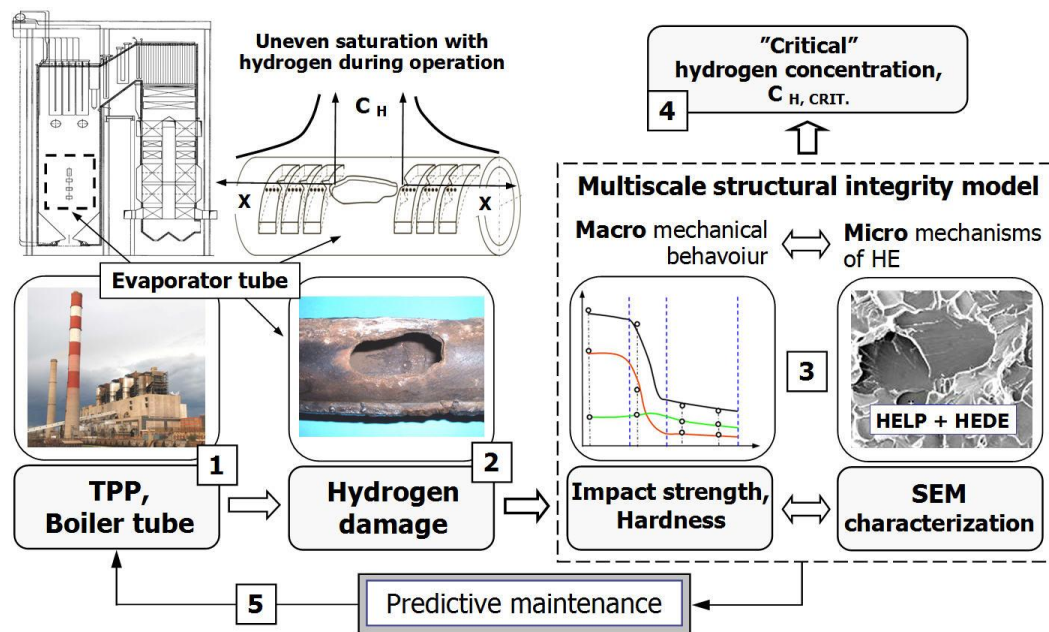
από υδρογόνο για σφυρήλατα, συγκολλητά και χυτά κατασκευαστικά τμήματα. Τα παραπάνω φαινόμενα αποδίδονται στην εισχώρηση του υδρογόνου (hydrogen pickup) κατά τη διάρκεια εργασιών τήξης, καθώς όπως είναι γνωστό η διαλυτότητα του υδρογόνου στο τήγμα είναι κατά πολλές τάξεις μεγέθους υψηλότερη από αυτή στη στερεοποιημένη κρυσταλλική δομή. Κατά τη διάρκεια της απόψυξης του τήγματος, το ατομικό ή/και το μοριακό υδρογόνο διαχέεται και καθιζάνει σε κενά και ασυνέχειες, αποδίδοντας τα κρίσιμα θερμοδυναμικά χαρακτηριστικά στο σύστημα τα οποία σχετίζονται με τη μειωμένη διαλυτότητα του υδρογόνου στη στερεά φάση (Εικόνα 8). Αυτά τα χαρακτηριστικά καθίστανται συγκρίσιμα με τα αντίστοιχα στη περίπτωση δημιουργίας φλукταινών με τρόπο ώστε η εν λόγω κατηγορία να μπορεί να θεωρηθεί ως ειδική περίπτωση της προαναφερθείσας.



Εικόνα 8: Ψαθυροποιητικοί σχηματισμοί μορφολογίας τύπου fisheye σε dual phase χάλυβα (macro-fisheyes) και χάλυβα μαρτεν γήρανσης (micro-fisheyes)

➤ Μικροδιάτρηση (Micro-perforation)

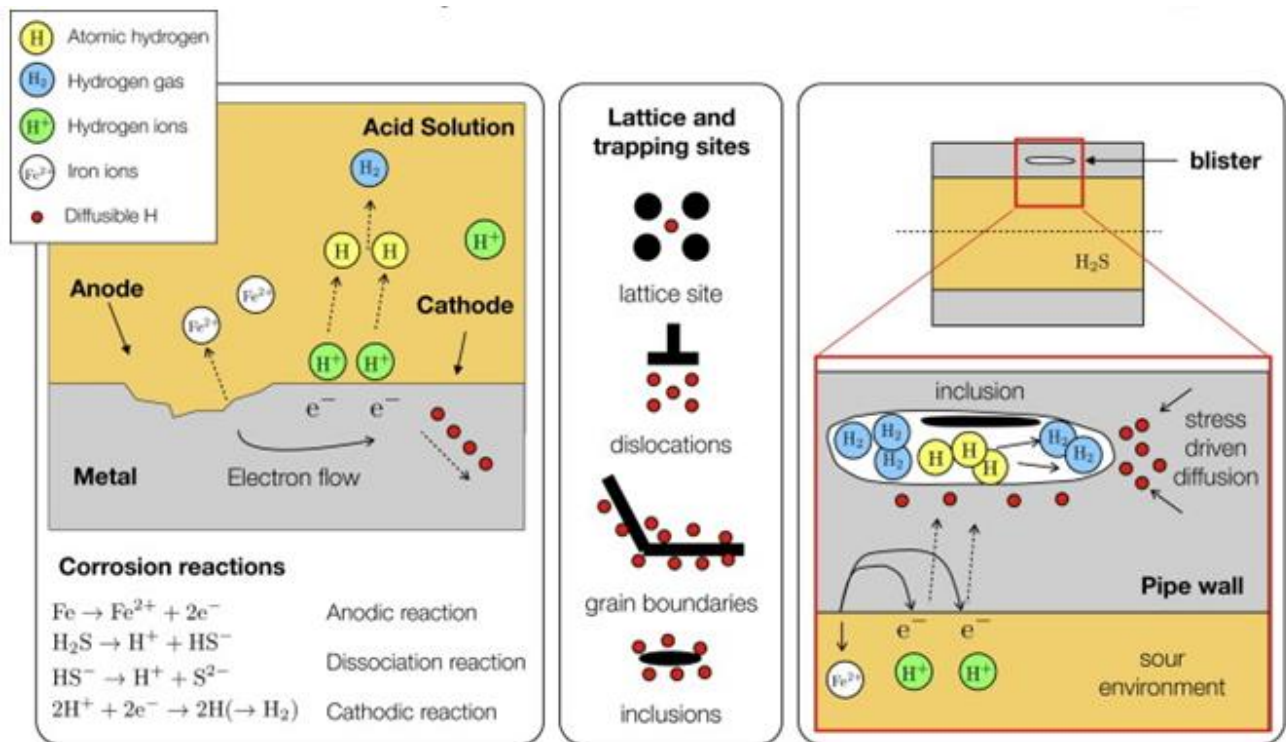
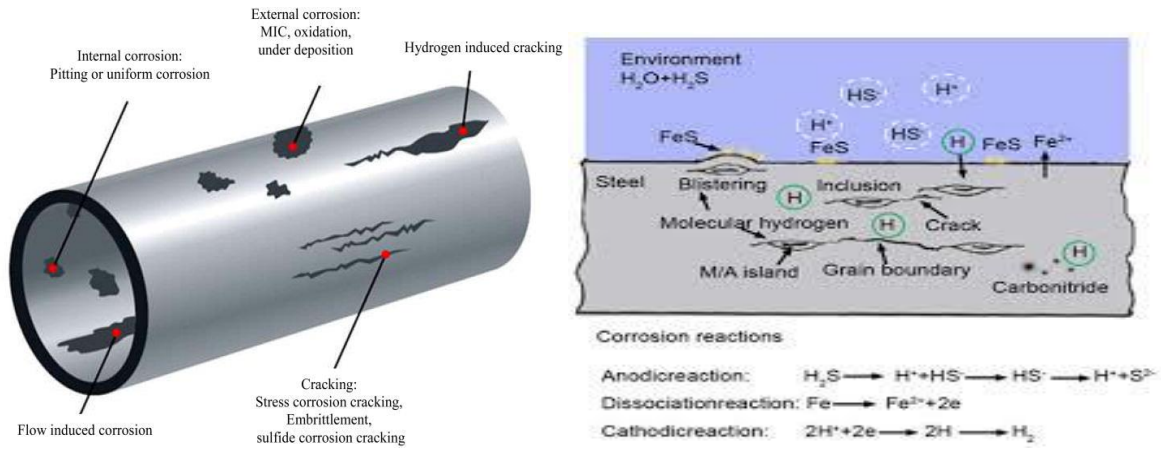
Η μικροδιάτρηση λαμβάνει χώρα σε ακραία υψηλές πιέσεις υδρογόνου, οι οποίες αναπτύσσονται στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Η μικροδιάτρηση παρατηρείται κατά κύριο λόγο σε σιδηρούχα κραματικά συστήματα και εκδηλώνεται υπό τη μορφή δικτύου αποτελούμενου από πληθώρα σχισμών, το οποίο επιτρέπει τη περαιτέρω διάχυση αέριας και υγρής φάσης εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (Εικόνα 9).



Εικόνα 9: Διαγραμματική απεικόνιση της συμβολής του μηχανισμού της μικροδιάτρησης στη συνολική αστοχία σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων.

➤ Υποβάθμιση ιδιοτήτων ροής (Degradation in flow properties)

Η υποβάθμιση των ιδιοτήτων ροής σε περιβάλλον υδρογόνου εμφανίζεται για τα σιδηρούχα κραματικά συστήματα σε πεδία θερμοκρασιών που προσεγγίζουν τις τιμές του περιβάλλοντος. Στις περιπτώσεις αυτές έχει παρατηρηθεί ότι καταλύεται ταυτόχρονα η ανάπτυξη του φαινομένου του ερπυσμού υπό σταθερό φορτίο (steady-state creep rate). Το παραπάνω φαινόμενο αποδίδεται στη μείωση της δύναμης συνάφειας μεταξύ των ορίων των κόκκων (interphasiaal boundary cohesive strength), τα οποία υπόκεινται σε εκτεταμένη ολίσθηση, υπό την επίδραση της αυξημένης ποσοστιαίας συμμετοχής του ατομικού υδρογόνου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος (Εικόνα 10).

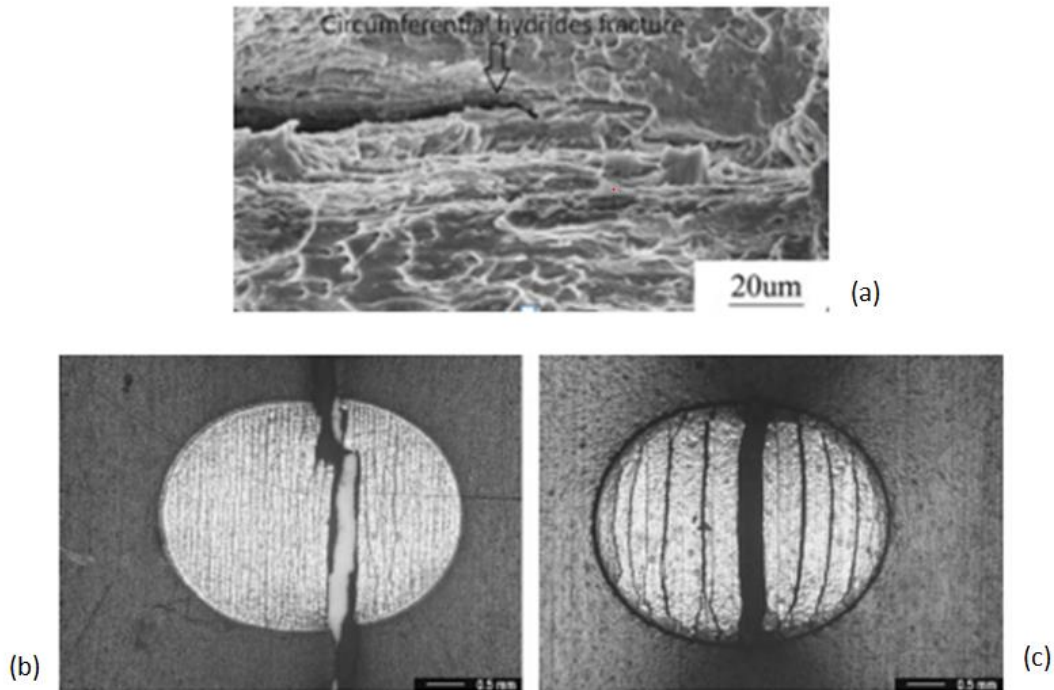


Εικόνα 10: Σχεδιαστική αποτύπωση σε μακροσκοπική κλίμακα των κύριων φυσικοχημικών και χημικομηχανικών αιτιών που οδηγούν σε υποβάθμιση των ιδιοτήτων ροής των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαίου και υδρογονανθράκων

➤ Σχηματισμός μεταλλικών υδριδίων (Metal hydride formation)

Η πυρηνοποίηση - ανάπτυξη μεταλλικών υδριδίων προκαλεί ψαθυροποίηση στα μεταλλικά συστήματα του Mg, Ta, Nb, V, Zr, Ti καθώς και στα κράματα αυτών. Η υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων και η συστηματική ρωγμάτωση των μετάλλων αυτών και των κραμάτων τους μπορεί να αποδοθεί στην καθίζηση ομάδων φάσεων μεταλλικών υδριδίων. Η εισχώρηση του υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής προκύπτει κυρίως κατά τη διάρκεια διεργασιών συγκόλλησης, θερμικών κατεργασιών, ελεύθερης διάβρωσης ή ηλεκτροχημικής διέγερσης (ανοδικής ή καθοδικής

ποτενσιοδυναμικής πόλωσης) ή ακόμα και κατά την τήξη του μεταλλουργικού συστήματος. Ο σχηματισμός μεταλλικών υδριδίων στα σιδηρούχα κράματα δύναται να ενισχυθεί από την επιβολή εντατικού πεδίου. Στη περίπτωση αυτή αναφερόμαστε 'στο σχηματισμό υδριδίων λόγω εφαρμογής τάσης (stress induced hydrideformation)' (Εικόνα 11). Τα κραματικά συστήματα τα οποία θερμοδυναμικά καθίστανται επιδεκτικά ως προς την ανάπτυξη υδριδίων είναι αυτά που χαρακτηρίζονται από ικανοποιητική ολκιμότητα τόσο σε χαμηλά ($\leq 100\text{K}$) όσο και σε υψηλά πεδία θερμοκρασιών ($\geq 300\text{K}$).



Εικόνα 11:(a) Συνένωση και πάχυνση ομάδων φάσεων υδριδίων τα οποία οδηγούν σε συνεχείς αποσχιστικές διατμήσεις και διάδοση ρωγμών εντός της μητρικής ζεριοχασμένου φερριτοπερλιτικού χάλυβα, (b,c) Μακροσκοπική απόδοση ψαθυροποιημένων υδριδίων σε μεταλλουργικό σύστημα Zr, τα οποία χαρακτηρίζονται από μέσο μέγεθος ανάπτυξης 50 μm στους 25°C και 105 μm στους 300°C.

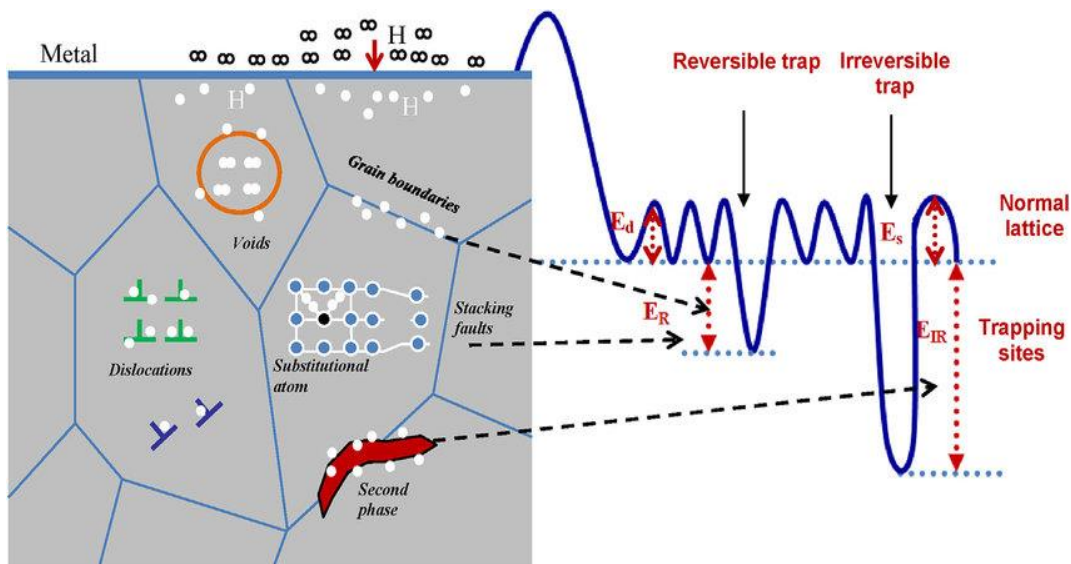
➤ Μηχανισμός απορρόφησης του υδρογόνου από τα μέταλλα

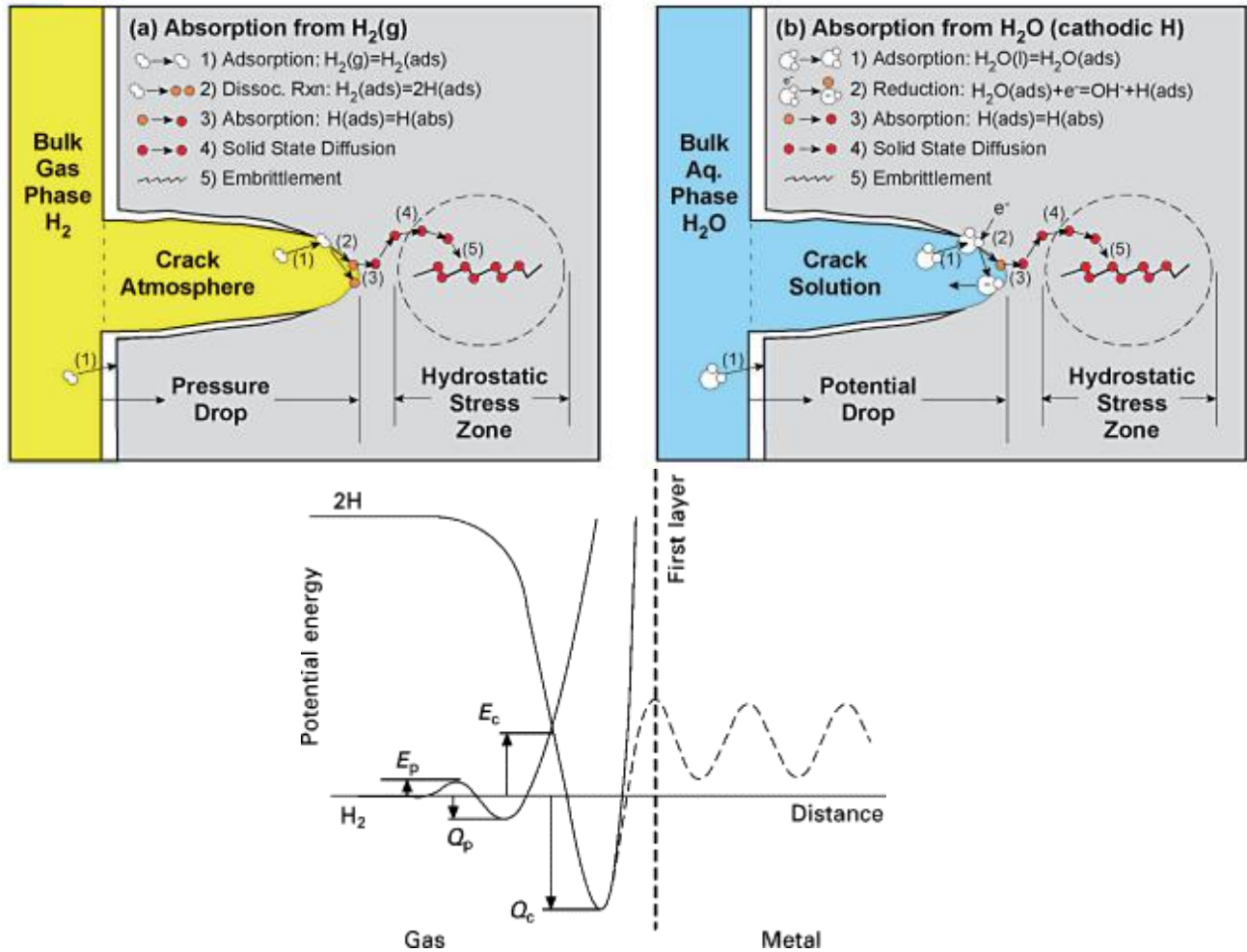
Για την αναλυτικότερη προσέγγιση της απορρόφησης του υδρογόνου από μια καθαρή επιφάνεια μετάλλου οφείλουμε να διαχωρίσουμε αυτή τη φυσικοχημική διεργασία σε επιμέρους στάδια, έχοντας ως απόλυτη βάση αναφοράς το παρακάτω διάγραμμα. Το διάγραμμα αυτό εκφράζει τη συσχέτιση μεταξύ της δυναμικής ενέργειας αλληλεπίδρασης του διατομικού δεσμού του υδρογόνου σε συνάρτηση με την απόσταση του από τις επιφανειακές στιβάδες του μετάλλου.

1. Αρχικά αναφέρεται ότι η δυναμική ενέργεια του ατομικού υδρογόνου έχει μια συγκεκριμένη τιμή αναφοράς, ενώ η αντίστοιχη του μοριακού υδρογόνου βρίσκεται τόσο υψηλότερα όσο υποδεικνύει η ενέργεια διάσπασης αυτού στα δύο επιμέρους άτομα που το αποτελούν.
2. Πλησιάζοντας στην επιφάνεια πραγματοποιείται φυσική προσρόφηση του μοριακού υδρογόνου από το μέταλλο στο ελάχιστο σημείο καμψής της καμπύλης. Αυτή η ελκτική αλληλεπίδραση στηρίζεται στις αναπτυσσόμενες δυνάμεις τύπου VanDer Waals .

3. Για μικρότερες αποστάσεις από τη επιφάνεια το δυναμικό που συναντά το μοριακό υδρογόνο απειρίζεται, ενώ οι καμπύλες ατομικού και μοριακού υδρογόνου τέμνονται σε κάποιο μεταβατικό σημείο, έπειτα από το οποίο παρατηρείται ραγδαία πτώση του δυναμικού του ατομικού υδρογόνου. Όσο μικραίνουν οι αποστάσεις, το μόριο χάνει συνεχώς μέρος της κινητικής του ενέργειας ενώ ταυτόχρονα η ενέργεια αλληλεπίδρασης του διατομικού δεσμού γίνεται όλο και πιο ασθενής λόγω της παράλληλης κίνησης των ατόμων. Τα παραπάνω έχουν ως αποτέλεσμα τη διάσπαση του μοριακού υδρογόνου προς σχηματισμό ατομικού υδρογόνου.
4. Επί της μεταλλικής επιφάνειας τα άτομα του υδρογόνου αλληλεπιδρούν μεταξύ τους σχηματίζοντας ατμόσφαιρες Cottrell. Έπειτα από την ανάπτυξη αυτών των συναθροίσεων ατόμων, τα νέφη Cottrell καθώς συναντούν κατάλληλες περιοχές που λειτουργούν ως καταβόθρες δυναμικού - τους επονομαζόμενους πόρους - διεισδύουν βαθύτερα στις επιφανειακές στιβάδες του μετάλλου μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων.
5. Συνέπεια όλων των ανωτέρω αποτελεί η συστηματική διάχυση (diffusion) του υδρογόνου υπό τη μορφή καμπύλων μετώπων στο εσωτερικό του μετάλλου, μέσω της διεξαγωγής πολλαπλών χρονοεξαρτώμενων μηχανισμών. Εν συνεχεία η προώθηση του πεδίου διάχυσης λαμβάνει χώρα υπό τη μορφή διαδοχικών και αλληλεπιδρώντων μετώπων, ενώ τέλος πραγματοποιείται συστηματική συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου περιμετρικά των περιοχών που χαρακτηρίζονται από υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής μικροδομικών ατελειών.

Στο σημείο αυτό οφείλει να γίνει αναφορά ως προς το ότι στην περίπτωση ηλεκτροχημικής διέγερσης καθίσταται ιδιαίτερα κρίσιμη παράμετρος η επιφανειακή τραχύτητα των δοκιμίων, καθώς αυτή επηρεάζει καταλυτικά τη γεωμετρία του ηλεκτρικού πεδίου και την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης. Οι προαναφερθείσες παράμετροι επιδρούν καθοριστικά στη συμμετρία του ηλεκτροκινητικά προωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής (Εικόνα 12).





Εικόνα 12: Ενέργεια αλληλεπίδρασης του διατομικού δεσμού του μοριακού υδρογόνου συναρτήσεως της απόστασής του από τις επιφανειακές στιβάδες του μεταλλικού συστήματος

Οι διαδικασίες αυτές ταυτόχρονα περιγράφουν και την εκρόφιση του υδρογόνου ακολουθώντας τα παραπάνω βήματα με αντίστροφη σειρά. Στο σημείο αυτό πρέπει να αναφέρουμε ότι η ίδια ακριβώς πορεία χαρακτηρίζει την προσρόφιση όχι μόνο του υδρογόνου από κάποιο μέταλλο αλλά και άλλων διατομικών στοιχείων όπως για παράδειγμα του οξυγόνου. Ωστόσο, μόνο το υδρογόνο απορροφάται από τα μέταλλα (ή τα κράματα τους) σε ικανοποιητικές ταχύτητες για θερμοκρασίες δωματίου. Στον αντίποδα βρίσκονται τα ευγενή αέρια, τα οποία χαρακτηρίζονται ως αδιάλυτα στα μέταλλα.

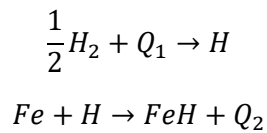
Οφείλουμε να αναφέρουμε ότι όλα τα παραπάνω ισχύουν για μεταλλικές επιφάνειες υψηλής καθαρότητας, καθώς σε αντίθετη περίπτωση, όπου διάφορα οξείδια ή λουπές προσμίξεις έχουν σχηματιστεί, η διαδικασία της απορρόφησης καθίσταται πολύπλοκη. Σε μια τέτοια περίπτωση θα έπρεπε να προηγηθεί της προσρόφησης του υδρογόνου η ενεργοποίηση του μετάλλου (surface activation), η διάσπαση δηλαδή του στρώματος των προσμίξεων αυτών, τα οποία εμποδίζουν τόσο την εισχώρηση του υδρογόνου στο μέταλλο όσο και τη διαδικασία διάσπασης του μοριακού υδρογόνου σε ατομικό. Η αποδόμηση του επιφανειακού αυτού στρώματος απαιτεί την επιβολή υψηλότερων θερμοκρασιών και πιέσεων.

Η συνολική ταχύτητα της φυσικοχημικής αυτής διεργασίας φαίνεται να επηρεάζεται από αρκετούς παράγοντες, όπως από τη δομή του μετάλλου, την καθαρότητα της επιφάνειας, την παρουσία καταλυτών (οι οποίοι εκτελούν διάφορες λειτουργίες, όπως παράκαμψη της διαδικασίας ενεργοποίησης της επιφάνειας) κ.α.

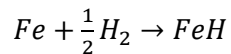
Η διείσδυση και η απορρόφηση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος διεξάγεται πειραματικά μέσω δύο διακριτών διαδικασιών: α) της φόρτισης αερίου υδρογόνου (Hydrogen Gas Charging) και β) της καθοδικής φόρτισης υδρογόνου εντός ηλεκτρολυτικού πεδίου (Electrolytic Hydrogen Cathodic Charging), οι οποίες θα αναλυθούν ακολούθως.

➤ Φόρτιση αερίου υδρογόνου (Hydrogen Gas Charging)

Η διείσδυση του αερίου υδρογόνου εντός της μεταλλικής κρυσταλλικής δομής, συνοψίζεται στα ακόλουθα δύο βήματα:



ή γενικότερα:



Η συνολική ακολουθία των αντιδράσεων διάσπασης ($Q=Q_2-Q_1$) μπορεί να είναι είτε ενδόθερμη ($Q>0$) είτε εξώθερμη ($Q<0$). Έχει παρατηρηθεί ότι για τα ευρύτερα χρησιμοποιούμενα μέταλλα όπως ο σίδηρος και το αλουμίνιο η διεργασία αυτή καθίσταται σχεδόν πάντα ενδόθερμη. Επιπλέον, η ύπαρξη ακαθαρσιών στην ατμόσφαιρα του αερίου είναι ένας σημαντικός παράγοντας που έχει καθοριστική επίδραση ως προς την κινητική της απορρόφησης του υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού. Το παραπάνω γεγονός αποδίδεται στο ότι η προσρόφηση ανιόντων διαφόρων ακαθαρσιών (S,O) στην επιφάνεια του μετάλλου μπορεί να οδηγήσει σε μπλοκάρισμα πολλαπλών θέσεων ευνοϊκής προσρόφησης υδρογόνου (πόροι) ή ακόμα και σε μεταβολή της ενέργειας της πλεγματικής συνοχής μεταξύ υδρογόνου και μετάλλου, χωρίς όμως να επηρεάζει σημαντικά την ενέργεια ενεργοποίησης για τη διάσπαση του μοριακού υδρογόνου.

Οι κύριοι παράγοντες που καθορίζουν την κινητική της προσρόφησης του υδρογόνου επί της μεταλλικής επιφάνειας είναι:

1. Το είδος των γειτνιαζόντων ως προς την επιφάνεια ατόμων (ανταγωνιστική επίδραση έναντι της προσρόφησης).
2. Τα μικροδομικά χαρακτηριστικά των επιφανειακών στρωμάτων καθώς και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης – μορφολογία των θέσεων που χαρακτηρίζονται ως ευνοϊκές για τη διεξαγωγή της διάσπασης και την εισδοχή του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής (π.χ. επίδραση ανοδίωσης).
3. Τοπικές διακυμάνσεις του χημικού δυναμικού στις θέσεις προσρόφησης του υδρογόνου.

Οι παραπάνω παράγοντες πρέπει να λαμβάνονται σοβαρά υπ' όψη κατά την επιλογή της ατμόσφαιρας που θα χρησιμοποιηθεί για τη φόρτιση αερίου υδρογόνου καθώς επίσης και κατά την επιλογή των κατάλληλων επιφανειακών χαρακτηριστικών των υπό μελέτη δοκιμίων. Σε κάθε περίπτωση βέβαια οι παράμετροι της πειραματικής διαδικασίας θα πρέπει να προσομοιάζουν σχεδόν κατ' απολυτότητα τις πραγματικές συνθήκες φόρτισης, ενώ δεν θα πρέπει να παραβλέπεται η καθοριστική επίδραση που έχει η επιβολή εξωτερικών παραμορφωσιακών πεδίων επί της κινητικής της προσρόφησης και της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.

➤ **Καθοδική φόρτιση υδρογόνου εντός ηλεκτρολυτικού πεδίου (Electrolytic Hydrogen Cathodic Charging)**

Οι μηχανισμοί της διείσδυσης εντός του μικρογραφικού ιστού του ατομικού υδρογόνου, τα οποία προέρχονται από ατμόσφαιρα αερίων, διαφέρουν σημαντικά από εκείνους που σχετίζονται με τη διείσδυση ατομικού υδρογόνου προερχόμενου από ηλεκτρολυτικό διάλυμα. Στη διεθνή επιστημονική κοινότητα έχει πραγματοποιηθεί συστηματική συσχέτιση μεταξύ των επιβαλλόμενων συνθηκών καθοδικής φόρτισης εντός του ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος με την ηλεκτροκινητική ενεργότητα (electrokinetical activity) του διαλυμένου υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του σιδήρου. Αναφέρεται ακόμη ότι η διεργασία της καθοδικής φόρτισης κρίνεται πρακτικά ως μη αντιστρεπτή, κάτι το οποίο αποδίδεται κυρίως στο γεγονός ότι δεν καθίσταται δυνατή η επίτευξη θερμοδυναμικής ισορροπίας μεταξύ του διαλυμένου εντός της κρυσταλλικής δομής υδρογόνου και των πρωτονίων αυτού εντός του ηλεκτρολυτικού διαλύματος.

Πιο συγκεκριμένα, δεδομένων των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, καθίσταται δυνατός ο προσδιορισμός της δυσμενέστερης κατάστασης στην οποία μπορεί να επέλθει το μεταλλουργικό σύστημα, θεωρώντας ότι επιτυγχάνεται η θερμοδυναμική ισορροπία μεταξύ του προσροφημένου στο μέταλλο υδρογόνου και του περιεχόμενου υδρογόνου εντός του ηλεκτρολυτικού διαλύματος. Ο παραπάνω υπολογισμός λαμβάνει χώρα μέσω της εξίσωσης του Nernst:

$$f_{H_2} = p_0 e^{-2nF/RT}$$

όπου p_0 η ατμοσφαιρική πίεση, F η σταθερά του Faraday, T η θερμοκρασία, f_{H_2} το απαιτούμενο χημικό δυναμικό για την ενεργοποίηση της διάχυσης του υδρογόνου. Το χημικό δυναμικό έχει εξάρτηση από δύο παράγοντες, τη θερμοκρασία (T σε K) και τις συνθήκες καθοδικής πόλωσης (n σε V)).

Η παραπάνω εξίσωση χρησιμοποιείται για την εκτίμηση του μέγιστου βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής, για δεδομένες συνθήκες καθοδικής φόρτισης και συγκεκριμένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον. Παρ' όλα αυτά η πραγματική τιμή του συντελεστή διάχυσης είναι πάντα μικρότερη ή ίση της ως άνω υπολογισθείσας. Πλήθος ερευνητών έχουν πραγματοποιήσει μελέτες για την ακριβέστερη εκτίμηση της τιμής του απαιτούμενου χημικού δυναμικού για την ενεργοποίηση της διάχυσης του υδρογόνου έπειτα από την επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης καταλήγοντας σε συγγενικές εμπειρικές σχέσεις. Τα εμπειρικά αναλυτικά αυτά μοντέλα δε θα παρατεθούν καθώς η περαιτέρω διερεύνησή τους υπερβαίνει τα πλαίσια ενδιαφέροντος της παρούσας διδακτορικής διατριβής.

➤ **Διάχυση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος**

Η διάχυση των ατόμων υδρογόνου στο εσωτερικό του μετάλλου αποτελεί ένα φαινόμενο εξέχουσας σημασίας ως προς την κατανόηση της επίδρασης που έχει το υδρογόνο στην υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω ψαθυροποίησης. Κατά συνέπεια η επισταμένη γνώση του μηχανισμού διάχυσης του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κρίνεται απαραίτητη. Ορισμένοι συγγραφείς ισχυρίστηκαν ότι η διάχυση του υδρογόνου εντός των μεταλλικών υλικών μπορεί γενικά να εξηγηθεί βάσει της θεμελιώδους θεωρίας που διέπεται από τους νόμους του Fick. Ο πρώτος νόμος του Fick περιγράφει τη διάχυση που πραγματοποιείται υπό συνθήκες σταθερής χρονικά συγκέντρωσης υδρογόνου, ενώ ο δεύτερος αναφέρεται στη διάχυση που λαμβάνει χώρα όταν η συγκέντρωση του υδρογόνου χαρακτηρίζεται ως χρονικά μεταβαλλόμενη. Σε πραγματικές συνθήκες, ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου εξαρτάται από τη θέση εκδήλωσης του φαινομένου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, τη χρονική διάρκειά του φαινομένου και τη θερμοκρασία, ενώ ταυτόχρονα μπορεί να υπολογιστεί προσεγγιστικά σύμφωνα με τη σχέση που εισήγαγε ο Arrhenius:

$$D_L = D_0 e^{-Q/RT}$$

Όπου ως D_0 συμβολίζεται μια χαρακτηριστική σταθερά του συστήματος διάχυσης, Q η ενθαλπία ενεργοποίησης της διάχυσης και T η θερμοκρασία. Είναι γνωστό ότι η ενέργεια ενεργοποίησης για τη μετανάστευση του υδρογόνου από μία θέση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε μία θέση παγίδευσης ισούται με την απαιτούμενη ενέργεια ενεργοποίησης της διάχυσης E_D εντός κρυσταλλογραφικού πλέγματος απαλλαγμένου από περιοχές παγίδευσης καθώς και με το επιπρόσθετο δυναμικό παγίδευσης του υδρογόνου στα πεδία συσσώρευσης ΔE_T . Έχοντας ορίσει ως E_S το απαιτούμενο δυναμικό διάλυσης του υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού, υπολογίζεται εύκολα ότι για $\Delta E_T < E_S$ η παγίδα συσσώρευσης υδρογόνου θεωρείται μικρής ισχύος, για $\Delta E_T \approx E_S$ η παγίδα συσσώρευσης υδρογόνου ορίζεται ως μέτριας ισχύος, ενώ για $\Delta E_T > E_S$ η παγίδα συσσώρευσης υδρογόνου θεωρείται ως υψηλής ισχύος.

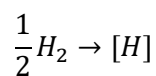
Επιπλέον το βάθος διείσδυσης του υδρογόνου στο εσωτερικό του μετάλλου μπορεί να υπολογιστεί βάσει του συντελεστή διάχυσης και του χρόνου διάχυσης σύμφωνα με τη ακόλουθη σχέση:

$$x = \sqrt{2Dt}$$

Όπου D ο συντελεστής διάχυσης και t ο χρόνος διεξαγωγής του χημικοκινητικού αυτού φαινομένου.

➤ **Συγκέντρωση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος**

Στα επιφανειακά στρώματα της υπό μελέτη κρυσταλλικής δομής λαμβάνει χώρα όπως έχει ήδη αναφερθεί η εξής αντίδραση προσρόφησης υδρογόνου:



όπου οι αγκύλες υποδηλώνουν το διαλυμένο υδρογόνο εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Αν θεωρηθεί ότι επιτυγχάνεται θερμοδυναμική ισορροπία μεταξύ του αερίου υδρογόνου εντός των μικροκενών και του διαλυμένου υδρογόνου εντός του πλέγματος προκύπτει η ακόλουθη εξίσωση:

$$C_L = k \sqrt{f_{H_2}}$$

όπου C_L η συγκέντρωση του υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής, k η διαλυτότητα και f_{H_2} το απαιτούμενο χημικό δυναμικό ενεργοποίησης της διάχυσης του αερίου υδρογόνου. Πειραματικά δεδομένα αποδεικνύουν ότι η διαλυτότητα ακολουθεί τη σχέση Arrhenius:

$$k = k_0 e^{-\Delta H_s / RT}$$

όπου k_0 ο συντελεστής διαλυτότητας και ΔH_s η ενθαλπία ενεργοποίησης της διάλυσης του υδρογόνου.

Τέλος, υπό συνθήκες χαμηλής πίεσης τα αέρια υδρογόνα μπορεί να θεωρηθεί ως ιδανικό αέριο και το δυναμικό ενεργοποίησης της διάχυσης μπορεί να αντικατασταθεί από την πίεση ως εξής:

$$C_L = k \sqrt{p_{H_2}}$$

Για σχετικά υψηλές πιέσεις χρησιμοποιείται η ακόλουθη σχέση:

$$C_L = C_0 e^{\frac{\sigma_h V_h}{RT}}$$

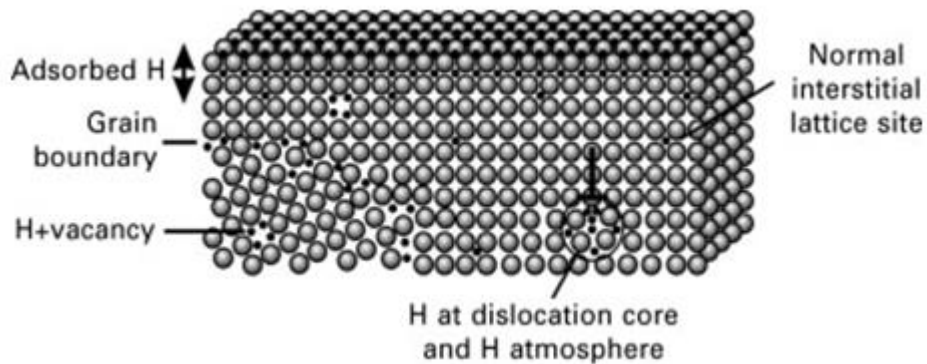
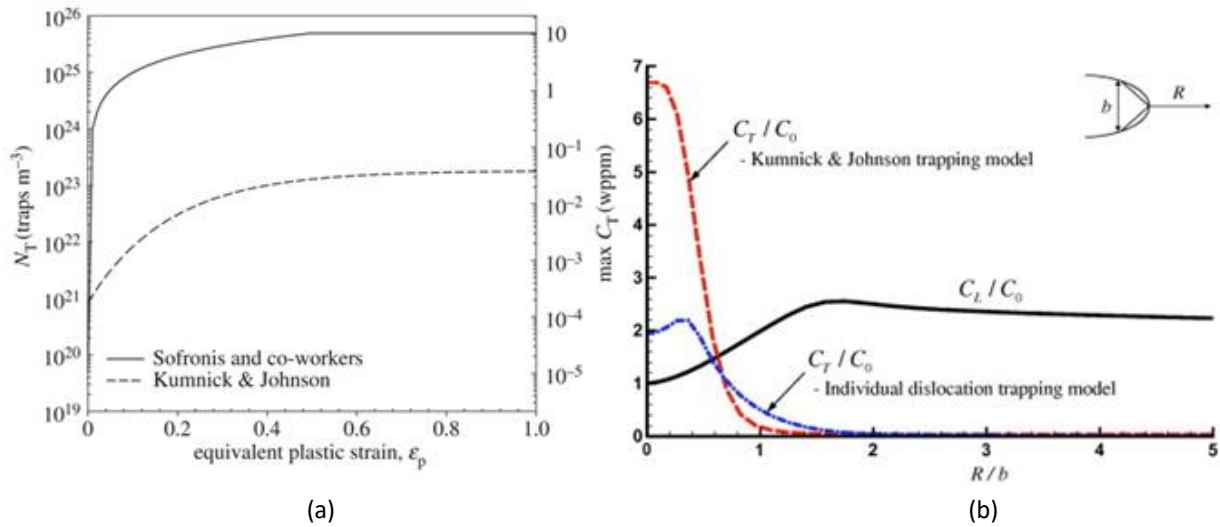
όπου σ_h η υδροστατική πίεση.

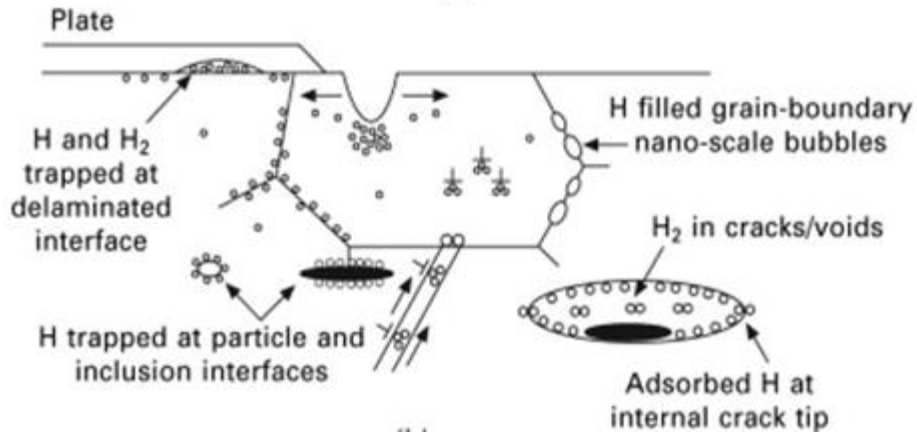
➤ Παγίδευση υδρογόνου (Trapping)

Το υδρογόνο γνωρίζουμε ότι συγκεντρώνεται κυρίως στις διάφορες ατέλειες της κρυσταλλικής δομής, όπως σε κατακρημνίσματα, μικρορωγμές, πλεγματικά κενά και όρια κόκκων, οι οποίες δρουν ως σημεία παγίδευσης αυτού. Τα δύο σημαντικότερα αποτελέσματα που επιφέρει η παγίδευση του υδρογόνου σχετίζονται με τη μείωση της φαινόμενης διάχυσής του και την αντίστοιχη αύξηση του παρατηρούμενου τοποχημικού δυναμικού διαλυτοποίησής του. Όταν επικρατούν συνθήκες ισορροπίας μεταξύ του προς μελέτη μετάλλου και του χημικού δυναμικού του υδρογόνου στο περιβάλλον του μετάλλου, η προσρόφηση του υδρογόνου θα συνεχίζεται μέχρι να εξαντληθεί το όριο διαλυτότητας αυτού εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, ενώ επιπλέον το ατομικό υδρογόνο θα αρχίσει να καταλαμβάνουν και τις παγίδες συσσώρευσης. Η ισορροπία επέρχεται όταν το χημικό δυναμικό του υδρογόνου που συγκεντρώνεται στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα ισοσταθμιστεί με το εξωτερικό χημικό δυναμικό του υδρογόνου εντός του ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος.

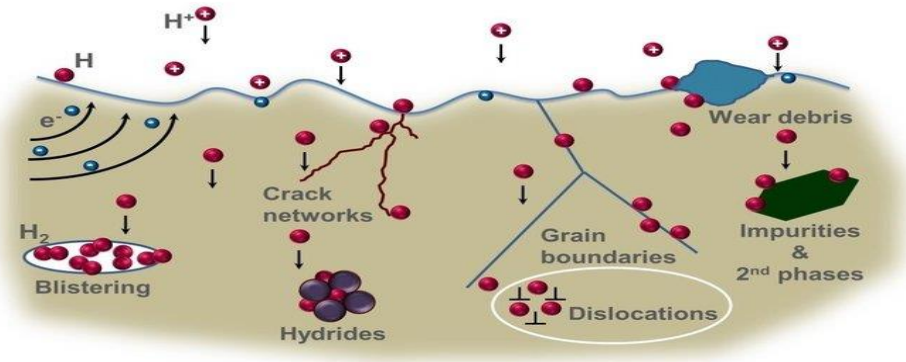
Σύμφωνα με τα ανωτέρω η φαινόμενη διαλυτότητα και η ολική συγκέντρωση του υδρογόνου μπορεί να είναι σημαντικά υψηλότερη από τη διαλυτότητα που χαρακτηρίζει συνολικά το κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Σε μια παγίδα υδρογόνου μειώνεται καθοριστικά η ταχύτητα της διάχυσης αυτού καθώς απαιτείται πρόσδοση επιπρόσθετης ενέργειας ενεργοποίησης για την αποδέσμευση και την επανακινητοποίηση του ατομικού υδρογόνου. Κατά συνέπεια, με την παρουσία των παγίδων συσσώρευσης του υδρογόνου, η φαινόμενη διάχυση του υδρογόνου θα πρέπει να λαμβάνει χώρα σε μικρότερη έκταση από τη διάχυση που δύναται να αναπτυχθεί στη κρυσταλλογραφική διάταξη του ίδιου πλέγματος απαλλαγμένου από θέσεις παγίδευσης.

Οι παγίδες υδρογόνου χαρακτηρίζονται ως αντιστρεπτές και μη αντιστρεπτές καθώς και ως κορεσμένες και ακόρεστες. Τα δίκτυα των διαταραχών συγκαταλέγονται στις κορεσμένες και μη αντιστρεπτές παγίδες συσσώρευσης, ενώ τα μικροκενά και οι μικρορωγμές χαρακτηρίζονται ως ακόρεστα και αντιστρεπτά σημεία παγίδευσης του υδρογόνου. Οι παρατηρήσεις αυτές είναι ιδιαίτερα ενδιαφέρουσες καθώς έχει διαπιστωθεί πειραματικά ότι αυξάνεται η πυκνότητα κατανομής των παγίδων υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής με την επίδραση πλαστικής παραμόρφωσης, όπως αποδεικνύεται και από το παρακάτω διάγραμμα (Εικόνα 13).





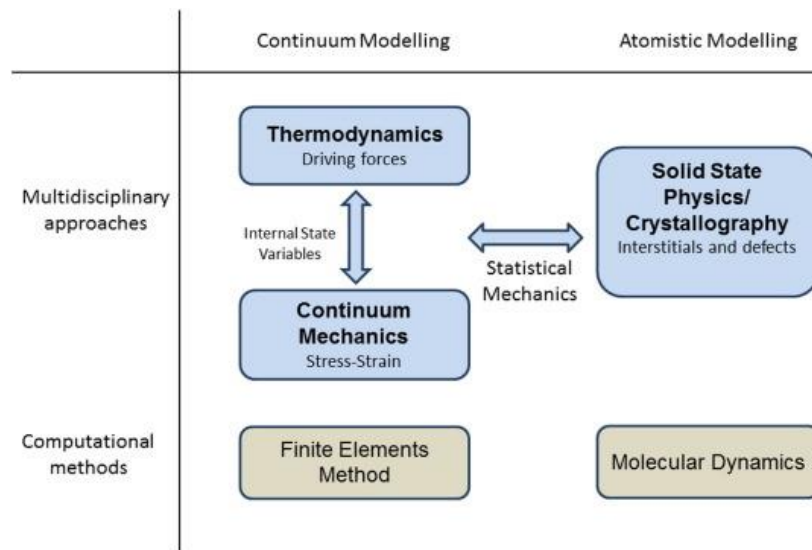
(c)



(d)

Εικόνα 13: (a) Αριθμός σημείων παγίδευσης υδρογόνου συναρτήσει της ισοδύναμης επιβαλλόμενης πλαστικής παραμόρφωσης και, (b) Συγκέντρωση παγιδευμένου ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της ακτίνας καμπυλότητας -διεπιφανειακής ενεργότητας της θέσης παγίδευσης, (c,d) αντιστρεπτού και η αντιστρεπτού τύπου παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου

Αναφέρεται ακόμη ότι όλα τα παραπάνω αναλυθέντα φαινόμενα και οι μικρομηχανισμοί μπορούν να προσεγγισθούν και υπό το πρίσμα των θερμοδυναμικών μοντελοποιήσεων, είτε μέσω της θεώρησης του συνεχούς ομοιογενούς μέσου είτε μέσω θεωρήσεων που βασίζονται σε μοντέλα ατομικής κλίμακας (molecular dynamics) (Εικόνα 14).



Εικόνα 14: Θερμοδυναμικά μοντέλα προσέγγισης των φαινομένων παγίδευσης ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλογραφικής δομής, μέσω της θεώρησης του συνεχούς μέσου ή της ανάλυσης μηχανισμών σε επίπεδο ατομικής κλίμακας

➤ Ψαθυροποιητική επίδραση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος

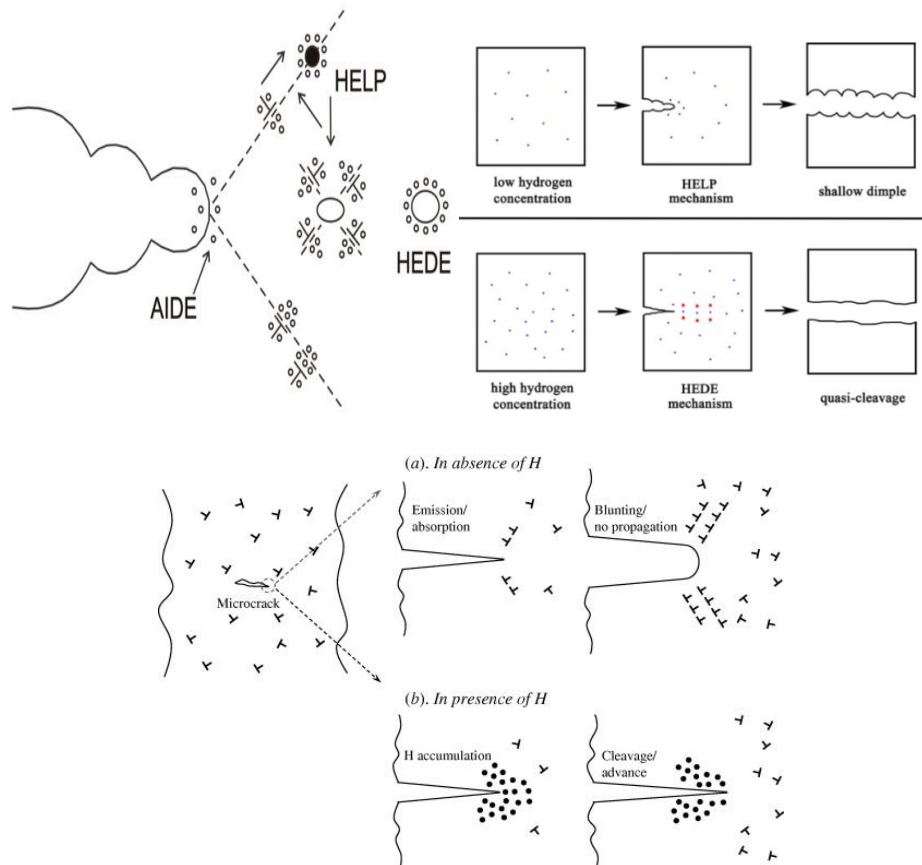
Η επιζήμια επίδραση του υδρογόνου στη δομή και τις μηχανικές ιδιότητες των μεταλλικών υλικών ήταν γνωστή εδώ και πολλά χρόνια και υπήρξε μια από τις σημαντικότερες αιτίες αστοχιών σε πολλά μεταλλουργικά συστήματα, όπως σε κράματα χάλυβα και αλουμινίου, τα οποία είναι και τα πιο ευρέως χρησιμοποιούμενα. Η ψαθυροποίηση των μετάλλων λόγω της παρουσίας του υδρογόνου (Hydrogen Embrittlement) είναι γνωστό ότι οδηγεί σε πρόωρη αστοχία για χαμηλότερα επίπεδα επιβαλλόμενης φόρτισης και για συντομότερο χρονικό διάστημα από ότι αναμένεται συγκριτικά με την περίπτωση απουσίας υδρογόνου από το διαβρωτικό περιβάλλον. Το παραπάνω φαινόμενο έχει οδηγήσει πολλές φορές στην καταστροφική συχνά αστοχία των μεταλλικών κατασκευών και στην απώλεια ανθρώπινων ζωών και περιουσιών. Κατά συνέπεια, πολλές έρευνες και εργασίες έχουν αφιερωθεί στον προσδιορισμό και στον καθορισμό των κινητήριων δυνάμεων και των μεταλλουργικών παραγόντων που επιδρούν καταλυτικά στην εκδήλωση του μηχανισμού της ψαθυροποίησης λόγω της εκτενούς διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Υπάρχουν πολλοί παράγοντες που καθορίζουν το χρονισμό της εκδήλωσης και τη σοβαρότητα του φαινομένου αυτού, όπως η προέλευση του υδρογόνου, η ταχύτητα ροής του διαβρωτικού περιβάλλοντος, η επικρατούσα θερμοκρασία, ο χρόνος έκθεσης του μετάλλου στο υδρογονωμένο περιβάλλον καθώς επίσης και τα μεταλλουργικά χαρακτηριστικά και οι μηχανικές ιδιότητες του εξεταζόμενου υλικού.

Η συνειδητοποίηση του προβλήματος οδήγησε τους μελετητές, όπως ο Pressouyre από το 1979, να προτείνουν πολλαπλά μοντέλα διάχυσης και παγίδευσης του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Ο ίδιος θεώρησε ότι το υδρογόνο όχι μόνο διαχέεται μέσα στο μικροδομικό ιστό αλλά επίσης δεσμεύεται σε διάφορες ενεργειακές παγίδες συσσώρευσης, οι οποίες βρίσκονται τυχαία διατεταγμένες εντός αυτού. Τις παγίδες αυτές τις διαχώρισε σε ελκτικής φύσης (ακαθαρσίες, όρια κόκκων αυξημένης συνοχής, άκρα ρωγμών), απωστικής φύσης (όρια κόκκων

υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού, διαπλεγματικά κενά) και μικτής φύσης. Επίσης διαχώρισε τις ανωτέρω παγίδες ανάλογα με το ενεργειακό κατώφλι δυναμικού που τις χαρακτηρίζει σε αντιστρεπτές και μη αντιστρεπτές [7-8].

Παρά την πληθώρα των μελετών που έχουν πραγματοποιηθεί, η αλληλεπίδραση υδρογόνου - μετάλλου παραμένει ένα από τα πιο αμφιλεγόμενα θέματα που αφορούν στη ψαθυρή θραύση των μετάλλων. Ο μηχανισμός της ψαθυροποίησης των μεταλλικών υλικών παρουσία υδρογόνου είναι ακόμα και σήμερα αρκετά ασαφής. Πολλές προσεγγίσεις έχουν προταθεί, καθεμία από τις οποίες στηρίζεται σε πειραματικές παρατηρήσεις, γεγονός το οποίο καταδεικνύει με αμεσότητα ότι η αναζήτηση ενός ενιαίου μηχανισμού που να εξηγεί το σύνολο των πειραματικών δεδομένων που σχετίζονται με το φαινόμενο της ψαθυροποίησης είναι επισφαλής. Παρόλα αυτά βέβαια έχουν καθιερωθεί τέσσερις κυρίαρχες θεωρίες που μπορούν έως ένα βαθμό να ερμηνεύσουν το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου, είτε συνδυαστικά είτε μεμονωμένα (Εικόνα 15):

1. Η θεωρία της ενισχυμένης αποσύνδεσης της πλεγματικής συνοχής λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Decohesion-HEDE)
2. Η θεωρία της ενισχυμένης τοπικής πλαστικότητας λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity-HELP)
3. Η θεωρία της εσωτερικής πίεσης (Internal Pressure Theory)
4. Η θεωρία της έκλυσης διαταραχών εξαιτίας της προσρόφησης υδρογόνου (Adsorption Induced Dislocation Emission-AIDE)

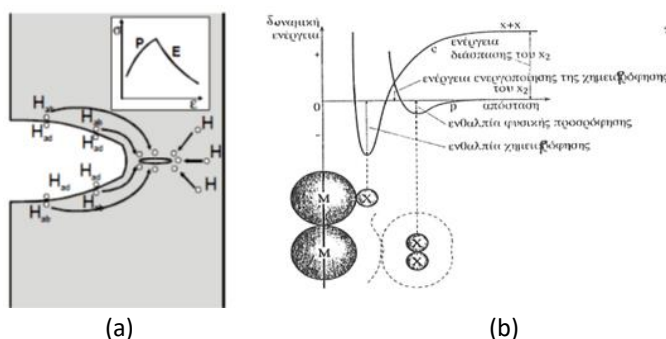


Εικόνα 15:Συνέργεια μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου

➤ Μηχανισμοί ψαθυροποίησης των μετάλλων λόγω διάχυσης υδρογόνου

1. Η θεωρία της ενισχυμένης αποσύνδεσης της πλεγματικής συνοχής λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Decohesion - HEDE)

Ο μηχανισμός αυτός αναφέρθηκε για πρώτη φορά από τον Troiano [9] και στη συνέχεια αναπτύχθηκε από τον Oriani και τους συνεργάτες του με μεγαλύτερη λεπτομέρεια [10],[11]. Σύμφωνα με το μοντέλο αυτό το υδρογόνο συγκεντρώνεται μέσα στην πλαστικοποιημένη ζώνη, περιμετρικά της περιοχής εκδήλωσης της θραύσης, όπου και επιφέρει χαλάρωση των συνεκτικών δεσμών μεταξύ των ατόμων του μετάλλου. Αρχικά η συγκέντρωση του υδρογόνου σε ποσοστά μεγαλύτερα από αυτά που επιτρέπει η διαλυτότητά του σε μη παραμορφωμένα κρυσταλλογραφικά πλέγματα, οδηγεί στη διαστολή του πλέγματος, εξαιτίας των ελαστικών και υδροστατικών πιέσεων, ενώ αργότερα ως δεύτερη πιθανή αιτία έρχεται να προστεθεί και ο εγκλωβισμός (trapping) του υδρογόνου. Επιπλέον, ο Thompson και οι συνεργάτες του επέκτειναν το πεδίο ανάλυσης θεωρώντας ότι οι ακαθαρσίες που βρίσκονται ανομοιογενώς κατανομημένες στα όρια των κόκκων μειώνουν με παρόμοιο τρόπο τη συνοχή των δεσμών του πλέγματος, ενισχύοντας έτσι τη ψαθυροποίηση που προκαλεί το υδρογόνο (Εικόνα 16) [12].



Εικόνα 16: (a) Μοντελοποίηση του φαινομένου της διάσπασης μεταξύ των ατομικών δεσμών του πλέγματος που οφείλεται στη διαλυτοποίηση του υδρογόνου και (b) Καμπύλη μεταβολής της δυναμικής ενέργειας συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια κατά τη φυσική και χημική προσρόφηση.

Ο μηχανισμός της ψαθυροποίησης που οφείλεται στη λύση της κρυσταλλογραφικής συνοχής εξαιτίας του υδρογόνου, στηρίζεται στη θεώρηση ότι η αστοχία συμβαίνει στην πλαστικοποιημένη περιοχή της θραύσης, όταν οι εφελκυστικές τάσεις στο άκρο της ρωγμής υπερβούν τη μέγιστη τοπική δύναμη συνάφειας (η οποία έχει ήδη μειωθεί εξαιτίας της παρουσίας του υδρογόνου) [13]. Στο μηχανισμό αυτό οι περιοχές εκδήλωσης της αστοχίας λόγω εισδοχής του ατομικού υδρογόνου κατανομούνται σε κάποια απόσταση μπροστά από την επιφάνεια του άκρου της ρωγμής, όπου οι εφελκυστικές τάσεις μεγιστοποιούνται, ή ακόμα και στο άκρο της ρωγμής όπου πραγματοποιείται υψηλότερη συγκέντρωση ατομικού υδρογόνου. Επιπλέον στις θέσεις πιθανής έναρξης ρωγμάτωσης λόγω του προαναφερθέντος φαινομένου συγκαταλέγονται οι διεπιφάνειες μεταξύ των κατακρημνισμάτων ή άλλων ακαθαρσιών με τη μητρική φάση. Οι εκτιμήσεις για την αστοχία βασίζονται στη γνώση της τιμής της ορθής τάσης στο άκρο της ρωγμής (η οποία αναπτύσσεται λόγω της συγκέντρωσης των ατόμων υδρογόνου) και στην υποβάθμιση που η ίδια επιφέρει ως προς την ισχύ των διατομικών δεσμών του πλέγματος (με αναφορικό σημείο το νόμο εκτόπισης του ατόμου – atom displacement law). Κατά κοινή ομολογία προκύπτει ότι αυτός ο μηχανισμός αστοχίας καθίσταται κυρίαρχος στην

περίπτωση που η ρωγμάτωση είναι υποβοηθούμενη από το εσωκλειόμενο υδρογόνο στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα (Internal Hydrogen Assisted Cracking, IHAC) και στην περίπτωση που η ρωγμάτωση οφείλεται αποκλειστικά στο υδρογόνο του περιβάλλοντος (Hydrogen Environmental Assisted Cracking, HEAC). Η δεύτερη περίπτωση αναφέρεται κυρίως σε σιδηρούχα κράματα υψηλής αντοχής στα οποία παρεμποδίζεται ενεργειακά ο σχηματισμός υδριδίων [14],[15]. Το ανωτέρω φαινόμενο οφείλεται σε μια σειρά από αιτίες. Αρχικά, υψηλές συγκεντρώσεις υδρογόνου αναπτύσσονται εντός της πλαστικοποιημένης ζώνης περιμετρικά της θραύσης, ενώ ταυτόχρονα οι ίδιες καταλήγουν να ενισχύονται από το εγκλωβισμένο ατομικό και μοριακό υδρογόνο κατά μήκος της ρωγμής [14]. Εν συνεχεία, πειράματα που έγιναν από τον Vehoff και τους συνεργάτες του [15],[16] σε δοκίμια μονοκρυσταλλικού Fe - 3%Si υπό την ταυτόχρονη επιβολή τάσης, έδειξαν ότι το άκρο της ρωγμής γινόταν όλο και πιο αιχμηρό με την αντίστοιχη αύξηση της πίεσης του υδρογόνου και την ελάττωση της θερμοκρασίας. Τέλος κατάλληλα θερμοδυναμικά μοντέλα και προσομοιώσεις σε ατομική κλίμακα απέδωσαν το συμπέρασμα ότι το υδρογόνο, όταν υπερβεί τοπικά μία κρίσιμη τιμή συγκέντρωσης, οδηγεί σε εκθετική μείωση της δύναμης συνοχής μεταξύ των ατόμων [14-15]. Μια πληθώρα μοντέλων μικρομηχανικής προσέγγισης προέκυψαν από τη θεωρία της λύσης της πλεγματικής συνοχής και αυτά με τη σειρά τους επιβεβαίωσαν τα ανωτέρω πειραματικά αποτελέσματα για τις περιπτώσεις εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων τύπου IHAC (Internal Hydrogen Assisted Cracking) και HEAC (Hydrogen Environmental Assisted Cracking).

Παρόλα αυτά ο μηχανισμός της οφειλόμενης στο υδρογόνο διάσπασης του πλέγματος, αμφισβητείται εξαιτίας της αδυναμίας παρουσίασης αποδείξεων. Κυρίως δεν υπάρχει άμεση πειραματική απόδειξη ότι το διαλυμένο υδρογόνο σε ένα μεταλλικό σύστημα μειώνει τη διατομική δύναμη συνοχής ή ότι αλλάζει τις ελαστικές ιδιότητες ή ακόμη και την επιφανειακή ενέργεια του συστήματος. Το κυριότερο πρόβλημα έγκειται στο γεγονός ότι η ποσότητα του υδρογόνου που μπορεί να διαλυθεί σε ένα δοκίμιο, ώστε να μελετηθούν οι ιδιότητές του, είναι αρκετές τάξεις μεγέθους χαμηλότερη από την ελάχιστη τιμή εκείνης που απαιτείται να συγκεντρωθεί στην πλαστικοποιημένη ζώνη της ρωγμής ώστε να εκδηλωθεί το φαινόμενο της ψαθυροποίησης. Ενώ η θεωρία υποστηρίζει την επίδραση του υδρογόνου στους μεταλλικούς δεσμούς, τα πειραματικά αποτελέσματα περιορίζονται από τα μέσα που διατίθενται και από τις αναπόφευκτες προσεγγιστικές υποθέσεις που πρέπει να γίνουν.

2. Η θεωρία της ενισχυμένης τοπικής πλαστικότητας λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity-HELP)

Ο μηχανισμός HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) στηρίζεται στην ανάπτυξη εξαιρετικά εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης λόγω της παρουσίας διαλυμένου υδρογόνου εντός του εξεταζόμενου κρυσταλλογραφικού πλέγματος [18-22]. Παρότι η έννοια της ενισχυμένης πλαστικότητας δείχνει να έρχεται σε αντιπαράθεση με τον όρο ψαθυροποίηση, γίνεται εύκολα κατανοητό ότι κάτι τέτοιο δεν ισχύει αν αναλογιστούμε ότι η κατανομή του διαλυμένου υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής είναι εξαιρετικά ετερογενής [23]. Το υδρογόνο συγκεντρώνεται κυρίως στις διάφορες ατέλειες του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, όπως σε κατακρημνίσματα, μικρορωγμές, πλεγματικά κενά και στα όρια των κόκκων, οι οποίες δρουν ως σημεία παγίδευσής αυτού. Ο μηχανισμός HELP βασίζεται σε παρατηρήσεις που αναφέρουν, ότι σε ένα εύρος θερμοκρασιών και ρυθμών παραμόρφωσης, η παρουσία υδρογόνου στο στερεό διάλυμα προκαλεί μείωση της

παρεμπόδισης ως προς τη μετακίνηση των διαταραχών, οδηγώντας έτσι σε ανάπτυξη εξαιρετικά εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης. Η παραμόρφωση φαίνεται να λαμβάνει χώρα σε μια περιορισμένη περιοχή πλησίον των σημείων συγκέντρωσής του ατομικού υδρογόνου και για τάση πολύ χαμηλότερη από το όριο διαρροής του υλικού. Έτσι τελικά για το μεταλλικό σύστημα παρατηρείται σημαντική μείωση του αποδιδόμενου ορίου διαρροής [24-30]. Η εντοπισμένη πλαστική παραμόρφωση οδηγεί τελικά σε μία τοπικής μορφής αστοχία, η οποία πραγματοποιείται με όλκιμο τρόπο παρότι η μακροσκοπική παραμόρφωση παραμένει ασήμαντη. Από μακροσκοπική σκοπιά, αυτού του είδους η αστοχία παρουσιάζεται ως ψαθυρή, καθώς η μετρούμενη επιμήκυνση έως τη θραύση μειώνεται σημαντικά εν συγκρίσει με το μη ηλεκτροχημικά διεγερμένο δοκίμιο, παρά την ευδιάκριτη πλαστική παραμόρφωση που λαμβάνει χώρα σε μικροσκοπική κλίμακα [23, 31-32].

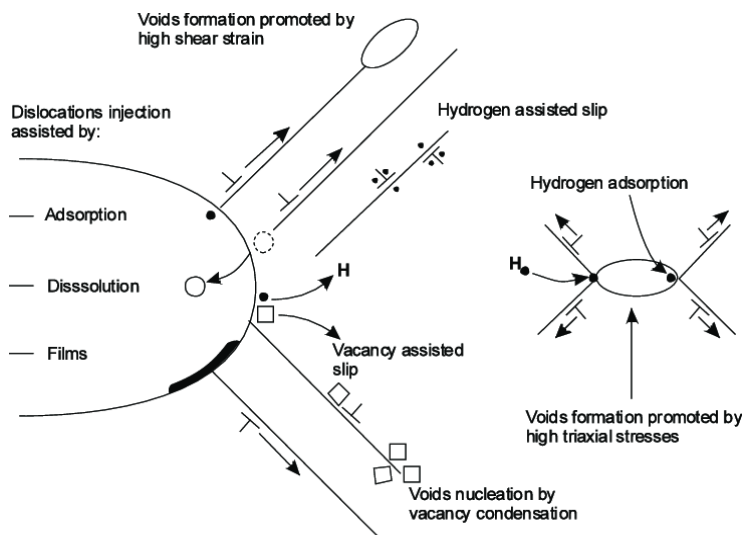
Ο Birnbaum και οι συνεργάτες του πρότειναν ότι το διαλυμένο υδρογόνο ενισχύει την κινητικότητα των διαταραχών (dislocation mobility), έχοντας ως αποτέλεσμα μια ακραία τοπική συγκέντρωση των διαταραχών. Τα δίκτυα αυτά των διαταραχών είναι ικανά να οδηγήσουν σε υποκρίσιμη μεγέθυνση της ρωγμής, η οποία μακροσκοπικά μπορεί να θεωρηθεί ως μια ένδειξη ψαθυρής αστοχίας [22,32]. Το φαινόμενο αυτό έχει παρατηρηθεί σε υψηλής αντοχής κράματα αλουμινίου, καθαρό νικέλιο, σίδηρο, ωστενιτικούς ανοξειδωτους χάλυβες και μονοφασικά κράματα τιτανίου. Ο μηχανισμός HELP διαφέρει από εκείνον της AIDE καθώς η κινητικότητα των διαταραχών ενισχύεται λόγω της συγκέντρωσης του ατομικού υδρογόνου στον πυρήνα των διαταραχών, φέροντας ως αποτέλεσμα τη μείωση της ελαστικής ενέργειας αλληλεπίδρασης μεταξύ των κινούμενων δικτύων διαταραχών (Elastic shielding of stress centres / H-Shielding) [32-33]. Καθώς το υδρογόνο μειώνει την ενέργεια αλληλεπίδρασης, μειώνεται αντίστοιχα και η απαιτούμενη τάση για τη μετακίνηση των διαταραχών, με αποτέλεσμα να ενισχύεται τοπικά η πλαστικότητα. Σύμφωνα με τη θεώρηση αυτή η παρουσία του υδρογόνου σε στερεά διαλύματα περιορίζει τα σημεία πείδησης που αφορούν στη μετακίνηση των διαταραχών και κατά συνέπεια αυξάνει το ποσοστό της παραμόρφωσης που λαμβάνει χώρα σε τοπική κλίμακα, ακριβώς δίπλα από την επιφάνεια θραύσης. Αυτή η οφειλόμενη στο υδρογόνο τοπική πλαστικότητα αποδίδεται στην παρουσία μιας ατμόσφαιρας με υψηλή συγκέντρωση σε υδρογόνο περιμετρικά από τις διαταραχές (ατμόσφαιρα Cottrell), η οποία απομονώνει την περιοχή αυτή και εμποδίζει την αλληλεπίδρασή της με άλλα ελαστικά κέντρα (όπως αποτελούν τα μεμονωμένα άτομα, τα γειτνιάζοντα δίκτυα διαταραχών κ.α). Αν και ο μηχανισμός αυτός υποστηρίζει ότι η διαδικασία της θραύσης ξεκινάει από μια τοπική πλαστική αστοχία σε μικροσκοπικό επίπεδο, η ψαθυροποίηση αποδίδεται μακροσκοπικά στη συνολική μείωση της όλκιμότητας. Σε ότι αφορά στην παρατηρούμενη μείωση της όλκιμότητας, αυτή μπορεί να ερμηνευθεί μέσω ενός μηχανισμού παρεμπόδισης της ολίσθησης (slip traces) που εξελίσσεται περιμετρικά των περιοχών εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης. Πιο αναλυτικά, η ενίσχυση της κινητικότητας των διαταραχών λόγω της παρουσίας του υδρογόνου και η συνεπαγόμενη διευκόλυνση της πλαστικής διαρροής, ευνοεί την τοπική ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κατά μήκος των επιπέδων ολίσθησης, για επιβαλλόμενο πεδίο τάσεων πολύ χαμηλότερο από την απαιτούμενη τάση γενικής διαρροής του υλικού (slip localization). Αυτό έχει ως αποτέλεσμα το υλικό γύρω από την εντοπισμένη αστοχία, που δεν έχει διαρρεύσει ακόμα, να προβάλλει ένα ισχυρό εμπόδιο στην ολίσθηση, οδηγώντας έτσι στην ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στη δεδομένη περιοχή συνεύρεσης του πλαστικοποιημένου και του μη παραμορφωμένου υλικού. Η δημιουργία ρωγμών οδηγεί μονοσήμαντα σε πτώση της όλκιμότητας του μεταλλικού συστήματος.

Αυτός ο μηχανισμός αστοχίας έχει αναφερθεί ως πιθανά συμβαλλόμενος για μια πληθώρα υλικών με διαφορετικά κρυσταλλογραφικά πλέγματα και έχει επιβεβαιωθεί ότι μέσω αυτού μπορεί να εξηγηθεί γενικά η αλληλεπίδραση μεταξύ των μετώπων διάχυσης υδρογόνου και των παραμορφωσιακών πεδίων. Τα πρώτα στοιχεία που ενισχύουν την ύπαρξη του μηχανισμού αυτού είναι η επί τόπου παρατήρηση δοκιμών σε υψηλής αναλυτικής ικανότητας ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης, τα οποία υπόκεινται σε πλαστική παραμόρφωση τόσο σε θάλαμο κενού όσο και σε περιβάλλον εμπλουτισμένο σε υδρογονοκατιόντα [32]. Τέτοιου είδους πειράματα απέδωσαν ιδιαίτερα αυξημένα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης διαταραχών, καθώς και ενίσχυση της κινητικότητάς τους εξαιτίας της παρουσίας του υδρογόνου. Σε περιπτώσεις επίδρασης διαβρωτικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε υδρογόνο η διάδοση της ρωγμής πραγματοποιείται σε σημαντικά χαμηλότερα εφαρμοζόμενα εντατικά πεδία. Για παράδειγμα μια ανενεργή ρωγμή, σχηματισμένη σε περιβάλλον κενού, αρχίζει να διαδίδεται και να διευρύνεται μετά από την προσθήκη περιβάλλοντος υδρογόνου στο μικροσκόπιο. Αυτές οι ρωγμές μετακινούνται τόσο κατά μήκος των ορίων των κόκκων όσο και σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές του πλέγματος που βρίσκονταν πλευρικά των ορίων όπου παρατηρείται συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου. Το φαινόμενο αυτό εντείνεται όταν στο στερεό διάλυμα συμμετέχουν σε μη αμελητέα ποσοστά στοιχεία όπως το S και το Ni.

Μελέτες που αφορούν στην επίδραση του υδρογόνου για δοκίμια κοινού ανθρακούχου χάλυβα απέδωσαν συνολικά μειωμένη τάση ροής (flow - stress) και μεταβαλλόμενη ευαισθησία ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης, εξαιτίας του διαλυμένου υδρογόνου. Παρόλα αυτά, η επίδραση του υδρογόνου στην σκλήρυνση παρουσιάζει αντικρουόμενα αποτελέσματα για τα ίδια κράματα και βρίσκεται υπό καθεστώς συζήτησης για τις τυχόν παρατηρούμενες διαφορές που επαφίονται στον τρόπο διεξαγωγής των πειραμάτων. Πιο συγκεκριμένα, παρά την ύπαρξη πολυάριθμων μελετών που υποστηρίζουν την ενίσχυση της κινητικότητας των διαταραχών λόγω της επίδρασης του ατομικού υδρογόνου στο μεταλλικό πλέγμα, σε μία μεγάλη μερίδα ερευνών δεν παρατηρείται μαλάκυνση του υλικού όπως είναι το λογικά αναμενόμενο αλλά αντίθετα το όριο διαρροής δείχνει να αυξάνεται ελαφρώς ή να παραμένει ανεπηρέαστο [34-37]. Δύο είναι οι σημαντικότεροι παράγοντες που οδηγούν σε ευδιάκριτη διαφοροποίηση μεταξύ των πειραμάτων που παρουσιάζουν μείωση του ορίου διαρροής και εκείνων που παρουσιάζουν αύξηση. Μείωση του ορίου διαρροής λόγω της παρουσίας υδρογόνου προκύπτει κατά πρώτον για δοκιμές εφελκυσμού στις οποίες εφαρμόζεται πολύ χαμηλός ρυθμός παραμόρφωσης και κατά δεύτερον για πειράματα στα οποία οι συνθήκες εισαγωγής του ατομικού υδρογόνου στην προς εξέταση δομή είναι τέτοιες ώστε να μην προκαλείται καμία βλάβη ή καταπόνηση στο δοκίμιο. Ο δεύτερος παράγοντας κρίνεται ως εξέχουσας σημασίας, καθώς οι συνήθεις συνθήκες καθοδικής φόρτισης προκαλούν υπερκορεσμό της μητρικής δομής σε υδρογόνο, εισάγοντας εξαιρετικά υψηλές συγκεντρώσεις αυτού ειδικά στα επιφανειακά στρώματα. Αποτέλεσμα των ανωτέρω είναι η ανάπτυξη πεδίων υψηλής συγκέντρωσης τάσεων και πιέσεων στις επιφανειακές στιβάδες των δοκιμών. Το παραπάνω συνεπάγεται συνεχή παραμόρφωση, η οποία οδηγεί σε σκλήρυνση των επιφανειακών αυτών στρωμάτων επισκιάζοντας την πτώση του ορίου διαρροής (που οφείλεται στην αύξηση της κινητικότητας των διαταραχών) (Εικόνα 17)[33].

Ενώ τα μέχρι τώρα στοιχεία μπορούν να επιβεβαιώσουν ότι το υδρογόνο επιδρά στις διαταραχές και επηρεάζει την πλαστική ροή, το θέμα παραμένει ανοιχτό καθώς η υψηλή συγκέντρωση υδρογόνου, ο ρυθμός επιβολής της φόρτισης και ο υποβαθμισμένος μηχανικά χαρακτήρας της ζώνης πλαστικοποίησης στην κορυφή της ρωγμής, δεν μπορούν να προσομοιωθούν με ακρίβεια σε

πειράματα μονοαξονικής καταπόνησης. Ο μηχανισμός HELP λοιπόν τίθεται υπό αμφισβήτηση εξαιτίας της έλλειψης επιπλέον αποδεικτικών στοιχείων. Οι μελέτες μέσω χρήσης TEM πραγματοποιούνται σε λεπτά φύλλα (<200 nm) τα οποία χαρακτηρίζονται από ικανοποιητική αναλογία της επιφάνειας του δοκιμίου ως προς το μήκος μετακίνησης των διαταραχών. Η επίδραση αυτή από τις επιφανειακές στιβάδες του δοκιμίου μπορεί να καταστεί ακόμα μεγαλύτερη λόγω του φαινομένου της διαφυγής ιόντων υδρογόνου, η οποία αποδίδεται στη διάσπαση του μοριακού υδρογόνου από τη δέσμη ηλεκτρονίων μέσα στο θάλαμο του μικροσκοπίου.

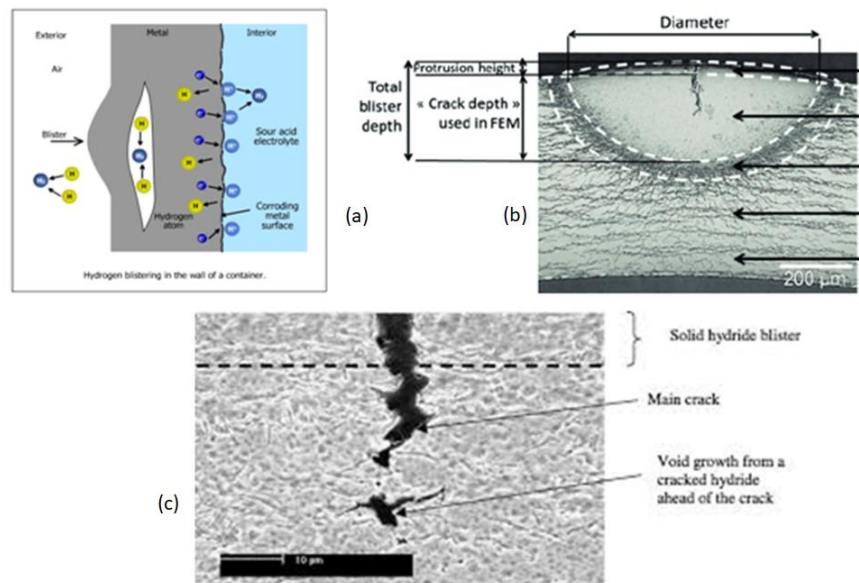


Εικόνα 17: Περιγραφική αποτύπωση μηχανισμού HELP

3. Η θεωρία της εσωτερικής πίεσης (Internal Pressure Theory)

Η παρατηρούμενη υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων μετάλλων και κραμάτων εξαιτίας της ψαθυροποίησής τους λόγω της παραμονής τους εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος μπορεί να αποδοθεί σε έναν επιπρόσθετο μηχανισμό ψαθυροποίησης που απαντάται στη βιβλιογραφία ως Hydrogen Induced Cracking (HIC). Ο μηχανισμός αυτός στηρίζεται στη δημιουργία εντός της δομής κοιλιοτήτων υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου που αποτελούν πεδία ανάπτυξης υψηλών εσωτερικών πιέσεων (Internal Pressure Theory). Η θεωρία της εσωτερικής πίεσης εξηγεί το φαινόμενο του HIC σε περιβάλλοντα υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου, όπως περιβάλλοντα αερίου υψηλής πίεσης ή σε ακραίες συνθήκες καθοδικής φόρτισης. Στη διεθνή ερευνητική κοινότητα υποστηρίζεται ότι ο μηχανισμός HIC προκύπτει από το σχηματισμό φυσαλίδων (blisters) αερίου υδρογόνου υψηλής πίεσης σε εσωτερικά κενά και μικρορωγμές [38-40]. Κατά την έκθεση ενός κράματος σε υδρογονωμένο περιβάλλον, το ατομικό υδρογόνο απορροφάται από το μέταλλο και διαχέεται μέσα στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα αυτού. Η κίνηση μπορεί να διακοπεί από την παρεμβολή μικροδομικών ασυνεχειών, όπως αποτελούν τα πλεγματικά κενά, οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, τα όρια κόκκων χαμηλής και υψηλής γωνίας, καθώς και μικρορωγμές, που λειτουργούν ως συστηματικές παγίδες συσσώρευσης [41]. Σε αυτές τις τοπολογίες, το ατομικό υδρογόνο μπορεί να επανασυνδεθεί προς σχηματισμό μοριακού υδρογόνου, το οποίο είναι δύσκολο να μεταναστεύσει, οδηγώντας έτσι σε πολύ υψηλά πεδία εσωτερικών πιέσεων [42]. Ως αποτέλεσμα των ανωτέρω

επέρχεται ο σχηματισμός υπερσυμπιεσμένων κοιλοτήτων αερίου, οι οποίες προκαλούν πλαστική παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και προάγουν το σχηματισμό ρωγμών. Εάν η εσωτερική πίεση ανέλθει σε επίπεδα που υπερβαίνουν την αντοχή σε εφελκυσμό, αρχίζει η ανάπτυξη και η διάδοση ρωγμών, ακόμη και χωρίς την παρουσία εξωτερικά επιβαλλόμενων φορτίων. Η εσωτερική πίεση προσωρινά ανακουφίζεται λόγω της διάδοσης της ρωγμής, η οποία λαμβάνει χώρα με ασυνεχή τρόπο. Απόδειξη των προαναφερθέντων αποτελεί η παρατήρηση κυματοειδών μικρορωγμών κάθετα προς την κατεύθυνση διάδοσης της κύριας ρωγμής στην επιφάνεια θραύσης μιας φυσαλίδας [43-44]. Στο αμέσως επόμενο στάδιο οι μικρορωγμές διαδίδονται περαιτέρω και συνδέονται μεταξύ τους (crack coalescence), δημιουργώντας μια σειρά δικτύων ρωγμών βηματικής μορφής (stepwise cracking) [Timminsetal, 1996]. Όταν το παραπάνω φαινόμενο λαμβάνει χώρα κοντά στην επιφάνεια του δείγματος αναφέρεται ως blistering. Η υψηλή πίεση ωθεί το υλικό προς την επιφάνεια, με αποτέλεσμα το σχηματισμό ενός συνεχούς επιφανειακού στρώματος φυσαλίδων [45]. Η δημιουργία φυσαλίδων συμβαίνει κυρίως σε χαμηλής αντοχής κράματα, όταν το ατομικό υδρογόνο είτε επανασηματίζει μοριακό υδρογόνο, ελαττώνοντας τη δυνατότητα πλαστικής παραμόρφωσης, είτε δημιουργεί εύθραυστα χονδροκρυσταλλικά υδρίδια. Η πίεση του μοριακού υδρογόνου μπορεί να λάβει τόσο υψηλές τιμές ώστε να πραγματοποιηθεί εντοπισμένη πλαστική παραμόρφωση του κράματος, με αποτέλεσμα τη δημιουργία μίας φυσαλίδας η οποία συχνά διαρρηγνύεται. Φυσαλίδες εμφανίζονται συνήθως σε χαμηλής αντοχής χάλυβες, οι οποίοι έχουν εκτεθεί σε επιθετικό διαβρωτικό περιβάλλον ή έχουν υποστεί αποξείδωση. Επειδή το μοριακό υδρογόνο όπως προαναφέρθηκε δε μπορεί να διαχυθεί, η συγκέντρωση και η πίεση μέσα στο κενό αυξάνονται. Η πίεση ισορροπίας μεταξύ του μοριακού υδρογόνου σε επαφή με το κρυσταλλογραφικό πλέγμα είναι μερικές εκατοντάδες χιλιάδες ατμόσφαιρες, τιμή που αρκεί για τη καταστροφή όλων των τεχνολογικών υλικών που βρίσκουν εφαρμογή στη κατασκευή σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαίου και υδρογονανθράκων (Εικόνα 18).



Εικόνα 18: (α) Απεικόνιση μηχανισμού ανάπτυξης φυσαλίδων υδρογόνου (blisters), (b,c) Απόδοση του τρόπου έναρξης - διάδοσης της θραύσης περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης υδριδίων εντός της μητρικής περιοχής μαρτενσιτικού ανοξειδωτού χάλυβα.

4. Η θεωρία της έκλυσης διαταραχών εξαιτίας προσρόφησης υδρογόνου (Adsorption Induced Dislocation Emission-AIDE)

Σε αντίθεση με το μηχανισμό HEDE, ο Lynch [46-47], ισχυρίστηκε ότι η χαλάρωση των μεταλλικών δεσμών από το υδρογόνο έχει ως αποτέλεσμα την εκπομπή διαταραχών από τις επιφάνειες του άκρου της ρωγμής. Ο μηχανισμός αυτός αποδίδει κυρίως τη διάδοση της ρωγμής υπό την παρουσία υδρογόνου στη συγκεντρωτική αυτή έκλυση διαταραχών, ακριβώς μπροστά από το άκρο της ρωγμής και κατά μήκος των διασταυρούμενων επιπέδων ολίσθησης. Τα διασταυρούμενα αυτά επίπεδα ολίσθησης ευνοούν τη δημιουργία και την προώθηση ρωγμών με ισχυρά γωνιώδεις απολήξεις, σε αντίθεση με την παρατηρούμενη άμβλυση του άκρου της ρωγμής σε περίπτωση απουσίας υδρογόνου. Κατά τη μηχανική φόρτιση εκκινείται ένας μηχανισμός πλαστικοποίησης στο άκρο της ρωγμής, ο οποίος μπορεί να έχει ως αποτέλεσμα το σχηματισμό μικροκενών, με ή και χωρίς την επίδραση του υδρογόνου. Η συνένωση των κενών (micro void coalescence) ενισχύει την προχώρηση της ρωγμής αλληλεπιδρώντας με τις γεινιάζουσες ταινίες ολίσθησης (slip bands) κατά τη διάρκεια της έκλυσης διαταραχών στο άκρο της ρωγμής. Η επιφάνεια της ρωγμής πρέπει να αντανακλά αυτή τη διαδικασία προχώρησης και να περιέχει χαρακτηριστικά έδρας (facet – like) παράλληλα με το επίπεδο που τέμνει τα επίπεδα ολίσθησης στη κορυφή της ρωγμής. Ταυτόχρονα, συνεργιστικά επιδρά και η εμφάνιση υψηλής συγκέντρωσης μικροκενών. Τα κενά αυτά χαρακτηρίζονται από μέγεθος που είναι αρκετά μικρότερο σε σχέση με εκείνο που δημιουργείται από εγκλείσματα ή κατακρημνίσματα κατά τη θραύση χωρίς υδρογόνο. Η περικρυσταλλική μορφή ρωγμάτωσης (intergranular cracking) είναι αποτέλεσμα επιλεκτικής προσρόφησης του υδρογόνου κατά μήκος της γραμμής συνάντησης του ορίου του κόκκου και του μετώπου της ρωγμής, ενώ ταυτόχρονα πιθανολογείται ότι ενισχύεται και από μια υψηλότερη συγκέντρωση κατακρημνισμάτων κατά μήκος των ορίων των κόκκων [Lynchetal, 1988]. Ο μηχανισμός αυτός αστοχίας ευνοείται περισσότερο στην περίπτωση εκδήλωσης του φαινομένου HEAC (Hydrogen Environmental Assisted Cracking), ενώ θα μπορούσε ακόμα να συμβεί και κατά τη διάρκεια του φαινομένου IHAC (Internal Hydrogen Assisted Cracking), λόγω της παρουσίας υδρογόνου στο άκρο της ρωγμής. Ο Beachem [18] απέδειξε θεωρητικά ότι η αλληλεπίδραση μεταξύ δικτύων διαταραχών – ατομικού υδρογόνου στους χάλυβες προκαλεί την διευκόλυνση της μετακίνησης αυτών ή ακόμη μπορεί να οδηγήσει και στη δημιουργία επιπρόσθετων διαταραχών ακμής, φέροντας ως συνέπεια τη χαλάρωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Επιπρόσθετα η συσσώρευση υδρογόνου στο πλέγμα σε συγκεντρώσεις υψηλότερες από μια κρίσιμη τιμή, ακριβώς μπροστά από το άκρο της ρωγμής, θεωρείται ότι επιβροητά τη διαδικασία της μικροπλαστικής παραμόρφωσης. Παρατηρώντας τις ομοιότητες και τις διαφορές μεταξύ των μηχανισμών της ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου (hydrogen induced cracking, HIC), της εργοδιάβρωσης (stress corrosion cracking, SCC) και της προκαλούμενης ψαθυροποίησης από την προσρόφηση υγρού μετάλλου σε διάφορα κραματικά συστήματα, ο Lynch [46] παρέθεσε την άποψη ότι το φαινόμενο HIC εκδηλώνεται μόνο κατά τη περίπτωση όπου η προσρόφηση του υδρογόνου πραγματοποιείται στην κορυφή της ρωγμής. Στο μοντέλο του Lynch το προσροφημένο υδρογόνο αναμένεται να κάνει πιο αδύναμους τους δεσμούς μεταξύ των ατόμων, διευκολύνοντας έτσι τη δημιουργία πεδίων πυρηνοποίησης νέων διαταραχών στην κορυφή της ρωγμής. Το μοντέλο αυτό είναι παρόμοιο με αυτό του Beachem αλλά διαφέρει ως προς το σημείο όπου εκδηλώνεται το αποτέλεσμα της επίδρασης του υδρογόνου.

Επιπλέον, ο Lynch υποστήριξε ότι ο πολύ γρήγορος ρυθμός διάδοσης της ρωγμής da/dt , που αναφέρθηκε στην περίπτωση εκδήλωσης του μηχανισμού HEAC για υψηλής αντοχής κράματα, εξηγείται μόνο μέσω της ψαθυροποίησης της επιφάνειας, όπως περιγράφεται δηλαδή και στον μηχανισμό AIDE. Τα παραπάνω στοιχεία έρχονται σε πλήρη αντίθεση αναφορικά με ότι παρατηρείται στη ρωγμάτωση λόγω του μηχανισμού HEDE, όπου οι περιοχές που έχουν ψαθυροποιηθεί από το υδρογόνο βρίσκονται μέσα στην ζώνη πλαστικοποίησης περιμετρικά της κορυφής της ρωγμής. Τέλος στη διεθνή ερευνητική κοινότητα παρατίθενται υπολογισμοί ατομικής κλίμακας που αποδεικνύουν ότι η λύση της συνοχής των ατομικών δεσμών του πλέγματος λόγω της διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου, μπορεί να αποτελέσει τεκμήριο ταυτόχρονα τόσο για το μηχανισμό της AIDE όσο και για το μηχανισμό της HEDE [48].

5. Η θεωρία σχηματισμού υδριδίων (Hydride Formation Theory)

Έχει διαπιστωθεί πειραματικά ότι πολλά μεταλλικά συστήματα παρουσιάζουν ψαθυροποίηση από υδρογόνο λόγω του σχηματισμού υδριδίων ή άλλων σχετικά εύθραυστων φάσεων, οι οποίες οδηγούν σε τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και έναρξη ρωγμάτωσης [49-54]. Αρκετά είδη φάσεων και μικρογραφικών συστατικών μπορούν να λάβουν μέρος σε αυτόν τον μηχανισμό αστοχίας όπως για παράδειγμα καρβίδια, ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, μαρτενσιτικές ή/και μπαινιτικές δομές (κυρίως μετασταθή προϊόντα διατμησιακών μετασχηματισμών με γωνιώδη μορφολογία)[55-57],[59-62]. Βασική απαίτηση αποτελεί η απουσία δυνατότητας μετασχηματισμού των ανωτέρω φάσεων υπό τη συνδυασμένη επίδραση υδρογόνου και διαβαθμισμένου τασικού πεδίου, ενώ επίσης αναγκαία καθίσταται και η ταυτόχρονη ύπαρξη ψαθυροποιητικού χαρακτήρα [59-60]. Το τυπικό μεταλλουργικό σύστημα το οποίο παρουσιάζει αστοχία μέσω αυτού του μηχανισμού φαίνεται να σχηματίζει θερμοδυναμικά σταθερά υδρίδια απουσία εφαρμοζόμενης τάσης, ενώ ακόμη τα υδρίδια χαρακτηρίζονται από πλήρη θερμοδυναμική ισορροπία κάτω από συνθήκες υψηλής πίεσης και ενισχυμένης διαλυτότητας του υδρογόνου στο άκρο της ρωγμής [58,61-62]. Το γεγονός αυτό είναι εξέχουσας σημασίας καθώς σε περιπτώσεις πολύ χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης διατίθεται επαρκής χρόνος ώστε η διάχυση του υδρογόνου εντός της εξεταζόμενης κρυσταλλογραφικής δομής να συνεχίζεται και κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης. Έτσι η ανακατανομή των διαλυμένων ατόμων υδρογόνου οδηγεί σε αυξημένη συγκέντρωση αυτών στο άκρο των αναπτυσσόμενων ρωγμών, όπου η ταυτόχρονη συσσώρευση των τασικών πεδίων ευνοεί την πυρηνοποίηση νέων ομάδων φάσεων υδριδίων.

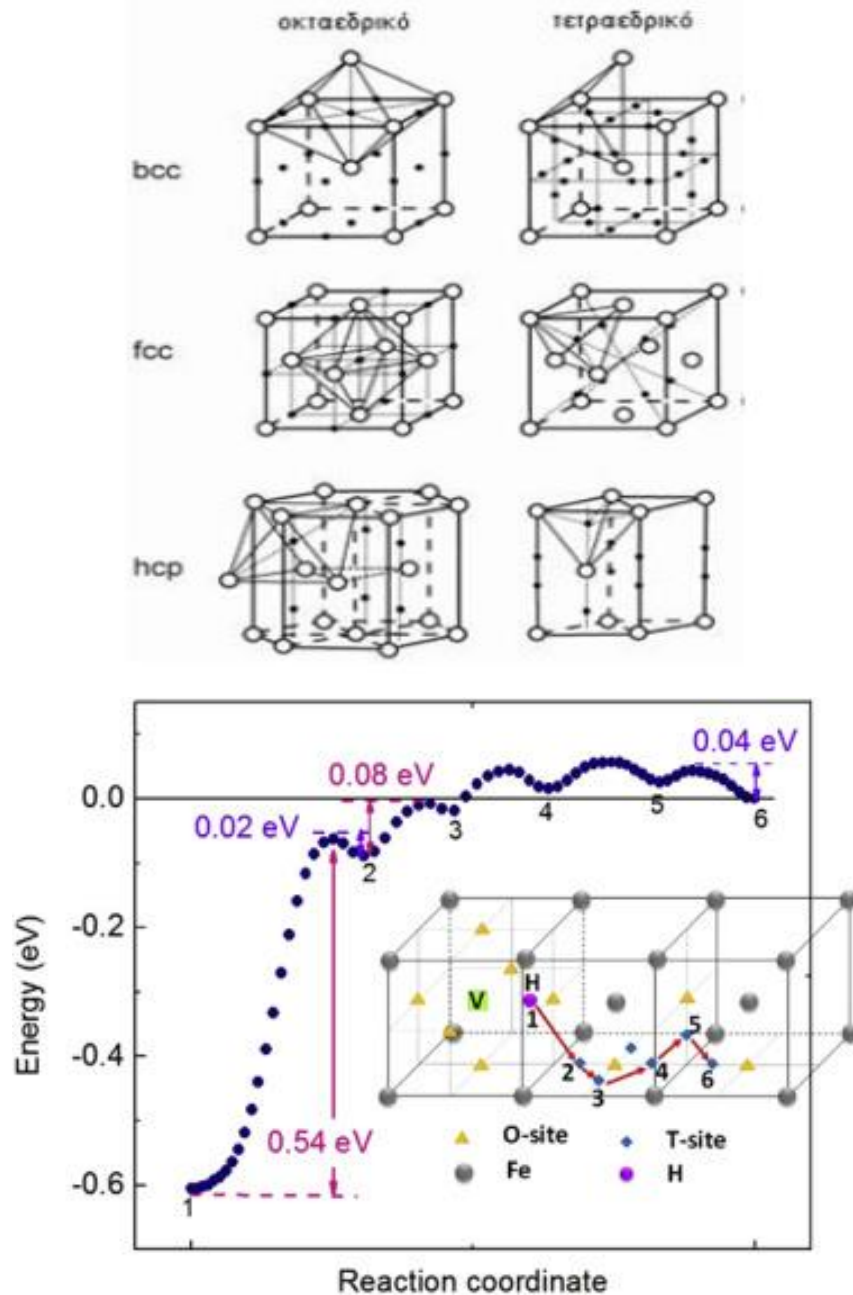
Η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου μέσω του σχηματισμού υδριδίων (ή στερεών διαλυμάτων υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα) παρατηρείται σε συνθήκες όπου τα υδρίδια μπορούν να σχηματιστούν με ικανοποιητικό ρυθμό (χημική κινητική), έτσι ώστε να αποφευχθούν άλλες μορφές αστοχίας (όπως δηλαδή συμβαίνει σε πολύ έντονες συνθήκες καθοδικής φόρτισης και χαμηλό ρυθμό παραμόρφωσης). Επιπρόσθετα στα κραματικά αυτά συστήματα είναι δυνατόν να παρατηρηθεί όλκιμος τύπος θραύσης εάν ο ρυθμός παραμόρφωσης είναι αυξημένος ή εάν η θερμοκρασία χαρακτηρίζεται ως μειωμένη (αφού και οι δύο αυτοί παράγοντες για περιβάλλον υδρογόνου ενισχύουν την όλκιμη θραύση κατά την αστοχία) [63]. Το παραπάνω φαινόμενο έρχεται σε πλήρη αντίθεση με ότι συμβαίνει σε μεταλλικά συστήματα τα οποία υφίστανται εφελκυστική καταπόνηση χωρίς τη χημική επίδραση διαβρωτικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε υδρογόνο.

Ο μηχανισμός ψαθυροποίησης μπορεί να περιγραφεί ποιοτικά ως ακολούθως: Κάτω από την εφαρμοζόμενη τάση το χημικό δυναμικό του διαλυμένου υδρογόνου και των υδριδίων μειώνεται στα σημεία συγκέντρωσης των εφελκυστικών τάσεων, όπως αποτελούν τα άκρα των ρωγμών. Κατ' αυτό τον τρόπο σε ένα αμέσως επόμενο στάδιο επιταχύνεται η διάχυση του ατομικού υδρογόνου επί των ελαστικών ιδιομορφιών και ευνοείται η κατακρήμνιση νέων υδριδίων στα άκρα των ρωγμών. Ο σχηματισμός υδριδίων συνοδεύεται από μείωση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης με αποτέλεσμα την ενίσχυση της διάδοσης των ρωγμών, καθώς τα υδρίδια αποτελούν εύθραυστες φάσεις. Επιπρόσθετα οι ιδιαίτερα μειωμένες τοπικά τιμές του K_{Ic} λόγω του διαλυτοποιημένου υδρογόνου ευνοούν την ταχεία διάδοση των ρωγμών ακόμα και όταν η εφαρμοζόμενη τάση αυξάνεται ελάχιστα. Συνέπεια των ανωτέρω αποτελεί το γεγονός ότι η διάδοση της ρωγμής πραγματοποιείται μέσω διατμητικής απόσχισης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος έως ότου να μην υφίσταται πλέον φυσικοχημικός κορεσμός στο σύστημα υδρίδιο - στερεό διάλυμα μητρικής φάσης. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται ως έχει καταλήγοντας σε ασυνεχή ανάπτυξη ρωγμών, μέσω της θραύσης των υπάρχοντων υδριδίων και τον διαρκή επανασηματισμό νέων ομάδων στο άκρο των ρωγμών (υπό τη συνεργιστική δράση της συσσώρευσης των τάσεων και της ανακατανομής του διαλυμένου υδρογόνου στη μητρική περιοχή) [23].

6. Η θεωρία της “επίθεσης” υδρογόνου για υψηλά θερμοκρασιακά πεδία (High Temperature Hydrogen Attack - HTHA)

Η θεωρία αυτή σχετίζεται με την παρατηρούμενη ψαθυροποίηση των χαλύβων και ιδίως των χαλύβων χαμηλής κραμάτωσης - υψηλής αντοχής, όταν εκείνοι εκτίθενται σε περιβάλλον υδρογόνου απουσία υγρασίας, υπό την ταυτόχρονη επίδραση υψηλού θερμοκρασιακού πεδίου. Κάτω από αυτές τις συνθήκες επέρχεται διάσπαση του μοριακού υδρογόνου σε ατομικό, το οποίο στη συνέχεια ωθείτε στο εσωτερικό του χάλυβα λόγω της υψηλής θερμοκρασίας και πίεσης. Εν συνεχεία το ατομικό υδρογόνο αντιδρά με τα μετασταθή καρβίδια του χάλυβα προς σχηματισμό αερίου μεθανίου, το οποίο συγκεντρώνεται στα όρια των κόκκων ελαττώνοντας τις δυνάμεις συνοχής και οδηγώντας τελικά σε περικρυσταλλική ρωγμάτωση και θραύση (intergranular cracking). Ο μηχανισμός αυτός δεν θα αναλυθεί περισσότερο στα πλαίσια του παρόντος ερευνητικού έργου, δεδομένου ότι δεν αποτελεί κυρίαρχο ψαθυροποιητικό φαινόμενο για το πεδίο λειτουργικών συνθηκών που απαντάται στις σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων [64-65].

- Η κατανομή του υδρογόνου σε κρυσταλλογραφικά πλέγματα με διαφορετικό αριθμό συνδιάταξης (CN) και αριθμό ατομικής πλήρωσης (APF)



Εικόνα 18: Χωροταξική διεύθυνση των ατόμων υδρογόνου σε τετραεδρικές και οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής του χωροκεντρωμένου κυβικού, του εδροκεντρωμένου κυβικού και του εξαγωνικού πλέγματος.

Το ατομικό υδρογόνο καταλαμβάνει στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα το κέντρο των τετραέδρων (T) ή/και των οκταέδρων (O) τα οποία σχηματίζονται από ένα άτομο του μεταλλικού πλέγματος και άλλων τριών ή επτά (αντίστοιχα) εγγύτατων γειτονικών ατόμων. Το ατομικό υδρογόνο εντάσσεται σε ενδοπλεγματικά πεδία και απωθεί τα μεταλλικά άτομα ασκώντας τεράστιες πιέσεις σε περιοχές γύρω από αυτό, προκαλώντας έτσι τη συνεχή διεύρυνση του πλέγματος. Η διεύρυνση αυτή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος χαρακτηρίζεται ως ισότροπη για τις εδροκεντρωμένου κυβικού τύπου

δομές FCC (οι οποίες έχουν αριθμό συνδιάταξης 12 και αριθμό ατομικής πλήρωσης 0.74), κάτι το οποίο δεν παρατηρείται και για τις χωροκεντρωμένους κυβικού τύπου δομές BCC (οι οποίες έχουν αριθμό συνδιάταξης 8 και αριθμό ατομικής πλήρωσης 0.68). Τα παραμορφωσιακά πεδία λόγω της διεύθυνσης του ατομικού υδρογόνου στις FCC δομές έχει αποδειχθεί ότι κατανέμονται ισότροπα, ενώ για τις BCC κρυσταλλογραφικές διατάξεις τα ίδια μικροπλαστικά πεδία λαμβάνουν ανισότροπη κατανομή με μη συμμετρική γεωμετρία (Εικόνα 18) [70,75].

Επιπρόσθετα αξίζει να σημειωθεί ότι τα άτομα υδρογόνου στις θέσεις που καταλαμβάνουν δεν παραμένουν ακίνητα αλλά εκτελούν και αυτά όπως και τα μεταλλικά άτομα του κρυσταλλογραφικού πλέγματος θερμική κίνηση γύρω από τη θέση ισορροπίας τους (φωνονική ταλάντωση). Είναι γνωστό ότι οι οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής σε αντίθεση με τις τετραεδρικές χαρακτηρίζονται ως περισσότερο ευρύχωρες και έχουν υψηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης κρυσταλλογραφικής αποσύνδεσης των ιόντων υδρογόνου από τα υδρογονωμένα πλεγματικά κενά (V-Hclusters). Για το λόγο αυτό θεωρείται ότι επιφέρουν και υψηλότερο βαθμό πέδησης ως προς τη περαιτέρω μετανάστευση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλικού πλέγματος, η οποία πραγματοποιείται μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (hydrogen migration by hopping mechanism) [70-74]. Κατ' αυτό τον τρόπο η διάχυση του ατομικού υδρογόνου στις FCC δομές καθίσταται θερμοδυναμικά και κινητικά δυσκολότερη έναντι αυτής των BCC δομών, καθώς οι πρώτες χαρακτηρίζονται από περισσότερες οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής έναντι των τετραεδρικών [78-79].

➤ **Αποφυγή της εκδήλωσης του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου**

Για την εμφάνιση του φαινομένου της ψαθυροποίησης εξαιτίας του υδρογόνου σε συγκολλημένα δοκίμια είναι αναγκαία η συνέργεια των ακόλουθων παραγόντων [76-80]

1. Παρουσία υδρογόνου στο μέταλλο συγκόλλησης
2. Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη ή μέρος του Μετάλλου Συγκόλλησης με μικροδομή επιδεικτική στη ρωγμάτωση από υδρογόνο
3. Εφέλκυστικές τάσεις στην περιοχή της συγκόλλησης
4. Θερμοκρασιακό εύρος λειτουργίας από -100 έως 200°C.

Δεδομένου ότι η εκδήλωση της ψαθυροποίησης προϋποθέτει τη συνύπαρξη των ανωτέρω βασικών παραγόντων, ο έλεγχος ενός ή περισσότερων από αυτούς δύναται να μειώσει την επιδεικτικότητα των συγκολλήσεων σε αυτό το είδος διάβρωσης. Τα κύρια προληπτικά μέτρα για τη αποφυγή της ψαθυροποίησης από υδρογόνο είναι τα ακόλουθα:

1. Η χρήση διεργασιών και αναλωσίμων χαμηλής περιεκτικότητας σε υδρογόνο
2. Η χρήση εναλλακτικών μετάλλων προσθήκης (π.χ. ωστενιτικά ηλεκτρόδια)
3. Ο έλεγχος της προσδιόμενης θερμότητας
4. Η εφαρμογή προθέρμανσης / pre-weld heat treatment (συμπεριλαμβανομένου του ελέγχου για τη διασφάλιση της σωστής θερμοκρασίας μεταξύ των διαδοχικών περασμάτων συγκόλλησης / inter-pass temperature)
5. Η θερμική κατεργασία μετά το πέρας της συγκόλλησης / post-weld heat treatment

Για παράδειγμα στους υποευθηκτοειδείς κοινούς ανθρακούχους χάλυβες η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου πλησίον του βασικού μετάλλου αποδίδεται στην υψηλή περιεκτικότητα του δεδομένου κραματικού συστήματος σε άνθρακα ή σε θείο. Για την αποφυγή αυτής απαιτείται η χρήση ηλεκτροδίων με χαμηλή περιεκτικότητα σε υδρογόνο, η προθέρμανση σε υψηλές θερμοκρασίες και η επαρκής διείσδυση μέσω της χρήσης υψηλών τιμών ρεύματος και μεγάλης διαμέτρου ηλεκτροδίων [79,81-86,89].

Το βασικό πρόβλημα στην ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου είναι η δυσκολία και πολλές φορές η αδυναμία ανίχνευσης των ρωγμών λόγω της καθυστερούμενης ανάπτυξής τους. Ο έλεγχος για τον εντοπισμό τους θα πρέπει να αποφεύγεται να πραγματοποιείται ακριβώς μετά το πέρας της συγκόλλησης, αλλά ταυτόχρονα θα πρέπει να λαμβάνει χώρα εντός ενός εύλογου χρονικού διαστήματος (ειδικά στην περίπτωση συγκολλημένων κατασκευών οι οποίες πρόκειται να δεχθούν εξωτερικές τάσεις όταν τεθούν σε λειτουργία) [80,87-88]. Επίσης πολλές από τις ρωγμές δεν εκτείνονται ως την επιφάνεια και δε μπορούν να εντοπιστούν με μεθόδους οπτικού ελέγχου αλλά ούτε με τη χρήση διεισδυτικών υγρών ή μαγνητικών σωματιδίων. Ακόμη και ο ραδιογραφικός έλεγχος είναι πιθανό να μην εντοπίσει αυτές τις λεπτές ρωγμές, ενώ ο έλεγχος με υπερήχους απαιτεί πολύ έμπειρους χειριστές για την ανίχνευσή τους. Επομένως, η δυσκολία εντοπισμού των ρωγμών οδηγεί στην επιτακτική ανάγκη χρήσης ειδικών μέτρων πρόληψης σε ότι αφορά στην εκδήλωση του φαινομένου της ψαθυροποίησης εξαιτίας της διάχυσης του υδρογόνου [90-95, 96].

Αναφέρεται τέλος ότι καθοριστικό παράγοντα επιρροής ως προς το βάθος ανάπτυξης του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής αποτελεί ο μικροδομικός ιστός (είδος - μορφολογία - μέσο μέγεθος και προσανατολισμός φάσεων ή/και μικρογραφικών συστατικών), η επιλογή των επιβαλλόμενων θερμικών κατεργασιών και των κύριων τεχνολογικών παραμέτρων - συνθηκών συγκόλλησης, η ανάπτυξη πιθανού πεδίου χημικής ανομοιογένειας και μικροδιαφορισμού, η εφαρμογή κατάλληλων διεργασιών επιφανειακής τροποποίησης, η διεξαγωγή θερμομηχανικών κατεργασιών και τέλος οι επιβαλλόμενες πειραματικές συνθήκες κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης (θερμοκρασιακή βαθμίδα, φυσικοχημεία διαβρωτικού περιβάλλοντος, pH, πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης και χρονική διάρκεια παραμονής) [95, 97-100].

1.4. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ ΕΠΙ ΤΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ ΕΚΔΗΛΩΣΗΣ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΤΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΣΜΩΝ HIC ΚΑΙ SSCC

Εν συνεχεία παρατίθενται πρόσφατες βιβλιογραφικές έρευνες οι οποίες έχουν άμεση συνάφεια με το θεματικό πεδίο της παρούσας διδακτορικής διατριβής. Έχουν επιλεγεί χαρακτηριστικά παραδείγματα ώστε να διασαφηνιστεί με λεπτομέρεια η συμβολή των κυριότερων παραγόντων στην εκδήλωση των ψαθυροποιητικών μηχανισμών HIC και SSCC.

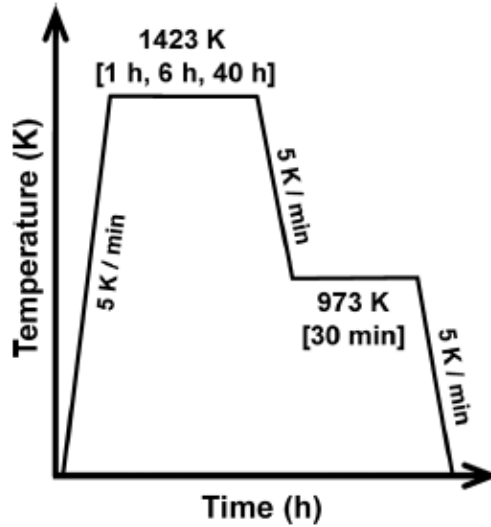
- I. **Μελέτη επίδρασης του μικροδομικού ιστού (είδος - μορφολογία - μέσο μέγεθος - προσανατολισμός φάσεων και μικρογραφικών συστατικών) στην εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω προσρόφησης και ανάπτυξης πεδίου διάχυσης ατομικού υδρογόνου [65].**

ΟιC. Park, N. Kang, S. Liu διερεύνησαν την επίδραση που έχει το μέσο μέγεθος των κόκκων στην αντίσταση του χάλυβα API 60 έναντι εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου. Τα δοκίμια χάλυβα είχαν παραχθεί μέσω ελεγχόμενης θερμομηχανικής

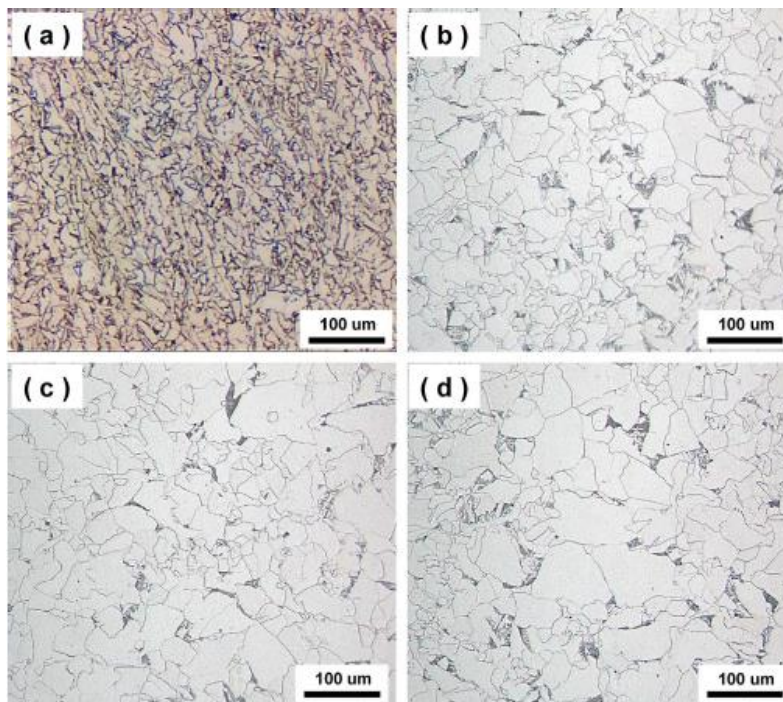
κατεργασίας και είχαν εξαχθεί από πλάκες πάχους 60mm. Η χημική σύσταση του δεδομένου κραματικού συστήματος είχε ως ακολούθως: 0.14% κ.β.С, 0.35% κ.β. Si, 1.5% κ.β. Mn, 0.25% κ.β. Cr, 0,12% κ.β. Mo και 0,7% κ.β. Ni. Έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης 5 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 12h, αυτά υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης, της τάξης των 10⁻⁶ s⁻¹ (Slow Strain Rate Tensile / SSRT). Το ηλεκτρολυτικό διάλυμα αποτελούνταν από 3% κ.β. NaCl και 0.3% κ.β. NH₄SCN. Το μοριακό σύμπλοκο NH₄SCN χρησιμοποιήθηκε για την παρεμπόδιση του επανασηματισμού μοριακού υδρογόνου στην επιφάνεια του μετάλλου, με τρόπο ώστε να ενισχυθεί ο μηχανισμός της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Κάθοδο του ηλεκτροχημικού συστήματος αποτέλεσαν τα δοκίμια χάλυβα ενώ ως άνοδος χρησιμοποιήθηκε ένα επιπλατινωμένο ηλεκτρόδιο τιτανίου. Σημειώνεται τέλος ότι η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου καθοδικής φόρτισης οριστικοποιήθηκε στις 12 h μέσω διεξαγωγής πολλαπλών πειραμάτων ηλεκτροχημικής διέγερσης και προσδιορισμού της ποσοστιαίας προσρόφησης ατομικού υδρογόνου με τη χρήση της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy).

Όπως θα αναλυθεί περισσότερο επισταμένα στη συνέχεια τα δοκίμια που είχαν λεπτοκρυσταλλικότερη δομή (μέσο μέγεθος κόκκων 14 μm) χαρακτηρίζονταν από υψηλότερη αντοχή έναντι ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου, έναντι των δοκιμών που χαρακτηρίζονταν από χονδροκρυσταλλικότερο μικροδομικό ιστό (μέσο μέγεθος κόκκων 35 μm). Στις λεπτοκρυσταλλικότερες δομές η αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των ορίων των κόκκων φαίνεται να οδηγεί στη συστηματική ενεργοποίηση ισχυροποιημένων μηχανισμών παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (υψηλότερο φράγμα δυναμικού), μειώνοντας έτσι σημαντικά τη ποσοστιαία αναλογία του ατομικού υδρογόνου το οποίο μεταναστεύει εντός του μεταλλουργικού συστήματος υπό τη μορφή διαδοχικών καμπύλων μετώπων.

Για τη λήψη μικροδομών με διαφορετικό μέσο μέγεθος κόκκων, τα δοκίμια χάλυβα υπέστησαν επαναθέρμανση στους 1423 K και εν συνεχεία υποβλήθηκαν σε πολλαπλά είδη θερμικών κατεργασιών ανόπτησης, όπως περιγράφεται στην παρακάτω σχηματική απεικόνιση (Εικόνα 19). Ο σχεδιασμός της ακολουθίας των θερμικών κατεργασιών είχε ως κυρίαρχο στόχο τον περιορισμό της ανάπτυξης προϊόντων διατμησιακού μετασηματισμού των φάσεων με πολύπλοκη μορφολογία. Εφαρμόστηκε για το λόγο αυτό απόψυξη των δοκιμών από τους 1423 K στους 973 K με ελεγχόμενο ρυθμό πτώσης της θερμοκρασίας της τάξης των 5 K/min. Εν συνεχεία πραγματοποιήθηκε παραμονή των δειγμάτων στη θερμοκρασιακή αυτή βαθμίδα για 30 min και τέλος απόψυξη με όμοιο ρυθμό μέχρι τη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Για να αποφευχθεί οποιαδήποτε φυσική διεργασία απανθράκωσης, η θερμική κατεργασία πραγματοποιήθηκε σε προστατευτική ατμόσφαιρα αργού, ενώ οι διαφοροποιήσεις μεταξύ των τελικών μικροδομών αποδίδονται στην εναλλαγή της χρονικής διάρκειας παραμονής στη θερμοκρασιακή βαθμίδα των 1423.



Εικόνα 19: Διαγραμματική απόδοση της ακολουθίας θερμικών κατεργασιών οι οποίες επιβλήθησαν με στόχο την ανάπτυξη διαφορετικών μικροδομικών ιστών.

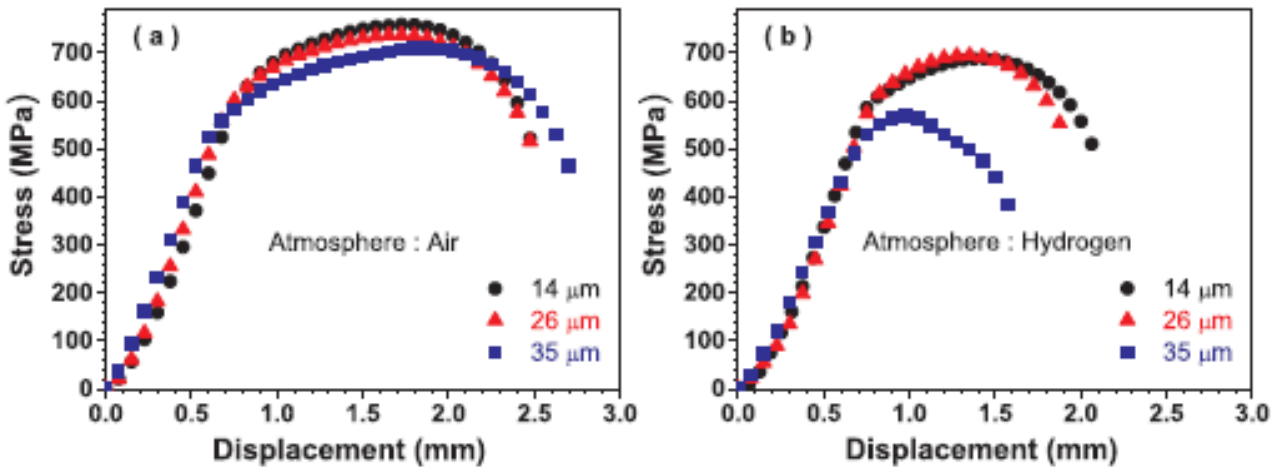


Εικόνα 20: Παρατήρηση του μικροδομικού ιστού μέσω χρήσης οπτικού μικροσκοπίου για (a) το αρχικό δοκίμιο αμέσως μετά το τελικό στάδιο της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, (b) δοκίμιου έπειτα από ανόπτηση χρονικής διάρκειας 1 ώρας, (c) δοκίμιου έπειτα από ανόπτηση χρονικής διάρκειας 6 ωρών και (d) δοκίμιου έπειτα από ανόπτηση χρονικής διάρκειας 40 ωρών.

Στην Εικόνα 20 (a) αποδίδεται ο μικροδομικός ιστός διαμόρφωσης λόγω έλασης του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος. Αντίστοιχα από τις Εικόνες 20 (b-d) είναι εύκολο να παρατηρηθεί η μεταβολή των κρίσιμων μικροδομικών χαρακτηριστικών, η οποία αποτελεί απόρροια της διαφορετικής χρονικής διάρκειας παραμονής κατά το στάδιο της ανόπτησης. Η μητρική περιοχή του του αρχικού δοκίμιου αποτελείται από λεπτοκρυσταλλικούς - επιμήκεις φερριτικούς κόκκους με

ταυτόχρονη συνεισφορά δευτερευόντων μικρογραφικών συστατικών, όπως αυτά του κατώτερου μαινίτη και των ομάδων φάσεων καρβιδίων, τα οποία συμμετέχουν με περιορισμένο κλάσμα όγκου και σχετικά ομοιογενή διασπορά. Η αντίσταση έναντι του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα, φαίνεται να έχει ισχυρή εξάρτηση από το μέσο μέγεθος ανάπτυξης της μητρικής φερριτικής φάσης καθώς και από τη μορφολογία και τη στοιχειομετρία των ομάδων φάσεων των καρβιδίων. Έπειτα από τη διεξαγωγή των θερμικών κατεργασιών ανόπτησης αποδόθηκε η ανάπτυξη μικροδομικού ιστού αποτελούμενου από πολυγωνικούς - ισαξονικούς κόκκους φερρίτη με την ταυτόχρονα υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή περλιτικών νησίδων. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων εντός της φερριτικής μητρικής περιοχής διακυμάνθηκε μεταξύ των τιμών των 14 μm, των 26 μm και των 35 μm για χρονική διάρκεια παραμονής της τάξης της 1 ώρας, των 6 και των 40 ωρών αντίστοιχα κατά το στάδιο της ανόπτησης.

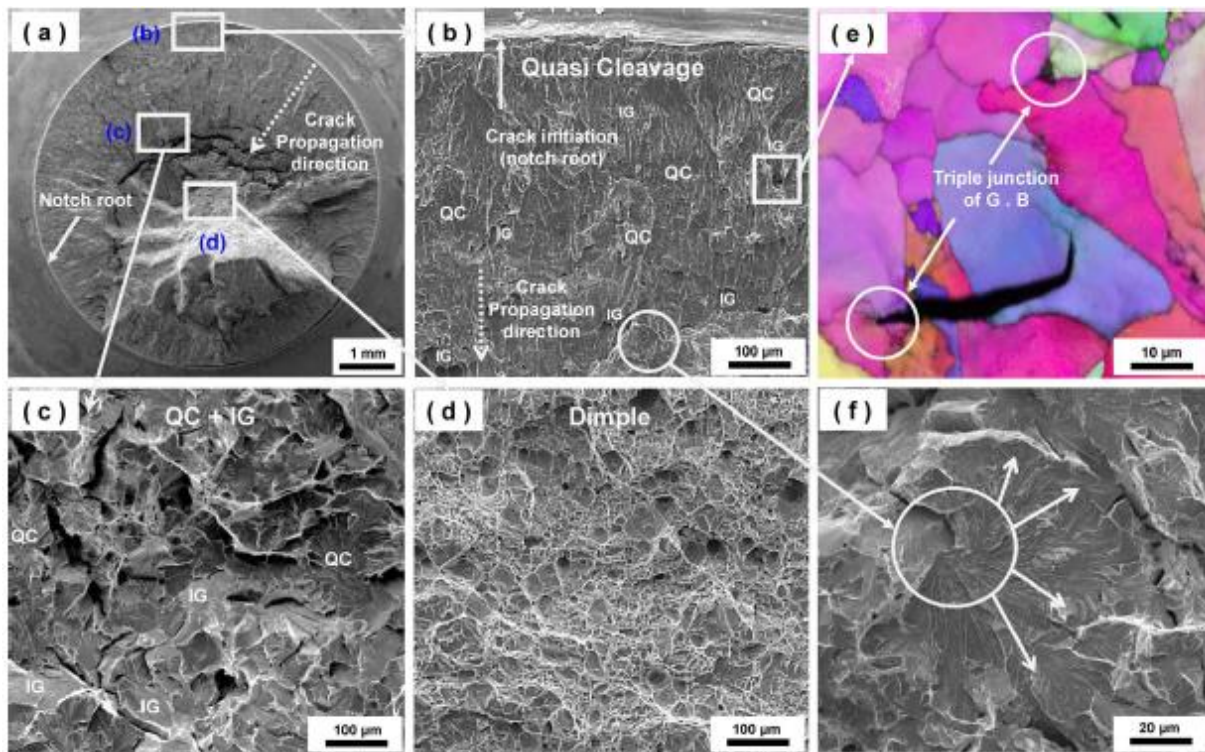
Ακολουθως παρατίθενται οι χαρακτηριστικές καμπύλες τάσης – επιμήκυνσης οι οποίες αποδίδουν τα ποσοστά της πλαστικής παραμόρφωσης μέχρι τη θραύση για δοκίμια με διαφορετικό μέσο μέγεθος κόκκων, τα οποία δεν έχουν υποστεί καθοδική φόρτιση καθώς και των αντίστοιχων δοκιμίων έπειτα από την επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Στον πίνακα επίσης καταγράφονται κρίσιμα χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη για το υπό μελέτη μεταλλουργικό σύστημα (όπως το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή, η τάση θραύσης και η συνολική επιμήκυνση) συναρτήσει του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και της ποσοστιαίας συμμετοχής του προσροφημένου ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (Εικόνα 21).



Εικόνα 21: Χαρακτηριστικές καμπύλες τάσης - μετατόπισης δειγμάτων τα οποία έχουν υποστεί διαφορετικά είδη θερμικών κατεργασιών ανόπτησης, τόσο χωρίς όσο και με την επενέργεια καθοδικής φόρτισης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος.

Γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι η ηλεκτροχημική διέγερση μέσω επιβολής καθοδικής φόρτισης σε περιβάλλον υδρογόνου οδηγεί στη πτώση της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής και της τάσης θραύσης των δοκιμίων εν συγκρίσει με τα αντίστοιχα ληφθέντα μηχανικά μεγέθη για τα μη διεγερμένα - ψαθυροποιημένα δοκίμια χάλυβα. Η μετατόπιση χαρακτηρίστηκε από συστηματικά πτωτική τάση με

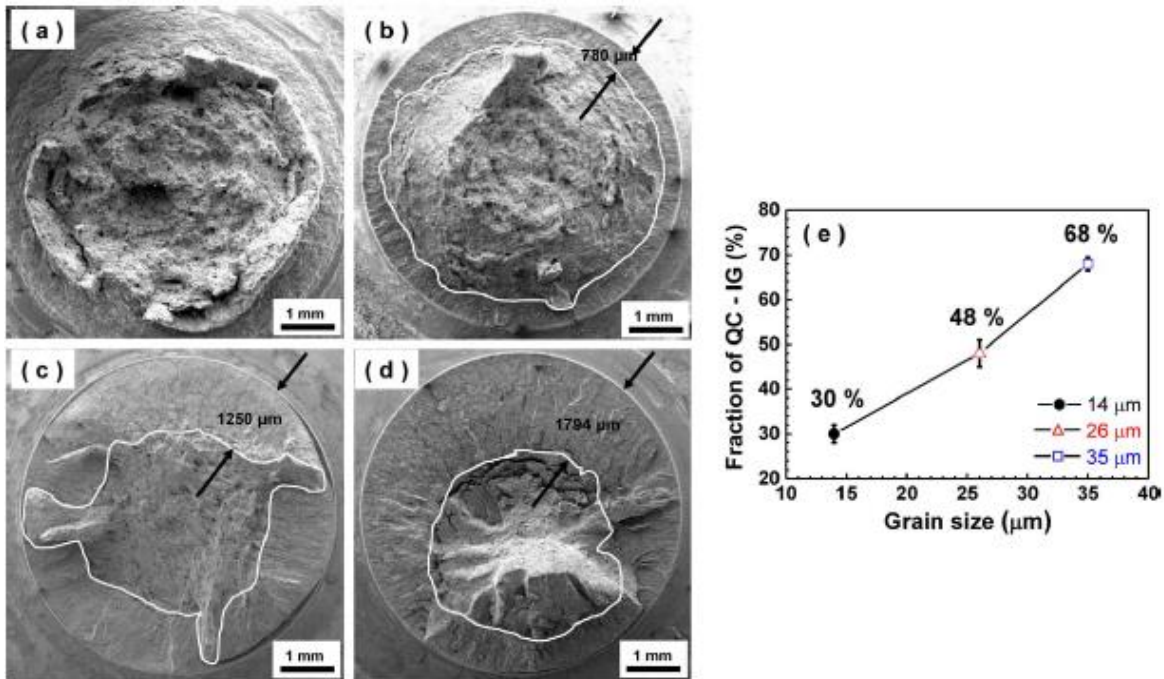
την αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων, ιδιαίτερα για τα δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί ηλεκτροδυναμική πόλωση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατίοντα. Επιπρόσθετα σύμφωνα με τα αποτελέσματα της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης, η ποσοστιαία συμμετοχή του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου κυμάνθηκε μεταξύ των τιμών 16.3%, 23% και 40% για αντίστοιχο μέσο μέγεθος κόκκων της τάξης των 14 μm , 26 μm και 35 μm . Καθίσταται λοιπόν εμφανές ότι η ευαισθησία έναντι εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω ανάπτυξης ηλεκτροπροωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου περιορίζεται κατά τη μετάβαση από τις χονδροκρυσταλλικότερες (μέσο μέγεθος κόκκων 35 μm) στις λεπτοκρυσταλλικότερες δομές (μέσο μέγεθος κόκκων 14 μm) για το συγκεκριμένο κραματικό σύστημα.



Εικόνα 23: Θραυστογραφική μελέτη δοκιμίου που έχει υποστεί καταπόνηση SSRT και το οποίο χαρακτηρίζεται από μέσο μέγεθος κόκκων 35 μm : (a) Συνολική απόδοση επιφάνειας σε χαμηλή ανάλυση πεδίου, (b) Ανάλυση περιοχής η οποία βρίσκεται πλευρικά της εγκοπής, (c) Ανάλυση περιοχής η οποία αντιστοιχεί στο $\frac{1}{4}$ του πάχους της διατομής του δοκιμίου, (d) Ανάλυση περιοχής στο μέσο του πάχους της διατομής του δοκιμίου, (e) Ανάστροφη στερεογραφική προβολή μέσω EBSD αναλυτικής τεχνικής, η οποία αντιστοιχεί στο πεδίο που περικλείεται από το σχήμα τετραγώνου στην Εικόνα (b)) και (f) Υψηλή ανάλυση πεδίου σε περιοχή η οποία εσωκλείεται στο κυκλικό σχήμα στην Εικόνα (b).

Οι παραπάνω εικόνες αποδίδουν την τυπική μορφολογία της επιφάνειας θραύσης δοκιμίου, με μέσο μέγεθος κόκκων της τάξης των 35 μm , το οποίο έχει υποστεί εφελκυστική μηχανική καταπόνηση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης, χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου. Περιμετρικά της περιοχής της εγκοπής παρατηρείται η δημιουργία επιπεδοποιημένων και στυλινών επιφανειών με την ταυτόχρονη συμμετοχή πολλαπλών μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (QC) και περικρυσταλλικών ρωγματώσεων (IG) (Εικόνες 23a- b)). Στο $\frac{1}{4}$ του πάχους της θραυσιγενούς επιφάνειας ταυτοποιείται και πάλι ένας μικτός τύπος θραύσης μέσω εκδήλωσης των μηχανισμών απόσχισης και περικρυσταλλικής διάδοσης των ρωγμών (Εικόνα 23(c)). Το κεντρικό τμήμα της

επιφάνειας θραύσης των δοκιμών φάνηκε να χαρακτηρίζεται από τη συμμετοχή περιορισμένου κλάσματος όγκου κρατήρων (Εικόνα 23(d)). Επιπρόσθετα για να καταγραφούν τα σημεία έναρξης και οι πορείες διάδοσης των ρωγματώσεων πραγματοποιήθηκε ανάλυση σε μεγαλύτερη μεγέθυνση περιμετρικά της περιοχής της εγκοπής. Εκεί διακριβώθηκε ότι συγκεκριμένο δίκτυο ρωγματώσεων είχε ως εναρκτήρια τοπολογία ένα τριπλό σημείο συνεύρεσης ορίων των κόκκων (triple junction), από το οποίο συνέχισε έπειτα να διαδίδεται μέσω διακρυσταλλικών μονοπατιών (Εικόνα 23(e)). Στην Εικόνα 23(f) αποδίδεται η θραυσιγενής επιφάνεια μέσω χρήσης εικόνας δευτερογενών ηλεκτρονίων και υψηλής μεγέθυνσης, ώστε να διασφαλισθεί ταυτόχρονα η αναλυτική ακρίβεια και το βάθος πεδίου κατά τη σάρωση του οργάνου. Στη περίπτωση αυτή διακρίνεται ευκολότερα ότι η έναρξη της ρωγμής πραγματοποιείται περικρυσταλλικά και συνεχίζει να εκτείνεται διακρυσταλλικά με την ταυτόχρονη ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών, όπως είναι οι συνεχείς αποσχιστικές διατμήσεις του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με μορφή που προσομοιάζει σε 'δάκρυ' (tear drop ridges). Συμπεραίνεται λοιπόν ότι λόγω της συνδυασμένης ανάπτυξης περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης και διαδοχικών επιπέδων αποσχιστικής διάτμησης, τα πεδία μικροπλαστικής παραμόρφωσης καθώς και οι ζώνες ολίσθησης συσσωρεύονται σε περιοχές γειτνιάζουσες των ορίων των κόκκων. Συνολικά η θραύση λόγω εφελκυστικής φόρτισης εκδηλώθηκε αρχικά περιμετρικά της περιοχής της εγκοπής (μέσω ενός συνδυασμού περικρυσταλλικής διάδοσης ρωγμών και βαθμιδωτών αποσχιστικών διατμήσεων του πλέγματος), ενώ στη συνέχεια προωθήθηκε μέχρι το κέντρο του δοκιμίου μέσω ενός όλκιμου τύπου θραύσης, αυτού της συνένωσης των μικροκενών. Η μετάβαση από τον καθαρά ψαθυρό τύπο θραύσης περιμετρικά των περατωτικών ορίων της εγκοπής, στον όλκιμο τύπο θραύσης για το μέσο πάχος της διατομής του δοκιμίου παρατηρήθηκε συστηματικά σε όλες τις περιπτώσεις ανεξαρτήτως του μέσου μεγέθους των κόκκων.



Εικόνα 24: Θραυστογραφική μελέτη δοκιμών έπειτα από καταπόνηση SSRT σε περιβάλλον: (a) αέρα και (b-d) ηλεκτρολύτη υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατίοντα συναρτήσε του μέσου μεγέθους των κόκκων (b) 14 μm, (c) 26 μm και (d) 35 μm, (e) απόδοση ποσοστιαίας συμμετοχής περιοχών που χαρακτηρίζονται από συστηματική ανάπτυξη αποσχίσεων και περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης (Quasi-cleavage / Intergranular fracture) συναρτήσε του μέσου μεγέθους των κόκκων.

Στην Εικόνα 24 αποδίδεται ευδιάκριτα η επίδραση της ανάπτυξης του ηλεκτροκινητικά προωθούμενου μετώπου διάχυσης υδρογονοκατιόντων, συναρτήσει του μέσου μεγέθους των κόκκων, στη μεταβολή των κύριων χαρακτηριστικών γνωρισμάτων και του είδους της θραύσης. Πριν από την επιβολή της ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης, η θραύση χαρακτηρίζεται ως όλκιμου τύπου, μέσω της διεξαγωγής του μηχανισμού της συνένωσης των μικροκενών (ανεξαρτήτως του μέσου μεγέθους των κόκκων της μητρικής φάσης). Η Εικόνα 24(a) αντιστοιχεί στη θραυσισγενή επιφάνεια δοκιμίου το οποίο δεν έχει υποστεί καθοδική φόρτιση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος και του οποίου ο μικροδομικός ιστός χαρακτηρίζεται από μέσο μέγεθος κόκκων της τάξης των 35 μm. Αντίθετα τα δοκίμια τα οποία έχουν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα φαίνεται να χαρακτηρίζονται από την εκδήλωση ψαθυροποιητικών μηχανισμών (περικρυσταλλική ρωγμάτωση και πεδία αποσχιστικών διατμήσεων), ανεξαρτήτως του μέσου μεγέθους των κόκκων της μητρικής περιοχής (Εικόνες 24 (b)-(e)). Τα κυκλικά διαγραμμισμένα όρια αντιπροσωπεύουν τα περατωτικά σύνορα μεταξύ των πλευρικών περιοχών του δοκιμίου, όπου έχουν εκδηλωθεί φαινόμενα περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης και διαδοχικών αποσχίσεων του πλέγματος, καθώς και του πυρήνα του δοκιμίου ο οποίος χαρακτηρίζεται από τη συνένωση μικροκενών, για όλα τα διακριτά πεδία τιμών του μέσου μεγέθους των κόκκων (Εικόνες 24(b)-(d)). Επιπρόσθετα στις εικόνες αυτές καταδεικνύεται από τα αναγραφόμενα βέλη το μέσο βάθος ανάπτυξης των ψαθυροποιητικών σχηματισμών που αφορούν σε επιπεδοποιημένες περιοχές απόσχισης του πλέγματος και περικρυσταλλική ρωγμάτωση, με τοπολογία έναρξης την περιοχή της εγκοπής. Τα μέσα βάθη εκδήλωσης των φαινομένων ψαθυροποίησης προσμετρήθηκαν στα 780 μm, 1250 μm και 1794 μm για αντίστοιχα δοκίμια με μέσο μέγεθος κόκκων της τάξης των 14 μm, 26 μm και 35 μm. Κατ' αναλογία οι κλασματικοί όγκοι συμμετοχής των ψαθυροποιημένων αυτών περιοχών προσδιορίστηκαν ως ίσοι με 30%, 48%, και 68% για μέσο μέγεθος κόκκων 14 μm, 26 μm και 35 μm αντίστοιχα. Η διαγραμματική απόδοση (Εικόνα 24(e)) αντικατοπτρίζει μία σημαντική αύξηση του κλάσματος όγκου συμμετοχής των ψαθυροποιητικών σχηματισμών (Quasi-cleavage (QC) – Intergranular Cracking (IG)), σε συνδυασμό με την ταυτόχρονη πτώση που χαρακτηρίζει την ποσοστιαία συμμετοχή των όλκιμων περιοχών (ισοαξονικοί κρατήρες), για τη μετάβαση από λεπτοκρυσταλλικότερες σε χονδροκρυσταλλικότερες δομές. Όλα τα προαναφερθέντα συμπεράσματα ταυτοποιούνται άμεσα και από τις χαρακτηριστικές καμπύλες τάσης - επιμήκυνσης, μέσω των οποίων παρατηρείται και σε μακροσκοπική πλέον κλίμακα ότι τα δοκίμια που έχουν χονδροκρυσταλλικότερο μικροδομικό ιστό καθίστανται ιδιαίτερα επιρρεπή στην εκδήλωση αστοχίας λόγω της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Attack) εν συγκρίσει με τις λεπτοκρυσταλλικότερες δομές (Εικόνα 24 διάγραμμα (b)).

Συμπεράσματα

Όπως έχει ήδη περιγραφεί η δεδομένη ερευνητική μελέτη αξιολόγησε την επίδραση που έχει το μέσο μέγεθος των κόκκων έναντι της υποβάθμισης της αντοχής μέσω της εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Τα πειράματα διεξήχθησαν σε χάλυβες τύπου API 60 μέσω επιβολής εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης και σε πεδίο καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Τα κύρια συμπεράσματα τα οποία εξήχθησαν από το ερευνητικό αυτό έργο έχουν ως ακολούθως:

1. Η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων για περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα οδήγησε σε πολύ σημαντική και μη γραμμική πτώση των κύριων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών, συγκριτικά με τα δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε πεδίο καθοδικής πόλωσης. Οι λεπτοκρυσταλλικές δομές του δεδομένου τύπου χάλυβα (μέσο μέγεθος κόκκων 14 μm) φάνηκαν να χαρακτηρίζονται από υψηλότερη αντοχή έναντι εκδήλωσης

φαινομένων ψαθυροποίησης (HE) εν συγκρίσει με τις χονδροκρυσταλλικότερες μητρικές περιοχές (μέσο μέγεθος κόκκων 35 μm). Στο σημείο αυτό ιδιαίτερα σημαντικό καθίσταται το γεγονός ότι οι λεπτοκρυσταλλικότερες δομές χαρακτηρίζονται από μικρότερη ευαισθησία έναντι ψαθυροποίησης παρά το ότι η ποσοστιαία συμμετοχή ατομικού υδρογόνου σε αυτές βρέθηκε να είναι σημαντικά υψηλότερη έναντι των χονδροκρυσταλλικότερων δομών (TDS αναλύσεις). Τέλος η συνολικά αποδιδόμενη μετατόπιση κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης σε πεδίο καθοδικής πόλωσης κρίνεται ότι είναι ιδιαίτερα περιορισμένη για τα δοκίμια που χαρακτηρίζονται από χονδροκρυσταλλικό μικροδομικό ιστό σε σχέση με αυτά που έχουν λεπτοκρυσταλλικότερη δομή. Συμπεραίνεται λοιπόν άμεσα ότι οι θερμικές διεργασίες που επιφέρουν εκλέπτυνση των κόκκων ενισχύουν την αντίσταση του κραματικού συστήματος έναντι της υποβάθμισης των μηχανικών του αντοχών λόγω παρουσίας υδρογονωμένου περιβάλλοντος.

2. Η ανάπτυξη των ψαθυροποιητικών σχηματισμών μέσω συνεχών αποσχιστικών διατμήσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και με την ταυτόχρονη εκδήλωση περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης φάνηκε να αυξάνει μονότονα με τη μεγέθυνση των κόκκων και να σχετίζεται άμεσα με την πτώση της συνολικής επιμήκυνσης κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης. Κατά τη διάρκεια της διεξαγωγής της μηχανικής καταπόνησης με χαμηλό ρυθμό παραμόρφωσης, υπό την ταυτόχρονη επιβολή καθοδικής φόρτισης σε υδρογονωμένο περιβάλλον, παρατηρήθηκε ότι τα δείγματα που είχαν χονδροκρυσταλλικό μικροδομικό ιστό απέδιδαν συστηματικά περιορισμένα ποσοστά πλαστικής παραμόρφωσης και καθίσταντο περισσότερο ευάλωτα έναντι της ανάπτυξης ψαθυροποιητικών μηχανισμών λόγω του ηλεκτροκινητικά διεγερμένου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.
3. Η ολοκλήρωση της εσωκλειόμενης επιφάνειας των καμπυλών TDS σχετίζεται με την ποσοστιαία συσσώρευση του προσροφημένου ατομικού υδρογόνου σε τοπολογίες υψηλής ενεργειακής βαθμίδας, όπως αυτές των ενδοπλεγματικών κενών, των δικτύων διαταραχών καθώς και των ορίων - υποορίων των κόκκων. Παρατηρήθηκε ιδιαίτερα σημαντική αύξηση του προσροφηθέντος ατομικού υδρογόνου στα πεδία ισχυρής συσσώρευσης με τη μείωση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων. Συνέπεια του ανωτέρω γεγονότος αποτέλεσε η συστηματική πτώση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής, με αποτέλεσμα τις σημαντικά χαμηλότερες κανονικοποιημένες τιμές συσσωρευμένου ατομικού υδρογόνου ανά μονάδα μήκους των ορίων των κόκκων.
4. Τέλος σημειώνεται ότι η μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων οδήγησε σε αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των ορίων των κόκκων καθώς και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των υψηλής ενέργειας ενεργοποίησης παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Κατ' αυτόν τον τρόπο η ποσοστιαία συμμετοχή του ελεύθερου προς μετανάστευση μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (hopping mechanism) ατομικού υδρογόνου περιορίστηκε στο ελάχιστο, με αποτέλεσμα τη συνεπαγόμενη αύξηση των εφελκυστικών αντοχών. Με λίγα λόγια παρά το γεγονός ότι η λεπτοκρυσταλλική φερριτική μητρική περιοχή προσροφά για τις ίδιες συνθήκες φόρτισης υψηλότερα ποσοστά υδρογόνου συγκριτικά με τις χονδροκρυσταλλικότερες δομές, αυτή φαίνεται να χαρακτηρίζεται συστηματικά από υψηλότερη αντίσταση έναντι της εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου.

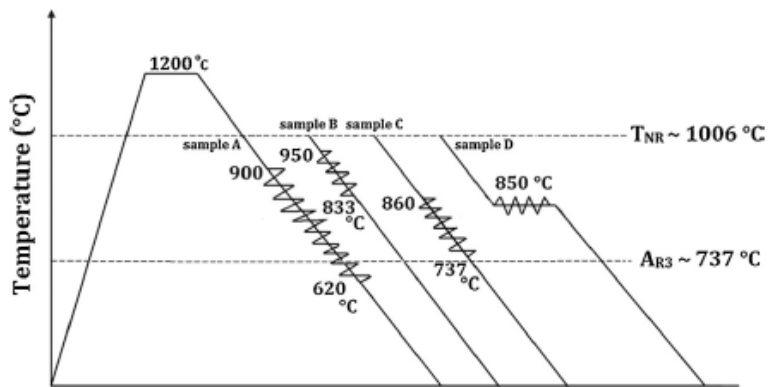
II. Μελέτη επίδρασης του μικροδομικού ιστού διαμόρφωσης, έπειτα από τη διεξαγωγή θερμομηχανικών κατεργασιών, στην εκτεταμένη ρωγμάτωση και αστοχία λόγω ανάπτυξης ηλεκτροπρωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου [66].

Η ερευνητική ομάδα που αποτελείται από τους M. Masoumi, C. C. Silva και H. F. Gomes de Abreu μελέτησε την επίδραση που έχει η ανάπτυξη των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης, εντός του μικροδομικού ιστού διαμόρφωσης, ως προς τη βελτίωση της αντίστασης των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαίου έναντι εκδήλωσης ρωγμάτωσης λόγω επίδρασης περιβάλλοντος υδρογόνου (HIC). Τα αποτελέσματα της ερευνητικής αυτής μελέτης έδειξαν ότι με την αύξηση του κλασματικού όγκου συμμετοχής ορίων κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων καθώς και με την αύξηση της γωνίας Kernel εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού, πολλαπλασιάζονται εκθετικά οι περιοχές παγίδευσης και τα πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, με αποτέλεσμα να εντείνεται η ευαισθησία του μεταλλουργικού συστήματος έναντι της εκδήλωσης του φαινομένου HIC. Σε έναν γενικότερο άξονα προσέγγισης υψηλότερη αντίσταση έναντι ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου επιτεύχθηκε όταν η έλαση πραγματοποιήθηκε ισοθερμοκρασιακά στους 850°C. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην αυξημένη ποσοστιαία συμμετοχή κόκκων προσανατολισμένων παράλληλα στην 'κανονική διεύθυνση' της έλασης (normal direction) μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης τύπου (110), έναντι της ιδιαίτερα περιορισμένης πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης κόκκων προσανατολισμένων παράλληλα στην κανονική διεύθυνση της έλασης μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων τύπου (001).

Κατά την πειραματική διεξαγωγή του ερευνητικού αυτού έργου χρησιμοποιήθηκε μία πλάκα χάλυβα API 5LX70, η οποία είχε προέλθει από έναν αγωγό εντός του δικτύου μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων. Ο αγωγός αυτός βρισκόταν υπό την επίδραση των λειτουργικών συνθηκών εφαρμογής για περίπου 20 χρόνια και παρουσίαζε πολλαπλά δίκτυα μικρο και μακρο - ρωγματώσεων που είχαν προκληθεί λόγω της επιθετικότητας του υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Η στοιχειομετρική χημική ανάλυση μέσω φασματογράφου μάζας και XRF αναλυτικής τεχνικής απέδωσε την ακόλουθη χημική σύσταση για το κραματικό αυτό σύστημα: 0,105 %κ.βC, 1,664 %κ.β Mn, 0,018 %κ.β P, 0,006 %κ.βS και 0,204 %κ.βSi. Επιπρόσθετα μια παρόμοια πλάκα με συγκρίσιμη χημική σύσταση (0,099 %κ.βC, 1,604 %κ.β Mn, 0,014 %κ.β P, 0,011 %κ.βS και 0,180 %κ.βSi) αποκόπηκε από τεμάχιο πάχους 9 mm και κατόπιν υποβλήθηκε σε τέσσερα διαφορετικά είδη προσχεδιασμένων θερμομηχανικών κατεργασιών (Thermomechanical Procedure Route), όπως περιγράφεται σχηματικά και στην ακόλουθη διαγραμματική απεικόνιση (Εικόνα 25).

Προκειμένου να επιτευχθεί η πλήρης διαλυτοποίηση των ομάδων φάσεων μη μεταλλικών εγκλεισμάτων, που έχουν ψαθυροποιητικό χαρακτήρα, καθώς και για να εξαλειφθούν τα ετερογενώς κατανομημένα πεδία μικροδιαφορισμού, τα δοκίμια υποβλήθηκαν σε θερμική κατεργασία ομογενοποίησης στους 1200 ° C για χρονική διάρκεια παραμονής 1h. Στη συνέχεια ακολούθησε θερμή έλαση των υπό μελέτη δοκιμίων με τη χρήση ελάστρου τύπου Stanat TA- 315, με επιβαλλόμενη ταχύτητα περιστροφής των ελάστρων 273 στροφές ανά λεπτό και ολοκλήρωση της διεργασίας σε τρία συνολικά περάσματα, μέχρι να επιτευχθεί τελικό πάχος διατομής 3 mm (9 mm > 7 mm > 5 mm > 3 mm). Μεταξύ των διαδοχικών περασμάτων πραγματοποιήθηκε απόψυξη στον ατμοσφαιρικό αέρα έως ότου τα δοκίμια να αποκτήσουν θερμοκρασία όμοια με αυτή του περιβάλλοντος. Η παρακολούθηση και η καταγραφή των θερμοκρασιακών πεδίων κατά τη διάρκεια των πειραμάτων διεξήχθη μέσω χρήσης υπέρυθρου θερμομέτρου με την επωνυμία Minolta / Land Cyclops 152. Πρέπει τέλος να

σημειωθεί ότι η ανάπτυξη διαφορετικών θερμοκρασιακών βαθμίδων κατά το στάδιο της έναρξης και της λήξης της έλασης, καθώς και η διατήρηση του θερμοκρασιακού πεδίου χαμηλότερα από τη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης τόσο για την ωστενιτική όσο και για την ωστενιτοφερριτική μητρική δομή, είχε προκαθοριστεί με στόχο τη λήψη ταυτόσημων μικροδομικών συστατικών με εναλλαγή μονάχα της μορφής του κρυσταλλογραφικού ιστού για τις τέσσερις διακριτές περιπτώσεις μελέτης (Δοκίμια A, B, C, D).

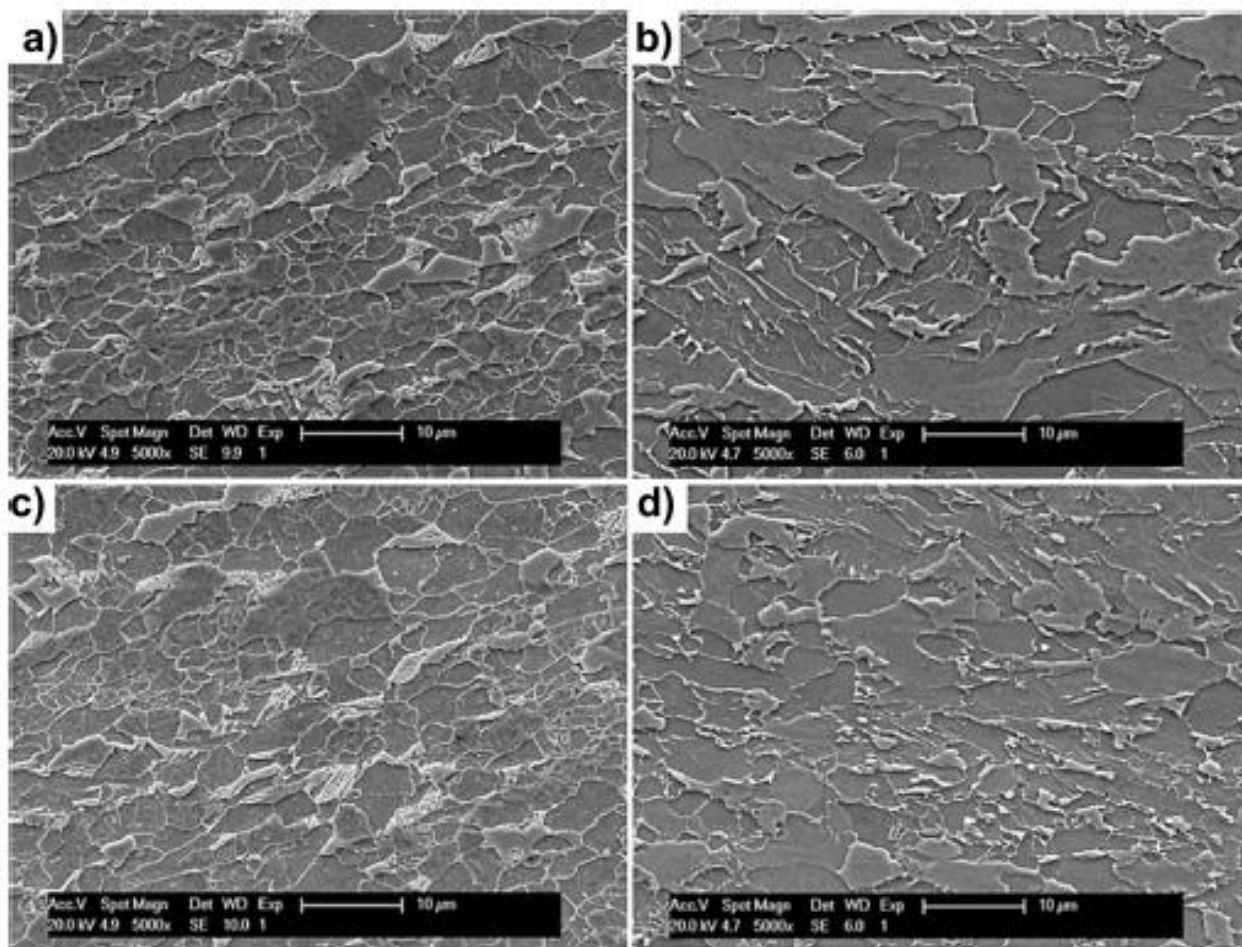


Εικόνα 25: Απόδοση των κύκλων θερμοπλαστικής διαμόρφωσης που εφαρμόστηκαν με στόχο τη λήψη τεσσάρων δοκιμών, αποτελούμενων από τα ίδια μικρογραφικά συστατικά με διαφοροποιούμενο όμως κρυσταλλογραφικό ιστό.

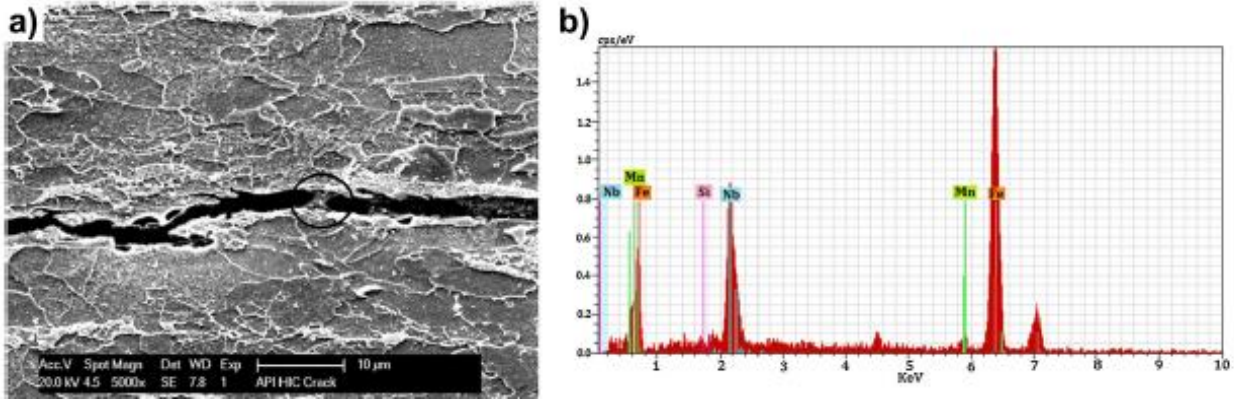
Το υλικό το οποίο είχε υποβληθεί σε παρατεταμένο χρονικά πλαίσιο λειτουργικών συνθηκών παρουσίασε πολλαπλά πεδία ανάπτυξης μικρορωγματώσεων λόγω της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, ενώ ταυτόχρονα φάνηκε να αποτελείται από φερριτοπερλιτική μητρική περιοχή με μορφολογία ζωνώδους διάταξης. Αντίστοιχα οι Εικόνες 26 (a-d) που αφορούν στα τέσσερα διαφορετικά είδη δοκιμών, έχουν ληφθεί μέσω χρήσης ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, όπου με την πραγματοποίηση πολλαπλών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS αποδεικνύεται η απουσία ανάπτυξης πεδίων μικρο και μακροδιαφορισμού στις δομές αυτές. Παρόλα αυτά ταυτοποιήθηκε η πυρηνοποίηση - ανάπτυξη μη μεταλλικών εγκλεισμάτων σε περιοχές υψηλής γειτνίασης με το άκρο των ρωγμών. Πληθώρα ομάδων φάσεων καρβονιτριδίων, με επικρατέστερη στοιχειομετρική χημική αναλογία (Ti,Nb,V)(C,N), ταυτοποιήθηκαν μέσω της EDS αναλυτικής τεχνικής. Ταυτόχρονα γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι τα διαφασικά όρια μεταξύ φερριτικών και περλιτικών νησίδων, που χαρακτηρίζονται από έλλειψη συνοχής, ενισχύουν τόσο ενεργειακά όσο και κινητικά την τεθλασμένη πορεία διάδοσης της κύριας ρωγμής (Εικόνα 27). Αξίζει τέλος να σημειωθεί ότι διεξήχθη προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων τόσο για τις περιοχές με υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δικτύων μικρορωγματώσεων όσο και για περιοχές οι οποίες δεν έφεραν χαρακτηριστικά αστοχίας. Οι τιμές που αποδόθηκαν προσέγγιζαν κατά μέσο όρο τα 200 ± 5 HV στη μη ψαθυροποιημένη - μηχανικά υποβαθμισμένη περιοχή και τα 235 ± 7 HV αντίστοιχα για τα πεδία περιμετρικά των ρωγμών. Με αυτό τον τρόπο αποδόθηκε έμμεσα μια εμπειρική συσχέτιση μεταξύ της σκληρότητας και της ευαισθησίας έναντι εκδήλωσης του φαινομένου HIC σε φερριτοπερλιτικού τύπου δομές.

Πριν την επιβολή της θερμομηχανικής κατεργασίας τα δοκίμια είχαν υποβληθεί σε θερμική κατεργασία ομογενοποίησης στους 1200 °C για 1h. Στη συνέχεια διεξήχθη η θερμή έλαση για πεδία θερμοκρασιών χαμηλότερα της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης ενώ παράλληλα η απόψυξη πραγματοποιήθηκε στον ατμοσφαιρικό αέρα. Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από την Εικόνα 26, όλα τα δοκίμια αποτελούνται από φερριτοπερλιτική μητρική περιοχή, με περιορισμένο

κλασματικό όγκο συμμετοχής μικρογραφικών συστατικών που σχετίζονται με τη συνεισφορά μαρτενσίτη - υπολλειπόμενου ωστενίτη (M-A) και την ανάπτυξη κατώτερου μαινίτη. Επιπλέον παρατηρείται ότι η διεξαγωγή της έλασης σε χαμηλότερα θερμοκρασιακά πεδία (δοκίμιο A) οδηγεί στο σχηματισμό μικτών περιοχών όπου συμμετέχει μίγμα ωστενιτικής – φερριτικής φάσης, ενισχύοντας την μετέπειτα επίτευξη λεπτοκρυσταλλικότερης διάταξης εντός του μικροδομικού ιστού. Η φερριτική φάση είναι αυτή που επιφέρει τη σημαντικότερη αύξηση ως προς τη σκληρότητα, ενώ ο ωστενίτης μέσω των διαθέσιμων τοπολογιών για την πυρηνοποίηση νέων νησίδων φερρίτη, αποδίδει μία επιπρόσθετη αύξηση στο μέγεθος της σκληρότητας. Η πραγματοποίηση της έλασης σε θερμοκρασίες χαμηλότερες από αυτή της ανακρυστάλλωσης οδηγεί σε σχηματισμό ωστενίτη ιδιάζουσας μορφολογίας (pancake shaped austenite), ο οποίος λόγω της ενεργειακής βαθμίδας και του υπερκορεσμού που τον χαρακτηρίζει ενισχύει την εκθετική αύξηση των τοπολογιών μετασχηματισμού της ωστενιτικής φάσης σε φερριτική, με αποτέλεσμα την πυρηνοποίηση – ανάπτυξη πολυγωνικού φερρίτη (Εικόνες 26 – 27).



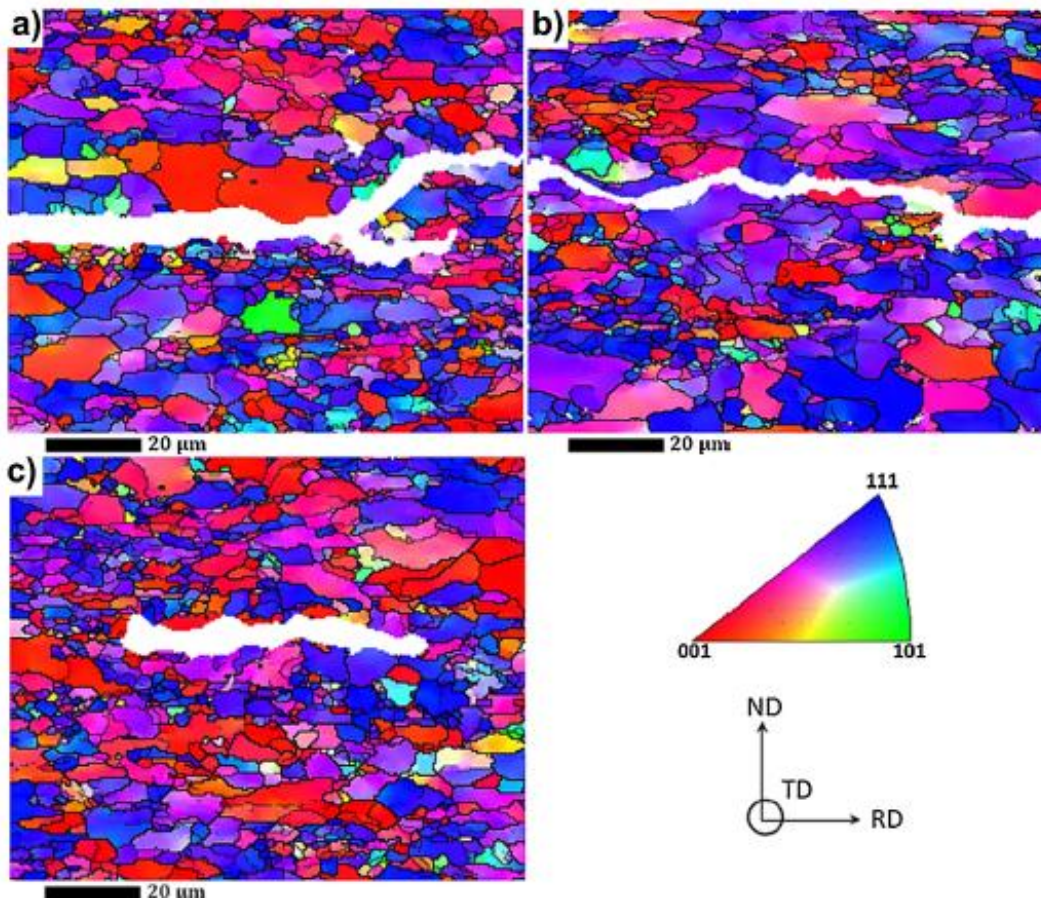
Εικόνα 26: Ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης μέσω εικόνων δευτερογενών ηλεκτρονίων, όπου παρατηρείται η αποδιδόμενη μικροδομή έπειτα από τα διάφορα είδη θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (a) δοκίμιο A, (b) δοκίμιο B, (c) δοκίμιο C, (d) δοκίμιο D.



Εικόνα 27: Ταυτοποίηση μέσω σημειακής στοιχειομετρικής χημικής ανάλυσης ομάδων φάσεων καρβονιτριδίων εμπλουτισμένων σε Ti, Nb, V, τα οποία κατανομούνται τόσο πλευρικά όσο και εντός του κύριου μονοπατιού διάδοσης της θραύσης.

Η Εικόνα 28 αποδίδει τους χάρτες στατιστικής κανονικής αναφοράς με τα προτιμητέα επίπεδα κρυστάλλωσης, για ψαθυροποιημένο δοκίμιο λόγω εκδήλωσης μηχανισμού HIC, μέσω των αναστροφών στερεογραφικών προβολών κατά Euler. Τα ενδιαμέσης γωνίας όρια κόκκων (Medium Angle Grain Boundaries -MAGBs), τα οποία εκτείνονται εντός του πεδίου τιμών 5 - 15°, καθώς και τα υψηλής γωνίας όρια κόκκων (High Angle Grain Boundaries- HAGBs), τα οποία υπερβαίνουν τις 15°, αποδίδονται στο συγκεκριμένο χάρτη μέσω λεπτών και παχύτερων μαύρων περατωτικών ορίων αντίστοιχα. Όπως παρατηρείται η διάδοση της θραύσης και των κύριων δικτύων ρωγμάτωσης, λόγω της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, πραγματοποιήθηκε σε περιοχές του κρυσταλλογραφικού ιστού οι οποίες διατάσσονται παράλληλα ως προς το διαμήκη άξονα θερμής έλασης (υπό τη μορφή ινώδους δομής), μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων (001) και (111). Οι περιοχές αυτές επισημαίνονται με κόκκινη και μπλε απόχρωση αντίστοιχα. Καθώς τα πεδία που στοιχειοθετούνται από όρια κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων χαρακτηρίζονται τόσο από υψηλότερη εσωτερική ενέργεια όσο και από σημαντικά αυξημένη διεπιφανειακή ενεργότητα, εν συγκρίσει με τα άλλα δύο είδη ορίων κόκκων, είναι εύλογο να θεωρηθούν ως οι ισχυρότερες ενεργειακά περιοχές συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Κατ' αυτό τον τρόπο η ύπαρξη των ορίων κόκκων υψηλής γωνίας φαίνεται να ενισχύει την κινητική της διάδοσης ρωγμάτωσης τύπου HIC. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί σε φαινόμενα όπως είναι η τοπική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων, η υπέρβαση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (τ_{crss}), η περιστροφή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος καθώς και η συνεπαγόμενη δημιουργία μονοπατιών εύκολης διάτμησης (easy shear paths). Η προώθηση της κύριας ρωγμής φαίνεται να πραγματοποιείται μέσω μονοπατιών διάδοσης περιμετρικά των λεπτοκρυσταλλικών περιοχών, με μέσο μέγεθος κόκκων της τάξης των 2 μm . Ο υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής λεπτοκρυσταλλικών ζωνών οι οποίες χαρακτηρίζονται ταυτόχρονα και από όρια κόκκων υψηλής γωνίας οδηγεί στη μεγιστοποίηση της τοπικά συσσωρευμένης κρυσταλλογραφικής ενέργειας, η οποία με τη σειρά της καταλύει τον πολλαπλασιασμό των ενεργών παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου ανά μονάδα όγκου του υλικού (N_f). Τα άτομα υδρογόνου μέσω της τοπικής αύξησης της μερικής πίεσης στα πεδία συσσώρευσης συνεισφέρουν ως προς το μοριακό επανασηματισμό του υδρογόνου, ο οποίος εισαγάγει κατά εκατοντάδες τάξεις μεγέθους υψηλότερες εσωτερικές πιέσεις στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Με αυτό τον τρόπο ενισχύεται καθοριστικά η ανάπτυξη δικτύων μικρορωγμάτωσης με τεθλασμένη πορεία διάδοσης, όπου ως σημεία εκτροπής ορίζονται οι περιοχές εκτόνωσης της μερικής πίεσης. Τέλος σημαντικό ρόλο φαίνεται να έχει η σκληρότητα, καθώς σύμφωνα με το νόμο του Hall- Petch, η μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων οδηγεί σε αύξηση της

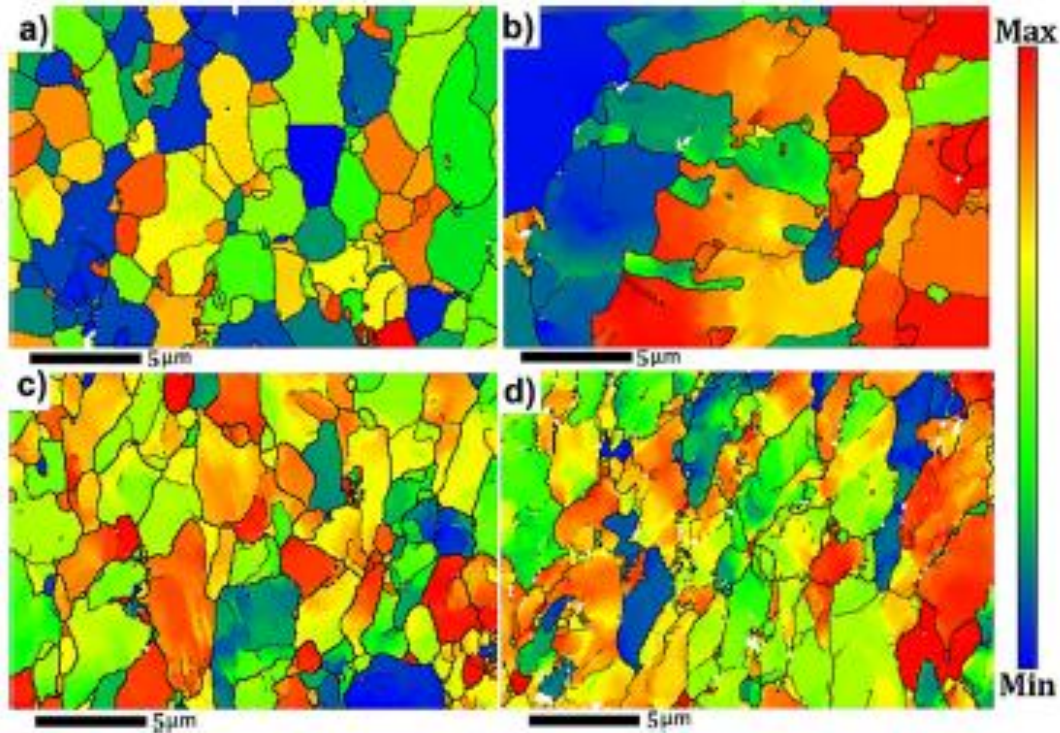
σκληρότητας και του ορίου διαρροής, με άμεσο αποτέλεσμα την αύξηση της επιδεκτικότητας έναντι εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων τύπου HIC. Φυσικά δε μπορεί να παραβλεφθεί η άποψη ότι σε συνθήκες υψηλής γειννίασης με το μονοπάτι διάδοσης των ρωγμών εντοπίζεται η συνεισφορά χονδροκρυσταλλικότερων περιοχών με μέσο μέγεθος κόκκων 18 μm . Αυτά τα χονδροκρυσταλλικά πεδία, λόγω του περιορισμένου κλασματικού όγκου συμμετοχής ορίων κόκκων που τα χαρακτηρίζει, φαίνεται να διευκολύνουν τη περαιτέρω διάδοση της ρωγμής μειώνοντας σημαντικά την αντίσταση του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος έναντι ψαθυροποίησης και υποβάθμισης των μηχανικών του αντοχών. Κατά συνέπεια γίνεται κατανοητό ότι η μεγιστοποίηση της αντίστασης έναντι εκδήλωσης φαινομένων HIC έχει άμεση σχέση με την ελεγχόμενη ανάπτυξη του μικροδομικού ιστού διαμόρφωσης, για ένα βελτιστοποιημένο πεδίο τιμών του μέσου μεγέθους των κόκκων, σε συνάρτηση πάντα με τη χωρική κατανομή των κρυσταλλογραφικών ατελειών (διαταραχές, ενδογενής - εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων, τοιχώματα αντίφασης κ.α).



Εικόνα 28: Χαρτογραφική κατανομή των προτιμητέων επιπέδων ολίσθησης, μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler, για δοκίμια τα οποία έχουν ρωγματωθεί λόγω εκδήλωσης του μηχανισμού HIC.

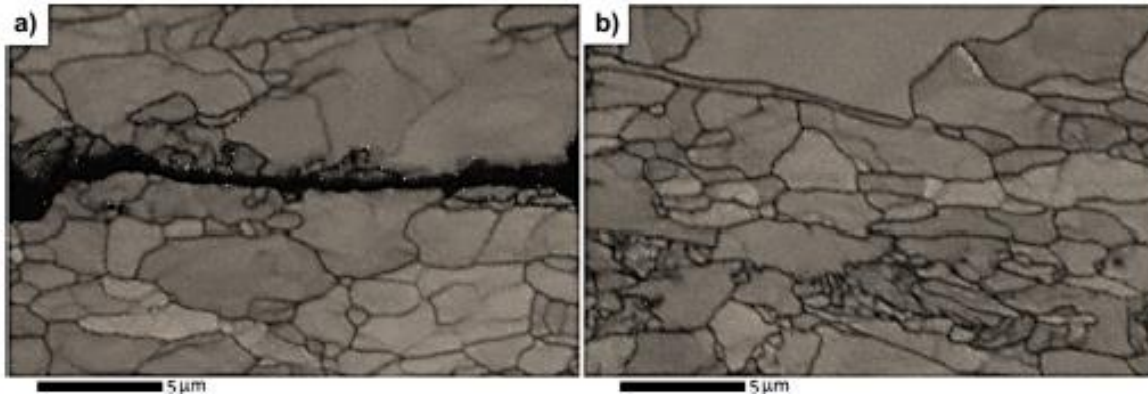
Η Εικόνα 29 αποδίδει τη στατιστική κατανομή του παράγοντα Taylor εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού δειγμάτων τα οποία έχουν υποβληθεί σε διαφορετικές διεργασίες θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (TMCP). Τα σημεία της μητρικής περιοχής που χαρακτηρίζονται από την ανάπτυξη κόκκων ανοιχτού κίτρινου χρώματος αποτελούν ισχυρά πεδία παρεμπόδισης ως προς τη διάδοση ρωγμών, οι οποίες οφείλονται στη διάχυση του ατομικού υδρογόνου. Αντιθέτως οι περιοχές του μικροδομικού ιστού διαμόρφωσης που φέρουν από κίτρινο σκούρο ως κόκκινο χρώμα καθίστανται ιδιαίτερα επιρρεπείς στην ενίσχυση του ψαθυροποιητικού μηχανισμού HIC. Τα πεδία αυτά λόγω της μεγιστοποίησης του παράγοντα Taylor που τα χαρακτηρίζει, φαίνεται ότι καταλύουν τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινητικά τη διαδικασία προώθησης του διακλαδιζόμενου δικτύου των μικρορωγματώσεων, μέσω συνεχούς διάτμησης και απόσχισης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Οι μικρορωγματώσεις, οι οποίες χαρακτηρίζονται από διακρυσταλλικό τύπο διάδοσης, έχουν ως κύριες περιοχές ανάπτυξης ομάδες κόκκων με ιδιαίτερα αυξημένες τιμές του παράγοντα Taylor και υψηλή χωρική πυκνότητα κατανομής δικτύων διαταραχών. Από την άλλη πλευρά οι περικρυσταλλικού τύπου ρωγματώσεις φαίνεται να διαδίδονται επί των ορίων γειτονικών κόκκων οι οποίοι χαρακτηρίζονται από σημαντική διακύμανση μεταξύ των τιμών του παράγοντα Taylor. Η διακύμανση αυτή μπορεί να συσχετισθεί με την ενεργοποίηση τελείως διαφορετικών χωρικά συστημάτων ολίσθησης κατά την ανάπτυξη των μικροπλαστικών ζωνών και των πεδίων παραμόρφωσης. Η ενεργοποίηση των συστημάτων εύκολης ολίσθησης αποτελεί ένα είδος θερμοδυναμικής διεργασίας, η οποία χαρακτηρίζεται από τιμές φράγματος δυναμικού που καθορίζονται τόσο από τους προτιμητέους κρυσταλλογραφικούς προσανατολισμούς ανάπτυξης όσο και από την κατανομή των πεδίων συσσώρευσης των τάσεων μεταξύ γειτονικών περιοχών.

Όπως γίνεται φανερό στο μικροδομικό ιστό των δοκιμών B και C αναπτύχθηκαν ισχυρά πεδία συγκερασμού των τάσεων περιμετρικά των ορίων των κόκκων, λόγω της συστηματικής παρεμπόδισης που αυτά επέφεραν ως προς τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών. Οι περιοχές αυτές συνέργησαν καθοριστικά ως προς την ανάπτυξη ρωγματώσεων αποτελώντας ταυτόχρονα ένα κινηματικά ευκολότερο μονοπάτι διάδοσης της θραύσης. Μέσω της επισταμένης μελέτης του κρυσταλλογραφικού ιστού και των κύριων δομικών και μορφολογικών χαρακτηριστικών των ορίων των κόκκων κρίθηκε ότι την υψηλότερη αντίσταση έναντι φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου την επιδεικνύει το δοκίμιο D. Το δεδομένο δοκίμιο έχει υποβληθεί σε ισοθερμοκρασιακό πεδίο έλασης στους 850 °C, με αποτέλεσμα να χαρακτηρίζεται από την ανάπτυξη ισχυρού κρυσταλλογραφικού ιστού με επικρατέστερα συστήματα ολίσθησης τα {110} και {111}. Ταυτόχρονα φαίνεται να έχει περιορισμένο κλάμα όγκου συμμετοχής κόκκων οι οποίοι παραλληλίζονται με τον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης (001). Σημαντικότερο όμως παράγοντα όλων αποτελεί το γεγονός ότι εντός της μητρικής περιοχής παρατηρείται συνεισφορά αυξημένου κλάσματος όγκου συμμετοχής ορίων κόκκων χαμηλής γωνίας καθώς και περιορισμένη ανάπτυξη πεδίων παραμόρφωσης του πλέγματος. Ιδιαίτερα κρίσιμη καθίσταται ταυτόχρονα η χαμηλή εσωτερική - αποθηκευμένη ενέργεια και οι κατάλληλες τιμές των παραμέτρων Taylor και Kernel ώστε να προκαλείται πέδηση ως προς την εκδήλωση των κυρίαρχων και επιθετικότερων μηχανισμών ψαθυροποίησης για το συγκεκριμένο δοκίμιο.



Εικόνα 29: Χαρτογράφηση της επιφανειακής κατανομής του παράγοντα Taylor για τα δοκίμια A, B, C, D αντίστοιχα.

Είναι κοινά αποδεκτό ότι η ανάπτυξη ισοαξονικού - ανακρυσταλλωμένου φερρίτη, ιδιαίτερα αν αυτή συνδυάζεται με τη συνύπαρξη ορίων κόκκων χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού, οδηγεί σε σημαντική μείωση της πιθανότητας ανάπτυξης και διάδοσης ρωγματώσεων λόγω υδρογόνου. Στην Εικόνα 30 (a) αποδίδεται η διάδοση ρωγμής HIC στο κρυσταλλογραφικό ιστό του δοκίμιου C έπειτα από έξι ώρες χρονική διάρκεια παραμονής σε καθοδικό πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αντίστοιχα όπως παρατηρείται από την Εικόνα 30 (b), το δοκίμιο D χαρακτηρίζεται από ισχυρή αντίσταση έναντι σχηματισμού ρωγμών με αποτέλεσμα να μην ταυτοποιείται η ύπαρξή τους για καμία περιοχή της διατομής έπειτα από την εφαρμογή ηλεκτροχημικής διέγερσης μέσω καθοδικής φόρτισης σε περιβάλλον υδρογόνου. Το γεγονός αυτό ενισχύει την υπόθεση της ευεργετικής επίδρασης που έχει στη συγκεκριμένη περίπτωση ο μικρογραφικός ιστός διαμόρφωσης μέσω της ενεργοποίησης κατάλληλων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης για τη μεγιστοποίηση της αντίστασης έναντι ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου.



Εικόνα 30: Διάδοση ρωγμών κατά την ανάπτυξη του φαινομένου HIC σε δοκίμια που χαρακτηρίζονται από διαφορετικό κρυσταλλογραφικό ιστό και μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων (αριστερά δοκίμιο C, δεξιά δοκίμιο D).

Συμπεράσματα

Στην παρούσα ερευνητική μελέτη χρησιμοποιήθηκε πολλαπλότητα μικροσκοπικών τεχνικών ανάλυσης, με κυρίαρχο στόχο τον προσδιορισμό της επίδρασης που έχει το είδος και ο προσανατολισμός των κύριων μικρογραφικών συστατικών καθώς και τα χαρακτηριστικά του κρυσταλλογραφικού ιστού διαμόρφωσης στην ευαισθησία του μεταλλουργικού συστήματος έναντι εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων για περιβάλλοντα υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα. Στη συνέχεια αποδόθηκε ιδιαίτερη προσοχή στην επιρροή που έχει η διαφορετική ακολουθία των θερμομηχανικών κατεργασιών διαμόρφωσης τόσο στα μικρογραφικά συστατικά όσο και στον κρυσταλλογραφικό ιστό (crystallographic texture). Για την επιβεβαίωση και τη διασφάλιση των εξαχθέντων συμπερασμάτων πραγματοποιήθηκαν ταυτόχρονα και πειράματα ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος σε εργαστηριακή κλίμακα, έτσι ώστε να επιβεβαιωθεί η ευεργετική συνεισφορά συγκεκριμένων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών στην ισχυροποίηση της αντίστασης του δεδομένου κραματικού συστήματος έναντι φαινομένων HIC.

1. Τα δίκτυα μικρορωγματώσεων τα οποία έχουν δημιουργηθεί λόγω εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης τύπου HIC φαίνεται να πολλαπλασιάζονται εκθετικά όχι μόνο μέσω των περιοχών όπου τα κρυσταλλογραφικά επίπεδα τύπου (001) βαίνουν παράλληλα με τον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, αλλά και κατά μήκος περιοχών όπου οι κόκκοι παραλληλίζονται ως προς τον διαμήκη άξονα της έλασης μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης (111).
2. Η υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης διαταραχών περιμετρικά της διάδοσης της θραύσης (crack path trajectory) υποδηλώνει την ύπαρξη περιοχών με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ διαφόρων σημείων του πλέγματος του ίδιου κόκκου (misorientation) καθώς και τη συνεισφορά πεδίων με ισχυρή συσσώρευση μικροπλαστικών ζωνών - ταινιών ολίσθησης μεταξύ των γειτονικών κόκκων. Οι δύο παραπάνω παράγοντες λειτουργούν συνεργιστικά και ενισχυτικά ως προς την αύξηση της ευαισθησίας του μεταλλουργικού αυτού συστήματος ως προς την εκδήλωση ψαθυροποιητικών φαινομένων τύπου HIC και την υποβάθμιση των μηχανικών του αντοχών.

3. Στο καταστρεπτικό αυτό φαινόμενο καθοριστικό ρόλο διαδραματίζει η στατιστική κατανομή των ορίων των κόκκων υψηλής γωνίας εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Καθίσταται εύκολα αντιληπτό μέσω των ληφθέντων αποτελεσμάτων ότι οι περιοχές όπου συμμετέχουν όρια κόκκων με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων και όπου απαντώνται αυξημένες τιμές της παραμέτρου Kernel κρίνονται ως ιδιαίτερα επιρρεπείς έναντι ψαθυροποίησης, καθώς οι ίδιες αποτελούν ισχυρά πεδία συσσώρευσης και παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου.
4. Ιδιαίτερα μειωμένα επίπεδα αντίστασης έναντι εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης, λόγω διεξαγωγής του μηχανισμού HIC, απέδωσαν περιοχές του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης με υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής κόκκων που παραλληλίζονται ως προς τον διαμήκη άξονα της έλασης μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων τύπου (001). Αντιστρόφως, ο περιορισμός της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των περιοχών αυτών καθώς και η ανάπτυξη βελτιστοποιημένων κρυσταλλογραφικών ιστών δύναται να οδηγήσει άμεσα σε εκθετική αύξηση της αντίστασης του δεδομένου κραματικού συστήματος έναντι φαινομένων HIC.
5. Η αποκατάσταση και η δυναμική ανακρυστάλλωση μέσω των διεργασιών της αλληλοαναίρεσης (annihilation of dislocation networks) και της επαναδιευθέτησης των δικτύων των διαταραχών (rearrangement of dislocation networks) δύναται να οδηγήσουν μονοσήμαντα το θερμοδυναμικό αυτό σύστημα σε πολύ χαμηλά επίπεδα ευαισθησίας έναντι ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς συντελούν συστηματικά ως προς τη μείωση της παραμέτρου Kernel.
6. Τέλος η υψηλότερη αντίσταση έναντι εκδήλωσης ψαθυροποιητικού φαινομένου τύπου HIC αποδόθηκε στο τέταρτο είδος δοκιμίου (D), το οποίο είχε υποβληθεί σε έλαση για το ισοθερμοκρασιακό πεδίο παραμονής στους 850 °C. Το παραπάνω γεγονός αποδίδεται τόσο στο περιορισμένο κλάμα όγκου συμμετοχής κόκκων οι οποίοι παραλληλίζονται με τον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης (001) όσο και στον οξύ αποδιδόμενο κρυσταλλογραφικό ιστό διαμόρφωσης (sharp crystallographic texture) όπου κυριαρχούν ως επικρατέστερα συστήματα ολίσθησης τα {110} και {111}.

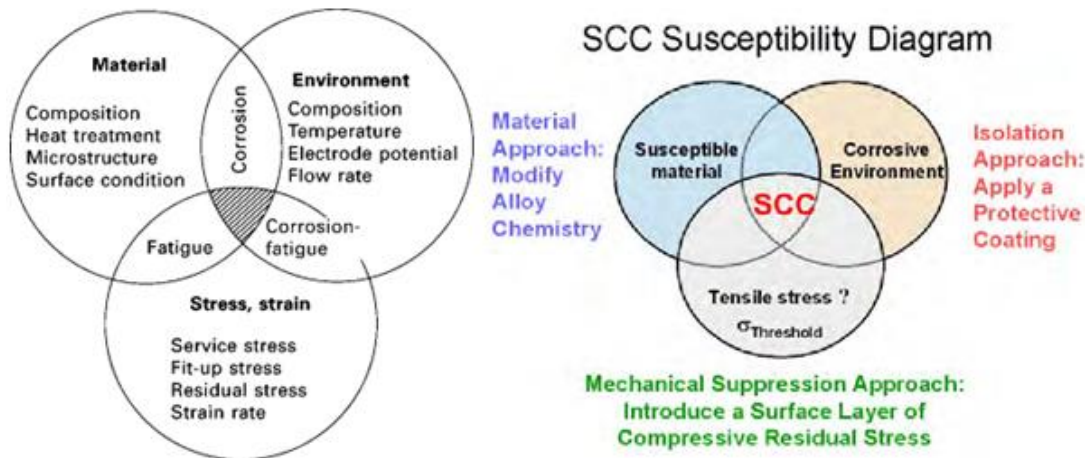
1.5 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΕΠΙ ΤΩΝ ΠΑΡΑΓΟΝΤΩΝ ΠΟΥ ΕΠΙΔΡΟΥΝ ΣΤΗΝ ΕΝΙΣΧΥΣΗ ΤΟΥ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟΥ ΤΗΣ ΕΡΓΟΔΙΑΒΡΩΣΗΣ ΓΙΑ ΧΗΜΙΚΑ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΑ ΥΨΗΛΗΣ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗΣ ΣΕ ΜΟΡΙΑΚΑ ΣΥΜΠΛΟΚΑ ΤΟΥ ΥΔΡΟΘΕΙΟΥ (SULFIDE STRESS CRACKING)

- **Θερμοδυναμική ανάλυση και προσέγγιση της χημικής κινητικής που διέπει τους κύριους μηχανισμούς οι οποίοι συμμετέχουν στο φαινόμενο της εργοδιάβρωσης (Stress Corrosion Cracking)**

Ως εργοδιάβρωση ορίζεται η ρωγμάτωση εξαιτίας της ταυτόχρονης επενέργειας εφελκυστικών τάσεων και διαβρωτικού περιβάλλοντος. Οι εφελκυστικές τάσεις μπορεί να οφείλονται είτε σε εξωτερική φόρτιση, είτε σε φυγόκεντρες δυνάμεις, είτε σε ισχυρά πεδία θερμοκρασιακών μεταβολών, είτε ακόμη να προέρχονται και από εσωτερικά αίτια (παραμένουσες τάσεις).

Σε περιπτώσεις όπου η κοίλη επιφάνεια μιας σωλήνωσης μεταφοράς πετρελαίου υπόκειται στην ταυτόχρονη επίδραση διαβρωτικού περιβάλλοντος και στην ανάπτυξη εφελκυστικού πεδίου τάσεων, εάν δημιουργηθεί μια εσοχή από διάβρωση (π.χ. βελονισμός) τότε στο τμήμα αυτό είναι δυνατόν να επέλθει ψαθυρή θραύση (ακόμη και για τιμές σημαντικά χαμηλότερες του ορίου διαρροής του κατασκευαστικού αυτού στοιχείου). Το είδος αυτό της διάβρωσης κρίνεται ως ιδιαίτερα επικίνδυνο, γιατί ενώ το μεταλλικό σύστημα καθίσταται σχεδόν απρόσβλητο στο μεγαλύτερο μέρος της επιφάνειάς του, λεπτές ρωγμές διαδίδονται διακλαδιζόμενες ταχύτατα στο εσωτερικό του. Για να εκδηλωθεί όμως αυτό το είδος της αστοχίας πρέπει να εκπληρούνται τρεις κύριες προϋποθέσεις που αφορούν στην ύπαρξη κατάλληλου διαβρωτικού περιβάλλοντος, στην επιβολή εφελκυστικής καταπόνησης και στην ευαισθησία - ευπάθεια που επιδεικνύει το εκάστοτε κραματικό σύστημα έναντι του φαινομένου αυτού. Αν και συνήθως οι τρεις αυτοί παράγοντες δε συνυπάρχουν, η πάροδος του χρόνου και η συνεχής λειτουργία δύναται να δημιουργήσουν συνθήκες που έχουν ως αποτέλεσμα μη αναμενόμενες και υψηλού κόστους καταστροφές. Για παράδειγμα, ο βρασμός ή η εξάτμιση αυξάνουν σημαντικά τη συγκέντρωση, την ενεργότητα και τη δραστικότητα των διαβρωτικών διαλυμάτων. Σημειώνεται ακόμη ότι δεν θεωρούνται όλοι οι συνδυασμοί μετάλλου - περιβάλλοντος ευαίσθητοι έναντι εκδήλωσης φαινομένων SCC. Οι ανοξειδωτοί χάλυβες χαρακτηρίζονται ως ιδιαίτερα ευπαθείς σε περιβάλλοντα υψηλής συγκέντρωσης σε χλωροανιόντα Cl^- και καυστικών αλκαλίων (Na, K) ενώ αντιμετωπίζονται ως ιδιαίτερα ανθεκτικοί έναντι ρωγμάτωσης εξαιτίας της διάβρωσης σε περιβάλλον θειικού οξέος, νιτρικού οξέος ή καθαρού νερού.

Συμπερασματικά, οι σημαντικότερες παράμετροι που επηρεάζουν την εκδήλωση του χημικομηχανικού αυτού φαινομένου είναι οι μηχανικοί παράγοντες (παραμένουσες και εφαρμοζόμενες τάσεις), οι περιβαλλοντικοί παράγοντες (θερμοκρασία και σύσταση του διαλύματος) καθώς και οι μεταλλουργικοί παράγοντες (σύσταση και δομή του μετάλλου) (Εικόνα 31).



Εικόνα 31: Αναγκαίο συμβαλλόμενο πεδίο συνθηκών για την εκδήλωση του φαινομένου SCC και ενδεικτική μεθοδολογία αντιμετώπισης.

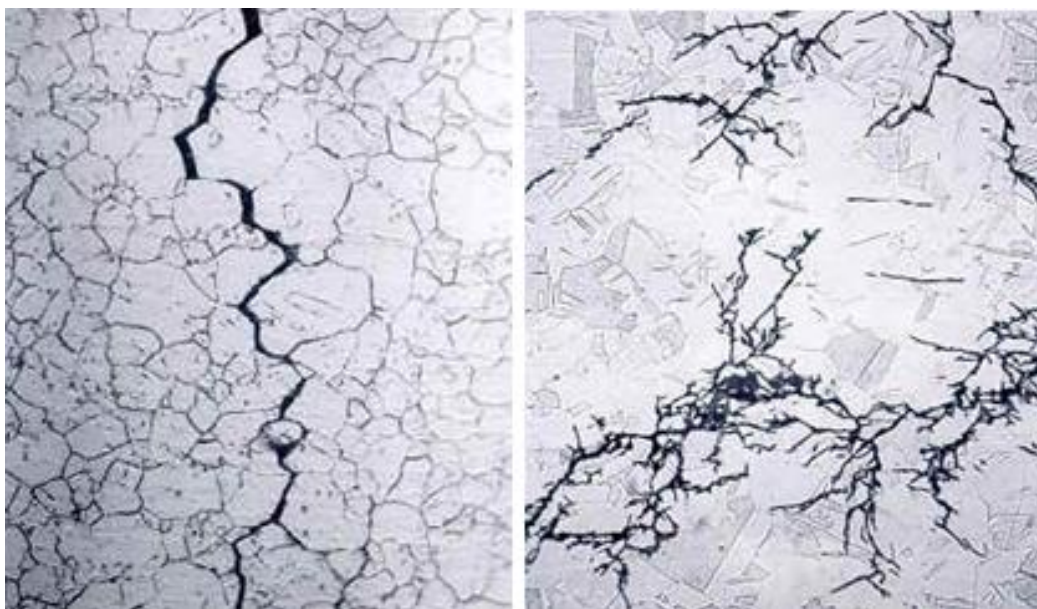
➤ Μηχανικοί παράγοντες

Η εφελκυστική καταπόνηση για επιβαλλόμενα πεδία τιμών χαμηλότερα του ορίου διαρροής του υλικού αρκεί για να προκαλέσει εκτεταμένη αστοχία λόγω του μηχανισμού SCC. Το εντατικό αυτό πεδίο μπορεί να προέρχεται ακόμα και από κακή συναρμολόγηση διαφορετικών κατασκευαστικών τμημάτων. Επιπρόσθετα η ανομοιογενής θερμική διαστολή (παραμορφώσεις λόγω θερμικού πεδίου), καθώς και η τοπική συσσώρευση παραμενουσών τάσεων μετά το πέρας των συγκολλήσεων ή άλλων θερμικών κατεργασιών δύναται να αποτελέσουν τον κύριο παράγοντα συμβολής ως προς την εμφάνιση της αστοχίας. Βιβλιογραφικά έχουν αναφερθεί περιπτώσεις όπου η ρωγμάτωση έχει εκδηλωθεί ακόμα και για πεδία τιμών εντός του εύρους των τάσεων που έχουν προβλεφθεί κατά το σχεδιασμό της κατασκευής.

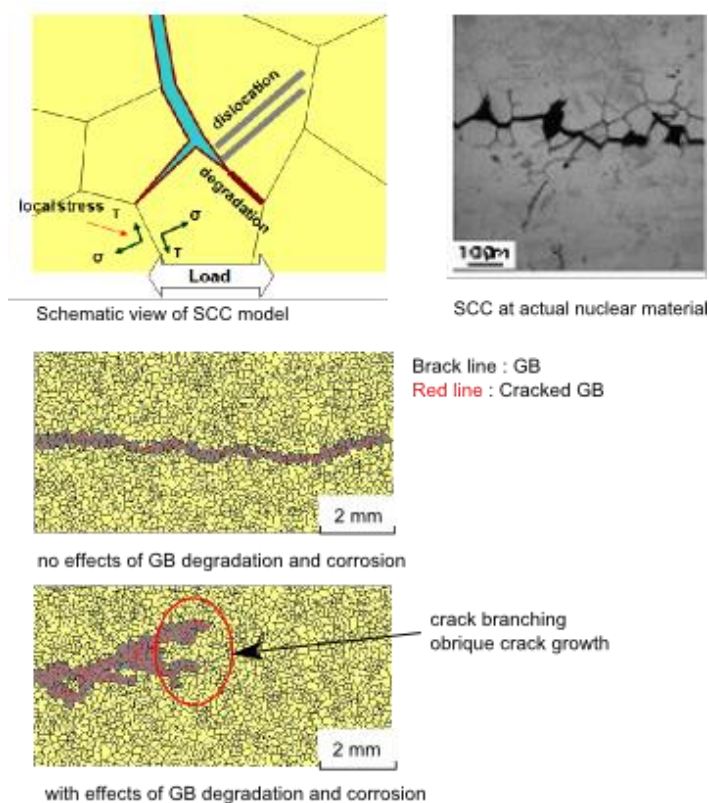
Η αύξηση της εντατικής φόρτισης οδηγεί μονοσήμαντα σε σημαντική μείωση του χρόνου εμφάνισης της ρωγμής. Έχουν καταγραφεί διεθνώς κάποιες οριοθετήσεις που σχετίζονται με την ελάχιστη απαιτούμενη τάση για την έναρξη της ρωγμάτωσης. Η ελάχιστη αυτή τάση εξαρτάται από τη θερμοκρασία, τη σύσταση του κράματος και τη θερμοδυναμική - χημική πολυπλοκότητα του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Σε κάποιες περιπτώσεις είναι χαμηλή λαμβάνοντας τιμές της τάξης μόλις του 10% του ορίου διαρροής. Σε άλλες όμως περιπτώσεις η ρωγμάτωση δεν παρατηρείται σε πεδία τιμών μικρότερα του 70% του ορίου διαρροής. Για κάθε διαφορετικό συνδυασμό μεταλλουργικού συστήματος - περιβάλλοντος υπάρχει μία μόνο χαρακτηριστική τιμή της τάσης που αποτελεί το κρίσιμο μηχανικό κατώφλι. Αυτό όμως το μηχανικό κατώφλι πρέπει να αντιμετωπίζεται με προσοχή αφού οι περιβαλλοντικές συνθήκες συνήθως μεταβάλλονται κατά τη διάρκεια ανάπτυξης των λειτουργικών συνθηκών.

Μορφολογικά οι ρωγμές που σχετίζονται με φαινόμενα SCC υποδηλώνουν την ανάπτυξη ψαθυρής θραύσης η οποία εκδηλώνεται λόγω δράσης μηχανικών αιτίων, ενώ στην πραγματικότητα προέρχονται από διεργασίες τοπικής διάβρωσης. Οι ρωγμές αυτές δύναται να διαδοθούν είτε περικρυσταλλικά είτε διακρυσταλλικά. Στην πρώτη περίπτωση η ρωγμή εξελίσσεται κατά μήκος των ορίων ή υποορίων των κόκκων, ενώ στη δεύτερη η διάδοση αυτής πραγματοποιείται διακλαδιζόμενα διαμέσου των κόκκων της μητρικής περιοχής. Η διακρυσταλλική διάδοση των ρωγμών απαντάται συχνότερα αλλά σημειώνεται ότι στην πραγματικότητα τις περισσότερες φορές λαμβάνουν χώρα και τα δύο είδη ταυτόχρονα, ανάλογα πάντα με τις φυσικοχημικές σταθερές και τις κινητικές παραμέτρους του διαβρωτικού περιβάλλοντος καθώς και τη χημική σύσταση του μεταλλουργικού συστήματος. Τέλος έχουν καταγραφεί στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών σημαντικές μεταβολές ως προς τους μηχανισμούς διάδοσης της θραύσης, τόσο σε κράματα Fe-Cr όσο και σε σιδηρούχα κράματα υψηλής περιεκτικότητας σε Ni, σε συνάρτηση πάντα με τη διακύμανση των επιβαλλόμενων λειτουργικών συνθηκών.

Σε ένα γενικότερο πλαίσιο μπορεί να αναφερθεί ότι οι ρωγμές διαδίδονται κάθετα ως προς την εφαρμοζόμενη διεύθυνση της τάσης. Ο βαθμός διακλάδωσης των ρωγμών παρουσιάζει αστάθειες καθώς υπάρχουν περιπτώσεις στις οποίες δεν παρατηρούνται διακλαδώσεις και άλλες στις οποίες οι διακλαδώσεις είναι πολυάριθμες με τρόπο ώστε να παρομοιάζονται με 'δέλτα ποταμών' (Εικόνες 32 - 33).



Εικόνα 32: Σχηματική απόδοση περικρυσταλλικής διάδοσης ρωγμής σε X90 χάλυβα υψηλής αντοχής και διακρυσταλλικής διακλαδιζόμενης ρωγμής σε ωστενιτικού τύπου ανοξείδωτο χάλυβα 316L λόγω ανάπτυξης φαινομένου SCC.



Εικόνα 33: Περιγραφικό μοντέλο των τοπικά συμβαλλόμενων συνθηκών οι οποίες απαιτούνται για την ανάπτυξη περικρυσταλλικής και διακρυσταλλικής διάδοσης ρωγματώσεων κατά τη διεξαγωγή του φαινομένου της εργοδιάβρωσης σε ισχυρά κραματωμένους χάλυβες (υπερκράματα σιδήρου), με πεδίο εφαρμογών τη κατασκευή πυρηνικών αντιδραστήρων.

➤ Περιβαλλοντικοί παράγοντες

Η ρωγμάτωση από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση SCC είναι αναμενόμενη σε διάφορα υδατικά μέσα αλλά μπορεί να εκδηλωθεί και σε τηγμένα μέταλλα, τηγμένα άλατα και μη υδατικά ανόργανα υγρά. Καθίσταται κοινά αποδεκτό ότι η παρουσία οξειδωτικών ουσιών ευνοεί την εμφάνιση του φαινομένου αυτού ενώ ιδιαίτερα κρίσιμη χαρακτηρίζεται η παρουσία διαλυμένου οξυγόνου ή άλλων οξειδωτικών μέσων για τη ρωγμάτωση ωστενιτικών ανοξειδωτων χαλύβων σε ηλεκτρολυτικά διαλύματα υψηλής συγκέντρωσης σε χλωριόντα. Στις περιπτώσεις αυτές αν το οξυγόνο είναι εφικτό να απομακρυνθεί αποφεύγεται η υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων και η εκδήλωση αστοχίας ψαθυρού τύπου.

Καθώς σε συνεχή βάση απαντώνται στον τεχνολογικό - κατασκευαστικό κλάδο νέα λειτουργικά περιβάλλοντα τα οποία προκαλούν SCC πρέπει σε κάθε διαφορετικό συνδυασμό περιβάλλοντος – μεταλλουργικού συστήματος να ελέγχεται η επιδεκτικότητα ως προς την εκδήλωση του φαινομένου αυτού. Πολύ συχνά αναφέρεται η περίπτωση κατά την οποία το ίδιο κραματικό σύστημα εμφανίζει αμελητέα διάβρωση όταν δεν υποβάλλεται σε εντατικό πεδίο, ενώ υπό τάση υποβαθμίζεται η μηχανική του ακεραιότητα (mechanical integrity) λόγω ανάπτυξης του φαινομένου SCC στο δεδομένο ηλεκτρολύτη.

Ο συγκεκριμένος μηχανισμός, όπως και οι περισσότερες χημικές αντιδράσεις, εντείνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Για κάποια μεταλλουργικά συστήματα, όπως το Mg, η ρωγμάτωση πραγματοποιείται σε θερμοκρασία δωματίου, ενώ σε άλλα κραματικά συστήματα απαιτείται η συμβολή της θερμοκρασίας βρασμού. Στις περισσότερες όμως περιπτώσεις ο συγκεκριμένος μηχανισμός διεξάγεται με επαρκή ρυθμό ως προς την απόδοση της αστοχίας για θερμοκρασίες μεγαλύτερες των 100 °C.

Ιδιαίτερα σημαντική παράμετρο αποτελεί και η εναλλαγή του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Έχει αποδοθεί πειραματικά μέσα από πολυάριθμα ερευνητικά έργα ότι μεταλλικά συστήματα που εκτίθενται σε περιβάλλον μιας φάσης παρουσιάζουν μικρότερη προδιάθεση για ρωγμάτωση από εκείνα που στις ίδιες συνθήκες θερμοκρασίας και επιβαλλόμενου εντατικού πεδίου εκτίθενται σε εναλλασσόμενο περιβάλλον διαδοχικής ξήρασης - διαβροχής.

➤ Μεταλλουργικοί παράγοντες

Η αντοχή ενός μεταλλουργικού συστήματος έναντι εκδήλωσης φαινομένων SCC εξαρτάται άμεσα από τη χημική σύσταση αυτού, το μέσο μέγεθος - τη μορφολογία και τον προσανατολισμό των κόκκων, τη στοιχειομετρική χημική αναλογία - το κλάσμα όγκου συμμετοχής και τα μορφολογικά χαρακτηριστικά των κατακρημνισμάτων, την ύπαρξη περατωτικών - διαφασικών ορίων υψηλής ή χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων και τέλος τις αλληλεπιδράσεις μεταξύ των δικτύων των διαταραχών. Οι προαναφερθέντες παράγοντες σε συνδυασμό με το διαβρωτικό περιβάλλον και τα επίπεδα του αναπτυσσόμενου πεδίου των τάσεων καθορίζουν το χρόνο έναρξης της ρωγμάτωσης.

Στη διεθνή βιβλιογραφία παρουσιάζονται διαγράμματα που συνδέουν τη σύσταση του κράματος με το χρόνο έναρξης της ρωγμάτωσης για συγκεκριμένα περιβάλλοντα SCC. Είναι πλέον κοινά αποδεκτό στον ερευνητικό χώρο ότι τα κράματα αλουμινίου υψηλής αντοχής παρουσιάζουν πολύ μεγαλύτερη ευπάθεια έναντι SCC σε τάσεις με διεύθυνση ανάπτυξης κάθετη ως προς το διαμήκη άξονα

θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, από ότι σε τάσεις που εφαρμόζονται παράλληλα ως προς αυτόν. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην κατανομή των κατακρημνισμάτων που διαστοιχίζονται παράλληλα ως προς τη διεύθυνση της έλασης. Τέλος στους χυτούς ανοξείδωτους χάλυβες έχει παρατηρηθεί υψηλότερη αντοχή έναντι SCC με την αύξηση της ποσοστιαίας συμμετοχής της φερριτικής φάσης, η οποία όταν κατανέμεται ετερογενώς υπό τη μορφή νησίδων εντός της ωστενιτικής μήτρας προκαλεί ισχυρή παρεμποδιστική δράση έναντι της εξελικτικής πορείας της ρωγμής.

➤ Μηχανισμός SCC

Αν και η ρωγμάτωση από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση αποτελεί ένα από τα σημαντικότερα προβλήματα στο επιστημονικό πεδίο που πραγματεύεται τα φαινόμενα που σχετίζονται με τη διάβρωση, ο μηχανισμός διεξαγωγής αυτού του τύπου της αστοχίας δεν έχει προσδιορισθεί ακόμη σε ικανοποιητικό βαθμό. Σημαντικότερο λόγο για το γεγονός αυτό αποτελεί η πολυπλοκότητα της αλληλεπίδρασης μεταξύ της επιφάνειας του μετάλλου, της εφαρμοζόμενης τάσης και του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Επιπρόσθετα κρίνεται ως απίθανο το ενδεχόμενο ένας και μόνο μηχανισμός να μπορεί να περιγράψει την ακολουθία των αντιδράσεων και τη φυσικοχημεία στη διεπιφάνεια μετάλλου - ηλεκτρολύτη. Παρόλα αυτά πολύ αξιόπιστες και χρήσιμες πληροφορίες έχουν εξαχθεί με συστηματική επαναληψιμότητα μέσα από μία διευρυμένη γκάμα πειραμάτων που εστιάζουν σε διαφορετικά τεχνολογικά πεδία εφαρμογών.

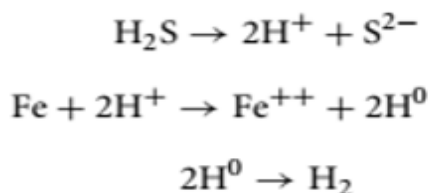
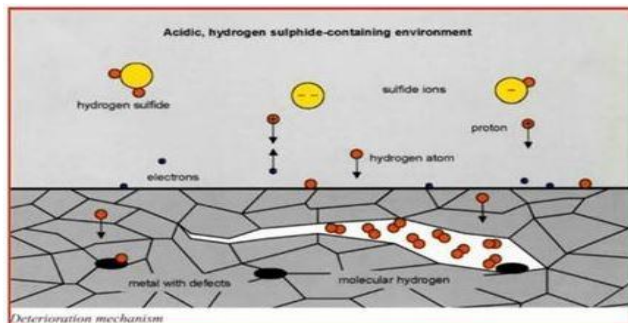
Η διάβρωση διαδραματίζει καθοριστικό ρόλο έχοντας τον υψηλότερο συντελεστή βαρύτητας κατά το αρχικό στάδιο της διάδοσης των ρωγμών. Οι βελονισμοί, οι χαραγές ή οποιαδήποτε άλλη επιφανειακή ασυνέχεια του μεταλλικού συστήματος δρα ως πεδίο συγκερασμού των τάσεων που οδηγεί σταδιακά στην υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης. Όπως είναι γνωστό η συγκέντρωση τάσεων στην ακμή της εγκοπής αυξάνεται όσο η ακτίνα καμπυλότητας αυτής ελαττώνεται. Έχει παρατηρηθεί σε αρκετές περιπτώσεις ότι οι ρωγμές λόγω εκδήλωσης φαινομένου SCC έχουν ως σημείο έναρξης τη βάση ενός βελονισμού. Κατά τα πρώτα στάδια της εκκίνησης της ρωγμής, αυτή φαίνεται να χαρακτηρίζεται από μικρή ακτίνα καμπυλότητας και τοπικά αυξημένη συγκέντρωση τάσεων. Η διάδοση όμως της ρωγμής κατά τα επόμενα στάδια οφείλεται στη συνεργιστική δράση εντατικού πεδίου - διαβρωτικού περιβάλλοντος. Επιπρόσθετα είναι δυνατόν να ταυτοποιηθεί μέσω EBSD αναλυτικής τεχνικής η ανάπτυξη μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης και ζωνών ολίσθησης αμέσως πριν την ακμή της ρωγμής λόγω της ενισχυτικής συσσώρευσης του πεδίου των τάσεων στην περιοχή αυτή. Αν το μεταλλουργικό σύστημα χαρακτηρίζεται από θερμοδυναμική μεταστάθεια μπορεί να λάβει χώρα διατμησιακού τύπου μετασχηματισμός των φάσεων κατά τη διάρκεια εκδήλωσης του φαινομένου SCC. Αντίθετα αν το κραματικό σύστημα βρίσκεται υπό καθεστώς θερμοδυναμικής ισορροπίας, η ενδοτραχυμένη περιοχή καθίσταται ως λιγότερο ανθεκτική (ανοδικότερη) έναντι φαινομένων διάβρωσης σε σχέση με την υπόλοιπη μητρική περιοχή, εξαιτίας της συνεχώς παρεμποδιζόμενης αναρρίχησης των δικτύων των διαταραχών.

Τέλος η ανάπτυξη ρωγμάτωσης από διάβρωση με μηχανική καταπόνηση δύναται να περιοριστεί ή ακόμη και να αποφευχθεί αν εφαρμοστούν μεμονωμένα ή συνδυαστικά τα παρακάτω προληπτικά μέτρα: περιορισμός του αναπτυσσόμενου πεδίου των τάσεων σε τιμές χαμηλότερες από αυτή που ορίζει το μηχανικό κατώφλι, μείωση της περιεκτικότητας των κρίσιμων ουσιών εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος που καταλύουν το φαινόμενο, επιλογή διαφορετικού μεταλλουργικού συστήματος για τη δεδομένη τεχνολογική εφαρμογή και σχεδιασμός - ανάπτυξη κατάλληλης καθοδικής προστασίας.

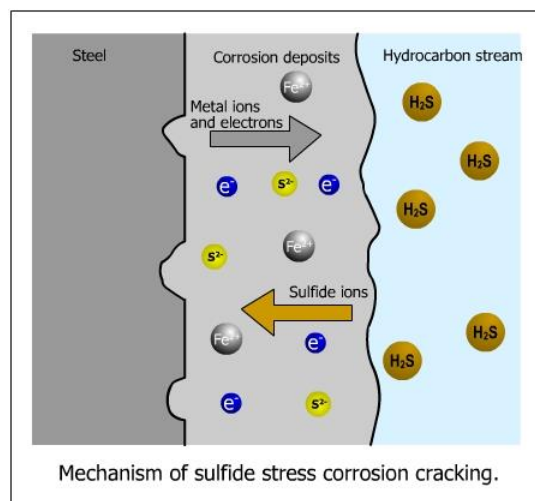
- **Ανάπτυξη ρωγμάτων σε μεταλλουργικά συστήματα λόγω επίδρασης πεδίου εντατικής καταπόνησης εντός περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ιόντα (Sulfide Stress Corrosion Cracking - SSCC)**

Το φαινόμενο της ψαθυροποίησης εντός διαβρωτικού περιβάλλοντος υψηλής περιεκτικότητας σε θειικά ιόντα μπορεί να εκδηλωθεί στις σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων λόγω δύο κύριων διακριτών αιτιών. Συνηθέστερη περίπτωση αποτελεί η αστοχία του καθοδικού επικαλυπτικού πολυμερικού συστήματος με τη συνεπαγόμενη απορρύθμιση του pH εντός της ασυνέχειας. Καθοριστικό όμως ρόλο διαδραματίζει ταυτόχρονα και ο συνδυασμός μειωμένης ποιότητας και περιορισμένης θερμογόνου ισχύος των μεταφερόμενων καυσίμων, λόγω της χημικής υποβάθμισης που αυτά υφίστανται μέσω της αυξημένης περιεκτικότητάς τους σε μοριακά σύμπλοκα του υδρόθειου.

Οι συνεργιστικές ημιαντιδράσεις εκδήλωσης του φαινομένου της ψαθυροποίησης στη διεπιφάνεια στερεού - υγρού εντός ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε σουλφονικούς διαλύτες αναγράφονται στη παρακάτω σχηματική αποτύπωση (Εικόνες 34-35). Τέλος αναφέρεται ότι στη περίπτωση ανάπτυξης υψηλής θερμοκρασιακής βαθμίδας κατά τη διάρκεια λειτουργίας, η εκδήλωση των φαινομένων ψαθυροποίησης μέσω ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και η υποβάθμιση της μηχανικής ακεραιότητας του μεταλλουργικού συστήματος καθίσταται ακαριαία μέσω της ταχύτατης διάδοσης διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων και της ανάπτυξης ψαθυροποιητικών επιφανειακών σχηματισμών τύπου φουσαλίδας.



Εικόνα 34: Συνεργιστικές ημιαντιδράσεις εκδήλωσης του φαινομένου Sulfide Stress Corrosion Cracking στη διεπιφάνεια στερεού – υγρού, εντός περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε σουλφονικούς διαλύτες (solid – liquid interphase phenomena).



Εικόνα 35: Σχηματική περιγραφή των θερμοδυναμικών απαιτήσεων και του χημικοκινητικού μοντέλου προσέγγισης του μηχανισμού SulfideStressCorrosionCracking.

Ο μηχανισμός της εργοδιάβρωσης εντός περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ανιόντα αποτελεί μία από τις κυριότερες εκφάνσεις του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα, το οποίο αναπτύσσεται μονοσήμαντα σε πεδία καθοδικής πόλωσης. Δεν πρέπει σε καμία περίπτωση να συγχέεται με τη γενικευμένη μορφή της εργοδιάβρωσης, η οποία αφορά στην εκδήλωση συστηματικών ρωγματώσεων σε περιπτώσεις ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου ανοδικής πόλωσης. Τα μεταλλουργικά συστήματα τα οποία παρουσιάζουν υψηλό βαθμό ευαισθησίας ως προς την εκδήλωση του φαινομένου αυτού, όπως είναι οι χάλυβες υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης, αντιδρούν με τα μοριακά σύμπλοκα του υδροθείου οδηγώντας στο σχηματισμό σουλφιδίων του μετάλλου και ατομικού υδρογόνου, ως προϊόντα ολοκλήρωσης των ημιαντιδράσεων διάβρωσης. Το παραχθέν ατομικό υδρογόνο είτε επανασηματίζει μοριακό υδρογόνο στις επιφανειακές στιβάδες του μετάλλου είτε διαχέεται ως υδρογονοκατιόν στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Καθώς το θείο αποτελεί ισχυρό κινηματικό εμπόδιο ως προς το μοριακό επανασηματισμό του υδρογόνου (hydrogen recombination poison), το μοριακό υδρογόνο στην μεταλλική επιφάνεια περιορίζεται σε πολύ χαμηλές ποσοστιαίες συμμετοχές αυξάνοντας σημαντικά την έκταση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Το παραπάνω γεγονός είναι που καθιστά τόσο κρίσιμη και επιβλαβή τη συνθήκη ανάπτυξης περιβάλλοντος χαμηλού υγροσκοπικού βαθμού και υψηλής ποσοστιαίας συμμετοχής σε μοριακά σύμπλοκα του H_2S ως προς την υποβάθμιση των καίριων μηχανικών ιδιοτήτων των συστημάτων αυτών λόγω εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης (HE).

Κατ' αντιστοιχία σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία και υψηλή μερική πίεση υδρογόνου, το ατομικό υδρογόνο μπορεί να διαχυθεί ανεμπόδιστα ακόμη και σε κοινούς ανθρακούχους χάλυβες. Στις κατηγορίες των κραματικών αυτών συστημάτων, οι οποίες χαρακτηρίζονται ως επιρρεπείς έναντι εκδήλωσης του ψαθυροποιητικού αυτού φαινομένου, το υδρογόνο συνδέεται με τον άνθρακα που καταλαμβάνει τετραεδρικές και οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής εντός του στερεού διαλύματος και οδηγεί στο σχηματισμό αέριας φάσης μεθανίου. Τα μόρια του μεθανίου με τη σειρά τους οδηγούν σε τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των εσωτερικών τάσεων και σε ανάπτυξη ισχυρών πεδίων πίεσης περιμετρικά των παραπλεγματικών κενών. Τα παραπάνω φαινόμενα ενισχύουν συστηματικά την εκδήλωση ψαθυροποιητικών φαινομένων μέσω διαδιδόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων. Αυτός ο τύπος της 'σουλφιδικής διάβρωσης' (Sulfidic Corrosion) είναι επίσης γνωστός και με τον όρο

‘σουλφιδίωση’, ο οποίος χρησιμοποιείται για την εκδήλωση διαβρωτικών φαινομένων σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία (άνω των 260 °C), όπου το μεταλλουργικό σύστημα του χάλυβα βρίσκεται σε άμεση επαφή με το θείο. Στη περίπτωση αυτή το δισθενές κατιόν του σιδήρου αντιδρά με το θειικό ανιόν αποδίδοντας ως κυριότερο προϊόν το σουλφίδιο του σιδήρου με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeS.

Οι παράγοντες οι οποίοι επιδρούν στην εκδήλωση του φαινομένου της εργοδιάβρωσης σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ανιόντα, για μεταλλουργικά συστήματα χαλύβων υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης, είναι οι ακόλουθοι:

- 1) Αύξηση της οξύτητας τους φυσικοχημικού περιβάλλοντος μέσω περιορισμού του pH
- 2) Υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή διοξειδίου του θείου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος
- 3) Συνεργιστική δράση ισχυρών εντατικών πεδίων
- 4) Επιβαλλόμενες θερμοκρασιακές βαθμίδες μεταξύ των πεδίων τιμών 7°C και 49°C

Σημειώνεται τέλος ότι οι χάλυβες οι οποίοι χαρακτηρίζονται από ενδιάμεσες τιμές μηχανικών αντοχών (Medium Strength Steels) καθίστανται περισσότερο επιρρεπείς έναντι φαινομένων HIC παρά έναντι φαινομένων SSCC.

Τα κύρια χαρακτηριστικά γνωρίσματα της ψαθυροποίησης λόγω ανάπτυξης φαινομένων SSCC είναι σχεδόν πανομοιότυπα με τα αντίστοιχα του φαινομένου HIC για τα μεταλλουργικά συστήματα χαλύβων υψηλής αντοχής και αφορούν στα ακόλουθα σημεία:

- 1) Η θραύση επέρχεται μέσω έναρξης και ασυνεχούς διάδοσης των δικτύων των μικρορωγματώσεων.
- 2) Υπάρχει ένα κρίσιμο χρονικό κατώφλι ‘χρόνος επώασης’ (incubation time/brittle delayed failure), κατά τη διάρκεια του οποίου καθίσταται δυνατή η αντιστροφή του χημικομηχανικού αυτού μηχανισμού (reversibility) και η αποφυγή εκδήλωσης της αστοχίας μέσω της εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου.
- 3) Η έναρξη των ρωγμών πραγματοποιείται σε ενεργειακά προτιμητέες τοπολογίες, όπως αποτελούν οι σπηλαιώσεις, οι εγκοπές, οι διακενώσεις, οι βελονισμοί καθώς και οι δομικές ατέλειες των συγκολλήσεων, είτε αυτές έχουν προέλθει από φυσικά, χημικά ή ακόμη και μηχανικά αίτια.
- 4) Υπάρχει για κάθε συνδυασμό κραματικού συστήματος-φυσικοχημικού περιβάλλοντος ένα κρίσιμο μηχανικό κατώφλι διαρροής κάτω από το οποίο δε λαμβάνει χώρα το υπό μελέτη φαινόμενο.
- 5) Σημειώνεται ακόμη η ύπαρξη ενός συγκεκριμένου πεδίου εφαρμοζόμενων τάσεων κάτω από το οποίο δεν είναι δυνατόν να επέλθει αστοχία. Το πεδίο αυτό των τάσεων φαίνεται να έχει ισχυρή εξάρτηση από το όριο διαρροής, τη θερμοκρασιακή βαθμίδα και τον τρόπο επιβολής της φόρτισης (στατικά-δυναμικά).
- 6) Η ενδοτράχυνση μέσω της εκτεταμένης ανάπτυξης παραμορφωσιακών πεδίων καθώς και την ενίσχυση της πυκνότητας και της χωρικής κατανομής των δικτύων διαταραχών οδηγεί σε κατάλυση του φαινομένου αυτού.

- 7) Έχει διαπιστωθεί επανειλημμένα η συνεργιστική δράση του μηχανισμού ψαθυροποίησης SSCC με άλλους συγγενικούς επιβλαβείς μηχανισμούς ψαθυροποίησης όπως είναι αυτοί των HIC, HA και HE.

Τα πρότυπα τα οποία χρησιμοποιούνται για την εργαστηριακή προσομοίωση και την ανάπτυξη των φαινομένων αυτών είναι τα ακόλουθα:

- 1) SAES-A-301 (Materials Resistant to Sulfide Stress Corrosion Cracking)
- 2) ISO 151-56-2003 (Petroleum and natural gas industries-Materials for use in H₂S containing environments)

Τα ηλεκτρολυτικά διαλύματα τα οποία χρησιμοποιούνται για την ανάπτυξη του διαβρωτικού περιβάλλοντος κατηγοριοποιούνται στις δύο ακόλουθες ομάδες:

- 1) Solution A: Ηλεκτρολυτικό διάλυμα υψηλής περιεκτικότητας σε χλωριούχο νάτριο και οξικό οξύ, κορεσμένο σε υδρόθειο, για θερμοκρασία και πίεση περιβάλλοντος
- 2) Solution B: Ηλεκτρολυτικό διάλυμα που προσομοιάζει σε θαλασσινό νερό κορεσμένο σε υδρόθειο, για συνθήκες θερμοκρασίας και πίεσης περιβάλλοντος

Ο προσδιορισμός της επιδεκτικότητας ενός μεταλλουργικού συστήματος στην εκδήλωση του φαινομένου SSCC προσδιορίζεται μέσω των παραμέτρων CLR (Crack Length Ratio) και CTR (Crack Thickness Ratio). Η πρώτη παράμετρος εκφράζεται με το πηλίκο του αθροιστικού μήκους των ρωγμών που είναι ανεπτυγμένες παράλληλα στο διαμήκη άξονα της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης προς το πλάτος του δοκιμίου, ενώ η δεύτερη ορίζεται μέσω του πηλίκου της συνολικής έκτασης των ανεπτυγμένων ρωγματώσεων κάθετα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης προς το πάχος του υπό μελέτη δοκιμίου (Εικόνα 36).

Οι μαθηματικές εξισώσεις που περιγράφουν τα παραπάνω μεγέθη έχουν ως ακολούθως:

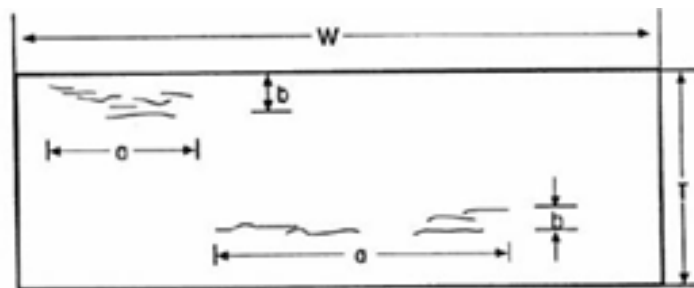
$$CLR = (\Sigma a / W) * 100\%$$

και

$$CTR = (\Sigma b / T) * 100\%$$

Όπου α: το μήκος της διαδιδόμενης ρωγμής

b: το πάχος της διαδιδόμενης ρωγμής



Εικόνα 36: Σχεδιαστική αποτύπωση βάσει προτύπου των παραγόντων CLR και CTR

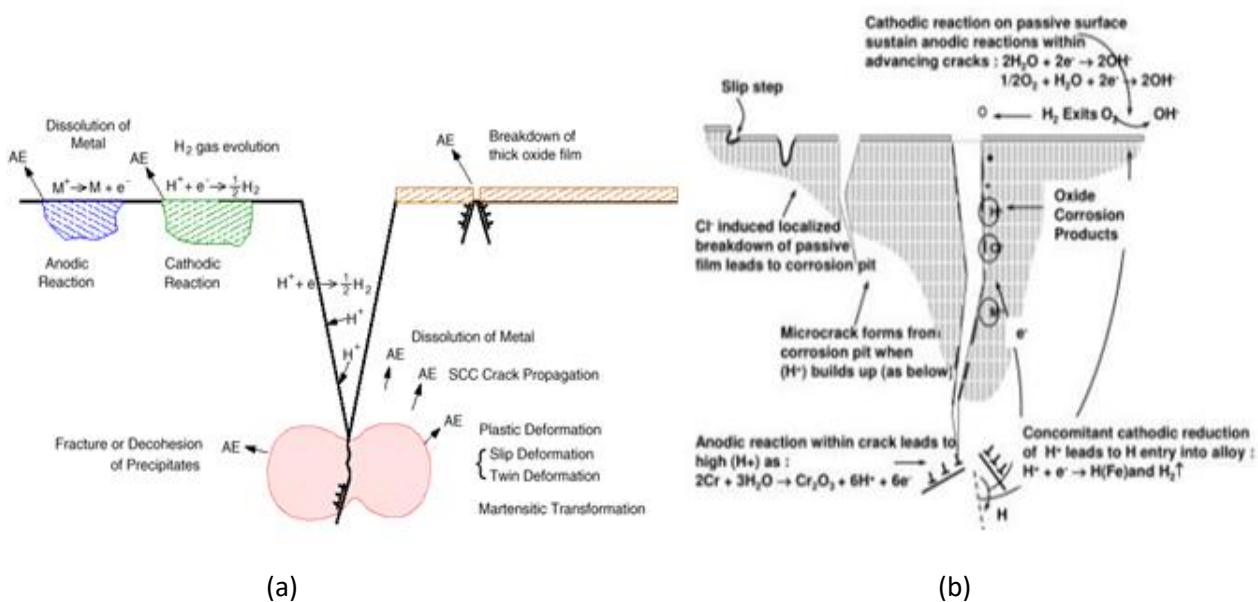
Ιδιαίτερη προσοχή ως προς την αποδοχή των αποτελεσμάτων οφείλει να αποδοθεί στο γεγονός ότι οι προαναφερθείσες παράμετροι δε πρέπει να υπερβαίνουν τις τιμές $CLR = 10\%$ και $CTR = 3\%$, διότι σε αντίθετη περίπτωση τα αποτελέσματα κρίνονται ως καταστρεπτικά. Επιπρόσθετα το pH του ηλεκτρολυτικού διαλύματος κατά την έναρξη και το πέρας του πειράματος δεν πρέπει να έχει υποστεί μετρήσιμες μεταβολές, ενώ η σκληρότητα των μελετούμενων συστημάτων δε μπορεί να υπερβαίνει τα 250 HV. Τέλος η μακροσκοπική ανάλυση των δικτύων των μικρορωγματώσεων πραγματοποιείται αυστηρά σε μεγεθύνσεις μεταξύ των τιμών $\times 100$ και $\times 500$, ενώ η χημική σύσταση του μεταλλουργικού συστήματος μπορεί να περιλαμβάνει μόνο μερικά από τα ακόλουθα κραματικά στοιχεία: Al, B, C, Ca, Cr, Cu, Mn, Mo, Ni, Nb, N, P, Si, S, Ti και V.

Το φαινόμενο της ρωγμάτωσης λόγω επίδρασης ισχυρού πεδίου εντατικής καταπόνησης σε συνθήκες υψηλής συγκέντρωσης θεικών ανιόντων μπορεί να επιφέρει καταστροφική αστοχία σε σωληνώσεις και κατασκευές που λειτουργούν εντός περιβάλλοντος όπου αναπτύσσονται υψηλές πιέσεις, οδηγώντας έτσι σε εκτεταμένες καταστροφές, τραυματισμούς ακόμα και απώλειες ανθρώπινων ζωών. Η εκδήλωση φαινομένων αυτής της φύσης αναγνωρίστηκε ως ένα ιδιαίτερα σοβαρό πρόβλημα της βιομηχανίας πετρελαίου ήδη από τα τέλη της δεκαετίας του 1950. Τα κράματα υψηλής αντοχής που χρησιμοποιούνται ευρύτατα για την κατασκευή δεξαμενών αποθήκευσης και μεταφοράς πετρελαιοειδών - υδρογονανθράκων παρουσίαζαν αστοχίες ψαθυρού χαρακτήρα, γεγονός που αργότερα αποδόθηκε στον εν λόγω χημικομηχανικό μηχανισμό ψαθυροποίησης. Η υψηλή περιεκτικότητα της μεταφερόμενης καύσιμης ύλης σε μοριακά σύμπλοκα του υδρόθειου, λόγω της χημικής υποβάθμισης που αυτή υφίσταται με τη πάροδο των ετών, μπορεί να οδηγήσει σε πολλά προβλήματα. Το H_2S είναι ένα καταστροφικό, δηλητηριώδες και διαβρωτικό αέριο που επιφέρει σημαντική μεταβολή επί των μηχανικών ιδιοτήτων των κραματικών συστημάτων ενώ ταυτόχρονα οδηγεί σε ψαθυρού τύπου αστοχία το συνολικό εξοπλισμό και τις σωληνώσεις οι οποίες εντάσσονται σε λειτουργικά περιβάλλοντα υπό πίεση. Αυτά τα φαινόμενα της ψαθυρής θραύσης σε μεταλλικές κατασκευές συνήθως εκδηλώνονται ταχύτατα, με ελάχιστη έως καμία προειδοποίηση, ή ακόμη μπορεί και να απαιτηθεί χρόνια έκθεση αυτών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης θεικών ιόντων έως την απόδοση μακροσκοπικών ενδείξεων. Αρκετοί παράγοντες μπορούν να επηρεάσουν την πιθανότητα εκδήλωσης ρωγμάτωσης ή την αντοχή ενός υλικού έναντι θραύσης εξαιτίας της έκθεσής του σε περιβάλλον υδρόθειου. Οι φυσικές ιδιότητες του υλικού, οι χημικές ιδιότητες του καθώς και το περιβάλλον στο οποίο εκτίθεται αποτελούν τα κυρίαρχα κριτήρια που διαδραματίζουν τον καθοριστικότερο ρόλο στον προσδιορισμό του βαθμού ευαισθησίας ενός συστήματος έναντι SSSC [91,93].

Ο μηχανισμός SSSC ορίζεται από την NACE (National Association of Corrosion Engineers) ως "Ρωγμάτωση ενός μετάλλου υπό τη συνδυασμένη επίδραση της εφελκυστικής φόρτισης και της διάβρωσης παρουσία υδατικού διαλύματος εμπλουτισμένου σε υδρόθειο (H_2S)". Μέσω της ανασκόπησης αυτού του ορισμού, συμπεραίνεται ότι απαιτείται η συνύπαρξη αρκετών παραγόντων για την εκδήλωση του μηχανισμού SSSC. Αυτοί οι παράγοντες αφορούν στην επαρκή επιδεκτικότητα που επιδεικνύει το μεταλλουργικό σύστημα, έναντι της ανάπτυξης ικανοποιητικού πεδίου εφελκυστικής φόρτισης, της ύπαρξης κατάλληλου περιβάλλοντος υψηλής περιεκτικότητας σε υδρόθειο και τέλος της συνεισφοράς υψηλού υγροσκοπικού βαθμού. Αν δεν ικανοποιείται οποιαδήποτε από τις προαναφερθείσες παραμέτρους δεν καθίσταται δυνατή η εκδήλωση του φαινομένου αυτού.

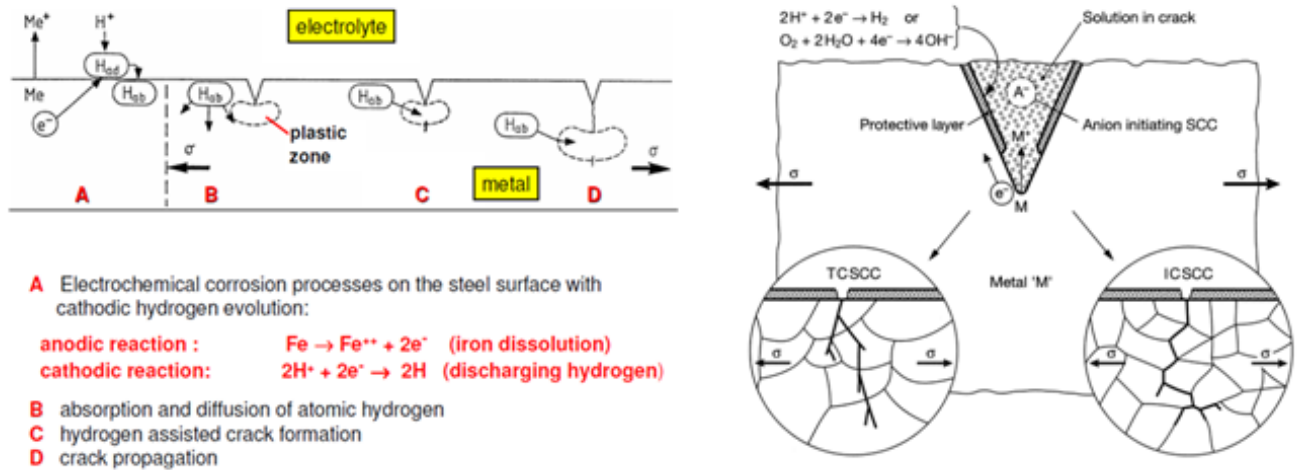
Συμπερασματικά, όπως έχει ήδη αναλυθεί παραπάνω, η ανάπτυξη ρωγμάτων λόγω επίδρασης πεδίου εφελκυστικής καταπόνησης εντός περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ανιόντα (SSSC) αποτελεί την εκδήλωση ενός φαινομένου ψαθυροποίησης το οποίο επιταχύνεται καθοριστικά λόγω της συνεργιστικής δράσης του ατομικού υδρογόνου. Τα κράματα που παρουσιάζουν υψηλή ευαισθησία έναντι αυτού του φαινομένου αντιδρούν με τα μοριακά σύμπλοκα του υδρόθειου, σχηματίζοντας μεταλλικά σουλφίδια και ατομικό υδρογόνο ως παραπροϊόντα της διαδικασίας της διάβρωσης. Δεδομένου ότι το θειικό ανιόν αποτελεί έναν κρίσιμο αναστολέα που οδηγεί στην παρεμπόδιση του μοριακού επανασχηματισμού του υδρογόνου, η ποσότητα ατομικού υδρογόνου που καταναλώνεται για να σχηματίσει μοριακό H_2 στην επιφάνεια του μετάλλου μειώνεται σημαντικά, αυξάνοντας έτσι την ποσοστιαία συμμετοχή του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλογραφικής δομής. Κατ' αυτό τον τρόπο χαρακτηρίζονται από αυξητική τάση τόσο ο συντελεστής διάχυσης όσο και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής με άμεσο αποτελεσματό να επιταχύνεται η εκδήλωση ψαθυροποιητικών μηχανισμών εκτενούς κλίμακας για το εκάστοτε σιδηρούχο μεταλλουργικό σύστημα.

Τέλος σε ένα γενικότερο πλαίσιο ανάλυσης αναφέρεται ότι η διακριτοποίηση μεταξύ των μηχανιστικών μοντέλων που περιγράφουν την εκδήλωση τόσο των φαινομένων εργοδιάβρωσης όσο και της ψαθυροποίησης λόγω ηλεκτροπροωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου βασίζεται στη διαφορετική φύση της ηλεκτροδυναμικής πολικότητας που αναπτύσσεται εντός της ρωγμής κατά την προώθησή της. Η εργοδιάβρωση για να εκδηλωθεί προϋποθέτει την ανάπτυξη ανοδικού πεδίου πόλωσης έτσι ώστε να ενισχύεται η διεξαγωγή ημιαντιδράσεων οξειδωσης. Σε ακριβώς αντίθετη κατεύθυνση προσέγγισης, η ψαθυροποίηση μέσω υδρογόνου σχετίζεται μονοσήμαντα με την καθοδική πόλωση της περιοχής εντός της απόληξης της ρωγμής, η οποία καταλύει ηλεκτροδυναμικά και χημικοκινητικά την ολοκλήρωση ημιαντιδράσεων αναγωγής των υδρογονοκατιόντων προς μοριακό υδρογόνο (Εικόνες 37 a–b).

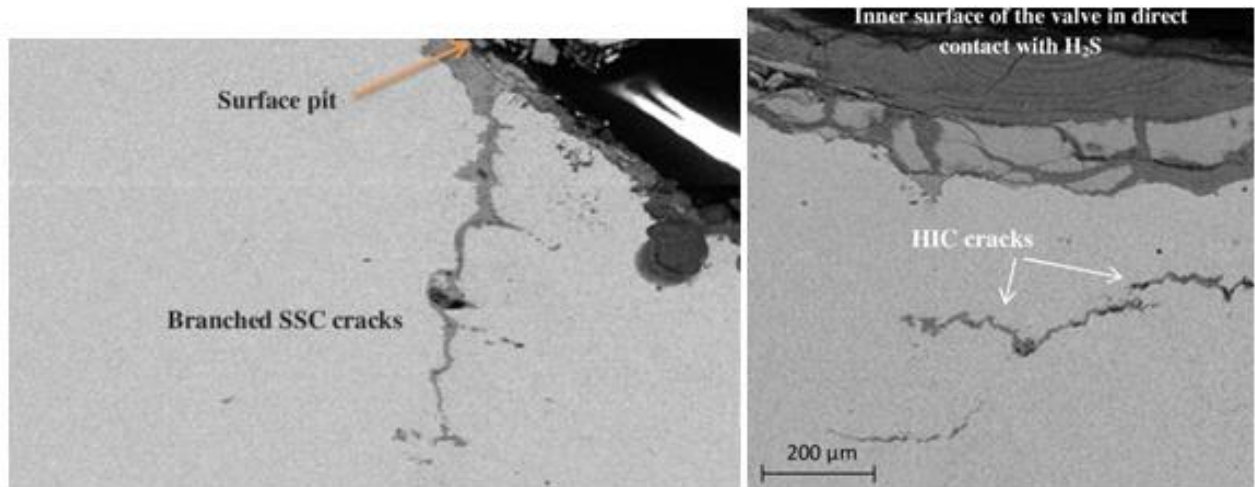


Εικόνα 37:Κινητική και θερμοδυναμική προσέγγιση των συνθηκών διάδοσης μίας ρωγμής σε (a) ανοξειδωτο υπερωστενιτικό χάλυβα και (b) ανοξειδωτο χάλυβα σκληρυνόμενο μέσω κατακρήμνισης (PH), οι οποίοι υφίστανται υποβάθμιση των κύριων μηχανικών χαρακτηριστικών τους λόγω ανάπτυξης φαινομένου SSC (Stress Corrosion Cracking).

Στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών έχει καταγραφεί πληθώρα περιπτώσεων όπου το φαινόμενο της εργοδιάβρωσης αναπτύσσεται συνεργιστικά με την ταυτόχρονη έκλυση και προσρόφηση ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Η παραπάνω διεργασία οδηγεί άμεσα στην ανεξέλεγκτη αστοχία των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων. Μηχανιστικά η εκδήλωση του συνδυαστικού αυτού φαινομένου μπορεί να αποδοθεί όπως ακριβώς περιγράφεται στο παρακάτω σχήμα, χωρίς όμως να κρίνεται αναγκαία η περαιτέρω προσέγγιση της ακολουθίας και της κινητικής των επιμέρους αντιδράσεων (Εικόνα 38).

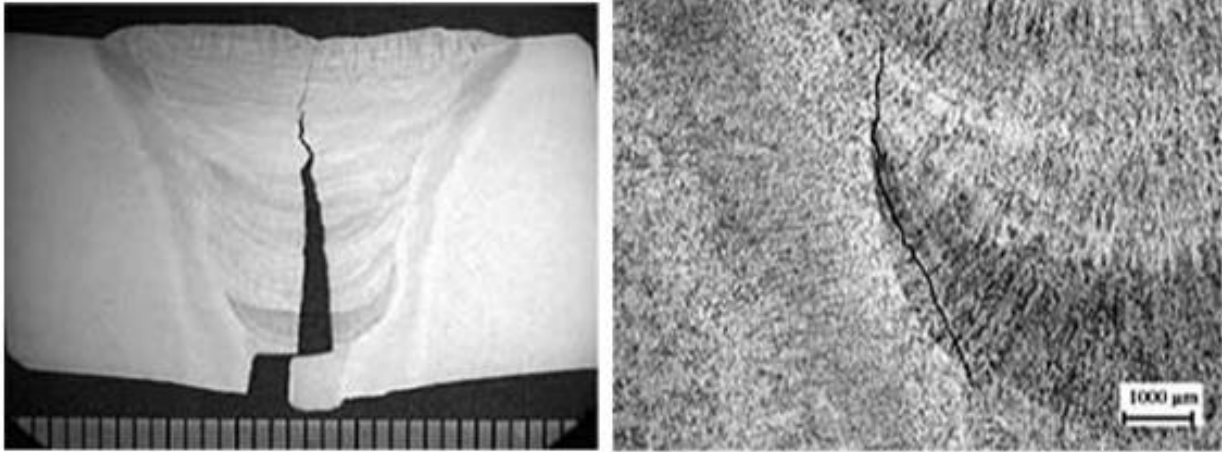


Εικόνα 38: Μηχανιστική προσέγγιση της εκδήλωσης του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω συνεργιστικής δράσης εργοδιάβρωσης και προσρόφησης μοριακού ή/και ατομικού υδρογόνου.



(a)

(b)



(c)

(d)

Εικόνα 39: Μεταλλογραφική παρατήρηση συνδυασμένης ανάπτυξης των καταστρεπτικών φαινομένων της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου και της εργοδιάβρωσης υπό την επίδραση περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ανιόντα (a,b) για μητρική περιοχή μαρτενσιτικού ανοξειδωτού χάλυβα, (c,d) για φερριτοπερλιτική μητρική περιοχή με συμμετοχή νησίδων κατώτερου μπαινίτη σε χάλυβα X100.

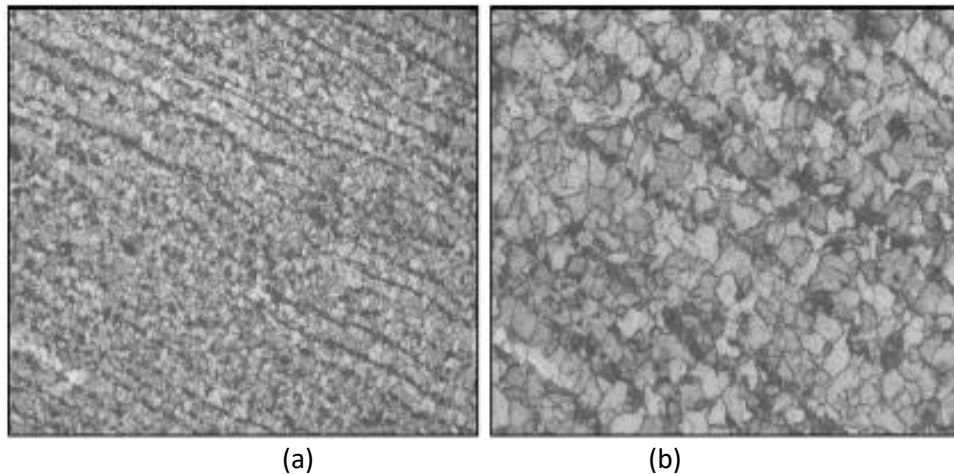
Τέλος σημειώνεται ότι ιδιαίτερα καθοριστικό ρόλο ως προς την εξέλιξη αυτού του φαινομένου φαίνεται να έχουν το είδος του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης (ύπαρξη μετασταθών - υπέρκορων δομών) καθώς και του μικροδομικού ιστού διαμόρφωσης έπειτα από τη διεξαγωγή θερμομηχανικών κατεργασιών (χωρική κατανομή δικτύων διαταραχών, ομάδων διδυμιών, ταινιών Ludders και πυκνότητα σφαλμάτων επιστοίβασης). Ιδιαίτερα σημαντική καθίσταται τέλος η εφαρμογή κατάλληλων διεργασιών επιφανειακής τροποποίησης (Lase rcladding, Electron Beam – PlasmaSpray – High Velocity Oxygen Fuel Surface Treatments) καθώς αυτές φαίνεται να οδηγούν σε συστηματική παρεμπόδιση της εκδήλωσης του προαναφερθέντος μηχανισμού (οδηγώντας σε αύξηση του απαιτούμενου φράγματος δυναμικού για την ενεργοποίησή του) (Εικόνα 39) [91,93].

- **Μελέτη επίδρασης του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης (είδος - μορφολογία - μέσο μέγεθος - προσανατολισμός φάσεων και μικρογραφικών συστατικών) στην εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω ανάπτυξης εργοδιάβρωσης σε περιβάλλον θειικών ανιόντων [67].**

Οι ερευνητές Z. Fan, X.Hu, J. Liu, H.Li και J.Fu μελέτησαν την επιδεκτικότητα χαλύβδινων σωληνώσεων τύπου L360NS έναντι αστοχίας λόγω εκδήλωσης του ψαθυροποιητικού μηχανισμού της εργοδιάβρωσης υπό την επίδραση ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε μοριακά σύμπλοκα του θείου. Για τη διεξαγωγή του έργου αυτού εφαρμόστηκαν πειράματα εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης εντός κατάλληλου ηλεκτρολυτικού διαλύματος, ενώ έπειτα από την αστοχία των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε επισταμένη θραυστογραφική μελέτη. Το διαβρωτικό περιβάλλον το οποίο χρησιμοποιήθηκε αποτελείτο από μίξη δύο διαλυμάτων, περιεκτικότητας 5% κ.βNaCl και 0.5% κ.βCH₃COOH αντίστοιχα, με ταυτόχρονα υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή σε στοιχειακό θείο. Τα ληφθέντα πειραματικά αποτελέσματα έδειξαν ότι ο ψαθυρός τύπος θραύσης εκδηλώνεται σε δοκίμια στα οποία έχει επιδράσει ηλεκτρολυτικό διαβρωτικό διάλυμα με αυξημένη συγκέντρωση σε στοιχειακό θείο. Επιπρόσθετα, όπως θα αναλυθεί στη συνέχεια, ο βαθμός ευαισθησίας του

μικροδομικού ιστού έναντι εκδήλωσης φαινομένου SSCC, όταν έχει πραγματοποιηθεί προγενέστερα διαδικασία ανάπτυξης προστατευτικού επιστρώματος εμπλουτισμένου σε θειικά ιόντα (Sulfur Melting Cladding) καθίσταται ενδιάμεσος μεταξύ αυτών όπου το σύστημα βρίσκεται σε επαφή με διάλυμα αιωρήματος στοιχειακού θείου συγκέντρωσης 4 g/L (χαμηλότερος βαθμός ευαισθησίας σε SSCC) και 7 g/L αντίστοιχα (υψηλότερος βαθμός ευαισθησίας σε SSCC). Η παραπάνω παρατήρηση σχετίζεται με την κινητική της διεξαγωγής του μηχανισμού της διάχυσης, η οποία καθορίζεται από την παρουσία ελεύθερων διόδων (καναλιών διάχυσης) ή κατάλληλων ενεργειακά τοπολογιών που ενισχύουν το φαινόμενο της μετανάστευσης των ιοντικών φορέων.

Το υπό μελέτη κραματικό σύστημα αποτελείται από έναν υποευτηκτοειδή ελαφρά κραματωμένο τύπο χάλυβα, η μικροδομή του οποίου αποδίδεται στην Εικόνα 40. Παρατηρείται ότι το υψηλότερο κλάσμα όγκου συμμετοχής εντός της μητρικής περιοχής καταλαμβάνει ο χονδροκρυσταλλικός πολυγωνικός φερρίτης (Polygonal Ferrite (PF)), ο οποίος χαρακτηρίζεται από ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου. Εντός του μικροδομικού ιστού συμμετέχουν επίσης σε μη αμελητέα ποσοστά ο λεπτοκρυσταλλικότερος και σχετικά ακανόνιστος μορφολογίας φερρίτης (Quasi – Polygonal Ferrite (QF)), ο οποίος χαρακτηρίζεται από ενδιάμεση αντίθεση πεδίου καθώς και επιμήκεις περλιτικές νησίδες οι οποίες έχουν σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου (Εικόνα 40).



Εικόνα 40: Μεταλλογραφική παρατήρηση υποευτηκτοειδούς χάλυβα L360NS: (a) ανάλυση x200, (b) ανάλυση x500

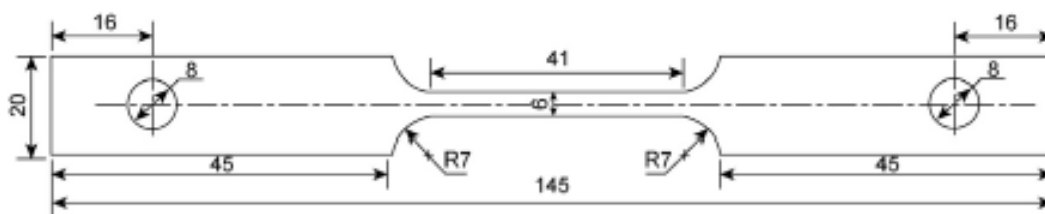
Η χημική σύσταση και τα κύρια μηχανικά χαρακτηριστικά του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος καταγράφονται στους παρατιθέμενους πίνακες (Εικόνα 41), ενώ η διαστασιολόγηση των προτυποποιημένων δοκιμών για τη δοκιμή εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης (SSRT) αποδίδεται στην Εικόνα 42.

C	Si	Mn	S	P	Ni	Cr	Mo	S _b	Cu	Fe
0.12	0.25	1.50	0.004	0.009	0.04	0.07	0.02	0.001	0.08	Bal

Mechanical performance of L360NS

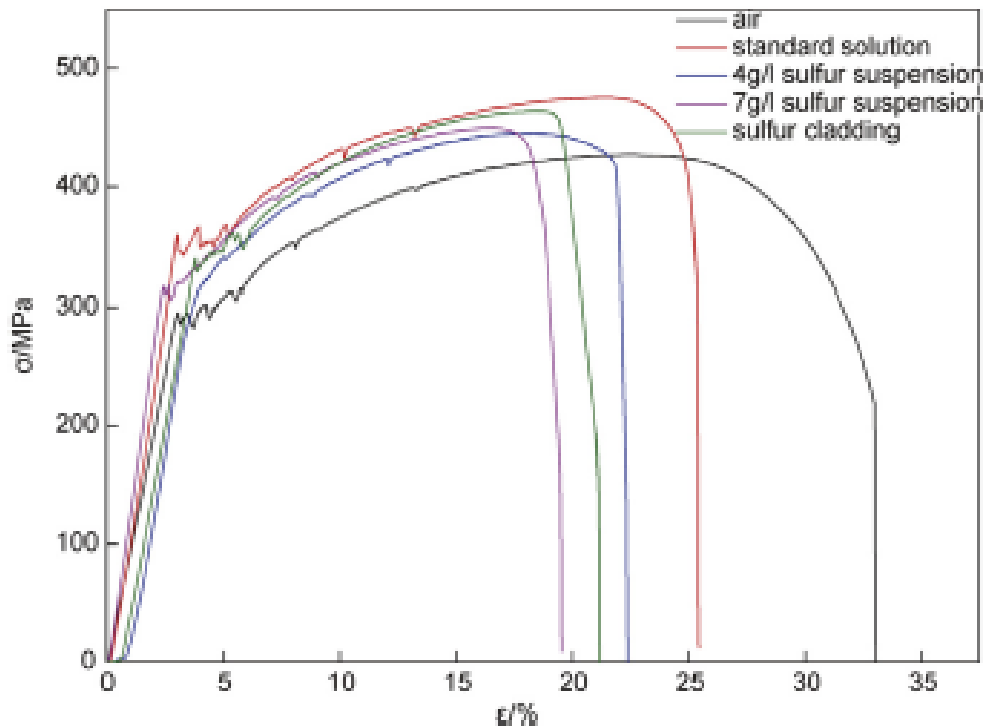
Material	Yield strength (MPa)	Tensile strength (MPa)	Elongation (%)	Low-temperature impact (J)	Hardness (HV)
L360NS	380	510	41	212	198

Εικόνα 41: Χημική σύσταση και μηχανικά χαρακτηριστικά υποευτηκτοειδούς L360NS χάλυβα.



Εικόνα 42: Διαστασιολόγηση προτυποποιημένου δοκιμίου για εφαρμογή εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης (παρατιθέμενες διαστάσεις σε mm).

Όλα τα χημικά αντιδραστήρια τα οποία χρησιμοποιήθηκαν κατά την παρασκευαστική διαδικασία του ηλεκτρολυτικού διαλύματος ήταν ιδιαίτερα υψηλής καθαρότητας ενώ οι δοκιμές διεξήχθησαν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και κανονική πίεση. Τα ηλεκτρολυτικά διαλύματα παρασκευάστηκαν σύμφωνα με το διεθνές πρότυπο της NACETM0177-2005. Σύμφωνα με αυτό ο διαλύτης αποτελείται από το μίγμα επιμέρους διαλυμάτων 5% κ.βNaCl και 0.5% κ.βCH₃COOH ενώ ταυτόχρονα για την επίτευξη της γαλακτωματοποίησης (emulsifying process) εφαρμόστηκε ανάδευση υψηλής περιστροφικής ταχύτητας. Όπως έχει ήδη αναφερθεί χρησιμοποιήθηκαν δύο είδη διαβρωτικών διαλυμάτων με περιεκτικότητα 4 g/L και 7 g/L σε στοιχειακό θείο αντίστοιχα. Τέλος η εφελκυστική φόρτιση πραγματοποιήθηκε με χαμηλό ρυθμό παραμόρφωσης της τάξης των $2.56 \cdot 10^{-6} \text{s}^{-1}$, με στόχο την προώθηση του μετώπου διάχυσης των υδρογονοκασιόντων και των θειικών ιόντων σε όσο το δυνατόν μεγαλύτερα βάθη επί της διατομής του δοκιμίου.



Εικόνα 43: Χαρακτηριστικές καμπύλες τάσης - επιμήκυνσης από δοκίμια που έχουν υποβληθεί σε καταπόνηση SSRT τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε ηλεκτρολυτικά διαλύματα με υψηλή συγκέντρωση θειικών ανιόντων.

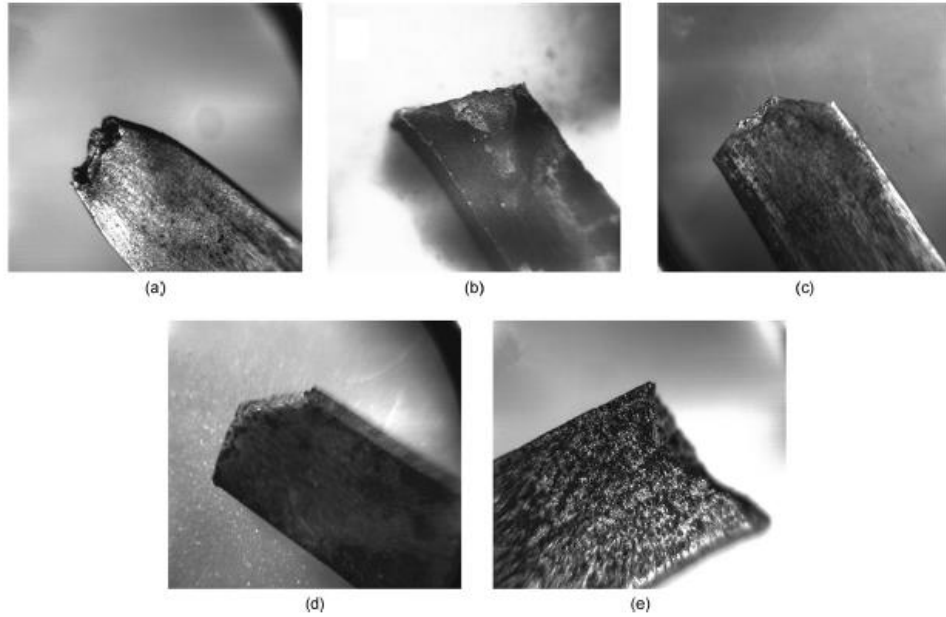
Number	Corrosive environment	Break time t(h)	Elongation δ (%)	Fracture energy W (J/m ³)	Reduction of area ψ (%)	SCC sensitivity index I_{SCC} (%)		
						$I_{SCC}(\delta)$	$I_{SCC}(W)$	$I_{SCC}(\psi)$
1	pulling air	30.7	33.8	110.8	58.8	0	0	0
2	standard solution	23.7	25.6	81.5	38.9	21.9	26.5	33.8
3	4 g/L sulfur suspension	18.7	22.8	63.3	25.0	38.3	42.9	57.5
4	7 g/L sulfur suspension	13.2	19.3	46.0	21.4	56.7	58.5	63.6
5	sulfur cladding	15.6	21.5	56.6	28.6	48.9	48.9	51.4

Εικόνα 44: Υπολογισθέντα μηχανικά μεγέθη για το μεταλλουργικό σύστημα L360NS στο εκάστοτε χημικό περιβάλλον φόρτισης.

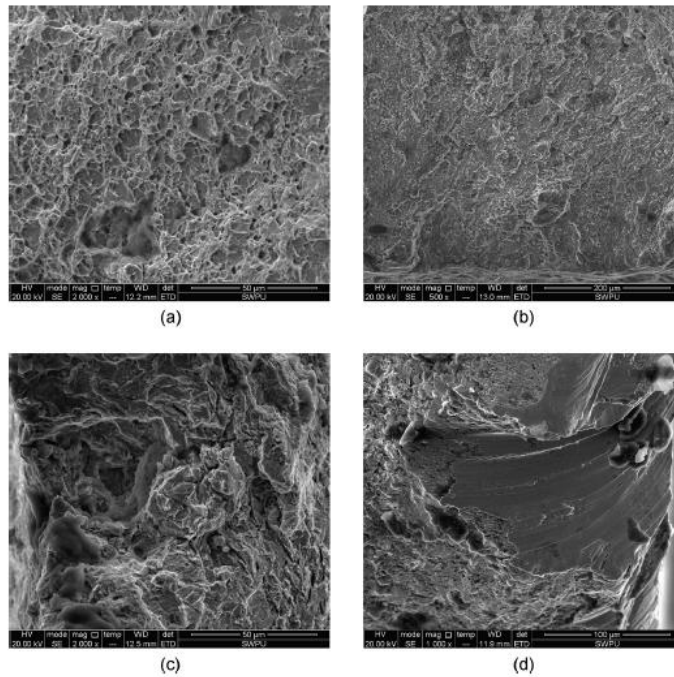
Σύμφωνα με τις χαρακτηριστικές ληφθείσες καμπύλες τάσης - επιμήκυνσης για το κραματικό σύστημα L360NS (Εικόνες 43 - 44) παρατηρείται σημαντική πτώση της επιμήκυνσης έπειτα από την επενέργεια διαβρωτικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε θειικά ιόντα έναντι αυτής που αντιστοιχεί σε δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση σε συνθήκες περιβάλλοντος. Η παρουσία του στοιχειακού θείου στο χημικομηχανικό περιβάλλον της φόρτισης οδηγεί σε απότομη μείωση της ολκιμότητας. Επιπρόσθετα μέσω των καμπυλών αυτών καθίσταται εμφανές ότι η υψηλή συγκέντρωση σε χλωροανιόντα καθώς και η αυξημένη περιεκτικότητα του ηλεκτρολύτη σε οξικό οξύ επιτείνουν την ευαισθησία και την επιδεικτικότητα του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος έναντι εκδήλωσης αστοχίας οφειλόμενης στον μηχανισμό SSCC. Στην περίπτωση πραγματοποίησης της μηχανικής δοκιμής σε ηλεκτρολυτικό διάλυμα αιωρήματος στοιχειακού θείου η επιμήκυνση μειώνεται σχεδόν αναλογικά με την αύξηση της ποσοστιαίας συμμετοχής του στοιχειακού θείου στο διαβρωτικό περιβάλλον. Η αποδιδόμενη επιμήκυνση δοκιμίου το οποίο υποβάλλεται σε εφελκυστική φόρτιση εντός ηλεκτρολυτικού πεδίου με συγκέντρωση σε στοιχειακό θείο 7 g/L μειώνεται κατά το ήμισυ

συγκριτικά με τα δοκίμια τα οποία έχουν μελετηθεί στον αέρα. Αντίστοιχα το μεταλλικό σύστημα το οποίο έχει προστατευτικό επίστρωμα αποτελούμενο από σουλφίδια του σιδήρου φαίνεται να χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές επιμήκυνσης, μεταξύ αυτών που αναλογούν σε δοκίμια τα οποία υπόκεινται στην χημική επίδραση ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος συγκέντρωσης σε στοιχειακό θείο 4 g/L και 7 g/L αντίστοιχα. Τέλος σύμφωνα με την Εικόνα 43 το δοκίμιο που έχει υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης στον αέρα χαρακτηρίζεται από την ανάπτυξη μίας ανομοιόμορφης και σχετικά 'ανώμαλης' πλαστικής περιοχής σε αντίθεση με τα υπόλοιπα δοκίμια τα οποία αστοχούν έπειτα από την ομοιόμορφη κατανομή των παραμορφωσιακών πεδίων εντός του μικροδομικού τους ιστού. Την ίδια ακριβώς τάση με την ολκιμότητα ακολουθεί και ο δείκτης ευαισθησίας έναντι εκδήλωσης του ψαθυροποιητικού φαινομένου SSCC για τα διάφορα είδη διαβρωτικού περιβάλλοντος που μελετώνται (Εικόνα 44).

Σύμφωνα με τις Εικόνες 45 και 46 παρατηρείται ότι το δοκίμιο που έχει υποβληθεί σε μηχανική φόρτιση στον αέρα αποδίδει θραυσίγενείς επιφάνειες χαρακτηριζόμενες από έναν εξ' ολοκλήρου όλκιμο τύπο θραύσης. Αυτές οι επιφάνειες συνοδεύονται από την παρουσία 'λαιμού', ο οποίος αποτελεί τη μακροσκοπική έκφραση της ολκιμότητας, ενώ σε μικροσκοπικό επίπεδο έχουν υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής από ευμεγέθεις και μεγάλου βάθους κρατήρες. Έπειτα από την εφαρμογή μηχανικής καταπόνησης εντός πρότυπου ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος καθίσταται αντιληπτό ότι ο τύπος της θραύσης μεταβάλλεται σε μικτό καθώς στα ακραία τμήματα των δοκιμίων εντοπίζεται η ανάπτυξη μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (quasi-cleavage facets) ενώ στο κέντρο αυτών παρατηρείται υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή επιπεδοποιημένων και μικρού μέσου μεγέθους κρατήρων (Εικόνες 45 (b) και 46 (b), (c)). Το παραπάνω φαινόμενο αποδίδεται στη συνεργιστική δράση των ιόντων χλωρίου και του όξινου περιβάλλοντος. Ακόμη από τις Εικόνες 45 (c) και 46 (d) γίνεται αισθητή η εμφάνιση ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου 'κοίτης – ποταμού' για τα δοκίμια τα οποία έχουν μελετηθεί υπό την χημική επίδραση ηλεκτρολυτικού διαλύματος αιωρήματος στοιχειακού θείου με συγκέντρωση 4 g/L. Τέλος τα δοκίμια με προστατευτικό επίστρωμα αποτελούμενο από σουλφίδια του σιδήρου καθώς και αυτά που έχουν μελετηθεί σε διαβρωτικό περιβάλλον συγκέντρωσης 7 g/L σε στοιχειακό θείο φαίνεται να χαρακτηρίζονται από καθαρά ψαθυρό τύπο θραύσης. Βάσει της Εικόνας 45 (e) ο ψαθυρός αυτός τύπος της θραύσης μπορεί να συσχετισθεί με τον μηχανισμό ανάπτυξης βελονισμών λόγω διάβρωσης (pitting corrosion) ιδιαίτερα για τα δοκίμια τα οποία έχουν το προστατευτικό επίστρωμα.

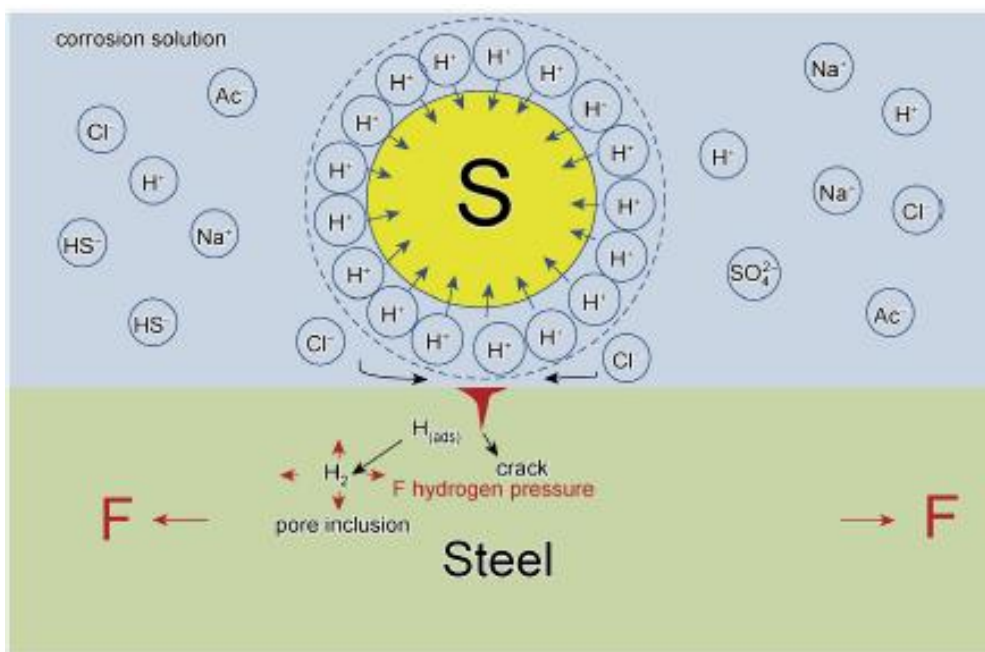
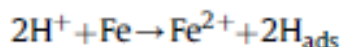
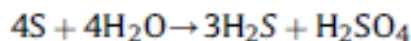


Εικόνα 45: Μακροσκοπική παρατήρηση μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης των θραυσμένων δοκιμίων: (a) σε περιβάλλον αέρα, (b) σε πρότυπο διάλυμα (standardsolution), (c) σε διάλυμα θειικών ανιόντων συγκέντρωσης 4 g/L, (d) σε διάλυμα θειικών ανιόντων συγκέντρωσης 7 g/L, (e) σε δοκίμια τα οποία έχουν προστατευτικό επίστρωμα με υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής σουλφιδίων του σιδήρου.



Εικόνα 46: Θραυστογραφική μελέτη μέσω χρήσης εικόνων δευτερογενών ηλεκτρονίων σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης: (a) δοκίμιο που υποβλήθηκε σε εφελκυστική φόρτιση στον αέρα, (b) παρυφές θραυσιγενούς επιφάνειας δοκιμίου που υποβλήθηκε σε εφελκυστική φόρτιση εντός πρότυπου ηλεκτρολυτικού διαλύματος, (c) απόδοση κεντρικής περιοχής της θραυσιγενούς επιφάνειας δοκιμίου που υπέστη εφελκυστική φόρτιση εντός πρότυπου διαλύματος, (d) δοκίμιο που υποβλήθηκε σε εφελκυστική φόρτιση εντός περιβάλλοντος θειικών ανιόντων συγκέντρωσης 4g/L.

Η κινητική της διεξαγωγής των αντιδράσεων που προκαλούν το ψαθυροποιητικό αυτό φαινόμενο σχετίζεται με την ταχύτατη υδρόλυση του μοριακού συμπλόκου H_2S και την παραγωγή υψηλών συγκεντρώσεων ιόντων HS^- και S^{2-} . Κατά τη διάρκεια της φόρτισης αποκαλύπτεται συνεχώς νέο τμήμα από το υπόστρωμα του μεταλλουργικού συστήματος, το οποίο έρχεται σε επαφή με το διαβρωτικό περιβάλλον, με αποτέλεσμα τη σταδιακή οξείδωση αυτού μέσω της αλληλεπίδρασης των ατόμων άνθρακα με το οξειδωτικό μέσο. Το σύνολο των χημικών αντιδράσεων οι οποίες λαμβάνουν χώρα καθώς και ο πλήρης μηχανισμός διεξαγωγής του φαινομένου περιγράφονται παρακάτω (Εικόνα 47).

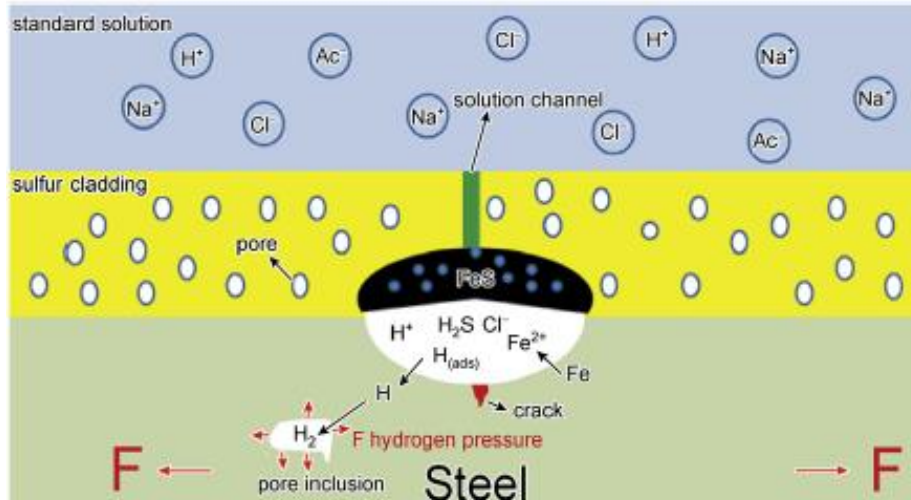


Εικόνα 47: Απεικόνιση της εξελικτικής πορείας του μηχανισμού της εργοδιάβρωσης εντός περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε θειικά ανιόντα για το κραματικό σύστημα L360NS.

Η προσρόφηση των μοριακών συμπλόκων H_2S στις επιφανειακές στιβάδες του μετάλλου οδηγεί στην πέδηση της έναρξης της καθοδικής αντίδρασης που σχετίζεται με τον επανασηματισμό μοριακού υδρογόνου από την ατομική μορφή αυτού. Κατ' αυτό τον τρόπο αυξάνει συνεχώς η τοπική συγκέντρωση του ατομικού υδρογόνου στα ανώτερα στρώματα του κραματικού συστήματος. Τα ποσοστά του διαλυτοποιημένου οξυγόνου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος μπορούν εύκολα να οδηγήσουν σε εκτεταμένη οξείδωση της μεταλλικής επιφάνειας και να συνεισφέρουν καθοριστικά στην ανάπτυξη προστατευτικών οξειδίων που έχουν στοιχειομετρική χημική αναλογία Fe_2O_3 (αιματίτης) και Fe_3O_4 (μαγνητίτης). Εξαιτίας όμως της χαμηλής ταχύτητας διάχυσης των ιόντων οξυγόνου από το διαβρωτικό περιβάλλον στην επιφάνεια του μεταλλικού συστήματος και λόγω της συνύπαρξης ενεργών ιόντων Cl^- , καθίσταται συνεχώς παρεμποδιζόμενος ο σχηματισμός του προστατευτικού στρώματος των οξειδίων. Το στρώμα των επιφανειακών οξειδίων αποκολλάται καθώς υπό την εφαρμογή του εντατικού πεδίου χάνεται η πρόσφυσή του με το μεταλλικό υπόστρωμα, με αποτέλεσμα

να δημιουργούνται νέες δίοδοι εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Κατά συνέπεια αναπτύσσεται σημαντική βάρθρωση μεταξύ της συγκέντρωσης του προσροφημένου ατομικού υδρογόνου στην επιφάνεια και στο υπόστρωμα του μεταλλικού συστήματος. Η βάρθρωση αυτή είναι η αιτία που προκαλεί την δημιουργία αυτοπροωθούμενων πεδίων ροής του ατομικού υδρογόνου, η οποία συνδέεται άμεσα με τη συστηματική συσσώρευση αυτών περιμετρικά των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων, των ορίων των κόκκων καθώς και σε πεδία όπου είναι αυξημένη η χωρική πυκνότητα δικτύων διαταραχών. Στις περιοχές αυτές τα άτομα του υδρογόνου συνενώνονται προς σχηματισμό μοριακού υδρογόνου, το οποίο επιφέρει αύξηση της εσωτερικής μερικής πίεσης. Όταν η πίεση αυτή υπερβεί τη κρίσιμη τιμή της μερικής πίεσης η οποία σχετίζεται με την εκδήλωση της θραύσης επί των χαλύβδινων κραματικών συστημάτων, αρχίζουν να αναπτύσσονται δίκτυα μικρορωγματώσεων μέσω των περικρυσταλλικών πεδίων διάδοσης. Η μηχανική φόρτιση κατά τη διάρκεια της δοκιμής δεν οδηγεί μόνο στη δημιουργία δομικών ατελειών όπως είναι τα σφάλματα επιστοιβάσεως και τα δίκτυα διαταραχών αλλά διευκολύνει ταυτόχρονα και την προχώρηση των ρωγματώσεων, μειώνοντας έτσι ενεργά την καθαρή από ελαττώματα περιοχή του δοκιμίου η οποία μπορεί να αναλάβει τμήμα της φόρτισης. Η συνεργιστική επίδραση των μηχανισμών διάβρωσης και της προώθησης του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συντελεί καθοριστικά στην εμφάνιση αστοχίας στις συγκολλητές σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών όταν αυτές υποβάλλονται σε μηχανικές καταπονήσεις.

Είναι γνωστό ότι οι κατεργασίες επιφανειακής τροποποίησης οι οποίες σχετίζονται με τη διάχυση στοιχειακού θείου στις ανώτερες στιβάδες των μεταλλουργικών συστημάτων (Sulfur Melting Cladding) ενισχύουν την αντίσταση ως προς την εκδήλωση επιθετικών ψαθυροποιητικών φαινομένων καθώς οδηγούν στην ανάπτυξη σύνθετων σουλφιδίων του σιδήρου που λειτουργούν ως μονωτές. Ωστόσο με την επιβολή εντατικού πεδίου παρατηρείται η ανάπτυξη ρωγματώσεων εντός του προστατευτικού επιστρώματος, οι οποίες εν συνεχεία διαδίδονται διακλαδιζόμενες και στο υπόστρωμα. Κατά συνέπεια τμήμα του μεταλλικού υποστρώματος έρχεται σε επαφή με το ηλεκτρολυτικό διάλυμα, ενώ ταυτόχρονα η παρουσία στοιχειακού θείου καταλύει κινητικά όλες τις αντιδράσεις οξειδωσης. Καθώς δεν υπάρχει δομική συνέχεια, ικανοποιητική πρόσφυση και μηχανική ακεραιότητα (mechanical integrity) στο σχηματισθέν φιλμ των οξειδίων, ο μηχανισμός της διάβρωσης συνεχίζει να διεξάγεται ανεμπόδιστα. Οι ατελείς αυτές δομές σχετίζονται με την ανάπτυξη στοιχειομετρικών βαθμίδων σουλφιδίων τύπου $Fe_{1+x}S$, τα οποία έχουν ημιαγωγίμο χαρακτήρα. Τα σουλφίδια αυτά λειτουργούν ως ενεργοί δίοδοι σύνδεσης των τοπικών αρνητικών και θετικών πόλων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, δηλαδή ως 'καλώδια' τα οποία σχηματίζουν αμέτρητα μικρο - κελιά διάβρωσης. Σε κάθε περίπτωση όμως η υψηλή συγκέντρωση σε ιόντα χλωρίου Cl^- εντός του ηλεκτρολυτικού διαλύματος μειώνει τη δύναμη συνάφειας μεταξύ σουλφιδιωμένου επιστρώματος και του μεταλλικού υποστρώματος, ενώ ταυτόχρονα αυξάνει και το πορώδες του. Οι δύο παραπάνω παράγοντες, με ιδιαίτερη επισήμανση σε ότι αφορά στην αύξηση του μακρο και του μικρο -πορώδους, καθιστούν το επίστρωμα ακατάλληλο για την προστασία έναντι χημικομηχανικών φθορών του μεταλλικού υποστρώματος (Εικόνα 48).



Εικόνα 48: Απεικόνιση της εξελικτικής πορείας του μηχανισμού της εργοδιάβρωσης λόγω απελευθέρωσης θεικών ανιόντων και στοιχειακού θείου (μέσω τριβοχημικών φαινομένων) από το προστατευτικό επίστρωμα (sulfur melting cladding) στο μεταλλικό υπόστρωμα L360NS.

Συμπεράσματα

- (1) Η παρουσία στοιχειακού θείου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος αυξάνει εκθετικά την επιδεκτικότητα του κραματικού συστήματος L360NS έναντι εκδήλωσης αστοχίας, η οποία σχετίζεται με την ανάπτυξη του μηχανισμού SSCC. Εξ' ολοκλήρου ψαθυρός τύπος θραύσης ταυτοποιείται στα δοκίμια τα οποία έχουν έρθει σε επαφή με ηλεκτρολύτη που χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα αυξημένη συγκέντρωση σε θειικά ανιόντα.
- (2) Υπό την επίδραση χημικού περιβάλλοντος με τη μορφή αιωρήματος που περιέχει μοριακά σύμπλοκα του θείου, η ευαισθησία του χαλύβδινου αγωγού L360NS έναντι της έναρξης του ψαθυροποιητικού φαινομένου SSCC φαίνεται να αυξάνει με την αύξηση της περιεκτικότητας του ηλεκτρολυτικού διαλύματος σε στοιχειακό θείο.
- (3) Σε περιπτώσεις αστοχίας – αποκόλλησης των προστατευτικών επικαλυπτικών επιστρωμάτων (Sulfur Melting Cladding), η διάβρωση λαμβάνει χώρα μέσω της ανάπτυξης πολυάριθμων βελονισμών και κρατήρων, οι οποίοι εκκινούν από τα άκρα του δοκιμίου επεκτεινόμενοι προς το κέντρο αυτού. Τα προϊόντα διάβρωσης που χαρακτηρίζονται από στοιχειομετρική χημική αναλογία $Fe_{x+1}S$ και έχουν σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου, αποφλοιώνονται σταδιακά λόγω της ψαθυρής τους φύσης, επιτρέποντας έτσι τη διείσδυση του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Ο βαθμός ευαισθησίας έναντι εκδήλωσης του φαινομένου SSCC για το δεδομένο μεταλλουργικό σύστημα, όταν αυτό έχει υποβληθεί σε διεργασία ανάπτυξης σουλφιδιωμένου επιστρώματος, καθίσταται υψηλότερος συγκριτικά με την περίπτωση κατά την οποία το σύστημα βρίσκεται σε επαφή με διάλυμα στοιχειακού θείου περιεκτικότητας 4 g/L και χαμηλότερος συγκριτικά με την περίπτωση κατά την οποία το σύστημα βρίσκεται σε επαφή με διάλυμα στοιχειακού θείου περιεκτικότητας 7 g/L (Sulfur Suspension Solution).

- (4) Τόσο για την περίπτωση ανάπτυξης προστατευτικών επιστρωμάτων εμπλουτισμένων σε θειούχες ενώσεις όσο και για τις περιπτώσεις αλληλεπίδρασης του μεταλλικού συστήματος με ηλεκτρολύτες οι οποίοι αποτελούν αιωρήματα στοιχειακού θείου διαφόρων συγκεντρώσεων, ο κύριος μηχανισμός της θραύσης φαίνεται να είναι αυτός της συμβολής της επίδρασης του εντατικού πεδίου με το μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking - SOHIC). Ο παραπάνω μηχανισμός αποτελεί την απόδοση της συνδυασμένης δράσης των ψαθυροποιητικών φαινομένων SSCC και HIC.

1.6 ΒΑΣΙΚΕΣ ΑΡΧΕΣ ΚΟΠΩΣΗΣ

Στο παρατιθέμενο κείμενο αναλύεται η συμπεριφορά έναντι κόπωσης χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς αερίων υδρογονανθράκων. Αρχικά παρουσιάζονται οι βασικές αρχές και οι μικρομηχανισμοί οι οποίοι συμβάλλουν στο φαινόμενο της κόπωσης, ενώ αναφέρονται και τα κυριότερα χαρακτηριστικά γνωρίσματα αυτού του τύπου της αστοχίας επί των θραυσιγενών επιφανειών. Παράλληλα περιγράφονται οι νόμοι οι οποίοι διέπουν τη δυναμική αυτή καταπόνηση καθώς και οι μαθηματικές φόρμουλες που χρησιμοποιούνται για τους κυριότερους υπολογισμούς, τόσο σε περιπτώσεις προρωγματομένων δοκιμών όσο και για δοκίμια που δεν έχουν αρχική εγκοπή. Στη συνέχεια αναλύονται τα αντιπροσωπευτικότερα διαγράμματα (καμπύλες S – N, καμπύλες ΔK – N) ενώ πραγματοποιείται και εκτενής διερεύνηση της επίδρασης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στην αντοχή έναντι κόπωσης. Σημειώνεται ακόμη ότι το μεγαλύτερο μέρος του κειμένου καταλαμβάνει η παράθεση πειραματικών αποτελεσμάτων και η διεξοδική ανάλυση ερευνητικών δεδομένων που αφορούν στην υποβάθμιση της αντοχής έναντι κόπωσης χαλύβδινων αγωγών λόγω της επίδρασης του μεταφερόμενου αερίου υδρογόνου υπό υψηλή πίεση. Τέλος περιγράφονται οι κυριότεροι τρόποι αντιμετώπισης του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου υπό την ταυτόχρονη επιβολή δυναμικών φορτίσεων. Αυτοί αφορούν στην ανάπτυξη υπερυδροφόβωνεπικαλυπτικών συστημάτων, στη βελτιστοποίηση του μικρογραφικού ιστού καθώς και στην αμορφοποίηση των επιφανειακών στιβάδων μέσω των τεχνικών laser cladding και plasma cladding.

Ως κόπωση ορίζεται στη διεθνή επιστημονική κοινότητα η φαινομενικά παράδοξη εκδήλωση ρωγμάτωσης και θραύσης των μετάλλων χωρίς προγενέστερη πλαστική παραμόρφωση, όταν αυτά υποβάλλονται σε έναν μεγάλο αριθμό κυκλικών φορτίσεων, συχνά πολύ μικρής έντασης. Περιοδικές ή κυκλικά επαναλαμβανόμενες φορτίσεις λαμβάνουν χώρα κυρίως στους άξονες και στα έδρανα των κινητήρων, στα κρουστικά στελέχη των αεροσφυρών, στα ικρίσματα δονούμενων κατασκευών, στις σιδηροδρομικές γραμμές, στα υδραυλικά σκέλη προσγείωσης των αεροσκαφών, στα κύρια δομικά μέρη των πλοίων, στη γεφυροποιία καθώς και στις σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών.

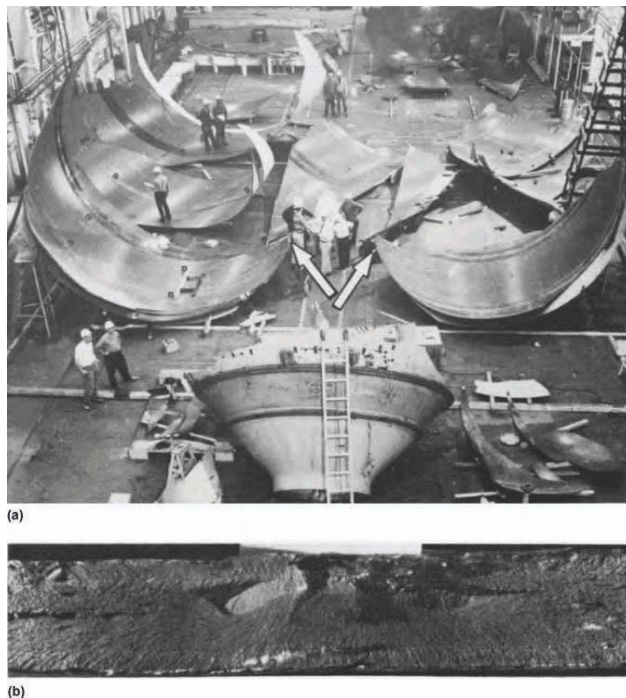
Επαναλαμβανόμενες φορτίσεις στο χρόνο με λιγότερο περιοδικό χαρακτήρα και με μικρότερη συχνότητα παρατηρούνται στα συστήματα προσγείωσης των αεροσκαφών, στις μεταλλικές κατασκευές που είναι εκτεθειμένες στην ενέργεια του ανέμου καθώς και στις ηλεκτρικές μηχανές και τους στρόβιλους κατά την εκκίνηση.

Καταπονήσεις μεγάλης συχνότητας και μικρής σχετικά έντασης επικρατούν στο σκελετό και στα τοιχώματα των πλοίων και των αεροσκαφών λόγω των δονήσεων των κινητήρων. Έχει αποδειχθεί ότι μακροπρόθεσμα όλες αυτές οι περιοδικά μεταβαλλόμενες καταπονήσεις οδηγούν σε ψαθυρή αστοχία λόγω κόπωσης. Αυτού του τύπου η θραύση λαμβάνει χώρα συνήθως σε φορτίσεις κατά πολύ

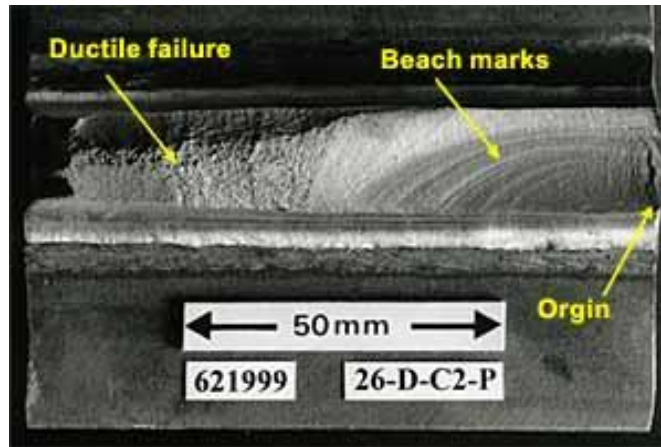
χαμηλότερες από την αντοχή του δεδομένου κραματικού συστήματος έναντι εφελκυσμού και μάλιστα για χαμηλότερα πεδία τιμών φόρτισης και από το όριο ελαστικότητας.

Επιπλέον η εκδήλωση του φαινομένου της κόπωσης δε συνοδεύεται από πλαστική παραμόρφωση ενώ η ρωγμάτωση είναι συχνότερα εσωτερική ή μακροσκοπικά μη ορατή. Έτσι αν και η διάδοση της ρωγμής είναι προοδευτική, η θραύση εκδηλώνεται απότομα, όταν η μη ρωγματωμένη διατομή του μετάλλου μειωθεί σε τέτοιο βαθμό, ώστε να μην αντέχει πια τα επιβαλλόμενα φορτία (Εικόνες 49-51). Κατά συνέπεια παρατηρείται στην περίπτωση αυτή η εκδήλωση ψαθυρής θραύσης, όταν η ρωγμή αποκτήσει το κρίσιμο μέγεθος που απαιτείται ενεργειακά για να προκληθεί σχισμός.

Οι συνέπειες των θραύσεων από κόπωση μπορεί να είναι πολύ καταστρεπτικές διότι συμβαίνουν σε ανύποπτο χρόνο και πολύ συχνά κάτω από ήπιες συνθήκες λειτουργίας (Εικόνες 52-54). Σημειώνεται δε ότι τα ίδια εξαρτήματα υπό το πεδίο επιβολής στατικών καταπονήσεων θα άντεχαν σε πολύ ισχυρότερα φορτία και σε περίπτωση υπερφόρτισης θα θραύονταν μόνο ύστερα από πλαστική παραμόρφωση, η οποία γίνεται έγκαιρα αντιληπτή και προειδοποιεί για τη λήψη επιπρόσθετων μέτρων [101-102].



Εικόνα 49: (α) Ψαθυρή θραύση πτερωτής μηχανής, κατασκευασμένης από χάλυβα μαρτεργήρανης, έπειτα από υδροστατική καταπόνηση, (β) Μορφολογικά χαρακτηριστικά επί της επιφάνειας θραύσης που υποδεικνύουν τη συνέργεια της ολιγοκυκλικής κόπωσης (chevron and ratchet marks) με τη ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης υδρογόνου (fish – eye craters and stepwise cracking)



Εικόνα 50: Ψαθυρή επιφάνεια θραύσης λόγω υψίσυχνης περιοδικής καταπόνησης ενός στροφαλοφόρου άξονα κατασκευασμένου από χάλυβα υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης (HSLASTEEL).

➤ Χαρακτηριστικά επιφανειών θραύσης λόγω κόπωσης

Το αρχικό στάδιο της θραύσης από κόπωση συνδέεται με τη δημιουργία και την έναρξη διάδοσης μίας μικρής ρωγμής από μία ατέλεια του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Η ατέλεια αυτή μπορεί να βρίσκεται είτε στην επιφάνεια είτε στο εσωτερικό της κατασκευής. Πρόκειται ενδεχομένως είτε για ελάττωμα το οποίο έχει προκύψει από τη μηχανουργική κατεργασία του εξαρτήματος, είτε για πόρο, μη μεταλλικό έγκλεισμα, ή και για σημείο που καταλύει ενεργειακά τη συγκέντρωση τάσεων (εγκοπή), με αποτέλεσμα να χαρακτηρίζεται σε κάθε περίπτωση ως “αφορμή κόπωσης”. Η αφορμή αυτή της κόπωσης διακρίνεται συχνά δύσκολα. Στη διερεύνηση πληθώρας αστοχιών έχει αποδειχθεί ότι η αφορμή της κόπωσης μπορεί να είναι “μονή” ή να αποτελείται από τη συμβολή πολλαπλών πηγών, όπου η καθεμία ενεργοποιείται σε διαφορετικό χρονισμό και αποτελεί νέα αφορμή εκκίνησης ρωγμής [103-105].

Η ενεργοποίηση μιας αφορμής κόπωσης οφείλεται σε τοπική συγκέντρωση τάσεων, η οποία ενδέχεται να φθάσει ακόμη και το όριο θραύσης. Η ρωγμή που γεννιέται στην αφορμή διευρύνεται σταδιακά με κάθε νέο κύκλο φόρτισης και επεκτείνεται. Η προχώρηση αυτής ευνοείται από την συνεχή συγκέντρωση των τάσεων, που δημιουργούνται περιοδικά στο μέτωπο της ρωγμής. Κατ’ αυτόν τον τρόπο η ρωγμή προχωράει σταδιακά υπό μορφή βημάτων, ενώ η επιφάνεια της θραύσης λόγω κόπωσης διατηρείται σχετικά λεία και στιλπνή. Το τελευταίο στοιχείο οφείλεται στην τριβή των δύο επιφανειών της ρωγμής κατά τη διάρκεια της κόπωσης.

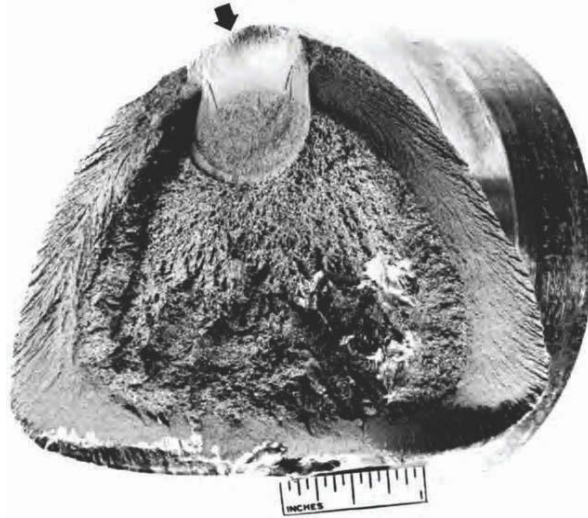
Το υπόλοιπο τμήμα της θραυσιγενούς επιφάνειας το οποίο προκύπτει από την απότομη θραύση, όταν η διατομή του αντικειμένου μειωθεί υπερβολικά, έχει συνήθως τα χαρακτηριστικά της ψαθυρής θραύσης. Ενδέχεται επίσης, σε σπανιότερες περιπτώσεις να έχει χαρακτηριστικά όλκιμης θραύσης, εάν το ίδιο το κραματικό σύστημα χαρακτηρίζεται από εξαιρετικά υψηλή όλκιμότητα (υψηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης (n) και υψηλό συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (m)). Στην περίπτωση αυτή ακόμα και η ταχύτατη διάδοση της ρωγμής προκαλεί σε κάποιο βαθμό τοπική πλαστική παραμόρφωση, μέσω αλληπάλληλων μικροολισθήσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (sequential microplastic and sliding effect in crystal structure) [106-110].

Η ζώνη της απότομης θραύσης αναφέρεται στη διεθνή βιβλιογραφία συχνά ως κρυσταλλική, γιατί έχει την κρυσταλλική όψη της ψαθυρής θραύσης. Παλιότερα η κρυσταλλική αυτή όψη αποδιδόταν σε ανακρυστάλλωση του μετάλλου κατά τη λειτουργία, παρατήρηση η οποία ακόμα και σήμερα αναφέρεται εσφαλμένα σε διάφορα βιβλία εμπειρικού χαρακτήρα. Είναι γνωστό ότι η κόπωση σε καμία περίπτωση δε μπορεί να οδηγήσει σε συνθήκες ανακρυστάλλωσης και ότι η κρυσταλλική όψη που παρατηρείται αποτελεί συνηθισμένη μορφολογία της ψαθυρής θραύσης [111-112].

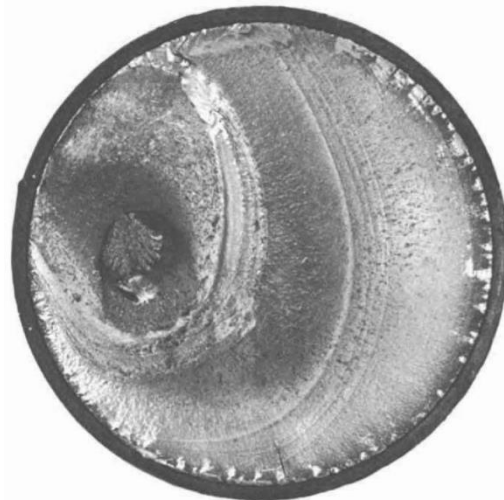
Επιπρόσθετα είναι σύνηθες στην επιφάνεια της κόπωσης να παρατηρείται μια ακολουθία συγκεντρικών καμπύλων, γνωστών ως “μέτωπα διακοπής” (crack arrest facets ή front arrests ή beach marks) (Εικόνες 51 - 53). Το κοινό κέντρο τους ταυτίζεται με την εστία από όπου ξεκίνησε η ρωγμή, δηλαδή την αφορμή. Οι γραμμές αυτές αποτελούν το μέτωπο της ρωγμής σε κάποια χρονική στιγμή κατά την οποία μεταβλήθηκαν σημαντικά οι συνθήκες φόρτισης. Για παράδειγμα σε έναν στροφαλοφόρο άξονα μαχητικού αεροσκάφους, το κάθε μέτωπο μπορεί να αντιστοιχεί σε μια διακοπή λειτουργίας/επανεκκίνησης. Η τοπική οξείδωση, η διείδυση λαδιών και άλλες επιφανειακές αλλοιώσεις καθιστούν τα συνηθέστερα κριτήρια για να αναπλάσουμε εκ των υστέρων την ιστορία της θραύσης. Έτσι λοιπόν έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμών κόπωσης παρατηρούνται τα μέτωπα διακοπής, τουλάχιστον με μακροσκοπική παρατήρηση. Με τη χρήση όμως υψηλής διακριτικής ικανότητας Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (FIB-SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Διερχόμενης Δέσμης (HRTEM) μπορούμε να παρατηρήσουμε τη προώθηση της ρωγμής σε κάθε κύκλο φόρτισης και να υπολογίσουμε τη ταχύτητα διάδοσης αυτής (crack propagation rate).

Επιπρόσθετα αναφέρεται ότι οι θραυσίγενείς επιφάνειες έχουν χαρακτηριστική διεύθυνση ανάλογα με τον τύπο της φόρτισης. Κατά κανόνα, είναι κάθετες στη μέγιστη από τις τρεις κύριες τάσεις. Σημειώνεται ακόμα ότι στις περιπτώσεις κατά τις οποίες διακρίνονται δύο ειδών μέτωπα διακοπής (άλλα πιο βαθιά και άλλα πιο ρηχά), τα ρηχά αντιστοιχούν σε κάθε κύκλο φόρτισης ενώ τα βαθιά σε στάση της λειτουργίας. Με λίγα λόγια τα βαθύτερα μέτωπα προχώρησης της ρωγμής στην περίπτωση πραγματικών συνθηκών σηματοδοτούν τη διακοπή της λειτουργίας του εξαρτήματος (στάση βάρδιας) ενώ τα πιο ρηχά, με διακριτά περατωτικά όρια, αντιστοιχούν σε διαφορετικούς κύκλους λειτουργίας της κατασκευής [112-113].

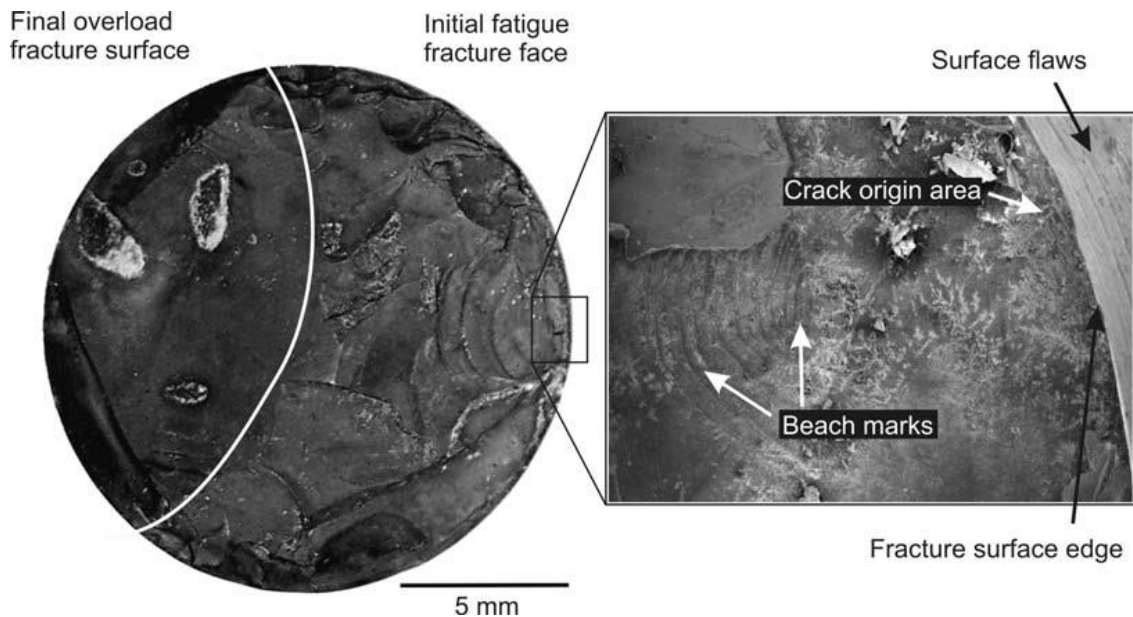
Τέλος μέσω χρήσης Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης σε εικόνες με ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου (Bright Field HRTEM) είναι δυνατόν να παρατηρηθούν μικροραβδώσεις (striations), οι οποίες χαρακτηρίζονται από μικροσκοπικές διαστάσεις. Κάθε μικροράβδωση αναπαριστά την απόσταση κατά την οποία αναπτύχθηκε το μέτωπο της ρωγμής κατά τη διάρκεια ενός κύκλου φόρτισης, ενώ το πλάτος τους αυξάνει όσο αυξάνει και το εύρος της επιβαλλόμενης τάσης [113-114].



Εικόνα 51: Υπο-επιφανειακή ανάπτυξη ρωγμής από κόπωση (subsurface fatigue crack) η οποία οδήγησε σε ψαθυρού τύπου αστοχία. Η κατευθυντικότητα των συγκεντρικών καμπυλών και των σχηματισμών τύπου chevron δείχνει ότι η θραύση έπειτα από την επιβολή υψίσυχνων κυκλικών καταπονήσεων αναπτύσσεται με γωνία 45° λόγω της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (critical resolved shear stress τ_{crss}).



Εικόνα 52: Μακροσκοπική απεικόνιση θραυσιγενούς επιφάνειας κυλινδρικού στελέχους κατασκευασμένου από χάλυβα 1050, σκληρότητας 35 HRC που έχει υποβληθεί σε καταπόνηση στρεπτικής καμπτικής φόρτισης (rotating bending). Αιτία της αστοχίας αποτέλεσαν πολλαπλά σημεία επιφανειακών ατελειών απ' όπου ξεκίνησε η διάδοση των ρωγμών. Η εκκεντρότητα που παρατηρείται στα κυκλικά μέτωπα διάδοσης της θραύσης (eccentric pattern of oval beach marks) αποδεικνύει ότι στο πεδίο των λειτουργικών συνθηκών η επιβολή του φορτίου δεν ήταν ισοσταθμισμένη (load not balanced). Ακόμη το τελικό στάδιο της θραύσης φαίνεται ότι έχει ολοκληρωθεί στην αριστερή πλευρά της διατομής του άξονα.



Εικόνα 53: Μακροσκοπική και μικροσκοπική απόδοση των διαδοχικών μετώπων διάδοσης της θραύσης σε ενδοτραχυμένο κράμα Nb. Αφορμή της αστοχίας αποτέλεσε ένα ευμεγέθους μη μεταλλικό έγκλεισμα σουλφιδίου του μολυβδαινίου (MoS), γωνιώδους μορφολογίας, με ψαθυρό χαρακτήρα (περιορισμένη παραμορφωσιμότητα). Η καταπόνηση που ασκήθηκε ήταν κόπωση μέσω ανάπτυξης στρεπτικών και καμπτικών φορτίσεων (Bending-Torsion-Fatigue)

1.7 ΣΥΝΕΡΓΙΣΤΙΚΟΙ ΜΙΚΡΟΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΠΟΥ ΛΑΜΒΑΝΟΥΝ ΧΩΡΑ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΕΚΔΗΛΩΣΗ ΘΡΑΥΣΗΣ ΑΠΟ ΚΟΠΩΣΗ [14-15]

Ο μικροσκοπικός μηχανισμός αστοχίας από κόπωση περιλαμβάνει τα ακόλουθα στάδια:

1) Έναρξη ρωγμής

Πρόκειται για το στάδιο εκείνο κατά το οποίο αναπτύσσεται λόγω κόπωσης κάποιο ελάττωμα, που θα μπορούσε ενδεχομένως να εξαλειφθεί με κατάλληλη κατεργασία (ανόπτηση ή επιφανειακή κατεργασία τροποποίησης της δομής).

2) Ανάπτυξη ρωγμής μέσω των ταινιών ολίσθησης

Πρόκειται για το στάδιο το οποίο περιλαμβάνει την επέκταση της αρχικής ρωγμής μέσω των κρυσταλλογραφικών επιπέδων μέγιστης διατμητικής τάσης, όπου δηλαδή έχει πραγματοποιηθεί υπέρβαση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (Critical Resolved Shear Stress - τ_{crss}). Το στάδιο αυτό καλείται και στάδιο I ανάπτυξης της ρωγμής.

3) Ανάπτυξη της ρωγμής μέσω των επιπέδων της μέγιστης εφελκυστικής τάσης

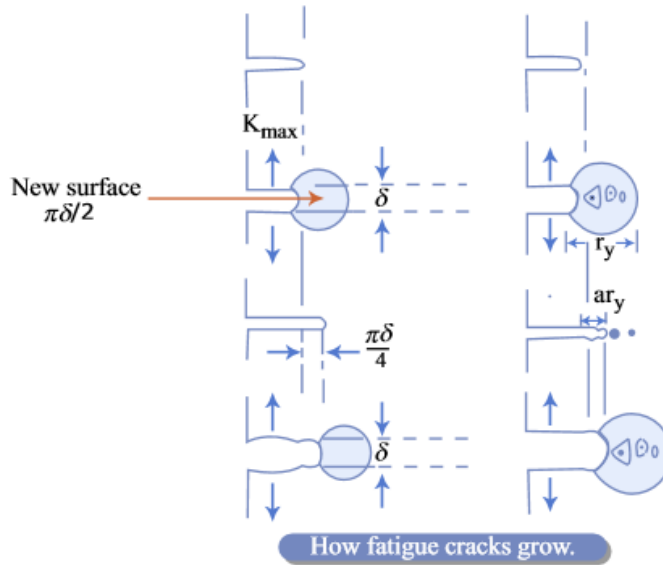
Το στάδιο αυτό περιλαμβάνει την επέκταση της ρωγμής κάθετα στον άξονα της εφαρμογής της μέγιστης εφελκυστικής τάσης. Καλείται πολύ συχνά στάδιο II ανάπτυξης της ρωγμής.

4) Τελικό στάδιο αστοχίας

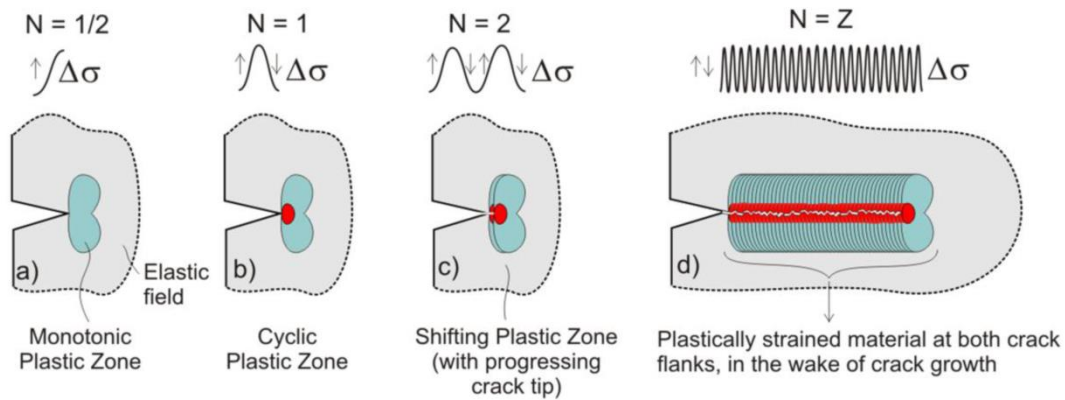
Το στάδιο αυτό λαμβάνει χώρα όταν η ρωγμή αποκτήσει επαρκές μήκος, με αποτέλεσμα η διατομή του υλικού να είναι αδύνατο να αντέξει την εφαρμογή του συνολικού φορτίου. Όταν συμβεί αυτό, η ρωγμή διαδίδεται ακαριαία και το υλικό οδηγείται στην τελική θραύση, που εμφανίζεται ως όλκιμη (η επιφάνεια θραύσης παρουσιάζει σημαντική πλαστική παραμόρφωση).

Το πρώτο στάδιο είναι δυνατόν να παρακαμφθεί εφόσον η εναρκτήρια ρωγμή προϋπάρχει από προγενέστερη μηχανουργική ή θερμομηχανική κατεργασία. Συνήθως η αρχική ρωγμή ξεκινά από μια επιφανειακή ατέλεια. Η έναρξη της ρωγμής λαμβάνει χώρα στην περιοχή όπου παρατηρείται συσσώρευση των ταινιών ολίσθησης (Εικόνες 54 – 57). Αυτές οι ταινίες ολίσθησης αποτελούν από μόνες τους εμβρυακές μορφές ρωγμών (crack nucleus), λόγω του ότι κάτω από την επίδραση μικρών εφελκυστικών τάσεων “ανοίγουν” και μετατρέπονται σε μικρορωγμές. Οι ταινίες ολίσθησης μετακινούνται με έναν ιδιαίτερο τρόπο δημιουργώντας τοπικές εσοχές και προεξοχές (striations) [115-116].

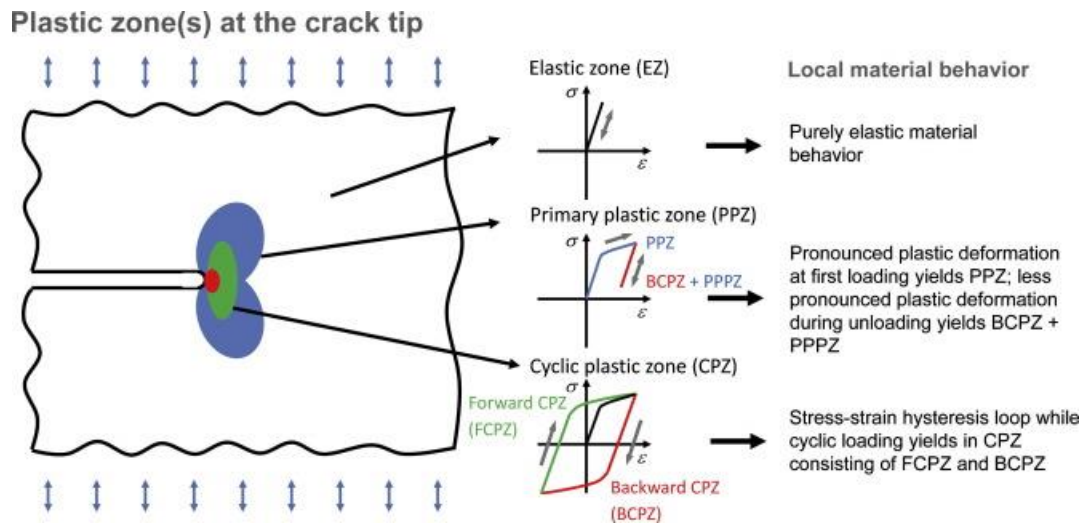
Καθίσταται λοιπόν κατανοητό ότι σε κάθε περίπτωση φόρτισης ενός πολυκρυσταλλικού υλικού μπορούν να ενεργοποιηθούν μόνο εκείνα τα συστήματα ολίσθησης για τα οποία η ωφέλιμη διατμητική τάση ολίσθησης (resolved shear stress) είναι μεγαλύτερη από την κρίσιμη ($\tau_{crss} = \mu \cdot b/l$), η οποία αποτελεί και το μικροσκοπικό ανάλογο του ορίου ελαστικότητας. Συνήθως όμως ενεργοποιούνται μόνο ένα ή το πολύ δύο συστήματα ολίσθησης, για τα οποία η διατμητική τάση έχει τη μεγαλύτερη τιμή. Ακόμη οφείλουμε να προσθέσουμε ότι κατά τη διάρκεια της παραμόρφωσης παρατηρείται στροφή των επιπέδων ολίσθησης σε σχέση με την εφαρμοζόμενη ορθή τάση (crystallographic rotation of slip planes). Η μεταβολή αυτή ευνοεί ενδεχομένως ένα νέο σύστημα ολίσθησης, για το οποίο η ωφέλιμη διατμητική τάση αποκτά μέγιστη τιμή. Έτσι ενεργοποιείται το νέο αυτό σύστημα ολίσθησης και παύει η δράση του παλιού. Αποτέλεσμα του παραπάνω μηχανισμού είναι η παρατήρηση, στην επιφάνεια των κρυστάλλων που παραμορφώθηκαν, εκτεταμένων γραμμών ολίσθησης. Οι γραμμές αυτές αποτελούν βαθμίδες που έχουν προκληθεί από την έξοδο των διαταραχών από την επιφάνεια του κρυστάλλου (Εικόνες 57 - 58). Συχνότερα αντί για γραμμές παρατηρούνται πλατιές ταινίες ολίσθησης, οι οποίες στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διερχόμενης Δέσμης (HRTEM) διαπιστώνεται ότι δομούνται από λεπτότερα επιμέρους σκαλιά. Το πλάτος του κάθε σκαλιού κυμαίνεται συνήθως μεταξύ 10 – 1000 Å, ενώ η απόσταση μεταξύ των διαδοχικών επιπέδων ολίσθησης είναι από 0.01 έως 1 μm. Συμπερασματικά η παραμόρφωση πραγματοποιείται πάνω σε έναν περιορισμένο αριθμό επιπέδων και ο αριθμός των διαταραχών που βγαίνουν στην επιφάνεια είναι από 5 έως 500 περίπου για κάθε ενεργοποιημένο επίπεδο ολίσθησης [116-118].



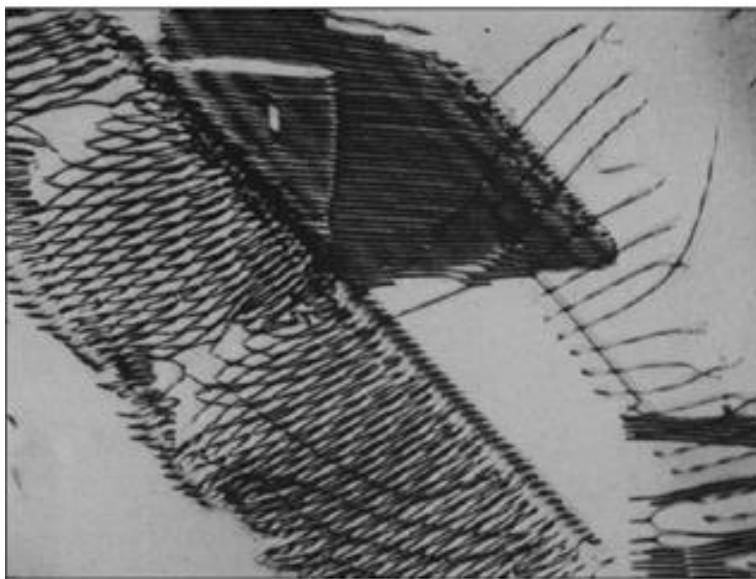
Εικόνα 54: Καταγραφή των σταδίων ανάπτυξης μιας ρωγμής από κόπωση συναρτήσει της τιμής που λαμβάνει τοπικά ο παράγοντας έντασης τάσης και της μεγιστοποίησης αυτού (K_{max})



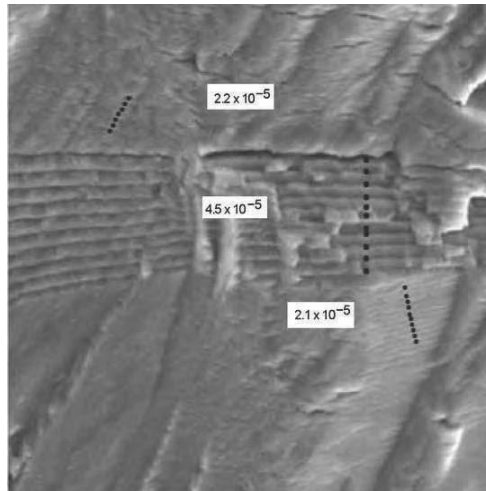
Εικόνα 55: Συσχέτιση μεταξύ των διαφόρων τύπων πλαστικότητας οι οποίοι μπορούν να εκδηλωθούν στο άκρο της διαδιδόμενης ρωγμής από κόπωση (propagating crack) και του είδους της εναλλασσόμενης φόρτισης που ασκείται στο σύστημα (κύκλοι φόρτισης και μεταβολή της επιβαλλόμενης τάσης)



Εικόνα 56: Εκδήλωση πλαστικότητας στην απόληξη μιας ρωγμής από κόπωση.



Εικόνα 57: Ανάπτυξη δικτύων διαταραχών τα οποία αλληλεπιδρούν και πολλαπλασιάζονται μέσω ενισχυτικής υπέρθεσης κατά την ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος

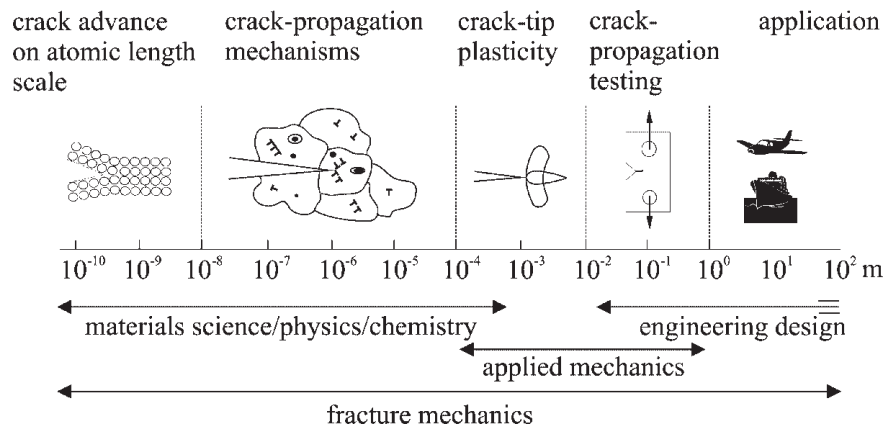


Εικόνα 58: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης (HRTEM) της μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των ραβδώσεων. Οι διάφορες αυτές περιοχές υποδεικνύουν τη μεταβολή της ταχύτητας διάδοσης της κύριας ρωγμής κόπωσης και αντιστοιχούν σε διαφορετικούς κύκλους φόρτισης της κατασκευής

Η ανάπτυξη της ρωγμής κατά το στάδιο I, είναι ίση με μερικές διαμέτρους κόκκων προτού μεταβεί στο στάδιο II. Η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής στο στάδιο I είναι πολύ χαμηλή (μερικά nm/κύκλο) σε σχέση με αυτή που επικρατεί στο στάδιο II (μερικά μm/κύκλο) (Εικόνα 59). Η επιφάνεια θραύσης του σταδίου I έχει χαρακτηριστικό γνώρισμα, το ότι είναι λεία χωρίς ίχνη πλαστικής παραμόρφωσης.

Αντίθετα η επιφάνεια θραύσης από κόπωση μετά από το στάδιο II παρουσιάζει ραβδώσεις. Αυτές οι ραβδώσεις αποτελούν διαδοχικές θέσεις του μετώπου διάδοσης της ρωγμής, κάθετα στη μέγιστη εφελκυστική τάση και καθεμία τους δημιουργείται μετά από κάθε κύκλο κόπωσης. Συνεπώς η μέτρηση των ραβδώσεων αυτών μπορεί να αποδώσει με ακρίβεια τη χρονική διάρκεια του σταδίου II. Ο μικροσκοπικός αυτός μηχανισμός της διάδοσης της ρωγμής ονομάζεται διαδικασία πλαστικής αμβλύνσεως [119-121].

Η διάρκεια ζωής του σταδίου της έναρξης της ρωγμής και της δημιουργίας της κύριας ρωγμάτωσης, μπορεί να αποτελεί το 10% μόνο της συνολικής ζωής μέχρι την τελική θραύση, υπό το καθεστώς έντονων καταπονήσεων, ή αλλιώς μέχρι και το 90% περίπου της συνολικής ζωής, υπό το καθεστώς ασθενών καταπονήσεων, στη γειτονιά δηλαδή των τιμών του ορίου αντοχής σε κόπωση (σ_D).



Εικόνα 59: Διάφορες κλίμακες ανάλυσης και επιστημονικά πεδία προσέγγισης των σταδίων ανάπτυξης ρωγμής από κόπωση

Σε προρωγματωμένα δοκίμια (που έχουν εγκοπή) οι ρωγμές αναπτύσσονται ως ακολούθως: ο κύκλος των μέγιστων τάσεων εφελκυσμού που ασκούνται δημιουργεί μια πλαστική ζώνη, στο εσωτερικό της οποίας η ρωγμή υπό την επίδραση της τάσης αυτής διαπλατώνεται κατά (δ), δημιουργώντας μια νέα ζώνη πλαστικής παραμόρφωσης [122-131].

Κατά τη διάρκεια του θλιπτικού σταδίου, η ρωγμή συμπιέζεται και διαδίδεται προς τα εμπρός, επίσης κατά δ , δημιουργώντας νέα επιφάνεια. Κατά τον επόμενο κύκλο, συμβαίνει το ίδιο πράγμα και η ρωγμή προχωρά βήμα προς βήμα κατά $da/dN = \delta$.

Τα βιομηχανικά κράματα περιέχουν συνήθως μικροδιακενώσεις ή/και μικρά εγκλείσματα ξένων στοιχείων. Στο εσωτερικό της πλαστικής ζώνης οι υπάρχουσες ατέλειες ενώνονται μεταξύ τους και με τα άκρα των ρωγμών. Κατ' αυτόν τον τρόπο οι ρωγμές αναπτύσσονται και προχωρούν λίγο ταχύτερα από ότι προηγουμένως.

1.7.1 ΣΥΜΠΕΡΙΦΟΡΑ ΣΕ ΚΟΠΩΣΗ ΜΗ ΡΩΓΜΑΤΩΜΕΝΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ

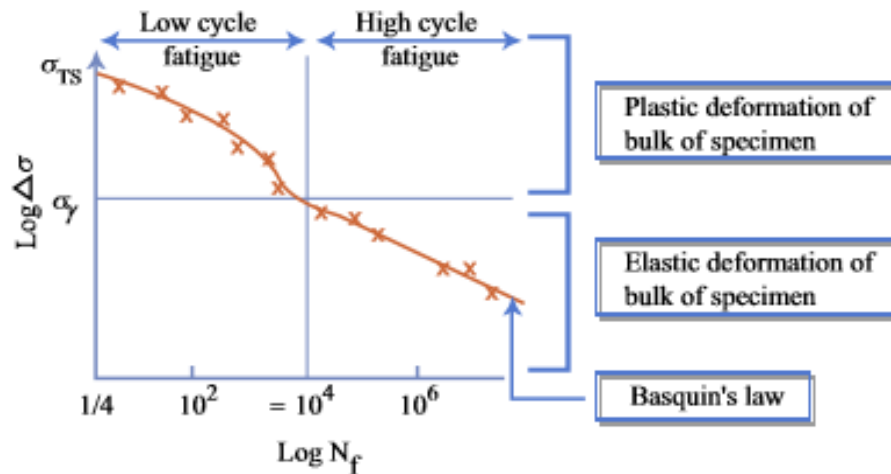
➤ Δοκιμή εναλλασσόμενης συμμετρικής φόρτισης

Στην περίπτωση κατά την οποία οι τιμές των σ_{max} και σ_{min} βρίσκονται κάτω από την τιμή του ορίου διαρροής σ_y και η μέση τιμή των τάσεων είναι ίση μηδέν ($\sigma_m = 0$) πληρούνται οι συνθήκες της εναλλασσόμενης συμμετρικής φόρτισης και ισχύει ο εμπειρικός νόμος του Basquin (Εικόνες 60 - 62):

$$\Delta\sigma * N_f^\alpha = C_1$$

Όπου α σταθερά κυμαινόμενη μεταξύ 1/8 και 1/15 για τα περισσότερα κραματικά συστήματα και C_1 σταθερά εξαρτώμενη από το όριο διαρροής και το συντελεστή ενδοτράχυνσης του υλικού (n).

Στην περίπτωση κατά την οποία οι τιμές των σ_{max} και σ_{min} βρίσκονται υψηλότερα από την τιμή του ορίου διαρροής σ_y , δε βρίσκεται σε ισχύ ο νόμος του Basquin. Ωστόσο το ευθύγραμμο τμήμα της καμπύλης λαμβάνεται εάν αντικατασταθεί η τιμή $\Delta\sigma$ με την τιμή της πλαστικής παραμόρφωσης ($\Delta\epsilon_{pl}$).



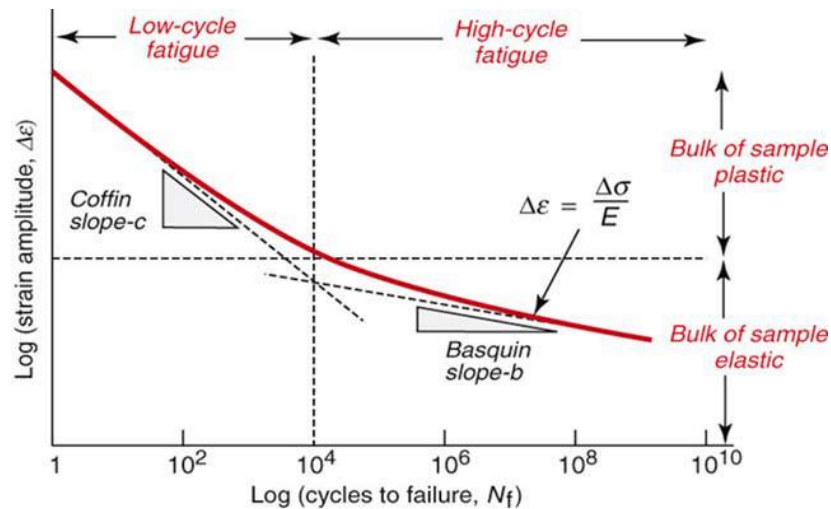
Initiation-controlled high-cycle fatigue - basquin's law.

Εικόνα 60: Σχηματική απόδοση της έκφρασης του νόμου του Basquin, η οποία ορίζει ότι η κινητική της διάδοσης της ρωγμής σε περιπτώσεις άσκησης καταπόνησης μέσω υψίσυχνης κόπωσης ελέγχεται κυρίως από το στάδιο της έναρξης της ρωγμής (initiation controlled)

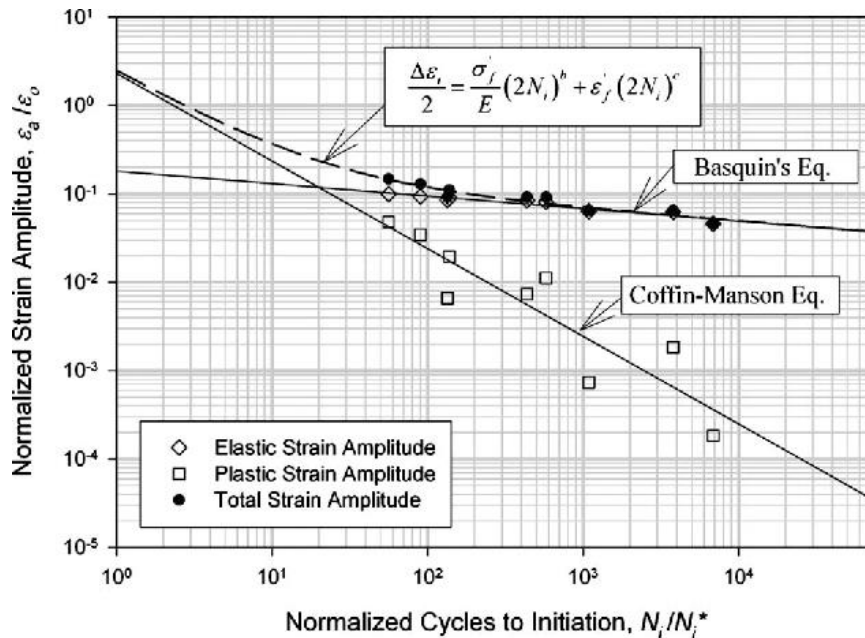
Η μεταβολή της $\Delta\epsilon_{pl} * N_f = f(N_f)$ δίνεται από το ευθύγραμμο τμήμα της καμπύλης, η οποία αποτελεί τη γραφική έκφραση του νόμου Coffin – Manson:

$$\Delta\epsilon_{pl} * N_f^b = C_2$$

Όπου b σταθερά κυμαινόμενη μεταξύ 0.5 και 0.6 και C_2 επίσης σταθερά εξαρτώμενη κυρίως από το όριο διαρροής του υλικού και τον συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (m).



Εικόνα 61: Λογαριθμικό διάγραμμα όπου αποδίδονται οι κύκλοι της φόρτισης N_f μέχρι τη θραύση συναρτήσει του επιβαλλόμενου εύρους της παραμόρφωσης $\Delta\epsilon$. Παρατηρείται η διακριτοποίηση μεταξύ δύο περιοχών, της ολιγοκυκλικής κόπωσης όπου βρίσκει ισχύ ο νόμος του Coffin και της υψίσυχνης κόπωσης όπου βρίσκει ισχύ ο νόμος του Basquin



Εικόνα 62: Κανονικοποιημένο διάγραμμα όπου συσχετίζεται το εύρος της επιβαλλόμενης παραμόρφωσης και των απαιτούμενων κύκλων φόρτισης για την έναρξη ρωγμής από κόπωση

Οι δύο αυτοί νόμοι των Basquin και Coffin – Manson περιγράφουν ικανοποιητικά τη θραύση λόγω κόπωσης μη ρωγματωμένων δοκιμίων, όταν σε αυτά ασκείται εναλλασσόμενη συμμετρική φόρτιση, δηλαδή όταν η μέση τιμή των τάσεων είναι μηδέν ($\sigma_m = 0$) [132-134].

1.7.2 ΣΥΜΠΕΡΙΦΟΡΑ ΣΕ ΚΟΠΩΣΗ ΠΡΟ-ΡΩΓΜΑΤΩΜΕΝΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ

Όλα τα υλικά παρουσιάζουν ελαττώματα (ανομοιογένειες, μη μεταλλικά εγκλείσματα, σφάλματα κατά τη διάρκεια της μεταλλοτεχνικής διαμόρφωσης) και οποιοδήποτε εξάρτημα κατασκευής, μπορεί να παρουσιάσει αλλαγές της διατομής, της χημικής σύστασης και του κρυσταλλογραφικού ιστού κατά τη διάρκεια ανάπτυξης δυναμικών καταπονήσεων στο λειτουργικό πεδίο εφαρμογών. Οι συνθήκες αυτές ευνοούν την ανομοιογενή κατανομή της καταπόνησης επί της διατομής και κατά συνέπεια τη δημιουργία ρωγματώσεων εξαιτίας του φαινομένου της κόπωσης.

Όταν μια ρωγή δημιουργηθεί, το μήκος a αυξάνεται με την αύξηση του αριθμού των κύκλων φόρτισης. Η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής, η οποία προσδιορίζεται από την παράγωγο da/dN , όπου a είναι το μήκος της ρωγμής και N ο αριθμός των επιβαλλόμενων κύκλων φόρτισης, αυξάνεται συνεχώς μέχρι την τελική θραύση του εξαρτήματος [134-136].

Στην περίπτωση αυτή η μελέτη της θραύσης του δοκιμίου βασίζεται στη θεωρία του Griffith. Επιπρόσθετα οι Paris και Erdogan πρότειναν έναν τρόπο παρακολούθησης της διάδοσης μιας ρωγμής με τη μέτρηση της ταχύτητάς της. Βάσει της υπόθεσης ότι υπάρχει μια σχέση που συνδέει την ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής (da/dN) και το συντελεστή έντασης τάσης (K) προτάθηκε η σχέση του Paris (1962) (Εικόνες 63 – 64):

$$da/dN = C * \Delta K^n$$

Όπου C παράμετρος χαρακτηριστική του υλικού και n ο συντελεστής ενδοτράχυνσης (ο οποίος λαμβάνει τιμές από 2 έως 4)

Με βάση τα παραπάνω διαπιστώνεται ότι στην απλή περίπτωση που το εύρος της τάσης σ παραμένει σταθερό, η αύξηση του μήκους a της ρωγμής επιφέρει αύξηση της τιμής του K . Επειδή όμως η τιμή της καταπόνησης μεταβάλλεται, καθίσταται δυνατό να προσδιορισθεί η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης K :

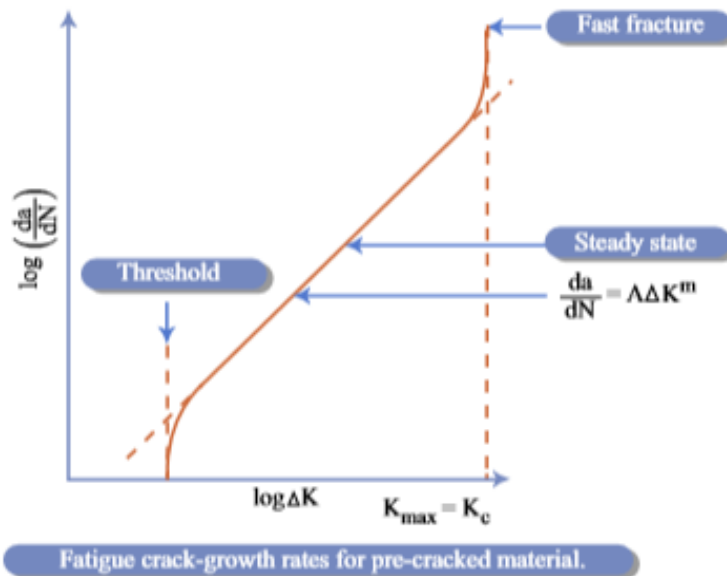
$$\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$$

Εφόσον ο συντελεστής έντασης τάσης μεταβάλλεται μεταξύ των τιμών K_{\max} και K_{\min} , θα ισχύει:

$$\Delta K = Y * (\pi * a)^{1/2} * (\sigma_{\max} - \sigma_{\min}) = Y * \Delta \sigma * 8 (\pi * a)^{1/2}$$

Η παρακάτω γραφική παράσταση παρουσιάζει τη μεταβολή της συνάρτησης $da/dN = f(\Delta K)$. Σε αυτήν διακρίνονται τρεις περιοχές (Εικόνα 59):

- Η χαρακτηριστική περιοχή του ενεργειακού κατωφλιού (ΔK_{th}) για την έναρξη της διάδοσης μιας ρωγμής (Περιοχή I)
- Η περιοχή του Paris
- Η περιοχή επιτάχυνσης πριν την τελική θραύση



Εικόνα 63: Απόδοση της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής και των σταδίων ανάπτυξης αυτής σε δοκίμια τα οποία υποβάλλονται σε κυκλική καταπόνηση και φέρουν εγκοπή

Περιοχή I

Όταν η μεταβολή του ΔK λαμβάνει μικρές τιμές, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής ελαττώνεται και τείνει στο μηδέν και πιο συγκεκριμένα σε μια τιμή η οποία ονομάζεται κατώφλι διάδοσης (ΔK_{th}). Αυτό σημαίνει ότι και αν ακόμη το υλικό παρουσιάσει ρωγμή, αυτή δεν διαδίδεται, εάν η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK παραμένει μικρότερη της οριακής τιμής ΔK_{th} . Δηλαδή ακόμη και αν ο επιβαλλόμενος αριθμός των κύκλων φόρτισης γίνει μεγάλος, παραμένει ωστόσο ανεπαρκής για να προκαλέσει τη διάδοση της ρωγμής και κατ' επέκταση τη θραύση του υλικού.

Ανάλογα με τη φύση του υλικού και τις συνθήκες της δοκιμής (λόγος καταπονήσεων R, περιβάλλον και συχνότητα), η μετάβαση από την Περιοχή I στην Περιοχή II πραγματοποιείται με ταχύτητες από 10^6 μέχρι 10^7 mm/κύκλο, δηλαδή περίπου μια ενδοατομική απόσταση ανά κύκλο.

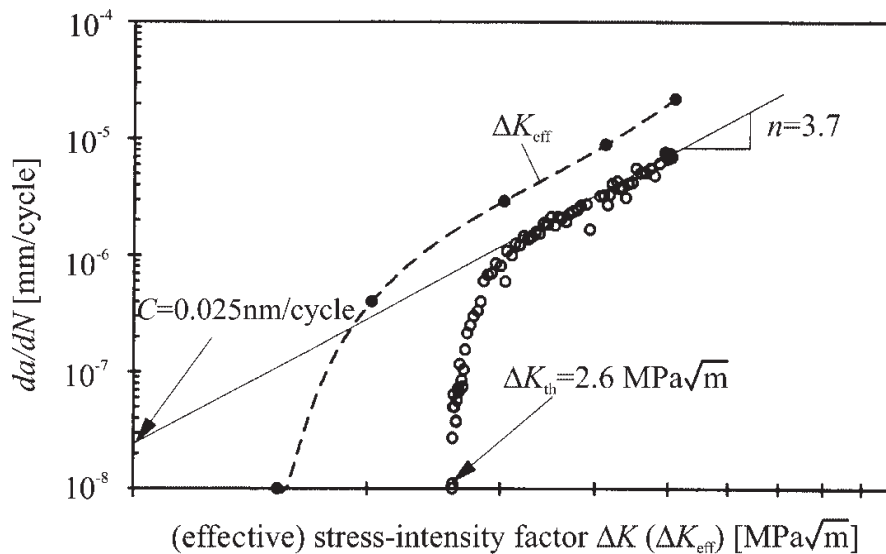
Περιοχή II

Η περιοχή II, που ονομάζεται περιοχή του Paris, χαρακτηρίζεται από την ισχύ της εξίσωσης $da/dN = C * \Delta K^n$ και αποτελεί καθεστώς μόνιμης κατάστασης. Εάν δίνεται το αρχικό (a_0) και το τελικό μήκος της ρωγμής κατά τη θραύση του δοκιμίου (a_f), είναι γνωστό ότι μπορεί να υπολογισθεί ο ασφαλής αριθμός των επιβαλλόμενων κύκλων φόρτισης μέσω της ολοκλήρωσης της παραπάνω εξίσωσης.

$$N_f = \int_0^{N_f} dN = \int_{a_0}^{a_f} \frac{da}{A \Delta K^m}$$

Περιοχή III

Όταν η τιμή του συντελεστή έντασης τάσης πλησιάζει την κρίσιμη τιμή K_{Ic} , επιταχύνεται προοδευτικά η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής και επέρχεται τελικά μέσα σε λίγο χρόνο η θραύση του υλικού (Εικόνα 60).



Εικόνα 64: Διάγραμμα συσχέτισης του ρυθμού διάδοσης μιας ρωγμής από κόπωση da/dN και του εύρους μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK , για ένα χυτό κράμα αλουμινίου X8019 με ενίσχυση SiC και λόγο τάσης $R = 0.1$

1.8 ΠΑΡΑΓΟΝΤΕΣ ΠΟΥ ΕΝΙΣΧΥΟΥΝ ΤΗΝ ΕΚΔΗΛΩΣΗ ΤΗΣ ΨΑΘΥΡΗΣ ΘΡΑΥΣΗΣ [47-50]

Κάτω από ορισμένες συνθήκες τα κραματικά συστήματα μπορούν να παρουσιάσουν συχνά θραύση μέσω αποκόλλησης (separation) ή μέσω σχισμού (cleavage) κατά τη διάρκεια της καταπόνησης μέσω κόπωσης. Ο τύπος αυτός της θραύσης ο οποίος δε συνοδεύεται από μακροσκοπική πλαστική παραμόρφωση ονομάζεται ψαθυρός και προσεγγίζεται μηχανιστικά μέσω των μαθηματικών κριτηρίων του Griffith και του Orowan. Αναφέρεται ακόμη ότι η θεωρία του Griffith μπορεί να θεωρηθεί ως ειδική περίπτωση της θεωρίας του Orowan όταν η ρωγμή χαρακτηρίζεται από την ελάχιστη ακτίνα καμπυλότητας. Περαιτέρω ανάλυση δε θα πραγματοποιηθεί για τα προαναφερθέντα κριτήρια καθώς στόχο του παρόντος κεφαλαίου αποτελεί η ποιοτική περιγραφή των παραγόντων καθώς και των κυριότερων χαρακτηριστικών στοιχείων που αφορούν στη ψαθυρή θραύση.

A) Η συσσώρευση διαταραχών (pile up of dislocations)

Αρχικά θεωρούμε μια ταινία ολίσθησης (slipband), η οποία στο εσωτερικό της είναι απαλλαγμένη από παραμένουσες τάσεις, διότι αυτές εκτονώθηκαν κατά την παραμόρφωση με ολίσθηση. Τόσο όμως οι ταινίες ολίσθησης, όσο και οι μικροδιδυμίες, εμποδίζουν τη μετακίνηση των διαταραχών και προκαλούν τη συσσώρευση αυτών (pile - up effect).

Ο συντελεστής της συγκέντρωσης τάσεων στο άκρο μίας ταινίας ολίσθησης (n), είναι ίσος με τον αριθμό των διαταραχών οι οποίες συνωθούνται ανάμεσα στο εμπόδιο και στη πηγή γένεσης νέων διαταραχών (Frank – Read). Αναφέρεται ακόμη ότι αυτή η πηγή Frank – Read έχει ενεργοποιηθεί μέσω της άσκησης μιας διατμητικής τάσης μέτρου $\tau > \tau_{crss}$, η οποία γεννά διαταραχές τύπου ακμής με το ίδιο διάλυσμα Burger, που κινούνται επάνω στο ίδιο επίπεδο ολίσθησης. Συνεπώς ο αριθμός των διαταραχών που συσσωρεύονται σ' ένα μήκος l , μεταξύ της πηγής και του εμποδίου, για ένα επίπεδο ολίσθησης με μέτρο διατμήσεως μ , είναι σύμφωνα με τη θεωρία των διαταραχών ο ακόλουθος:

$$n = [(\pi \cdot (1-\nu)) \cdot l \cdot \tau] / (\mu \cdot b)$$

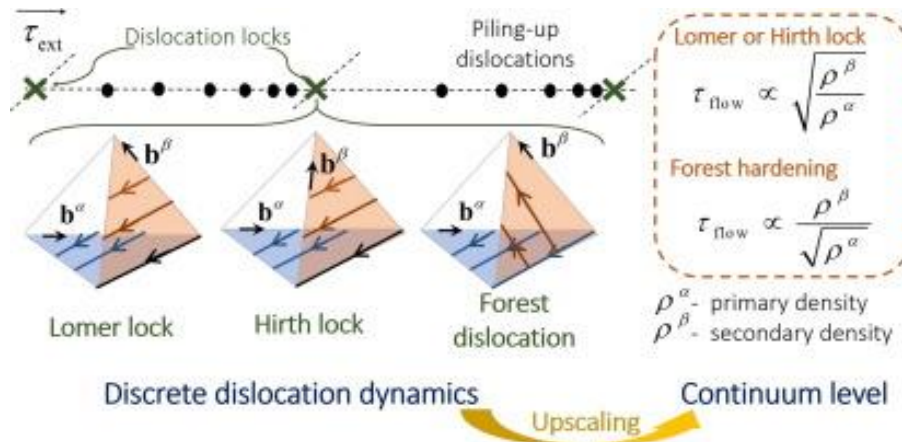
Αντίστοιχα η τοπική συγκέντρωση των διατμητικών τάσεων περιγράφεται από την ακόλουθη μαθηματική εξίσωση:

$$\tau' = (2 \cdot l \cdot \tau) / (\mu \cdot b)$$

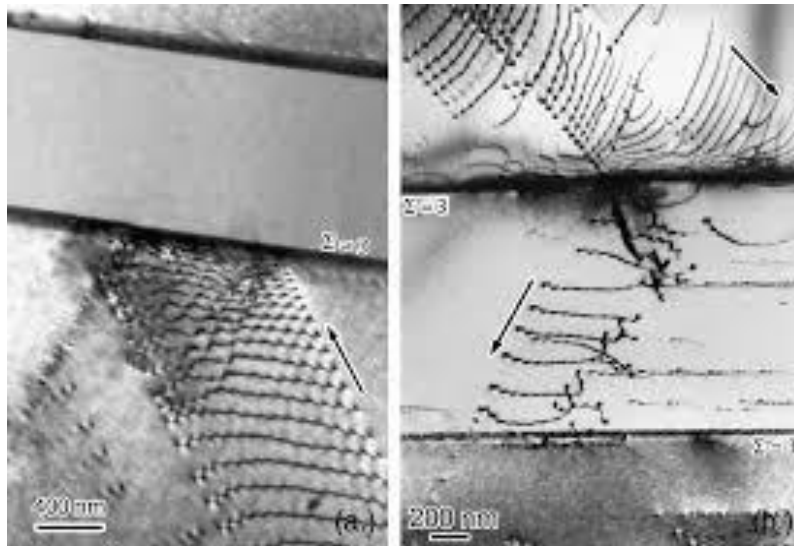
Μέχρι στιγμής αναφερθήκαμε στη συγκέντρωση των διατμητικών τάσεων. Όμως ο Koehler απέδειξε ότι στην επιφάνεια του εμποδίου δημιουργείται και μια συγκέντρωση ορθών τάσεων, η οποία περιγράφεται από τη σχέση:

$$\sigma = n \cdot \tau$$

Το άθροισμα λοιπόν αυτών των ορθών και των διατμητικών τάσεων στο πεδίο συσσώρευσης των διαταραχών είναι δυνατό να οδηγήσει κατά τη διάρκεια της κόπωσης σε εκδήλωση ψαθυρού τύπου αστοχίας χωρίς τη συμβολή μικροπλαστικής παραμόρφωσης (Εικόνες 65 - 66).



Εικόνα 65: Ανακατανομή των δικτύων των διαταραχών κατά τη διάρκεια σκλήρυνσης (cyclic hardening) σε περιπτώσεις καταπόνησης ολιγοκυκλικής κόπωσης. Παρατηρείται η ανάπτυξη διαφόρων τύπων παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών μέσω ανάπτυξης σχηματισμών Lomerlock και Hirthlock



Εικόνα 66: Ανάπτυξη δάσους διαταραχών (dislocationforest) πλευρικά ενός τοιχώματος αντίφασης (antiphase boundary), σε μικρογραφική περιοχή με υψηλή ενδογενή συσσώρευση σφαλμάτων (super – intrinsic tacking faulte nergy) ενός υπερκράματος νικελίου CMSX-6. Ο τύπος της καταπόνησης που εξασκήθηκε αποτελούσε συνδυασμό υψίσυχνης κόπωσης και ερπυσμού.

Β) Ύπαρξη μη μεταλλικών εγκλεισμάτων

Τα μη μεταλλικά εγκλείσματα, όπως αποτελούν η σκουριά, τα οξείδια, τα σουλφίδια, τα νιτρίδια, τα φωσφίδια καθώς και τα υπολείμματα συλλιπάσματος στις συγκολλήσεις, μπορούν να θεωρηθούν ως ρωγμές ή ως κυρίαρχη αιτία συγκέντρωσης τάσεως.

Το γεγονός αυτό αποδίδεται στις διαφορετικές ελαστικές και πλαστικές ιδιότητες καθώς και στο διαφορετικό συντελεστή θερμικής διαστολής των δύο διαφορετικών φάσεων (μητρικής περιοχής και μη μεταλλικού εγκλείσματος). Οι περισσότερες από αυτές τις ενώσεις είναι ψαθυρές και δε συμμετέχουν στην πλαστική παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, δημιουργώντας τοπικές διακοπές της συνέχειας αυτού (coherencymismatch).

Γ) Ύπαρξη δεύτερης φάσεως

Η ύπαρξη δεύτερης φάσεως αποτελεί επίσης αιτία συγκέντρωσης τάσεων κυρίως επί των ορίων των κόκκων. Η συγκέντρωση των τάσεων εξαρτάται από τη μορφολογία των φάσεων αυτών και από τη γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων μητρικής δομής και δευτερεύουσας φάσης (misorientationangle).

- i. Ο φυλλοειδής γραφίτης ευθύνεται για την ευθραυστότητα των γκριζων χυτοσιδήρων.
- ii. Ο επαναφερμένος σε υψηλή θερμοκρασία μαρτενσίτης περιέχει το σεμεντίτη υπό μορφή σφαιρικών σωματιδίων. Όπως είναι γνωστό η σφαιρική μορφολογία συνδέεται με ελαχιστοποίηση των παραμενουσών τάσεων. Αντίθετα ο ίδιος τύπος χάλυβα σε περλιτική κατάσταση, εμφανίζει το σεμεντίτη υπό μορφή πλακιδίων, τα οποία οδηγούν σε υψηλότερη συγκέντρωση τάσεων.

Κατ' αυτόν τον τρόπο ενώ οι ελαστικές ιδιότητες (παρόμοιο όριο διαρροής) διαφέρουν ελάχιστα για τον ίδιο χάλυβα στις δύο μορφές που αναφέραμε, η αντοχή στη θραύση είναι σαφώς μεγαλύτερη για τον βαμμένο και επαναφερμένο χάλυβα, παρά για τον περλιτικό.

Δ) Το υδρογόνο και το άζωτο

Το υδρογόνο είναι γνωστό ως στοιχείο το οποίο προκαλεί ευθραυστότητα ειδικά στις συγκολλητές κατασκευές. Η αιτία είναι ότι ενώ αρχικά βρίσκεται διαλυμένο μέσα στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του μετάλλου (ως στερεό διάλυμα παρεμβολής), αποβάλλεται κάτω από ορισμένες συνθήκες ασκώντας τεράστιες πιέσεις στο εσωτερικό του μετάλλου. Οι πιέσεις αυτές είναι 'εντοπισμένες' και ισδυναμούν με ισχυρότατες συγκεντρώσεις τάσεων.

Είναι άλλωστε γνωστό ότι η μερική πίεση που ασκεί το υδρογόνο είναι ανάλογη προς τη συγκέντρωσή του. Στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος (300K) η σχέση η οποία αποδίδει τη μερική πίεση του υδρογόνου είναι η εξής:

$$P_{H_2}^{300K} = \{H \%\} / K_{H_2} = 1.4 * 10^{20} * \{H\% \}$$

Η συγκέντρωση ισορροπίας του υδρογόνου στους 300 K εντός του κρυσταλλικού πλέγματος είναι $6.2 * 10^{-8} \%$.

Τότε η προαναφερθείσα σχέση δίνει:

$$P_{H_2}^{300K} = \{1.4 * 10^{20}\} * \{6.2 * 10^{-8}\}^2 = 5.4 * 10^5 \text{ atm}$$

Η εσωτερική πίεση λοιπόν η οποία αναπτύσσεται λόγω του υδρογόνου μπορεί να φθάσει έως και 500.000 atm. Στις συγκολλήσεις που περιέχουν υπέρκορο υδρογόνο ($5 - 10 \text{ cm}^3 / 100 \text{ gr}$ μετάλλου) οι πιέσεις γίνονται εξαιρετικά υψηλές ($10^{10} - 10^{20} \text{ atm}$) και κρίνονται ως καταστρεπτικές όταν το αέριο υδρογόνο απελευθερωθεί εντός εύθραυστων δομών, όπως αποτελεί αυτή του μαρτενσίτη. Το παραπάνω φαινόμενο περιγράφεται βιβλιογραφικό ως ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου (hydrogen embrittlement).

Αντίθετα η πίεση που ασκεί το άζωτο στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα δεν είναι τόσο επικίνδυνη καθώς από τους αντίστοιχους υπολογισμούς προκύπτουν τα παρακάτω:

$$P_{N_2}^{300K} = \{H \%\} / K_{N_2} = 1.7 * 10^9 * \{N \%\}$$

Για συγκέντρωση ισορροπίας $1.4 * 10^{-5}\%$ στους 300K ισχύει:

$$P_{N_2}^{300K} = \{1.7 * 10^9\} * \{1.4 * 10^{-5}\}^2 = 3.3 * 10 = 33 \text{ atm} = 0.03 \text{ Kg/mm}^2$$

Από τα παραπάνω παρατηρούμε ότι η πίεση αυτή αντιστοιχεί σε τιμή η οποία βρίσκεται σαφώς κάτω από το όριο διαρροής του χάλυβα. Οι πιέσεις που ασκούνται επομένως από το άζωτο είναι σχετικά μικρές. Εξ' άλλου το άζωτο κατακρημνίζεται υπό τη μορφή νιτριδίων, όπως ακριβώς συμβαίνει τόσο με τον άνθρακα που σχηματίζει καρβίδια, όσο και με το οξυγόνο που σχηματίζει οξείδια. Τα παραπάνω μικρογραφικά συστατικά εισάγουν στο μεταλλουργικό σύστημα έναν βαθμό ευθραυστότητας, η οποία όμως είναι πολύ λιγότερο επικίνδυνη εν συγκρίσει με αυτή του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου.

➤ Μηχανισμός ψαθυρής θραύσης στα μέταλλα

Στις προαναφερθείσες θεωρίες περί ψαθυρής θραύσης κάναμε την παραδοχή ότι οι ονομαστικές (μακροσκοπικές) τάσεις που χρειάζονται για να διαδοθεί μια ρωγμή δεν ξεπερνούν το όριο ελαστικότητας του υλικού. Αυτό ουσιαστικά ισοδυναμεί με το να δεχθούμε την απουσία πλαστικής παραμόρφωσης, κάτι το οποίο δεν είναι σωστό.

Η συγκέντρωση τάσεως στην απόληξη μιας ρωγμής φθάνει συνήθως σε τιμές οι οποίες υπερβαίνουν κατά πολύ το όριο ελαστικότητας, με αποτέλεσμα να έχουμε σε αυτή την περιοχή μια τοπική πλαστική παραμόρφωση, η οποία συνοδεύει τη διάδοση της ρωγμής, χωρίς να εκδηλώνεται μακροσκοπικά.

Καταλήγουμε λοιπόν ότι η ψαθυρή θραύση είναι πιθανή όταν η δυνατότητα της πλαστικής παραμόρφωσης (ολίσθηση των κρυσταλλογραφικών επιπέδων χαμηλής ενέργειας ενεργοποίησης) είναι περιορισμένη και το όριο ελαστικότητας είναι υψηλό. Στα μέταλλα η ευκολία ή η δυσκολία της πλαστικής παραμόρφωσης εξαρτάται από την κρυσταλλική δομή και από το όριο ελαστικότητας.

Τα κραματικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό πλέγμα (FCC), σε κάθε θερμοκρασία, διατηρούν ενεργά τα συστήματα ολισθήσεώς τους, με αποτέλεσμα η ψαθυρή θραύση να θεωρείται αδύνατη σε αυτά.

Στο χωροκεντρωμένο όμως κυβικό σύστημα (BCC), όπου τα περισσότερα από τα προτιμητέα κρυσταλλογραφικά επίπεδα ολίσθησης παραμένουν ανενεργά σε χαμηλή θερμοκρασία, η ψαθυρή θραύση καθίσταται δυνατή.

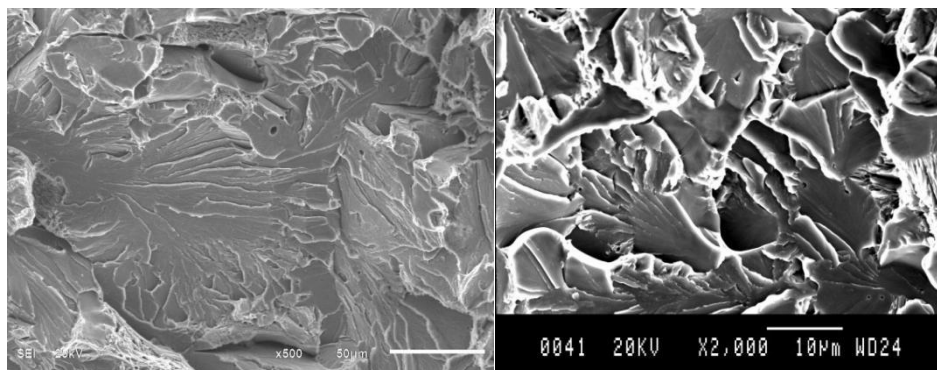
Κατ' αυτόν τον τρόπο ένα μέταλλο θραύεται ψαθυρά όταν έχει πολύ υψηλό όριο ελαστικότητας, με αποτέλεσμα οι τάσεις οι οποίες αποκτούν μεγάλη τιμή στην απόληξη της ρωγμής, να μην εκτονώνονται μέσω πλαστικής παραμόρφωσης, αλλά να φθάνουν την τιμή $\sigma = (\gamma * E)/c$ προκαλώντας τη διάδοση της ρωγμής. [Όπου γ η διεπιφανειακή ενέργεια μεταξύ των ορίων των κόκκων και c το μήκος της ρωγμής]. Κατά συνέπεια μικρογραφικά συστατικά ή φάσεις (π.χ. μαρτενσίτης), που έχουν υψηλό όριο ελαστικότητας, φέρουν αναγκαστικά ψαθυρό χαρακτήρα αφού αδυνατούν να παραμορφωθούν πλαστικά.

Αντίθετα σε ένα μέταλλο με χαμηλό όριο ελαστικότητας, η πλαστική παραμόρφωση επέρχεται αμέσως μόλις πραγματοποιηθεί υπέρβαση του ορίου ελαστικότητας, σταματώντας έτσι τη διάδοση της ρωγμής.

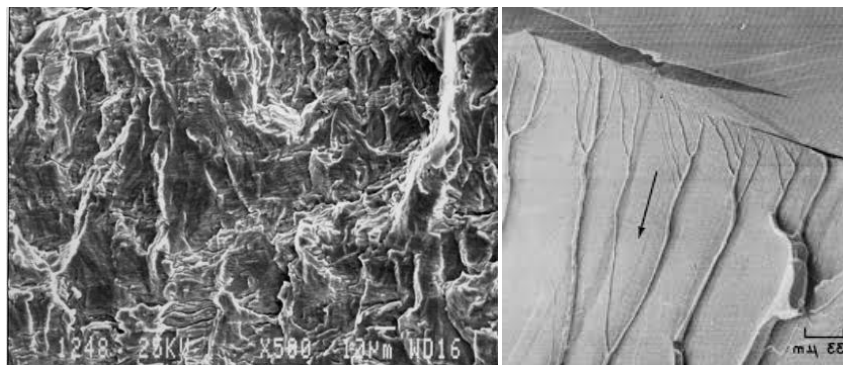
Στη συνέχεια παρατίθενται κάποιες χαρακτηριστικές εικόνες για τους κυριότερους σχηματισμούς που αναπτύσσονται στην επιφάνεια θραύσης ενός υλικού το οποίο έχει αστοχήσει ψαθυρά. Τέτοιου είδους σχηματισμούς αποτελούν κυρίως τα μέτωπα αποσχιστικής διάτμησης (quasi – cleavage facets) και οι μορφολογίες τύπου κοίτης ποταμού (river pattern) (Εικόνες 67 - 68).

Ο μηχανισμός ανάπτυξης των μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (ή αλλιώς ο ενδοκρυσταλλικός σχισμός) λαμβάνει χώρα μέσω των κόκκων του υλικού, περνώντας από συγκεκριμένα κρυσταλλογραφικά επίπεδα ελάχιστης ενέργειας συνάφειας, τα οποία ονομάζονται σχισμογενή επίπεδα. Ο τύπος αυτός της ψαθυρής θραύσης απαντάται μικροσκοπικά σε κραματικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται είτε στο χωροκεντρωμένο κυβικό είτε στο εξαγωνικό σύστημα (BCC και HCP), έπειτα από την εφαρμογή κόπωσης τόσο για το πεδίο των χαμηλών όσο και για το πεδίο των υψηλών συχνοτήτων.

Οι έδρες του σχισμού συνιστούν μια επιφάνεια θραύσης που αποτελείται από πολλές επιμέρους λείες επιφάνειες και οι οποίες διαχωρίζονται μεταξύ τους μέσω 'σκαλοπατιών'. Τα σκαλοπάτια αυτά δείχνουν τη μετάβαση από το ένα σύστημα σχισμογενών επιπέδων στο άλλο. Τέλος η συνολική επιφανειακή μορφολογία του σχισμού, λόγω της συχνής εναλλαγής των ανωμαλιών αυτών, πολλές φορές χαρακτηρίζεται ως τοπογραφία 'κοίτης ποταμού' [137 – 158].



Εικόνα 67: Ψαθυροποιητικά μέτωπα αποσχιστικής διάτμησης (quasi-cleavagefacets) σε θερμικά κατεργασμένο αεροναυπηγικό κράμα αλουμινίου Al 6061 – T6 και σε κράμα τιτανίου εμβιομηχανικών εφαρμογών Ti – 6Al – 4V έπειτα από καταπόνηση ολιγοκυκλικής κόπωσης



Εικόνα 68: Ψαθυροποιητικοί σχηματισμοί με μορφολογία κοίτης ποταμού (riverpatterns): (a) σε περιλιτικό χάλυβα ευτηκτοειδούς σύστασης, (b) ανακρυσταλλωμένο κράμα αλουμινίου-χαλκού (AA2024-T3), έπειτα από εφαρμογή κόπωσης υψηλών συχνοτήτων με λόγο τάσης $R = 0.1$

1.9 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΩΝ ΜΗ ΜΕΤΑΛΛΙΚΩΝ ΕΓΚΛΕΙΣΜΑΤΩΝ ΣΤΗΝ ΑΝΤΟΧΗ ΕΝΑΝΤΙ ΚΟΠΩΣΗΣ

Αρχικά είναι γνωστή η δυσκολία του να παρασκευαστούν δείγματα στα οποία να περιέχονται μη μεταλλικά εγκλείσματα με ελεγχόμενο μεταλλουργικά σχήμα, μέγεθος, τοπολογία πυρηνοποίησης και χημική σύνθεση [50-58]. Προκειμένου να διερευνηθούν ποσοτικά οι επιπτώσεις που επιφέρουν τα μικρο - ελαττώματα και οι ρωγμές στην αντοχή έναντι κόπωσης, οι Murakami και Endo διεξήγαγαν δοκιμές κόπωσης μέσω περιστροφικής κάμψης σε βαμμένο (Quenched Steel, $HV = 650$), καθώς και βαμμένο - επαναφερμένο χάλυβα (Quenched and Tempered Steel, $HV = 520$), με περιεκτικότητα 0,46% σε C. Τα δείγματα που χρησιμοποιήθηκαν περιείχαν μια μικρή τεχνητή οπή, και η μέση διάμετρος των κόκκων τους κυμαινόταν από 40 έως 200 μm .

Παρόλο που τα αποτελέσματα των Murakami και Endo αποδίδουν ξεκάθαρα την ποιοτική ομοιότητα μεταξύ των επιπτώσεων των μικρών ελαττωμάτων και των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στη μείωση της αντοχής έναντι κοπωτικών φαινομένων, τα αποτελέσματά τους δεν παρέχουν ποσοτικές πληροφορίες. Επιπρόσθετα η ερευνητική τους θέση συμφωνεί με τα συμπεράσματα που εξήγαγαν οι Saito και Ito σχετικά με την επίδραση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης του μη μεταλλικού εγκλείσματος στην τοπική απώλεια πλαστικότητας του κρυσταλλογραφικού πλέγματος [159-172]. Τα γενικά χαρακτηριστικά αυτής της ποιοτικής συσχέτισης μπορούν να συνοψιστούν ως ακολούθως:

- 1) Η ακριβής σχέση μεταξύ του ορίου αντοχής σε κόπωση και της σκληρότητας δεν μπορεί να εξαχθεί βάσει της μέσης σκληρότητας ενός μεταλλικού υλικού, καθώς είναι η τοπική σκληρότητα στην περιοχή η οποία γεινιάζει άμεσα με τη ρωγμή, που διαδραματίζει καταλυτικό ρόλο στο όριο αντοχής έναντι κόπωσης. Κατά συνέπεια η κατά τόπους διακύμανση των συμμετεχουσών φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών μπορεί να επηρεάσει ανεξέλεγκτα το μηχανικό αυτό μέγεθος.
- 2) Επίσης ακόμη και μια πολύ μικρή ασυνέχεια με διάμετρο 40 μm μπορεί να οδηγήσει σε σαφή μείωση του ορίου αντοχής έναντι κόπωσης για σιδηρούχα κραματικά συστήματα με μέση τιμή σκληρότητας $HV > 500$.

3) Όταν οι ταινίες ολίσθησης εντός του μικροδομικού ιστού αποτελούν την κύρια αιτία εκδήλωσης αστοχίας λόγω κόπωσης, βρίσκεται σε ισχύ η γραμμική εξίσωση $a = 1.6 * HV$, όπου ως a εκφράζεται το όριο αντοχής σε κόπωση (MPa) και ως HV η σκληρότητα (kgf / mm^2)

Ακόμη και όταν γίνεται φανερή η επιζήμια δράση (detrimental effect) των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στην αντοχή έναντι κόπωσης, είναι αρκετά δύσκολο να προσδιοριστεί η τοπολογία του 'καταστρεπτικότερης φύσης' μη μεταλλικού εγκλείσματος, από όπου πραγματοποιήθηκε η έναρξη της ρωγμής. Παραδείγματος χάριν, η αιτία της διαφοράς σε ότι αφορά στην αντοχή έναντι κόπωσης μεταξύ δύο δειγμάτων ίδιας χημικής σύστασης, μπορεί να αποδοθεί στην ύπαρξη επιμήκων μη μεταλλικών εγκλεισμάτων παράλληλα με τη διεύθυνση της έλασης, τα οποία αποτελούν και τα κρίσιμα σημεία εκδήλωσης της αστοχίας λόγω κόπωσης [173-189].

Από την άλλη πλευρά, ένα μη μεταλλικό εγκλείσμα στο σημείο έναρξης της θραύσης είναι αρκετά εύκολο να ταυτοποιηθεί στη θραυσιγενή επιφάνεια ενός χάλυβα υψηλής σκληρότητας, καθώς στην περιοχή αυτή δημιουργείται μια λευκή κηλίδα η οποία μορφολογικά προσομοιάζει σε 'μάτι ψαριού' (fish-eye morphology). Ως πιθανότερα σημεία ανάπτυξης του ψαθυροποιητικού αυτού σχηματισμού, σε χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων, θεωρούνται τα οξείδια του αλουμινίου Al_2O_3 και το διμερές οξείδιο με στοιχειομετρική χημική αναλογία $(CaO) * Al_2O_3$. Σε αυτές τις περιπτώσεις μπορούμε τουλάχιστον να γνωρίζουμε τη χημική σύνθεση, το σχήμα και το μέγεθος του μη μεταλλικού εγκλείσματος που οδήγησε στη θραύση, καθώς και την κατανομή του εντατικού πεδίου στη γειτνιάζουσα περιοχή της κύριας ρωγμής. Ωστόσο, δεν είναι εύκολο να αποφανθούμε για την άμεση συσχέτιση μεταξύ των διαφόρων παραγόντων που αλληλεπιδρούν. Κατά συνέπεια πρέπει κάθε φορά να αναλύεται ο κυρίαρχος μηχανισμός επίδρασης του μη μεταλλικού εγκλείσματος ως προς την εκδήλωση αστοχίας λόγω κόπωσης [190-195].

Το γεγονός ότι ένα μη μεταλλικό εγκλείσμα εντοπίζεται στην περιοχή έναρξης της θραύσης (fracture origin) συνεπάγεται ότι, αφότου μια ρωγμή κόπωσης γεννήθηκε στη διεπιφάνεια επαφής μεταξύ της μητρικής φάσης και του μη μεταλλικού εγκλείσματος, ή αφότου το μη μεταλλικό εγκλείσμα ρωγματώθηκε λόγω της ψαθυρής φύσης του, τότε η ρωγμή αυτή εκτείνεται στη μικροδομή, με αποτέλεσμα την τελική θραύση. Άλλωστε όπως έχει περιγραφεί επισταμένα και προηγουμένως, το όριο αντοχής σε κόπωση για έναν χάλυβα δεν αποτελεί την κρίσιμη τάση για την έναρξη της ρωγμής, αλλά ένα κατώφλι τάσης για το διαχωρισμό μεταξύ διαδιδόμενων και μη διαδιδόμενων ρωγμών, ανεξάρτητα από την ύπαρξη ή μη ελαττωμάτων και μη μεταλλικών εγκλεισμάτων [196-202].

Επομένως, εάν ένα μη μεταλλικό εγκλείσμα καταστεί πεδίο έναρξης ρωγμής από κόπωση, τότε θα πρέπει να θεωρήσουμε το όριο της αντοχής σε κόπωση ως ένα ενεργειακό κατώφλι πάνω από το οποίο μια ρωγμή που προέρχεται από το μη μεταλλικό εγκλείσμα μπορεί να επεκταθεί για μια μικρή απόσταση εντός του μικροδομικού ιστού, ώσπου τελικά να σταματήσει να διαδίδεται. Όταν η ρωγμή αυτή πυρηνοποιείται (crack nucleation) στη διεπιφάνεια μεταξύ του μη μεταλλικού εγκλείσματος και της μητρικής περιοχής, ή όταν προέρχεται από το ίδιο το μη μεταλλικό εγκλείσμα, τότε το πεδίο των παραμενουσών τάσεων αποτονώνεται, με αποτέλεσμα το μη μεταλλικό εγκλείσμα να μπορεί να θεωρηθεί πλέον ως μηχανικό ισοδύναμο ενός ελαττώματος απαλλαγμένου από τάσεις [203-207].

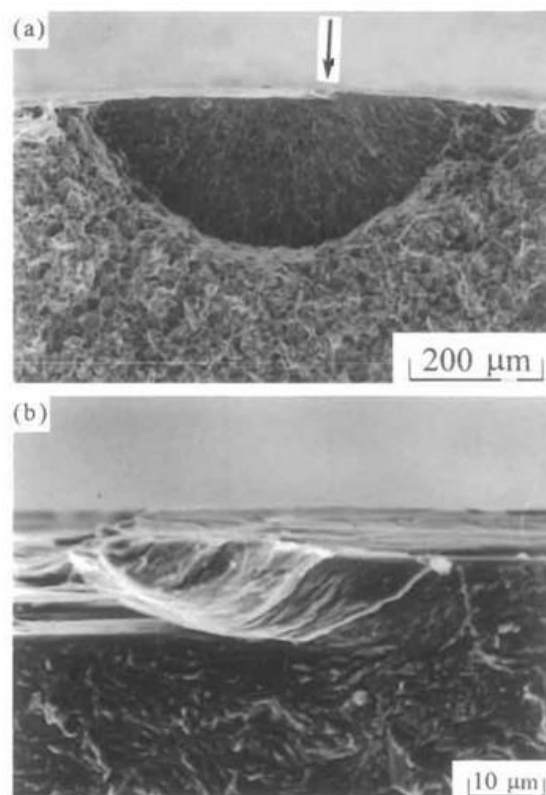
Στην πραγματικότητα, οι Lankford et al ανέφεραν ένα παράδειγμα έναρξης ρωγμής λόγω κόπωσης στην ημι-συνεκτικού τύπου διεπιφάνεια συνάφειας ενός σουλφιδίου του μαγγανίου και της μητρικής φερριτομπαινιτικής δομής σε χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων τύπου X65. Επιπρόσθετα οι Eid και Thomason παρατήρησαν την πυρηνοποίηση μιας ρωγμής κόπωσης σε ένα γωνιώδους μορφολογίας έγκλεισμα οξειδίου του αλουμινίου και τη μετέπειτα διάδοση αυτής στη μητρική φερριτοπερλιτική δομή χάλυβα υψηλής αντοχής τύπου X52. Κατά συνέπεια από τη στιγμή που πραγματοποιείται αποκόλληση ενός μη μεταλλικού εγκλείσματος από το μητρικό κρυσταλλογραφικό πλέγμα, η διεπιφάνεια μεταξύ των δύο δε μπορεί πλέον να υποστηρίξει την εφαρμοζόμενη τάση, με αποτέλεσμα το μη μεταλλικό έγκλεισμα να συμπεριφέρεται και να λειτουργεί πλέον ως μηχανικό ισοδύναμο με έναν πόρο χωρίς εσωκλειόμενη τάση. Αυτή η ερευνητική διαπίστωση κρίνεται ως ιδιαίτερα σημαντική για την επίλυση προβλημάτων στον τομέα της Φυσικής Μεταλλουργίας που σχετίζονται με την ύπαρξη των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων. Τέλος σε ότι αφορά στην επίδραση της μορφολογίας και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των ελαττωμάτων ως προς την αντοχή έναντι κόπωσης, αυτή φαίνεται να έχει προσεγγισθεί όχι μόνο ποιοτικά αλλά και ποσοτικά μέσω χρήσης ειδικών δειγμάτων, τα οποία περιέχουν τεχνητές οπές. [208-209].

Όπως ήδη αναφέρθηκε έχει πραγματοποιηθεί πληθώρα ερευνητικών μελετών στις οποίες τα μη μεταλλικά εγκλείσματα αντιμετωπίζονται τόσο θερμοδυναμικά όσο και μικρομηχανικά ως πόροι. Ωστόσο, οι υπάρχουσες προσεγγίσεις στοχεύουν μόνο στο να καταλήξουν σε μερικά πρακτικά συμπεράσματα. Αρχικά βασίζονται μόνο σε απλοποιημένες και λογικές υποθέσεις, εξαιτίας της ασάφειας σε ότι αφορά στη διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activity), στη φυσικοχημεία και στα επίπεδα συνάφειας μεταξύ των διαφόρων διεπιφανειών επαφής των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και της μητρικής περιοχής. Ακόμη έχουν προταθεί και κάποιοι μικρομηχανισμοί που διέπουν τη διαδικασία της αποκόλλησης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (interphasial debonding process) (Εικόνα 65). Αυτές οι έρευνες αποσκοπούν κυρίως στην αξιολόγηση της επίδρασης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στο συντελεστή έντασης τάσης και στους τανυστές των παραμορφώσεων, πραγματοποιώντας μια ποιοτική αντιστοίχιση μεταξύ αυτών και των διαφόρων τύπων ελαττωμάτων [108-109]. Ακόμη και όταν η διεπιφάνεια συνάφειας μεταξύ του μη μεταλλικού εγκλείσματος και της μητρικής φάσης δε χαρακτηρίζεται από εκτεταμένα ποσοστά αποκόλλησης, αυτή συνεχίζει να αποτελεί τοπολογία με υψηλή πιθανότητα εκδήλωσης ρωγμάτωσης ανεξάρτητα από την ακαμψία του μη μεταλλικού εγκλείσματος (inclusion rigidity) (Εικόνες 69).

Ωστόσο, πρέπει να σημειωθεί ότι η μέγιστη τιμή της τάσης, στη γειτνιάζουσα περιοχή ενός μη μεταλλικού εγκλείσματος, είναι πάντοτε υψηλότερη από αυτή που εσωκλείεται στο μη μεταλλικό έγκλεισμα, ανεξάρτητα από το όριο διαρροής και το μέτρο ελαστικότητας του ίδιου. Επιπλέον, δεδομένου ότι το όριο αντοχής σε κόπωση καθορίζεται από την έλλειψη δυνατότητας διάδοσης μιας ρωγμής, η οποία έχει ως εναρκτήριο τοπολογία ένα σημείο του μη μεταλλικού εγκλείσματος με υψηλή συγκέντρωση τάσεων, κρίνεται αναγκαία η κατηγοριοποίηση των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (σε διάφορους τύπους μηχανικών αναλόγων) και η προσέγγισή τους υπό το πρίσμα των ελαττωμάτων (Πίνακας 1) [208-211].

Materials <i>HV</i>	Nominal stress at surface σ (MPa)	Cycles to failure $N_f \times 10^4$	Inclusion size \sqrt{area} (μm)	Depth from surface (μm)	Inclusion shape	Nominal stress at inclusion σ' (MPa)	Fatigue limit estimated by Eq. (6.3) σ_w'	σ'/σ_w'
Bearing Steel N <i>HV = 734</i>	981	254.36	31.0	316		907	752	1.21
	981	120.05	36.6	370		895	731	1.22
	932	429.54	34.0	390		846	740	1.14
	883	1280.50	31.0	120		858	752	1.14
	981	192.51	36.6	38		971	731	1.33
	932	296.64	38.7	420		839	724	1.16
	912	134.21	28.4	63		898	763	1.18
	883	277.34	20.4	14		879	806	1.09
Bearing Steel S <i>HV = 758</i>	883	729.50	29.3	295		821	759	1.08
	1030	125.25	24.0	310		954	806	1.18
	1030	556.77	15.9	140		995	863	1.15
	981	422.95	15.2	28		973	870	1.12
	981	898.01	9.9	74		963	934	1.03
	981	178.51	12.5	10		978	899	1.09
	1030	224.64	18.6	74		1011	841	1.20
	1030	30.52	22.2	24		1023	817	1.25
Bearing Steel V <i>HV = 685</i>	1030	26.48	28.4	110		1003	784	1.28
	971	735.45	28.9	350		886	782	1.14
	981	50.11	37.5	80		961	686	1.40
	981	39.21	29.3	170		941	715	1.32
	932	683.38	32.5	570		807	703	1.15
	883	138.24	53.5	200		841	647	1.30
	981	75.06	31.0	350		900	708	1.27
	932	160.35	25.6	240		878	732	1.20
	932	11.12	47.0	100		909	661	1.38
	932	23.40	100.7	1030		706	582	1.21
	834	420.00	69.9	600		715	619	1.16

Πίνακας 1: Επίδραση της μορφολογίας, της απόστασης από την επιφάνεια και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στο όριο αντοχής σε κόπωση



Εικόνα 69: Σημείο έναρξης αστοχίας λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου ενός βαμμένου και επαναφερμένου χάλυβα (150QT) έπειτα από τη επιβολή $6.55 \cdot 10^4$ κύκλων φόρτισης

1.10 ΜΕΛΕΤΗ ΣΥΜΠΕΡΙΦΟΡΑΣ ΕΝΑΝΤΙ ΚΟΠΩΣΗΣ ΧΑΛΥΒΔΙΝΩΝ ΑΓΩΓΩΝ ΜΕΤΑΦΟΡΑΣ ΑΕΡΙΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΑΝΘΡΑΚΩΝ

Είναι γνωστό ότι λόγω του συνεχώς αυξανόμενου περιβαλλοντικού και νομισματικού κόστους της χρήσης παραδοσιακής ορυκτής ενέργειας, η ανάπτυξη εναλλακτικών πηγών ενέργειας γίνεται όλο και πιο σημαντική. Μεταξύ αυτών, η ηλιακή και η αιολική ενέργεια είναι οι πιο ελπιδοφόρες που συμβάλλουν στις απαιτήσεις της βιώσιμης ενέργειας. Ωστόσο, η παραγωγικότητα της ηλιακής και της αιολικής ενέργειας εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από τους φυσικούς ηλιακούς και αιολικούς κύκλους, οι οποίοι δεν είναι αναγκαστικά συνεπείς με τις υψηλές και χαμηλές απαιτήσεις της ενέργειας. Η εύρεση τρόπων αποθήκευσης ενέργειας αποτελεί κρίσιμο στοιχείο για την επίλυση αυτού του τεχνολογικού προβλήματος.

Έχει προταθεί ότι οι ηλιακές και αιολικές ενέργειες μπορούν εύκολα να χρησιμοποιηθούν για τη διάσπαση του νερού, δημιουργώντας έτσι υδρογόνο, το οποίο μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως μέσο αποθήκευσης ενέργειας. Επίσης, με την αυξημένη ανάπτυξη της τεχνολογίας κυψελών καυσίμου υδρογόνου για την αυτοκινητοβιομηχανία, η ζήτηση υδρογόνου αναμένεται να αυξηθεί. Ως εκ τούτου, ο τρόπος μεταφοράς υδρογόνου στους τελικούς χρήστες γρήγορα και αποτελεσματικά κρίνεται ως επιτακτικός [212-218].

Έχει αποδειχθεί τόσο ερευνητικά όσο και στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών ότι ο οικονομικότερος και αποδοτικότερος τρόπος μεταφοράς μεγάλης ποσότητας αερίου υδρογόνου πραγματοποιείται με τη χρήση χαλύβδινων αγωγών, αλλά η μηχανική συμπεριφορά αυτών των αγωγών επιδεινώνεται σταδιακά λόγω της έκθεσης στο περιβάλλον του υδρογόνου [218-223].

Η βιομηχανική πραγματικότητα καθώς και τα διεθνή πρωτόκολλα διασφάλισης ποιότητας της πετρελαιοβιομηχανίας (ISO 3183) καθιστούν ως αναγκαία τη κατασκευή των αγωγών από χάλυβα, παρά το γεγονός ότι αυτοί υποβαθμίζονται μηχανικά λόγω της χημικής επίδρασης του αερίου υδρογόνου, με αποτέλεσμα τη σημαντική μείωση της ολκιμότητας, της δυσθραυστότητας και της αντοχής στη κόπωση αυτών. Τα παραπάνω φαινόμενα αναφέρονται στη διεθνή βιβλιογραφία ως 'ψαθυροποίηση μέσω υδρογόνου' (Hydrogen Embrittlement) και 'ανάπτυξη ρωγμών λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου' (Hydrogen Assisted Fatigue Crack Growth). Οι Kelleretal στην παρατιθέμενη ερευνητική εργασία μελέτησαν τόσο το μηχανισμό όσο και τα κυριότερα χαρακτηριστικά ανάπτυξης του δεύτερου φαινομένου [223-227].

1.10.1 ΚΡΙΤΗΡΙΑ ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΡΩΓΜΗΣ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΥΠΟΒΟΗΘΟΥΜΕΝΗΣ ΑΠΟ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΙΑ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (HAFCG)

Όπως παρουσιάζεται παρακάτω υπάρχουν τρεις τύποι πιθανής συνεργιστικής δράσης του υδρογόνου ως προς της ανάπτυξη ρωγμών λόγω κόπωσης στα μεταλλικά υλικά. Αρχικά η παράμετρος K_{IH} (που αποτελεί το ενεργειακό κατώφλι το οποίο πρέπει να ξεπεραστεί για να παρατηρηθεί ανάπτυξη ρωγμών λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου), ορίζεται ως η ένταση τάσης πέρα από την οποία λαμβάνει χώρα η διάδοση της υποκρίσιμου μεγέθους ρωγμής (subcritical crack) σε υλικό που εκτίθεται σε περιβάλλον υδρογόνου, όταν εφαρμόζεται σε αυτό ένα στατικό φορτίο. Σε όλες τις συναφείς ερευνητικές εργασίες αναφέρεται ότι οι τιμές της παραμέτρου K_{IH} σε καθεστώς δυναμικής φόρτισης αντιπροσωπεύουν με μεγάλη συμβατότητα τις αντίστοιχες τιμές σε συνθήκες στατικής φόρτισης. Τέλος η τιμή της παραμέτρου K_{IH} που χαρακτηρίζει το εκάστοτε κραματικό σύστημα για συγκεκριμένο χημικό περιβάλλον αντικατοπτρίζει και την επιδεκτικότητα αυτού ή μη ως προς την εκδήλωση της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου [228-235].

Στην περίπτωση κατά την οποία ισχύει η συνθήκη $K_{IH} = K_{IC}$, το κραματικό σύστημα δεν παρουσιάζει επιδεκτικότητα στο φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου υπό συνθήκες στατικής φόρτισης. Ωστόσο, όταν πραγματοποιηθούν δοκιμές σε συνθήκες δυναμικής φόρτισης, όπως αποτελεί η κυκλική καταπόνηση, ο ρυθμός διάδοσης της κύριας ρωγμής λόγω κόπωσης παρατηρείται ότι είναι σημαντικά υψηλότερος από τον αντίστοιχο σε περιβάλλον αέρα ή σε αδρανή ατμόσφαιρα, ενώ η απαιτούμενη τιμή ΔK (μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης) για το στάδιο έναρξης της ανάπτυξης της ρωγμής είναι χαμηλότερη [235-239].

Στη περίπτωση κατά την οποία ισχύει η συνθήκη $K_{IH} < K_{max} < K_{IC}$, το κραματικό σύστημα υποβαθμίζεται μηχανικά λόγω της επίδρασης του φαινομένου της ψαθυροποίησης του υδρογόνου υπό συνθήκες στατικής φόρτισης, ενώ η άσκηση δυναμικής καταπόνησης δεν επιφέρει καμία μεταβολή ως προς τη μηχανική ακεραιότητα (mechanical integrity), όταν και μόνο όταν ικανοποιείται το κριτήριο $K_{max} < K_{IH}$. Στη δεδομένη περιοχή μελέτης η ανάπτυξη των ρωγμών λόγω κόπωσης δε φαίνεται να επηρεάζεται ούτε θερμοδυναμικά αλλά ούτε κινητικά από τη χημική επίδραση του υδρογόνου. Σε μια πραγματική κατάσταση στις λειτουργικές συνθήκες εφαρμογής, λόγω της συμβολής πολλαπλών χημικών – μηχανικών – θερμικών παραγόντων, τα περισσότερα μεταλλικά υλικά θα επηρεαστούν από την ύπαρξη τόσο του μοριακού όσο και του ατομικού υδρογόνου, μέσω μιας συνεργιστικής δράσης η οποία καταλύει το φαινόμενο της ψαθυροποίησης [240-252].

1.10.2 ΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΟΙ ΟΠΟΙΟΙ ΣΥΜΒΑΛΛΟΥΝ ΣΕ ΦΑΙΝΟΜΕΝΑ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΣΗΣ ΛΟΓΩ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΥΠΟ ΤΟ ΚΑΘΕΣΤΩΣ ΜΟΝΟΤΟΝΙΚΗΣ ΦΟΡΤΙΣΗΣ

Ο μηχανισμός της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου δεν είναι πλήρως κατανοητός στη διεθνή ερευνητική κοινότητα και δεν υπάρχει συμφωνία για τα μικροσκοπικά φαινόμενα που λαμβάνουν χώρα σε χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων υπό το καθεστώς μονοτονικής φόρτισης (monotonic load). Υπάρχουν δύο κύριοι μηχανισμοί που έχουν προταθεί σύμφωνα με τα αποτελέσματα πολυετών εργαστηριακών μελετών. Ο πρώτος εξ' αυτών αποδίδει τη μηχανική υποβάθμιση που υφίσταται το μεταλλουργικό σύστημα λόγω της παρουσίας του υδρογόνου, στη μείωση της πλεγματικής συνάφειας, η οποία οδηγεί σε εκτεταμένη απόσχιση της κρυσταλλογραφικής δομής (Hydrogen – Enhanced Decohesion (HEDE)). Ο δεύτερος αποδίδει την εκδήλωση του ψαθυροποιητικού αυτού φαινομένου στην ενισχυμένη από το υδρογόνο τοπική πλαστικότητα του υλικού (Hydrogen – Enhanced Local Plasticity (HELP)) [253-258].

Και οι δύο αυτοί μηχανισμοί βασίζονται στην παραδοχή ότι το αέριο μοριακό υδρογόνο θα διασπαστεί σε ατομικό και θα διαχυθεί στην περιοχή του κρυσταλλογραφικού ιστού όπου υπάρχει συμβολή ισχυρών παραμορφωσιακών πεδίων και συγκέντρωση παραμενουσών τάσεων. Πιο συγκεκριμένα ο μηχανισμός HEDE συνδέεται με τη θεώρηση ότι η συνολική δύναμη συνοχής – ενέργεια διασυνδεδετικής συνάφειας (interphasial cohesive strength) μειώνεται σημαντικά στην περιοχή η οποία είναι εμπλουτισμένη σε υδρογόνο (hydrogen enriched region), με αποτέλεσμα την άμεση υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του κραματικού συστήματος. Από την άλλη πλευρά σύμφωνα με το μηχανισμό HELP ενισχύεται η θεώρηση ότι το ατομικό υδρογόνο αυξάνει σημαντικά την κινητικότητα των διαταραχών σε τοπική κλίμακα, με αποτέλεσμα τη γένεση μιας τοπικής πλαστικής αστάθειας (localized plastic instability), η οποία ενισχύει την ικανότητα τοπικής παραμόρφωσης. Η αστοχία σε αυτή την περίπτωση επέρχεται στα σημεία συμβολής πολλαπλών ζωνών μικροπλαστικής παραμόρφωσης, όπου πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων [259-272]. Ερευνητικά αποτελέσματα συναφών μελετών έχουν αποδείξει μέσω χρήσης ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης (in – situTEM), ότι ο ρυθμός της μετακίνησης των διαταραχών αυξάνει σε περιβάλλον αέριου υδρογόνου με υψηλή πίεση.

1.10.3 ΕΠΙΜΕΡΟΥΣ ΜΕΛΕΤΕΣ ΠΟΥ ΕΠΙΚΕΝΤΡΩΝΟΝΤΑΙ ΣΤΟ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟ ΤΗΣ ΕΝΙΣΧΥΜΕΝΗΣ ΤΑΧΥΤΗΤΑΣ ΔΙΑΔΟΣΗΣ ΜΙΑΣ ΡΩΓΜΗΣ ΑΠΟ ΚΟΠΩΣΗ ΛΟΓΩ ΤΗΣ ΠΑΡΟΥΣΙΑΣ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (HAFCG)

Οι Cialone και Holbrook διεξήγαγαν μια εκτενή μελέτη σχετικά με τις μηχανικές αντοχές χαλύβδινων αγωγών, οι οποίοι λειτουργούν σε περιβάλλον αέριου υδρογόνου. Η δεδομένη έρευνα απέδωσε μία συγκριτική ανάλυση μεταξύ της υποβάθμισης που υφίσταται η αντοχή σε κόπωση αυτών τόσο σε περιβάλλον υδρογόνου όσο και σε περιβάλλον αζώτου με εφαρμοζόμενη πίεση αερίου 6.9 MPa. Ο λόγος της τάσης R που επιλέχθηκε μεταξύ της ελάχιστης και της μέγιστης εφαρμοζόμενης πίεσης ήταν ίσος με $R = P_{min}/P_{max} = 0.1$, έτσι ώστε να προσομοιώνονται όσο το δυνατόν ακριβέστερα οι κύκλοι φόρτισης κατά τη διακοπή και την επανεκκίνηση της ανακυκλοφορίας του αέριου υδρογονάνθρακα [273-278].

Τα δύο κραματικά συστήματα που μελετήθηκαν ως προς την ταχύτητα διάδοσης ρωγμής λόγω κόπωσης ήταν οι χάλυβες υψηλής αντοχής και χαμηλής κραμάτωσης X42 και X70. Σε περιβάλλον αέρα, για σταθερή μεταβολή του παράγοντα έντασης τάσης ΔK, η αντοχή έναντι κόπωσης του χάλυβα X42 κρίθηκε υψηλότερη συγκριτικά με αυτήν του χάλυβα X70. Όταν οι ίδιες μηχανικές δοκιμές όμως διεξήχθησαν σε περιβάλλον αέριων υδρογονανθράκων, οι ρυθμοί διάδοσης των ρωγμών λόγω

κόπωσης φάνηκε να αυξάνουν δραματικά. Στην πραγματικότητα, η ταχύτητα διάδοσης της κύριας ρωγμής από κόπωση για τον χάλυβα X42 υπολογίστηκε κατά 150 φορές υψηλότερη σε ατμόσφαιρα αέριου υδρογόνου έναντι αυτής του αέριου αζώτου. Τέλος η ταχύτητα αυτή φάνηκε να χαρακτηρίζεται από πτωτική τάση και να λαμβάνει αρκετά μικρότερες τιμές για χαμηλότερα πεδία τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK .

Οι Cottrill και King πραγματοποίησαν επίσης συγκριτικές δοκιμές σε ένα είδος ανθρακούχου χάλυβα με προσθήκη Mn, τόσο σε περιβάλλον υδρογόνου όσο και σε περιβάλλον αέρα. Για τις συγκεκριμένες δοκιμές χρησιμοποιήθηκε λόγος τάσης 0.1 και συχνότητα 0,1 Hz. Διαπιστώθηκε λοιπόν ότι η διαφορά μεταξύ των ρυθμών διάδοσης της ρωγμής (FCGRs) για τα δύο δείγματα δεν ήταν μεγάλη όταν το επίπεδο τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ήταν χαμηλό και λάμβανε τιμή περίπου ίση με $\Delta K \approx 22 \text{ MPam}^{0.5}$. Αντίθετα όμως για υψηλότερα επίπεδα τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης $\Delta K \approx 40 \text{ MPam}^{0.5}$, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου ήταν κατά 20 φορές υψηλότερη συγκριτικά με εκείνη στον αέρα [279-283].

Τέλος αναφέρεται ότι υπάρχουν κάποιες ιδιαίτερα κρίσιμες μεταβλητές, οι οποίες πρέπει να λαμβάνονται οπωσδήποτε υπόψη όταν διεξάγονται πειράματα τα οποία αφορούν σε μέτρηση της ταχύτητας διάδοσης μίας ρωγμής λόγω κόπωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Στις μεταβλητές αυτές, συμπεριλαμβάνεται η μερική πίεση του αέριου υδρογόνου, ο λόγος της εφαρμοζόμενης τάσης, η συχνότητα κατά τη διάρκεια της δοκιμής, η αντοχή του κραματικού συστήματος και τα μικροδομικά χαρακτηριστικά αυτού. Οι παραπάνω παράμετροι μπορούν να επηρεάσουν ποικιλοτρόπως, είτε μεμονωμένα είτε συνεργιστικά, την ταχύτητα διάδοσης ρωγμών λόγω κόπωσης στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα χαλύβδινων σωληνώσεων μέσω των οποίων μεταφέρονται αέριο υδρογονάνθρακες. Παρακάτω αναλύονται μερικές από αυτές με στόχο την κατανόηση του τρόπου μέσω του οποίου επιδρούν μικρομηχανιστικά στο φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου σε χαλύβδινες σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών (υγρό χημικό περιβάλλον) και υδρογονανθράκων (αέριο χημικό περιβάλλον) [283-285].

Όπως έχει ήδη αναφερθεί η μεταφορά και η διανομή του υδρογόνου αποτελεί ερευνητικό πεδίο μελέτης το οποίο απευθύνεται στην κάλυψη των τεχνολογικών απαιτήσεων της διεθνούς διαχείρισης πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων. Η εισαγωγή πρόσθετου υδρογόνου στα συστήματα μεταφοράς φυσικού αερίου μπορεί να πραγματοποιηθεί κατά τη διαδικασία παραγωγής αερίου υψηλής θερμογόνου ισχύος (P2G), όταν η προσφορά υπερβαίνει τη ζήτηση. Είναι γνωστό ότι το υδρογόνο προκαλεί έντονα ψαθυροποιητικά φαινόμενα σε όλους τους τύπους κοινού ανθρακούχου χάλυβα που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή των σωληνώσεων. Ο πιο σοβαρός μηχανισμός εκδήλωσης της ευθραυστότητας είναι η αύξηση της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής λόγω της παρουσίας του υδρογόνου, δεδομένου ότι αυτή η επίδραση μπορεί να αποδώσει έναν προσαυξητικό παράγοντα της τάξης του 10 ανάλογα με τη διακύμανση της μερικής πίεσης του μεταφερόμενου αερίου. Αυτή η συμπεριφορά συγκρίνεται με τη διάρκεια ζωής του αγωγού σε αδρανές περιβάλλον (π.χ. φυσικό αέριο ή N_2) υπό τις ίδιες διακυμάνσεις της πίεσης. Το ιστορικό της παρεχόμενης πίεσης σε περιβάλλον υδρογόνου ή αδρανούς αερίου καταγράφεται μέσω ειδικών ροομετρικών ελέγχων ενώ ταυτόχρονα μελετάται και το βάθος διάδοσης των ρωγμών από κόπωση σε διάφορους τύπους χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων, με επικρατέστερη τιμή του λόγου της τάσης $R = 0.1$. Ο λόγος R ισούται K_{min}/K_{max} όπου K_{min} και K_{max} είναι αντίστοιχα οι ελάχιστοι και οι μέγιστοι συντελεστές έντασης τάσης για έναν ορισμένο κύκλο πίεσης, στον οποίο υποβάλλεται η διαδιδόμενη ρωγμή κατά τη διάρκεια της διακύμανσης της ροής. Ειδικότερα για τον χάλυβα APIX42 για τον οποίο υπάρχουν διαθέσιμα πειραματικά δεδομένα σε περιπτώσεις υπολογισμών με μεγαλύτερες τιμές του λόγου R , καθίσταται δυνατός ο προσδιορισμός της διάρκειας ζωής έναντι κόπωσης για $0.1 < R < 0.8$.

Τα ερευνητικά δεδομένα έπειτα από την ολοκλήρωση των προαναφερθέντων πειραμάτων δείχνουν ότι το περιβάλλον υδρογόνου επιταχύνει με εκθετικό ρυθμό την ανάπτυξη ρωγμών, ενώ ταυτόχρονα το αρχικό βάθος της ρωγμής έχει σημαντική επίδραση στη διάρκεια ζωής έναντι κόπωσης της σωλήνωσης. Έχει αποδειχθεί ότι η κυκλική (περιοδικά μεταβαλλόμενη ή μη) φόρτιση των κατασκευαστικών στοιχείων και των στελεχών μπορεί να οδηγήσει από μόνη της στην εκκίνηση και τη διάδοση ρωγμών. Είναι επίσης γνωστό ότι η αστοχία η οποία εκδηλώνεται λόγω της διάδοσης ρωγμών από κόπωση σε επιθετικά χημικά περιβάλλοντα (severe chemomechanical environments) αποτελεί ένα εξέχον τεχνολογικό ζήτημα το οποίο έχει διερευνηθεί συστηματικά και με λεπτομέρεια τα τελευταία 50 έως 60 χρόνια [285- 292].

Κυρίαρχο σκοπό της ερευνητικής μελέτης η οποία παρατίθεται ακολούθως αποτελεί η διερεύνηση του βαθμού ευαισθητοποίησης συγκεκριμένων κραματικών συστημάτων ως προς την εκδήλωση της ψαθυροποίησης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατίοντα υπό την ταυτόχρονη επιβολή κοπωτικής φόρτισης. Τα παραπάνω στοιχεία αποτελούν τις κύριες κατευθυντήριες γραμμές για το σχεδιασμό διαδικασιών ανάδρασης επί του φαινομένου αυτού και τον περιορισμό της υποβάθμισης της μηχανικής ακεραιότητας του συνολικού συστήματος. Η διερεύνηση του φαινομένου της ψαθυροποίησης πραγματοποιείται συνήθως μέσω ανάπτυξης ημι-ελλειπτικών ρωγμών στην εσωτερική επιφάνεια (InnerDiameter) μιας σωλήνωσης, κατά μήκος του άξονα συμμετρίας αυτής. Ελαττώματα αυτού του τύπου μπορεί να δημιουργηθούν κατά τη διάρκεια της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoplasticdeformation). Ειδικότερα, η ανάπτυξη αυτών των ρωγμών πραγματοποιείται για την προσομοίωση σε εργαστηριακή κλίμακα των διακυμάνσεων της πίεσης που λαμβάνουν χώρα στους χάλυβες API, οι οποίοι χρησιμοποιούνται για τη μεταφορά αερίου υδρογόνου [293-294].

Μετά την ανάλυση του ιστορικού της επιβολής εντατικών και παραμορφωσιακών πεδίων κατά τη διάρκεια λειτουργίας, επιλέγεται ως καταλληλότερη προσέγγιση ο προσδιορισμός του συντελεστή έντασης τάσης στο βαθύτερο σημείο της ημι-ελλειπτικής ρωγμής, ενώ ταυτόχρονα το μήκος της ρωγμής στη διαμήκη κατεύθυνση παραμένει θεωρητικά αμετάβλητο. Ο υπολογισμός του βάθους ανάπτυξης των ημι-ελλειπτικών ρωγμών πραγματοποιείται μέσω της ολοκλήρωσης του ρυθμού διάδοσης αυτών (όπως υπαγορεύεται από το νόμο του Paris). Τέλος η διάρκεια ζωής του αγωγού έναντι κοπωτικών φαινομένων υπολογίζεται μέσω του προσδιορισμού του χρόνου που απαιτείται για να υπερβεί η ρωγμή ένα κρίσιμο μέγεθος - βάθος.

Κατά συνέπεια το κυριότερο στοιχείο για την πρόβλεψη του ακρότατου ορίου στη διάρκεια ζωής έναντι κόπωσης ενός αγωγού με ημι-ελλειπτικές διαμήκεις εσωτερικές ρωγμές αποτελεί η πειραματική συσχέτιση μεταξύ του ρυθμού ανάπτυξης της ρωγμής και του συντελεστή έντασης τάσης για διάφορους χάλυβες API. Καθίσταται βέβαια κατανοητό ότι παρέχεται πληθώρα μαθηματικών προσεγγίσεων για τον προσδιορισμό του συντελεστή έντασης τάσης σε ημι-ελλειπτικού τύπου διαμήκεις εσωτερικές ρωγμές για συστήματα σωληνώσεων που λειτουργούν υπό εσωτερική πίεση. Συχνότερα υιοθετείται μια έκφραση κλειστής μορφής για τον συντελεστή έντασης τάσης και πραγματοποιείται παραμετρική ανάλυση επί των γεωμετρικών παραγόντων που επιδρούν στην εγκυρότητα της λύσης. Παράλληλα έχουν χρησιμοποιηθεί πολλαπλά αριθμητικά μοντέλα σε περιβάλλον MATLAB, όπου με τη χρήση των κατάλληλων αλγορίθμων και με μετρήσεις ροής μέσω χρήσης τριών ή τεσσάρων σημείων, έχει παρατηρηθεί ικανοποιητική ακολουθία με τα αντίστοιχα αποτελέσματα των πειραματικών ερευνών [295-296].

1.10.4 ΜΗΧΑΝΙΚΗ ΤΗΣ ΘΡΑΥΣΗΣ

Οι χάλυβες με χαμηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα και μαγγάνιο είναι περισσότερο ανθεκτικοί έναντι της εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων σε περιβάλλον υδρογόνου από τους χάλυβες υπερυψηλής αντοχής, με αποτέλεσμα να βρίσκουν ευρεία χρήση στο αντίστοιχο πεδίο εφαρμογών. Πολλές ερευνητικές μελέτες έχουν διεξαχθεί σχετικά με τον τρόπο με τον οποίο οι κυριότερες μηχανικές ιδιότητες ορισμένων χαλύβων τύπου API (X42, X52, X60, X65, X70 και Grade B) μεταβάλλονται τόσο σε περιβάλλον υδρογόνου όσο και σε αδρανή ατμόσφαιρα, αναλόγως του τρόπου επιβολής της φόρτισης και της γεωμετρίας της αρχικής ρωγμής [196]. Συμπεραίνεται λοιπόν ότι ιδιαίτερα σημαντικό στοιχείο αποτελεί ο τρόπος που επιδρούν τόσο οι φυσικοχημικές σταθερές όσο και η μερική πίεση του αερίου περιβάλλοντος στο ρυθμό διάδοσης των ρωγμών λόγω κόπωσης da / dN συναρτήσει του εύρους μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK .

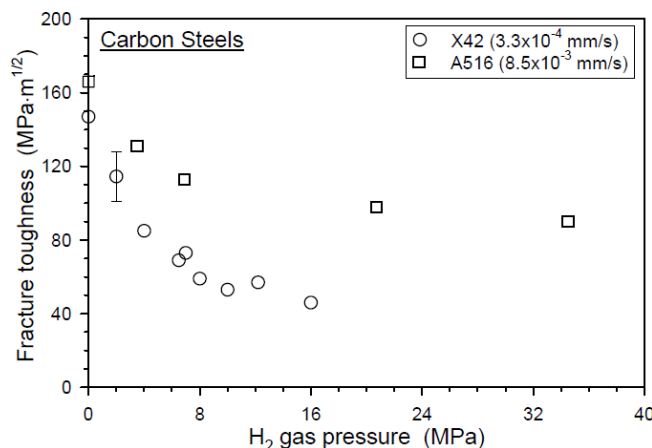
➤ Αντοχή στη θραύση

Η αντοχή στη θραύση αποτελεί μια ενδογενή μηχανική ιδιότητα που περιγράφει την ικανότητα ενός υλικού το οποίο φέρει ρωγμή να αντιστέκεται στη περαιτέρω διάδοση αυτής [18]. Όταν ένα υλικό χαρακτηρίζεται από υψηλή αντοχή έναντι θραύσης, κρίνεται πιθανότερο να αστοχήσει με όλκιμο τρόπο. Το μέγεθος της δυσθραυστότητας προσδιορίζεται μέσω εργαστηριακών μετρήσεων σε προρωγματωμένα και προτυποποιημένα δοκίμια (standardized pre-cracked specimens) όπως έχει ήδη αναφερθεί. Τη συνηθέστερη διεθνή προδιαγραφή η οποία χρησιμοποιείται για την παραμετροποίηση των δοκιμών της δυσθραυστότητας και τη γεωμετρία των δοκιμών αποτελεί το πρότυπο ASTM E1820 [296-297].

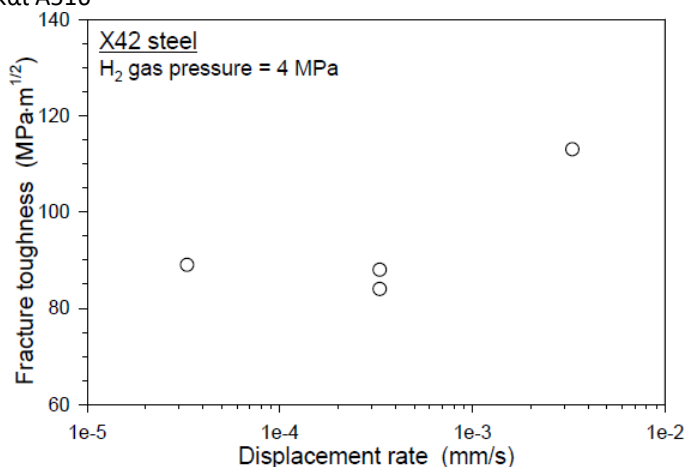
Σε κάθε περίπτωση ο παράγοντας έντασης τάσης χρησιμοποιείται ως το κυριότερο μέγεθος προσδιορισμού της δυσθραυστότητας. Πιο συγκεκριμένα η παράμετρος K_{IC} αποτελεί την κρίσιμη τιμή του παράγοντα έντασης τάσης όπου πραγματοποιείται η έναρξη της ρωγμάτωσης, σε περιπτώσεις εντοπισμένης πλαστικότητας για επίπεδη παραμορφωσιακή καταπόνηση (small-scale yielding in model plane strain conditions). Αντίστοιχα η παράμετρος K_{IH} αποτελεί την τιμή εκείνη του παράγοντα έντασης τάσης, όπου πραγματοποιείται έναρξη της αστοχίας σε περιβάλλον υδρογόνου. Τέλος ο συντελεστής έντασης τάσης K_{TH} σε συνθήκες παρατεταμένης φόρτισης εκφράζει ένα μέτρο την αντίστασης που επιδεικνύει το εκάστοτε μεταλλικό υλικό ως προς τη διάδοση μιας ρωγμής για περιπτώσεις στατικής φόρτισης σε περιβάλλον υδρογόνου [297]. Η διεξαγωγή της δοκιμής η οποία χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της παραμέτρου αυτής περιγράφεται στο πρότυπο ASME E1681.

1.10.5 ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΤΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΤΟ ΜΕΓΕΘΟΣ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ

Όπως είναι γνωστό η δυσθραυστότητα ενός κραματικού συστήματος επηρεάζεται από πολλούς παράγοντες. Η υψηλή μερική πίεση του αερίου υδρογόνου οδηγεί σε σημαντική υποβάθμιση της δυσθραυστότητας έναντι των τιμών που λαμβάνει αυτή σε περιβάλλον αέρα. Τόσο για το χάλυβα X42 όσο και για τον A516 έχει παρατηρηθεί ότι η δυσθραυστότητα μειώνεται όταν η μερική πίεση του αερίου υδρογόνου αυξάνεται μέχρις ότου να φθάσει σε μια ελάχιστη οριακή τιμή. Ο ρυθμός μεταβολής της πτώσης αυτής εξαρτάται κυρίως από το ρυθμό επιβολής της μηχανικής φόρτισης. Για παράδειγμα η δυσθραυστότητα χάλυβα X42 σε περιβάλλον υδρογόνου με μερική πίεση 4MPa μεγαλώνει όταν η ταχύτητα μετατόπισης των αρπαγών σε μονοαξονική εφελκυστική φόρτιση αυξάνεται από τα 3×10^{-4} σε 3×10^{-2} mm /s (Εικόνες 70 - 71).



Εικόνα 70: Επίδραση της μερικής πίεσης του αερίου υδρογόνου στη δυσθραυστότητα χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων τύπου X42 και A516



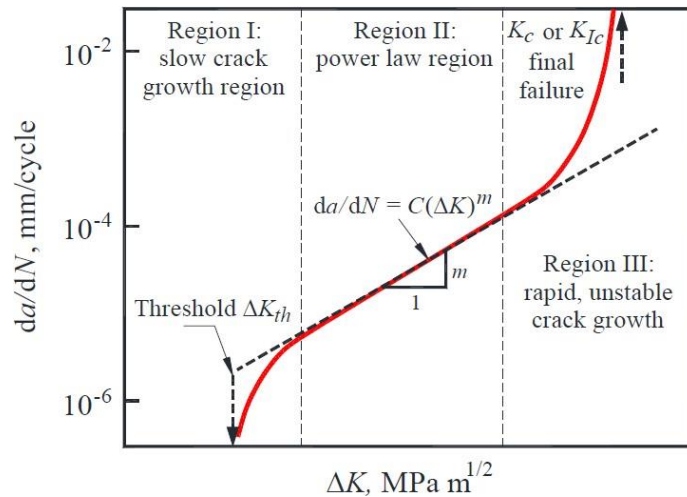
Εικόνα 71: Επίδραση του ρυθμού επιβολής της παραμόρφωσης στη δυσθραυστότητα χάλυβα τύπου X42 ο οποίος είναι ενταγμένος σε λειτουργικό περιβάλλον υδρογόνου με μερική πίεση 4 MPa

1.10.6 ΔΙΑΔΟΣΗ ΡΩΓΜΗΣ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΑΕΡΙΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

Ο ρυθμός διάδοσης ρωγμής λόγω κόπωσης (Fatigue Crack Growth Rate - FCGR) da / dN μπορεί να μετρηθεί ως συνάρτηση της μεταβολής του παράγοντα έντασης τάσης $\Delta K = K_{max} - K_{min}$, όπου ως K_{max} λαμβάνεται ο μέγιστος συντελεστής έντασης τάσης ανά κύκλο φόρτισης και ως K_{min} ο ελάχιστος συντελεστής έντασης τάσης ανά κύκλο φόρτισης.

Στο παρακάτω διάγραμμα αποδίδεται ο ρυθμός διάδοσης μιας ρωγμής από κόπωση (FCGR) συναρτήσει του εύρους του συντελεστή έντασης τάσης ΔK . Όπως έχει ήδη αναλυθεί διεξοδικά παρατηρείται η ύπαρξη τριών περιοχών. Στην Περιοχή I η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK είναι μικρή και η διάδοση της ρωγμής χαρακτηρίζεται ως αργή. Παρόλα αυτά παρατηρείται η ύπαρξη μιας οριακής τιμής του συντελεστή έντασης τάσης, ΔK_{th} , η οποία αποτελεί ένα αριθμητικό κατώφλι κάτω από την οποία η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής είναι τόσο μικρή ώστε δε μπορεί να μετρηθεί. Όσο η τιμή του ΔK μεγαλώνει και καθώς εισαγόμαστε στην Περιοχή II της καμπύλης, ο ρυθμός ανάπτυξης των ρωγμών από κόπωση γίνεται ουσιαστικά γραμμικός σε λογαριθμική κλίμακα. Σε μια γενικότερη κλίμακα, ακόμη και στη περίπτωση επιρροής χημικού περιβάλλοντος υδρογόνου, ο ρυθμός

ανάπτυξης των ρωγμών κόπωσης διέπεται από έναν νόμο γνωστό ως νόμο του Paris, ο οποίος εκφράζεται μέσω της σχέσης: $da / dN = [C * (\Delta K)^m] / [(1-R) * K_{Ic} - \Delta K]$ όπου C και m αποτελούν σταθερές των υλικών. Καθώς η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK συνεχίζει να αυξάνει, η ανάπτυξη της ρωγμής λόγω κόπωσης γίνεται ταχεία και ασταθής, όπως απεικονίζεται και από την Περιοχή III, όπου ο νόμος του Paris δε βρίσκεται πλέον σε ισχύ. Όταν η μέγιστη τάση φθάσει κατ' απόλυτη τιμή τον κρίσιμο παράγοντα έντασης τάσης K_{Ic} το μεταλλικό σύστημα αστοχεί (Εικόνα 72)[298-299].



Εικόνα 72: Διάγραμμα συσχέτισης του ρυθμού διάδοσης της ρωγμής και της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης για χάλυβα τύπου X42 σε μερική πίεση αερίου υδρογόνου 4 MPa.

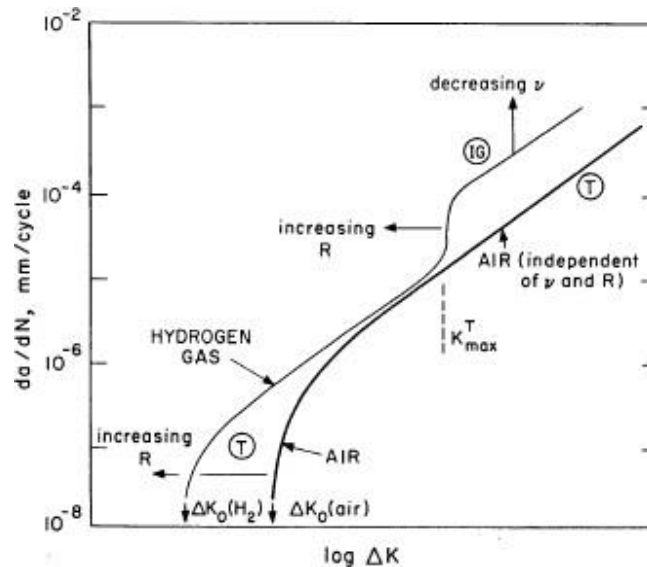
➤ Μεταβλητές που επηρεάζουν την ταχύτητα ανάπτυξης ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου

Οι Suresh και Ritchie διερεύνησαν την αντοχή έναντι κόπωσης για διάφορα δοχεία πίεσης και χαλύβδινους αγωγούς χαμηλής αντοχής, τόσο σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου απουσία υγρασίας όσο και σε περιβάλλον αέρα παρουσία υγρασίας. Μέσω της επισταμένης πειραματικής μελέτης που διεξήγαγαν κατέληξαν στο συμπέρασμα ότι ο ρυθμός διάδοσης της ρωγμής (FCGR) εξαρτάται κυρίως από τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης, την πίεση του αερίου υδρογόνου καθώς και από τον λόγο της τάσης $R = K_{min} / K_{max}$.

Το παρακάτω διάγραμμα αποδίδει το ρυθμό διάδοσης μιας ρωγμής λόγω κόπωσης για χάλυβες χαμηλής αντοχής, οι οποίοι λειτουργούν σε περιβάλλον υδρογόνου απουσία υγρασίας. Παρατηρείται, σύμφωνα με την κινηματική μελέτη, η ύπαρξη δύο διακριτών περιοχών: αυτή που προσδιορίζεται από ενδιάμεσο ρυθμό αύξησης της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής (intermediate growth-rate regime) και αυτή που προσεγγίζει την οριακή τιμή του συντελεστή έντασης τάσης K_{th} (near threshold regime). Στην περιοχή του ενδιάμεσου ρυθμού αύξησης της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής, όπου το μέγεθος FCGR λαμβάνει τιμές υψηλότερες από 10^{-5} mm / κύκλο φόρτισης, παρατηρείται ότι η παράμετρος FCGR αυξάνει σχεδόν κατά δέκα φορές για το περιβάλλον υδρογόνου έναντι αυτού του αέρα. Η έναρξη της αύξησης της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής εξαρτάται άμεσα από το λόγο της τάσης, ενώ ταυτόχρονα αυτή φαίνεται να λαμβάνει χώρα σε μια μέγιστη τιμή της τάσης, την οποία οι Suresh και

Ritchie όρισαν ως T_{max} . Κατά συνέπεια συμπεραίνεται ότι με την αύξηση του λόγου της τάσης R , η επιταχυνόμενη διάδοση της ρωγμής ξεκινά από χαμηλότερο πεδίο τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK . Για τιμές τάσης χαμηλότερες της T_{max} , τόσο για το περιβάλλον αέρα όσο και για το περιβάλλον υδρογόνου η θραύση λαμβάνει χώρα κυρίως διακρυσταλλικά (transgranular fracture). Αντίθετα για τιμές τάσης υψηλότερες της T_{max} και σε περιβάλλον εμπλουτισμένο σε υδρογονοκατιόντα η θραύση λαμβάνει χώρα περικρυσταλλικά (intergranularly) [299].

Επιπρόσθετα ανεξάρτητα από το λόγο της τάσης, η έναρξη της επιταχυνόμενης διάδοσης της ρωγμής εξαρτάται άμεσα από τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης και την πίεση του υδρογόνου, παράγοντες οι οποίοι επηρεάζουν τη συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου μπροστά από το άκρο της ρωγμής. Έτσι, με την αύξηση της πίεσης του υδρογόνου, η συγκέντρωση του ατομικού υδρογόνου αυξάνεται εκθετικά και αυτό προκαλεί νωρίτερα την εκδήλωση ρωγμάτωσης λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου (Εικόνα 73).



Εικόνα 73: Διαγραμματική απόδοση της επίδρασης του αερίου υδρογόνου στο ρυθμό διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα X52. Καταγράφονται ακόμη η μεταβολή του λόγου της τάσης R και της συχνότητας επιβολής της κυκλικής φόρτισης ν , ενώ σημειώνονται και οι συνθήκες εκδήλωσης τόσο της διακρυσταλλικής (transgranular) όσο και της περικρυσταλλικής (intergranular) θραύσης.

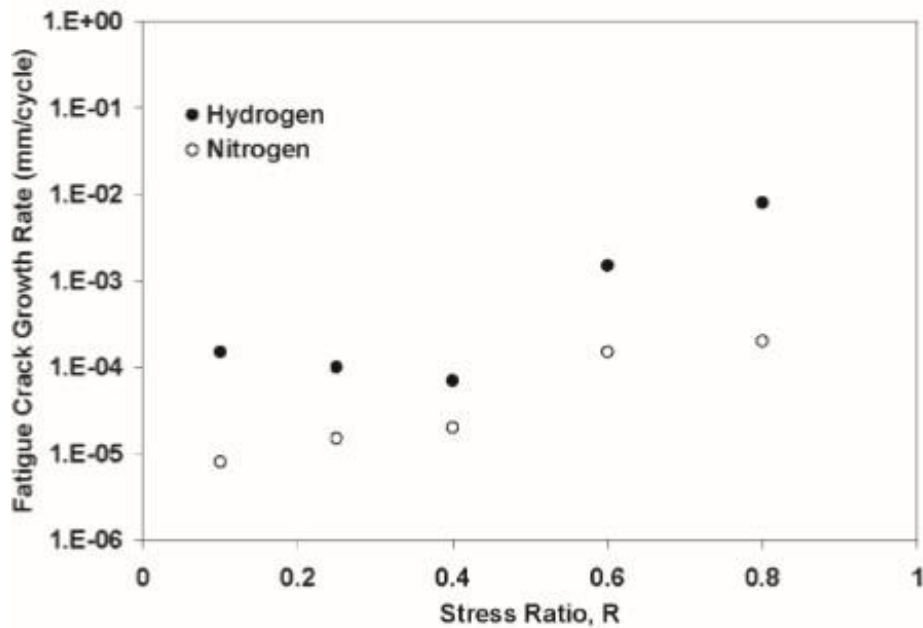
Επιπρόσθετα με μειούμενη συχνότητα κυκλικής φόρτισης παρέχεται περισσότερος χρόνος στο ατομικό υδρογόνο έτσι ώστε να διαχυθεί σε κενά του κρυσταλλογραφικού πλέγματος με αποτέλεσμα να προκαλείται η αστοχία του υλικού. Καταλήγουμε λοιπόν στο συμπέρασμα ότι για ενδιάμεσο ρυθμό αύξησης της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου η συναρτησιακή σχέση μεταξύ της παραμέτρου FCGR και της ΔK παρουσιάζει έντονη εξάρτηση από το λόγο της τάσης R , τη πίεση του αερίου υδρογόνου και τη συχνότητα. Με την αύξηση του λόγου της τάσης, τη μείωση της συχνότητας ή την αύξηση της πίεσης του αερίου υδρογόνου, η διάδοση της ρωγμής αυξάνεται εκθετικά. Αντίθετα, στον αέρα η ίδια απόκριση είναι ανεξάρτητη τόσο της συχνότητας όσο και του λόγου της τάσης [300-301].

Η περιοχή του διαγράμματος για ρυθμό ανάπτυξης ρωγμών ο οποίος προσεγγίζει την τιμή κατωφλιού (near-threshold growth rates regime) αφορά στην οριακή συνθήκη των $da / dN = 10^{-6} \text{mm} / \text{κύκλο}$ φόρτισης. Στην περίπτωση αυτή τόσο το περιβάλλον υδρογόνου με υψηλό υγροσκοπικό βαθμό όσο και το περιβάλλον απεσταγμένου νερού αποδίδουν συγκρίσιμα αποτελέσματα με τα αντίστοιχα για το περιβάλλον αέρα. Αντίθετα, σε περιβάλλον αερίου ηλίου απουσία υγρασίας τα αποτελέσματα αναφορικά με την ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση προσεγγίζουν αυτά που αντιστοιχούν σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου απουσία υγρασίας. Επιπλέον, μόνο όταν ο λόγος της τάσης R βρίσκεται σε χαμηλά επίπεδα τιμών, παρατηρείται σημαντική αύξηση του ρυθμού διάδοσης των ρωγμών κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου εν συγκρίσει με το περιβάλλον αέρα. Τα παραπάνω φαινόμενα ελέγχονται από το κλείσιμο που υφίστανται οι ρωγμές λόγω ανάπτυξης στοιχειομετρικών βαθμίδων διαφόρων οξειδίων στο άκρο τους (oxide-induced crack closure effect), δηλαδή από ένα μηχανισμό που διαφοροποιείται από αυτόν της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου. Λόγω του υψηλού υγροσκοπικού βαθμού, ο Suresh και ο Ritchie υποστηρίζουν ότι πραγματοποιείται ανάπτυξη οξειδίων υπό μορφή ταινιών, τα οποία μπορούν εύκολα να παρατηρηθούν μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας στις παράπλευρες επιφάνειες των ρωγμών, ενώ αυτά λαμβάνουν μεγαλύτερα πάχη για χαμηλά πεδία τιμών του λόγου της τάσης R μέσω ενός μηχανισμού που έχει την ονομασία «fretting oxidation». Στην περίπτωση αυτή πραγματοποιείται συνεχής θραύση και επανασχηματισμός των οξειδίων πίσω από το άκρο της ρωγμής, με αποτέλεσμα να δημιουργούνται νέες επιφάνειες μετάλλου προς έκθεση και να απαιτείται υψηλότερη ένταση τάσης (higher stress intensity) για να ανοίξει εκ νέου η ρωγμή. Αντίστοιχα για ξηρή ατμόσφαιρα, απουσία υδρογόνου ή για υψηλή τιμή του λόγου της τάσης (όπου η επίδραση των οξειδίων ως προς το κλείσιμο των ρωγμών ελαχιστοποιείται), οι Suresh και Ritchie υποστηρίζουν ότι η δέβρη των οξειδίων (oxide debris) δε λειτουργεί ανασταλτικά στο χημικοδυναμικό σύστημα, έχοντας ως αποτέλεσμα την εντατικοποίηση του ρυθμού ανάπτυξης των ρωγμών από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου [200-202]. Ο συγκεκριμένος μηχανισμός του κλεισίματος μιας ρωγμής μέσω της ανάπτυξης ενός φιλμ οξειδίου κρίνεται ότι λαμβάνει κυρίαρχο ρόλο μόνο για τιμές τάσεων κοντά στην οριακή περιοχή – κατωφλιού, καθώς το μέσο μέγεθος των σωματιδίων της δέβρης και η μικροτραχύτητα της επιφανείας αποτελούν συγκρίσιμα κατά απόλυτη τιμή μεγέθη με τη διεύρυνση του ανοίγματος στο άκρο της ρωγμής (Crack Tip Opening Displacement). Συνοπτικά, η έρευνα των Suresh και Ritchie έδειξε ότι η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης - FCGR σε περιβάλλον υδρογόνου εξαρτάται από την πίεση του αερίου υδρογόνου, τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης και το λόγο της τάσης, ενώ στον αέρα οι ληφθείσες τιμές για την παράμετρο FCGR φαίνεται να είναι ανεξάρτητες από αυτούς τους παράγοντες. Εξάιρεση αποτελεί η επιρροή που ασκεί ο λόγος της τάσης σε περιπτώσεις όπου η κυκλική καταπόνηση λαμβάνει χώρα σε τιμές κοντινές του K_{th} [302].

Στη συνέχεια γίνεται αναφορά στην επίδραση της πίεσης, της συχνότητας και του λόγου της τάσης, όπως αυτή προσδιορίστηκε από τα πειραματικά αποτελέσματα άλλων ερευνητών. Οι Zawierucha και Xu διερεύνησαν το ρυθμό διάδοσης μιας ρωγμής σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου υψηλής πίεσης, για μεταβολή του παράγοντα έντασης τάσης ίση με $\Delta K = 22 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ σε χάλυβα API τύπου B (grade B). Παρατηρήθηκε ότι η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση αύξανε σχεδόν γραμμικά και μονότονα έως ένα οριακό σημείο 'κατώφλι κορεσμού', έπειτα από το οποίο η κινηματική του φαινομένου παρουσίαζε πτωτική τάση. Οι Holbrook et al. αντίστοιχα αξιολόγησαν την επίδραση της πίεσης του αερίου υδρογόνου στην παράμετρο FCGR για χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων τύπου X42, με πεδίο μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ίσο με $\Delta K = 22 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$, συχνότητα κυκλικής φόρτισης $f = 0.1 \text{Hz}$ και λόγο τάσης $R = 0.25$. Διαπίστωσαν λοιπόν ότι ο λόγος συσχέτισης μεταξύ των παραμέτρων FCGR για περιβάλλον υδρογόνου και περιβάλλον αζώτου αυξήθηκε

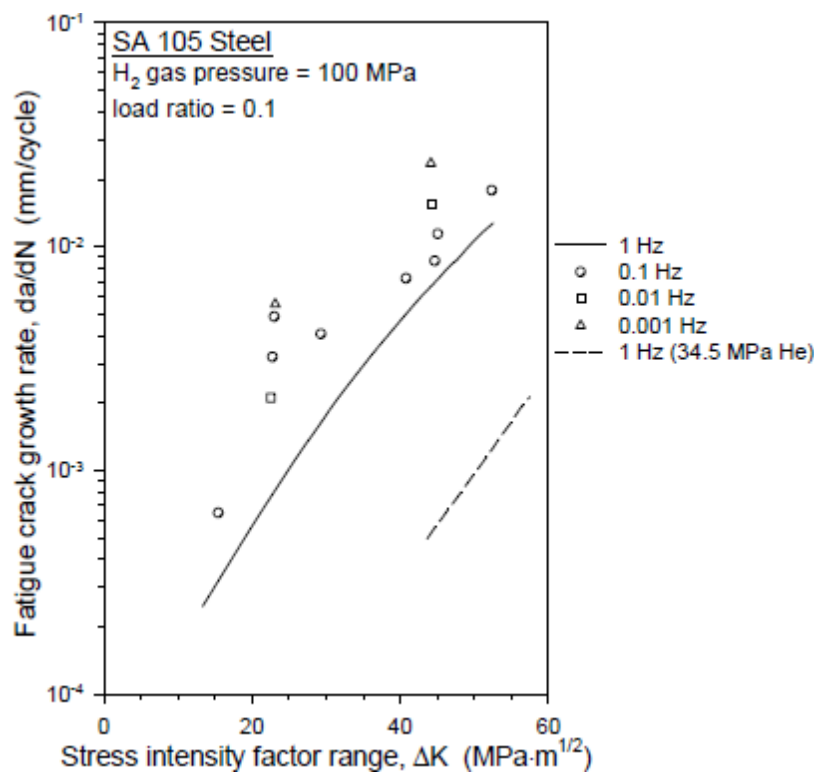
συναρτήσει της μερικής πίεσης του αερίου υδρογόνου (με εκθέτη ίσο με 0,36), για τιμές της μερικής πίεσης του υδρογόνου έως και 6,9 MPa (Εικόνα 74).

Εφόσον ο λόγος της τάσης (R) σχετίζεται με το προεπιλεγμένο εύρος τιμών των συντελεστών έντασης τάσης (ΔK), με $\Delta K = (1-R) \cdot K_{max}$, όταν η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης (ΔK) είναι σταθερή τότε η μέγιστη τιμή αυτού (K_{max}) αυξάνει μονότονα με την αύξηση της παραμέτρου R. Οι Holbrook και Cialone μελέτησαν επίσης την επίδραση του λόγου της τάσης στον χάλυβα X42 για δύο διαφορετικά περιβάλλοντα αερίου υδρογόνου και αερίου αζώτου σε $\Delta K = 10 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Η ταχύτητα διάδοσης των ρωγμών από κόπωση φάνηκε να αυξάνει με σταθερό ρυθμό στο περιβάλλον του αερίου αζώτου με την αύξηση του λόγου της τάσης R. Αντίθετα στο περιβάλλον του αερίου υδρογόνου, για πεδίο τιμών της παραμέτρου R μεταξύ του 0.1 και του 0.4, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής (FCGR) παρατηρήθηκε να παραμένει ουσιαστικά αμετάβλητη. Όταν όμως ο λόγος της τάσης έλαβε τιμές υψηλότερες του 0.4, η τιμή της παραμέτρου FCGR φάνηκε να αυξάνει ταχύτερα στο περιβάλλον αερίου υδρογόνου εν συγκρίσει με αυτό του αερίου αζώτου. Όσο η παράμετρος R αυξάνει, αυξάνεται αντίστοιχα και η μέγιστη τιμή του συντελεστή έντασης τάσης K_{max} , έως ότου αυτή φθάσει την οριακή κρίσιμη τιμή K_{max}^T , η οποία εκφράζει ποιοτικά την έναρξη του επιταχυνόμενου ρυθμού διάδοσης της ρωγμής λόγω της συνεργιστικής δράσης που επιφέρει το υδρογόνο. Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η χημικομηχανική απόκριση του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος καθίσταται σημαντικά διαφορετική σε περιβάλλον υδρογόνου και σε περιβάλλον αζώτου [302-303].



Εικόνα 74: Επίδραση του λόγου της τάσης R στο ρυθμό διάδοσης ρωγμής κόπωσης για χάλυβα τύπου X42, ο οποίος υποβλήθηκε σε δοκιμή κόπωσης τόσο σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου όσο και σε περιβάλλον αερίου αζώτου, με συχνότητα $f = 1 \text{ Hz}$, τιμή της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης $\Delta K = 10 \text{MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ και μερική πίεση αερίου 6.9 MPa

Επιπρόσθετα όπως φαίνεται και από το παρακάτω σχήμα όσο η συχνότητα της κυκλικής φόρτισης μειώνεται, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση αυξάνει. Αυτή η παρατήρηση επιβεβαιώνεται και μέσω της γραφικής παράστασης μεταξύ των παραμέτρων FCGR και ΔK , για χάλυβα τύπου SA 105, σε περιβάλλον υδρογόνου μερικής πίεσης 100 MPa και με επιβαλλόμενη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης από 0.001 έως 1 Hz. Όπως έχει ήδη αναφερθεί η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον αέρα δε φαίνεται να έχει εξάρτηση από τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης και το λόγο της τάσης. Αντίθετα σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου η διάδοση της ρωγμής αποτελεί διαδικασία της οποίας η κινητική έχει άμεση εξάρτηση από τη συχνότητα δημιουργίας νέων επιφανειών θραύσης (new crack surfaces), το ρυθμό διάσπασης και επαναπροσρόφησης του ατομικού υδρογόνου στις ανώτερες στιβάδες της μεταλλικής επιφάνειας καθώς και το ρυθμό διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στην απόληξη της ρωγμής (Εικόνα 75). Ταυτόχρονα σημειώνεται ότι όλες οι προαναφερθείσες παράμετροι ελέγχονται μονοσήμαντα από τη συχνότητα επιβολής της κυκλικής φόρτισης [303].



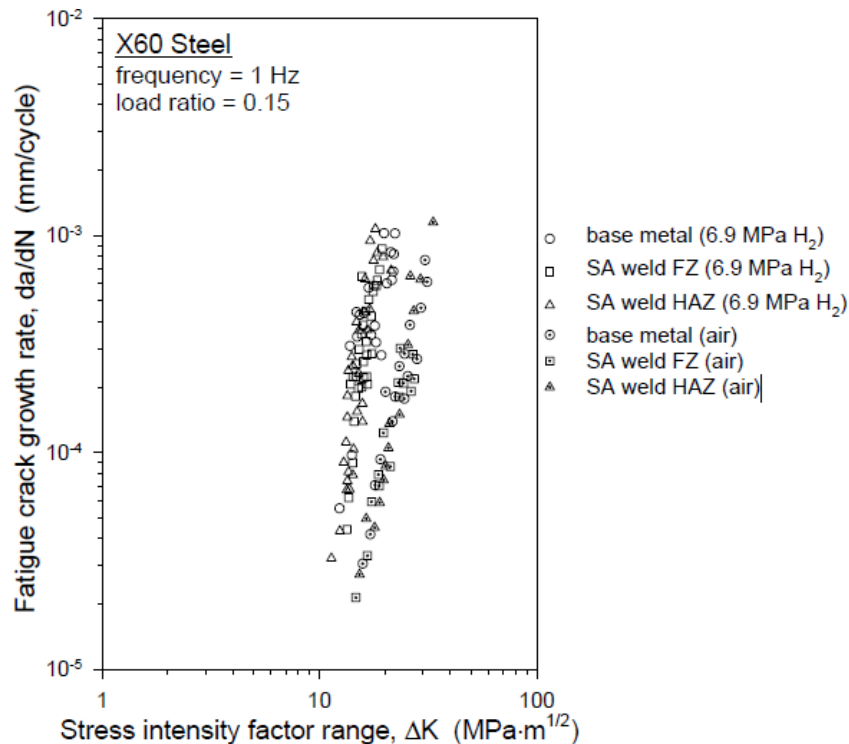
Εικόνα 75: Επίδραση της συχνότητας επιβολής της κυκλικής φόρτισης στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου SA105 σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου με μερική πίεση 100 MPa και λόγο τάσης $R=0.1$.

➤ Διάδοση ρωγμών κόπωσης παρουσία αερίου υδρογόνου σε συγκολλητά τμήματα

Τα πειραματικά δεδομένα τα οποία σχετίζονται με την ανάπτυξη ρωγμής από κόπωση στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη συγκολλημένων τμημάτων είναι αρκετά περιορισμένα. Οι Wachob και Nelson μελέτησαν τη ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη συγκολλημένου χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων τύπου X60 και διαπίστωσαν ότι τα αποτελέσματα ως προς τον κινηματικό

ρυθμό ανάπτυξης της ρωγμής είναι ενδιάμεσα μεταξύ αυτών που αντιστοιχούν στην περιοχή της ζώνης τήξης και του μετάλλου βάσης.

Η ερευνητική ομάδα των McIntyre et al διαπίστωσε ότι η επίδραση του υδρογόνου στην ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής (FCGR) για τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη εξαρτάται μονοσήμαντα από τη μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK . Οι ίδιοι μελέτησαν επισταμένα την απόκριση έναντι κόπωσης, ενός κοινού ανθρακούχου χάλυβα με εφελκυστική αντοχή 550 MPa, σε πίεση αερίου υδρογόνου 3 MPa και συχνότητα κυκλικής φόρτισης 0.1 Hz. Παρατηρήθηκε λοιπόν ότι όταν η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK λαμβάνει τιμές χαμηλότερες από τα 13 MPa, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση είναι περίπου ίδια και για τις τρεις περιοχές του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης. Για υψηλότερες όμως τιμές μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση γίνεται σημαντικά υψηλότερη τόσο για την περιοχή της ζώνης τήξης όσο και για την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης σε αντίθεση με αυτή του μετάλλου βάσης. Οι Fuquent - Molano και Ritchie μελέτησαν αντίστοιχα χάλυβες δεξαμενών αποθήκευσης αερίου υδρογόνου και παρατήρησαν ότι οι τρεις περιοχές της συγκόλλησης χαρακτηρίζονταν από κοντινές τιμές του ρυθμού διάδοσης της ρωγμής ($>10^{-5}$ mm/cycle) όταν ο λόγος της τάσης R λάμβανε υψηλές τιμές (Εικόνα 76) . Ο ρυθμός διάδοσης της ρωγμής σε κάθε περίπτωση φάνηκε να αυξάνει κοντά στην οριακή περιοχή (threshold regime), ενώ ταυτόχρονα η τιμή του συντελεστή έντασης τάσης K_{TH} μειώθηκε σημαντικά για λόγο τάσης $R = 0.05$, τόσο στην περιοχή της ζώνης τήξης όσο και στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη σε σύγκριση με την περιοχή του μετάλλου βάσης [303-304].

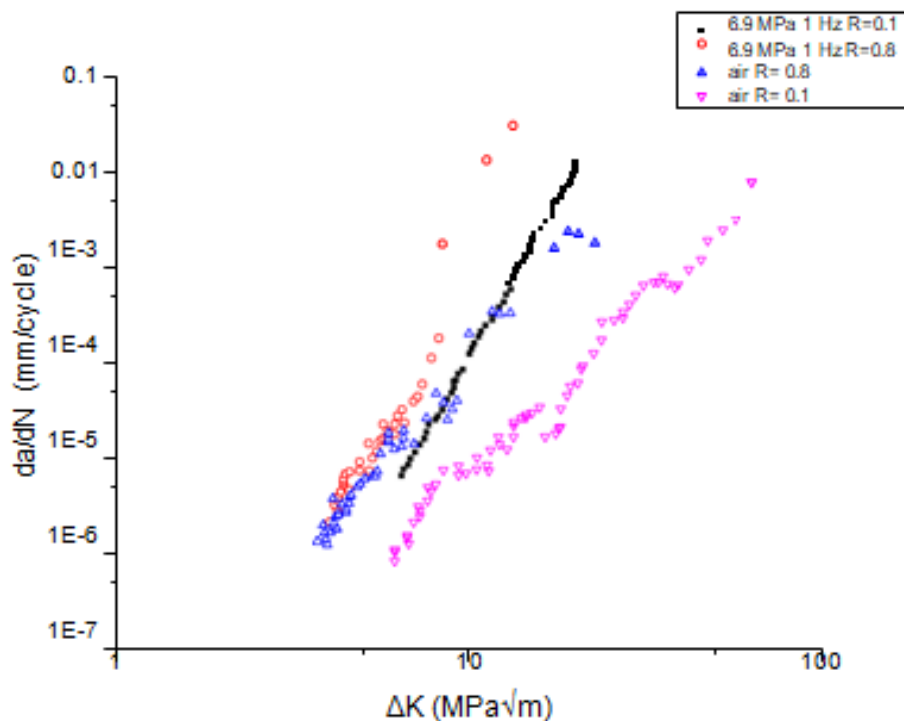


Εικόνα 76: Διάγραμμα συσχέτισης της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση FCGR με τη μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης ΔK για συγκολλημένο δοκίμιο χάλυβα X60 σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, με επιβαλλόμενη συχνότητα κυκλικής φόρτισης $f=1$ Hz και λόγο τάσης $R=0.15$.

1.10.7 ΔΕΔΟΜΕΝΑ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΤΩΝ ΡΩΓΜΩΝ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΓΙΑ ΔΙΑΦΟΡΟΥΣ ΤΥΠΟΥΣ ΧΑΛΥΒΑ ΚΑΤΑΣΚΕΥΗΣ ΣΩΛΗΝΩΣΕΩΝ

Στη συνέχεια παρατίθεται η ανάλυση των πειραματικών αποτελεσμάτων που αφορούν στη συσχέτιση μεταξύ του ρυθμού διάδοσης ρωγμών λόγω κόπωσης και του εύρους διακύμανσης του παράγοντα έντασης τάσης (FCGR vs stress-intensity factor range) για χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων τύπου APIX42, X52, X60, X65, X70 και Grade B. Επιπρόσθετα παρουσιάζεται και ο τρόπος με τον οποίο επιδρούν τόσο η πίεση του αερίου υδρογόνου όσο και ο λόγος της τάσης καθώς και η συχνότητα της κυκλικής φόρτισης στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση. Όπως θα αναλυθεί και στη συνέχεια για τον χάλυβα τύπου X42 η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου με λόγο τάσης $R = 0.1$ είναι αντίστοιχη της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον αέρα για λόγο τάσης $R = 0.8$. Επιπρόσθετα σε ότι αφορά στον χάλυβα X65, για θερμοκρασία περιβάλλοντος ($T = 23 \text{ }^{\circ}\text{C}$) και μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης μεγαλύτερη των $25 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής δεν παρουσιάζει εξάρτηση από το εύρος μέσα στο οποίο κυμαίνεται ο συντελεστής έντασης τάσης [304].

- Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X42

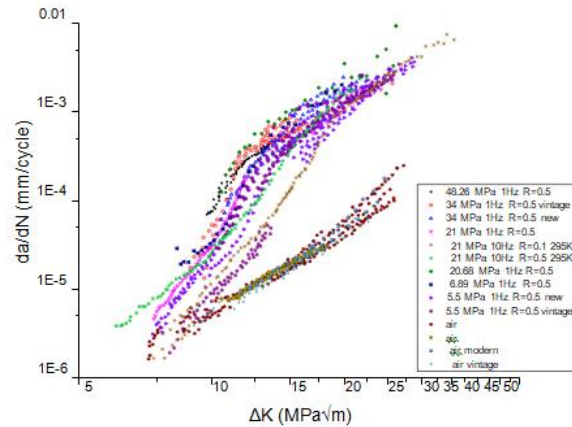


Εικόνα 77: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X42, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου με πίεση 6.9 MPa και για πεδία τιμών του λόγου της τάσης $R=0.1$ και 0.8 .

Το παραπάνω διάγραμμα αποδίδει γραφικά τη σχετική απόκλιση της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X42, ο οποίος είναι ενταγμένος σε πεδίο λειτουργικών συνθηκών που αντιστοιχούν είτε σε περιβάλλον αέρα είτε σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου. Η διεξαγωγή των πειραμάτων πραγματοποιήθηκε για πίεση αερίου υδρογόνου και πίεση αέρα 6.9 MPa καθώς και για δύο επίπεδα τιμών του λόγου της τάσης, που αντιστοιχούν σε $R = 0.1$ και $R = 0.8$. Για κοινή τιμή του λόγου της τάσης σε περιβάλλον αέρα και περιβάλλον υδρογόνου καθίσταται προφανές ότι η παρουσία των υδρογονοκατιόντων στο φυσικοχημικό περιβάλλον αυξάνει εκθετικά την ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση. Πιο συγκεκριμένα για λόγο τάσης $R = 0.8$ η χημικομηχανική απόκριση του μεταλλουργικού συστήματος είναι παρεμφερής τόσο για το περιβάλλον αέρα όσο και για το περιβάλλον υδρογόνου, όταν το εύρος διακύμανσης του συντελεστή έντασης τάσης διατηρείται σε χαμηλά επίπεδα τιμών (low stress-intensity factor range levels). Για το συγκεκριμένο είδος χάλυβα (τύπος X42) η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής παρατηρήθηκε να λαμβάνει πολύ κοντινές τιμές για λόγο τάσης $R = 0.1$ σε περιβάλλον υδρογόνου και για λόγο τάσης $R = 0.8$ σε περιβάλλον αέρα. Για δεδομένη τιμή της πίεσης του αερίου υδρογόνου και της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης, με την αύξηση του λόγου της τάσης, αυξάνεται αντίστοιχα και η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση. Επιπρόσθετα για μεγάλα εύρη τιμών του συντελεστή έντασης τάσης, η απόκλιση μεταξύ των τιμών της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής σε περιβάλλον αέρα και περιβάλλον υδρογόνου αυξάνει όταν ο λόγος της τάσης μεταβάλλεται από $R = 0.1$ σε $R = 0.8$ (Εικόνα 77). Η παραπάνω παρατήρηση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η απόκλιση μεταξύ των τιμών της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής για περιβάλλον αέρα και περιβάλλον υδρογόνου αυξάνει με την αύξηση της τιμής του λόγου της τάσης [304-305].

➤ **Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X52**

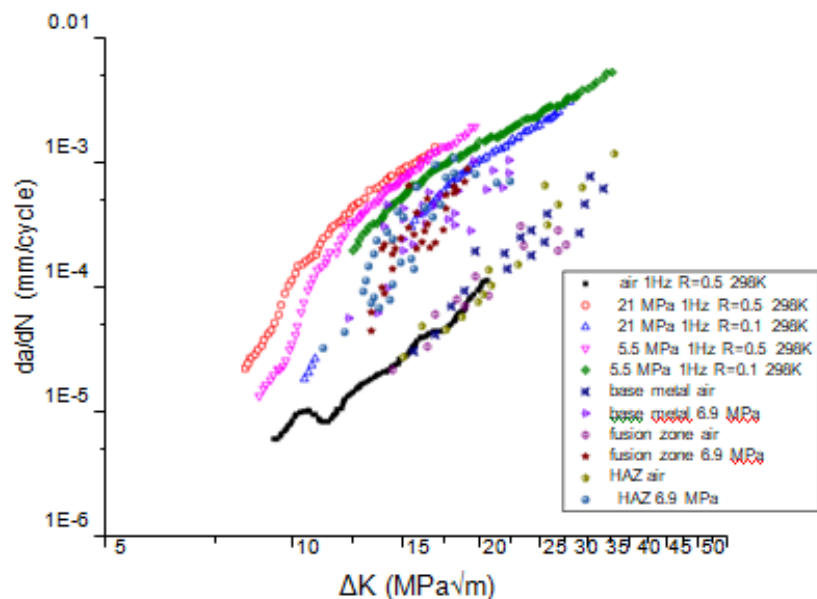
Στο παρακάτω σχήμα αποδίδεται η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων τύπου X52 τόσο σε περιβάλλον υδρογόνου όσο και σε περιβάλλον αέρα, για επιβαλλόμενη συχνότητα κυκλικής φόρτισης με τιμές $f = 1$ Hz και 10 Hz και λόγο τάσης με τιμές $R = 0.1$ και 0.5. Όσο η εφαρμοζόμενη πίεση του αερίου υδρογόνου γίνεται υψηλότερη, αυξάνει και η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση, ενώ η τελευταία φαίνεται να σταθεροποιείται για τιμές πίεσης υδρογόνου μεγαλύτερες από 6,89 MPa. Επιπρόσθετα, όσο η τιμή της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK γίνεται μεγαλύτερη, η διαφορά μεταξύ των τιμών της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής για διαφορετικές τιμές παροχτευόμενης πίεσης υδρογόνου γίνεται συνεχώς μικρότερη. Καθίσταται λοιπόν εμφανές ότι στο περιβάλλον υδρογόνου αυξάνει σημαντικά η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής, ενώ για επιβαλλόμενο πεδίο τιμών του συντελεστή έντασης τάσης κοντά στο K_{th} , ο παράμετρος FCGR δε φαίνεται να διαφοροποιείται σημαντικά μεταξύ του περιβάλλοντος αέρα και του περιβάλλοντος αερίου υδρογόνου (Εικόνα 78).



Εικόνα 78: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X52, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, για διάφορα πεδία τιμών της πίεσης του υδρογόνου, της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης και του λόγου της τάσης.

➤ **Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X60**

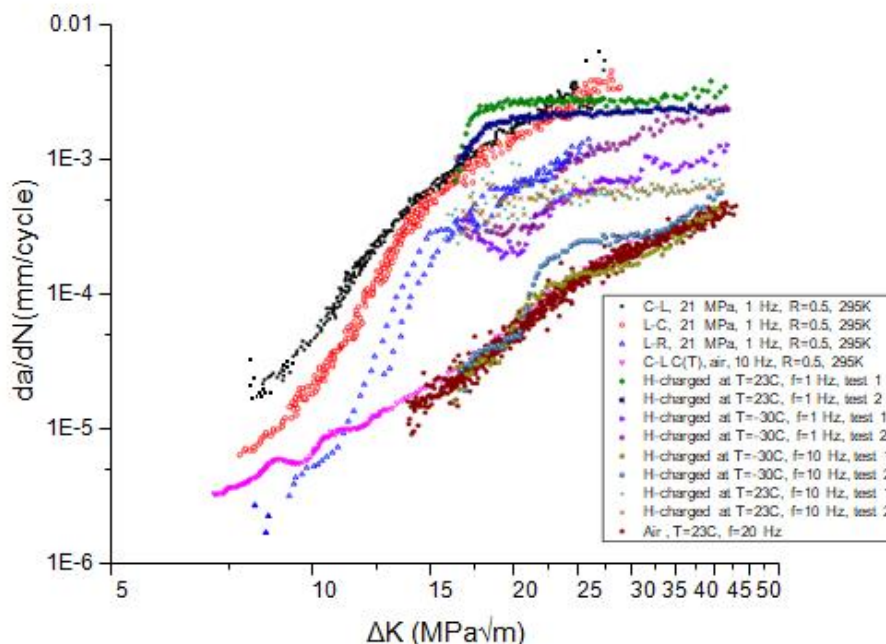
Το παρακάτω σχήμα αποδίδει την ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση σε χάλυβα τύπου X60, καταπονούμενου σε περιβάλλον υδρογόνου και σε περιβάλλον αέρα, με συχνότητα κυκλικής φόρτισης $f=1$ Hz και διάφορες τιμές λόγου τάσης R . Για υψηλότερες τιμές της παροχτευόμενης πίεσης του αερίου υδρογόνου η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση φαίνεται να διαφέρει σημαντικά όσο μεταβάλλεται ο λόγος της τάσης. Αντιθέτως για χαμηλότερες τιμές πίεσης του υδρογόνου η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής φαίνεται να μη μεταβάλλεται το ίδιο σημαντικά με την αύξηση της τιμής του λόγου της τάσης. Σε κάθε περίπτωση η τιμή της παραμέτρου FCGR φαίνεται να αυξάνει σημαντικά για κάθε ζώνη (θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ζώνη τήξης, μέταλλο βάσης) με την επίδραση του υδρογόνου. Παρόλο που η περιοχή 'κατωφλιού' (threshold regime) δεν προβάλλεται στο διάγραμμα μπορεί να θεωρηθεί ότι δε σημειώνεται για αυτή σημαντική διαφορά μεταξύ των υπολογιζόμενων τιμών για περιβάλλον αέρα και περιβάλλον αερίου υδρογόνου (Εικόνα 79).



Εικόνα 79: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X60, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, με επιβαλλόμενη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης 1 Hz και διάφορα πεδία τιμών του λόγου της τάσης

➤ **Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X65**

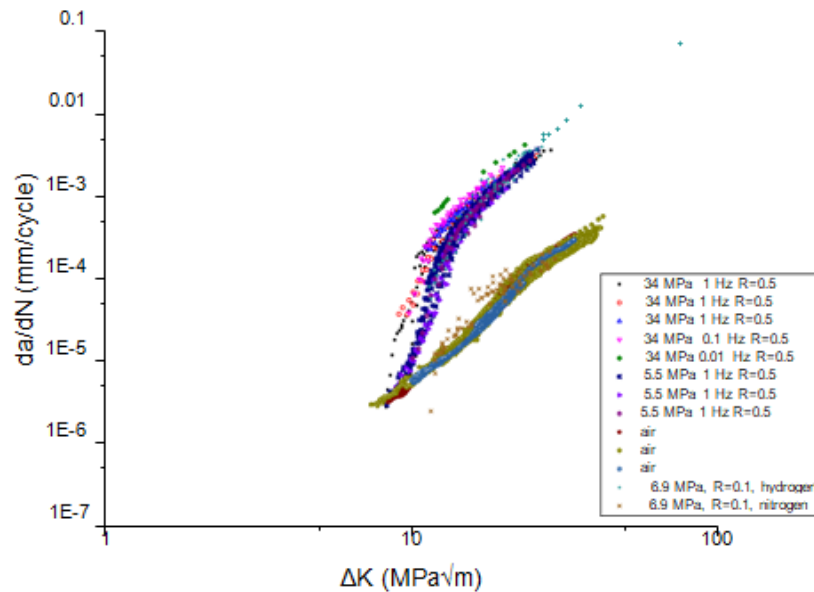
Στο παρακάτω σχήμα αποδίδεται γραφικά η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής FCGR συναρτήσει του πεδίου μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK για χάλυβα τύπου X65 τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και περιβάλλον υδρογόνου, σε διάφορες τιμές θερμοκρασιών και συχνότητας της κυκλικής φόρτισης. Για θερμοκρασία $T = -30\text{ }^{\circ}\text{C}$ και συχνότητα $f = 10\text{ Hz}$, η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση λαμβάνει κοντινές τιμές για περιβάλλον υδρογόνου και περιβάλλον αέρα, γεγονός το οποίο μπορεί να εξηγηθεί από την ιδιαίτερα περιορισμένη ταχύτητα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου που λαμβάνει χώρα σε αυτό το πεδίο των χαμηλών θερμοκρασιών. Το παραπάνω έχει ως αποτέλεσμα κινηματικά η ροή των ιόντων υδρογόνου να μην έχει αρκετό χρόνο για να φτάσει στην περιοχή μπροστά από την απόληξη της ρωγμής, ειδικά για τις υψηλές συχνότητες της κυκλικής φόρτισης. Επιπρόσθετα, για θερμοκρασία $T = -30\text{ }^{\circ}\text{C}$ η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση φαίνεται να έχει ισχυρή εξάρτηση από το εύρος μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης. Ωστόσο, για θερμοκρασία περιβάλλοντος $T = 23\text{ }^{\circ}\text{C}$ και όταν το εύρος μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK είναι μεγαλύτερο από 25 MPa, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση δεν παρουσιάζει εξάρτηση από την παράμετρο ΔK , κάτι το οποίο είναι αρκετά ασυνήθιστο. Τέλος αναφορικά με την επίδραση της συχνότητας και της θερμοκρασίας, παρατηρείται ότι όσο μειώνεται η συχνότητα ή αυξάνεται η θερμοκρασία, η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου αυξάνεται σημαντικά (Εικόνα 80).



Εικόνα 80: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X65, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου περιεκτικότητας 2ppm, για διάφορα πεδία τιμών της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης και του λόγου της τάσης

➤ **Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X70**

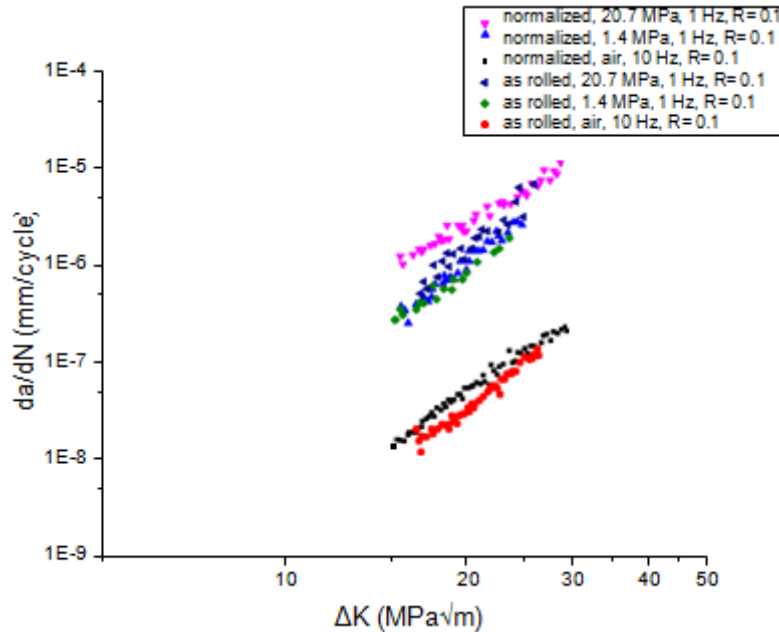
Το παρακάτω σχήμα αποδίδει γραφικά τη συσχέτιση μεταξύ των αριθμητικών δεδομένων που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση FCGR, για ένα πεδίο τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK , σε χάλυβα τύπου X70 ο οποίος μελετήθηκε πειραματικά για διαφορετικές συχνότητες κυκλικής φόρτισης και τιμές του λόγου της τάσης, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον υδρογόνου. Με τη μεταβολή της πίεσης και της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης στο περιβάλλον αερίου υδρογόνου δεν παρατηρήθηκαν αξιοσημείωτες διαφορές σε ότι αφορά στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση FCGR, επομένως η επίδραση των παραγόντων αυτών στην προαναφερθείσα παράμετρο δεν είναι εύκολο να διευκρινιστεί από τα υπάρχοντα πειραματικά δεδομένα. Τέλος σημαντικό κρίνεται το γεγονός ότι επιβεβαιώθηκε η θεωρία των Suresh και Ritchie σύμφωνα με τους οποίους ο κρίσιμος παράγοντας έντασης τάσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου μπορεί να ληφθεί περίπου ίσος με $10 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$. Για τιμές υψηλότερες από αυτή η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου αυξάνει με σημαντικά υψηλότερο ρυθμό εν συγκρίσει με αυτόν που αντιστοιχεί σε περιβάλλον αέρα (Εικόνα 81).



Εικόνα 81: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου X70, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου περιεκτικότητας 2ppm, για διάφορα πεδία τιμών της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης και του λόγου της τάσης

➤ **Πειραματικά δεδομένα που αφορούν στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων GradeB**

Στο παρακάτω σχήμα αποδίδεται γραφικά η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση σε χάλυβα τύπου GradeB για λόγο τάσης $R = 0.1$ και διάφορα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης συχνότητας της κυκλικής φόρτισης και της πίεσης του αερίου υδρογόνου. Υπό μελέτη καθίστανται δύο είδη αυτού του τύπου χάλυβα, εκ των οποίων το ένα έχει υποστεί θερμική κατεργασία εξομάλυνσης (normalization thermal treatment) και το δεύτερο έχει υποβληθεί σε διαδικασία διαμόρφωσης μέσω θερμής και ψυχρής έλασης, με τα ληφθέντα πειραματικά αποτελέσματα και για τα δύο αυτά είδη χάλυβα να είναι παρόμοια. Είναι προφανές ότι ακόμη και για χαμηλές τιμές της πίεσης του αερίου υδρογόνου η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση αυξάνεται σημαντικά σε σύγκριση με εκείνη που αντιστοιχεί στο περιβάλλον αέρα. Ακόμη με περαιτέρω αύξηση της πίεσης του αερίου υδρογόνου αυξάνεται αντίστοιχα και με μη γραμμικό τρόπο η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής και για τους δύο αυτούς τύπους χάλυβα. Ωστόσο, όπως παρατηρείται και από το γράφημα δεν καθίσταται εμφανής κάποια οριακή τιμή κατωφλιού για το συντελεστή έντασης τάσης K_{th} , εκατέρωθεν της οποίας να μεταβάλλεται η κινητική του φαινομένου και η απόκριση του δεδομένου κραματικού συστήματος σε αυτό το είδος καταπόνησης (Εικόνα 82).

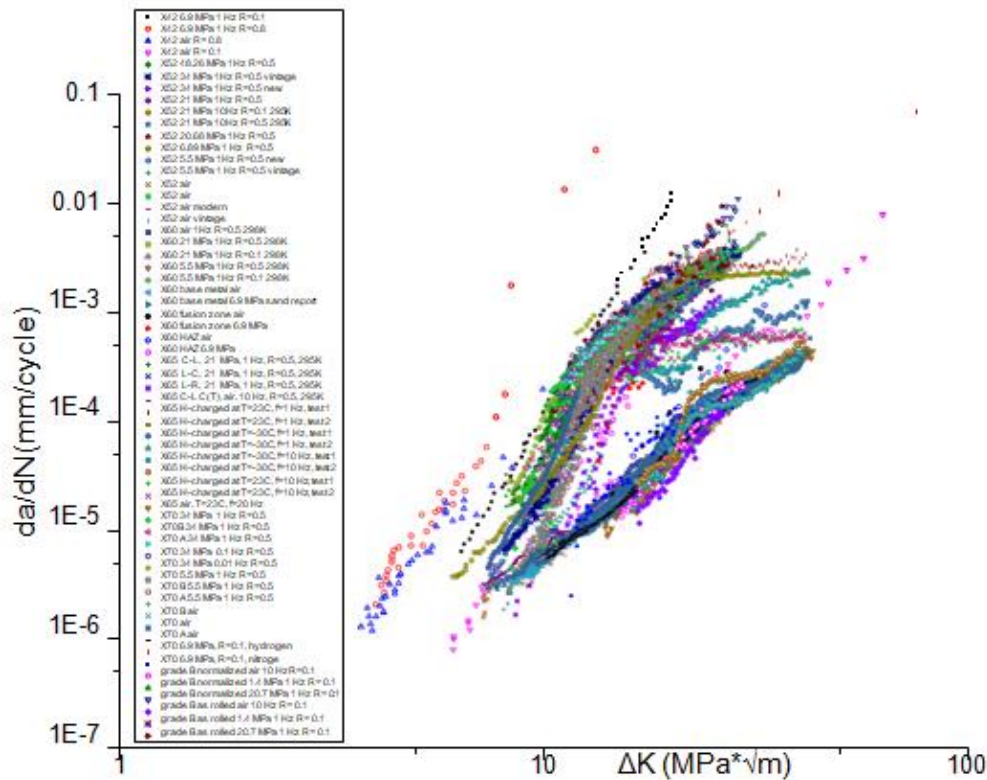


Εικόνα 82: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβα τύπου API Grade B, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, για διάφορα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης συχνότητας της κυκλικής φόρτισης και για λόγο τάσης $R=0.1$

Συμπεράσματα

Συμπερασματικά για να υπάρξει μία ομαδοποίηση και σύνοψη επί των πειραματικών δεδομένων που αφορούν στην επίδραση του ατομικού υδρογόνου ως προς μηχανική απόκριση των χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων (X42, X50, X60, X65, X70 και Grade B) παρατίθεται το ακόλουθο συγκριτικό διάγραμμα. Σε κάθε περίπτωση παρατηρείται ότι η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση FCGR αυξάνεται με εκθετικό ρυθμό σε περιβάλλον υδρογόνου έναντι αυτού που αντιστοιχεί στο περιβάλλον αέρα. Η μικρομηχανιστική απόδοση της ανάπτυξης ρωγμών από κόπωση για όλους τους τύπους χάλυβα API σε χαμηλά πεδία τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK είναι σχεδόν πανομοιότυπη τόσο σε περιβάλλον υδρογόνου όσο και σε περιβάλλον αέρα, ενώ η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου φαίνεται να εξαρτάται κυρίως από τη μερική πίεση του αερίου υδρογόνου, τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης f και το λόγο της τάσης R . Επιπρόσθετα στο συγκεκριμένο περιβάλλον η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής σε συγκολλημένα δοκίμια, λαμβάνει παρεμφερείς τιμές τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης και την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Πιο αναλυτικά, σε ότι αφορά στην επίδραση που έχει το ατομικό υδρογόνο στην συμπεριφορά έναντι κόπωσης σημειώνεται με σαφήνεια ότι με την αύξηση της πίεσης του αερίου υδρογόνου και του λόγου της τάσης, ή με τη μείωση της συχνότητας της κυκλικής φόρτισης η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση αυξάνει σημαντικά. Για το χημικό περιβάλλον του αέρα, η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση είναι παρεμφερής για όλους τους τύπους και δε παρουσιάζει εξάρτηση ούτε από τη συχνότητα της κυκλικής φόρτισης ούτε από το λόγο της τάσης. Τέλος για τιμή του λόγου τάσης $R = 0.8$, οι η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου και περιβάλλον αέρα λαμβάνει παρόμοιες τιμές, όταν ο συντελεστής έντασης τάσης προσεγγίζει την οριακή τιμή κατωφλιού K_{th} .

Συνοπτικά, από τα δεδομένα που παρουσιάζονται στο ακόλουθο γράφημα, μπορεί να διατυπωθεί μια γενικότερη θεώρηση για την εξάρτηση της παραμέτρου FCGR από το πεδίο τιμών του παράγοντα έντασης τάσης για όλους τους τύπους χάλυβα που μελετήθηκαν επισταμένα παραπάνω. Πρόκειται για μια προσέγγιση η οποία μπορεί να λαμβάνεται υπόψη κατά τον σχεδιασμό των κατασκευών, θέτοντας υψηλούς συντελεστές ασφαλείας στο πεδίο των λειτουργικών συνθηκών αφού αναπτύσσεται βάσει των υψηλότερων δυνατών ρυθμών διάδοσης ρωγμών από κόπωση. Ωστόσο, επειδή η ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση για τον χάλυβα X42 με τιμή του λόγου της τάσης $R = 0.8$ αποκλίνει σημαντικά από αυτή των υπολοίπων χαλύβων API, τα δεδομένα του πειράματος για τον χάλυβα X42 παρεμβάλλονται χωριστά (Εικόνα 83).



Εικόνα 83: Πειραματικά δεδομένα της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση για χάλυβες τύπου API 5L, τόσο σε περιβάλλον αέρα όσο και σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, για διάφορα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης συχνότητας της κυκλικής φόρτισης, της πίεσης του αερίου υδρογόνου και του λόγου της τάσης.

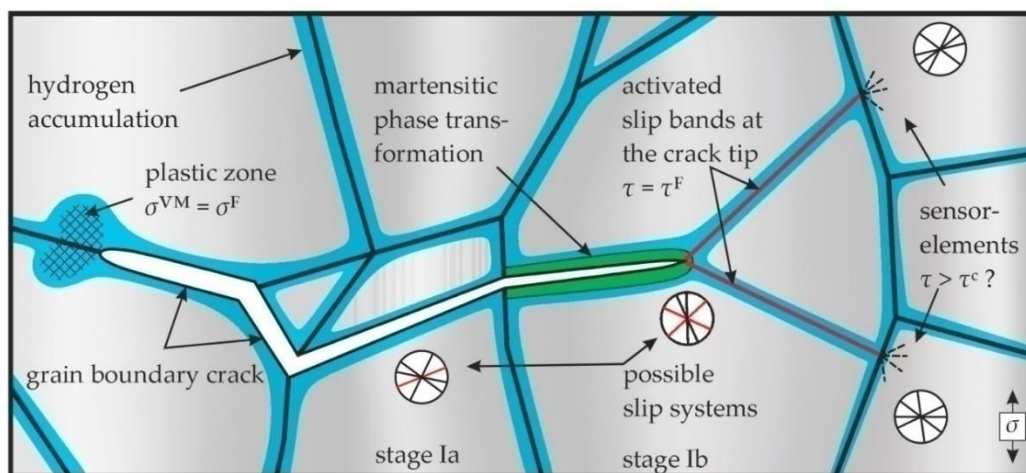
1.10.8 ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΤΗΣ ΠΙΕΣΗΣ ΤΟΥ ΑΕΡΙΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΤΗΝ ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΔΙΑΔΟΣΗΣ ΡΩΓΜΩΝ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ (HYDROGEN ASSISTED FATIGUE CRACK GROWTH – HAFCG)

Οι Zawierucha και Χυδιεξήγαγαν δοκιμές ανάπτυξης ρωγμών λόγω κόπωσης σε χάλυβες σωληνώσεων X65 και X70, με λόγο τάσης $R = 0.1$ για διάφορες συνθήκες πίεσης αερίου υδρογόνου. Κατ' αυτόν το τρόπο προέκυψε η γραφική συσχέτιση μεταξύ της ταχύτητας διάδοσης ρωγμής από κόπωση και της πίεσης του υδρογόνου για μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης $\Delta K = 22 \text{ MPa m}^{0.5}$. Βάσει αυτής, συμπεραίνεται ότι μετά από την αρχική μεγάλη αύξηση του ρυθμού διάδοσης της ρωγμής (FCGR), όταν

η πίεση του υδρογόνου υπερβαίνει τα 1.4 MPa, η ίδια παράμετρος αυξάνεται μόνο κατά 1.5 φορές καθώς η πίεση του υδρογόνου μεταβάλλεται από τα 1.4 MPa στα 20.7 MPa.

Επιπρόσθετα η επίδραση της πίεσης του υδρογόνου διερευνήθηκε και από τον Holbrook, για χάλυβα τύπου X42, όταν η μεταβολή του συντελεστή έντασης τάσης λαμβάνει τιμή $\Delta K = 22 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}^{0.5}$, η αναλογία τάσης R ορίζεται ίση με 0.25 και επιβάλλεται συχνότητα 0.1 Hz. Διαπιστώθηκε λοιπόν ότι ο σχετικός λόγος μεταξύ της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου προς την αντίστοιχη σε περιβάλλον αζώτου, αυξάνεται ακολουθώντας μια πολυωνυμική συνάρτηση δευτέρου βαθμού, σε σχέση με την μερική πίεση υδρογόνου, για πιέσεις από 0 έως 6.9 MPa. Αντίστοιχα οι ερευνητική ομάδα των Nanninga et al έχει αποφανθεί ότι ο περιορισμός του βαθμού εξάρτησης του παράγοντα FCGR από τη μερική πίεση του υδρογόνου μπορεί να προκληθεί από τη μετασταθή χημικοδυναμικά συγκέντρωση του ατομικού υδρογόνου (non – equilibrium chemichodynamical atomic hydrogen concentration) κάτω από τις συνθήκες της κυκλικής φόρτισης. Ο μεγαλύτερος βαθμός εξάρτησης της παραμέτρου FCGR από τη μερική πίεση του υδρογόνου σημειώνεται για περιπτώσεις δοκιμών κόπωσης χαμηλής συχνότητας, εφόσον όμως η συγκέντρωση του ατομικού υδρογόνου στην πλαστικοποιημένη περιοχή βρίσκεται θερμοδυναμικά κοντά στην κατάσταση ισορροπίας (Εικόνα 84).

Αντίστοιχα οι Walter και Chandler αξιολόγησαν την ταχύτητα διάδοσης ρωγμής λόγω κόπωσης, για επιβαλλόμενο εύρος μερικών πιέσεων αερίου υδρογόνου από τα 6.9 MPa έως τα 100 MPa, σε SA-105 Grade II χάλυβα. Διαπιστώθηκε ότι η παράμετρος FCGR αυξήθηκε σημαντικά με την αύξηση της πίεσης, ακολουθώντας μη γραμμική συνάρτηση συσχέτισης. Υπήρξε όμως μια ειδοποιός διαφορά, η οποία αφορά στην ύπαρξη ενός κατωφλίου (threshold) που αντιστοιχεί σε μερική πίεση της τάξης των 69 MPa, πάνω από την οποία (και μέχρι τα 100 MPa) ο ρυθμός αύξησης της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής κρίθηκε ως συνεχώς μειούμενος.



Εικόνα 84: Αλληλεπίδραση μεταξύ των πεδίων πλαστικής ροής του υλικού, των ενεργοποιημένων επιπέδων εύκολης ολίσθησης και του τοποχημικού δυναμικού συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical potential of saturated matrix with atomic hydrogen τ^c) κατά τη διάρκεια της διάδοσης μιας ρωγμής από κόπωση

1.10.9 ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΤΟΥ ΟΡΙΟΥ ΔΙΑΡΡΟΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΣΤΗΝ ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΔΙΑΔΟΣΗΣ ΡΩΓΜΩΝ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (HYDROGEN ASSISTED FATIGUE CRACK GROWTH – HAFCG)

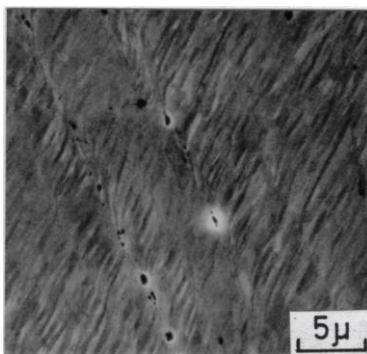
Εκτενής μελέτη για την επίδραση της μικροδομής στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου (HAFCG) έχει διεξαχθεί από τους Cialone και Holbrook για ανθρακομαγνανιούχους χάλυβες. Τα αποτελέσματα αυτής σχετικά με την παράμετρο FCGR έδειξαν ότι η φερριτική μητρική δομή χαρακτηρίζεται από υψηλότερο βαθμό ευαισθησίας – επιδεκτικότητας έναντι της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου σε σύγκριση με την περλιτική δομή, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνεται και από τη μελέτη των θραυσιγενών επιφανειών. Για την αμιγώς φερριτική μητρική δομή, η διάδοση των ρωγμών κόπωσης έλαβε χώρα κατά κύριο λόγο περικρυσταλλικά για χημικό περιβάλλον υδρογόνου, ενώ κρίθηκε ως εξ' ολοκλήρου ενδοκρυσταλλικού τύπου για το χημικό περιβάλλον του αζώτου. Αντιθέτως στην ερευνητική εργασία των Carroll και King που αφορούσε σε χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών με σύσταση C – Mn, δεν παρατηρήθηκε σημαντική διαφορά μεταξύ των ταχυτήτων διάδοσης των ρωγμών για δείγματα με διαφορετική μικροδομή και αντοχή (που είχαν δηλαδή υποβληθεί σε διαφορετικές θερμικές κατεργασίες).

Θα πρέπει ακόμη να σημειωθεί ότι στην πειραματική μελέτη των Cialone και Holbrook, ο HSLA χάλυβας τύπου X70 επέδειξε τα χαμηλότερα επίπεδα τιμών σε ότι αφορά στη ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση σε περιβάλλον υδρογόνου, γεγονός το οποίο αντιβαίνει τα αντίστοιχα αποτελέσματα δοκιμών στατικής φόρτισης σε περιβάλλον υδρογόνου, όπου τα κράματα υψηλότερης αντοχής είναι περισσότερο επιδεκτικά στην εκδήλωση του φαινομένου HE. Για το λόγο αυτό θα πρέπει να διεξαχθούν περισσότερες μελέτες σχετικά με τα διάφορα είδη των χαλύβδινων σωληνώσεων και την τάση που αυτά εμφανίζουν ώστε να αστοχήσουν ψαθυρά υπό την παρουσία του υδρογόνου σε πεδία δυναμικής φόρτισης. Μέχρι στιγμής δεν έχει υπάρξει κάποια εμπειριστατωμένη ερευνητική εργασία, η οποία να συσχετίζει τη μικροδομή και τη μηχανική αντοχή ενός κραματικού συστήματος με την διάδοση ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον υδρογόνου.

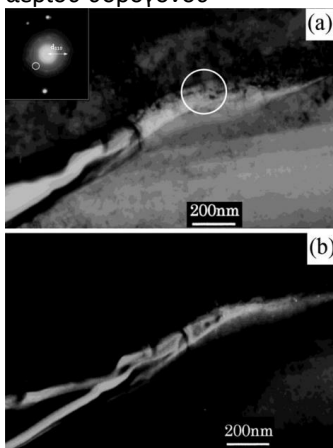
1.10.10 ΑΛΛΕΣ ΜΕΤΑΒΛΗΤΕΣ ΠΟΥ ΕΠΙΔΡΟΥΝ ΣΤΗΝ ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΔΙΑΔΟΣΗΣ ΡΩΓΜΩΝ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (HYDROGEN ASSISTED FATIGUE CRACK GROWTH – HAFCG)

Ο μηχανισμός που συνεισφέρει στο κλείσιμο της απόληξης μιας ρωγμής (crack closure or shielding effect) μπορεί να επηρεάσει σημαντικά την αντίσταση έναντι της διάδοσης ρωγμής από κόπωση των χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων, όταν αυτές λειτουργούν σε περιβάλλον υδρογόνου. Η υπερφόρτιση κατά τη διάρκεια του εφελκυστικού κύκλου θα προκαλέσει καθυστέρηση – πέδηση στη διάδοση ρωγμής από κόπωση εξαιτίας της πλαστικότητας που αναπτύσσεται στο άκρο της ρωγμής. Οι Walter και Chandler παρατήρησαν για τον χάλυβα τύπου ASMESA-105 ότι το φαινόμενο της υπερφόρτισης σε τιμές έως και $1.5 * K_{max}$ δεν επηρέασε την ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης για μελετώμενο περιβάλλον αερίου υδρογόνου και μερική πίεση 103.4 MPa. Αντίθετα διαπιστώθηκε επιβράδυνση της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής, μετά την υπερφόρτιση των δειγμάτων, όταν αυτά υποβλήθηκαν σε δοκιμή εντός χημικού περιβάλλοντος ηλίου (He) με πίεση 34.5 MPa. Συμπεραίνεται λοιπόν η αντίστροφη δράση, ότι δηλαδή η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου επενέργησε παρεμποδιστικά ως προς τη μεταγενέστερη δυνατότητα εκδήλωσης τοπικής πλαστικότητας σε αδρανές περιβάλλον ηλίου.

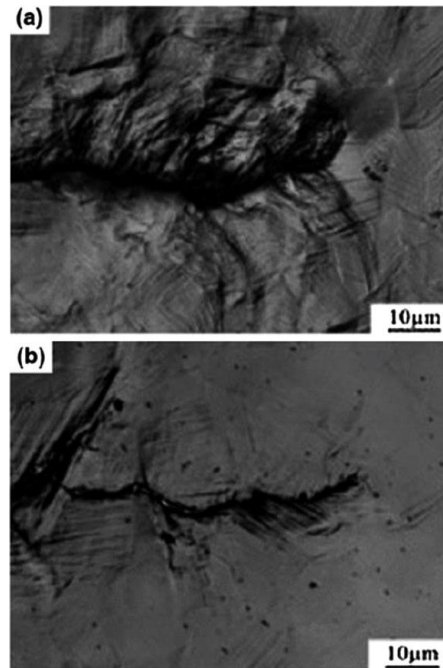
Οι επιδράσεις των αερίων τα οποία αναστέλλουν το φαινόμενο HAFCG μελετήθηκαν και από άλλες ερευνητικές ομάδες ανά τον κόσμο. Ορισμένα αέρια, όπως τα C_2H_4 και O_2 , φαίνεται να παρεμποδίζουν σε υψηλό βαθμό την εκδήλωση του προαναφερθέντος φαινομένου, καθώς δημιουργούν ημι-σταθερούς δεσμούς (semistable bonds) με το σίδηρο στην επιφάνεια του μετάλλου (λόγω της περιορισμένης χημικής συγγένειας με αυτόν). Άλλα αέρια, όπως το CH_4 , το H_2S , το φυσικό αέριο, μπορεί είτε να αυξήσουν τη ταχύτητα διάδοσης της ρωγμής από κόπωση, είτε να μην έχουν καμία επιρροή ως προς αυτήν (Εκόνες 85 - 88). Οι μελέτες των αερίων που λειτουργούν ανασταλτικά ως προς το ψαθυροποιητικό αυτό φαινόμενο κρίνονται ως ιδιαίτερα ελπιδοφόρες, θέτοντας όμως άμεσα την απαίτηση να αντιμετωπισθούν τα ζητήματα ασφάλειας που ανακύπτουν, καθώς μερικά από τα αέρια αυτά μπορεί να είναι εύφλεκτα και οι επιφανειακές ακαθαρσίες που δημιουργούνται να έχουν επιζήμια αποτελέσματα στην απόδοση των κυψελών αποθήκευσης καυσίμου υδρογόνου. Τέλος ακόμη και οι διαδικασίες φιλτραρίσματος θα πρέπει να λαμβάνονται υπόψη όταν απαιτείται υδρογόνο υψηλής καθαρότητας για συγκεκριμένη εφαρμογή.



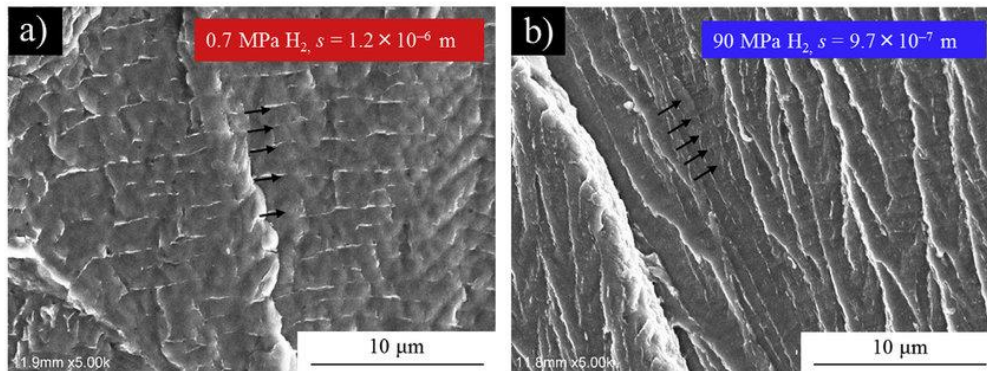
Εικόνα 85: Ανάπτυξη συστοιχίας μικροκενών παράλληλα σε ζώνες πλαστικής παραμόρφωσης (deformation bands) για δοκίμιο χονδροκρυσταλλικού σιδήρου, το οποίο έχει υποβληθεί σε μονοαξονική εφελκυστική φόρτιση υπό την ταυτόχρονη παροχέτευση πίεσης αερίου υδρογόνου



Εικόνα 86: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης σε ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου (Bright Field HRTEM) όπου παρατηρείται η διαδιδόμενη ρωγμή λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου για ένα φερριτομπαϊνιτικό χάλυβα.



Εικόνα 87: Παραμόρφωση μέσω ολίσθησης (slip deformation bands) πλευρικά μιας ασταθώς διαδιδόμενης ρωγμής λόγω κόπωσης σε ωστενιτικό ανοξείδωτο χάλυβα (a) περιβάλλον αέρα και (b) περιβάλλον αερίου υδρογόνου περιεκτικότητας 47.2 ppm



Εικόνα 88: Ανάπτυξη μικροραβδώσεων και προσδιορισμός του μέσου πλάτους αυτών στην επιφάνεια θραύσης ενός φερριτοπερλιτικού χάλυβα με ζωνώδη δομή (banded structure), έπειτα από υψίσυχη κυκλική καταπόνηση σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου ((a) 0.7 MPa και (b) 90 MPa)

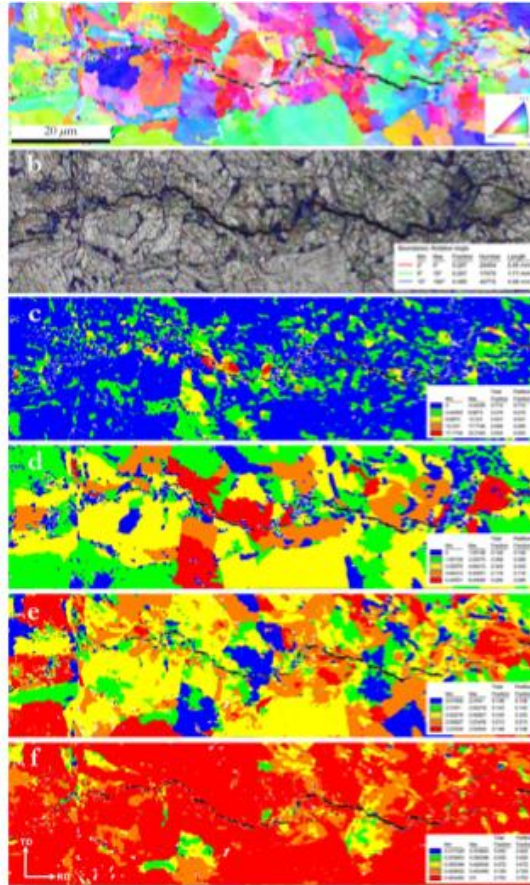
Στη συνέχεια παρατίθεται συναφές δημοσιευμένο ερευνητικό έργο που αφορά στους τρόπους αντιμετώπισης του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου κατά τη διάρκεια κοπτικής καταπόνησης σε σωλήνες μεταφοράς αέριων υδρογονανθράκων. Τους κυριότερους εξ' αυτών αποτελούν η στοχευμένη ανάπτυξη του κρυσταλλογραφικού ιστού διαμόρφωσης (texture design), η ελεγχόμενη διεξαγωγή της ακολουθίας μετασχηματισμού των φάσεων (sequence of phase transformation), η ανάπτυξη νανοκρυσταλλικών καθοδικών επιστρωμάτων με υπερυδροφικές ιδιότητες (superhydrophobic structure) και την ικανότητα της αυτοίωσης (self – healing effect) καθώς και η επιφανειακή τροποποίηση (αμορφοποίηση) των κραματικών συστημάτων μέσω των τεχνικών plasma cladding και laser cladding.

1.11 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΕΠΙ ΤΩΝ ΠΑΡΑΓΟΝΤΩΝ ΠΟΥ ΕΝΙΣΧΥΟΥΝ ΤΗΝ ΑΝΤΙΜΕΤΩΠΙΣΗ ΤΟΥ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟΥ ΤΗΣ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΣΗΣ ΛΟΓΩ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΚΑΤΑ ΤΗ ΔΙΑΡΚΕΙΑ ΚΟΠΩΤΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΕ ΣΩΛΗΝΕΣ ΜΕΤΑΦΟΡΑΣ ΑΕΡΙΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΑΝΘΡΑΚΩΝ

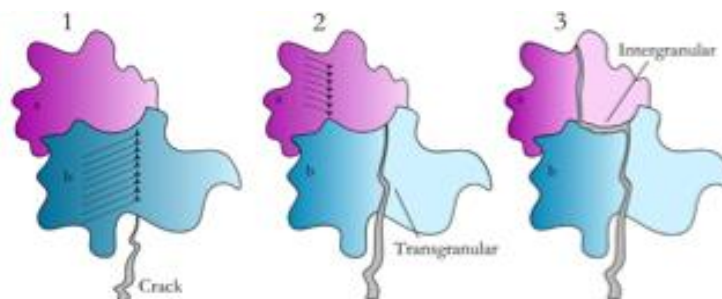
- Μελέτη επίδρασης του κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού και του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης στην ανάπτυξη ρωγμών λόγω κόπωσης για συγκολλημένους χάλυβες υψηλής αντοχής [306]

Στην παρούσα μελέτη χρησιμοποιήθηκε η Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων) για την κινηματική μελέτη της εξέλιξης ρωγμής λόγω κόπωσης, σε συγκολλημένα δοκίμια χάλυβα υψηλής αντοχής, τα οποία είχαν υποβληθεί σε κυκλική καταπόνηση. Τρεις διαφορετικές περιοχές κατά τη διάρκεια της εκδήλωσης της ρωγμάτωσης διερευνήθηκαν επισταμένα: η απόληξη της ρωγμής (crack tip), το σημείο έναρξης της ρωγμής (crack initiation point) καθώς και η 'πορεία διάδοσης' αυτής (crack path trajectory). Επιπρόσθετα εξήχθησαν οι συντελεστές Taylor και Schmid με τη βοήθεια της αναλυτικής τεχνικής EBSD, ενώ ακόμη προτάθηκαν οι επικρατέστεροι μικρομηχανισμοί ανάπτυξης του φαινομένου της ρωγμάτωσης βάσει της τοπικής πλαστικότητας του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (local plasticity properties). Η τελευταία προσεγγίστηκε υπό το πρίσμα των ικανότητας περιστροφής των κρυστάλλων (lattice rotation) και της γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ αυτών (misorientation angle distribution factor).

Η μικροδομική μελέτη περιμετρικά της απόληξης της ρωγμής καθώς και κατά μήκος της πορείας διάδοσης αυτής έδειξε ότι παρά το γεγονός ότι η κρίσιμη αναλυόμενη διατμητική τάση ολίσθησης (τ_{crss}) χαρακτηρίζεται τοπικά από χαμηλές τιμές, η περιορισμένη ικανότητα πλαστικής παραμόρφωσης της δεδομένης περιοχής λόγω της αυξημένης πυκνότητας των διαταραχών μπορεί να οδηγήσει σε ακινητοποίηση αυτών και να προκαλέσει την ολική αστοχία. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε ότι η ρωγμή λόγω κόπωσης αναπτύσσεται διακρυσταλλικά (transgranularly), ενώ τουλάχιστον μία επιφάνεια πλευρικά της ρωγμής παρουσιάζει περιστροφή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με τιμές της ισοδύναμης τάσης που αιτιολογούν την χαλάρωση του ελαστικού πεδίου των τάσεων μετά τη θραύση (relaxation of elastic stress field) (Εικόνες 89 - 90). Τέλος η έναρξη της διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης φαίνεται να ελέγχεται κυρίως από έναν ενδοκρυσταλλικό μηχανισμό, ο οποίος λαμβάνει χώρα υπό το καθεστώς της κυκλικής καταπόνησης. Με βάση αυτόν το μηχανισμό τα δευτερογενή συστήματα ολίσθησης τύπου (123) και (111) τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης διεξάγεται το φαινόμενο μικροολίσθησης (microsliding effect) και αναπτύσσονται πεδία μικροπλαστικής παραμόρφωσης (microplasticity train fields).



Εικόνα 89: Απόδοση της πορείας διάδοσης της θραύσης (crack path trajectory) μέσω (a) των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών, (b) της χαρτογράφησης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών, (c) της σχετικής μεταβολής μεταξύ των κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών (grain reference orientation map), (d) της κατανομής των συντελεστών Schmid και (e) της κατανομής του παράγοντα Taylor



Εικόνα 90: Μικροσκοπική απόδοση των μηχανισμών που λαμβάνουν χώρα κατά τη διάδοση ρωγμής από κόπωση με ιδιαίτερη έμφαση στην περιστροφή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (lattice rotation). Ιδιαίτερα ευκρινής καθίσταται η διαβαθμισμένη ένταση της περιστροφής των πλεγμάτων σε τοπική κλίμακα (lattice rotation gradient), η οποία οδηγεί και στη τελική αστοχία λόγω κόπωσης.

Με βάση τα αποτελέσματα της προαναφερθείσας έρευνας, εξάγεται το συμπέρασμα ότι ο προσανατολισμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος διαδραματίζει ιδιαίτερα σημαντικό ρόλο στην έναρξη και στην ανάπτυξη της κύριας ρωγμής λόγω κόπωσης υπό συνθήκες μικτού τύπου φόρτισης (mixed loading conditions). Ενδογενή χαρακτηριστικά της δομής, όπως αποτελεί το πεδίο των παραμενουσών τάσεων έπειτα από τη διεξαγωγή διεργασιών συγκόλλησης, κρίνεται ότι επηρεάζουν έμμεσα τη διάρκεια ζωής σε κόπωση, ενώ κυρίαρχη επίδραση φαίνεται να έχει η κατά τόπους διαφοροποίηση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ολίσθησης λόγω περιστροφής του κρυσταλλογραφικού πλέγματος.

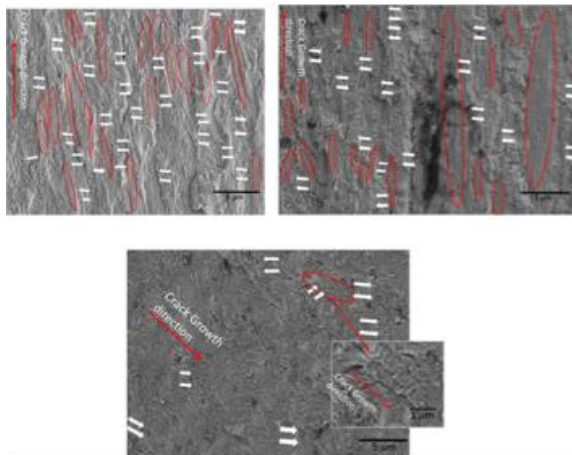
Τα συμπεράσματα μπορούν να συνοψιστούν ως ακολούθως:

1. Τα κατασκευαστικά στοιχεία τα οποία υποβάλλονται σε πλαστικού τύπου φόρτιση (plastic loading) υφίστανται το φαινόμενο της διαρροής σε εκτεταμένη κλίμακα περιμετρικά του άκρου της ρωγμής, με αποτέλεσμα την ενεργοποίηση πληθώρας κρυσταλλογραφικών επιπέδων ολίσθησης. Ωστόσο, σύμφωνα με τις προηγηθείσες παρατηρήσεις, η πλαστική παραμόρφωση ενός κόκκου λαμβάνει χώρα κυρίως όταν το κρυσταλλογραφικό πλέγμα αυτού είναι ευνοϊκά προσανατολισμένο, με τρόπο ώστε να μην παρουσιάζει υψηλή αντίσταση ως προς την υπέρβαση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης. Διαφορετικά, η περιστροφή των επιμέρους κρυστάλλων μπορεί να συνεχιστεί έως ότου ο συνολικός προσανατολισμός του κόκκου να ταυτιστεί με τον ευνοϊκότερο προσανατολισμό. Οι κόκκοι με μεγάλη διακύμανση ως προς τα προτιμητέα κρυσταλλογραφικά επίπεδα ολίσθησης χαρακτηρίζονται ως ιδιαίτερα επιρρεπείς έναντι διακρυσταλλικής ρωγμάτωσης, ενώ η κατανομή του εντατικού πεδίου καθορίζει και τον βαθμό επιρροής που έχει η τρίτη διάσταση των κόκκων ως προς τον παραπάνω μηχανισμό.
2. Παρατηρήθηκε επίσης ότι ο συνδυασμός της τοπικής περιστροφής του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και της ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης, σε διαφορετικά σημεία της μητρικής δομής, επιδρά καταλυτικά στη διαμόρφωση της πορείας διάδοσης της ρωγμής. Η παραπάνω προσέγγιση πραγματοποιείται μέσω της σύγκρισης των παραγόντων Taylor και Schmid, οι οποίοι υπολογίζονται με βάση την χωρική κατανομή των ατομικών επιπέδων (spatial positioning of the atomic planes).
3. Η μελέτη της πορείας διάδοσης των ρωγμών λόγω κόπωσης στη ζώνη τήξης του συγκολλημένου μετάλλου έδειξε ότι η κατεύθυνση η οποία χαρακτηρίζεται από την υψηλότερη διαβάθμιση του θερμοκρασιακού πεδίου (the maximum heat gradient direction) έχει άμεση συσχέτιση με την πορεία διάδοσης της θραύσης.
4. Με βάση τις διερευνηθείσες θέσεις έναρξης της αστοχίας, παρατηρείται ότι η διακρυσταλλική ρωγμάτωση μπορεί να αποτελέσει την πηγή δημιουργίας δευτερογενών ρωγμών κόπωσης υπό τις δεδομένες συνθήκες φόρτισης. Η παραπάνω θέση βρίσκεται σε απόλυτη συμφωνία με γνωστούς μηχανισμούς εισχώρησης και εξώθησης των κρυσταλλογραφικών επιπέδων κατά τη διάρκεια ανάπτυξης των ρωγμών λόγω κόπωσης (intrusion and extrusion mechanism of crystallographic planes during crack initiation).
5. Με βάση τους χάρτες κατανομής των ορίων των κόκκων, παρατηρήθηκε ότι τα όρια κόκκων με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high angle grain boundaries) διαδραματίζουν ενεργό ρόλο στη θραύση λόγω κόπωσης. Τα όρια κόκκων υψηλής γωνίας

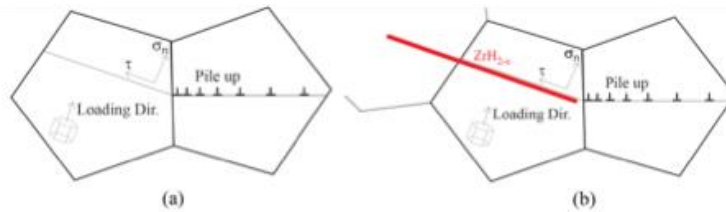
συμμετέχουν με υψηλά ποσοστά επιφανειακής κάλυψης σε περιοχές που γειτνιάζουν άμεσα με τη ρωγμή, όπως αποτελεί η περιοχή της απόληξης της ρωγμής καθώς και η πορεία διάδοσης αυτής. Τέλος είναι πιθανή και η παρατήρηση ορίων κόκκων με χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων σε ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες θραύσης, η οποία σχετίζεται με την ευκολία μετακίνησης των διαταραχών και οδηγεί στη δημιουργία υποορίων κόκκων (sub-grain boundaries).

➤ **Μελέτη επίδρασης του κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού και της ανάπτυξης υδριδίων στην ταχύτητα διάδοσης ρωγμής από κόπωση σε κράμα Fe-2.5 wt% Nb [307]**

Η ταχύτητα διάδοσης ρωγμής λόγω κόπωσης σε ψυχρά κατεργασμένο και αποτακτικώς ανοπτημένο κράμα Fe-2.5 Nb (Stress Relieved) μελετήθηκε τόσο στον διαμήκη άξονα της έλασης όσο και εγκάρσια σε αυτόν, υπό την παρουσία υδριδίων, για θερμοκρασία περιβάλλοντος και λόγο τάσης $R = 0$. Όταν η κοπωτική φόρτιση επιβλήθηκε εγκάρσια ως προς τον άξονα της ψυχρής έλασης, παρατηρήθηκε η δημιουργία συγκεντρικών καμπυλών επί της επιφανείας θραύσης (beach mark facets) ενώ ταυτόχρονα καταγράφησαν πολύ υψηλές τιμές αναφορικά με την οριακή τιμή της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK_{th} . Αντίθετα όταν η κυκλική φόρτιση επιβλήθηκε παράλληλα στο διαμήκη άξονα της ψυχρής έλασης, δεν παρατηρήθηκε η δημιουργία συγκεντρικών καμπυλών, ενώ ταυτόχρονα σημειώθηκε και η χαμηλότερη οριακή τιμή της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK_{th} . Σε αντιδιαστολή με όλες τις προηγούμενες παρατηρήσεις, τα δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική φόρτιση σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, όταν υποβλήθηκαν σε κόπωση με εφαρμοζόμενο φορτίο εγκάρσια στον άξονα της ψυχρής έλασης, απέδωσαν τη χαμηλότερη τιμή της παραμέτρου ΔK_{th} και η επιφάνεια θραύσης τους χαρακτηρίστηκε από ισχυρό τοπογραφικό ανάγλυφο, με έντονη πύκνωση των ψαθυροποιητικών σχηματισμών που έχουν μορφολογία ημικυκλικών μετώπων. Τέλος ο μικρογραφικός ιστός φάνηκε να επιδρά άμεσα στην ταχύτητα διάδοσης των ρωγμών λόγω κόπωσης μόνο για χαμηλά πεδία τιμών της παραμέτρου ΔK , ενώ η επίδραση αυτή σχεδόν μηδενίστηκε για τα υψηλότερα πεδία τιμών της παραμέτρου ΔK (Εικόνες 91 - 92).



Εικόνα 91: Θραυσίγενής επιφάνεια από ολιγοκυκλική κόπωση όπου παρατηρείται η διάδοση της κύριας ρωγμής μέσω ολίσθησης των πλεγματικών επιπέδων (sliding of crystallographic planes) καθώς και η ανάπτυξη μικροραβδώσεων (striations)



Εικόνα 92: (a) Αγκύρωση των διαταραχών σε κόκκους με χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (dislocation pile – up at soft grain interphases) και (b) ανάπτυξη μικρορωγματώσεων περιμετρικά της θέσης πυρηνοποίησης ενός υδριδίου λόγω της τοπικής υπέρβασης του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης

Συμπεράσματα

Όπως ήδη αναφέρθηκε αυτή η ερευνητική εργασία μελέτησε την ανάπτυξη ρωγμών λόγω κόπωσης στο κραματικό σύστημα Fe-2.5Nb. Η επίδραση του κρυσταλλογραφικού προσανατολισμού και της ανάπτυξης των υδριδίων στην αντίσταση διάδοσης μιας ρωγμής λόγω κόπωσης σχετίζεται με τα ακόλουθα στοιχεία:

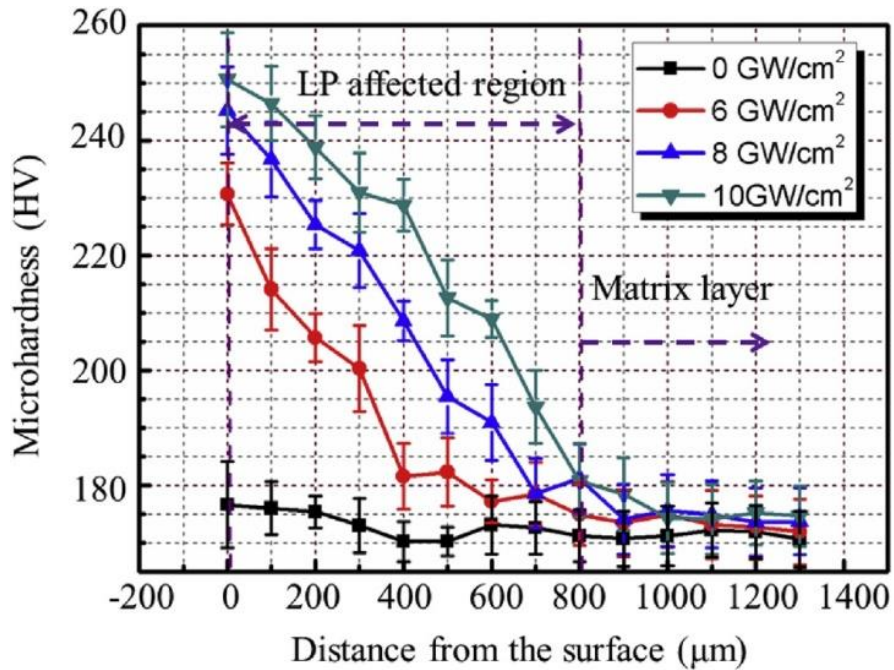
1. Ο ρυθμός διάδοσης της ρωγμής λόγω κόπωσης στο Περιοχή II (Περιοχή Paris) δεν επέδειξε καμία ευαισθησία ως προς τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και την ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων.
2. Αντίθετα ο ρυθμός διάδοσης της ρωγμής, για τιμές της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK οριακά κοντά στην τιμή ΔK_{th} , φάνηκε να παρουσιάζει ισχυρή εξάρτηση από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό καθώς και το σχηματισμό ομάδων φάσεων υδριδίων.
3. Τα δείγματα τα οποία είχαν υποβληθεί σε κυκλική φόρτιση εγκάρσια ως προς το διαμήκη άξονα της έλασης και η διάδοση της ρωγμής είχε πραγματοποιηθεί παράλληλα στον άξονα αυτό χαρακτηρίστηκαν από την ανάπτυξη ημικυκλικών μετώπων διάδοσης της ρωγμής για το χαμηλότερο πεδίο τιμών της μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης ΔK . Τα μέτωπα αυτά φάνηκε να αναπτύσσονται υπό γωνία 45° ως προς τα προτιμητέα κρυσταλλογραφικά επίπεδα ολίσθησης (τα οποία χαρακτηρίζονται από τη χαμηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης)
4. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε τόσο διακρυσταλλική όσο και περικρυσταλλική ανάπτυξη ρωγμών για το χαμηλότερο πεδίο τιμών της παραμέτρου ΔK , ενώ ταυτόχρονα η μέση απόσταση μεταξύ των διαδοχικών μετώπων διάδοσης της θραύσης χαρακτηρίστηκε ως ιδιαίτερα μικρή (inter – facet distance).
5. Τα ίδια δείγματα έπειτα από την καθοδική τους φόρτιση και αφού είχε αναπτυχθεί υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής υδριδίων (TL-H) φάνηκε να παρουσιάζουν τα χαμηλότερα επίπεδα τιμών της παραμέτρου ΔK_{th} καθώς και μικρή απόσταση μεταξύ των συγκεντρικών καμπυλών με ισχυρό τοπογραφικό ανάγλυφο στην επιφάνεια θραύσης. Τέλος ταχτοποιήθηκε μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS και της αναλυτικής τεχνικής EBSD, ότι σημείο έναρξης των συγκεντρικών καμπυλών αποτέλεσε μια τοπολογία πυρηνοποίησης και ανάπτυξης υδριδίων (nucleation site of hydride formation).
6. Σε σύγκριση με τα προηγούμενα δείγματα, τα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε κυκλική φόρτιση παράλληλα στο διαμήκη άξονα της έλασης και η διάδοση της ρωγμής είχε

πραγματοποιηθεί εγκάρσια ως προς τον άξονα αυτόν, χαρακτηρίστηκαν από χαμηλότερα πεδία τιμών της παραμέτρου ΔK_{th} , ενώ οι κόκκοι συμμετείχαν ενεργά στην περιστροφή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (lattice rotation).

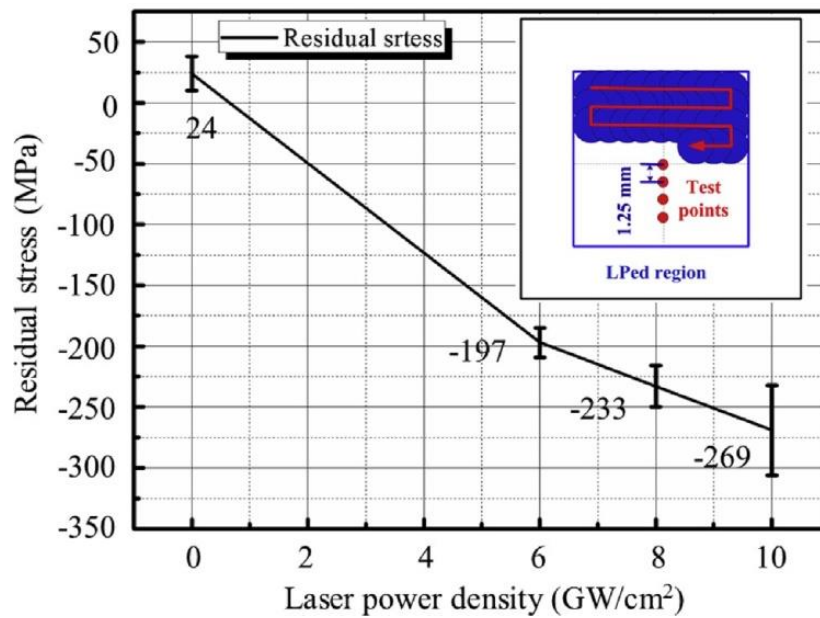
- **Μελέτη αύξησης της αντίστασης έναντι θραύσης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε έναν ωστενιτικό ανοξείδωτο χάλυβα AISI 316L που έχει υποβληθεί σε επιφανειακή τροποποίηση μέσω laser για διάφορες πυκνότητες έντασης ρεύματος (laser peening) [308]**

Στην παρούσα ερευνητική εργασία μελετήθηκε η μεταβολή του μικρογραφικού ιστού ανάπτυξης σε δοκίμια ανοξείδωτου χάλυβα AISI 316L, έπειτα από την επιφανειακή τροποποίησή τους με λέιζερ, μέσω χρήσης Οπτικής Μικροσκοπίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης. Τα παραπάνω αποτελέσματα συσχετίστηκαν ποιοτικά με την αντίσταση που επιδεικνύει το δεδομένο μεταλλουργικό σύστημα ως προς τη διάδοση ρωγμής λόγω κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου. Ακόμη προσδιορίστηκε η μεταβολή της μικροσκληρότητας συναρτήσεως της απόστασης από την επιφάνεια του μεταλλικού υλικού καθώς και η κατανομή του πεδίου των θλιπτικών παραμενουσών τάσεων στην επιφάνεια του υλικού για κάθε διαφορετική τιμή επιβαλλόμενης πυκνότητας ισχύος κατά τη διάρκεια της κατεργασίας με λέιζερ. Επιπρόσθετα διεξήχθησαν δοκιμές εφελκυστικής φόρτισης, χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης, στα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου και μελετήθηκαν επισταμένα οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης καθώς και η μορφολογία των επιφανειών θραύσης. Τα παραπάνω αποτελέσματα απέδωσαν ότι η επιφανειακή τροποποίηση με λέιζερ προκάλεσε εκλέπτυνση των κόκκων, με τη μέγιστη μείωση της μέσης διαμέτρου να λαμβάνει τιμή ίση με 56.18% και να σημειώνεται για επιβαλλόμενη πυκνότητα ισχύος της τάξης των 10 GW/cm² (Εικόνες 93 – 95).

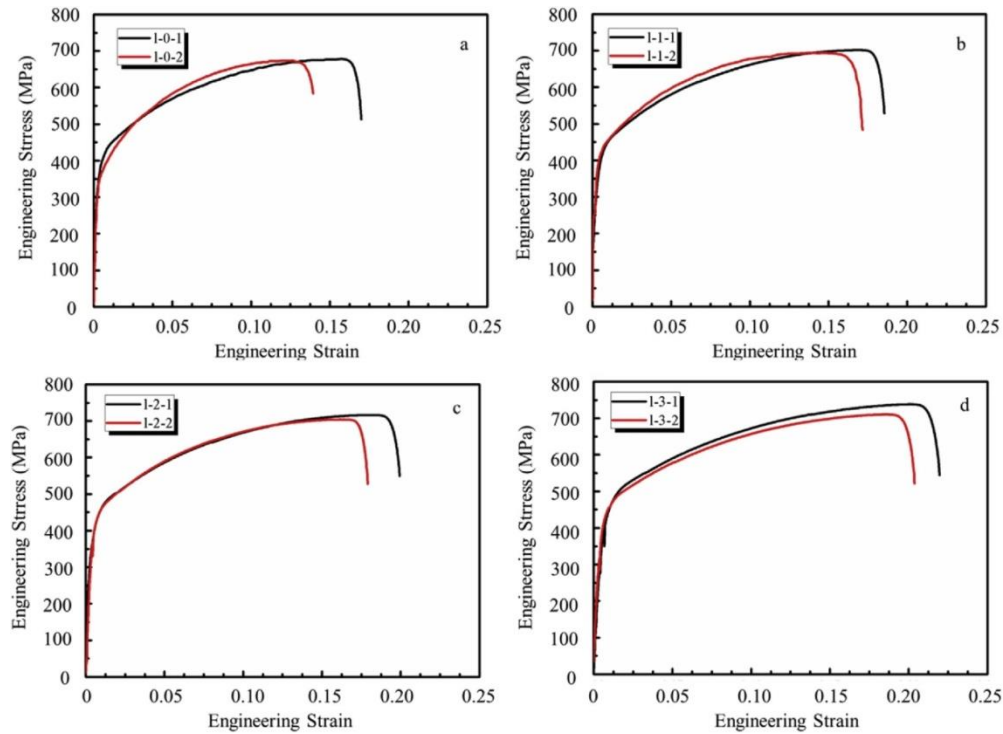
Επιπρόσθετα η αντίσταση έναντι της διάδοσης ρωγμής από κόπωση στη μεταλλική επιφάνεια όταν αυτή βρίσκεται σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου φάνηκε να αυξάνει μονότονα αλλά μη γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα ισχύος κατά τη διάρκεια της κατεργασίας με λέιζερ, μέχρις ότου αυτή να λάβει μια οριακή κρίσιμη τιμή (threshold value). Επίσης σε επίπεδο μικροσκοπικής κλίμακας για τα δείγματα τα οποία είχαν υποστεί επιφανειακή κατεργασία LaserPeening, παρατηρήθηκε ανάπτυξη περιπεπλεγμένων δικτύων διαταραχών (dislocationentanglement) σε σχήμα U, τα οποία είναι γνωστό ότι λειτουργούν ως παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου (Εικόνα 96). Εν γένει τα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε επιφανειακή τροποποίηση μέσω της κατεργασίας LP παρουσίασαν υψηλότερη δυσθραυστότητα έπειτα από την καθοδική φόρτισή τους σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου και μικρότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης των ψαθυροποιητικών σχηματισμών επί των θραυσιγενών επιφανειών. Κατά συνέπεια η εκλέπτυνση των κόκκων στις επιφανειακές στιβάδες του υλικού μέσω της κατεργασίας λέιζερ πιστεύεται ότι αποτελεί έναν από τους κυριότερους παράγοντες οι οποίοι θα μπορούσαν να συμβάλλουν παρεμπόδιση της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Εικόνα 97). Κατ' αυτόν τον τρόπο πιστεύεται ότι η παραπάνω διεργασία θα μπορούσε να οδηγήσει σε σημαντική μείωση του βαθμού ευαισθησίας ως προς την εκδήλωση των φαινομένων ψαθυροποίησης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, για τον ανοξείδωτο χάλυβα τύπου AISI 316L.



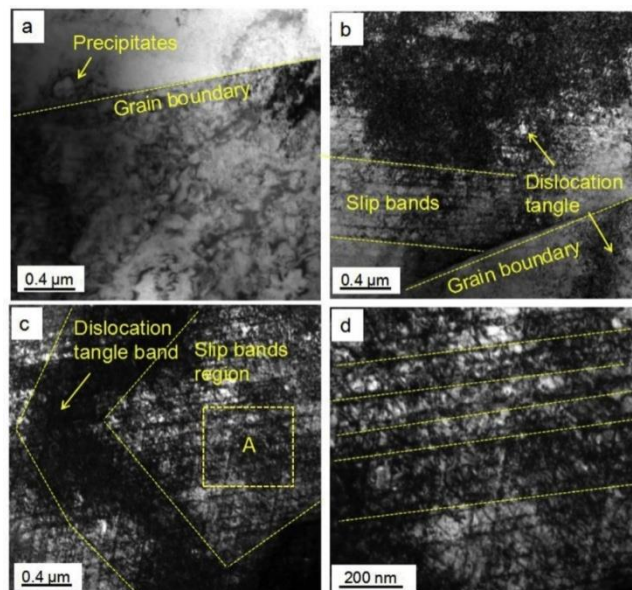
Εικόνα 93: Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων στην κάθετη τομή δοκιμίων τα οποία έχουν υποβληθεί σε επιφανειακή κατεργασία τροποποίησης μέσω laser για διαφορετικές τιμές της πυκνότητας έντασης ισχύος



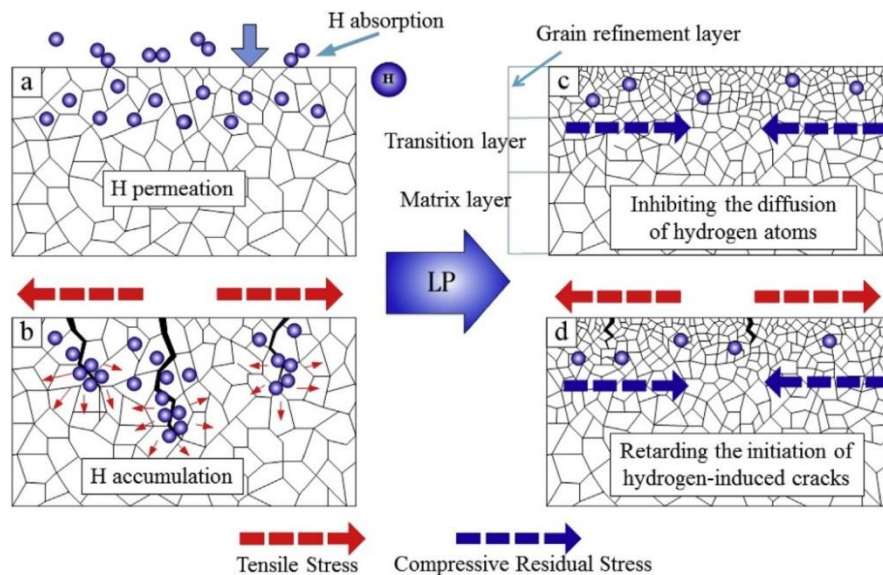
Εικόνα 94: Επιφανειακή κατανομή του πεδίου των παραμενουσών τάσεων μετά την κατεργασία των δοκιμίων με χρήση δέσμης laser για όλες τις διαφορετικές τιμές επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ισχύος



Εικόνα 95: Καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης τόσο πριν όσο και έπειτα από την καθοδική φόρτιση των δοκιμών σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου, ενώ αυτά είχαν υποστεί προγενέστερη επιφανειακή κατεργασία με δέσμη laser για πυκνότητες έντασης ισχύος της τάξης των: (a) 0 GW/cm², (b) 6 GW/cm², (c) 8 GW/cm² και (d) 10 GW/cm².



Εικόνα 96: Τυπικές εικόνες σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου από Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Διερχόμενης Δέσμης (Dark Field HRTEM) σε δοκίμια που έχουν υποστεί επιφανειακή τροποποίηση με δέσμη laser και για πυκνότητες έντασης ισχύος: (a) 0 GW/cm², (b) 6 GW/cm², (c) 8 GW/cm² και (d) 10 GW/cm²



Εικόνα 97: Σχηματική απόδοση του μηχανισμού που λειτουργεί παρεμποδιστικά ως προς την εκδήλωση του φαινομένου HIC, σε δοκίμια τα οποία έχουν κατεργασθεί επιφανειακά με laser (a) διείσδυση ατομικού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες μη κατεργασμένου δοκιμίου με δέσμη laser, (b) διάδοση ρωγμής λόγω διάχυσης υδρογόνου σε μη κατεργασμένο υλικό με δέσμη laser, (c) παρεμπόδιση της διείσδυσης ατομικού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες ενός κατεργασμένου δοκιμίου με δέσμη laser, (d) επιβράδυνση της εκδήλωσης ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε επιφανειακά κατεργασμένο δοκίμιο με δέσμη laser.

Συμπεράσματα

Η παρούσα ερευνητική μελέτη εστίασε όπως ήδη έχει αναφερθεί στην επίδραση που έχει η πυκνότητα ισχύος του λέιζερ ως προς την ανάπτυξη της μικροδομής (μέσο μέγεθος κόκκων, φάσεις και μικρογραφικά συστατικά) και την αντίσταση έναντι διάδοσης μιας ρωγμής κόπωσης σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου για ωστενιτικό ανοξείδωτο χάλυβα τύπου AISI 316L. Τα συμπεράσματα που προέκυψαν είναι τα εξής:

1. Η υψηλότερη πυκνότητα ισχύος του λέιζερ οδηγεί σε ισχυρότερη εκλέπτυνση των κόκκων, δημιουργώντας μια πυκνή επιφανειακή στιβάδα η οποία εμποδίζει ενεργά τη διείσδυση και τη διάχυση των ατόμων υδρογόνου στο εσωτερικό του μετάλλου. Η εκλέπτυνση του μέσου μεγέθους των κόκκων μεταβάλλει ουσιαστικά τη διάταξη των καναλιών μέσω των οποίων μεταναστεύει το ατομικό υδρογόνο (channels of hydrogen migration), οδηγώντας σε σημαντική πτώση του ρυθμού διάχυσης αυτών εντός της μητρικής περιοχής (diffusivity rate).
2. Στην επιφάνεια των δειγμάτων τα οποία έχουν υποβληθεί σε κατεργασία λέιζερ με την υψηλότερη πυκνότητα ισχύος παρατηρείται η ανάπτυξη περιπεπλεγμένων δικτύων διαταραχών, οι οποίες αποτελούν μη αντιστρεπτού τύπου παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, μεταβάλλοντας έτσι τόσο το ρυθμό διάχυσης όσο και τη διαλυτότητα του υδρογόνου μέσα στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του υλικού.
3. Για πυκνότητα ισχύος λέιζερ της τάξης των $10 \text{ GW} / \text{cm}^2$, επιβεβαιώθηκε η μείωση του πεδίου της τάσης περιμετρικά της απόληξης της ρωγμής, η οποία είχε δημιουργηθεί λόγω της διάχυσης του υδρογόνου (HIC), με αποτέλεσμα τη μείωση των αποστάσεων μεταξύ των επιπέδων ολίσθησης του

κρυσταλλογραφικού πλέγματος (inter – slip spacing) και την καταστολή του φαινομένου της μετανάστευσης των ιόντων υδρογόνου σε αυτό. Επιπρόσθετα ο μικρομηχανισμός που αφορά στο κλείσιμο του άκρου της ρωγμής (crack tip blunting effect) και ο οποίος φαίνεται να ενεργοποιείται στην περίπτωση αυτή, κρίνεται ότι αποτελεί έναν άλλο σημαντικό παράγοντα που σχετίζεται με την αναστολή της εκκίνησης της ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου.

4. Η μέγιστη εφελκυστική αντοχή, η επιμήκυνση, καθώς και η ικανότητα απορρόφησης ενέργειας κατά την κρούση (δυσθραυστότητα) βελτιώνονται αισθητά καθώς αυξάνεται η επιβαλλόμενη πυκνότητα ισχύος του λέιζερ. Οι επιφάνειες θραύσης χαρακτηρίζονται στην περίπτωση αυτή από βαθύτερους και περισσότερο ομοιόμορφα κατανεμημένους κρατήρες, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνει ότι η κατεργασία LP οδηγεί σε σαφή μείωση της ευαισθησίας που αυτά επιδεικνύουν ως προς την εκδήλωση του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου (HE).

1.12 ΜΕΛΕΤΗ ΦΑΙΝΟΜΕΝΟΥ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΣΗΣ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΕ ΚΡΑΜΑΤΙΚΑ ΣΥΣΤΗΜΑΤΑ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ

Η διαλυτότητα του υδρογόνου σε καθαρό πολυκρυσταλλικό δοκίμιο αλουμινίου είναι γνωστό ότι κυμαίνεται σε σχετικά χαμηλά ποσοστά. Σε θερμοκρασία δωματίου, έχει αναφερθεί ότι η τιμή αυτής είναι περίπου ίση με $15 \times 10^{-12} \% \text{ at}$. Επίσης η διαλυτότητα του υδρογόνου στο σημείο τήξης του αλουμινίου λαμβάνει τιμές της τάξης των $10^{-6} \% \text{ at}$ και παρατηρείται να μειώνεται απότομα με την πτώση της θερμοκρασίας. Επιπρόσθετα το υδρογόνο καταλαμβάνει τόσο τις οκταεδρικές όσο και τις τετραεδρικές θέσεις παρεμβολής προκαλώντας τη διαστολή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του αλουμινίου καθώς και την ανάπτυξη ενός ετερότροπα κατανεμημένου πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων. Ο μερικός γραμμομοριακός όγκος του υδρογόνου στη κρυσταλλική δομή του αλουμινίου λαμβάνει ως μέγιστη τιμή τα $2,9 \text{ \AA}^3$, η οποία είναι κοινή για πολλά μεταλλικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό πλέγμα. Ορισμένοι ερευνητές προσπάθησαν επίσης να προσεγγίσουν τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά το φαινόμενο της διάχυσης του υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του αλουμινίου, χωρίς όμως να έχουν αποδοθεί μέχρι και σήμερα παγιωμένες και μη αμφισβητήσιμες επιστημονικές θέσεις.

Για το θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των 285 K και των 328 K, μόνο η σχέση Arrhenius μπορεί να αποδώσει αριθμητικά και με επαναλαμβανόμενο τρόπο τις μετρούμενες πειραματικά τιμές της διαχυτότητας. Η αντιπροσωπευτικότερη έκφραση του νόμου αυτού είναι η ακόλουθη:

$$D(m^2/s) = 9 \cdot 2 \times 10^{-5} \exp \frac{(-55250 \text{ J/mol})}{RT}$$

όπου D είναι ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου στο αλουμίνιο, R η παγκόσμια σταθερά των αερίων στο $\text{Jmol}^{-1}\text{K}^{-1}$ και T η θερμοκρασία σε Kelvin.

Η διαλυτότητα όμως και η διάχυση του ατομικού υδρογόνου στη κρυσταλλική δομή επηρεάζονται σημαντικά από το μηχανισμό της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου σε ατέλειες μίας ή και περισσοτέρων διαστάσεων, όπως αποτελούν τα δίκτυα διαταραχών, τα σφάλματα επιστοίβασης, η ενδογενής και εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων. Κατά συνέπεια η επίδραση της διάχυσης του υδρογόνου στις διάφορες φυσικοχημικές και μηχανικές ιδιότητες του εκάστοτε κραματικού συστήματος θα πρέπει να ερμηνεύεται λαμβάνοντας υπόψη τη κατανομή, το κλασματικό όγκο

συμμετοχής και την ενέργεια ενεργοποίησης (φράγμα δυναμικού) τόσο των αντιστρεπτού τύπου όσο και των μη αντιστρεπτού τύπου παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Ακόμη τα πλεγματικά κενά, τα όρια και υποόρια κόκκων και διδυμιών καθώς και οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, με καθοδικότερο ηλεκτροχημικό δυναμικό από τη μητρική περιοχή, μπορεί να αποτελέσουν δυνητικές παγίδες συσσώρευσης είτε υψηλής είτε χαμηλής ενέργειας. Τέλος περιοχές του μικρογραφικού ιστού στις οποίες έχουν αναπτυχθεί νεφελώματα από συναθροίσεις ατόμων (ατμόσφαιρες Cottrell) ενισχύουν τα φαινόμενα της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου οδηγώντας στον επανασηματισμό της μοριακής μορφής αυτού. Η δυναμική ενέργεια αλληλεπίδρασης μεταξύ του ατομικού υδρογόνου και του κρυσταλλογραφικού πλέγματος καθώς και η ενέργεια δεσμού στα υδρογονωμένα πλεγματικά κενά των κραμάτων αλουμινίου έχει υπολογισθεί στη διεθνή βιβλιογραφία και έχει προσδιορισθεί περίπου ίση με 0.5 eV (48.1 KJ/mol). Επιπρόσθετα έχει αποδειχθεί πειραματικά για όλα τα κραματικά συστήματα του αλουμινίου ότι με τη μεγέθυνση των κόκκων αυξάνει με ρυθμό πολυωνυμικής συνάρτησης δευτέρου βαθμού και η διαλυτότητα τόσο του ατομικού όσο και του μοριακού υδρογόνου, καθώς μειώνεται η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των ορίων των κόκκων και ευνοείται ο μηχανισμός του διαφορισμού (segregation mechanism). Η ενθαλπία δεσμού (bindingenthalpy) μεταξύ του ατομικού υδρογόνου και των ορίων κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων έχει προσδιορισθεί στη διεθνή ερευνητική κοινότητα ίση με 14 KJ/mol (0.15 eV), τιμή πολύ χαμηλότερη αυτής που αντιστοιχεί στα κενά παρεμβολής (0.5 eV).

Υπάρχουν όμως κάποια ασαφή σημεία στον ερευνητικό αυτό κλάδο καθώς παρατηρούνται αποκλίσεις ως προς τη κινητική του φαινομένου της μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου στη μητρική φάση του στερεού διαλύματος του αλουμινίου. Τα πολύ περιορισμένα ποσοστά της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του αλουμινίου για θερμοκρασίες δωματίου καθιστούν δύσκολη τη μικρομηχανιστική προσέγγιση της επίδρασης του υδρογόνου σε πληθώρα τεχνολογικών ιδιοτήτων, οι οποίες μπορούν να εξηγηθούν μόνο μέσω της ταχύτατης μετακίνησης των ατόμων του υδρογόνου. Η δυνατότητα της μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής μέσα από ενεργά κανάλια διάχυσης τα οποία συστήνονται από μετακινούμενα δίκτυα διαταραχών είναι πλέον ευρέως αποδεκτή, παρά το γεγονός ότι δεν υπάρχει πληθώρα πειραματικών δεδομένων. Στα κραματικά συστήματα Al-Cu (2124) και Al-Zn-Mg (7050 και 7075) παρατηρήθηκε ότι η ένταση και η έκταση του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου διαφοροποιείται σημαντικά σε περιπτώσεις κατά τις οποίες η καθοδική πόλωση πραγματοποιείται εντός του ηλεκτροχημικού πεδίου διέγερσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση πλαστικής παραμόρφωσης (με ρυθμό καταπόνησης $\sim 10^{-6} \text{sec}^{-1}$). Έτσι λοιπόν μικρομηχανιστικά αποδεικνύεται η επίδραση που έχουν στο φαινόμενο της μετανάστευσης του υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής, οι ατέλειες οι οποίες μετακινούνται και πολλαπλασιάζονται κατά το στάδιο της πλαστικής παραμόρφωσης (δίκτυα διαταραχών, τοιχώματα αντίφασης, ενδογενής – εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων), καθώς και η επιρροή επί του συγκεκριμένου φαινομένου των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης, του συντελεστή ενδοτράχυνσης και του συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης.

Επίσης η διάχυση του υδρογόνου στη μητρική περιοχή των κραμάτων αλουμινίου επιφέρει σημαντική μείωση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω της ψαθυρότητας που εισαγάγει στο σύστημα ενώ ακόμη μπορεί να συσχετισθεί και με καταστροφικά φαινόμενα που βρίσκονται στον αντίποδα της καθοδικής πόλωσης, όπως αυτό της εργοδιάβρωσης. Υπάρχει σημαντικό ποσοστό δημοσιευμένου έργου, το οποίο αναφέρεται στην υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των κραμάτων αλουμινίου λόγω του

φαινομένου της ψαθυροποίησης υδρογόνου, χωρίς όμως να μπορεί να συγκριθεί με την έκταση του αντίστοιχου δημοσιευμένου έργου για τα σιδηρούχα κραματικά συστήματα. Μελέτες για καθαρό αλουμίνιο έδειξαν ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (μέχρι μια συγκεκριμένη οριακή τιμή κατωφλιού) λάμβανε χώρα μικρή αύξηση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής, ενώ σημειωνόταν εκθετική μείωση της παραμόρφωσης μέχρι τη θραύση. Αντιθέτως για κράματα αλουμινίου υψηλής αντοχής δεν παρατηρείται τόσο βίαιη διαφοροποίηση επί των μηχανικών ιδιοτήτων, σε σημείο ώστε έπειτα και από 72 ώρες καθοδικής φόρτισης εντός ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, τα δοκίμια να αστοχούν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης με όγκιμο τρόπο.

Αντίστοιχα οι δοκιμές μικροσκληρότητας στις κάθετες διατομές των καθοδικά φορτισμένων δοκιμίων έδειξαν συνεχή αύξηση της σκληρότητας των επιφανειακών στιβάδων καθώς ο υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο επέρχεται μόλις στις 8 ώρες καθοδικής φόρτισης, με αποτέλεσμα να δημιουργούνται ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου, υδρογονωμένα πλεγματικά κενά και εκτεταμένο στερεό διάλυμα παρεμβολής, τα οποία οδηγούν σε αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης, της μικροσκληρότητας και του ορίου διαρροής. Με την εντατικοποίηση των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου παρατηρήθηκε να επεκτείνεται ενώ ακόμη η μικροσκληρότητα στις επιφανειακές στιβάδες αύξανε συστηματικά ακολουθώντας μια εξίσωση παραβολικού τύπου. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στο ότι η τοπική αύξηση της συγκέντρωσης του ατομικού υδρογόνου ανά μονάδα όγκου του κρυσταλλογραφικού πλέγματος επιφέρει έντονη παραμόρφωση σε αυτό με αποτέλεσμα τη δημιουργία ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων. Τη στιγμή κατά την οποία επανασχηματίζεται το μοριακό υδρογόνο, αναγκάζεται να παραμείνει υπό μορφή υπέρκορου στερεού διαλύματος στις επιφανειακές στιβάδες με την ανάπτυξη ιδιαίτερα υψηλών εσωτερικών μερικών πιέσεων. Υπάρχουν περιπτώσεις κατά τις οποίες οι μηχανικές τάσεις που δημιουργούνται υπερβαίνουν ακόμη και το όριο θραύσης του υλικού, οδηγώντας στο σχηματισμό φυσαλίδων, βηματοειδούς ρωγμάτωσης και διακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού.

Οι C. N. Panagorouλος και ο P. Papapanayiotou [309], μελέτησαν την επίδραση της εισδοχής του υδρογόνου σε κράμα Al-4%Zn-1%Mg ως προς τη μηχανική του απόκριση έναντι εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης. Στη συγκεκριμένη ερευνητική εργασία παρατηρήθηκε αύξηση της μικροσκληρότητας και του συντελεστή ενδοτράχυνσης στις επιφανειακές στιβάδες του μεταλλικού υλικού, ενώ συγχρόνως επισημάνθηκε ότι η αύξηση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής δε βρίσκονταν σε γραμμική σχέση εξάρτησης με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Επιπρόσθετα η καθοδικά φορτισμένη περιοχή στην επιφάνεια θραύσης χαρακτηρίστηκε από περικρυσταλλικού τύπου ρωγματώσεις οι οποίες επιβεβαίωσαν την εκδήλωση του φαινομένου της ψαθυροποίησης.

Αντίστοιχα ο N.Takano και η ερευνητική του ομάδα μελέτησαν την επίδραση της προσρόφησης των υδρογονοκατιόντων στην εφελκυστική αντοχή του κραματικού συστήματος AA7075 – T6. Παρατηρήθηκε τόσο ότι η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και το όριο θραύσης όσο και η συνολική επιμήκυνση μειώνονται αισθητά λόγω της ανάπτυξης φαινομένων διάχυσης και μικροδιαφορισμού στα όρια και στα υποόρια κόκκων [310]. Οι θραυσίγενείς επιφάνειες των καθοδικά φορτισμένων δοκιμίων

σε περιβάλλον υδρογόνου είχαν τόσο χαρακτηριστικά ψαθυρής θραύσης (περικρυσταλλική ρωγμάτωση) όσο και όλκιμης θραύσης (ομοιόμορφα κατανεμημένοι σφαιρικοί κρατήρες). Επιπρόσθετα υπολογίσθηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στη μητρική περιοχή του κράματος AA7075 και προσδιορίσθηκε η τιμή αυτού περίπου ίση με $4.4 \times 10^{-12} \text{m}^2/\text{s}$ στους 318 K.

Η ερευνητική ομάδα των S. Satoh και M. Kannno [311] μελέτησε την επίδραση του φαινομένου της ψαθυροποίησης υδρογόνου για τα κραματικά συστήματα AA7075 και AA7050 σε περιβάλλον καθοδικής φόρτισης με υψηλό υγροσκοπικό βαθμό. Με την αύξηση της ποσοστιαίας συμμετοχής της υγρασίας στο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον παρατηρήθηκε να υποβαθμίζεται με εκθετικό ρυθμό τόσο η μέγιστη εφελκυστική αντοχή όσο και η ολκιμότητα και για τα δύο μελετούμενα υλικά. Επιπρόσθετα η προσθήκη ζirkονίου στο κράμα AA7075 οδήγησε μονοσήμαντα σε εντατικοποίηση του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου και σε αύξηση της κινηματικής απόκρισης του μηχανισμού, καθώς οι περιοχές της μητρικής δομής που ήταν εμπλουτισμένες σε ζirkόνιο αποκτούσαν καθοδικότερο πρότυπο ηλεκτροχημικό δυναμικό διάβρωσης από τη μητρική περιοχή και ανέπτυσαν υψηλό βαθμό χημικής συγγένειας με το υδρογόνο (θερμοδυναμική παράμετρος – διαγράμματα Ellingham).

Οι ερευνητές C. N. Panagouros και E. Georgiou [312] μελέτησαν το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε διαμορφωμένο κράμα αλουμινίου AA5083 – H111 και υπολόγισαν τη μηχανική αντοχή και την ολκιμότητα έπειτα από καθοδική φόρτιση για διάφορα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος και της χρονικής διάρκειας της καθοδικής πόλωσης. Με βάση τα αποτελέσματα της μελέτης αυτής διαπιστώθηκε ότι η ολκιμότητα του δεδομένου κραματικού συστήματος υποβαθμίζεται με συνεχή τρόπο καθώς αυξάνει είτε η χρονική διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης είτε η πυκνότητα έντασης ρεύματος αυτής είτε και οι δύο αυτές παράμετροι μαζί. Παρόλα αυτά το όριο θραύσης δε παρατηρήθηκε να μεταβάλλεται σημαντικά ενώ οι θραυσίγεινες επιφάνειες των δοκιμίων που είχαν υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση αποτελούνταν από ψαθυροποιημένες περιοχές περικρυσταλλικής θραύσης και από υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής μικροδιακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού.

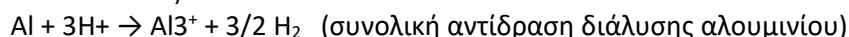
Ακόμη όμως και σε ηλεκτροχημικά περιβάλλοντα ανοδικής πόλωσης όπου αναπτύσσονται φαινόμενα βελλονοειδούς διάβρωσης (pittingcorrosion) καθώς και μηχανισμοί διάλυσης και επανακατακρήμνισης των προϊόντων διάβρωσης (dissolution – reprecipitation corrosion mechanisms) είναι πιθανό να εκδηλωθεί και το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου. Επί παραδείγματι στο κραματικό σύστημα AA7075 – T6 οι νανοκρυσταλλικές ενδομεταλλικές ενώσεις MgZn_2 χαρακτηρίζονται από ανοδικότερα πρότυπα ηλεκτροχημικά δυναμικά συγκριτικά με τη μητρική περιοχή οδηγώντας στην εκδήλωση του φαινομένου της βελλονοειδούς διάβρωσης. Παράλληλα οι μικροκρυσταλλικές ομάδες φάσεων στερεοποίησης Al_2CuMg και $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ είναι καθοδικότερες σε σχέση με τη μητρική περιοχή οδηγώντας σε φαινόμενα επιλεκτικής διάβρωσης (selective corrosion phenomena) στις ημι – συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας με αυτή (semi – coherentinter phasial boundaries).

Κατά τη διάρκεια διεξαγωγής φαινομένων ηλεκτροχημικής φύσης σε κράματα αλουμινίου τα χλωριόντα διαπερνούν το μονωτικό επιφανειακό στρώμα της α – αλούμινας, διαμέσου των ατομικών ελλείψεων που υπάρχουν στο πλέγμα αυτής, αναπτύσσοντας έναν μηχανισμό αλμάτων (hopping – mechanism). Με τη μελέτη της ακολουθίας των καθοδικών ημιαντιδράσεων αναγωγής και των ανοδικών ημιαντιδράσεων οξειδωσης είναι εύκολο να παρατηρηθεί ότι σχηματίζεται μοριακό

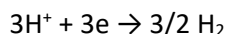
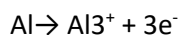
υδρογόνο, με αποτέλεσμα την άσκηση υψηλών εσωτερικών μερικών πιέσεων και τη δημιουργία πόρων.

➤ **Χημικοκινητική μελέτη των ημιαντιδράσεων οξειδωσης και αναγωγής που λαμβάνουν χώρα για κράματα αλουμινίου σε όξινα, βασικά και ουδέτερα pH**

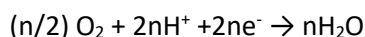
Οι ηλεκτροχημικές αντιδράσεις που λαμβάνουν χώρα όταν ένα κράμα αλουμινίου βυθίζεται σε όξινο περιβάλλον είναι οι ακόλουθες:



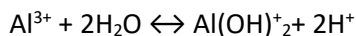
Σύμφωνα με την παραπάνω αντίδραση δομούνται οι επιμέρους ημιαντιδράσεις οξειδωσης και αναγωγής, κατά τις οποίες ένα άτομο αλουμινίου διαθέτει τα τρία ηλεκτρόνια σθένους του σε τρία ιόντα υδρογόνου και κατακρημνίζεται στον ηλεκτρολύτη υπό μορφή κατιόντος Al^{3+} , υπό την ταυτόχρονη έκλυση μοριακού υδρογόνου.



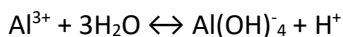
Αν το διάλυμα δεν είναι απαεριωμένο και περιέχει διαλυτοποιημένο οξυγόνο, η ανοδική ημιαντίδραση οξειδωσης παραμένει αμετάβλητη, αλλά η καθοδική ημιαντίδραση αναγωγής μετασχηματίζεται ως ακολούθως:



Σε ηλεκτρολυτικά διαλύματα με ουδέτερο pH τα τρισθενή κατιόντα του αλουμινίου Al^{3+} υδρολύονται και το τελικό προϊόν της διάβρωσης αλουμινίου είναι το υδροξείδιο $\text{Al}(\text{OH})_3$. Με την αύξηση του pH του ηλεκτρολύτη, η διαλυτότητα των τρισθενών κατιόντων του αλουμινίου Al^{3+} εντός αυτού μειώνεται και πραγματοποιείται κατακρήμνιση ομάδων φάσεων υδροξειδίων του αλουμινίου σύμφωνα με τις ακόλουθες αντιδράσεις:



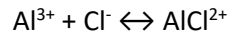
Αντίστοιχα σε ηλεκτρολυτικά συστήματα με βασικό pH πραγματοποιείται η αντίδραση διάλυσης του αλουμινίου, η οποία περιγράφεται από την παρακάτω εξίσωση:



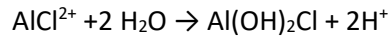
Επιπρόσθετα αναφέρεται ότι η ένωση $\text{Al}(\text{OH})_4^- \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ είναι χημικά ισοδύναμη με την ένωση AlO_2^- .

Κατά συνέπεια τόσο σε περιπτώσεις όξινου όσο και σε περιπτώσεις βασικού pH, βάσει των παραπάνω αντιδράσεων, στο ηλεκτρολυτικό διάλυμα υπάρχουν ιόντα Al^{3+} και AlO_2^- , υποδηλώνοντας τη διάβρωση του κραματικού συστήματος του αλουμινίου.

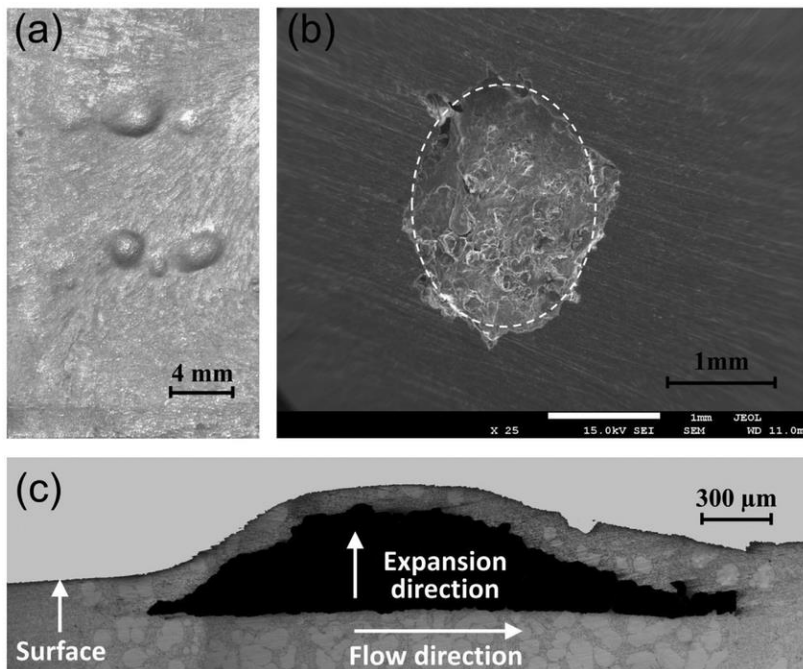
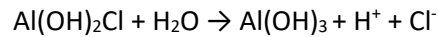
Τέλος η συνεργιστική δράση των ιόντων χλωρίου σε ηλεκτρολυτικά διαλύματα NaCl οδηγεί στην ακολουθία κάποιων επιπρόσθετων ημιαντιδράσεων:



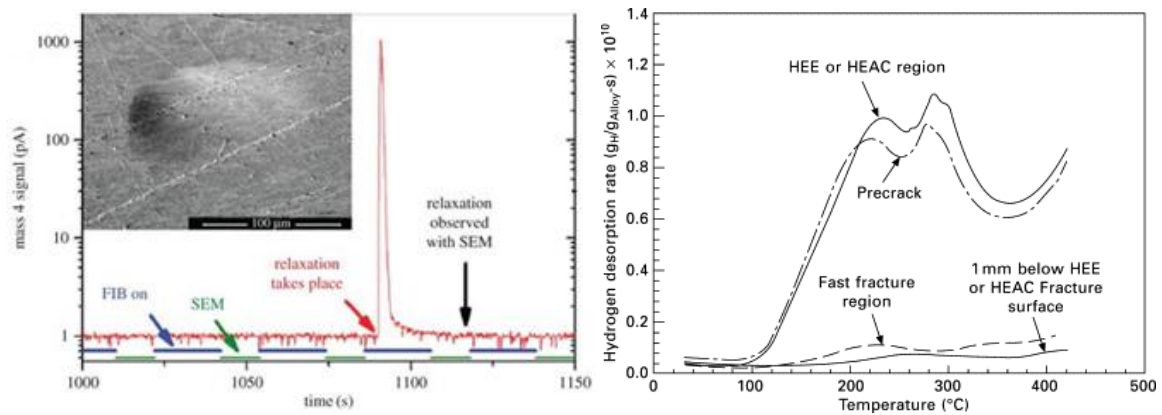
Στη συνέχεια η ένωση AlCl^{2+} αντιδρά με το H_2O και σχηματίζεται αμμορφοποιημένη δομή χλωριδίου του αλουμινίου στερεάς φάσης



Τέλος παρατεταμένα φαινόμενα υδρόλυσης ενισχύουν την κατακρήμνιση της φάσεως $\text{Al}(\text{OH})_3$, σύμφωνα με την ακόλουθη αντίδραση:



Εικόνα 98: Ανάπτυξη φλукταινών υδρογόνου και υδριδίων σε αεροναυπηγικό κράμα Al – Li που χρησιμοποιείται στα κύρια κατασκευαστικά μέρη (flappers, ailerons) επιβατικού αεροσκάφους Boeing 747.



Εικόνα 99: Κινητική του φαινομένου της εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου για θερμικά κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου AA6082 – T3, όπως αυτή αποδίδεται από τη χρήση τεχνικής φασματοσκοπίας θερμικής εκρόφησης (TDS) ενταγμένης σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης υψηλής αναλυτικής ικανότητας.



R-MLG (Rear View)

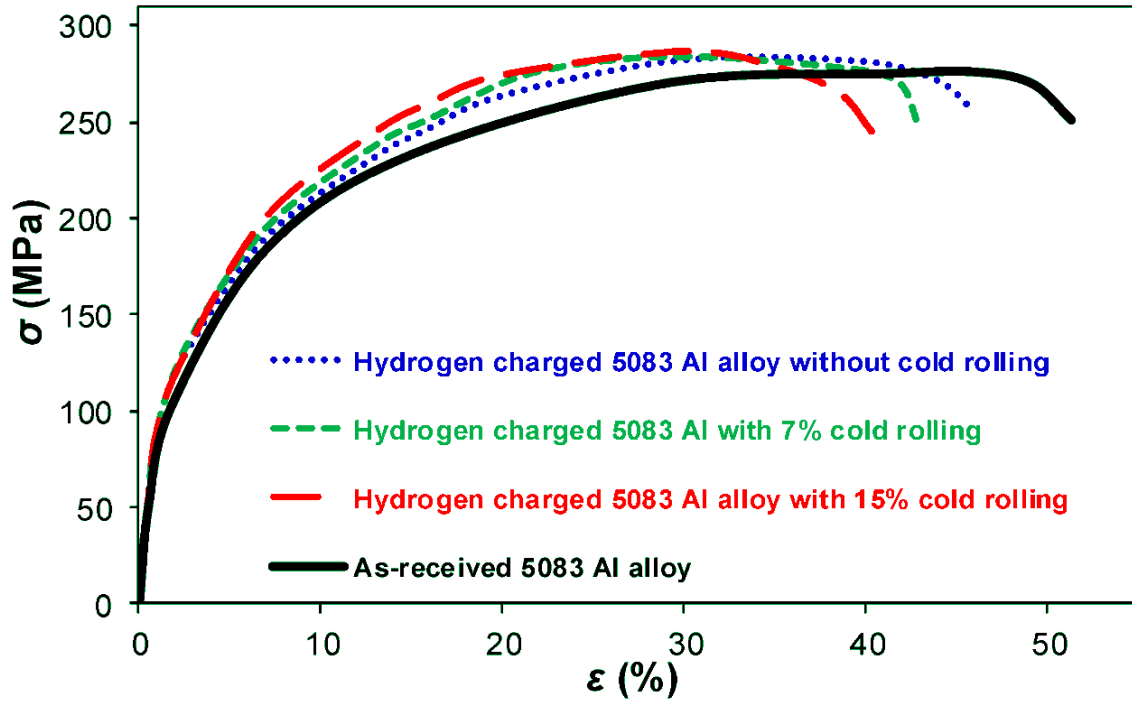


4 R-MLG (Right View)



R-MLG AFT axle (Rear View)

Εικόνα 100: Αστοχία υδραυλικού σκέλους προσγείωσης τετρακινητήριου αεροσκάφους λόγω φαινομένου ψαθυροποίησης υδρογόνου.



Εικόνα 101: Υποβάθμιση της αποδιδόμενης ολκιμότητας έπειτα από καθοδική φόρτιση κράματος διαμόρφωσης αλουμινίου AA5083 – H111, το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε διάφορα ποσοστά έλασης.

2. Πειραματικό Μέρος: Μελέτη ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου ανομοιογενών κραμάτων αλουμινίου συγκολλημένων μέσω της τεχνικής Friction Stir για γραμμές μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης (gas insulated high voltage lines) και πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου (drilling and casing structures, platforms in offshore sectors mainly for assembling)



Στο συγκεκριμένο κεφάλαιο μελετήθηκε το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε ανομοιογενείς συγκολλήσεις κραμάτων αλουμινίου AA5083 – H111 και AA6082 – T6, που είχαν πραγματοποιηθεί μέσω της τεχνικής FSW στο Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων (ΕΛΚΕΜΕ), σύμφωνα με τις διεθνείς προτυποποιήσεις διασφάλισης ποιότητας της πετρελαιοβιομηχανίας ISO 3183. Τα κραματικά αυτά συστήματα χρησιμοποιούνται στις γραμμές μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης (gas insulated high voltage lines) και στις πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου (drilling and casing structures, platforms in offshore sectors). Για την κάλυψη των κυριότερων απαιτήσεων που αφορούν στην ασφαλή λειτουργία των κατασκευαστικών αυτών τμημάτων, τα οποία υπόκεινται στη συνδυασμένη δράση δυναμικών καταπονήσεων, τοπικών παλινδρομήσεων λόγω μεταβολής της ταχύτητας ροής, εκτεταμένων καμπτικών παραμορφώσεων και υποβάθμισης της μηχανικής τους ακεραιότητας λόγω επιφανειακών φυσικοχημικών φαινομένων, πρέπει να εκπληρείται ένα σύνολο προδιαγραφών σύμφωνα με τα πρότυπα IEC 61640, IEC 60038 (για την πρώτη περίπτωση εφαρμογής) και ISO 13702, ISO 17348, ISO/TC67 (για τη δεύτερη περίπτωση εφαρμογής). Κυριότερο στόχο της παρούσας μελέτης αποτέλεσε ο προσδιορισμός της επίδρασης που έχει τόσο η παγίδευση του μοριακού υδρογόνου όσο και η διείσδυση του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό των συγκολλήσεων ως προς τα κυριότερα μηχανικά μεγέθη (R_y , UTS, $\epsilon\%$), όπως αυτά προδιορίζονται από δοκιμές εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης (σύμφωνα με το πρότυπο ASTM E 8M – 04).

Για να πραγματοποιηθεί η προσομοίωση των συνθηκών οι οποίες αναπτύσσονται στο δυναμικό πεδίο λειτουργίας των παραπάνω κατασκευών, σε πρώτο στάδιο έλαβε χώρα η διεξαγωγή της καθοδικής πόλωσης εντός περιβάλλοντος ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα (Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging Process) και στη συνέχεια εφαρμόστηκε η εφελκυστική φόρτιση με χαμηλό ρυθμό απομάκρυνσης των αρπαγών 0,01 mm/min (Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging and Slow Strain Rate Tensile testing). Ο συγκεκριμένος ρυθμός απομάκρυνσης των αρπαγών προτάθηκε από το ερευνητικό κέντρο της εταιρείας Europipe σε συνεργασία με το διεθνή φορέα έρευνας και ανάπτυξης του American Petroleum Institute έπειτα από τη μελέτη ειδικών νομογραφημάτων για τα δεδομένα κραματικά συστήματα και πάχος διατομής των σωληνώσεων, έχοντας ληφθεί σοβαρά υπόψη ο συντελεστής ενδοτράχυνσης, το όριο διαρροής, οι παράγοντες Schmid και Taylor και η τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης. Τα παραπάνω μεγέθη είχαν μετρηθεί έπειτα από τη διεξαγωγή πειραμάτων με διαφορετικούς ρυθμούς παραμόρφωσης ($\dot{\epsilon}$, $\dot{\gamma}$) και την ανάλυση των τανυστών τάσης – παραμόρφωσης μέσω των κριτηρίων Tresca και Von Mises. Κύριο στόχο στη συγκεκριμένη περίπτωση αποτέλεσε η προσομοίωση των καταπονήσεων των σωληνώσεων στο πεδίο των πραγματικών συνθηκών με επιδιωκόμενο κύκλο ζωής το ελάχιστο κατώφλι των 30 χρόνων χωρίς διακοπές και επανεκκινήσεις της λειτουργίας (30 years operating cycle without brakes and restarts). Εν συνεχεία προσδιορίστηκαν οι κυριότερες θερμοδυναμικές και κινηματικές παράμετροι οι οποίες σχετίζονται με το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης (thermodynamic and kinematic coefficients values related to electrodiffusion process), όπως αποτελούν ο απαιτούμενος χρόνος εκρόφησης των υδρογονοκατιόντων (desorption time of atomic hydrogen), το βάθος διείσδυσης και ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (penetration depth and diffusion coefficient of atomic hydrogen), το ποσοστό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας (surface hardening effect), η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης καθώς και η μορφολογία των φλукταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων (surficial density and morphology of blisters and microcracks). Έπειτα από την ολοκλήρωση των μηχανικών δοκιμών πραγματοποιήθηκε ο υπολογισμός της ποσοστιαίας μεταβολής των μεγεθών R_y , UTS και $\epsilon\%$ για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της

πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Ακόμη πραγματοποιήθηκε εκτεταμένη θραυστογραφική μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης καθώς και προσδιορισμός των σημείων εκκίνησης της θραύσης (crack initiation points) και της πορείας διάδοσης αυτής (crack path trajectory and propagation mode) μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD). Κατά τη διάρκεια της θραυστογραφικής μελέτης προσδιορίστηκαν οι μικρομηχανισμοί ψαθυροποίησης (embrittlement micromechanisms) οι οποίοι συμβάλλουν στην τελική αστοχία, κυριότεροι εκ των οποίων είναι η ανάπτυξη τοπικής πλαστικότητας λόγω υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity (HELP)), η μείωση της δύναμης διασυνδεδετικής συνάφειας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων λόγω υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Decohesion (HEDE)), η ανάπτυξη δικτύων μικρορωγματώσεων βηματοειδούς μορφής λόγω των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking (HIC)), η έκλυση διαταραχών στο άκρο ελαστικών ιδιομορφιών λόγω υδρογόνου (Adsorption-Induced Dislocation Emission mechanism (AIDE)) καθώς και η δημιουργία μικροκενών λόγω της συνεργιστικής δράσης χαμηλών ρυθμών παραμόρφωσης και ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancy Formation (HESIV)).

Η εκάστοτε περιοχή μελέτης επί των συγκολλημένων δοκιμίων επέδειξε τις δικές της αδυναμίες ως προς την υποβάθμιση των κυριότερων φυσικοχημικών και μηχανικών ιδιοτήτων. Σε κάθε περίπτωση όμως η Ζώνη Ανάδευσης χαρακτηρίστηκε από τον υψηλότερο ρυθμό μεταβολής αυτών έπειτα από την εφαρμογή των δυσμενέστερων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης, με πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής τις εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 8 ώρες. Ακόμη για τη δεδομένη περιοχή μελέτης ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃ (hydridephases), μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ, ενώ ως εναρκτήρια σημεία της θραύσης προσδιορίστηκαν οι ημι – συνεκτικού και μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας (semi – coherent and non coherent inter phase boundaries), μεταξύ των ομάδων φάσεων στερεοποίησης Al_x(Fe,Mn,Cr,Si)_y, Al₆Mn (solidification phases), της ψαθυροποιητικής φάσης Al₃Mg₂ καθώς και του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg₅Si₆ (intermediate metastable precipitation phase) με τη μητρική δομή του στερεού διαλύματος αντικατάσταση του αλουμινίου, μέσω της τεχνικής EBSD.

2.1 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΤΗΜΑΤΩΝ AA5083-H111, AA6082 ΚΑΙ ΤΩΝ ΕΠΙΜΕΡΟΥΣ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΤΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΟΥΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ ΜΕΤΑΞΥ ΤΩΝ ΔΥΟ

Αρχικά αποδόθηκε η χημική σύσταση του σκληρυνόμενου μέσω ενδοτράχυνσης κράματος AA5083 – H111 και του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082 – T6, με τη χρήση φασματογράφου μάζας (Πίνακας 1) στο Εργαστήριο Χημικής Μεταλλουργίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών, έπειτα από την ανάλυση πέντε διαφορετικών δοκιμίων για την κάθε αναλυόμενη περιοχή. Επιπρόσθετα προσδιορίστηκαν οι μηχανικές ιδιότητες αυτών έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμών εφελκυσμού σε έξι διαφορετικά δοκίμια για την εκάστοτε περίπτωση στο Εργαστήριο Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών (Πίνακας 2). Τέλος αναφέρεται ότι τόσο τα αρχικά δοκίμια όσο και το συγκολλημένο υλικό είχαν πάχος διατομής 3mm, βάσει των διαστασιολογικών

απαιτήσεων όπως αυτές ορίζονται από τα διεθνή πρότυπα διασφάλισης της ποιότητας και της λειτουργικότητας της πετρελαιοβιομηχανίας AP111, ASMEB31.8 και API 2A-WSD, για τα συγκεκριμένα είδη εφαρμογών στα οποία απευθύνονται.

Πίνακας 1: Χημική σύσταση κραμάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6

Κραματικό σύστημα	Si	Fe	Cu	Mn	Mg	Cr	Zn	Ti
AA5083-H111	0.116	0.285	0.055	0.581	4.869	0.058	0.170	0.008
AA6082-T6	0.9	0.42	0.07	0.48	0.8	0.02	0.06	0.03

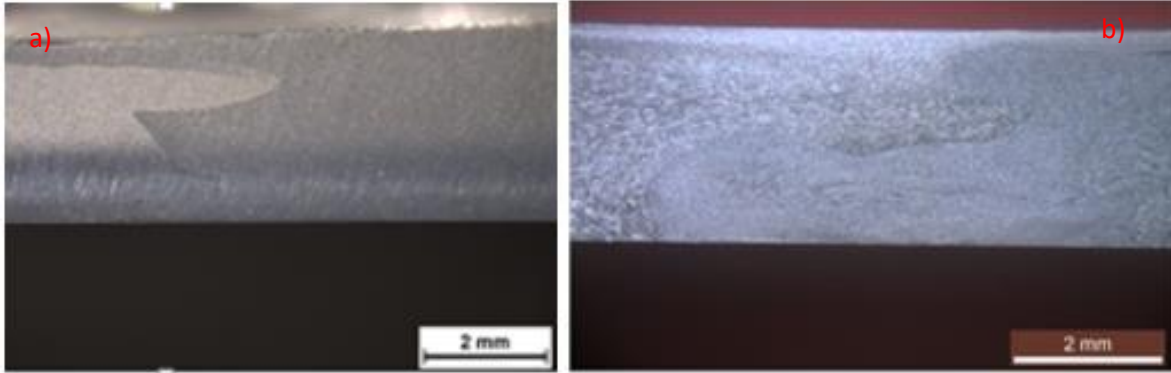
Πίνακας 2: Μηχανικές ιδιότητες κραμάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6

Κραματικό σύστημα	Όριο Διαρροής (MPa)	Μέγιστη Εφελκυστική Αντοχή (MPa)	Επιμήκυνση μέχρι τη θραύση ε (%)
AA5083-H111	163.7	300.5	22.4
AA6082-T6	282	330	16

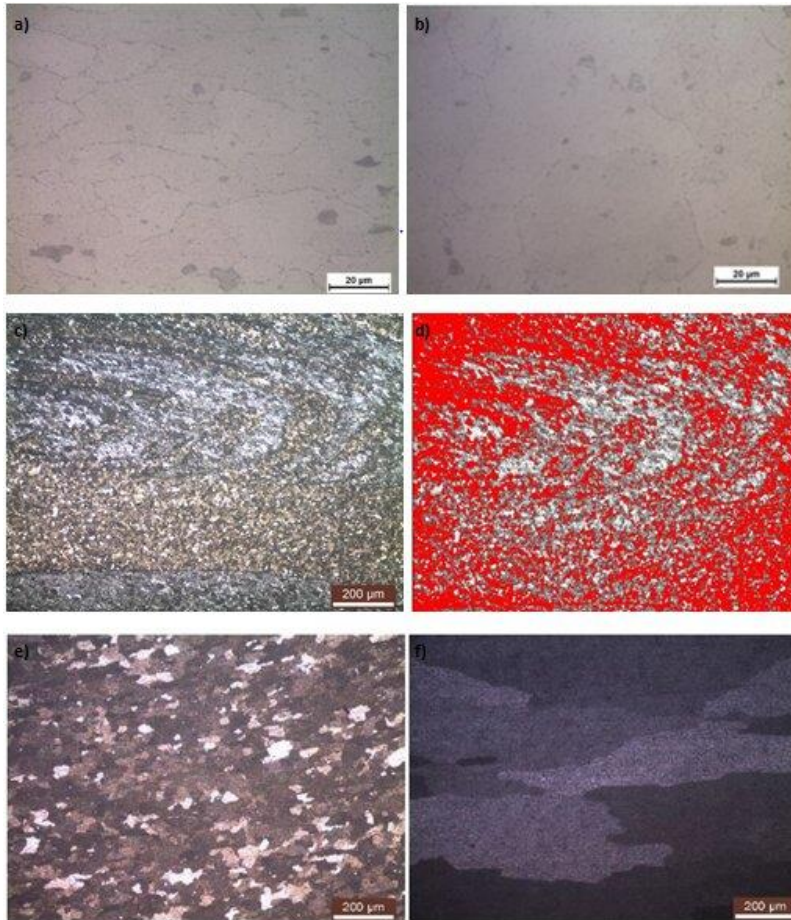
Επίσης αναφέρεται ότι η συγκόλληση ανόμοιων κραμάτων αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 πραγματοποιήθηκε με την τεχνική Friction Stir Welding (FSW). Το εργαλείο της μηχανής FSW που επιλέχθηκε για την πραγματοποίηση της συγκόλλησης ήταν κατασκευασμένο από θερμικά επεξεργασμένο χάλυβα με μέση σκληρότητα 61 HRC και συνίστατο από ένα επίπεδο περιαυχένιο με διάμετρο 23 mm και έναν κυλινδρικό πείρο με δεξιόστροφο σπείρωμα και δεξιόστροφη κατεύθυνση περιστροφής, του οποίου το ύψος ήταν 2,8 mm και διάμετρος 6,5 mm. Η διαδικασία της συγκόλλησης πραγματοποιήθηκε σε ένα μόνο πέρασμα, με ταχύτητα πρόωσης 75 mm / min και ταχύτητα περιστροφής 750 RPM. Το κράμα αλουμινίου AA5083-H111 τοποθετήθηκε στην προωθούμενη πλευρά της συγκόλλησης (advancing side), ενώ το κράμα AA6082-T6 τοποθετήθηκε στη υποχωρούσα πλευρά της συγκόλλησης (retreating side), προκειμένου να αποφευχθεί η διάλυση των ενδομεταλλικών φάσεων σκλήρυνσης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg_5Si_6 στο μικρογραφικό ιστό του κράματος AA6082 – T6. Η διερεύνηση της παραμετροποίησης και η τελική επιλογή των συνθηκών συγκόλλησης για την τεχνική FSW πραγματοποιήθηκε από το Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων σε συνεργασία με το TWI Welding Institute και με κύριο γνώμονα την κάλυψη των απαιτήσεων που θέτει το πρότυπο που αφορά στη συγκόλληση, στο σχεδιασμό, στη κατασκευή, στη λειτουργία και στη συντήρηση υπεράκτιων αγωγών μεταφοράς υδρογονανθράκων API 1104.

Στην Εικόνα 102 παρατηρείται η μακροδομή της συγκόλλησης FSW AA5083/H111-AA6082/T6, η οποία χαρακτηρίζεται από απουσία ατελειών. Στη συνέχεια μέσω Οπτικής Μικροσκοπίας (Εικόνα 103) αποδίδεται ο σχηματισμός δακτυλιοειδούς δομής στον πυρήνα της συγκόλλησης (annular structure in the center line of stir zone), η οποία καθίσταται ιδιαίτερα εμφανής λόγω της ανομοιογένειας ως προς τη μορφολογία, το επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο και την αντίθεση πεδίου που προκύπτει από την ανάμιξη των δύο κραματικών συστημάτων στην στερεή κατάσταση. Επιπρόσθετα μέσω χρήσης του προγράμματος ανάλυσης εικόνας ImageJ και της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (Εικόνες 103, 106), διαπιστώθηκε ότι το μεγαλύτερο ποσοστό επιφανειακής κάλυψης στον πυρήνα της συγκόλλησης καταλάμβανε το υλικό που έχει τοποθετηθεί στην προωθούμενη πλευρά (AA5083-H111) έναντι αυτού στην υποχωρούσα (AA6082 – T6). Πιο συγκεκριμένα ο σχετικός λόγος συμμετοχής μεταξύ των δύο προσδιορίστηκε περίπου ίσος με : AA5083/AA6082=65/35.

Ακόμη στον Πίνακα 3 παρατίθεται το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων για το σύνολο των μελετούμενων περιοχών της συγκόλλησης FSW, όπως αυτό υπολογίσθηκε έπειτα από την ανάλυση έξι διαφορετικών δειγμάτων σε Οπτική Μικροσκοπία και Περιθλασιμετρία Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD)



Εικόνα 102: Μακροσκοπική απόδοση της ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης: a) χωρίς χημική προσβολή, b) έπειτα από χημική προσβολή



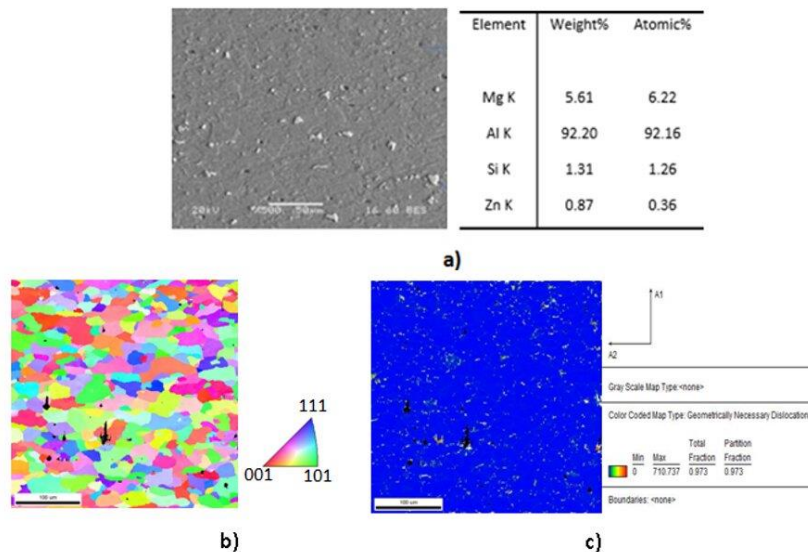
Εικόνα 103: Οπτική Μικροσκοπία στο μικρογραφικό ιστό των κραματικών συστημάτων a) AA5083-H111, b) AA6082-T6 c) της Ζώνης Ανάδευσης, d) διακριτοποίηση μεταξύ των δύο διαφορετικών περιοχών εντός της Ζώνης Ανάδευσης μέσω της αντίθεσης πεδίου και της χρήσης προγράμματος ImageJ, e) της Θερμικά Επηρεασμένης

Ζώνης της προωθούμενης πλευράς (AA5083-H111), και f) της Θερμικά επηρεασμένης Ζώνης της υποχωρούσας πλευράς (AA6082-T6)

Πίνακας 3: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων σε όλες τις υπό μελέτη περιοχές του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082

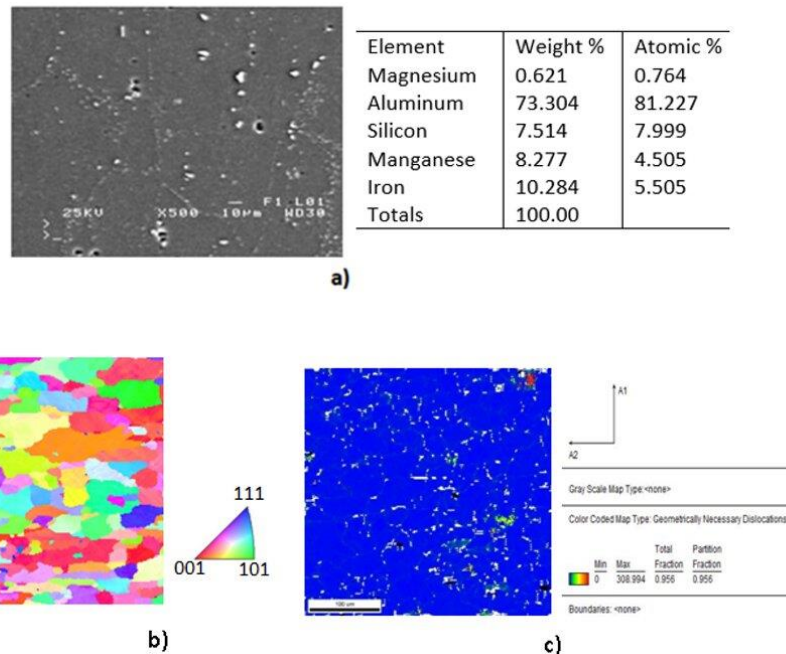
	AA5083-H111	AA6082-T6	ΖώνηΑνάδευσης	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (AA5083 – H111)	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη
Average Grain Size	35 $\mu\text{m} \pm 1\%$	120 $\mu\text{m} \pm 3\%$	9 $\mu\text{m} \pm 1\%$	42 $\mu\text{m} \pm 1\%$	234 $\mu\text{m} \pm 4\%$

Για το κραματικό σύστημα AA5083 - H111 ταυτοποιήθηκε μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM) και μέσω Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (XRD) η ύπαρξη εντός του μικρογραφικού ιστού ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρίες (Al_6Mn και αAl (Fe, Mn, Cr, Si)). Οι φάσεις αυτές παρατηρήθηκε μέσω της αντίθεσης πεδίου σε εικόνες οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (back scattered images) να κατανέμονται ετερογενώς και με σχετικά υψηλούς κλασματικούς όγκους συμμετοχής στην ενδοτραχυμένη μητρική δομή του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου. Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής ότι το δεδομένο κραματικό σύστημα προσδιορίζεται από υψηλό βαθμό ανομοιογένειας ως προς την κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων. Ακόμη η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών κατά τόπους φάνηκε να χαρακτηρίζεται από εναλλαγή υψηλότερων και χαμηλότερων τιμών, καθώς οι υψηλοί συντελεστές ενδοτραχύωσης (work hardening coefficient – n) και ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor – m) σε συνδυασμό με τη χαμηλή τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (critical resolved shear stress – τ_{crss}), οδηγούν είτε σε πολυγωνοποίηση (polygonalization during entanglement effect) είτε σε αλληλοανίρεση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών (annihilation effect) (Εικόνα 104).



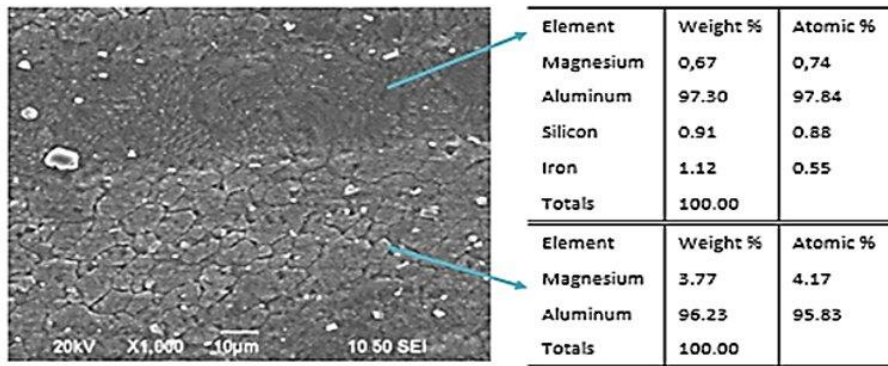
Εικόνα 104: Παρατήρηση του μικρογραφικού ιστού του κράματος AA5083-H111: a) σε εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων και με τη χρήση EDS ανάλυσης, b) απόδοση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών μέσω ανάστροφων στερεογραφικών προβολών σε EBSD αναλυτική τεχνική, c) απόδοση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών σε EBSD αναλυτική τεχνική.

Για το σκληρυνόμενο μέσω κατακρήμνισης κραματικό σύστημα του αλουμινίου AA6082 – T6 (precipitation hardened aluminium alloy) διαπιστώθηκε η ενδοκρυσταλλική ανάπτυξη της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg_5Si_6 , μέσω σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων σε περιοχές του μικροδομικού ιστού οι οποίες ήταν εμπλουτισμένες τόσο σε Mg όσο και σε Si. Επιπρόσθετα όπως θα αποδοθεί και στη συνέχεια η ταυτοποίηση του ενδιάμεσου μετασταθούς αυτού κατακρημνίσματος πραγματοποιήθηκε και μέσω των τεχνικών της Περιθλασσιμετρίας Ακτίνων Χ και Περιθλασσιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (XRD, EBSD), καθώς παρά τη λεπτοκρυσταλλική του δομή κατανέμεται με σχετικά ομοιόμορφη διασπορά και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής στη μητρική φάση του αλουμινίου. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε και η ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων στερεοποίησης (solidification phases), εμπλουτισμένων σε Fe, Cr και Mn. Ακόμη μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD και μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler προσδιορίσθηκε για το κραματικό σύστημα AA6082 – T6 η ετερογενής κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών (preferential crystallographic orientations) και η υψηλή διακύμανση ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων. Το αυξημένο μέσο μέγεθος των κόκκων αποδίδεται στη διεξαγωγή των φαινομένων τεχνητής γήρνας (artificial ageing), ενώ η κατά τόπους αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών αποδίδεται στην αγκίστρωση αυτών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ της ενδομεταλλικής φάσης Mg_5Si_6 και της μητρικής περιοχής (immobilization of dislocation networks due to the evolution of pinning effect at the non – coherent interphase boundaries) (Εικόνα 105).

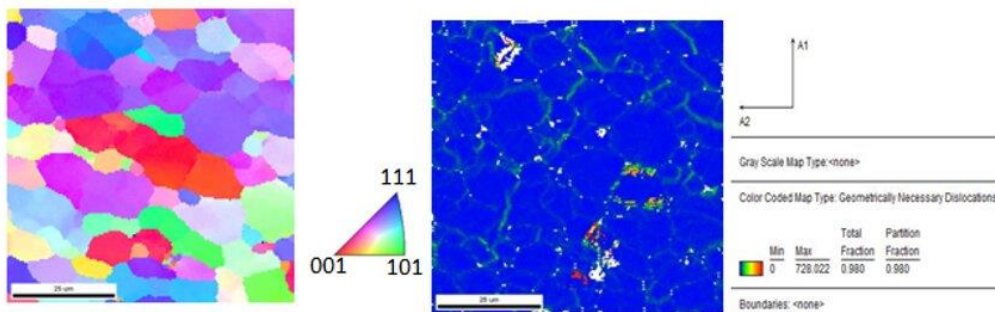


Εικόνα 105: Παρατήρηση του μικρογραφικού ιστού του κράματος AA6082-T6: a) σε εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων και με τη χρήση EDS ανάλυσης, b) απόδοση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών μέσω ανάστροφων στερεογραφικών προβολών σε EBSD αναλυτική τεχνική, c) απόδοση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών σε EBSD αναλυτική τεχνική.

Όσον αφορά στη ζώνη ανάδευσης, μέσω της αντίθεσης πεδίου σε εικόνες οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης, προσδιορίσθηκε η εναλλαγή ζωνών εναπόθεσης μεταξύ των κραμάτων AA5083 - H111 και AA6082 – T6 σε σχηματισμούς δακτυλιοειδούς δομής (alternated semi – circular banded structure), η οποία οφείλεται στο πεδίο μεταβολής των διατμησιακών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια περιστροφής του πείρου. Οι περιοχές οι οποίες χαρακτηρίζονταν από σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου (darkfieldmode) αποτελούνταν από το κραματικό σύστημα AA5083-H111, ενώ εκείνες που χαρακτηρίζονταν από ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου (bright field mode) αποτελούνταν από το κραματικό σύστημα AA6082-T6. Οι παραπάνω παρατηρήσεις επιβεβαιώθηκαν και βάσει του σχετικού λόγου συμμετοχής μεταξύ των στοιχείων Mg/Si, Fe/Mn, στις δύο αυτές περιοχές ανάλυσης μέσω των πολλαπλών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS. Επιπρόσθετα η ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική δομή της ζώνης ανάδευσης αποδόθηκε στη διεξαγωγή φαινομένων δυναμικής ανακρυστάλλωσης (dynamic recrystallization effect) κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης FSW, παρατήρηση η οποία επιβεβαιώνεται και από την ετερογενή κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης, τη μη συμμετρική διακύμανση του συντελεστή Schmid και την υψηλή πυκνότητα των δικτύων των διαταραχών στα όρια κόκκων με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων (misorientation angle distribution factor) (Εικόνα 106).



a)

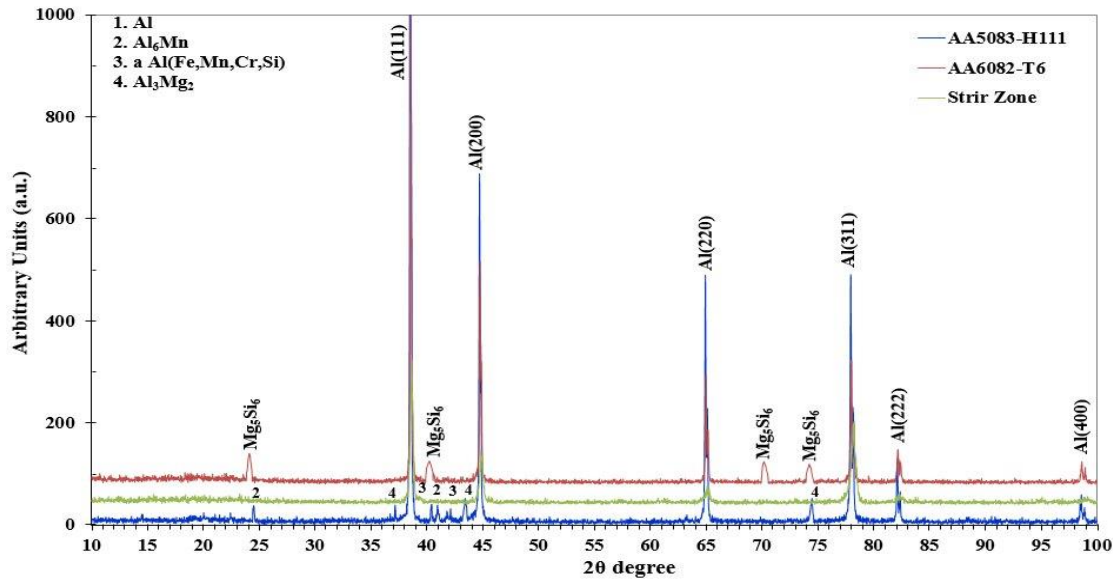


b)

c)

Εικόνα 106: Παρατήρηση του μικρογραφικού ιστού της Ζώνης Ανάδευσης: a) σε εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων και με τη χρήση EDS ανάλυσης, b) απόδοση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών μέσω ανάστροφων στερεογραφικών προβολών σε EBSD αναλυτική τεχνική , c) απόδοση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών σε EBSD αναλυτική τεχνική

2.2 ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΦΑΣΕΩΝ ΚΑΙ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΩΝ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ ΜΕΣΩ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ (XRD) ΓΙΑ ΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΩΝ AA5083 – H111, AA6082 – T6 ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ, ΠΡΙΝ ΤΗΝ ΚΑΘΟΔΙΚΗ ΠΟΛΩΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

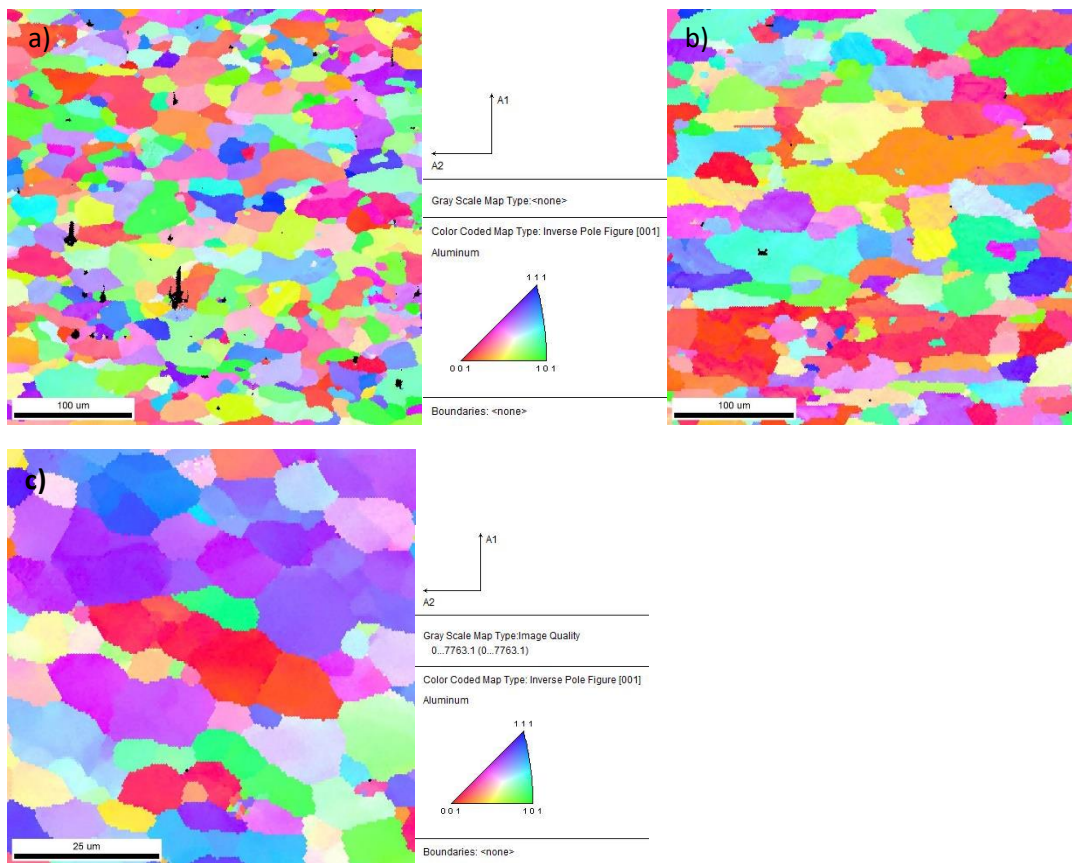


Εικόνα 107: Ταυτοποίηση φάσεων και μικρογραφικών συστατικών μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ.

Μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (X-Ray Diffraction) προσδιορίστηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης η ύπαρξη στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου. Επιπρόσθετα για το μικρογραφικό ιστό του κράματος AA6082 – T6 ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη του ενδιαμέσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 , ενώ για το μικρογραφικό ιστό του κράματος AA5083 - H111 παρατηρήθηκε η συμμετοχή ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_6Mn και $Al(Fe, Mn, Cr, Si)$. Για τη ζώνη ανάδευσης ταυτοποιήθηκαν όλες οι προαναφερθείσες φάσεις καθώς αυτή αποτελεί το μηχανικό μίγμα μεταξύ των δύο κραματικών συστημάτων μελέτης, με εξαίρεση όμως την ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης Mg_5Si_6 , η οποία είχε διαλυτοποιηθεί λόγω της ανάπτυξης υψηλών θερμοκρασιακών πεδίων κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης. Τέλος βάσει της μελέτης του σχετικού λόγου των υψών των κύριων κορυφών περίθλασης του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου (FCC δομή) αποδόθηκε ισχυρότερη ένταση κρυστάλλωσης στο κραματικό σύστημα του αλουμινίου AA5083 – H111 και χαμηλότερη στη θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης ανάδευσης. Η τελευταία παρατήρηση εξηγείται άμεσα καθώς παρά την ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική δομή που παρατηρείται στη ζώνη ανάδευσης, οι κόκκοι υφίστανται εκτεταμένες παραμορφώσεις οι οποίες οδηγούν στην τάνυση και την περιστροφή αυτών (stretched and rotated grains) μεταβάλλοντας συνεχώς τις διευθύνσεις και τα επίπεδα εύκολης ολίσθησης (easy shear crystallographic directions and planes) και υποβαθμίζοντας την ένταση κρυστάλλωσης (intensity of crystallinity) (Εικόνα 107).

2.3 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΟΥ ΙΣΤΟΥ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΤΗΜΑΤΩΝ AA5083-H111, AA6082-T6 ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ ΤΗΣ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΔΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ (TEXTURE IDENTIFICATION BY EBSD ANALYSIS)

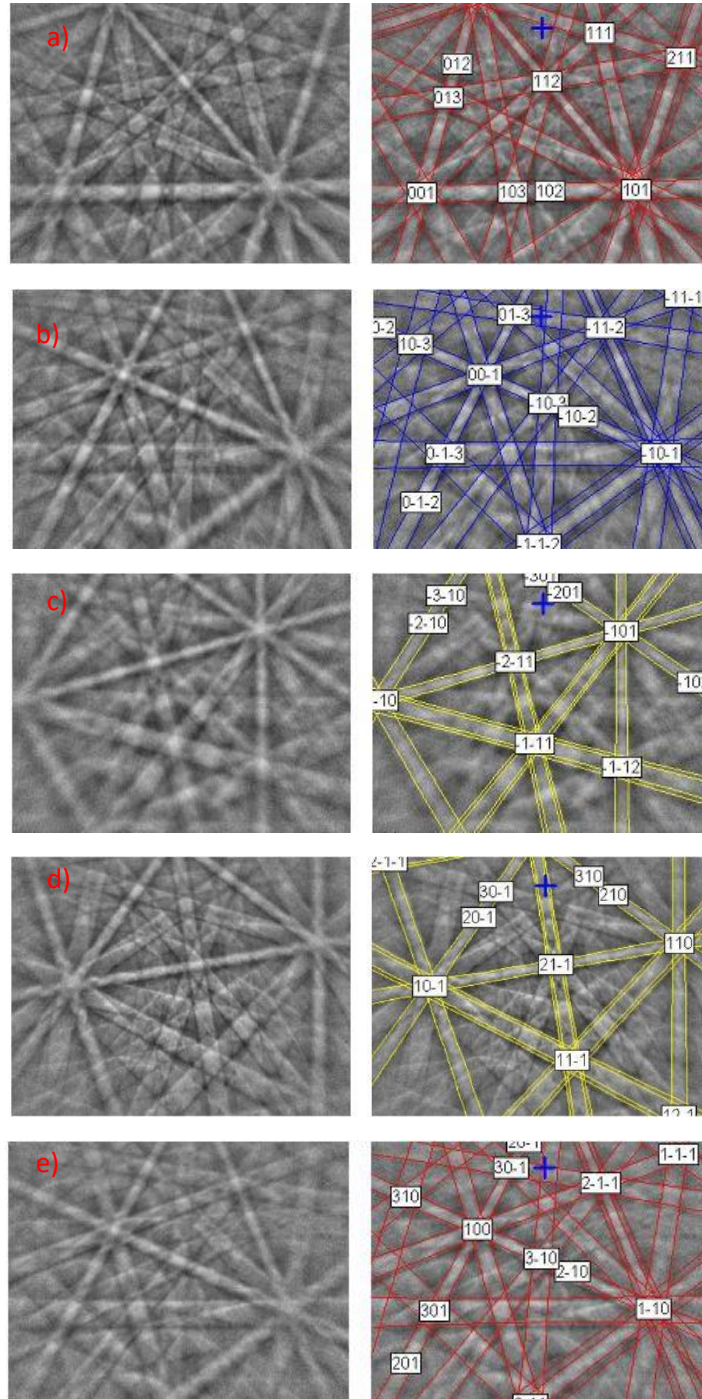
Μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler σε EBSD αναλυτική τεχνική προσδιορίσθηκε η κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης της μητρικής φάσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου και για τις τρεις θερμοδυναμικές περιοχές ανάλυσης (Εικόνα 108). Και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης παρατηρήθηκε ισχυρή ανομοιογένεια τόσο ως προς τον προσανατολισμό κρυστάλλωσης όσο και ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων, με το κράμα AA6082-T6 να παρουσιάζει τους περισσότερο ευμεγέθεις κόκκους, ως αποτέλεσμα της θερμικής κατεργασίας γήρανσης που έχει υποστεί (coarsened microstructure due to artificial ageing), και τη ζώνη ανάδευσης να χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική δομή λόγω της επίδρασης του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (finegrain/refined microstructure due to dynamic recrystallization).



Εικόνα 108: Χαρτογράφηση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης: a) για το κραματικό σύστημα AA5083-H111, b) για το κραματικό σύστημα AA6082-T6, c) για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης

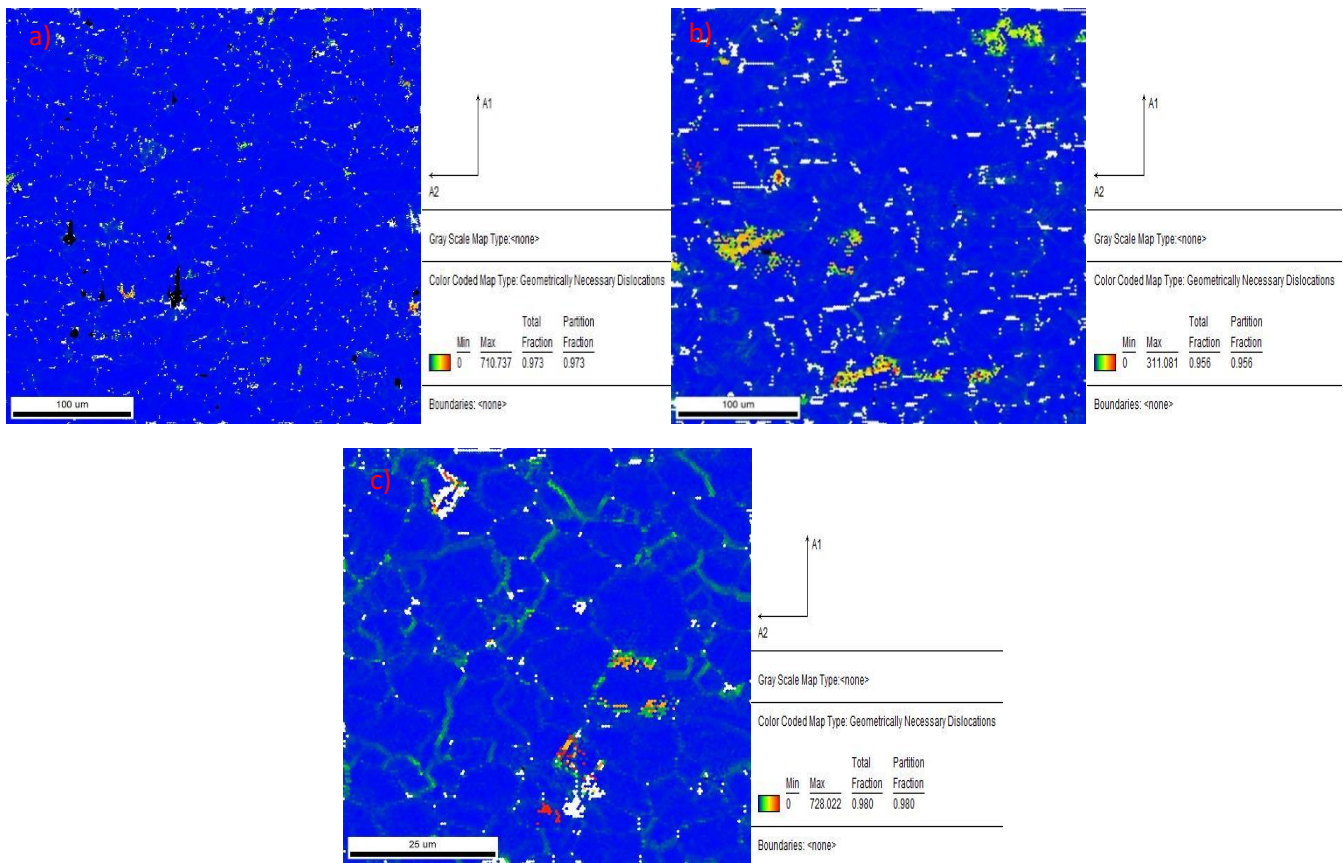
Επιπρόσθετα μέσω των kichichi patterns πραγματοποιήθηκε η κρυσταλλογραφική ταυτοποίηση του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου (μητρική FCC δομή), της ψαθυροποιητικής φάσης

Al_3Mg_2 και των φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες $Al(Fe,Mn,Cr,Si)$, Al_6Mn (οι οποίες απαντώνται στο μικρογραφικό ιστό του κραματικού συστήματος AA5083 – H111) καθώς και του λεπτοκρυσταλλικού ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg_5Si_6 (το οποίο απαντάται αντίστοιχα στο μικρογραφικό ιστό του κραματικού συστήματος AA6082 – T6) (Εικόνα 109).



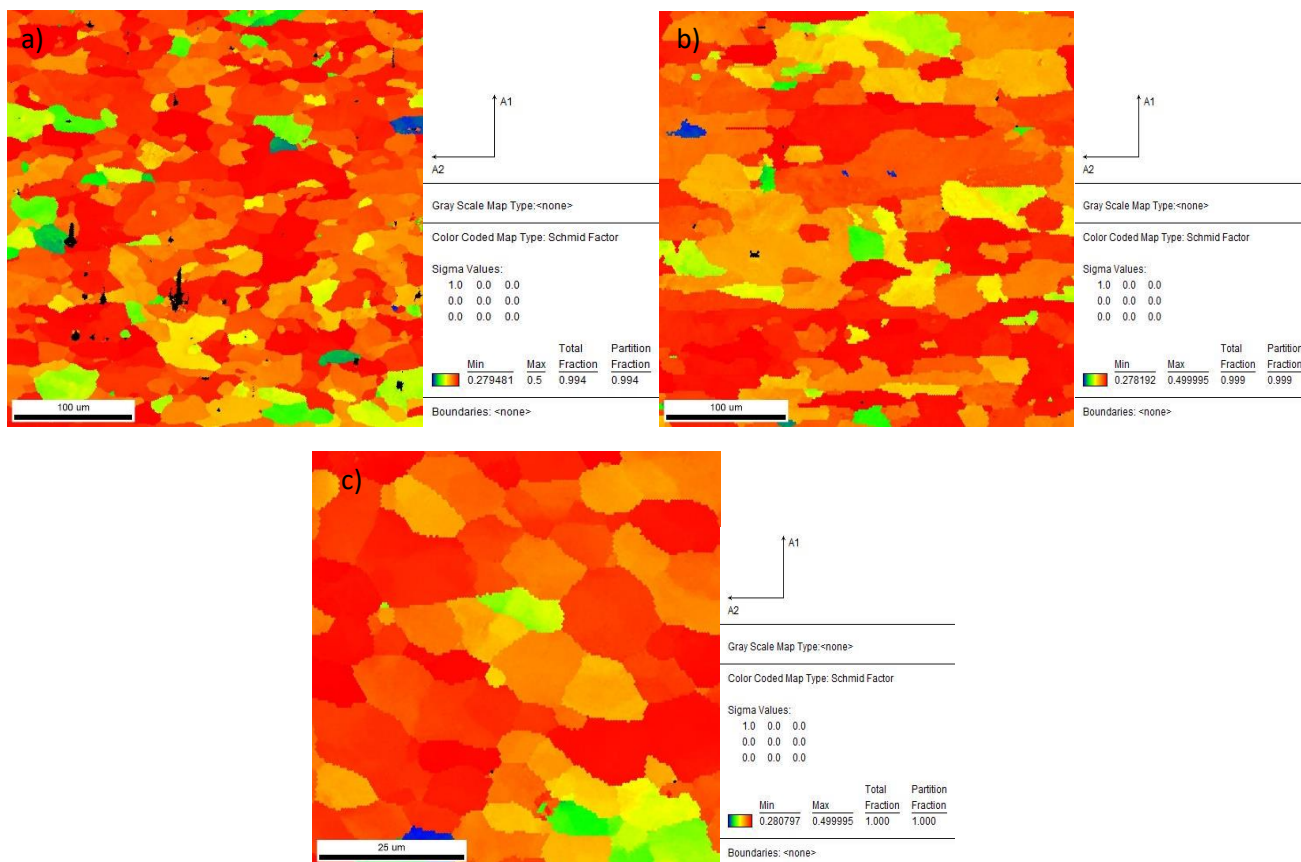
Εικόνα 109: Ταυτοποίηση μέσω των κρυσταλλογραφικών προβολών kinked: a) της μητρικής φάσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου, b) της ψαθυροποιητικής φάσης Al_3Mg_2 , c) της φάσης

στερεοποίησης Al(Fe,Mn,Cr,Si), d) της φάσης στερεοποίησης Al₆Mn, e) της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης (ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα) Mg₅Si₆



Εικόνα 110: Χαρτογράφηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών εντός της μητρικής δομής του κραματικού συστήματος: a) AA5083-H111, b) AA6082-T6, c) της ζώνης ανάδευσης

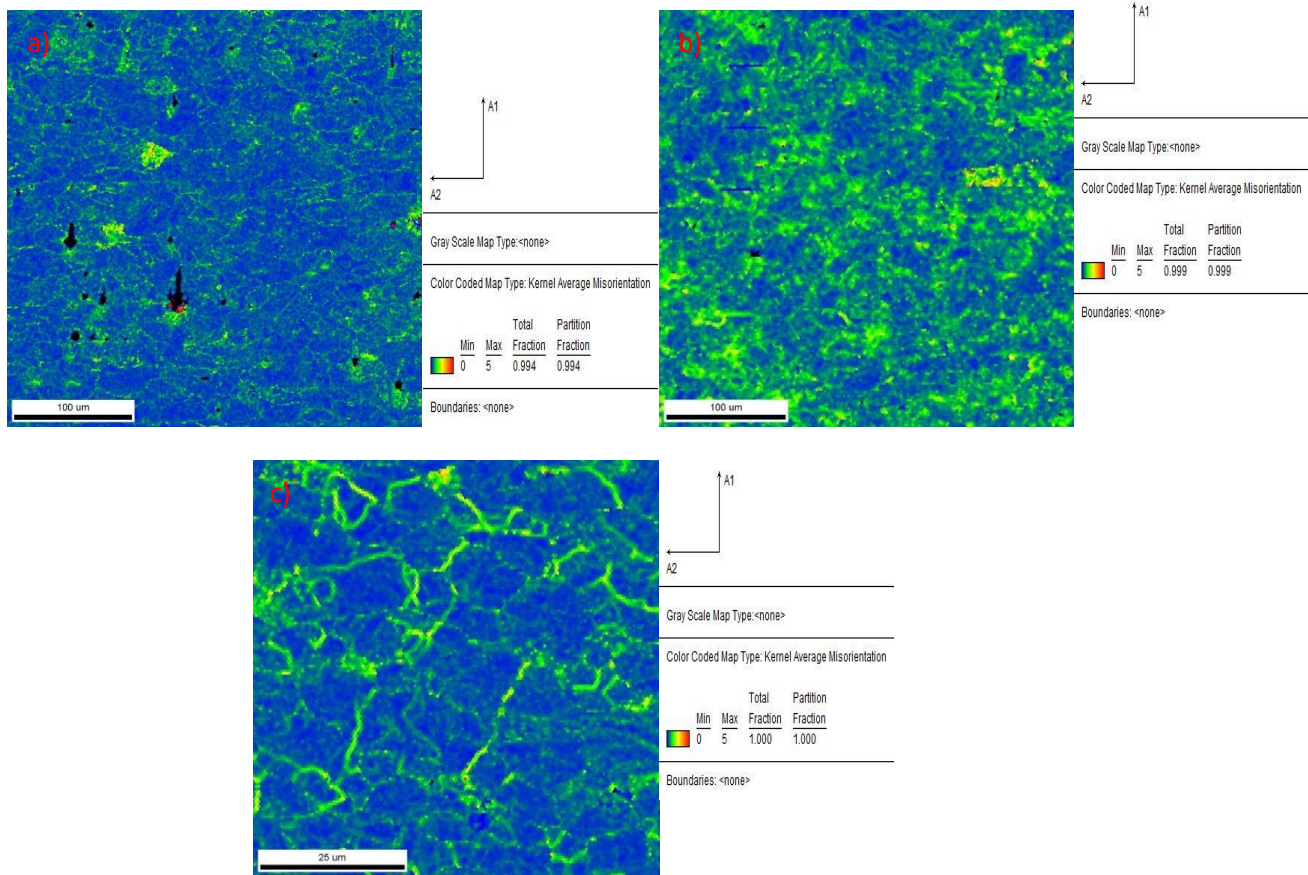
Με βάση τη μελέτη της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών για τη μητρική περιοχή και των τριών κραματικών συστημάτων, διαπιστώθηκε ότι ο μικρογραφικός ιστός του κράματος AA5083-H111 χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλασματικό όγκο συμμετοχής ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών στα υποόρια των κόκκων και των διδυμίων, καθώς χαρακτηρίζεται από υψηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης και χαμηλή τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης. Αντίθετα η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών στη μητρική φάση του κράματος AA6082-T6 κρίνεται ως σημαντικά αυξημένη, λόγω της ύπαρξης ισχυρών κέντρων πέδησης ως προς τη μετακίνησή αυτών (pinning centers) όπως αποτελούν οι ομοιογενώς διεσπαρμένες και λεπτοκρυσταλλικές ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg₅Si₆. Τέλος στο μικρογραφικό ιστό της ζώνης ανάδευσης παρατηρείται σχετικά αυξημένη πυκνότητα διαταραχών μόνο στα όρια κόκκων υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων καθώς και στα μη συνεκτικού ή ημι – συνεκτικού τύπου διαφασικά όρια μεταξύ των κατακρήμνισμάτων και της μητρικής δομής (Εικόνα 110).



Εικόνα 111: Χαρτογράφηση της κατανομής του συντελεστή Schmid εντός της μητρικής δομής του κραματικού συστήματος: a) AA5083-H111, b) AA6082-T6, c) της ζώνης ανάδευσης

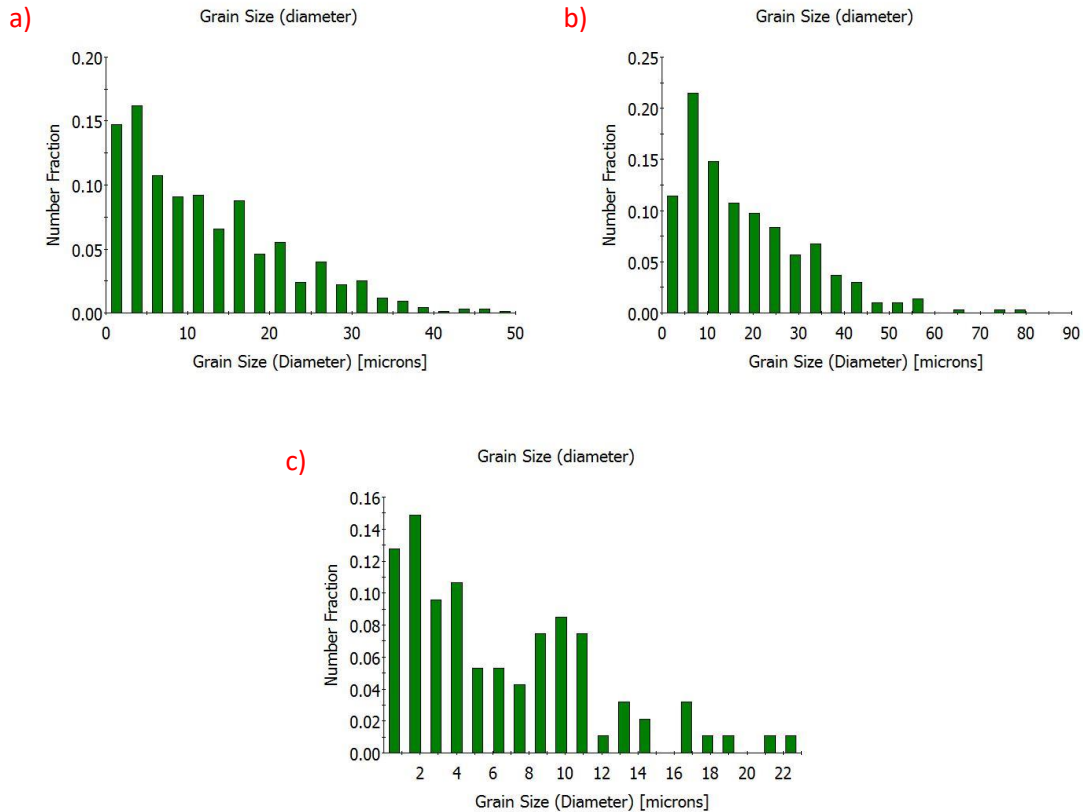
Επιπρόσθετα μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής πραγματοποιήθηκε ο προσδιορισμός της κατανομής και της διακύμανσης των τιμών του συντελεστή Schmid μεταξύ των κόκκων της πολυκρυσταλλικής μητρικής περιοχής και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης. Σε ότι αφορά στη μητρική φάση του κράματος AA5083-H111, αυτή φάνηκε να χαρακτηρίζεται από υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικροπλαστικών παραμορφωσιακών πεδίων και ταινιών ολίσθησης (microplastic strain fields and shear – sliding bands), λόγω της τοπικής ενισχυτικής υπέρθεσης των πεδίων των τάσεων κατά τη διεξαγωγή του φαινομένου της ενδοτραχύνσης (reinforcing super imposition of stress fields during work hardening effect). Αντιθέτως ο μικρογραφικός ιστός του κράματος AA6082 – T6 προσδιορίστηκε από ομοιογενή κατανομή των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (microplastic sliding fields), καθώς η ομοιόμορφη διασπορά της λεπτοκρυσταλλικής ενδομεταλλικής φάσης Mg_5Si_5 , συνεισφέρει στην ανάπτυξη ισότροπα κατανεμημένων τοπολογιών αλληλεπίδρασης μεταξύ των παραμορφωσιακών πεδίων (isotropic distribution for the locations of microplastic strain fields interactions). Τέλος για την περιοχή της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκαν οι υψηλότερες τιμές των συντελεστών Schmid, οι οποίες μπορούν να αποδοθούν στην ανάπτυξη εκτεταμένων πεδίων διατμησιακών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια διεξαγωγής της συγκόλλησης αλλά και ισχυρή διακύμανση μεταξύ των τιμών αυτών εντός της δακτυλιοειδούς δομής, η οποία στοιχειοθετείται από δύο διαφορετικά κραματικά συστήματα με ενδογενή χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη τα οποία αποκλίνουν αρκετά μεταξύ τους (συντελεστές

ενδοτράχυνσης, συντελεστής ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης, κρίσιμη αναλυόμενη διατμητική τάση ολίσθησης) (Εικόνα 111).



Εικόνα 112: Χαρτογράφηση της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων για το κραματικό σύστημα: a) του AA5083-H111, b) του AA6082-T6 και c) της ζώνης ανάδευσης

Επίσης πραγματοποιήθηκε χαρτογράφηση της επιφανειακής κάλυψης περιοχών με χαμηλή, μέση και υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, μέσω της μέτρησης της γωνίας αναντιστοιχίας (misorientation angle and crystallographic misalignment). Για το κραματικό σύστημα AA5083-H111 παρατηρήθηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής περιοχών με μέση και υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, οι οποίες εντοπίστηκαν κυρίως σε πεδία μειωμένης διασυνδετικής συνάφειας, όπως αποτελούν τα μη συνεκτικού και τα ημισυνεκτικού τύπου διαφασικά όρια μεταξύ των φάσεων στερεοποίησης $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cr}, \text{Si})$, Al_3Mg_2 και της μητρικής δομής. Στην περίπτωση του κράματος AA6082-T6 προσδιορίστηκαν αυξημένα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης μικροδομικών περιοχών με μέση γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, ενώ ταυτόχρονα παρατηρήθηκε και η κατά τόπους ανάπτυξη περιοχών με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας, κυρίως περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Τέλος η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίστηκε από εκτεταμένη συμμετοχή περιοχών με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, γεγονός το οποίο μπορεί να αποδοθεί τόσο στην επίδραση του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης όσο και στη συμμετοχή εντός του μικροδομικού ιστού δύο διακριτών μητρικών δομών (AA5083-AA6082) (Εικόνα 112).



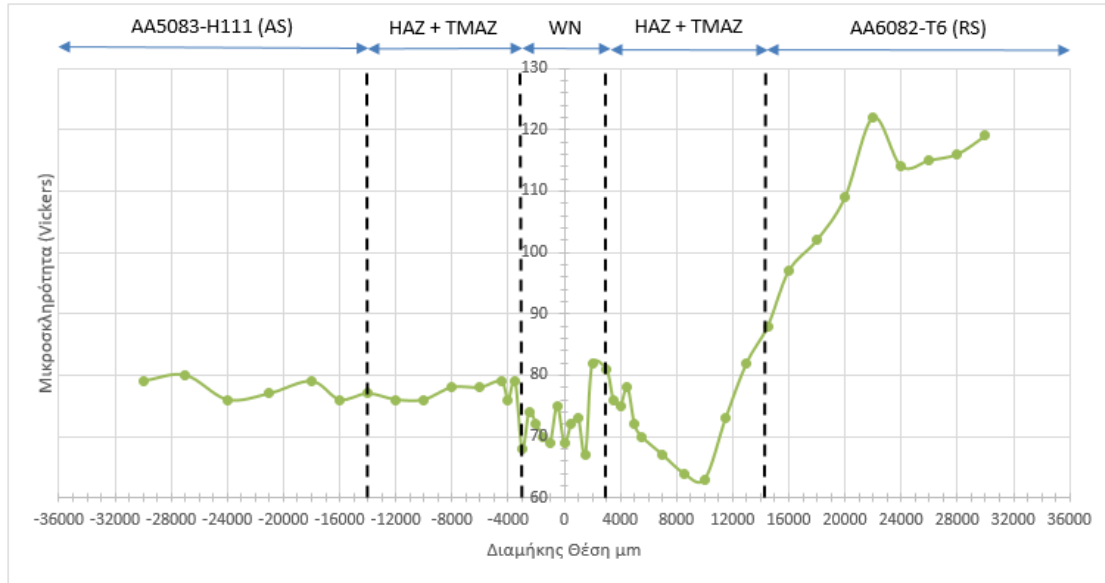
Εικόνα 113: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων για τα κραματικά συστήματα: a) του AA5083-H111, b) του AA6082-T6, c) της ζώνης ανάδευσης

Στη συνέχεια προσδιορίσθηκε η στατιστική κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης. Το μεγαλύτερο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων φάνηκε να το παρουσιάζει το θερμικά κατεργασμένο κράμα αλουμινίου AA6082 – T6 και το μικρότερο η ζώνη ανάδευσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083/H111-AA6082/T6. Η ενδοτραχυμένη μητρική περιοχή του κράματος AA5083 – H111 προσδιορίσθηκε από ενδιάμεσες τιμές του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων, ενώ η μεγαλύτερη διασπορά – διακύμανση επί του μέσου μεγέθους των κόκκων αποδόθηκε συστηματικά στην περιοχή της ζώνης ανάδευσης, καθώς αυτή χαρακτηρίζεται από τη συμμετοχή δύο διαφορετικών μεταλλουργικών συστημάτων, με αποκλίνουσες χημικές συστάσεις και μηχανικές ιδιότητες. Τα δύο αυτά θερμοδυναμικά συστήματα τα οποία συμμετέχουν ως μηχανικό μίγμα στους δακτυλιοειδείς σχηματισμούς της ζώνης ανάδευσης, χαρακτηρίζονται από διαφορετική ενέργεια ενεργοποίησης – φράγμα δυναμικού και παρουσιάζουν άλλη κινητική ως προς την έναρξη και την ολοκλήρωση του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης.

2.4 Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων

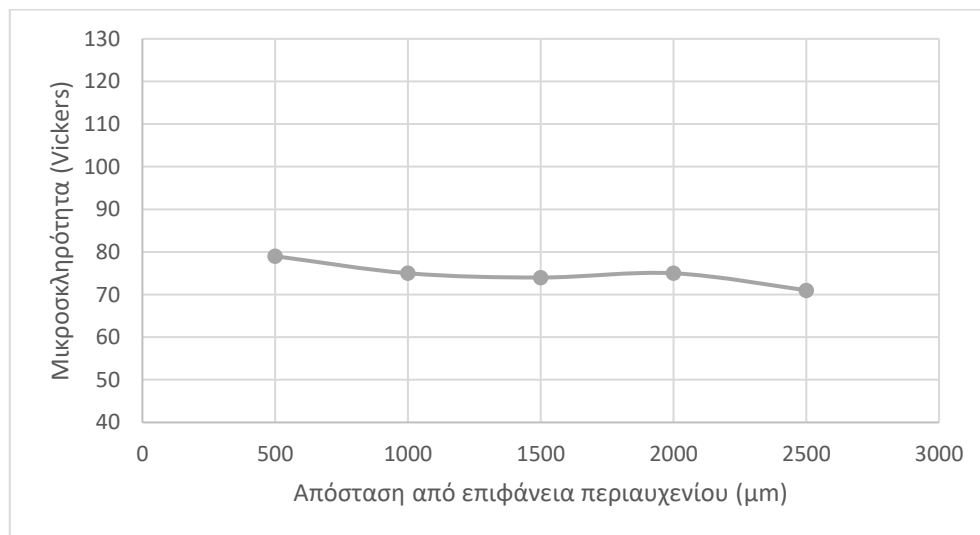
Η κατανομή της μικροσκληρότητας κατά το διαμήκη άξονα της κάθετης διατομής μελετήθηκε σε απόσταση 1500 μm από την επιφάνεια του περιαιχενίου, δηλαδή περίπου στο μέσο του πάχους της διατομής, για δώδεκα διαφορετικά δοκίμια, λαμβάνοντας μετρήσεις σε όλες τις ζώνες της συγκόλλησης. Όπως παρατηρήθηκε η ελάχιστη τιμή της μικροσκληρότητας αποδίδεται στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς, δηλαδή εκεί όπου είχε τοποθετηθεί το κραματικό σύστημα του AA6082 – T6. Στη δεδομένη περιοχή γίνεται εύκολα κατανοητό ότι έχει πραγματοποιηθεί διαλυτοποίηση του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρήνιματος Mg_5Si_6 , λόγω της ανάπτυξης θερμοκρασιακής βαθμίδας υψηλότερης των 250°C. Όπως είναι γνωστό από τη διεθνή βιβλιογραφία η ενδομεταλλική αυτή φάση με τη δεδομένη στοιχειομετρία χαρακτηρίζεται από θερμοδυναμική σταθερότητα σε θερμοκρασιακά πεδία χαμηλότερα των 200°C. Καθίσταται λοιπόν ευκρινές ότι κατά τη διάρκεια της απόψυξης από τους διάφορους θερμοκούς κύκλους της συγκόλλησης πραγματοποιείται μετασηματισμός φάσεων από το ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήνισμα Mg_5Si_6 (μέγιστη σκλήρυνση) προς το κατακρήνισμα ισορροπίας Mg_2Si . Το κατακρήνισμα ισορροπίας παραμένει ως κύριο μικροδομικό συστατικό στο μικρογραφικό ιστό της θερμικά επηρεασμένης ζώνης του κράματος AA6082 καθώς το θερμοδυναμικό πεδίο σταθερότητάς του καλύπτει το θερμοκρασιακό εύρος 240-380°C, το οποίο δεν υπερβαίνεται σε κανένα στάδιο της συγκόλλησης.

Επιπρόσθετα στο μικροδομικό ιστό της ζώνης ανάδευσης παρατηρούνται κάποιες από τις χαμηλότερες τιμές της μικροσκληρότητας. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στη χημική και μικροδομική ανομοιογένεια που χαρακτηρίζει την περιοχή αυτή, δεδομένου ότι πρόκειται για ένα νέο κραματικό σύστημα όπου έχει επέλθει μηχανική ανάμειξη μεταξύ των κραμάτων AA5083-H111 και AA6082-T6, έπειτα από την εφαρμογή ισχυρού πεδίου διατμησιακών παραμορφώσεων. Τα περιορισμένα ποσοτά επιφανειακής κάλυψης του κραματικού συστήματος AA6082 – T6 εντός της δακτυλιοειδούς δομής καθώς και η διαλυτοποίηση της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 δικαιολογούν τη σημαντική αυτή μείωση στις τιμές της μικροσκληρότητας της ζώνης ανάδευσης. Ακόμη αξίζει να σημειωθεί ότι κατά την απόψυξη η χρονική διάρκεια που απαιτείται για το μηχανισμό της επανακατακρήνισης (reprecipitation mechanism) είναι περιορισμένη, δεδομένης της συνέργειας του εκτεταμένου πεδίου των διατμησιακών παραμορφώσεων, με αποτέλεσμα κινητικά να ολοκληρώνεται η επανακατακρήνιση μη αμελητέου κλάσματος όγκου συμμετοχής της φάσης ισορροπίας Mg_2Si , η οποία επιφέρει μερική αύξηση της σκληρότητας, ώστε να αποφεύγεται η λήψη ιδιαίτερα χαμηλών πεδίων τιμών της μικροσκληρότητας, όπως αυτών που απαντώνται στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη του κράματος AA6082 – T6. Αντίθετα, το τμήμα της ζώνης ανάδευσης που στοιχειοθετείται κυρίως από το κράμα AA5083-H111 παρουσιάζει τις υψηλότερες τιμές μικροσκληρότητας, καθώς τα υψηλά θερμοκρασιακά πεδία τα οποία αναπτύσσονται για περιορισμένη χρονική διάρκεια, δεν προλαβαίνουν να οδηγήσουν στο φαινόμενο της αλληλοαναίρεσης μεταξύ των δικτύων των διαταραχών (annihilation of dislocation networks) αλλά ούτε στην υποβάθμιση της εσωτερικής ενέργειας στον πυρήνα αυτών (energy at dislocation core) (Διάγραμμα 1) [310 – 312].



Διάγραμμα 1: Κατανομή μικροσκληρότητας κατά το διαμήκη άξονα της κάθετης διατομής συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083-H111/AA6082-T6

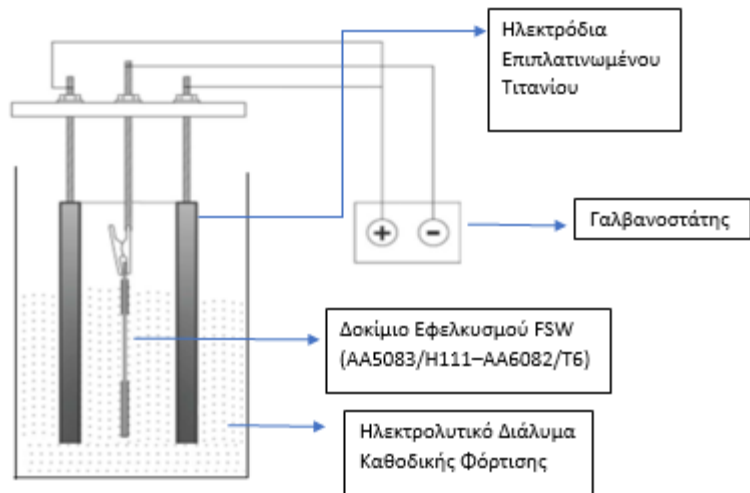
Επιπρόσθετα προσδιορίσθηκε και η κατανομή της μικροσκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης της συγκόλλησης συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια του περιαιχενίου. Η κατανομή της μικροσκληρότητας μελετήθηκε στο κέντρο του πυρήνα συγκόλλησης με κατεύθυνση από την επιφάνεια του περιαιχενίου προς την επιφάνειά υποστήριξης. Όπως παρατηρήθηκε και προηγουμένως η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίζεται από αρκετά χαμηλό πεδίο τιμών μικροσκληρότητας, ενώ αξίζει ακόμη να σημειωθεί ότι οι τιμές αυτές παραμένουν σχεδόν ανεπηρέαστες από την απόσταση του σημείου μέτρησης τους σε σχέση με την επιφάνεια του περιαιχενίου, με αποτέλεσμα η συνολική εικόνα να εκφράζεται μέσω μίας σχεδόν γραμμικής συμπεριφοράς.



Διάγραμμα 2: Κατανομή της μικροσκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια του περιαιχενίου

2.5 ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΕΝΤΟΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ ΚΑΙ ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΛΥΤΙΚΗΣ ΔΙΑΤΑΞΗΣ ΟΠΟΥ ΕΛΑΒΕ ΧΩΡΑ Η ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΕΝΤΟΣ ΠΕΔΙΟΥ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

Στην ηλεκτρολυτική διάταξη την κάθοδο του ηλεκτροχημικού συστήματος αποτέλεσαν τα συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083 – H111/AA6082 – T6 ενώ ως άνοδοι τοποθετήθηκαν αμφίπλευρα του συγκολλημένου δοκιμίου δύο ηλεκτρόδια επιπλατινωμένου τιτανίου (platinum plated titanium electrodes), ώστε να αναπτύσσεται ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (μέτωπο προσβολής/facet of embrittlement attack) στη συνολική επιφάνεια των υπό μελέτη δοκιμίων. Η αμφίπλευρη εισδοχή του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό των δειγμάτων αποτελεί κύρια απαίτηση των προτύπων ASTM G148 – 97 και NACE TM – 0284 καθώς αυτά δε έχουν εγκοπή, ώστε να αναπτύσσεται κατευθυνόμενα το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου (directionally assisted electrodiffusion fronts) λόγω της πύκνωσης των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης περιμετρικά της περιοχής της εγκοπής. Ως ηλεκτρολύτης χρησιμοποιήθηκε διάλυμα 0.1 M NaCl με προσθήκη 3g/LNH₄SCN αμμωνοθειοκυανιούχου συμπλόκου (το οποίο παρεμποδίζει το μοριακό επανασχηματισμό του υδρογόνου στη μεταλλική επιφάνεια – Hydrogen Poison Recombination Inhibitor). Καταυτόν τον τρόπο περιορίζεται η ανάπτυξη φλυκταινών υδρογόνου στη μεταλλική επιφάνεια και η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (electro – migration effect) πραγματοποιείται σε μεγαλύτερα βάθη εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού, με αποτέλεσμα να επιτυγχάνονται και υψηλότεροι συντελεστές διάχυσης για σταθερή τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Επιπρόσθετα στο ηλεκτροδυναμικό σύστημα εφαρμόσθηκε ανάδευση μέσω παροχέτευσης μίγματος αερίων CO₂ (0.5 bar) και N₂ (1 bar), όπου ο ροομετρικός έλεγχος αποσκοπούσε στη σταθεροποίηση του pH μεταξύ του πεδίου τιμών 3 – 3.2 και στη διασφάλιση της ηλεκτροχημικής ενεργότητας (electrochemical activity). Τέλος, για τον περιορισμό της εξάτμισης του ηλεκτρολυτικού διαλύματος και της συνεπαγόμενης μείωσης του pH πραγματοποιήθηκε κάλυψη του κατακόρυφου κελιού με parafilm. Τέλος βάσει του διεθνούς πρωτοκόλου διασφάλισης της ποιότητας της πετρελαιοβιομηχανίας ISO 3183 και με στόχο την όσο το δυνατόν επιτυχέστερη προσμείωση των δυναμικών λειτουργικών συνθηκών που αναπτύσσονται στην πραγματική κλίμακα επελέγησαν ως μελετούμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 20, 50 και 80 mA/cm², ενώ για τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διεγερσης ορίσθηκαν ως αναλυόμενα χρονικά κατώφλια οι 2, 4 και 8 ώρες (Πίνακας 4) (Εικόνες 114 – 115).



Εικόνα 114: Ηλεκτρολυτική διάταξη καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατίοντα.



Εικόνα 115: Φωτογραφική απεικόνιση της εργαστηριακής διάταξης

Πίνακας 4: Συγκεντρωτικός πίνακας των συνθηκών καθοδικής πόλωσης σε ηλεκτροχημικό περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα

Υλικά	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
AA5083-H111	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
AA6082-T6	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Stir Zone	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h

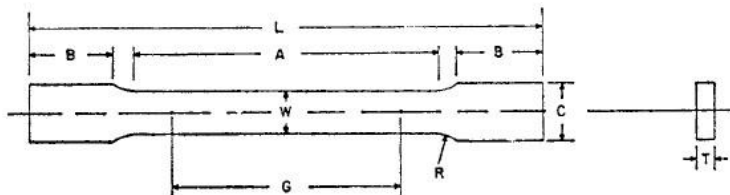
2.6 ΦΩΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΠΕΙΚΟΝΙΣΗ ΤΗΣ ΥΔΡΑΥΛΙΚΗΣ ΜΗΧΑΝΗΣ ΔΟΚΙΜΩΝ ΟΠΟΥ ΠΡΑΓΜΑΤΟΠΟΙΗΘΗΚΑΝ ΤΑ ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗΣ ΦΟΡΤΙΣΗΣ ΧΑΜΗΛΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΠΑΡΑΜΟΡΦΩΣΗΣ

Για τη μελέτη της μηχανικής συμπεριφοράς των συγκολλημένων δοκιμών πραγματοποιήθηκαν δοκιμές εφελκυσμού τόσο στα αρχικά συγκολλημένα δοκίμια όσο και στα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική πόλωση εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου σε υδρογονοκατιόντα (Ex –Situ Hydrogen Cathodic Charging and Slow Strain Rate Testing).

Για την πραγματοποίηση των δοκιμών εφελκυσμού χρησιμοποιήθηκε η υδραυλική μηχανή δοκιμών MTS-10tn του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας (Εικόνα 116). Για τη μέτρηση της επιμήκυνσης τοποθετήθηκε για όλες τις περιπτώσεις στην άνω επιφάνεια της συγκόλλησης επιμηκυνσιόμετρο της “Epsilon” με δυνατότητα μέτρησης συνολικής επιμήκυνσης ± 25 mm. Οι δοκιμές εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν με ρυθμό απομάκρυνσης των αρπαγών 0.01 mm/min, όπως ακριβώς ορίζουν οι διεθνείς φορείς διαπίστευσης ποιότητας των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων (oil and gas pipelines) DNV-RP-F109, DNV-RP-F110, DNV-RP-F116, και το πρότυπο ASTM E 8M – 04, έτσι ώστε να προσομοιωθούν με όσο το δυνατόν μεγαλύτερη ακρίβεια τα παραμορφωσιακά πεδία που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια λειτουργίας (μεταφορά καυσίμου) και κατά τη διάρκεια ανατροφοδότησης (refueling process) και καθαρισμού των σωληνώσεων. Τέλος αναφέρεται ότι για την κάθε διακριτή ομάδα επιβαλλόμενων συνθηκών κατά το στάδιο της ηλεκτροχημικής διέγερσης (πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, χρονική διάρκεια) πραγματοποιήθηκαν τρεις διαφορετικές επαναλήψεις δοκιμών εφελκυσμού, όπως ακριβώς ορίζουν τα πρότυπα, ώστε να διασφαλισθεί η επαναληψιμότητα και η ακεραιότητα των μετρήσεων.



Εικόνα 116: Υδραυλική μηχανή δοκιμών όπου πραγματοποιήθηκε η εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από την καθοδική πόλωση των συγκολλημένων δοκιμών



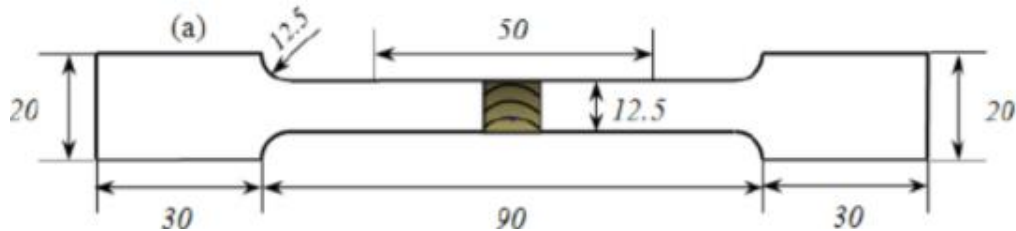
	Dimensions		
	Standard Specimens		Subsize Specimen
	Plate-Type, 40 mm [1.500 in.] Wide	Sheet-Type, 12.5 mm [0.500 in.] Wide	6 mm [0.250 in.] Wide
	mm [in.]	mm [in.]	mm [in.]
G—Gage length (Note 1 and Note 2)	200.0 ± 0.2 [8.00 ± 0.01]	50.0 ± 0.1 [2.000 ± 0.005]	25.0 ± 0.1 [1.000 ± 0.003]
W—Width (Note 3 and Note 4)	40.0 ± 2.0 [1.500 ± 0.125, -0.250]	12.5 ± 0.2 [0.500 ± 0.010]	6.0 ± 0.1 [0.250 ± 0.005]
T—Thickness (Note 5)		thickness of material	
R—Radius of fillet, min (Note 6)	25 [1]	12.5 [0.500]	6 [0.250]
L—Overall length, min (Note 2, Note 7, and Note 8)	450 [18]	200 [8]	100 [4]
A—Length of reduced section, min	225 [9]	57 [2.25]	32 [1.25]
B—Length of grip section, min (Note 9)	75 [3]	50 [2]	30 [1.25]
C—Width of grip section, approximate (Note 4 and Note 9)	50 [2]	20 [0.750]	10 [0.375]

Εικόνα 117: Διαστάσεις των δοκιμών εφελκυσμού κατά ASTM E 8M – 04.

Ακόμη αναφέρεται ότι τα δοκίμια κόπηκαν εγκάρσια ως προς τη διεύθυνση της συγκόλλησης, έτσι ώστε να περιλαμβάνουν όλες τις ζώνες συγκόλλησης και το μητρικό υλικό (Εικόνα 118). Τα διαστασιολογικά χαρακτηριστικά των προτύπων δοκιμών εφελκυσμού παρουσιάζονται στις παρακάτω εικόνες (Εικόνα 119).



Εικόνα 118: Κοπή συγκολλημένης πλάκας κάθετα στον άξονα της ραφής ώστε να εξαχθούν δοκίμια εφελκυσμού που να περιλαμβάνουν όλες τις περιοχές της συγκόλλησης



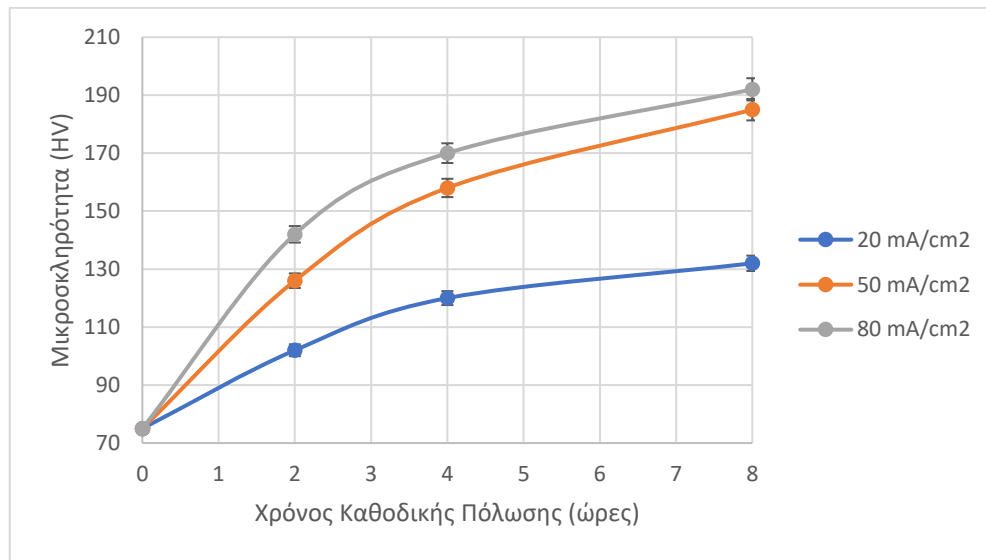
Εικόνα 119: Γεωμετρικά χαρακτηριστικά των δοκιμών εφελκυσμού

2.7 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ AA5083-H111

Στα πλαίσια του παρόντος υποκεφαλαίου πραγματοποιήθηκε μελέτη της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα του κραματικού συστήματος AA5083-H111. Η διερεύνηση αυτή έλαβε χώρα μέσω διεξαγωγής μικροσκληρομετρήσεων στην επιφάνεια των καθοδικά πολωμένων δοκιμών, αμέσως μετά την ολοκλήρωση της ηλεκτροχημικής διέγερσης, για όλα τα πεδία τιμών των επιβαλλόμενων συνθηκών κατά τη διάρκεια της εν λόγω διεργασίας. Τα αποτελέσματα των μετρήσεων αυτών συνοψίζονται στον ακόλουθο πίνακα ενώ στη συνέχεια παρατίθενται και τα συγκριτικά διαγράμματα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης και για τις τρεις τιμές της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20, 50, 80 mA/cm²).

Πίνακας 5: Μεταβολή της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Μικροσκληρότητα κράματος AA5083-H111	102HV ±2	120HV ±3	132HV ±3	122HV ±2	158HV ±2	185HV ±3	142HV ±2	170HV ±2	192HV ±3



Διάγραμμα 3: Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της χρονικής διάρκειας της ηλεκτροχημικής διέγερσης για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm² στην επιφανειακή μικροσκληρότητα του κράματος AA5083-H111

Όπως παρατηρείται από το παραπάνω διάγραμμα, οι μικρής χρονικής διάρκειας φορτίσεις έως τις 2 ώρες φαίνεται να έχουν μεγαλύτερη επίδραση ως προς την αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας του κραματικού συστήματος AA5083- H111 για πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 50 mA/cm² έως τα 80 mA/cm². Συμπεραίνεται λοιπόν ότι το συγκεκριμένο κραματικό σύστημα για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης άνω των 2 ωρών παρουσιάζει αντίσταση ως προς την διείσδυση των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής (electrokinetically pulsed atomic hydrogen diffusion fronts) κυρίως λόγω της φυσικοχημείας που αναπτύσσεται στη διεπιφάνεια στερεού – ηλεκτρολύτη (physicochemical reactions at solid liquid interphases). Ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μικρότερης των 50 mA/cm² και χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης έως τις 2 ώρες τα δίκτυα των διαταραχών τα οποία έχουν δημιουργηθεί κατά το στάδιο της ενδοτράχυνσης λειτουργούν ως ενεργοί διάλυτοι διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, με την υπέρβαση των παραπάνω συνθηκών παρατηρείται η ύπαρξη ενός θερμοδυναμικού – ηλεκτροκινητικού κατωφλιού (thermodynamic – electrokinetic threshold), όπου αναστρέφεται η απόκριση του συστήματος. Καταυτόν τον τρόπο τα υπερκορεσμένα σε υδρογόνο πλέον δίκτυα διαταραχών, αρχίζουν να έχουν το

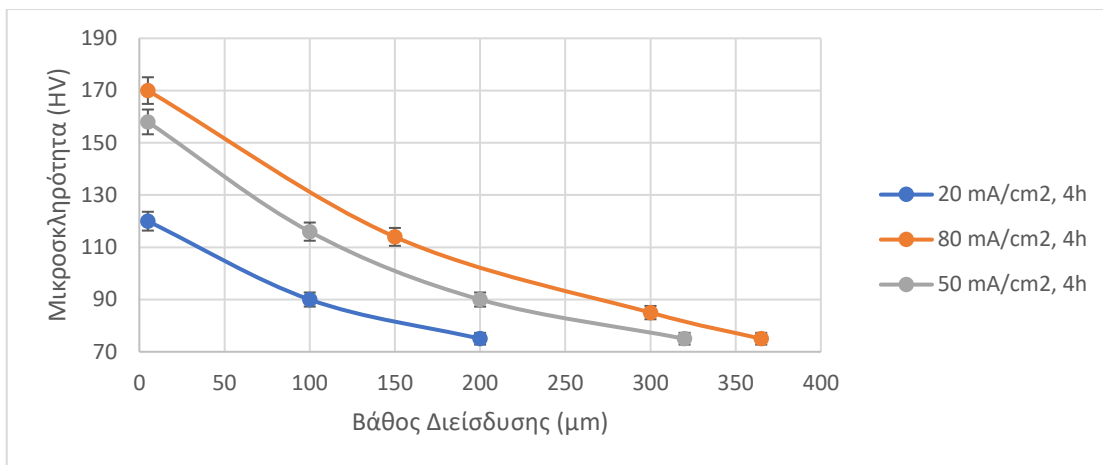
ρόλο παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού οδηγώντας στην ανάπτυξη υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής συναθροίσεων υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (aggregations of V-H clusters) και ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου. Όλοι οι παραπάνω παράγοντες οδηγούν στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση των πεδίων μικροπλαστικής παραμόρφωσης (microplastic strain fields) και στη μείωση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (localized chemical potential for migration effect), φαινόμενα τα οποία σχετίζονται άμεσα με την αύξηση της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του μεταλλουργικού συστήματος. Φυσικά η διάχυση του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό συνεχίζει να λαμβάνει χώρα με πολύ όμως πιο αργούς ρυθμούς και μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων μεταξύ των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (hopping mechanism between hydrogenated vacancies) (Διάγραμμα 3) [70,71].

2.8 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΟ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΤΟ ΒΑΘΟΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΙΚΟΥ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ AA5083-H111

Στόχο του παρόντος υποκεφαλαίου αποτέλεσε ο προσδιορισμός και η μελέτη των κυριότερων θερμοδυναμικών και κινηματικών παραμέτρων οι οποίες επιδρούν στο μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του κράματος AA5083 – H111. Για το σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκε ο προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (penetration depth) μέσω διεξαγωγής προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων στη κάθετη διατομή των δοκιμίων, αμέσως μετά την ολοκλήρωση της ηλεκτροχημικής διέγερσης για όλα τα πεδία τιμών των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης καθώς και υπολογισμός των αντίστοιχων συντελεστών διάχυσης (diffusion coefficients). Στη συνέχεια παρατίθενται τα αποτελέσματα των ανωτέρω μετρήσεων υπό μορφή πίνακα ενώ επιπλέον αποδίδεται σε διάγραμμα η μεταβολή του βάθους διείσδυσης και του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 6: Πίνακας μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης.

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Βάθος διάχυσης κράματος AA5083-H111	141μm	200μm	283μm	226μm	320μm	453μm	258μm	365μm	516μm



Διάγραμμα 4: Απόδοση της μεταβολής του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της διαβάθμισης της μικροσκληρότητας στη κάθετη διατομή δοκιμίου AA5083 -H111 για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20, 50, 80 mA/cm²) και για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

Όπως ήταν αναμενόμενο με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης παρατηρήθηκε συνεχής αύξηση του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού. Η παραπάνω παρατήρηση σχετίζεται με το γεγονός ότι για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης δεν πραγματοποιείται υπέρβαση κάποιου ηλεκτροδυναμικού κατωφλιού (electrodynamic barrier), πάνω από το οποίο οι ηλεκτροκινητικοί μηχανισμοί αναστρέφονται (reversion of electrokinetic mechanisms) και τα φαινόμενα ψαθυροποίησης και ηλεκτροδιάχυσης αμβλύνονται (diminishing effect of electrodiffusion and embrittlement phenomenon). Για το δεδομένο όμως κραματικό σύστημα και για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² παρατηρήθηκε συνεχής μείωση του ρυθμού αύξησης του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου. Το φαινόμενο αυτό αποδόθηκε στο γεγονός ότι τα υπερκορεσμένα σε υδρογόνο πλεγματικά κενά της κρυσταλλικής δομής (super saturated hydrogenated vacancies) παρεμποδίζουν την περαιτέρω μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου μέσα από διαύλους εύκολης διάχυσης όπως αποτελούν τα δίκτυα των διαταραχών (easy diffusion paths of atomic hydrogen). Ακόμη παρατηρήθηκε ότι η υψηλότερη τιμή της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του κραματικού συστήματος AA5083 – H111 αποδόθηκε για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm², όπου μετρήθηκε και το μεγαλύτερο βάθος διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου. Σημειώνεται τέλος ότι η σκλήρυνση της μεταλλικής επιφάνειας πραγματοποιήθηκε κινηματικά με υψηλότερο ρυθμό κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 50 mA/cm², όπου μεγαλύτερη ήταν και αύξηση του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου συγκριτικά με το εύρος τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των 50 και των 80 mA/cm²(Διάγραμμα 4)[279].

Στη συνέχεια μέσω χρήσης της παραβολικής έκφρασης του δεύτερου νόμου του Fick στη μια διάσταση υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της ενδοτραχυμένης μητρικής δομής του κράματος AA5083 – H111, για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες.

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής δομής προσδιορίστηκε ίσο με 200 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίσθηκε ως ακολούθως:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.02^2}{4 \times 4 \times 3600} = 6.944 \times 10^{-9} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

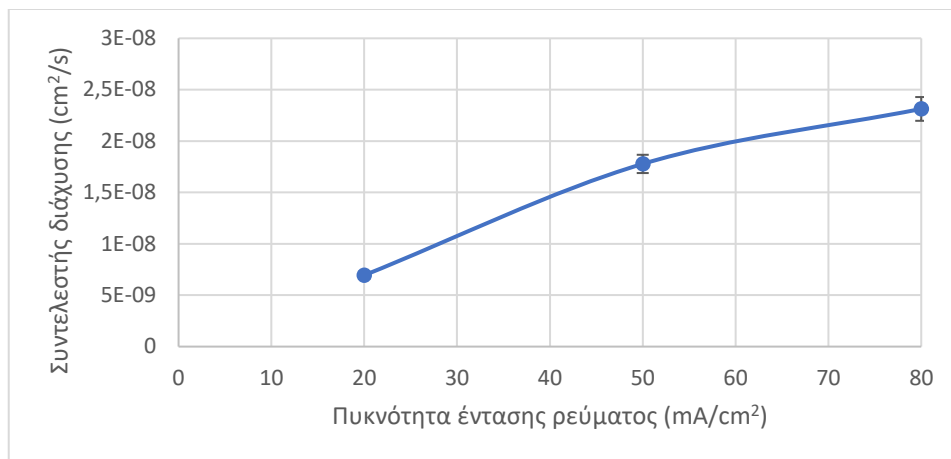
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της ενδοτραχυμένης μητρικής δομής ίσο με 320 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.032^2}{4 \times 4 \times 3600} = 1,778 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Όπως θα παρατηρηθεί και από τα πειραματικά αποτελέσματα τα οποία θα παρατεθούν στη συνέχεια ο συντελεστής διάχυσης για το κραματικό σύστημα AA5083 – H111 και για επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έως τα 50 mA/cm² χαρακτηρίζεται από υψηλότερες τιμές συγκριτικά με τα άλλα μεταλλουργικά συστήματα. Το γεγονός αυτό αποδίδεται (όπως θα επιβεβαιωθεί και από τη θραυστογραφική μελέτη) στη συνεργιστική δράση των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης HELP και HEDE υπό την ταυτόχρονη παρουσία υψηλών πυκνοτήτων επιφανειακή κάλυψης μετακινούμενων δικτύων διαταραχών κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης (augmented surficial density of mobilized dislocation networks) τα οποία ενισχύουν τη διαχυσιμότητα του ατομικού υδρογόνου εντός του μικροδομικού ιστού (diffusivity process of atomic hydrogen).

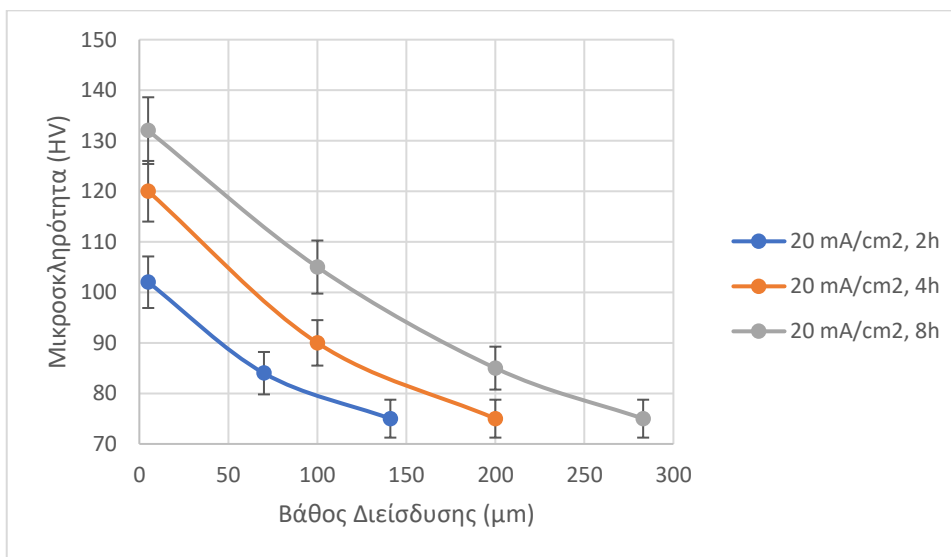
Τέλος για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε ίσο με 365 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0365^2}{4 \times 4 \times 3600} = 2,313 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

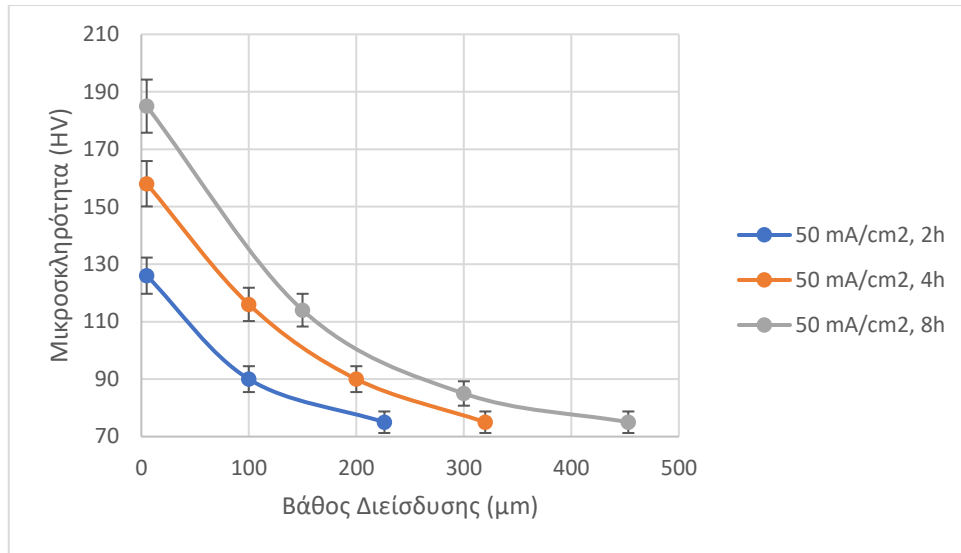


Διάγραμμα 5: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

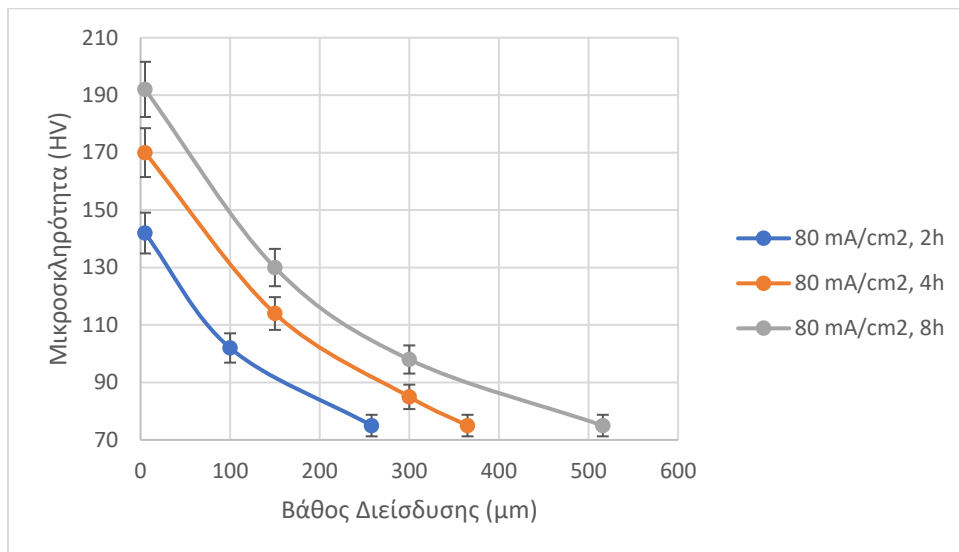
Συνεπώς, όπως παρατηρείται και από το Διάγραμμα 5 για το κράμα αλουμινίου AA5083 ο συντελεστής διάχυσης παρουσιάζει σημαντική αύξηση με τη μεταβολή της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 20 στα 50 mA/cm² (σχεδόν γραμμική συμπεριφορά), ενώ για μεγαλύτερες τιμές της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης συνεχίζει να παρουσιάζει αυξητική τάση με χαμηλότερο όμως ρυθμό μεταβολής αυτής.



Διάγραμμα 6: Απεικόνιση της μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίου αλουμινίου AA5083 - H111 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και τρεις διαφορετικές χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (2,4,8 ώρες).

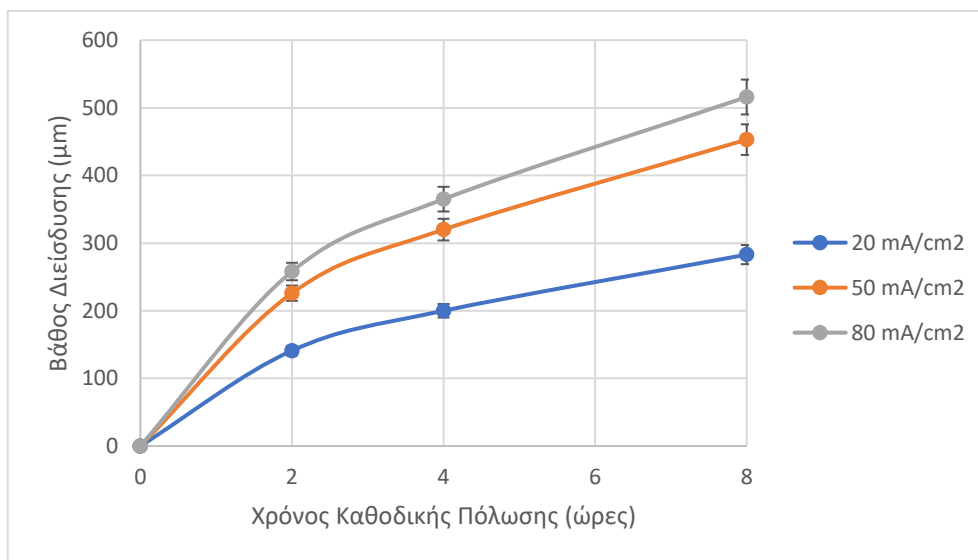


Διάγραμμα 7: Απεικόνιση της μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίου αλουμινίου AA5083 -H111 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και τρεις διαφορετικές χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (2,4,8 ώρες).



Διάγραμμα 8: Απεικόνιση της μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίου αλουμινίου AA5083 -H111 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και τρεις διαφορετικές χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (2,4,8 ώρες).

Όπως διαπιστώθηκε και από τα παραπάνω διαγράμματα (Διαγράμματα 6, 7, 8) σε ότι αφορά στην αύξηση της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του κραματικού συστήματος AA5083-H111 και στην επέκταση του ηλεκτροπροωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (extension of electrostimulated – electropulsed atomic hydrogen diffusion fronts), η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το σύστημα μέχρι τα 50 mA/cm^2 είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (parameter which sensitizes the electrochemical system). Με την υπέρβαση των 50 mA/cm^2 η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου παρατηρήθηκε να αυξάνουν εντονότερα με τη χρονική διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης για δεδομένη τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (50 ή 80 mA/cm^2). Το γεγονός αυτό οφείλεται στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλικού πλέγματος σε παγιδευμένο μοριακό υδρογόνο και στη συνεπαγόμενη δημιουργία φλукταινών υδρογόνου, οι οποίες αλλάζουν τη μικρογεωμετρία της επιφάνειας (τοπογραφικό ανάγλυφο) με αποτέλεσμα να αποσταθεροποιείται η γεωμετρία των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης. Το παραπάνω φαινόμενο έχει ως άμεσο αποτέλεσμα την συνεχή εναλλαγή μεταξύ των συνθηκών τοπικής πύκνωσης και αραιώσης των ηλεκτρικού πεδίου και των ιοντικών ροών (localized densification or attenuation of electrodynamic lines and ionic flows) με συνέπεια τη δημιουργία αναστροφών και στροβιλώσεων στο ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (inversions and swirls of electrodynamic lines and hydrogen atomic fluxes) (Διάγραμμα 9) [309,310,312].



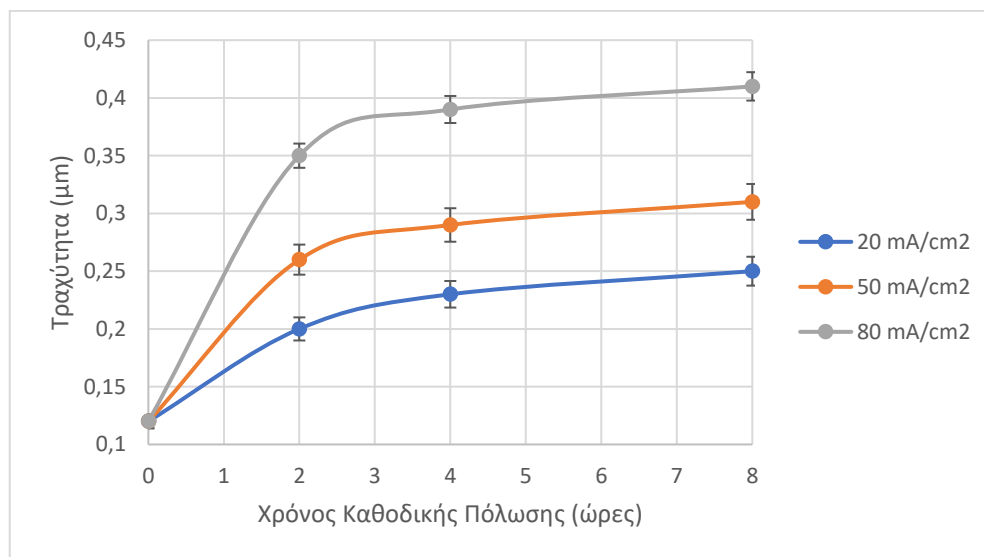
Διάγραμμα 9: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του κράματος AA5083 – H111 συναρτήσει της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης για σταθερή τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

2.9 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΙΚΟΥ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ AA5083-H111

Στόχος του παρόντος υποκεφαλαίου αποτέλεσε η διερεύνηση της επίδρασης της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου (πυκνότητα έντασης ρεύματος και χρονική διάρκεια παραμονής) στην επιφανειακή τραχύτητα των δοκιμών AA5083-H111. Για τον προσδιορισμό του ζητούμενου αυτού πραγματοποιήθηκε προφίλομετρία της επιφανειακής τραχύτητας των δοκιμών μέσω συμβατικού ταχύμετρου και με τη χρήση μικροσκοπίου ατομικής δύναμης (Atomic Force Microscope – AFM). Τα παραπάνω διεξήχθησαν έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση των δειγμάτων σε περιβάλλον με υψηλή συγκέντρωση σε υδρογονοκατιόντα για όλα τα πεδία τιμών των προεπιλεγμένων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης.

Πίνακας 7: Μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας του κράματος AA5083-H111 συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Επιφανειακή τραχύτητα κράματος AA5083-H111	0,2μm	0,23μm	0,25μm	0,26μm	0,29μm	0,31μm	0,35μm	0,39μm	0,41μm

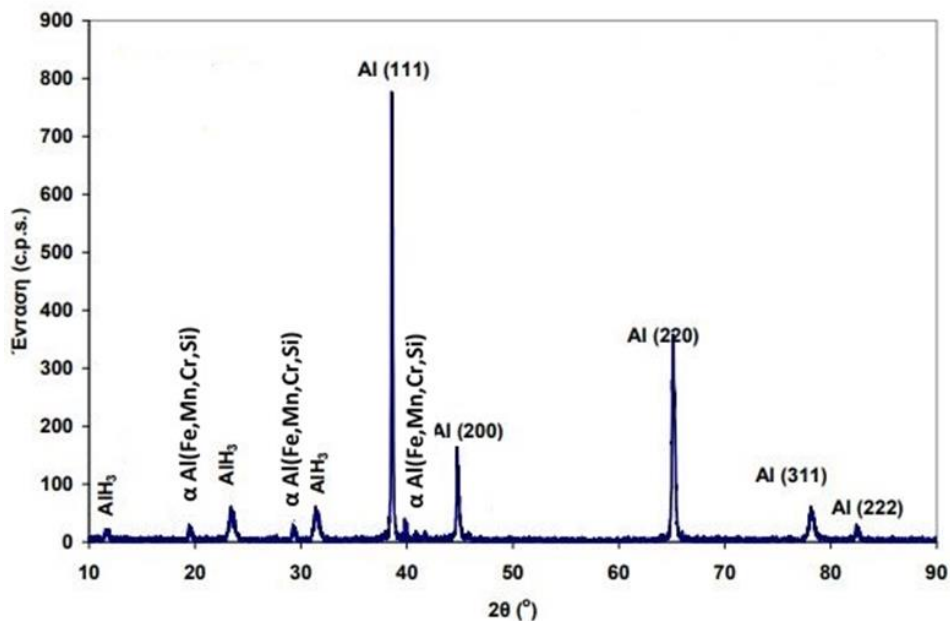


Διάγραμμα 10: Μελέτη της επίδρασης της χρονικής διάρκειας της ηλεκτροχημικής διέγερσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm² στην επιφανειακή τραχύτητα του κράματος AA5083-H111

Όπως παρατηρήθηκε από τα παραπάνω αποτελέσματα η μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας με την διείσδυση του ατομικού υδρογόνου για το κραματικό σύστημα AA5083-H111 χαρακτηρίζεται από υψηλότερο ρυθμό για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης μεταξύ των 0 και των 4 ωρών, σε όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Ακόμη διαπιστώθηκε ότι για πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 η επιφανειακή τραχύτητα του κράματος AA5083-H111 αυξάνει με εκθετικό ρυθμό (συγκριτικά με τα άλλα δύο πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης) καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης αλλάζει αισθητά η μικρογεωμετρία της επιφάνειας λόγω της ιδιαίτερα αυξημένης πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων. Ακόμη αναφέρεται ότι όπως θα παρατηρηθεί και αργότερα μέσω της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD) στις δεδομένες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης μεταβάλλεται η μορφολογία των φλυκταινών υδρογόνου από σφαιρική σε επιμήκη (transition of blister morphology from dome – type to elongated features) ενώ ταυτόχρονα τα δίκτυα των μικρορωγματώσεων συνενώνονται δημιουργώντας εκτεταμένες περιοχές ασυνέχειας για το κρυσταλλογραφικό πλέγμα (extended channels of decohedded bands due to microcrack coalescence) (Διάγραμμα 10) [98,313].

2.10 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ ΣΕ ΚΑΘΟΔΙΚΑ ΠΟΛΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ AA5083-H111

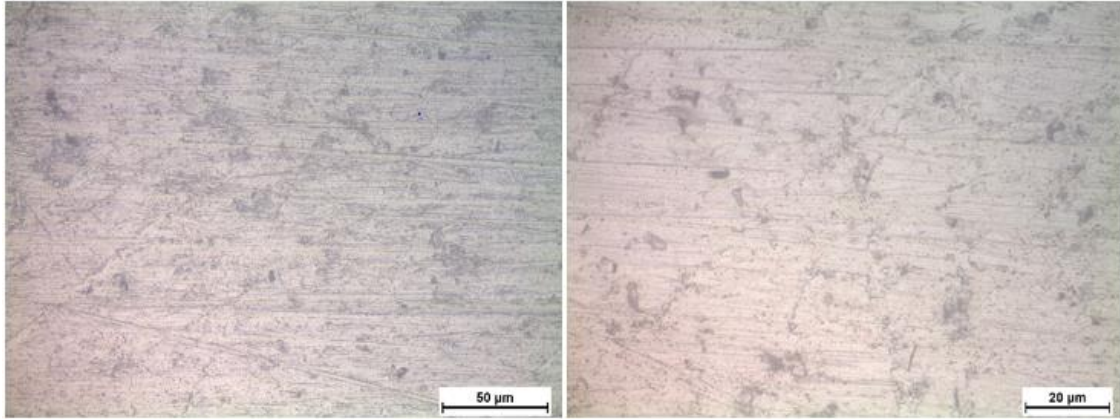
Μέσω των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας για το κραματικό σύστημα AA5083 – H111 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες, ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3 . Επιπλέον, μέσω διακριτοποίησης των κορυφών Περίθλασης του στερεού διαλύματος αντικατάσταση του αλουμινίου (deconvolution of diffraction peaks), διαπιστώθηκε μετατόπιση της κύριας κορυφής Περίθλασης προς τα αριστερά κατά 0.06° και των δευτερευουσών κορυφών Περίθλασης κατά 0.04° . Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την ανάπτυξη ισχυρού πεδίου θλιπτικών τάσεων εντός του εδροκεντρωμένου κυβικού πλέγματος του αλουμινίου (ωστενιτικού τύπου δομή) λόγω της ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενης προώθησης των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (Διάγραμμα 120).



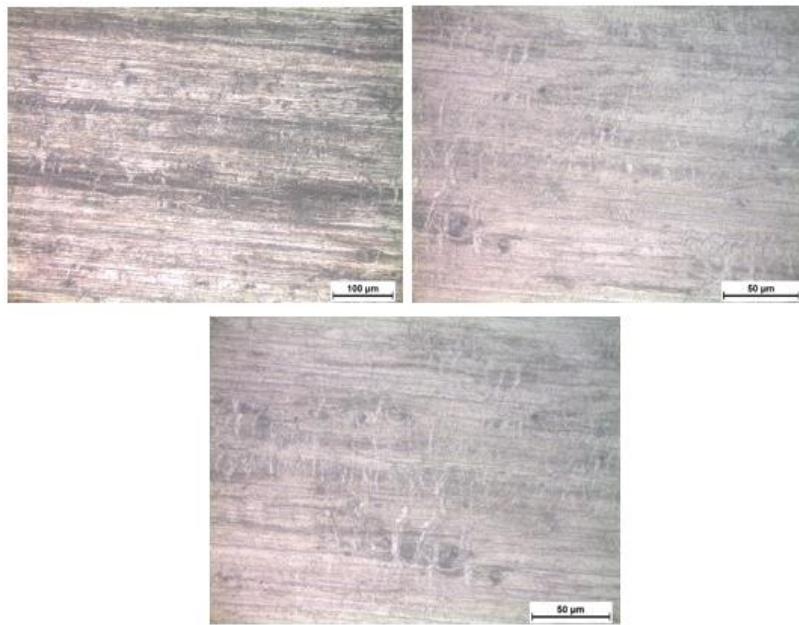
Εικόνα 120: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας κράματος AA5083-H111 έπειτα από καθοδική πόλωση σε ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες

2.11 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΚΑΤΑΝΟΜΗΣ, ΤΗΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΦΛΥΚΤΑΙΝΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΓΙΑ ΤΟ ΚΑΘΟΔΙΚΑ ΠΟΛΩΜΕΝΟ ΚΡΑΜΑ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ AA5083-H111

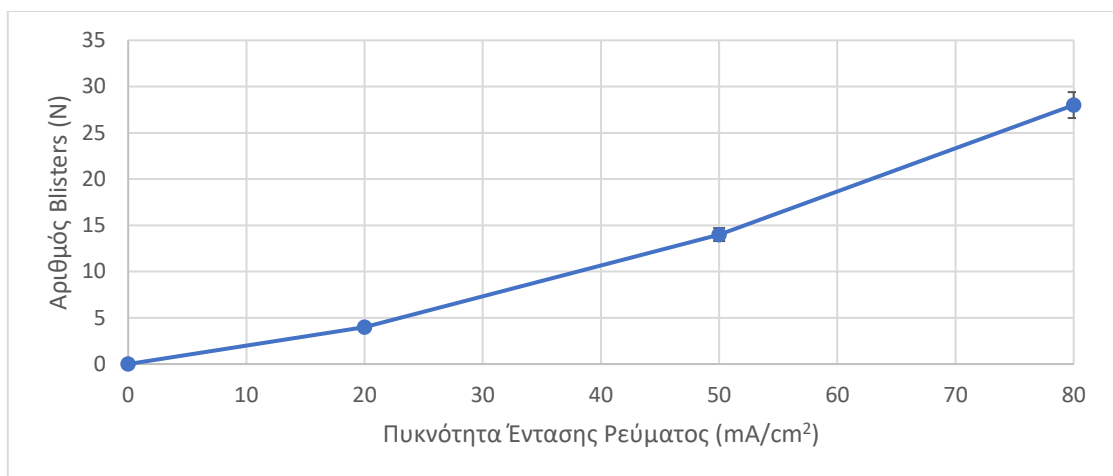
Για το κραματικό σύστημα του AA5083-H111 παρατηρήθηκε συνεχής αυξητική τάση ως προς την εκδήλωση του επιφανειακού φαινομένου του blistering με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Η μεγιστοποίηση του ρυθμού αυτού της αύξησης αποδόθηκε για επιβαλλόμενο πεδίο τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος μεταξύ των 50 και των 80 mA/cm² (Διάγραμμα 11). Το γεγονός αυτό ήταν σχετικά αναμενόμενο καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί εκτενώς για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης δυσχεραίνεται η ηλεκτροκινητική προώθηση του ατομικού υδρογόνου λόγω εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της ανάπτυξης πολλαπλών κέντρων πέδησης ως προς την εξέλιξη του εξαναγκασμένου φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (ακινητοποιημένα δίκτυα διαταραχών). Άμεση συνέπεια των παραπάνω αποτελεί τόσο ο περιορισμός της μέγιστης τιμής που λαμβάνει το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου όσο και η ανάπτυξη εκτεταμένων ψαθυροποιητικών σχηματισμών λόγω της συνεχούς παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες (ομάδες φάσεων υδριδίων, φλύκταινες υδρογόνου και βηματοειδής ρωγμάτωση/stepwise microcracking) (Εικόνες 121 - 122) .



Εικόνα 121: Παρατήρηση μέσω οπτικής μικροσκοπίας της κατανομής, της μορφολογίας και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 4 ώρες



Εικόνα 122: Παρατήρηση μέσω οπτικής μικροσκοπίας της κατανομής, της μορφολογίας και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 4 ώρες.



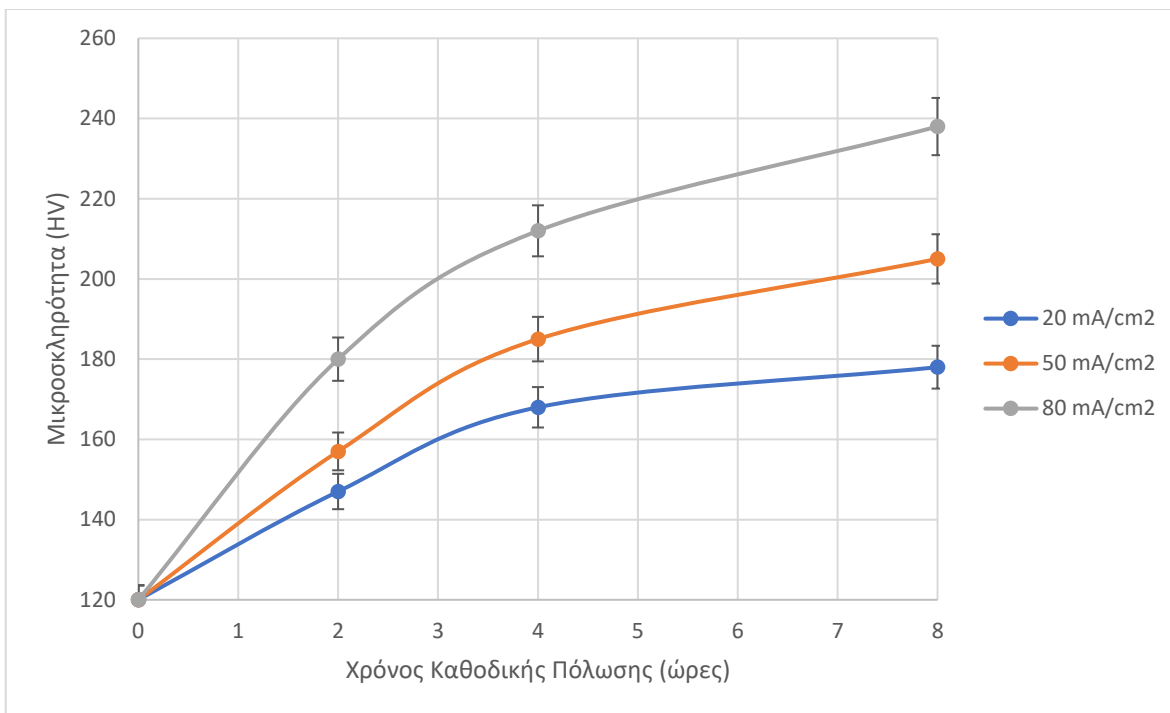
Διάγραμμα 11: Μεταβολή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

2.12 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΑΤΙΟΝΤΑ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ AA6082-T6

Ως κύριος στόχος του παρόντος υποκεφαλαίου τίθεται η λεπτομερής διερεύνηση της επίδρασης που έχει η ηλεκτροχημική διέγερση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου στην επιφανειακή μικροσκληρότητα για δοκίμια θερμικά κατεργασμένου κράματος αλουμινίου AA6082-T6. Για την προσέγγιση του συνολικού μηχανισμού πραγματοποιήθηκε προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων στην επιφάνεια των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων, αμέσως μετά την ολοκλήρωση της ηλεκτροχημικής διέγερσης για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος και της χρονικής διάρκειας παραμονής. Όπως έχει ήδη αναφερθεί και προηγουμένως για την κάθε μεμονωμένη συνθήκη έλαβαν χώρα έξι επαναλήψεις μετρήσεων, οι σταθμισμένοι μέσοι όροι των οποίων συνοψίζονται στον ακόλουθο πίνακα.

Πίνακας 8: Πίνακας μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει των συνθηκών καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Μικροσκληρότητα κράματος AA6082-T6	147HV	168HV	178HV	157HV	185HV	205HV	180HV	212HV	238HV



Διάγραμμα 12: Μελέτη της επίδρασης της χρονικής διάρκειας της καθοδικής πόλωσης για επιβαλλόμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm² στην επιφανειακή μικροσκληρότητα του κράματος AA6082-T6

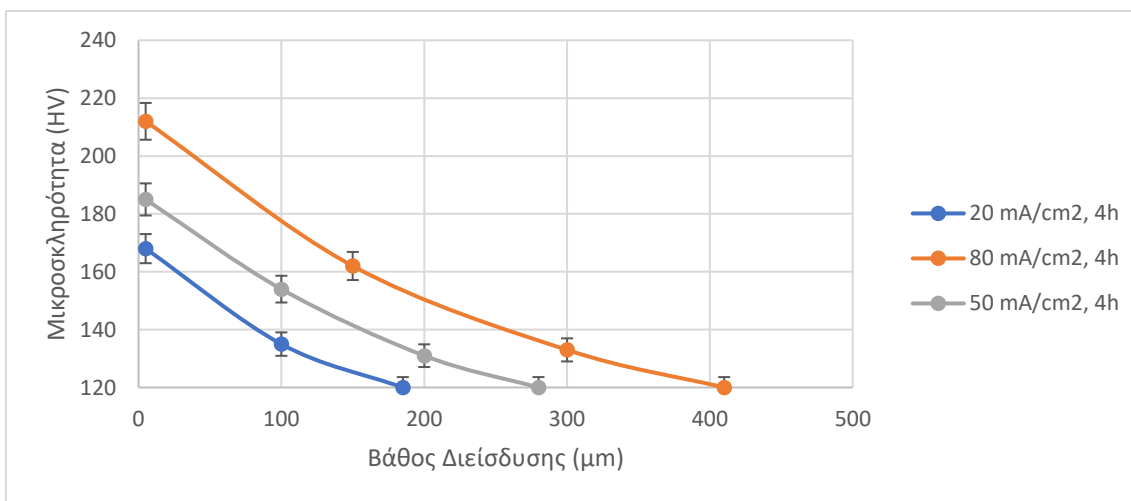
Σε ότι αφορά στο κράμα AA6082-T6 ο ρυθμός αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης διαπιστώνεται ότι είναι σημαντικά υψηλότερος για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm². Για τα θερμικώς κατεργάσιμα κράματα αλουμινίου είναι γνωστό ότι στα υψηλά πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης καταλύεται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά ο μηχανισμός της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου, που οδηγεί στον επανασηματισμό της μοριακής του μορφής. Η φυσικοχημική αυτή διεργασία πραγματοποιείται σε πεδία συσσώρευσης τα οποία χαρακτηρίζονται από υψηλή ενέργεια ενεργοποίησης και φράγμα δυναμικού (High Energy Deep Traps). Μικροδομικές περιοχές αυτού του είδους αποτελούν τα πλεγματικά κενά (οκταεδρικές και τετραεδρικές θέσεις παρεμβολής) τα οποία έχουν δημιουργηθεί κατά τη θερμική κατεργασία στο στάδιο της βαφής. Επιπρόσθετα, λόγω των υψηλών τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ενεργοποιείται στις χονδροκρυσταλλικές μητρικές δομές ένας μηχανισμός περιστροφής των κόκκων κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής καταπόνησης, ο οποίος οδηγεί σε σημαντική αύξηση και διακύμανση της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων (misorientation angle distribution factor), με αποτέλεσμα να αναπτύσσεται ένα φαινόμενο αλληλοεμπλοκής μεταξύ των μονοπατιών διάχυσης των ορίων των κόκκων (Electropolarize Accelerated Grain Boundary Cross Effect and Crystal Rotation during tensile deformation). Κατά συνέπεια δημιουργείται εκτεταμένη ανάπτυξη πεδίων υπερκορεσμού της μητρικής κρυσταλλικής δομής σε μοριακό υδρογόνο, με συνεχείς αλληλεπιδράσεις μεταξύ των ατμοσφαιρών Cottrell και των ακινητοποιημένων δικτύων των διαταραχών, που οδηγούν στη συστηματική σκλήρυνση των επιφανειακών στιβάδων (Διάγραμμα 12) [316 - 318].

2.13 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠÓΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΟ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΤΟ ΒΑΘΟΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΕΝΤΟΣ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΙΚΟΥ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ AA6082-T6

Για τη μελέτη της επίδρασης των συνθηκών καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος ως προς το μηχανισμό της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του κραματικού συστήματος AA6082 – T6 πραγματοποιήθηκε αρχικά μέτρηση του βάθους διείσδυσης. Το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων στην κάθετη διατομή των δοκιμών αμέσως μετά την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών για όλα τα πεδία τιμών των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης. Στη συνέχεια παρατίθενται τα αποτελέσματα των παραπάνω μετρήσεων όπως αυτά εξήχθησαν από έξι ανεξάρτητες επαναλήψεις για την κάθε περίπτωση ενώ ακόμη αποδίδεται μέσω διαγραμμάτων η μεταβολή τόσο του βάθους διείσδυσης όσο και του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης.

Πίνακας 9: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Βάθος διείσδυσης ατομικού υδρογόνου στο κραματικό σύστημα AA6082-T6	131μm	185μm	262μm	198μm	280μm	396μm	290μm	410μm	580μm



Διάγραμμα 13: Διάγραμμα μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμών AA6082-T6 για χρονική διάρκεια καθοδικής πόλωσης τις 4 ώρες

Όπως παρατηρήθηκε και για το κραματικό σύστημα AA5083-H111 με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης παρατηρείται συνεχής

και μη γραμμική διεύρυνση του ηλεκτροπροωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού του κράματος AA6082-T6. Επίσης διαπιστώνεται ότι για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² μεγιστοποιούνται κατά απόλυτη τιμή τόσο το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου όσο και η επιφανειακή μικροσκληρότητα στις επιφανειακές στιβάδες του κραματικού συστήματος AA6082-T6. Σημειώνεται ακόμη ότι ο ρυθμός μεταβολής της αύξησης της επιφανειακής σκληρότητας του κράματος αυτού είναι υψηλότερος κατά τη μετάβαση από τα 50 στα 80 mA/cm² όπως μεγαλύτερη είναι και η αύξηση που παρουσιάζει το βάθος διείσδυσης συγκριτικά με το εύρος τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ 20 και 50 mA/cm². Το παραπάνω φαινόμενο μπορεί να αποδοθεί στο γεγονός ότι το ενεργειακό κατώφλι το οποίο πρέπει να υπερβληθεί για να αυξηθεί η ταχύτητα της μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου μέσω των πλεγματικών κενών (Potential Kinetic Limitation for Hydrogen Transport by Migration effect) απαιτεί την εφαρμογή πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερης των 50 mA/cm². Άλλωστε όπως έχει ήδη αναφερθεί οι πολλαπλές τετραεδρικές και οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής που έχουν αναπτυχθεί για το δεδομένο κραματικό σύστημα κατά το στάδιο της βαφής ευνοούν τη μεταφορά του ατομικού υδρογόνου μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων. Παράλληλα όμως το ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg₅Si₆ λειτουργεί ως παγίδα συσσώρευσης με υψηλό φράγμα δυναμικού (Thermodynamic and Kinetic Barrier for Electrodiffusion Process) , ευνοώντας τον εγκλωβισμό του ατομικού υδρογόνου και τον επανασχηματισμό της μοριακής του μορφής. Αυτοί οι δύο αντικρουόμενοι ως προς τη δράση τους μικροδομικοί παράγοντες πολλές φορές όπως έχει αποδειχθεί στη διεθνή βιβλιογραφία επιφέρουν μια ετερότροπη κατανομή των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Heterogeneous Distribution and Transport Transients of Electrodiffusion Fronts) (Διάγραμμα 13) [318].

Από το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίσθηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της θερμικά κατεργασμένης μητρικής δομής κράματος AA6082 – T6.

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής δομής ίσο με 185 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0185^2}{4 \times 4 \times 3600} = 5,94 \times 10^{-9} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Στο δεδομένο κραματικό σύστημα για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² λειτουργούν ως ισχυρές παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου τόσο η ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης Mg₅Si₆ όσο και οι ομάδες φάσεων στερεοποίησης Al_x(Cr, Fe, Si, Mn)_y και Al₆Mn με αποτέλεσμα να περιορίζεται η εκτεταμένη διείσδυση αυτού εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και να ευνοείται η επιφανειακή ανάπτυξη φλукταινών υδρογόνου και δικτύων μικρορωγματώσεων.

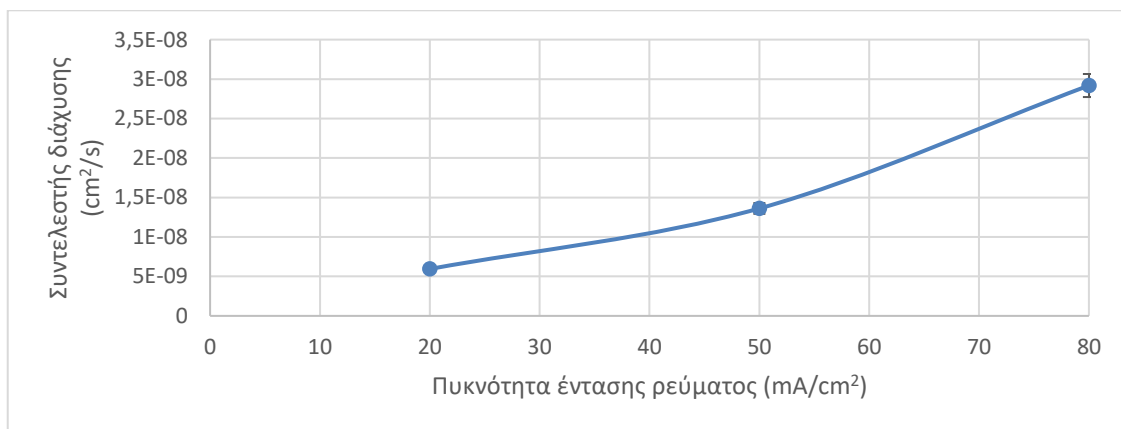
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της μητρικής φάσης ίσο με 280 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.028^2}{4 \times 4 \times 3600} = 1,361 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Τέλος, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής δομής ίσο με 410 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

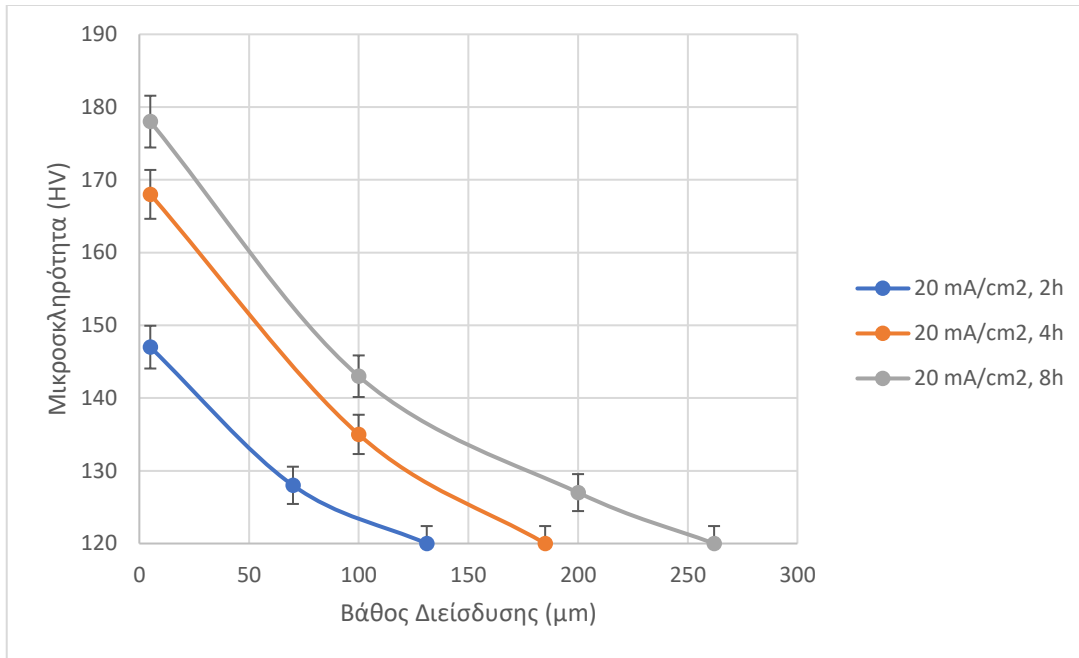
$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.041^2}{4 \times 4 \times 3600} = 2,918 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 80 mA/cm² το κραματικό σύστημα AA6082-T6 χαρακτηρίζεται εν συγκρίσει με τα υπόλοιπα μεταλλουργικά συστήματα από τον υψηλότερο συντελεστή διάχυσης καθώς η χονδροκρυσταλλική μητρική δομή με τα διευρυμένα όρια κόκκων ενισχύει την ηλεκτροκινητική προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrokinetically pulsed diffusion fronts of atomic hydrogen). Επιπρόσθετα η χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (low misorientation angle distribution factor) και ο περιορισμένος αριθμός των τοπολογιών συνεύρεσης κόκκων με διαφορετικούς προτιμητέους κρυσταλλογραφικούς προσανατολισμούς περιορίζει τον αριθμό των κέντρων πέδησης ως προς την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically controlled migration process).

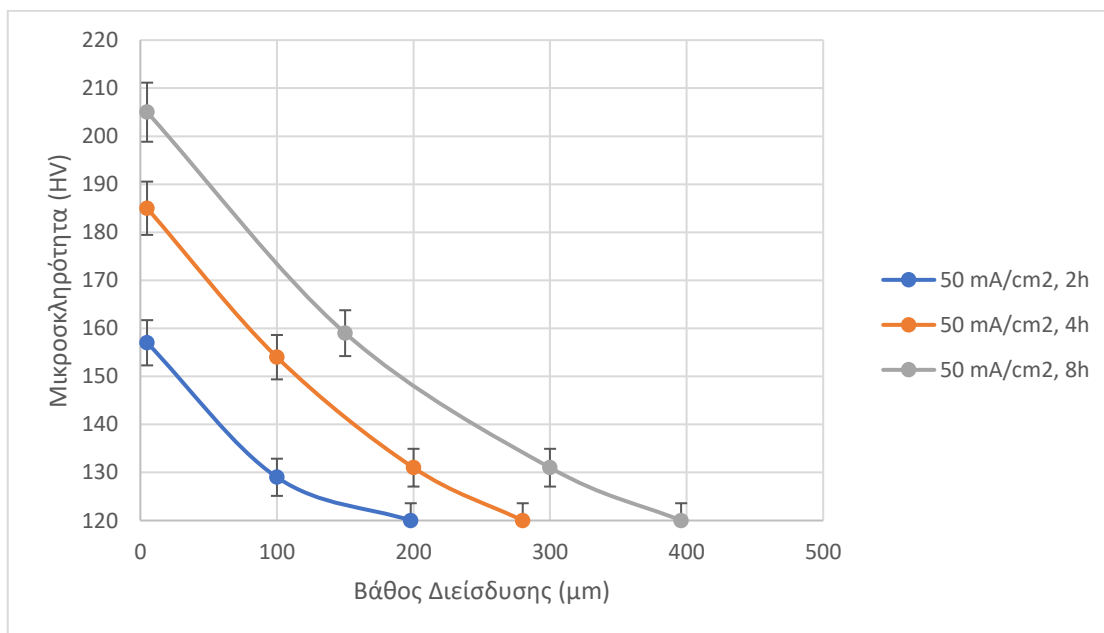


Διάγραμμα 14: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

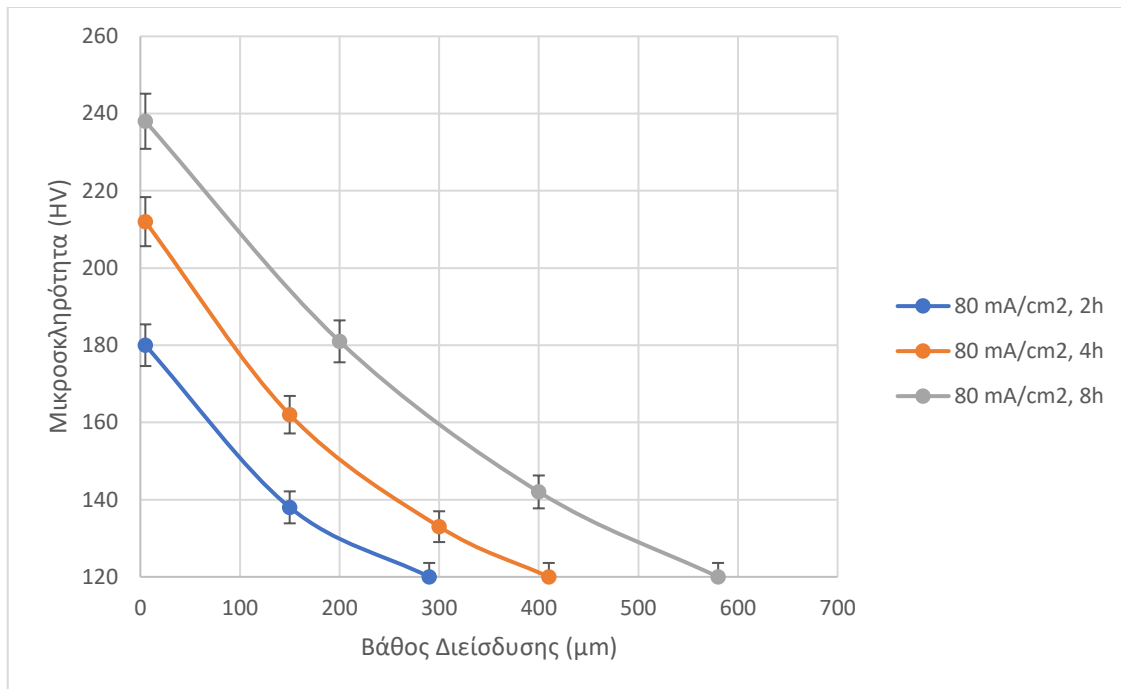
Συνεπώς, όπως παρατηρείται για το κραματικό σύστημα AA6082-T6 ο συντελεστής διάχυσης παρουσιάζει σημαντικό ρυθμό αύξησης κατά τη διάρκεια της μετάβασης στο πεδίο τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος μεταξύ των 50 και των 80 mA/cm². Για χαμηλότερες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης διαπιστώνεται μεν αυξητική τάση αλλά με χαμηλότερο ρυθμό, γεγονός το οποίο οφείλεται στην ηλεκτροδυναμική ενεργοποίηση των παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου (electrodynamic activation of high energy traps), όπως αποτελεί το ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα Mg₅Si₆. Οι παγίδες αυτές αποτελούν ισχυρό φραγμό για την ανεμπόδιση μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (Διαγράμματα 14 - 17).



Διάγραμμα 15: Μελέτη μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίων AA6082 – T6 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 20 mA/cm²

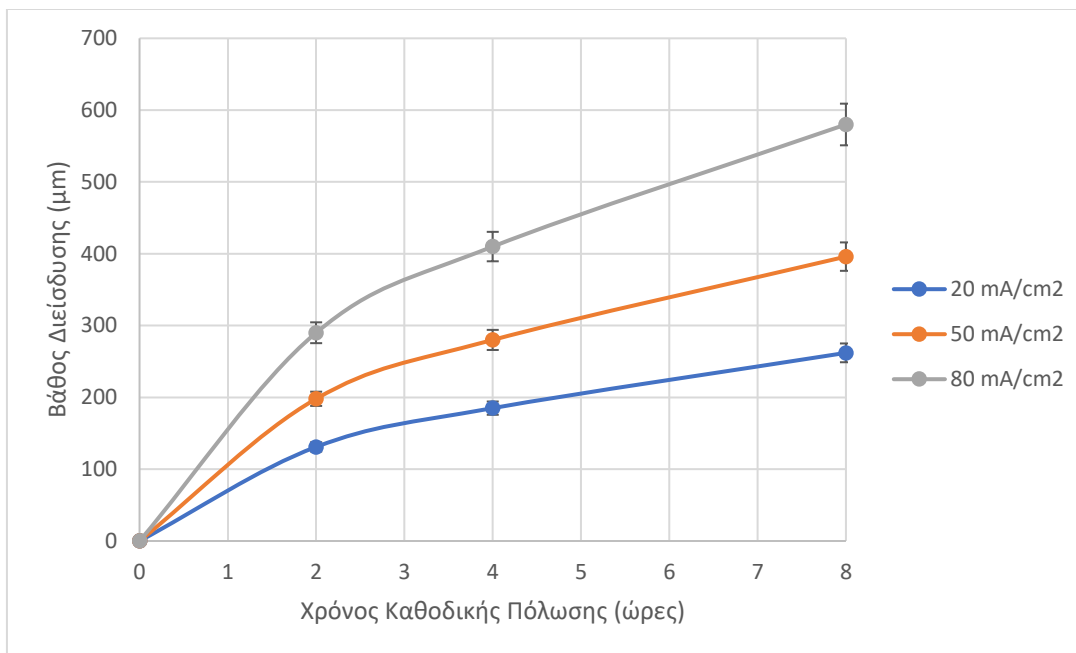


Διάγραμμα 16: Μελέτη μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίων AA6082 – T6 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 50 mA/cm²



Διάγραμμα 17: Μελέτη μεταβολής του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή δοκιμίων AA6082 – T6 για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 80 mA/cm²

Όπως παρατηρείται από τα παραπάνω διαγράμματα για τιμές της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος έως τα 50 mA/cm² η κρίσιμη παράμετρος που ευαισθητοποιεί το σύστημα για το κράμα AA6082-T6 σε ότι αφορά στην επιφανειακή αύξηση της μικροσκληρότητας και στη διεύρυνση του πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου είναι η χρονική διάρκεια της καθοδικής πόλωσης. Αντίθετα, με την υπέρβαση των 50 mA/cm² η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου φαίνεται να αυξάνουν ισχυρότερα με την πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Το γεγονός αυτό οφείλεται στην επαρκή πρόσδοση ενέργειας για την υπέρβαση του απαιτούμενου φράγματος δυναμικού ώστε να αναπτυχθεί ο μηχανισμός διάχυσης του ατομικού υδρογόνου μέσω των πλεγματικών κενών τα οποία έχουν δημιουργηθεί κατά το στάδιο της βαφής και εν συνεχεία μέσω των ελαστικών αλληλεπιδράσεων των ατόμων υδρογόνου με τις διαταραχές και την ενδογενή συσσώρευση σφαλμάτων (Hydrogen diffusion in the elastic field of mobile dislocations and super intrinsic stacking fault energy fields) (Διαγράμματα 15 - 18) [319].



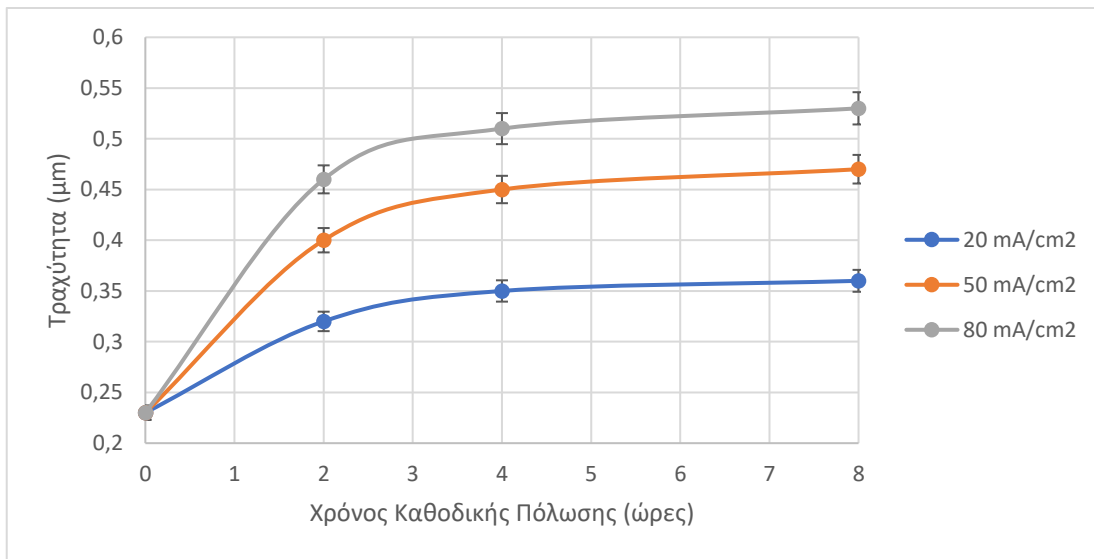
Διάγραμμα 18: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο της ηλεκτροχημικής διέγερσης

ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΙΚΟΥ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ AA6082-T6

Η διερεύνηση της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου επί της επιφανειακής τραχύτητας του κράματος AA6082-T6 διεξήχθη μέσω διεξαγωγής προφίλομετρίας της τραχύτητας στην επιφάνεια των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων. Στη συνέχεια παρατίθενται οι μετρήσεις και τα διαγράμματα μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 10: Μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας του κράματος AA6082-T6 συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Επιφανειακή τραχύτητα κράματος AA6082-T6	0,32μm	0,35μm	0,36μm	0,40μm	0,45μm	0,47μm	0,46μm	0,51μm	0,53μm

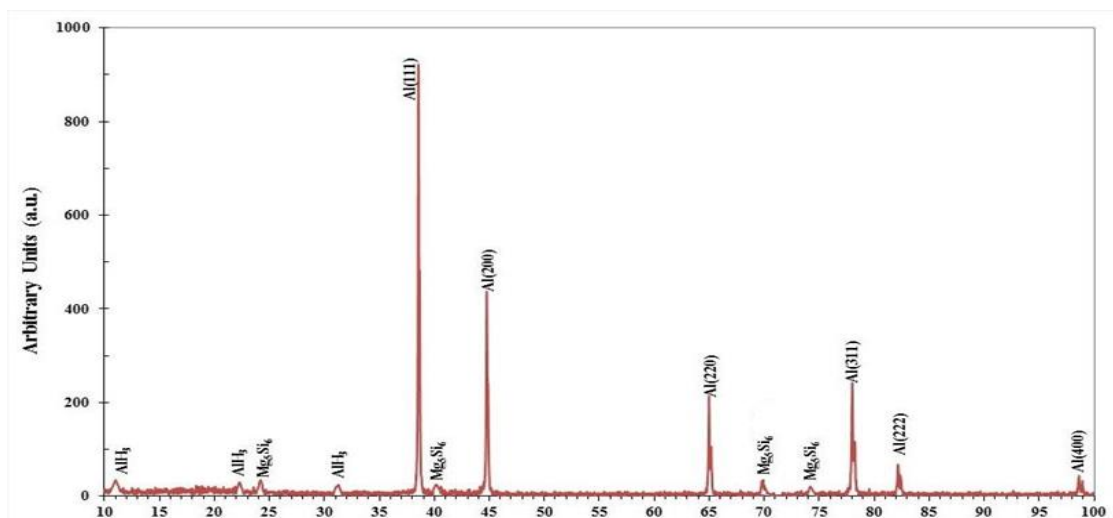


Διάγραμμα 19: Μελέτη της επίδρασης της χρονικής διάρκειας της ηλεκτροχημικής διέγερσης για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm² ως προς την επιφανειακή τραχύτητα του κράματος AA6082-T6

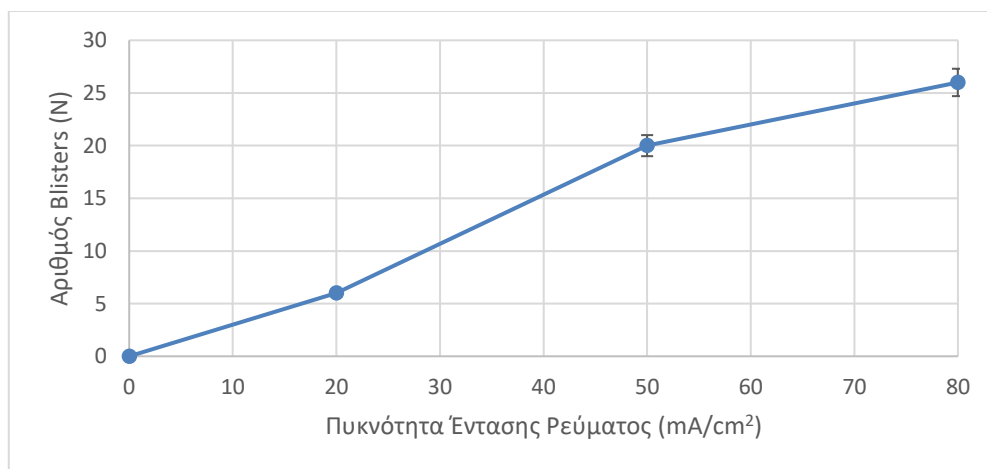
Σε ότι αφορά στην αύξηση της επιφανειακής τραχύτητας λόγω διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον κρυσταλλογραφικό ιστό του κραματικού συστήματος AA6082-T6, αυτή φαίνεται να χαρακτηρίζεται από υψηλότερους ρυθμούς μεταβολής για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης μεταξύ των 0 και των 4 ωρών, σε όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Επιπλέον, για πυκνότητες έντασης ρεύματος της τάξης των 50 mA/cm² και των 80 mA/cm² είναι εμφανές ότι η επιφανειακή τραχύτητα του κράματος AA6082-T6 αυξάνει με σημαντικά υψηλότερο ρυθμό σε σύγκριση με τα 20 mA/cm². Η παρατήρηση αυτή είναι αναμενόμενη καθώς στα 50 mA/cm² πραγματοποιείται ηλεκτροκινητική αναστροφή των μηχανισμών που διέπουν την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (electrokinetic reversion of migration mechanisms), καθώς καταλυτική επίδραση παύει πλέον να έχει η χρονική διάρκεια της καθοδικής πόλωσης αλλά η πυκνότητα έντασης ρεύματος αυτής. Ως αποτέλεσμα των προαναφερθέντων για το πεδίο τιμών των 20 mA/cm² προκύπτει η ενεργοποίηση των καναλιών εύκολης διάχυσης (dislocation networks, stacking aults) και τα ορίων κόκκων χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού (contribution of low misorientation angle grain boundaries to electro-migration effect), έτσι ώστε να αυξάνει το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και να περιορίζεται η κινητική της ανάπτυξης επιφανειακών σχηματισμών τύπου φλύκταινας (Διάγραμμα 19) [320].

2.14 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ ΣΕ ΚΑΘΟΔΙΚΑ ΠΟΛΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ AA6082 – T6

Όπως παρατηρήθηκε και για το κράμα AA5083-H111 έτσι και για το καθοδικά πολωμένο δοκίμιο του κράματος AA6082-T6 ταυτοποιήθηκε μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3 . Στη συνέχεια μέσω διακριτοποίησης των κορυφών Περιθλάσης για τη μητρική φάση του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου διαπιστώθηκε μετατόπιση της πρώτης εξ' αυτών προς τα αριστερά κατά 0.042° και των δευτερευουσών κορυφών Περιθλάσης κατά 0.02° . Το γεγονός αυτό συνδέεται άμεσα με το μικρότερο βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου που επιτυγχάνεται για το δεδομένο κραματικό σύστημα καθώς και με την ανάπτυξη θλιπτικών παραμενουσών τάσεων μικρότερης έντασης και έκτασης σε σύγκριση με το μεταλλουργικό σύστημα του AA5083-H111 (Διάγραμμα 123).



Εικόνα 123: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας κράματος AA6082-T6 μετά από καθοδική πόλωση σε περιβάλλον υδρογόνου με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες.



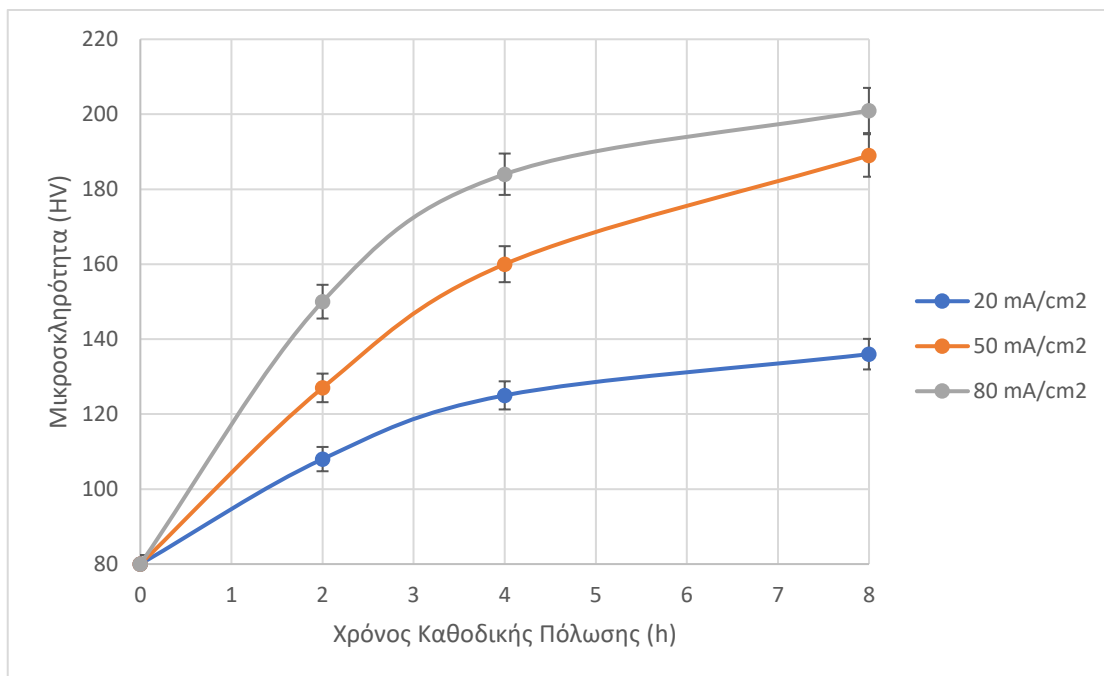
Διάγραμμα 20: Μεταβολή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

2.15 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΟΥΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ FSW AA5083-AA6082

Στα πλαίσια του παρόντος υποκεφαλαίου πραγματοποιήθηκε μελέτη της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα του κραματικού συστήματος της ζώνης ανάδευσης συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082. Για το λόγο αυτό πραγματοποιήθηκε προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων στην επιφάνεια των καθοδικά πολωμένων δοκιμών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Τα αποτελέσματα των μετρήσεων αυτών συνοψίζονται στον παρακάτω πίνακα ενώ στη συνέχεια παρατίθενται και τα διαγράμματα συσχέτισης της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει τόσο της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης όσο και της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 11: Μεταβολή της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Μικροσκληρότητα ζώνης ανάδευσης	108HV	125HV	136HV	127HV	160HV	189HV	150HV	184HV	201HV



Διάγραμμα 21: Μελέτη της επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης στην επιφανειακή μικροσκληρότητα της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm²

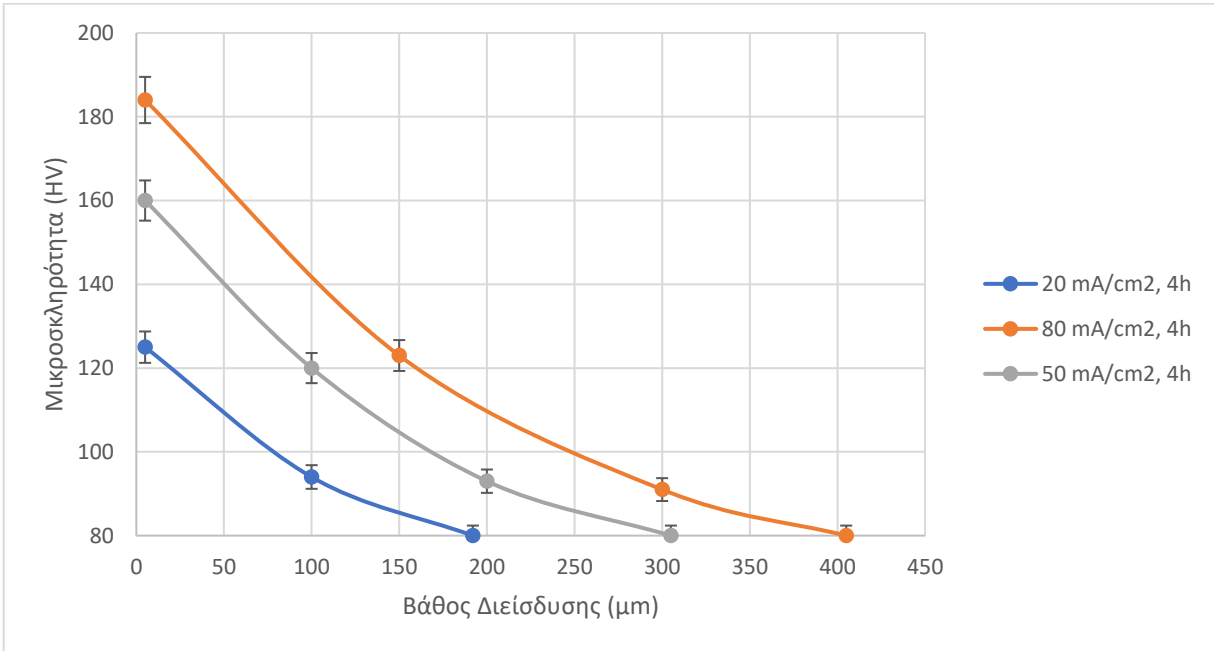
Για το μεταλλουργικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης ο ρυθμός μεταβολής της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας σε συνάρτηση με τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης χαρακτηρίστηκε ως αρκετά περιορισμένος για τα χαμηλότερα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (καμπύλη 20 mA/cm²). Η παρατήρηση αυτή μπορεί να εξηγηθεί από το γεγονός ότι η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίζεται από το συνδυασμό της δράσης ενός ισχυρού πεδίου διατμησιακών παραμορφώσεων και του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Λόγω λοιπόν της υψηλής ποσοστιαίας συμμετοχής υποορίων κόκκων και διδυμίων με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων (subgrain and subgrain boundaries with high misorientation angle distribution factor), απαιτείται η εφαρμογή ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου με πυκνότητα έντασης ρεύματος μεγαλύτερης των 20 mA/cm² ώστε να υπερσκεδαστεί το ηλεκτροκινητικό όριο αναστροφής των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Electrokinetic barrier which induces transport transients in hydrogen diffusivity) και να επιτευχθεί η οριακή πυκνότητα του ρεύματος διάχυσης (limit density of diffusion current) [323]. Επιπρόσθετα, από τη μεταβολή του σχετικού λόγου των υψών των κορυφών Περίθλασης των Ακτίνων Χ εν συγκρίσει με τα άλλα δύο κραματικά συστήματα γίνεται αντιληπτό ότι στην περιοχή της ζώνης ανάδευσης έχει πραγματοποιηθεί επαναδιάταξη του κρυσταλλογραφικού ιστού. Το ελεύθερο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου στο εδροκεντρωμένο κυβικό πλέγμα είναι ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενο (electrokinetically controlled localized chemical potential of migration effect) και εξαρτάται από την ανάπτυξη των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών (texture design). Για τη ζώνη ανάδευσης ο δευτερεύων κρυσταλλογραφικός προσανατολισμός είναι ο (311), ο οποίος συνδέεται με περιορισμένη συμμετρία και ανισοτροπία ως προς τις συνθήκες γειννίας εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (non – symmetric and anisotropic neighboring microstructural conditions). Αυτή η ελαστική ανισοτροπία του προσανατολισμού είναι που προκαλεί την πέδηση των κυριότερων μικρομηχανισμών της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου και καθιστά αναγκαία ακόμα και για παρατεταμένους χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης, την επιβολή πεδίου υψηλής πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (Anisotropy and Elastodiffusion) (Διάγραμμα 21) [321].

2.16 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΟ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΤΟ ΒΑΘΟΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΕΝΤΟΣ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΟΥΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ FSW AA5083-AA6082

Η μελέτη της επίδρασης των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός περιβάλλοντος υδρογόνου ως προς τον μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης πραγματοποιήθηκε μέσω προσδιορισμού του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου με τη λήψη προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων στις κάθετες διατομές των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων. Οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν αμέσως μετά την ολοκλήρωση της ηλεκτροχημικής διέγερσης για έξι ανεξάρτητα δοκίμια ανά περίπτωση. Στη συνέχεια παρατίθενται τα αποτελέσματα των μετρήσεων αυτών υπό μορφή πίνακα ενώ επιπλέον αποδίδεται και μέσω γραφήματος η μεταβολή του βάθους διείσδυσης και του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης.

Πίνακας 12: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ζώνη ανάδευσης	136μm	192μm	272μm	216μm	305μm	431μm	286μm	405μm	573μm



Διάγραμμα 22: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητας στη κάθετη διατομή της περιοχής της ζώνης ανάδευσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

Για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αυξάνει με συνεχή αλλά όχι γραμικό τρόπο το ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενο μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού, ο οποίος στην ουσία αποτελεί περιοχή μηχανικής ανάμειξης των δύο επιμέρους κραμάτων (region of mechanical mixing of individual phases). Όπως λοιπόν διαπιστώθηκε βάσει των λαμβανομένων μετρήσεων η περιοχή της ζώνης ανάδευσης για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έως και τα 50 mA/cm² ακολουθεί την ηλεκτροχημική και ηλεκτροκινητική απόκριση του κραματικού συστήματος AA5083-H111, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος μεγαλύτερης των 50 mA/cm² προσεγγίζει περισσότερο τη συμπεριφορά που επιδεικνύει το κραματικό σύστημα AA6082-T6. Αυτός είναι και ο λόγος για τον οποίο σε όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί (critical sensitization parameter) και οδηγεί στην ηλεκτροδιέγερση του δυναμικά ανακρυσταλλωμένου συστήματος είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος και όχι η χρονική διάρκεια

παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Επιπρόσθετα καθώς η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική διάταξη των κόκκων, η παράμετρος η οποία καθορίζει την επανεκκίνηση του εξαναγκασμένου μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης και οδηγεί στην υπέρθεση του φράγματος δυναμικού που θέτουν τα κέντρα πέδησης αυτής (περιοχές συνεύρεσης πολλαπλών ορίων κόκκων (Grain boundary cross effect)) είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

Σε ότι αφορά στην επιφανειακή σκλήρυνση του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος λόγω της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου, αυτή φαίνεται να αυξάνει με εντονότερο ρυθμό κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 50 mA/cm², γεγονός το οποίο μπορεί να συσχετισθεί με τον επιφανειακό σχηματισμό ενός στρώματος συσσωρευμένου μοριακού υδρογόνου (συναθροίσεις ατόμων υδρογόνου) και τη δημιουργία υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (High Volume Fraction of Hydrogenated Vacancies)

Στη συνέχεια από το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίσθηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της δυναμικά ανακρυσταλλωμένης μητρικής περιοχής της ζώνης ανάδευσης και για τα τρία πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης με χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες.

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της μητρικής φάσης ίσο με 192 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0192^2}{4 \times 4 \times 3600} = 6.4 \times 10^{-9} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

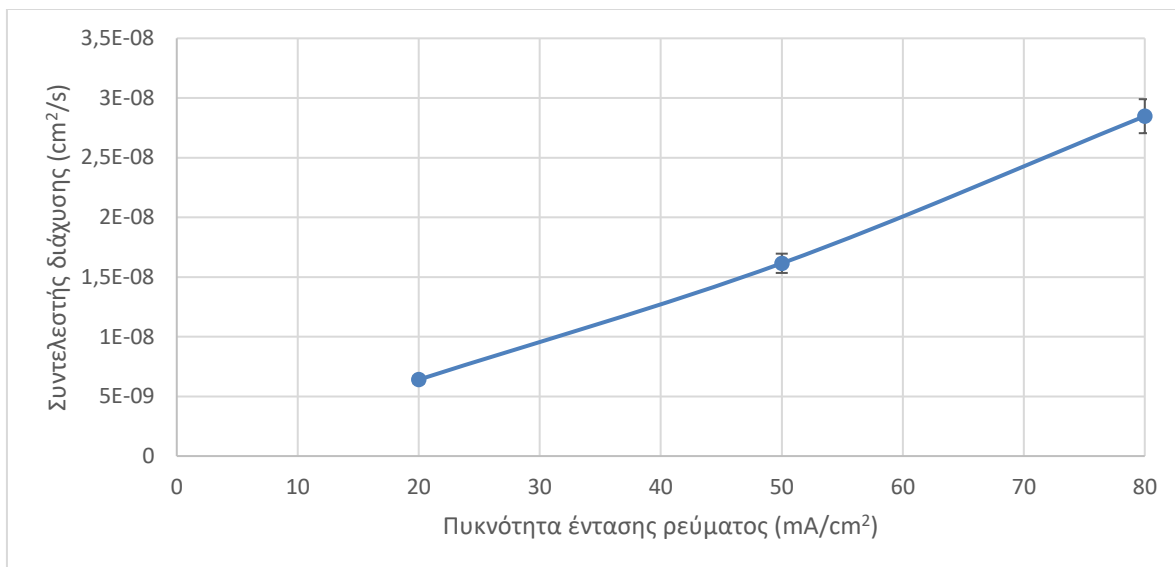
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της μητρικής φάσης ίσο με 305 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0305^2}{4 \times 4 \times 3600} = 1,615 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου προσδιορίστηκε εντός της μητρικής φάσης ίσο με 405 μm και ο συντελεστής διάχυσης έλαβε την ακόλουθη τιμή:

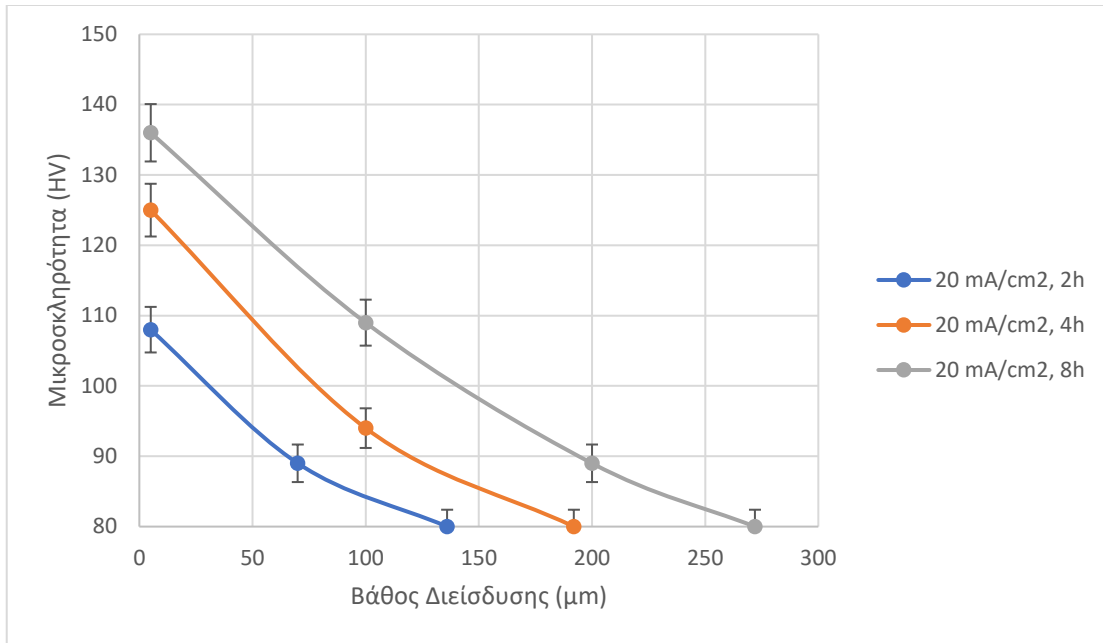
$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0405^2}{4 \times 4 \times 3600} = 2,848 \times 10^{-8} \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίσθηκε από υψηλό δυναμικό διάχυσης (ικανότητα διάχυσης) του ατομικού υδρογόνου για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στον υψηλό βαθμό μεταστάθειας της κρυσταλλικής αυτής δομής (metastable phases) λόγω της παρατεταμένης επιβολής ισχυρών διατμητικών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια της διεργασίας FSW καθώς και στα αραιά διεσπαρμένα αλλά εύκολα μετακινούμενα δίκτυα των διαταραχών (low surficial density of dislocation networks with high mobility).

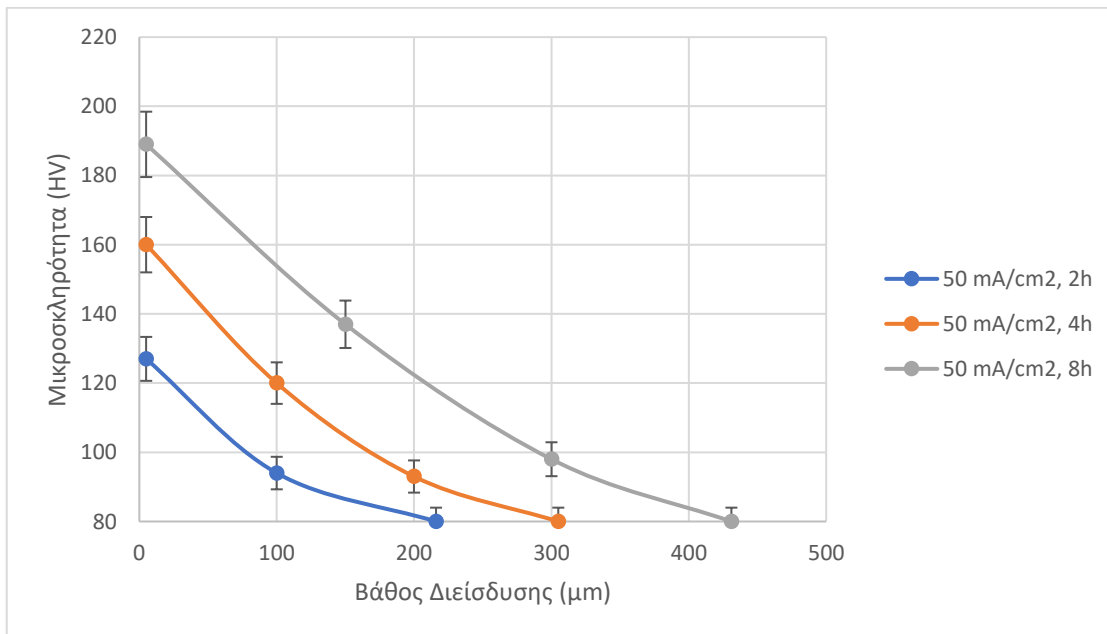


Διάγραμμα 23: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

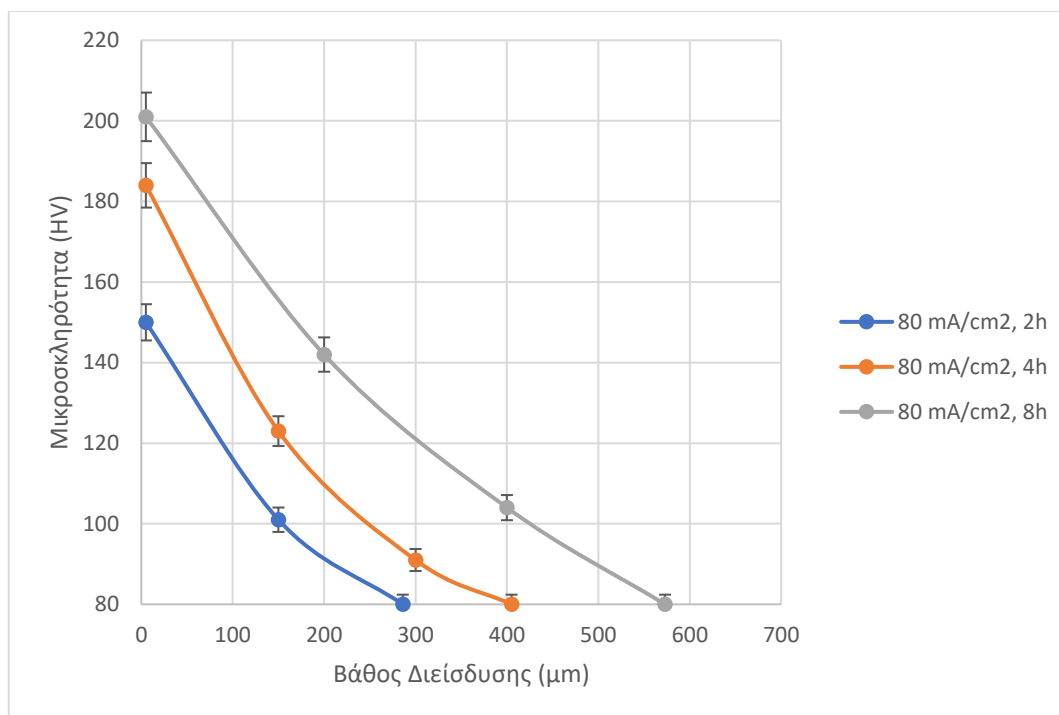
Όπως διαπιστώθηκε για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης ο συντελεστής διάχυσης αυξάνει εντονότερα για μεταβολή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ του πεδίου τιμών των 50 και των 80 mA/cm². Για χαμηλότερα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος παρατηρήθηκε και πάλι αυξητική τάση του συντελεστή διάχυσης με την ένταση του ηλεκτροδυναμικού πεδίου πόλωσης, με γραμμική συμπεριφορά αλλά χαμηλότερο ρυθμό. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την περιορισμένη έκταση που λαμβάνουν τα ηλεκτροπροωθούμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της χαμηλής ενέργειας ενεργοποίησης που απαιτείται για την παγίδευση αυτών από τα πολλαπλά σημεία συμβολής των ορίων των κόκκων (λεπτοκρυσταλλική διάταξη/grain boundary confluence) (Διάγραμμα 23).



Διάγραμμα 24: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητα στην κάθετη διατομή της ζώνης ανάδευσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2, 4, 8 ώρες

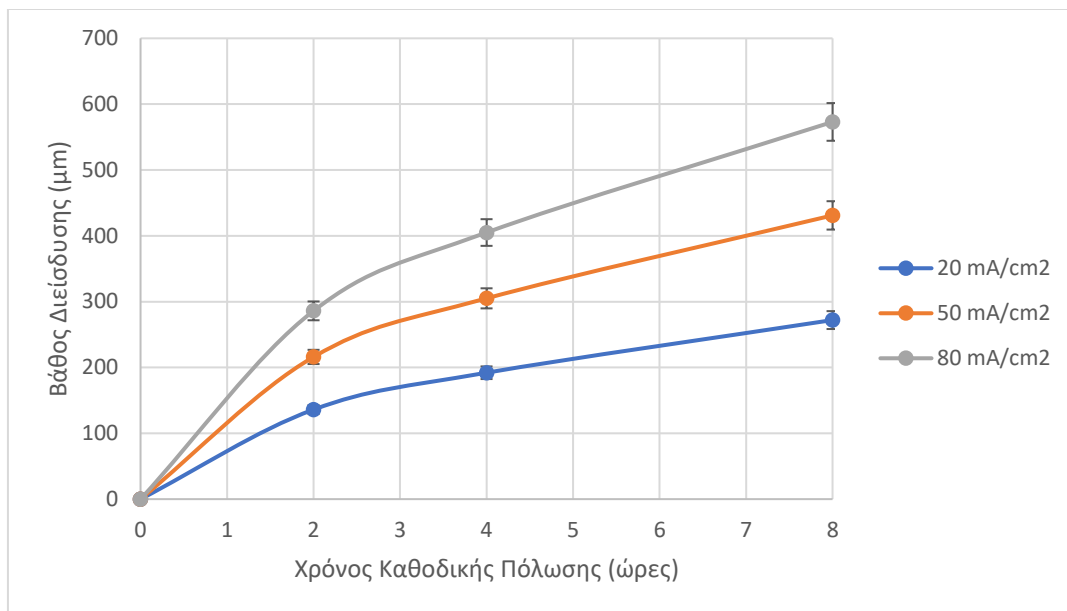


Διάγραμμα 25: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητα στην κάθετη διατομή της ζώνης ανάδευσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2, 4, 8 ώρες



Διάγραμμα 26: Μεταβολή του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της μικροσκληρότητα στην κάθετη διατομή της ζώνης ανάδευσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2, 4, 8 ώρες

Όπως παρατηρήθηκε η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίζεται από συνεχή αυξητική τάση της μικροσκληρότητας και του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις τιμές της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Καθώς η ίδια αποτελεί μίγμα φάσεων των επιμέρους κραματικών συστημάτων AA5083 και AA6082, εμπεριέχει όλα τα χαρακτηριστικά στοιχεία καθενός εξ' αυτών, τα οποία ενισχύουν είτε την επικράτηση του εξαναγκασμένου μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης είτε την επικράτηση του φαινομένου της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου προς παραγωγή μοριακού υδρογόνου. Είναι όμως λογικό ότι εφόσον τα υψηλότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης εντός της δακτυλιοειδούς δομής τα καταλαμβάνει το μεταλλουργικό σύστημα AA5083 – H111, η ηλεκτροχημική και ηλεκτροδυναμική απόκριση της δεδομένης περιοχής να προσεγγίζει περισσότερο αυτή του κράματος AA5083-H111 και να αποκλίνει ελαφρώς από την αντίστοιχη του κράματος AA6082 – T6. Κατά συνέπεια ο μεγαλύτερος ρυθμός μεταβολής που σημειώνεται αναφορικά με την αύξηση της μικροσκληρότητας και του βάθους διεϊσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος της ζώνης ανάδευσης αποδίδεται κατά τη μετάβαση μεταξύ του πεδίου τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης των 20 και των 50 mA/cm². Σε αυτό το ηλεκτροδυναμικό κατώφλι άλλωστε κρίνεται ότι διατίθεται επαρκής ενέργεια ενεργοποίησης μέσω της ηλεκτροχημικής διέγερσης ώστε να υπάρξει μια επιπρόσθετη ηλεκτροκινητική προώθηση των ροών του ατομικού υδρογόνου μέσω των δικτύων των διαταραχών (electrokinetic repulsion of atomic hydrogen flows), οι οποίες λειτουργούν ως ενεργοί δίαυλοι διάχυσης (Διαγράμματα 24 - 26) [322].



Διάγραμμα 27: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης

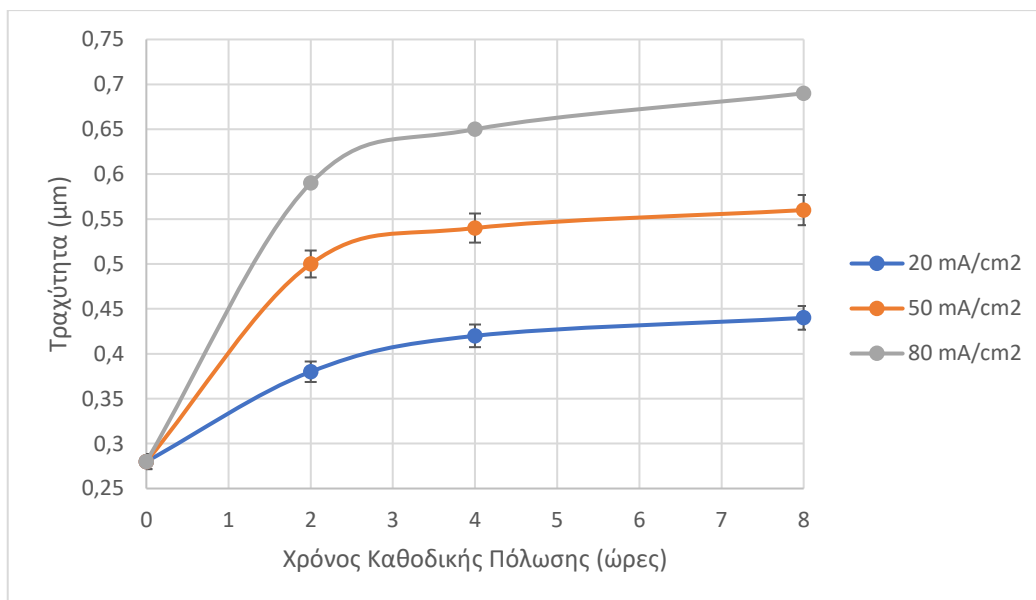
Όπως γίνεται εύκολα κατανοητό η παράταση της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης για σταθερή τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αποδίδει μια συνεχή αυξητική τάση σε ότι αφορά στο βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού της ζώνης ανάδευσης. Ο ρυθμός αυτός προσδιορίζεται ως ελαφρώς υψηλότερος για τα χρονικά πεδία παραμονής μεταξύ των 0 και των 2 ωρών (στάδιο επώασης), όπου πραγματοποιείται ηλεκτροδυναμική και χημικοκινητική κατάλυση των μηχανισμών μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου, λόγω της εκτεταμένης ανάπτυξης ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης αυτού εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Για πεδία τιμών μεταξύ 2 και των 4 ωρών η ηλεκτροκινητική μεταφορά του ατομικού υδρογόνου συνεχίζει με το χαμηλότερο ρυθμό ενώ για τα πεδία τιμών μεταξύ των 4 και 8 ωρών παρατηρείται επανακινητοποίηση των μηχανισμών μετανάστευσης και των ηλεκτροχημικών δράσεων, φαινόμενα τα οποία οδηγούν σε ενδιάμεσους ρυθμούς προώθησης των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής (Διάγραμμα 27).

2.17 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΟΥΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ FSW AA5083-AA6082

Για τη μελέτη της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου επί της επιφανειακής τραχύτητας της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 πραγματοποιήθηκαν προφίλομετρίες τραχύτητας (μέσω συμβατικού ταραχυμέτρου και μικροσκοπίου ατομικής δύναμης AFM) στην επιφάνεια έξι διαφορετικών δειγμάτων για την εκάστοτε περίπτωση των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης. Στη συνέχεια αποδίδονται οι ληφθείσες μετρήσεις καθώς και τα διαγράμματα μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 13: Πίνακας μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης

	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Επιφανειακή τραχύτητα της ζώνης ανάδευσης	0,38μm	0,42μm	0,44μm	0,50μm	0,54μm	0,56μm	0,59μm	0,65μm	0,69μm

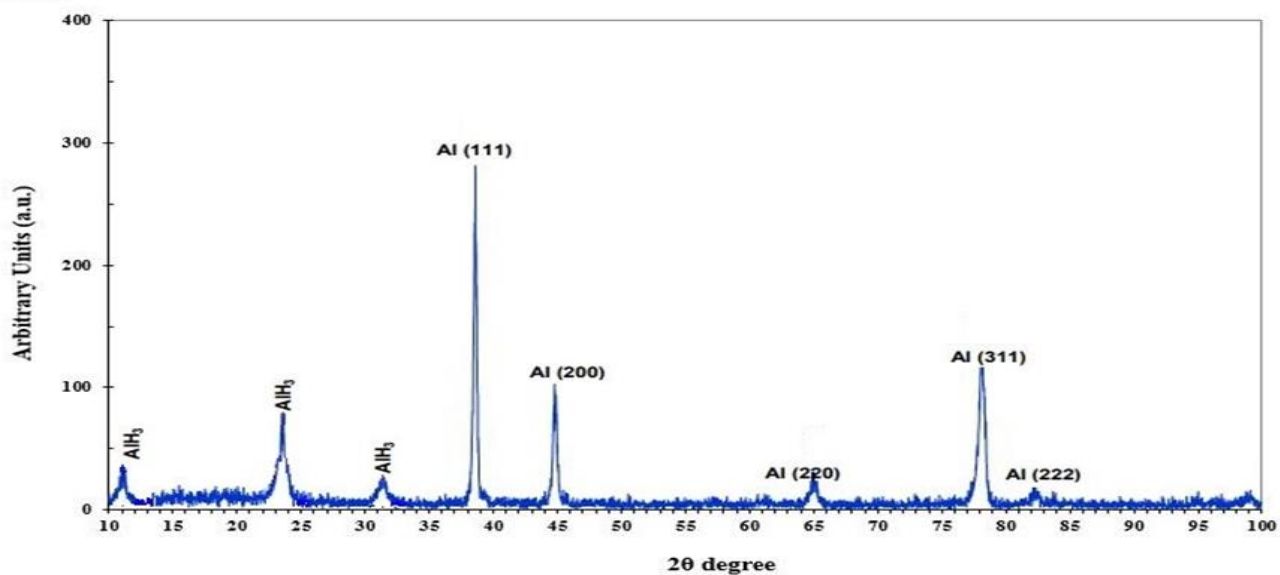


Διάγραμμα 28: Μελέτη της επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης στην επιφανειακή τραχύτητα της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 για επιβαλλόμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 50 mA/cm² και 80 mA/cm².

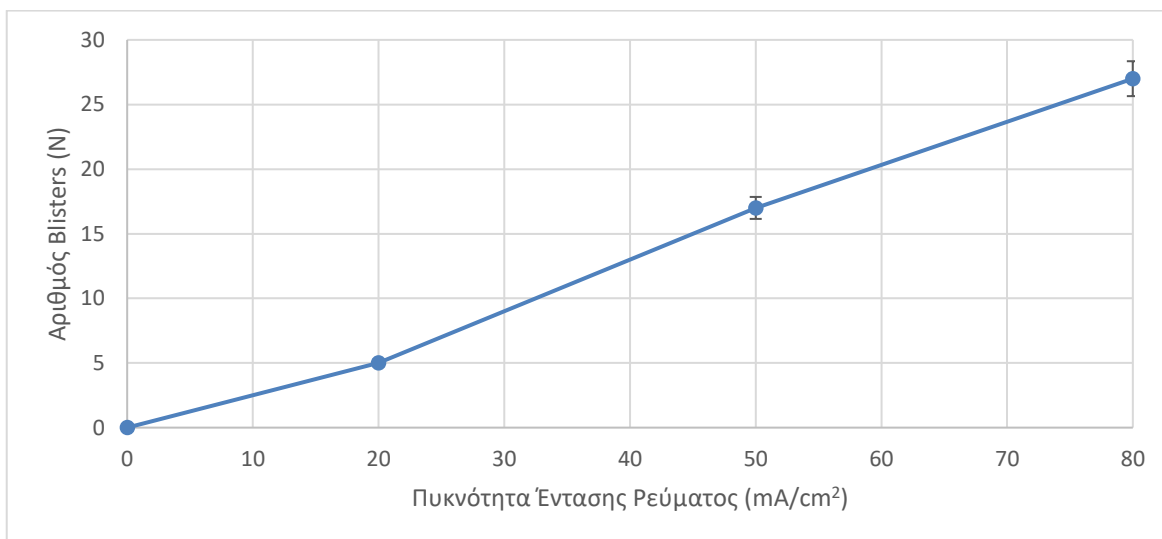
Σε ότι αφορά στο κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκε ότι ο μέγιστος ρυθμός μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας αποδίδεται για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη μετάβαση από τις 0 στις 2 ώρες χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Επίσης διαπιστώθηκε ότι η κινητική της αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας παρουσιάζει ένα σχεδόν σταθερό ρυθμό μεταβολής κατά τη μετάβαση από το πεδίο τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των 20-50 mA/cm² σε αυτό των 50-80 mA/cm². Η παραπάνω παρατήρηση είναι αναμενόμενη καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί το κραματικό αυτό σύστημα αποτελεί μία σύνθετη δομή στις ιδιότητες της οποίας συνεισφέρουν και τα δύο αρχικά κράματα αλουμινίου AA5083-H111, AA6082-T6. Όπως αναλύθηκε όμως προηγουμένως για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος της τάξης των 50 mA/cm² το κραματικό σύστημα AA5083-H111 παρουσιάζει χαμηλότερο ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής του τραχύτητας εν συγκρίσει με τις υψηλότερες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τις οποίες αρχίζουν να επενεργούν οι μηχανισμοί παρεμπόδισης ως προς τη διάχυση του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Αντίθετα για το κραματικό σύστημα AA6082-T6 ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου μεγιστοποιείται για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm², όπου και παρατηρείται μείωση του ρυθμού αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας. Έτσι η συνεργιστική δράση των δύο αντίστροφων αυτών κινητικά φαινομένων εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού της ζώνης ανάδευσης καθιστά το ρυθμό αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας σχεδόν σταθερό (Διάγραμμα 28).

2.18 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ ΣΕ ΚΑΘΟΔΙΚΑ ΠΟΛΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΟΥΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ FSW AA5083-AA6082

Μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ ταυτοποιήθηκε και για το μικρογραφικό ιστό της ζώνης ανάδευσης, έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτής εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (50 mA/cm², 4 ώρες), η συμμετοχή ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Φυσικά με υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής ως προς το σχηματισμό των υδριδίων κρίθηκε ότι συμβάλλει το κραματικό σύστημα το οποίο για τις δεδομένες συνθήκες καθοδικής πόλωσης έχει αποδειχθεί ως περισσότερο επιρρεπές στην εκδήλωση του συγκεκριμένου φαινομένου (hydride formation), δηλαδή το AA5083 – H111. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε για τη ζώνη ανάδευσης μετατόπιση της κύριας κορυφής Περίθλασης του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου προς μικρότερα εύρη γωνιών κατά 0.05°, ενώ αντίστοιχα οι δευτερεύουσες κορυφές Περίθλασης διαπιστώθηκε ότι μετατοπίστηκαν κατά 0.034° (Εικόνα 124). Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η ζώνη ανάδευσης παρουσιάζει ενδιάμεση απόκριση μεταξύ αυτής των αρχικών κραμάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6 σε ότι αφορά στη διείσδυση του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό και στην τάση που παρουσιάζει το δεδομένο θερμοδυναμικό σύστημα για την πυρηνοποίηση – ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων (μεταβολή της πρότυπης ελεύθερης ενθαλπίας σχηματισμού ΔG⁰ και χημική συγγένεια Al – H βάσει των διαγραμμάτων Ellingham).



Εικόνα 124: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας της ζώνης ανάπτυξης μετά αποκαθοδική πόλωση σε περιβάλλον υδρογόνου για 4 ώρες με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm²



Διάγραμμα 29: Μεταβολή της επιφανειακής πυκνότητας των φλукταινών υδρογόνου (blisters) συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

Η παραπάνω καμπύλη περιγράφει την επίδραση της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην κινητική της ανάπτυξης του επιφανειακού σχηματισμού φλукταινών υδρογόνου (blistering effect) για τη ζώνη ανάπτυξης. Ο μεγαλύτερος ρυθμός αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών υδρογόνου συναρτήσει της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου παρατηρείται για το εύρος τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των 20 και των 80 mA/cm². Επιπρόσθετα όπως έχει ήδη αναφερθεί καθώς η δεδομένη περιοχή ανάλυσης αποτελεί μηχανικό μίγμα των κραματικών συστημάτων AA5083-H111 και AA6082-T6

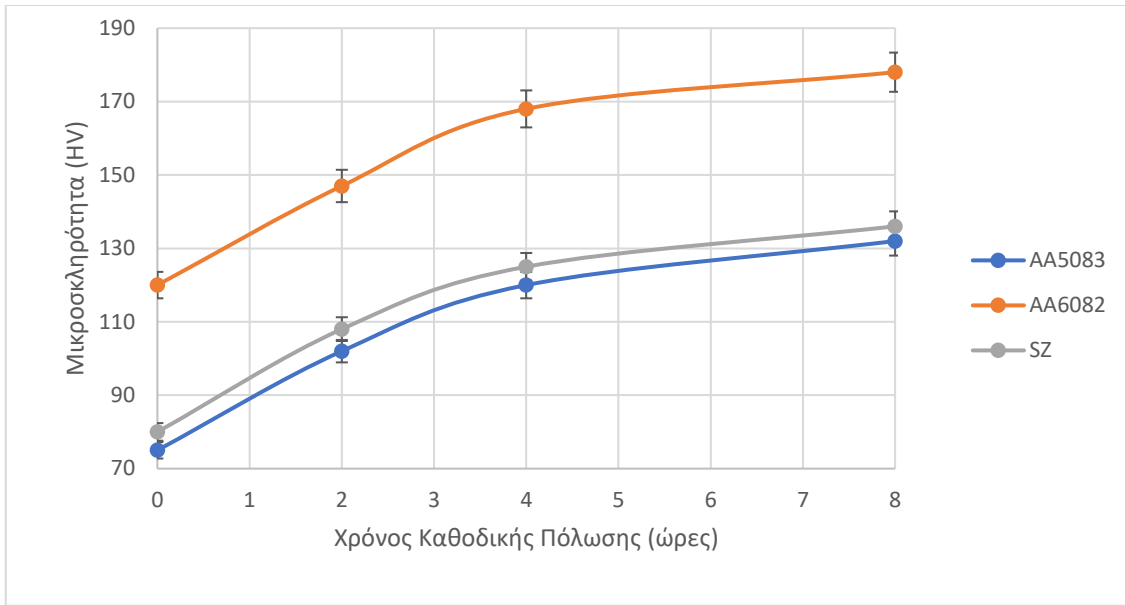
χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου σε σύγκριση με τα άλλα δύο υλικά για κοινό πεδίο τιμών των συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης. Στη λεπτοκρυσταλλική δομή της ζώνης ανάδευσης, όπου έχει επιδράσει ισχυρό πεδίο διατμησιακών παραμορφώσεων, εμπεριέχεται υψηλότερος κλασματικός όγκος συμμετοχής του κράματος AA5083-H111, το οποίο χαρακτηρίζεται συνολικά από χαμηλότερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των blisters. Κατά συνέπεια είναι αναμενόμενο μέσω του κανόνα του μοχλού ότι η αναλογία αυτή ως προς τη συμμετοχή θα επιφέρει μία αντίστοιχη μείωση και ως προς την αριθμητική πυκνότητα των φλυκταινών υδρογόνου επί της ζώνης ανάδευσης σε σύγκριση με αυτή του κράματος AA6082-T6. Επίσης σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία διαπιστώνεται ότι μέχρι μια οριακή – κρίσιμη τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων η ανάπτυξη των φλυκταινών υδρογόνου ευνοείται περισσότερο στις χονδροκρυσταλλικές μητρικές δομές έναντι των λεπτοκρυσταλλικών [326]. Κατά συνέπεια η εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλική δομή της ζώνης ανάδευσης είναι άλλη μία παράμετρος που οδηγεί στον περιορισμό του ρυθμού αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, εν συγκρίσει με τη χονδροκρυσταλλική δομή του κράματος AA6082 – T6, καθώς τα πολλαπλά πιθανά κέντρα πυρηνοποίησης των φλυκταινών υδρογόνου επί των ορίων των κόκκων δεν χαρακτηρίζονται από την απαιτούμενη ελάχιστη ενέργεια (χημικό δυναμικό) έτσι ώστε να ευνοηθεί η ανάπτυξη αυτών (minimum chemical potential – energy threshold for growth of blisters) (Διάγραμμα 29).

2.19 ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ ΤΩΝ ΑΡΧΙΚΩΝ ΚΡΑΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

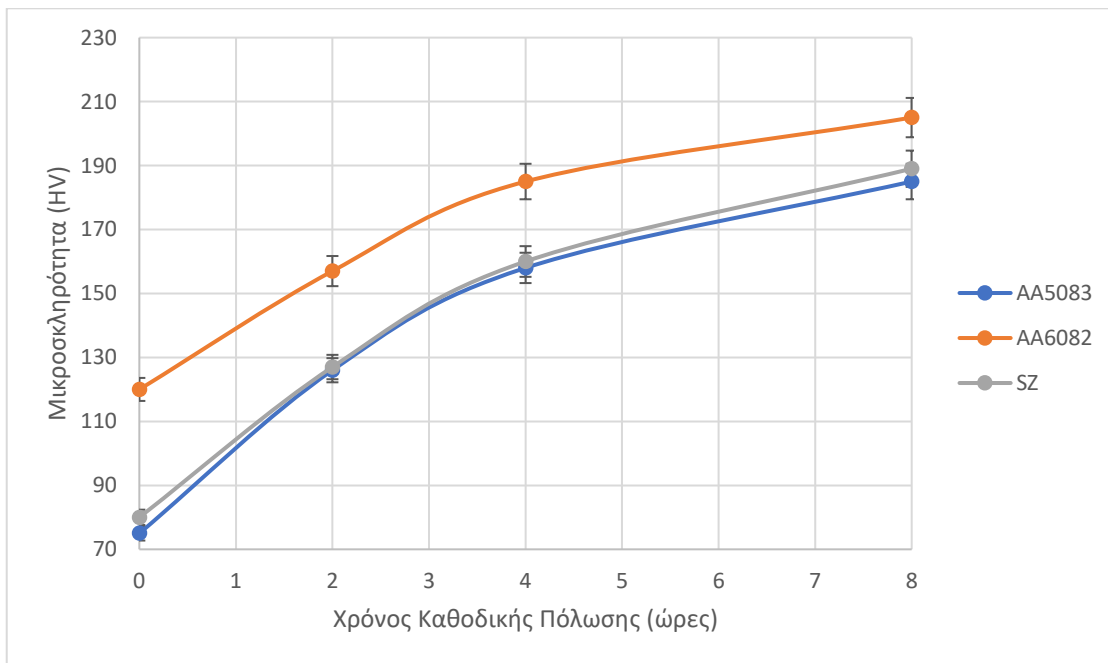
Στη συνέχεια παρατίθεται ένας συγκεντρωτικός πίνακας καθώς και τα συγκριτικά διαγράμματα όπου απεικονίζεται η μεταβολή της επιφανειακής μικροσκληρότητας των τριών μεταλλουργικών συστημάτων συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 14: Πίνακας μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας των τριων αναλυόμενων περιοχών συναρτήσει των συνθηκών καθοδικής πόλωσης

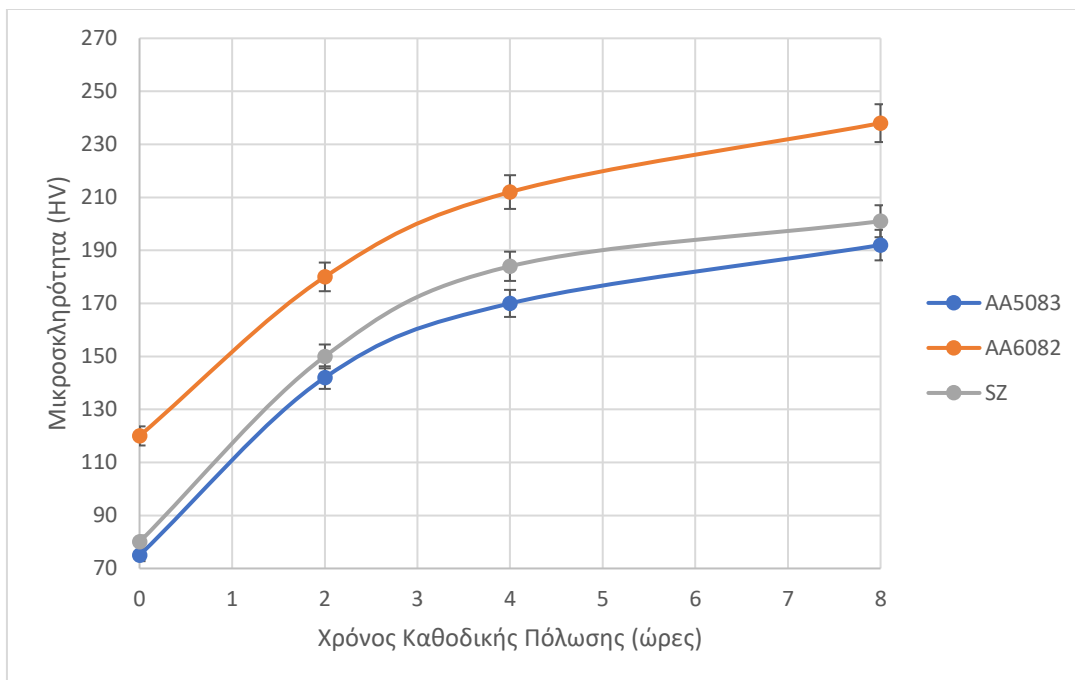
	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Μικροσκληρότητα κράματος AA5083-H111	102HV	120HV	132HV	122HV	158HV	185HV	142HV	170HV	192HV
Μικροσκληρότητα κράματος AA6082-T6	147HV	168HV	178HV	157HV	185HV	205HV	180HV	212HV	238HV
Μικροσκληρότητα Ζώνη ανάδευσης	108HV	125HV	136HV	127HV	160HV	189HV	150HV	184HV	201HV



Διάγραμμα 30: Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα και των τριων κραματικών συστημάτων μελέτης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²



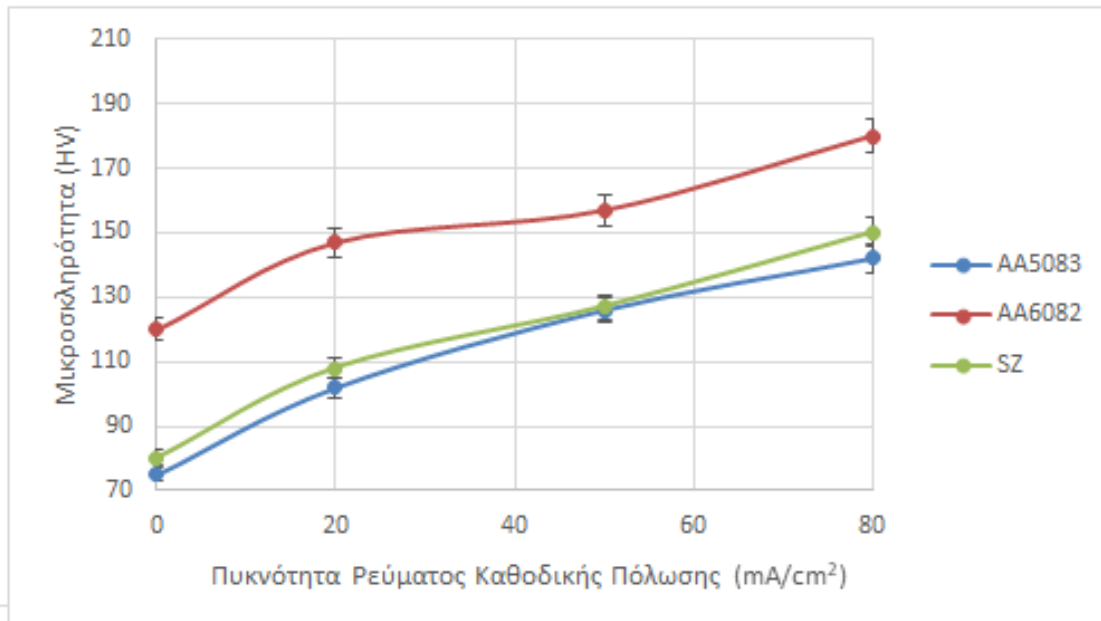
Διάγραμμα 31: Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα και των τριων κραματικών συστημάτων μελέτης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm²



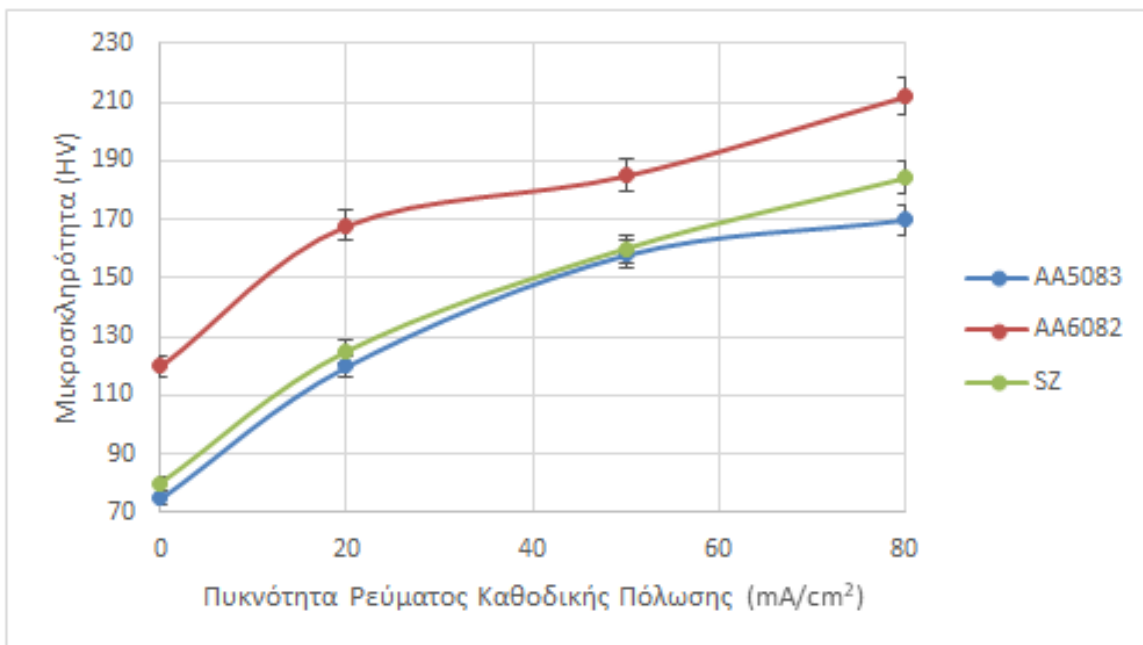
Διάγραμμα 32: Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα και των τριων κραματικών συστημάτων μελέτης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm²

Η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης διαπιστώνεται ότι έχει παρόμοια επίδραση ως προς το ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης. Πιο συγκεκριμένα, με την επέκταση της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο καθοδικής πόλωσης παρατηρείται σε όλες τις περιπτώσεις αυξητική τάση των απολύτων τιμών της επιφανειακής μικροσκληρότητας, η οποία όμως παρουσιάζει διαρκώς φθίνοντα ρυθμό μεταβολής. Η παρατήρηση αυτή είναι απολύτως λογική καθώς η συνεχώς αυξανόμενη συγκέντρωση του ατομικού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες του μικρογραφικού ιστού, οδηγεί στο σχηματισμό πυκνών συναθροίσεων ατόμων υδρογόνου (ατμόσφαιρες Cottrell) οι οποίες προβάλλουν ένα ισχυρό μέτρο αντίστασης ως προς τη συνέχιση της ηλεκτροκινητικής προώθησης των μετώπων διάχυσης σε μεγαλύτερα βάθη διείσδυσης (penetration depth). Παρατηρείται λοιπόν η ύπαρξη ενός ηλεκτροδυναμικού κατωφλιού, το οποίο συνδέεται άμεσα με θερμοδυναμικές και ηλεκτροκινητικές παραμέτρους των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης, πέρα από το οποίο οι αυξανόμενες εισροές του ατομικού υδρογόνου δεν επιφέρουν ουσιαστική αύξηση στην επιφανειακή σκληρότητα των μεταλλικών υλικών. Ακόμη διαπιστώνεται όπως άλλωστε ήταν και αναμενόμενο ότι η επιφανειακή μικροσκληρότητα στην περιοχή της ζώνης ανάδευσης χαρακτηρίζεται συνεχώς από ενδιάμεσες τιμές μεταξύ των αρχικών κραματικών συστημάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6 για κοινό πεδίο τιμών των επιβαλλόμενων συνθηκών καθοδικής πόλωσης. Εφόσον στην περιοχή της ζώνης ανάδευσης εμπεριέχεται υψηλότερος κλασματικός όγκος συμμετοχής κράματος AA5083-H111 (65%), το οποίο χαρακτηρίζεται συνολικά από χαμηλότερο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής του μικροσκληρότητας, καθίσταται κατανοητό βάσει του κανόνα του μοχλού ότι αυτό θα επιφέρει μία ανάλογη μείωση στο ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας της ζώνης ανάδευσης σε σύγκριση με εκείνον που αντιστοιχεί στο κραματικό σύστημα AA6082-T6 (35%). Μάλιστα, αξίζει να σημειωθεί ότι οι

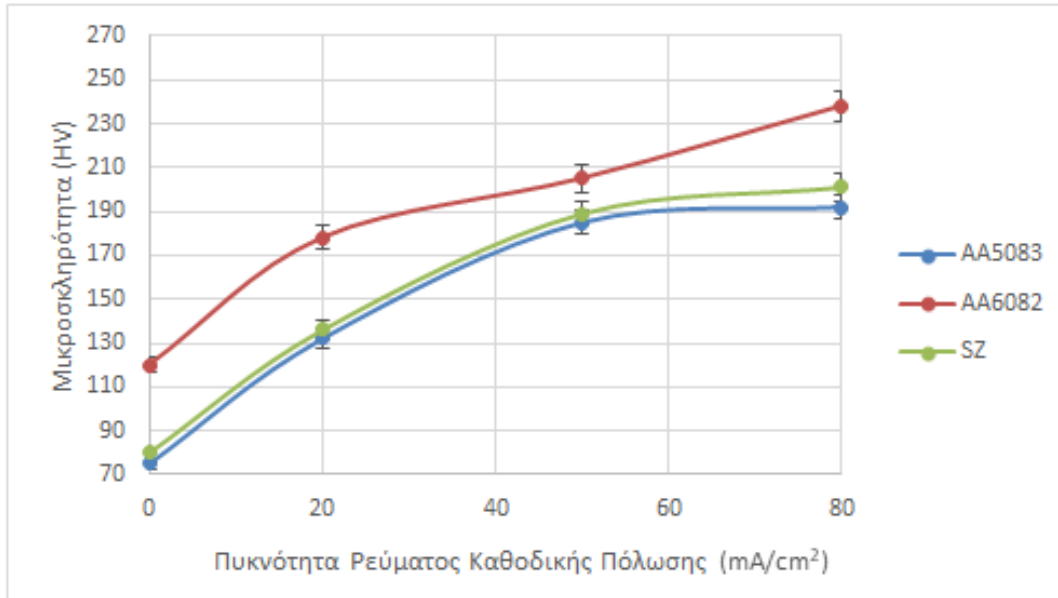
απόλυτες τιμές της μικροσκληρότητας της ζώνης ανάδευσης έπειτα από την καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος ηλεκτροχημικής διέγερσης ακολουθούν περισσότερο τις αντίστοιχες του κραματικού συστήματος AA5083-H111 παρά αυτές του AA6082-T6 (Διαγράμματα 30, 31, 32).



Διάγραμμα 33: Συγκριτικές καμπύλες επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή μικροσκληρότητα του εκάστοτε κράματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες



Διάγραμμα 34: Συγκριτικές καμπύλες επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή μικροσκληρότητα του εκάστοτε κράματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες.



Διάγραμμα 35: Συγκριτικές καμπύλες επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή μικροσκληρότητα του εκάστοτε κράματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 8 ώρες

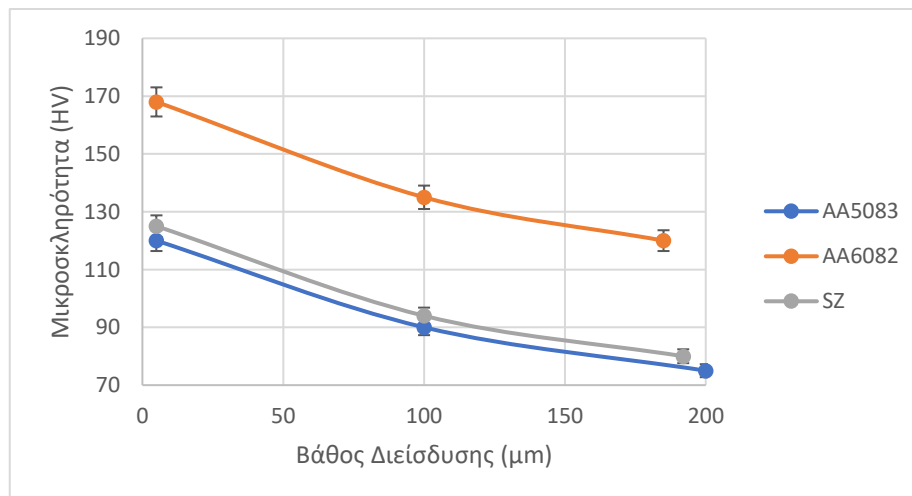
Αναφορικά με την επίδραση που έχει η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης στην αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας της ζώνης ανάδευσης, διαπιστώνεται ότι η αθροιστική συμπεριφορά του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος επηρεάζεται κυρίως από το αναμειγνυόμενο κράμα AA5083-H111, καθώς για το θερμικά κατεργάσιμο κράμα AA6082-T6 έχει επέλθει σχεδόν πλήρης διαλυτοποίηση του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος με στοιχειομετρία Mg_5Si_6 . Κατ' αυτόν τον τρόπο η δεδομένη θερμοδυναμική περιοχή λειτουργεί ως μικρότερη μονάδα επιρροής ως προς την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες του καθοδικά πολωμένου υλικού. Επιπρόσθετα παρατηρείται ότι η μόνη περίπτωση στην οποία η καμπύλη μεταβολής της επιφανειακής σκληρότητας της ζώνης ανάδευσης προσεγγίζει μορφολογικά αυτή του κραματικού συστήματος AA6082-T6 είναι για σταθερή χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες και για όλο το εύρος τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Έτσι λοιπόν επιβεβαιώνεται ότι η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το μεταλλουργικό σύστημα του AA5083-H111 είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μέχρι τα 50 mA/cm², ενώ για το μεταλλουργικό σύστημα του AA6082 – T6 μέχρι τις 2 ώρες παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης ως κρίσιμη παράμετρος κρίνεται η χρονική διάρκεια της καθοδικής πόλωσης (Διαγράμματα 33, 34, 35).

2.20 ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΟ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΤΟ ΒΑΘΟΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΕΝΤΟΣ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΤΗΜΑΤΩΝ ΑΑ5083 – Η111, ΑΑ6082 – Τ6 ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

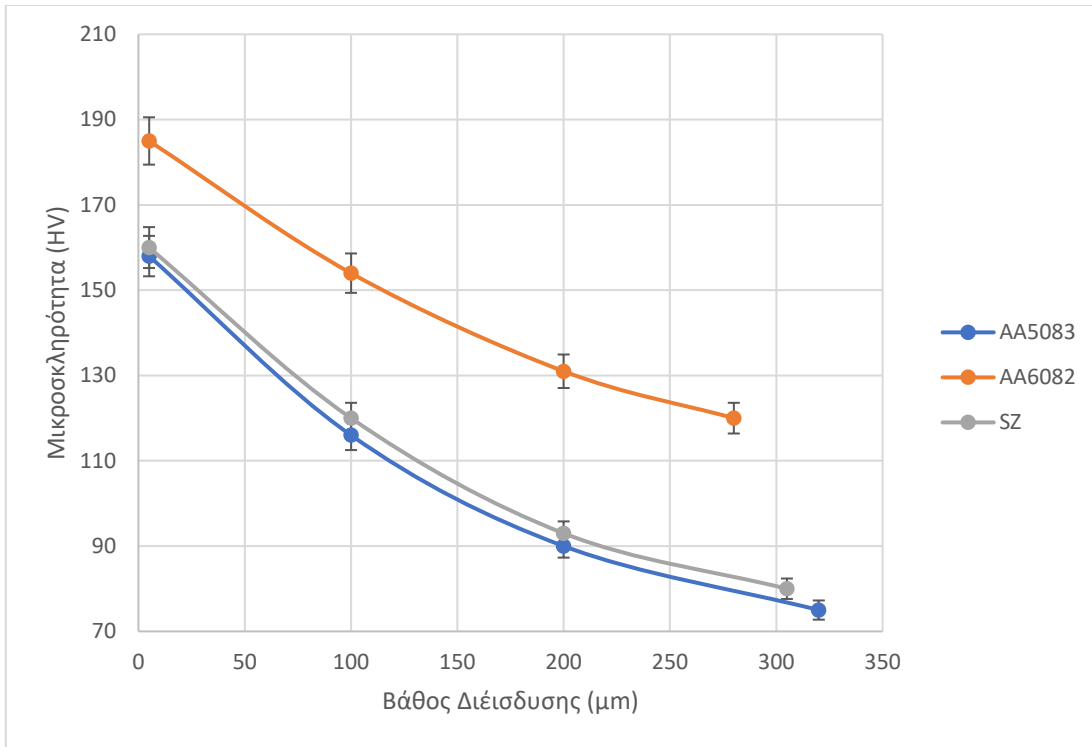
Όπως συνέβη και στην περίπτωση της επιφανειακής μικροσκληρότητας για την πληρέστερη κατανόηση του εξαναγκασμένου φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (constrained electrodiffusion mechanism) και της ηλεκτροκινητικής προώθησης του ατομικού υδρογόνου στα διάφορα είδη των μικρογραφικών ιστών (electrokinetically assisted fluxes of atomic hydrogen into microtexture) παρουσιάζονται στη συνέχεια οι συγκεντρωτικοί πίνακες που αφορούν στο βάθος διείσδυσης και στο συντελεστή διάχυσης για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης. Ακόμη αποδίδεται μέσω διαγραμμάτων και ο ρυθμός μεταβολής αυτών των μεγεθών συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Πίνακας 15: Μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών καθοδικής πόλωσης για όλα τα κραματικά συστήματα ανάλυσης

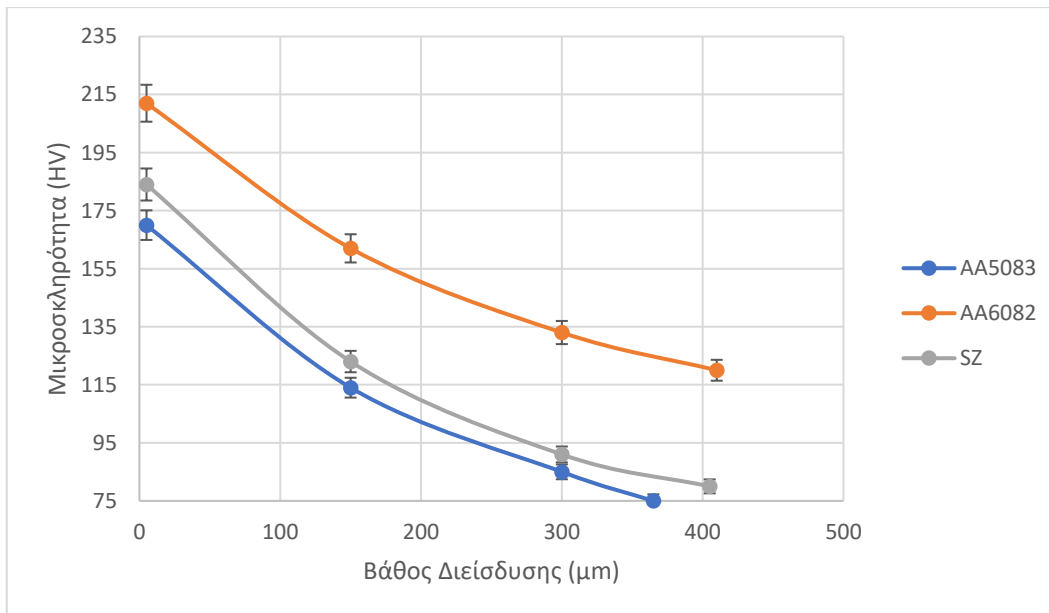
	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Βάθος διείσδυσης ατομικού υδρογόνου στο κράμα ΑΑ5083-Η111	141μm	200μm	283μm	226μm	320μm	453μm	258μm	365μm	516μm
Βάθος διείσδυσης ατομικού υδρογόνου στο κράμα ΑΑ6082-Τ6	131μm	185μm	262μm	198μm	280μm	396μm	290μm	410μm	580μm
Βάθος διείσδυσης ατομικού υδρογόνου στη ζώνη ανάδευσης FSW ΑΑ5083 -ΑΑ6082	136μm	192μm	272μm	216μm	305μm	431μm	286μm	405μm	573μm



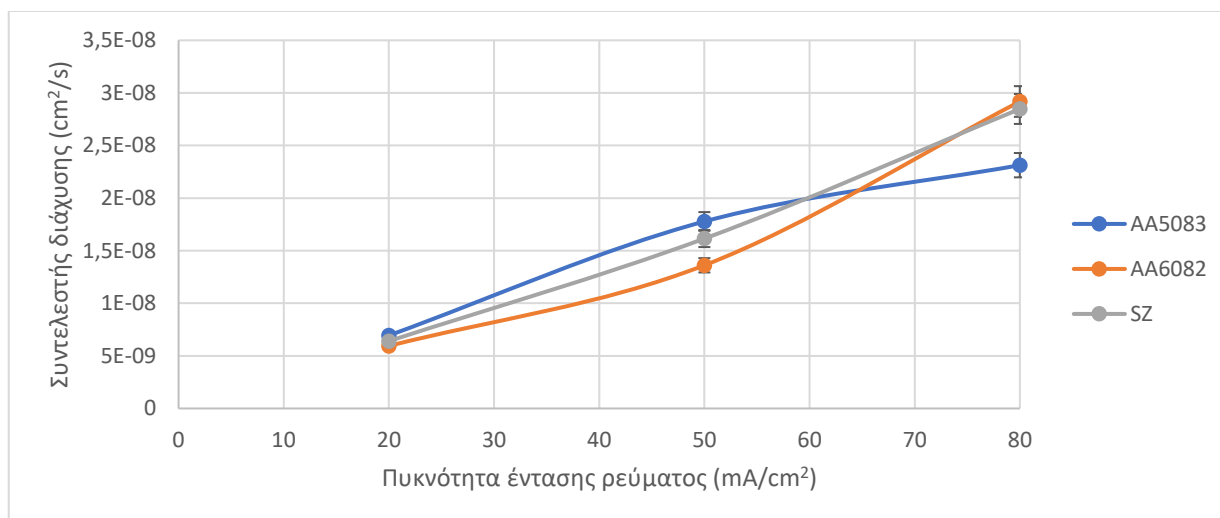
Διάγραμμα 36: Συγκριτική μελέτη της επίδρασης σταθερής χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (4 ώρες) και σταθερής πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm²) επί του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της επιφανειακής μικροσκληρότητας και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης



Διάγραμμα 37: Συγκριτική μελέτη της επίδρασης σταθερής χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (4 ώρες) και σταθερής πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (50 mA/cm²) επί του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της επιφανειακής μικροσκληρότητας και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης.



Διάγραμμα 38: Συγκριτική μελέτη της επίδρασης σταθερής χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (4 ώρες) και σταθερής πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm²) επί του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και της επιφανειακής μικροσκληρότητας και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης.



Διάγραμμα 39: Συγκριτικές καμπύλες επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ως προς το συντελεστή διάχυσης και των τριών κραματικών συστημάτων ανάλυσης

Για το κραματικό σύστημα AA5083-H111 ο συντελεστής διάχυσης παρατηρήθηκε να αυξάνει με μεγαλύτερο ρυθμό μεταξύ του πεδίου τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από 20 έως 50 mA/cm². Όπως γίνεται εύκολα κατανοητό ακριβώς την ίδια τάση ακολουθεί και η μεταβολή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού ενώ κατά εντελώς αντίστροφο τρόπο περιορίζεται τόσο η έκταση όσο και η ένταση του φαινομένου του σχηματισμού φλυκταινών υδρογόνου. Για επιβαλλόμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² παρατηρείται μείωση του ρυθμού αύξησης του συντελεστή διάχυσης και περιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, ενώ ταυτόχρονα διαπιστώνεται σημαντική αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών. Με λίγα λόγια για το κραματικό σύστημα AA5083 -H111 σε πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης υψηλότερες των 50 mA/cm² ευνοείται – καταλύεται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά ο μηχανισμός της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (atomic hydrogen entrapment mechanism) ενώ ταυτόχρονα παρεμποδίζεται η περαιτέρω διείσδυση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού.

Κατά αντίστροφο τρόπο το κραματικό σύστημα AA6082-T6 παρουσιάζει χαμηλό ρυθμό αύξησης του συντελεστή διάχυσης και του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μικρότερες των 50 mA/cm². Σε αυτά τα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης παρατηρείται πολύ υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φυσαλίδων υδρογόνου συγκριτικά με τα άλλα δύο υπό μελέτη υλικά. Όμως για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² ενεργοποιούνται επιπρόσθετοι μηχανισμοί μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού, με αποτέλεσμα να παρατηρείται εκθετική αύξηση του συντελεστή διάχυσης και του βάθους διείσδυσης καθώς και κατακόρυφη πτώση του ρυθμού αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου.

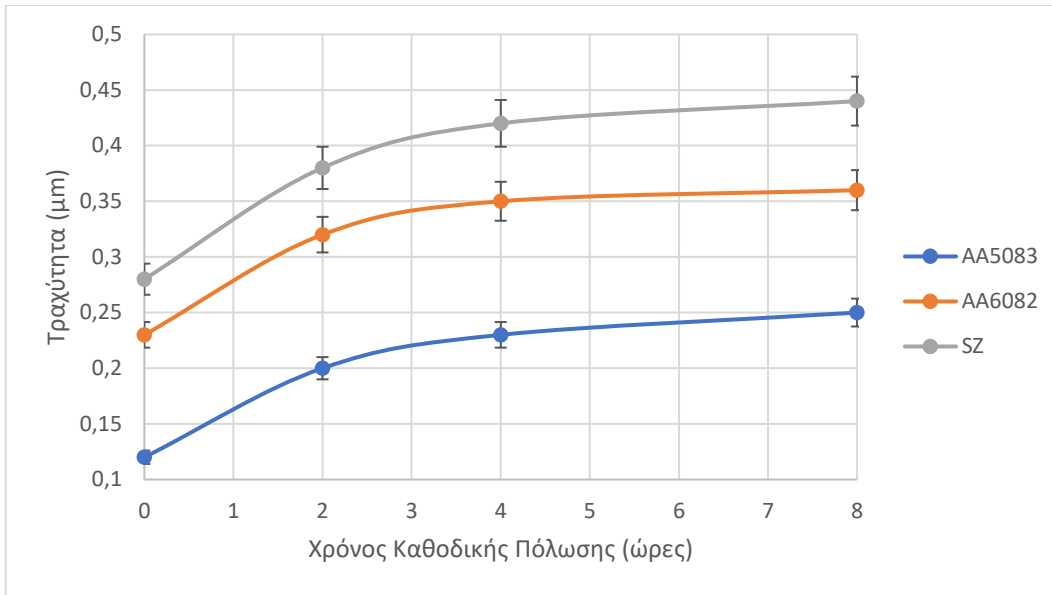
Τέλος σε ότι αφορά στη ζώνη ανάδευσης συγκόλλησης FSW AA5083 - AA6082 αυτή φαίνεται να ακολουθεί για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έως τα 50 mA/cm² την ηλεκτροχημική και ηλεκτροκινητική απόκριση του κραματικού συστήματος AA5083-H111. Για υψηλότερα όμως πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος η τάση που παρουσιάζει προσομοιάζει ηλεκτροδυναμικά περισσότερο στη συμπεριφορά που επιδεικνύει το κραματικό σύστημα AA6082-T6. Για το λόγο αυτό η δεδομένη περιοχή ανάλυσης για όλα τα πεδία των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης διαπιστώνεται ότι ευαισθητοποιείται και ορίζεται ως προς την ηλεκτροδυναμική συμπεριφορά της κατά κύριο λόγο από την πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ενώ η χρονική διάρκεια παραμονής επενεργεί μονάχα ως σταθεροποιητική ηλεκτροκινητική παράμετρος (Διαγράμματα 36, 37, 38, 39).

2.21 ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΗΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΣΥΣΤΗΜΑΤΩΝ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ FSW AA5083 – AA6082

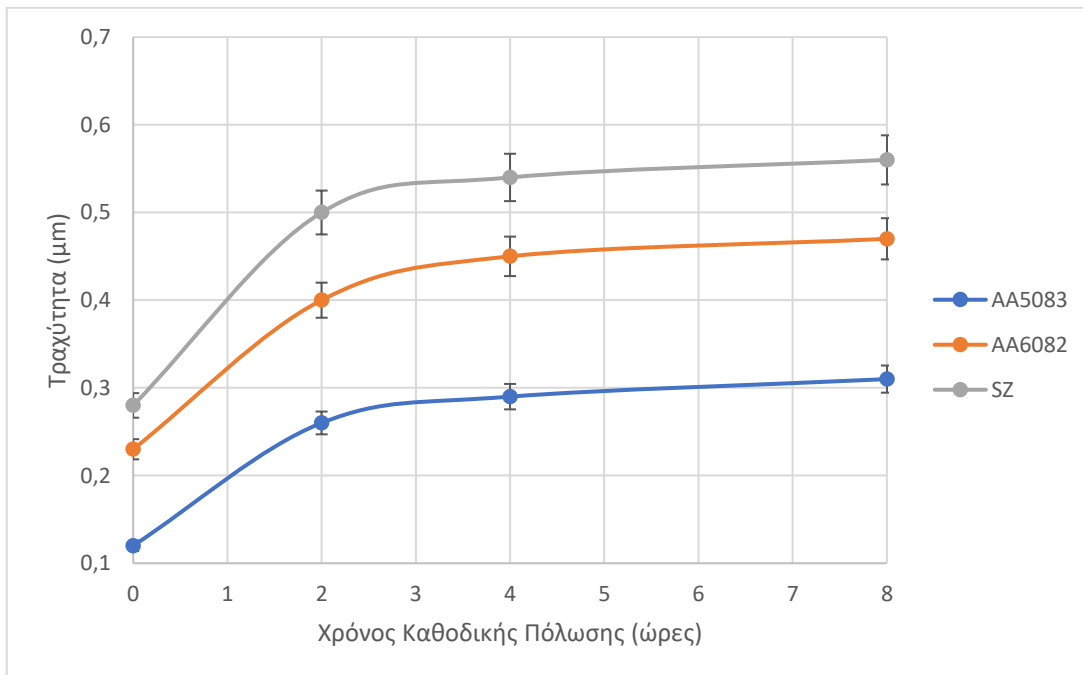
Στη συνέχεια παρατίθεται ένας συγκεντρωτικός πίνακας τιμών της επιφανειακής τραχύτητας καθώς και τα συγκριτικά διαγράμματα μεταβολής αυτής συναρτήσει των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης.

Πίνακας 16: Μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας των καθοδικά πολωμένων δοκιμών συναρτήσει των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

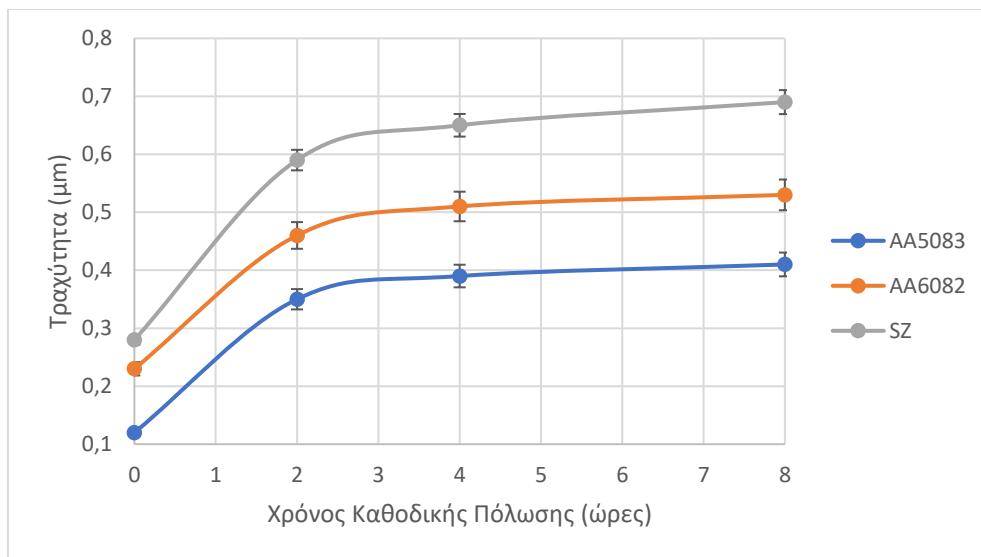
	20 mA/cm ²			50 mA/cm ²			80 mA/cm ²		
	2h	4h	8h	2h	4h	8h	2h	4h	8h
Επιφανειακή τραχύτητα Κράματος AA5083-H111	0,2μm	0,23μm	0,25μm	0,26μm	0,29μm	0,31μm	0,35μm	0,39μm	0,41μm
Επιφανειακή τραχύτητα Κράματος AA6082-T6	0,32μm	0,35μm	0,36μm	0,40μm	0,45μm	0,47μm	0,46μm	0,51μm	0,53μm
Επιφανειακή τραχύτητα της ζώνης ανάδευσης	0,38μm	0,42μm	0,44μm	0,50μm	0,54μm	0,56μm	0,59μm	0,65μm	0,69μm



Διάγραμμα 40: Μελέτη επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή τραχύτητα των τριων κραματικών συστημάτων ανάλυσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

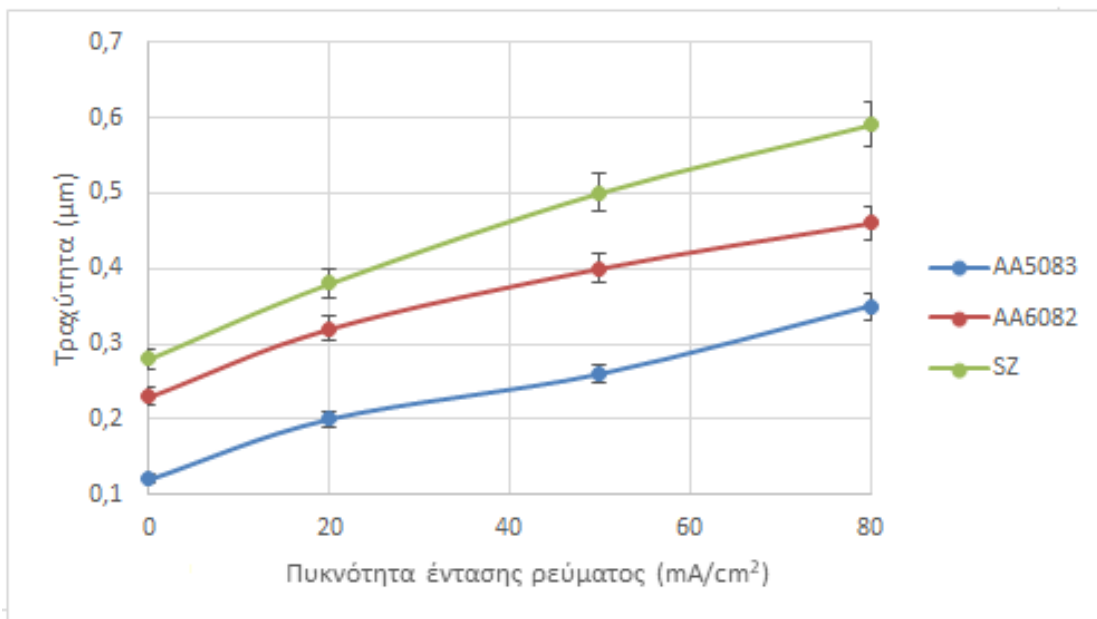


Διάγραμμα 41: Μελέτη επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή τραχύτητα των τριων κραματικών συστημάτων ανάλυσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm²

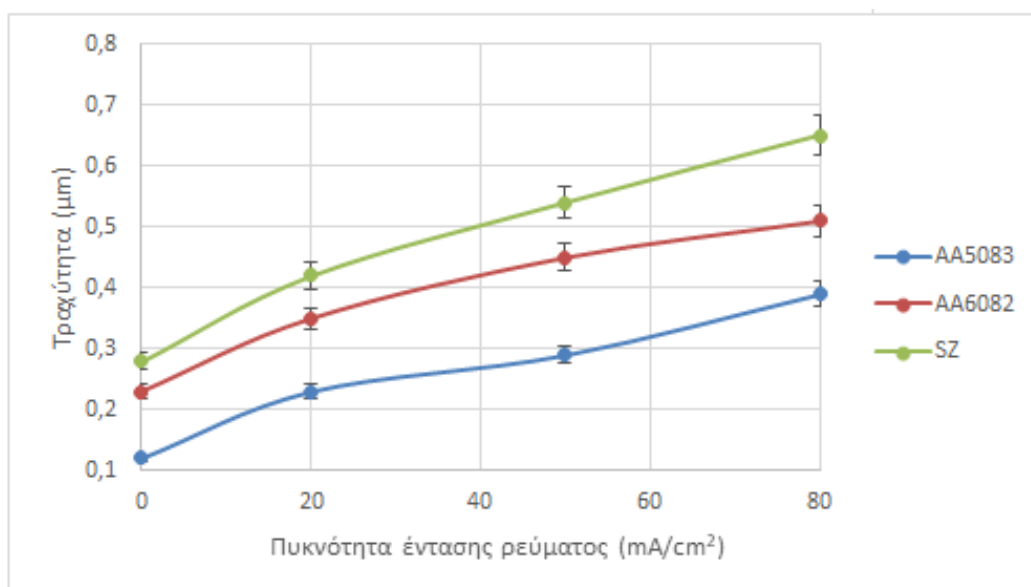


Διάγραμμα 42: Μελέτη επίδρασης της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς την επιφανειακή τραχύτητα των τριών κραματικών συστημάτων ανάλυσης για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm^2

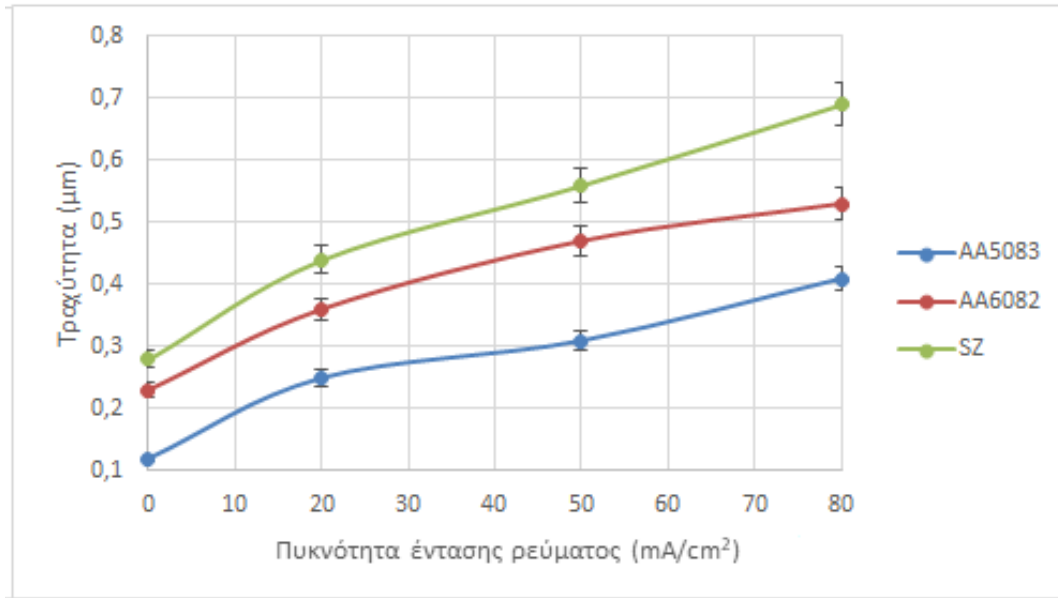
Όπως διαπιστώνεται η θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης ανάδευσης παρουσιάζει τις μεγαλύτερες τιμές της επιφανειακής τραχύτητας καθώς και τον υψηλότερο ρυθμό μεταβολής ως προς την αύξηση αυτής κατά τη μετάβαση σε πεδία τιμών υψηλότερης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και μεγαλύτερης χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Ακόμη σημειώνεται ότι για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος μεταξύ των 20 mA/cm^2 και των 50 mA/cm^2 η ηλεκτροκινητική απόκριση των κραματικών συστημάτων AA6082-T6 και της ζώνης ανάδευσης αναφορικά με την αύξηση της επιφανειακής τους τραχύτητας χαρακτηρίζεται ως παρεμφερής. Αντίθετα για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 80 mA/cm^2 η επιφανειακή τραχύτητα του κράματος AA6082-T6 λαμβάνει τιμές οι οποίες συγκλίνουν περισσότερο με τις αντίστοιχες του κράματος AA5083-H111 (Διαγράμματα 40, 41, 42).



Διάγραμμα 43: Μελέτη επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή τραχύτητα του εκάστοτε κραματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες.



Διάγραμμα 44: Μελέτη επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή τραχύτητα του εκάστοτε κραματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες.

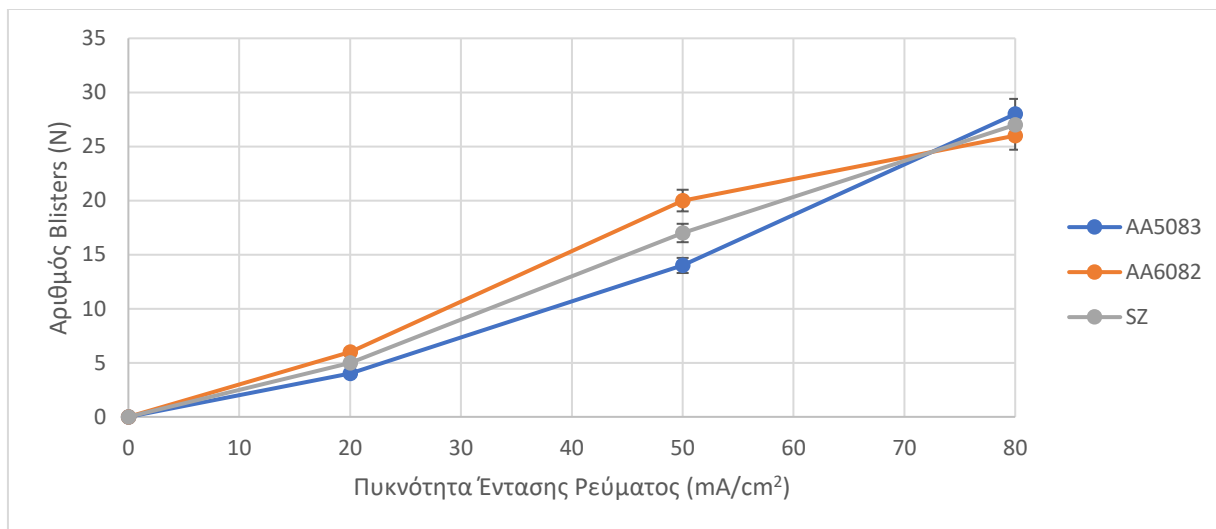


Διάγραμμα 45: Μελέτη επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην επιφανειακή τραχύτητα του εκάστοτε κραματικού συστήματος για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 8 ώρες

Το κραματικό σύστημα AA5083-H111 για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 20 mA/cm² παρουσιάζει ένα συνεχώς αυξανόμενο ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής του τραχύτητας για όλα τα πεδία τιμών της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αντίστροφα, το κραματικό σύστημα AA6082-T6 προσδιορίζεται για όλες τις πυκνότητες έντασης ρεύματος και για κάθε χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου καθοδικής πόλωσης από έναν διαρκώς μειούμενο ρυθμό της αύξησης της επιφανειακής του τραχύτητας. Τέλος η θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης ανάδευσης για σταθερά πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος παρουσιάζει το μεγαλύτερο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας με την παράταση της χρονικής διάρκειας διεξαγωγής της ηλεκτροχημικής διέγερσης από τις 2 στις 8 ώρες (Διαγράμματα 43, 44, 45)

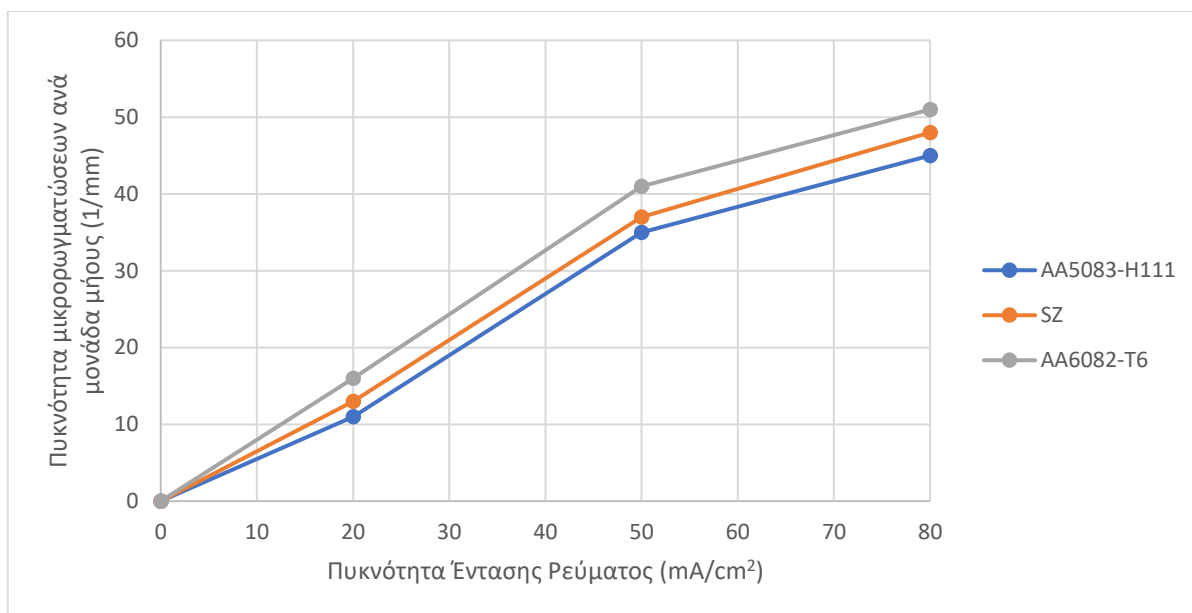
2.22 ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΤΩΝ ΦΛΥΚΤΑΙΝΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΚΑΙ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΡΩΓΜΑΤΩΣΕΩΝ ΓΙΑ ΟΛΕΣ ΤΙΣ ΥΠΟ ΜΕΛΕΤΗ ΔΟΜΕΣ ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

Στα παρατιθέμενα διαγράμματα παρουσιάζεται η μεταβολή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων σε συνάρτηση με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις υπό μελέτη δομές έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υδρογόνου.



Διάγραμμα 46: Μελέτη επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες

Όπως διαπιστώνεται από τις συγκριτικές καμπύλες επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ως προς την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου, το κραματικό σύστημα AA5083-H111 χαρακτηρίζεται από συνεχή αυξητική για όλα τα πεδία τιμών μελέτης. Αντιθέτως το κραματικό σύστημα AA6082-T6 ενώ μέχρι τα 50 mA/cm² παρουσιάζει ιδιαίτερα υψηλό ρυθμό αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συγκριτικά με τα άλλα δύο υλικά, έπειτα από την υπέρβαση των 50 mA/cm² παρατηρείται ηλεκτροκινητική αναστροφή (ενεργοποίηση μηχανισμών πέδησης – hindering mechanisms) με αποτέλεσμα ο ρυθμός της αύξησης αυτής να χαρακτηρίζεται ως συνεχώς μειούμενος. Τέλος η θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης ανάδευσης για όλες τις συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης αποδίδει ενδιάμεσες τιμές ως προς την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου μεταξύ των αντίστοιχων τιμών των άλλων δύο κραματικών συστημάτων, καθώς στην ηλεκτροδυναμική απόκριση των επιφανειακών της ιδιοτήτων επιδρούν συνεργιστικά (είτε ενισχυτικά είτε ανταγωνιστικά) τα ενδογενή χαρακτηριστικά των δύο επιμέρους υλικών (Διάγραμμα 46).



Διάγραμμα 47: Μελέτη επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων οι οποίες έχουν ως εναρκτήρια σημεία εκκίνησης (crackinitiationpoints) τις τοπολογίες πυρηνοποίησης των φλукταινών υδρογόνου και των υδριδίων

Όπως μπορεί να αποδοθεί από τις συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ως προς την επιφανειακή πυκνότητα κάλυψης των μικρορωγματώσεων, όλα τα κραματικά συστήματα προσδιορίζονται από συνεχώς αυξητική τάση εμφάνισης μικρορωγμών με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου. Τα γραφήματα και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης διαπιστώνεται ότι χαρακτηρίζονται από τον υψηλότερο ρυθμό μεταβολής (κλίση) κατά τη μετάβαση από το πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης των 20 mA/cm² σε αυτό των 50 mA/cm². Ακόμη παρατηρείται ότι για εντατικοποιημένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης (πυκνότητα έντασης ρεύματος μεγαλύτερη των 50 mA/cm²) ο κρυσταλλογραφικός ιστός των αναλυόμενων περιοχών υπερκορένεται λόγω των αυξημένων ποσοστών εισδοχής του ατομικού υδρογόνου τόσο στις τετραεδρικές όσο και στις οκταεδρικές θέσεις παρεμβολής, με αποτέλεσμα να αναπτύσσεται ένα ισχυρό πεδίο θλιπτικών παραμενουσών τάσεων, με μέτρο ικανό ώστε να παρεμποδίσει την περαιτέρω διάδοση των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων και να περιορίσει το ρυθμό αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης αυτών [323]. Η ζώνη ανάδευσης η οποία χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient (n)) του συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor (m)) και του συντελεστή Schmid μεταξύ των άλλων δύο κραματικών συστημάτων (ως σύνθετο μίγμα αυτών), προσδιορίζεται και από ενδιάμεση ικανότητα – δυναμικό ανάληψης παραμορφωσιακών πεδίων με αποτέλεσμα να αποδίδει και ενδιάμεσες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων (Διάγραμμα 47).

2.23 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΙΣ ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΩΝ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ AA5083/H111-AA6082/T6 ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ

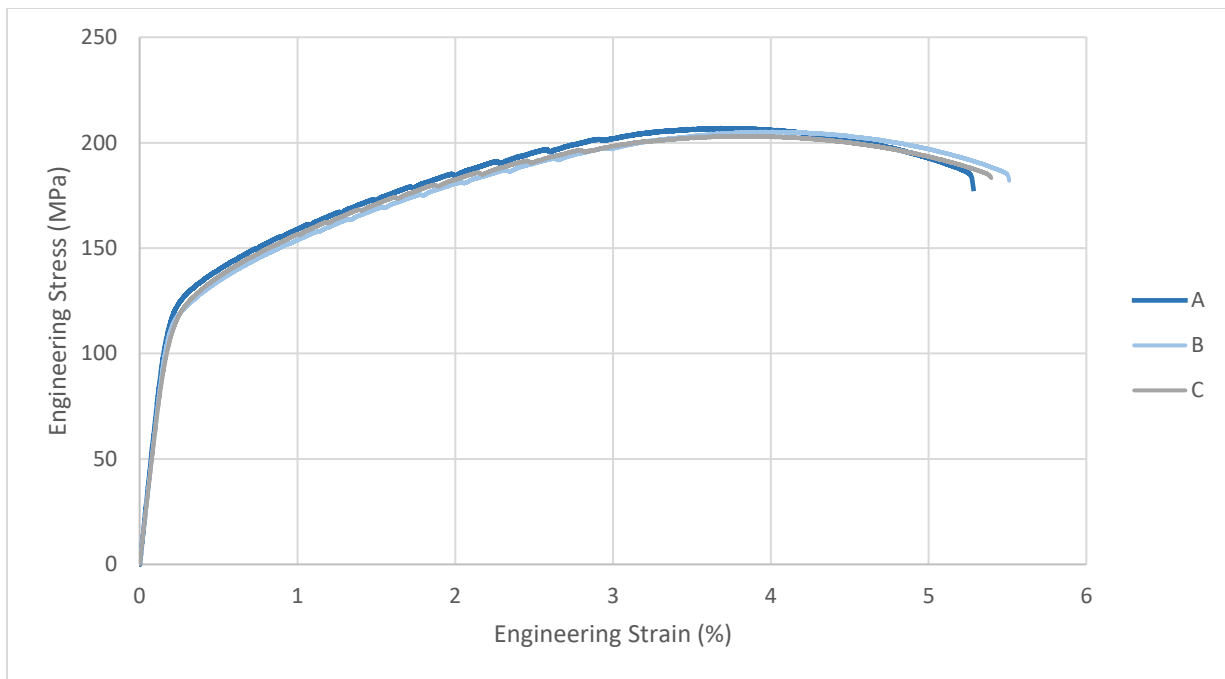
Στόχο του παρόντος υποκεφαλαίου αποτελεί η λεπτομερής διερεύνηση της μηχανικής συμπεριφοράς των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής δια τριβής με ανάδευση, καθώς και ο προσδιορισμός της επίδρασης που έχει η κάθε παράμετρος εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης στις κυριότερες μηχανικές ιδιότητες των συγκολλημένων ελασμάτων. Για το σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκαν δοκιμές εφελκυστικής φόρτισης τόσο σε δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση όσο και σε δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Οι δοκιμές εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν σύμφωνα με τα πρότυπα ASTM E8M-04, DNV – RP - F109, DNV – RP - F110 και DNV – RP - F116 ενώ για την κάθε περίπτωση ανάλυσης διεξήχθησαν τρεις ανεξάρτητες επαναλήψεις με στόχο τη διασφάλιση της εγκυρότητας των μετρήσεων. Σημειώνεται ακόμη ότι η εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης (slow strain rate tensile testing) διεξήχθη με ταχύτητα απομάκρυνσης των αρπαγών 0.01 mm/min, ενώ δεν πραγματοποιήθηκαν πειράματα εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής τις 2 ώρες. Η απόφαση αυτή άρθηκε καθώς ήταν εξ αρχής κατανοητό (μέσω του μετρηθέντος βάθους διείδυσης και του υπολογισθέντος συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου) ότι η επίδραση της εισδοχής του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος ως προς την ολκιμότητα για τα συγκεκριμένα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης θα ήταν αμελητέα. Τέλος ο χαμηλός ρυθμός παραμόρφωσης επιλέγεται για τη διεξαγωγή των πειραμάτων της εφελκυστικής φόρτισης καθώς παρέχει το απαιτούμενο χρονικό κατώφλι για την εκτεταμένη εξάπλωση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, τα οποία είχαν αναπτυχθεί κατά το προηγούμενο στάδιο της ηλεκτροχημικής διέγερσης, υπό τη συνδυασμένη δράση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (interaction of electro – activated diffusion fronts and microplastic strain fields).

2.23.1 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΣΥΜΠΕΡΙΦΟΡΑΣ ΤΩΝ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ AA5083/H111-AA6082/T6 ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ ΧΩΡΙΣ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΕΡΗ ΚΑΘΟΔΙΚΗ ΠΟΛΩΣΗ ΕΝΤΟΣ ΠΕΔΙΟΥ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ

Στη συνέχεια παρατίθενται τα αποτελέσματα που προέκυψαν έπειτα από τη διεξαγωγή των δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα ελάσματα κραμάτων αλουμινίου AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής δια τριβής με ανάδευση, χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον καθοδικής πόλωσης. Για το δεδομένο κραματικό σύστημα όπως παρατηρείται προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 104,9 MPa (τυπική απόκλιση $\pm 1,8$ %), μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 206,1 MPa (τυπική απόκλιση $\pm 0,3$ %) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 5,3 % (τυπική απόκλιση $\pm 0,092$ %).

Πίνακας 17: Μηχανικές ιδιοότητες ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 όπως αυτές προσδιορίστηκαν από δοκιμή εφελκυσμού χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ϵ (%)
AA5083-AA6082 FSW A	106,6	206,9	5,3
AA5083-AA6082 FSW B	102,4	205,3	5,5
AA5083-AA6082 FSW C	105,8	206,1	5,4



Διάγραμμα 48: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε καθοδική πόλωση εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.



Εικόνα 125: Απεικόνιση του θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από δοκιμή εφελκυσμού χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο καθοδικής πόλωσης.

Όπως παρατηρείται από τις παραπάνω εικόνες η θραύση του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη Θερμικά Επηρασαμένη Ζώνη της συγκόλλησης στην πλευρά του κράματος AA6082-T6.

Πίνακας 18: Συγκριτικός πίνακας των μηχανικών ιδιοτήτων έναντι εφελκυσμού ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της συγκόλλησης διατριβής με ανάδευση και των δύο αρχικών κραματικών συστημάτων

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ϵ (%)
AA5083-AA6082 FSW	104,9	206,1	5,4
AA5083-H111	163,7	300,5	22,4
AA6082-T6	282	330	16

Στον παρατιθέμενο Πίνακα (Πίνακας 18) παρουσιάζονται τα κύρια μηχανικά μεγέθη της ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW μεταξύ των κραμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 σε αντιπαραβολή με τα αντίστοιχα των δύο αρχικών μητρικών υλικών. Όπως παρατηρείται όλα τα μηχανικά μεγέθη της συγκόλλησης χαρακτηρίζονται από τιμές σημαντικά χαμηλότερες από εκείνες των αρχικών κραμάτων. Πιο συγκεκριμένα, το όριο διαρροής της συγκόλλησης παρουσιάζει μείωση της τάξης του 35,9% και 62,8% συγκριτικά με το όριο διαρροής των κραμάτων AA5083-H111 και AA6082-T6 αντίστοιχα. Η μέγιστη εφελκυστική αντοχή του συγκολλημένου δοκιμίου, χαρακτηρίζεται από μείωση της τάξης του 31,4% συγκριτικά με το κράμα AA5083-H111 και 37,54% αναφορικά με το κράμα AA6082-T6. Η μεγαλύτερη όμως ποσοστιαία μεταβολή, με πτωτικό ρυθμό φυσικά, αποδίδεται για το μέγεθος της επιμήκυνσης, το οποίο λαμβάνει τιμή 5,398% έναντι των 22,4% και 16% αντίστοιχα για τα μητρικά υλικά AA5083 και AA6082. Οι μειωμένες τιμές των κυριότερων μηχανικών μεγεθών της συγκόλλησης μπορούν να αποδοθούν στα φαινόμενα διαλυτοποίησης του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 , τα οποία λαμβάνουν χώρα εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης του κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά), λόγω του υψηλού θερμοκρασιακού πεδίου που αναπτύσσεται κατά τη διάρκεια της άσκησης εκτεταμένων διατμησιακών παραμορφώσεων για τη διεξαγωγή της συγκόλλησης. Σε αυτά τα πεδία θερμοκρασιών λαμβάνει χώρα εντός του μικρογραφικού ιστού ισχυρή μεγέθυνση των κόκκων ενώ ταυτόχρονα τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά με βάση τα διαγράμματα ισοθερμοκρασιακών μετασχηματισμών (TTT) και συνεχούς απόψυξης (CCT) καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι το σύστημα έχει εξέλθει από το βρόχο θερμοδυναμικής ισορροπίας της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Ακόμη όπως έχει ήδη αποδοθεί μέσω παρατήρησης σε οπτικό μικροσκόπιο και με τη χρήση της Περιθλάσιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς της συγκόλλησης (AA6082-T6) λαμβάνει τιμή ίση με 234 μm , ιδιαίτερα δηλαδή αυξημένη σε σύγκριση με τα 120 μm που αντιστοιχούν στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής δομής του AA6082-T6. Σημαντικό όμως κρίνεται το γεγονός ότι ταυτόχρονα με την πτώση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής παρατηρείται και ιδιαίτερα υψηλή μείωση της επιμήκυνσης έως τη θραύση. Είναι γνωστό ότι όσο μειώνεται η σκληρότητα και οι μηχανικές αντοχές ενός υλικού, αναμένεται συνήθως αύξηση της ολκιμότητάς του. Το γεγονός ότι στη συγκεκριμένη περίπτωση σημειώνεται σημαντική μείωση της ολκιμότητας μπορεί να αποδοθεί στην ετερογενή κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης, στη διακύμανση του συντελεστή ενδοτράχυνσης, του συντελεστή Schmid και της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης λόγω της μικροδομικής ανομοιογένειας που χαρακτηρίζει την περιοχή αυτή. Η ανάπτυξη εναλλασσόμενων δακτυλίων (με διαζωνικές μεταβάσεις μεταξύ των κραματικών συστημάτων AA5083 και AA6082) συνεπάγεται διαφορετικά μικρογραφικά χαρακτηριστικά και ιδιότητες σε ότι αφορά στον κλασματικό όγκο συμμετοχής του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 και της φάσης ισορροπίας Mg_2Si , στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και στη μορφολογία των κόκκων. Είναι επίσης γνωστό ότι σε συγκολλήσεις οι οποίες χαρακτηρίζονται από μικροδομική ανομοιογένεια η παραμόρφωση περιορίζεται και ασκείται στο μεγαλύτερο ποσοστό της στην πιο αδύναμη περιοχή [328]. Το φαινόμενο αυτό αναφέρεται ως “strainlocalization” και αναφέρεται ότι λαμβάνει χώρα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη των συγκολλήσεων δια τριβής με ανάδευση, όπου η αντοχή μπορεί να είναι έως και 60% μικρότερη από αυτή του μητρικού υλικού, ενώ εκδηλώνεται συχνότερα σε κράματα αλουμινίου που υφίστανται σκλήρυνση λόγω της κατακρημνίσεως έπειτα από θερμική κατεργασία γήρανσης, όπως το AA6082-T6. Βάσει των προαναφερθέντων στοιχείων το φαινόμενο του strainlocalization επιδρά και ως

προς την αντοχή των συγκολλημένων ελασμάτων, αφού κατά τον εφελκυσμό παρουσιάζεται πάντα «λαιμός» και η αστοχία εκδηλώνεται και εκτείνεται στην πιο αδύναμη περιοχή (Διάγραμμα 48) [324].

Επιπρόσθετα η περιοχή του διαγράμματος η οποία χαρακτηρίζεται από συνεχείς διακυμάνσεις εκφράζει τη διαβαθμισμένη ικανότητα ανάληψης παραμορφωσιακών και εντατικών πεδίων μεταξύ των δύο κραματικών συστημάτων, η οποία αποδίδεται κυρίως στην απόκλιση των τιμών του συντελεστή ενδοτράχυνσης n (work hardening coefficient) και του συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης m (strain rate sensitivity factor) μεταξύ των δύο.

Η μηχανική απόκριση του συνολικού συστήματος καθορίζεται από τη συνέργεια μιας κραματικής περιοχής όπου η μετακίνηση των διαταραχών χαρακτηρίζεται ως παρεμποδιζόμενη και προκαλείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (AA6082-T6) με μια άλλη κραματική περιοχή η οποία συμβάλει με αντίστροφο τρόπο, καταλύοντας δηλαδή τον πολλαπλασιασμό και την εύκολη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών, λόγω της ομοιόμορφης κατανομής των παραμορφωσιακών πεδίων εντός του μικρογραφικού ιστού (AA5083-H111). Το κάθε κραματικό σύστημα αποτελεί μια μεμονωμένη και διακριτή περιοχή η οποία χαρακτηρίζεται από διαφορετικό βαθμό επιδεκτικότητας ως προς την ανάπτυξη του μηχανισμού της δυναμικής εργογήρανσης “dynamic strain aging” (serrated yielding and Luders bands development) [325].

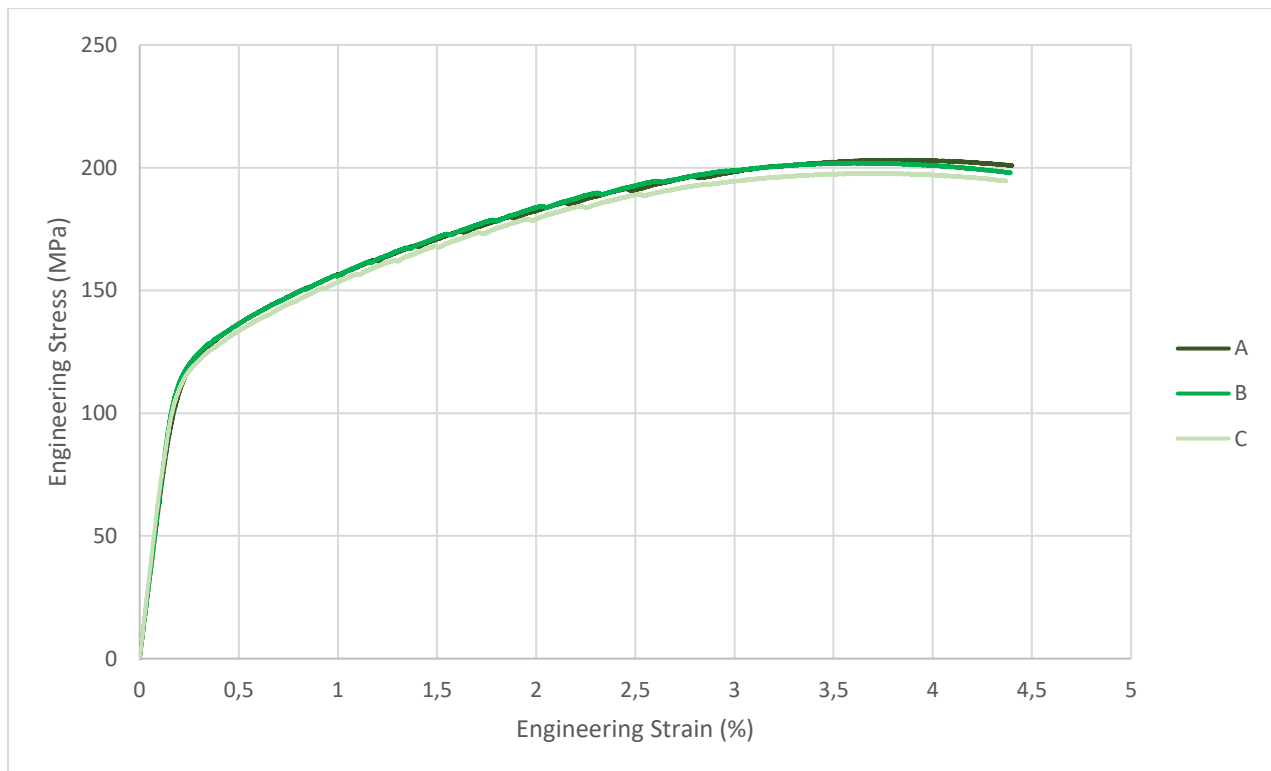
2.23.2 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΣΥΜΠΕΡΙΦΟΡΑΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ FSW AA5083/H111-AA6082/T6, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

- Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου με συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης (20 mA/cm², 4h)

Στη συνέχεια παρατίθενται οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης για συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083-AA6082 τα οποία υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες. Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 100,7MPa (τυπική απόκλιση ± 1,7 %), μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 201,1 MPa (τυπική απόκλιση ± 1,2 %) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 4,4 % (τυπική απόκλιση ± 0,01 %). Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τις αντίστοιχες των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 3,6 %, του 2,5 % και του 18,7 % αντίστοιχα. Συνεπώς συμπεραίνεται ότι οι συγκεκριμένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης δεν επιφέρουν σημαντική μείωση ούτε στη μέγιστη εφελκυστική αντοχή ούτε στο όριο διαρροής αλλά επιδρούν δυσμενέστερα στη συνολική ολκιμότητα του μεταλλουργικού συστήματος.

Πίνακας 19: Προσδιορισμός μηχανικών μεγεθών έπειτα από εφελκυστική φόρτιση ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
AA5083-AA6082 FSW 20 mA/cm ² 4h A	102,7	203,3	4,4
AA5083-AA6082 FSW 20 mA/cm ² 4h B	101	202,1	4,4
AA5083-AA6082 FSW 20 mA/cm ² 4h C	98,5	197,8	4,4



Διάγραμμα 49: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμών έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου με συνθήκες καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm², 4h)

Η υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των παραπάνω δοκιμών μπορεί να αποδοθεί σε έναν μικρομηχανισμό ψαθυροποίησης, ο οποίος σχετίζεται με την τοπική ενίσχυση της κινητικότητας των δικτύων των διαταραχών και ο οποίος βασίζεται στον περιορισμό των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των διαφόρων πεδίων συσσώρευσης των τάσεων και των παραμορφώσεων περιμετρικά των δομικών ατελειών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (Elastic shielding of stress centres/ H-Shielding). Αυτός ο μηχανισμός πιστεύεται ότι εκδηλώνεται στα κράματα αλουμινίου για τα χαμηλότερα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, καθώς η μειωμένη σχετικά τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σχετίζεται με περιορισμένη έκταση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του

κρυσταλλογραφικού πλέγματος και με χαμηλή συγκέντρωση του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου στις οκταεδρικές και τετραεδρικές θέσεις παρεμβολής καθώς και στα δίκτυα των διαταραχών. Το γεγονός αυτό καθιστά τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης ανεπαρκείς ως προς το σχηματισμό υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων, καθώς όπως έχει επιβεβαιωθεί και μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ τα υδρίδια δεν αναπτύσσονται σε ταυτοποιήσιμα ποσοστά για συνθήκες καθοδικής πόλωσης ηπιότερες των 50 mA/cm² και των 4 ωρών. Έτσι λοιπόν ακόμη και αν υπάρχουν περιορισμένα κλάσματα όγκου συμμετοχής λεπτοκρυσταλλικών και ετερογενώς κατανεμημένων υδριδίων εντός της μητρικής δομής, αυτά δεν κρίνονται ικανά να συνεισφέρουν στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων και των παραμορφώσεων (reinforcing super imposition of stress and strain fields), η οποία θα μπορούσε να οδηγήσει μεταγενέστερα στην αστοχία (Διάγραμμα 49).

Δεδομένου ακόμη ότι στη διεθνή ερευνητική κοινότητα έχει παρατηρηθεί μείωση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής λόγω φαινομένων ψαθυροποίησης υδρογόνου, σε κραματικά συστήματα τα οποία κρυσταλλώνονται είτε στο εδροκεντρωμένο κυβικό, είτε στο χωροκεντρωμένο κυβικό είτε στο εξαγωνικό πλέγμα και τα οποία υπόκεινται σε σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης, συμπεραίνεται ότι η υποβάθμιση αυτή είναι ένα πολύ γενικό αποτέλεσμα. Συνεπώς, η αιτία αυτού του φαινομένου πρέπει να αναζητηθεί στις ελαστικές αλληλεπιδράσεις μεταξύ των διαταραχών και άλλων σημείων συγκέντρωσης των τάσεων, όπως οι είναι τοπολογίες περιμετρικά των διαλυμένων ατόμων και των κατακρήμνισμάτων. Σε όλες τις περιπτώσεις, τα παραπάνω φαινόμενα των ελαστικών αλληλεπιδράσεων λόγω της παρουσίας του υδρογόνου εκδηλώνονται σε χαμηλούς ρυθμούς παραμόρφωσης και σε θερμοκρασίες κοντά σε αυτή του περιβάλλοντος, όπου το διαλυμένο υδρογόνο διατηρεί υψηλή κινητικότητα (σε χαμηλές θερμοκρασίες η κινητικότητα του υδρογόνου μειώνεται ραγδαία, ενώ σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες ο σχηματισμός ατμοσφαιρών υδρογόνου -ατμοσφαιρών Cottrell- καθίσταται εξαιρετικά δύσκολος). Σύμφωνα με το μηχανισμό αυτό η κινητικότητα του υδρογόνου επιτρέπει σε αυτό να διαχέεται σε θέσεις χαμηλότερης ελεύθερης ενέργειας (ΔG^0) με αποτέλεσμα να σχηματίζονται συναθροίσεις ατόμων ή ακόμη και ατμόσφαιρες υψηλής συγκέντρωσης γύρω από τα σημεία διασταύρωσης περιοχών με ισχυρή συσσώρευση τάσεων και ελαστικών ιδιομορφιών. Πιο συγκεκριμένα το φαινόμενο αυτό καταλύεται περιμετρικά των διαταραχών ακμής, σε τοπολογίες της μητρικής δομής οι οποίες χαρακτηρίζονται από υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής σφαλμάτων επιστοίβασης καθώς και περιμετρικά των πεδίων κατακρήμνισης.

Ο μηχανισμός των ελαστικών αλληλεπιδράσεων προκύπτει από το γεγονός ότι οι ατμόσφαιρες υδρογόνου τόσο γύρω από τις διαταραχές όσο και γύρω από τα σημεία συγκέντρωσης των τάσεων αναπτύσσουν δυνάμεις αντίδρασης στη συνολικά ασκούμενη τάση σε κάθε σημείο. Το συνολικό ελαστικό πεδίο των τάσεων πρέπει να περιλαμβάνει τις δυνάμεις αλληλεπίδρασης μεταξύ των διαταραχών, μεταξύ των ατμοσφαιρών υδρογόνου, μεταξύ των διαταραχών και των ατμοσφαιρών υδρογόνου καθώς και μεταξύ των διαταραχών και των ελαστικών ιδιομορφιών του πλέγματος. Κατά την αλληλεπίδραση δύο διαταραχών, πραγματοποιείται αναδιαμόρφωση των πεδίων της ελαστικής ενέργειας και ανακατανομή της συγκέντρωσης του ατομικού υδρογόνου. Έτσι καθώς δύο διαταραχές πλησιάζουν η μία την άλλη, οι ατμόσφαιρες υδρογόνου που τις περιβάλλουν αναδιαμορφώνονται και η συνολική συγκέντρωση του υδρογόνου σε κάθε σημείο καθορίζεται από το άθροισμα των πεδίων της τάσης των δύο διαταραχών. Η ελαστικού τύπου αυτή αναδιάρθρωση εντός χημικού ή και ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος μειώνει την απαιτούμενη ενέργεια ενεργοποίησης έναντι ολίσθησης ολόκληρου του συστήματος [326].

Σε υψηλές συγκεντρώσεις υδρογόνου το πεδίο των απωστικών δυνάμεων μεταξύ των δικτύων διαταραχών με όμοιο πρόσημο μπορεί να μετατραπεί σε ελκτικό λόγω των παραμορφωσιακών πεδίων που αναπτύσσονται και οφείλονται στο ελεύθερο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου. Καταυτόν τον τρόπο μπορεί να προκύψει υπέρθεση και πολυγωνοποίηση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών η οποία θα οδηγήσει μεταγενέστερα στη θραύση [327].

Συμπερασματικά, το κυριότερο αποτέλεσμα το οποίο επιφέρει η καθοδική πόλωση στις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης είναι η μείωση της ισχύος των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των διαταραχών και των σημειακών ατελειών. Αυτή η μείωση των απωστικών αλληλεπιδράσεων ευνοεί την υπέρθεση των διαταραχών οι οποίες αναδιατάσσονται και ομαδοποιημένες πλέον μετακινούνται με ταχύτατους ρυθμούς ευνοώντας την έναρξη ρωγμάτων, όταν συναντήσουν περιοχές μη παραμορφωμένες (όπου δεν έχει εκδηλωθεί ο συγκεκριμένος μηχανισμός). Τα παραπάνω έχουν ως αποτέλεσμα την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού, τόσο του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής, όσο και της επιμήκυνσης έως τη θραύση.



Εικόνα 126: Απεικόνιση θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου για συνθήκες καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm^2 , 4 ώρες)

Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις παραπάνω εικόνες η αστοχία του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη της συγκόλλησης στην πλευρά του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά).

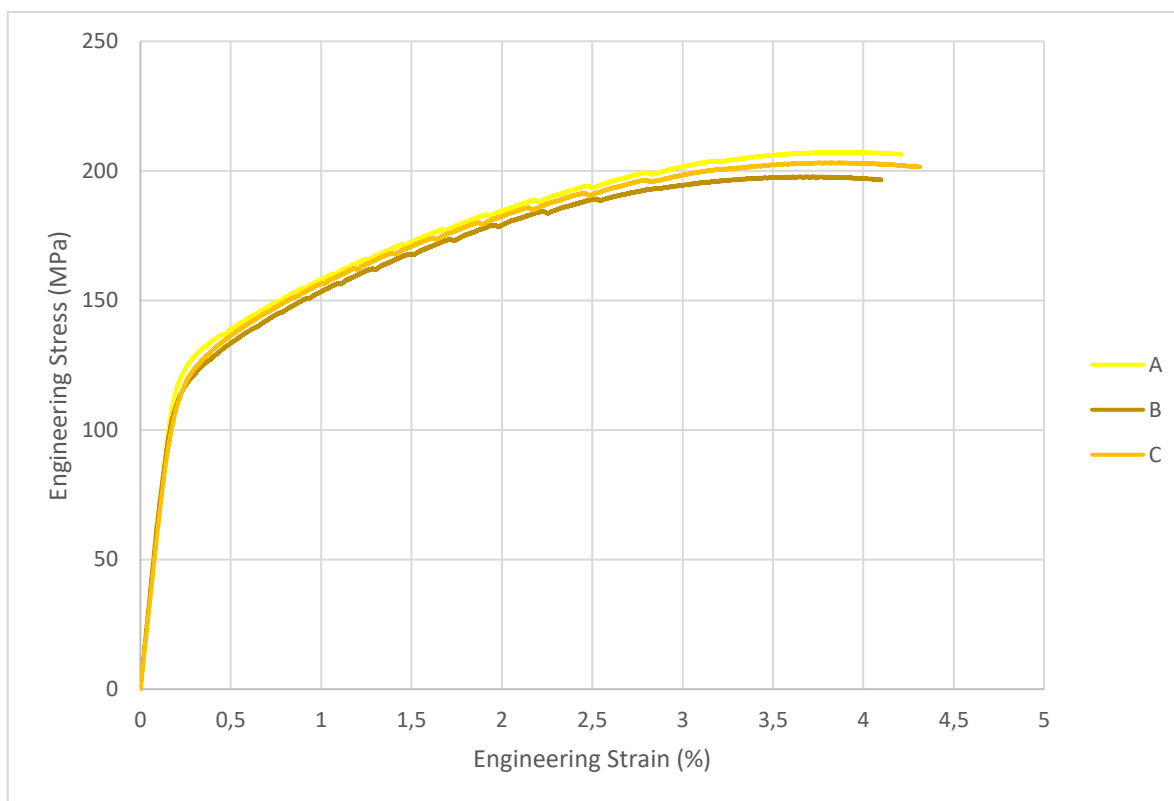
- Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου με συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης (50 mA/cm^2 , 2h)

Στη συνέχεια παρατίθενται οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης για συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083-AA6082 τα οποία υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής 2 ώρες (Διάγραμμα 50). Τα αποτελέσματα επί των κυριότερων μηχανικών μεγεθών συνοψίζονται στον ακόλουθο πίνακα. Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με $102,2 \text{ MPa}$ (τυπική απόκλιση $\pm 2,5 \%$),

μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 202,8 MPa (τυπική απόκλιση $\pm 1,9$ %) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 4,2 % (τυπική απόκλιση $\pm 0,09$ %). Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 2,2 %, του 1,6 % και του 22,1 % αντίστοιχα. Γίνεται λοιπόν εύκολα κατανοητό ότι οι συγκεκριμένες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης έχουν πολύ μικρή επίδραση ως προς τη μείωση της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής και του ορίου διαρροής (σχεδόν αμελητέα) ενώ αντίθετα επιφέρουν πολύ αρνητικά αποτελέσματα ως προς την υποβάθμιση της ολκιμότητας.

Πίνακας 20: Προσδιορισμός μηχανικών μεγεθών έπειτα από εφελκυστική φόρτιση ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 2 ώρες.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
A5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 2h A	105,5	207,3	4,2
A5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 2h B	99,3	197,9	4,1
A5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 2h C	102	203,2	4,3



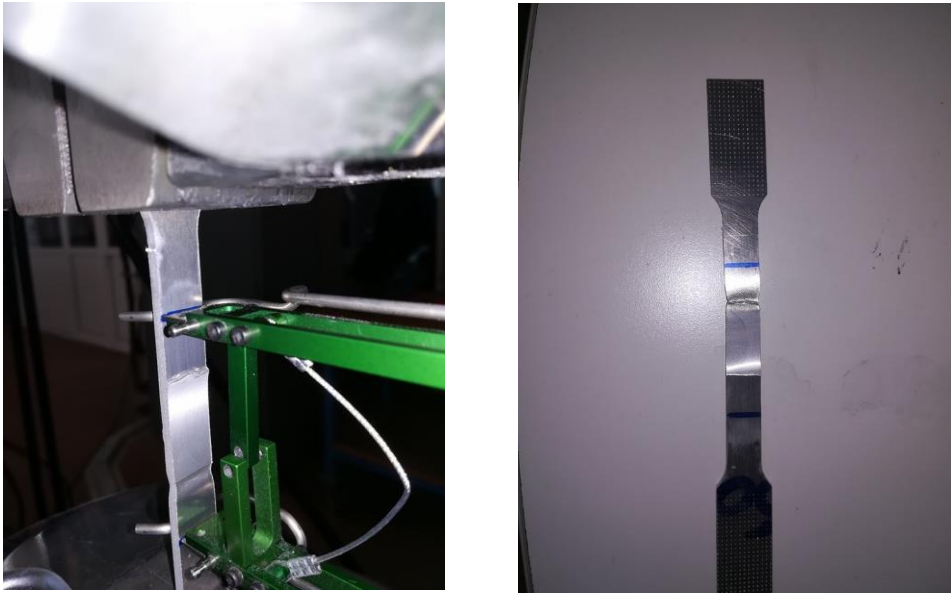
Διάγραμμα 50: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμίων έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου με συνθήκες καθοδικής πόλωσης (50 mA/cm^2 , 2h)

Η παρατηρούμενη υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμίων λόγω της καθοδικής τους πόλωσης εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 2 ώρες μπορεί να αποδοθεί σύμφωνα και με τα αποτελέσματα της θραυστογραφικής μελέτης σε ένα μηχανισμό ανάπτυξης διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων οφειλόμενων στα ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού (Hydrogen Induced Cracking (HIC)). Η έκφραση του μηχανισμού αυτού σχετίζεται με τη δημιουργία εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κοιλοτήτων υψηλής συγκέντρωσης σε ατομικό υδρογόνο, οι οποίες αποτελούν εκτεταμένα πεδία ανάπτυξης υψηλών εσωτερικών πιέσεων. Επιπρόσθετα η θεωρία της εσωτερικής πίεσης εξηγεί μικρομηχανιστικά την εκδήλωση του φαινομένου HIC σε περιβάλλοντα υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου, όπως εκείνα αναπτύσσονται έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση των μεταλλικών υλικών εντός ηλεκτρολυτικού πεδίου καθοδικής πόλωσης και τα οποία συσχετίζονται με την παραγωγή υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου σε ατέλειες του κρυσταλλογραφικού ιστού. Πιο συγκεκριμένα στη διεθνή ερευνητική κοινότητα έχει καταγραφεί επανειλημμένα ότι ο μηχανισμός HIC εκδηλώνεται μέσω του σχηματισμού φυσαλλίδων αερίου σε εσωτερικά κενά και μικρορωγμές εντός της μητρικής φάσης, όπου και αναπτύσσονται ιδιαίτερα αυξημένες τιμές της τοπικής μερικής πίεσης [328, 329, 39]. Άλλωστε είναι γνωστό ότι όταν ένα κραματικό σύστημα εκτίθεται σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου, το ατομικό υδρογόνο

προσροφάται από τοπολογίες με υψηλή διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activity) και διαχέεται μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων σε μεγαλύτερα βάθη. Η αυθόρμητη κίνηση των μετώπων διάχυσης μπορεί να διακοπεί από μικροδομικές ασυνέχειες, όπως αποτελούν τα πλεγματικά κενά, οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, τα όρια κόκκων ενδιάμεσης και υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, τα σφάλματα επιστοιβάσης και οι μικρορωγμές, τα οποία λειτουργούν ως σημεία παγίδευσης άλλοτε με υψηλή και άλλοτε με χαμηλή ενέργεια ενεργοποίησης [330]. Σε αυτές τις τοπολογίες του μικρογραφικού ιστού, το ατομικό υδρογόνο μπορεί να επανασυνδεθεί προς σχηματισμό μοριακού υδρογόνου, το οποίο δε μπορεί να μεταναστεύσει και οδηγεί στην ανάπτυξη εξαιρετικά υψηλών εσωτερικών πιέσεων [41]. Κατά συνέπεια το μεταλλουργικό σύστημα υπόκειται στη δημιουργία υπερσυμπιεσμένων κοιλοτήτων αερίου, οι οποίες προκαλούν εκτεταμένη πλαστική παραμόρφωση του γεινιάζοντος κρυσταλλογραφικού πλέγματος και προάγουν το σχηματισμό ρωγμών. Εάν η εσωτερική πίεση ανέλθει σε επίπεδα που υπερβαίνουν τη μέγιστη εφελκυστική αντοχή, καταλύεται η ανάπτυξη και η διάδοση ρωγμών, ακόμη και χωρίς την παρουσία εξωτερικά επιβαλλόμενων φορτίων. Η εσωτερική πίεση προσωρινά ανακουφίζεται λόγω της διάδοσης της ρωγμής, η οποία προωθείται με ασυνεχή τρόπο. Μακροσκοπική ένδειξη για τη δράση του συγκεκριμένου μηχανισμού αποτελούν κάποιες κυματοειδείς μικρορωγμές που αναπτύσσονται κάθετα ως προς την κατεύθυνση διάδοσης της κύριας ρωγμής στην επιφάνεια θραύσης των φλυκταινών υδρογόνου [42, 43]. Κινηματικά σε επόμενο στάδιο οι μικρορωγμές αυτές συνενώνονται μεταξύ τους, δημιουργώντας μια σειρά ρωγμών βηματοειδούς μορφής (stepwise cracking and crack coalescence) [330, 331].

Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης πάνω από ένα κρίσιμο όριο έχει παρατηρηθεί ερευνητικά εκθετική αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου. Άλλωστε ο Lee και οι συνεργάτες του [96] απέδειξαν μέσω μικροσκοπικής παρατήρησης της παράπλευρης επιφάνειας της θραύσης ότι ο αριθμός των εσωτερικών μικρορωγμών και των διακενώσεων αποτελεί αύξουσα συνάρτηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Κατά συνέπεια καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι η εκκίνηση του φαινομένου blistering καταλύεται ηλεκτροδυναμικά στα πεδία των υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος, ενώ ταυτόχρονα η ανάπτυξη των φλυκταινών ευνοείται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά στην επιφάνεια φλυκταινών που προϋπήρχαν, μέσω ενός μηχανισμού ετερογενούς πυρηνοποίησης (blistering on blistering effect). Σε ένα γενικότερο πλαίσιο θα μπορούσε να αναφερθεί ότι υψηλότερη πυκνότητα έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης σχετίζεται τόσο με αυξημένη διαλυτότητα του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (υψηλότερα βάθη διείσδυσης και συντελεστές διάχυσης) όσο και με εντατικοποίηση του φαινομένου της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου σε σχηματισμούς φλυκταινών και ομάδων φάσεων υδριδίων [333]. Επιπρόσθετα με την αύξηση της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου προκαλείται πυκνωση των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης και ενεργοποίηση πολλαπλών κέντρων χαμηλού φράγματος δυναμικού όπου ευνοείται η πυρηνοποίηση των φυσαλίδων υδρογόνου [85]. Στη συγκεκριμένη λοιπόν περίπτωση μελέτης όπου η επιβληθείσα πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ήταν 50 mA/cm^2 , η ισχύς των μηχανισμών ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου και των δικτύων μικρορωγματώσεων είναι σαφώς μεγαλύτερη από την αντίστοιχη των 20 mA/cm^2 , η οποία εξετάστηκε προηγουμένως. Τέλος η αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης τόσο των φλυκταινών υδρογόνου όσο και των μικρορωγμών στα επιφανειακά στρώματα των μεταλλικών δοκιμίων προκαλεί σημαντική μείωση της ενεργού διατομής, γεγονός το

οποίο δυσχεραίνει την ανάληψη της εξωτερικά επιβαλλόμενης τάσης κατά τη δοκιμή εφελκυσμού. Έτσι προκαλείται μείωση τόσο του ορίου διαρροής όσο και της επιμήκυνσης έως τη θραύση.



Εικόνα 127: Απεικόνιση θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου για συνθήκες καθοδικής πόλωσης (50 mA/cm^2 , 2 ώρες)

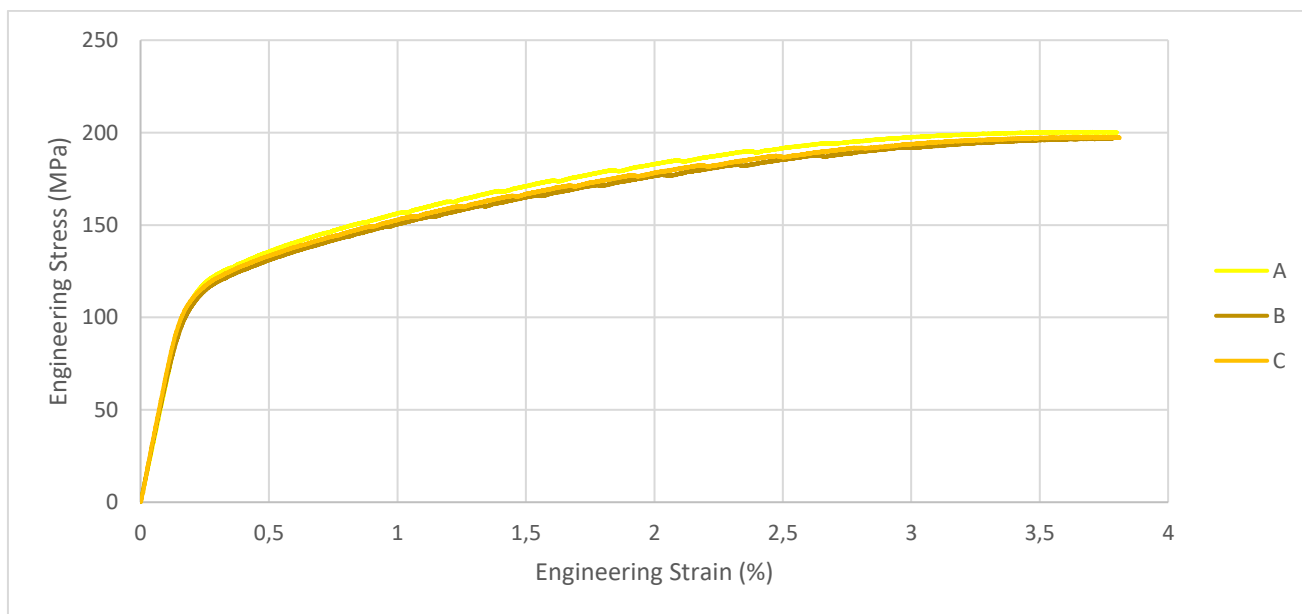
Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις παραπάνω εικόνες η αστοχία του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη της συγκόλλησης στην πλευρά του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά).

- Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου με συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης (50 mA/cm^2 , 4h)

Στη συνέχεια παρατίθενται οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης για συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083-AA6082 τα οποία υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες. Τα αποτελέσματα επί των κυριότερων μηχανικών μεγεθών συνοψίζονται στον ακόλουθο πίνακα. Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με $98,8 \text{ MPa}$ (τυπική απόκλιση $\pm 2,8 \%$), μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με $198,4 \text{ MPa}$ (τυπική απόκλιση $\pm 0,75 \%$) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με $3,8 \%$ (τυπική απόκλιση $\pm 0,01 \%$). Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων παρουσιάζουν πτώση της τάξης του $5,5 \%$, του $3,8 \%$ και του $29,6 \%$ αντίστοιχα.

Πίνακας 21: Προσδιορισμός μηχανικών μεγεθών έπειτα από εφελκυστική φόρτιση ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
AA5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 4h A	102,5	200,4	3,8
AA5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 4h B	98,1	197	3,8
AA5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 4h C	95,8	197,7	3,8



Διάγραμμα 51: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμών έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου με συνθήκες καθοδικής πόλωσης (50 mA/cm², 4h)

Για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης η σημαντική επιδείνωση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμών η οποία παρατηρείται βάσει των αποτελεσμάτων των δοκιμών εφελκυσμού αποδίδεται στο σχηματισμό ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, τα υδρίδια που αναπτύσσονται χαρακτηρίζονται πλέον από ομοιογενή κατανομή, χονδροκρυσταλλικό μέσο μέγεθος και υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής (γι' αυτό και καθίστανται πλέον ταυτοποιήσιμα μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ). Επιπρόσθετα το γεγονός ότι η ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης Mg₅Si₆ έχει διαλυτοποιηθεί κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης και αντ' αυτής έχει αναπτυχθεί η φάση ισορροπίας Mg₂Si, αποτελεί έναν επιπρόσθετο παράγοντα ο οποίος ευνοεί την ανάπτυξη των υδριδίων, η πυρηνοποίηση των οποίων καταλύεται στα ημισυνεκτικού τύπου διαφασικά όρια μεταξύ των φάσεων ισορροπίας και της μητρικής δομής.

Στη διεθνή ερευνητική κοινότητα έχει διαπιστωθεί ότι πολλά κραματικά συστήματα υπέστησαν σημαντική υποβάθμιση των μηχανικών τους αντοχών λόγω του σχηματισμού ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων υδριδίων ή άλλων εύθραυστων ενώσεων οι οποίες λειτουργούν ενισχυτικά ως προς την εκδήλωση της αστοχίας [48 - 53]. Ιδιαίτερα επιβλαβείς κρίνονται ακόμη ως προς την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης οι μετασταθείς φάσεις οι οποίες αποτελούν είτε μερικώς είτε εξολοκλήρου προϊόντα διατμησιακών μετασχηματισμών [54, 55 , 27]. Βασική όμως απαίτηση για τη συνεισφορά αυτών των φάσεων σε αστοχίες οι οποίες έχουν προέλθει κυρίως από τη δράση του υδρογόνου αποτελεί το γεγονός ότι αυτές πρέπει να σταθεροποιούνται θερμοδυναμικά υπό την ταυτόχρονη παρουσία υδρογόνου – εντατικού πεδίου και να έχουν ψαθυρό χαρακτήρα [50, 57, 62, 25 - 27]. Το τυπικό φυσικοχημικό σύστημα το οποίο παρουσιάζει αστοχία μέσω εκδήλωσης του συγκεκριμένου μηχανισμού χαρακτηρίζεται θερμοδυναμικά από τη δυνατότητα να δημιουργεί σταθερά υδρίδια απουσία εφαρμοζόμενης τάσης, χωρίς αυτά με τη σειρά τους να μετασχηματίζονται υπό την επίδραση υψηλών πιέσεων και αυξημένης διαλυτότητας του υδρογόνου στο άκρο της ρωγμής [57]. Επίσης η επιλογή πολύ χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης παρέχει το επαρκές χρονικό κατώφλι στο μεταλλουργικό σύστημα ώστε η διάχυση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού να συνεχίζεται καθ' όλη τη διάρκεια της δοκιμής εφελκυσμού. Η ανακατανομή του διαλυμένου υδρογόνου (redistribution of atomic hydrogen – concentration profile) οδηγεί σε υψηλή τοπική συγκέντρωσή αυτού στο άκρο των διαδιδόμενων ρωγμών, όπου η ταυτόχρονη συμβολή του πεδίου των τάσεων ευνοεί το σχηματισμό νέων ομάδων φάσεων υδριδίων. Η ψαθυροποίηση λόγω σχηματισμού υδριδίων παρατηρείται σε περιπτώσεις χημικομηχανικών καταπονήσεων όπου τα υδρίδια προλαβαίνουν κινητικά να αναπτυχθούν σε επαρκή βαθμό ώστε να μην εκδηλωθούν άλλες απλούστερες μορφές αστοχίας. Σε αυτά τα θερμοδυναμικά συστήματα μπορεί να προκύψει λιγότερο ψαθυρή θραύση εάν ο ρυθμός παραμόρφωσης είναι αυξημένος ή εάν η θερμοκρασία είναι μειωμένη [58, 62].

Ο συγκεκριμένος μικρομηχανισμός ψαθυροποίησης μπορεί να αποδοθεί περιγραφικά ως εξής. Υπό το δυναμικό πεδίο των εφαρμοζόμενων τάσεων το χημικό δυναμικό του διαλυμένου υδρογόνου (chemical potential of soluble hydrogen) μειώνεται σημαντικά στα σημεία συγκέντρωσης εφελκυστικών τάσεων, όπως αποτελούν για παράδειγμα τα άκρα των ρωγμών. Στην περίπτωση αυτή λαμβάνει χώρα η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου μεταξύ των ελαστικών ιδιομορφιών και προκαλείται η κατακρήμνιση υδριδίων στα άκρα των ρωγμών. Ο σχηματισμός των υδριδίων αυτών συνοδεύεται από ταυτόχρονη μείωση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης, με αποτέλεσμα να πολλαπλασιάζεται η ταχύτητα διάδοσης των ρωγμών ακόμη και σε περιπτώσεις κατά τις οποίες η εφαρμοζόμενη τάση αυξάνεται ελάχιστα. Τα δίκτυα αυτά των μικρορωγμών προωθούνται μέσω διαδοχικών αποσχίσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος έως ότου πάψει να υφίσταται υπερκορεσμός στα διαφασικά όρια μειωμένης συνάφειας μεταξύ υδριδίων και στερεού διαλύματος αντικατάστασης της μητρικής δομής. Σε αυτό το στάδιο πρωτεύοντα ρόλο λαμβάνει ο “όγκιμος” μηχανισμός διάδοσης της ρωγμής ο οποίος επιφέρει και τοπική αύξηση του παράγοντα K_{Ic} , λόγω της μείωσης του κλασματικού όγκου συμμετοχής των υδριδίων. Έτσι προκαλείται ακινητοποίηση της ρωγμής μέχρι να επανασχηματιστεί μεγαλύτερο ποσοστό ομάδων φάσεων υδριδίων και η διαδικασία να συνεχισθεί με κυκλική ροή. Σε κάθε περίπτωση ο μηχανισμός επαναλαμβάνεται ως έχει καταλήγοντας στην ασυνεχή ανάπτυξη ρωγμών μέσω της θραύσης των υπαρχόντων υδριδίων και της επαναδημιουργίας νέων στην απόληξη των ρωγμών, λόγω της συνέργειας στη δεδομένη περιοχή υψηλής συγκέντρωσης τάσεων και διαβαθμισμένης συγκέντρωσης διαλυμένου ατομικού υδρογόνου (synergistic effect of stress field and hydrogen concentration profile) [58 - 62].

Τέλος, η ερευνητική ομάδα του AmjadSalehEl-Amoush μελέτησε τη συσχέτιση μεταξύ της ανάπτυξης ενδομεταλλικών φάσεων σκλήρυνσης σε κράματα αλουμινίου και της εκδήλωσης του μικρομηχανισμού ψαθυροποίησης, ο οποίος βασίζεται στη ρήξη της δύναμης συνοχής (cohesive strength) μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων εντός του μικροδομικού ιστού (Hydrogen Enhanced Decohesion - HEDE). Τόσο ο AmjadSalehEl-Amoush όσο και ο Troiano υποστηρίζουν ότι η εκδήλωση του μηχανισμού αυτού βασίζεται στο γεγονός ότι η διείσδυση του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής πραγματοποιείται μέσω εύκολων δίοδων διάχυσης (easy diffusion paths), όπως αποτελούν τα όρια κόκκων με χαμηλή γωνία αναντιστοιχίας (low misorientation angle and misalignment), τα τοιχώματα αντίφασης (antiphase boundaries) και η ενδογενής συσσώρευση σφαλμάτων (super intrinsic stacking fault energy), όπου το υδρογόνο μεταναστεύει με υψηλό ρυθμό κινηματικά ώστε να οδηγηθεί στις θέσεις της ελάχιστης ελεύθερης ενέργειας. Στις τοπολογίες αυτές το υδρογόνο μειώνει την ατομική δύναμη συνάφειας (atomic cohesive strength), δημιουργώντας τοπικά μικροελαττώματα (microdefects). Η αύξηση της κλασματικού όγκου συμμετοχής και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των ελαττωμάτων αυτών οδηγεί στο σχηματισμό μικρορωγματώσεων. Συνεπώς οι δύο μηχανισμοί ψαθυροποίησης που αναλύθηκαν εκτενώς, δηλαδή η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων και η μείωση της διασυνδεδετικής συνάφειας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων λόγω της διάχυσης ατομικού υδρογόνου, μπορούν να θεωρηθούν ως οι κύριοι συμβαλλόμενοι παράγοντες οι οποίοι οδηγούν στην υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των εξεταζόμενων δοκιμίων για το συγκεκριμένο πεδίο συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, όπως θα αποδοθεί και από τα αποτελέσματα της θραυστογραφικής ανάλυσης [8, 265, 333].



Εικόνα 128: Απεικόνιση θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου για συνθήκες καθοδικής πόλωσης (50 mA/cm^2 , 4 ώρες)

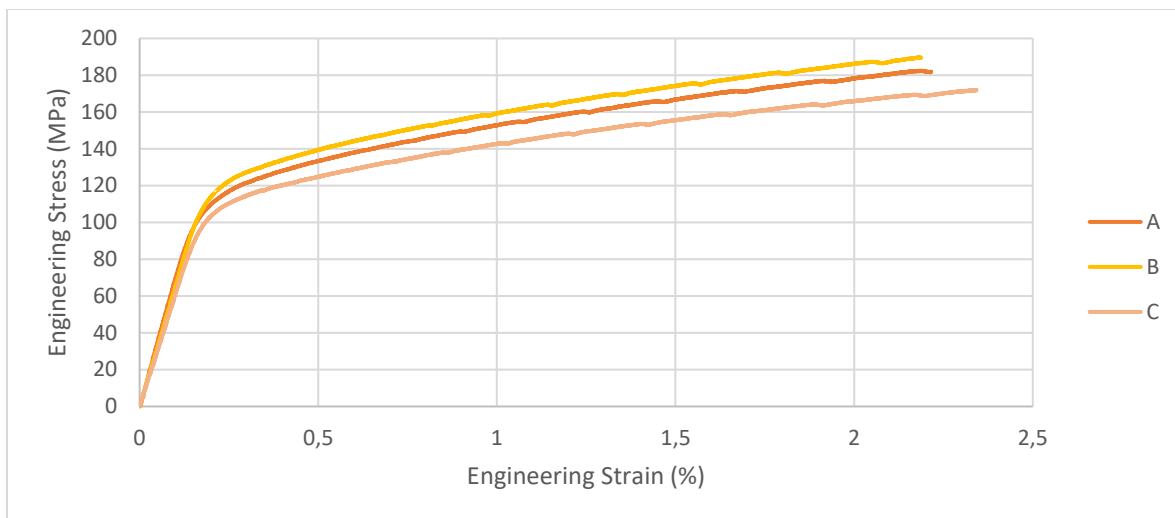
Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις παραπάνω εικόνες η αστοχία του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη της συγκόλλησης στην πλευρά του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά).

- Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου με συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης (80 mA/cm², 2h)

Στη συνέχεια παρατίθενται οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης για συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083-AA6082 τα οποία υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 2 ώρες. Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 85,7MPa (τυπική απόκλιση ± 3,2 %), μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 181,3MPa (τυπική απόκλιση ± 4 %) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 2,25 % (τυπική απόκλιση ± 0,07 %). Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 18 %, του 12,1 % και του 58,3 % αντίστοιχα.

Πίνακας 22: Προσδιορισμός μηχανικών μεγεθών έπειτα από εφελκυστική φόρτιση ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 2 ώρες

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
A5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 2h A	85,1	182,5	2,2
A5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 2h B	89,3	189,4	2,2
A5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 2h C	82,6	171,9	2,3



Διάγραμμα 52: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμίων έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου με συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm^2 , 2h)

Όπως θα παρατηρηθεί και μέσω της θραυστογραφικής μελέτης των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων σε συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης 80 mA/cm^2 , 2h οι συμβαλλόμενοι μικρομηχανισμοί ψαθυροποίησης που λαμβάνουν χώρα είναι αυτοί της ρήξης της διασυνδεδετικής συνάφειας (Hydrogen Enhanced Decohesion (HEDE)) και την ενισχυμένης τοπικής πλαστικότητας λόγω της εισδοχής του υδρογόνου στον κρυσταλλογραφικό ιστό (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity - HELP). Ο δεύτερος μηχανισμός αφορά στην ανάπτυξη εξαιρετικά εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης λόγω της παρουσίας διαλυμένου υδρογόνου στον πυρήνα των διαταραχών (low core energy dislocation networks) και στα υποόρια κόκκων των διδυμίων (subtwin boundaries) [269, 262, 271, 334]. Παρά το γεγονός ότι η έννοια της ενισχυμένης τοπικά πλαστικότητας έρχεται φαινομενικά σε αντιπαράθεση με τον όρο ψαθυροποίηση, καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι κάτι τέτοιο δεν υφίσταται καθώς είναι γνωστό ότι η κατανομή του διαλυμένου υδρογόνου (το οποίο σχετίζεται με την εκδήλωση της μικροπλαστικότητας) εντός της δομής είναι εξαιρετικά ανομοιογενής [262]. Το ατομικό υδρογόνο σε πρώτο στάδιο συγκεντρώνεται κυρίως στα διάφορα είδη των μικροδομικών ατελειών, όπως αποτελούν τα μη συνεκτικού τύπου διαφασικά όρια μεταξύ των κατακρημνισμάτων και της μητρικής δομής, οι μικρορωγμές, και τα πλεγματικά κενά τα οποία δρουν είτε ως παγίδες συσσώρευσης υψηλού φράγματος δυναμικού (υψηλή ενέργεια ενεργοποίησης) είτε ως παγίδες συσσώρευσης χαμηλού φράγματος δυναμικού (χαμηλή ενέργεια ενεργοποίησης). Ο μικρομηχανισμός της ενισχυμένης τοπικά πλαστικότητας HELP βασίζεται στο γεγονός ότι για ένα εύρος θερμοκρασιακών πεδίων και επιβαλλόμενων ρυθμών παραμόρφωσης, η παρουσία του ατομικού υδρογόνου στο στερεό διάλυμα της μητρικής δομής προκαλεί μείωση της παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών (δηλαδή σε αύξηση της ταχύτητας διάδοσής τους). Η εξαιρετικά εντοπισμένη αυτή πλαστική παραμόρφωση σε μικροσκοπική κλίμακα πραγματοποιείται για τάσεις πολύ χαμηλότερες από το αρχικό όριο διαρροής του υλικού προκαλώντας έτσι σημαντική μείωση του μετρούμενου ορίου διαρροής [23, 24 – 29]. Το παραπάνω φαινόμενο έχει ως συνέπεια να εκδηλώνεται τελικά η αστοχία των μεταλλικών υλικών με όλκιμο τρόπο παρά το γεγονός ότι η μακροσκοπική παραμόρφωση παραμένει ασήμαντη. Αντιθέτως από μακροσκοπική σκοπιά, η αστοχία αυτού του είδους παρουσιάζεται ως ψαθυρού τύπου, καθώς η

συνολική μετρούμενη επιμήκυνση έως τη θραύση μειώνεται σημαντικά παρά την ανάπτυξη εκτεταμένης πλαστικής παραμόρφωσης σε μικροσκοπική κλίμακα [25 – 27, 335].

Η παρατηρούμενη μείωση της ολκιμότητας μπορεί να αποδοθεί άμεσα στην εκδήλωση ενός μηχανισμού παρεμπόδισης της ολίσθησης (sliptraces – sliplocalization), η ύπαρξη του οποίου ταυτοποιείται για πολλές κατηγορίες κραμάτων αλουμινίου σε διεθνείς ερευνητικές μελέτες μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής EBSD σε HRTEM. Αναλυτικότερα η ενίσχυση της κινητικότητας των διαταραχών (dislocation networks with high mobility) λόγω της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και η συνεπαγόμενη διευκόλυνση της μικροπλαστικής διαρροής, ευνοεί την τοπική ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος μέσω ανάπτυξης πεδίων διάτμησης (sliding shear bands) κατά μήκος των κύριων επιπέδων ολίσθησης σε επιβαλλόμενη τάση πολύ χαμηλότερη από την τάση γενικής διαρροής του υλικού. Η παραπάνω δράση έχει ως αποτέλεσμα το υλικό που περικλείει τα μικροπλαστικά αυτά πεδία παραμόρφωσης (microplastic strain fields) και το οποίο δεν έχει διαρρεύσει ακόμα να προβάλλει ένα ισχυρό εμπόδιο στην ολίσθηση, οδηγώντας έτσι στην ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στην περιοχή συνεύρεσης του πλαστικοποιημένου και του απαραμόρφωτου υλικού (conjunction points of deformed and undeformed microstructural regions). Όπως γίνεται εύκολα κατανοητό η δημιουργία ρωγμών έχει τελικά ως αποτέλεσμα να προκαλείται σημαντική πτώση στην ολκιμότητα του μεταλλουργικού συστήματος. Επιπλέον ο χαμηλός ρυθμός παραμόρφωσης που επιλέχθηκε για τη διεξαγωγή των δοκιμών εφελκυσμού επιτρέπει στο διαλυμένο εντός της κρυσταλλογραφικής δομής ατομικό υδρογόνο να διαχέεται και κατά τη διάρκεια ανάπτυξης των διατμησιακών παραμορφωσιακών πεδίων (shear deformation nbands). Κατά συνέπεια παρατηρείται ανακατανομή των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (microplastic deformation assisted rearrangement of hydrogen atoms), τα οποία συσσωρεύονται δημιουργώντας διαβαθμισμένα προφίλ συγκέντρωσης στις απολήξεις των ρωγμών (gradiated concentration profiles of atomic hydrogen at crack tip). Αυτό συμβαίνει διότι το πεδίο των τάσεων στο άκρο της ρωγμής οδηγεί σε μείωση του χημικού δυναμικού διαλυτοποίησης του ατομικού υδρογόνου και τελικά σε αύξηση της τοπικής συγκέντρωσης του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου. Τέλος όπως είναι αναμενόμενο η παρουσία μοριακού υδρογόνου μπροστά από το άκρο της διαδιδόμενης ρωγμής προκαλεί τοπική υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων διευκολύνοντας τη μεγέθυνσή της και αυξάνοντας την κινητική προώθησή της. Ο σχηματισμός τελικά διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων, βηματοειδούς μορφολογίας, σε υψηλά ποσοστά επιφανειακής κάλυψης, οδηγεί σε περεταίρω μείωση της μετρούμενης επιμήκυνσης έως τη θραύση.

Βέβαια παρά την ύπαρξη πολυάριθμων μελετών οι οποίες υποστηρίζουν την ενίσχυση της κινητικότητας των δικτύων των διαταραχών λόγω της διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον κρυσταλλογραφικό ιστό των κραμάτων αλουμινίου, σε ένα μεγάλο ποσοστό ερευνητικών εργασιών δεν παρατηρείται μείωση του ορίου διαροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής αλλά αντίθετα το όριο διαρροής είτε παρατηρείται να αυξάνεται ελαφρώς είτε να παραμένει ανεπηρέαστο όπως και η μέγιστη εφελκυστική αντοχή [34 - 36, 252, 271, 329]. Δύο κύριοι παράγοντες έχει αποδειχθεί ότι διαφοροποιούν τα πειράματα που παρουσιάζουν μείωση του ορίου διαρροής από εκείνα που παρουσιάζουν αύξηση αυτού. Η μείωση του ορίου διαρροής λόγω της παρουσίας υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα προκύπτει κατά πρώτον σε δοκιμές εφελκυσμού με ιδιαίτερα χαμηλός ρυθμός παραμόρφωσης και κατά δεύτερον σε πειράματα στα οποία οι συνθήκες κατά τη διάρκεια της προσρόφησης και της εισδοχής του ατομικού υδρογόνου στις επιφανειακές στιβάδες του υλικού είναι τέτοιες ώστε να μην προκαλείται βλάβη ή καταπόνηση στο μικροδομικό ιστό του δοκιμίου. Ο δεύτερος παράγοντας είναι εξέχουσας σημασίας καθώς οι συνθήκες καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης προκαλούν υπερκορεσμό της μητρικής δομής σε υδρογόνο εισάγοντας τοπικά εξαιρετικά υψηλές συγκεντρώσεις υδρογονοκατιόντων στα επιφανειακά στρώματα με συνέπεια τη συνεχή υπέρθεση των μικροπλαστικών παραμορφωσιακών πεδίων και των παραμενουσών τάσεων. Η εκτεταμένη μικροπλαστική παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος οδηγεί σε σκλήρυνση των επιφανειακών στιβάδων και σε αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυσης, η οποία μπορεί να επισκιάσει την μείωση του ορίου διαρροής λόγω παρουσίας υδρογόνου και να συντελέσει σε σταθεροποίηση ή ακόμα και σε αύξηση αυτού [62, 262, 334 – 335].



Εικόνα 129: Απεικόνιση θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου για συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm^2 , 2 ώρες)

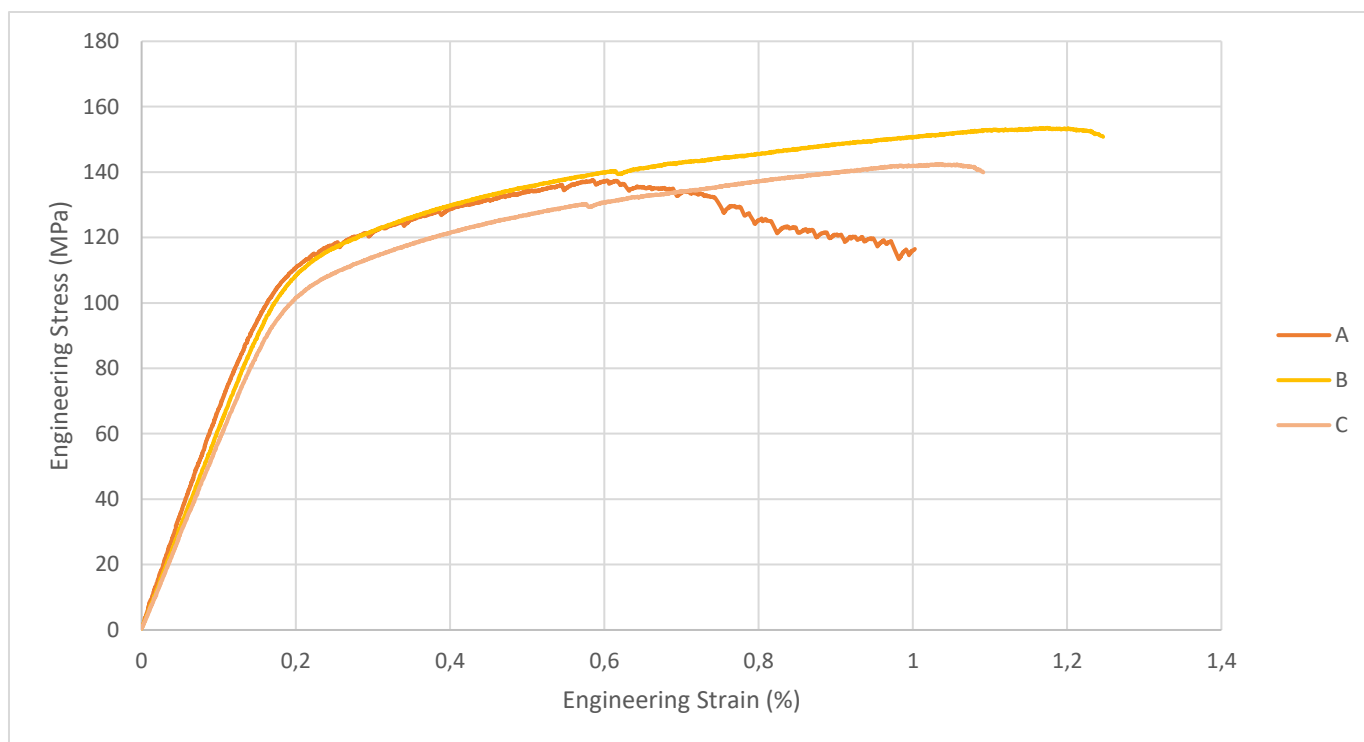
Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις παραπάνω εικόνες η αστοχία του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη της συγκόλλησης στην πλευρά του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά).

- Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού σε συγκολλημένα δοκίμια τα οποία έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου με συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης (80 mA/cm², 4h)

Στη συνέχεια παρατίθενται οι καμπύλες τάσης – παραμόρφωσης για συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083-AA6082 τα οποία υποβλήθηκαν σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες. Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 82,6 MPa (τυπική απόκλιση ± 1,6 %), μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 144,5 MPa (τυπική απόκλιση ± 4,6 %) και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 1,1 % (τυπική απόκλιση ± 0,1 %). Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 21 %, του 29,9 % και του 79,4 % αντίστοιχα.

Πίνακας 23: Προσδιορισμός μηχανικών μεγεθών έπειτα από εφελκυστική φόρτιση ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
AA5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 4h A	84,3	137,6	1
AA5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 4h B	82,4	153,6	1,2
AA5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 4h C	81,2	142,5	1,1



Διάγραμμα 53: Διάγραμμα Τάσης-Παραμόρφωσης συγκολλημένων δοκιμών έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου με συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm^2 , 4h)

Στην περίπτωση των συγκολλημένων δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του υδρογονωμένου περιβάλλοντος 4 ώρες παρατηρήθηκε πολύ ισχυρή υποβάθμιση των μηχανικών τους ιδιοτήτων, η οποία οφείλεται στη συνεργιστική δράση περισσότερων εκ του ενός μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης. Όπως έχει ήδη αναφερθεί, οι πιο ακραίες και εντατικοποιημένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης ενισχύουν το σχηματισμό υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων με σχετικά ομοιόμορφη διασπορά. Κατά συνέπεια μέσω της δεδομένης δράσης εξαλείφεται το φαινόμενο του υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε ατομικό υδρογόνο, με αποτέλεσμα να μην προβάλλεται πλέον συστηματική παρεμπόδιση ως προς τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών μέσω των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (V-Hclusters) και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου. Επιπρόσθετα καθώς οι ομάδες φάσεων των υδριδίων χαρακτηρίζονται από μικρή γωνία αναντιστοιχίας με το μητρικό πλέγμα, λειτουργούν επιβληθτικά ως προς την ανάπτυξη εντοπισμένης πλαστικότητας σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και στην εμφάνιση τοπικής ολίσθησης. Έτσι παρατηρείται τελικώς σημαντική μείωση τόσο του ορίου διαρροής όσο και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής (UTS). Επιπλέον η υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου οδηγεί στην ανάπτυξη πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων μορφολογίας τύπου μάτι ψαριού “fisheye” κατά τη διάρρηξή τους όπου και πραγματοποιείται ισοστάθμιση των μερικών πιέσεων. Οι διακενώσεις αυτές χαρακτηρίζονται από γωνιώδεις απολήξεις, όπου λόγω της εκδήλωσης του φαινομένου της εγκοπής ιδιαίτερα κατά τη διάρκεια δυναμικών φορτίσεων, πραγματοποιείται

υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης, η οποία οδηγεί στην ανάπτυξη δικτύων μικρορωγματώσεων και στη συστηματική μείωση της ολκιμότητας του μεταλλουργικού συστήματος. Η αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης τόσο των φλυκταινών υδρογόνου όσο και των μικρορωγματώσεων για σταθερό ηλεκτρολυτικό περιβάλλον αποτελεί μονότονη συνάρτηση κυρίως της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και δευτερευόντως της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Επιπρόσθετα ιδιαίτερα σημαντικό καθίσταται το γεγονός ότι για τις συγκεκριμένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης η θραύση δεν πραγματοποιήθηκε στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς αλλά στον πυρήνα της ζώνης ανάδευσης. Η παρατήρηση αυτή χρήζει ιδιαίτερης προσοχής καθώς το βάθος δεισδυσσης του ατομικού υδρογόνου και ο συντελεστής διάχυσης λαμβάνουν διαφορετικές τιμές για κάθε ένα από τα δύο αυτά κραματικά συστήματα τα οποία συνθέτουν τη ζώνη ανάδευσης. Αυτό φυσικά συμβαίνει για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης με ειδοποιό όμως διαφορά ότι για τη συγκεκριμένη τιμή της πυκνότητας έντασης ρεύματος η απόκλιση μεταξύ των μεγεθών αυτών είναι τόσο υψηλή ώστε αυτή η ανισοτροπία να μπορεί να αποτελέσει και κυρίαρχη παράμετρο αστοχίας. Τα παραπάνω στοιχεία συνδέονται με την ανάπτυξη ενός υψηλού ενεργειακού φράγματος το οποίο θα πρέπει να υπερβληθεί για την επανακινητοποίηση των δικτύων των διαταραχών, τα οποία αποτελούν ενεργούς φορείς μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (mobility enhancement of hydrogenated dislocation networks) και την επίτευξη ομοιόμορφης κατανομής των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης εντός της σύνθετης και ανομοιογενούς αυτής δομής. Το γεγονός αυτό έχει ως άμεση συνέπεια τη μείωση της μακροσκοπικά παρατηρούμενης πλαστικότητας εντός της δεδομένης περιοχής μελέτης και τη ραγδαία πτώση της ολκιμότητας του συνολικού μεταλλουργικού συστήματος [78, 319 - 320].



Εικόνα 130: Απεικόνιση θραυσμένου δοκιμίου έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου για συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm^2 , 4 ώρες)

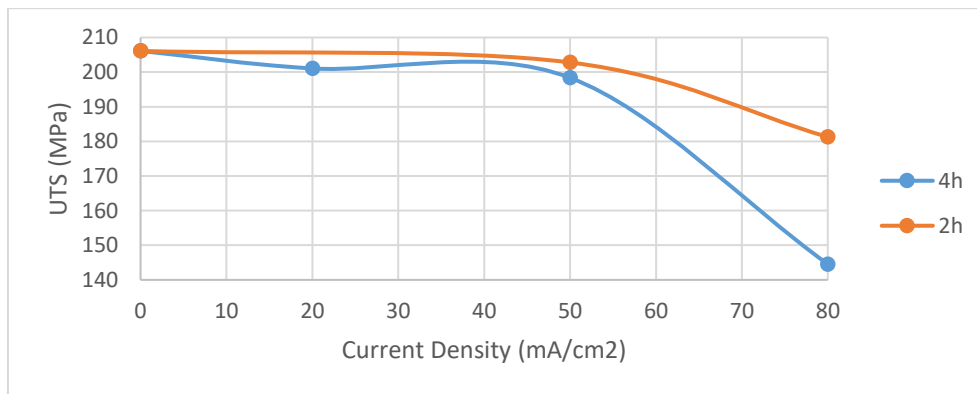
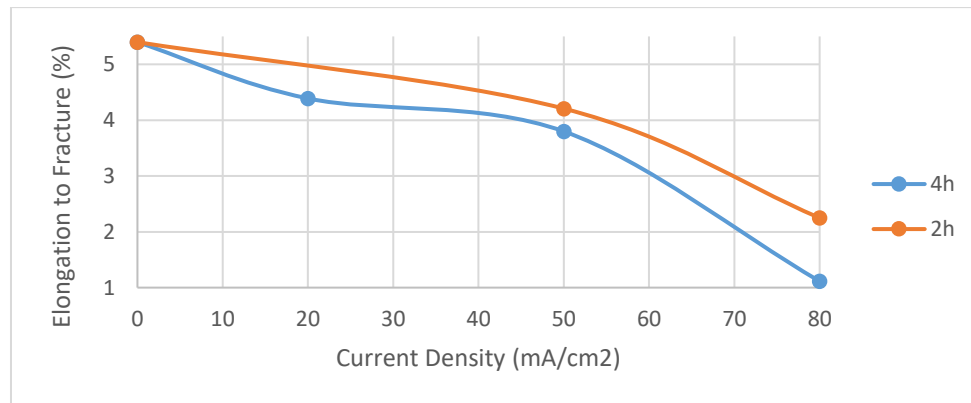
Όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις παραπάνω εικόνες η αστοχία του δοκιμίου πραγματοποιήθηκε στη ζώνη ανάδευσης της συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082.

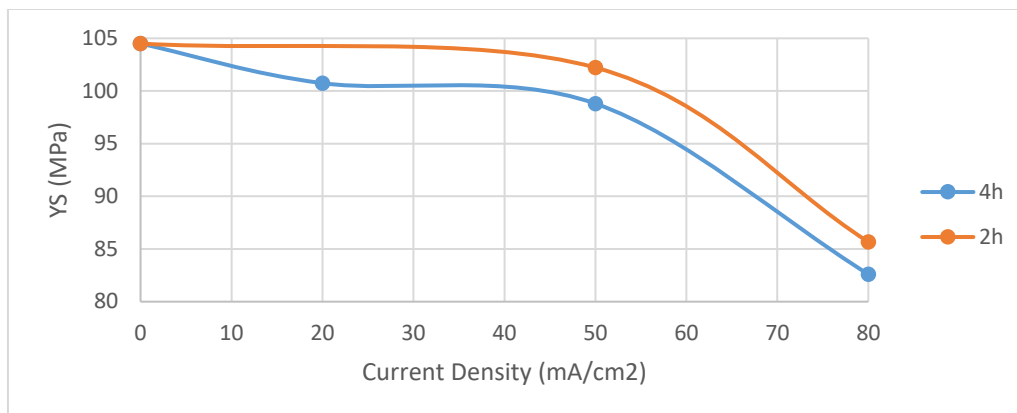
➤ Συγκεντρωτικά αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού

Στο παρόν υποκεφάλαιο πραγματοποιείται συγκριτική μελέτη της επίδρασης των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης εντός περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε υδρογονοκατιόντα επί των κυριότερων μηχανικών μεγεθών των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6. Για το σκοπό αυτό παρατίθεται ένας συγκεντρωτικός πίνακας που αφορά στις μηχανικές ιδιότητες των εξεταζόμενων δοκιμίων όπως αυτές προέκυψαν από πειράματα εφελκυστικών δοκιμών χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης τόσο για δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Τέλος αποδίδονται και τα συγκριτικά διαγράμματα όπου περιγράφεται η επίδραση που έχει τόσο η πυκνότητα έντασης ρεύματος όσο και η χρονική διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης στις μηχανικές ιδιότητες του συνολικού συστήματος.

Πίνακας 24: Συγκεντρτικός πίνακας των μηχανικών ιδιοτήτων ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων FSW AA5083/H111 – AA6082/T6 τόσο πριν όσο και έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερσή τους σε περιβάλλον υδρογόνου.

	YS (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
AA5083-AA6082 FSW Uncharged	104,5	206,1	5,4
AA5083-AA6082 FSW 20 mA/cm ² 4h	100,7	201,1	4,4
AA5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 2h	102,2	202,8	4,2
AA5083-AA6082 FSW 50 mA/cm ² 4h	98,8	198,4	3,8
AA5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 2h	85,7	181,3	2,3
AA5083-AA6082 FSW 80 mA/cm ² 4h	82,6	144,5	1,1





Διάγραμμα 54: Συγκριτικά διαγράμματα μεταβολής των μηχανικών μεγεθών R_y , UTS και $\epsilon\%$ συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης

Σε ότι αφορά στην ολκιμότητα του συνολικού μεταλλουργικού συστήματος τόσο για τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης της τάξης των 2 ωρών όσο και των 4 ωρών διαπιστώνεται συστηματική μείωση αυτής με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 20 στα 80 mA/cm².

Στην περίπτωση της καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες και για επιβαλλόμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος μεγαλύτερες των 50 mA/cm², η σχετικά υψηλή συγκέντρωση του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής οδηγεί σε αυξημένη κινητικότητα των δικτύων των διαταραχών και σε διευκόλυνση της εμφάνισης τοπικής ολίσθησης μέσω του μηχανισμού HELP. Η συνολική μείωση της ολκιμότητας αποδίδεται στο γεγονός ότι οι περιοχές οι οποίες δεν έχουν επηρεασθεί από το ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενο μέτωπο διάχυσης του υδρογόνου και δε διαλυτοποιούν υψηλά ποσοστά αυτού εντός του μικροδομικού τους ιστού προβάλλουν ένα ισχυρό εμπόδιο ως προς τη συνέχιση της μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών και συνεπώς ως προς την τοπική ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος όταν βρεθούν σε συνθήκες υψηλής γειννίας (neighboring conditions) με τις μικροδομικές περιοχές όπου έχει διεισδύσει το ηλεκτροπροωθούμενο μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.

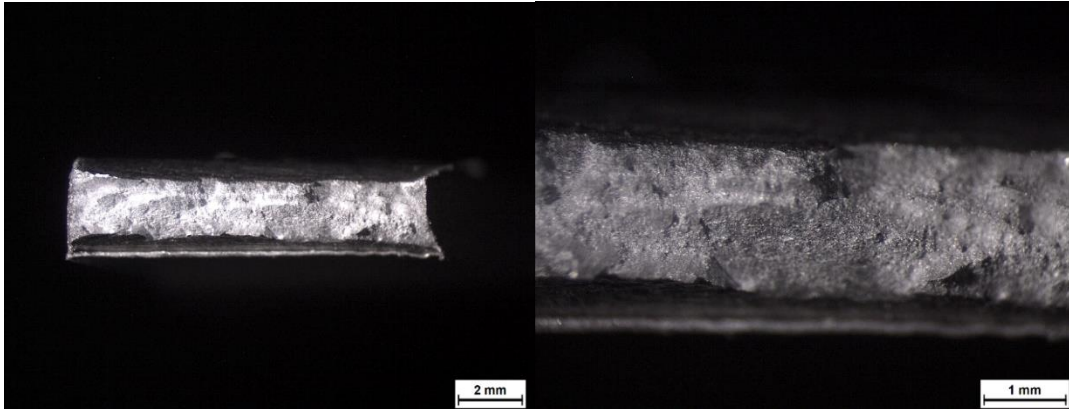
Αναφορικά με την περίπτωση καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, παρατηρείται ότι ευνοείται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά η ανάπτυξη ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου και υδρογονωμένων πλεγμάτων κενών εντός της εξεταζόμενης μικροδομής (μέσω της αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας και της τραχύτητας) ακόμα και για τα χαμηλότερα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος, της τάξης των 20 mA/cm². Οι σχηματιζόμενες ατμόσφαιρες, όπως εξηγήθηκε λεπτομερώς προηγουμένως, συμβάλλουν στον περιορισμό των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των διαταραχών και των διάφορων σημειακών ατελειών της δομής, ευνοώντας τελικά την αύξηση της κινητικότητας των διαταραχών και την υπέρθεση τους με τελικό αποτέλεσμα την έναρξη ρωγματώσεων και τη συνεπαγόμενη μείωση της ολκιμότητας. Ακόμα μεγαλύτερες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 50 mA/cm² έχουν ως αποτέλεσμα το σχηματισμό ατμοσφαιρών Cottrell με υψηλότερη συγκέντρωση σε ατομικό υδρογόνο καθώς και την αύξηση του κλασματικού όγκου

συμμετοχής των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών, φαινόμενα τα οποία οδηγούν σε υπερκορεσμό του στερεού διαλύματος αντικατάστασης και συνεπώς στο σχηματισμό ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3 . Η πυρηνοποίηση και η ανάπτυξη των υδριδίων αυτών ευνοείται ενεργειακά στα άκρα των ρωγμών όπου πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων. Όμως όπως είναι ήδη γνωστό τα υδρίδια αποτελούν φάσεις με ψαθυρό χαρακτήρα και ο σχηματισμός τους συνοδεύεται από υπέρβαση της κρίσιμης τιμής του παράγοντα έντασης τάσης (K_{IC}), γεγονός το οποίο συνοδεύεται άμεσα από την ανάπτυξη μικρορωγμών. Επιπρόσθετα, οι μειωμένες τιμές του παράγοντα K_{IC} ενισχύουν την ταχύτερη διάδοση ρωγμών ακόμα και όταν η εφαρμοζόμενη τάση αυξάνεται ελάχιστα οδηγώντας τελικά στη ψαθυρή θραύση μέσω απόσχισης (cleavage) και συνεπώς στη συνολική μείωση της ολκιμότητας. Περαιτέρω αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έχει ως άμεση συνέπεια την ενίσχυση των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, με αποτέλεσμα στην οριακή τιμή των 80 mA/cm² να καταγράφεται και ο υψηλότερος κλασματικός όγκος συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων. Επιπλέον, όπως ήδη έχει ειπωθεί μεγαλύτερες πυκνότητες έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης οδηγούν σε αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης τόσο των μικρορωγματώσεων όσο και των φλукταινών υδρογόνου.

Η μεταβολή που παρατηρείται στη μέγιστη εφελκυστική αντοχή και στο όριο διαρροής των συγκολλημένων δοκιμών FSW AA5083 - AA6082 έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτών για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 και τις 4 ώρες σε χαμηλά πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος έως και τα 50 mA/cm² είναι σχεδόν αμελητέα. Η παρατήρηση αυτή όπως έχει ήδη αναφερθεί αποδίδεται στο γεγονός ότι η αναμενόμενη (λόγω των φαινομένων H-Shielding, HIC, Blistering) μείωση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής επισκιάζεται από την παρατηρούμενη αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης, οδηγώντας τελικά στη λήψη σχεδόν σταθερών τιμών. Επιπλέον ο περιορισμένος κλασματικός όγκος συμμετοχής των υδριδίων που παρατηρείται για πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm² και χρονική παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες φαίνεται να έχει μικρή επίδραση στα δύο προαναφερθέντα μηχανικά μεγέθη. Για μεγαλύτερες όμως τιμές της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης η οφειλόμενη στο μηχανισμό HELP και στη συνεπαγόμενη ανάπτυξη του φαινομένου της τοπικής ολίσθησης υψηλή συγκέντρωση των ρωγμών οδηγεί σε σημαντική μείωση της ενεργού διατομής η οποία καλείται να παραλάβει το επιβαλλόμενο φορτίο ενισχύοντας τελικά σε σημαντικό βαθμό τη μείωση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής.

Τέλος, από τα ανωτέρω διαγράμματα παρατηρείται ότι σημαντικότερη επίδραση στην υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμών έχει η πυκνότητα έντασης ρεύματος της καθοδικής πόλωσης παρά η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αυτό συμπεραίνεται από το γεγονός ότι κατά τη μετάβαση από τις 2 στις 4 ώρες φόρτισης για σταθερή πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm² σημειώνεται μείωση του ορίου διαρροής, της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής και της ολκιμότητας κατά 3,422 MPa, 4,424 MPa και 0,408 % αντίστοιχα, ενώ για πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm² οι αντίστοιχες μειώσεις λαμβάνουν τιμές 3,069 MPa, 36,74 MPa και 1.135%. Από τα δεδομένα λοιπόν στοιχεία διαπιστώνεται ότι η επίδραση της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης είναι συγκρίσιμη με εκείνη της χρονικής διάρκειας όσον αφορά στο όριο διαρροής αλλά σαφώς μεγαλύτερη σε ότι αφορά στη μέγιστη εφελκυστική αντοχή και στην επιμήκυνση έως τη θραύση (Διάγραμμα 54).

2.24 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΤΩΝ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ AA5083-H111-AA6082-T6 ΧΩΡΙΣ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΕΡΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

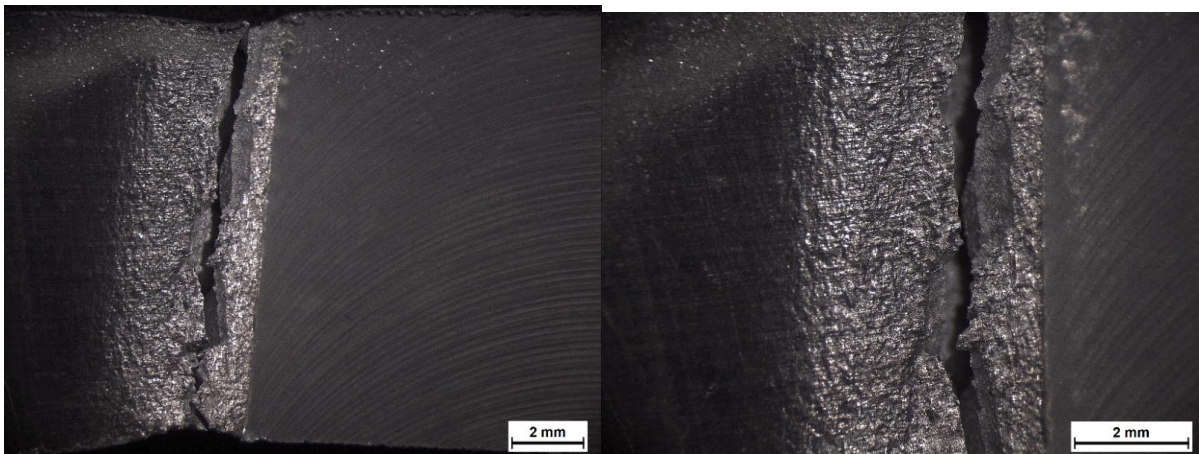


Εικόνα 131:Θραυστογραφική μελέτη των θραυσιγενών επιφανειών συγκολλημένου δοκιμίου χωρίς προγενέστερη επιβολή καθοδικής πόλωσης εντός ηλεκτρολυτικού διαλύματος εμπλουτισμένου σε υδρογονοκατιόντα

Μέσω μελέτης των θραυσιγενών επιφανειών για το συγκολλημένο δοκίμιο το οποίο έχει υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση παρατηρείται ομοιόμορφος τύπος θραύσης για τη συνολική επιφάνεια αυτού. Ο μηχανισμός της θραύσης χαρακτηρίζεται ως μικτού τύπου (mixed mode) καθώς παράλληλα με την όγκιμη συμπεριφορά που επιδεικνύει η μητρική φάση του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου (εκτεταμένη ανάπτυξη μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης τα οποία ταυτοποιούνται μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής) διαπιστώνεται και η ετερογενής κατανομή ψαθυροποιημένων ζωνών περιμετρικά των τοπολογιών πυρηνοποίησης της φάσης ισορροπίας Mg_2Si για το μικρογραφικό ιστό της θερμικά επηρεασμένης ζώνης της υποχωρούσας πλευράς.

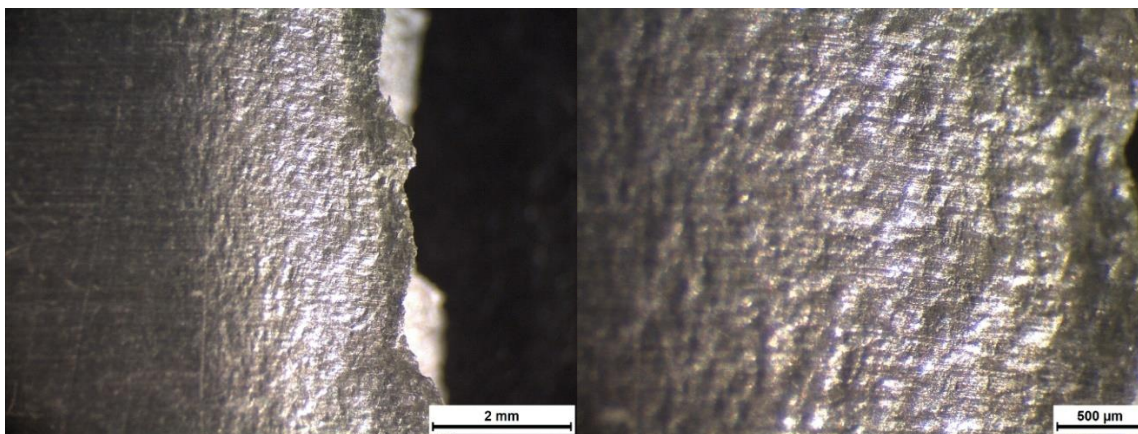
Επιπρόσθετα το εξαιρετικά αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη του κράματος AA6082 – T6 ενισχύει την εκδήλωση των ψαθυροποιητικών φαινομένων. Πρέπει ακόμη να ειπωθεί ότι λόγω της περιορισμένης έκτασης της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (TMAZAA6082-T6) και δεδομένης της μειωμένης αναλυτικής ικανότητας και του βάθους πεδίου του στερεοσκοπίου δεν ήταν δυνατό να προσδιορισθεί αν η έναρξη της θραύσης πραγματοποιήθηκε εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης ή στη διεπιφάνεια αυτής με τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (incoherent inter phase boundary between HAZ and TMAZ). Επιπρόσθετα σε ότι αφορά στο μικρογραφικό ιστό της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, η εκδήλωση του μηχανισμού της μερικής και ασυνεχούς δυναμικής ανακρυστάλλωσης (partial and discontinuous dynamic recrystallization effect) οδηγεί στην ανάπτυξη μιας ιδιόζουσας δομής, η οποία χαρακτηρίζεται από την περικρυσταλλική διακόσμηση των ορίων των κόκκων κυρίως με φάσεις εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας (necklace morphology and intergranular decoration effect) και συσχετίζεται με εκτεταμένα φαινόμενα ψαθυροποίησης. Ο παραπάνω μηχανισμός έχει προσεγγισθεί ερευνητικά μέσω της διακύμανσης του κλασματικού όγκου συμμετοχής των σφαλμάτων επιστοίβασης (ενδογενής και εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων), των τοιχωμάτων αντίφασης (antiphase boundaries) και της κρίσιμης αναλυόμενης

διατμητικής τάσης ολίσθησης (τ_{crss}), παράγοντες οι οποίοι καθιστούν ένα μέρος του κρυσταλλογραφικού ιστού εν δυνάμει θερμοδυναμικά κατάλληλο για δυναμική ανακρυστάλλωση και ένα άλλο επιδεκτικότερο σε αποκατάσταση (recovery). Τόσο μέσω της μελέτης των θραυσιγενών επιφανειών σε στερεοσκόπιο όσο και των παράπλευρων επιφανειών της θραύσης σε EBSD αναλυτική τεχνική διαπιστώνεται ότι τα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης είναι υψηλότερα από τα αντίστοιχα ψαθυρού τύπου. Παρόλα αυτά η σημαντική υποβάθμιση της ολκιμότητας εν συγκρίσει με τα αρχικά κραματικά συστήματα των AA5083 και AA6082 μπορεί να αποδοθεί στα ψαθυρά ενδογενή χαρακτηριστικά των περιοχών της θερμικά και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (φάσεις και μικρογραφικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας, υψηλή πυκνότητα ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών) τα οποία ενισχύουν την ένταση της εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων (strain localization) σε περιορισμένο εύρος της μικροδομικής κλίμακας (Εικόνα 131).



Εικόνα 132: Μελέτη μέσω στερεοσκοπίου της αποσχιστικής διάτμησης (shear – cleavage contribution) κατά την παράπλευρη επιφάνεια των δοκιμών έπειτα από την εφελκυστική φόρτιση αυτών χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου.

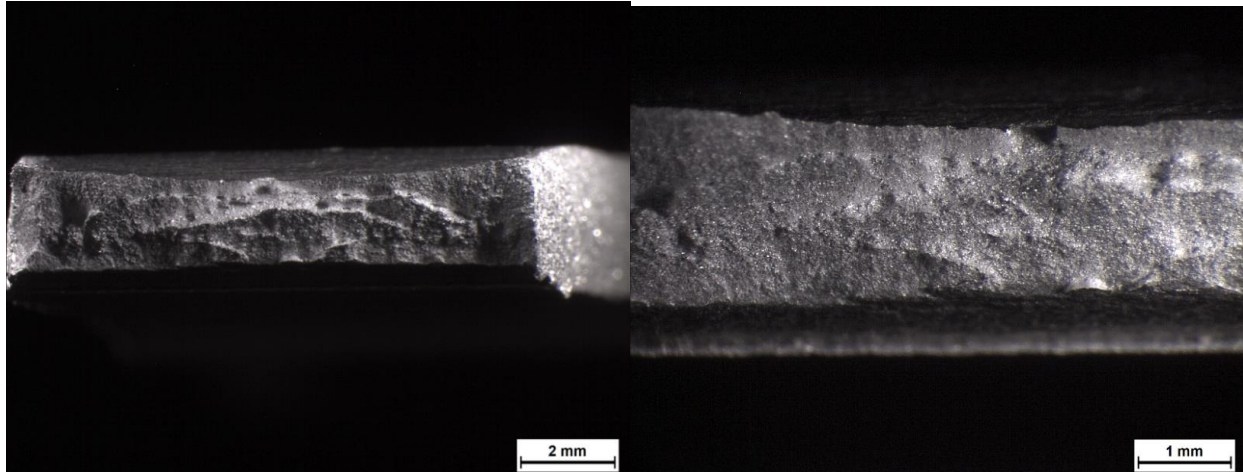
Η εκτενής μελέτη των τοπολογιών έναρξης της θραύσης (microstructural crack initiation points) καθώς και της πορείας διάδοσης αυτής (crack path trajectory) επί των παράπλευρων επιφανειών των συγκολλημένων δοκιμίων αποδίδει το συμπέρασμα της ευθείας προώθησης της κύριας ρωγμής (ένδειξη συμμετοχής ψαθυρών χαρακτηριστικών) χωρίς την ύπαρξη σημείων εκτροπής της πορείας διάδοσής της (crack propagation deflection points) (Εικόνα 132).



Εικόνα 133: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του αρχικού συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082

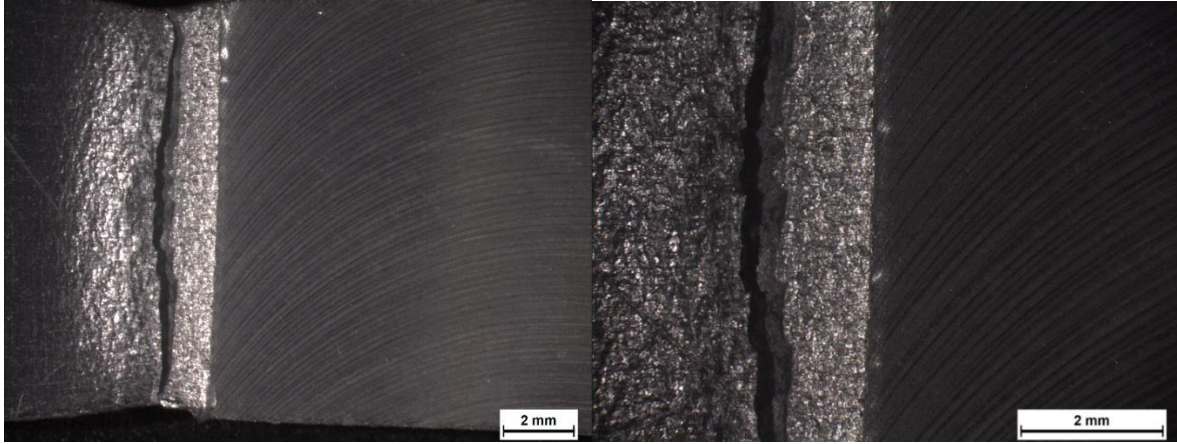
Η μελέτη του τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας της θραύσης πραγματοποιείται για να αποδειχθεί ακόμη και μακροσκοπικά η ανάπτυξη διαφορετικής μικρογεωμετρίας στις επιφανειακές στιβάδες, η οποία σχετίζεται με την ανομοιογενή κατανομή τόσο σε έκταση όσο και σε ένταση των παραμορφωσιακών πεδίων, καθώς αυτά συναντούν πολλαπλά κέντρα πέδησης (όπου είτε πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση είτε αλληλοαναιρέση και μηδενισμός μεταξύ αυτών). Ταυτόχρονα διαπιστώνεται η απουσία εκδήλωσης φαινομένων μικρορωγμάτωσης, η οποία θα αποτελέσει και την ειδοποιό διαφορά μεταξύ των αρχικών συγκολλημένων δοκιμίων και αυτών που έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση, με συνθήκες ικανές να οδηγήσουν τόσο στην εξάπλωση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού όσο και στον υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων (Εικόνα 133).

2.25 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΤΩΝ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ AA5083-H111/AA6082-T6 ΜΕ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΕΡΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ



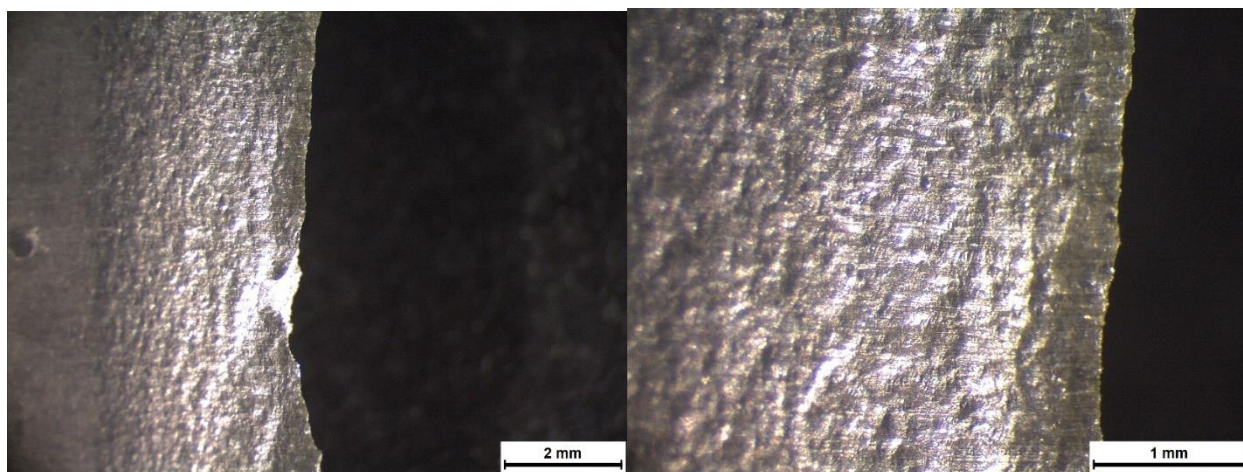
Εικόνα 134:Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπίου σε συγκολλημένο δοκίμιο AA5083 – AA6082 το οποίο έχει υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2 και 4 ώρες

Μέσω της μελέτης της συγκεκριμένης θραυσιγενούς επιφάνειας γίνεται ιδιαίτερα εμφανής η εκδήλωση των φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου ακόμη και για τις ηπιότερες συνθήκες καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm^2 , 4 ώρες), κατά τις οποίες η έκταση των ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου δεν μπορεί παρά να είναι περιορισμένη. Η εντατικοποίηση του τοπογραφικού αναγλύφου (topographic relief) μέσω διαδοχικών και διαβαθμιζόμενων αποσχίσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (intergradiated quasi – cleavage surfaces) επιβεβαιώνει την αύξηση του ποσοστού επιφανειακής κάλυψης των ψαθυροποιημένων περιοχών έναντι αυτών οι οποίες χαρακτηρίζονται από όγκιμο τύπο θραύσης. Όπως θα γίνει κατανοητό και στη συνέχεια για όλα τα δοκίμια τα οποία έχουν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, η υποβάθμιση των μηχανικών τους ιδιοτήτων σχετίζεται με την ανάπτυξη στις παρυφές των θραυσιγενών επιφανειών ψαθυροποιημένων ζωνών (οι οποίες χαρακτηρίζονται από συνεχείς πτυχώσεις – intercrupled regions) και των οποίων η έκταση και η ένταση αυξάνει κυρίως με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος και δευτερευόντως με τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης). Οι περιοχές λοιπόν αυτές οι οποίες εκτείνονται στα άκρα της θραυσιγενούς επιφάνειας αποτελούν μια έμμεση και μακροσκοπική απόδοση του βάθους στο οποίο έχει επενεργήσει το ηλεκτροπροωθούμενο μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και χαρακτηρίζονται κυρίως από περικρυσταλλικό τύπο θραύσης (intergranular mode of fracture). Αντιθέτως ο πυρήνας των δοκίμων παρουσιάζει έναν όγκιμο και αμετάβλητο χαρακτήρα ως προς τη μορφολογία της θραύσης καθώς οι συνθήκες της ηλεκτροδυναμικής πόλωσης δεν έχουν επιτείνει τη δράση του φαινομένου της ψαθυροποίησης σε αυτά τα βάθη, με αποτέλεσμα η θραύση να πραγματοποιείται διακρυσταλλικά (intragranular mode of fracture) (Εικόνα 134).



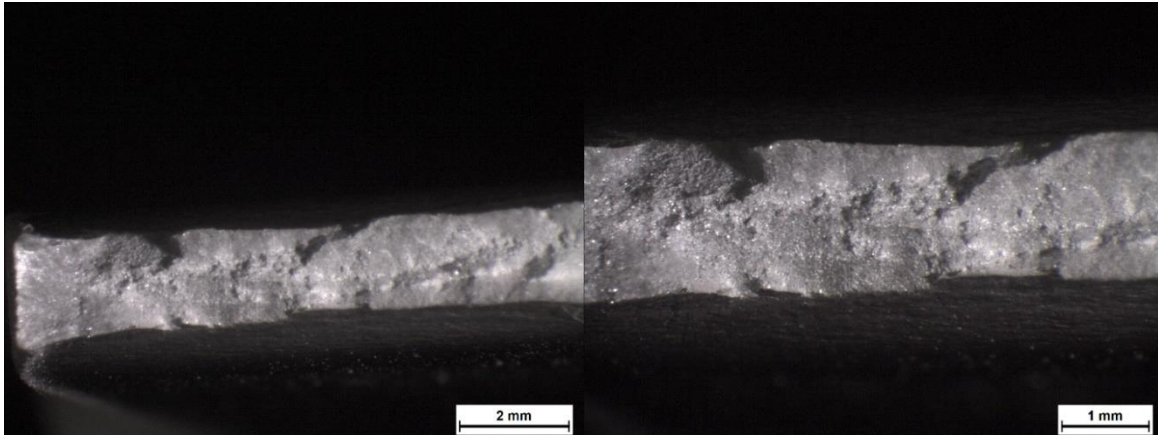
Εικόνα 135: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και 4 ώρες

Στην παράπλευρη επιφάνεια του δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και 4 ώρες παρατηρείται συνεχής εκτροπή της πορείας διάδοσης της θραύσης (*deflected crack path trajectory*), γεγονός το οποίο σχετίζεται άμεσα με την ανάπτυξη διαδοχικών ζωνών απόσχισης εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (*successive cleavage zones*) καθώς και με την εκδήλωση βηματωειδούς ρωγμάτωσης (*stepwise microcracking*), φαινόμενα τα οποία αποτελούν τις κυριότερες μακροσκοπικές ενδείξεις εκδήλωσης του μηχανισμού ψαθυροποίησης λόγω εισδοχής υδρογόνου. Η ύπαρξη αλληπάλληλων κυρτώσεων στις παρυφές της επιφάνειας θραύσης αποδίδεται ερευνητικά στην ανάπτυξη ισχυρών πεδίων θλιπτικών παραμενουσών τάσεων κατά τη διάρκεια της ηλεκτροδυναμικής πόλωσης, ενώ ακόμη έχει διαπιστωθεί ότι δεν μένει ανεπηρέαστη και από τη διαδικασία της πυρηνοποίησης – ανάπτυξης ομάδων φάσεων υδριδίων (Εικόνα 135).



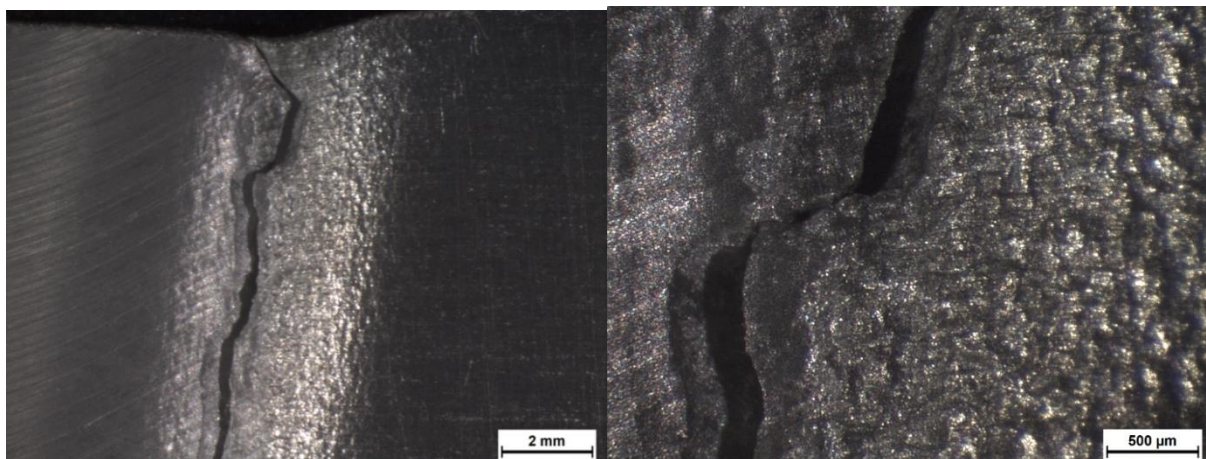
Εικόνα 136: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και 4 ώρες

Στο συγκεκριμένο δοκίμιο δεν παρατηρήθηκε για καμία περιοχή της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης ανάπτυξη διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων που να συνενώνονται (coalescence of branched microcrack networks) σε διευθύνσεις κάθετες ως προς το κύριο επίπεδο εκδήλωσης των αποσχίσεων. Η παραπάνω παρατήρηση εξηγείται από το γεγονός ότι για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης (χαμηλή πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης) αναπτύσσεται περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής λεπτοκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων με ετερογενή διασπορά (παράμετροι που τα καθιστούν και μη ταυτοποιήσιμα μέσω της Περιθλασσιμετρίας Ακτίνων Χ). Η μικρή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων η οποία παρατηρείται θα μπορούσε να αποδοθεί κυρίως στην ανάπτυξη του πεδίου των τάσεων και των παραμορφώσεων λόγω της προώθησης του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και με την παράταση της χρονικής διάρκειας παραμονής στο πεδίο της ηλεκτροχημικής διέγερσης θα διαπιστωθεί στη συνέχεια ότι αυξάνει σημαντικά η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων ενώ ακόμη εκδηλώνεται και το φαινόμενο της βηματοειδούς ρωγμάτωσης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην εκτόνωση του εφελκυστικού πεδίου των τάσεων κατά τη διάρκεια της μεγέθυνσης και της υπέρβασης μιας κρίσιμης τιμής ως προς τον επιτρεπόμενο διεσταλμένο όγκο των υδριδίων (dilated volume of hydrides) αναφορικά με τις κυριότερες παραμέτρους κρυστάλλωσης της μητρικής δομής (παράγοντας ατομικής επιστοίβασης APF και αριθμός συνδιάταξης CN) (Εικόνα 136).



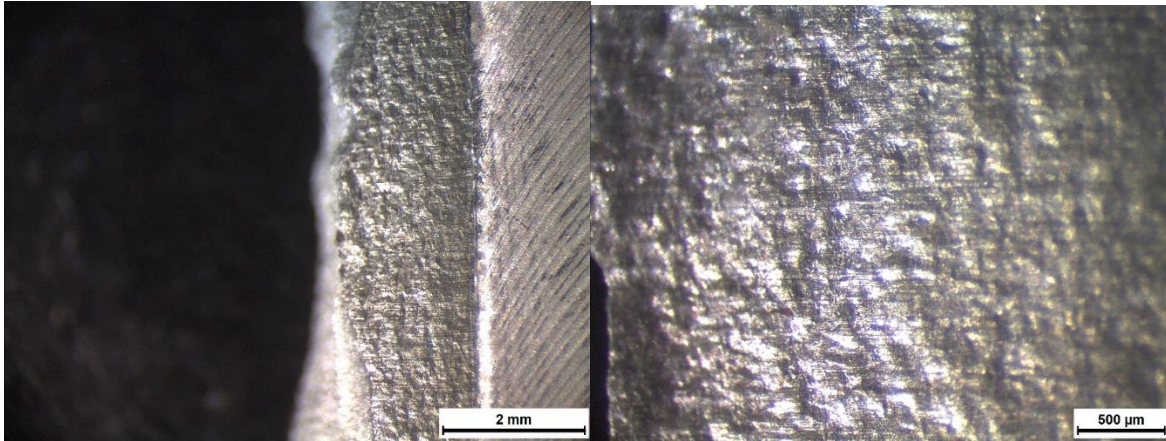
Εικόνα 137:Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπίου σε συγκολλημένο δοκίμιο AA5083 – AA6082 το οποίο έχει υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και 4 ώρες

Η θραυσιγενής επιφάνεια του συγκεκριμένου δοκιμίου προσδιορίζεται από σχετικά υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής επιπεδοποιημένων και στυλπνών περιοχών (flattened surfaces), οι οποίες αποτελούν άμεση ένδειξη των φαινομένων ψαθυροποίησης που λαμβάνουν χώρα κατά τη διάρκεια του εξαναγκασμένου μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού (constrained electrodiffusion mechanism). Οι εντατικοποιημένες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης οδηγούν σε ηλεκτροδυναμική ‘υπερπήδηση’ του απαιτούμενου φράγματος δυναμικού για τη διεύρυνση και την ανεμπόδιση προώθηση του ηλεκτροδιεγερμένου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (excess of electrodynamic limit for the development of the electrostimulated diffusion fronts into crystal structure). Στις παρυφές της θραυσιγενούς επιφάνειας διακρίνονται συνεχείς και βαθμιδωτές αποσχίσεις του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (continious and intergradiated cleavage facets), ενώ ο όγκιμος πυρήνας του δοκιμίου αντισταθμίζει τη δράση των μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης, τα οποία αναπτύσσονται ανισότροπα με διακυμαινόμενη ένταση και κατεύθυνση. Η ισχυρή υψομετρική διαβάθμιση μεταξύ των περιοχών απόσχισης οδηγεί στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση και τη συσσώρευση του πεδίου των τάσεων, με αποτέλεσμα να πραγματοποιείται υπέρβαση της κρίσιμης τιμής η οποία σχετίζεται με την απαιτούμενη ενέργεια ενεργοποίησης για τη συνένωση των δικτύων των μικρορωγματώσεων και την εκτεταμένη εκδήλωση της ψαθυροποίησης (Εικόνα 137).



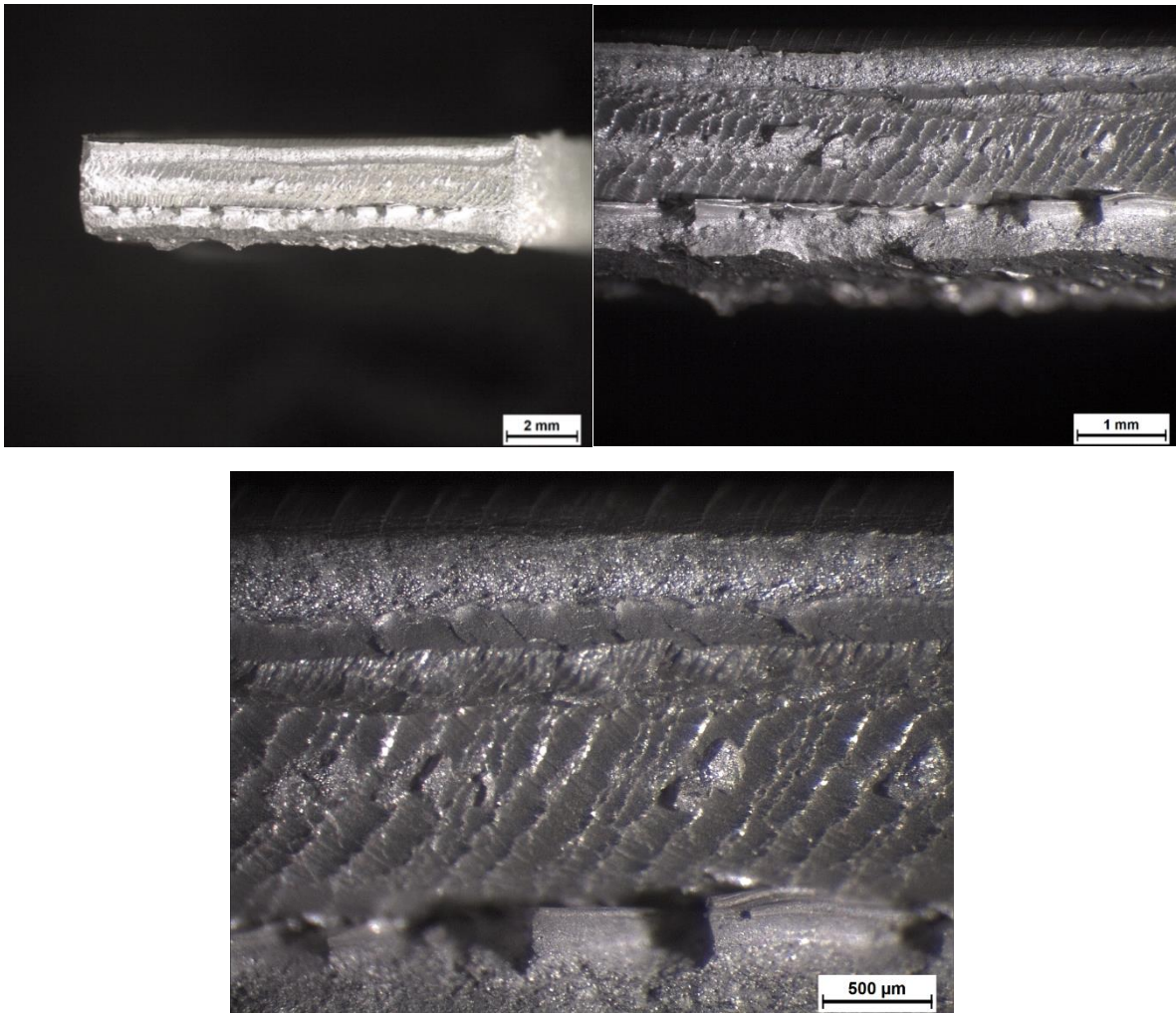
Εικόνα 138: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και 4 ώρες

Η πορεία διάδοσης της θραύσης επί της παράπλευρης επιφάνειας του δοκιμίου χαρακτηρίζεται από συνεχείς εκτροπές του κύριου επιπέδου απόσχισης (extended deflections of the propagation direction of the main cleavage plane) και από βηματοειδή μορφολογία (stepwisemicrocracking). Η παραπάνω παρατήρηση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η ηλεκτροκινητική προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου για τις δεδομένες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης έχει πραγματοποιηθεί με επιθετικότερο τρόπο τόσο ως προς την έκταση όσο και ως προς την ένταση του εξαναγκασμένου αυτού φαινομένου. Καταυτόν τον τρόπο λόγω της επιταχυνόμενης διάδοσης των ηλεκτροδυναμικών ροών μετανάστευσης στομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και καθώς δεν προλαβαίνει να πραγματοποιηθεί η εκπλήρωση των κυριότερων θερμοδυναμικών παραμέτρων, οι οποίες θα επέφεραν και μεγαλύτερη ισορροπία στο σύστημα, εκδηλώνονται πολλαπλά κέντρα πέδησης και αναστροφής της δράσης (electrodynamic and electrokinetic reversion), όπου μεταβάλλεται τόσο η κατευθυντικότητα της ηλεκτροδιάχυσης των ροών υδρογόνου όσο και της προώθησης του κύριου επιπέδου της ρωγμής. Ενώ η περιοχή του μικρογραφικού ιστού από την οποία διέρχεται η ρωγμή χαρακτηρίζεται από την ισοστάθμιση των μερικών πιέσεων και των παραμορφωσιακών πεδίων, η ίδια στη συνέχεια συναντάει ετερότροπα κατανεμημένα πεδία τάσεων, με διαφορετική ένταση και κατεύθυνση μεταξύ τους, γεγονός το οποίο οδηγεί στη συνεχή μεταβολή της πορείας διάδοσής της. Η εντατικοποίηση του ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενου μετώπου διάχυσης ατομικού υδρογόνου λόγω της αύξησης της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης επιφέρει την αλλαγή της πορείας διάδοσης της ρωγμής σε εκείνα τα σημεία του μικρογραφικού ιστού όπου είτε εγκλωβίζονται περισσότερα άτομα υδρογόνου και αναπτύσσονται μεγαλύτερα πεδία μικροπλαστικής παραμόρφωσης εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος είτε πραγματοποιείται ανάπτυξη υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων. (Εικόνα 138).



Εικόνα 139: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θράυσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και 4 ώρες.

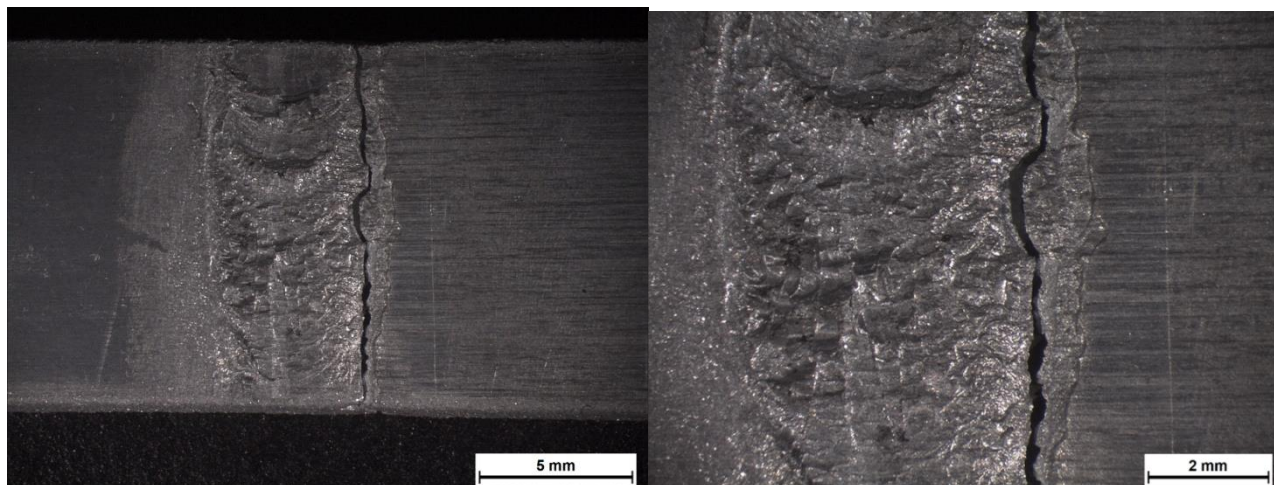
Στο συγκεκριμένο δοκίμιο παρατηρήθηκε αύξηση του τοπογραφικού αναγλύφου, η οποία αποδίδεται στην υπέρβαση του απαιτούμενου φράγματος δυναμικού το οποίο σχετίζεται με την εκτεταμένη ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, λόγω της αυξημένης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Παράλληλα με την ανάπτυξη εκτενών μικροπυκνωτικών διαβαθμίσεων (gradiated microcrumples) στις παράπλευρες επιφάνειες της θράυσης διαπιστώνεται και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης διευρυμένων δικτύων μικρορωγματώσεων, καθώς ενισχύεται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά ο μηχανισμός της συνένωσης των μικρορωγματώσεων (microcrack network coalescence). Σε κάθε περίπτωση βέβαια δε θα πρέπει να παραβλέπεται το γεγονός ότι η διάχυση ακόμα και στην εξαναγκασμένη φύση της αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μηχανισμό με αποτέλεσμα να καθίσταται αναγκαία η παρέλευση ενός κατώτατου χρονικού κατωφλιού (time threshold) έτσι ώστε η συνάθροιση των ροών ατομικού υδρογόνου να οδηγήσει σε ικανοποιητικό κλασματικό όγκο συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών, ατμοσφαιρών Cottrell με αποτέλεσμα να επέλθει και η συνένωση πολλαπλών δικτύων μικρορωγματώσεων σε διευρυμένες ζώνες ρήξης της διασυνδεδετικής συνάφειας του κρυσταλλογραφικού ιστού (expanded decoheded bands) (Εικόνα 139).



Εικόνα 140:Θραυστογραφική μελέτη μέσω στερεοσκοπίου σε συγκολλημένο δοκίμιο AA5083 – AA6082 το οποίο έχει υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm^2 και 4 ώρες

Αρχικά είναι αναγκαίο να επισημανθεί ότι για τις δεδομένες συνθήκες καθοδικής πόλωσης εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης η θραύση των FSW AA5083-AA6082 δοκιμίων δεν πραγματοποιείται στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς αλλά εντός του πυρήνα της ζώνης ανάδευσης. Έχει γίνει ήδη κατανοητό ότι το μεταλλουργικό σύστημα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης AA6082 – T6 φθάνει σε μια βαθμίδα ισχυρού υπερκορεσμού αναφορικά με την ικανότητα διάλυσης του ατομικού υδρογόνου στον κρυσταλλογραφικό ιστό και την κατακρήμνιση υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων για χαμηλότερα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και μικρότερες χρονικές διάρκειες παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Η περιοχή της ζώνης ανάδευσης όμως παρουσιάζει μία ηλεκτροκινητική υστέρηση ως προς την εξάντληση της δράσης όλων των μικρομηχανισμών και των διαύλων ηλεκτροδιάχυσης και μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου. Η δεδομένη παρατήρηση σχετίζεται με τη μικτή φύση της περιοχής αυτής, η οποία αποτελεί μηχανικό μίγμα μεταξύ των κραμάτων AA5083 – AA6082, την λεπτοκρυσταλλική διάταξη των κόκκων της μητρικής φάσης και το

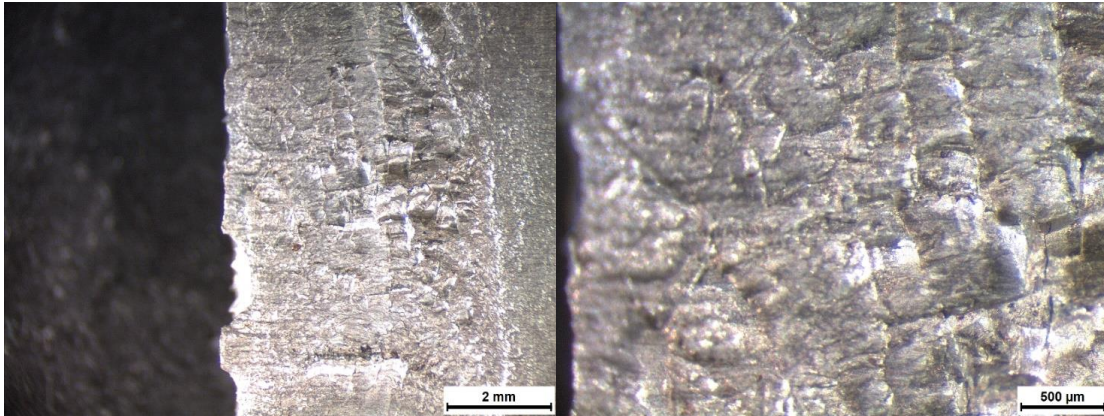
περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 λόγω της εκδήλωσης του φαινομένου της διαλυτοποίησης και επανακατακρήμνισης (dissolution – reprecipitation mechanism). Η περιοχή της ζώνης ανάδευσης λοιπόν λόγω της περιορισμένης πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών εντός της δακτυλιοειδούς δομής για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης χαρακτηρίζεται από υψηλή επιδεκτικότητα ως προς την ανάπτυξη διαδοχικών αποσχίσεων και αποκολλήσεων μεταξύ των δύο διαφορετικών μικροδομικών περιοχών. Οι πολλαπλές και ισαπέχουσες λείες επιφάνειες απόσχισης (stairlike morphology with flattened and smooth cleavage facets) οφείλονται στην επαναλαμβανόμενη και σταδιακή αγκίστρωση των κρυσταλλογραφικών επιπέδων εύκολης ολίσθησης (pinning effect of easy sliding planes), η οποία οδηγεί σε τοπική αύξηση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης, ως αποτέλεσμα της αλληλεπίδρασης των ηλεκτροχημικών – ηλεκτροδυναμικών και των μηχανικών παραγόντων [337]. Κατά συνέπεια η κάθε βαθμίδα – σκαλοπάτι απόσχισης αποτελεί την προβολή στην επιφάνεια του FSW AA5083 – AA6082 δοκιμίου μιας ομάδας κρυσταλλογραφικών επιπέδων κοινού προσανατολισμού, των οποίων η ολίσθηση παρεμποδίστηκε λόγω της συμβολής αυτών με το ηλεκτροδιεγερμένο μέτωπο διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (slip tracing due to the interaction of microplastic fields with the electrostimulate diffusion front of atomic hydrogen). Τέλος διακρίνονται επιπεδοποιημένες ψαθυροποιητικές περιοχές με μορφολογία που προσομοιάζει σε σταγόνα (smooth tear – drop fracture surfaces), στις κορυφογραμμές απόσχισης του κρυσταλλογραφικού ιστού, οι οποίες χαρακτηρίζονται από περιορισμένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης και ανομοιογενή διασπορά (Εικόνα 140).



Εικόνα 141: Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και 4 ώρες.

Και στην παράπλευρη επιφάνεια του θραυσμένου δοκιμίου είναι δυνατό να παρατηρηθεί η πύκνωση της βηματικής εισχώρησης (graduated intrusion) και προώθησης του επιπέδου σχισμού εντός της περιοχής της ζώνης ανάδευσης. Το στοιχείο αυτό σχετίζεται και με την έντονη εκδήλωση του φαινομένου της βηματοειδούς ρωγμάτωσης, η οποία χαρακτηρίζεται ως επιθετικότερη συγκριτικά με την αντίστοιχη για τις ηπιότερες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνει την υπόθεση ότι δεν έχει ξεπεραστεί ακόμη κάποιο ηλεκτροκινητικό κατώφλι που θα οδηγούσε σε αναστροφή του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (diminishing effect due to the excess of an

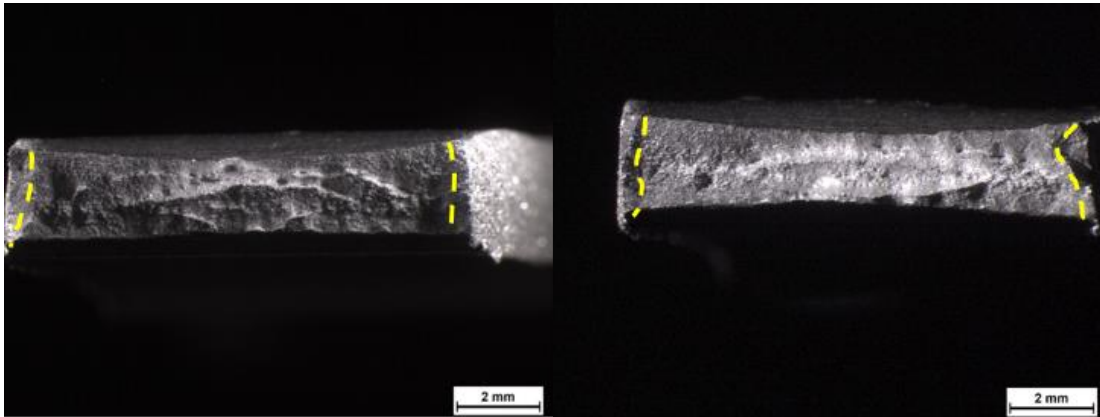
electrokinetic limit which is correlated to the reversion of electrodiffusion process). Όλα τα προαναφερθέντα στοιχεία αποτελούν καθοριστικές ενδείξεις ψαθυροποίησης, ενώ ταυτόχρονα διαπιστώνεται ότι για τις εντατικοποιημένες αυτές συνθήκες της καθοδικής πόλωσης η θερμικά επηρεασμένη ζώνη του κράματος AA6082 – T6 είναι αδύνατο να διαλυτοποιήσει εντός του μικρογραφικού της ιστού υψηλότερες συγκεντρώσεις ατομικού υδρογόνου, με αποτέλεσμα αυτές να διοχετεύονται στο φυσικοχημικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης, η οποία αναλαμβάνει να ισοσταθμίσει την δράση των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και των παραμορφωσιακών πεδίων που αναπτύσσονται περιμετρικά αυτών (Εικόνα 141).



Εικόνα 142:Μελέτη τοπογραφικού αναγλύφου της παράπλευρης επιφάνειας θραύσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και 4 ώρες.

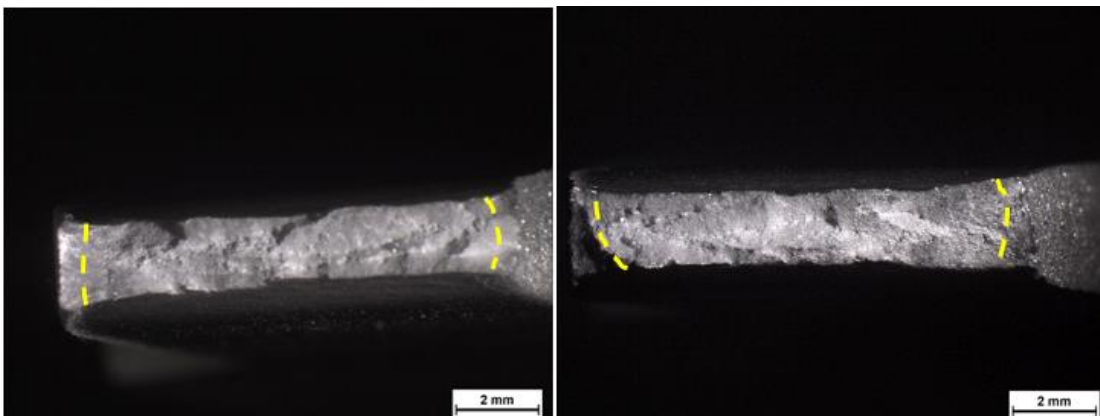
Όπως παρατηρείται για το συγκεκριμένο δοκίμιο οι επιφάνειες μεταξύ των επιπέδων απόσχισης χαρακτηρίζονται από την ανάπτυξη ισχυρού τοπογραφικού αναγλύφου λόγω των διαδοχικών μικροκυρτώσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Οι μικροκυρτώσεις (microcurvatures) αυτές είναι το αποτέλεσμα της επαναλαμβανόμενης αγκίστρωσης των κρυσταλλογραφικών επιπέδων εύκολης ολίσθησης σε ισαπέχουσες βαθμίδες αποφόρτισης (stress relief by the evolution of slip traces with equal distance between them). Η παρεμπόδιση αυτή ως προς την διάδοση των μικροπλαστικών παραμορφωσιακών πεδίων εντός του μικρογραφικού ιστού μπορεί να αποδοθεί τόσο στα φυσικοχημικά χαρακτηριστικά όσο και στην ενδογενή ψαθυρή φύση της ζώνης ανάδευσης, η οποία πλέον ως ένα υπερκορεσμένο μεταλλουργικό σύστημα, χαρακτηρίζεται ακατάλληλη (θερμοδυναμικά και ηλεκτροκινητικά) για την περαιτέρω προώθηση του ηλεκτροδιεγερμένου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (deterioration of the electrodiffusion front due to the super saturation phenomenon and the brittle character of stirzone) (Εικόνα 142).

2.26 ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΗ ΠΑΡΑΘΕΣΗ ΤΗΣ ΠΟΣΟΣΤΙΑΙΑΣ ΣΥΜΜΕΤΟΧΗΣ ΤΩΝ ΨΑΘΥΡΟΠΟΙΗΜΕΝΩΝ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΣΤΙΣ ΕΞΩΤΕΡΙΚΕΣ ΠΑΡΥΦΕΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΕΝΑΝΤΙ ΤΩΝ ΟΛΚΙΜΩΝ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΣΤΟ ΚΕΝΤΡΙΚΟ ΤΜΗΜΑ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΓΙΑ ΟΛΑ ΤΑ ΠΕΔΙΑ ΤΩΝ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ ΚΑΤΑ ΤΗ ΔΙΑΡΚΕΙΑ ΤΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ



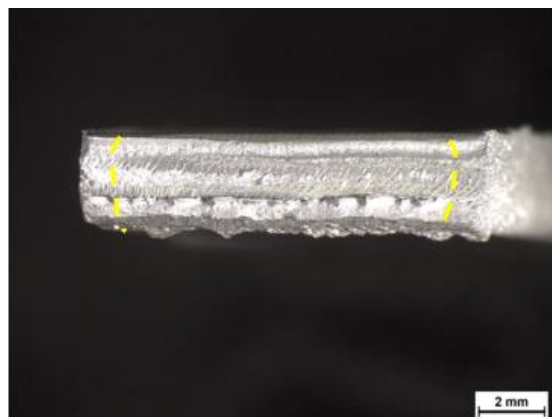
(a)

(b)



(c)

(d)



(e)

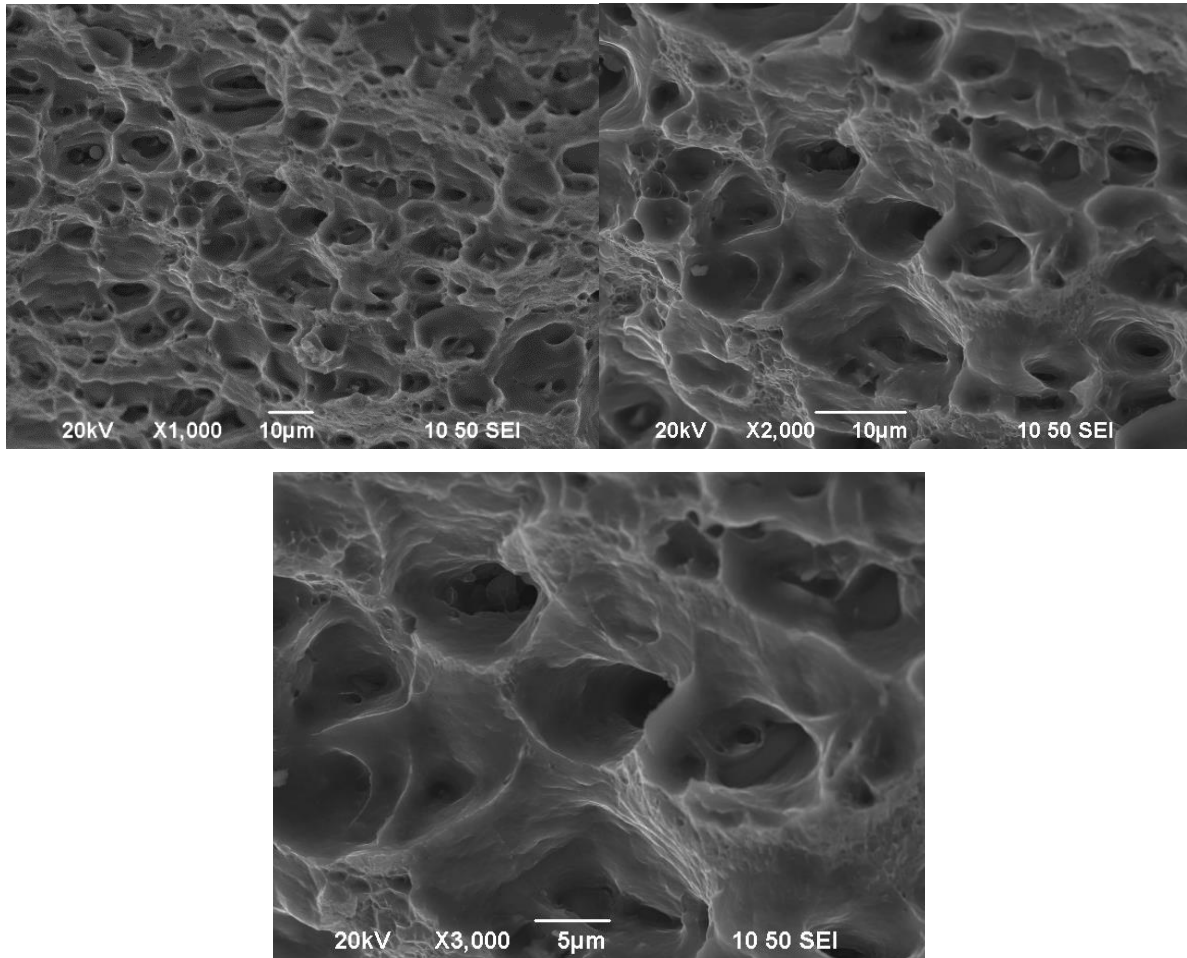
Εικόνα 143: Σχηματική αναπαράσταση της έκτασης που καταλαμβάνουν οι πλευρικές περιοχές ψαθυροποίησης λόγω εισδοχής ατομικού υδρογόνου σε δοκίμια ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 έπειτα από καθοδική πόλωση αυτών σε συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης: (a) 20 mA/cm², 4h, (b) 50 mA/cm², 2h, (c) 50 mA/cm², 4h, (d) 80 mA/cm², 2h, (e) 80 mA/cm², 4h

Με τη χρήση του αναλυτικού προγράμματος εικόνας ImageJ υπολογίσθηκαν τα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης των ψαθυροποιημένων περιοχών για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών των συνθηκών της καθοδικής πόλωσης, τα οποία σχετίζονται έμμεσα μέσω μιας πολυωνυμικής συνάρτησης δευτέρου βαθμού με το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού. Η ανάπτυξη στυλινών επιφανειών σε συνδυασμό με τις έντονες μικροκυρτωτικές διαβαθμίσεις, την ύπαρξη αποσχίσεων και τα αυξημένα ποσοστά των μικρορωγματώσεων αποτελούν ισχυρές ενδείξεις ψαθυροποίησης. Αξίζει ακόμη να σημειωθεί ότι τόσο στο άνω όσο και στο κάτω τμήμα της θραυσιγενούς επιφάνειας έχουν σίγουρα αναπτυχθεί ψαθυροποιημένες περιοχές (σε μικρότερη έκταση), η παρατήρηση των οποίων όμως είναι αδύνατη μέσω της αναλυτικής ικανότητας και του βάθους πεδίου που διαθέτει το στερεοσκόπιο, με αποτέλεσμα να μην είναι δυνατό ούτε να καταγραφούν αλλά ούτε να συνυπολογισθούν ως προς την τελική αστοχία. Η έκταση τους είναι σημαντικά μειωμένη (βάσει της διεθνούς βιβλιογραφίας) καθώς βρίσκονται παράλληλα στον άξονα της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης όπου η κατανομή του πεδίου των τάσεων μπορεί να ευνοεί τη διάχυση του ατομικού υδρογόνου την ίδια όμως στιγμή παρεμποδίζει την ανάπτυξη ζωνών οι οποίες οδηγούν σε ρήξη της διασυνδετικής συνάφειας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων (interconnecting cohesive strength) (Εικόνα 143).

Πίνακας 25: Πίνακας παράθεσης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των ψαθυροποιημένων περιοχών επί των θραυσιγενών επιφανειών των συγκολλημένων δοκιμίων για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία συνθηκών της καθοδικής πόλωσης

Συνθήκες καθοδικής φόρτισης	Ποσοστό επιφανειακής κάλυψης ψαθυροποιημένων ζωνών
20 mA/cm ² , 4h	8.75%
50 mA/cm ² , 2h	9.88%
50 mA/cm ² , 4h	12.76%
80 mA/cm ² , 2h	15.18%
80 mA/cm ² , 4h	17.92%

2.27 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ FSW AA5083-H111/AA6082-T6 ΧΩΡΙΣ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΕΡΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

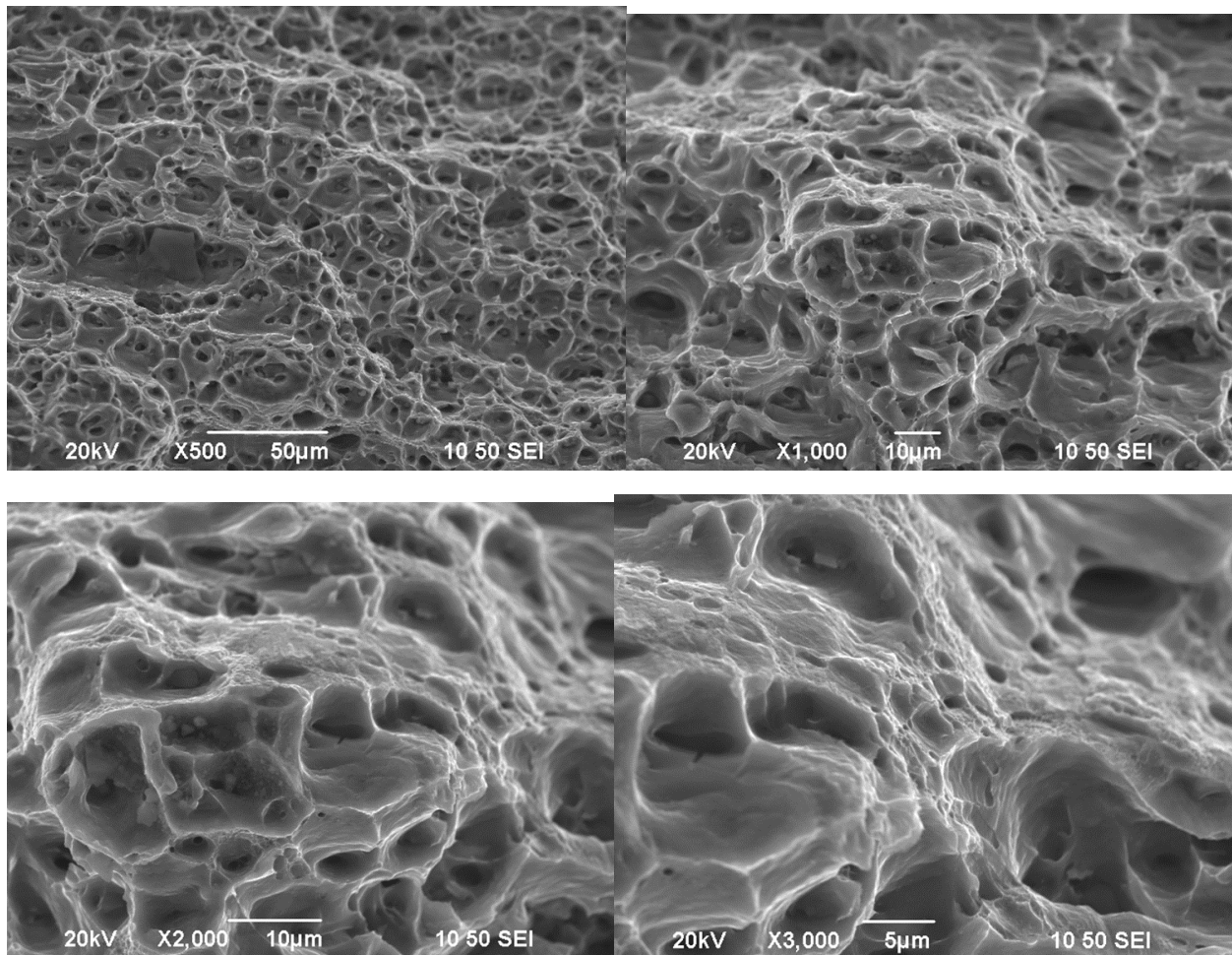


Εικόνα 144: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων) των θραυσίγενών επιφανειών ανομοιογενώς συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 χωρίς προγενέστερη καθοδική πόλωση αυτού εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος

Η θραυστογραφική μελέτη του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083-AA6082 έπειτα από εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης, χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον με υψηλή συγκέντρωση σε υδρογονοκατίοντα, αποδίδει μια εικόνα μικτού τύπου θραύσης (mixed mode of fracture) με τα υψηλότερα όμως ποσοστά επιφανειακής κάλυψης να καταλαμβάνονται από τις όλκιμες περιοχές όπου αναπτύσσονται ευμεγέθεις κρατήρες με σφαιρική μορφολογία. Το αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κρατήρων αποδίδεται στη χονδροκρυσταλλική δομή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης του κράματος AA6082 – T6 όπου και εκδηλώνεται η θραύση, καθώς και στη συμμετοχή της φάσης ισορροπίας Mg_2Si , η οποία μέσω της περικρυσταλλικής διασποράς της ευνοεί το μηχανισμό της συνένωσης των μικροκενών (microvoid coalescence). Επίσης οι ισοαξονικοί αυτοί κρατήρες (equiaxed dimples) χαρακτηρίζονται από σχετικά μεγάλο βάθος έκτασης και ομοιογενή

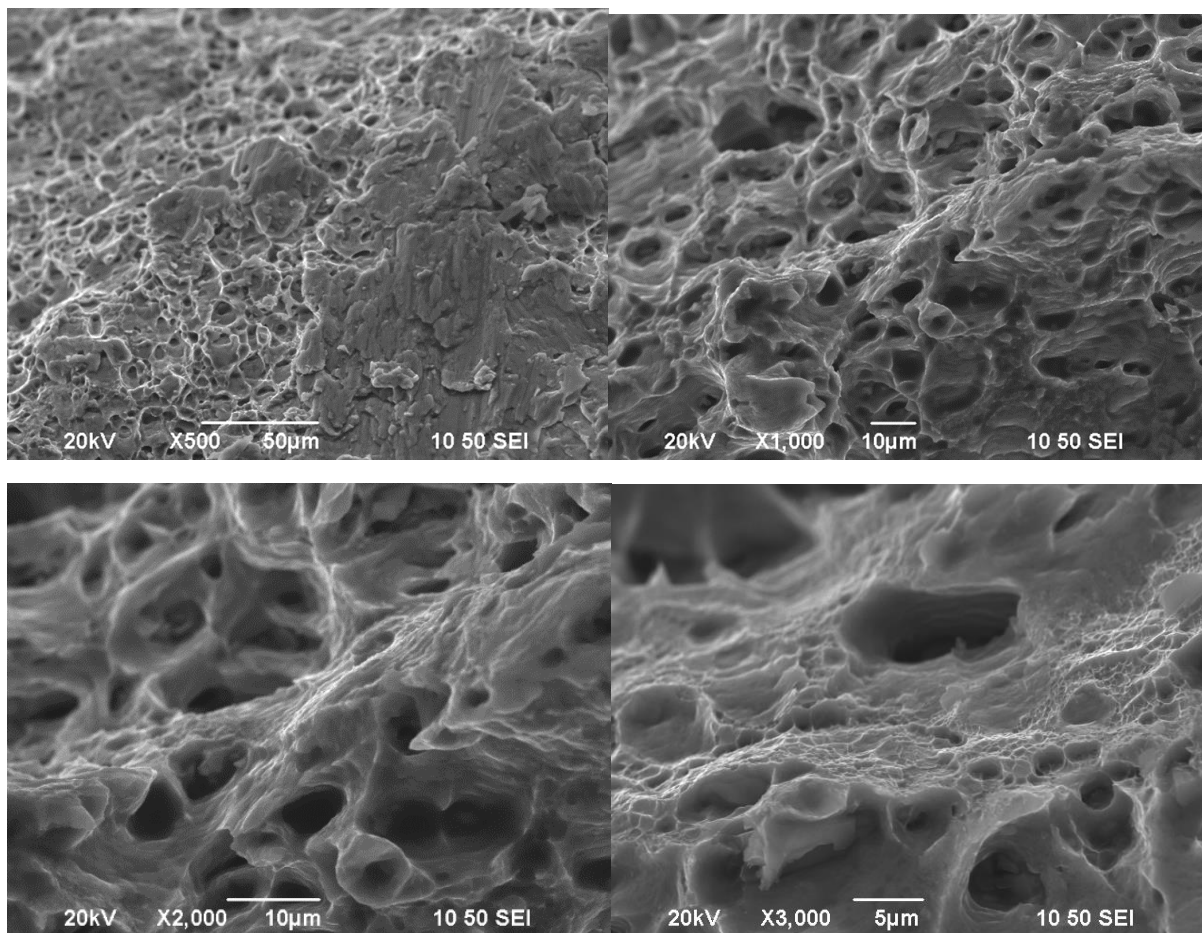
κατανομή ως προς την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης στις διάφορες περιοχές του δοκιμίου. Πλευρικά των διαφόρων ομάδων κρατήρων με κοινό προσανατολισμό αναπτύσσονται ζώνες με εντονότερο τοπογραφικό ανάγλυφο όπου παρατηρούνται συνεχείς αποσχίσεις του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Οι περιοχές αυτές είναι που εισαγάγουν τα περιορισμένα ποσοστά του ψαθυρού χαρακτήρα στη συνολική θραύση και μπορούν να αποδοθούν τόσο στη χονδροκρυσταλλική δομή όσο και στην ύπαρξη ομάδων φάσεων στερεοποίησης με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας ως προς τη μητρική δομή και σημαντικά διαφορετικές τιμές της σκληρότητας και του συντελεστή ενδοτράχυνσης σε σχέση με αυτή (Εικόνα 144).

2.28 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΑΝΟΜΟΙΟΓΕΝΩΝ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΩΝ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ FSW AA5083-H111/AA6082-T6 ΜΕ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΗΡΗ ΚΑΘΟΔΙΚΗ ΠΟΛΩΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟ



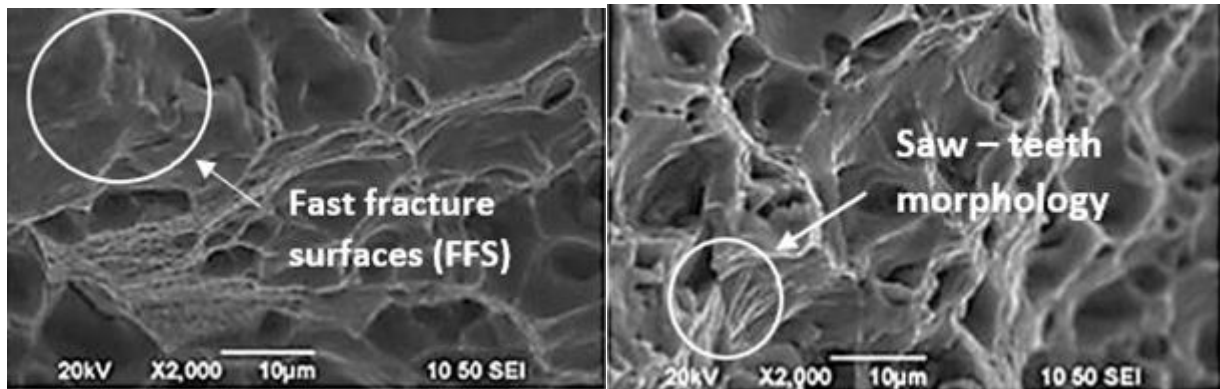
Εικόνα 145: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων) των θραυσίγειών επιφανειών συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 με προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος για συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης 20 mA/cm² και 4 ώρες Όπως έχει ήδη αναφερθεί η θραύση για τα συγκολλημένα δοκίμια FSW AA5083 – AA6082, τα οποία είχαν υποβληθεί σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με συνθήκες 20 mA/cm², 4 ώρες, πραγματοποιήθηκε

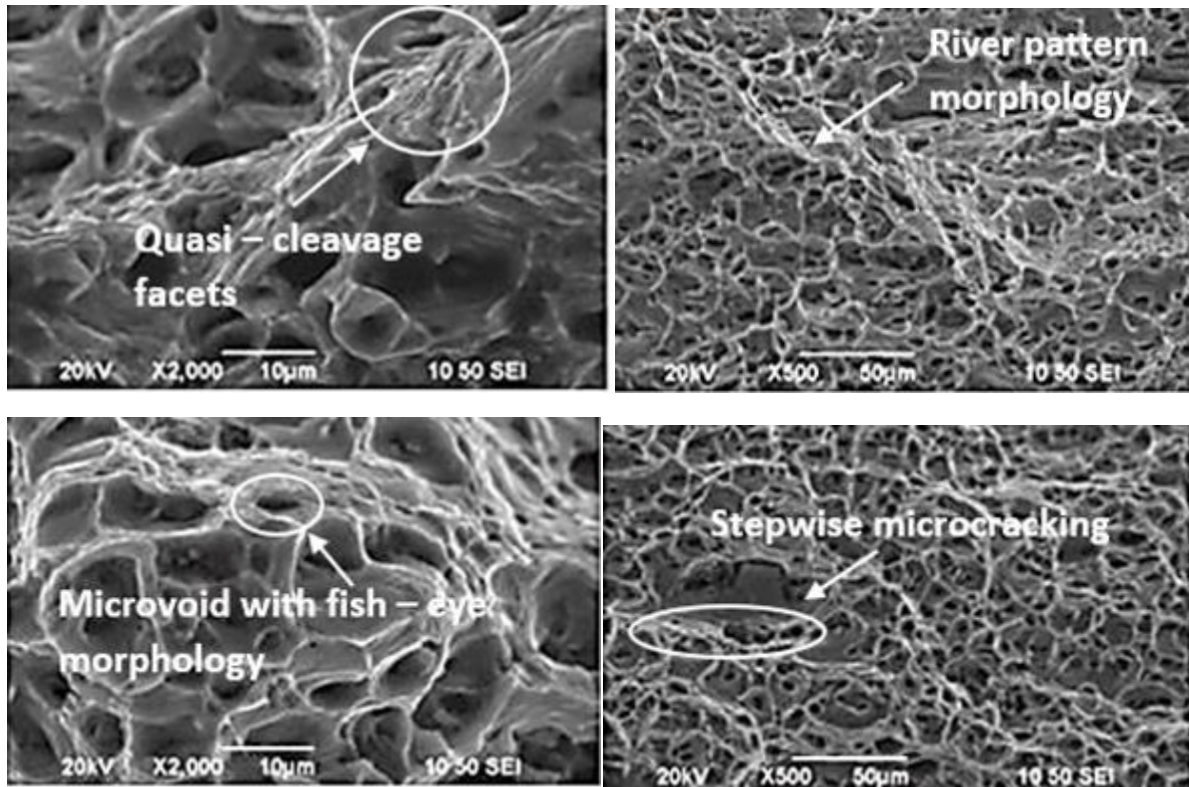
στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς. Στην περίπτωση αυτή παρατηρείται υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής ψαθυροποιημένων σχηματισμών με μορφολογία τύπου 'κοίτης ποταμού' (riverpattern), οι οποίοι αναπτύσσονται διακρυσταλλικά και παράλληλα στις διευθύνσεις των μέγιστων διατμητικών τάσεων και παραμορφώσεων. Επιπρόσθετα η μορφολογία των κρατήρων έχει μετατραπεί από την ισοαξονική – σφαιρική σε αυτή της γωνιώδους – πεπλατυσμένης (shallowangulardimples) που συνδέεται και με περιορισμένο βάθος έκτασης. Ακόμη το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κρατήρων χαρακτηρίζεται από ισχυρή ανομοιογένεια ενώ επίσης εντοπίζονται και επιτεδοποιημένες περιοχές απόσχισης, μικρής έκτασης, με στυλπνή όψη, οι οποίες περιορίζουν χωρικά την ανάπτυξη και την κατανομή των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και διαστοιχίζονται περιμετρικά των μικροδομικών περιοχών όπου πραγματοποιείται συνένωση μικροκενών [336, 337] (Εικόνα 145).



Εικόνα 146: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων) των θραυσίγενών επιφανειών συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 με προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος για συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης 50 mA/cm² και 4 ώρες

Οι παραπάνω εικόνες οι οποίες έχουν ληφθεί από το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης αποδίδουν μέσω του τοπογραφικού αναγλύφου τα κύρια μορφολογικά στοιχεία σε ότι αφορά στη θραυστογραφική μελέτη των συγκολλημένων δοκιμίων FSW AA5083-AA6082, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες. Η θραύση και σε αυτή την περίπτωση όπως έχει ήδη αναφερθεί έλαβε χώρα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς (AA6082-T6), με αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών επί των θραυσιγενών επιφανειών. Εκτός από την υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των βαθμιδωτών και εναλλασσόμενων συστημάτων σχισμού (intergradated and alternated cleavage systems) παρατηρείται και η ανάπτυξη ψαθυροποιημένων περιοχών με μορφολογία που προσομοιάζει σε δάκρυ (tear ridges) και οι οποίες έχουν προκύψει λόγω της διαφορετικής τιμής της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (τ_{crss}) και του συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης ($\dot{\epsilon}$) μεταξύ της μητρικής δομής, των ομάδων φάσεων στερεοποίησης Al_6Mn , $\text{Al}_x(\text{Cr,Fe,Si,Mn})_y$, του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 και της φάσης ισορροπίας Mg_2Si . Ταυτόχρονα το κλάσμα όγκου συμμετοχής των κρατήρων χαρακτηρίζεται ως μειωμένο, με τη μορφολογία αυτών να αποκλίνει όλο και περισσότερο από τη σφαιρική συμμετρία και το μέσο μέγεθος ανάπτυξης του να χαρακτηρίζεται από ισχυρή διακύμανση. Τέλος διαπιστώνεται εκτεταμένη ανάπτυξη περιοχών όπου η θραύση έχει ολοκληρωθεί με ταχύτετους ρυθμούς (Fast Fracture Surfaces – FFS) ενώ σημαντικά είναι και τα ποσοστά συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών με μορφολογία τύπου κοίτης ποταμού. Οι σχηματισμοί αυτοί συγκριτικά με τους αντίστοιχους του δοκιμίου το οποίο είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής 4 ώρες χαρακτηρίζονται από εντονότερο τοπογραφικό ανάγλυφο και μεγαλύτερο πλάτος έκτασης (Εικόνα 146).





Εικόνα 147: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων) των θραυσιγενών επιφανειών συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 με προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος για συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης 80 mA/cm² και 4 ώρες

Στα δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στις πιο ακραίες – εντατικοποιημένες συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm² – 4 ώρες) παρατηρείται ιδιαίτερα αυξημένος κλασματικός όγκος συμμετοχής των ψαθυροποιημένων περιοχών και μείωση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης. Αναφέρεται ότι στην περίπτωση αυτή η θραύση έχει πραγματοποιηθεί εντός της περιοχής της ζώνης ανάδευσης, στο τμήμα που βρίσκεται πλευρικά της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης του κραματικού συστήματος AA6082 – T6. Σε χαμηλή μεγέθυνση και χαμηλό βάθος πεδίου (depth of field) διαπιστώνεται η εκτεταμένη ανάπτυξη τοπολογιών αγκίστρωσης των επιπέδων εύκολης ολίσθησης, οι οποίες επαναλαμβάνονται βηματικά λαμβάνοντας μια μορφή η οποία προσομοιάζει σε ‘σκάλα’ (stair-like morphology of slip tracing effect). Το φαινόμενο αυτό λαμβάνει τόσο μεγάλη έκταση στη ζώνη ανάδευσης καθώς εντός αυτής πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση μεταξύ των πεδίων διατμητικής παραμόρφωσης, τα οποία οδηγούν στην ανάπτυξη υποδομής (substructure with subtwain and subgrain boundaries) και των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (shear localization and fracture along deformation substructure features due to electrodiffusion effect) [338]. Ακόμη εμφανής είναι και ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών με μορφολογία πριονωτών οδοντώσεων περιμετρικά των κορυφογραμμών απόσχισης (saw-teeth shape along cleavage ridges) [337]. Επιπρόσθετα ως ιδιαίτερα αυξημένη κρίνεται και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μετώπων απόσχισης (smooth cleavage facets) καθώς και των περιοχών με μορφολογία τύπου ‘κοίτης

ποταμού' (river pattern). Οι τελευταίοι ψαθυροποιητικοί σχηματισμοί προσδιορίζονται από αυξημένο μέσο πλάτος ανάπτυξης και μη – γραμμική πορεία διάδοσης, ενώ στις παρυφές αυτών παρατηρείται η εκδήλωση του φαινομένου της συνένωσης των μικροκενών (microvoid coalescence effect). Όπως γνωστοποιείται στη διεθνή ερευνητική κοινότητα τόσο η συνένωση των μικροκενών όσο και η διάδοση των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων εμφανίζεται στα σημεία όπου λαμβάνει χώρα η συνένωση των διασταυρούμενων ζωνών ολίσθησης (void widening and microcracking nucleation along intersecting slip lines), αφού εκεί πραγματοποιείται η σύγκλιση των εντατικών και των παραμορφωσιακών πεδίων με διαφορετική κατεύθυνση, υπό την ταυτόχρονη διακύμανση της τοπικής συγκέντρωσης τόσο του διαχεόμενου όσο και του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου και την συμβολή περιοχών με υψηλή πυκνότητα σφαλμάτων επιστοίβασης και ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών [146, 339]. Τέλος οι περιοχές με όλκιμο χαρακτήρα προσδιορίζονται από ιδιαίτερα μειωμένες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης επί του συνόλου της θραυσιγενούς επιφάνειας και περιλαμβάνουν ρηχούς και πεπλατυσμένους κρατήρες με ανομοιογενή κατανομή ως προς το μέσο ανάπτυξης αυτών (Εικόνα 147).

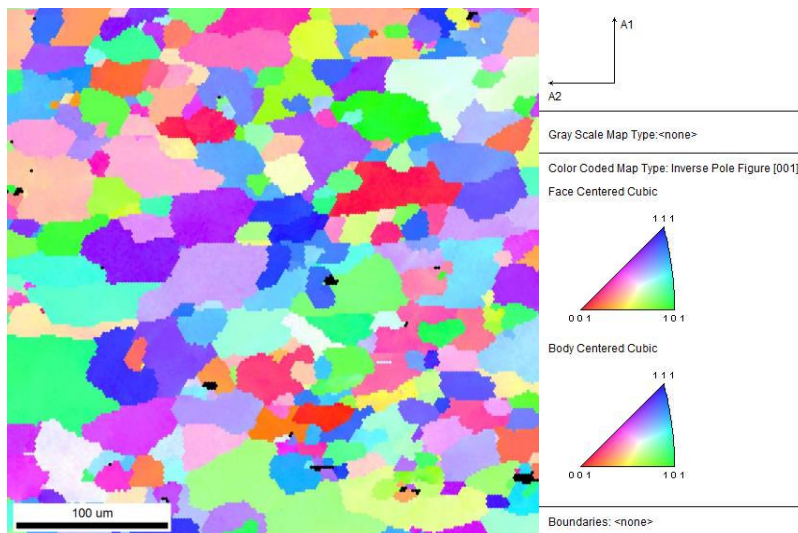
2.29 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΙΚΟΥ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ AA6082-T6 ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ FSW AA5083-AA6082 ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ EBSD ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ 80 mA/cm², 4 ΩΡΕΣ ΚΑΙ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΦΟΡΤΙΣΗ ΧΑΜΗΛΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΠΑΡΑΜΟΡΦΩΣΗΣ

Οι πειραματικές αυτές δοκιμές πραγματοποιήθηκαν στο Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων (ΕΛΚΕΜΕ), μέσω Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης SEM FEI XL40SFEG συνδεδεμένου με κάμερα EDAX Hikari XP και άμεση υποστήριξη από λογισμικό μοντέλο TEAM. Επιπρόσθετα στην επιφάνεια των υπο μελέτη δοκιμών ορίσθηκε η διεύθυνση της έλασης (deformation axis) να συμπίπτει με την TD – tilt direction- και η κάθετη διεύθυνση σε αυτή με την ND –normal direction-. Η χαρτογράφηση της κάθε αναλυόμενης περιοχής έλαβε χώρα με χρήση εξαγωνικού πλέγματος, επιβαλλόμενη τάση 20kV, και απόσταση δείγματος από την στήλη του μικροσκοπίου 12 mm, ενώ το δείγμα είχε ήδη τοποθετηθεί με κατάλληλη κλίση γωνίας 70°. Ακόμη κρίθηκε αναγκαίο να χρησιμοποιηθεί φίλτρο καθαρισμού των δεδομένων λήψης αναφορικά με τη γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (grain dilation). Τα αποτελέσματα τα οποία παρατίθενται στη συνέχεια έχουν ληφθεί με βήμα σάρωσης του οργάνου 0.03 μm (stepsize) και αναλυτική ικανότητα αυτού 0.2 μm (resolution). Η προετοιμασία της επιφάνειας των δειγμάτων διεξήχθη μέσω χρήσης ειδικής διάταξης ηλεκτρολείανσης και ηλεκτροστίλβωσης της Struers Lectropol-5 (electrolytic surface modification) αφού για τη λήψη υψηλής ποιότητας εικόνων απαιτείται η απουσία ανάπτυξης πεδίων τόσο μικροπλαστικής όσο και μακροπλαστικής παραμόρφωσης. Τέλος η μελέτη πραγματοποιήθηκε σε κάθετες τομές των δοκιμών καθώς κύριο στόχο της έρευνας αποτέλεσε η μελέτη της μεταβολής που υφίσταται ο μικρογραφικός ιστός στο εσωτερικό του υλικού μέσω της ανάπτυξης ηλεκτροπρωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (crystal rotation, nucleation and growth of hydrides, development of electroassisted microplastic strain fields).

Επίσης οφείλουμε να επισημάνουμε ότι αναφορικά με τον χαρακτηρισμό του μικροδομικού ιστού έπειτα από τη διεξαγωγή της ηλεκτροχημικής διέγερσης, επελέγη η μελέτη των δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί στις πιο ακραίες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης, καθώς αυτές συνδέονται με την

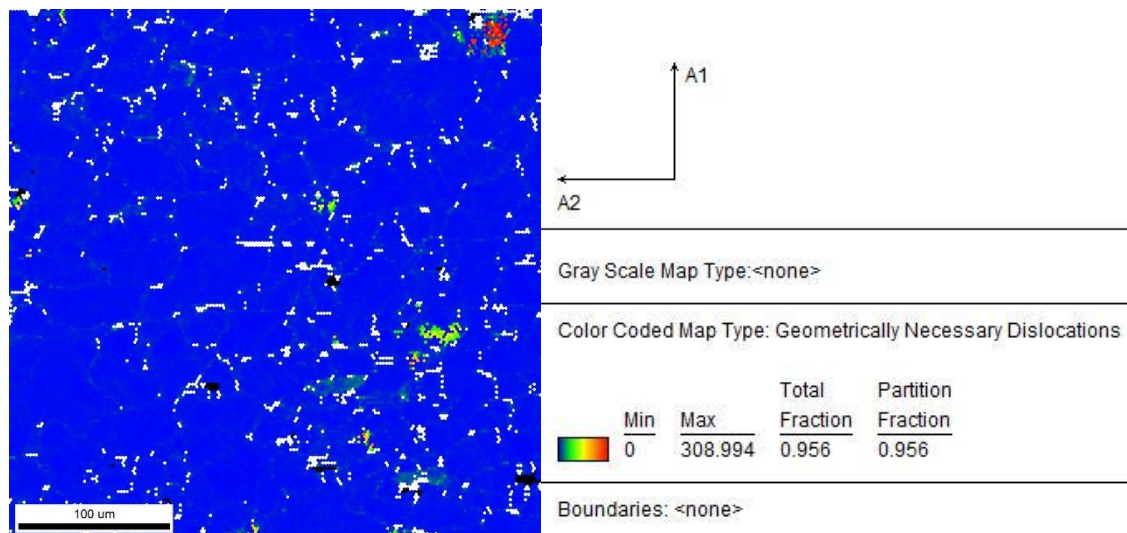
ισχυρότερη επίδραση ως προς τα μεταλλουργικά χαρακτηριστικά, τη φυσικοχημεία των διεπιφανειών, τα θερμοδυναμικά και ηλεκτροκινητικά μεγέθη και τις μηχανικές ιδιοότητες. Τέλος δεν μελετήθηκε ο μικρογραφικός ιστός του ενδοτραχυμένου κράματος AA5083-H111 έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτού στις δυσμενέστερες συνθήκες καθοδικής πόλωσης, καθώς η περιοχή αυτή δεν αποτέλεσε σε καμία περίπτωση πεδίο εκδήλωσης της θραύσης. Θα αποδοθεί λοιπόν ανάλυση για τα κραματικά συστήματα AA6082-T6 και της ζώνης ανάδευσης, διότι στο πρώτο λάμβανε χώρα η θραύση επανηλειμένα για όλες τις συνθήκες καθοδικής πόλωσης πλην των δυσμενέστερων και στο δεύτερο εκδηλώθηκε συστηματικά η αστοχία για τις ακρότατες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

2.29.1 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΘΕΡΜΙΚΩΣ ΚΑΤΕΡΓΑΣΜΕΝΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ AA6082-T6 ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΚΑΙ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΦΟΡΤΙΣΗ ΧΑΜΗΛΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΠΑΡΑΜΟΡΦΩΣΗΣ



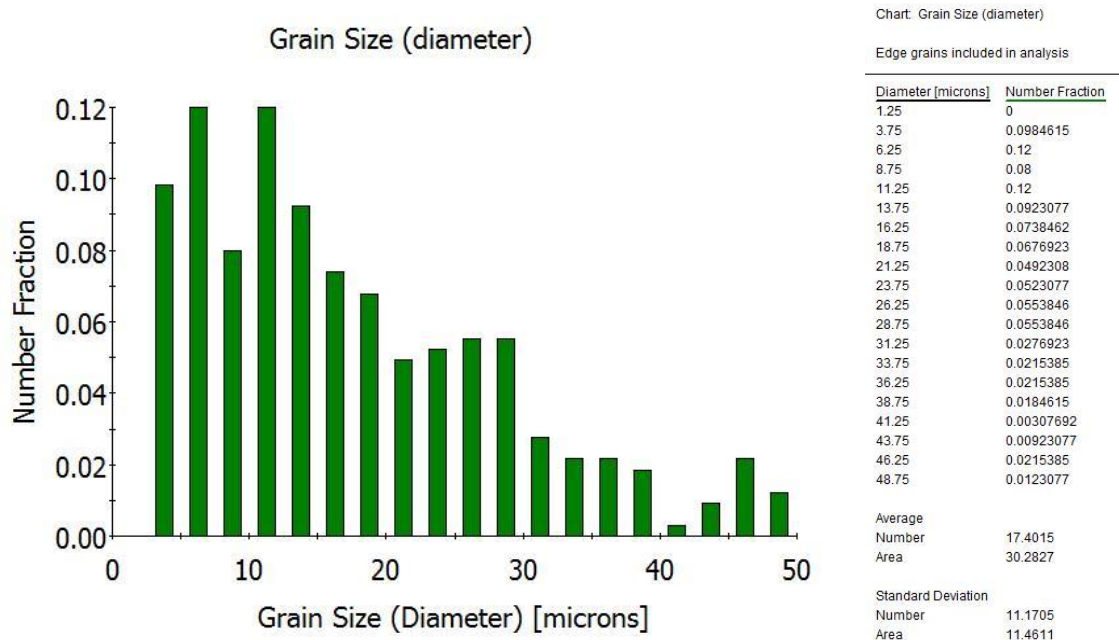
Εικόνα 148: Προτιμητέοι κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί ανάπτυξης για τη μητρική δομή του καθοδικά πολωμένου κράματος AA6082-T6

Η κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών για το κραματικό σύστημα AA6082 – T6 χαρακτηρίζεται από ισχυρή ανομοιογένεια λόγω της ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και της περιστροφής των κρυστάλλων κατά την προώθηση του ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου καθώς και λόγω της ετερογενούς κατακρήμνισης ομάδων φάσεων υδριδίων AlH_3 , τα οποία χαρακτηρίζονται από διεσταλμένο όγκο και περιμετρική ανάπτυξη μικρορωγμάτων. Οι μικροδομικές περιοχές όπου έχει συσσωρευθεί ατομικό υδρογόνο και έχει επέλθει υπερκορεσμός ως προς αυτό, εσωκλείουν ισχυρά εντατικά πεδία με αποτέλεσμα να παρεμποδίζουν και να μεταστρέφουν της πορεία της ολίσθησης, δημιουργώντας υψηλές γωνίες αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων και εκλεπτύνοντας κατά τόπους τη μικροδομή (lattice rotation, sliding path deflection and grain refinement due to sequential stress bands of absorbed hydrogen) [340, 341] (Εικόνα 148)



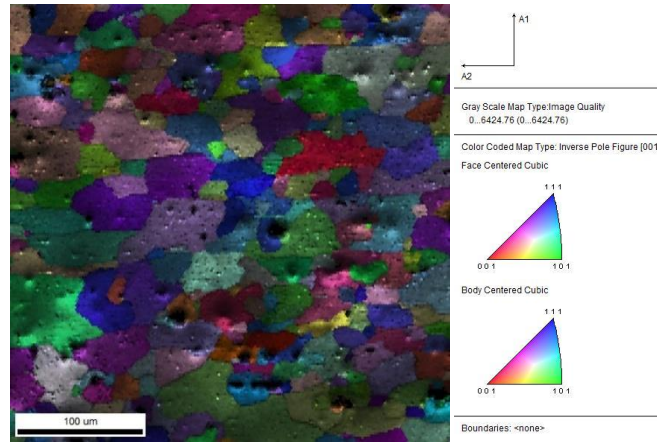
Εικόνα 149: Κατανομή και πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων διαταραχών εντός της μητρικής δομής του καθοδικά πολωμένου κράματος AA6082-T6

Στην παραπάνω εικόνα αποδίδεται η χαρτογράφηση των ετερογενώς κατανεμημένων μικροδομικών περιοχών με υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής δικτύων διαταραχών, έπειτα από τη διεξαγωγή ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης. Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών σε συγκεκριμένες τοπολογίες (μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των υδριδίων, της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης, των ομάδων φάσεων στερεοποίησης και της μητρικής δομής) κρίνεται ως ιδιαίτερα αυξημένη καθώς η ελεύθερη αναδιάταξη αυτών εντός της υδρογονωμένης μητρικής δομής καθίσταται ισχυρά παρεμποδιζόμενη (the electropolarization field impedes the rearrangement – reconstruction of dislocation networks). Τα δίκτυα αυτά των διαταραχών κατά τη διάρκεια της ηλεκτροδυναμικής πόλωσης αποτέλεσαν ενεργά κανάλια διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και οδήγησαν στο σχηματισμό περιοχών με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων λόγω της εντοπισμένης συσσώρευσης παραμορφωσιακών πεδίων. Οι περιοχές λοιπόν με τις ιδιαίτερα αυξημένες πυκνότητες επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών δεν δύναται να αναλυθούν κατά τη βηματική σάρωση του οργάνου λόγω της υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας που τις χαρακτηρίζει, με αποτέλεσμα να παραμένουν ως άσπρες κηλίδες επί της εικόνας (Εικόνα 149).



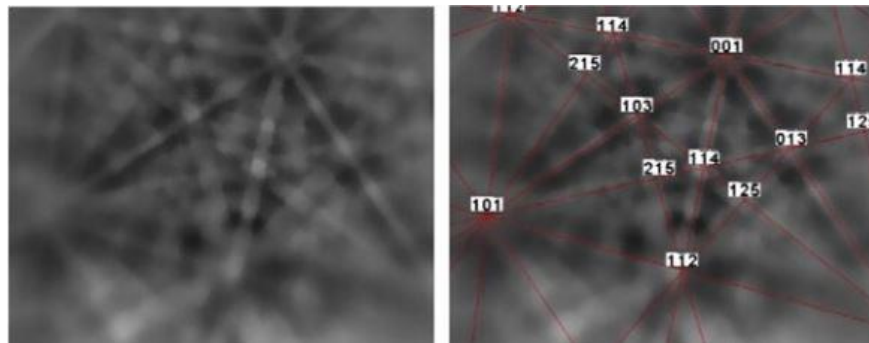
Εικόνα 150: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής φάσης σε καθοδικά πολωμένο δοκίμιο κράματος AA6082-T6

Στην παραπάνω εικόνα παρατίθεται το ραβδόγραμμα στατιστικής κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής φάσης κράματος AA6082 - T6, η οποία χαρακτηρίζεται από υπερκορεσμό σε διαλυτοποιημένο ατομικό υδρογόνο και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών και ατμοσφαιρών Cottrell. Συμπεριλαμβανομένης δε και της ταυτόχρονης κατακρήμνισης των ομάδων φάσεων υδριδίων, γίνεται αντιληπτός ο μηχανισμός διεξαγωγής της εκλέπτυνσης του μικροδομικού ιστού συγκριτικά με αυτόν του ίδιου κράματος χωρίς την επίδραση ηλεκτροδυναμικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου. Η κατά τόπους εκλέπτυνση της κρυσταλλικής δομής έχει ήδη αναφερθεί ότι σχετίζεται με την παρεμπόδιση της ολίσθησης και την περιστροφή συγκεκριμένων κρυσταλλογραφικών επιπέδων, λόγω της ανάπτυξης ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, περιμετρικά των οποίων αναπτύσσονται ισχυρά πεδία διατμητικών τάσεων και παραμορφώσεων (Εικόνα 150).



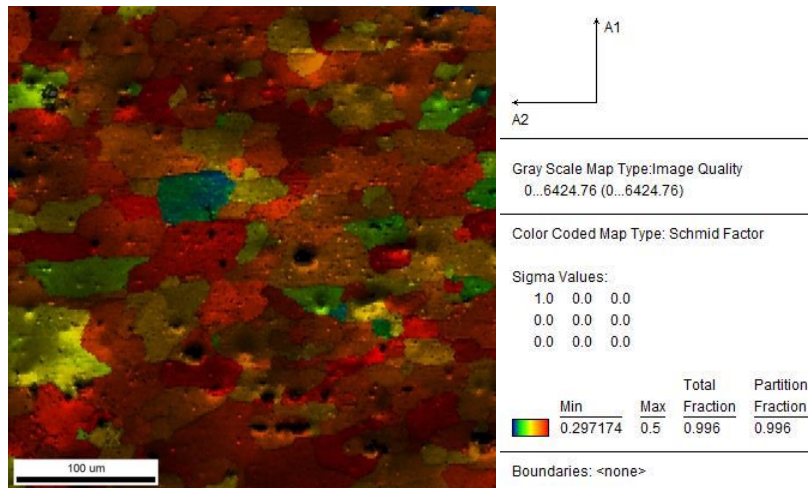
Εικόνα 151: Προτιμητέοι κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί ανάπτυξης για τη μητρική δομή καθοδικά πολωμένου κράματος AA6082-T6 σε περιοχή υψηλής πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου και υδριδίων

Στην παραπάνω εικόνα, μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler, γίνεται προσδιορισμός του βαθμού ετεροτροπίας και της διακύμανσης μεταξύ των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης σε περιοχή της καθοδικά πολωμένης μητρικής δομής, όπου παρατηρείται υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής υδριδίων. Οι ομάδες φάσεων υδριδίων χαρακτηρίζονται από διακυμαινόμενο μέσο μέγεθος ανάπτυξης καθώς κατανομονται μεταξύ πεδίων ισχυρού υπερκορεσμού (χονδροκρυσταλλική ανάπτυξη) και ηπιότερου υπερκορεσμού (λεπτοκρυσταλλική ανάπτυξη) εντός της μητρικής δομής. Η κατά τόπους διαβαθμισμένη συγκέντρωση του διαλυτοποιημένου ατομικού υδρογόνου καθώς και του μοριακού υδρογόνου στην παγιδευμένη του μορφή, είναι άμεσα συνυφασμένη με τις διαφορετικές τιμές του κλασματικού όγκου συμμετοχής των σφαλμάτων επιστοίβασης, των δικτύων των διαταραχών και των ομάδων φάσεων υδριδίων, φαινόμενα τα οποία αποδίδονται στη μη ομότροπη ανάπτυξη της γεωμετρίας των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Γίνεται λοιπόν εύκολα αντιληπτό ότι η ανομοιογενής κατανομή χονδροκρυσταλλικότερων και λεπτοκρυσταλλικότερων ομάδων φάσεων υδριδίων εντός μικροδομικών περιοχών με διαφορετική πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δομικών ατελειών, ενισχύει την ανισοτροπία σε ότι αφορά στα προτιμητέα επίδεδα κρυστάλλωσης και ολίσθησης εντός του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου (Εικόνα 151).



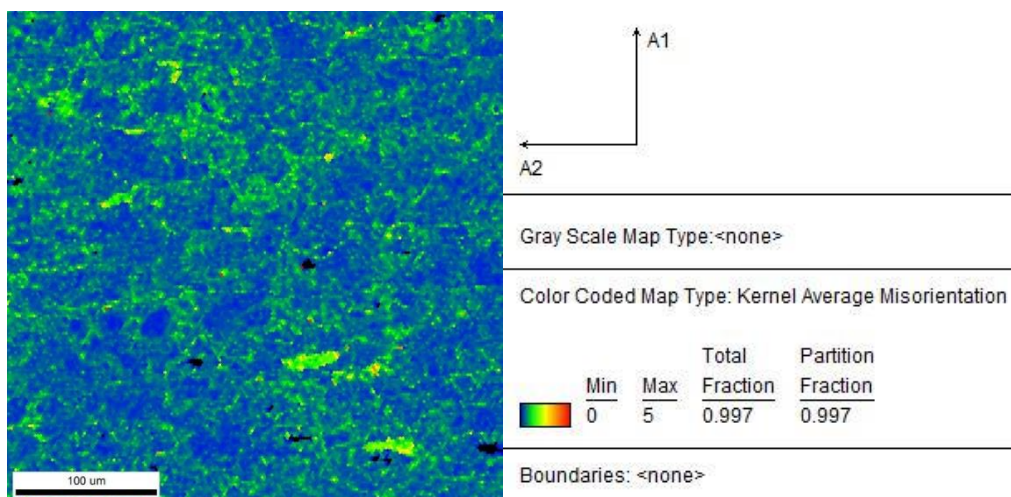
Εικόνα 152: Ταυτοποίηση μέσω κρυσταλλογραφικών προβολών Kikuchiυδριδίου με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3

Στην παραπάνω εικόνα παρουσιάζεται η στερεογραφική προβολή των κύριων επιπέδων κρυστάλλωσης ενός χονδροκρυσταλλικού υδριδίου με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3 , το οποίο έχει κατακρημνισθεί στην υπερκορεσμένη μητρική δομή του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου. Η τοπολογία κατακρήμνισής του είναι κατά μήκος του επιπέδου συνάφειας δύο κόκκων με διαφορετικό κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Οι κόκκοι αυτοί τόσο ενδοκρυσταλλικά όσο και περικρυσταλλικά χαρακτηρίζονται από υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Mg_5Si_6 . Γίνεται εμφανές λοιπόν ότι καταλύεται η ετερογενής πυρηνοποίηση και η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων επί των επιφανειών του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 , λόγω της αυξημένης πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών που τα χαρακτηρίζει. Επιπρόσθετα το έντονο τοπογραφικό ανάγλυφο από τον διεσταλμένο όγκο των υδριδίων προκαλεί ισχυρή υπέρθεση κατά τη συμβολή των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων με αποτέλεσμα η εικόνα που λαμβάνεται να είναι αστιγματική (Εικόνα 152).



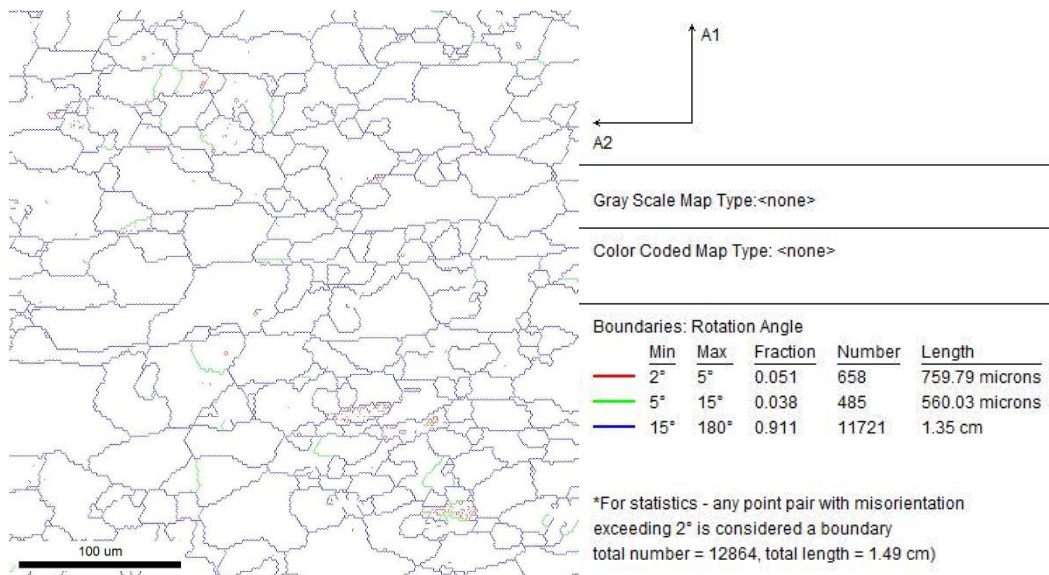
Εικόνα 153: Διακύμανση του συντελεστή Schmid εντός της μητρικής φάσης του καθοδικά πολωμένου κράματος AA6082-T6

Στην παρατιθέμενη εικόνα πραγματοποιείται η χαρτογράφηση της κατανομής και του εύρους διακύμανσης μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid εντός της υπερκορεσμένης μητρικής δομής, όπου έχει αναπτυχθεί υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων και φλυκταινών υδρογόνου. Η περιοχή αυτή χαρακτηρίζεται από ισχυρή ανισοτροπία μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid, γεγονός το οποίο αποδίδεται στην μη ομοιόμορφη διασπορά και αλληλεπίδραση μεταξύ των παραμορφωσιακών πεδίων (είτε μέσω της τοπικής ενισχυτικής υπέρθεσης είτε μέσω της αλληλοαναιρέσεως). Συνολικά λοιπόν το μεταλλουργικό αυτό σύστημα το οποίο έχει υποβληθεί σε θερμική κατεργασία γήρανσης και ηλεκτροχημική διέγερση εντός περιβάλλοντος υδρογόνου φαίνεται να έχει εξαντλήσει σε μεγάλο βαθμό τη δυνατότητα ανάληψης επιπρόσθετων μικρο ή μακρο πλαστικών πεδίων ολίσθησης, καθώς ο συντελεστής Schmid λαμβάνει ιδιαίτερα υψηλές τιμές για το μεγαλύτερο ποσοστό της επιφάνειας. Οι παραπάνω παρατηρήσεις συσχετίζονται με την τοπική υπέρβαση της τιμής του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (K_{Ic}) και την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης μέσω διάδοσης διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων με ασταθή ρυθμό (unstable crack growth) (Εικόνα 153).



Εικόνα 154: Χαρτογράφηση της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των διαφόρων κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων για το καθοδικά πολωμένο κράμα AA6082-T6

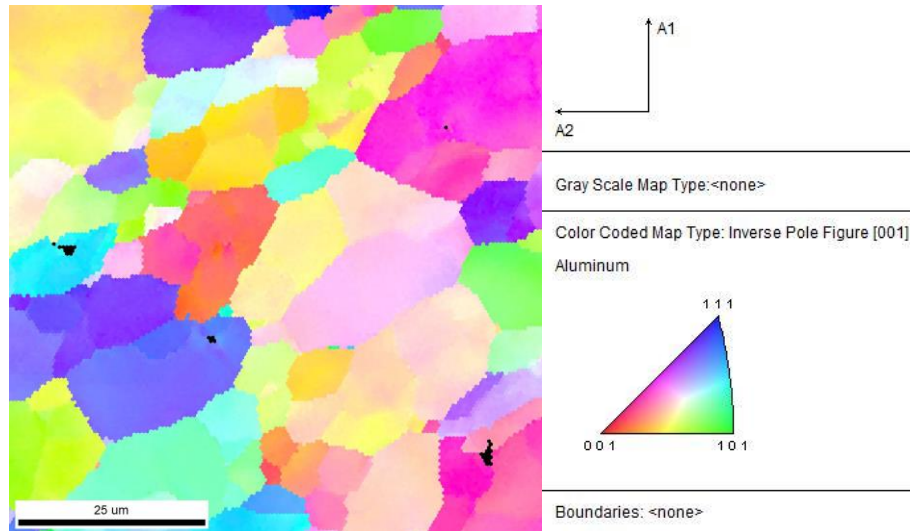
Στην παραπάνω εικόνα αποδίδεται η χαρτογράφηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης ορίων διασυνδεδετικής συνάφειας με μέση και υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγματικών επιπέδων (interphasial cohesive boundaries with medium or high misorientation angle distribution factor). Για το σύνολο του δοκιμίου παρατηρούνται αυξημένα ποσοστά συμμετοχής διεπιφανειών με μέση γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων. Ταυτόχρονα διακρίνεται και η τοπική συνεισφορά περιοχών με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας, οι οποίες σχετίζονται με τοπολογίες όπου η ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης Mg_5Si_6 έχει κατακρημνισθεί με υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής, λεπτοκρυσταλλική διάταξη και ετερογενή διασπορά. Από την άλλη πλευρά καθώς τα υδρίδια χαρακτηρίζονται από ελλειμματική συνοχή με το μητρικό πλέγμα είναι αναμενόμενο να αποδίδουν μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας με χαμηλή όμως γωνία αναντιστοιχίας (non coherent inter phase boundaries between hydrides and matrix), οι οποίες συμμετέχουν ως μαυρες περιοχές στο χάρτη. Έτσι λοιπόν καθώς η θερμική κατεργασία γήρανσης μέσω κατακρήμνισης και ο μηχανισμός της ηλεκτροκινητικής προώθησης των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού τείνουν να δημιουργήσουν στο μεταλλουργικό σύστημα πολλαπλά πεδία με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, το αποτέλεσμα αυτό έρχεται να επιδεινώσει και η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων, η οποία σχετίζεται με την τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων, των μικροπλαστικών παραμορφώσεων και των μερικών εσωτερικών πιέσεων. Σημειώνεται ακόμη ότι η θερμική κατεργασία γήρανσης έχει οδηγήσει σε τοπική αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών, στις διεπιφάνειες μεταξύ της μητρικής δομής και της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 , οι οποίες λειτουργούν ως τα ισχυρότερα ενεργειακά κέντρα παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (High Energy Deep Traps) και χαρακτηρίζονται από το χαμηλότερο φράγμα δυναμικού σε ότι αφορά στην πυρηνοποίηση και στην ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων (Εικόνα 154).



Εικόνα 155: Χαρτογράφηση της κατανομής της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων εντός της μητρικής δομής καθοδικά πολωμένου κράματος AA6082-T6

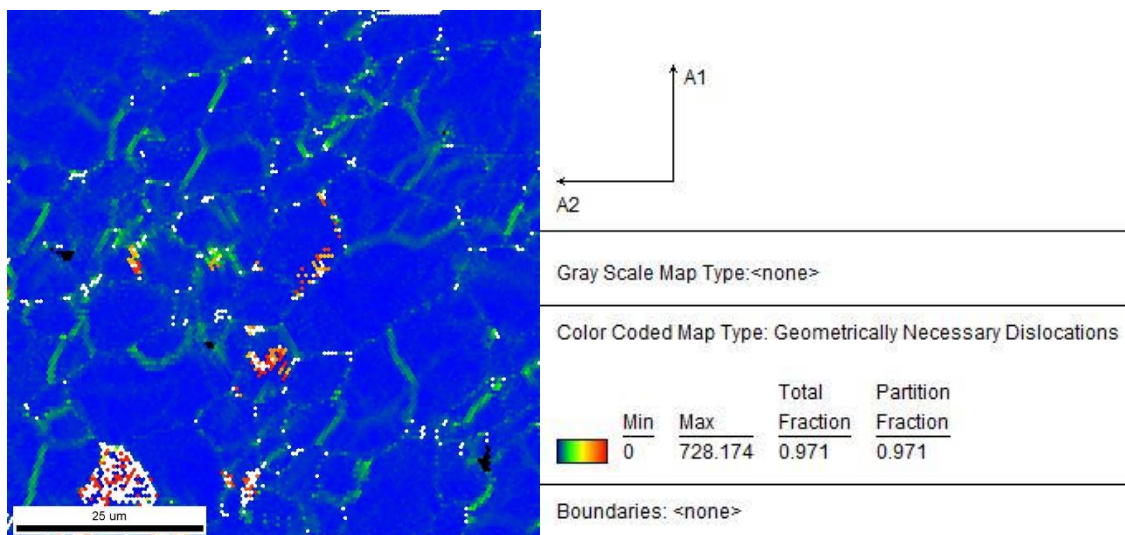
Στην παραπάνω εικόνα αποδίδεται η στατιστική κατανομή και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης ορίων κόκκων χαμηλής, ενδιάμεσης και υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων εντός της μητρικής περιοχής κράματος AA6082 – T6, έπειτα από την ανάπτυξη ηλεκτροδιεγερμένου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός αυτής. Συνολικά παρατηρείται ισοστάθμιση μεταξύ της ποσοστιαίας συμμετοχής περιοχών που χαρακτηρίζονται από όρια κόκκων μέσης και υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας έναντι αυτών που χαρακτηρίζονται από όρια κόκκων χαμηλής γωνίας αναντιστοιχίας. Ακόμη πρέπει να αναφερθεί ότι τα όρια κόκκων χαμηλής γωνίας αποτελούν τοπολογίες όπου δεν μπορεί να αναπτυχθεί ταυτόχρονα και με συνεργιστικό τρόπο η τοπική συσσώρευση δικτύων διαταραχών, ο υπερκορεσμός σε υδρογόνο και η κατακρήμνιση ομάδων φάσεων υδριδίων. Πρόκειται με λίγα λόγια για περιοχές του μεταλλουργικού συστήματος οι οποίες είναι απαλλαγμένες από φαινόμενα συγκερασμού των παραμορφωσιακών και των εντατικών πεδίων. Εμφανής καθίσταται επίσης και η δημιουργία νέων ορίων και υποορίων κόκκων λόγω της μερικής εκλέπτυνσης του μικροδομικού ιστού κατά τη διάρκεια της αλληλεπίδρασης του ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrokinetically assisted diffusion fronts) με το πεδίο των τάσεων και το μικρογραφικό ιστό. Επειδή η πυκνότητα έντασης ρεύματος της καθοδικής πόλωσης που έχει επιβληθεί στο κραματικό σύστημα είναι υψηλή γίνεται εύκολα κατανοητό ότι η ηλεκτροδυναμική προώθηση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου αποτελεί ένα ισχυρά εξαναγκασμένο φαινόμενο. Η παραπάνω παρατήρηση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι όσο ισχυρότερα είναι τα σημεία πέδησης που συναντάει η ροή των ατόμων υδρογόνου, σε θερμοδυναμικό και κινηματικό επίπεδο, τόσο μεγαλύτερη θα είναι η περιστροφή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος η οποία θα λάβει χώρα κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης και τόσο πιο απότομος ο αποχωρισμός μεταξύ δύο τμημάτων του ίδιου κρυστάλλου (crystal rotation and crystal fragmentation). Τέλος η μορφολογία των ορίων των κόκκων έχει μεταβληθεί αποκτώντας έντονες γωνιώδεις απολήξεις οι οποίες οφείλονται στην επίδραση του πεδίου κατανομής των τάσεων που συνοδεύει τη βηματική εισχώρηση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Εικόνα 155).

2.29.2 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟΥ ΙΣΤΟΥ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΕΝΤΟΣ ΤΗΣ ΔΥΝΑΜΙΚΑ ΑΝΑΚΡΥΣΤΑΛΛΩΜΕΝΗΣ ΜΗΤΡΙΚΗΣ ΔΟΜΗΣ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΚΑΙ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΦΟΡΤΙΣΗ ΧΑΜΗΛΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΠΑΡΑΜΟΡΦΩΣΗΣ



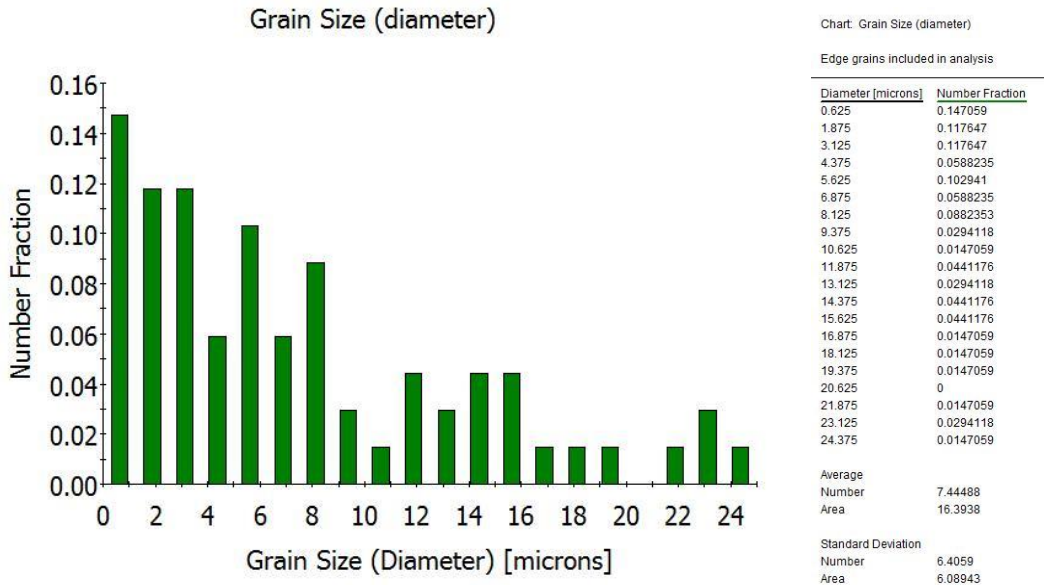
Εικόνα 156: Προτιμητέοι κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί ανάπτυξης για τη μητρική δομή της καθοδικά πολωμένης περιοχής της ζώνης ανάδευσης

Με βάση την παραπάνω εικόνα πραγματοποιείται μελέτη της διακύμανσης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής δομής στη ζώνη ανάδευσης, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση αυτής στις δυσμενέστερες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης. Η περιοχή αυτή όπως έχει ήδη ειπωθεί χαρακτηρίζεται από υψηλούς κλασματικούς όγκους συμμετοχής μεταξύ των κραματικών συστημάτων AA5083 - AA6082 εντός της δακτυλιοειδούς δομής, έπειτα από την ανάπτυξη ισχυρού πεδίου μεταβολής των διατμητικών τάσεων και παραμορφώσεων. Η χαρτογράφηση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών διεξάγεται μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler. Μέσω αυτής ταυτοποιείται έπειτα από την ανάπτυξη του ηλεκτροδιεγερμένου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και την κατακρήμνιση υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής υδριδίων, αύξηση της ετερογένειας των κύριων κρυσταλλογραφικών κατευθύνσεων των συστημάτων ολίσθησης. Η παραπάνω παρατήρηση στη ουσία αποδίδεται στη συνεργιστική δράση τόσο του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, η οποία διακριβώνεται μέσω της λεπτοκρυσταλλικότητας της διάταξης εντός της μητρικής φάσης, όσο και του εξαναγκασμένου φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης σε συνδυασμό με την εφελκυστική φόρτιση. Όλοι αυτοί οι παράγοντες συντελούν ώστε οι κόκκοι στην κάθετη διατομή του δοκιμίου να εμφανίζουν τάση να ολισθήσουν κατά τμήματα σε διαφορετικά κρυσταλλογραφικά επίπεδα (hydrogen assisted crystallographic rotation during slow strain rate tensile testing) (Εικόνα 156).



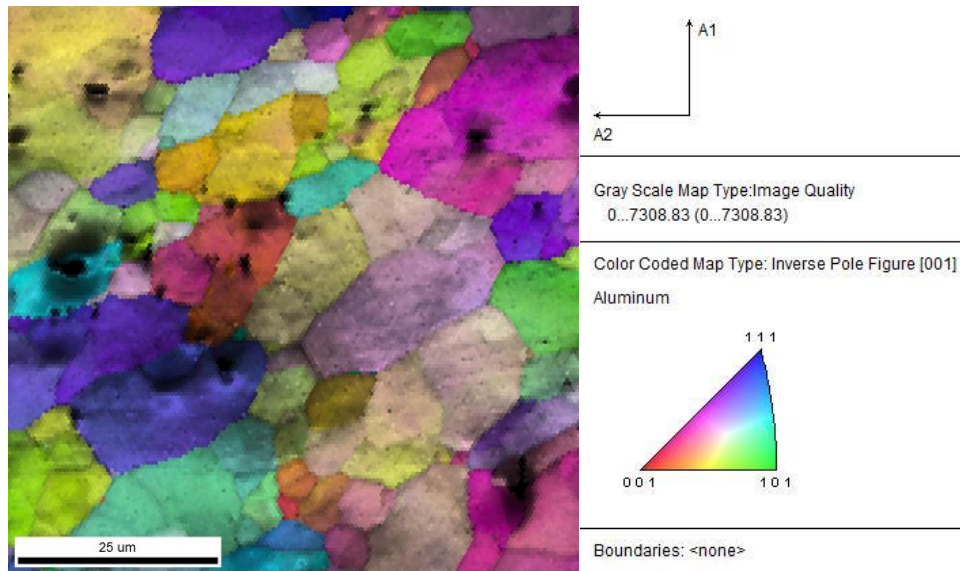
Εικόνα 157: Κατανομή και πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων διαταραχών εντός της καθοδικά πολωμένης μητρικής περιοχής της ζώνης ανάδευσης

Η παρατιθέμενη εικόνα αποδίδει τη χαρτογράφηση της χωρικής κατανομής και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών εντός της δυναμικά ανακρυσταλλωμένης και καθοδικά πολωμένης περιοχής της ζώνης ανάδευσης. Παρατηρείται ανομοιομορφία ως προς την κατανομή των περιοχών με υψηλή πυκνότητα δικτύων διαταραχών, οι οποίες αποτελούν ισχυρά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου και σημεία παρεμπόδισης ως προς την περαιτέρω μετανάστευση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Ως αποτέλεσμα των ανωτέρω προκύπτει η κατά τόπους ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων και η συνεπαγόμενη μεταβολή ως προς τη γεωμετρία και τη κλίση των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης καθώς και των ηλεκτροκινητικών μεγεθών που ελέγχουν τη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου. Τέλος οι περικρυσταλλικές περιοχές της δυναμικά ανακρυσταλλωμένης μητρικής δομής χαρακτηρίζονται από σχετικά αυξημένη πυκνότητα διαταραχών καθώς αποτελούν ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές όπου λαμβάνει χώρα το φαινόμενο της επανακατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Το ενδιάμεσο αυτό μετασταθές κατακρήμνισμα επανακατακρήμνίζεται σε περιορισμένα κλάσματα όγκου συμμετοχής, με πολύ λεπτοκρυσταλλική διάταξη, δημιουργώντας νέα τοιχώματα αντίφασης (antiphase boundaries) και σφάλματα επιστοιβάσης (stacking faults), επί των οποίων αλληλεπιδρούν τα δίκτυα των διαταραχών (interaction of dislocation networks). Καθώς τα εύκολα μετακινούμενα δίκτυα των διαταραχών (high mobility dislocation networks) αποτελούν ενεργά κανάλια διάχυσης γίνεται κατανοητό ότι η ροή του ατομικού υδρογόνου στη μονάδα του χρόνου θα είναι αυξημένη στις περιοχές αυτές με αποτέλεσμα να αναπτύσσεται σταδιακή συσσώρευση αυτού στα σημεία σύγκλισης των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης (terminal points of circumferential electro – diffusion fronts). Κατά συνέπεια παρατηρείται ετερογενής πυρηνοποίηση ομάδων φάσεων υδριδίων στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης και της μητρικής δομής (Εικόνα 157).



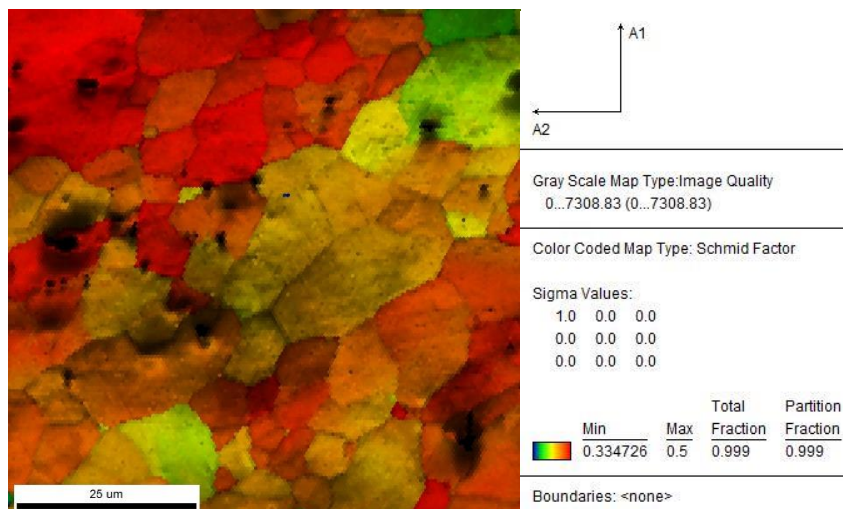
Εικόνα 158: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής φάσης στην καθοδικά πολωμένη περιοχή της ζώνης ανάδευσης

Στην εικόνα αυτή παρουσιάζεται η στατιστική κατανομή και η διασπορά του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων εντός της δυναμικά ανακρυσταλλωμένης μητρικής δομής της ζώνης ανάδευσης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτής στο δυσμενέστερο πεδίο συνθηκών της καθοδικής πόλωσης. Εντός του διατμησιακά παραμορφωμένου κρυσταλλογραφικού ιστού της ζώνης ανάδευσης, υπό τη συνδυασμένη ανάπτυξη ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και της εφελκυστικής φόρτισης, επιτείνεται η εκλέπτυνση των κόκκων, καθώς χαρτογραφούνται περιοχές με εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλική διάταξη. Η διασπορά στο μέσο μέγεθος της κρυστάλλωσης αποδίδεται στη διακύμανση που χαρακτηρίζει τα δύο κραματικά συστήματα (AA5083 και AA6082) που συμμετέχουν στη μητρική δομή, ως προς την χημική τους σύσταση, την ενδογενή και εξωγενή συσσώρευση σφαλμάτων επιστοιβάσης (superintrinsic and superextrinsic stacking faults), την απαιτούμενη ενέργεια ενεργοποίησης για τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών και το τοπικό χημικό δυναμικό (localized chemical potential) που επιδρά ως προς τη συνέχιση της ροής του πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και την εκπλήρωση της θερμοδυναμικής ισορροπίας για το σχηματισμό υδριδίων. Κατ' αυτό τον τρόπο η περιοχή που παρουσιάζει χαμηλότερο φράγμα δυναμικού για την έναρξη της δυναμικής ανακρυστάλλωσης καθίσταται και πιο επιρρεπής στην επίδραση του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου για τα υψηλότερα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Αυτό συμβαίνει διότι στη συγκεκριμένη περίπτωση αποκτά υψηλότερο συντελεστή βαρύτητας η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (hopping mechanism) σε περιοχές ορίων και υποορίων κόκκων υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, συγκριτικά με την ηλεκτροδιάχυση αυτών μέσω ενεργών διαύλων, όπως αποτελούν τα δίκτυα των διαταραχών (Εικόνα 158).



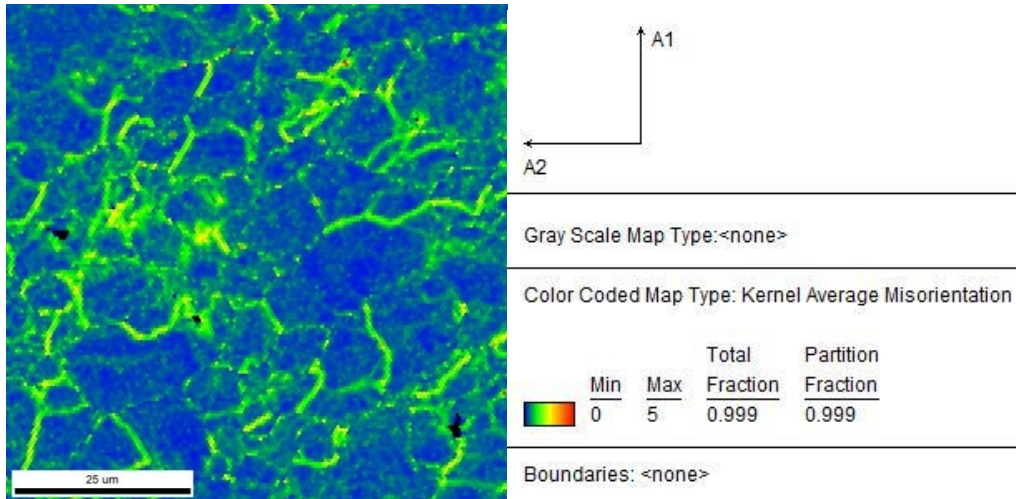
Εικόνα 159: Προτιμητέοι κρυσταλλογραφικοί προσανατολισμοί ανάπτυξης για τη μητρική δομή της καθοδικά πολωμένης ζώνης ανάδευσης σε περιοχή υψηλής πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου και υδριδίων

Με βάση την παρατιθέμενη εικόνα προσδιορίζεται η κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης εντός του δυναμικά ανακρυσταλλωμένου κρυσταλλογραφικού ιστού των δύο στερεών διαλυμάτων αντικατάστασης του αλουμινίου, μέσω χρήσης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler. Η αναλυόμενη περιοχή χαρακτηρίζεται από ετερογενή διασπορά και σχετικά υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων, κυρίως σε περικρυσταλλικές θέσεις και σε πεδία συσσώρευσης της επανακατακρημνισθείσας ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Οι περιοχές αυτές χαρακτηρίζονται από αυξημένη διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activity) και συνοδεύονται από αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου. Η ισχυρή κρυσταλλογραφική ανισοτροπία η οποία παρατηρείται δε σχετίζεται με τη παρουσία των ομάδων φάσεων υδριδίων, αλλά με τη μεταβολή του πεδίου των διατμησιακών τάσεων κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης και με το παραμορφωσιακό πεδίο το οποίο εισάγει η ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενη ροή του ατομικού υδρογόνου σε συνδυασμό με την εφελκυστική φόρτιση. Η εμβέλεια των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης που αναπτύσσονται λόγω της ροής του ατομικού υδρογόνου και της παγίδευσής του στη μοριακή του μορφή λαμβάνουν τιμές ικανές ώστε να επέλθει μερική μεταβολή του πεδίου των διατμησιακών τάσεων και να διασφαλισθεί ένα είδος μετασταθούς ισορροπίας. Καθώς η ηλεκτροδιάχυση αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μηχανισμό, είναι βέβαιο ότι επηρεάζεται σημαντικά από την ακολουθία και την αλληλεπίδραση μεταξύ των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης, τα οποία είτε ενισχύονται είτε αλληλοαναιρούνται (δημιουργώντας αναστροφές ροής) κατά τόπους μεταξύ τους. Όλα τα προαναφερθέντα στοιχεία επιδρούν καταλυτικά ως προς τη κατανομή των προτιμητέων επίπεδων κρυστάλλωσης και ολίσθησης, την εκλέπτυνση του μικροδομικού ιστού και την παραμόρφωση του πλέγματος (stretching and refinement of grain structure) (Εικόνα 159).



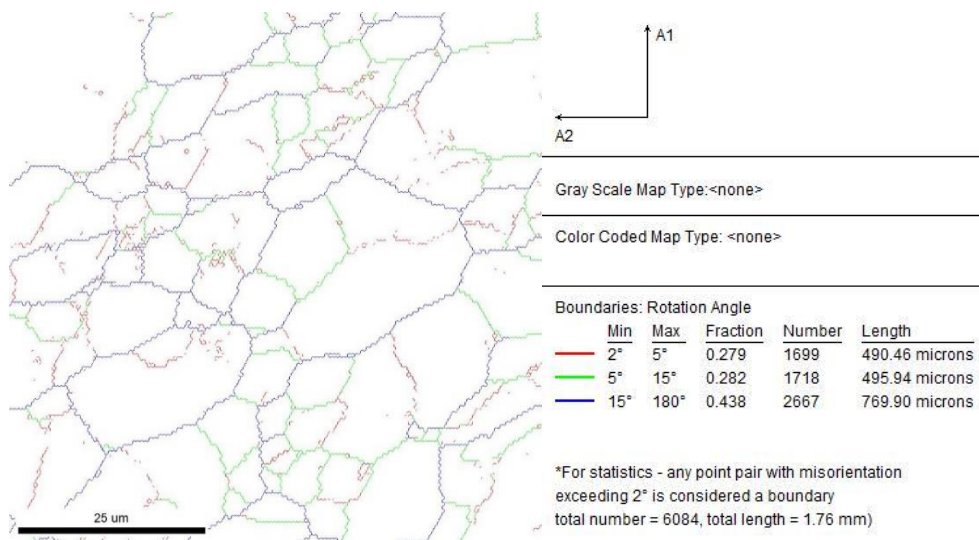
Εικόνα 160: Διακύμανση του συντελεστή Schmid εντός της μητρικής δομής της καθοδικά πολωμένης περιοχής της ζώνης ανάδευσης

Η παραπάνω εικόνα αποδίδει την κατανομή και το εύρος διακύμανσης μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid εντός της λεπτοκρυσταλλικής μητρικής δομής, η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής υδριδίων με διεσταλμένο όγκο και ανάπτυξη επιφανειακών μικρορωγματώσεων. Γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι η συγκεκριμένη περιοχή χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα υψηλή πυκνότητα μικροπλαστικών ζωνών ολίσθησης και παραμορφωσιακών πεδίων, κάτι το οποίο σχετίζεται με την εξαναγκασμένη φύση του μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης σε συνδυασμό τόσο με την άσκηση εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης όσο και με την ύπαρξη ισχυρών διατμητικών τάσεων εντός του πυρήνα της ζώνης ανάδευσης. Ο συντελεστής Schmid λαμβάνει κατά τόπους πολύ υψηλές τιμές, οι οποίες αποτελούν μία έμμεση απόδοση της εκδήλωσης του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω της ανάπτυξης ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Ταυτόχρονα όμως παρατηρείται περιορισμός σε ότι αφορά στη διασπορά του συγκεκριμένου μεγέθους, κάτι το οποίο συνάδει με το γεγονός ότι έπειτα από την εκδήλωση του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, της μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου υπό την παρουσία ηλεκτρικού πεδίου και της ανάπτυξης μικροπλαστικών ζωνών παραμόρφωσης κατά διάρκεια του εφελκυσμού, τελικά το μεταλλουργικό σύστημα τείνει να ισοσταθμίσει τα αποτελέσματα των παραπάνω δράσεων και να παρατείνει χρονικά την παραμικρή δυνατότητα ανάληψης φόρτισης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στον υψηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης και στη χαμηλή τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης που προσδιορίζουν τα κραματικά συστήματα AA5083 και AA6082 τα οποία συμμετέχουν σε διαφορετικά ποσοστά εντός της δακτυλιοειδούς δομής της ζώνης ανάδευσης (Εικόνα 160).



Εικόνα 161: Χαρτογράφηση της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των διαφόρων κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων για την καθοδικά πολωμένη περιοχή της ζώνης ανάδευσης

Μέσω της παρατιθέμενης εικόνας προσδιορίζεται η κατανομή και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των ορίων κόκκων με μέση και υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων εντός της δυναμικά ανακρυσταλλωμένης και καθοδικά πολωμένης μητρικής κυβικής δομής. Παρατηρείται ιδιαίτερα αυξημένη πύκνωση των περιοχών που χαρακτηρίζονται από υψηλό βαθμό αναντιστοιχίας (misorientation angle distribution factor), ιδιαίτερα σε περικρυσταλλικές τοπολογίες όπου ταυτοποιείται η ταυτόχρονη ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων και ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Το γεγονός αυτό συνάδει με την εκδήλωση του μηχανισμού ανάπτυξης στρεβλωτικών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης, η οποία επιτείνεται μετέπειτα από το συνδυασμό της εξαναγκασμένης ηλεκτροδιάχυσης ρών υψηλής συγκέντρωσης σε ατομικό υδρογόνο και της εφελκυστικής φόρτισης. Για να αποσβεσθεί και να εξισορροπηθεί αυτό το πεδίο των εκτεταμένων μικροπλαστικών παραμορφώσεων αυθόρμητα το μεταλλουργικό σύστημα αναδιατάσσει τις ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές των ορίων των κόκκων έτσι ώστε να φθάσει στη χαμηλότερη δυνατή τιμή της πρότυπης ελεύθερης ενθαλπίας (ΔG^0) προσεγγίζοντας μια θερμοδυναμική κατάσταση μετασταθούς ισορροπίας (metastable equilibrium condition) (Εικόνα 161).



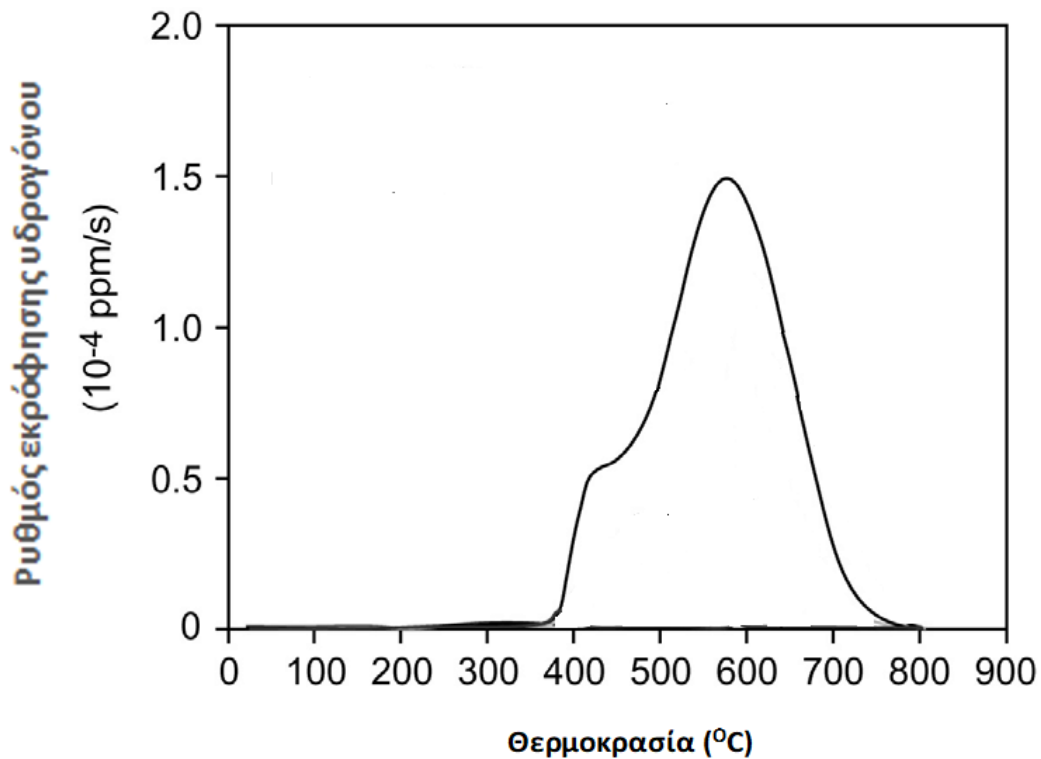
Εικόνα 162: Χαρτογράφηση της κατανομής της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων εντός της μητρικής δομής της καθοδικά πολωμένης περιοχής της ζώνης ανάδευσης

Στην παραπάνω εικόνα χαρτογραφείται η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης ορίων κόκκων με γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων μεγαλύτερης ή ίσης των 2°, των 5° και των 15°. Καταγράφεται αυξημένη ποσοστιαία συμμετοχή ορίων κόκκων χαμηλής και ενδιάμεσης γωνίας αναντιστοιχίας, γεγονός το οποίο σχετίζεται τόσο με τη διαδικασία διαλυτοποίησης της λεπτοκρυσταλλικής ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg₅Si₆ (όρια κόκκων με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας και εφελκυστικό πεδίο τάσεων), όσο και με την ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων (όρια κόκκων με χαμηλή γωνία αναντιστοιχίας και θλιπτικό πεδίο τάσεων). Το μεταλλουργικό σύστημα συνολικά χαρακτηρίζεται από σημαντική ανισοτροπία ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων και ως προς τα ποσοστά συμμετοχής και τη διασπορά ορίων κόκκων με χαμηλή και υψηλή γωνία αναντιστοιχίας, καθώς στοιχειοθετείται από δύο κραματικά συστήματα με διαφορετικό χημικό δυναμικό, κλασματικό όγκο συμμετοχής ατελειών, συντελεστή ενδοτράχυνσης και συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης. Η καθολική μείωση της ολκιμότητας η οποία παρατηρείται για το συγκεκριμένο μεταλλουργικό σύστημα έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση στις δυσμενέστερες συνθήκες καθοδικής πόλωσης, αποδίδεται πέρα από το εκτεταμένο βάθος διεΐσδυσης των ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μέτωπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και στο μηχανισμό της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Άλλωστε είναι σίγουρο ότι τα δύο αυτά ηλεκτροχημικά και θερμομηχανικά φαινόμενα δεν επιδρούν με τον ίδιο συντελεστή βαρύτητας ούτε λαμβάνουν τις ίδιες απόλυτες τιμές για τα δύο κραματικά συστήματα τα οποία στοιχειοθετούν τη δακτυλιοειδή δομή της ζώνης ανάδευσης (Εικόνα 162).

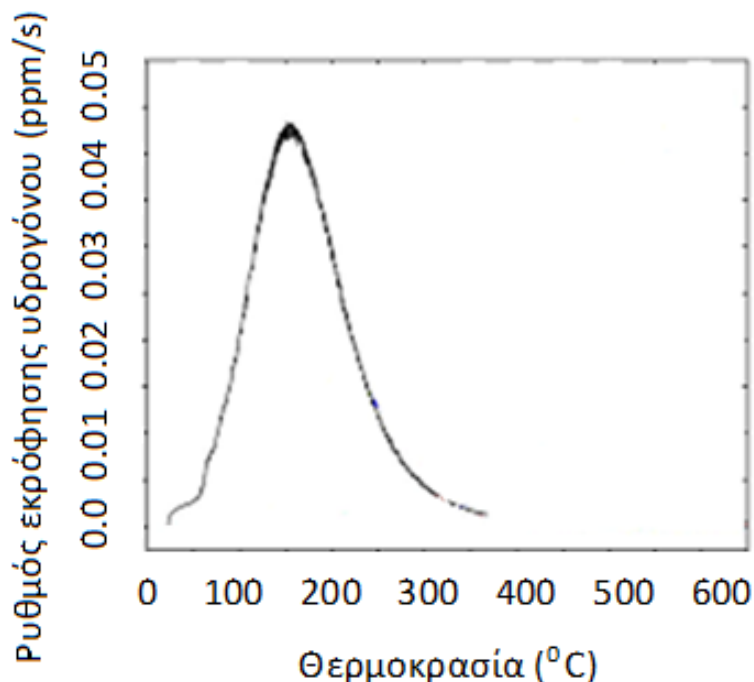
Βάσει των συγκριτικών στοιχείων ανάλυσης αναφορικά με τις κύριες δομικές μεταβολές που υφίσταται ο μικρογραφικός ιστός του εκάστοτε μεταλλουργικού συστήματος κατά τη μετάβαση από την αρχική κατάσταση (χωρίς την επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου) σε αυτήν έπειτα από την εφαρμογή των πιο δυσμενών συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης προκύπτουν τα ακόλουθα συμπεράσματα:

Η εισχώρηση του ηλεκτροκινητικά προωθούμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με την εξαναγκασμένη βηματική εξέλιξη του φαινομένου αυτού, οδηγεί συνολικά σε αύξηση της διακύμανσης μεταξύ των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης, ισχυρή διασπορά του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και ανάπτυξη υψηλής πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών (immobilized dislocation networks due to electrodynamic field).

2.30 ΜΕΤΡΗΣΗ ΠΑΓΙΔΕΥΜΕΝΟΥ ΜΟΡΙΑΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΥ ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ ΘΕΡΜΙΚΗΣ ΕΚΡΟΦΗΣΗΣ (THERMAL DESORPTION SPECTROSCOPY/TDS)



Εικόνα 163: Μελέτη μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό του κράματος AA6082 – T6, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση Ex-Situ με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου καθοδικής πόλωσης τις 4 ώρες.



Εικόνα 164: Μελέτη μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό της ζώνης ανάδευσης FSW AA5083 - AA6082, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση Ex-Situ με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου καθοδικής πόλωσης τις 4 ώρες.

Μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy) προσδιορίσθηκε η συγκέντρωση του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του θερμικά κατεργασμένου κράματος αλουμινίου AA6082 – T6 και της ζώνης ανάδευσης του συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 -AA6082, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες. Ο ρυθμός θέρμανσης ο οποίος εφαρμόσθηκε ήταν $0.17 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ και για το κραματικό σύστημα AA6082 – T6 μελετήθηκε το θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των $0 \text{ }^\circ\text{C}$ και των $800 \text{ }^\circ\text{C}$, ενώ για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης μελετήθηκε το θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των $0 \text{ }^\circ\text{C}$ και των $400 \text{ }^\circ\text{C}$. Πιο συγκεκριμένα για το μικροδομικό ιστό του κράματος AA6082 – T6 και για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης μετρήθηκε περιεκτικότητα παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου της τάξης των 3.2 ppm. Αντίστοιχα για το μικρογραφικό ιστό της ζώνης ανάδευσης συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 – AA6082 προσδιορίσθηκε περιεκτικότητα παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου 4.5 ppm. Κατά συνέπεια γίνεται κατανοητό ότι η δακτυλιοειδής δομή εντός της ζώνης ανάδευσης, η οποία στοιχειοθετείται από το δυναμικά ανακρυσταλλωμένο μίγμα των μητρικών φάσεων των κραμάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6 χαρακτηρίζεται από υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου τόσο χαμηλής όσο και υψηλής ενέργειας ενεργοποίησης (ιδιαίτερα στις διεπιφάνειες συνάφειας μη συνεκτικού τύπου μεταξύ των δύο διαφορετικών κραματικών συστημάτων). Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του θερμικά κατεργασμένου κράματος AA6082 – T6 χαρακτηρίζεται από μικρότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου πραγματοποιείται μέσω ενός μηχανισμού αλάτων και δεν παρεμποδίζεται λόγω παρένθεσης περιοχών με διαφορετικά ενδογενή φυσικοχημικά και μηχανικά χαρακτηριστικά (Εικόνες 163 – 164).

2.31 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Μικροδομικά χαρακτηριστικά και επιφανειακές ιδιότητες των αρχικών κραμάτων αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 καθώς και των επιμέρους ζωνών της ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083 – AA6082

- Σε ότι αφορά στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων των αρχικών κραμάτων αυτό προσδιορίστηκε ίσο με 35μm και 120μm για τα κραματικά συστήματα AA5083-H111 και AA6082-T6 αντίστοιχα. Επιπλέον παρατηρήθηκε σημαντική αύξηση των ανωτέρω τιμών εντός των θερμικά επηρεασμένων ζωνών μετά τη διεξαγωγή της συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 λόγω της ανάπτυξης υψηλού θερμοκρασιακού πεδίου και τη συνεπαγόμενη εκδήλωση φαινομένων αποκατάστασης (recovery). Έτσι το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της ΘΕΖ στην προωθούμενη πλευρά (AA5083-H111HAZ) μετρήθηκε ίσο με 42μm, ενώ για τη ΘΕΖ της υποχωρούσας πλευράς (AA6082-T6HAZ) βρέθηκε να είναι ίσο με 234μm. Τέλος, σε αντίθεση με ότι παρατηρήθηκε για τις υπόλοιπες ζώνες της συγκόλλησης, η ταυτόχρονη επιβολή υψηλών διατμησιακών παραμορφωσιακών πεδίων εντός της ζώνης ανάδευσης και η συνακόλουθη ανάπτυξη του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (dynamic recrystallization) οδήγησε στο σχηματισμό μίας εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλικής δακτυλοειδούς δομής (alternated semi circular banded structure), με τη συμμετοχή των δύο προς συγκόλληση κραμάτων (μεγαλύτερο ποσοστό του κράματος AA5083-H111 έναντι του AA6082 – T6) και μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων 9μm.
- Για το αρχικό κράμα AA5083-H111 ταυτοποιήθηκε η ύπαρξη εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος της ψαθυροποιητικής φάσης Al_3Mg_2 καθώς και των ομάδων φάσεων στερεοποίησης Al_6Mn και $\alpha Al(Fe, Mn, Cr, Si)$ μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS και της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ. Σε ότι αφορά στο κράμα AA6082-T6 η λεπτοκρυσταλλική ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης (ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα) Mg_5Si_6 ταυτοποιήθηκε μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ λόγω του υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής της ενώ ακόμη επιβεβαιώθηκε η ύπαρξή της και μέσω της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD). Τέλος η φάση ισορροπίας Mg_2Si έπειτα από τη διεξαγωγή των φαινομένων διαλυτοποίησης – επανακατακρήμνισης εντός της ζώνης ανάδευσης (dissolution–reprecipitation) ταυτοποιήθηκε έμμεσα μόνο μέσω της μείωσης της σκληρότητας, καθώς η ίδια χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής και ετερογενή διασπορά.

Επίδραση της καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος ως προς την επιφανειακή μικροσκληρότητα των αρχικών κραμάτων αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 καθώς και του σύνθετου κραματικού συστήματος της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW

- Αναφορικά με το κράμα AA5083-H111 συμπεραίνεται ότι για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης άνω των 2ωρών παρουσιάζεται πέδηση ως προς τη συνέχιση των μηχανισμών διεύδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Το παραπάνω συμπέρασμα μπορεί να αποδοθεί στο γεγονός ότι η επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm² για χρονική διάρκεια ηλεκτροχημικής διέγερσης μεγαλύτερης των 2 ωρών οδηγεί το μεταλλουργικό σύστημα σε υπερκορεσμό (supersaturation) αναπτύσσοντας ένα πεδίο

φραγμού (potential limit) για την περαιτέρω προώθηση των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με άμεση συνέπεια το σχηματισμό ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου, την αλληλεπίδρασή αυτών με τον πυρήνα των διαταραχών και την αύξηση της επιφανειακής σκληρότητας του μεταλλουργικού συστήματος. Εξαιτίας της συνεπαγόμενης ακινητοποίησης των δικτύων των διαταραχών (dislocation impingement by Cottrell atmospheres) η κινητική της ηλεκτροδιάχυσης αρχίζει να ελέγχεται πλέον όχι μέσω των διαταραχών αλλά μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων μεταξύ των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (hydrogenated vacancies). Αυτός είναι και ο λόγος για τον οποίο θεωρείται ότι η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το μεταλλουργικό σύστημα AA5083 – H111 είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μέχρι την οριακή τιμή των 50 mA/cm².

- Σε ότι αφορά στο θερμικά κατεργασμένο κράμα AA6082-T6 ο υψηλότερος ρυθμός αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας παρατηρείται κατά τη μετάβαση από τις 2 στις 8 ώρες χρονικής διάρκειας παραμονής εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm². Το δυσμενέστερο πεδίο συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης (80 mA/cm², 8 ώρες) οδηγεί στην ανάπτυξη εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής καθώς και σε αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής υδρογονωμένων ατελειών (πλεγματικά κενά, δίκτυα διαταραχών, σφάλματα επιστοιβασής, τοιχώματα αντίφασης), τα οποία σε συνδυασμό με τις ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου οδηγούν σε αύξηση της μικροσκληρότητας, του συντελεστή ενδοτράχυνσης και του ορίου διαρροής στις επιφανειακές στιβάδες του υλικού.
- Η μικροσκληρότητα της ζώνης ανάδευσης έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση λαμβάνει μονίμως ενδιάμεσες τιμές από ότι εκείνες των δύο αρχικών κραμάτων. Η συμπεριφορά αυτή είναι αναμενόμενη καθώς όπως έχει αναφερθεί το μεταλλουργικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης αποτελεί επί της ουσίας μία περιοχή μηχανικής ανάμειξης των δύο ανωτέρω κραμάτων. Μάλιστα, οι τιμές της μικροσκληρότητας της ζώνης ανάδευσης γειτνιάζουν περισσότερο με εκείνες του κράματος AA5083-H111 παρά του AA6082-T6. Το γεγονός αυτό μπορεί να εξηγηθεί από το μεγαλύτερο κλασματικό όγκο συμμετοχής του AA5083 εντός του κραματικού συστήματος της ζώνης ανάδευσης (≈ 65%) σε σχέση με αυτόν του AA6082 (≈35%) καθώς και από το ότι έχει επέλθει διαλυτοποίηση της κύριας ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης του κράματος AA6082-T6, καθιστώντας αυτό ως μικρότερη μονάδα επιρροής αναφορικά με την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη ανάπτυξη των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού.

Επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε υδρογονωμένο περιβάλλον ως προς το βάθος διείσδυσης και το συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός των αρχικών κραμάτων αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 καθώς και του σύνθετου κραματικού συστήματος της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082.

- Για το κράμα AA5083-H111 παρατηρείται αναφορικά με την αύξηση της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του υλικού και τη διεύρυνση του πεδίου της ηλεκτροδιάχυσης εντός του μικρογραφικού ιστού, ότι η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το σύστημα έως και τα 50 mA/cm² είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Για το συγκεκριμένο εύρος τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος το δεδομένο κράμα χαρακτηρίζεται, εν

συγκρίσει με τα υπόλοιπα κραματικά συστήματα, από υψηλότερη τιμή του συντελεστή διάχυσης, καθώς η ενδοτραχυμένη δομή λόγω της υψηλής πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών και μέσω των μηχανισμών HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) και AIDE (Adsorption-Induced Dislocation Emission) ευνοεί την ηλεκτροκινητική προώθηση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Αντιθέτως, με την υπέρβαση της τιμής των 50 mA/cm² η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου αυξάνουν εντονότερα με τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης για δεδομένη τιμή της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Το γεγονός αυτό οφείλεται στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της δημιουργίας υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών και ατμοσφαιρών Cottrell, παρεμποδίζοντας έτσι τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών και καθιστώντας τες πλέον μη ενεργά κανάλια διάχυσης (Immobilization of dislocation networks and deactivation of main diffusivity channels). Κατά συνέπεια η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (migration effect) εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος αρχίζει να λαμβάνει χώρα μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (hopping mechanism) ο οποίος είναι ισχυρά χρονοεξαρτώμενος.

- Όπως παρατηρήθηκε για το κράμα AA5083, με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης διαπιστώνεται συνεχής αύξηση του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και εντός της κρυσταλλικής δομής του κράματος AA6082-T6. Επιπρόσθετα τόσο η μικροσκληρότητα στις επιφανειακές στιβάδες του AA6082 όσο και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού κρίνεται ότι μεγιστοποιούνται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 80 mA/cm² ενώ ταυτόχρονα ο ρυθμός μεταβολής της αύξησης των ανωτέρω μεγεθών λαμβάνει τη μέγιστη τιμή του κατά τη μετάβαση από τα 50 στα 80 mA/cm². Τέλος, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² το κράμα AA6082-T6 χαρακτηρίζεται εν συγκρίσει με τα υπόλοιπα μεταλλουργικά συστήματα από υψηλότερο συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου καθώς η χονδροκρυσταλλική μητρική περιοχή επιδρά θετικά ως προς την ηλεκτροκινητική προώθηση των ροών ατομικού υδρογόνου μέσω των διευρυμένων περιοχών των ορίων των κόκκων. Άλλωστε όπως είναι γνωστό σε κρυσταλλικές δομές οι οποίες δε χαρακτηρίζονται από λεπτοκρυσταλλική διάταξη δεν παρατηρείται παρεμπόδιση της μετανάστευσης του υδρογόνου λόγω της ύπαρξης πολλαπλών σημείων 'συνεύρεσης' των ορίων των κόκκων (diminishing of electromigration phenomenon due to grain boundary cross effect).
- Για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έως και τα 50 mA/cm² η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το κραματικό σύστημα AA6082-T6 σε ότι αφορά στην επιφανειακή αύξηση της μικροσκληρότητας και στη διεύρυνση των ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου είναι η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αντίθετα, με την υπέρβαση των 50 mA/cm² η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου αυξάνουν περισσότερο με την πυκνότητα έντασης ρεύματος της καθοδικής πόλωσης για όλα τα πεδία τιμών της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

- Τέλος σε ότι αφορά στη ζώνη ανάδευσης εκείνη φαίνεται να παρουσιάζει υψηλούς συντελεστές διάχυσης για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, φαινόμενο το οποίο αποδίδεται στον αυξημένο βαθμό μεταστάθειας που χαρακτηρίζει τη δομή αυτή (ενεργειακά αναβαθμισμένη περιοχή) λόγω της παρατεταμένης επιβολής ισχυρών διατμησιακών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια της διεργασίας FSW. Επιπλέον, η ηλεκτροχημική απόκριση του δεδομένου κραματικού συστήματος δείχνει να ακολουθεί μέχρι τα 50 mA/cm² εκείνη του AA5083-H111 ενώ για υψηλότερα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης διαπιστώνεται ότι βάνει σύμφωνα με την ηλεκτροχημική συμπεριφορά του κράματος AA6082-T6. Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η δεδομένη περιοχή για όλες τις συνθήκες καθοδικής πόλωσης καθίσταται υποκινούμενη και ευαισθητοποιείται ηλεκτροδυναμικά κατά κύριο λόγο από την πυκνότητα έντασης ρεύματος, ενώ η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης επενεργεί μονάχα ως σταθεροποιητική ηλεκτροκινητική και ηλεκτροδυναμική παράμετρος.

Επίδραση της καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος ως προς την επιφανειακή τραχύτητα και την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου στα αρχικά κράματα αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 καθώς και στο σύνθετο κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης ανομοιογενούς συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082.

- Για το κραματικό σύστημα του AA5083-H111 παρατηρείται συνεχής αυξητική τάση ως προς την ανάπτυξη του επιφανειακού φαινομένου του blistering με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ενώ ο ρυθμός αυτής της αύξησης φαίνεται να μεγιστοποιείται κατά τη μετάβαση μεταξύ του πεδίου των τιμών των 50 και των 80 mA/cm². Αντίστοιχα συμπεράσματα εξάγονται και για την επίδραση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου ως προς την επιφανειακή τραχύτητα, η οποία λαμβάνει τη μέγιστη τιμή της για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ του πεδίου τιμών των 50 mA/cm² και των 80 mA/cm². Πιο συγκεκριμένα, για περιπτώσεις ηλεκτροχημικής διέγερση με πυκνότητες έντασης ρεύματος μέχρι τα 20 mA/cm² παρατηρείται φθίνον ρυθμός αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας καθώς ευνοείται κινητικά ο μηχανισμός της ηλεκτροδιάχυσης και παρεμποδίζεται το φαινόμενο της δημιουργίας φλυκταινών υδρογόνου. Αντιθέτως, για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερες των 50 mA/cm² αρχίζουν να επενεργούν οι μηχανισμοί πέδησης ως προς την εξαναγκασμένη ηλεκτροπροώθηση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Το στοιχείο αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι τα όρια κόκκων υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας (high misorientation angle boundaries) εντός της ενδοτραχυμένης μητρικής δομής ενεργοποιούνται και αρχίζουν να λειτουργούν ως παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού (high energy deep traps), ευνοώντας τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινητικά την επιφανειακή ανάπτυξη φλυκταινών υδρογόνου και οδηγώντας σε εκθετική αύξηση της επιφανειακής τραχύτητας.
- Σε ότι αφορά στο κραματικό σύστημα AA6082-T6 παρατηρείται για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης, ένας διαρκώς μειούμενος ρυθμός αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας, Ο ρυθμός αυτός είναι πολύ υψηλότερος κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 50 mA/cm² εν συγκρίσει με τον αντίστοιχο ο οποίος σημειώνεται κατά τη μετάβαση από τα 50 στα 80 mA/cm². Η παρατήρηση αυτή είναι αναμενόμενη καθώς στα 50 mA/cm² πραγματοποιείται

ηλεκτροκινητική αναστροφή (threshold of electrokinetic reversion) επί των μηχανισμών της ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically assisted diffusion fronts). Αποτέλεσμα των ανωτέρω είναι να ενεργοποιούνται ως κανάλια διάχυσης και φορείς μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου και τα όρια των κόκκων, τόσο χαμηλής όσο και υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων (grain boundary electro-migration effect), έτσι ώστε να αυξάνει το βάθος διείσδυσης και να μειώνεται η κινητική της ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου. Έτσι, παρόλο που ο ρυθμός αύξησης της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου μέχρι τα 50 mA/cm² είναι εξαιρετικά υψηλός, μετά τα 50 mA/cm² αναστρέφεται η ηλεκτροδυναμική – ηλεκτροκινητική απόκριση του συστήματος ως προς την εκδήλωση του επιφανειακού αυτού φαινομένου, με αποτέλεσμα να σημειώνεται συνεχώς πτωτικός ρυθμός της αύξησης αυτής.

- Για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης παρατηρείται ότι αυτό εμφανίζει την υψηλότερη κατ' απόλυτη τιμή επιφανειακή τραχύτητα και το μεγαλύτερο ρυθμό μεταβολής αυτής για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Επίσης η κινητική της αύξησης της επιφανειακής τραχύτητας παρουσιάζει ένα σχεδόν σταθερό ρυθμό μεταβολής για όλο το εύρος τιμών των επιβαλλόμενων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης. Η παραπάνω παρατήρηση είναι επίσης αναμενόμενη καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί το κραματικό αυτό σύστημα αποτελεί μία σύνθετη δομή στις ιδιότητες της οποίας συνεισφέρουν τα δύο αρχικά κράματα αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6. Όπως αναλύθηκε όμως προηγουμένως για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μέχρι τα 50 mA/cm² το κράμα AA5083-H111 παρουσιάζει χαμηλότερο ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής του τραχύτητας εν συγκρίσει με τις υψηλότερες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος, για τις οποίες αρχίζουν να επενεργούν οι κυριότεροι μηχανισμοί παρεμπόδισης ως προς την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Αντίθετα για το κράμα AA6082-T6 ο κινηματικός συντελεστής που ορίζει την ηλεκτροδιάχυση μεγιστοποιείται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος της τάξης των 80 mA/cm², οπότε και παρατηρείται μείωση του ρυθμού αύξησης της επιφανειακής του τραχύτητας. Έτσι η συνεργιστική δράση των δύο αντίστροφων αυτών ηλεκτροκινητικά φαινομένων εντός της δομής της ζώνης ανάδευσης καθιστά το ρυθμό αύξησης της επιφανειακής της τραχύτητας σχεδόν σταθερό. Τέλος αναφορικά με την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου, η ζώνη ανάδευσης φαίνεται να παρουσιάζει για όλες τις συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης ενδιάμεσες τιμές μεταξύ εκείνων των δύο αρχικών κραματικών συστημάτων.

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση χωρίς προγενέστερη επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης

- Για το δεδομένο κραματικό σύστημα προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 104,9 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 206,1 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 5,3 %. Όπως παρατηρείται όλα τα μηχανικά μεγέθη της συγκόλλησης χαρακτηρίζονται από τιμές σημαντικά χαμηλότερες από εκείνες των αρχικών κραμάτων. Πιο συγκεκριμένα, το όριο διαρροής της συγκόλλησης παρουσιάζει μείωση της τάξης του 35,9% και 62,8% συγκριτικά με το όριο διαρροής των κραμάτων AA5083-H111 και AA6082-T6 αντίστοιχα. Η μέγιστη εφελκυστική αντοχή του

συγκολλημένου δοκιμίου, χαρακτηρίζεται από μείωση της τάξης του 31,4% συγκριτικά με το κράμα AA5083-H111 και 37,54% αναφορικά με το κράμα AA6082-T6. Η μεγαλύτερη όμως ποσοστιαία μεταβολή, με πτωτικό ρυθμό φυσικά, αποδίδεται για το μέγεθος της επιμήκυνσης, το οποίο λαμβάνει τιμή 5,398% έναντι των 22,4% και 16% αντίστοιχα για τα μητρικά υλικά AA5083 – H111 και AA6082 – T6. Οι μειωμένες τιμές των κυριότερων μηχανικών μεγεθών της συγκόλλησης μπορούν να αποδοθούν στα φαινόμενα διαλυτοποίησης του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος Mg_5Si_6 , τα οποία λαμβάνουν χώρα εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης του κράματος AA6082-T6 (υποχωρούσα πλευρά), λόγω του υψηλού θερμοκρασιακού πεδίου που αναπτύσσεται κατά τη διάρκεια της άσκησης εκτεταμένων διατμησιακών παραμορφώσεων για τη διεξαγωγή της συγκόλλησης. Όπως έχει ήδη αποδοθεί μέσω παρατήρησης σε οπτικό μικροσκόπιο και με τη χρήση της Περιθλάσιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη της υποχωρούσας πλευράς της συγκόλλησης (AA6082-T6) λαμβάνει τιμή ίση με 234 μm , ιδιαίτερα δηλαδή αυξημένη σε σύγκριση με τα 120 μm που αντιστοιχούν στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής δομής του AA6082-T6. Σημαντικό όμως κρίνεται το ότι ταυτόχρονα με την πτώση του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής παρατηρείται και σημαντική μείωση της επιμήκυνσης έως τη θραύση. Είναι γνωστό ότι όσο μειώνεται η σκληρότητα και οι μηχανικές αντοχές ενός υλικού, αναμένεται συνήθως αύξηση της ολκιμότητάς του. Το γεγονός ότι στη συγκεκριμένη περίπτωση παρατηρείται σημαντική πτώση της ολκιμότητας μπορεί να αποδοθεί στην ετερογενή κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης, στη διακύμανση του συντελεστή ενδοτράχυνσης, του συντελεστή Schmid και της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης λόγω της μικροδομικής ανομοιογένειας που χαρακτηρίζει την περιοχή αυτή.

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και 4 ώρες

- Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 100,7 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 201,1 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 4,4 %. Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμίων τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 3,6 %, του 2,5 % και του 18,7 % αντίστοιχα.
- Η υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των παραπάνω δοκιμίων μπορεί να αποδοθεί σε έναν μικρομηχανισμό ψαθυροποίησης, ο οποίος σχετίζεται με την τοπική ενίσχυση της κινητικότητας των δικτύων των διαταραχών και ο οποίος βασίζεται στον περιορισμό των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των διαφόρων πεδίων συσσώρευσης των τάσεων και των παραμορφώσεων περιμετρικά των δομικών ατελειών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (Elastic shielding of stress centres/ H-Shielding). Αυτός ο μηχανισμός πιστεύεται ότι εκδηλώνεται στα κράματα αλουμινίου για τα χαμηλότερα πεδία τιμών των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, καθώς η μειωμένη σχετικά τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σχετίζεται με περιορισμένη έκταση των ηλεκτροπρωθυόμενων μετώπων

διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και με χαμηλή συγκέντρωση αυτού στις οκταεδρικές και τετραεδρικές θέσεις παρεμβολής καθώς και στα δίκτυα των διαταραχών. Το γεγονός αυτό καθιστά τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης ανεπαρκείς ως προς το σχηματισμό υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων, καθώς όπως έχει ταυτοποιηθεί και μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χτα υδρίδια δεν αναπτύσσονται σε ταυτοποιήσιμα ποσοστά για συνθήκες καθοδικής πόλωσης ηπιότερες των 50 mA/cm² και των 4 ωρών. Έτσι λοιπόν ακόμη και αν υπάρχουν περιορισμένα κλάσματα όγκου συμμετοχής λεπτοκρυσταλλικών και ετερογενώς κατανεμημένων υδριδίων εντός της μητρικής δομής, αυτά δεν κρίνονται ικανά να συνεισφέρουν στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων και των παραμορφώσεων (reinforcing superimposition of stress and strain fields), η οποία θα μπορούσε να οδηγήσει μεταγενέστερα στην αστοχία.

Συμπερασματικά, το κυριότερο αποτέλεσμα το οποίο επιφέρει η καθοδική πόλωση στις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης είναι η μείωση της ισχύος των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των διαταραχών, των ατμοσφαιρών Cottrell και των σημειακών ατελειών. Αυτή η μείωση των απωστικών αλληλεπιδράσεων (diminishing effect to repulsive reactions) ευνοεί την υπέρθεση των διαταραχών οι οποίες αναδιατάσσονται και ομαδοποιημένες πλέον (rearranged dislocation networks) μετακινούνται με ταχύτατους ρυθμούς κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης, ευνοώντας την έναρξη ρωγμάτωσης όταν συναντήσουν περιοχές όπου δεν έχει εκδηλωθεί ο συγκεκριμένος μηχανισμός. Τα παραπάνω έχουν ως αποτέλεσμα την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού, τόσο του ορίου διαρροής και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής, όσο και της επιμήκυνσης έως τη θραύση.

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και 2 ώρες

- Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίστηκε όριο διαρροής ίσο με 102,2 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 202,8 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 4,2 %. Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 2,2 %, του 1,6 % και του 22,1 % αντίστοιχα. Η παρατηρούμενη υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμών λόγω της καθοδικής τους πόλωσης εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής τις 2 ώρες μπορεί να αποδοθεί σύμφωνα και με τα αποτελέσματα της θραυστογραφικής μελέτης σε ένα μηχανισμό ανάπτυξης διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων οφειλόμενων στα ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού (Hydrogen Induced Cracking (HIC)). Η έκφραση του μηχανισμού αυτού σχετίζεται με τη δημιουργία εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κοιλοτήτων υψηλής συγκέντρωσης σε ατομικό υδρογόνο, οι οποίες αποτελούν εκτεταμένα πεδία ανάπτυξης υψηλών

εσωτερικών πιέσεων. Είναι γνωστό ότι όταν ένα κραματικό σύστημα εκτίθεται σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου, το ατομικό υδρογόνο προσροφάται από τοπολογίες με υψηλή διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activity) και διαχέεται μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων σε μεγαλύτερα βάθη. Η αυθόρμητη κίνηση των μετώπων διάχυσης μπορεί να διακοπεί από μικροδομικές ασυνέχειες, όπως αποτελούν τα πλεγματικά κενά, οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, τα όρια κόκκων ενδιάμεσης και υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, τα σφάλματα επιστοιβάσης και οι μικρορωγμές, τα οποία λειτουργούν ως σημεία παγίδευσης άλλοτε με υψηλή και άλλοτε με χαμηλή ενέργεια ενεργοποίησης. Στις τοπολογίες αυτές του μικρογραφικού ιστού, το ατομικό υδρογόνο μπορεί να επανασυνδεθεί προς σχηματισμό μοριακού υδρογόνου, το οποίο δε μπορεί να μεταναστεύσει και οδηγεί στην ανάπτυξη εξαιρετικά υψηλών εσωτερικών πιέσεων. Μακροσκοπική ένδειξη για τη δράση του συγκεκριμένου μηχανισμού αποτελούν κάποιες κυματοειδείς μικρορωγμές που αναπτύσσονται κάθετα ως προς την κατεύθυνση διάδοσης της κύριας ρωγμής στην επιφάνεια θραύσης των φλυκταινών υδρογόνου. Κινηματικά σε επόμενο στάδιο οι μικρορωγμές αυτές συνενώνονται μεταξύ τους, δημιουργώντας μια σειρά ρωγμών βηματοειδούς μορφής (stepwise cracking and crack coal essence).

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και 4 ώρες

- Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίσθηκε όριο διαρροής ίσο με 98,8 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 198,4 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 3,8 %. Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 5,5 %, του 3,8 % και του 29,6 % αντίστοιχα. Για τις δεδομένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης η σημαντική επιδείνωση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμών, η οποία παρατηρείται βάσει των αποτελεσμάτων των δοκιμών εφελκυσμού, αποδίδεται στο σχηματισμό ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 4 ώρες, τα υδρίδια που αναπτύσσονται χαρακτηρίζονται πλέον από ομοιογενή κατανομή, χονδροκρυσταλλικό μέσο μέγεθος και υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής (γι' αυτό και καθίστανται πλέον ταυτοποιήσιμα μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ). Επιπρόσθετα το γεγονός ότι η ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης (ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα) Mg₅Si₆ έχει διαλυτοποιηθεί κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης και αντ' αυτής έχει αναπτυχθεί η φάση ισορροπίας Mg₂Si, αποτελεί έναν επιπρόσθετο παράγοντα ο οποίος ευνοεί την ανάπτυξη των υδριδίων, η πυρηνοποίηση των οποίων καταλύεται στα ημισυνεκτικού διαφασικά όρια μεταξύ των φάσεων ισορροπίας και της μητρικής δομής (semi-coherent interphasial boundaries).

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και 2 ώρες

- Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίσθηκε όριο διαρροής ίσο με 85,7 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 181,3 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 2,25 % . Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 18 %, του 12,1 % και του 58,3 % αντίστοιχα. Όπως παρατηρήθηκε και μέσω της θραυστογραφικής μελέτης των καθοδικά πολωμένων δοκιμών σε συνθήκες ηλεκτροχημικής διέγερσης 80 mA/cm² και 2 ώρες, οι συμβαλλόμενοι μικρομηχανισμοί ψαθυροποίησης που λαμβάνουν χώρα είναι αυτοί της ρήξης της διασυνδεδετικής συνάφειας (Hydrogen Enhanced Decohesion (HEDE)) και της ενισχυμένης τοπικής πλαστικότητας λόγω της εισδοχής του υδρογόνου στον κρυσταλλογραφικό ιστό (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity - HELP). Ο πρώτος μηχανισμός σχετίζεται με τη μείωση της δύναμης συνοχής μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (reduction of cohesive strength) λόγω της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου σε ενεργειακά αναβαθμισμένες τοπολογίες του μικρογραφικού ιστού (με υψηλό φράγμα δυναμικού), όπως αποτελούν οι μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ του ενδιάμεσου μετασταθούς κατακρημνίσματος (Mg₅Si₆) και της μητρικής φάσης, οι ημι – συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των ομάδων φάσεων στερεοποίησης Al₆Mn, Al_x(Cr,Fe,Si,Mn)_y και της μητρικής δομής καθώς και τα όρια κόκκων και διδυμιών με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (grain and twin boundaries with high misalignment). Στις μικροδομικές αυτές περιοχές ευνοείται θερμοδυναμικά ο επανασηματισμός του μοριακού υδρογόνου, φαινόμενο το οποίο συνδέεται με την αύξηση των τοπικών μερικών πιέσεων και τη ρήξη της κρυσταλλογραφικής συνοχής του πλέγματος (crystal structure cohesivity). Ο δεύτερος μηχανισμός αφορά στην ανάπτυξη εξαιρετικά εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης λόγω της παρουσίας διαλυμένου υδρογόνου στον πυρήνα των διαταραχών (low core energy dislocation networks) και στα υποόρια κόκκων των διδυμιών (subtwin boundaries). Παρά το γεγονός ότι η έννοια της ενισχυμένης τοπικά πλαστικότητας έρχεται φαινομενικά σε αντιπαράθεση με τον όρο ψαθυροποίηση, καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι κάτι τέτοιο δεν ισχύει καθώς είναι γνωστό ότι η κατανομή του διαλυμένου υδρογόνου (το οποίο σχετίζεται με την εκδήλωση της μικροπλαστικότητας) εντός της δομής είναι εξαιρετικά ανομοιογενής (gradients and concentration profile evolution of dissolved hydrogen). Ο μικρομηχανισμός της ενισχυμένης τοπικά πλαστικότητας HELP βασίζεται στο γεγονός ότι για ένα εύρος θερμοκρασιών και επιβαλλόμενων ρυθμών παραμόρφωσης, η παρουσία του ατομικού υδρογόνου στο στερεό διάλυμα της μητρικής δομής οδηγεί σε αύξηση της ταχύτητας μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών. Η εξαιρετικά εντοπισμένη αυτή πλαστική παραμόρφωση σε μικροσκοπική κλίμακα πραγματοποιείται για τάσεις πολύ χαμηλότερες από το αρχικό όριο διαρροής του υλικού προκαλώντας έτσι σημαντική μείωση του μετρούμενου ορίου διαρροής. Το παραπάνω φαινόμενο έχει ως συνέπεια να εκδηλώνεται τελικά η αστοχία των μεταλλικών υλικών με όλκιμο τρόπο παρά το γεγονός ότι η μακροσκοπική παραμόρφωση παραμένει ασήμαντη. Αντιθέτως από μακροσκοπική σκοπιά, η αστοχία αυτού του είδους παρουσιάζεται ως ψαθυρού

τύπου, καθώς η συνολική μετρούμενη επιμήκυνση έως τη θραύση μειώνεται σημαντικά παρά την ανάπτυξη εκτεταμένης πλαστικής παραμόρφωσης σε μικροσκοπική κλίμακα.

Μηχανικές ιδιότητες και μηχανισμοί θραύσης των ανομοιογενών συγκολλημένων ελασμάτων AA5083/H111-AA6082/T6 μέσω της τεχνικής διά τριβής με ανάδευση έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος με συνθήκες καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² και 4 ωρών

- Για τη συγκεκριμένη περίπτωση μελέτης προσδιορίσθηκε όριο διαρροής ίσο με 82,6 MPa, μέγιστη εφελκυστική αντοχή ίση με 144,5 MPa και επιμήκυνση έως τη θραύση ίση με 1,1 %. Η σύγκριση των τιμών των μηχανικών αυτών μεγεθών με τα αντίστοιχα των δοκιμών τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση οδηγεί στο συμπέρασμα ότι το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή και η επιμήκυνση έως τη θραύση των καθοδικά πολωμένων δοκιμών παρουσιάζουν μείωση της τάξης του 21 %, του 29,9 % και του 79,4 % αντίστοιχα. Στην περίπτωση των συγκολλημένων δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του υδρογονωμένου περιβάλλοντος τις 4 ώρες παρατηρήθηκε πολύ ισχυρή υποβάθμιση των μηχανικών τους ιδιοτήτων, η οποία οφείλεται στη συνεργιστική δράση περισσότερων εκ του ενός μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης. Όπως έχει ήδη αναφερθεί, οι πιο ακραίες και εντατικοποιημένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης ενισχύουν το σχηματισμό υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων με σχετικά ομοιόμορφη διασπορά. Κατά συνέπεια μέσω της δεδομένης δράσης εξαλείφεται το φαινόμενο του υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε ατομικό υδρογόνο, με αποτέλεσμα να μην προβάλλεται πλέον συστηματική παρεμπόδιση ως προς τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών μέσω των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (V-H clusters) και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου. Επιπρόσθετα καθώς οι ομάδες φάσεων των υδριδίων χαρακτηρίζονται από μικρή γωνία αναντιστοιχίας με το μητρικό πλέγμα, λειτουργούν επιβοηθητικά ως προς την ανάπτυξη εντοπισμένης πλαστικότητας σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές του κρυσταλλογραφικού ιστού και την εμφάνιση τοπικής ολίσθησης (μηχανισμός HELP). Έτσι παρατηρείται τελικώς σημαντική μείωση τόσο του ορίου διαρροής όσο και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής (UTS). Επιπλέον η υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου οδηγεί στην ανάπτυξη πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων μορφολογίας τύπου μάτι ψαριού “fish eye”, έπειτα από τη διάρρηξή των οποίων πραγματοποιείται ισοστάθμιση των μερικών πιέσεων. Οι διακενώσεις αυτές χαρακτηρίζονται από γωνιώδεις απολήξεις, όπου λόγω της εκδήλωσης του φαινομένου της εγκοπής ιδιαίτερα κατά τη διάρκεια των δυναμικών φορτίσεων, πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης. Κατά συνέπεια ενισχύεται η ανάπτυξη δικτύων μικρορωγματώσεων η οποία συνδέεται με συστηματική μείωση της συνολικής ολκιμότητας του μεταλλουργικού συστήματος (μηχανισμοί HEDE και HIC). Η αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης τόσο των φλυκταινών υδρογόνου όσο και των μικρορωγματώσεων για το δεδομένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον αποτελεί πρωτίστως μονότονη συνάρτηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και δευτερευόντως της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

- Συνολικά, σε ότι αφορά στην ολκιμότητα των συγκολλημένων δοκιμίων μετά την καθοδική πόλωσή τους για χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 και τις 4 ώρες παρατηρείται ότι εκείνη παρουσιάζει συνεχή μείωση αυξανόμενης της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος. Η διαπίστωση αυτή αποδίδεται στο γεγονός ότι η αύξηση της πυκνότητας έντασης ρεύματος για σταθερή χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης οδηγεί σε διευρυμένη ανάπτυξη των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης και συνεπώς σε μεγαλύτερη τοπική συγκέντρωση τόσο του ατομικού όσο και του μοριακού υδρογόνου εντός της εξεταζόμενης κρυσταλλικής δομής. Επιπλέον από τα αποτελέσματα της παρούσας διδακτορικής διατριβής γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι σημαντικότερη επίδραση ως προς την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των συγκολλημένων δοκιμίων FSW AA5083 – AA6082 έχει η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έναντι της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Το παραπάνω στοιχείο συμπεραίνεται διότι μπορεί η αύξηση της πυκνότητας έντασης ρεύματος να απέδωσε παρεμφερή μείωση σε ότι αφορά στο όριο διαρροής με την αντίστοιχη της χρονικής διάρκειας παραμονής, παρόλα αυτά όμως κρίθηκε ότι προκαλεί σαφώς μεγαλύτερη επιδείνωση αναφορικά με τις λαμβανόμενες τιμές της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής και της επιμήκυνσης έως τη θραύση. Επιπλέον με βάση τους ποιοτικούς δείκτες της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των ψαθυροποιημένων περιοχών επί των θραυσιγενών επιφανειών των συγκολλημένων δοκιμίων, οι επιβαλλόμενες συνθήκες της καθοδικής πόλωσης εντός ηλεκτροχημικού περιβάλλοντος εμπλουτισμένου με υδρογόνο κατατάσσονται από τις ηπιότερες στις δυσμενέστερες ως ακολούθως: 1) 20 mA/cm² / 4 ώρες, 2) 50 mA/cm²/2 ώρες, 3) 50 mA/cm²/4 ώρες, 4) 80 mA/cm²/2 ώρες και 5) 80 mA/cm²/4 ώρες.
- Συμπερασματικά παρατηρήθηκε ότι για επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², 4 ώρες εντός του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του υδρογόνου ο μηχανισμός ψαθυροποίησης ο οποίος εκδηλώνεται στον μικρογραφικό ιστό του συγκολλημένου δοκιμίου είναι αυτός των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των ατελειών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (H-elastic Shielding). Αντίστοιχα για επιβαλλόμενο πεδίο τιμών ηλεκτροχημικής διέγερσης 50 mA/cm² και 2 ώρες, επικρατέστερος θεωρείται ως προς την εκδήλωση ψαθυροποίησης ο μηχανισμός της αύξησης της εσωτερικής μερικής πίεσης (Internal Pressure Theory), ο οποίος λειτουργεί συνεργιστικά με την ανάπτυξη επιφανειακών σχηματισμών τύπου φυσαλίδας (blistering effect) και τη διάδοση μικρορωγματώσεων (HIC). Για συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και 4 ώρες τα κυρίαρχα φαινόμενα που διέπουν την εκδήλωση της ψαθυροποίησης είναι η πυρηνοποίηση - ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων (hydride precipitation) με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃ και η μείωση της διασυνδεδετικής συνάφειας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (HEDE), λόγω της παγίδευσης μοριακού υδρογόνου σε περιοχές κατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg₅Si₆. Σε ότι αφορά στην ανάπτυξη ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 80 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες, στην περίπτωση παρατηρείται να ενισχύεται δραστικά η εκδήλωση της ψαθυρής συμπεριφοράς μέσω της ικανοποίησης δύο κυρίαρχων μηχανισμών, αυτού που σχετίζεται με τη ρήξη της κρυσταλλογραφικής συνάφειας λόγω του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (HEDE) και αυτού που ενισχύει την τοπική πλαστικότητα εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος μέσω της ανάπτυξης

μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και της αύξησης της ταχύτητας μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών (HELP).

Τέλος, στην περίπτωση εφαρμογής των πιο ακραίων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες εντός ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα, παρατηρήθηκε εκθετική αύξηση της εκδήλωσης φαινομένων ψαθυροποίησης, η οποία αποδίδεται στη συνεργιστική δράση των περισσότερων εκ των προαναφερθέντων μικρομηχανισμών (HELP, HEDE, HIC, blistering effect, hydride formation).

Μικροδομικός χαρακτηρισμός των αρχικών κραμάτων αλουμινίου AA5083-H111 και AA6082-T6 καθώς και της συγκόλλησης FSW μεταξύ αυτών μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD (Microtexture Analysis)

- Σε ότι αφορά στο αρχικό κράμα AA5083-H111 παρατηρήθηκε ισχυρή ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων, ενώ επιπλέον διαπιστώθηκε υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων στερεοποίησης $\text{Al}_x(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Cr}, \text{Si})_y$. Ακόμη ταυτοποιήθηκε κρυσταλλογραφικά η συμμετοχή της λεπτοκρυσταλλικής ψαθυροποιητικής φάσης Al_3Mg_2 καθώς και της φάσης στερεοποίησης Al_6Mn , η οποία έχει σφαιρική μορφολογία. Επιπλέον μέσω της χαρτογράφησης των επαναδιατεταγμένων και ανακατανεμημένων δικτύων των διαταραχών εντός της μητρικής περιοχής, συμπεραίνεται ότι η μητρική φάση λόγω του σχετικά υψηλού συντελεστή ενδοτράχυνσης και της χαμηλής τιμής της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης που τη χαρακτηρίζει συνοδεύεται από την ικανότητα ανάπτυξης εκτεταμένων μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης, μέσω της δυναμικών και συνεχόμενων φαινομένων της πολυγωνοποίησης και της αλληλοαναίρεσης που λαμβάνουν χώρα μεταξύ των διαταραχών. Η κατανομή και το εύρος διακύμανσης μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid σε γεινιάζοντες κόκκους εντός της πολυκρυσταλλικής εδροκεντρωμένης μητρικής δομής, αποδεικνύει ότι η τελευταία χαρακτηρίζεται από υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης λόγω της εκτεταμένης ενδοτράχυνσης στην οποία έχει υποβληθεί. Η τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των ορθών - διατμητικών τάσεων και των παραμορφώσεων η οποία έχει λάβει χώρα κατά τη διάρκεια έλασης έχει οδηγήσει στην αύξηση τόσο της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων (misorientation angle distribution factor) όσο και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης ορίων κόκκων υψηλής γωνίας (high angle grain boundaries).
- Αντίστοιχα το θερμικά κατεργασμένο κράμα αλουμινίου AA6082-T6 χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα ευμεγέθεις κόκκους με σημαντική ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και ανισοτροπία ως προς τη κατευθυντικότητα της κρυστάλλωσής τους. Επιπλέον για το δεδομένο μεταλλουργικό σύστημα ταυτοποιήθηκαν τα κύρια επίπεδα κρυστάλλωσης τόσο της μητρικής φάσης όσο και της λεπτοκρυσταλλικής ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 (ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα) μέσω κρυσταλλογραφικής στερεογραφικής προβολής (kikuchi pattern). Επιπλέον παρατηρήθηκε σχετικά υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δικτύων διαταραχών γεγονός το οποίο σχετίζεται άμεσα με την ομοιογένεια της διασποράς, το υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής και τη λεπτοκρυσταλλική διάταξη της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Επιπλέον, η κατανομή και η ένταση διακύμανσης μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid σε γεινιάζοντες κόκκους εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής μητρικής

περιοχής φανερώνει την ανάπτυξη πολλαπλών και ετερογενώς κατανεμημένων μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης. Τέλος, η στατιστική κατανομή και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των ορίων κόκκων χαμηλής, ενδιάμεσης και υψηλής γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων εντός της θερμικά κατεργασμένης μητρικής περιοχής αποδίδει την ιδιαίτερα αυξημένη συμμετοχή πεδίων με μέση γωνία αναντιστοιχίας πλέγματος και την ετερογενή κατανομή περιοχών με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας πλέγματος (σε τοπολογίες πυρηνοποίησης – ανάπτυξης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης ως αποτέλεσμα της θερμικής κατεργασίας γήρανσης).

- Μέσω μελέτης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών εντός της ζώνης ανάδευσης διαπιστώθηκε η ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική διάταξη αυτής και η κατά τόπους ομαδοποιημένη κρυστάλλωση κόκκων με κοινό κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό ανάπτυξης (packets of equal oriented grains). Επιπλέον, μέσω της παρατήρησης της κατανομής και του εύρους διακύμανσης μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid γειτονικών κόκκων εντός της λεπτοκρυσταλλικής και δυναμικά ανακρυσταλλωμένης μητρικής περιοχής κατέστη εμφανής η υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικροπλαστικών ζωνών ολίσθησης (microplastic sliding bands) και η μη ομότροπη αλληλεπίδραση μεταξύ των μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης (microplastic strain fields). Ως αποτέλεσμα των παραπάνω καταγράφεται το περιορισμένο δυναμικό αλληλοαναίρεσης ή απόσβεσης μεταξύ αυτών (annihilation and attenuation of microplastic fields) λόγω των διαφορετικών ενδογενών χαρακτηριστικών (συντελεστής ενδοτράχυνσης, συντελεστής ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης και κρίσιμη αναλυόμενη διατμητική τάση ολίσθησης) του κάθε κραματικού συστήματος που συμμετέχει εντός του μικροδομικού ιστού της ζώνης ανάδευσης. Παρατηρείται ακόμα εντός της σύνθετης αυτής μητρικής δομής πύκνωση των περιοχών που χαρακτηρίζονται από σχετικά υψηλό παράγοντα αναντιστοιχίας (misorientation factor), κάτι το οποίο αποδίδεται στην επίδραση του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης καθώς και στη συνεισφορά εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού δύο διακριτών μητρικών φάσεων. Τέλος η διαλυτοποίηση-επανακατακρήμνιση (dissolution-precipitation) της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 εντός της ζώνης ανάδευσης οδηγεί σε επαναδημιουργία διεπιφανειών υψηλότερης γωνίας αναντιστοιχίας στα σημεία επανακατακρήμνισης (τα οποία χαρακτηρίζονται από υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δικτύων διαταραχών και σφαλμάτων επιστοιβάσης). Παρατηρείται τέλος ότι τα εκ νέου διατεταγμένα όρια κόκκων υψηλής γωνίας αποτελούν ετερογενώς κατανεμημένα πεδία συσσώρευσης των δικτύων των διαταραχών (entanglement of dislocation networks), με αποτέλεσμα να προκαλούν πέδηση ως προς την μετακίνηση αυτών και ως προς την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη προώθηση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.
- Συγκριτικά για τα τρία εξεταζόμενα κραματικά συστήματα διαπιστώνεται ότι το μεγαλύτερο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων το παρουσιάζει το θερμικώς κατεργασμένο κράμα αλουμινίου AA6082-T6, ενώ το μικρότερο παρατηρείται για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης FSW AA5083/H111-AA6082/T6. Όσον αφορά στο μη θερμικά κατεργασμένο κράμα AA5083-H111, αυτό χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές του μέσου μεγέθους ανάπτυξης κόκκων. Αντίθετα, η μεγαλύτερη διακύμανση επί του μέσου μεγέθους των κόκκων αποδίδεται στο σύνθετο κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης, καθώς αυτό χαρακτηρίζεται από τη συμμετοχή δύο περιοχών διαφορετικής χημικής σύστασης. Έτσι η μία περιοχή παρουσιάζει χαμηλότερο ενεργειακό

δυναμικό (potential limit) για την έναρξη της δυναμικής ανακρυστάλλωσης σε σχέση με την άλλη, με αποτέλεσμα η θερμομηχανική αυτή μεταλλουργική διεργασία να μην ολοκληρώνεται στο ίδιο ποσοστό εντός των δύο περιοχών.

Μικροδομικός χαρακτηρισμός του κράματος αλουμινίου AA6082-T6 και της ζώνης ανάδευσης συγκολλημένου δοκιμίου FSW AA5083 –AA6082 μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD (Microtexture Analysis) έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με συνθήκες 80 mA/cm²- 4 ώρες και την εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης

- Σε ότι αφορά στο κράμα AA6082-T6 έπειτα από την επιβολή καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον υδρογόνου (80 mA/cm² και 4 ώρες) και την εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης παρατηρείται σημαντική μεταβολή της κατανομής των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών (crystal rotation). Επιπρόσθετα διαπιστώνεται αύξηση της ανομοιογένειας ως προς την κατευθυντικότητα της κρυστάλλωσης λόγω της ισχυρής επίδρασης του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, του υπερκορεσμού της μητρικής φάσης, της ετερογενούς διασποράς χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων AlH₃ και της κατανομής των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης. Επιπλέον, η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών σε συγκεκριμένες τοπολογίες (ημι - συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας των υδριδίων με την ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης) κρίνεται ιδιαίτερα αυξημένη καθώς η ελεύθερη αναδιάταξη αυτών εντός της υδρογονωμένης μητρικής κυβικής δομής χαρακτηρίζεται ως ισχυρά παρεμποδιζόμενη. Έπειτα από την επίδραση του ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενου μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου καθίσταται εμφανές ότι καταλύεται η ετερογενής πυρηνοποίηση και η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων επί των περατωτικών ορίων των κατακρημνισμάτων, τα οποία προσδιορίζονται και από υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης σε δίκτυα διαταραχών. Περιοχές με υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής ομάδων φάσεων υδριδίων χαρακτηρίζονται από ισχυρή ανισοτροπία μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid, γεγονός το οποίο αποδίδεται στη συνεχή αλληλεπίδραση, τη μη ομοιόμορφη εκτόνωση και την ανομοιογενή διασπορά μεταξύ των παραμορφωσιακών πεδίων. Επίσης η θερμική κατεργασία της γήρανσης μέσω της κατακρήμνισης και η ανάπτυξη ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης ατομικού υδρογόνου τείνουν να δημιουργήσουν στο φυσικοχημικό σύστημα πολλαπλά πεδία με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, αποτέλεσμα το οποίο έρχεται να αποσβέσει και να αμβλύνει η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων, η οποία αποδίδει συνολικά χαμηλές γωνίες αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων. Τέλος, σε ότι αφορά στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων γίνεται εμφανής η μερική εκλέπτυνση του μικροδομικού ιστού συγκριτικά με αυτόν του ιδίου συστήματος χωρίς τη συνεργιστική δράση καθοδικής πόλωσης εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης και της εφελκυστικής φόρτισης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης.
- Για το κραματικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης έπειτα από την καθοδική πόλωση σε ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο διάχυσης υδρογόνου και την εφελκυστική φόρτιση καθίσταται εμφανής η αύξηση της ετερογένειας μεταξύ των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών, γεγονός το οποίο αποδίδεται στη δράση του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, στον εξαναγκασμένο μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης και στην ανάπτυξη μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης. Παρατηρείται επιπλέον ετεροτροπία ως προς την κατανομή των περιοχών υψηλής πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης σε δίκτυα

διαταραχών έναντι αυτών της χαμηλής πυκνότητας εντός της σύνθετης μητρικής δομής. Το στοιχείο αυτό αποτελεί έμμεση ένδειξη, της χωρικής ανομοιογένειας και της διακυμαινόμενης έντασης που λαμβάνουν τα ηλεκτροπρωθούμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς τα ακινητοποιημένα δίκτυα των διαταραχών αποτελούν ισχυρές τοπολογίες πέδησης ως προς τη περαιτέρω μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου. Η συγκεκριμένη δομή χαρακτηρίζεται ακόμη από αυξημένη ποσοστιαία συμμετοχή ορίων κόκκων χαμηλής και ενδιάμεσης γωνίας, γεγονός το οποίο σχετίζεται τόσο με τη διαδικασία διαλυτοποίησης και επανακατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης, όσο και με την πυρηνοποίηση - ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων. Τέλος, με την επίτευξη του μέγιστου ελεύθερου μήκους διεύθυνσης του ατομικού υδρογόνου εντός του διατμησιακά παραμορφωμένου εδροκεντρωμένου κρυσταλλογραφικού πλέγματος και την εφαρμογή εφελκυστικής φόρτισης επιτείνεται η εκλέπτυνση του μικρογραφικού ιστού. Ταυτόχρονα παρατηρείται σημαντική αύξηση ως προς τη διασπορά του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων η οποία μπορεί να αποδοθεί στη διακύμανση που χαρακτηρίζει τα δύο κραματικά συστήματα που συμμετέχουν στο μικρογραφικό ιστό ως προς την χημική σύσταση και το χρονισμό εκδήλωσης του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (λόγω της διαφορετικής ποσοστιαίας συμμετοχής ενδογενούς και εξωγενούς συσσώρευσης σφαλμάτων – superintrinsic and superextrinsic stacking faults).

- Βάσει των συγκριτικών στοιχείων ανάλυσης αναφορικά με τις κύριες δομικές μεταβολές που υφίσταται ο μικρογραφικός ιστός του εκάστοτε μεταλλουργικού συστήματος κατά τη μετάβαση από την αρχική κατάσταση σε αυτήν έπεται από την εφαρμογή των πιο δυσμενών συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε συνδυασμό με την εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης, προκύπτουν τα εξής συμπεράσματα: Η ανάπτυξη ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με τη συνεχή και βηματική προώθηση αυτού κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής φόρτισης, οδηγεί συνολικά σε αύξηση της ετερογένειας μεταξύ των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών, της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης από ακινητοποιημένα δίκτυα διαταραχών (immobilized dislocation networks), της εκλέπτυνσης των κόκκων και της διακύμανσης μεταξύ των συντελεστών Schmid.

3. Πειραματικό Μέρος: Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών σε περιπτώσεις υπεδάφιας εγκατάστασης (subsoil pipelines)



Στο συγκεκριμένο κεφάλαιο μελετάται το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων (X65) μεταφοράς καυσίμου σε υγρή φάση (πετρελαιοειδή) για περιπτώσεις εφαρμογών σε υπεδάφεις εγκαταστάσεις, όπου ακολουθούνται οι απαιτήσεις που θέτουν οι κυριότεροι φορείς διαπίστευσης DNV – RP – F102, DNV – RP – F106, API 1104 και API 1111. Κρισιμότερο πεδίο ανάλυσης αποτελεί φυσικά για τον προσδιορισμό του παραπάνω φαινομένου η επίδραση που έχει η διάχυση του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού στα μηχανικά μεγέθη που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα (K_{IC} , J , CTOD), καθώς και η ανάλυση των μικρομηχανισμών που συνεργούν ως προς την εκδήλωση της αστοχίας. Το συγκεκριμένο είδος χάλυβα ανήκει στην ευρύτερη κατηγορία χαλύβων υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης (High Strength Low Alloy-HSLA) και ο μικρογραφικός του ιστός χαρακτηρίζεται από φερριτομπαινιτική δομή με περιορισμένο κλασματικό όγκο συμμετοχής νησίδων εκφυλισμένου περλίτη (degenerated pearlite) και μικρογραφικών συστατικών που αποτελούνται από αποικίες μαρτενσιτικής - ωστενιτικής φάσης με συγκεκριμένη σχέση προσανατολισμού (Martensite – Austenite Islands, MAs). Επιπρόσθετα παρατηρείται ομοιόμορφη διασπορά ομάδων φάσεων καρβιδίων, οι οποίες συνεισφέρουν στη συνολική σκλήρυνση του υλικού, καθώς και ετερογενής κατανομή μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS, Al₂O₃) παράλληλα στο διαμήκη άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoelastic deformation axis). Τα δοκίμια χάλυβα X65 που μελετήθηκαν είχαν προέλθει από σωληνώσεις πάχους διατομής 19 mm, με εξωτερική διάμετρο 29 in (736.6 mm), οι οποίες είχαν μόλις παραληφθεί από το τελικό στάδιο της παραγωγής, χωρίς να υποβληθούν στο δυναμικό πεδίο των λειτουργικών συνθηκών εφαρμογής. Η συγκόλλησή τους είχε πραγματοποιηθεί μέσω της τεχνικής Submerged Arc Welded Longitudinally (SAWL) στις βιομηχανικές εγκαταστάσεις της Σωληνουργείας Κορίνθου Α.Ε. Αυτή έλαβε χώρα με διπλή λοξοτομή, δέκα συνολικά περάσματα (κορδόνια), τάση ρεύματος 15 V, ένταση ρεύματος 80 – 90 A, ταχύτητα προχώρησης 0.729 mm/min, παροχή θερμότητας 2 – 4 kJ/min και χρήση προστατευτικού αερίου αργού. Η πειραματική τεχνική η οποία χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα μελέτη για τον προσδιορισμό των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα ήταν η σύνθετη μηχανική καταπόνηση Crack Tip Opening Displacement (CTOD), η οποία πραγματοποιήθηκε σύμφωνα με τα πρότυπα BS7448 και ISO 12135. Για να διεκπεραιωθεί η προσομοίωση των λειτουργικών συνθηκών οι οποίες αναπτύσσονται στις υπεδάφεις εγκαταστάσεις σωληνώσεων με απόλυτη πιστότητα (subsoil pipelines), σε πρώτο στάδιο έλαβε χώρα η καθοδική πόλωση των δοκιμών σε ηλεκτρολυτικό κελί κατακόρυφου τύπου (ASTM G148 – 97) και στη συνέχεια διεξήχθη η σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD, σε υδραυλική μηχανή δοκιμών υποδύναμης 10 tn. Η παραπάνω ακολουθία εργασιών απαντάται στη διεθνή βιβλιογραφία με την ορολογία Ex – situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing. Αναφέρεται τέλος ότι μελετήθηκαν δοκίμια τα οποία είχαν διαμορφωθεί μηχανουργικά και έφεραν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης. Τα δοκίμια αυτά είχαν μορφή ορθογωνικής μπιγιέτας τετραγωνικής διατομής με διαστάσεις 120 * 19* 19 mm, ενώ η εγκοπή ήταν τύπου V, με βάθος 5 mm και πλάτος 3 mm.

3.1 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΧΑΛΥΒΑ X65 ΜΕΣΩ ΟΠΤΙΚΟΥ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟΥ (ΟΜ) ΚΑΙ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)

Αρχικά αποδόθηκε η χημική σύσταση του χάλυβα X65 η οποία ταυτοποιήθηκε με τη χρήση φασματογράφου μάζας στο Εργαστήριο Χημικής Μεταλλουργίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών, μέσω της ανάλυσης πέντε διαφορετικών δοκιμών (Πίνακας 26). Επιπρόσθετα προσδιορίστηκαν οι μηχανικές ιδιότητες του μετάλλου βάσης χάλυβα X65 και της ζώνης συγκόλλησης έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμών εφελκυσμού σε έξι διαφορετικά δοκίμια για την κάθε περίπτωση στο Εργαστήριο Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών (Πίνακας 27).

Πίνακας 26: Χημική ανάλυση χάλυβα X65 με τη χρήση φασματογράφου μάζας

C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti	Fe
0.28%	0.30%	1.50%	0.03%	0.03%	0.09%	0.06%	0.07%	Bal.

Πίνακας 27: Μηχανικές ιδιότητες χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X65

Base Metal X65 pipeline steel		
Ry (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
570	710	19

Πίνακας 28: Μηχανικές ιδιότητες ζώνης τήξης χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X65

Weld Metal X65 pipeline steel		
Ry (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
600	790	14

➤ Μικροδομικός χαρακτηρισμός μετάλλου βάσης χάλυβα X65

Μέσω μελέτης σε Οπτική Μικροσκοπία και Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης προέκυψε ότι ο μικροδομικός ιστός του μετάλλου βάσης X65 αποτελείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή με περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής περλιτικών νησίδων και μικρογραφικών συστατικών αποτελούμενων από συνδυασμό μαρτενσιτικής και ωστενιτικής φάση (MAs Constituents) (Εικόνες 165, 169).

Στο επικρατέστερο ποσοστό συμμετοχής του, το μικρογραφικό συστατικό του μπαινίτη, προσδιορίζεται βάσει της 'φτερώδους' (feather-like bainite), κοκκώδους (granular or blocky bainite) και κολωνοειδούς μορφολογίας του (columnar bainite), ότι ανήκει στην ομάδα του ανώτερου μπαινίτη (upper bainite). Παρατηρήθηκε ακόμη σε ετερογενή διασπορά και η ανάπτυξη περιορισμένου ποσοστού κατώτερου μπαινίτη, ο οποίος έχει μορφολογία βελονοειδή (acicular bainite), πλακοειδή (lath type bainite) ή σταυροειδή (blocky bainite) με ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική διάταξη (Εικόνα 166). Επιπρόσθετα η φερριτική φάση η οποία συμμετέχει σε υψηλά ποσοστά (60 % volume fraction) χαρακτηρίζεται κυρίως από ισοαξονική - πολυγωνική μορφολογία (Equiaxial Polygonal ferrite), ενώ το μικρογραφικό

συσταστικό του περλίτη το οποίο παρατηρείται να πυρηνοποιείται στα ημισυνεκτικού τύπου διαφασικά όρια των φερριτικών και των μπαινιτικών περιοχών (semi – coherent inter facial boundaries) προσδιορίζεται ως εκφυλισμένου χαρακτήρα (degenerated pearlite). Το τελευταίο στοιχείο σχετίζεται με τη μη συνεχή διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη παράλληλα στα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη, όσο και στην απόκλιση της τιμής του σχετικού λόγου συμμετοχής μεταξύ των δύο φάσεων από τη χαρακτηριστική τιμή που ορίζει η θερμοδυναμική ισορροπία ($\alpha/Fe_3C=7,62/1$). Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων τόσο της φερριτικής όσο και της μπαινιτικής δομής προσδιορίστηκε μέσω ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας Image J και με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής περίπου ίσο με 10.5 μm ($SDV \pm 1$).

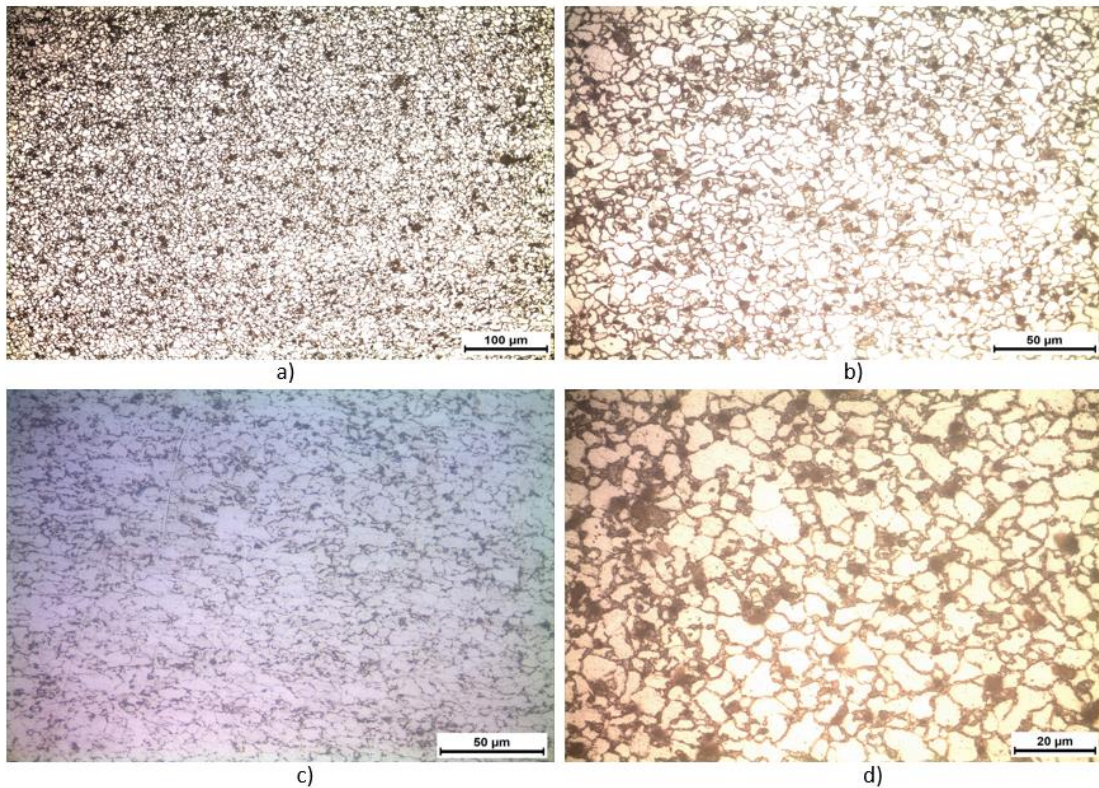
Επιπρόσθετα παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, όπως άλλωστε καταγράφεται και στη διεθνή βιβλιογραφία, παρατηρήθηκε μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS η ανάπτυξη μακροδιαφορισμού αναφορικά με τα κραματικά στοιχεία Mn, το Al και τα καρβιδιογόνα στοιχεία Mo, V, Nb, Ti. Το παραπάνω γεγονός συντελεί στην εντοπισμένη συνεισφορά υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων όπως αποτελούν:

1. Το σφαιροειδούς μορφολογίας θειούχο μαγγάνιο MnS,
2. Οιχονδροκρυσταλλικές ομάδες φάσεων οξειδίων $Al_2O_3 / (Al,Ca)_x O_y$ με γωνιώδεις απολήξεις
3. Οι λεπτοκρυσταλλικές ομάδες φάσεων καρβιδίων με επικρατέστερες στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες TiC, MoC, NbC και VC

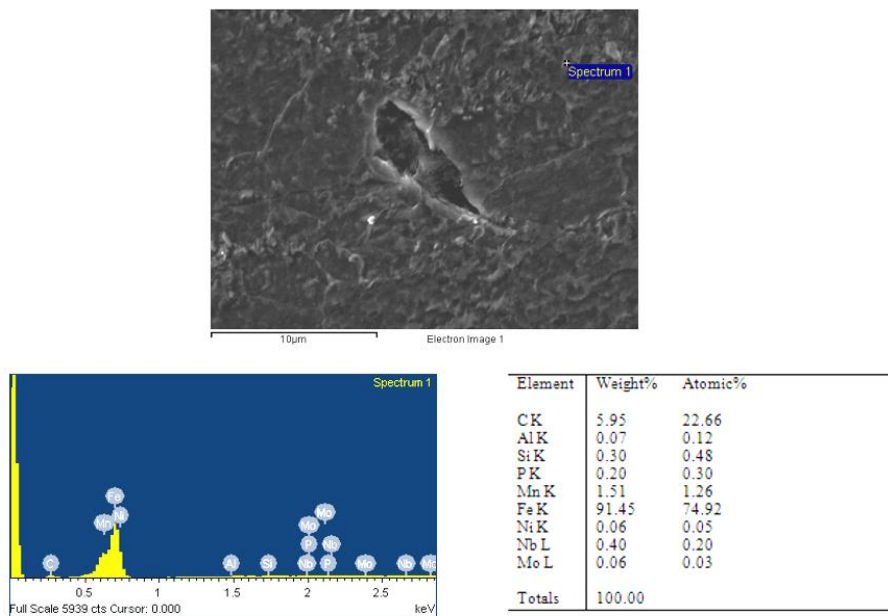
Στο σημείο αυτό αξίζει να αναφερθεί ότι τα μη μεταλλικά εγκλείσματα δεν κατέστη δυνατόν να ταυτοποιηθούν μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ λόγω της ετερογενούς διασποράς, του περιορισμένου κλάσματος όγκου συμμετοχής και της λεπτοκρυσταλλικής τους διάταξης στη συνολική επιφάνεια του δοκιμίου. Τυπικές σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις τόσο της μητρικής περιοχής (φερριτική φάση και μπαινιτική δομή) όσο και των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS, Al_2O_3 , $(Al,Ca)_x O_y$) παρατίθενται στις Εικόνες 167 και 168.

Οι παραπάνω ομάδες φάσεων των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων κρίνονται ως ιδιαίτερα σημαντικές καθώς αποτελούν ενεργειακά αναβαθμισμένες τοπολογίες, λόγω της συστηματικής συσσώρευσης ισχυρών παραμορφωσιακών πεδίων περιμετρικά αυτών, με αποτέλεσμα να καταλύουν την ετερογενή πυρηνοποίηση και την ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών που αποτελούνται από ζεύγη μαρτενσιτικών-ωστενιτικών δομών (MAs). Αυτά τα μικρογραφικά συστατικά θα συντελέσουν καθοριστικά, έπειτα από τη διεξαγωγή της ηλεκτροχημικής διέγερσης των δοκιμίων εντός περιβάλλοντος υδρογόνου, στην παρατεταμένη εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης (Hydrogen Induced Microcracking - HIC).

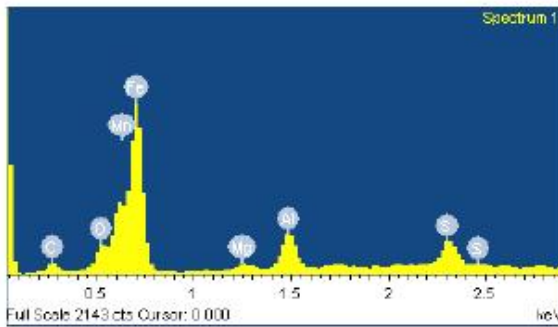
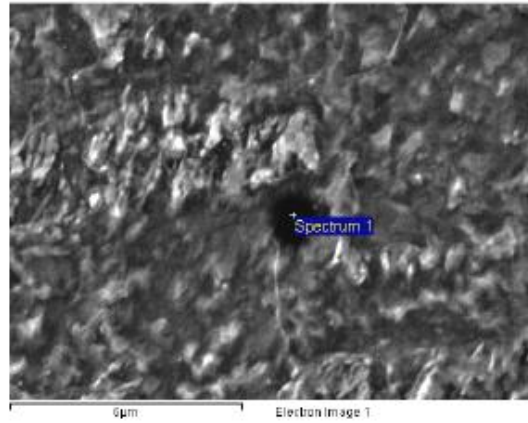
Συμπερασματικά λοιπόν η μικροδομή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65 αποτελείται από νησίδες μπαινίτη κοκκώδους μορφολογίας, ομοιόμορφα διασπαρμένων μέσα στη μητρική φάση του ισοαξονικού - πολυγωνικού φερρίτη. Η αναλογία συμμετοχής μεταξύ των δύο κυρίαρχων μικροδομικών συστατικών προσδιορίστηκε μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής περίπου ίση με μπαινίτης/φερρίτης: 40/60.



Εικόνα 165: Εικόνες Οπτικού Μικροσκοπίου όπου διακρίνεται σε διαρκώς αυξανόμενη μεγέθυνση η φερριτομπαϊνιτική μητρική δομή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65

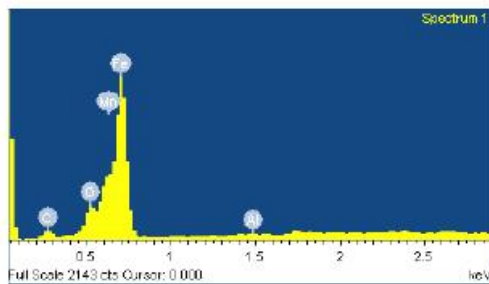
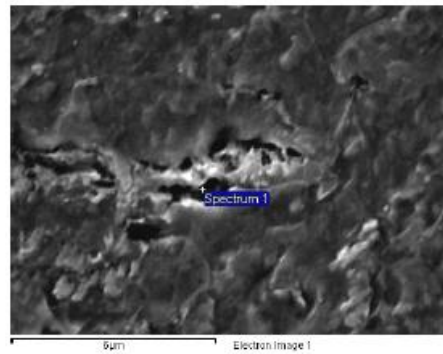


Εικόνα 166: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση EDS στη μητρική μπαϊνιτική περιοχή



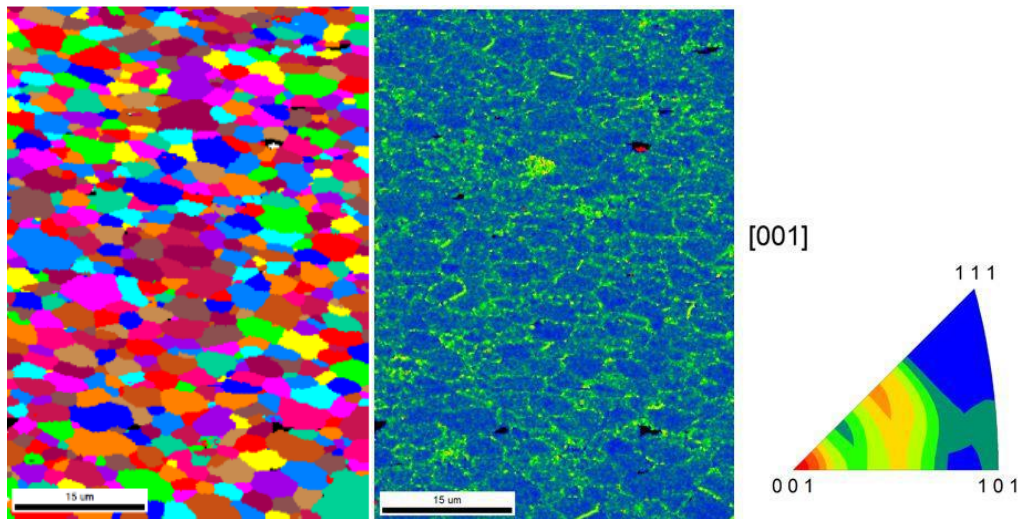
Element	Weight%	Atomic%
CK	6.49	21.18
OK	4.70	11.51
MgK	0.93	1.49
AlK	3.92	5.69
SK	2.28	2.78
MnK	1.41	1.01
FeK	80.28	56.33
Totals	100.00	

Εικόνα 167: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση EDS σε μη μεταλλικό έγκλεισμα θειούχου μαγγανίου πλευρικά νησίδας ανώτερου μπαινίτη.

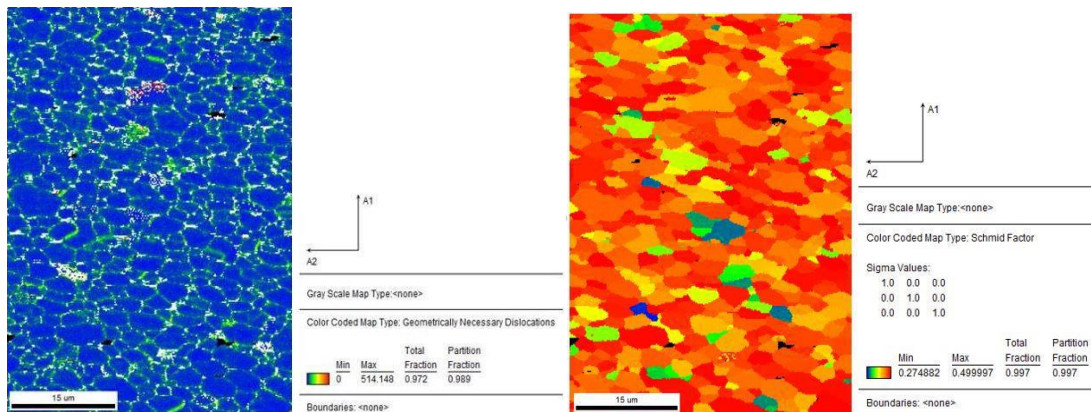


Element	Weight%	Atomic%
CK	5.20	18.26
OK	5.31	14.01
AlK	0.07	0.12
MnK	1.72	1.32
FeK	87.70	66.30
Totals	100.00	

Εικόνα 168: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση EDS σε ομάδα φάσεων οξειδίου του αλουμινίου, η οποία έχει αναπτυχθεί μέσω ετερογενούς πυρηνοποίησης περιμετρικά των σφαιροειδών σχηματισμών θειούχου μαγγανίου.



(a)



(b)

(c)

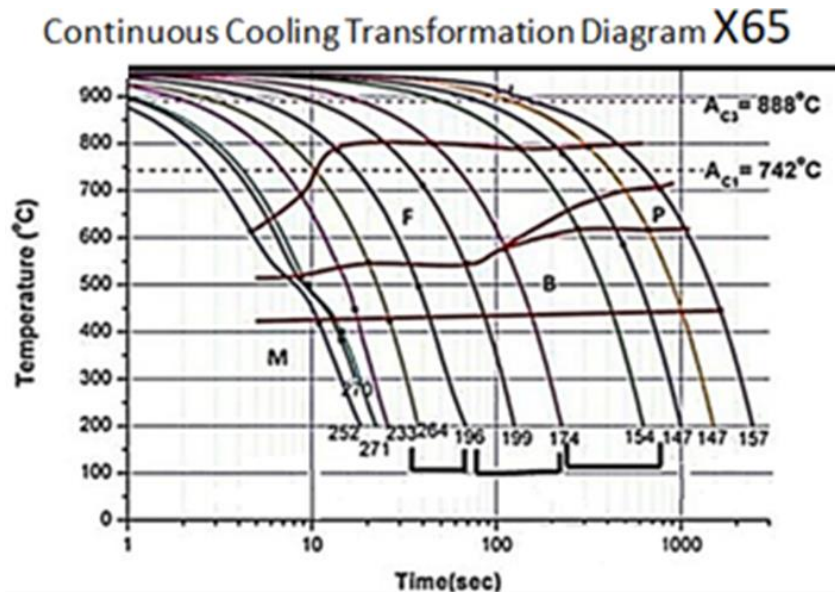
Εικόνα 169: (a) Προσδιορισμός της διακύμανσης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μεταξύ της μητρικής φάσης και των δευτερευουσών φάσεων μέσω χρήσης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler, (b) Απεικόνιση της χωρικής αναδιάταξης των δικτύων των διαταραχών, οι οποίες σχετίζονται με τη μεταβολή της τιμής της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης εντός της πολικρυσταλλικής δομής (τ_{crss} , critical resolved shear stress), (c) Χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid μεταξύ των κόκκων της μητρικής περιοχής

➤ Μικροδομικός χαρακτηρισμός θερμικά επηρεασμένης ζώνης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της συγκόλλησης παρατηρήθηκε να επικρατεί ο ημιπολυγωνικού και ο πολυγωνικού τύπου φερρίτης (semi – polygonal or polygonal ferrite), σε συνδυασμό με τις νησίδες ανώτερου μπαινίτη, κοκκώδους ή φτεροειδούς μορφολογίας. Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε η ανάπτυξη μετασταθών φερριτικών δομών (αλλοτριόμορφος φερρίτης και φερρίτης Widmanstätten) καθώς και η συνεισφορά λεπτοκρυσταλλικού εκφυλισμένου περλίτη. Από το μικροδομικό ιστό της περιοχής αυτής απουσιάζει η συμμετοχή του μικρογραφικού συστατικού του κατώτερου μπαινίτη (τόσο βελονοειδούς όσο και πλακοειδούς μορφολογίας), της μαρτενιτικής φάσης και των μικρογραφικών συστατικών τύπου MAs (Εικόνες 171 - 174). Εμφανής ακόμη καθίσταται η σημαντική αύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής δομής (από τα 10.5 στα 35 μm), ενώ κρίνεται και ως μη αμελητέα

η ποσοστιαία συνεισφορά του θειούχου μαγγανίου MnS, το οποίο συμμετέχει με ετερογενή διασπορά. Καθοριστική τέλος θα αποδειχθεί η απουσία πυρηνοποίησης - ανάπτυξης ομάδων φάσεων οξειδίων του αλουμινίου Al_2O_3 , τα οποία έπειτα από την εφαρμογή εκτεταμένου πεδίου καθοδικής πόλωσης και κοπωτικής φόρτισης οδηγούν σύμφωνα με τη βιβλιογραφία σε συστηματική ανάπτυξη διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωματώσεων. Ο έλεγχος της παρουσίας μαρτενιτικής φάσης στη ζώνη αυτή πραγματοποιήθηκε μέσω σταδιακών χημικών προσβολών με αντιδραστήριο τύπου LePera και τα αποτελέσματα ήταν αρνητικά.

Τέλος με τη χρήση του διαγράμματος συνεχούς απόψυξης CCT για τον χάλυβα X65 έλαβε χώρα ο επισταμένος έλεγχος των συμμετεχουσών φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, έτσι ώστε να αποφευχθεί η πιθανότητα ύπαρξης μαρτενιτικής δομής με ψαθυρό χαρακτήρα εντός της επιρρεπούς αυτής περιοχής. Σε κάθε περίπτωση καθίσταται κατανοητό ότι ο τελικός μικρογραφικός ιστός εξαρτάται άμεσα από το θερμοκρασιακό πεδίο που αναπτύσσεται καθώς και από το ρυθμό απόψυξης κατά την είσοδο και την έξοδο του κραματικού συστήματος σε κάθε έλαστρο κατά τη διάρκεια της θερμομηχανικής διαμόρφωσης (Start and Finish Cooling Temperature – Thermomechanically Controlled Process) (Εικόνα 170).



Εικόνα 170: Διάγραμμα CCT χάλυβα X65

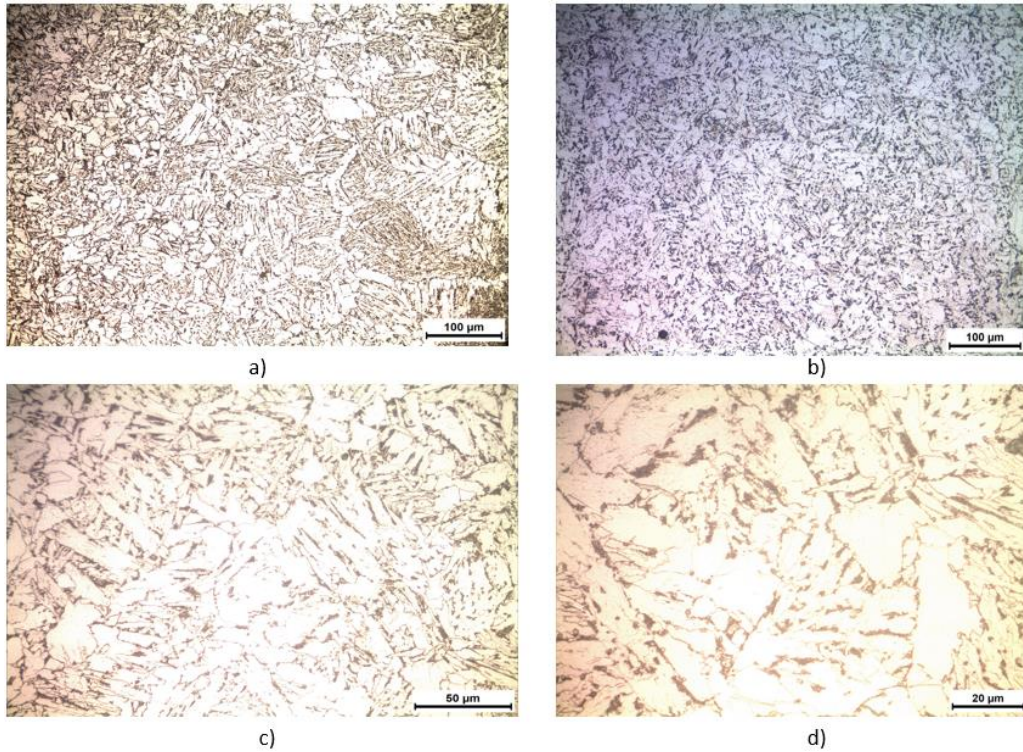
Αναφορικά με τον προσδιορισμό των θερμοκρασιών έναρξης για την ένταξη στους βρόχους θερμοδυναμικής ισορροπίας των κυριότερων φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών στον χάλυβα X65, αποδίδονται οι ακόλουθες εξισώσεις συναρτήσεων των στοιχείων κραμάτωσης:

$$Ar_3 (^{\circ}C) = 910 - 230 C - 21 Mn - 15 Ni + 32 Mo + 45 Si \quad (1)$$

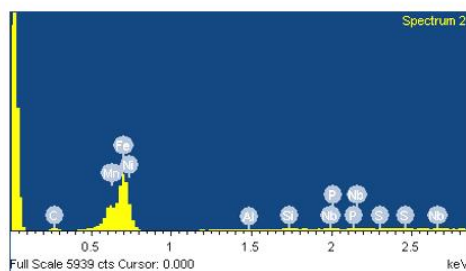
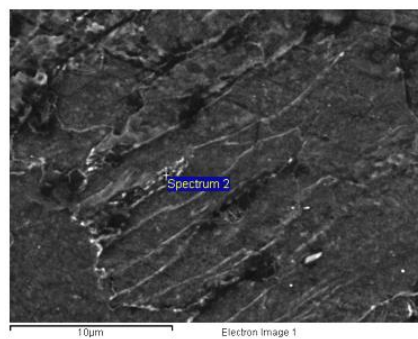
$$Ar_1 (^{\circ}C) = 723 - 10.7 Mn - 16.9 Ni + 29.1 Si + 16.9 Cr \quad (2)$$

$$B_s (^{\circ}C) = 830 - 270 C - 90 Mn - 37 Ni - 70 Cr - 88 Mo \quad (3)$$

$$M_s (^{\circ}C) = 539 - 423 C - 30.4 Mn - 17.7 Ni - 12.1 Cr - 7.5 Si \quad (4)$$

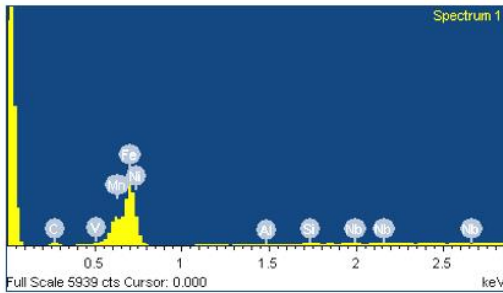
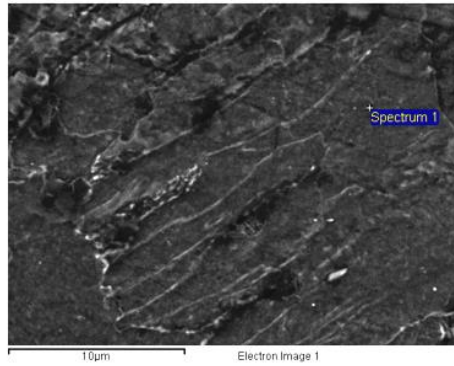


Εικόνα 171: Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας όπου καθίσταται ευδιάκριτη εντός της ΘΕΖ η συμμετοχή του μικροδομικού συστατικού του ανώτερου μαινίτη, της φερριτικής φάσης (τόσο σε ημιπολυγωνική μορφή όσο και σε δομή αλλοτριόμορφου φερρίτη) καθώς και του περιορισμένου κλάσματος όγκου συνεισφοράς των περλιτικών νησίδων.



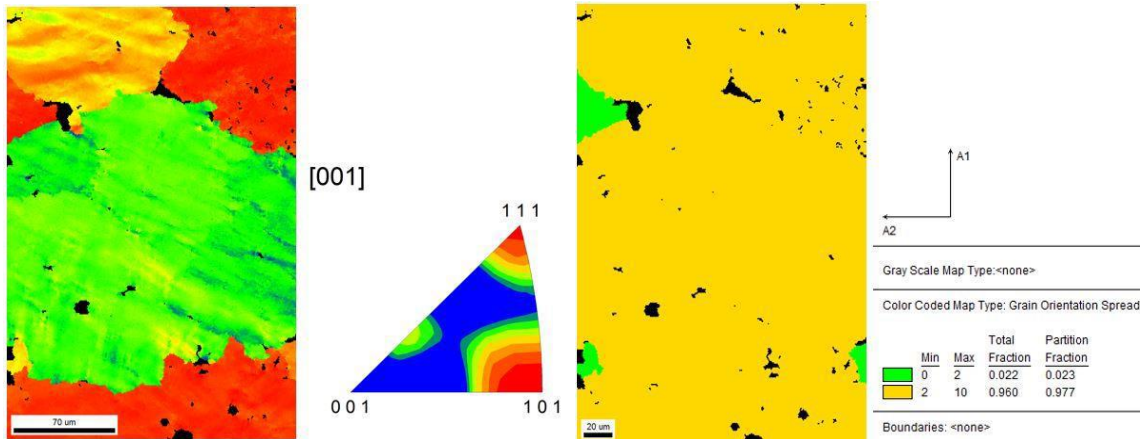
Element	Weight%	Atomic%
CK	4.49	17.87
AlK	0.09	0.16
SiK	0.45	0.76
PK	0.06	0.09
SK	0.05	0.08
MnK	1.29	1.12
FeK	92.57	79.22
NiK	0.61	0.49
NbL	0.38	0.20
Totals	100.00	

Εικόνα 172: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση EDS στη φερριτική μητρική περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, όπου συγκριτικά με αυτήν του μετάλλου βάσης παρατηρείται απεμπλουτισμός σε P, Mn, Mo και αύξηση της ποσοστιαίας συμμετοχής σε Si, Ni, βάσει υπολογισμού των σχετικών λόγων συμμετοχής μεταξύ των κραματικών στοιχείων για τις δύο αυτές περιοχές.



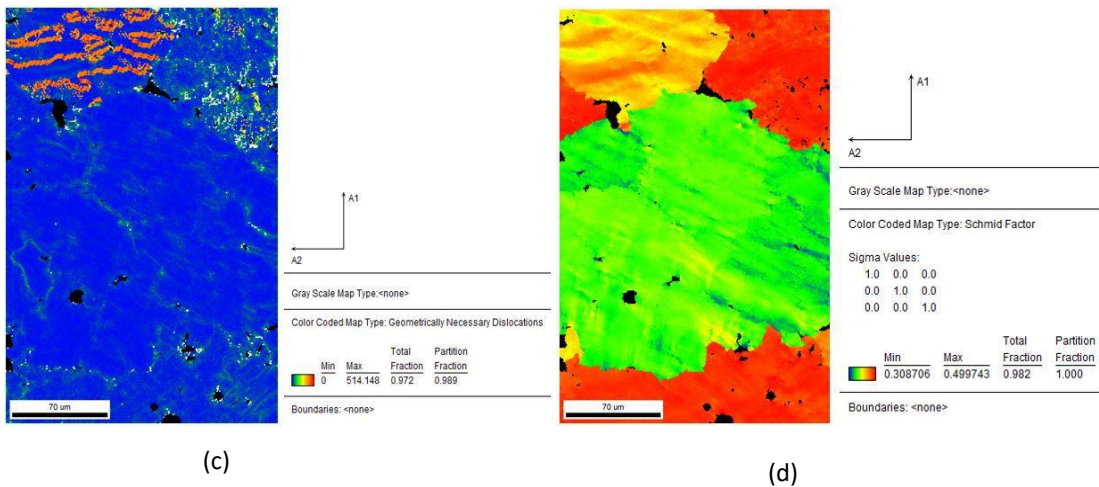
Element	Weight%	Atomic%
CK	4.69	18.59
AlK	0.05	0.09
SiK	0.31	0.53
VK	0.10	0.09
MnK	1.44	1.25
FeK	92.52	78.85
NiK	0.05	0.04
CuK	0.58	0.43
NbL	0.27	0.14
Totals	100.00	

Εικόνα 173: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση EDS σε νησίδα ανώτερου μπαϊνίτη όπου συγκριτικά με τη φερριτική φάση της μητρικής περιοχής της ΘΕΖ παρατηρείται τοπικός εμπλουτισμός σε Cu, Mn, V και μερική αποκραμάτωση (depleted bands) σε Ni, Nb, Si, S, P



(a)

(b)



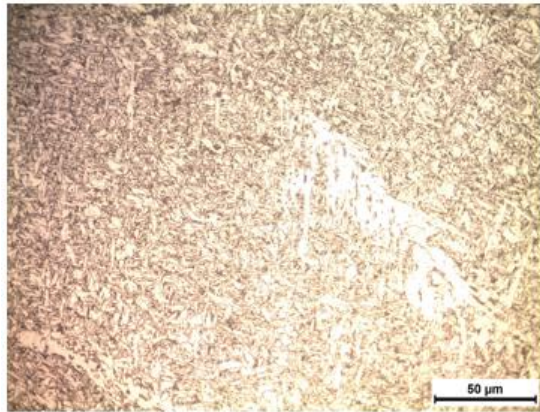
Εικόνα 174: (α) Χαρτογράφηση της κατανομής του μέσου μεγέθους των κόκκων και των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης, (β) Χαρτογράφηση στατιστικής κατανομής των κόκκων με γωνία αναντιστοιχίας του πλέγματος μεγαλύτερης ή ίσης των 2° , (γ) Πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης και κατανομή των δικτύων των διαταραχών, (δ) Διακύμανση συντελεστή Schmid εντός της πολυκρυσταλλικής δομής

➤ Μικροδομικός χαρακτηρισμός ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

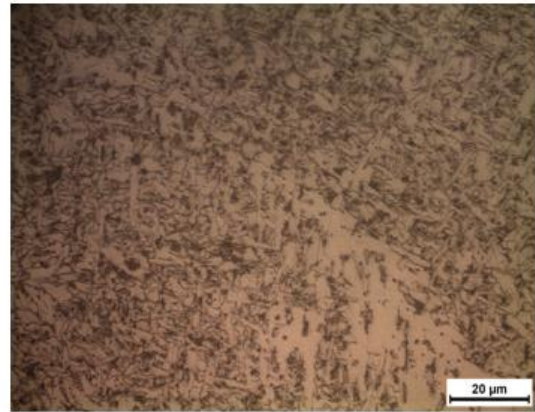
Στη ζώνη τήξης παρατηρήθηκε η ύπαρξη πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής οι οποίες χαρακτηρίζονται από δενδριτικούς και ισοαξονικούς κόκκους αντίστοιχα. Η πρώτη προήλθε από την τήξη και επαναστερεοποίηση του προς συγκόλληση μετάλλου, ενώ η δεύτερη επηρεάστηκε θερμικά από την εκτέλεση των μεταγενέστερων κορδονιών με αποτέλεσμα την τοπική ανόπτηση ανακρυστάλλωσης της δεδομένης περιοχής.

Κατ' αυτόν τον τρόπο στη ζώνη τήξης παρατηρούνται δύο είδη μικρογραφικών ιστών, οι οποίοι σχετίζονται με τους ρυθμούς απόψυξης και στερεοποίησης του τηγμένου μετάλλου. Πιο συγκεκριμένα κάθε κορδόνι που εισάγεται στη συγκόλληση στερεοποιείται ταχύτατα και η μικροδομή του αναπτύσσεται βάσει των υψηλών αυτών ρυθμών απόψυξης, υπό τη μορφή δενδριτών, καθορίζοντας έτσι το πεδίο έκτασης της πρωτογενούς μικροδομής. Παρόλα αυτά το θερμοκρασιακό πεδίο, το οποίο αναπτύσσεται λόγω της θερμικής ενέργειας που εισάγεται στην περιοχή της συγκόλλησης από το επόμενο κορδόνι, συμβάλλει στην ανόπτηση και ανακρυστάλλωση του μετάλλου συγκόλλησης, το οποίο έχει ήδη εναποθεθεί και στερεοποιηθεί, ορίζοντας έτσι τα όρια έκτασης της δευτερογενούς μικροδομής.

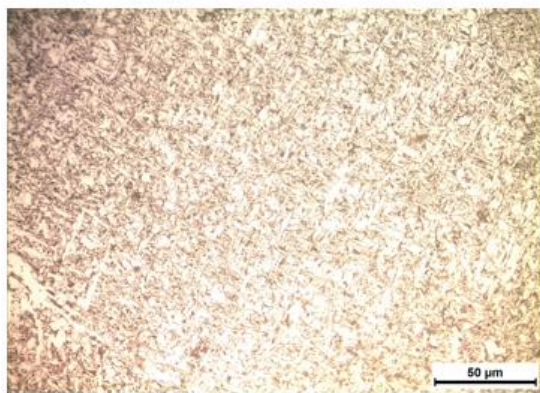
Τα βασικά μικροδομικά συστατικά που παρατηρήθηκαν στην πρωτογενή μικροδομή της ζώνης τήξης συγκολλήσεων χάλυβα τύπου X65 είναι τα εξής: Βελονοειδής φερρίτης, αλλοτριόμορφος φερρίτης, φερρίτης Widmanstätten, πολυγωνικός φερρίτης, ανώτερος - κατώτερος μπαινίτης, λεπτοκρυσταλλικός και χονδροκρυσταλλικός περλίτης (Εικόνες 175, 177 - 181). Πιο συγκεκριμένα, ο βελονοειδής φερρίτης συμμετέχει με επικρατέστερη τοπολογία πυρηνοποίησης τις περατωτικές επιφάνειες των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS , Al_2O_3) (Εικόνα 182). Ο αλλοτριόμορφος φερρίτης εμφανίζεται στην πρωτογενή μικροδομή με διακλαδώσεις και χαρακτηρίζεται από κολωνοειδή μορφολογία (Εικόνες 175 - 176). Αντίστοιχα, ο φερρίτης Widmanstätten αναπτύσσεται με προσανατολισμό περί τις 70° κλίση, ως προς τον άξονα συμμετρίας των δενδριτών του αλλοτριόμορφου φερρίτη (Εικόνες 175 - 176).



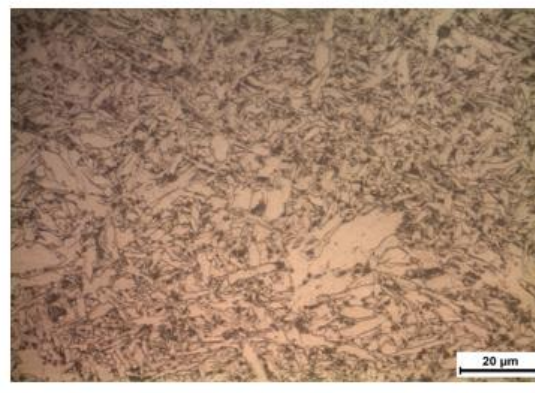
a)



b)

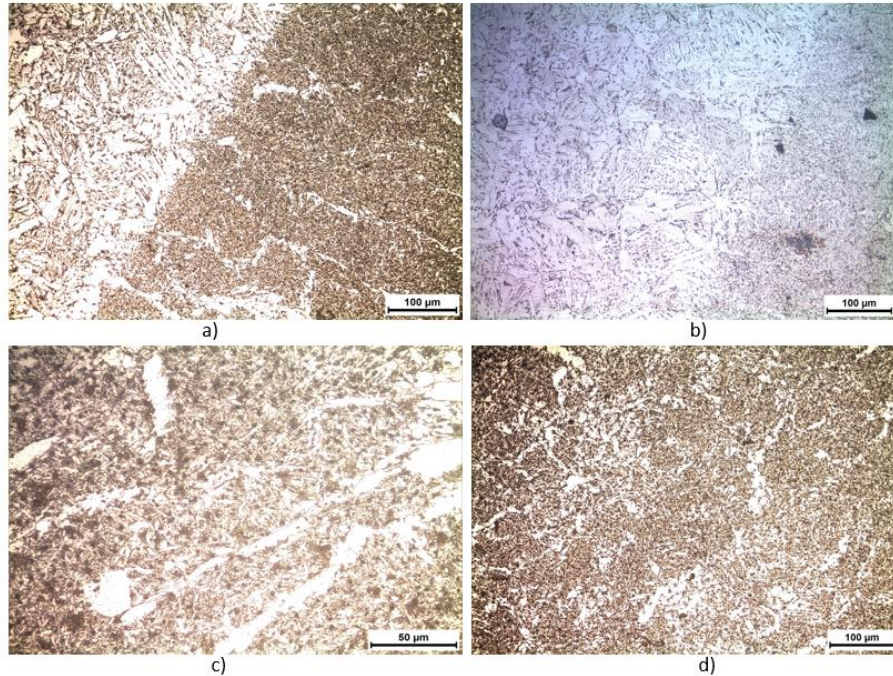


c)



d)

Εικόνα 175: Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας όπου μέσω της αντίθεσης πεδίου καθίστανται ευδιάκριτες για το ανώτερο τμήμα της ζώνης τήξης: a),b) οι ομαδοποιημένες συστοιχίες φερρίτη Widmanstätten με περιορισμένο μέσο πλάτος βελονών (Οι σχηματισμοί αυτοί εκτείνονται υπό γωνία περίπου 70 μοιρών ως προς τον άξονα συμμετρίας του αλλοτριόμορφου φερρίτη), c),d) η ανάπτυξη πεδίων αποτελούμενων από δευτερογενή μικροδομή, όπου συμμετέχει φακοειδούς μορφολογίας φερρίτης (lenticularferrite), χονδροκρυσταλλικός περλίτης και περιορισμένο κλάσμα όγκου συνεισφοράς ανώτερου μπαινίτη.



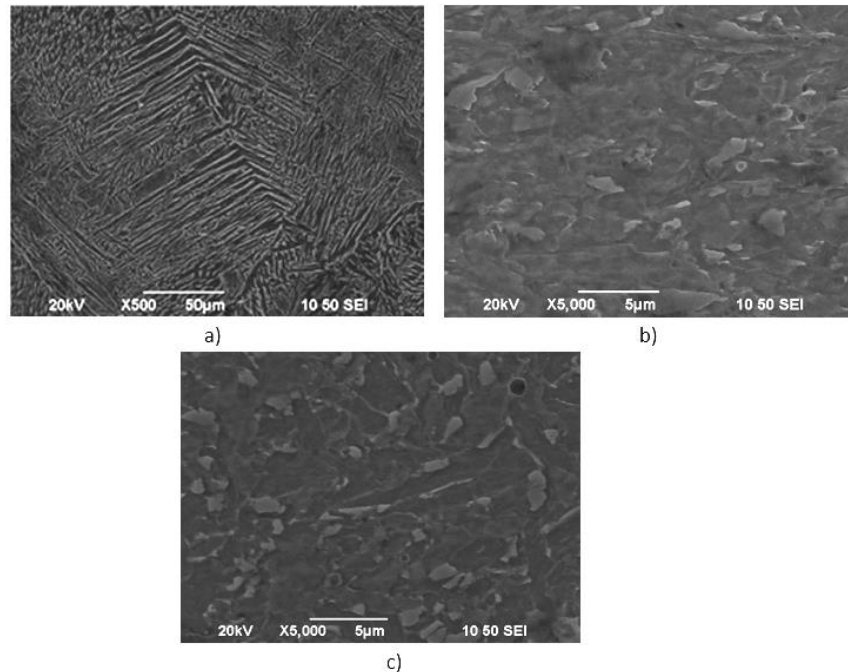
Εικόνα 176: Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας στη διεπιφάνεια μετάβασης από την ζώνη τήξης στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Οι δένδριτικές δομές αλλοτριόμορφου φερρίτη διατρέχουν υπό γωνία τα περατωτικά όρια μεταξύ των δύο ζωνών και μετασχηματίζονται εντός της ΘΕΖ σε ευμεγέθεις κόκκους.

Ακόμη παρατηρείται ότι ο κατώτερος μαινίτης στη ζώνη τήξης προσομοιάζει μορφολογικά με τον βελονοειδή φερρίτη με κυρίαρχη διαφορά την σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου που δημιουργείται περιμετρικά αυτού μετά τη χημική του προσβολή καθώς και το απαιτούμενο τοποχημικό δυναμικό για την ανάπτυξη του (localized chemical potential), το οποίο επιτάσσει απουσία συνθηκών επαφής με μη μεταλλικά εγκλείσματα (αποκλείεται θερμοδυναμικά η ετερογενής πυρηνοποίηση). Στην πρωτογενή μικροδομή της ΖΤ συμμετέχουν αυξημένα ποσοστά κατώτερου μαινίτη, ο οποίος χαρακτηρίζεται μορφολογικά είτε ως βελονοειδής (acicular bainite), είτε ως πλακοειδής (lath type bainite), είτε ως σταυροειδής (blocky bainite) με ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική διάταξη. Ακόμη ευδιάκριτη καθίσταται η μείωση του μέσου πλάτους ανάπτυξης των περλιτικών νησίδων.

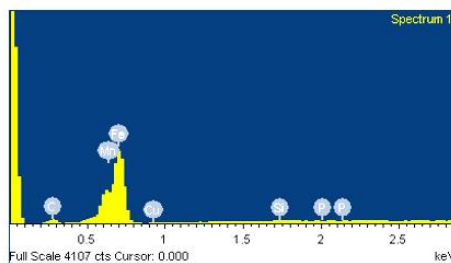
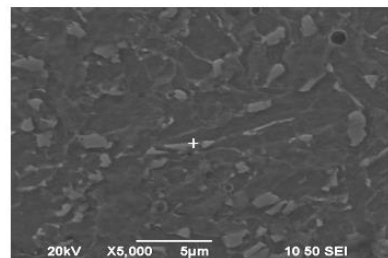
Σε ότι αφορά στη τη μετάβαση από το ανώτερο προς το κατώτερο τμήμα της ζώνης τήξης φαίνεται να περιορίζεται ο κλασματικός όγκος συμμετοχής της δευτερογενούς μικροδομομής, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνεται και μέσω μικροσκληρομέτρησης. Στις περιοχές δευτερογενούς μικροδομής ο μικρογραφικός ιστός παρουσιάζει πολύ διαφορετικά χαρακτηριστικά. Κατά κύριο λόγο οι περιοχές αυτές χαρακτηρίζονται από φερριτοπερλιτική μικροδομή, όπου κυριαρχούν ποσοστιαία κατά φθίνουσα σειρά οι πολυγωνικοί-ισοαξονικοί κόκκοι του φερρίτη, ο περλίτης και οι μαινιτικές νησίδες (Εικόνα 175 (c), (d)).

Τέλος η ΖΤ χαρακτηρίζεται από αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής MnS, ψαθυροποιητικών σχηματισμών Al_2O_3 και ταυτόχρονα υψηλά ποσοστά μακρο και μικροδιαφορισμού σε άνθρακα. Το τελευταίο στοιχείο κρίνεται ως ιδιαίτερα επιβλαβές καθώς η συσσώρευση των καρβιδιογόνων στοιχείων υπό τη μορφή στερεού διαλύματος στις νησίδες του κατώτερου μαινίτη, περιορίζει

Θερμοδυναμικά την πιθανότητα σχηματισμού λεπτοκρυσταλλικών ομάδων φάσεων καρβιδίων με ομοιογενή διασπορά εντός της μητρικής περιοχής (Εικόνες 182, 183).

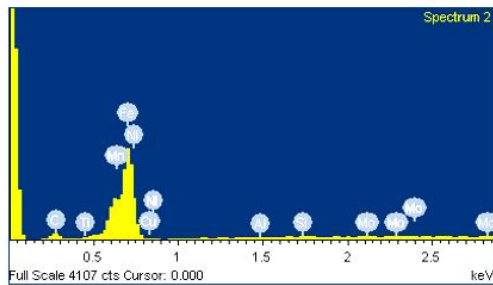
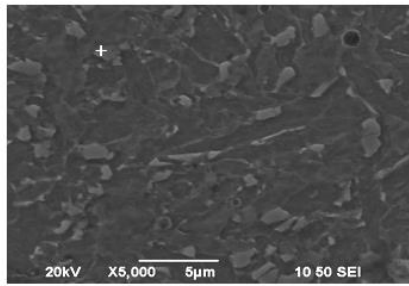


Εικόνα 177: Εικόνες Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε Εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων όπου μέσω της αντίθεσης πεδίου και του τοπογραφικού αναγλύφου καθίσταται ευδιάκριτη για το κεντρικό τμήμα της ζώνης τήξης η συμμετοχή: a) φερρίτη Widmanstätten και βελονοειδούς φερρίτη, καθώς και b,c) κοκκώδους λεπτοκρυσταλλικού μπαινίτη (granular bainite). Σε υψηλές συνθήκες γειννίασης με τα παραπάνω μικροδομικά συστατικά συνορεύουν τα μη μεταλλικά εγκλείσματα του θειούχου μαγγανίου με χαρακτηριστική σφαιροειδή μορφολογία.



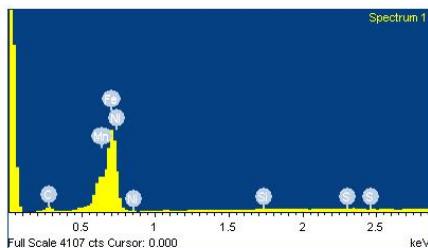
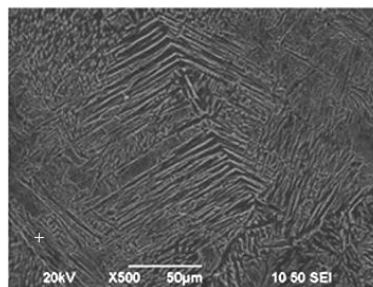
Element	Weight%	Atomic%
CK	6.04	22.96
Si K	0.22	0.35
P K	0.04	0.06
Mn K	1.24	1.03
Fe K	92.12	75.35
Cu K	0.35	0.25
Totals	100.00	

Εικόνα 178: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε νησίδα αλλοτριόμορφου φερρίτη στο κεντρικό τμήμα της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Η φερριτική φάση της περιοχής της ΖΤ σε αντιδιαστολή με αυτή του MB χαρακτηρίζεται ως απεμπλουτισμένη σε Mo, Nb, Ni, Si, Mn, P, Al ενώ ταυτόχρονα φαίνεται να διαλυτοποιεί σημαντικά υψηλότερα ποσοστά σε άνθρακα και χαλκό.



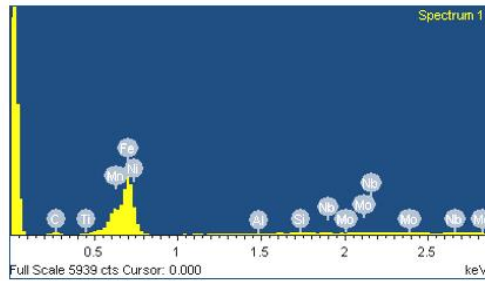
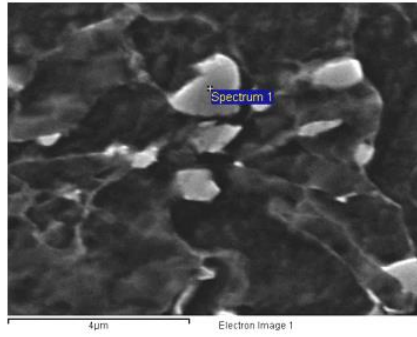
Element	Weight%	Atomic%
CK	9.63	33.05
AlK	0.17	0.25
SiK	0.21	0.30
TiK	0.01	0.01
MnK	1.47	1.10
FeK	88.16	65.05
NiK	0.29	0.20
CuK	0.01	0.01
MoL	0.05	0.02
Totals	100.00	

Εικόνα 179: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε κόκκο ανώτερου μπαϊνίτη μορφολογίας τύπου φτερού (featherlikebainite) στο κεντρικό τμήμα της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Το μικρογραφικό συστατικό του μπαϊνίτη στη ζώνη αυτή συγκριτικά με τη φερριτική φάση είναι εμπλουτισμένο σε Nb, Mn, Cu, Ni ενώ χαρακτηρίζεται από μικρότερη ποσοστιαία συμμετοχή σε Cu και Si.



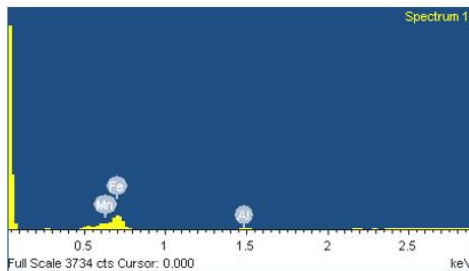
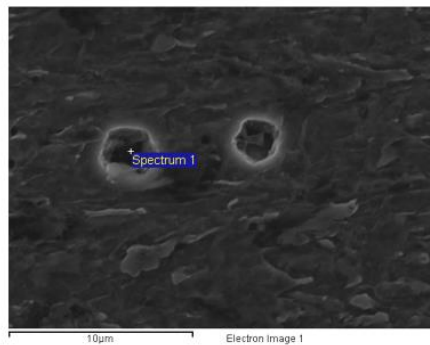
Element	Weight%	Atomic%
CK	6.82	25.36
SiK	0.17	0.28
SK	0.07	0.09
MnK	1.49	1.21
FeK	91.45	73.07
NiK	0.00	0.00
Totals	100.00	

Εικόνα 180: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση ενδοκρυσταλλικά της φερριτικής αλλοτριόμορφης δενδριτικής δομής στο κεντρικό τμήμα της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.



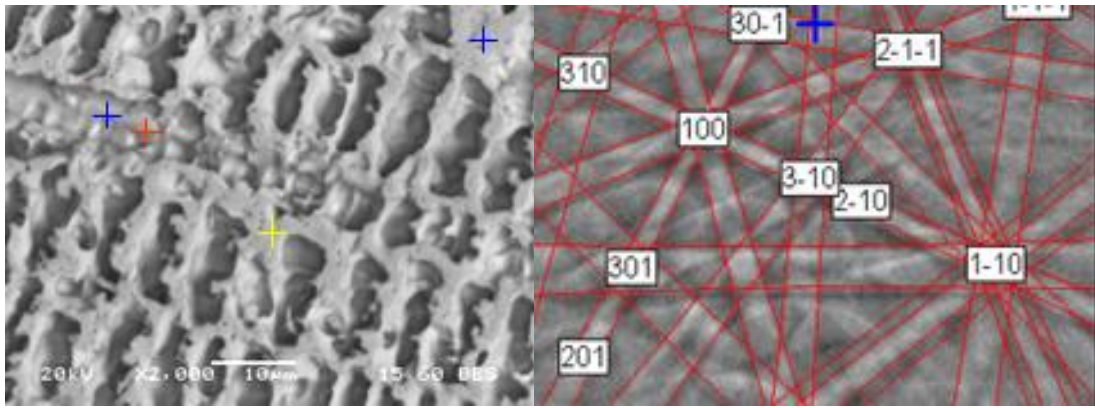
Element	Weight%	Atomic%
CK	5.41	21.02
AlK	0.00	0.00
SiK	0.23	0.38
TiK	0.08	0.08
MnK	1.52	1.29
FeK	91.76	76.69
NiK	0.17	0.13
NbL	0.24	0.12
MoL	0.60	0.29
Totals	100.00	

Εικόνα 181: Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση ενδοκρυσταλλικά κοκκώδους σχηματισμού ανώτερου μπαϊνίτη (granular bainite) στο κεντρικό τμήμα της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

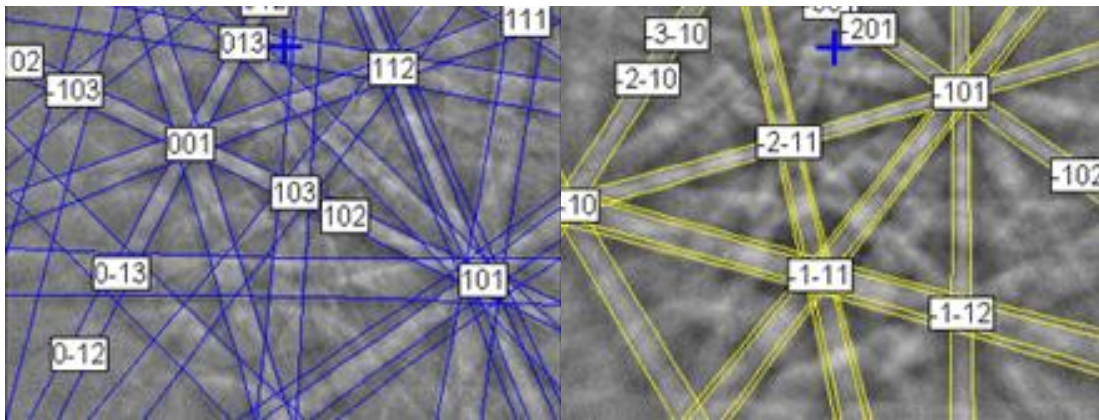


Element	Weight%	Atomic%
AlK	0.36	0.75
MnK	1.63	1.65
FeK	98.00	97.59
Totals	100.00	

Εικόνα 182: Ταυτοποίηση μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στο ανώτερο τμήμα της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

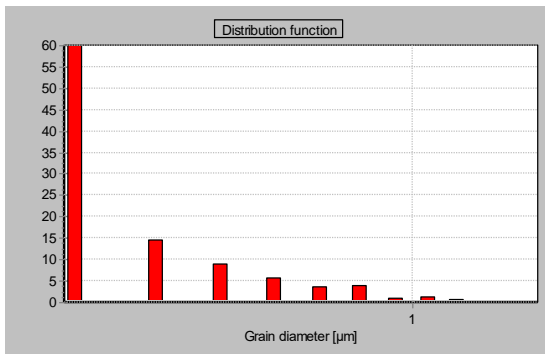


(a)

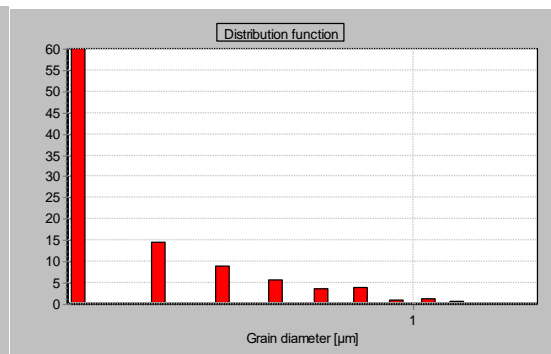


(b)

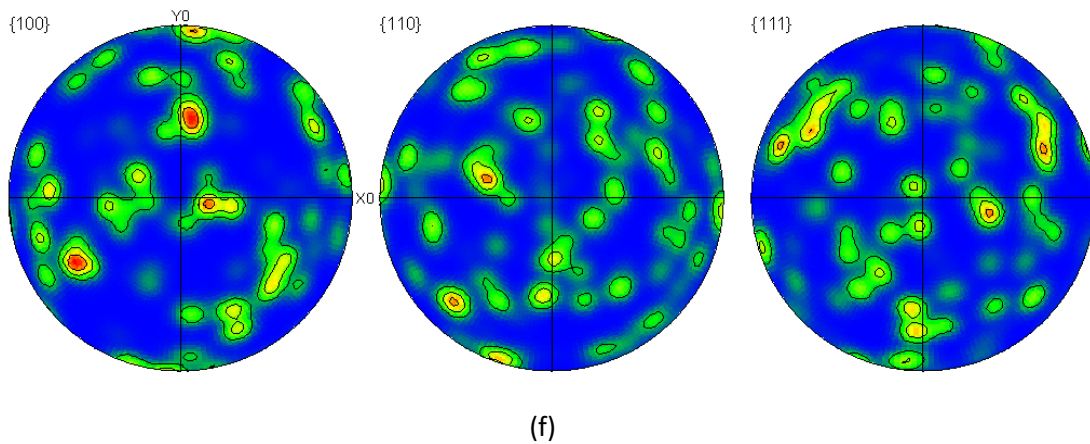
(c)



(d)

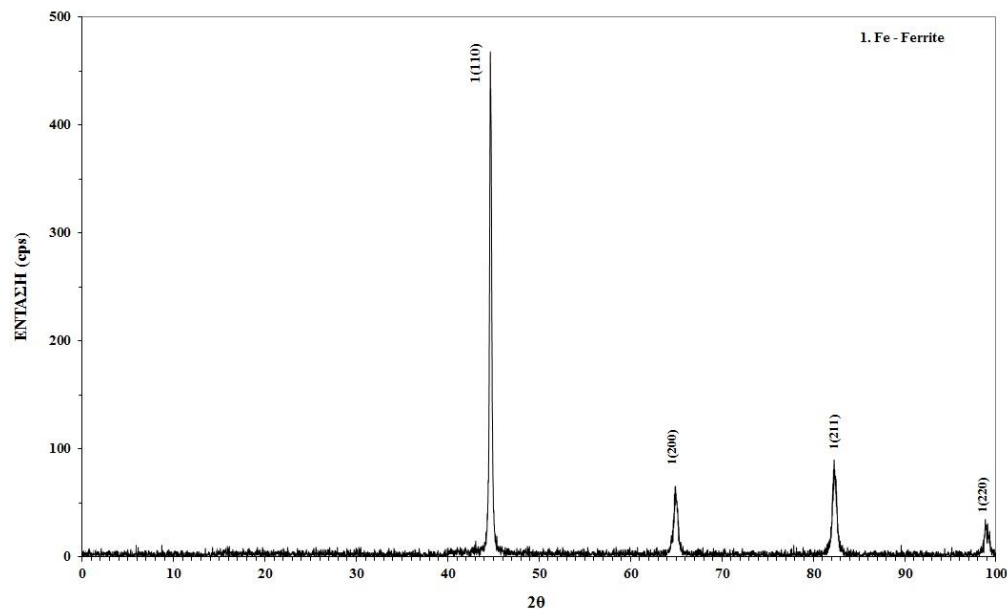


(e)

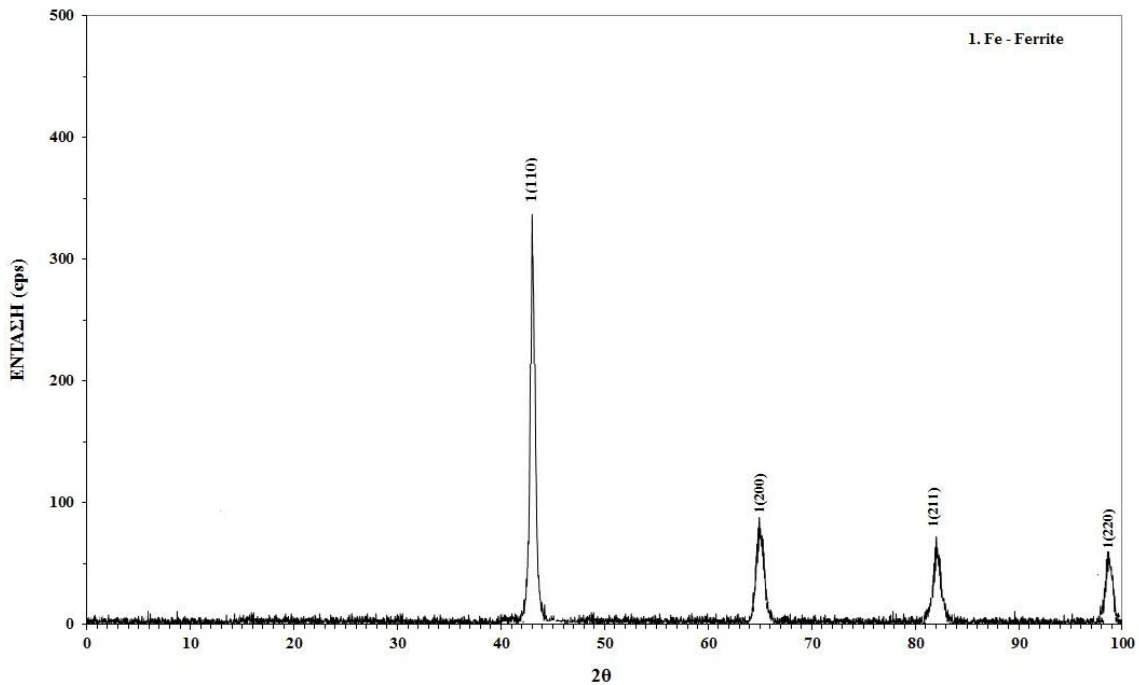


Εικόνα 183: Κρυσταλλογραφική ταυτοποίηση μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής και των kikuchi pattern των (a) σύνθετων ισόμορφων καρβιδίων του Ti και του Nb ($Ti_xNb_yC_z$), (b) σύνθετων ισόμορφων καρβονιτριδίων του Ti και του Nb ($Ti_xNb_yC_zN_k$), (c) σύνθετων ισόμορφων νιτριδίων του Ti και του Nb, (d) προσδιορισμός της στατιστικής κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των καρβιδίων ($Ti_xNb_yC_z$) και των (e) καρβονιτριδίων ($Ti_xNb_yC_zN_k$), (f) απόδοση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μέσω των αναστροφών στερεογραφικών προβολών κατά Euler.

3.2 ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΦΑΣΕΩΝ ΚΑΙ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΩΝ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ ΜΕΣΩ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ, ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ ΧΑΛΥΒΑ X65, ΠΡΙΝ ΤΗΝ ΚΑΘΟΔΙΚΗ ΠΟΛΩΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ



Εικόνα 184: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας μέσω του οποίου ταυτοποιείται η φερριτική φάση για τη μητρική περιοχή μετάλλου βάσης X65, το οποίο δεν έχει υποβληθεί προγενέστερα σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα.

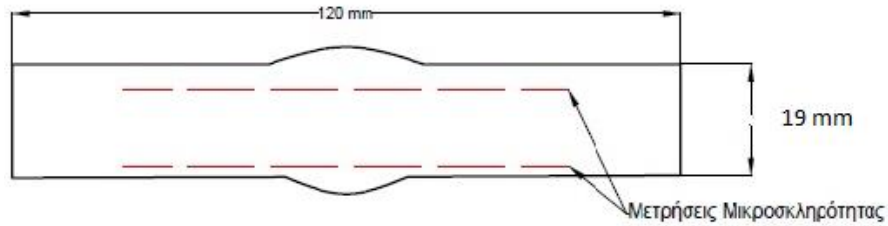


Εικόνα 185: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας μέσω του οποίου ταυτοποιείται η φερριτική δομή, για την περιοχή της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65, χωρίς προγενέστερη καθοδική πόλωση αυτού εντός περιβάλλοντος υδρογόνου.

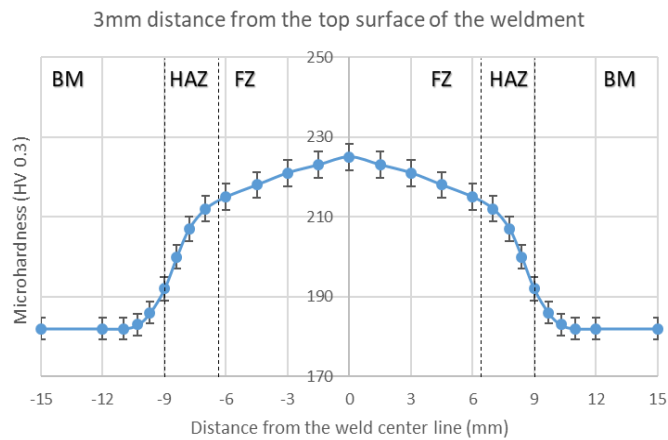
Μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης ταυτοποιείται μονάχα η φερριτική φάση ως το κύριο μικρογραφικό συστατικό της μητρικής δομής. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στη διαπίστωση ότι οι κορυφές Περίθλασης για τις φάσεις του φερρίτη και του μαρτενσίτη καθώς και για τα μικρογραφικά συστατικά του ανώτερου και του κατώτερου μπαινίτη παρουσιάζουν υψηλό βαθμό αλληλεπικάλυψης (overlapping) με αποτέλεσμα να μην καθίσταται δυνατή η διακριτοποίησή τους για το δεδομένο βήμα σάρωσης του οργάνου ($0.02^\circ/\text{sec}$) και τη χρήση ανόδου αποτελούμενης από λάμπα χαλκού με μήκος κύματος $1,5406 \text{ \AA}$ (Εικόνες 184, 185).

Για την περιοχή της ζώνης τήξης το περιορισμένο ύψος των κύριων κορυφών Περίθλασης, εν συγκρίσει με τις αντίστοιχες του μετάλλου βάσης X65, σχετίζεται με τη μείωση της έντασης του βαθμού κρυστάλλωσης της μητρικής δομής. Επιπρόσθετα η μετατόπιση των κύριων κορυφών Περίθλασης προς μεγαλύτερες γωνίες αποδίδεται στην ανάπτυξη εκτεταμένου πεδίου εφελκυστικών παραμενουσών τάσεων και παραμορφώσεων λόγω της διεξαγωγής της συγκόλλησης, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνεται και μέσω των μεθόδων Riedvelt και Williamson – HallPlot (Εικόνα 185).

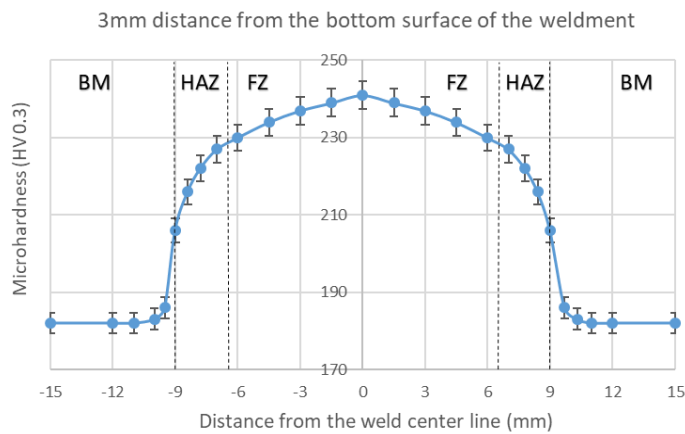
3.3 ΠΡΟΦΙΛΟΜΕΤΡΙΑ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΕΩΝ ΓΙΑ ΔΥΟ ΔΙΑΦΟΡΕΤΙΚΑ ΥΨΟΜΕΤΡΙΚΑ ΕΠΙΠΕΔΑ ΤΗΣ ΚΑΘΕΤΗΣ ΔΙΑΤΟΜΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ SAWL X65



Εικόνα 186: Σκαρίφημα του συγκολλημένου δοκιμίου καθώς και των δύο υψομετρικών επιπέδων όπου πραγματοποιήθηκε προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων



Διάγραμμα 55: Κατανομή μικροσκληρότητας στο άνω τμήμα συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.



Διάγραμμα 56: Κατανομή μικροσκληρότητας στο κάτω τμήμα συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.

Η κατανομή της μικροσκληρότητας χαρακτηρίζεται από σχετικά χαμηλές τιμές για την άνω επιφάνεια της συγκόλλησης, καθώς στη δεδομένη περιοχή ο κλασματικός όγκος συμμετοχής της δευτερογενούς - ανακρυσταλλωμένης μικροδομής κρίνεται ως αρκετά αυξημένος εν συγκρίσει με αυτόν της πρωτογενούς μικροδομής. Αντίθετα στην κάτω επιφάνεια της συγκόλλησης, η ποσοστιαία συμμετοχή της πρωτογενούς μικροδομής είναι σημαντικά υψηλότερη από αυτήν της δευτερογενούς, με αποτέλεσμα η μικροσκληρότητα να χαρακτηρίζεται από υψηλότερα πεδία τιμών (Εικόνα 186, Διαγράμματα 55 -56).

3.4 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑΣ ΤΩΝ ΠΕΡΙΟΧΩΝ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ, ΤΗΣ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗΣ ΖΩΝΗΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΧΑΛΥΒΑ Χ65

Πίνακας 29: Σταθμισμένος μέσος όρος τραχύτητας παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης για τις τρεις υπό μελέτη περιοχές συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65

BM	HAZ	FZ
0.32 $\mu\text{m} \pm 0.02$	0.35 $\mu\text{m} \pm 0.03$	0.38 $\mu\text{m} \pm 0.05$

Όπως παρατηρείται μεταξύ των τριών θερμοδυναμικών περιοχών η μεγαλύτερη τραχύτητα απαντάται στην περιοχή της ζώνης τήξης και η μικρότερη στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Κάθε μία από τις αποδιδόμενες μετρήσεις αποτελεί το σταθμισμένο μέσο όρο έξι ανεξάρτητων τιμών, οι οποίες έχουν ληφθεί μέσω διεξαγωγής προφίλομετρίας τραχύτητας παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65 (Πίνακας 29).

3.5 ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΕΝΤΟΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ

3.5.1 Σκαρίφημα της ηλεκτρολυτικής διάταξης όπου έλαβε χώρα η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

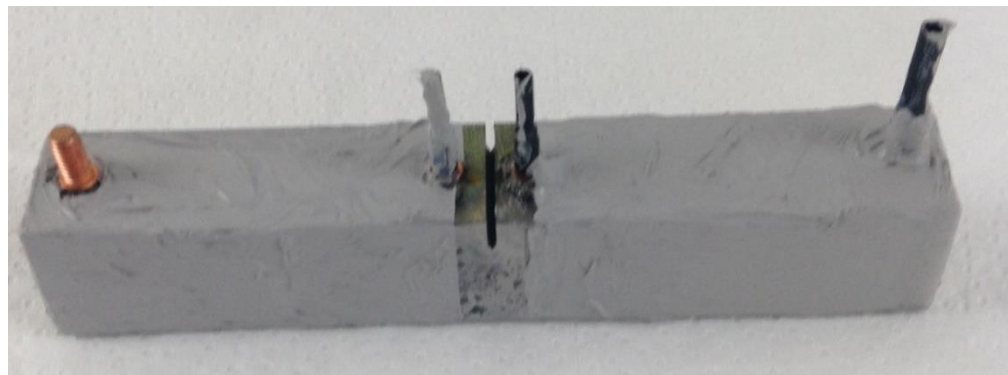
Αναφορικά με τα στάδια διεκπεραίωσης της πειραματικής διαδικασίας, αρχικά πραγματοποιήθηκε η καθοδική πόλωση των δοκιμίων σε περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα. Την κάθοδο του ηλεκτροδυναμικού συστήματος αποτέλεσαν τα ειδικά προδιαμορφωμένα δοκίμια CTOD, εκ των οποίων δώδεκα είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δώδεκα στην περιοχή της ζώνης τήξης. Ως άνοδος τοποθετήθηκε ένα ηλεκτρόδιο επιπλατινωμένου τιτανίου, ενώ ταυτόχρονα ιδιαίτερη προσοχή αποδόθηκε στη γεωμετρία του ηλεκτρικού πεδίου και στην επιφανειακή τραχύτητα των δοκιμίων (Εικόνες 188, 189). Το ηλεκτρολυτικό διάλυμα το οποίο χρησιμοποιήθηκε κατά τη διαδικασία της ηλεκτροχημικής διέγερσης αποτελείται από 30 g/L NaCl και 3 g/L NH₄SCN (σύμπλοκο που παρεμποδίζει το μοριακό επανασχηματισμό του υδρογόνου στην επιφάνεια του μετάλλου). Αυτό επελέγη μέσα από μια πληθώρα ηλεκτρολυτικών διαλυμάτων ως το καταλληλότερο, καθώς προσομοιάζει με ικανοποιητική προσέγγιση τις δυναμικά αναπτυσσόμενες λειτουργικές συνθήκες επί των επιφανειών των σωληνώσεων, οι οποίες βρίσκονται ενταγμένες σε εδάφη με υψηλό υγρομετρικό βαθμό, αυξημένα ποσοστά διαλυμένου οξυγόνου και ταυτόχρονη παρουσία θειοοξειδωτικών και θειοαναγωγικών βακίλων. Κατά τη διεξαγωγή των πειραμάτων στο σύστημα πραγματοποιείται ανάδευση και σταθεροποίηση του pH, μεταξύ του πεδίου

τιμών 5-5.2, μέσω της ελεγχόμενης ροομετρικά παροχέτευσης μίγματος αερίων CO₂ και N₂. Με τον τρόπο αυτό καθίστατο δυνατό κάθε φορά να διασφαλίζεται η ηλεκτροχημική ενεργότητα (electrochemical activity) του διαβρωτικού περιβάλλοντος, ενώ για τον περιορισμό της εξάχνωσης του ηλεκτρολυτικού διαλύματος και της συνεπαγόμενης απορρύθμισης του pH, εφαρμοζόταν συνεχής κάλυψη του κατακόρυφου τύπου κελιού με parafilm. Το εύρος μεταξύ των επιβαλλόμενων πεδίων τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, διακυμάνθηκε μεταξύ των 10, 20 και 30 mA/cm², για σταθερή χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 48 ώρες. Η επιφάνεια των υπό μελέτη δοκιμίων σε κάθε περίπτωση είχε προγενέστερα μονωθεί με πολυουρεθάνη, με μοναδική εξαίρεση την περιοχή της εγκοπής που παρέμενε απογυμνωμένη. Ο σχεδιασμός αυτός αποσκοπούσε στην κατευθυνόμενη και ανεμπόδιστη διάχυση του ατομικού υδρογόνου αυστηρά και μόνο εντός της περιοχής της εγκοπής (Εικόνα 187). Επιπρόσθετα η επιφάνεια της εγκοπής είχε προηγουμένως λειανθεί στα 2000 και 4000 grit και στιλβωθεί με χρήση αδαμαντόπαστας μέσης κοκκομετρίας 3 και 1 μm. Η παραπάνω διαδικασία λάμβανε χώρα με στόχο την απομάκρυνση των επιφανειακών οξειδίων, τα οποία λειτουργούν είτε ως ημιαγωγοί είτε ως μονωτές, αποδίδοντας έτσι έναν προσαυξητικό παράγοντα στη συνολική εμπέδηση (σύνθετη αντίσταση) του ηλεκτροχημικού συστήματος. Άλλωστε είναι αποδεδειγμένο επιστημονικά ότι αυτές οι στοιχειομετρικές των επιφανειακών οξειδίων (Fe₂O₃, Fe₃O₄, FeO) έχουν το ρόλο πυκνωτή που επιδρά στη συνολική αντίσταση πόλωσης του ηλεκτροδίου (electrode polarization resistance), στην αντίσταση μεταφοράς φορτίου (charge transfer resistance) και στην αντίσταση διάχυσης (diffusion resistance), αποσταθεροποιώντας και παραμορφώνοντας τη χωρική κατανομή των ηλεκτροδυναμικών γραμμών εντός του πεδίου καθοδικής πόλωσης. Τέλος ιδιαίτερα καθοριστική κρίθηκε σε όλες τις περιπτώσεις η μέτρηση του ηλεκτροδιακού δυναμικού του δοκιμίου, εντός ειδικής κυψέλης διάβρωσης, έναντι του πρότυπου ηλεκτροχημικού δυναμικού διάβρωσης του καλομέλανα E^o_{SCE} για το δεδομένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον. Η τιμή του ηλεκτροδιακού δυναμικού αποτελεί την κυρίαρχη παράμετρο η οποία καθορίζει την κινητική διεξαγωγής των ηλεκτροχημικών αντιδράσεων, μέσω της επίδρασης που έχει στην τιμή της υπέρτασης της καθοδικής πόλωσης (overpotential), ιδιαίτερα σε διεργασίες οι οποίες χαρακτηρίζονται ως μη φαρανταϊκού τύπου (Non Faradaic Processes). Το ηλεκτροδιακό αυτό δυναμικό λοιπόν προσδιορίστηκε μέσω των ποτενσιοδυναμικών καμπυλών καθοδικής πόλωσης περίπου ίσο με -1500 mV vs V_{SCE}, ενώ το ηλεκτροχημικό δυναμικό ανοιχτού κυκλώματος (OCP) για το συγκεκριμένο ηλεκτρολυτικό πεδίο προσδιορίστηκε ίσο με -380 mV vs V_{SCE}. Κατ' αυτόν το τρόπο συμπεραίνεται ότι η κινητική των αναγωγικών ημιαντιδράσεων παραγωγής μοριακού υδρογόνου καθορίζεται μονοσήμαντα από το δυναμικό ισορροπίας του αναγωγικού μέσου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος.

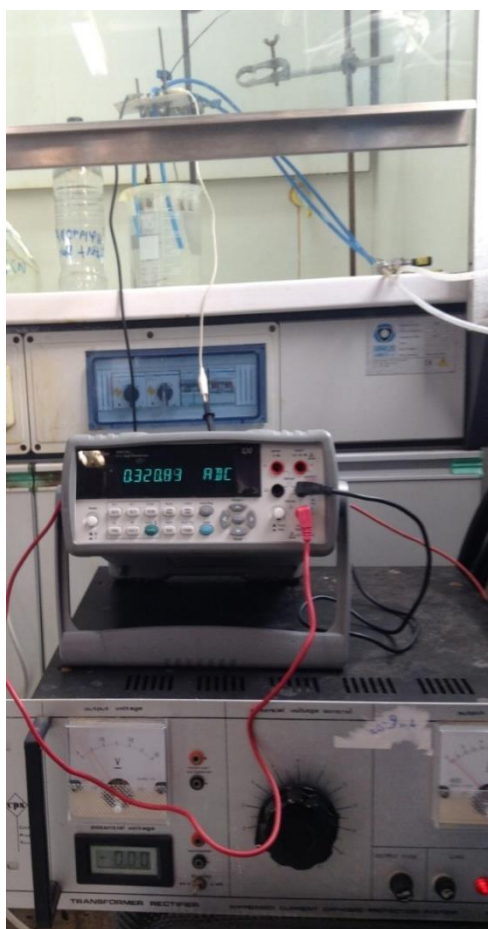
Είναι σημαντικό επίσης να σημειωθεί ότι η συγκέντρωση του διαχεόμενου υδρογόνου εντός του ηλεκτρολύτη (diffusible hydrogen concentration) εκφράζεται μέσω μίας πολυωνυμικής συσχέτισης δευτέρου βαθμού ως προς την υπέρταση καθοδικής πόλωσης του ηλεκτροδίου (applied overpotential η). Το μέγεθος αυτό ορίζεται βάσει της ακόλουθης εξίσωσης:

$$\eta = E_c - E^o_H$$

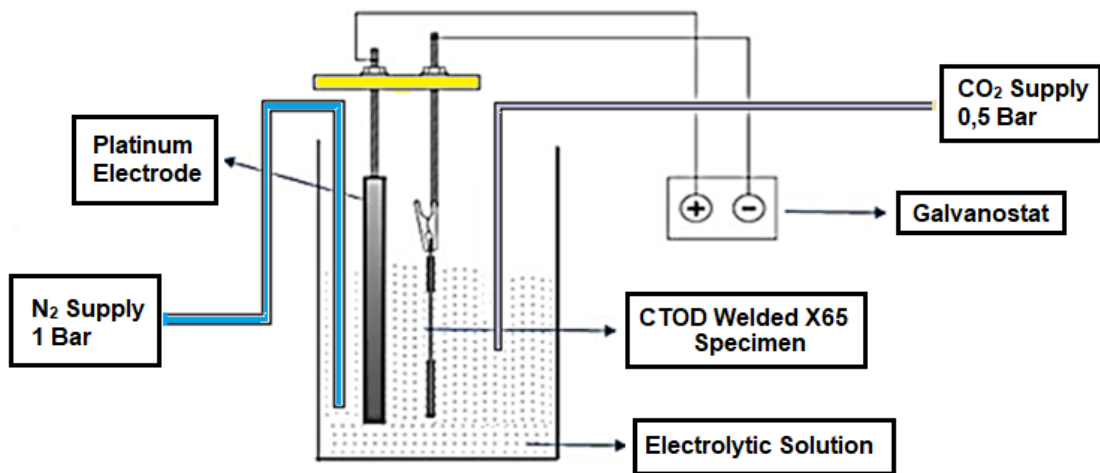
όπου η παράμετρος E_c αποτελεί το καθοδικό ηλεκτροδιακό δυναμικό του δοκιμίου και η παράμετρος E^o_H εκφράζει το δυναμικό ισορροπίας του υδρογόνου για το δεδομένο περιβάλλον ηλεκτροχημικής διέγερσης. Η τιμή του E^o_H μπορεί να προσδιορισθεί μέσω της εξίσωσης του Nernst. Σύμφωνα με αυτήν προκύπτει E^o_H = -0.0591 * pH - 0.0295 * log f_{H2}, όπου ως f_{H2} ορίζεται ο λόγος της ηλεκτροχημικής ενεργότητας προς τη μερική πίεση του υδρογόνου.



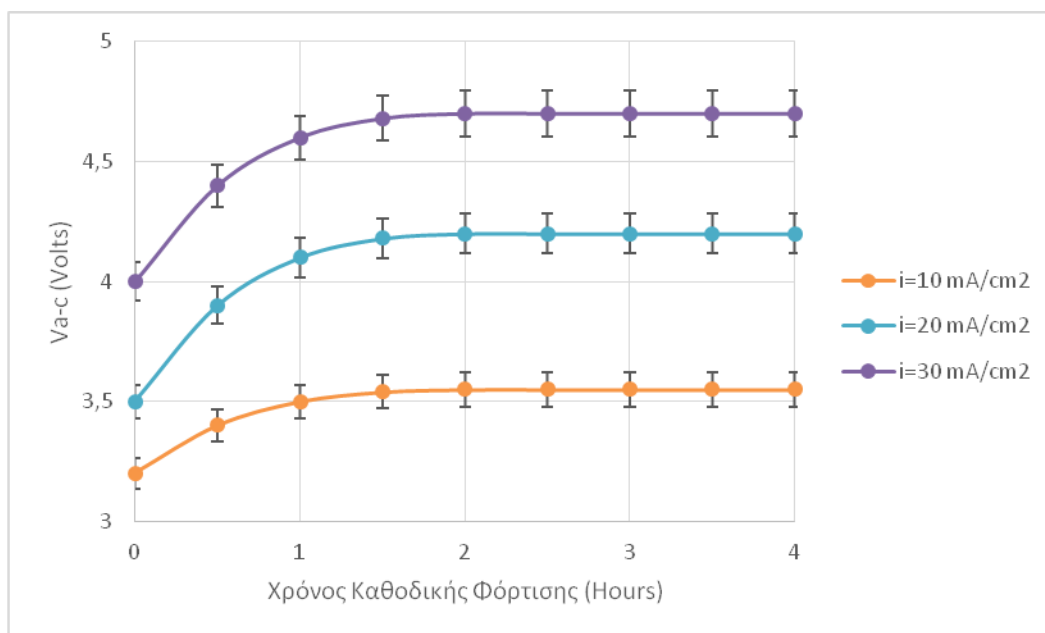
Εικόνα 187: Γεωμετρία δοκιμίου το οποίο εντάσσεται στο πεδίο καθοδικής πόλωσης. Στην επιφάνεια αυτού έχουν τοποθετηθεί ειδικές ορειχάλκινες ακίδες μέσω της τεχνικής της ηλεκτροσυγκόλλησης (οι οποίες απαιτούνται για τη διεξαγωγή της δοκιμής CTOD στη συνέχεια), εκ των οποίων οι τρεις έχουν καλυφθεί με θερμοσυστελλόμενο υλικό ενώ η τελευταία έχει παραμείνει 'γυμνή' καθώς θα αποτελέσει την αγώγιμη δίοδο για την καθοδική πόλωση του δοκιμίου. Τέλος έχει πραγματοποιηθεί μόνωση με πολυουρεθάνη ολόκληρης της επιφάνειας του υπό μελέτη δοκιμίου πλην της περιοχής της εγκοπής.



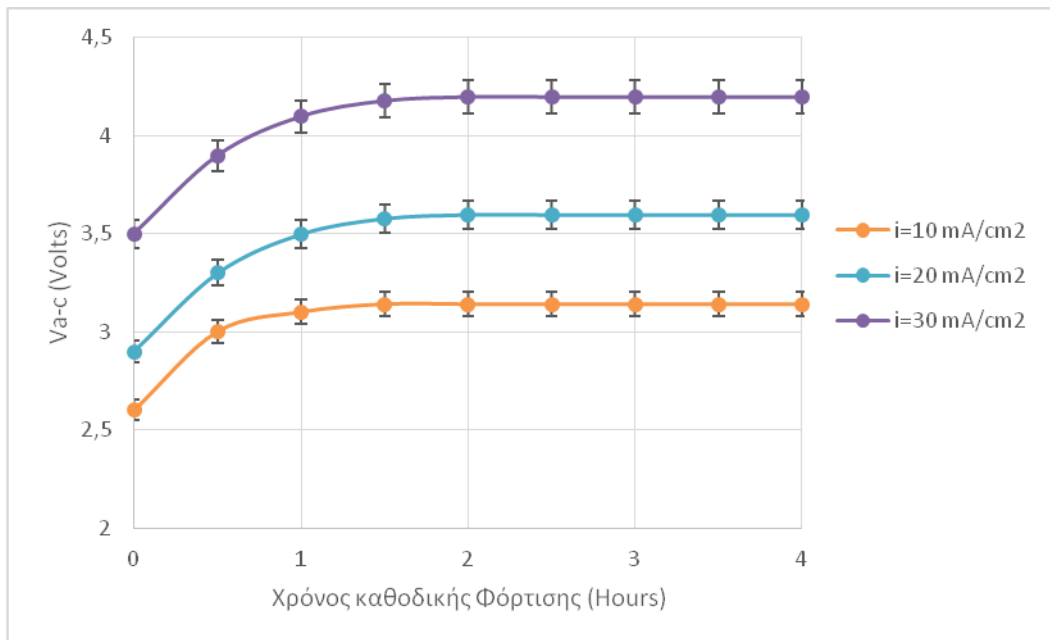
Εικόνα 188: Φωτογραφική απεικόνιση της διάταξης ηλεκτροχημικής διέγερσης, του τροφοδοτικού που λειτουργεί ως γαλβανοστάτης (σταθεροποίηση της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης) και του ψηφιακού πολυμέτρου - μέσω του οποίου μετράται η μεταβολή του πεδίου της ηλεκτρικής τάσης.



Εικόνα 189: Σκαρίφημα ηλεκτρολυτικής διάταξης (κατακόρυφου τύπου κελί) όπου λαμβάνει χώρα η καθοδική πόλωση των δοκιμίων εντός περιβάλλοντος υδρογόνου.



Διάγραμμα 57: Μεταβολή του δυναμικού καθοδικής πόλωσης για δοκίμιο μετάλλου βάσης X65 συναρτήσει του χρόνου, έως ότου επέλθει η σταθεροποίηση για το συνολικό ηλεκτροχημικό-ηλεκτροδυναμικό σύστημα.



Διάγραμμα 58: Μεταβολή του δυναμικού καθοδικής πόλωσης για την περιοχή της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65 συναρτήσει του χρόνου, έως ότου επέλθει η σταθεροποίηση για το συνολικό ηλεκτροχημικό-ηλεκτροδυναμικό σύστημα.

Όπως παρατηρείται τόσο για το κραματικό σύστημα της περιοχής του μετάλλου βάσης όσο και για αυτό της περιοχής της ζώνης τήξης, η σταθεροποίηση του δυναμικού πόλωσης του συνολικού συστήματος της ηλεκτροχημικής διέγερσης, πραγματοποιείται με μια χρονική υστέρηση της τάξης περίπου των δύο ωρών. Η παρατήρηση αυτή είναι λογική καθώς η πόλωση του ηλεκτροδυναμικού αυτού συστήματος πραγματοποιείται γαλβανοστατικά και όχι ποτενσιοστατικά (δηλαδή μέσω σταθεροποίησης της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης και όχι μέσω σταθεροποίησης του επιβαλλόμενου καθοδικού δυναμικού). Βάσει των παρατιθέμενων διαγραμμάτων συμπεραίνεται ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος αυξάνει ο απαιτούμενος χρόνος για τη σταθεροποίηση του δυναμικού και στις δύο περιοχές μελέτης. Επιπρόσθετα το μη συγκολλημένο δοκίμιο χαρακτηρίζεται, εν συγκρίσει με αυτό που έχει συγκολληθεί, από υψηλότερα πεδία τιμών του μετρηθέντος δυναμικού για όλες τις επιβληθείσες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στο μικρογραφικό ιστό της περιοχής του μετάλλου βάσης, ο οποίος στοιχειοθετείται από μικρογραφικά συστατικά και φάσεις εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας. Η απουσία θερμοδυναμικής μεταστάθειας καθιστά την ελεύθερη ενέργεια του συστήματος σε χαμηλότερα επίπεδα, με αποτέλεσμα να απαιτείται ισχυρότερο πεδίο διέγερσης για την ηλεκτροχημική ενεργοποίηση του δεδομένου συστήματος (Διαγράμματα 57 – 58).

3.5.2 Φωτογραφική απεικόνιση της υδραυλικής μηχανής δοκιμών υποδύναμης 10 tn όπου πραγματοποιήθηκαν τα πειράματα σύνθετων μηχανικών δοκιμών μέσω της αρχικής επιβολής παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης και την εν συνεχεία αστοχία των μεταλλικών συστημάτων μέσω καμπτικής φόρτισης

Σε δεύτερο στάδιο εφαρμόστηκε και για τα δύο είδη των διαμορφωμένων δοκιμών η ελεγχόμενη προρωγμάτωση μέσω επιβολής κοπωτικής φόρτισης (controlled fatigue precrack process) (Εικόνα 190). Κατά τη διάρκεια αυτού του σταδίου τίθεται υπό συνεχή παρακολούθηση το ενεργό μήκος προώθησης της ρωγμής (active crack propagation length detection) μέσω χρήσης μιας παλμογεννήτριας, η οποία είχε τροφοδοτικό εναλλασσόμενου ρεύματος (Alternative Current Pulse Device/ACPD) (Εικόνα 191). Με τη συνεχή ηλεκτρική διέγερση του υπό μελέτη συστήματος καταγραφόταν σταθερά η μεταβολή της αντίστασης αυτού καθώς η ρωγμή διαδιδόταν, ενώ ταυτόχρονα πραγματοποιείτο μέτρηση της διακύμανσης του πεδίου μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης (fluctuation of voltage field). Μέσω μιας βαθμονομημένης συνάρτησης μεταφοράς (calibrated transfer function), το πεδίο μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης μετασχηματιζόταν συνεχώς σε ενεργό μήκος διάδοσης της ρωγμής. Στους ακόλουθους πίνακες παρατίθενται οι κύκλοι φόρτισης καθώς και το μέγιστο και ελάχιστο φορτίο σε κάθε στάδιο της κόπωσης τόσο για δοκίμια που είχαν εγκοπή στη περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για εκείνα με εγκοπή στη περιοχή της ζώνης τήξης, για τη μη πολωμένη κατάσταση και για την καθοδικά φορτισμένη (Πίνακες 30 - 33). Όπως ήταν αναμενόμενο για την ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής στην περιοχή της ζώνης τήξης επιβλήθηκαν υψηλότερα φορτία εν συγκρίσει με την περιοχή του μετάλλου βάσης, καθώς αυτή χαρακτηρίζεται από υψηλότερο όριο διαρροής και μέγιστη εφελκυστική αντοχή. Τέλος σημειώνεται ότι τα μέγιστα και τα ελάχιστα φορτία της εναλλασσόμενης φόρτισης καθώς και ο αριθμός των κύκλων της φόρτισης τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, τόσο πριν όσο και έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτών, ορίσθηκαν από το ερευνητικό κέντρο της εταιρείας Europipe σε συνεργασία με το διεθνή φορέα έρευνας και ανάπτυξης του American Petroleum Institute έπειτα από τη μελέτη αποτελεσμάτων από αντίστοιχα πειράματα σε περιβάλλον αέριων και υγρών υδρογονανθράκων και των εξαχθέντων νομογραφημάτων για το συγκεκριμένο πάχος διατομής των σωληνώσεων, έχοντας ληφθεί σοβαρά υπόψη ο συντελεστής ενδοτράχυνσης, ο συντελεστής ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης, ο λόγος του ορίου διαρροής προς τη μέγιστη εφελκυστική αντοχή, η ολκιμότητα, οι παράγοντες Schmid και Taylor και η τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης

Πίνακας 30: Συνθήκες κόπωσης για μη καθοδικά πολωμένο δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή μετάλλου βάσης χάλυβα X65

Loading Stage	Cycles	Fmax (kN)	Fmin (kN)	Target Set Point	Amplitude
First stage	9000	-14	-1.4	-7.7	6.3
Second stage	24.000	-12	-1.2	-6.6	5.4
Third stage	29.000	-10	-1	-5.5	4.5

Πίνακας 31: Συνθήκες κόπωσης για καθοδικά πολωμένα (10, 20, 30 mA/cm²) δοκίμια με εγκοπή στην περιοχή μετάλλου βάσης χάλυβα X65

Loading Stage	Cycles	Fmax (kN)	Fmin (kN)	Target Set Point	Amplitude
First stage	32000	-12	-1.2	-6.6	5.4

Πίνακας 32: Συνθήκες κόπωσης για μη καθοδικά πολωμένο δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65

Loading Stage	Cycles	Fmax (kN)	Fmin (kN)	Target Set Point	Amplitude
First stage	11.000	-16	-1.6	-8.8	7.2
Secondstage	18.000	-14	-1.4	-7.7	6.3
Thirdstage	18.758	-6	-0.6	-2.7	3.3

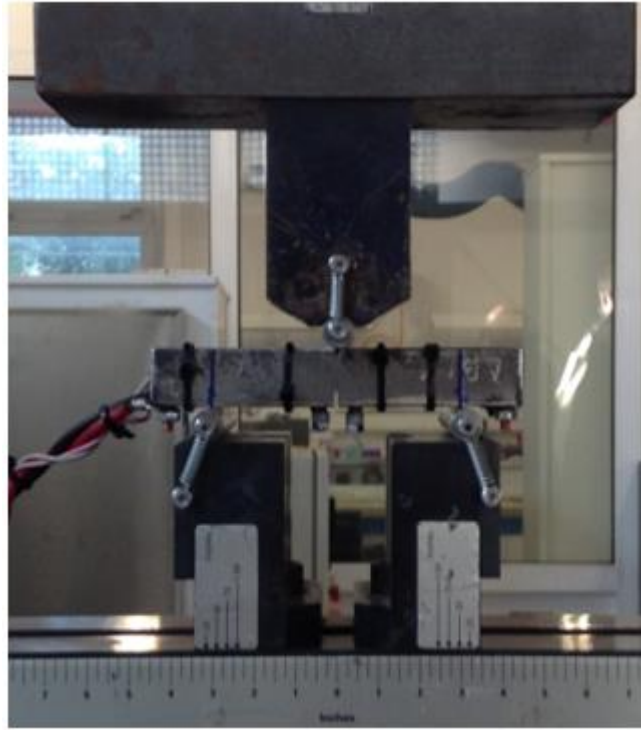
Πίνακας 33: Συνθήκες κόπωσης για καθοδικά πολωμένα (10, 20, 30 mA/cm²) δοκίμια με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65

Loading Stage	Cycles	Fmax (kN)	Fmin (kN)	Target Set Point	Amplitude
First stage	27.500	-12	-1.2	-6.6	5.4

Σε κάθε περίπτωση όταν το μήκος της ρωγμής λάμβανε την κρίσιμη τιμή των 4mm (critical crack length) (βάσει του προτύπου BS7448), η μηχανική καταπόνηση μεταβαλλόταν σε καμπτική φόρτιση (Bending Loading). Εν συνεχεία κατά το τελικό στάδιο της καμπτικής καταπόνησης εφαρμοζόταν επί της επιφάνειας της εγκοπής των δοκιμών ένα διμεταλλικό έλασμα με ειδικά προσαρμοσμένα επιμηκυνσιόμετρα (amplifiers). Η λειτουργία αυτών βασιζόταν στην αρχή της γέφυρας Winston, με τρόπο ώστε να παρακολουθείται με ακρίβεια (της τάξης του 1/10 mm) η διεύρυνση του ανοίγματος του άνω χείλους της εγκοπής ταυτόχρονα με την επιβολή της καμπτικής φόρτισης (Crack Mouth Opening Displacement CMOD) (Εικόνα 192).

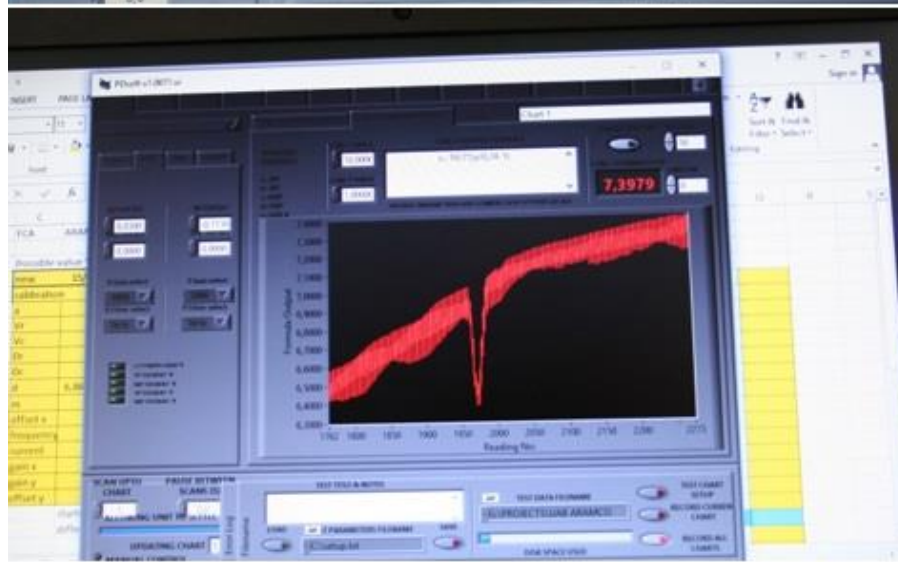
Τη στιγμή κατά την οποία ολοκληρωνόταν η θραύση, βάσει των καμπυλών F - CMOD, καθίστατο δυνατός μέσω των συναρτήσεων της θραυστομηχανικής ο υπολογισμός των χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών K_Q (παράγοντας έντασης τάσης που αφορά στο στάδιο έναρξης της πλαστικοποίησης), J_m (J integral) και CTOD τα οποία αποτελούν 'εκφράσεις' της δυσθραυστότητας. Στο σημείο αυτό κρίνεται αναγκαίο να αναφερθεί ότι έγινε προσπάθεια προσδιορισμού του ηλεκτροδιακού δυναμικού ισορροπίας του εκάστοτε δοκιμίου στον αέρα (Electrodynamic Equilibrium Potential), έναντι του ηλεκτροδίου αναφοράς του καλομέλανα (Standard Reference Saturated Calomel Electrode/SCE) , κατά τη διάρκεια της μηχανικής καταπόνησης του κραματικού συστήματος. Η μέση τιμή αυτού που αποδόθηκε τόσο για τα μη συγκολλημένα όσο και για τα συγκολλημένα δοκίμια ήταν ίση με 0.2384 mV και βάσει αυτής έλαβε χώρα το τελικό καλιμπράρισμα της μετρητικής διάταξης και ο

επαναπροσδιορισμός της βαθμονομημένης συνάρτησης μεταφοράς η οποία εμπεριείχετο στο λογισμικό του οργάνου.

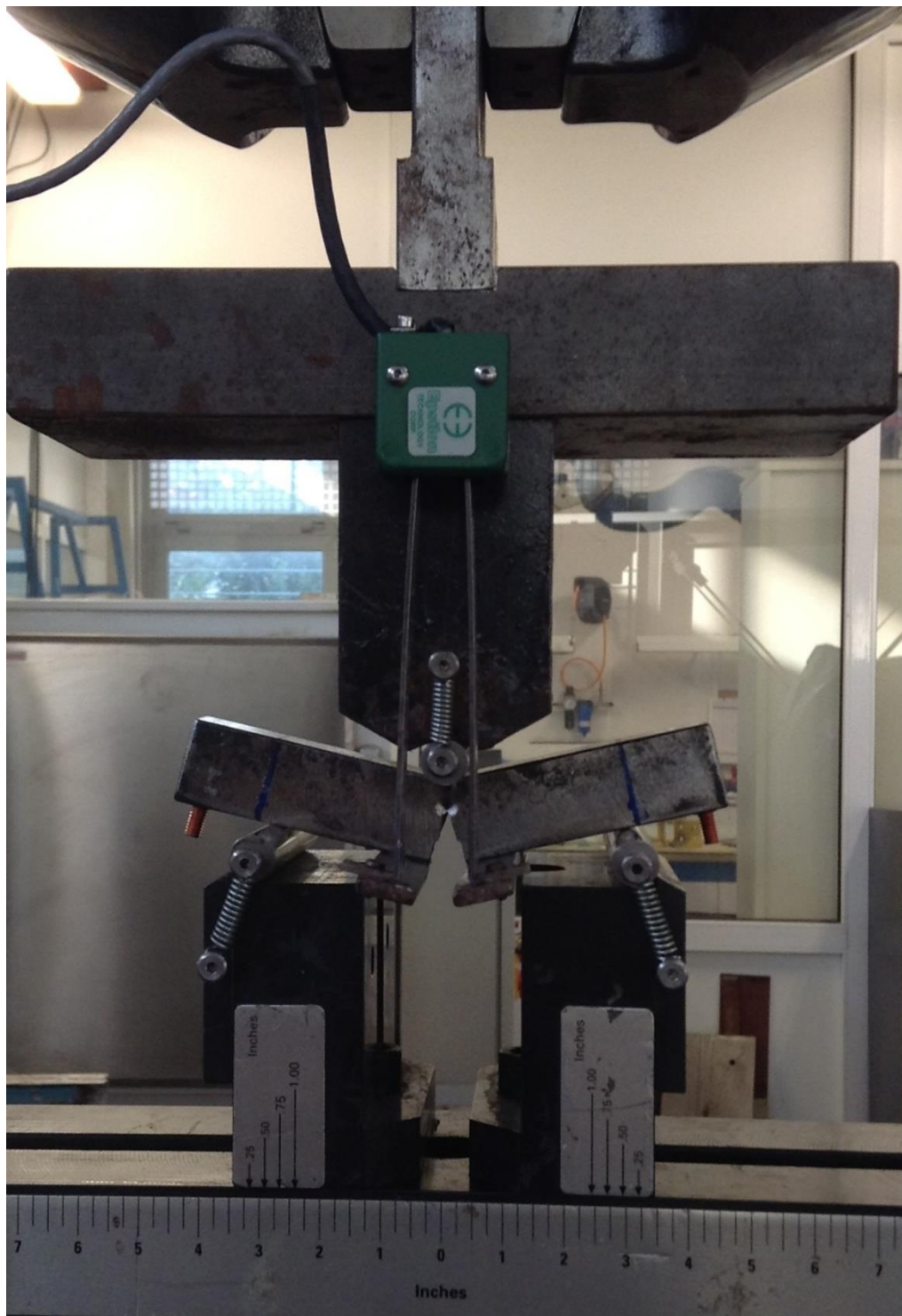


Εικόνα 190: Απεικόνιση των συνολικών διατάξεων για τη διεξαγωγή των δύο επιμέρους σταδίων της σύνθετης μηχανικής δοκιμής CTOD, της ελεγχόμενης δηλαδή προωγμάτωσης μέσω κόπωσης και της ακόλουθης επιβολής καμπτικών παραμορφωσιακών πεδίων.





Εικόνα 191: Παρουσίαση διάταξης παρακολούθησης του ενεργού μήκους διάδοσης της ρωγμής μέσω ηλεκτρικής διέγερσης σε πεδίο εναλλασσόμενου ρεύματος (Alternative Current Pulse Device-ACPD) καθώς και της συνδεσμολογίας των ακροδεκτών για την επιβολή εναλλασσόμενου ρεύματος και τη λήψη δυναμικού επί της επιφανείας των δοκιμών.



Εικόνα 12: Απεικόνιση του δοκιμίου κατά το στάδιο επιβολής καμπτικών παραμορφώσεων και του ειδικού προσαρμοσμένου μετρητικού συστήματος Crack Open Displacement gauge (COD gauge) επί των χειλέων της εγκοπής. Παρατηρείται ακόμη η ανάπτυξη διευρυμένης περιοχής πλαστικοποίησης (plasticity zone) επί του άκρου της διαδιδόμενης ρωγμής



Εικόνα 193: Αποτύπωση της γεωμετρίας των δοκιμών τα οποία υπεβλήθησαν σε μηχανική καταπόνηση CTOD

3.6 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΟΥ ΑΦΟΡΑ ΣΤΗΝ ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΠΟΙΗΣΗ ΚΑΙ ΣΤΗΝ ΕΠΙΛΟΓΗ ΤΩΝ ΤΕΛΙΚΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠÓΛΩΣΗΣ ΓΙΑ ΚΑΘΟΡΙΣΜΕΝΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΟ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΨΗΛΗΣ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗΣ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

Στον παρακάτω πίνακα παρατίθενται οι επακριβείς ηλεκτροδυναμικές συνθήκες διέγερσης εντός του ηλεκτρολυτικού κελιού κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης των δοκιμών (Πίνακας 34). Όπως γίνεται αντιληπτό τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ορίστηκαν να έχουν ως μέγιστο κατώφλι τα 30 mA/cm². Αυτό συνέβη διότι αντίστοιχες μελέτες οι οποίες έχουν διεξαχθεί στο συγκεκριμένο τύπο χάλυβα, έχουν καταλήξει στο συμπέρασμα ότι η τιμή αυτή του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου είναι που οδηγεί στο μεγαλύτερο βάθος διείδυσης και τον υψηλότερο συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, με αποτέλεσμα τη μεγιστοποίηση της πτώσης των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών του συστήματος που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα [74, 84, 92 – 93, 207, 211, 221]. Για υψηλότερα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος, οι ηλεκτροκινητικοί μηχανισμοί αναστρέφονται και τα φαινόμενα ηλεκτροδιάχυσης και ψαθυροποίησης αμβλύνονται.

Πίνακας 34: Παραμετροποίηση και επιλογή των συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης (πυκνότητα έντασης ρεύματος, χρονική διάρκεια) τόσο για τα δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για αυτά που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης.

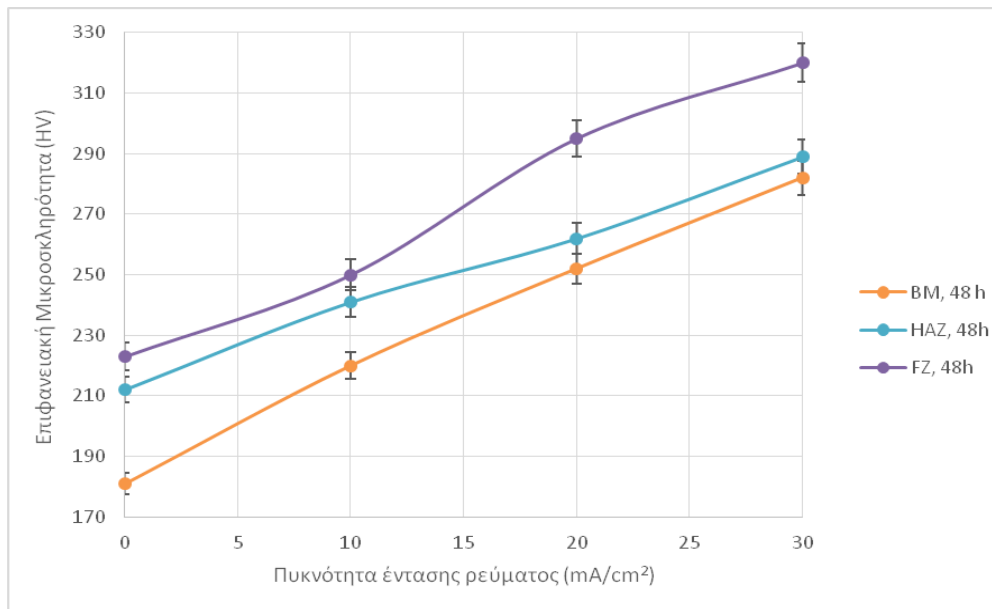
Υλικά	Πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (mA/cm ²)			Χρονική διάρκεια καθοδικής πόλωσης (hours)
Χάλυβας X65, Μέταλλο Βάσης	10	20	30	48
Χάλυβας X65, Ζώνη Τήξης	10	20	30	48

3.7 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ ΤΩΝ ΤΙΜΩΝ ΤΗΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΓΙΑ ΟΛΕΣ ΤΙΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ ΜΕΛΕΤΗΣ ΤΟΥ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΧΑΛΥΒΑ Χ65, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΧΡΟΝΙΚΗΣ ΔΙΑΡΚΕΙΑΣ 48 ΩΡΩΝ ΓΙΑ ΤΡΙΑ ΔΙΑΦΟΡΕΤΙΚΑ ΕΠΙΠΕΔΑ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ

Στο πλαίσιο του παρόντος υποκεφαλαίου πραγματοποιήθηκε εκτενής διερεύνηση της επίδρασης που έχει η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης, στην επιφανειακή μικροσκληρότητα της εκάστοτε περιοχής μελέτης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65 (Πίνακας 35). Τα αποτελέσματα των ανωτέρω μετρήσεων συνοψίζονται στον ακόλουθο πίνακα, ενώ στη συνέχεια παρατίθενται και τα διαγράμματα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, για τις περιοχές του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης. Σημειώνεται ότι η κάθε αναγραφόμενη τιμή του Πίνακα αποτελεί το σταθμισμένο μέσο όρο έξι ανεξάρτητων επιμέρους μετρήσεων προς διασφάλιση της επαναληψιμότητας και της εγκυρότητας των αποτελεσμάτων.

Πίνακας 15: Τιμές επιφανειακής μικροσκληρότητας για όλες τις περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση χρονικής διάρκειας 48 ωρών για τρία διαφορετικά επίπεδα επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

Μέταλλο Βάσης		Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη		Ζώνη Τήξης	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μικροσκληρότητα (HV)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μικροσκληρότητα (HV)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μικροσκληρότητα (HV)
0	181 +/- 2	0	212 +/- 2	0	223 +/- 2
10	220 +/- 1	10	241 +/- 3	10	250 +/- 3
20	252 +/- 1	20	262 +/- 2	20	295 +/- 3
30	282 +/- 1	30	289 +/- 2	30	320 +/- 3



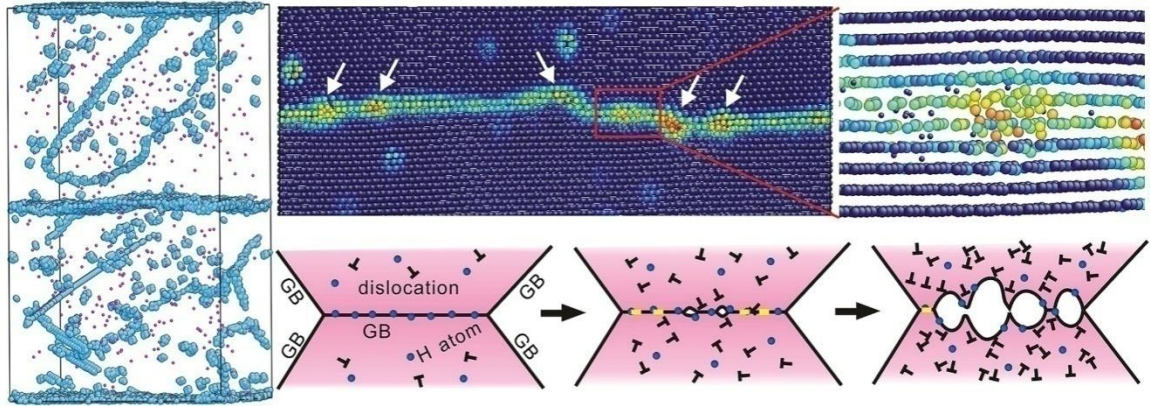
Διάγραμμα 59: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις υπό μελέτη περιοχές συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Σε ότι αφορά στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των περιοχών του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης, παρατηρείται και για τις τρεις περιπτώσεις, αύξηση των απολύτων τιμών αυτής με την επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Τον υψηλότερο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας τον παρουσιάζει η περιοχή της ζώνης τήξης και τον χαμηλότερο η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 30 mA/cm². Η αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας για όλα τα κραματικά συστήματα μπορεί εύκολα να αποδοθεί στην αλληλεπίδραση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (Cottrell atmosphere and dislocation interactions), στη δημιουργία υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματοειδών κενών (Clusters of Hydrogenated Vacancies) και στην ανάπτυξη εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής εντός της μητρικής δομής [22, 46, 263, 288, 333]. Οι παραπάνω παράγοντες λειτουργούν συνεργιστικά ως προς την αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης, του ορίου διαρροής και της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του εκάστοτε μεταλλουργικού συστήματος (Διάγραμμα 59).

Πιο συγκεκριμένα το παραπάνω φαινόμενο αποδίδεται στο γεγονός ότι τα υπερκορεσμένα σε υδρογόνο οκταεδρικά και τετραεδρικά κενά παρεμβολής της κρυσταλλικής δομής παρεμποδίζουν τη μετακίνηση των διαταραχών, με αποτέλεσμα αυτές να αλληλομπλοκάρονται και να μην αποτελούν πλέον ενεργά κανάλια εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (dislocation entanglement/ immobilization of dislocation networks by Hydrogenated Vacancies). Κατ' αυτόν τον τρόπο δημιουργείται τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε ατομικό υδρογόνο, οδηγώντας σε εντατικοποίηση των πεδίων συσσώρευσης παραμενουσών τάσεων, μικροπλαστικών ζωνών και ταινιών ολίσθησης. Ως κυριότερο αποτέλεσμα των ανωτέρω επέρχεται η αύξηση του ορίου

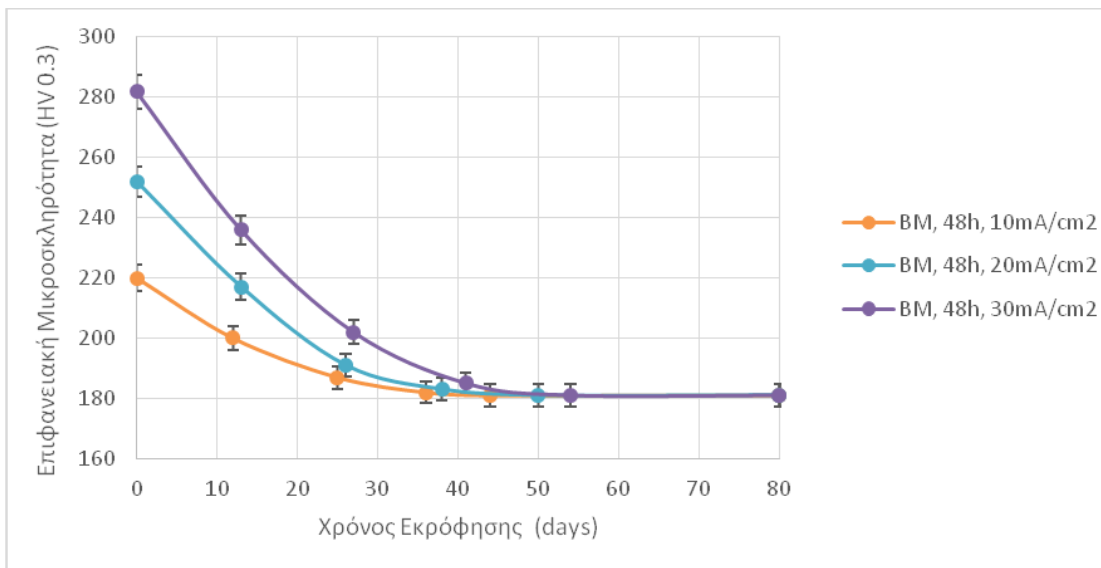
διαρροής και της επιφανειακής μικροσκληρότητας των κραματικών συστημάτων. Σε κάθε περίπτωση για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, η περιοχή του μετάλλου βάσης η οποία χαρακτηρίζεται από σχετικά υψηλή ολκιμότητα, παρουσιάζει σταθερό ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας. Πιο συγκεκριμένα η παραπάνω παρατήρηση σχετίζεται με το γεγονός ότι η περιοχή του μετάλλου βάσης χαρακτηρίζεται από υψηλό βαθμό επιδεκτικότητας ως προς τον επιφανειακό σχηματισμό ενός στρώματος παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου και τη δημιουργία πολλαπλών πεδίων συσσώρευσης των υδρογονωμένων πλεγματοειδών κενών (Hydrogenated Vacancies) λόγω του υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και ψαθυροποιητικών σχηματισμών MAs στο μικρογραφικό ιστό. Αντίθετα για τα χαμηλότερα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (0 -10 mA/cm²) η ζώνη τήξης χαρακτηρίζεται από περιορισμένο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας γεγονός το οποίο αποδίδεται στην ψαθυρή της φύσης (συμμετοχή φερρίτη Widmanstätten και κατώτερου μπαινίτη) και στη μειωμένη δυνατότητα σκλήρυνσης, λόγω των εξαιρετικά χαμηλών συντελεστών ενδοτράχυνσης και της ιδιαίτερα αυξημένης τιμής της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης. Φυσικά οι απόλυτες τιμές της επιφανειακής μικροσκληρότητας καθίστανται υψηλότερες για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με τα άλλα θερμοδυναμικά συστήματα, καθώς αυτή χαρακτηριζόταν εξ αρχής από υψηλότερη τιμή σκληρότητας, λόγω των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας που την στοιχειοθετούν. Τα παραπάνω φαινόμενα εντατικοποιούνται με την επιβολή όλο και μεγαλύτερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, κατά τη διάρκεια των οποίων αυξάνει η ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, οδηγώντας σε συστηματική υπέρβαση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και στην ενεργοποίηση παγίδων συσσώρευσης μοριακού υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού (localized chemical potential for hydrogen migration effect) [73, 88, 91, 261, 302].

Τέλος γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι το κραματικό σύστημα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης για πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των 10 και των 20 mA/cm² παρουσιάζει μείωση του ρυθμού αύξησης της επιφανειακής του μικροσκληρότητας. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την ανάπτυξη ηλεκτροκινητικών μηχανισμών πέδησης ως προς τη περαιτέρω διείσδυση του ατομικού υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Κατ' αυτόν τον τρόπο η ηλεκτροδιάχυση αρχίζει πλέον να λαμβάνει χώρα όχι μέσω των διαταραχών αλλά μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων μεταξύ των υδρογονωμένων πλεγματοειδών κενών, με σημαντικά χαμηλότερο ρυθμό κατά τα πρώτα στάδια. Έτσι το μεταλλουργικό σύστημα καθώς βρίσκεται σε υπερκορεσμό (supersaturation) αναπτύσσει αυθόρμητα ένα δυναμικό φραγμού (braking potential) για την περαιτέρω διείσδυση των ατόμων υδρογόνου εντός της κρυσταλλικής δομής. Με λίγα λόγια η υπερβολική συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου, σε τιμές υψηλότερες από αυτές που επιτάσσει η θερμοδυναμική ισορροπία, περιορίζει την ηλεκτροκινητική απόκριση ως προς τη μετανάστευση αυτού εντός της πλεγματοειδούς δομής, μέχρις ότου ενεργοποιηθεί εκ νέου η ηλεκτροχημική διαδικασία με την επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (Εικόνα 194). Αυτό μπορεί να εξηγηθεί από το γεγονός ότι το ενεργειακό κατώφλι το οποίο πρέπει να υπερβληθεί για να αυξηθεί ο ρυθμός διάχυσης μέσω των πλεγματοειδών κενών (Potential Kinetic Limitation on Hydrogen Transport) απαιτεί την εφαρμογή πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερης των 20 mA/cm² [6,30,61,90,213,275].

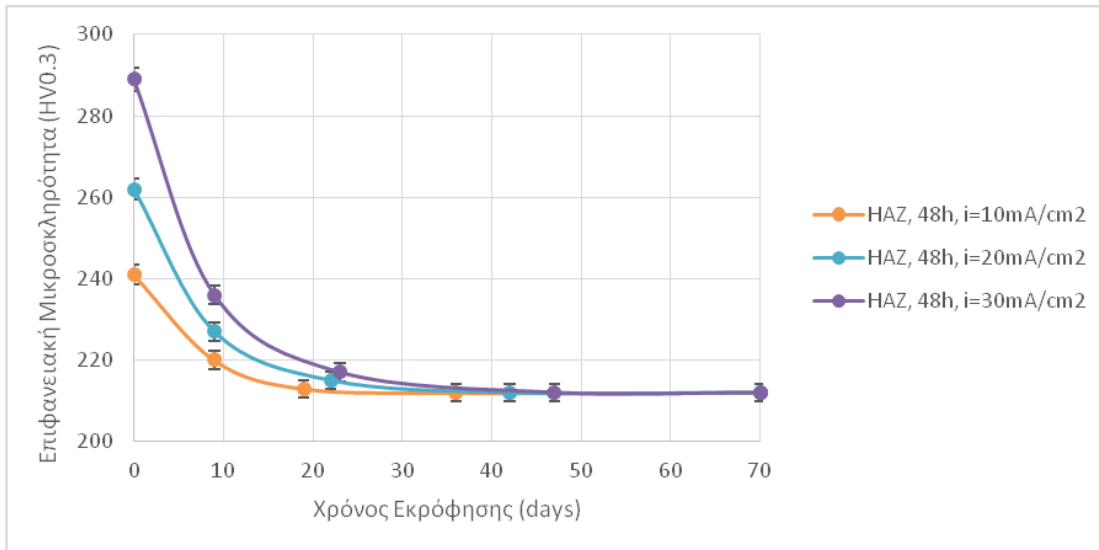


Εικόνα 194: Μηχανιστική προσέγγιση της παρεμποδιζόμενης μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών έπειτα από καθοδική πόλωση σε περιβάλλον υδρογόνου μέσω των αναλυτικών τεχνικών AtomProbeFieldIonMicroscopy (APFIM) και Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS) [263, 288, 333]

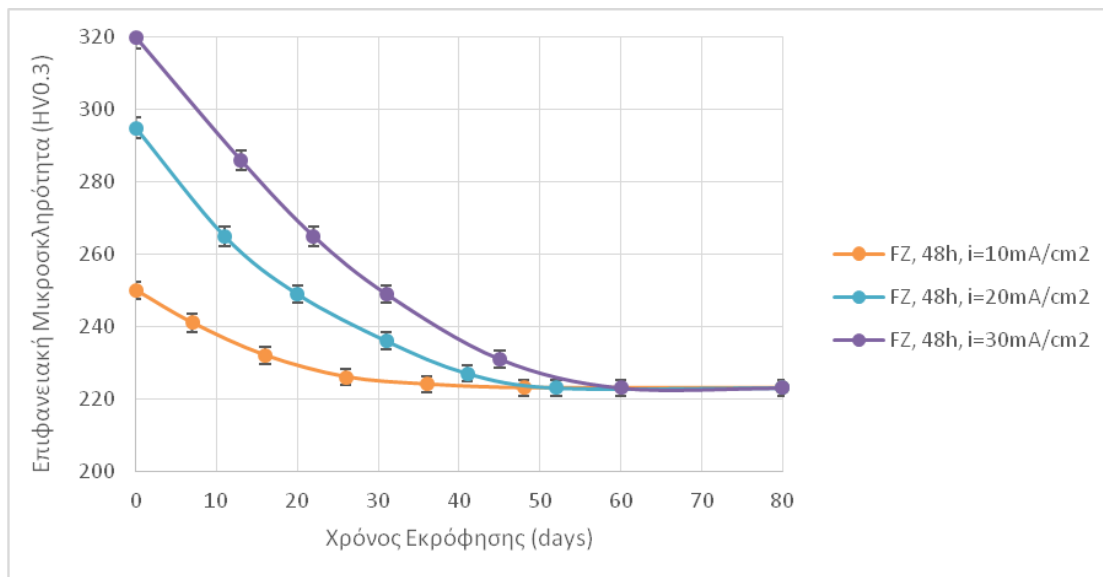
3.8 ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΟΥ ΧΡΟΝΟΥ ΕΚΡΟΦΗΣΗΣ ΤΟΥ ΠΑΓΙΔΕΥΜΕΝΟΥ ΜΟΡΙΑΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΓΙΑ ΤΙΣ ΤΡΕΙΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ ΜΕΛΕΤΗΣ ΣΕ ΟΛΑ ΤΑ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΑ ΠΕΔΙΑ ΤΙΜΩΝ ΤΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ ΤΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ



Διάγραμμα 60: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του προσροφημένου μοριακού υδρογόνου για την περιοχή του μετάλλου βάσης και για όλα τα πεδία τιμών επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης



Διάγραμμα 61: Συγκριτική απόδοση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του προσροφημένου μοριακού υδρογόνου για την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65 και για όλα τα πεδία τιμών της επιβληθείσας πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης



Διάγραμμα 62: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του προσροφημένου μοριακού υδρογόνου για την περιοχή της ζώνης τήξης και για όλα τα πεδία τιμών επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης παρατηρείται αντίστοιχη αύξηση και του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από τοπολογίες συστηματικής συσσώρευσης αυτού (αντιστρεπτού τύπου), για όλες τις επιμέρους περιοχές μελέτης ενός συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Το μεγαλύτερο βαθμό χρονικής υστέρησης κατά την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης φαίνεται να τον παρουσιάζει με σταθερότητα η περιοχή της ζώνης τήξης, ενώ η θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίζεται από το μικρότερο χρονικό κατώφλι σε ότι

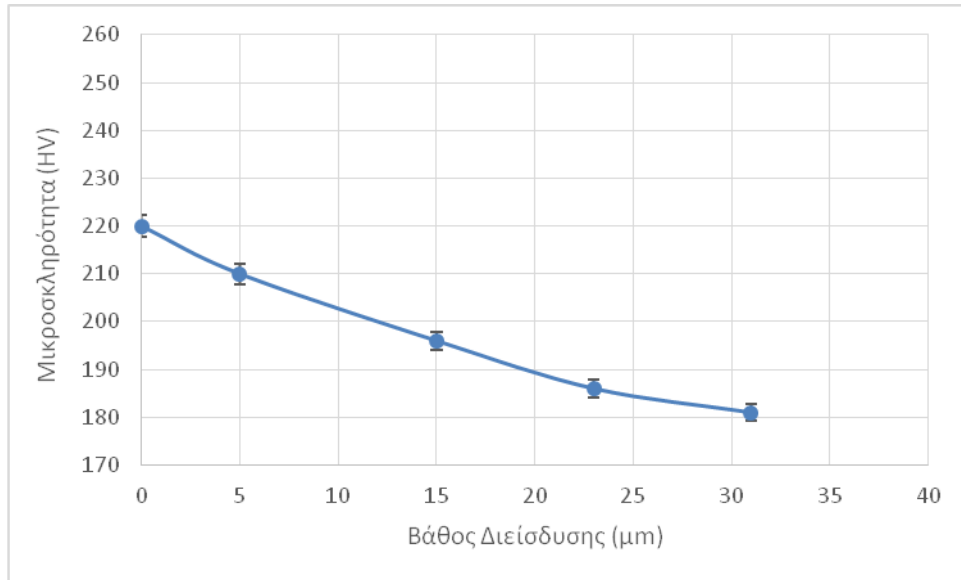
αφορά στην ενεργοποίηση του φαινομένου αυτού. Το τελευταίο στοιχείο μπορεί να αποδοθεί εύκολα στο γεγονός ότι τα διευρυμένα όρια κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης λειτουργούν ως ενεργά κανάλια αντιστρεπτής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Αντίθετα, η περιοχή της ζώνης τήξης λόγω της συμμετοχής θερμαδυναμικά μετασταθών φάσεων με υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δικτύων διαταραχών, παρουσιάζει υψηλό βαθμό πέδησης ως προς την αναστροφή του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Ταυτόχρονα περιορίζεται και η δυνατότητα υπέρβασης του απαιτούμενου φράγματος δυναμικού των παγίδων συσσώρευσης μοριακού υδρογόνου μέσω της παρεχόμενης θερμότητας, η οποία θα οδηγούσε άμεσα στην αποδέσμευση αυτού (Διαγράμματα 60 – 62).

3.9 ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΒΑΣΕΙ ΤΟΥ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΘΕΝΤΟΣ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΧΑΛΥΒΑ X65

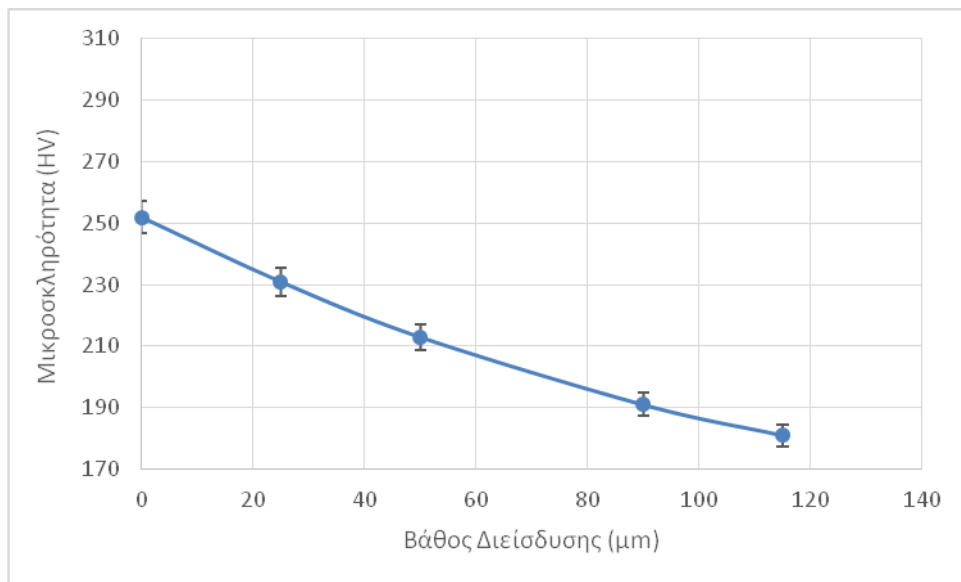
Στόχο του παρόντος υποκεφαλαίου αποτελεί ο προσδιορισμός και η κατανόηση της επίδρασης των συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης ως προς το μηχανισμό διάχυσης του υδρογόνου για την εκάστοτε περιοχή μελέτης της συγκόλλησης. Για το σκοπό αυτό πραγματοποιήθηκε υπολογισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων στην κάθετη διατομή δοκιμίων, τα οποία είχαν υποβληθεί προγενέστερα σε ηλεκτροχημική διέγερση και για τα τρία πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Στη συνέχεια παρατίθενται τα αποτελέσματα των ανωτέρω μετρήσεων υπό μορφή πίνακα ενώ επιπλέον δίνεται η διαγραμματική απεικόνιση του βάθους διείσδυσης και του συντελεστή διάχυσης του υδρογόνου συναρτήσει των συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης (Πίνακας 36 , Διαγράμματα 63- 66).

Πίνακας 36: Προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και για τις τρεις περιοχές μελέτης συναρτήσει της επιβληθείσας πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

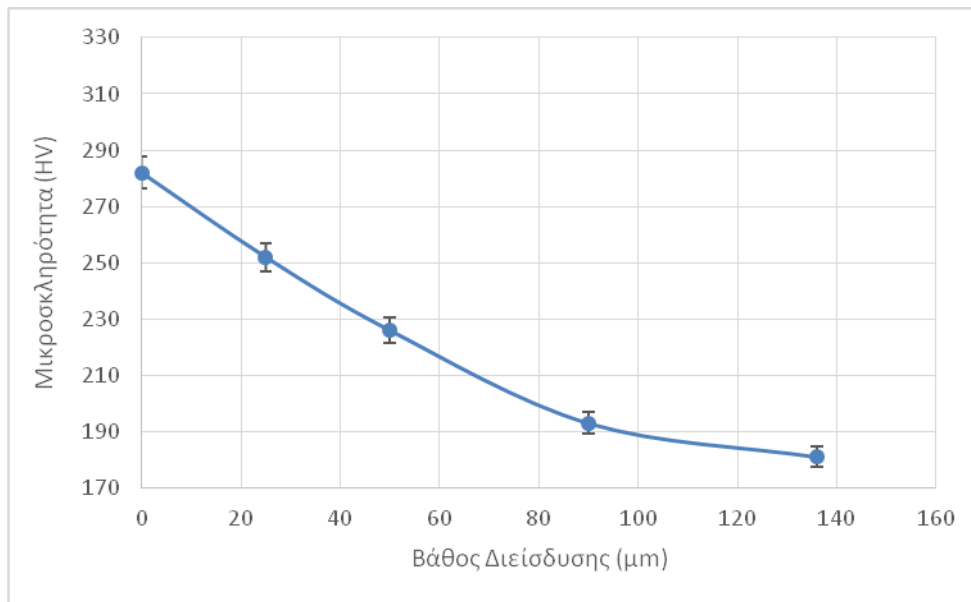
Πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης (mA/cm ²)	Βάθος διείσδυσης (μm)		
	Μέταλλο Βάσης	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη	Ζώνη Τήξης
10	31	36	24
20	115	131	106
30	138	148	121



Διάγραμμα 63: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή δοκιμίου μετάλλου βάσης X65, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²



Διάγραμμα 64: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή δοκιμίου μετάλλου βάσης X65, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²



Διάγραμμα 65: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή δοκιμίου μετάλλου βάσης X65, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Σύμφωνα με την παραβολική έκφραση του δεύτερου νόμου του Fick στη μία διάσταση υπολογίζεται ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου εντός της μητρικής δομής.

$$D = x^2/4t ,$$

όπου x: το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (cm) και t: η χρονική διάρκεια της καθοδικής πόλωσης (sec)

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στην περιοχή του μετάλλου βάσης προσδιορίστηκε ίσο με 31 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

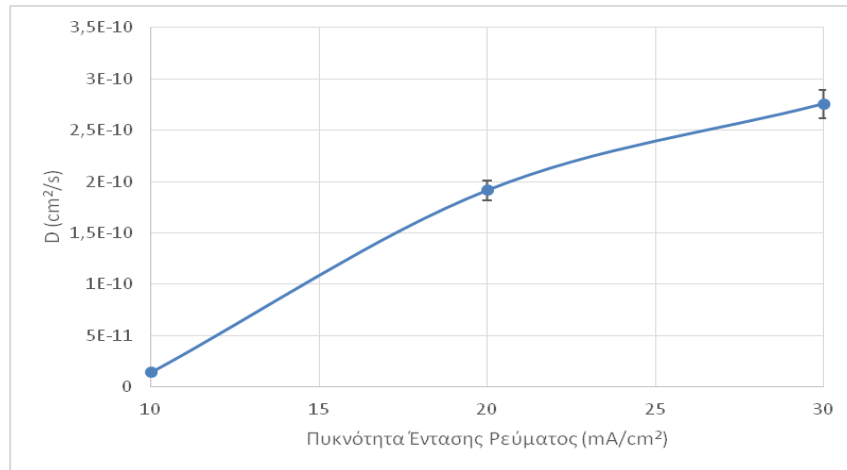
$$D = x^2/4t = 0.0031^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 1,39 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στην περιοχή του μετάλλου βάσης προσδιορίστηκε ίσο με 115 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0115^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 1,91 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

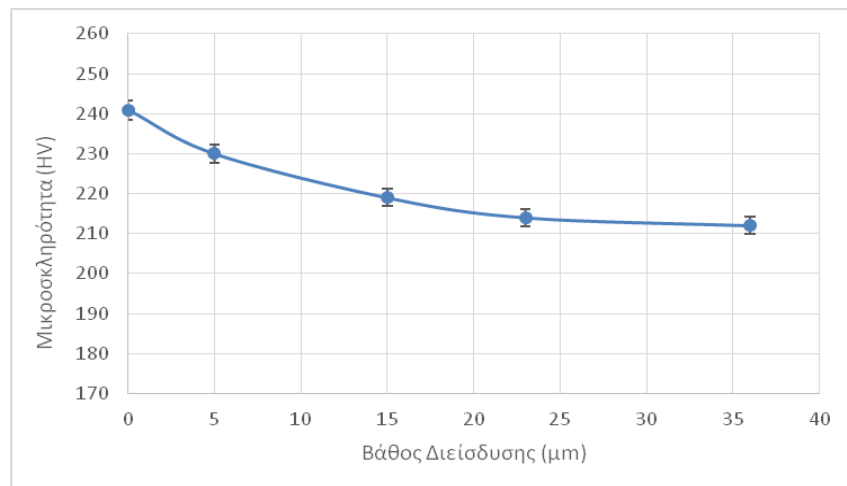
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στην περιοχή του μετάλλου βάσης προσδιορίστηκε ίσο με 138 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0138^2/(4*48*3600) = 2,76 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

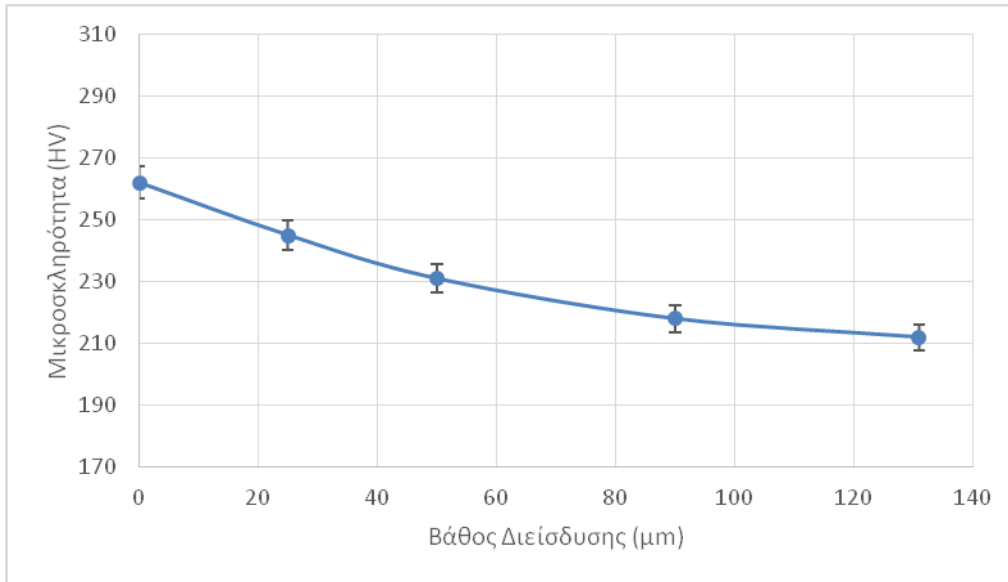


Διάγραμμα 66: Μεταβολή συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για την περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65

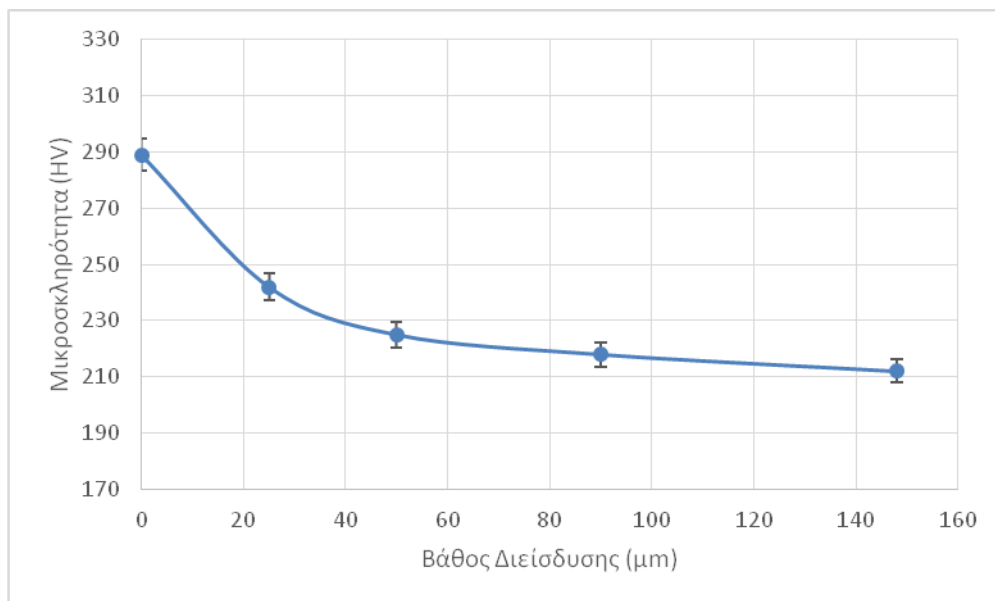
3.10 ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΗΣ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗΣ ΖΩΝΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΧΑΛΥΒΑ X65



Διάγραμμα 67: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²



Διάγραμμα 68: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm².



Διάγραμμα 69: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm².

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ΘΕΖ προσδιορίστηκε ίσο με 36 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

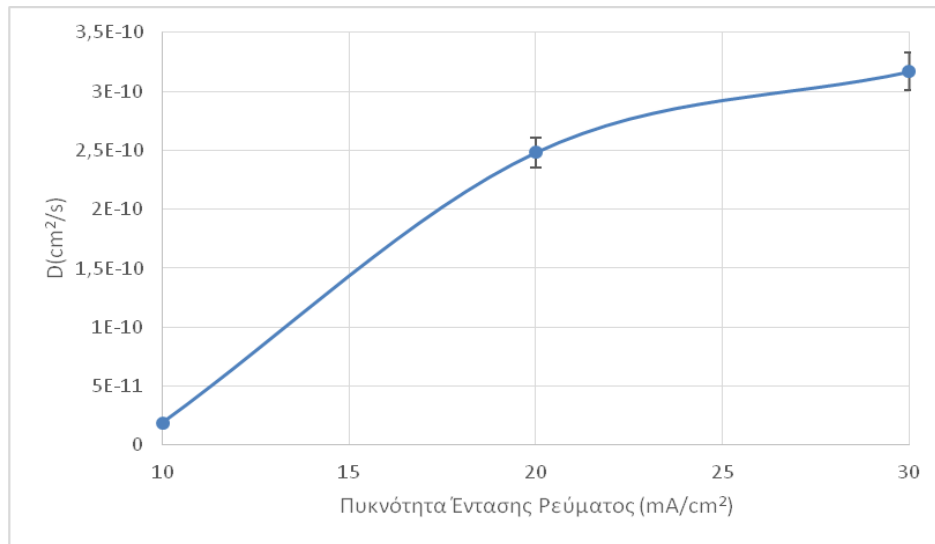
$$D = x^2/4t = 0.0036^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 1,875 \cdot 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ΘΕΖ προσδιορίστηκε ίσο με 131 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0131^2/(4*48*3600) = 2,483 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

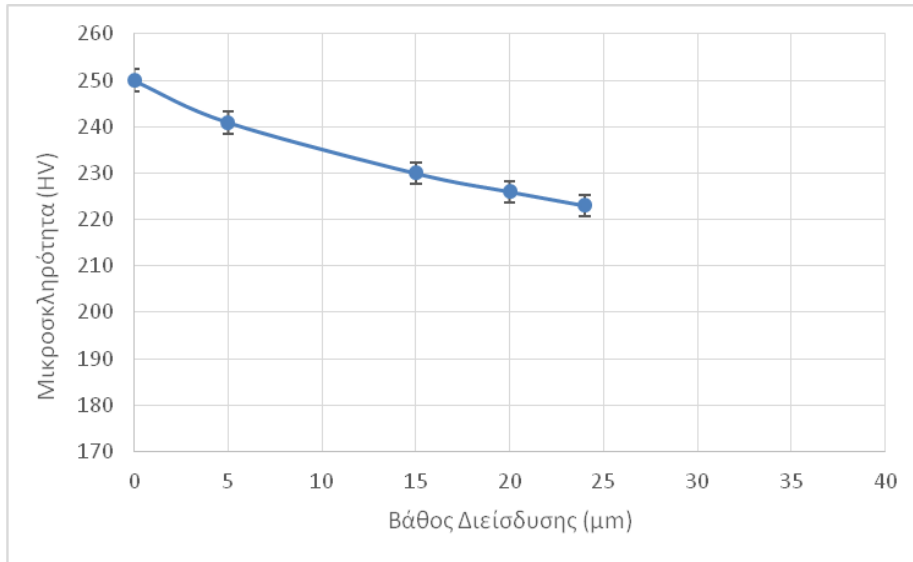
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ΘΕΖ προσδιορίστηκε ίσο με 148 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0148^2/(4*48*3600) = 3,169 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

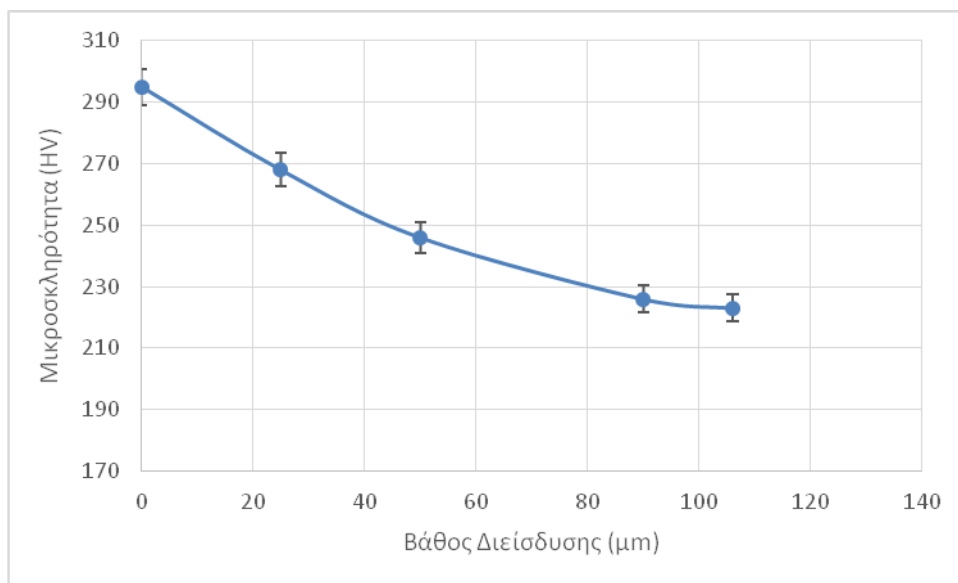


Διάγραμμα 70: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.

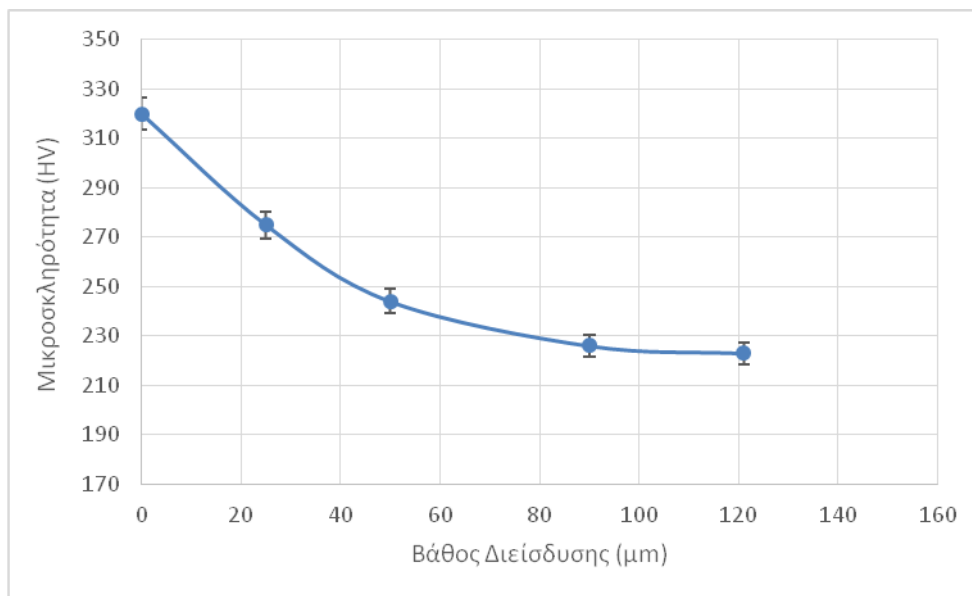
3.11 ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΤΟΥ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΟΥ ΔΟΚΙΜΙΟΥ ΧΑΛΥΒΑ Χ65



Διάγραμμα 71: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm^2



Διάγραμμα 72: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2



Διάγραμμα 73: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου σε κάθετη διατομή συγκολλημένου δοκιμίου στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ζώνη τήξης προσδιορίστηκε ίσο με 24 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

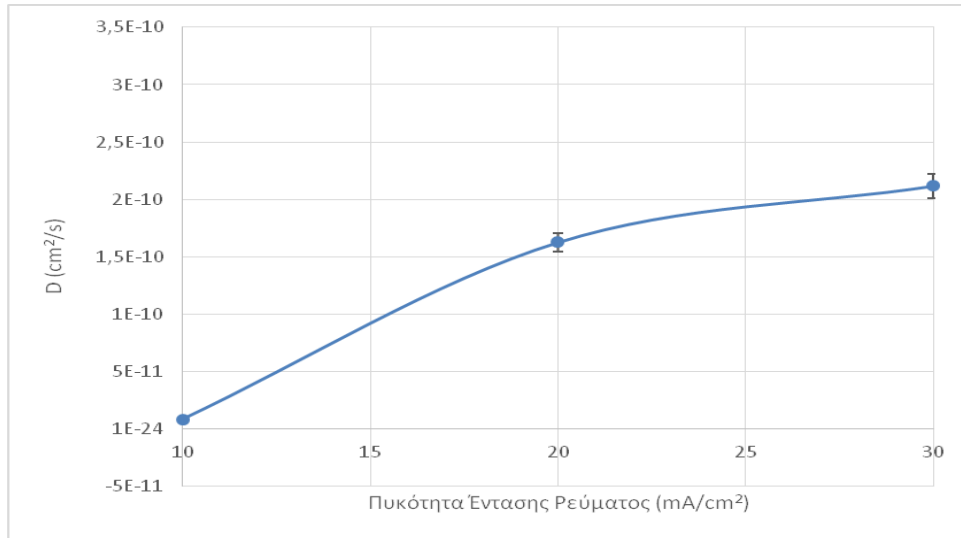
$$D = x^2/4t = 0.0024^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 8,333 \cdot 10^{-12} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ζώνη τήξης προσδιορίστηκε ίσο με 106 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0106^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 1,626 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

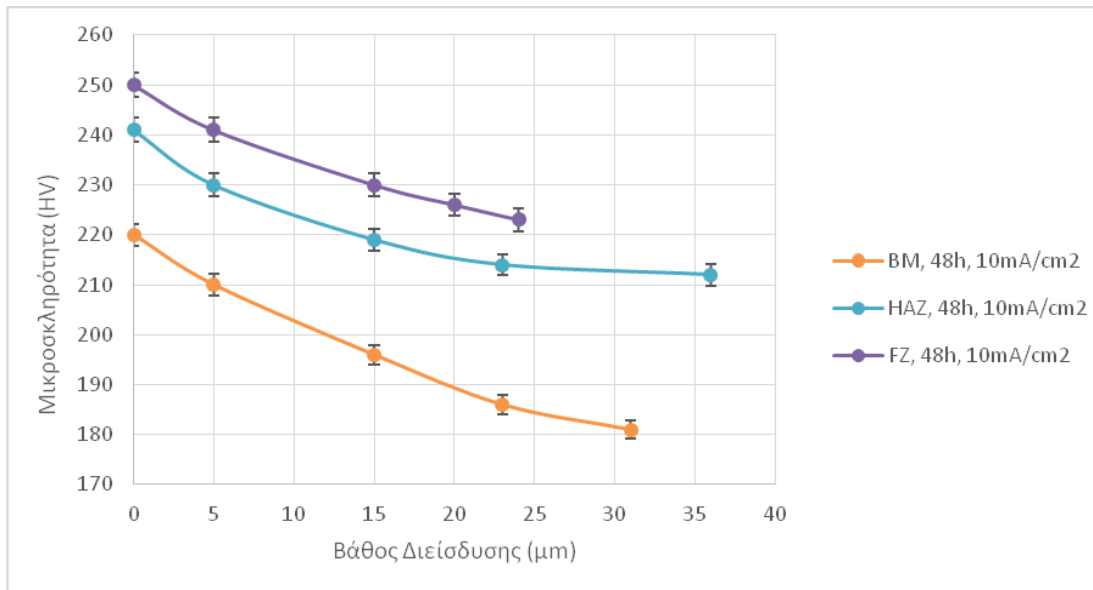
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης 48h, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στη ζώνη τήξης προσδιορίστηκε ίσο με 121 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0121^2/(4 \cdot 48 \cdot 3600) = 2,118 \cdot 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

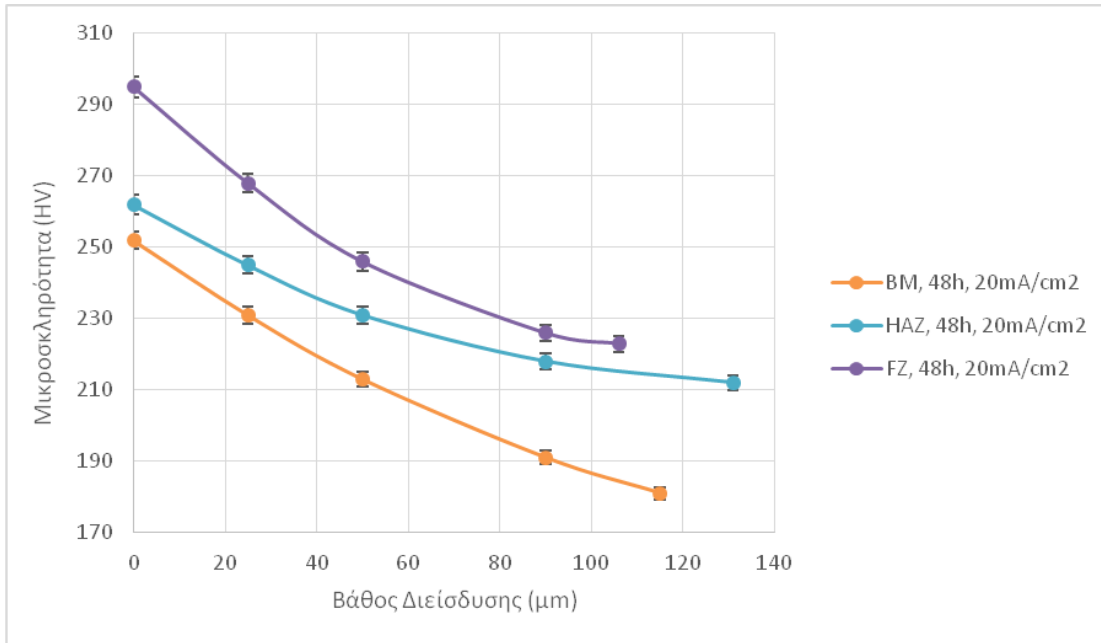


Διάγραμμα 74: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για την περιοχή της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

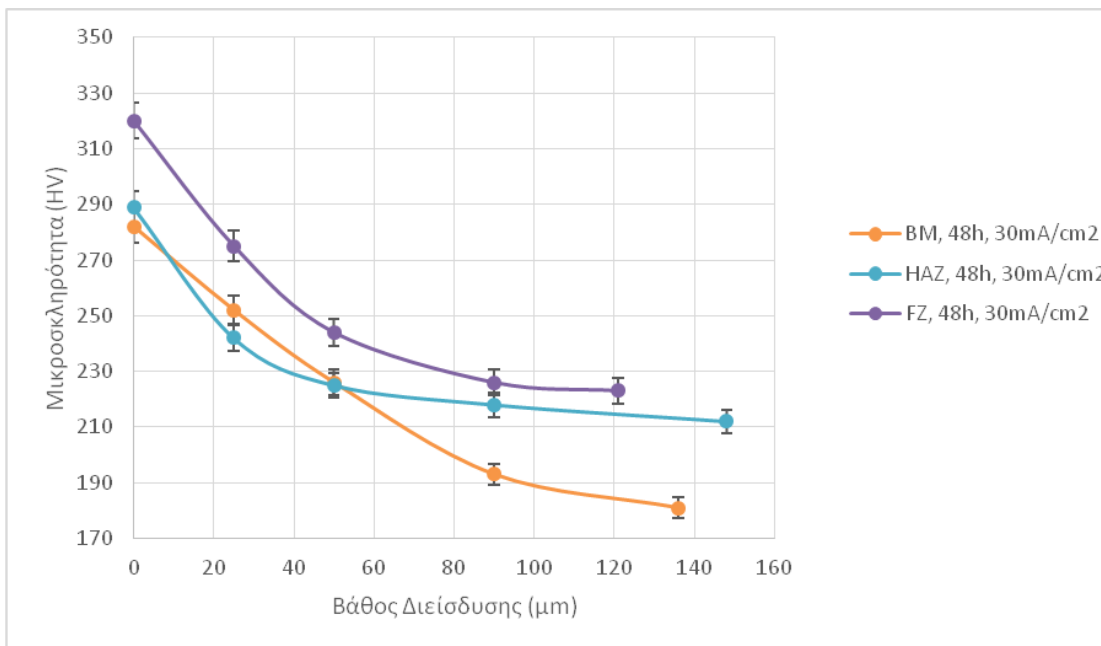
3.12 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΙ ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΑΙ ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΑ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΤΗΣ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΤΩΝ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΩΝ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΤΟΣΟ ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΟΣΟ ΚΑΙ ΓΙΑ ΤΙΣ ΚΥΡΙΟΤΕΡΕΣ ΖΩΝΕΣ ΤΗΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ (ΖΤ - ΘΕΖ) ΣΥΝΑΡΤΗΣΕΙ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ



Διάγραμμα 75: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείδυσης του ατομικού υδρογόνου για τις τρεις περιοχές της συγκόλλησης, σε δοκίμιο το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²



Διάγραμμα 76: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για τις τρεις περιοχές της συγκόλλησης, σε δοκίμιο το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

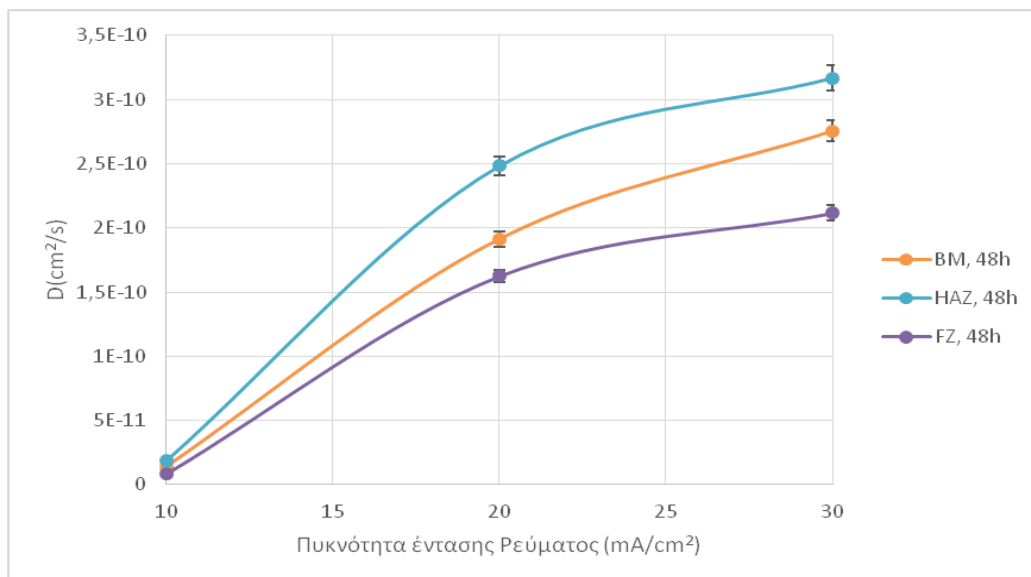


Διάγραμμα 77: Κατανομή μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για τις τρεις περιοχές της συγκόλλησης, σε δοκίμιο το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Σε ότι αφορά στα βάθη διείσδυσης καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αυξάνει συστηματικά και με μη γραμμικό τρόπο το βάθος διείσδυσης των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και των τριών επιμέρους περιοχών μελέτης. Η μέγιστη τιμή του βάθους διείσδυσης αποδίδεται για κάθε επίπεδο φόρτισης στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και η ελάχιστη στην περιοχή της ζώνης τήξης. Το τελευταίο στοιχείο σχετίζεται με το γεγονός ότι η ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού της ζώνης τήξης χαρακτηρίζεται ως ισχυρά παρεμποδιζόμενη, καθώς η υψηλή πυκνότητα των διαταραχών και ο αυξημένος κλασματικός όγκος συμμετοχής ενδογενούς – εξωγενούς συσσώρευσης σφαλμάτων που εσωκλείεται στα μικροδομικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας που τη δομούν, οδηγούν σε επαναλαμβανόμενη πέδηση και αντιστροφή των ηλεκτροδιεγερμένων ροών ατομικού υδρογόνου (Διαγράμματα 75 – 77).

Πίνακας 37: Μεταβολή του συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.

Πυκνότητα έντασης ρεύματος (mA/cm ²)	Συντελεστής διάχυσης (cm ² /s)		
	Μέταλλο Βάσης	Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη	Ζώνη Τήξης
10	1,39034 x10 ⁻¹¹	1,8750 x10 ⁻¹¹	8,3333 x10 ⁻¹²
20	1,91334 x10 ⁻¹⁰	2,4828 x10 ⁻¹⁰	1,6256 x10 ⁻¹⁰
30	2,75521 x10 ⁻¹⁰	3,1690 x10 ⁻¹⁰	2,1182 x10 ⁻¹⁰



Διάγραμμα 78: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής του συντελεστή διάχυσης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, μεταξύ των διαφόρων περιοχών της κάθετης διατομής συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Όπως αναφέρθηκε καθώς η ηλεκτροκινητική προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μέγεθος, μέσω χρήσης του δεύτερου νόμου του Fick καθίσταται δυνατός ο υπολογισμός του συντελεστή διάχυσης και για τα τρία επίπεδα πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σε όλες τις θερμοδυναμικές περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Σε κάθε περίπτωση ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαπιστώνεται ότι αυξάνει μη γραμμικά με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου και μάλιστα κινηματικά ο ρυθμός μεταβολής αυτού είναι μεγαλύτερος κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm², συγκριτικά με το ρυθμό μεταβολής που παρατηρείται κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm². Συνολικά όπως άλλωστε ήταν αναμενόμενο τους υψηλότερους συντελεστές διάχυσης τους παρουσιάζει η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και τους χαμηλότερους η περιοχή της ζώνης τήξης (Πίνακας 37, Διάγραμμα 78). Τα διευρυμένα όρια κόκκων της χονδροκρυσταλλικής δομής της ΘΕΖ, τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή γωνία αναντιστοιχίας (low misorientation angle distribution factor), περιορισμένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης σφαλμάτων επιστοιβάσης και υψηλό βαθμό συνάφειας (coherent inter phase boundaries) ευνοούν τόσο σε θερμοδυναμικό όσο και σε ηλεκτροκινητικό επίπεδο τη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού. Αντίθετα η περιοχή της ζώνης τήξης με την ισχυρή διακύμανση των τιμών του συντελεστή Schmid, τα υψηλά επίπεδα μικροδιαφορισμού και τη θερμοδυναμική μεταστάθεια που τη χαρακτηρίζει ενισχύει σε μεγαλύτερο βαθμό το φαινόμενο της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου παρά τον εξαναγκασμένο μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης [55, 62, 73, 84, 209, 218, 265, 339].

Πιο συγκεκριμένα η θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίζεται από τους υψηλότερους συντελεστές διάχυσης λόγω της διέυρυνσης του μέσου πλάτους των ορίων των κόκκων και της συμμετοχής εντός του μικροδομικού ιστού φάσεων τόσο εντός όσο και εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας. Ως αποτέλεσμα των ανωτέρω προκύπτει μια ενδιάμεση τιμή κλασματικού όγκου συμμετοχής διαταραχών, οι οποίες καθώς δεν αλληλομπλοκάρονται συμμετέχουν με έναν επιπρόσθετο μηχανισμό ως προς την ηλεκτροκινητική προώθηση των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrokinetically stimulated diffusion fronts of atomic hydrogen). Σημειώνεται ότι σε αντίθετη περίπτωση (λεπτοκρυσταλλικές δομές με γωνιώδη μορφολογία) η επιδεκτικότητα που παρουσιάζεται έναντι της παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου στα πολλαπλά σημεία συνεύρεσης των ορίων των κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, αποτελεί ισχυρό κινηματικό εμπόδιο (Kinetic Barrier), το οποίο εκδηλώνεται μέσω της ετερότροπης κατανομής των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης (Transport Transients). Σε κάθε περίπτωση η αύξηση της κινητικής για την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου οδηγεί σε μείωση του ρυθμού παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου και σε περιορισμό της επιρρέπειας που παρουσιάζει ο μικρογραφικός ιστός της ΘΕΖ ως προς την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου. Στο σημείο αυτό αναφέρεται ότι δεν υπάρχει επιστημονικά καθιερωμένη τοποθέτηση η οποία να διευκρινίζει αν τη μεγαλύτερη συνεισφορά ως προς την ψαθυροποίηση την επιφέρει το διαχεόμενο ατομικό υδρογόνο ή το παγιδευμένο υδρογόνο σε μοριακή μορφή. Η έκβαση του φαινομένου της ψαθυροποίησης εξαρτάται μονοσήμαντα από τα χαρακτηριστικά του μικρογραφικού ιστού. Το παγιδευμένο μοριακό υδρογόνο κρίνεται ως άκρως καταστρεπτικό σε περιπτώσεις όπου αυτό συσσωρεύεται σε φάσεις και μικρογραφικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας, όπως αποτελούν τα προϊόντα διατμησιακών μετασχηματισμών (displacive phase transformations) με υψηλό βαθμό μεταστάθειας (metastable phases). Αντίθετα το διαχεόμενο υδρογόνο στην ατομική του μορφή οδηγεί σε εξαιρετικά υψηλή υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων για μεταλλουργικά συστήματα τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλό όριο διαρροής, αυξημένη ολκιμότητα, υψηλό συντελεστή

ενδοτράχυνσης (η) και συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (m) και μειωμένες τιμές της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης [35 – 35, 70, 72, 81, 113].

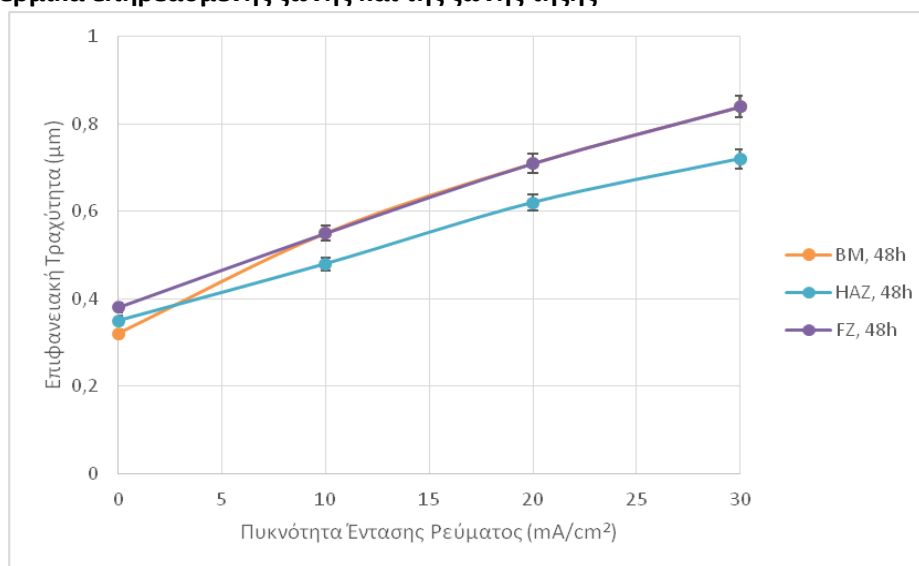
3.13 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑΣ, ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΡΩΓΜΑΤΩΣΕΩΝ ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΓΙΣΤΟΥ ΜΗΚΟΥΣ ΚΑΙ ΠΛΑΤΟΥΣ ΑΥΤΩΝ, ΓΙΑ ΤΙΣ ΥΠΟ ΜΕΛΕΤΗ ΔΟΜΕΣ ΣΥΝΑΡΤΗΣΕΙ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ

3.13.1 Συγκεντρωτικός πίνακας που αφορά στην μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας των καθοδικά πολωμένων δοκιμίων

Πίνακας 38: Μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας των τριών επιμέρους περιοχών συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65 συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

Μέταλλο Βάσης		Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη		Ζώνη Τήξης	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)
0	0,32	0	0,35	0	0,38
10	0,55	10	0,48	10	0,55
20	0,71	20	0,62	20	0,71
30	0,84	30	0,72	30	0,84

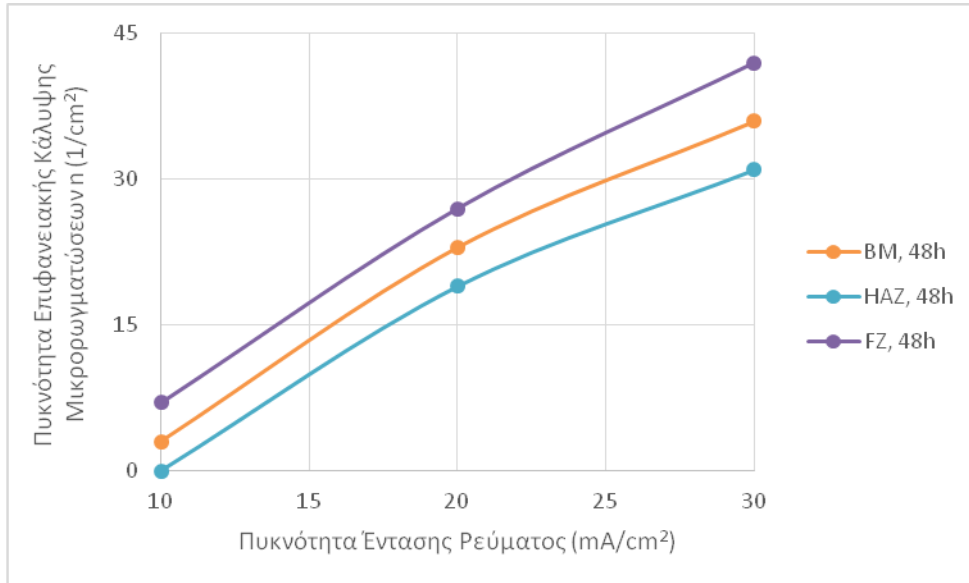
3.13.2 Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια 48 ωρών στην επιφανειακή τραχύτητα των περιοχών του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης



Διάγραμμα 79: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.

Το παρόν υποκεφάλαιο έχει ως στόχο τη διερεύνηση της επίδρασης της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα επί της επιφανειακής τραχύτητας του αρχικού κράματος καθώς και όλων των περιοχών μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Τα παραπάνω στοιχεία αποδίδονται έπειτα από την καθοδική πόλωση των δοκιμίων σε όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος (10, 20 και 30 mA/cm²). Τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη και τη ζώνη τήξης παρατηρείται συνεχής αυξητική τάση ως προς τη μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος. Η περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης χαρακτηρίζονται κινηματικά από υψηλότερο ρυθμό μεταβολής των τιμών της επιφανειακής τραχύτητας καθώς και από υψηλότερες τιμές αυτής, εν συγκρίσει με την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί στην λεπτοκρυσταλλική διάταξη του μικρογραφικού ιστού που τις χαρακτηρίζει καθώς και στον υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής εντός αυτού μικρογραφικών συστατικών και φάσεων με υψηλό βαθμό θερμοδυναμικής μεταστάθειας και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από δίκτυα διαταραχών και σφάλματα επιστοίβωσης (αλλοτριόμορφος φερρίτης, φερρίτης Widmanstätten, κατώτερος μπαινίτης). Καθώς οι διαταραχές και τα σφάλματα επιστοίβωσης μπορούν να λειτουργήσουν είτε ως αντιστρεπτού είτε ως μη αντιστρεπτού τύπου παγίδες συσσώρευσης του μοριακού υδρογόνου, αρχίζουν να επενεργούν ισχυροί μηχανισμοί παρεμπόδισης ως προς την περαιτέρω διάχυση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Ως αποτέλεσμα των ανωτέρω επέρχεται η θερμοδυναμική κατάλυση της δημιουργίας εντός των κραματικών συστημάτων υδρογονωμένων πλεγματικών κενών και ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου, οι οποίες ενεργοποιούν την πυρηνοποίηση - ανάπτυξη των επιφανειακών φυσαλίδων (blistering effect). Αυτοί οι επιφανειακοί σχηματισμοί φλυκταινών υδρογόνου οδηγούν σε συστηματική αύξηση της επιφανειακής τραχύτητας των επιμέρους ζωνών. Αντίθετα στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, λόγω της μεγέθυνσης των κόκκων, παρατηρείται η ανάπτυξη ενός δικτύου διευρυμένων ορίων κόκκων με χαμηλή γωνία αναντιστοιχίας τα οποία λειτουργούν ως δίοδοι εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Με την ενεργοποίηση των κυριότερων διόδων διάχυσης αποσβένει η οποία επίδραση των τυχαία και αραιά πλέον κατανεμημένων κέντρων παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου. Με τον τρόπο αυτό αυξάνει σημαντικά ο ρυθμός προώθησης και εξάπλωσης των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και περιορίζεται σημαντικά το επιφανειακό φαινόμενο της δημιουργίας φλυκταινών υδρογόνου. Οι μειωμένες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συνδέονται με χαμηλότερους ρυθμούς μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για την περιοχή της ΘΕΖ (Πίνακας 38, Διάγραμμα 79) [74, 84, 93, 207, 214].

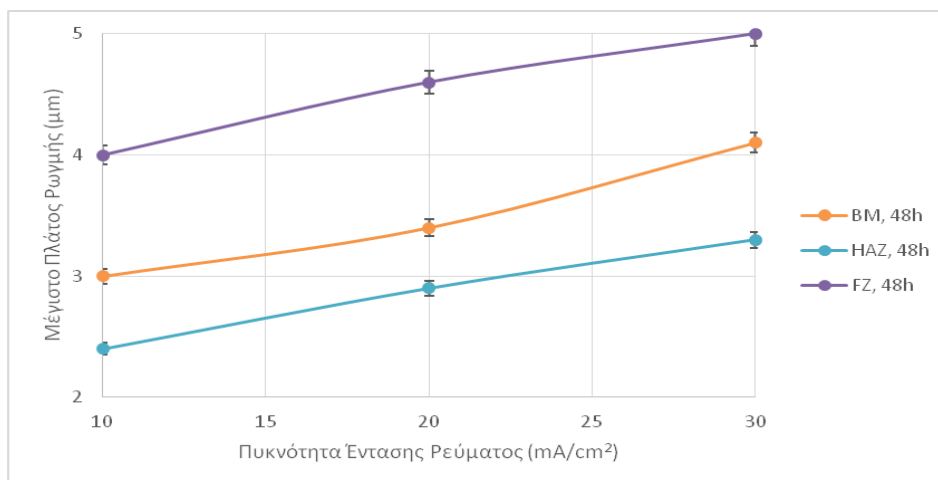
3.13.3 Συγκριτικές καμπύλες μελέτης της επίδρασης της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για χρονική διάρκεια 48 ωρών στην πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης, το μέγιστο μήκος και το μέγιστο πλάτος των μικρορωγματώσεων, για τις περιοχές του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης



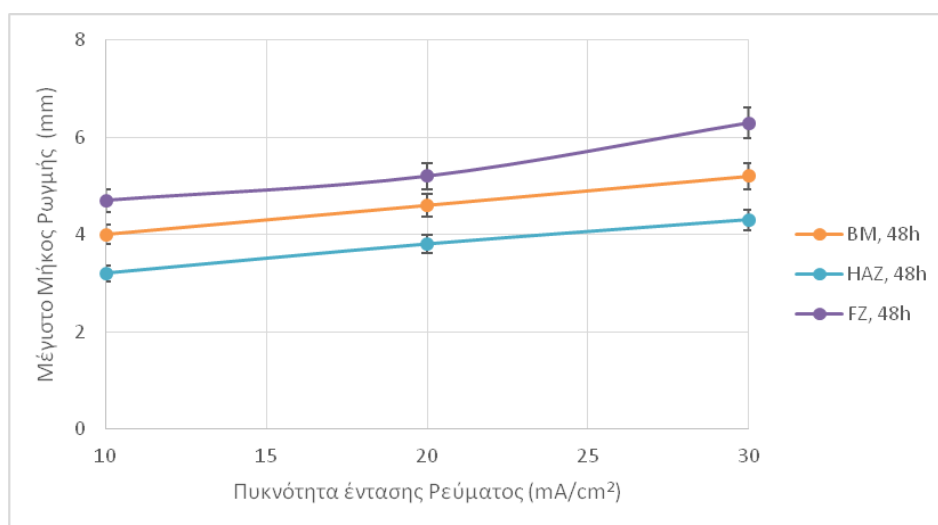
Διάγραμμα 80: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις μελετηθείσες περιοχές του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων προσδιορίστηκε για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος και για τις τρεις περιοχές μελέτης, με αναλυόμενο μέγεθος επιφάνειας στο στερεοσκόπιο τα 0.5 cm². Η ποσοστιαία συμμετοχή των μικρορωγματώσεων αυξάνει σχεδόν γραμμικά με την αύξηση της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου, ενώ οι υψηλότεροι ρυθμοί εκδήλωσης του φαινομένου της μικρορωγματώσης παρατηρούνται για όλες τις περιοχές κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 30 mA /cm². Σε κάθε περίπτωση η υψηλότερη τιμή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων για όλες τις συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης αποδίδεται στην περιοχή της ζώνης τήξης και η μικρότερη στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Η αιτιολογία του γεγονότος αυτού βρίσκεται σε απόλυτη συμβατότητα με τις παρατηρήσεις που καταγράφηκαν για την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου, καθώς πρόκειται για δύο επάλληλα φαινόμενα τα οποία λειτουργούν συνεργιστικά. Ο τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε παγιδευμένο μοριακό υδρογόνο οδηγεί στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων και των μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης, με αποτέλεσμα να πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και να εκδηλώνεται το φαινόμενο της μικρορωγματώσης.

Όπως ήταν αναμενόμενο, τη μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικρορωγμάτων την παρουσιάζει η περιοχή της ζώνης τήξης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2 . Το κραματικό αυτό σύστημα όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω χαρακτηρίζεται από τον υψηλότερο κινηματικό τελεστή πέδησης ως προς το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης, με αποτέλεσμα τη συστηματική συσσώρευση και παγίδευση του ατομικού υδρογόνου, σε τοπολογίες με αυξημένη θερμοδυναμική μεταστάθεια και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής διαταραχών. Τα προαναφερθέντα στοιχεία σχετίζονται με την εκτεταμένη ανάπτυξη ψαθυροποιητικών επιφανειακών σχηματισμών τύπου φυσαλίδας. Στο εσωτερικό αυτών των περιοχών η μερική πίεση του μοριακού υδρογόνου αυξάνει με αποτέλεσμα η κάθε φυσαλίδα να διαστέλλεται δυναμικά ώστε να αποδώσει την απαιτούμενη εκτόνωση στο σύστημα και να επέλθει μία εν δυνάμει μετασταθής ισορροπία. Κατά το τελικό στάδιο της διόγκωσης αναπτύσσονται διακλαδιζόμενα δίκτυα μικρορωγμάτων στην επιφάνεια αυτής, τα οποία συνενώνονται προκαλώντας την ολική διάρρηξή της. Η τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης στη διεπιφάνεια συνάφειας μεταξύ της μητρικής δομής και των φλукταινών υδρογόνου οδηγεί σε εκτεταμένη και συστηματική ρωγμάτωση του δεδομένου κραματικού συστήματος. Στον αντίποδα παρατηρούμε ότι η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης χαρακτηρίζεται από τα χαμηλότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης μικρορωγμάτων, καθώς λόγω της μεγέθυνσης των κόκκων και των πεπλατυσμένων ορίων διασύνδεσης μεταξύ αυτών, καταλύεται η μετανάστευση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electropulsed diffusion fronts of atomic hydrogen), περιορίζοντας αντίστοιχα την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου και τη δημιουργία φλукταινών. Η απουσία εκτεταμένων επιφανειακών σχηματισμών που εσωκλείουν το αέριο υδρογόνο ως μια ετερογενή φάση στο μεταλλουργικό σύστημα διασφαλίζει την περιορισμένη εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης καθώς δεν τίθεται θέμα ισοστάθμισης των μερικών πιέσεων. Τέλος το μέταλλο βάσης χαρακτηρίζεται από ενδιαφέρουσα ηλεκτροκινητική απόκριση σε ότι αφορά στην εκδήλωση του φαινομένου της ψαθυροποίησης μέσω μικρορωγμάτων, καθώς αυτό όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω παρουσιάζει ενδιαφέρουσες τιμές του συντελεστή διάχυσης, του τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών εν συγκρίσει με τα άλλα δύο υπό μελέτη θερμοδυναμικά συστήματα (Διάγραμμα 80) [6, 51, 207, 212, 214, 279, 280, 284].



Διάγραμμα 81: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής του μέγιστου πλάτους των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις μελετηθείσες περιοχές του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65.



Διάγραμμα 82: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής του μέγιστου μήκους ανάπτυξης των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις μελετηθείσες περιοχές του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

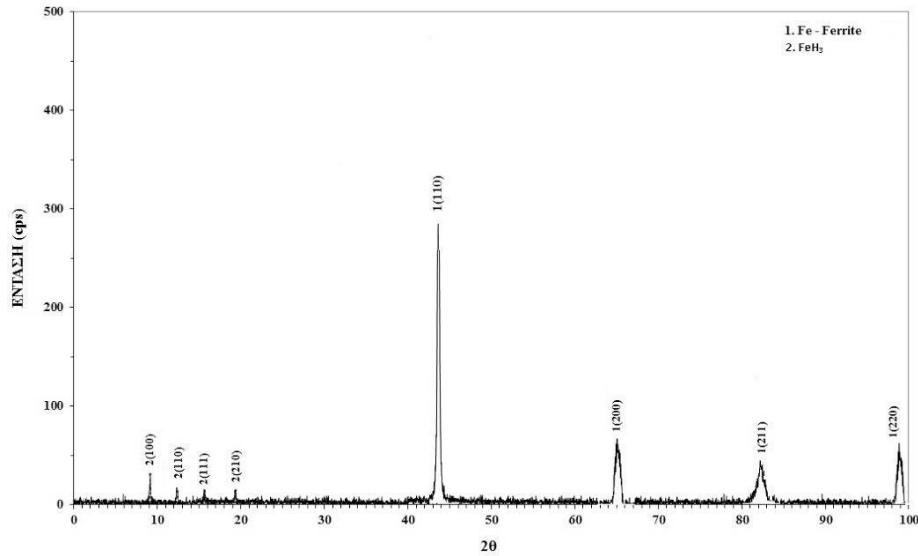
Την ίδια ακριβώς απόκριση ως προς το μέγιστο μετρηθέν μήκος και πλάτος των δικτύων των μικρορωγματώσεων, σε σχέση με αυτή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων, παρατηρούμε να έχουν και οι τρεις θερμοδυναμικές περιοχές μελέτης. Η ζώνη τήξης η οποία χαρακτηρίζεται από τους χαμηλότερους συντελεστές διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και παρουσιάζει αυξημένη τάση για επαναλαμβανόμενη και συστηματική συσσώρευση του μοριακού υδρογόνου σε σχηματισμούς τύπου φλύκταινας, φαίνεται να αποδίδει και τις μέγιστες τιμές σε ότι αφορά στο μέσο μήκος και στο πλάτος των μικρορωγματώσεων. Το παραπάνω φαινόμενο καθίσταται εύκολα κατανοητό καθώς στη περίπτωση αυτή το απαιτούμενο πεδίο για την εκτόνωση της μερικής πίεσης του παγιδευμένου υδρογόνου χαρακτηρίζεται ως ευρείας κλίμακας. Ενδιάμεσες τιμές του

μήκους και του πλάτους των διακλαδιζόμενων μικρορωγματώσεων παρατηρούνται για την περιοχή του μετάλλου βάσης, η οποία χαρακτηρίζεται, για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή διάχυσης, του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου, της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλукταινών και της τραχύτητας. Το παραπάνω στοιχείο μπορεί να αποδοθεί στο γεγονός ότι ενώ η περιοχή αυτή χαρακτηρίζεται από υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής φάσεων εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας (μικρότερη πυκνότητα διαταραχών), εν συγκρίσει με τις υπόλοιπες περιοχές, η λεπτοκρυσταλλική της διάταξη οδηγεί στη συστηματική συνεύρεση ορίων κόκκων με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high misorientation angle distribution factor), τα οποία λειτουργούν ως ενεργά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου με ετερογενή διασπορά. Κατ' αυτόν τον τρόπο δημιουργείται ένα κατώφλι ηλεκτροκινητικής αναστροφής (electrokinetic threshold) όπου ενώ αποδίδεται ένας σημαντικός βαθμός ενεργοποίησης ως προς την εκδήλωση του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης μέσω της ύπαρξης φάσεων και μικρογραφικών συστατικών εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας, άλλο τόσο αυτή η δράση αυτή φαίνεται να περιορίζεται λόγω της αλληλεπίδρασης με τα πολλαπλά όρια κόκκων διαφορετικού προσανατολισμού (interlocking effect in electrodiffusion phenomenon by grains with different orientations). Τέλος η θερμικά επηρεασμένη ζώνη με τους υψηλούς συντελεστές διάχυσης που τη χαρακτηρίζουν, μέσω της ύπαρξης διευρυμένων καναλιών τα οποία ενισχύουν την ηλεκτροδυναμική μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου, δεν παρουσιάζει ανάπτυξη εκτεταμένων πεδίων συσσώρευσης των μικροπλαστικών ζωνών και των ταινιών ολίσθησης (obstruction of the super imposition of localized microplastic strain fields and sliding bands), με αποτέλεσμα το φαινόμενο της μικρορωγματώσεως να εκδηλώνεται σε μικρότερη ένταση και έκταση (Διαγράμματα 81 – 82) [66 – 69, 76, 79, 89 – 93, 96].

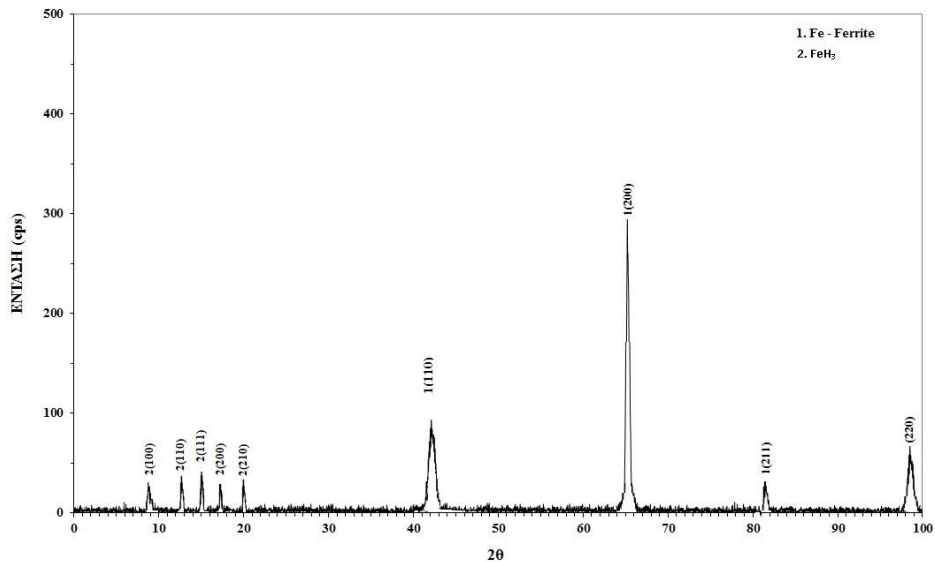
Αναφέρεται ακόμη ότι μέσω παρατήρησης του τοπογραφικού αναγλύφου, σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης, έλαβε χώρα ο προσδιορισμός της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης και της πορείας διάδοσης των μικρορωγματώσεων, τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm². Και για τις δύο αυτές περιοχές εμφανής καθίσταται η τεθλασμένη πορεία διάδοσης των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή (stepwise cracking). Επιπρόσθετα οι μικρορωγματώσεις αυτές φαίνεται να αναπτύσσονται περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων, όπου πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων λόγω υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (reinforcing super imposition of stress fields due to the crystal structure super saturation in hydrogen atoms). Η μέση απόσταση μεταξύ των ψαθυροποιητικών αυτών φάσεων καθορίζει και το ελεύθερο μήκος προώθησης της ρωγμής μέχρι το επόμενο σημείο εκτροπής της πορείας διάδοσής της. Φυσικά όπως γίνεται αντιληπτό η περιοχή της ζώνης τήξης χαρακτηρίζεται από πλατύτερα δίκτυα μικρορωγματώσεων τα οποία συνενώνονται υπό τη μορφή διευρυμένων καναλιών, σε αντίθεση με την περιοχή του μετάλλου βάσης όπου το φαινόμενο περιορίζεται σε τοπική μόνο κλίμακα (Εικόνες 196 – 197) [139, 206 – 207, 210 – 211, 215 – 216, 221, 282].

3.14 ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΥΔΡΙΔΙΩΝ ΣΤΙΣ ΠΡΟΑΝΑΦΕΡΘΕΙΣΣΕΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ (ΜΒ, ΘΕΖ, ΖΤ) ΜΕΣΩ ΠΕΡΙΘΛΑΣΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ ΓΙΑ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ 30 mA/cm²

➤ Περιοχή μετάλλου βάσης



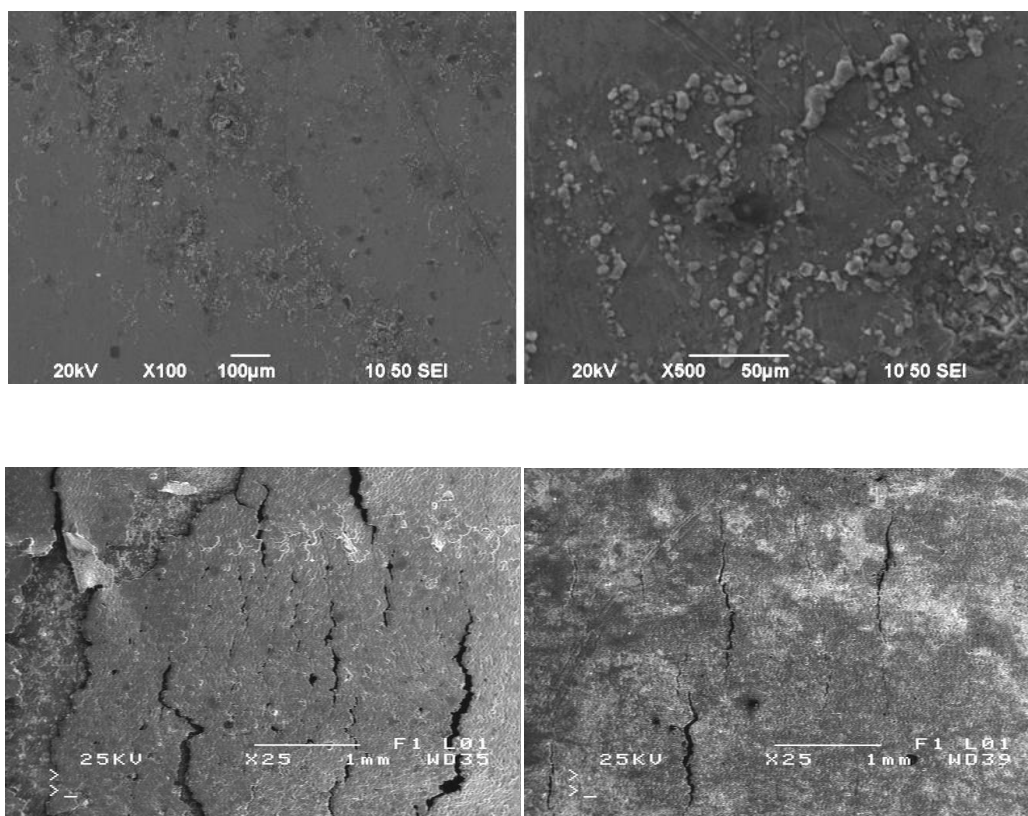
➤ Περιοχή ζώνης τήξης



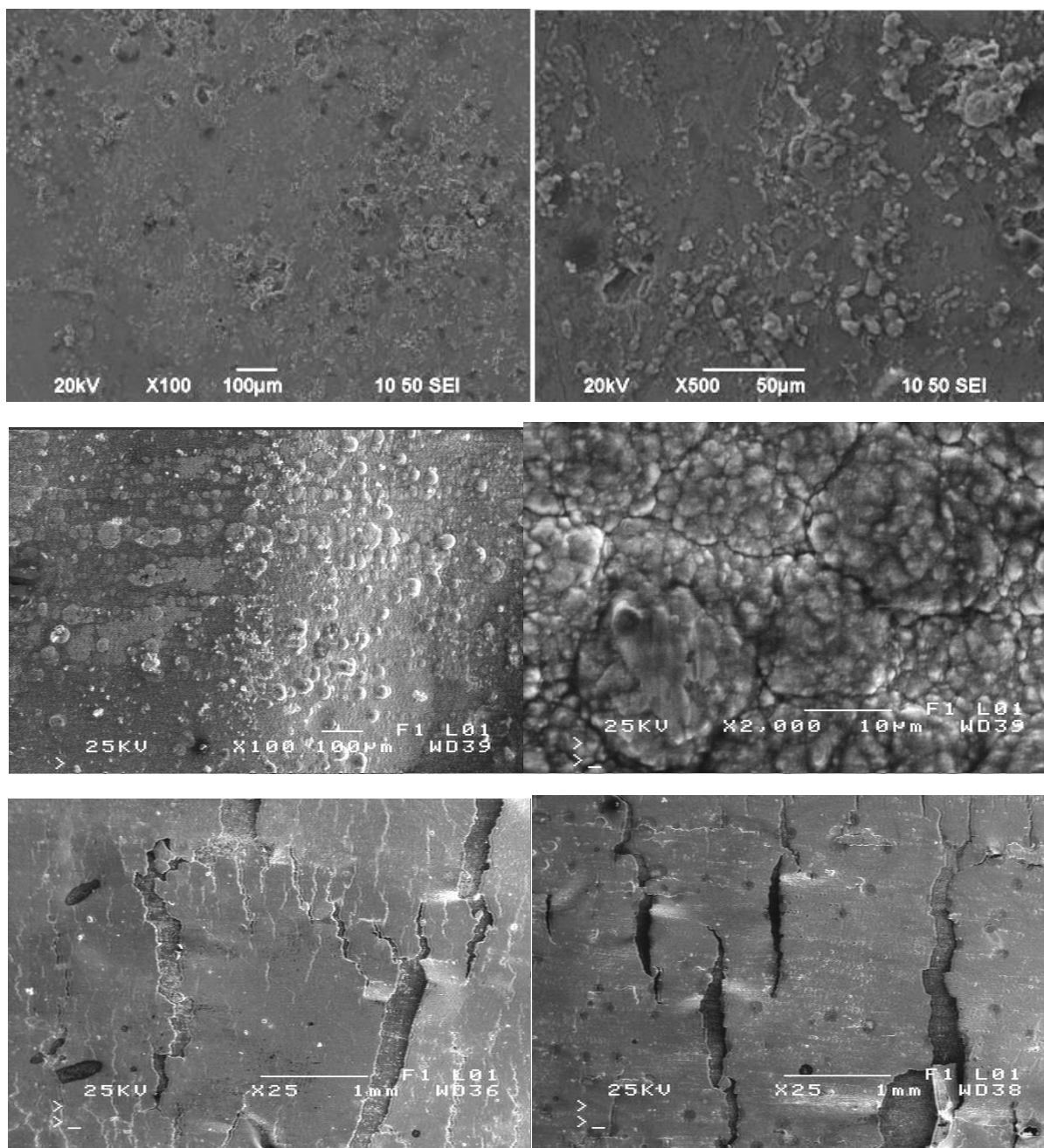
Εικόνα 195: Ακτινοδιαγράμματα Περιθλασσιμετρίας από την περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης συγκολλημένου δοκιμίου το οποίο έχει υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm²

Μέσω της μελέτης των ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας, τα οποία έχουν ληφθεί, τόσο από την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και από την περιοχή της ζώνης τήξης, για δοκίμια τα οποία είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm², ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeH₃. Ευδιάκριτη καθίσταται ακόμη η μείωση της έντασης κρυστάλλωσης των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής φάσης καθώς και η μετατόπιση αυτών σε χαμηλότερες γωνίες περίθλασης (όπως υπολογίσθηκε μέσω των μεθόδων Rietveld και Williamson Hallplot). Η μετατόπιση αυτή υποδηλοί την παρουσία ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της ανάπτυξης του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Εικόνες 194 – 195).

3.15 ΑΝΑΛΥΣΗ ΜΕΣΩ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΤΗΣ ΚΑΤΑΝΟΜΗΣ, ΤΗΣ ΜΟΡΦΟΛΟΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΤΩΝ ΦΛΥΚΤΑΙΝΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΚΑΙ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΡΩΓΜΑΤΩΣΕΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ 48 ΩΡΩΝ ΣΕ ΠΕΔΙΑ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ 10, 20 ΚΑΙ 30 mA/cm²



Εικόνα 196: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης, με χρήση δευτερογενών Ηλεκτρονίων, της κατανομής, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης και της μορφολογίας των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων στην περιοχή του μετάλλου βάσης για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

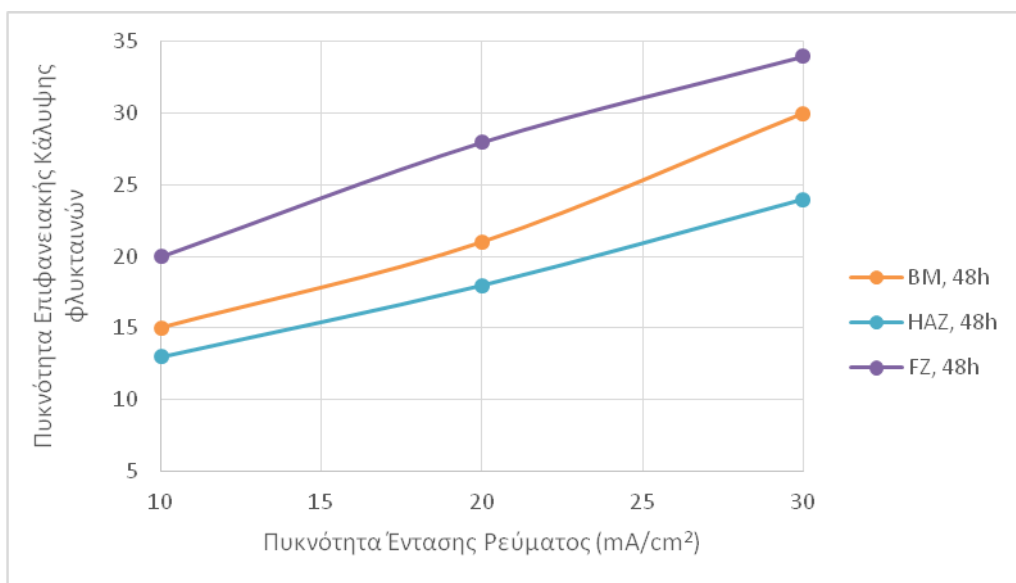


Εικόνα 197: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης, με χρήση δευτερογενών Ηλεκτρονίων, της κατανομής, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης και της μορφολογίας των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων στην περιοχή της ζώνης τήξης για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης παρατηρήθηκε με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, από τα 10 στα 30 mA/cm², σημαντική μεταβολή ως προς τη μορφολογία των φλυκταινών υδρογόνου. Και στις δύο περιπτώσεις ενώ οι φλύκταινες υδρογόνου χαρακτηρίζονταν αρχικά από σφαιρική μορφολογία (που προσομοίαζε σε τρούλο/dome morphology), με σχετικά ομοιόμορφη διασπορά και μέσο μέγεθος

ανάπτυξης, με την εντατικοποίηση των επιβαλλόμενων συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης, παρατηρήθηκε η πυρηνοποίηση επιπεδοποιημένων σχηματισμών, με επιμήκη μορφολογία (elongated blisters). Οι σχηματισμοί αυτοί φάνηκε να αναπτύσσονται επιλεκτικά σε τοπολογίες οι οποίες χαρακτηρίζονται ως ενεργειακά αναβαθμισμένες - όπως αποτελούν τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων - και να συνενώνονται σε ομάδες υπό μορφή ζωνών παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoelastic deformation axis). Τέλος ιδιαίτερα για την περιοχή της ζώνης τήξης υπό την επίδραση των δυσμενέστερων συνθηκών της καθοδικής πόλωσης παρατηρήθηκε η εκδήλωση του φαινομένου της ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου μικρότερου μέσου μεγέθους στην επιφάνεια μεγαλύτερων φλυκταινών οι οποίες προϋπήρχαν (blistering on blistering effect) (Εικόνες 196 – 197) [42 – 43, 85, 92 – 93, 95, 323 – 324].

3.15.1 ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΣΟΥ ΜΕΓΕΘΟΥΣ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΤΩΝ ΦΛΥΚΤΑΙΝΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ, ΣΥΝΑΡΤΗΣΗ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ, ΓΙΑ ΤΙΣ ΠΕΡΙΟΧΕΣ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ, ΤΗΣ ΘΕΡΜΙΚΑ ΕΠΗΡΕΑΣΜΕΝΗΣ ΖΩΝΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ

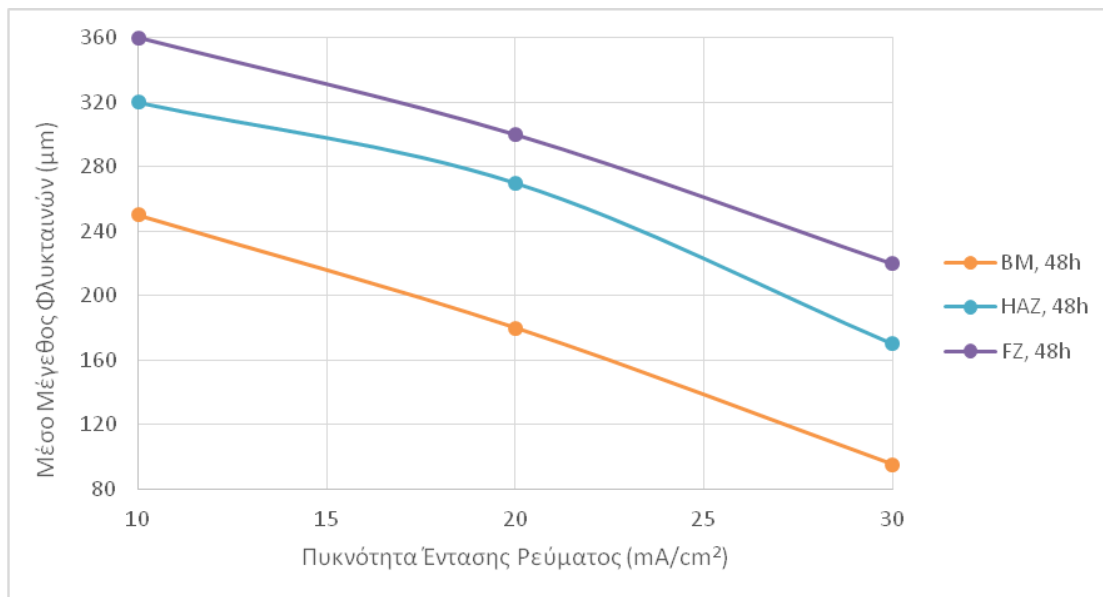


Διάγραμμα 83: Συγκεντρωτικό διάγραμμα μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσεως της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να αυξάνει ανάλογα και γραμμικά με την πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές της συγκόλλησης, ενώ ο υψηλότερος ρυθμός μεταβολής αυτής διαπιστώθηκε σε όλες τις περιπτώσεις κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 30 mA /cm². Οι μικρότερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των σχηματισμών αυτών αποδόθηκαν συστηματικά στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλό τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical migration potential) και υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Αντίθετα η ζώνη τήξης

προσδιορίστηκε από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων, με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα δομικών ατελειών (δίκτυα διαταραχών, σφάλματα επιστοίβασης, ενδογενής/εξωγενής συσσώρευση σφαλμάτων, τοιχώματα αντίφασης) (Διάγραμμα 83).

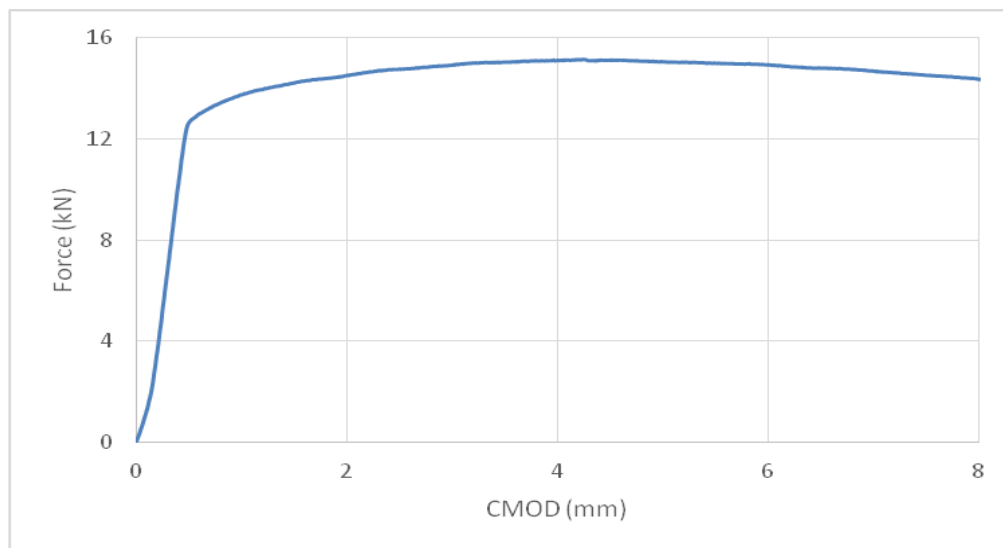
Κατά συνέπεια τη μεγαλύτερη απόλυτη τιμή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου την παρουσιάζει σε κάθε περίπτωση η περιοχή της ζώνης τήξης, για την οποία αναμένονται κινηματικά και οι μεγαλύτεροι ρυθμοί αύξησης του κλασματικού όγκου συμμετοχής παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου, σε πεδία συσσώρευσης τόσο αντιστρεπτού όσο και μη αντιστρεπτού τύπου (reversible and irreversible trap centers). Το γεγονός αυτό αιτιολογείται απόλυτα καθώς η δεδομένη περιοχή χαρακτηρίζεται από τις χαμηλότερες τιμές τόσο για το συντελεστή διάχυσης όσο και για το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς οι φάσεις που τη δομούν λειτουργούν ως ενεργειακά πηγιάδια δυναμικού (thermodynamic potential gaps), με αποτέλεσμα να καταλύουν τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινητικά την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου, η οποία οδηγεί στην ανάπτυξη φλυκταινών υδρογόνου. Κατά τελείως αντίθετο τρόπο η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης χαρακτηρίζεται από υψηλούς κινηματικούς τελεστές σε ό,τι αφορά στην ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (upgraded kinetic coefficients for the electrodynamically controlled expansion phenomenon of atomic hydrogen diffusion fronts), γεγονός το οποίο σχετίζεται με μεγάλα βάθη διείσδυσης, υψηλούς συντελεστές διάχυσης και περιορισμένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης [38 – 40, 43, 45 – 46, 66 – 69, 76, 78].



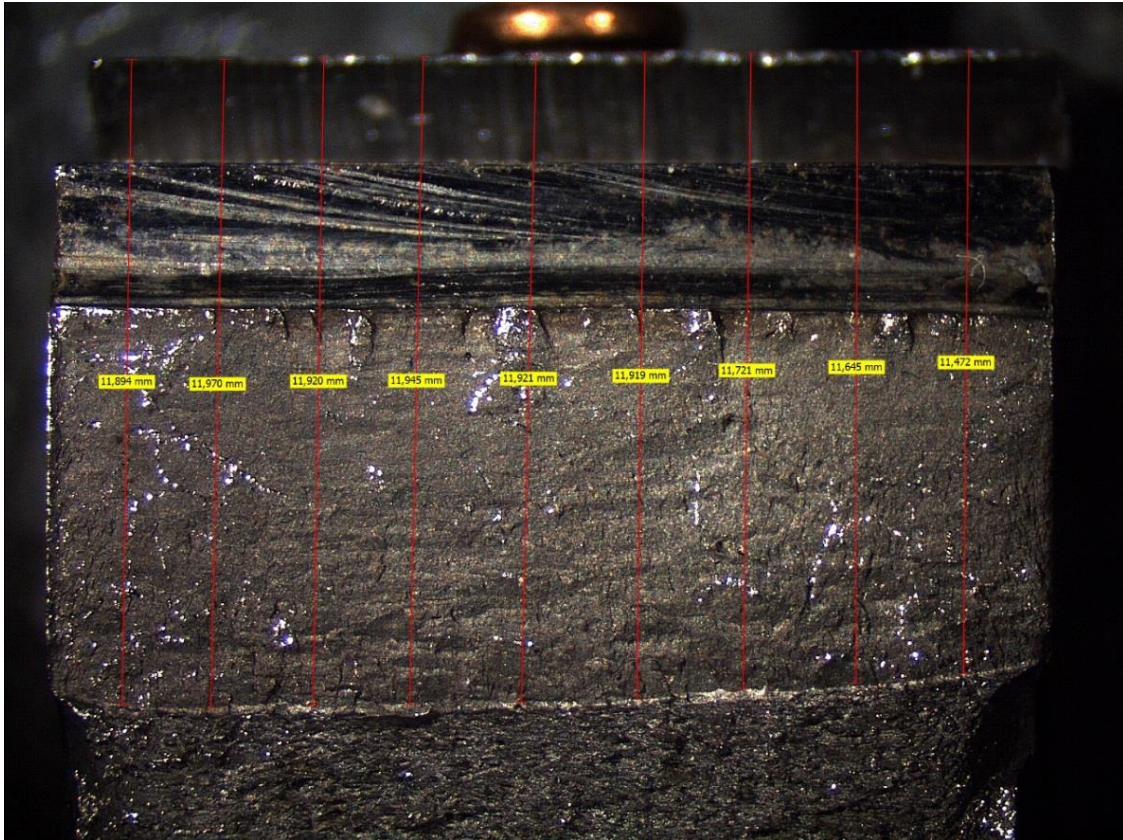
Διάγραμμα 84: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65

Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου χαρακτηρίζεται ως συνεχώς μειούμενο με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Η μέγιστη τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου αποδίδεται για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην περιοχή της ζώνης τήξης. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη προσδιορίζεται από ενδιάμεσες τιμές του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου, ενώ το μικρότερο μέσο μέγεθος φλυκταινών υδρογόνου αποδίδεται στη θερμοδυναμική περιοχή του μετάλλου βάσης, τόσο στις χαμηλότερες όσο και στις υψηλότερες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Τα παραπάνω στοιχεία σχετίζονται με την πολλαπλότητα, την έκταση και την κατανομή εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος περιοχών που έχουν το ρόλο πυρήνων και ενεργειακών κέντρων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Όπως γίνεται αντιληπτό η περιοχή του μετάλλου βάσης, η οποία χαρακτηρίζεται από λεπτοκρυσταλλική διάταξη, με πολλαπλά πεδία συνεύρεσης ορίων κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high misalignment and misorientation angle distribution factor), προσδιορίζεται από την ανάπτυξη πολυάριθμων τοπολογιών, μικρής έκτασης, που λειτουργούν ως ισχυρά πηγάδια δυναμικού και ενεργειακά κέντρα κατάλυσης της συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Αποτέλεσμα όλων των παραπάνω είναι η ανάπτυξη πολλαπλών φλυκταινών υδρογόνου, με περιορισμένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και ομοιόμορφη διασπορά. Αντιθέτως η περιοχή της ζώνης τήξης, η οποία χαρακτηρίζεται από μικρογραφικό ιστό στον οποίο συμμετέχουν φάσεις και μικροδομικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισοροπίας, με γωνιώδη μορφολογία και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής δικτύων διαταραχών, προσδιορίζεται από την ανάπτυξη διευρυμένων τοπολογιών, που λειτουργούν ως ισχυρά πεδία συσσώρευσης μη αντιστρεπτού τύπου του ατομικού υδρογόνου. Στην περίπτωση αυτή αποδίδεται η παρουσία επιφανειακών σχηματισμών φλυκταινών υδρογόνου με ιδιαίτερα αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης, μη ομοιόμορφη διασπορά και υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης. Τέλος η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης ακολουθεί μια ενδιάμεση ηλεκτροκινητική απόκριση ως προς την εξέλιξη του δεδομένου φαινομένου καθώς αυτή χαρακτηρίζεται και από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή διάχυσης, του βάθους διείσδυσης και της επιφανειακής τραχύτητας για όλα τα πεδία τιμών επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (Διάγραμμα 84) [42, 92 - 92, 323 - 324].

3.16 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ, ΓΙΑ ΠΡΟΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΠΟΥ ΕΧΟΥΝ ΕΓΚΟΠΗ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ, ΧΩΡΙΣ ΠΡΟΓΕΝΕΣΤΕΡΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ



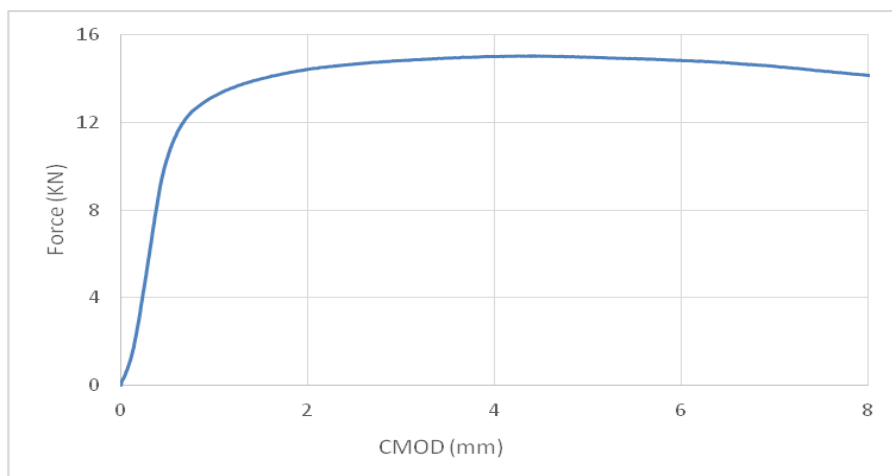
Διάγραμμα 85: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (1^η επανάληψη)



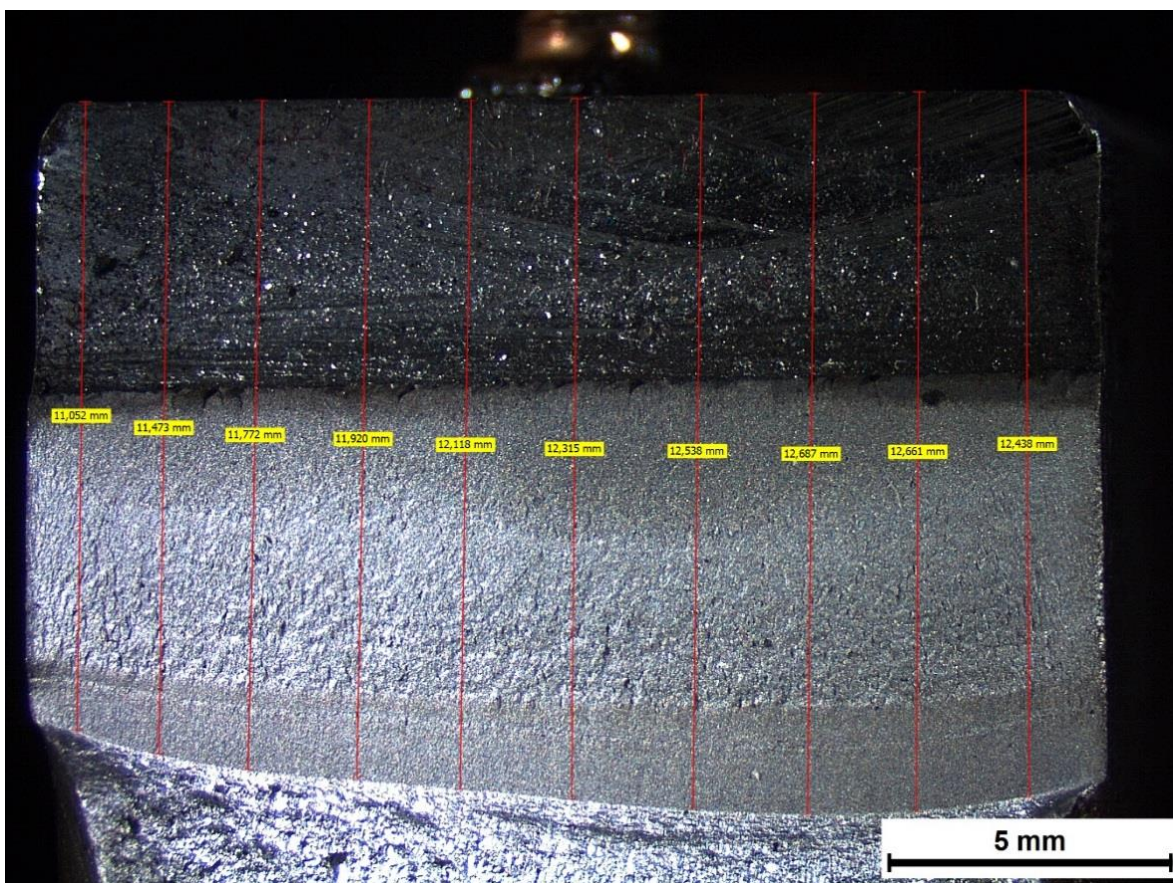
Εικόνα 198: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ραγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 57,46 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{y2} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00239 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 333,09 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 7,64 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 325,45 \text{ kJ/m}^2$



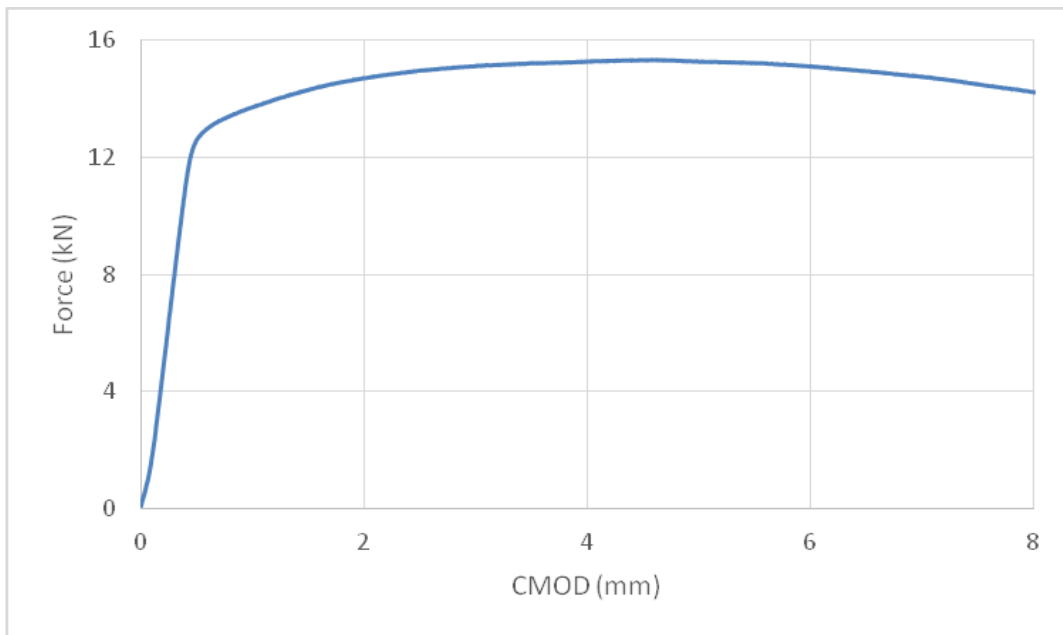
Διάγραμμα 86: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (2^η επανάληψη).



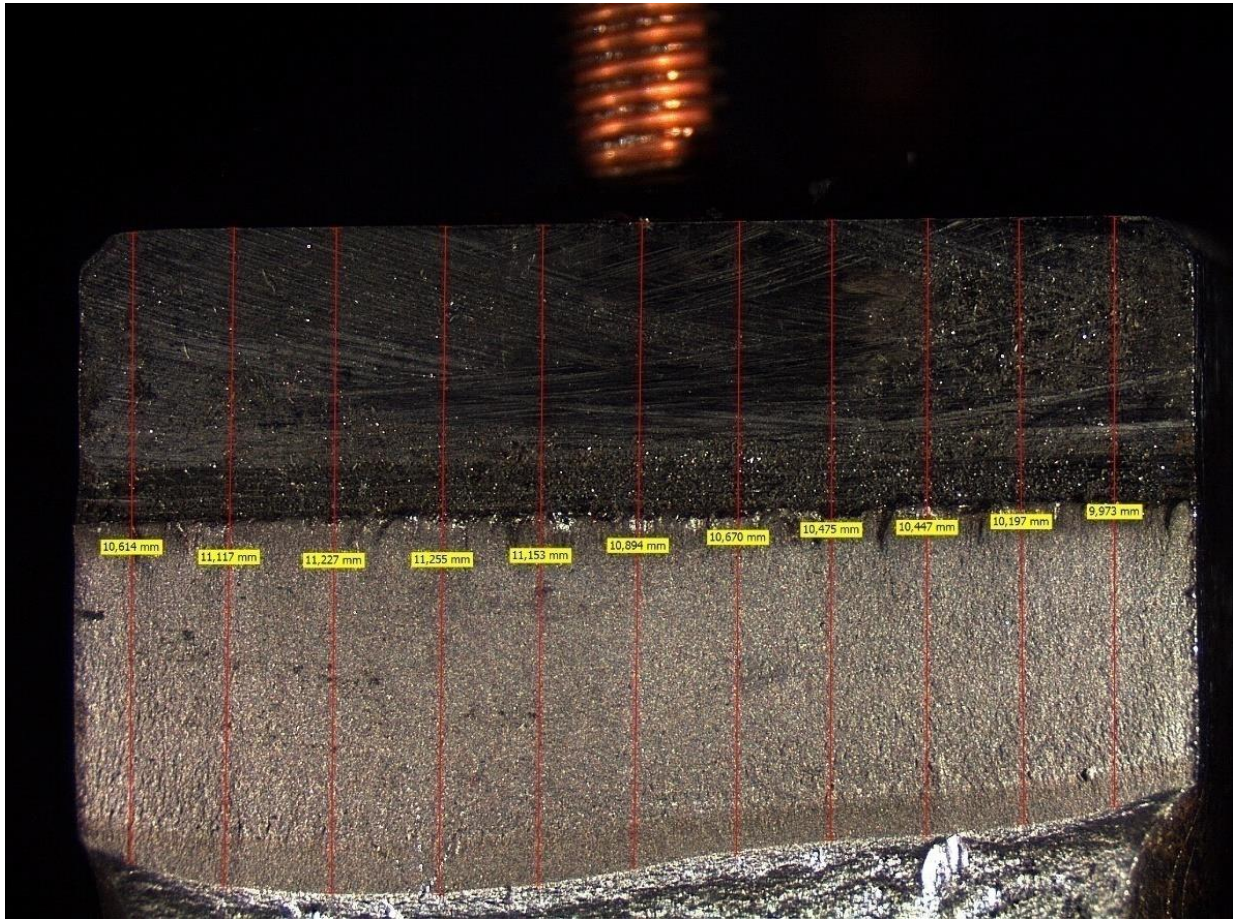
Εικόνα 199: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 52,07 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00206 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 330,50 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,43 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 324,07 \text{ kJ/m}^2$



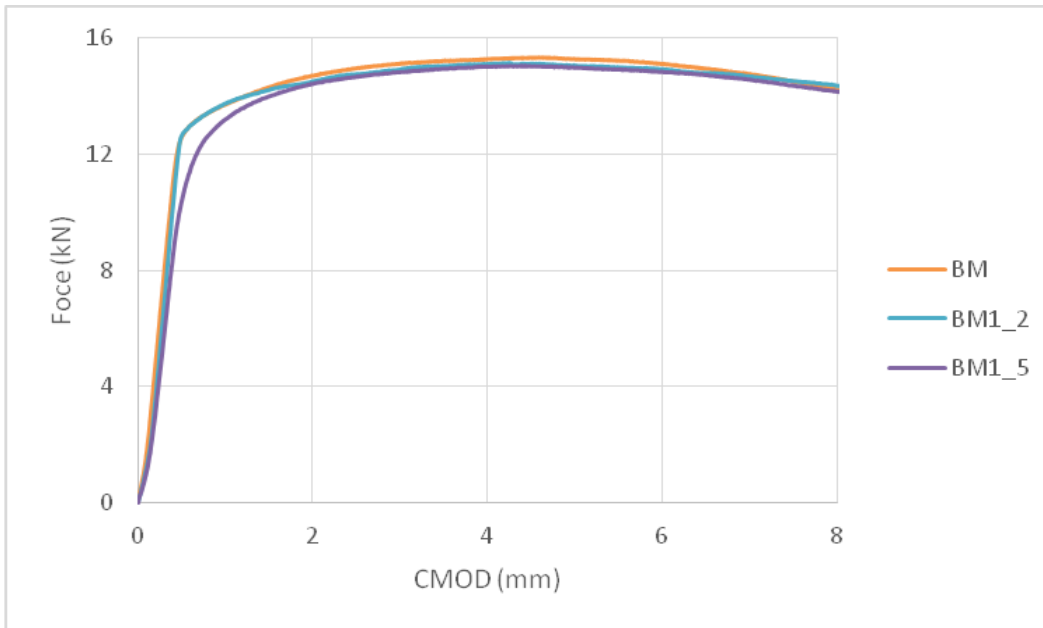
Διάγραμμα 87: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (3^η επανάληψη)



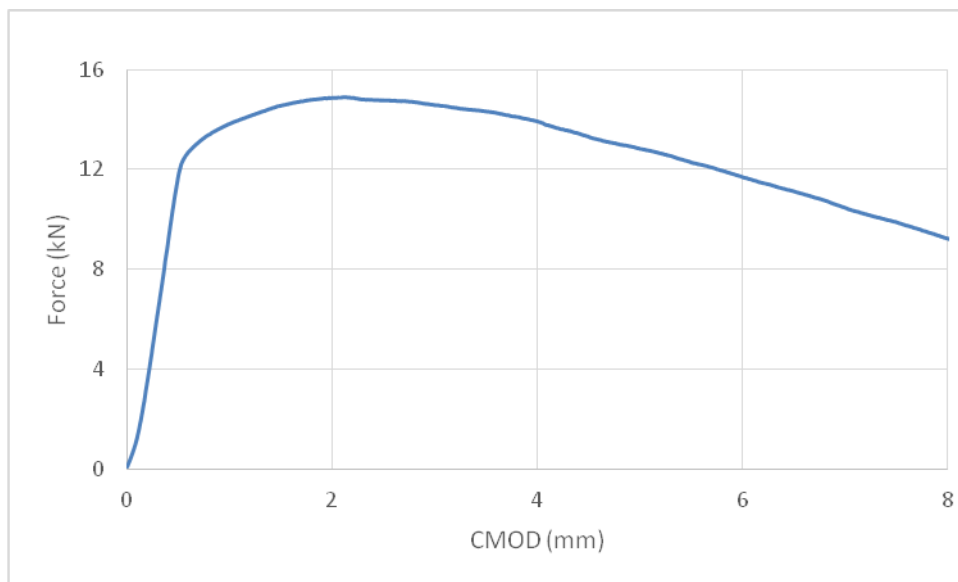
Εικόνα 200: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

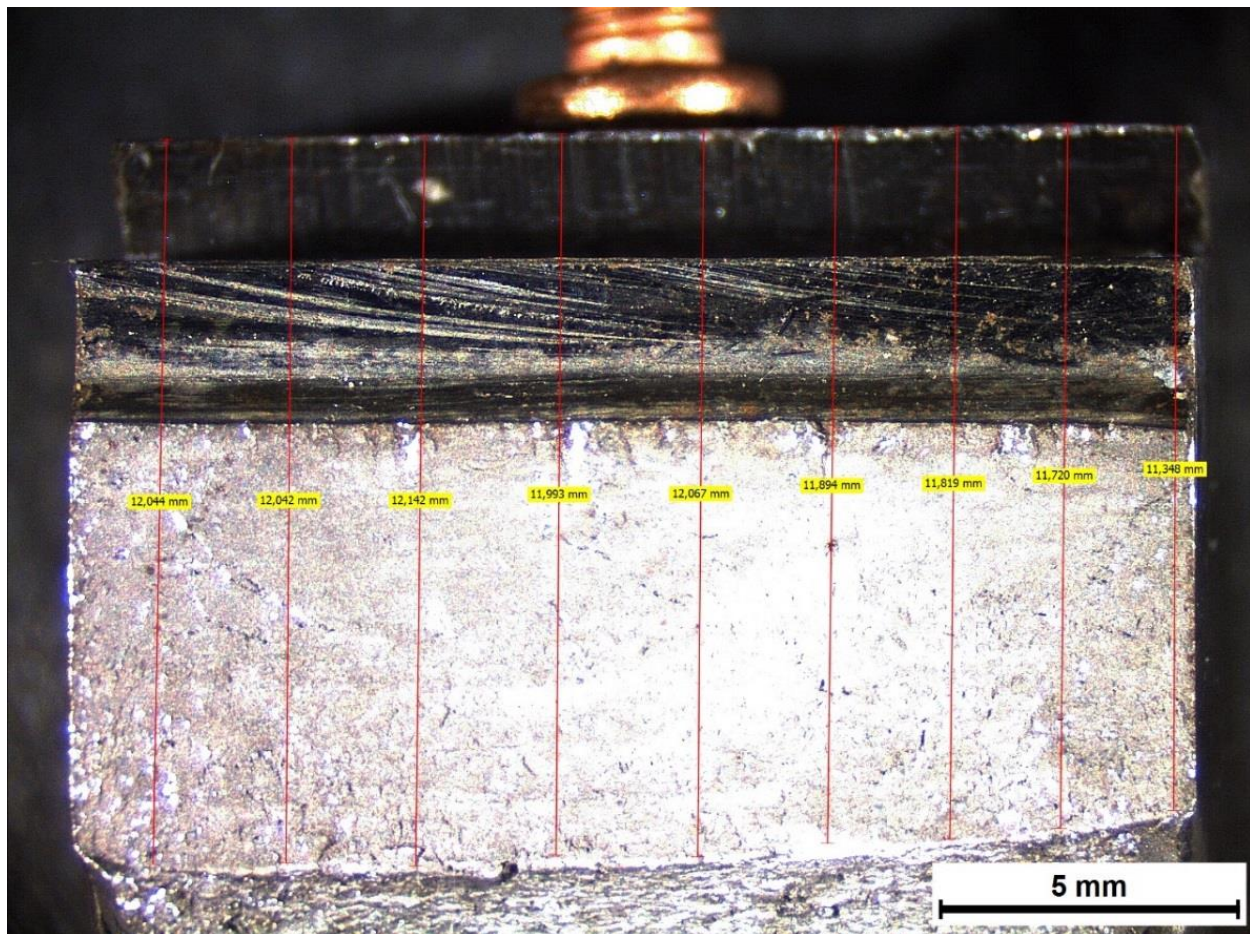
1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 57,06 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00189 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 329,67 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 7,46 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 322,21 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 88: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης



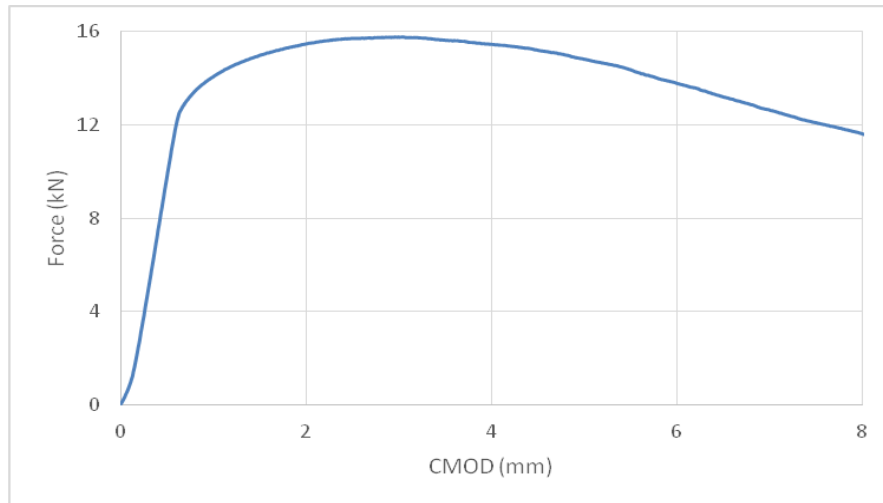
Διάγραμμα 89: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (1^η επανάληψη)



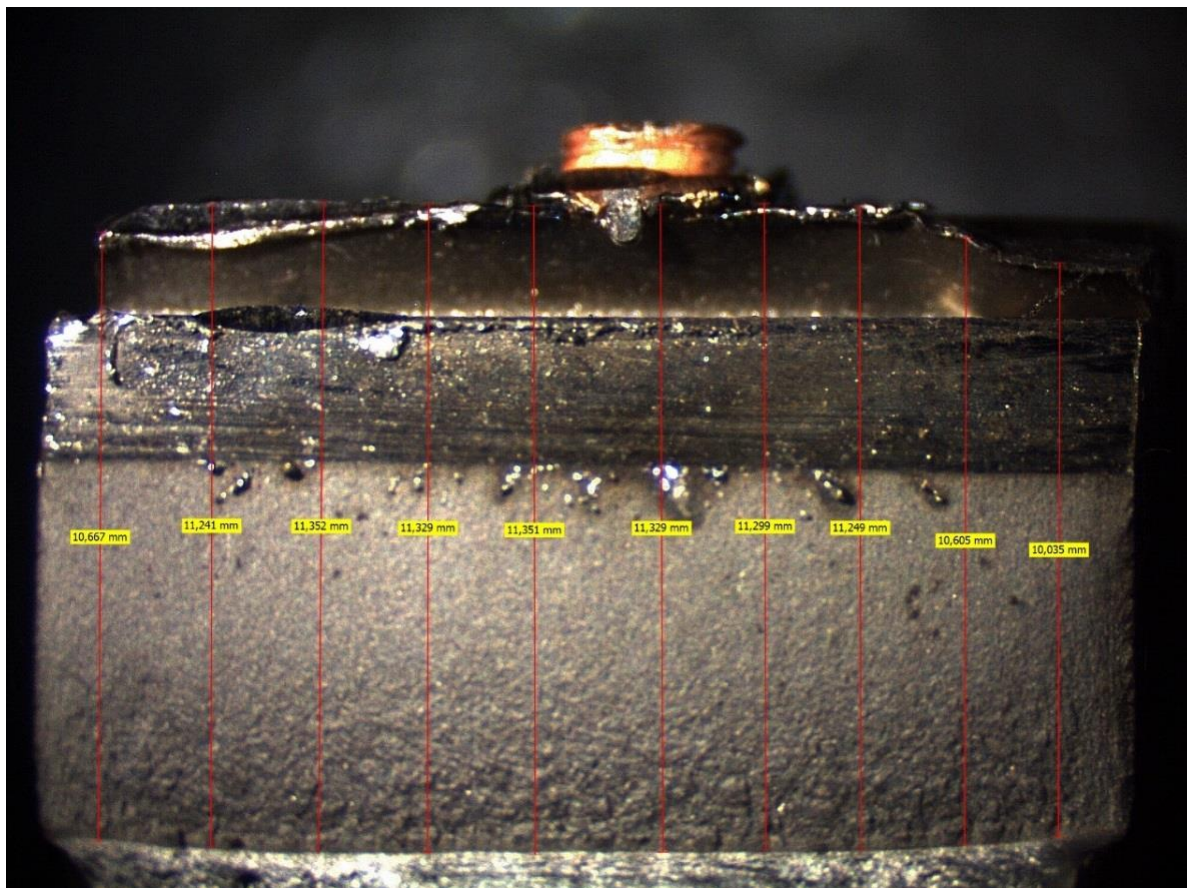
Εικόνα 201: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 53,05 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00102 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 156,90 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 7,08 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 149,81 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 90: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (2^η επανάληψη)



Εικόνα 202: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

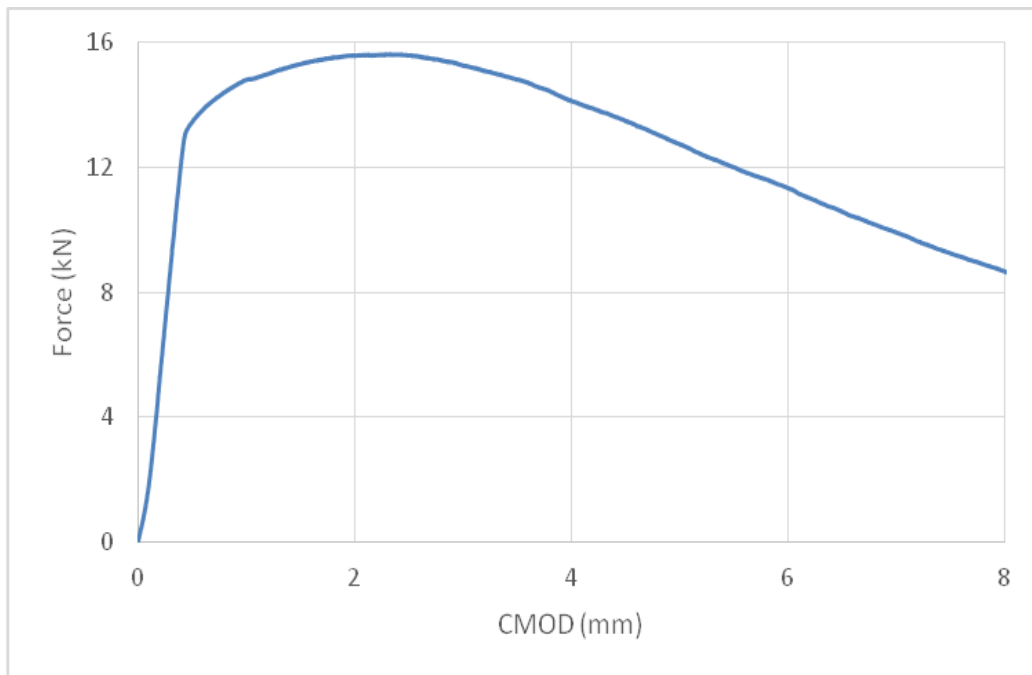
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 50,69 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00101 \text{ m}$$

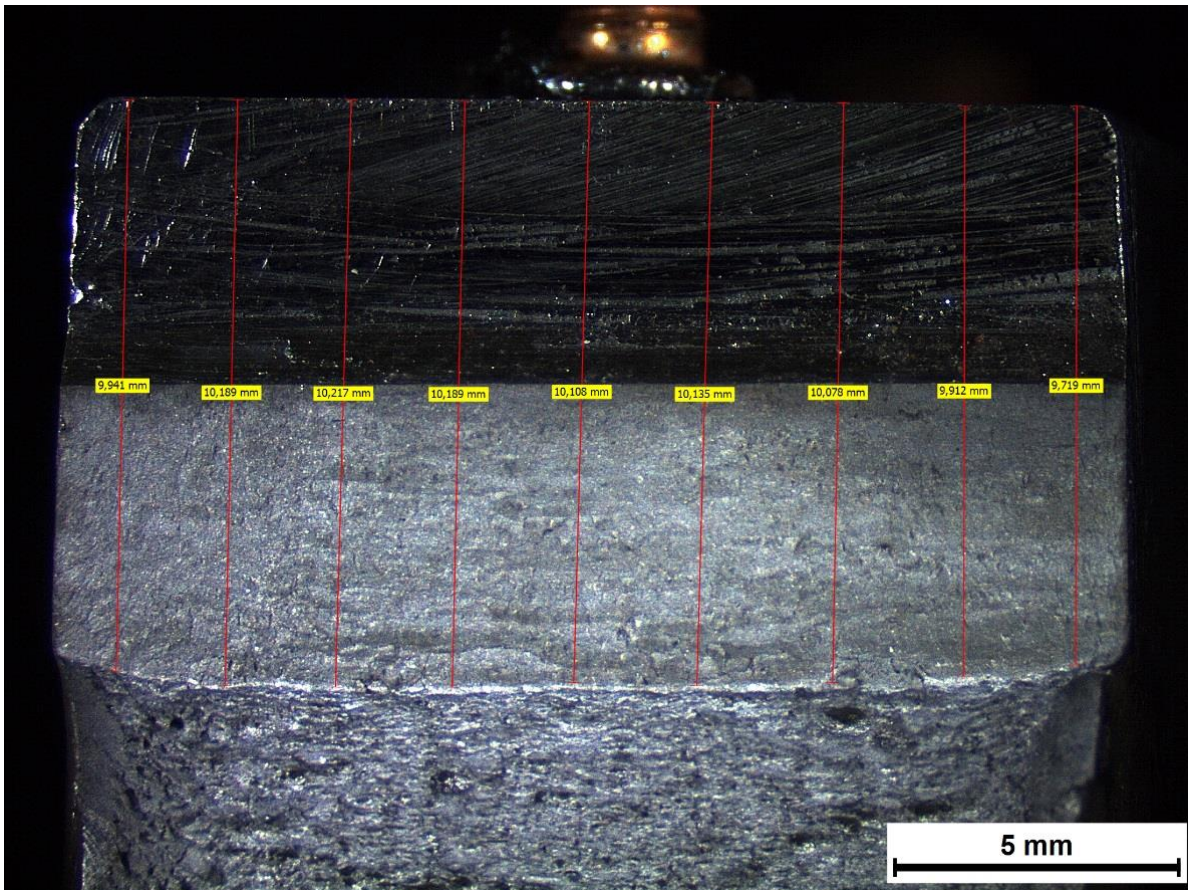
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 162,92 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,59 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 156,33 \text{ kJ/m}^2$$



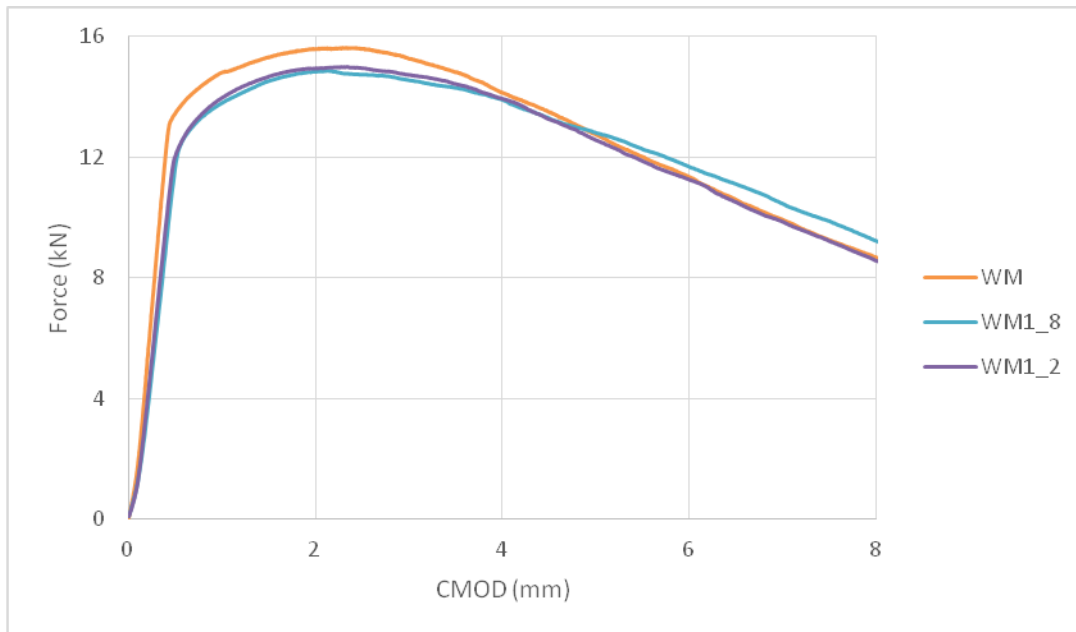
Διάγραμμα 91: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (3^η επανάληψη)



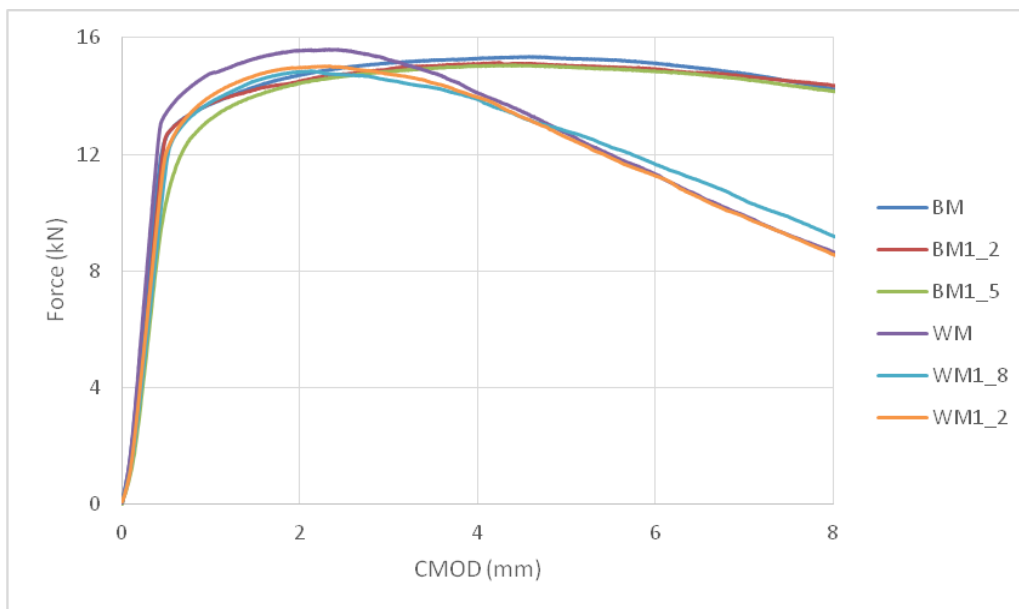
Εικόνα 203: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 50,03 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00105 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 162,77 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,50 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 156,27 \text{ kJ/m}^2$



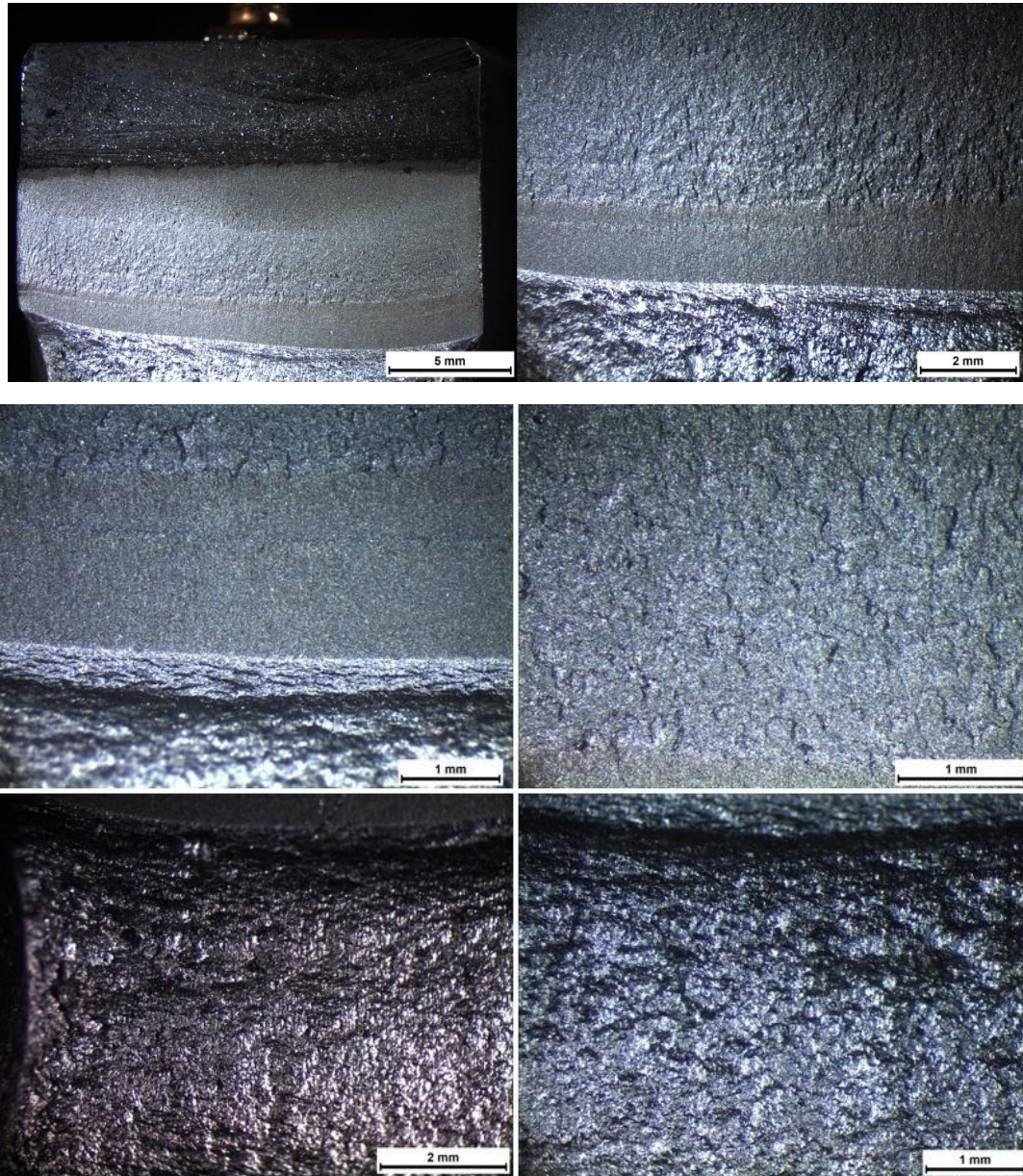
Διάγραμμα 92: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης

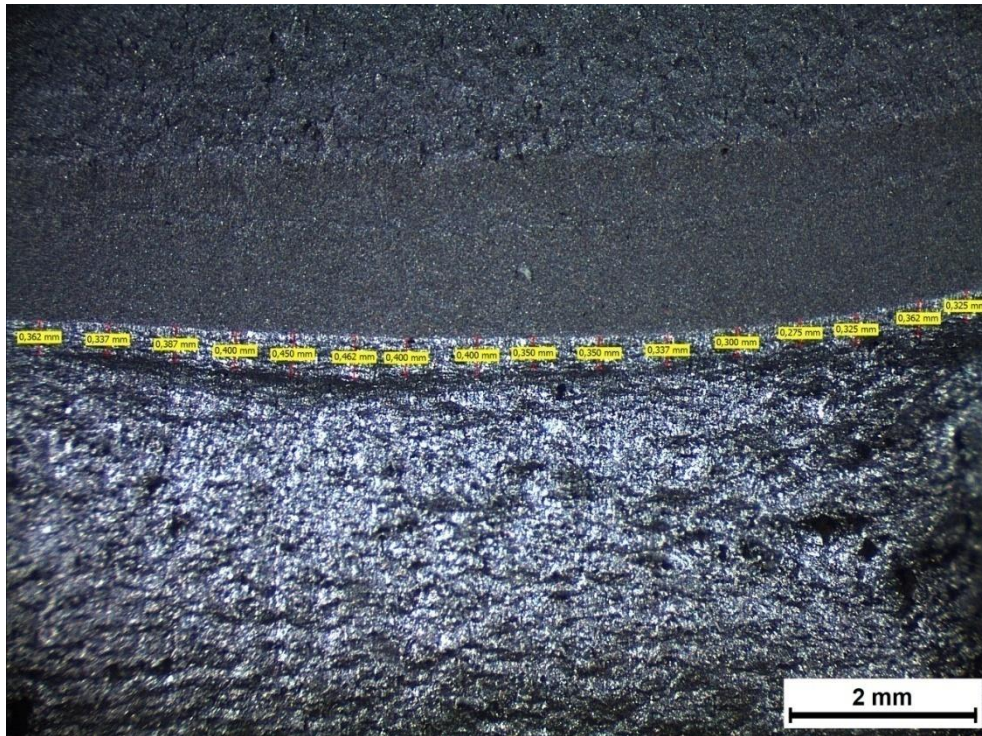


Διάγραμμα 93: : Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD για προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή τόσο στη περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και στη περιοχή της ζώνης τήξης χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διεγερση.

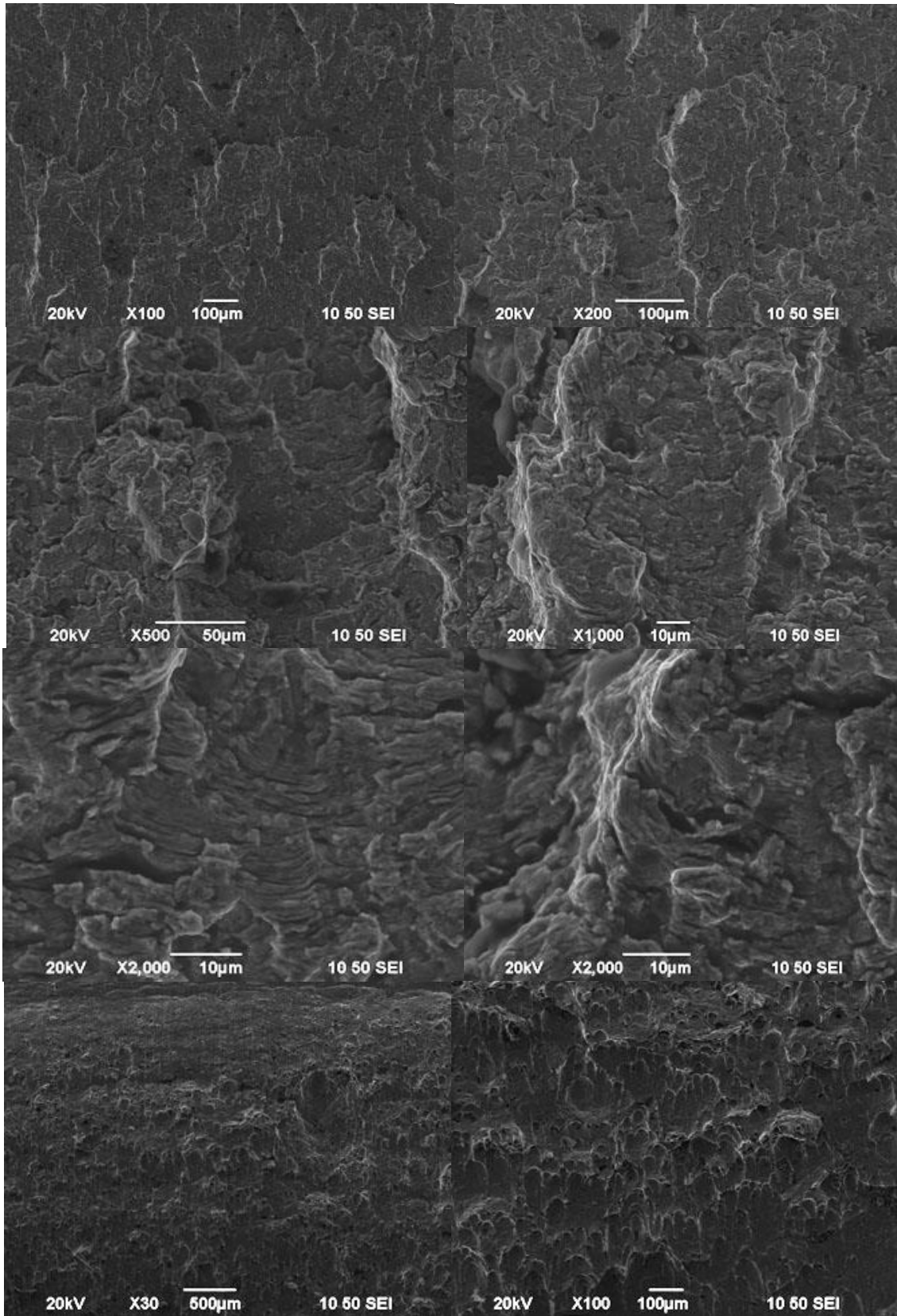
Με βάση τα αποτελέσματα των χαρακτηριστικών καμπυλών $F - Crack Mouth Opening Displacement$ (CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD για δοκίμια που δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρείται συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα και περιορισμένο δυναμικό απορρόφησης ενέργειας για την περιοχή της ζώνης τήξης σε σύγκριση με την περιοχή του μετάλλου βάσης. Το γεγονός αυτό είναι απόλυτα αναμενόμενο καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί ο μικρογραφικός ιστός της ζώνης τήξης στοιχειοθετείται από φάσεις και μικροδομικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας με επιμήκη μορφολογία και ψαθυρό χαρακτήρα, στις απολήξεις των οποίων πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση των δικτύων των διαταραχών και των σφαλμάτων επιστοίβασης σε συνδυασμό με τη διαβαθμισμένη συγκέντρωση του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου. Ακόμη η περιοχή αυτή χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα χαμηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης και συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης λόγω της ισχυρής ανομοιογένειας ως προς την κατανομή των συντελεστών Schmid και της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης μεταξύ των κόκκων. Επίσης οι διακυμάνσεις επί των λαμβανόμενων τιμών της παραμέτρου $J_{εντός}$ της περιοχής της ζώνης τήξης οφείλονται κατά κύριο λόγο στο γεγονός ότι η ρωγμή κατά τα πρώτα στάδια της διάδοσής της αλληλεπιδρά ασταθώς με συνεχώς διαφοροποιούμενα μικροδομικά συστατικά λόγω της συνδυασμένης ύπαρξης εντός αυτής πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής αντίστοιχα. Αντίθετα η περιοχή του μετάλλου βάσης του χάλυβα X65 προσδιορίζεται από τη συμμετοχή φερριτικών και μπαινιτικών κόκκων με ισοαξονική – πολυγωνική μορφολογία και χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων. Το γεγονός αυτό οδηγεί σε μικρότερες πυκνότητες επιφανειακής κάλυψης δομικών ατελειών στα ημισυνεκτικού τύπου διαφασικά όρια και σε ηπιότερη διαβάθμιση της συγκέντρωσης του ατομικού υδρογόνου μεταξύ των διάφορων μικροδομικών περιοχών. Κατά συνέπεια οι τιμές των συντελεστών Schmid χαρακτηρίζονται από περιορισμένη ανομοιογένεια ενώ παράλληλα η κρίσιμη αναλυόμενη διατμητική τάση ολίσθησης λαμβάνει χαμηλότερες τιμές και παρατηρείται αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης (υψηλή ολκιμότητα). Ακόμη το γεγονός ότι περιορίζεται ο μηχανισμός της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου σε φάσεις οι οποίες δεν χαρακτηρίζονται από υψηλή διεπιφανειακή ενεργότητα λόγω της απουσίας επιμήκους μορφολογίας σε συνδυασμό με υψηλή θερμοδυναμική μεταστάθεια, ενισχύει ακόμη περισσότερο τη δυνατότητα απορρόφησης ενέργειας του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος (Διαγράμματα 85 – 93, Εικόνες 198 – 203) [80, 82, 113, 129, 180, 220, 260].

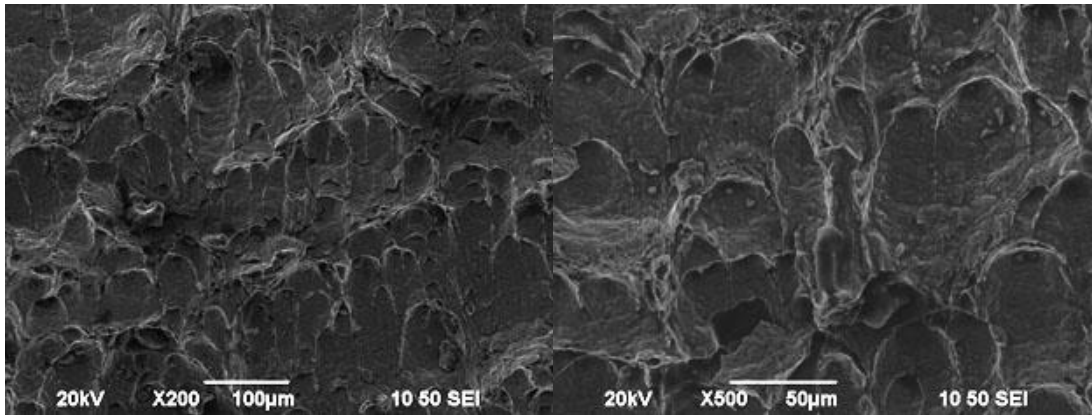
3.16.1 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα X65





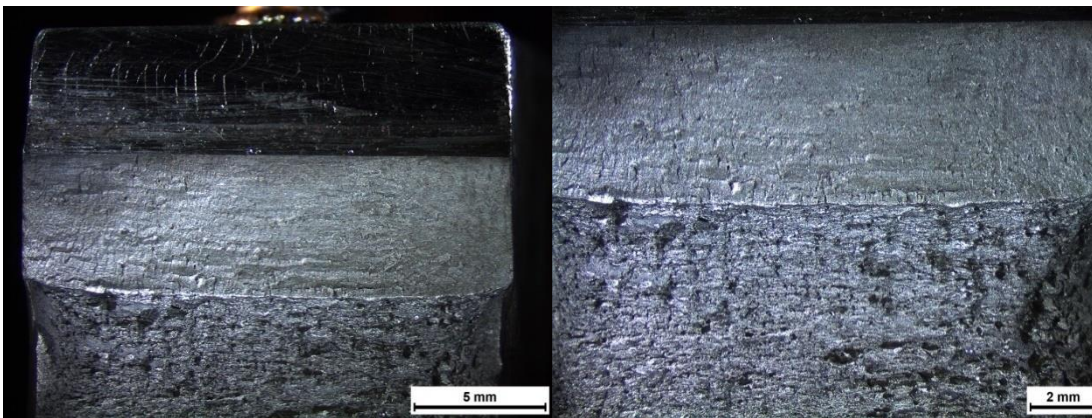
Εικόνα 204: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης των αλληλεπιδρόντων μετώπων διάδοσης της κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretch zone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης το οποίο δεν είχε υποβληθεί προγενέστερα σε πεδίο καθοδικής πόλωσης

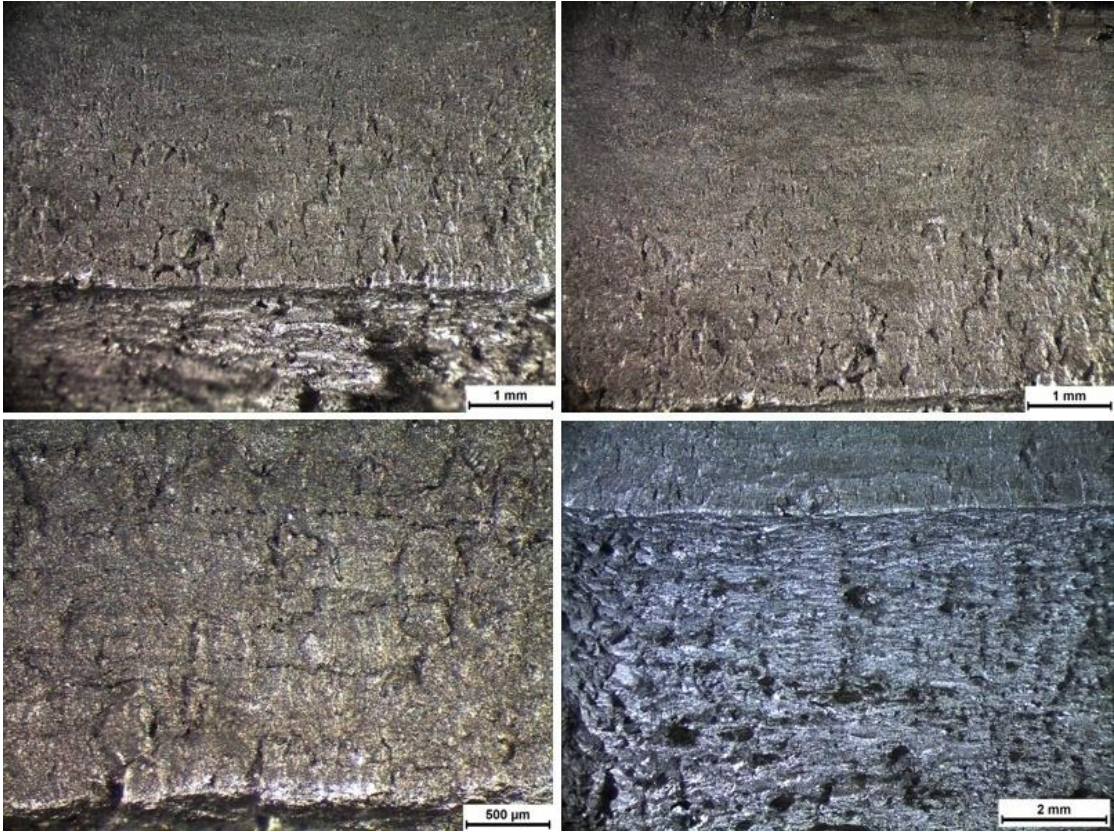


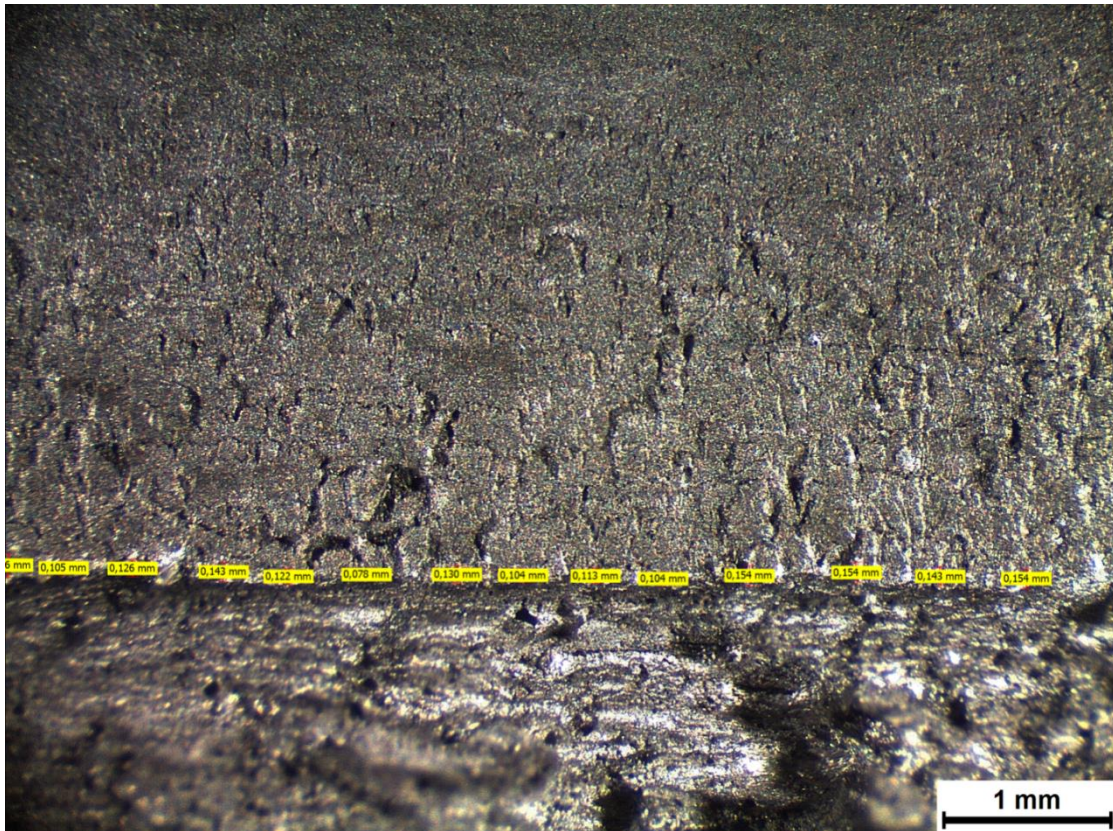


Εικόνα 205: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και σε εικόνες Δευτερογενών Ηλεκτρονίων της μορφολογίας και της κατανομής χαρακτηριστικών σχηματισμών οι οποίοι εκτείνονται στη ζώνη που έχει υποβληθεί σε κόπωση καθώς και σε αυτή που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης, για δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στη περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης.

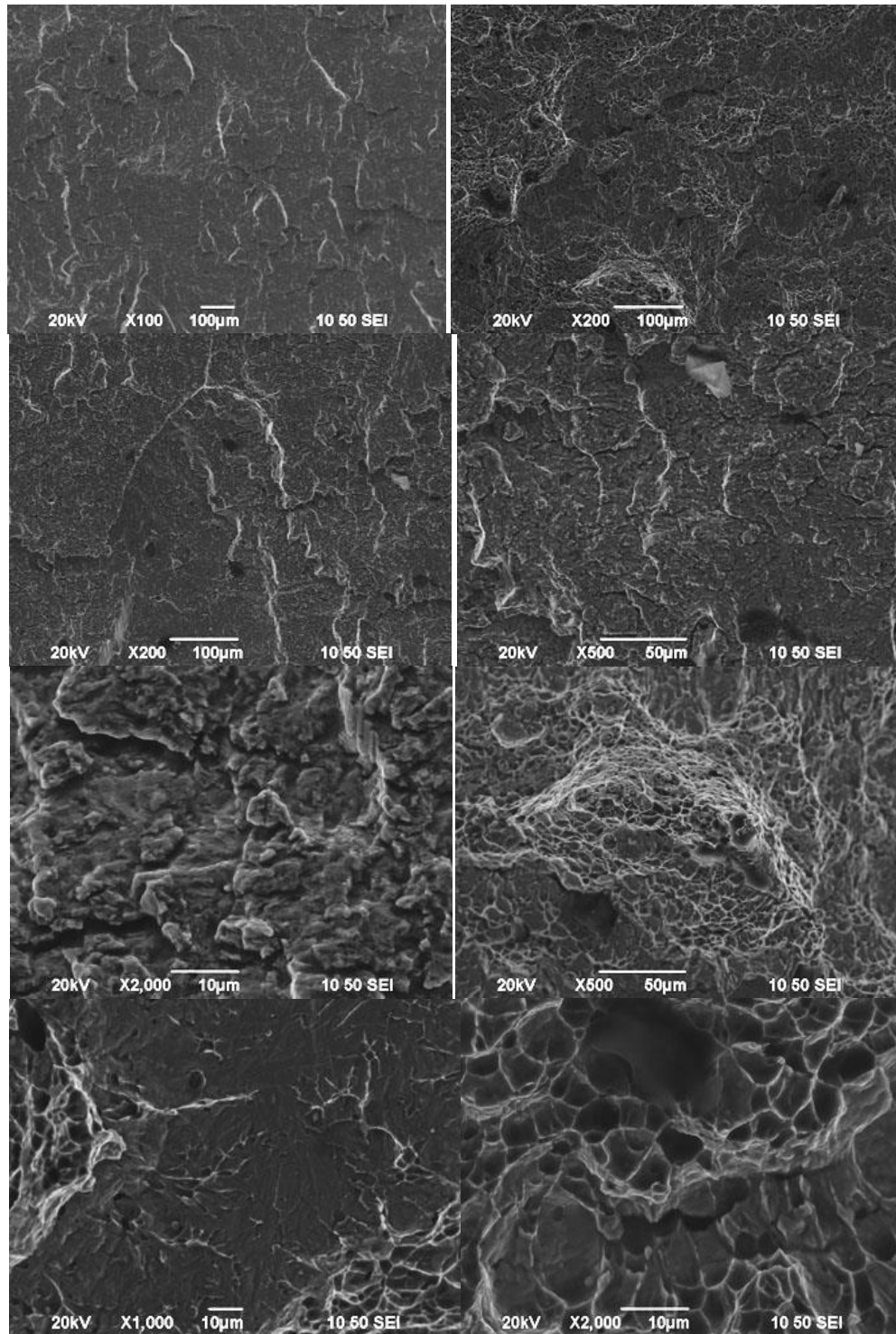
3.16.2 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTODσε δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65







Εικόνα 206: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει υποστεί καμπτική φόρτιση και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης το οποίο δεν είχε υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική πόλωση εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης



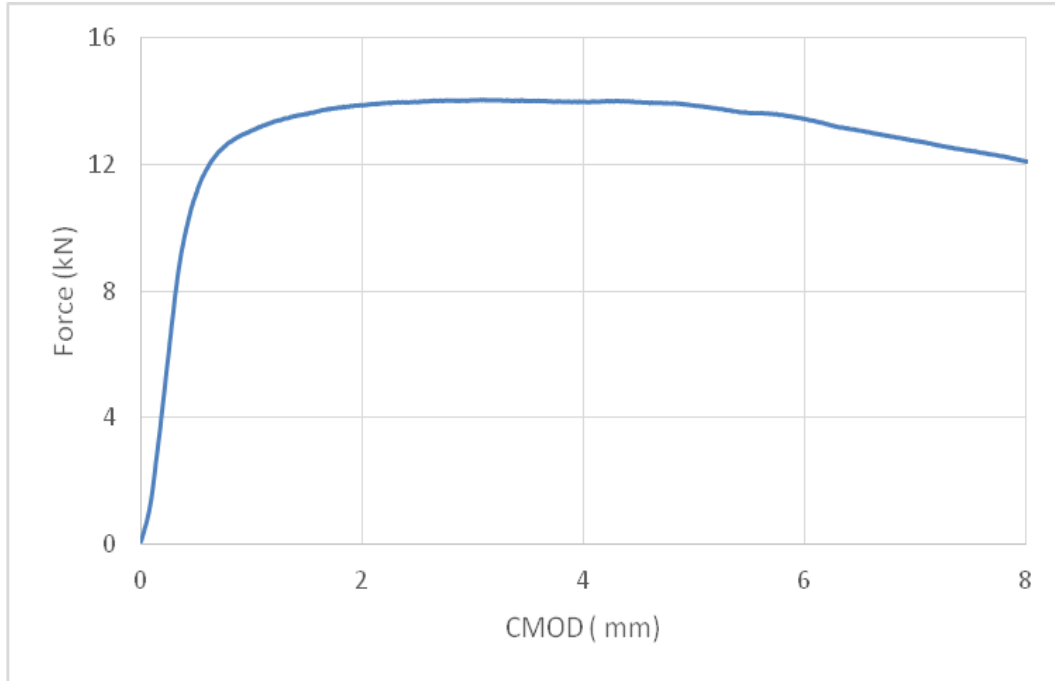
Εικόνα 207: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και σε εικόνες Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης το οποίο δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημικό πεδίο καθοδικής πόλωσης

Σε ό,τι αφορά στις θραυσιγενείς επιφάνειες δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα και τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης συμπεραίνονται τα ακόλουθα:

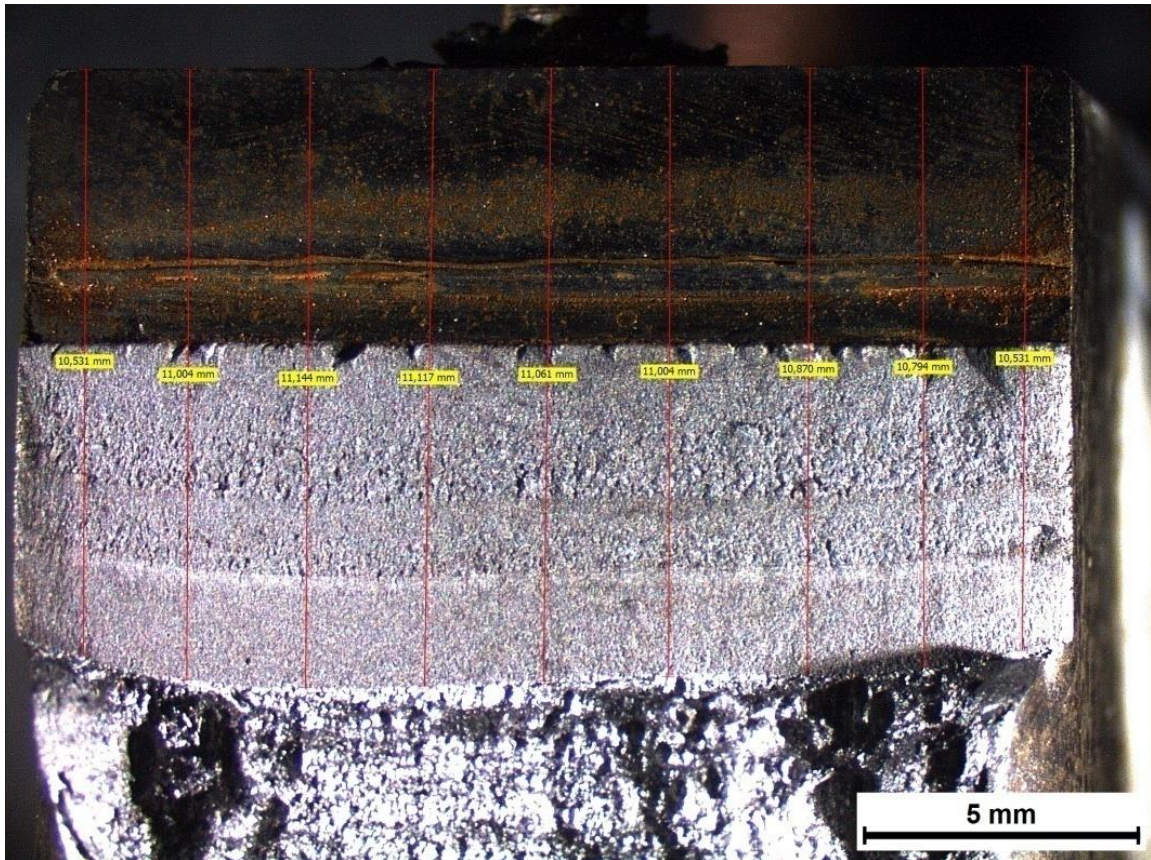
Και για τις δύο περιπτώσεις δοκιμών το τμήμα το οποίο είχε αστοχήσει λόγω επιβολής εκτεταμένων κοπωτικών φορτίσεων χαρακτηριζόταν από την ανάπτυξη σχηματισμών ιδιάζουσας μορφολογίας, η οποία προσομοιάζει σε ραβδώσεις και αποδίδεται στην εισχώρηση και την εξώθηση των προτιμητέων επιπέδων ολίσθησης από το κρυσταλλογραφικό πλέγμα (striations). Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή επιπεδοποιημένων, καμπύλων και στυλπνών μετώπων (προκαλούμενων από διατμητικές παραμορφώσεις), τα οποία στη διεθνή βιβλιογραφία απαντώνται με την ορολογία beachmarks. Για την περίπτωση μελέτης δοκιμών όπου η ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής πραγματοποιήθηκε εντός της θερμοδυναμικής περιοχής της ζώνης τήξης, οι σχηματισμοί αυτοί χαρακτηρίζονται από υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής και εντονότερο τοπογραφικό ανάγλυφο, εν συγκρίσει με τους αντίστοιχους αναπτυσθέντες σχηματισμούς σε δοκίμια όπου η διάδοση της ρωγμής έλαβε χώρα στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Επίσης στην περιοχή της ζώνης τήξης το μέτωπο όπου 'σβήνει' η επίδραση της κόπωσης (stretch zone/blunting effect of fatigue loading) καθίσταται λιγότερο ευδιάκριτο συγκριτικά με το αντίστοιχο για την περιοχή του μετάλλου βάσης, καθώς αυτό χαρακτηρίζεται από μειωμένο πλάτος ανάπτυξης, μη ευθύγραμμη πορεία διάδοσης αλλά και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων. Τα παραπάνω στοιχεία μπορούν να αποδοθούν στη σχετικά ψαθυρή φύση της περιοχής της ζώνης τήξης συγκριτικά με αυτή του μετάλλου βάσης, κάτι το οποίο επιβεβαιώνεται εύκολα από τη συνεισφορά μετασταθών φάσεων και μικρογραφικών συστατικών με υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής δικτύων διαταραχών και σφαλμάτων επιστοίβασης, τη μειωμένη ολκιμότητα και τον ιδιαίτερα χαμηλό συντελεστή ενδοτράχυνσης που τη χαρακτηρίζει (work hardening coefficient). Τέλος και για τα δύο είδη δοκιμών η περιοχή που έχει αστοχήσει λόγω εφαρμογής εκτεταμένων πεδίων καμπτικής παραμόρφωσης χαρακτηρίζεται από υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή κρατήρων. Η διαφοροποίηση έγκειται στο γεγονός ότι ενώ οι κρατήρες αυτοί για την περιοχή του μετάλλου βάσης έχουν σφαιρική μορφολογία και σχετικά ομοιογενές μέσο μέγεθος ανάπτυξης και κατανομή, στην περίπτωση της περιοχής της ζώνης τήξης εμφανίζονται με περισσότερο γωνιώδη μορφολογία, μικρότερο βάθος έκτασης και ισχυρή ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και την κατανομή τους. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την ισχυρή διακύμανση των τιμών του συντελεστή Schmid και της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης μεταξύ των διαφόρων μικροδομικών περιοχών εντός της ζώνης τήξης, κάτι το οποίο συνεπάγεται την ανομοιόμορφη ανάπτυξη των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης τόσο σε ένταση όσο και σε έκταση εντός του μικρογραφικού ιστού (Εικόνες 204 – 207).

3.17 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ, ΓΙΑ ΠΡΟΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΠΟΥ ΕΧΟΥΝ ΕΓΚΟΠΗ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ Χ65, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΨΗΛΗΣ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗΣ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΪΟΝΤΑ ΜΕ ΧΡΟΝΙΚΗ ΔΙΑΡΚΕΙΑ ΠΑΡΑΜΟΝΗΣ 48 ΩΡΕΣ

3.17.1 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²



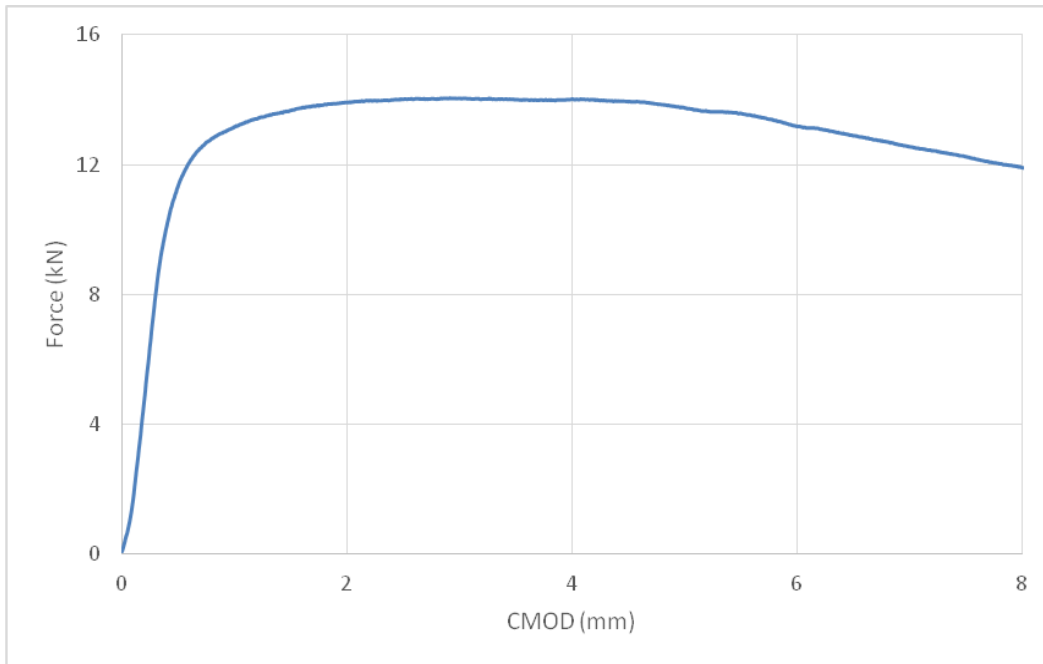
Διάγραμμα 94: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (1^η επανάληψη)



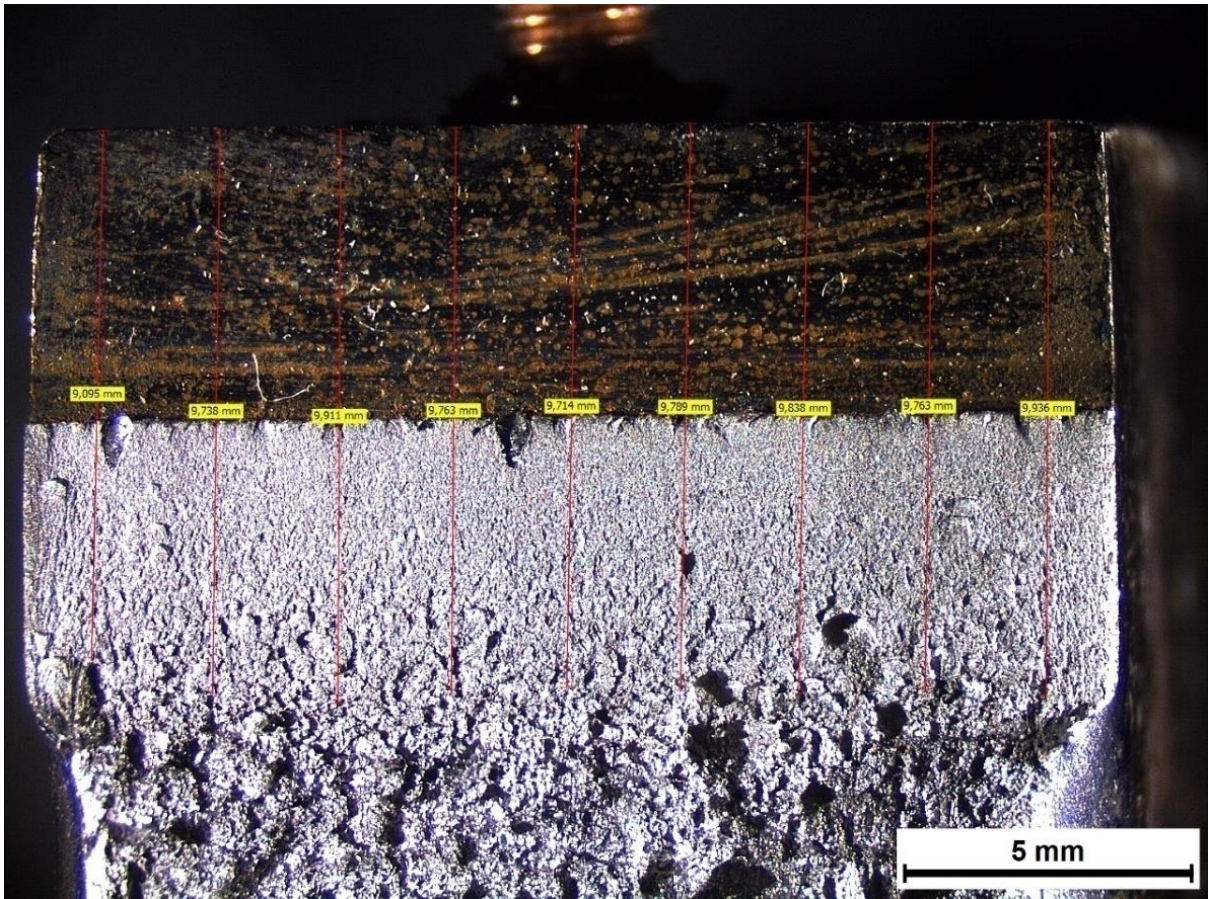
Εικόνα 208: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 39,55 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{y2} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00196 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 301,40 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,12 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 295,28 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 95: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (2^η επανάληψη)



Εικόνα 209: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

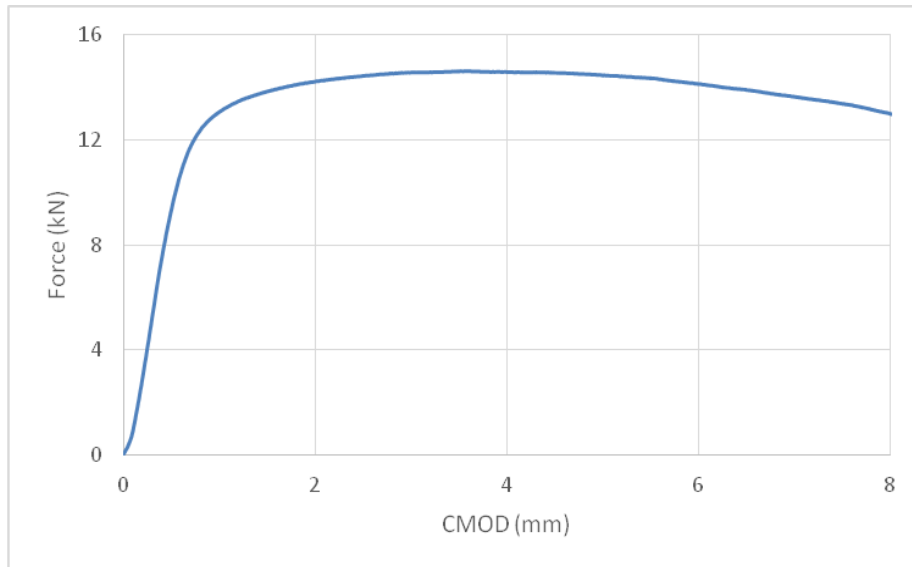
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 40,82 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00195 \text{ m}$$

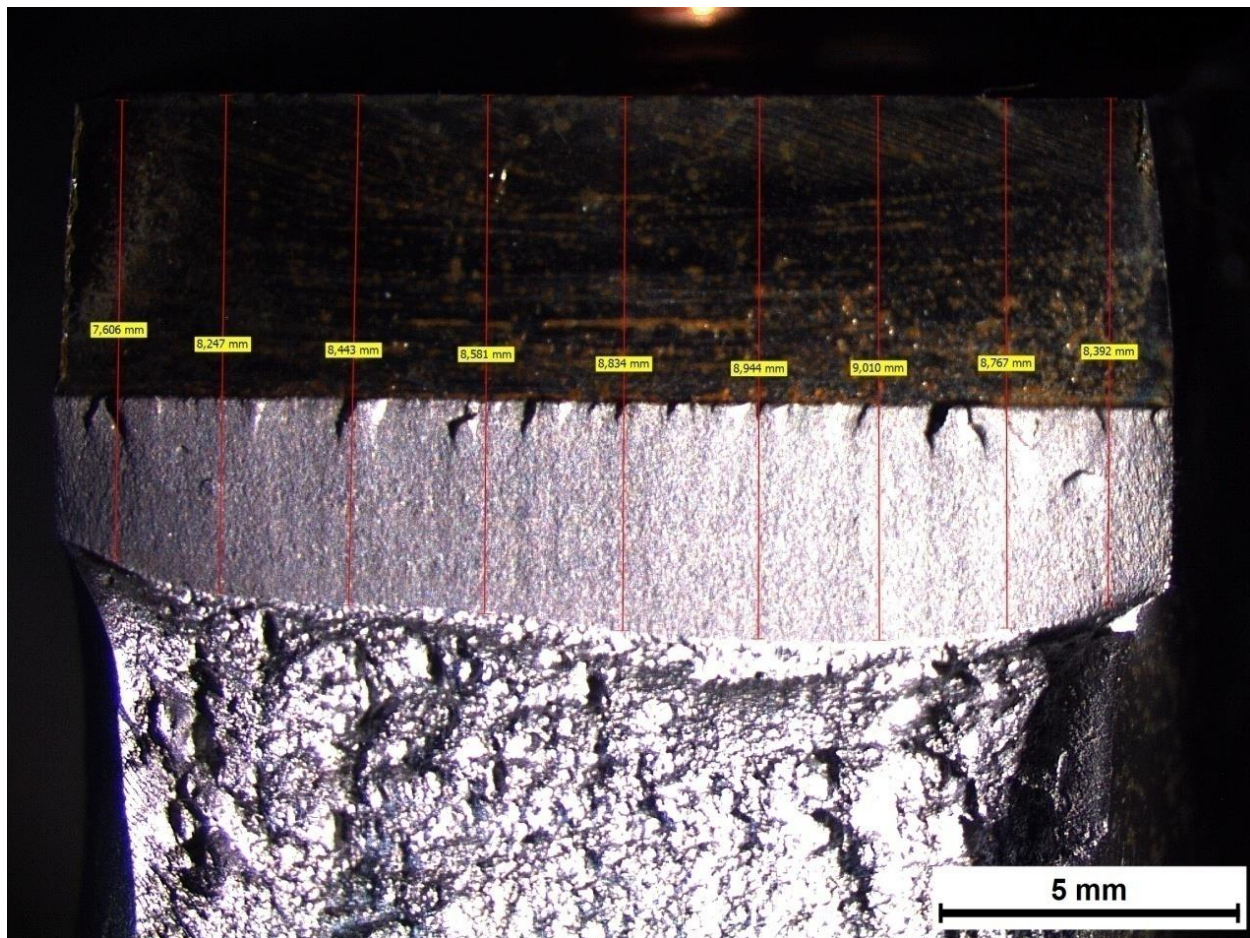
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 301,74 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 5,15 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 296,59 \text{ kJ/m}^2$$



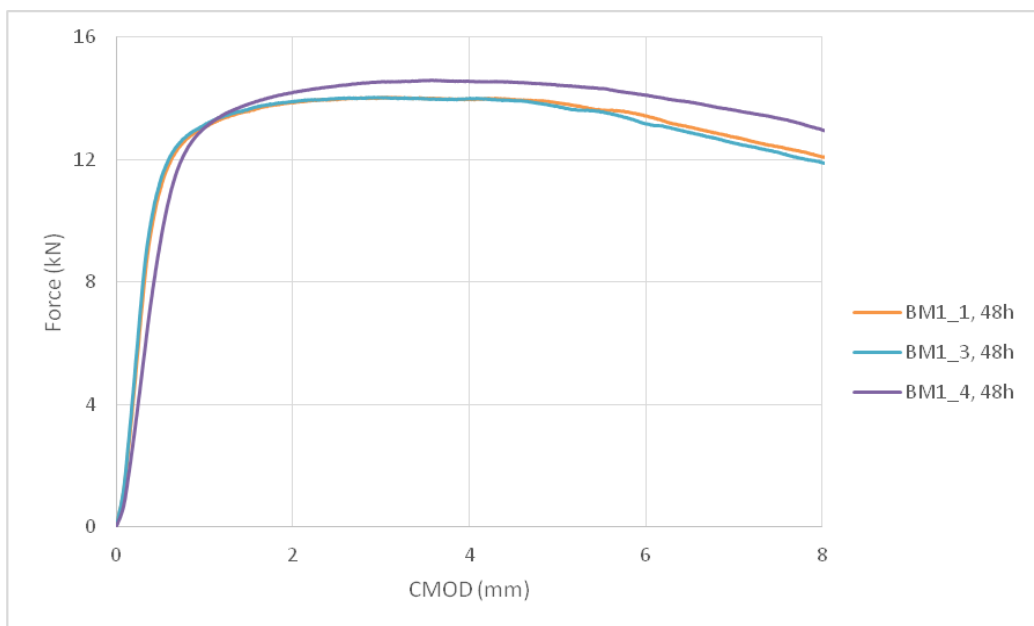
Διάγραμμα 96: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (3^η επανάληψη)



Εικόνα 210: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ραγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

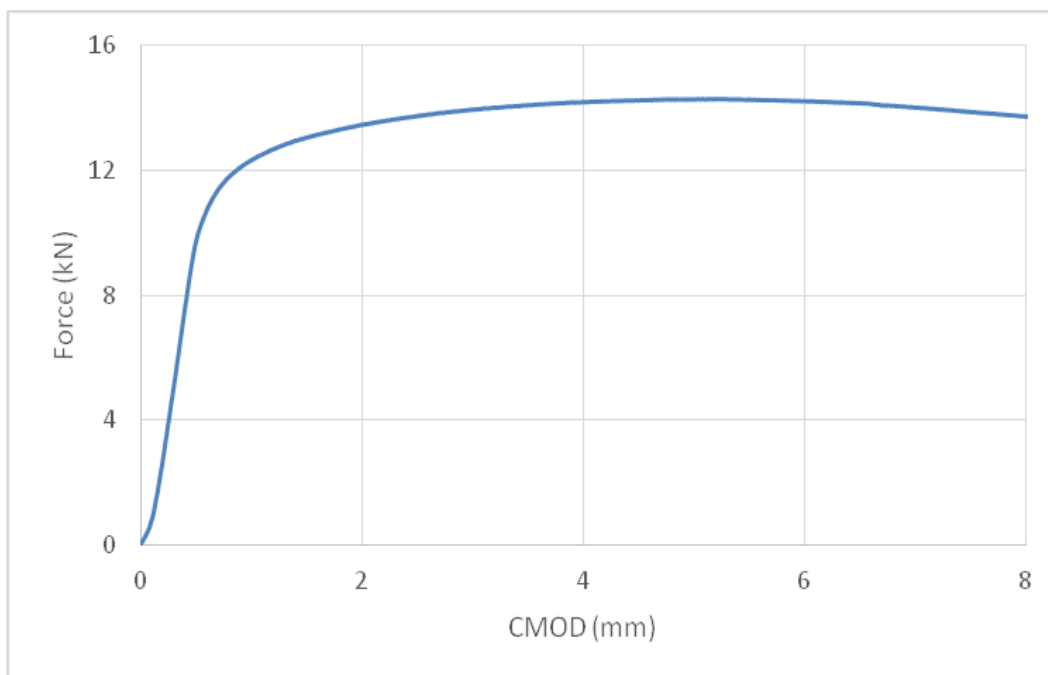
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 41,87 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{y2} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00191 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 312,03 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 5,82 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 306,21 \text{ kJ/m}^2$

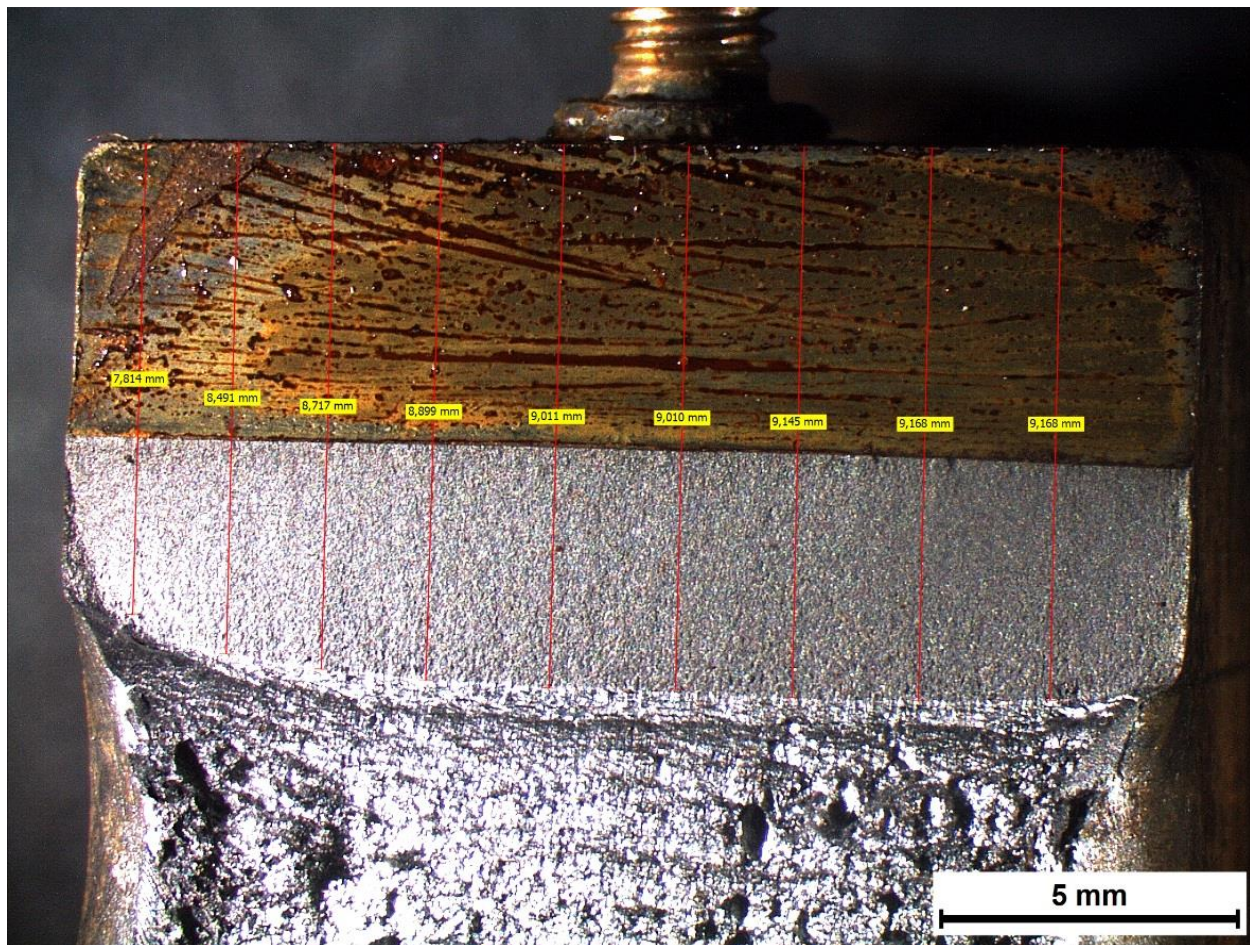


Διάγραμμα 97: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχαν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² για 48 ώρες

3.17.2 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²



Διάγραμμα 98: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (1^η επανάληψη)



Εικόνα 211: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

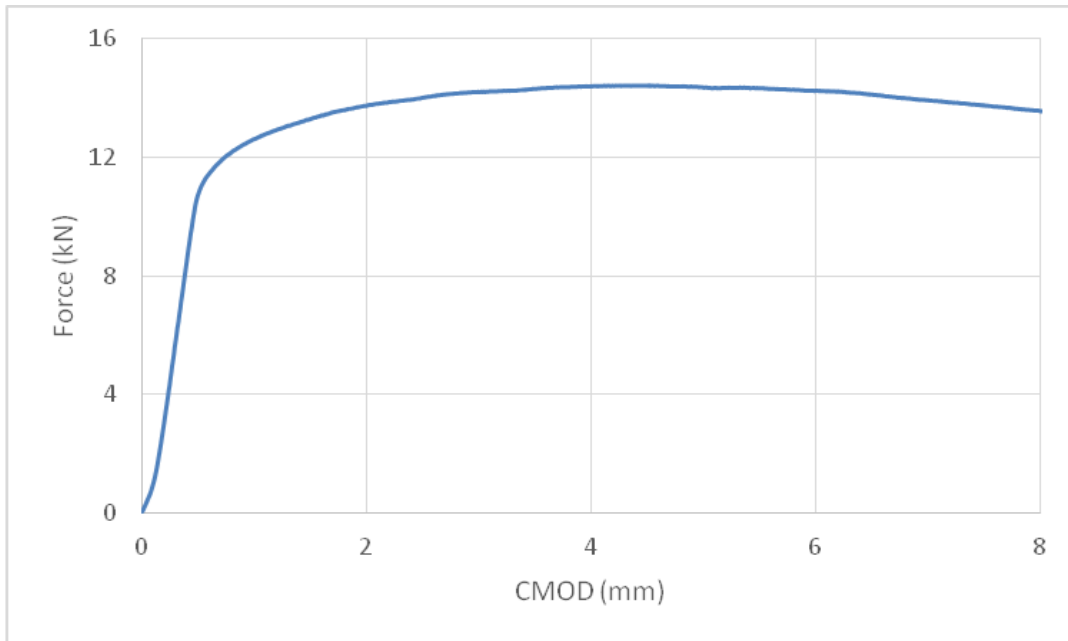
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 44,46 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00239 \text{ m}$$

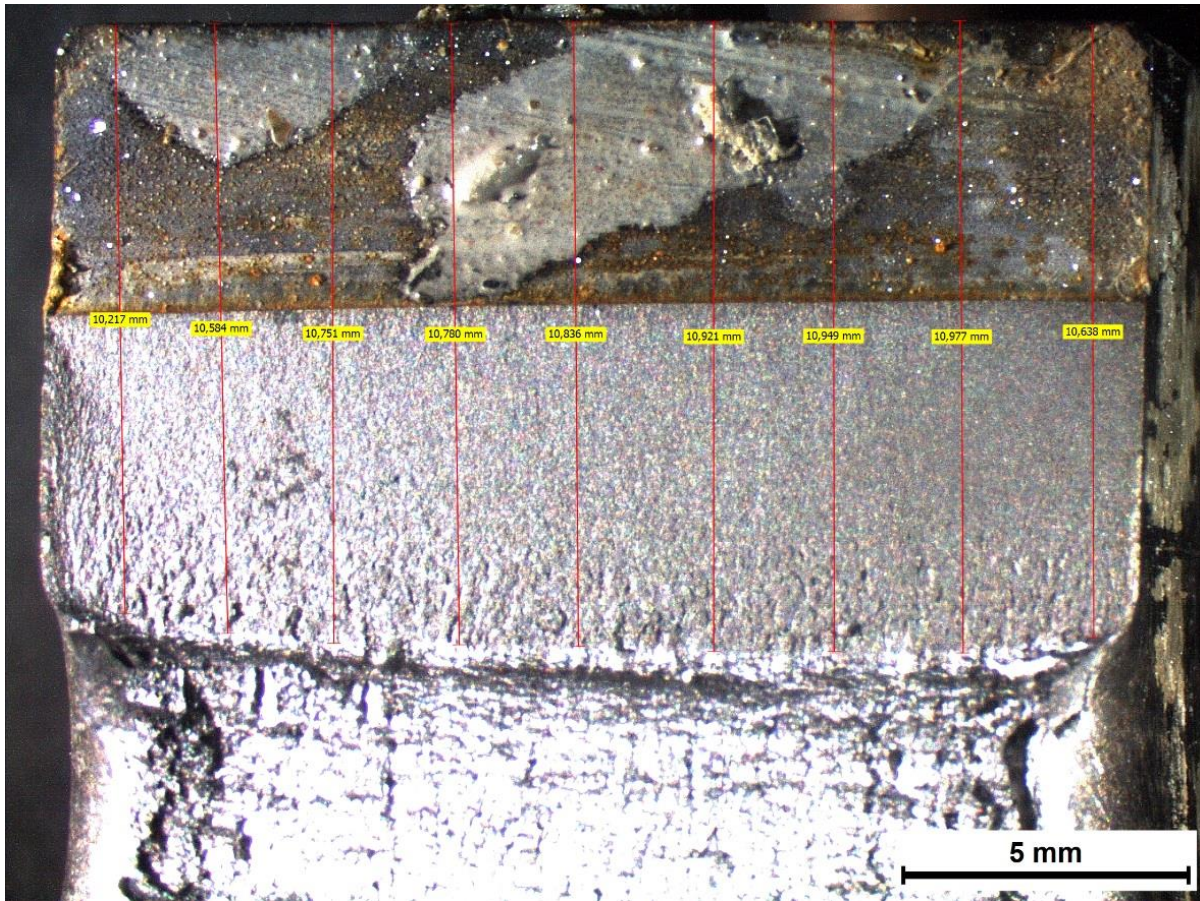
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 333,09 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 7,64 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 325,45 \text{ kJ/m}^2$$



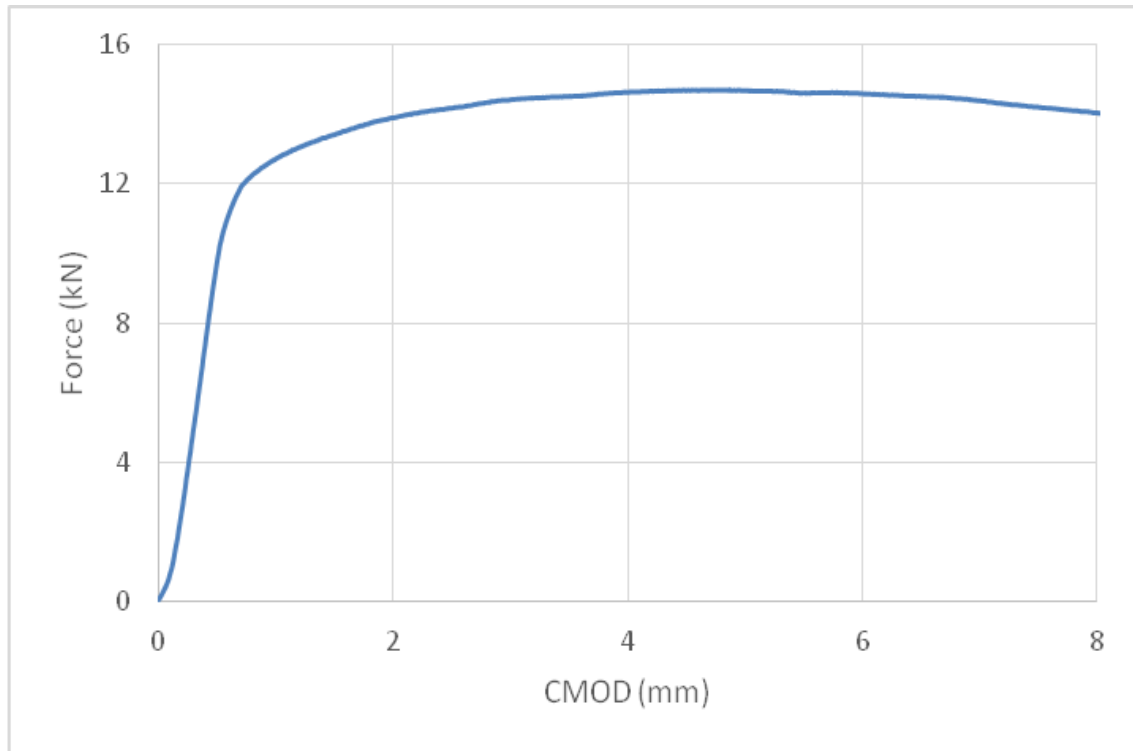
Διάγραμμα 99: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (2^η επανάληψη)



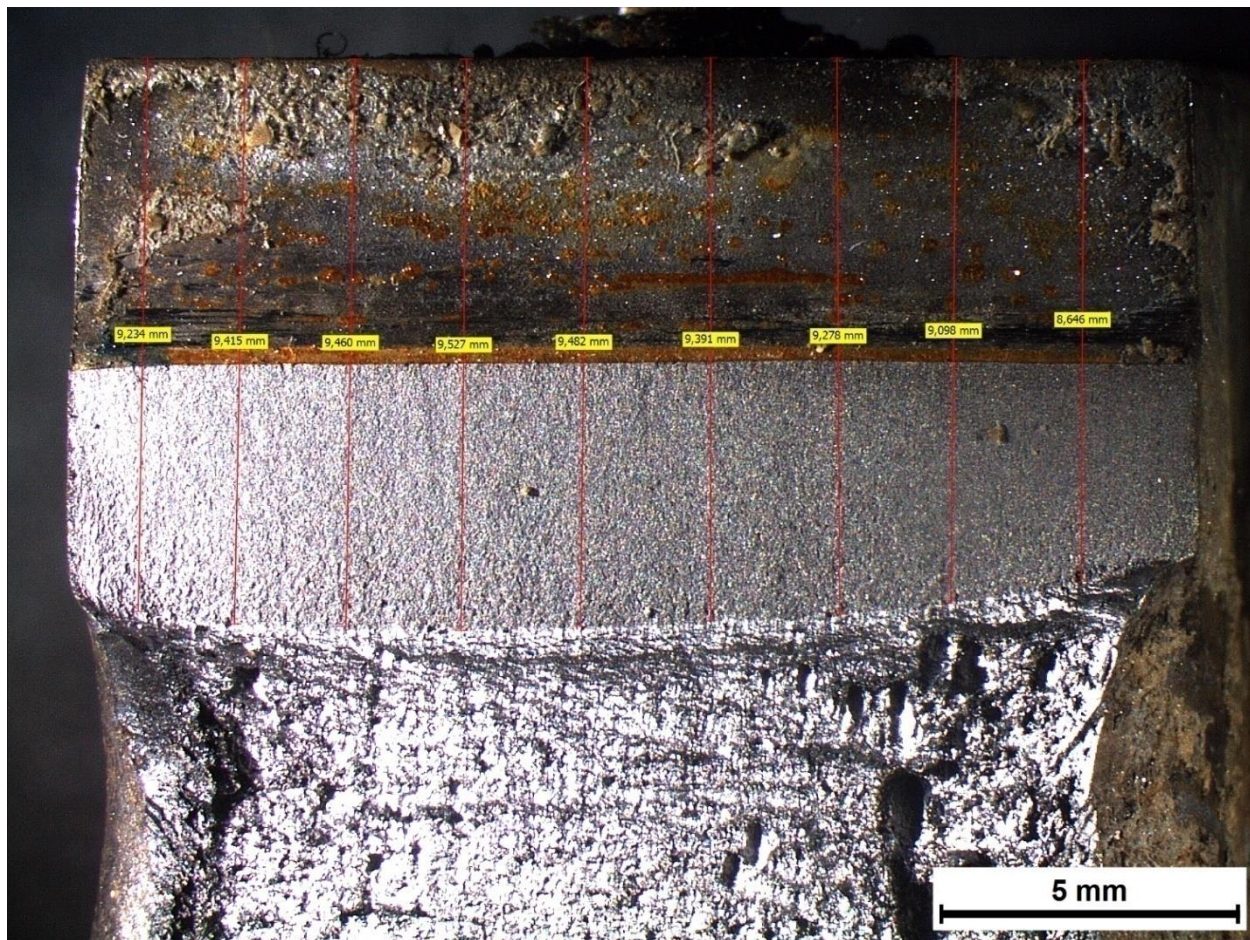
Εικόνα 212: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 46,71 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00178 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 282,42 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 5,64 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 276,78 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 100: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (3^η επανάληψη)



Εικόνα 213: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

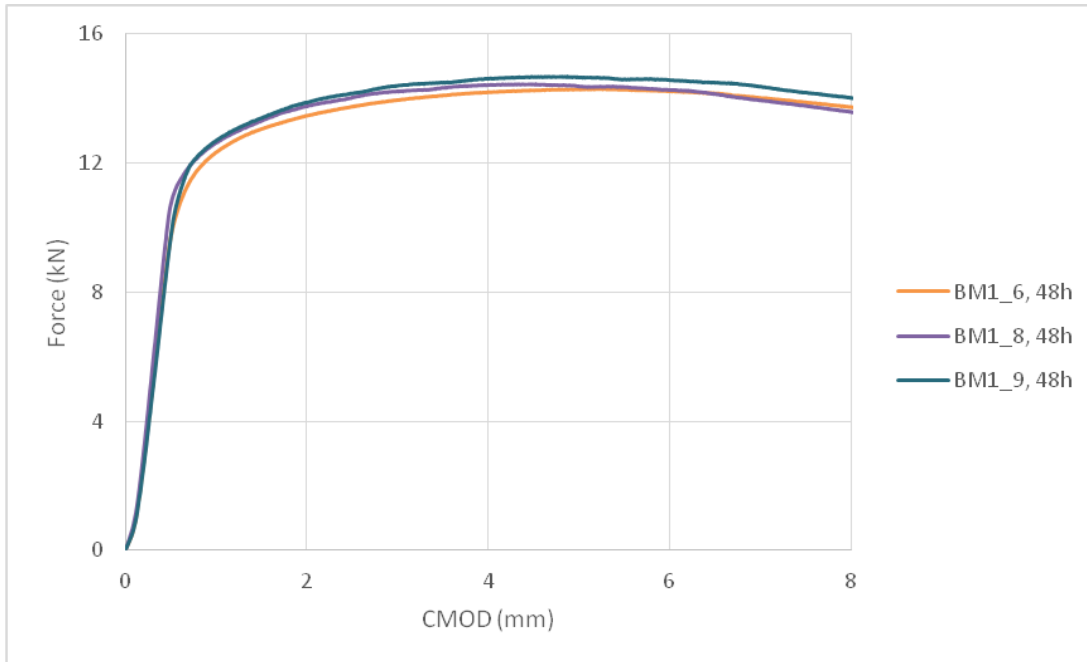
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 47,82 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00176 \text{ m}$$

$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 279,14 \text{ kJ/m}^2$$

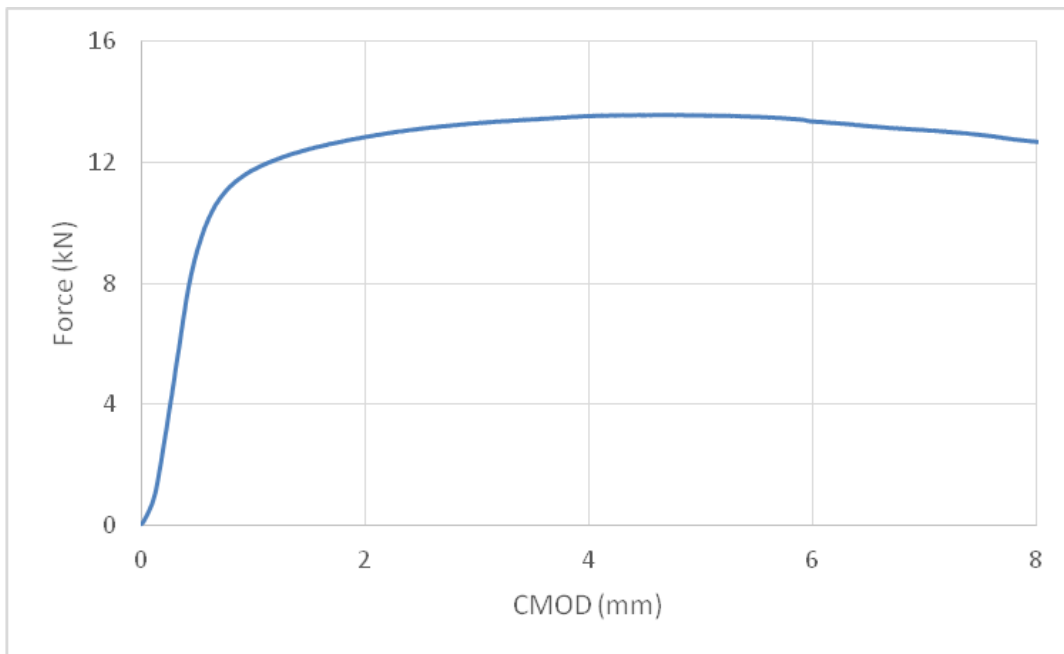
$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 5,38 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 273,76 \text{ kJ/m}^2$$

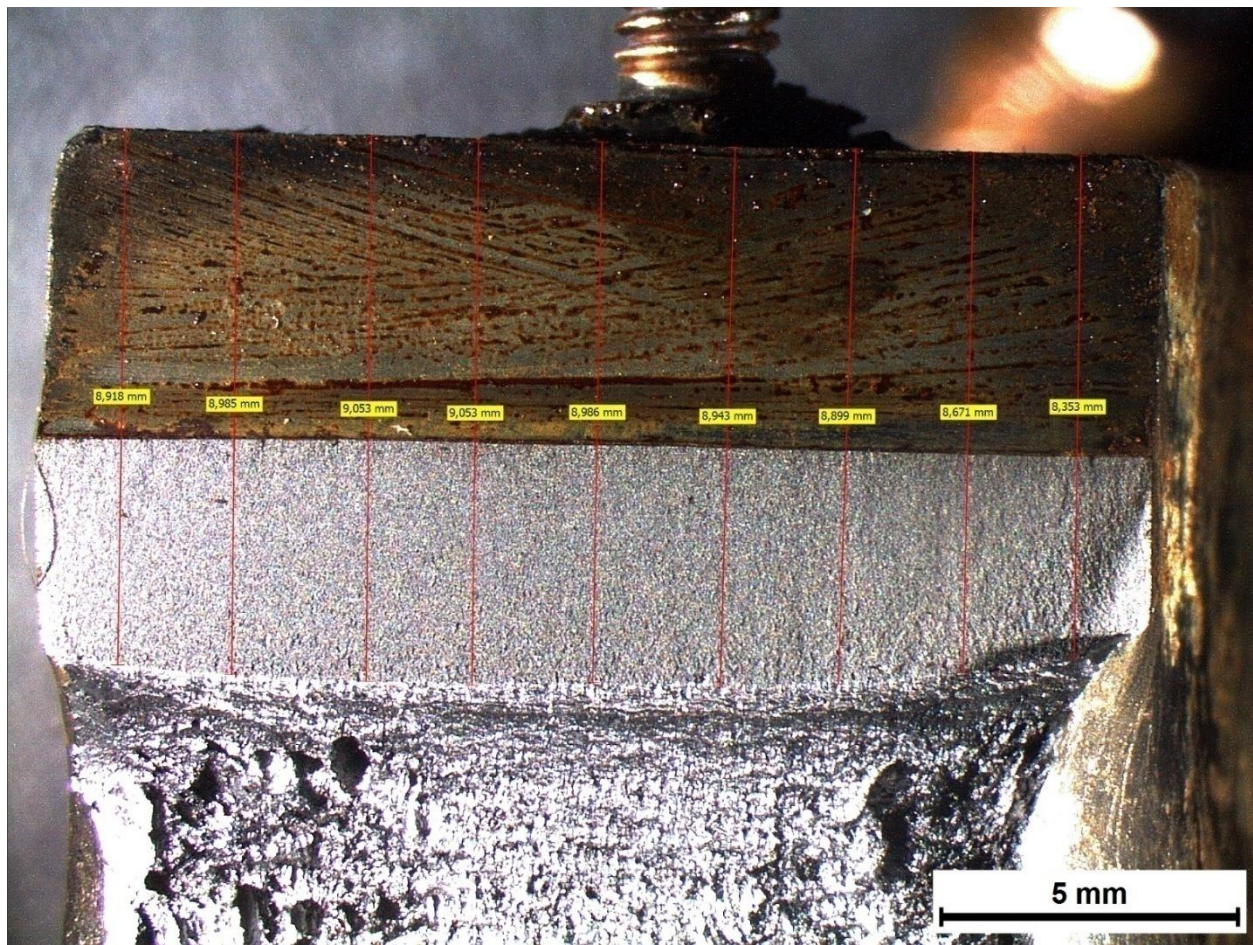


Διάγραμμα 101: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχαν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 για 48 ώρες

3.17.3 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm^2



Διάγραμμα 102: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2 (1^η επανάληψη)



Εικόνα 214: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

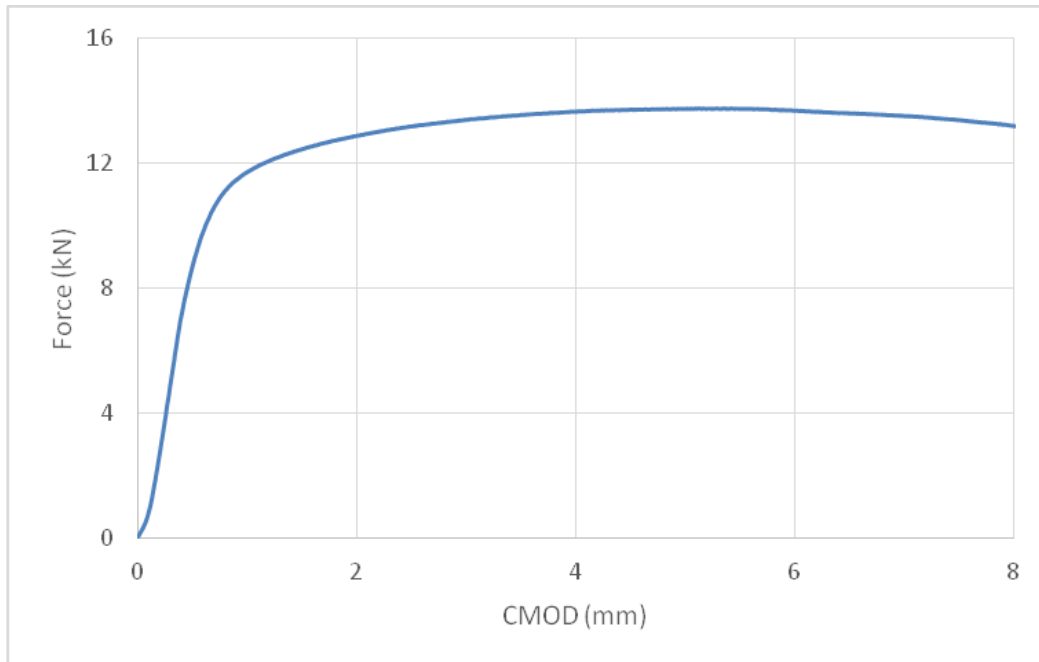
$$1. K_{IQ} = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 42,08 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{y2} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00182 \text{ m}$$

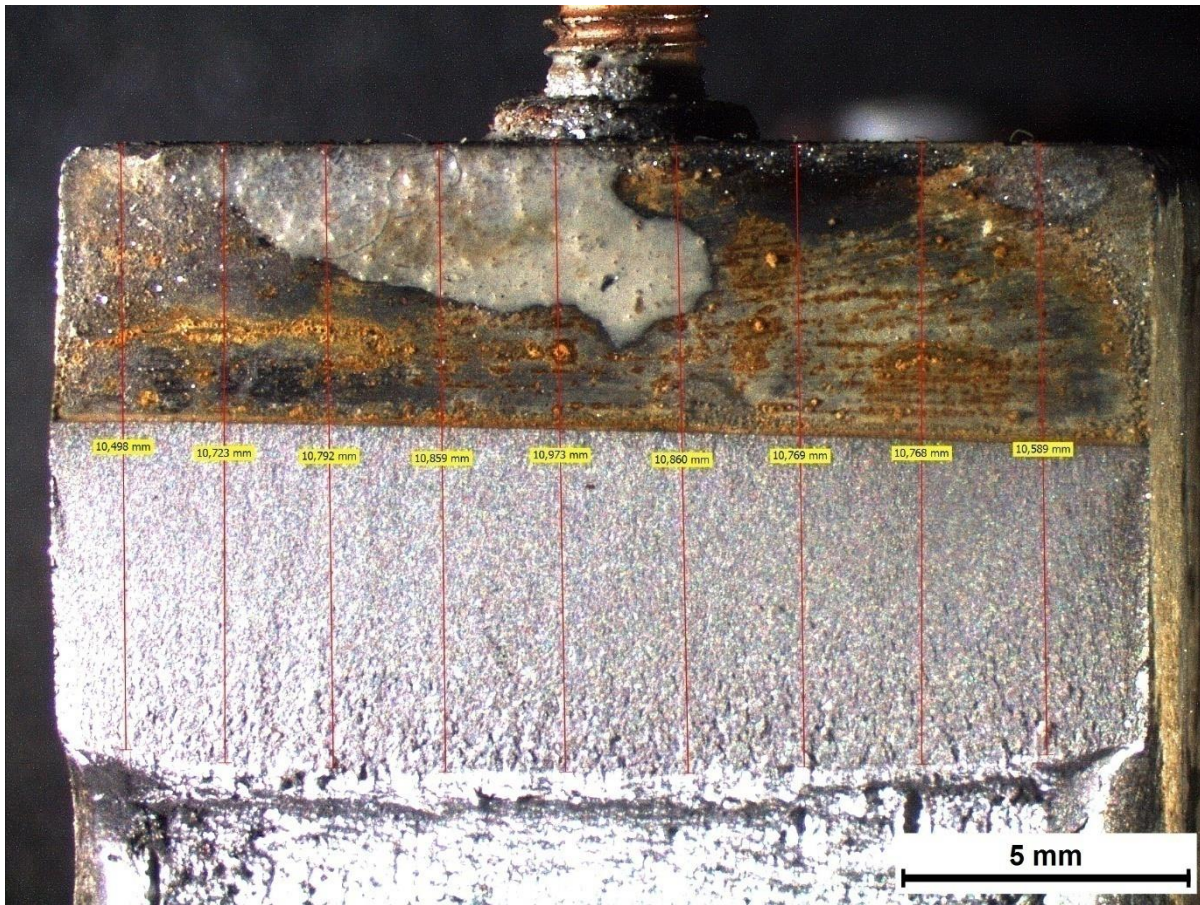
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 260,70 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,68 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 257,02 \text{ kJ/m}^2$$



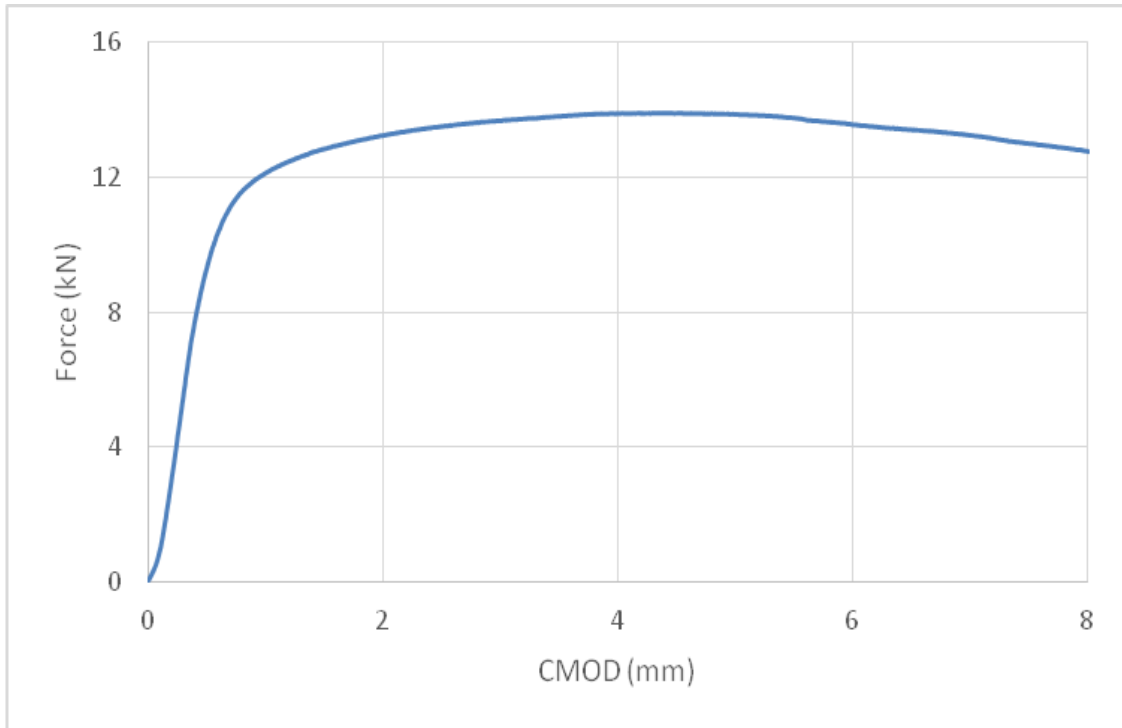
Διάγραμμα 103: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² (2^η επανάληψη)



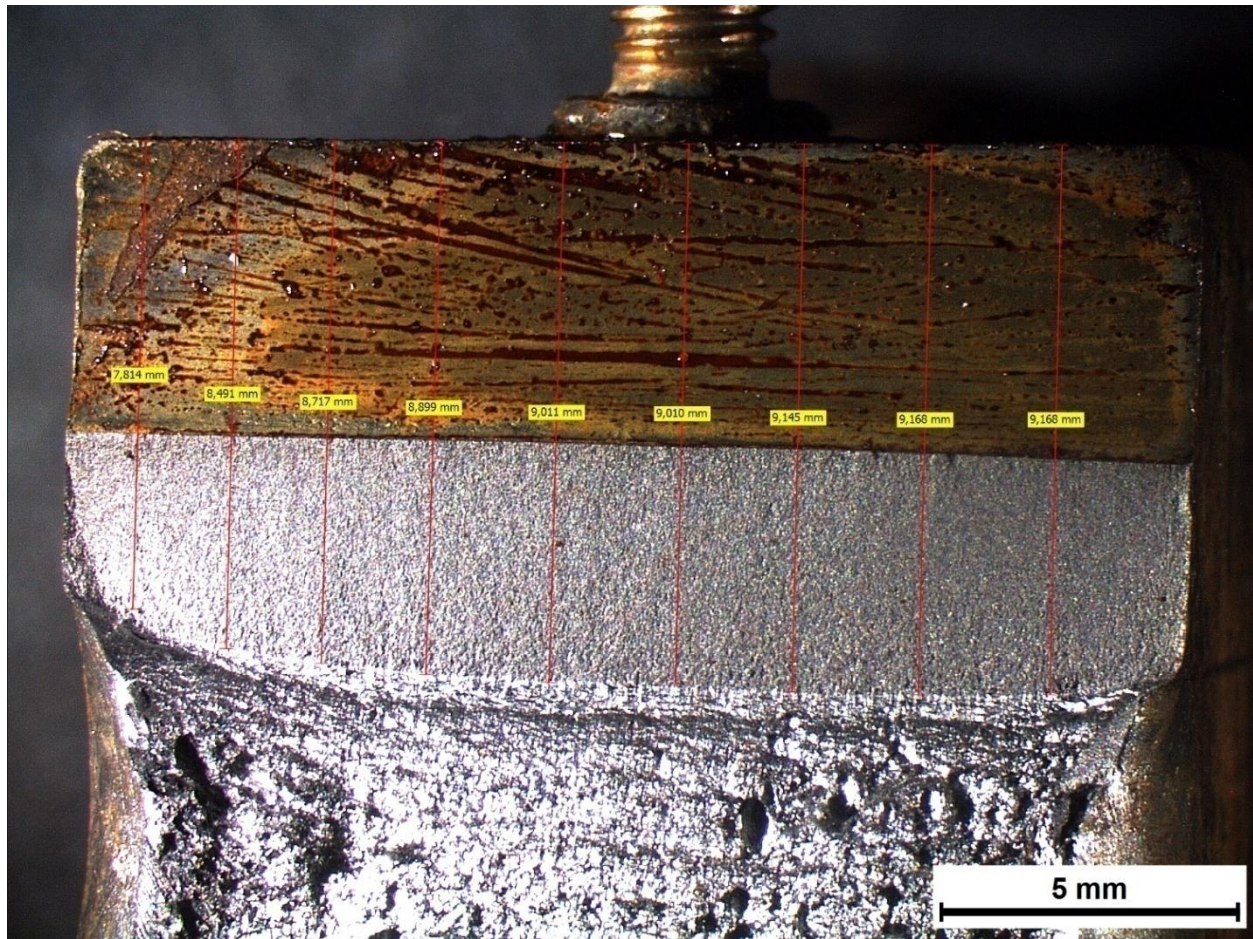
Εικόνα 215: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 42,08 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00174 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 258,09 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,38 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 259,71 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 104: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² (3^η επανάληψη)



Εικόνα 216: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

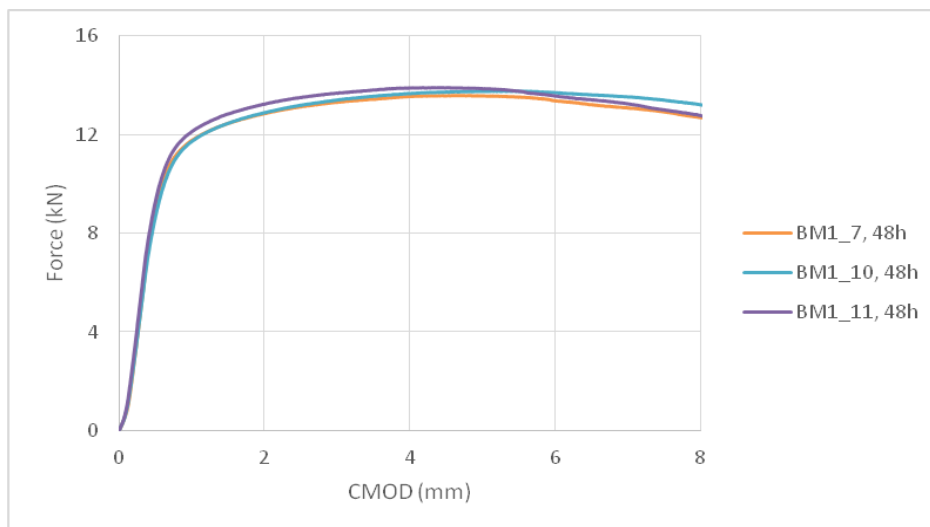
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 42,72 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00175 \text{ m}$$

$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 257,22 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,51 \text{ kJ/m}^2$$

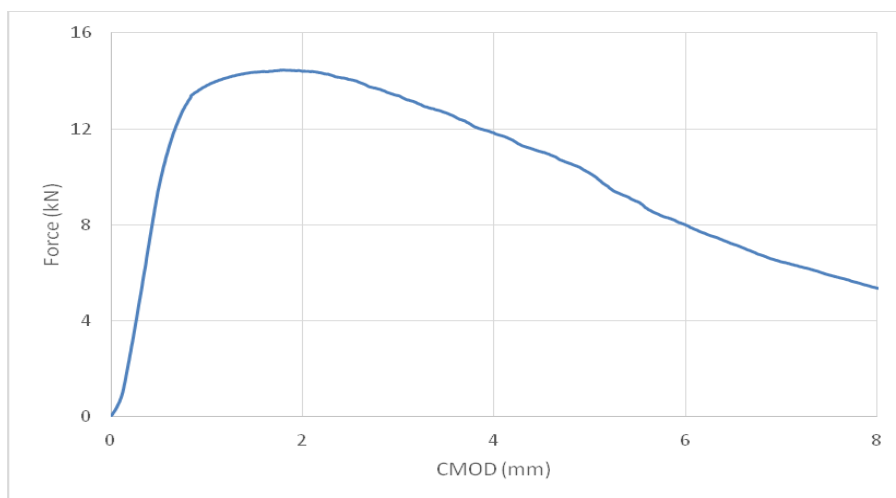
$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 253,71 \text{ kJ/m}^2$$



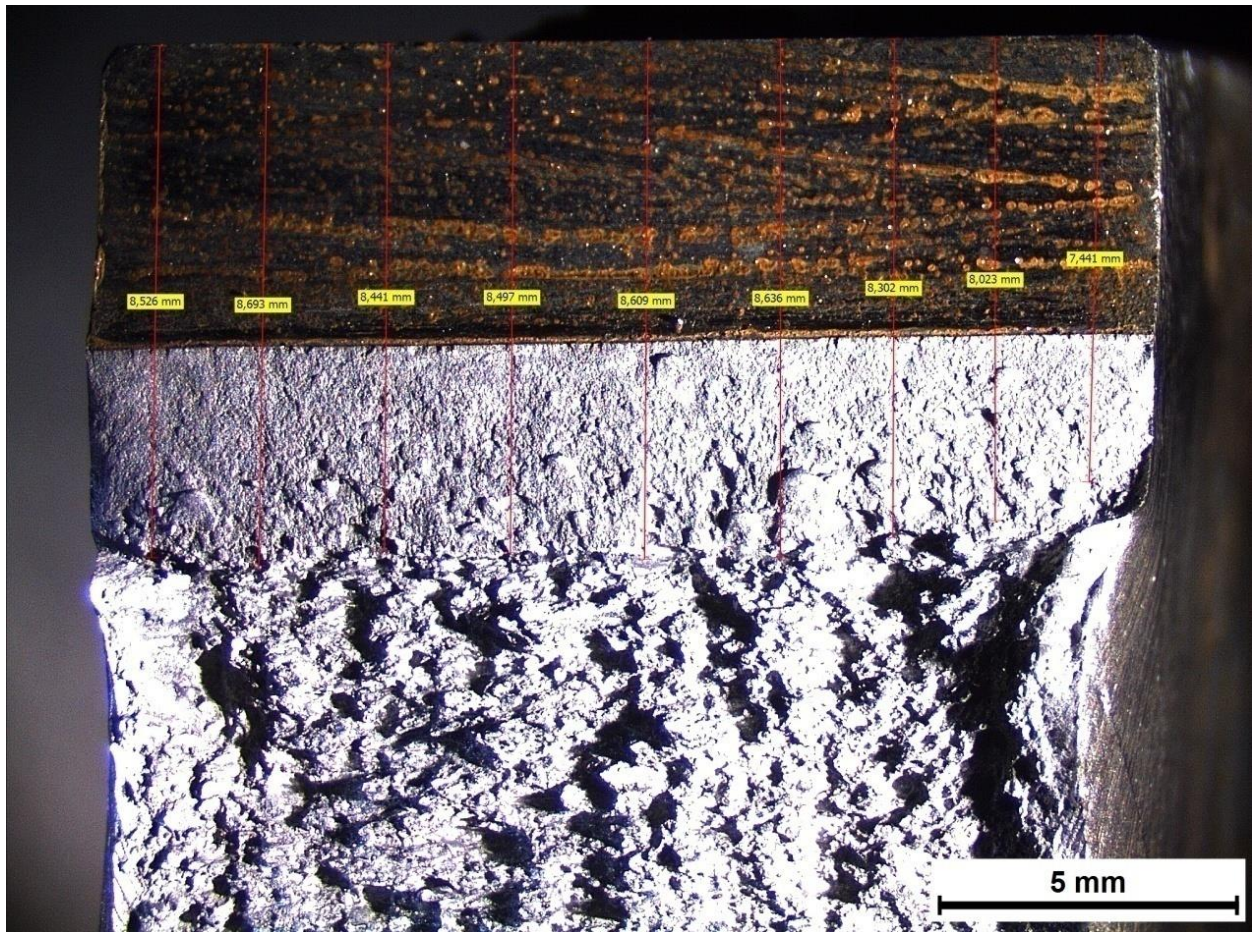
Διάγραμμα 105: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχαν υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² για 48 ώρες.

3.18 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ ΓΙΑ ΠΡΟΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΠΟΥ ΕΧΟΥΝ ΕΓΚΟΠΗ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ ΧΑΛΥΒΑ Χ65, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΨΗΛΗΣ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗΣ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ ΜΕ ΧΡΟΝΙΚΗ ΔΙΑΡΚΕΙΑ ΠΑΡΑΜΟΝΗΣ 48 ΩΡΕΣ

3.18.1 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²



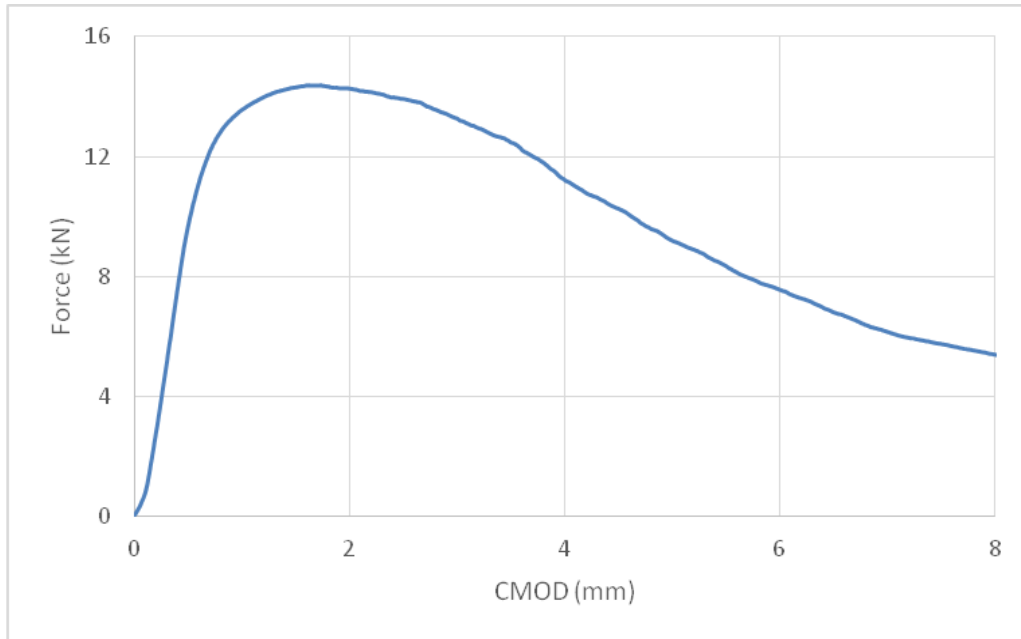
Διάγραμμα 106: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (1^η επανάληψη)



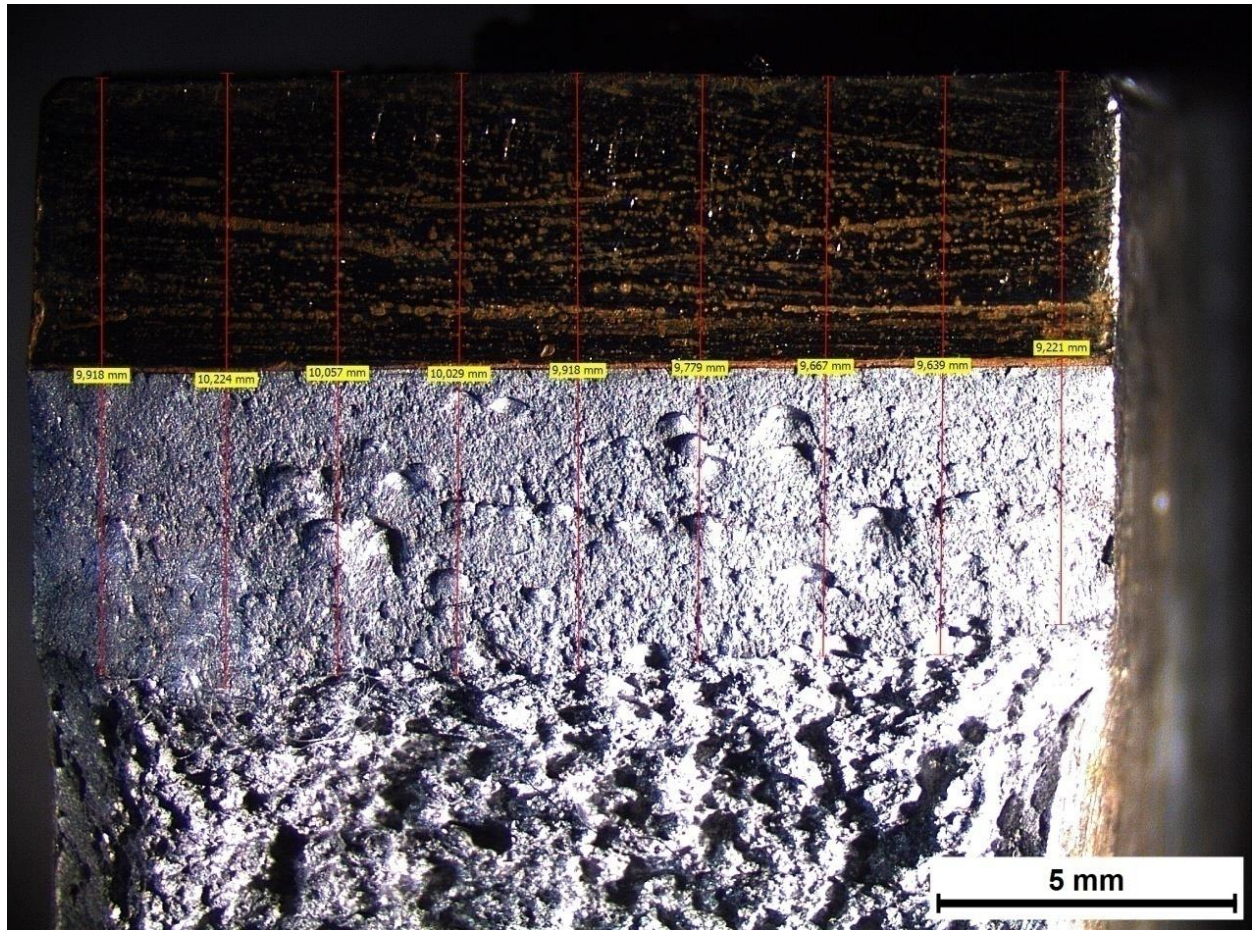
Εικόνα 217: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 47,38 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00096 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 100,90 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,31 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 96,59 \text{ kJ/m}^2$



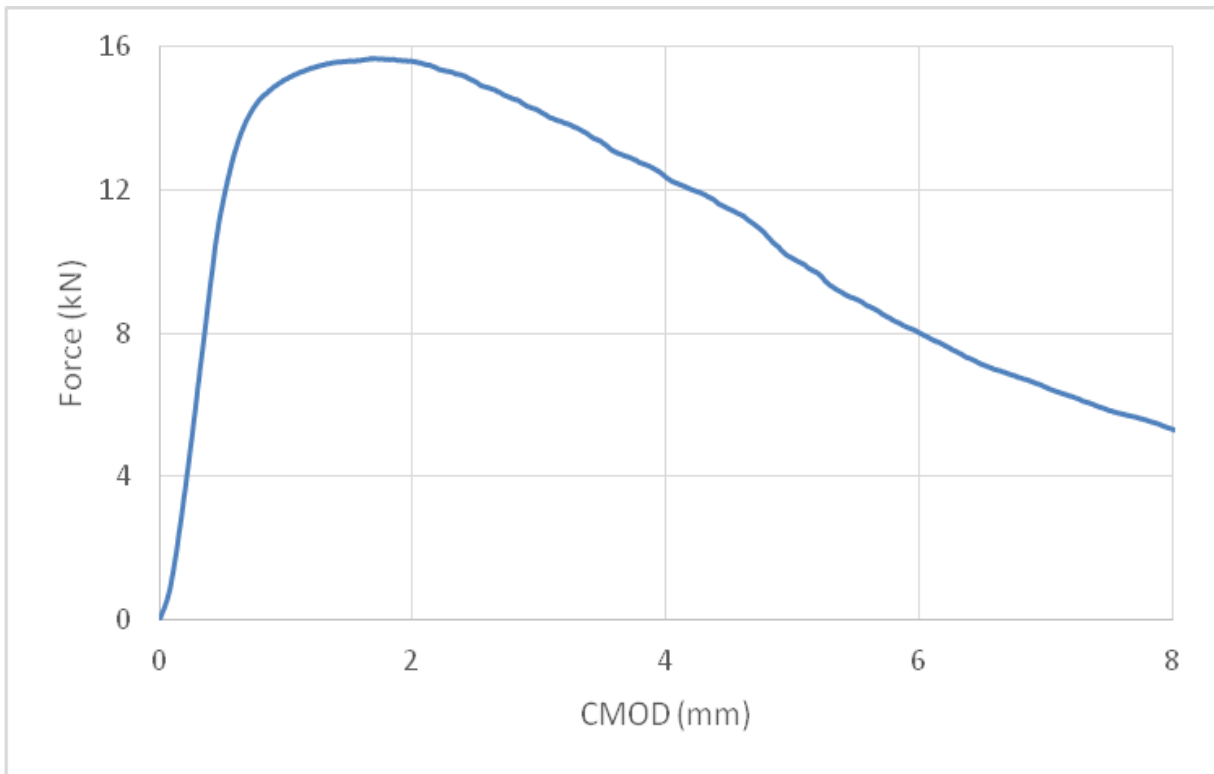
Διάγραμμα 107: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (2^η επανάληψη)



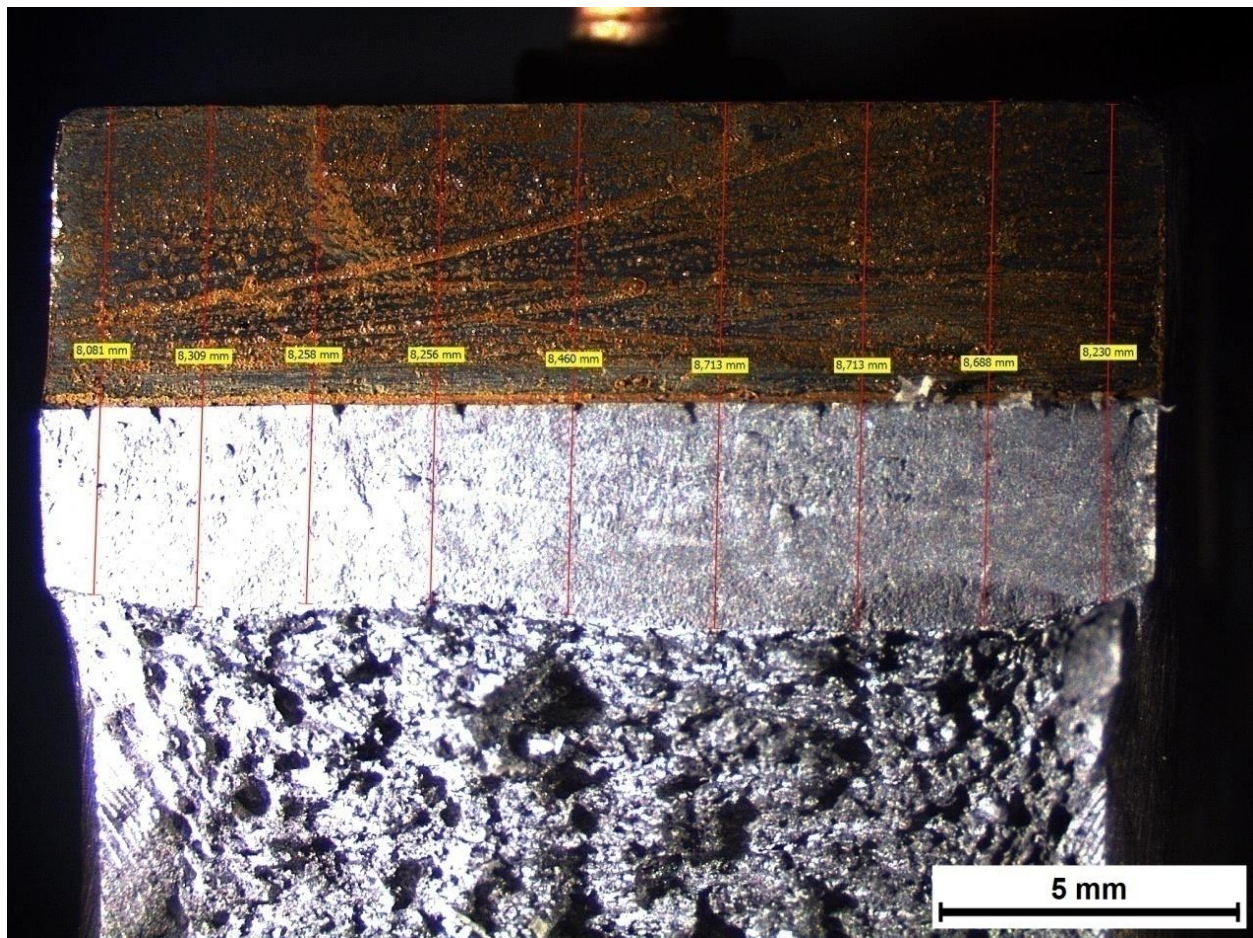
Εικόνα 218: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

Προσδιορισμός κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 45,19 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00086 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 97,47 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,03 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_F}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 93,44 \text{ kJ/m}^2$



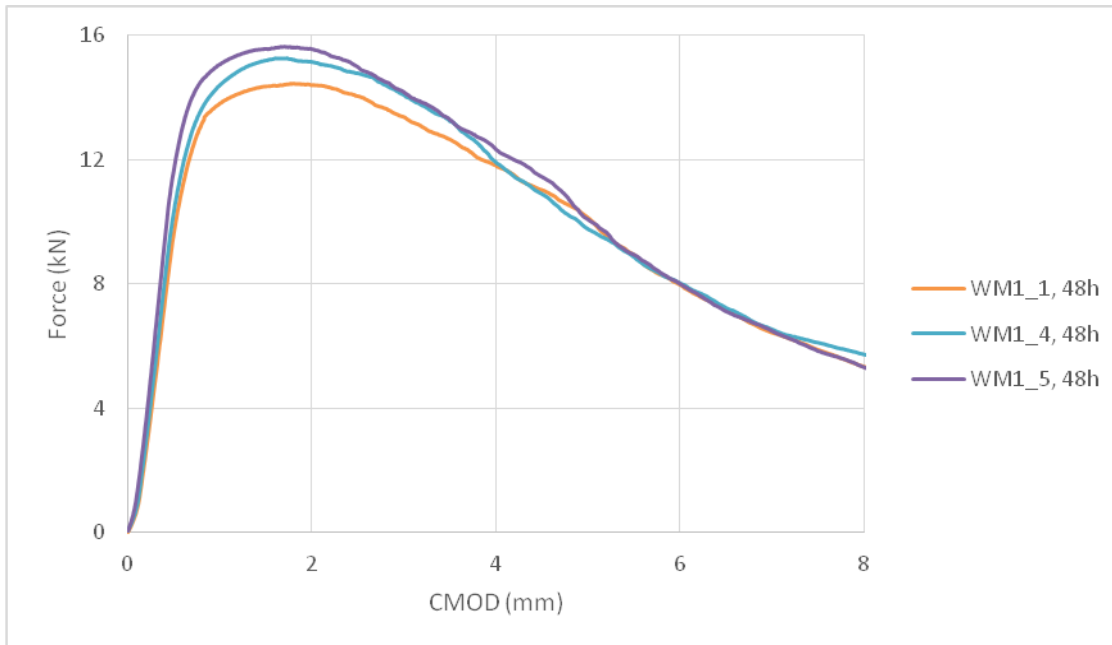
Διάγραμμα 108: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (3^η επανάληψη)



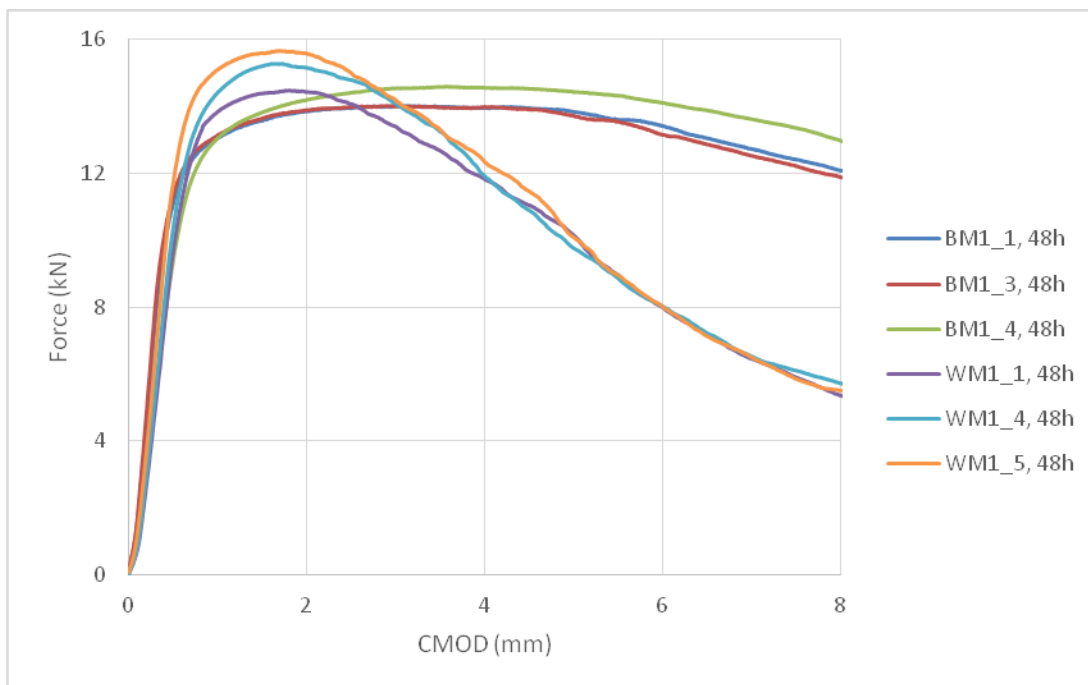
Εικόνα 219: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm²

Προσδιορισμός κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 46,91 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00094 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 94,63 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,14 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 90,49 \text{ kJ/m}^2$

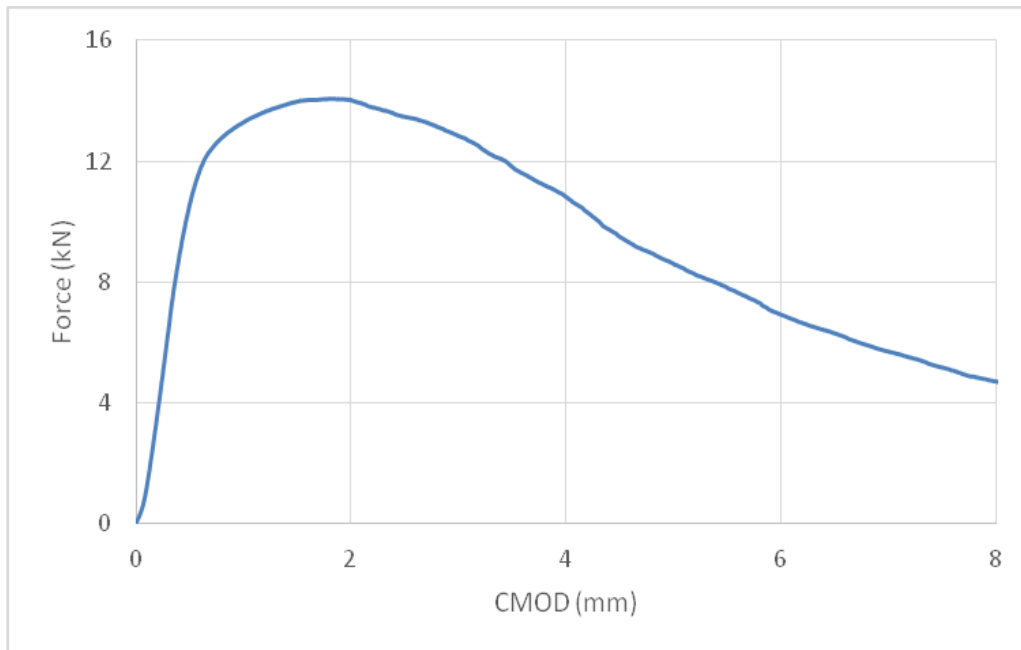


Διάγραμμα 109: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί προγενέστερη καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² για 48 ώρες.

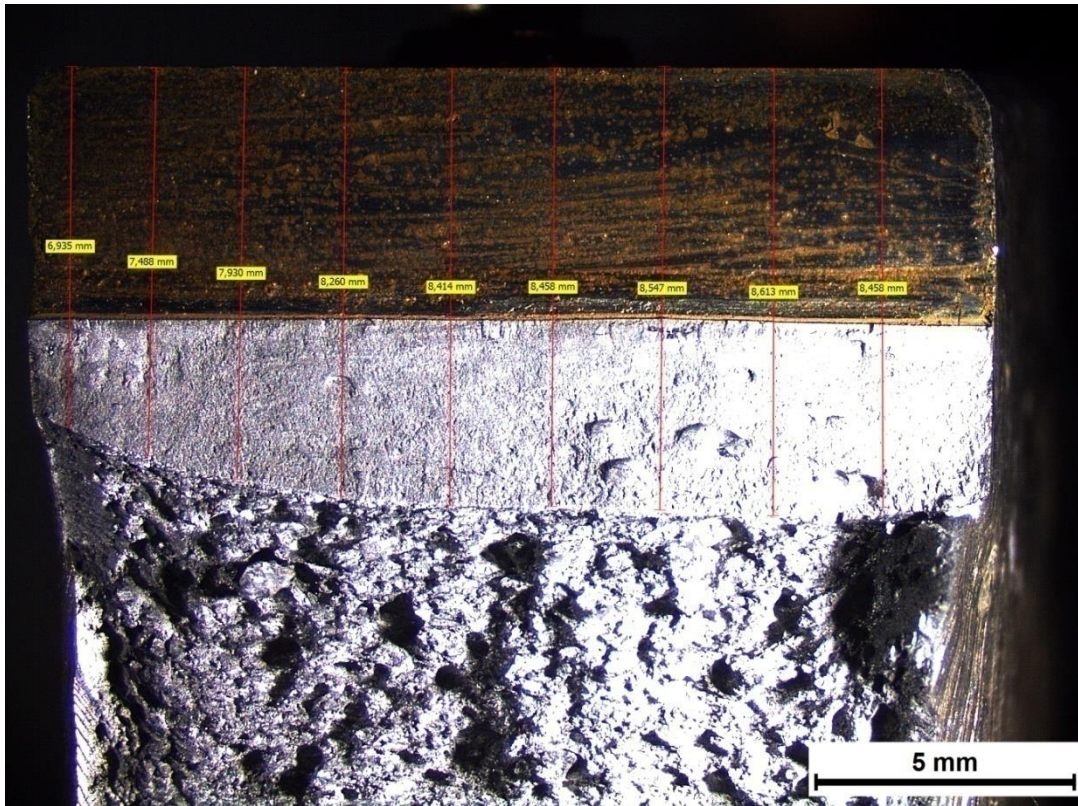


Διάγραμμα 110: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD για προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 10 mA/cm² για 48 ώρες.

3.18.2 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²



Διάγραμμα 111: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (1^η επανάληψη).



Εικόνα 220: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

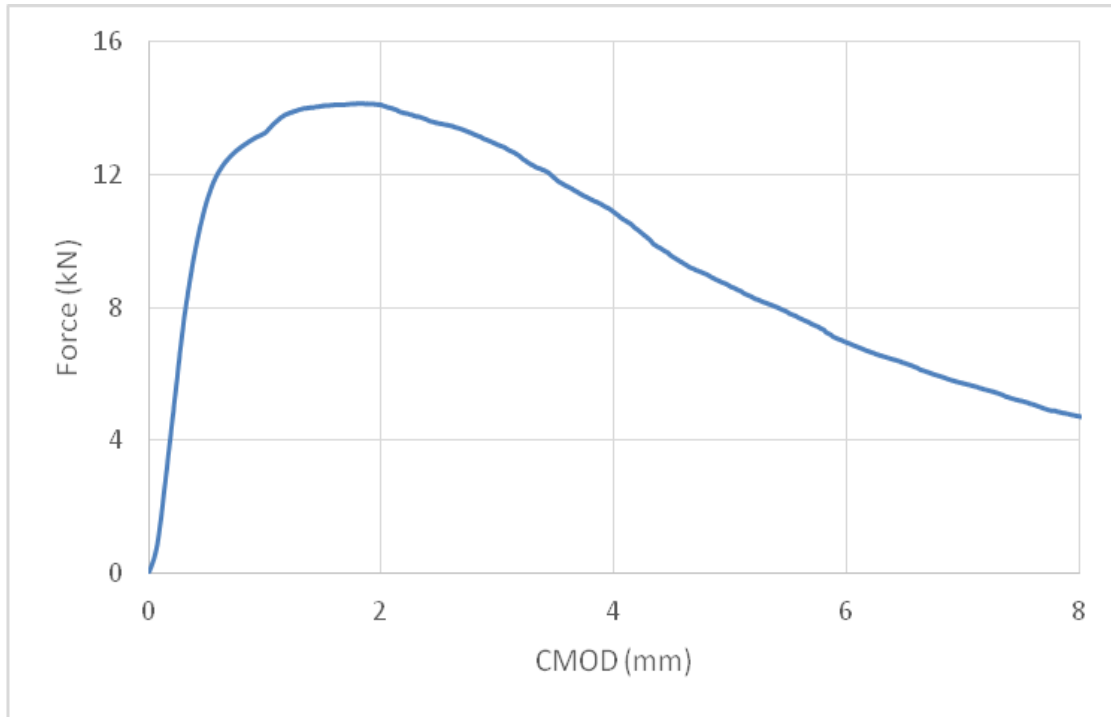
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 42,59 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00067 \text{ m}$$

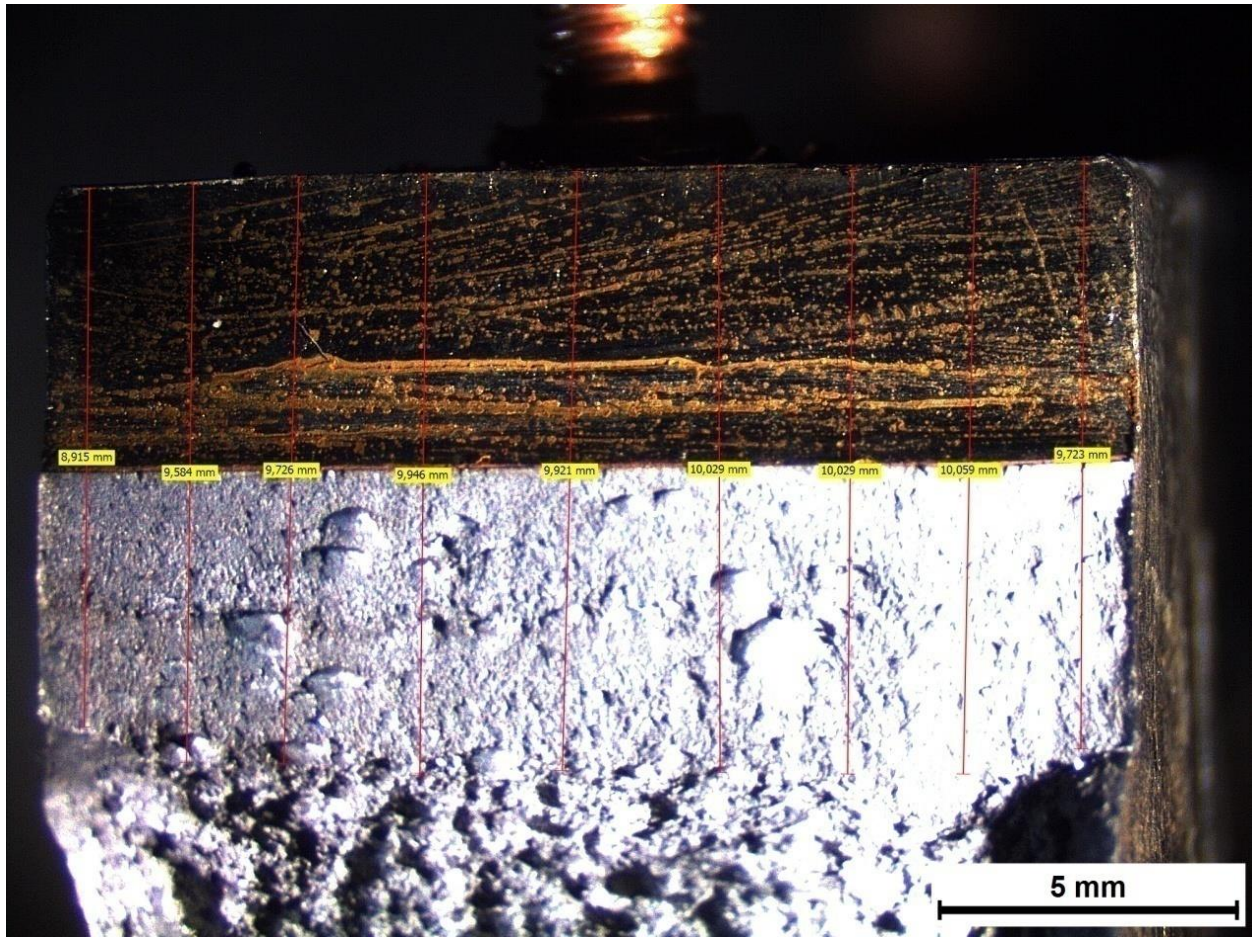
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 78,70 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,39 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 75,31 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 112: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (2^η επανάληψη).



Εικόνα 221: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

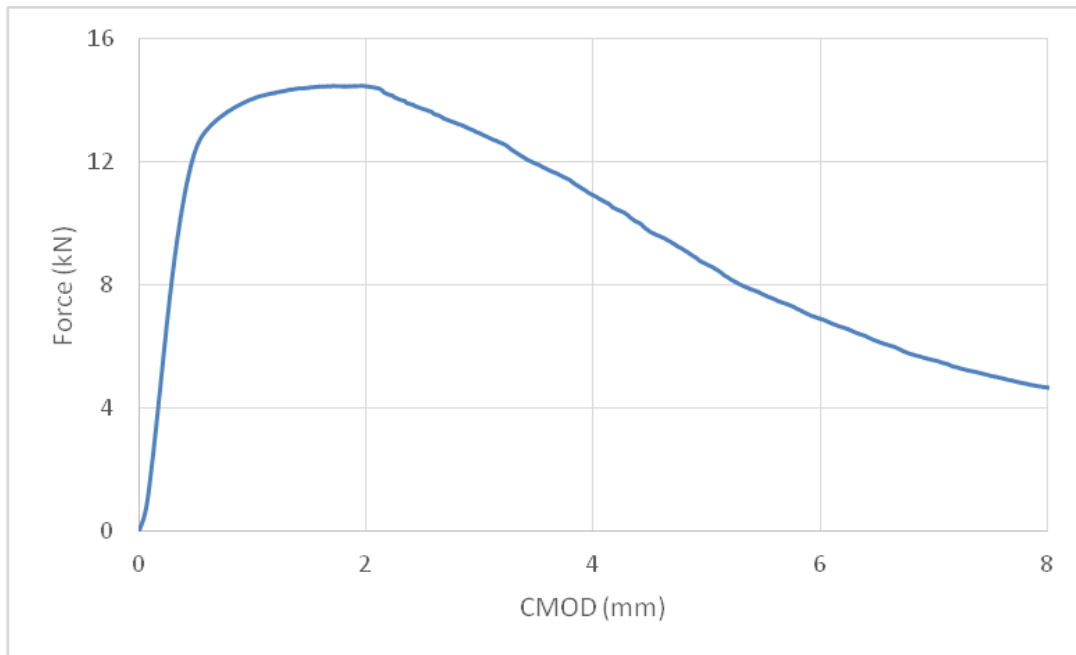
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 43,44 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00077 \text{ m}$$

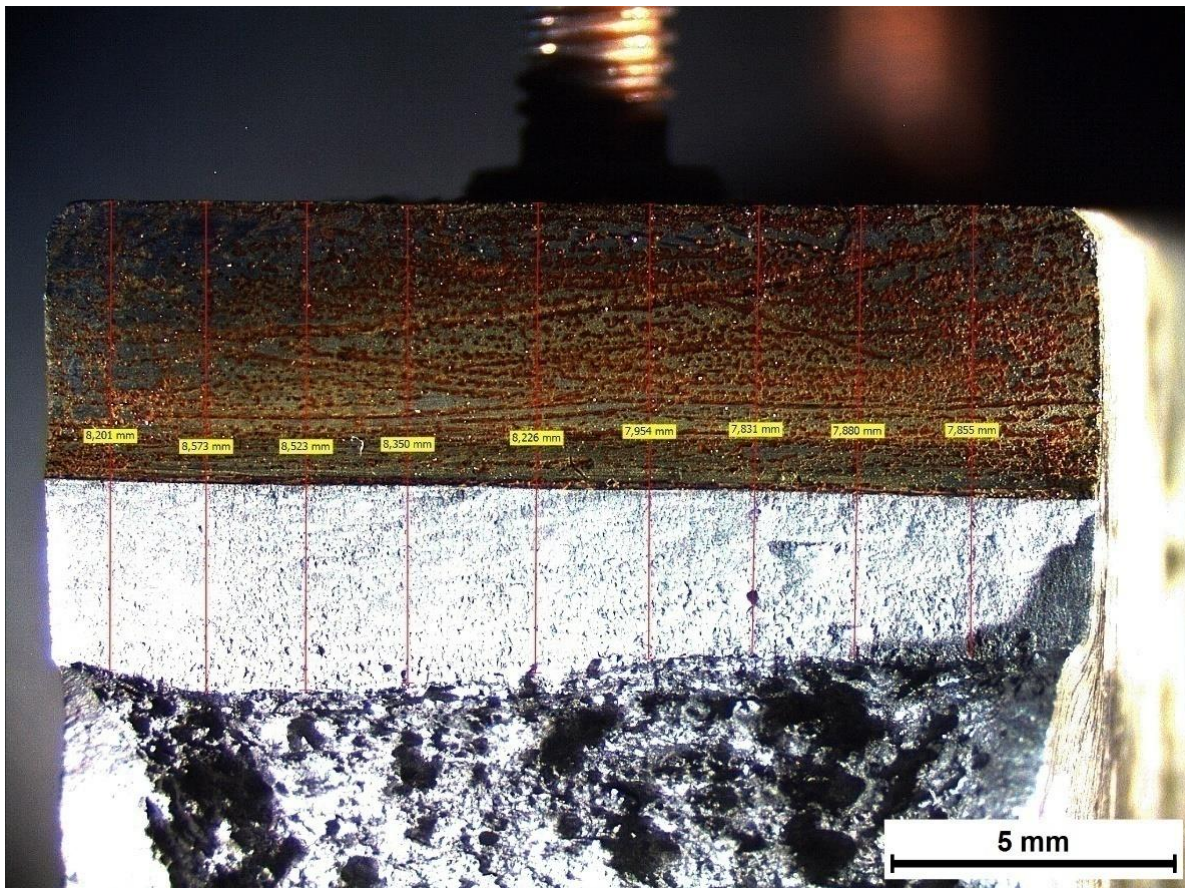
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 78,84 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,26 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 75,58 \text{ kJ/m}^2$$



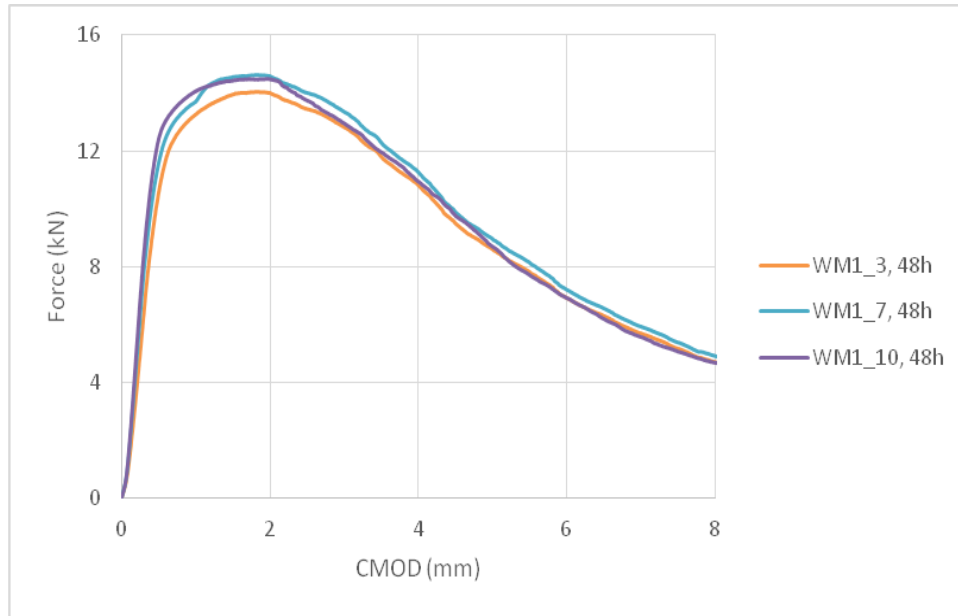
Διάγραμμα 113: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (3^η επανάληψη)



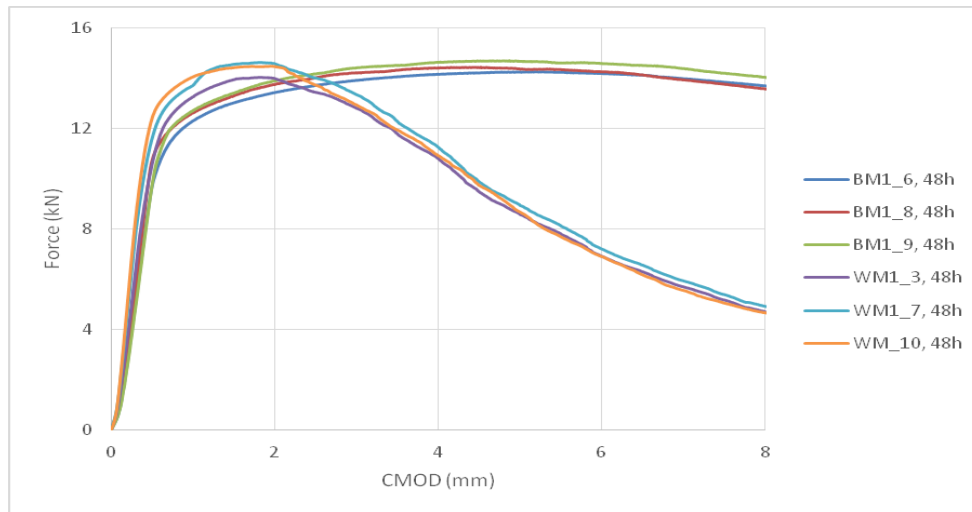
Εικόνα 222: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 43,05 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,00092 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 78,52 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,29 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 75,23 \text{ kJ/m}^2$

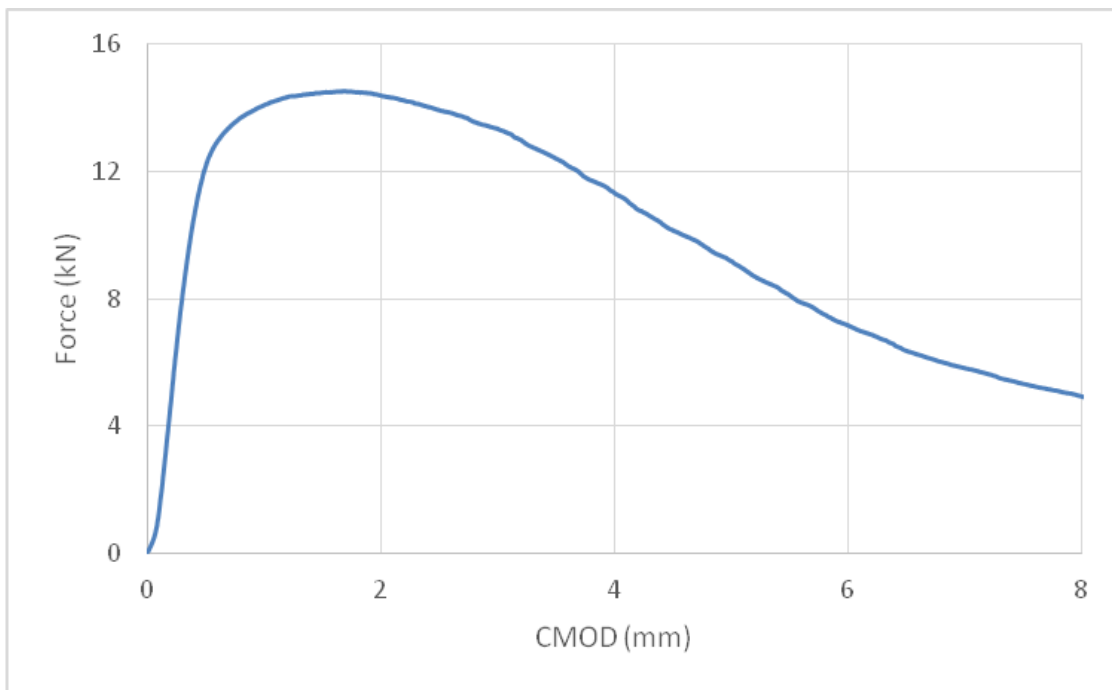


Διάγραμμα 114: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm² για 48 ώρες

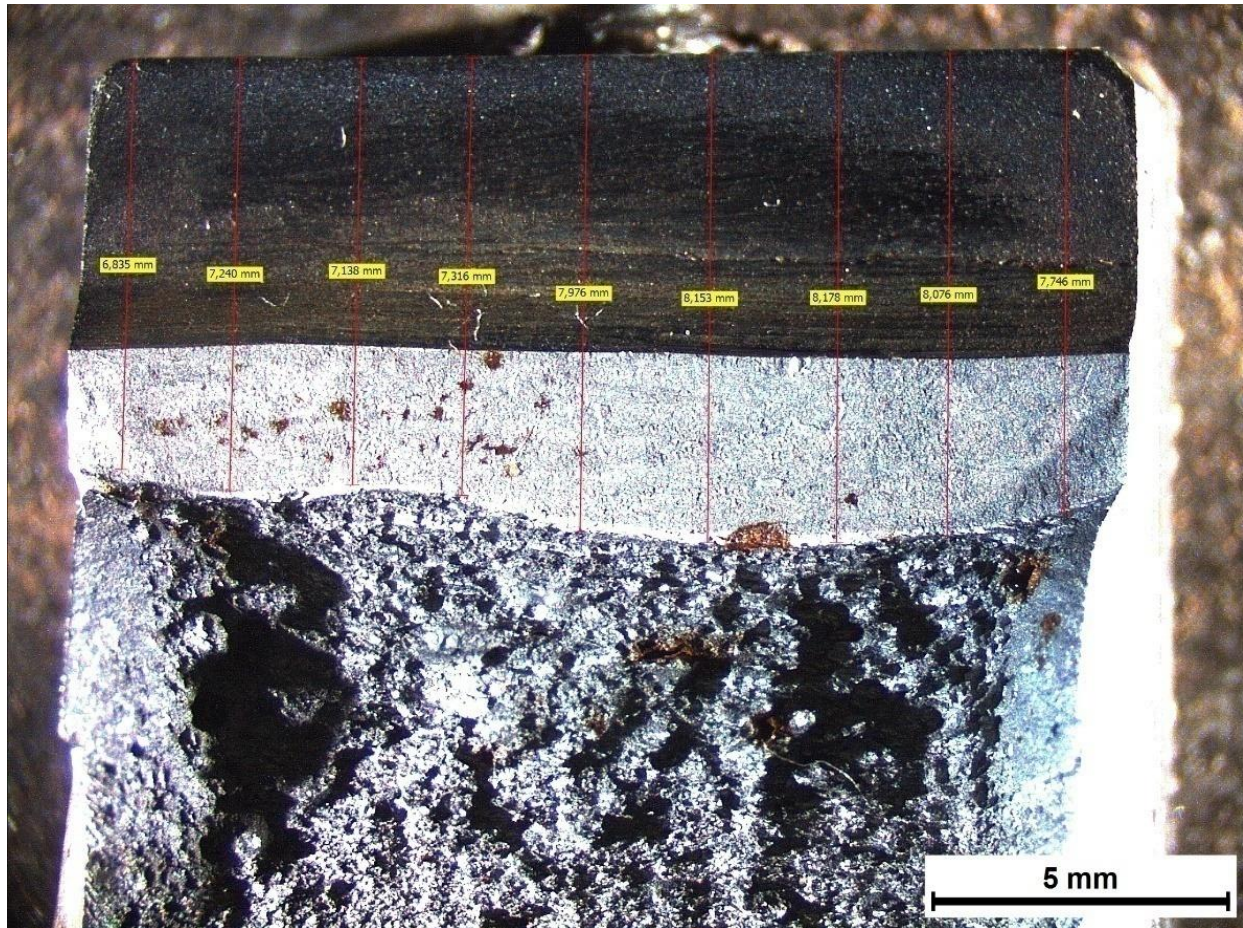


Διάγραμμα 115: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD για προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση 48 ωρών σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 20 mA/cm²

3.18.3 Πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²



Διάγραμμα 116: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² (1^η επανάληψη).



Εικόνα 223: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

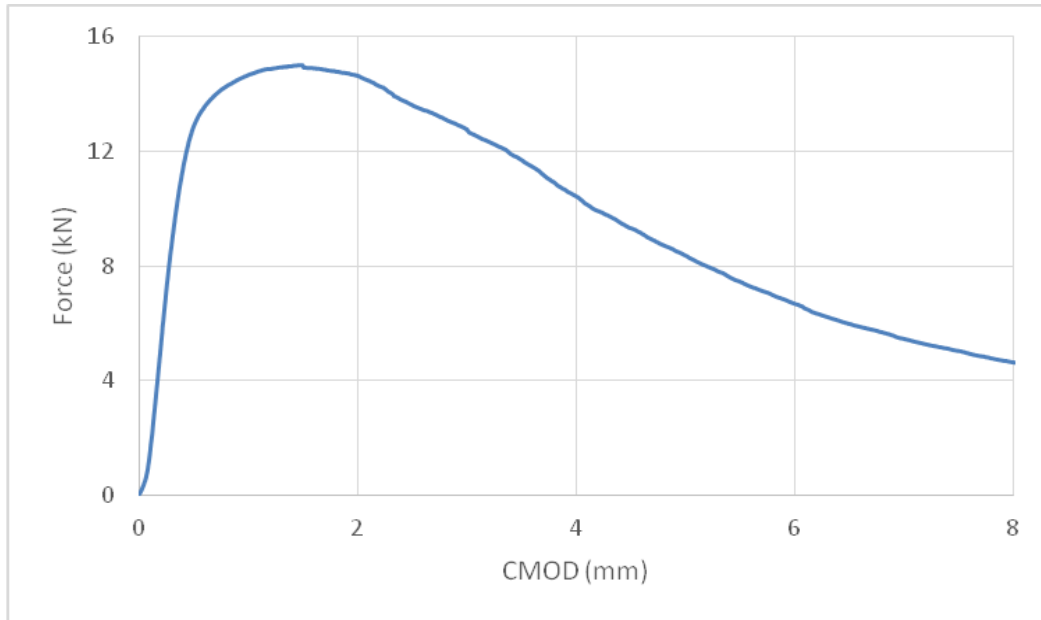
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(B B_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 38,47 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (W-a_0) V_{pl}}{[r_p (W-a_0) + a_0 + z]} = 0,000683 \text{ m}$$

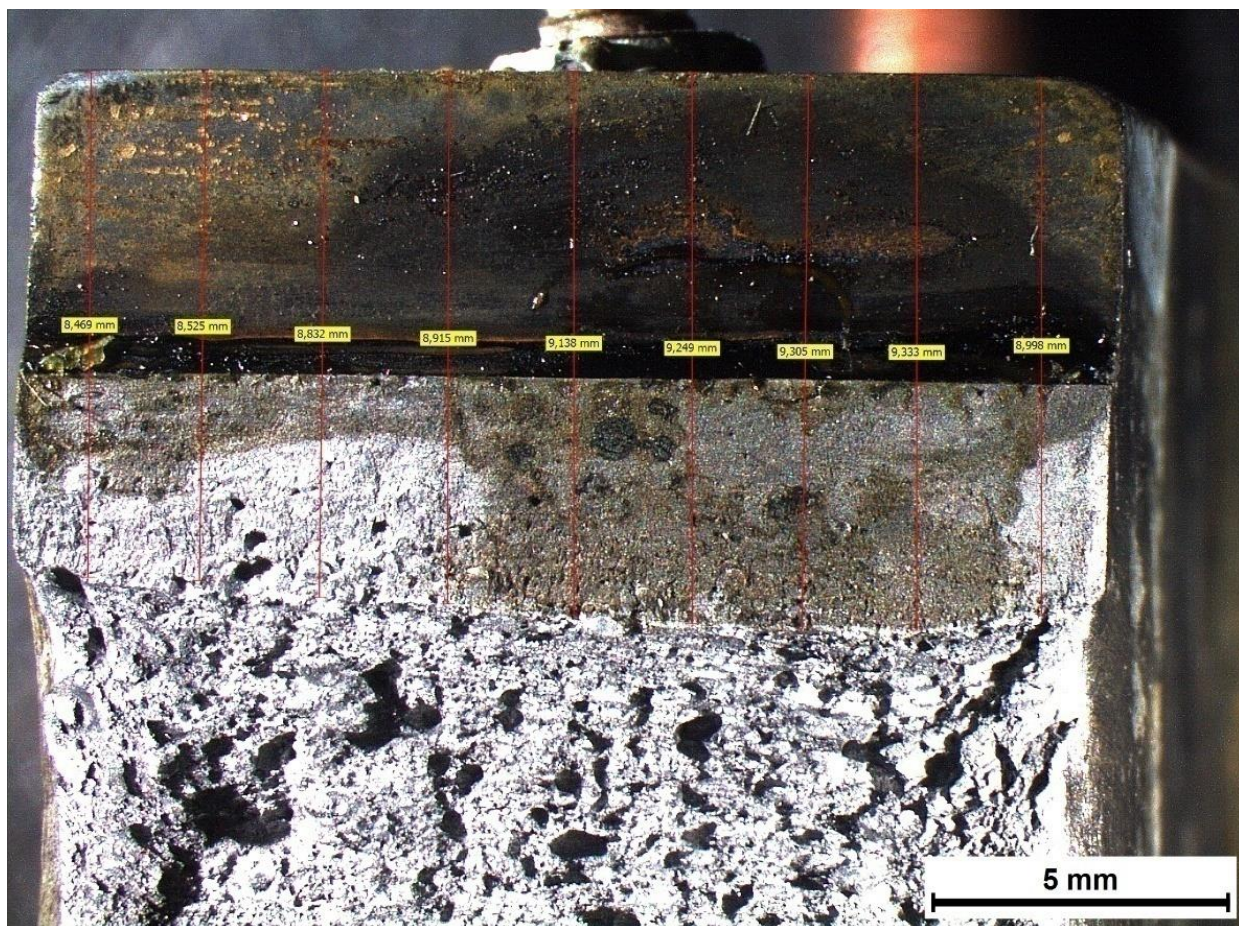
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 58,49 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(B B_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 2,55 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 55,94 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 117: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² (2^η επανάληψη)



Εικόνα 224: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

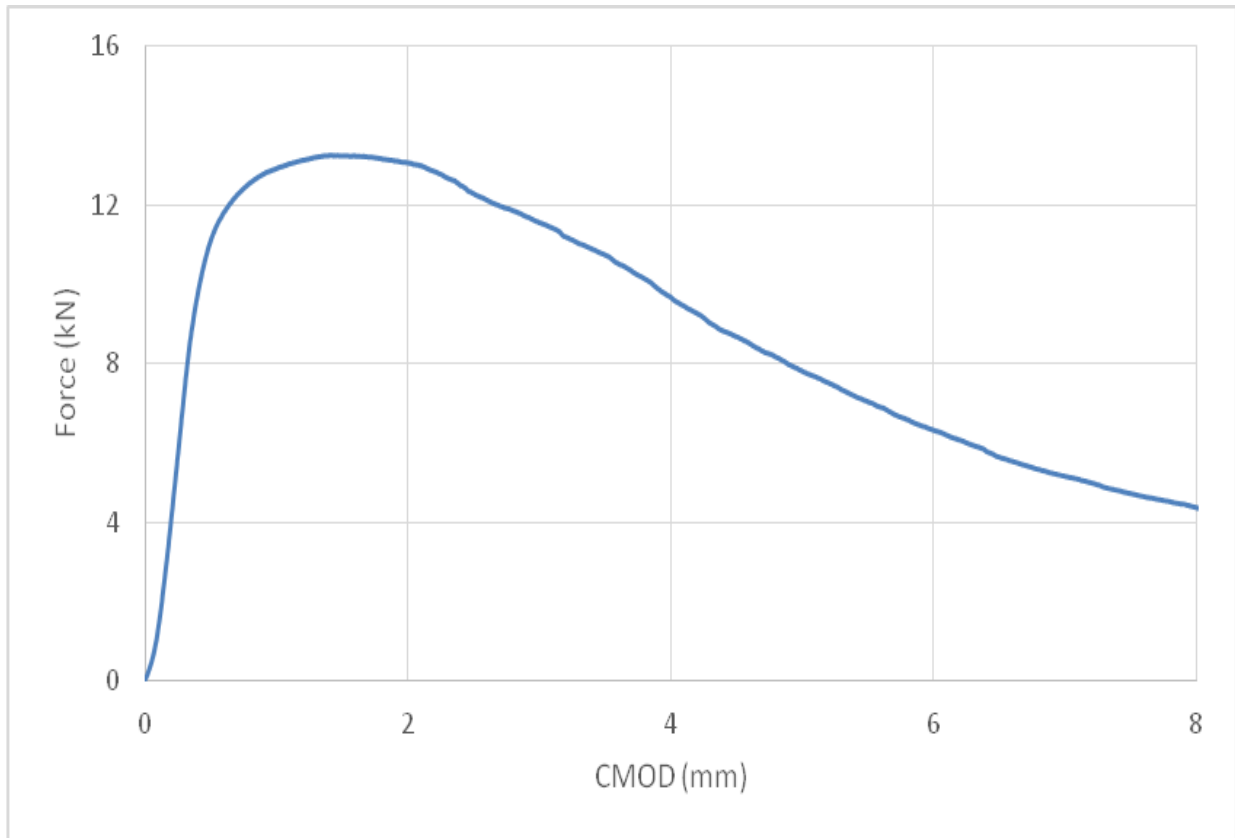
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 38,31 \text{ MPa} \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{yz} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00072 \text{ m}$$

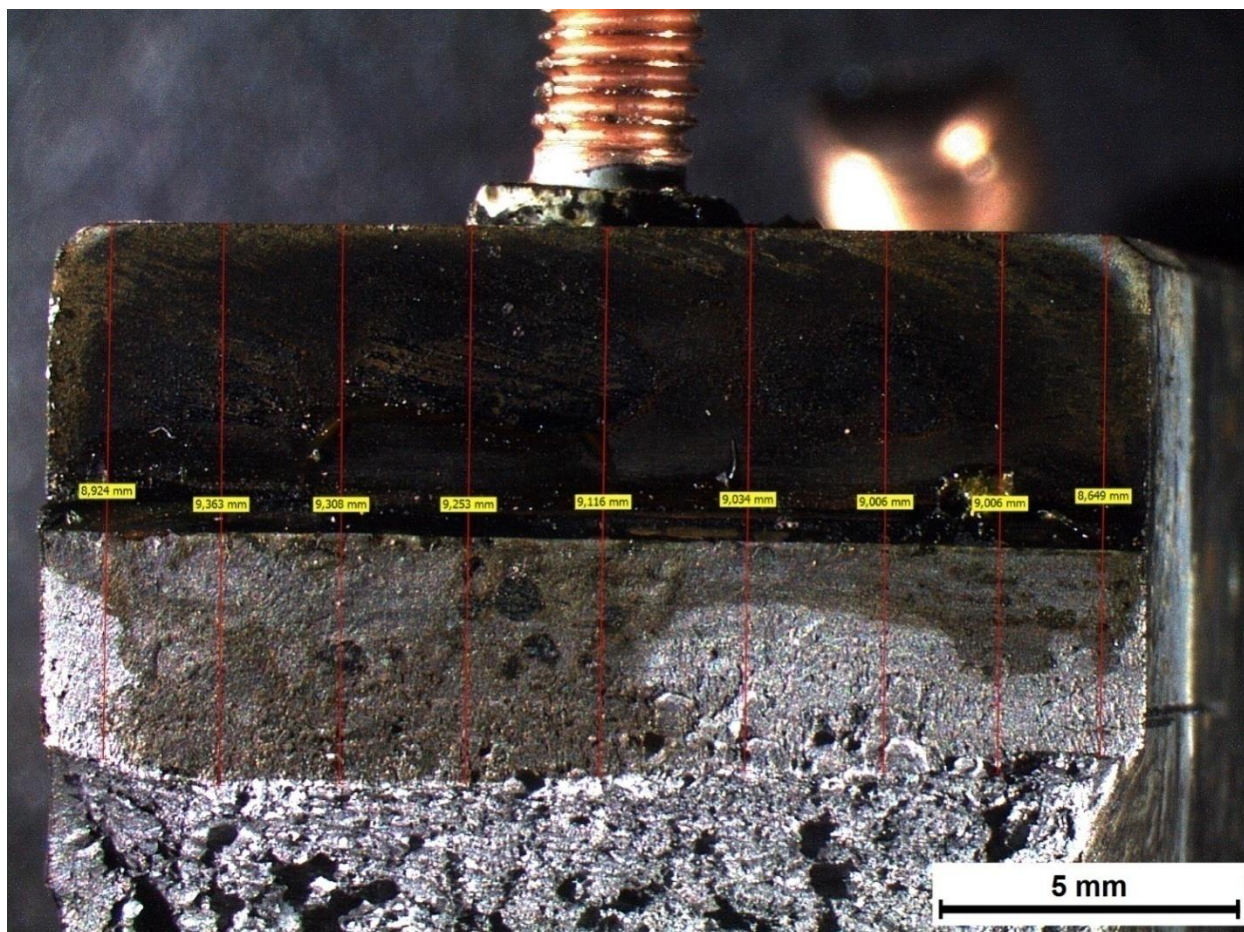
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 58,34 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 2,18 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 56,16 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 1: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε προδιαμορφωμένο δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² (3^η επανάληψη).



Εικόνα 225: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο το οποίο είχε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm²

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

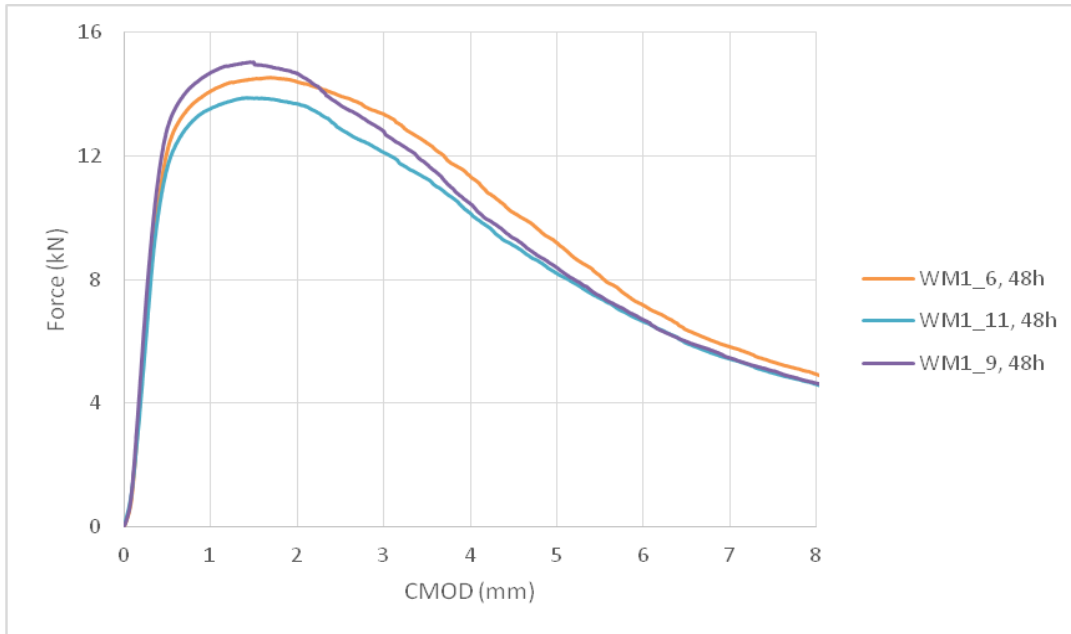
$$1. K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[\xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 38,86 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$$

$$2. \delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,00072 \text{ m}$$

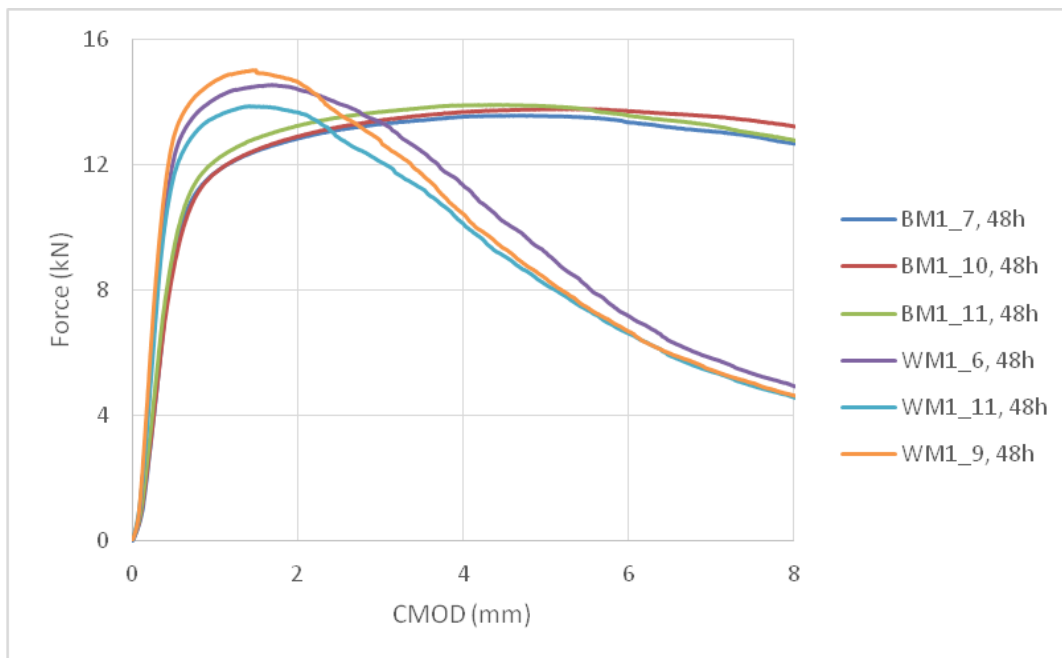
$$3. J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_F}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 59,22 \text{ kJ/m}^2$$

$$4. J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} \xi_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 2,51 \text{ kJ/m}^2$$

$$5. J_{pl} = \left[\frac{2U_F}{B_N (w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 56,71 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 119: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm² για 48 ώρες.

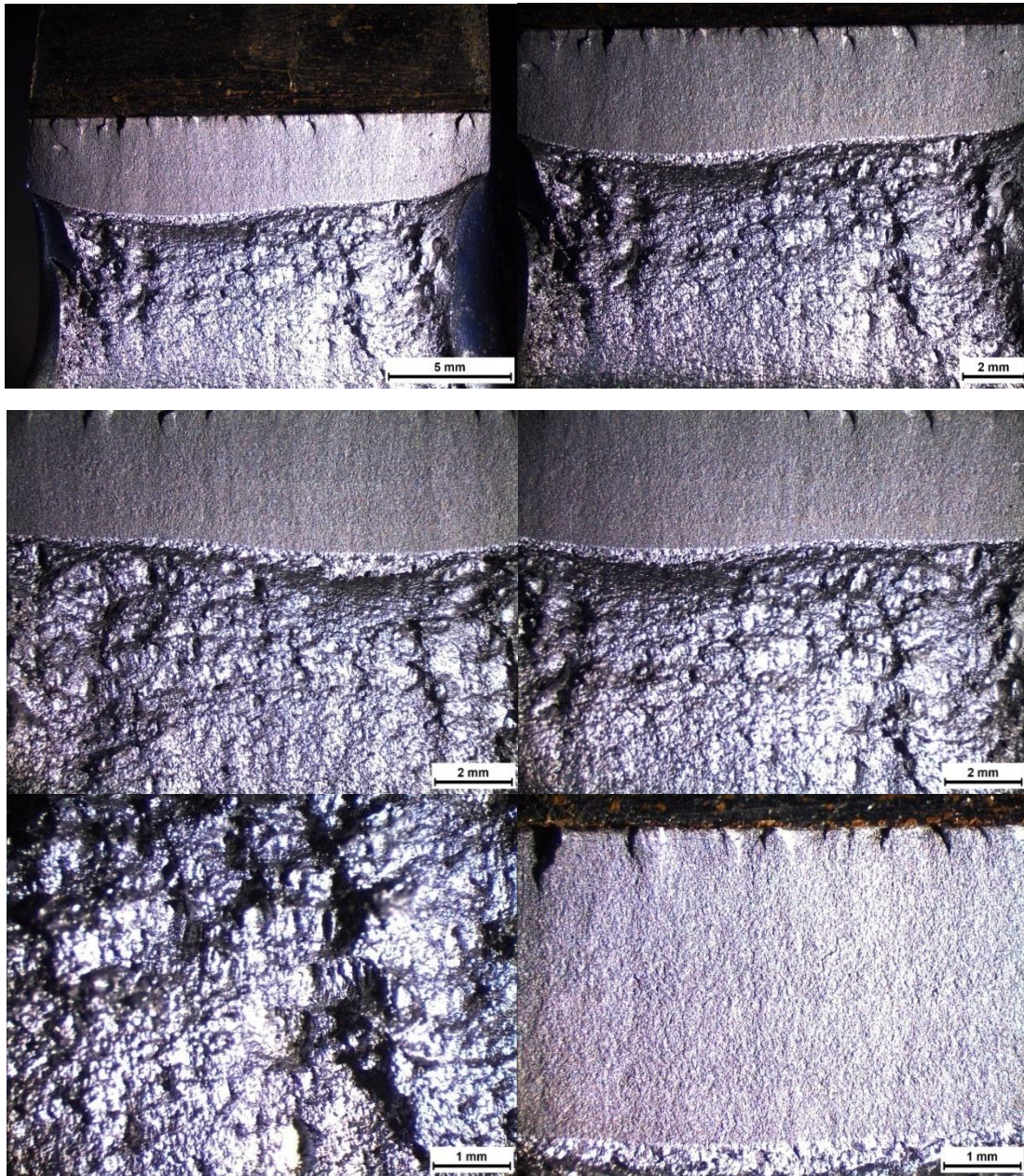


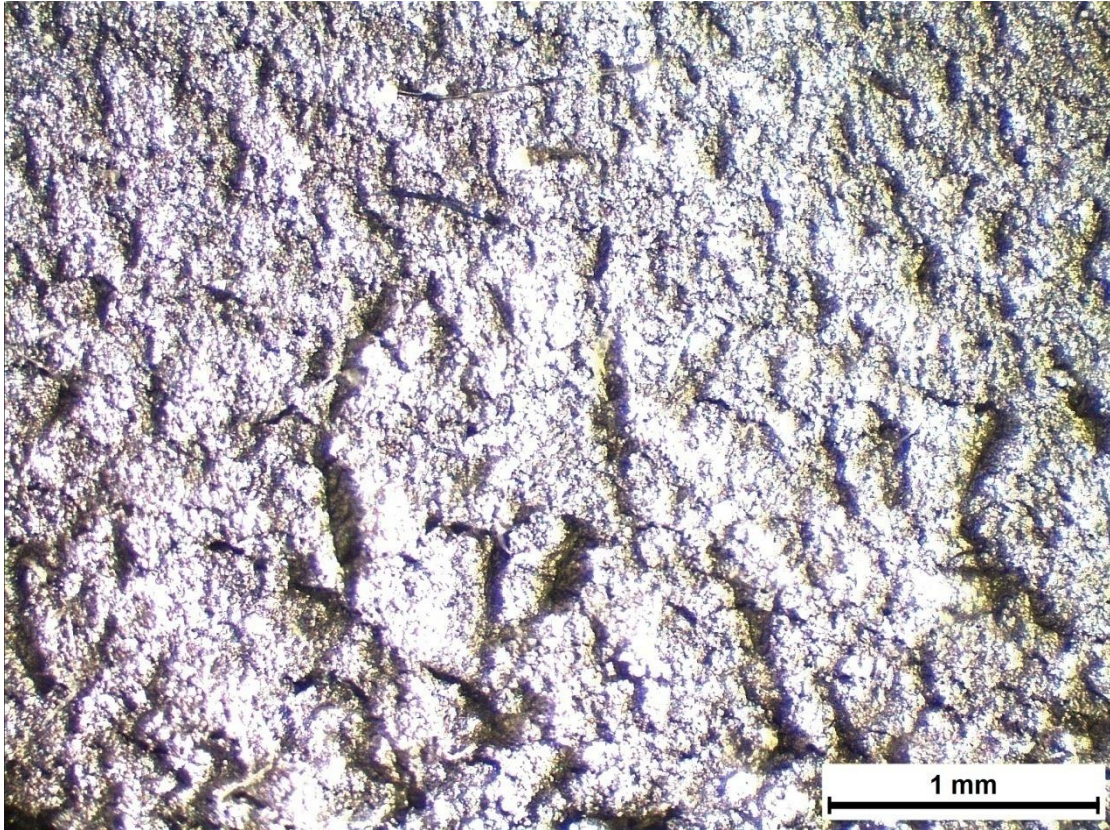
Διάγραμμα 120: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD για προδιαμορφωμένα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση 48 ωρών σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm²

Όπως ήδη αναφέρθηκε με βάση τα αποτελέσματα των χαρακτηριστικών καμπυλών $F - CMOD$ έπειτα από τη διεξαγωγή της μηχανικής καταπόνησης CTOD, για δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση, παρατηρείται συστηματικά μικρότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα και περιορισμένο δυναμικό απορρόφησης ενέργειας για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με αυτήν του μετάλλου βάσης. Σε ότι αφορά στα αντίστοιχα αποτελέσματα της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD και για τις δύο περιοχές μελέτης έπειτα από την ανάπτυξη πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρείται μεγαλύτερος βαθμός επιδεικτικότητα ως προς την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου στην περιοχή της ζώνης τήξης έναντι αυτής του μετάλλου βάσης, για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης, ο ρυθμός μεταβολής της πτώσης της δυσθραυστότητας (gradient of ductility loss) κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με αυτόν που αντιστοιχεί στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Το στοιχείο αυτό μπορεί να αποδοθεί στη διαφοροποίηση των μορφολογικών χαρακτηριστικών και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των ατελειών επί των μικρογραφικών συστατικών που συμμετέχουν στην περιοχή της ζώνης τήξης έναντι αυτών της περιοχής του μετάλλου βάσης. Πιο συγκεκριμένα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των δενδριτικών δομών του αλλοτριόμορφου φερρίτη και του φερρίτη Widmanstätten (non – coherent inter phase boundaries), λειτουργούν ως ισχυρά κέντρα παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου, οδηγώντας σε τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και σε τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (super saturation of crystal structure and reinforcing super imposition of microplastic sliding bands). Διαπιστώνεται επίσης ότι λαμβάνει χώρα μείωση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for migration effect of atomic hydrogen), ιδιαίτερα σε διευθύνσεις κάθετες ως προς τον άξονα συμμετρίας των δενδριτικών δομών, με αποτέλεσμα να προκαλείται ισχυρή ανισοτροπία ως προς την κατανομή των διαβαθμισμένων πεδίων συγκέντρωσης του ατομικού και του μοριακού υδρογόνου (Anisotropy in the development of gradated hydrogen concentration profiles), γεγονός το οποίο συνεπάγεται και ισχυρή ανομοιογένεια ως προς τη διασπορά, την ένταση και την έκταση των πεδίων συσσώρευσης των παραμενουσών τάσεων. Κατά συνέπεια η εκδήλωση της ψαθυροποίησης λαμβάνει χώρα κυρίως μέσω της ανάπτυξης των επιθετικότερων μικρομηχανισμών, δηλαδή της ρήξης της διασυνδεδετικής συνάφειας μεταξύ των κόκκων του κρυσταλλογραφικού ιστού (Hydrogen Enhanced Decohesion Effect) και της αυξημένης εσωτερικής πίεσης (Hydrogen Increased Internal Pressure), ενώ σε πολύ μικρότερο βαθμό φαίνεται να συμμετέχει και ένας ασθενέστερος μικρομηχανισμός, αυτός της τοπικά ενισχυμένης πλαστικότητας (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) [32, 34 – 35, 59, 70, 72, 80 – 81, 168, 182, 220].

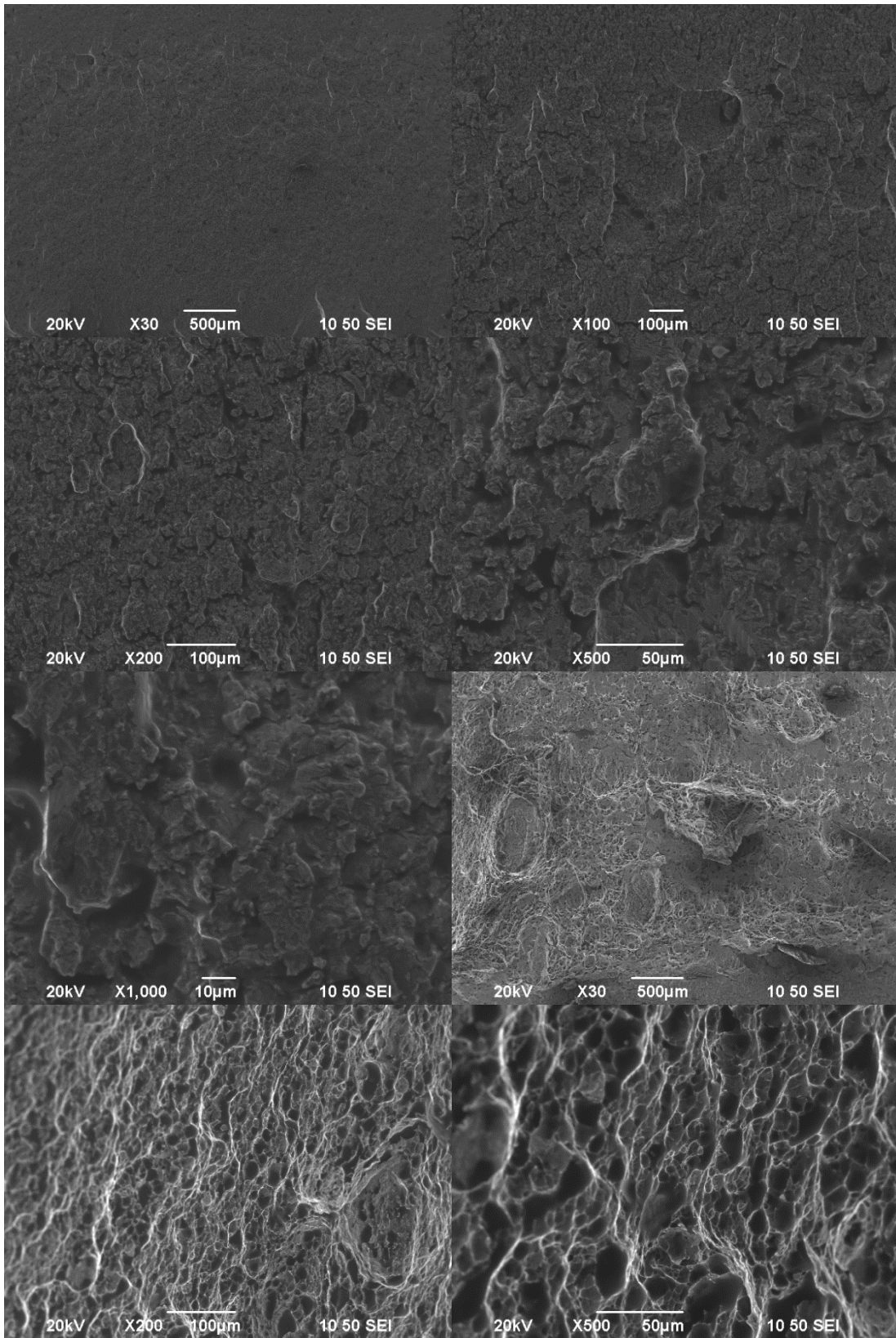
Επιπρόσθετα σε ένα γενικότερο πλαίσιο θα πρέπει να αναφερθεί ότι η μείωση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, ιδιαίτερα σε διευθύνσεις κάθετες ως προς τον άξονα συμμετρίας του φερρίτη Widmanstätten, ενισχύει τη συνεχή συσσώρευση των εντατικών και των παραμορφωσιακών πεδίων (ανάπτυξη κριτηρίων VonMises και Tresca σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές παράλληλα στο διάνυσμα της διαταραχής), με αποτέλεσμα να υπερβαίνεται ο κρίσιμος παράγοντας έντασης τάσης και να εκδηλώνεται η θραύση για μικρότερα πεδία τιμών της πλαστικής παραμόρφωσης από τα αναμενόμενα (Διαγράμματα 94 – 120, Εικόνες 208 – 225).

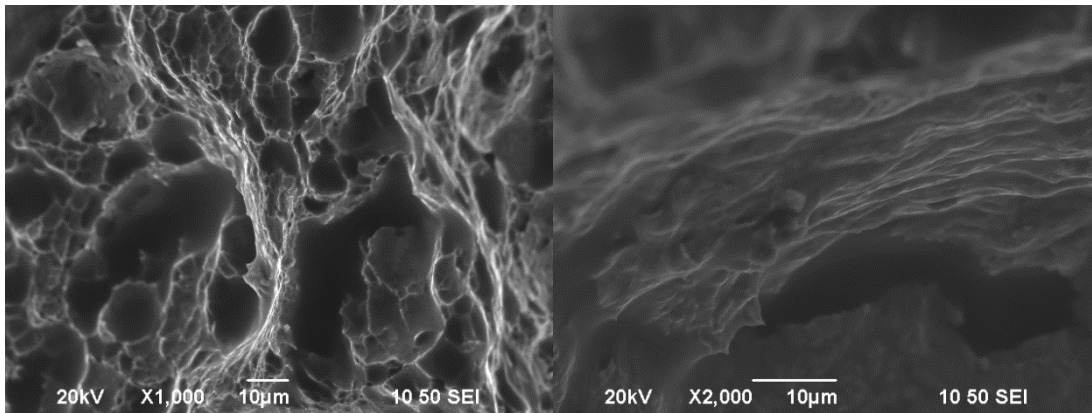
3.18.4 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών δοκιμών που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα Χ65 και είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση και για τα τρία πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.



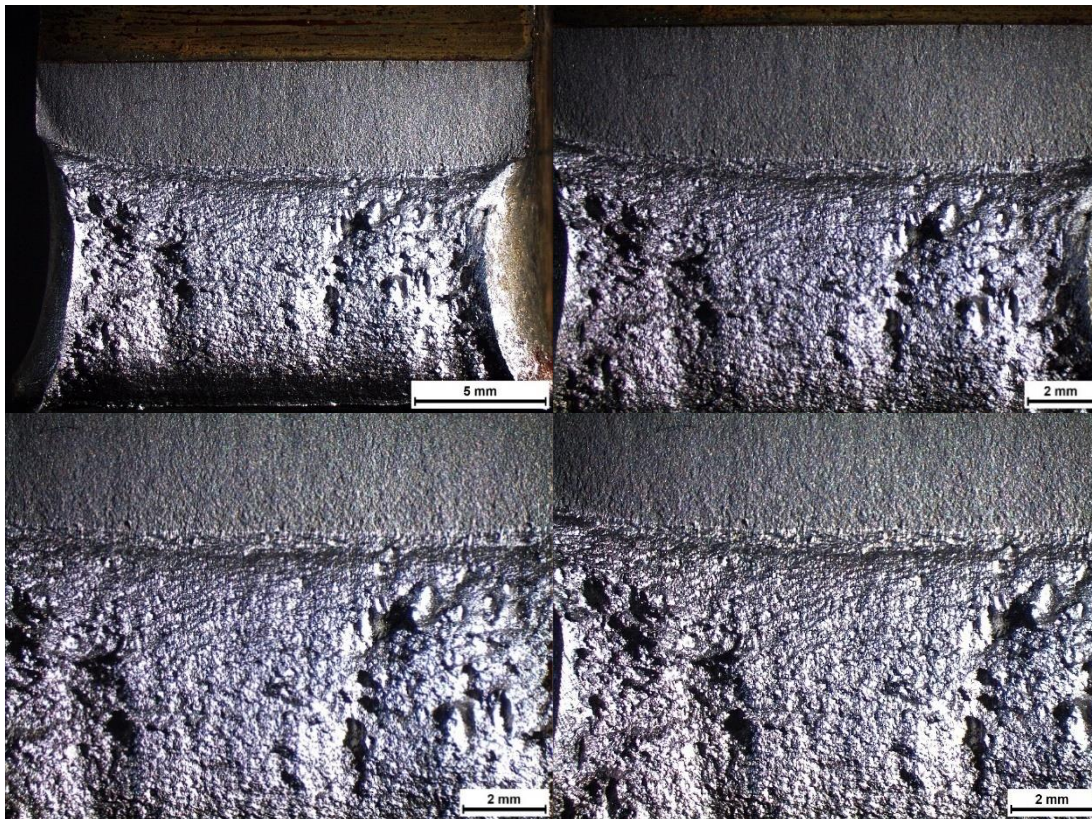


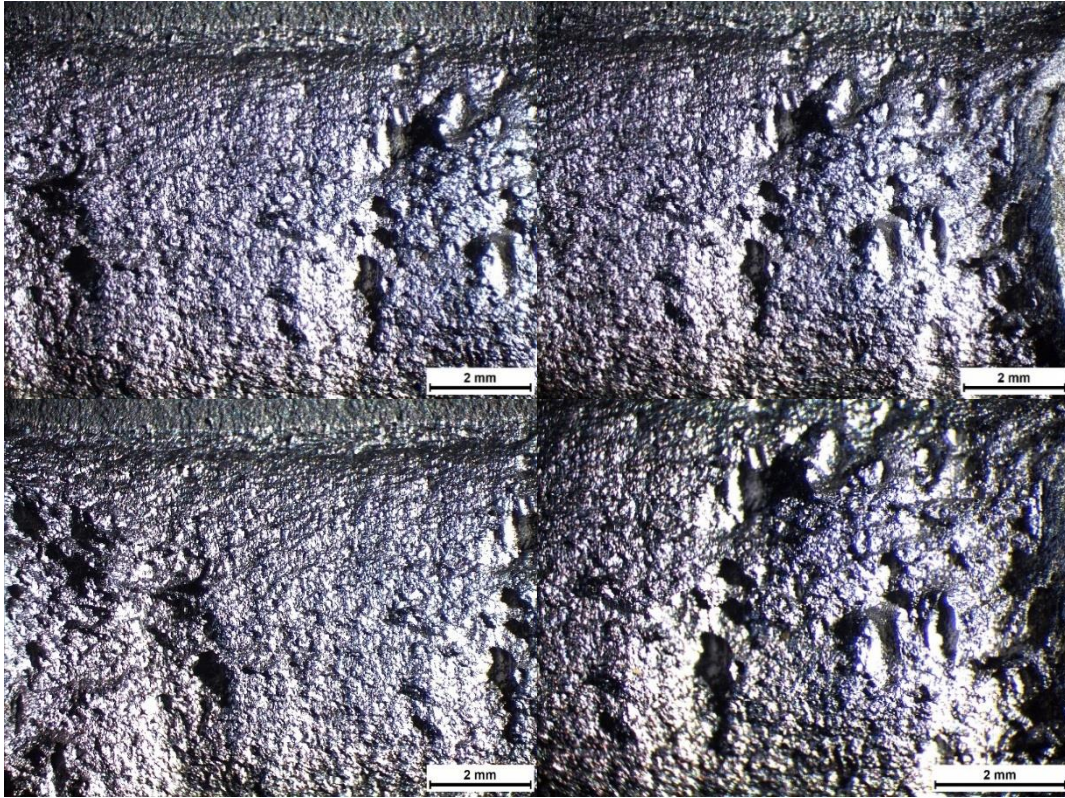
Εικόνα 226: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2



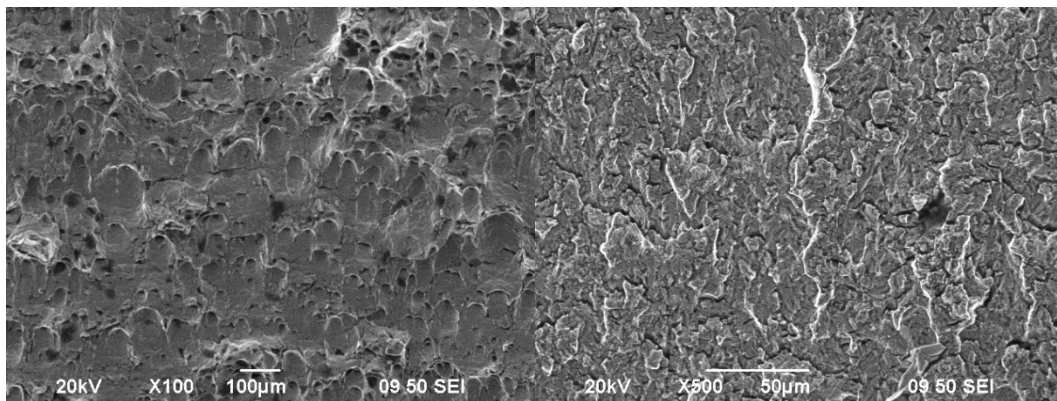


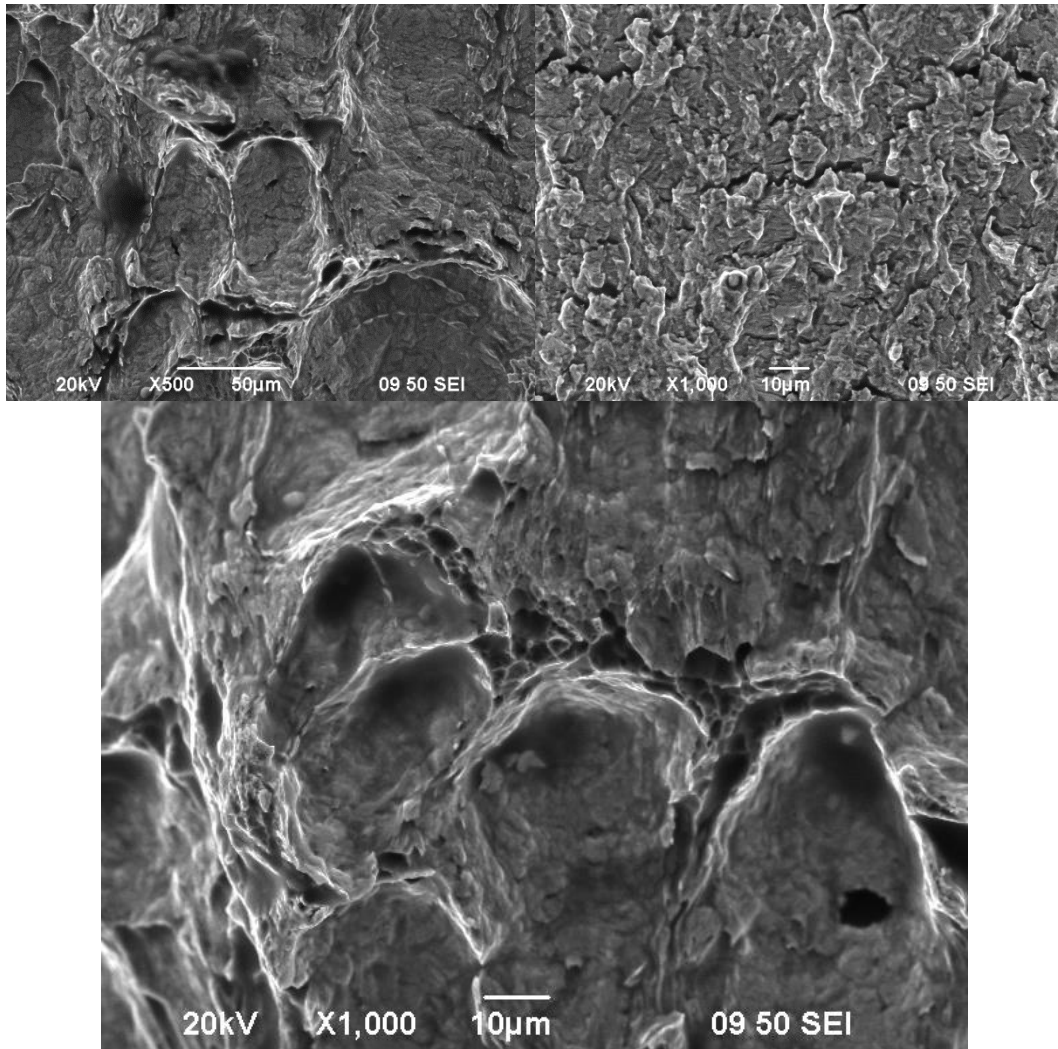
Εικόνα 227: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2



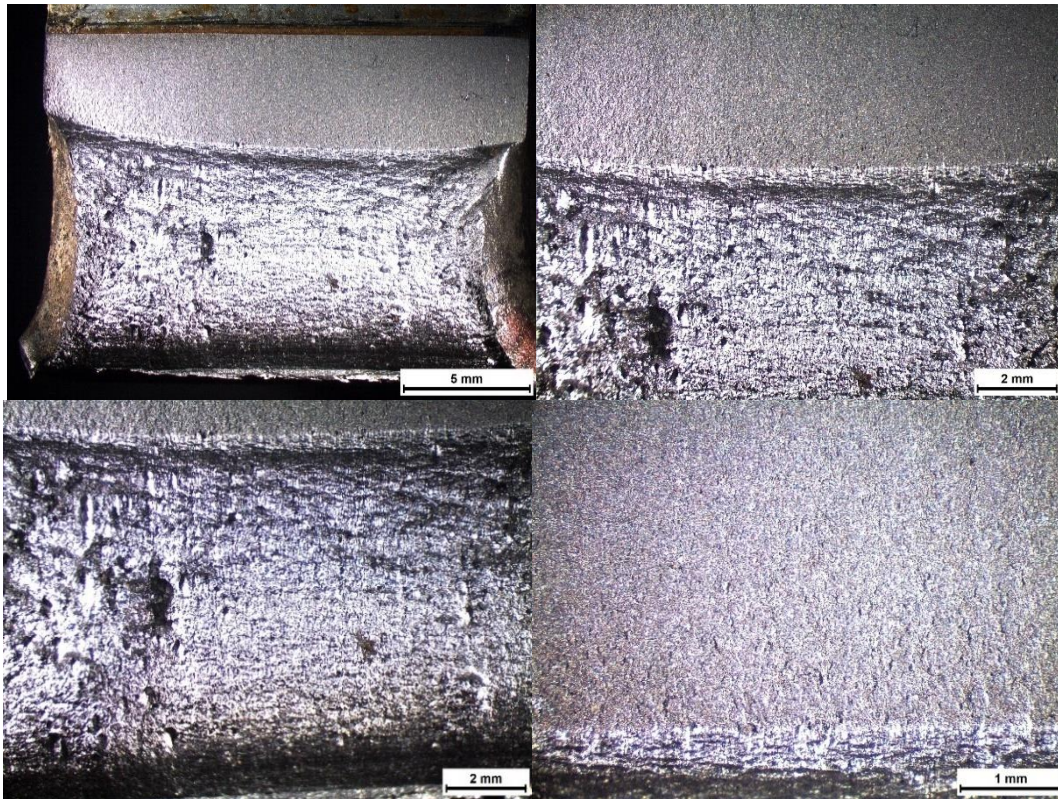


Εικόνα 228: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2

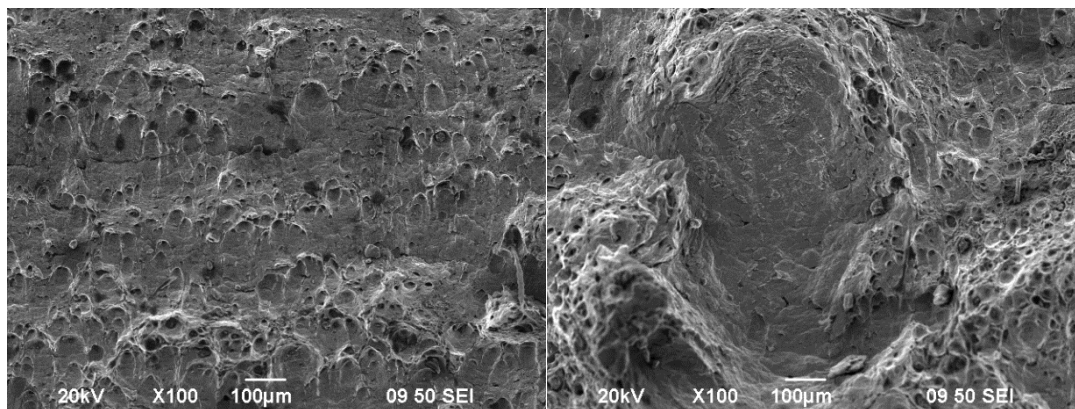


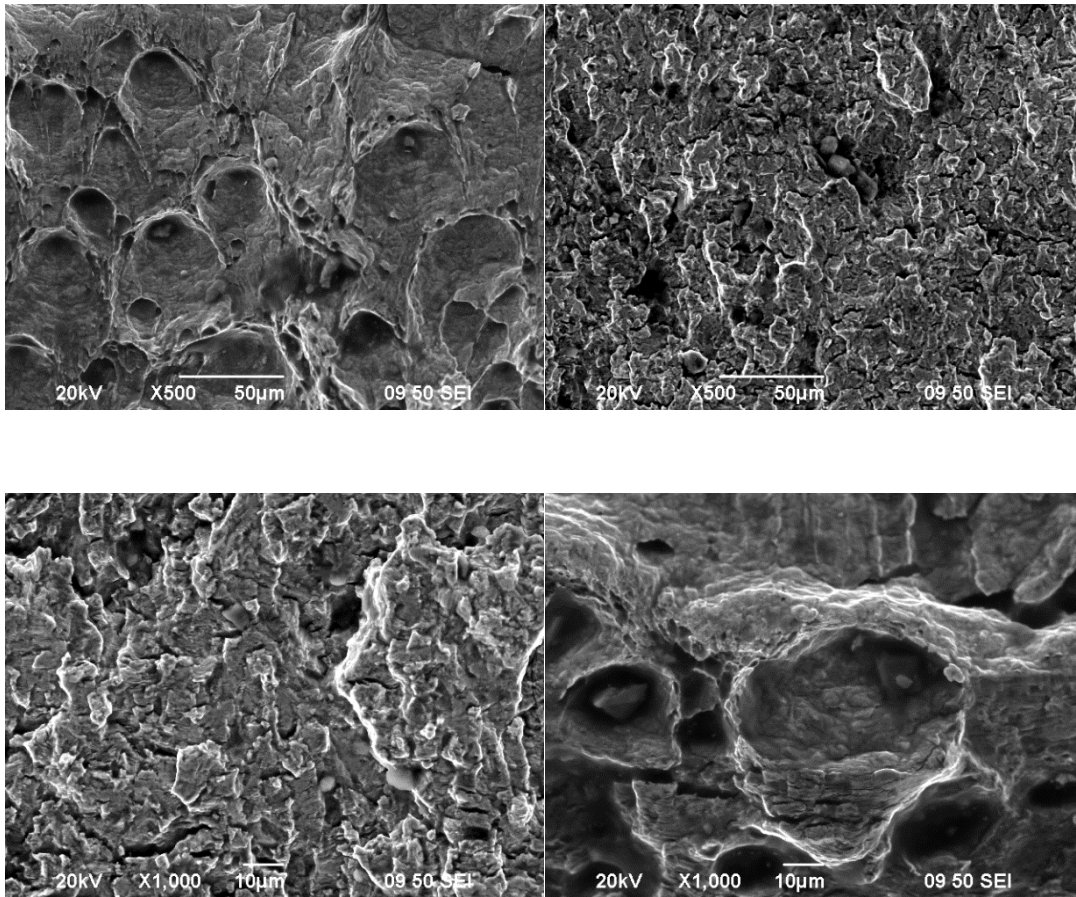


Εικόνα 229: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2

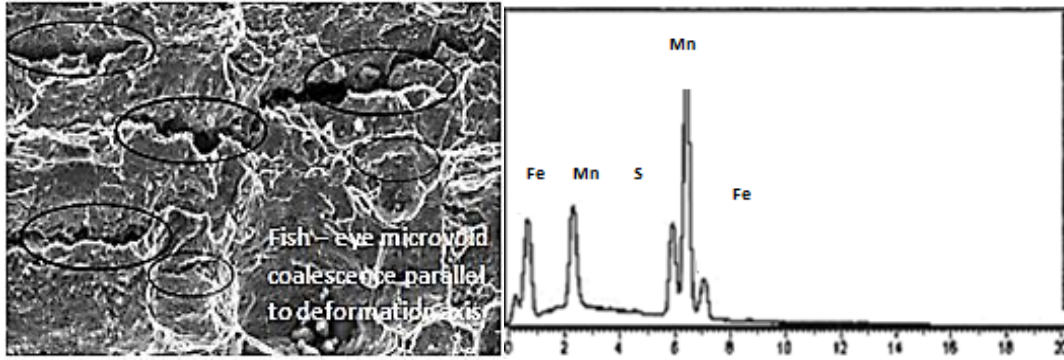


Εικόνα 230: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, το οποίο είχε υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2





Εικόνα 231: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2



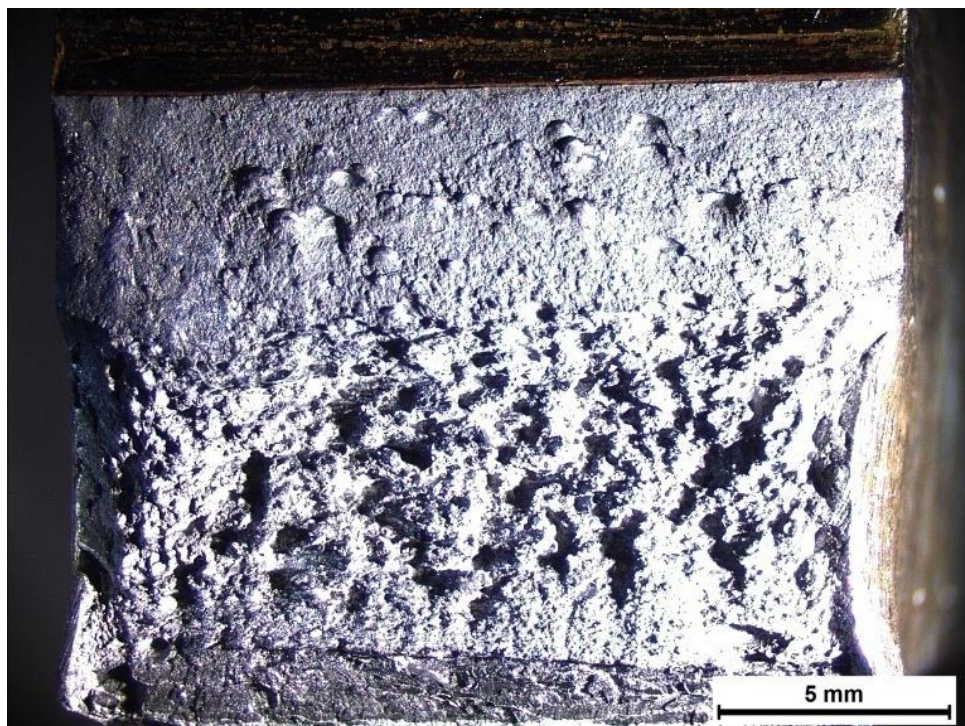
Εικόνα 232: Ταυτοποίηση ανάπτυξης δικτύου μικρορωγματώσεων περιμετρικά των τοπολογιών πυρηνοποίησης μη μεταλλικών εγκλεισμάτων μέσω σημειακής στοιχειομετρικής χημικής ανάλυσης EDS

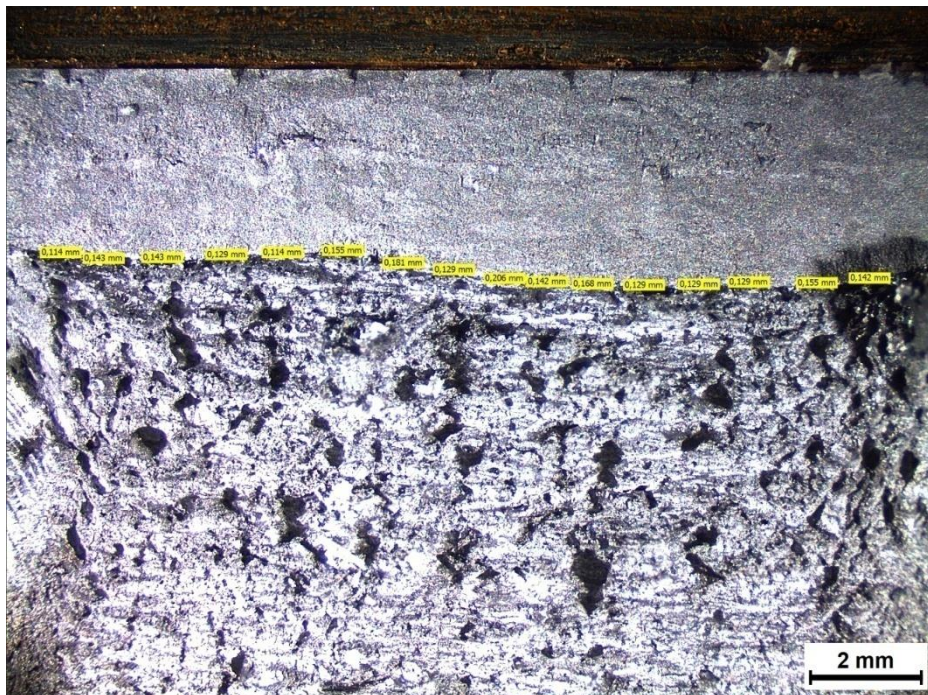
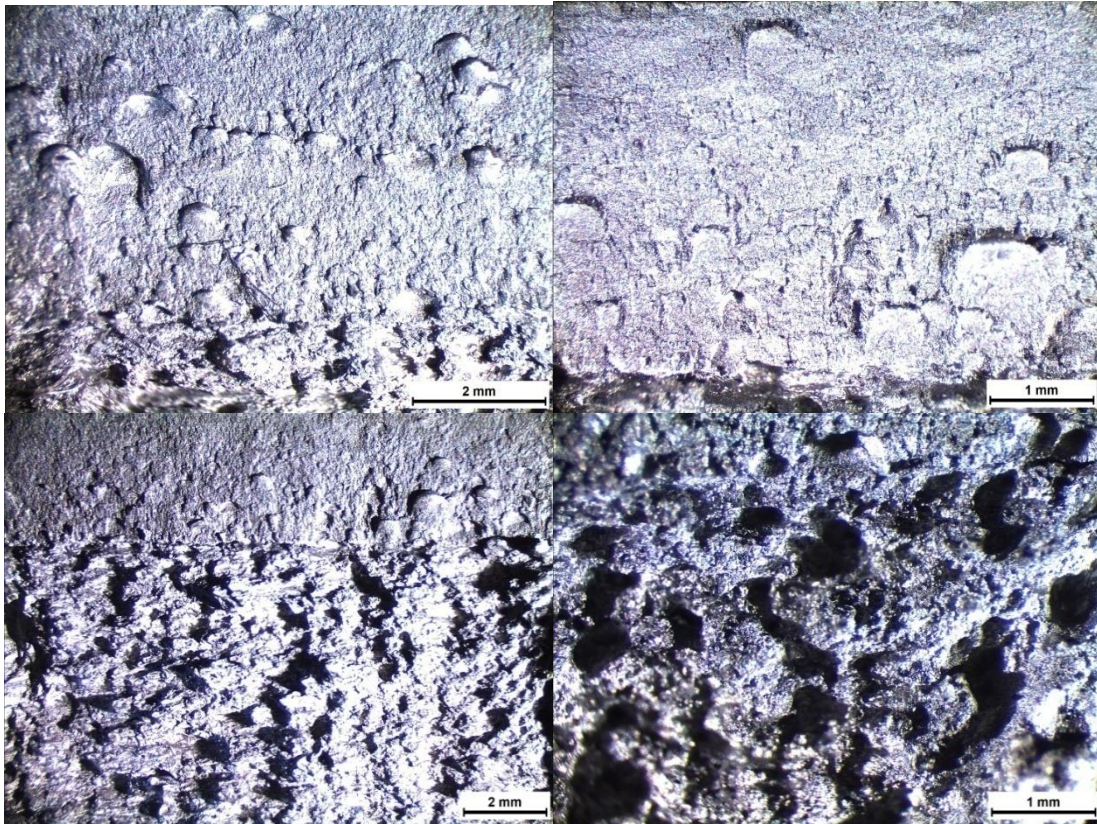
Σε ότι αφορά στα δοκίμια τα οποία είχαν προδιαμορφωμένη εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, παρατηρήθηκε ότι η ανάπτυξη ισχυρών πεδίων μικροδιαφορισμού ως προς τα κραματικά στοιχεία του Ni και του Mn οδήγησε σε αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής μικρογραφικών συστατικών τύπου MAs επιδρώντας ενισχυτικά ως προς την κινητική της διάδοσης των μικρορωγματώσεων έπειτα από την καθοδική πόλωση σε περιβάλλον υδρογόνου. Κατ' αυτό τον τρόπο η εκδήλωση των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης απέδωσε διακλαδιζόμενα δίκτυα μικρορωγματώσεων με τεθλασμένη πορεία διάδοσης. Ως ενεργά κέντρα κατάλυσης της πυρηνοποίησης των μικρορωγματώσεων λειτούργησαν οι περατωτικές απολήξεις των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS και Al_2O_3), όπου βιβλιογραφικά καταγράφεται αύξηση της συγκέντρωσης του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου και της μερικής πίεσης αυτού. Το δίκτυο των μικρορωγματώσεων αποτελεί ένα νέο πεδίο με συμβαλλόμενα ελεύθερα κανάλια διάχυσης του ατομικού υδρογόνου ενισχύοντας έτσι ενεργειακά την περαιτέρω μετανάστευσή του εντός του μικρογραφικού ιστού. Τέλος ως προτιμητέες θέσεις πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων ταυτοποιήθηκαν οι ενεργειακά αναβαθμισμένες μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των πλακιδίων φερρίτη – μαινίτη, όπου πραγματοποιείται συσσώρευση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (λόγω του διαφορετικού συντελεστή ενδοτάχυνσης των δύο μικρογραφικών συστατικών) και αναπτύσσεται υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής δικτύων διαταραχών και σφαλμάτων επιστοίβασης (Εικόνα 232).

Επί των θραυσιγενών επιφανειών ευδιάκριτα κρίθηκαν επίσης τα διαδοχικά και αλληλεπιδρώντα μέτωπα διάδοσης της κόπωσης (sequential and interacting Beachmarks), τα οποία αναπτύσσονται με πιστή αλληλουχία μέσω της περιοδικής μεταβολής των ακρότατων τιμών της θλιπτικής φόρτισης (F_{min} , F_{max}). Ακόμη με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, η περιοχή η οποία αποτελεί το μέτωπο όπου πραγματοποιείται η εκτόνωση των παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης (stretch zone) χαρακτηρίζεται από συνεχώς μειούμενο μέσο πλάτος ανάπτυξης. Η παρατήρηση αυτή καθίσταται εφικτή ακόμη και με στερεοσκόπιο ενώ δεν παρουσιάζονται κατά το ελεύθερο μήκος προώθησής της ισχυρά κέντρα εκτροπής της πορείας διάδοσής της. Τέλος στην επιφάνεια των δοκιμίων παρατηρήθηκε συστηματική ανάπτυξη δευτερογενών ρωγματώσεων (Secondary Surface Cracks) οι οποίες μπορούν να αποδοθούν στον τοπικό υπερκορεσμό των υποεπιφανειακών στιβάδων του μεταλλικού συστήματος σε ατομικό υδρογόνο (subsurface saturation due to critical hydrogen concentration). Επιπρόσθετα η περιοχή η οποία είχε υποβληθεί σε καταπόνηση έναντι εκτεταμένων παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης, χαρακτηρίστηκε από συνεχώς

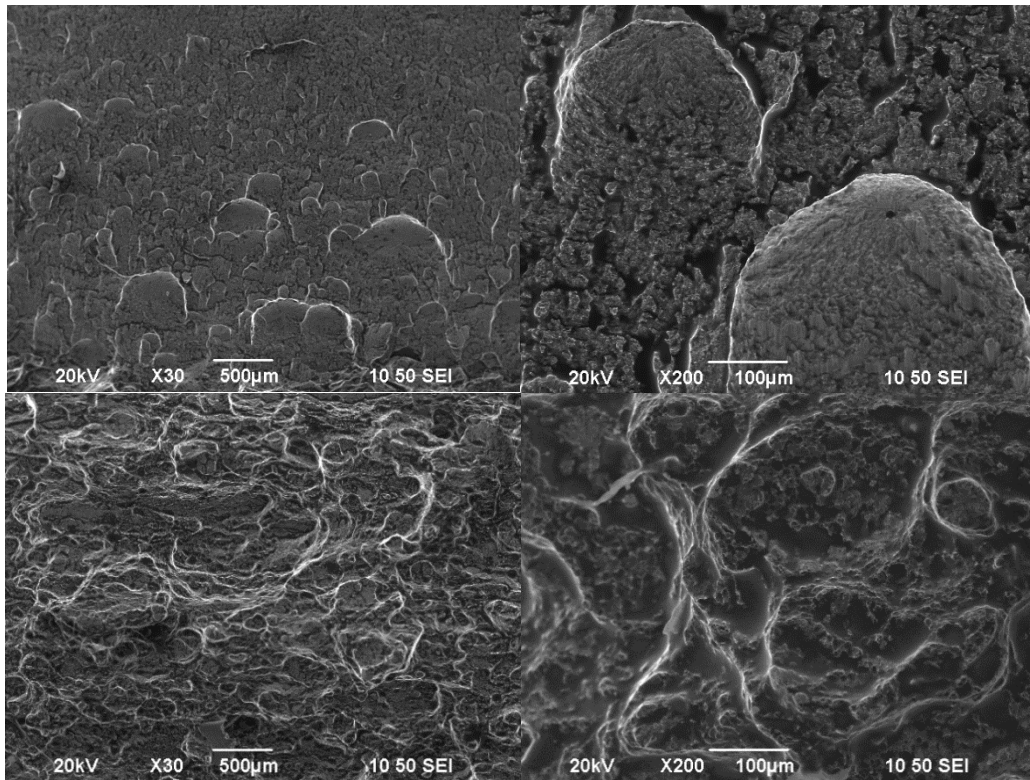
αυξανόμενη ποσοστιαία συμμετοχή βαθμιδωτών και εναλλασσόμενων πεδίων αποσχιστικής διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (intergradiated flattened Quasi – Cleavage Facets), με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αντίστοιχα για την περιοχή η οποία είχε αστοχήσει λόγω εφαρμογής καμπτικής καταπόνησης, με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης προσδιορίστηκε συστηματική αύξηση του κλασματικού όγκου συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών με μορφολογίες τύπου κοίτης ποταμού (River Pattern), πριονωτών οδοντώσεων (StairLike Morphology) και επιπεδοποιημένων μετώπων λόγω ταχύτητας αστοχίας (Fast Fracture Surfaces - FFS). Τέλος για τις δυσμενέστερες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης (20 και 30 mA/cm²) παρατηρήθηκε εντατικοποίηση του φαινομένου της ψαθυροποίησης μέσω ανάπτυξης ομοκατευθυντικών πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού (fisheye) και στυλινών επιπεδοποιημένων περιοχών με μορφολογία που προσομοιάζει σε δάκρυ (teardropsurfaces) (Εικόνες 226 – 232) [11, 21, 24 – 28, 32, 100].

3.18.5 Θραυστογραφική μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65 και είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση και για τα τρία πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

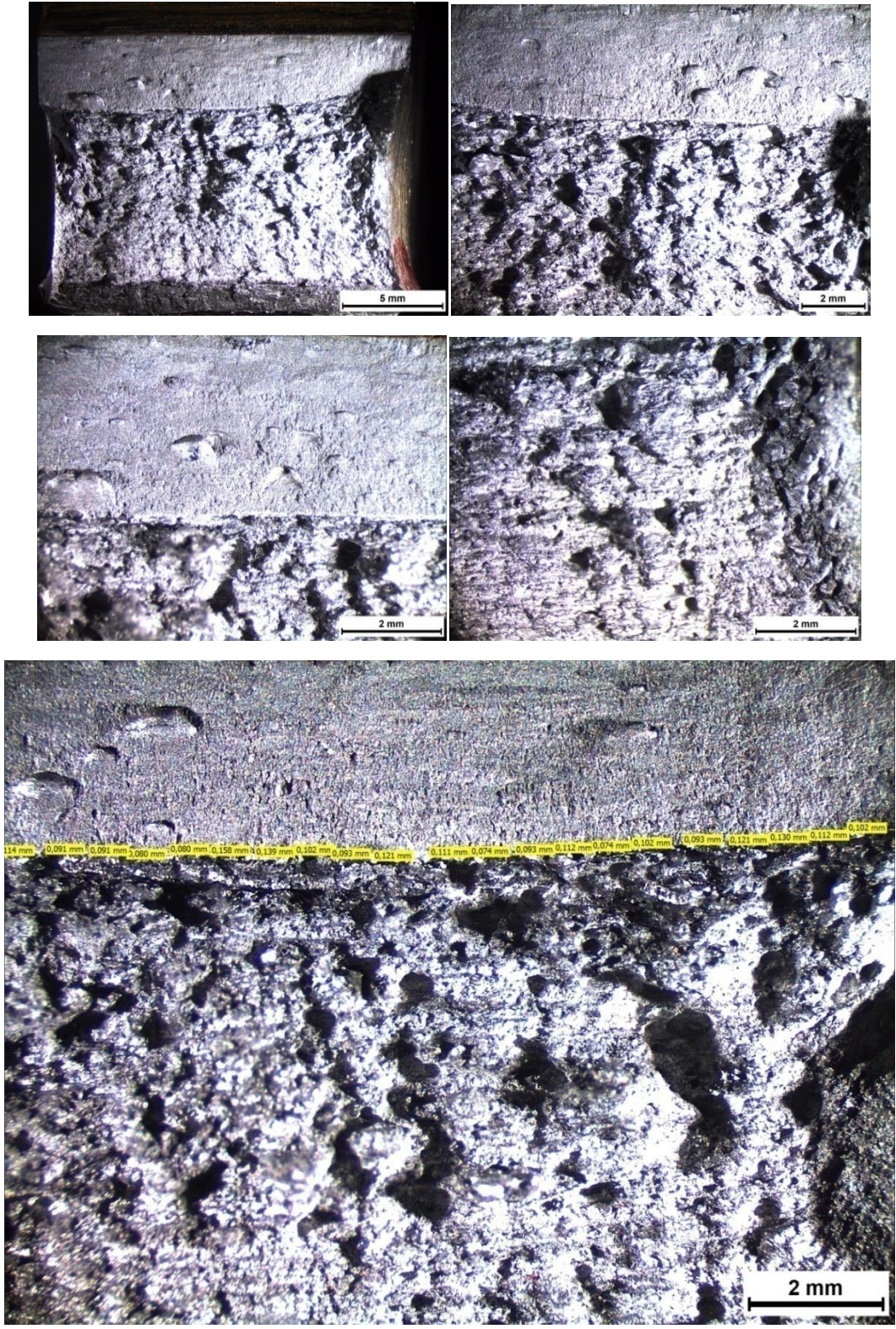




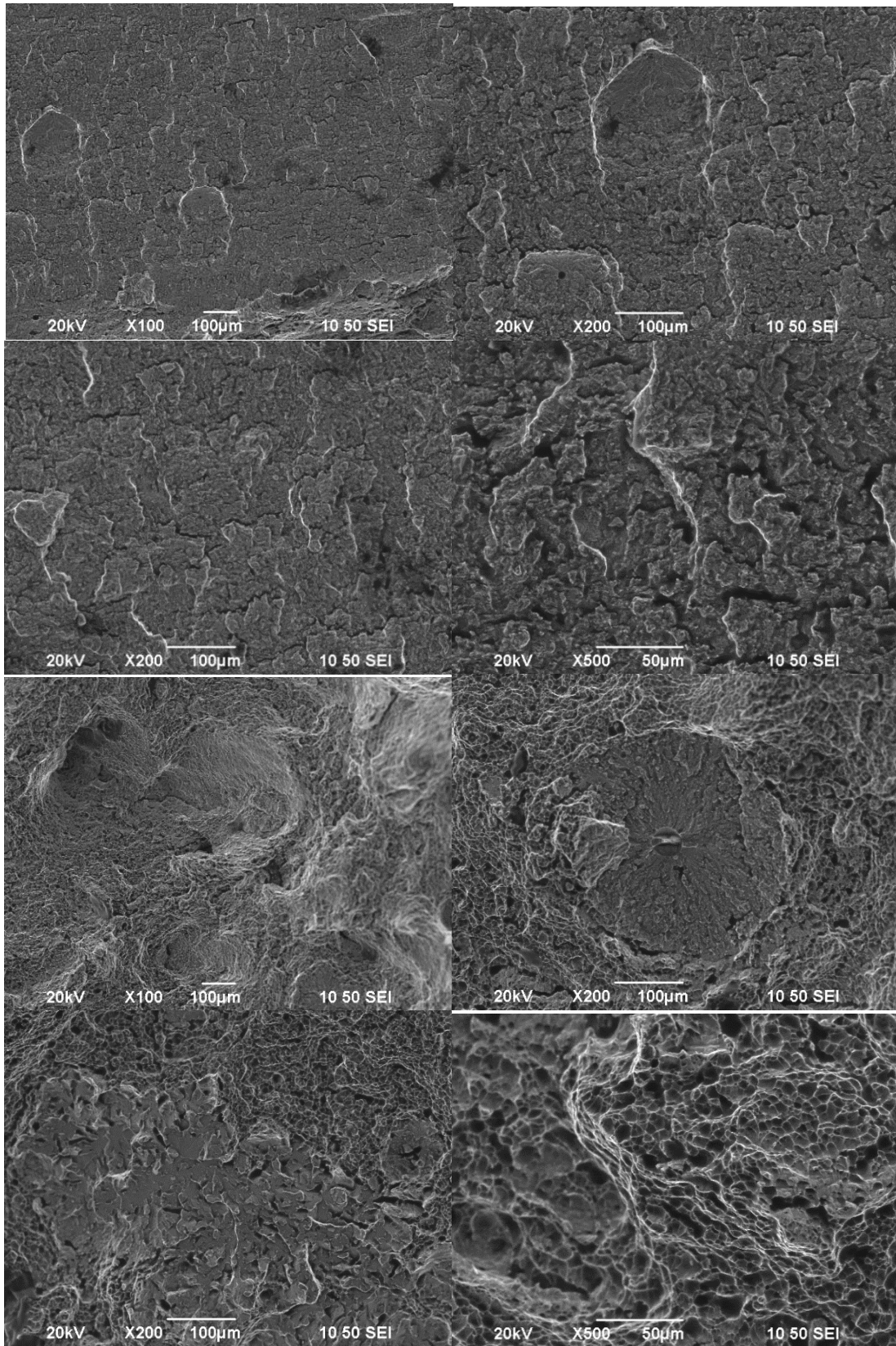
Εικόνα 233: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm²



Εικόνα 234: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2 .

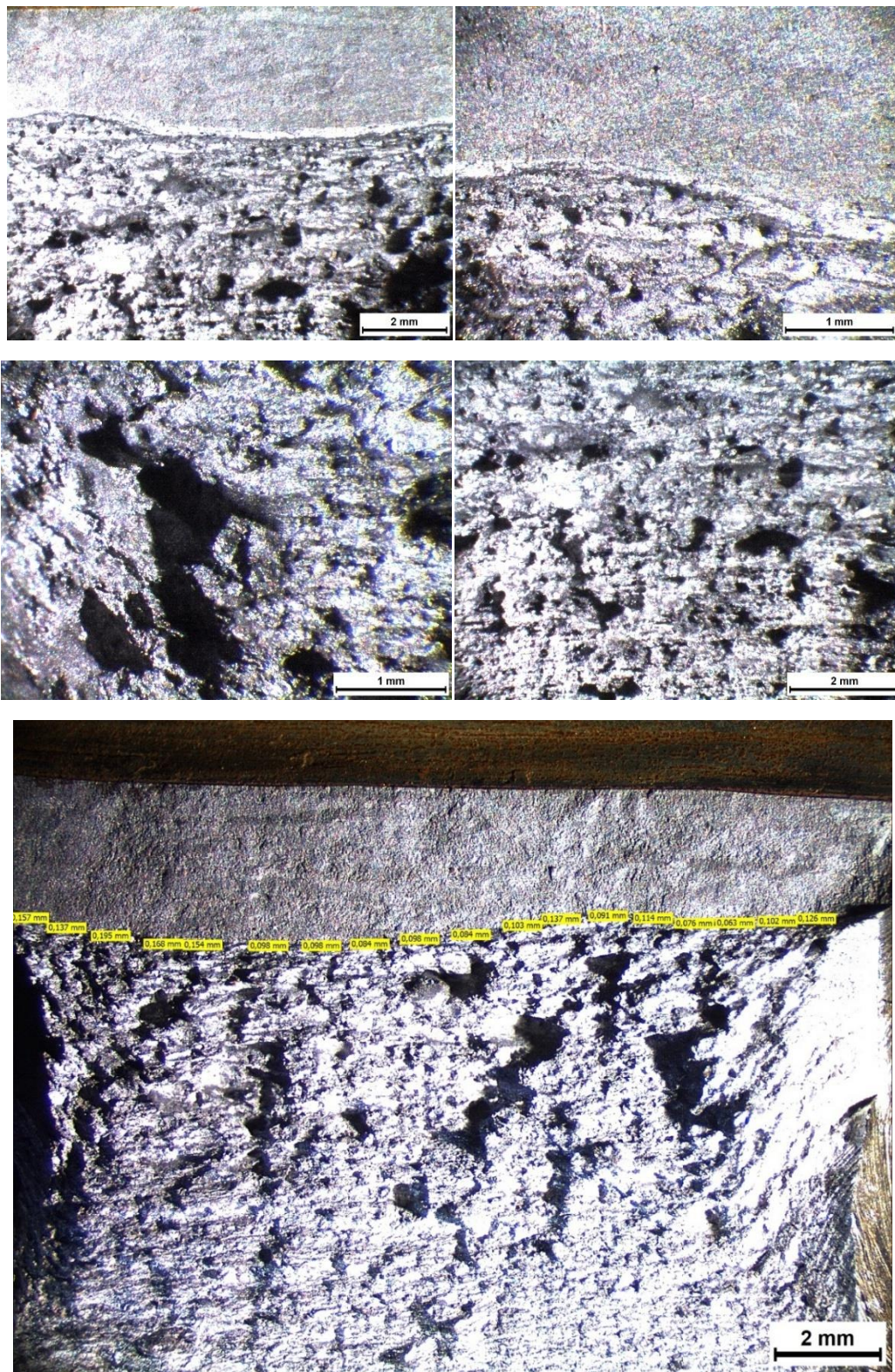


Εικόνα 235: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης το οποίο είχε υποβληθεί σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm²

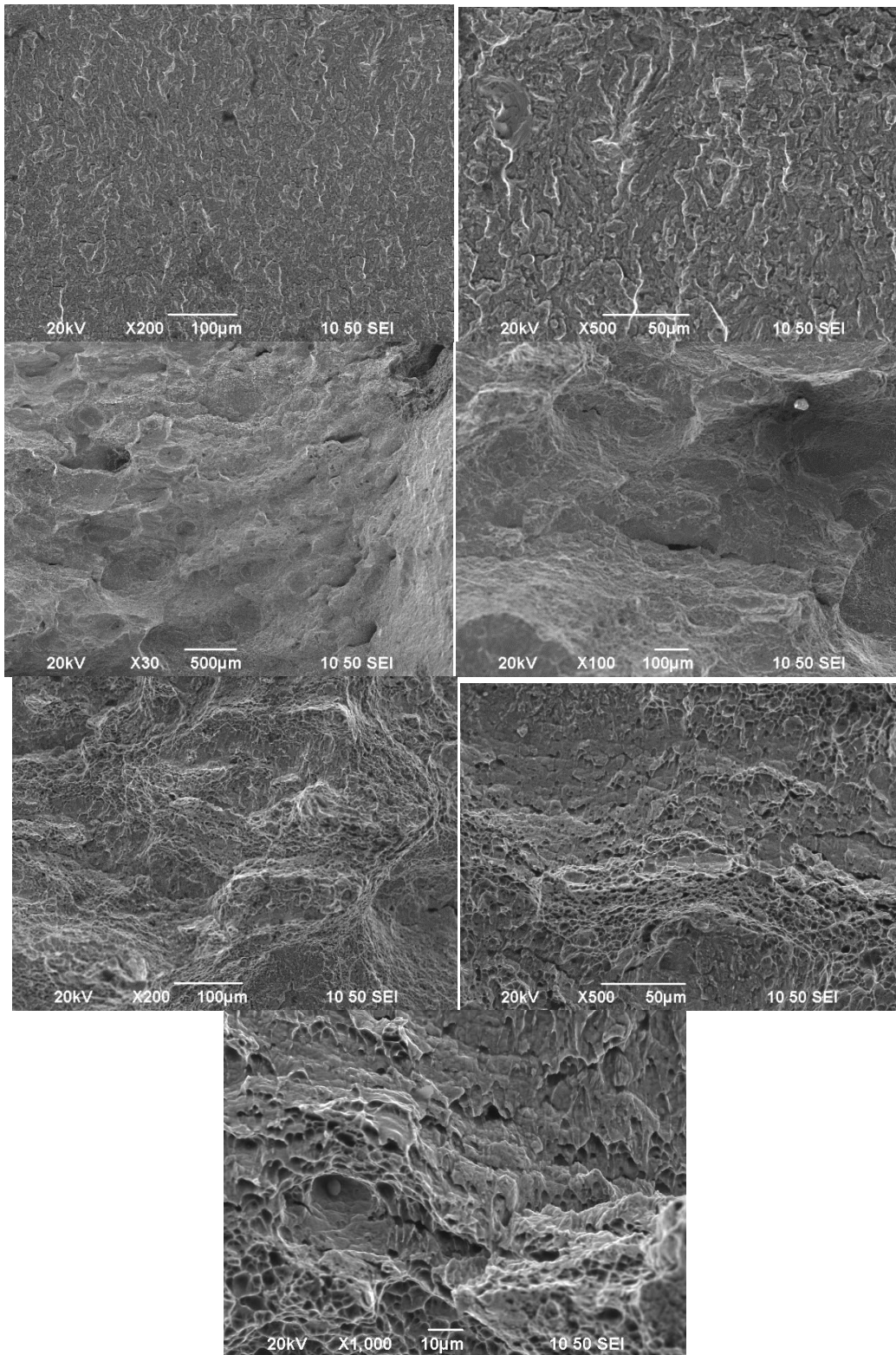


Εικόνα 236: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2





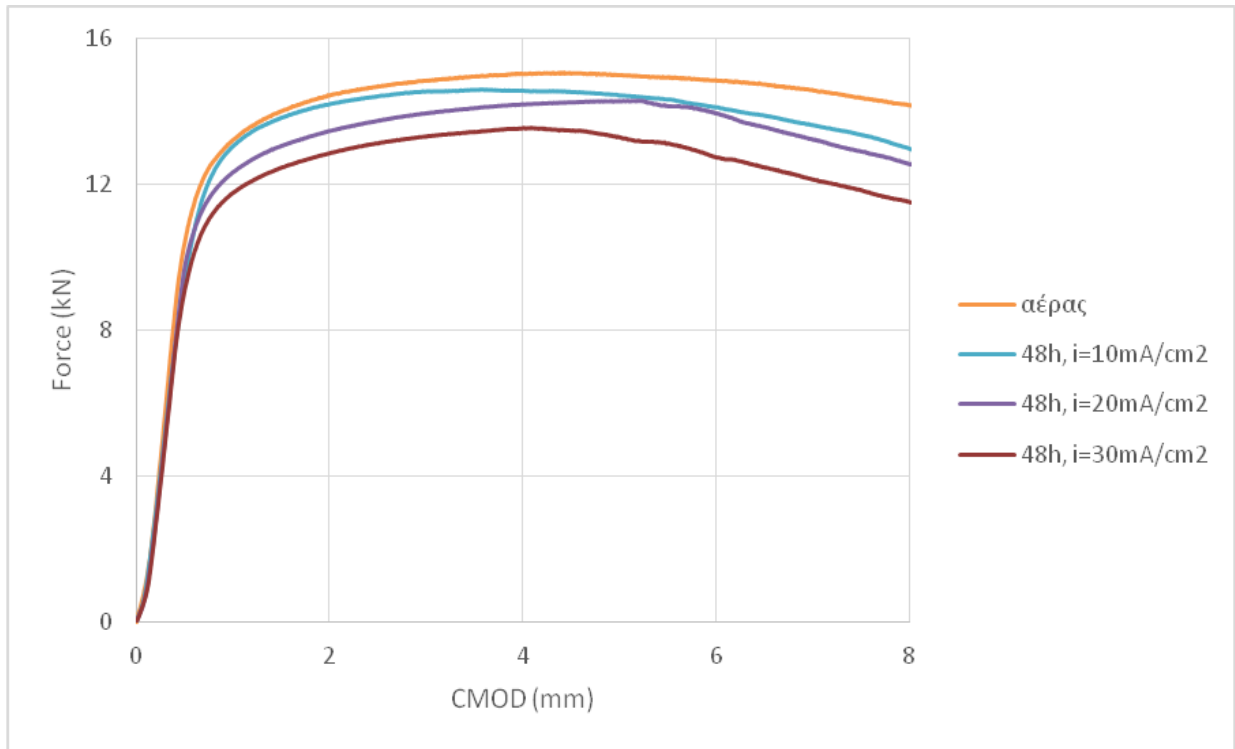
Εικόνα 237: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, το οποίο είχε υποβληθεί σε καθοδική πόλωση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm²



Εικόνα 238: Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης σε εικόνα Δευτερογενών Ηλεκτρονίων του μετώπου διάδοσης της κόπωσης και της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης για δοκίμιο με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης το οποίο είχε υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2

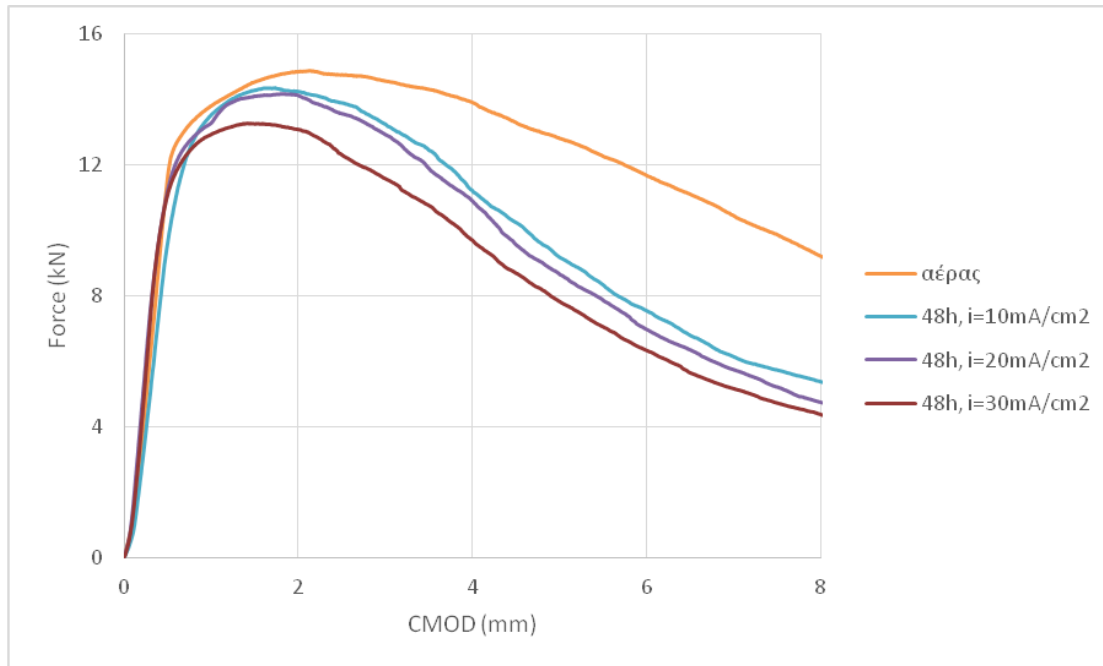
Όπως παρατηρείται από τις παρατιθέμενες εικόνες, όσο αυξάνει η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, για τα δοκίμια τα οποία έχουν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, διακρίνεται επί της θραυσιγενούς επιφάνειας στην περιοχή που έχει αστοχήσει λόγω επιβολής εκτεταμένων πεδίων καμπτικής παραμόρφωσης, περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής κρατήρων, με ιδιαίτερα αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και γωνιώδη μορφολογία (Elongated and Flattened Dimples). Το γεγονός αυτό προκύπτει από την εξέλιξη του μηχανισμού της συνένωσης πληθώρας μικρότερων κρατήρων και μικροκενών (Hydrogen Enhanced Microvoid Coalescence), ο οποίος οδηγεί ταυτόχρονα σε ισχυρή ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών. Ιδιαίτερα υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής κρατήρων με περιορισμένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης παρατηρείται πλευρικά του πεδίου όπου αποσβένει το μέτωπο της κόπωσης (stretchzone). Ταυτόχρονα ταυτοποιείται και η ανάπτυξη εκτεταμένων δικτύων μικρορωγματώσεων πλευρικά των τοπολογιών πυρηνοποίησης και ανάπτυξης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (Hydrogen Induced Stepwise Microcracking Phenomenon). Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα διαδοχικά και αλληλεπιδρώντα μέτωπα της κόπωσης χαρακτηρίζονται από συνεχώς εντονότερη επιπεδότητα και στυλπνότητα (ένδειξη ψαθυροποίησης), με υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής σχηματισμών που αποτελούν προϊόν αποσχιστικής διάτμησης (Quasi – Cleavage Facets), σχηματισμών που μορφολογικά προσομοιάζουν σε δάκρυ (Tearing Topography Surfaces) και έχουν προκύψει από την αγκίστρωση των κρυσταλλογραφικών συστημάτων εύκολης ολίσθησης (impingement of easy shear crystallographic planes), καθώς και σχηματισμών που προσομοιάζουν με διαδοχικές πριονωτές οδοντώσεις (Saw Teeth Shaped Zones, Fast Fracture Surfaces (FFS)). Στο σημείο αυτό αξίζει να αναφερθεί ότι οι πριονωτές οδοντώσεις περιμετρικά των κορυφογραμμών απόσχισης αποτελούν ένδειξη εκδήλωσης του μηχανισμού ψαθυροποίησης ο οποίος χαρακτηρίζεται από ενισχυμένη τοπικά πλαστικότητα του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω επίδρασης του πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity-HELP). Για την πραγματοποίηση του φαινομένου αυτού πρέπει να έχει προηγηθεί ετερογενής κατανομή και διακυμαινόμενη ποσοστιαία συμμετοχή του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα. Ο μικροδιαφορισμός και η ετεροτροπία (χωρική ανισοροπία) του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Concentration Profile) αποτελούν τα κυριότερα αίτια που προκαλούν την αύξηση της κινητικότητας των διαταραχών, την ενεργοποίηση των συστημάτων εύκολης ολίσθησης και την υπέρβαση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (Critical Resolved Shear Stress τ_{crss}). Τέλος η stretchzone για τις υψηλότερες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στην περιοχή της ζώνης τήξης χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα περιορισμένο μέσο πλάτος ανάπτυξης, τεθλασμένη πορεία διάδοσης (deflected propagation mode) και σημαντικά αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης δικτύων μικρορωγματώσεων (Εικόνες 233 – 238) [58, 102, 111, 124, 126, 157, 172].

3.18.6 Συγκριτικά διαγράμματα F – CMOD τα οποία προέκυψαν έπειτα από την επιβολή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, σε προδιαμορφωμένα δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, τόσο πριν όσο και έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα.



Διάγραμμα 121: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τέσσερα πανομοιότυπα δοκίμια με εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, εκ των οποίων το ένα δεν είχε υποβληθεί σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης ενώ τα υπόλοιπα τρία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση για πυκνότητες έντασης ρεύματος 10, 20 και 30 mA/cm².

3.18.7 Συγκριτικά διαγράμματα F – CMOD τα οποία προέκυψαν έπειτα από την επιβολή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, σε προδιαμορφωμένα δοκίμια που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65, τόσο πριν όσο και έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα.



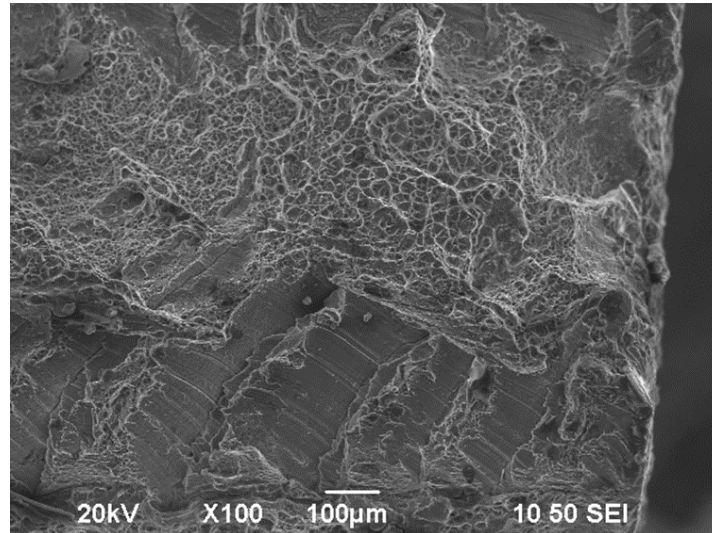
Διάγραμμα 122: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τέσσερα πανομοιότυπα δοκίμια με εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, εκ των οποίων το ένα δεν είχε υποβληθεί σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης ενώ τα υπόλοιπα τρία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση για πυκνότητες έντασης ρεύματος 10, 20 και 30 mA/cm².

3.18.8 Συμπεράσματα ως προς τους μικρομηχανισμούς ψαθυροποίησης που επενεργούν στα κραματικά συστήματα του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης με την ανάπτυξη ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.

Έπειτα από τη διεξαγωγή ηλεκτροχημικής διέγερσης σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με την χαμηλότερη πυκνότητα έντασης ρεύματος (10 mA/cm²), τόσο στην περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65, ο κυριότερος μικρομηχανισμός ψαθυροποίησης ο οποίος φαίνεται να λαμβάνει χώρα βάσει της επισταμένης μελέτης των αντίστοιχων θραυσιγενών επιφανειών, αποτελεί αυτός της εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity – HELP).

Στην περίπτωση αυτή λαμβάνονται επιφάνειες θραύσης οι οποίες έχουν κλιμακωτή δομή οδοντώσεων (SawTeeth/StairLike Morphology) και επιτεδοποιημένα – διακρυσταλλικά μέτωπα απόσχισης (Transgranular Quasi-Cleavage Facets), τα οποία οφείλονται στην τοπική διακύμανση του συντελεστή

Schmid, του παράγοντα Taylor και της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης εντός του μικροδομικού ιστού (μεγέθη τα οποία σχετίζονται άμεσα με την ελάχιστη ενέργεια ενεργοποίησης των επιπέδων ολίσθησης (minimum activation energy of slipsystems) και την έναρξη της μικροπλαστικής παραμόρφωσης (evolution of microplastic deformation fields).



Εικόνα 239: Χαρακτηριστικές μορφολογίες κλιμακωτών οδοντώσεων περιμετρικά των κορυφογραμμών απόσχισης στη θραυσιγενή επιφάνεια της ζώνης τήξης έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτής σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2 .

Σε ό,τι αφορά στην παρατηρούμενη μείωση της συνολικής (μακροσκοπικής) ολκιμότητας, αυτή μπορεί να ερμηνευθεί μέσω ενός μηχανισμού παρεμπόδισης της ολίσθησης (sliptraces) που εκδηλώνεται περιμετρικά των περιοχών εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης. Πιο αναλυτικά, η ενίσχυση της κινητικότητας των διαταραχών λόγω της παρουσίας υδρογόνου και η συνεπαγόμενη διευκόλυνση της πλαστικής διαρροής, ευνοεί την τοπική ολίσθηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κατά μήκος των κύριων επιπέδων κρυστάλλωσης σε επιβαλλόμενη τάση πολύ χαμηλότερη από την τάση γενικής διαρροής του υλικού (slip localization). Αυτό έχει ως αποτέλεσμα η περιοχή του μικρογραφικού ιστού η οποία δεν έχει διαρρεύσει ακόμα να προβάλλει ένα ισχυρό εμπόδιο στην περαιτέρω ολίσθηση, οδηγώντας έτσι στην ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στις τοπολογίες συνεύρεσης μεταξύ του πλαστικοποιημένου και του απαραμόρφωτου υλικού (local hydrostatic stress which dictates the amount of hydrogen accumulation in the stressed lattice relatively to the stress-free lattice). Η δημιουργία ρωγμών έχει ως αποτέλεσμα να προκαλείται σημαντική πτώση στη συνολική ολκιμότητα του συστήματος. Επιπρόσθετα η συγκέντρωση τάσεων στο άκρο των ρωγμών οδηγεί σε συστηματική μείωση του χημικού δυναμικού διάλυσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical potential for hydrogen solubility) και τελικά σε αύξηση της τοπικής συγκέντρωσης αυτού (local hydrogen concentration). Τέλος η παρουσία υδρογόνου προκαλεί υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού μπροστά από τη ρωγή διευκολύνοντας τη διάδοση και τη μεγέθυνση αυτής. Ο σχηματισμός μεγαλύτερων και ταχύτερα διαδιδόμενων ρωγμών οδηγεί σε περαιτέρω μείωση της μετρούμενης παραμόρφωσης έως τη θραύση (Διαγράμματα 121 – 122, Εικόνα 239) [337, 339, 341].

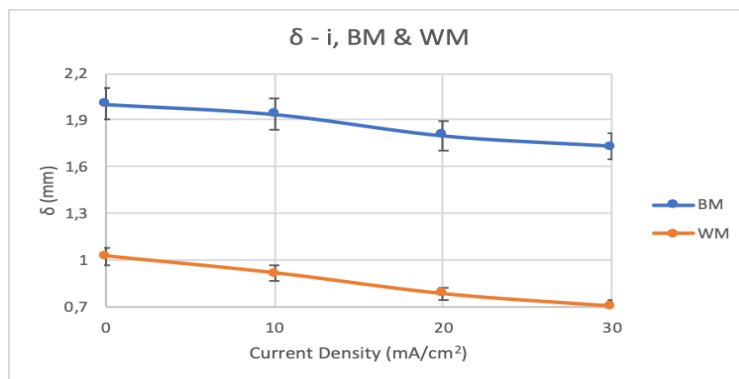
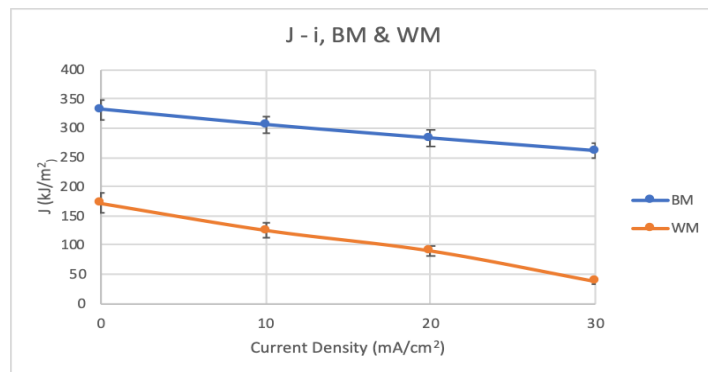
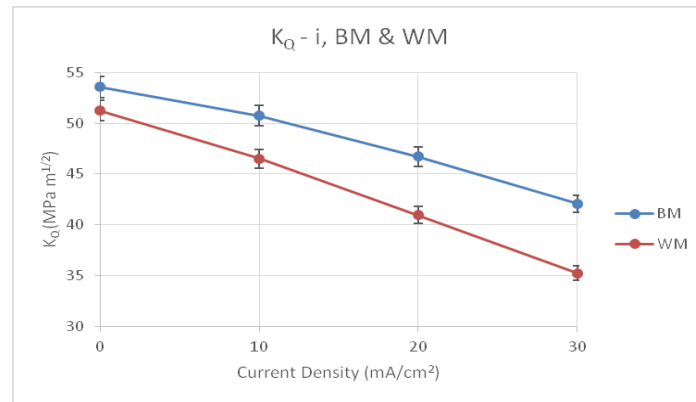
Αντίστοιχα για τις περιπτώσεις κατά τις οποίες μελετήθηκε η μηχανική απόκριση τόσο της περιοχής του μετάλλου βάσης όσο και της περιοχής της ζώνης τήξης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20 και 30 mA/cm²), ως κυριότεροι μικρομηχανισμοί ψαθυροποίησης προσδιορίστηκαν αυτοί της μείωσης της δύναμης κρυσταλλογραφικής συνάφειας (interfacial cohesive strength) λόγω ανάπτυξης ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Decohesion-HEDE due to the evolution of electropulsed atomic hydrogen diffusion fronts) και της πυρηνοποίησης ομάδων φάσεων υδριδίων (Hydride Nucleation and Growth). Για την πρώτη κατηγορία εκδήλωσης του μηχανισμού ψαθυροποίησης τύπου HEDE είναι γνωστό ότι πραγματοποιείται λύση της κρυσταλλογραφικής συνέχειας εξαιτίας της εισχώρησης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού. Οι περιοχές αστοχίας στην περίπτωση αυτή βρίσκονται σε κάποια απόσταση από την επιφάνεια του άκρου της ρωγμής, όπου οι εφελκυστικές τάσεις μεγιστοποιούνται ή ακόμα και στην απόληξη της ρωγμής όπου παρατηρείται συστηματική συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου. Επιπλέον θέσεις πιθανής έναρξης ρωγμάτωσης λόγω του φαινομένου αυτού καθίστανται οι διεπιφάνειες μεταξύ των κατακρημνισμάτων ή άλλων μικρογραφικών συστατικών με τη μεταλλική μητρική φάση, όπως αποτελούν οι νησίδες μαρτενιτικής και ωστενιτικής φάσης (MAs). Τέλος έχει γίνει αποδεκτό ότι αυτός ο μηχανισμός αστοχίας είναι ο κυρίαρχος στην περίπτωση όπου η ρωγμάτωση υποβοηθάται από το εσωτερικό παγιδευμένο μοριακό υδρογόνο (Internal Hydrogen Assisted Cracking, IHAC) και στην περίπτωση όπου η ρωγμάτωση οφείλεται στο υδρογόνο του περιβάλλοντος (Hydrogen Environmental Assisted Cracking, HEAC).

Σε ότι αφορά στην εκδήλωση του δεύτερου μηχανισμού ψαθυροποίησης (Hydride Development) μπορούν να λάβουν μέρος σε αυτή τόσο ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, όσο και μαρτενιτικές μετασταθείς δομές καθώς και ομάδες φάσεων καρβονιτριδίων. Οι φάσεις αυτές πρέπει να έχουν ψαθυρό χαρακτήρα και να σταθεροποιούνται θερμοδυναμικά (thermodynamic stabilization) υπό την ταυτόχρονη επίδραση ισχυρών μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και ανάπτυξης εκτενών εντατικών πεδίων. Το τυπικό χημικοδυναμικό σύστημα το οποίο παρουσιάζει αστοχία μέσω αυτού του μικρομηχανισμού τείνει να σχηματίζει σταθερά υδρίδια απουσία εφαρμοζόμενης τάσης. Επιπρόσθετα τα υδρίδια αυτά πρέπει να παρουσιάζουν θερμοδυναμική σταθερότητα κάτω από συνθήκες υψηλής πίεσης και αυξημένης διαλυτότητας υδρογόνου στο άκρο της ρωγμής.

Αυτός ο μικρομηχανισμός ψαθυροποίησης μπορεί να περιγραφεί ποιοτικά ως εξής. Κάτω από την εφαρμοζόμενη τάση το χημικό δυναμικό του διαλυμένου υδρογόνου μειώνεται στα σημεία συγκέντρωσης εφελκυστικών τάσεων, όπως αποτελούν οι απολήξεις των ρωγμών. Σε αυτές τις τοπολογίες που έχουν χαρακτήρα ελαστικής ιδιομορφίας ευνοείται τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινητικά η κατακρήμνιση των υδριδίων. Ο σχηματισμός υδριδίων συνοδεύεται από μείωση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης για τη μητρική περιοχή και επιτρέπει την ταχύτερη διάδοση των ρωγμών ακόμα και όταν η εφαρμοζόμενη τάση αυξάνεται ελάχιστα. Στην περίπτωση αυτή η ρωγμή διαδίδεται μέσω συνεχών αποσχίσεων του κρυσταλλογραφικού πλέγματος έως ότου δεν υπάρχει πλέον κορεσμός σε υδρογόνο στη διεπιφάνεια του συστήματος υδριδίων - μητρικής φάσης. Σε αυτό το σημείο κυριαρχεί ένας όλκιμος μηχανισμός διάδοσης που προκαλεί την τοπική αύξηση της τιμής K_{IC} , η οποία συνδέεται με τη μείωση του κλασματικού όγκου συμμετοχής των υδριδίων. Κατ' αυτόν τον τρόπο προκαλείται στιγμιαία ακινητοποίηση της ρωγμής μέχρι να δημιουργηθεί υψηλότερη ποσοστιαία συμμετοχή ομάδων φάσεων υδριδίων. Η διαδικασία επαναλαμβάνεται ως έχει καταλήγοντας σε ασυνεχή ανάπτυξη ρωγμών μέσω της θραύσης των υπαρχόντων υδριδίων και το

συνεχή επανασηματισμό νέων υδριδίων στο άκρο των ρωγμών, με την ταυτόχρονη συνεργιστική δράση των ισχυρών εντατικών πεδίων και της συνεχούς ανακατανομής του διαλυμένου υδρογόνου.

3.18.9 Συγκριτική συσχέτιση της μεταβολής των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών K_Q , J , δ_{el} και δ_{pl} μεταξύ δοκιμίων τα οποία είχαν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης χάλυβα X65, πριν και έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτών σε πυκνότητες έντασης ρεύματος 10, 20 και 30 mA/cm², με χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 48 ώρες.

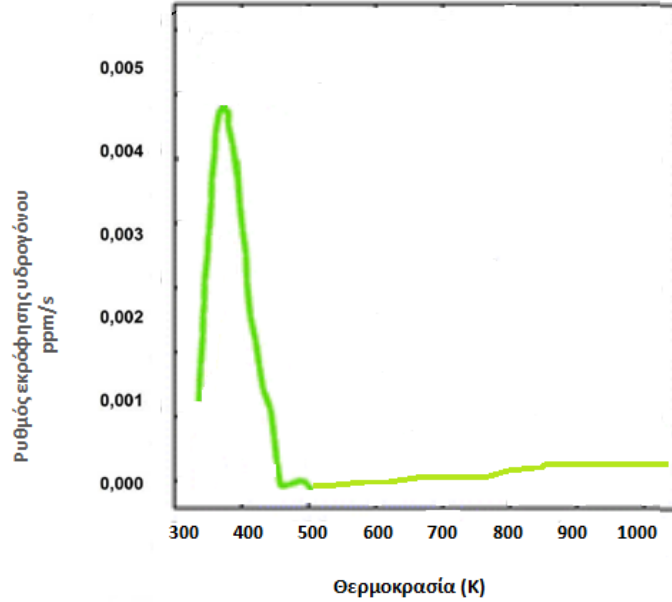


Διάγραμμα 123: Συγκριτική απόδοση μεταβολής των παραμέτρων K_Q , J , δ και για τις δύο θερμοδυναμικές περιοχές μελέτης συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

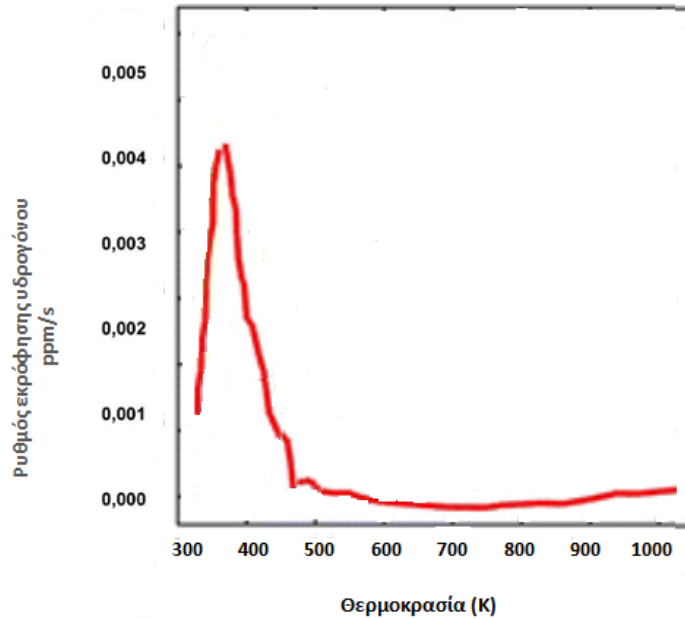
Πίνακας 39: Συγκεντρωτικές τιμές μηχανικών μεγεθών έπειτα από την διεξαγωγή ημιστατικής καταπόνησης CTOD, τόσο πριν όσο και μετά από την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον υδρογόνου.

Μέγεθος		KQ (MPa m ^{1/2})		J (kJ/m ²)		δ (m)	
Περιοχή ανάλυσης		Μέταλλο Βάσης					
Συνθήκες	# Δοκιμίου	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O
Αέρας	BM	54,45757	53,57 ±1,31	333,0875	331,09 ±1,78	0,00227	0,00200 ±0,00024
	BM1_2	52,0674		330,504		0,001951	
	BM1_5	54,18801		329,6687		0,001792	
10 mA/cm ²	BM1_1	49,55077	50,75 ±1,16	301,3986	305,06 ±6,04	0,001963	0,00194 ±0,00029
	BM1_3	50,8191		301,7447		0,001947	
	BM1_4	51,86839		312,0319		0,001906	
20 mA/cm ²	BM1_6	45,61508	46,71 ±1,10	277,6163	279,73 ±2,45	0,001857	0,00180 ±0,00050
	BM1_8	46,70664		282,4176		0,001779	
	BM1_9	47,81929		279,1436		0,001763	
30 mA/cm ²	BM1_7	42,07863	42,29 ±0,37	260,704	258,67 ±1,81	0,001705	0,00173 ±0,00054
	BM1_8	42,08357		258,092		0,001742	
	BM1_9	42,72056		257,2175		0,00175	
Περιοχή ανάλυσης		Ζώνη Τήξης					
Συνθήκες	# Δοκιμίου	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O
Αέρας	WM	53,05112	51,26 ±1,59	156,895	160,86 ±3,44	0,001017	0,00103 ±0,00020
	WM1_2	50,02991		162,9223		0,00101	
	WM1_8	50,68871		162,7654		0,001047	
10 mA/cm ²	WM1_1	45,18896	46,49 ±1,15	94,63212	97,67 ±3,14	0,000939	0,000918 ±0,00052
	WM1_4	46,91139		97,47015		0,000859	
	WM1_5	47,38096		100,9033		0,000955	
20 mA/cm ²	WM1_3	43,05479	42,96 ±0,33	78,70397	78,69 ±0,16	0,000672	0,000786 ±0,00012
	WM1_7	42,58815		78,51994		0,000914	
	WM1_10	43,23759		78,83857		0,000771	
30 mA/cm ²	WM1_6	38,47021	38,58 ±0,34	58,49208	58,69 ±0,47	0,000683	0,000706 ±0,00020
	WM1_9	38,96314		59,22267		0,000718	
	WM1_11	38,30937		58,34475		0,000718	

3.19 ΜΕΤΡΗΣΗ ΠΑΓΙΔΕΥΜΕΝΟΥ ΜΟΡΙΑΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΥ ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ ΘΕΡΜΙΚΗΣ ΕΚΡΟΦΗΣΗΣ (THERMAL DESORPTION SPECTROSCOPY/TDS)



(a)



(b)

Εικόνα 240: Μελέτη μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (a) του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό της ζώνης τήξης χάλυβα X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση Ex – Situ σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm², (b) του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό του μετάλλου βάσης χάλυβα X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση Ex – Situ σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm²

Μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy) προσδιορίστηκε η συγκέντρωση του μοριακού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης του χάλυβα X65. Ο ρυθμός θέρμανσης ο οποίος εφαρμόστηκε ήταν $0.17\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ και μελετήθηκε το θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των 300 και 1000 K. Συγκεκριμένα για το κραματικό σύστημα της περιοχής της ζώνης τήξης προσδιορίστηκε έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα $10\text{ mA}/\text{cm}^2$ περιεκτικότητα προσροφημένου υδρογόνου 0.94 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 20 και των $30\text{ mA}/\text{cm}^2$ η περιεκτικότητα υδρογόνου έφθασε τα 2.6 και 3.9 ppm αντίστοιχα. Κατ' ανάλογο τρόπο για το κραματικό σύστημα του μετάλλου βάσης προσδιορίστηκε έπειτα από καθοδική πόλωση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα $10\text{ mA}/\text{cm}^2$ περιεκτικότητα υδρογόνου της τάξης των 0.22 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 20 και των $30\text{ mA}/\text{cm}^2$ η περιεκτικότητα υδρογόνου έφθασε τα 0.66 και 1.04 ppm αντίστοιχα. Αποδεικνύεται λοιπόν για ακόμη μια φορά ότι στο μικρογραφικό ιστό της ζώνης τήξης ενεργοποιούνται πολλαπλά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού (high energy deep traps), συγκριτικά με το μικρογραφικό ιστό του μετάλλου βάσης, όπου η διάχυση του ατομικού υδρογόνου ευνοείται τόσο θερμοδυναμικά όσο και ηλεκτροκινητικά, καθώς οι πολυγωνικοί - ισαξονικοί/φερριτικοί και μπαινιτικοί κόκκοι ενισχύουν τη χωρική ισοτροπία ως προς τη γεωμετρική ανάπτυξη των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης και των καναλιών μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (Εικόνα 240).

3.20 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

1. Ο μικροδομικός ιστός του μετάλλου βάσης X65 στοιχειοθετείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή με συμμετοχή περλιτικών νησίδων και μικρογραφικών συστατικών αποτελούμενων από συνδυασμό μαρτενιτικής και ωστενιτικής φάσης (MAs Constituents). Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων τόσο της φερριτικής όσο και της μπαινιτικής δομής μετρήθηκε μέσω ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας ImageJ και της τεχνικής EBSD περίπου ίσο με $10.5\text{ }\mu\text{m}$ (± 1). Επιπρόσθετα παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, όπως επιβεβαιώνεται και από τη διεθνή βιβλιογραφία, παρατηρήθηκε μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων η ανάπτυξη μακροδιαφορισμού αναφορικά με τα κραματικά στοιχεία Mn, Al και τα καρβιδιογόνα στοιχεία Mo, V, Nb, Ti. Το παραπάνω γεγονός συντελεί στην εντοπισμένη συνεισφορά υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων, όπως το σφαιροειδούς μορφολογίας θείουχο μαγγάνιο (MnS) και οι χονδροκρυσταλλικές ομάδες φάσεων οξειδίων $\text{Al}_2\text{O}_3 / (\text{Al,Ca})_x\text{O}_y$, με γωνιώδη μορφολογία. Ταυτόχρονα παρατηρήθηκε ανάπτυξη λεπτοκρυσταλλικών καρβιδίων με επικρατέστερες στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες αυτές του TiC, MoC, NbC και VC.
2. Στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της συγκόλλησης διαπιστώθηκε ότι επικρατεί ο ημιπολυγωνικός και ο πολυγωνικός φερρίτης (semi – polygonal and polygonal ferritic lands) σε συνδυασμό με χονδροκρυσταλλικό περλίτη και ανώτερο μπαινίτη με κοκκώδη ή φτεροειδή μορφολογία (feather – like morphology). Επιπρόσθετα εμφανής κατέστη και η ανάπτυξη τόσο των μετασταθών φερριτικών δομών (αλλοτριόμορφος και Widmanstätten φερρίτης) όσο και του λεπτοκρυσταλλικού εκφυλισμένου περλίτη. Από το μικροδομικό ιστό της περιοχής αυτής απουσίαζε ο κατώτερος

μπαινίτης (είτε βελονοειδούς είτε πλακοειδούς μορφολογίας), η μαρτενσιτική φάση και τα μικρογραφικά συστατικά τύπου MAs. Εμφανής ακόμη ήταν η σημαντική αύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής δομής ($d_{av}=35 \mu\text{m} \pm 2$), ενώ παρατηρήθηκε και μη αμελητέο κλάσμα όγκου συμμετοχής θειούχου μαγγανίου MnS και οξειδίων του αλουμινίου, τα οποία συμμετείχαν με ετερογενή διασπορά εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού.

3. Στη ζώνη τήξης διαπιστώθηκε η ύπαρξη πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής, οι οποίες χαρακτηρίζονται από δενδριτικούς και ισοαξονικούς κόκκους αντίστοιχα. Η πρώτη προέρχεται από την τήξη και επαναστερεοποίηση του προς συγκόλληση μετάλλου, ενώ η δεύτερη έχει επιπρόσθετα επηρεασθεί θερμικά από την εκτέλεση των μεταγενέστερων κορδονιών, με αποτέλεσμα την τοπική ανόπτηση ανακρυστάλλωσης της δεδομένης περιοχής. Τα βασικά μικροδομικά συστατικά που ταυτοποιήθηκαν εντός της πρωτογενούς δομής της ζώνης τήξης χάλυβα X65 ήταν τα εξής: Βελονοειδής φερρίτης, αλλοτριόμορφος φερρίτης, φερρίτης Widmanstätten, πολυγωνικός φερρίτης, ανώτερος - κατώτερος μπαινίτης, λεπτοκρυσταλλικός και χονδροκρυσταλλικός περλίτης. Πιο συγκεκριμένα, ο βελονοειδής φερρίτης συμμετείχε με επικρατέστερη τοπολογία πυρηνοποίησης τις περατωτικές επιφάνειες των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS, Al_2O_3). Ο αλλοτριόμορφος φερρίτης παρατηρήθηκε να αναπτύσσεται στη πρωτογενή μικροδομή σε διακλαδώσεις και να χαρακτηρίζεται από κολονοειδή μορφολογία. Αντίστοιχα, ο φερρίτης Widmanstätten φάνηκε να εκτείνεται με προσανατολισμό περί τις 70° κλίση, ως προς τον άξονα συμμετρίας των δενδριτών του αλλοτριόμορφου φερρίτη.
4. Μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ ταυτοποιήθηκε τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για τη ζώνη τήξης ως κύρια συμμετέχουσα δομή μονάχα η φερριτική φάση. Το αποτέλεσμα αυτό συνάδει με το γεγονός ότι για τις φάσεις του φερρίτη και του μαρτενσίτη καθώς και για τα μικρογραφικά συστατικά του ανώτερου και του κατώτερου μπαινίτη οι κύριες κορυφές περίθλασης παρουσιάζουν υψηλό βαθμό αλληλεπικάλυψης (overlapping), με αποτέλεσμα να μην καθίσταται δυνατή η διακριτοποίησή τους για σχετικά υψηλούς ρυθμούς σάρωσης των γωνιών περίθλασης (diffraction angle rate).
5. Επιπρόσθετα το περιορισμένο ύψος των κύριων κορυφών Περίθλασης για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με τις αντίστοιχες του μετάλλου βάσης σχετίσθηκε με τη μείωση της έντασης κρυστάλλωσης της μητρικής δομής για την δεδομένη περιοχή, ενώ η μετατόπιση αυτών σε μεγαλύτερες γωνίες περίθλασης αποδόθηκε στην ανάπτυξη εκτεταμένου πεδίου εφελκυστικών παραμενουσών τάσεων και παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης.
6. Η κατανομή της μικροσκληρότητας χαρακτηρίσθηκε από χαμηλότερες τιμές για την περιοχή πλησίον της άνω επιφάνειας της συγκόλλησης (ZT: $220 \pm 3\text{HV}$, ΘEZ: $195 \pm 2\text{HV}$), καθώς στη δεδομένη περιοχή ο κλασματικός όγκος συμμετοχής της δευτερογενούς - ανακρυσταλλωμένης μικροδομής ήταν αρκετά αυξημένος εν συγκρίσει με αυτόν της πρωτογενούς μικροδομής (αναλογία συμμετοχής 65/35). Αντίθετα στην περιοχή πλησίον της κάτω επιφάνειας της συγκόλλησης, η ποσοστιαία συμμετοχή της πρωτογενούς μικροδομής κρίθηκε ως σημαντικά

υψηλότερη από αυτήν της δευτερογενούς (αναλογία συμμετοχής 70/30), με αποτέλεσμα η μικροσκληρότητα να λάβει υψηλότερες τιμές (ΖΤ: 245 ± 2 HV, ΘΕΖ: 205 ± 2 HV).

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗΝ ΕΠΙΒΟΛΗ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΠΕΔΙΟΥ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟΥ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

7. Σε ότι αφορά στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των περιοχών του μετάλλου βάσης, της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης τήξης, παρατηρήθηκε αύξηση των απολύτων τιμών αυτής με την επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ του πεδίου τιμών των 10 και των 30 mA/cm² κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης. Τον υψηλότερο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας τον παρουσίασε η περιοχή της ζώνης τήξης και τον χαμηλότερο η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm². Η αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας για όλα τα κραματικά συστήματα αποδόθηκε στην αλληλεπίδραση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών με τις ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου, στη δημιουργία υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματοκένων και στην ανάπτυξη εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής εντός της μητρικής δομής, παράγοντες οι οποίοι λειτουργούν συνεργιστικά ως προς την αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης και του ορίου διαρροής στις επιφανειακές στιβάδες των μεταλλικών υλικών.
8. Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης παρατηρήθηκε αντίστοιχη αύξηση και του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από τοπολογίες συστηματικής συσσώρευσης αυτού, για όλες τις επιμέρους περιοχές μελέτης επί του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65. Το μεγαλύτερο βαθμό χρονικής υστέρησης κατά την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης τον παρουσίασε συστηματικά η περιοχή της ζώνης τήξης, ενώ η θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίστηκε από το μικρότερο χρονικό κατώφλι παραμονής σε ότι αφορά στην ενεργοποίηση του φαινομένου αυτού. Το τελευταίο στοιχείο μπορεί να αποδοθεί εύκολα στο γεγονός ότι τα διευρυμένα όρια κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης λειτουργούν ως ενεργά κανάλια αντιστρεπτής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου.
9. Σε ότι αφορά στα βάθη διείδυσης διαπιστώθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης αυξάνει συστηματικά και με μη γραμμικό τρόπο η έκταση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και των τριών επιμέρους περιοχών ανάλυσης. Η μέγιστη τιμή του βάθους διείδυσης αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και η ελάχιστη στην περιοχή της ζώνης τήξης, με την περιοχή του μετάλλου βάσης να λαμβάνει ενδιάμεσες τιμές.

10. Σε όλες τις περιπτώσεις ο συντελεστής διάχυσης αύξανε συνεχόμενα με την αύξηση της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου και μάλιστα κινηματικά ο ρυθμός μεταβολής αυτού κρίθηκε μεγαλύτερος κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm², συγκριτικά με τη μεταβολή που τον χαρακτήριζε κατά την μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm². Συνολικά όπως άλλωστε ήταν αναμενόμενο τις υψηλότερες τιμές των συντελεστών διάχυσης τους παρουσίασε συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και τις χαμηλότερες η περιοχή της ζώνης τήξης.
11. Τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη και τη ζώνη τήξης παρατηρήθηκε συνεχής αυξητική τάση ως προς τη μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος. Η περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης χαρακτηρίστηκαν κινηματικά από υψηλότερο ρυθμό μεταβολής των τιμών της επιφανειακής τραχύτητας, καθώς και από υψηλότερες απόλυτες τιμές αυτής, εν συγκρίσει με την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Το γεγονός αυτό αποδόθηκε στην λεπτοκρυσταλλική διάταξη του μικρογραφικού ιστού που τις χαρακτηρίζει καθώς και στον υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής εντός αυτού μικροδομικών συστατικών και φάσεων με υψηλό βαθμό θερμοδυναμικής μεταστάθειας και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από δίκτυα διαταραχών (αλλοτριόμορφος φερρίτης, φερρίτης Widmanstätten, κατώτερος μπαινίτης).
12. Τη μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων την παρουσίασε η θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης τήξης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 30 mA/cm². Το κραματικό αυτό σύστημα όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω χαρακτηρίζεται από τον υψηλότερο κινηματικό τελεστή πέδησης ως προς το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης, με αποτέλεσμα τη συστηματική συσσώρευση και παγίδευση του ατομικού υδρογόνου, σε τοπολογίες με αυξημένη θερμοδυναμική μεταστάθεια και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής διαταραχών, που οδηγούν σε εκτεταμένη ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου φουσαλίδας. Αντίθετα η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης χαρακτηρίστηκε από τα χαμηλότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων, καθώς λόγω της μεγέθυνσης των κόκκων και των πεπλατυσμένων ορίων διασύνδεσης μεταξύ αυτών, καταλύεται εντός αυτής η μετανάστευση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically controlled atomic hydrogen migration effect), με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται η παγίδευση του μοριακού υδρογόνου και ο μηχανισμός δημιουργίας φλυκταινών.
13. Η ζώνη τήξης η οποία χαρακτηρίστηκε από τους χαμηλότερους συντελεστές διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και παρουσίασε αυξημένη τάση για επαναλαμβανόμενη και συστηματική συσσώρευση του μοριακού υδρογόνου σε σχηματισμούς τύπου φλύκταινας, απέδωσε και τις μέγιστες τιμές σε ότι αφορά το μέγιστο μήκος και το πλάτος των μικρορωγματώσεων. Ενδιάμεσες τιμές του μήκους και του πλάτους των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων (branched microcrack networks) φάνηκε να λαμβάνει η περιοχή του μετάλλου βάσης, η οποία χαρακτηρίστηκε για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή διάχυσης και της επιφανειακής τραχύτητας. Τέλος η θερμικά

επηρεασμένη ζώνη προσδιορίσθηκε από τα μικρότερα μήκη και πλάτη ανάπτυξης των μικρορωγματώσεων, καθώς οι υψηλοί συντελεστές διάχυσης και το αυξημένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical potential for migration effect of atomic hydrogen) που την χαρακτηρίζουν δεν επιτρέπουν την ανάπτυξη εκτεταμένων πεδίων συσσώρευσης των μικροπλαστικών ζωνών και των ταινιών ολίσθησης, με αποτέλεσμα η εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγματώσης να λαμβάνει μικρότερη ένταση και έκταση.

14. Μέσω παρατήρησης του τοπογραφικού αναγλύφου, σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, κατέστη δυνατός ο προσδιορισμός της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης και της πορείας διάδοσης των μικρορωγματώσεων, τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2 . Και για τις δύο αυτές περιοχές μελέτης εμφανής κατέστη η τεθλασμένη πορεία διάδοσης των διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή (stepwise cracking). Οι μικρορωγματώσεις αυτές διαπιστώθηκε ότι αναπτύσσονταν περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων, όπου πραγματοποιείτο τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων λόγω υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (reinforcing super imposition of stress fields due to hydrogen super saturation effect).
15. Μέσω μελέτης των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας, τα οποία είχαν ληφθεί, τόσο από την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και από την περιοχή της ζώνης τήξης, δοκιμίων που είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm^2 , ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeH_3 . Ευδιάκριτη ήταν ακόμη η μείωση της έντασης κρυστάλλωσης των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής φάσης καθώς και η μετατόπιση αυτών σε χαμηλότερες γωνίες Περίθλασης. Η μετατόπιση αυτή υποδηλοί την παρουσία ισχυρού πεδίου παραμενουσών θλιπτικών τάσεων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της ανάπτυξης ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (μέσω ανάλυσης με τη μέθοδο Rietveld).
16. Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να αυξάνει ανάλογα και γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές της συγκόλλησης, ενώ ο υψηλότερος ρυθμός μεταβολής αυτής προσδιορίσθηκε σε όλες τις περιπτώσεις κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm^2 . Η μικρότερη τιμή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των σχηματισμών αυτών αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης συστηματικά στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλό χημικό δυναμικό διάλυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και από υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Αντίθετα η ζώνη τήξης χαρακτηρίσθηκε από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων, με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών, οι οποίες λειτουργούν φυσικοχημικά ως ενεργά πεδία συσσώρευσης του ατομικού

υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού (thermodynamic and electrokinetic potential limit for trapping effect)

17. Τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης παρατηρήθηκε με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, από τα 10 στα 30 mA/cm², σημαντική μεταβολή ως προς τη μορφολογία των φλυκταινών υδρογόνου. Και στις δύο περιπτώσεις ενώ οι φλύκταινες υδρογόνου χαρακτηρίζονταν αρχικά από σφαιρική μορφολογία (που προσομοιάζε σε τρούλο), με ετερογενή κατανομή και μέσο μέγεθος ανάπτυξης, με την εντατικοποίηση των επιβαλλόμενων συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης παρατηρήθηκε η πυρηνοποίηση επιπεδοποιημένων σχηματισμών, με επιμήκη μορφολογία (elongated blisters). Οι σχηματισμοί αυτοί φάνηκε να πυρηνοποιούνται περιμετρικά τοπολογιών οι οποίες χαρακτηρίζονται ως ενεργειακά αναβαθμισμένες, όπως αποτελούν τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων (triple junction), τα διαφασικά όρια με περιορισμένη διασυνδετική συνάφεια (όπως αποτελούν οι περατωτικές διεπιφάνειες μεταξύ των φερριτικών και των μπαινιτικών νησίδων) καθώς και τα όρια – υποόρια κόκκων και διδυμιών με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (misorientation angle distribution factor).
18. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να μειώνεται συνεχώς με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Η μέγιστη τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκε για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος στην περιοχή της ζώνης τήξης. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίστηκε από ενδιάμεσες τιμές του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου, ενώ το μικρότερο μέσο μέγεθος ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκε στο θερμοδυναμικό σύστημα της περιοχής του μετάλλου βάσης, τόσο στις χαμηλότερες όσο και στις υψηλότερες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗ ΔΙΕΞΑΓΩΓΗ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD ΓΙΑ ΠΡΟΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΤΑ ΟΠΟΙΑ ΕΙΧΑΝ ΕΓΚΟΠΗ ΕΙΤΕ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΟΥ ΜΕΤΑΛΛΟΥ ΒΑΣΗΣ ΕΙΤΕ ΣΤΗΝ ΠΕΡΙΟΧΗ ΤΗΣ ΖΩΝΗΣ ΤΗΞΗΣ

19. Με βάση τα αποτελέσματα των χαρακτηριστικών καμπυλών F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή της δοκιμής CTOD, τόσο για δοκίμια που δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση, όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρήθηκε συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα και περιορισμένο δυναμικό απορρόφησης ενέργειας για την περιοχή της ζώνης τήξης, σε σύγκριση με αυτήν της περιοχής του μετάλλου βάσης. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ο ρυθμός μεταβολής της πτώσης της δυσθραυστότητας κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με αυτόν που αντιστοιχεί στην περιοχή του μετάλλου βάσης.

20. Οι διακυμάνσεις επί των λαμβανόμενων τιμών της παραμέτρου J_m εντός της περιοχής της ζώνης τήξης έγινε κατανοητό ότι οφείλονται κατά κύριο λόγο στο γεγονός ότι η ρωγμή κατά τα πρώτα στάδια της διάδοσής της αλληλεπιδρά ασταθώς με συνεχώς διαφοροποιούμενα μικρογραφικά συστατικά λόγω της συνδυασμένης ύπαρξης εντός αυτής πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής αντίστοιχα.

21. Αναφορικά με το ρυθμό μεταβολής της μείωσης των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα λόγω της ψαθυροποίησης υδρογόνου υπολογίσθηκαν και για τις τρεις περιοχές ανάλυσης τα ακόλουθα:

➤ Μέταλλο βάσης χάλυβα X65

Για το μέγεθος K_Q από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 5,26%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,97%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 9,46%.

Για το μέγεθος J από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,86%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 8,30%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,53%.

Για το μέγεθος δ από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,00%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,22%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,89%.

➤ Ζώνη τήξης χάλυβα X65

Για το μέγεθος K_Q από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 9,31%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,59%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,20 %.

Για το μέγεθος J από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 39,28%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 19,43%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 25,42%.

Για το μέγεθος δ από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,87%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 14,38%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,18%.

22. Σε ότι αφορά στις θραυσιγενείς επιφάνειες δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση τύπου CTOD χωρίς προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα και τα οποία είχαν προδιαμορφωμένη εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης παρατηρήθηκαν τα ακόλουθα: Και για τις δύο περιπτώσεις δοκιμών το τμήμα το οποίο είχε αστοχήσει λόγω επιβολής

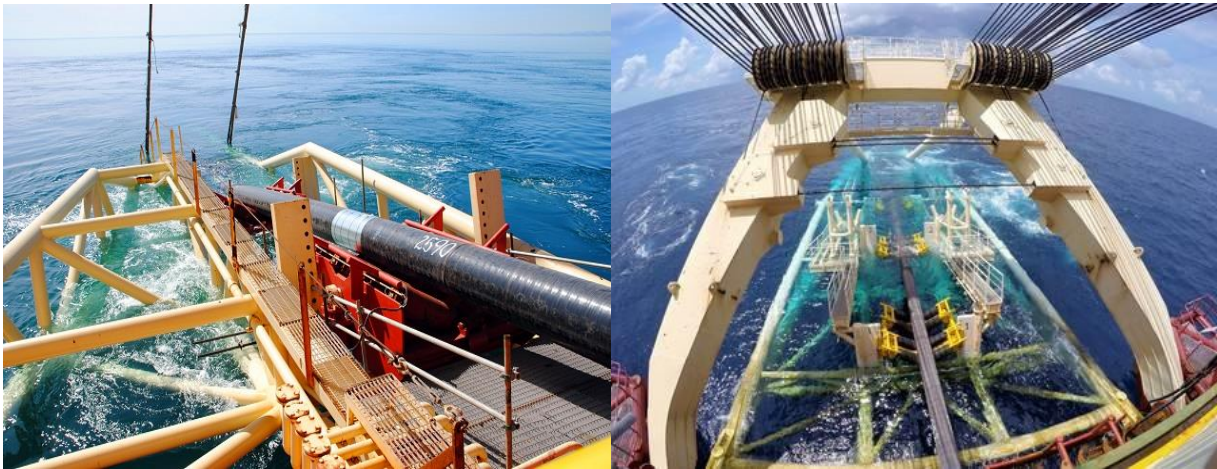
εκτεταμένων κοπωτικών φορτίσεων χαρακτηριζόταν από την ανάπτυξη σχηματισμών ιδιάζουσας μορφολογίας, η οποία προσομοιάζει σε ραβδώσεις και αποδίδεται στην εισχώρηση και την εξώθηση των προτιμητέων επιπέδων ολίσθησης από το κρυσταλλογραφικό πλέγμα (intrusion and extrusion of crystallographic planes – development of striations). Εμφανή κατέστησαν ακόμη τα επιπεδοποιημένα, καμπύλα και στυλπνά μέτωπα προώθησης των παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης, τα οποία ονομάζονται beachmarks. Για την περίπτωση μελέτης δοκιμίων όπου η ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής πραγματοποιήθηκε εντός της θερμοδυναμικής περιοχής της ζώνης τήξης, οι σχηματισμοί αυτοί χαρακτηρίζονταν από υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής και εντονότερο τοπογραφικό ανάγλυφο, εν συγκρίσει με τους αντίστοιχους αναπτυχθέντες σχηματισμούς σε δοκίμια όπου η διάδοση της ρωγμής έλαβε χώρα στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Επίσης στην περιοχή της ζώνης τήξης το μέτωπο όπου 'σβήνει' η επίδραση της κόπωσης (stretchzone/blunting of fatigue effect) ήταν λιγότερο ευδιάκριτο συγκριτικά με το αντίστοιχο για την περιοχή του μετάλλου βάσης, καθώς είχε μειωμένο πλάτος ανάπτυξης και μη ευθύγραμμη πορεία διάδοσης. Τέλος και για τα δύο είδη δοκιμίων η περιοχή που έχει αστοχήσει λόγω εφαρμογής εκτεταμένων πεδίων καμπτικής παραμόρφωσης χαρακτηρίστηκε από υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή κρατήρων. Η διαφοροποίηση σχετίστηκε με το γεγονός ότι ενώ οι κρατήρες αυτοί για την περιοχή του μετάλλου βάσης είχαν σφαιρική μορφολογία και σχετικά ομοιογενές μέσο μέγεθος ανάπτυξης, στην περίπτωση της περιοχής της ζώνης τήξης εμφανίζονταν με γωνιώδη μορφολογία, μικρότερο βάθος έκτασης και ισχυρή ανομοιογένεια ως προς την κατανομή τους.

23. Σε ότι αφορά στα δοκίμια τα οποία είχαν προδιαμορφωμένη εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, παρατηρήθηκε η ανάπτυξη ισχυρών πεδίων μικροδιαφορισμού ως προς τα κραματατικά στοιχεία του Ni και του Mn, η οποία οδήγησε σε αυξημένο κλασματικό όγκο συμμετοχής μικρογραφικών συστατικών τύπου MAs, επιδρώντας ενισχυτικά ως προς την κινητική της διάδοσης των μικρορωγματώσεων έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Ως ενεργά κέντρα κατάλυσης της ανάπτυξης των μικρορωγματώσεων φαίνεται να λειτούργησαν οι περατωτικές απολήξεις των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS και Al_2O_3), όπου παρατηρήθηκε τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο και τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (hydrogen super saturation of crystal structure and reinforcing super imposition of microplastic sliding fields).
24. Για αντίστοιχα δοκίμια με τα προαναφερθέντα τα οποία είχαν υποβληθεί σε υδρογονωμένο πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης διαπιστώθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αποδίδεται συστηματική αύξηση του κλασματικού όγκου συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών μορφολογίας κοίτης ποταμού (riverpattern) εντός της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω εφαρμογής καμπτικής καταπόνησης. Η περιοχή η οποία είχε υποβληθεί σε καταπόνηση έναντι εκτεταμένων παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης, χαρακτηρίστηκε από συνεχώς αυξανόμενη ποσοστιαία συμμετοχή βαθμιδωτών και εναλλασσόμενων πεδίων αποσχιστικής διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (flattened quasi - cleavage facets).

25. Επιπρόσθετα για τα δοκίμια τα οποία είχαν προδιαμορφωμένη εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, παρατηρήθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αναπτυσσόταν στην περιοχή η οποία έχει αστοχήσει λόγω επιβολής εκτεταμένων πεδίων καμπτικής παραμόρφωσης περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής κρατήρων, με αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης, μικρό βάθος έκτασης και γωνιώδη μορφολογία (elongated flattened dimples). Το γεγονός αυτό προκύπτει από την εξέλιξη του μηχανισμού της συνένωσης πληθώρας μικρότερων κρατήρων, ο οποίος οδηγεί ταυτόχρονα σε ισχυρή ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών. Επιπρόσθετα για αυξανόμενες εντάσεις ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα διαδοχικά και αλληλεπιδρώντα μέτωπα της κόπωσης (sequential and intergradated fatigue facets) φάνηκε να χαρακτηρίζονται από συνεχώς εντονότερη επιπεδότητα και στιλπνότητα (ένδειξη ψαθυροποίησης), με ταυτόχρονα υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής σχηματισμών οι οποίοι προκύπτουν έπειτα από εκτεταμένη διάτμηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος π (quasi-cleavage facets), σχηματισμών οι οποίοι μορφολογικά προσομοιάζουν σε δάκρυ (tearing topography surfaces), καθώς και σχηματισμών οι οποίοι προσομοιάζουν με διαδοχικές πριονωτές οδοντώσεις (sawteeth shaped zones, fast fracture surfaces (FFS)).
26. Συνολικά συμπεραίνεται τόσο για τα δοκίμια τα οποία είχαν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για αυτά που είχαν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης ότι με την αύξηση του επιβαλλόμενου πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης αύξανε εκθετικά ο κλασματικός όγκος συμμετοχής των ψαθυροποιητικών σχηματισμών ενώ περιοριζόταν σημαντικά η ποσοστιαία συμμετοχή των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης.
27. Τέλος ευκρινής κρίθηκε τόσο για την περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την επιβολή της υψηλότερης τιμής της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (30 mA/cm^2), η ανάπτυξη πολλαπλών πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων, με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού (fish – eye microvoids), παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης και περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων.

Εν κατακλείδι η περιοχή της ζώνης τήξης κρίθηκε ως ιδιαίτερα επιρρεπής έναντι της εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων λόγω διάχυσης υδρογόνου εντός του δεδομένου ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος, με αποτέλεσμα τη συστηματική υποβάθμιση της μηχανικής της ακεραιότητας (loss of mechanical integrity) και την καθοριστική μείωση των κρίσιμων μηχανικών χαρακτηριστικών μεγεθών τα οποία σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα αυτής. Επίσης η κινηματική μελέτη της ανάπτυξης των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού της ζώνης τήξης έδειξε ότι ο ρυθμός μεταβολής της μείωσης των μηχανικών αντοχών (K_Q) καθώς και της ικανότητας απορρόφησης ενέργειας αυτής (J) μεγιστοποιείται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των πεδίων τιμών $0 - 10 \text{ mA/cm}^2$ (εκκίνηση του ηλεκτροχημικού φαινομένου) και $20 - 30 \text{ mA/cm}^2$ (ηλεκτροδυναμική και χημικοκινητική κατάλυση των ημιαντιδράσεων αναγωγής των υδρογονοκατιόντων).

4. Πειραματικό Μέρος: Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων για υποθαλάσσιες εφαρμογές (subsea or submarine pipelines)



Στο συγκεκριμένο κεφάλαιο μελετήθηκε το φαινόμενο της ψαθυροποίησης χαλύβδινων σωληνώσεων X52, X65 και X70 μεταφοράς καυσίμου σε υγρή φάση (πετρελαιοειδή) και αέρια φάση (υδρογονάνθρακες) για περιπτώσεις εφαρμογών σε υποθαλάσσιες εγκαταστάσεις (subsea pipelines), όπου ακολουθούνται οι απαιτήσεις που θέτουν οι κυριότεροι φορείς διαπίστευσης DNV-RP-C205, DNV-RP-F101, DNV-RP-F102, και DNVGL-RP-F103. Οι σωληνώσεις αυτές υπόκεινται σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία σε συνεχή καμπτική καταπόνηση, και ολιγοκυκλική κόπωση υπό τη συνδυασμένη δράση του φαινομένου της ψαθυροποίησης υδρογόνου, τόσο στην εσωτερική όσο και στην εξωτερική τους επιφάνεια, ενώ ταυτόχρονα σημαντικό ρόλο στην υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του συστήματος διαδραματίζουν η τοπική παλινδρόμηση και η εναλλασσόμενη ταχύτητα ροής του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Κυριότερο στόχο της παρούσας μελέτης αποτέλεσε ο προσδιορισμός της επίδρασης της εισδοχής τόσο του μοριακού όσο και του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα των χαλύβων X52, X65 και X70 ως προς τα κυριότερα μηχανικά μεγέθη που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα (K_{IC} , J, CTOD). Ακόμη αναλύθηκαν οι μικρομηχανισμοί αστοχίας οι οποίοι λειτουργούν συνεργιστικά ως προς την εκδήλωση του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου και στη συνέχεια αυτοί συσχετίστηκαν με τα μικρογραφικά συστατικά και τις φάσεις που στοιχειοθετούν το μικροδομικό ιστό του εκάστοτε κραματικού συστήματος καθώς και με τις συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης, μέσω της εκτεταμένης θραυστογραφικής μελέτης σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης.

Τα συγκεκριμένα είδη χαλύβων ανήκουν στην ευρύτερη κατηγορία χαλύβων υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης (High Strength Low Alloy-HSLA) και ο μικρογραφικός ιστός τους χαρακτηρίζεται από μικτή φερριτική – περλιτική – μπαινιτική, φερριτοπερλιτική και φερριτομπαινιτική δομή αντίστοιχα. Και στα τρία είδη χαλύβων ταυτοποιήθηκε η ύπαρξη ομάδων φάσεων καρβιδίων και καρβονιτριδίων του Ti και του Nb, οι οποίες συνεισφέρουν συστηματικά στη σκλήρυνση αυτών μέσω του μηχανισμού της παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών (Dislocation Pinning Effect). Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων με στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες MnS και Al_2O_3 , καθώς και αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά μικρογραφικών συστατικών αποτελούμενων από νησίδες ωστενίτη – μαρτενσίτη, με συγκεκριμένη σχέση προσανατολισμού (MAs microconstituents) και πεδίων μικροδιαφορισμού σε Mn, V, Ti, Al παράλληλα στον άξονα της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoplastic deformation axis).

Για να πραγματοποιηθεί η προσομοίωση των λειτουργικών συνθηκών οι οποίες αναπτύσσονται στις υποθαλάσσιες εγκαταστάσεις σωληνώσεων μεταφοράς καυσίμου με απόλυτη πιστότητα (subsearipelines), σε πρώτο στάδιο έλαβε χώρα η κοπωτική φόρτιση των δοκιμών σε περιβάλλον αέρα με στόχο την ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής (BS7448, ISO 12135 και DNV – ST – F101) και στη συνέχεια διεξήχθη η ελαστική προφόρτιση αυτών στα 1,5 kN (elastic prestrain) και η εκτεταμένη καμπτική παραμόρφωσή τους υπό τη συνδυασμένη δράση ηλεκτροχημικού περιβάλλοντος καθοδικής πόλωσης σε οριζόντιο ηλεκτρολυτικό κελί (ASTMG148-97, ISO 3183 και NACETM 0284). Η παραπάνω ακολουθία εργασιών, η οποία διεξήχθη στα πλαίσια της πειραματικής προσομοίωσης των πραγματικών συνθηκών που αναπτύσσονται στο πεδίο των υποθαλάσσιων εφαρμογών, αναφέρεται στη διεθνή βιβλιογραφία με την ορολογία In – situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing. Τα δοκίμια τα οποία μελετήθηκαν είχαν μορφή ορθογωνικής μπιγιέτας τετραγωνικής διατομής με διαστάσεις 120 * 11 * 11 mm, ενώ η εγκοπή ήταν τύπου V, με βάθος 2 mm, πλάτος 1 mm και είχαν προέλθει από σωληνώσεις με εξωτερική διάμετρο 26 in. Οι σωληνώσεις αυτές είχαν μόλις παραληφθεί από το τελικό

στάδιο της παραγωγής, χωρίς δηλαδή να έχουν υποβληθεί στο δυναμικό πεδίο των λειτουργικών συνθηκών.

Αρχικά πραγματοποιήθηκε ο σχεδιασμός του συνολικού πειράματος, η κατασκευή των απαιτούμενων διατάξεων, η επιλογή των καταλληλότερων συνθηκών και η ρύθμιση των μετρητικών συστημάτων για τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD υπό τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα (In – situ Hydrogen Cathodic Charging during CTOD testing of Pipeline Steels). Έπειτα από την ολοκλήρωση του κάθε πειράματος πραγματοποιήθηκε θραυστογραφική μελέτη με στόχο τον προσδιορισμό των κυριότερων μικρομηχανισμών που συμβάλλουν στην ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity (HELP), Hydrogen Enhanced Decohesion (HEDE), Hydrogen Induced Cracking (HIC), Adsorption-Induced Dislocation Emission mechanism (AIDE), Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancy Formation (HESIV)), ενώ παράλληλα υπολογίσθηκαν τα κυριότερα μηχανικά μεγέθη που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα όπως αποτελούν η παράμετρος $J_{integral}$, ο παράγοντας έντασης τάσης κατά την έναρξη της πλαστικοποίησης K_Q καθώς και οι παράμετροι $CTOD_{el}$ και $CTOD_{pl}$. Εν συνεχεία προσδιορίσθηκαν τα σημεία εκκίνησης των μικρορωγματώσεων – Microcrack Initiation Points (μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων, των υδριδίων και της μητρικής φάσης) καθώς και οι πορείες διάδοσης της θραύσης – Crack Propagation Paths (πεδία μικροδιαφορισμού σε Ni, Mn, V και Al καθώς και τοπολογίες ανάπτυξης ψαθυροποιητικών σχηματισμών αποτελούμενων από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη / MAs microconstituents). Επίσης υπολογίσθηκαν τα σημαντικότερα θερμοδυναμικά και κινηματικά μεγέθη (thermodynamic and kinematic coefficient and values) τα οποία σχετίζονται με τον εξαναγκασμένο μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης (constrained electrodiffusion process), όπως αποτελεί ο συντελεστής διάχυσης και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (Diffusion Coefficient and Penetration Depth of atomic hydrogen), ο απαιτούμενος χρόνος εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από το κρυσταλλογραφικό πλέγμα (Desorption time of atomic hydrogen) καθώς και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων (surficial density of microcrack and blisters). Στο σημείο αυτό αναφέρεται ακόμη ότι ενώ τα μηχανικά μεγέθη τα οποία συσχετίζονται με τη δυσθραυστότητα προσδιορίσθηκαν για την περίπτωση της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής, τα θερμοδυναμικά και τα κινηματικά μεγέθη υπολογίσθηκαν τόσο για την περίπτωση της Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging όσο και της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής. Αυτή η προσέγγιση πραγματοποιήθηκε με στόχο να υπάρξει μία συγκριτή παράθεση των αποτελεσμάτων και να αποδοθεί ένα ερευνητικό συμπέρασμα για το πως επιδρά η ανάπτυξη των μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης (microplastic strain fields) στα ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically assisted atomic hydrogen diffusion fronts) και κατά συνέπεια πως αντανάκλαται αυτή η επίδραση στις κρισιμότερες θερμοδυναμικές και κινηματικές παραμέτρους του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (electrodiffusion process).

Το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό των χαλύβων αποδόθηκε μέσω της προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων στις κάθετες διατομές των δοκιμίων, ενώ η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης και η μορφολογία των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων προσδιορίσθηκε με τη χρήση Στερεοσκοπίου και της EBSD αναλυτικής τεχνικής. Όπως ήδη αναφέρθηκε μέσω των καμπυλών F - CMOD και των αναλυτικών σχέσεων της θραυστομηχανικής υπολογίσθηκαν τα

χαρακτηριστικά μηχανικά μεγέθη που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα (K_{IC} , J_{el} , J_{pl} , $CTOD_{el}$, $CTOD_{pl}$), ενώ η θραυστογραφική μελέτη των δοκιμών και ο προσδιορισμός των μικρομηχανισμών που συμβάλλουν στην αστοχία έλαβε χώρα μέσω χρήσης εικόνων Δευτερογενών Ηλεκτρονίων σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης. Τέλος τα σημεία εκκίνησης των μικρορωγματώσεων (Crack Initiation Points) και οι πορείες διάδοσης της θραύσης (Crack Propagation Paths) αποδόθηκαν μέσω κρυσταλλογραφικής μελέτης των επιφανειακών στιβάδων των καθοδικά πολωμένων δοκιμών σε Περιθλασιμετρία Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD).

Η καινοτομικότητα του παρόντος κεφαλαίου σχετίζεται με τη χρήση ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης (30 g/L NaCl and 3 g/L NH_4SCN), το οποίο σύμφωνα με το πρωτόκολλο διασφάλισης της οικολογικότητας των ηλεκτροχημικών μεθόδων και το θεσμοθετημένο πλαίσιο επιβολής περιβαλλοντικής ρήτρας σε περίπτωση μη συμμόρφωσης από την πετρελαιοβιομηχανία (NACETM0284, ISO 3183), κρίνεται ως απόλυτα αποδεκτό ακόμη και σε περιπτώσεις προσαρμογής της δεδομένης πειραματικής διαδικασίας σε επίπεδο βιομηχανικής κλίμακας (satisfaction of green chemistry requirements by the use of an environmental friendly electrolyte). Επιπρόσθετα με τη χρήση του δεδομένου ηλεκτροχημικού περιβάλλοντος πραγματοποιήθηκε η μελέτη της ανάπτυξης των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electro-kinetically pulsed atomic hydrogen diffusion fronts) στο μικρογραφικό ιστό των δοκιμών χωρίς την ανεπιθύμητη συμβολή παράπλευρων φαινομένων διάβρωσης (τοπική ανοδική πόλωση), τα οποία αποπροσανατολίζουν την εξαγωγή συμπεραμάτων ως προς το είδος των μικρομηχανισμών που συνεργούν στην εκδήλωση του δεδομένου φαινομένου ψαθυροποίησης. Σημειώνεται ακόμη ότι οι επιβαλλόμενες τιμές της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (10 και 20 mA/cm²) κατά τη διάρκεια της καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης ήταν σημαντικά υψηλότερες από τις αντίστοιχες άλλων ερευνητικών μελετών για τους δεδομένους τύπους χάλυβα, στις οποίες το ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο (electro-stimulated field) δεν υπερέβαινε τα 10 mA/cm². Κατά συνέπεια η διεκπεραίωση των προαναφερθέντων πειραμάτων στόχευσε στη διερεύνηση της ύπαρξης ή μη ενός θερμοδυναμικού ή ηλεκτροκινητικού κατωφλιού (thermodynamic or electro-kinetic barrier) πάνω από το οποίο παύει να προσροφάται υδρογόνο στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα ανεξάρτητα από την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (diminishing effect). Σημειώνεται ακόμη ότι η παραμετροποίηση των πειραματικών συνθηκών που επελέγησαν καλύπτει τις απαιτήσεις για τη διασφάλιση της μηχανικής ακεραιότητας (mechanical integrity) τόσο των υπεδάφρων όσο και των υποθαλάσσιων σωληνώσεων μεταφοράς υγρού καυσίμου (πετρελαιοειδή) ή καυσίμου σε αέρια φάση (υδρογονάνθρακες).

Αναφέρεται τέλος ότι ο μικροδομικός χαρακτηρισμός των χαλύβων πραγματοποιήθηκε μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (SEM) και Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD) στο Ελληνικό Κέντρο Έρευνας Μετάλλων (ΕΛΚΕΜΕ), ενώ η ταυτοποίηση των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών διεξήχθη μέσω της τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (XRD) στη σχολή Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών του ΕΜΠ. Η μέτρηση της επιφανειακής τραχύτητας των καθοδικά πολωμένων δοκιμών έλαβε χώρα μέσω του Μικροσκοπίου Ατομικής Δύναμης (Atomic Force Microscopy- AFM) στη σχολή Μηχανολόγων Μηχανικών του ΕΜΠ. Τα ποσοστά του προσροφημένου υδρογόνου αποδόθηκαν για το μικρογραφικό ιστό και των τριών κραματικών συστημάτων μελέτης

μέσω της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy/TDS), ενώ οι ποτενσιοδυναμικές καμπύλες ανοδικής και καθοδικής πόλωσης καθώς και το δυναμικό ανοιχτού κυκλώματος (OCP) των χαλύβων X52, X70 και X65 για το συγκεκριμένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον προσδιορίστηκαν με τη χρήση ειδικής κυψέλης διάβρωσης στο εργαστήριο ηλεκτροχημείας του Εθνικού Κέντρου Έρευνας Φυσικών Επιστημών (ΕΚΕΦΕ Δημόκριτος). Τέλος η λήψη των εικόνων ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης (Bright Field HR-TEM) καθώς και η μέτρηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών πραγματοποιήθηκαν στο Πολυτεχνείο της Πολωνίας (AGH University of Science and Technology, Department of Non – Ferrous Alloys, Cracow, Poland).

4.1 ΜΙΚΡΟΔΟΜΙΚΟΣ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΜΟΣ ΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ X52, X70 ΚΑΙ X65 ΜΕΣΩ ΟΠΤΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ (ΟΜ) ΚΑΙ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)

Αρχικά αποδόθηκε η χημική σύσταση των χαλύβων X52, X65 και X70 μέσω χρήσης φασματογράφου μάζας (Πίνακες 40 - 42) στο Εργαστήριο Χημικής Μεταλλουργίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών έπειτα από ανάλυση πέντε διαφορετικών δοκιμίων για το κάθε είδος χάλυβα. Επιπρόσθετα προσδιορίστηκαν οι μηχανικές ιδιότητες των χαλύβων X52, X65 και X70 έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμών εφελκυσμού σε έξι διαφορετικά δοκίμια για την κάθε περίπτωση στο Εργαστήριο Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών (Πίνακες 43 - 45).

Πίνακας 40: Χημική ανάλυση χάλυβα X52 με τη χρήση φασματογράφου μάζας

C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti	Fe
0.28%	0.45%	1.40%	0.03%	0.03%	0.07%	0.05%	0.04%	Bal.

Πίνακας 41: Χημική ανάλυση χάλυβα X65 με τη χρήση φασματογράφου μάζας

C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti	Fe
0.28%	0.35%	1.45%	0.03%	0.03%	0.09%	0.06%	0.07%	Bal.

Πίνακας 42: Χημική ανάλυση χάλυβα X70 με τη χρήση φασματογράφου μάζας

C	Si	Mn	P	S	V	Nb	Ti	Fe
0.28%	0.30%	1.65%	0.03%	0.03%	0.11%	0.08%	0.09%	Bal.

Πίνακας 43: Μηχανικές ιδιότητες χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X52

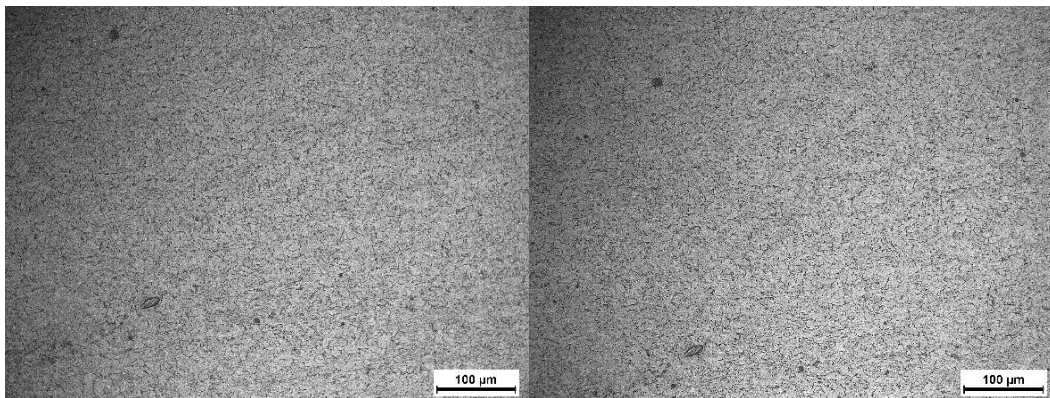
Χάλυβας X52		
Ry (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
430	650	17

Πίνακας 44: Μηχανικές ιδιότητες χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X65

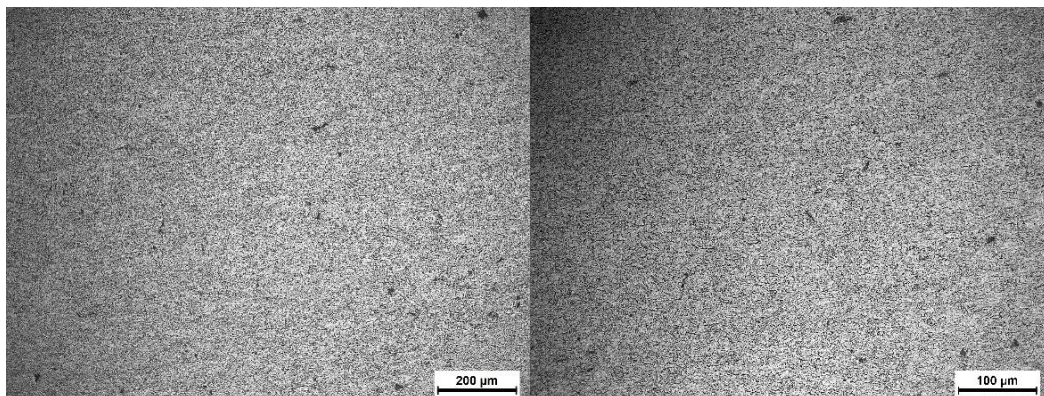
Χάλυβας X65		
Ry (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
570	710	21

Πίνακας 45: Μηχανικές ιδιότητες χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X70

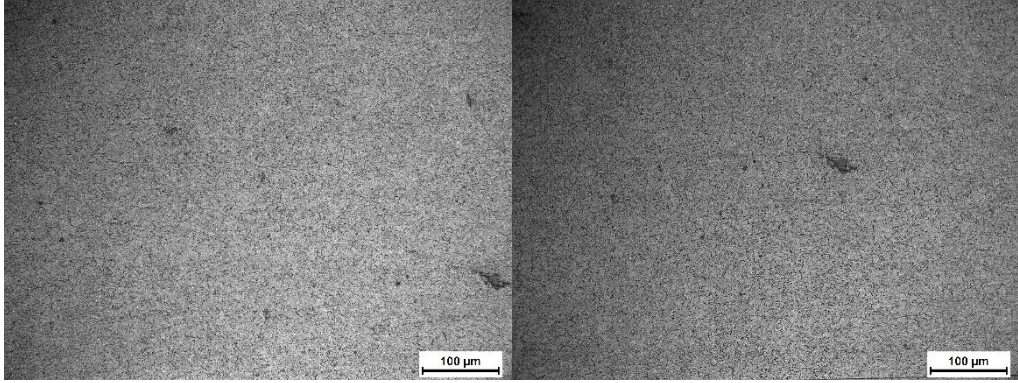
Χάλυβας X70		
Ry (MPa)	UTS (MPa)	ε (%)
620	750	19



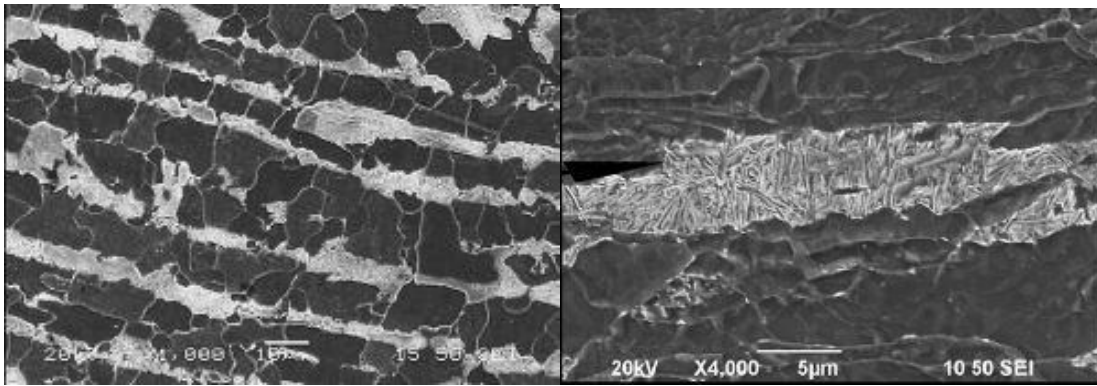
Εικόνα 241:Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας όπου διακρίνονται οι ζωνώδεις διατάξεις στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, αποτελούμενες από εναλλαγή φερριτικών, περλιτικών και μπαινιτικών περιοχών.



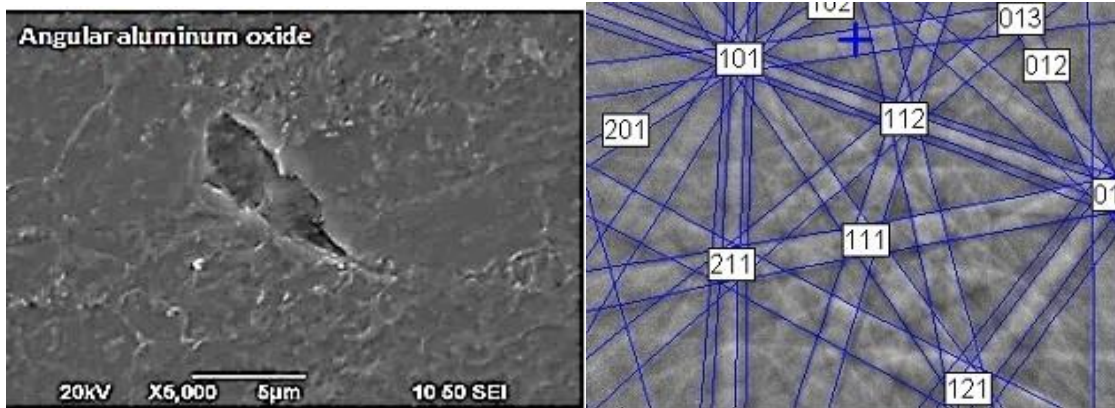
Εικόνα 242:Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας όπου διακρίνεται η λεπτοκρυσταλλική φερριτοπερλιτική δομή του χάλυβα X70.



Εικόνα 243 :Εικόνες Οπτικού Μικροσκοπίου όπου διακρίνεται η φερριτομπαινιτική μητρική δομή του χάλυβα X65 με τη συνεισφορά υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής νησίδων εκφυλισμένου περλίτη (degenerated pearlite islands).

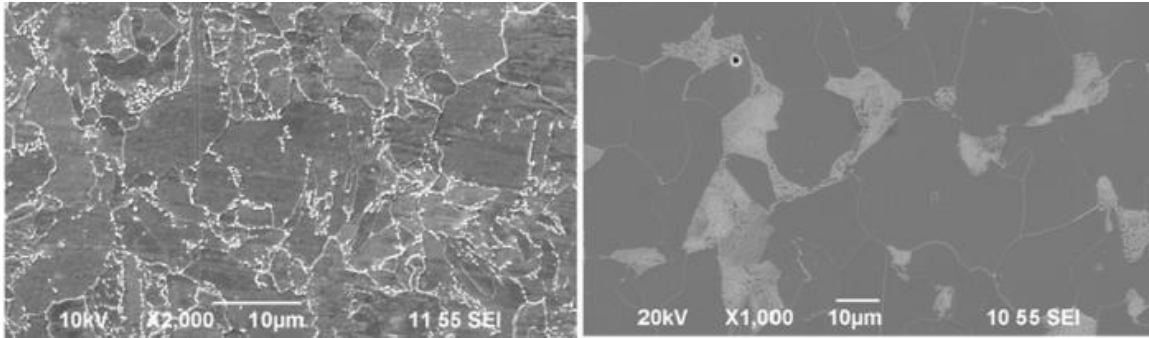


(a)

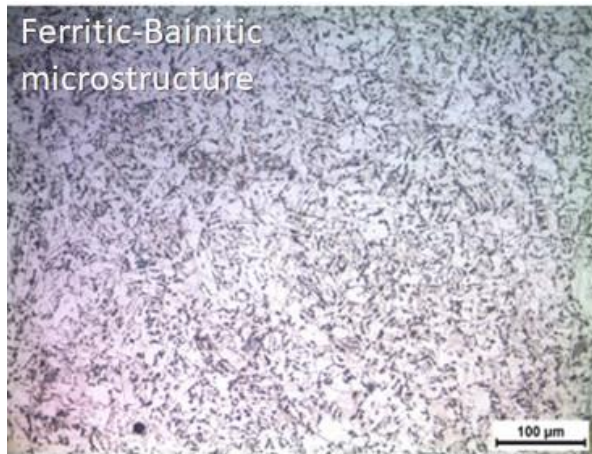


(b)

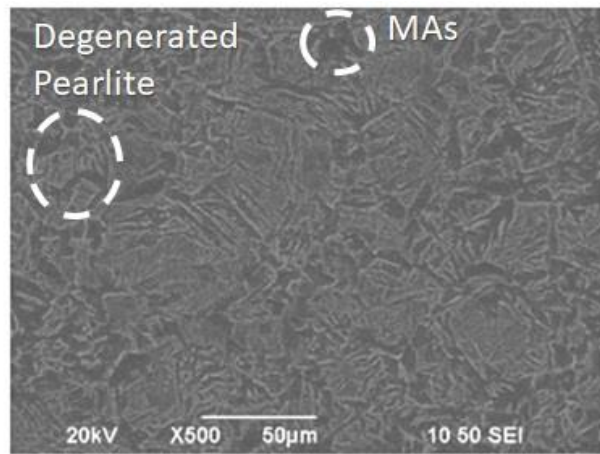
Εικόνα 244: (a) Εικόνες Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης όπου μέσω της αντίθεσης πεδίου και του τοπογραφικού αναγλύφου διακρίνονται οι φερριτικές, περλιτικές και μπαινιτικές περιοχές, στις ζωνώδεις διατάξεις εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X52 (ferritic–pearlitic–bainitic banded structure),(b) Κρυσταλλογραφική ταυτοποίηση μέσω των kikuchi patterns ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων οξειδίων του αλουμινίου με γωνιώδη μορφολογία.



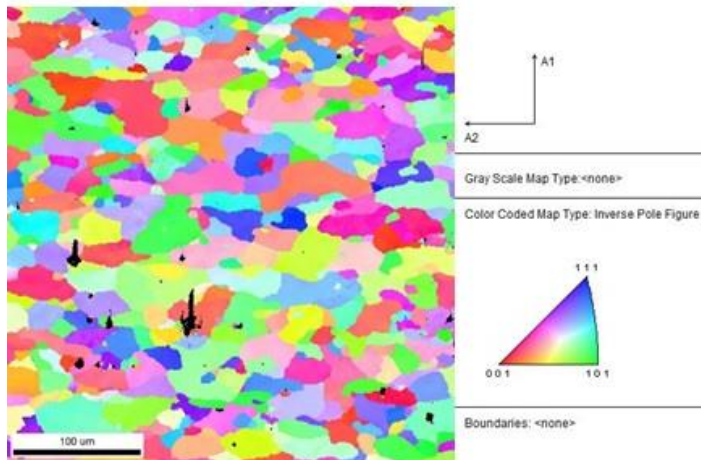
Εικόνα 245: Εικόνες Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης όπου μέσω της αντίθεσης πεδίου και του τοπογραφικού αναγλύφου διακρίνονται οι φερριτικές και οι περλιτικές περιοχές, με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού, στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70.



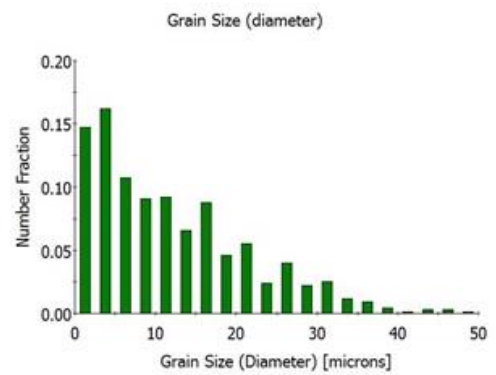
a

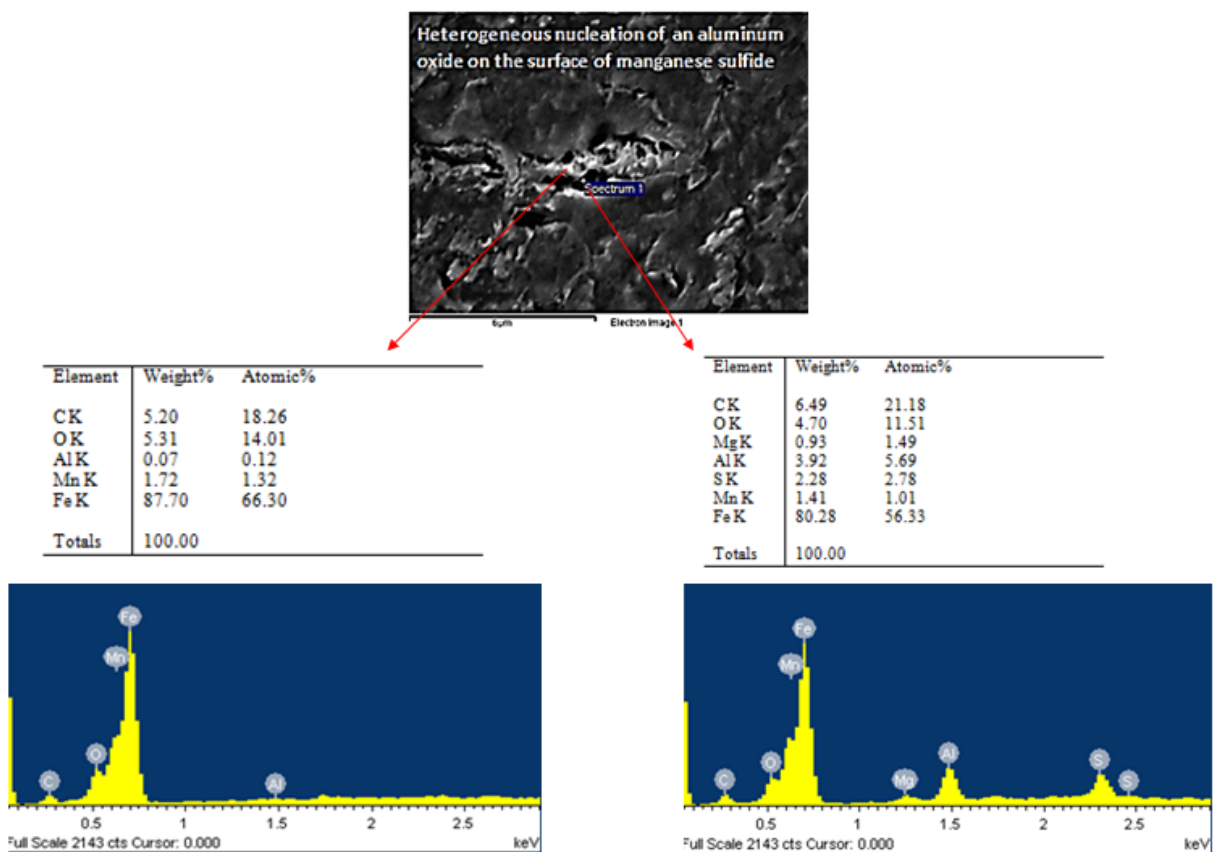


b



c





(d)

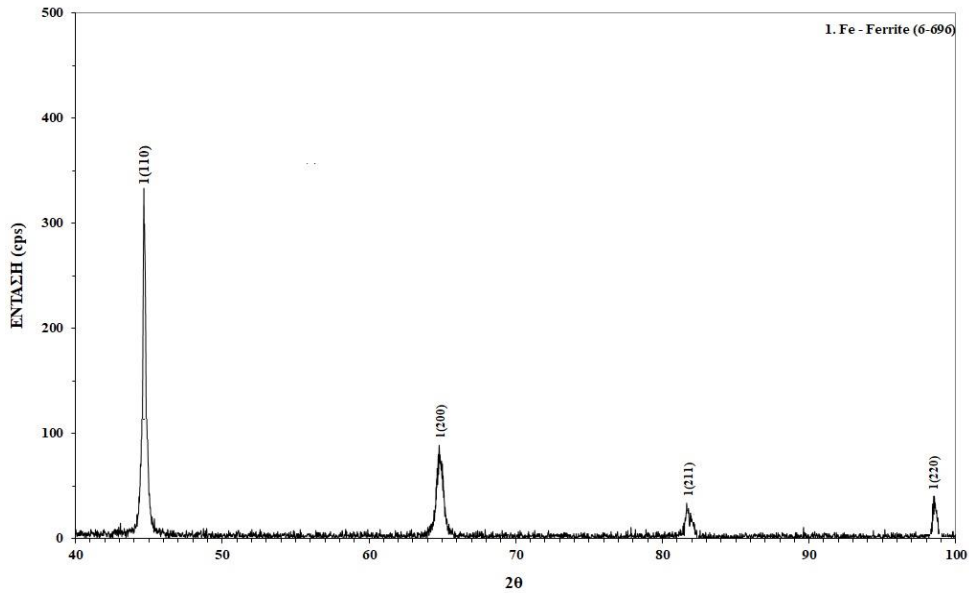
Εικόνα 246: (a) Εικόνες Οπτικής Μικροσκοπίας, (b) Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης όπου διακρίνονται οι φερριτικές - μπαινιτικές περιοχές καθώς και οι νησίδες εκφυλισμένου περλίτη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65. (c) Επιπρόσθετα αποδίδεται η κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής καθώς και (d) η ετερογενής πυρηνοποίηση των οξειδίων του αλουμινίου (Al_2O_3) στα μη συνεκτικού τύπου διαφασικά όρια μεταξύ των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων MnS και της μητρικής φάσης, μέσω σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS.

Μέσω Οπτικής Μικροσκοπίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και με ιδιαίτερη έμφαση στο τοπογραφικό ανάγλυφο και στην αντίθεση πεδίου (topographic relief and contrast of field) πραγματοποιήθηκε η μικροδομική μελέτη και ο χαρακτηρισμός των χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων X52, X65 και X70 (Εικόνες 241 - 246). Βάσει των ανωτέρω τεχνικών προσδιορίστηκε ότι ο χάλυβας X65 αποτελείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή, με ισοαξονικούς κόκκους φερρίτη και νησίδες κατώτερου κοκκώδους μπαινίτη. Επιπρόσθετα ταυτοποιήθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής εκφυλισμένου περλίτη (degenerated pearlite), μικρογραφικό συστατικό το οποίο χαρακτηρίζεται από τη μη συνεχή διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη ως προς τα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη. Παρατηρήθηκε ακόμη υψηλή ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων αποτελούμενων από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη, οι οποίες στη διεθνή βιβλιογραφία καλούνται με την ορολογία MAs microconstituents. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φερριτικών και των μπαινιτικών κόκκων περίπου ίσο με 10 μm (Εικόνες 246, 252).

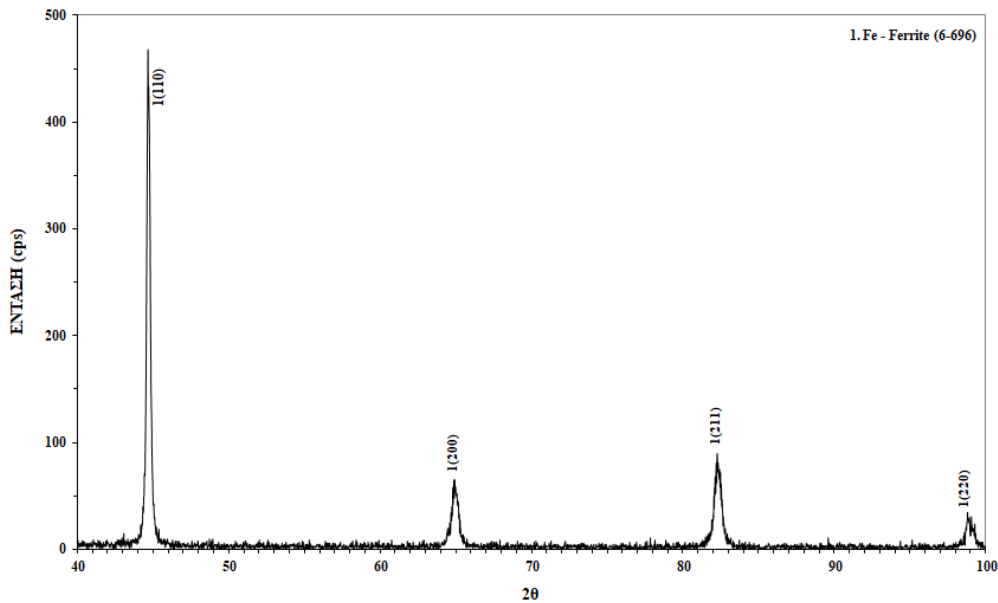
Αντίστοιχα ο χάλυβας X52 φάνηκε να στοιχειοθετείται από ζωνώδεις διατάξεις (banded structure) αποτελούμενες από φερριτικές, περλιτικές και μπαινιτικές περιοχές επιμήκους μορφολογίας. Η επιμήκης μορφολογία των κόκκων αποδόθηκε στη διεξαγωγή φαινομένων ανακρυστάλλωσης (recrystallization effect) κατά τη διάρκεια των διεργασιών θερμοπλαστικής διαμόρφωσης και κρίθηκε ότι εισαγάγει ισχυρό βαθμό ανισοτροπίας ως προς τα φυσικοχημικά χαρακτηριστικά και τις μηχανικές ιδιότητες του συγκεκριμένου μεταλλουργικού συστήματος. Επιπρόσθετα ο κλασματικός όγκος συμμετοχής του φερρίτη προσδιορίσθηκε μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής ως σημαντικά υψηλότερος (65%) εν συγκρίσει με τον κλασματικό όγκο συμμετοχής του περλίτη (20%) και του μπαινίτη (15%). Ακόμη παρατηρήθηκε αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων οξειδίων του αλουμινίου, με γωνιώδη μορφολογία, στις απολήξεις των οποίων υπό συνθήκες δυναμικής φόρτισης πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (critical stress intensity factor K_{Ic}), με αποτέλεσμα την εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίσθηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων περίπου ίσο με 25 μm (Εικόνες 244, 250).

Σε ότι αφορά στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70, αυτός φάνηκε να αποτελείται από φερριτοπερλιτική δομή με ισοαξονικούς – πολυγωνικούς κόκκους (equiaxed, polygonal grains) και μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών τα 18 μm . Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής καρβιδίων και καρβονιτριδίων του Ti και του Nb αλλά και μη μεταλλικών εγκλεισμάτων MnS, Al_2O_3 . Τέλος δεν παρατηρήθηκε υψηλή ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου MAs, ενώ μέσω της τεχνικής EBSD προσδιορίσθηκε υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high misorientation angle distribution factor and misalignment) (Εικόνες 245, 251).

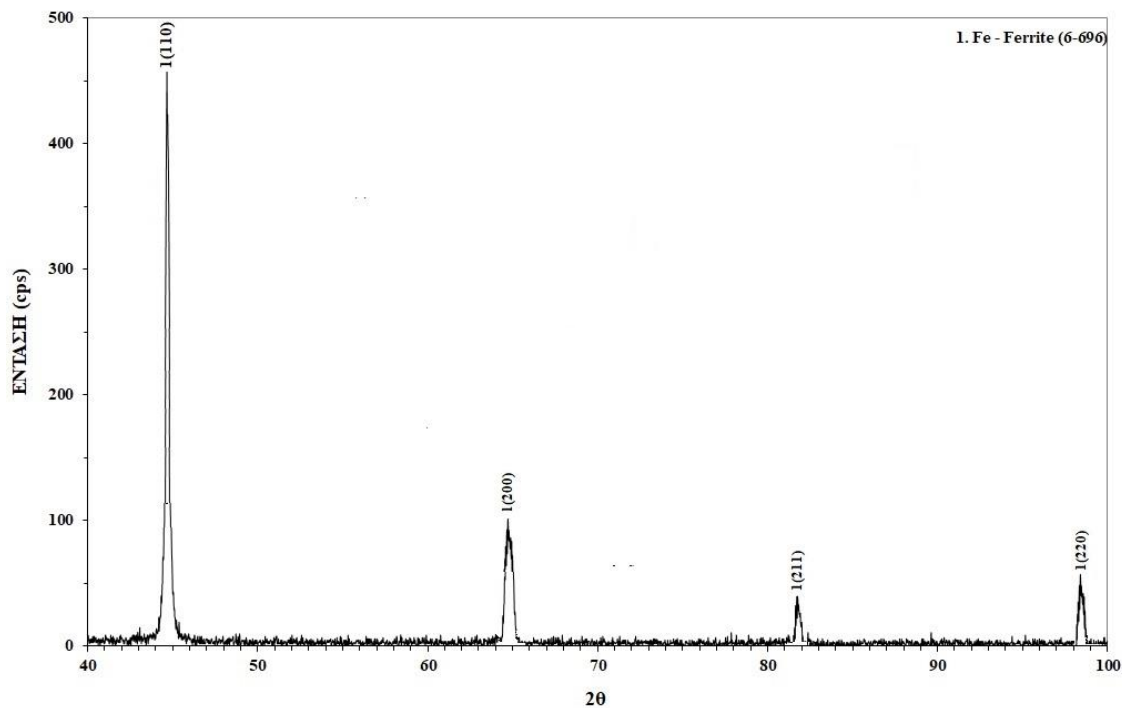
4.2 ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΦΑΣΕΩΝ ΚΑΙ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΩΝ ΣΥΣΤΑΤΙΚΩΝ ΜΕΣΩ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ, ΓΙΑ ΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ X52, X65 ΚΑΙ X70, ΠΡΙΝ ΤΗΝ ΚΑΘΟΔΙΚΗ ΠΟΛΩΣΗ ΑΥΤΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ



Εικόνα 247: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας μέσω του οποίου ταυτοποιείται η φερριτική φάση για τη μητρική περιοχή μετάλλου βάσης X52, το οποίο δεν έχει υποβληθεί προγενέστερα σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα.



Εικόνα 248: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας μέσω του οποίου ταυτοποιείται η φερριτική φάση για τη μητρική περιοχή μετάλλου βάσης X65, το οποίο δεν έχει υποβληθεί προγενέστερα σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα.

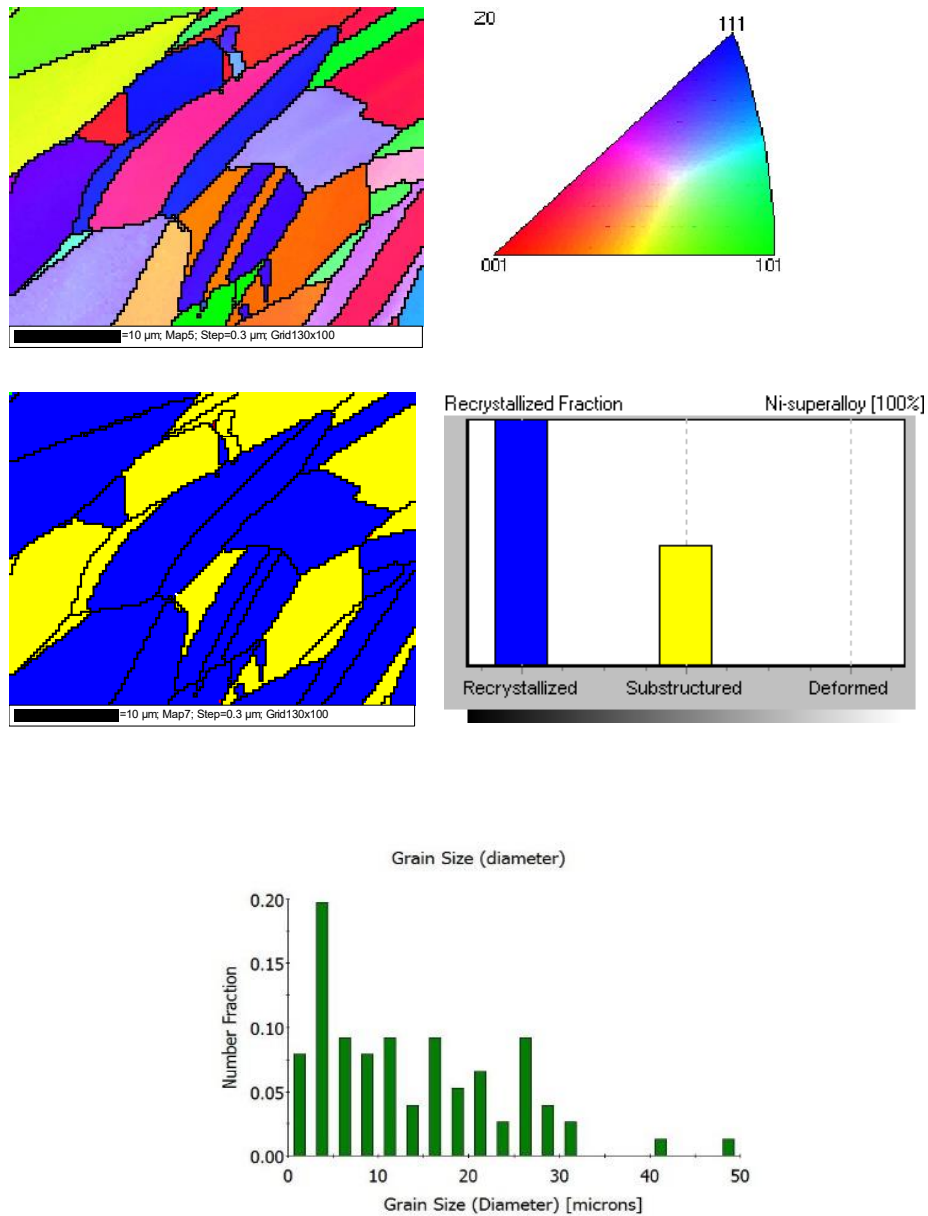


Εικόνα 249: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας μέσω του οποίου ταυτοποιείται η φερριτική φάση για τη μητρική περιοχή μετάλλου βάσης X70, το οποίο δεν έχει υποβληθεί προγενέστερα σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης εμπλουτισμένου με υδρογονοκατιόντα

Μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (X – Ray Diffractometry) ταυτοποιήθηκε και για τα τρία είδη χαλύβων μονάχα η φερριτική φάση. Τα υπόλοιπα μικρογραφικά συστατικά δεν απέδωσαν κορυφές Περίθλασης καθώς χαρακτηρίζονταν από λεπτοκρυσταλλική διάταξη, περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής και ετερογενή διασπορά. Βάσει της μελέτης του σχετικού λόγου των υψών των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής δομής αποδόθηκε ισχυρότερη ένταση κρυστάλλωσης (intensity of crystallinity) για τον χάλυβα X65 έναντι αυτής του χάλυβα X52, ενώ ο χάλυβας X70 χαρακτηρίστηκε από ενδιάμεσο βαθμό κρυστάλλωσης και ένταση των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής δομής (Εικόνες 247 – 249).

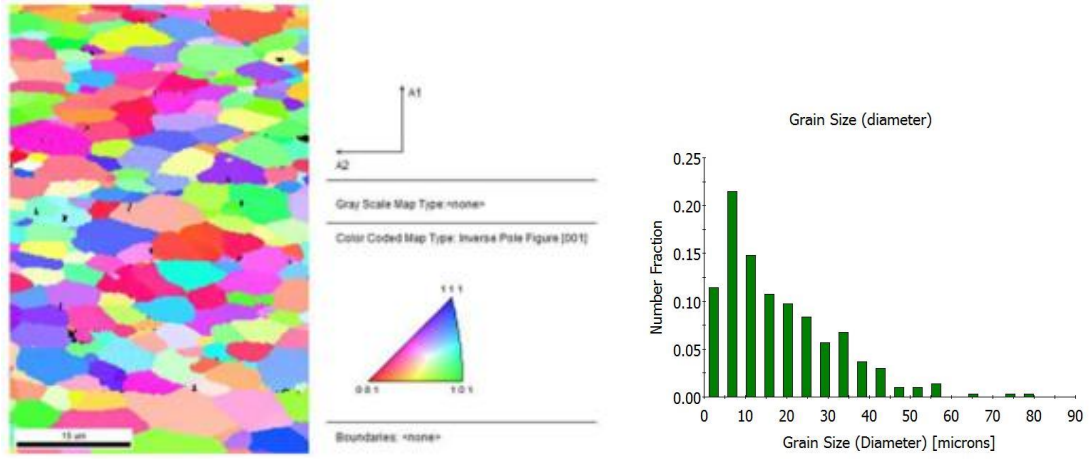
4.3 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΟΥ ΙΣΤΟΥ ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΑΝΑΛΥΤΙΚΗΣ ΤΕΧΝΙΚΗΣ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΟΠΙΣΘΟΣΚΕΔΑΖΟΜΕΝΩΝ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ (TEXTURE IDENTIFICATION BY EBSD ANALYSIS)

➤ Χάλυβας X52

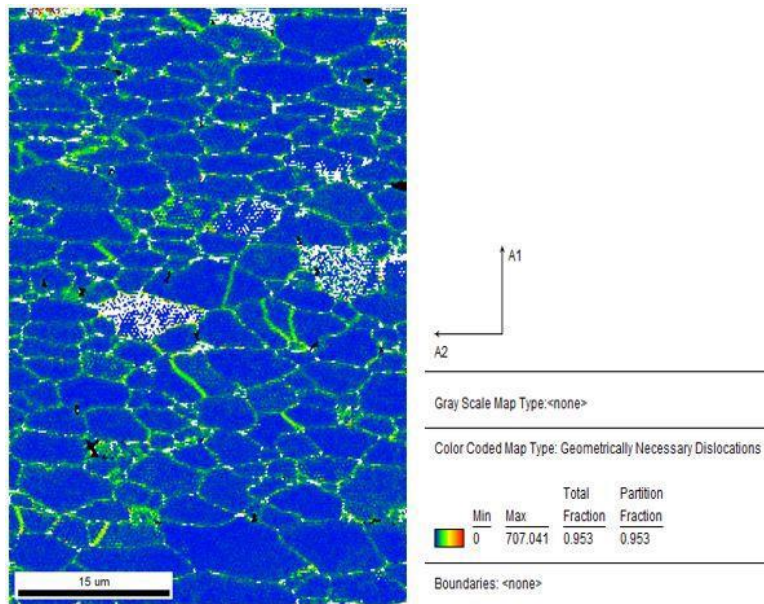


Εικόνα 250: Χαρτογράφηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσησης (preferential lip directions) για τον χάλυβα X52 μέσω των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler (inverted pole figures)

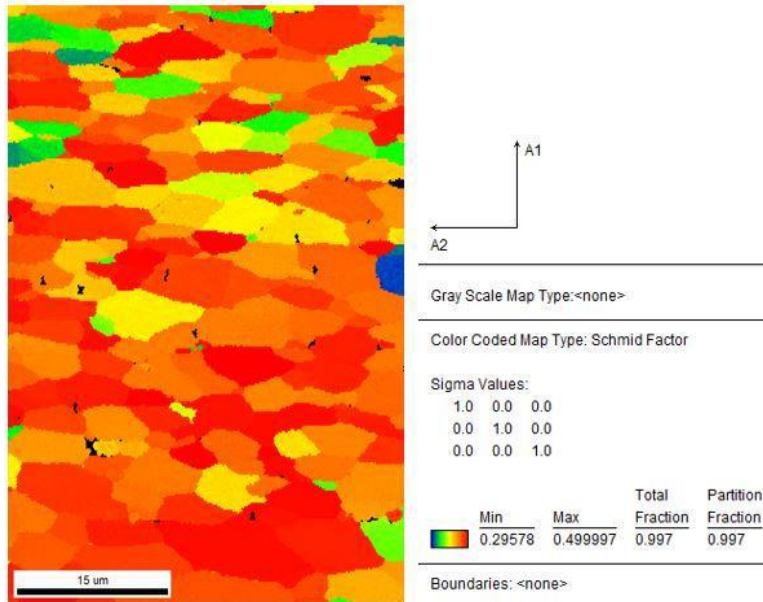
➤ Χάλυβας X70



(a)



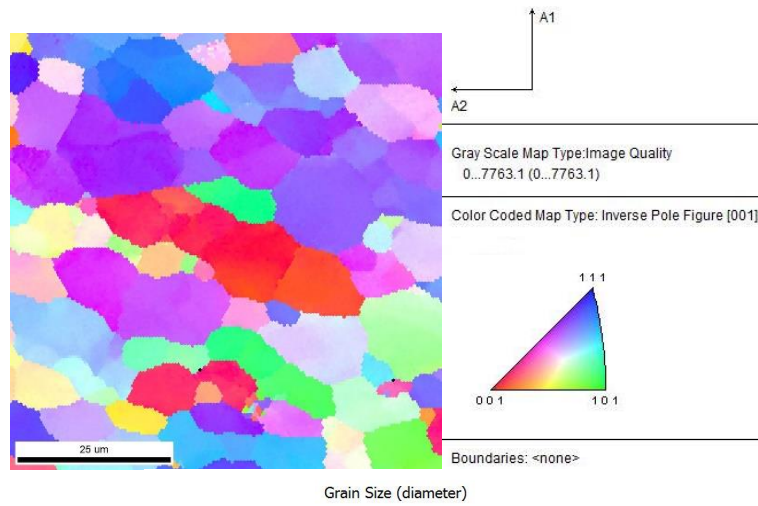
(b)



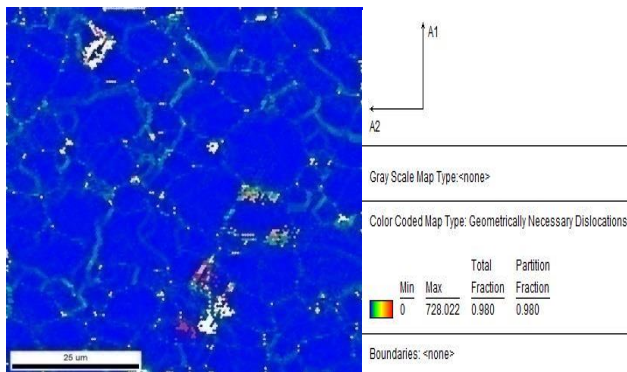
(c)

Εικόνα 251: (a) Κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και διακύμανση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης, (b) Διευθέτηση και ανακατανομή των δικτύων των διαταραχών, που σχετίζονται με τη μεταβολή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης μεταξύ των κόκκων της χωροκεντρωμένης κυβικής δομής, (c) Διακύμανση των συντελεστών Schmid μεταξύ των κόκκων της πολυκρυσταλλικής μητρικής περιοχής του χάλυβα X70

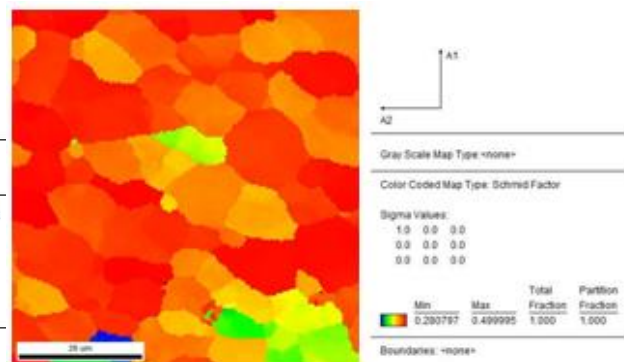
➤ Χάλυβας X65



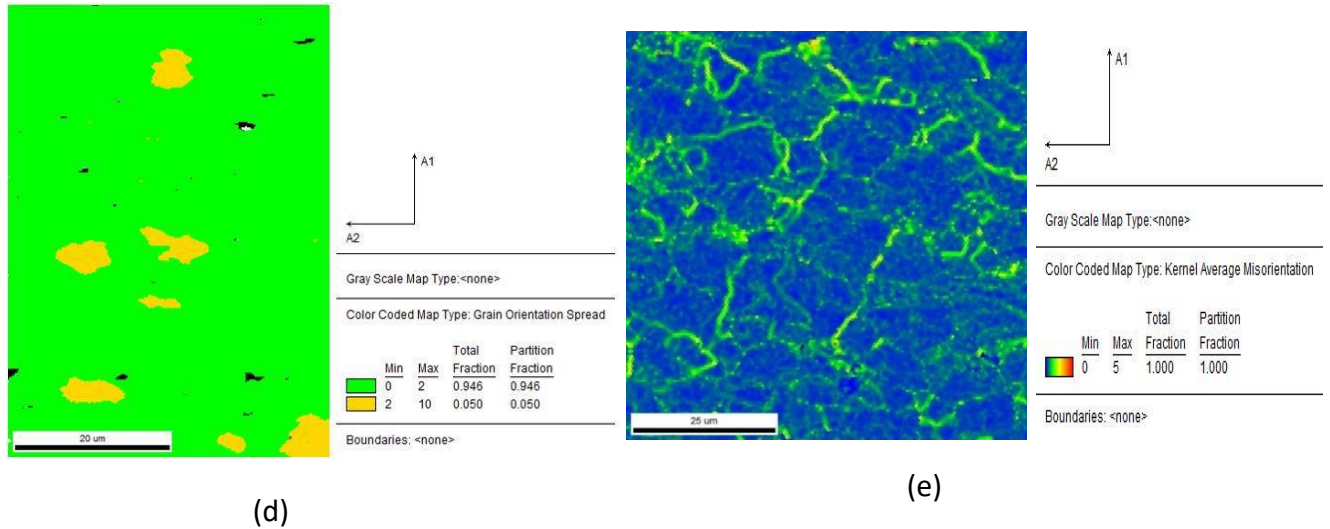
(a)



(b)



(c)



Εικόνα 252: (α) Κατανομή του μέσου μεγέθους των κόκκων και των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης, (β) Πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών, (γ) Διακύμανση του συντελεστή Schmid μεταξύ των κόκκων, (δ) Χαρτογράφηση της στατιστικής κατανομής κόκκων με γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων μεγαλύτερης ή ίσης των 2° , (ε) Βαθμός αναντιστοιχίας του κρυσταλλογραφικού πλέγματος για τον χάλυβα X65

Μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD) προσδιορίστηκε για το χάλυβα X52 υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων της φερριτικής, της περλιτικής και της μπαινιτικής δομής (υψηλός βαθμός αναντιστοιχίας), αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης και ετερογενής κατανομή των δικτύων των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών και των μπαινιτικών κόκκων (non coherent inter phase boundaries) καθώς και υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής ανακρυσταλλωμένων περιοχών. Αντίστοιχα για τον χάλυβα X65 αποδόθηκε ομοιόμορφος κρυσταλλογραφικός ιστός αποτελούμενος από φερριτικούς και μπαινιτικούς κόκκους (με αναλογία 60/40), ομοιογενής κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης και των συντελεστών Schmid καθώς και υψηλά ποσοστά επιφανειακής κάλυψης από όρια και υποόρια κόκκων με μικρή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (low angle grain or subgrain boundaries) και αυξημένη πυκνότητα διαταραχών. Τέλος ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X70 χαρακτηρίστηκε από την ανάπτυξη φερριτοπερλιτικής δομής με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, σχετικά ομοιόμορφη κατανομή των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ολίσθησης και των συντελεστών Schmid και περιορισμένα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης δικτύων διαταραχών (low surficial density of dislocation networks) (Εικόνες 250 -252).

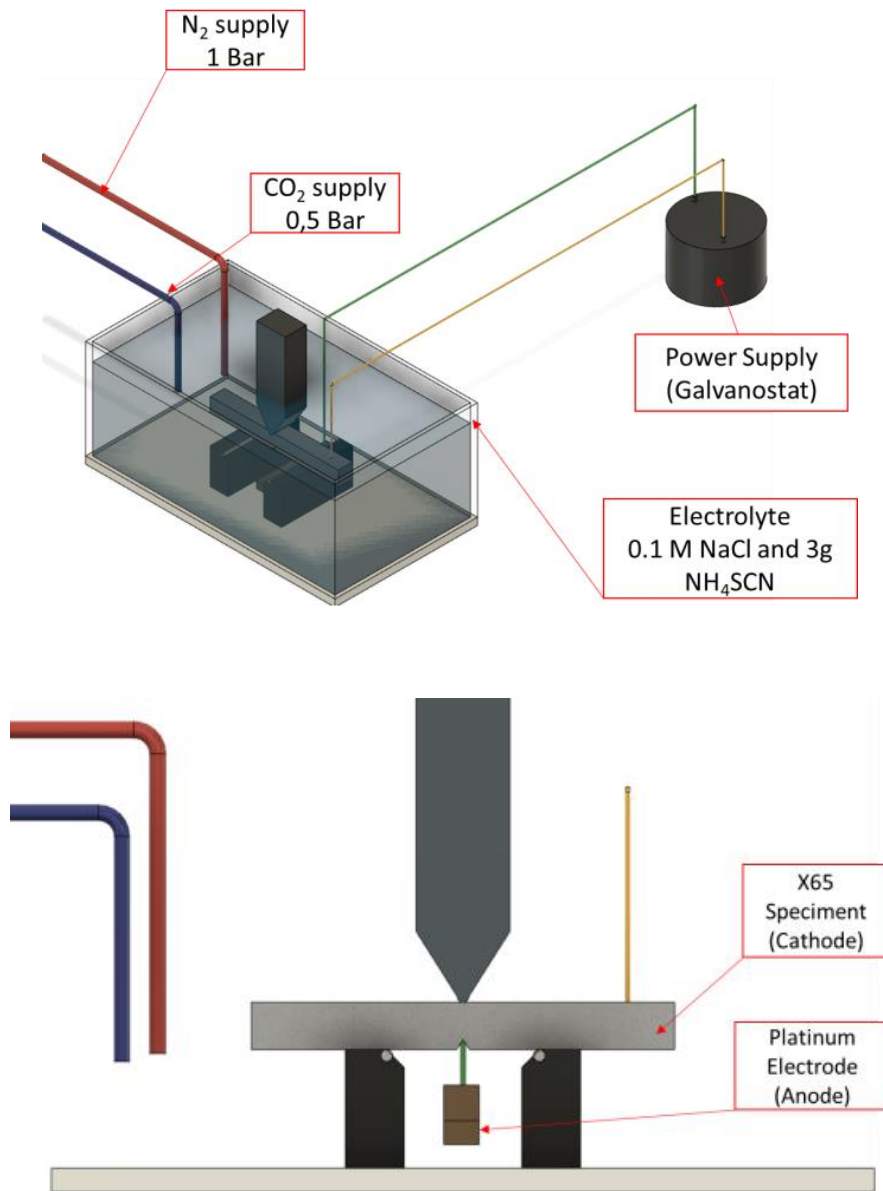
4.4 ΠΑΡΟΥΣΙΑΣΗ ΤΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΕΝΤΟΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΑΚΟΥ ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΥ ΚΑΙ ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΗΣ ΗΛΕΚΤΡΟΛΥΤΙΚΗΣ ΔΙΑΤΑΞΗΣ ΟΠΟΥ ΕΛΑΒΕ ΧΩΡΑ Η ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ ΕΝΤΟΣ ΠΕΔΙΟΥ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΕΜΠΛΟΥΤΙΣΜΕΝΟ ΜΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

Στο ηλεκτροχημικό σύστημα χρησιμοποιήθηκαν ως κάθοδοι τα ειδικά προδιαμορφωμένα δοκίμια CTOD με εγκοπή τύπου V, ενώ ως άνοδος τοποθετήθηκε ένα ηλεκτρόδιο επιπλατινωμένου τιτανίου (platinum anode electrode). Επιπρόσθετα επελέγη ηλεκτρολυτικό περιβάλλον με περιεκτικότητα 30 g/LNaCl και 3 g/LNH₄SCN (σύμπλοκο το οποίο επιδρά ενισχυτικά ως προς την παρεμπόδιση του μοριακού επανασχηματισμού του υδρογόνου επί της μεταλλικής επιφάνειας/hydrogen poison recombination inhibitor). Ιδιαίτερη προσοχή αποδόθηκε στη γεωμετρία του πεδίου και στην κατάσταση της επιφανειακής τραχύτητας των δοκιμών, ενώ εφαρμόστηκε συγχρονισμένη ανάδευση μέσω παροχέτευσης μίγματος αερίων CO₂ και N₂, με ταυτόχρονο ροομετρικό έλεγχο, ο οποίος αποσκοπούσε στη σταθεροποίηση του pH μεταξύ του πεδίου τιμών 4 και 4.3 και στη διασφάλιση της ηλεκτροχημικής ενεργότητας του συνολικού συστήματος (Εικόνα 16).

Η επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ορίστηκε στα 10 mA/cm² και στα 20 mA/cm² για σταθερή χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες. Οι ηλεκτροδυναμικές συνθήκες πόλωσης χαρακτηρίστηκαν από ένα μέγιστο κατώφλι τιμής το οποίο δεν υπερέβη τα 20 mA/cm², καθώς αντίστοιχες μελέτες οι οποίες έχουν διεξαχθεί στους συγκεκριμένους τύπους χάλυβα έχουν δείξει ότι αυτή η τιμή ανάπτυξης του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου οδηγεί στο μεγαλύτερο δυνατό βάθος διείσδυσης αυτού εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και σε μεγιστοποίηση της πτώσης των χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών του μεταλλουργικού συστήματος. Για υψηλότερα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης οι ηλεκτροκινητικοί μηχανισμοί αναστρέφονται (reversion of electrokinetic mechanisms) και τα φαινόμενα ηλεκτροδιάχυσης (electro – diffusion fronts) και ψαθυροποίησης αμβλύνονται (diminishing effect). Επιπρόσθετα η επιφάνεια της εγκοπής είχε προηγουμένως λειανθεί στα 2000 και 4000 grit και στιλβωθεί με χρήση αδαμαντόπαστας μέσης κοκκομετρίας 3 και 1 μm. Η παραπάνω διαδικασία λάμβανε χώρα με στόχο την απομάκρυνση των επιφανειακών οξειδίων, τα οποία λειτουργούν είτε ως ημιαγωγοί είτε ως μονωτές, αυξάνοντας τη συνολική εμπέδηση (σύνθετη αντίσταση με πραγματικό και μιγαδικό μέρος) του ηλεκτροχημικού συστήματος. Άλλωστε είναι γνωστό ότι οι στοιχειομετρικές των επιφανειακών οξειδίων του αιματίτη Fe₂O₃, του μαγνητίτη Fe₃O₄ και του βουσίτη έχουν το ρόλο πυκνωτή που επιδρά στη συνολική αντίσταση πόλωσης του ηλεκτροδίου (electrode polarization resistance), στην αντίσταση μεταφοράς φορτίου (charge transfer resistance) και στην αντίσταση διάχυσης (diffusion resistance), αποσταθεροποιώντας και παραμορφώνοντας τη χωρική κατανομή των ηλεκτροδυναμικών γραμμών πόλωσης εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

Επιπρόσθετα πραγματοποιήθηκε μέτρηση του ηλεκτροδυναμικού δυναμικού ισορροπίας των δοκιμών (Electrodynamical Equilibrium Potential), εντός της ειδικής κυψέλης για το συγκεκριμένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον, με αποτέλεσμα να καταγραφεί η τιμή αυτού περίπου ίση με -1410, -1370 και -1320 mV, για τους χάλυβες X52, X65 και X70 αντίστοιχα, έναντι του πρότυπου ηλεκτροχημικού δυναμικού διάβρωσης του καλομέλανα (Standard Reference Saturated Calomel Electrode/SCE). Τέλος αποδοθήθηκε και το δυναμικό ανοιχτού κυκλώματος του συνολικού συστήματος (Open Circuit

Potential - OCP), μέσω προσδιορισμού του σημείου τομής των εφαπτομένων των ποτενσιοδυναμικών καμπυλών ανοδικής και καθοδικής πόλωσης (potentiodynamic curves of anodic and cathodic polarization), με αποτέλεσμα να καταγραφεί η τιμή αυτού περίπου ίση με -430, -390 και -350 mV, για τους χάλυβες X52, X65 και X70 αντίστοιχα (Εικόνες 253 - 254).



Εικόνα 253: Σκαρίφημα ηλεκτρολυτικής διάταξης (οριζόντιου τύπου κελί) όπου έλαβε χώρα η καθοδική πόλωση των δοκιμίων εντός περιβάλλοντος υδρογόνου

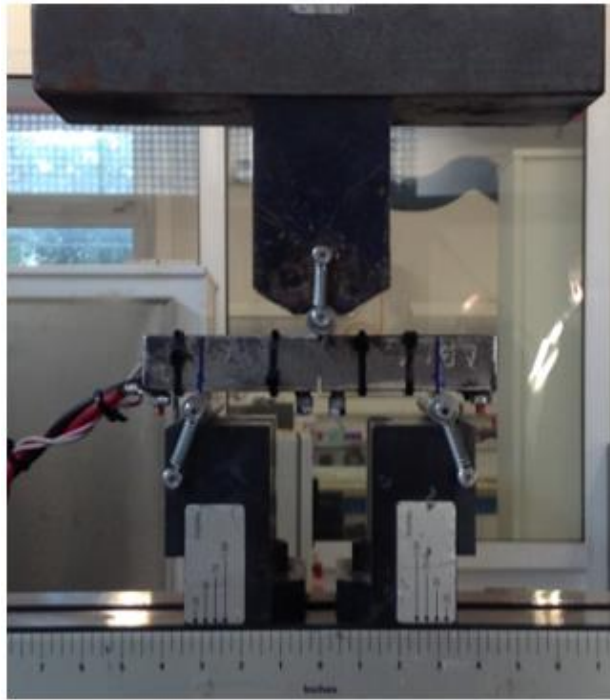


Εικόνα 254: Φωτογραφική απεικόνιση της κυψέλης όπου πραγματοποιήθηκε η ηλεκτροχημική διέγερση, του τροφοδοτικού το οποίο λειτούργησε ως γαλβανοστάτης (σταθεροποίηση της πυκνότητας έντασης ρεύματος) και του ψηφιακού πολυμέτρου μέσω του οποίου μετρήθηκε η μεταβολή του πεδίου της ηλεκτρικής τάσης

4.5 ΦΩΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΠΕΙΚΟΝΙΣΗ ΤΗΣ ΥΔΡΑΥΛΙΚΗΣ ΜΗΧΑΝΗΣ ΔΟΚΙΜΩΝ ΟΠΟΥ ΠΡΑΓΜΑΤΟΠΟΙΗΘΗΚΑΝ ΤΑ ΠΕΙΡΑΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD, ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΑΡΧΙΚΗΣ ΕΠΙΒΟΛΗΣ ΠΑΡΑΜΟΡΦΩΣΙΑΚΩΝ ΠΕΔΙΩΝ ΛΟΓΩ ΚΟΠΩΣΗΣ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΑΕΡΑ ΚΑΙ ΤΗΣ ΕΝ ΣΥΝΕΧΕΙΑ ΕΛΑΣΤΙΚΗΣ ΠΡΟΦΟΡΤΙΣΗΣ ΚΑΙ ΚΑΜΠΤΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΤΩΝ ΔΟΚΙΜΩΝ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ

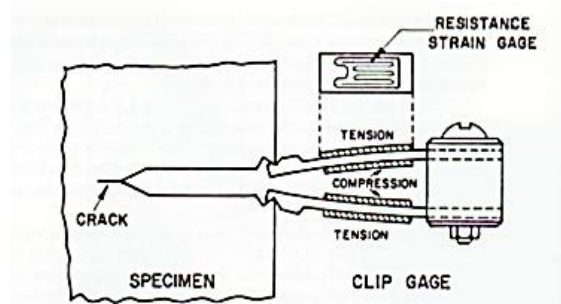
Τα δοκίμια που μελετήθηκαν είχαν επίπεδη γεωμετρία, πάχος διατομής 11 mm και είχαν προέλθει από σωληνώσεις μεταφοράς υγρού καυσίμου που προορίζονταν για υποθαλάσσια λειτουργία με εξωτερική διάμετρο 26 in. Στην επιφάνειά τους είχε διαμορφωθεί εγκοπή τύπου V, με βάθος 2mm, ώστε η εκκίνηση της ρωγμής κατά το στάδιο της κόπωσης να πραγματοποιηθεί με ελεγχόμενο τρόπο. Η σύνθετη μηχανική καταπόνηση (Crack Tip Opening Displacement/CTOD) των χαλύβων X52, X65 και X70 έλαβε χώρα σε όλες τις περιπτώσεις σε δύο διακριτά στάδια σύμφωνα με τα πρότυπα BS7448, ISO12135 και DNV - ST - F101. Κατά τη διάρκεια του πρώτου σταδίου της CTOD δοκιμής πραγματοποιείτο η ελεγχόμενη προρωγμάτωση των δοκιμών (controlled fatigue precrack process) μέσω της σταδιακής κοπωτικής φόρτισης αυτών σε περιβάλλον αέρα (fatigue loading in air environment) και ο προσδιορισμός του ενεργού μήκους διάδοσης της ρωγμής (active crack propagation length). Ο έλεγχος του μήκους της διαδιδόμενης ρωγμής λάμβανε χώρα με τη χρήση μιας παλμογενήτριας η οποία λειτουργούσε με τροφοδοτικό εναλλασσόμενου ρεύματος (Alternative Current Pulsed Device/ACPD). Με την ηλεκτρική διέγερση του υπό μελέτη συστήματος καταγραφόταν με συνεχή τρόπο η σύνθετη αντίσταση αυτού (impedance) καθώς και η διακύμανση του πεδίου μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης (fluctuation of voltage field). Στη συνέχεια μέσω χρήσης μιας βαθμονομημένης συνάρτησης μεταφοράς (calibrated transfer function) η διακύμανση του πεδίου μεταβολής της ηλεκτρικής τάσης μετασχηματιζόταν σε ενεργό μήκος διάδοσης της ρωγμής (Εικόνα 255). Η επιβολή των παραμορφωσιακών πεδίων λόγω κόπωσης (fatigue deformation fields) λάμβανε τέλος όταν η ρωγμή αποκτούσε μια κρίσιμη τιμή μήκους (critical crack length) της τάξης των 3.5 mm. Επιπρόσθετα αναφέρεται ότι πριν την έναρξη του πρώτου σταδίου της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD είχε

πραγματοποιηθεί μέτρηση του ηλεκτροδυναμικού δυναμικού ισορροπίας (Electrodynamic Equilibrium Potential) των δοκιμίων στον αέρα έναντι αυτού του πρότυπου ηλεκτροδίου αναφοράς του καλομέλανα (Standard Reference Saturated Calomel Electrode/SCE), υπό τη συγχρονισμένη ηλεκτρική διέγερση και μηχανική καταπόνηση του συνολικού συστήματος, με αποτέλεσμα να καταγραφεί η τιμή αυτού περίπου ίση με 0.2384 mV. Με βάση τη τιμή αυτή έλαβε χώρα το τελικό καλιμπράρισμα της μετρητικής διάταξης και ο επαναπροσδιορισμός της βαθμονομημένης συνάρτησης μεταφοράς η οποία βρίσκεται ενταγμένη το λογισμικό του οργάνου ($\alpha_c = 10/2 * (V_c/V_r - \Delta_r/\Delta_c)$).

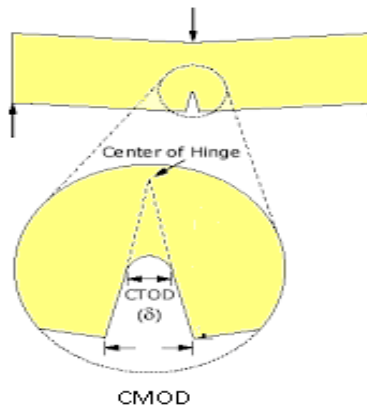


Εικόνα 255: Φωτογραφική απεικόνιση της διάταξης που χρησιμοποιήθηκε για τη διεξαγωγή του πρώτου σταδίου της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, δηλαδή της ελεγχόμενης προρωγμάτωσης μέσω κόπωσης σε περιβάλλον αέρα.

Στη συνέχεια, αφού είχε ολοκληρωθεί το στάδιο της ελαστικής προφόρτισης σε περιβάλλον υδρογόνου, λάμβανε χώρα η καμπτική καταπόνηση υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση των δοκιμίων. Κατά τη διάρκεια αυτής τοποθετείτο στο άνω χείλος της εγκοπής επί της επιφανείας των δοκιμίων ένα διμεταλλικό έλασμα στο οποίο βρίσκονταν προσαρμοσμένα ειδικά επιμηκυνσιόμετρα (amplifiers), που λειτουργούσαν βάσει της αρχής της γέφυρας Winston. Κύρια στόχευση σε κάθε περίπτωση αποτέλεσε η καταγραφή της διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (amplification of the upper lip of the notched area) με τη σταδιακή καμπτική φόρτιση, για επιβαλλόμενο ρυθμό μετατόπισης του εμβόλου 0.001 mm/min. Μόλις λάμβανε χώρα η θραύση μέσω των καμπυλών F–Crack Mouth Open Displacement (CMOD) και των παρατιθέμενων αναλυτικών σχέσεων πραγματοποιείτο ο υπολογισμός των χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών τα οποία σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα, όπως αποτελεί η παράμετρος J_m , ο παράγοντας έντασης τάσης κατά την έναρξη της πλαστικοποίησης K_Q (stress intensity factor at the initiation point of plasticity effect) και η παράμετρος CTOD τόσο για την ελαστική όσο και για την πλαστική περιοχή ($CTOD_{el}$, $CTOD_{pl}$) (Εικόνα 256).



(a)



(b)

$$K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]$$

$$CTOD_{el} = \delta_{el} = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{(1-\nu^2)}{2R_{p0.2} E} \right]$$

$$CTOD_{pl} = \delta_{pl} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z}$$

$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right]$$

$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right]$$

$$J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right]$$

(c)

Εικόνα 256: (a) Μετρητικό σύστημα της διεύρυνσης του ανοίγματος του άνω χείλους της εγκοπής (Crack Mouth Open Displacement Gauge), (b) περιγραφική αποτύπωση των μεγεθών CMOD (Crack Mouth Open Displacement) και CTOD (Crack Tip Opening Displacement), (c) αναλυτικές σχέσεις οι οποίες χρησιμοποιούνται κατά τη θραυστομηχανική ανάλυση για τον υπολογισμό των κυριότερων μηχανικών παραμέτρων οι οποίες σχετίζονται με το μέγεθος της δυσθραυστότητας

4.6 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ ΠΟΥ ΑΦΟΡΑ ΣΤΗΝ ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΠΟΙΗΣΗ ΚΑΙ ΤΗΝ ΕΠΙΛΟΓΗ ΤΩΝ ΤΕΛΙΚΩΝ ΣΥΝΘΗΚΩΝ ΤΗΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΓΙΑ ΚΑΘΟΡΙΣΜΕΝΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΟ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΔΙΕΓΕΡΣΗΣ ΜΕ ΥΨΗΛΗ ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗ ΣΕ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΑ

Στον παρακάτω πίνακα παρατίθενται οι επακριβείς ηλεκτροδυναμικές συνθήκες πόλωσης εντός του οριζόντιου ηλεκτρολυτικού κελιού κατά τη διάρκεια της διεξαγωγής της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD (Πίνακας 46). Όπως γίνεται αντιληπτό η επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ορίστηκε να έχει ως μέγιστο κατώφλι τα 20 mA/cm². Αυτό συνέβη, όπως έχει ήδη αναφερθεί, διότι αντίστοιχες μελέτες οι οποίες έχουν διεξαχθεί στους συγκεκριμένους τύπους χάλυβα, έχουν καταλήξει στο συμπέρασμα ότι η τιμή αυτή του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης είναι που οδηγεί στο μεγαλύτερο βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου, με αποτέλεσμα τη μεγιστοποίηση της πτώσης των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών ιδιοτήτων του μεταλλουργικού συστήματος.

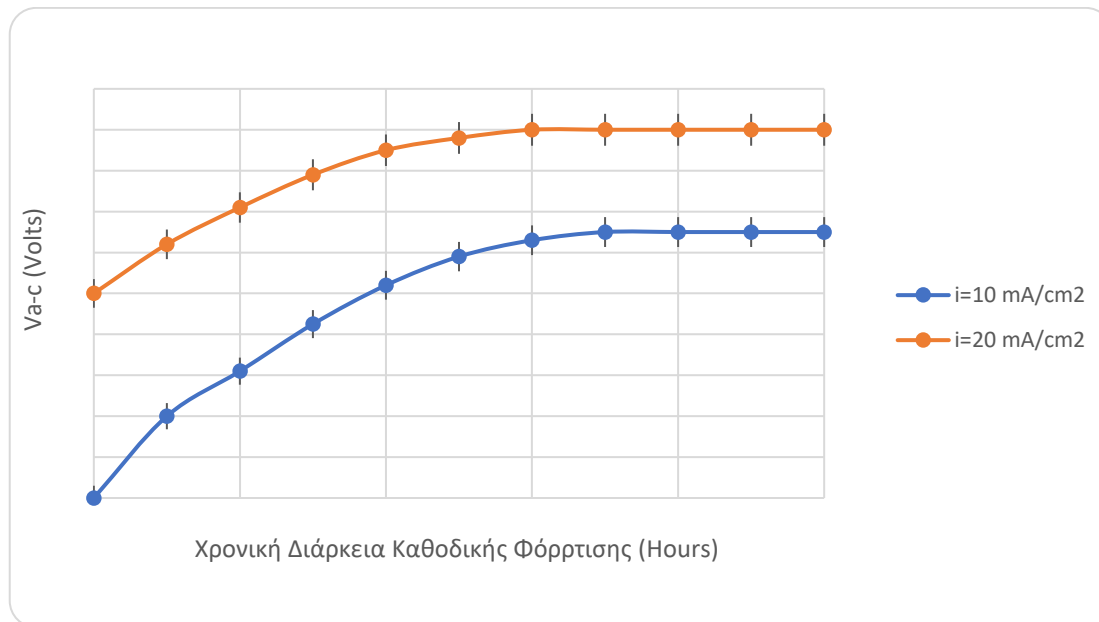
Πίνακας 46: Παραμετροποίηση και επιλογή των συνθηκών ηλεκτροχημικής διέγερσης (πυκνότητα έντασης ρεύματος, και χρονική διάρκεια καθοδικής πόλωσης) και για τα τρία είδη χαλύβων.

Υλικά	Πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (mA/cm ²)		Χρονική Διάρκεια καθοδικής πόλωσης (ώρες)
Χάλυβας X52	10	20	26
Χάλυβας X70	10	20	26
Χάλυβας X65	10	20	26

4.6.1 Συγκεντρωτικοί πίνακες του απαιτούμενου χρόνου σταθεροποίησης του δυναμικού για τους χάλυβες X52, X70 και X65, κατά τη διάρκεια του In – Situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing για δύο διαφορετικά επίπεδα επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

Πίνακας 47:Απαιτούμενος χρόνος σταθεροποίησης δυναμικού για τον χάλυβα X65 κατά τη διάρκεια του In-Situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing, στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

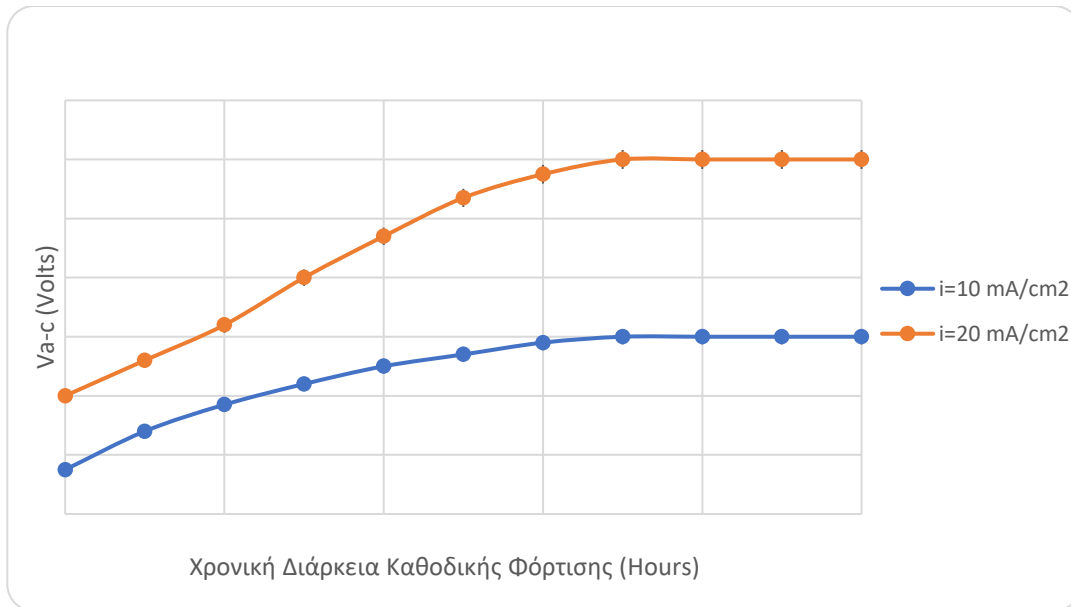
IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			
X65			
i=10 mA/cm ²		i=20 mA/cm ²	
Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}	Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}
0	3	0	3,5
0,5	3,2	0,5	3,62
1	3,31	1	3,71
1,5	3,425	1,5	3,79
2	3,52	2	3,85
2,5	3,59	2,5	3,88
3	3,63	3	3,9
3,5	3,65	3,5	3,9
4	3,65	4	3,9
4,5	3,65	4,5	3,9
5	3,65	5	3



Διάγραμμα 124: Μεταβολή του δυναμικού κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης για δοκίμιο χάλυβα X65, έως ότου επέλθει η σταθεροποίηση για το συνολικό ηλεκτροχημικό-ηλεκτροδυναμικό σύστημα.

Πίνακας 48:Απαιτούμενος χρόνος σταθεροποίησης δυναμικού για τον χάλυβα X52 κατά τη διάρκεια του In-Situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing, στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

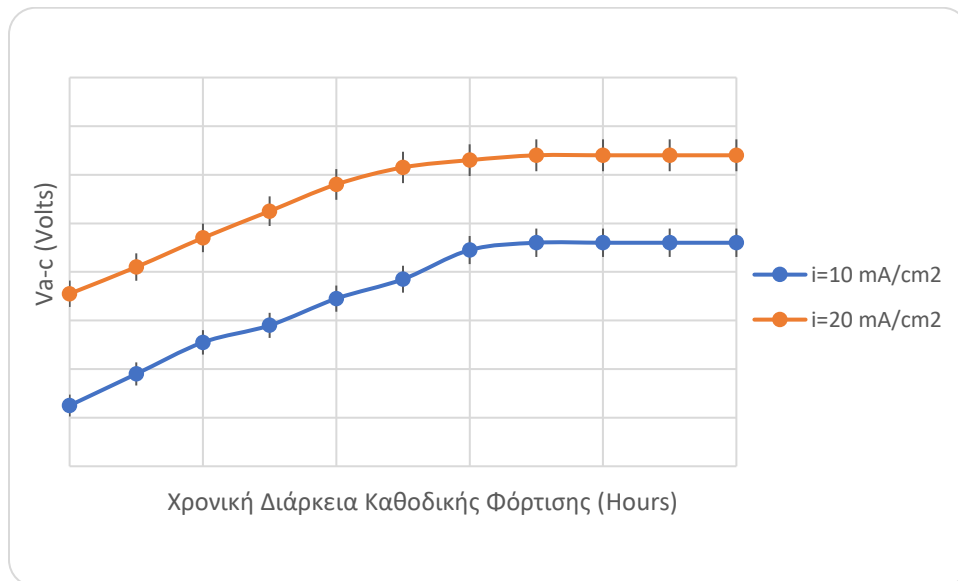
IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			
X52			
i=10 mA/cm ²		i=20 mA/cm ²	
Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}	Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}
0	2,15	0	2,4
0,5	2,28	0,5	2,52
1	2,37	1	2,64
1,5	2,44	1,5	2,8
2	2,5	2	2,94
2,5	2,54	2,5	3,07
3	2,58	3	3,15
3,5	2,6	3,5	3,2
4	2,6	4	3,2
4,5	2,6	4,5	3,2
5	2,6	5	3,2



Διάγραμμα 125: Μεταβολή του δυναμικού κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης για δοκίμιο χάλυβα X52, έως ότου επέλθει η σταθεροποίηση για το συνολικό ηλεκτροχημικό-ηλεκτροδυναμικό σύστημα.

Πίνακας 49: Απαιτούμενος χρόνος σταθεροποίησης δυναμικού για τον χάλυβα X70 κατά τη διάρκεια του In-Situ Hydrogen Cathodic Charging and CTOD testing, στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			
X70			
i=10 mA/cm ²		i=20 mA/cm ²	
Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}	Χρονική Διάρκεια Καθοδικής Πόλωσης (ώρες)	V _{a-c}
0	2,55	0	3,1
0,5	2,69	0,5	3,22
1	2,82	1	3,3
1,5	2,98	1,5	3,42
2	3,09	2	3,51
2,5	3,2	2,5	3,6
3	3,29	3	3,64
3,5	3,35	3,5	3,67
4	3,35	4	3,67
4,5	3,35	4,5	3,67
5	3,35	5	3,67



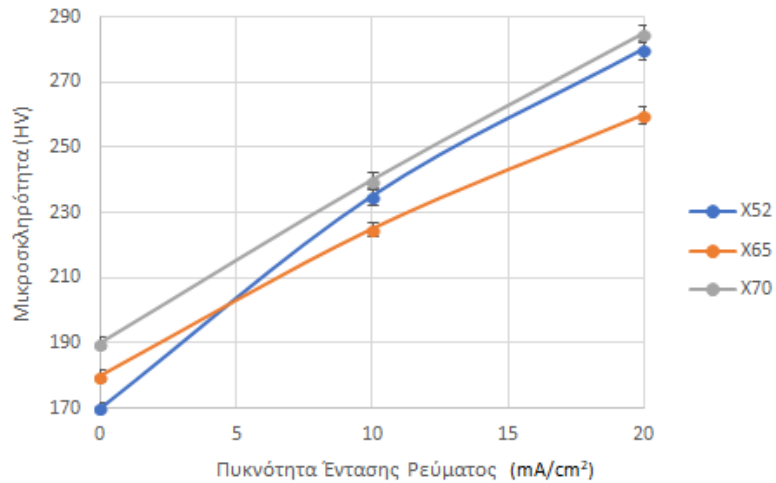
Διάγραμμα 126: Μεταβολή του δυναμικού κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης για δοκίμιο χάλυβα X70, έως ότου επέλθει η σταθεροποίηση για το συνολικό ηλεκτροχημικό-ηλεκτροδυναμικό σύστημα.

Όπως παρατηρείται και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης (X52, X70 και X65), κατά τη διάρκεια της δοκιμής In-Situ Hydrogen Cathodic Charging, η σταθεροποίηση του εναλλασσόμενου δυναμικού πόλωσης του συνολικού συστήματος ηλεκτροχημικής διέγερσης, πραγματοποιείται με μια χρονική υστέρηση της τάξης περίπου των 3 – 3.5 ωρών. Η παρατήρηση αυτή είναι λογική καθώς η πόλωση του ηλεκτροδυναμικού αυτού συστήματος λαμβάνει χώρα γαλβανοστατικά και όχι ποτενσιοστατικά (δηλαδή μέσω σταθεροποίησης της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και όχι μέσω σταθεροποίησης του επιβαλλόμενου καθοδικού δυναμικού). Βάσει των παρατιθέμενων διαγραμμάτων συμπεραίνεται ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος αυξάνει με μη γραμμικό τρόπο και η τιμή του απαιτούμενου δυναμικού για τη σταθεροποίηση του ηλεκτροχημικού συστήματος και την εξισορρόπηση της σύνθετης αντίστασης αυτού (εμπέδηση). Επιπρόσθετα ο χάλυβας X65 χαρακτηρίζεται από τα υψηλότερα πεδία τιμών του μετρηθέντος δυναμικού για όλες τις επιβληθείσες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ενώ ο χάλυβας X52 αντίστοιχα από τα χαμηλότερα πεδία τιμών αυτού. (Πίνακες 47 – 49, Διαγράμματα 124 - 126). Το παραπάνω γεγονός αποδίδεται στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, ο οποίος στοιχειοθετείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή με συμμετοχή εκφυλισμένου περλίτη. Κατά συνέπεια κυριαρχούν ως προς τον κλασματικό όγκο μικρογραφικά συστατικά και φάσεις εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας (περλίτης και φερρίτης), με μορφολογία ισοαξονική, ενώ ταυτόχρονα η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών χαρακτηρίζεται από σχετικά υψηλές τιμές. Η περιορισμένη λοιπόν θερμοδυναμική μεταστάθεια για το κραματικό αυτό σύστημα (με εξαίρεση τις περιοχές του κατώτερου – κοκκώδους μπαινίτη), καθιστά την ελεύθερη ενέργεια του μεταλλουργικού συστήματος σε χαμηλότερα επίπεδα, με αποτέλεσμα να απαιτείται ισχυρότερο πεδίο διέγερσης για την ηλεκτροχημική ενεργοποίηση αυτού. Αντίθετα το κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, το οποίο χαρακτηρίζεται από ζωνώδεις διατάξεις αποτελούμενες από εναλλασσόμενες περιοχές φερρίτη, περλίτη και μπαινίτη, σε συνδυασμό με την επιμήκη μορφολογία των κόκκων, τον υψηλό βαθμό ανισοτροπίας και την ιδιαίτερα ανομοιογενή κατανομή και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας των φερριτικών και των μπαινιτικών νησίδων, προσδιορίζεται και από αυξημένη τιμή της πρότυπης ελεύθερης ενθαλπίας (ΔG^0), με αποτέλεσμα η ενεργοποίηση της μετακίνησης του ηλεκτρικού φορτίου παρουσίας κατιοντικών ροών (χημικού παράγοντα) να απαιτεί την ανάπτυξη πιο ασθενών πεδίων ηλεκτροχημικής διέγερσης – ηλεκτροδυναμικής πόλωσης [71, 82 - 84, 309, 318, 321].

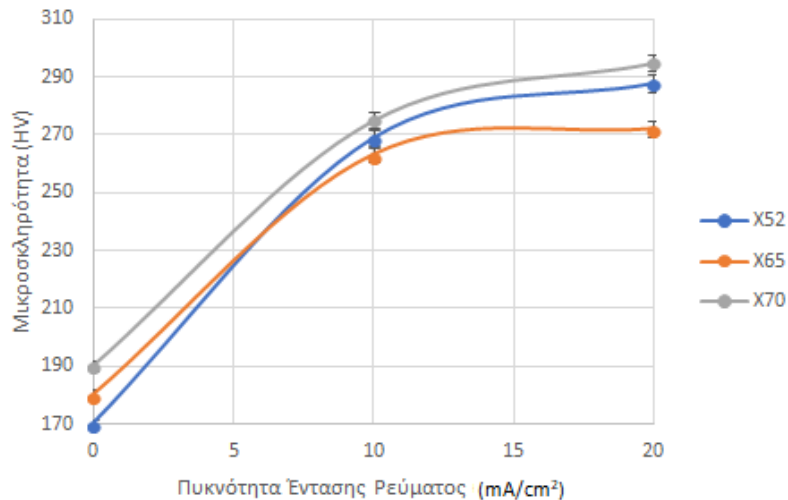
4.7 ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΤΗΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ ΓΙΑ ΟΛΟΥΣ ΤΟΥΣ ΤΥΠΟΥΣ ΧΑΛΥΒΑ X52, X70 ΚΑΙ X65, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΧΡΟΝΙΚΗΣ ΔΙΑΡΚΕΙΑΣ 26 ΩΡΩΝ ΓΙΑ ΔΥΟ ΔΙΑΦΟΡΕΤΙΚΑ ΠΕΔΙΑ ΤΙΜΩΝ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ

Στο πλαίσιο του παρόντος υποκεφαλαίου πραγματοποιήθηκε εκτενής διερεύνηση της επίδρασης που έχει η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης, τόσο σε περίπτωση διεξαγωγής ex – situ όσο και in – situ hydrogen cathodic charging δοκιμής, στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των χαλύβων X52, X70 και X65. Τα αποτελέσματα των ανωτέρω μετρήσεων συνοψίζονται στα παρατιθέμενα διαγράμματα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης,

για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X70 και X65. Σημειώνεται τέλος ότι η κάθε αναγραφόμενη τιμή στα διαγράμματα αποτελεί το σταθμισμένο μέσο όρο έξι ανεξάρτητων επιμέρους μετρήσεων, με στόχο τη διασφάλιση της επαναληψιμότητας των μετρήσεων και της ακεραιότητας του πειραματικού αποτελέσματος.



Διάγραμμα 127: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της επιβληθείσας πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X70 και X65 σε ex – situ hydrogen cathodic charging δοκιμή.



Διάγραμμα 128: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσει της επιβληθείσας πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για τα τρία είδη χαλύβων σε in – situ hydrogen cathodic charging δοκιμή

Σε ότι αφορά στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των χαλύβων X52, X70 και X65, παρατηρείται και για τις τρεις περιπτώσεις, αύξηση των απολύτων τιμών αυτής με την επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο για ex –situ όσο και για in – situ hydrogen cathodic charging δοκιμή. Τον υψηλότερο ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας τον παρουσιάζει ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X52 και τον χαμηλότερο ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65, ιδιαίτερα κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm²(σε σύγκριση με το ρυθμό μεταβολής που παρατηρείται κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm²). Ο χάλυβας X70 φαίνεται να χαρακτηρίζεται συνεχώς από ενδιάμεσες τιμές ως προς την κινηματική απόκριση του μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού του ιστού (electro – kinetic potential and fragmentations during the evolution of electro – diffusion process). Η αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας για τα παραπάνω κραματικά συστήματα μελέτης αποδίδεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών με τις ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου (dislocation networks– Cottrell atmosphere interactions), στη δημιουργία υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (hydrogenated vacancies – V/H clusters) και στην ανάπτυξη εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής εντός της μητρικής δομής (hydrogen interstitial solid solution). Οι παράγοντες αυτοί λειτουργούν συνεργιστικά ως προς την αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient augmentation), του ορίου διαρροής και της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του εκάστοτε μεταλλουργικού συστήματος (Διαγράμματα 127 – 128) [6, 10, 30 33, 82, 307, 310, 321 – 322].

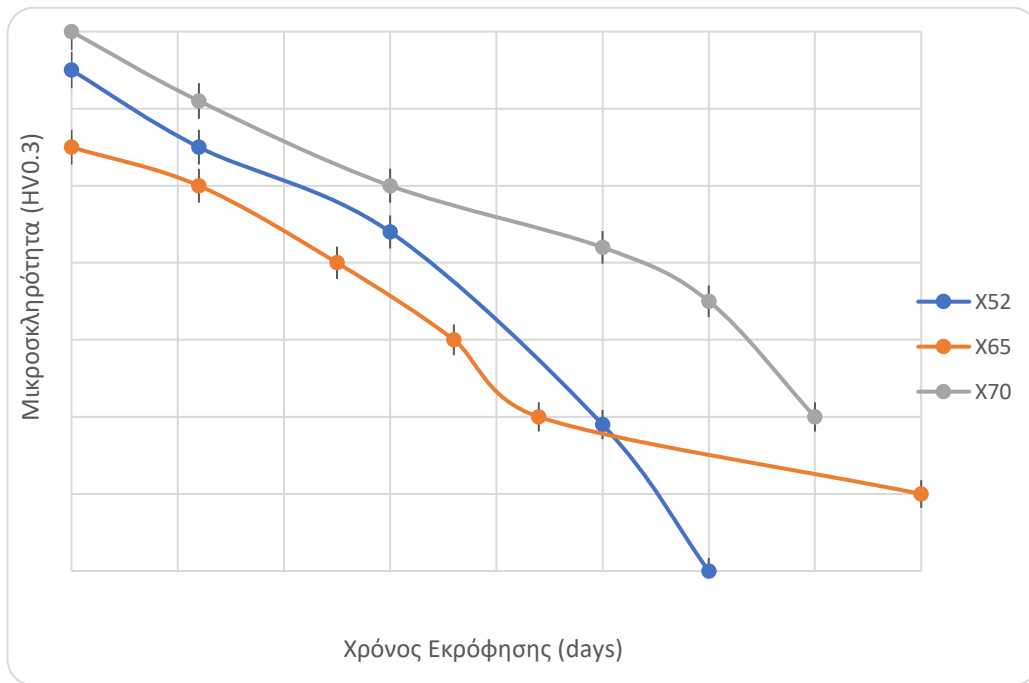
Επιπρόσθετα είναι γνωστό ότι ο τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογονοκατιόντα οδηγεί στη συστηματική και επαναλαμβανόμενη παρεμπόδιση της μετακίνησης των διαταραχών κατά τη διάρκεια της καμπτικής καταπόνησης, με αποτέλεσμα καθώς αυτές αλληλομπλοκάρονται μεταξύ τους (dislocation entanglement) είτε να αλληλοαναιρούνται (dislocation annihilation effect) είτε να πολυγωνοποιούνται (dislocation polygonalization effect). Κατ' αυτόν τρόπο δημιουργούνται εκτενείς ζώνες εντός του μικρογραφικού ιστού όπου πραγματοποιείται εντατικοποιημένη συσσώρευση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης προκαλώντας την ενδοτράχυνση του μεταλλουργικού συστήματος. Το μεγαλύτερο ρυθμό αύξησης ως προς τις τιμές της επιφανειακής μικροσκληρότητας τον παρουσίασε τόσο για την Ex – Situ όσο και για την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή ο χάλυβας X52, κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm². Το κραματικό αυτό σύστημα χαρακτηρίζεται από το μεγαλύτερο βαθμό επιδεκτικότητας ως προς τη συσσώρευση του μοριακού υδρογόνου σε παγίδες εγκλωβισμού μη αντιστρεπτού τύπου (high energy irreversible deep traps), οι οποίες κατανέμονται κυρίως στις μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – μπαινιτικών νησίδων και των περλιτικών – μπαινιτικών νησίδων, στις ψαθυροποιητικές ομάδες φάσεων Al₂O₃ καθώς και στα δίκτυα των διαταραχών εντός των μπαινιτικής δομής. Οι περιοχές αυτές βάσει της διεθνούς βιβλιογραφίας (μέσω ανάλυσης με τις τεχνικές APFIM, SIMS και SANS) χαρακτηρίζονται από τον υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής των υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (Hydrogenated Vacancies). Αντίθετα ο χαμηλότερος ρυθμός αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας συναρτήσεως της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αποδόθηκε στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, ο οποίος μπορεί να χαρακτηρίζεται από υψηλότερο συντελεστή ενδοτράχυνσης και συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (δηλαδή επιδέχεται ευκολότερα και σε μεγαλύτερο βαθμό τη σκλήρυνση μέσω πλαστικής παραμόρφωσης), παρουσιάζει όμως περιορισμένη ικανότητα παγίδευσης του υδρογόνου σε μοριακή μορφή εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, καθώς διαμέσου των πολλαπλών ορίων κόκκων χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ

των πλεγμάτων ευνοείται ο μηχανισμός της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Κατά συνέπεια κρίνεται ως περιορισμένη η αντίσταση που επιδεικνύει ο κρυσταλλογραφικός ιστός του χάλυβα X65 ως προς την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically pulsed diffusion fronts of atomic hydrogen), οδηγώντας σε αυθόρμητη συνέχιση του φαινομένου. Πιο συγκεκριμένα για την περίπτωση της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής, μεταξύ των πεδίων τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης των 10 mA/cm² και 20 mA/cm² παρατηρείται σταθεροποίηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας του χάλυβα X65, λόγω του τοπικού υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου και σε υδρογονωμένα πλεγματικά κενά. Ο μηχανισμός της ηλεκτροδιάχυσης μεταβάλλεται από αυτόν της ηλεκτροπροώθησης μέσω των ενεργών διόδων των διαταραχών σε αυτόν της μετανάστευσης μέσω αλμάτων μεταξύ των ατελειών δομής (hopping mechanism). Τέλος οι υψηλότερες απόλυτες τιμές της μικροσκληρότητας αποδόθηκαν στο χάλυβα X70, τόσο για την αφόρτιστη όσο και για την καθοδικά πολωμένη κατάσταση γεγονός το οποίο οφείλεται στα υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού όρια κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της περλιτικής δομής, όπου αναπτύσσεται υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής δικτύων διαταραχών καθώς και υπομικροσκοπικών ομάδων φάσεων καρβιδίων – καρβονιτριδίων του Ti και του Nb [66 – 67, 74, 91 – 93, 120, 222]. Όπως ήταν αναμενόμενο οι υψηλότερες τιμές της μικροσκληρότητας σημειώθηκαν και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης έπειτα από την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή καθώς στην περίπτωση αυτή έχουμε τη ταυτόχρονη συνέργεια πολλαπλών μηχανισμών σκλήρυνσης, όπως αποτελεί η αύξηση της πυκνότητας των διαταραχών μέσω πλαστικής παραμόρφωσης και η παρεμπόδιση της μετακίνησης αυτών λόγω κατακρήμνισης υδριδίων και ανάπτυξης υδρογονωμένων πλεγματικών κενών [22, 46, 263, 333].

4.8 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΙ ΠΙΝΑΚΕΣ ΤΩΝ ΤΙΜΩΝ ΤΟΥ ΑΠΑΙΤΟΥΜΕΝΟΥ ΧΡΟΝΟΥ ΕΚΡΟΦΗΣΗΣ ΤΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΚΑΙ ΚΑΜΠΥΛΕΣ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΑΥΤΟΥ ΓΙΑ ΟΛΟΥΣ ΤΟΥΣ ΤΥΠΟΥΣ ΧΑΛΥΒΑ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65, ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΧΡΟΝΙΚΗΣ ΔΙΑΡΚΕΙΑΣ 26 ΩΡΩΝ ΓΙΑ ΔΥΟ ΔΙΑΦΟΡΕΤΙΚΑ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΑ ΠΕΔΙΑ ΤΙΜΩΝ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ

Πίνακας 50: Συγκριτική παράθεση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από όλους τους τύπους χάλυβα (Χ52, Χ70, Χ65) για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² κατά τη διάρκεια της Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής.

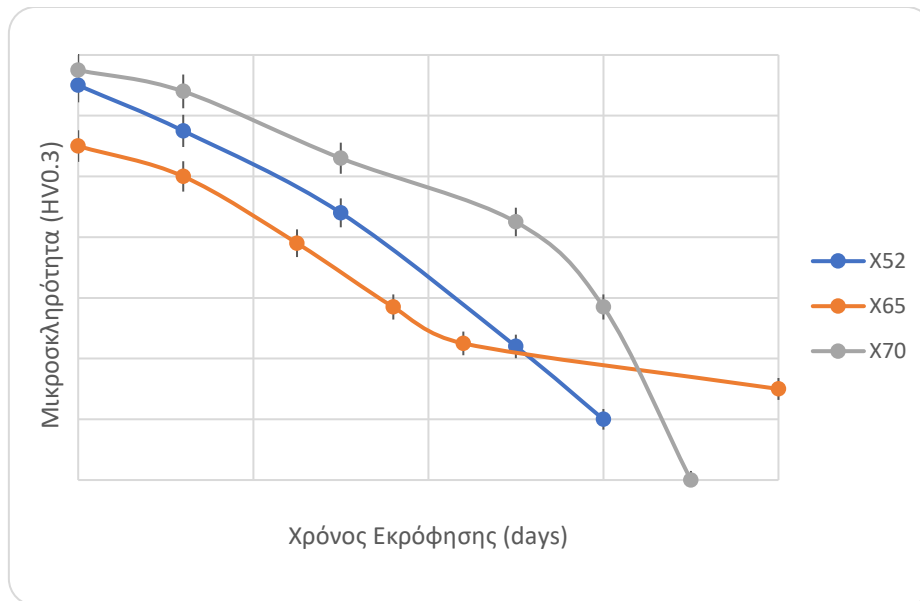
i=10 mA/cm ²					
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
Χ52		Χ65		Χ70	
Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)
0	235	0	225	0	240
12	225	12	220	12	231
30	214	25	210	30	220
50	189	36	200	50	212
60	170	44	190	60	205
-	-	80	180	70	190



Διάγραμμα 129: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης προσροφημένου ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (Χ52, Χ70, Χ65) με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 51: Συγκριτική παράθεση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70, X65) για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² κατά τη διάρκεια της Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής.

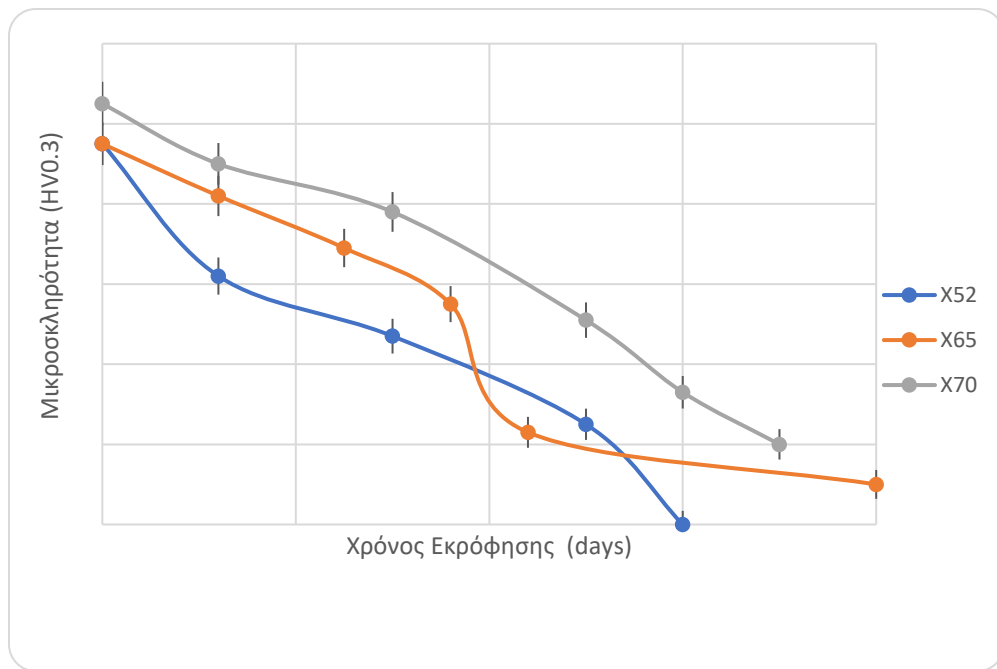
i=20 mA/cm ²					
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)
0	280	0	260	0	285
12	265	12	250	12	278
30	238	25	228	30	256
50	194	36	207	50	235
60	170	44	195	60	207
-	-	80	180	70	150



Διάγραμμα 130: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης προσροφημένου ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70, X65) με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 52: Συγκριτική παράθεση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70, X65) για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² κατά τη διάρκεια της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής.

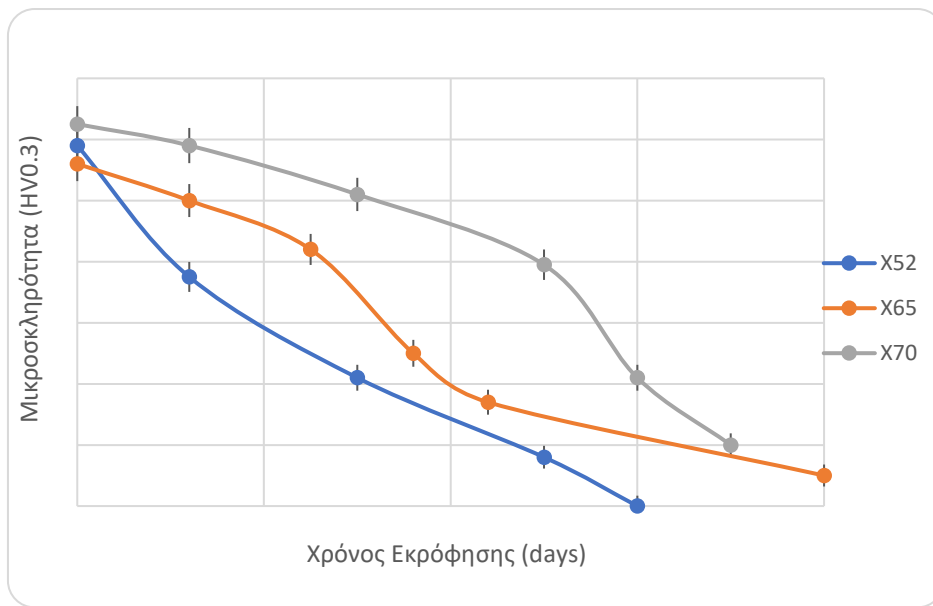
i=10 mA/cm ²					
IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)
0	265	0	265	0	275
12	232	12	252	12	260
30	217	25	239	30	248
50	195	36	225	50	221
60	170	44	193	60	203
-	-	80	180	70	190



Διάγραμμα 131: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης προσοφημένου ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70, X65) με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 53: Συγκριτική παράθεση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70, X65) με πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² κατά τη διάρκεια της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής.

i=20 mA/cm ²					
IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)	Χρόνος Εκρόφησης (days)	Μικροσκληρότητα (0.3 HV)
0	288	0	282	0	295
12	245	12	270	12	288
30	212	25	254	30	272
50	186	36	220	50	249
60	170	44	204	60	212
-	-	80	180	70	190



Διάγραμμα 132: Συγκριτικό διάγραμμα απόδοσης του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης προσροφημένου ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70 και X65) με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο στην Ex – Situ όσο και στην In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, παρατηρείται αντίστοιχη αύξηση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από τοπολογίες συστηματικής συσσώρευσης αυτών εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και των τριών κραματικών συστημάτων μελέτης (αντιστρεπτού τύπου – reversible and low energy trapping centers). Το μεγαλύτερο βαθμό χρονικής υστέρησης κατά την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης τον παρουσίασε συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης και για τα τρία είδη δοκιμών ο χάλυβας X65, ενώ ο χάλυβας X52 φάνηκε να χαρακτηρίζεται από το μικρότερο χρονικό κατώφλι σε ότι αφορά στην ενεργοποίηση του φαινομένου αυτού (thermodynamic and kinetic barrier for the activation of hydrogen desorption process). Το τελευταίο στοιχείο μπορεί να αποδοθεί εύκολα στο γεγονός ότι τα πολυάριθμα όρια κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής για τον χάλυβα X65, τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (low angle grain boundaries and small misorientation distribution factor) λειτουργούν ως ενεργά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου (reversed diffusion process of atomic hydrogen), όπου κινηματικά καθυστερεί η ολοκλήρωση του φαινομένου της εκρόφησης. Με λίγα λόγια ενώ στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 η ποσοστιαία συμμετοχή του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου είναι σημαντικά υψηλότερη από την αντίστοιχη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 (όπως θα φανεί στη συνέχεια και από τα αποτελέσματα της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης), το υδρογόνο αυτό εκροφάται ταχύτερα καθώς οι υπεράριθμες παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου στο χάλυβα X52 χαρακτηρίζονται από χαμηλότερο φράγμα δυναμικού και ενέργεια ενεργοποίησης (potential barrier and activation energy) σε σχέση με τις αντίστοιχες χαμηλότερου αριθμού αλλά υψηλότερου φράγματος δυναμικού παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου για τον χάλυβα X65. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με τη φύση των διαφασικών ορίων μεταξύ φερριτικής και μπαινιτικής δομής, τα οποία για τον χάλυβα X52 χαρακτηρίζονται ως μη συνεκτικού τύπου ενώ για τον χάλυβα X65 προσδιορίζονται ως ημι – συνεκτικού τύπου, επιβραδύνοντας κατά αυτόν τον τρόπο το μηχανισμό της εκρόφησης. Τέλος ο χάλυβας X70 χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές τόσο ως προς τον απαιτούμενο χρόνο για την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης όσο και ως προς τη ενέργεια ενεργοποίησης των παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς στο μικρογραφικό ιστό η γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, οι παράγοντες Schmid και Taylor καθώς και ο συντελεστής ενδοτράχυνσης λαμβάνουν ενδιάμεσες τιμές μεταξύ των άλλων δύο κραματικών συστημάτων ανάλυσης.

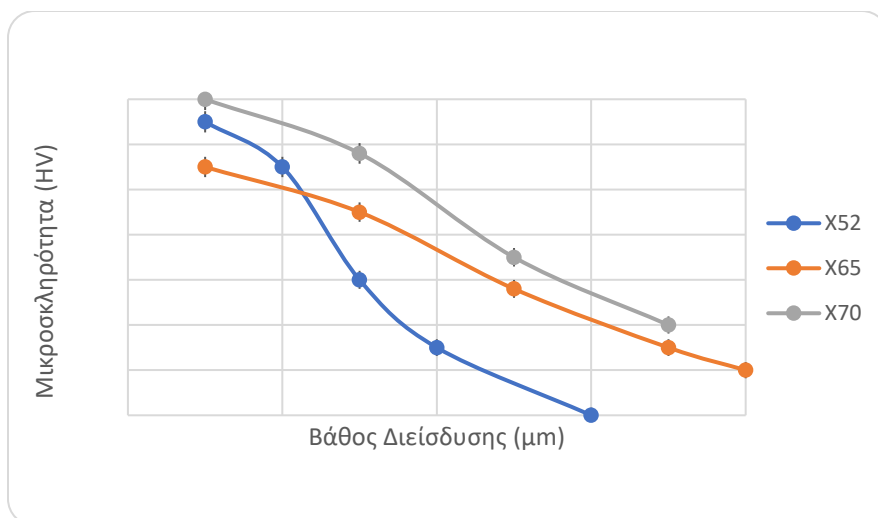
Όπως είναι λογικό η τιμή της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες των μελετούμενων κραματικών συστημάτων λαμβάνει τις μέγιστες τιμές της για το υψηλότερο πεδίο της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm^2), τόσο σε Ex – Situ όσο και σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Σημειώνεται ακόμη ότι ο ρυθμός αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας και για τα τρία είδη χαλύβων (X52, X70 και X65) είναι υψηλότερος κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm^2 , καθώς σε αυτό το πεδίο τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγιστοποιείται και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου, συγκριτικά με τη μεταβολή που παρατηρείται κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 . Δηλαδή μέχρι και τα 20 mA/cm^2 , με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αυξάνει τόσο το ποσοστό του διαχεόμενου υδρογόνου (diffusible atomic hydrogen) όσο και το ποσοστό του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου (entrapped molecular hydrogen) και για τα τρία είδη χαλύβων, με διαφορετικό όμως κλασματικό όγκο συμμετοχής μεταξύ των δύο για την ίδια πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σε Ex – Situ και In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Αυτό μπορεί να εξηγηθεί από το γεγονός ότι το

ενεργειακό κατώφλι το οποίο πρέπει να υπερβληθεί για να αυξηθεί ο ρυθμός διάχυσης μέσω των πλεγματικών κενών (Potential Kinetic Limitation on Hydrogen Transport by Hopping mechanism) και να αποδεσμευθεί και το μοριακό υδρογόνο το οποίο βρίσκεται εγκλωβισμένο σε αντιστρεπτού τύπου παγίδες συσσώρευσης, απαιτεί την εφαρμογή πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεγαλύτερης των 20 mA/cm². Αυτά τα πεδία τιμών δε μελετήθηκαν ιδιαίτερα για την περίπτωση της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής καθώς η υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων των χαλύβων X52, X70 και X65 είναι τέτοια που τους καθιστά μη λειτουργικούς στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων (Πίνακες 50 – 53, Διαγράμματα 129 – 132) [17, 20, 27, 31, 45, 75].

4.9 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΙ ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΑΙ ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΑ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΤΟΥ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΓΙΑ ΤΟΥΣ ΤΡΕΙΣ ΤΥΠΟΥΣ ΧΑΛΥΒΑ (X52, X70 ΚΑΙ X65) ΣΥΝΑΡΤΗΣΗ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΤΟΣΟ ΣΕ IN-SITU ΟΣΟ ΚΑΙ ΣΕ EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING ΔΟΚΙΜΗ

Πίνακας 54: Προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X70 και X65 με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

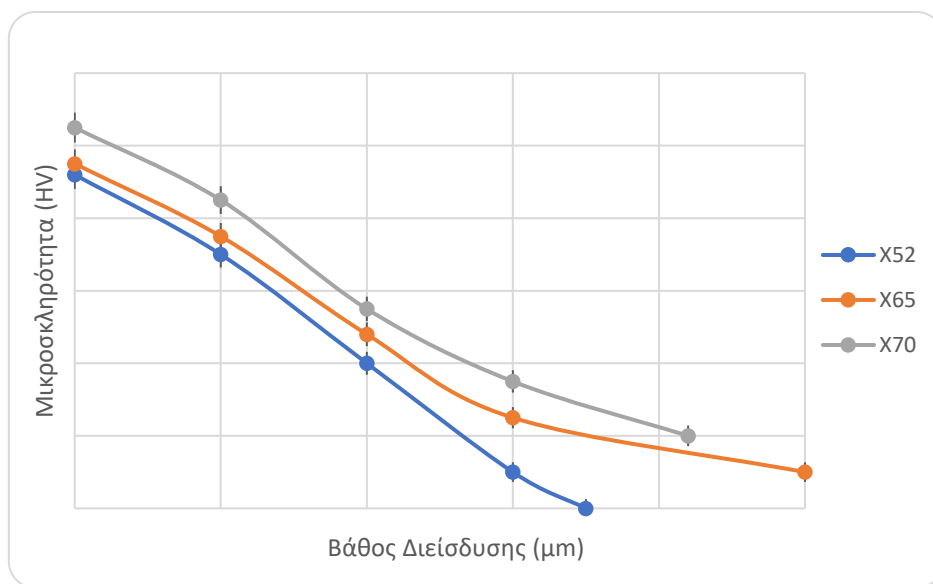
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING , i=10 mA/cm ²					
X52		X65		X70	
Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)
0	235	0	225	0	240
5	225	10	215	10	228
10	200	20	198	20	205
15	180	30	185	30	190
25	170	35	180	-	-



Διάγραμμα 133: Συγκριτική παράθεση κατανομής της μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70 και X65) έπειτα από την υποβολή τους σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 55: Προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για το μικρογραφικό ιστό των χάλυβων X52 , X70 και X65 με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

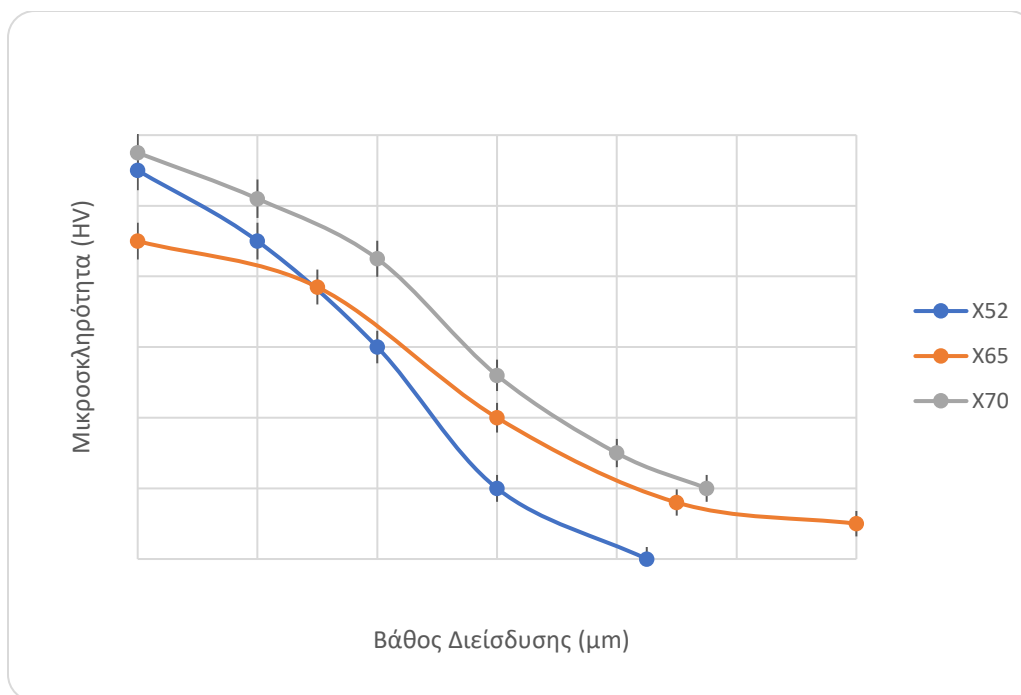
IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING , i=10 mA/cm ²					
X52		X65		X70	
Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)
0	262	0	265	0	275
10	240	10	245	10	255
20	210	20	218	20	225
30	180	30	195	30	205
35	170	50	180	42	190



Διάγραμμα 134: Συγκριτική παράθεση κατανομής της μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70 και X65) έπειτα από την υποβολή τους σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 56: Προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52 , X70 και X65 με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

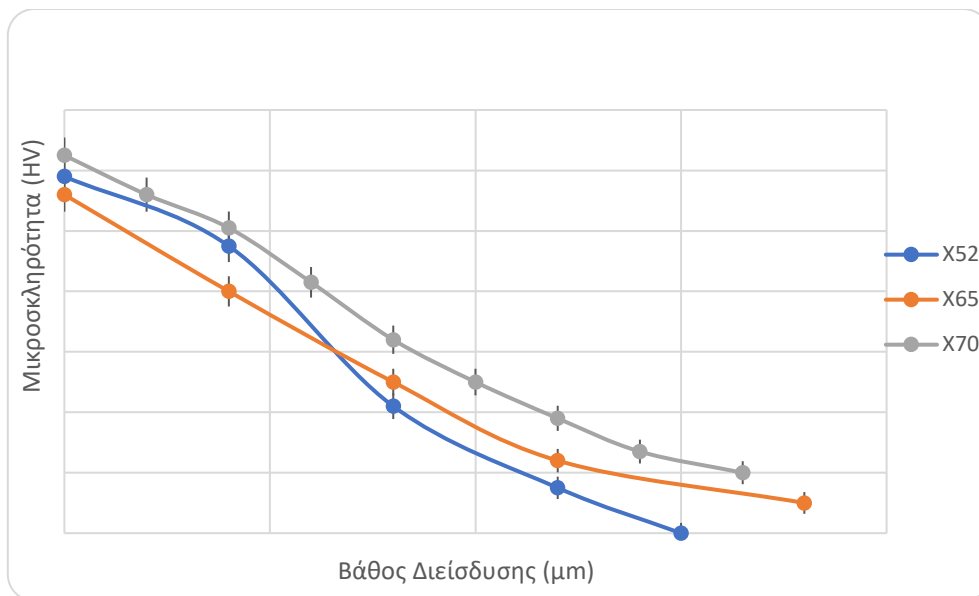
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING, $i=20 \text{ mA/cm}^2$					
X52		X65		X70	
Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)
0	280	0	260	0	285
20	260	30	247	20	272
40	230	60	210	40	255
60	190	90	186	60	222
85	170	120	180	80	200
-	-	-	-	95	190



Διάγραμμα 135: Συγκριτική παράθεση κατανομής της μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70 και X65) έπειτα από την υποβολή τους σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 57: Προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52 , X70 και X65 με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε in – situ hydrogen cathodic charging δοκιμή.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING, i=20 mA/cm ²					
X52		X65		X70	
Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Μικροσκληρότητα (HV)
0	288	0	282	0	295
40	265	40	250	20	282
80	212	80	220	40	271
120	185	120	194	60	253
120	170	180	180	80	234
-	-	-	-	100	220
-	-	-	-	120	208
-	-	-	-	140	197
-	-	-	-	165	190



Διάγραμμα 136: Συγκριτική παράθεση κατανομής της μικροσκληρότητας και προσδιορισμός του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου για όλους τους τύπους χάλυβα (X52, X70 και X65) έπειτα από την υποβολή τους σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Σε ότι αφορά στα βάθη διείσδυσης καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αυξάνει συστηματικά, με μη γραμμικό τρόπο, η έκταση που λαμβάνουν τα ηλεκτροπροωθούμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electro-pulsed diffusion fronts) στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και των τριών κραματικών συστημάτων μελέτης. Η μέγιστη τιμή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 και η ελάχιστη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52. Το τελευταίο στοιχείο σχετίζεται με το γεγονός ότι η ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού του χάλυβα X52 χαρακτηρίζεται ως ισχυρά παρεμποδιζόμενη, καθώς η θερμοδυναμική μεταστάθεια των φάσεων που τη δομούν και η υψηλή πυκνότητα των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – περλιτικών και μπαινιτικών περιοχών του χάλυβα X52 (non-coherent inter phase zones inside the banded structure), οδηγούν σε επαναλαμβανόμενη πέδηση (braking potential) και αντιστροφή των ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων ροών ατομικού υδρογόνου (reversion of electro-dynamically controlled diffusion fronts). Τέλος το κραματικό σύστημα του χάλυβα X70 σε όλες τις περιπτώσεις δοκιμών παρουσίασε ενδιαμέση απόκριση ως προς το ρυθμό αύξησης της επιφανειακής μικροσκληρότητας και την έκταση που λαμβάνουν τα ηλεκτροπροωθούμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (βάθος διείσδυσης) εν συγκρίσει με τα άλλα δύο είδη χάλυβων, καθώς λόγω της συμμετοχής ορίων κόκκων με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ της φερριτικής και της περλιτικής δομής αναπτύσσονται ευνοϊκές μικροδομικά συνθήκες ώστε να σημειωθεί άλλοτε μείωση της ενέργειας που απαιτείται για την παγίδευση του ατομικού υδρογόνου και άλλοτε αύξηση του τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης αυτού (Πίνακες 54 – 57, Διαγράμματα 133 – 136) [88, 97, 259, 265, 284].

4.10 ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΒΑΣΕΙ ΤΟΥ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΘΕΝΤΟΣ ΒΑΘΟΥΣ ΔΙΕΙΣΔΥΣΗΣ ΤΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΚΑΤΙΟΝΤΩΝ ΣΤΟ ΜΙΚΡΟΓΡΑΦΙΚΟ ΙΣΤΟ ΤΩΝ ΧΑΛΥΒΩΝ X52, X70 ΚΑΙ X65 ΜΕΣΩ ΣΑΡΩΣΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΕΩΝ ΣΕ ΚΑΘΕΤΕΣ ΔΙΑΤΟΜΕΣ ΑΥΤΩΝ

Πίνακας 58: Προσδιορισμός του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 τόσο για In – Situ όσο και για Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

X52					
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING		
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)
10	25	1,7 *10 ⁻¹¹	10	35	3,27 *10 ⁻¹¹
20	85	1,93 *10 ⁻¹⁰	20	150	6*10 ⁻¹⁰

Έπειτα από τη διεξαγωγή πειραμάτων Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής του χάλυβα X52.

Η παραβολική έκφραση του δεύτερου νόμου του Fick όπως έχει ήδη αναφερθεί είναι :

$$D = x^2/4t,$$

όπου x: το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (cm) και t: η χρονική διάρκεια της καθοδικής πόλωσης (sec)

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X52 προσδιορίστηκε ίσο με 25 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0025^2/(4*26*3600) = 1,7 *10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X52 προσδιορίστηκε ίσο με 85 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0085^2 / (4 * 26 * 3600) = 1,93 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Κατά τον ίδιο τρόπο έπειτα από τη διεξαγωγή της δοκιμής In – Situ Hydrogen Cathodic Charging during CTOD testing, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής του χάλυβα X52.

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X52 προσδιορίστηκε ίσο με 35 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0035^2 / (4 * 26 * 3600) = 3,27 * 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X52 προσδιορίστηκε ίσο με 150 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0150^2 / (4 * 26 * 3600) = 6 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Πίνακας 59: Προσδιορισμός του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 τόσο για In – Situ όσο και για Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

X65					
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING		
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Πυκνότητα έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)
10	35	3,27 * 10 ⁻¹¹	10	50	6,68*10 ⁻¹¹
20	120	3,85 * 10 ⁻¹⁰	20	180	8,65*10 ⁻¹⁰

Έπειτα από τη διεξαγωγή πειραμάτων Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65.

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X65 προσδιορίστηκε ίσο με 35 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0035^2/(4*26*3600) = 3,27 * 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X65 προσδιορίστηκε ίσο με 120 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0120^2/(4*26*3600) = 3,85 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμής In – Situ Hydrogen Cathodic Charging during CTOD testing, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X65.

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X65 προσδιορίστηκε ίσο με 50 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0050^2 / (4 * 26 * 3600) = 6,7 * 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X65 προσδιορίστηκε ίσο με 180 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0180^2 / (4 * 26 * 3600) = 8,6 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Πίνακας 60: Προσδιορισμός του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70 τόσο για In – Situ όσο και για Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

X70					
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING			IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING		
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)
10	30	2,4 * 10 ⁻¹¹	10	42	4,71 * 10 ⁻¹¹
20	95	2,41 * 10 ⁻¹⁰	20	165	7,27 * 10 ⁻¹⁰

Έπειτα από τη διεξαγωγή πειραμάτων Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός της μητρικής δομής του χάλυβα X70.

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X70 προσδιορίστηκε ίσο με 30 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0030^2 / (4 * 26 * 3600) = 2,4 * 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X70 προσδιορίστηκε ίσο με 95 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0095^2 / (4 * 26 * 3600) = 2,41 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

Έπειτα από τη διεξαγωγή δοκιμής In – Situ Hydrogen Cathodic Charging during CTOD testing, σύμφωνα με το δεύτερο νόμο του Fick υπολογίστηκε ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X70.

Έτσι, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X70 προσδιορίστηκε ίσο με 42 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0042^2 / (4 * 26 * 3600) = 4,7 * 10^{-11} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

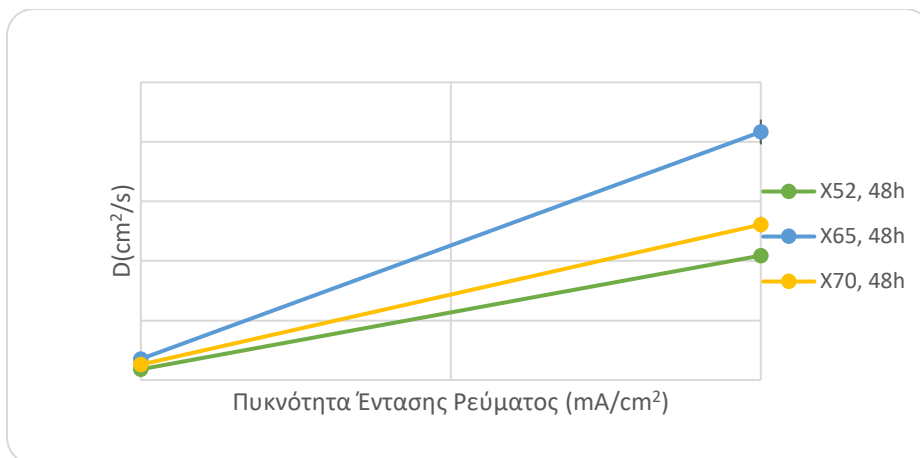
Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 26 ώρες, το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου στον χάλυβα X70 προσδιορίστηκε ίσο με 165 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου υπολογίστηκε ως ακολούθως:

$$D = x^2/4t = 0.0165^2 / (4 * 26 * 3600) = 7,3 * 10^{-10} \text{ cm}^2\text{s}^{-1}$$

4.11 ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΙ ΠΙΝΑΚΕΣ ΚΑΙ ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΑ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΤΗΣ ΜΕΤΑΒΟΛΗΣ ΤΟΥ ΣΥΝΤΕΛΕΣΤΗ ΔΙΑΧΥΣΗΣ ΤΟΥ ΑΤΟΜΙΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΓΙΑ ΤΟΥΣ ΤΡΕΙΣ ΤΥΠΟΥΣ ΧΑΛΥΒΑ (Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65) ΣΥΝΑΡΤΗΣΕΙ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΓΙΑ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΙN-SITU ΚΑΙ ΕΧ-SITU

Πίνακας 61: Συγκριτική παράθεση των συντελεστών διάχυσης για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων Χ52, Χ65 και Χ70 σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

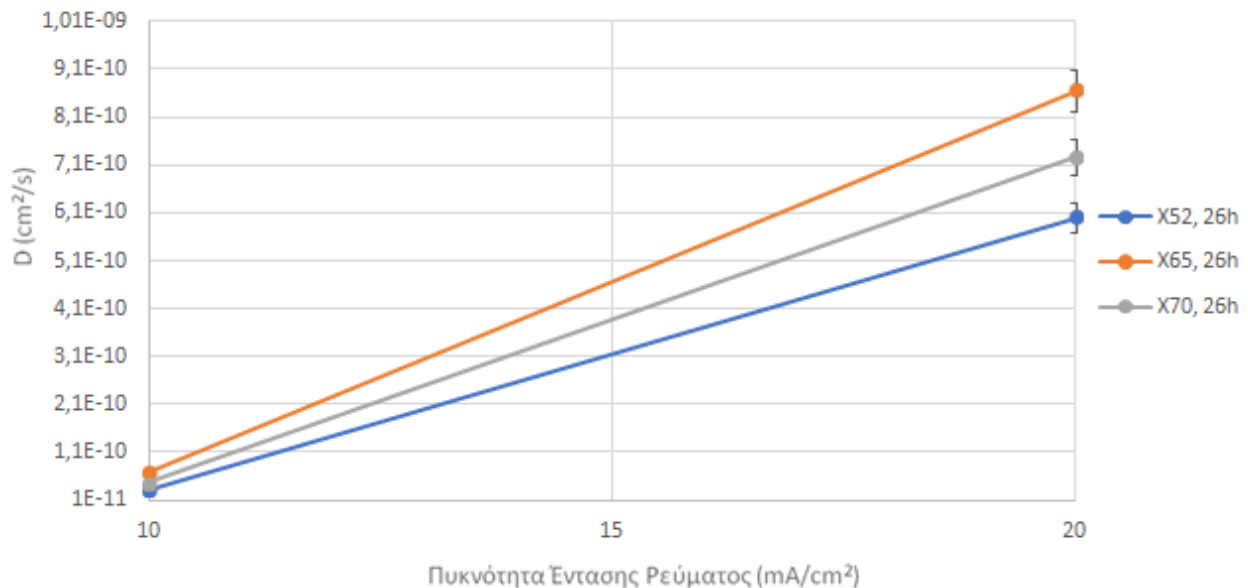
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING						
	Χ52		Χ65		Χ70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)
10	25	1,7 * 10 ⁻¹¹	35	3,27 * 10 ⁻¹¹	30	2,4 * 10 ⁻¹¹
20	85	1,93 * 10 ⁻¹⁰	120	3,85 * 10 ⁻¹⁰	95	2,41 * 10 ⁻¹⁰



Διάγραμμα 137: Συγκριτική παράθεση της μεταβολής του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες Χ52, Χ65 και Χ70 έπειτα από Ex –Situ Hydrogen Cathodic Charging Testing.

Πίνακας 62: Συγκριτική παράθεση των συντελεστών διάχυσης για το μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52, X65 και X70 σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING						
	X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (μm)	D (cm ² /s)	Βάθος Διείσδυσης (μm)	D (cm ² /s)
10	35	3,27*10 ⁻¹¹	50	6,68*10 ⁻¹¹	42	4,71*10 ⁻¹¹
20	150	6*10 ⁻¹⁰	180	8,65*10 ⁻¹⁰	165	7,27*10 ⁻¹⁰



Διάγραμμα 138: Συγκριτική παράθεση της μεταβολής του συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging Testing.

Καθώς η ανάπτυξη των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μέγεθος, μέσω χρήσης του δεύτερου νόμου του Fick (παραβολική έκφραση στη μια διάσταση) πραγματοποιήθηκε ο υπολογισμός του συντελεστή διάχυσης και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης (X52, X70 και X65), στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο σε Ex – Situ όσο και σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Σε όλες τις περιπτώσεις ο συντελεστής διάχυσης παρατηρήθηκε να αυξάνει σχεδόν σταθερά με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου, ενώ κινηματικά ο ρυθμός μεταβολής του αυτού χαρακτηρίστηκε ως μεγαλύτερος κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm², συγκριτικά με τη

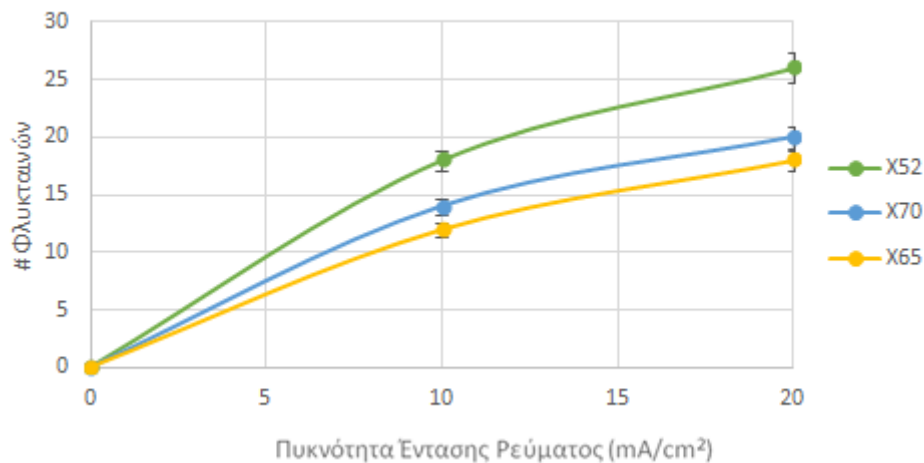
μεταβολή που τον χαρακτηρίζει κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 . Όπως ήταν αναμενόμενο οι υψηλότερες τιμές του συντελεστή διάχυσης αποδόθηκαν συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 και οι χαμηλότερες στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52. Ο χάλυβας X70 ο οποίος χαρακτηρίζεται από φερριτοπερλιτική δομή με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων παρουσιάζει συνεχώς ενδιάμεση απόκριση μεταξύ των δύο άλλων κραματικών συστημάτων μελέτης (Πίνακες 61 – 62, Διαγράμματα 137 – 138).

Πιο συγκεκριμένα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από το υψηλότερο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical potential for hydrogen migration effect) και τους υψηλότερους συντελεστές διάχυσης, λόγω των πολυάριθμων ορίων κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής, τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, ημι – συνεκτικού τύπου διασυνδετική συνάφεια, χαμηλή τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης και σχετικά υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από εύκολα μετακινούμενα δικτύα διαταραχών (mobile dislocation networks). Οι υπάρχουσες διαταραχές χαρακτηρίζονται από ενισχυμένη ικανότητα μετακίνησης (enhanced mobility of dislocation networks by intercepting the grain boundaries), με αποτέλεσμα να καθίστανται ενεργοί φορείς και ταχύτατοι δίαυλοι μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου. Η κινητικότητα των δικτύων των διαταραχών αυξάνει με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου κατά τη διάρκεια καμπτικής φόρτισης (reinforced mobility of dislocation networks due to electrodynamic polarization and slow strain rate plastic deformation) επιτείνοντας έμμεσα την ηλεκτροκινητική προώθηση των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (δηλαδή οι διαταραχές καθώς δεν αλληλομπλοκάρονται λειτουργούν ως κανάλια μεταφοράς του ηλεκτρικού φορτίου και του ατομικού υδρογόνου, με συνέπεια η μία δράση να ενισχύει την απόδοση της άλλης (synergistic effect of electric load and atomic hydrogen transportation) [31, 314 – 315, 318, 322, 327]. Αντίθετα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – περλιτικών και μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52, λειτουργούν ως καταβόθρες δυναμικού (chemical and electro-kinetic potential gaps) που αποτελούν ισχυρά κέντρα πέδησης για την προώθηση των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (Kinetic Barrier for the electro – stimulated atomic hydrogen diffusion fronts) [40, 76, 90, 269, 310, 314, 331]. Η ανομοιογενής κατανομή αυτών κατά την ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός κρυσταλλογραφικού πλέγματος (Transport Transients), οδηγεί σε αύξηση του ποσοστού του μοριακού υδρογόνου που παγιδεύεται στο μικρογραφικό ιστό και σε ενίσχυση της επιδεκτικότητας αυτού ως προς την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης (για χαμηλές πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μέσω του μηχανισμού HELP και για υψηλότερες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μέσω του μηχανισμού HEDE). Τέλος όπως ήταν αναμενόμενο για δεδομένο κραματικό σύστημα μελέτης και επιβαλλόμενη τιμή της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, λαμβάνονται σημαντικά υψηλότερες τιμές των συντελεστών διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στην In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή έναντι αυτής της Ex – Situ. Στο σημείο αυτό πρέπει να αναφερθεί ότι στην περίπτωση της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής εκτός από το διαχεόμενο ατομικό υδρογόνο αυξάνει και το παγιδευμένο υδρογόνο σε μοριακή μορφή (όπως θα παρατηρηθεί και από τα αποτελέσματα της TDS αναλυτικής τεχνικής), καθώς η εκτεταμένη ανάπτυξη παραμορφωσιακών πεδίων με χαμηλό ρυθμό εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, επιτείνει θερμοδυναμικά και κινηματικά την εντατικοποίηση των φαινομένων τόσο της ηλεκτροδιάχυσης του ατομικού υδρογόνου όσο και της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου [9 – 14, 82, 307, 310, 318, 321].

4.12 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΤΩΝ ΦΛΥΚΤΑΙΝΩΝ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ (BLISTERS) ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΣΟΥ ΜΕΓΕΘΟΥΣ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΑΥΤΩΝ, ΓΙΑ ΤΙΣ ΤΡΕΙΣ ΥΠΟ ΜΕΛΕΤΗ ΔΟΜΕΣ (ΧΑΛΥΒΕΣ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65) ΣΥΝΑΡΤΗΣΕΙ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΓΙΑ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ IN-SITU ΚΑΙ EX-SITU

Πίνακας 63: Συγκριτική παράθεση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των blisters για τους χάλυβες Χ52, Χ65 και Χ70 έπειτα από Ex - Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

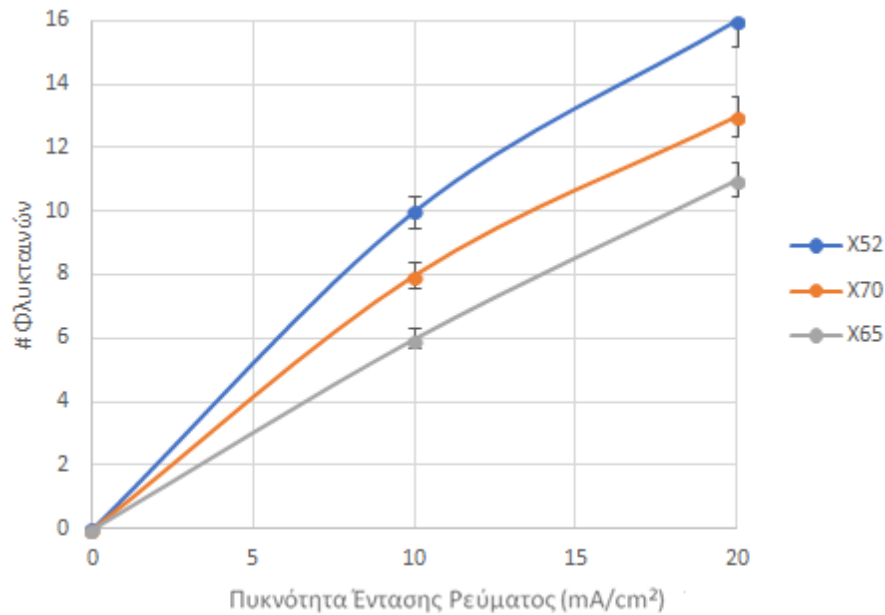
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
Χ52		Χ65		Χ70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)
0	0	0	0	0	0
10	10	10	8	10	6
20	16	20	13	20	11



Διάγραμμα 139: Συγκριτική παράθεση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες Χ52, Χ65 και Χ70 έπειτα από Ex - Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 64: Συγκριτική παράθεση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Φλυκταινών (Number/cm ²)
0	0	0	0	0	0
10	18	10	14	10	12
20	26	20	20	20	18



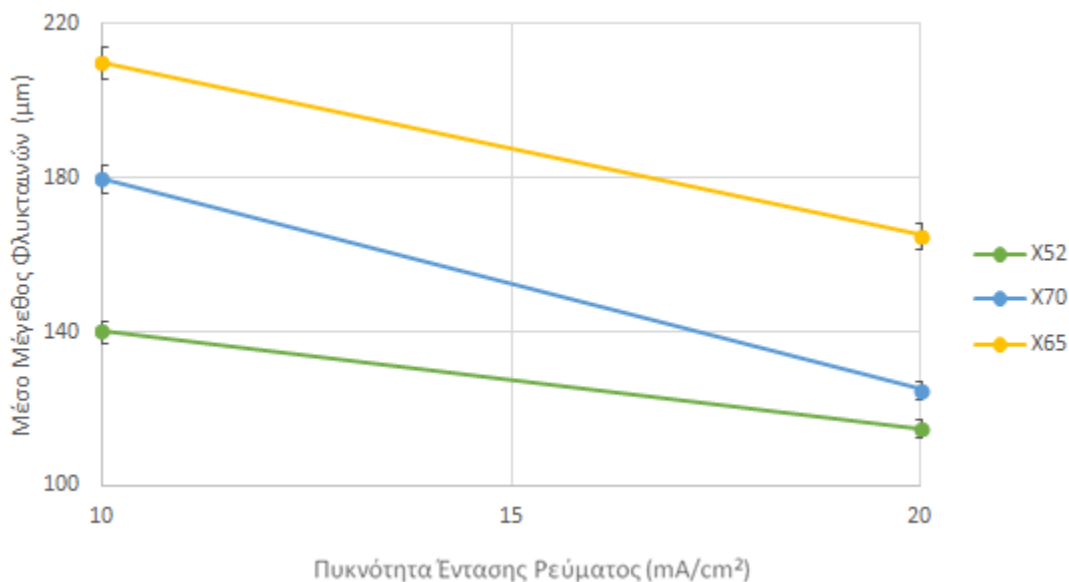
Διάγραμμα 140: Συγκριτική παράθεση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να αυξάνει σχεδόν γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης, ενώ ο υψηλότερος ρυθμός μεταβολής αυτής προσδιορίστηκε σε όλες τις περιπτώσεις κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA /cm², σε σύγκριση με τη μεταβολή που παρατηρήθηκε κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA /cm² (τόσο για Ex – Situ όσο και για In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή). Η μικρότερη τιμή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, ο οποίος χαρακτηρίζεται από αυξημένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical migration potential), μικρά ποσοστά ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών (immobilized dislocation networks) στα χαμηλής γωνίας διαφορές προσανατολισμού όρια κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής και υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Επιπρόσθετα καταλυτικά στο φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης λειτουργεί και ο σχετικά υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής του εκφυλισμένου περλίτη, όπου η μη συνεχής διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη ως προς τα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη, επιτρέπει την ύπαρξη ελεύθερων διόδων μετανάστευσης των ροών του ατομικού υδρογόνου. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X52 φάνηκε να προσδιορίζεται από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων, με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών στις μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών. Επιπρόσθετα οι ψαθυροποιητικές ομάδες φάσεων οξειδίων του αλουμινίου με γωνιώδη μορφολογία, διαπιστώθηκε ότι λειτουργούν ως ενεργειακά πηγάδια δυναμικού, με αποτέλεσμα να καταλύουν τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου, σε ένα μικρογραφικό ιστό ο οποίος χαρακτηρίζεται ως ευπαθής λόγω της υψηλής θερμοδυναμικής μεταστάθειας που τον χαρακτηρίζει. Άλλωστε όπως διαπιστώνεται σε εκτενή κλίμακα η ανάπτυξη των φλυκταινών υδρογόνου εντατικοποιείται περιμετρικά των τοπολογιών πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών αυτών εγκλεισμάτων. Κατά τελείως αντίθετο τρόπο, όπως ήδη αναφέρθηκε, ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από υψηλή κινηματική απόδοση σε ότι αφορά στην ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, οδηγώντας στην αυθόρμητη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα διαμέσου των ατελειών δομής και στη συνεπαγόμενη αύξηση του βάθους διείσδυσης και του συντελεστή διάχυσης, για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο σε Ex – Situ και In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Ως άμεση συνέπεια των ανωτέρω προκύπτει η ελαχιστοποίηση των ελεύθερων τοπολογιών για την εκδήλωση του φαινομένου της πυρηνοποίησης και της ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου, οδηγώντας σε μειωμένες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης αυτών. Για τον χάλυβα X70 η έκταση του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης σε σχέση με αυτό της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου θα μπορούσαμε να πούμε ότι ισοσταθμίζεται για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο σε Ex – Situ όσο και σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, με αποτέλεσμα το κραματικό αυτό σύστημα να χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές του βάθους διείσδυσης, του συντελεστή διάχυσης και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωματώσεων μεταξύ των άλλων δύο κραματικών συστημάτων μελέτης (Πίνακες 63 – 64, Διαγράμματα 139 – 140) [42 – 43, 85, 92 -93, 95, 323, 324].

Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου

Πίνακας 65: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου κατά τη διάρκεια Ex-Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής και για τα τρία είδη χαλύβων στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

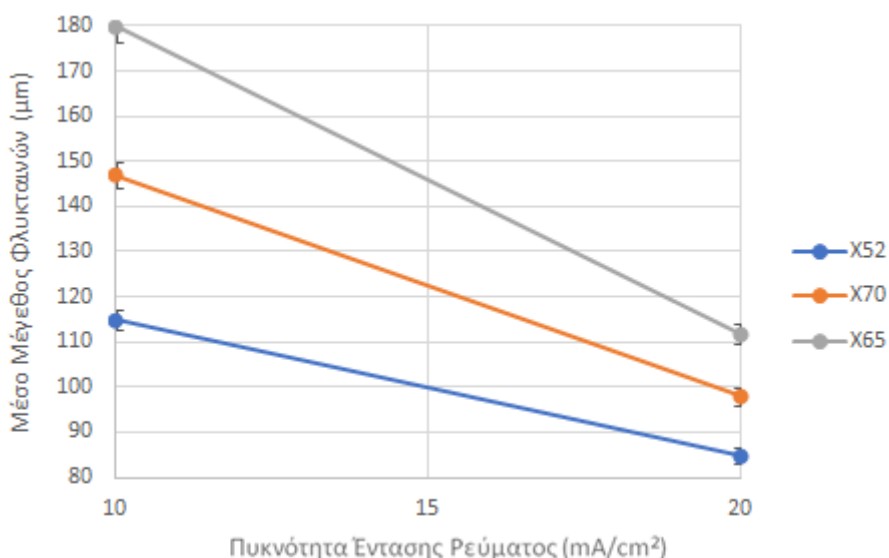
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X70		X65	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)
10	140	10	180	10	210
20	115	20	125	20	165



Διάγραμμα 141: Συγκριτική παράθεση της μεταβολής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex-Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 66: Μέσο μέγεθος ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου κατά τη διάρκεια In-Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής και για τα τρία είδη χαλύβων στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X70		X65	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέσο Μέγεθος Φλυκταινών (μm)
10	115	10	147	10	180
20	85	20	98	20	112



Διάγραμμα 142: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των blisters συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In -Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρείται ότι μειώνεται με συνεχή τρόπο συναρτήσει της αύξησης της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² και για τα τρία είδη χαλύβων τόσο σε Ex - Situ όσο και σε In - Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Η μέγιστη τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκε για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 και η ελάχιστη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52. Οι παραπάνω παρατηρήσεις σχετίζονται με την πολλαπλότητα, την έκταση και την κατανομή εντός του

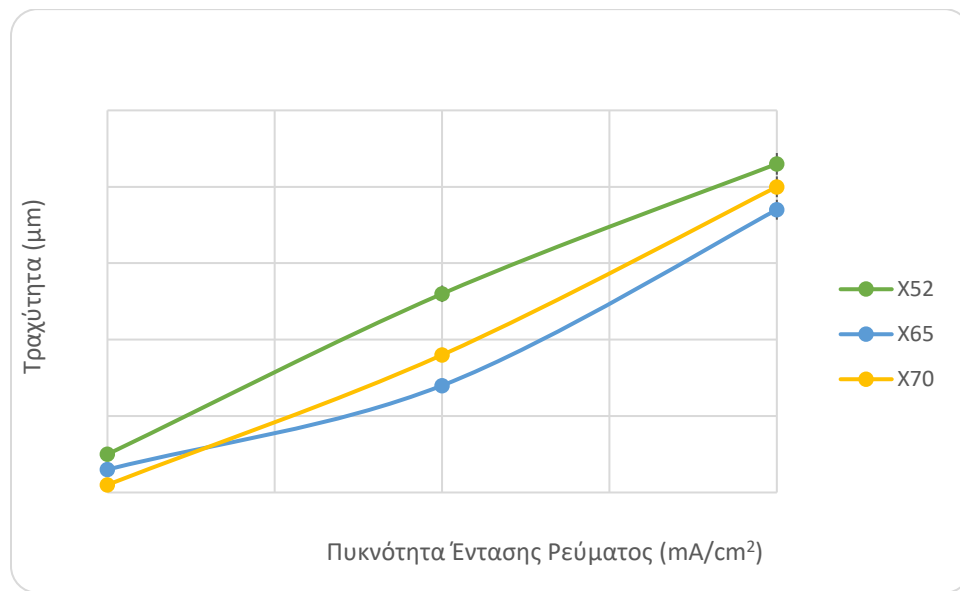
κρυσταλλογραφικού πλέγματος των περιοχών που έχουν το ρόλο πυρήνων και ενεργειακών κέντρων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Τα πολλαπλά όρια κόκκων, χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής, για τον χάλυβα X65 λειτουργούν ως τοπολογίες με υψηλό ενεργειακό δυναμικό ως προς την πυρηνοποίηση και την ανάπτυξη των φλυκταινών υδρογόνου (upgraded activation energy for nucleation and growth of blisters), καθώς όπως έχει ήδη αναφερθεί ευνοούν περισσότερο τη διάχυση του ατομικού υδρογόνου παρά την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου. Κατά συνέπεια στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 πυρηνοποιούνται λιγότερες φυσαλίδες υδρογόνου, οι οποίες όμως μεγεθύνονται ανεμπόδιστα εφόσον οι συνθήκες γειτνίασης το επιτρέπουν (microstructural neighboring conditions). Τελικά διαπιστώνεται, ιδιαίτερα σε υψηλά πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, το αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης, η ανομοιόμορφη διασπορά και η περιορισμένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου στον χάλυβα X65. Αντίθετα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52, οι οποίες χαρακτηρίζονται από υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, λειτουργούν ως πηγές δυναμικού (potential gap) και ενεργειακά κέντρα κατάλυσης της συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου. Αποτέλεσμα όλων των παραπάνω είναι η ανάπτυξη πολλαπλών φλυκταινών υδρογόνου, με περιορισμένο μέσο μέγεθος και ομοιόμορφη διασπορά. Τέλος ο χάλυβας X70 ακολουθεί μια ενδιάμεση απόκριση καθώς χαρακτηρίζεται και από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή διάχυσης, του βάθους διείσδυσης και της επιφανειακής τραχύτητας για όλα τα πεδία τιμών επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο έπειτα από την ολοκλήρωση της Ex – Situ όσο και έπειτα από την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Κυριότερη αιτία για αυτή την παρατήρηση αποτελεί το γεγονός ότι ενώ στο μικρογραφικό του ιστό του χάλυβα X70 δε συμμετέχουν φάσεις εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών (οι οποίες θα αύξαναν τα ποσοστά παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου), παρόλα αυτά τα πολλαπλά όρια κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων της φερριτικής και της περλιτικής δομής, έρχονται να ενισχύσουν το φαινόμενο της συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου ενώ ταυτόχρονα λειτουργούν κατά τόπους και ως διάλυτοι διάχυσης. Για τις ίδιες συνθήκες καθοδικής πόλωσης και για τα τρία αυτά κραματικά συστήματα μελέτης, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου κρίνεται ότι είναι μεγαλύτερο έπειτα από τη διεξαγωγή της Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής σε σύγκριση με το αντίστοιχο για την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Η παρατήρηση αυτή είναι αναμενόμενη καθώς η ταυτόχρονη παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος με την καθοδική πόλωση σε περιβάλλον υδρογόνου, οδηγεί στην ενεργοποίηση πολλαπλών σημείων πυρηνοποίησης νέων φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συσσώρευσης των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και της τοπικής αύξησης της πυκνότητας των διαταραχών. Αυτές όμως οι φυσαλίδες υπό τη συνδυασμένη δράση του παραμορφωσιακού πεδίου το οποίο αναπτύσσεται με χαμηλό ρυθμό έχουν κινηματικά το χρονικό περιθώριο και την απαιτούμενη θερμοδυναμικά ενέργεια ώστε να συνενωθούν και αυξηθεί το μέσο μέγεθός τους (blistering coalescence effect). Στην περίπτωση αυτή δηλαδή καταλύεται ενεργειακά η εκδήλωση ενός επιφανειακού φαινομένου (blistering) το οποίο ελέγχεται κυρίως από ηλεκτροχημικούς παράγοντες αλλά επηρεάζεται σημαντικά και από τα χαρακτηριστικά μεγέθη της ταυτόχρονης μηχανικής φόρτισης (mechanical activation of an electrochemically controlled phenomenon) (Πίνακες 65 – 66, Διαγράμματα 141 – 142) [85, 92 – 95, 323 – 324].

4.13 ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟΣ ΤΗΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΤΡΑΧΥΤΗΤΑΣ, ΤΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΠΙΦΑΝΕΙΑΚΗΣ ΚΑΛΥΨΗΣ ΚΑΙ ΤΟΥ ΜΕΓΙΣΤΟΥ ΜΗΚΟΥΣ ΚΑΙ ΠΛΑΤΟΥΣ ΤΩΝ ΜΙΚΡΟΡΩΓΜΑΤΩΣΕΩΝ, ΓΙΑ ΤΙΣ ΤΡΕΙΣ ΥΠΟΜΕΛΕΤΗ ΔΟΜΕΣ (ΧΑΛΥΒΕΣ X52, X70 ΚΑΙ X65) ΣΥΝΑΡΤΗΣΕΙ ΤΗΣ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗΣ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΤΟΣΟ ΓΙΑ IN-SITU ΟΣΟ ΚΑΙ EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING ΔΟΚΙΜΗ

Επιφανειακή τραχύτητα

Πίνακας 67 : Συγκριτική παράθεση των τιμών της επιφανειακής τραχύτητας για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή

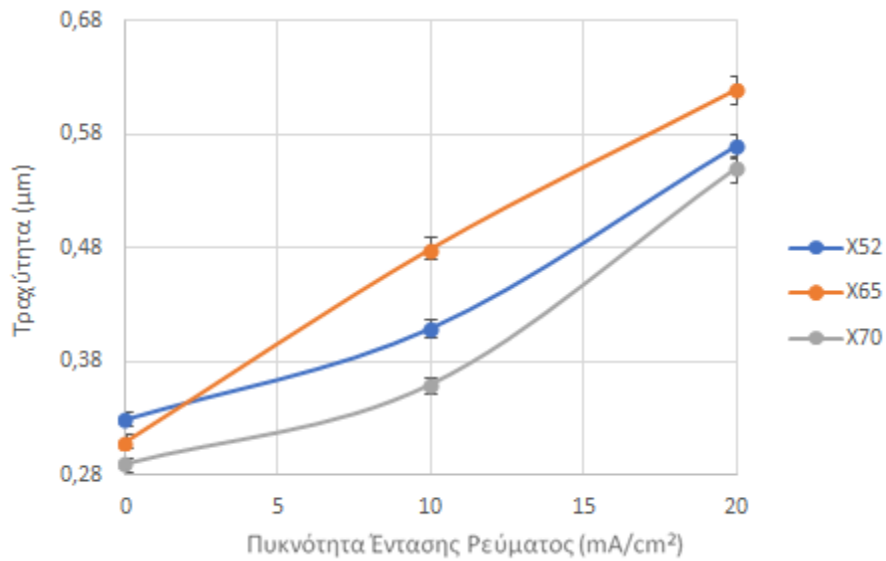
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Τραχύτητα (μm)
0	0,33	0	0,31	0	0,29
10	0,54	10	0,42	10	0,46
20	0,71	20	0,65	20	0,68



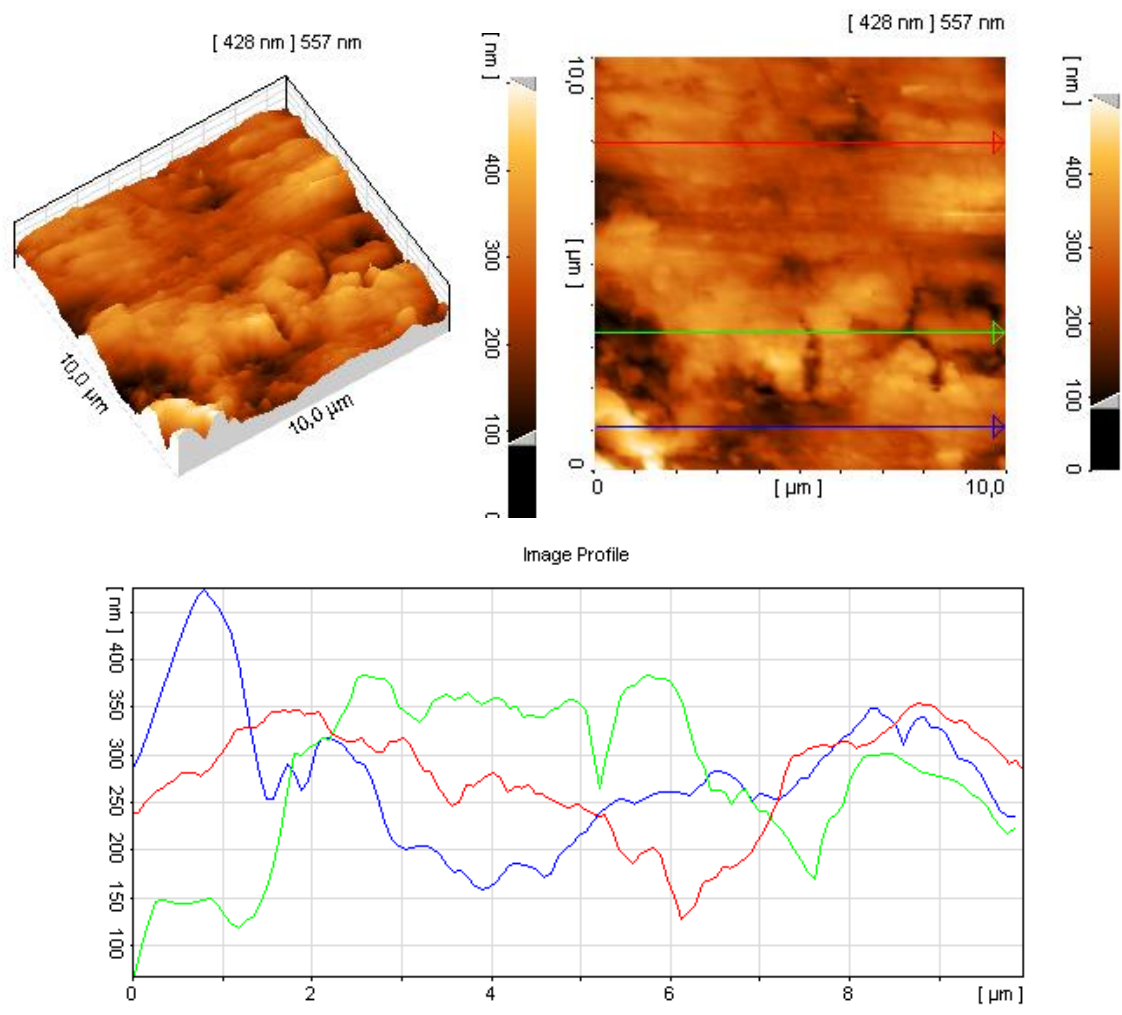
Διάγραμμα 143: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 68: Συγκριτική παράθεση των τιμών της επιφανειακής τραχύτητας για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

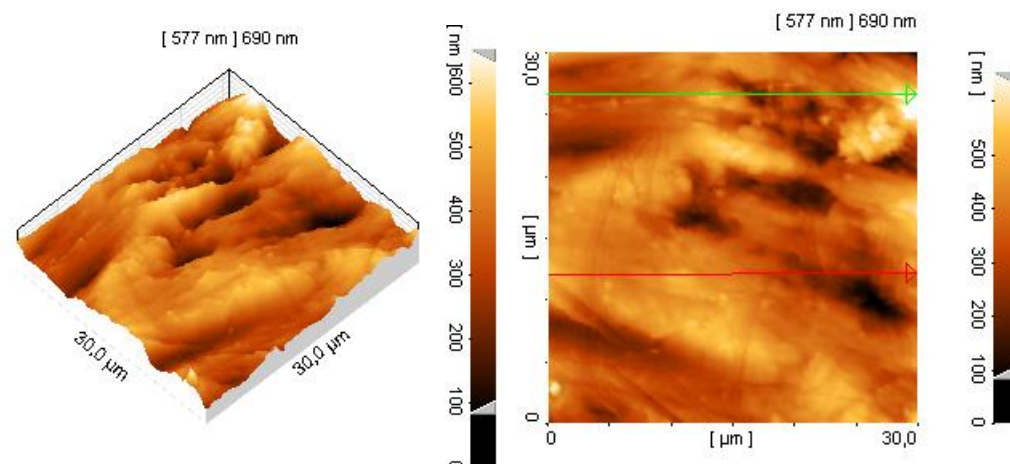
IN - SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X70		X52		X65	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/c m ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/c m ²)	Τραχύτητα (μm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος(mA/c m ²)	Τραχύτητα (μm)
0	0,33	0	0,31	0	0,29
10	0,41	10	0,48	10	0,36
20	0,57	20	0,62	20	0,55



Διάγραμμα 144: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.



Διάγραμμα 145: Χαρτογράφησης επιφανειακής τραχύτητας μέσω της τεχνικής AFM για δοκίμιο χάλυβα X52, το οποίο είχε υποβληθεί σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².



(b)

Διάγραμμα 146: Χαρτογράφηση επιφανειακή τραχύτητας μέσω της τεχνικής AFM για δοκίμιο χάλυβα X65, το οποίο είχε υποβληθεί σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος $20\text{mA}/\text{cm}^2$.

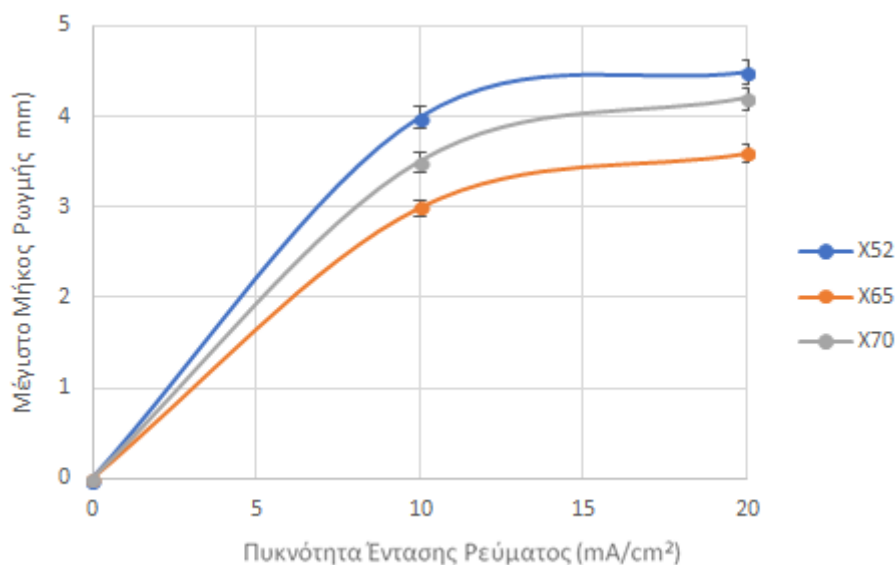
Στη συνέχεια μελετήθηκε η επίδραση της ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα επί της επιφανειακής τραχύτητας και τριων κραματικών συστημάτων μελέτης, τόσο στην περίπτωση της Ex – Situ όσο και της In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής. Η επιφανειακή τραχύτητα και η μικρογεωμετρία της επιφάνειας προσδιορίστηκε με τη χρήση μικροσκοπίου ατομικής δύναμης (AFM) και για τα δύο πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ($10\text{ mA}/\text{cm}^2$ και $20\text{ mA}/\text{cm}^2$). Σε κάθε περίπτωση και για τα τρία είδη χαλύβων (X52, X70 και X65) παρατηρήθηκε συνεχής αυξητική τάση ως προς τη μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Ο χάλυβας X52 χαρακτηρίστηκε κινηματικά από τον

υψηλότερο ρυθμό μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας καθώς και από υψηλότερες απόλυτες τιμές αυτής, εν συγκρίσει με τα κραματικά συστήματα των χαλύβων X70 και X65. Μεγάλο ρόλο στο παραπάνω αποτέλεσμα διαδραματίζει η φυσικοχημεία της διεπιφάνειας μεταξύ στερεής και υγρής φάσης κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης (solid – liquid interphase quantum and fractal phenomena) καθώς και η διεπιφανειακή ενεργότητα (interphasial activity and interphasial chemistry) μεταξύ του κραματικού συστήματος και του ηλεκτρολύτη. Σε μια πιο μακροσκοπική κλίμακα η αύξηση αυτή της τραχύτητας για τον χάλυβα X52 μπορεί να αποδοθεί στον υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής μικρογραφικών συστατικών και φάσεων με υψηλό βαθμό θερμοδυναμικής μεταστάθειας, επιμήκη μορφολογία και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από δίκτυα διαταραχών (ιδιαίτερα στις μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών και των μπαινιτικών νησίδων). Τα ακινητοποιημένα δίκτυα των διαταραχών στις μικροδομικές αυτές περιοχές λειτουργούν ως ενεργειακές παγίδες – πηγάδια δυναμικού, όπου καταλύεται τόσο θερμοδυναμικά όσο και κινηματικά η συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου και ο επανασχηματισμός υδρογόνου μοριακής μορφής. Ως άμεση συνέπεια των παραπάνω κρίνεται και η δημιουργία υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών καθώς και ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου, οι οποίες ενισχύουν την πυρηνοποίηση – ανάπτυξη φλукταινών υδρογόνου, άρα και τη συστηματική αύξηση της επιφανειακής τραχύτητας. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65, με τα χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού όρια κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής και με την περιορισμένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών, ενισχύει τη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος μέσω πολλαπλών διαύλων διάχυσης. Με τον τρόπο αυτό επιτείνεται σημαντικά η ηλεκτροκινητική προώθηση των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης, ενώ περιορίζεται η πυρηνοποίηση φλукταινών υδρογόνου και αποδίδεται ένας χαμηλότερος ρυθμός αύξησης επί της επιφανειακής τραχύτητας με τη μεταβολή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm². Τέλος όπως ήταν αναμενόμενο για όλα τα κραματικά συστήματα μελέτης και για τα δύο πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, οι μεγαλύτερες τιμές της τραχύτητας παρατηρούνται μετά τη λήξη των Ex –Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμών. Στην περίπτωση αυτή η εμβέλεια του ηλεκτροχημικού φαινομένου της καθοδικής πόλωσης επί των επιφανειακών στιβάδων είναι πολύ μεγαλύτερη εν συγκρίσει με την περίπτωση των In –Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμών (στις οποίες η συνέργεια της πλαστικής παραμόρφωσης ενισχύει το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος περιορίζοντας τη συσσώρευση του ατομικού υδρογόνου στη μεταλλική επιφάνεια) (Πίνακες 67 – 68, Διαγράμματα 143 – 144, Εικόνες 145 – 146) [6, 8, 11, 30, 37, 40, 51 – 52, 73, 90].

Μελέτη μέγιστου μήκους ρωγμής

Πίνακας 69: Συγκριτική παράθεση των τιμών του μέγιστου μήκους των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

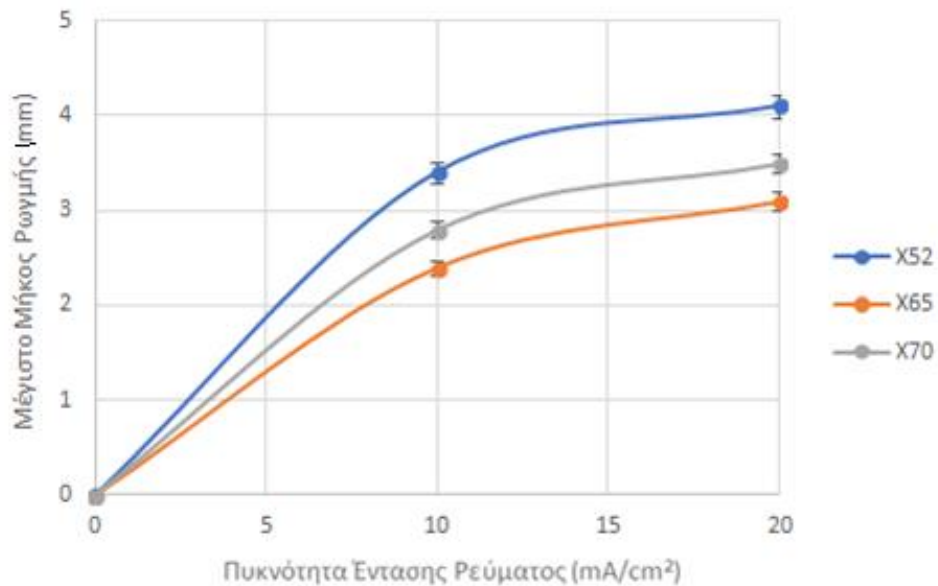
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)
0	0	0	0	0	0
10	4	10	3	10	2,8
20	4,5	20	3,6	20	3,5



Διάγραμμα 147: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής του μέγιστου μήκους των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 70: Συγκριτική παράθεση των τιμών του μέγιστου μήκους των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Μήκος Ρωγμής (mm)
0	0	0	0	0	0
10	3,4	10	2,4	10	2,8
20	4,1	20	3,1	20	3,5

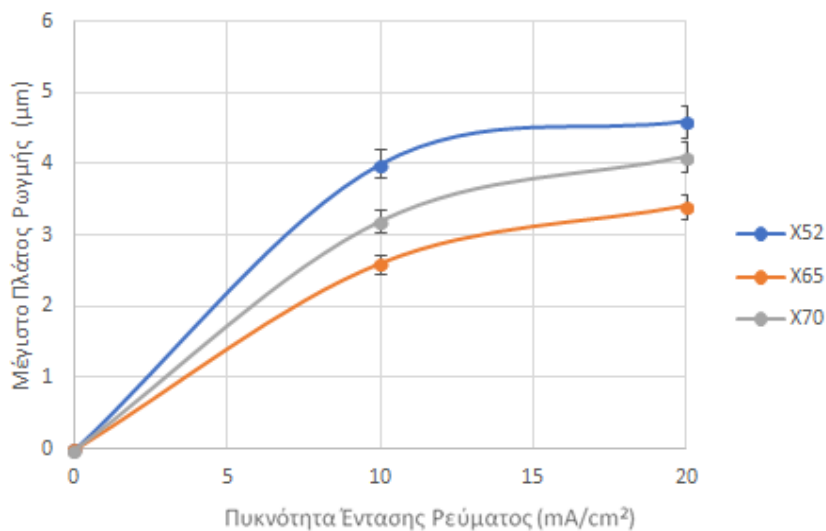


Διάγραμμα 148: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής του μέγιστου μήκους των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Προσδιορισμός μέγιστου πλάτους ρωγμής

Πίνακας 71: Συγκριτική παράθεση των τιμών του μέγιστου πλάτους των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

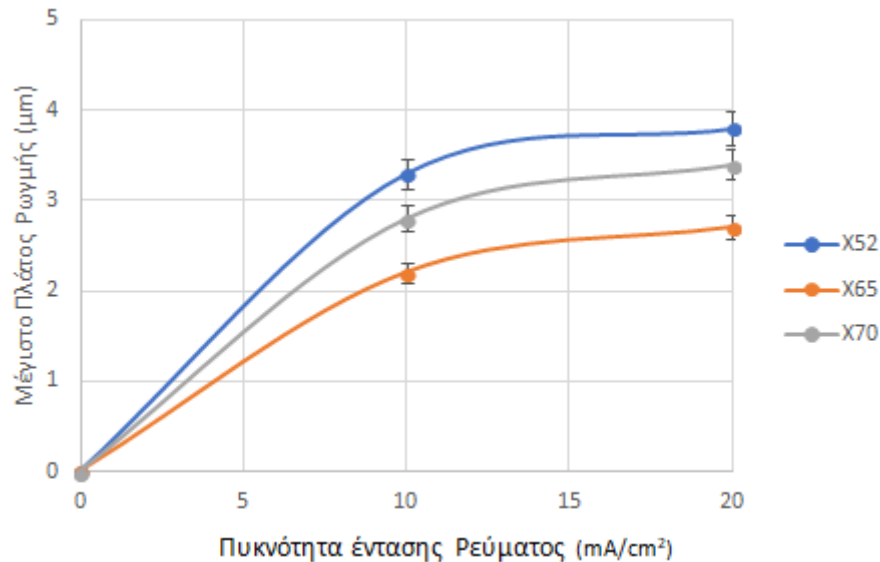
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)
0	0	0	0	0	0
10	4	10	2,6	10	3,2
20	4,6	20	3,4	20	4,1



Διάγραμμα 149: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής του μέγιστου πλάτους των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 72: Συγκριτική παράθεση των τιμών του μέγιστου πλάτους των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

IN-SITU					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Μέγιστο Πλάτος Ρωγμής (mm)
0	0	0	0	0	0
10	3,3	10	2,2	10	2,8
20	3,8	20	2,7	20	3,4



Διάγραμμα 150: Συγκριτική μελέτη της μεταβολής του μέγιστου πλάτους των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

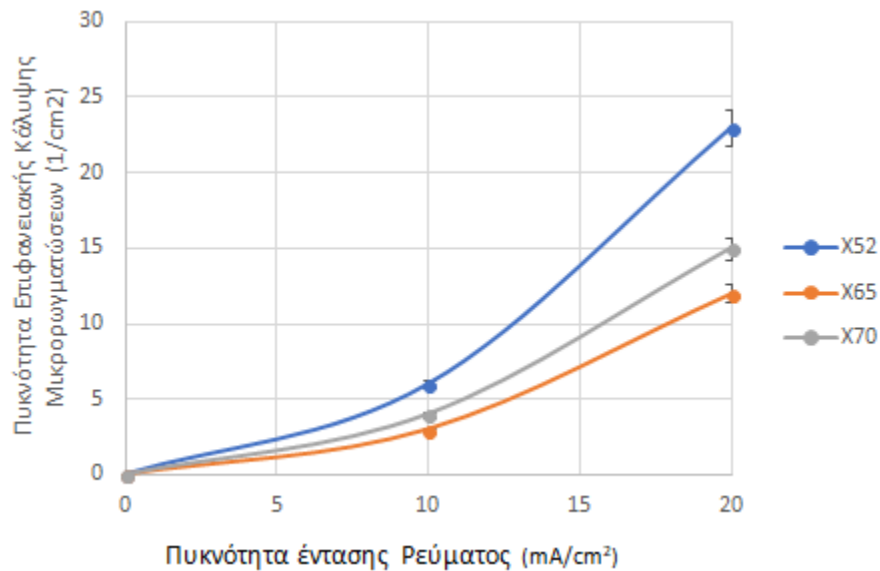
Αντίστοιχη τάση με αυτή της μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης ακολουθεί και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης το μέγιστο μετρηθέν μήκος και πλάτος των μικρορωγματώσεων. Ο χάλυβας X52 ο οποίος παρουσιάζει τις χαμηλότερες τιμές ως προς το ελεύθερο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical migration potential) και το χαμηλότερο ενεργειακό κατώφλι για την παγίδευση του μοριακού

υδρογόνου (low potential threshold for hydrogen trapping effect), χαρακτηρίζεται και από τις μέγιστες τιμές αναφορικά με το μέσο πλάτος και μήκος των μικρορωγματώσεων τόσο για την Ex – Situ όσο και για την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή [8 – 23, 38 - 40, 43 – 46, 66, 76]. Η αύξηση της μερικής πίεσης σε πολλαπλά και τυχαίως κατανεμημένα σημεία εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, λόγω της παγίδευσης του μοριακού υδρογόνου, οδηγεί στη μη ελεγχόμενη χωρικά εκτόνωση αυτής με αποτέλεσμα την ανάπτυξη πολλαπλών δικτύων μικρορωγματώσεων σε ευρεία κλίμακα. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από τις μικρότερες τιμές αναφορικά με το μέσο πλάτος και μήκος των μικρορωγματώσεων, καθώς η ηλεκτροδυναμική μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κρίνεται ως μη παρεμποδιζόμενη (unconstrained electrodynamic migration effect of atomic hydrogen fluxes), λόγω της χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πολλαπλών ορίων κόκκων, με αποτέλεσμα να μην πραγματοποιείται σε παρατεταμένη κλίμακα τοπική ενισχυτική υπέρθεση μεταξύ των μικροπλαστικών ζωνών και των ταινιών ολίσθησης (reinforcing super imposition of microplastic Ludders bands and sliding shear bands). Κατά συνέπεια για τον χάλυβα X65 η εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγματώσεως τόσο σε Ex –Situ όσο και σε In –Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή λαμβάνει μικρότερη ένταση και έκταση. Κινηματικά ενδιαμέση συμπεριφορά ακολουθεί το κραματικό σύστημα του χάλυβα X70, όπου η ύπαρξη φάσεων και μικρογραφικών συστατικών εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας (υψηλή διαχυσιμότητα- high diffusivity factor) σε συνδυασμό όμως με τα πολλαπλά όρια κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (χαμηλή ελεύθερη ενθαλπία για την παγίδευση του ατομικού υδρογόνου), οδηγούν σε ταυτόχρονη υποστήριξη τόσο του μηχανισμού της ηλεκτροδιάχυσης όσο και του μηχανισμού της τοπικής συσσώρευσης του μοριακού υδρογόνου. Αυτές οι δύο αντικρουόμενες μηχανιστικά δράσεις αναπτύσσονται σε απόλυτη επαλληλία, με αποτέλεσμα να δημιουργούνται πολλαπλές ηλεκτροκινητικές αναστροφές, κατά τις οποίες η μια ηλεκτροχημική δράση υπερτερεί έναντι της άλλης και αντίστροφα. Το ποια εκ των δύο θα επικρατήσει κάθε φορά εξαρτάται από την κατανομή των ατελειών και τη διασπορά των μικρογραφικών συστατικών, ενώ παράλληλα κυρίαρχο ρόλο διαδραματίζει η επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος κατά τη διάρκεια της καθοδικής πόλωσης καθώς και η ύπαρξη ή μη ταυτόχρονης ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης λόγω μηχανικής φόρτισης [210 – 211, 215 – 216, 221 – 231]. Όπως ήταν άλλωστε αναμενόμενο οι μεγαλύτερες τιμές του μέσου πλάτους και του μέσου μήκους των μικρορωγματώσεων αποδίδονται και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης έπειτα από τη διεξαγωγή Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής έναντι των αντίστοιχων για την In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, καθώς η απουσία πλαστικής παραμόρφωσης αποσβένει τη δράση ενός επιπρόσθετου εξωγενούς παράγοντα ο οποίος θα ευνοούσε τη διάχυση του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και θα περιόριζε την παγίδευση του σε επιφανειακούς ψαθυροποιητικούς σχηματισμούς φλукταινών υδρογόνου, οι οποίοι αποτελούν συστηματικές τοπολογίες εκκίνησης μικρορωγματώσεων (Πίνακες 69 – 72, Διαγράμματα 147 – 150) [89 -96, 104, 111 – 142].

Πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων

Πίνακας 73: Συγκριτική παράθεση των τιμών της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

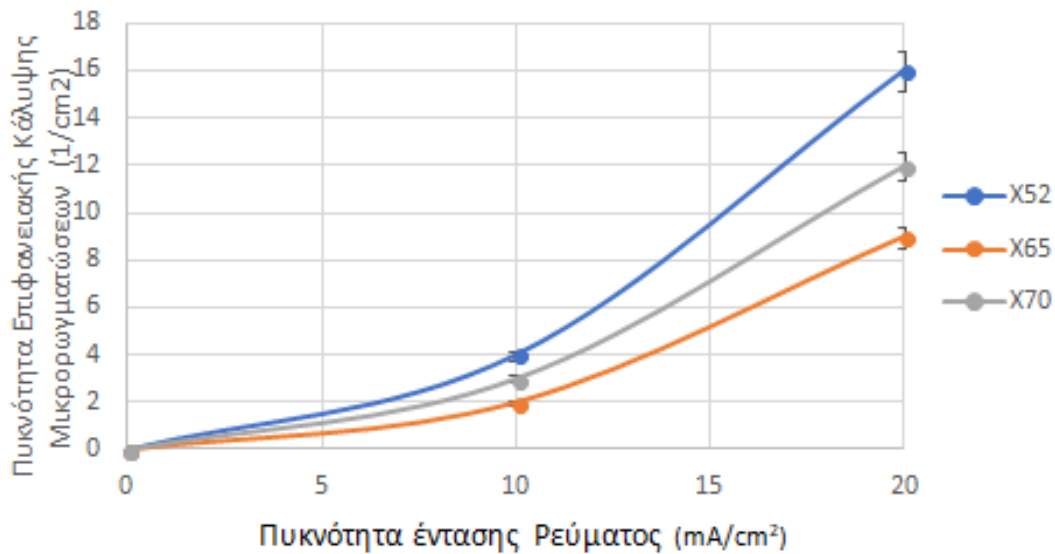
EX-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)
0	0	0	0	0	0
10	4	10	2	10	3
20	16	20	9	20	12



Διάγραμμα 151: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Πίνακας 74: Συγκριτική παράθεση των τιμών της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

IN-SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING					
X52		X65		X70	
Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)	Πυκνότητα Έντασης Ρεύματος (mA/cm ²)	Πυκνότητα Επιφανειακής Κάλυψης Μικρορωγματώσεων (1/cm ²)
0	0	0	0	0	0
10	6	10	3	10	4
20	23	20	12	20	15



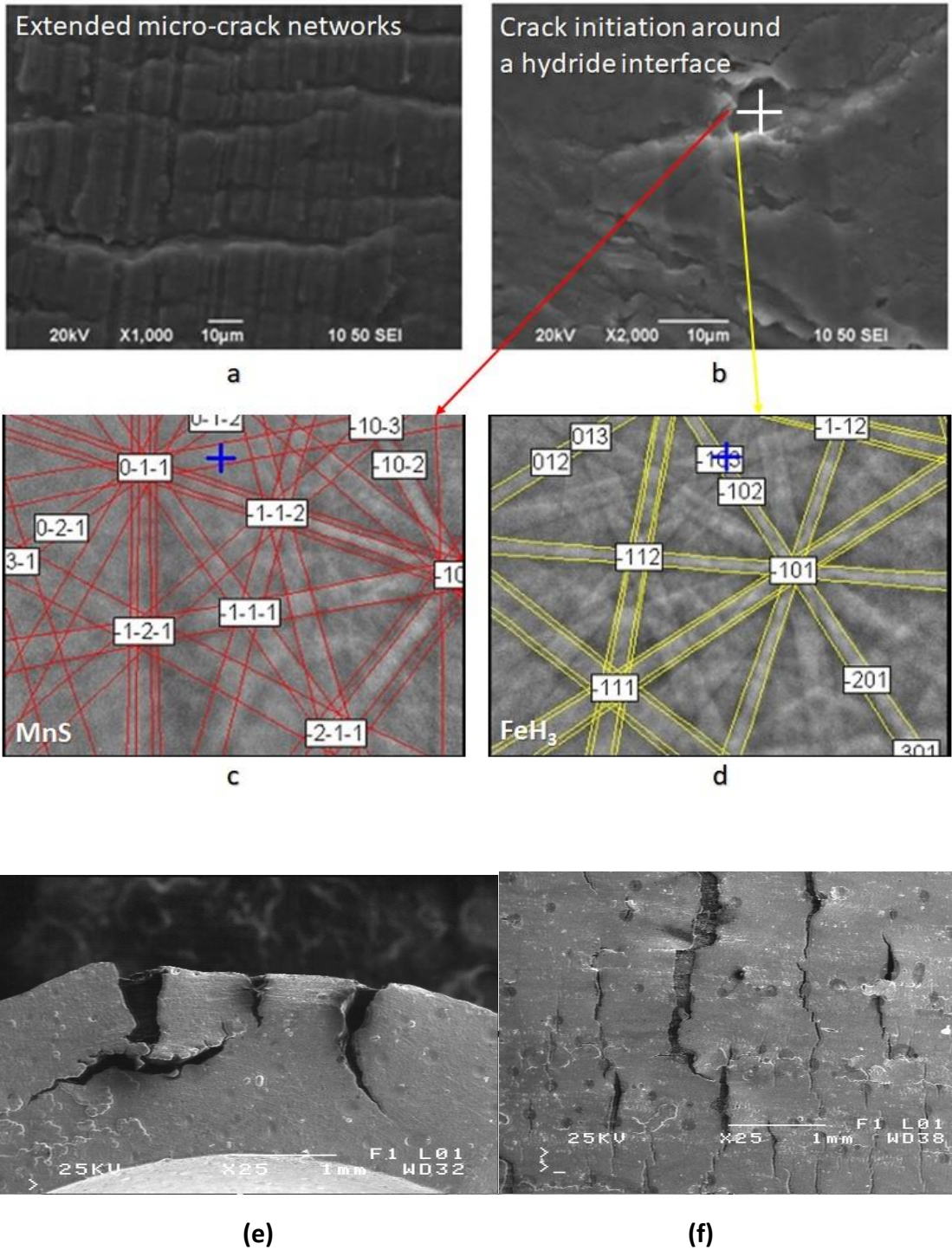
Διάγραμμα 152: Συγκριτικό διάγραμμα μεταβολής της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες X52, X65 και X70 έπειτα από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

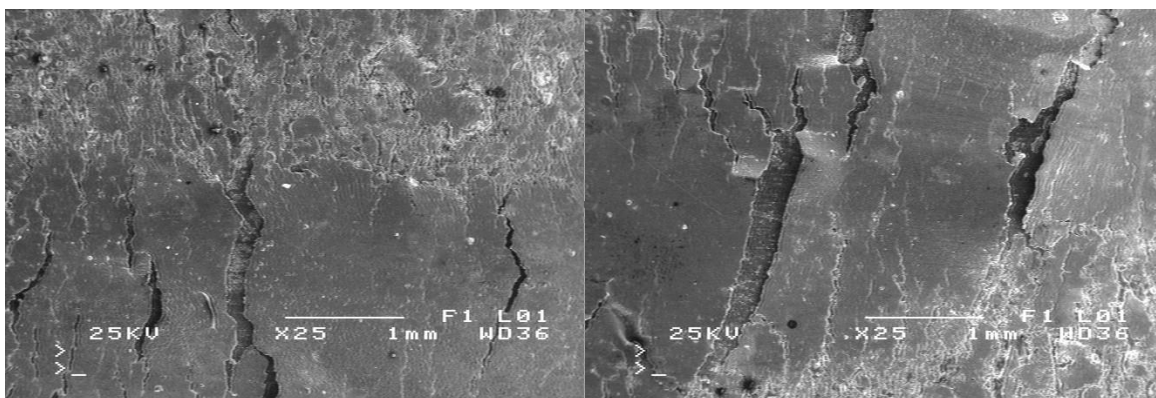
Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων προσδιορίστηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης, τόσο έπειτα από Ex – Situ όσο και έπειτα και από In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, με αναλυόμενο μέγεθος επιφάνειας στο στερεοσκόπιο τα 0.5 cm². Η ποσοστιαία συμμετοχή των μικρορωγματώσεων παρατηρήθηκε να αυξάνει εκθετικά με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ενώ ο υψηλότερος ρυθμός

μεταβολής και για τις τρεις κατηγορίες δοκιμών αποδόθηκε κατά τη μετάβαση από τα 10 mA /cm² στα 20 mA /cm², εν συγκρίσει με τη μεταβολή η οποία καταγράφηκε κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm². Κατά απόλυτη τιμή η υψηλότερη τιμή πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων για όλες τις συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης προσδιορίσθηκε για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 και η χαμηλότερη για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, τόσο σε Ex – Situ όσο και σε In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή.

Όπως ήταν αναμενόμενο, η μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων διαπιστώθηκε για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm², σε Ex – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή. Το κραματικό αυτό σύστημα όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω χαρακτηρίζεται από τον υψηλότερο κινηματικό τελεστή πέδησης ως προς το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης, με αποτέλεσμα τη συστηματική συσσώρευση και παγίδευση του ατομικού υδρογόνου, σε τοπολογίες με αυξημένη θερμοδυναμική μεταστάθεια και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής διαταραχών. Η παγίδευση του ατομικού υδρογόνου καταλύεται ως μηχανισμός στις μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις, όπου το μεγαλύτερο ποσοστό των δικτύων των διαταραχών ακινητοποιείται, δημιουργώντας συνεχόμενες ενεργειακές καταβόθρες (energy - potentialsinks). Τα προαναφερθέντα φαινόμενα οδηγούν στην εκτεταμένη ανάπτυξη ψαθυροποιητικών επιφανειακών σχηματισμών τύπου φυσαλίδας. Στο εσωτερικό αυτών των περιοχών καθώς η μερική πίεση του μοριακού υδρογόνου αυξάνει, η κάθε φυσαλίδα διαστέλλεται δυναμικά ώστε να αποδώσει την απαιτούμενη εκτόνωση στο σύστημα και να επέλθει μία εν δυνάμει μετασταθής ισορροπία. Κατά το τελικό στάδιο της διόγκωσης αναπτύσσονται διακλαδιζόμενα δίκτυα μικρορωγματώσεων στην επιφάνεια αυτής, τα οποία συνενώνονται προκαλώντας την ολική διάρρηξή της. Η τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης στη διεπιφάνεια συναρμογής μεταξύ της μεταλλικής επιφάνειας και της φυσαλίδας οδηγεί σε εκτεταμένη και συστηματική ρωγμάτωση του δεδομένου μεταλλουργικού συστήματος. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από τη διευρυμένη ανάπτυξη ηλεκτροκινητικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαμέσου των ορίων των κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής, τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων. Κατά συνέπεια περιορίζεται στον ελάχιστο δυνατό βαθμό η παγίδευση του μοριακού υδρογόνου, μόνο μεταξύ των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς φερρίτη και του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη εντός του εκφυλισμένου περλίτη. Η απουσία εκτεταμένων επιφανειακών σχηματισμών που εσωκλείουν το αέριο υδρογόνο ως μια ετερογενή φάση στο μεταλλουργικό σύστημα διασφαλίζει την περιορισμένη εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης καθώς δεν τίθεται θέμα ισοστάθμισης των μερικών πιέσεων. Τέλος ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X70 χαρακτηρίσθηκε από ενδιάμεσες τιμές ως προς την πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων, καθώς αυτός όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω προσδιορίζεται από ενδιάμεσα δυναμικά αναφορικά με την ικανότητα μετανάστευσης των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, αποδίδοντας κατ' επέκταση και ενδιάμεσες τιμές στα ποσοστά του προσροφημένου μοριακού υδρογόνου, τόσο σε παγίδες συσσώρευσης αντιστρεπτού όσο και μη αντιστρεπτού τύπου (Πίνακες 73 – 74, Διαγράμματα 151 – 152) [8 – 10, 13, 23, 17 – 18, 38 – 46, 66 – 69, 330 – 331].

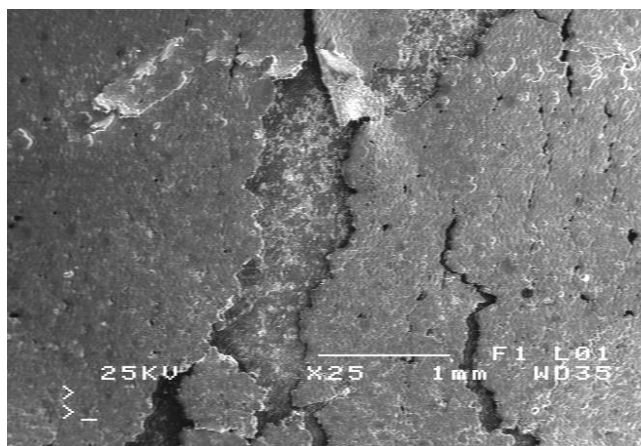
Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης των σημείων εκκίνησης και της πορείας διάδοσης των μικρορωγματώσεων





(g)

(h)



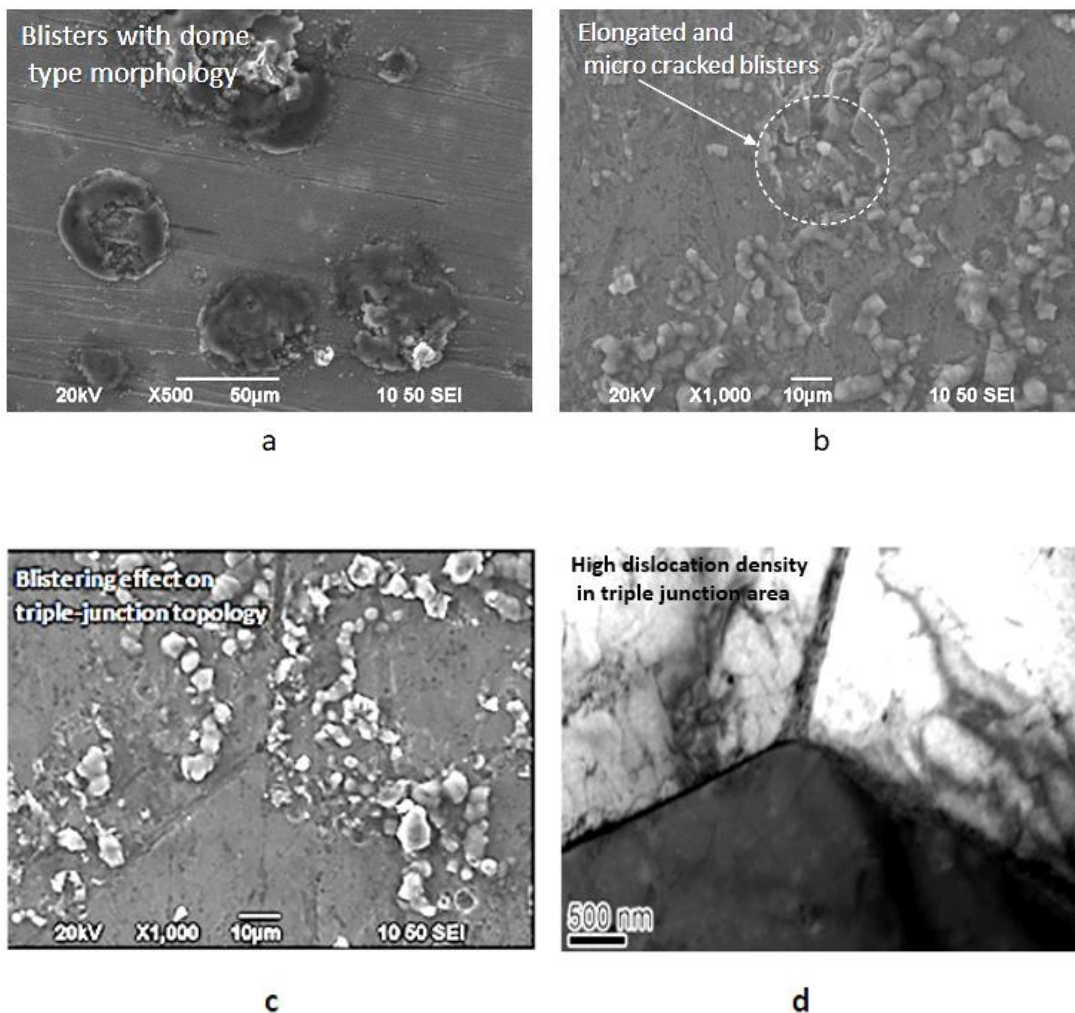
(i)

Εικόνα 257: Μορφολογικός χαρακτηρισμός και απόδοση των σημείων εκκίνησης και της πορείας διάδοσης των μικρορωγματώσεων

Μέσω εικόνων δευτερογενών ηλεκτρονίων σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης προσδιορίσθηκε η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης, το μέσομεγέθος ανάπτυξης και η πορεία διάδοσης των μικρορωγματώσεων, για το μικρογραφικό ιστό και των τριών κραματικών συστημάτων μελέτης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 . Σε κάθε περίπτωση παρατηρήθηκε η τεθλασμένη πορεία διάδοσης των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή, φαινόμενο το οποίο αναφέρεται στη διεθνή βιβλιογραφία με την ορολογία *sterwise cracking*. Οι μικρορωγματώσεις αυτές διαπιστώθηκε ότι αναπτύσσονταν περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων (μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής). Στις τοπολογίες αυτές πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων (*reinforcing super imposition of stress fields*) λόγω υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (*super saturation of crystal lattice in hydrogen*). Η μέση απόσταση μεταξύ των ψαθυροποιητικών αυτών σχηματισμών καθορίζει και το ελεύθερο μήκος προώθησης της ρωγμής (*free crack propagation length*) μέχρι το επόμενο σημείο

εκτροπής της πορείας διάδοσής της (crack deflection points). Όπως ήταν αναμενόμενο στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 παρατηρήθηκε η εκτεταμένη ανάπτυξη διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων τα οποία συνενώνονταν υπό τη μορφή διευρυμένων καναλιών (extended microcracked channels), σε αντίθεση με το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 όπου το φαινόμενο διαπιστώθηκε να περιορίζεται σε τοπική μόνο κλίμακα (Εικόνα 257) [88 – 93, 104, 324, 330 -331, 338].

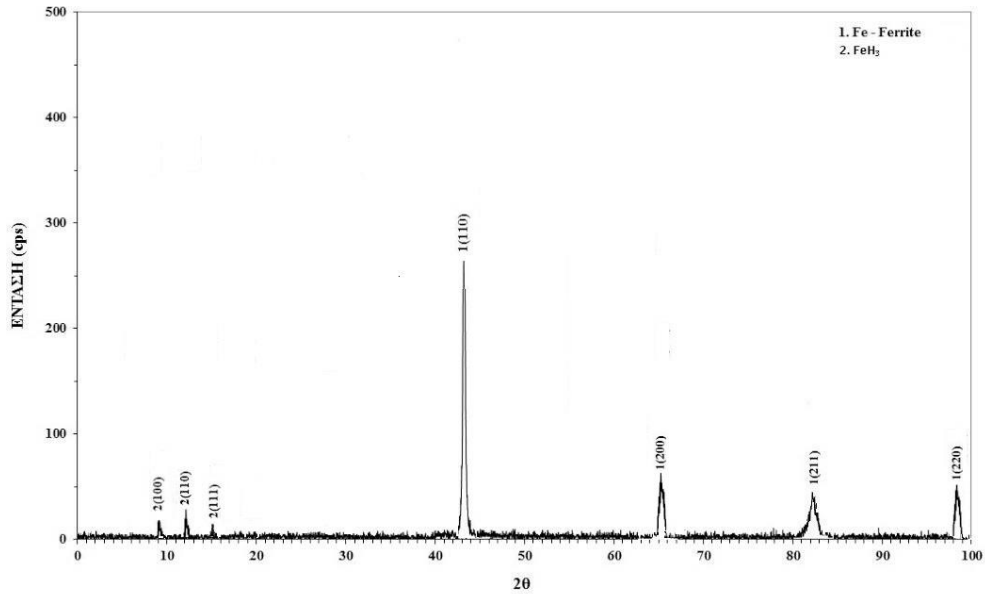
Μελέτη μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης του μέσου μεγέθους ανάπτυξης, της κατανομής και της μορφολογίας των φλукταινών υδρογόνου



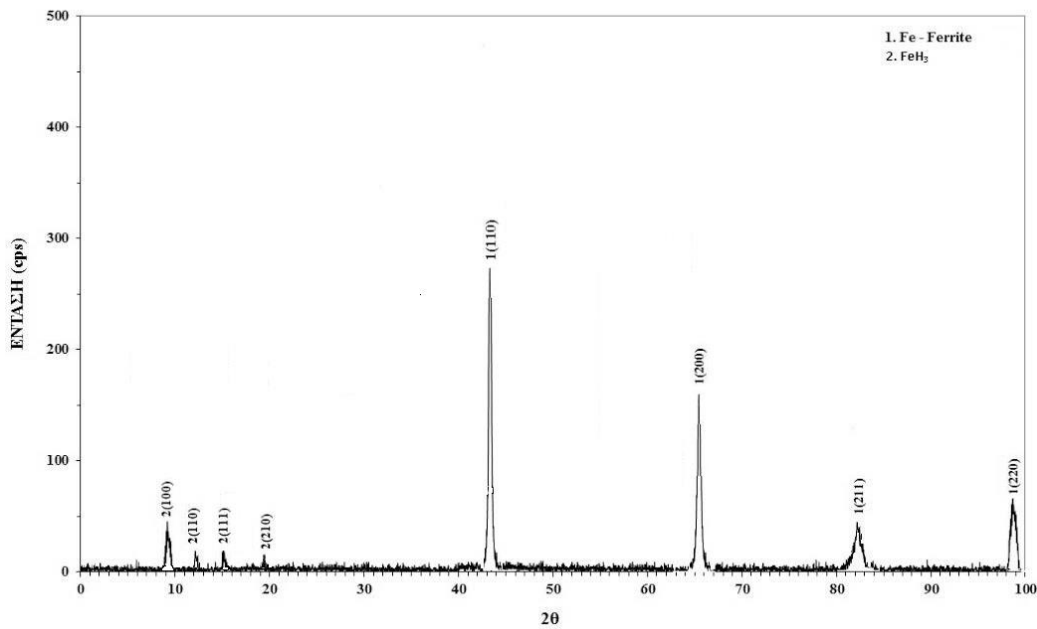
Εικόνα 258: Μεταβολή των μορφολογικών χαρακτηριστικών των φλукταινών υδρογόνου με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης

Και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης (X52, X65, X70) έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με αυξανόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος από τα 10 στα 20 mA/cm², παρατηρήθηκε σημαντική διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών των φλυκταινών υδρογόνου. Έτσι ενώ αρχικά οι φλύκταινες υδρογόνου προσδιορίζονταν από σφαιρική μορφολογία η οποία προσομοίαζε σε τρούλο (dome type morphology), αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και ετερογενή διασπορά, με την εντατικοποίηση των επιβαλλόμενων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, παρατηρήθηκε η ανάπτυξη επιπεδοποιημένων σχηματισμών, με επιμήκη μορφολογία (flattened and elongated blisters), στην επιφάνεια των οποίων αναπτύσσονται αραιά δίκτυα μικρορωγματώσεων (fragmented surfaces by dispersed microcrack networks). Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε ότι οι φλύκταινες υδρογόνου πυρηνοποιούνταν σε τοπολογίες οι οποίες αναφέρονται ως ενεργειακά αναβαθμισμένες, όπως αποτελούν τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων (triple junctions), λόγω της αυξημένης πυκνότητας των δικτύων των διαταραχών που τα χαρακτηρίζει (κάτι το οποίο γίνεται αντιληπτό μέσω παρατήρησης εικόνων ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης). Τέλος στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 διαπιστώθηκε η εκδήλωση του φαινομένου της ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου μικρότερου μέσου μεγέθους στην επιφάνεια μεγαλύτερων φλυκταινών οι οποίες προϋπήρχαν, μηχανισμός ο οποίος αναφέρεται στη βιβλιογραφία με την ορολογία blistering on blistering effect (Εικόνα 258) [42 – 43, 85, 92].

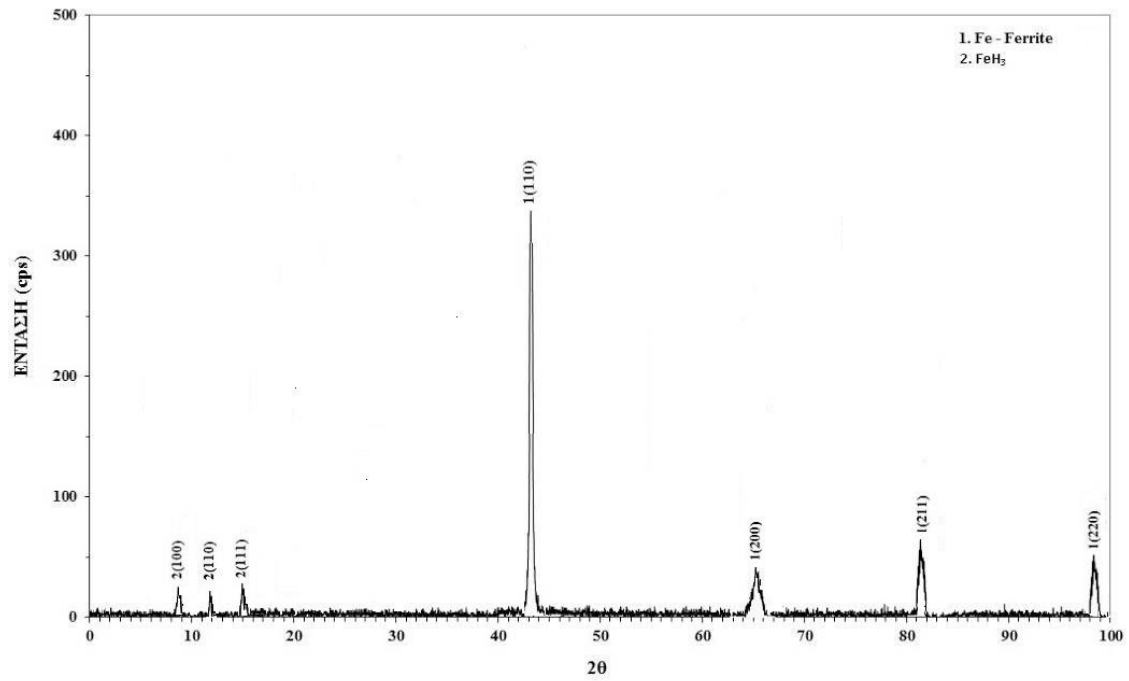
4.14 ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΑΝΑΠΤΥΞΗΣ ΥΔΡΙΔΙΩΝ ΣΤΟΥΣ ΧΑΛΥΒΕΣ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65 ΜΕ ΤΗ ΧΡΗΣΗ ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ ΓΙΑ ΠΥΚΝΟΤΗΤΕΣ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ 10 mA/cm² ΚΑΙ 20 mA/cm² ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ IN – SITU HYDROGEN CATHODIC CHARGING ΔΟΚΙΜΗ



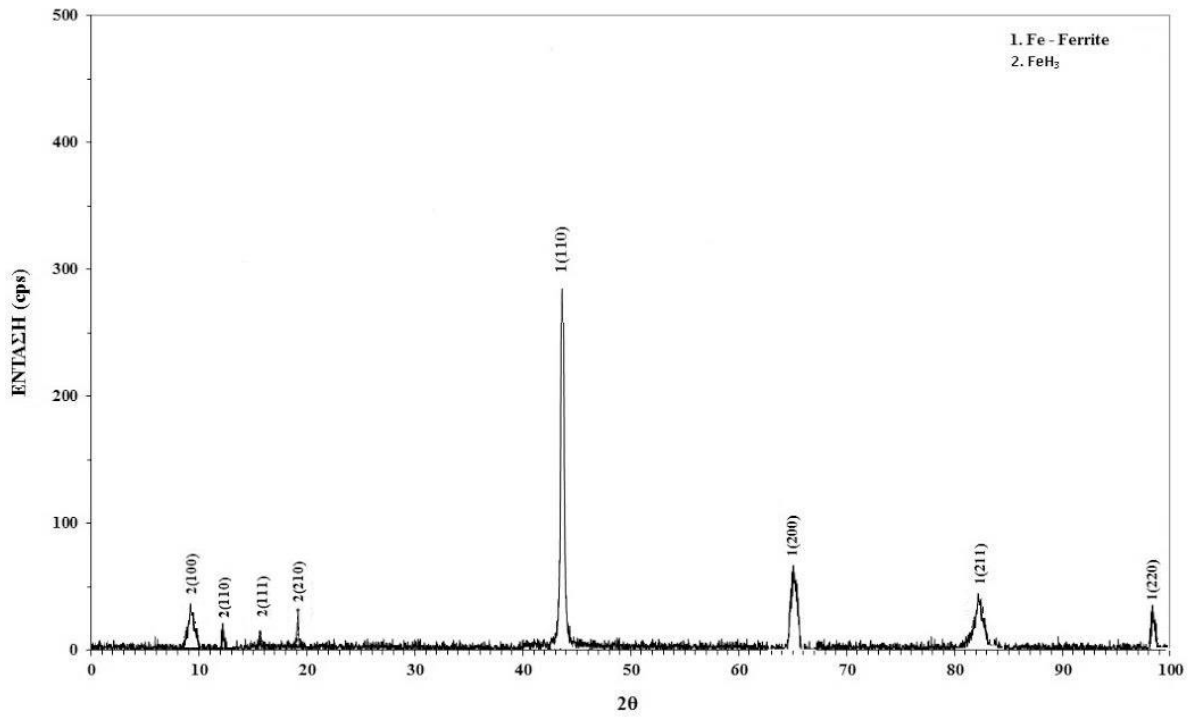
Εικόνα 259: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα Χ65, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm²



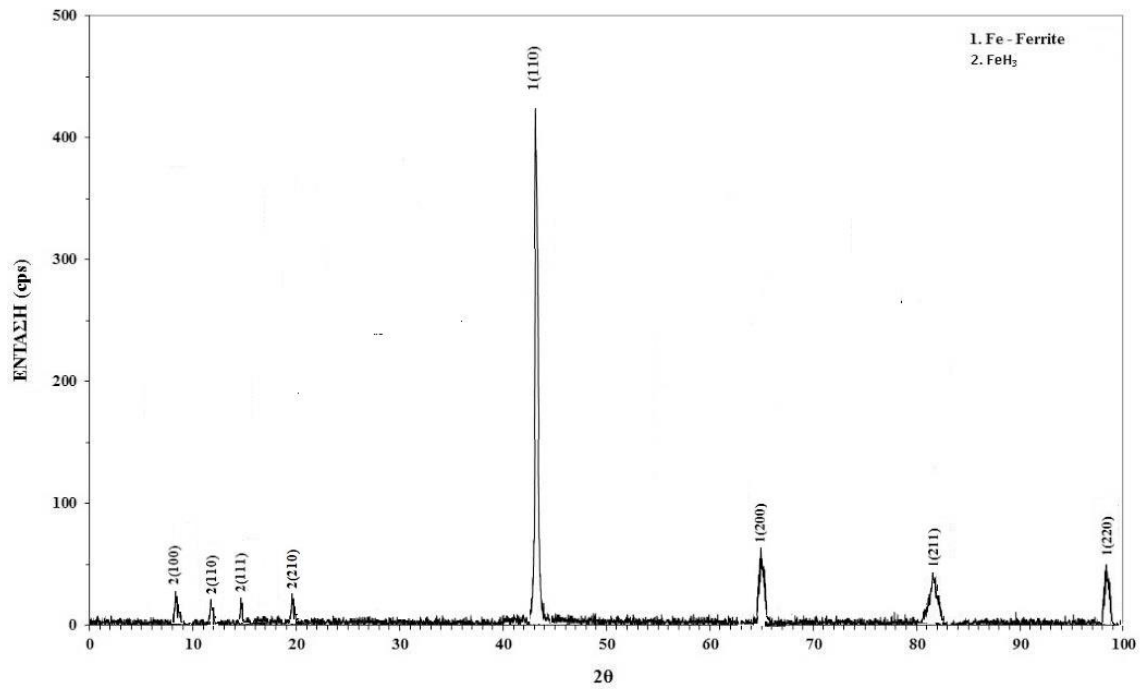
Εικόνα 260: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα Χ65, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm²



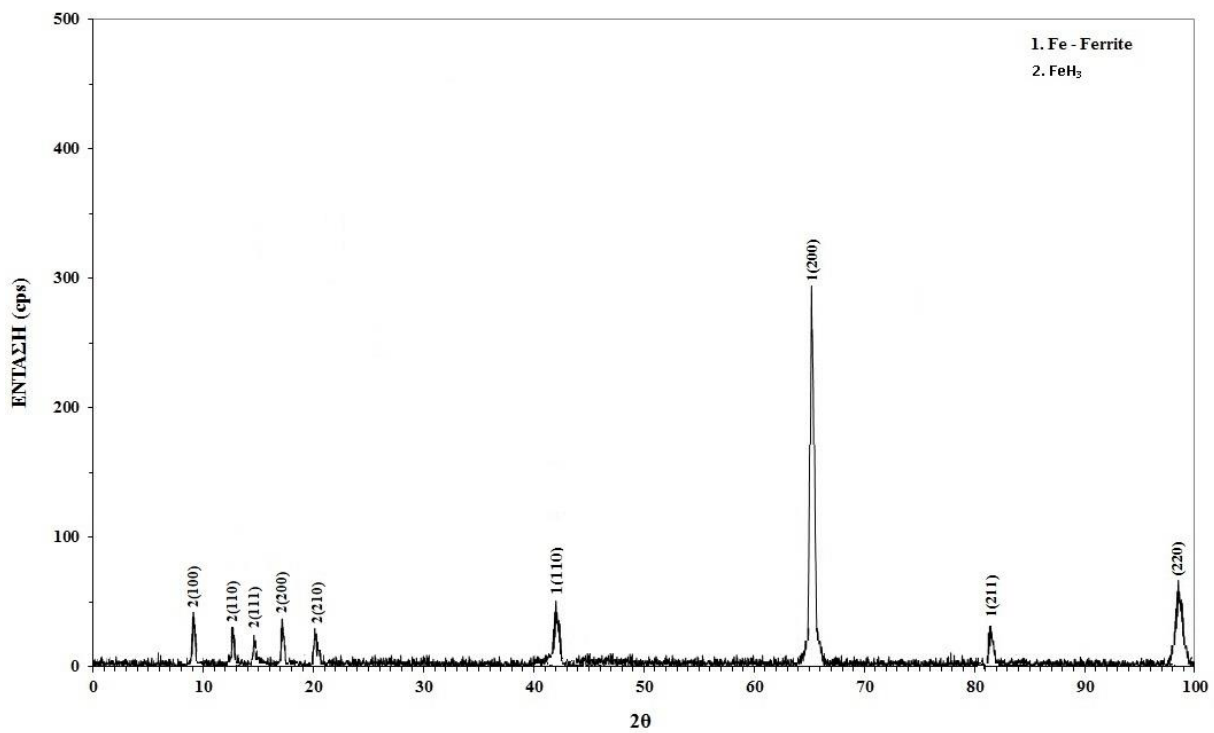
Εικόνα 261: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm².



Εικόνα 262: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².

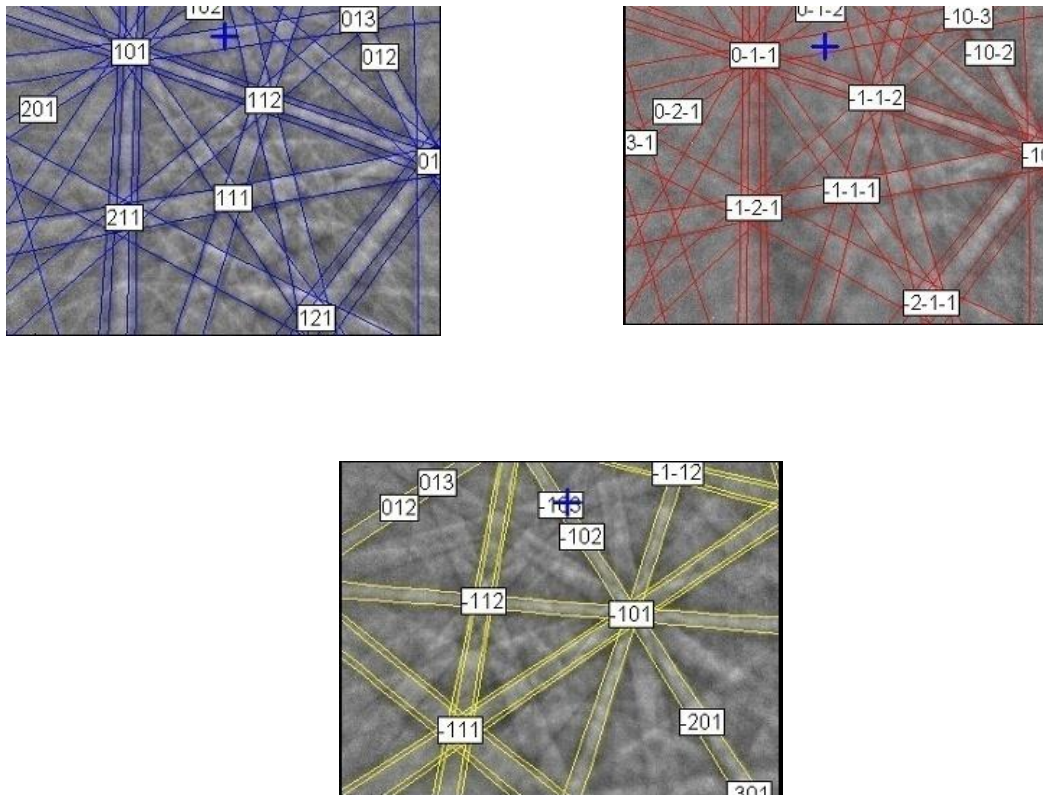


Εικόνα 263: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2 .



Εικόνα 264: Ακτινοδιαγράμμα Περιθλασιμετρίας από το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, έπειτα από την υποβολή του σε ηλεκτροχημική διέγερση καθοδικής πόλωσης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 .

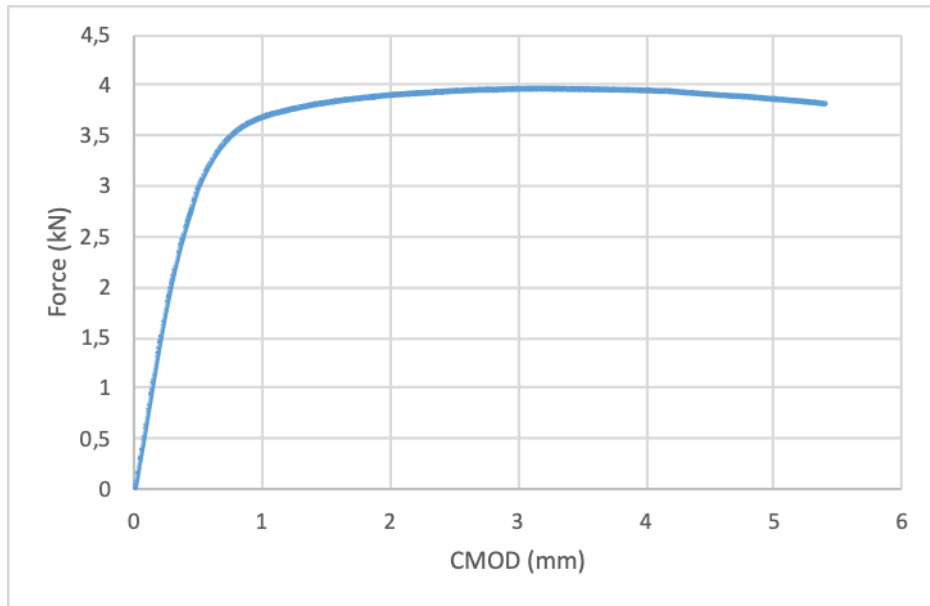
Μέσω μελέτης των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης, έπειτα από τη διεξαγωγή In – Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμής με επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10mA/cm^2 και 20mA/cm^2 , ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeH_3 . Παρατηρήθηκε ακόμη μείωση της έντασης κρυστάλλωσης των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής δομής καθώς και μετατόπιση αυτών σε χαμηλότερες γωνίες Περίθλασης, μέσω της μεθόδου Rietveld. Η μετατόπιση αυτή αποδίδεται στην ανάπτυξη ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος των χαλύβων X52, X70 και X65, λόγω της ανάπτυξης στις επιφανειακές στιβάδες αυτών υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (hydrogenated vacancies) καθώς και λόγω της συνεχούς αλληλεπίδρασης των δικτύων των διαταραχών με τις ατμόσφαιρες Cottrell υδρογόνου. Η μικρογεωμετρία, το τοπογραφικό ανάγλυφο και η μικροτραχύτητα της επιφάνειας αλλάζει λόγω των θλιπτικών παραμενουσών τάσεων και ο μόνος τρόπος εξάλειψης αυτών είναι η εφαρμογή θερμικής κατεργασίας ώστε να εκροφηθεί το εγκλωβισμένο μοριακό υδρογόνο και να πραγματοποιηθεί μια διεργασία αποκατάστασης (recovery) για το μικρογραφικό ιστό (Εικόνες 259 – 265) [49, 57 - 61, 94, 304].



Εικόνα 265: Κρυσταλλογραφική ταυτοποίηση υδριδίων στοιχειομετρίας FeH_3 για το μικρογραφικό ιστό και των τριών κραματικών συστημάτων μελέτης μέσω των kirkuchi patterns και των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών Eulerσε αναλυτική τεχνική Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (Electron Backscatter Diffraction EBSD).

4.15 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΤΟΔ, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ, ΓΙΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΧΑΛΥΒΑ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65 ΧΩΡΙΣ ΤΗΝ ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΠΕΔΙΟΥ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ

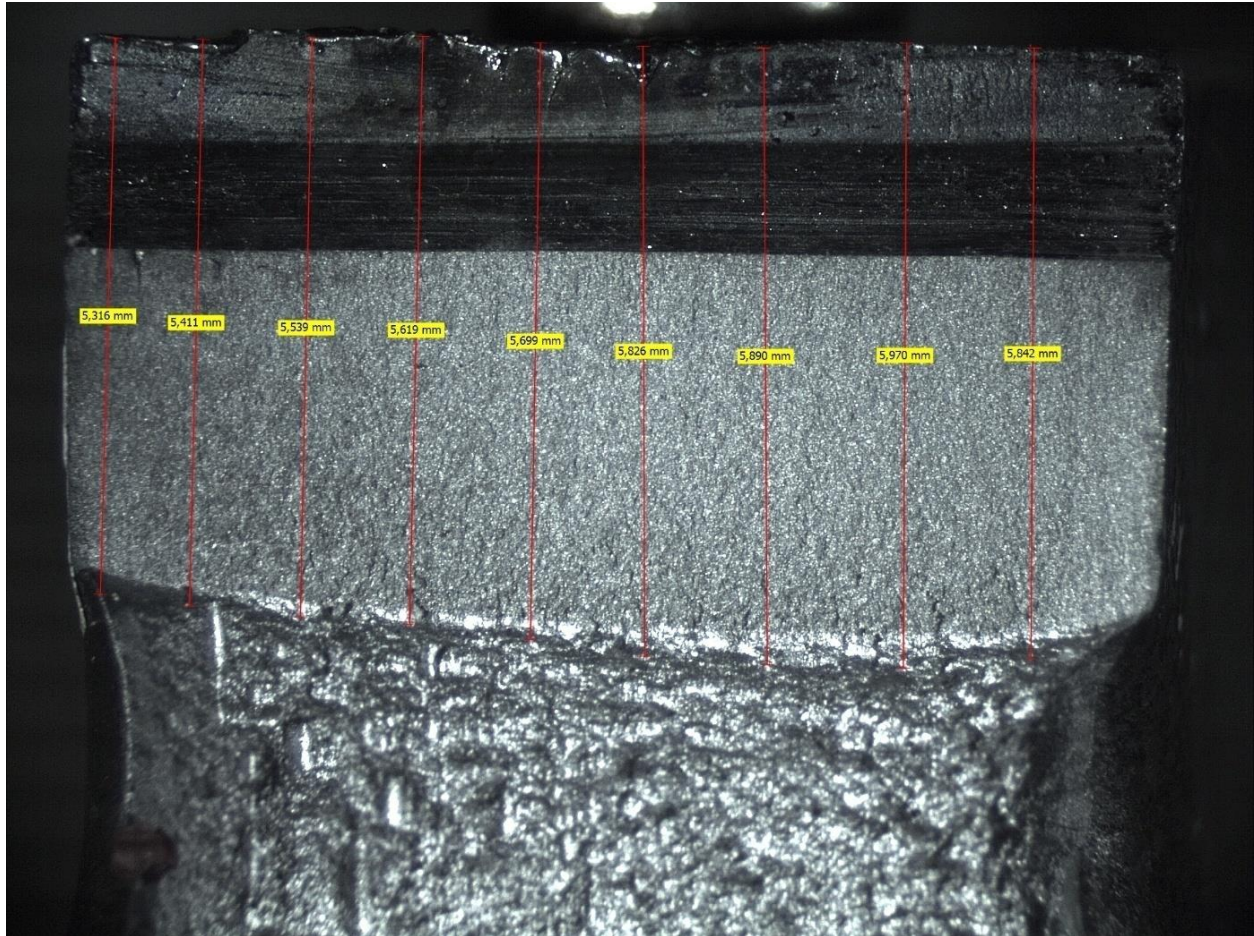
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ52 (L360) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 153: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης ΣΤΟΔ σε δοκίμιο χάλυβα Χ52 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (1^η επανάληψη).

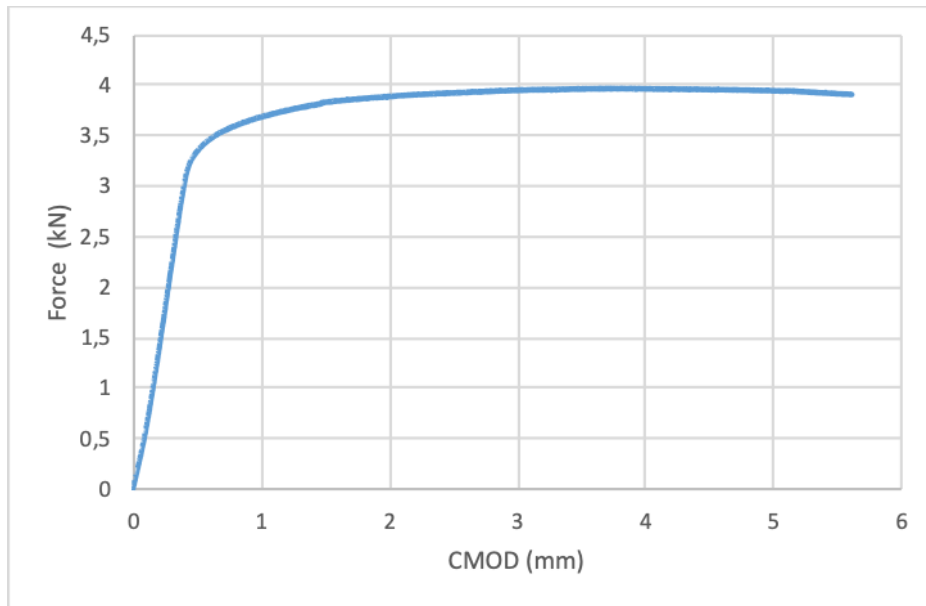
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 45,179 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001478481 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 164,76 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,21 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 160,55 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 266: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X52 (1^η επανάληψη)

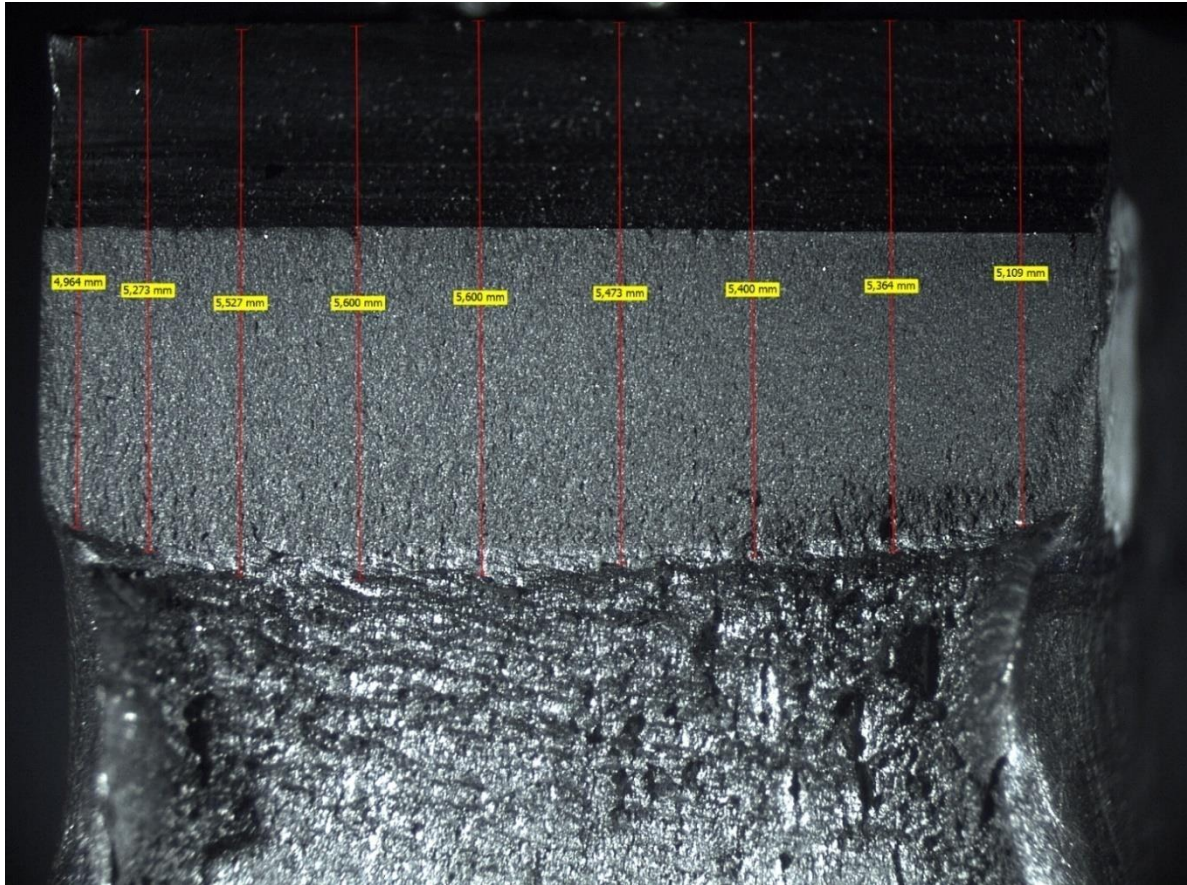
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 154: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (2^η επανάληψη).

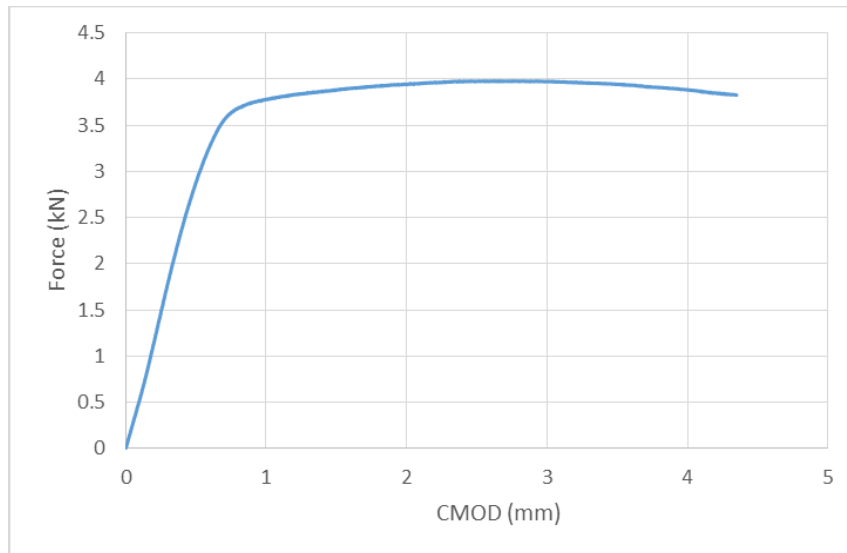
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 45,44 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001481443 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 165,808 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,027 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 161,781 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 267: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης καταπόνησης δοκιμής CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X52 (2^η επανάληψη).

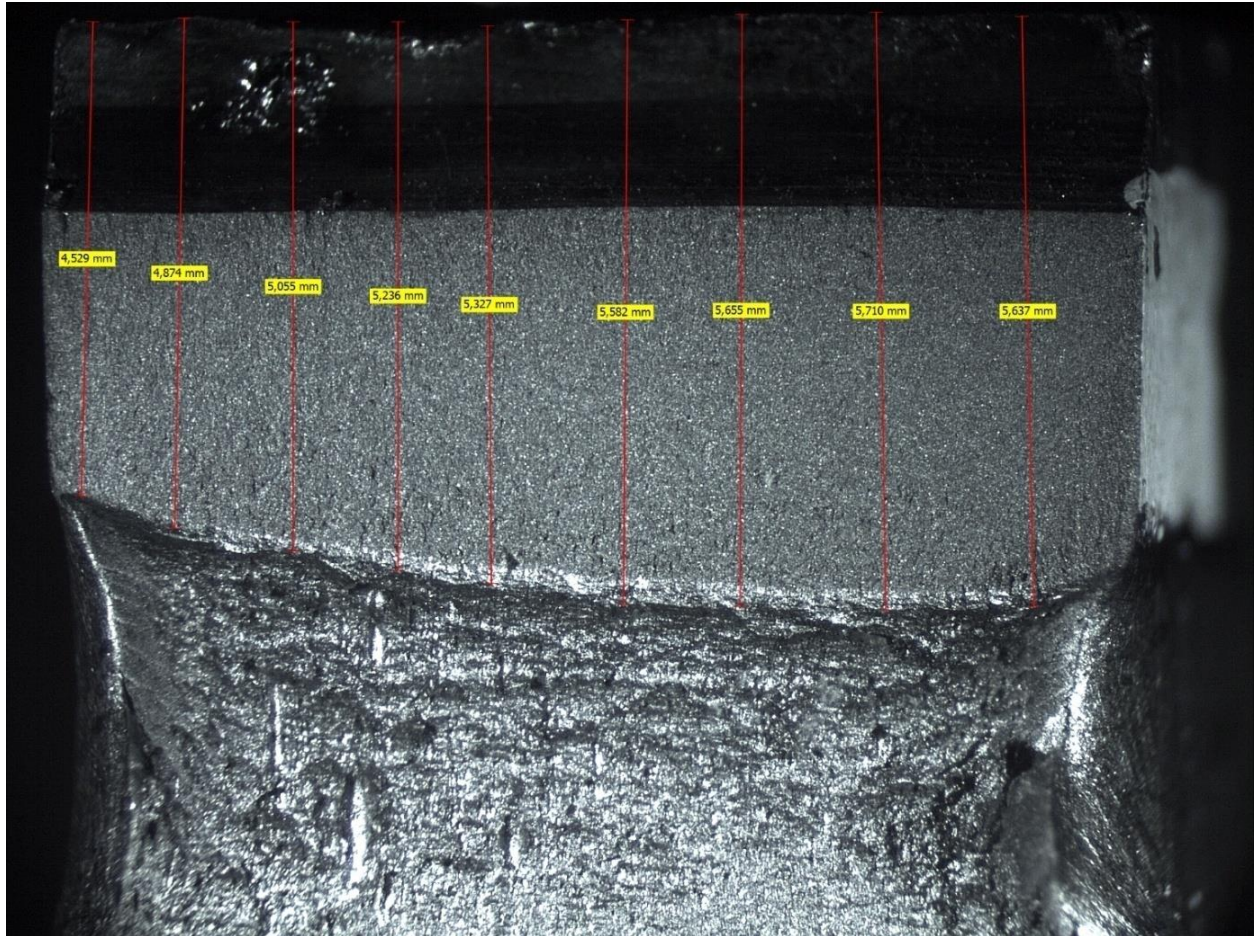
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



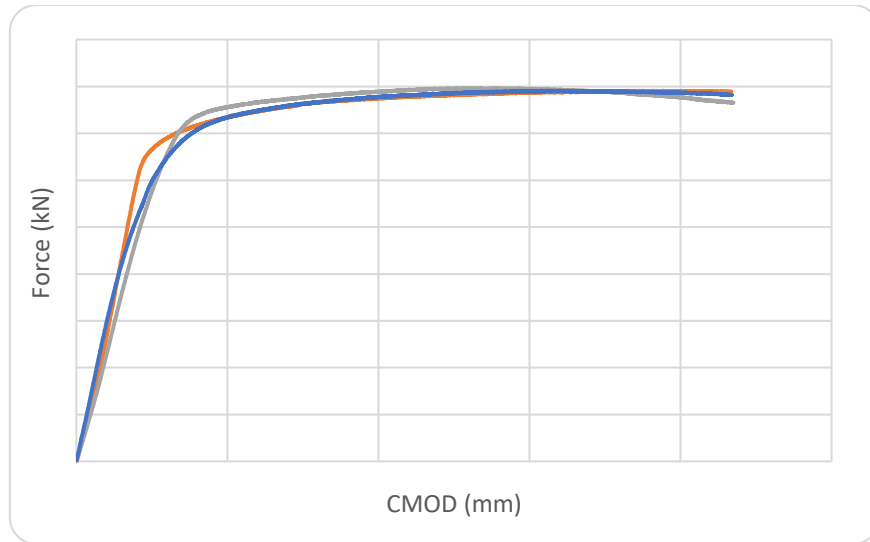
Διάγραμμα 155: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 44,74 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001476652 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 170,84 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,38 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 166,44 \text{ kJ/m}^2$

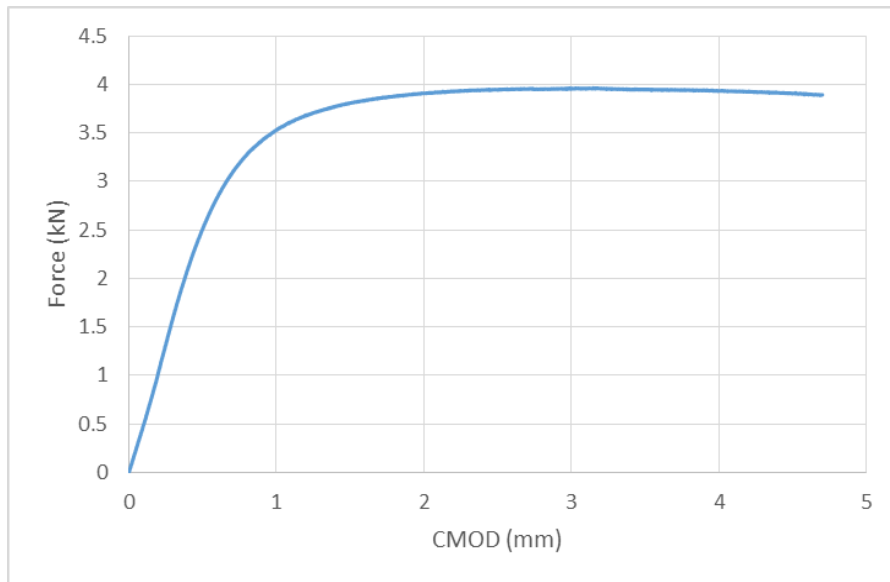


Εικόνα 268: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X52 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 156: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια χάλυβα X52 τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης.

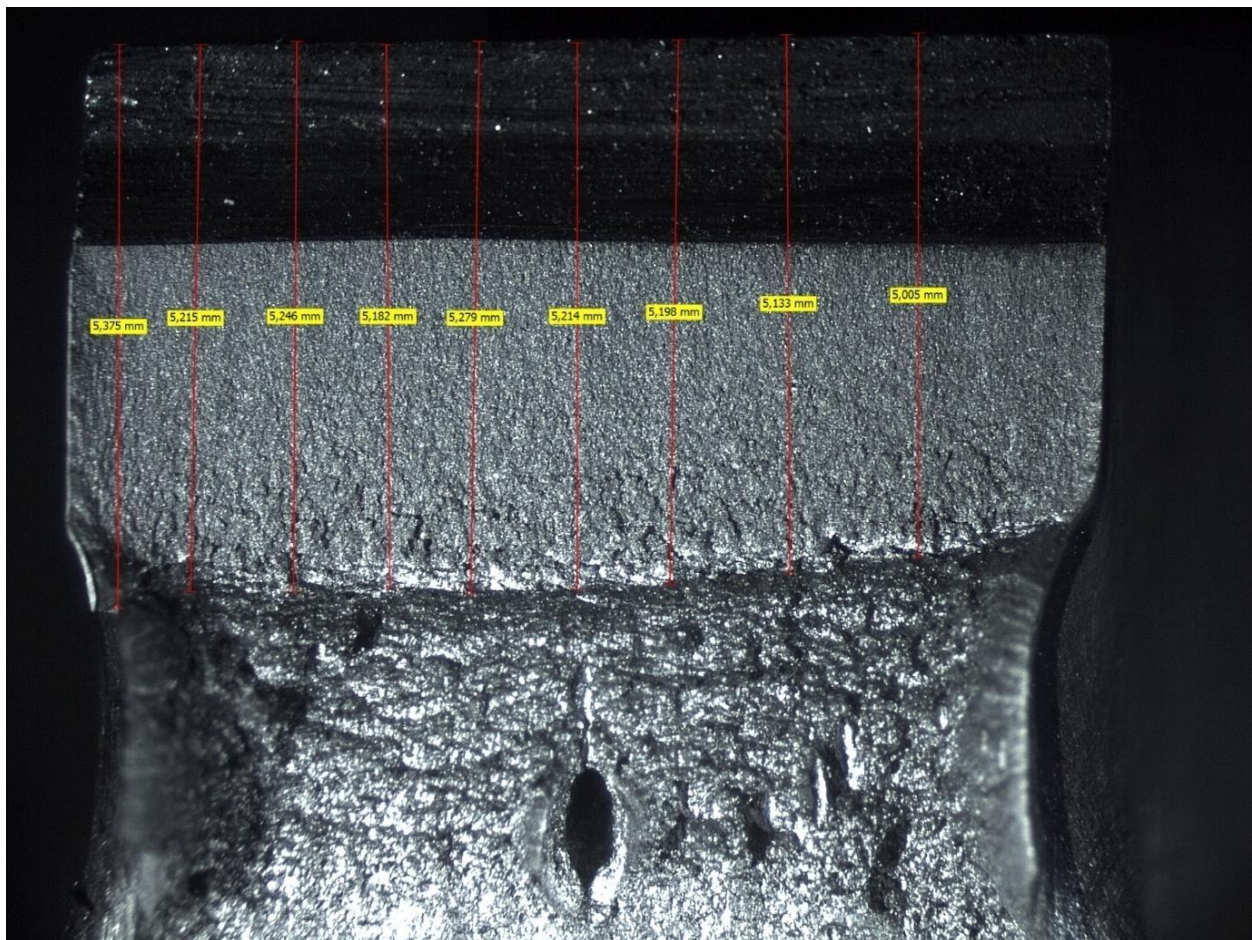
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 157: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (1^η επανάληψη).

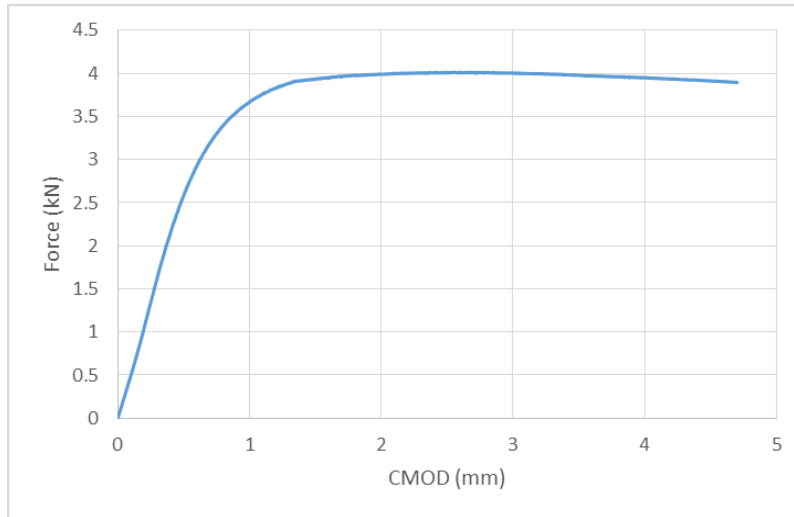
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 49,96 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,00151491 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 186,33 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,44 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 179,89 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 269: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X70 (1^η επανάληψη).

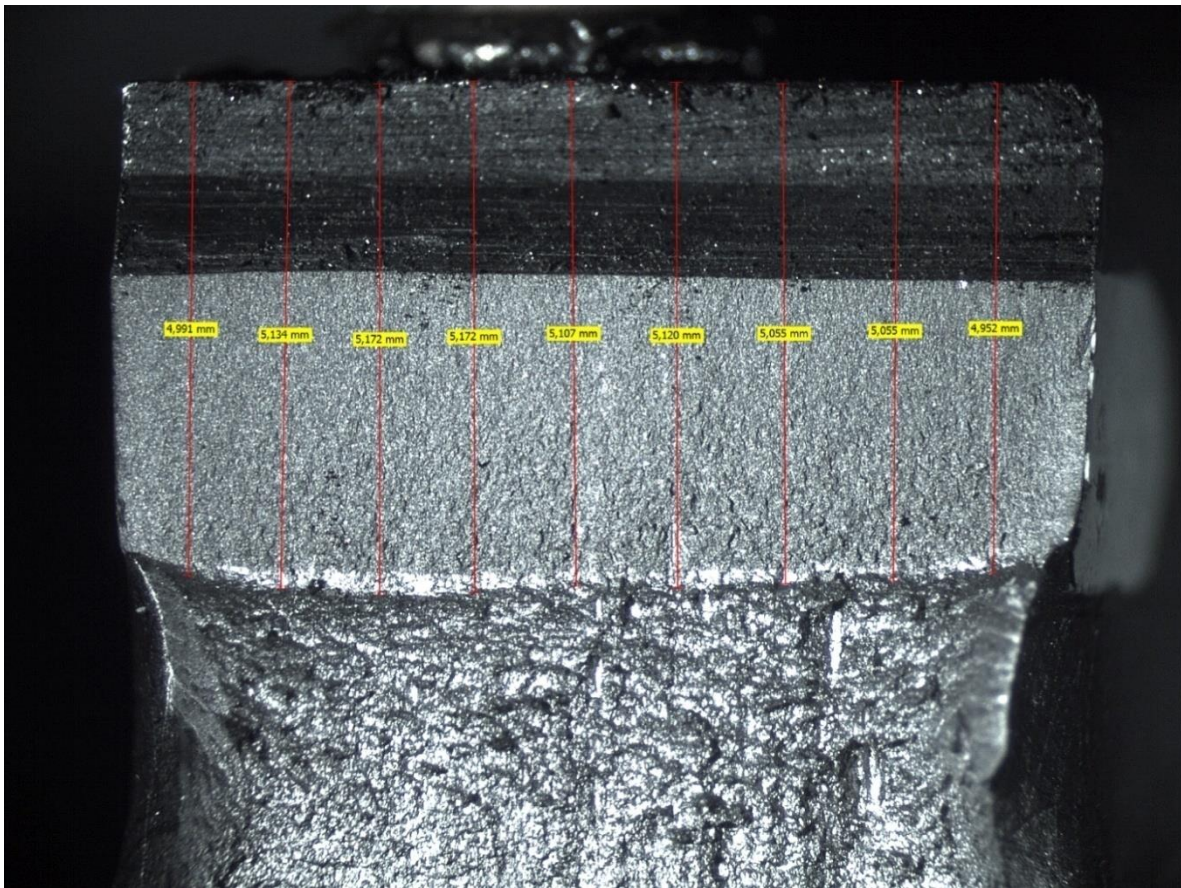
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 158: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (2^η επανάληψη).

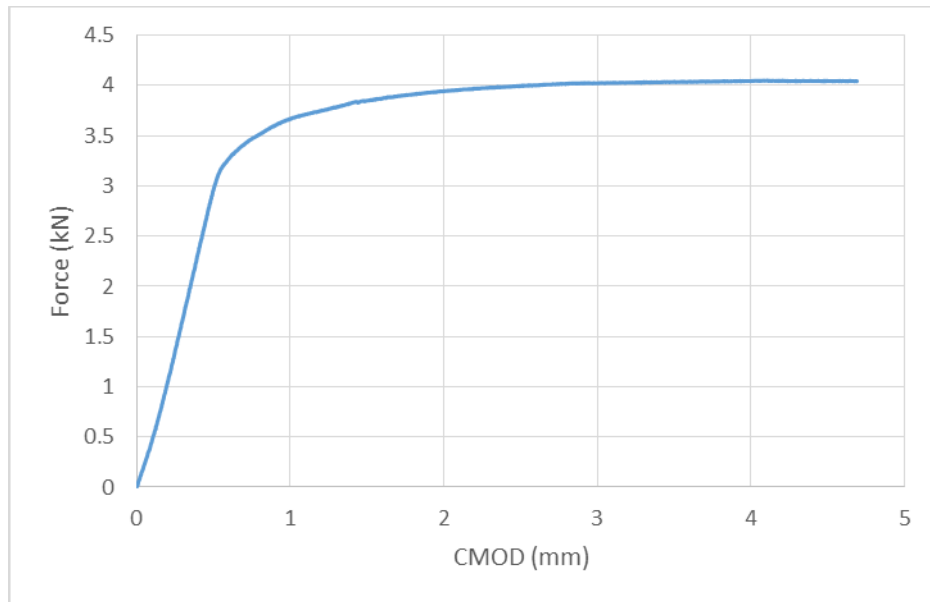
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 49,06 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001525636 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 187,04 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,81 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 180,23 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 270: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X70 (2^η επανάληψη).

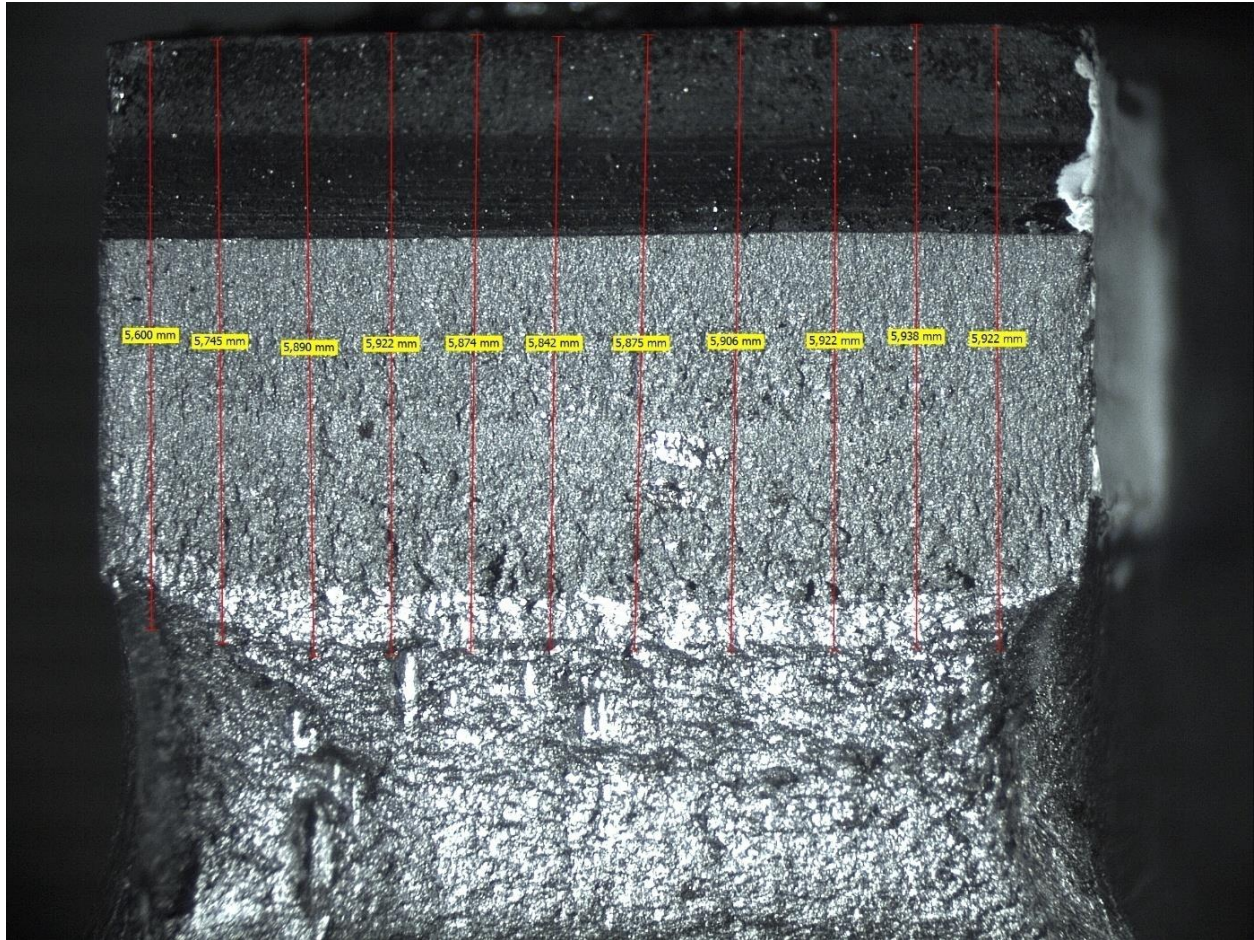
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ70 (L460) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



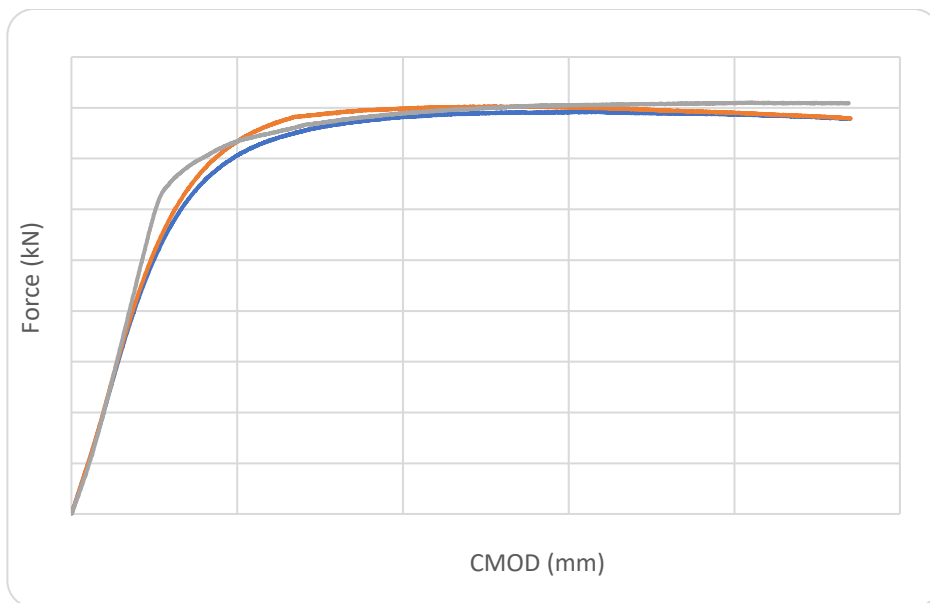
Διάγραμμα 159: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα Χ70 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 48,4 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001511081 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 185,59 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 6,44 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 179,15 \text{ kJ/m}^2$

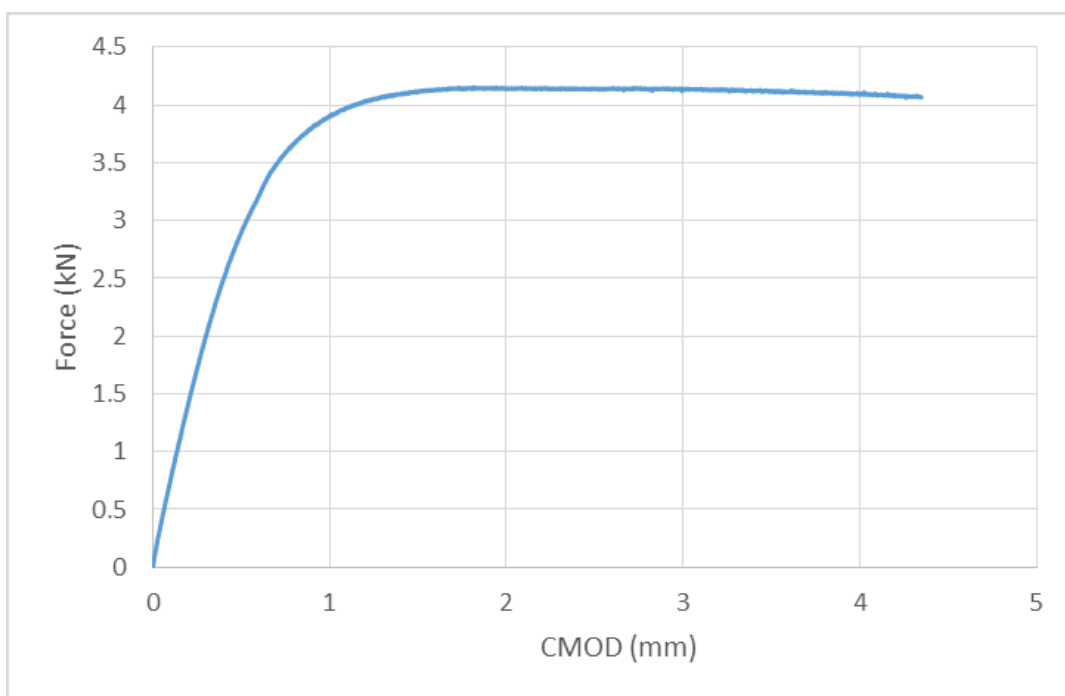


Εικόνα 271: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X70 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 160: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια χάλυβα X70 τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης.

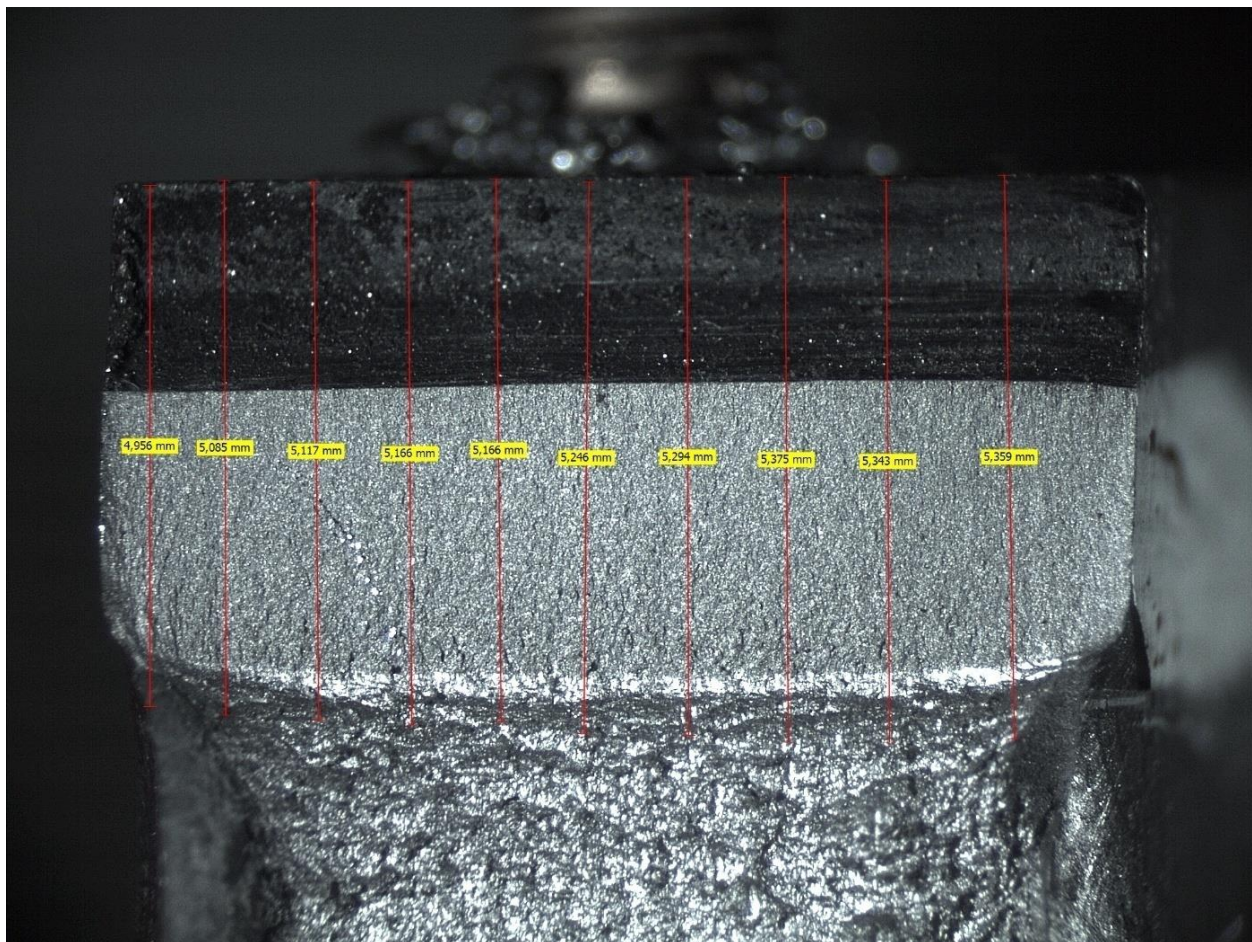
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 161: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (1^η επανάληψη).

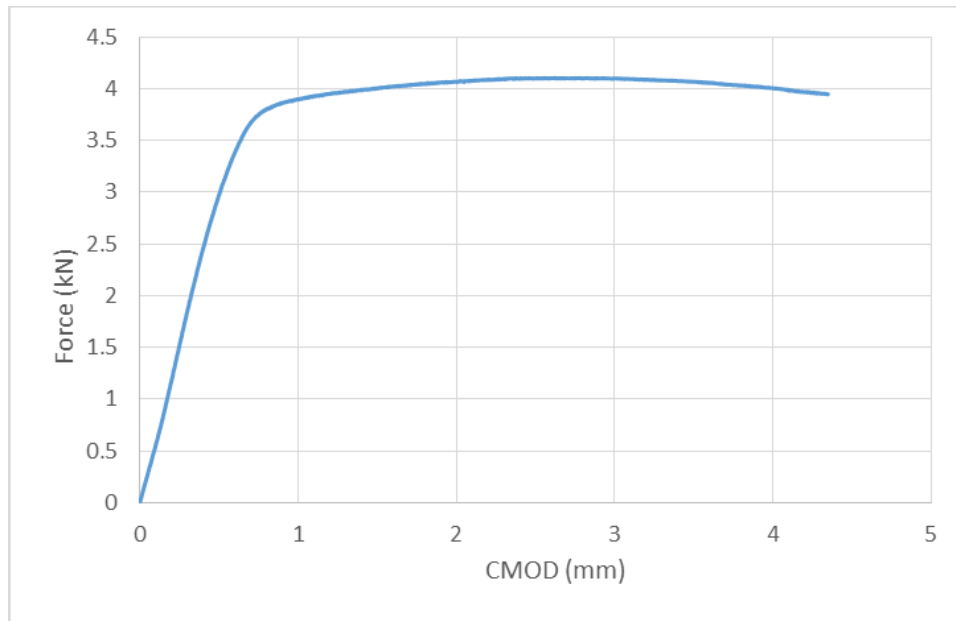
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 50,07 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001513886 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 202,16 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 11,57 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 190,59 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 272: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης στερεοσκοπικής ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X65 (1^η επανάληψη).

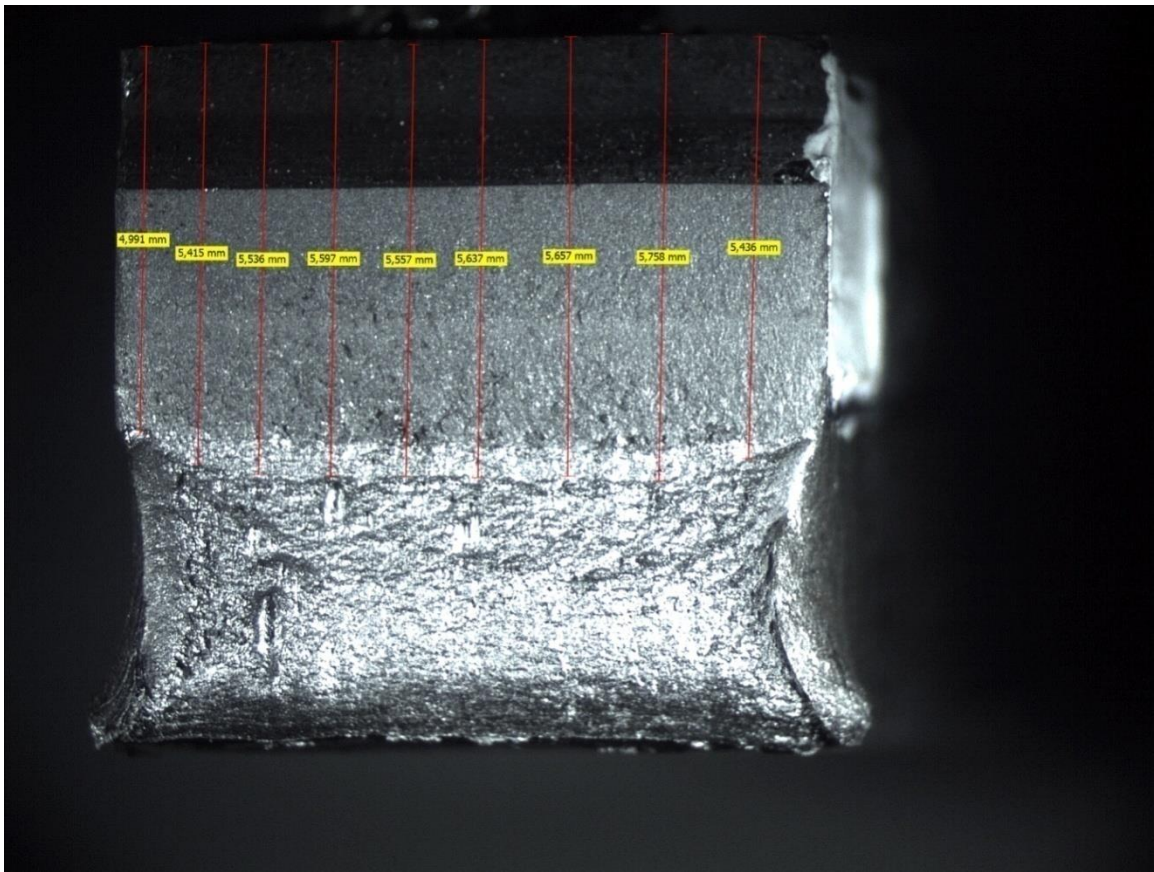
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 162: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (2^η επανάληψη).

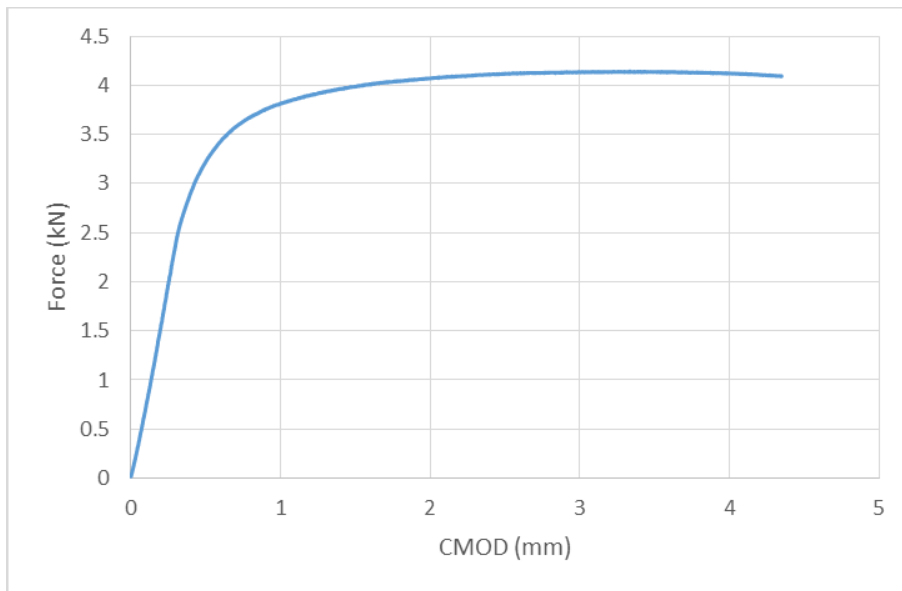
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 50,83 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001505862 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 199,84 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 10,34 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 189,51 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 273: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X65 (2^η επανάληψη).

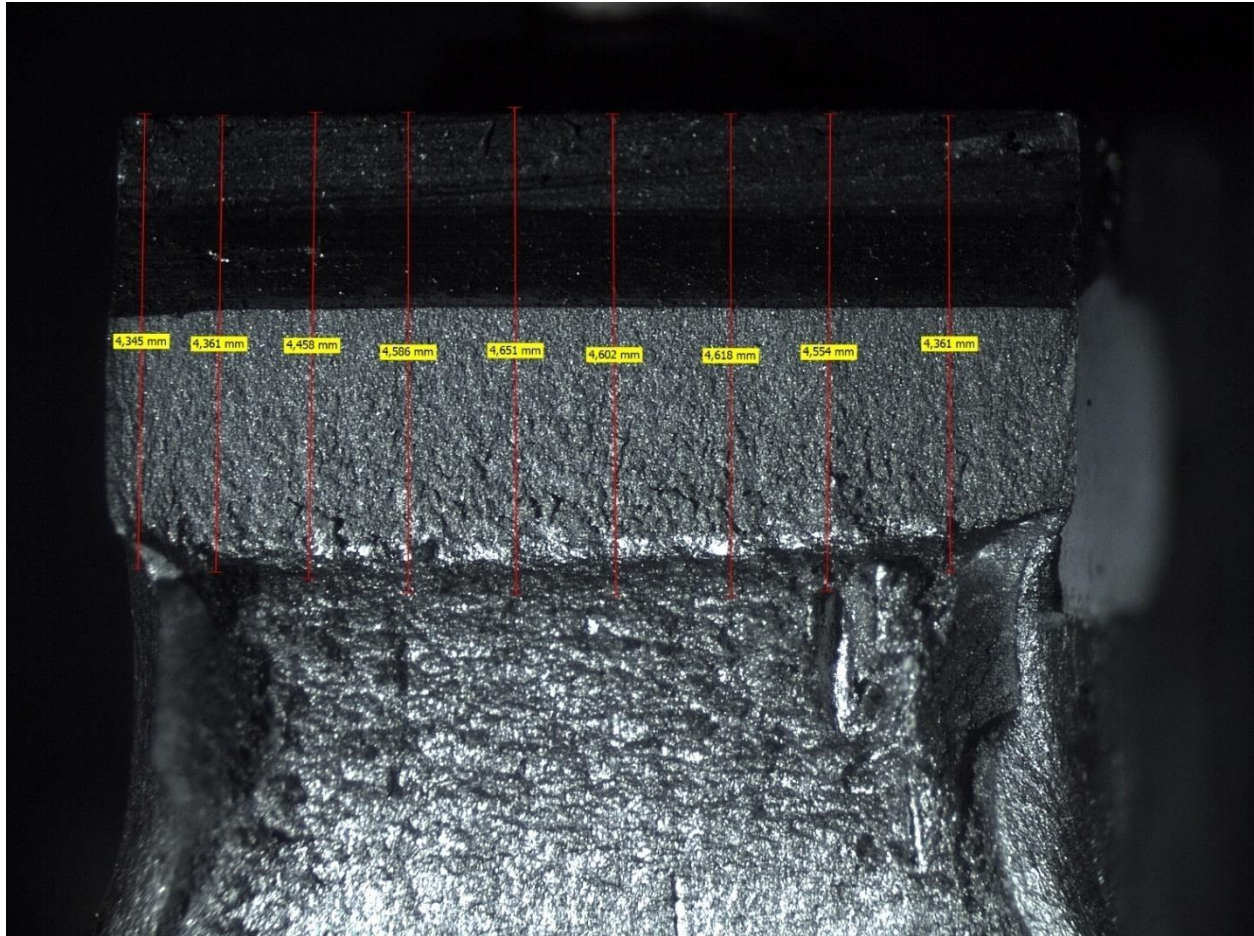
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ65 (L450) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



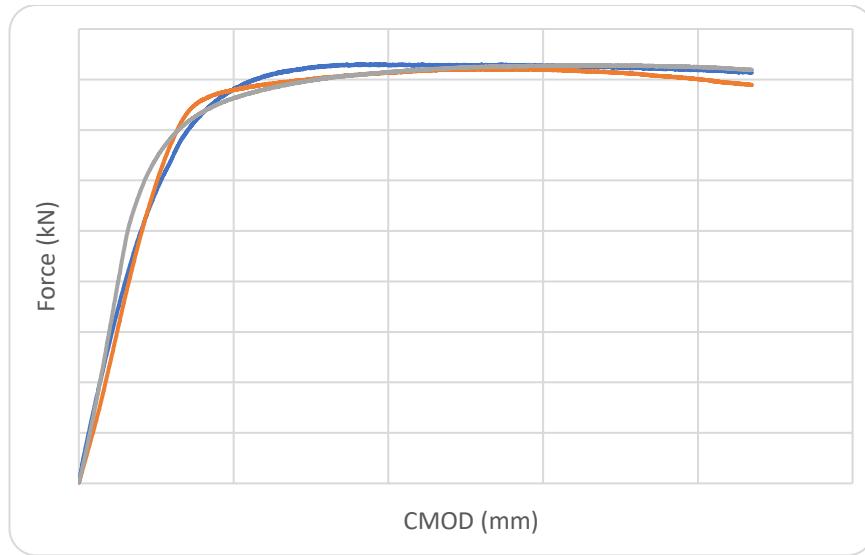
Διάγραμμα 163: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα Χ65 που δεν είχε υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διεγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

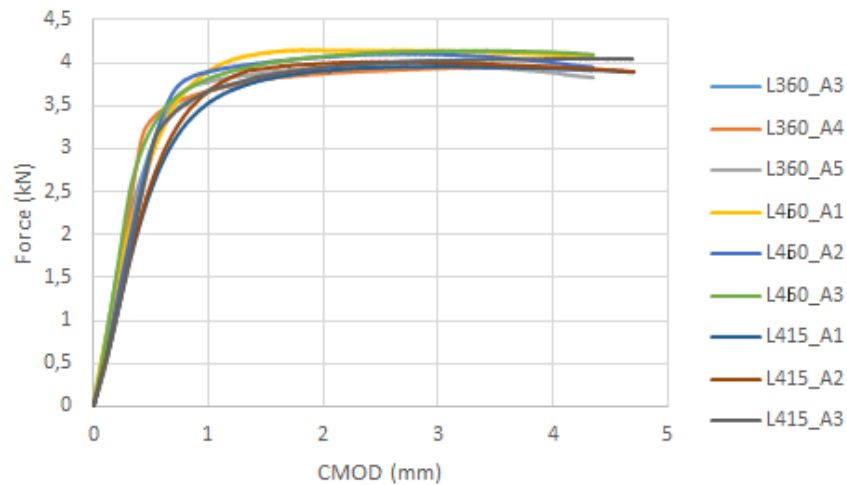
1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 50,65 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001500659 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 208,89 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 10,93 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 197,96 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 274: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD στον αέρα, σε δοκίμιο χάλυβα X65 (3^η επανάληψη).



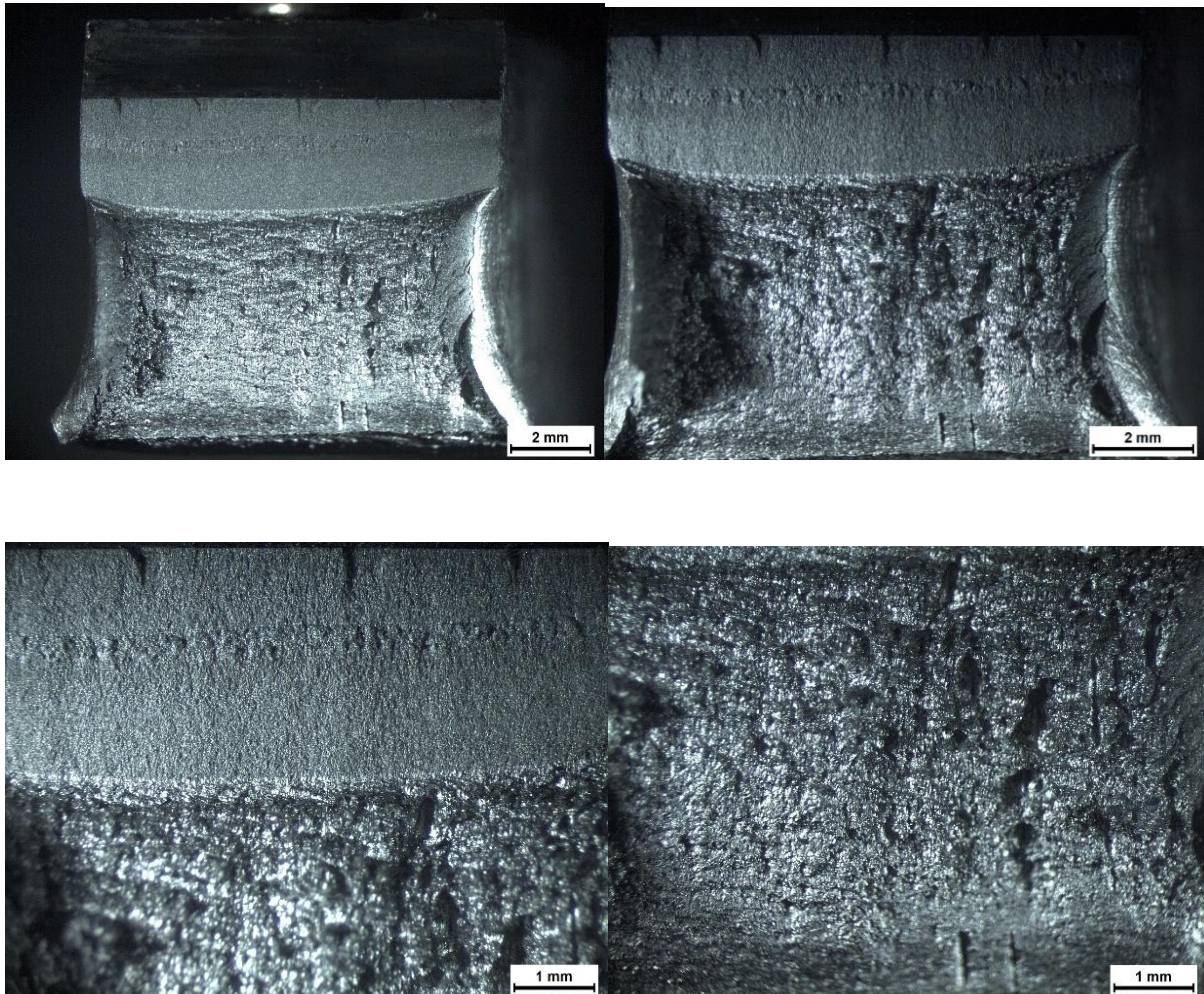
Διάγραμμα 164: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια χάλυβα X65 τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης.



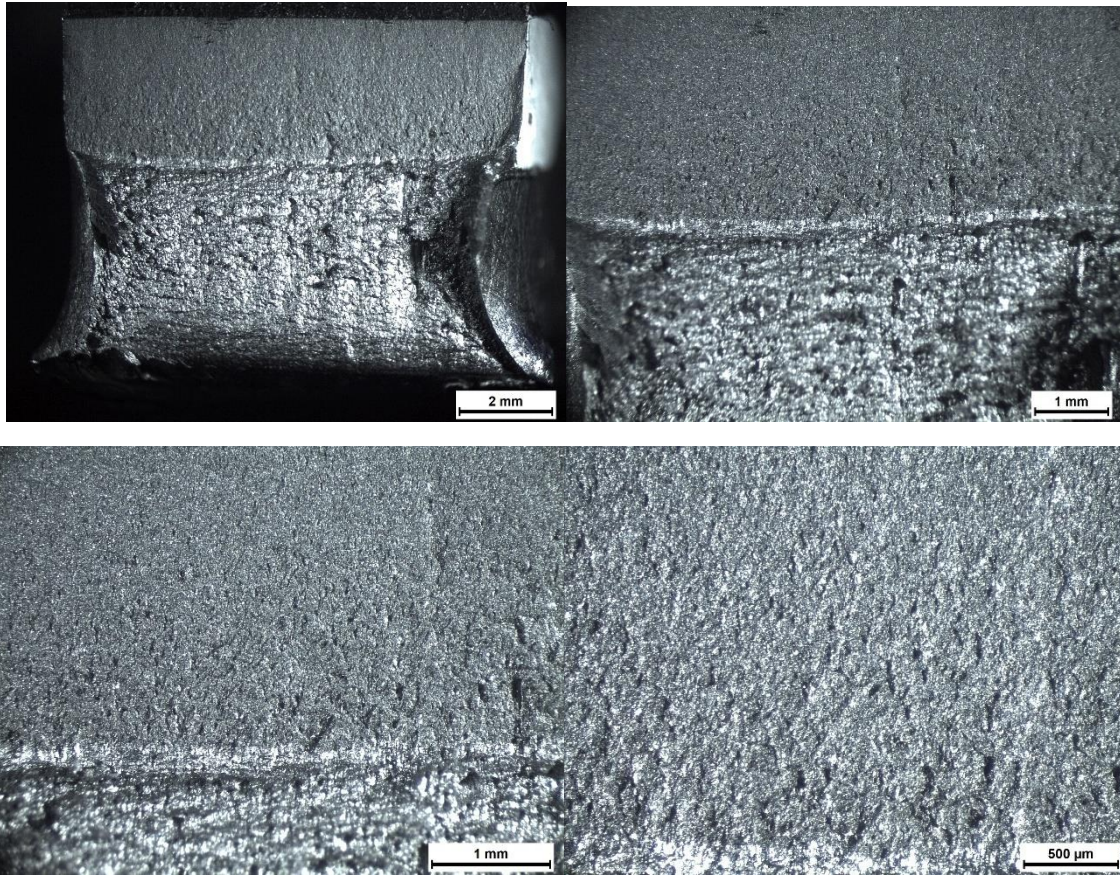
Διάγραμμα 165: Συγκριτική παράθεση των διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής για το σύνολο των δοκιμών χάλυβα X52, X70, X65 έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε περιβάλλον αέρα.

Με βάση τα αποτελέσματα των χαρακτηριστικών καμπυλών $F - C_{MOD}$ έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια που δεν έχουν υποβληθεί σε προγενέστερη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρείται συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα και περιορισμένο δυναμικό απορρόφησης ενέργειας για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 έναντι του χάλυβα X65. Η ανισοτροπία ως προς την κατανομή των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που χαρακτηρίζει το χάλυβα X52 και η οποία οφείλεται στη ζωνώδη διάταξη των μικρογραφικών συστατικών καθώς και ο υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής των ακινητοποιημένων δικτύων των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών εισαγάγουν υψηλά ποσοστά ψαθυροποίησης στο δεδομένο κραματικό σύστημα. Αντιθέτως ο χάλυβας X65, λόγω των πολλαπλών οριών κόκκων χαμηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ της φερριτικής δομής και του κατώτερου κοκκώδους μπαινίτη (low grain orientation misalignment), χαρακτηρίζεται από μη παρεμποδιζόμενη μετακίνηση των επιπέδων εύκολης ολίσθησης (easy shear planes with low activation energy) και των δικτύων των διαταραχών (dislocation networks), υψηλότερο συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient - n), συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor - m) και συντελεστή Schmid καθώς και από χαμηλότερη τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (τ_{CRSS}). Τέλος ο χάλυβας X70 παρουσιάζει ενδιάμεση απόκριση ως προς τη δυνατότητα απορρόφησης ενέργειας, η οποία μπορεί να αποδοθεί στο γεγονός ότι ο μικρογραφικός του ιστός δομείται από φάσεις και μικροδομικά συστατικά εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας (φερριτική και περλιτική δομή), όπου υπάρχουν περιορισμένα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης εύκολα μετακινούμενων δικτύων διαταραχών (dislocation networks with upgrated mobility) αλλά και από όρια κόκκων υψηλής γωνίας διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high grain orientation misalignment), όπου κατανέμονται υψηλότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης ακινητοποιημένων ή/και δύσκολα μετακινούμενων (ενεργειακά) δικτύων διαταραχών (immobilized dislocation forests) (Διαγράμματα 153 - 165 , Εικόνες 266 - 274)[33 - 35, 59, 66, 70, 72, 81].

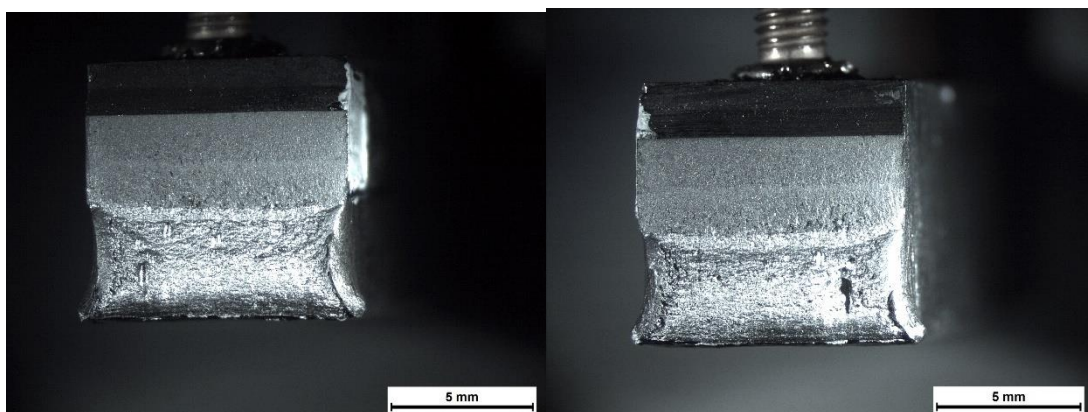
4.16 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΑΙ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΤΩΝ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗ ΔΙΕΞΑΓΩΓΗ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΤΟΔ ΣΕ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝ ΑΕΡΑ

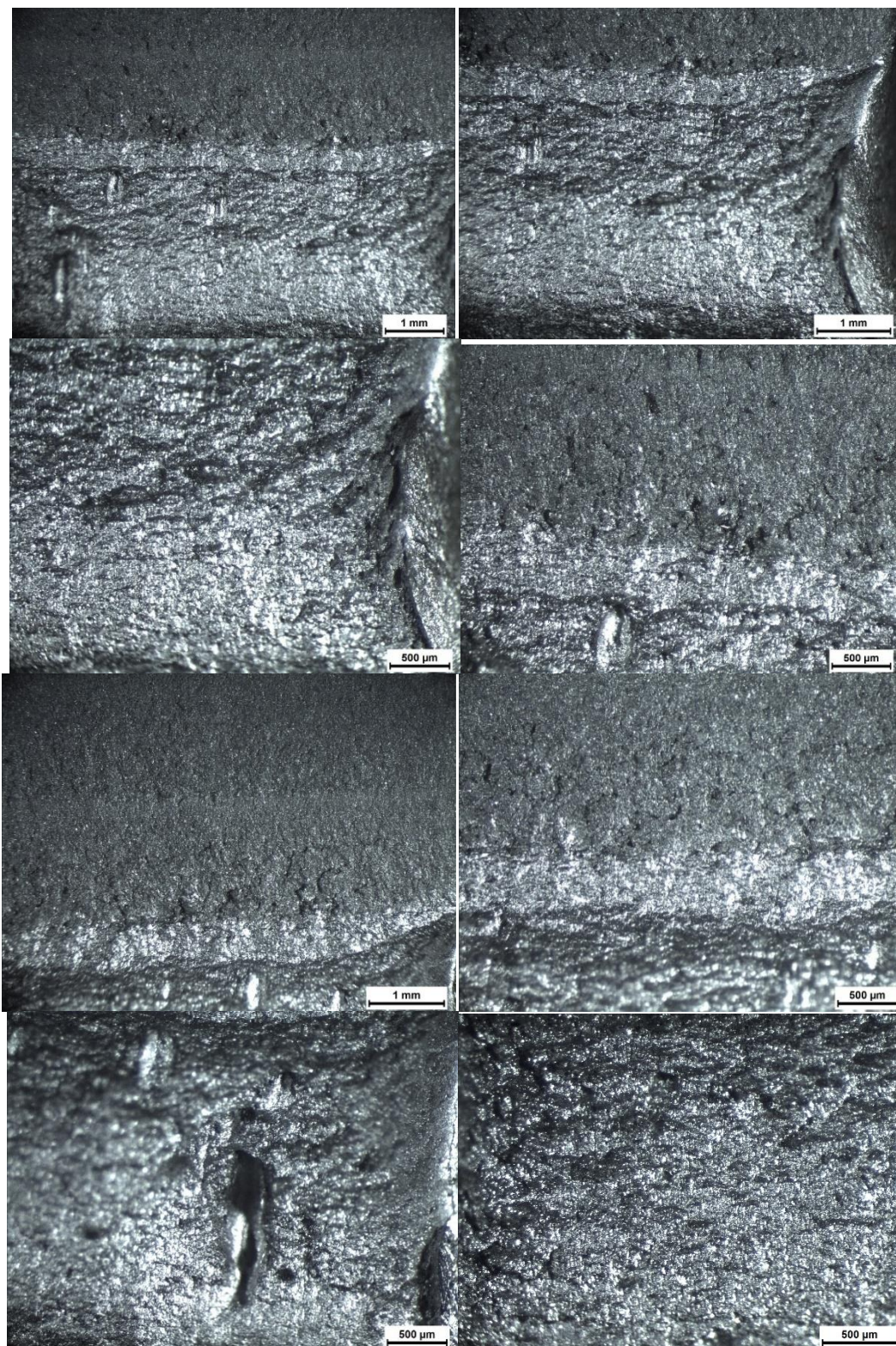


Εικόνα 275: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης των αλληλεπιδρώντων μετώπων διάδοσης της κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X52 (L360) το οποίο δεν έχει υποβληθεί σε καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος.



Εικόνα 276: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης των αλληλεπιδρώντων μετώπων διάδοσης της κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretch zone), για δοκίμιο χάλυβα X70 (L460) το οποίο δεν έχει υποβληθεί σε καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος.





Εικόνα 277: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης των αλληλεπιδρώντων μετώπων διάδοσης της κόπωσης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretch zone), για δοκίμιο χάλυβα X65 (L450) το οποίο δεν έχει υποβληθεί σε καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος.

Σε ό,τι αφορά στις θραυσιγενείς επιφάνειες των χαλύβων X52, X70 και X65, οι οποίοι έχουν υποβληθεί σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD σε περιβάλλον αέρα (χωρίς τη συνέργεια ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης) συμπεραίνονται τα ακόλουθα:

Και για τις τρεις περιπτώσεις δοκιμών το τμήμα της θραυσιγενούς επιφάνειας το οποίο είχε αστοχήσει λόγω επιβολής κοπωτικής φόρτισης, χαρακτηριζόταν από την ανάπτυξη σχηματισμών με μορφολογία ραβδώσεων, η οποία αποδίδεται στην εισχώρηση και την εξώθηση των επιπέδων εύκολης ολίσθησης από τον κρυσταλλογραφικό ιστό (striations by intrusion and extrusion of easy shear planes). Αναφέρεται ακόμη ότι κάτω από πανομοιότυπες συνθήκες επιβολής της δυναμικής φόρτισης, οι μικροραβδώσεις αυτές προσδιορίζονταν από μικρότερα πλάτη ανάπτυξης και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης στα μέτωπα διάδοσης της κόπωσης (beachmarks arrangements during fatigue loading) για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην υψηλότερη ολκιμότητα που παρουσιάζει το δεδομένο κραματικό σύστημα έναντι του χάλυβα X52, στον οποίο η εναλλαγή μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών, με τις μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας και την επιμήκη μορφολογία, οδηγεί σε περιορισμένο δυναμικό μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών και σε παρεμποδιζόμενη ανάπτυξη μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και μικροδιδυμίων.

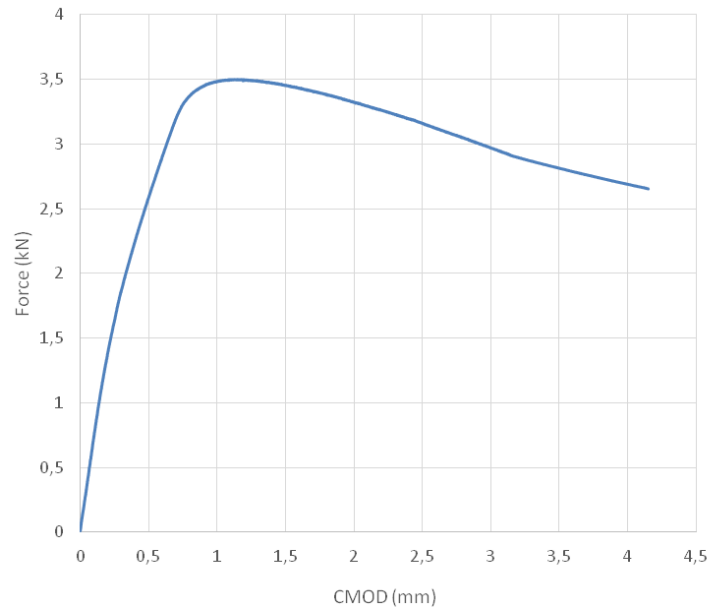
Επιπρόσθετα στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 παρατηρήθηκε υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή επιπεδοποιημένων και καμπύλων μετώπων αποσχιστικής διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (beachmarks arrangements by quasi – cleavage facets), με μικρότερη έκταση και υψηλότερη συχνότητα εναλλαγής συγκριτικά με τους αντίστοιχους σχηματισμούς για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52. Σε κάθε περίπτωση ο χάλυβας X70 λόγω των ενδιαμέσων τιμών που επιδεικνύει ως προς την ολκιμότητα, το συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient) και το συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rates sensitivity factor), χαρακτηρίστηκε και από ενδιάμεσες τιμές ως προς το πλάτος και την πυκνότητα των σχηματισμών αυτών που αποτελούν ενδείξεις εύκολης ανάπτυξης των κυριότερων μηχανισμών της μικροπλαστικότητας (microplasticity mechanisms). Επίσης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 το μέτωπο όπου 'σβήνει' η επίδραση της κόπωσης (stretch zone/blunting of fatigue effect) ήταν λιγότερο ευδιάκριτο συγκριτικά με το αντίστοιχο για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, καθώς αυτό χαρακτηριζόταν από μειωμένο μέσο πλάτος ανάπτυξης, τεθλασμένη πορεία διάδοσης (μη ισότροπη χωρικά εκτόνωση των μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης κατά τη διάρκεια της κόπωσης) και υψηλά ποσοστά επιφανειακής κάλυψης δικτύων μικρορωγματώσεων. Τα παραπάνω στοιχεία μπορούν να αποδοθούν στη σχετικά ψαθυρή φύση που επιδεικνύει το κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, λόγω της συμμετοχής εντός της ζωνώδους διάταξης (banded structure) μετασταθών φάσεων, με επιμήκη μορφολογία και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας (non – coherent interphasial zones) με υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high misorientation angle distribution factor).

Τέλος και για τα τρία είδη κραματικών συστημάτων η περιοχή που αστόχησε λόγω εφαρμογής καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης σε περιβάλλον αέρα προσδιορίστηκε από υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή κρατήρων. Η διαφοροποίηση έγκειται στο γεγονός ότι ενώ οι κρατήρες αυτοί για τους χάλυβες X70 και X65 χαρακτηρίζονταν από σφαιρική μορφολογία, ομοιόμορφη διασπορά και σχετικά ομοιογενές μέσο μέγεθος ανάπτυξης, στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 εμφανίζονταν με σχετικά γωνιώδη μορφολογία, μικρότερο βάθος έκτασης και ισχυρή ανομοιογένεια

ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και την κατανομή τους (Εικόνες 275 – 277) [27, 47, 100 - 101, 111, 124, 172, 223 – 224].

4.17 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΤΟΔ, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ, ΓΙΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΧΑΛΥΒΑ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65 ΥΠΟ ΤΗΝ ΤΑΥΤΟΧΡΟΝΗ ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΠΕΔΙΟΥ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΜΕ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ 10 mA/cm²

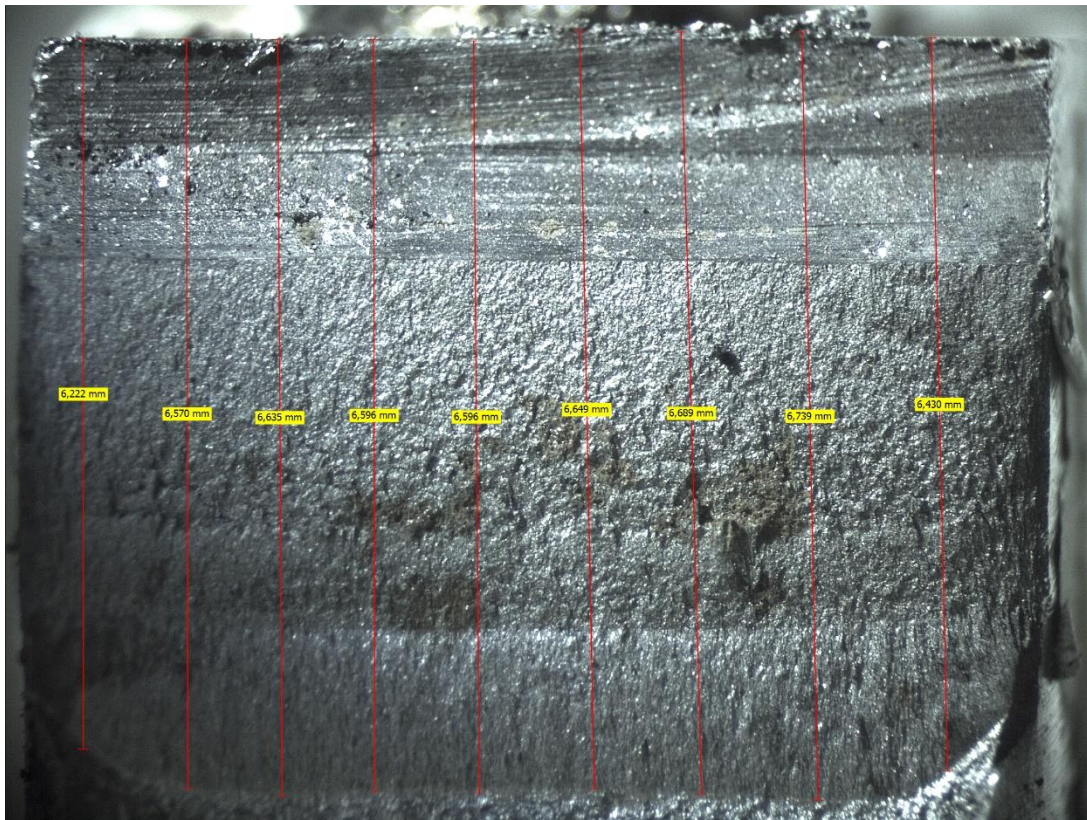
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ52 (L360) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 166: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης ΣΤΟΔ σε δοκίμιο χάλυβα Χ52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (1^η επανάληψη).

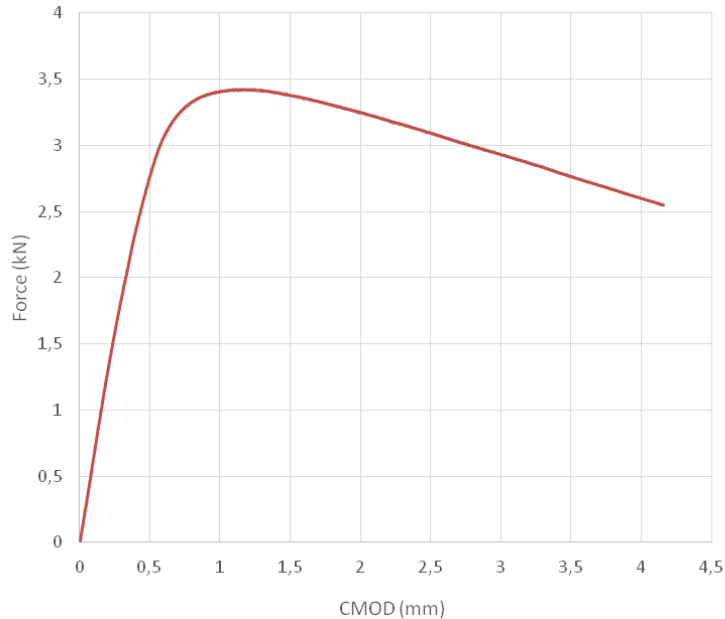
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 42,179 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001345456 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 120,76 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,21 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 116,55 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 278: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (1^η επανάληψη).

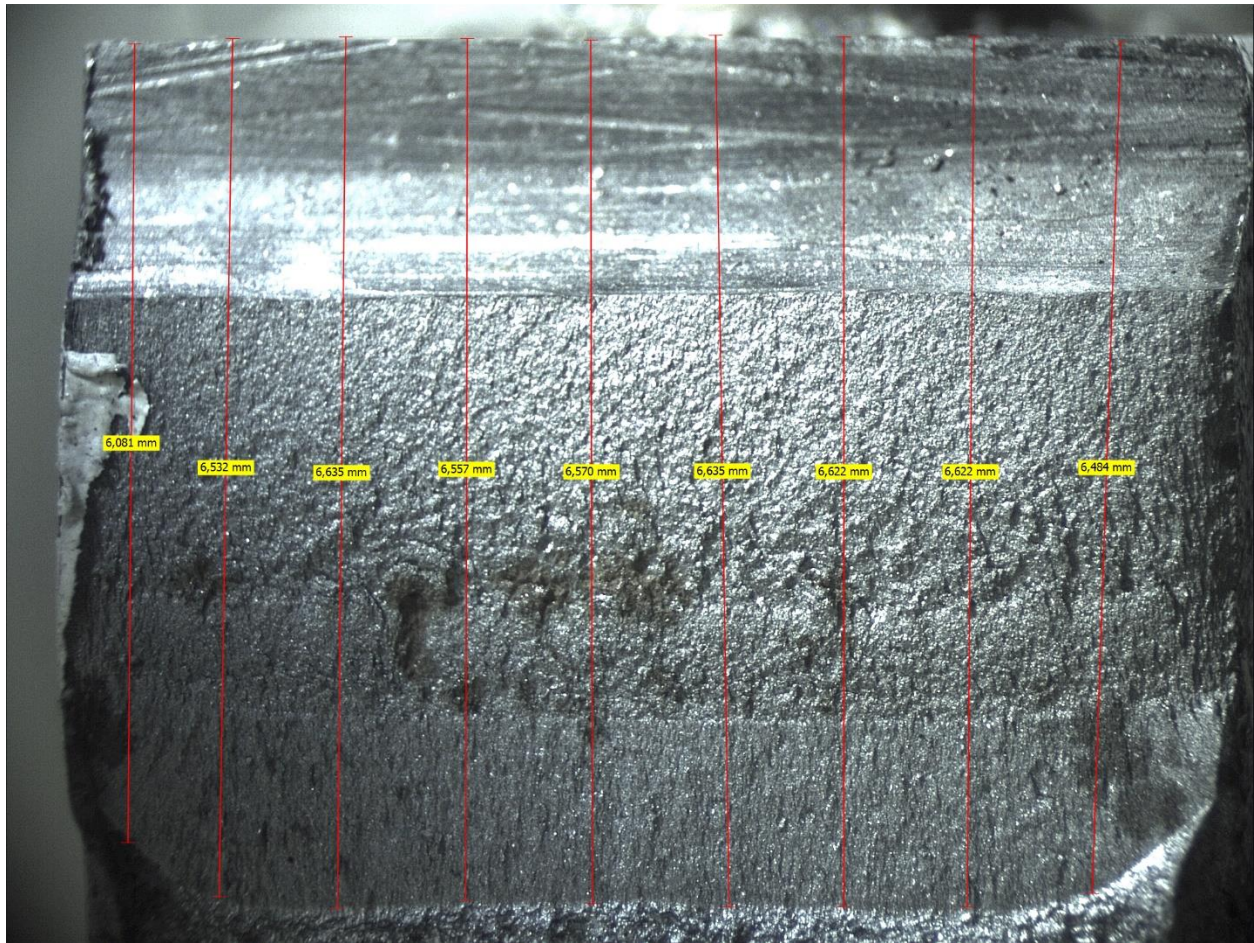
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 167: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (2^η επανάληψη).

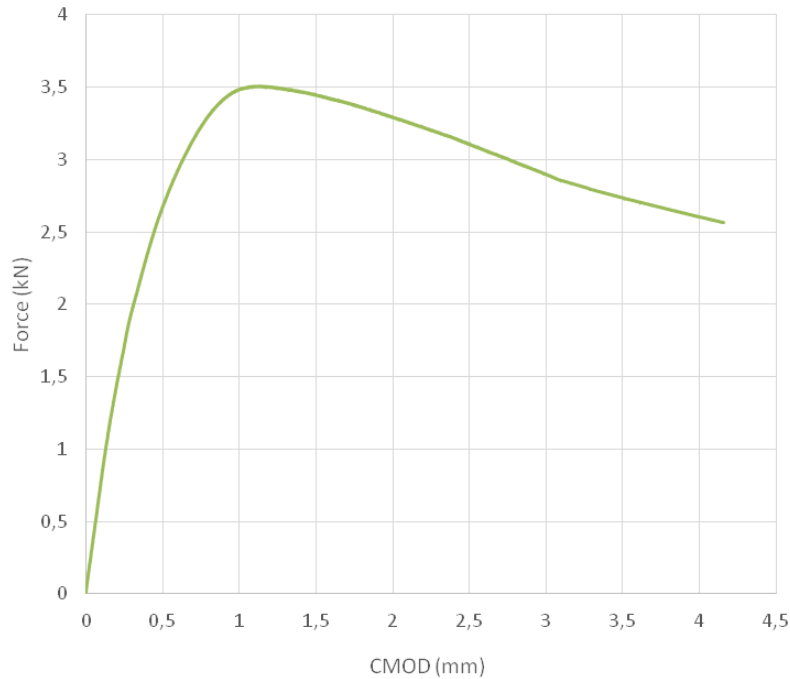
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 41,185 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001352119 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 122,76 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,98 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 118,78 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 279: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (2^η επανάληψη).

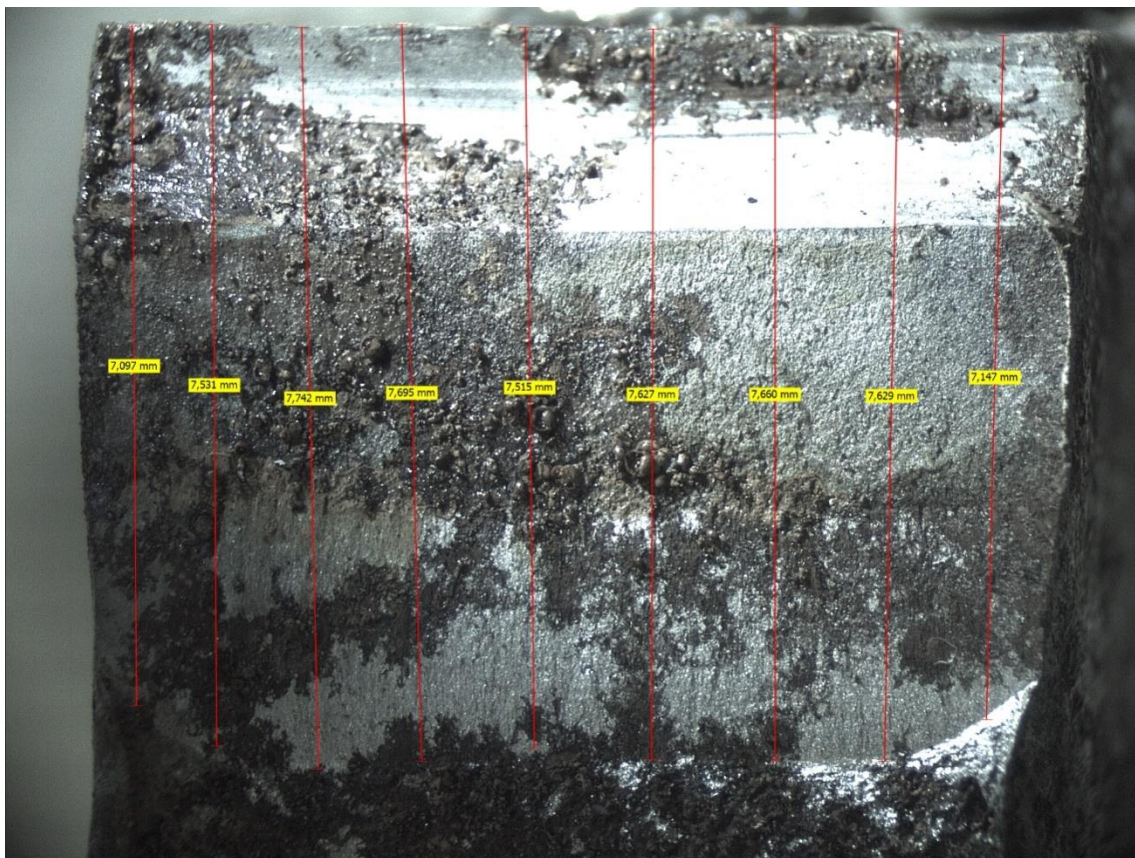
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



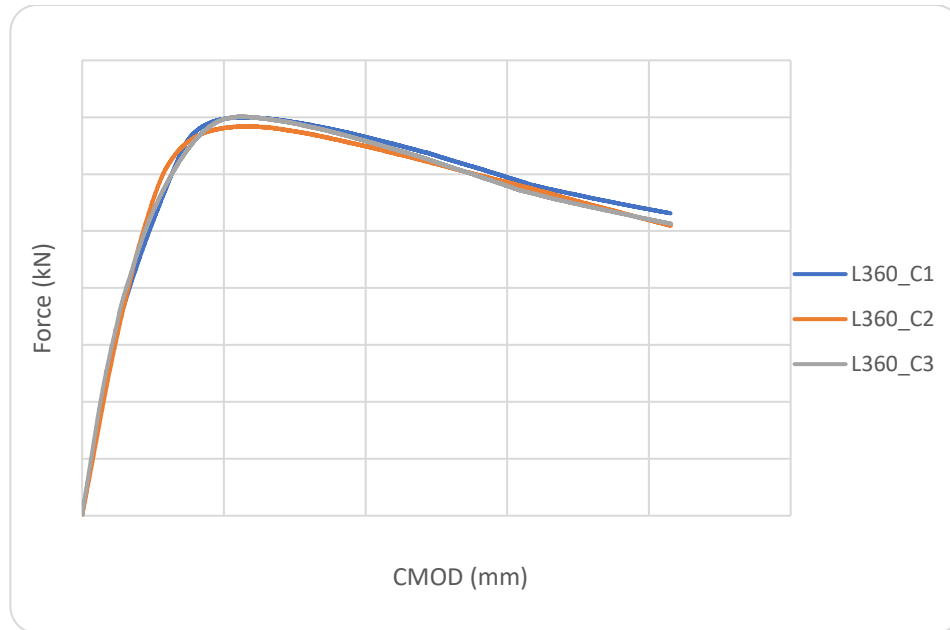
Διάγραμμα 168: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 41489 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001350052 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 119,54 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,05 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 115,71 \text{ kJ/m}^2$

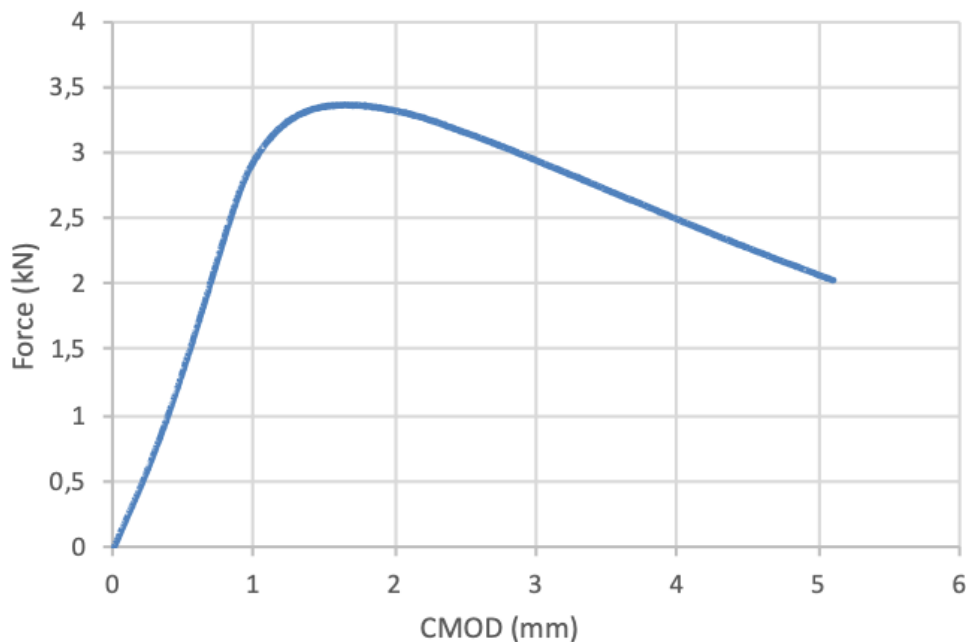


Εικόνα 280: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 169: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm².

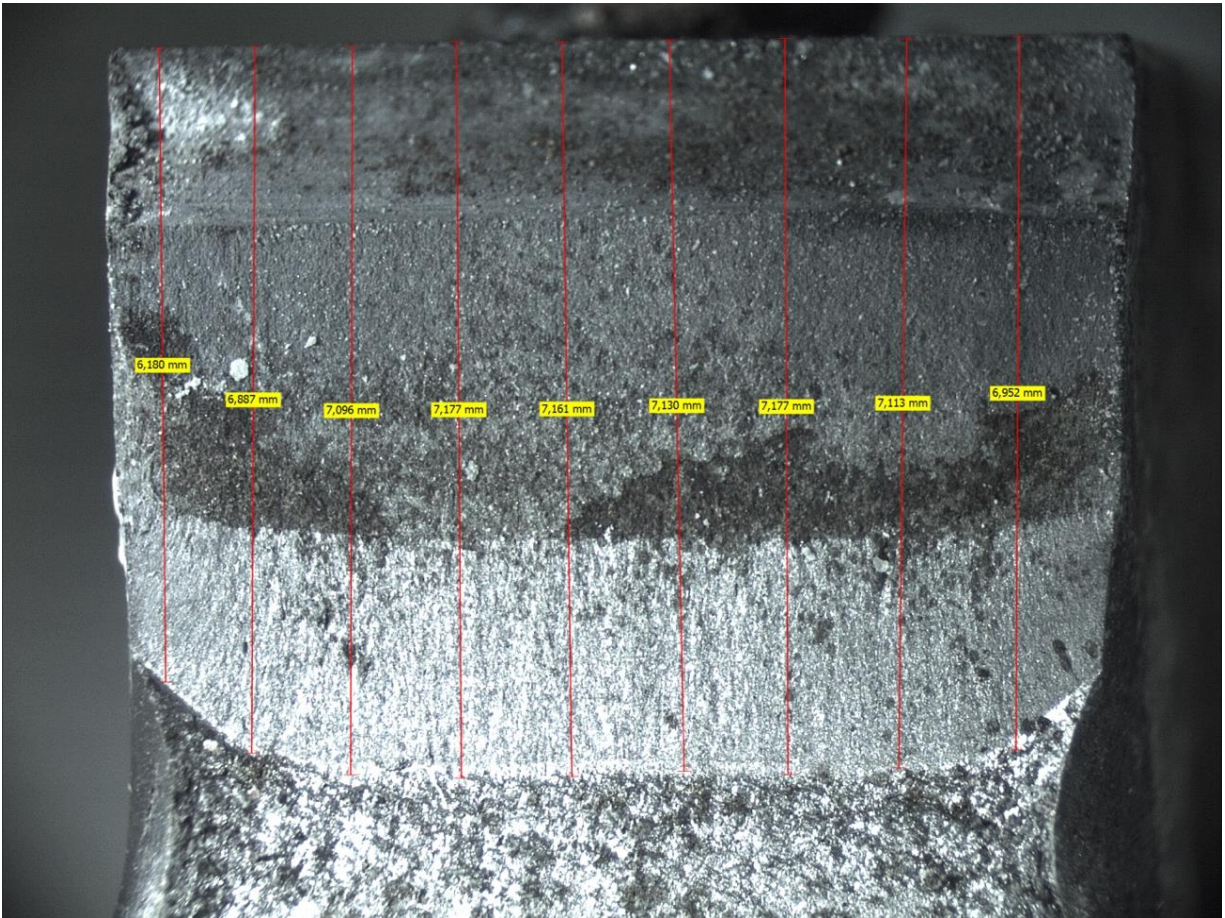
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ70 (L460) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 170: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα Χ70 υπό τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (1^η επανάληψη).

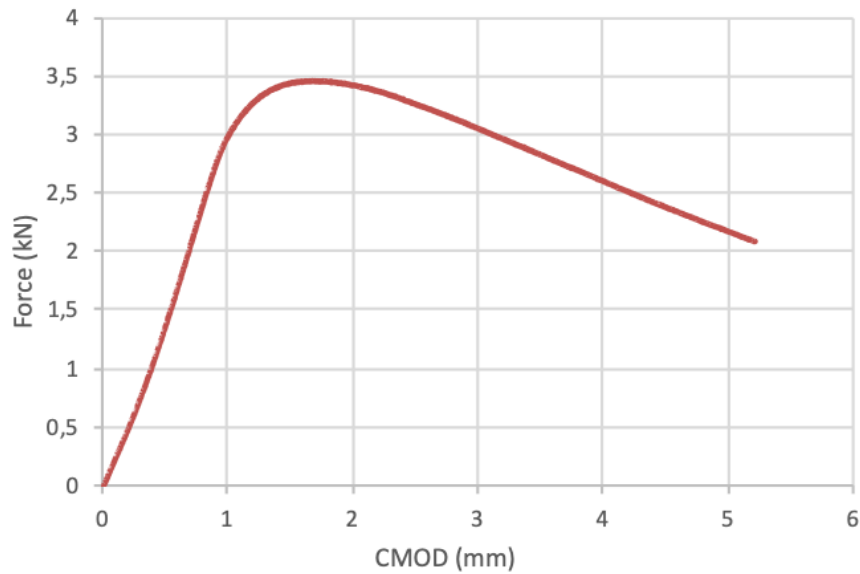
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

6. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 46,3 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
7. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,0014029151 \text{ m}$
8. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 155,76 \text{ kJ/m}^2$
9. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,12 \text{ kJ/m}^2$
10. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 151,64 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 281: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm², για δοκίμιο χάλυβα X70 (1^η επανάληψη).

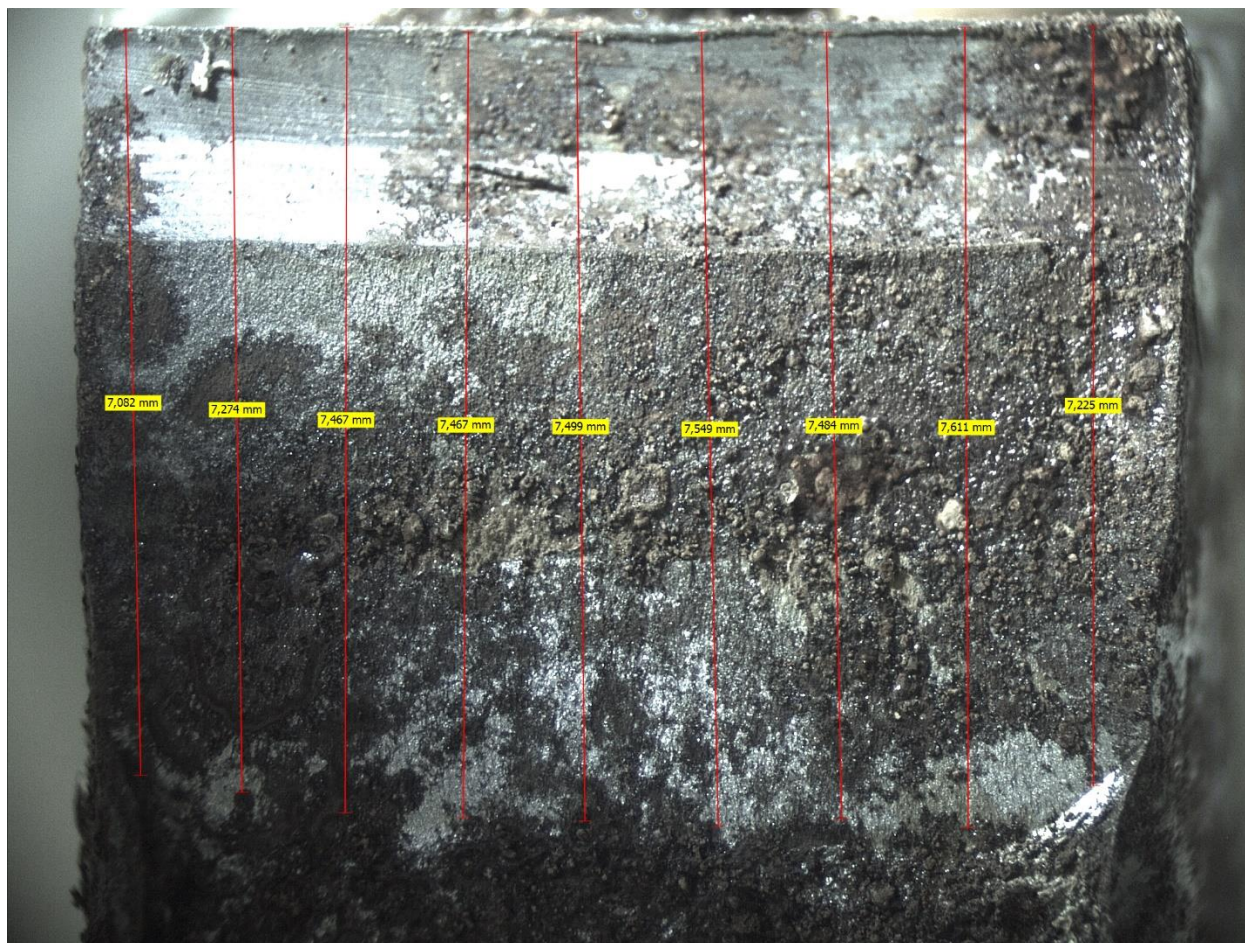
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 171: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (2^η επανάληψη).

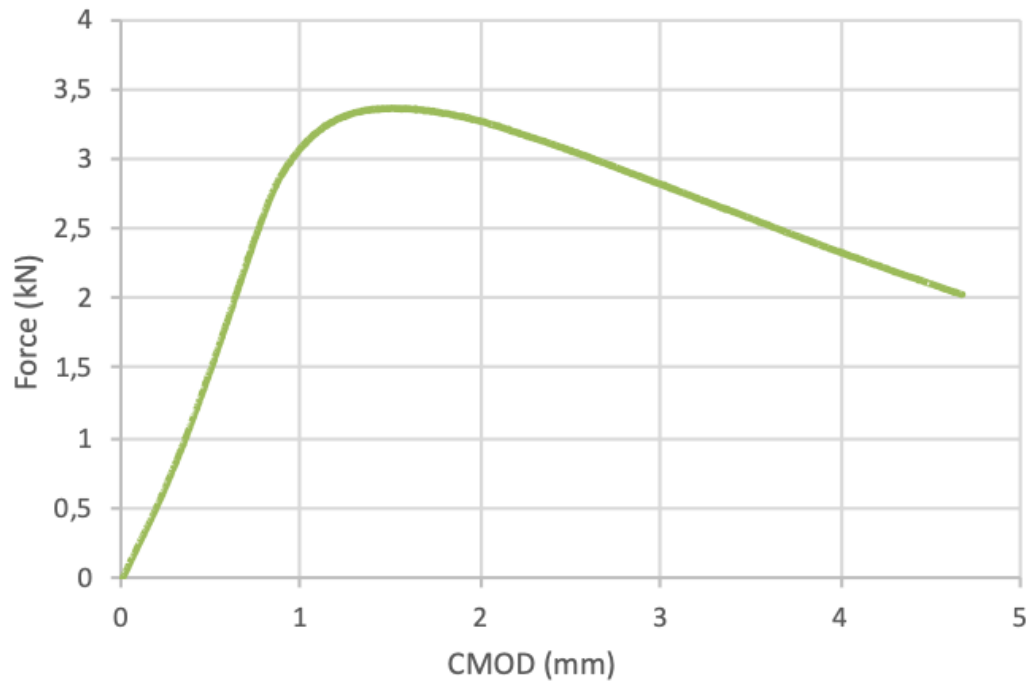
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 45,579 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001399781 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 154,42 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,88 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 150,88 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 282: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X70 (2^η επανάληψη).

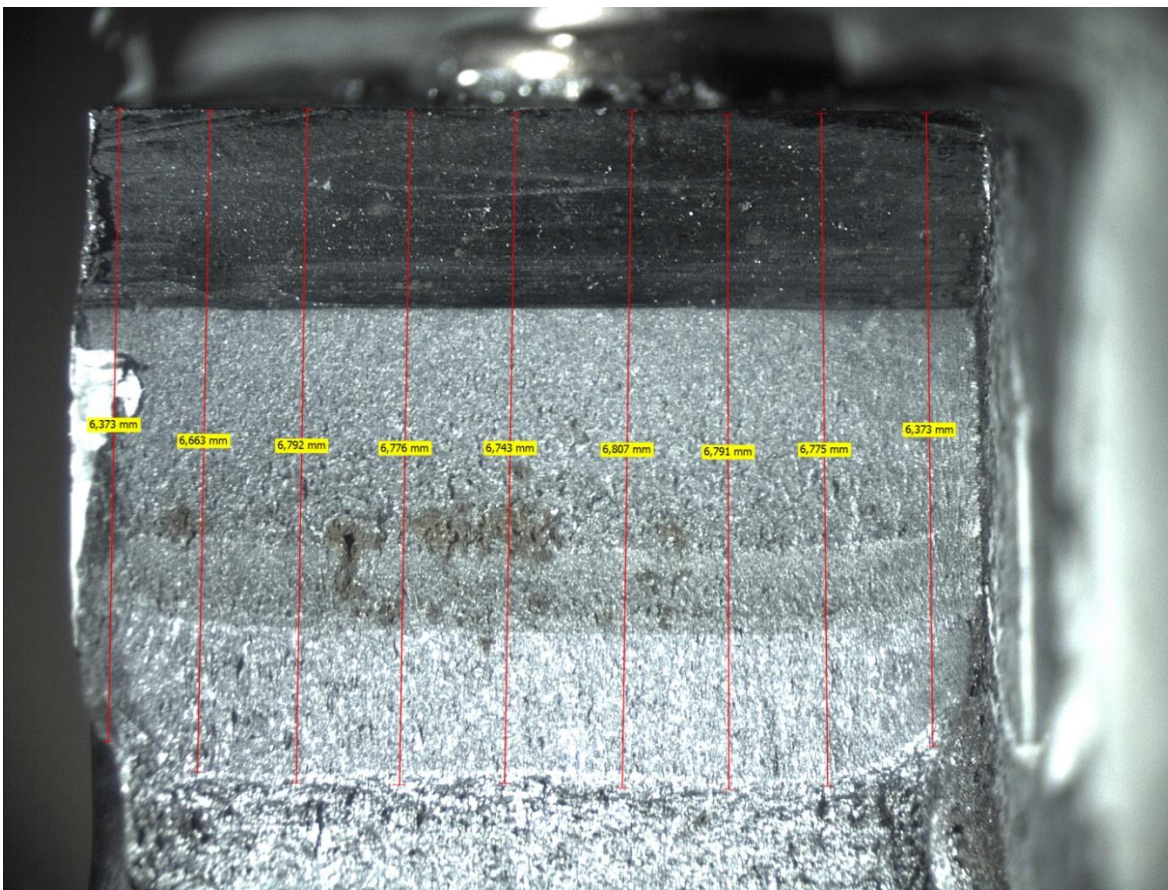
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ70 (L460) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



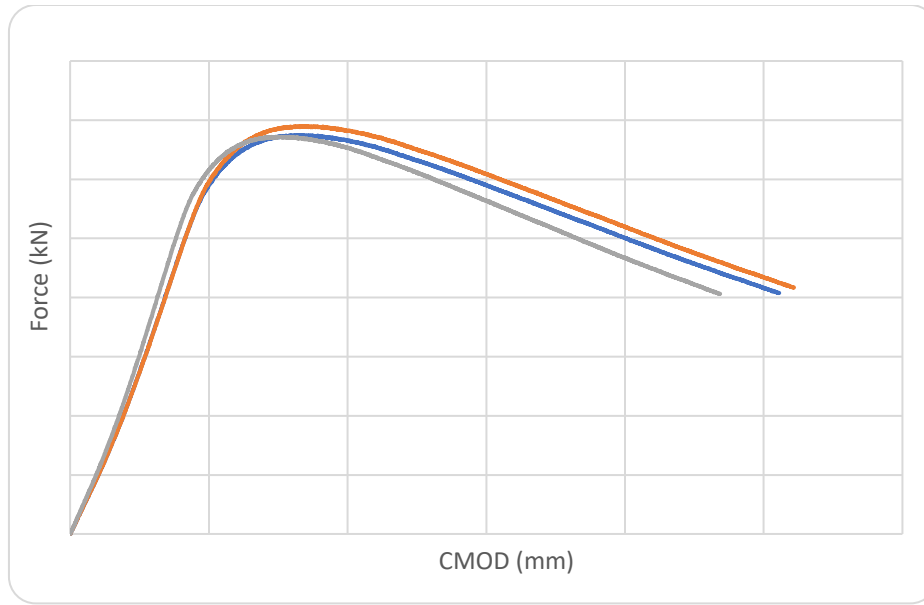
Διάγραμμα 172: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα Χ70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 25,179 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001400251 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 153,89 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,56 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 150,33 \text{ kJ/m}^2$

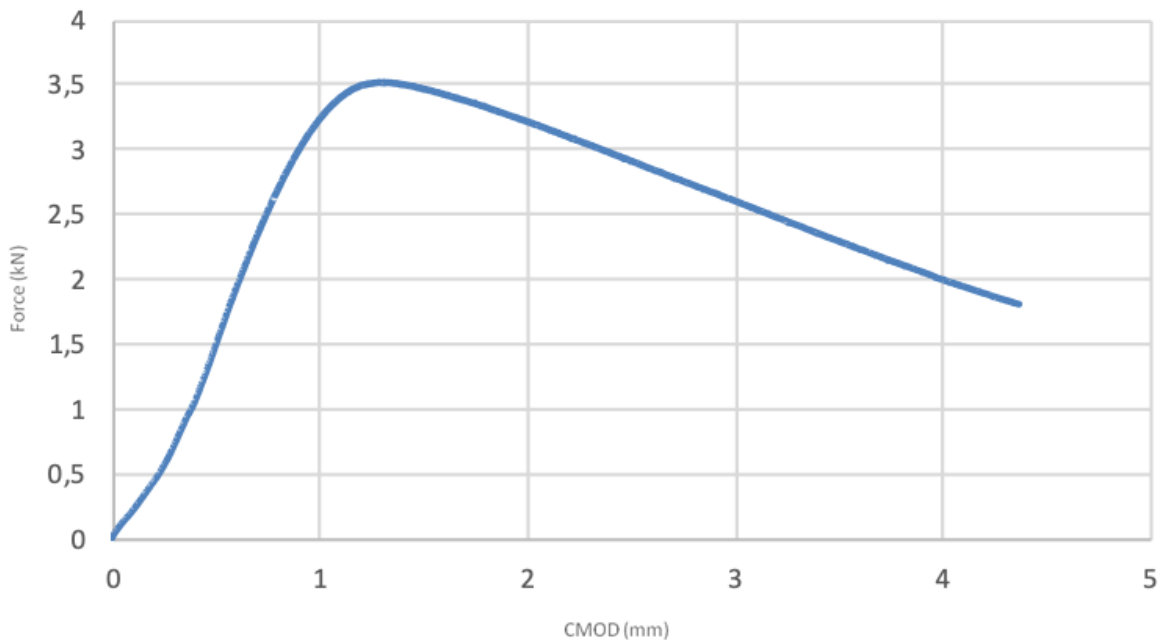


Εικόνα 283: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X70 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 173: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής δοκιμής CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm².

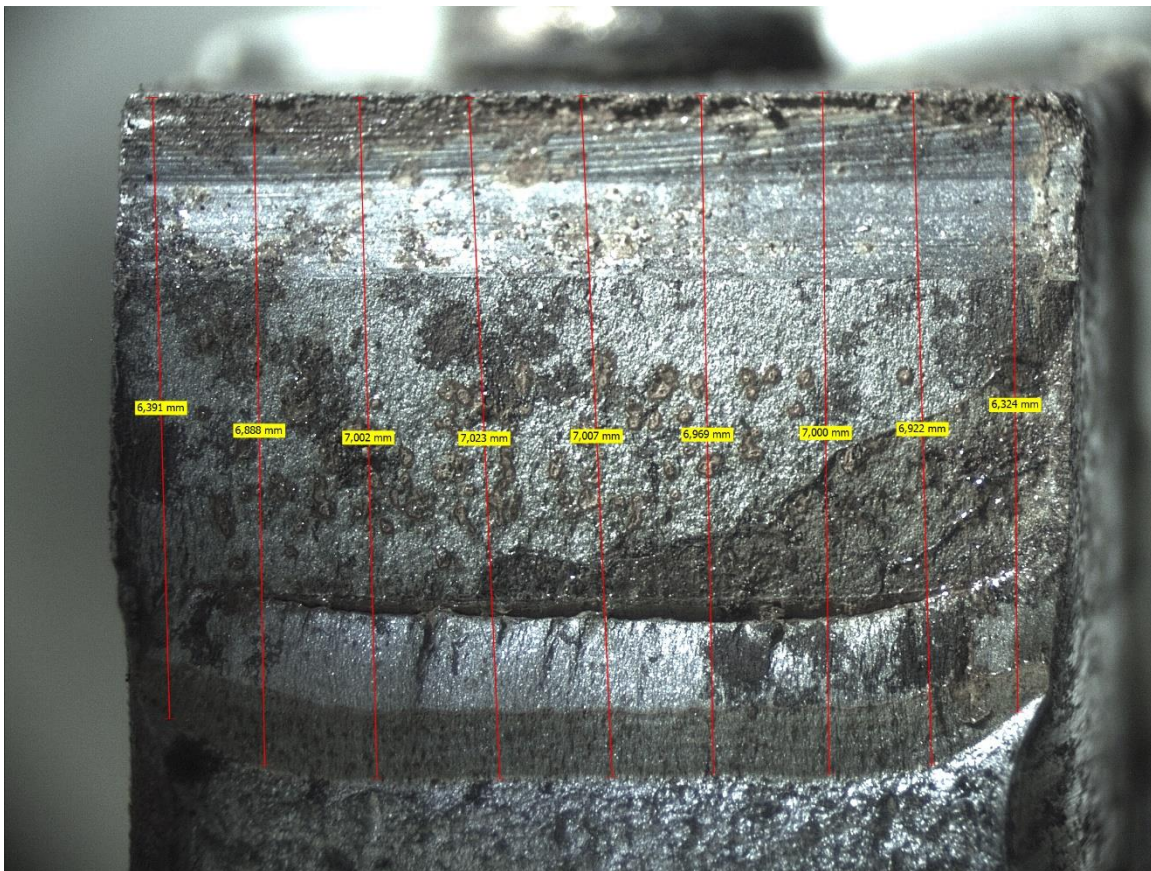
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 174: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (1^η επανάληψη).

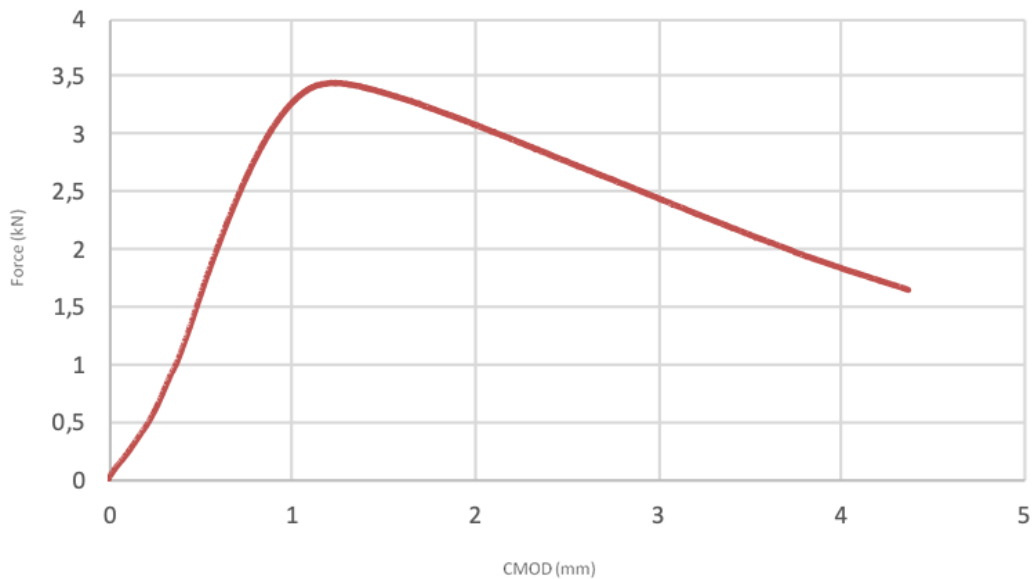
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 48,579 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001529551 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 175,76 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,88 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 171,88 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 284: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm², για δοκίμιο χάλυβα X65 (1^η επανάληψη).

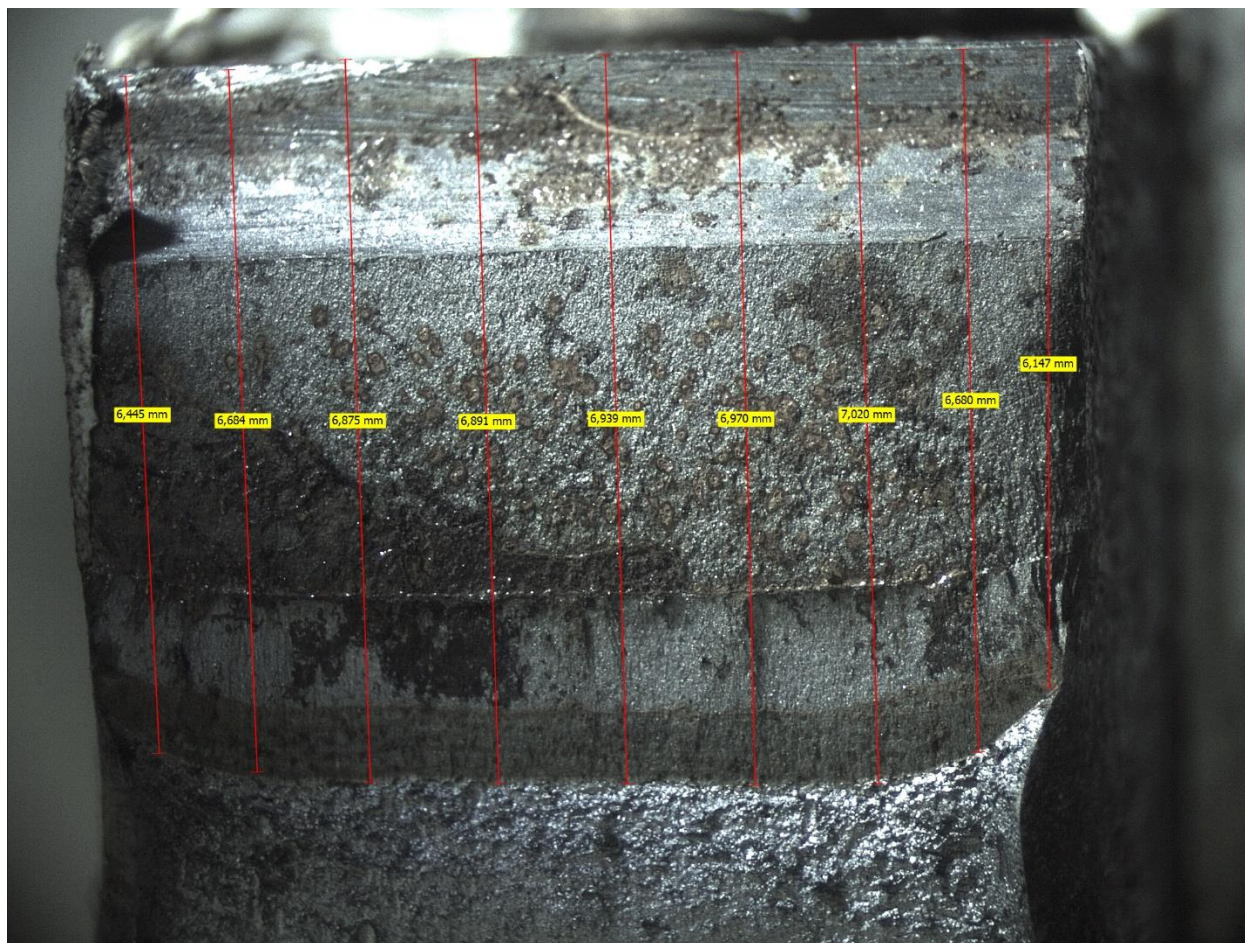
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 175: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² (2^η επανάληψη).

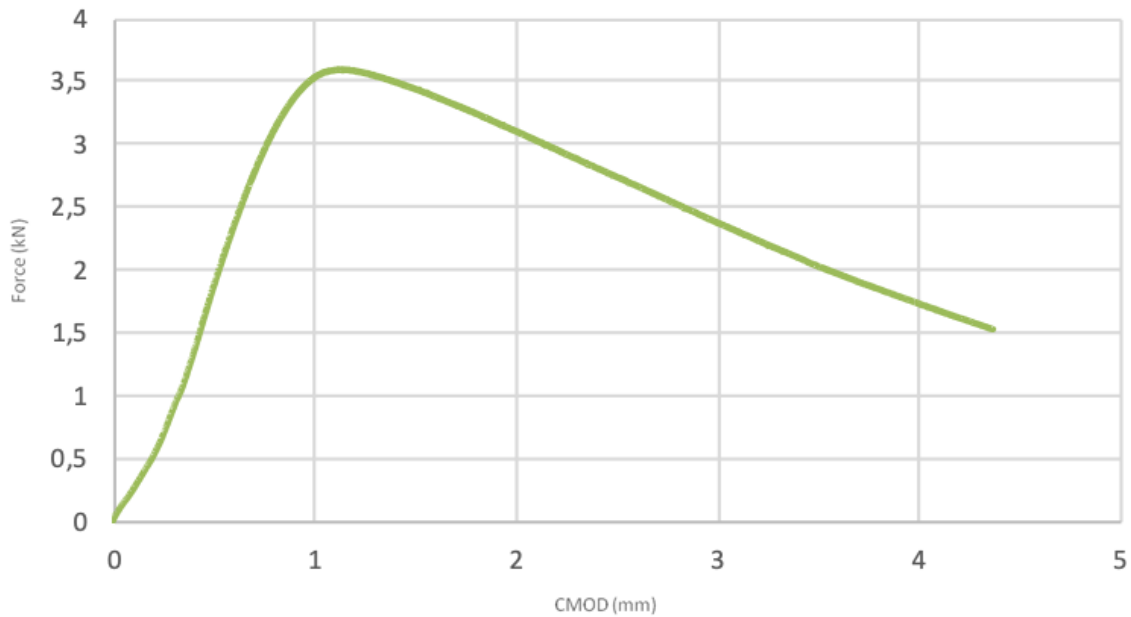
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 48,135 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001530848 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 173,98 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,05 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 169,91 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 285: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X65 (2^η επανάληψη).

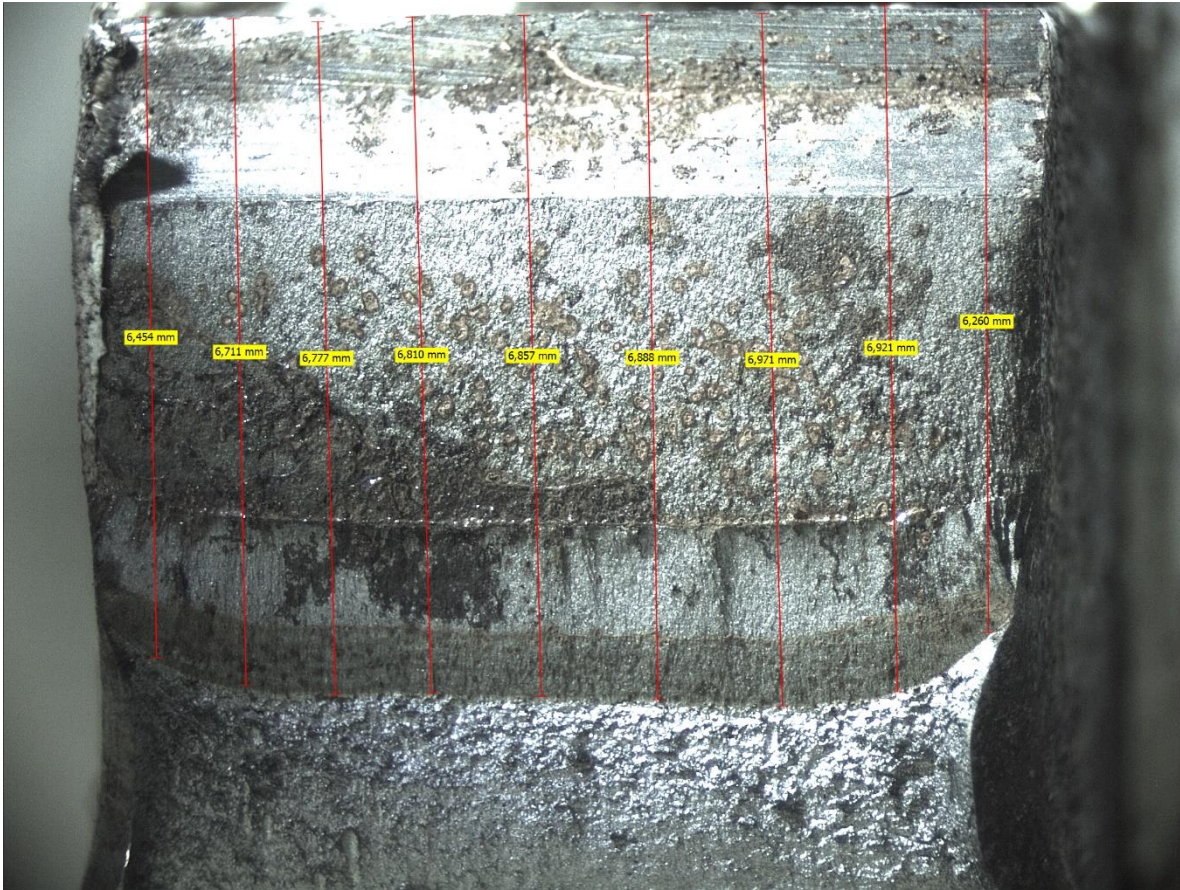
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



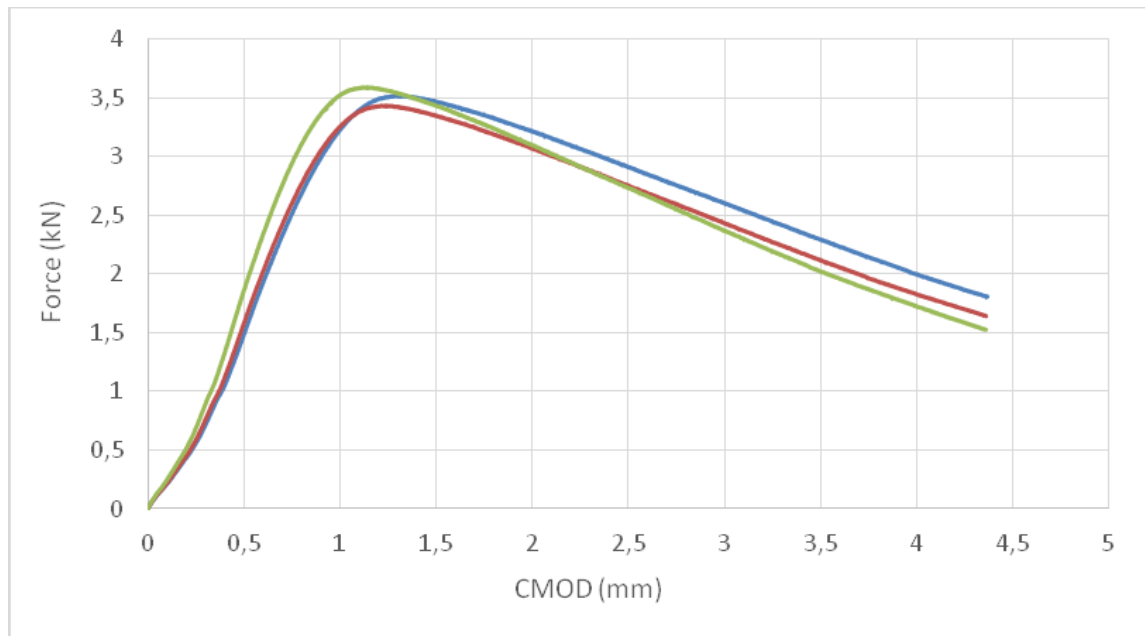
Διάγραμμα 176: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησηςCTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm²(3^η επανάληψη)

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 48,005 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001533284 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 177,55 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 4,15 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 173.41 \text{ kJ/m}^2$

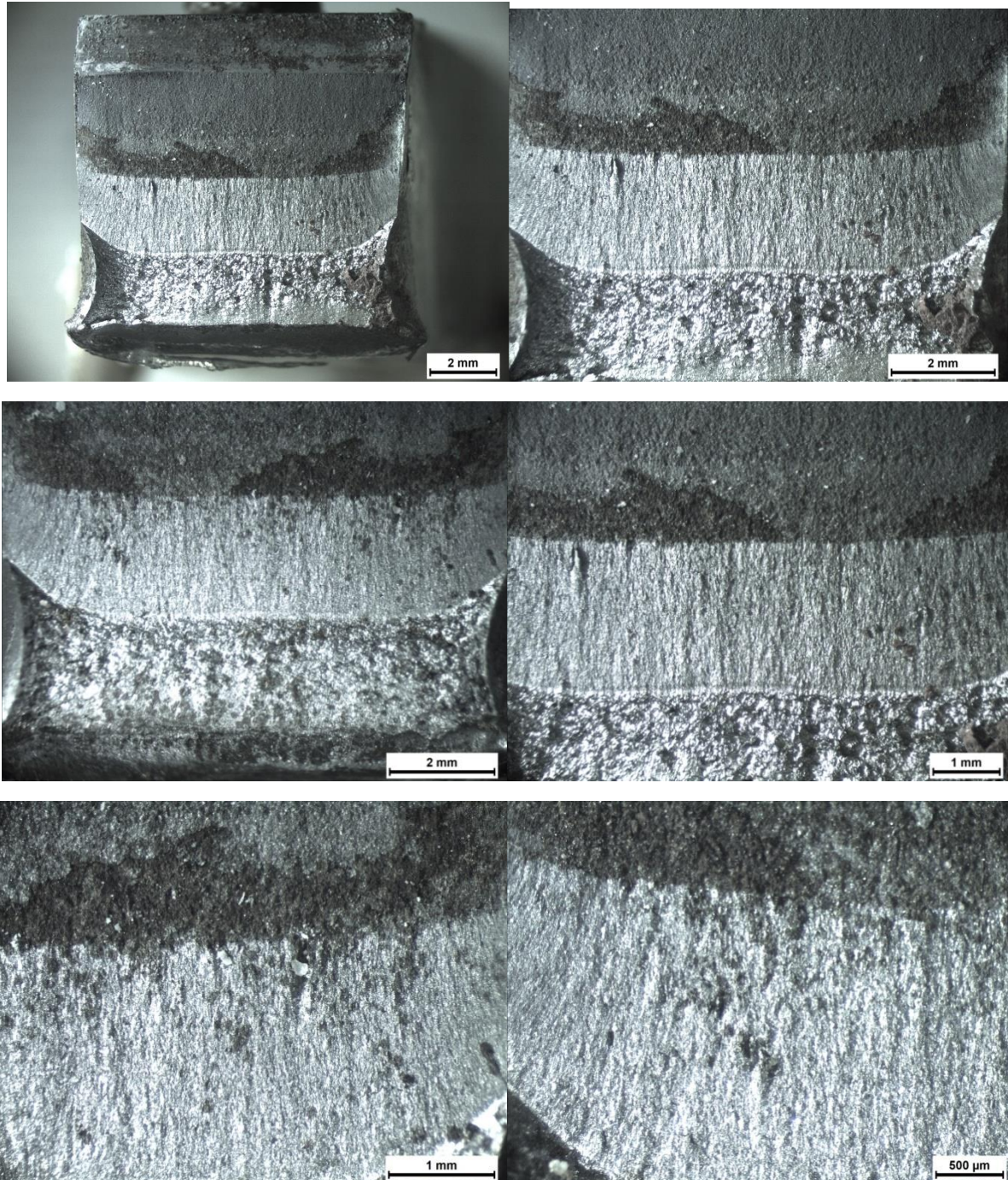


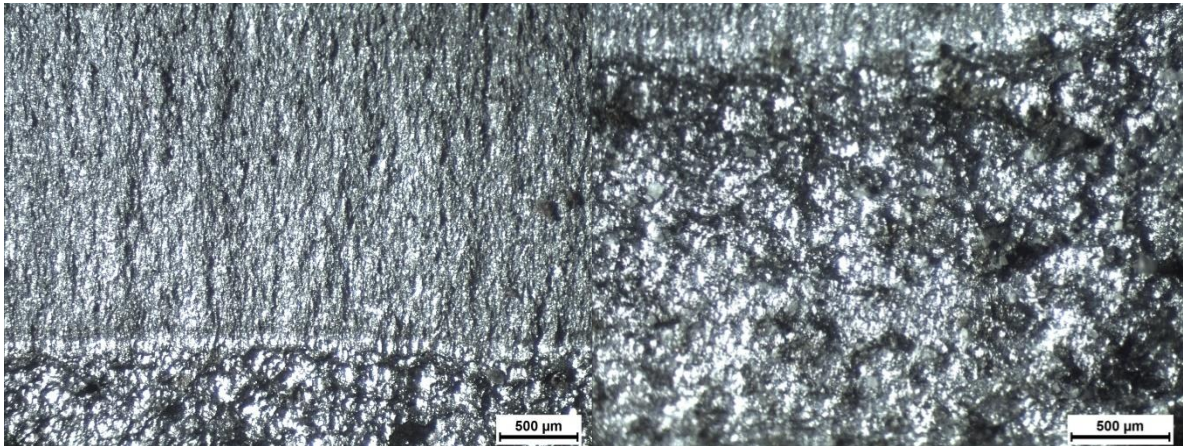
Εικόνα 286: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 10 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X65 (3^η επανάληψη).



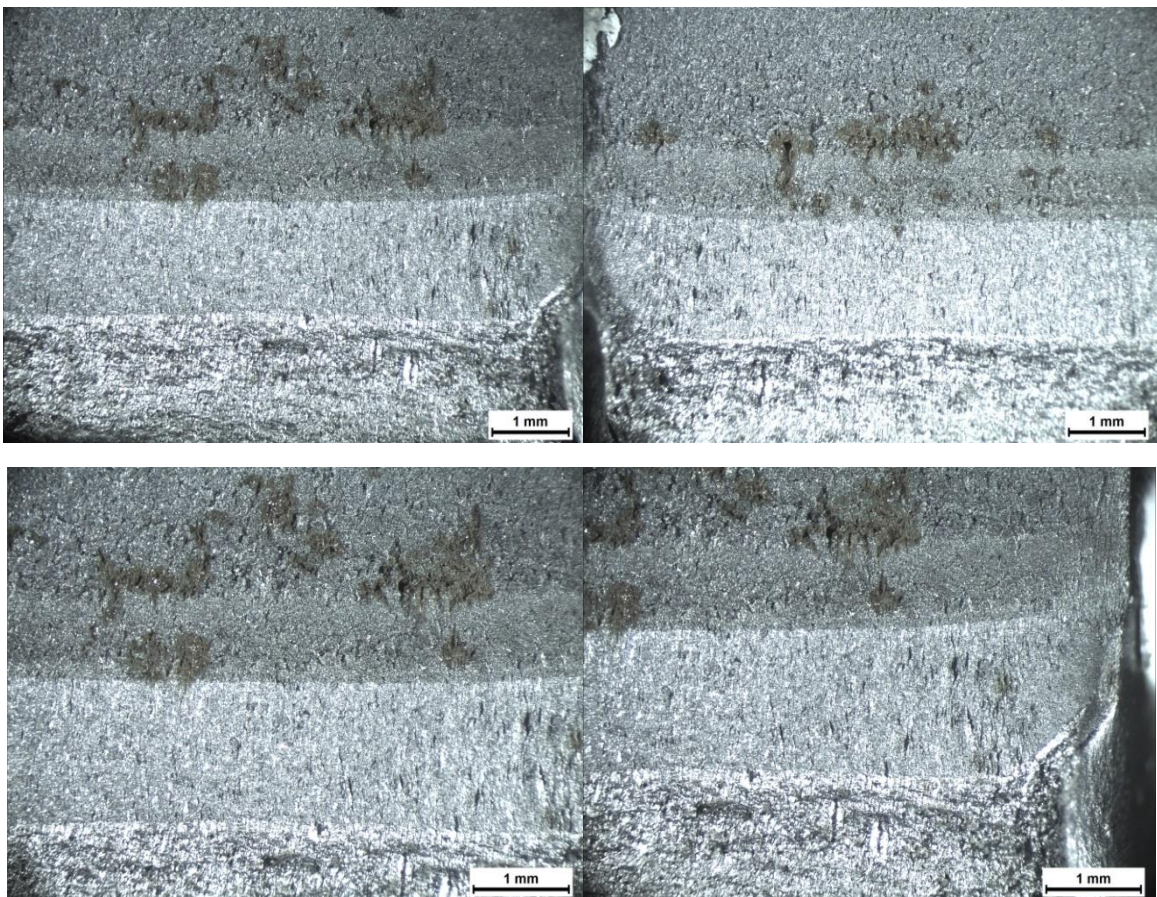
Διάγραμμα 177: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm².

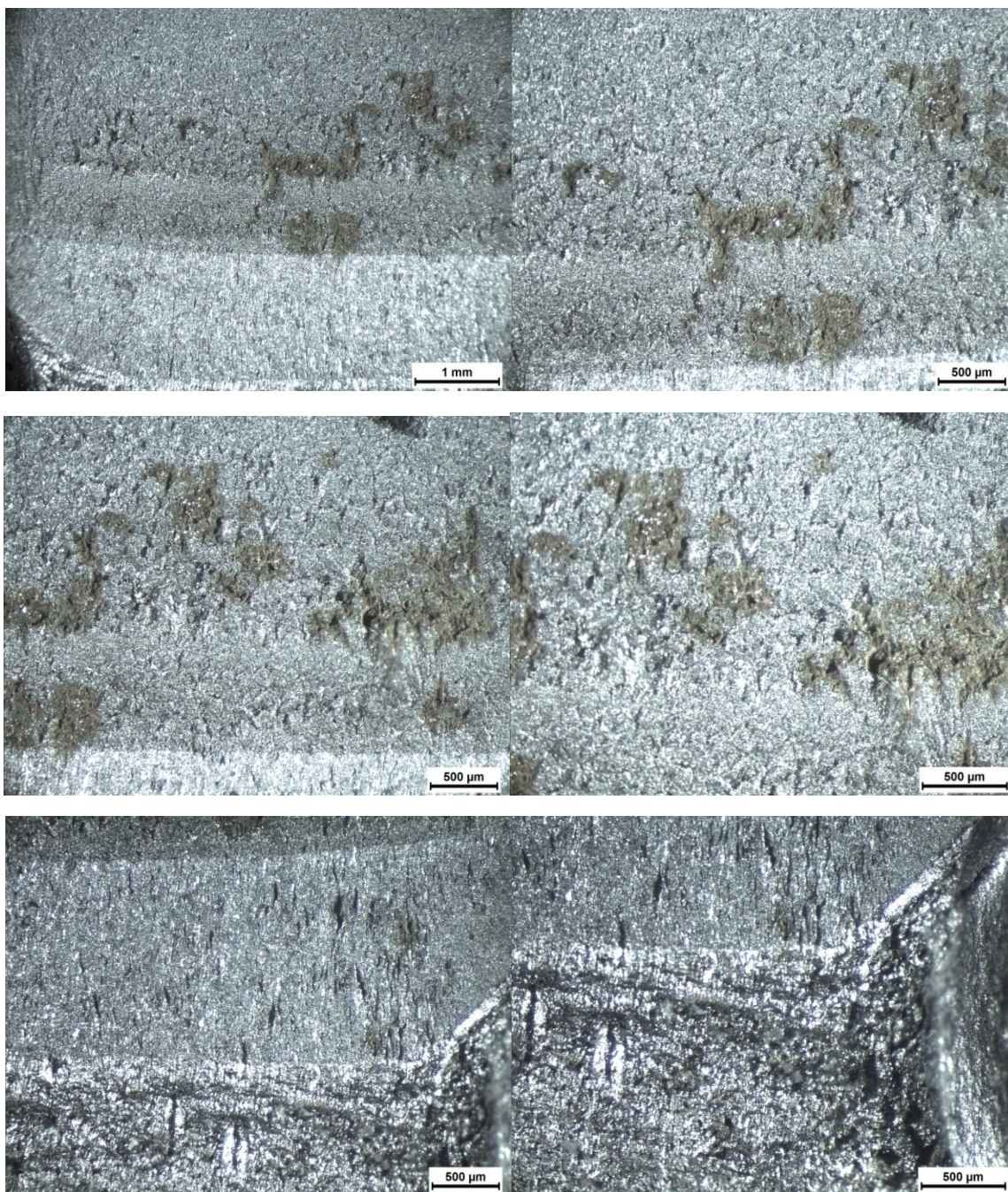
4.18 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΑΙ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΤΩΝ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΧΑΛΥΒΑ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65 ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗ ΔΙΕΞΑΓΩΓΗ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΤΟΔ ΜΕ ΤΑΥΤΟΧΡΟΝΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΔΙΟ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΓΙΑ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ 10 mA/cm²





Εικόνα 287: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης που έχει καταπονηθεί λόγω κοπωτικής φόρτισης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X65 (L450), το οποίο υποβλήθηκε σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στα 10 mA/cm^2 .

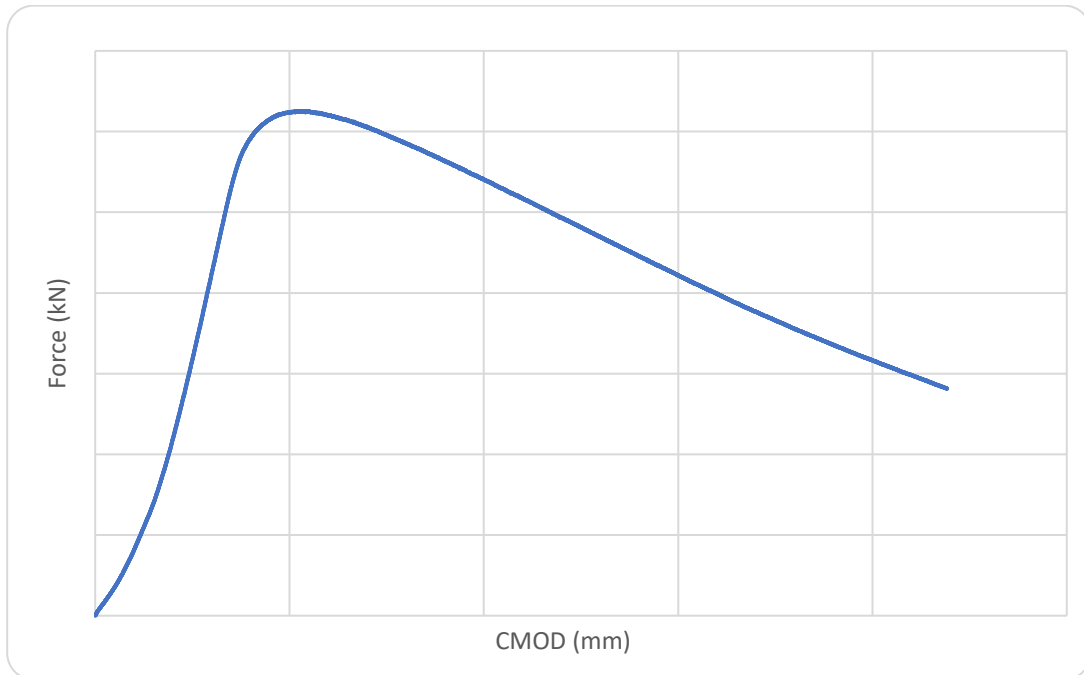




Εικόνα 288: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης που έχει καταπονηθεί λόγω κοπτικής φόρτισης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X52 (L360), το οποίο υποβλήθηκε σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στα 10 mA/cm^2 .

4.19 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ CTOD, ΠΟΥ ΑΦΟΡΟΥΝ ΣΤΑ ΚΡΙΣΙΜΑ ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΜΗΧΑΝΙΚΑ ΜΕΓΕΘΗ ΤΗΣ ΔΥΣΘΡΑΥΣΤΟΤΗΤΑΣ, ΓΙΑ ΔΟΚΙΜΙΑ ΧΑΛΥΒΑ Χ52, Χ70 ΚΑΙ Χ65 ΥΠΟ ΤΗΝ ΤΑΥΤΟΧΡΟΝΗ ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΠΕΔΙΟΥ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΜΕ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ 20 mA/cm²

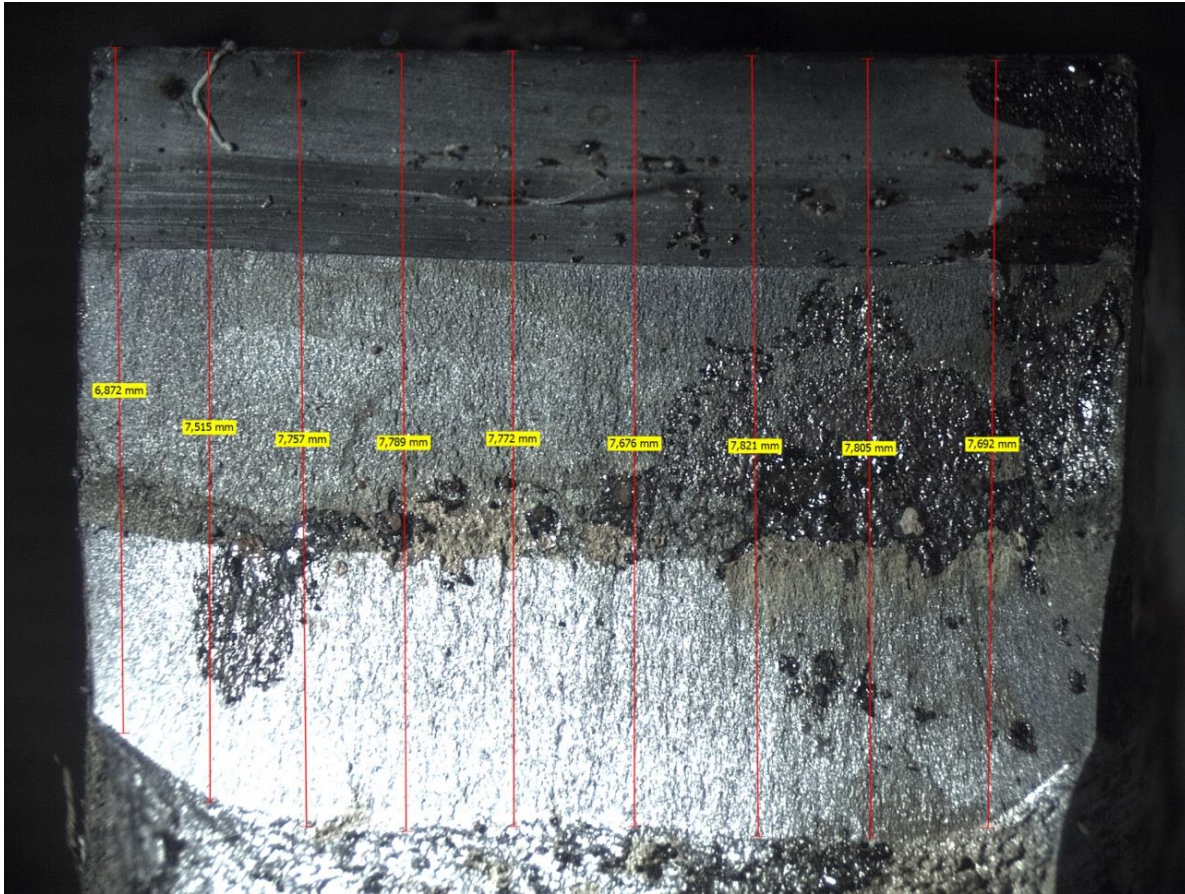
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ Χ52 (L360) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 178: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα Χ52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (1^η επανάληψη).

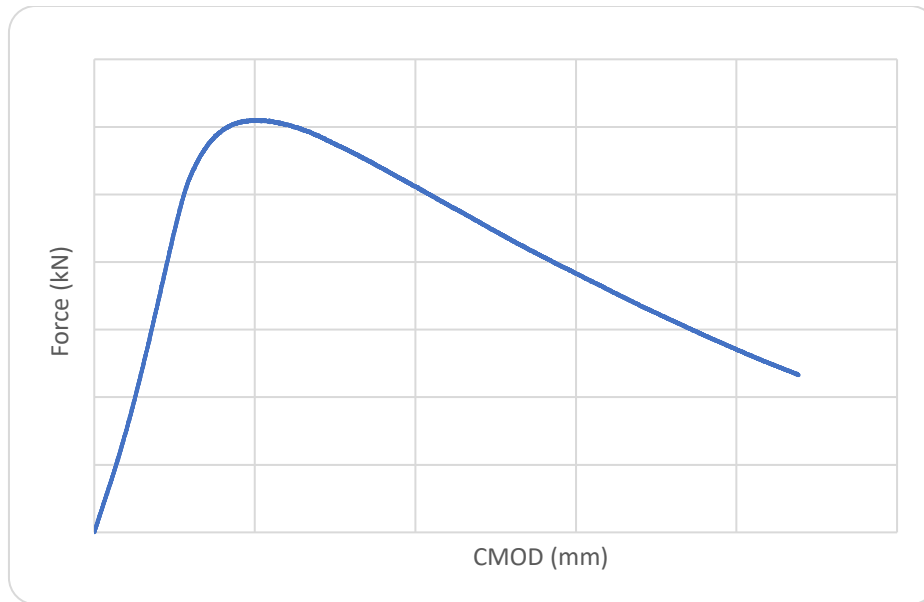
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 35,579 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001100865 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 61,76 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,28 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 58,48 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 289: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (1^η επανάληψη).

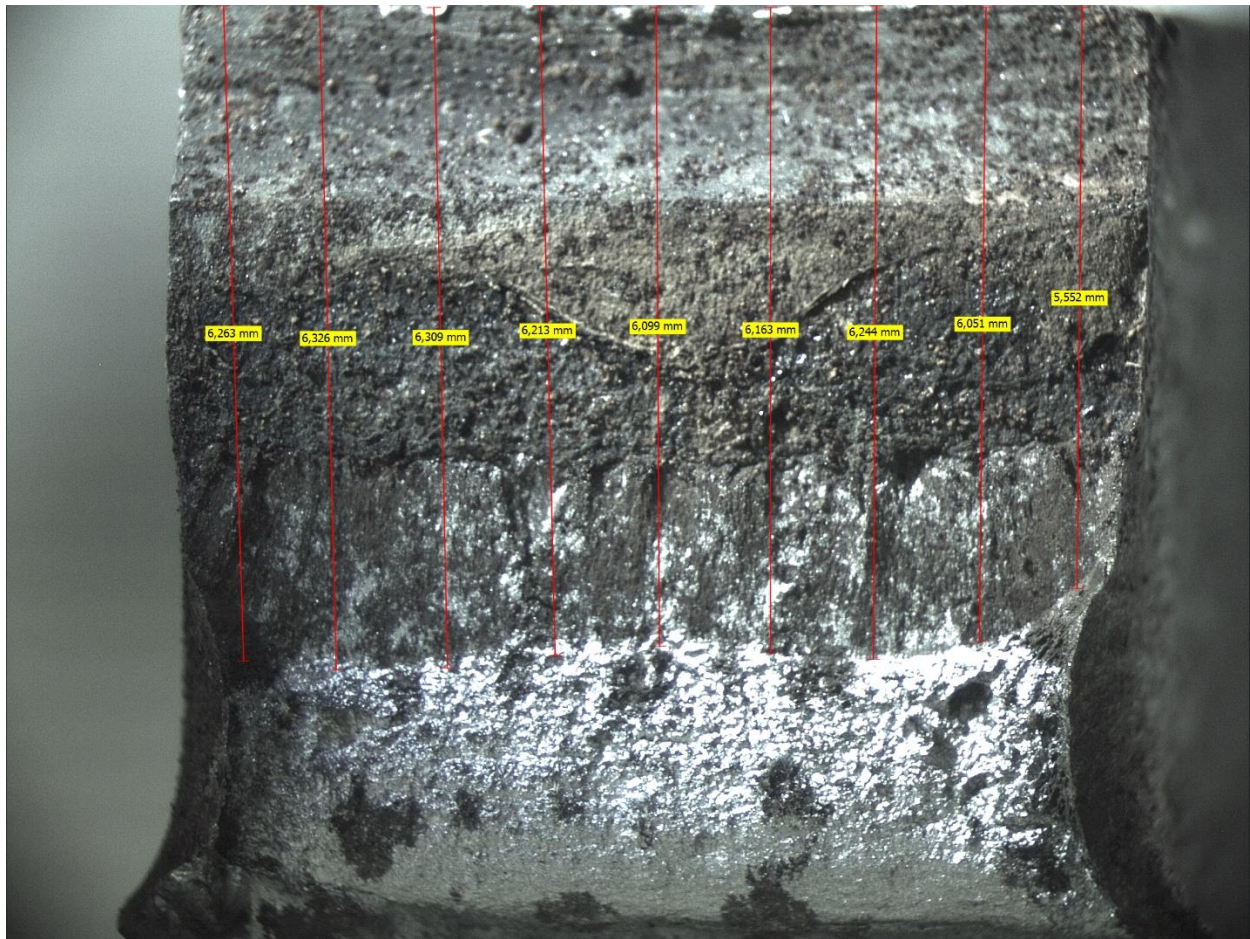
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 179: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (2^η επανάληψη).

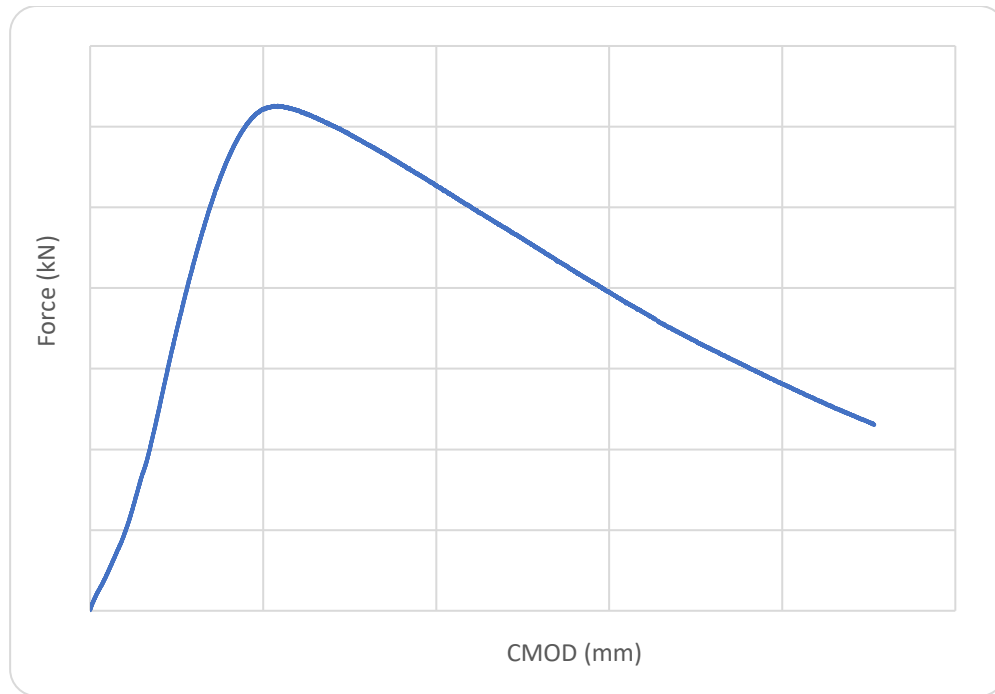
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 35,402 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001092217 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 60,96 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,68 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 57,28 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 290: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (2^η επανάληψη).

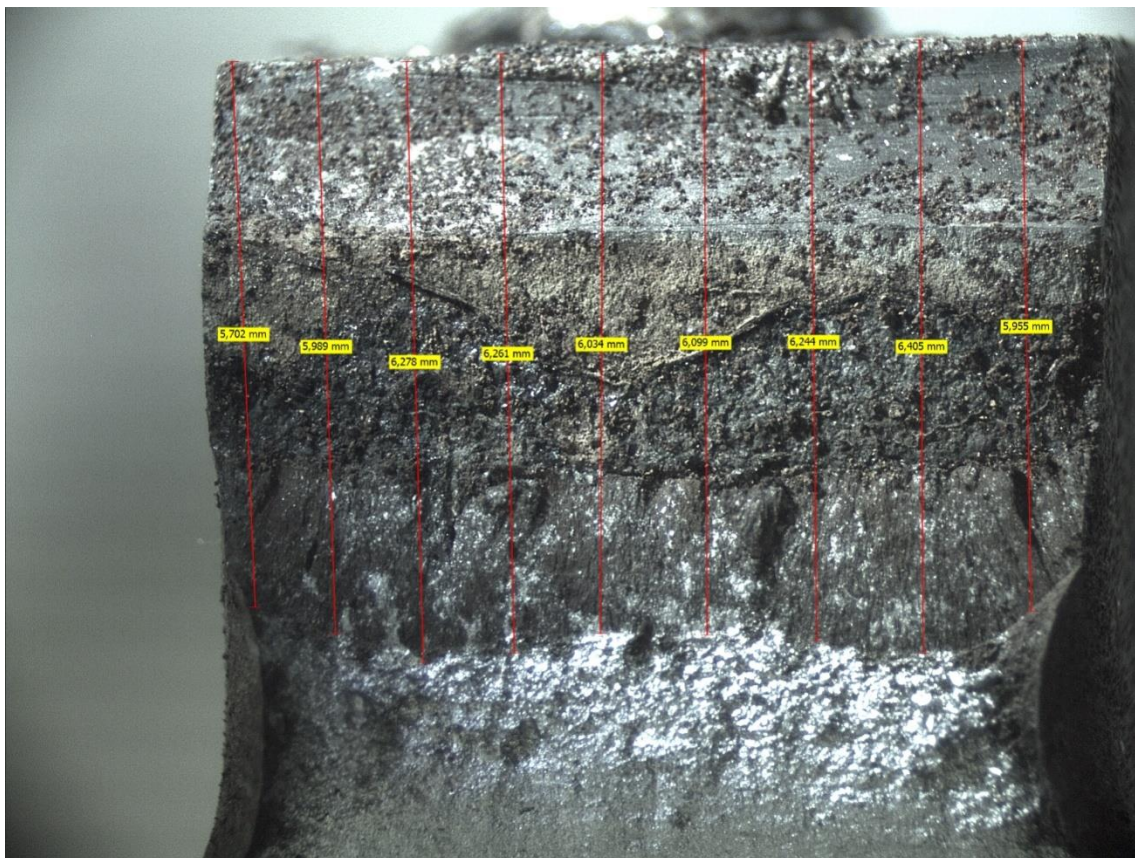
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X52 (L360) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



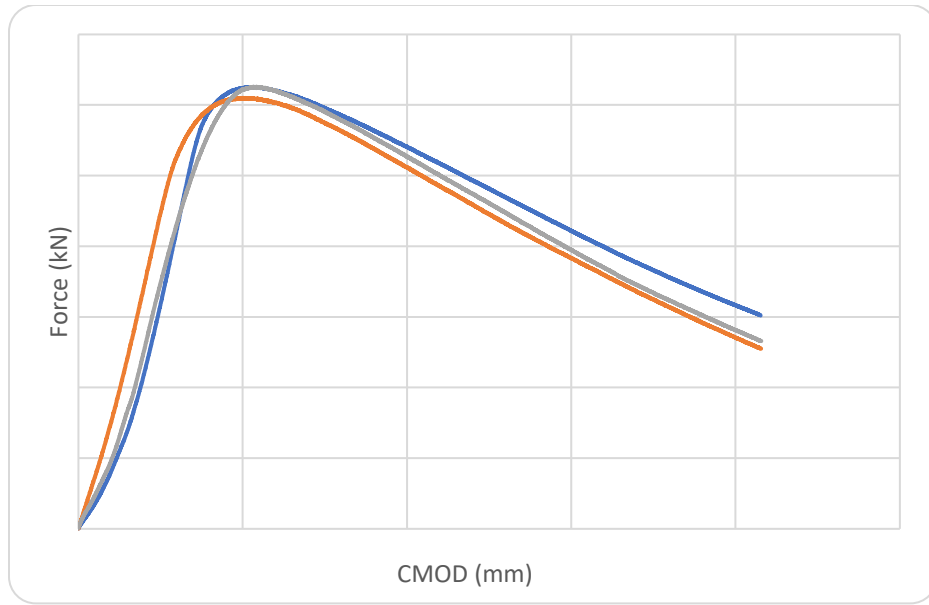
Διάγραμμα 180: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X52 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 34,779 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001105516 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 60,52 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,78 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_p}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 56,74 \text{ kJ/m}^2$

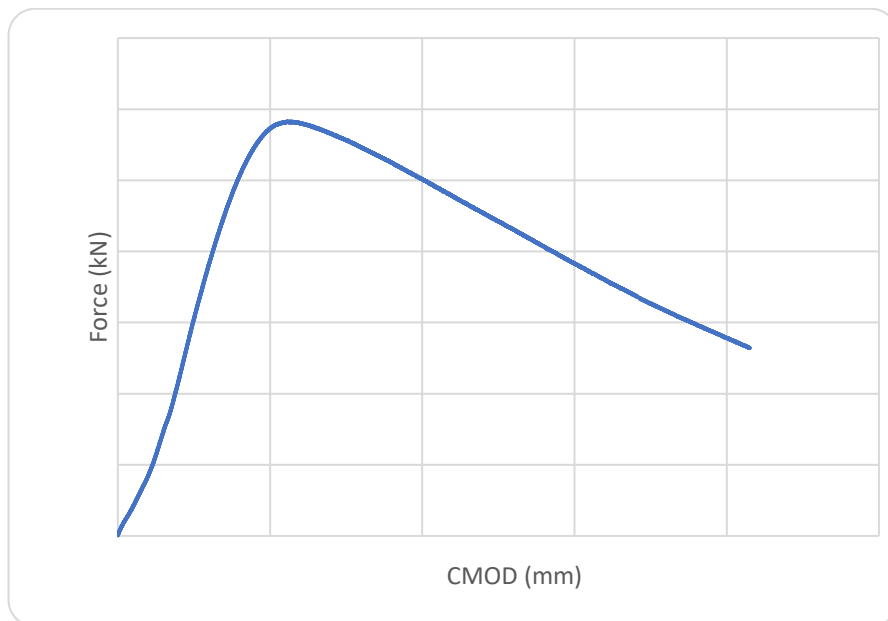


Εικόνα 291: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X52 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 181: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X52 υπό τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².

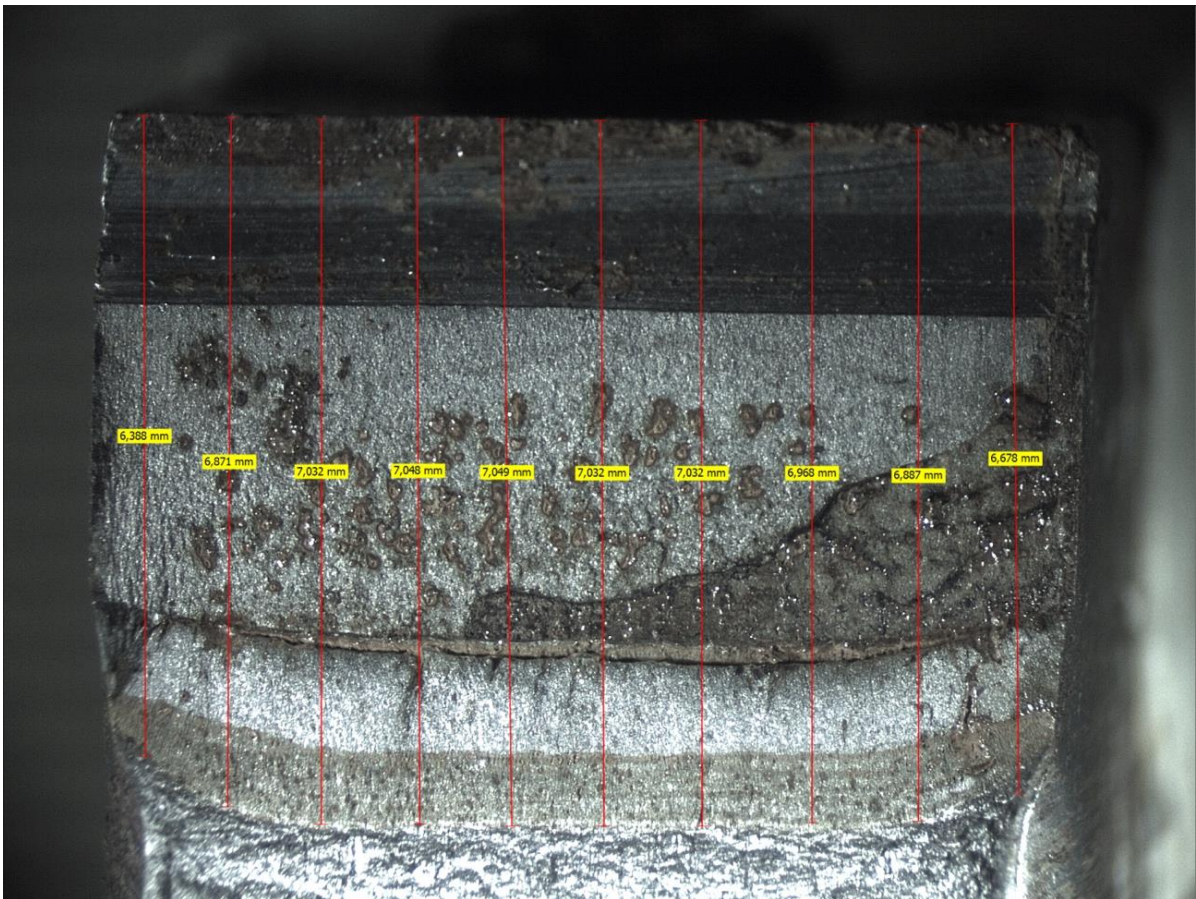
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 182: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (1^η επανάληψη).

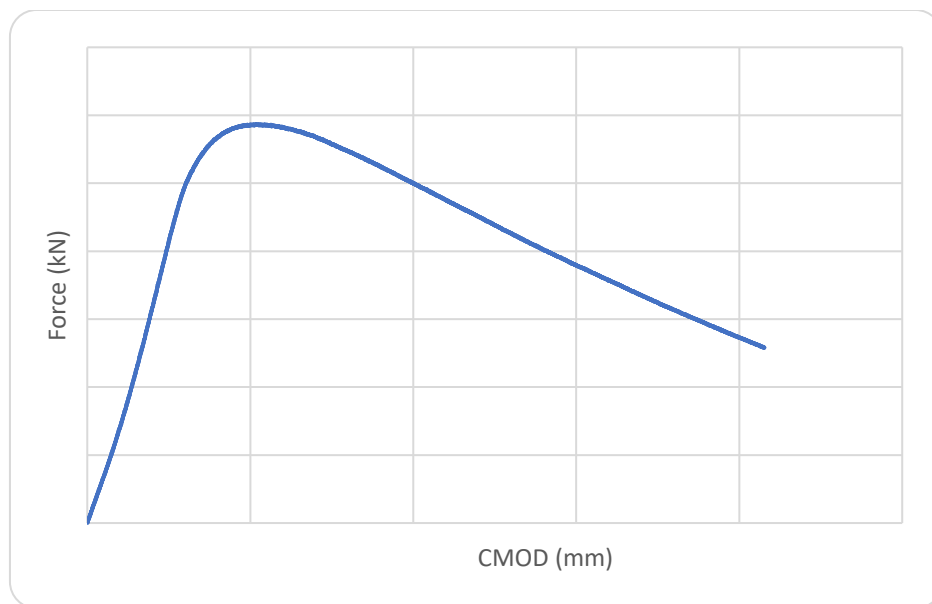
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 41,179 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001237564 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 86,98 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,95 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(w-a_0)} \right) \right] = 83,03 \text{ kJ/m}^2$

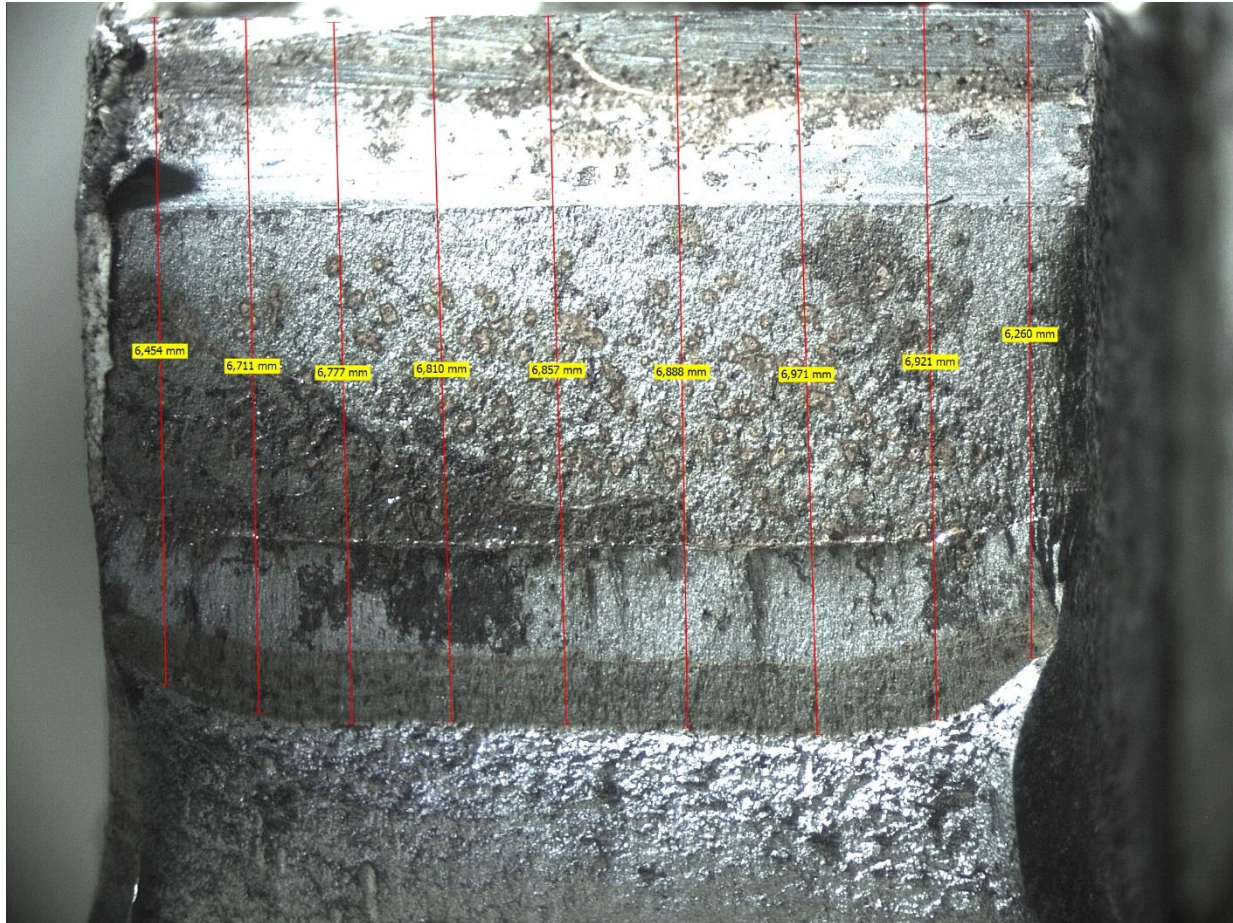


Εικόνα 292: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm², για δοκίμιο χάλυβα X70 (1^η επανάληψη).

➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 183: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 υπό τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 (2^η επανάληψη).

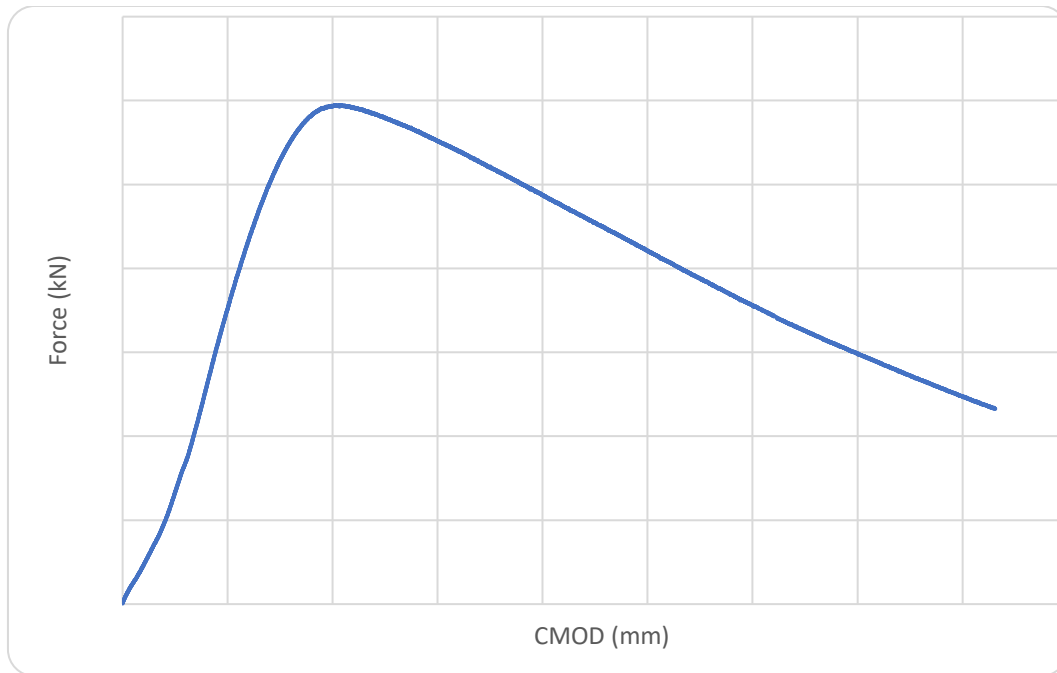


Εικόνα 293: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm², για δοκίμιο χάλυβα X70 (2^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 40,778 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001245502 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 85,44 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,86 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 81,58 \text{ kJ/m}^2$

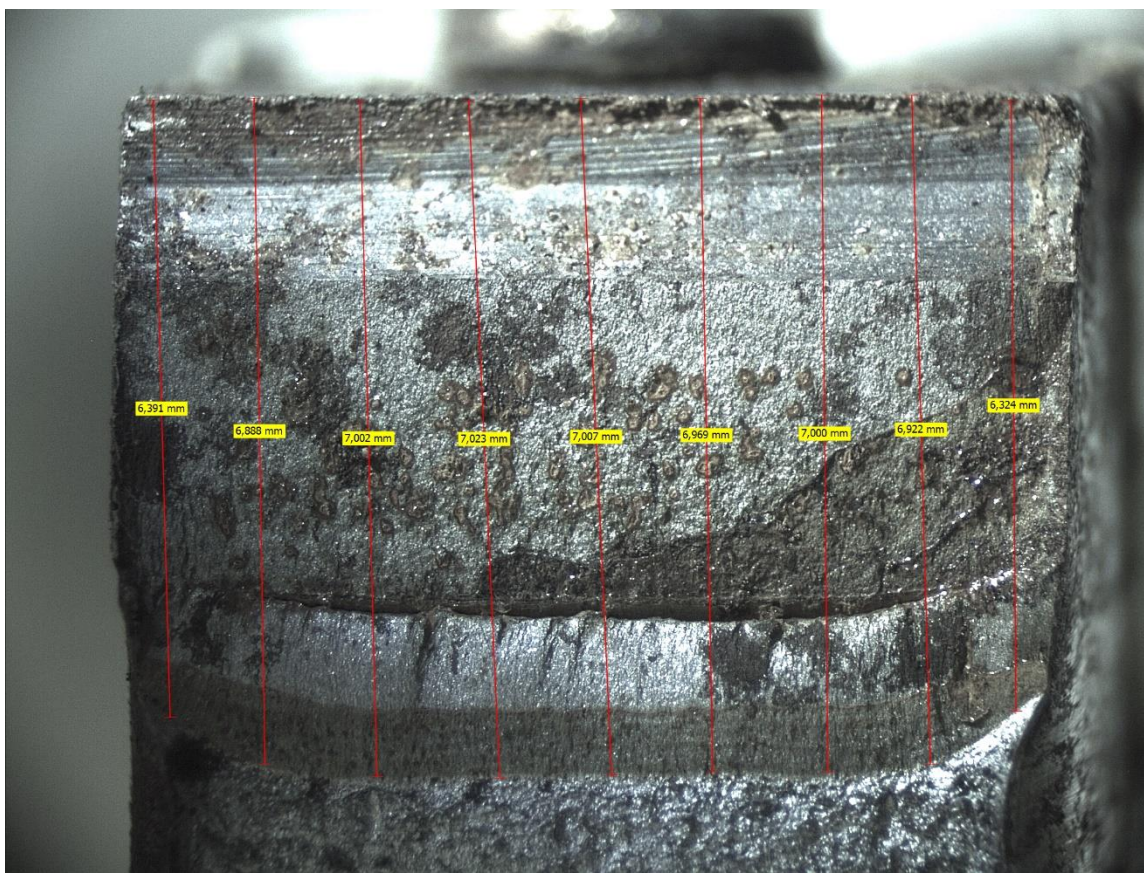
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X70 (L460) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



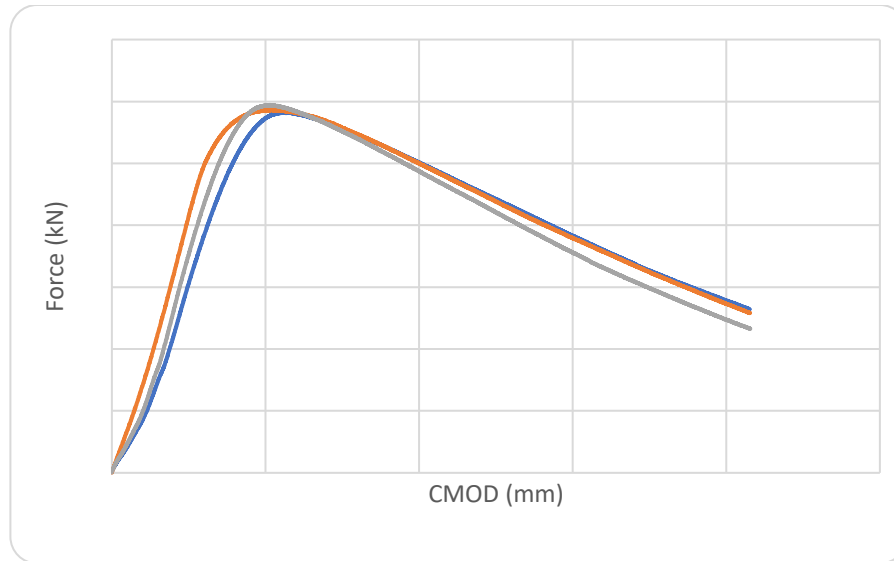
Διάγραμμα 184: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 40,553 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) \nu_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001250253 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 84,79 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,86 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 80,93 \text{ kJ/m}^2$

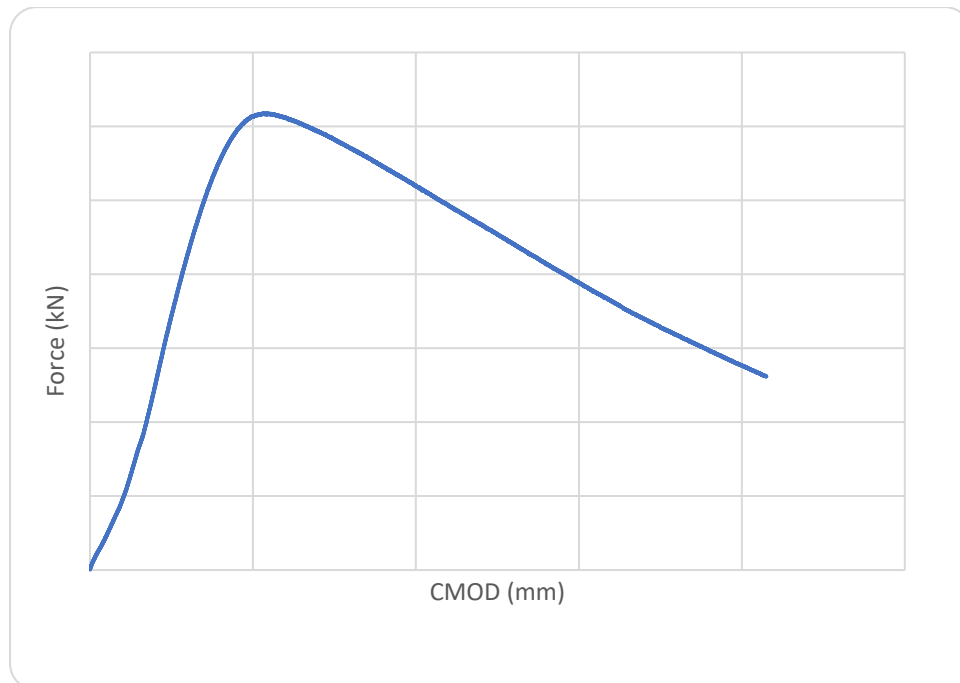


Εικόνα 294: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X70 (3^η επανάληψη).



Διάγραμμα 185: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X70 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².

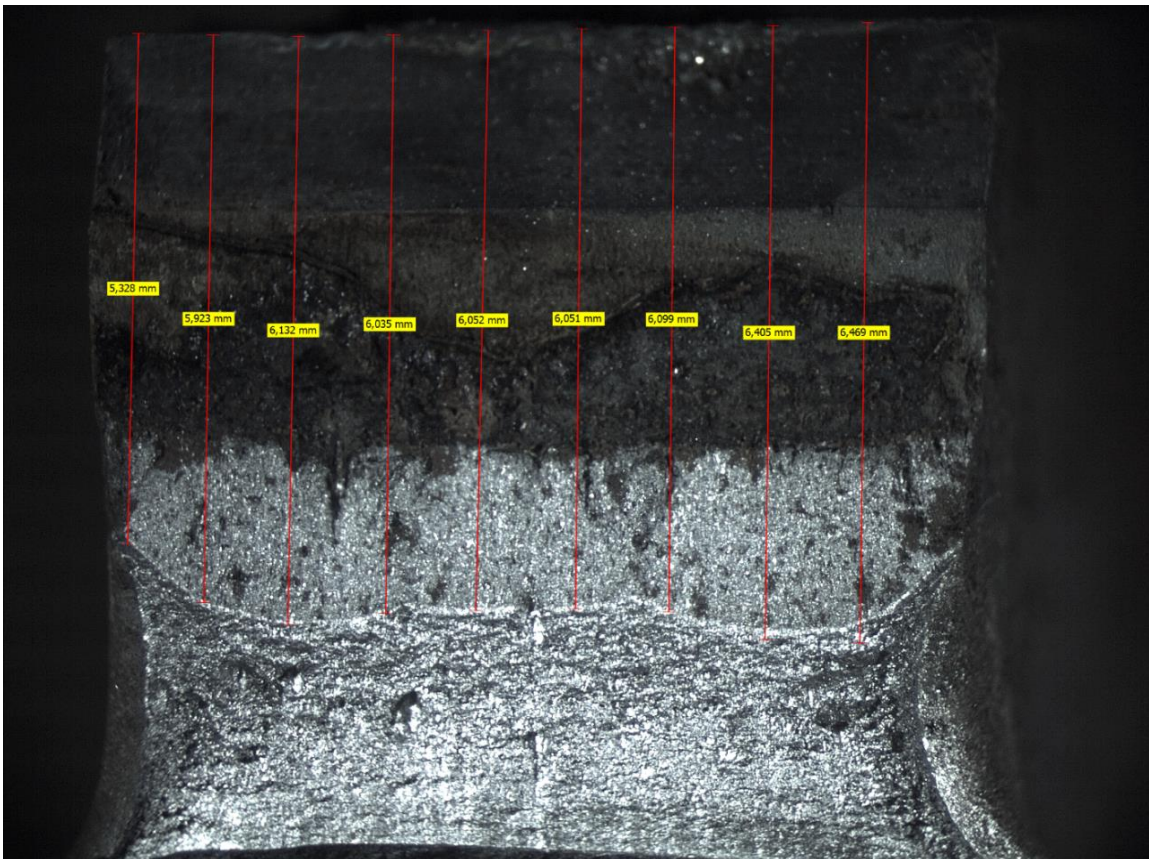
➤ **ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΠΡΩΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ**



Διάγραμμα 186: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (1^η επανάληψη).

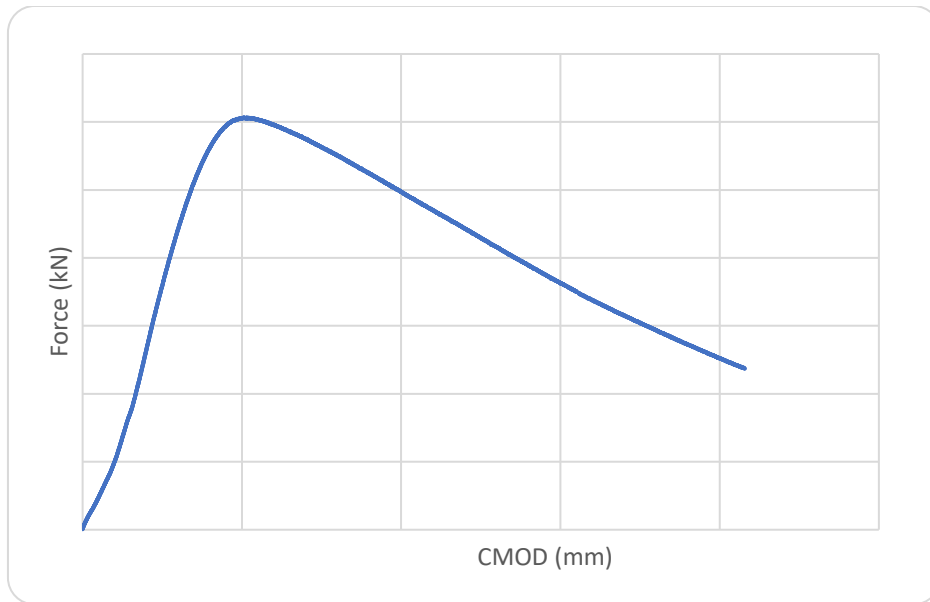
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 45,005 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001458551 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 111,56 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,92 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(w-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 107,64 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 295: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm², για δοκίμιο χάλυβα X65 (1^η επανάληψη).

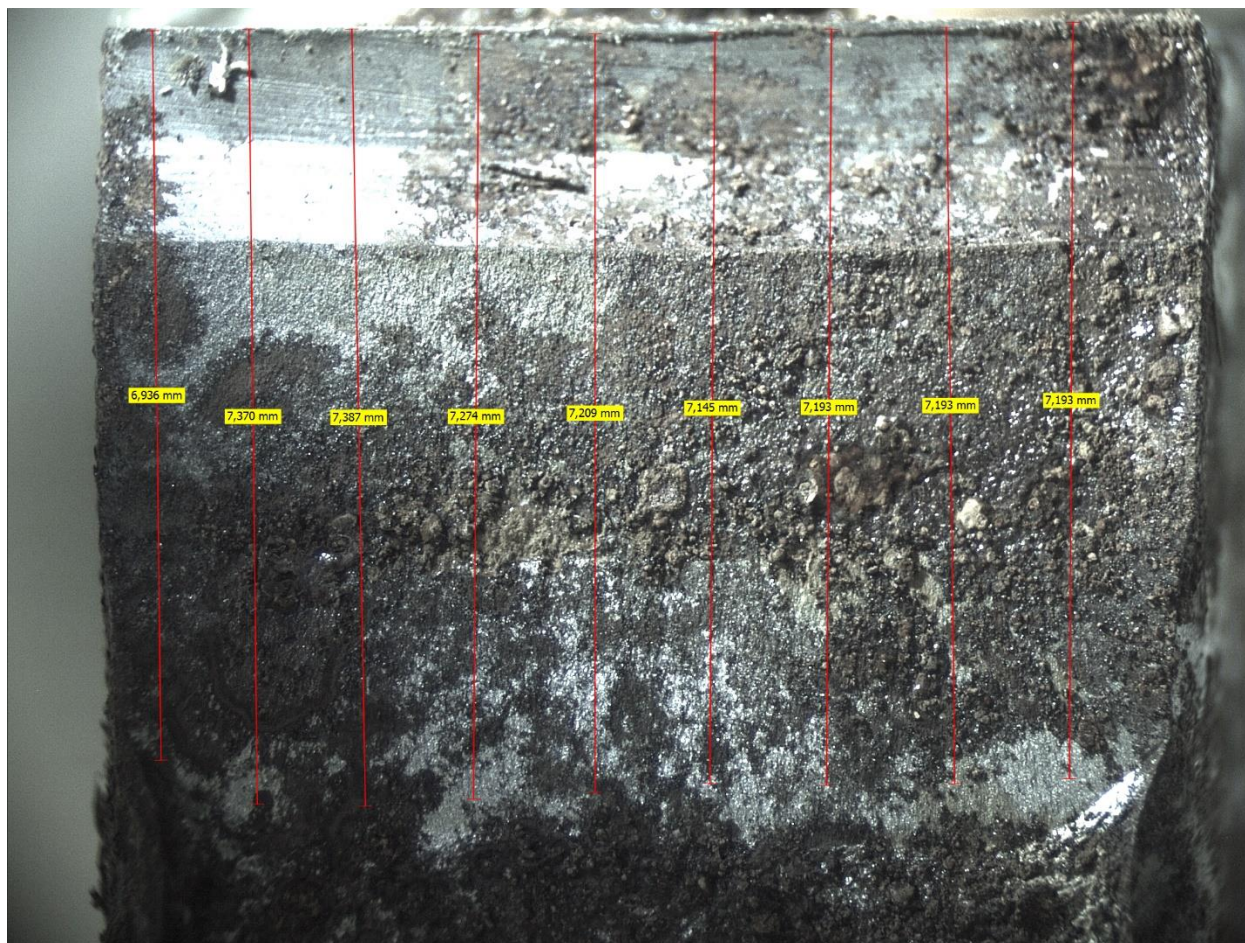
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΔΕΥΤΕΡΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



Διάγραμμα 187: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (2^η επανάληψη).

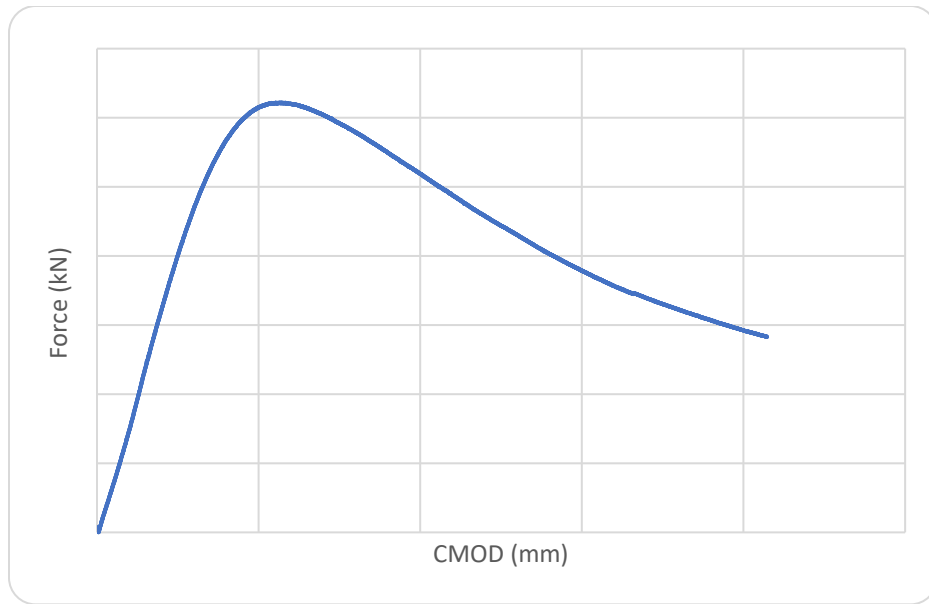
Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 44,347 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2 (1-\nu^2)}{2\sigma_{ys} E} \right) + \frac{r_p (w-a_0) V_{pl}}{[r_p (w-a_0) + a_0 + z]} = 0,001460172 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 110,33 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,87 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N (W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 106,46 \text{ kJ/m}^2$



Εικόνα 296: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X65 (2^η επανάληψη).

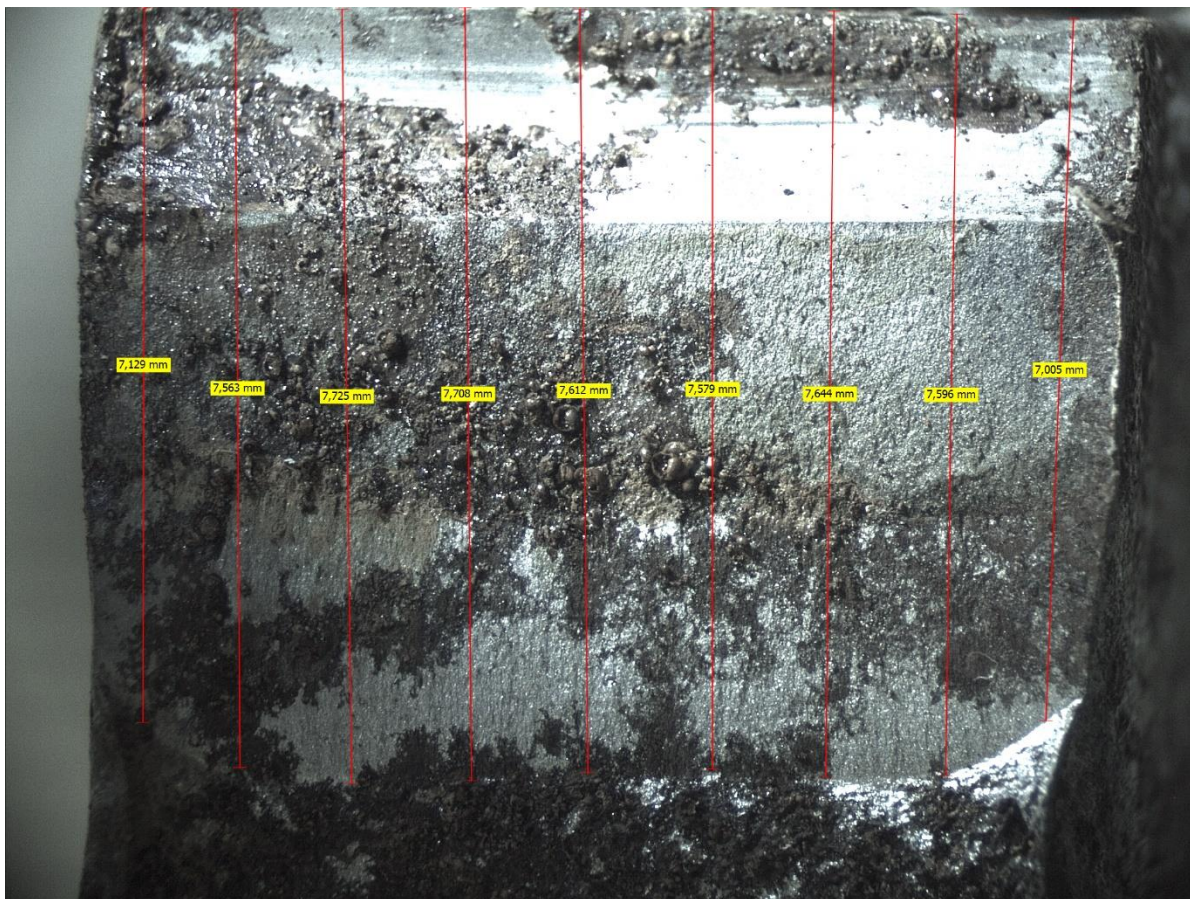
➤ ΔΟΚΙΜΙΟ ΧΑΛΥΒΑ X65 (L450) ΤΡΙΤΗ ΕΠΑΝΑΛΗΨΗ



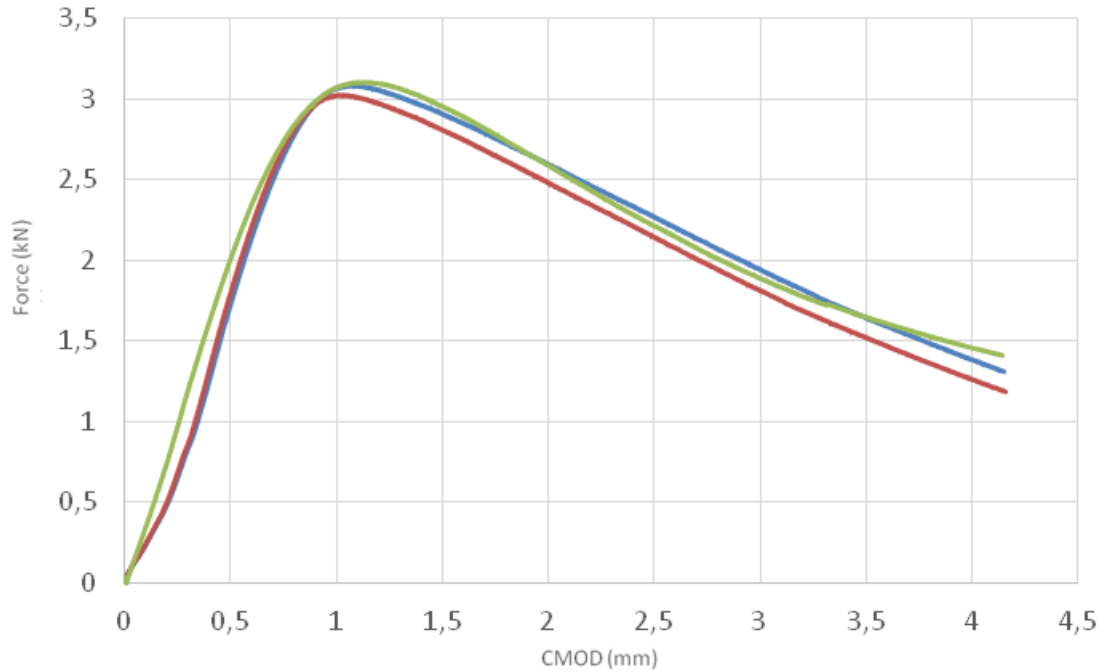
Διάγραμμα 188: Διάγραμμα δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμιο χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² (3^η επανάληψη).

Προσδιορισμός των κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών της δυσθραυστότητας:

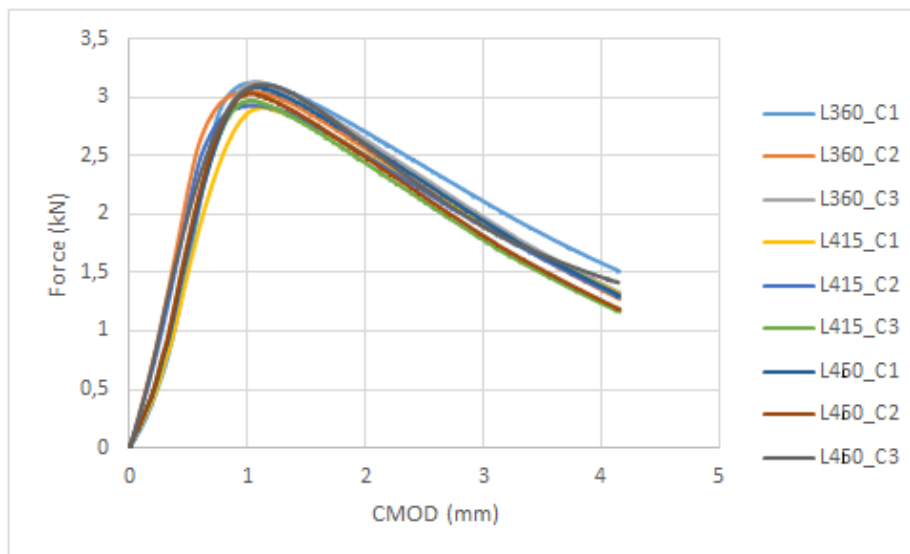
1. $K_Q = \left[\left(\frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right] = 43,897 \text{ MPa } \sqrt{\text{m}}$
2. $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E} \right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0,001366551 \text{ m}$
3. $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 111,84 \text{ kJ/m}^2$
4. $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left(\frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E} \right] = 3,74 \text{ kJ/m}^2$
5. $J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)} \right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)} \right) \right] = 108,01 \text{ kJ/m}^2$



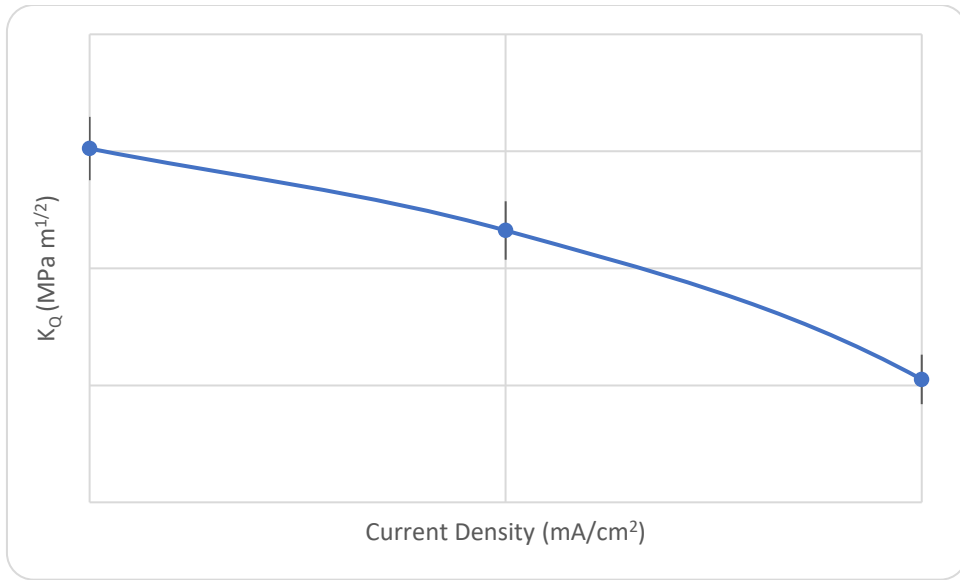
Εικόνα 297: Προσδιορισμός του αθροιστικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής, μέσω χρήσης Στερεοσκοπικής Ανάλυσης, έπειτα από τη διεξαγωγή καμπτικής καταπόνησης χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση της καθοδικής πόλωσης σε πεδίο 20 mA/cm^2 , για δοκίμιο χάλυβα X65 (3^η επανάληψη).



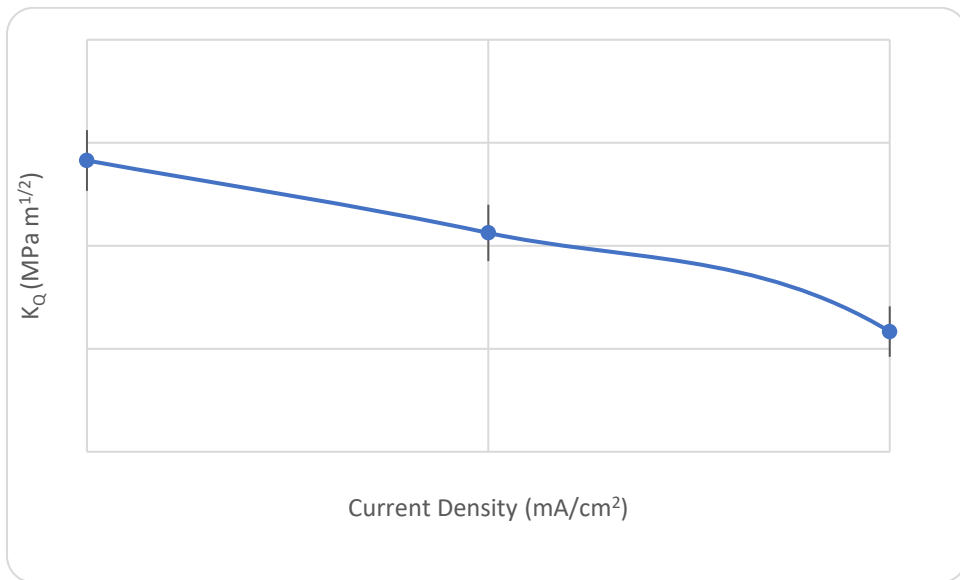
Διάγραμμα 189: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε τρία δοκίμια χάλυβα X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².



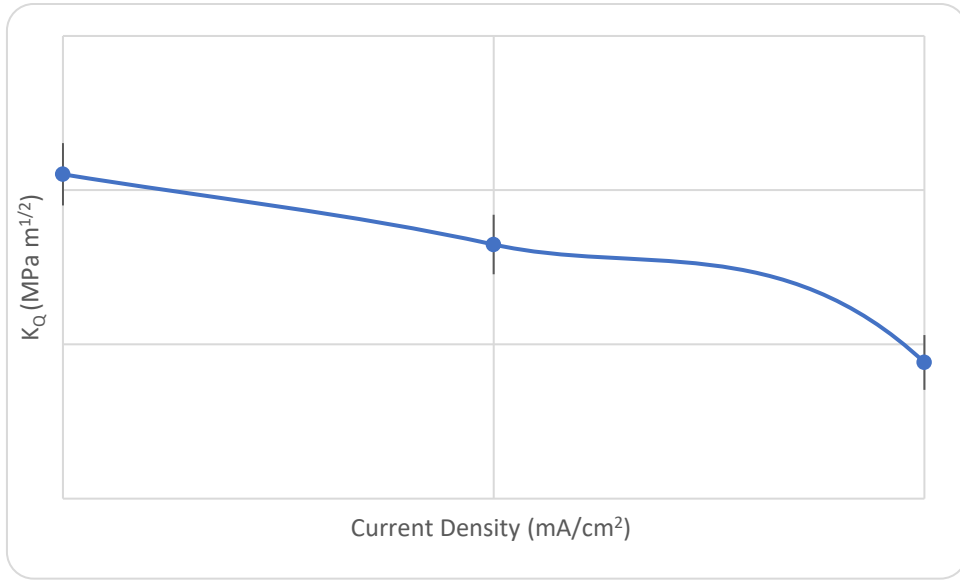
Διάγραμμα 190: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής έπειτα από τη διεξαγωγή σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD σε δοκίμια χάλυβα X52, X70 και X65 υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm².



(a)

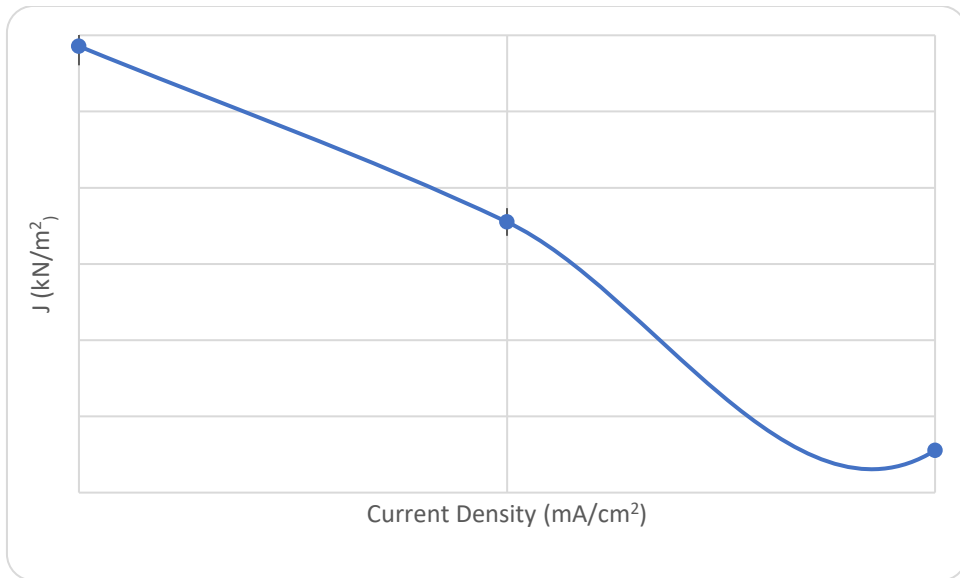


(b)

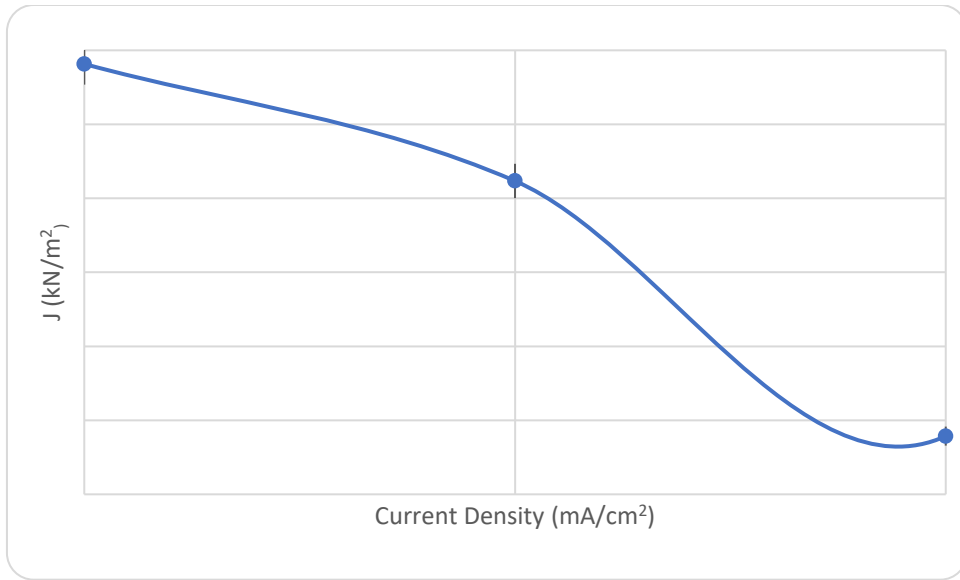


(c)

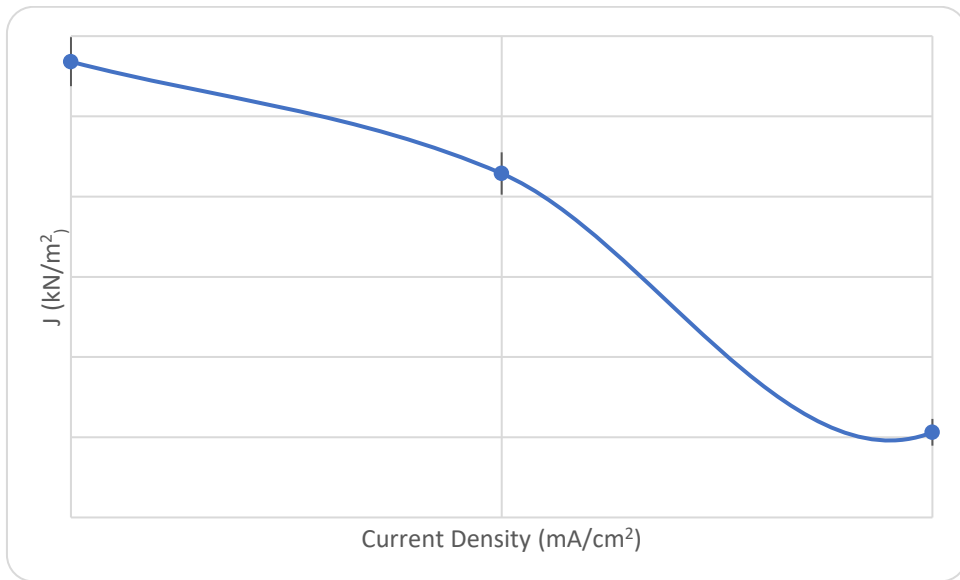
Διάγραμμα 191: Διαγράμματα μεταβολής του συντελεστή έντασης τάσης κατά την έναρξη της πλαστικοποίησης K_Q συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες (a) X52, (b) X70 και (c) X65.



(a)

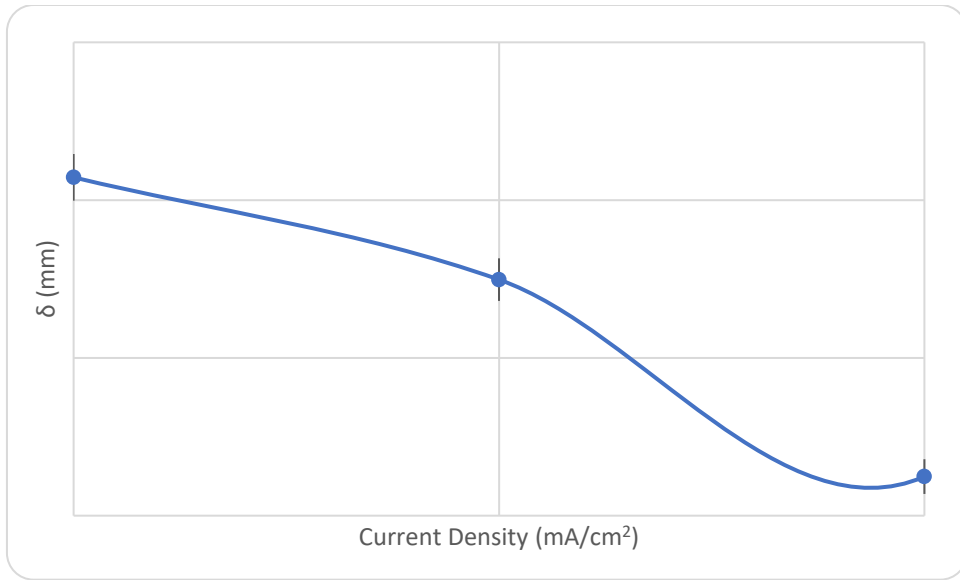


(b)

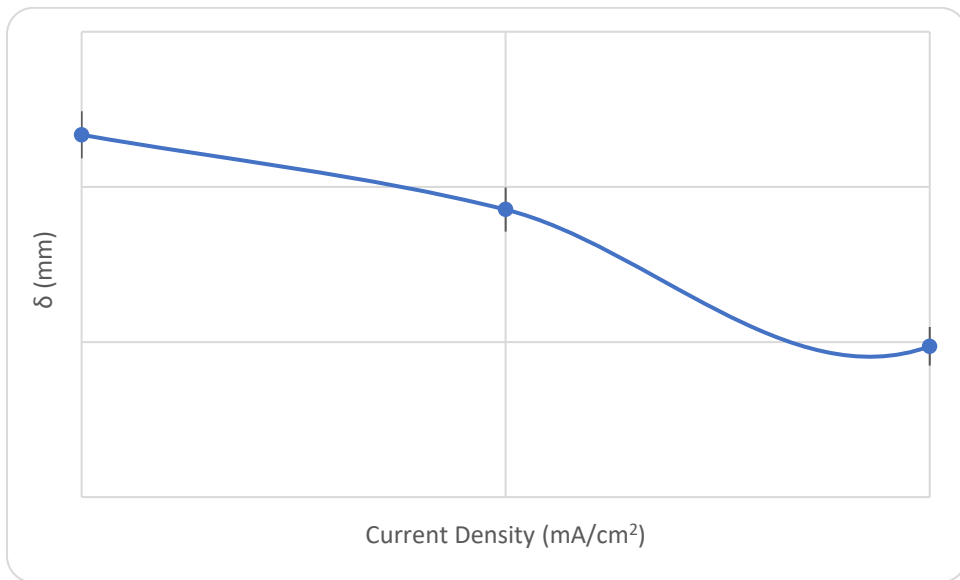


(c)

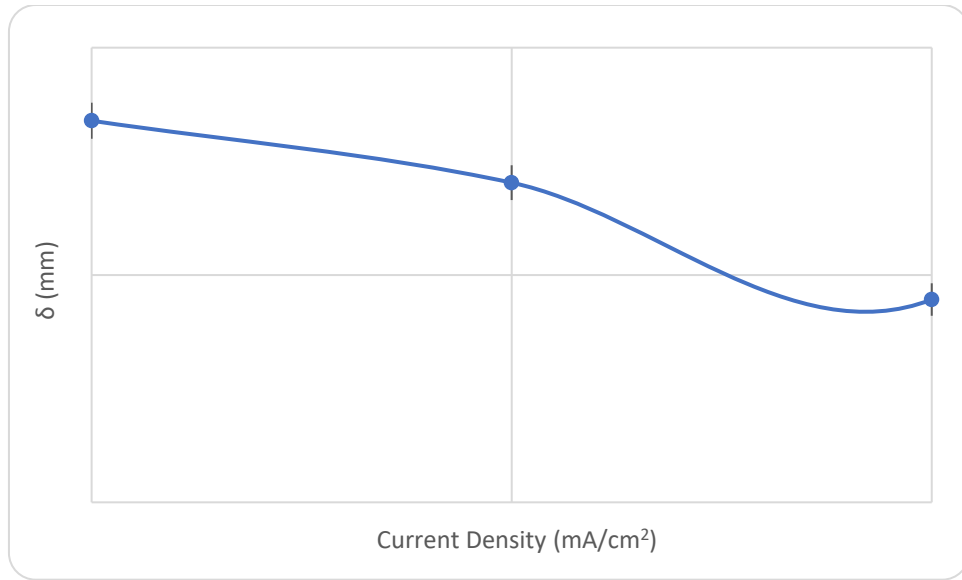
Διάγραμμα 192: Διαγράμματα μεταβολής της παραμέτρου J συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες (a) X52, (b) X70 και (c) X65.



(a)



(b)



(c)

Διάγραμμα 193: Διαγράμματα μεταβολής της παραμέτρου δ συναρτήσει της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για τους χάλυβες (a) X52, (b) X70 και (c) X65

Πίνακας 75: Απόδοση των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα για τους χάλυβες X52, X70 και X65, τόσο έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε περιβάλλον αέρα όσο και έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής καταπόνησης CTOD σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα.

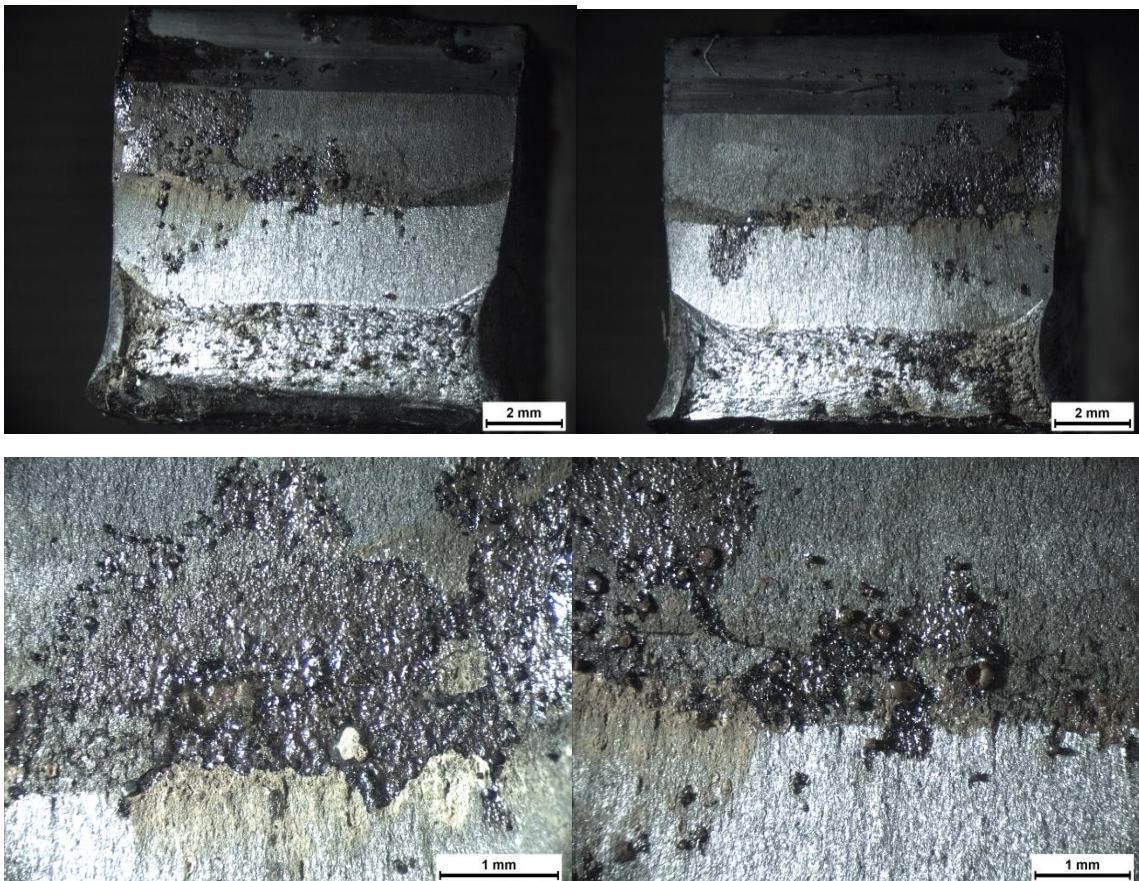
		KQ (MPa m ^{1/2})		J (kJ/m ²)		δ (m)	
Analyzed Region		X52 (L360)					
Experimental Conditions	# Specimen	Value	Average	Value	Average	Value	Average
Air	L360 A3	45,179	45,119 ±0,35	164,76	167,136 ±3,56	0,001478481	0,001478858 ±3,39 * 10 ⁻⁶
	L360 A4	45,44		165,808		0,001481443	
	L360 A5	44,74		170,84		0,001476652	
10 mA/cm ²	L360 C1	42,179	41,617 ±0,51	120,76	121,02 ±2,28	0,001345456	0,001349209 ±1,46 * 10 ⁻⁶
	L360 C2	41,185		122,76		0,001352119	
	L360 C3	41,489		119,54		0,001350052	
20 mA/cm ²	L360 C1	35,579	35,253 ±0,44	61,76	61,08 ±0,31	0,001100865	0,001099533 ±9,4 * 10 ⁻⁶
	L360 C2	35,402		60,96		0,001092217	
	L360 C3	34,779		60,52		0,001105516	
Analyzed Region		X70 (L460)					
Experimental Conditions	# Specimen	Value	Average	Value	Average	Value	Average
Air	L460 A1	49,96	49,14 ±0,47	186,33	186,32 ±1,03	0,00151491	0,001517209 ±1,03*10 ⁻⁵
	L460 A2	49,06		187,04		0,001525636	
	L460 A3	48,4		185,59		0,001511081	
10 mA/cm ²	L460 C1	46,3	45,625 ±0,41	155,76	154,69 ±0,37	0,001402915	0,001420739 ±1,5*10 ⁻⁶
	L460 C2	45,579		154,42		0,001430716	
	L460 C3	44,998		153,89		0,001428588	
20 mA/cm ²	L460 C1	41,179	40,836 ±0,16	86,98	85,736 ±0,46	0,001237564	0,001244439 ±3,36*10 ⁻⁶
	L460 C2	40,778		85,44		0,001245502	
	L460 C3	40,553		84,79		0,001250253	
Analyzed Region		X65 (L450)					

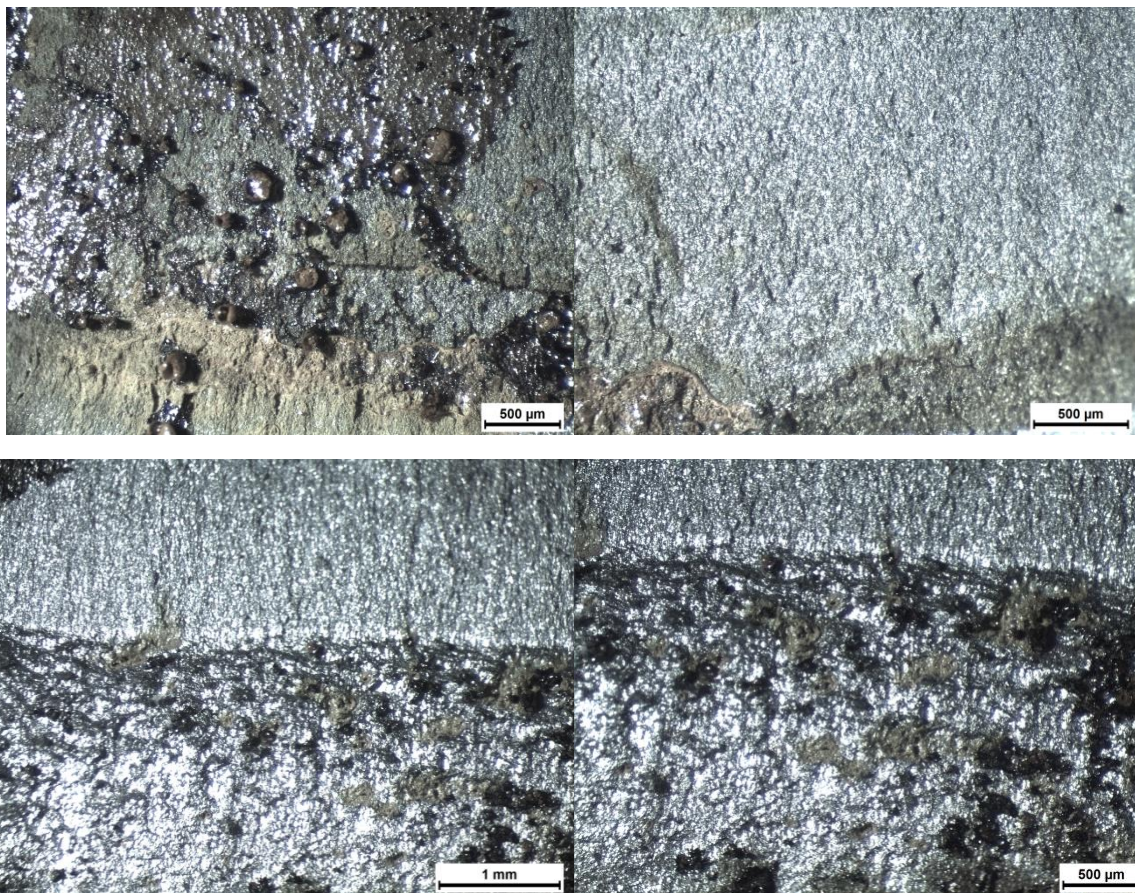
Experimental Conditions	# Specimen	Value	Average	Value	Average	Value	Average
Air	L450 A1	50,07	50,516 ±0,13	202,16	203,63 ±6,40	0,001583886	0,001585710 ±5,61*10 ⁻⁶
	L450 A2	50,83		199,84		0,001590586	
	L450 A3	50,65		208,89		0,001582659	
10 mA/cm ²	L450 C1	48,579	48,239 ±0,09	175,76	175,76 ±2,52	0,001529551	0,001531227 ±1,72*10 ⁻⁶
	L450 C2	48,135		173,98		0,001530848	
	L450 C3	48,005		177,55		0,001533284	
20 mA/cm ²	L450 C1	45,005	44,415 ±0,32	111,56	111,24 ±1,07	0,001458551	0,001428424 ±6,62*10 ⁻⁵
	L450 C2	44,347		110,33		0,001460172	
	L450 C3	43,897		111,84		0,001366551	

Έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, τόσο για δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρήθηκε συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα για τον χάλυβα X52 έναντι αυτής του χάλυβα X65. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ο ρυθμός μεταβολής της μείωσης της δυσθραυστότητας κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για τον χάλυβα X52. Το στοιχείο αυτό αποδίδεται στη διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των ατελειών στα μικροδομικά συστατικά εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X52 έναντι αυτών του χάλυβα X65. Πιο συγκεκριμένα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52 λειτουργούν ως ισχυρά κέντρα παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (trapping centers of atomic hydrogen), οδηγώντας στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (super saturation of crystal structure) και στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (reinforcing super imposition of microplastic strain fields). Κατά συνέπεια παρατηρείται συστηματική πτώση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for the migration effect of atomic hydrogen), ιδιαίτερα σε διευθύνσεις κάθετες ως προς τον άξονα συμμετρίας της ζωνώδους διάταξης, με αποτέλεσμα να πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και να εκδηλώνεται η αστοχία για χαμηλότερα πεδία τιμών πλαστικής παραμόρφωσης από τα αναμενόμενα. Ταυτόχρονα σημειώνεται ότι λόγω της ανισοτροπίας που εισάγεται ως επιπρόσθετος παράγοντας στο μεταλλουργικό σύστημα μέσω της ζωνώδους μορφολογίας, παράλληλα με την παγίδευση του ατομικού υδρογόνου στις διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – μπαινιτικών περιοχών και στις ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες των νησίδων του ανώτερου μπαινίτη, λαμβάνει χώρα και ο μηχανισμός της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαμέσου των διεπιφανειών φερρίτη – περλίτη καθώς και των φερριτικών νησίδων (ferritic colonies). Αυτή η ανομοιομορφία ως προς τη χωρική κατανομή των πεδίων συσσώρευσης και των περιοχών εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου

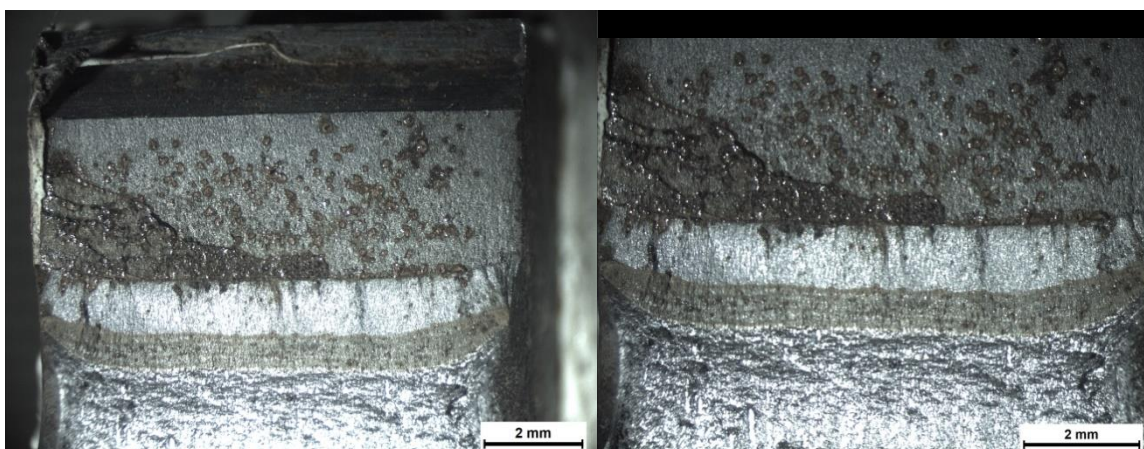
αποτελεί μια επιπρόσθετη αιτία για την αποδυνάμωση και την υποβάθμιση της μηχανικής ακεραιότητας του δεδομένου κραματικού συστήματος (mechanical degradation, ductility loss and reduction of mechanical integrity) (Διαγράμματα 166 - 193, Εικόνες 278 - 297) [113, 129, 167, 180, 208, 220, 228, 252]. Τέλος ιδιαίτερα καθοριστικό ρόλο ταυτόχρονα με την ετερογενή κατανομή των περιοχών παγίδευσης και των διαύλων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαδραματίζει και η ισχυρή ανομοιογένεια μεταξύ των τιμών του συντελεστή Schmid, του συντελεστή ενδοτράχυνσης, της σκληρότητας, της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης και της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών που σημειώνεται για τα διάφορα είδη φάσεων και μικρογραφικών συστατικών του χάλυβα X52.

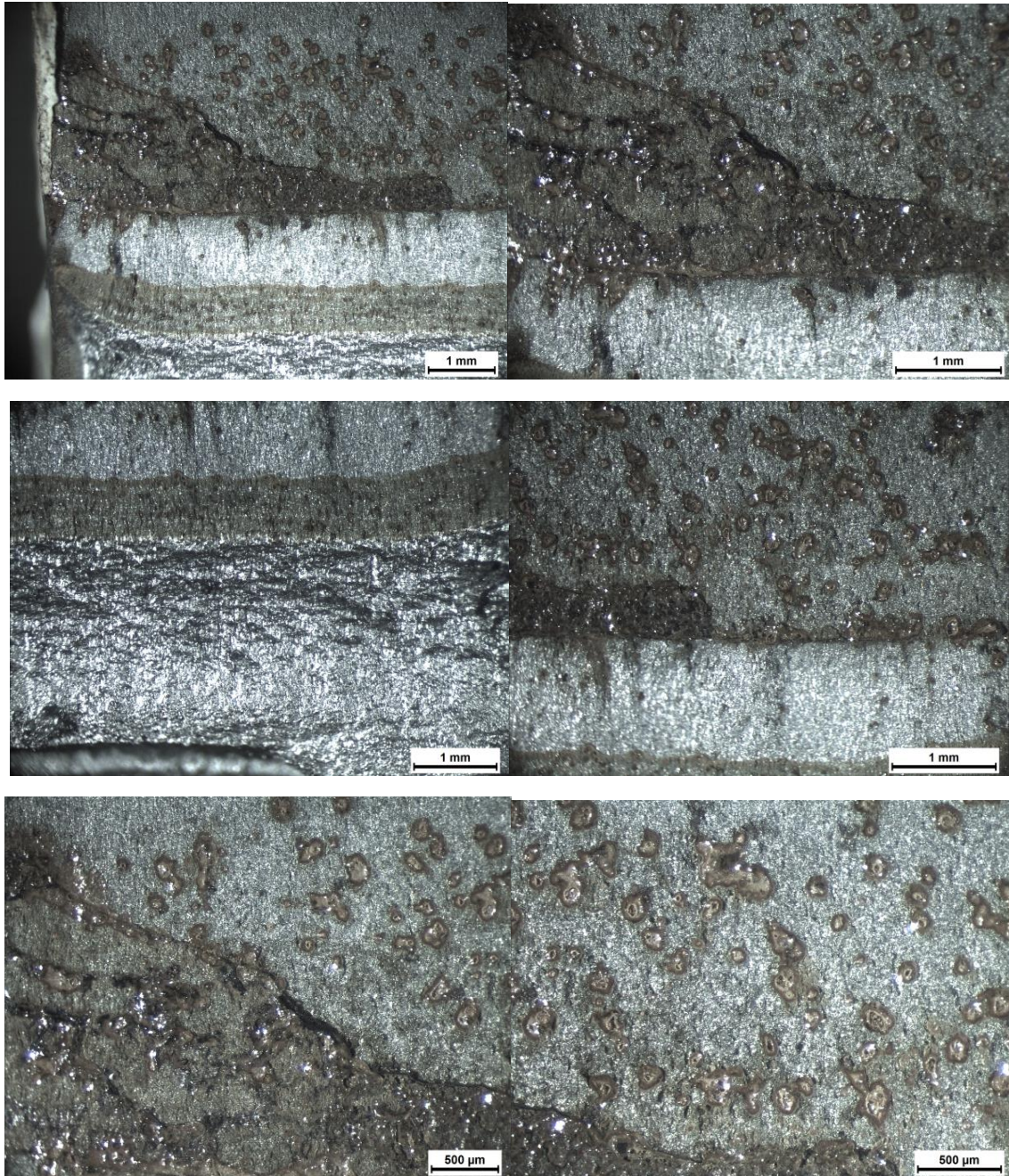
4.20 ΘΡΑΥΣΤΟΓΡΑΦΙΚΗ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΣΚΟΠΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΗΣ ΚΑΙ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗΣ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑΣ ΣΑΡΩΣΗΣ ΤΩΝ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΧΑΛΥΒΑ X52, X70 ΚΑΙ X65 ΕΠΕΙΤΑ ΑΠΟ ΤΗ ΔΙΕΞΑΓΩΓΗ ΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗΣ ΣΤΟΔ ΜΕ ΤΑΥΤΟΧΡΟΝΗ ΗΛΕΚΤΡΟΧΗΜΙΚΗ ΔΙΕΓΕΡΣΗ ΣΕ ΠΕΔΙΟ ΚΑΘΟΔΙΚΗΣ ΠΟΛΩΣΗΣ ΕΝΤΟΣ ΥΔΡΟΓΟΝΩΜΕΝΟΥ ΠΕΡΙΒΑΛΛΟΝΤΟΣ ΓΙΑ ΕΠΙΒΑΛΛΟΜΕΝΗ ΠΥΚΝΟΤΗΤΑ ΕΝΤΑΣΗΣ ΡΕΥΜΑΤΟΣ 20 mA/cm²



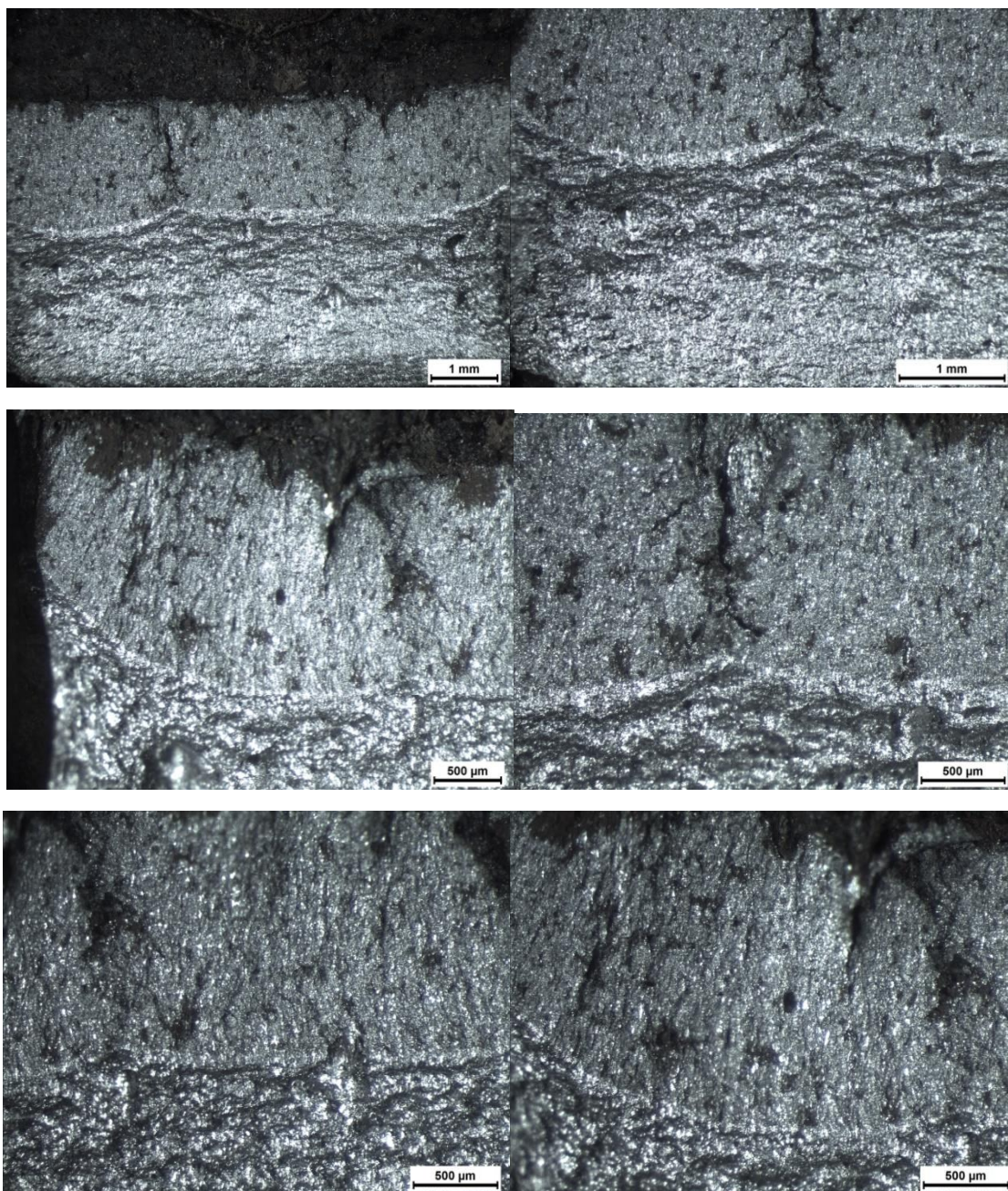


Εικόνα 298: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης που έχει καταπονηθεί λόγω κοπτικής φόρτισης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X52 (L360) που υποβλήθηκε σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στα 20 mA/cm^2 .

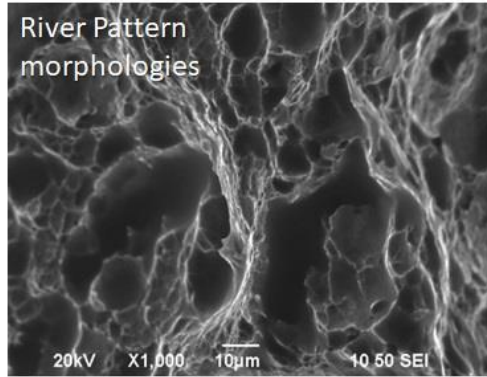




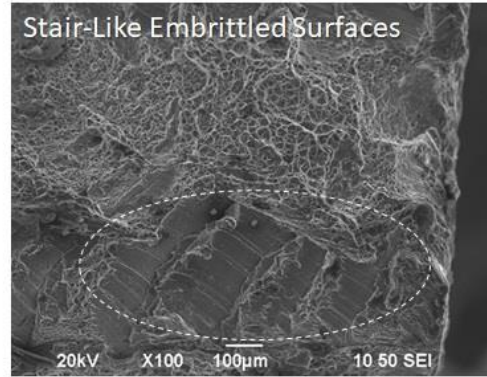
Εικόνα 299: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης που έχει καταπονηθεί λόγω κοπιατικής φόρτισης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X70 (L460) που υποβλήθηκε σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στα 20 mA/cm²



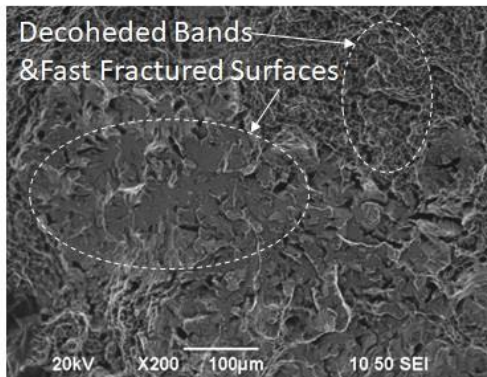
Εικόνα 300: Μελέτη μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης της ζώνης που έχει καταπονηθεί λόγω κοπτικής φόρτισης, της περιοχής που έχει αστοχήσει λόγω κάμψης και του πεδίου μετάβασης μεταξύ των δύο αυτών περιοχών (stretchzone), για δοκίμιο χάλυβα X65 (L450) που υποβλήθηκε σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό την ταυτόχρονη καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στα 20 mA/cm^2



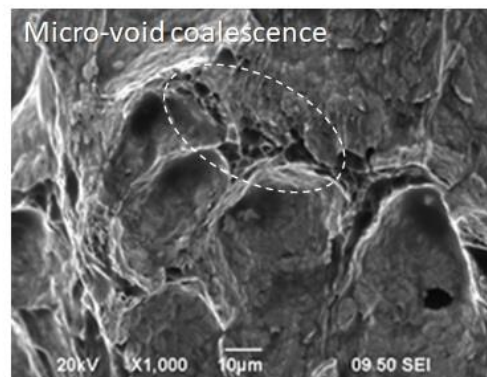
a



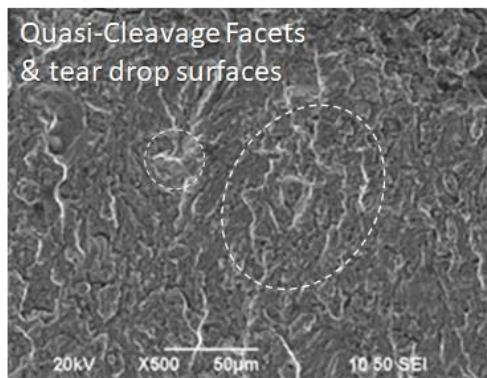
b



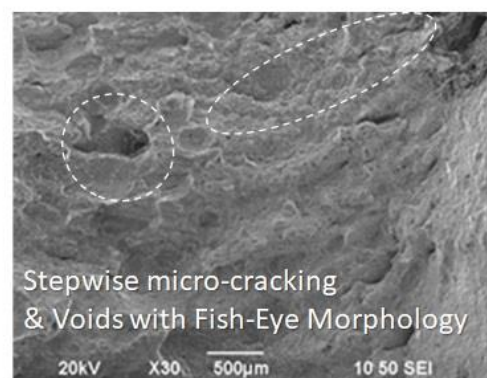
c



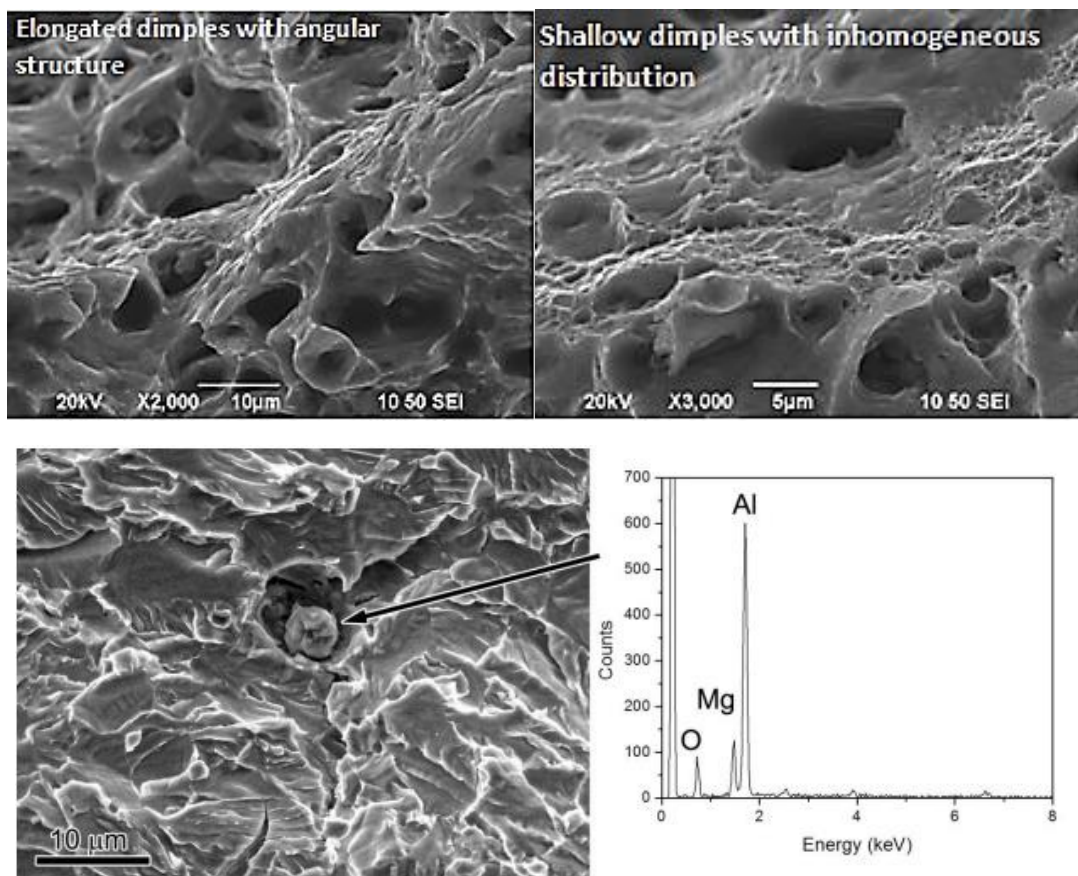
d



e



f

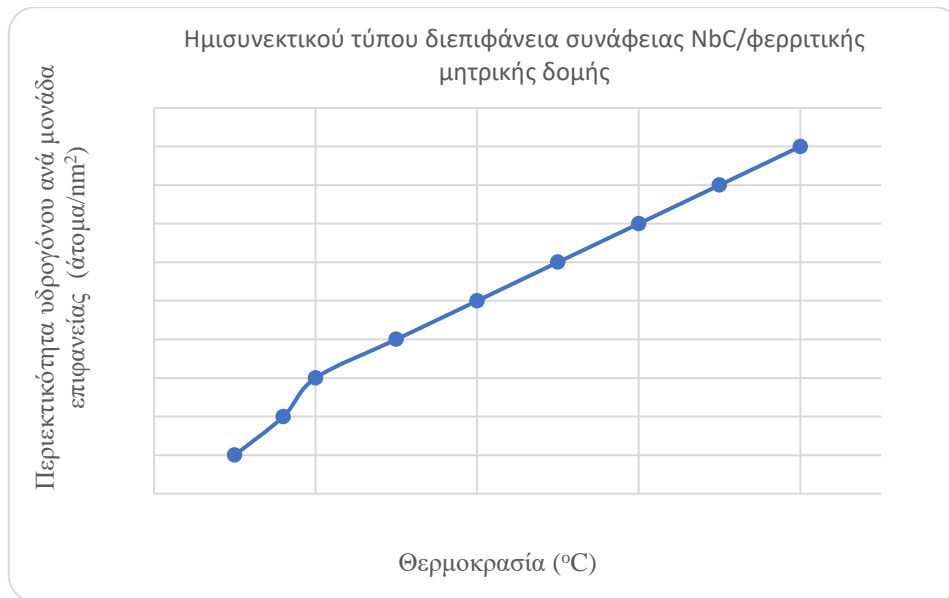


Εικόνα 301: Μελέτη μέσω εικόνων Δευτερογενών Ηλεκτρονίων σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης των ψαθυροποιητικών σχηματισμών που αναπτύσσονται επί της θραυσίγνευσης επιφάνειας των δοκιμίων χάλυβα X52, X70 και X65, έπειτα από τη σύνθετη μηχανική καταπόνηση αυτών σε πεδίο καθοδικής πόλωσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 20 mA/cm²

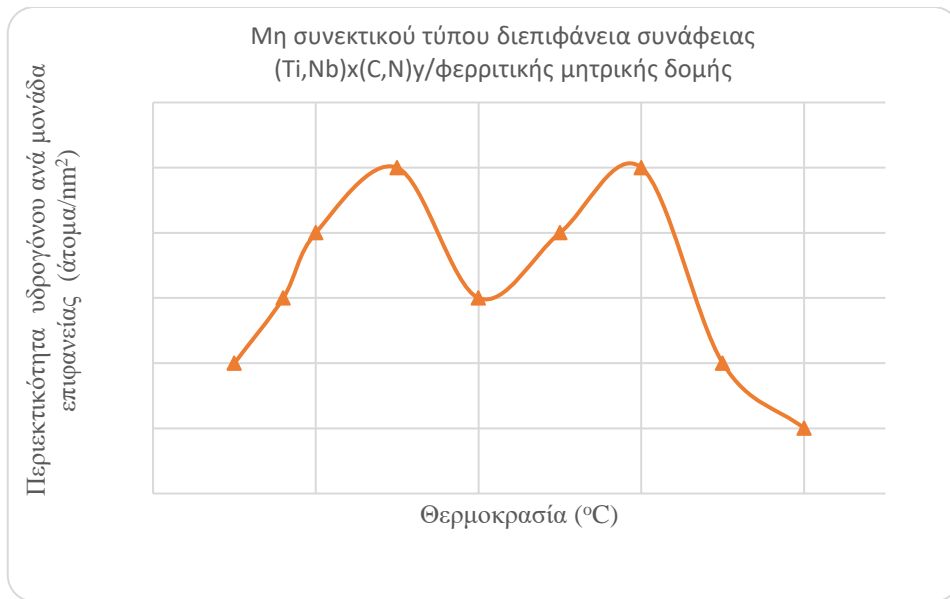
Οι σχηματισμοί οι οποίοι παρατηρήθηκαν εκτεταμένα στην περιοχή που είχε υποβληθεί σε κόπωση είχαν τη μορφολογία επιπεδοποιημένων - αλληλεπιδρώντων μετώπων αποσχιστικής διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (interactive flattened cleavage facets). Σημειώνεται ότι τα πεδία αποσχιστικής διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος διαδραματίζουν κυρίαρχο ρόλο σε επίπεδο μικρομηχανικής ανάλυσης καθώς καθορίζουν τη συχνότητα αγκίστρωσης και επανακινητοποίησης των ενεργών συστημάτων ολίσθησης (pinning and remobilization effect of active sliding planes), επηρεάζοντας καταλυτικά την τιμή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης του συνολικού μεταλλουργικού συστήματος (τ_{crss}). Πιο συγκεκριμένα για τον χάλυβα X52, ο οποίος χαρακτηρίζεται από περιορισμένη ολκιμότητα και κρίνεται ως επιδεδεικτικότερος έναντι φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε σύγκριση με τα άλλα δύο κραματικά συστήματα ανάλυσης, παρατηρήθηκε η ανάπτυξη αλληλεπιδρώντων μετώπων της κόπωσης με εντονότερη επιπεδότητα και στυλνότητα. Και για τα τρία είδη κραματικών συστημάτων, η περιοχή των δοκιμίων η οποία είχε υποβληθεί σε καμπτική καταπόνηση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, φάνηκε να χαρακτηρίζεται

από μειωμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής κρατήρων, με περιορισμένο βάθος έκτασης, ετερογενή διασπορά και επιμήκη μορφολογία (heterogeneous dispersion of flattened and elongated dimples). Όπως ήταν αναμενόμενο οι ενδείξεις της ψαθυροποίησης και για αυτήν την περιοχή ήταν εντονότερες στο κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, όπου οι κρατήρες χαρακτηρίζονταν από γωνιώδεις απολήξεις ενώ ταυτόχρονα παρατηρήθηκε και η εκδήλωση του μηχανισμού της συνένωσης των μικροκενών (microvoid coalescence), ο οποίος συνεισφέρει σημαντικά στη μετέπειτα αστοχία του υλικού (delayed fracture process) (Εικόνες 298 – 301) [11, 22, 24, 111, 223, 260, 265, 268, 306, 325, 334, 337, 340]. Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από ψαθυροποιητικούς σχηματισμούς οι οποίοι μορφολογικά προσομοιάζουν σε κοίτη ποταμού (riverpattern), σχηματισμών που μορφολογικά προσομοιάζουν σε δάκρυ (tearing drop surfaces), σχηματισμών που μορφολογικά προσομοιάζουν σε διαδοχικές πριονωτές οδοντώσεις (saw teeth shaped zones) και περιοχών στις οποίες η θραύση έχει εξελιχθεί με ταχύ ρυθμό (fast fracture surfaces (FFS)).

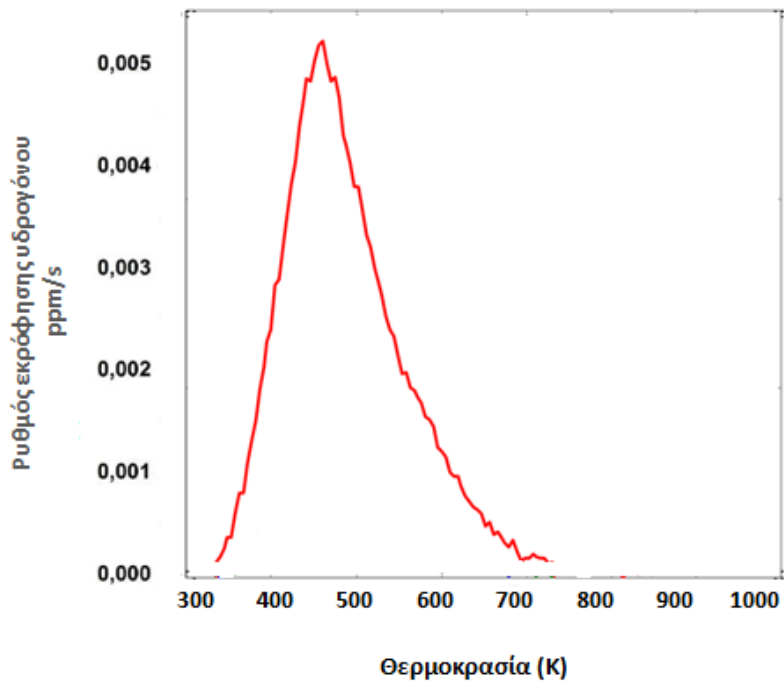
4.21 ΜΕΤΡΗΣΗ ΠΑΓΙΔΕΥΜΕΝΟΥ ΜΟΡΙΑΚΟΥ ΥΔΡΟΓΟΝΟΥ ΜΕΣΩ ΤΗΣ ΦΑΣΜΑΤΟΣΚΟΠΙΑΣ ΘΕΡΜΙΚΗΣ ΕΚΡΟΦΗΣΗΣ



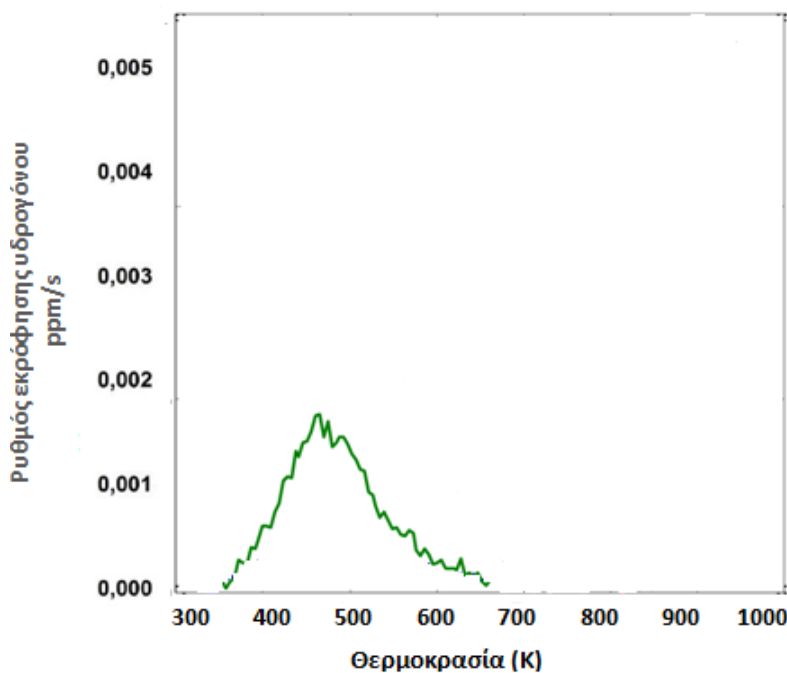
(a)



(b)



(c)



(d)

Εικόνα 302: Μελέτη μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (a) της περιεκτικότητας υδρογόνου ανά μονάδα επιφάνειας στη διεπιφάνεια συνάφειας μεταξύ της φερριτικής δομής και του καρβιδίου NbC, (b) της περιεκτικότητας υδρογόνου ανά μονάδα επιφάνειας στη διεπιφάνεια συνάφειας μεταξύ της φερριτικής δομής και του καρβονιτριδίου (Ti,Nb)_x(C,N)_y, (c) του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό του χάλυβα X52, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση In – situ σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm² και (d) του ρυθμού εκρόφησης του υδρογόνου από το μικροδομικό ιστό του χάλυβα X65, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση In – situ σε επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm²

Μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy) προσδιορίσθηκε η συγκέντρωση του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό των χάλυβων X52 και X65 έπειτα από τη σύνθετη μηχανική καταπόνηση αυτών υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης. Ο ρυθμός θέρμανσης ο οποίος εφαρμόσθηκε ήταν 0.17 °C /min και μελετήθηκε το θερμοκρασιακό εύρος μεταξύ των 300 K και 1000 K. Αντίστοιχες μετρήσεις δεν πραγματοποιήθηκαν για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X70, καθώς αυτό επιδεικνύει ενδιάμεση απόκριση ως προς τη μείωση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω προσρόφησης υδρογόνου σε σύγκριση με τα άλλα δύο υλικά, ενώ ταυτόχρονα χαρακτηρίζεται και από ενδιάμεσες τιμές αναφορικά με τα θερμοδυναμικά και κινηματικά μεγέθη που σχετίζονται με το μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης. Συγκεκριμένα για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X52 προσδιορίσθηκε για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm² περιεκτικότητα παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου της τάξης των 2.4 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² η περιεκτικότητα υδρογόνου μετρήθηκε περίπου ίση με 5.7 ppm. Αντίστοιχα για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X65

προσδιορίστηκε έπειτα από καθοδική πόλωση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm² περιεκτικότητα υδρογόνου 1.2 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm² η περιεκτικότητα υδρογόνου μετρήθηκε περίπου ίση με 1.9 ppm. Αποδεικνύεται λοιπόν για ακόμη μια φορά ότι στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 ενεργοποιούνται πολλαπλές παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου αντιστρεπτού τύπου, τόσο χαμηλού όσο και υψηλούφράγματος δυναμικού (high energy and low energy reversible trapping sites), συγκριτικά με το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, όπου το ατομικό υδρογόνο μεταναστεύει μεταξύ των μικροδομικών περιοχών συστηματικά και επαναλαμβανόμενα μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (atomic hydrogen migration effect by hopping mechanism), με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται η παγίδευση αυτού σε τοπολογίες οι οποίες έχουν ρόλο 'καταβόθρας δυναμικού' (potential gap) και να περιορίζεται ο επανασηματισμός του μοριακού υδρογόνου (development of molecular hydrogen due to atomic hydrogen recombination effect) (Εικόνα 302).

4.22 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

1. Μέσω Οπτικής Μικροσκοπίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και με ιδιαίτερη έμφαση στο τοπογραφικό ανάγλυφο και στην αντίθεση πεδίου (topographic relief and contrast of field) πραγματοποιήθηκε η μικροδομική μελέτη και ο χαρακτηρισμός των χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων X52, X65 και X70. Βάσει των ανωτέρω αναλυτικών τεχνικών προσδιορίστηκε ότι ο χάλυβας X65 αποτελείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή, με ισοαξονικούς κόκκους φερρίτη και νησίδες κατώτερου κοκκώδους μπαινίτη. Επιπρόσθετα ταυτοποιήθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής εκφυλισμένου περλίτη (degenerated perlite), μικρογραφικό συστατικό το οποίο χαρακτηρίζεται από τη μη συνεχή διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη ως προς τα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη. Παρατηρήθηκε ακόμη υψηλή ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων αποτελούμενων από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη, οι οποίες στη διεθνή βιβλιογραφία καλούνται με την ορολογία MAs microconstituents. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φερριτικών και των μπαινιτικών κόκκων περίπου ίσο με 10 μm.
2. Αντίστοιχα ο χάλυβας X52 στοιχειοθετείται από ζωνώδεις διατάξεις (banded structure) αποτελούμενες από φερριτικές, περλιτικές και μπαινιτικές περιοχές επιμήκους μορφολογίας. Η επιμήκης μορφολογία των κόκκων αποδίδεται στη διεξαγωγή φαινομένων ανακρυστάλλωσης (recrystallization effect) κατά τη διάρκεια των διεργασιών θερμοπλαστικής διαμόρφωσης. Επιπρόσθετα ο κλασματικός όγκος συμμετοχής του φερρίτη προσδιορίστηκε μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής ως σημαντικά υψηλότερος (65 %) εν συγκρίσει με τον κλασματικό όγκο συμμετοχής του περλίτη (20 %) και του μπαινίτη (15 %). Ακόμη παρατηρήθηκε υψηλός βαθμός ανισοτροπίας λόγω της ζωνώδους διάταξης των μικρογραφικών συστατικών και των φάσεων, καθώς και αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων οξειδίων του αλουμινίου, με γωνιώδη μορφολογία, στις απολήξεις των οποίων υπό συνθήκες δυναμικής φόρτισης πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (critical stress intensity factor K_{Ic}), με αποτέλεσμα την εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων περίπου ίσο με 20 μm.

3. Σε ότι αφορά στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70, αυτός αποτελείται από φερριτοπερλιτική δομή με ισοαξονικούς – πολυγωνικούς κόκκους (equiaxed, polygonal grains) και μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών τα 18 μm. Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής καρβιδίων και καρβονιτριδίων του Ti και του Nb καθώς και μη μεταλλικών εγκλεισμάτων MnS, Al₂O₃. Τέλος δεν παρατηρήθηκε αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου MAs, ενώ μέσω της τεχνικής EBSD προσδιορίστηκε υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (high misorientation angle distribution factor and misalignment).
4. Μέσω της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Διερχόμενης Δέσμης (High Resolution TEM) και σε εικόνες ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου (Bright Field Images) προσδιορίστηκε η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών για το μικρογραφικό ιστό των χάλυβων X52 και X65. Πιο συγκεκριμένα για τον χάλυβα X52 καταγράφηκαν ιδιαίτερα αυξημένες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών ($3 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$) οι οποίες παρατηρήθηκε ότι αντιστοιχούν κυρίως στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας (non-coherent interfacial regions) μεταξύ των φερριτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις, που χαρακτηρίζονται από υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (high angle grain boundaries and elevated misorientation distribution factor). Αντίστοιχα ο χάλυβας X65 χαρακτηρίστηκε από μειωμένες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών ($0.51 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$), οι οποίες αποδίδονται κυρίως στις μικροδομικές περιοχές του κατώτερου κοκκώδους μπαινίτη (lower granular bainite). Και για τα δύο κραματικά συστήματα μελέτης προσδιορίστηκε η ύπαρξη σύνθετων ισόμορφων ομάδων φάσεων καρβιδίων και καρβονιτριδίων του Ti και του Nb (composite isomorphic phase groups of Ti - Nb carbides and carbonitrides), υπομικροσκοπικού μεγέθους (submicron structured phases), οι οποίες συνεισφέρουν συστηματικά στη σκλήρυνση των μεταλλικών υλικών μέσω του μηχανισμού της παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών (dislocation pinning and dislocation entanglement effect).
5. Μέσω χρήσης της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ (X – Ray Diffractometry) ταυτοποιήθηκε και για τα τρία είδη χάλυβων μονάχα η φερριτική φάση. Τα υπόλοιπα μικρογραφικά συστατικά δεν απέδωσαν κορυφές Περιθλασης καθώς χαρακτηρίζονταν από λεπτοκρυσταλλική διάταξη, περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής και ετερογενή διασπορά. Βάσει της μελέτης του σχετικού λόγου των υψών των κύριων κορυφών Περιθλασης της φερριτικής δομής αποδόθηκε ισχυρότερη ένταση κρυστάλλωσης για τον χάλυβα X65 έναντι αυτής του χάλυβα X52.
6. Σε ότι αφορά στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των κραματικών συστημάτων των χάλυβων X52, X65 και X70, έπειτα από την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης, παρατηρήθηκε συστηματική αύξηση των απολύτων τιμών αυτής με τη επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (surface hardening mechanism induced by atomic hydrogen electrodiffusion effect during the in – situ hydrogen cathodic charging testing). Το παραπάνω φαινόμενο αποδίδεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (dislocation networks and Cottrell atmosphere interaction), στην ανάπτυξη υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (high volume fraction of V – H clusters) και στη δημιουργία εκτεταμένου στερεού διαλύματος

παρεμβολής του υδρογόνου εντός της μητρικής δομής (hydrogen substitutional solid solution). Οι παραπάνω παράγοντες λειτουργούν συνεργιστικά (synergistic effect) ως προς την αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient), του ορίου διαρροής και της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες των μεταλλικών υλικών.

7. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης σημειώθηκε και αντίστοιχη αύξηση του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου (atomic hydrogen desorption time) από τοπολογίες συστηματικής συσσώρευσης αυτού εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης. Το μεγαλύτερο βαθμό χρονικής υστέρησης κατά την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης τον παρουσίασε για κάθε επίπεδο φόρτισης ο χάλυβας X65, ενώ ο χάλυβας X52 χαρακτηρίστηκε από το μικρότερο χρονικό κατώφλι παραμονής σε ότι αφορά στην έναρξη του φαινομένου αυτού. Το τελευταίο στοιχείο αποδίδεται στο γεγονός ότι τα πολυάριθμα όρια κόκκων μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής για τον χάλυβα X65, τα οποία χαρακτηρίζονται από χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (low angle grain boundaries with small misorientation angle distribution factor), λειτουργούν ως ενεργά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, όπου δεν πραγματοποιείται επανασχηματισμός του μοριακού υδρογόνου αλλά ανάπτυξη ατμοσφαιρών Cottrell, με αποτέλεσμα να καθυστερεί κινηματικά η ολοκλήρωση του φαινομένου της εκρόφησης. Με λίγα λόγια ενώ στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 η ποσοστιαία συμμετοχή του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου είναι σημαντικά υψηλότερη από την αντίστοιχη για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 (όπως θα φανεί στη συνέχεια και από τα αποτελέσματα της Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης), το υδρογόνο αυτό εκροφάται ταχύτερα καθώς οι υπεράριθμες παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου στο χάλυβα X52 χαρακτηρίζονται από χαμηλότερο φράγμα δυναμικού και ενέργεια ενεργοποίησης (potential barrier and activation energy) σε σχέση με τις αντίστοιχες χαμηλότερου αριθμού αλλά υψηλότερου φράγματος δυναμικού παγίδες συσσώρευσης για τον χάλυβα X65. Σημειώνεται ακόμη ότι η χαμηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης και το φράγμα δυναμικού για τις παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου στο χάλυβα X52 αποδίδεται στη μη συνεκτική φύση των διεπιφανειών συνάφειας και την υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων των διαφόρων φάσεων και μικρογραφικών συστατικών (non-coherent inter phase boundaries with high misorientation angle distribution factor). Αντίστοιχα η υψηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης και το φράγμα δυναμικού για τις παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου στο χάλυβα X65 αποδίδεται στις ημι-συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας και τη χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων των διαφόρων φάσεων και μικρογραφικών συστατικών (semi-coherent inter phase boundaries with low misorientation angle distribution factor). Ο χάλυβας X70 χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές τόσο ως προς τον απαιτούμενο χρόνο για την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης όσο και ως προς τη ενέργεια ενεργοποίησης των παγίδων συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, καθώς στο μικρογραφικό ιστό αυτού η γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, οι παράγοντες Schmid και Taylor καθώς και ο συντελεστής ενδοτράχυνσης λαμβάνουν ενδιάμεσες τιμές μεταξύ των άλλων δύο κραματικών συστημάτων ανάλυσης.
8. Σε ότι αφορά στα βάθη διείδυσης παρατηρήθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης αυξάνει συστηματικά και με μη γραμμικό

τρόπο η έκταση που λαμβάνουν τα ηλεκτροπροωθούμενα μέτωπα διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electropulsed diffusion fronts of atomic hydrogen) εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης. Η μεγαλύτερη τιμή του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 και η ελάχιστη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52. Το τελευταίο στοιχείο σχετίζεται με το ότι η ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (electrodynamically controlled hydrogen migration effect) εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του χάλυβα X52 χαρακτηρίζεται ως ισχυρά παρεμποδιζόμενη, καθώς η θερμοδυναμική μεταστάθεια των φάσεων που τη δομούν και η υψηλή πυκνότητα των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών της ζωνώδους διάταξης, οδηγούν σε επαναλαμβανόμενη πέδηση και αντιστροφή των ροών ατομικού υδρογόνου (extended reversion and reversion of electrodiffusion fronts/atomic transfer barrier due to interphasial resistance).

9. Εφόσον η ανάπτυξη των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μέγεθος (time dependant value), μέσω χρήσης του δεύτερου νόμου του Fick (παραβολική έκφραση αυτού στη μία διάσταση) προσδιορίστηκαν οι συντελεστές διάχυσης και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης, στα δύο διαφορετικά επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (10 mA/cm^2 και 20 mA/cm^2). Σε κάθε περίπτωση ο συντελεστής διάχυσης παρατηρήθηκε να αυξάνει σταθερά με την ένταση του ηλεκτρικού πεδίου, ενώ κινηματικά ο ρυθμός μεταβολής αυτού χαρακτηρίστηκε ως μεγαλύτερος κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 , σε σύγκριση με τη μεταβολή που τον χαρακτηρίζει κατά τη μετάβαση από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 . Όπως ήταν αναμενόμενο οι υψηλότερες τιμές των συντελεστών διάχυσης αποδόθηκαν για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 και οι χαμηλότερες στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52.
10. Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου (surficial density of blisters) παρατηρήθηκε να αυξάνει γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για τα τρία είδη χαλύβων. Οι μικρότερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκαν συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, ο οποίος χαρακτηρίζεται από αυξημένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for atomic hydrogen migration process) και υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Αντίστοιχα ο χάλυβας X52 προσδιορίστηκε από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων (metastable phases), με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών.
11. Για τα τρία είδη χαλύβων (X52, X65, X70), έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με αυξανόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 , παρατηρήθηκε σημαντική διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών των φλυκταινών υδρογόνου. Και στις τρεις περιοχές ανάλυσης ενώ αρχικά οι φλύκταινες υδρογόνου χαρακτηρίζονταν από σφαιρική μορφολογία η οποία προσομοιάζε σε τρούλο (dome type morphology), αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και ετερογενή διασπορά, με

την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης παρατηρήθηκε η πυρηνοποίηση επιπεδοποιημένων σχηματισμών, με επιμήκη μορφολογία, στην επιφάνεια των οποίων αναπτύσσονταν αραιά δίκτυα μικρορωγματώσεων (nucleation of flattened and elongated blisters with microcracked surfaces). Επιπρόσθετα στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 διαπιστώθηκε η εκδήλωση της ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου μικρότερου μέσου μεγέθους επί της επιφανείας μεγαλύτερων φλυκταινών οι οποίες προϋπήρχαν, φαινόμενο το οποίο αναφέρεται στη διεθνή βιβλιογραφία με την ορολογία blistering or blistering effect. Τέλος οι φλύκταινες υδρογόνου παρατηρήθηκε ότι αναπτύσσονται περιμετρικά των τοπολογιών οι οποίες χαρακτηρίζονται ως ενεργειακά αναβαθμισμένες (thermodynamically upgraded microstructural locations), όπως αποτελούν τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων (triple junctions), λόγω της αυξημένης πυκνότητας των διαταραχών που τα χαρακτηρίζει, γεγονός το οποίο αποδεικνύεται μέσω εικόνων ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Διερχόμενης Δέσμης (Bright Field Images in High Resolution Transmission Electron Microscope).

12. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να μειώνεται συνεχώς και με γραμμικό τρόπο με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης. Η μεγαλύτερη τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκε για όλα τα πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης στον χάλυβα X65 και η μικρότερη στον χάλυβα X52. Ο υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής του εκφυλισμένου περλίτη, με τη μη συνεχή διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη ως προς τα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη για τον χάλυβα X65, οδηγεί στο σχηματισμό πολλαπλών πεδίων πυρηνοποίησης φλυκταινών υδρογόνου, οι οποίες κατά το στάδιο της ανάπτυξής τους συνενώνονται με αποτέλεσμα την πάχυνση τους (blistering coalescence and growth process). Αντίθετα η υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των φερριτικών, των μπαινιτικών και των περλιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52 δεν επιτρέπει την εκδήλωση αντίστοιχων μηχανισμών κατά το στάδιο της ανάπτυξης των φλυκταινών υδρογόνου, με αποτέλεσμα τα πολυάριθμα φύτρα αυτών (blisters nuclei) να μεγεθύνονται μεμονωμένα στον βαθμό που επιτρέπουν οι συνθήκες γειτνίασης με τα υπόλοιπα μικρογραφικά συστατικά (neighboring microstructural conditions).
13. Μέσω παρατήρησης εικόνων Δευτερογενών Ηλεκτρονίων σε Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (Secondary Electron Images in Scanning Electron Microscope) προσδιορίσθηκε η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και η πορεία διάδοσης των μικρορωγματώσεων (crack path trajectory) και για τα τρία είδη χαλύβων, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 20 mA/cm^2 . Σε κάθε περίπτωση παρατηρήθηκε η τεθλασμένη πορεία διάδοσης των διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή (microcrack branching and deflected propagation paths/ stepwise microcracking mode). Οι μικρορωγματώσεις αυτές διαπιστώθηκε ότι αναπτύσσονται περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων (non – metallic inclusion and hydride nucleation sites), όπου πραγματοποιείται τοπική ενισχυτική υπέρθεση του πεδίου των τάσεων (reinforcing superposition of local stresses), λόγω υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (supersaturation of crystal lattice). Η μέση απόσταση μεταξύ των ψαθυροποιητικών αυτών

σηματισμών καθορίζει το ελεύθερο μήκος προώθησης της ρωγμής μέχρι το επόμενο σημείο εκτροπής της πορείας διάδοσής της. Τέλος στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 διαπιστώθηκε η εκτεταμένη ανάπτυξη διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων, τα οποία συνενώνονταν υπό τη μορφή διευρυμένων καναλιών (broadened and extended channels by microcrack coalescence process), ενώ στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 το φαινόμενο παρατηρήθηκε να περιορίζεται σε τοπική μόνο κλίμακα.

14. Μέσω μελέτης των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας ταυτοποιήθηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός πεδίου καθοδική πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 10 mA/cm² και τα 20 mA/cm², η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων (hydride phase groups) με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeH₃ (stoichiometric chemical ratio). Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε μείωση της έντασης κρυστάλλωσης (intensity of crystallinity) των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής δομής σε σύγκριση με τα αρχικά δοκίμια, καθώς και μετατόπιση αυτών σε χαμηλότερες γωνίες Περίθλασης μέσω της μεθόδου Rietveld, γεγονός το οποίο αποδίδεται στην ανάπτυξη ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα.
15. Η μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων αποδόθηκε συστηματικά για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 και η μικρότερη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65. Ο προσδιορισμός των τιμών πραγματοποιήθηκε μέσω Στερεοσκοπίου σε πολλαπλές ομάδες αναλυόμενων περιοχών έκτασης 0,5 cm². Πιο συγκεκριμένα έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm², στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, μετρήθηκε κατά μέσο όρο πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων της τάξης των 24 μικρορωγμών ανά cm², τιμή ιδιαίτερα υψηλή η οποία επιβεβαιώνει την ισχυρή επιδεκτικότητα του δεδομένου κραματικού συστήματος στην ανάπτυξη φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking Sensitivity). Η υψηλή πυκνότητα των ακινητοποιημένων δικτύων των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών (entanglement of dislocation network at non-coherent inter phase boundaries) οδηγεί στην ανάπτυξη υψηλών κινηματικών τελεστών πέδησης για το μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης (high kinematic resistance coefficients for electrodiffusion process), με αποτέλεσμα τη συνεχή αντιστροφή των ροών διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (reversed electropulsed flows of atomic hydrogen), την ανάπτυξη ισχυρών πεδίων συσσώρευσης των τάσεων και την εκδήλωση της μικρορωγματώσης. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη πολυάριθμων ορίων κόκκων ημι – συνεκτικού τύπου μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής, με χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, καθώς και από την αυξημένη ποσοστιαία συμμετοχή νησίδων εκφυλισμένου περλίτη. Τα παραπάνω μικρογραφικά χαρακτηριστικά δικαιολογούν την ανάπτυξη εύκολα μετακινούμενων δικτύων διαταραχών (dislocation networks with high mobility), τα οποία λειτουργούν ως ενεργά κανάλια μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (active channels for hydrogen migration effect), περιορίζοντας καταυτόν τον τρόπο τη παγίδευσή του, η οποία θα οδηγούσε σε ανάπτυξη υψηλών μερικών πιέσεων σε υπερσυμπιεσμένες κοιλότητες υδρογόνου και στην εκκίνηση δικτύων μικρορωγματώσεων (microcrack branched networks).

16. Ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X52, ο οποίος χαρακτηρίζεται από τους χαμηλότερους συντελεστές διάχυσης και περιορισμένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου, λόγω της αυξημένης πυκνότητας των ακινητοποιημένων δικτύων των διαταραχών (immobilized dislocation networks), παρουσιάζει αυξημένη τάση για συστηματική συσσώρευση του μοριακού υδρογόνου σε σχηματισμούς τύπου φλύκταινας. Άμεση συνέπεια του παραπάνω γεγονότος αποτελεί η εξαιρετικά υψηλή τιμή της μερικής πίεσης του υδρογόνου που αναπτύσσεται σε ενεργειακά αναβαθμισμένα σημεία του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, με αποτέλεσμα την εκρηκτική εκτόνωση αυτής κατά τη στιγμή της διάρρηξης των φλυκταινών υδρογόνου, την τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και την εκκίνηση της διάδοσης δικτύων μικρορωγματώσεων. Για το κραματικό αυτό σύστημα σημειώνονται και οι μεγαλύτερες τιμές σε ότι αφορά στο μέσο μήκος και στο μέσο πλάτος των μικρορωγματώσεων, για τα δύο πεδία τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Αντίθετα το κραματικό σύστημα του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από τα μικρότερα πλάτη και μήκη ανάπτυξης των δικτύων των μικρορωγματώσεων, καθώς η χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των λεπτοκρυσταλλικών φερριτικών και μπαινιτικών κόκκων, οδηγεί στη δημιουργία πολυάριθμων καναλιών “εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου” (grain and interphase boundary diffusion), με αποτέλεσμα να μην προκαλείται υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο και να αποφεύγεται ο συγκερασμός των μικροπλαστικών ζωνών και των ταινιών ολίσθησης (accumulation of microplastic bands and sliding strips). Κατ’ αυτόν τον τρόπο η εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγματώσης λαμβάνει μικρότερη έκταση και ένταση στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65 συγκριτικά με το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, ενώ ο χάλυβας X70 χαρακτηρίζεται από ενδιάμεσες τιμές καθώς η ηλεκτροκινητική – ηλεκτροδυναμική του απόκριση βρίσκεται σε κάθε περίπτωση μεταξύ αυτής των άλλων δύο κραματικών συστημάτων μελέτης.
17. Και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης των χαλύβων X52, X65 και X70 παρατηρήθηκε συνεχής αυξητική τάση ως προς τη μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας συναρτήσεως της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Ο υψηλότερος ρυθμός μεταβολής των τιμών της επιφανειακής τραχύτητας παρατηρήθηκε για τον χάλυβα X52 κατά τη μετάβαση από πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm^2 σε αυτή των 20 mA/cm^2 , ενώ για τον χάλυβα X65 κατά τη μετάβαση από την αφόρτιση κατάσταση σε αυτή της καθοδικά πολωμένης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 10 mA/cm^2 . Πιο συγκεκριμένα ο ρυθμός μεταβολής της επιφανειακής τραχύτητας για τον χάλυβα X52, μεταξύ του πεδίου τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης των 10 mA/cm^2 και των 20 mA/cm^2 , παύει να είναι γραμμικός και περιγράφεται από μια καμπύλη με σχεδόν εκθετική μορφή. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί στην ενεργοποίηση – επανακινητοποίηση πολλαπλών δικτύων διαταραχών (dislocation forests) στις μη συνεκτικές διεπιφάνειες μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52, λόγω της εντατικοποίησης του πεδίου της ηλεκτροδυναμικής πόλωσης σε συνδυασμό με την καμπτική καταπόνηση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης (activated dislocation networks and remobilization phenomenon due to the synergistic effect of electrodynamic field and slow strain rate plasticity). Καθώς όμως η γεωμετρία του πεδίου δεν είναι ισότροπη, η ενεργοποίηση αυτή πραγματοποιείται ανομοιόμορφα στο τρισδιάστατο σύστημα αξόνων, με αποτέλεσμα τα δίκτυα αυτά των

διαταραχών, που αποτελούν ενεργούς φορείς μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου, να αλληλομπλοκάρονται και να παρεμποδίζεται η περαιτέρω μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου. Κατά συνέπεια δημιουργούνται πολλαπλά σημεία τα οποία λειτουργούν ως παγίδες συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου, το οποίο σε περιορισμένο χρονικό διάστημα μετασχηματίζεται στη μοριακή του μορφή. Το μοριακό υδρογόνο είτε οδηγεί στο σχηματισμό φλυκταινών υδρογόνου και ατμοσφαιρών Cottrell, είτε συμμετέχει στην ανάπτυξη υδριδίων, με αποτέλεσμα να αποδίδει μια εκθετική αύξηση στις τιμές της επιφανειακής τραχύτητας για τον χάλυβα X52. Οι υψηλότερες όμως απόλυτες τιμές της τραχύτητας που σημειώνονται για τον χάλυβα X65, συγκριτικά με τις αντίστοιχες του χάλυβα X52, αποδίδονται περισσότερο στην επίδραση που έχει η μηχανική καταπόνηση στη μικρογεωμετρία της επιφάνειας παρά η καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος. Πιο συγκεκριμένα ο χάλυβας X65 χαρακτηρίζεται από υψηλότερο συντελεστή ενδοτράχυσσης (work hardening coefficient), συντελεστή Schmid και βαθμό ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor) σε σχέση με τον χάλυβα X52, με αποτέλεσμα να αναπτύσσονται στα επιφανειακά στρώματα ροϊκές γραμμές από την παραμόρφωση του υλικού (deformation flaws), οι οποίες αυξάνουν το επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο (topographic relief).

18. Μέσω Φασματοσκοπίας Θερμικής Εκρόφησης (Thermal Desorption Spectroscopy) προσδιορίστηκε η συγκέντρωση του μοριακού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό των χαλύβων X52 και X65 έπειτα από τη σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD υπό τη συνδυασμένη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης. Συγκεκριμένα για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X52 προσδιορίστηκε για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 10 mA/cm^2 περιεκτικότητα προσροφημένου υδρογόνου 2.4 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2 η περιεκτικότητα υδρογόνου έφθασε τα 5.7 ppm. Αντίστοιχα για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X65 προσδιορίστηκε έπειτα από καθοδική πόλωση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 10 mA/cm^2 περιεκτικότητα υδρογόνου 1.2 ppm, ενώ για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2 η περιεκτικότητα υδρογόνου έφθασε τα 1.9 ppm.
19. Έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, τόσο για δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρήθηκε συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα για τον χάλυβα X52 έναντι αυτής των χαλύβων X65 και X70. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ο ρυθμός μεταβολής της μείωσης της δυσθραυστότητας κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για τον χάλυβα X52. Το στοιχείο αυτό αποδίδεται στη διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των ατελειών στα μικροδομικά συστατικά εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X52 έναντι αυτών των χαλύβων X65 και X70. Το στοιχείο αυτό αποδίδεται στη διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των ατελειών στα μικροδομικά συστατικά εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X52 έναντι αυτών του χάλυβα X65. Πιο συγκεκριμένα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα

X52 λειτουργούν ως ισχυρά κέντρα παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (trapping centers of atomic hydrogen), οδηγώντας στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (supersaturation of crystal structure) και στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (reinforcing superimposition of microplastic strain fields). Κατά συνέπεια παρατηρείται συστηματική πτώση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for the migration effect of atomic hydrogen), ιδιαίτερα σε διευθύνσεις κάθετες ως προς τον άξονα συμμετρίας της ζωνώδους διάταξης, με αποτέλεσμα να πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και να εκδηλώνεται η αστοχία για χαμηλότερα πεδία τιμών πλαστικής παραμόρφωσης από τα αναμενόμενα. Ταυτόχρονα σημειώνεται ότι λόγω της ανισοτροπίας που εισάγεται ως επιπρόσθετος παράγοντας στο μεταλλουργικό σύστημα μέσω της ζωνώδους διάταξης, παράλληλα με την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – μπαινιτικών περιοχών και σε ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες των νησίδων του ανώτερου μπαινίτη, λαμβάνει χώρα και ο μηχανισμός της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαμέσου των διεπιφανειών φερρίτη – περλίτη και των φερριτικών νησίδων (ferritic colonies). Αυτή η ανομοιομορφία ως προς τη χωρική κατανομή των πεδίων συσσώρευσης και των περιοχών εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου οδηγεί σε μια επιπρόσθετη αποδυνάμωση και υποβάθμιση της μηχανικής ακεραιότητας του δεδομένου κραματικού συστήματος (mechanical degradation, ductility loss and reduction of mechanical integrity).

20. Αναφορικά με το ρυθμό μεταβολής της μείωσης των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα λόγω της ψαθυροποίησης υδρογόνου υπολογίσθηκαν και για τα τρία κραματικά συστήματα τα ακόλουθα:

➤ Χάλυβας X52

Για το μέγεθος K_Q από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,76 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 15,29 %.

Για το μέγεθος J από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 27,59 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 49,53 %.

Για το μέγεθος δ από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 8,77%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 18,51%.

➤ Χάλυβας X70

Για το μέγεθος K_{Ic} από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,15 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,50 %

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 16,98 % ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 44,58 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 6,36%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 12,41 %.

➤ Χάλυβας X65

Για το μέγεθος K_{Ic} από αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 4,51 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,93 %

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 13,69 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 36,71 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,44%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 6,71 %.

21. Οι θραυσιγενείς επιφάνειες των δοκιμών χάλυβα X52, X65 και X70, τα οποία είχαν υποβληθεί σε σύνθετη μηχανική καταπόνηση CTOD σε περιβάλλον αέρα, (χωρίς δηλαδή τη συνδυασμένη επίδραση καθοδικής πόλωσης σε υδρογονωμένο περιβάλλον), χαρακτηρίστηκαν από τα ακόλουθα στοιχεία: Η περιοχή η οποία είχε υποβληθεί σε σταδιακή κοπωτική φόρτιση με στόχο την ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής (fatigue precrack) παρουσίασε σε μικροσκοπικό επίπεδο την ανάπτυξη διαδοχικών μορφολογιών τύπου 'μικροραβδώσεων' (striations), οι οποίες δημιουργούνται λόγω της συνεχούς εισχώρησης και εξώθησης των κρυσταλλογραφικών επιπέδων εύκολης ολίσθησης (easy shear planes), τα οποία ενεργοποιούνται κατά τη διάρκεια της δυναμικής καταπόνησης. Αναφέρεται ακόμη ότι κάτω από πανομοιότυπες συνθήκες επιβολής της δυναμικής φόρτισης, οι μικροραβδώσεις αυτές χαρακτηρίζονταν από μικρότερα πλάτη ανάπτυξης και αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης στα μέτωπα διάδοσης της κόπωσης (beachmarks arrangements during fatigue loading) για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65. Το γεγονός αυτό

αποδίδεται στην υψηλότερη ολκιμότητα που παρουσιάζει το δεδομένο κραματικό σύστημα έναντι του χάλυβα X52. Κατά αντίστοιχο ακριβώς τρόπο τα καμπύλα μέτωπα αποσχιστικής διάτμησης (radial quasi – cleavage facets) που αναπτύσσονται στην απόληξη της εγκοπής, κατά την εκκίνηση των μικρομηχανισμών που λαμβάνουν χώρα στη διάρκεια της κόπωσης, χαρακτηρίστηκαν από μικρότερα πλάτη έκτασης και μεγαλύτερη συχνότητα εναλλαγής στην επιφάνεια θραύσης του χάλυβα X65 έναντι αυτής του χάλυβα X52. Η παραπάνω παρατήρηση αποδίδεται στον μικρό αριθμό των σημείων πέδησης και παρεμπόδισης της μετακίνησης των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και των ταινιών Ludders για τον χάλυβα X65 (impingement locations of microplastic and shear sliding bands). Κατά συνέπεια για το συγκεκριμένο μικρογραφικό ιστό η υπέρβαση της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (critical resolved shear stress_{crss}) σε τοπική κλίμακα είναι συνεχής και τα φαινόμενα πλαστικής διαρροής χαρακτηρίζονται από μεγαλύτερη έκταση και ένταση. Για τις περιπτώσεις δοκιμών όπου η ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής πραγματοποιήθηκε στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, οι προαναφερθέντες σχηματισμοί χαρακτηρίζονταν από περιορισμένο κλασματικό όγκο συμμετοχής και εντονότερο τοπογραφικό ανάγλυφο. Η παρατήρηση αυτή σχετίζεται με τον ‘λιγότερο όλκιμο’ χαρακτήρα που παρουσιάζει ο χάλυβας X52 σε σχέση με τον χάλυβα X65 ακόμα και σε περιπτώσεις που δεν έχει πραγματοποιηθεί ηλεκτροχημική διέγερση μέσω καθοδικής πόλωσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα. Γίνεται εύκολα κατανοητό πως οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις (non – coherent inter phase regions into the banded structure), οι οποίες χαρακτηρίζονται από υψηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων (high angle misorientation distribution factor), οδηγούν σε επαναλαμβανόμενη παρεμπόδιση της μετακίνησης των διαταραχών (immobilization of dislocation networks due to impingement effect), προκαλώντας μείωση του συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient) και του συντελεστή ευαισθησίας ως προς τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (strain rate sensitivity factor) και ανομοιογένεια ως προς την κατανομή των συντελεστών Schmid και Taylor. Επιπρόσθετα για το μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, η επιφάνεια μετάβασης μεταξύ της περιοχής που είχε υποβληθεί σε κόπωση και αυτής που είχε υποστεί καμπτική καταπόνηση (stretch zone), χαρακτηρίζεται από περιορισμένο πλάτος έκτασης, μη ευθύγραμμη πορεία διάδοσης (deflection points of stretch zone propagation path) και παρουσία αραιών δικτύων μικρορωγματώσεων στην επιφάνειά της. Αναφορικά με την περιοχή η οποία είχε αστοχήσει λόγω καμπτικής καταπόνησης σε περιβάλλον αέρα, για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, παρατηρήθηκε η ανάπτυξη ισοαξονικών κρατήρων (equiaxed dimples), με μεγαλύτερο όμως μέσο μέγεθος και ετερογενή διασπορά συγκριτικά με τους κρατήρες που αναπτύχθηκαν στην αντίστοιχη περιοχή για το κραματικό σύστημα του χάλυβα X65.

22. Έπειτα από τη μελέτη των θραυσιγενών επιφανειών μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης παρατηρήθηκε και για τα τρία είδη χαλύβων ότι με την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης και την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm²) αυξάνει σημαντικά ο κλασματικός όγκος συμμετοχής των ψαθυροποιημένων περιοχών (embrittling features), ενώ μειώνεται η ποσοστιαία συνεισφορά των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης (ductile fractured surfaces). Πιο συγκεκριμένα για τη μέγιστη τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm²), κατά τη διάρκεια της ελαστικής προφόρτισης και της

συνακόλουθης καμπτικής καταπόνησης, διαπιστώθηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD, η ανάπτυξη πολλαπλών πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού (fish-eye morphology). Οι μικροδιακενώσεις αυτές αναπτύσσονται παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoplastic deformation axis) και περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων (heterogeneous nucleation site sat non – metallic inclusions and hydride phases). Παράλληλα παρατηρήθηκε η διάδοση διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή, οι οποίες είχαν ως σημεία εκκίνησης τις περατωτικές απολήξεις των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (σουλφίδια/MnS και οξειδία/Al₂O₃). Στα σημεία αυτά πραγματοποιείται τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (hydrogen supersaturation) με αποτέλεσμα την τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (reinforcing super imposition of microplastic sliding fields) και την υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (localized excess of critical stress intensity factor). Ενισχυτικά ως προς την κινητική της διάδοσης των μικρορωγματώσεων, έπειτα από την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης σε ηλεκτρολυτικό περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα, διαπιστώθηκε ότι λειτουργούν και οι ψαθυροποιητικές ομάδες φάσεων, που αποτελούνται από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη (MAs microconstituents). Οι ψαθυροποιητικές αυτές φάσεις αναπτύσσονται παράλληλα στα πεδία μικροδιαφορισμού των κραματικών στοιχείων Ni, Nb, Ti, Al, Mn.

23. Και για τα τρία είδη κραματικών συστημάτων, η περιοχή των δοκιμών η οποία είχε υποβληθεί σε καμπτική καταπόνηση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, φάνηκε να χαρακτηρίζεται από μειωμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής κρατήρων, με περιορισμένο βάθος έκτασης, ετερογενή διασπορά και επιμήκη μορφολογία (heterogeneous dispersion of flattened – elongated and stretched dimples). Όπως ήταν αναμενόμενο οι ενδείξεις της ψαθυροποίησης και για αυτήν την περιοχή ήταν εντονότερες στο κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, όπου οι κρατήρες χαρακτηρίζονταν από γωνιώδεις απολήξεις ενώ ταυτόχρονα παρατηρήθηκε και η εκδήλωση του μηχανισμού της συνένωσης των μικροκενών (micronoid coalescence), ο οποίος συνεισφέρει σημαντικά στη μετέπειτα αστοχία του υλικού (delayed fracture). Αναφορικά με την περιοχή η οποία είχε υποβληθεί σε ελεγχόμενη προρωγμάτωση μέσω σταδιακής κοπτικής φόρτισης σε περιβάλλον αέρα δεν υπήρξαν διαφοροποιήσεις σε σχέση με τα δοκίμια αναφοράς καθώς η παραμετροποίηση των συνθηκών ως προς την επιβολή της φόρτισης παρέμεινε πανομοιότυπη. Βάσει της διεθνούς βιβλιογραφίας γνωστοποιείται φυσικά ότι εάν το προστάδιο της κόπωσης λάμβανε χώρα σε ηλεκτρολυτικό περιβάλλον καθοδικής πόλωσης, με υψηλή συγκέντρωση σε υδρογονοκατιόντα, τα μέτωπα διάδοσης της κόπωσης θα χαρακτηρίζονταν από μικρότερα πλάτη, εντονότερη επιπεδότητα και στυλπνότητα, ενώ ταυτόχρονα δε θα σχηματίζονταν μικροραβδώσεις (striations) λόγω της παρεμποδιζόμενης εκδήλωσης της τοπικής πλαστικότητας (hydrogen-impeded localized plasticity).

5. ΣΥΝΟΛΙΚΑ ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

I. Μελέτη ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου ανομοιογενών κραμάτων αλουμινίου συγκολλημένων μέσω της τεχνικής Friction Stir για γραμμές μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης (gas insulated high voltage lines) και πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου (drilling and casing structures, platforms in offshore sectors mainly for assembling).

- Σε ότι αφορά στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων των αρχικών υλικών αυτό προσδιορίστηκε ίσο με 35 μm και 120 μm για τα κραματικά συστήματα AA5083-H111 και AA6082-T6 αντίστοιχα. Επιπλέον παρατηρήθηκε σημαντική αύξηση των ανωτέρω τιμών εντός των θερμικά επηρεασμένων ζωνών μετά τη διεξαγωγή της συγκόλλησης FSW AA5083-AA6082 λόγω της ανάπτυξης υψηλού θερμοκρασιακού πεδίου και τη συνεπαγόμενη εκδήλωση φαινομένων αποκατάστασης και ανακρυστάλλωσης (recovery and recrystallization phenomena). Έτσι το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της ΘΕΖ στην προωθούμενη πλευρά (AA5083-H111 HAZ) μετρήθηκε ίσο με 42 μm, ενώ για τη ΘΕΖ της υποχωρούσας πλευράς (AA6082-T6 HAZ) βρέθηκε να είναι ίσο με 234 μm. Τέλος, σε αντίθεση με ότι παρατηρήθηκε για τις υπόλοιπες ζώνες της συγκόλλησης, η ταυτόχρονη επιβολή υψηλών διατμησιακών παραμορφωσιακών πεδίων εντός της ζώνης ανάδευσης και η συνακόλουθη ανάπτυξη του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (dynamic recrystallization) οδήγησε στο σχηματισμό μίας εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλικής δακτυλιοειδούς δομής (alternated semicircular banded structure), με τη συμμετοχή των δύο προς συγκόλληση κραμάτων (μεγαλύτερο ποσοστό του κράματος AA5083-H111 έναντι του AA6082 – T6) και μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων 9 μm.
- Για το αρχικό κράμα AA5083-H111 ταυτοποιήθηκε η ύπαρξη εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού της ψαθυροποιητικής φάσης Al_3Mg_2 καθώς και των ομάδων φάσεων στερεοποίησης Al_6Mn και α $Al(Fe, Mn, Cr, Si)$ μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων EDS και της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ. Σε ότι αφορά στο κράμα AA6082-T6 η λεπτοκρυσταλλική ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης (ενδιάμεσο μετασταθές κατακρήμνισμα) Mg_5Si_6 ταυτοποιήθηκε μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ λόγω του υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής της ενώ ακόμη επιβεβαιώθηκε η ύπαρξή της και μέσω της Περιθλασιμετρίας Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD). Τέλος η φάση ισορροπίας Mg_2Si έπειτα από τη διεξαγωγή των φαινομένων διαλυτοποίησης – επανακατακρήμνισης εντός της ζώνης ανάδευσης (dissolution – reprecipitation) ταυτοποιήθηκε έμμεσα μέσω της μείωσης της σκληρότητας, καθώς η ίδια χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής και ετερογενή διασπορά.
- Για το κράμα AA5083-H111 έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου, παρατηρήθηκε αναφορικά με την αύξηση της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες του υλικού και τη διεύρυνση του πεδίου της ηλεκτροδιάχυσης εντός του μικρογραφικού ιστού, ότι η κρίσιμη παράμετρος η οποία ευαισθητοποιεί το σύστημα έως και τα 50 mA/cm² είναι η πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Για το συγκεκριμένο πεδίο τιμών της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος το δεδομένο υλικό χαρακτηρίστηκε, εν συγκρίσει με τα υπόλοιπα κραματικά συστήματα (AA6082 – T6, StirZone), από υψηλότερη τιμή του συντελεστή διάχυσης,

καθώς η ενδοτραχυμένη δομή με την αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των δικτύων των διαταραχών, μέσω των μηχανισμών HELP (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity) και AIDE (Adsorption – Induced Dislocation Emission) ευνοεί την ηλεκτροκινητική προώθηση του μετώπου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου. Αντιθέτως, με την υπέρβαση της τιμής των 50 mA/cm² η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου συνεχίζουν να αυξάνουν εντονότερα με τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης για δεδομένη τιμή της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης. Το γεγονός αυτό οφείλεται στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος λόγω της δημιουργίας υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (hydrogenated vacancies) και ατμοσφαιρών Cottrell, παρεμποδίζοντας έτσι τη μετακίνηση των δικτύων των διαταραχών και καθιστώντας τες πλέον μη ενεργά κανάλια διάχυσης (Immobilization of dislocation networks and deactivation of main diffusivity channels). Κατά συνέπεια η μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου (migration effect) εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος αρχίζει να λαμβάνει χώρα μέσω ενός μηχανισμού αλμάτων (hopping mechanism) ο οποίος είναι ισχυρά χρονοεξαρτώμενος.

- Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης διαπιστώθηκε συνεχής αύξηση του βάθους διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου και εντός της κρυσταλλικής δομής του κράματος AA6082-T6. Επιπρόσθετα τόσο η μικροσκληρότητα στις επιφανειακές στιβάδες του AA6082 – T6 όσο και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού κρίθηκε ότι μεγιστοποιούνται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης της τάξης των 80 mA/cm², ενώ ταυτόχρονα ο ρυθμός μεταβολής της αύξησης των ανωτέρω μεγεθών λάμβανε τη μεγαλύτερη τιμή του κατά τη μετάβαση από τα 50 στα 80 mA/cm². Τέλος, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 80 mA/cm² το κράμα AA6082-T6 χαρακτηρίστηκε εν συγκρίσει με τα υπόλοιπα μεταλλουργικά συστήματα από υψηλότερο συντελεστή διάχυσης του ατομικού υδρογόνου καθώς η χονδροκρυσταλλική μητρική περιοχή επιδρά θετικά ως προς την ηλεκτροκινητική προώθηση των ροών ατομικού υδρογόνου μέσω των διευρυμένων περιοχών των ορίων των κόκκων (electrokinetically pulsed atomic hydrogen fluxes through intergranular regions). Άλλωστε όπως είναι γνωστό σε κρυσταλλικές δομές οι οποίες δε χαρακτηρίζονται από λεπτοκρυσταλλική διάταξη δεν παρατηρείται παρεμπόδιση της μετανάστευσης του υδρογόνου λόγω της ύπαρξης πολλαπλών σημείων ‘συνεύρεσης’ των ορίων των κόκκων (diminishing of electromigration phenomenon due to grain boundary cross effect).
- Για επιβαλλόμενες πυκνότητες έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης έως και τα 50 mA/cm² η κρίσιμη παράμετρος η οποία διαπιστώθηκε ότι ευαισθητοποιεί το κραματικό σύστημα AA6082-T6 σε ότι αφορά στην επιφανειακή αύξηση της μικροσκληρότητας και στη διεύρυνση των ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου ήταν η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης. Αντίθετα, με την υπέρβαση των 50 mA/cm² η επιφανειακή μικροσκληρότητα και το βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου αύξαναν περισσότερο με την πυκνότητα έντασης ρεύματος της καθοδικής πόλωσης.

- Τέλος σε ότι αφορά στη ζώνη ανάδευσης εκείνη παρουσίασε υψηλούς συντελεστές διάχυσης για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, φαινόμενο το οποίο αποδίδεται στον αυξημένο βαθμό μεταστάθειας που χαρακτηρίζει τη δομή αυτή (ενεργειακά αναβαθμισμένη περιοχή) λόγω της παρατεταμένης επιβολής ισχυρών διατμησιακών παραμορφώσεων κατά τη διάρκεια της διεργασίας FSW. Επιπλέον, η ηλεκτροκινητική απόκριση του δεδομένου κραματικού συστήματος φάνηκε να ακολουθεί μέχρι τα 50 mA/cm² εκείνη του AA5083-H111 ενώ για υψηλότερα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης διαπιστώθηκε ότι βαίνει σύμφωνα με την ηλεκτροχημική συμπεριφορά του κράματος AA6082-T6. Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η δεδομένη περιοχή για όλες τις συνθήκες καθοδικής πόλωσης καθίσταται υποκινούμενη και ευαίσθητοποιείται ηλεκτροδυναμικά κατά κύριο λόγο από την πυκνότητα έντασης ρεύματος, ενώ η χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου της ηλεκτροχημικής διέγερσης επενεργεί μονάχα ως σταθεροποιητική ηλεκτροκινητική και ηλεκτροδυναμική παράμετρος.
- Μέσω των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας για το κραματικό σύστημα AA5083 – H111 έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm² και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες, ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Επιπλέον, μέσω διακριτοποίησης των κορυφών Περίθλασης του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου (deconvolution of diffraction peaks), διαπιστώθηκε μετατόπιση της κύριας κορυφής Περίθλασης προς τα αριστερά κατά 0.06° και των δευτερευουσών κορυφών Περίθλασης κατά 0.04°. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την ανάπτυξη ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων εντός του εδροκεντρωμένου κυβικού πλέγματος του αλουμινίου (ωστενιτικού τύπου δομή) λόγω της ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενης προώθησης των μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού (electrodynamically controlled atomic hydrogen migration effect).
- Όπως παρατηρήθηκε και για το κράμα AA5083-H111 έτσι και για το καθοδικά πολωμένο δοκίμιο του κράματος AA6082-T6 ταυτοποιήθηκε μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Στη συνέχεια μέσω διακριτοποίησης των κορυφών Περίθλασης για τη μητρική φάση του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου διαπιστώθηκε μετατόπιση της πρώτης εξ' αυτών προς τα αριστερά κατά 0.042° και των δευτερευουσών κορυφών Περίθλασης κατά 0.02°. Το γεγονός αυτό συνδέεται άμεσα με το μικρότερο βάθος διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου που επιτυγχάνεται για το δεδομένο κραματικό σύστημα καθώς και με την ανάπτυξη θλιπτικών παραμενουσών τάσεων μικρότερης έντασης και έκτασης σε σύγκριση με το μεταλλουργικό σύστημα του AA5083-H111.
- Μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ ταυτοποιήθηκε και για το μικρογραφικό ιστό της ζώνης ανάδευσης, έπειτα από την καθοδική πόλωση αυτής εντός πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης (50 mA/cm², 4 ώρες), η συμμετοχή ομάδων φάσεων υδριδίων με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH₃. Φυσικά με υψηλότερο κλασματικό όγκο συμμετοχής ως προς το σχηματισμό των υδριδίων κρίθηκε ότι συμβάλλει το κραματικό σύστημα το οποίο για τις δεδομένες συνθήκες καθοδικής πόλωσης έχει αποδειχθεί ως περισσότερο επιρρεπές στην εκδήλωση του συγκεκριμένου φαινομένου (hydrideformation), δηλαδή το AA5083 – H111. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε για τη

ζώνη ανάδευσης μετατόπιση της κύριας κορυφής Περίθλασης του στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου προς μικρότερα εύρη γωνιών κατά 0.05° , ενώ αντίστοιχα οι δευτερεύουσες κορυφές Περίθλασης διαπιστώθηκε ότι μετατοπίσθηκαν κατά 0.034° . Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η ζώνη ανάδευσης παρουσιάζει ενδιάμεση απόκριση μεταξύ αυτής των αρχικών κραμάτων AA5083 – H111 και AA6082 – T6 σε ότι αφορά στη διεύθυνση του ατομικού υδρογόνου στο μικρογραφικό ιστό και στην τάση που παρουσιάζει το δεδομένο θερμοδυναμικό σύστημα για την πυρηνοποίηση – ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων (μεταβολή της πρότυπης ελεύθερης ενθαλπίας σχηματισμού ΔG^0 και χημική συγγένεια Al – H βάσει των διαγραμμάτων Ellingham).

- Έπειτα από τη διεξαγωγή των πειραμάτων εφελκυστικής φόρτισης παρατηρήθηκε ότι για επιβαλλόμενες συνθήκες καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2 , 4 ώρες εντός του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου διάχυσης του ατομικού υδρογόνου ο μηχανισμός ψαθυροποίησης ο οποίος εκδηλώνεται στον μικρογραφικό ιστό του συγκολλημένου δοκιμίου είναι αυτός των ελαστικών αλληλεπιδράσεων μεταξύ των ατελειών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (H-elastic Shielding). Αντίστοιχα για επιβαλλόμενο πεδίο τιμών της ηλεκτροχημικής διέγερσης 50 mA/cm^2 και 2 ώρες, επικρατέστερος θεωρήθηκε ο μηχανισμός της αύξησης της εσωτερικής μερικής πίεσης (Internal Pressure Theory), ο οποίος λειτουργεί συνεργιστικά με την ανάπτυξη επιφανειακών σχηματισμών τύπου φυσαλίδας (blistering effect) και τη διάδοση μικρορωγματώσεων (HIC). Για συνθήκες καθοδικής πόλωσης 50 mA/cm^2 και 4 ώρες τα κυρίαρχα φαινόμενα που ενεργοποιούν την εκδήλωση της ψαθυροποίησης κρίθηκε ότι είναι η πυρηνοποίηση - ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων (hydride precipitation) με στοιχειομετρική χημική αναλογία AlH_3 και η μείωση της διασυνδετικής συνάφειας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (HEDE), λόγω της παγίδευσης μοριακού υδρογόνου σε περιοχές κατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης σκλήρυνσης Mg_5Si_6 . Σε ότι αφορά στην ανάπτυξη ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης τα 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης τις 2 ώρες, παρατηρήθηκε να ενισχύεται δραστικά η εκδήλωση της ψαθυρής συμπεριφοράς μέσω της ικανοποίησης δύο κυρίαρχων μηχανισμών, αυτού που σχετίζεται με τη ρήξη της κρυσταλλογραφικής συνάφειας λόγω του φαινομένου της ηλεκτροδιάχυσης (HEDE) και αυτού που ενισχύει την τοπική πλαστικότητα εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος μέσω της ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης και της αύξησης της ταχύτητας μετακίνησης των δικτύων των διαταραχών (HELP). Τέλος, στην περίπτωση εφαρμογής των πιο ακραίων συνθηκών της ηλεκτροχημικής διέγερσης, με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής τις 4 ώρες εντός ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατίοντα, παρατηρήθηκε εκθετική αύξηση της εκδήλωσης των φαινομένων ψαθυροποίησης, η οποία αποδόθηκε στη συνεργιστική δράση των περισσότερων εκ των προαναφερθέντων μικρομηχανισμών (HELP, HEDE, HIC, blistering effect, hydride formation).
- Πιο συγκεκριμένα στην περίπτωση των συγκολλημένων δοκιμίων τα οποία είχαν υποβληθεί σε ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 80 mA/cm^2 και χρονική διάρκεια παραμονής εντός του υδρογονωμένου περιβάλλοντος τις 4 ώρες παρατηρήθηκε πολύ ισχυρή υποβάθμιση των μηχανικών τους ιδιοτήτων, η οποία οφείλεται στην ταυτόχρονη δράση περισσότερων εκ του ενός μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης. Όπως έχει ήδη αναφερθεί, οι πιο

ακραίες και εντατικοποιημένες συνθήκες της ηλεκτροχημικής διέγερσης ενισχύουν το σχηματισμό υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής χονδροκρυσταλλικών ομάδων φάσεων υδριδίων με σχετικά ομοιόμορφη διασπορά. Καθώς οι ομάδες φάσεων υδριδίων χαρακτηρίζονται από μικρή γωνία αναντιστοιχίας με το μητρικό πλέγμα, λειτουργούν επιβοηθητικά ως προς την ανάπτυξη εντοπισμένης πλαστικότητας σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές του κρυσταλλογραφικού ιστού και την εμφάνιση τοπικής ολίσθησης (μηχανισμός HELP). Έτσι παρατηρείται τελικώς σημαντική μείωση τόσο του ορίου διαρροής όσο και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής (UTS). Επιπλέον η υψηλή πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου οδηγεί στην ανάπτυξη πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων μορφολογίας τύπου μάτι ψαριού “fish-eye”, έπειτα από τη διάρρηξη των οποίων πραγματοποιείται ισοστάθμιση των μερικών πιέσεων. Οι διακενώσεις αυτές χαρακτηρίζονται από γωνιώδεις απολήξεις, όπου λόγω της εκδήλωσης του φαινομένου της εγκοπής ιδιαίτερα κατά τη διάρκεια των δυναμικών φορτίσεων, πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης. Κατά συνέπεια ενισχύεται η ανάπτυξη δικτύων μικρορωγματώσεων η οποία συνδέεται με συστηματική μείωση της συνολικής ολκιμότητας του μεταλλουργικού συστήματος (μηχανισμοί HEDE και HIC). Η αύξηση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης τόσο των φλυκταινών υδρογόνου όσο και των μικρορωγματώσεων για το δεδομένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον αποτελεί πρωτίστως μονότονη συνάρτηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και δευτερευόντως της χρονικής διάρκειας παραμονής εντός του πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης.

- Επιπρόσθετα στις θραυσιγενείς επιφάνειες των δοκιμών τα οποία είχαν υποβληθεί σε εφελκυστική φόρτιση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος στις πιο ακραίες – εντατικοποιημένες συνθήκες καθοδικής πόλωσης (80 mA/cm^2 – 4 ώρες) παρατηρήθηκε ιδιαίτερα αυξημένος κλασματικός όγκος συμμετοχής ψαθυροποιημένων περιοχών και μείωση της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης. Αναφέρεται ότι στην περίπτωση αυτή η θραύση πραγματοποιήθηκε εντός της περιοχής της ζώνης ανάδευσης, στο τμήμα που βρίσκεται πλευρικά της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης του κραματικού συστήματος AA6082 – T6. Ιδιαίτερα αυξημένη κρίθηκε η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (smooth quasi – cleavage facets) καθώς και των περιοχών με μορφολογία τύπου ‘κοίτης ποταμού’ (river pattern). Οι τελευταίοι ψαθυροποιητικοί σχηματισμοί προσδιορίζονταν από αυξημένο μέσο πλάτος ανάπτυξης και μη – γραμμική πορεία διάδοσης, ενώ στις παρυφές αυτών παρατηρήθηκε η εκδήλωση του φαινομένου της συνένωσης των μικροκενών (microvoid coalescence effect). Τόσο η συνένωση των μικροκενών όσο και η διάδοση των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων εκδηλώθηκαν στα σημεία όπου πραγματοποιείται η συνεύρεση των διασταυρούμενων ζωνών ολίσθησης (void widening and microcracking nucleation along intersecting slip lines), αφού εκεί λαμβάνει χώρα η σύγκλιση των εντατικών και των παραμορφωσιακών πεδίων με διαφορετική κατεύθυνση, υπό την ταυτόχρονη διακύμανση της τοπικής συγκέντρωσης τόσο του διαχεόμενου όσο και του παγιδευμένου μοριακού υδρογόνου και τη συμβολή περιοχών με υψηλή πυκνότητα σφαλμάτων επιστοιβάσης και ακινητοποιημένων δικτύων διαταραχών. Ακόμη εμφανής ήταν και η ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών με μορφολογία πριονωτών οδοντώσεων περιμετρικά των κορυφογραμμών απόσχισης (saw-teeth shape along cleavage ridges) καθώς και η εκτεταμένη ανάπτυξη περιοχών όπου η θραύση είχε ολοκληρωθεί με ταχύτατους ρυθμούς (Fast Fracture Surfaces–FFS). Τέλος οι περιοχές με όλκιμο

χαρακτήρα περιελάμβαναν ρηχούς και πεπλατυσμένους κρατήρες με ανομοιογενή κατανομή ως προς το μέσο ανάπτυξης αυτών.

II. Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών σε περιπτώσεις υπεδάφιας εγκατάστασης (subsoil pipelines)

- Ο μικροδομικός ιστός του μετάλλου βάσης X65 φάνηκε να στοιχειοθετείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή με συμμετοχή περλιτικών νησίδων και μικρογραφικών συστατικών αποτελούμενων από συνδυασμό μαρτενσιτικής και ωστενιτικής φάσης (MAs Constituents). Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων τόσο της φερριτικής όσο και της μπαινιτικής δομής μετρήθηκε μέσω ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας ImageJ και της αναλυτικής τεχνικής EBSD περίπου ίσο με 10.5 μm (± 1). Επιπρόσθετα παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, παρατηρήθηκε μέσω πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων η εκδήλωση φαινομένων μακροδιαφορισμού αναφορικά με τα κραματικά στοιχεία Mn, Al και τα καρβιδιογόνα στοιχεία Mo, V, Nb, Ti. Το παραπάνω γεγονός συντελεί στην εντοπισμένη συνεισφορά υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής μη μεταλλικών εγκλεισμάτων, όπως το σφαιροειδούς μορφολογίας θειούχο μαγγάνιο (MnS) και οι χονδροκρυσταλλικές ομάδες φάσεων οξειδίων Al_2O_3 / $(\text{Al,Ca})_x\text{O}_y$, με γωνιώδη μορφολογία. Ταυτόχρονα παρατηρήθηκε ανάπτυξη λεπτοκρυσταλλικών καρβιδίων με επικρατέστερες στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες αυτές του TiC, MoC, NbC και VC.
- Στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της συγκόλλησης διαπιστώθηκε ότι επικρατεί ο ημιπολυγωνικός και ο πολυγωνικός φερρίτης (semi – polygonal and polygonal ferritic islands) σε συνδυασμό με χονδροκρυσταλλικό περλίτη και ανώτερο μπαινίτη με κοκκώδη ή φτεροειδή μορφολογία (feather – like morphology). Επιπρόσθετα εμφανής κατέστη και η ανάπτυξη τόσο των μετασταθών φερριτικών δομών (αλλοτριόμορφος και Widmanstätten φερρίτης) όσο και του λεπτοκρυσταλλικού εκφυλισμένου περλίτη (degenerated pearlite). Από το μικροδομικό ιστό της περιοχής αυτής απουσίαζε ο κατώτερος μπαινίτης (είτε βελονοειδούς είτε πλακοειδούς μορφολογίας), η μαρτενσιτική φάση και τα μικρογραφικά συστατικά τύπου MAs. Εμφανής ακόμη ήταν η σημαντική αύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων της μητρικής δομής ($d_{av}=35 \mu\text{m} \pm 2$), ενώ παρατηρήθηκε και μη αμελητέο κλάσμα όγκου συμμετοχής θειούχου μαγγανίου MnS και οξειδίων του αλουμινίου, τα οποία συμμετείχαν με ετερογενή διασπορά εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού.
- Στη ζώνη τήξης διαπιστώθηκε η ύπαρξη πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής, οι οποίες χαρακτηρίζονταν από δενδριτικούς και ισοαξονικούς κόκκους αντίστοιχα. Η πρώτη είχε προέλθει από την τήξη και επαναστεροποίηση του προς συγκόλληση μετάλλου, ενώ η δεύτερη είχε επιπρόσθετα επηρεασθεί θερμικά από την εκτέλεση των μεταγενέστερων κορδονιών, με αποτέλεσμα την τοπική ανόπτηση ανακρυστάλλωσης της δεδομένης περιοχής. Τα βασικά μικροδομικά συστατικά που ταυτοποιήθηκαν εντός της πρωτογενούς δομής της ζώνης τήξης χάλυβα X65 ήταν τα εξής: Βελονοειδής φερρίτης, αλλοτριόμορφος φερρίτης, φερρίτης Widmanstätten, πολυγωνικός φερρίτης, ανώτερος - κατώτερος μπαινίτης, λεπτοκρυσταλλικός και

χονδροκρυσταλλικός περλίτης. Πιο συγκεκριμένα, ο βελονοειδής φερρίτης συμμετείχε με επικρατέστερη τοπολογία πυρηνοποίησης τις περατωτικές επιφάνειες των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (MnS , Al_2O_3). Ο αλλοτριόμορφος φερρίτης παρατηρήθηκε να αναπτύσσεται στη πρωτογενή μικροδομή σε διακλαδώσεις και να χαρακτηρίζεται από κολονοειδή μορφολογία. Αντίστοιχα, ο φερρίτης Widmanstätten φάνηκε να εκτείνεται με προσανατολισμό περί τις 70° κλίση, ως προς τον άξονα συμμετρίας των δενδριτών του αλλοτριόμορφου φερρίτη.

- Με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης παρατηρήθηκε αντίστοιχη αύξηση και του απαιτούμενου χρόνου εκρόφησης του ατομικού υδρογόνου από τοπολογίες συστηματικής συσσώρευσης αυτού, για όλες τις επιμέρους περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65. Το μεγαλύτερο βαθμό χρονικής υστέρησης κατά την έναρξη του φαινομένου της εκρόφησης τον παρουσίασε συστηματικά η περιοχή της ζώνης τήξης, ενώ η θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίστηκε από το μικρότερο χρονικό κατώφλι παραμονής σε ότι αφορά στην ενεργοποίηση του φαινομένου αυτού. Το τελευταίο στοιχείο μπορεί να αποδοθεί εύκολα στο γεγονός ότι τα διευρυμένα όρια κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης λειτουργούν ως ενεργά κανάλια αντιστρεπτής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (active channels for reversed flow of atomic hydrogen fronts).
- Σε ότι αφορά στα βάθη διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (penetration depth) διαπιστώθηκε ότι με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης αύξανε συστηματικά και με μη γραμμικό τρόπο η έκταση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και των τριών επιμέρους περιοχών ανάλυσης (ZT, ΘEZ, MB). Η μέγιστη τιμή του βάθους διείσδυσης αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και η ελάχιστη στην περιοχή της ζώνης τήξης, με την περιοχή του μετάλλου βάσης να λαμβάνει ενδιάμεσες τιμές. Σε όλες τις περιπτώσεις ο συντελεστής διάχυσης αύξανε συνεχόμενα με την αύξηση της έντασης του ηλεκτρικού πεδίου και μάλιστα κινηματικά ο ρυθμός μεταβολής αυτού κρίθηκε μεγαλύτερος κατά τη μετάβαση από τα 10 στα 20 mA/cm², συγκριτικά με τη μεταβολή που τον χαρακτήριζε κατά την μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm². Συνολικά όπως άλλωστε ήταν αναμενόμενο τις υψηλότερες τιμές των συντελεστών διάχυσης τις παρουσίασε για κάθε επίπεδο φόρτισης η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και τις χαμηλότερες η περιοχή της ζώνης τήξης. Το τελευταίο στοιχείο σχετίζεται με το γεγονός ότι η ηλεκτροδυναμικά ελεγχόμενη μετανάστευση του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού της ζώνης τήξης χαρακτηρίζεται ως ισχυρά παρεμποδιζόμενη, καθώς η υψηλή πυκνότητα των διαταραχών και ο αυξημένος κλασματικός όγκος συμμετοχής ενδογενούς – εξωγενούς συσσώρευσης σφαλμάτων που εσωκλείεται στα μικροδομικά συστατικά εκτός θερμοδυναμικής ισορροπίας που τη δομούν, οδηγούν σε επαναλαμβανόμενη πέδηση και αντιστροφή των ηλεκτροδιεγερμένων ροών του ατομικού υδρογόνου (braking and reversion phenomena of electropulsed atomic hydrogen flows/atomic transfer barrier from interphase resistance).
- Η ζώνη τήξης η οποία χαρακτηρίστηκε από τους χαμηλότερους συντελεστές διάχυσης του ατομικού υδρογόνου και παρουσίασε αυξημένη τάση για επαναλαμβανόμενη και συστηματική

συσσώρευση του μοριακού υδρογόνου σε σχηματισμούς τύπου φλύκταινας, απέδωσε και τις μέγιστες τιμές σε ότι αφορά το μέγιστο μήκος και το πλάτος των μικρορωγματώσεων. Ενδιάμεσες τιμές του μήκους και του πλάτους των διακλαδιζόμενων δικτύων των μικρορωγματώσεων (branched microcrack networks) φάνηκε να λαμβάνει η περιοχή του μετάλλου βάσης, η οποία χαρακτηρίστηκε για όλα τα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης από ενδιάμεσες τιμές του συντελεστή διάχυσης και της επιφανειακής τραχύτητας. Τέλος η θερμικά επηρεασμένη ζώνη προσδιορίστηκε από τα μικρότερα μήκη και πλάτη ανάπτυξης των μικρορωγματώσεων, καθώς οι υψηλοί συντελεστές διάχυσης και το αυξημένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (localized chemical potential for migration effect of atomic hydrogen) που την χαρακτηρίζουν δεν επέτρεψαν την ανάπτυξη εκτεταμένων πεδίων συσσώρευσης των μικροπλαστικών ζωνών και των ταινιών ολίσθησης, με αποτέλεσμα η εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγματώσεως να λάβει μικρότερη ένταση και έκταση.

- Τη μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων την παρουσίασε η θερμοδυναμική περιοχή της ζώνης τήξης έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση εντός πεδίου καθοδικής πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 30 mA/cm^2 . Το κραματικό αυτό σύστημα όπως έχει αναλυθεί και παραπάνω χαρακτηρίζεται από τον υψηλότερο κινηματικό τελεστή πέδησης ως προς το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης (high kinematic resistance coefficients for electrodiffusion process), με αποτέλεσμα τη συστηματική συσσώρευση και παγίδευση του μοριακού υδρογόνου, σε τοπολογίες με αυξημένη θερμοδυναμική μεταστάθεια και υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής διαταραχών, που οδηγούν σε εκτεταμένη ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου φυσαλίδας. Αντίθετα η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης χαρακτηρίστηκε από τα χαμηλότερα ποσοστά επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων, καθώς λόγω της μεγέθυνσης των κόκκων και των πεπλατυσμένων ορίων διασύνδεσης μεταξύ αυτών, καταλύεται εντός αυτής η μετανάστευση των ηλεκτροπροωθούμενων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου (electropulsed diffusion fronts), με αποτέλεσμα να παρεμποδίζεται η παγίδευση του μοριακού υδρογόνου και ο μηχανισμός δημιουργίας φλυκταινών.
- Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου παρατηρήθηκε να αυξάνει ανάλογα και γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης για όλες τις περιοχές της συγκόλλησης, ενώ ο υψηλότερος ρυθμός μεταβολής αυτής προσδιορίστηκε σε όλες τις περιπτώσεις κατά τη μετάβαση από τα 20 στα 30 mA/cm^2 . Η μικρότερη τιμή της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των σχηματισμών αυτών αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλό χημικό δυναμικό διάλυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και από υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Αντίθετα η ζώνη τήξης χαρακτηρίστηκε από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων, με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών, οι οποίες λειτουργούν φυσικοχημικά ως ενεργά πεδία συσσώρευσης του ατομικού υδρογόνου με υψηλό φράγμα δυναμικού (High energy and elevated potential irreversible traps).

- Με βάση τα αποτελέσματα των χαρακτηριστικών καμπυλών $F - CMOD$ έπειτα από τη διεξαγωγή της δοκιμής CTOD, τόσο για δοκίμια που δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση, όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρήθηκε συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα και περιορισμένο δυναμικό απορρόφησης ενέργειας για την περιοχή της ζώνης τήξης, σε σύγκριση με αυτήν της περιοχής του μετάλλου βάσης. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ο ρυθμός μεταβολής της πτώσης της δυσθραυστότητας κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για την περιοχή της ζώνης τήξης εν συγκρίσει με αυτόν που αντιστοιχεί στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Οι διακυμάνσεις επί των λαμβανόμενων τιμών της παραμέτρου J_m εντός της περιοχής της ζώνης τήξης οφείλονται κατά κύριο λόγο στο γεγονός ότι η ρωγμή κατά τα πρώτα στάδια της διάδοσής της αλληλεπιδρά ασταθώς με συνεχώς διαφοροποιούμενα μικρογραφικά συστατικά λόγω της συνδυασμένης ύπαρξης εντός αυτής πρωτογενούς και δευτερογενούς μικροδομής αντίστοιχα.
- Αναφορικά με το ρυθμό μεταβολής της μείωσης των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα λόγω της ψαθυροποίησης υδρογόνου υπολογίσθηκαν και για τις τρεις περιοχές ανάλυσης τα ακόλουθα:

Μέταλλο βάσης χάλυβα X65

Για το μέγεθος K_Q από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 5,26 %, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,97 % , ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 9,46 %.

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,86%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 8,30 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,53 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,00%, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,22%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,89%.

Ζώνη τήξης χάλυβα X65

Για το μέγεθος K_Q από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 9,31 %, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,59 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm^2 στα 30 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,20 %.

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 39,28 %, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του

19,43%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm² στα 30 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 25,42 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,87 %, κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 14,38%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 20 mA/cm² στα 30 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,18%.

Εν κατακλείδι η περιοχή της ζώνης τήξης κρίθηκε ως ιδιαίτερα επιρρεπής έναντι της εκδήλωσης ψαθυροποιητικών φαινομένων λόγω διάχυσης υδρογόνου εντός του δεδομένου ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος, με αποτέλεσμα τη συστηματική υποβάθμιση της μηχανικής της ακεραιότητας (loss of mechanical integrity) και την καθοριστική μείωση των κρίσιμων μηχανικών χαρακτηριστικών μεγεθών τα οποία σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα αυτής. Επίσης η κινηματική μελέτη της ανάπτυξης των ηλεκτροδιεγερμένων μετώπων διάχυσης του ατομικού υδρογόνου εντός του μικρογραφικού ιστού της ζώνης τήξης έδειξε ότι ο ρυθμός μεταβολής της μείωσης των μηχανικών αντοχών (K_Q) καθώς και της ικανότητας απορρόφησης ενέργειας αυτής (J) μεγιστοποιείται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης μεταξύ των πεδίων τιμών 0 - 10 mA/cm² (εκκίνηση του ηλεκτροχημικού φαινομένου) και 20 - 30 mA/cm² (ηλεκτροδυναμική και χημικοκινητική κατάλυση των ημιαντιδράσεων αναγωγής των υδρογονοκατιόντων)

III. Μελέτη ψαθυροποίησης υδρογόνου χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων για υποθαλάσσιες εφαρμογές (subsea pipelines)

- Μέσω Οπτικής Μικροσκοπίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και με ιδιαίτερη έμφαση στο τοπογραφικό ανάγλυφο και στην αντίθεση πεδίου (topographic relief and contrast of field) πραγματοποιήθηκε η μικροδομική μελέτη και ο χαρακτηρισμός των χαλύβων κατασκευής σωληνώσεων X52, X65 και X70. Βάσει των ανωτέρω αναλυτικών τεχνικών προσδιορίστηκε ότι ο χάλυβας X65 αποτελείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή, με ισοαξονικούς κόκκους φερρίτη και νησίδες κατώτερου κοκκώδους μπαινίτη. Επιπρόσθετα ταυτοποιήθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής εκφυλισμένου περλίτη (degenerated pearlite), μικρογραφικό συστατικό το οποίο χαρακτηρίζεται από τη μη συνεχή διάταξη των πλακιδίων του ευτηκτοειδούς σεμεντίτη ως προς τα πλακίδια του ευτηκτοειδούς φερρίτη. Παρατηρήθηκε ακόμη υψηλή ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων αποτελούμενων από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη, οι οποίες στη διεθνή βιβλιογραφία καλούνται με την ορολογία MAs microconstituents. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των φερριτικών και των μπαινιτικών κόκκων περίπου ίσο με 10 μm.
- Αντίστοιχα ο χάλυβας X52 στοιχειοθετείται από ζωνώδεις διατάξεις (banded structure) αποτελούμενες από φερριτικές, περλιτικές και μπαινιτικές περιοχές επιμήκους μορφολογίας. Η επιμήκης μορφολογία των κόκκων αποδίδεται στη διεξαγωγή φαινομένων ανακρυστάλλωσης

(recrystallization effect) κατά τη διάρκεια των διεργασιών θερμοπλαστικής διαμόρφωσης. Επιπρόσθετα ο κλασματικός όγκος συμμετοχής του φερρίτη προσδιορίστηκε μέσω της EBSD αναλυτικής τεχνικής ως σημαντικά υψηλότερος (65 %) εν συγκρίσει με τον κλασματικό όγκο συμμετοχής του περλίτη (20 %) και του μπαινίτη (15 %). Ακόμη παρατηρήθηκε υψηλός βαθμός ανισοτροπίας λόγω της ζωνώδους διάταξης των μικρογραφικών συστατικών και των φάσεων, καθώς και αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών ομάδων φάσεων οξειδίων του αλουμινίου, με γωνιώδη μορφολογία, στις απολήξεις των οποίων υπό συνθήκες δυναμικής φόρτισης πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (critical stress intensity factor K_{Ic}), με αποτέλεσμα την εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης. Τέλος με τη χρήση της EBSD αναλυτικής τεχνικής προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων περίπου ίσο με 20 μm .

- Σε ότι αφορά στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X70, αυτός αποτελείται από φερριτοπερλιτική δομή με ισοαξονικούς – πολυγωνικούς κόκκους (equiaxed, polygonal grains) και μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών τα 18 μm . Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε υψηλός κλασματικός όγκος συμμετοχής καρβιδίων και καρβονιτριδίων του Ti και του Nb καθώς και μη μεταλλικών εγκλεισμάτων MnS, Al_2O_3 . Τέλος δεν παρατηρήθηκε αυξημένη ποσοστιαία συνεισφορά ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου MAs, ενώ μέσω της τεχνικής EBSD προσδιορίστηκε υψηλή γωνία αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων (high misorientation angle distribution factor and misalignment).
- Σε ότι αφορά στην επιφανειακή μικροσκληρότητα των κραματικών συστημάτων των χαλύβων X52, X65 και X70, έπειτα από την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης, παρατηρήθηκε συστηματική αύξηση των απολύτων τιμών αυτής με τη επιβολή υψηλότερων πυκνοτήτων έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (surface hardening mechanism induced by atomic hydrogen electrodiffusion effect during the In – Situ Hydrogen Cathodic Charging testing). Το παραπάνω φαινόμενο αποδίδεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ των δικτύων των διαταραχών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου (dislocation networks and Cottrell atmosphere interaction), στην ανάπτυξη υψηλού κλασματικού όγκου συμμετοχής υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (high volume fraction of V- H clusters) και στη δημιουργία εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής του υδρογόνου εντός της μητρικής δομής (hydrogen substitutional solid solution). Οι παράγοντες αυτοί λειτουργούν συνεργιστικά (synergistic effect) ως προς την αύξηση του συντελεστή ενδοτράχυνσης (work hardening coefficient), του ορίου διαρροής και της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στιβάδες των μεταλλικών υλικών.
- Μέσω της μελέτης των Ακτινοδιαγραμμάτων Περιθλασιμετρίας ταυτοποιήθηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα ανάλυσης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών εντός πεδίου καθοδική πόλωσης με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος τα 10 mA/cm^2 και τα 20 mA/cm^2 , η ανάπτυξη ομάδων φάσεων υδριδίων (hydride phase groups) με στοιχειομετρική χημική αναλογία FeH_3 (stoichiometric chemical ratio). Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε μείωση της έντασης κρυστάλλωσης (intensity of crystallinity) των κύριων κορυφών Περίθλασης της φερριτικής δομής

σε σύγκριση με τα αρχικά δοκίμια, καθώς και μετατόπιση αυτών σε χαμηλότερες γωνίες Περίθλασης μέσω της μεθόδου Rietveld, γεγονός το οποίο αποδίδεται στην ανάπτυξη ισχυρού πεδίου θλιπτικών παραμενουσών τάσεων κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα.

- Η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου (surficial density of blisters) παρατηρήθηκε να αυξάνει γραμμικά με την επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για τα τρία είδη χάλυβων. Οι μικρότερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου αποδόθηκαν για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65, ο οποίος χαρακτηρίζεται από αυξημένο τοποχημικό δυναμικό μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for atomic hydrogen migration process) και υψηλούς συντελεστές διάχυσης. Αντίστοιχα ο χάλυβας X52 προσδιορίστηκε από τις μεγαλύτερες τιμές της πυκνότητας επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου λόγω της συμμετοχής εντός του μικρογραφικού ιστού μετασταθών φάσεων (metastable phases), με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών.
- Η μεγαλύτερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των μικρορωγματώσεων αποδόθηκε για κάθε επίπεδο φόρτισης στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52 και η μικρότερη στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X65. Ο προσδιορισμός των τιμών πραγματοποιήθηκε μέσω Στερεοσκοπίου σε πολλαπλές ομάδες αναλυόμενων περιοχών έκτασης $0,5 \text{ cm}^2$. Πιο συγκεκριμένα έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 20 mA/cm^2 , στο μικρογραφικό ιστό του χάλυβα X52, μετρήθηκε κατά μέσο όρο πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης μικρορωγματώσεων της τάξης των 24 μικρορωγμών ανά cm^2 , τιμή ιδιαίτερα υψηλή η οποία επιβεβαιώνει την ισχυρή επιδεκτικότητα του δεδομένου κραματικού συστήματος στην ανάπτυξη φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking Sensitivity). Τα αυξημένα ποσοστά των ακινητοποιημένων δικτύων των διαταραχών στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών (entanglement of dislocation networks at non – coherent inter phase boundaries) οδηγούν στην ανάπτυξη υψηλών κινηματικών τελεστών πέδησης για το μηχανισμό της ηλεκτροδιάχυσης (high kinematic resistance coefficients for electrodiffusion process), με αποτέλεσμα τη συνεχή αντιστροφή των ροών διείσδυσης του ατομικού υδρογόνου (reversed electropulsed flows of atomic hydrogen), την ανάπτυξη ισχυρών πεδίων συσώρευσης των τάσεων και την εκδήλωση της μικρορωγματώσεως. Αντίθετα ο μικρογραφικός ιστός του χάλυβα X65 χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη πολυάριθμων ορίων κόκκων ημι – συνεκτικού τύπου μεταξύ της φερριτικής και της μπαινιτικής δομής, με χαμηλή γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των πλεγμάτων, καθώς και από την αυξημένη ποσοστιαία συμμετοχή νησίδων εκφυλισμένου περλίτη. Τα παραπάνω μικρογραφικά χαρακτηριστικά δικαιολογούν την ανάπτυξη εύκολα μετακινούμενων δικτύων διαταραχών (dislocation networks with high mobility), τα οποία λειτουργούν ως ενεργά κανάλια μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (active channels for hydrogen migration effect), περιορίζοντας κατ' αυτόν τον τρόπο τη παγίδευσή του, η οποία θα οδηγούσε σε ανάπτυξη υψηλών μερικών πιέσεων σε υπερσυμπιεσμένες κοιλότητες υδρογόνου και στην εκκίνηση της διάδοσης δικτύων μικρορωγματώσεων (microcrack branched networks).

- Έπειτα από τη διεξαγωγή της σύνθετης μηχανικής καταπόνησης CTOD, τόσο για δοκίμια τα οποία δεν είχαν υποβληθεί σε προγενέστερη ηλεκτροχημική διέγερση όσο και για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί καθοδική πόλωση εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, παρατηρήθηκε συστηματικά χαμηλότερη αποδιδόμενη δυσθραυστότητα για τον χάλυβα X52 έναντι αυτής των χαλύβων X65 και X70. Επιπρόσθετα με την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, ο ρυθμός μεταβολής της μείωσης της δυσθραυστότητας κρίθηκε ως σημαντικά υψηλότερος για τον χάλυβα X52. Το στοιχείο αυτό αποδίδεται στη διαφοροποίηση επί των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών και του κλασματικού όγκου συμμετοχής των ατελειών στα μικροδομικά συστατικά εντός του μικρογραφικού ιστού του χάλυβα X52 έναντι αυτών των χαλύβων X65 και X70. Πιο συγκεκριμένα οι μη συνεκτικές διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών, των περλιτικών και των μπαινιτικών περιοχών στις ζωνώδεις διατάξεις του χάλυβα X52 λειτουργούν ως ισχυρά κέντρα παγίδευσης του ατομικού υδρογόνου (trapping centers of atomic hydrogen), οδηγώντας στον τοπικό υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος (supersaturation of crystal structure) και στην τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (reinforcing super imposition of microplastic strain fields). Κατά συνέπεια παρατηρείται συστηματική πτώση του ελεύθερου τοποχημικού δυναμικού μετανάστευσης του ατομικού υδρογόνου (free localized chemical potential for the migration effect of atomic hydrogen), ιδιαίτερα σε διευθύνσεις κάθετες ως προς τον άξονα συμμετρίας της ζωνώδους διάταξης, με αποτέλεσμα να πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης και να εκδηλώνεται η αστοχία για χαμηλότερα πεδία τιμών πλαστικής παραμόρφωσης από τα αναμενόμενα. Ταυτόχρονα σημειώνεται ότι λόγω της ανισοτροπίας που εισάγεται ως επιπρόσθετος παράγοντας στο μεταλλουργικό σύστημα μέσω της ζωνώδους διάταξης, παράλληλα με την παγίδευση του μοριακού υδρογόνου στις μη συνεκτικού τύπου διεπιφάνειες συνάφειας μεταξύ των φερριτικών – μπαινιτικών περιοχών και σε ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες των νησίδων του ανώτερου μπαινίτη, λαμβάνει χώρα και ο μηχανισμός της διάχυσης του ατομικού υδρογόνου διαμέσου των διεπιφανειών φερρίτη – περλίτη και των φερριτικών νησίδων (ferritic colonies). Αυτή η ανομοιομορφία ως προς τη χωρική κατανομή των πεδίων συσσώρευσης και των περιοχών εύκολης διάχυσης του ατομικού υδρογόνου οδηγεί σε μια επιπρόσθετη αποδυνάμωση και υποβάθμιση της μηχανικής ακεραιότητας του δεδομένου κραματικού συστήματος (mechanical degradation, ductility loss and reduction of mechanical integrity).
- Αναφορικά με το ρυθμό μεταβολής της μείωσης των κυριότερων μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα λόγω της ψαθυροποίησης υδρογόνου υπολογίσθηκαν και για τα τρία κραματικά συστήματα τα ακόλουθα:

Χάλυβας X52

Για το μέγεθος K_{IC} από την αφορτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,76 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm^2 στα 20 mA/cm^2 σημειώθηκε μείωση της τάξης του 15,29 %.

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 27,59 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 49,53 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 8,77%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 18,51%.

Χάλυβας X70

Για το μέγεθος K_Q από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,15 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 10,50 %

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 16,98 % ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 44,58 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 6,36%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 12,41%.

Χάλυβας X65

Για το μέγεθος K_Q από αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 4,51 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 7,93 %.

Για το μέγεθος J από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 13,69 %, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 36,71 %.

Για το μέγεθος δ από την αφόρτιστη κατάσταση στα 10 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 3,44%, ενώ κατά τη μετάβαση από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm² σημειώθηκε μείωση της τάξης του 6,71 %.

- Έπειτα από τη μελέτη των θραυσιγενών επιφανειών μέσω Στερεοσκοπικής Ανάλυσης και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης παρατηρήθηκε και για τα τρία είδη χαλύβων ότι με την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης και την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (από τα 10 mA/cm² στα 20 mA/cm²) αύξανε σημαντικά ο κλασματικός όγκος συμμετοχής των ψαθυροποιημένων περιοχών (embrittling features), ενώ μειωνόταν η ποσοστιαία συνεισφορά των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης (ductile fractured

surfaces). Πιο συγκεκριμένα για τη μέγιστη τιμή της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (20 mA/cm^2), κατά τη διάρκεια της ελαστικής προφόρτισης και της συνακόλουθης καμπτικής καταπόνησης, διαπιστώθηκε και για τα τρία κραματικά συστήματα μελέτης μέσω της αναλυτικής τεχνικής EBSD, η ανάπτυξη πολλαπλών πεδίων συσσώρευσης μικροδιακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού (fish – eye morphology). Οι μικροδιακενώσεις αυτές εμφανίζονταν παράλληλα στον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (thermoplastic deformation axis) και περιμετρικά των πεδίων πυρηνοποίησης των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων και των υδριδίων (heterogeneous nucleation sites at non – metallic inclusions and hydride phases). Παράλληλα παρατηρήθηκε η διάδοση διακλαδιζόμενων δικτύων μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή, οι οποίες είχαν ως σημεία εκκίνησης τις περατωτικές απολήξεις των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων (σουλφίδια/MnS και οξειδία/ Al_2O_3). Στα σημεία αυτά είναι γνωστό ότι πραγματοποιείται τοπικός υπερκορεσμός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο (hydrogen super saturation) με αποτέλεσμα την τοπική ενισχυτική υπέρθεση των μικροπλαστικών πεδίων ολίσθησης (reinforcing super imposition of microplastic sliding fields) και την υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (localized excess of critical stress intensity factor). Ενισχυτικά ως προς την κινητική της διάδοσης των μικρορωγματώσεων, έπειτα από την εφαρμογή πεδίου ηλεκτροχημικής διέγερσης σε ηλεκτρολυτικό περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα, διαπιστώθηκε ότι λειτουργούν και οι ψαθυροποιητικές ομάδες φάσεων, που αποτελούνται από νησίδες μαρτενσίτη και ωστενίτη (MAs microconstituents). Οι ψαθυροποιητικές αυτές φάσεις αναπτύσσονται παράλληλα στα πεδία μικροδιαφορισμού των κραματικών στοιχείων Ni, Nb, Ti, Al, Mn.

- Και για τα τρία είδη κραματικών συστημάτων, η περιοχή των δοκιμών η οποία είχε υποβληθεί σε καμπτική καταπόνηση χαμηλού ρυθμού παραμόρφωσης υπό την ταυτόχρονη επίδραση ηλεκτροχημικής διέγερσης εντός υδρογονωμένου περιβάλλοντος, φάνηκε να χαρακτηρίζεται από μειωμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής κρατήρων, με περιορισμένο βάθος έκτασης, ετερογενή διασπορά και επιμήκη μορφολογία (heterogeneous dispersion of flattened – elongated and stretched dimples). Όπως ήταν αναμενόμενο οι ενδείξεις της ψαθυροποίησης και για αυτήν την περιοχή ήταν εντονότερες στο κραματικό σύστημα του χάλυβα X52, όπου οι κρατήρες χαρακτηρίζονταν από γωνιώδεις απολήξεις ενώ ταυτόχρονα παρατηρήθηκε και η εκδήλωση του μηχανισμού της συνένωσης των μικροκενών (micronoid coalescence), ο οποίος συνεισφέρει σημαντικά στη μετέπειτα αστοχία του υλικού (delayed fracture). Επιπρόσθετα διαπιστώθηκε αυξημένη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης από ψαθυροποιητικούς σχηματισμούς οι οποίοι μορφολογικά προσομοιάζουν σε κοίτη ποταμού (river pattern), σε δάκρυ (tearing drop surfaces), σε διαδοχικές πριονωτές οδοντώσεις (sawteeth shaped zones) και περιοχών στις οποίες η θραύση έχει εξελιχθεί με ταχύ ρυθμό (fast fracture surfaces (FFS)). Αναφορικά με την περιοχή η οποία είχε υποβληθεί σε ελεγχόμενη προρωγμάτωση μέσω σταδιακής κοπωτικής φόρτισης σε περιβάλλον αέρα δεν υπήρξαν διαφοροποιήσεις σε σχέση με τα δοκίμια αναφοράς καθώς η παραμετροποίηση των συνθηκών ως προς την επιβολή της φόρτισης παρέμεινε πανομοιότυπη.

6. ΚΑΙΝΟΤΟΜΙΑ

Η καινοτομικότητα της παρούσας διδακτορικής διατριβής βασίζεται κυρίως στη συσχέτιση τόσο των θερμοδυναμικών μεγεθών (βάθος διείσδυσης και συντελεστής διάχυσης του ατομικού υδρογόνου, πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων) όσο και των κινηματικών μεγεθών (απαιτούμενος χρόνος εκρόφησης των υδρογονοκατιόντων και χρονικό κατώφλι παραμονής για τη σταθεροποίηση του δυναμικού καθοδικής υπέρτασης του ηλεκτρολυτικού συστήματος) με την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων και των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης, όπως αυτές προκύπτουν είτε από στατικές είτε από ημιστατικές καταπονήσεις σε σιδηρούχα και μη σιδηρούχα κραματικά συστήματα, τα οποία βρίσκουν εφαρμογή σε υπεδάφεις και υποθαλάσσιες εγκαταστάσεις μεταφοράς καυσίμου (είτε αέρια είτε υγρή φάση).

Επιπρόσθετα πραγματοποιήθηκε διεξοδική μελέτη των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity - HELP, Hydrogen Enhanced Decohesion - HEDE, Hydrogen Induced Cracking - HIC, Adsorption-Induced Dislocation Emission mechanism - AIDE, Hydrogen-Enhanced Strain-Induced Vacancy formation - HESIV), οι οποίοι λειτουργούν συνεργιστικά ως προς την εκδήλωση της αστοχίας για όλα τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης και για τα χρονικά κατώφλια παραμονής στο πεδίο της ηλεκτροχημικής διέγερσης, τόσο για την In-Situ όσο και για την Ex-Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, μέσω εκτεταμένης χρήσης Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης και EBSD αναλυτικής τεχνικής.

Σημειώνεται ακόμη ότι τα επιβαλλόμενα πεδία τιμών της πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τόσο για την Ex-situ όσο και για την In-Situ Hydrogen Cathodic Charging δοκιμή, επελέγησαν εξ αρχής να είναι σημαντικά υψηλότερα από τα αντίστοιχα άλλων ερευνητικών εργασιών, τόσο για τα σιδηρούχα όσο και για τα μη σιδηρούχα κραματικά συστήματα, όπου το ηλεκτροδιεγερμένο πεδίο (electro-stimulated field) δεν υπερέβαινε τα 10 mA/cm². Κατά συνέπεια, η διεκπεραίωση των προαναφερθέντων πειραμάτων στόχευσε στη διερεύνηση της ύπαρξης ή μη ενός θερμοδυναμικού ή ηλεκτροκινητικού κατωφλιού (thermodynamic or electro-kinetic barrier), πάνω από το οποίο παύει να προσροφάται υδρογόνο στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα, ανεξάρτητα από την αύξηση της επιβαλλόμενης πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης (diminishing effect).

Τέλος, δεν υπάρχει δημοσιευμένο έργο στη διεθνή ερευνητική κοινότητα που να αναφέρεται σε μικρομηχανισμούς ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου, είτε σε ομοιογενή είτε σε ανομοιογενή συγκολλημένα κράματα αλουμινίου μέσω της τεχνικής FSW, τα οποία βρίσκουν εφαρμογή σε αγωγούς μεταφοράς φυσικού αερίου υψηλής τάσης (gas insulated high voltage lines) και σε πλατφόρμες εξόρυξης πετρελαίου (platforms in offshore sectors mainly for assembling). Η παραπάνω συνθήκη αποτέλεσε, όμως, την τελευταία πενταετία άμεση τεχνολογική αναγκαιότητα προς επίλυση, τόσο από την Europipe όσο και από την American Petroleum Industry, με αποτέλεσμα να στοιχειοθετήσει το πρώτο ερευνητικό κομμάτι της παρούσας διδακτορικής διατριβής.

Επιπρόσθετα, τόσο για τα κράματα αλουμινίου όσο και για τους χάλυβες υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης (HSLA pipeline steels), χρησιμοποιήθηκε ηλεκτρολυτικό περιβάλλον (30 g/L NaCl και 3 g/L NH₄SCN), το οποίο σύμφωνα με τα νέα πρότυπα διασφάλισης ποιότητας της πετρελαιοβιομηχανίας (ISO 3183, NACE TM 0284) κρίνεται ως το αντιπροσωπευτικότερο για την προσομοίωση του

φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου τόσο για το λειτουργικό περιβάλλον των υποθαλάσσιων όσο και των υπεδάφινων σωληνώσεων (subsea and subsoil systems). Το δεδομένο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον είναι απόλυτα πιστοποιημένο από το θεσμοθετημένο πλαίσιο επιβολής περιβαλλοντικής ρήτρας σε περίπτωση μη συμμόρφωσης από την πετρελαιοβιομηχανία και χαρακτηρίζεται ως απόλυτα αποδεκτό ακόμη και σε περιπτώσεις προσαρμογής της δεδομένης πειραματικής διαδικασίας σε επίπεδο βιομηχανικής κλίμακας (satisfaction of green chemistry requirements by the use of an environmental friendly electrolyte).

Επίσης, με τη χρήση του δεδομένου ηλεκτροχημικού περιβάλλοντος πραγματοποιήθηκε η μελέτη της ανάπτυξης των ηλεκτροκινητικά προωθούμενων μετώπων διάχυσης των υδρογονοκατιόντων (electro – kinetically assisted pulsed hydrogen cation diffusion fronts) στο μικρογραφικό ιστό των δοκιμίων χωρίς την ανεπιθύμητη συμβολή παράπλευρων φαινομένων διάβρωσης (τοπική ανοδική πόλωση), τα οποία αποπροσανατολίζουν την εξαγωγή συμπερασμάτων ως προς το είδος των μικρομηχανισμών που συνεργούν στην εκδήλωση του δεδομένου φαινομένου της ψαθυροποίησης.

7. ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΜΕΛΛΟΝΤΙΚΗ ΕΡΕΥΝΑ

Τέλος, ως μελλοντικό πεδίο ανάλυσης το οποίο στηρίζεται στην παρούσα διδακτορική διατριβή προτίνεται:

- I. Η διερεύνηση επί της επίδρασης που έχουν σε φαινόμενα ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου και στη δυσθραυστότητα τα υπομηδενικά θερμοκρασιακά πεδία τα οποία αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια των κύκλων ανατροφοδότησης και καθαρισμού των σωληνώσεων
- II. Η μελέτη των συγκεκριμένων σιδηρούχων και μη σιδηρούχων κραματικών συστημάτων για αντίστοιχους ρυθμούς επιβολής των μηχανικών καταπονήσεων σε αυτόκλειστους θαλάμους παροχέτευσης αερίων υδρογονανθράκων υπό πίεση καθώς και ο προσδιορισμός των μικρομηχανισμών ψαθυροποίησης και η συσχέτιση των τιμών του προσροφημένου ατομικού υδρογόνου (μέσω της TDS αναλυτικής τεχνικής) για τα πειράματα της αέριας φάσης με το λόγο της ηλεκτροχημικής ενεργότητας του αερίου υδρογόνου προς τη μερική πίεση αυτού (f_{H_2}) σε πειράματα αντίστοιχων συνθηκών διεξαγωγής μέσω χρήσης υγρής φάσης (ηλεκτροχημικό πεδίο διέγερσης)
- III. Η ανάπτυξη πειραμάτων πεδίου σε ημιπλοτική κλίμακα, όπου θα μελετώνται τόσο σε ex – situ όσο και σε in – situ hydrogen cathodic charging δοκιμή και CTOD testing σωληνώσεις οι οποίες θα έχουν εξαχθεί από το δυναμικό πεδίο λειτουργίας έχοντας υποβληθεί σε πραγματικές συνθήκες καταπόνησης ή/και σωληνώσεις οι οποίες προγενέστερα θα έχουν περάσει από ένα πρώτο στάδιο ελέγχου το οποίο περιλαμβάνει το full bend test και το strain ageing testing (εργογήρανση) σύμφωνα με τους διεθνείς φορείς διαπίστευσης DNV – ST – F101, DNV – ST – F109, DNV – ST – F109, DNV – ST – F116.
- IV. Η διεξαγωγή πειραμάτων πολυκυκλικής και ολιγοκυκλικής κόπωσης σε υψηλά πεδία θερμοκρασιών καθώς και ερπυσμού υπό τη συνδυασμένη επίδραση διάχυσης ατομικού υδρογόνου μέσω αέριας φάσης (low cycle and high cycle fatigue experiments under elevated

temperature fields and gaseous hydrogen diffusion gradients, creep test under hydrogen absorption phenomenon)

- V. Η ανάπτυξη επικαλυπτικών υμενίων με την antifouling ιδιότητα, μέσω της τεχνολογίας και της επιστημονικής εξειδίκευσης σε ανερχόμενους τομείς όπως αποτελούν οι δομές μικυλλίων και αντίστροφων μικυλλίων (micelle structure and inverted micelle structure), οι cell – core και οι nanopcontainers structures, οι υδρογέλες και οι αερογέλες βασιζόμενες στη φυσικοχημεία των σιλανολών και των σιλαξονών καθώς και οι δομές φουλερενίων και οξειδίων του γραφενίου, έτσι ώστε να αντιμετωπιστεί ταυτόχρονα η ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης υδρογονοκατιόντων με τη δράση των θειοοξειδωτικών και των θειοαναγωγικών βακίλων, χωρίς όμως να παρατηρείται αστοχία – κρακελάρισμα αυτών υπό την επίδραση των υπομηδενικών θερμοκρασιών και των τοπικών μεταβολών της ταχύτητας ροής, των ανάπτυξης πεδίων στροβιλισμού και των εκτεταμένων παλινδρομήσεων
- VI. Η χρήση των αναλυτικών τεχνικών Atom Probe Field Ion Microscopy (APFIM), High Angle Anular Dark Field in HRTEM connected to EBSD detector, Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS), Small Angle Neutron Scattering (SANS), Scanning Kelvin Probe Tomography (SKPT), Hydrogen Permeation test, Electrochemical Impedence and Nanoindentation method και Raman combined with Nanoindentation indenter έτσι ώστε να προσδιοριστούν με μεγαλύτερη ακρίβεια τα θερμοδυναμικά και κινηματικά μεγέθη τα οποία σχετίζονται το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης
- VII. Η βελτίωση των μεθόδων μη καταστρεπτικού ελέγχου μέσω δινορρευμάτων, υπερήχων και μαγνητικής μέτρησης Barkhausen, των διαδικασιών Health – Monitoring στο πραγματικό πεδίο των λειτουργικών συνθηκών και των τεχνικών του dimensional – build up έπειτα από την εκδήλωση φαινομένων ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης ατομικού υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking)
- VIII. Ο σχεδιασμός των τρόπων αντιμετώπισης και παρεμπόδισης του εν λόγω φαινομένου με τεχνολογικά, οικονομικά και περιβαλλοντικά αποδεκτές λύσεις, όπως :
 - a. Η ανάπτυξη νανοδομημένων υπερυδροφόβων πολυμερικών επικαλυπτικών συστημάτων (nanostructured superhydrophobic polymeric systems), τα οποία χαρακτηρίζονται από την ιδιότητα της αυτοϊασης (self – healing effect) καθώς και των hydrogen permeation barrier coatings
 - b. Η εφαρμογή επιφανειακών κατεργασιών τροποποίησης των μεταλλικών υλικών, όπως αποτελούν οι τεχνικές laser cladding και plasma cladding
 - c. Ο σχεδιασμός βελτιστοποιημένων διεργασιών θερμομηχανικής διαμόρφωσης (thermomechanical procedure route) με στόχο την επίτευξη του καταλληλότερου κρυσταλλογραφικού ιστού (crystallographic texture design)

8. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. R.W.Cahn, P.Haasen, Physical Metallurgy, 6th edition, North Holland, 2008.
2. W.D.Callister, Materials Science and Engineering an Introduction, 7th edition, London, 2006.
3. Δ.Ι. Παντελής, Β.Ι. Παπάζογλου, Γ.Ν. Χαϊδεμενόπουλος, Επιστήμη και Τεχνολογία των Συγκολλήσεων, Εκδόσεις Τζιόλα, Αθήνα, 2017.
4. Παπάζογλου Β.Ι ,Ναυπηγική Τεχνολογία και Εργαστήριο, Πανεπιστημιακές εκδόσεις Ε.Μ.Π, Αθήνα, 1995.
5. Δ.Ι. Παντελής, Γ.Δ. Χρυσουλάκης, Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών, Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα, 2007.
6. G.M. Pressouyre, "Trap theory of hydrogen embrittlement", Acta Metallurgica, 28, 1999, 895-911.
7. G.M. Pressouyre, "A classification of hydrogen traps in steel", Materials Transactions A, 10, 1979, 1571-1573.
8. A.R.Troiano and R.F.Hehemann, "Stress Corrosion Cracking of Ferritic and Austenitic Stainless Steels", Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking, ASM,2005, 231-248.
9. R.A.Oriani, "A Decohesion Theory for Hydrogen-Induced Crack Propagation", ASM-Corrosion", 2007, 351-358.
10. R.A.Oriani, "Hydrogen Embrittlement of Steels", Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking, ASM, 2005, 43-59.
11. R.Thomson, "Brittle Fracture in a Ductile Material with Application to Hydrogen Embrittlement", J. of Materials Science, 13,1998, 128-142.
12. R.A. Oriani, "Hydrogen embrittlement of steels. Annual Reviews in Materials Science", 8, 1990, 327-357.
13. R.A. Oriani," Hydrogen - the versatile embrittler", Corrosion Journal, 43, 1997, 390-397.
14. R.A. Oriani,"Environment Induced Cracking of Metals", NACE, Houston, 2000, TX, 439-448.
15. H. Vehoff and W. Rothe, "Gaseous hydrogen embrittlement in Fe-Si and Ni-single crystals", Acta Metall., 31, 2001, 1781-1793.
16. H. Vehoff and P. Neumann, "Hydrogen Degradation of Ferrous Alloys", Noyes Publications, 1986,1998, 686-711.
17. C.D. Beachem, "A new model for hydrogen-assisted cracking (hydrogen "embrittlement")", Metallurgical and Materials Transactions B, 3, 1992, 441-445.
18. H. K. Birnbaum, R. P. Gangloff and M. B. Ives, "Environment - Induced Cracking of Metals", N.A.C.E., Houston, 2003, 21-35.
19. S.M. Myers, M. I. Baskes, H. K. Birnbaum, J. W. Corbett, G. G. DeLeo, S. K. Estreicher, E. E. Haller, P. Jena, N. M. Johnson, R. Kirchheim, S. J. Pearton, and M. J. Stavola, "Hydrogen interactions with defects in crystalline solids", Rev. Mod. Phys., 64, 2002,559-567.
20. E. Sirois, P. Sofronis and H. K. Birnbaum, "Effects of hydrogen and carbon on thermally activated deformation in nickel", The Minerals, Metals and Materials Society,2002, 173-190.
21. H. K. Birnbaum, in N. Moody and A. W. Thompson, "Hydrogen Effects on Materials Behavior", The Minerals, Metals and Materials Society, New York, 2003, 639-658.
22. H. K. Biernbaum, "Mechanisms of hydrogen related fracture of metals", Office of Naval Research Contract, USN 00014 - 83 - K – 0468, 1989, 535 -586.
23. T. Tabata and H. K. Birnbaum, Direct observations of hydrogen enhanced crack propagation in iron, Scripta Metall., 18,2002, 231-236.
24. I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, An HVEM study of hydrogen effects on the deformation and fracture of nickel, Acta Metall., 34,1998, 353-366.
25. G. Bond, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "Effects of hydrogen on deformation and fracture processes in high-purity aluminium", Acta Metall., 36, 2008, 2193-2197.

26. G. Bond, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "The influence of hydrogen on deformation and fracture processes in high-strength aluminum alloys", *Acta Metall.*, 35, 2018, 2289-2296.
27. P. Rozenak, I.M. Robertson, and H.K. Birnbaum, "HVEM studies of the effects of hydrogen on the deformation and fracture of AISI type 316 austenitic stainless steel", *Acta Metall.*, 38, 2000, 2031-2040.
28. I. M. Robertson, T. Tabata, W. Wei, F. Heubaum and H. K. Birnbaum, "Hydrogen embrittlement and grain boundary fracture", *Scripta Metall.*, 18, 2004, 841-846.
29. J. Eastman, F. Matsumoto, N. Narita, E Heubaum and H. K. Birnbaum, "Hydrogen in Metals", TMS, New York, 1994, 397.
30. D. Shih, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "Hydrogen embrittlement of α titanium: In situ tem studies", *Acta Metall.*, 36, 1999, 111-124.
31. I.M. Robertson, "The effect of hydrogen on dislocation dynamics", *Eng. Frac. Mech.*, 68, 2001, 671-692.
32. H.K. Birnbaum and P. Sofronis, "Hydrogen-enhanced plasticity - a mechanism for hydrogen related fracture", *Mater. Sci. Engr.*, 176, 2005, 191-202.
33. H. Matsui, H. Kimura and S. Moriya, "The effect of hydrogen on the mechanical properties of high purity iron Softening and hardening of high purity iron by hydrogen charging during tensile deformation", *Mater. Sci. Eng.*, 40, 1999, 207-216.
34. H. Matsui, H. Kimura and A. Kimura, "The effect of hydrogen on the mechanical properties of high purity iron III. The dependence of softening in specimen size and charging current density", *Mater. Sci. Eng.*, 40, 1999, 227-234.
35. S. Moriya, H. Matsui and H. Kimura, "The effect of hydrogen on the mechanical properties of high purity iron II. Effect of quenched-in hydrogen below room temperature", *Mater. Sci. Eng.*, 40, 2000, 217-225.
36. E Zeides, Ph.D. Thesis, University of Illinois (1986).
37. C. Zapffe, C. Sims, "Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel", *TMS-AIME*, 145, 1991, 225-232.
38. A.S. Tetelman, W.D. Robertson, "Direct observation and analysis of crack propagation in iron-3% silicon single crystals", *Acta Metall.*, 11, 1993, 415-426.
39. M. Elboujdaini, "Hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking", R. Winston Revie (Eds.), *Uhlig's Corrosion Handbook*, John Wiley & Sons Inc., Hoboken, 2011, 183-194.
40. R. Gibala, A.J. Kumnick, in: R. Gibala, R.F. Hehemann, "Hydrogen Trapping in Iron and Steels, Hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking", ASM, Metals Park, OH, 1998, 61-78.
41. M. Tanimura, Y. Ishizawa, T. Shimada, "SSCC resistant oil country tubular goods for sour oil and gas services", *Nippon. Kokan Tech. Rep. (Overseas)*, 38, 2002, 42-50.
42. X. Ren, W. Chu, J. Li, Y. Su, L. Qiao, "The effects of inclusions and second phase particles on hydrogen-induced blistering in iron", *Mater. Chem. Phys.*, 107, 2008, 231-235.
43. M.C. Tiegel, M.L. Martin, A.K. Lehmborg, M. Deutges, C. Borchers, R. Kirchheim, "Crack and blister initiation and growth in purified iron due to hydrogen loading", *Acta Mater*, 115, 2016, 24-34.
44. D. Perez Escobar, C. Minambres, L. Duprez, K. Verbeken, M. Verhaege, "Internal and surface damage of multiphase steels and pure iron after electrochemical hydrogen charging", *Corros. Sci.*, 53, 2011, 3166-3176.
45. S.P. Lynch, "Environmentally assisted cracking - Overview of evidence for an adsorption-induced localized slip process", *Acta Metall.*, 36, 2008, 2639-2661.
46. S.P. Lynch, "Mechanisms of hydrogen assisted cracking—A review in "Hydrogen Effects in Materials", *The Minerals, Metals & Materials Society*, 26, 2006, 153-156.
47. M.S. Daw and M.I. Baskes, *Chemistry and Physics of Fracture*, R.M. Latanision and R.H. Jones, MartinusNijhoffPublishers BV, Netherlands, 2007, 196-218.

48. D.H. Sherman, C.V. Owen, and T.E.Scott, "The effect of hydrogen on structure and properties of vanadium", *Trans. A.I.M.E.*, 242, 1998, 1775-1786.
49. C.V. Owen and T.E. Scott, "Relation between hydrogen embrittlement and the formation of hydride in the group V transition metals", *Metallurgical and Materials Transactions B*, 3, 1992, 1715-1726.
50. D. G. Westlake: *Trans. A.S.M.*, 62,1999, 1000 - 1020.
51. S. Gahr, M.L. Grossbeck, and H.K. Birnbaum, "Hydrogen embrittlement of Nb —Macroscopic behavior at low temperatures", *Acta Metall.*, 25,1997, 125-134.
52. M.L. Grossbeck and H.K. Birnbaum, "Hydrogen embrittlement of Nb. I. Macroscopic behavior at low temperatures", *Acta Metall.*, 25,1999, 125-132.
53. D. Hardie and P. McIntyre, "The low-temperature embrittlement of niobium and vanadium by both dissolved and precipitated hydrogen", *Metallurgical Transactions*, 4, 1992, 1247–1254.
54. R.B. Benson, R.K. Dann, and L.W. Roberts, *Trans. Metall. Soc. AIME*, vol.242,1995,2199 - 3012.
55. N. Narita and H.K. Birnbaum, "On the role of phase transitions in the hydrogen embrittlement of stainless steels", *Scripta Metall.*,14,2000, 1355-1358.
56. N. Narita, C. Altstetter, and H.K. Birnbaum, *Metall. Trans. A*,13A,1982, 135-142.
57. T.B. Flannagan, N.B. Mason, and H.K. Birnbaum, "The effect of stress on hydride precipitation", *Scripta Metall.*,15, 2002, 109- 112.
58. S.Gahr, B.J.Makenas, H.K.Birnbaum, "Fracture of niobium hydride", *Acta Metall.*, 28, 1992, 1207-1213.
59. H.K. Birnbaum, "Mechanical properties of metal hydrides", *In. J. of Less Common Metals*,104, 2004, 31-41.
60. B. Makenas and H.K. Birnbaum, "Phase changes in the niobium-hydrogen system I: Accommodation effects during hydride precipitation", *Acta Metall.*, 28,2000, 979-988.
61. M.L. Grossbeck, M. Amano, and H.K. Birnbaum, "Hydride precipitation in Nb and some properties of NbH", *In. J. Less Common Metals*,49, 2012, 357-370.
62. S. Gahr and H.K. Birnbaum, "On the isotope effect in hydrogen embrittlement of niobium", *Scripta Metall.*, 10,1996, 635-637.
63. NATYRALHY, State of the Art "Durability & Integrity".CEA contribution. (Work Package 3. Task 3.1), 24 November 2004.
64. NATYRALHY, "Preparing for the hydrogen economy by using the existing natural gas system as a catalyst", State of the Art Chapter I & II, December 21, 2005.
65. C. Park, N. Kang, S. Liu, "Effect of grain size on the resistance to hydrogen embrittlement of API 2W Grade 60 steels using in situ slow-strain-rate testing", *Corrosion Science*, 128,2017, 33-41.
66. M. Masoumi, C. C. Silva, H. F. Gomes de Abreu, "Effect of crystallographic orientations on the hydrogen-induced cracking resistance improvement of API 5L X70 pipeline steel under various thermomechanical processing", *Corrosion Science*, 111, 2016, 121-131.
67. Z. Fan, X. Hu, J. Liu, H. Li, J. Fu, "Stress corrosion cracking of L360NS pipeline steel in sulfur environment", *Petroleum*, 3, 2017, 377-383.
68. B.R.S. Silva, F. Salvio, D.S.d. Santos, "Hydrogen induced stress cracking in UNS S32750 super duplex stainless steel tube weld joint", *Int. J. Hydrogen Energy*, 40,2015, 17091–17101.
69. R. Thodla, M.T. PizaPaes, B. Gerst,"Hydrogen assisted cracking of AISI 4137M steel in O&G environments", *I. J. Hydrogen Energy*, 40,2015, 17051–17064.
70. X. Li, J. Zhang, Y. Wang, B. Li, P. Zhang, X. Song, "Effect of cathodic hydrogen-charging current density on mechanical properties of prestrained high strength steels", *Materi. Sci. Eng. A*, 641,2015, 45–53.

71. W. Zhao, T. Zhang, Y. Zhao, J. Sun, Y. Wang, "Hydrogen permeation and embrittlement susceptibility of X80 welded joint under high-pressure coal gas environment", *Corros. Sci.*, 111, 2019, 84–97.
72. John M. Tartaglia, Kristen A. Lazzari, Grace P. Hui, Kathy L. Hayrynen, "A Comparison of Mechanical Properties and Hydrogen Embrittlement Resistance of Austempered vs Quenched and Tempered 4340 Steel", *Metall. Mater. Trans. A*, 39, 2018, 1236–1246.
73. Y.J. Kwon, H.J. Seo, J.N. Kim, C.S. Lee, "Effect of grain boundary engineering on hydrogen embrittlement in Fe-Mn-C TWIP steel at various strain rates", *Corros. Sc.* 29, 2018, 261–274.
74. D. Hardie, E.A. Charles, A.H. Lopez, "Hydrogen embrittlement of high strength pipeline steels", *Corros. Sci.*, 48, 2016, 4378–4385.
75. K. D. Chang, J. L. Gu, H. S. Fang, Z. G. Yang, B. Z. Bai, W. Z. Zhang , "Effects of Heat-treatment Process of a Novel Bainite/Martensite Dual-phase High Strength Steel on Its Susceptibility to Hydrogen Embrittlement", *ISIJ Int*, 41, 2011, 1397–1401.
76. F. Huang, J. Liu, Z.J. Deng, J.H. Cheng, Z.H. Lu, X.G. Li, "Effect of microstructure and inclusions on hydrogen induced cracking susceptibility and hydrogen trapping efficiency of X120 pipeline steel", *Mater. Sci. Eng.*, 527, 2010, 6997–7001.
77. H.B. Xue, Y.F. Cheng , "Hydrogen Permeation and Electrochemical Corrosion Behavior of the X80 Pipeline Steel Weld", *J. Mater. Eng. Perform.*, 22, 2012, 170–175.
78. W. Zhao, Y. Wang, T. Zhang,
79. "Study on the mechanism of high-cycle corrosion fatigue crack initiation in X80 steel", *Corros. Sci.*, 57, 2012, 99–103.
80. R. Pamnani, T. Jayakumar, M. Vasudevan, T. Sakthivel, "Investigations on the impact toughness of HSLA steel arc welded joints", *J. Manuf. Processes*, 21, 2016, 75–86.
81. R. Pamnani, V. Karthik, T. Jayakumar, M. Vasudevan, T. Sakthivel, "Evaluation of mechanical properties across micro alloyed HSLA steel weld joints using Automated Ball Indentation ", *Mater. Sci. Eng.*, 651, 2016, 214–223.
82. J. J.M. Jebaraj, D. J. Morrison, I. I. Suni, "Hydrogen diffusion coefficients through Inconel 718 in different metallurgical conditions", *Corros. Sci.*, 80, 2014, 517–522.
83. T. Boiadjeva, L. Mirkova, H. Kronberger, T. Steck, M. Monev, "Hydrogen permeation through steel electroplated with Zn or Zn–Cr coatings", *Electrochim. Acta*, 114, 2013, 790 –798.
84. Y. Kyo, A.P. Yadav, A. Nishikata, T. Tsuru, T. Zhang, "Comparison of hydrogen embrittlement susceptibility of three cathodic protected subsea pipeline steels from a point of view of hydrogen permeation", *Corrosion Science*, 131, 2018, 104–115.
85. A. Griesche, E. Dabah, T. Kannengiesser, N. Kardjilov, A. Hilger, I. Manke, "Three-dimensional imaging of hydrogen blister in iron with neutron tomography", *Acta Mater*, 78, 2014, 14–22.
86. A. Laureys, R. Petrova, K. Verbeken, "Internal and surface damage after electrochemical hydrogen charging for ultra low carbon steel with various degrees of recrystallization", *Procedia Structural Integrity*, 2, 2016, 541–548.
87. E. De Bruycker, S. De Vroey, S. Huysmans, J. Stubbe, "Phenomenology of hydrogen flaking in nuclear reactor pressure vessels", *Mater. Test.*, 56, 2014, 439–444.
88. Sandeep Kumar Dwivedi, Manish Vishwakarma, "Hydrogen embrittlement in different materials", *International Journal of Hydrogen Energy*, 43, 2018, 21603 – 21616.
89. A.S. Tetelman, W.D. Robertson, "Direct observation and analysis of crack propagation in iron-3% silicon single crystals", *Acta Metall.*, 11, 1993, 415–426.
90. R. Gibala, A.J. Kumnick, "Hydrogen Trapping in Iron and Steels, Hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking", *ASM, Metals Park, OH*, 2004, 61–78.
91. Z. Fan, X. Hu, J. Liu, H. Li, J. Fu, "Stress corrosion cracking of L360NS pipeline steel in sulfur environment", *Petroleum*, 3, 2017, 377–383, doi:10.1016/j.petlm.2017.03.006

92. M. Iino, "The extension of hydrogen blister-crack array in pipeline steels", *Metall. Trans. A*, 9, 1998, 1581-1590.
93. B. E. Wilde, C. D. Kim, E. H. Phelps, "Some observations on the role of inclusions in hydrogen induced blister cracking of pipeline steels in sulphide environments", *NACE*, 36, 2000, 625-632.
94. J. B. Condon, T. Schober, "Hydrogen bubbles in metals", *J. Nucl. Mater.*, 207, 2003, 1-24.
95. X.C. Ren, Q.J. Zhou, G.B. Shan, W.Y. Chu, J.X. Li, Y.J. Su, L.J. Qiao, "A nucleation mechanism of hydrogen blister in metals", *Metall. Mater. Trans.*, 39, 1997, 87-97.
96. F. Garofalo, Y.T. Chou, V. Ambegaokar, "Effect of hydrogen on stability of microcracks in iron and steel", *Acta Metall.*, 8, 1990, 504-512.
97. J.-L. Lee, J.-Y. Lee, "The effect of lattice defects induced by cathodic hydrogen charging on the apparent diffusivity of hydrogen in pure iron", *J. Mater. Sci.*, 22, 1997, 3939-3948.
98. P.H. DeVries, K.T. Ruth, and D.P. Dennies, "Counting on Fatigue: Striations and Their Measure, *Journal of Failure Analysis and Prevention*", 10, 2010, 120-137
99. *Fractography*, ASM Handbook, ASM International, 1997
100. *Fatigue and Fracture*, ASM Handbook, ASM International, 2006
101. *Achievement of High Fatigue Resistance in Metals and Alloys*, STP 467, ASTM, 1992
102. S. Bhattacharyya, V.E. Johnson, S. Agarwal, and M.A.H. Howes, Ed., *ILTRI Fracture Handbook: Failure Analysis of Metallic Materials by Scanning Electron Microscopy*, Metals Research Division, Illinois Institute of Technology Research Institute, 1999
103. *Cyclic Stress-Strain Behavior; Analysis, Experimentation, and Failure Prediction*, STP 519, ASTM, 2001
104. *Fatigue Crack Growth under Spectrum Loads*, STP 595, ASTM, 2004
105. H.J. Grover, *Fatigue of Aircraft Structures*, NAVAIR 01-1A-3, U.S. Government Printing Office, 1999
106. *Handbook of Fatigue Testing*, STP 566, ASTM, 1992
107. N.R. Mann, R.E. Schafer, and N.D. Singpurwalla, *Methods for Statistical Analysis of Reliability and Life Data*, John Wiley & Sons, 1996
108. *Manual on Low Cycle Fatigue Testing*, STP 465, ASTM, 1969
109. G.W. Powell, S.-H. Cheng, and C.E. Mobley, Jr., *A Fractography Atlas of Casting Alloys*, Battelle Press, 2003
110. B.I. Sandor, *Fundamentals of Cyclic Stress and Strain*, University of Wisconsin Press, 1972
111. D. Broek, *The practical use of fracture mechanics*. Boston: Kluwer Academic Publishers, 1998
112. Carl, Jaske., "Assessment of pipeline fatigue crack growth life." *Proceedings of the ASME International Pipeline Conference*. Calgary, Alberta, Canada, 2006, 227-233.
113. N. E., Dowling, "Mechanical Behavior of Materials". 2nd edition, Prentice Hall, Inc., Upper Saddle River, New Jersey, USA, 2002.
114. H. O., Fuchs, and R.I., Stephens, "Metal fatigue in engineering", Wiley, New York, USA, 1990
115. J. R., Gordon, "A Comparison of Methods of Calculating Stress Intensity Factors for Cracks in Pipes and Thin Walled Cylinders." *International Journal of Pressure Vessels & Piping*, 36, 2000, 341-358
116. Gross, Bernard and John E. Srawley, "Stress-intensity factors for single-edge notch specimens in bending or combined bending and tension by boundary collocation of a stress function." *NASA TN D-2603*, 1965
117. A., Hosseini, A., Plumtree, and R., Kania, "Experimental testing and evaluation of crack defects in line pipe." *8th International Pipeline Conference*. Calgary, 1, 2010, 1-11
118. M., Iranpour, and F., Taheri, "A study on crack front shape and the correlation between the stress intensity factors of a pipe subjected to bending and a plate subjected to tension." *Journal of Marine Structures*, 19, 2010, 193-216
119. John F., Kiefner, and Willard A., Maxey, "Model helps prevent failures." *Oil & Gas Journal*, 98, 2000, 54-58

120. J., Luo, Q., Xiong, and C., Huo, "Defective pipeline fatigue-life prediction using failure assessment diagram technique." International Pipeline Conference. Calgary, Alberta, Canada, 2014, 1277-1280
121. S. J., Maddox, "Fatigue crack propagation data obtained from parent plate, weld metal and HAZ in structural steels." Welding Research International, 4, 1992, 36- 60
122. J.R., Mohanty, B.B., Verma, P.K., Ray, "Determination of fatigue crack growth rate from experimental data: A new approach" International Journal of Microstructure and Materials Properties, 5, 2010, 79-87
123. J.C., Newman, and I.S., Raju, "Improved stress-intensity factors for a wide range of semi-elliptical surface cracks in finite-thickness plates" NASA TM X-7285, 1977
124. J.C., Newman, and I.S., Raju, "Analyses of surface cracks in finite plates for a wide range of semi-elliptical surface cracks in finite-thickness plates" Engineering Fracture Mechanics, 1, 1999, 817-829
125. J.C., Newman, and I.S., Raju, "Analyses of surface cracks in finite plates under tension or bending loads" NASA TP-1578, 1999
126. J. C., Newman, and I.S., Raju, "An Empirical Stress-Intensity Factor Equation for the Surface Crack." Engineering Fracture Mechanics, 15, 2000, 185-192.
127. J. C., Newman, and I.S., Raju, "Stress Intensity Factor Equations for Cracks in Three Dimensional Finite Bodies." ASTM STP 791, 1, 2003, 238-265
128. J. C., Newman, and I.S., Raju, "Stress-Intensity Factor for Internal and External Surface Cracks in Cylindrical Vessels Equations" Journal of Pressure Vessel Technology, 104, 1998, 293-298
129. K., Obrtlík, "Short crack growth and fatigue life in plasma nitride 316L stainless steel" Advances in mechanical behaviour, plasticity and damage: proceedings of EUROMAT 2000, Tours, France, 2, 2000, 1119-1124
130. P. C., Paris, Gomez, M., and Anderson W., "A Rational Analytic Theory of Fatigue." The Trend in Engineering, 2002, 9-14
131. P.C., Paris, "A critical analysis of crack propagation laws." Journal of Basic Engineering, 85, 203, 528-534.
132. G., Raghava, P., Ghandi, K.K., Vaze, S.R., Bhate, and A., Bhattacharya, "Application of beach marking technique to the study of fatigue crack growth in steel plate specimens subjected to tensile loads." Journal of Structural Engineering, 32, 2005, 229-232
133. I. S., Raju, and J.C., Newman, "Stress- Intensity factors for internal and external surface cracks in cylindrical vessels." Journal of Pressure Vessels Technology, 104, 1982, 293-298
134. A., Sanyazi, and G., Lobley, "Pipeline Failure by Transit Fatigue." Journal of Failure Analysis and Prevention, 9, 2009, 35-38
135. D.P.L., Satyarnarayan, K., Balasubramanian, C.V., Krishnamurthy, and D.S.R., Murthy, "Comparative studies on phased array ultrasonic, alternating current potential drop and conventional ultrasonic techniques for detection, monitoring and sizing of circumferential fatigue crack growth in pipes." Journal of Structural Engineering, 34, 2007, 104-110
136. S., Saxena, and J. S., Chouhan, "Fatigue life prediction analysis of surface cracked straight pipes." Transactions of The Indian Institute of Metals, 62, 2009, 191-195.
137. S. R., Seetharaman, P., Gandhi, H.S., Kushwaha, K.K., Vaze, and P.K., Singh, "Some observations on fatigue crack initiation and growth in carbon steel elbows." Transactions of The Indian Institute of Metals, 53, 2000, 315-318
138. G. A., Shen, R. I., Coote, D. J., Horsley, W. R., Tyson, J. A. Gianetto, and R., Bouchard, "Fatigue crack driving force for axial surface cracks in pipes." International Pipeline Conference, Calgary, Alberta, Canada, 2015, 297-309
139. P. K., Singh, V. Bhasin, H. S. Kushwaha, P. Gandhi, and D.S.R. Murthy, "Crack initiation and growth behavior of circumferentially cracked pipes under cyclic and monotonic loading." The International Journal of Pressure Vessels and Piping 80, 2003, 629-640

140. P.K., Singh, K. K., Vaze, A. K., Ghosh, H. S. Kushwaha and D.S.R., Murthy, "Fatigue studies on carbon steel piping materials and components: Indian PHWRs." *Nuclear Engineering and Design*, 238, 2008, 801-813.
141. J. Van, Wittenberghe, P., De Baets, P., De Waele, T.T., Bui, G. and De Roeck, "Evaluation of fatigue crack propagation in a threaded pipe connection using an optical dynamic 3D displacement analysis technique." *Engineering Failure Analysis*, 18, 2011, 115-1121
142. Y.-S., Yoo, and A., Kotoji, "Circumferential Fatigue Crack Growth and Crack Opening Behavior in Pipe Subjected to Bending Moment." 15th International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology (SMiRT-15). Seoul, South Korea, 2017, 343- 350
143. M. Ueno, T. Mitsuhashi and Y. Nakano: Studies on Ball Bearing Steels "Effect of Some Metallurgical Factors on Life of Ball Bearing Steels", *Tetsu To Hagane*, 41, 2004, 1102-1107.
144. K. Narita, "Source and Process of Nucleation of Nonmetallic Inclusions in Steels (I)", *Bull. Jpn. Inst. Met.*, 1, 1992, 121-128.
145. R.F. Johnson and J.F. Swell, "The Bearing Properties of 1% C-Cr Steel as Influenced by Steelmaking Practice", *J. Iron Steel Inst.*, 196, 1990, 414-444.
146. J.A. Martin, S.F. Borgese and A.D. Eberhardt, "Microstructural Alterations of Rolling-Bearing Steel Undergoing Cyclic Stressing", *Trans. ASME, J. Basic Eng.*, 15, 1996, 555-567.
147. J.L. O'Brien and A.H. King, "Electron Microscopy of Stress-Induced Structural Alterations Near Inclusions in Bearing Steels", *Trans. ASME, J. Basic Eng.*, 22, 1996, 568-572.
148. C.M. Lyne and A. Kasak, "Effect of Sulfur on the Fatigue Behavior of Bearing Steel", *Trans. ASM.* 61 1998, 10-13
149. W.T. Cook, "Effect of Sulfur on the Fatigue Properties of 1% C-Cr Bearing Steels, *Iron Steel.*", 22, 1990, 363-366
150. J. Monnot, R. Tricot and A. Gueussier, "Resistance à la Fatigue et Endurance des Aciers Pour", 55, 1992, 452-469.
151. K. Okamoto and S. Shiyuki, "Influence of Nonmetallic Inclusions on Rolling Contact Fatigue Life Bearing Steels", *SeitetsuKenkyu*, 273, 1994, 108-114
152. K. Aoki, M. Nagumo and K. Sugino, "Microstructural Factors in Rolling Contact Fatigue Life of Bearing Steels", *SeitetsuKenkyu*, 273, 1992, 115-134
153. R. Tricot, "Nocivité Spécifique des Inclusions sur les Propriétés d'Emploi des Aciers Pour Roulements", *Rev. Metall.*, 24, 1990, 655-662
154. K. Kato, H. Yamada and S. Sekiya, "Rolling Fatigue Life of High Carbon-Chromium Ball Bearing Steels", *Electr. Furnace Steel*, 45, 1994, 37-43.
155. A. Adachi, H. Shoji, A. Kuwabara and Y. Inoue, "Rotating Bending Fatigue Phenomenon of JIS SUJ2 Bearing Steel", *Electr. Furnace Steel*, 46, 1995, 176-182
156. R. Tricot, J. Monnot and M. Lluansi, "How Microstructural Alterations Affect Fatigue Properties of 52100 Steel", *Met. Eng. Q.*, 25, 2002, 39-47.
157. H. Yamada and N. Tsushima, "Evaluation of Non-Metallic Inclusions of Steels Used for Rolling Bearings from Fracture Surface by Rotating Ring Fatigue Fracture Test", *Wear*, 118, 2004, 305-317
158. J.J.C. Hoo, P.T. Kilhefner and J.J. Donze, "Bearing Steels; The Rating of Nonmetallic Inclusion", ASTM STP 575, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 1995
159. J.J.C. Hoo, "Effect of Steel Manufacturing Processes on the Quality of Bearing Steels", ASTM STP 987, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 1998
160. K. Narita, T. Onoye and K. Yamamoto, "Effect of Non-Metallic Inclusions on the Rolling Fatigue Life of 1% C-Cr Bearing Steel", *Proc. 100th ISIJ Mtg.*, 2000, 187-196
161. Melander, M. Rolfson, A. Nordgren, B. Jansson, H. Hedberg and T. Lund, "Influence of Inclusion Contents on Fatigue Properties of SAE 52100 Bearing Steels", *Rep. Swedish Inst. Met. Res.*, 2005, 1-71.

162. K. Toyama and M. Yamamoto, "Relationship between Fatigue Properties and Inclusion Content of Bearing Steel", *Proc. Fatigue*, 90, 2006, 343-348
163. H. Narai, T. Abe and K. Furumura, "Application of Several New Methods to Evaluation of Oxide Type Inclusions in Bearing Steels", *Curr. Adv. Mater. Process.*, 4, 1991, 1178-1181
164. K. Ogawa, T. Inoue, S. Koyama, Y. Fukusaki, M. Kawasaki and M. Shimosa, "Removal of Inclusions of High Carbon Steel", *Curr. Adv. Mater. Process.*, 4, 1992, 1206-1209
165. Ibuki, S. Kuwano, S. Okimoto, Y. Kawai, Y. Kikuchi and H. Matsuno, "Technology to Reduce Nonmetallic Inclusions for Clean Steel", *Curr. Adv. Mater. Process.*, 4, 1991, 3210-1213
166. Y. Shirota, K. Masame, K. Takatani, Y. Hitomi, M. Toyota and H. Nakashima, "Development of Production Process of Highly Clean Steel", *Curr. Adv. Mater. Process.*, 4, 1991, 1214-1217.
167. G. Sachs, R. Sell and W.F. Baum Jr., "Tension, Compression, and Fatigue Properties of Several Steels for Aircraft Bearing Applications", *Trans. ASTM*, 59, 1999, 635-657
168. E.V. Zaretsky and W.J. Anderson, "Relation between Rolling-Contact Fatigue and Mechanical Properties for Several Aircraft Bearing Steels", *Trans. ASTM*, 60, 1990, 627-649
169. J. Monnot, B. Heritier and J.Y. Cogne, "Relationship of Melting Practice, Inclusion Type, and Size with Fatigue Resistance of Bearing Steels", *ASTM STP 987*, American Society for Testing Materials, Philadelphia, 1994, 149-165
170. T. Fujiwara and S. Fukui, "The Effect on Non-metallic Inclusions on the Fatigue Life of Ball-Bearing Steel", *Electr. Furnace Steel*, 334, 1994, 170-172
171. Y. Kawada, H. Nakazawa and S. Kodama, "The Effects of the Shape and the Distributions of Inclusions on the Fatigue Strength of Bearing Steels in Rotary Bending", *Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng.*, 23, 1993, 1674-1683
172. T. Yokobori and M. Nanbu, "Fatigue Fracture of Vacuum-Melted Ball Bearing Steel", *Proc. 1st Int. Conf. Fract.*, Sendai, 2, 1996, 1529-1542.
173. P.H. Frith, "Fatigue Tests on Rolled Alloy Steels Made in Electric and Open-Hearth Furnaces", *J. Iron Steel Inst.*, 180, 1995, 26-33.
174. H. Sato, S. Mogami, Y. Noguchi and M. Murakami, "High Tensile Steel Cord", *SeitetsuKenkyu*, 320, 2006, 35-43.
175. Japanese Industrial Standard, GO555: Lattice Points Counting Method, Optical Method of Nonmetallic Inclusion Rating for Steels or Iron and Steel Handbook, IV, Materials Testing and Analysis, edited by Iron and Steel Institute of Japan (ISIJ), 2001, 400 – 432
176. Koyanagi and M. Kinoshi, "Several Rating Methods of Nonmetallic Inclusions in Bearing Steels in Japan", *ASTM STP 575*, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 1995, 22-37
177. M. Saito and K. Morii, "Properties of Ultra-Low Oxygen Structural Steels", *Electr. Furnace Steel*, 51 2000, 4-12.
178. M. Saito and Y. Ito, "Some Properties of Ultra Clean Spring Steel", *Trans. Jpn. Soc. Spring*, 30, 2005, 11-19.
179. L.O. Uhrus, "Through-Hardening Steels for Ball Bearings - Effect of Inclusions on Endurance. in Clean Steel", *Iron Steel Inst.*, 1993, 104-109
180. D. Brooksbank and K.W. Andrews, "Stress Fields around Inclusions and Their Relation to Mechanical Properties", *J. Iron Steel Inst.*, 210, 2002, 246-255.
181. T. Lund and J. Akesson, "Oxygen Content, Oxidic Microinclusions, and Fatigue Properties of Rolling Bearing Steels", *ASTM STP 987*, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 2008, 308-330.
182. J. Takamura and S. Mizoguchi, "Roles of Oxides in Steels Performance - Metallurgy of Oxides in Steels, 6th Int. Iron Steel Congr.", 1, 2000, 591-597
183. S. Mizoguchi and J. Takamura, "Control of Oxides as Inoculants - Metallurgy of Oxides in Steels", 2, *Proc. 6th Int. Iron Steel Congr.*, 1, 2000, 598-604.

184. T. Sawai, M. Wakoh, Y. Ueshima and S. Mizoguchi, "Effect of Zr on the Precipitation of MnS in Low Carbon Steels - Metallurgy of Oxides in Steels", 3, Proc. 6th Int. Iron Steel Congr., 1, 2000, 605-611
185. S. Ogibayashi, K. Yamaguchi, H. Hirai, H. Goto, H. Yamaguchi and K. Takana, "The Features of Oxides in Ti-Deoxidized Steel - Metallurgy of Oxides in Steels", 4, Proc. 6th Int. Iron Steel Congr., 1, 2000, 612-617.
186. M. Sumita, I. Uchiyama and T. Araki, "The Effect of Inclusions on Fatigue Properties of Steels with Various Matrixes", Tetsu To Hagane, 57, 2004, 298-334
187. Y. Murakami and H. Usuki, " Prediction of Fatigue Strength of High-Strength Steels Based on Statistical Evaluation of Inclusion Size", Trans.Jpn. SOC.Mech. Eng. A, 55, 2005, 213-221
188. M. Kinoshi and A. Koyanagi, " Effect of Nonmetallic Inclusions on Rolling-Contact Fatigue Life in Bearing Steels", ASTM STP 575, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 2002, 138-149.
189. K. Nishioka, "On the Effect of Inclusion upon the Fatigue Strength", Testing Mater., 6, 2007, 382-385
190. Y. Kawada and S. Kodama, " A Review on the Effect of Nonmetallic Inclusions on the Fatigue Strength of Steels", J. Jpn. SOC.StrengthFract. Mater., 6, 2001, 1-17
191. D. Brooksbank and K.W. Andrews, "Thermal Expansion of Some Inclusions Found in Steels and Relation to Tessellated Stresses", J. Iron Steel Inst., 206, 1998, 595-599
192. D. Brooksbank and K.W. Andrews, "Tessellated Stresses Associated with Some Inclusions in Steel", J.Iron Steel Inst., 207, 1999, 474-483.
193. I. D. Brooksbank, "Thermal Expansion of Calcium-Aluminate Inclusions and Relation to Tessellated Stresses", J. Iron Steel Inst., 208, 2000, 495-499
194. Y. Murakami and M. Uchida, "Effects of Thermal Residual Stress and External Stress on Stress Intensity Factors for A Penny-shaped Crack Emanating from An Ellipsoidal Nonmetallic Inclusion", Proc. JSME Meeting, 2002, 239-241
195. Tanaka, K. Furumura and T. Ohkuma, " Highly Extended Life of Transmission Bearings of 'Sealed-Clean' Concept", SAE Tech. Pap. Ser., 2003, 1-12
196. F. Borik and R.D. Chapman, "The Effect of Microstructure on the Fatigue Strength of a High Carbon Steel", Trans. ASM, 53, 2001, 447-465
197. T. Yokobori and M. Nanbu, "Fatigue Crack Propagation in the High Hardened Steel", Rep. Res. Inst. Strength Fract. Mater., 35, 2006, 29-44
198. T. Abe, K. Furumura, F. Shimizu, Y. Yukawa, H. Nishimori, R. Hayashi, K. Kobayashi and T. Tubota, "Fatigue Property of Extremely Super Clean Bearing Steel", Rep. ISIJ Mtg., 6, 2003, 801
199. U. Muralidharan, J.C. Stover and P. Kavadas, " Effect of Residual Titanium on Fatigue Resistance of Bearing Steels", Fatigue, 34, 2003, 1483-1489
200. T. Toriyama and Y. Murakami, "Effects of Inclusions on Fatigue Strength of Super Clean Bearing Steels", Proc. Fatigue, 22, 2006, 905-910
201. G.F. Vander Voort and R.K. Wilson, ASTM Standardization News, May 1991, 28.
202. Y. Murakami, T. Toriyama, K. Tsubota and K. Furumura, "What Happens to the Fatigue Limit of Bearing Steel without Nonmetallic Inclusions?", ASTM STP 1327, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 1998, 33 – 52
203. Y. Murakami, T. Toriyama, K. Tsubota and K. Furumura, "Fatigue Strength of Electron Beam Remelted Super Clean Bearing Steel, Into the 21st Century", ASTM STP 1327, American Society for Testing Materials, Philadelphia, PA, 1998, 87-105.
204. Y. Murakami, T. Toriyama and E.M. Coudert, "Instructions for a New Method of Inclusion Rating and Correlation with the Fatigue Limit", J. Testing Evaluation, 22, 1994, 318-326

205. Y. Murakami, "Inclusion Rating by Statistics of Extreme Values and Its Application to Fatigue Strength Prediction and Quality Control of Materials", *J. Res. Natl. Inst. Stand. Technol.*, 99, 1994, 345-351.
206. S. Suresh, and R. O., Ritchie, "Mechanistic dissimilarities between environmentally influenced fatigue-crack propagation at near-threshold and higher growth rates in lower strength steels," *Met. Sci.*, 16, 1992, 529-538
207. N., Nanninga, A., Slifka, Y. Levy, and C., White, "A review of fatigue crack growth for pipeline steels exposed to hydrogen," *J. Res. Nat. Inst. Stand. Technol.*, 115, 2010, 437- 452
208. K.A., Nibur, C., San Marchi, and B.P., Somerday, "Fracture and fatigue tolerant steel pressure vessels for gaseous hydrogen," In ASME 2010 Pressure Vessels and Piping Division/K-PVP Conference, American Society of Mechanical Engineers, 2010, 949-958
209. R.A., Oriani, "Hydrogen embrittlement of steels," *Annual review of materials science*, 8, 1988, 327-357.
210. R. P., Wei and G. W., Simmons, "Environment Enhanced Fatigue Crack Growth in High-Strength Steels," *Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys*, Unieux-Firminy, France, 2003, 751–765.
211. J. H., Holbrook, H. J., Cialone, M. E. Mayfield and P. M., Scott, "The effect of hydrogen on low-cycle-fatigue life and subcritical crack growth in pipeline steels," Battelle Columbus Laboratories, 2002, 141-153
212. J. H, Holbrook, and H. J., Cialone, "Hydrogen degradation of pipeline steels summary report," Battelle Columbus Labs., 2004, 101-123
213. H., Cialone and J., Holbrook, "Sensitivity of steels to degradation in gaseous hydrogen.," In: *Proceeding of Second National Symposium on Test Methods for Hydrogen Embrittlement: Prevention and Control*, Los Angeles, CA, May 24-26, 2005, 134-152
214. R., Zawierucha and K., Xu, "Hydrogen Pipeline Steels," *Materials Science & Technology - Materials for the Hydrogen Economy*, 2005, 11, 110-132
215. H. J., Cialone, and J. H., Holbrook, "Effects of gaseous hydrogen on fatigue crack growth in pipeline steel," *Metall. Trans. A*, 16, 1998, 115-122
216. R. L., Amaro, E. S., Drexler, N., Rustagi, N. E., Nanninga, Y. S., Levy, and A. J., Slifka, "Fatigue crack growth of pipeline steels in gaseous hydrogen-predictive model calibrated to API-5L X52," In: *Proceedings of the 2012 International Hydrogen Conference - Hydrogen Materials Interactions*, Somerday, B. P. and Sofronis, ASME Press, New York, 2012, 329-337
217. A. J., Slifka, E. S., Drexler, D. G., Stalheim, R. L., Amaro, D. S., Lauria, A., Stevenson, L. E., Hayden, "The effect of microstructure on the hydrogen-assisted fatigue of pipeline steels," In: *Materials and Fabrication*, *Proceedings of the ASME 2013 Pressure Vessels and Piping Conference*, 6, 2013, 25 -38
218. J., Keller, B. P., Someday, and C., SanMarchi, "Hydrogen Embrittlement of Structural Steels," FY 2011 Annual Progress Report, DOE Hydrogen and Fuel Cells Program, 2012, 299-302
219. C., San Marchi, B. P., Somerday, K. A., Nibur, D. G., Stalheim, T, Boggess, and S., Jansto, "Fracture and fatigue of commercial grade API pipeline steels in gaseous hydrogen," In: *Proceeding of ASME 2010 Pressure Vessels and Piping Division/K-PVP Conference*, 6, 2010, 939-948
220. A., Sciuccati, "Mechanical behaviour of high toughness steels in extreme environments: influence of hydrogen and low temperature," PhD dissertation, Polytechnic University of Milan, Italy, 2012
221. J. A., Ronevich, B. P., Somerday, C. W., San Marchi, "Effects of microstructure banding on hydrogen assisted fatigue crack growth in X65 pipeline steels," *Int J Fatigue*, 82, 2016, 497-504
222. E. S., Drexler, A. J., Slifka, R. L., Amaro, N., Barbosa, D. S., Lauria, L. E., Hayden and D. G., Stalheim "Fatigue crack growth rates of API X70 pipeline steel in a pressurized hydrogen gas environment," *Fatigue FractEng Mater Struct*, 37, 2014, 517- 525

223. T. L., Anderson, "Fracture mechanics: Fundamentals and applications", Third Edition, New York, CRC Press, 2004
224. ASTM, E1820-01, "Standard test method for measurement of fracture toughness," ASTM International, WestConshohocken, PA. (<http://dx.doi.org/10.1520/E0008 E0008M-15A>), 2015
225. C., San Marchi, and B. P., Somerday, "Technical reference on hydrogen compatibility of materials," Sandia Report No. SAND2012-7321, Sandia National Laboratories, Livermore, CA (<http://www.sandia.gov/matlsTechRef>), 2012
226. ASTM, E1681-03, "Standard Test Method for Determining Threshold Stress Intensity Factor for Environment-Assisted Cracking of Metallic Materials," ASTM International, 2013,
227. P., Paris and F., Erdogan, "A critical analysis of crack propagation laws," J. Basic Eng., 85, 2003, 528-533
228. R.R., Ambriz, and D., Jaramillo, "Mechanical behavior of precipitation hardened aluminum alloys welds". Light Metal Alloys Applications, 2014, 19, 333- 349
229. R.J., Walter and W.T., Chandler, "Cyclic-load crack growth in ASME SA-105 Grade II steel in high-pressure hydrogen at ambient temperature," in Effect of Hydrogen on Behavior of Materials, Thompson, A.W. and Bernstein, I.M., Eds., The Metallurgical Society of AIME, Warrendale, PA, 1996, 273-286
230. H.F., Wachob and H.G., Nelson, "The influence of microstructure on the resistance of low strength ferrous alloys to gas phase Hydrogen degradation," NASA-CR-166334, Failure Analysis Associates, Paloma Alto, CA., 1991
231. P., McIntyre, P.H., Pumphrey, and D.J., Goddard, "The Influence of High Pressure Hydrogen Gas on the Rate of Fatigue Crack Growth in Pressure Vessel Steel to BS1501- 224 Grade 32B-Final Report." Report No. TPRD/L/MT0167 M, 83, Central Electricity Generating Board, UK., 1994
232. R., Fuquent-Molano, and R.O., Ritchie, "Investigation of factors affecting near- threshold fatigue crack growth in low alloy pressure vessel steels," final report to DOE on Contract No. EX-76-A-01-2295 TO, 1991
233. I.S., Raju, and J.C., Newman, "Stress-intensity factors for internal and external surface cracks in cylindrical vessels," J. Pressure Vessel Technol., 104, 1992, 293-298
234. X., Wang, and S.B., Lambert, "Local weight functions for semi-elliptical surface cracks in finite thickness plates," Theor. Appl. Fract. Mech., 23, 2005, 199-208
235. C.Q., Li, and S.T., Yang, "Stress intensity factors for high aspect ratio semi- elliptical internal surface cracks in pipes," Int. J. Press. Vessels Pip., 2012, 32, 13-23
236. Standard, A.P.I., 579-1/ASME FFS-1 Fitness for Service. Houston, TX: American Petroleum Institute, 2007
237. A., Zahoor, "Closed form expressions for fracture mechanics analysis of cracked pipes," J. Pressure Vessel Technol., 107, 2002, 203-205
238. S.D., Downing, and D.F., Socie, "Simple rainflow counting algorithms," Int. J. Fatigue, 4, 2002, 31-40
239. C., Amzallag, J.P., Gerey, J.L. Robert and J., Bahuaud, "Standardization of the rainflow counting method for fatigue analysis," Int. J. Fatigue, 16, 2004, 287-293
240. ASTM E1049-85, "Standard practices for cycle counting in fatigue analysis," ASTM International, West Conshohocken, PA., 2011
241. C.H., McInnes, and P.A., Meehan, "Equivalence of four-point and three-point rainflow cycle counting algorithms," Int. J. Fatigue, 30, 2008, 547-559
242. G., Shen, and G., Glinka, "Universal features of weight functions for cracks in mode I," Eng. Fract. Mech., 40, 2001, 1135-1146
243. J.R., Rice, "Some remarks on elastic crack-tip stress fields," Int. J. Solids Struct., 8, 1992, 751-758
244. T., Fett, C., Mattheck and D., Munz, "On the calculation of crack opening displacement from the stress intensity factor," Eng. Fract. Mech., 27, 1997, 697-715

245. N. Nanninga, A. Slifka, Y. Levy, C. White, "A Review of Fatigue Crack Growth for Pipeline Steels Exposed to Hydrogen", *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, 12, 2010, 115 - 437.
246. W. C. Leighty, B. Somerday, C. San Marchi, J. Holloway, M. Rupert, G. Kieth, and D. E. White, "Compressorless Hydrogen Transmission Pipelines Deliver Large-scale Stranded Renewable Energy at Competitive Cost.", *Power-Gen International Conference Las Vegas, NV*, 2006.
247. C. Retzke, P. Mulard, and M. Wenske, "Wind-hydrogen feasibility study: terms of investment analysis. The total and energetic cooperation to develop and integrated wind hydrogen approach." *NHA Conference and Hydrogen Expo Columbia, SC*, 2009
248. L. C. Uson, I. A. Aguarta, L. R. Elu, E. Burkhalter, and A. Hermosilla, "Green Hydrogen from Wind and Solar: Design", *Construction and One Year Operation of the Ither project. NHA Conference and Hydrogen Expo Columbia, SC*, 2009.
249. C. Freese, "GM Powertrain Strategy—Electrification of the Vehicle (keynote presentation)", *NHA Conference and Hydrogen Expo Columbia, SC*, 2009.
250. D. Stalheim, T. Boggess, C. S. Marchi, S. Jansto, B. Somerday, G. Muralidharan, and P. Sofronis, *Proceedings of IPC 2010 8th International Pipeline Conference September 27-October 1, 2010, Calgary, Alberta, Canada*, pp. 1-9.
251. H. K. Birnbaum, "Hydrogen Effects on Deformation and Fracture: Science and Sociology", *MRS Bulletin*, 32, 2003, pp. 479-485.
252. P. S. Lam, R. L. Sindelar, and T. M. Adams, "Literature Survey of Gaseous Hydrogen Effects on the Mechanical Properties of Carbon and Low Alloy Steels", *Proceedings of ASME Pressure Vessels and Piping Division Conference, San Antonio, TX.*, 2007
253. H. Kimura, H. Matsui, A. Kimura, T. Kimura, K. Oguri, I. M. Bernstein, and A.W. Thompson, "Hydrogen Effects in Metals", *TMS-AIME, Warrendale, PA*, 2001, 191-208
254. R. P. Jewett, R. J. Walter, W. T. Chandler, and R. P. Frohberg, *Rocketdyne, "Division of North American Rockwell", Canoga Park, CA, NASA Contractor Report No. NASA CR-2163*, 2003
255. W. Hofmann, and W. Rauls, "Erzeugung von Fischeugen in Stahl durch Auswirkung von Wasserstoff bei Raumtemperatur, *Archiv für das Eisenhüttenwesen*", 32, 2004, 169–171
256. W. Hofmann, and W. Rauls, "Neue Beobachtungen zur Versprödung von Stahl durch Wasserstoff einwirkung bei Raumtemperatur, *Dechema Monograph*", 45, 2002, 33 – 42
257. W. Hofmann, and W. Rauls, "Ductility of Steel Under the Influence of External High Pressure Hydrogen (Hydrogen Embrittlement of Plain Steel and Armco Iron)", *Weld. J. (Miami, FL, U.S.)*, 44, 1998, 225–230
258. M. B. D. Ellis, R. A. Bartlett, and J. F. Knott, "Effects of Prestrain and Dissolved Hydrogen on the Tensile Properties and the Fracture Behavior of Line- Pipe Steels", *Hydrogen Effects on Material Behavior. N. R. Moody and A. W. Thompson, eds., The Minerals, Metals, and Materials Society, Warrendale, PA*, 2005, 991–1002.
259. L. N. Pussegoda, and W. R. Tyson, "Relationship Between Microstructure and Hydrogen Susceptibility of Some Low Carbon Steels", *Hydrogen Effects in Metals, I. M. Bernstein and A. W. Thompson, eds., The Metallurgical Society of American Institute of Mining, Metallurgical, and Petroleum Engineers _AIME_, New York, NY*, 2001, 349–360
260. T. H. Courtney, "Mechanical Behavior of Materials", *Boston, MA: McGraw-Hill Higher Education*, 2000.
261. R. P. Wei and G. W. Simmons, "Environment Enhanced Fatigue Crack Growth in High-strength Steels", *Stress Corrosion Cracking and Hydrogen Embrittlement of Iron Base Alloys Unieux Firminy, France*, 1993, 751-765
262. R. C. Paris and F. Erdogan, "A Critical Analysis of Crack Propagation Laws", *Journal of Basic Engineering*, 1993; 85, 528-534

263. H. K. Birnbaum, I. M. Robertson, P. Sofronis, and D. Teter, "Mechanisms of Hydrogen Related Fracture—A Review", 2nd International Conference on Corrosion-Deformation Interactions in conjunction with EUROCORR '96 Nice, France, 1997, 172-195
264. R. P. Gangloff, "Hydrogen Assisted Cracking of High Strength Alloys." *Comprehensive Structural Integrity*, I. Milne, R. O. Ritchie, and B. Karihaloo, eds., New York, NY: Elsevier Science, 6, 2003, 31-101
265. R. A. Oriani, "Hydrogen Embrittlement of Steels", *Annual Reviews Materials Science*, 8, 1998, 327-357
266. A.R. Troiano, "The Role of Hydrogen and Other Interstitials in the Mechanical Behavior of Metals", *Transactions of ASM*, 52, 1990, 54-80
267. Bamoush and H. Vehoff, "In Situ Electrochemical Nanoindentation: a Technique for Local Examination of Hydrogen Embrittlement. *Corrosion Science*", 50, 2008, 257-267
268. Y. Katz, N. Tvmiak, and W. W. Gerberich, "Nanomechanical Probes as New Approaches to Hydrogen /Deformation Interaction Studies", *Engineering Fracture Mechanics*, 68, 2001, 619-646
269. Y. Liang, D. Ahn, P. Sofronis, R. Dodds, and D. Bammann, "Effect of Hydrogen Trapping on Void Growth and Coalescence in Metals and Alloys", *Mechanics of Materials*, 40, 2008, 115- 132
270. D. Beachem, "A New Model for Hydrogen-assisted Cracking (Hydrogen "Embrittlement")", *Metallurgical Transactions*, 3, 2002, 437-451
271. Beidokhti, A. Doati, and A. H. Koukabi, "Effects of Alloying Elements and Microstructure on the Susceptibility of Welded HSLA Steel to Hydrogen-induced Cracking and Sulfide Stress Cracking", *Materials Science and Engineering A*, 507, 2009, 167-173
272. P. Ferreira, I. Robertson, and H. Birnbaum, "Hydrogen Effects on the Character of Dislocations in High Purity Aluminum", *Acta Materialia*, 47, 2009, 2991-2998
273. Jones, "Principles and Prevention of Corrosion", Upper Saddle River, NJ: Prentice-Hall, 1996
274. K. Nibur, "Nanoindentation Slip Steps and Hydrogen Embrittlement", PhD Pullman, WA: Washington State University, 2005
275. H. J. Cialone, and J. H. Holbrook, "Sensitivity of Steels to Degradation in Gaseous Hydrogen," *Hydrogen Embrittlement: Prevention and Control*, ASTM, 1998
276. STP 962, L. Raymond, ed., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 2005, 134 – 152.
277. P. J. Cotrill and J. E. King, "Hydrogen Embrittlement Contributions to Fatigue Crack Growth in a Structural Steel", *International Journal of Fatigue*, 13, 2001, 447-452
278. H. J. Cialone, J. H. Holbrook, "Hydrogen-induced Ductility Losses in Cast Carbon Steels", *Scripta Metallurgica*, 18, 2004, 499 – 522
279. R. Zawierucha, and K. Xu, "Hydrogen Pipeline Steels", *Proceedings of Materials Science & Technology (MS&T'05)*, 2005, 79–90
280. J. H. Holbrook, H. J. Cialone, M. E. Mayfield, and P. M. Scott, "The Effect of Hydrogen on Low-cycle-fatigue Life and Subcritical Crack Growth in Pipeline Steels", Columbus, OH: Battelle Columbus Laboratories, 2002
281. R. J. Walter and W. T. Chandler, "Cyclic-load Crack Growth in ASME SA-105 Grade II Steel in High-pressure Hydrogen at Ambient Temperature", 2006, 273-286
282. H. J. Cialone and J. H. Holbrook, "Effects of gaseous hydrogen on fatigue crack growth in pipeline steel", *Metallurgical Transactions A* 16, 2005, 115-122
283. H. J. Cialone and J. H. Holbrook, "Microstructural and Fractographic Features of Hydrogen Accelerated Fatigue Crack Growth in Steels", *Welding, Failure Analysis, and Metallography* Denver, CO, 2005, 407-422
284. J. H. Holbrook and H. J. Cialone, "Hydrogen Degradation of Pipeline Steels", Summary Report. Upton, Long Island, NY: Brookhaven National Laboratory, 1994

285. J. H. Holbrook, E. W. Collings, H. J. Cialone, and E. J. Drauglis, "Hydrogen Degradation of Pipeline Steels", Final Report. Upton, Long Island, NY: Brookhaven National Laboratory, 2001
286. M. W. Carroll and J. E. King, "Hydrogen-assisted Fatigue Crack Growth in Structural Steel", *Fracture of Engineering Materials and Structures*, 15, 2001, 735-740
287. P. Anuschewski, W. Dietzel, M. Horstmann, M. Pfuff, and B. Wellenkotter, "AC Potential Measurement of Hydrogen-induced Geometrical Crack Closure During Fatigue Crack Growth", *Hydrogen Effects on Material Behavior Moran, WY.*, 2009, 929-937
288. R. O. Ritchie, "Mechanisms of Fatigue-crack Propagation in Ductile and Brittle Solids", *International Journal of Fracture*, 100, 2010, 55-83
289. W. Elber, "The Significance of Fatigue Crack Closure, Damage Tolerance in Aircraft Structures", ASTM STP 486, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, PA, 2003, 230-242
290. S. Y. Lee, H. Choo, P. K. Liaw, K. An, C. R. Hubbard, "A Study on Fatigue Crack Growth Behavior Subjected to a Single Tensile Overload: Part II. Transfer of Stress Concentration and Its Role in Overload-induced Transient Crack Growth", *Acta Materialia*, 59, 2011, 495- 520
291. S.Y. Lee, P. K. Liaw, H. Choo, R. B. Rogge, "A Study on Fatigue Crack Growth Behavior Subjected to a Single Tensile Overload Part I. An Overload-induced Transient Crack Growth Micromechanism", *Acta Materialia*, 59, 2011, 485 – 516
292. H. G. Nelson, "Hydrogen-induced Slow Crack Growth of a Plain Carbon Pipeline Steel under Conditions of Cyclic Loading", *Effect of Hydrogen on Behavior of Materials Moran, WY*, 2006, 602-611
293. H. G. Kunert, and J. L. Otegui, "Factors Influencing Transit Fatigue of Seamless Pipes", *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 28, 2005, 455-466
294. T. V. Bruno, "How to Prevent Fatigue to Tubular Goods", Standardization Conference for the Production Department, American Petroleum Institute, New Orleans, LA, 2007.
295. E. Jaske, "The Effect of Cathodic Polarization on Fatigue Behavior", *Proceedings of the Annual Conference and Exhibition on Corrosion*, Paper No. 03243, San Diego, CA, 2003
296. S. Suresh, "Fatigue of Materials", Cambridge Solid State Science Series, Cambridge University Press, 2001
297. T. L. Anderson, "Fracture Mechanics Fundamentals and Applications", CRC Press, 1995
298. P. K. Liaw, T. R. Leax, R. S. Williams, and M. G. Peck, "Influence of oxide- induced crack closure on near-threshold fatigue crack growth behavior", *Acta Metall.* 30, 2002, 2071-2078
299. N. E. Dowling, "Mean stress effects in stress-life and strain-life fatigue", 2nd SAE Brasil International Conference on Fatigue, São Paulo, 2004
300. J. L. Gillette and R. L. Kopla, "Overview of Interstate Hydrogen Pipeline Systems", Argonne National Laboratory, 2007
301. Proceedings, Hydrogen Pipeline Working Group Workshop, Sponsored by U.S. Department of Energy, Office of EERE, Hydrogen, Fuel Cells, and Infrastructure Technologies Program, 2005
302. K. Xu, "Evaluation of API 5L X80 Steel in High Pressure Hydrogen Gas", ASTM G1 Hydrogen Embrittlement Workshop, 2005
303. Amin S. Azar, Lars-Erik Svensson , BårdNyhus , "Effect of crystal orientation and texture on fatigue crack evolution in high strength steel welds", *International journal of fatigue*, 77, 2015, 95-104
304. S. Sunil , N. Verdhan , R. Kapoor , C.B. Basak , R.N. Singh , J.K. Chakravartty, "Effect of orientation and presence of hydride on the fatigue crack growth behavior of Fe-2.5 wt% Nb", *International journal of fatigue*, 85, 2016, 49-56
305. Shu Huang ,Guang Yuan , Jie Sheng , Wensheng Tan , Emmanuel Agyenim-Boateng, Jianzhong Zhou , Huafeng Guo, "Strengthening mechanism and hydrogen-induced crack resistance of AISI 316L stainless steel subjected to laser peening at different power densities", *International Journal of Hydrogen Energy*, 43, 2018, 11263-11274

306. A V Bochkaryova, "The effect of hydrogen embrittlement on the mechanical properties of aluminum alloy", *Materials Science and Engineering*, 71, 2015, 151 – 168
307. N. Takano, "Hydrogen diffusion and embrittlement in 7075 Aluminium alloy", *Mater. Sci. Eng.* 183, 2007, 336-339.
308. S. Satoh, M. Kannno, "Behavior of Hydrogen in Al–Mg Alloys Investigated by Means of Hydrogen Microprint Technique", *Journal of Japan Institute OF Light Metals*, 53, 2003, 183 – 205.
309. E.P. Georgiou, J.-P. Celis, C.N. Panagopoulos, "The Effect of Cold Rolling on the Hydrogen Susceptibility of 5083 Aluminum Alloy", *Metals*, 7, 2017, 451- 466.
310. B.Osman Hoch, A.Metsue, J.Bouhattate, X.Feaugas, "Grain boundaries effects on hydrogen diffusion and trapping in fcc materials", *Materials Science and Engineering A*, 52, 2013, 152 – 171.
311. Mishra R.S., Ma Z.Y., "Friction stir welding and processing", *Materials Science and Engineering*, 50,2005, 1–78.
312. Mishra R. S., Mahoney M. W., "Friction Stir Welding and Processing", ASM International, Materials Park, Ohio, 2007.
313. Rajiv Mishra, ParthaSarathi De, Nilesh Kumar, "Friction Stir Welding and Processing", *Scripta metal.*,22, 2014,313-318.
314. Brent J. Heuser, Dallas R. Trinkle, Tai-Ni Yang, Lilin He, "Hydrogen trapping at dislocation cores at room temperature in deformed Pd", *Journal of Alloys and Compounds*,5, 2013, 189-191.
315. D. Delafosse, B. Bayle, C. Bosch, "Dislocation-hydrogen interactions during stress corrosion cracking in FCC metals: experiments on single crystals and numerical simulations", *Materials Science and Engineering*, 234, 1997, 889-892.
316. Minoru Ichimura, Yasushi Sasajima, Mamoru Imabayashi, "Relationship between hydrogen diffusivity and microstructure in Al-Si alloys ingots", *Journal of Japan Institute of Light Metals*, 42, 1992, 333-338.
317. A. Turnbull and R. B. Hutchings, "Analysis of hydrogen atom transport in a two-phase alloy", *Materials Science and Engineering A*, 177, 1994, 161 – 171.
318. A. B. Sivak, P.A. Sivak, V. A. Romanov, V. M. Chernov, "Hydrogen diffusion in the elastic fields of dislocations in iron", *Physics of Atomic Nuclei*,79, 2016, 1199-1203.
319. AmanehTasooji, Leticia Lara, Kyuoh Lee, "Effect of Grain Boundary Misorientation on Electromigration in Lead-Free Solder Joints", *Journal of electronic materials*, 43, 2014, 4386-4394.
320. AntonyrajArockiasamy, Dan Eliezer, Paul Tzuupo Wang, Mark Fredrick Horstemeyer, Roger Lee King, "Effect of cathodic charging on Al-32Si-2Cu alloy in acidic solution", *Materials Research*, 13, 2010, 361-367.
321. J. Li, A. Oudriss, A. Metsue, J. Bouhattate& X. Feaugas, "Anisotropy of hydrogen diffusion in nickel single crystals: the effects of self-stress and hydrogen concentration on diffusion", *Scientific Reports*, 2017, article number 45041.
322. John J. Gilman, "Chemical theory of dislocation mobility", *Materials Science and Engineering A*, 409, 2005, 7-12
323. W.M. Shu, A. Kawasuso, Y. Miwa, E. Wakai, G-N Luo and T. Yamanishi, "Microstructure dependence of deuterium retention and blistering in the near-surface region of tungsten exposed to high flux deuterium plasmas of 38 eV at 315 K", *PhysicaScripta*,128, 2007, 96-99.
324. A. Laureys, E. Van den Eeckhout, R. Petrov, K. Verbeken, "Effect of deformation and charging conditions on crack and blister formation during electrochemical hydrogen charging", *Acta Materialia*, 127, 2017, 192-202.
325. Fuller C., Mahoney M., Calabrese M., Micono L., "Evolution of microstructure and mechanical properties in naturally aged 7050 and 7075 Al friction stir welds", *Materials Science and Engineering A*, 527, 2010, 2233–2240.

326. Magnus Hörnqvist Colliander, Birger Karlsson, "Dynamic strain ageing and dynamic precipitation in AA7030 during cyclic deformation", *Procedia Engineering*, 2, 2010, 265-273.
327. A. W. Cochardt, G. Schoeck and H. Wiedersich, "Interaction between dislocations and interstitial atoms in body-centered cubic metals", *Acta Metall.*, 3, 1955, 533-537.
328. A.N. Stroh, "A theory of the fracture of metals", *Adv. Phys.*, 6, 1957, 418-465.
329. C. Zapffe, C. Sims, "Hydrogen embrittlement, internal stress and defects in steel", *TMS-AIME*, 145, 1941, 225-232.
330. A.S. Tetelman, W.D. Robertson, "Direct observation and analysis of crack propagation in iron-3% silicon single crystals", *Acta Metall.*, 11, 1963, 415-426.
331. R. Gibala, A.J. Kumnick, in: R. Gibala, R.F. Hehemann, "Hydrogen Trapping in Iron and Steels, Hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking", ASM, Metals Park, OH, 1984, 61-78.
332. P.F. Timmins, "Failure control in process operations", *ASM handbook*, 19, 1996, 468-482.
333. T.P. Perng, J.K. Wu, "A brief review note on mechanisms of hydrogen entry into metals", *Mater. Lett.*, 57, 2003, 3437-3438.
334. Amjad Saleh El-Amoush, "An investigation of mechanical degradation of AlMg1SiCu aluminum alloy by hydrogen", *Journal of Alloys and Compounds*, 438, 2007, 222-231.
335. S.M. Myers, M. I. Baskes, H. K. Birnbaum, J. W. Corbett, G. G. DeLeo, S. K. Estreicher, E. E. Haller, P. Jena, N. M. Johnson, R. Kirchheim, S. J. Pearton, and M. J. Stavola, "Hydrogen interactions with defects in crystalline solids", *Rev. Mod. Phys.*, 64, 1992, 559-567.
336. D. Shih, I. M. Robertson and H. K. Birnbaum, "Hydrogen embrittlement of α titanium: In situ TEM studies", *Acta Metall.*, 36, 1988, 111-124.
337. E. Malitckii, Y. Yagodzinsky, P. Lehto, H. Remes, J. Romu, H. Hänninen, "Hydrogen effects on mechanical properties of 18%Cr ferritic stainless steel", *Materials Science & Engineering A*, 700, 2017, 331-337.
338. Z. Tarzimoghadam, D. Ponge, J. Klower, D. Raabe, "Hydrogen-assisted failure in Ni-based superalloy 718 studied under in situ hydrogen charging: The role of localized deformation in crack propagation", *Acta Materialia*, 128, 2017, 365-374.
339. T. Neeraj, R. Srinivasan, J. Li, "Hydrogen embrittlement of ferritic steels: observations on deformation microstructure, nanoscale dimples and failure by nanovoiding", *Acta Materialia*, 60, 2017, 5160-5171.
340. Toru Iwaki, Takahiro Kuriwa, Atsunori Kamegawa, Hitoshi Takamura, Masuo Okada, "Grain-Size Refinements of Cu-3 mass%Ti Alloys by HDDR Treatments in Correlating with Their Electrical and Mechanical Properties", *Materials Transactions*, 50, 2009, 499-505.
341. Masuo Okada, Jun Nakahigashi, Asaya Fujita, Miho Yamauchi, Atsunori Kamegawa, "New useful function of hydrogen in materials", *Journal of Alloys and Compounds*, 580, 2013.

9. ΔΗΜΟΣΙΕΥΜΕΝΟ ΕΡΓΟ ΚΑΙ ΔΙΕΚΠΕΡΑΙΩΣΗ ΕΡΕΥΝΗΤΙΚΩΝ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑΤΩΝ 2017 - 2020

Σε διεθνή επιστημονικά περιοδικά με κρίση

1. Manufacturing process of AA5083/nano- γ -Al₂O₃ localized composite metal foam fabricated by friction stir processing route (FSP) and microstructural characterization, I. G. Papantoniou, **H. P. Kyriakopoulou**, D. I. Pantelis, A. Athanasiou-Ioannou & D. E. Manolakos, Journal of Materials Science, **53(3)**, 2018, pp. 3817-3835
2. Fabrication of MWCNT-reinforced Al composite local foams using friction stir processing route, I.G. Papantoniou, **H.P. Kyriakopoulou**, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos, The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, **97(1)**, 20`8, pp. 675–686
3. Bending Behavior of Nickel Coated Aluminum Alloy 6156 – T61, C.N. Panagopoulos, K.I. Giannakopoulos, H.P. Kyriakopoulou, MRS Communications, **8(3)**, 2018, pp. 1274-1278
4. Metal foaming by powder metallurgy process: investigation of different parameters on the foaming efficiency, Ioannis Papantoniou, **Helena P. Kyriakopoulou**, Dimitrios I. Pantelis, Dimitrios E. Manolakos, Frattura ed Integrità Strutturale, **50**, 2019, pp. 497-504
5. Investigation of the Hydrogen Embrittlement susceptibility of AA5083-H111 and AA6082-T6 dissimilar Friction Stir Welds (FSW), **H. P. Kyriakopoulou**, C. N. Farantos, A. Vazdirvanidis, A. G. Markoulis, C. A. Xanthis, E. V. Chatzidouros, D. I. Pantelis, Journal of Materials engineering and performance, **28(12)**, 2019, pp. 7687-7701
6. Microstructure and cavitation erosion performance of nickel-Inconel 718 composite coatings produced with cold spray, Marios Kazasidis, Shuo Yin, Jonathan Cassidy, Tatjana Volkov-Husović, Milica Vlahović, Sanja Martinović, **Kyriakopoulou Elena**, Rocco Lupoi, Surface and Coatings Technology, **382**, 2020, Article number 125195
7. Investigation of the correlation between hydrogen cathodic charging conditions and toughness properties of SAWL welded X65 pipeline steels, **H. P. Kyriakopoulou**, I. D. Belntekos, A. S. Tazedakis, N. M. Daniolos, P. Karmiris-Obratański, D. I. Pantelis, in press, Journal of Materials Engineering and performance, **29(5)**, 2020, pp. 3205-3219
8. Investigation of hydrogen embrittlement susceptibility and fracture toughness drop after in-situ hydrogen cathodic charging for a X65 pipeline steel, **H.P. Kyriakopoulou**, P. Karmiris-Obratański, A.S. Tazedakis, N.M. Daniolos, E.C. Dourdounis, D.E. Manolakos, D.I. Pantelis, Micromachines, **11(4)**, 2020, pp. 430-449

Σε διεθνή συνέδρια με κρίση επί του κειμένου

1. “Fabrication of composite AA5083 - Multiwall Carbon Nanotubes (MWCNTs) local foam using friction stir processing route.” I.G. Papantoniou, **H.P. Kyriakopoulou**, D.I. Pantelis, D.E. Manolakos, European Congress on Advanced Materials and Processes, 10 -15 September 2017
2. “Investigation on the fracture toughness properties of a X52 pipeline steel after In – Situ Hydrogen Cathodic Charging process during Crack Tip Open Displacement testing”, **H. P. Kyriakopoulou**, A. G. Markoulis, C. A. Xanthis, A. S. Tazedakis, E.C. Dourdounis, N.M. Daniolos, P. Karmiris-Obratański, D. E. Manolakos, D. I. Pantelis, accepted in IManEE 2020 International Conference
3. “Investigation of the effect of hydrogen cathodic charging conditions on the mechanical properties of AA5083-H111 and AA6082-T6 dissimilar Friction Stir Welds (FSW)”, **H. P. Kyriakopoulou**, A. G. Markoulis, C. A. Xanthis, P. Karmiris-Obratański, D. E. Manolakos, D. I. Pantelis, accepted in IManEE 2020 International Conference

Σε εθνικά συνέδρια με κρίση επί του κειμένου

1. “Μελέτη του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου σε ανομοιογενείς συγκολλήσεις κραμάτων αλουμινίου δια τριβής μέσω ανάδευσης (FSW)”, **Ε.Π. Κυριακοπούλου**, Χ.Ν. Φαράντος, Α. Βαζδιρβανίδης, Α.Γ. Μαρκουλής, Χ.Α. Ξάνθης, Η.Β. Χατζηδούρος, Δ.Ι. Παντελής, 6^ο Πανελλήνιο Συνέδριο Μεταλλικών Υλικών, Αθήνα 2019
2. “Μελέτη επίδρασης των συνθηκών καθοδικής φόρτισης εντός περιβάλλοντος υδρογόνου στη δυσθραυστότητα συγκολλητών χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς υδρογονανθράκων τύπου X65”, **Ε.Π. Κυριακοπούλου**, Γ.Δ. Μπελντέκος, Α.Σ. Ταζεδάκης, Ν.Μ. Δανιόλος, Α.Γ. Μαρκουλής, Χ.Α. Ξάνθης, Δ.Ι. Παντελής, 6^ο Πανελλήνιο Συνέδριο Μεταλλικών Υλικών, Αθήνα 2019

Παραδοτέα ερευνητικών προγραμμάτων

62/330400: "Μελέτη επίδρασης προσρόφησης υδρογόνου στη δυσθραυστότητα σωλήνων ευθείας ραφής"

1. Παντελής, Δ.Ι., Κυριακοπούλου, Ε., «Επίδραση της προσρόφησης υδρογόνου στη δυσθραυστότητα σωλήνων ευθείας ραφής βυθισμένου τόξου (SAWL, Submerged Arc Welded Longitudinally)», Παραδοτέο 1^ο: Βιβλιογραφική μελέτη των παραγόντων που επιδρούν στη δυσθραυστότητα κα στην εκδήλωση ψαθυροποιητικών φαινομένων HIC και SSCC, Τεχνική Έκθεση προς Σωληνουργεία Κορίνθου, Report No STL-393-F18, Σεπτέμβριος 2018.

2. Παντελής, Δ.Ι., Κυριακοπούλου, Ε., «Επίδραση της προσρόφησης υδρογόνου στη δυσθραυστότητα σωλήνων ευθείας ραφής βυθισμένου τόξου (SAWL, Submerged Arc Welded Longitudinally)», Παραδοτέο 2^ο: Μικροδομική μελέτη και χαρακτηρισμός συγκολλημένου χάλυβα κατασκευής σωληνώσεων X65, Τεχνική Έκθεση προς Σωληνουργεία Κορίνθου, Report No STL-396-F19, Μάρτιος 2019.

3. Παντελής, Δ.Ι., Κυριακοπούλου, Ε., «Επίδραση της προσρόφησης υδρογόνου στη δυσθραυστότητα σωλήνων ευθείας ραφής βυθισμένου τόξου (SAWL, Submerged Arc Welded Longitudinally)», Τελική έκθεση με τα αποτελέσματα της μελέτης, Τεχνική Έκθεση προς Σωληνουργεία Κορίνθου, Report No STL-399-F19, Μάιος 2019.

62/370800: "Μελέτη της δυσθραυστότητας τριών διαφορετικών ειδών χάλυβα από σωλήνες μεταφοράς πετρελαιοειδών, με ταυτόχρονη επίδραση περιβάλλοντος υδρογόνου"

1. Κυριακοπούλου, Ε., «Μελέτη της δυσθραυστότητας τριών διαφορετικών ειδών χάλυβα από σωλήνες μεταφοράς πετρελαιοειδών, με ταυτόχρονη επίδραση περιβάλλοντος υδρογόνου», Παραδοτέο 1^ο: Βιβλιογραφική μελέτη της συμπεριφοράς έναντι κόπωσης αγωγών κατασκευασμένων από HSLA χάλυβα, οι οποίοι βρίσκονται σε περιβάλλον αερίου υδρογόνου υπό πίεση, Τεχνική Έκθεση προς Σωληνουργεία Κορίνθου, Report No STL-403-F19, Νοέμβριος 2019.

2. Κυριακοπούλου, Ε., «Μελέτη της δυσθραυστότητας τριών διαφορετικών ειδών χάλυβα από σωλήνες μεταφοράς πετρελαιοειδών, με ταυτόχρονη επίδραση περιβάλλοντος υδρογόνου», Τελική έκθεση με τα αποτελέσματα της μελέτης, Τεχνική Έκθεση προς Σωληνουργεία Κορίνθου, Report No STL-406-F19, Ιούνιος 2020.