

# ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΝΑΥΠΗΓΩΝ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΤΟΜΕΑΣ ΘΑΛΑΣΣΙΩΝ ΚΑΤΑΣΚΕΥΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΝΑΥΠΗΓΙΚΗΣ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

«Μελέτη της επίδρασης του υδρογόνου στην μηχανική συμπεριφορά χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων»

Ιωάννης Δ. Μπελντέκος

Επιβλέπων Καθηγητής: Δημήτριος Ι. Παντελής

Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Αθήνα, Οκτώβριος 2019

# Ευχαριστίες

Η παρούσα Διπλωματική Εργασία εκπονήθηκε στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας του Τομέα Θαλάσσιων Κατασκευών της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου. Με την ολοκλήρωση της εργασίας θα ήθελα να εκφράσω θερμές ευχαριστίες για την αρωγή και την στήριξή τους, σε μια ομάδα σημαντικών για μένα προσώπων.

Ασφαλώς χρωστώ ευγνωμοσύνη στον επιβλέποντα Καθηγητή του Τομέα Θαλάσσιων Κατασκευών της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, κ. Δημήτριο Παντελή, ο οποίος μου ανέθεσε την εκπόνηση της διπλωματικής εργασίας. Θα θυμάμαι για πάντα την εμπιστοσύνη που μου έδειξε, την υποστήριξη και κυρίως την καθοδήγηση που μου παρείχε καθόλη τη διάρκεια της διπλωματικής εργασίας.

Θερμές ευχαριστίες οφείλω στον κ. Νικόλαο Τσούβαλη, Καθηγητή του Τομέα Θαλάσσιων Κατασκευών της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, για την ακέραιη στήριξή του για ως προς την ολοκλήρωση της διπλωματικής αυτής εργασίας, τον κ. Εμμανουήλ Σαμουηλίδη, Καθηγητή του Τομέα Θαλάσσιων Κατασκευών της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών και τον κ. Κωνσταντίνο Ανυφαντή, Επίκουρο Καθηγητή του Τομέα Θαλασσίων Κατασκευών της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, για την πολύτιμη βοήθειά τους και το συμβουλευτικό ρόλο τους ως μέλη της τριμελούς επιτροπής εξέτασης.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τον κ. Αθανάσιο Μαρκουλή, μέλος του Εργαστηριακού Διδακτικού Προσωπικού και τον κ. Χαράλαμπο Ξάνθη, μέλος του Ειδικού Τεχνικού Εργαστηριακού Προσωπικού, για την υποστήριξη που μου παρείχαν σε καθημερινή βάση στην εκτέλεση του πειραματικού τμήματος της διπλωματικής εργασίας.

Επιπρόσθετα, θα ήθελα να ευχαριστήσω τα Σωληνουργεία Κορίνθου και ιδιαίτερα τον κ. Αθανάσιο Ταζεδάκη, τον κ. Ευθύμιο Δουρδούνη και τον κ. Νικόλαο Δανιόλο, για την παροχή των προς μελέτη δοκιμίων καθώς και για τις ιδιαίτερα χρήσιμες παρατηρήσεις επί των πειραματικών αποτελεσμάτων.

Θα ήθελα ακόμη να ευχαριστήσω από καρδιάς τη συνάδελφο Έλενα Αλεξία Κυριακοπούλου, διπλωματούχο της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών του Ε.Μ.Π και Υποψήφια Διδάκτορα της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, για την υπομονή της και την αμέριστη συμπαράστασή της καθ' όλη τη διάρκεια της διπλωματικής μου εργασίας. Η βοήθεια που μου παρείχε καθημερινά, σε μία σειρά πρακτικών προβλημάτων που προέκυψαν στο πειραματικό μέρος, στην κατανόηση των πολύπλοκων εννοιών του ερευνητικού αντικειμένου και στη συγγραφή της διπλωματικής αυτής εργασίας υπήρξε καθοριστικός παράγοντας για την απρόσκοπτη ολοκλήρωση του θέματος.

Τέλος, θα ήθελα να δώσω ένα πολύ μεγάλο ευχαριστώ στην οικογένειά μου, τους φίλους και όλους τους ανθρώπους που ήταν δίπλα μου και με στήριξαν με την υπομονή και την κατανόησή τους σε όλη τη διάρκεια των σπουδών μου.

# Περίληψη

Θεματικός άξονας της παρούσας διπλωματικής εργασίας αποτέλεσε η μελέτη της επίδρασης του υδρογόνου στη μηχανική συμπεριφορά χαλύβδινων συγκολλητών σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων. Ουσιαστικά, η εργασία αυτή επικεντρώνεται στη διερεύνηση της συσχέτισης μεταξύ των συνθηκών της καθοδικής φόρτισης του υδρογόνου και της ενδογενούς ιδιότητας της δυσθραυστότητας συγκολλημένου χάλυβα X65 από σωλήνα SAWL (Submerged Arc Weld Longitudinal). Η πειραματική τεχνική που εφαρμόστηκε για τον προσδιορισμό των χαρακτηριστικών μεγεθών που αφορούν στη δυσθραυστότητα (δ, K<sub>Q</sub>, J) έπειτα από τη καθοδική φόρτιση των δοκιμίων εντός περιβάλλοντος εμπλουτισμένου σε υδρογονοκατιόντα ήταν η μηχανική δοκιμή CTOD (Crack Tip Open Displacement). Πιο συγκεκριμένα, η ηλεκτροχημική διέγερση των δοκιμίων έλαβε χώρα σε ηλεκτρολυτικό κελί με επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> και χρονική διάρκεια παραμονής 48 ώρες.

Μέσω αυτής της μελέτης, προέκυψαν ενδιαφέροντα αποτελέσματα σχετικά με το βάθος διείσδυσης και τον συντελεστή διάχυσης των υδρογονοκατιόντων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος καθώς και την επιφανειακή πυκνότητα κάλυψης, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και την μορφολογία τόσο των φλυκταινών υδρογόνου, όσο και μικρορωγματώσεων. Πιο αναλυτικά, το βάθος διείσδυσης των υδρογονοκατιόντων εντός της μεταλλικής μήτρας προσδιορίστηκε με τη διεξαγωγή μικροσκληρομετρήσεων σε κάθετες τομές των συγκολλημένων δοκιμίων, ενώ η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των φλυκταινών υδρογόνου και των μικρορωγματώσεων ποσοτικοποιήθηκε με τη χρήση στερεοσκοπίου και ενός ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας Image J.

Τέλος, οι προκύπτουσες από τη δοκιμή CTOD καμπύλες δύναμης – επιμήκυνσης (F – L) σε συνδυασμό με τις καθιερωμένες μαθηματικές συναρτήσεις, αποτέλεσαν τη βάση για τον προσδιορισμό των χαρακτηριστικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα, ενώ η ανάλυση των μικρομηχανισμών που συνετέλεσαν στην τελική αστοχία του μεταλλουργικού συστήματος (έναρξη και διάδοση μικρορωγματώσεων) μελετήθηκαν με τη βοήθεια Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης (Scanning Electron Microscopy – SEM).

# Abstract

The main subject of this thesis is the study of the effect of hydrogen on the mechanical behavior of pipeline steels. More precisely, this work focuses on the investigation of the correlation between hydrogen cathodic charging conditions and toughness properties of SAWL welded X65 pipeline steels. The experimental technique which was applied to determine the characteristic parameters associated with toughness ( $\delta$ , K<sub>Q</sub>, J) was the Crack Tip Open Displacement (CTOD) after hydrogen cathodic charging process. The hydrogen polarization of specimens took place in an electrolytic cell with applied current density 30 mA/cm<sup>2</sup> and cathodic charging duration 48 h.

Through this study, interesting results were provided concerning diffusion depth and diffusion coefficient of hydrogen cations and surficial density, mean size and morphology of blisters and microcracks. More analytically, the penetration depth of hydrogen cations in metal matrices was determined by conducting microhardness testing in the cross sections of welded specimens, whilst the surface density of blisters and microcracks was quantified using stereoscopic technique and Image J analysis program. Finally, the strength-elongation curves were utilized to determine the characteristic mechanical parameters related to fracture toughness, while the analysis of contributing micro - mechanisms to the failure of microstructures (crack initiation and propagation paths) was performed by the aid of Scanning Electron Microscopy.

# Περιεχόμενα

Ευχαριστίεςi
Περίληψηii
Abstractiii
Μέρος Α: Θεωρητικό μέρος1
1. Μικροδομικός χαρακτηρισμός των χαλύβων υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης 1
1.1 Γενικά στοιχεία για τους χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων
1.2 Φάσεις – Μικροδομικά συστατικά HSLA χαλύβων1
1.3 Σκλήρυνση με κατακρήμνιση6
1.4 Επίδραση των στοιχείων μικροκραμάτωσης και του μέσου μεγέθους των κόκκων στην αντοχή των HSLA χαλύβων7
2. Θραύση9
2.1 Γενικά στοιχεία για την θραύση9
2.2 Θραύση χαμηλής θερμοκρασίας10
2.3 Στοιχεία για χάλυβες11
2.4 Κατευθυντικότητα των μηχανικών ιδιοτήτων12
2.5 Αλλαγή στον προσανατολισμό της επιφάνειας θραύσης
2.6 Μικροσκοπική παραμόρφωση και μηχανισμοί θραύσης
2.7 Μακροσκοπική εμφάνιση των επιφανειών θραύσης
2.8 Μελέτη της θραύσης σε μικροσκοπική κλίμακα
2.9 Σύνοψη μακροσκοπικών και μικροσκοπικών θραυστογραφικών χαρακτηριστικών30
3. Δυσθραυστότητα
3.1 Γενικά στοιχεία που αφορούν στη δυσθραυστότητα
3.2 Εξάρτηση της δυσθραυστότητας από τη θερμοκρασία
3.3 Πειραματικός προσδιορισμός της δυσθραυστότητας
4. Υδρογόνο
4.1 Διάβρωση χαλύβδινων σωληνώσεων οι οποίες είναι ενταγμένες σε εδαφικούς σχηματισμούς
4.2 Επικρατέστερος ορισμός της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου
4.3 Επίδραση της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου στις μηχανικές ιδιότητες των υλικών
4.4 Κύριοι παράγοντες ελέγχου της ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα των μεταλλικών υλικών
4.5 Διάχυση και παγίδευση του υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του σιδήρου

4.6 Μηχανισμοί ψαθυροποίησης των μετάλλων εξαιτίας του υδρογόνου	
4.7 Καθορισμός του συντελεστή διάχυσης του υδρογόνου	58
4.8 Τυπικές μηχανικές αστοχίες σε εδαφικούς σχηματισμούς	59
Μέρος Β: Πειραματικό μέρος	64
5. Χαρακτηρισμός μικροδομής συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65 μέσα Μικροσκοπίου (ΟΜ) και Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (SEM)	υ Οπτικού 64
5.1 Μέταλλο Βάσης	64
5.2 Ζώνη Τήξης	65
6. Αποτελέσματα Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ στην περιοχή του μετάλλου βάα ζώνης τήξης χάλυβα X65	ης και της 68
7. Μετρήσεις μικροσκληρότητας συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65	
8. Παρουσίαση εργαστηριακού εξοπλισμού	72
8.1 Σκαρίφημα πειραματικής διάταξης όπου πραγματοποιήθηκε η καθοδική των δοκιμίων χάλυβα X65	φόρτιση 72
8.2 Υδραυλική πρέσα όπου πραγματοποιήθηκε η μηχανική δοκιμή τύπου CTC	)D 74
9. Πίνακας συνθηκών καθοδικής φόρτισης δοκιμίων χάλυβα Χ65	76
10. Υπολογισμός βάθους διείσδυσης και συντελεστή διάχυσης των υδρογονο στην μικροδομή του χάλυβα X65	κατιόντων 76
10.1 Μέταλλο Βάσης	76
10.2 Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη	78
10.3 Ζώνη Τήξης	79
10.4 Συγκριτικά διαγράμματα του συντελεστή διάχυσης και του βάθους διεία του υδρογόνου	<sup>ι</sup> δυσης 79
11. Μορφολογική παρατήρηση μικρορωγματώσεων	81
12. Μορφολογική παρατήρηση φλυκταινών υδρογόνου	82
13. Ταυτοποίηση υδριδίων μέσω Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ	
14. Αποτελέσματα μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια που έφεραν εγκοπή περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης, χωρίς προ επιβολή καθοδικής φόρτισης	είτε στην γενέστερη 85
14.1 Μέταλλο Βάσης	85
14.2 Ζώνη Τήξης	95
14.3 Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων	105
15. Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων χάλυβα Χ65	106
15.1 Μέταλλο Βάσης	106
15.2 Ζώνη Τήξης	110

16. Αποτελέσματα μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια που έφεραν εγκοπή στην του μετάλλου βάσης ή της ζώνης τήξης χάλυβα X65 έχοντας υποβληθεί σε κ φόρτιση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm²	ν περιοχή καθοδική 114
16.1 Μέταλλο Βάσης	114
16.2 Ζώνης Τήξης	124
16.3 Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων	134
17. Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων χάλυβα Χ65 έπειτα από την καθοδ φόρτιση σε πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm²	δική τους 135
17.1 Μέταλλο Βάσης	135
17.2 Ζώνη Τήξης	140
18. Συγκεντρωτικός πίνακας χαρακτηριστικών μεγεθών της δυσθραυστότητας για χάλυβα X65 που φέρουν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε τι τήξης, τόσο για περιβάλλον αέρα όσο και για ηλεκτροχημικό περιβάλλον υδρογ πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm <sup>2</sup>	x δοκίμια ης ζώνης γόνου με 145
19. Συμπεράσματα	146
Βιβλιογραφία	150

# Μέρος Α: Θεωρητικό μέρος

# 1. Μικροδομικός χαρακτηρισμός των χαλύβων υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης

# 1.1 Γενικά στοιχεία για τους χάλυβες κατασκευής σωληνώσεων

Οι σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων μπορούν να κατασκευαστούν είτε από χαλύβδινη πλάκα είτε από φύλο χάλυβα πάχους μερικών μόνο χιλιοστών. Απαραίτητες καθίστανται οι εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες έτσι ώστε να εξασφαλισθεί πως η σωλήνωση θα χαρακτηρίζεται από:

- Επαρκή σκληρότητα σε περιβάλλον τόσο χαμηλών όσο και υψηλών θερμοκρασιών
- Καλή συγκολλησιμότητα
- Επαρκή αντοχή στις εσωτερικές και εξωτερικές πιέσεις κατά την διάρκεια της λειτουργείας της
- Ανθεκτικότητα έναντι εργοδιάβρωσης (Stress Corrosion Cracking, SCC), διάβρωσης λόγω παρουσίας διοξειδίου του άνθρακα CO<sub>2</sub>, καθώς και στη ψαθυροποίηση από υδρογόνο (Hydrogen Embrittlement – HE)

Οι "μικροκραματωμένοι" χάλυβες υψηλής αντοχής (High Strength Low Alloy, HSLA) είναι το μόνο ικανό υλικό να πετύχει της προαναφερθείσες ιδιότητες σε ανταγωνιστικό κόστος. Η επίτευξη της απαιτούμενης αντοχής πραγματοποιείται μέσω ενός συνδυασμού μηχανισμών όπως είναι η εκλέπτυνση των κόκκων, η ενδοτράχυνση, η σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης καθώς και η σκλήρυνση μέσω ανάπτυξης στερεού διαλύματος αντικατάστασης. Αδιαμφησβήτητα το αποτελεσματικότερο μέσο βελτίωσης των ιδιοτήτων του χάλυβα για μία δεδομένη σύσταση είναι ο σχεδιασμός του μικροδομικού ιστού μέσω ελεγχόμενων κατεργασιών θερμής και ψυχρής έλασης με την εφαρμογή ενδιάμεσων σταδίων ψύξης. Αυτό έχει ως συνέπεια την εκλέπτυνση των κόκκων, την σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης και τέλος την ελεγχόμενη ανάπτυξη του μετασχηματισμού των φάσεων.

## 1.2 Φάσεις – Μικροδομικά συστατικά HSLA χαλύβων

Ο χάλυβας X65, ο οποίος εξετάζεται στην παρούσα διπλωματική εργασία, χαρακτηρίζεται ως HSLA χάλυβας και στο σημείο αυτό κρίνεται σκόπιμο να παρουσιαστούν οι κυριότερες φάσεις και τα μικρογραφικά συστατικά που συμμετέχουν στη μητρική περιοχή σε τέτοιου είδους χάλυβες. Τα παραπάνω στοιχεία φέρουν άμεση επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες του κραματικού συστήματος (όριο διαρροής, μέγιστη εφελκυστική αντοχή, σκληρότητα). Οι κυριότερες φάσεις και τα μικρογραφικά συστατικά που θα αναλυθούν και στην συνέχεια, είναι ο φερρίτης, ο περλίτης, ο μαρτενσίτης και ο μπαινίτης.

## Φερρίτης

Ο φερρίτης αποτελεί στερεή φάση σιδήρου (Fe) ή στερεό διάλυμα με βασικό συστατικό τον σίδηρο. Κρυσταλλώνεται στο χωροκεντρωμένο κυβικό σύστημα (bcc) και σχηματίζεται κατά την αργή απόψυξη του ωστενίτη σύμφωνα με τον αλλοτροπικό μετασχηματισμό ωστενίτη → φερρίτη όπως φαίνεται και στο ακόλουθο διάγραμμα συνεχούς απόψυξης (Continuous Cooling Transformation – CCT) (Eικ.1) [1, 2].



Εικόνα 1: Διάγραμμα CCT για χάλυβα σύστασης 0.06C-1.25Mn-0.42Mo [2]

Η αύξηση στον ρυθμό απόψυξης έχει ως αποτέλεσμα τον σχηματισμό διαφορετικών φερριτικών δομών, οι οποίες αξίζει να αναλυθούν (Εικ.2). Επιγραμματικά, οι δομές αυτές είναι:

- A. Αλλοτριόμορφος φερρίτης (Allotriomorphic grain boundary ferrite)
- Β. Πολυγωνικός φερρίτης (Ισοαξονικός) / Ημιπολυγωνικός φερρίτης (Polygonal/quasi polygonical ferrite)
- C. Φερρίτης Widmanstätten (Widmanstätten ferrite)
- D. Βελονοειδής φερρίτης (Acicular ferrite)



Εικόνα 2: Φερριτικές δομές [3]

Σε αργούς ρυθμούς απόψυξης, οι κόκκοι φερρίτη αναπτύσσονται επί των προγενέστερων ορίων των ωστενιτικών κόκκων, οδηγώντας σε πολυγωνική ή ισοαξονική μορφολογία. Πιο συγκεκριμένα, ο αλλοτριόμορφος φερρίτης πυρηνοποιείται στα όρια των ωστενιτικών κόκκων. Αντίθετα, σε υψηλότερους ρυθμούς απόψυξης, ο φερρίτης αναπτύσσεται με κατεύθυνση από τα όρια των κόκκων του ωστενίτη προς το κέντρο, έχοντας την μορφή επιμήκους κρυστάλλου. Η δομή αυτή καλείται φερρίτης Widmanstätten (Εικ.3)[3].



Εικόνα 3:Διάγραμμα CCT χαλύβων με χαμηλό ποσοστό άνθρακα[3].

Ο βελονοειδής φερρίτης (acicular ferrite), σε αντίθεση με τις υπόλοιπες δομές οι οποίες πυρηνοποιούνται επί των ορίων των κόκκων (intergranular nucleation), φαίνεται να πυρηνοποιείται ενδοκρυσταλλικά (intragranular nucleation) και να αναπτύσσεται προς πολλές τυχαίες κατευθύνσεις. Σημείο έναρξης του φαινομένου αυτού φαίνεται να αποτελεί η ύπαρξη μη μεταλλικών εγκλεισμάτων στις περικρυσταλλικές περιοχές των ωστενιτικών κόκκων. Ωστόσο, σημειώνεται πως η παρατήρηση των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων είναι δυνατή μόνο σε σπάνιες περιπτώσεις. Επίσης έχει επικρατήσει η άποψη πως τα μη μεταλλικά εγκλείσματα που περιέχουν τιτάνιο (0.005 wt% Ti) είναι πιο αποτελεσματικά στην πυρηνοποίηση και ανάπτυξη φερρίτη βελονοειδούς μορφολογίας [4, 5].

Ο μπαινίτης (bainite), όπως θα αναλυθεί εκτενώς και στην συνέχεια, χαρακτηρίζεται από δομές επιμήκους μορφολογίας οι οποίες συστοιχίζονται υπό μορφή πακέτων (lath type). Ωστόσο υπάρχει μία ειδοποιός διαφορά μεταξύ των φερριτικών και των μπαινιτικών δομών. Ο μπαινίτης πυρηνοποιείται στις επιφάνειες των ορίων των κόκκων και τελικά αναπτύσσεται υπό τη μορφή παράλληλων βελόνων, η διεύθυνση των οποίων βρίσκεται σε συγκεκριμένη γωνία προσανατολισμού με την επιφάνεια του κόκκου από τον οποίο προήλθαν. Αντιθέτως, ο βελονοειδής φερρίτης πυρηνοποιείται ενδοκρυσταλλικά (έχοντας ως σημείο έναρξης τα μη μεταλλικά εγκλείσματα) και αναπτύσσεται προς πολλές διαφορετικές διευθύνσεις με τυχαίο προσανατολισμό. Έχει παρατηρηθεί πως η προσθήκη νιόβιου (Nb) ευνοεί την ανάπτυξη του βελονοειδούς φερρίτη παρεμποδίζοντας αντίστοιχα την ανάπτυξη του μπαινίτη [6]. Βασικό πλεονέκτημα των δύο αυτών δομών είναι πως η ύπαρξη πολλών διαφορετικών διευθύνσεων μεταξύ των κόκκων επιμήκους μορφολογίας οδηγεί σε διαρκείς εκτροπές της πορείας διάδοσης της ρωγμής με αποτέλεσμα να αποτονώνεται η εσωτερική ενέργεια αυτής (Εικ.4). Αυτό έχει ως συνέπεια την καθυστέρηση της διάδοσης της ρωγμής

και την αύξηση της δυσθραυστότητας του υλικού, γεγονός ιδιαίτερα κρίσιμο σε περιπτώσεις ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου [4].



Εικόνα 4: Παρεμπόδιση διάδοσης ρωγμής σε δομή βελονοειδούς φερρίτη [4]

Το μέσο μέγεθος των κόκκων όπως έχει ήδη αναφερθεί αποτελεί μία από τις σημαντικότερες μικροδομικές παραμέτρους, καθώς αυτή επηρεάζει άμεσα τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού και μάλιστα με υψηλότερο συντελεστή βαρύτητας το όριο διαρροής. Η συναρτησιακή συσχέτιση μεταξύ του ορίου διαρροής σ<sub>y</sub> και του μέσου μεγέθους των κόκκων d, δίνεται από τη σχέση Hall – Petch :

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

 $σ_0$ ,  $k_y$ : σταθερές

Γίνεται λοιπόν σαφές πως οι λεπτόκοκκες δομές παρουσιάζουν υψηλότερο όριο διαρροής και συνεπώς ο σχεδιασμός και η ανάπτυξή τους απασχολεί ιδιαιτέρως την βιομηχανική κοινότητα. Πιο αναλυτικά, η δημιουργία λεπτοκρυσταλλικών χαλύβων είναι ένας από τους βασικότερους τεχνολογικούς στόχους όλων των μεθόδων παραγωγής, ενώ η εκλέπτυνση του μέσου μεγέθους των κόκκων (grain refinement) αποτελεί έναν από τους συνηθέστερους τρόπους βελτίωσης των μηχανικών τους ιδιοτήτων μέσω θερμικών κατεργασιών [1, 4].

# Περλίτης

Ο περλίτης είναι ίσως το πιο "εδραιωμένο" μικρογραφικό συστατικό στους HSLA χάλυβες και έχει απασχολήσει την βιομηχανική κοινότητα είδη από τον 18° αιώνα [7,8]. Πρόκειται ουσιαστικά για μία σύνθετη ευτηκτοειδή δομή εναλλασσόμενων πλακών φερρίτη (φάσης α) και Fe<sub>3</sub>C (σεμεντίτη) που παράγεται κατά την απόψυξη της ωστενιτικής φάσης (με περιεκτικότητα σε άνθρακα 0.8 %κ.β.) κάτω από τους 723°C. Η πυρηνοποίησή του πραγματοποιείται γύρω από τα όρια κόκκων του ωστενίτη (γ – φάσης) και ουσιαστικά πρόκειται για μίγμα φάσεων με σύσταση: 88.5 %κ.β. φερρίτη και 11.5 %κ.β. Fe<sub>3</sub>C. Η ευτηκτοειδής αντίδραση (περλιτικός μετασχηματισμός) είναι θερμικά και χρονικά εξαρτώμενη, καθώς ο άνθρακας που υπάρχει στην φάση του ωστενίτη χρειάζεται αρκετό χρόνο έτσι ώστε να διαχυθεί και να σχηματίσει τον σεμεντίτη. Έτσι, γίνεται σαφές πως ο ρυθμός απόψυξης καθορίζει σε μεγάλο βαθμό το ποσοστισία συμμετοχής του περλίτη υπερλίτη υπερβαίνει ένα κρίσιμο όριο και έχουν συντελεστεί συγκεκριμένες συνθήκες κατά το στάδιο

της θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, η μικροδομή χαρακτηρίζεται από ταινίες περλίτη (bands) παράλληλες με την διεύθυνση της έλασης. Η συγκεκριμένη μορφολογία καθίσταται περισσότερο δυσδιάκριτη όσο το κλάσμα όγκου συμμετοχής του περλίτη μειώνεται (Εικ.5) [1, 9].



Εικόνα 5: Φερριτοπερλιτικοί χάλυβες με ποσοστό συμμετοχής περλίτη: a) 15.4 %κ.β, b) 9.7 %κ.β και c) 4.7 %κ.β [9]

#### Μπαινίτης

Ο μπαινίτης αποτελεί ένα μικρογραφικό συστατικό το οποίο σχηματίζεται στους χάλυβες κατά την διάρκεια των ισοθερμοκρασιακών μετασχηματισμών, για θερμοκρασιακά πεδία χαμηλότερα από αυτά που ορίζει ο βρόχος θερμοδυναμικής ισορροπίας του περλίτη (500 – 550 °C) και ανώτερα από τη θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού, M<sub>s</sub> (250 °C). Κατά την διάρκεια σχηματισμού του μπαινίτη λαμβάνουν χώρα φαινόμενα διάτμησης και διάχυσης. Πιο αναλυτικά, ο μπαινίτης πυρηνοποιείται στην φερριτική φάση έπειτα από διάτμηση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του ωστενίτη και στη συνέχεια αναπτύσσεται λόγω διάχυσης του άνθρακα σε μικρές αποστάσεις, η οποία συντελεί στην ανακατανομή των ατόμων άνθρακα. Δεδομένου της μικρής ταχύτητας διάχυσης, ο άνθρακας απωθείται και συσσωρεύεται στα όρια του μετώπου διάχυσης (diffusion front), με αποτέλεσμα να κατακρημνίζεται υπό τη μορφή λεπτοκρυσταλλικά διεσπαρμένου Fe<sub>3</sub>C. Ο μπαινίτης σχηματίζεται υπό μορφή βελόνων ή πλακών, γεγονός που εξαρτάται από την θερμοκρασία του μετασχηματισμού. Για θερμοκρασίες κοντά στην περλιτική περιοχή (περίπου 550 °C) η προκύπτουσα μικροδομή, βελονοειδούς ή φτεροειδούς μορφολογίας (feather – like morphology), ονομάζεται ανώτερος μπαινίτης και κατά την διάρκεια του μετασχηματισμού συμβάλει περισσότερο το φαινόμενο της διάχυσης έναντι αυτού της διάτμησης. Αντιθέτως, για θερμοκρασίες κοντά στην M<sub>5</sub>, όπου λαμβάνει χώρα κυρίαρχα το φαινόμενο της διάτμησης, ο μπαινίτης ονομάζεται κατώτερος και έχει την μορφή βελόνων με πολύ περιορισμένο πάχος (παρόμοιες με την μορφή του μαρτενσίτη) (Εικ.6). Ειδοποιός διαφορά μεταξύ της μπαινιτικής και της περλιτικής δομής έγκειται στο γεγονός ότι ο περλίτης αναπτύσσεται με επαναλαμβανόμενη εναλλαγή πλακιδίων φερρίτη και σε σεμεντίτη, ενώ ο μπαινίτη αποτελείται από φερριτκή φάση στα όρια της οποίας βρίσκονται διεσπαρμένα καρβίδια του σιδήορυ. Επιπλέον, οι λωρίδες του μπαινίτη είναι σημαντικά λεπτότερες από τα πλακίδια του περλίτη [1, 4].



Εικόνα 6: Φερριτομπαινιτικές δομές όπου οι μαύρες κουκίδες αντιπροσωπεύουν τον σεμεντίτη (Fe<sub>3</sub>C): (α) ανώτερος μπαινίτης, (b) κατώτερος μπαινίτης [10]

Οι μπαινιτικές δομές χαρακτηρίζονται από ικανοποιητικές μηχανικές ιδιότητες, λόγω της διασποράς των κατακρημνισμάτων Fe<sub>3</sub>C, όπως η μέγιστη εφελκυστική αντοχή έναντι θραύσης και η ολκιμότητα. Επιπροσθέτως, οι μπαινιτικές δομές λόγω της αυξημένης σκληρότητας και της επιμήκους μορφολογίας που τις χαρακτηρίζει, εμποδίζουν τη περαιτέρω διάδοση των ρωγμών, αυξάνοντας έτσι την δυσθραυστότητα του υλικού. Έτσι δικαιολογείται η τάση της βιομηχανίας για παραγωγή όλο και περισσότερων νέων χαλύβων με φερριτομπαινιτική δομή [1, 4].

# Μικρογραφικά συστατικά μαρτενσίτη – ωστενίτη

Τα μικρογραφικά συστατικά που αποτελούνται από έναν συνδυασμό φάσεων μαρτενσίτη και ωστενίτη (MA constituents) απαντώνται συνήθως σε χάλυβες υψηλότερης αντοχής από τον X65 που εξετάζεται στην παρούσα διπλωματική (όπως δηλαδή αποτελούν οι χάλυβες τύπου X70, X80 και X100). Όπως έχει ήδη αναφερθεί κατά την απόψυξη του χάλυβα λαμβάνει χώρα ο περλιτικός μετασχηματισμός, όπου ο πλούσιος σε άνθρακα ωστενίτης μετασχηματίζεται σε περλίτη. Ωστόσο για υψηλότερους ρυθμούς απόψυξης είναι πιθανή η δημιουργία μικρού ποσοστού μαρτενσίτη με ή χωρίς υπολειπόμενο ωστενίτη. Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός είναι διατμησιακού τύπου και δεν εμπεριέχει σε καμία περίπτωση την έννοια της διάχυσης του άνθρακα, επομένως το τελικό ποσοστό σε άνθρακα θα είναι ίδιο με αυτό της μητρικής ωστενιτικής φάσης [11].

Η ύπαρξη των ΜΑ' s σε περιορισμένο κλασματικό όγκο συμμετοχής (< 3 %) συμβάλει στην αύξηση της αντοχής του υλικού, γεγονός που αντιστρέφεται αν αυξηθεί η ποσοστιαία συμμετοχή του σε τιμές υψηλότερες του 5% [12, 13].

# 1.3 Σκλήρυνση με κατακρήμνιση

Κατακρήμνιση ονομάζεται η διαδικασία η οποία εφαρμόζεται σε ένα μεγάλο εύρος βιομηχανικών κραμάτων με σκοπό την ενίσχυση της σκληρότητάς τους ή της αντοχής τους. Πρόκειται ουσιαστικά για τη δημιουργία λεπτοκρυσταλλικών και ομοιόμορφα κατανεμημένων σωματιδίων μίας δευτερεύουσας φάσης εντός του αρχικού μητρικού κρυσταλλογραφικού πλέγματος, έπειτα από τη διεξαγωγή κατάλληλων θερμικών κατεργασιών [1].

Στους HSLA χάλυβες χρησιμοποιούνται συχνά στοιχεία κραμάτωσης για την δημιουργία καρβιδίων και νιτριδίων, τα οποία είναι κυρίως το τιτάνιο (Ti), το νιόβιο (Nb) και το βανάδιο (V < 0.1 %κ.β.), προκειμένου να αυξηθεί η αντοχή τους. Αυτό επιτυγχάνεται είτε μέσω της εκλέπτυνσης των κόκκων είτε μέσω της δημιουργίας κατακρημνισμάτων τα οποία

παρεμποδίζουν την κίνηση των διαταραχών και αυξάνουν το όριο διαρροής του υλικού (yield stress).

Υπάρχει συγκεκριμένη σειρά για την κατακρήμνιση των καρβιδίων και των νιτριδίων στους χάλυβες, εξαιτίας της διαφοράς στο πεδίο θερμοδυναμικής ισορροπίας του κάθε κατακρημνίσματος. Το τιτάνιο εμφανίζει μεγαλύτερη χημική συγγένεια με τα άτομα του αζώτου με αποτέλεσμα τα κατακρημνίσματά αυτά να χαρακτηρίζονται από υψηλότερες θερμοκρασίες διαλυτοποίησης εν συγκρίσει με τα αντίστοιχα που προέρχονται από το νιόβιο. Τέλος σε ότι αφορά στις θερμοκρασίες σχηματισμού τους, τα κατακρημνίσματα από βανάδιο φαίνεται να παρουσιάζουν την μικρότερη θερμοκρασία, ενώ επιπρόσθετα σημειώνεται πως τα νιτρίδια σχηματίζονται σε υψηλότερες θερμοκρασίες από τις αντίστοιχες των καρβιδίων.

Πολύ σημαντική παράμετρος για την αποδοτικότητα της μεθόδου της κατακρήμνισης αποτελεί το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κατακρημνισμάτων, το οποίο πρέπει να κυμαίνεται μεταξύ των 5 και 20 nm, έτσι ώστε να επιτυγχάνεται η μέγιστη δυνατή αύξηση της αντοχής του υλικού. Αυτό φαίνεται να αποτελεί το ιδανικό μέγεθος των κατακρημνισμάτων ώστε να παρεμποδιστεί η διάδοση των διαταραχών και όχι απλά να καθυστερήσει, γεγονός που οφείλεται τόσο στο μικρό μέγεθός τους όσο και στην πολύ ομοιόμορφη διασπορά τους [14].

Τα κατακρημνίσματα είναι είτε συνεκτικά με την μήτρα (όλα τα κρυσταλλογραφικά επίπεδα βρίσκονται σε απόλυτη συνέχεια μεταξύ του κατακρημνίσματος και της μητρικής περιοχής) είτε έχουν μία μη συνεκτική ή ημισυνεκτική διεπιφάνεια συναρμογής. Είναι πλέον ευρέως αποδεκτό πως το μεγαλύτερο ποσοστό αύξησης της αντοχής του υλικού προέρχεται από τα κατακρημνίσματα που δεν παραμορφώνονται κατά τη διάρκεια της τμήσης τους από τις διαταραχές. Τα κατακρημνίσματα στα οποία προκαλείται μεγαλύτερη παραμόρφωση κατά όταν τέμνονται από τις διαταραχές συμβάλουν σε μικρότερο βαθμό στην αντοχή του υλικού, αυξάνοντας την ενέργεια που καταναλώνεται από τον πυρήνα της διαταραχής είτε κατά την απόσχισή τους είτε κατά τη διάρκεια δημιουργίας παραμορφωσιακών πεδίων περιμετρικά των κατακρημνισμάτων [15].

# 1.4 Επίδραση των στοιχείων μικροκραμάτωσης και του μέσου μεγέθους των κόκκων στην αντοχή των HSLA χαλύβων

Όπως έχει ήδη αναφερθεί τα στοιχεία μικροκραμάτωσης και το μέσο μέγεθος των κόκκων αποτελούν δύο πολύ σημαντικούς παράγοντες που επιδρούν στην αντοχή των HSLA χαλύβων και θα αναλυθούν εκτενώς στην συνέχεια.

## Στοιχεία μικροκραμάτωσης

Τυπική πρακτική στους HSLA χάλυβες αποτελεί ο περιορισμός της επί τοις εκατό κατά βάρος συμμετοχής των στοιχείων μικροκραμάτωσης που συμμετέχουν στον υπολογισμό του ισοδύναμου άνθρακα κάτω από 0.32%, αφού η αύξηση του ποσοστού του ισοδύναμου άνθρακα καθιστά πιθανότερη την εμφάνιση σκληρών φάσεων κατά την συγκόλληση των χαλύβδινων σωλήνων, υποβαθμίζοντας έτσι τη δυσθραυστότητα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (Heat Affected Zone – HAZ).

CE (wt %) = wt %C + wt %Mn/6 + wt %(Cr+Mo+V)/5 + wt %(Ni+Cu)/15

Σε περίπτωση όπου η σκληρότητα σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών και η αντίσταση στη ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου αποτελούν παραμέτρους καίριας τεχνολογικής και βιομηχανικής σημασίας, έχει εδραιωθεί να επιλύονται συστηματικά οι εξισώσεις για τον ισοδύναμο άνθρακα, μια εκ των οποίων παρατίθεται ακολούθως [16, 17].

$$CE(wt\%) = wt\%C + wt\%Si/25 + wt\%(Mn + Cu)/20 + wt\%(Cr + V)/10 + wt\%Ni/40 + wt\%Mo/15$$

Οι κραματικές προσθήκες στους μικροκραματωμένους χάλυβες αντικαθιστούν τα άτομα του σιδήρου, προκαλούν σημαντική μετατόπιση στους βρόχους θερμοδυναμικής ισορροπίας του ανώτερου και του κατώτερου μπαινίτη καθώς και στη θερμοκρασία έναρξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού και τέλος συντελούν στον σχηματισμό καρβονιτριδίων. Ο άνθρακας και το άζωτο λειτουργούν ως στοιχεία παρεμβολής και αποτελούν τον καθοριστικότερο παράγοντα για την σκλήρυνση μέσω στερεού διαλύματος, καθώς διαθέτουν εξαιρετικά υψηλούς συντελεστές σκλήρυνσης συγκριτικά με τα υπόλοιπα στοιχεία αντικατάστασης. Η διαλυτότητα του άνθρακα (C) και του αζώτου (N) στους 723 °C είναι 0.02 %κ.β. και 0.1 %κ.β. αντίστοιχα, η οποία μειώνεται σημαντικά σε θερμοκρασίες περιβάλλοντος (<5x10<sup>-5</sup> %κ.β.). Επιπροσθέτως, ο σχηματισμός καρβονιτριδίων απεμπλουτίζει τη μητρική περιοχή από τον άνθρακα και το άζωτο [18].

Τα υπόλοιπα στοιχεία κραμάτωσης που προστίθενται στους HSLA χάλυβες δε συμμετέχουν στη δημιουργία ατμοσφαιρών Cottrell (συναθροίσεις ατόμων), καθώς αδυνατούν να χωρέσουν στα κενά παρεμβολής εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του σιδήρου. Αντιθέτως, υπάρχει συγκεκριμένη αναλογία αντιστοιχίας μεταξύ αυτών και των αντικαθιστομένων ατόμων σιδήρου, με αποτέλεσμα να αναπτύσσονται τοπικά πεδία παραμορφώσεων. Το φώσφορο (P), το πυρίτιο (Si) και το μαγγάνιο (Mn) αποτελούν τα αποτελεσματικότερα στοιχεία μικροκραμάτωσης, ενώ κραματικά στοιχεία όπως ο χαλκός (Cu), το μολυβδαίνιο (Mo), το νικέλιο (Ni) και το χρώμιο (Cr) δεν παρουσιάζουν σημαντική συνεισφορά στην σκλήρυνση, με το χρώμιο να έχει μάλιστα και ελαφρώς αρνητική επίδραση [19].

Το μολυβδαίνιο (Mo), το νικέλιο (Ni), ο χαλκός (Cu) και το χρώμιο (Cr) σε συνδυασμό με το μαγγάνιο (Mn) προστίθενται στο υλικό για να αυξήσουν την σκληρότητα μέσω εκλέπτυνσης των κόκκων, μειώνοντας την θερμοκρασία μετασχηματισμού ωστενίτη σε φερρίτη ( $\gamma \rightarrow \alpha$ ). Επιπροσθέτως, το Cr και το Mo καταστέλλουν το σχηματισμό περλίτη, χαμηλώνουν την θερμοκρασία του μπαινιτικού και του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού και τέλος συντελούν στην ανάπτυξη βελονοειδούς φερρίτη. Αυτό έχεις ως αποτέλεσμα την δημιουργία μικροδομής η οποία χαρακτηρίζεται από αυξημένη συγκολλησιμότητα και μειωμένη ευαισθησία στην εκδήλωση ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracking – HIC). Το Ni επιδρά σημαντικά στην καταστολή του πεδίου μετασχηματισμού  $\gamma \rightarrow \alpha$ , χωρίς όμως η παρουσία του να συνδέεται άμεσα με την αύξηση της σκληρότητας. Ωστόσο χρησιμοποιείται σε μικρά ποσοστά για να διασφαλίσει τον σχηματισμό μαρτενσίτη, μπαινίτη και βελονοειδούς φερρίτη [20 – 23].

## Μέγεθος κόκκων

Η μείωση του μεγέθους των κόκκων οδηγεί στην αύξηση της συνολικής επιφάνειας των ορίων των κόκκων γεγονός που λειτουργεί ως εμπόδιο στη μετακίνηση των διαταραχών, ειδικά όταν τα όρια των κόκκων σχηματίζουν γωνιώδεις απολήξεις [24]. Σύμφωνα με έναν ευρέως αποδεκτό ορισμό, όρια κόκκων χαμηλής γωνίας (Low Angle Grain Boundaries – LAGB) αποτελούν εκείνα των οποίων η γωνία διαφοράς προσανατολισμού μεταξύ των κόκκων δεν ξεπερνά τις 15<sup>0</sup>. Σε περίπτωση μεγαλύτερων γωνιών ορίζονται τα όρια κόκκων υψηλής γωνίας (High Angle Grain Boundaries – HAGB) [25, 26]. Η επίδραση του μέσου μεγέθους των κόκκων στην αντοχή των χαλύβων έχει ποσοτικοποιηθεί μέσω της σχέσης Hall – Petch, η οποία έχει αναλυθεί προηγουμένως και χρησιμοποιείται για χάλυβες με χαμηλή συγκέντρωση σε άνθρακα. Μελέτες που έχουν διεξαχθεί πάνω στο συγκεκριμένο θέμα έχουν δείξει η αύξηση της αντοχής ευνοείται εξαιρετικά με την μείωση του μεγέθους των κόκκων έως τα 20 nm, καθώς μικρότερα μεγέθη κόκκων ενεργοποιούν έναν μηχανισμό ολίσθησης των ορίων των κόκκων (shear sliding of grains) [27].

Στην Εικόνα 7 απεικονίζεται η επίδραση του μέσου μεγέθους των κόκκων στο όριο διαρροής (yield stress) ενός χάλυβα με χαμηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα.



Εικόνα 7: Επίδραση μέσου μεγέθους των κόκκων στην αντοχή ενός χάλυβα με χαμηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα [27]

# 2. Θραύση

## 2.1 Γενικά στοιχεία για την θραύση

Με τον όρο θραύση ενός υλικού, νοείται ουσιαστικά η τελική αστοχία του υλικού αυτού, γεγονός που μπορεί να έγκειται στον κακό σχεδιασμό ή στη λανθασμένη επιλογή των συνθηκών λειτουργίας. Οι παράγοντες που μπορεί να επηρεάσουν την εκδήλωση της θραύσης αφορούν κυρίως στις εξωτερικές συνθήκες, όπως η θερμοκρασία, το είδος μηχανικής καταπόνησης (στατική, ημι-στατική, δυναμική), ο επιβαλλόμενος ρυθμός παραμόρφωσης και οι φυσικοχημικές συνθήκες του εξωτερικού περιβάλλοντος.

Οι κυριότερες κατηγορίες θραύσης είναι η εφελκυστική θραύση χαμηλών θερμοκρασιών, η εφελκυστική θραύση υψηλών θερμοκρασιών (ερπυσμός), η θραύση από κόπωση και τέλος η θραύση λόγω επίδρασης περιβαλλοντικών παραγοντικών. Κάθε είδος θραύσης διαθέτει διαφορετικά χαρακτηριστικά, ωστόσο στην παρούσα διπλωματική εργασία θα αναλυθεί η θραύση σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών, η οποία αφορά και στο λειτουργικό πεδίο συνθηκών που απαντάται σε σωληνώσεις μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων ενταγμένες σε εδαφικούς σχηματισμούς [1].

# 2.2 Θραύση χαμηλής θερμοκρασίας

Όπως έχει ήδη αναφερθεί προηγουμένως, η θραύση σε χαμηλά θερμοκρασιακά πεδία διακρίνεται ανάλογα με τον βαθμό πλαστικής παραμόρφωσης που προηγείται της θραύσης σε όλκιμη ή ψαθυρή θραύση.

Μακροσκοπικά, η αναγνώριση του τύπου θραύσης γίνεται μέσω παρατήρησης των θραυσιγενών επιφανειών και της μεταβολής της διατομής τους. Στην περίπτωση της ψαθυρής θραύσης η ελάττωση της διατομής είναι πολύ μικρή ή αμελητέα, γεγονός που δε συναντάται στην όλκιμη θραύση, όπου λόγω της εκτεταμένης πλαστικής παραμόρφωσης που προηγείται παρατηρείται σημαντική μεταβολή στη διατομή του υλικού (Εικ.8) [1].



(a)

(b)

Εικόνα 8: α) Όλκιμη θραύση όπου είναι εμφανής η δημιουργία λαιμού, β) Ψαθυρή θραύση με στιλπνές και επίπεδες θραυσιγενείς επιφάνειες [28]

Σε περίπτωση της ψαθυρής θραύσης όπου σε μακροσκοπική κλίμακα δεν υπάρχει πλαστική παραμόρφωση πριν από την εκδήλωσή της, ανάλογα με το ποσοστό της πλαστικής παραμόρφωσης που την συνοδεύει σε μικροσκοπική κλίμακα διακρίνονται τρεις υποκατηγορίες, οι οποίες θα αναλυθούν εκτενώς στην συνέχεια.

## Ψαθυρή θραύση – Τύπος Ι

Ο συγκεκριμένος τύπος θραύσης χαρακτηρίζεται από μηδενική παραμόρφωση πριν την αστοχία του υλικού και εμφανίζεται συνήθως στο γυαλί και σε κεραμικά υλικά σε θερμοκρασίες περιβάλλοντος. Το φαινόμενο αυτό φαίνεται να εκδηλώνεται σε χαμηλές τάσεις και θερμοκρασίες, όπου η ρωγμή διαδίδεται είτε διαμέσου των κόκκων (ενδοκρυσταλλική ρωγμάτωση) είτε κατά μήκος των ορίων των κόκκων (περικρυσταλλική ρωγμάτωση). Σημείο εκκίνησης του συγκεκριμένου είδους θραύσης αποτελούν προϋπάρχουσες ρωγμές και ατέλειες εντός της μικροδομής του υλικού, οι οποίες χαρακτηρίζονται από μεγαλύτερο μεγέθος σε σύγκριση με αυτό των ορίων των κόκκων.

## Ψαθυρή θραύση – Τύπος ΙΙ

Σε αντίθεση με τα προηγούμενα, σε αυτόν τον τύπο θραύσης παρατηρείται πλαστική διαρροή σε μικροσκοπική κλίμακα. Η διάδοση της ρωγμής γίνεται είτε ενδοκρυσταλλικά είτε περικρυσταλλικά και το συγκεκριμένο φαινόμενο εκδηλώνεται σε υψηλότερες τιμές τάσεων από τον Τύπο Ι καθώς και σε υλικά χωρίς προϋπάρχουσες ρωγμές ή ρωγμές μικρότερες του κρίσιμου μήκους. Οι υψηλότερες τιμές των τάσεων οδηγούν σε τοπική πλαστική διαρροή, η οποία δεν ξεπερνά την μικροσκοπική κλίμακα, με αποτέλεσμα τη δημιουργία μικρορωγματώσεων και εν συνεχεία, τη διάδοσή τους μέσα στο υλικό.

## Ψαθυρή θραύση – Τύπος ΙΙΙ

Σε αυτόν τον τύπο θραύσης η πλαστική παραμόρφωση εκδηλώνεται σε μακροσκοπική κλίμακα και έχει ως αποτέλεσμα την ελάττωση της διατομής έπειτα από την θραύση σε ποσοστό μικρότερο του 10%. Η ενδοτράχυνση που προκαλείται εξαιτίας της πλαστικής παραμόρφωσης έχει ως αποτέλεσμα την αύξηση της τάσης διαρροής του υλικού. Σε αυτό το στάδιο οι μικρορωγματώσεις συνενώνονται και τελικά η θραύση επέρχεται είτε ενδοκρυσταλλικά είτε περικρυσταλλικά, όπου και στις δύο περιπτώσεις η πλαστική ζώνη μπροστά από το μέτωπο της ρωγμής είναι σημαντικά μεγαλύτερη συγκριτικά με τους άλλους δύο τύπους θραύσης [1].

## Όλκιμη θραύση

Όλκιμη θραύση είναι η κατηγορία της θραύσης κατά την οποία επέρχεται σημαντική πλαστική παραμόρφωση πριν την τελική αστοχία του υλικού. Η παραμόρφωση αυτή εκδηλώνεται σε τιμές τάσεων υψηλότερες από τη μέγιστη εφελκυστική αντοχή, όπου καθίσταται εμφανής και η δημιουργία λαιμού. Ο μηχανισμός σύμφωνα με τον οποίο διαδίδεται η ρωγμή και τελικά αστοχεί το υλικό σε αυτήν την κατηγορία ονομάζεται "συνένωση μικροκενών". Πιο αναλυτικά, η ύπαρξη εγκλεισμάτων ή δευτερογενών φάσεων, η ολκιμότητα των οποίων είναι μικρότερη συγκριτικά με αυτήν της μητρικής περιοχής, οδηγούν στην δημιουργία μικροκενών γύρω από αυτά. Σε συγκεκριμένες τιμές τάσης πραγματοποιείται η συνένωση των μικροκενών αυτών, γεγονός που οδηγεί στην τελική αστοχία του υλικού [1].

Υπάρχουν περιπτώσεις όπου παρατηρώντας την θραυσιγενή επιφάνεια μακροσκοπικά, εξαιτίας της απουσίας πλαστικής παραμόρφωσης, ο τύπος της θραύσης χαρακτηρίζεται ως ψαθυρός. Ωστόσο εξετάζοντας το υλικό σε μικροσκοπική κλίμακα στην επιφάνεια θραύσης, ή παράπλευρα αυτής, καθίσταται σαφής η ύπαρξη τοπικής πλαστικής παραμόρφωσης. Επιπροσθέτως, σε περίπτωση θραύσης από κόπωση, η οποία χαρακτηρίζεται ως ψαθυρή, η αστοχία επέρχεται συνήθως σε επίπεδα τάσης χαμηλότερα από το όριο διαρροής του υλικού με αποτέλεσμα να μην είναι εμφανής οποιαδήποτε πλαστική παραμόρφωση σε μακροσκοπικό επίπεδο. Αντιθέτως, σε μικροσκοπική κλίμακα, οι μηχανισμοί έναρξης και διάδοσης της ρωγμής σε υλικά που υπόκεινται κοπωτική φόρτιση οφείλονται κατά ένα μέρος τουλάχιστον σε πλαστική παραμόρφωση [1].

Έτσι για την αποφυγή λανθασμένων περιγραφών ο τύπος της θραύσης χαρακτηρίζεται μακροσκοπικά ως όλκιμος, ψαθυρός ή συνδυασμός των δύο ανωτέρω ανάλογα με τα μορφολογικά στοιχεία που παρατηρούνται επί των θραυσιγενών επιφανειών. Πιο αναλυτικά, όταν η θραυσιγενής επιφάνεια βρίσκεται υπό την εφαρμογή πεδίου ορθών τάσεων η θραύση χαρακτηρίζεται ως ψαθυρή, ενώ στην περίπτωση που επικρατούν οι διατμητικές τάσης ως όλκιμη.

## 2.3 Στοιχεία για χάλυβες

Η τιμή της δυσθραυστότητας για τους χάλυβες ποικίλει ανάλογα με την σύσταση και τα μικροδομικά χαρακτηριστικά του συστήματος. Γενικά, έχει επικρατήσει πως η τιμή της δυσθραυστότητας μειώνεται καθώς αυξάνεται το όριο διαρροής ενός υλικού (Εικ.9). Ποιοτικά, για έναν μέσης περιεκτικότητας ανθρακούχο χάλυβα, η τιμή της δυσθραυστότητας για τις επαναφερμένες μαρτενσιτικές δομές φαίνεται να είναι υψηλότερη από αυτή των μπαινιτικών. Ωστόσο, η μη στοχευμένη επαναφορά των μαρτενσιτικών δομών μπορεί να οδηγήσει σε σημαντική υποβάθμιση της δυσθραυστότητας του υλικού, εάν υπερβεί τόσο σε θερμοκρασία όσο και σε χρόνο τις προτυποποιημένες συνθήκες. Όσον αφορά σε χάλυβες θερμής έλασης η μικροδομή των οποίων είναι περλιτική, η τιμή της δυσθραυστότητας είναι δυνατόν να αυξηθεί είτε με θερμική κατεργασία εκλέπτυνσης των κόκκων, είτε μέσω αποτατικής ανόπτησης. Σύμφωνα με έρευνες έχει προκύψει πως η τιμή του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης Κ<sub>IC</sub>, σε θερμοκρασίες δωματίου σπανίως ξεπερνά τα 130 MPa m<sup>1/2</sup> (120 ksi in<sup>1/2</sup>). Υπάρχουν ωστόσο και εξαιρέσεις όπως για παράδειγμα στους περλιτικούς χάλυβες χαμηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα (0.2% C), όπου η τιμή του K<sub>IC</sub> μπορεί να ξεπεράσει ακόμη και τα 220 MPa m<sup>1/2</sup> (200 ksi in<sup>1/2</sup>) [29].



Εικόνα 9: Μεταβολή της τιμής Κις συναρτήσει του ορίου διαρροής [29]

#### 2.4 Κατευθυντικότητα των μηχανικών ιδιοτήτων

Οι κυριότερες μορφές κατεργασίας των μετάλλων (έλαση, διέλαση, σφυρηλάτηση, κ.ά.) έχουν συνήθως ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μίας μη ομοιογενούς μικροδομής, στην οποία μικροσκοπικές λωρίδες διαφόρων μικρογραφικών συστατικών και φάσεων είναι παραλληλισμένες προς τις ροϊκές γραμμές της έλασης (banding – fibrous structure). Γίνεται λοιπόν κατανοητό ότι οι περιοχές αυτές χαρακτηρίζονται από σημαντική μεταβολή του είδους, του κλάσματος όγκου συμμετοχής και του προσανατολισμού μεταξύ των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών που εμπεριέχονται σε αυτές (Εικ.10). Ουσιαστικά, το αποτέλεσμα που προκύπτει είναι η σημαντική διακύμανση της ολκιμότητας και της δυσθραυστότητας του υλικού (καθώς και του ενεργειακού φράγματος το οποίο πρέπει να υπερβαθεί για τη διάδοση της ρωγμής από κόπωση) ανάλογα με την κατεύθυνση της επιβαλλόμενης φόρτισης. Αυτή η εναλλαγή των μηχανικών ιδιοτήτων, βάσει της μελετώμενης κατεύθυνσης εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, έχει απασχολήσει ιδιαίτερα την χαλυβουργία καθώς και τον κλάδο της ελασματουργίας και έχει αναδείξει την αναγκαιότητα προσθήκης ασβεστίου με στόχο την ελαχιστοποίηση του φαινομένου αυτού. Μέσω της συγκεκριμένης προσθήκης περιορίζεται ο κλασματικός όγκος συμμετοχής των σουλφιδίων του μαγγανίου (MnS), τα οποία χαρακτηρίζονται από μορφολογία τύπου λωρίδας (stringer type) καθώς και των οξειδίων γωνιώδους μορφολογίας (angular oxide inclusions). Επιπλέον, γίνεται δυνατός ο "έλεγχος του σχήματος" (shape control) των

ανωτέρω ενώσεων με αποτέλεσμα το μετασχηματισμό τους σε σφαιροειδή εγκλείσματα, για τα οποία η υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης λαμβάνει χώρα σε πολύ υψηλότερες τιμές στατικής ή δυναμικής φόρτισης [30, 31].



Εικόνα 10: Ζωνώδης ανάπτυξη μικροδομικού ιστού (banding) σε χάλυβα με εμφανή τη δημιουργία λωρίδων περλίτη και φερρίτη [30]

# 2.5 Αλλαγή στον προσανατολισμό της επιφάνειας θραύσης

Εξετάζοντας δοκίμια σχήματος πλάκας αυξανομένου του πάχους και λαμβάνοντας υπόψιν τον προσανατολισμό της επιφάνειας θραύσης, παρατηρείται πως τα δοκίμια που διαθέτουν μία ρωγμή περιορισμένου μήκους ή χαρακτηρίζονται από μικρή διατομή πάχους αστοχούν στα επίπεδα μέγιστης διατμητικής τάσης. Το είδος της θραύσης αυτής χαρακτηρίζεται μακροσκοπικά ως όλκιμου τύπου (Εικ.11a). Δοκίμια πολύ μεγάλου πάχους ή δοκίμια τα οποία φέρουν ένα αρχικό ελάττωμα μεγάλου μήκους, αστοχούν σε επίπεδο παράλληλο αυτού όπου αναπτύσσονται οι μέγιστες ορθές τάσεις (θραύση ψαθυρού τύπου) (Εικ.11c). Τα δοκίμια με ενδιάμεσες τιμές πάχους διατομής παράγουν θραυσιγενή επιφάνεια με πολλαπλούς προσανατολισμούς, στην οποία η εσωτερική περιοχή είναι κάθετη στο φορτίο, ενώ οι περιοχές κοντά στην ακμή αστοχούν λόγω διάτμησης (Εικ.11b). Οι περιοχές θραύσης που βρίσκονται υπό κλίση κοντά στην επιφάνεια ονομάζονται χείλη διάτμησης. Η παρουσία των χειλών διάτμησης αποτελεί ένα ιδιαίτερα σημαντικό θραυστογραφικό χαρακτηριστικό, καθώς προσδιορίζει την κατεύθυνση διάδοσης της ρωγμής. Πιο αναλυτικά, μία ρωγμή που αναπτύσσεται κάθετα στο εφαρμοζόμενο φορτίο προς μία ελεύθερη επιφάνεια δημιουργεί ένα χείλος διάτμησης, παράλληλα στο οποίο συνεχίζει η προχώρηση της ρωγμής.



Εικόνα 11: Μεταβολή στον προσανατολισμό της επιφάνειας θραύσης συναρτήσει της αύξησης του πάχους Β της πλάκας. (a) Λεπτό υλικό: Θραύση παράλληλα σε επίπεδα διάτμησης. (b) Μερικώς περιορισμένη θραύση: Θραύση σε επίπεδο παράλληλο ως προς αυτό των ορθών τάσεων με την παρουσία χειλών διάτμησης. (c) Πλήρως περιορισμένη θραύση στο επίπεδο των μέγιστων ορθών τάσεων

#### 2.6 Μικροσκοπική παραμόρφωση και μηχανισμοί θραύσης

Ο κάθε μεμονωμένος κρύσταλλος ενός μεταλλικού υλικού μπορεί να παραμορφωθεί πλαστικά με δύο τρόπους, είτε μέσω ολίσθησης (slip) είτε μέσω ανάπτυξης μικροδιδυμιών (micro – twinning). Η θραύση μπορεί να επέλθει λόγω συνεχόμενης πλαστικής παραμόρφωσης εξαιτίας ολίσθησης με όλκιμο τρόπο ή υπό την επίδραση μίας ελαστικής τάσης μέσω απόσχισης, όπου σε αυτήν την περίπτωση χαρακτηρίζεται ως ψαθυρή. Η ολίσθηση και η παραμόρφωση λόγω ανάπτυξης μικροδιδυμιών αποτελούν διαδικασίες διάτμησης και μπορούν να εκδηλωθούν σε συγκεκριμένα κρυσταλλογραφικά επίπεδα και σε συγκεκριμένες διευθύνσεις όταν η διατμητική τάση φθάνει μία κρίσιμη τιμή τ<sub>crss</sub> (Εικ.12).



Εικόνα 12: Οι διαφορές στην τοπολογία της επιφάνειας που δημιουργούνται από τις διαφορές στην διάτμηση των ατόμων μέσω (a) ολίσθησης και (b) ανάπτυξης μικροδιδυμιών [32]

Η απόσχιση συμβαίνει επίσης σε ένα συγκεκριμένο κρυσταλλογραφικό επίπεδο, ωστόσο επιτυγχάνεται όταν υπάρχει μία επαρκώς υψηλή ορθή τάση επίπεδο αυτό (Εικ.13). Ο σχισμός στα μέταλλα του κρυσταλλογραφικού συστήματος bcc εκδηλώνεται συνήθως παράλληλα ή πάνω στο επίπεδο (001), ενώ στην περίπτωση του κρυσταλλογραφικού συστήματος hcp η αστοχία πραγματοποιείται επί του επιπέδου βάσης (0001). Ωστόσο, έχουν αναφερθεί και

άλλα επίπεδα απόσχισης και για τα δύο είδη κρυσταλλογραφικών πλεγμάτων. Η ολίσθηση συνήθως επέρχεται στα επίπεδα υψηλής ατομικής πυκνότητας (high packing density) και μικρής απόστασης μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων (interplanar spacing), έτσι ώστε να ελαχιστοποιείται η απαιτούμενη διατμητική τάση για την ολίσθηση. Παρομοίως, η παραμόρφωση λόγω ανάπτυξης μικροδιδυμιών εμφανίζεται σε επίπεδα που περιορίζουν τις διατμητικές τάσεις κατά τη διαδικασία της πλαστικοποίησης. Τα πολυκρυσταλλικά υλικά παραμορφώνονται και αστοχούν μέσω συμβολής των ιδίων μικρομηχανισμών, με την διαφορά πως η θραύση μπορεί να επέλθει και επί των ορίων των κόκκων.



Εικόνα 13: Αποσχιστική διάτμηση σε ένα κρυσταλλογραφικό επίπεδο κράματος μολυβδαινίου [32]

Ο όρος "διδυμία" αναφέρεται σε μία συγκεκριμένη αλληλουχία διάταξης και στοίβασης των ατόμων. Αυτή η διάταξη μπορεί να επιτευχθεί είτε μηχανικά (διδυμία παραμόρφωσης) είτε με θερμική κατεργασία (ανάπτυξη διδυμιών κατά την ανόπτηση). Η μεγέθυνση των διδυμιών είναι συνήθης τεχνική σε υλικά του εδροκεντρωμένου κυβικού πλέγματος fcc με εξαίρεση να αποτελούν το αλουμίνιο και τα κράματά του. Αντίθετα, οι διδυμίες δεν σχηματίζονται στα bcc και hcp κρυσταλλογραφικά πλέγματα. Στην Εικόνα 14 φαίνονται οι διδυμίες που έχουν δημιουργηθεί μηχανικά σε έναν 26Cr – 1Μο φερριτικό ανοξείδωτο χάλυβα έπειτα από φόρτιση υψηλού ρυθμού παραμόρφωσης.



Εικόνα 14: Διδυμίες παραμόρφωσης σε έναν 26Cr - 1Μο ανοξείδωτο χάλυβα [33]

Τα μέταλλα και τα κράματα που κρυσταλλώνονται στο fcc πλέγμα (το αλουμίνιο, ο χαλκός, το ασήμι, τα κράματά τους και οι ανοξείδωτοι χάλυβες) παραμορφώνονται εύκολα με ολίσθηση αλλά όχι μέσω δημιουργίας διδυμιών λόγω μηχανικής παραμόρφωσης (mechanically twin), εκτός από περιπτώσεις επιβολής ακραίων συνθηκών ρυθμού φόρτισης σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών. Για αυτό το λόγο παρουσιάζουν φαινόμενα αποσχιστικής διάτμησης και έτσι η ψαθυρή θραύση σε κανονικό περιβάλλον δεν είναι ένας πιθανός μηχανισμός αστοχίας για τη μητρική περιοχή των κραμάτων αυτών. Από την άλλη, μέταλλα και κράματα του εξαγωνικού πλέγματος hcp (ψευδάργυρος, κάδμιο, μαγνήσιο, τιτάνιο, ζιρκόνιο και τα κράματά τους) παραμορφώνονται εύκολα και με τους δύο τρόπους. Επιπροσθέτως η ψαθυρή θραύση είναι πιθανή σε σχετικά χαμηλές ταχύτητες φόρτισης ακόμη και σε υψηλότερες θερμοκρασίες (π.χ. θερμοκρασία δωματίου). Τέλος, όσον αφορά στα υλικά του bcc πλέγματος (σίδηρος, νιόβιο, χρώμιο, μολυβδαίνιο, βολφράμιο και τα κράματά τους), αυτά φαίνεται να παραμορφώνονται είτε με ολίσθηση είτε μέσω δημιουργίας διδυμιών (σε υψηλότερους ρυθμούς παραμόρφωσης ή/και σε χαμηλότερες θερμοκρασίας από τα υλικά του hcp πλέγματος) και να μπορούν να αστοχήσουν μέσω διάτμησης, ειδικά σε χαμηλές θερμοκρασίες και υψηλούς ρυθμούς φόρτισης.

Αν και το πλέγμα της μητρικής φάσης των περισσότερων κοινών κραμάτων είναι ένα από τα τρία που έχουν αναφερθεί προηγουμένως (bcc, fcc, hcp), οι δευτερεύουσες φάσεις που δημιουργούνται εξαιτίας της κραμάτωσης τείνουν να έχουν λιγότερο συμμετρικά πλέγματα και να είναι συνήθως ψαθυρού τύπου. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα να αστοχούν μέσω αποσχιστικών μηχανισμών. Ο σχισμός σε δευτερεύουσες φάσεις παρέχει έναν πιθανό μηχανισμό εκκίνησης και διάδοσης ρωγμής στο κράμα σε δύο στάδια. Αρχικά, η ρωγμή ξεκινά από αυξημένου μεγέθους δευτερεύουσες φάσεις και στην συνέχεια διαδίδεται με όλκιμο τρόπο μέσω συνένωσης ρωγμών εντός της μητρικής περιοχής. Ο συγκεκριμένος μηχανισμός θραύσης παρατηρείται σε ορισμένα κράματα αλουμινίου.

Η σχετική τιμή της απαιτούμενης διατμητικής τάσης για να προκληθεί ολίσθηση ή δημιουργία διδυμιών καθώς και της αντίστοιχης ορθής τάσης για την εκδήλωση ψαθυρής θραύσης, εξαρτάται από διάφορους παράγοντες, συμπεριλαμβανομένου του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, της θερμοκρασίας και του ρυθμού παραμόρφωσης. Η κατανόηση αυτών των παραγόντων χρίζει ιδιαίτερης σημασίας, καθώς έτσι αποφεύγεται η λανθασμένη ταυτοποίηση, τόσο σε επίπεδο μικροκλίμακας όσο και μακροκλίμακας, των μηχανισμών αστοχίας και των συνεπαγόμενων θραυστογραφικών χαρακτηριστικών. Υπάρχει μία εξάρτηση μεταξύ του μέσου μεγέθους των κατακρημνισμάτων - φάσεων του υλικού και της αποσύνδεσης μεταξύ αυτών και της μητρικής περιοχής. Αυξημένου μεγέθους κατακρημνίσματα είναι πιο επιρρεπή σε αποσύνδεση. Αυτό αποδίδεται στο γεγονός ότι περισσότερες διαταραχές μπορούν να συσσωρευτούν σε στα όρια κόκκων μεγαλύτερου μεγέθους κατακρημνισμάτων καθώς και στο εσωτερικό ευμεγεθών φάσεων, δημιουργώντας έτσι πυρήνες έναρξης ρωγματώσεων.

Η εξάρτηση της παραμόρφωσης λόγω ολίσθησης από τη θερμοκρασία είναι σημαντική σε μέταλλα bcc δομής, καθώς και στο τιτάνιο και το ζιρκόνιο (μέταλλα hcp δομής), αλλά μικρότερη στα υπόλοιπα υλικά που κρυσταλλώνονται στην hcp και fcc δομή. Μία ισχυρή συσχέτιση με τη θερμοκρασία υποδηλώνει πως η αύξηση του ρυθμού φόρτισης μπορεί να οδηγήσει στην μεταβολή του μηχανισμού θραύσης από όλκιμο σε ψαθυρό τύπο για δεδομένη τιμή της θερμοκρασίας. Τέλος όσον αφορά στην δημιουργία διδυμιών, αποτελεί και αυτή ένα φαινόμενο που επηρεάζεται αρκετά από την θερμοκρασία. Τα πολυκρυσταλλικά υλικά, τα οποία αποτελούν τα περισσότερα εμπορικά κράματα, μπορεί να παραμορφωθούν ή να αστοχήσουν είτε διακρυσταλλικά (transgranular – TG) είτε κατά μήκος των ορίων των κόκκων (intergranular – IG). Οι συνθήκες που απαιτούνται για την δημιουργία διδυμιών εξαιτίας επιβολής μηχανικού φορτίου είναι εντονότερες από τις αντίστοιχες σε μονοκρυσταλλικά υλικά (υψηλούς ρυθμούς παραμόρφωσης και/ή χαμηλότερες θερμοκρασίες). Σε αντίθεση με την ολίσθηση, η μικροσκοπική πλαστική παραμόρφωση λόγω διδυμιών χαρακτηρίζεται από χαμηλές τιμές (με μικρότερα πεδία τιμών σε κράματα hcp πλέγματος και μεγαλύτερα σε κράματα bcc πλέγματος). Επιπλέον, η πυκνότητα των διδυμιών στην μικροδομή είναι συχνά σχετικά χαμηλή σε πολυκρυσταλλικά υλικά με αποτέλεσμα να μην είναι ορατή σε μακροσκοπικό επίπεδο παραμόνο σε μικροσκοπικό. Επιπροσθέτως, η τάση που απαιτείται για την δημιουργία διδυμιών σε τέτοια υλικά είναι επαρκώς υψηλή έτσι ώστε να προηγηθεί ένα σημαντικό ποσοστό ολίσθησης.

Τα εμπορικά κράματα έχουν τυπικά πολυφασική μικροδομή και περιέχουν εγκλείσματα τα οποία είναι αποτέλεσμα τεχνικών αποξείδωσης και ελέγχου του μέσου μεγέθους των κόκκων. Κατά συνέπεια, οι διαδικασίες παραμόρφωσης και αστοχίας παρουσιάζουν μεγαλύτερη πολυπλοκότητα σε τέτοιες δομές. Οι δευτερεύουσες φάσεις στα κράματα αυτού του τύπου, με εξαίρεση το θειούχο μαγγάνιο (MnS) στους χάλυβες, διαθέτουν συνήθως σύνθετη ή/και περιορισμένης συμμετρίας δομή, γεγονός που τις καθιστά επιρρεπείς σε σχισμό με μικρή εγγενή ολκιμότητα. Οι φάσεις αυτές μπορεί να εκδηλώσουν ρωγματώσεις υπό την επίδραση κάποιου φορτίου, παρέχοντας ισχυρή πιθανότητα πυρηνοποίησης και διάδοσης ρωγμών στο υλικό.

## 2.7 Μακροσκοπική εμφάνιση των επιφανειών θραύσης

Η επιφάνεια θραύσης μπορεί να χωριστεί σε μακροσκοπική κλίμακα σε τρεις επιμέρους περιοχές: μία κεντρική περιοχή ινώδους μορφολογίας, μία περιοχή η οποία περιέχει σχηματισμούς που καλούνται "radial marks" και τέλος μία ζώνη διάτμησης (Εικ.15). Τα "radial marks" έχουν κατεύθυνση η οποία υποδηλώνει το σημείο έναρξης της ρωγμής και για αυτό αποτελούν ιδιαίτερης σημασίας θραυστογραφικό χαρακτηριστικό. Όπως θα αναλυθεί και στην συνέχεια η εμφάνιση των συγκεκριμένων τοπογραφιών καθώς και η ακαμψία εξαρτώνται από την αντοχή του υλικού, τη θερμοκρασία της δοκιμής καθώς και το ρυθμό φόρτισης [34, 35].



Εικόνα 15: Όλκιμη θραύση ενός δοκιμίου εφελκυσμού όπου φαίνονται τρεις πιθανές περιοχές. (α) Ζώνη ινώδους μορφολογίας (fibrous zone), (β) Ζώνη στην οποία περιέχονται radial marks (πιθανώς να μην είναι πάντοτε εμφανής), (γ) Ζώνη διάτμησης [36]

Το μέγεθος του κώνου (cup – fibrous zone) και η ελάττωση της διατομής έπειτα από την αστοχία του δοκιμίου εξαρτώνται εν μέρη από το κλάσμα όγκου συμμετοχής των δευτερευουσών φάσεων και των εγκλεισμάτων. Μεγάλη περιεκτικότητα δευτερευουσών φάσεων έχει ως αποτέλεσμα μικρή μείωση της διατομής. Εναλλακτικά, το ποσοστό ελάττωσης της διατομής μπορεί να λάβει πολύ υψηλές τιμές, όπως στην περίπτωση του καθαρού αλουμινίου έπειτα από ανόπτηση όπου μπορεί να φτάσει έως και 95%. Σε μία τέτοια περίπτωση ιδιαίτερα πιθανή είναι η αισθητή μείωση της έκτασης της περιοχής ινώδους μορφολογίας. Αυτή η διαδικασία θραύσης περιγράφεται συνήθως ως όλκιμη ρήξη (ductile rupture) ή πλαστική εξασθένηση (plastic attenuation). Η υψηλή ανισοτροπία εντός του μητρικού πλέγματος μπορεί να οδηγήσει σε απουσία των μορφολογιών τύπου radial marks επί της επιφάνειας θραύσης και στην δημιουργία τοπογραφιών που προσομοιάζουν σε "ακμή μαχαιριού" (knife – edge fracture). Εάν το υλικό είναι μονοφασικό κράμα με χαμηλό ποσοστό συγκέντρωσης κατακρημνισμάτων και δευτερευουσών φάσεων, η ρωγμή δεν μπορεί να εκδηλωθεί μέσω μηχανισμού συνένωσης μικροκενών. Σε τέτοια περίπτωση η αστοχία μπορεί να ξεκινήσει μέσω μίας ζώνης διάτμησης (shear band), η οποία χαρακτηρίζεται ως αδιαβατική όταν υπάρχει τοπική θέρμανση κατά τη διάρκεια της πλαστικής παραμόρφωσης (adiabatic shear band) [37].

Η πλαστική παραμόρφωση ενός δοκιμίου έχει ως αποτέλεσμα την αύξηση της θερμοκρασίας του (περίπου το 95% της ενέργειας που απαιτείται για την πλαστική παραμόρφωση διαχέεται ως θερμότητα). Εάν η θερμότητα δεν απομακρυνθεί από την περιοχή της παραμόρφωσης, τότε προκύπτει τοπική θέρμανση με αποτέλεσμα την μείωση του ορίου διαρροής του υλικού και την περεταίρω συγκέντρωση τάσεων. Σε τέτοιες περιπτώσεις οι ζώνες διάτμησης περιγράφονται ως αδιαβατικές (adiabatic shear bands). Σε μεγάλου μεγέθους διατομές και ακραίες συνθήκες (κακή θερμική αγωγιμότητα, υψηλός ρυθμός παραμόρφωσης) είναι πιθανόν να εκδηλωθούν φαινόμενα μετασχηματισμού φάσεων εντός της ζώνης διάτμησης. Ένα παράδειγμα αποτελεί η δημιουργία λεπτών ζωνών διάτμησης σε μη επαναφερμένους μαρτενσιτικούς χάλυβες έπειτα από την υποβολή τους σε κάποια ακραία φόρτιση [38]. Όπως έχει ήδη αναφερθεί ο πλήρης χαρακτηρισμός της θραύσης επιτυγχάνεται με εξέταση της θραυσιγενούς επιφάνειας τόσο σε μακροσκοπικό όσο και σε μικροσκοπικό επίπεδο. Σε μακροσκοπική κλίμακα, με την χρήση στερεοσκοπίου καθίσταται ικανή η περιγραφή της γενικής κατηγορίας της θραύσης (όλκιμη ή ψαθυρή). Αντίθετα με την χρήση του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) ή του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου διερχόμενης δέσμης (TEM) είναι δυνατός ο προσδιορισμός του μηχανισμού θραύσης και της διάδοσης της ρωγμής σε μικροσκοπική κλίμακα. Η ανάλυση αυτή καλείται θραυστογραφία και είναι απαραίτητη για τον πλήρη καθορισμό των κυριότερων μορφολογικών χαρακτηριστικών της επιφάνειας θραύσης. Στην συνέχεια παρουσιάζονται οι βασικότεροι μηχανισμοί θραύσης καθώς και ορισμένα χρήσιμα θραυστογραφικά χαρακτηριστικά τα οποία εμφανίζονται σε διάφορες περιπτώσεις αστοχίας.

#### Ενδοκρυσταλλική ρωγμάτωση

Η διάδοση της ρωγμής γίνεται διαμέσου των κόκκων του υλικού και συγκεκριμένα επί των κρυσταλλογραφικών επιπέδων με την ελάχιστη ενέργεια συνάφειας, τα οποία ονομάζονται σχισμογενή επίπεδα. Ο συγκεκριμένος μηχανισμός χαρακτηρίζει κυρίως μέταλλα του χωροκεντρομένου κυβικού (bcc) και της μέγιστης πυκνότητας ατομικής επιστοίβασης εξαγωνικού συστήματος (hcp).

Η επιφάνεια θραύσης που προκύπτει μέσω αυτού του μηχανισμού χαρακτηρίζεται από λεία μέτωπα τα οποία διαχωρίζονται μεταξύ τους με "σκαλοπάτια" που υποδεικνύουν την διάδοση της ρωγμής σε διαφορετικά σχισμογενή επίπεδα. Λόγω της εναλλαγής αυτής η επιφάνεια θραύσης πολλές φορές παρουσιάζει μία μορφολογία που προσομοιάζει σε κοίτη ποταμού και ονομάζεται river pattern, η οποία θα αναλυθεί εκτενώς στη συνέχεια [1].



Εικόνα 16: Μορφολογίες που προσομοιάζουν σε "κοίτη ποταμού" (river pattern) σε: (α) περλιτικό χάλυβα ευτικτοειδούς σύστασης και (β) φερριτομπαινιτικό χάλυβα υψηλής αντοχής και χαμηλής κραμάτωσης (HSLA steel) [39].

## Περικρυσταλλική ρωγμάτωση

Η περικρυσταλλική ρωγμάτωση είναι ένας μηχανισμός που δεν εμφανίζεται συνήθως σε κατάλληλα κατεργασμένα υλικά υπό την απουσία διαβρωτικού περιβάλλοντος. Μπορεί ωστόσο να εκδηλωθεί, σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, για χάλυβες υψηλής περιεκτικότητας σε άνθρακα, οι οποίοι χαρακτηρίζονται από περλιτική δομή. Η πορεία διάδοσης της ρωγμής ακολουθεί τα όρια των κόκκων και καταλυτικό παράγοντα στην εκδήλωση του φαινομένου αυτού, ιδιαίτερα για μέταλλα του εδροκεντρωμένου κυβικού συστήματος (fcc), αποτελεί η ύπαρξη ακαθαρσιών ή δευτερογενών φάσεων στα όρια των κόκκων. Σε αυτήν την περίπτωση η επιφάνεια θραύσης παρουσιάζει χαρακτηριστική κοκκώδη μορφολογία (Εικ.17).





Πιθανές αιτίες εκδήλωσης του φαινομένου είναι η ακατάλληλη κατεργασία του υλικού ή οι επιθετικές συνθήκες λειτουργίας του περιβάλλοντος εργασίας. Επιπλέον η περικρυσταλλική ρωγμάτωση μπορεί να συνδεθεί με την κατακρήμνιση εγκλεισμάτων κατά την διάρκεια της αρχικής στερεοποίησης του υλικού ή με την μερική διαλυτοποίηση και επανακατακρήμνισή αυτών στα όρια των κόκκων μετά από ανόπτηση σε υψηλές θερμοκρασίες. Τέλος, η συγκεκριμένη κατηγορία ρωγμάτωσης συναντάται σε υλικά που υποβάλλονται σε κυκλική φόρτιση και η μικροδομή τους χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων με τη διαβαθμιζόμενη συγκέντρωση των κραματικών στοιχείων περιμετρικά αυτών) ή σε χάλυβες οι οποίοι έχουν υποστεί ψαθυροποίηση εξαιτίας της ύπαρξης ακαθαρσιών [16].

# Αποσχιστική διάτμηση

Κατά την επαναφορά βαμμένων χαλύβων, η θραυσιγενής επιφάνεια συχνά αποτελείται από λεπτές λωρίδες οι οποίες περιέχουν διασκορπισμένους κρατήρες (dimples) ανάμεσα σε περιοχές που περιέχουν σχηματισμούς οι οποίοι οφείλονται σε διάτμηση (cleavage facets). Μακροσκοπικά, η θραύση χαρακτηρίζεται ως ψαθυρή και οι μεμονωμένοι κόκκοι δεν είναι βέβαιο αν μπορούν να οριοθετηθούν. Σε τέτοιες περιπτώσεις, είναι πιθανή η εμφάνιση μορφολογιών τύπου "κοίτης ποταμού" (river pattern), γεγονός που υποδηλώνει, σε μακροσκοπική κλίμακα, την πολλαπλή εκκίνηση ρωγμών. Αυτό το είδος της θραύσης έχει επικρατήσει να χαρακτηρίζεται ως αποσχιστική διάτμηση (quasi – cleavage) (Εικ.18).



Εικόνα 18: Αποσχιστική διάτμηση σε βαμμένο χάλυβα [42]

# Οραύση λόγω κόπωσης (Radial marks, Ridge pattern, Chevrons)

Δύο στενά σχετιζόμενα μακροσκοπικά θραυστογραφικά χαρακτηριστικά τα οποία προσδιορίζουν το σημείο εκκίνησης της ρωγμής αποτελούν τα σημάδια ακτινικής μορφολογίας (Radial Marks) και οι σχηματισμοί οι οποίοι ονομάζονται Chevrons (Εικ.20). Αυτές οι μορφολογίες δημιουργούνται από μηχανισμούς ψαθυρής αστοχίας σε επίπεδο μικροκλίμακας (σχισμό). Ένα άλλο χαρακτηριστικό το οποίο υποδηλώνει με την σειρά του την κατεύθυνση διάδοσης της ρωγμής μπορεί να περιγραφεί ως ένας σχηματισμός ραβδοειδούς μορφολογίας ("ridged pattern"), ο οποίος σχηματίζεται μέσω μιας όλκιμης διαδικασίας. Ο όρος "ridged pattern" χρησιμοποιείται για να περιγράψει την κυματοειδή μορφή της επιφάνειας θραύσης που οφείλεται σε διάφορα μικροδομικά χαρακτηριστικά, όπως για παράδειγμα οι εναλλασσόμενες πλάκες φερρίτη και σεμεντίτη στην μικροδομή του περλίτη. Στην Εικόνα 19 παρουσιάζονται τα "ridge pattern" τα οποία δημιουργήθηκαν με όλκιμο τρόπο και δεν πρέπει να συγχέονται με τα "radial pattern".



Εικόνα 19: Σχηματισμός "ridge pattern" στην επιφάνεια θραύσης ενός υλικού που παρουσίασε εντοπισμένη ολκιμότητα κατά την θραύση. Τα σημάδια υποδεικνύουν το σημείο έναρξης της ρωγμής (σημειώνεται με μαύρο βέλος) [43]

Η Εικόνα 20 δείχνει ένα σύνολο μορφολογιών Chevrons όπου η συμβολή τους ή ο σχηματισμός τύπου "V" υποδηλώνει το σημείο έναρξης της ρωγμάτωσης.



Εικόνα 20: Κατά την διάδοση της ρωγμής στο εσωτερικό του υλικού κάτω από συνθήκες όπου η ολκιμότητα είναι περιορισμένη, τα radial marks μετατρέπονται σε Chevrons. Ο σχηματισμός τύπου "V" των Chevrons υποδηλώνει το σημείο έναρξης της ρωγμής [43]

Η ανάπτυξη των "ridge pattern" εξαρτάται από την αντοχή του υλικού και την θερμοκρασία της δοκιμής. Έχει προταθεί πως ο σχηματισμός αυτός αναπτύσσεται όπου υπάρχει "ραγδαία" διάδοση ρωγμών [51]. Τα "ridge pattern" χονδροειδούς μορφολογίας (Eικ.19, 21b και c) δημιουργούνται λόγω πλαστικής ροής σε αντίθεση με τις περισσότερο λεπτοκρυσταλλικές επιφάνειες θραύσης (Εικ.21a), οι οποίες οφείλονται σε φαινόμενα σχισμού. Όταν η ρωγμή εξαιτίας ενός ψαθυροποιητικού μηχανισμού διαδίδεται γρηγορότερα στο εσωτερικό της διατομής ενός υλικού από όσο διαδίδεται στην επιφάνειά του, έχει ως αποτέλεσμα την δημιουργία Chevrons (Εικ.20). Σε αντίθετη περίπτωση, σχηματίζεται ένα σύνολο ακτινικών γραμμών, τα οποία όπως έχει ήδη αναφερθεί ονομάζονται radial pattern. Τα "ridge pattern" τα οποία οφείλονται σε όλκιμους μηχανισμούς είναι ορατά με γυμνό μάτι, γεγονός που συμβαίνει συνήθως και με τα radial patterns. Ωστόσο, ορισμένες φορές καθίσταται απαραίτητη η χρήση μεγεθυντικού φακού χειρός.

Η Εικόνα 21 παρουσιάζει την επιφάνεια θραύσης ενός συνόλου χαλύβδινων δοκιμίων εφελκυσμού τα οποία αστόχησαν σε διαδοχικά αυξανόμενες θερμοκρασίες. Στην χαμηλότερη θερμοκρασία η θραύση επέρχεται κατά κύριο λόγο μέσω σχισμού δημιουργώντας radial pattern λεπτής μορφολογίας (Εικ.21a). Δεν παρατηρείται ουσιαστικά ούτε χείλος διάτμησης, ούτε μείωση της διατομής και ούτε ανάπτυξη ζώνης ινώδους μορφολογίας (fibrous zone). Στο δεύτερο δοκίμιο (Εικ.21b) φαίνονται επαρκώς αναπτυγμένα "ridge pattern" καθώς και η ύπαρξη μικρής ινώδους ζώνης και περιορισμένου χείλους διάτμησης. Η ελάττωση της διατομής εξακολουθεί να είναι αρκετά μικρή. Το τρίτο κατά σειρά δοκίμιο (Εικ.21c) παρουσιάζει και αυτό "ridge pattern", μεγαλύτερη μείωση διατομής και αύξηση της fibrous zone σε σχέση με το προηγούμενο. Τέλος, στο δοκίμιο που αστόχησε στην υψηλότερη θερμοκρασία δεν διακρίνονται ridge pattern, ενώ η μείωση της διατομής και η έκταση της ζώνης ινώδους μορφολογίας της ζώνης ινώδους μορφολογίας της της διατομής και η ύπαρξη μετο προηγούμενο.

τους. Επιπροσθέτως, η συγκεκριμένη επιφάνεια θραύσης παρουσιάζει το μεγαλύτερο χείλος διάτμησης από τις τέσσερις προηγούμενες [44, 45].



Εικόνα 21: Επιφάνειες θραύσης ενός συνόλου χαλύβδινων δοκιμίων τα οποία αστόχησαν σε διαδοχικά αυξανόμενες θερμοκρασίες [45]

#### Σημάδια οδοντωτής μορφολογίας (Rachet marks)

Η έναρξη της ρωγμάτωσης εμφανίζεται πάντα σε ένα επίπεδο το οποίο χαρακτηρίζεται μακροσκοπικά από την ύπαρξη μεγίστων τάσεων. Η πραγματική θέση εκκίνησης της ρωγμής μπορεί να επηρεαστεί από την ύπαρξη ατελειών, σε επίπεδο μικροκλίμακας. Σε αυτή την περίπτωση η ρωγμή μπορεί να δημιουργηθεί σε περισσότερες από μία θέσεις.

Σε στρεπτική φόρτιση, κάθε επίπεδο εγκάρσιο στον άξονα της στρέψης αποτελεί επίπεδο μέγιστης διατμητικής τάσης, δημιουργώντας έτσι το ενδεχόμενο η διάδοση της ρωγμής να ξεκινήσει σε περισσότερα από ένα σημεία. Σε περίπτωση που τα παράλληλα επίπεδα από τα οποία θα εκκινήσει η ρωγμή είναι αρκετά κοντά, κατά τη διάδοσή της θα συνενωθούν με άλλες ρωγμές στο σημείο σύνδεσης των δύο κρυσταλλογραφικών επιπέδων, δημιουργώντας έτσι σχηματισμούς οι οποίοι καλούνται rachet marks (Εικ.22). Οι μορφολογίες αυτές συνήθως απαντώνται σε περιπτώσεις κυκλικής φόρτισης, ωστόσο είναι πιθανό να παρατηρηθούν και έπειτα από την επιβολή στατικής μονοαξονικής φόρτισης.



Εικόνα 22: (a) Σχηματική απεικόνιση των rachet marks σε ένα δοκίμιο κυκλικής διατομής έπειτα από την επιβολή καμπτική φόρτισης . (b) Μικροσκοπική απόδοση των σχηματισμών Rachet marks σε ένα δοκίμιο έπειτα από κάμψη

#### Συνένωση μικροκενών

Η συνένωση των μικροκενών (Microvoid coalescence – MCV) αφορά στον μηχανισμό πυρηνοποίησης, ανάπτυξης και συνένωσης μικροκενών και αποτελεί τον συνηθέστερο τρόπο θραύσης των όλκιμων μεταλλικών υλικών. Ωστόσο, η πληρέστερη ανάλυσή του γίνεται στην συνέχεια σε επίπεδο μικροκλίμακας.

# 2.8 Μελέτη της θραύσης σε μικροσκοπική κλίμακα

Όπως σημειώθηκε και προηγουμένως, τα μεταλλικά υλικά παραμορφώνονται πλαστικά κατά μήκος των ορίων των κόκκων μέσω ολίσθησης ή δημιουργίας διδυμιών και αστοχούν με ψαθυρό τρόπο μέσω απόσχισης. Επιπροσθέτως, ανάλογα με τη θερμοκρασία και τη μικροδομή, η παραμόρφωση μπορεί να επέλθει μέσα ή ακριβώς δίπλα από τα όρια των κόκκων.

Σε μία ιδανική συνθήκη, ένα μονοφασικό κράμα το οποίο δεν περιέχει καθόλου εγκλείσματα μπορεί να αστοχήσει με όλκιμο τρόπο μέσω παραμόρφωσης, εξαιτίας της συνεχόμενης ολίσθησης πολλαπλών κρυσταλλογραφικών επιπέδων έως ότου μηδενιστεί η ενεργός διατομή του υλικού (Εικ.23). Η ψαθυρή θραύση από την άλλη θα μπορούσε να επιτευχθεί με απόσχιση όλων των κόκκων. Σε μία τέτοια περίπτωση ο σχισμός πραγματοποιείται μακροσκοπικά σε ένα επίπεδο το οποίο σε μικροσκοπική κλίμακα αλλάζει προσανατολισμό καθώς η ρωγμή διαδίδεται κατά μήκος των ορίων των κόκκων. Ανάλογα με την γωνία προσανατολισμού μεταξύ δύο κόκκων προκύπτουν και διαφορετικές μορφολογίες στις αντίστοιχες θραυστογραφικές επιφάνειες. Συνήθως, όταν μια διαδίδόμενη ρωγμή διασχίζει ένα όριο κόκκου πυρηνοποιείται εκ νέου σε πολλαπλά σημεία στο νέο κόκκο. Οι ρωγμές αυτές συνενώνονται κατά τη διάδοση της ρωγμής δημιουργώντας ένα χαρακτηριστικό σχηματισμό γνωστό και ως "κοίτη ποταμού" (river pattern) (Εικ.24, 25). Η μορφολογία αυτή είναι ιδιαίτερα σημαντική καθώς παρατηρώντας την συγχώνευση των ρωγμών, η οποία προσομοιάζει σε ποτάμι, καθίσταται δυνατός ο προσδιορισμός της πορείας διάδοσής τους.



Εικόνα 23: Αναπαράσταση όλκιμης θραύσης μέσω ολίσθησης [36]



Εικόνα 24: Τοπογραφία "κοίτης ποταμού" στην επιφάνεια σχισμού [46]



Εικόνα 25: Επίδραση της γωνίας προσανατολισμού μεταξύ των δύο κόκκων δημιουργία νέων ρωγματώσεων [40]

Τα πολυκρυσταλλικά κράματα που κυκλοφορούν στο εμπόριο περιέχουν εγκλείσματα και δευτερεύουσες φάσεις διαφόρων μορφολογιών και με διαφορετικά επίπεδα παραμορφωσιμότητας καθώς και δομές πλακοειδούς μορφολογίας (lameral structures). Αυτά τα μικρογραφικά χαρακτηριστικά παρέχουν επιπλέον μηχανισμούς εκκίνησης και διάδοσης μίας ρωγμής οι οποίοι δεν υπάρχουν στα μονοφασικά υλικά. Ο χημικός δεσμός μεταξύ των εγκλεισμάτων και της μητρικής φάσης του υλικού συνοδεύεται συνήθως από μηδενική ή πολύ χαμηλή αντοχή, γεγονός το οποίο δεν επιβεβαιώνεται με την ίδια ένταση και για τις δευτερεύουσες φάσεις. Οι δευτερεύουσες φάσεις σε μία μικροδομή έχουν συνήθως ψαθυρό χαρακτήρα και δεν παραμορφώνονται μέσω ολίσθησης. Τα εγκλείσματα από την άλλη μπορεί να είναι είτε όλκιμα είτε ψαθυρά, γεγονός που εξαρτάται από την εγγενή τους ολκιμότητα και τις συνθήκες φόρτισης. Χαρακτηριστικό παράδειγμα αποτελούν τα MnS (όλκιμου τύπου), που περιέχονται σε κατάλληλα κατεργασμένους χάλυβες. Ψαθυρά οξείδια και νιτρίδια μπορεί να παρατηρηθούν σε χάλυβες και σε κράματα αλουμινίου, ενώ δεν παραλείπεται και η ψαθυροποιητική δράση φάσεων πλούσιων σε σίδηρο (Fe) και πυρίτιο (Si). Σημειώνεται πως μία υδροστατική καταπόνηση μπορεί να οδηγήσει στην πλαστική παραμόρφωση των εγκλεισμάτων και των δευτερευουσών φάσεων ευκολότερα από την αστοχία τους με ψαθυρό τρόπο.

Εάν δεν υπάρχει χημικός δεσμός μεταξύ του εγκλείσματος και της μήτρας, φαινόμενο αρκετά συνηθισμένο, η πλαστική παραμόρφωση έχει ως αποτέλεσμα την αποκόλληση και τη δημιουργία κενών στη διεπαφή εγκλείσματος – μήτρας, το οποίο οδηγεί στην πυρηνοποίηση ρωγματώσεων. Όσον αφορά στις δευτερεύουσες φάσεις, στην περίπτωση όπου ο δεσμός τους με την μήτρα χαρακτηρίζεται από αξιοσημείωτη αντοχή, αυτές μπορεί είτε να αποσχιστούν εξαιτίας των ορθών τάσεων που τους μεταβιβάζονται μέσω της μήτρας είτε να υποστούν ρωγματώσεις εξαιτίας των διατμητικών τάσεων (Εικ.26). Επιπροσθέτως, οι δευτερεύουσες φάσεις και τα εγκλείσματα με επιμήκη μορφολογία παρουσιάζουν συνήθως ρωγμές στο κεντρικό τους τμήμα, δημιουργώντας έτσι νέους πυρήνες ρωγμών περιμετρικά. Τα επιμηκυμένα MnS στον χάλυβα, ο σεμεντίτης (Fe<sub>3</sub>C) στον περλίτη και ταινίες σεμεντίτη στα όρια κόκκων χάλυβα αποτελούν σαφή παραδείγματα τέτοιων περιπτώσεων [47].



Εικόνα 26: Κατακρημνίσματα σεμεντίτη χαμηλά κραμματωμένο χάλυβα όπου παρατηρείται ανάπτυξη ρωγμών έπειτα από ψυχρή κατεργασία

Εντός της ζώνης ινώδους μορφολογίας (fibrous zone) το επίπεδο διάδοσης των ρωγμών μπορεί να είναι είτε επίπεδο μεγίστων ορθών είτε διατμητικών τάσεων, ανάλογα με το κλάσμα όγκου συμμετοχής και την απόσταση των εγκλεισμάτων. Στην περίπτωση όπου ή απόσταση των εγκλεισμάτων είναι μικρή η ρωγμή επέρχεται μέσω της πυρηνοποίησης των κενών στη διεπαφή εγκλείσματος – μήτρας, η οποία ακολουθείται από την συνένωσή τους κάτω από το επίπεδο των μεγίστων ορθών τάσεων και οδηγεί σε καθαρά όλκιμο τύπου σχισμό (pure ductile tearing) (Εικ.27). Εναλλακτικά, για μεγαλύτερες αποστάσεις μεταξύ των κατακρημνισμάτων, η παραμόρφωση λαμβάνει χώρα σε επίπεδα διάτμησης (ολίσθησης) (Εικ.28). Η ανάπτυξη κενών στις τρεις κατευθύνσεις ενισχύεται από την ύπαρξη μεγάλων τριαξονικών τάσεων εφελκυσμού και προωθεί τον όλκιμο τύπο σχισμού (ductile tearing). Εάν η απόσταση των εγκλεισμάτων είναι μεγάλη το μέγεθος των κενών αυξάνεται λόγω της δημιουργίας λαιμού (necking). Ανεξάρτητα από το κλάσμα όγκου συμμετοχής των εγκλεισμάτων είναι μορηνοποίησης, ανάπτυξης και συνένωση μικροκενών

(Microvoid Coalescence – MVC). Στην περίπτωση όπου η ποσοστιαία συνεισφορά των εγκλεισμάτων είναι χαμηλή καθίσταται αδύνατη η έναρξη του συγκεκριμένου μηχανισμού. Στην περίπτωση αυτή η επιφάνεια θραύσης εμφανίζει μία χαρακτηριστική κοκκώδη μορφολογία, με σχηματισμούς οι οποίοι συνήθως περιγράφονται ως κρατήρες (dimples) Ωστόσο τόσο μικρά ποσοστά συμμετοχής εγκλεισμάτων είναι συνήθως αδύνατο να ληφθούν εμπορικά για πολυφασικά υλικά (Εικ.29).



(c) Coalescence of voids with the crack tip

Εικόνα 27: Καθαρός όλκιμος σχισμός (ductile tearing) στο επίπεδο των μέγιστων ορθών τάσεων [48]



Εικόνα 28: Σχηματική απεικόνιση συνένωσης μικροκενών (MVC) [48]



Εικόνα 29: Θραυσιγενής επιφάνεια όλκιμης θραύσης με εμφανή την παρουσία κρατήρων [28]

Υπό συγκεκριμένες συνθήκες είναι πιθανή η εμφάνιση κρατήρων διαφορετικού μέσου μεγέθους, όπως φαίνεται στην Εικόνα 20. Οι μικροδομές χαλύβων οι οποίοι έχουν υποστεί επαναφορά συνήθως διαθέτουν μεγάλα, ασθενώς συνδεδεμένα εγκλείσματα σε συνδυασμό με μικρότερα κατακρημνίσματα καρβιδίων. Στους χάλυβες αρχικά λαμβάνει χώρα η μείωση της συνάφειας στη διεπαφή μήτρας και εγκλείσματος και στην συνέχεια σε δεύτερη φάση επέρχεται η αποσύνδεση των κατακρημνισμάτων. Ποιοτικά, μεγαλύτερα εγκλείσματα ή κατακρημνίσματα δημιουργούν κρατήρες αυξημένου μέσου μεγέθους. Έτσι σε περίπτωση που η θραύση ξεκινήσει τόσο από τα εγκλείσματα όσο και από τα κατακρημνίσματα διαλή κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κρατήρων (bimodal distribution) [1, 28, 48].

Το σχήμα των κρατήρων, το οποίο γίνεται εμφανές παρατηρώντας την θραυσιγενή επιφάνεια σε μεγάλες μεγεθύνσεις, είναι άμεσα εξαρτώμενο από το είδος της φόρτισης το οποίο επιβάλλεται και είναι να υποδείξει την κατεύθυνση διάδοσης της ρωγμής. Στην Εικόνα 30 φαίνονται κρατήρες οι οποίοι έχουν σχηματιστεί κάτω από μονοαξονική, καμπτική και διατμητική φόρτιση. Στην περίπτωση όπου η φόρτιση είναι μονοαξονική οι κρατήρες που αναπτύσσονται γύρω από τις δευτερεύουσες φάσεις χαρακτηρίζονται από ισοαξονική μορφολογία (έχουν κυκλικό σχήμα) (Εικ.30a). Όταν λαμβάνουν χώρα καμπτικές φορτίσεις και διάτμηση οι κρατήρες διαθέτουν άνοιγμα στο ένα άκρο και χαρακτηρίζονται από επιμήκη μορφολογία (παραβολικό σχήμα) καθώς και φορά αντίθετη στις δύο επιφάνειες θραύσης (Εικ.30b). Τέλος, στην περίπτωση επιβολής συνδυασμένου εφελκυστικού και καμπτικού φορτίου οι κρατήρες που εμφανίζονται στις επιφάνειες θραύσης είναι επιμήκεις (παραβολικό σχήμα τος) με άνοιγμα στην μία πλευρά και έχουν την ίδια φορά και στις δύο επιφάνειες δυο



Εικόνα 30: Επιρροή των συνθηκών φόρτισης στο σχήμα των κρατήρων στην όλκιμη θραύση. (a) κρατήρες ισοαξονικής μορφολογίας έπειτα από δοκιμή εφελκυσμού, (b) κρατήρες με άνοιγμα στο ένα άκρο παραβολικού σχήματος και αντίθετης φοράς στις δύο επιφάνειες θραύσεις λόγω διάτμησης, (c) κρατήρες με άνοιγμα στο ένα άκρο, παραβολικού σχήματος και ίδιας φοράς στις δύο θραυσιγενής επιφάνειες λόγω συνδυασμού εφελκυσμού και κάμψης [40]

Υπάρχουν και άλλα θραυστογραφικά χαρακτηριστικά σε επίπεδο μικροκλίμακας εκτός από αυτά που αναλύθηκαν μέχρι τώρα (dimples, river pattern). Μερικά από αυτά τα χαρακτηριστικά συνδέονται με την κυκλική φόρτιση (π.χ. εσοχές και προεξοχές των κρυσταλλογραφικών επιπέδων λόγω κόπωσης – striations) και έτσι γίνεται σαφές πως χρειάζεται αρκετή προσοχή ώστε να μην συγχέονται παρόμοια θραυστογραφικά χαρακτηριστικά τα οποία προκαλούνται από διαφορετικούς μηχανισμούς. Ένα παράδειγμα θα μπορούσε να είναι η σύγχυση της μορφολογίας του περλίτη (λαμέλες) σε περίπτωση που εμφανιστεί στην θραυσιγενή επιφάνεια ενός χάλυβα με τις εσοχές και προεξοχές των κρυσταλλογραφικών επιπέδων λόγω κόπωσης – striations.

Η χημική προσβολή (etching) είναι μία διαδικασία η οποία μπορεί να συμβάλλει στην αποσαφήνιση ορισμένων χαρακτηριστικών της επιφάνειας θραύσης. Μέσω αυτής είναι δυνατή η οριοθέτηση μίας πλακοειδούς μορφολογίας (όπως ο περλίτης) ή των βελονών μίας δευτερεύουσας φάσης και η διάκρισή τους από τις ραβδώσεις της κόπωσης (fatigue striations). Επιπλέον, μερικές φορές υπάρχει έλλειψη αντίθεσης πεδίου μεταξύ των μορφολογικών χαρακτηριστικών στην επιφάνεια θραύσης. Για την αντιμετώπιση του προβλήματος αυτού χρησιμοποιείται η διαδικασία της χημικής προσβολής. Ωστόσο μέσω της διαδικασίας αυτής η επιφάνεια μπορεί να αποτελέσει μέρος των τεκμηρίων του θραυσιγενή χαρακτήρα της, επομένως απαιτείται ιδιαίτερη προσοχή κατά την εφαρμογή της [49].
#### 2.9 Σύνοψη μακροσκοπικών και μικροσκοπικών θραυστογραφικών χαρακτηριστικών

Τα μορφολογικά χαρακτηριστικά επί των επιφανειών θραύσης που χρησιμοποιούνται για τον προσδιορισμό της θέσης εκκίνησης της ρωγμής, της πορείας διάδοσής της και τέλος των συνθηκών φόρτισης είναι τα ακόλουθα: σχηματισμοί υπό μορφή ραβδώσεων (Ridge patterns), σχηματισμοί που προσομοιάζουν σε "γαλόνι αξιωματικού" (Chevrons), τα χείλη διάτμησης (Shear leaps), σχηματισμοί οι οποίοι φέρουν μορφολογία οδοντώσεων (Rachet marks), περιοχές με αυξομειούμενη επιφανειακή τραχύτητα (surface roughness), επιφάνειες τριβής (rubbed surfaces), περιοχές αποσχιστικής διάτμησης (quasi cleavage facets) καθώς και πεδία τερματισμού της προχώρησης των ρωγματώσεων (crack arrest lines).

Όλοι αυτοί οι σχηματισμού μπορεί να μην παρατηρούνται ταυτόχρονα, καθώς σχετίζονται με το μέγεθος του δοκιμίου, τις συνθήκες και το ρυθμό φόρτισης, τη θερμοκρασία της δοκιμής και τη σχετική κίνηση των επιφανειών θραύσης κατά τη διάδοση της ρωγμής. Εάν υπάρχουν μορφολογικοί σχηματισμοί τύπου ραβδώσεων (ridge patterns) και Chevron marks υποδεικνύουν το σημείο εκκίνησης της ρωγμής. Στις υπόλοιπες περιπτώσεις, η ρωγμή διαδίδεται παράλληλα στα χείλη διάτμησης σε πολλαπλά επίπεδα ολίσθησης. Σημείο έναρξης αυτής αποτελούν τοπολογίες υπό μορφή οδοντώσεων (rachet marks), όταν αυτές είναι εμφανείς. Η επιφανειακή τραχύτητα αυξάνεται κατά τη διάδοση της ρωγμής, γεγονός που οδηγεί στο συμπέρασμα πως η τραχύτερη επιφάνεια είναι η τελευταία που αστοχεί.

Η ψαθυρή θραύση σε ένα χονδρόκοκκο υλικό προκαλεί ανάκλαση του φωτός από τα μέτωπα απόσχισης (cleavage facets) σε μεμονωμένους κόκκους και η επιφάνεια θραύσης εμφανίζεται φωτεινή και λαμπερή. Οι περιοχές όλκιμης θραύσης (σε μακροσκοπική κλίμακα) χαρακτηρίζονται από ματ, θαμπό ή σκούρο γκρι χρώμα.

Στην συνέχεια εξετάζεται ένα δοκίμιο εφελκυσμού το οποίο υπόκειται σε αυξανόμενη φόρτιση και περιέχει ένα ελάττωμα υπό μορφή ρωγμής σε επίπεδο κάθετο προς το φορτίο (Εικ.11). Η έναρξη της ρωγμάτωσης θα λάβει χώρα σε κάποιο κρίσιμο φορτίο είτε στην ατέλεια ή πλησίον αυτής. Ωστόσο, υπάρχει περίπτωση να μην εσωκλείεται επαρκής ποσότητα αποθηκευμένης ελαστικής ενέργειας για να διαδοθεί η ρωγμή σε όλο το μήκος της διατομής, με αποτέλεσμα να σταματήσει σε κάποια απόσταση μέσα στο υλικό. Ακολούθως, το φορτίο αρχίζει να αυξάνεται εκ νέου προκαλώντας σε επίπεδο μικροκλίμακας την διάδοση της ρωγμής με όλκιμο τρόπο έως ότου η υψηλή τιμή της ελαστικής ενέργειας παραμόρφωσης να υποχρεώσει τη συνέχιση της προχώρησης της ρωγμής. Αυτό μπορεί να συμβεί αρκετές φορές καθώς η ρωγμή διαδίδεται σε όλο το δοκίμιο. Κάθε φορά που η ρωγμή αναστέλλεται και ο μικροσκοπικός μηχανισμός μεταβάλλεται σε όλκιμη θραύση, παραμένει στο δοκίμιο μία χαρακτηριστική μικρή ζώνη (Εικ.31). Αυτές οι ζώνες περιγράφονται ως πεδία τερματισμού της ρωγμής (crack arrest lines). Αξίζει να σημειωθεί πως τα πεδία αυτά έχουν καμπυλότητα και τα σημεία καμπής τους δείχνουν προς την κατεύθυνση διάδοσης της ρωγμής.



Εικόνα 31: (a) Πεδία τερματισμού της διάδοσης ρωγμής (crack arrest lines) στην επιφάνεια θραύσης ενός χάλυβα (οι σκούρες γραμμές που έχουν παραβολικό σχήμα και φορά προς τα πάνω). Είναι επίσης εμφανή τα χείλη διάτμησης στις δύο πλευρές των δοκιμίων (σκούρο χρώμα). (b) Καμπύλη φορτίου – επιμήκυνσης του υλικού της Εικόνας (a) [42]

Τα ίχνη λόγω τριβής (rub marks) μπορούν να αυξήσουν την ανακλαστικότητα μίας επιφάνειας. Συνήθως συνδέονται με ρωγμές που οφείλονται σε κοπωτικά φαινόμενα και στην περίπτωση αυτή οι επιφάνειες θραύσης ανήκουν σε στελέχη, τα οποία κατά τη λειτουργία βρίσκονταν σε στενή επαφή. Σε επίπεδο μικροκλίμακας, η τριβή (rubbing) μπορεί να έχει ως αποτέλεσμα την ανάπτυξη λεπτών, τυχαία προσανατολισμένων γρατζουνιών, γεγονός που εντείνεται σε περίπτωση ύπαρξης δονήσεων. Έτσι, είναι πιθανό να χαθεί το σημείο έναρξης της ρωγμάτωσης. Εναλλακτικά, η τελική αστοχία του υλικού συνοδεύεται συχνά από ισχυρή κατευθυντικότητα, παρέχοντας κάποιες πληροφορίες για τις συνθήκες φόρτισης. Τέλος η όλκιμη θραύση εξαιτίας στρεπτικής καταπόνησης χαρακτηρίζεται συχνά από τον σχηματισμό μορφολογιών που προσομοιάζουν σε "στρόβιλο" (swirl pattern), οι οποίοι είναι ορατοί σε μακροσκοπική κλίμακα (Εικ.32) [50].



Εικόνα 32: Επιφάνεια θραύσης ενός εξαρτήματος που είχε υποστεί στρέψη και αστόχησε με όλκιμο τρόπο στο επίπεδο της μέγιστης διατμητικής τάσης. Στην θραυσιγενή επιφάνεια είναι εμφανή τα Swirl marks

## 3. Δυσθραυστότητα

## 3.1 Γενικά στοιχεία που αφορούν στη δυσθραυστότητα

Η δυσθραυστότητα είναι μία πολύ σημαντική μηχανική ιδιότητα των μεταλλικών υλικών και για το λόγο αυτό θα αποτελέσει και το κύριο υπό μελέτη μέγεθος στο πειραματικό μέρος της παρούσας διπλωματικής εργασίας. Πρόκειται ουσιαστικά για την ικανότητα ενός κραματικού συστήματος να απορροφά μηχανική ενέργεια πριν από την θραύση του. Για το λόγο αυτό μπορεί να θεωρηθεί ένα σημαντικό εργαλείο για τον προσδιορισμό της μηχανικής απόκρισης κάθε υλικού (όλκιμη ή ψαθυρή φύση). Μέσω της δυσθραυστότητας εκφράζεται η δυνατότητα του υλικού τόσο να παραμορφώνεται πλαστικά όσο και να αναλαμβάνει φορτία, γεγονός που την καθιστά μία σύνθετη ιδιότητα [1].

Οι κύριοι παράγοντες που επηρεάζουν τη δυσθραυστότητα αναφέρονται επιγραμματικά ακολούθως [52]:

- Το σύστημα κρυστάλλωσης
- Το κλάσμα όγκου συμμετοχής και η χωρική κατανομή των δομικών ατελειών
- Η ενεργειακή πυκνότητα ενδογενούς και εξωγενούς συσσώρευσης σφαλμάτων
- Τα μικρογραφικά συστατικά (μορφολογία, μέσο μέγεθος ανάπτυξης, προσανατολισμός, βαθμός θερμοδυναμικής μεταστάθειας)
- Η διεξαγωγή μετασχηματισμών φάσεων διατμησιακού τύπου κατά τη διάρκεια της δοκιμής
- 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 (ζώνες συγκόλλησης, κατεύθυνση έλασης, ανάπτυξη ταινιών Ludders και μικροδιδυμιών)
- Η ανάπτυξη επιφανειακών παραμενουσών τάσεων, καθώς και μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης (microplastic strain induced fields)
- Η χημική ανομοιογένεια και ο διαφορισμός
- Η ανάπτυξη επιφανειακών στοιβάδων διαφορετικής στοιχειομετρίας και κρυστάλλωσης (π.χ. επιφανειακή κατεργασία τροποποίησης Laser cladding)
- Η θερμοκρασιακή διαβάθμιση
- Ο προσανατολισμός του επιβαλλόμενου εντατικού πεδίου κυρίαρχα σε σχέση με τη διεύθυνση έλασης

Στη συνέχεια αναπτύσσεται η επίδραση της θερμοκρασίας στο μέγεθος της δυσθραυστότητας, καθώς οι λοιπές παράμετροι απαιτούν εξειδικευμένη και βαθύτερη προσέγγιση, η οποία ξεφεύγει από τα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας.

## 3.2 Εξάρτηση της δυσθραυστότητας από τη θερμοκρασία

Όπως έχει ήδη αναφερθεί και προηγουμένως ο μηχανισμός θραύσης του κάθε υλικού εξαρτάται άμεσα από τη θερμοκρασία της δοκιμής. Είναι πλέον γνωστό πως σε χαμηλές θερμοκρασίες (κάτω από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος) η αστοχία εκδηλώνεται με ψαθυρό τρόπο, ενώ αντίθετα σε υψηλότερα θερμοκρασιακά πεδία διεξάγεται μέσω όλκιμων μηχανισμών. Η μετάβαση της συμπεριφοράς των υλικών από ψαθυρή σε όλκιμη με την αύξηση της θερμοκρασίας εξηγείται με βάση τη θεωρία των διαταραχών. Η κίνηση των διαταραχών αποτελεί φαινόμενο άμεσα συνδεδεμένο με τη θερμοκρασία, με αποτέλεσμα στα χαμηλότερα πεδία θερμοκρασιών να παρατηρείται αδρανοποίηση ορισμένων

συστημάτων ολίσθησης ("πάγωμα" διαταραχών) και το μεταλλικό σύστημα να μην επιδέχεται πλαστική παραμόρφωση.

Η μετάβαση αυτή εκφράζεται μέσω μίας καμπύλης (Εικ.33) η οποία ονομάζεται καμπύλη μετάβασης δυσθραυστότητας και για κάθε μέταλλο υπάρχει μία χαρακτηριστική θερμοκρασία στην οποία ο μηχανισμός θραύσης του υλικού μετατρέπεται από ψαθυρός σε όλκιμο (Ductile-Brittle Transition Temperature – DBTT). Η θερμοκρασία αυτή ποικίλει αναλόγως με το υλικό και σχετίζεται με αρκετούς παράγοντες, όπως η ταχύτητα επιβολής φορτίου, η γεωμετρία του δοκιμίου, το μέσο μέγεθος των κόκκων καθώς και το ποσοστό συμμετοχής ακαθαρσιών. Επιπροσθέτως, αυτή παρουσιάζει υψηλή ευαισθησία ως προς τις διεργασίες αποξείδωσης και τις μικροδομικές μεταβολές. Σε μέταλλα που κρυσταλλώνονται στο χωροκεντρωμένο κυβικό σύστημα – bcc (π.χ. κοινοί ανθρακούχοι χάλυβες) το φαινόμενο της μετάβασης είναι πιο έντονο σε σύγκριση με τα μέταλλα του εδροκεντρωμένου κυβικού συστήματος – fcc (π.χ. κράματα αλουμινίου). Τα τελευταία είναι ικανά να απορροφούν μεγαλύτερα ποσά ενέργειας πριν από τη θραύση τους, καθώς σε αυτά τα προτιμητέα επίπεδα ολίσθησης χαρακτηρίζονται από χαμηλότερη ενέργεια ενεργοποίησης. Για περλιτικούς χάλυβες έπειτα από θερμή έλαση, η μείωση στο μέγεθος των κόκκων μπορεί να οδηγήσει σε δραματική ελάττωση της DBTT (μεταβολή εντός του εύρους 26 – 56  $^{0}$ C). Επίσης, οι μη καθησυχασμένοι χάλυβες χαρακτηρίζονται από υψηλότερη DBTT σε σχέση με ένα κράμα ιδίας σύστασης το οποίο έχει καθησυχαστεί (killed). Οι χάλυβες με μικροδομικό ιστό που αποτελείται από μη επαναφερμένο μαρτενσίτη χαρακτηρίζονται από τις χαμηλότερες τιμές δυσθραυστότητας. Ωστόσο, με σωστή διαδικασία επαναφοράς, οι μαρτενσιτικές δομές αποδίδουν το βέλτιστο συνδυασμό δυσθραυστότητας και αντοχής και χαρακτηρίζονται από τη χαμηλότερη δυνατή θερμοκρασία μετάβασης για το δεδομένο κραματικό σύστημα. Εδώ κρίνεται αναγκαίο να σημειωθεί πως απαιτείται ιδιαίτερη προσοχή κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας της επαναφοράς, διότι σε περίπτωση που αυτή δεν πραγματοποιηθεί σωστά, προκύπτει σημαντική υποβάθμιση της δυσθραυστότητας και αύξηση της DBTT. Τέλος, το μικρογραφικό συστατικό του κατώτερου μπαινίτη συνδέεται με υψηλότερη DBTT και χαμηλότερη δυσθραυστότητα εν συγκρίσει με του ανώτερου μπαινίτη. Το παραπάνω γεγονός οφείλεται στη συνέργεια των μηχανισμών διάτμησης και διάχυσης κατά το μπαινιτικό μετασχηματισμό, με τον υψηλότερο συντελεστή βαρύτητας να αποδίδεται στη διάχυση για την περίπτωση του ανώτερου μπαινίτη και στη διάτμηση για την περίπτωση αντίστοιχα του κατώτερου μπαινίτη [1, 29].



Εικόνα 33: Καμπύλη μετάβασης δυσθραυστότητας τριών διαφορετικών χαλύβων. RT: Θερμοκρασία δωματίου (Room Temperature) [29]

Η συνηθέστερη τεχνική για τη βελτίωση της αντοχής έναντι κρουστικής καταπόνησης των κοινών χαλύβων περιλαμβάνει τη μείωση της περιεκτικότητάς τους σε άνθρακα, γεγονός που χαμηλώνει τη DBTT και προκαλεί αύξηση στη τιμή της δυσθραυστότητας. Επιπρόσθετα το θείο και το φώσφορο είναι δύο στοιχεία τα οποία οδηγούν και αυτά σε υψηλότερες τιμές θερμοκρασίας μετάβασης. Γενικά, τα περισσότερα στοιχεία κραμάτωσης χαρακτηρίζονται από παρεμφερή δράση (με μικρότερη ισχύ από το φώσφορο και το θείο), με μοναδικές εξαιρέσεις το νικέλιο και το μαγγάνιο. Έχει παρατηρηθεί πως η προσθήκη νικελίου έως και 8% περίπου φέρει ευεργετικά αποτελέσματα ως προς τη μείωση της DBTT.

Μία ακόμη σημαντική παράμετρος για τον προσδιορισμό της δυσθραυστότητας αποτελεί ο ρυθμός φόρτισης ενός υλικού. Με την αύξηση του ρυθμού φόρτισης παρατηρείται υψηλότερη τιμή του ορίου διαρροής καθώς και της DBTT [53].

#### 3.3 Πειραματικός προσδιορισμός της δυσθραυστότητας

Πειραματικά, ο προσδιορισμός της δυσθραυστότητας μπορεί να πραγματοποιηθεί με τους ακόλουθους τρόπους συναρτήσει του επιβαλλόμενου ρυθμού παραμόρφωσης ε':

- Δοκιμή εφελκυστικής καταπόνησης η οποία διεξάγεται σε χαμηλούς ρυθμούς παραμόρφωσης (Modulus of toughness (slow strain rate))
- Δοκιμή Charpy (σπανιότερα Izod) η οποία διεξάγεται μέσω επιβολής δυναμικής κρουστικής καταπόνησης σε υψηλούς ρυθμούς παραμόρφωσης (Impact toughness (high strain rate))
- Δοκιμή CTOD η οποία διεξάγεται σε προδιαμορφωμένα δοκίμια που φέρουν εγκοπή. Αρχικά πραγματοποιείται διάδοση της ρωγμής μέσω κόπωσης και εφόσον επιτευχθεί ένα κρίσιμο μήκος προχώρησης αυτής, το σύστημα οδηγείται σε θραύση μέσω επιβολής καμπτικής φόρτισης (medium strain rate)

Παρατηρώντας ένα διάγραμμα εφελκυσμού (τάσης – παραμόρφωσης) μπορεί να γίνει αντιληπτή η έννοια της δυσθραυστότητας, η οποία όπως έχει ήδη αναφερθεί, αφορά στην ικανότητα απορρόφησης ενέργειας πριν από τη θραύση ενός υλικού. Ωστόσο, ο εφελκυσμός αποτελεί μία στατική δοκιμή, γεγονός το οποίο σημαίνει πως ο ρυθμός επιβολής της φόρτισης πραγματοποιείται βραδύτερα από την ταχύτητα της μετακίνησης των διαταραχών. Σε πραγματικές συνθήκες λειτουργίας τα φορτία που επιβάλλονται σε μία κατασκευή είναι σύνθετα και δυναμικά και αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ανεπάρκεια του διαγράμματος τάσης – παραμόρφωσης για τον προσδιορισμό της δυσθραυστότητας.

Στη διεθνή ερευνητική κοινότητα, έχει επικρατήσει η μελέτη της δυσθραυστότητας να πραγματοποιείται μέσω κρουστικής δοκιμής σε διάταξη Charpy ή πιο σπάνια σε διάταξη Izod. Πρόκειται ουσιαστικά για την θραύση ενός στερεωμένου δοκιμίου (είτε κατά Charpy είτε κατά Izod) μέσω της επιβολής κρουστικής φόρτισης από μία αιωρούμενη σφύρα, η οποία λειτουργεί βάσει της αρχής του εκκρεμούς. Η κρούση της σφύρας επί του δοκιμίου πραγματοποιείται στην χαμηλότερη θέση της τροχιάς αυτής, όταν πλέον ολόκληρη η δυναμική ενέργεια της σφύρας έχει μετατραπεί σε κινητική. Η ενέργεια που απορροφάται κατά την διάρκεια της θραύσης αποτελεί το αριθμητικό μέτρο για τον προσδιορισμό της δυσθραυστότητας του υλικού.

Για την πραγματοποίηση της δοκιμής τα υλικά πρέπει να υποστούν συγκεκριμένη διαμόρφωση προκειμένου να αποκτήσουν κατάλληλη γεωμετρία και στήριξη. Πρόκειται για ορθογώνια παραλληλεπίπεδα δοκίμια (10mm x 10mm), τα οποία φέρουν ειδικά διαμορφωμένη εγκοπή στο κέντρο τους για την εισαγωγή των εσωτερικών τάσεων. Τα δοκίμια που χρησιμοποιούνται στην τεχνική Charpy έχουν μήκος 55 ή 60 mm και στηρίζονται και στα δύο άκρα, δημιουργώντας ένα άνοιγμα 40 mm ανάμεσά τους, ενώ το χτύπημα της σφύρας πραγματοποιείται στην απέναντι από την εγκοπή έδρα (Εικ.34α). Αντίθετα, τα δοκίμια της τυποποίησης Izod είναι πρόβολοι και η κρούση πραγματοποιείται από την πλευρά της εγκοπής στο ένα άκρο του προβόλου (Εικ.34β)



Εικόνα 34: Σχηματική απεικόνιση του πειραματικού προσδιορισμού της δυσθραυστότητας. (α) Δοκιμή Charpy, (β) Δοκιμή Izod

Όσον αφορά τη δοκιμή Charpy, η διαμόρφωση της εγκοπής γίνεται σε σχήμα "V" ή "U", με το δεύτερο να χρησιμοποιείται σε συνθήκες χαμηλότερης συγκέντρωσης τάσεων. Επίσης αναφέρεται πως τα δοκίμια με εγκοπή σχήματος "V" δίνουν χαμηλότερες τιμές δυσθραυστότητα από τα αντίστοιχα σχήματος "U" [1]. Τα δεδομένα που προκύπτουν από τις δοκιμές Charpy και Izod είναι δύσκολο να χρησιμοποιηθούν για την πρόβλεψη της τάσης θραύσης ή της τιμής της δυσθραυστότητας ενός εξαρτήματος διαφορετικής γεωμετρίας από τα δοκίμια που χρησιμοποιούνται σε αυτές τις τεχνικές βάσει προτύπων. Ο ρυθμός φόρτισης των δοκιμών αυτών σχετίζεται με τον αντίστοιχο ρυθμό σε πολλές συνθήκες λειτουργίας, ωστόσο η γεωμετρία της ρωγμής των δοκιμίων παρουσιάζει συχνά πολύ σημαντικές διαφορές με την ρωγμή των εξαρτημάτων που αστόχησαν στην πράξη. Επιπλέον δεν υπάρχει τρόπος να εξαχθούν δεδομένα για την τιμή της τάσης τη στιγμή της θραύσης. Ο κρίσιμος παράγοντας έντασης τάσης (K<sub>IC</sub>) από την άλλη, παρουσιάζει την ίδια διακύμανση στη δοκιμή Charpy και σε πραγματικές συνθήκες και τα αποτελέσματα παρέχουν μία εκτίμηση της τιμής της τάσης, σε περίπτωση που η θραύση επέλθει κάτω από συνθήκες παραμόρφωσης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ολίσθησης. Τα δεδομένα που προκύπτουν για τον κρίσιμο παράγοντα έντασης τάσης δεν παρουσιάζουν ευαισθησία σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών ενώ ακόμη στη διεθνή βιβλιογραφία αναφέρονται εμπειρικές σχέσεις οι οποίες συσχετίζουν την τιμή Κ<sub>IC</sub> με τη δυσθραυστότητα για διάφορους τύπους χάλυβα [41, 54].

Η δοκιμή CTOD (Crack Tip Open Displacement) εισήχθη από τον Wells το 1961, βασισμένη σε πειράματα που πραγματοποιούνταν σε δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή υπό το καθεστώς επιβαλλόμενης τάσης σε πεδίο ημιστατικής φόρτισης (quasi static mechanical testing). Πρόκειται ουσιαστικά για την ελεγχόμενη διάδοση της ρωγμής μέσω κοπωτικής φόρτισης έως ότου επιτευχθεί ένα κρίσιμο μήκος αυτής. Στη συνέχεια το δοκίμιο οδηγείται στη τελική του αστοχία μέσω καμπτικής καταπόνησης. Με αυτή τη δοκιμή μπορούν να υπολογιστούν τα κρίσιμα χαρακτηριστικά μεγέθη που αφορούν στη δυσθραυστότητα (K<sub>Q</sub>, J, CTOD). Η ένταση του ελαστικού πεδίου στο άκρο της διαδιδόμενης ρωγμής εκφράζεται από τον παράγοντα έντασης τάσης K<sub>Q</sub>, ενώ η παράμετρος J αποδίδει την ενέργεια που απορροφάται από το υλικό πριν την τελική του αστοχία. Τέλος το μέγεθος CTOD (εναλλακτικά συναντάται στη βιβλιογραφία και ως δ) αποτελεί το μέτρο της διεύρυνσης στο άκρο της ρωγμής.

Στην παρούσα διπλωματική εργασία η πειραματική τεχνική η οποία χρησιμοποιήθηκε για να αποδώσει την επίδραση που φέρει η διάχυση των υδρογονοκατιόντων στη δυσθραυστότητα του κραματικού συστήματος είναι αυτή της CTOD. Οι κυριότεροι λόγοι για την επιλογή αυτή είναι η δυνατότητα προσδιορισμού κρίσιμων χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών (K<sub>Q</sub>, J<sub>elastic</sub>, J<sub>plastic</sub>, CTOD<sub>elastic</sub>, CTOD<sub>plastic</sub>), η παρακολούθηση της ταχύτητας διάδοσης της ρωγμής κατά το στάδιο της κόπωσης καθώς και ο περιορισμός της επίδρασης του ρυθμού φόρτισης επί των υπολογιζόμενων μεγεθών [55]. Περεταίρω πληροφορίες για τη δοκιμή CTOD (διάταξη, όργανα μέτρησης κ.λπ.) δίνονται στο πειραματικό μέρος της διπλωματικής καθώς αυτή είναι η δοκιμή που χρησιμοποιήθηκε για τον προσδιορισμό της δυσθραυστότητας των δοκιμίων χάλυβα X65.

#### 4. Υδρογόνο

# 4.1 Διάβρωση χαλύβδινων σωληνώσεων οι οποίες είναι ενταγμένες σε εδαφικούς σχηματισμούς

Στη βιομηχανία πετρελαίου και φυσικού αερίου ένα από τα πιο απαιτητικά τεχνολογικά ζητήματα που προκύπτει κατά το σχεδιασμό αποτελεί η διάβρωση και η ψαθυροποίηση των μεταλλικών υλικών εξαιτίας της παρουσίας του υδρογόνου. Το φαινόμενο αυτό μπορεί να έχει καταστροφικές συνέπειες για το περιβάλλον, την οικονομία ακόμη και την υγεία του ανθρώπου.

Τις τελευταίες δεκαετίες, οι απαιτήσεις για εκμετάλλευση των ενεργειακών αποθεμάτων παρουσιάζουν διαρκώς ανοδική τάση, οδηγώντας έτσι στη συνεχή κατασκευαστική ανάπτυξη ειδικών δεξαμενών πετρελαίου και φυσικού αερίου, οι οποίες εντάσσονται σε δυσμενές πεδίο λειτουργικών συνθηκών λόγω της εκτενούς διάβρωσης. Επιπρόσθετα καθίσταται η αναγκαιότητα αντιμετώπισης θερμοκρασιακών πεδίων τα οποία μπορεί να λάβουν είτε εξαιρετικά χαμηλές είτε εξαιρετικά υψηλές τιμές καθώς και χημικών περιβαλλόντων εμπλουτισμένων σε θειικά ανιόντα, παράγοντες οι οποίοι απαιτούν το σχεδιασμό νέων υλικών με βελτιωμένες επιδόσεις.

Συνήθως, η καταλληλότερη επιλογή αποτελούν οι ανθρακούχοι χάλυβες εξαιτίας της περιορισμένης χημικής αλληλεπίδρασης που παρουσιάζουν με το μεταφερόμενο καύσιμο και του περιορισμένου κόστους τους. Ωστόσο, τα υλικά αυτά κάτω από συγκεκριμένες συνθήκες μπορεί να παρουσιάσουν υψηλό βαθμό επιδεκτικότητας έναντι της εκδήλωσης του παραπάνω φαινομένου. Πιο αναλυτικά, εάν στο χημικό περιβάλλον συμμετέχουν μόρια διοξειδίου του άνθρακα (CO2) σε περιεκτικότητα υψηλότερη από μια κρίσιμη τιμή κρίνεται βέβαιη η εκδήλωση ενός μηχανισμού διάβρωσης γενικευμένης μορφής, ενώ στην περίπτωση όπου το διοξείδιο του άνθρακα και το υδρόθειο (H₂S) δρουν συνεργιστικά, λαμβάνει χώρα το φαινόμενο της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου (Hydrogen Embrittlement – HE). Το διοξείδιο του άνθρακα μειώνει το pH του διαβρωτικού περιβάλλοντος, προκαλώντας έτσι έναν ταχύτερο ρυθμό διάβρωσης. Το υδρόθειο από την άλλη, αναστρέφει κινηματικά την καθοδική ημιαντίδραση αναγωγής των υδρογονοκατιόντων και μπορεί να οδηγήσει σε ψαθυροποίηση των χαλύβδινων σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών και υδρογονανθράκων, καθώς εμποδίζει την αντίδραση επανασχηματισμού του μοριακού υδρογόνου στις μεταλλικές επιφάνειες καταλύοντας τη διείσδυση του ατομικού υδρογόνου στις εσωτερικές στοιβάδες [56].

Επιπρόσθετα, η θερμοκρασία αποτελεί έναν σημαντικό παράγοντα ελέγχου ως προς το ρυθμό διάβρωσης των μεταλλικών υλικών. Όπως θα αναλυθεί και εκτενώς σε ακόλουθες παραγράφους, η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου επηρεάζεται από τη θερμοκρασία, ενώ ο μεγαλύτερος βαθμός επιρροής σημειώνεται σε θερμοκρασία δωματίου (για υψηλότερα ή χαμηλότερα θερμοκρασιακά πεδία η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου μειώνεται). Σε περίπτωση που οι αγωγοί που λειτουργούν σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες ψυχθούν απότομα σε πολύ χαμηλά θερμοκρασιακά πεδία (περίπου στους -30 °C), λόγω διακοπής της λειτουργίας του εργοστασίου ή εργασιών συντήρησης, μπορεί να προκύψουν κρίσιμες συνθήκες εξαιτίας της σύγχρονης παρουσίας υδρογόνου και της μεταβολής της θερμοκρασίας. Αυτό συνεπάγεται υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του υλικού, γεγονός που πρέπει να λαμβάνεται υπόψιν και να διερευνάται [57].

#### 4.2 Επικρατέστερος ορισμός της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου

Ένας γενικευμένος και μονοσήμαντος ορισμός για τη ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου είναι δύσκολο να αποδοθεί, εξαιτίας της πολυπλοκότητας του φαινομένου καθώς αυτό πλαισιώνεται από πολλαπλούς επιστημονικούς κλάδους. Ωστόσο μπορεί να εκφρασθεί ως μία συστηματική υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του χάλυβα λόγω του διαχεόμενου υδρογόνου και της απόσχισης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος στο άκρο της ρωγμής. Ως αποτέλεσμα των ανωτέρω προκαλείται μείωση της συνοχής μεταξύ των ατομικών δεσμών του μετάλλου (Hydrogen Enhanced Decohesion – HEDE), αύξηση της τοπικής πλαστικότητας (Hydrogen Enhanced Local Plasticity – HELP) και τέλος ενίσχυση της έκλυσης διαταραχών στις παράπλευρες επιφάνειες της ρωγμής (Absorption Induced Dislocation Emission – AIDE). Σύμφωνα με αυτόν τον ορισμό, το πρόβλημα πρέπει να αντιμετωπισθεί με μία μεθοδική προσέγγιση η οποία να λαμβάνει υπόψιν όλες τις παραμέτρους ανάλυσης. Προσεγγίσεις αυτού του τύπου αποτελούν οι [58]:

- Μηχανική ανάλυση που μοντελοποιεί τη συμπεριφορά του υλικού σε υψηλά επίπεδα τάσεων και παραμορφώσεων, εμπερικλείοντας και την πλαστική περιοχή
- Ανάλυση των μηχανισμών θραύσης η οποία σχετίζεται με την κατανομή των τάσεων και των πλαστικών παραμορφώσεων στο άκρο της ρωγμής
- Φυσικοχημική και κινητική ανάλυση η οποία λαμβάνει υπόψιν τις ημιαντιδράσεις οξείδωσης και αναγωγής στις επιφανειακές στοιβάδες καθώς και τη διείσδυση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του χάλυβα
- Ανάλυση του φαινομένου της μετανάστευσης των υδρογονοκατιόντων, η οποία συνδυάζει τη διάχυση αυτών περιμετρικά των πεδίων πλαστικής ροής καθώς και την παγίδευσή τους σε κέντρα συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων (hydrogen trapping centers)
- Ένα μικρομηχανιστικό μοντέλο που συμπεριλαμβάνει όλους τους προαναφερθέντες παράγοντες και εξετάζει την τοπική συγκέντρωση του υδρογόνου, τις κρίσιμες τάσεις και παραμορφώσεις καθώς και τις ιδιότητες του υλικού προκειμένου να αποδώσει μία ποσοτικοποιημένη προσέγγιση της υποβάθμισης των μηχανικών ιδιοτήτων

Μερικές από τις μηχανικές ιδιότητες οι οποίες υφίστανται υποβάθμιση λόγω της ψαθυροποίησης υδρογόνου είναι η ολκιμότητα, η δυσθραυστότητα, η ενέργεια που απορροφάται κατά την κρούση καθώς και η αντίσταση που επιδεικνύει το μεταλλουργικό σύστημα ως προς την ανάπτυξη ρωγματώσεων. Οι σημαντικότερες εξ' αυτών αναλύονται στην επόμενη παράγραφο.

4.3 Επίδραση της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου στις μηχανικές ιδιότητες των υλικών Προκειμένου να γίνει σαφής η επίπτωση της ψαθυροποίησης λόγω υδρογόνου στα βιομηχανικά υλικά είναι χρήσιμο να κατανοηθεί πρώτα η συνολική επίδραση αυτής στις μηχανικές ιδιότητες των υλικών. Στα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας παρουσιάζονται αναλυτικά οι μηχανικές ιδιότητες οι οποίες σχετίζονται άμεσα με το συγκεκριμένο φαινόμενο.

## Επίδραση του υδρογόνου στη θερμοκρασία μετάβασης DBTT

Σε ένα γενικότερο πλαίσιο το υδρογόνο αυξάνει τη θερμοκρασία μετάβασης από ψαθυρό σε όλκιμο τύπο θραύσης (DBTT). Ωστόσο, η ποσοτικοποιημένη προσέγγιση του φαινομένου εξαρτάται σημαντικά από τα κυριότερα θερμοδυναμικά και μορφολογικά χαρακτηριστικά του μικρογραφικού ιστού ανάπτυξης και την τοπική συγκέντρωση του υδρογόνου σε τοπολογίες ενεργειακά αναβαθμισμένες και επιρρεπείς.

#### Επίδραση του υδρογόνου στη δυσθραυστότητα και στο όριο διαρροής

Έχουν διεξαχθεί πολλές έρευνες και δοκιμές προκειμένου να εκτιμηθεί η επίδραση του υδρογόνου στη δυσθραυστότητα των χαλύβων και ιδιαίτερα στους χάλυβες που χρησιμοποιούνται στην κατασκευή σωληνώσεων. Όλες υποδηλώνουν μία υποβάθμιση της δυσθραυστότητας παρουσία του υδρογόνου, ωστόσο το ποσοστό μείωσης αυτής εξαρτάται από τις συνθήκες της καθοδικής φόρτισης και διεξαγωγής της μηχανικής δοκιμής, καθώς υπάρχουν πολλοί τρόποι πραγματοποίησής τους. Πιο αναλυτικά, το υδρογόνο μπορεί να κατανέμεται ομοιόμορφα εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος ή μπορεί να παρέχεται μέσω μίας καθοδικής ημιαντίδρασης αναγωγής στην επιφάνεια της ρωγμής, γεγονός που μεταβάλλει σημαντικά την περιεκτικότητά του εντός της μικροδομής [59]. Το υδρογόνο

μειώνει επίσης και την ολκιμότητα του υλικού, η οποία μπορεί να εκτιμηθεί μέσω του διαγράμματος τάσης – παραμόρφωσης (σ – ε). Σύμφωνα με πολλές έρευνες [60] παρατηρήθηκε ένας δραστικός περιορισμός της έκτασης που λαμβάνει η πλαστική περιοχή στη καμπύλη τάσης – παραμόρφωσης, ο οποίος εξαρτάται άμεσα τόσο από την πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης, τη χρονική διάρκεια παραμονής εντός του υδρογονωμένου περιβάλλοντος, όσο και από τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης (Εικόνα 35).



Εικόνα 35: Καμπύλη τάσης – παραμόρφωσης για χάλυβα X100 σε διαφορετικές χρονικές διάρκειες καθοδικής φόρτισης [60]

#### Επίδραση του υδρογόνου στη διάδοση της ρωγμής λόγω κόπωσης

Το υδρογόνο επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό τη συμπεριφορά των χαλύβων και γενικότερα των υλικών υπό το καθεστώς δυναμικών φορτίσεων ακόμη και κάτω από την κρίσιμη τιμή του ορίου διαρροής, καθώς όπως έχει είδη αναφερθεί η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου παρουσιάζει ισχυρή εξάρτηση από τα φαινόμενα της διάχυσης που λαμβάνουν χώρα εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος. Συγκεκριμένα, το υδρογόνο αυξάνει δραστικά το ρυθμό ανάπτυξης της ρωγμής (έως και 40 φορές) και μειώνει τον αριθμό των απαιτούμενων κύκλων φόρτισης έως ότου επέλθει η αστοχία [59, 61]. Η προχώρηση της ρωγμής λόγω κοπωτικής φόρτισης παρουσιάζει πολύ υψηλό βαθμό ευαισθησίας ως προς το περιβάλλον και τις συνθήκες της δοκιμής. Πιο αναλυτικά, η μεταβολή στη θερμοκρασία της δοκιμής και στη συχνότητα της φόρτισης μπορεί να επηρεάσει σημαντικά το ρυθμό διάδοσης της ρωγμής. Για τον λόγο αυτόν, ιδιαίτερη προσοχή δίνεται στα διαγράμματα "da/dN – ΔΚ" μέσω των οποίων μπορεί να εκτιμηθεί η μαθηματική σχέση του Paris και να χρησιμοποιηθούν, όπου είναι δυνατόν, μοντέλα εκτιμήσεως σε περιπτώσεις διάβρωσης.

# 4.4 Κύριοι παράγοντες ελέγχου της ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα των μεταλλικών υλικών

Σύμφωνα με την υπάρχουσα βιβλιογραφία οι κύριοι παράγοντες εκδήλωσης της ψυχρής ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου σε συγκολλημένα μέταλλα είναι οι ακόλουθοι: η επαρκής συγκέντρωση υδρογονοκατιόντων στην υπό μελέτη περιοχή (εκφρασμένη ως ποσοστό του διαχεόμενου υδρογόνου H<sub>D</sub>), η επιδεκτικότητα του μικροδομικού ιστού (σχετίζεται με τα μικρογραφικά συστατικά, τις φάσεις, τη σκληρότητα και την αντοχή σε εφελκυσμό του υλικού) καθώς και οι παραμένουσες εφελκυστικές τάσεις, οι οποίες θεωρούνται ισοδύναμες με το πραγματικό όριο διαρροής του υλικού [62 – 67]. Έχει αποδειχθεί πως οι μικρορωγματώσεις εξαιτίας του υδρογόνου ειδικά σε συγκολλημένα τμήματα πολλαπλών πάσων, εκδηλώνονται όταν η περιεκτικότητα σε υδρογόνο στην περιοχή της συγκόλλησης υπερβαίνει ένα ορισμένο κρίσιμο επίπεδο, το οποίο εξαρτάται από την αντοχή του μετάλλου συγκόλλησης, το πάχος του υλικού καθώς και το είδος – μέγεθος των παραμενουσών τάσεων [65]. Αυτές οι μικρορωγματώσεις τείνουν να εντοπίζονται στα ανώτερα στρώματα της συγκόλλησης και είναι πιθανό να εξελιχθούν σταδιακά σε ρωγμές μακροσκοπικής κλίμακας, εγκάρσιές ως προς το μέταλλο συγκόλλησης [72]. Στην συνέχεια περιγράφονται αναλυτικά οι παράγοντες που επιδρούν στη εκδήλωση ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου.

## Υδρογόνο

Κατά την απόψυξη της συγκόλλησης, ένα μεγάλο ποσοστό του υδρογόνου το οποίο έχει απορροφηθεί από τη λίμνη της συγκόλλησης διαφεύγει από το στερεοποιημένο τμήμα αυτής (solidified beam) μέσω διάχυσης. Γενικά, η ανακατανομή του υδρογόνου κατά τη διάρκεια απόψυξης εξαρτάται από την θερμική ιστορία της συγκόλλησης, τον συντελεστή διάχυσης του υδρογόνου D(T), καθώς και την τάση, ειδικά σε περιπτώσεις τριαξονικών εντατικών καταπονήσεων πλησίον της περιοχής της εγκοπής ή της ρωγμής [65, 66, 68].

Σε ένα συγκεκριμένο εύρος θερμοκρασιών (200 – 300 °C) κατά τη διάρκεια της απόψυξης των συγκολλημένων χαλύβδινων τμημάτων, ένα μέρος του υδρογόνου χάνει την ικανότητα διάχυσής του. Πρόκειται για το "εναπομένον υδρογόνο" (residual hydrogen) το οποίο διαφοροποιείται θερμοδυναμικά και μηχανιστικά από το "διαχεόμενο υδρογόνο" (diffusible hydrogen). Η παρουσία του εναπομένοντος υδρογόνου μπορεί να αποδοθεί στην ύπαρξη πολλαπλών παγίδων συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων μη αντιστρεπτού τύπου (hydrogen irreversible trapping centers), όπως για παράδειγμα αποτελούν τα επιφανειακά στρώματα οξειδίων που χαρακτηρίζονται από διαφορετικό είδος χημικής σύνδεσης με τη μεταλλική επιφάνεια. Η ποσοστιαία συμμετοχή του διαλυμένου υδρογόνου θεωρείται ο κυρίαρχος παράγοντας ως προς την εκδήλωση αυτού του είδους της ρωγμάτωσης σε συγκολλημένα υλικά. Αυτό εξηγείται από το γεγονός πως η διάχυση του υδρογόνου εξαιτίας της επιβαλλόμενης τάσης συντελεί στην εκκίνηση της ρωγμάτωσης. Επιπλέον έχει παρατηρηθεί πως με την επαναθέρμανση ακόμη και σε χαμηλά πεδία θερμοκρασιών (100 – 150 °C) μειώνεται αποτελεσματικά ο κίνδυνος εμφάνισης αυτού του τύπου των ρωγματώσεων [69].

Έχει γίνει ευρέως αποδεκτό πως η κρίσιμη παράμετρος η οποία καθορίζει την εκδήλωση ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου (πρότυπο ISO/IIW 3690) αποτελεί η εναπομένουσα ποσότητα διαλυμένου υδρογόνου σε θερμοκρασίες χαμηλότερες των 100 °C (Η<sub>R100</sub>) [70]. Η επιλογή της θερμοκρασίας αναφοράς στους 100 °C συνάδει με το θερμοκρασιακό πεδίο εκδήλωσης ψυχρής ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογονοκατιόντων [68, 69].

## Μικροδομή

Ουσιαστικά, όσον αφορά στην εκδήλωση ρωγμών λόγω υδρογόνου, η επίδραση του υδρογόνου και η διάχυσή του στο μέταλλο συγκόλλησης έχει καθοριστεί και κατανοηθεί σε αρκετά μεγάλο βαθμό. Αντιθέτως κάτι τέτοιο δεν ισχύει με την συσχέτιση μεταξύ της εκδήλωσης ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου και της χημικής σύνθεσης της μικροδομής του μετάλλου συγκόλλησης [71].

Στην περίπτωση εμφάνισης ρωγμών στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (Heat Affected Zone – HAZ), συνήθως μελετώνται οι τιμές σκληρότητας (η οποία καθορίζεται από

τη χημική της σύστασης και πιο αναλυτικά κυρίως από το ποσοστό του άνθρακα) καθώς και του χρόνου ψύξης της συγκόλλησης. Γενικά, οι σκληρότερες μικροδομές παρουσιάζουν μεγαλύτερη ευαισθησία στην εκδήλωση ρωγματώσεων, γεγονός που περιπλέκεται όσον αφορά το μέταλλο συγκόλλησης και ειδικά σε συγκολλήσεις πολλαπλών πάσων [68, 72]. Είναι γνωστό πως το φαινόμενο ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου εντείνεται στο μέταλλο συγκόλλησης όσο αυξάνεται η αντοχή του υλικού, δηλαδή η αναλογία των μικροδομών που παρουσιάζουν μεγαλύτερη σκληρότητα [71, 72]. Αντίθετα με τη ΘΕΖ, η περιοχή του μετάλλου συγκόλλησης (Ζώνη Τήξης – ΖΤ) δε σχετίζεται άμεσα με τη σκληρότητά της. Υποστηρίζεται πως η σκληρότητα της ΖΤ δεν μπορεί να θεωρηθεί αξιόπιστος δείκτης ευαισθησίας της ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου, παρόλο που υπάρχουν συσχετίσεις μεταξύ της σκληρότητας, της αντοχής και του ποσοστού κραμάτωσης της περιοχής της συγκόλλησης. Επιπλέον, έχει παρατηρηθεί πως ο συγκεκριμένος τύπος ρωγμής μπορεί να συμβεί και σε μικροδομές οι οποίες δεν είναι μαρτενσιτικές [73].

Σύμφωνα με προηγούμενες μελέτες, οι ρωγμές λόγω διάχυσης υδρογόνου στη περιοχή της ΖΤ σε συγκολλήσεις πολλαπλών πασών συχνά συνοδεύονται από έναν εμφανή βαθμό πλαστικής παραμόρφωσης. Επομένως οι ρωγμές τείνουν να εμφανίζονται σε περιοχές της μικροδομής όπου συσσωρεύεται έντονα πλαστική παραμόρφωση. Ένα κοινό χαρακτηριστικό αποτελεί η παρουσία ρωγμών στα όρια των κόκκων προευτηκτοειδούς φερρίτη (proeutectoid grain – boundary ferrite – GBF), στα όρια των κόκκων της μητρικής ωστενιτικής φάσης καθώς και στα στερεοποιούμενα όρια κόκκων (solidification cell boundaries). Η ρωγμή εμφανίζεται συνήθως στο υλικό πλήρωσης (filling layers) σε κατεύθυνση κάθετη στον άξονα συγκόλλησης και κατόπιν αναπτύσσεται είτε κάθετα στην επιφάνεια της συγκόλλησης είτε σε μια σχετική γωνία προσανατολισμού με την κατεύθυνση του πάχους της συγκόλλησης. Σε περίπτωση αστοχίας λόγω ύπαρξης σχηματισμών τύπου Chevron (Chevron cracking) η διαμήκης εφελκυστική τάση προκαλεί το σχηματισμό λωρίδων ολίσθησης σε γωνία 45° με την κατεύθυνση του πάχους της συγκόλλησης. Η μικροσκοπική ανάλυση έχει οδηγήσει στο συμπέρασμα πως η συγκέντρωση πλαστικής παραμόρφωσης περικρυσταλλικά των ορίων των κόκκων σε συνδυασμό με τη μεταφορά υδρογόνου σε αυτές τις περιοχές, οδηγεί στην έναρξη της ρωγμάτωσης. Ακολούθως, αυτές οι κλιμακωτές ρωγμές συνδέονται με έναν μηχανισμό διάτμησης όλκιμου τύπου, ο οποίος υποβοηθάται από την ύπαρξη υδρογόνου (Εικ.33). Σε επίπεδο μικροκλίμακας, οι ρωγμές φαίνεται να αναπτύσσονται σε διάφορες κατευθύνσεις για να συνδεθούν στη συνέχεια και να σχηματίσουν εγκάρσιες ρωγμές μακροσκοπικής κλίμακας. Μερικές φορές οι επιμέρους μικρορωγμές δεν συνδέονται, αλλά δημιουργούν ένα σχηματισμό που προσομοιάζει σε σκάλα ("staircase" pattern) [71, 74].

Εξετάζοντας τις θέσεις των ρωγμών στη ΖΤ συγκολλήσεων πολλαπλών πασών, προκύπτει πως οι ρωγμές εγκάρσια του άξονα συγκόλλησης τείνουν να εμφανίζονται στις συγκολλημένες μικροδομές δενδριτικής μορφολογίας, δηλαδή στις περιοχές που παραμένουν ανεπηρέαστες από την αναθέρμανση των επόμενων κορδονιών και συνεπώς χαρακτηρίζονται από την ύπαρξη προευτηκτοειδούς φερρίτη GBF. Ειδικότερα, οι επιφάνειες θραύσης οι οποίες φέρουν μορφολογία τύπου Chevron και εντοπίζονται περικρυσταλλικά εντός του προευτηκτοειδούς φερρίτη, δημιουργούνται από μέτωπα αποσχιστικής διάτμησης (quasi cleavage facets), ενώ σε άλλες περιοχές η μορφολογία της επιφάνειας έπειτα από την αστοχία είναι περισσότερο όλκιμη και χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη κρατήρων. Έχουν παρατηρηθεί τόσο οι μηχανισμοί περικρυσταλλικής όσο και ενδοκρυσταλλικής ρωγμάτωσης, με τον πρώτο να διατρέχει συνήθως τη φάση του φερρίτη στα όρια των κόκκων (GBF). Η έναρξη της ρωγμής είναι άμεσα συνδεδεμένη με τη φάση του φερρίτη στα όρια των κόκκων, ενώ η ενδοκρυσταλλική δομή αποτελεί παράγοντα δευτερευούσης σημασίας. Ομοίως, σε μία άλλη μελέτη [75] αναφέρεται πως οι ρωγμές εκδηλώνονται σε περιοχές του μετάλλου συγκόλλησης όπου οι κόκκοι της μικροδομής χαρακτηρίζονται από κωνική μορφολογία και στα όρια αυτών, όπου υπάρχει φερριτική φάση (GBF). Αντίθετα μικροδομές υλικών που έχουν υποστεί επαναθέρμανση και χαρακτηρίζονται από κόκκους ισοαξονικής μορφολογίας φαίνεται να παρέχουν μεγαλύτερη αντοχή στην εμφάνιση ρωγμών, καθώς η ρωγμή που σχηματίζεται σε αρχικό στάδιο διευρύνεται κυρίως κατά πλάτος εξαιτίας του επιπλέον ποσού θερμότητας που προσδίδεται στη συγκόλληση λόγω των διαδοχικών περασμάτων. Στην Εικόνα 36 παρουσιάζεται ένας μηχανισμός σχηματισμού ρωγμών εξαιτίας της ύπαρξης των μορφολογιών που προσομοιάζουν σε "γαλόνι αξιωματικού" (Chevrons) για συγκολλήσεις πολλαπλών περασμάτων [71].



Εικόνα 36: Μηχανισμός θραύσης εξαιτίας της δημιουργίας σχηματισμών τύπου Chevron : (a) Πυρηνοποίηση μικρορωγματώσεων, (b) Άμβλυνση και παρεμπόδιση διάδοσης (c) Σχηματισμός ρωγμών εντός της ζώνης διάτμησης, (d) Σχηματισμός ρωγμών σε μακροσκοπική κλίμακα [71, 76]

Ο επιβλαβής ρόλος της φερριτικής φάσης στα όρια των κόκκων (GBF) υποστηρίζεται από πρόσφατα ευρήματα [62 – 64] που αποδεικνύουν μία θετική συσχέτιση μεταξύ του κλάσματος όγκου συμμετοχής της εν λόγω φάσης και της ευαισθησίας στην εκδήλωση ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης υδρογόνου. Τα αποτελέσματα υποδηλώνουν πως η εμφάνιση των ρωγμών στη περιοχή της ζώνης τήξης συγκολλήσεων πολλαπλών περασμάτων με χαμηλή περιεκτικότητα σε υδρογόνο, εξαρτάται άμεσα από την μικροδομή του μετάλλου συγκόλλησης και ειδικότερα από το ποσοστό επιφανειακής κάλυψης του φερρίτη στα όρια των κόκκων. Σε υψηλότερες συγκεντρώσεις υδρογόνου, οι συνθήκες φαίνεται να αλλάζουν και συνεπώς η σκληρότητα και η αντοχή του μετάλλου συγκόλλησης σε εφελκυσμό καθίστανται ολοένα και σημαντικότερες παράμετροι για τον έλεγχο της ρωγμάτωσης λόγω διάχυσης λόγω

Όσον αφορά στα μέταλλα συγκόλλησης εξαιρετικά υψηλής αντοχής (σ<sub>y</sub> ≥ 690 MPa), έχουν παρατηρηθεί ρωγμές που οφείλονται σε διάχυση υδρογόνου σε περιοχές έντονης πλαστικής παραμόρφωσης, όπως και στις προηγούμενες περιπτώσεις. Ωστόσο η διαφορά έγκειται στο

γεγονός πως η έναρξη των ρωγμών παρατηρείται σε απομονωμένες θέσεις στο μέταλλο συγκόλλησης καθώς και κατά μήκος των ταινιών ολίσθησης είτε παράλληλα σε "πακέτα" μαρτενσίτη (martensite laths), είτε ενδιαμέσως αυτών. Η επιφάνεια θραύσης τέτοιων υλικών χαρακτηρίζεται από πεδία αποσχιστικής διάτμησης με τη ταυτόχρονη ύπαρξη αρκετών μικρών κρατήρων (dimples). Τα τελευταία στάδια ανάπτυξης της ρωγμής χαρακτηρίζονται από κυματιστά επίπεδα ολίσθησης (γεγονός που υποδεικνύει την ύπαρξης έντονης πλαστικής παραμόρφωσης) και επιφάνειες θραύσης με σχηματισμούς σε μορφή κρατήρων (dimples). Η απουσία ενδοκρυσταλλικής ρωγμάτωσης σε τέτοιες περιπτώσεις αποδίδεται στα πολύ χαμηλά ποσοστά οξυγόνου στο μέταλλο της συγκόλλησης, το οποίο είναι χαρακτηριστικό των εξαιρετικά υψηλής αντοχής μετάλλων. Έτσι η ρωγμή εκδηλώνεται συνήθως περικρυσταλλικά και παρατηρείται μόνο κατά μήκος στερεοποιούμενων ορίων κόκκων (solidification cell boundaries), όταν αυτά είναι προσανατολισμένα κάθετα ως προς το εφαρμοζόμενο παραμορφωσιακό πεδίο (normal to the strain). Αυτά τα σημεία θεωρούνται οι ενεργειακά προτιμητέες τοποθεσίες έναρξης της ρωγμάτωσης [71, 74].

Εκτός από την αντοχή του μετάλλου συγκόλλησης, οι φάσεις σε επίπεδο μικροκλίμακας καθώς και τα εγκλείσματα έχουν κρίσιμο ρόλο στον προσδιορισμό της ευαισθησίας του υλικού σε ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου. Οι μικροσκοπικές φάσεις και τα εγκλείσματα επηρεάζουν το ρυθμό διάχυσης του υδρογόνου, τις διαθέσιμες θέσεις παγίδευσης καθώς και τις θερμοδυναμικές κι κινηματικές συνθήκες έναρξης της ρωγμάτωσης. Δεδομένου ότι η μορφολογία των εγκλεισμάτων επιδρά στη διαχυτότητα του υδρογόνου και στο βαθμό παγίδευσής του επάγεται το συμπέρασμα πως διαφορετικοί τύπου μετάλλων συγκόλλησης μπορεί να οδηγήσουν σε διαφορετικές αποκρίσεις των υλικών ως προς τη ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου, παρόλο που παρουσιάζουν παρόμοια αντοχή και περιεκτικότητα σε υδρογόνο [62 – 64, 73].

Είναι γνωστό πως η χημική σύσταση του μετάλλου συγκόλλησης επιδρά στη περιεκτικότητα του εναπομένοντος υδρογόνου (residual hydrogen). Αυτό μπορεί να εξηγήσει τη μεγαλύτερη ευαισθησία των μετάλλων συγκόλλησης υψηλότερης αντοχής ως προς την εκδήλωση ψυχρής ρωγμάτωσης, ειδικά σε συγκολλήσεις πολλαπλών περασμάτων όπου μέρος του εναπομένοντος υδρογόνου ενεργοποιείται εκ νέου εξαιτίας του ποσού θερμότητας που προσδίδεται στην συγκόλληση από τα επόμενα κορδόνια [71].

#### Τάσεις

Οι τάσεις που παράγονται κατά τη διαδικασία δημιουργίας της συγκόλλησης είναι είτε παραμένουσες (residual stresses) λόγω εσωτερικών συστημάτων συγκράτησης, είτε τάσεις αντίδρασης που προκαλούνται από εξωτερική συγκράτηση. Οι παραμένουσες τάσεις είναι αποτέλεσμα της ανομοιόμορφης κατανομής της θερμοκρασίας στην περιοχή της συγκόλλησης, ενώ οι τάσεις αντίδρασης προκαλούνται από την παρεμπόδιση της ελεύθερης θερμικής διαστολής από άλλα δομικά μέλη της κατασκευής. Τόσο οι παραμένουσες τάσεις τάσεις όσο και οι τάσεις αντίδρασης χαρακτηρίζονται ως επιβλαβείς, καθώς η συνολική τάση του υλικού (net stress) δεν παρουσιάζει κάποια μείωση μέσω της δημιουργίας ρωγμών. Κατά κύριο λόγο η ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου στις συγκολλήσεις σχετίζεται συνήθως με τις παραμένουσες τάσεις [77, 78].

Οι μετασχηματισμοί φάσεων συντελούν στον περιορισμό της ανάπτυξης παραμενουσών τάσεων ή/και τάσεων αντίδρασης όταν το κλάσμα όγκου συμμετοχής του ωστενίτη (γ – φάση) που μετασχηματίζεται σε φερρίτη (α – φάση) είναι σημαντικό και ο μετασχηματισμός λαμβάνει χώρα σε σχετικά χαμηλές θερμοκρασίες. Το αναπτυσσόμενο

πεδίο των παραμενουσών τάσεων γίνεται εμφανές στις συγκολλήσεις ενός περάσματος, ενώ θεωρείται πως εξασθενεί στις συγκολλήσεις πολλαπλών περασμάτων λόγω των επαναλαμβανομένων θερμικών κύκλων [79].

Έχει επικρατήσει πως στις συγκολλήσεις ενός περάσματος οι παραμένουσες τάσεις παίζουν δευτερεύοντα ρόλο στην εκδήλωση ρωγματώσεων λόγω διάχυσης υδρογόνου. Ωστόσο, στις συγκολλήσεις περισσότερων περασμάτων οι παραμένουσες τάσεις και οι τάσεις αντίδρασης σχηματίζουν ένα αρκετά σύνθετο σύστημα, η λύση του οποίου απαιτεί συνήθως συγκεκριμένες αναλύσεις, που ξεφεύγουν από τα πλαίσια της παρούσας διπλωματικής εργασίας [77].

Έχει αποδειχθεί ότι η κρίσιμη περιεκτικότητα σε υδρογόνο, Η<sub>cr</sub>, για την εμφάνιση ρωγμών στο μέταλλο συγκόλλησης μειώνεται εκθετικά, καθώς αυξάνονται οι διαμήκεις παραμένουσες εφελκυστικές τάσεις, σ<sub>resL</sub>. Η εξάρτιση αυτή αποδίδεται με την παρακάτω εκθετική συσχέτιση:

$$H_{cr} = A * 10^{-B*\sigma_{resL}}$$

Όπου Α, Β είναι σταθερές.

Συνεπώς, η χρήση μετάλλων συγκόλλησης υψηλής αντοχής οδηγεί στη δραστική μείωση του κρίσιμου ποσοστού υδρογόνου που απαιτείται για την εκδήλωση ρωγματώσεων. Η αύξηση του κινδύνου ρωγμάτωσης λόγω υδρογόνου στα μέταλλα συγκόλλησης αποτελεί ως εκ τούτου αποτέλεσμα επιρρεπούς μικροδομής, σε συνδυασμό με την ύπαρξη αξιοσημείωτα υψηλών τάσεων. Αυτό γίνεται σαφές και από τα προηγούμενα πειραματικά ευρήματα [72] όπου έχουν τεκμηριωθεί εγκάρσιες ρωγμές σε μέταλλα συγκόλλησης με περιεκτικότητα σε διαχεόμενο υδρογόνο όχι μεγαλύτερη από μία συγκεκριμένη τιμή και για περιπτώσεις όπου το όριο διαρροής των υλικών αυτών ήταν περίπου 700 MPa ή και υψηλότερο. Τα μέσα που χρησιμοποιούνται για την ελαχιστοποίηση του κινδύνου εκδήλωσης ρωγμών σε μέταλλα συγκόλλησης υψηλής αντοχής μπορεί να διαφέρουν σε συγκολλήσεις ρίζας και συγκολλήσεις πολλαπλών στρώσεων με υλικό πλήρωσης (filling layers welding), όσον αφορά στη χαλάρωση των τάσεων μέσω της κατάλληλης επιλογής τεχνικών διεργασιών. Πιο αναλυτικά, στις συγκολλήσεις ρίζας είναι συχνά αποδεκτή η χρήση μετάλλων χαμηλότερης αντοχής έτσι ώστε να επιτευχθεί η επιθυμητή μείωση των παραμενουσών τάσεων στην έντονα φορτισμένη περιοχή της ρίζας. Αντιθέτως, η τεχνική αυτή καθίσταται συνήθως μη αποδεκτή σε περιπτώσεις πλήρωσης επιφανειακών στρώσεων (surface layers) [68].

#### Διαδικασία συγκόλλησης

Σύμφωνα με την υπάρχουσα βιβλιογραφία [71] προκύπτει πως η ρωγμάτωση λόγω διάχυσης υδρογόνου είναι ανεξάρτητη από την τεχνική συγκόλλησης που ακολουθήθηκε, για συγκολλήσεις ενός περάσματος. Όσον αφορά στις συγκολλήσεις πολλαπλών περασμάτων η κατάσταση δεν είναι πάντοτε τόσο σταθερή. Έχει αποδειχθεί πως ο κίνδυνος εμφάνισης ρωγμών εξαιτίας του υδρογόνου είναι μεγαλύτερος στις συγκολλήσεις βυθισμένου τόξου (Submerged Arc Weld – SAW) από τις συγκολλήσεις τόξου με επενδυμένα ηλεκτρόδια (Shield Metal Arc Weld – SMAW) ή τις συγκολλήσεις τόξου με σωληνωτά ηλεκτρόδια (Flux Cored Arc Weld – FCAW). Το γεγονός αυτό αποδίδεται στις διαφορές που προκύπτουν στο σχήμα και στο μέγεθος της λίμνης συγκόλλησης, παράγοντες που επηρεάζουν τα βάθη διάχυσης και την τελική τοπική συγκέντρωση του υδρογόνου. Ακόμη και με ισοδύναμα επίπεδα εισροής θερμότητας, διαφορετικές μέθοδοι συγκόλλησης τείνουν να παράγουν κορδόνια (beads) ποικίλων γεωμετρικών σχημάτων και μεγέθους. Η τεχνική SAW είναι γνωστό πως παράγει

συγκριτικά στενά κορδόνια με μεγάλο λόγο βάθους / πλάτος, ενώ μικρότερα βάθη διείσδυσης και μεγαλύτερα πλάτη είναι χαρακτηριστικά για τα κορδόνια της μεθόδου FCAW [61, 73].

4.5 Διάχυση και παγίδευση του υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του σιδήρου Είναι γνωστό πως η ψαθυροποίηση λόγω διάχυσης υδρογόνου αποτελεί ισχυρά χρονοεξαρτώμενο μέγεθος. Ουσιαστικά, πρόκειται για ένα φαινόμενο που καθορίζεται από την κινητική της μετανάστευσης του υδρογόνου, από τις θερμοδυναμικές παραμέτρους που αφορούν στη διάχυσή του εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος καθώς και από τη συγκέντρωσή του στο άκρο της ρωγμής.

Το ατομικό υδρογόνο διαχέεται εύκολα και σχετικά γρήγορα (5 – 10 cm<sup>2</sup>/s) στα μέταλλα εξαιτίας της μικρής ατομική του ακτίνας (53 pm), η οποία είναι παρόμοια με το μήκος των ατομικών δεσμών στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του σιδήρου. Η κινητικότητα του υδρογόνου στους ανθρακούχους χάλυβες χαμηλής κραμάτωσης είναι πολύ υψηλότερη από οποιοδήποτε άλλο στοιχείο, λόγω της περιορισμένης ατομικής του ακτίνας. Οι παράμετροι οι οποίες επηρεάζουν σημαντικά τη διάχυση του υδρογόνου αποτελούν τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά του κρυσταλλογραφικού πλέγματος καθώς και τα επίπεδα των επιβαλλόμενων τάσεων και πλαστικών παραμορφώσεων, τα οποία σχετίζονται με την τοπική πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των διαταραχών [80]. Σημαντικά στοιχεία επίσης αποτελούν η πυκνότητα ατομικής στοίβασης (Atomic Packing Factor – APF) και ο αριθμός συνδιάταξης (Coordination Number – CN), τα οποία σχετίζονται με το σύστημα κρυστάλλωσης. Τα μέταλλα που κρυσταλλώνονται στο χωροκεντρωμένο κυβικό σύστημα bcc, με χαρακτηριστική δομή αυτή του φερρίτη, έχουν την δυνατότητα διάλυσης μικρότερης ποσότητας υδρογόνου από τα αντίστοιχα που κρυσταλλώνονται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα, όπως για παράδειγμα ο ωστενίτης. Κατά συνέπεια, ενώ οι ωστενιτικές δομές διαλυτοποιούν μεγαλύτερα ποσοστά υδρογόνου, η διάχυση αυτού ευνοείται στη φερριτική φάση. Στην Εικόνα 37 απεικονίζεται γραφικά η διαχυτότητα του υδρογόνου συναρτήσει της θερμοκρασίας για τα δύο αυτά διαφορετικά κρυσταλλογραφικά πλέγματα. Γίνεται εμφανές επίσης πως στη δομή του φερρίτη ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου ποικίλει ανάμεσα σε ένα μεγάλο εύρος τιμών για διαφορετικά πεδία θερμοκρασιών. Σε κάθε περίπτωση η διάχυση του υδρογόνου στους χάλυβες φαίνεται να φέρει άμεση εξάρτηση τόσο από τη θερμοκρασία όσο και από το αναπτυσσόμενο εντατικό πεδίο.



Εικόνα 37: (a) Σχηματική απεικόνιση της διαχυτότητας του υδρογόνου συναρτήσει της θερμοκρασία στις φάσεις του φερρίτη (F) και του ωστενίτη (A), (b) Διαλυτότητα του υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του σιδήρου ως συνάρτηση της θερμοκρασίας και της πίεσης [80]

Ακόμη, η διάχυση του υδρογόνου επηρεάζεται από μικροδομικούς παράγοντες (κατακρημνίσματα και εγκλείσματα) καθώς και από το ποσοστό – είδος των στοιχείων κραμάτωσης [81]. Κατά συνέπεια έχουν αναπτυχθεί διάφοροι πιθανοί μηχανισμοί που εξηγούν τη διάχυση του υδρογόνου λαμβάνοντας υπόψιν την επίδραση των διαταραχών. Στη συνέχεια ακολουθεί η παράθεση ενός απλοποιημένου μοντέλου το οποίο αφορά στα φαινόμενα της διάχυσης και της παγίδευσης των υδρογονοκατιόντων, τα οποία είναι άμεσα συνυφασμένα με το φαινόμενο της ψαθυροποίησης.

#### Απλοποιημένο μοντέλο για τη διάχυση υδρογόνου στους χάλυβες

Η διάχυση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του σιδήρου θεωρείται τελείως ομοιογενής και μπορεί να μοντελοποιηθεί σε μία απλουστευμένη μορφή, χρησιμοποιώντας του νόμους διάχυσης του Fick, οι οποίοι διέπονται από τις ακόλουθες σχέσεις [82]:

 $J = -D\nabla C$  $\frac{\partial C}{\partial t} = D\nabla^2 C$ 

Όπου:

- $\blacktriangleright$  J[mol cm<sup>-1</sup>s<sup>-1</sup>] : ροή του υδρογόνου
- D[cm<sup>2</sup> s<sup>-1</sup>]: διαχυτότητα του υδρογόνου (το μέγεθος αυτό ορίζεται ως συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου και αναλύεται εκτενώς σε επόμενη παράγραφο)
- C[mol cm<sup>-3</sup>] : συγκέντρωση του υδρογόνου
- t [s] : χρόνος

Αξίζει να σημειωθεί ότι ο πρώτος νόμος του Fick, που διέπεται από τις εξισώσεις οι οποίες αναλύθηκαν προηγουμένως, ισχύει μόνο σε στατικές συνθήκες φόρτισης, όπου η

συγκέντρωση των διαχεόμενων ατόμων παραμένει σταθερή στο χρόνο. Σε κάθε άλλη περίπτωση, όταν η συγκέντρωση του υδρογόνου χαρακτηρίζεται ως μεταβαλλόμενη και αποτελεί χρονοεξαρτώμενο μέγεθος χρησιμοποιείται ο δεύτερος νόμος του Fick. Τότε, ο συντελεστής διάχυσης D μπορεί να εκφραστεί μέσω της ακόλουθης εξίσωσης:

$$D = D_0 \exp(-\frac{E_A}{R T})$$

Όπου:

- $D_0[cm^2 s^{-1}]:$  ο συντελεστής διάχυσης όταν η θερμοκρασία τείνει στο άπειρο
- $E_A[J \, mol^{-1}]$  : η ενέργεια ενεργοποίησης για το φαινόμενο της διάχυσης
- > T [K] : η απόλυτη θερμοκρασία όπου διενεργείται η διαδικασία της διάχυσης
- ightarrow R = 8.314472 [J (mol K)<sup>-1</sup>] : η σταθερά αερίων

Η διάχυση του υδρογόνου μπορεί να ποικίλει ανάλογα και με άλλους παράγοντες, όπως είναι η τοπική συγκέντρωση, οι συνθήκες γειτνίασης και η χωρική κατανομή των διαχεόμενων ατόμων. Αυτοί όμως οι παράγοντες δε συμπεριλαμβάνονται στο προαναφερθέν μοντέλο χάριν απλούστευσης των υπολογισμών. Στην πραγματικότητα η διάχυση του υδρογόνου στους χάλυβες εξαρτάται κυρίως όπως έχει ήδη αναφερθεί από τη σύνθεση, τη μικροδομή, την περιεκτικότητα και τη μορφολογία των εγκλεισμάτων, την κατανομή των μικροελαστικών και μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης και τέλος τη θερμοκρασία.

#### Παγίδευση υδρογόνου στους χάλυβες

Σύμφωνα με διεθνείς έρευνες [83] υποστηρίζεται πως η χρονική υστέρηση στη μετανάστευση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε ψυχρά κατεργασμένους χάλυβες προκαλείται από τις αλληλεπιδράσεις μεταξύ του διαλυμένου ατομικού υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα και των μικροδομικών ατελειών ή των παγίδων συσσώρευσης. Αυτές οι παγίδες αποτελούν ευνοϊκές ενεργειακά θέσεις στις οποίες εκχωρείται το υδρογόνο με αντιστρεπτό ή μη αντιστρεπτό τρόπο, γεγονός που εξαρτάται από την ενέργεια συγκράτησης και διασύνδεσης μεταξύ του υδρογόνου και του κέντρου παγίδευσης. Η ενέργεια αυτή ποικίλει ανάλογα με τη θερμοκρασία, αλλά σε γενικές γραμμές, όταν ένα άτομο υδρογόνου μετακινείται από μία ενδιάμεση θέση παρεμβολής του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε μία παγίδα συσσώρευσης, η στατιστική πιθανότητα για την περεταίρω μετανάστευσή του βάσει θερμοδυναμικών παραγόντων μειώνεται δραστικά. Αυτό οφείλεται στην κατά πολλές τάξεις μεγέθους υψηλότερη χημική συγγένεια του υδρογόνου με την παγίδα συσσώρευσης, σε αντίθεση με την ισχύ του χημικού δεσμού που προσδιορίζει τη διασύνδεση του υδρογόνο με το κρυσταλλογραφικό πλέγμα σε κατάσταση ισορροπίας. Έτσι το ενεργειακό φράγμα που πρέπει να υπερκσεδασθεί προκειμένου να μεταναστεύσει εκ νέου το υδρογόνο καθίσταται τόσο υψηλό, ώστε η πιθανότητα να απομακρυνθεί από την παγίδα συσσώρευσης χαρακτηρίζεται ως σημαντικά μειωμένη.

Χαμηλής ενέργειας ενεργοποίησης παγίδες συσσώρευσης υδρογόνου (αντιστρεπτού τύπου – reversible trapping centers) αποτελούν κυρίως τα μη μεταλλικά εγκλείσματα, όπως είναι τα σουλφίδια του μαγγανίου (MnS). Άλλα πιθανά κέντρα παγίδευσης των υδρογονοκατιόντων, ταξινομημένα κατά φθίνουσα σειρά ως προς τη μη αντιστρεπτότητά τους, είναι :

- Τα εγκλείσματα οξειδίων και σουλφιδίων
- Τα κραματικά στοιχεία τιτανίου, νιοβίου και βαναδίου
- Τα καρβίδια και τα καρβονιτρίδια
- Το μετασταθές καρβίδιο του σιδήρου (Σεμεντίτης Fe<sub>3</sub>C)

Όσον αφορά στη διάχυση του υδρογόνου, άμεση συνέπεια της παρουσίας μη αντιστρεπτού τύπου παγίδων συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων αποτελούν η αύξηση του βαθμού διάλυσης και της τοπικής συγκέντρωσης αυτών καθώς και η μείωση της διαχυτότητάς τους [84].

Οι παγίδες μη αντιστρεπτού τύπου σε περίπτωση κορεσμού τους, σταματούν να συμμετέχουν σε οποιαδήποτε διαδικασία εμπλουτισμού σε υδρογονοκατιόντα, εξαιτίας της υψηλής ενέργειας ενεργοποίησης για την παγίδευση που τις χαρακτηρίζει. Από την άλλη πλευρά, οι παγίδες αντιστρεπτού τύπου αξίζει να ληφθούν υπόψιν σε ότι αφορά στη συγκέντρωση των υδρογονοκατιόντων στο άκρο της ρωγμής. Τέτοιες παγίδες αποτελούν: οι ενεργειακά αναβαθμισμένοι πυρήνες των διαταραχών, τα όρια των κόκκων, οι επιφάνειες διεπαφής μεταξύ εγκλεισμάτων ή κατακρημνισμάτων και της μητρικής φάσης και τέλος τα κενά και οι κοιλότητες.

Οι πυρήνες των διαταραχών αποτελούν το σημαντικότερο κέντρο παγίδευσης των υδρογονοκατιόντων καθώς ο αριθμός αυτών ποικίλει ανάλογα με τα επίπεδα της πλαστικής παραμόρφωσης και μπορεί να φθάσει σε πολύ αυξημένες τιμές για περιοχές με υψηλή συγκέντρωση τάσεων, όπως αποτελεί το άκρο της ρωγμής. Έχουν πραγματοποιηθεί πολλές προσπάθειες ποσοτικοποίησης της ενέργειας διασύνδεσης μεταξύ των διαταραχών και των ατόμων του υδρογόνου, με αυτή των Kumnick και Johnson [85] να χαρακτηρίζεται ως η πιο επιτυχής. Στην παραπάνω μελέτη, υπολογίστηκαν ουσιαστικά τα επίπεδα της ενέργειας συγκράτησης του υδρογόνου από τα δίκτυα των διαταραχών καθώς και η πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης των παγίδων συσσώρευσης υδρογόνου ως συνάρτηση της πλαστικής παραμόρφωσης. Ωστόσο, η έρευνα αυτή αναφέρεται μόνο για λόγους επιστημονικής πληρότητας καθώς η βαθύτερη ανάλυσή της απομακρύνεται από τα πλαίσια πειραματικής ανάλυσης της παρούσας διπλωματικής εργασίας.

#### 4.6 Μηχανισμοί ψαθυροποίησης των μετάλλων εξαιτίας του υδρογόνου

Σε αντίθεση με πολλούς μηχανισμούς αστοχίας, όπως ο ερπυσμός σε υψηλές θερμοκρασίες ή η ψαθυρή θραύση σε χαμηλές θερμοκρασίες, η εκδήλωση ρωγμών λόγω διάχυσης υδρογόνου δεν σχετίζεται με έναν μεμονωμένο μικρομηχανισμό. Όσον αφορά στους μηχανισμούς αστοχίας, η έναρξη και η προχώρηση των ρωγμών που οφείλονται στην ύπαρξη του υδρογόνου μπορούν να διερευνηθούν και να διασαφηνιστούν παρατηρώντας, σε μικροσκοπικό επίπεδο, τις διεργασίες που λαμβάνουν χώρα στο χείλος της ρωγμής (crack tip) καθώς και στις επιφάνειες θραύσης όταν υπάρχει υψηλή συγκέντρωση υδρογόνου στο υλικό. Αυτή η προσέγγιση δίνει έμφαση στην επίδραση της φυσικοχημείας των επιφανειών καθώς και στις αλληλεπιδράσεις μεταξύ του υδρογόνου και των διαταραχών [68, 71].

Όπως έχει γίνει ήδη σαφές η ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου αποτελεί ένα πολυπαραμετρικό πρόβλημα όπου τους κυριότερους παράγοντες ανάλυσης αποτελούν η προέλευση του υδρογόνου, η ταχύτητα ροής του διαβρωτικού περιβάλλοντος, η δημιουργία ανάστροφων ροών, η θερμοκρασία, ο χρόνος έκθεσης του υλικού στο υδρογονωμένο περιβάλλον και οι ενδογενείς μηχανικές ιδιότητες του μεταλλικού συστήματος. Έτσι, καθίσταται εξαιρετικά πολύπλοκη η πλήρης διασαφήνιση της θερμοδυναμικής και κινηματικής μελέτης επί του φαινομένου της αλληλεπίδρασης μεταξύ των υδρογονοκατιόντων και των επιφανειακών μεταλλικών στοιβάδων καθώς και η ολοκληρωμένη προσέγγιση του μηχανισμού ψαθυροποίησης των μετάλλων παρουσία

χρησιμοποιούνται ερευνητικά για την ερμηνεία του φαινομένου της ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου [86]:

- Η ενισχυμένη λόγω εισδοχής υδρογόνου αποσύνδεση της πλεγματικής συνάφειας (Hydrogen Enhanced Decohesion – HEDE)
- Η ενισχυμένη λόγω υδρογόνου τοπική πλαστικότητα (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity HELP)
- Η θεωρία της εσωτερικής πίεσης (Internal Pressure Theory)
- Η έκλυση διαταραχών εξαιτίας της προσρόφησης υδρογόνου (Absorption Induced Dislocation Emission AIDE)

Όλες οι παραπάνω διαδικασίες αφορούν σε πολυπαραμετρικές προσεγγίσεις και συνδυασμούς μικρομηχανιστικών μοντέλων, όπως αποτελούν: η διάσπαση, η προσρόφηση και η μεταφορά του υδρογόνου στην απόληξη της ρωγμής, η έκλυση και η μετακίνηση των διαταραχών (dislocation emission and egress), η διάχυση του υδρογόνου και η μετανάστευση των πλεγματικών κενών, η αλληλεπίδραση του ατομικού υδρογόνου με τα δίκτυα των διαταραχών και τέλος η παγίδευσή του στις διεπιφάνειες επαφής μεταξύ των κατακρημνισμάτων και της μητρικής φάσης [86]. Έτσι προκύπτει πως η διακριτοποίηση μεταξύ των συμβαλλόμενων μηχανισμών είναι αρκετά δύσκολη και πολύ συχνά τα χαρακτηριστικά γνωρίσματά τους παρουσιάζουν μία σχετική ασάφεια. Καθίσταται λοιπόν επιτακτική η ανάγκη ανάλυσης των θεωριών αυτών στη συνέχεια.

## Η θεωρία της ενισχυμένης λόγω υδρογόνου αποσύνδεσης της πλεγματικής συνάφειας (HEDE)

Η θεωρία της ενισχυμένης λόγω υδρογόνου αποσύνδεσης της πλεγματικής συνάφειας (Hydrogen Enhanced Decohesion – HEDE) αναπτύχθηκε για πρώτη φορά από τον Troiano στη δεκαετία του 1960, ενώ στη συνέχεια ολοκληρώθηκε από τον Oriani κατά τη δεκαετία του 1970 και από τον Gerberich τη δεκαετία του 1980. Αυτός ο μηχανισμός περιλαμβάνει τη χαλάρωση των συνεκτικών δεσμών των ατόμων ως συνέπεια της συγκέντρωσης του υδρογόνου στη πλαστικοποιημένη ζώνη περιμετρικά της περιοχής της ρωγμής (Εικ.38). Η μείωση της πυκνότητας εντοπισμού του ηλεκτρονιακού νέφους μεταξύ των ατόμων του μετάλλου οφείλεται στην προσρόφηση υδρογόνου στα ενεργειακά αναβαθμισμένα αιχμηρά άκρα των ρωγμών (atomically sharp crack tip), η οποία ακολουθείται από τη διάχυσή του και την παρουσία του στις ενδιάμεσες θέσεις και στις διεπαφές των κατακρημνισμάτων με τη μεταλλική μήτρα. Τα φαινόμενα αυτά οδηγούν στην τελική αποσύνδεση των ατόμων όσον αφορά στο διαχωρισμό τους μέσω ανάπτυξης εφελκυστικού πεδίου τάσεων [86].

Οι παράγοντες που επιδρούν στη συγκέντρωση του υδρογόνου σε ποσοστά μεγαλύτερα από το όριο διαλυτότητάς του, αποτελεί σε πρώτο στάδιο η διαστολή του κρυσταλλογραφικού πλέγματος, λόγω ανάπτυξης ελαστικών και υδροστατικών πιέσεων, και εν συνεχεία η συσσώρευση του υδρογόνου (hydrogen trapping). Επίσης, είναι γνωστό πως οι ακαθαρσίες στα όρια των κόκκων επιδρούν με ανάλογο τρόπο στην χαλάρωση των μεταλλικών δεσμών, συντελώντας έτσι στη ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου, μέσω της παγίδευσής του.



Εικόνα 38: Σχηματική απεικόνιση του μηχανισμού HEDE

Ο μηχανισμός ψαθυροποίησης που οφείλεται στη μείωση της συνοχής των ατομικών δεσμών του μεταλλικού πλέγματος εξαιτίας του υδρογόνου βασίζεται στο γεγονός πως η αστοχία επέρχεται στην πλαστικοποιημένη περιοχή, όταν οι εφελκυστικές τάσεις ξεπεράσουν την μέγιστη τοπική δύναμη συνάφειας, η οποία έχει ήδη υποβαθμιστεί από την παρουσία του υδρογόνου (τοπική πτώση του ορίου διαρροής λόγω υδρογόνου). Οι περιοχές στις οποίες εκδηλώνεται η θραύση βρίσκονται μπροστά από την επιφάνεια του άκρου της ρωγμής όπου οι εφελκυστικές τάσεις μεγιστοποιούνται, ή στο άκρο της ρωγμής που το ποσοστό συγκέντρωσης των υδρογονοκατιόντων είναι υψηλό. Επιπροσθέτως, οι διεπιφάνειες μεταξύ των κατακρημνισμάτων ή άλλων ακαθαρσιών με τη μεταλλική μήτρα αποτελούν πιθανές τοποθεσίες εκκίνησης της ρωγμής, όταν πραγματοποιείται υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (K<sub>IC</sub>). Η αστοχία σχετίζεται άμεσα με την τοπική τιμή της τάσης στο άκρο της ρωγμής (η οποία οφείλεται στη συγκέντρωση των αδρογόνου στα σημεία αστοχίας) και το λόγο συσχέτισης αυτής με την ισχύ των διατομικών δεσμών [86, 87].

Η ενισχυμένη λόγω υδρογόνου αποσύνδεση της κρυσταλλογραφικής συνάφειας που υφίσταται το πλέγμα συνοδεύεται από περιορισμένη μετακίνηση των διαταραχών. Στις περιπτώσεις όπου ο μηχανισμός HEDE υπερισχύει και αποτελεί την κυρίαρχη αιτία της αστοχίας, η θραυστογραφική ανάλυση καταδεικνύει επίπεδες επιφάνειες θραύσης, οι οποίες αποτελούν απόδειξη της αμελητέας πλαστικότητας που εμπλέκεται σε αυτό το μηχανισμό σε τοπική κλίμακα. Γενικά, ο μηχανισμός αυτός καθίσταται κυρίαρχος σε περιπτώσεις όπου το εσωτερικό υδρογόνο συντελεί στην εκδήλωση της ρωγμάτωσης (Internal Hydrogen Assisted Cracking – IHAC) και όταν οι ρωγμές είναι αποτέλεσμα ύπαρξης υδρογόνου στο λειτουργικό περιβάλλον (Hydrogen Environmental Assisted Cracking – HEAC). Η δεύτερη περίπτωση αναφέρεται σε κράματα υψηλής αντοχής στα οποία θερμοδυναμικά παρεμποδίζεται η πυρηνοποίηση και ανάπτυξη υδριδίων [86, 88].

Η αξιοπιστία του μηχανισμού HEDE αμφισβητείται εξαιτίας της αδυναμίας παρουσίασης πειραματικών αποτελεσμάτων. Δεν υπάρχει ουσιαστικά κάποια πειραματική επιβεβαίωση πως το διαλυμένο υδρογόνο σε ένα μεταλλικό σύστημα οδηγεί στην υποβάθμιση της κρυσταλλογραφικής συνάφειας του υλικού, ή μεταβάλει τις ελαστικές του ιδιότητες και τη διεπιφανειακή του ενεργότητα. Αυτό αποδίδεται στο γεγονός πως η ποσότητα υδρογόνου που απαιτείται να διαλυθεί σε ένα δοκίμιο έτσι ώστε να μεταβληθούν οι ιδιότητές του είναι αρκετές τάξεις μεγέθους μικρότερη από την ελάχιστη τιμή της συγκέντρωσης των υδρογονοκατιόντων στην πλαστικοποιημένη περιοχή της ρωγμής που χρειάζεται έτσι ώστε να εκδηλωθεί ο εν λόγω μηχανισμός. Έτσι, ενώ θεωρητικά υποστηρίζεται η επίδραση του υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα ενός υλικού, τα πειραματικά αποτελέσματα είναι αδύνατο να αποδοθούν χωρίς προσεγγιστικές υποθέσεις.

#### Η θεωρία της ενισχυμένης λόγω υδρογόνου τοπικής πλαστικότητας (HELP)

Η θεωρία της ενισχυμένης λόγω υδρογόνου πλαστικής παραμόρφωσης (Hydrogen Enhanced Localized Plasticity – HELP) εισήχθη για πρώτη φορά από τον Beachem το 1972 και επαναπροσδιορίστηκε από τον Birnbaum το 1980. Ο μηχανισμός αυτός αφορά στην ανάπτυξη εξαιρετικά εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης λόγω της παρουσίας του διαλυμένου υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος [89]. Παρόλο που η έννοια της πλαστικότητας παραπέμπει σε όλκιμα φαινόμενα, η εξαιρετικά ετερογενής κατανομή του διαλυμένου υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος υποδεικνύει πως πρόκειται για έναν ψαθυροποιητικό μηχανισμό. Πιο αναλυτικά, το υδρογόνο συγκεντρώνεται κυρίως σε διάφορες ατέλειες της μικροδομής οι οποίες λειτουργούν ως κέντρα παγίδευσής του. Χαρακτηριστικό παράδειγμα αποτελούν τα κατακρημνίσματα, οι μικρορωγμές, τα πλεγματικά κενά καθώς και τα όρια των κόκκων. Σύμφωνα με τον μηχανισμό αυτό, για ένα συγκεκριμένο εύρος θερμοκρασιών και ρυθμών φόρτισης, η παρουσία του υδρογόνου στο στερεό διάλυμα διευκολύνει την κίνηση των διαταραχών προκαλώντας εξαιρετικά εντοπισμένη πλαστική παραμόρφωση σε συγκεκριμένες περιοχές οι οποίες χαρακτηρίζονται από υψηλή συγκέντρωση υδρογονοκατιόντων και για τάση πολύ χαμηλότερη του ορίου διαρροής. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την συνολική υποβάθμιση του ορίου διαρροής του μεταλλικού συστήματος σε μεγάλο βαθμό [90]. Έτσι, η τοπική αστοχία πραγματοποιείται σε επίπεδο μικροκλίμακας με όλκιμο τρόπο χωρίς όμως να είναι εμφανή τα σημάδια της πλαστικής παραμόρφωσης μακροσκοπικά. Το γεγονός αυτό οδηγεί στον χαρακτηρισμό της θραύσης ως ψαθυρού τύπου, καθώς η μετρούμενη επιμήκυνση έως την αστοχία μειώνεται σημαντικά παρά την ύπαρξη της πλαστικής παραμόρφωσης σε επίπεδο μικροκλίμακας [91].

Όπως έχει γίνει ήδη σαφές το διαλυμένο υδρογόνο συντελεί στην ευκολότερη μετακίνηση των διαταραχών με αποτέλεσμα να δημιουργείται μία οριακή τοπική συγκέντρωση διαταραχών. Το γεγονός αυτό μπορεί να οδηγήσει στην εμφάνιση ρωγμής, υποκρίσιμου μεγέθους, όπου σε μακροσκοπική κλίμακα θεωρείται ψαθυρή [89, 92]. Το φαινόμενο αυτό έχει παρατηρηθεί σε κράματα αλουμινίου υψηλής αντοχής, ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες, καθαρό νικέλιο, σίδηρο και μονοφασικά κράματα τιτανίου. Βασική διαφορά του μηχανισμού HELP από αυτόν της AIDE, ο οποίος θα αναλυθεί στη συνέχεια, αποτελεί το γεγονός πως η κινητικότητα των διαταραχών ευνοείται λόγω της συγκέντρωσης των υδρογονοκατιόντων γύρω από τον πυρήνα των διαταραχών, με συνέπεια τη μείωση της ελαστικής ενέργειας συνάφειας σε σημεία αλληλεπίδρασης μεταξύ των κινούμενων διαταραχών και των διαφόρων μικροτασικών πεδίων (Elastic shielding of stress / Η -Shielding) [92, 93]. Η μείωση της ενέργειας αλληλεπίδρασης εξαιτίας του υδρογόνου δημιουργεί χαμηλότερες απαιτήσεις τάσης για τη μετακίνηση των διαταραχών και συνεπώς αυξημένη τοπικά πλαστικότητα. Με βάση αυτή τη θεώρηση προκύπτει πως η παρουσία του υδρογόνου σε στερεά διαλύματα διευκολύνει τη μετακίνηση των διαταραχών και επομένως αυξάνει το ποσοστό παραμόρφωσης που λαμβάνει χώρα τοπικά, σε περιοχές γειτνιάζουσες ως προς την επιφάνεια θραύσης. Κύριο αίτιο αυτής της πλαστικότητας αποτελεί η παρουσία της ατμόσφαιρας υψηλής συγκέντρωσης υδρογόνου (Hydrogen Cottrell Atmospheres) γύρω από τις διαταραχές, η οποία απομονώνει τη συγκεκριμένη περιοχή και εμποδίζει την αλληλεπίδρασή της με άλλα ελαστικά κέντρα, όπως αποτελούν τα δίκτυα των διαταραχών. Όπως έχει ήδη αναφερθεί, παρόλο που η τοπική αστοχία ξεκινά με όλκιμο τρόπο σε μικροσκοπική κλίμακα, μακροσκοπικά ο μηχανισμός ΗΕLΡ θεωρείται ψαθυροποιητικός καθώς μειώνεται η ολκιμότητα του υλικού. Η μείωση της ολκιμότητας μπορεί να αποδοθεί σε ένα μηχανισμό παρεμπόδισης της ολίσθησης (slip trace) που λαμβάνει χώρα στις περιοχές όπου συναντιούνται πολλαπλά μικροπλαστικά πεδία ολίσθησης και ζώνες παραμόρφωσης. Ειδικότερα, η ευκολότερη κίνηση των διαταραχών εξαιτίας του υδρογόνου και η κατά συνέπεια εντονότερη πλαστικότητα, διευκολύνει τη παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κατά μήκος των προτιμητέων και ενεργειακά αναβαθμισμένων επιπέδων ολίσθησης για επιβαλλόμενη τάση πολύ χαμηλότερη από το όριο διαρροής του υλικού (slip localization). Συνεπώς, το υλικό στην γειτνιάζουσα περιοχή της εντοπισμένης αστοχίας, που έχει ακόμα επαρκή αντοχή, παρεμποδίζει την ολίσθηση προκαλώντας έτσι την ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στην περιοχή που συνυπάρχουν το πλαστικοποιημένο και το απαραμόρφωτο υλικό. Είναι σαφές πως η παρουσία των ρωγμών οδηγεί στην υποβάθμιση της ολκιμότητας του υλικού [86].

Η ύπαρξη του μηχανισμού αυτού αποδεικνύεται πειραματικά παρατηρώντας δοκίμια σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο υψηλής αναλυτικής ικανότητας (High Resolution Transmission Electron Microscope – HRTEM), τα οποία έχουν παραμορφωθεί πλαστικά έπειτα από την έκθεσή τους σε περιβάλλον εμπλουτισμένο με υδρογονοκατιόντα [92]. Τα αποτελέσματα που προκύπτουν υποδεικνύουν πως η παρουσία υδρογόνου συντελεί στην υψηλή συγκέντρωση διαταραχών στην επιφάνεια του υλικού καθώς και στη διευκόλυνση της μετακίνησής τους. Σημειώνεται πως η τάση που απαιτείται για τη διάδοση της συγκεκριμένης ρωγμής μειώνεται σημαντικά με την παρουσία υδρογόνου. Πιο αναλυτικά, μία ανενεργή ρωγμή που δημιουργήθηκε σε περιβάλλον κενού, μπορεί να αρχίσει να διαδίδεται, ενδοκρυσταλλικά ή περικρυσταλλικά των ορίων των κόκκων, έπειτα από την έκθεση του δοκιμίου σε περιβάλλον υδρογόνου. Το φαινόμενο αυτό εντείνεται με την ύπαρξη ακαθαρσιών (S, Ni), οι οποίες ενισχύουν τη δράση των υδρογονοκατιόντων.

Μία σημαντική διαφορά μεταξύ των μηχανισμών HEDE και HELP είναι η αυξημένη κινητικότητα των διαταραχών στον δεύτερο μηχανισμό και συνεπώς το ποσοστό πλαστικότητας που εμπλέκεται στη διαδικασία της θραύσης. Όσον αφορά στις θραυστογραφικές επιφάνειες, οι επίπεδες επιφάνειες συσχετίζονται με τον μηχανισμό HEDE, ενώ στη περίπτωση του μηχανισμού HELP παρατηρείται η ανάπτυξη κρατήρων (dimples) στις περιοχές όπου εντοπίζεται τοπικά υψηλή παραμόρφωση. Η ύπαρξη κρατήρων θεωρείται χαρακτηριστικό όλκιμης θραύσης υπό την παρουσία εξωτερικής τάσης η οποία στη συνέχεια μεταφέρεται υπό τη μορφή εσωτερικής παραμόρφωσης. Λόγω της φύσης του, ο μηχανισμός HELP θεωρείται πως συμβάλει ιδιαίτερα σε αστοχία που επέρχεται λόγω ανάπτυξης μικροπλαστικών ζωνών ολίσθησης και συνεπώς προάγει τη θραύση μέσω εντοπισμένης συνένωσης μικροκενών (Εικ.39) [86].



Εικόνα 39: Σχηματική απεικόνιση του μηχανισμού HELP, ο οποίος συντελεί στη συνένωση μικροκενών εξαιτίας τοπικής πλαστικής παραμόρφωσης στς περιοχές όπου υπάρχει υψηλή συγκέντρωση υδρογονοκατιόντων [94]

Ένα θέμα που απασχολεί ευρέως την επιστημονική κοινότητα είναι η επίδραση του υδρογόνου στην κίνηση των διαταραχών. Αν και υπάρχουν πολλές μελέτες που υποστηρίζουν πως η παρουσία υδρογόνου διευκολύνει την κίνηση των διαταραχών, σε ένα μεγάλο αριθμό ερευνών δεν παρατηρείται μείωση της σκληρότητας του υλικού όπως είναι αναμενόμενο, αλλά αντιθέτως το όριο διαρροής φαίνεται να αυξάνει ή να παραμένει ως έχει [95]. Η διαφοροποίηση μεταξύ των προαναφερθέντων πειραματικών αποτελεσμάτων έγκειται σε δύο παράγοντες. Αρχικά, η μείωση του ορίου διαρροής του υλικού παρουσία υδρογόνου παρατηρείται σε δοκιμές εφελκυσμού με πολύ χαμηλό ρυθμό παραμόρφωσης και σε πειράματα όπου οι συνθήκες πόλωσης των δοκιμίων (εισαγωγή των υδρογονοκατιόντων στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του μετάλλου) δεν προκαλούν την παραμικρή καταπόνηση. Από την άλλη πλευρά, οι συνθήκες καθοδικής φόρτισης οδηγούν σε εξαιρετικά υψηλές συγκεντρώσεις υδρογόνου κυρίως στα επιφανειακά στρώματα της μικροδομής και συνεπώς στον σχηματισμό υπέρκορων σε υδρογόνο μητρικών δομών. Έτσι, τα επιφανειακά στρώματα των δοκιμίων χαρακτηρίζονται από υψηλή συγκέντρωση τάσεων και πιέσεων, η οποία οδηγεί σε παραμόρφωση και κατ' επέκταση σκλήρυνση των στρωμάτων αυτών [93].

Όπως έχει γίνει ήδη σαφές στις προηγούμενες παραγράφους έχει αποδειχθεί η επίδραση του υδρογόνου στην κινητικότητα των διαταραχών και συνεπώς στην πλαστικότητα του υλικού. Ωστόσο, η υψηλή συγκέντρωση υδρογονοκατιόντων, η μεγάλη ταχύτητα φόρτισης και η πλαστική ζώνη στην κορυφή της ρωγμής, δεν είναι δυνατόν να προσομοιωθούν με ακρίβεια μέσω πειραμάτων μονοαξονικής καταπόνησης. Αυτό δημιουργεί μερικές αμφιβολίες ως προς την αξιοπιστία του μηχανισμού, γεγονός που μπορεί να αντιμετωπιστεί με την απόκτηση επιπρόσθετων πειραματικών αποτελεσμάτων σε μελλοντικές έρευνες.

#### Η θεωρία της εσωτερικής πίεσης (Internal Pressure Theory)

Η ψαθυροποίηση των μετάλλων και των κραμάτων εξαιτίας της επαφής τους με περιβάλλον πλούσιο σε υδρογονοκατιόντα, μπορεί να περιγραφεί μέσω ενός μηχανισμού που σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία ονομάζεται ως Hydrogen Induced Cracking – HIC. Ο μηχανισμός αυτός βασίζεται στο σχηματισμό κοιλοτήτων υψηλής συγκέντρωσης σε υδρογονοκατιόντα που οδηγούν στην ανάπτυξη πεδίων υψηλών εσωτερικών πιέσεων εντός αυτών (Internal Pressure Theory). Το φαινόμενο του HIC, το οποίο λαμβάνει χώρα σε περιβάλλοντα εμπλουτισμένα με υδρογονοκατιόντα, εξηγείται μέσω της θεωρίας της εσωτερικής πίεσης. Ουσιαστικά ο μηχανισμός ΗΙC εκδηλώνεται εξαιτίας της δημιουργίας φυσαλίδων αερίου υδρογόνου, οι οποίες ονομάζονται φλύκταινες υδρογόνου (hydrogen blisters), σε εσωτερικά κενά και μικρορωγμές [96]. Το ατομικό υδρογόνο έχει την ικανότητα να απορροφάται και να διαχέεται εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος ενός μετάλλου ή κράματος όταν αυτό εκτίθεται σε υδρογονωμένο περιβάλλον. Η διάχυσή του περιορίζεται σε περίπτωση που συναντήσει μικροδομικές ασυνέχειες, όπως πλεγματικά κενά, ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης, όρια κόκκων και μικρορωγμές, οι οποίες λειτουργούν ως σημεία παγίδευσης του υδρογόνου (hydrogen trapping centers) δεσμεύοντάς το στις θέσεις αυτές. Εκεί το υδρογόνο επανασυνδέεται σχηματίζοντας μοριακό υδρογόνο, το οποίο λόγω της αδυναμίας μετανάστευσής του προκαλεί πεδία πολύ υψηλών εσωτερικών πιέσεων [97]. Συνέπεια αυτού αποτελεί ο εγκλωβισμός αερίου πολύ υψηλής πίεσης σε εσωτερικές θέσεις του υλικού με αποτέλεσμα τη πλαστική παραμόρφωση του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και την εμφάνιση ρωγματώσεων. Το αξιοσημείωτο είναι πως εάν η τιμή της εσωτερικής πίεσης ξεπεράσει την αντοχή σε εφελκυσμό του υλικού ξεκινά η ανάπτυξη και η διάδοση των ρωγμών, δίχως να λειτουργεί συνεργιστικά κάποια εξωτερική καταπόνηση. Κατά την προχώρηση της ρωγμής πραγματοποιείται μερική ανακούφιση της εσωτερικής πίεσης, γεγονός που αποδεικνύεται μέσω της θραυστογραφικής ανάλυσης σε μία φλύκταινα υδρογόνου. Μελετώντας την επιφάνεια θραύσης ενός blister παρατηρείται η δημιουργία κυματοειδών μικρορωγματώσεων με κατεύθυνση κάθετη προς την κύρια ρωγμή. Τέτοιες μορφολογίες ρωγμών είναι λογικό να λαμβάνονται όταν η διάδοση της κύριας ρωγμής γίνεται με ασυνεχή τρόπο, κάτι που συμβαίνει στη συγκεκριμένη περίπτωση και αποδίδεται στην ανακούφιση της εσωτερικής πίεσης [98]. Έπειτα από την εκκίνηση των ρωγματώσεων, στη συνέχεια αυτές συνδέονται μεταξύ τους (crack coalescence) σχηματίζοντας μία σειρά ρωγμών βηματοειδούς μορφολογίας (stepwise cracking) [99]. Όταν το φαινόμενο αυτό εντοπίζεται κοντά στην επιφάνεια του υλικού καλείται blistering effect.

Ο σχηματισμός φλυκταινών υδρογόνου παρατηρείται κυρίως σε κράματα χαμηλής αντοχής τα οποία έχουν εκτεθεί σε υδρογονωμένο περιβάλλον ή έχουν υποστεί αποξείδωση και οφείλεται σε δύο παράγοντες. Το ατομικό υδρογόνο είτε απορροφάται και διαχέεται εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος και εν συνεχεία δεσμεύεται σε δίκτυα διαταραχών σχηματίζοντας μοριακό υδρογόνο και υποβαθμίζοντας την ικανότητα πλαστικοποίησης του υλικού, είτε συντελώντας στο σχηματισμό υδριδίων ψαθυρού τύπου. Το μοριακό υδρογόνο μπορεί να φτάσει σε τόσο υψηλά πεδία εσωτερικών πιέσεων έτσι ώστε να προκαλέσει την παραμόρφωση του κράματος και τη δημιουργία μίας φυσαλίδας υδρογόνου, η οποία στη συνέχεια συχνά διαρρηγνύεται, λόγω της συστολής της, από το κρυσταλλογραφικό πλέγμα (Εικ.40). Εξαιτίας της ανικανότητας του μοριακού υδρογόνου να μεταναστεύσει, η συγκέντρωση και η πίεση εντός της φυσαλίδας αυξάνονται συνεχώς και σε ορισμένες περιπτώσεις φτάνουν τόσο υψηλές τιμές (εκατοντάδες χιλιάδες ατμόσφαιρες) που είναι ικανές να προκαλέσουν την αστοχία οποιουδήποτε γνωστού κράματος χρησιμοποιείται στην ναυπηγική.



Εικόνα 40: Μηχανισμός ανάπτυξης φλυκταινών υδρογόνου (blistering effect) [100]

#### Η θεωρία της έκλυσης διαταραχών εξαιτίας προσρόφησης υδρογόνου (AIDE)

Η θεωρία της έκλυσης διαταραχών εξαιτίας προσρόφησης υδρογόνου (Absorption Induced Dislocation Emission – AIDE) προτάθηκε για πρώτη φορά από τον Lynch το 1977. Ο μηχανισμός αυτός περιλαμβάνει ομοιότητες τόσο με το μηχανισμό HEDE όσο και με το HELP και για αυτό το λόγο ενσωματώνει ορισμένα χαρακτηριστικά από προηγούμενα μοντέλα και θεωρίες. Σύμφωνα με το μηχανισμό αυτό η υποβάθμιση της συνοχής των ατομικών δεσμών του μετάλλου εξαιτίας της απορρόφησης υδρογονοκατιόντων συντελεί στην έκλυση διαταραχών από τις παράπλευρες επιφάνειες του άκρου της ρωγμής. Ουσιαστικά, η διάδοση της ρωγμής αποδίδεται σε αυτή την εντοπισμένη εκπομπή των διασταυρούμενων επιπέδων ολίσθησης [86, 101].

Όπως και στο μηχανισμό HEDE, η AIDE περιλαμβάνει τη χαλάρωση των ατομικών δεσμών του μετάλλου στο άκρο της ρωγμής, λόγω εισδοχής των υδρογονοκατιόντων στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα του κράματος. Οι επιφάνειες των ρωγμών (καθώς και οι επιμέρους εσωτερικές επιφάνειές τους) λειτουργούν ως ισχυρά κέντρα παγίδευσης υδρογονοκατιόντων (hydrogen trapping centers). Η συγκέντρωση του υδρογόνου στις περιοχές αυτές οδηγεί σε εξασθένιση των ατομικών δεσμών του μετάλλου στο άκρο της ρωγμής, καθώς οι δεσμοί του μετάλλου με το υδρογόνο χαρακτηρίζονται από εγγενή χαλαρότητα. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα να ευνοείται η εκπομπή των διαταραχών προωθώντας έτσι την ανάπτυξη και τη συνένωση των ρωγμών με κενά που βρίσκονται στη πορεία διάδοσής τους. Η σύνδεση αυτή πραγματοποιείται σε επίπεδα χαμηλής πυκνότητας ατομικής επιστοίβασης ή σε όρια κόκκων σχηματίζοντας αβαθείς μορφολογίες κρατήρων στην επιφάνεια θραύσης καθώς η ρωγμή διαδίδεται περεταίρω [86].

Ο καθοριστικός ρόλος της έκλυσης των διαταραχών που χαρακτηρίζει το μηχανισμό AIDE είναι παρόμοιος με το HELP, με εξαίρεση το γεγονός πως η πλαστική παραμόρφωση μπορεί να είναι ακόμα πιο εντοπισμένη σε σύγκριση με την αντίστοιχη που παρατηρείται στη συνένωση μικροκενών που σχετίζεται με το μηχανισμό HELP. Ο μηχανισμός AIDE έχει εκδηλωθεί και υπό συνθήκες όπου δεν υπήρχε επαρκής χρόνος για σημαντική διάχυση των υδρογονοκατιόντων μπροστά από το άκρο της ρωγμής. Έτσι, συμπεραίνεται πως δεν είναι απαραίτητη προϋπόθεση η ύπαρξη ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου στις διαταραχές, όπως υπαγορεύει ο μηχανισμός HELP [86].

Γενικά, οι διαταραχές εκπέμπονται από τη ζώνη πλαστικοποίησης ακριβώς μπροστά από το άκρο της ρωγμής και διαδίδονται σε επιφάνειες παράπλευρες αυτού . Η επιρροή του ψαθυροποιητικού περιβάλλοντος, όπως είναι η προσρόφηση του υδρογόνου, είναι εμφανής από το γεγονός πως οι διαταραχές εκλύονται κυρίως από το άκρο της ρωγμής συντελώντας στην επιπλέον ανάπτυξη και στο άνοιγμά της (crack opening). Κατά συνέπεια το αυξημένο ποσοστό εκπομπής διαταραχών από το άκρο της ρωγμής υποδεικνύει υψηλότερο ρυθμό ανάπτυξης και διάδοσης της ρωγμάτωσης για δεδομένο άνοιγμα του χείλους αυτής (Crack Opening Displacement – COD). Με ανάλογο τρόπο, η επίδραση του υδρογονωμένου περιβάλλοντος έχει ως αποτέλεσμα την ελάττωση του απαιτούμενου επιπέδου πλαστικής παραμόρφωσης μπροστά στο άκρο της ρωγμής για την εκδήλωση της αστοχίας. Έχει αναφερθεί πως σε περιπτώσεις αποσχιστικής διάτμησης η θραύση επέρχεται στη προτιμητέα οικογένεια επιπέδων ολίσθησης (100) και αντίστοιχα διευθύνσεων ολίσθησης <110>, γεγονός που υποδηλώνει πως η ολίσθηση επιπέδων που τέμνουν το άκρο της ρωγμής διαδραματίζουν πολύ σημαντικό ρόλο στο μηχανισμό AIDE. Τα διασταυρούμενα αυτά επίπεδα συντελούν στην δημιουργία και την ανάπτυξη ρωγμών με έντονα γωνιώδης απολήξεις, αντίθετα με τις περιπτώσεις απουσίας του υδρογόνου όπου παρατηρείται άμβλυνση του άκρου της ρωγμής. Μέσω της επιβολής μηχανικής καταπόνησης λαμβάνει χώρα εντός της πλαστικοποιημένης περιοχής ένας μηχανισμός σχηματισμού μικροκενών, ανεξάρτητα με την παρουσία υδρογόνου. Η συνένωση των μικροκενών ευνοεί τη διάδοση της ρωγμής και διατηρεί τη γωνιώδη απόληξη αυτής, αλληλεπιδρώντας με τις ταινίες ολίσθησης (slip bands) κατά τη διάρκεια εκπομπής διαταραχών στο άκρο της [86].

Τα κυριότερα χαρακτηριστικά του μηχανισμού AIDE μπορούν να ταυτοποιηθούν με την χρήση ηλεκτρονικής μικροσκοπίας και θεωρούνται τα εξής: επιφάνειες θραύσης οι οποίες χαρακτηρίζονται από την ύπαρξη κρατήρων εξαιτίας της εντοπισμένης πλαστικής παραμόρφωσης, εκτεταμένη ολίσθηση διασταυρωμένων με τη ρωγμή επιπέδων και τέλος εκδήλωση τοπικού μηχανισμού συνένωσης μικροκενών σε συνδυασμό με έντονη κινητικότητα των διαταραχών. Σε σύγκριση με τους μηχανισμούς HEDE και HELP, η επίδραση της επιφάνειας της ρωγμής στην αστοχία λόγω διάχυσης υδρογόνου θεωρείται σημαντικότερη στο μηχανισμό AIDE και συνεπώς δίνεται μεγαλύτερη προσοχή. Υπάρχουν πολλά ευρήματα που υποστηρίζουν το ρόλο των επιφανειακών φαινομένων στο μηχανισμό AIDE, όπως η υψηλή συγκέντρωση υδρογονοκατιόντων ακριβώς κάτω από την επιφάνεια του άκρου της ρωγμής, η επίδραση της προσρόφησης των υδρογονοκατιόντων στους ατομικούς δεσμούς του μετάλλου, η εκδήλωση αστοχίας σε πολύ υψηλούς ρυθμούς φόρτισης και τέλος οι απότομες μεταβολές του χαρακτήρα της θραύσης (από όλκιμο σε ψαθυρό και via versa) [86].

Λόγω της πολύπλοκης φύσης του, ο μηχανισμός AIDE φαίνεται ικανός να συμβάλει τόσο στη αστοχία μέσω σχισμού, όσο και στη δημιουργία κρατήρων που σχετίζεται με όλκιμου τύπου φαινόμενα. Σύμφωνα με τον AIDE ο βαθμός ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογονοκατιόντων αναμένεται να αυξηθεί με την επέκταση της επιφανειακής κάλυψης του μοριακού υδρογόνου στην επιφάνεια των ρωγματώσεων, την αύξηση της πληρότητας του υδρογόνου σε υποεπιφανειακές θέσεις και τέλος την εντονότερη απορρόφηση υδρογόνου σε εσωτερικές ρωγμές ή άκρα των κενών. Στην Εικόνα 37 παρουσιάζονται δύο διαφορετικοί μηχανισμοί προχώρησης της ρωγμής που οφείλεται στο μηχανισμό AIDE. Οι ποσοτικές προβλέψεις παρουσιάζουν συνήθως προβλήματα καθώς προκύπτουν δυσκολίες στη μοντελοποίηση της έκλυσης των διαταραχών [86].



Εικόνα 41: Σχηματική απεικόνιση: (a) του μηχανισμού AIDE για ανάπτυξη της ρωγμής περικρυσταλλικά, ο οποίος περιλαμβάνει διαδοχική ολίσθηση από το άκρο της ρωγμής διευκολύνοντας τη συνένωση της ρωγμής με κενά που σχηματίζονται στη ζώνη πλαστικοποίησης μπροστά από αυτή και (b) ανάπτυξη ρωγμής όλκιμου τύπου που περιλαμβάνει συνένωση της ρωγμής με κενά μέσω έκλυσης των διαταραχών που πυρηνοποιούνται σε περιοχές κοντά στο άκρο της ρωγμής [94]

#### Η θεωρία σχηματισμού υδριδίων (Hydride Formation Theory)

Σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία πολλά μεταλλικά συστήματα ψαθυροποιούνται λόγω παρουσίας υδρογόνου, εξαιτίας του σχηματισμού υδριδίων ή άλλων εύθραυστων φάσεων που οδηγούν στη τελική αστοχία του υλικού με ψαθυρό τρόπο [102]. Βασική προϋπόθεση του συγκεκριμένου μηχανισμού είναι οι σχηματιζόμενες φάσεις να φέρουν ψαθυρό χαρακτήρα και να σταθεροποιούνται θερμοδυναμικά κάτω από τη συνδυασμένη δράση του υδρογόνου και του πεδίου της επιβαλλόμενης τάσης [103]. Χαρακτηριστικές τέτοιες φάσεις αποτελούν τα μη μεταλλικά εγκλείσματα, οι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρυνσης καθώς και οι μαρτενσιτικές δομές [104]. Ο συνηθέστερος τύπος αστοχίας που εμφανίζεται υπό τη δράση αυτού του μηχανισμού οφείλεται στο σχηματισμό υδριδίων δίχως την επιβολή εξωτερικής τάσης, τα οποία καθίστανται θερμοδυναμικά σταθερά λόγω της αυξημένης διαλυτότητας του υδρογόνου στο άκρο της ρωγμής, σε πεδίο υψηλών εσωτερικών τάσεων [105]. Ο σχηματισμός των υδριδίων μπορεί να αποδοθεί σε μερικές περιπτώσεις στην σταθεροποιητική δράση που επιφέρει η επιβαλλόμενη τάση. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα όταν η φόρτιση χαρακτηρίζεται από πολύ χαμηλό ρυθμό παραμόρφωσης, να υπάρχει επαρκής χρόνος για τη διάχυση του υδρογόνου εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κατά τη διάρκεια της εφελκυστικής καταπόνησης. Η προκύπτουσα ανακατανομή των υδρογονοκατιόντων οδηγεί σε υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής αυτών στο άκρο της ρωγμής όπου η συγκέντρωση τάσεων οδηγεί στο σχηματισμό υδριδίων [106].

Σύμφωνα με τον μηχανισμό σχηματισμού υδριδίων, με την επιβαλλόμενη εξωτερική τάση μειώνεται το χημικό δυναμικό (chemical potential) τόσο του υδρογόνου όσο και των υδριδίων που βρίσκονται σε σημεία συγκέντρωσης εφελκυστικών τάσεων, όπως για παράδειγμα το άκρο μίας ρωγμής. Συνέπεια αυτού αποτελεί η διάχυση των υδριδίων στις ελαστικές ιδιομορφίες του πλέγματος και η ευκολότερη κατακρήμνισή τους στα άκρα των ρωγμών, οδηγώντας στην υποβάθμιση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης, Κ<sub>IC</sub>, καθώς τα υδρίδια χαρακτηρίζονται ως ψαθυρές φάσεις. Η μείωση του Κ<sub>IC</sub> προκαλεί τη ταχεία

προχώρηση της ρωγμής, χωρίς να είναι απαραίτητη η αύξηση της επιβαλλόμενης τάσης. Η διάδοση της ρωγμάτωσης επιτυγχάνεται μέσω συνεχούς απόσχισης έως ότου το σύστημα να σταματήσει να χαρακτηρίζεται από κορεσμό υδριδίων. Όταν το κλάσμα όγκου συμμετοχής των υδριδίων είναι χαμηλό, ο κρίσιμος παράγοντας έντασης τάσης ενισχύεται και επιδρά ένας όλκιμος μηχανισμός ο οποίος ακινητοποιεί τη ρωγμή, μέχρι να αυξηθεί εκ νέου η συγκέντρωση των υδριδίων. Η διαδικασία αυτή επαναλαμβάνεται μέχρι τη τελική αστοχία του υλικού, οδηγώντας σε ασυνεχή ανάπτυξη των ρωγμών [91]. Ο συγκεκριμένος μηχανισμός ψαθυροποίησης λαμβάνει χώρα συνήθως υπό έντονες συνθήκες καθοδικής φόρτισης και σε χαμηλά πεδία ρυθμών παραμόρφωσης, έτσι ώστε ο σχηματισμός των υδριδίων να πραγματοποιείται με επαρκή ταχύτητα προκειμένου να αποφευχθούν άλλες μορφές αστοχίας [107].

#### Η θεωρία της "επίθεσης" υδρογόνου για υψηλά θερμοκρασιακά πεδία (ΗΤΗΑ)

Ο μηχανισμός ψαθυροποίησης λόγω της "επίθεσης" υδρογόνου σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία (High Temperature Hydrogen Attack – HTHA) συναντάται στους χάλυβες και κυρίως στους χάλυβες υψηλής αντοχής, όταν έρχονται σε επαφή με περιβάλλον εμπλουτισμένο σε υδρογονοκατιόντα με ταυτόχρονη παρουσία υψηλών θερμοκρασιακών πεδίων και απουσία υγρασίας. Σύμφωνα με τον μηχανισμό αυτό, οι συγκεκριμένες συνθήκες προκαλούν διάλυση του μοριακού υδρογόνου σε ατομικό αέριο υδρογόνο, το οποίο εξαιτίας της υψηλής θερμοκρασίας και πίεσης που επικρατεί, διαχέεται στο εσωτερικό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος του χάλυβα. Ακολούθως, το ατομικό υδρογόνο αντιδρά με θερμοδυναμικά μετασταθή καρβίδια του χάλυβα, οδηγώντας στο σχηματισμό μεθανίου, το οποίο συγκεντρώνεται στα όρια των κόκκων υποβαθμίζοντας έτσι τις δυνάμεις συνεκτικότητας του πλέγματος. Τελικά, επέρχεται η αστοχία του χάλυβα μέσω περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης [108].

## 4.7 Καθορισμός του συντελεστή διάχυσης του υδρογόνου

Σε προηγούμενη παράγραφο έγινε αναφορά στο συντελεστή διάχυσης του υδρογόνου ο οποίος θα αναλυθεί εκτενώς στο παρόν εδάφιο. Ουσιαστικά, για αναλυτικές ή αριθμητικές λύσεις της διάχυσης των υδρογονοκατιόντων στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα των χαλύβων, απαραίτητη προϋπόθεση αποτελεί ο καθορισμός του συντελεστή διάχυσης D συναρτήσει της θερμοκρασίας [65, 66]. Έχουν προταθεί πολλές μέθοδοι [65, 69] και τεχνικές για τον προσδιορισμό του συντελεστή διάχυσης, όπως η εξάτμιση αερίων (gas evaporation) και η ηλεκτρολυτική διείσδυση (electrolytic penetration), ωστόσο η επιλογή μίας κατάλληλης τιμής αυτού καθίσταται αρκετά δύσκολη. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στο ότι οι τιμές του συντελεστή διάχυσης κυμαίνονται σε ένα μεγάλο εύρος, το οποίο ανέρχεται μέχρι και σε τρεις τάξεις μεγέθους στους φερριτικούς χάλυβες όπως φαίνεται και στην Εικόνα 35a. Η διακύμανση αυτή οφείλεται σε παράγοντες επιρροής όπως η μικροδομή, η σύνθεση του χάλυβα, οι παγίδες συσσώρευσης υδρογονοκατιόντων αντιστρεπτού τύπου καθώς και οι φυσικοχημικές σταθερές της επιφάνειας του δοκιμίου που χρησιμοποιείται για τον καθορισμό του συντελεστή διάχυσης.

Γενικά, οι αναλυτικές εξισώσεις για τον προσδιορισμό του συντελεστή διάχυσης ποικίλουν αναλόγως με τα θερμοκρασιακά πεδία που επικρατούν κατά τη διάρκεια των λειτουργικών συνθηκών [65, 66]. Σε υψηλές θερμοκρασίες (περίπου 200 <sup>0</sup>C και πάνω) η τιμή του συντελεστή διάχυσης των υδρογονοκατιόντων (D ή D<sub>H</sub>) φαίνεται να τείνει πολύ κοντά στη οριακά ανώτερη τιμή του συντελεστή διάχυσης του φερρίτη D<sub>α</sub>, ενώ σε χαμηλότερα θερμοκρασιακά πεδία πολλές τάξεις μεγέθους χαμηλότερη (Εικ.37a).

Σύμφωνα με την υπάρχουσα βιβλιογραφία [65, 66] έχουν προταθεί οι ακόλουθες εξισώσεις για τον καθορισμό του συντελεστή διάχυσης υδρογονοκατιόντων σε συγκεκριμένο εύρος θερμοκρασιών:

$$\begin{split} D &= 1.51 * 10^{-2} * \exp\left[-\frac{11970}{RT}\right] \quad ,\theta \geq 500^{0}C \\ D &= 1.4 * 10^{-3} * \exp\left[-\frac{3200}{RT}\right] \quad ,200 \leq \theta < 500^{0}C \\ D &= 0.12 * \exp\left[-\frac{7820}{RT}\right] \quad ,\theta < 200^{0}C \end{split}$$

Όπου:

- D [ $\frac{cm^2}{s}$ ] : Συντελεστής διάχυσης υδρογονοκατιόντων
  R [ $\frac{J}{mol*K}$ ] : Σταθερά αερίων
- Τ [K] : Απόλυτη θερμοκρασία
- θ [<sup>0</sup>C]: Θερμοκρασία σε βαθμούς Κελσίου

Στο πειραματικό μέρος της παρούσας διπλωματικής εργασίας σημειώνεται πως για λόγους απλούστευσης του προσδιορισμού του συντελεστή διάχυσης των υδρογονοκατιόντων χρησιμοποιήθηκε ο δεύτερος νόμος του Fick. Στην περίπτωση αυτή ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε συναρτήσει του βάθους διείσδυσης των υδρογονοκατιόντων και του χρόνου παραμονής του δοκιμίου εντός του ηλεκτροδιεγερμένου πεδίου καθοδικής πόλωσης. Περεταίρω ανάλυση λαμβάνει χώρα στη συνέχεια στο πειραματικό μέρος.

## 4.8 Τυπικές μηχανικές αστοχίες σε εδαφικούς σχηματισμούς

Οι ανθρακούχοι χάλυβες που λειτουργούν μέσα σε εδαφικούς σχηματισμούς, είναι επιρρεπείς σε αστοχίες λόγω υδρογόνου (hydrogen damage) καθώς η αντίδραση παραγωγής υδρογόνου μπορεί να συμβεί εξαιτίας του επιθετικού περιβάλλοντος και το ατομικό υδρογόνο έχει τη δυνατότητα να εισχωρήσει εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος των χαλύβων. Υπάρχουν πολλά μικρο και μακροσκοπικά φαινόμενα που μπορεί να ενεργοποιηθούν από το διαλυμένο υδρογόνο, τα οποία διαχωρίζονται σε δύο κατηγορίες : σε αυτά τα οποία περιλαμβάνουν προϊόντα δευτερευουσών φάσεων (ενώσεις υδρογόνου) και σε αυτά που η αστοχία οφείλεται στο ατομικό υδρογόνο (ψαθυροποίηση λόγω υδρογόνου). Η παρουσία του υδρογόνου στους χάλυβες αναλόγως με διάφορους παράγοντες, όπως ο τύπος του χάλυβα, η μικροδομή του, η κατανομή των εγκλεισμάτων και το πεδίο της επιβαλλόμενης τάσης, μπορούν να οδηγήσουν σε διαφορετικούς τύπους αστοχίας και ρωγματώσεων [110, 111]. Στη συνέχεια παρουσιάζονται τυπικές αστοχίες μηχανικής φύσεως που συμβαίνουν κυρίως σε χάλυβες όταν αυτοί λειτουργούν σε εδαφικούς σχηματισμούς.

## Εργοδιάβρωση λόγω υψηλής συγκέντρωσης σε θειϊκά ανιόντα (SSC)

Η εργοδιάβρωση λόγω υψηλής συγκέντρωσης θειϊκών ανιόντων (Sulphide Stress Cracking – SSC) οφείλεται στη συνεργιστική δράση της τάσης και της ποσοστιαίας κατανομής του ατομικού υδρογόνου, το οποίο έχει απορροφηθεί από τους χάλυβες κατά τη διάρκεια λειτουργίας τους σε εδαφικούς σχηματισμούς με ιδιαίτερα διαβρωτικό χαρακτήρα. Οι χάλυβες υψηλής αντοχής και οι ζώνες συγκόλλησης που χαρακτηρίζονται από υψηλή σκληρότητα αποτελούν αρκετά ευαίσθητα συστήματα ως προς την εκδήλωση του φαινομένου SSC. Η διάδοση της ρωγμής στην περίπτωση αυτή πραγματοποιείται με ραγδαίους ρυθμούς και σε πολύ μικρό χρονικό διάστημα με αποτέλεσμα να προκαλεί καταστρεπτικές αστοχίες χωρίς προειδοποίηση. Συγκεκριμένα, για την εκδήλωση του συγκεκριμένου τύπου εργοδιάβρωσης είναι απαραίτητη:

- Η ύπαρξη εξωτερικά επιβαλλόμενης τάσης ή παραμενουσών τάσεων
- Η ευαισθησία του υλικού σε SSC
- Η κρίσιμη παράμετρος εκδήλωσης της ψαθυροποίησης, όπου σε αυτή τη περίπτωση αποτελεί ο σχηματισμός αερίων μορίων υδρόθειου (hydrogen sulfides)

Ο συγκεκριμένος τύπος μηχανικής αστοχίας ενισχύεται με την παρουσία σκληρών φάσεων και μικρογραφικών συστατικών όπως είναι ο μαρτενσίτης και ο μπαινίτης. Τέτοιες δομές παρατηρούνται συνήθως σε χάλυβες υψηλής αντοχής και χαμηλής κραμάτωσης (High Strength Low Alloy steels – HSLA steels) και η εμφάνισή τους καταλύεται από την εφαρμογή μη στοχευμένων θερμικών κατεργασιών. Ο έλεγχος της σκληρότητας του χάλυβα είναι απαραίτητος προκειμένου να προβλεφθεί η πιθανότητα εκδήλωσης του φαινομένου της εργοδιάβρωσης λόγω υψηλής συγκέντρωσης σε θειϊκά ανιόντα. Για ένα δεδομένο επίπεδο αντοχής, οι μαρτενσιτικοί επαναφερμένοι χάλυβες χαρακτηρίζονται από καλύτερη αντίσταση σε SSC σε σύγκριση με τους κοινούς επαναφερμένους χάλυβες, ενώ οι μαρτενσιτικοί χάλυβες που δεν έχουν υποστεί επαναφορά διαθέτουν πολύ περιορισμένη αντίσταση σε SSC. Είναι ευρέως αποδεκτό πως οι ομοιόμορφες μικροδομές επαναφερμένου μαρτενσίτη αποτελούν την πιο επιθυμητή επιλογή όσον αφορά στην αντιμετώπιση του συγκεκριμένου φαινομένου. Η παρουσία του υδρόθειου στο περιβάλλον (τυπικό σε εδαφικούς σχηματισμούς) προάγει την κινητικότητα του διαχεόμενου ατομικού υδρογόνου εντείνοντας έτσι την αποδοτικότητα του εν λόγω τύπου αστοχίας. Επιπρόσθετα, η ένταση του φαινομένου SSC οξύνεται με την αύξηση της συγκέντρωσης του υδρόθειου ή της μερικής πίεσης αυτού (πάνω από 100 Pa) και αμβλύνεται για υψηλές τιμές του pH (μεγαλύτερες του [112]. Η μορφολογία της επιφάνειας θραύσης λόγω SSC παρουσιάζεται στην Εικόνα 42. Αντίθετα με την εργοδιάβρωση (Stress Corrosion Cracking – SCC) η οποία είναι αποτέλεσμα ανοδικών αντιδράσεων οξείδωσης, η εργοδιάβρωση λόγω υψηλής συγκέντρωσης σε θειϊκά ανιόντα φαίνεται να είναι αποτέλεσμα καθοδικών αντιδράσεων αναγωγής. Η πληρέστερη ερμηνεία των ευρημάτων επί των επιφανειών θραύσης κρίνεται αναγκαία έτσι ώστε να μην ευνοηθεί μία εκ των δύο χημικών διεργασιών, οι οποίες φέρουν ανταγωνιστικό χαρακτήρα. Για την ακρίβεια, σε περίπτωση που χρησιμοποιηθεί καθοδική προστασία για την αντιμετώπιση της εργοδιάβρωσης, εισρέει μεγαλύτερη ποσότητα υδρογόνου στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα με αποτέλεσμα να αυξάνονται οι επιπτώσεις λόγω SSC.



Εικόνα 42: SSC σε: (a) Περιοχή συγκόλλησης που χαρακτηρίζεται από υψηλή σκληρότητα σε πλάκα χάλυβα τύπου ASTM A516 – 70 και (b) Περιοχή θερμικά επηρεασμένης ζώνης που χαρακτηρίζεται από υψηλή σκληρότητα δίπλα στη περιοχή της συγκόλλησης χάλυβα τύπου A516 – 70 [113]

#### Βηματοειδής ρωγμάτωση (SWC)

Η ονομασία "βηματοειδής ρωγμάτωση" (Stepwise Cracking – SWC) έχει συνδεθεί άμεσα με τις επιφάνειες φλυκταινών υδρογόνου (blisters), όπου οι ρωγμές διαδίδονται παράλληλα προς το επίπεδο έλασης της χαλύβδινης πλάκας, φαινόμενο το οποίο μπορεί να εκδηλωθεί δίχως την επιβολή εξωτερικής τάσης ή την ανάπτυξη εσωτερικού πεδίου παραμενουσών τάσεων. Τέτοιου είδους ρωγμές εμφανίζονται όταν το ατομικό υδρογόνο διαχέεται στο κρυσταλλογραφικό πλέγμα των μετάλλων και στη συνέχεια επανασχηματίζεται υπό τη μορφή μοριακού υδρογόνου και δεσμεύεται σε θέσεις παγίδευσης της μητρικής φάσης. Τα ευνοϊκότερα κέντρα παγίδευσης υδρογόνου συναντώνται σε υλικά που έχουν διαμορφωθεί μέσω της μηχανικής κατεργασίας έλασης και κατανέμονται κατά μήκος εγκλεισμάτων επιμήκους μορφολογίας ή σε ζώνες μικροδιαφορισμού. Το μοριακό υδρογόνο παγιδεύεται στη διεπιφάνεια επαφής μεταξύ των εγκλεισμάτων και των μικροσκοπικών κενών της μητρικής φάσης.

Καθώς όλο και μεγαλύτερη ποσότητα υδρογόνου εισέρχεται στα κενά, η πίεση αυξάνεται παραμορφώνοντας τις γειτνιάζουσες περιοχές της μητρικής φάσης με αποτέλεσμα οι φλύκταινες υδρογόνου να είναι ευδιάκριτες στην επιφάνεια. Η περιοχή γύρω από τη ρωγμή παρουσιάζει έντονη πλαστικοποίηση γεγονός που μπορεί να προκαλέσει συνένωση των παρακείμενων ρωγμών σχηματίζοντας έτσι εικόνα της επιφάνειας θραύσης που αντιστοιχεί στο μηχανισμό SWC. Η μορφολογία των ρωγματώσεων αυτών προσομοιάζει σε σκάλα, όπως υποδεικνύει και το όνομά τους. Ενώ οι μεμονωμένες μικρού μεγέθους φλύκταινες υδρογόνου ή οι ρωγμές που έχουν σχηματιστεί εξαιτίας υψηλής εσωτερικής πίεσης (Hydrogen Induced Cracks) δεν επηρεάζουν την ικανότητα ενός εξαρτήματος να παραλαμβάνει φορτία, αποτελούν ένδειξη προβλήματος καθώς η ρωγμή μπορεί να συνεχίσει να αναπτύσσεται εκτός αν σταματήσει η έκθεση του συγκεκριμένου εξαρτήματος τίθεται υπό σημαντική αμφισβήτηση. Ο έλεγχος της μικροδομής των χαλύβων και ιδιαίτερα η καθαριότητα των επιφανειών τους, μειώνουν τις πιθανές θέσεις εκκίνησης της ρωγμής και επομένως περιορίζουν σημαντικά το φαινόμενο

SWC. Ακολούθως στην Εικόνα 43 παρουσιάζονται τυπικές μορφολογίες φλυκταινών υδρογόνου σε διάφορα υλικά.



Εικόνα 43: Τυπικές μορφές φλυκταινών υδρογόνου (blisters) [114]

Σε περιοχές όπου ευνοείται η συνεχόμενη προσρόφηση υδρογονοκατιόντων μπορεί να αναπτυχθούν πεδία υψηλών πιέσεων, οδηγώντας στην ανάπτυξη, τη μεγέθυνση και τέλος την απόσχιση (bursting) φλυκταινών υδρογόνου. Οι ρωγμές που οφείλονται σε αυτό το φαινόμενο συναντώνται σε χάλυβες, κράματα αλουμινίου και τιτανίου καθώς και κράματα τα οποία δομούν κατασκευαστικά τμήματα πυρηνικών αντιδραστήρων [115]. Οι κύριοι τρόποι αντιμετώπισης τέτοιου είδους ρωγματώσεων είναι η επιλογή ποιοτικών και καθαρών υλικών καθώς και σε ορισμένες περιπτώσεις η χαλάρωση του πεδίου των τάσεων μέσω κάποιας θερμικής κατεργασίας [116].

Σε περίπτωση ύπαρξης συγκόλλησης, είναι πιθανό στη επιφάνεια θραύσης του υλικού να δημιουργηθούν ευκρινείς κηλίδες οι οποίες προσομοιάζουν σε "μάτι ψαριού" (fish – eye morphology) (Εικ.44). Το υδρογόνο εισέρχεται στο μέταλλο κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης και παράγει το συγκεκριμένο ελάττωμα κατά τη διάρκεια λειτουργίας του εξαρτήματος παρουσία εντατικού πεδίου.



Εικόνα 44: (a) Μακροσκοπική απεικόνιση μορφολογίας που προσομοιάζει σε μάτι ψαριού, (b) εικόνα όπου αποδίδεται η ανάπτυξη δύο γειτνιαζόντων σχηματισμών που φέρουν μορφολογία τύπου μάτι ψαριού σε ένα χάλυβα υψηλής αντοχής

#### Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking (SOHIC)

Η ρωγμάτωση λόγω υδρογόνου της οποίας η κατευθυντικότητα ορίζεται από το εντατικό πεδίο (Stress Oriented Hydrogen Induced Cracking – SOHIC) σχετίζεται και με τους δύο προαναφερθέντες τύπους αστοχίας λόγω δράσης χημικομηχανικών παραγόντων (SSC και SWC). Το φαινόμενο αυτό χαρακτηρίζεται από το σχηματισμό μικρών κλιμακούμενων ρωγματώσεων σε διευθύνσεις περίπου κάθετες ως προς την κύρια τάση, η οποία είναι είτε επιβαλλόμενη είτε παραμένουσα, οδηγώντας στη δημιουργία ενός "πακέτου" ρωγμών οι οποίες προσομοιάζουν σε σκάλα [57]. Ο τύπος της ρωγμάτωσης μπορεί να ταξινομηθεί ως SSC, η οποία προκαλείται από την πλαστική παραμόρφωση που αναπτύσσεται γύρω από ρωγμές οι οποίες οφείλονται στη παρουσία του υδρογόνου (Hydrogen Induced Cracks). Το φαινόμενο αυτό παρατηρείται τόσο σε περιοχές του μετάλλου βάσης όσο και σε περιοχές της συγκόλλησης χαλύβδινης πλάκας που έχει υποστεί έλαση και ειδικότερα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, η οποία χαρακτηρίζεται από χαμηλότερη σκληρότητα. Για τους προαναφερθέντες λόγους ο μηχανισμός αυτός συναντάται στη διεθνή βιβλιογραφία ως ρωγμάτωση μαλακής ζώνης (Soft Zone Cracking). Ο βαθμός ευαισθησίας τέτοιων περιοχών σε αυτού του τύπου τις ρωγμές επηρεάζεται τόσο από τις μικροδομικές μεταβολές, οι οποίες προκαλούνται από τους θερμικούς κύκλους κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης, όσο και από την τοπική ελάττωση της σκληρότητας στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την συσσωρευμένη ανάπτυξη παραμορφωσιακών πεδίων εντός μίας στενής ζώνης, η οποία κατά απόλυτη τιμή μπορεί να πλησιάσει ή και ακόμα να ξεπεράσει το όριο διαρροής του υλικού. Στο παρελθόν υπήρχαν αρκετές αναφορές μηχανικής αστοχία λόγω SOHIC, γεγονός που έχει ελαττωθεί σημαντικά στο σύγχρονο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών [110]. Στην Εικόνα 45 αποδίδονται οι τρεις περιπτώσεις αστοχίας λόγω επίδρασης χημικομηχανικών παραγόντων που έχουν αναλυθεί προηγουμένως.



Εικόνα 45: (a) SCC σε μία συγκόλληση, στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, η οποία χαρακτηρίζεται από υψηλή σκληρότητα, (b) HIC σε μία πλάκα χάλυβα ASTM A516 – 70 ( σημειώνεται πως η ρωγμή είναι παράλληλη στην επιφάνεια της πλάκας, της οποίας η μικροδομή χαρακτηρίζεται από ζωνώδη διάταξη φερρίτη – περλίτη), (c) SOHIC στο μέταλλο βάσης σε πλάκα χάλυβα A516 – 70 [117, 113]

# Μέρος Β: Πειραματικό μέρος

5. Χαρακτηρισμός μικροδομής συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα X65 μέσω Οπτικού Μικροσκοπίου (OM) και Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (SEM) Η παρατιθέμενη ανάλυση της μικροδομής αφορά μόνο στις περιοχές του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης, καθώς είναι αυτές που υπόκεινται σε μηχανική καταπόνηση τύπου CTOD έπειτα από την διαμόρφωση εγκοπής.

#### 5.1 Μέταλλο Βάσης

Στην περιοχή του μετάλλου βάσης η μικροδομή του χάλυβα Χ65 χαρακτηρίζεται ως φερριτομπαινιτική με υψηλό ποσοστό συμμετοχής περλίτη. Ο περλίτης αυτός ορίζεται ως εκφυλισμένου τύπου (degenerated perlite), καθώς τα πλακίδια σεμεντίτη (Fe<sub>3</sub>C) δεν παρουσιάζουν συνεχή διάταξη ως προς τα πλακίδια του φερρίτη (α – Fe). Το μέσο μέγεθος των κόκκων προσδιορίστηκε με τη χρήση ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας Image J στα 10.5 μm (±1). Τέλος, όπως γίνεται εμφανές από τις τιμές της μικροσκληρότητας (οι οποίες παρατίθενται ακολούθως), στη μικροδομή συμμετέχουν τόσο ο ανώτερος όσο και ο κατώτερος μπαινίτης.



(α)



Εικόνα 46: Φωτογραφίες Οπτικού Μικροσκοπίου για την περιοχή του μετάλλου βάσης χάλυβα Χ65

## 5.2 Ζώνη Τήξης

Η ζώνη τήξης διαχωρίζεται σε δύο διαφορετικές περιοχές μικροδομής: την περιοχή της πρωτογενούς και την περιοχή της δευτερογενούς μικροδομής. Η περιοχή της πρωτογενούς μικροδομής χαρακτηρίζεται από δενδριτικούς κόκκους καθώς δημιουργείται εξαιτίας της τήξης και της επαναστερεοποίησης του μετάλλου συγκόλλησης. Αντιθέτως, η περιοχή της δευτερογενούς μικροδομής επηρεάζεται θερμικά από μεταγενέστερα πάσα της συγκόλλησης παρουσιάζοντας τοπικά φαινόμενα ανακρυστάλλωσης, με αποτέλεσμα οι κόκκοι να έχουν ισοαξονική μορφή. Πιο συγκεκριμένα, στην πρωτογενή δομή ταυτοποιείται η ύπαρξη βελονοειδούς φερρίτη, αλλοτριόμορφου φερρίτη, φερρίτη. Όσον αφορά στο φερρίτη Widmanstätten, φαίνεται να αναπτύσσεται με κλίση 70° ως προς τον άξονα συμμετρίας των δενδριτικών δομών του αλλοτριόμορφου φερρίτη. Αντίστοιχα, η δευτερογενής μικροδομή χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη φερρίτη φακοειδούς μορφολογίας και χονδροκρυσταλλικού περλίτη.


Εικόνα 47: Μακροσκοπική απεικόνιση της συγκόλλησης χάλυβα Χ65 μέσω Στερεοσκοπίου





(γ)

Εικόνα 48: Φωτογραφίες Οπτικού Μικροσκοπίου για την περιοχή της ζώνης τήξης: (α, β) πρωτογενής μικροδομή, (γ) δευτερογενής μικροδομή



Electron Image



Εικόνα 49: Σημειακή χημική ανάλυση σε ενδοκρυσταλλική περιοχή φακοειδούς φερρίτη (lenticular ferrite) εντός της δευτερογενούς μικροδομής

# 6. Αποτελέσματα Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ στην περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης χάλυβα Χ65

Με σκοπό τον αναλυτικότερο χαρακτηρισμό της μικροδομής τόσο της ζώνης τήξης όσο και του μετάλλου βάσης τα δοκίμια υποβλήθηκαν στην αναλυτική τεχνική της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων X (X Ray Diffractometry – XRD).



Εικόνα 50: Ταυτοποίηση φερριτικής φάσης στο μέταλλο βάσης χάλυβα X65 με την χρήση Περιθλασιμετρίας Ακτίνων X



Εικόνα 51: Ταυτοποίηση φερριτικής φάσης στην ζώνη τήξης χάλυβα X65 με την χρήση Περιθλασιμετρίας Ακτίνων X

Όπως φαίνεται από τις Εικόνες 50 και 51, ταυτοποιήθηκε η φερριτική φάση τόσο στο μέταλλο βάσης όσο και στην περιοχή της ζώνης τήξης. Ωστόσο, τα υπόλοιπα μικρογραφικά συστατικά δεν μπόρεσαν να ταυτοποιηθούν λόγω του περιορισμένου ποσοστού συμμετοχής τους, της λεπτοκρυσταλλικότητάς τους και τέλος εξαιτίας της ετερογενούς κατανομής τους.

Παρατηρώντας την ένταση των κορυφών περίθλασης συμπεραίνεται πως η περιοχή του μετάλλου βάσης παρουσιάζει αυξημένη ένταση κρυστάλλωσης έναντι της ζώνης τήξης. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ύπαρξη περισσότερων ατελειών και ασυνεχειών στην περιοχή της ζώνης τήξης οι οποίες λειτουργούν ως κέντρα παγίδευσης του υδρογόνου (trapping centers). Κατά αυτόν τον τρόπο δικαιολογείται η πτώση της δυσθραυστότητας στην περιοχή της ζώνης τήξης έπειτα από την καθοδική φόρτιση των δοκιμίων, καθώς σε εκείνες τις περιοχές λόγω της εκτεταμένης συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων πραγματοποιείται τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης Κις [118 – 122].

## 7. Μετρήσεις μικροσκληρότητας συγκολλημένου δοκιμίου χάλυβα Χ65

Οι μετρήσεις της μικροσκληρότητας πραγματοποιήθηκαν σε δύο διαφορετικά υψομετρικά επίπεδα του δοκιμίου χάλυβα X65 (Εικ.55), το πρώτο πλησίον της άνω επιφάνειας της συγκόλλησης σε απόσταση 3 mm από αυτή και το δεύτερο σε απόσταση 3 mm από την κάτω επιφάνεια αυτής. Επίσης, σημειώνεται πως η διεξαγωγή της συγκόλλησης έλαβε χώρα εγκάρσια ως προς τον άξονα της έλασης.



Εικόνα 52: Σκαρίφημα δοκιμίου και απεικόνιση δύο υψομετρικών επιπέδων μέτρησης μικροσκληρότητας

Βάσει των μετρήσεων προέκυψαν δύο κατανομές μικροσκληρότητας συναρτήσει της απόστασης από το διαμήκη άξονα της έλασης (Διάγραμμα 1, 2).



Διάγραμμα 1: Κατανομή μικροσκληρότητας πλησίον της άνω επιφάνειας της συγκόλλησης σε απόσταση 3mm



Διάγραμμα 2: Κατανομή μικροσκληρότητας πλησίον της κάτω επιφάνειας της συγκόλλησης σε απόσταση 3 mm

Η κατανομή της μικροσκληρότητας πλησίον της άνω επιφάνειας της συγκόλλησης χαρακτηρίζεται από σχετικά χαμηλές τιμές, καθώς το ποσοστό συμμετοχής της δευτερογενούς ανακρυσταλλωμένης μικροδομής παρουσιάζεται αυξημένο σε σχέση με αυτό της πρωτογενούς. Η ύπαρξη μεγαλύτερου ποσοστού ανακρυσταλλωμένης δομής συνεπάγεται χαμηλή πυκνότητα διαταραχών και έτσι δικαιολογούνται οι μειωμένες τιμές της μικροσκληρότητας.

Αντιθέτως, στην περιοχή πλησίον της κάτω επιφάνειας της συγκόλλησης το ποσοστό συμμετοχής της πρωτογενούς μικροδομής σε σχέση με την δευτερογενή καθίσταται αρκετά υψηλότερο με αποτέλεσμα η μικροσκληρότητα να χαρακτηρίζεται από υψηλότερα πεδία τιμών [123, 124].

## 8. Παρουσίαση εργαστηριακού εξοπλισμού

## 8.1 Σκαρίφημα πειραματικής διάταξης όπου πραγματοποιήθηκε η καθοδική φόρτιση των δοκιμίων χάλυβα X65

Όσον αφορά στα στάδια της εκτέλεσης του πειράματος πραγματοποιήθηκε, σύμφωνα με το πρότυπο ASTMG147 – 98, η καθοδική φόρτιση των δοκιμίων με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>. Καθώς ήταν απαραίτητη η εντατικοποίηση του φαινομένου στην περιοχή της εγκοπής, η επιφάνεια των δοκιμίων είχε μονωθεί με ειδικό πολυμερικό επίστρωμα (πολυουραιθάνη «SIKAFLEX 291» για ναυπηγικές εφαρμογές), με αποτέλεσμα να παραμένει εκτεθειμένη στο ηλεκτρολυτικό περιβάλλον μόνο η περιοχή πλησίον της εγκοπής (Εικ.56).

Για τον υπολογισμό του ρεύματος που επιβλήθηκε σε κάθε πείραμα στο γαλβανοστάτη, μετρήθηκε το εμβαδόν της εκτεθειμένης επιφάνειας και στην συνέχεια, χρησιμοποιώντας την προκαθορισμένη πυκνότητα έντασης ρεύματος (30 mA/cm<sup>2</sup>), πραγματοποιήθηκε η αντίστοιχη αναγωγή. Παραδείγματος χάριν, σε ένα δοκίμιο που η συνολική εκτεθειμένη επιφάνειά του μετρήθηκε στα 12.34 cm<sup>2</sup> το συνολικό ρεύμα Ι που επιβλήθηκε στον γαλβανοστάτη, προσδιορίστηκε από την ακόλουθη σχέση:

$$I = i * A = 30 \frac{mA}{cm^2} * 12.34 cm^2 = 370.35 mA$$



Εικόνα 53: Φωτογραφία μονωμένου δοκιμίου χάλυβα Χ65 πριν την καθοδική φόρτιση

Εν συνεχεία, καθίσταται αναγκαία η περιγραφή του πειραματικού εξοπλισμού που χρησιμοποιήθηκε για την καθοδική φόρτιση των δοκιμίων χάλυβα X65. Ως κάθοδος του συστήματος χρησιμοποιήθηκε σε κάθε περίπτωση το ειδικά διαμορφωμένο δοκίμιο CTOD ενώ ως άνοδος ένα ηλεκτρόδιο επιπλατινωμένου τιτανίου. Το ηλεκτρολυτικό διάλυμα το οποίο χρησιμοποιήθηκε είχε περιεκτικότητα 30 g/L NaCl και 3 g/L NH<sub>4</sub>SCN (σύμπλοκο το οποίο παρεμποδίζει τον σχηματισμό του μοριακού υδρογόνου στην επιφάνεια του μετάλλου). Επιπροσθέτως, κατά την διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης εφαρμόστηκε στο σύστημα ανάδευση μέσω παροχής μίγματος αερίων CO<sub>2</sub> και N<sub>2</sub>. Ειδικότερα, το CO<sub>2</sub> συνέβαλε στην ρύθμιση του pH μεταξύ των τιμών 5 και 5.2, ενώ το N<sub>2</sub> χρησιμοποιήθηκε για την αποξυγόνωση και την ανάδευση του ηλεκτρολύτη. Τέλος, πριν την καθοδική φόρτιση, πραγματοποιήθηκε λείανση των δοκιμίων στα 2000 και 4000 grit, έτσι ώστε να απομακρυνθούν επιφανειακά οξείδια (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO) τα οποία λειτουργούν ως ημιαγωγοί ή μονωτές [125, 126].



Εικόνα 54: Σκαρίφημα πειραματικής διάταξης για την καθοδική φόρτιση των δοκιμίων χάλυβα Χ65



Εικόνα 55: Πειραματική διάταξη για την πραγματοποίηση της καθοδικής φόρτισης των δοκιμίων εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

## 8.2 Υδραυλική πρέσα όπου πραγματοποιήθηκε η μηχανική δοκιμή τύπου CTOD

Η μηχανική δοκιμή Crack Tip Opening Displacement (CTOD) πραγματοποιήθηκε σε δύο στάδια, σύμφωνα με το πρότυπο BS7448. Το πρώτο στάδιο αφορούσε στην ελεγχόμενη διάδοση ρωγμής μέσω εφαρμογής κοπωτικής φόρτισης. Για τον έλεγχο του διαδιδόμενου μήκους της ρωγμής, η οποία σύμφωνα με το πρότυπο δεν έπρεπε να ξεπερνά τα 4.5 mm για το συγκεκριμένο πάχος δοκιμίου (19.15 mm), χρησιμοποιήθηκε μια παλμογεννήτρια εναλλασσόμενου ρεύματος ACPD (Alternative Current Pulse Device). Στη συγκεκριμένη διάταξη, η μεταβολή της σύνθετης αντίστασης του συστήματος κατά την ηλεκτρική διέγερση μετασχηματίζεται σε μήκος διάδοσης της ρωγμής μέσω χρήσης μιας προκαθορισμένης στο λογισμικό του οργάνου συνάρτησης μεταφοράς.



Εικόνα 56: Φωτογραφία υδραυλικής πρέσας κατά την διάρκεια της εφαρμογής κοπωτικής φόρτισης σε δοκίμιο χάλυβα X65



Εικόνα 57: Σύνδεση των δοκιμίων με την παλμογεννήτρια για τον έλεγχο του μήκους διάδοσης της ρωγμής

Σε δεύτερο στάδιο έλαβε χώρα η θραύση των δοκιμίων με την επιβολή καμπτικής φόρτισης για ρυθμό παραμόρφωσης 0.95 mm/min. Επιπροσθέτως, σε αυτό το σημείο ελήφθησαν τα διαγράμματα δύναμης διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD) τα οποία χρησιμοποιήθηκαν στην συνέχεια σε συνδυασμό με προκαθορισμένες μαθηματικές συναρτήσεις για τον υπολογισμό των χαρακτηριστικών μεγεθών της δυσθραυστότητας.



Εικόνα 58: Φωτογραφία υδραυλικής πρέσας κατά την διάρκεια εφαρμογής καμπτικής φόρτισης σε δοκίμιο χάλυβα X65



Εικόνα 59: Σκαρίφημα που απεικονίζει το μέγεθος CMOD το οποίο θα αποτελέσει τον άξονα των τετμημένων στα διαγράμματα της μηχανικής καταπόνησης τύπου CTOD

## 9. Πίνακας συνθηκών καθοδικής φόρτισης δοκιμίων χάλυβα Χ65

Η επιλογή των συνθηκών διεξαγωγής των πειραμάτων έγινε σύμφωνα με το ειδικό πρότυπο ASTM G147 – 98 της παγκόσμιας βιομηχανίας πετρελαίου. Στόχο αποτέλεσε η καλύτερη δυνατή προσομοίωση των συνθηκών λειτουργίας στην εσωτερική επιφάνεια των σωληνώσεων μεταφοράς πετρελαιοειδών, κατά τη διάρκεια καθαρισμού και επανατροφοδότησής τους.

Υλικά	Πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης (mA/cm²)	Διάρκεια καθοδικής φόρτισης (hours)
Χάλυβας Χ65, Μέταλλο Βάσης	30	48
Χάλυβας Χ65, Ζώνη Τήξης	30	48

#### Πίνακας 1: Συνθήκες καθοδικής φόρτισης δοκιμίων χάλυβα Χ65

## 10. Υπολογισμός βάθους διείσδυσης και συντελεστή διάχυσης των υδρογονοκατιόντων στην μικροδομή του χάλυβα X65

#### 10.1 Μέταλλο Βάσης

Στη συνέχεια, όπως αποδίδεται από τα ακόλουθα Διαγράμματα 3, 4 και 5, με την επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης σε πεδίο καθοδικής φόρτισης και πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> παρατηρείται αύξηση της μικροσκληρότητας στην επιφάνεια του μετάλλου σε όλες τις περιοχές μελέτης. Το γεγονός αυτό οφείλεται σε κάθε περίπτωση στην αλληλεπίδραση μεταξύ των διαταραχών και των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου, στην δημιουργία υδρογονωμένων πλεγματικών κενών (Hydrogenated Vacancies), καθώς και στη ανάπτυξη εκτεταμένου στερεού διαλύματος παρεμβολής [127 – 132].

Ειδικότερα, η ποσοστιαία αύξηση της μικροσκληρότητας στην επιφάνεια του μετάλλου βάσης αντιστοιχεί σε 55.8 %, καθώς η τιμή της μεταβλήθηκε από τα 181 HV<sub>0.3</sub> για την αρχική

κατάσταση στα 282  $HV_{0.3}$  έπειτα από καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>.



Διάγραμμα 3: Μικροσκληρότητα συναρτήσει του βάθους διείσδυσης στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο καθοδικής φόρτισης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Από τον δεύτερο νόμο του Fick υπολογίζεται ο συντελεστής διάχυσης του υδρογόνου εντός της μητρικής δομής του μετάλλου βάσης.

 $D = \frac{x^2}{4t}$ , όπου x: βάθος διείσδυσης των υδρογονοκατιόντων (cm) και t: χρόνος καθοδικής φόρτισης (sec)

Συνεπώς, για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης 30 mA/cm<sup>2</sup> και χρονική διάρκεια παραμονής 48h, το βάθος διείσδυσης του υδρογόνου στην περιοχή του μετάλλου βάσης μετρήθηκε ίσο με 138 μm. Αντίστοιχα, ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε σύμφωνα με την ακόλουθη σχέση:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0138^2}{4 x \, 48 \, x \, 3600} = 2.76 \, x \, 10^{-10} \, \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

#### 10.2 Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη

Όσον αφορά στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, το ποσοστό αύξησης της μικροσκληρότητας στην επιφάνεια του μετάλλου υπολογίστηκε ίσο με 36.32 %, καθώς η αρχική τιμή της μικροσκληρότητας μετρήθηκε στα 212 HV<sub>0.3</sub>, ενώ έπειτα από την καθοδική φόρτιση αυτής εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>, στα 289 HV<sub>0.3</sub>.



Διάγραμμα 4: Μικροσκληρότητα συναρτήσει του βάθους διείσδυσης στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, έπειτα από ηλεκτροχημική διέγερση σε πεδίο καθοδικής φόρτισης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης 30 mA/cm<sup>2</sup> και χρονική διάρκεια παραμονής 48h, το βάθος διείσδυσης του υδρογόνου στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης μετρήθηκε στα 148 μm. Αντίστοιχα ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε ως εξής:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0148^2}{4 \times 48 \times 3600} = 3.169 \times 10^{-10} \text{ cm}^2 \text{s}^{-1}$$

## 10.3 Ζώνη Τήξης

Τέλος, η ποσοστιαία αύξηση της τιμής της μικροσκληρότητας στην περιοχή της ζώνης τήξης υπολογίστηκε ίση με 43.50%, καθώς η αρχική τιμή πριν την καθοδική φόρτιση αυτής προσδιορίσθηκε ίση με 223 HV<sub>0.3</sub>, ενώ έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτής σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> μετρήθηκε στα 320 HV<sub>0.3</sub>.



Διάγραμμα 5: Μικροσκληρότητα συναρτήσει του βάθους διείσδυσης στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτής σε πεδίο καθοδικής φόρτισης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Για πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης 30 mA/cm<sup>2</sup> και χρονική διάρκεια παραμονής 48h, το βάθος διείσδυσης του υδρογόνου στην περιοχή της ζώνης τήξης μετρήθηκε στα 121 μm. Αντίστοιχα, ο συντελεστής διάχυσης υπολογίστηκε σύμφωνα με την ακόλουθη σχέση:

$$D = \frac{x^2}{4t} = \frac{0.0121^2}{4 x \, 48 \, x \, 3600} = 2.118 \, x \, 10^{-10} \, \text{cm}^2 \text{s}^{-1}$$

Ενώ η θερμοδυναμική και χημικοκινητική ανάλυση πραγματοποιήθηκε και στις τρεις περιοχές μελέτης, όλη η υπόλοιπη ανάλυση (πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης φλυκταινών υδρογόνου και μικρορωγματώσεων, διαγράμματα μηχανικής καταπόνησης τύπου CTOD και θραυστογραφική μελέτη) έλαβε χώρα μόνο για την περιοχή του μετάλλου βάσης και της ζώνης τήξης, καθώς σε αυτές τις περιοχές προδιαμορφώθηκε η εγκοπή των δοκιμίων.

## 10.4 Συγκριτικά διαγράμματα του συντελεστή διάχυσης και του βάθους διείσδυσης του υδρογόνου

Ακολούθως παρατίθενται συγκριτικά τα μετρηθέντα βάθη διείσδυσης και οι υπολογισθέντες συντελεστές διάχυσης για όλες τις περιοχές μελέτης των δοκιμίων χάλυβα X65 που εξετάσθηκαν (Μέταλλο Βάσης, Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη, Ζώνη Τήξης), έπειτα από την καθοδική φόρτιση αυτών σε πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> και χρονική διάρκεια παραμονής 48h. Πίνακας 2: Συγκεντρωτικός πίνακας τιμών συντελεστών διάχυσης και βάθους διείσδυσης του υδρογόνου για όλες τις περιοχές μελέτης, έπειτα από καθοδική φόρτιση σε πεδίο με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30mA/cm<sup>2</sup>

Περιοχή Μετάλλου	Πυκνότητα έντασης ρεύματος καθοδικής φόρτισης (mA/cm²)	Βάθος διείσδυσης (μm)	Συντελεστής διάχυσης D (cm²s <sup>-1</sup> )
MB	30	138	2.760 x 10 <sup>-10</sup>
ΘΕΖ	30	148	3.169 x 10 <sup>-10</sup>
ZT	30	121	2.118 x 10 <sup>-10</sup>



Διάγραμμα 6: Συγκριτικό διάγραμμα μικροσκληρότητας συναρτήσει του βάθους διείσδυσης του υδρογόνου έπειτα από την καθοδική φόρτιση των δοκιμίων εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Όπως γίνεται σαφές από το συγκριτικό διάγραμμα η μεγαλύτερη τιμή του βάθους διείσδυσης αποδίδεται για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και η μικρότερη στην περιοχή της ζώνης τήξης. Η πρώτη παρατήρηση οφείλεται στο γεγονός ότι τα διευρυμένα όρια κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης λειτουργούν ως ενεργά κανάλια διάχυσης των υδρογονοκατιόντων. Αντίθετα, στην περιοχή της ζώνης τήξης η θερμοδυναμική μεταστάθεια των φάσεων που τη δομούν και η γωνιώδης μορφολογία τους οδηγεί σε συνεχόμενη παρεμπόδιση της ροής των υδρογονοκατιόντων [133 – 135].

## 11. Μορφολογική παρατήρηση μικρορωγματώσεων

Σε όλες τις περιπτώσεις μελέτης παρατηρήθηκε η ανάπτυξη μικρορωγματώσεων με τεθλασμένη πορεία διάδοσης και βηματοειδή μορφή (Stepwise Cracking), οι οποίες οφείλονται αποκλειστικά στην καθοδική φόρτιση εντός του ηλεκτρολυτικού περιβάλλοντος το οποίο είναι εμπλουτισμένο σε υδρογονοκατιόντα [136 – 140]. Ειδικότερα, στην περιοχή του μετάλλου βάσης το φαινόμενο εκδηλώθηκε σε τοπική κλίμακα, σε αντίθεση με την περιοχή της ζώνης τήξης, όπου τα δίκτυα των μικρορωγματώσεων φάνηκε να συνενώνονται υπό τη μορφή διευρυμένων καναλιών. Τέλος, οι μικρορωγματώσεις αυτές παρατηρήθηκε να φέρουν ως σημεία εκκίνησης στοιχειομετρικές βαθμίδες υδριδίων (Εικ.60 – 62).



Εικόνα 60: Μικρορωγματώσεις στην περιοχή του μετάλλου βάσης



Εικόνα 61: Μικρορωγματώσεις στην περιοχή της ζώνης τήξης



Εικόνα 62: Σημείο έναρξης μικρορωγμάτωσης

## 12. Μορφολογική παρατήρηση φλυκταινών υδρογόνου

Για επιβαλλόμενη πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> και στις δύο περιοχές μελέτης (μέταλλο βάσης, ζώνη τήξης), παρατηρήθηκε η ανάπτυξη φλυκταινών υδρογόνου (blisters) με επιμήκη μορφολογία, αυξημένο μέσο μέγεθος ανάπτυξης και ετερογενή διασπορά. Πιο αναλυτικά, στην περιοχή της ζώνης τήξης διαπιστώθηκε η ύπαρξη αραιών δικτύων μικρορωγματώσεων στην επιφάνεια των φλυκταινών υδρογόνου (Εικ.65) και η πυρηνοποίηση φλυκταινών υδρογόνου μικρότερου μέσου μεγέθους επί της επιφάνειας προϋπαρχουσών φλυκταινών (Blistering on blistering effect) (Εικ.64). Τέλος η ανάπτυξη των φλυκταινών υδρογόνου φάνηκε να εκδηλώνεται σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές, όπως αποτελούν τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων (Triple junction) (Εικ.66).



Εικόνα 63: Φλύκταινες υδρογόνου στην περιοχή του μετάλλου βάσης



Εικόνα 64: Φλύκταινες υδρογόνου στην περιοχή της ζώνης τήξης



Εικόνα 65: Ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στην επιφάνεια των φλυκταινών υδρογόνου



Εικόνα 66: Φλύκταινες υδρογόνου σε τριπλό σημείο συνάντησης των ορίων των κόκκων

## 13. Ταυτοποίηση υδριδίων μέσω Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ

Τόσο στην περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και στην περιοχή της ζώνης τήξης, ταυτοποιήθηκε η ανάπτυξη υδριδίων στοιχειομετρίας FeH₃, έπειτα από την ηλεκτροχημική διέγερση αυτών σε πεδίο καθοδικής φόρτισης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm². Η ένταση κρυστάλλωσης των υδριδίων αυτών παρατηρήθηκε να έχει υψηλότερες τιμές στην περιοχή της ζώνης τήξης, ως αποτέλεσμα της περιορισμένης διάχυσης των υδρογονοκατιόντων εντός του μικροδομικού ιστού της. Τέλος, με την χρήση της μεθόδου Rietveld διαπιστώθηκε μικρή μετατόπιση των κύριων κορυφών περίθλασης της φερριτικής φάσης σε σύγκριση με τα μη πολωμένα δοκίμια, γεγονός το οποίο αποδίδεται στην ανάπτυξη θλιπτικού πεδίου παραμενουσών τάσεων εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος έπειτα από τη διεξαγωγή της ηλεκτροχημικής διέγερσης.



Εικόνα 67: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας στην περιοχή του μετάλλου βάσης



Εικόνα 68: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας στην περιοχή της ζώνης τήξης

14. Αποτελέσματα μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια που έφεραν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης, χωρίς προγενέστερη επιβολή καθοδικής φόρτισης.

Στο παρόν εδάφιο αναλύονται τα αποτελέσματα της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμια που έφεραν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης, χωρίς προγενέστερη επιβολή καθοδική φόρτισης. Πέραν της παράθεσης των διαγραμμάτων δύναμης – διεύρυνσης του άνω χείλους της εγκοπής (F – CMOD), συμπεριλαμβάνεται και ο προσδιορισμός της δύναμης F<sub>Q</sub> επί αυτών καθώς και ο αριθμητικός υπολογισμός των χαρακτηριστικών μηχανικών μεγεθών που σχετίζονται με τη δυσθραυστότητα (K<sub>Q</sub>, δ, J) βάσει του προτύπου BS 7448.



## 14.1 Μέταλλο Βάσης

Διάγραμμα 7: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 8: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 69: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD, σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=11.93 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.3007 mm
- F<sub>Q</sub>=12.75 kN και F<sub>MAX</sub>=15.35 kN
- 1. a=a<sub>0</sub> + a<sub>m</sub> = 11.93 mm
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 34.46 \text{ MPa} \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.694$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00239 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{\text{el}} = \delta_{\text{el}} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 6.3 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.002387 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 333.09 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 7.64 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 325.45 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 9: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 10: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 70: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=12.15mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.3828 mm
- F<sub>Q</sub>=12.73 kN και F<sub>MAX</sub>=15.11 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 12.15 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 32.07 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.579$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00206 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 5.4 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.002059 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 330.50 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 6.43 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 324.07 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 11: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (3<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 12: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο που έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση (3<sup>n</sup> επανάληψη)



Εικόνα 71: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=10.69 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.3711 mm
- ightarrow F<sub>Q</sub>=12.54 kN και F<sub>MAX</sub>=15.04 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 10.69 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 34.19 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.709$$

4.  $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00189 \text{ m}$ 

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1 - \nu^2)}{2R_{Po.2}E} \right] = 6.2 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001887 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 329.67 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 7.46 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 322.21 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 13: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση

Με βάση το συγκριτικό Διάγραμμα 13 παρατηρήθηκε υψηλός βαθμός επαναληψιμότητας μεταξύ των αποτελεσμάτων για τα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση. Το γεγονός αυτό σε συνδυασμό με την μεταλλογραφική μελέτη και την ανάλυση των θραυσιγενών επιφανειών, οδηγεί στο συμπέρασμα πως τα φαινόμενα μικροδιαφορισμού και η ποσοστιαία συνεισφορά των μη μεταλλικών εγκλεισμάτων λαμβάνουν χώρα επί του μικροδομικού ιστού του μετάλλου βάσης μόνο σε περιορισμένη κλίμακα, χωρίς τελικά να επηρεάζουν τις μακροσκοπικές ιδιότητες του συστήματος.

## 14.2 Ζώνη Τήξης



Διάγραμμα 14: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 15: Προσδιορισμός δύναμης  $F_Q$  μέσω του διαγράμματος F - CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 72: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=11.94 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.1346 mm
- F<sub>Q</sub>=12.96 kN και F<sub>MAX</sub>= 15.6 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 11.94 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 33.05 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.605$$

4.  $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00102 \text{ m}$ 

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{Po.2}E} \right] = 5.9 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001011 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 156.90 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 7.08 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 149.81 \, \text{kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 16: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 17: Προσδιορισμός δύναμης  $F_Q$  μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 73: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=10.45 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.1116 mm
- F<sub>Q</sub>=12.10 kN και F<sub>MAX</sub>=14.79 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 10.45 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 30.69 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.626$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00101 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{\text{el}} = \delta_{\text{el}} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 5.5 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001005\text{m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 162.92 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 6.59 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 156.33 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 18: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (3<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 19: Προσδιορισμός δύναμης  $F_Q$  μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση (3<sup>η</sup> επανάληψη)


Εικόνα 74: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και δεν είχε υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=10.01 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.1444 mm
- F<sub>Q</sub>=12.37 kN και F<sub>MAX</sub>=14.75 kN
- 1. a=a<sub>0</sub> + a<sub>m</sub> = 10.01 mm
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 30.03 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.547$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00105 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{s}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 5.4 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001042 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 162.77 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 6.50 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 156.27 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 20: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση

Σύμφωνα με το συγκριτικό Διάγραμμα 20, η επαναληψιμότητα των αποτελεσμάτων μεταξύ των δοκιμίων που έφεραν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση, κρίνεται ως αρκετά ικανοποιητική. Οι όποιες διαφορές αποδίδονται στο γεγονός ότι η ρωγμή κατά την διάδοσή της συναντά τόσο περιοχές πρωτογενούς όσο και δευτερογενούς μικροδομής. Η συχνότητα εναλλαγής των περιοχών αυτών καθώς και η γωνία επαφής της ρωγμής με τις δενδριτικές δομές, καθορίζουν τις τιμές των κυριότερων μεγεθών που αφορούν στη δυσθραυστότητα.

## 14.3 Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων



Διάγραμμα 21: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD τόσο στα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, όσο και σε αυτά που είχαν προδιαμορφωθεί στην περιοχή της ζώνης τήξης, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση

Σύμφωνα με το συγκριτικό Διάγραμμα 21, για τα δοκίμια που δεν έχουν υποβληθεί προγενέστερα σε καθοδική φόρτιση, συμπεραίνεται η αισθητά χαμηλότερη δυσθραυστότητα αυτών που φέρουν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης έναντι αυτών που έχουν προδιαμορφωθεί στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Η αιτιολόγηση της παρατήρησης αυτής ανάγεται σε κλίμακα μικροδομής, καθώς το υψηλό ποσοστό συμμετοχής των δενδριτικών περιοχών εντός της ζώνης τήξης οδηγεί σε φαινόμενα αγκίστρωσης των διαταραχών στις απολήξεις αυτών. Η παρεμπόδιση της μετακίνησης των διαταραχών συνεπάγεται την τοπική αύξηση της πυκνότητάς τους και τη συστηματική πτώση της δυσθραυστότητας του συνολικού συστήματος [141 – 145].

- 15. Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων χάλυβα Χ65
- 15.1 Μέταλλο Βάσης





Εικόνα 75: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Στερεοσκοπίου στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση





Εικόνα 76: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση







Εικόνα 77: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Στερεοσκοπίου στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση





Εικόνα 78: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την διεξαγωγή της μηχανικής δοκιμής CTOD, χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση

Όπως παρατηρείται από τις Εικόνες 76 α, β και 78 α η περιοχή που έχει καταπονηθεί σε πεδίο κόπωσης και για τις δύο κατηγορίες δοκιμίων, χαρακτηρίζεται από την παρουσία επίπεδων και στλιπνών μετώπων τα οποία ονομάζονται σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία "beachmarks". Η ανάπτυξη αυτών αποδίδεται σε φαινόμενα επαναλαμβανόμενης διάτμησης του κρυσταλλογραφικού πλέγματος [146 – 149]. Ειδικότερα, τα εν λόγω μέτωπα στην περιοχή της ζώνης τήξης, χαρακτηρίζονται από περιορισμένο μέσο πλάτος και εντονότερα άκρα, γεγονός το οποίο συνδέεται με την ψαθυρή φύση της περιοχής αυτής.

Όσον αφορά στην περιοχή που ορίζεται ως Stretch Zone και αποτελεί το πεδίο μετάβασης από την κόπωση στην κάμψη, καθίσταται δυσκολότερος ο προσδιορισμός αυτής για την περιοχή της ζώνης τήξης έναντι του μετάλλου βάσης (Εικ.75 β, 77 β). Αυτό οφείλεται στην μειωμένη έκταση που έχει η ζώνη αυτή για την δεδομένη περιοχή, ενώ ακόμη διαπιστώνεται και η ανάπτυξη μικρορωγματώσεων επί αυτής, καθώς και η μη ευθύγραμμη πορεία ανάπτυξής της.

Τέλος, στην περιοχή που υποβλήθηκε σε καμπτική φόρτιση παρατηρήθηκε και για τα δύο είδη δοκιμίων η ανάπτυξη κρατήρων. Η διαφοροποίηση έγκειται στο γεγονός ότι οι κρατήρες στην περιοχή του μετάλλου βάσης χαρακτηρίζονται από ικανοποιητική συμμετρία και σφαιρικότητα, ομοιογενή κατανομή και ομοιομορφία του μέσου μεγέθους ανάπτυξής τους. Αντιθέτως, στην περιοχή της ζώνης τήξης οι κρατήρες χαρακτηρίζονται από έλλειψη σφαιρικότητας στα άκρα καθώς και από ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος και την κατανομή τους. Τα παραπάνω στοιχεία αποδίδονται, όπως έχει ήδη αναφερθεί, στη συμμετοχή μετασταθών φάσεων και μικρογραφικών συστατικών με γωνιώδη μορφολογία και υψηλή πυκνότητα διαταραχών εντός της πρωτογενούς μικροδομής της ζώνης τήξης, γεγονός το οποίο εντείνει την ψαθυρή φύση της δεδομένης περιοχής. 16. Αποτελέσματα μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια που έφεραν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης ή της ζώνης τήξης χάλυβα X65 έχοντας υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Στην συνέχεια, ακολουθεί η παράθεση των αποτελεσμάτων της μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή είτε στο μέταλλο βάσης, είτε στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την καθοδική φόρτιση αυτών σε πεδίο ηλεκτροχημικής διέγερσης (30 mA/cm<sup>2</sup>, 48 h). Ο υπολογισμός των κυριότερων χαρακτηριστικών μεγεθών της δυσθραυστότητας (K<sub>Q</sub>, J, δ) πραγματοποιήθηκε βάσει του προτύπου BS 7448. Όπως θα αναλυθεί και στη συνέχεια, παρατηρείται σημαντική πτώση των μηχανικών ιδιοτήτων και για τις δύο περιοχές μελέτης των δοκιμίων, με τη μεγαλύτερη υποβάθμιση αυτών να εκδηλώνεται στην περιοχή της ζώνης τήξης.

## 16.1 Μέταλλο Βάσης



Διάγραμμα 22: Διάγραμμα F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 23: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 79: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στο μέταλλο βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

- > Μέτρηση  $a=a_0+a_m$  όπου  $a_0$ : fatigue pre crack,  $a_m$ : notch. Μέτρηση a=8.849 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.2518 mm
- F<sub>Q</sub>=10.91 kN και F<sub>MAX</sub>=13.58 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 8.849 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 22.08 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.331$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-v^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00182 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{\text{el}} = \delta_{\text{el}} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 3.1 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001814 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 260.70 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 3.68 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 257.02 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 24: Διάγραμμα F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 25: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 80: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στο μέταλλο βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=10.749 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.3457 mm
- F<sub>Q</sub>=11.03 kN και F<sub>MAX</sub>=13.78 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 10.749 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 22.08 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.255$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00174 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 2.8 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001739 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 258.09 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 3.38 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{\rm pl} = \left[\frac{2U_{\rm P}}{B_{\rm N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 259.71 \, \text{kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 26: Διάγραμμα F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί από καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (3<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 27: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (3<sup>n</sup> επανάληψη)



Εικόνα 81: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στο μέταλλο βάσης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>.

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a=8.560 mm
- Έκταση Stretch Zone = 0.3286 mm
- F<sub>Q</sub>=11.24 kN και F<sub>MAX</sub>=13.91 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 8.560 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 22.72 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.267$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00175 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{\text{el}} = \delta_{\text{el}} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 2.9 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.001747 \text{ m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 257.22 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 3.51 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 253.71 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 28: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων F – CMOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή του μετάλλου βάσης και είχαν υποστεί καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> για 48 ώρες

Όπως παρατηρείται από το Διάγραμμα 28 η επαναληψιμότητα στα αποτελέσματα έπειτα από τη διεκπεραίωση της μηχανικής δοκιμής CTOD κρίνεται πολύ ικανοποιητική. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην μικροδομική ομοιογένεια η οποία χαρακτηρίζει την περιοχή του μετάλλου βάσης, οδηγώντας σε ομοιόμορφη ηλεκτροδιάχυση των υδρογονοκατιόντων εντός μικροδομικού ιστού. Όσον αφορά στα κύρια μηχανικά μεγέθη που χαρακτηρίζουν τη δυσθραυστότητα, παρουσιάζεται σημαντική πτώση των απολύτων τιμών αυτών σε σύγκριση με τις αντίστοιχες τιμές των δοκιμίων που υπέστησαν μηχανική καταπόνηση CTOD χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση σε ηλεκτροχημικό περιβάλλον υδρογόνου. Ειδικότερα, η τιμή του παράγοντα έντασης τάσης κατά την έναρξη της πλαστικοποίησης (K<sub>Q</sub>) μειώθηκε κατά 33.6%, της παραμέτρου J κατά 21.9% και τέλος της παραμέτρου CTOD – δ κατά 13.5%.

## 16.2 Ζώνης Τήξης



Διάγραμμα 29: Διάγραμμα F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (1<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 30: Προσδιορισμός δύναμης  $F_{Q}$  μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (1<sup>n</sup> επανάληψη)



Εικόνα 82: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στη ζώνη τήξης και είχε υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a = 7.63 mm
- Έκταση Stretch zone = 0.121 mm
- F<sub>Q</sub>= 12.22 kN και F<sub>MAX</sub>=14.56 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 7.63 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 18.47 \text{ MPa} \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1047$$

4. 
$$\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.000683 \text{ m}$$

5. 
$$\text{CTOD}_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 2.1 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_P}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.000681\text{m}$$

7. 
$$J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-v^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_N(W-a_0)}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 58.49 \text{ kJ/m}^2$$

8. 
$$J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 2.55 \text{ kJ/m}^2$$

9. 
$$J_{pl} = \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 - \left(\frac{\Delta \alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 55.94 \text{ kJ/m}^2$$



Διάγραμμα 31: Διάγραμμα F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποβληθεί εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 32: Προσδιορισμός δύναμης F<sub>Q</sub> μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (2<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 83: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στη ζώνη τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

- Μέτρηση a=a<sub>0</sub>+a<sub>m</sub> όπου a<sub>0</sub>: fatigue pre crack, a<sub>m</sub>: notch. Μέτρηση a = 9.039 mm
- Έκταση Stretch zone = 0.094 mm
- F<sub>Q</sub>= 11.54 kN και F<sub>MAX</sub>=13.27 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 9.039 \text{ mm}$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 18.31 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - (\frac{a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2})]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.025$$

- 4.  $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00072 \text{ m}$
- 5.  $CTOD_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{s}{W} \right) \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{Po.2}E} \right] = 1.8 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.000716\text{m}$$

- 7.  $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 58.34 \text{ kJ/m}^2$
- 8.  $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 2.18 \text{ kJ/m}^2$
- 9.  $J_{\text{pl}} = \left[\frac{2U_{\text{P}}}{B_{\text{N}(\text{W}-a_0)}}\right] \left[1 \left(\frac{\Delta \alpha}{2(\text{W}-a_0)}\right)\right] = 56.16 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 33: Διάγραμμα F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (3<sup>η</sup> επανάληψη)



Διάγραμμα 34: Προσδιορισμός δύναμης  $F_Q$  μέσω του διαγράμματος F – CMOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχε υποστεί καθοδική φόρτιση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> (3<sup>η</sup> επανάληψη)



Εικόνα 84: Προσδιορισμός του συνολικού μήκους της εγκοπής και της ρωγμής (a), έπειτα από την επιβολή της μηχανική δοκιμής CTOD σε δοκίμιο το οποίο έφερε εγκοπή στη ζώνη τήξης και είχε υποβληθεί σε καθοδική φόρτιση εντός πεδίου πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

- > Μέτρηση  $a=a_0+a_m$  όπου  $a_0$ : fatigue pre crack,  $a_m$ : notch. Μέτρηση a=8.968 mm
- Έκταση Stretch zone = 0.094 mm
- F<sub>Q</sub>= 12.39 kN και F<sub>MAX</sub>=14.94 kN
- 1.  $a=a_0 + a_m = 8.968mm$
- 2.  $K_Q = \left[ \left( \frac{S}{W} \right) \frac{F_Q}{(BB_N W)^{0.5}} \right] \left[ g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right] = 18.96 \text{ MPa } \sqrt{m}$

3. 
$$g_1\left(\frac{a_0}{W}\right) = \frac{3(\frac{\alpha_0}{W})^{0.5}[1.99 - \left(\frac{a_0}{W}\right)\left(1 - \frac{a_0}{W}\right)\left(2.15 - \frac{3.939}{W} + \frac{2.7a_0^2}{W^2}\right)]}{2(1 + \frac{2a_0}{W})(1 - \frac{a_0}{W})^{1.5}} = 1.033$$

- 4.  $\delta = \left(\frac{K^2(1-\nu^2)}{2\sigma_{ys}E}\right) + \frac{r_p(w-a_0)V_{pl}}{[r_p(w-a_0)+a_0+z]} = 0.00072 \text{ m}$
- 5.  $CTOD_{el} = \delta_{el} = \left[ \left( \frac{s}{W} \right) \frac{F}{(BB_NW)^{0.5}} g_1 \left( \frac{a_0}{W} \right) \right]^2 \left[ \frac{(1-\nu^2)}{2R_{P0.2}E} \right] = 2.1 \text{ x } 10^{-6} \text{ m}$

6. 
$$\text{CTOD}_{\text{pl}} = \delta_{\text{pl}} = \frac{0.4(W-a_0)V_{\text{P}}}{0.6a_0+0.4W+z} = 0.000716\text{m}$$

- 7.  $J = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] + \left[\frac{2U_P}{B_{N(W-a_0)}}\right] \left[1 \left(\frac{\Delta\alpha}{2(W-a_0)}\right)\right] = 59.22 \text{ kJ/m}^2$
- 8.  $J_{el} = \left[\frac{S}{W} \frac{F}{(BB_N W)^{0.5}} g_1\left(\frac{a0}{W}\right)\right]^2 \left[\frac{1-\nu^2}{E}\right] = 2.51 \text{ kJ/m}^2$
- 9.  $J_{\text{pl}} = \left[\frac{2U_{\text{P}}}{B_{\text{N}(\text{W}-a_0)}}\right] \left[1 \left(\frac{\Delta \alpha}{2(\text{W}-a_0)}\right)\right] = 56.71 \text{ kJ/m}^2$



Διάγραμμα 35: Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD σε τρία πανομοιότυπα δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική πόλωση σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> για 48 ώρες

Στην περιοχή της ζώνης τήξης, σε αντίθεση με την περιοχή του μετάλλου βάσης, οι καμπύλες που λήφθησαν έπειτα από τη μηχανική δοκιμή CTOD δεν παρουσιάζουν απόλυτη "ταύτιση". Πιθανή αιτιολόγηση του παραπάνω φαινομένου αποτελεί η διαφορετική ποσοστιαία συμμετοχή μεταξύ πρωτογενούς και δευτερογενούς δομής εντός της περιοχής της ζώνης τήξης στα διάφορα τμήματα της συγκόλλησης, καθώς και η συχνότητα εναλλαγής μεταξύ αυτών κατά την πορεία διάδοσης της ρωγμής. Έπειτα από τον υπολογισμό των κυριότερων μηχανικών μεγεθών για την δυσθραυστότητα γίνεται σαφές ότι η περιοχή της ζώνης τήξης χαρακτηρίζεται από εντονότερη υποβάθμιση αυτών έναντι των αντίστοιχων τιμών για την περιοχή της καθοδικής φόρτισης. Αναλυτικότερα η τιμή της παραμέτρου Κ<sub>Q</sub> υφίσταται μείωση κατά 40.6%, της παραμέτρου J κατά 63.5% και τέλος της παραμέτρου CTOD – δ κατά 31.5%.

16.3 Συγκριτική απόδοση διαγραμμάτων



Διάγραμμα 36: Συγκριτική παράθεση διαγραμμάτων F – CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD για δοκίμια τα οποία έφεραν εγκοπή τόσο στη περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και στην περιοχή της ζώνης τήξης και είχαν υποστεί καθοδική φόρτιση 48 ωρών σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Όπως γίνεται σαφές από το συγκριτικό Διάγραμμα 36, καθώς και από τις τιμές των κυριότερων μηχανικών μεγεθών για την δυσθραυστότητα, η περιοχή της ζώνης τήξης παρουσιάζει εντονότερη επιδεκτικότητα ως προς την εκδήλωση φαινομένων ψαθυροποίησης λόγω διάχυσης υδρογόνου, έναντι της περιοχής του μετάλλου βάσης. Το γεγονός αυτό εκφράζεται κυρίως από τον ρυθμό μεταβολής της πτώσης της παραμέτρου J για την περιοχή της ζώνης τήξης έπειτα από την εφαρμογή καθοδικής φόρτισης στα 30 mA/cm<sup>2</sup>, συγκριτικά με τον αντίστοιχο για την περιοχή του μετάλλου βάσης. Τα παραπάνω αποδίδονται στη γωνιώδη μορφολογία, τη θερμοδυναμική μεταστάθεια και την υψηλή πυκνότητα των διαταραχών που χαρακτηρίζουν τα μικροδομικά συστατικά της ζώνης τήξης έναντι αυτών του μετάλλου βάσης. Ειδικότερα, η έλλειψη συνεκτικότητας μεταξύ των δενδριτικών δομών του αλλοτριόμορφου φερρίτη και του φερρίτη Widmanstätten, οδηγεί στην ανάπτυξη ισχυρών παγίδων συσσώρευσης των υδρογονοκατιόντων, με αποτέλεσμα τον τοπικό του υπερκορεσμό του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε αυτά. Συνεπώς, περιορίζεται η δυνατότητα μετανάστευσης των υδρογονοκατιόντων (Migration effect) η οποία επιφέρει την τοπική υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (Κις) και την εκδήλωση της θραύσης για χαμηλότερες τιμές πλαστικής παραμόρφωσης από τις αναμενόμενες [150].

17. Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών δοκιμίων χάλυβα X65 έπειτα από την καθοδική τους φόρτιση σε πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>
17.1 Μέταλλο Βάσης





Εικόνα 85: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Στερεοσκοπίου στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από καθοδική τους φόρτιση στα 30 mA/cm² και διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD




Εικόνα 86: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης στην περιοχή του μετάλλου βάσης, έπειτα από καθοδική φόρτιση στα 30 mA/cm<sup>2</sup> και διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD.

Μέσω της μελέτης των θραυσιγενών επιφανειών του μετάλλου βάσης για δοκίμια τα οποία είχαν υποστεί προγενέστερη καθοδική φόρτιση, παρατηρήθηκε στην περιοχή που είχε υποβληθεί σε κοπωτική καταπόνηση η ανάπτυξη μετώπων αποσχιστικής διάτμησης (quasi – cleavage facets) μικρότερου μέσου πλάτους και με εντονότερη επιπεδότητα σε σύγκριση με τα αντίστοιχα των μη καθοδικά πολωμένων δοκιμίων (Εικ.85γ, 86α).

Όσον αφορά στην περιοχή η οποία χαρακτηρίζεται ως stretch zone, διαπιστώθηκε η επαρκής ευκρίνειά της παρά την μείωση του μέσου πλάτους ανάπτυξής της. Τέλος, η πορεία ανάπτυξής της εξακολουθεί να είναι ευθύγραμμη, ενώ παρατηρείται ταυτόχρονα υψηλή πυκνότητα μικρορωγματώσεων στην επιφάνειά της. (Εικ.85β, γ)

Επιπλέον, για την περιοχή που αστόχησε λόγω καμπτικής φόρτισης, διαπιστώθηκε υψηλό ποσοστό συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου κοίτης ποταμού (river pattern) και μικροδιακενώσεων με μορφολογία τύπου μάτι ψαριού (fish eye) (Εικ.86 γ, δ).

Επιπρόσθετα, παρατηρήθηκε η ύπαρξη επιπεδοποιημένων περιοχών που προσομοιάζουν σε δάκρυ (tear drop surfaces) και αποτελούν ένδειξη ψαθυροποίησης (Εικ.86 δ). Ταυτόχρονα, το ποσοστό συμμετοχής των κρατήρων σε σύγκριση με το αντίστοιχο δοκίμιο χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση κρίθηκε περιορισμένο, ενώ διαπιστώθηκε ανομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και τη μορφολογία αυτών (Εικ.86 β, δ) [151 – 156].

Τέλος αναφέρεται ότι τα δοκίμια όπως παρελήφθησαν μετά την θραύση, παρουσίαζαν αυξημένη πυκνότητα επιφανειακών μικρορωγματώσεων (secondary surface cracks), οι οποίες αποδίδονται στον υπερκορεσμό των επιφανειακών στιβάδων σε υδρογονοκατιόντα [157].

## 17.2 Ζώνη Τήξης





Εικόνα 87: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Στερεοσκοπίου στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από καθοδική φόρτιση στα 30 mA/cm<sup>2</sup> και διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD





Εικόνα 88: Μελέτη θραυσιγενών επιφανειών με χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης στην περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από καθοδική φόρτιση στα 30 mA/cm<sup>2</sup> και διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD.

Με βάση τις θραυσιγενείς επιφάνειες της ζώνης τήξης για δοκίμια που έχουν υποστεί καθοδική φόρτιση, η περιοχή της κόπωσης χαρακτηρίζεται από έντονη επιπεδότητα και στιλπνότητα, στοιχεία που αποτελούν ενδείξεις ψαθυρότητας (Εικ.88 a). Ειδικότερα με την χρήση Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης παρατηρείται υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή σχηματισμών που έχουν προέλθει από αποσχιστική διάτμηση (quasi – cleavage facets),

σχηματισμών που προσομοιάζουν μορφολογικά σε δάκρυ (tear topography surfaces), καθώς και σχηματισμών που προσομοιάζουν με διαδοχικές πριονωτές οδοντώσεις (saw teeth shaped zone) (Εικ.88 α).

Με την επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης στη ζώνη τήξης, διαπιστώθηκε η τεθλασμένη πορεία διάδοσης και το ιδιαίτερα περιορισμένο μέσο πλάτος ανάπτυξης της stretch zone, ταυτόχρονα με την ιδιαίτερα αυξημένη πυκνότητα των μικρορωγματώσεων στην επιφάνειά της. Επιπρόσθετα, πλευρικά της stretch zone παρατηρήθηκε η εκτεταμένη συσσώρευση μικροκρατήρων, γεγονός το οποίο δεν εξακριβώθηκε σε καμία άλλη συνθήκη και περιοχή μελέτης (Εικ.87α, β, γ).

Στην περιοχή όπου έλαβε χώρα η καμπτική φόρτιση, παρατηρήθηκε περιορισμένο ποσοστό συμμετοχής κρατήρων, οι οποίοι χαρακτηρίζονταν από αυξημένο μέσο μέγεθος και γωνιώδη μορφολογία (Εικ.88β, γ). Η ανομοιογένεια στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κρατήρων, οφείλεται σε φαινόμενα συνένωσης μικρότερων κρατήρων καθώς και διακενώσεων (dimple and microvoid coalescence) [131, 141, 158 – 161]. Τέλος, στη συγκεκριμένη περιοχή διαπιστώθηκε το έντονο τοπογραφικό ανάγλυφο των ψαθυροποιητικών σχηματισμών με μορφολογία κοίτης ποταμού (river pattern) (Εικ.88 δ) [129, 162 – 164].

18. Συγκεντρωτικός πίνακας χαρακτηριστικών μεγεθών της δυσθραυστότητας για δοκίμια χάλυβα X65 που φέρουν εγκοπή είτε στην περιοχή του μετάλλου βάσης είτε της ζώνης τήξης, τόσο για περιβάλλον αέρα όσο και για ηλεκτροχημικό περιβάλλον υδρογόνου με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Πίνακας 3: Συγκεντρωτικός πίνακας χαρακτηριστικών μεγεθών της δυσθραυστότητας για δοκίμια χάλυβα X65 πριν και έπειτα από την καθοδική τους φόρτιση σε πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>

Μέγεθος		K <sub>Q</sub> (MPa m <sup>1/2</sup> )		J (kJ/m²)		δ (m)	
Περιοχή ανάλυσης		Base Metal					
Συνθήκες	# Δοκιμίου	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O	Τιμή	М.О
Αέρας	BM1_1	34.46	33.57 ±1.31	333.09	331.09 ±1.78	0.00239	0.00211 ±0.00024
	BM1_2	32.07		330.50		0.00206	
	BM1_5	34.19		329.67		0.00189	
30 mA/cm²	BM1_7	22.08	22.29 ±0.37	260.70	258.67 ±1.81	0.00182	0.00177 ±0.0054
	BM1_10	22.08		258.09		0.00174	
	BM1_11	22.72		257.22		0.00175	
Περιοχή ανάλυσης		Weld Metal					
Συνθήκες	# Δοκιμίου	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O	Τιμή	M.O
Αέρας	WM1_1	33.05	31.26 ±1.59	156.90	160.86 ±3.44	0.00102	0.00103 ±0.00020
	WM1_2	30.03		162.92		0.00101	
	WM1_8	30.69		162.77		0.00105	
30 mA/cm²	WM1_6	18.47	18.58 ±0.34	58.49	58.68 ±0.47	0.000683	0.00071 ±0.00020
	WM1_9	18.96		59.22		0.000720	
	WM1_11	18.31		58.34		0.000720	

## 19. Συμπεράσματα

- Η μικροδομή του χάλυβα X65 στην περιοχή του μετάλλου βάσης αποτελείται από λεπτοκρυσταλλική φερριτομπαινιτική δομή και υψηλό ποσοστό συμμετοχής νησίδων εκφυλισμένου περλίτη. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων προσδιορίστηκε με χρήση ειδικού προγράμματος ανάλυσης εικόνας Image J στα 10.5 μm (±1).
- 2. Η ζώνη τήξης διαχωρίζεται σε δύο διαφορετικές περιοχές μικροδομής. Η περιοχή της πρωτογενούς μικροδομής, η οποία χαρακτηρίζεται από δενδριτικούς κόκκους, και η οποία δημιουργείται εξαιτίας της τήξης και της επαναστερεοποίησης του μετάλλου της συγκόλλησης. Αντιθέτως, η περιοχή της δευτερογενούς μικροδομής η οποία είναι επηρεασμένη θερμικά από τα μεταγενέστερα πάσα της συγκόλλησης και παρουσιάζει τοπικά φαινόμενα ανακρυστάλλωσης. Οι κόκκοι στην συγκεκριμένη περιοχή έχουν ισοαξονική μορφή. Στην πρωτογενή δομή ταυτοποιείται η ύπαρξη βελονοειδούς φερρίτη, αλλοτριόμορφου φερρίτη, φερρίτη. Αντίστοιχα, η δευτερογενής μικροδομής ποτοίαχα, η συγκόλλησης και λεπτοκρυσταλλικού περλίτη. Αντίστοιχα, η δευτερογενής μικροδομή χαρακτηρίζεται από την ύπαρξη φερρίτη κοκκώδους μορφολογίας.
- 3. Μέσω της αναλυτικής τεχνικής της Περιθλασιμετρίας Ακτινών Χ ταυτοποιήθηκε τόσο για το μέταλλο βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης μόνο η φερριτική φάση. Η αδυναμία ταυτοποίησης των υπόλοιπων μικρογραφικών συστατικών αποδίδεται στο περιορισμένο ποσοστό συμμετοχής τους, στη λεπτοκρυσταλλικότητά τους και στην ετερογενή κατανομή τους.
- 4. Η χαμηλότερη ένταση των κύριων κορυφών Περίθλασης της περιοχής της ζώνης τήξης συγκριτικά με τις αντίστοιχες του μετάλλου βάσης σχετίζεται με τον περιορισμένο βαθμό κρυστάλλωσης της δεδομένης περιοχής. Το παραπάνω φαινόμενο οδηγεί σε υψηλό κλασματικό όγκο συμμετοχής ατελειών, οι οποίες λειτουργούν ως κέντρα παγίδευσης των υδρογονοκατιόντων.
- 5. Η κατανομή της μικροσκληρότητας πλησίον της άνω επιφάνειας της συγκόλλησης χαρακτηρίζεται από σχετικά χαμηλές τιμές (ZT: 220 ± 3HV, ΘΕΖ: 195 ± 2 HV), καθώς το ποσοστό συμμετοχής της δευτερογενούς ανακρυσταλλωμένης μικροδομής είναι αυξημένο σε σχέση με αυτό της πρωτογενούς. Αντιθέτως, στην περιοχή πλησίον της κάτω επιφάνειας της συγκόλλησης το ποσοστό συμμετοχής της πρωτογενούς μικροδομής της πρωτογενούς ανακρυσταλλωμένης μικροδομής είναι αυξημένο σε σχέση με αυτό της πρωτογενούς. Αντιθέτως, στην περιοχή πλησίον της κάτω επιφάνειας της συγκόλλησης το ποσοστό συμμετοχής της πρωτογενούς μικροδομής σε σχέση με την δευτερογενή καθίσταται αρκετά υψηλότερο, με άμεση συνέπεια την αύξηση των τιμών της μικροσκληρότητας κατά 11.4% στην ζώνη τήξης και κατά 4.9% στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ZT: 245 ± 2 HV, ΘΕΖ: 205 ± 2 HV).
- 6. Με την επιβολή ηλεκτροχημικής διέγερσης παρατηρήθηκε αύξηση της επιφανειακής μικροσκληρότητας για όλες τις περιοχές μελέτης (MB, ΘΕΖ, ΖΤ). Το υψηλότερο ποσοστό αύξησης της μικροσκληρότητας παρουσίασε η περιοχή της ζώνης τήξης και

το χαμηλότερο η περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Σε κάθε περίπτωση, η αύξηση αυτή αποδίδεται στην αλληλεπίδραση μεταξύ των ατμοσφαιρών Cottrell υδρογόνου και των διαταραχών, στην δημιουργία υδρογονωμένων πλεγματικών κενών και στην ανάπτυξη στερεού διαλύματος παρεμβολής.

- 7. Όσον αφορά στο βάθος διείσδυσης των υδρογονοκατιόντων, η μέγιστη τιμή αυτού αποδίδεται στην περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης και η ελάχιστη στην περιοχή της ζώνης τήξης. Αυτό σχετίζεται με το γεγονός ότι τα διευρυμένα όρια κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης λειτουργούν ως ενεργά κανάλια διάχυσης των υδρογονοκατιόντων. Αντιθέτως, στην περιοχή της ζώνης τήξης η θερμοδυναμική μεταστάθεια των φάσεων καθώς και η γωνιώδης μορφολογία τους παρεμποδίζουν την ροή των υδρογονοκατιόντων δικαιολογώντας έτσι την σημαντικά μικρότερη τιμή του βάθους διείσδυσης. Τέλος, το μέταλλο βάσης φαίνεται να λαμβάνει ενδιάμεσες τιμές.
- 8. Όπως και για το βάθος διείσδυσης των υδρογονοκατιόντων, η μέγιστη τιμή του συντελεστή διάχυσης υπολογίστηκε για την περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, ενώ η ελάχιστη για την περιοχή της ζώνης τήξης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στη διεύρυνση των ορίων των κόκκων εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης που λειτουργούν ως ενεργά κανάλια διάχυσης, καθώς και στην παρεμπόδιση που επιφέρουν στο φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης οι μετασταθείς θερμοδυναμικά δομές εντός της περιοχής της ζώνης.
- 9. Μετά την επιβολή της καθοδικής φόρτισης με πυκνότητα έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup>, παρατηρήθηκε η δημιουργία μικρορωγματώσεων για όλες τις περιοχές μελέτης του συγκολλημένου δοκιμίου. Η υψηλότερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης αυτών αποδόθηκε στην περιοχή της ζώνης τήξης. Η παραπάνω παρατήρηση συνδέεται με τη δενδριτική μορφολογία και την υψηλή πυκνότητα των δομικών ατελειών στα μικρογραφικά συστατικά της περιοχής αυτής, παράμετροι οι οποίες λειτουργούν παρεμποδιστικά ως προς το φαινόμενο της ηλεκτροδιάχυσης.
- 10. Τόσο για το μέταλλο βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, παρατηρήθηκε μέσω Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης η τεθλασμένη πορεία διάδοσης των μικρορωγματώσεων με βηματοειδή μορφή (stepwise cracking). Η ανάπτυξη των μικρορωγματώσεων αυτών φάνηκε να ξεκινά γύρω από μη μεταλλικά εγκλείσματα και υδρίδια. Στις περιοχές αυτές, λόγω υπερκορεσμού του κρυσταλλογραφικού πλέγματος σε υδρογόνο, πραγματοποιείται η υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης Κ<sub>IC</sub>, με αποτέλεσμα την εκδήλωση του φαινομένου της μικρορωγμάτωσης.
- 11. Μέσω της Περιθλασιμετρίας Ακτίνων Χ ταυτοποιήθηκε τόσο για το μέταλλο βάσης όσο και για την περιοχή της ζώνης τήξης, έπειτα από την καθοδική φόρτιση αυτών, η ύπαρξη υδριδίων με στοιχειομετρία FeH<sub>3</sub>. Επιπρόσθετα, η μετατόπιση των κύριων κορυφών Περίθλασης σε σύγκριση με αυτές των αρχικών δοκιμίων σε χαμηλότερες γωνίες Περίθλασης σχετίζεται με την ανάπτυξη θλιπτικών παραμενουσών τάσεων

εντός του κρυσταλλογραφικού πλέγματος κατά τη διάρκεια της ηλεκτροχημικής διέγερσης.

- 12. Έπειτα από την καθοδική φόρτιση των δοκιμίων σε πεδίο πυκνότητας έντασης ρεύματος 30 mA/cm<sup>2</sup> παρατηρήθηκε η ανάπτυξη φλυκταινών υδρογόνου (blisters), επιμήκους μορφολογίας, τόσο στην περιοχή του μετάλλου βάσης όσο και στη ζώνη τήξης. Η υψηλότερη πυκνότητα επιφανειακής κάλυψης αυτών αποδόθηκε στην περιοχή της ζώνης τήξης, όπου επιπρόσθετα παρατηρήθηκε ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στην επιφάνεια των φλυκταινών. Σημείο έναρξης της πυρηνοποίησης των εν λόγω σχηματισμών αποτέλεσαν κυρίως ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές, όπως τα τριπλά σημεία συνάντησης των ορίων των κόκκων (triple junction).
- 13. Με βάση τα αποτελέσματα των καμπυλών F CMOD έπειτα από τη διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD τόσο πριν όσο και έπειτα από την καθοδική πόλωση των δοκιμίων, γίνεται σαφές πως η τιμή της δυσθραυστότητας είναι σημαντικά χαμηλότερη στην περιοχή της ζώνης τήξης έναντι αυτής του μετάλλου βάσης. Αυτό εκφράζεται αναλυτικότερα από τα ποσοστά μείωσης των παραμέτρων K<sub>Q</sub>, J και δ για την περιοχή της ζώνης τήξης, μεταξύ μη πολωμένης και πολωμένης κατάστασης (30mA/cm<sup>2</sup>), κατά 40.6%, 63.5% και 31.5%. Ενώ αντίστοιχα για το μέταλλο βάσης, τα εν λόγω ποσοστά υπολογίστηκαν 33.6%, 21.9% και 13.5%. Τα παραπάνω στοιχεία οδηγούν στο τελικό συμπέρασμα πως η περιοχή της ζώνης τήξης είναι ιδιαίτερα επιρρεπής στην εκδήλωση ψαθυροποιητικών φαινομένων λόγω διάχυσης υδρογόνου.
- 14. Η περιοχή της κοπωτικής καταπόνησης για δοκίμια τα οποία υποβλήθηκαν σε μηχανική δοκιμή CTOD χωρίς προγενέστερη καθοδική φόρτιση σε περιβάλλον υδρογόνου, χαρακτηρίζεται από την ανάπτυξη μετώπων διάτμησης, τα οποία ονομάζονται "beachmarks". Ειδικότερα, στην περιοχή της ζώνης τήξης τα μέτωπα αυτά παρουσιάζουν εντονότερη επιπεδότητα, στιλπνότητα καθώς και μικρότερο μέσο πλάτος από τα αντίστοιχα του μετάλλου βάσης. Η "stretch zone" καθίσταται περισσότερο ευδιάκριτη, με μεγαλύτερη έκταση ανάπτυξης και ευθύγραμμη πορεία διάδοσης στην περιοχή του μετάλλου βάσης. Τέλος τόσο το μέταλλο βάσης όσο και η περιοχή της ζώνης τήξης χαρακτηρίζονται από την ύπαρξη κρατήρων στην ζώνη που υποβλήθηκε σε καμπτική φόρτιση. Σημαντική διαφορά αποτελεί το γεγονός πως οι εν λόγω κρατήρες έχουν σφαιρική μορφολογία και ομοιογενές μέσο μέγεθος στο μέταλλο βάσης, σε αντίθεση με την περιοχή της ζώνης τήξης, όπου χαρακτηρίζονται από γωνιώδεις απολήξεις και ανομοιομορφία στο μέσο μέγεθος ανάπτυξής τους.
- 15. Όσον αφορά στα δοκίμια που υποβλήθηκαν σε μηχανική καταπόνηση CTOD έπειτα από την ηλεκτροχημική τους διέγερση σε περιβάλλον υδρογόνου, παρατηρήθηκε και για τις δύο περιοχές μελέτης σημαντική αύξηση του ποσοστού συμμετοχής ψαθυροποιητικών σχηματισμών και περιορισμός των περιοχών όλκιμου τύπου θραύσης.

- 16. Με την επιβολή πυκνότητας έντασης ρεύματος καθοδικής πόλωσης 30 mA/cm<sup>2</sup>, διαπιστώθηκε τόσο για το μέταλλο βάσης όσο και για τη ζώνη τήξης η συσσώρευση μικροδιακενώσεων μορφολογίας τύπου "μάτι ψαριού" (fish eye), παράλληλα στον άξονα της έλασης.
- 17. Έπειτα από την διεξαγωγή μηχανικής δοκιμής CTOD, σε δοκίμια που είχαν υποστεί καθοδική πόλωση, παρατηρήθηκε στην περιοχή που καταπονήθηκε από κόπωση, η εντονότερη επιπεδότητα και στιλπνότητα των "beachmarks" και για τις δύο περιοχές μελέτης. Το μέσο πλάτος αυτών ήταν περιορισμένο ενώ ταυτόχρονα διαπιστώθηκε η ανάπτυξη ψαθυροποιητικών σχηματισμών τύπου "river pattern". Επιπροσθέτως, παρατηρήθηκε η συμμετοχή σχηματισμών που προκύπτουν λόγω αποσχιστικής διάτμησης (quasi cleavage facets), σχηματισμών που προσομοιάζουν σε δάκρυ (tear drop surfaces) καθώς και μορφολογιών αποτελούμενων από πριονωτές οδοντώσεις (saw teeth). Η "stretch zone" χαρακτηρίσθηκε και στις δύο περιπτώσεις από περιορισμένο πλάτος και ανάπτυξη μικρορωγματώσεων στην επιφάνειά της. Πιο αναλυτικά, στην περιοχή της ζώνης τήξης ήταν εξαιρετικά δυσδιάκριτη και έφερε τεθλασμένη πορεία διάδοσης και αυξημένη πυκνότητα μικρορωγματώσεων. Τέλος, στην περιοχής κρατήρων, με αυξημένο μέσο μέγεθος, μικρό βάθος έκτασης και επιμήκη μορφολογία (elongated dimples) και για τις δύο περιοχές μελέτης.

## Βιβλιογραφία

- [1] Γ. Δ. Χρυσουλάκης, Δ. Ι. Παντελής, Επιστήμη και τεχνολογία των μεταλλικών υλικών, Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα 2008.
- [2] S.W. Thompson, D.J. Colvin, G. Krauss, Continuous cooling transformations and microstructures in a low-carbon, high- strength low-alloy plate steel, Metallurgical Transactions A, Vol 21A, pp 1493–1507, 1990.
- [3] T. Udomphol, Solidification and phase transformation in welding, 2007.
- [4] Bhadeshia H, Honeycombe R, Steels: Microstructure and properties, 2006.
- [5] I.J. Hjeltereie, Characterization of Non-Metallic Inclusions in Ferritic Weld Metals for Arctic Applications, 2015.
- [6] Y. Chen, D. Zhang, Y. Liu, H. Li, D. Xu, Effect of dissolution and precipitation of Nb on the formation of acicular ferrite/bainite ferrite in low-carbon HSLA steels, Materials Characterization, vol. 84, pp 232 – 239, October 2013.
- [7] W.D. Callister, Material Science and Engineering, John Wiley & Sons, Inc: USA, 2002.
- [8] S. Allain, O. Bouaziz, Microstructure based modelling for the mechanical behavior of ferrite-pearlite steels suitable to capture isotropic and kinematic hardening, Materials Science and Engineering A vol.49, pp. 329–336, 2008.
- [9] A. Kostryzhev, Bauschinger, Effect in Nb and V microalloyed line pipe steels, Thesis for the degree of Doctor of Philosophy, School of Metallurgy and Materials, University of Birmingham, UK, 2009.
- [10] W.T. Reynolds, Jr., H.I. Aaronson, G. Spanos, A summary of the present diffusionist views on bainite, Materials Transactions, JIM, vol 32, pp. 737–746, 1991.
- [11] G. Krauss, Steels: Processing, Structure, and Performance, ASM International: USA, 2007.
- [12] Y.H. Seung, Y.S. Sang. Effects of cooling conditions on tensile and Charpy impact properties of API X80 linepipe steels, The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International, vol. 41A, pp. 329 -340, 2010.
- [13] M. Zhou, L. Du, Y. Zhao, X. Liu., Microstructure characteristics and mechanical properties of X80 pipeline steels, Journal of Wuhan University of Technology-Mater, vol. 27, pp. 252-255, 2012.
- [14] M. Prikryl, A. Kroupa, G.C Weatherly, S.V. Subramanian, Precipitation behavior in a medium carbon, Ti–V–N microalloyed steel, Metal Trans A Phys Metal Mater Science, vol. 27A, pp. 1149–1165, 1996.
- [15] A. Luft, Microstructural processes of plastic instabilities in strengthened metals, Progress in Materials Science, vol. 35, pp. 97-204, 1991.
- [16] J, L. Mihelich, Controlled rolled steels for offshore pipeline, Journal of Petroleum Technology, vol. 29, pp. 730-736, 1977.
- [17] S. Kyriakides, Mechanics of offshore pipelines, Vol 1: buckling and collapse, Elsevier, Oxford, 2007.
- [18] T. Gladman, The physical metallurgy of microalloyed steels, The Institute of Materials, Cambridge University Press, Cambridge, 1997.
- [19] K.J. Irvine, The development of high-strength steels, Journal of Iron and Steel Institute, vol. 200, pp. 820-836, 1962.
- [20] T. Kasugai, Effects of Alloying Elements on Transformation Behaviour in Synthetic Weld Heat – affected Zone of Steels (V), Journal of Japan Welding Society, vol. 44, pp. 687 – 692, 1975.

- [21] G. Tither, M. Lavite, Beneficial stress strain behavior of moly columbium steel line pipe, Journal of Metals, vol. 27, pp. 15-23, 1975.
- [22] M.H. Ha, M. Hung, The effect of chromium and molybdenum on the susceptibility to sulfide stress cracking of api X70 grade linepipe steels, NACE Corrosion, vol. 107, pp. 1-13, 2004.
- [23] F.S. Jaberi, A.H. Kokabi., Influence of nickel and manganese on microstructure and mechanical properties of shielded metal arc-welded API-X80 steel, Journal of Materials Engineering and Performance, vol. 21, pp 1 – 8, 2010.
- [24] W.O. Alexander, G.J. Davies, K.A. Reynolds, E.J. Bradbury, Essential metallurgy for engineers, Van Nostrand Reinhold (UK) Co. Ltd. ISBN: 0-442-30624-5, pp. 63-71, 1985.
- [25] X. Wu, H. Lee, M.K. Young, Effects of processing parameters on microstructure and properties of ultra high strength linepipe steel, Journal of Material Science and Technology, vol. 28, pp. 889–894, 2012.
- [26] J.R. Bowen, A. Gholinia, S.M. Roberts, Analysis of billet deformation behavior in equal-channel angular extrusion, Materials Science and Engineering A, Vol. 287, pp. 87-99, 2000.
- [27] H.K.D.H. Bhadeshia, R. Honeycombe, Steels: Microstructure and Properties, Third Edition, Elsevier: Oxford, 2006.
- [28] Ductile and Brittle Fracture, Failure Analysis and Prevention, 9th ed., Metals Handbook, American Society for Metals, vol. 11, pp. 82–101, 1986.
- [29] Fracture Mechanics Properties of Carbon and Alloy Steels, Fatigue and Fracture, ASM Handbook, ASM International, vol 19, pp 614–654, 1996.
- [30] R.J. Jesseman and G.J. Murphy, Some Effects of Specimen Design, Sample Location and Material Strength on Through- Thickness Tensile Properties, Thickness Tension Testing of Steel, STP 794, R.J. Gladowski, Ed., ASTM, vol. 6, pp 109.
- [31] A.D. Wilson, Comparing the Effect of Inclusions on Ductility, Toughness, and Fatigue Properties, Through Thickness Tension Testing of Steel, STP 794, ASTM, vol. 7, p 130 – 146, 1983.
- [32] R.W.K. Honeycombe, The Plastic Deformation of Metals, American Society for Metals, 1984.
- [33] G. Bodine, The Effect of Strain Rate upon the Morphology of High Purity 26 Per Cent Chromium 1 Per Cent Molybdenum Ferritic Stainless Steel Tubing, M.S. thesis, University of Tennessee, Knoxville, TN, 1974.
- [34] K.E. Puttick, Ductile fracture in metals, Philos. Mag., vol 4, pp. 964 969, 1959.
- [35] E.R. Parker, H.R. Davis, and A.E. Flanigan, Mechanical Properties of Metals, ASTM Proc., John Wiley, vol. 46, pp. 228, 1962.
- [36] McGraw-Hill, Metallurgical Failure Analysis, C. Brooks and A. Choudhury, pp. 140, 1993.
- [37] G.E. Dieter, Introduction to Ductility, Ductility, American Society for Metals, pp. 1, 1984.
- [38] F.A. McClintock and A.S. Argon, Mechanical Behavior of Materials, Addison-Wesley, pp. 522, 1966.
- [39] Y. D. Han, R. Z. Wang, H. Wang, L. Y. Xu, Hydrogen embrittlement sensitivity of X100 pipeline steel under different pre – strain, International Journal of Hydrogen Energy, vol. 44, pp 22380 – 22393, 13 August 2019.
- [40] V. Kerlins and A. Phillips, Modes of Fracture, Fractography, Vol 12, 9th ed., Metals Handbook, ASM International, pp. 12–71, 1987.

- [41] R.W. Hertzberg, Deformation and Fracture Mechanics of Engineering Materials, 4th ed., John Wiley, Section 13.7, 1996.
- [42] W.S. Lin, Scanning Electron Metallography of Plane Stress to Plane Strain Fracture Transition in Tool Steel, M.S. thesis, University of Tennessee, Knoxville, TN, 1974.
- [43] D. Wulpi, Understanding How Components Fail, ASM International, vol.11, pp. 15 – 46, 1999.
- [44] W.A. Spitzig et al., Fracture Toughness and Surface Topography, Electron Fractography, STP 436, ASTM, 1968.
- [45] F.R. Larson and F.L. Casrr, How Failures Occur–Topography of Fracture Surfaces, American Society for Metals, pp. 26, 1974.
- [46] H.C. Burghard and N.S. Stoloff, Cleavage Phenomena and Topographic Features, Electron Fractography, STP 436, ASTM, pp. 46, 1968.
- [47] Atlas of Fractographs, Fractography, 9th ed., Metals Hand- book, ASM International, vol, 12, pp. 224, 1987.
- [48] T.A. Anderson, Fracture Mechanics, 2nd ed., CRC Press, 1995.
- [49] G. Powell, S. Cheng, and C.E. Mobley Jr., A Fractographic Atlas of Casting Alloys, Battelle Press, 1992.
- [50] A.J. Kennedy, Processes of Creep and Fatigue in Metals, Oliver & Boyd, Edinburgh, 1962.
- [51] D.R. Johnson, Toughness of Tempered Bainitic Microstructures in a 4150 Steel, M.S. thesis, University of Tennessee, Knoxville, TN, 1990.
- [52] William D. Callister, Jr., Materials Science and Engineering An Introduction, Department of Metallurgical Engineering The University of Utah, John Wiley & Sons. Inc., 2007.
- [53] J. Barsom and S. Rolfe, Fracture and Fatigue Control in Structures, 2nd ed., Prentice Hall, 1987.
- [54] R. Roberts and C. Newton, Interpretive Report on Small Scale Test Correlations with K<sub>IC</sub> Data, Bulletin 265, Welding Research Council, pp 360 – 384, 1981.
- [55] Xiang (Frank) Chen Randy K. Nanstad, Mikhail A. Sokolov, Eric T. Manneschmidt, Determining Ductile Fracture Toughness in Metals, ASM International, pp 213 – 237, April 2013.
- [56] National Association of Corrosion Engineers NACE MR0175, Petroleum and natural gas industries - Materials for use in H2S - containing environments in oil and gas production, Parts 1, 2 and 3 (Identical to ISO 15156-1:2009, 15156-2:2009 and 15156-3:2009), 2009.
- [57] M.W. Braestrup, J.B. Andersen, Design and Installation of Marine Pipelines, Wiley-Blackwell, Oxford, 2005.
- [58] R.P. Gangloff, Hydrogen assisted cracking of high strength alloys, Comprehensive Structural Integrity, Elsevier Science, New York, vol. 6 pp. 31-101, 2003.
- [59] J. Capelle, J. Gilgert, G. Pluvinage, Hydrogen effect on fatigue and fracture of pipelines. Proceeding of the thirteenth International Colloquium Mechanical Fatigue of Metals ICMFM XIII, Ternopil, September 2006.
- [60] C.F. Dong, Z.Y. Liu, X.G. Li, Y.F. Cheng, Effects of hydrogen charging on the susceptibility of X100 pipeline steel to hydrogen-induced cracking. International Journal of Hydrogen Energy, vol. 34, pp. 9879-9884, 2009.
- [61] Y. Murakami, S. Matsuoka, Effect of hydrogen on fatigue crack growth of metals, Engineering Fracture Mechanics, vol. 77, pp. 1926-1940, 2010.

- [62] Wildash C, Cochrane RC, Gee R & Widgery DJ, Microstructural factors affecting hydrogen induced cold cracking in high strength steel weld metal, Proceedings of the "5th International Conference on Trends in Welding Research", Pine Mountain, Georgia, 1–5 June 1998. U.S.A, 1998.
- [63] Wildash C, Gee R, Cochrane RC & Widgery DJ, The influence of hydrogen and microstructure on the tensile properties of high strength steel weld metal, Proceedings of the "9th International Conference on Joining of Materials", Helsingör, Denmark. Institute for Joining of Materials, pp. 335–340, 1999.
- [64] Wildash C, Gee R & Cochrane RC, Designing a microstructure to resist HIC in HS steels, Welding & Metal Fabrication vol. 68, pp. 15–20, April 2000.
- [65] Yurioka N, Ohshita S, Nakamura H & Asano K, An analysis of microstructure, strain and stress on the hydrogen accumulation in the weld heat-affected zone, The International Institute of Welding, Japan, pp. 18, 1980.
- [66] Yurioka N, A review of numerical analyses on the hydrogen diffusion in welding of steel, The International Institute of Welding, Japan, pp. 15, July 1989.
- [67] Yurioka N, Predictive methods for prevention and control of hydrogen assisted cold cracking, The International Institute of Welding, Japan, pp. 16, 1999.
- [68] Karppi R, A stress field parameter for weld hydrogen cracking, VTT Publications 9. Technical Research Centre of Finland, Espoo, pp. 119, 1982.
- [69] Coe FR, Welding steels without hydrogen cracking, The Welding Institute, Cambridge, United Kingdom, pp. 68, 1973.
- [70] ISO/IIW 3690-1977 E, Determination of hydrogen in deposited weld metal arising from the use of covered electrodes for welding mild and low-alloy steels. International Organisation for Standardisation, pp. 4, 1977.
- [71] Graville BA, A survey review of weld metal hydrogen cracking, Welding in the World vol. 24, pp. 190–199, 1986.
- [72] Yurioka N, Test results of cold cracking in multi-pass weld metal, The International Institute of Welding, Japan, vol. 11, pp. 88 97, 1998.
- [73] Pargeter RJ, Effects of arc energy, plate thickness and preheat on C-Mn steel weld metal hydrogen cracking, The Welding Institute, UK, vol. 461, pp. 1652 – 1669, November 1992.
- [74] Matsuda F, Nakagaura H & Matsumoto T, Comparison of weld crack susceptibility of recent aluminum alloys, Transactions of the Japan Welding Research Institute (JWRI), vol. 10, pp. 81–87, 1981.
- [75] Kim HJ & Kang BY, Effect of Microstructural Variation on Weld Metal Cold Cracking of HSLA-100 Steel, ISIJ International vol. 43, pp. 706–713, 2003.
- [76] Mota JMF & Apps RL, Chevron Cracking A New Form of Hydrogen Cracking in Steel Weld Metals, Welding Journal vol. 61, pp. 222-s – 228-s, 7 July 1982.
- [77] Satoh K, Ueda Y & Kihara H, Recent trend of researches on restraint stresses and strains for weld cracking, Osaka University, vo. 39, pp. 133–155, 1973.
- [78] St John C & Gerberich WW, The effect of loading mode on hydrogen embrittlement, Metallurgical Transactions, vol. 4, pp. 589–601, 1973.
- [79] Matsui S, Reaction stresses and weld cracking in restrained butt joints, Doctoral Thesis, Osaka University, Japan, 1967.
- [80] H.J. Grabke, E. Riecke, Absorption and diffusion of hydrogen in steels, Materiali in tehnologije, vo. 34, pp. 331-341, 2000.
- [81] J. Woodtli, R. Kieselbach, Damage due to Hydrogen Embrittlement and Stress Corrosion Cracking, Engineering Failure Analysis, vo. 7, pp. 427-450, 2000.

- [82] D.V. Ragone, Thermodynamics of Materials (Vol. II), John Wiley and Sons, New York, 1995.
- [83] L.S. Darken, R.P. Smith, Behavior of hydrogen in steel during and after immersion in acid, CORROSION, vol. 5, pp. 1-16, 1949.
- [84] R.D. McCright, Effects of environmental species and metallurgical structure on the hydrogen entry into steel, in: R.W. Staehle (Ed.), Stress corrosion cracking and hydrogen embrittlement of iron base alloys, NACE, Houston, pp. 306-325, 1977.
- [85] A.J. Kumnick, H.H. Jonhson, Deep trapping state for hydrogen in deformed iron, Acta Metallurgica, vol. 28, pp. 33-39, 1980.
- [86] Lynch S, Mechanisms & kinetics of environmentally assisted cracking, Special Visiting Lecture. Helsinki University of Technology (HUT), Espoo, Aeronautic & Maritime Research Laboratory, Defence Science & Technology Organisation, Melbourne, Australia, 2002.
- [87] R.A. Oriani, Hydrogen embrittlement of steels. Annual Reviews in Materials Science, vol. 8, pp. 327-357, 1978.
- [88] R.A. Oriani, Environment Induced Cracking of Metals, NACE, Houston, 1990, TX, 439-448, 1990.
- [89] H. K. Birnbaum, A. W. Thompson, Hydrogen Effects on Materials Behavior, The Minerals Metals and Materials Society, New York, pp. 639-658, 1990.
- [90] I.M. Robertson and H. K. Birnbaum, An HVEM study of hydrogen effects on the deformation and fracture of nickel, Acta Metall., vol. 34, pp. 353-366, 1986.
- [91] H. K. Biernbaum, Mechanisms of hydrogen related fracture of metals, Office of Naval Research Contract, 1989.
- [92] I.M. Robertson, The effect of hydrogen on dislocation dynamics, Engr. Frac. Mech., vol. 68, pp. 671-692, 2001.
- [93] H.K. Birnbaum and P. Sofronis, Hydrogen-enhanced plasticity a mechanism for hydrogen related fracture, Mater. Sci. Engr., vol. 176, pp. 191-202, 1993.
- [94] S.P. Lynch, Progress towards understanding mechanisms of hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking, Proceedings of the NACE Corrosion 2007 Conference & Expo, Nashville, Tennessee, vol. 66, pp. 7493 – 7519, March 2007.
- [95] E Zeides, Ph.D. Thesis, University of Illinois, 1986.
- [96] M. Elboujdaini, Hydrogen-induced cracking and sulfide stress cracking, R. Winston Revie (Eds.), Uhlig's Corrosion Handbook, John Wiley & Sons Inc., Hoboken, vol. 19, pp. 183-194, 2011.
- [97] R. Gibala, A.J. Kumnick, in: R. Gibala, R.F. Hehemann (Eds.), Hydrogen Trapping in Iron and Steels, Hydrogen embrittlement and stress corrosion cracking, ASM, Metals Park, OH, vol. 34, pp. 61-78, 1984.
- [98] M.C. Tiegel, M.L. Martin, A.K. Lehmberg, M. Deutges, C. Borchers, R. Kirchheim, Crack and blister initiation and growth in purified iron due to hydrogen loading, Acta Mater, vol. 115, pp. 24-34, 2016.
- [99] P.F. Timmins, Failure control in process operations, ASM handbook, vol. 19, pp. 468-482, 1996.
- [100] 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., vol. 53, pp. 3166-3176, 2011.

- [101] S.P. Lynch Mechanisms of hydrogen assisted cracking—A review in "Hydrogen Effects in Materials", The Minerals, Metals & Materials Society, vol. 26, pp. 153-156, 2003.
- [102] 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, vol. 3, pp. 1715-1726, 1972.
- [103] H.K. Birnbaum, Mechanical properties of metal hydrides, Jnl. of Less Common Metals, vol. 104, pp. 31-41, 1984.
- [104] R.B. Benson, R.K. Dann, and L.W. Roberts, Trans. Metall. Soc. AIME, vol. 242, pp. 2199, 1968.
- [105] T.B. Flannagan, N.B. Mason, and H.K. Birnbaum, The effect of stress on hydride precipitation, Scripta Metall., vol. 15, pp. 109 – 112, 1981.
- [106] B. Makenas and H.K. Birnbaum, Phase changes in the niobium hydrogen system I: Accommodation effects during hydride precipitation, Acta Metall., vol. 28, pp. 979-988, 1980.
- [107] S. Gahr and H.K. Birnbaum, On the isotope effect in hydrogen embrittlement of niobium, Scripta Metall., vol. 10, pp. 635-637, 1976.
- [108] 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.
- [109] Pargeter RJ, Effects of arc energy, plate thickness and preheat on C-Mn steel weld metal hydrogen cracking, The Welding Institute, UK, vol. 461, pp. 15462 - 15481, November 1992.
- [110] S. Eliassen, L. Smith, Guidelines on Materials Requirements for Carbon and Low Alloy Steels for H2S-Containing Environments in Oil and Gas Production (3rd Edition), Maney Publishing, Leeds, 2009.
- [111] T.K. Govind, Hydrogen Damage of Metallic Materials: Introduction, Importance of hydrogen damage, Classification of hydrogen damage, Control of hydrogen damage, 2007.
- [112] W.T. Becker, R.J. Shipley, Failure Analysis and Prevention Hydrogen Damage and Embrittlement, vol 11, ASM Handbook, ASM International, 2002.
- [113] R.D. Kane, M.S. Cayard, Roles of H2S in the Behaviour of Engineering Alloys: a Review of Literature and Experience. CORROSION, Vol. 274, pp. 11250 – 11278, 1998.
- [114] R. Heidersbach, B. Heidersbach, Metallurgy and Corrosion Control in Oil and Gas Production, John Wiley & Sons Inc, New Jersey, 2011.
- [115] R. Mostert, Low Temperature Hydrogen Damage Assessment in the Gas and Refining Industries, Proceedings of the Middle East Nondestructive Testing Conference & Exhibition, Bahrain, Manama, vol. 22, pp. 13 – 21, November 2005.
- [116] BP International Limited GS 136-1, Materials for Sour Service, 1997.
- [117] A.L. Kohl, R.B. Nielsen, Gas Purification (5th ed.), Gulf Publishing Company, Houston, 1997.
- [118] Cheolho Park, Namhyun Kang, Myughyun Kim, Stephen Liu, Effect of prestrain on hydrogen diffusion and trapping in structural steel, Material Letters, vol. 235, pp. 193 – 196, 2019.
- [119] Michael A. Liu, Pedro E.J. Rivera Díaz del Castillo, Jesus I. Barraza Fierro, Homero Castaneda, Ankit Srivastava, Microstructural influence on hydrogen permeation and trapping in steels, Materials and Design vol. 197, pp. 107605, 2019.

- [120] T. Depover, K. Verbeken, The detrimental effect of hydrogen at dislocations on the hydrogen embrittlement susceptibility of Fe – C – X alloys: An experimental proof of the HELP mechanism, International Journal of Hydrogen Energy vol. 43, pp. 3050 – 3061, 2018.
- [121] Y.F. Jiang, B. Zhang, Y. Zhou, J. Q. Wang, E. H. Han, W. Ke, Atom probe tomographic observation of hydrogen trapping at carbides / ferrite interfaces for a high strength steel, Journal of Materials Science & Technology vol. 34, pp. 1344 – 1348, 2018.
- [122] Yuefeng Jiang, Bo Zhang, Dongying Wang, Yu Zhou, Jianqiu Wang, En Hou Han, Wei Ke, Hydrogen – assisted fracture features of a high strength ferrite – pearlite steel, Journal of Materials Science & Technology vol. 35, pp. 1081 – 1087, 2019.
- [123] S.H. Hashemi, D. Mohammadyani, Characterisation of weldment hardness, impact energy and microstructure in API X65 steel, International Journal of Pressure Vessels and Piping vol. 98, pp. 8 – 15, 2012.
- [124] Carlos Alexandre Pereira de Moraes, Mariane Chludzinski, Rafael Menezes Nunes, Guilherme Vieira Braga Lemos, Afonso Reguly, Residual stress evaluation in API X65 girth welded pipes joined by friction welding and gas tungsten arc welding, J Mater Pes Technol. vol. 8, pp. 988 – 995, 2019.
- [125] E.V. Chatzidouros, V.J. Papazoglou, D.I. Pantelis, Hydrogen effect on a low carbon ferritic – bainitic pipeline steel, International Journal of Hydrogen Energy vol. 39, pp. 18498 – 18505, 2014.
- [126] E.V. Chatzidouros, A. Traidia, R.S. Devarapalli, D.I. Pantelis, T.A. Steriotis, M. Jouiad, Effect of hydrogen on fracture toughness properties of a pipeline steel under simulated sour service conditions, International Journal of Hydrogen Energy, vol. 43, pp. 5747 – 5759, 2018.
- [127] Oluwole Kazum, Mihail Ionescu, Hossein Beladi, M. Bobby Kannan, Hydrogen depth profiles and microhardness of electrochemically hydrogen – charged nanostructured bainitic steels, International Journal of Hydrogen Energy, vol. 44, pp. 14064 – 14069, 2019.
- [128] Kai Zhao, Jianying He, A.E. Mayer, Zhiliang Zhang, Effect of Hydrogen on the collective behavior of dislocations in the case of nanoindentation, Acta Metarialia, vol. 148, pp. 18 – 27, 2018.
- [129] Matthew Connolly, May Martina, Robert Amaro, Andrew Slifka, Elizabeth Drexler, Hydrogen isotope effect on the embrittlement and fatigue crack growth of steel, Material Science & Engineering A vol. 753, pp. 331 – 340, 2019.
- [130] Jean-Gabriel Sezgin, Daichi Takatori, Junichiro Yamabe, Anisotropy of cold-worked Type-304 austenitic stainless steel: Focus on the hydrogen diffusivity, International Journal of Hydrogen Energy, vol.44, pp. 20516 – 20528, 2019.
- [131] Chengshuang Zhou, Baoguo Ye, Yangyang Song, Tiancheng Cui, Peng Xu, Lin Zhang, Effects of internal hydrogen and surface-absorbed hydrogen on the hydrogen embrittlement of X80 pipeline steel, International Journal of Hydrogen Energy, vol. 44, pp. 22547 – 22558, 2019.
- [132] J. Capelle, I. Dmytrakh, Z. Azari, G. Pluvinage, Evaluation of electrochemical hydrogen absorption in welded pipe with steel API X52, International Journal of Hydrogen Energy, vol. 38, pp. 14356 – 14363, 2013.
- [133] Changyong Zhang, Di He, Jinxing Ma, Wangwang Tang, T. David Waite, Comparison of faradaic reactions in flow-through and flow-by capacitive deionization (CDI) systems, Electrochimica Acta, vol. 299, pp. 727 – 735, 2019.

- [134] Xia Chen, Chenxiao Jiang, Yilue Zhang, Yaoming Wang, Tongwen Xu, Storable hydrogen production by Reverse Electro-Electrodialysis (REED), Journal of Membrance Science vol. 544, pp. 397 – 405, 2017.
- [135] S.M. Ali Mousavi, William Piavis, Scott Turn, Reforming of biogas using a nonthermal, gliding-arc, plasma in reverse vortex flow and fate of hydrogen sulfide contaminants, Fuel Processing Technology vol. 193, pp. 378 – 391, 2019.
- [136] Jing Li, Xiuhua Gao, Linxiu Du, Zhenguang Liu, Relationship between microstructure and hydrogen induced cracking behavior in a low alloy pipeline steel, Journal of Materials Science & Technology vol. 33, pp. 1504 – 1515, 2017.
- [137] A.A. Saleh, D. Hejazi, A.A. Gazder, D.P. Dunne, E.V. Pereloma, Investigation of the effect of electrolytic hydrogen charging of X70 steel: II. Microstructural and crystallographic analyses of the formation of hydrogen induced cracks and blisters, International Journal of Hydrogen Energy vol. 41, pp. 12424 – 12435, 2016.
- [138] Lijun Gan, Feng Huang, Xiaoyu Zhao, J. Liu, Y. Frank Cheng, Hydrogen trapping and hydrogen induced cracking of welded X100 pipeline steel in H2S environments, International Journal of Hydrogen Energy vol. 43, pp. 2293 – 2306, 2018.
- [139] X.S. Du, W.B. Cao, C.D. Wang, S.J. Li, J.Y. Zhao, Y.F. Sun, Effect of microstructures and inclusions on hydrogen – induced cracking and blistering of A537 steel, Materials Science & Engineering A vol. 642, pp. 181 – 186, 2015.
- [140] A. Laureys, T. Depover, R. Petrov, K. Verbeken, Microstructural characterization of hydrogen induced cracking in TRIP-assisted steel by EBSD, Materials Characterization vol. 112, pp. 169 – 179, 2016.
- [141] A. Zafra, L.B. Peral, J. Belzunce, C. Rodríguez, Effects of hydrogen on the fracture toughness of 42CrMo4 steel quenched and tempered at different temperatures, International Journal of Pressure Vessels and Piping vol. 171, pp. 34 – 50, 2019.
- [142] C.M. Younes, A.M. Steele, J.A. Nicholson, C.J. Barnett, Influence of hydrogen content on the tensile properties and fracture of austenitic stainless steel welds, International Journal of Hydrogen Energy vol. 38, pp. 4864 – 4876, 2013.
- [143] Yingjie Yan, Yu Yan, Yang He, Jinxu Li, Yanjing Su, Lijie Qiao, Hydrogen-induced cracking mechanism of precipitation strengthened austenitic stainless steel weldment, International Journal of Hydrogen Energy vol. 40, pp. 2404 – 2414, 2015.
- [144] Enyinnaya Ohaeri, Ubong Eduok, Jerzy Szpunar, Relationship between microstructural features in pipeline steel and hydrogen assisted degradation, Engineering Failure Analysis vol. 96, pp. 496 – 507, 2019.
- [145] Zahreddine Hafsi, Manoranjan Mishra, Sami Elaoud, Hydrogen embrittlement of steel pipelines during transients, Procedia Structural Integrity vol. 13, pp, 210 – 217, 2018.
- [146] Lu Yang, Yang Gao, Gang Shi, Xun Wang, Yu Bai, Low cycle fatigue property and fracture behavior of low yield point steels, Construction and Building Materials vol. 165, pp. 688 – 696, 2018.
- [147] Bogusława Adamczyk-Cieślak, Milena Koralnik, Roman Kuziak, Tomasz Brynk, Tomasz Zygmunt, Jarosław Mizera, Low-cycle fatigue behavior and microstructural evolution of pearlitic and bainitic steels, Materials Science & Engineering A vol. 747, pp. 144 – 153, 2019.
- [148] Reza Masoudi Nejad, Mahmoud Shariati, Khalil Farhangdoost, Prediction of fatigue crack propagation and fractography of rail steel, Theoretical and Applied Fracture Mechanics Vol. 101, pp. 320 – 331, 2019.

- [149] T. Leitner, A. Hohenwarter, R. Pippan, Anisotropy in fracture and fatigue resistance of pearlitic steels and its effect on the crack path, International Journal of Fatigue vol. 124, pp. 528 – 536, 2019.
- [150] A. Nazarov, F. Vucko, D. Thierry, Scanning Kelvin Probe for detection of the hydrogen induced by atmospheric corrosion of ultra-high strength steel, Electrochimica Acta vol. 216 pp. 130 – 139, 2016.
- [151] E. Malitckii, Y. Yagodzinskyy, P. Lehto, H. Remes, J. Romu, H. Hänninen, Hydrogen effects on mechanical properties of 18%Cr ferritic stainless steel, Materials Science & Engineering A vol. 700, pp. 331 – 337, 2017.
- [152] Karel Slámec Ka, Jaroslav Pokluda, Marta Kianicová, Štepán Major, Ivan Dvorák, Quantitative fractography of fish-eye crack formation under bending-torsion fatigue, International Journal of Fatigue Vol. 32, pp. 921 – 928, 2010.
- [153] Rahmatollah Ghajar, Giuseppe Mirone, Arash Keshavarz, Ductile failure of X100 pipeline steel – Experiments and fractography, Materials and Design vol. 43, pp. 513 – 525, 2013.
- [154] Kazuho Okada, Akinobu Shibata, Yasunari Takeda, Nobuhiro Tsuji, Crystallographic feature of hydrogen-related fracture in 2Mn-0.1C ferritic steel, International Journal of Hydrogen Energy vol. 43, pp. 11298 – 11306, 2018.
- [155] Sakari Pallaspuro, Haiyang Yu, Anna Kisko, David Porter, Zhiliang Zhang, Fracture toughness of hydrogen charged as-quenched ultra-high-strength steels at low temperatures, Materials Science & Engineering A Vol. 688, pp. 190 – 201, 2017.
- [156] Shuai Wang, Akihide Nagao, Petros Sofronis, Ian M. Robertson, Hydrogen-modified dislocation structures in a cyclically deformed ferritic-pearlitic low carbon steel, Acta Materialia vol. 144, pp. 164 – 176, 2018.
- [157] Milos B. Djukic, Gordana M. Bakic, Vera Sijacki Zeravcic, Aleksandar Sedmak, Bratislav Rajicic, The synergistic action and interplay of hydrogen embrittlement mechanisms in steels and iron: Localized plasticity and decohesion, Engineering Fracture Mechanics, vol. 216, pp. 106528, July 2019.
- [158] Liangyun Lan, Xiangwei Kong, Zhiyong Hu, Chunlin Qiu, Dewen Zhao, Linxiu Du, Hydrogen permeation behavior in relation to microstructural evolution of low carbon bainitic steel weldments, Corrosion Science vol. 112, pp. 180 – 193, 2016.
- [159] Teng An, Shuai Zhang, Min Feng, Bingwei Luo, Shuqi Zheng, Liqiang Chen, Lin Zhang, Synergistic action of hydrogen gas and weld defects on fracture toughness of X80 pipeline steel, International Journal of Fatigue vol. 120, pp. 23 – 32, 2019.
- [160] Hongchao Guo, Jinhuai Wan, Yunhe Liu, Jiping Hao, Experimental study on fatigue performance of high strength steel welded joints, Thin – Walled Structures vol. 131, pp. 45 – 54, 2018.
- [161] Aleksandar Gabrilo, Katarina Geric, Fracture mechanic and charpy impact properties of a crack in weld metal, HAZ and base metal of welded armor steel, Procedia Structural Integrity vol. 13, pp. 2059 – 2064, 2018.
- [162] Rajwinder Singh, Amanjot Singh, Pawan K. Singh, Dhiraj K. Mahajan, Role of prior austenite grain boundaries in short fatigue crack growth in hydrogen charged RPV steel, International Journal of Pressure Vessels and Piping vol. 171, pp. 242 – 252, 2019.
- [163] Evgenii Malitckii, Yuriy Yagodzinskyy, Pedro Vilaça, Role of retained austenite in hydrogen trapping and hydrogen – assisted fatigue fracture of high – strength steels, Materials Science & Engineering A vol. 760, pp. 68 – 75, 2019.

[164] May L. Martin, Jamey A. Fenske, Grace S. Liu, Petros Sofronis, Ian M. Robertson, On the formation and nature of quasi-cleavage fracture surfaces in hydrogen embrittled steels, Acta Meterialia vol. 59, pp. 1601 – 1606, 2011.