



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΥΛΙΚΩΝ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΜΕΛΕΤΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΧΑΛΥΒΑ ΧΑΜΗΛΗΣ ΚΡΑΜΑΤΩΣΗΣ ΜΕΤΑ ΤΗΝ ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΑΧΙΣΤΟΥ ΘΕΡΜΙΚΟΥ ΚΥΚΛΟΥ

ΡΕΪΖΗΣ ΑΝΑΣΤΑΣΙΟΣ

ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ: Dr.-Ing. Σ. ΠΑΠΑΕΥΘΥΜΙΟΥ, ΑΝΑΠΛ. ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ

ΑΘΗΝΑ 2021

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ

ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΥΛΙΚΩΝ

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΜΕΛΕΤΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΧΑΛΥΒΑ ΧΑΜΗΛΗΣ ΚΡΑΜΑΤΩΣΗΣ ΜΕΤΑ ΤΗΝ ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΑΧΙΣΤΟΥ ΘΕΡΜΙΚΟΥ ΚΥΚΛΟΥ

ΡΕΪΖΗΣ ΑΝΑΣΤΑΣΙΟΣ

ΕΠΙΒΛΕΠΩΝ: Dr.-Ing. Σ. ΠΑΠΑΕΥΘΥΜΙΟΥ, ΑΝΑΠΛ. ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ

ΕΓΚΡΙΘΗΚΕ ΑΠΟ ΤΗΝ ΤΡΙΜΕΛΗ ΕΠΙΤΡΟΠΗ ΣΤΙΣ ____ / ____ / _____

Σπ. Παπαευθυμίου, Αναπλ. Καθηγητής _____

Γ. Φούρλαρης, Καθηγητής _____

Η. Χαλικιά, Καθηγήτρια _____

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Η παρούσα πτυχιακή εργασία πραγματοποιήθηκε στο Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, στο εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων και Μεταλλουργών.

Η ολοκλήρωση αυτής της εργασίας έγινε υπό την επίβλεψη και καθοδήγηση του Αναπληρωτή Καθηγητή κ. Παπαευθυμίου Σπυρίδωνα, τον οποίο ευχαριστώ θερμά για τις γνώσεις που μου μετέφερε, καθώς και για τη επιλογή ενός πολύ καινοτόμου και ενδιαφέροντος θέματος.

Βαθύτατες ευχαριστίες οφείλω στον Καθηγητή Φούρλαρη Γεώργιο, λόγω του πνευματικού υποβάθρου που μου δημιούργησε κατά τα πρώτα χρόνια της φοίτησής μου στη Σχολή Μηχανικών Μεταλλείων και Μεταλλουργών. Επιπλέον, τον ευχαριστώ θερμά για την πρόσβαση στο εργαστήριο Μεταλλογνωσίας για την πραγματοποίηση των πειραμάτων.

Θέλω επίσης να ευχαριστήσω τον Υποψήφιο Διδάκτορα Μπάνη Αλέξανδρο για τη βοήθεια και τη συμβολή του στην εκπόνηση της διπλωματικής.

Θα ήθελα επίσης να ευχαριστήσω τους φίλους μου που με βοήθησαν και μου συμπαραστάθηκαν κατά τη διάρκεια της φοίτησης μου στο Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο.

Τέλος, μα όχι λιγότερο σημαντικό, θα ήθελα να αφιερώσω αυτή την εργασία στην οικογένειά μου, καθώς εκείνοι με τις γνώσεις και τις εμπειρίες μου μεταλαμπάδευσαν τη νοοτροπία του να γίνομαι καλύτερος μέρα με τη μέρα.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ.....	1
ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΕΙΚΟΝΩΝ	4
ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΓΡΑΦΗΜΑΤΩΝ.....	10
ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΠΙΝΑΚΩΝ	10
ΠΕΡΙΛΗΨΗ	11
ABSTRACT.....	12
ΕΙΣΑΓΩΓΗ.....	13
ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	16
ΙΣΤΟΡΙΚΗ ΑΝΑΔΡΟΜΗ ΣΤΗΝ ΕΞΕΛΙΞΗ ΤΟΥ ΧΑΛΥΒΑ.....	16
ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΦΑΣΕΙΣ ΣΙΔΗΡΟΥ.....	17
ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΙΣΟΘΕΡΜΙΚΟΥ ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΥ	18
ΠΕΡΛΙΤΗΣ.....	18
ΜΠΑΙΝΙΤΗΣ.....	21
ΜΑΡΤΕΝΣΙΤΗΣ	27
ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ.....	35
ΩΣΤΕΝΙΤΟΠΟΙΗΣΗ	35
ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΣ ΜΠΑΙΝΙΤΗ – ΜΑΡΤΕΝΣΙΤΗ	42
ΕΠΕΞΗΓΗΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΠΑΙΝΙΤΗ-ΜΑΡΤΕΝΣΙΤΗ	42
ΔΙΑΛΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΣΕΜΕΝΤΙΤΗ	44

ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΩΝ	47
ΚΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΠΡΟΣΘΗΚΕΣ ΧΑΛΥΒΩΝ	53
Η ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΩΝ ΤΑΧΙΣΤΩΝ ΘΕΡΜΙΚΩΝ	57
ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΠΡΟΗΓΜΕΝΩΝ	57
ΧΑΛΥΒΩΝ.....	57
ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ	62
ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ	62
Κοπή	62
Λείανση - Στίλβωση	63
Χημική προσβολή.....	64
ΟΠΤΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ (ΟΜ)	68
ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ	68
ΕΛΑΣΤΙΚΗ ΣΚΕΔΑΣΗ.....	70
ΜΗ ΕΛΑΣΤΙΚΗ ΣΚΕΔΑΣΗ	71
ΒΑΣΙΚΑ ΜΕΡΗ ΤΟΥ ΑΥΤΟΠΟΙΗΜΕΝΟΥ EBSD.....	74
Σάρωση δέσμης	75
Στάδιο σάρωσης	75
Το δείγμα	76
Ταχύτητα σάρωσης.....	76
Γωνιακή ανάλυση	77
Σημεία δεδομένων που δεν αναγνωρίζονται από το EBSD	78

Προσδιορισμός του βαθμού ανακρυστάλλωσης	78
Προσδιορισμός κρυσταλλογραφικού ιστού από το EBSD	79
ARPGE: ΕΝΑ ΑΥΤΟΜΑΤΟΠΟΙΗΜΕΝΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ ΑΝΑΚΑΤΑΣΚΕΥΗΣ ΤΩΝ ΠΡΟΤΕΡΩΝ ΚΟΚΚΩΝ ΑΠΟ ΤΑ ΔΕΔΟΜΕΝΑ ΤΟΥ EBSD	80
ΤΕΣΤ ΔΙΑΣΤΟΛΟΜΕΤΡΙΑΣ.....	80
ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ VICKERS	81
ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	82
ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΟΥ ΧΡΟΝΟΥ ΑΑΝΟΠΤΗΣΗΣ	82
ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΠΡΟΣΘΗΚΩΝ	98
ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ	115
ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	120
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	121

ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΕΙΚΟΝΩΝ

- Εικόνα 1: Διάγραμμα επιμήκυνσης - αντοχής σε εφελκυσμό για τις υπάρχουσες κατηγορίες διαμορφώσιμων χαλύβων και οι προοπτικές των χαλύβων «Τρίτης γενιάς» με ορισμένους στόχους (2)..... 14
- Εικόνα 2: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού, ενός ευτηκτοειδούς κράματος σιδήρου-άνθρακα, μαζί με την καμπύλη ισόθερμης κατεργασίας (ABCD). Παρουσιάζονται οι μικροδομές πριν, κατά τη διάρκεια και μετά το πέρας του μετασχηματισμού ωστενίτη-περλίτη. (4)..... 19
- Εικόνα 3: Σχηματική αναπαράσταση του σχηματισμού περλίτη από ωστενίτη . Οι διευθύνσεις της διάχυσης του άνθρακα καθορίζονται από τα βέλη (4)..... 20
- Εικόνα 4: Φωτομικρογραφίες, χονδρόκοκκου (α) και λεπτόκοκκου περλίτη (β).(χ3000) (4)..... 21
- Εικόνα 5: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα με 1.13 wt %C. A, ωστενίτης, C, προευτηκτικός σεμεντίτης και P, περλίτης. (4)..... 21
- Εικόνα 6: Ηλεκτρονική μικρογραφία, διερχόμενης δέσμης με την τεχνική "αντιγράφου" δομής υψηλού μπαινίτη τοποθετημένος διαγωνίως με το χαμηλότερο τμήμα αριστερά και το υψηλότερο δεξιά. Αποτελείται από επιμηκυμένα, βελονοειδή τμήματα Fe₃C εντός μιας μήτρας φερρίτη . Η φάση που περιβάλλει τον μπαινίτη είναι ο μαρτενσίτης. (4)..... 23
- Εικόνα 7: Ηλεκτρονική μικρογραφία, δομή χαμηλού μπαινίτη ('2300) εντός μήτρας μαρτενσίτη , ενός χάλυβα τύπου AISI, που μετασχηματίστηκε ισόθερμα στους 300 °C. (4)..... 24
- Εικόνα 8: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου- άνθρακα ευτηκτοειδούς σύστασης. Περιλαμβάνει τους μετασχηματισμούς ωστενίτη-περλίτη (A-P) και ωστενίτη-μπαινίτη (A-B)..... 25

Εικόνα 9: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μπενιτικού μετασχηματισμού. Τα μαύρα «πηγάκια» υποδηλώνουν τον κατώτερο μπαινίτη, ο οποίος βρίσκεται σε μαρτενσιτική μήτρα. (5).....	26
Εικόνα 10: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μπαινιτικού μετασχηματισμού. Οι μαύρες περιοχές υποδηλώνουν ανώτερο μπαινίτη σε μαρτενσιτική μήτρα	27
Εικόνα 11: Η χωροκεντρωμένη μοναδιαία κυψελίδα του μαρτενσιτικού χάλυβα όπου φαίνονται τα άτομα σιδήρου (κύκλοι) και οι θέσεις που μπορεί να καταληφθούν από τα άτομα άνθρακα με σταυρούς. Για αυτή την τετραγωνική κυψελίδα, $c > a$	28
Εικόνα 12: Σχηματικό διάγραμμα των μικροδομικών χαρακτηριστικών ραβδόμορφου ή ογκώδους μαρτενσίτη.	29
Εικόνα 13: Μικροφωτογραφία της μικροδομής φακοειδούς μαρτενσίτη . Οι βελονοειδείς κόκκοι είναι η φάση του μαρτενσίτη ενώ η λευκές περιοχές είναι υπολειπόμενος οστενίτης που δε μετασχηματίστηκε κατά τη ταχεία ψύξη (x1220). (Photomicrograph courtesy of United States Steel Corporation.)	30
Εικόνα 14: Πλήρες διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα ευτηκτοειδούς σύστασης. (A) οστενίτη ζ, (B) μπαινίτης, (M) μαρτενσίτης και (P) περλίτης.....	32
Εικόνα 15: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος χάλυβα τύπου 4340.(A) οστενίτης, (B) μπαινίτης, (M) μαρτενσίτης, (P) περλίτης, (F) προευτηκτοειδής φερρίτης.	33
Εικόνα 16: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας από βαμμένο χάλυβα 1.3%C. Οι μαύρες βελόνες είναι πλάκες μαρτενσίτη, ενώ το βέλος παρουσιάζει υπολειπόμενο οστενίτη.....	34
Εικόνα 17: Περιοχές πλούσιες σε άνθρακα του διαγράμματος φάσης ισορροπίας σιδήρου-άνθρακα (στερεές γραμμές) και σιδήρου-σεμεντίτη (διακεκομμένες γραμμές).	36
Εικόνα 18: Οπτική μικρογραφία σφαιροειδούς χάλυβα 52100 που δείχνει μικροδομή παράλληλη προς την κατεύθυνση έλασης (βέλος), προσβολή με Nital	40

Εικόνα 19: Η απόσταση διάχυσης στον ωστενίτη σε ισοθερμική παραμονή για υποδεικνυόμενους χρόνους, υπολογίζεται από τον τύπο $L = 2(Dt)^{1/2}$, όπου το L αντιπροσωπεύει την απόσταση διάχυσης σε εκατοστά, D είναι ο συντελεστής διάχυσης των διασκορπισμένων ειδών στον ωστενίτη ($\text{cm}^2 \text{s}^{-1}$) και ο χρόνος είναι σε δευτερόλεπτα.	40
Εικόνα 20: Διάγραμμα συνεχούς μετασχηματισμού απόψυξης για χάλυβα 1045, που δείχνει τους ρυθμούς ψύξης που απαιτούνται για την επίτευξη συγκεκριμένων τελικών μικροδομών.....	41
Εικόνα 21: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας από a) δοκίμιο μετά από 70 % ψυξηλασία, b) δοκίμιο που έχει υποστεί θερμική κατεργασία μέχρι τους $704 \text{ }^\circ\text{C} / \text{sec}$, με ρυθμό $150 \text{ }^\circ\text{C} / \text{sec}$, ακολουθούμενο από βαφή και c) δοκίμιο που έχει υποστεί θερμική κατεργασία μέχρι τους $749 \text{ }^\circ\text{C}$ με ρυθμό $1500 \text{ }^\circ\text{C} / \text{sec}$ ακολουθούμενο από βαφή. Τα γράμματα αντιστοιχούν σε M: Μαρτενσίτης, R: ανακρυσταλλωμένος φερρίτης, SC: σφαιροειδής σεμεντίτης, FC: «θραυσμένος» σεμεντίτης. (7)	43
Εικόνα 22: Καμπύλες διαστολομετρίας, μεταβολή μήκους συναρτήσεως του χρόνου ισοθερμοκρασιακής παραμονής στους $860 \text{ }^\circ\text{C}$. Οι καμπύλες μετατοπίζονται μέχρι $20 \mu\text{m}$ για να διαχωριστούν. Τα Ac1 και Ac1' αντιπροσωπεύουν τις θερμοκρασίες έναρξης και λήξης της διαλυτοποίησης φερρίτη.	45
Εικόνα 23: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας των δειγμάτων που διατηρούνται στους $860 \text{ }^\circ\text{C}$ για (a) 0 min, (b) 10 min, (c) 20 min και (d) 30 min	46
Εικόνα 24: Κινητική του ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού ωστενίτη προς περλίτη για ευτηκτοειδούς σύστασης.	48
Εικόνα 25: Επίδραση του άνθρακα στα διαγράμματα CCT για $0,23\text{C} - 0,4\text{Si} - 1,53\text{Mn}$ (a) και $0,42\text{C} - 0,27\text{Si} - 1,42\text{Mn}$ (b).....	53
Εικόνα 26: Επίδραση του Mn στο κλάσμα όγκου του μπαινίτη (a) και συγκριτικά αποτελέσματα διαφόρων κραματικών στοιχείων στο διάγραμμα TTT του χάλυβα με $0,4 \text{ } \%$ κ.β. C (b) (12)	55
Εικόνα 27: Βασικά μέρη SEM (22)	73

Εικόνα 28: Σχηματικό διάγραμμα που απεικονίζει τη σχέση μεταξύ των πραγματικών και μετρημένων κατανομών αναπροσανατολισμού και του θορύβου προσανατολισμού. (23).....	78
Εικόνα 29: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για τα δοκίμια UF300s και UF2s πριν το θερμικό κύκλο.....	85
Εικόνα 30: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF300s. Τα λευκά σημεία αναπαριστούν τον αδιάλυτο σεμεντίτη (ΑΣ) και τα γκρι σημεία το μαρτενσίτη (Μ).....	86
Εικόνα 31: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF2s. Τα λευκά σημεία αναπαριστούν τον αδιάλυτο σεμεντίτη (ΑΣ) και τα γκρι σημεία τον μαρτενσίτη (Μ).....	86
Εικόνα 32: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF300s...	87
Εικόνα 33: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF2s.....	87
Εικόνα 34: IQ map για το δοκίμιο UF300s	88
Εικόνα 35: IQ map για το δοκίμιο UF2s	88
Εικόνα 36: IPF map για το δοκίμιο UF300s.....	89
Εικόνα 37: IPF map για το δοκίμιο UF2s.....	90
Εικόνα 38: Phase map για το δοκίμιο UF300s	91
Εικόνα 39: Phase map για το δοκίμιο UF2s	91
Εικόνα 40: GAIQ για το δοκίμιο UF300s. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps	93
Εικόνα 41: Rotation angle charts για το δοκίμιο UF300s.....	93
Εικόνα 42: GAIQ για το δοκίμιο UF2s. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps	94

Εικόνα 43: Rotation angle charts για το δοκίμιο UF2s.....	94
Εικόνα 44: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο UF300s (PAG boundaries map). Average Grain size (area): 252.45 μm^2	96
Εικόνα 45: Grain boundaries maps για το δοκίμιο UF300s, Average Grain size (area): 7.99 μm^2	96
Εικόνα 46: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο UF2s (PAG boundaries map). Average Grain size (area): 53.51 μm^2	97
Εικόνα 47: Grain boundaries maps για το δοκίμιο UF2s, Average Grain size (area): 6.41 μm^2	97
Εικόνα 48: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για το δοκίμιο CrMo, πριν το θερμικό κύκλο	99
Εικόνα 49: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για το δοκίμιο C45, πριν το θερμικό κύκλο	99
Εικόνα 50: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo	103
Εικόνα 51 Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45	103
Εικόνα 52 Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo	104
Εικόνα 53: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45	104
Εικόνα 54: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo	105
Εικόνα 55: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45	105
Εικόνα 56: IQ map για το δοκίμιο CrMo.....	106
Εικόνα 57: IQ map για το δοκίμιο C45	106
Εικόνα 58: IPF map για το δοκίμιο CrMo	107
Εικόνα 59: IPF map για το δοκίμιο C45	107

Εικόνα 60: Phase map για το δοκίμιο CrMo	108
Εικόνα 61: Phase map για το δοκίμιο C45	109
Εικόνα 62: GAIQ για το δοκίμιο CrMo. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps	110
Εικόνα 63: Rotation angle charts για το δοκίμιο CrMo.....	110
Εικόνα 64: GAIQ για το δοκίμιο C45. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps	111
Εικόνα 65: Rotation angle charts για το δοκίμιο C45.....	111
Εικόνα 66: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο CrMo (PAG boundaries map). Average Grain size (area): 126.48 μm^2	113
Εικόνα 67: Grain boundaries maps για το δοκίμιο CrMo, Average Grain size (area): 5.87 μm^2	113
Εικόνα 68: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο C45 (PAG boundaries map). Average Grain size (area): 1083.15 μm^2	114
Εικόνα 69: Grain boundaries maps για το δοκίμιο C45, Average Grain size (area): 13.37 μm^2	114
Εικόνα 70: Το διάγραμμα CCT παρουσιάζει τη θερμοκρασία έναρξης του μπαινιτικού μετασχηματισμού για διάφορα ποσοστά άνθρακα.	118
Εικόνα 71: Διάγραμμα CCT που παρουσιάζει τις καμπύλες έναρξης του μπαινιτικού μετασχηματισμού για διάφορα μεγέθη πρότερου ωστενιτικού κόκκου	119

ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΓΡΑΦΗΜΑΤΩΝ

Γράφημα 1: Επίδραση του ρυθμού θέρμανσης στο μέγεθος κόκκων (18).....	59
Γράφημα 2: Γράφημα που απεικονίζει τη θερμική κατεργασία των UF300s και UF2s	84
Γράφημα 3: Αποτελέσματα διαστολομετρίας των δοκιμίων UF300s και UF2s	85
Γράφημα 4: Γράφημα που απεικονίζει τη θερμική κατεργασία των τα CrMo και C45	100
Γράφημα 5: Αποτελέσματα διαστολομετρίας για το δοκίμιο CrMo	101
Γράφημα 6: Αποτελέσματα διαστολομετρίας για το δοκίμιο C45	102

ΕΥΡΕΤΗΡΙΟ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 1: Χημική σύσταση των δοκιμίων UF2s και UF300s	82
Πίνακας 2: Χημική σύσταση δοκιμίου CrMo.....	98
Πίνακας 3: Χημική σύσταση δοκιμίου C45	98

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Στόχος της παρούσας διπλωματικής εργασίας είναι να μελετηθεί η επίδραση του Ultrafast Heating στη δομή χαλύβων της αυτοκινητοβιομηχανίας με σκοπό να μπορεί να γίνει καλύτερος έλεγχος αυτής της μεθόδου. Χρησιμοποιήθηκαν επομένως, δύο διαφορετικές πειραματικές διαδικασίες. Στην πρώτη παρατηρήθηκαν δύο δοκίμια με την ίδια χημική σύσταση αλλά διαφορετικό θερμικό κύκλο, ενώ στη δεύτερη χρησιμοποιήθηκαν δύο δοκίμια διαφορετικής χημικής σύστασης αλλά με τον ίδιο θερμικό κύκλο.

Όπως έγινε αντιληπτό, δημιουργήθηκε εκλεπτυσμένη και μικτή μικροδομή. Η ταχύτερη θερμοκρασιακή άνοδος που χρησιμοποιήθηκε μετατόπισε τις θερμοκρασίες A_{c1} και A_{c3} σε υψηλότερες τιμές, ενώ οι κραματικές προσθήκες μετατόπισαν τις M_s και M_f σε χαμηλότερες. Ο συνδυασμός των παραπάνω, μαζί με τη χημική ετερογένεια στην περιεκτικότητα του άνθρακα που δημιουργείται λόγω της μη διαλυτοποίησής του σφαιροειδούς σεμεντίτη, οδήγησε στη δημιουργία της μικτής μικροδομής.

Αυτή η μικροδομή αποτελείται από μαρτενσίτη, μπαινίτη, αδιάλυτο σεμεντίτη και υπολειπόμενο ωστενίτη. Ο συνδυασμός τέτοιων μικροδομικών συστατικών και φάσεων χρησιμοποιείται στους σύγχρονους Προηγμένους Χάλυβες 3ης Γενιάς και μπορεί να οδηγήσει σε εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες.

ABSTRACT

The aim of this thesis is to study the effect of Ultrafast Heating on the microstructure of automotive steels with the purpose to better control such heating treatments. Two different experimental procedures were therefore used. In the former, two specimens with the same chemical composition but different thermal cycle, were observed, while in the latter, two specimens of different chemical compositions but with the same thermal cycle were used.

As it turned out, a refined and mixed microstructure was created. The rapid heating rates shifted the Ac1 and Ac3 temperatures in higher values, while the alloying additions shifted the Ms and Mf temperatures in lower values. The combination of the above with the heterogeneity of carbon content that occurs from the impeded dissolution of spheroidized cementite, led to the creation of a mixed microstructure.

This microstructure consists of martensite, bainite, spheroidized cementite and retained austenite. The combination of such microstructural constituents is used in the currently used 3rd Generation Advanced High Strength Steels and can exhibit exceptional mechanical properties.

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Κατά τη διάρκεια των τελευταίων πέντε δεκαετιών, ο χάλυβας ήταν και εξακολουθεί να παραμένει το πιο σημαντικό υλικό για ποικίλες εφαρμογές που περιλαμβάνουν κατασκευή, αυτοκινητοβιομηχανία, ειδικές εφαρμογές μηχανικής, ναυτικά, πυρηνικά και διάφορους άλλους σκοπούς. Η βιομηχανική εφαρμογή βασίστηκε σε χάλυβες υψηλής αντοχής (HSS), όπως οι χάλυβες υψηλής αντοχής χαμηλής κραμάτωσης (HSLA), interstitial free χάλυβες (IF) που αναπτύχθηκαν κατά τη διάρκεια του 1970-1980. Ειδικά, οι προηγμένοι χάλυβες υψηλής αντοχής (AHSS) της πρώτης γενεάς, δηλαδή dual phase (DP), transformation induced plasticity (TRIP) και complex phase (CP) που δόθηκαν στην αγορά από τη βιομηχανία κατά τα έτη 1990-2000, εκμεταλλεύτηκαν πλήρως από την αυτοκινητοβιομηχανία που συνέβαλε στην κατασκευή ασφαλέστερων και πιο ελαφρών αυτοκινήτων που καταναλώναν λιγότερο καύσιμο με αποτέλεσμα να εκπέμπουν λιγότερους ρύπους (1). Οι αυξανόμενες απαιτήσεις για εξοικονόμηση βάρους και αύξηση της ασφάλειας, οδήγησαν σε συστηματική επεξεργασία καινοτόμων χαλύβων για την αυτοκινητοβιομηχανία, που μπορούν να επιτύχουν υψηλότερη διαμορφωσιμότητα ταυτόχρονα με υψηλότερη αντοχή σε σύγκριση με τους προϋπάρχοντες Προηγμένους Χάλυβες Υψηλής Αντοχής (AHSS). (2)

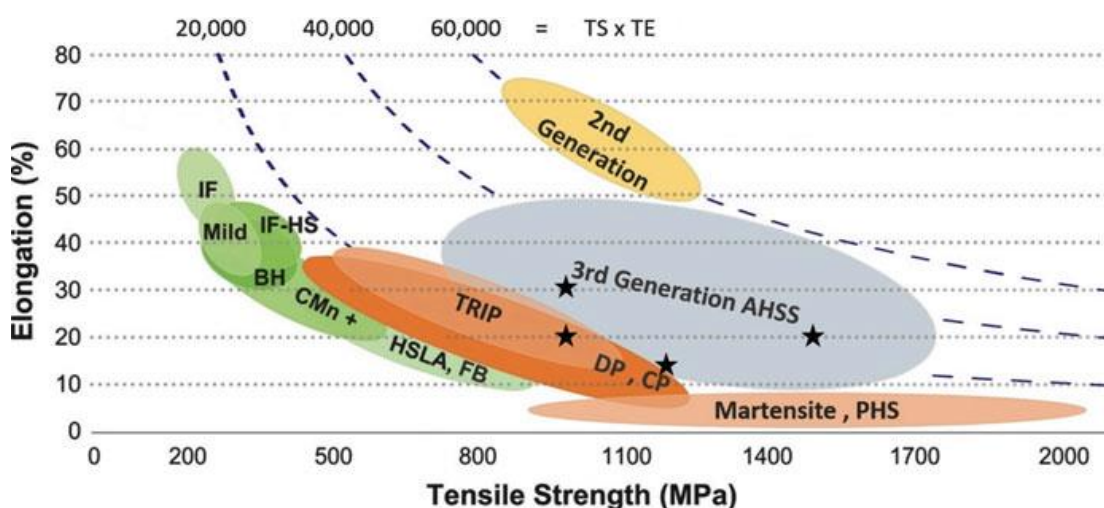
Έχοντας ως στόχο την εκτεταμένη χρήση χάλυβα που επιτρέπει ελαφρύτερα εξαρτήματα αυτοκινήτων, η τρέχουσα κατάσταση των υλικών αυτοκινήτων χαρακτηρίζεται από αυξημένες απαιτήσεις για χάλυβες με υψηλή και εξαιρετικά υψηλή αντοχή ώστε να είναι κατάλληλοι για διαμόρφωση περίπλοκων εξαρτημάτων. Η έντονη εστίαση στη μείωση του βάρους των αυτοκινήτων κάνει τους παραγωγούς αυτοκινήτων να στοχεύουν στην αντικατάσταση χαλύβων χαμηλότερης αντοχής από ισχυρότερους χάλυβες με την ίδια διαμόρφωση όπως οι προκάτοχοί τους. Οι νέες απαιτήσεις πελατών δεν περιλαμβάνουν μόνο ταυτόχρονα υψηλότερα αντοχή και επιμήκυνση αλλά συχνά καθορίζουν τη δυνατότητα δημιουργίας και επέκτασης οπών. Αυτοί οι συνδυασμοί δεν μπορούν να επιτευχθούν χρησιμοποιώντας υπάρχοντες τύπους μικροδομών DP ή TRIP χάλυβα και απαιτούν εντελώς νέες προσεγγίσεις. (2)

Μετά το 2005 και μέχρι το 2010 εισήχθη η δεύτερη γενιά αυτών των χαλύβων (AHSS 2.G), δηλαδή οι twinning induced plasticity steels (TWIP), οδηγώντας το

κόστος παραγωγής σε πολύ υψηλά επίπεδα ως αποτέλεσμα του υψηλού τους περιεχομένου σε κραματικές προσθήκες (π.χ. υψηλό μαγγάνιο - Mn). Ακόμα οι χάλυβες TWIP δεν μπορούσαν να φτάσουν στη μαζική παραγωγή. Σήμερα, οι προσπάθειες για τη μείωση του κόστους οδηγούν το σχεδιασμό με μειωμένη περιεκτικότητα σε μαγγάνιο στους χάλυβες TWIP καθώς και η πλήρης εκμετάλλευση των φαινομένων TRIP και TWIP. (1)

Η προτεινόμενη «τρίτη» γενιά AHSS θα περιείχε λιγότερα κραματικά στοιχεία (άρα θα ήταν και λιγότερο ακριβή) από τους χάλυβες TWIP και θα συνδυάζει αντοχή 1000-1500 MPa με επιμήκυνση 20-30%. Για την ικανοποίηση των απαιτήσεων της υψηλής αντοχής ταυτόχρονα με την υψηλή διαμόρφωση (HSHF), αυτοί οι χάλυβες πρέπει να διαθέτουν όχι μόνο εξαιρετικά υψηλές τιμές επιμήκυνσης (που πλησιάζουν την περιοχή που περιβάλλεται στο διάγραμμα της εικόνας 1 αλλά, ταυτόχρονα, ουσιαστικά υψηλή διαστολή οπών. Καθίσταται άμεση η ανάπτυξη τέτοιων χάλυβων για την ικανοποίηση των απαιτήσεων της αυτοκινητοβιομηχανίας. (2)

Ως εκ τούτου, οι κορυφαίοι παραγωγοί χάλυβα στοχεύουν σε όλους τους καθορισμένους συνδυασμούς αντοχής διαμορφωσιμότητας για τους χάλυβες της «τρίτης γενιάς» λαμβάνοντας επίσης υπόψη τις απαιτήσεις για αυξημένη yield strength και YS/TS . Αρκετές έρευνες βασίζονται στις νέες έννοιες της μικροδομής, που πλησιάζουν αυτούς τους στόχους. (2)



Εικόνα 1: Διάγραμμα επιμήκυνσης - αντοχής σε εφελκυσμό για τις υπάρχουσες κατηγορίες διαμορφώσιμων χάλυβων και οι προοπτικές των χάλυβων «Τρίτης γενιάς» με ορισμένους στόχους (2)

Ενώ οι χάλυβες TRIP και TWIP επιτυγχάνουν πολύ καλές αναλογίες αντοχής και ολκιμότητας, η παραγωγή τους είναι αρκετά δαπανηρή επειδή έχουν περίπλοκους θερμικούς κύκλους και ακριβές κραματικές προσθήκες. Για αυτό το λόγο μελετώνται νέες μέθοδοι παραγωγής χάλυβων όπως αυτή του Ultrafast Heating, για την παραγωγή AHSS χάλυβων.

Σκοπός της εργασίας είναι η μελέτη και ο προσδιορισμός των παραμέτρων της θερμικής κατεργασίας και η επίδραση τους στη μικροδομή.

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Ο σίδηρος είναι το πιο διαδεδομένο και άφθονο μέταλλο στο γήινο φλοιό (34,6% κατά βάρος), ενώ θεωρείται ότι ο κεντρικός πυρήνας του πλανήτη αποτελείται κυρίως από τετηγμένο καθαρό σίδηρο. Λόγω της μεγάλης ποσότητάς του στη γη πιστεύεται ότι συνεισφέρει στη διαμόρφωση του μαγνητικού πεδίου. Επειδή είναι πολύ δραστικός, σπάνια συναντάται στην καθαρή του μορφή. Ο σίδηρος είναι τετραμορφικός. Οι τέσσερις αλλοτροπικές μορφές του ονομάζονται α-σίδηρος (φερρίτης), β-σίδηρος, γ-σίδηρος (ωστενίτης) και δ-σίδηρος, οι οποίες υπάρχουν σε ιδιαίτερες περιοχές θερμοκρασιών. Ειδικότερα, ο α-σίδηρος υπάρχει σε εύρος θερμοκρασιών από την ψυχρή κατάσταση έως τους 766 °C, ο β-σίδηρος από τους 766 °C έως τους 850 °C, ο γ-σίδηρος από τους 850 °C έως τους 1400 °C και ο δ-σίδηρος από τους 1400 °C έως το σημείο τήξεως.

Ο σίδηρος της βιομηχανικής χρήσης (χυτοσίδηρος, χάλυβας, μαλακός σίδηρος) παρουσιάζει διαφορετικά μηχανικά χαρακτηριστικά από τον καθαρό σίδηρο, ο οποίος λαμβάνεται μόνο με ειδικές μεθόδους, κυρίως από σιδηρούχα ορυκτά.

Πιο συγκεκριμένα για τους χάλυβες. Οι χάλυβες είναι κράματα σιδήρου που περιέχουν άνθρακα και άλλα μεταλλικά ή μη μεταλλικά στοιχεία. Ορισμένα από αυτά, όπως είναι το βανάδιο, το βολφράμιο, το νικέλιο και το χρώμιο, προσδίδουν στο κράμα ειδικές ιδιότητες ενώ άλλα, όπως το αρσενικό, το θείο και ο φώσφορος, βρίσκονται ως προσμίξεις ακαθαρσιών. Οι προσμίξεις αυτές δεν υπερβαίνουν ποτέ το 1 %. (3)

ΙΣΤΟΡΙΚΗ ΑΝΑΔΡΟΜΗ ΣΤΗΝ ΕΞΕΛΙΞΗ ΤΟΥ ΧΑΛΥΒΑ

Κράματα σιδήρου είναι γνωστά από την αρχαιότητα, ειδικά για την κατασκευή όπλων. Ο πραγματικός χάλυβας, όπως νοείται σήμερα, παρασκευάστηκε πρώτη φορά το 1740 στο Σέφιλντ της Μεγάλης Βρετανίας από τον Μπέντζαμιν Χάντσμαν. Μετά το 1850 εφαρμόστηκαν δύο νέες μέθοδοι παραγωγής με βασικό υλικό τον χυτοσίδηρο, του Αμερικανού τεχνικού Γουίλιαμ Κέλι και του Άγγλου Χένρι Μπέσεμερ, που διατηρούνται μέχρι και σήμερα, με τα ίδια τεχνικά χαρακτηριστικά ως προς την αρχή της παραγωγής.

Την περίοδο 1860-1865 εφαρμόστηκε η μέθοδος Μαρτέν-Ζίμενς , κατά την οποία τήκονται τα υπολείμματα, τα τεμάχια και τα άλλα σιδηρούχα μέταλλα. Ο Γερμανός Φρίντριχ Ζίμενς μελέτησε και κατασκεύασε μια κάμινο υψηλής θερμοκρασίας, ενώ οι Γάλλοι Μαρτέν, πατέρας και γιος, βελτίωσαν τη μέθοδο.

Το 1898, άρχισε ο αιώνας της ηλεκτρομεταλλουργίας, με τις έρευνες του Ιταλού ειδικού στη σιδηρουργία Ερνέστο Στάσανο, ο οποίος μελέτησε ειδικούς ηλεκτρικούς φούρνους, προδρόμους των σημερινών υψικαμίνων. (3)

ΚΡΥΣΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΕΣ ΦΑΣΕΙΣ ΣΙΔΗΡΟΥ

Στα συστήματα μεταλλικών κραμάτων οι μετασχηματισμοί φάσης μπορούν να επιτευχθούν μεταβάλλοντας τη θερμοκρασία, τη σύσταση και την εξωτερική πίεση. Όμως, θερμοκρασιακές μεταβολές μέσω θερμικής κατεργασίας μπορούν να χρησιμοποιηθούν καταλλήλως για την επίτευξη των μετασχηματισμών φάσεων. Αυτό αντιστοιχεί με διέλευση μέσω του ορίου φάσης σε ένα διάγραμμα φάσης σύστασης-θερμοκρασίας, καθώς ένα κράμα δοσμένης σύστασης θερμαίνεται ή ψύχεται.

Κατά τη διάρκεια ενός μετασχηματισμού φάσης, ένα κράμα οδηγείται προς μία κατάσταση ισορροπίας, η οποία χαρακτηρίζεται από το διάγραμμα φάσης βάσει των παραγόμενων φάσεων, των συστατικών τους και των σχετικών ποσοστών. Οι περισσότεροι μετασχηματισμοί φάσης απαιτούν κάποιο πεπερασμένο χρόνο για να ολοκληρωθούν και η ταχύτητα ή ο ρυθμός τους είναι συχνά σημαντικός στη σχέση μεταξύ της θερμικής κατεργασίας και της ανάπτυξης μικροδομής. Ένας περιορισμός των διαγραμμάτων φάσης, αποτελεί η αδυναμία τους να προσδιορίζουν την απαιτούμενη χρονική περίοδο για την επίτευξη της ισορροπίας.

Ο ρυθμός προσέγγισης της κατάστασης ισορροπίας για τα στερεά συστήματα είναι τόσο αργός που πραγματικές δομές ισορροπίας σπάνια επιτυγχάνονται. Οι συνθήκες ισορροπίας μπορούν να επιτευχθούν μόνο αν η θέρμανση ή η ψύξη γίνονται πάρα πολύ αργά κάτω από ρυθμούς πρακτικά ασύμφορους. Κατά τη ψύξη εκτός της ισορροπίας οι μετασχηματισμοί μετατοπίζονται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες από εκείνες που υποδεικνύονται από τα διαγράμματα φάσης, ενώ κατά τη θέρμανση μετατοπίζονται σε υψηλότερες. Αυτά τα φαινόμενα ορίζονται ως υπέρψυξη και υπερθέρμανση , αντίστοιχα.

Ο βαθμός τους εξαρτάται από τον ρυθμό της θερμοκρασιακής μεταβολής, δηλαδή όσο πιο γρήγορα γίνεται η ψύξη ή η θέρμανση, τόσο μεγαλύτερη είναι η υπέρψυξη ή η υπερθέρμανση. Για παράδειγμα, με φυσιολογικούς ρυθμούς ψύξης η ευτηκτοειδής αντίδραση σιδήρου-άνθρακα τυπικά τοποθετείται 10 °C με 20 °C κάτω από την θερμοκρασία ισορροπίας του μετασχηματισμού .

Για πολλά τεχνολογικά κράματα, η προτιμώμενη μικροδομή είναι η μετασταθής, ανάμεσα στην αρχική και στην τελική κατάσταση ισορροπίας. Υπάρχουν μάλιστα περιπτώσεις που είναι επιθυμητή μία δομή πολύ διαφορετική από εκείνη της κατάστασης ισορροπίας. Σε αυτές τις περιπτώσεις είναι αναγκαίος ο έλεγχος της επίδρασης του χρόνου στο μετασχηματισμό φάσης. Σε πολλές περιπτώσεις, οι γνώσεις της κινητικής έχουν μεγαλύτερη αξία από τη γνώση της τελικής κατάστασης ισορροπίας. (4)

ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΙΣΟΘΕΡΜΙΚΟΥ ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΥ

ΠΕΡΛΙΤΗΣ

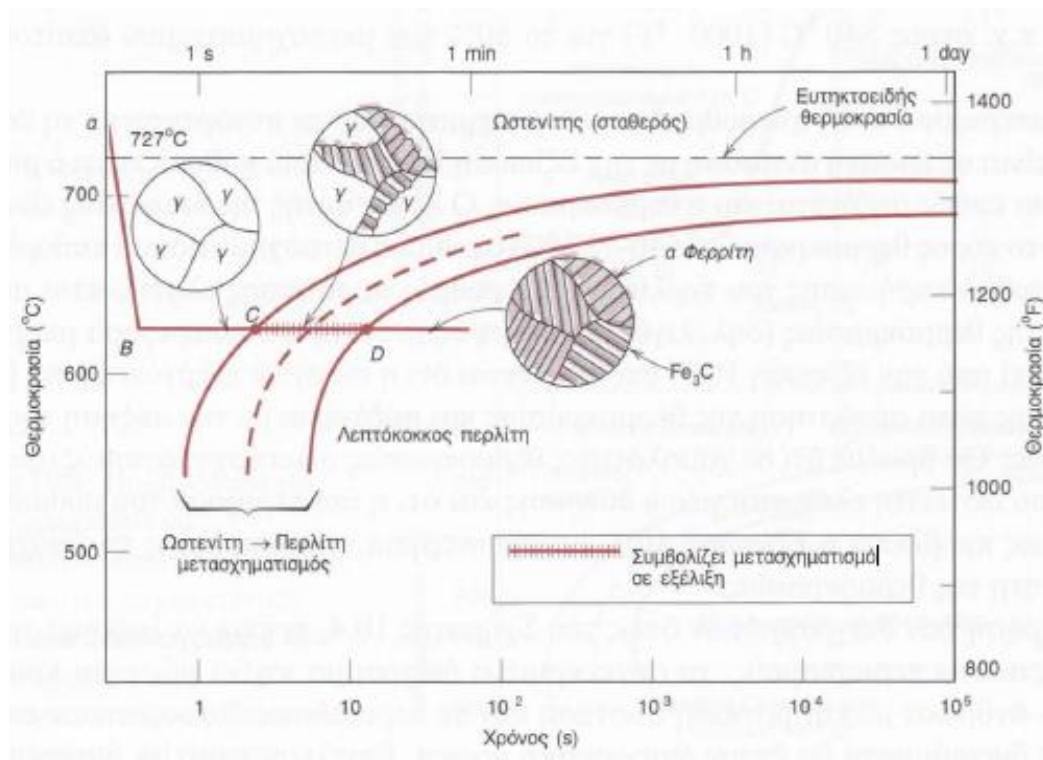
Υπενθυμίζεται η ευτηκτοειδής αντίδραση σιδήρου-καρβιδίου σιδήρου:



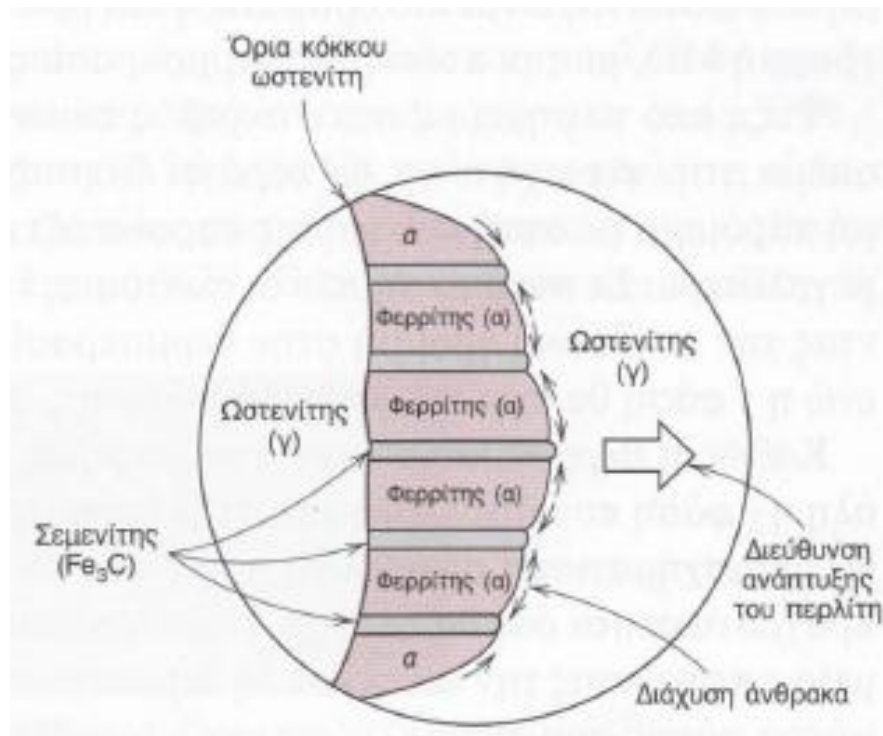
Η παραπάνω αντίδραση είναι βασική για την ανάπτυξη μικροδομής στους χάλυβες . Κατά τη ψύξη , ο ωστενίτης, ο οποίος έχει μια ενδιάμεση περιεκτικότητα σε άνθρακα, μετασχηματίζεται σε φάση φερρίτη (που έχει αρκετά μικρότερη περιεκτικότητα σε άνθρακα) και σε σεμεντίτη (που έχει αρκετά μεγαλύτερη περιεκτικότητα σε άνθρακα). Ο περλίτης είναι ένα μικροδομικό προϊόν του παραπάνω μετασχηματισμού.

Η αναλογία του πάχους των στρωμάτων φερρίτη και σεμεντίτη μέσα στον περλίτη είναι περίπου 8:1. Όμως το απόλυτο πάχος των στρωμάτων εξαρτάται από τη θερμοκρασία, στην οποία επιτρέπεται να πραγματοποιηθεί ο ισοθερμοκρασιακός μετασχηματισμός. Σε θερμοκρασίες ακριβώς κάτω της ευτηκτοειδούς, δημιουργούνται σχετικά παχιά στρώματα τόσο της φάσης του α-φερρίτη όσο και της φάσης του Fe₃C. Αυτή η μικροδομή ονομάζεται χονδρόκοκκος περλίτης και η περιοχή στην οποία σχηματίζεται βρίσκεται στο δεξιό τμήμα της καμπύλης περάτωσης του μετασχηματισμού στην Εικόνα 2. Σε αυτές τις θερμοκρασίες ο ρυθμός διάχυσης είναι

σχετικά υψηλός, ώστε κατά τη διάρκεια του μετασχηματισμού της Εικόνας 3, τα άτομα άνθρακα διαχέονται σε μεγάλες αποστάσεις, με αποτέλεσμα το σχηματισμό φυλλοειδών στρωμάτων μεγάλου πάχους. Με ελάττωση της θερμοκρασίας, ο ρυθμός διάχυσης των ατόμων του άνθρακα ελαττώνεται και τα στρώματα προοδευτικά γίνονται και πιο λεπτά. Η δομή λεπτών στρωμάτων που δημιουργείται σε θερμοκρασίες κοντά στους 540 °C ονομάζεται λεπτόκοκκος περλίτης.

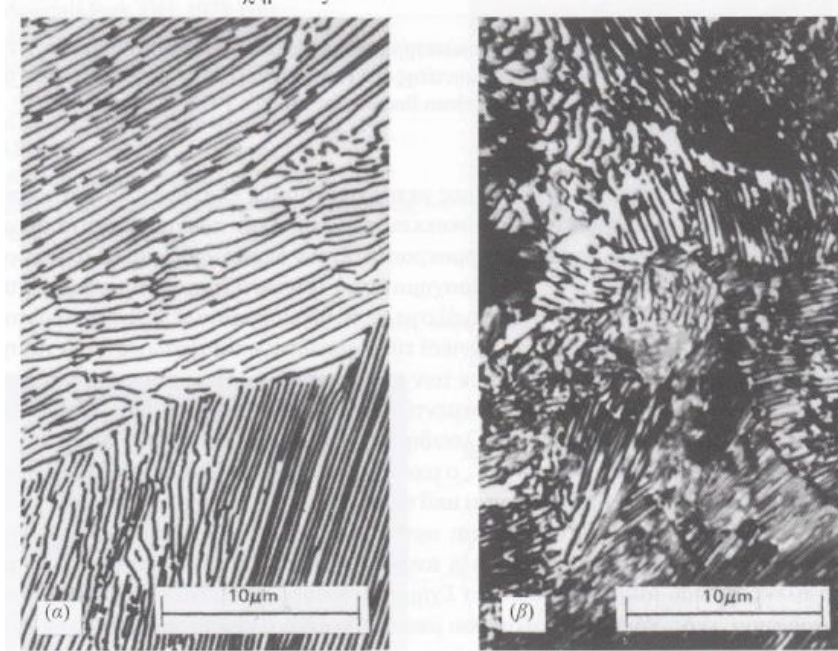


Εικόνα 2: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού, ενός ευτηκτοειδούς κράματος σιδήρου-άνθρακα, μαζί με την καμπύλη ισόθερμης κατεργασίας (ABCD). Παρουσιάζονται οι μικροδομές πριν, κατά τη διάρκεια και μετά το πέρας του μετασχηματισμού ωστενίτη-περλίτη. (4)

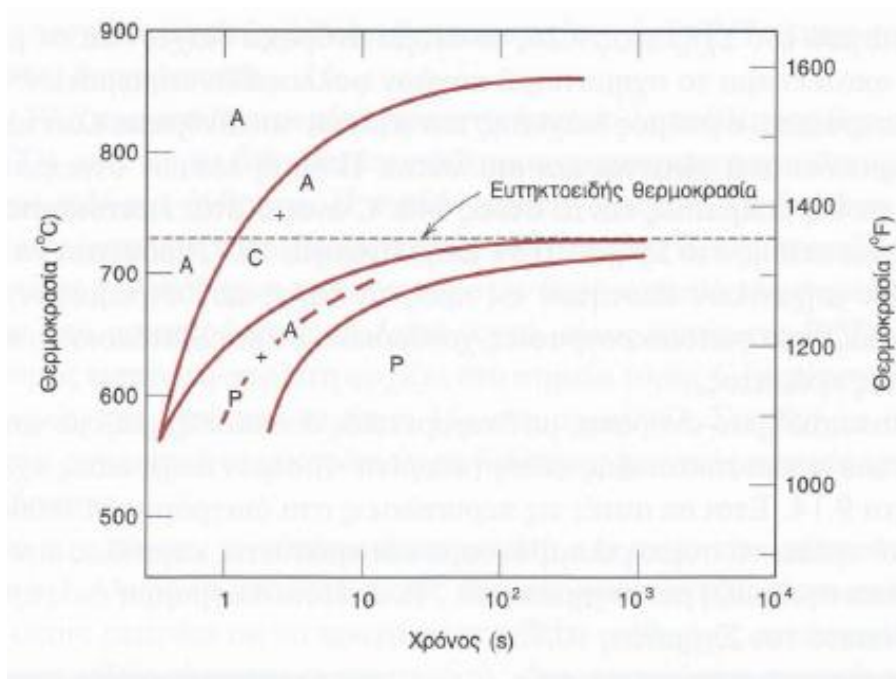


Εικόνα 3: Σχηματική αναπαράσταση του σχηματισμού περλίτη από ωστενίτη . Οι διευθύνσεις της διάχυσης του άνθρακα καθορίζονται από τα βέλη (4)

Στα κράματα σιδήρου-άνθρακα, με διαφορετικές συστάσεις, μαζί με τον περλίτη θα συνυπάρχει μια προευτηκτοειδής φάση (φερρίτη ή σεμενίτη). Έτσι σε αυτές τις περιπτώσεις στα διαγράμματα ισόθερμου μετασχηματισμού πρέπει να συμπεριλαμβάνουμε και πρόσθετες καμπύλες που να περιγράφουν τον προευτηκτοειδή μετασχηματισμό. (4)



Εικόνα 4: Φωτομικρογραφίες, χονδρόκοκκου (α) και λεπτόκοκκου περλίτη (β). (χ3000) (4)



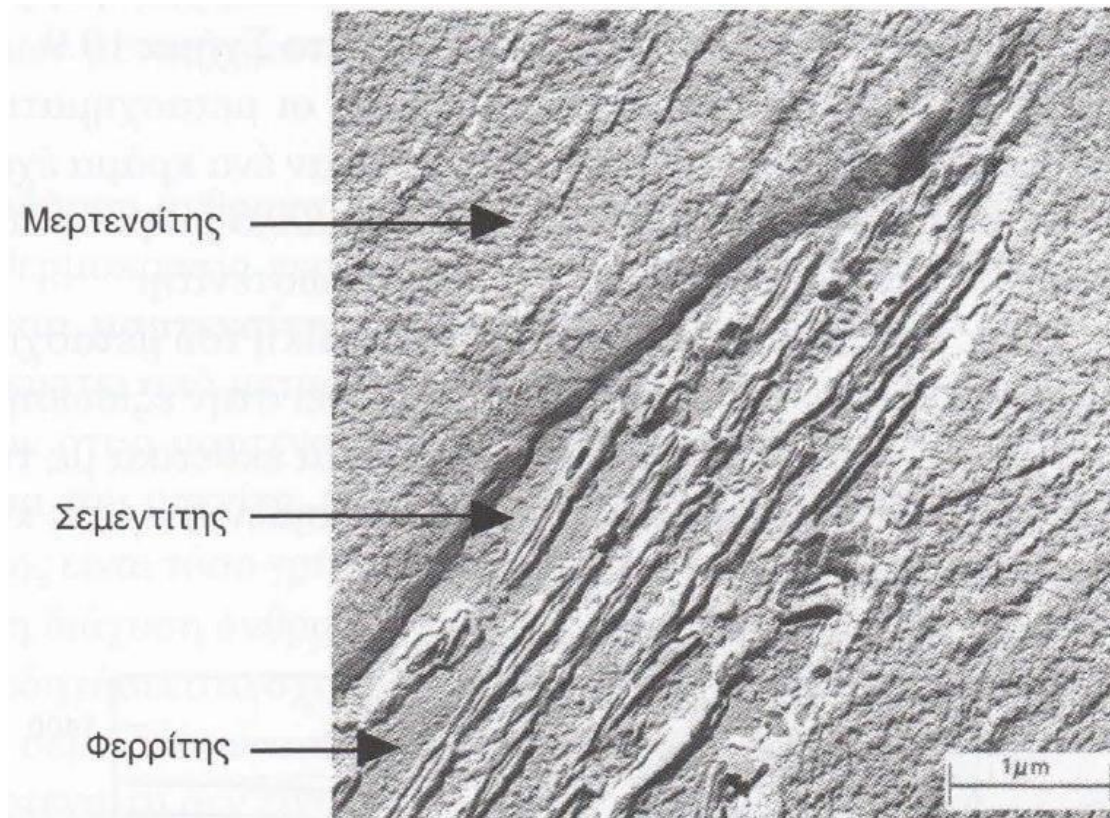
Εικόνα 5: Διάγραμμα ισόθερμων μετασηματισμού ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα με 1.13 wt %C. A, ωσθενίτης, C, προευτηκτικός σεμεντίτης και P, περλίτης. (4)

ΜΠΑΙΝΙΤΗΣ

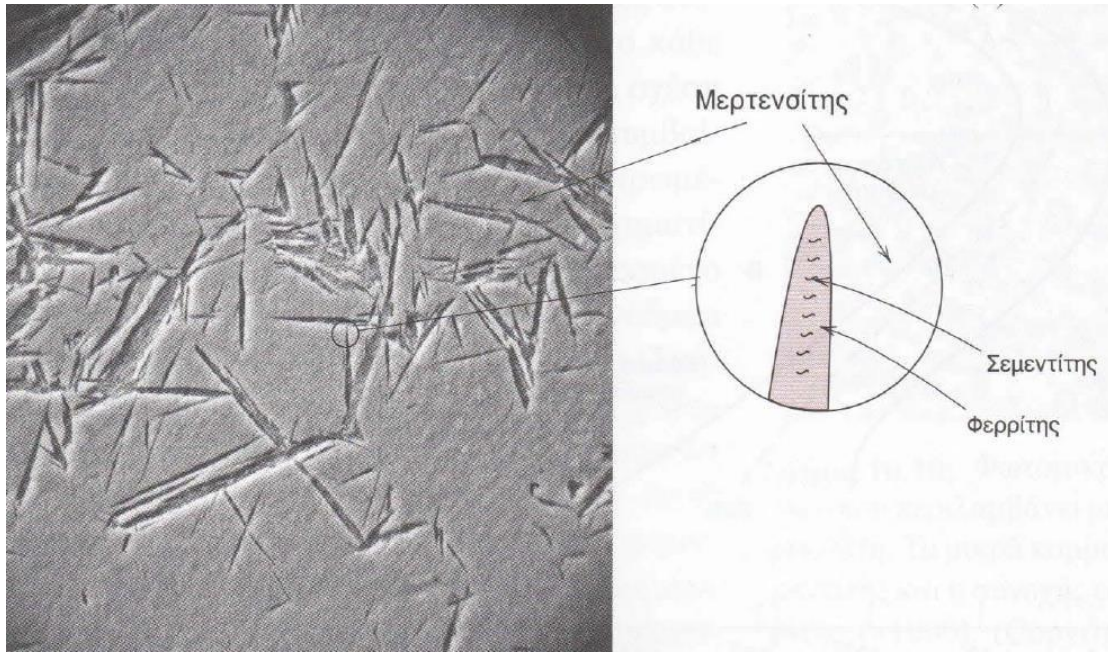
Θα περίμενε κανείς, ότι καθώς εξελίσσεται ο ισόθερμος μετασηματισμός του περλίτη με τη σταδιακή μείωση της θερμοκρασίας, τα εναλλασσόμενα φυλλοειδή

στρώματα φερρίτη και σεμεντίτη, θα γίνονται πιο λεπτά. Στην πραγματικότητα όμως δε συμβαίνει κάτι τέτοιο. Σε χαμηλές θερμοκρασίες έχουν διαπιστωθεί και άλλα μικροσυστατικά που παράγονται κατά το μετασχηματισμό του οστενίτη. Ένα από αυτά τα μικροσυστατικά ονομάζεται μπαινίτης. Ανάλογα με τη θερμοκρασία που γίνεται ο μετασχηματισμός, έχουν παρατηρηθεί δύο γενικοί τύποι μπαινίτη: ο ανώτερος και κατώτερος μπαινίτης. Οι μικροδομές αυτών των τύπων μπαινίτη, όπως και στον περλίτη, αποτελούνται από φάσεις φερρίτη και σεμεντίτη, οι διευθετήσεις τους όμως είναι διαφορετικές από την εναλλασσόμενη φυλλοειδή δομή που συναντάται στον περλίτη.

Για θερμοκρασίες μεταξύ $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $540\text{ }^{\circ}\text{C}$, ο μπαινίτης αποτελείται από παράλληλα πλακίδια ή βελόνες φερρίτη που διαχωρίζονται από επιμηκυμένα σωματίδια της φάσης σεμεντίτη. Αυτός ο τύπος μπαινίτη ονομάζεται ανώτερος μπαινίτης. Σε χαμηλότερες θερμοκρασίες $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ το προϊόν μετασχηματισμού είναι ο κατώτερος μπαινίτης. Στον κατώτερο μπαινίτη η φάση του φερρίτη έχει τη μορφή λεπτών πλακιδίων (αντί βελόνων όπως στον ανώτερο μπαινίτη) και στενά σωματίδια του σεμεντίτη (μορφής στενόμακρων ράβδων ή λωρίδων) σχηματίζονται μέσα στα πλακίδια του φερρίτη. (4)



Εικόνα 6: Ηλεκτρονική μικρογραφία, διερχόμενης δέσμης με την τεχνική "αντιγράφου" δομής υψηλού μπαινίτη τοποθετημένος διαγωνίως με το χαμηλότερο τμήμα αριστερά και το υψηλότερο δεξιά. Αποτελείται από επιμηκνόμενα, βελονοειδή τμήματα Fe_3C εντός μιας μήτρας φερρίτη . Η φάση που περιβάλλει τον μπαινίτη είναι ο μαρτενσίτης. (4)



Εικόνα 7: Ηλεκτρονική μικρογραφία, δομή χαμηλού μπαινίτη ($^{\circ}2300$) εντός μήτρας μαρτενσίτη, ενός χάλυβα τύπου AISI, που μετασχηματίστηκε ισόθερμα στους 300°C . (4)

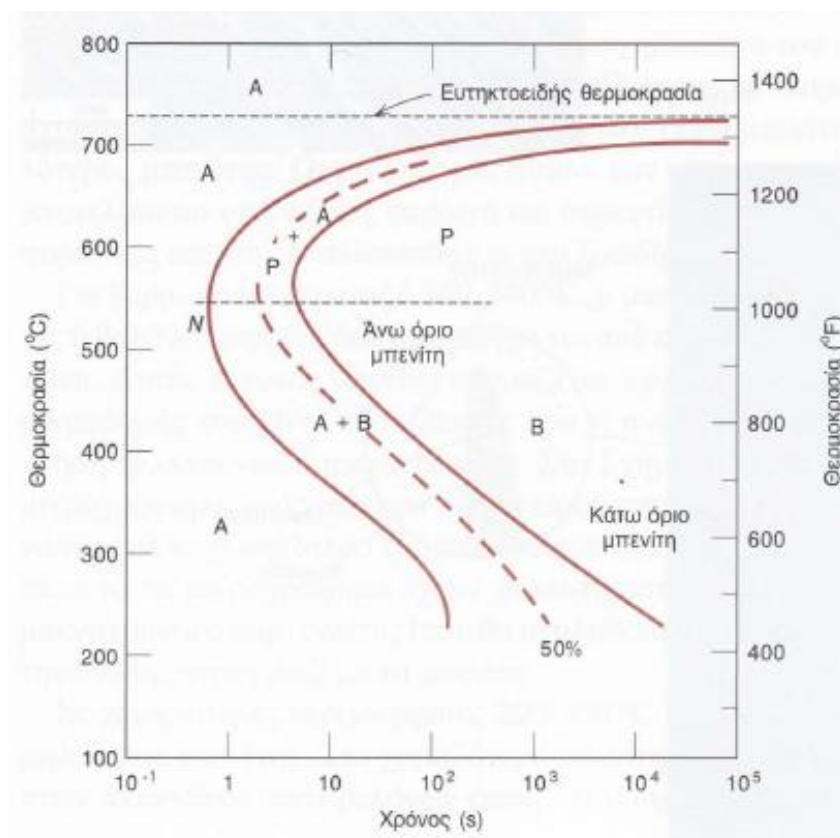
Η εξάρτηση του μετασχηματισμού του μπαινίτη ως προς τον χρόνο και τη θερμοκρασία μπορεί να παρασταθεί από διαγράμματα ισόθερμου μετασχηματισμού. Ο μετασχηματισμός του μπαινίτη γίνεται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες από αυτές που σχηματίζεται ο περλίτης. Οι καμπύλες έναρξης, περάτωσης και ημίσεως μετασχηματισμού του μπαινίτη είναι απλά οι προεκτάσεις των αντίστοιχων καμπύλων του μετασχηματισμού του περλίτη, όπως φαίνεται στην Εικόνα 7 που είναι το διάγραμμα ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα με ευτηκτοειδή σύσταση που έχει κατεργασθεί σε χαμηλές θερμοκρασίες. Οι τρεις καμπύλες είναι C-τύπου και έχουν μια "προεξοχή" στο σημείο N όπου ο ρυθμός μετασχηματισμού είναι μέγιστος. Αξίζει να σημειωθεί ότι ο περλίτης σχηματίζεται πάνω από το σημείο N και σε θερμοκρασίες εύρους $540^{\circ}\text{C} - 727^{\circ}\text{C}$, ενώ με ισόθερμη κατεργασία σε θερμοκρασία που ανήκει στο εύρος τιμών $215^{\circ}\text{C} - 540^{\circ}\text{C}$ το προϊόν μετασχηματισμού είναι ο μπαινίτης.

Επισημαίνεται ότι οι μετασχηματισμοί προς μπαινίτη ή περλίτη είναι ανταγωνιστικοί μεταξύ τους. Έτσι αν ένα κράμα έχει μετασχηματιστεί σε περλίτη ή μπαινίτη, ο μετασχηματισμός του στο άλλο μικροσυστατικό δεν είναι εφικτός χωρίς αναθέρμανση η οποία θα σχηματίσει ωστενίτη.

Τέλος πρέπει να αναφερθεί ότι η κινητική του μετασχηματισμού μπαινίτη (κάτω από το σημείο N της εικόνας 8) υπακούει στην εξίσωση:

$$r = Ae^{(-Q/RT)}$$

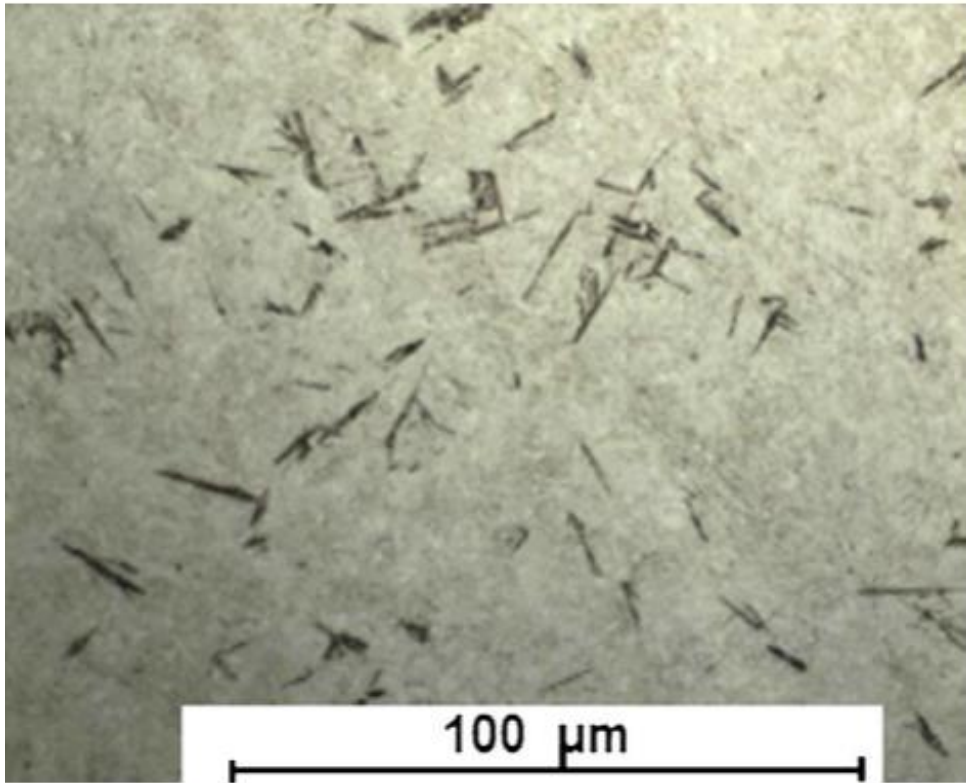
δηλαδή ο ρυθμός μετασχηματισμού αυξάνεται εκθετικά με την αύξηση της θερμοκρασίας. Τέλος, η κινητική πολλών μετασχηματισμών στερεάς κατάστασης αντιπροσωπεύεται από καμπύλες τύπου-C. (4)



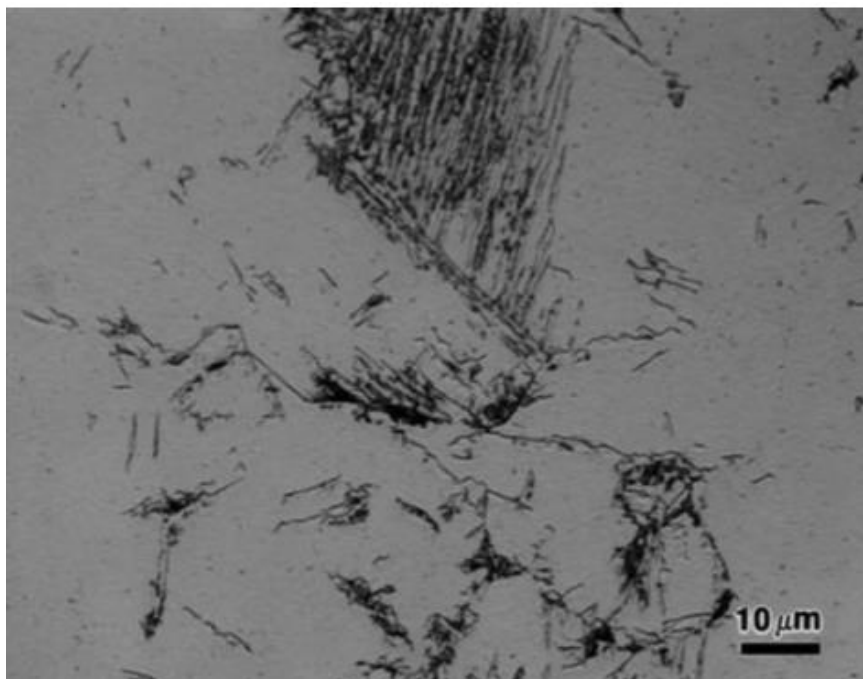
Εικόνα 8: Διάγραμμα ισόθερμων μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου- άνθρακα ευτηκτοειδούς σύστασης. Περιλαμβάνει τους μετασχηματισμούς ωστενίτη-περλίτη (A-P) και ωστενίτη-μπαινίτη (A-B).

Ο κατώτερος μπαινίτης συμπεριφέρεται παρόμοια με το μαρτενσίτη, όσον αφορά τη σχέση προσανατολισμού του ωστενίτη-φερρίτη Kurdjumov-Sachs. Κατά τη διάρκεια της υψηλής ταχύτητας του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού, τα άτομα άνθρακα είναι ανάκανα να μετακινηθούν από τις ενδιάμεσες θέσεις τους και παραμένουν σε οκταεδρικού τύπου δομές σε ενδιάμεσες θέσεις στο μαρτενσίτη, ενώ τα δύο είδη μπαινίτη εμφανίζονται με χαμηλότερο ρυθμό, υποβοηθούμενα από διάχυση άνθρακα που εξαρτάται από τη θερμοκρασία.

Μία ακόμα διαφορά μεταξύ των μετασχηματισμών ωστενίτη σε μαρτενσίτη και ωστενίτη σε μπαινίτη είναι στα καρβίδια σιδήρου που κατακρημνίζονται σε παράλληλη σχέση προσανατολισμού με τον κατώτερο μπαινίτη, ενώ στον μαρτενσίτη τα κατακρημνίσματα βρίσκονται σε διαφορετικές κρυσταλλογραφικές διευθύνσεις. (5)



Εικόνα 9: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μπαινιτικού μετασχηματισμού. Τα μαύρα «πηχάκια» υποδηλώνουν τον κατώτερο μπαινίτη, ο οποίος βρίσκεται σε μαρτενσιτική μήτρα. (5)



Εικόνα 10: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας μπαινιτικού μετασχηματισμού. Οι μαύρες περιοχές υποδηλώνουν ανώτερο μπαινίτη σε μαρτενσιτική μήτρα

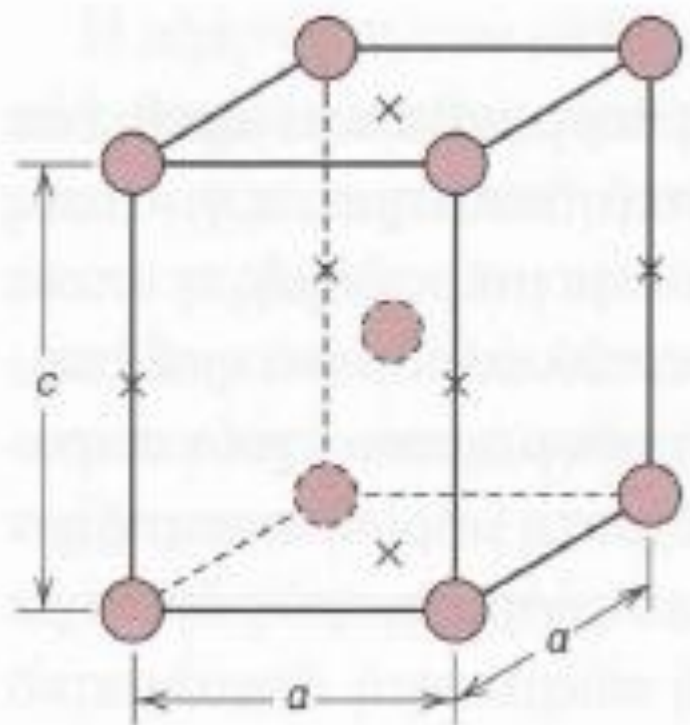
MARTEΝΣΙΤΗΣ

Όταν ωστενιτικά κράματα σιδήρου-άνθρακα ψυχθούν γρήγορα (βαφή) προς θερμοκρασίες χαμηλές (κοντά στη θερμοκρασία περιβάλλοντος) τότε σχηματίζεται ένα άλλο μικροσυστατικό που ονομάζεται μαρτενσίτης. Ο μαρτενσίτης είναι μια μονοφασική δομή μη ισορροπίας που προκύπτει από μετασχηματισμό, άνευ διάχυσης (διατμητικός), του ωστενίτη. Μπορούμε να θεωρήσουμε ότι ο μαρτενσίτης είναι ένα προϊόν μετασχηματισμού ανταγωνιστικό του περλίτη και του μπαινίτη. Ο μετασχηματισμός σε μαρτενσίτη μπορεί να γίνει όταν ο ρυθμός ψύξης είναι τόσο γρήγορος ώστε να μην επιτραπεί η διάχυση άνθρακα

Ένας μεγάλος αριθμός ατόμων κινείται σε συμφωνία, έτσι ώστε το κάθε άτομο να έχει μετακινηθεί ελάχιστα σε σχέση με το κάθε γειτονικό του άτομο. Αυτό συμβαίνει κατά τέτοιο τρόπο ώστε ο εδροκεντρωμένος κυβικός (FCC) ωστενίτης να μετασχηματίζεται πολυμορφικά προς ένα χωροκεντρομένο τετραγωνικό (BCT) μαρτενσίτη. Μια μοναδιαία κυψελίδα της BCT κρυσταλλικής δομής (Εικόνα 11) μπορεί να περιγραφεί ως ένας χωροκεντρωμένος κύβος που απλά έχει επιμηκυνθεί

κατά μήκος μιας από τις διευθύνσεις του. Αυτή η δομή διαφέρει δραστικά από τον BCC φερρίτη.

Στον μαρτενσίτη όλα τα άτομα άνθρακα αποτελούν προσμίξεις παρεμβολής, και σχηματίζουν ένα υπέρκορο στερεό διάλυμα που είναι ικανό να μετασχηματισθεί ταχέως σε άλλες δομές αν θερμανθεί σε θερμοκρασίες στις οποίες οι ρυθμοί διάχυσης είναι σημαντικοί. Πολλοί χάλυβες διατηρούν τη δομή μαρτενσίτη για άπειρο χρόνο σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.

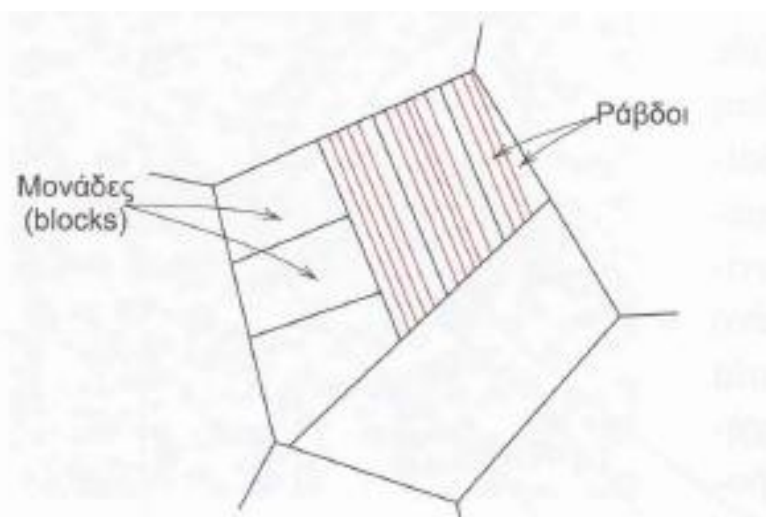


Εικόνα 11: Η χωροκεντρωμένη μοναδιαία κυψελίδα του μαρτενσιτικού χάλυβα όπου φαίνονται τα άτομα σιδήρου (κύκλοι) και οι θέσεις που μπορεί να καταληφθούν από τα άτομα άνθρακα με σταυρούς. Για αυτή την τετραγωνική κυψελίδα, $c > a$

Ο μετασχηματισμός σε μαρτενσίτη δεν απαντάται μόνο στα κράματα σιδήρου-άνθρακα. Έχει βρεθεί και σε άλλα συστήματα και έχει χαρακτηριστεί, εν μέρει, ως μετασχηματισμός άνευ διάχυσης.

Αφού ο μετασχηματισμός μαρτενσίτη δεν περιλαμβάνει τη διαδικασία διάχυσης, πραγματοποιείται σχεδόν ακαριαία. Οι κόκκοι μαρτενσίτη σχηματίζουν πυρήνες και αναπτύσσονται με πολύ γρήγορο ρυθμό -με την ταχύτητα του ήχου- εντός της μήτρας

του ωστενίτη. Έτσι για πρακτικούς λόγους θεωρείται ότι ο ρυθμός μετασχηματισμού του μαρτενσίτη είναι ανεξάρτητος του χρόνου. Στα κράματα σιδήρου-άνθρακα, έχουν διαπιστωθεί δυο διαφορετικές μικροδομές μαρτενσίτη ο ραβδόμορφος και ο αμφίκυρτος . Για τα κράματα που περιέχουν 0.6 % κ.β. C, οι κόκκοι του μαρτενσίτη σχηματίζονται ως ράβδοι (μακριά και λεπτά πλακίδια σαν λεπίδες γρασιδιού) συνεχόμενες και παράλληλες μεταξύ τους. Αυτές οι ράβδοι, ομαδοποιούνται ώστε να σχηματίσουν μεγαλύτερα δομικά τμήματα που ονομάζονται μονάδες (blocks).



Εικόνα 12: Σχηματικό διάγραμμα των μικροδομικών χαρακτηριστικών ραβδόμορφου ή ογκώδους μαρτενσίτη.

Ο φακοειδής μαρτενσίτης ή μαρτενσίτης πλάκας απαντάται τυπικά σε κράματα σιδήρου- άνθρακα με περιεκτικότητα μεγαλύτερη του 0.6 % κ.β. C. Οι κόκκοι αυτού του μαρτενσίτη έχουν τη μορφή βελόνας (π.χ. αμφίκυρτος) ή πλακιδίων όπως φαίνεται στην μικροφωτογραφία της Εικόνας 13. Στην εικόνα, οι σκοτεινές περιοχές είναι οι κόκκοι του αμφίκυρτου μαρτενσίτη ενώ η λευκή φάση είναι υπολειπόμενος ωστενίτης που δε μετασχηματίστηκε κατά τη ταχεία ψύξη (βαφή).



Εικόνα 13: Μικροφωτογραφία της μικροδομής φακοειδούς μαρτενσίτη . Οι βελονοειδείς κόκκοι είναι η φάση του μαρτενσίτη ενώ η λευκές περιοχές είναι υπολειπόμενος ωστενίτης που δε μετασχηματίσθηκε κατά τη ταχεία ψύξη (x1220). (Photomicrograph courtesy of United States Steel Corporation.)

Πρέπει να σημειωθεί ότι οι δυο τύποι μαρτενσίτη καθώς και άλλα μικροσυστατικά (π.χ. περλίτης, μπαινίτης) μπορούν να συνυπάρχουν.

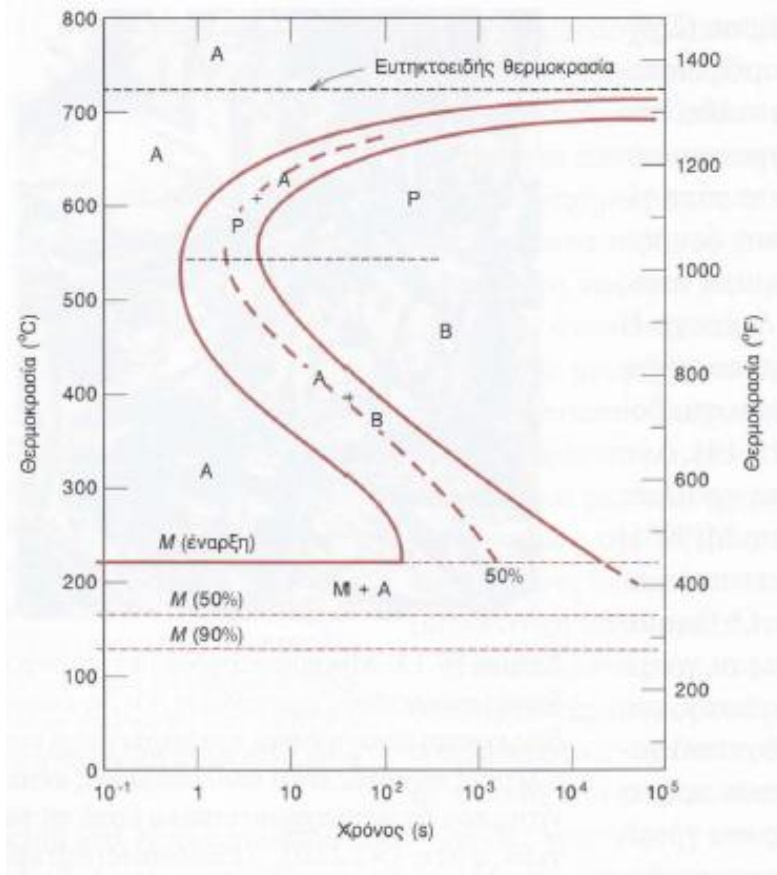
Αφού ο μαρτενσίτης είναι φάση μη ισορροπίας, δεν εμφανίζεται στο διάγραμμα φάσης σιδήρου-καρβιδίου του σιδήρου. Όμως ο μετασχηματισμός ωστενίτη - μαρτενσίτη μπορεί να παρασταθεί στα διαγράμματα ισόθερμου μετασχηματισμού. Επειδή ο μετασχηματισμός μαρτενσίτη γίνεται ακαριαία και άνευ διάχυσης δεν περιγράφεται σε αυτά τα διαγράμματα όπως οι περλιτικές ή μπαινιτικές αντιδράσεις. Η έναρξη του μετασχηματισμού παρουσιάζεται από μια οριζόντια γραμμή που συμβολίζεται ως M (έναρξη) (Εικόνα 14). Δύο άλλες οριζόντιες διακεκομμένες γραμμές που συμβολίζονται ως M(50%) και M(90%) δηλώνουν τα % ποσοστά του μετασχηματισμού ωστενίτη σε μαρτενσίτη. Οι θερμοκρασίες όπου εντοπίζονται αυτές

οι γραμμές ποικίλλουν ανάλογα της σύστασης του κράματος, αλλά πρέπει να είναι σχετικά χαμηλές, επειδή η διάχυση άνθρακα πρέπει να είναι μηδενική. Ο οριζόντιος και γραμμικός χαρακτήρας αυτών των γραμμών δηλώνει ότι ο μετασχηματισμός είναι ανεξάρτητος του χρόνου, και ότι είναι συνάρτηση μόνο της θερμοκρασίας στην οποία το κράμα ψύχεται ταχέως. Μετασχηματισμοί τέτοιου τύπου ονομάζονται αθερμικοί μετασχηματισμοί.

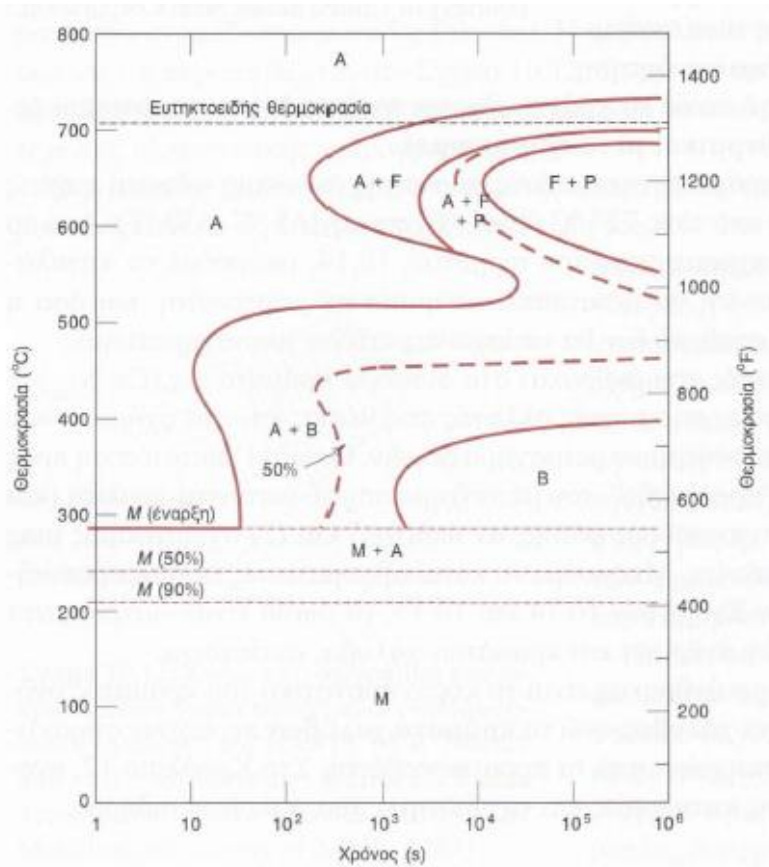
Ας θεωρηθεί ένα κράμα ευτηκτοειδούς σύστασης, το οποίο ψύχεται ταχέως από μια θερμοκρασία πάνω από τους 727 °C στους 165 °C. Από το διάγραμμα ισόθερμων μετασχηματισμού της Εικόνας 15, γίνεται αντιληπτό ότι το 50 % του ωστενίτη θα μετατράπηκε ακαριαία σε μαρτενσίτη, και όσο η θερμοκρασία θα παραμένει σταθερή δεν θα υπάρχει περαιτέρω μετασχηματισμός.

Η παρουσία στοιχείων (εκτός του άνθρακα) στα διάφορα κράματα π.χ. χρώμιο (Cr), νικέλιο (Ni), μολυβδαίνιο (Mo) και βολφράμιο (W) μπορεί να προκαλέσουν σημαντικές αλλαγές στις θέσεις και στα σχήματα των καμπυλών στα διαγράμματα ισόθερμων μετασχηματισμών. Όπως (1) μετατόπιση προς μεγαλύτερους χρόνους της "προεξοχής" του μετασχηματισμού ωστενίτη-περλίτη (και της "προεξοχής" της προευτηκτοειδούς φάσης, αν υπάρχει) και (2) σχηματισμός μιας ανεξάρτητης "προεξοχής" μπαινίτη. Οι διαφοροποιήσεις αυτές φανερώνονται μετά από σύγκριση των Εικόνων 14 και 15, οι οποίες είναι διαγράμματα ισόθερμων μετασχηματισμών άνθρακα και κραμάτων χάλυβα, αντίστοιχα.

Οι χάλυβες στους οποίους ο άνθρακας είναι το κύριο συστατικό του κράματος ονομάζονται κοινοί ανθρακούχοι χάλυβες, ενώ τα κράματα χάλυβων περιέχουν σημαντικές συγκεντρώσεις άλλων στοιχείων από τα προαναφερθέντα. (4)



Εικόνα 14: Πλήρες διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα ευτηκτοειδούς σύστασης. (A) ωστενίτη ς, (B) μπαινίτης, (M) μαρτενσίτης και (P) περλίτης.

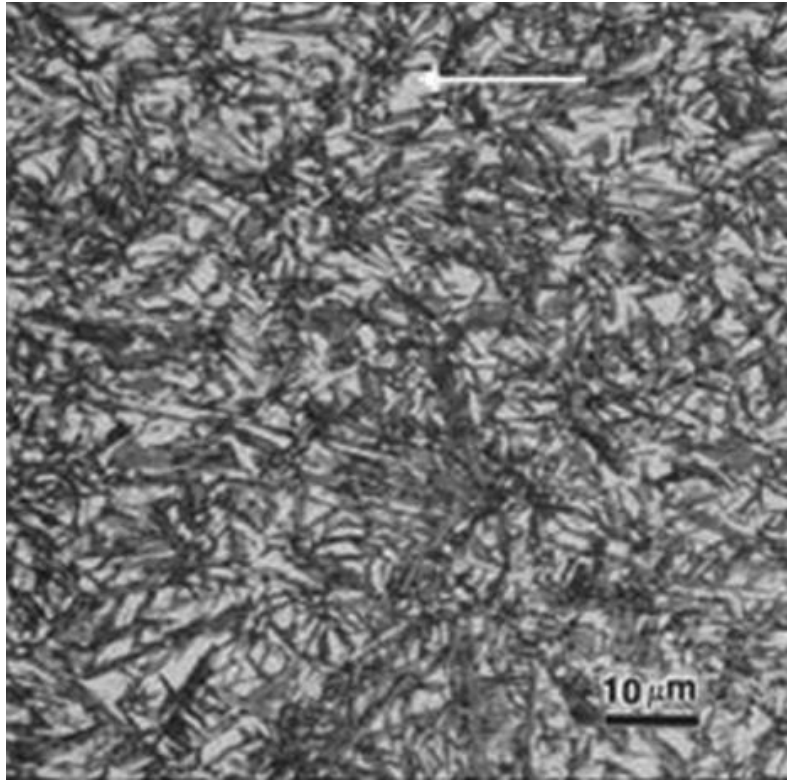


Εικόνα 15: Διάγραμμα ισόθερμου μετασχηματισμού ενός κράματος χάλυβα τύπου 4340. (A) ωστενίτης, (B) μπαινίτης, (M) μαρτενσίτης, (P) περλίτης, (F) προεπιθηκτοειδής φερρίτης.

Καθώς ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός ξεκινά σε διαφορετικές χρονικές στιγμές στην επιφάνεια αλλά και στον πυρήνα του χάλυβα, η ποικιλία στο μέγεθος και στη συνεισφορά του μεγέθους αυξάνονται και τοπικές εφελκυστικές τάσεις αναπτύσσονται στην επιφάνεια μετά τη θερμική κατεργασία και τη βαφή. Η διακύμανση του όγκου κατά το σχηματισμό από ωστενίτη σε μαρτενσίτη με αρχικό ποσοστό 1% άνθρακα στο χάλυβα είναι 4% και μειώνεται με την αύξηση της περιεκτικότητας του άνθρακα στη σύσταση. Αυτό συμβαίνει λόγω των επιδράσεων του άνθρακα στον ωστενίτη σε σχέση με τον μαρτενσίτη.

Η ανάγκη για δημιουργία μαρτενσιτικής μικροδομής οφείλεται στην αυξημένη σκληρότητά του, η οποία σχετίζεται με την ύπαρξη άλλων κραματικών στοιχείων εκτός από τον άνθρακα. Για παράδειγμα, το μολυβδαίνιο, το χρώμιο και το νικέλιο αυξάνουν τη σκληρότητα, ενώ το κοβάλτιο μειώνει τη σκληρότητα του χάλυβα. Η επίδραση των κραματικών στοιχείων δρα αθροιστικά αφού η προσθήκη μικρών ποσοστών από

διάφορα στοιχεία αυξάνει περισσότερο την σκληρότητα από ότι η προσθήκη ενός στοιχείου σε μεγάλη ποσότητα. Η μεγαλύτερη σκληρότητα επιβραδύνει το μαρτενσιτικό μετασχηματισμό, μειώνοντας έτσι τις τοπικές τάσεις εφελκυσμού στην επιφάνεια του δοκιμίου. (5)



Εικόνα 16: Εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας από βαμμένο χάλυβα 1.3%C. Οι μαύρες βελόνες είναι πλάκες μαρτενσίτη, ενώ το βέλος παρουσιάζει υπολειπόμενο ωστενίτη.

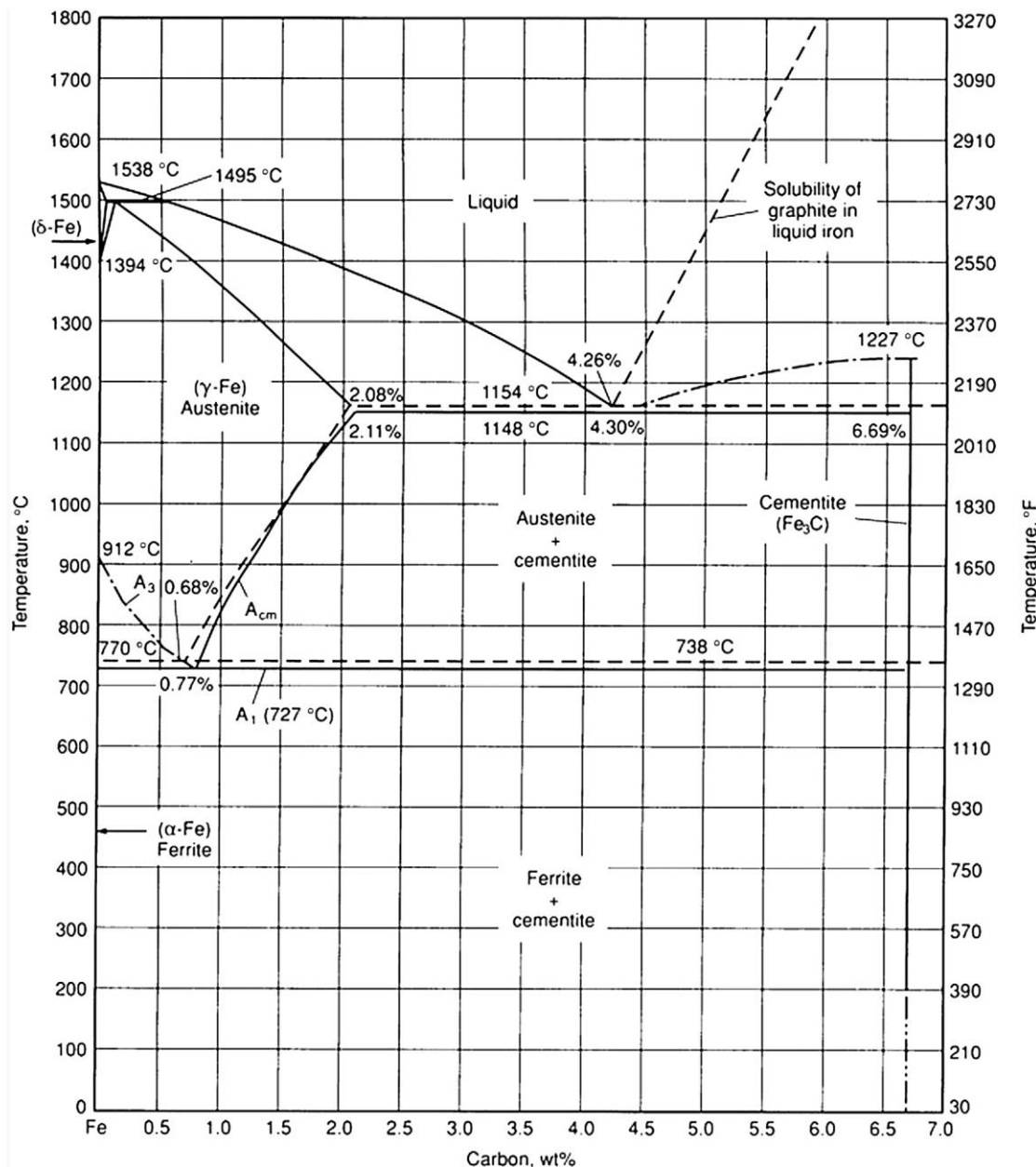
ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ

ΩΣΤΕΝΙΤΟΠΟΙΗΣΗ

Οι χάλυβες ταξινομούνται ανάλογα με την περιεκτικότητα σε άνθρακα, σε υποευτηκτοειδείς (κάτω του 0,77 % κ.β. άνθρακα), ευτηκτοειδείς (0,77 % κ.β. σε ωστενίτη σε υψηλή θερμοκρασία). Κάτω από τη θερμοκρασία A_1 των $727\text{ }^\circ\text{C}$ (αναφέρεται ως ευτηκτοειδής ή χαμηλότερη κρίσιμη θερμοκρασία), η σύσταση στο σημείο ισορροπίας αποτελείται από χωροκεντρωμένο φερρίτη (α -σίδηρος) και σεμεντίτη. Αναφέρονται διάφορες τιμές για τη σύνθεση και τη θερμοκρασία του ευτηκτοειδούς, η οποία κυμαίνεται από 0,76 % κ.β. έως 0,83 % κ.β. άνθρακα και από $722\text{ }^\circ\text{C}$ έως $732\text{ }^\circ\text{C}$, αλλά οι αποδεκτές από συναίνεση τιμές είναι 0,76 % κ.β. - 0,77 % κ.β. άνθρακα και $727\text{ }^\circ\text{C}$, αντίστοιχα. Ωστόσο, σπάνια εξετάζεται ένα δυαδικό κράμα Fe – C χωρίς κραματικές προσθήκες ή ακαθαρσίες, με αποτέλεσμα να διαφοροποιούνται από τις αποδεκτές τιμές της ευτηκτοειδούς σύστασης και της ευτηκτοειδούς θερμοκρασίας.

Με τη θέρμανση ενός κράματος σιδήρου-άνθρακα με ευτηκτοειδή σύνθεση, θα αρχίσει να μετασχηματίζεται απευθείας από τη μικροδομή της θερμοκρασίας δωματίου (περλίτης, μπαινίτης, μαρτενσίτης ή κάποιος συνδυασμός) σε ωστενίτη στη ευτηκτοειδή θερμοκρασία, $727\text{ }^\circ\text{C}$. Οι υποευτηκτοειδείς χάλυβες θα αρχίσουν να σχηματίζουν ωστενίτη αλλά θα διατηρήσουν τον φερρίτη μέχρι να φτάσουν στη θερμοκρασία A_3 . Οι χάλυβες που θερμαίνονται εντός του πεδίου φάσης φερρίτη-ωστενίτη μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τη δημιουργία, σε θερμοκρασία δωματίου, μικροδομών με διάφορα κλάσματα όγκου φερρίτη και μαρτενσίτη (μετασχηματισμένα από ωστενίτη). Οι υπereυτηκτοειδείς χάλυβες σχηματίζουν ωστενίτη ενώ διατηρούν τον σεμεντίτη μέχρι τη θερμοκρασία A_{cm} και είναι πλήρως ωστενιτικοί πάνω από την A_{cm} . Έτσι, το ποσοστό άνθρακα σε έναν δεδομένο χάλυβα είναι ο πρώτος σημαντικός παράγοντας για το προσδιορισμό της θερμοκρασίας θερμικής επεξεργασίας, καθώς όλοι οι χάλυβες υφίστανται κάποιο μετασχηματισμό στον ωστενίτη, στον ωστενίτη - φερρίτη, ή στον ωστενίτη - σεμεντίτη, ανεξάρτητα από την περιεκτικότητα σε άνθρακα.

(6)



Εικόνα 17: Περιοχές πλούσιες σε άνθρακα του διαγράμματος φάσης ισορροπίας σιδήρου-άνθρακα (στερεές γραμμές) και σιδήρου-σεμεντίτη (διακεκομμένες γραμμές).

Ο σκοπός της πλήρους ανόπτησης είναι να σβήσει την προηγούμενη μικροδομή του χάλυβα που βρισκόταν σε θερμοκρασία δωματίου για την ευκολία μεταγενέστερης επεξεργασίας ή κατεργασίας παραμόρφωσης. Για την πλήρη ανόπτηση του υποευτηκτοειδούς χάλυβα, πρέπει να θερμανθεί ακριβώς πάνω από το A₃ θερμοκρασία. Για παράδειγμα, ο χάλυβας 1015 (0,15 % κ.β. C) θερμαίνεται μέχρι τους 900 °C, ενώ ο χάλυβας 1045 (0,45% κ.β. άνθρακας) θερμαίνεται μέχρι τους 845 °C, καθώς η θερμοκρασία μετασχηματισμού A₃ μειώνεται με την αύξηση της

περιεκτικότητας σε άνθρακα. Το υλικό διατηρείται στη θερμοκρασία ανόπτησης, συνήθως για 1 ώρα, και μετά ψύχεται αργά εντός του μέσου ανόπτησης. Αυτή η διαδικασία ανόπτησης παράγει μία χονδροειδή μικροδομή φερρίτη-περλίτη, η οποία έχει χαμηλότερη αντοχή, το οποίο διευκολύνει την επακόλουθη ψυχρή παραμόρφωση.

Για υπερευτηκτοειδείς χάλυβες, η ανόπτηση πραγματοποιείται πάνω από τη θερμοκρασία A1, καθώς η προτιμώμενη μικροδομή για την επακόλουθη θερμική επεξεργασία ή κατεργασία είναι φερρίτης και σφαιροειδή καρβίδια. Για παράδειγμα, ο χάλυβας 52100 υφίσταται ανόπτηση στους 790 °C, και το υλικό πρέπει στη συνέχεια να ψυχθεί πολύ αργά για να επιτρέψει στον ωστενίτη να μετασχηματιστεί σε φερρίτη, να αποφύγει άλλους μετασχηματισμούς και να επιτρέψει στα καρβίδια να γίνουν πιο ευμεγέθη (διάχυση άνθρακα στα καρβίδια). Αυτός ο τύπος ανόπτησης αναφέρεται ως σφαιροειδής ανόπτηση. Εάν είναι απαραίτητο να υπάρξει περαιτέρω σφαιροποίηση καρβιδίων για κατεργασιμότητα ή επεξεργασία παραμόρφωσης, οι τελευταίες επεξεργασίες πραγματοποιούνται ακριβώς κάτω από τη χαμηλότερη κρίσιμη θερμοκρασία, η οποία χρησιμοποιείται για χάλυβες μεσαίου και υψηλού ποσοστού σε άνθρακα. Οι διαδικασίες σφαιροποίησης μπορεί να διαρκέσουν πολλές ώρες, αλλά μπορεί να είναι ο μόνος τρόπος αποτελεσματικής επεξεργασίας χάλυβα μεσαίου και υψηλού ποσοστού σε άνθρακα, οι οποίοι μπορούν να έχουν υψηλή αντοχή ακόμη και με ευμεγέθη περλιτική μικροδομή. Για υπερευτηκτοειδείς χάλυβες, έχει επίσης χρησιμοποιηθεί θερμικός κύκλος πάνω και κάτω από τη χαμηλότερη κρίσιμη θερμοκρασία, για την εκλέπτυνση της μικροδομής.

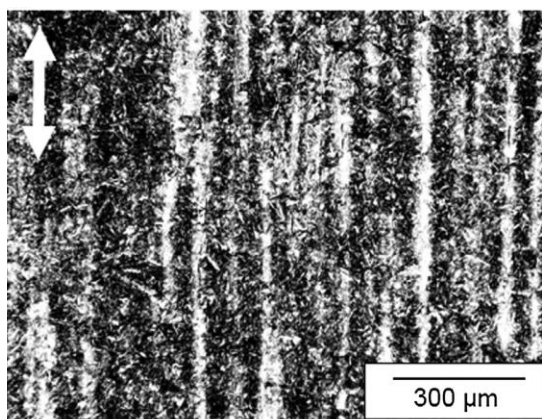
Τόσο οι υποευτηκτοειδείς όσο και οι υπερευτηκτοειδείς χάλυβες μπορούν να ομαλοποιηθούν (normalized), μια διαδικασία που χρησιμοποιείται για την εξομάλυνση μικροδομής που δημιουργήθηκε από ψυχρή επεξεργασία ή από θερμή σφυρηλασία. Η ομαλοποίηση δημιουργεί ένα λεπτό μέγεθος κόκκων ωστενίτη και μια επακόλουθη εκλεπτυσμένη μικροδομή σε θερμοκρασία δωματίου, που είναι ευκολότερη στη θερμική επεξεργασία και οδηγεί σε αυξημένη σκληρότητα. Η ομαλοποίηση περιλαμβάνει θέρμανση σε θερμοκρασίες πάνω από την ανώτερη κρίσιμη θερμοκρασία, επιτρέποντας την ολοκλήρωση του μετασχηματισμού ωστενίτη και ψύξη στον αέρα. Ελαφρώς υψηλότερες θερμοκρασίες ωστενιτοποίησης και ταχύτερος ρυθμός ψύξης είναι οι πρωταρχικές διαφορές μεταξύ ομαλοποίησης και πλήρους ανόπτησης και έχουν ως αποτέλεσμα ένα λεπτό μέγεθος κόκκου σε θερμοκρασία

δωματίου. Πρέπει να σημειωθεί ότι η ομαλοποίηση εφαρμόζεται συχνά σε μέρη που έχουν σφυρηλατηθεί πολύ υψηλές θερμοκρασίες όπου το μέγεθος των κόκκων ωστενίτη μπορεί να είναι πολύ χονδροειδές. Η κινητική αύξησης των κόκκων του ωστενίτη αυξάνεται με τη θερμοκρασία και η ταχεία ανάπτυξη των κόκκων εμφανίζεται πάνω από περίπου 1050 °C. Δεδομένου ότι η σφυρηλασία μπορεί να απαιτεί πολύ υψηλές θερμοκρασίες, η ομογενοποίηση είναι μια επακόλουθη επεξεργασία, που χρησιμοποιείται για τη βελτίωση του μεγέθους κόκκων ωστενίτη και της μικροδομής φερρίτη-περλίτη σε θερμοκρασία δωματίου.

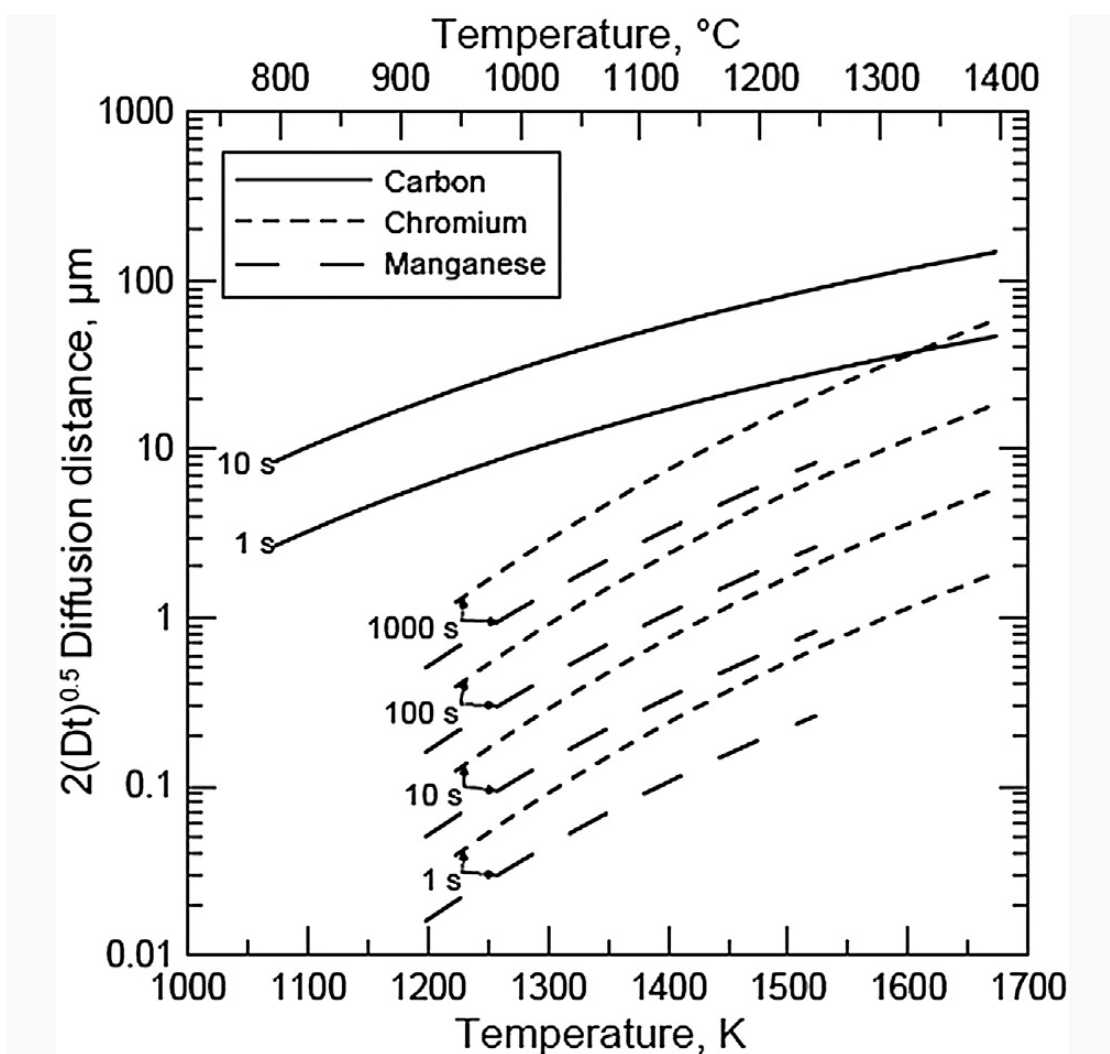
Οι διαδικασίες ανόπτησης στη διφασική περιοχή (intercritical) μπορούν να χρησιμοποιηθούν για τη δημιουργία μικροδομών με σταθερά κλάσματα όγκου φερρίτη και ωστενίτη, με αποτέλεσμα κλάσματα ελεγχόμενου όγκου φερρίτη και μαρτενσίτη και / ή μπαινίτη. Οι χάλυβες που έχουν υποστεί intercritical ανόπτηση, υφίστανται βαφή στο διφασικό πεδίο και η βαφή είναι συνήθως η τελική θερμική επεξεργασία πριν τεθεί σε λειτουργία ο χάλυβας. Αυτή η πρακτική έχει ως αποτέλεσμα προϊόντα με εξαιρετικούς συνδυασμούς αντοχής και ολκιμότητας και χρησιμοποιείται για την παραγωγή Dual Phase χαλύβων. Για το λόγο αυτό, η intercritical ανόπτηση είναι μια εξαιρετικά σημαντική διαδικασία για την παραγωγή ελασμάτων Προηγμένων Χαλύβων Υψηλής Αντοχής (AHSS) χαμηλού ποσοστού άνθρακα και η γνώση της ακριβούς σταθερότητας των φάσεων και του ελέγχου των κραματικών προσθηκών, είναι απαραίτητη.

Οι θερμικές επεξεργασίες ομογενοποίησης χρησιμοποιούνται για τη μείωση του στοιχειακού διαχωρισμού που συμβαίνει κατά τη χύτευση χάλυβα. Οι χάλυβες στερεοποιούνται από την ανάπτυξη δενδριτικών κρυστάλλων, οι οποίοι απορρίπτουν κραματικά στοιχεία και ακαθαρσίες στο διάλυμα, σύμφωνα με την περιεκτικότητα της κάθε φάσης σε άνθρακα, με αποτέλεσμα το φαινόμενο του ενδοδενδριτικού διαχωρισμού, το οποίο προκαλεί τόσο μακροδιαχωρισμό όσο και μικροδιαχωρισμό. Ο μακροδιαχωρισμός αναφέρεται σε σταδιακές αλλαγές στη μέση σύνθεση σε μεγάλες αποστάσεις (εκατοστά έως μέτρα) καθώς εξελίσσεται η στερεοποίηση και μπορεί να απαιτηθούν πολλές ώρες (ημέρες) σε υψηλές θερμοκρασίες για να εξομαλυνθεί, κάτι που γενικά δεν αποτελεί πρακτική λύση κατά τη βιομηχανική επεξεργασία. Ο μικροδιαχωρισμός αναφέρεται σε τοπικές βαθμίδες συγκέντρωσης που είναι προϊόντα στερεοποίησης και που εκτείνονται σε αποστάσεις χιλιοστών ή μικρότερες. Ο

δενδριτικός διαχωρισμός είναι ένα συνηθισμένο παράδειγμα, το οποίο οδηγεί σε μικροδομές τύπου ζώνης (banded microstructure) που προέρχονται από υλικά, τα οποία έχουν υποστεί έλαση. Ένα παράδειγμα από χάλυβες με μικροδομή τύπου ζώνης φαίνεται στην εικόνα 18. Αυτό προκύπτει από τον διαχωρισμό χρωμίου στο χάλυβα θερμής έλασης 52100. Η κλίμακα ζώνης είναι της τάξης των 50 μικρών και κυμαίνεται από 1,2% κ.β έως 2,0% κ.β. χρώμιο. Είναι προφανές ότι αυτή η διακύμανση στη σύσταση μπορεί να επηρεάσει τη σταθερότητα της τοπικής φάσης. Η εξομάλυνση αυτού του τύπου διαχωρισμού απαιτεί ακόμη μεγάλους χρόνους θερμικής επεξεργασίας σε υψηλές θερμοκρασίες. Με βάση την εικόνα 19, το χρώμιο μπορεί να διαχέει 10 μικρά σε 1000 δευτερόλεπτα στους 1200 °C, οπότε η εξάλειψη αυτού του διαχωρισμού θα διαρκέσει τουλάχιστον 5000 δευτερόλεπτα (περίπου 1,5 ώρα), κάτι που δεν θα ήταν επιθυμητό, καθώς θα αυξήσει επίσης σημαντικά το μέγεθος των κόκκων ωστενίτη. Ωστόσο, έχει αποδειχθεί ότι οι πραγματικοί χρόνοι ομογενοποίησης διαρκούν περισσότερο από ό, τι προβλέπουν οι εκτιμήσεις διάχυσης, κυρίως λόγω της μειωμένης κινητήριας δύναμη καθώς ο διαχωρισμός μειώνεται. Στους κοινούς ανθρακούχους χάλυβες, οι ζώνες μαγγανίου βρίσκονται συχνά σε χάλυβες θερμής έλασης. Μια μελέτη εξέταζε τους χρόνους ομογενοποίησης που απαιτούνται για την απομάκρυνση του 95% του διαχωρισμένου μαγγανίου σε χάλυβα θερμής έλασης 4145 και διαπίστωσε ότι απαιτούνται 100 ώρες στους 1200 °C. Οι μικροδομές τύπου ζώνης με χημική προσμίξεις, προκαλούν ιδιαίτερη ανησυχία όταν εξετάζεται η χρήση στοιχείων που βοηθούν την επιφανειακή σκληρότητα, τα οποία υποβάλλονται σε θερμική επεξεργασία με μεθόδους υψηλής θερμοκρασίας (επαγωγή ή σκλήρυνση με φλόγα) ή θερμικές επεξεργασίες που χρησιμοποιούν intercritical απόπτηση και φάσης που συνεισφέρουν στην τοπική σταθερότητα για τη δημιουργία σύνθετων τελικών μικροδομών, όπως αυτές για τους AHSS. (6)

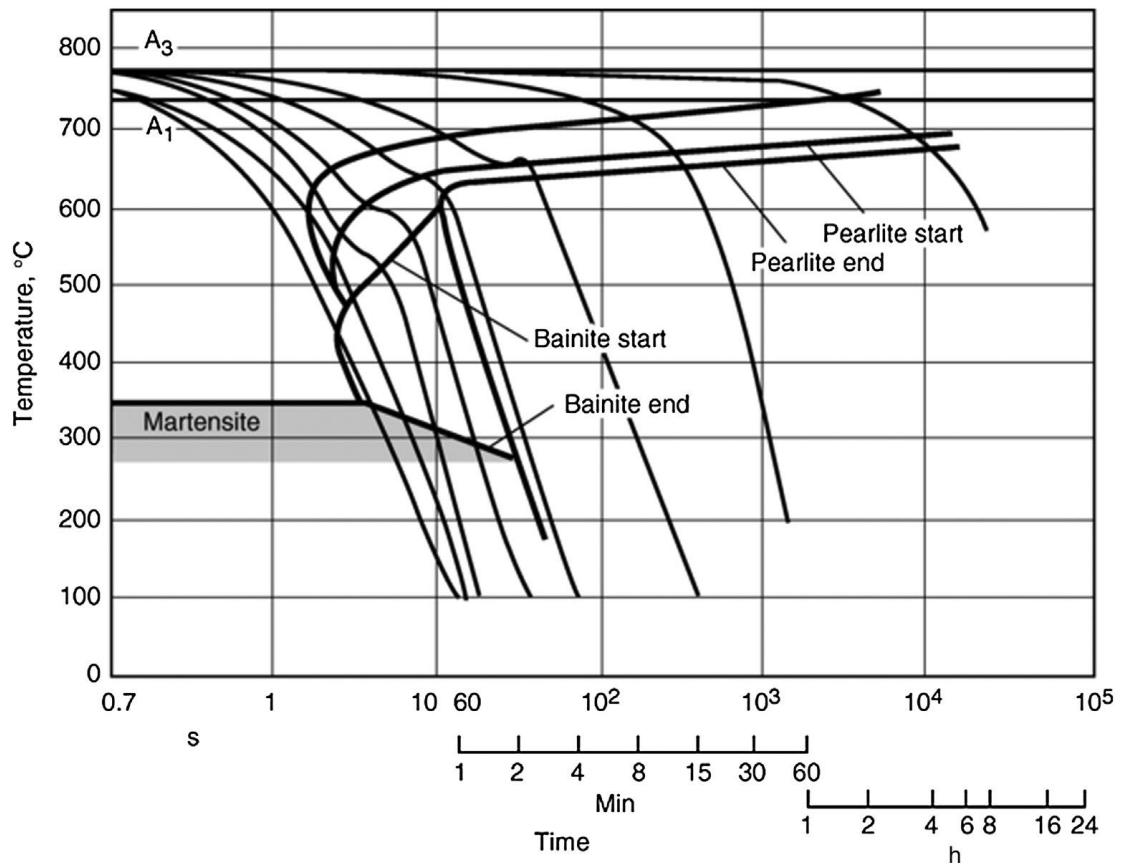


Εικόνα 18: Οπτική μικρογραφία σφαιροειδούς χάλυβα 52100 που δείχνει μικροδομή παράλληλη προς την κατεύθυνση έλασης (βέλος), προσβολή με Nital



Εικόνα 19: Η απόσταση διάχυσης στον ωστενίτη σε ισοθερμική παραμονή για υποδεικνυόμενους χρόνους, υπολογίζεται από τον τύπο $L = 2(Dt)^{-1/2}$, όπου το L αντιπροσωπεύει την απόσταση διάχυσης σε εκατοστά, D είναι ο συντελεστής διάχυσης των διασκορπισμένων ειδών στον ωστενίτη ($cm^2 s^{-1}$) και ο χρόνος είναι σε δευτερόλεπτα.

Οι θερμικές επεξεργασίες σκλήρυνσης σε χάλυβες χρησιμοποιούνται για τη δημιουργία μαρτενσιτικών ή ίσως μπαινιτικών μικροδομών και απαιτούν γρήγορους ρυθμούς ψύξης από τον ωστενίτη για να αποφευχθεί η μετατροπή σε περλίτη. Η εικόνα 20 δείχνει ένα διάγραμμα συνεχούς ψύξης για χάλυβα που περιέχει 0,45% κ.β. άνθρακα. Προκειμένου να αποφευχθεί ο σχηματισμός περλίτη, απαιτείται πολύ γρήγορος ρυθμός απόψυξης από τη θερμοκρασία ωστενιτοποίησης, με τη θερμοκρασία του υλικού να πρέπει να κρυώσει κάτω από τους 500 °C μέσα σε λίγα δευτερόλεπτα. Για αυτό το κράμα, η σκληρότητα είναι αρκετά χαμηλή (δηλαδή, οι απαιτούμενοι ρυθμοί απόψυξης είναι πολύ γρήγοροι) που είναι δύσκολο να επιτευχθεί ο επιθυμητός ρυθμός βαφής, για να επιτευχθεί πλήρως μαρτενσιτική μικροδομή. Η αύξηση των κραματικών προσθηκών ή ο χειρισμός του μεγέθους κόκκων μπορεί να χρησιμοποιηθεί για την αύξηση της σκληρότητας. (6)



Εικόνα 20: Διάγραμμα συνεχούς μετασχηματισμού απόψυξης για χάλυβα 1045, που δείχνει τους ρυθμούς ψύξης που απαιτούνται για την επίτευξη συγκεκριμένων τελικών μικροδομών.

ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΣ ΜΠΑΙΝΙΤΗ – ΜΑΡΤΕΝΣΙΤΗ

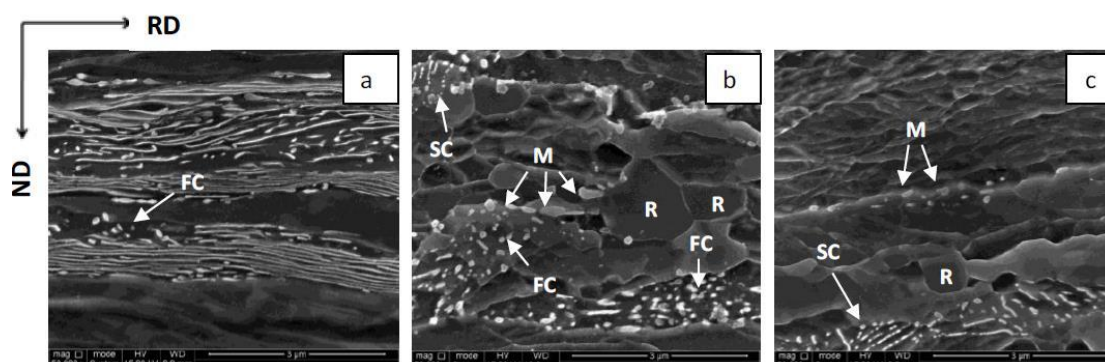
ΕΠΕΞΗΓΗΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΠΑΙΝΙΤΗ-ΜΑΡΤΕΝΣΙΤΗ

Η επεξήγηση της μικροδομής των δύο φάσεων θα βασιστεί στο πείραμα των Castro Cerda et al. (7), οι οποίοι χρησιμοποίησαν χάλυβα με περιεκτικότητα σε άνθρακα 0.14 % κ.β. καθώς και άλλες κραματικές προσθήκες όπως μαγγάνιο, πυρίτιο, φώσφορο και θείο, ο οποίος έχει υποστεί ψυξηλασία 70 %. Οι ρυθμοί ανόδου της θερμοκρασίας που χρησιμοποιήθηκαν ήταν 150 °C/sec και 1500 °C/sec ενώ η βαφή έφτασε μέχρι τους 2000 °C/sec . Με αυτή τη διαδικασία, δημιουργήθηκε μπαινιτική και μαρτενσιτική μικροδομή, οι οποίες μελετήθηκαν τόσο σε μικροσκοπικό επίπεδο όσο και για τις μηχανικές τους ιδιότητες.

Η ανακρυστάλλωση ξεκινά στο φερρίτη που έχει υποστεί ψυξηλασία. Ανακρυσταλλωμένοι κόκκοι εντός του περλίτη δε βρέθηκαν. Μία εξήγηση αναφέρεται στην αποθηκευμένη ενέργεια στις διάφορες φάσεις και συστατικά της αρχικής μικροδομής μετά την ψυξηλασία. Λόγω της ψυξηλασίας, μακροσκοπικά φαίνεται μια ομοιόμορφα κατανεμημένη παραμόρφωση, κάτι που δεν υφίσταται μικροσκοπικά. Λόγω της μικρότερης αντοχής και μεγαλύτερης ευπλαστότητας του προευκτοειδή φερρίτη, συγκριτικά με τον περλίτη, θα συσσωρεύσει περισσότερες τάσεις κατά την παραμόρφωση της ψυξηλασίας. Έτσι ο περλιτικός φερρίτης θα συσσωρεύσει τις τάσεις ενώ ο σεμεντίτης δε θα παραμορφωθεί.

Η ανακρυστάλλωση του περλιτικού φερρίτη παρατηρήθηκε μόνο σε παλαιότερες αποικίες όπου ο σεμεντίτης ήταν σφαιροειδής. Έτσι, η ανάκτηση και η ανακρυστάλλωση αναπτύσσονται ταυτόχρονα με τη σφαιροποίηση του περλιτικού σεμεντίτη. Παρατηρήσεις σε παραμορφωμένες περιοχές λόγω της ψυξηλασίας έδειξαν, ότι ο «θρυμματισμός» του σεμεντίτη αρχίζει ήδη από τη ψυξηλασία στα φύλλα χάλυβα. Κατά τη θέρμανση, κάποιες πλάκες σεμεντίτη έχουν την τάση να επανασυντίθενται σε ευθυγραμμισμένες πλάκες. Λόγω των σύντομων χρόνων που περιλαμβάνει το ultra-fast heating, καθίσταται εφικτή η εύκολη παρατήρηση του «θραυσμένου» από τον σφαιροποιημένο σεμεντίτη. Ο «θραυσμένος» τείνει να συσσωρεύεται σε ζώνες, όχι καλά ευθυγραμμισμένες, ενώ οι κόκκοι σφαιροποιημένου σεμεντίτη έχουν μικρότερο μέγεθος και ευθυγραμμίζονται σύμφωνα με την

προηγούμενη «πλάκα» σεμεντίτη. Είναι προφανές, ότι ο «θραυσμένος» σεμεντίτης θα υποστεί σφαιροποίηση κατά την αναθέρμανση. (7)



Εικόνα 21: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας από a) δοκίμιο μετά από 70 % ψυξηλασία, b) δοκίμιο που έχει υποστεί θερμική κατεργασία μέχρι τους 704 °C / sec, με ρυθμό 150 °C / sec, ακολουθούμενο από βαφή και c) δοκίμιο που έχει υποστεί θερμική κατεργασία μέχρι τους 749 °C με ρυθμό 1500 °C / sec ακολουθούμενο από βαφή. Τα γράμματα αντιστοιχούν σε M: Μαρτενσίτης, R: ανακρυσταλλωμένος φερρίτης, SC: σφαιροειδής σεμεντίτης, FC: «θραυσμένος» σεμεντίτης. (7)

Το μέγεθος κόκκου του φερρίτη μεγαλώνει μέχρι να φτάσει ένα μέγιστο μέγεθος, περίπου στο ίδιο μέγεθος της μέγιστης ζώνης παραμόρφωσης του περλίτη. Όμως, η εγκυρότητα αυτής της περιγραφής περιορίζεται στα πρώτα στάδια του ωστενιτικού μετασχηματισμού. Σε κάποιο στάδιο της θέρμανσης, το ποσοστό του ωστενίτη γίνεται μεγαλύτερο από το αρχικό ποσοστό του περλίτη και ο ωστενίτης μετατρέπεται σε φερρίτη, το οποίο εξηγεί τη μείωση του μέγιστου μεγέθους του φερριτικού κόκκου, για τα δείγματα με ρυθμό θέρμανσης 150° C/s. Στα δείγματα με ρυθμό θέρμανσης 1500° C/s, το μέσο μέγεθος κόκκου είναι μικρότερο από 1μm κάτω από τους 862° C. Σε αυτή τη θερμοκρασία, το ποσοστό των ανακρυσταλλωμένων κόκκων είναι πολύ μικρό, το οποίο υποδηλώνει ότι η ανακρυστάλλωση είναι σε πρώιμο στάδιο.

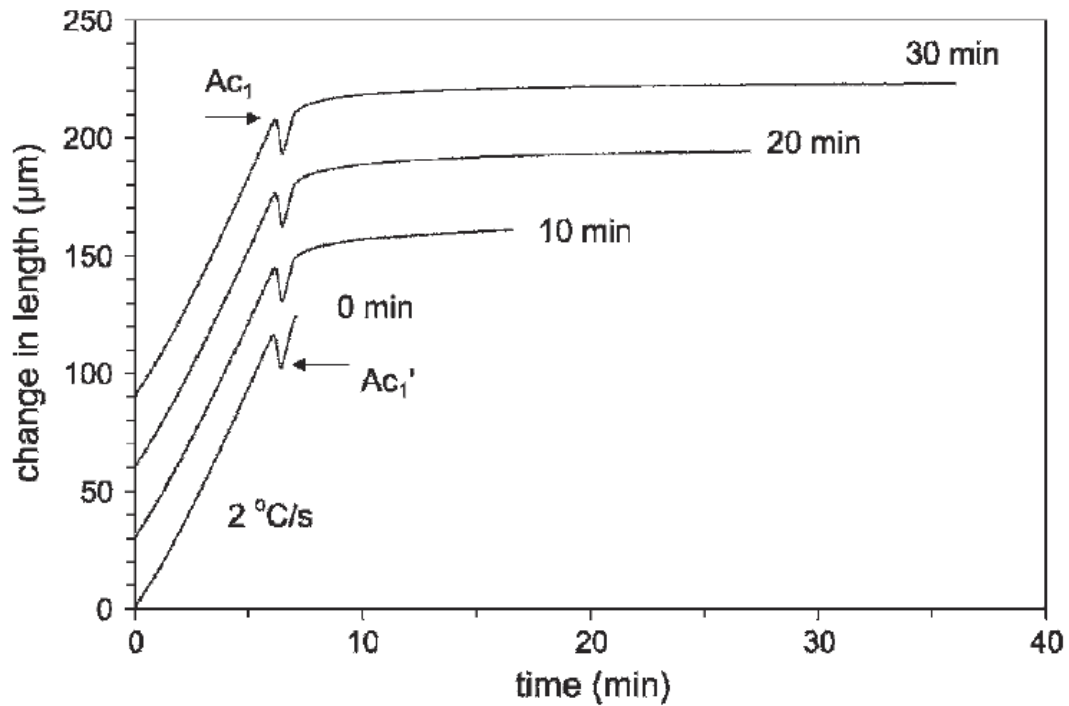
Παρόλο που η πλήρης ανακρυστάλλωση του φερρίτη στο συγκεκριμένο πείραμα δεν έγινε πλήρως λόγω του αναπόφευκτου σχηματισμού του ωστενίτη, έγινε κατανοητό ότι το ultra-fast heating επηρεάζει την έναρξη και τη λήξη της διαδικασίας ανακρυστάλλωσης. Ο περλίτης αλληλεπιδρά με την παραμορφωμένη φερριτική δομή κατά τη διάρκεια της ανακρυστάλλωσης, εμποδίζοντας έτσι τη κίνηση της διεπαφής φερρίτη-φερρίτη. Η πυρήνωση και η ανάπτυξη του ωστενίτη μπορεί να γίνει είτε προς παραμορφωμένο είτε προς ανακρυσταλλωμένο φερρίτη. Για αυτό, η ανάπτυξη του

ωστενίτη θα έχει επίδραση στην παρατήρηση του ποσοστού και του μεγέθους του ανακρυσταλλωμένου φερρίτη. (7)

ΔΙΑΛΥΤΟΠΟΙΗΣΗ ΣΕΜΕΝΤΙΤΗ

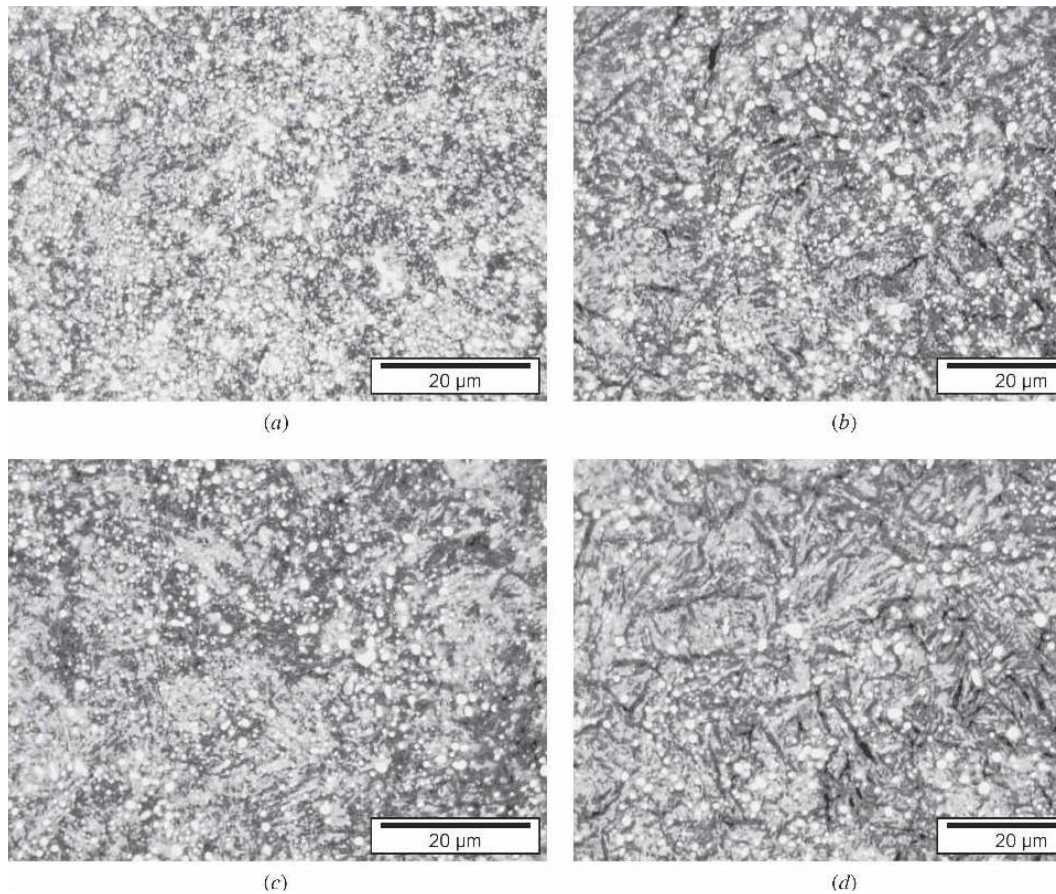
Η διαλυτοποίηση του σεμεντίτη κατά τη διάρκεια θερμικής επεξεργασίας σε χάλυβες με υψηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα και κραματική προσθήκη χρώμιου, έχει ερευνηθεί πειραματικά και θεωρητικά. Διαπιστώθηκε ότι για τον περλίτη με πλακοειδής μικροδομή, ο ρυθμός διαλυτοποίησης ελέγχεται από τον ρυθμό διάχυσης του άνθρακα στο αρχικό στάδιο και της κραματικής προσθήκης (χρώμιο) στο μεταγενέστερο στάδιο.

Στην εικόνα 22 παρουσιάζονται οι καμπύλες διαστολομετρίας κατά τη θέρμανση από θερμοκρασία δωματίου έως 860 °C με ρυθμό 2 °C/s, ακολουθούμενη από ισοθερμοκρασιακή παραμονή για 0, 10, 20 και 30 λεπτά. Οι θερμοκρασίες Ac1 και Ac1' (οι θερμοκρασίες έναρξης και λήξης της διαλυτοποίησης φερρίτη) προσδιορίζονται ότι είναι περίπου 753 °C και 789 °C. Είναι υψηλότερες από τις θερμοκρασίες ισορροπίας A1 (736 °C) και A1' (745 °C). Κατά τη διάρκεια της ισοθερμοκρασιακής παραμονής, το μήκος αυξάνεται ως αποτέλεσμα της διαλυτοποίησης του σεμεντίτη. Όσον αφορά τα κραματικά στοιχεία, μπορεί κανείς να αναμένει ότι το χρώμιο δεν διαχέεται σημαντικά κατά τη διάρκεια της θερμικής επεξεργασίας αλλά ο άνθρακας μπορεί να διαχέεται σε κάποιο βαθμό. (8)



Εικόνα 22: Καμπύλες διαστολομετρίας, μεταβολή μήκους συναρτήσει του χρόνου ισοθερμοκρασιακής παραμονής στους 860 °C. Οι καμπύλες μετατοπίζονται μέχρι 20 μm για να διαχωριστούν. Τα Ac1 και Ac1' αντιπροσωπεύουν τις θερμοκρασίες έναρξης και λήξης της διαλυτοποίησης φερρίτη.

Στην εικόνα 23, παρουσιάζονται εικόνες οπτικής μικροσκοπίας μετά τη θερμική επεξεργασία με τέσσερις ισοθερμοκρασιακούς χρόνους συγκράτησης στους 860 °C φαίνονται στις παρακάτω εικόνες, όπου τα λευκά σημεία αντιστοιχούν στα σωματίδια σεμεντίτη. Μπορεί κανείς να δει ότι με την αύξηση του χρόνου της ισοθερμοκρασιακής παραμονής, ο μέσος όρος του μεγέθους των σωματιδίων μειώνεται.



Εικόνα 23: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας των δειγμάτων που διατηρούνται στους 860 ° C για (a) 0 min, (b) 10 min, (c) 20 min και (d) 30 min

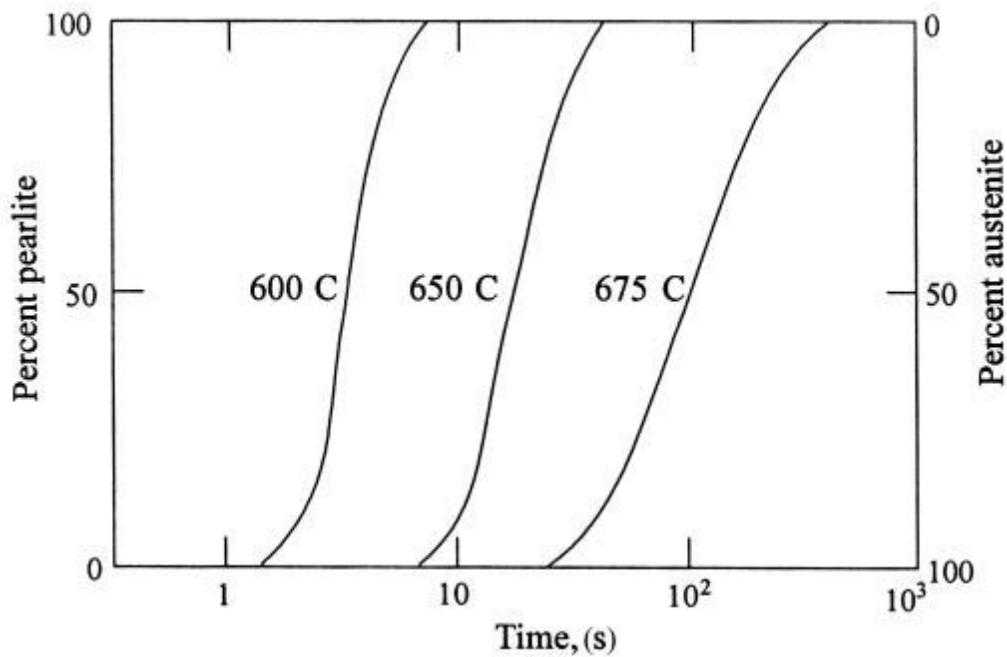
Πριν τη διαλυτοποίηση του σεμεντίτη, προηγείται η διαλυτοποίησή του. Για περαιτέρω ανάλυση αυτών των αποτελεσμάτων, υπάρχει αλλαγή της κατανομής της πυκνότητας των σωματιδίων κατά τη διάρκεια της διαδικασίας διαλυτοποίησης. Παρατηρεί κανείς ότι τα σωματίδια σεμεντίτη γίνονται μικρότερα και λιγότερα καθώς αυξάνεται ο χρόνος ισοθερμοκρασιακής κατανομής. Διαπιστώνεται επίσης ότι κατά τη διάρκεια της ισοθερμοκρασιακής παραμονής μεταξύ των 10 και των 20 λεπτών, μερικά σωματίδια σεμεντίτη εξαφανίζονται αλλά το μέσο μέγεθός τους παραμένει το ίδιο, ενώ κατά τη διάρκεια της ισοθερμοκρασιακής συγκράτησης μεταξύ των 20 και των 30 λεπτών, το μέγεθος των σωματιδίων σεμεντίτη είναι μικρότερο αλλά ποσοτικά, τα σωματίδια του σεμεντίτη αυξάνονται. Αυτό οφείλεται πιθανώς στο γεγονός ότι το γεωμετρικό σχήμα δεν είναι ακριβώς σφαιρικό. Για τα σωματίδια με διαφορετική γεωμετρία, για παράδειγμα τα πλακοειδή σωματίδια είναι πιθανό να σπάσουν σε πολλά μικρά σωματίδια, αντικατοπτρίζοντας την πολυπλοκότητα της πραγματικής διαδικασίας. (8)

ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΩΝ

Η λεπτομερής γνώση της κινητικής αποσύνθεσης του ωστενίτη, μπορεί να έχει κρίσιμη σημασία για το σχεδιασμό ή τη βελτιστοποίηση βιομηχανικών διεργασιών για την παραγωγή χάλυβα υψηλής μηχανικών προδιαγραφών. Κατά συνέπεια, τα μοντέλα διεργασιών αυξάνονται όλο και περισσότερο κερδίζοντας την προσοχή στη χαλυβουργία με το στόχο να συνδέσουν ποσοτικά τις λειτουργικές παραμέτρους ενός εργοστασίου με τις ιδιότητες του προϊόντος, μέσω ακριβούς μοντελοποίησης της εξέλιξης της μικροδομής.

Η αποσύνθεση του ωστενίτη συνήθως δείχνει ένα διαδοχικό μοτίβο μετασχηματισμού που μπορεί να περιλαμβάνει το σχηματισμό της προευτηκτοειδούς φάσης (είτε φερρίτης είτε σεμεντίτης) ακολουθούμενο από άλλους μετασχηματισμούς, συμπεριλαμβανομένων του περλίτη, του μπαινίτη και του μαρτενσίτη. Ξεκινώντας με ίσως την απλούστερη περίπτωση ενός μετασχηματισμού, τον ισοθερμοκρασιακό μετασχηματισμό του ωστενίτη σε περλίτη στους ευτηκτοειδείς χάλυβες, οι προσεγγίσεις του μοντέλου τότε θα γενικεύονται για πιο σύνθετες μικροδομές.

Η επίδραση της θερμοκρασίας στην κινητική μετασχηματισμού του ωστενίτη σε περλίτη, φαίνεται στην εικόνα 24, για έναν ευτηκτοειδή χάλυβα που περιέχει 0,76 % κ.β. άνθρακα. Καθώς η θερμοκρασία μετασχηματισμού μειώνεται από τους 675 °C στους 600 °C, η περλιτική αντίδραση επιταχύνεται όπως επίσης αυξάνονται οι ρυθμοί πυρήνωσης και ανάπτυξης. (9)



Εικόνα 24: Κινητική του ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού ωστενίτη προς περλίτη για ευτηκτοειδούς σύστασης.

Παρόλο που έχουν διεξαχθεί πολλές μελέτες για το μετασχηματισμό του ωστενίτη σε περλίτη σε ευτηκτοειδή χάλυβες, σημαντικές διαφορές στην κινητική λόγω διαφορών στη σύνθεση και στο μέγεθος κόκκων του ωστενίτη, αποκλείουν τυχόν απόλυτες συγκρίσεις. Για παράδειγμα, η μείωση του μεγέθους κόκκων ωστενίτη οδηγεί σε ταχύτερη αντίδραση μετασχηματισμού, όμως η γενική καμπύλη ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού σε όλες τις περιπτώσεις έχει σιγμοειδή μορφή. Η ανάλυση των Johnson, Mehl, Avrami και Kolmogorov (JMAK) εφαρμόστηκε με επιτυχία, για να περιγράψει αντιδράσεις μετασχηματισμού σε ημιεμπειρικό επίπεδο. Προτάθηκε μια γενικευμένη μορφή της ανάλυσης JMAK από τον Avrami και είναι πλέον γνωστή ως το Εξίσωση Avrami

$$F = 1 - \exp(-bt^n)$$

όπου F είναι το κλάσμα που μετασχηματίστηκε, t είναι ο χρόνος θέρμανσης και τα b και n αποτελούν σταθερές που καθορίζονται από πειραματικά δεδομένα. Συνήθως, η σταθερά n θεωρείται ανεξάρτητη της θερμοκρασίας.

Σε χάλυβες που δεν έχουν ευτηκτοειδή σύνθεση, ο μετασχηματισμός του περλίτη συμβαίνει μετά το σχηματισμό της προευτηκτοειδούς φάσης, προευτηκτοειδής

φερρίτης ή προευτηκτοειδής σεμεντίτης. Ο μετασχηματισμός ωστενίτη σε φερρίτη έχει λάβει πολύ μεγαλύτερη προσοχή, καθώς η πλειονότητα των χαλύβων έχουν υποεκτεκτοειδή σύνθεση.

Η καμπύλη μετασχηματισμού του φερρίτη είναι αρκετά διαφορετική από αυτή του περλίτη. Υπάρχει ένας σαφής χρόνος παραμονής, t_0 , για την έναρξη του σχηματισμού φερρίτη και ο ρυθμός μετασχηματισμού εμφανίζει το μέγιστό του στην αρχή της αντίδρασης.

Περαιτέρω, ο Umemoto με τους συνεργάτες του, διαπίστωσαν ότι η εξίσωση Avrami προέβλεπε ταχύτερους ρυθμούς μετασχηματισμού στα μεταγενέστερα στάδια μετασχηματισμού. Αυτή η ασυμφωνία μπορεί να αποδοθεί στην αλληλοεπικάλυψη των πεδίων διάχυσης από παρακείμενους κόκκους φερρίτη. Ο χρόνος παραμονής καθορίζεται από το ρυθμό πυρήνωσης του φερρίτη που μπορεί να περιγραφεί με κλασική θεωρία πυρήνωσης.

Εκτός από τον γενικό μοντέλο μετασχηματισμού του Avrami, σημαντικά μοντέλα διάχυσης αναπτύχθηκαν για τον μετασχηματισμό ωστενίτη σε φερρίτη (9). Η ανάπτυξη του φερρίτη είναι παραβολική, όσο η αλληλοεπικάλυψη των πεδίων διάχυσης από γειτονικούς κόκκους φερρίτη δεν επηρεάζουν το ρυθμό μετασχηματισμού. Για να ληφθεί υπόψη η συνολική κινητική του μετασχηματισμού, προτάθηκαν αριθμητικές λύσεις του προβλήματος διάχυσης. Η διαδικασία διάχυσης του άνθρακα περιγράφεται, υποθέτοντας τον κορεσμό θέσης πυρήνωσης στα όρια των κόκκων του ωστενίτη, διεπιφανειακή ισορροπία μεταξύ φερρίτη και ωστενίτη, ένας σφαιρικός κόκκος ωστενίτη έχει διάμετρο ίση με το αρχικό μέγεθος κόκκων ωστενίτη και έλλειψη ροής άνθρακα προς το κέντρο του σφαιρικού κόκκου. Αυτά τα μοντέλα διάχυσης ταυτίζονται αρκετά με τα πειραματικά δεδομένα της κινητικής ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού σε κοινούς ανθρακούχους χάλυβες και σε χάλυβες με μικρή προσθήκη μαγγανίου.

Από κινητική άποψη, ο μπαινίτης σχηματίζεται όταν ο χάλυβας ψύχεται πολύ κάτω από τη ευτηκτοειδή θερμοκρασία έως την ανώτερη επιτρεπτή θερμοκρασία, B_s , όπου η πυρήνωση του φερρίτη στις διεπιφάνειες ωστενίτη με φερρίτη γίνεται επαρκής. Για την κινητική του μετασχηματισμού του μπαινίτη, έχουν προταθεί διάφορες θεωρίες, όμως το μοντέλο Avrami, το οποίο έχει εφαρμοστεί για να περιγράψει εμπειρικά την

κινητική μετασχηματισμού του μπαινίτη. Ωστόσο, διαφορετικές σταθερές ρυθμού αναφέρθηκαν και η διαδικασία φαίνεται να είναι περιορισμένη καθώς οι διαφοροποιήσεις στις σταθερές ρυθμού δεν μπορούν να προβλεφθούν. Αντίθετα, ο Rees και ο Bhadeshia ανέπτυξαν ένα συνολικό μοντέλο μετασχηματισμού μπαινίτη για χάλυβες με περισσότερο από 1,5% κ.β. Si, όπου η κατακρήμνιση καρβιδίου καταστέλλεται, υποθέτοντας ένα μη διαχυσιακό διατμησιακό μηχανισμό στον οποίο αναπτύσσεται ο μπαινίτης, μετά από διαδοχική πυρήνωση των subunits. Ο Minote πρότεινε για χάλυβες που περιέχουν περίπου 0,2 κ.β.% C, 1,5 κ.β.% Mn, και 1,5 κ.β.% Si ότι υποθέτοντας ένα διαχυσιακό μηχανισμό, η προσέγγιση δίνει πιο ακριβείς προβλέψεις σε θερμοκρασίες πάνω από 350 °C, ενώ σε θερμοκρασίες κάτω από 350 °C το μοντέλο που βασίζεται σε ένα διατμησιακό μηχανισμό, φαίνεται να είναι πιο κατάλληλο. (9)

Ο μαρτενσίτης σε σιδηρούχα κράματα είναι προϊόν μη διαχυσιακού μετασχηματισμού. Προέρχεται από το στερεό διάλυμα ωστενίτη (εδροκεντρωμένος) υψηλής θερμοκρασίας, ο οποίος ψύχεται με ρυθμό αρκετά γρήγορο, για να κατασταλεί η διαχυσιακή διάσπαση σε θερμοκρασίες ανώτερες από αυτές του εύρους μετασχηματισμού του μαρτενσίτη. Σε ανθρακούχους χάλυβες, ο μαρτενσίτης που προέρχεται από βαφή, μπορεί έτσι να θεωρηθεί ως ένα υπερκορεσμένο στερεό διάλυμα παρεμβολής άνθρακα, ο οποίος έχει παραμορφωμένη (τετραγωνική - BCT) εκδοχή της δομής του φερρίτη (BCC), η οποία έχει προκύψει από την εδροκεντρωμένη δομή του ωστενίτη (FCC).

Σε μια ευρεία γκάμα σιδηρούχων κραμάτων, η διαχυσιακή διάσπαση του ωστενίτη μπορεί να κατασταλεί, όταν ψυχθεί απότομα από τις ανώτερες θερμοκρασίες. Εάν ο ωστενίτης που είναι σταθεροποιημένος στις ανώτερες θερμοκρασίες διατηρηθεί κατά την ψύξη σε θερμοκρασίες πολύ κάτω από εκείνες, στις οποίες οι ελεύθερες ενέργειες των αρχικών φάσεων αλλά και των προϊόντων εξισωθούν (T_0), τότε υπάρχει μια χημική κινητήρια δύναμη για το σχηματισμό ενός μετασταθούς μαρτενσιτικού προϊόντος με σύνθεση παρόμοια με αυτή του ωστενίτη, από τον οποίο θα σχηματιστεί. Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός ξεκινά κατά την ψύξη σε θερμοκρασία (M_s), για την οποία το επίπεδο του undercooling κάτω από τη T_0 και η χημική κινητήρια δύναμη είναι επαρκής, για να ξεπεραστεί το ενεργειακό εμπόδιο στην πυρήνωση μαρτενσίτη που προκύπτει από ένα συνδυασμό διεπιφανειακές ενέργειες. Ο μετασχηματισμός είναι

αναστρέψιμος κατά την αναθέρμανση αλλά, για τα περισσότερα σιδηρούχα κράματα, ο αντίστροφος μετασχηματισμός δεν ξεκινά παρά μόνο όταν επιτευχθεί μια θερμοκρασία (A_s), η οποία είναι συνήθως πολύ πάνω από τη T_0 και υπάρχει συχνά μεγάλη θερμική υστέρηση. (10)

Οι θερμοκρασίες μετασχηματισμού M_s και A_s εξαρτώνται, συνήθως σε μεγάλο βαθμό, από τη σύνθεση κραμάτων αντικατάστασης και παρεμβολής σιδήρου, με αύξηση του περιεχομένου διαλυμένης ουσίας που οδηγεί πάντα σε μείωση των δύο αυτών κρίσιμων θερμοκρασιών. Ελλείψει αυστηρής θερμοδυναμικής ανάλυσης, η θερμοκρασία ισορροπίας προσεγγίζεται συνήθως από τη σχέση

$$T_0 = 1/2(M_s + A_s)$$

ενώ οι εμπειρικές σχέσεις έχουν αναπτυχθεί για να παρέχουν έναν κατά προσέγγιση οδηγό, για την επίδραση που έχουν τα κραματικά στοιχεία στις θερμοκρασίες μετασχηματισμού. Η προέλευση της εξάρτησης της M_s από τη χημική σύσταση, δεν είναι πλήρως κατανοητή. Ωστόσο, ο ρόλος των κραματικών στοιχείων στην αύξηση της σκληρότητας και έτσι στη μηχανική σταθεροποίηση του ωστενίτη, έχει τεκμηριωθεί ως βασικός παράγοντας και υπάρχουν ενδείξεις ότι η M_s σχετίζεται με τη δομή του ωστενίτη, τον όγκο και τις μεταβολές συμμετρίας που συνοδεύουν τον μετασχηματισμό και, όπου απαιτείται, μεταβολές στις μαγνητικές ιδιότητες της μητρικής φάσης.

Δεδομένου ότι ο μετασχηματισμός είναι διατμησιακός, η εφαρμογή τάσεων κατά τη διάρκεια του μετασχηματισμού μπορεί να βοηθήσει ή να αντισταθεί στον μετασχηματισμό ανάλογα με τη φύση των τάσεων. Για ένα πολυκρυσταλλικό δείγμα που υποβάλλεται σε μονοαξονική τάση εφελκυσμού, ο μετασχηματισμός μπορεί να ενεργοποιηθεί με πίεση σε θερμοκρασίες πάνω από την M_s . Η πυρήνωση του μαρτενσίτη μπορεί είτε να υποβοηθείται από την τάση μέσω μιας θετικής αλληλεπίδρασης μεταξύ της εφαρμοζόμενης τάσης και του διατμησιακού μετασχηματισμού ή που προκαλείται μέσω της εισαγωγής κατάλληλων σφαλμάτων που δρουν ως σημεία πυρήνωσης κατά την πλαστική παραμόρφωση του ωστενίτη. (10)

Ο μαρτενσιτικός μετασχηματισμός είναι μετασχηματισμός πρώτης τάξης και συνεπώς προχωρά μέσω της εντοπισμένης πυρήνωσης και ανάπτυξης μεμονωμένων

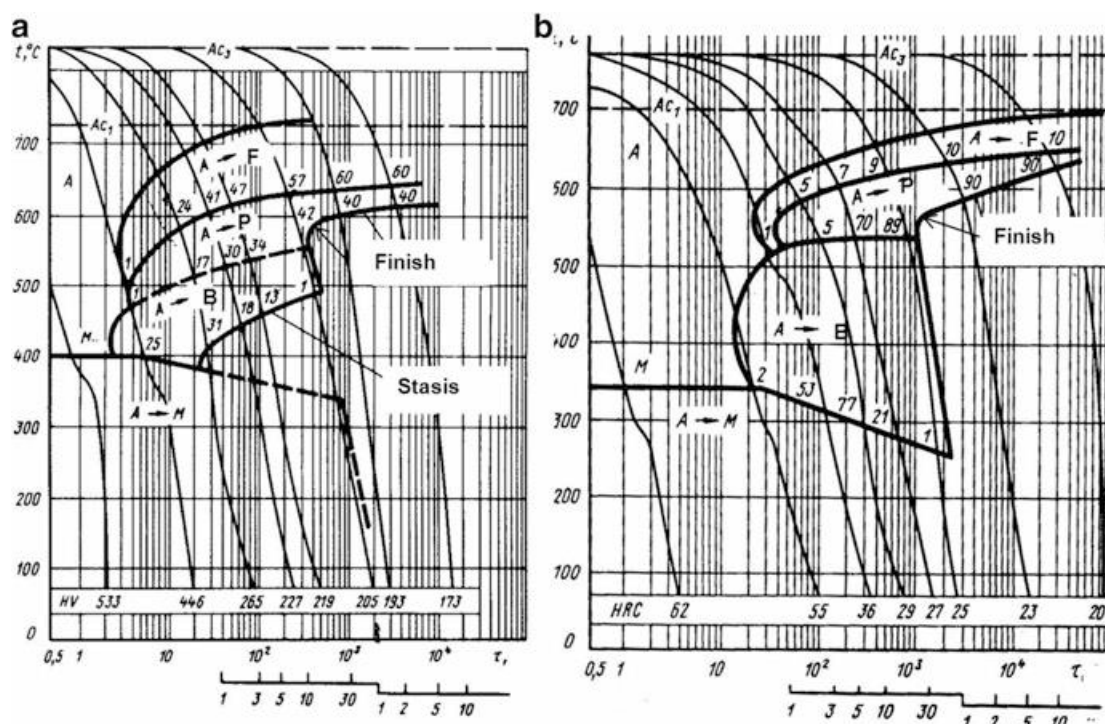
κρυστάλλων μαρτενσίτη μέσα στον ωστενίτη. Οι πλάκες μαρτενσίτη σχηματίζονται συνήθως σε πολλαπλά επίπεδα σε έναν δεδομένο κόκκο ωστενίτη. Σε ορισμένα συστήματα, η πυρήνωση μπορεί να συμβεί ισοθερμοκρασιακά ως αποτέλεσμα θερμικών διακυμάνσεων σε θερμοκρασίες πάνω από το εύρος στο οποίο συμβαίνει η αθερμική πυρήνωση, αλλά η πυρήνωση στα σιδηρούχα κράματα είναι συνήθως αθερμική και προχωρά με μείωση της θερμοκρασίας κάτω από την Ms.

Οι θεωρητικές προσεγγίσεις για την πυρήνωση μαρτενσίτη συνήθως ταξινομούνται σε δύο ομάδες: αυτές που προέρχονται από συμβατικά μοντέλα ομοιογενούς ή ετερογενούς πυρήνωσης και αυτά που συνεπάγονται εκτιμήσεις αστάθειας πλέγματος. Στην κλασική προσέγγιση, η ενέργεια της τάσης που συνοδεύει την πυρήνωση, που έχει τόσο διατμητικά όσο και διαστατικά (shear and dilational) στοιχεία, ελαχιστοποιείται σε μια μορφή τύπου δίσκου, η κλίμακα της οποίας καθορίζεται από ένα συνδυασμό ενέργειας καταπόνησης και ελεύθερης ενέργειας στη διεπαφή. Λογικές εκτιμήσεις του ενεργειακού εμπόδιου στην πυρήνωση, αποκλείουν κάθε πιθανότητα ομοιογενούς πυρήνωσης και αυτό έχει οδηγήσει σε διάφορα μοντέλα για ετερογενή πυρήνωση σε συνδυασμό με κάποια μορφή κρίσιμου ελαττώματος πυρήνωσης (critical nucleating defect). Η σημασία τέτοιων ελαττωμάτων στην πυρήνωση έχει επιβεβαιωθεί πειραματικά μέσω άμεσης παρατήρησης και πειραματικών μελετών μετασχηματισμών που διεξήχθησαν σε μικρά σωματίδια και συνεκτικά κατακρημνίσματα. (10)

ΚΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΠΡΟΣΘΗΚΕΣ ΧΑΛΥΒΩΝ

Επίδραση άνθρακα. Η σημαντική επίδραση του άνθρακα στη σκληρότητα του ωστενίτη είναι ευρέως γνωστή. Για αυτό το λόγο, οι χάλυβες CFB αυξάνουν την περιεκτικότητα τους σε άνθρακα σε 0,2%-0,3% με στόχο την πρόληψη σχηματισμού φερρίτη κατά την αρχική βαφή.

Από την άλλη πλευρά, ο άνθρακας επιβραδύνει τον μετασχηματισμό του μπαινίτη μειώνοντας τη θερμοκρασία B_s και εμποδίζοντας την ανάπτυξη του μπαινίτη, αν και η περίοδος παραμονής για το σχηματισμό φερρίτη επηρεάζεται περισσότερο από τον άνθρακα παρά από το μπαινιτικό μετασχηματισμό. (2) (11)(Εικόνα 25)



Εικόνα 25: Επίδραση του άνθρακα στα διαγράμματα CCT για 0,23C – 0,4Si – 1,53Mn (a) και 0,42C – 0,27Si – 1,42Mn (b)

Επιδράσεις του μαγγανίου (Mn), του μολυβδαινίου (Mo) και του χρωμίου (Cr). Μεταξύ άλλων κραματικών στοιχείων, τα Mn, Mo και Cr είναι τα στοιχεία που έχουν τις ισχυρότερες επιδράσεις στην κινητική του μετασχηματισμού μπαινίτη.

Από τη μία πλευρά, το μαγγάνιο ως σταθεροποιητής ωστενίτη επιβραδύνει την αποσύνθεση του ωστενίτη που βοηθά στην πρόληψη του σχηματισμού φερρίτη κατά

την βαφή. Ωστόσο, υψηλότερο ποσοστό Mn μειώνει τόσο τις θερμοκρασίες Ar₃ όσο και τη Bs που καθυστερούν το μετασχηματισμό ωστενίτη προς μαινίτη με το φαινόμενο «solute drag». Επιπλέον, ο διαχωρισμός του Mn στα όρια των πρωταρχικών κόκκων ωστενίτη, περιορίζει την πυρήνωση του μαινιτικού φερρίτη. Έτσι, οι καμπύλες TTT μετατοπίζονται σε μεγαλύτερους χρόνους: όταν η περιεκτικότητα σε Mn στο χάλυβα με 0,38 % κ.β. C αυξάνεται από 1,73 % κ.β. σε 3,11 % κ.β., η έναρξη και το τέλος του σχηματισμού μαινίτη κατά τη διάρκεια της ισοθερμικής παραμονής στους 450 °C ή 400 °C αυξάνεται από 2-3s σε 70 sec και από 15 sec σε 300 sec, αντίστοιχα.

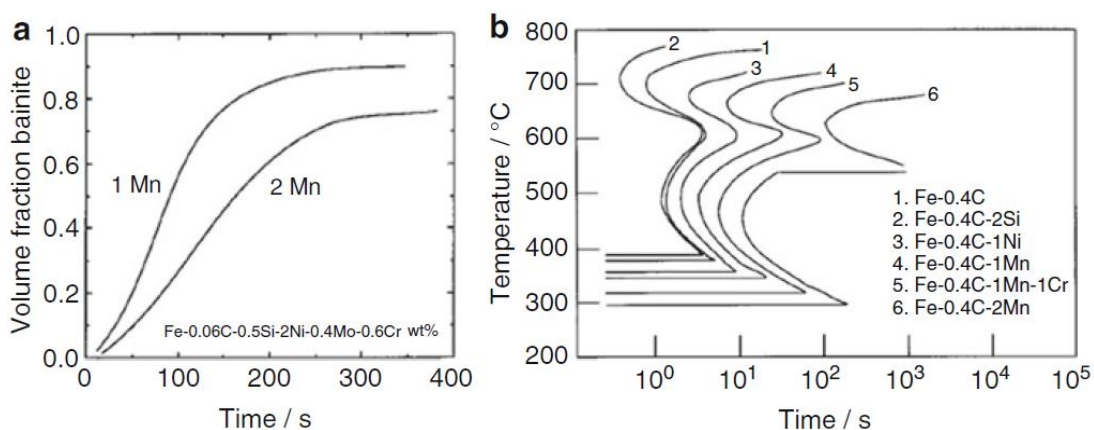
Μείωση της θερμοκρασίας ωστενιτοποίησης πριν από τη γρήγορη βαφή ως τη θερμοκρασία της ισοθερμοκρασιακής παραμονής, φάνηκε να μειώνει το χρόνο που απαιτείται για την έναρξη του μετασχηματισμού, μειώνοντας το διαφορισμό του μαγγανίου στα όρια κόκκων ωστενίτη.

Σύμφωνα με τον Bhadeshia (12) (2), ως αποτέλεσμα αυτών των διαχωρισμών, στον ίδιο χρόνο παραμονής, το ποσοστό του ωστενίτη που μετασχηματίστηκε σε μαινίτη μειώνεται με την αύξηση της περιεκτικότητας σε Mn.

Η επίδραση των Mo και Cr κατά τη συνεχή βαφή μελετήθηκε από πολλούς ερευνητές (2). Το συμπέρασμα ήταν ότι και οι δύο καθυστερούν ουσιαστικά τον φερρίτη και ιδιαίτερα το σχηματισμό περλίτη.

Ο Quidorf (13) (2), διερεύνησε την επίδραση των προσθηκών Cr σε χάλυβα 0,2 % κ.β. C - 1,5 % κ.β. Mn ως προς το μετασχηματισμό σε μαινίτη. Η καθυστέρηση του ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού με αύξηση στο ποσοστό Cr ήταν πολύ σημαντική. Ο μετασχηματισμός του μαινίτη μπορεί να αποφευχθεί εντελώς σε χάλυβα με προσθήκη 3 % κ.β. Cr. Ο ίδιος πολύ ισχυρός ρόλος του Cr επιβεβαιώνεται από δεδομένα που παρουσίασε ο Bhadeshia (12) (2). (Εικόνα 26)

Διαπιστώθηκε (2) ότι το Mo επιβραδύνει ελαφρώς τη κινητική του ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού φάσεων σε θερμοκρασία πάνω από 675 °C αλλά επηρεάζει σε μεγάλο βαθμό τον μετασχηματισμό φάσης σε χαμηλότερες θερμοκρασίες, όσο υψηλότερη ήταν η περιεκτικότητα Mo, τόσο γινόταν η επιβράδυνση πιο αντιληπτή.



Εικόνα 26: Επίδραση του Mn στο κλάσμα όγκου του μπαινίτη (a) και συγκριτικά αποτελέσματα διαφόρων κραματικών στοιχείων στο διάγραμμα TTT του χάλυβα με 0,4 % κ.β. C (b) (12)

Επίδραση των προσθηκών νιοβίου (Nb), βορίου (B) και νιοβίου με βόριο (B + Nb). Μελετήθηκαν χάλυβες με 0,05 % κ.β. C–1,5 % κ.β. Mn, οι οποίοι περιείχαν 0,054 % κ.β. και 0,1% κ.β. Nb. Για να διαλυθεί πλήρως το Nb, οι χάλυβες θερμάνθηκαν 1250 °C, το οποίο παρήγαγε κόκκους ωστενίτη 200 μm. Οι χάλυβες ήταν τότε οδηγήθηκαν γρήγορα σε βαφή στους 600 °C - 450 °C για τη λήψη διαγραμμάτων TTT. Και στους δύο χάλυβες, ο μετασχηματισμός ξεκίνησε σχεδόν αμέσως μετά την βαφή. Η προσθήκη 0,1% Nb προκάλεσε μια μικρή καθυστέρηση στην αποσύνθεση ωστενίτη στους 600 °C αλλά επιταχύνθηκε ελαφρώς ο μετασχηματισμός του μπαινίτη στους 550 °C ή σε χαμηλότερες θερμοκρασίες. Η ίδια επίδραση των προσθηκών Nb στις παραμέτρους της μπαινιτικής αντίδρασης βρέθηκε και από τον Hausmann. Το πλάτος του πλακιδίου του μπαινίτη μειώθηκε, με μείωση της θερμοκρασίας παραμονής.

Παρατηρήθηκε ότι προσθήκη 0,025 % κ.β. Nb, βοήθησε σημαντικά στην εκλέπτυνση των κόκκων ωστενίτη. Εξαιτίας αυτού, περισσότερες θέσεις πυρήνωσης είναι διαθέσιμες, οι οποίες συνήθως επιταχύνουν το σχηματισμό φερρίτη που οδηγεί σε επιτάχυνση του σχηματισμού μπαινίτη. Δεδομένου ότι δεν υπήρχε σημαντική εκλέπτυνση κόκκων σε περιεκτικότητα Nb πάνω από 0,025 % κ.β., αρκετά παρόμοια συμπεριφορά μετασχηματισμού παρατηρήθηκε για όλες τις συγκεντρώσεις Nb που μελετήθηκαν (συμπεριλαμβανομένων 0,045 % κ.β. και 0,090 % κ.β.).

Όπως φαίνεται σε πολλές μελέτες (2), το B επιβραδύνει τον μετασχηματισμό του μπαινίτη.

Σύμφωνα με τους Song και De Cooman (14) (2), η προσθήκη βορίου αύξησε το χρόνο παραμονής (ο χρόνος που απαιτείται για τον σχηματισμό μιας ανιχνεύσιμης ποσότητας μπαινίτη) και επιβράδυνε τη γενική κινητική του μετασχηματισμού, πιο αισθητά στο υψηλό εύρος θερμοκρασιών μετασχηματισμού μπαινίτη.

Οι συνδυασμένες προσθήκες βορίου και νιοβίου καθυστέρησαν σημαντικά τον μετασχηματισμό του μπαινίτη, με αποτέλεσμα ο μετασχηματισμός να μην ολοκληρωθεί. Επομένως, ένα μεγάλο μέρος του μαρτενσίτη να υπάρχει στην τελική μικροδομή. Η αύξηση του μεγέθους των κόκκων ωστενίτη, επιβραδύνει ακόμα περισσότερο την κινητική του μπαινιτικού μετασχηματισμού σε χάλυβα που περιέχει βόριο.

Στη μελέτη του Zhu (15) (2), ο μηχανισμός αυτού του τύπου συμπεριφοράς εξετάστηκε λεπτομερώς. Σε χάλυβα που περιέχει βόριο, χονδρομερή καρβίδια $Fe_{23}(BC)_6$ κατακρημνίζονται σε πρωταρχικά όρια κόκκων ωστενίτη λόγω του διαχωρισμού του βορίου και του άνθρακα. Σε χάλυβα με βόριο και νιόβιο, η κατακρήμνιση αυτών των καρβιδίων $Fe_{23}(BC)_6$ καταστέλλεται λόγω της μείωσης σε συγκέντρωση άνθρακα στα όρια κόκκων ωστενίτη ως αποτέλεσμα χαμηλότερης διάχυσης άνθρακα λόγω της διαλελυμένου νιοβίου και της παρουσίας κατακρημνισμάτων Nb(C, N). Συνεπώς, περισσότερα ελεύθερα άτομα βορίου ή πολύ λεπτά κατακρημνίσματα βορίου καλύπτουν τα όρια κόκκων ωστενίτη έτσι ώστε να μειώνεται σημαντικά ο αριθμός των θέσεων πυρήνωσης του μπαινιτικού φερρίτη. Επομένως, δεν καθυστερεί μόνο η κινητική πυρήνωσης για το σχηματισμό μπαινίτη σε χάλυβα με προσθήκη βορίου και νιοβίου, αλλά και η κινητική της ανάπτυξης επιβραδύνεται, καθώς λιγότερες ομάδες πλακιδίων μπορούν να αναπτυχθούν. (2)

Η ΕΦΑΡΜΟΓΗ ΤΩΝ ΤΑΧΙΣΤΩΝ ΘΕΡΜΙΚΩΝ

ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΩΝ ΓΙΑ ΤΗΝ ΑΝΑΠΤΥΞΗ ΠΡΟΗΓΜΕΝΩΝ

ΧΑΛΥΒΩΝ

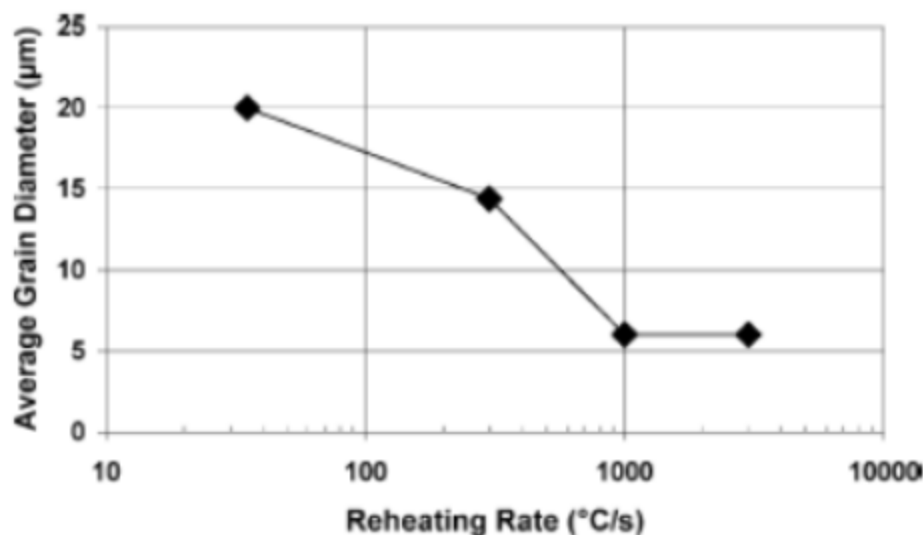
Για να εκμεταλλευτεί κανείς πλήρως το δυναμικό του UFH, πρέπει να επιτευχθεί αλληλοεπικάλυψη μεταξύ ανακρυστάλλωσης και μετασχηματισμού φάσεων. Επίσης είναι σημαντικό να αποφευχθεί η ισοθερμοκρασιακή παραμονή στις υψηλές θερμοκρασίες. Έχει αποδειχθεί (16) ότι, με υψηλότερο ρυθμό θέρμανσης, αποθηκεύεται μεγαλύτερη ποσότητα ενέργειας μέσα στο σύστημα από ότι στην περίπτωση που ένας δεδομένος χρόνος παραμονής θα επιτρέψει πολύ γρήγορη ανάπτυξη κόκκων και θα καταστρέψει οποιαδήποτε εκλέπτυνση κόκκων δημιουργήθηκε στο αρχικό στάδιο θέρμανσης. Η πλήρης καταστολή της ανακρυστάλλωσης στην περιοχή μετασχηματισμού φάσης είναι δυνατή σε πολλές περιπτώσεις. (17)

Σε χάλυβες που περιέχουν υψηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα έχει παρατηρηθεί μεγαλύτερη επίδραση στο τελικό μέγεθος κόκκων. Όταν η θερμοκρασία αυξάνεται πάνω από την A_{c1} , πραγματοποιείται ο μετασχηματισμός από κόκκους φερρίτη (πλήρης ή μερικώς ανακρυσταλλωμένου) στον ωστενίτη. Η παρουσία άνθρακα και άλλων στοιχείων κραμάτωσης σε συνδυασμό με τους υψηλούς ρυθμούς θέρμανσης μπορεί να προκαλέσει τη μετατόπιση του εύρους ανακρυστάλλωσης σε ανώτερες θερμοκρασίες και (μερικώς) να αλληλεπικαλύπτονται με το εύρος του μετασχηματισμού. Μια μετατόπιση της θερμοκρασίας του μετασχηματισμού σε υψηλότερες τιμές, θα συμβεί σε χάλυβα που περιέχει αρκετά υψηλή περιεκτικότητα άνθρακα. Ως αποτέλεσμα, ο μετασχηματισμός μπορεί να πραγματοποιηθεί σε (μερικώς) μη ανακρυσταλλωμένη μικροδομή. Η παρουσία παραμορφωμένων κόκκων επιταχύνει τη διαδικασία πυρήνωσης (καθώς οι κινητήριες δυνάμεις είναι υψηλότερες) που τελικά δημιουργεί ένα λεπτόκοκκο προϊόν μετασχηματισμού. Μία παρόμοια επίδραση παρατηρείται στην τελική θερμοκρασία του μετασχηματισμού. Αυτή η αύξηση του εύρους θερμοκρασιών στην οποία λαμβάνει χώρα ο μετασχηματισμός μπορεί να επηρεάσει το ρυθμό πυρήνωσης, δεδομένου ότι το τελευταίο φαινόμενο ενεργοποιείται θερμικά: αναμένεται υψηλότερος ρυθμός πυρήνωσης όταν η ζώνη

μετασχηματισμού μετατοπίζεται σε υψηλότερες θερμοκρασίες. Πρέπει να σημειωθεί ότι αυτό θα συμβεί μόνο εάν κατά τη διάρκεια αυτής της υψηλής θέρμανσης δεν υπάρχουν άλλες επιρροές. Ο υψηλότερος ρυθμός πυρήνωσης, όπως αναφέρεται εδώ, θα είναι δυνατός εάν κανένα άλλο φαινόμενο δεν εμποδίζει την πυρήνωση ή έχει χρησιμοποιήσει μέρος του, η κινητήρια δύναμη για αυτήν την ανακρυστάλλωση. Ένας μεγαλύτερος βαθμός ανάκτησης π.χ. θα μπορούσε να υπονομεύσει τον υποθετικά αυξημένο ρυθμό πυρήνωσης. Αυτός ο υψηλότερος ρυθμός πυρήνωσης θα μειώσει στο τέλος το μέγεθος των κόκκων όπως συνέβη κατά την ανακρυστάλλωση. Όταν ο χρόνος της ισοθερμοκρασιακής παραμονής (στη μέγιστη θερμοκρασία) διατηρείται αρκετά μικρός, αυτή η λεπτή δομή «παγώνει» κατά την ψύξη. Ο χρόνος της ισοθερμοκρασιακής παραμονής πρέπει να διατηρείται όσο το δυνατόν συντομότερος. Έχει αποδειχθεί ότι η παραμονή σε αυτές τις υψηλές θερμοκρασίες μπορεί γρήγορα να καταστρέψει τη εκλέπτυνση των κόκκων που έχει δημιουργηθεί. Οι χρόνοι παραμονής, έστω και για μερικά δευτερόλεπτα, μπορούν δυνητικά να καταστρέψουν όλες τις λεπτόκοκκες δομές που έχουν ήδη ληφθεί (16).

Παρατηρήθηκε μεγαλύτερη αύξηση της αντοχής σε σύγκριση με τους χάλυβες χαμηλού άνθρακα, στον οποίο μετριέται μία μικρή μετατόπιση των θερμοκρασιών ανακρυστάλλωσης. Κατά την εφαρμογή παρόμοιων ρυθμών θέρμανσης, όπως αναφέρθηκε προηγουμένως (έως 1500 °C / sec), έχει παρατηρηθεί μεγάλη εκλέπτυνση κόκκων. Ακόμη και ρυθμοί θέρμανσης, τόσο χαμηλοί όσο 400 °C / sec (ένας ρυθμός θέρμανσης που θα είναι δυνατόν να εφαρμοστεί σε βιομηχανική κλίμακα) δείχνουν πολλά υποσχόμενα αποτελέσματα. Έχει αναφερθεί αύξηση της αντοχής, το οποίο αποδόθηκε σε μείωση του μεγέθους των κόκκων από 5 μm σε 1 μm όταν ο ρυθμός θέρμανσης αυξήθηκε από 140 °C / sec σε 1500 °C / sec (18). Ο Gary Cola παρατήρησε αύξηση της αντοχής (UTS) κατά 7 % και αύξηση της επιμήκυνσης κατά 30 % (18). Ένας σύντομος χρόνος ισοθερμοκρασιακής παραμονής (που περιορίζεται για τη διατήρηση της εκλέπτυνσης των κόκκων) μεταξύ του UFH και του σταδίου βαφής, δεν δημιουργεί πλήρως ομογενοποιημένη μικροδομή πάνω από την Ac₃, που οδηγεί σε διαφορετικά ποσοστά άνθρακα σε όλη την έκταση των δοκιμίων. Ως εκ τούτου, κατά τη διάρκεια της βαφής θα σχηματιστούν ζώνες με υψηλότερη και χαμηλότερη περιεκτικότητα σε άνθρακα. Όταν η θέρμανση ακολουθείται από βαφή, ζώνες μαρτενσίτη με υψηλότερη περιεκτικότητα σε άνθρακα μπορεί να υπάρχουν δίπλα σε

περιοχές μαρτενσίτη με χαμηλή περιεκτικότητα σε άνθρακα. Ο Petron ανέφερε την παρουσία υπολειπόμενου ωστενίτη. Αυτό οδηγεί στο συμπέρασμα ότι μπορούν να δημιουργηθούν πολύπλοκες μικροδομές μέσω κύκλων UFH, οι οποίες επηρεάζονται από την αρχική μικροδομή. Επίσης, ο Lolla αναφέρει το σχηματισμό μπαινίτη (18).



Γράφημα 1: Επίδραση του ρυθμού θέρμανσης στο μέγεθος κόκκων (18)

Παράλληλα με την εκλέπτυνση των κόκκων, έχουν παρατηρηθεί επιδράσεις στον κρυσταλλογραφικό ιστό. Σε αρκετές περιπτώσεις, μια αύξηση στην ένταση των ειδικών προσανατολισμών εντός του κρυσταλλογραφικού ιστού αναφέρθηκε μετά από μια αύξηση στο ρυθμός θέρμανσης. Καθώς η αποθηκευμένη ενέργεια είναι η υψηλότερη στους μη ανακρυσταλλωμένους (ανακτημένους) κόκκους, φαίνεται εύλογο ότι η πυρήνωση θα προκύψει κατά προτίμηση στις διεπιφάνειες των sub-grains αυτών των κόκκων, οι οποίες θα μπορούσαν να επηρεάσουν τον κρυσταλλογραφικό ιστό που δημιουργείται μετά το UFH. Έτσι, φανερώνεται η επίδραση των ανακτηθέντων / ανακρυσταλλωμένων κόκκων πριν εισέλθουν στη ζώνη μετασχηματισμού φάσης. Φαίνεται, λοιπόν, λογικό να υπάρχει διαφορά μεταξύ χάλυβα που είναι πλήρως ή εν μέρει μη κρυσταλλωμένος πριν ξεκινήσει ένας μετασχηματισμός φάσης.

Η ευεργετική επίδραση λεπτών και ομοιογενώς διεσπαρμένων καρβιδίων έχει αξιολογηθεί από τον Gary Cola (18). Δήλωσε ότι η διαλυτοποίηση των καρβιδίων μετατοπίζεται σε υψηλότερη θερμοκρασία λόγω της αύξησης του ρυθμού θέρμανσης, με αποτέλεσμα μεγαλύτερη ποσότητα ετερογενώς διεσπαρμένων και πολυάριθμων

θέσεων πυρήνωσης όταν λάβει χώρα ο μετασχηματισμός φάσης. Αυτό βασίστηκε στο γεγονός ότι ακόμη και μετά από πλήρη ωστενιτοποίηση (πραγματοποιείται σε θερμοκρασίες που υπολογίζονται στην ισορροπία) εξακολουθούν να υπάρχουν καρβίδια (18). Η παρουσία του υπολειπόμενου ωστενίτη μπορεί επίσης να επηρεάσει τη μετατόπιση του μετασχηματισμού φάσης. Η πυρήνωση του ωστενίτη από φερρίτη απαιτεί μια πολύ σημαντική αύξηση της θερμοκρασίας, η οποία πραγματοποιείται με την αύξηση του ρυθμού θέρμανσης. Ωστόσο, όταν ο ωστενίτης υπάρχει ήδη στη μικροδομή, δεν υπάρχει τέτοιο φράγμα για την πυρήνωση και η μετατόπιση της A_{c1} θα είναι λιγότερο έντονη.

Ο Massadier (19) διερεύνησε τις επιδράσεις της θερμοκρασίας ανόπτησης, του χρόνου παραμονής, του ρυθμού θέρμανσης και ψύξης στη μικροδομή και κατά το βαθμό των ιδιοτήτων που σχετίζονται. Ως κύρια παρατήρηση σχετικά με την επίδραση της θερμοκρασίας ανόπτησης είναι ότι υπάρχει ένα μέγιστο μέγεθος κόκκων φερρίτη που επιλέγεται, κατά την ανόπτηση, σε θερμοκρασίες κάτω από τη A_{c3} . Αυτό το μέγιστο αποδίδεται σε δύο αντίρροπα φαινόμενα: πρώτον, υπάρχει ευμεγέθυνση των πρωταρχικών φερριτικών κόκκων (επειδή η υψηλότερη θερμοκρασία ανόπτησης δίνει περισσότερη κινητικότητα στα όρια των κόκκων, αφού είναι θερμικά ενεργοποιημένη διαδικασία). Από την άλλη πλευρά, η αύξηση της θερμοκρασίας αναμένεται να οδηγήσει σε μεγαλύτερο κλάσμα του ωστενίτη. Αυτός ο μετασχηματισμός σε ωστενίτη και περαιτέρω ανάπτυξη αυτών των κόκκων σε βάρος του πρωταρχικού φερρίτη θα αντισταθμίσει την ανάπτυξη αυτού του φερρίτη. Το πρώτο φαινόμενο παρατηρείται ότι κυριαρχεί στα χαμηλότερα ποσοστά ωστενίτη (κάτω των $960\text{ }^{\circ}\text{C}$) και το τελευταίο άνω των $960\text{ }^{\circ}\text{C}$, όταν λαμβάνονται υψηλότερα ποσοστά ωστενίτη. Οι δύο αυτές διαδικασίες έχουν ως αποτέλεσμα το μέγεθος του πρωταρχικού κόκκου φερρίτη να χαρακτηρίζεται από το μέγιστό του στους $960\text{ }^{\circ}\text{C}$. Όπως με τους υψηλότερους ρυθμούς θέρμανσης και ψύξης, έχει συμβεί περιορισμένη διάχυση, αναμένεται μια μη ομοιόμορφη μικροδομή. Η τελευταία μικροδομή που έχει δημιουργηθεί μπορεί να έχει ζώνες που τοπικά περιέχουν σημαντικά υψηλότερα ποσοστά άνθρακα (κοντά στις θέσεις που καταλάμβαναν τα καρβίδια πριν διαλυθούν κατά την ανόπτηση).

Όταν χρησιμοποιείται ισοθερμοκρασιακή παραμονή, το μέσο μέγεθος κόκκων φερρίτη μειώνεται, καθώς μεγαλύτερο ποσοστό ωστενίτη μετασχηματίζεται μετά από

την ισοθερμοκρασιακή παραμονή, καθώς ο μετασχηματισμός από φερρίτη σε ωστενίτη δεν είναι μια πολύ γρήγορη διαδικασία.

Ένας κορεσμός της επίδρασης της εκλέπτυνσης των κόκκων, έχει επίσης αναφερθεί αρκετά συχνά. Ανάλογα με τη μικροδομή του χάλυβα που μελετήθηκε, παρατηρήθηκε διαφορά κορεσμού στον ρυθμό θέρμανσης. Έρευνες (20) έδειξαν ότι η αύξηση του ρυθμού θέρμανσης πάνω από 1000 °C / sec δεν φαίνεται να έχει προκαλέσει μεγαλύτερη εκλέπτυνση κόκκων σε σύγκριση με το ρυθμό θέρμανσης των 1000 °C / sec. Αυτό θα μπορούσε να υποδηλώσει ότι υπάρχει ένα όριο στην επίδραση που μπορεί να έχει η επίδραση του UFH στο μέγεθος των κόκκων που μπορεί τελικά να επιτευχθεί. Αυτό το φαινόμενο κορεσμού έχει αποδοθεί σε αντίρροπες διαδικασίες που λαμβάνουν χώρα . Με αύξηση του ρυθμού θέρμανσης, μπορεί να επιτευχθεί μία πιθανή μείωση της ανάκτησης. Η ανακρυστάλλωση μπορεί επομένως να ξεκινήσει από ένα υλικό με υψηλότερη αποθηκευμένη ενέργεια και αυτό θα αυξήσει τον ρυθμό πυρήνωσης, αν και οι αυξήσεις στην ανάκτηση είναι θεωρητικά εφικτές όταν αυξάνονται οι ρυθμοί θέρμανσης (16). Από την άλλη πλευρά, αναμένεται υψηλότερος ρυθμός ανάπτυξης των κόκκων με αύξηση του ρυθμού θέρμανσης. Η ανάπτυξη μετατοπίζεται σε υψηλότερη θερμοκρασία (περιορισμένος χρόνος λόγω υψηλότερου ρυθμού θέρμανσης). Σε αυτήν την υψηλότερη θερμοκρασία η κινητικότητα των ορίων των κόκκων αυξάνεται με αποτέλεσμα οι κόκκοι να αναπτύσσονται γρηγορότερα. Ο υψηλότερος ρυθμός πυρήνωσης θα οδηγήσει σε εκλέπτυνση κόκκων, αλλά η αυξημένη ανάπτυξη κόκκων θα αναιρέσει εν μέρει αυτό το αποτέλεσμα. Η ισορροπία αυτών των δύο αντίρροπων διαδικασιών αναφέρεται από τον Reis (20) και έχουν συνδυαστεί σε μια υπόθεση για τον κορεσμό της εκλέπτυνσης των κόκκων.

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΑ ΥΛΙΚΑ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ

ΜΕΤΑΛΛΟΓΡΑΦΙΚΗ ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ

Ο χαρακτηρισμός της μικρογραφικής δομής του δοκιμίου καθώς και οι μηχανικές του ιδιότητες.

Πρώτη φάση: Κοπή δοκιμίου

Κοπή

Πριν από οποιαδήποτε άλλη διαδικασία για την αποκάλυψη της δομής, το δοκίμιο τέμνεται στο κατάλληλο μέγεθος. Η μικροδομή είναι πολύ ευαίσθητη σε αλλαγή κατά την διαδικασία της κοπής παρά σε κάποιο άλλο βήμα της προετοιμασίας. Η αλλαγή μπορεί να επέλθει από υπερβολική θερμότητα, μηχανική παραμόρφωση ή και τα δύο. Οι λεγόμενες «τεχνητές μικροδομές» που προκύπτουν σ' αυτήν την περίπτωση είναι πιθανόν να μην επιτρέψουν την αποκάλυψη της πραγματικής δομής. Εάν συμβεί κάτι τέτοιο, πρέπει η ζώνη παραμόρφωσης να αφαιρεθεί με μεγάλη προσοχή, με την χρήση λειαντικού τροχού εκχόνδρισης.

Η καλύτερη τεχνική κοπής του χάλυβα είναι ο αποξεστικός τροχός. Παρέχει επιφάνειες που είναι λείες, με ελάχιστη παραμόρφωση, και δεν παρουσιάζονται αλλαγές στην δομή από υπερθέρμανση. Τα δοκίμια τέμνονται με τροχούς από αλούμινα (Al_2O_3), με την απαιτούμενη ελαστικότητα του συνδετικού υλικού. Το δοκίμιο διατηρείται κρύο κατά την διάρκεια της κοπής, με την συνεχή ροή λαδιού, διαλυτού στο νερό. Επιλέγεται η δύναμη κοπής που θα εφαρμοστεί, καθώς και η σκληρότητα του υλικού κοπής. Επιλέγεται τροχός, ο οποίος αποσυντίθεται γρήγορα και αποκαλύπτει νέους κοπτικούς κόκκους. Μεγάλη προσοχή πρέπει να δοθεί στη δύναμη κοπής, στην αφθονία του ψυκτικού υγρού και στην σταθερή συγκράτηση του δοκιμίου κατά την διάρκεια της κοπής, όλες οι παραπάνω παράμετροι επηρεάζουν την τελική δομή του υλικού που θα παρατηρήσουμε στο μικροσκόπιο. (21)

Λείανση - Στίλβωση

Ανεξαρτήτως της μεθόδου που θα χρησιμοποιηθεί για το κόψιμο του υλικού, η δομή της επιφάνειας έχει αλλοιωθεί σε κάποιο βαθμό. Το κατεστραμμένο στρώμα απομακρύνεται χρησιμοποιώντας περιστρεφόμενο τροχό λείανσης με ειδικά χαρτιά με καρβίδια πυριτίου (SiC). Το πρώτο μέγεθος κόκκου 200 grit (SiC particles/inch²), και με ακολουθία 220, 50 και 1200 grit. Κατά την διάρκεια της λείανσης είναι απαραίτητη η συνεχόμενη παροχή νερού, για τον καθαρισμό του δίσκου, για την απομάκρυνση των σωματιδίων, καθώς και την ψύξη του δοκιμίου. Για να έχουμε ένα επίπεδο δοκίμιο με ελάχιστη παραμόρφωση, το δοκίμιο συγκρατείται με τα ακροδάχτυλα, όσο το δυνατόν πιο κοντά στον λειαντικό τροχό, εφαρμόζεται μέτρια δύναμη και το δοκίμιο μετακινείται πέρα δώθε από το κέντρο προς την άκρη του χαρτιού και αντίστροφα. Ακολουθεί περιοδικός έλεγχος της επιφάνειας, για να καθοριστεί εάν έχουν εξαλειφθεί οι γραμμές λείανσης από τον προηγούμενο δίσκο. Η λείανση συνεχίζεται δύο με τρεις φορές από τον χρόνο που απαιτείται για την εξαφάνιση των προηγούμενων γρατσουνιών προκειμένου να εξασφαλιστεί η εξάλειψη της ζώνης παραμόρφωσης. Αν κατά την διάρκεια της λείανσης προκύψει κάποιο σφάλμα πρέπει να αυξηθεί η ασκούμενη δύναμη και να μην χρησιμοποιηθεί πιο λεπτόκοκκος δίσκος. Το δοκίμιο πρέπει να παραμείνει στον δίσκο που δημιουργήθηκε το ελάττωμα ή να επιστρέψει στον προηγούμενο. Το δοκίμιο πρέπει να περιστρέφεται κατά 45 έως 90° μεταξύ των σταδίων.

Επίσης πρέπει να ξεπλένεται πριν προχωρήσει στο επόμενο στάδιο, για να μην μολυνθούν τα λειαντικά χαρτιά με κόκκους από τους πιο χονδρόκοκκους λειαντικούς τροχούς. Μετά την τελική λείανση το δοκίμιο καθαρίζεται με βαμβάκι και νερό, περιχύνεται με αιθανόλη και στεγνώνεται σε ρεύμα θερμού αέρα.

Η στίλβωση πραγματοποιήθηκε με έναν πάνινο τροχό. Ο πρώτος περιέχει κόκκους διαμαντιού διαμέτρου 6μm και ο δεύτερος κόκκους διαμαντιού διαμέτρου 1μm. Για σιδηρούχα υλικά, η στίλβωση απαιτεί αρκετό χρόνο, με σχετικά μεγάλη ασκούμενη δύναμη και μικρή περιστροφική ταχύτητα. Κατά την διάρκεια του γυαλίσματος περιστρέφουμε το δοκίμιο κατά την φορά των δεικτών του ρολογιού. Κατά την μετάβαση από τον ένα δίσκο στον άλλο το δοκίμιο καθαρίζεται με ένα βρεγμένο βαμβάκι και ξεπλένεται με αιθανόλη. Επίσης το δοκίμιο πρέπει να περιστρέφεται

αντίστροφα από τον δίσκο, γιατί αλλιώς δημιουργείται το φαινόμενο της ουράς του κομήτη. Το δοκίμιο στεγνώνεται στο τέλος της διαδικασίας με ρεύμα θερμού αέρα. Το δοκίμιο είναι πλέον έτοιμο για χημική προσβολή. (21)

Χημική προσβολή

Η προσβολή είναι κατά κύριο λόγο μια ελεγχόμενη διαδικασία διάβρωσης η οποία είναι αποτέλεσμα της ηλεκτρολυτικής αντίδρασης ανάμεσα σε επιφάνειες του δοκιμίου με διαφορετικό δυναμικό. Τα διαλύματα που χρησιμοποιούνται για την χημική προσβολή έχουν αναπτυχθεί κυρίως με την μέθοδο της δοκιμής και του λάθους, με κάποια βοήθεια από την γνώση της συμπεριφοράς του υλικού κατά την διάρκεια της διάβρωσης. Τα χημικά διαλύματα προσβολής παράγουν μεταλλογραφική αντίθεση είτε μέσω τις κρυσταλλικές έδρες (δηλαδή τα όρια προσβάλλονται με μεγαλύτερη ταχύτητα λόγω των διαφοροποιήσεων στον κρυσταλλογραφικό τους προσανατολισμό), η οποία παράγει βαθμίδες στα όρια των κόκκων και διαφορές αντανακλαστικότητας είτε με την προσβολή ορίων κόκκων ή ορίων φάσεων, η οποία προκαλεί αυλακώσεις. Η επιλεκτική διαλυτοποίηση φάσεων είναι πιο δύσκολο να επιτευχθεί, καθώς απαιτεί μια επιλεκτική χημική αντίδραση.

Τα καθιερωμένα χημικά προσβολής έχουν ορισμένα κοινά χαρακτηριστικά. Τα διαλύματα αυτά έχουν συνήθως τρία κύρια συστατικά: ένα διαβρωτικό μέσο (όπως υδροχλωρικό οξύ), μετατροπέα (όπως το οινόπνευμα) που μειώνει τον ιονισμό και ένα οξειδωτικό μέσο (όπως το υπεροξείδιο του υδρογόνου). Σε ορισμένα διαλύματα το ένα συστατικό έχει ταυτόχρονα δύο από τις παραπάνω λειτουργίες, όπως το νιτρικό οξύ στο Nital. Στα ηλεκτρολυτικά διαλύματα προσβολής, το ασκούμενο ρεύμα παίζει τον ρόλο του οξειδωτικού μέσου. Η χρήση του οξειδωτικού μέσου στα διαλύματα πρέπει να ελέγχεται προσεκτικά και καθώς το διαλυμένο οξυγόνο στο νερό της βρύσης, αυξάνει τον ρυθμό διαλυτοποίησης, είναι προτιμότερο να χρησιμοποιείται στην παρασκευή των διαλυμάτων απεσταγμένο νερό.

Με τα καθαρά μέταλλα και τα μονοφασικά κράματα, διαφορά δυναμικού παράγεται ανάμεσα στους κόκκους που έχουν διαφορετικό προσανατολισμό, ανάμεσα στα όρια των κόκκων και το εσωτερικό τους, ανάμεσα στις ακαθαρσίες και την μητρική φάση ή ανάμεσα σε βαθμίδες συγκέντρωσης στα μονοφασικά κράματα. Στην περίπτωση των διφασικών ή πολυφασικών κραμάτων, οι διαφορές δυναμικού

παρουσιάζονται επίσης ανάμεσα σε φάσεις με διαφορετική σύσταση. Αυτές οι διαφορές δυναμικού χρησιμοποιούνται για να παράγουν ελεγχόμενη διαλυτοποίηση.

Η μικροδομή αποκαλύπτεται με την επιλεκτική διαλυτοποίηση της δομής, ξεκινώντας από την επιφάνεια και συνεχίζοντας προς το εσωτερικό. Οι διαφορές στον ρυθμό προσβολής αποκαλύπτουν την δομή. Καθώς η διαφορά δυναμικού ανάμεσα στις δύο φάσεις μεγαλώνει, ο χρόνος προσβολής πρέπει να ελεγχθεί προσεκτικά, για να μην υπάρξουν φαινόμενα υπερβολικής διάβρωσης (overetching). Εξαιτίας του μεγέθους του δυναμικού, ανάμεσα σε διαφορετικές φάσεις, τα διπλά κράματα συνήθως προσβάλλονται πιο γρήγορα απ' ό,τι τα καθαρά μέταλλα και τα μονοφασικά κράματα. Η απρόσβλητη καθοδική φάση είναι υπερυψωμένη και φαίνεται φωτεινή, ειδικά αν έχει σχετικά μεγάλο μέγεθος. Η ανοδική φάση έχει υποχωρήσει κάτω από το αρχικό επίπεδο της γυαλισμένης επιφάνειας και φαίνεται να έχει τραχιά επιφάνεια ανάλογα με το διάλυμα και την σύσταση του κράματος. Η επιφανειακή τραχύτητα θα παρουσιάζει το ανοδικό συστατικό σκοτεινό.

Μεγάλη προσοχή πρέπει να δοθεί στον χρόνο προσβολής. Καθώς μεγαλώνει η μεγέθυνση στο μικροσκόπιο ο βαθμός προσβολής πρέπει να μειωθεί.

Η προσβολή των μονοφασικών καθαρών μετάλλων και κραμάτων συμβαίνει χωρίς την βοήθεια των μεγάλων διαφορών δυναμικού που υπάρχουν στα διφασικά κράματα. Οι διαφορές δυναμικού ανάμεσα στα όρια των κόκκων και στο εσωτερικό τους είναι μικρότερες και ασκούν λιγότερη επιρροή στην προσβολή. Οι ακαθαρσίες οι οποίες επικάθονται στα όρια των κόκκων μπορούν να βελτιώσουν αισθητά την απόδοση της προσβολής. Στα μονοφασικά κράματα και τα καθαρά μέταλλα ένα διάλυμα μπορεί να προσβάλλει τα όρια των κόκκων ή επιλεκτικά να διαλύσει 7 διαφορετικά προσανατολισμένους κόκκους, το οποίο παράγει προσβολή αντίθεσης κόκκων. Το φως που πέφτει κάθετα στα επίπεδα των κόκκων θα αντανακλαστεί με διαφορετικές γωνίες, παράγοντας αντίθεση γκρι επιπέδων στους διαφορετικά προσανατολισμένους κόκκους.

Οπότε, όταν προσβάλλονται μονοφασικά κράματα, ορισμένοι κόκκοι φαίνονται ανοιχτόχρωμοι και φωτεινοί ενώ άλλοι είναι πιο σκουρόχρωμοι με διαφορετικές αποχρώσεις του γκριζου. Το φαινόμενο αυτό εξαρτάται από την γωνία που σχηματίζει ο κάθε κόκκος με το προσπίπτον φως. Οι κόκκοι που είναι κάθετοι στο προσπίπτον φως παρουσιάζονται φωτεινοί, ενώ αυτοί που σχηματίζουν γωνία σκοτεινοί. Η

σκοτεινότητα των κόκκων εξαρτάται από την γωνία των εδρών τους. Πολλά διαλύματα είναι μίγματα οξέων με κάποιον διαλύτη όπως το νερό. Γενικά, η σύσταση των διαλυμάτων προσβολής δεν είναι κρίσιμη. Αλλά η αποτελεσματικότητα του διαλύματος μπορεί να επηρεασθεί από την σειρά ανάμειξης των χημικών, την καθαρότητά τους ή τυχόν αλλαγές λόγω ‘γήρανσής’ τους. (21)

Τεχνικές χημικής προσβολής και διαλύματα

Η χημική προσβολή των δοκιμίων είναι μία απλή διαδικασία. Τα αποτελέσματα της χρήσης απλών, γνωστών διαλυμάτων σε συνηθισμένα μέταλλα είναι συνήθως προβλέψιμα και μπορούν να αναπαραχθούν, έστω και με μικρές αλλαγές στην σύσταση, τον χρόνο ή την θερμοκρασία.

Όταν κάποιο ασυνήθιστο κράμα ή μέταλλο πρόκειται να υποστεί προσβολή, πρέπει πρώτα να επιλεγεί το κατάλληλο αντιδραστήριο. Στη βιβλιογραφία είναι διαθέσιμη μεγάλη ποικιλία αντιδραστηρίων συμπεριλαμβανομένου οξέων, βάσεων, μιγμάτων διαλυμάτων, λιωμένα άλατα και αέρια. Οι περισσότερες φόρμουλες έχουν προκύψει εμπειρικά. Επειδή η σύσταση και ο τρόπος χρήσης τους μπορεί να τροποποιηθεί πολύ εύκολα, είναι χρήσιμα και για υλικά άλλα εκτός από αυτά για τα οποία προτείνονται. Ο ρυθμός προσβολής καθορίζεται κυρίως από τον βαθμό διαχωρισμού του αντιδραστηρίου και της ηλεκτρικής αγωγιμότητας. Και τα δύο συχνά επηρεάζονται από μικρές προσθήκες από άλλα χημικά. Αυτό μπορεί να εξηγεί γιατί πολλές φόρμουλες περιέχουν μικρές ποσότητες από ουσίες των οποίων η σημασία δεν γίνεται αμέσως εμφανής. Η σταθερότητα πολλών διαλυμάτων προσβολής είναι περιορισμένη.

Τα δυναμικά οξειδωσης–αναγωγής ποικίλουν με τον χρόνο. Τα χημικά αντιδραστήρια συνήθως αναμειγνύονται σε μικρές ποσότητες, γενικά 50mL - 200mL και τοποθετούνται σε ρηγά δοχεία. Συνήθως εμβαπτίζεται το δοκίμιο μέσα στο διάλυμα. Το δοκίμιο συγκρατείται πάντοτε με λαβίδες , ποτέ με τα χέρια, και ανακινείται ελαφρά, έτσι ώστε τα προϊόντα της αντίδρασης να μην επικαθίσουν πάνω στην επιφάνεια του δοκιμίου.

Οι χρόνοι προσβολής ποικίλουν από μερικά δευτερόλεπτα έως μερικές ώρες. Όταν δεν δίνονται οδηγίες, η πρόοδος κρίνεται από την εμφάνιση της επιφάνειας κατά την

διάρκεια της προσβολής. Η επιφάνεια θα γίνει, συνήθως, λιγότερο αντανακλαστική (πιο θολή) καθώς η προσβολή προχωράει.

Η θερμοκρασία προσβολής και ο χρόνος προσβολής είναι πολύ στενά συνδεδεμένα. Η αύξηση της θερμοκρασίας συνήθως επιτρέπει μείωση της διάρκειας. Ωστόσο, αυτό μπορεί να μην είναι συνετό, επειδή η αντίθεση μπορεί να μη είναι ομαλή όταν ο ρυθμός προσβολής γίνεται πολύ γρήγορος. Τις περισσότερες φορές η προσβολή γίνεται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.

Σφάλματα. Οι πηγές σφαλμάτων είναι πολλές, ειδικά στην ηλεκτροχημική προσβολή. Τα σφάλματα στην προσβολή μπορεί να οδηγήσουν σε λανθασμένη ερμηνεία της μικροδομής. Για παράδειγμα, ιζήματα από τα διαλύματα προσβολής και πλυσίματος μπορεί να μεταφραστούν ως μια επιπλέον φάση.

Καθαρισμός. Με το τέλος της χημικής ή ηλεκτροχημικής προσβολής, το δοκίμιο πρέπει να ξεπλένεται σε καθαρό νερό έτσι ώστε να απομακρυνθούν τα χημικά και να σταματήσει η αντίδραση. Στη συνέχεια ξεπλένεται με οινόπνευμα και στεγνώνεται σε ρεύμα θερμού αέρα. Το οινόπνευμα επιταχύνει το στέγνωμα και εμποδίζει την δημιουργία λεκέδων από το νερό.

Αποθήκευση των δοκιμίων. Όταν τα γυαλισμένα και χημικά προσβεβλημένα δοκίμια πρόκειται να διατηρηθούν για μεγάλα χρονικά διαστήματα, πρέπει να προστατευθούν από την ατμοσφαιρική διάβρωση. Οι συσκευές αποξήρανσης είναι ο πιο προσιτός τρόπος αποθήκευσης των δοκιμίων, παρότι μερικές φορές χρησιμοποιούνται πλαστική επίστρωση ή ταινία σελοφάν. (21)

Η χημική προσβολή χρησιμοποιείται στην μεταλλογραφία, για την αποκάλυψη της μικροδομής ενός δοκιμίου και την παρατήρηση του στο οπτικό μικροσκόπιο. Το δοκίμιο, για να είναι κατάλληλο για χημική προσβολή, πρέπει να έχει μια προσεκτικά γυαλισμένη επίπεδη επιφάνεια, από υλικό ελεύθερο από τις αλλαγές που μπορεί να προκλήθηκαν από επιφανειακή παραμόρφωση, από ροή των υλικών ή από γρατσουνιές.

Παρ' ότι μερικές πληροφορίες μπορούν να συλλεχθούν από το στιλβωμένο δοκίμιο, η μικροδομή συνήθως αποκαλύπτεται (γίνεται ορατή) μόνο μετά από χημική

προσβολή. Μόνο χαρακτηριστικά, τα οποία παρουσιάζουν διαφορά στην αντανakλαστικότητα τους 10 % ή περισσότερο, είναι δυνατόν, να είναι ορατά χωρίς χημική προσβολή. Αυτό ισχύει για μικροδομικά χαρακτηριστικά με μεγάλες χρωματικές διαφορές ή μεγάλες διαφορές στην σκληρότητα, οι οποίες προκαλούν τον σχηματισμό ανάγλυφης επιφάνειας. Ρωγμές, πόροι, οπές και μη μεταλλικά εγκλείσματα μπορούν επίσης να παρατηρηθούν χωρίς χημική προσβολή.

Ένα δοκίμιο, το οποίο είναι μόνο γυαλισμένο συχνά, δεν αποκαλύπτει την μικροδομή του, διότι το φως αντανakλάται προς όλες τις κατευθύνσεις ομοιόμορφα. Το ανθρώπινο μάτι δεν μπορεί να ξεχωρίσει πολύ μικρές διαφορές στην αντανakλαστικότητα, οπότε πρέπει να δημιουργηθεί στην εικόνα αντίθεση (contrast). Παρ' ότι αυτή η τεχνική είναι γνωστή ως χημική προσβολή (etching), δεν αναφέρεται πάντα στην επιλεκτική χημική διαλυτοποίηση, των διαφόρων δομικών χαρακτηριστικών. Οι μεταλλογραφικές μέθοδοι αντίθεσης συμπεριλαμβάνουν ηλεκτροχημικές και χημικές τεχνικές προσβολής. (21)

ΟΠΤΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ (ΟΜ)

Το οπτικό μικροσκόπιο αποτελεί, το πρώτο στάδιο παρατήρησης της μικροδομής μετά την ηλεκτρολυτική προσβολή. Σκοπός της οπτικής μικροσκοπίας είναι μια ευρύτερη παρατήρηση των γενικότερων μεταβολών της μικροδομής των δοκιμίων σε συσχέτιση με την επίδραση των διάφορων θερμικών κατεργασιών π.χ. κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων και αύξηση του μεγέθους του κόκκου. (21)

ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αντί για φως, για να εξετάσει αντικείμενα σε λεπτομερή κλίμακα. Τα ηλεκτρόνια λόγω της κυματικής τους φύσης μπορούν να εστιαστούν όπως και τα φωτεινά κύματα αλλά σε πολύ μικρότερη επιφάνεια (π.χ. κόκκος υλικού). Η δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος με το οποίον αλληλεπιδρά. Από την αλληλεπίδραση αυτή προκύπτουν πληροφορίες σε σχέση με τα άτομα των στοιχείων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο υλικό. Από τα άτομα των στοιχείων εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered) ηλεκτρόνια

καθώς και ακτίνες X. Η ένταση των εκπεμπομένων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της επιφάνειας. Έτσι το SEM δίνει πληροφορίες που αφορούν κυρίως στη μορφολογία και στη σύσταση της επιφανείας. Εφαρμόζοντας ένα σύστημα ανίχνευσης της διασποράς των ενεργειών των ακτινών X που δημιουργούνται στην επιφάνεια από την προσπίπτουσα δέσμη, μπορεί να γίνει ημιποσοτική στοιχειακή ανάλυση του υλικού. (22)

Επομένως το SEM χρησιμοποιείται για την εξέταση μικροδομής στερεών δειγμάτων και για να δίνει εικόνες υψηλού βαθμού διείσδυσης.

Η βασική αρχή λειτουργίας περιλαμβάνει την ακτινοβολία του δείγματος με μια καλά εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων. Η περιοχή όπου ενεργητικά ηλεκτρόνια αλληλοεπιδρούν με το στερεό, εναποθέτοντας ενέργεια και παράγοντας εκείνες τις μορφές δευτερεύουσας ακτινοβολίας που μετράμε ονομάζεται όγκος αλληλεπίδρασης.

Η διείσδυση της δέσμης στο δείγμα καθορίζεται από τις παρακάτω 4 παραμέτρους και κυρίως τις δύο τελευταίες.

- Πόσα ηλεκτρόνια υπάρχουν στην δέσμη (emission current)
- Διάμετρο της δέσμης (spot size)
- Ταχύτητα / Ενέργεια των ηλεκτρονίων (accelerating voltage)
- Είδος του δείγματος (Μέσος ατομικός αριθμός του δείγματος)

Οι αλληλεπιδράσεις που συμβαίνουν ανάμεσα στο δείγμα και τα ηλεκτρόνια της δέσμης περιλαμβάνουν:

1) Φόρτιση (Charging) Συσσώρευση φορτίου ηλεκτρονίων στο δείγμα (Για να μην συμβαίνει αυτό το δείγμα θα πρέπει να είναι αγώγιμο και συνδεδεμένο με γείωση ή να χρησιμοποιείται χαμηλό δυναμικό επιτάχυνσης)

2) Ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων (Μεγαλύτερη γωνία, μικρότερη απώλεια ενέργειας)

3) Μη ελαστική σκέδαση ηλεκτρονίων (Μικρότερη γωνία, μεγαλύτερη απώλεια ενέργειας)

4) Θέρμανση του δείγματος

ΕΛΑΣΤΙΚΗ ΣΚΕΔΑΣΗ

- Ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια δέσμης (Elastically scattered primary electrons) τα οποία δεν ανιχνεύονται από το σύστημα.
- Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons)

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης με ενέργεια π.χ. 30 KeV φθάσουν στην επιφάνεια του δείγματος διεισδύουν σε βάθος που εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό. Τα ηλεκτρόνια ταξιδεύουν προς τυχαίες κατευθύνσεις μέσα στο δείγμα και συγκρούονται με τα άτομα του δείγματος. Τα ηλεκτρόνια συγκρούονται ελαστικά με τον πυρήνα του ατόμου (ειδικά σε μεγάλα άτομα) και σκεδάζονται προς οποιαδήποτε κατεύθυνση χωρίς σημαντική απώλεια της ενέργειάς τους (κρατούν το 50 % με 80 % της αρχικής ενέργειας). Εκείνα τα ηλεκτρόνια που σκεδάζονται προς τα πίσω με γωνία 180° λέγονται οπισθοσκεδαζόμενα (Backscattered electrons, BSE). Έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος από το δείγμα.

Το ποσοστό των ηλεκτρονίων που εκπέμπονται οπισθοσκεδαζόμενα, εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος. Για τα ελαφρά στοιχεία είναι ~6% ενώ για τα βαρύτερα ~50 %. Επομένως η αλλαγή του ποσοστού των BSE δίνει διαφοροποίηση στην εικόνα ανάλογα με τον ατομικό αριθμό. Οι βαρύτερες φάσεις φαίνονται λαμπρότερες από τις ελαφρύτερες. Έτσι έχουμε πληροφορίες για την σύσταση του δείγματος. (22)

Ανίχνευση οπισθοσκεδαζόμενων

Η ανίχνευση γίνεται χρησιμοποιώντας ως ανιχνευτή τον ημιαγωγό στερεάς κατάστασης (solid state semiconductor) σχήματος donut, ο οποίος είναι προσαρμοσμένος στην έξοδο της κολώνας. Μετρώνται οι κτύποι των ηλεκτρονίων στον ανιχνευτή οι οποίοι μετατρέπονται σε ένταση των ψηφίδων και εμφανίζονται στον σωλήνα σχηματίζοντας την εικόνα.

ΜΗ ΕΛΑΣΤΙΚΗ ΣΚΕΔΑΣΗ

- Μη ελαστικά σκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Inelastically scattered electrons), τα οποία δεν ανιχνεύονται από το σύστημα
- Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary electrons, SE)

Δευτερογενή ηλεκτρόνια

Όταν τα ηλεκτρόνια της δέσμης συγκρούονται με τα ηλεκτρόνια του ατόμου μερικά από τα χαλαρά συγκρατούμενα ηλεκτρόνια μπορεί να φύγουν από το άτομο και ονομάζονται δευτερογενή ηλεκτρόνια. (Κάθε προσπίπτον ηλεκτρόνιο μπορεί να παράγει αρκετά δευτερογενή).

Κάθε ηλεκτρόνιο που εγκαταλείπει το άτομο μετά από σύγκρουση με άλλο υψηλής ενέργειας είναι θεωρητικά ένα δευτερογενές ηλεκτρόνιο.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χαμηλής ενέργειας (50 eV) και εκπέμπονται κοντά στην επιφάνεια του δείγματος αφού αυτά που εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος, απορροφούνται εύκολα από την μάζα του δείγματος. Γι' αυτό τα δευτερογενή ηλεκτρόνια είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια παράγονται με δύο κυρίως μηχανισμούς:

- Καθώς η δέσμη εισέρχεται στην επιφάνεια
- Καθώς η οπισθοσκεδαζόμενη δέσμη εξέρχεται από την επιφάνεια

Ο δεύτερος μηχανισμός είναι δέκα φορές πιο πιθανός από τον πρώτο. Επομένως είναι αναμενόμενο να υπάρχει μεγαλύτερη εκπομπή δευτερογενών ηλεκτρονίων εκεί που είναι μεγάλη και η εκπομπή οπισθοσκεδαζόμενων. Γι' αυτό οι εικόνες των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων δεν διαφέρουν πολύ. (22)

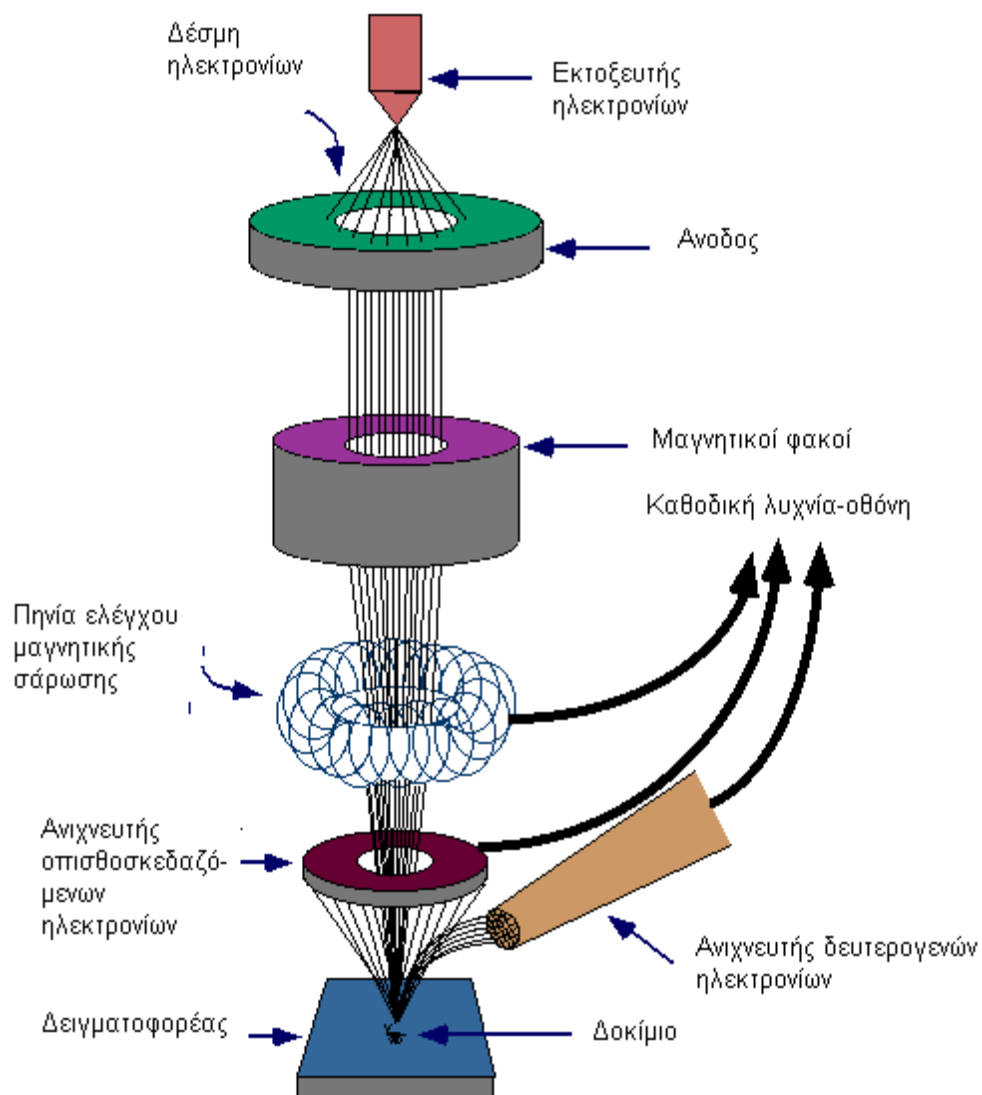
Ανίχνευση δευτερογενών ηλεκτρονίων

Η συλλογή των δευτερογενών ηλεκτρονίων γίνεται με την βοήθεια ενός «συλλέκτη» που δεν είναι άλλο από ένα πλέγμα με θετικό δυναμικό (+100V) που βρίσκεται μπροστά από τον ανιχνευτή και έλκει τα αρνητικά ηλεκτρόνια, τα οποία μετρώνται από τους κτύπους που παράγουν στον ανιχνευτή. Η ένταση των εκπεμπομένων ηλεκτρονίων επηρεάζεται από τα χαρακτηριστικά της μορφολογίας της επιφανείας. Η διακύμανση στην ένταση των ηλεκτρονίων επηρεάζει την φωτεινότητα ενός καθοδικού σωλήνα (CRT), ο οποίος σαρώνεται συγχρονισμένα με την δέσμη ηλεκτρονίων. Με αυτόν τον τρόπο παράγεται η εικόνα της επιφανείας στην οθόνη του καθοδικού σωλήνα.

Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στις αλληλεπιδράσεις του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας σε αυτό δέσμης ηλεκτρονίων. Οι βασικές διατάξεις που υπάρχουν στο μικροσκόπιο είναι το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το σύστημα πληροφοριών και τέλος το σύστημα κενού.

Τα βασικά στάδια λειτουργίας ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου είναι:

1. Σχηματίζεται μια δέσμη ηλεκτρονίων από την πηγή η οποία επιταχύνεται προς το δείγμα μέσω ενός θετικού ηλεκτρικού δυναμικού
2. Χρησιμοποιώντας μεταλλικά ανοίγματα, ηλεκτρομαγνητικούς φακούς και πηνία σάρωσης, επιτυγχάνεται μια λεπτή εστιασμένη μονοχρωματική δέσμη η οποία σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος
3. Οι αλληλεπιδράσεις δέσμης δείγματος καταγράφονται από τους ανιχνευτές και μετατρέπονται σε εικόνα. (22)



Εικόνα 27: Βασικά μέρη SEM (22)

ΒΑΣΙΚΑ ΜΕΡΗ ΤΟΥ ΑΥΤΟΠΟΙΗΜΕΝΟΥ EBSD

Παρόλο που η διάθλαση με ηλεκτρονική διάσπαση (EBSD) στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης χρησιμοποιείται κυρίως για τη διερεύνηση της σχέσης μεταξύ τοπικών κρυσταλλογραφικών ιστών και μικροδομών, η τεχνική έχει πλέον εξελιχθεί στο στάδιο όπου απαιτεί σοβαρή εξέταση ως εργαλείο για τη ρουτίνα του ποσοτικού χαρακτηρισμού των μικροδομών. Αυτή η εργασία εξετάζει την εφαρμογή του EBSD στον χαρακτηρισμό των κατανομών φάσεων, των δομών κόκκων και υποκόκκων (subgrains) και επίσης των κρυσταλλογραφικών ιστών.

Η πιο διαδεδομένη εφαρμογή του EBSD είναι στις τοπικές σχέσεις μεταξύ μικροδομής και κρυσταλλογραφίας. Για παράδειγμα, μια άμεση συσχέτιση μεταξύ των προσανατολισμών των κόκκων όπου συμβαίνει κάποιο συγκεκριμένο γεγονός - όπως θραύση, οξειδωση, κατακρήμνιση ή ανακρυστάλλωση ή συσχέτιση μεταξύ κρυσταλλογραφίας ορίου κόκκων και ιδιοτήτων όπως κινητικότητα, διάχυση, αντίσταση σε χημική ουσία.

Όταν γίνεται χρήση του EBSD για ποσοτική μικροδομική ανάλυση, οι κρίσιμες παράμετροι είναι η ταχύτητα λήψης δεδομένων και οι χωρικές και γωνιακές αναλύσεις. Αυτά εξαρτώνται από έναν αριθμό παραγόντων όπως το δείγμα, ο εξοπλισμός και η μέθοδος λειτουργίας

Η βασική απαίτηση είναι ένα τυπικό SEM και ένα σύστημα EBSD. Το υλικό απόκτησης EBSD περιλαμβάνει γενικά μια ευαίσθητη κάμερα CCD και ένα σύστημα επεξεργασίας εικόνας για μέσο όρο προτύπων και αφαίρεση φόντου. Διατίθενται επίσης κάμερες που επιτρέπουν την ενσωμάτωση σε τσιπ, η οποία αποτρέπει την ανάγκη για μεταγενέστερο μέσο όρο μοτίβου. Απαιτούνται επίσης διασυνδέσεις με το SEM για τον έλεγχο της δέσμης ή της θέσης του σταδίου. Το λογισμικό απόκτησης EBSD θα ελέγχει την απόκτηση δεδομένων, θα επιλύει τα μοτίβα περίθλασης και θα αποθηκεύει τα δεδομένα. Απαιτείται περαιτέρω λογισμικό για την ανάλυση, τον χειρισμό και την εμφάνιση των δεδομένων. Η μέθοδος διασύνδεσης ενός συστήματος EBSD με το SEM και το κόστος του είναι συγκρίσιμη με εκείνη για ένα σύστημα ανάλυσης EDX όπως είναι συνδεδεμένο στα περισσότερα SEM.

Το EBSD πραγματοποιείται σε δείγμα που έχει κλίση μεταξύ 60° και 70° από την οριζόντια. Αυτό επιτυγχάνεται καλύτερα τοποθετώντας το δείγμα έτσι ώστε η επιφάνεια να είναι φυσιολογική στη δέσμη ηλεκτρονίων, η οποία είναι η βέλτιστη θέση για την εξέταση της μικροδομής με τη χρήση ηλεκτρονικών backscatter. Μετά από μια τέτοια εξέταση, το δείγμα μπορεί στη συνέχεια να γείρει προς τη γωνία λειτουργίας του EBSD.

Συνήθως απαιτείται ελάχιστος αριθμός περίπου 200 κόκκων για τον προσδιορισμό του μεγέθους των κόκκων και περίπου 10 σημεία δεδομένων κατά μήκος ενός κόκκου απαιτούνται για τον καθορισμό του μεγέθους του κόκκου με επαρκή ακρίβεια. (23)

Σάρωση δέσμης

Στη λειτουργία σάρωσης δέσμης απενεργοποιείται η κανονική σάρωση μικροσκοπίου και η δέσμη ελέγχεται από το σύστημα απόκτησης EBSD. Τα πλεονεκτήματα αυτού του τρόπου λειτουργίας είναι ότι είναι απλό και δεν απαιτεί τροποποιήσεις στο μικροσκόπιο και ότι είναι γρήγορος επειδή ο χρόνος που απαιτείται για την κίνηση της δέσμης είναι αμελητέος. Τα μειονεκτήματα είναι ότι κατά τη διάρκεια της σάρωσης, η δέσμη κινείται από τον οπτικό άξονα και αυτό μπορεί να οδηγήσει σε ανακρίβεια στον προσδιορισμό των απόλυτων προσανατολισμών και στην απόσβεση της δέσμης. Εκτός από πολύ χαμηλές μεγεθύνσεις, η ανακρίβεια στον προσδιορισμό των απόλυτων προσανατολισμών είναι συνήθως μόνο περίπου 1° στα άκρα της σάρωσης. Ένα πιο σοβαρό σφάλμα μπορεί να προκύψει από την εκτόνωση της δέσμης ηλεκτρονίων καθώς εκτρέπεται κάθετα στον άξονα κλίσης. Αυτό το πρόβλημα μπορεί να ελαχιστοποιηθεί με τη χρήση μιας δυνατότητας «δυναμικής εστίασης» στο SEM, αν και τέτοιες διορθώσεις είναι μερικές φορές δύσκολο να γίνουν για τις υψηλές κλίσεις που απαιτούνται για το EBSD. Και πάλι, τυχόν σφάλματα θα ελαχιστοποιηθούν σε μεγάλες μεγεθύνσεις. (23)

Στάδιο σάρωσης

Στη λειτουργία σάρωσης σταδίου, χρησιμοποιείται μια σταθερή δέσμη ηλεκτρονίων και το δείγμα κινείται, σε σχέση με τη δέσμη, με κινητήρες βαθμίδας που ελέγχονται

από το λογισμικό EBSD. Με τη σάρωση σταδίου, το πρόβλημα του αποπροσανατολισμού της δέσμης εξαλείφεται εάν η επιφάνεια του δείγματος ευθυγραμμιστεί με ακρίβεια με το επίπεδο $x - y$ του σταδίου δείγματος και επειδή η δέσμη παραμένει στον άξονα, διατηρείται επίσης η ακρίβεια των προσδιορισμών του απόλυτου προσανατολισμού. Το μειονέκτημα της σάρωσης σταδίου είναι ότι είναι πιο αργή από τη σάρωση δέσμης, ο χρόνος για την κίνηση του σταδίου, ο οποίος εξαρτάται από το μέγεθος των βημάτων σάρωσης που είναι περίπου 1 sec. Επιπλέον, η ακρίβεια θέσης της σάρωσης σταδίου χρησιμοποιώντας ένα κανονικό στάδιο SEM δεν είναι υψηλή και είναι πιο κατάλληλη για βήματα σάρωσης μεγαλύτερα από περίπου 1 μm . (23)

Το δείγμα

Το σήμα των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων αυξάνεται με τον ατομικό αριθμό (z) του υλικού. Η ποιότητα του σχήματος περίθλασης αυξάνεται με το z και η χωρική ανάλυση μπορεί επίσης να βελτιωθεί με την αύξηση του z . Το μοτίβο περίθλασης προέρχεται από το επιφανειακό στρώμα και παρόλο που σε πολλές περιπτώσεις απαιτείται ηλεκτρολυτική επιφάνεια, ένα καλό μηχανικό στιλβωτικό είναι αρκετό για σκληρά υλικά.

Για να ληφθεί ένα κατάλληλο προς ανάλυση σχέδιο περίθλασης, η περιοχή του δείγματος από την οποία λαμβάνεται το σχέδιο πρέπει να έχει έναν μοναδικό κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Έτσι, το μικρότερο μέγεθος κόκκων ή υποκόκκων που μπορεί να μετρηθεί σχετίζεται με τη χωρική ανάλυση της τεχνικής. Ελαττώματα όπως dislocations μπορεί να προκαλέσουν απώλεια ευκρίνειας στο μοτίβο, αλλά αν αυτό δεν είναι σοβαρό, το μοτίβο θα εξακολουθεί να είναι κατάλληλο προς ανάλυση. (23)

Ταχύτητα σάρωσης

Ο χρόνος απόκτησης ενός σημείου δεδομένων κατά τη διάρκεια μιας σάρωσης εξαρτάται από την πιο αργή από τις τρεις λειτουργίες:

(α) Ο χρόνος που απαιτείται για τη λήψη ενός αναλύσιμου μοτίβου περίθλασης. Αυτό εξαρτάται κυρίως από τις συνθήκες λειτουργίας του υλικού και του μικροσκοπίου και είναι συνήθως 2-16 τηλεοπτικά καρέ (δηλαδή 0,05 sec έως 0,3 sec)

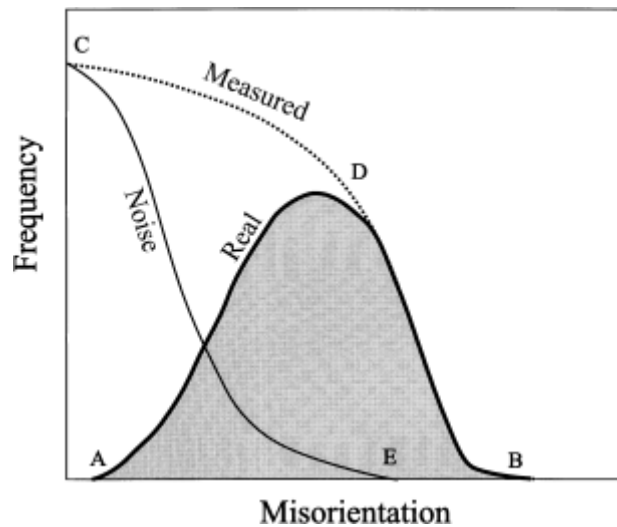
(β) Ο χρόνος που απαιτείται για την ανάλυση του προτύπου. Αυτό εξαρτάται από την ταχύτητα επεξεργασίας του υπολογιστή και την ταχύτητα του αλγορίθμου επίλυσης προτύπων που είναι συνήθως 0,1 sec έως 1 sec. Το λογισμικό που αναγνωρίζει ότι τα επόμενα παρόμοια μοτίβα δεν απαιτούν ανάλυση μπορεί να οδηγήσει σε σημαντική αύξηση της ταχύτητας.

(γ) Ο χρόνος επανατοποθέτησης της δέσμης ή του σταδίου που, όπως συζητήθηκε παραπάνω, είναι αμελητέος για σάρωση δέσμης αλλά μπορεί να είναι μεγαλύτερος από 1 δευτερόλεπτο για σάρωση σταδίου. (23)

Γωνιακή ανάλυση

Η ακρίβεια του προσδιορισμού του απόλυτου προσανατολισμού (determination of the absolute orientation) είναι συνήθως περίπου 1° και εξαρτάται από τη βαθμονόμηση και την ευθυγράμμιση του δείγματος. Το μοτίβο περίθλασης που λήφθηκε, ψηφιοποιείται και επιλύεται προσδιορίζοντας τις κατευθύνσεις πολλών ζωνών Kikuchi στο μοτίβο χρησιμοποιώντας έναν αλγόριθμο αναγνώρισης προτύπων όπως ο μετασχηματισμός Hough. Ο αριθμός των εικονοστοιχείων, στα οποία ψηφιοποιείται το ληφθέν μοτίβο καθορίζει τόσο τη γωνιακή ανάλυση όσο και τον χρόνο για την ανάλυση προτύπων, ένα λεπτό ψηφιοποιημένο σχέδιο που δίνει υψηλή γωνιακή ακρίβεια αλλά μεγάλους χρόνους επεξεργασίας και αντίστροφα.

Η περιορισμένη γωνιακή ανάλυση οδηγεί σε «θόρυβο προσανατολισμού» «orientation noise» στο σύνολο δεδομένων που έχει τη σημαντική συνέπεια ότι υπάρχει ένα κατώτερο όριο για αποπροσανατολισμούς μεταξύ κόκκων που μπορούν να αναγνωριστούν πάνω από το όριο θορύβου. (23)



Εικόνα 28: Σχηματικό διάγραμμα που απεικονίζει τη σχέση μεταξύ των πραγματικών και μετρημένων κατανομών αναπροσανατολισμού και του θορύβου προσανατολισμού. (23)

Σημεία δεδομένων που δεν αναγνωρίζονται από το EBSD

Κάθε σημείο στο δείγμα, από το οποίο συλλέγεται ένα μοτίβο περίθλασης, δεν παράγει απαραίτητα δεδομένα, επειδή η ποιότητα του μοτίβου μπορεί να είναι πολύ κακή για ανάλυση (π.χ. μια σοβαρά παραμορφωμένη περιοχή). Εναλλακτικά, το λογισμικό ενδέχεται να μην είναι σε θέση να διακρίνει μεταξύ αλληλεπικαλυπτόμενων μοτίβων στα όρια των κόκκων, των υποκόκκων και των ορίων μεταξύ των φάσεων. Εάν ο αριθμός σημείων που δεν αναγνωρίζονται (non-indexed) είναι μεγάλος, μπορεί να είναι δύσκολο να ληφθούν ποσοτικά μικροδομικά δεδομένα. Εάν ο αριθμός σημείων που δεν αναγνωρίζονται (non-indexed) είναι μικρός, τότε τα δεδομένα μπορεί να «επιδιορθωθούν» με την αντιστοίχιση του προσανατολισμού ενός γειτονικού σημείου προς το σημείο που δεν αναγνωρίζονται (non-indexed). (23)

Προσδιορισμός του βαθμού ανακρυστάλλωσης

Οι μη κρυσταλλωμένες περιοχές ενός δείγματος περιέχουν διαταραχές, κόκκους ή sub-grains. Εάν οι παραμορφωμένες περιοχές είναι τέτοιες ώστε να μην μπορεί να ληφθεί ένα σχέδιο κατάλληλο προς ανάλυση από αυτές, τότε αυτό θα μπορούσε να χρησιμοποιηθεί ως κριτήριο για τη διάκριση των ανακρυσταλλωμένων περιοχών. Επιπλέον, έτσι μπορεί να ληφθεί ένα μέτρο του κλάσματος που ανακρυσταλλώθηκε. Μια τέτοια μέθοδος, η οποία βασίζεται στην περιοχή που έχει σαρωθεί από τη δέσμη, που είναι συνήθως μικρότερη από $0,5 \mu\text{m} \times 0,5 \mu\text{m}$, είναι

αρκετά ελαττωματική, με αποτέλεσμα να μην παράγει ένα κατάλληλο προς ανάλυση σχέδιο. Αυτή η μέθοδος δεν θα λειτουργήσει εάν το υλικό περιέχει υποκόκκους μεγαλύτερους από αυτό και ως εκ τούτου σπάνια είναι κατάλληλος για τα περισσότερα κράματα αλουμινίου ή θερμά παραμορφωμένα υλικά. (23)

Προσδιορισμός κρυσταλλογραφικού ιστού από το EBSD

Ο κρυσταλλογραφικός ιστός καθορίζονται συμβατικά με την ανάλυση των pole figure, που λαμβάνονται από ένα δείγμα με περίθλαση ακτινών X, και από τις ποσοτικές κατανομές προσανατολισμού (συναρτήσεις κατανομής προσανατολισμού) λαμβάνονται από την ανάλυση 3–4 pole figure. Τέτοιες διαδικασίες είναι πλήρως αυτοματοποιημένες και καθώς ο χρόνος για να ληφθεί ένα pole figure είναι συνήθως περίπου 1,5 ώρα, ο χρόνος απόκτησης δεδομένων για ένα δείγμα είναι περίπου 4,5-6 ώρες.

Τα μοτίβα περίθλασης λαμβάνονται από ένα πλέγμα σημείων που καλύπτουν ολόκληρο το δείγμα ή μια επιλεγμένη περιοχή. Από αυτά τα δεδομένα λαμβάνονται οι κατανομές προσανατολισμού και αυτές μπορούν να εμφανιστούν ως pole figures ή ODFs στο χώρο Euler, ή εναλλακτικά μπορεί να υπολογιστεί το κλάσμα του υλικού που προσεγγίζει τα επιλεγμένα ιδανικά συστατικά του κρυσταλλογραφικού ιστού. Εάν πρόκειται να ληφθεί κρυσταλλογραφικός ιστός, αντιπροσωπευτικός του χύδην (bulk) υλικού, τότε είναι σημαντικό να ληφθούν δεδομένα από όλα τα μέρη της μικροδομής. Αυτό μπορεί να είναι ένα πρόβλημα για υλικό που προέρχεται από ψυχρή έλαση, όπου η δομή του μικρού κόκκου ή του υποκόκκου μπορεί να οδηγήσει σε χαμηλό ρυθμό επίλυσης των προτύπων. Σε μια τέτοια περίπτωση, είναι πιθανό ότι η επίλυση προτύπων θα είναι καλύτερη σε κόκκους ορισμένων προσανατολισμών από άλλους με συνέπεια όμως τα αποτελέσματα να μην αντιπροσωπεύουν το συνολικό κρυσταλλογραφικό ιστό. (23)

ARPGE: ΕΝΑ ΑΥΤΟΜΑΤΟΠΟΙΗΜΕΝΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΑΝΑΚΑΤΑΣΚΕΥΗΣ ΤΩΝ ΠΡΟΤΕΡΩΝ ΚΟΚΚΩΝ ΑΠΟ ΤΑ
ΔΕΔΟΜΕΝΑ ΤΟΥ EBSD

Ένα πρόγραμμα υπολογιστή που ονομάζεται ARPGE, γραμμένο στην Python, χρησιμοποιεί τα θεωρητικά αποτελέσματα που δημιουργούνται από το πρόγραμμα υπολογιστή GenOVA για την αυτόματη ανακατασκευή των πρότερων κόκκων από τα δεδομένα του EBSD, που λαμβάνονται σε υλικά που έχουν υποστεί μετασχηματισμούς φάσης, χωρίς να υπάρχει απαραίτητα κάποια υπολειπόμενη πρωταρχική φάση. Οι διαφορετικοί προσανατολισμοί στους νέους κόκκους (daughter grains) ταυτοποιούνται με χειριστές, οι νέοι κόκκοι προσδιορίζονται με αναγνωρισμένες παραλλαγές, καθορίζονται οι προσανατολισμοί των πρότερων κόκκων και καθορίζονται ορισμένα στατιστικά στοιχεία για τις παραλλαγές και τους χειριστές (24).

Το πρόγραμμα χρειάζεται τα ακόλουθα:

- Τα δεδομένα των μετασχηματισμών φάσεων
- Τους πειραματικούς χάρτες του EBSD (24)

ΤΕΣΤ ΔΙΑΣΤΟΛΟΜΕΤΡΙΑΣ

Οι μετασχηματισμοί φάσεων είναι ένας από τους παράγοντες που επηρεάζουν περισσότερο τις ιδιότητες του χάλυβα, ιδίως τον μετασχηματισμό ωστενίτη προς φερρίτη. Η διαστολομετρία είναι μια κλασική τεχνική, που χρησιμοποιείται συνήθως για τον προσδιορισμό της έναρξης και της λήξης των μετασχηματισμών φάσεων σε χάλυβες.

Το DIL805A της Bähr Co. είναι ένα ειδικό διαστολόμετρο που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της παραμέτρου παραμόρφωσης και τη δημιουργία διαγραμμάτων TTT και DTT. Τα ξεχωριστά χαρακτηριστικά του DIL805A είναι οι υψηλοί ρυθμοί θέρμανσης έως 4000 ° C / sec και οι ρυθμοί ψύξης 2500 ° C / sec. Ωστόσο, η ακρίβεια των αποτελεσμάτων μειώνεται με την αύξηση των ρυθμών θέρμανσης. Διαπιστώθηκε ότι όταν ο ρυθμός θέρμανσης υπερβεί τους 200 ° C / sec, τα αποτελέσματα μπορεί να είναι επισφαλής.

Τα δοκίμια θερμαίνονται επαγωγικά στον θάλαμο δοκιμής υπό κενό με επαγωγικό πηνίο διπλού πηνίου που κινείται από γεννήτρια ενέργειας υψηλής συχνότητας. Μέσω του εξωτερικού πηνίου, πραγματοποιείται παροχή νερού για τον έλεγχο της θερμότητας που παράγεται ως αποτέλεσμα της αντίστασης του πηνίου. Η χρήση του εσωτερικού πηνίου είναι να κυκλοφορεί το αέριο ψύξης μέσω των οπών που βρίσκονται στην εσωτερική του επιφάνεια. Για τη μέτρηση της θερμοκρασίας, δύο θερμοστοιχεία τύπου K διαμέτρου 0,1 mm συγκολλούνται σε κεντρική θέση στην επιφάνεια του δείγματος. Σύμφωνα με την ικανότητα ψύξης, εφαρμόζεται αέριο αργόν και η πίεση του αερίου ρυθμίζεται μέσω διαφορετικών βαλβίδων ανάλογα με τον επιδιωκόμενο ρυθμό ψύξης.

ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑ VICKERS

Η σκληρότητα ενός υλικού είναι ένα μέτρο της αντίστασής του σε μόνιμη ή πλαστική παραμόρφωση.

Η μέθοδος σκληρομέτρησης κατά Vickers χρησιμοποιεί σαν εντυπωτή αδαμαντοπυραμίδα τετραγωνικής βάσης και γωνίας κορυφής 136° . Τα βάρη που χρησιμοποιούνται είναι από 1 Kp έως 120 Kp. Η εντύπωση κατά τη σκληρομέτρηση αυτή έχει σχήμα τετραγώνου και με κατάλληλο μικροσκόπιο μετρούνται οι διαγώνιοί του, υπολογίζεται η μέση τιμή του μήκους των διαγωνίων (L) και στη συνέχεια η σκληρότητα Vickers από τον τύπο:

$$HV = 1.8544 P / L^2$$

όπου P το φορτίο

Κατά τη μέτρηση Vickers, το πάχος του δοκιμίου πρέπει να είναι τέτοιο ώστε να μην παρουσιάζεται εξόγκωμα από την πίσω πλευρά της μέτρησης και οπωσδήποτε το πάχος δεν μπορεί να είναι μικρότερο από το $1 \frac{1}{2}$ του μήκους της διαγωνίου της εντύπωσης. (21)

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΟΥ ΧΡΟΝΟΥ ΑΝΟΠΤΗΣΗΣ

Η παρούσα πειραματική διαδικασία αποτελείται από δύο μέρη. Στο πρώτο μέρος χρησιμοποιούνται δύο δοκίμια της ίδιας χημικής σύστασης, τα οποία όμως υφίστανται διαφορετική θερμική κατεργασία. Στο δεύτερο μέρος χρησιμοποιούνται δύο δοκίμια διαφορετικής χημικής σύστασης αλλά υφίστανται την ίδια θερμική κατεργασία. Στόχος του πειράματος είναι οι μεταβολές στη μικροδομή, όσον αφορά στο μέγεθος κόκκων και από τις φάσεις που αποτελούνται τα εκάστοτε δοκίμια. Οι διαφορές προκύπτουν στο πρώτο μέρος του πειράματος από τις διαφορές στο θερμικό κύκλο που υπέστησαν τα δοκίμια ενώ στο δεύτερο μέρος από την επίδραση των κραματικών στοιχείων στη μικροδομή.

Πιο αναλυτικά για το πρώτο μέρος του πειράματος.

Τα δοκίμια ονομάστηκαν UF2s και UF300s αντίστοιχα. Η χημική τους σύσταση αποτελείται κυρίως από 0,43% κ.β. άνθρακα, 1,43% κ.β. μαγγάνιο, 0,4% κ.β. πυρίτιο, 1,23% κ.β. χρώμιο, 0,1% κ.β. μολυβδαίνιο και λιγότερο από 0,04 % φώσφορο.

Πίνακας 1: Χημική σύσταση των δοκιμών UF2s και UF300s

ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ UF2s ΚΑΙ UF300s					
C	Mn	Si	Cr	Mo	P
0,43	1,43	0,4	1,23	0,1	<0,04

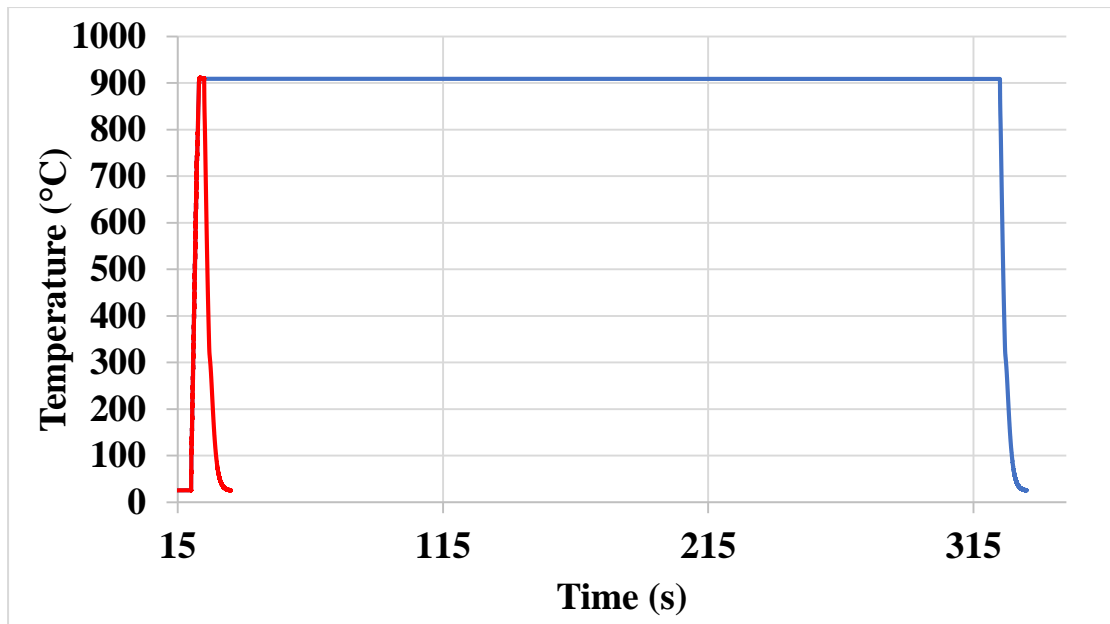
Για την εφαρμογή των θερμικών κύκλων χρησιμοποιήθηκε το διαστολόμετρο DIL805A της Bähr. Μικρά κυλινδρικά δοκίμια, μήκους 10 mm και διαμέτρου 4 mm τοποθετούνται μέσα σε πηνίο χαλκού, αφού έχει συγκολληθεί θερμοστοιχείο στο μέσο τους με τη μέθοδο spot weld. Η τοποθέτηση των δοκιμών γίνεται μεταξύ δύο ράβδων, από τις οποίες η μία είναι πακτωμένη ενώ η άλλη μπορεί να κινείται μονοαξονικά. Υπό

κενό, το πηνίο διαρρέεται από ρεύμα και μέσω του φαινομένου Joule, επιτυγχάνεται η θέρμανση του δοκιμίου με επαγωγή. Κατά τη θέρμανση, η μη πακτωμένη ράβδος μετακινείται λόγω της διαστολής του δοκιμίου. Για την ψύξη, εισέρχεται αέριο αργό (ή άζωτο) στον θάλαμο μέσω βαλβίδων με ελεγχόμενο ρυθμό.

Ο θερμικός κύκλος του UF2s αποτελείται από θέρμανση από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος έως τους 900 °C με ρυθμό θέρμανσης 300 °C/sec και ισοθερμοκρασιακή παραμονή στους 900 °C για 2 sec. Ακολούθησε βαφή ως τη θερμοκρασίας περιβάλλοντος με ρυθμό ψύξης 100 °C/sec.

Ο θερμικός κύκλος του UF300s αποτελείται από θέρμανση από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος έως τους 900 °C με ρυθμό θέρμανσης 300 °C/sec και ισοθερμοκρασιακή παραμονή στους 900 °C για 300 sec. Ακολούθησε βαφή ως τη θερμοκρασίας περιβάλλοντος με ρυθμό ψύξης 100 °C/sec.

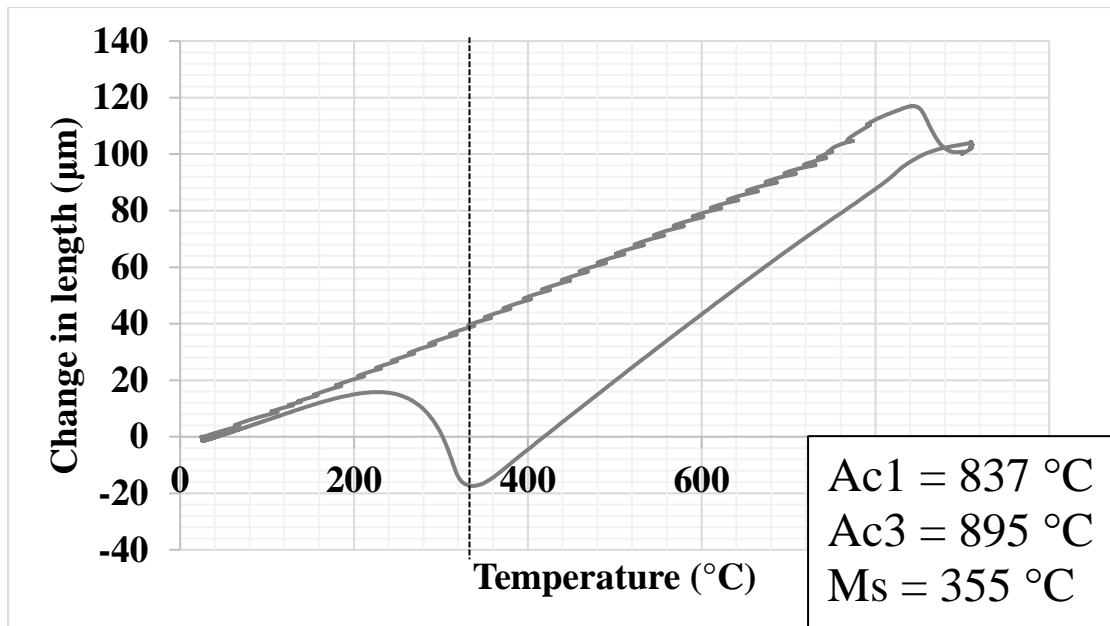
Εύκολα γίνεται αντιληπτό ότι η μοναδική διαφορά στο θερμικό κύκλο των δύο δοκιμίων παρατηρείται στο χρόνο της ισοθερμοκρασιακής παραμονής τους στην τελική θερμοκρασία. Ο θερμικός κύκλος του UF2s ανήκει στην κατηγορία του Ultra-Fast Heating καθώς πληρούνται οι προϋποθέσεις της ταχύτερης θερμοκρασιακής ανόδου στην τελική θερμοκρασία, η πολύ μικρής διάρκειας ισοθερμοκρασιακή παραμονή στην τελική θερμοκρασία καθώς και η ταχύτερη βαφή στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Το δοκίμιο UF300s παρόλο που έχει ταχύτατο ρυθμό θέρμανσης προς την τελική θερμοκρασία καθώς και ταχύτατο ρυθμό ψύξης προς τη θερμοκρασία περιβάλλοντος, δεν πληροί το μικρό χρόνο ισοθερμοκρασιακής παραμονής στην τελική θερμοκρασία ανόπτησης.



Γράφημα 2: Γράφημα που απεικονίζει τη θερμική κατεργασία των UF300s και UF2s

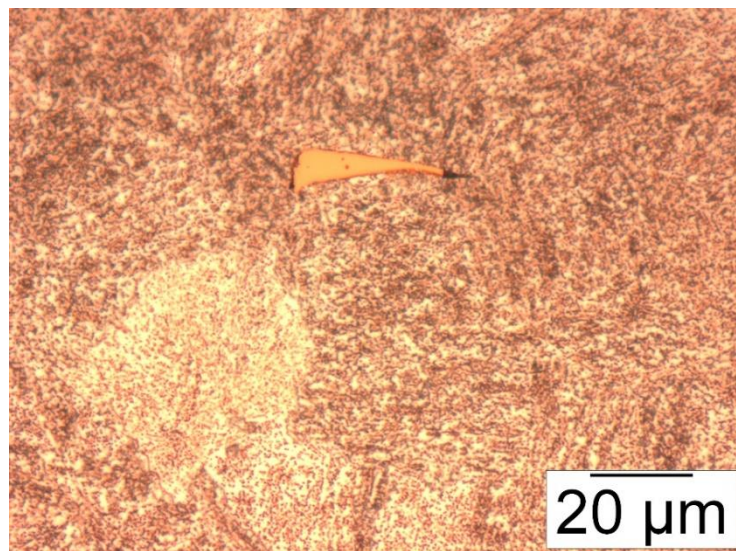
Αρχικά, διεξήχθησαν δοκιμές διαστολομετρίας στα δοκίμια.

Το διάγραμμα αυτό προκύπτει από το θερμικό κύκλο στο διαστολόμετρο. Κατά τη θέρμανση του δοκιμίου, το μήκος του αυξάνεται λόγω διαστολής. Αυτό φαίνεται στον άξονα ψ. Όταν επιτευχθεί η A_{c1} και ξεκινήσει ο μετασχηματισμός του ωστενίτη έχουμε μεταβολή από χωροκεντρωμένη (BCC) δομή σε εδροκεντρωμένη (FCC) δομή. Επειδή η δεύτερη έχει μεγαλύτερο atomic packing factor (APF), παρατηρείται μείωση στο μήκος του δοκιμίου, το οποίο επαληθεύεται μέσω της καμπύλης στους 840 °C. Παρομοίως, κατά την ψύξη λαμβάνει χώρα ο μετασχηματισμός του μαρτενσίτη από ωστενίτη. Η καμπύλη που δημιουργείται στους 355 °C αντιστοιχεί στην M_s ενώ η καμπύλη στους, περίπου, 220 °C αντιστοιχεί στην M_f .



Γράφημα 3: Αποτελέσματα διαστολομετρίας των δοκιμίων UF300s και UF2s

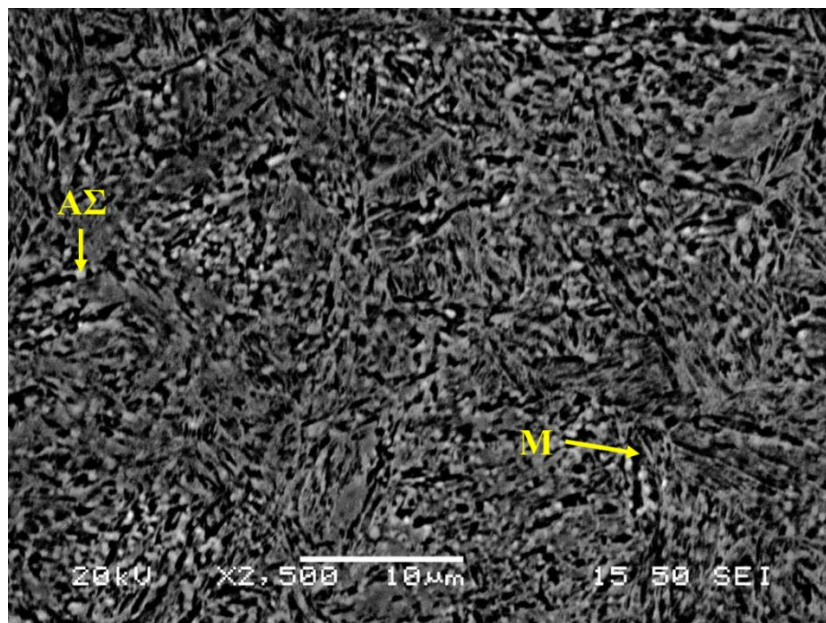
Οι μικρογραφίες από το οπτικό μικροσκόπιο, πριν την εφαρμογή του θερμικού κύκλου, έδειξαν ότι η μικροδομή των δοκιμίων αποτελείται από φερρίτη και σφαιροποιημένο σεμεντίτη.



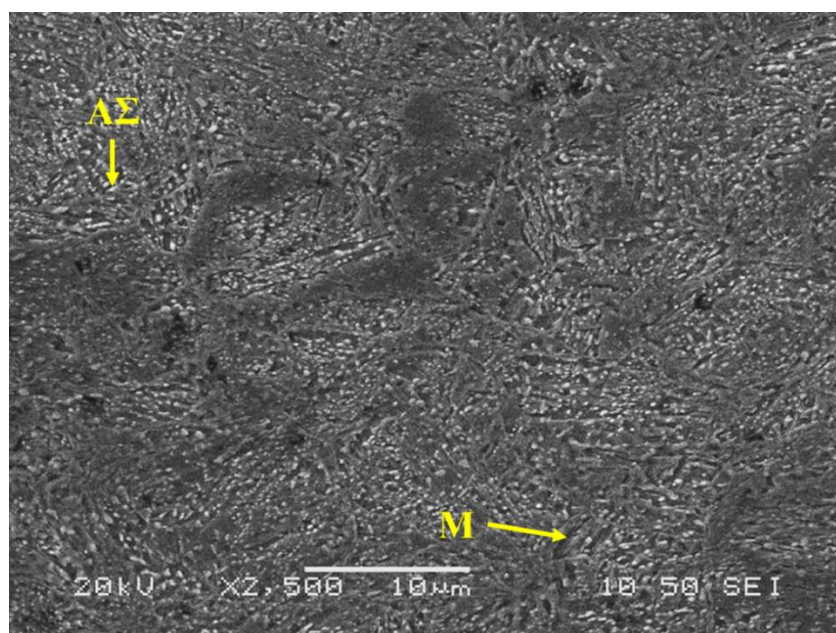
Εικόνα 29: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για τα δοκίμια UF300s και UF2s πριν το θερμικό κύκλο.

Στη συνέχεια, χρησιμοποιήθηκε το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης SEM, με ανάλυση x2500 και x5000 καθώς και το EBSD. Πρέπει να σημειωθεί πως η μικροδομή των δοκιμίων αποτελείται από αδιάλυτο σεμεντίτη (ανοιχτό), μαρτενσίτη (σκούρο).

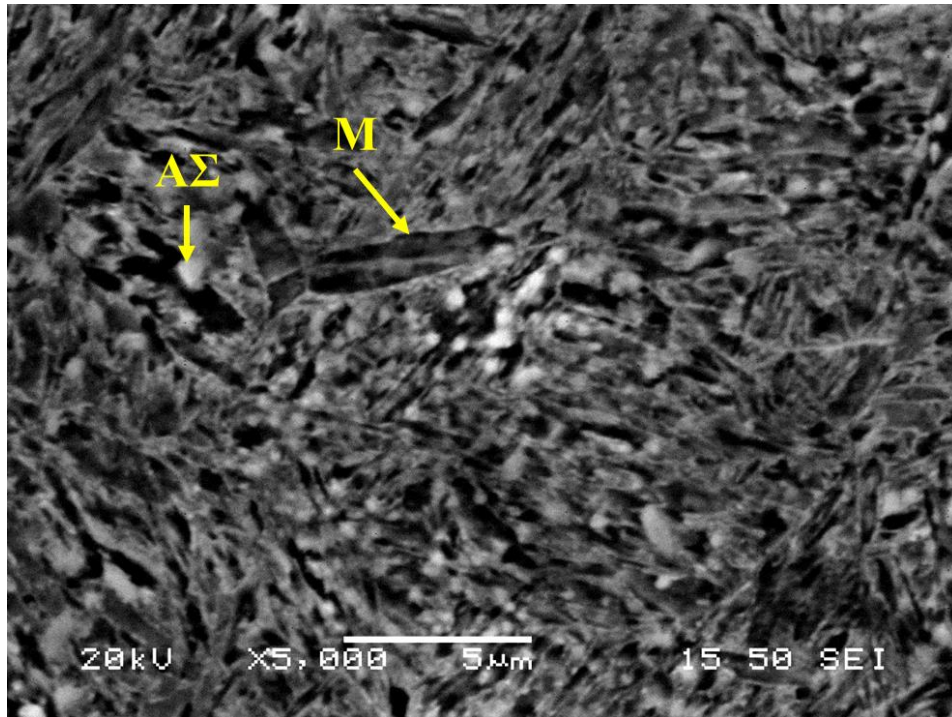
Συγκρίνοντας τις ηλεκτρονικές μικρογραφίες, γίνεται αντιληπτή μια πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή για το δοκίμιο UF2s. Ακόμα, ποιοτικά, παρατηρείται περισσότερος αδιάλυτος σεμεντίτης, επίσης στο δοκίμιο UF2s.



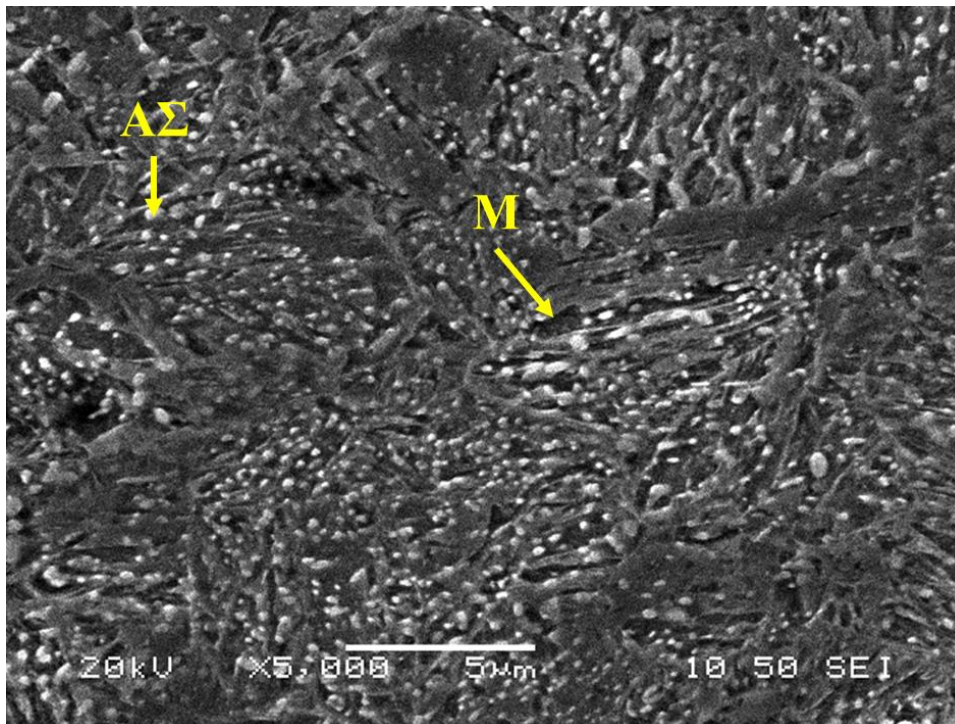
Εικόνα 30: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF300s. Τα λευκά σημεία αναπαριστούν τον αδιάλυτο σεμεντίτη (ΑΣ) και τα γκρι σημεία το μαρτενσίτη (M).



Εικόνα 31: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF2s. Τα λευκά σημεία αναπαριστούν τον αδιάλυτο σεμεντίτη (ΑΣ) και τα γκρι σημεία τον μαρτενσίτη (M)



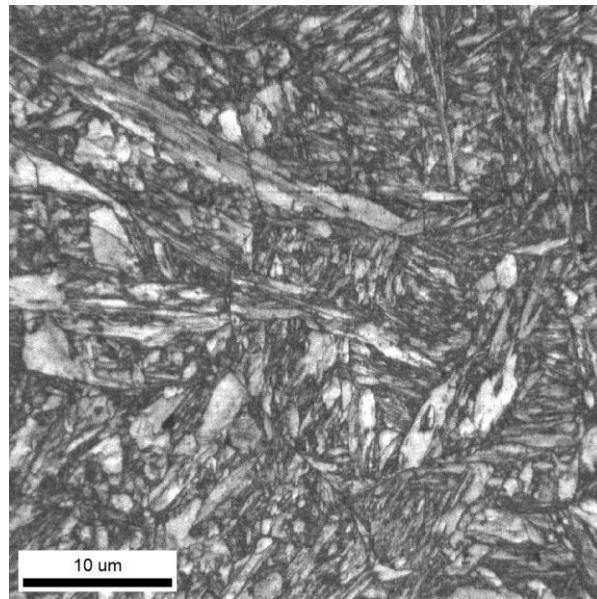
Εικόνα 32: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF300s



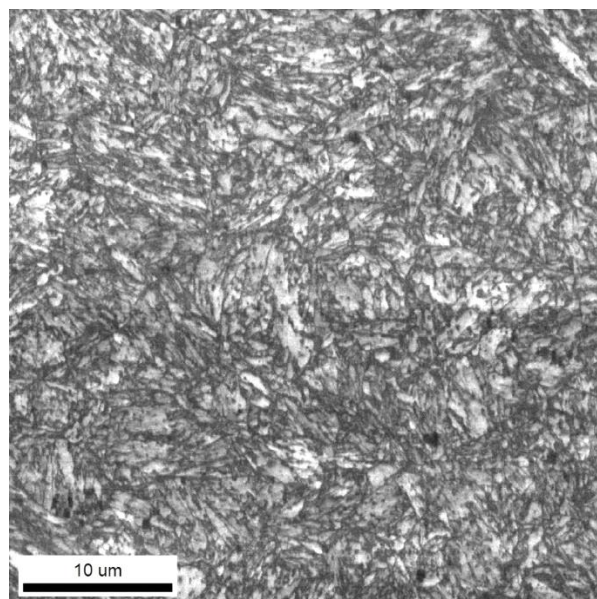
Εικόνα 33: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο UF2s

Οι χάρτες IQ αναπαριστούν τη δομή των δοκιμίων. Οι πιο παραμορφωμένες δομές, όπως ο μαρτενσίτης, δεν περιθλούν καλά και για αυτό εμφανίζονται με χαμηλότερο

Image Quality (IQ). Ακόμα χαμηλότερο IQ έχουν τα όρια των κόκκων και για αυτό εμφανίζονται πιο σκούρα. Δομές όπως ο φερρίτης και ο μπαινίτης δεν είναι τόσο παραμορφωμένες και για αυτό η περίθλασή τους έχει καλύτερη ποιότητα άρα και υψηλότερο IQ και φαίνονται πιο ανοιχτόχρωμα στο χάρτη. Επομένως, η μικροδομή αποτελείται κυρίως από μαρτενσίτη και πρέπει να σημειωθεί ότι ο σεμεντίτης δεν μπορεί να αναγνωρισθεί από το EBSD, λόγω της πολυπλοκότητας της κρυσταλλικής του δομής (ορθορομβικό σύστημα).

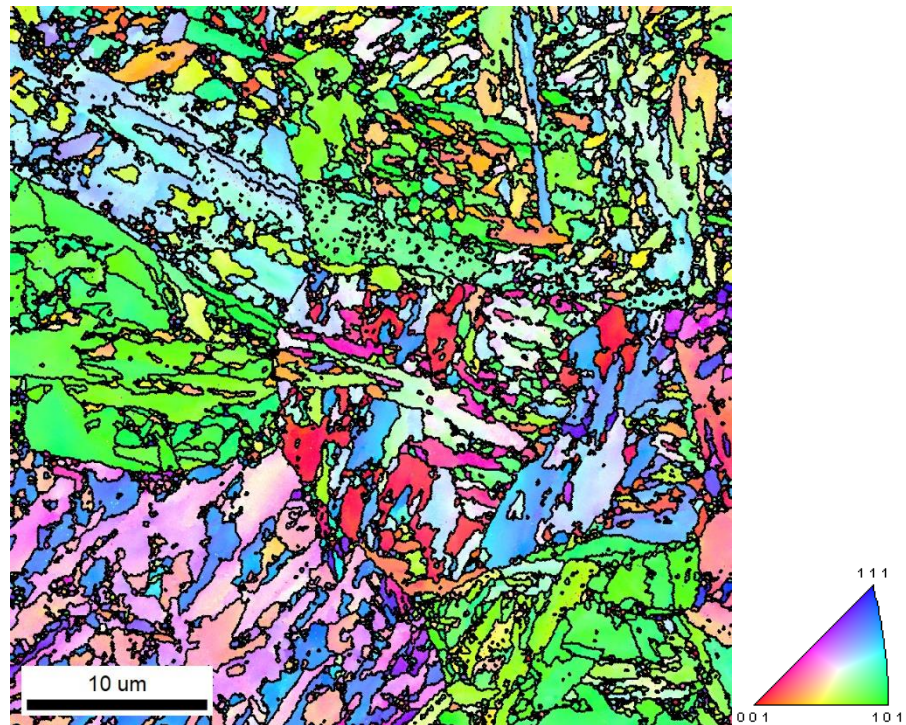


Εικόνα 34: IQ map για το δοκίμιο UF300s

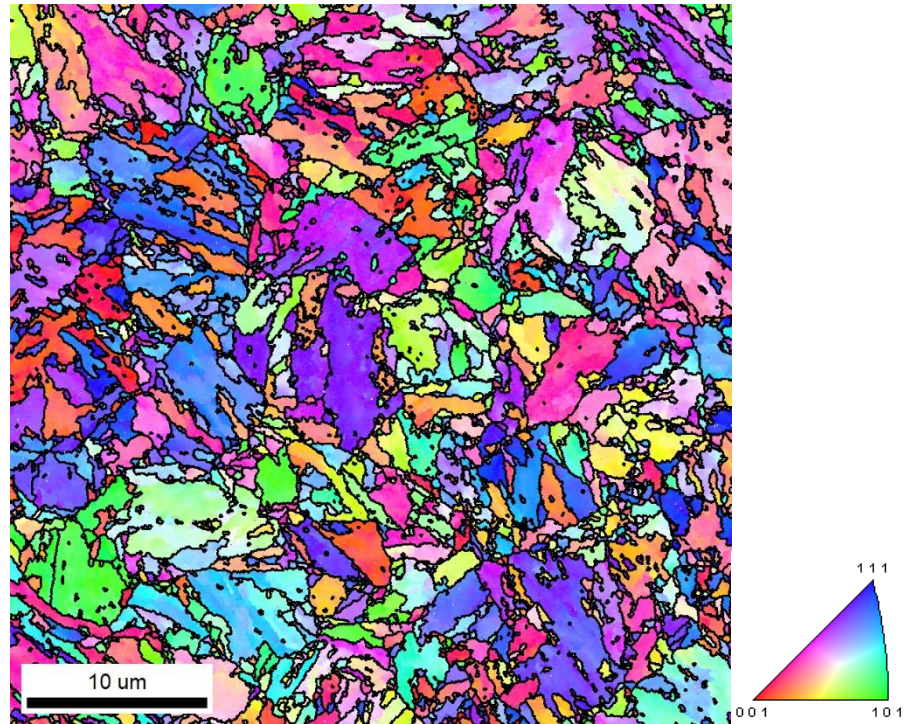


Εικόνα 35: IQ map για το δοκίμιο UF2s

Οι χάρτες IPF παρουσιάζουν τον προσανατολισμό των κόκκων. Συγκεκριμένα, υπάρχουν περιοχές με γαλάζιο, πράσινο ή μωβ χρώμα. Αυτές οι περιοχές περιέχουν βελόνες μαρτενσίτη, από τις οποίες μπορούν να βγουν συμπεράσματα για τα μπλοκς του μαρτενσίτη. Σε αυτούς τους χάρτες παρατηρείται ο προσανατολισμός των βελόνων του μαρτενσίτη. Γίνεται αντιληπτό ότι δεν υπάρχει κάποιος προτιμητέος προσανατολισμός, όμως υπάρχουν περιοχές που έχουν κοινό προσανατολισμό.

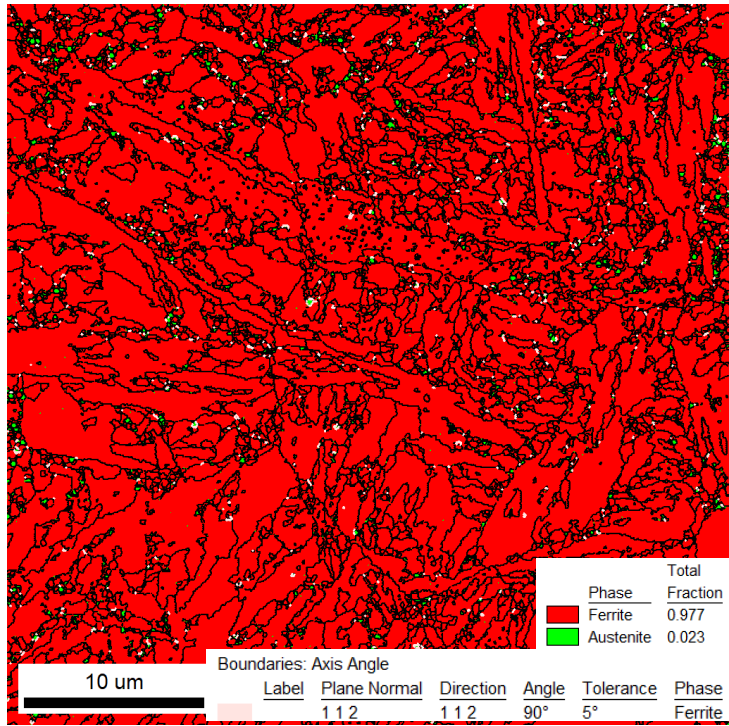


Εικόνα 36: IPF map για το δοκίμιο UF300s

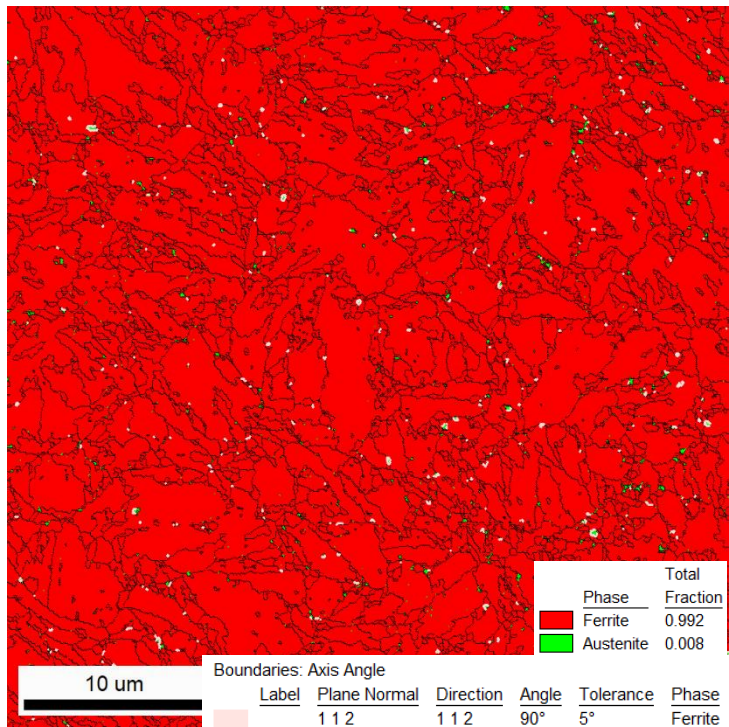


Εικόνα 37: IPF map για το δοκίμιο UF2s

Τα phase maps παρουσιάζουν το φερρίτη με κόκκινο χρώμα και τον ωστενίτη με πράσινο, με το κλάσμα του φερρίτη να κυριαρχεί και στα δύο δοκίμια. Το μικρό αυτό ποσοστό του ωστενίτη, το οποίο αντιστοιχεί σε 2,3 % για το UF300s και 0,8 % για το UF2s, δηλώνει την ύπαρξη υπολειπόμενου ωστενίτη. Από τα phase maps παρατηρείται η ύπαρξη υπολειπόμενου ωστενίτη στη μικροδομή και η κατανομή του. Επίσης χρησιμοποιήθηκε η σχέση Kurdjumov-Sachs για τον προσδιορισμό του ωστενίτη.



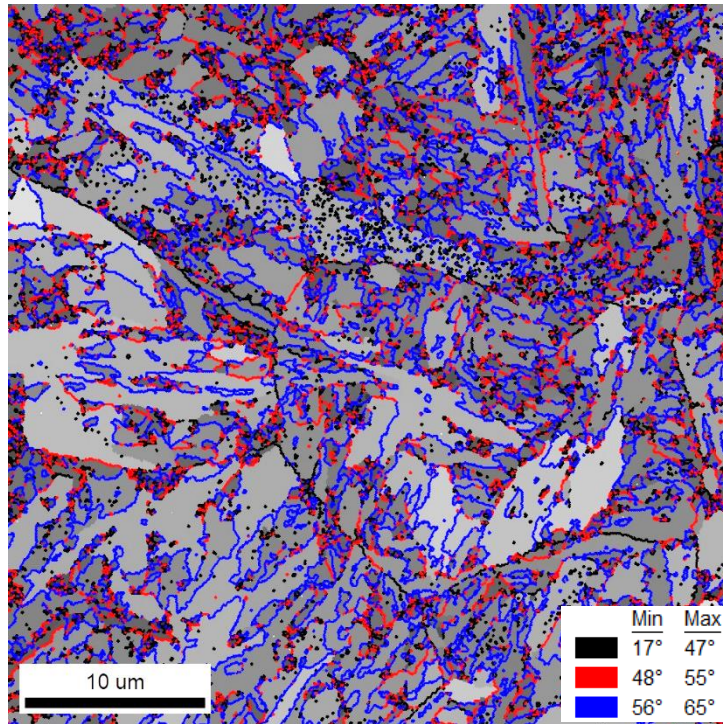
Εικόνα 38: Phase map για το δοκίμιο UF300s



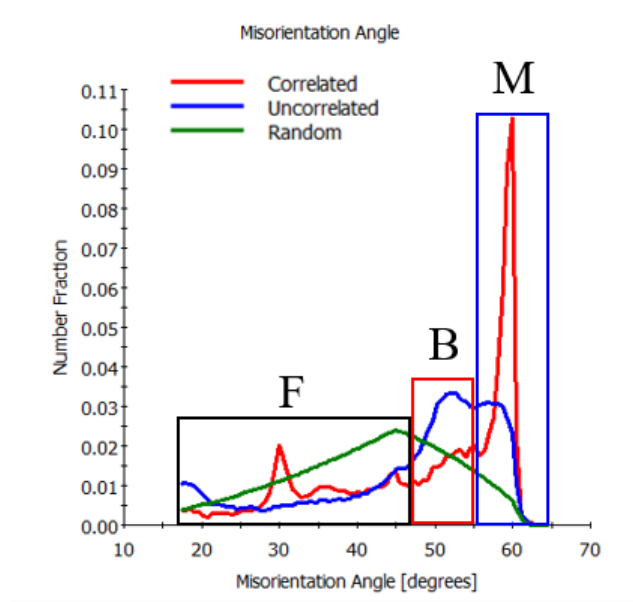
Εικόνα 39: Phase map για το δοκίμιο UF2s

Όσον αφορά τα GAIQ. Σύμφωνα με την έρευνα των S. Zajac κ.α. (25), παρατηρήθηκε ότι οι βελόνες μαρτενσίτη περιτριγυρίζονται από μεγάλης γωνίας grain boundaries. Αυτό δηλώνει ότι το κρυσταλλικό πλέγμα της μίας βελόνας έχει μεγάλη γωνιακή απόκλιση από της διπλανής της, το οποίο οφείλεται στο διατμησιακό μετασχηματισμό. Συμπέρανε λοιπόν, ότι οι γωνιακές αποκλίσεις μεταξύ των βελόνων μαρτενσίτη είναι μεταξύ 56-65° (μπλε γραμμές). Ο μπαινίτης καθώς σχηματίζεται πιο αργά και έχει μικρότερες τέτοιες αποκλίσεις. Συγκεκριμένα 48-55° (κόκκινο). Οι μαύρες αντιστοιχούν σε όρια PAGs, τα οποία έχουν σχηματιστεί σε υψηλές θερμοκρασίες και έχουν συνοχή. Άρα από τον παρακάτω χάρτη βλέπουμε ότι υπάρχει ένδειξη ύπαρξης μπαινίτη λόγω των κόκκινων γραμμών.

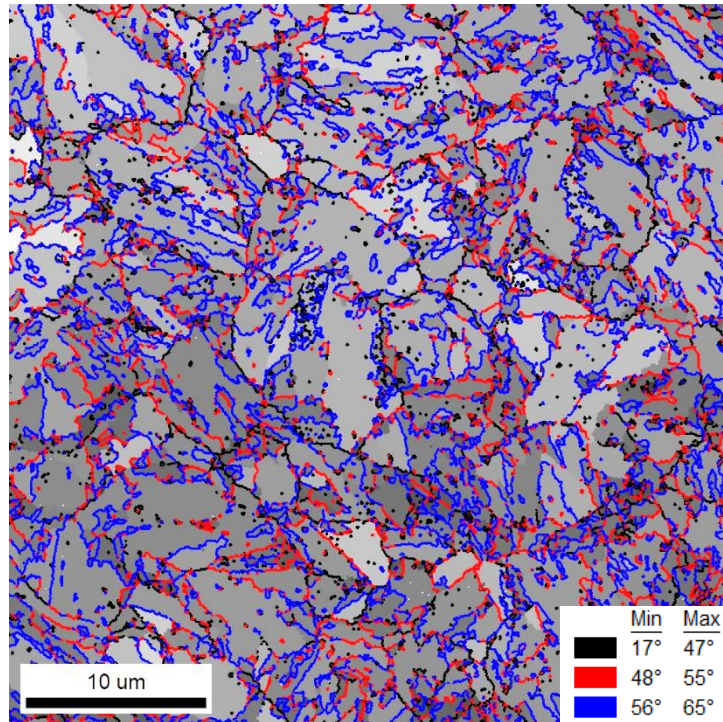
Τα rotation angle charts που ακολουθούν, αποτελούν προσπάθεια ποσοτικοποίησης του μπαινίτη έναντι του μαρτενσίτη. Αυτό φαίνεται από το γεγονός ότι το μεγαλύτερο κλάσμα των γωνιακών αποκλίσεων αντιστοιχούν στα εύρη του μαρτενσίτη και το αμέσως επόμενο μεγαλύτερο κλάσμα όγκου αντιστοιχεί στον μπαινίτη.



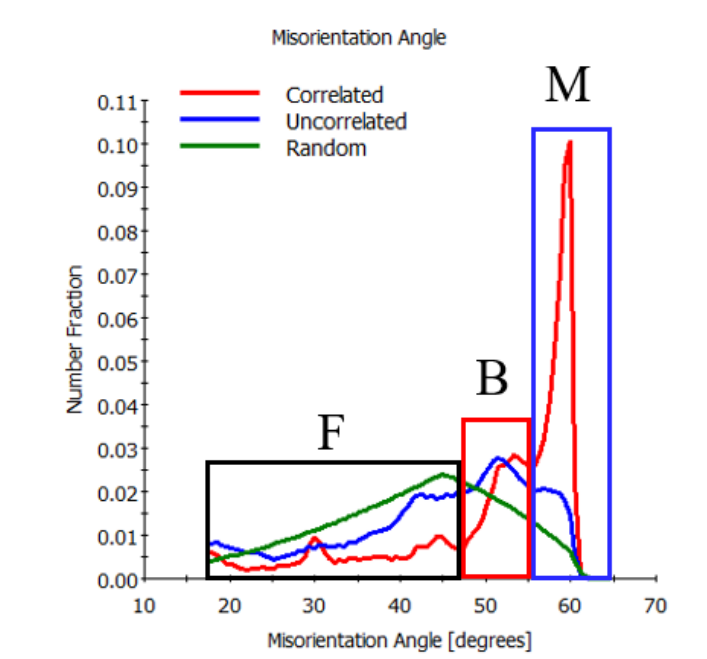
Εικόνα 40: GAIQ για το δοκίμιο UF300s. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps



Εικόνα 41: Rotation angle charts για το δοκίμιο UF300s



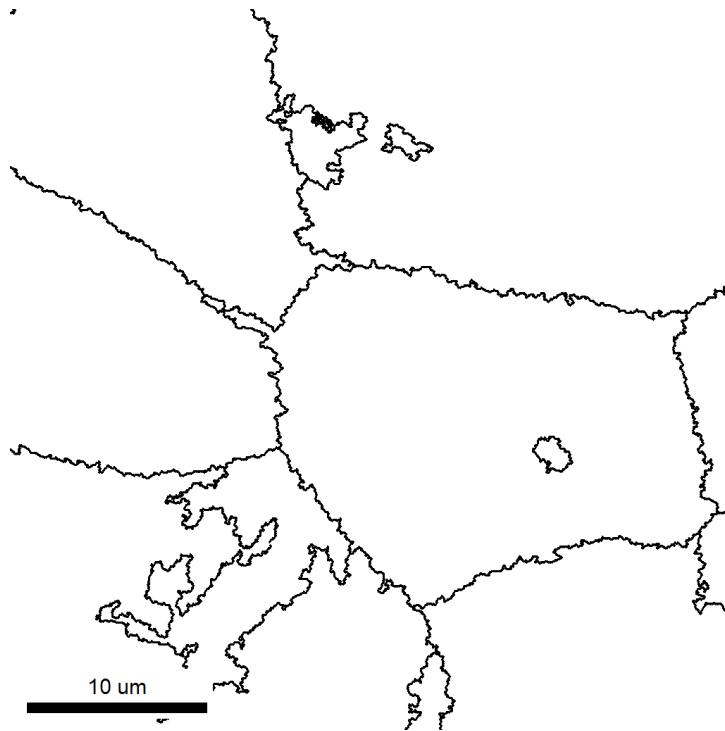
Εικόνα 42: GAIQ για το δοκίμιο UF2s. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps



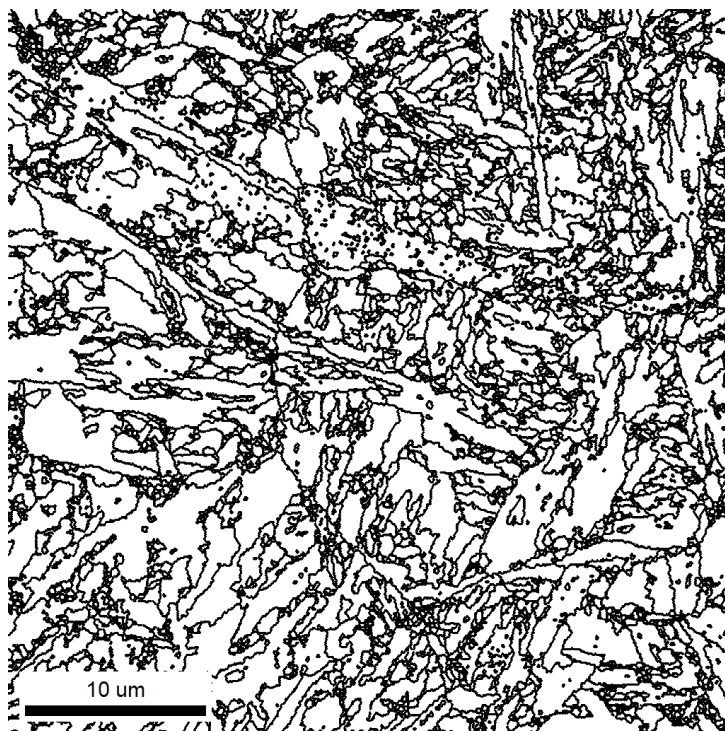
Εικόνα 43: Rotation angle charts για το δοκίμιο UF2s

Όσον αφορά το μέσο μέγεθος του πρότερου ωστενιτικού κόκκου, επιβεβαιώνεται η εκλεπτυσμένη μικροδομή, για το δοκίμιο UF2s. Συγκεκριμένα, το μέσο μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο UF300s, είναι σχεδόν 5 φορές μεγαλύτερο από του δοκιμίου UF2s. Το μέγεθός τους όμως εξαρτάται από το χρόνο και τη θερμοκρασία. Εφόσον έχει χρησιμοποιηθεί η ίδια τελική θερμοκρασία ανόπτησης, η διαφορά των πρότερων ωστενιτικών κόκκων οφείλεται στο χρόνο της ισοθερμοκρασιακής τους παραμονής στην τελική θερμοκρασία. Επίσης, αναμένεται το μέγεθος κόκκου να επηρεάζεται από το ποσοστό του αδιάλυτου σεμεντίτη.

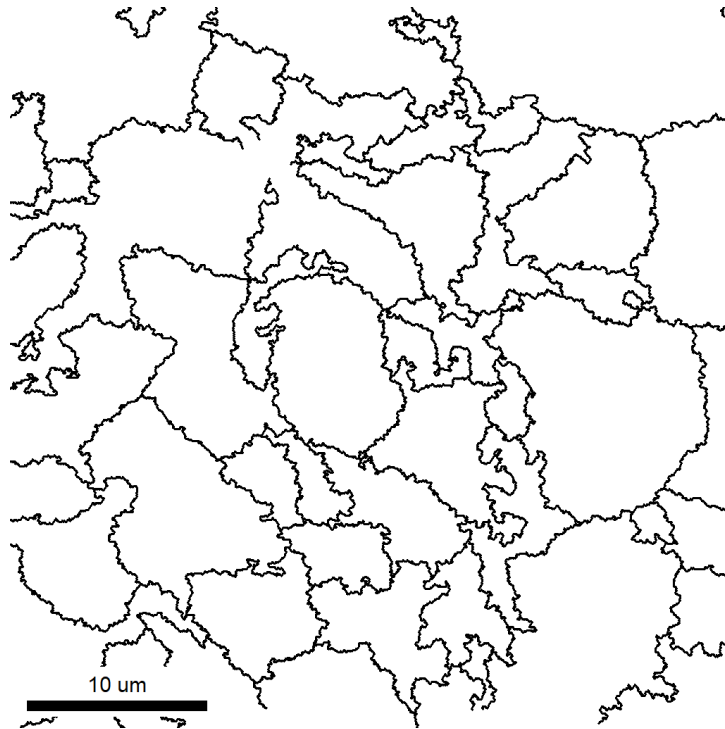
Όσον αφορά τα grain boundaries maps, παρατηρείται μια μικρή διαφορά ως το προς μέσο μέγεθος του κόκκου, με αποτέλεσμα να επιβεβαιώνεται η πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή και ποσοτικά, για το δοκίμιο UF2s.



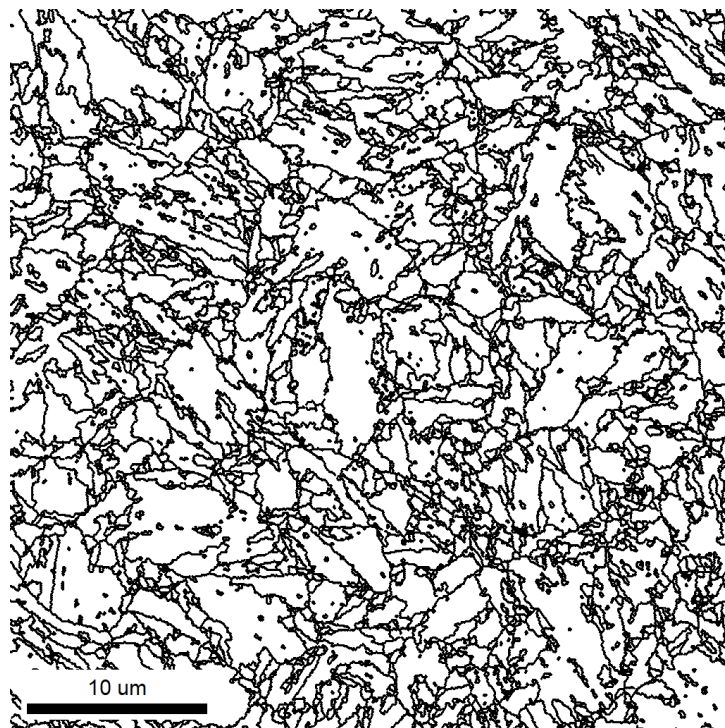
Εικόνα 44: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο UF300s (PAG boundaries map).
Average Grain size (area): $252.45\mu\text{m}^2$



Εικόνα 45: Grain boundaries maps για το δοκίμιο UF300s, Average Grain size (area): $7.99\mu\text{m}^2$



Εικόνα 46: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο UF2s (PAG boundaries map). Average Grain size (area): $53.51\mu\text{m}^2$



Εικόνα 47: Grain boundaries maps για το δοκίμιο UF2s, Average Grain size (area): $6.41\mu\text{m}^2$

ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΙΚΩΝ ΠΡΟΣΘΗΚΩΝ

Όσον αφορά το δεύτερο μέρος του πειράματος, έχουμε δύο κατηγορίες δοκιμίων, τα CrMo και C45 αντίστοιχα.

Το δοκίμιο CrMo αποτελείται από 0,43 % κ.β. άνθρακα, 1,43 % κ.β. μαγγάνιο, (0,3% - 0,4%) κ.β. πυρίτιο, (1,1 % - 1,23) % κ.β. χρώμιο, (0,1 % - 0,25 %) κ.β. μολυβδαίνιο, λιγότερο από 0,04 % κ.β. φώσφορο και λιγότερο από 0,04 % κ.β. θείο.

Πίνακας 2: Χημική σύσταση δοκιμίου CrMo

ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΔΟΚΙΜΙΟΥ CrMo						
C	Mn	Si	Cr	Mo	P	S
0,43	1,43	0,3-0,4	1,1-1,23	0,1-0,25	<0,04	<0,04

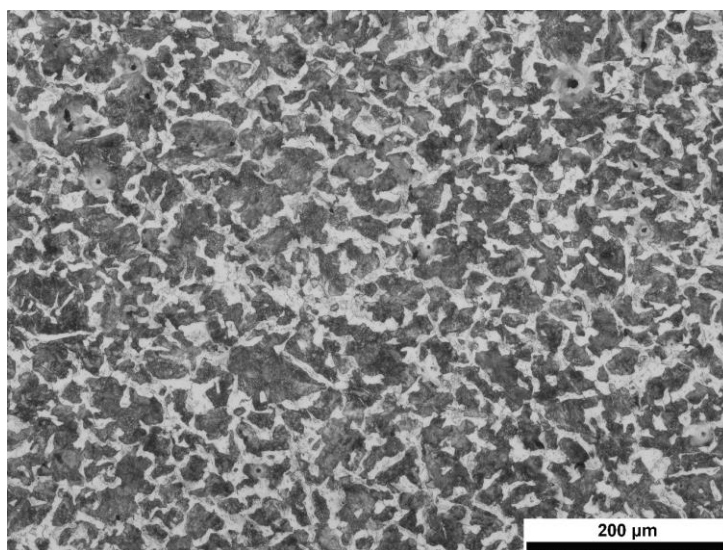
Το δοκίμιο C45 αποτελείται από 0,43 % κ.β. και (0,5 – 0,8) % κ.β. μαγγάνιο, λιγότερο από 0,4% κ.β. πυρίτιο, λιγότερο από 0,4 % κ.β. χρώμιο και λιγότερο από 0,3 % κ.β. μολυβδαίνιο, λιγότερο από 0,04 % κ.β. φώσφορο και λιγότερο από 0,04 % κ.β. θείο.

Πίνακας 3: Χημική σύσταση δοκιμίου C45

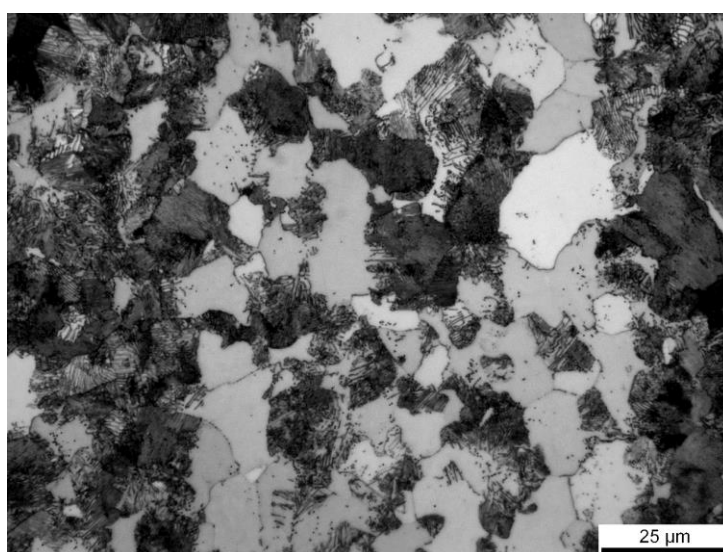
ΧΗΜΙΚΗ ΣΥΣΤΑΣΗ ΔΟΚΙΜΙΟΥ C45						
C	Mn	Si	Cr	Mo	P	S
0,43	0,5-0,8	<0,4	<0,4	<0,03	<0,035	<0,035

Τονίζεται ότι το δοκίμιο CrMo υπερτερεί στις κραματικές προσθήκες χρωμίου, μαγγανίου και μολυβδαίνιου.

Η αρχική μικροδομή των δοκιμίων, όπως παρατηρήθηκε στο οπτικό μικροσκόπιο, αποτελείται από φερρίτη και περλίτη.



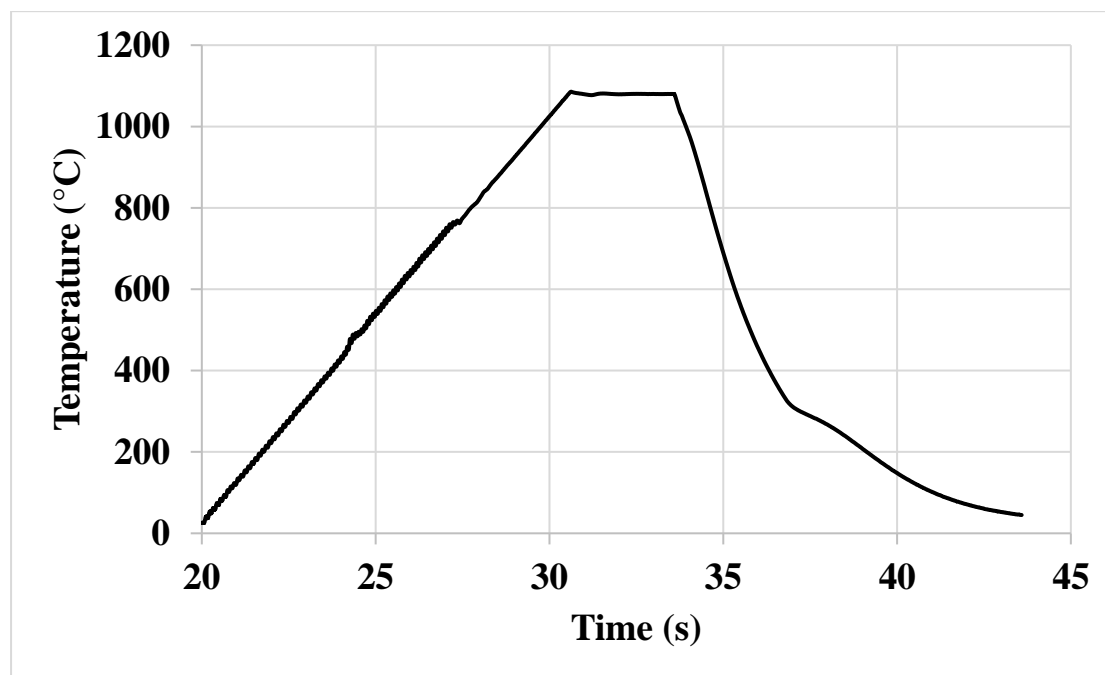
Εικόνα 48: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για το δοκίμιο CrMo, πριν το θερμικό κύκλο



Εικόνα 49: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας για το δοκίμιο C45, πριν το θερμικό κύκλο

Η θερμική κατεργασία που υπέστησαν τα δοκίμια περιλάμβανε αύξηση της θερμοκρασίας από τη θερμοκρασία δωματίου μέχρι τους 1080 °C με ρυθμό αύξησης της θερμοκρασίας 100 °C/sec, ισοθερμοκρασιακή παραμονή των δοκιμίων στην τελική θερμοκρασία για 3 sec και βαφή έως τη θερμοκρασία περιβάλλοντος με ρυθμό ψύξης 100 °C/sec.

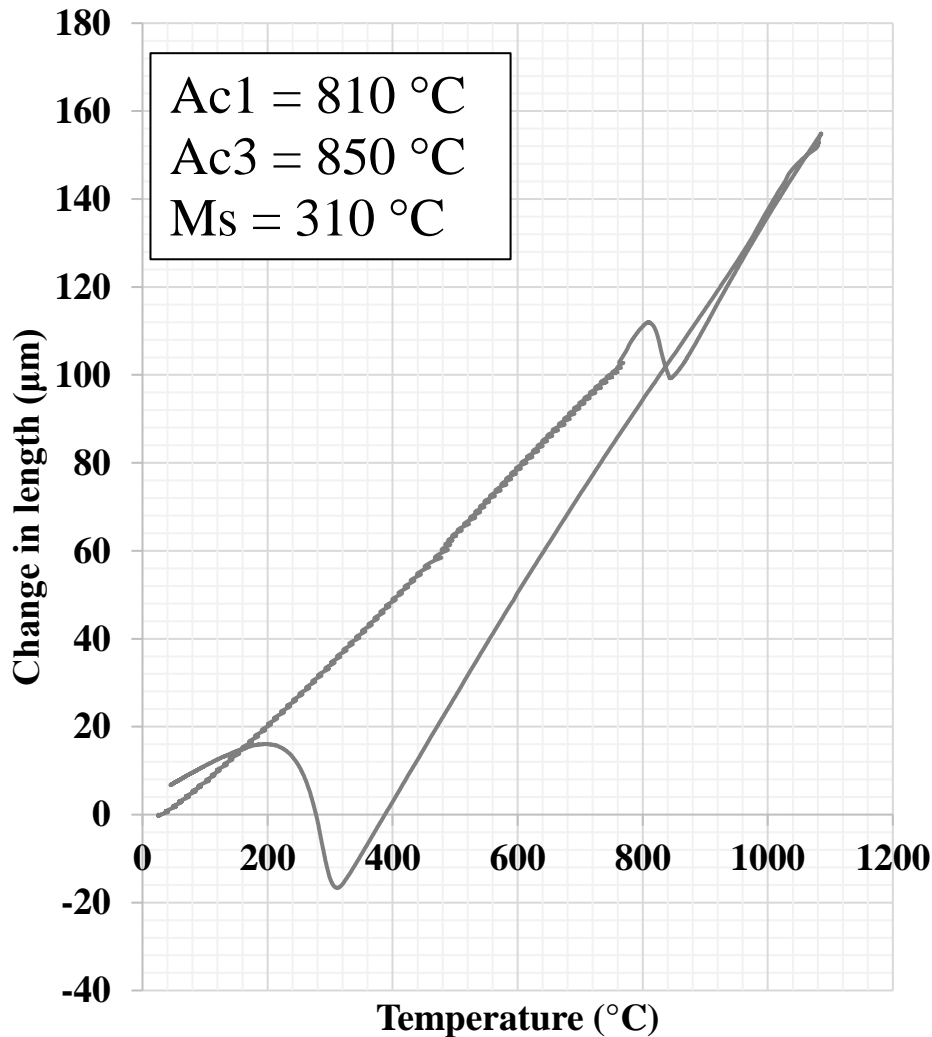
Ο θερμοκρασιακός κύκλος που υπέστησαν τα παραπάνω δοκίμια ανήκουν στην κατηγορία του Ultra-Fast Heating καθώς πληρούνται οι προϋποθέσεις της ταχύτατης θερμοκρασιακής ανόδου στην τελική θερμοκρασία, η πολύ μικρής διάρκειας ισοθερμοκρασιακή παραμονή στην τελική θερμοκρασία καθώς και η ταχύτατη βαφή στη θερμοκρασία περιβάλλοντος.



Γράφημα 4: Γράφημα που απεικονίζει τη θερμική κατεργασία των τα CrMo και C45

Οι θερμικές κατεργασίες έγιναν με τη χρήση διαστολόμετρου. Από αυτό προκύπτει το διάγραμμα που παρουσιάζεται στο Γράφημα 5. Αρχικά παρατηρείται αύξηση του μήκους του δοκιμίου λόγω διαστολής, όπως φαίνεται από τον άξονα ψ. Στους 810 °C περίπου, θερμοκρασία που αντιστοιχεί στην A_{c1} , η αύξηση αυτή σταματάει. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι έχει ξεκινήσει ο μετασχηματισμός του ωστενίτη από το φερρίτη. Επειδή ο ωστενίτης που σχηματίζεται έχει εδροκεντρωμένη κυβική δομή (FCC), ο atomic packing factor (APF) του είναι μεγαλύτερος, για αυτό το λόγο μειώνεται και το μήκος του δοκιμίου. Η μείωση αυτή συνεχίζεται μέχρι περίπου τους 850 °C, θερμοκρασία που αντιστοιχεί στην A_{c3} . Στη συνέχεια, παρατηρείται εκ νέου αύξηση του μήκους του δοκιμίου, το οποίο οφείλεται στην αύξηση της θερμοκρασίας μέχρι την τελική θερμοκρασία ανόπτησης, που αντιστοιχεί στους 1080 °C. Στη θερμοκρασία αυτή, έχει επιτευχθεί η μέγιστη επιμήκυνση του δοκιμίου, για τη συγκεκριμένη πειραματική διαδικασία. Ακολουθεί βαφή του δοκιμίου, όπου και

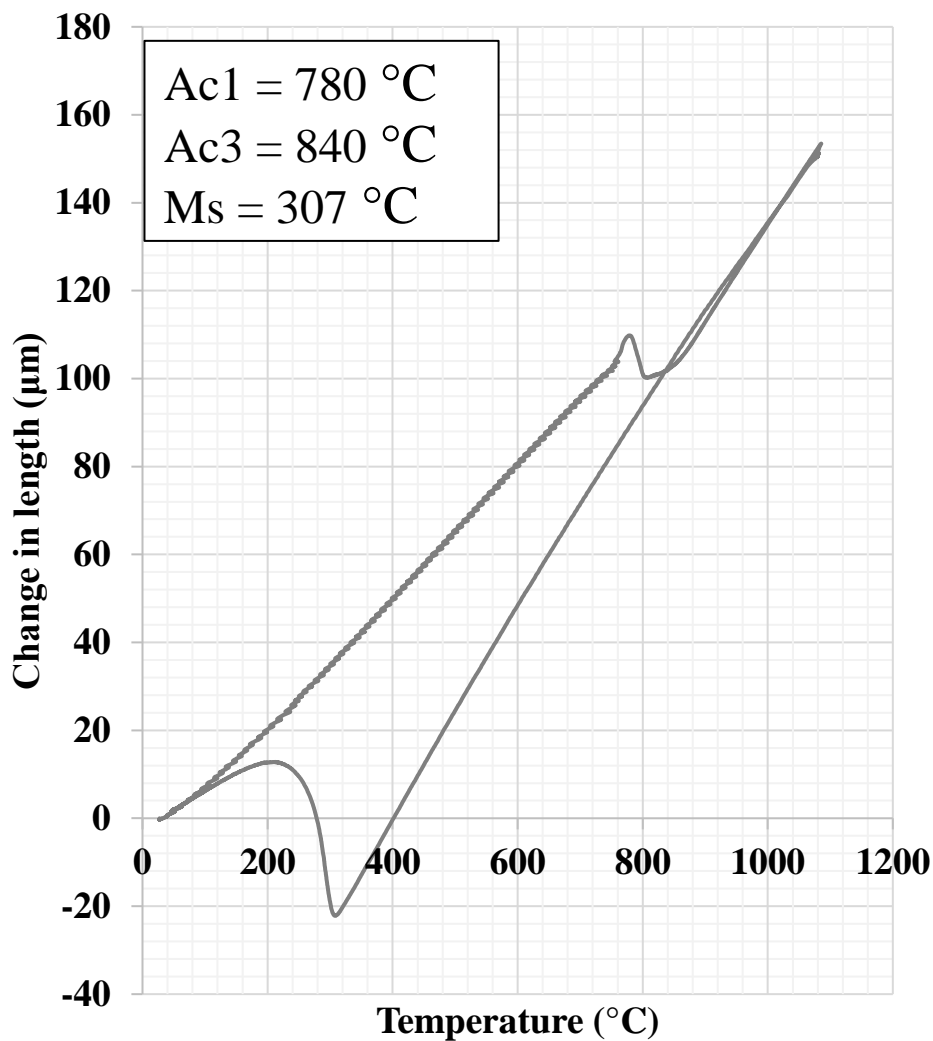
παρατηρείται μείωση του μήκους του μέχρι περίπου τους 310 °C (Ms), θερμοκρασία που αντιστοιχεί στην έναρξη του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού από τον ωστενίτη. Η αύξηση του μήκους οφείλεται στην τετραγωνική δομή (BCT) του μαρτενσίτη, η οποία όμως τερματίζεται κατά τη λήξη του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού στους περίπου 210 °C (Mf). Εν τέλει, το δοκίμιο αποκτά το αρχικό του μέγεθος.



Γράφημα 5: Αποτελέσματα διαστολομετρίας για το δοκίμιο CrMo

Αντίστοιχα, στο δοκίμιο C45 παρατηρείται αύξηση του μήκους του λόγω διαστολής, η οποία αντικατοπτρίζεται στον άξονα ψ. Η αύξηση αυτή σταματάει στην Ac1 στους 780 °C, θερμοκρασία που αντιστοιχεί στην έναρξη του μετασχηματισμού του ωστενίτη από φερρίτη. Λόγω της εδροκεντρωμένης κυβικής δομής του (FCC), ο atomic packing factor (APF) είναι μεγαλύτερος, άρα μειώνεται και το μήκος του

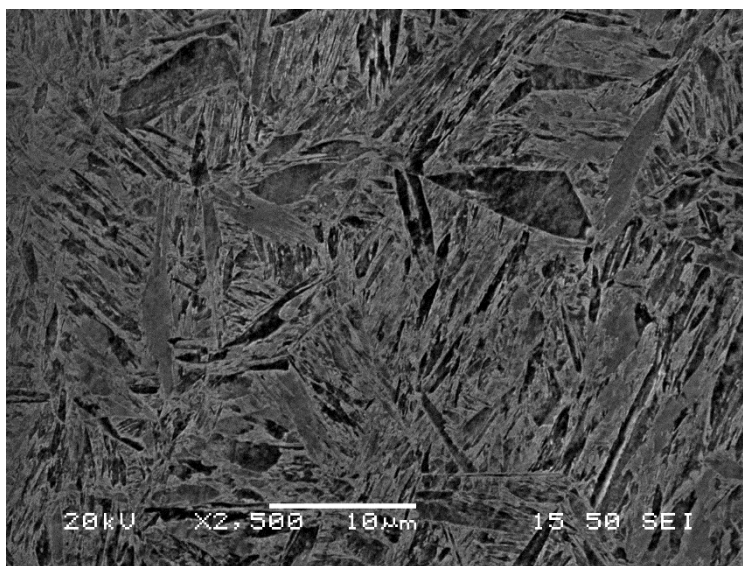
δοκιμίου μέχρι να επιτευχθεί η A_{c3} στους $840\text{ }^{\circ}\text{C}$. Το μήκος του δοκιμίου συνεχίζει να αυξάνεται μετά την A_{c3} , έως ότου επιτευχθεί η τελική θερμοκρασία ανόπτησης, που είναι οι $1080\text{ }^{\circ}\text{C}$, που παρατηρείται και το μέγιστο μήκος του δοκιμίου. Στη συνέχεια ακολουθεί βαφή του δοκιμίου, στην οποία παρατηρείται μείωση του μήκους τους $307\text{ }^{\circ}\text{C}$, θερμοκρασία που αντιστοιχεί στην έναρξη του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού από τον ωστενίτη. Η αύξηση οφείλεται στην τετραγωνική δομή του μαρτενσίτη (BCT), η οποία τερματίζεται κατά τη λήξη του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού στους $210\text{ }^{\circ}\text{C}$ (M_f). Εν τέλει, το δοκίμιο αποκτά το αρχικό του μέγεθος.



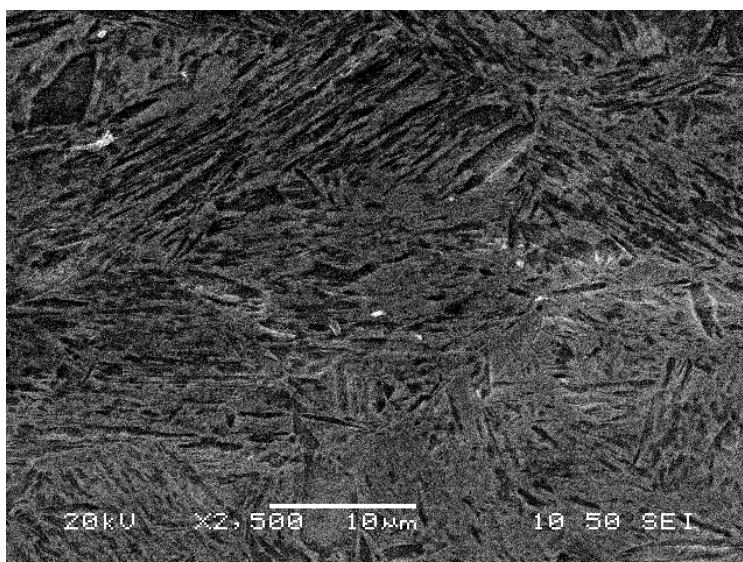
Γράφημα 6: Αποτελέσματα διαστολομετρίας για το δοκίμιο C45

Στη συνέχεια, χρησιμοποιήθηκε το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης SEM, με ανάλυση x2500, x5000 και x10000 καθώς και το EBSD.

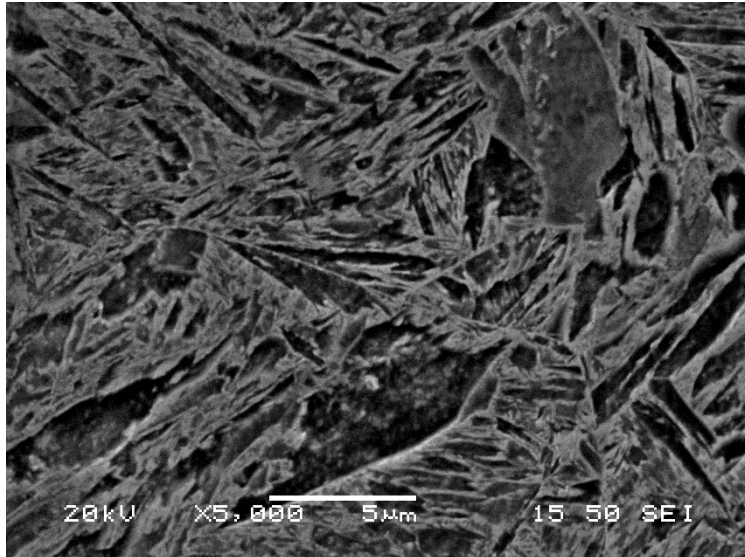
Από τις εικόνες της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας των δύο δοκιμίων, γίνεται αντιληπτή μια πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή για το δοκίμιο CrMo. Στις εικόνες με ανάλυση x2500, παρατηρείται μαρτενσίτης σε διαφορετικά μεγέθη. Παρατηρείται ότι στο δοκίμιο C45, οι βελόνες μαρτενσίτη έχουν μεγαλύτερο μήκος.



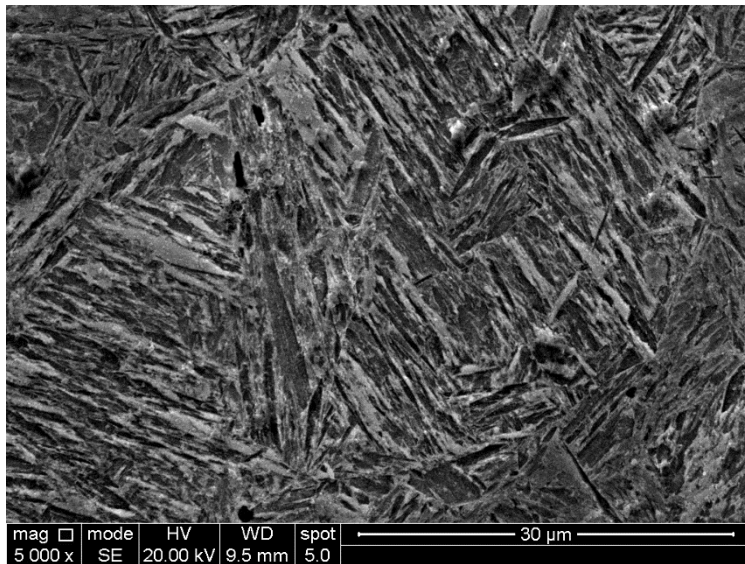
Εικόνα 50: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo



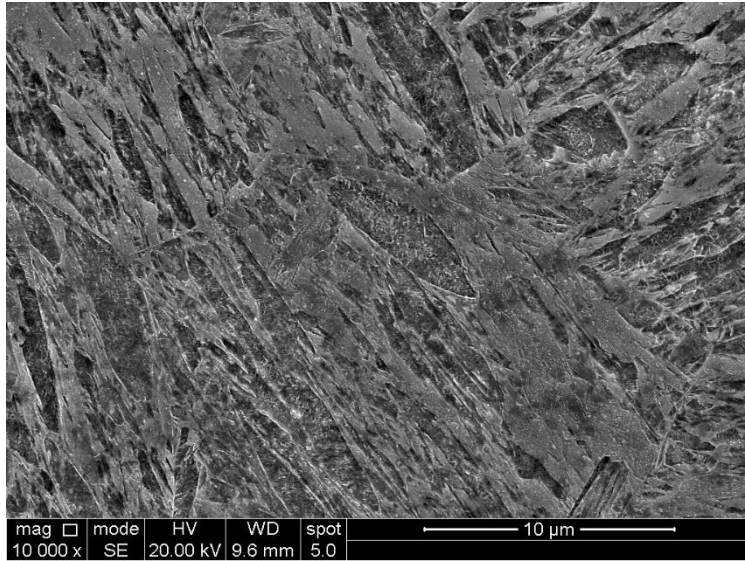
Εικόνα 51 Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45



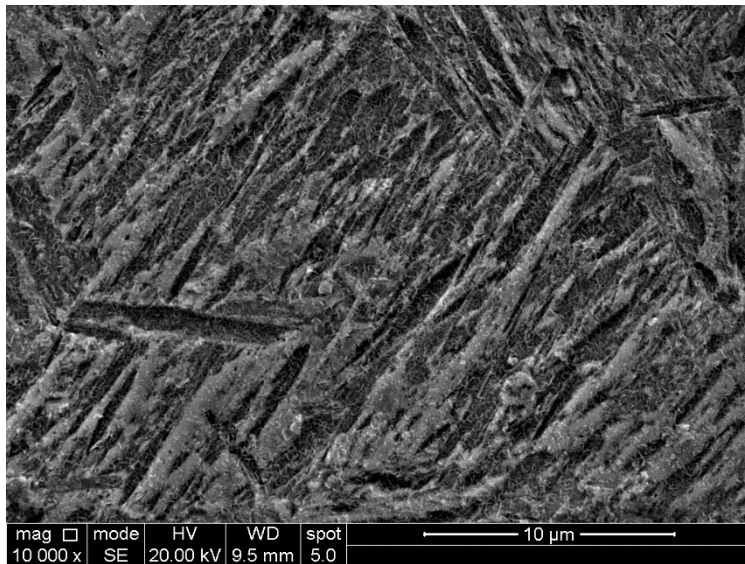
Εικόνα 52 Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo



Εικόνα 53: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45

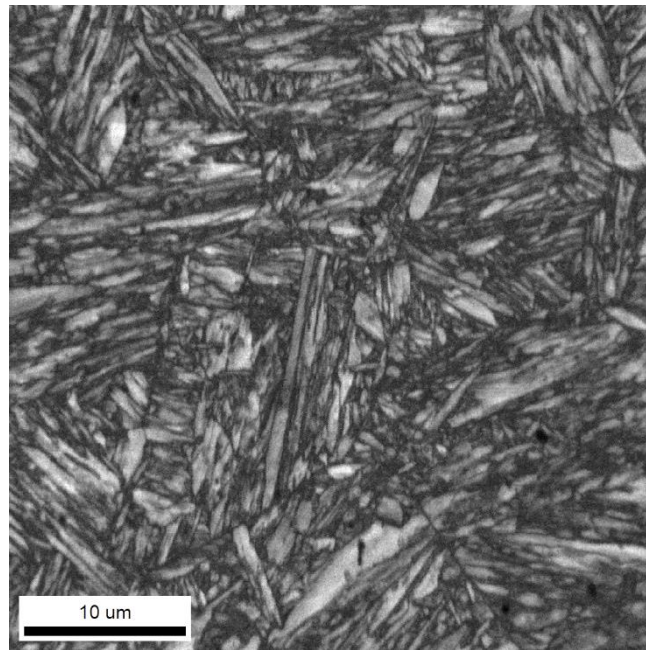


Εικόνα 54: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο CrMo

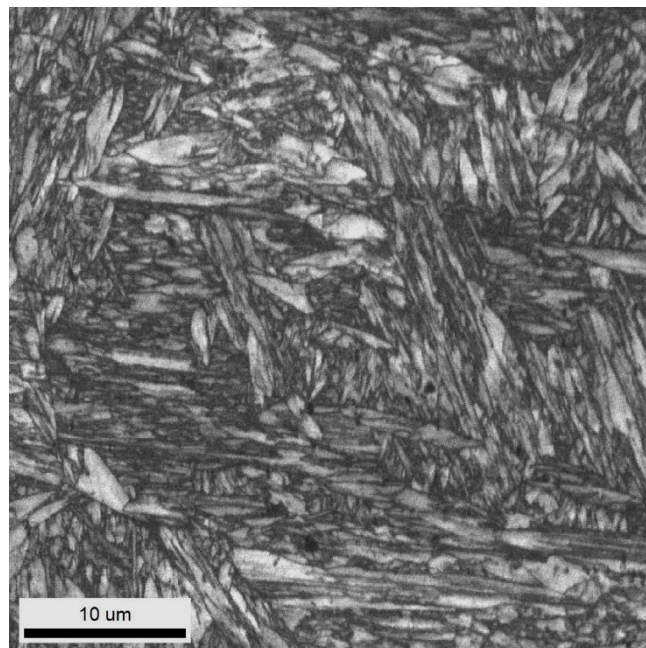


Εικόνα 55: Μικροδομή όπως παρατηρήθηκε από το SEM για το δοκίμιο C45

Οι χάρτες IQ αναπαριστούν τη δομή των δοκιμίων. Η μικροδομή των δοκιμίων αποτελείται κυρίως από μαρτενσίτη, λόγω του χαμηλότερου Image Quality (IQ).

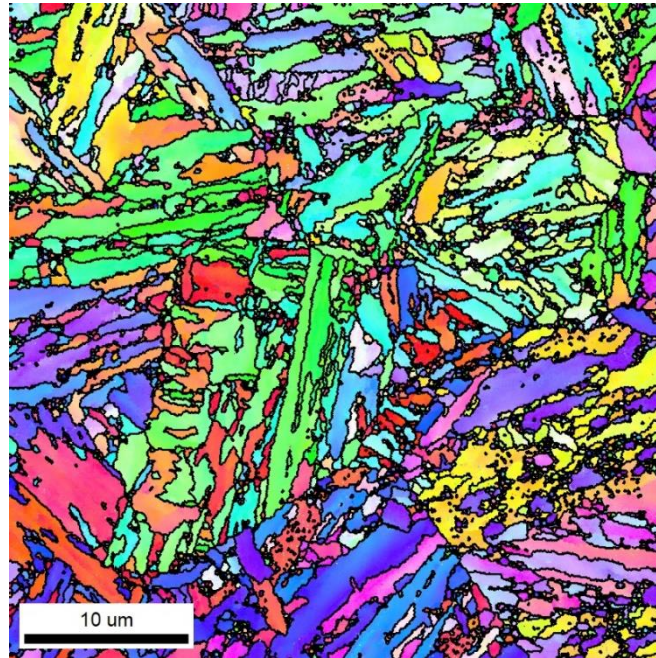


Εικόνα 56: IQ map για το δοκίμιο CrMo

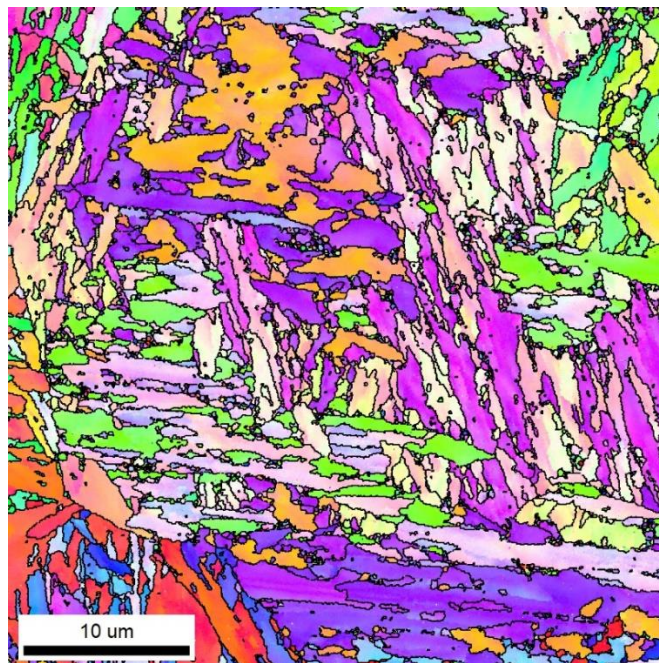


Εικόνα 57: IQ map για το δοκίμιο C45

Αντίστοιχα, όπως στα προηγούμενα δοκίμια δεν παρατηρείται κάποιος προτιμητέος προσανατολισμός. Παρόλα αυτά υπάρχουν περιοχές όπου εμφανίζονται τοπικά προτιμητέοι προσανατολισμοί.

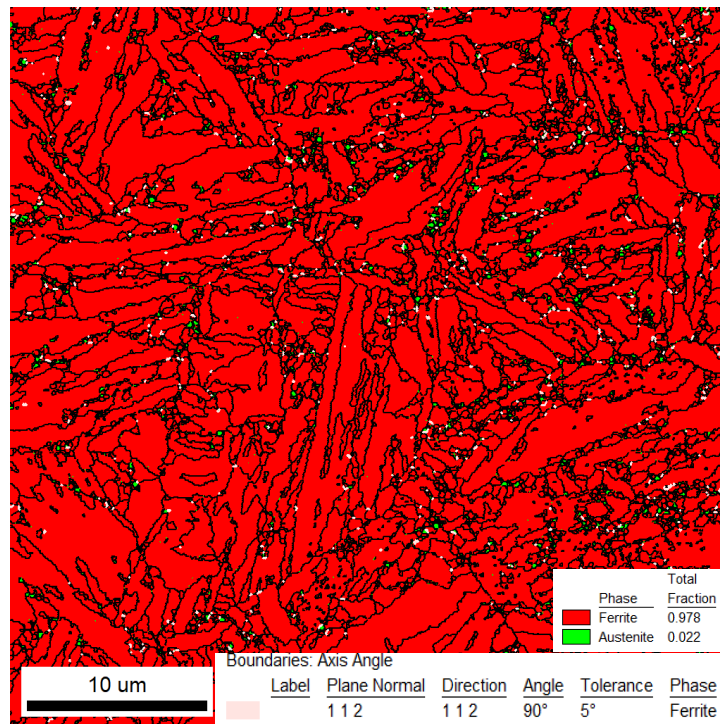


Εικόνα 58: IPF map για το δοκίμιο CrMo

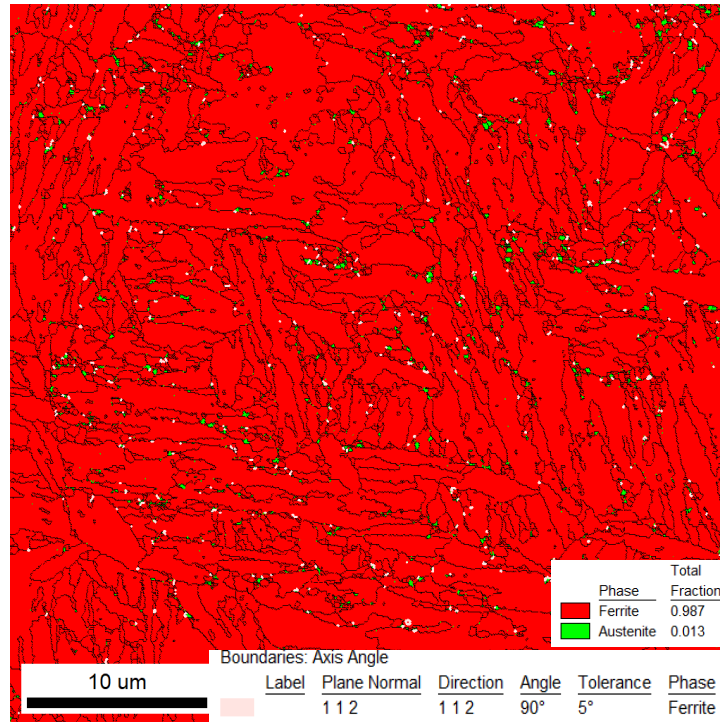


Εικόνα 59: IPF map για το δοκίμιο C45

Τα phase maps παρουσιάζουν το φερρίτη με κόκκινο χρώμα και τον ωστενίτη με πράσινο, με το κλάσμα του φερρίτη να κυριαρχεί και στα δύο δοκίμια. Το μικρό αυτό ποσοστό του ωστενίτη, το οποίο αντιστοιχεί σε 2,2 % για το CrMo και 1,3 % για το C45, δηλώνει την ύπαρξη υπολειπόμενου ωστενίτη. Από τα phase maps παρατηρείται η ύπαρξη υπολειπόμενου ωστενίτη στη μικροδομή και η κατανομή του. Ο υπολειπόμενος ωστενίτης παρατηρείται στα όρια των βελόνων μαρτενσίτη. Επίσης χρησιμοποιήθηκε η σχέση Kurdjumov-Sachs για τον προσδιορισμό του ωστενίτη.



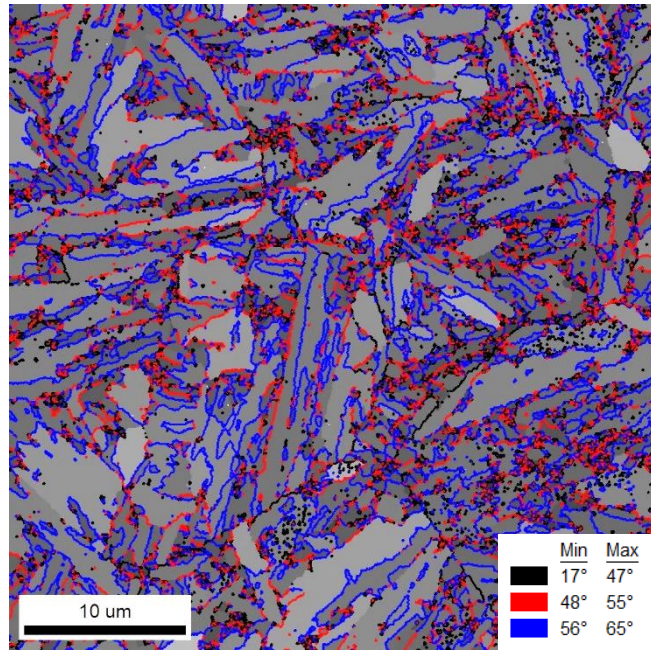
Εικόνα 60: Phase map για το δοκίμιο CrMo



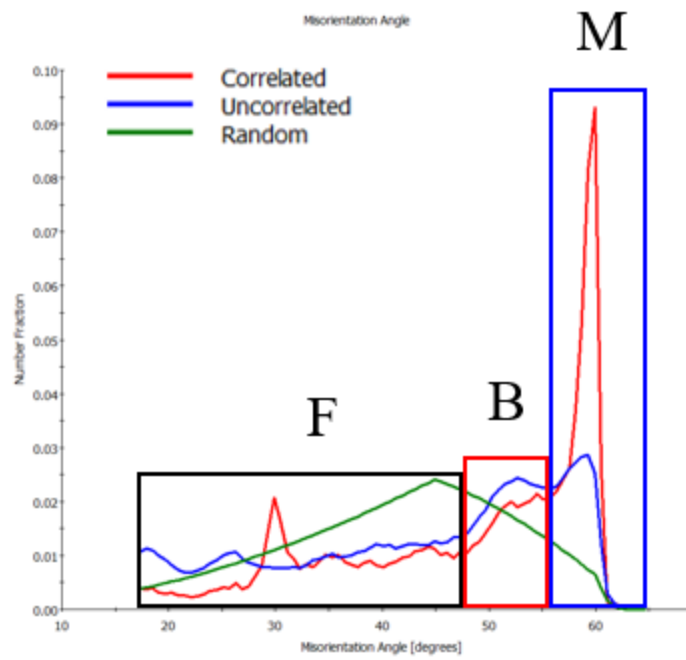
Εικόνα 61: Phase map για το δοκίμιο C45

Όσον αφορά τα GAIQ. Αντίστοιχα με τα προηγούμενα δοκίμια, σύμφωνα με την έρευνα των S. Zajac κ.α. (25), οι γωνιακές αποκλίσεις μεταξύ των βελόνων μαρτενσίτη είναι μεταξύ 56-65° (μπλε γραμμές). Ο μπαινίτης καθώς σχηματίζεται πιο αργά και έχει μικρότερες τέτοιες αποκλίσεις. Συγκεκριμένα 48-55° (κόκκινο). Οι μαύρες αντιστοιχούν σε όρια PAGs, τα οποία έχουν σχηματιστεί σε υψηλές θερμοκρασίες και έχουν συνοχή. Άρα από τον παρακάτω χάρτη βλέπουμε ότι υπάρχει ένδειξη ύπαρξης μπαινίτη λόγω των κόκκινων γραμμών.

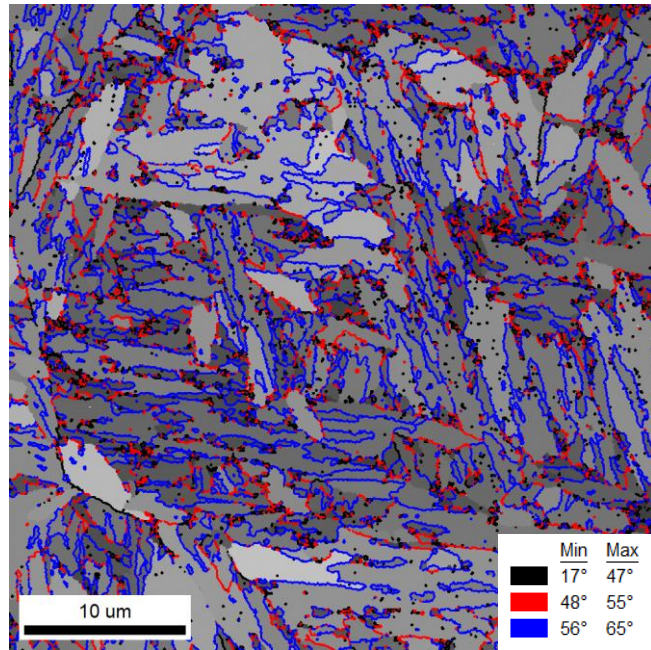
Τα rotation angle charts που ακολουθούν, αποτελούν προσπάθεια ποσοτικοποίησης του μπαινίτη έναντι του μαρτενσίτη. Αυτό φαίνεται από το γεγονός ότι το μεγαλύτερο κλάσμα των γωνιακών αποκλίσεων αντιστοιχούν στα εύρη του μαρτενσίτη και το αμέσως επόμενο μεγαλύτερο κλάσμα όγκου αντιστοιχεί στον μπαινίτη.



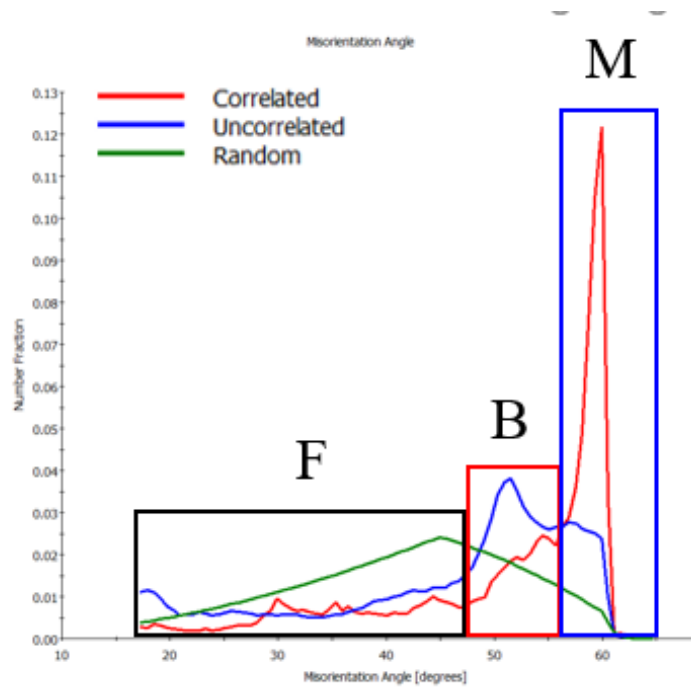
Εικόνα 62: GAIQ για το δοκίμιο CrMo. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps



Εικόνα 63: Rotation angle charts για το δοκίμιο CrMo



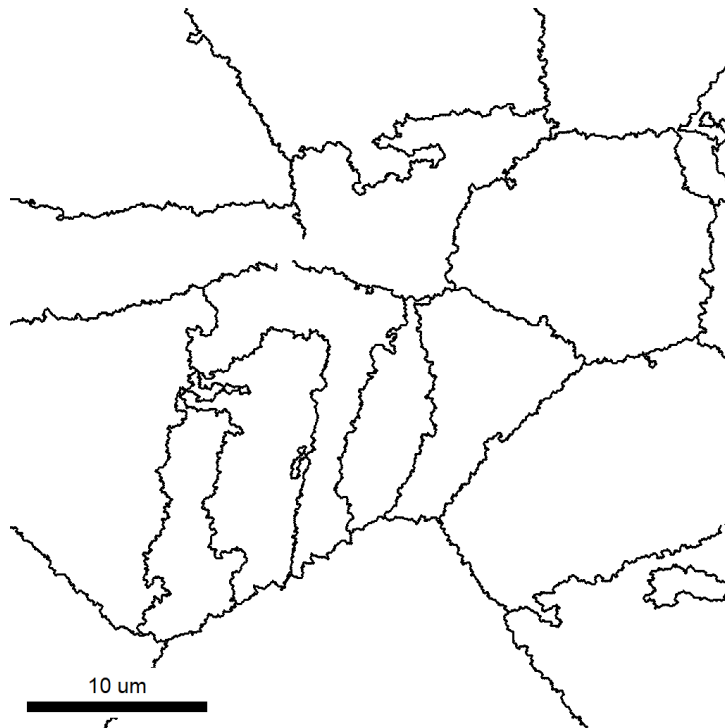
Εικόνα 64: GAIQ για το δοκίμιο C45. Στο υπόμνημα παρουσιάζονται τα rotation angle maps



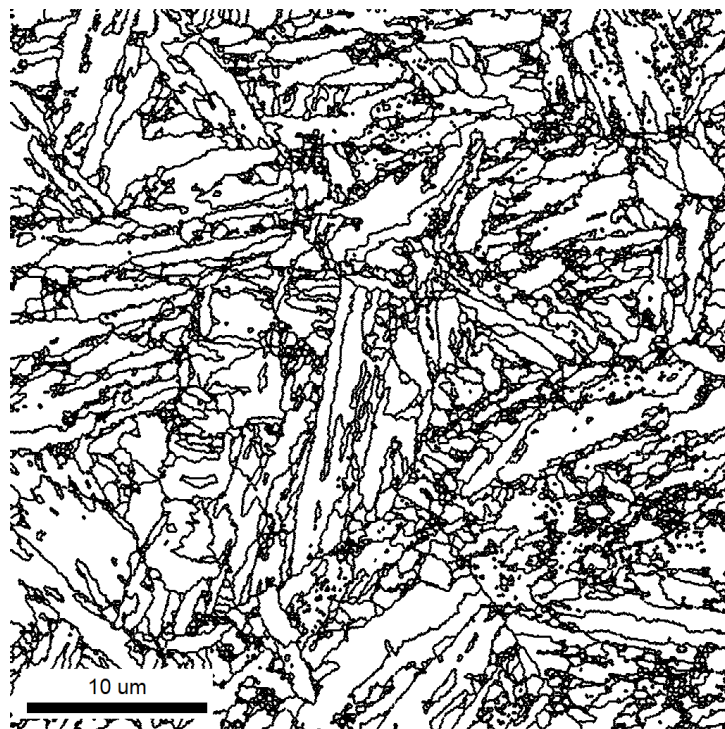
Εικόνα 65: Rotation angle charts για το δοκίμιο C45

Τέλος, από το μέσο μέγεθος του πρότερου ωστενιτικού κόκκου, παρατηρείται μεγάλη διαφορά μεταξύ των δοκιμίων. Συγκεκριμένα, το μέγεθος του μέσου ωστενιτικού κόκκου του δοκιμίου CrMo είναι 8,5 φορές μικρότερο του δοκιμίου C45. Σε αυτά τα δοκίμια όμως παρατηρείται διαφορετικό μέγεθος του πρότερου ωστενιτικού κόκκου παρόλο που έχουν ίδιο θερμικό κύκλο. Η διαφορά τους αυτή οφείλεται στη διαφορετική χημική τους σύσταση.

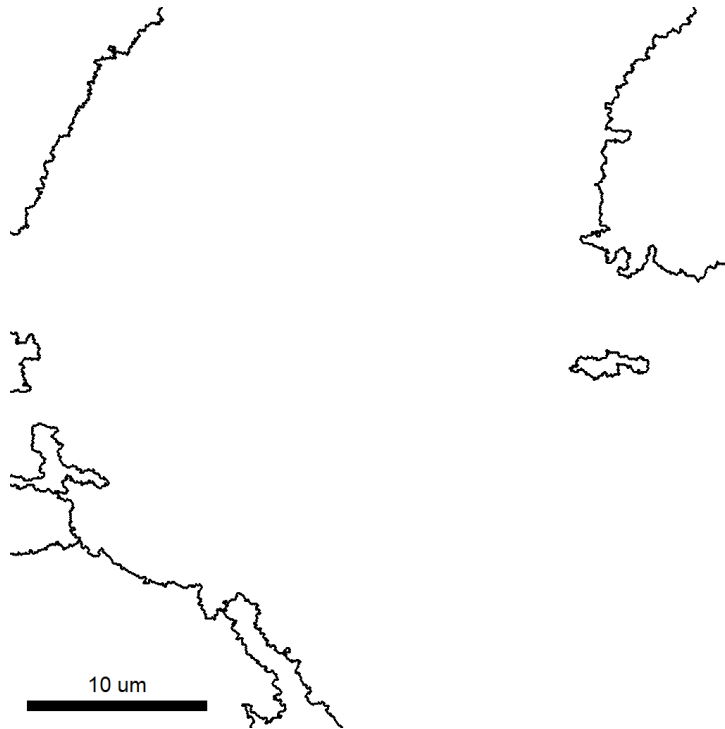
Τα grain boundaries maps επιβεβαιώνουν ποσοτικά την πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή του δοκιμίου CrMo, η οποία είναι σχεδόν 2,5 φορές μικρότερη από του δοκιμίου C45.



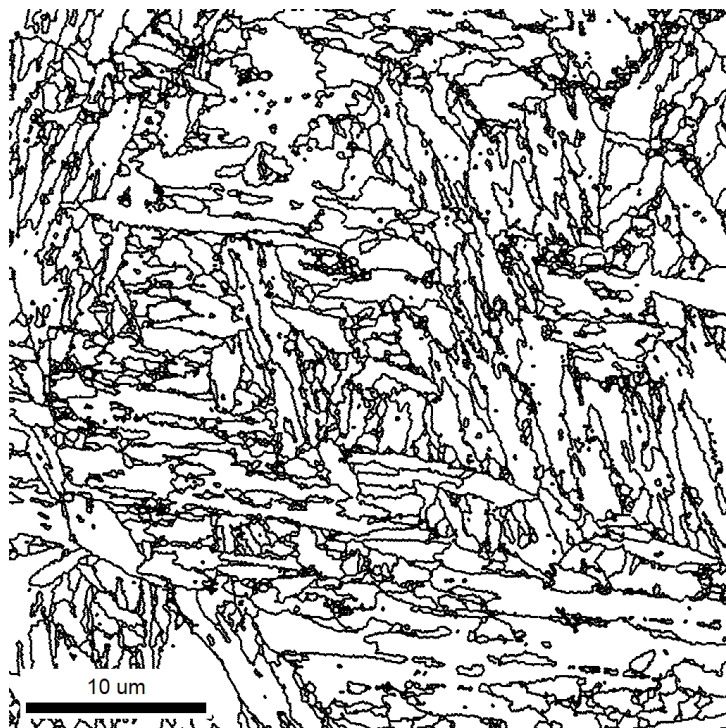
Εικόνα 66: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο CrMo (PAG boundaries map). Average Grain size (area): $126.48\mu\text{m}^2$



Εικόνα 67: Grain boundaries maps για το δοκίμιο CrMo, Average Grain size (area): $5.87\mu\text{m}^2$



Εικόνα 68: Μέγεθος κόκκου πρότερου ωστενίτη για το δοκίμιο C45 (PAG boundaries map). Average Grain size (area): $1083.15\mu\text{m}^2$



Εικόνα 69: Grain boundaries maps για το δοκίμιο C45, Average Grain size (area): $13.37\mu\text{m}^2$

ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Το πρώτο πράγμα που παρατηρήθηκε κατά την εφαρμογή τάχιστων θερμικών κύκλων στο διαστολόμετρο είναι ότι οι θερμοκρασίες μετασχηματισμού A_{c1} , A_{c3} μετατοπίζονται σε υψηλότερες θερμοκρασίες. Συγκεκριμένα, στα δοκίμια στα οποία επιβλήθηκε ρυθμός θέρμανσης $300\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, οι θερμοκρασίες αυτές αντιστοιχούν σε $837\text{ }^{\circ}\text{C}$ για την A_{c1} , $895\text{ }^{\circ}\text{C}$ για την A_{c3} ενώ για τα δοκίμια με ρυθμό θέρμανσης $100\text{ }^{\circ}\text{C/s}$, οι τιμές αυτές διαμορφώθηκαν σε $810\text{ }^{\circ}\text{C}$ για την A_{c1} και $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ για την A_{c3} . Οι τιμές αυτές διαφοροποιούνται και ανάλογα με τη σύσταση του δοκιμίου. Αυτό έρχεται σε συμφωνία με την έρευνα που πραγματοποιήθηκε από τους Παπαευθυμίου κ.α. (26) και τους De Knijf κ.α. (27). Η μεγαλύτερη διαφορά στις τιμές αυτές παρουσιάστηκε στα δοκίμια UF2s και UF300s. Το γεγονός αυτό οφείλεται στο ότι τα δύο αυτά δοκίμια είχαν πολύ πιο γρήγορο ρυθμό αύξησης της θερμοκρασίας σε σχέση με τα δοκίμια CrMo και C45 ($300\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{sec}$ έναντι $100\text{ }^{\circ}\text{C} / \text{sec}$). Επίσης, παρατηρείται στα δοκίμια UF2s, UF300s και CrMo, μεγαλύτερη διαφορά στις τιμές αυτές σε σχέση με του δοκιμίου C45. Αυτό οφείλεται στο ότι η προσθήκη μαγγάνιου σε αυτά τα τρία δοκίμια είναι πιο υψηλή Όσον αφορά την M_s , δεν παρατηρείται διαφοροποίηση κατά την εφαρμογή τάχιστων θερμικών κύκλων, αλλά εξαρτάται περισσότερο από τη χημική σύσταση, και συγκεκριμένα, από την περιεκτικότητα σε μαγγάνιο. Συγκεκριμένα, στα δοκίμια με τη μεγαλύτερη περιεκτικότητα σε μαγγάνιο παρατηρείται μείωση της M_s , το οποίο αναμένεται, καθώς το μαγγάνιο είναι φερρογόνο στοιχείο της γ φάσης.

Μέσω του SEM, παρατηρήθηκε ότι στα δοκίμια στα οποία ο σεμεντίτης υπήρχε με τη μορφή περλίτη στην αρχική μικροδομή είχε διαλυτοποιηθεί πλήρως, ενώ στα δοκίμια, στα οποία ο σεμεντίτης ήταν σφαιροποιημένος, η διαλυτοποίησή του ήταν μόνο μερική. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι ο σφαιροποιημένος σεμεντίτης είναι πιο ενεργειακά σταθερός και απαιτείται παραπάνω ενέργεια και χρόνος για τη διαλυτοποίησή του, η οποία είναι ένα διαχυσιακό φαινόμενο. Ο ρυθμός διαλυτοποίησης των καρβιδίων εξαρτάται από το διαφορισμό των στοιχείων αντικατάστασης, συγκεκριμένα του χρωμίου, του μαγγάνιου και του μολυβδαινίου. Ο εμπλουτισμός σε κραματικά στοιχεία, ιδιαίτερα του χρωμίου, το οποίο συμβάλει καθοριστικά στη διατήρηση της εκλεπτυσμένης μικροδομής (27), θεωρείται ότι συμβάλει στο φαινόμενο «solute drag», στις διεπιφάνειες καρβιδίων και ωστενίτη, με

αποτέλεσμα να καθυστερεί η διαλυτοποίηση των καρβιδίων. Η ύπαρξη αδιάλυτου σεμεντίτη στη μικροδομή επηρεάζει επίσης το μέγεθος κόκκου του σχηματιζόμενου ωστενίτη κατά τη θέρμανση, μέσω του φαινομένου της αγκίστρωσης (pinning effect). Σύμφωνα με αυτό, όταν το όριο του ωστενίτη μετατοπίζεται και συναντά ένα εμπόδιο, όπως ο σφαιροποιημένος σεμεντίτης, απαιτείται παραπάνω ενέργεια για να τον ξεπεράσει. Το ποσό της ενέργειας αυτής που απαιτείται, εξαρτάται από το μέγεθος του σφαιροποιημένου σεμεντίτη.

Στην εκλέπτυνση της μικροδομής συμβάλλει επίσης ο χρόνος θέρμανσης. Για αυτόν τον λόγο τα δοκίμια που είχαν χρόνο παραμονής στη θερμοκρασία ανόπτησης 2 s έχουν πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή πρότερου ωστενίτη από το δοκίμιο με χρόνο παραμονής 300 s. Επιπροσθέτως, η χημική σύσταση παίζει σημαντικό ρόλο στο μέγεθος του πρότερου ωστενίτη. Συγκεκριμένα, η προσθήκη γ-φερρογόνων στοιχείων, όπως το μαγγάνιο, καθυστερεί την πυρήνωση του ωστενίτη (28). Είναι λογικό πως η εκλέπτυνση του πρότερου ωστενίτη οδηγεί σε εκλέπτυνση της τελικής μικροδομής κατά τη βαφή. Σύμφωνα με τα παραπάνω, γίνεται αντιληπτό πως το δοκίμιο CrMo, το οποίο υπέστη μικρή ισοθερμοκρασιακή παραμονή, σε συνδυασμό με τη μεγάλη του περιεκτικότητα σε χρώμιο και μαγγάνιο έναντι των υπολοίπων δοκιμίων, έχει δικαιολογημένα την πιο εκλεπτυσμένη μικροδομή. Το γεγονός αυτό επιβεβαιώνεται από τα grain boundary maps.

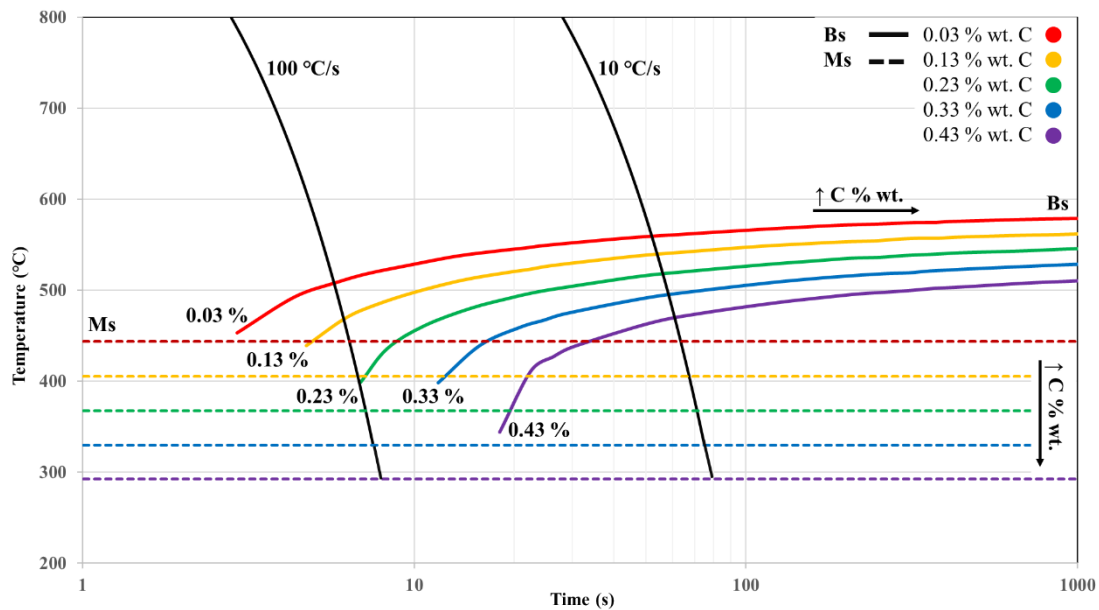
Η μερική διαλυτοποίηση του σεμεντίτη οδηγεί επίσης σε χημική ετερογένεια στο υλικό. Καθώς η διάχυση είναι περιορισμένη, λόγω έλλειψης διαθέσιμου χρόνου, αναμένεται να δημιουργηθούν στο δοκίμιο περιοχές πλούσιες σε άνθρακα και περιοχές φτωχές σε άνθρακα (26) (29). Αυτό σημαίνει ότι η περιεκτικότητα του σχηματιζόμενου ωστενίτη σε άνθρακα εξαρτάται από την απόστασή του από κάποιο αδιάλυτο σφαιρίδιο σεμεντίτη.

Όσον αφορά την τελική μικροδομή των δοκιμίων. Γενικά παρατηρείται η δημιουργία μίας εκλεπτυσμένης, μικτής μικροδομής. Η ιδιαίτερα εκλεπτυσμένη μικροδομή τους οφείλεται στο ταχύτατο ρυθμό αύξησης της θερμοκρασίας ως την τελική της τιμή. Ως επακόλουθο, μετασχηματίστηκαν ωστενιτικοί κόκκοι διαφόρων μεγεθών, οι οποίοι με τη σειρά τους κατά τη βαφή μετασχηματίστηκαν σε διαφορετικές φάσεις, δημιουργώντας την μικτή μικροδομή. Μέσω του EBSD και των IQ maps,

παρατηρήθηκαν κυρίως στη νανοκλίμακα, φερρίτης και μαρτενσιτικά πλακίδια. Επίσης, διαπιστώθηκε πιθανή παρουσία μπαινίτη.

Προηγούμενες μελέτες έχουν αποδείξει (30) ότι στις περιοχές με υψηλότερο ποσοστό σε άνθρακα θα γίνει σχηματισμός μαρτενσίτη, ενώ σε περιοχές με χαμηλό ποσοστό σε άνθρακα είναι πιθανός ο σχηματισμός μπαινίτη. Όμως, λόγω της τοπικής σύστασης στις πλούσιες σε άνθρακα περιοχές, η θερμοκρασία έναρξης και επομένως και της λήξης του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού έχουν μετατοπιστεί σε χαμηλότερες τιμές. Αυτό έχει ως συνέπεια να μην μετασχηματίζεται όλο το κλάσμα του αρχικού ωστενίτη με αποτέλεσμα στην τελική μικροδομή να υπάρχει ένα μικρό ποσοστό υπολειπόμενου ωστενίτη, όπως φάνηκε από τα Phase maps.

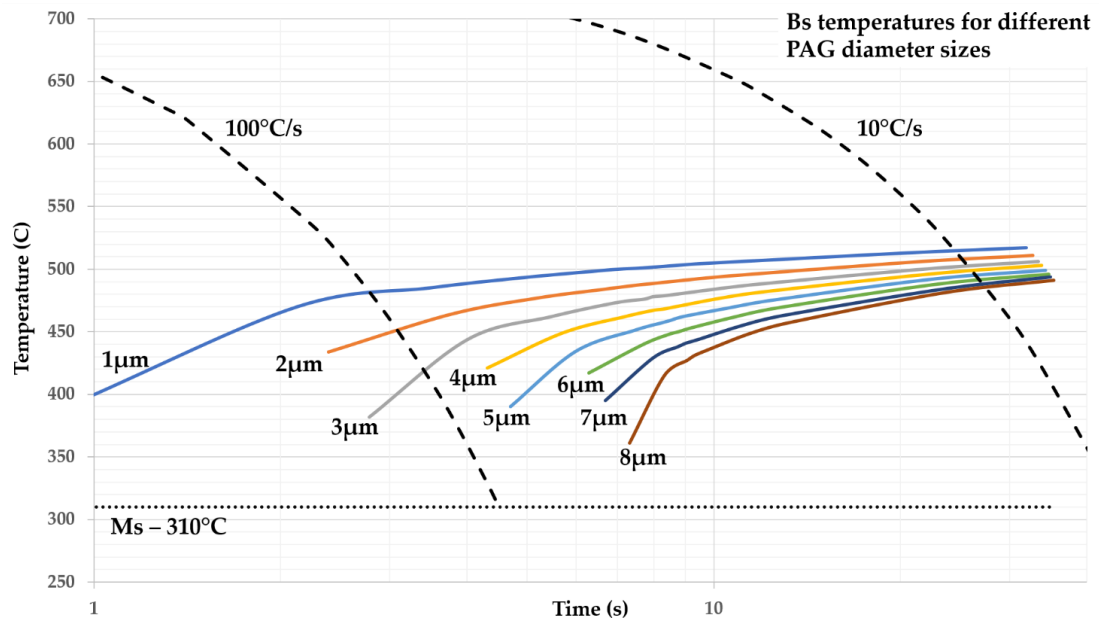
Καθώς τα IQ maps δεν αποτελούν απόδειξη, παρά μόνο ένδειξη της παρουσίας μπαινίτη, σχεδιάστηκαν τα διαγράμματα CCT. Όπως διαπιστώνεται από το διάγραμμα της Εικόνας 70, η αύξηση του ποσοστού του άνθρακα μετατοπίζει τις καμπύλες του μπαινιτικού μετασχηματισμού προς τα δεξιά, ενώ τις καμπύλες του μαρτενσιτικού μετασχηματισμού προς τα κάτω. Αυτό οφείλεται στο γεγονός ότι ο άνθρακας όπως και το μαγγάνιο δρουν ως σταθεροποιητές της ωστενιτικής φάσης με αποτέλεσμα να καθυστερούν το μετασχηματισμό του μπαινίτη και του μαρτενσίτη. Αντίθετα, μείωση της περιεκτικότητας σε άνθρακα οδηγεί σε μετατόπιση της καμπύλης έναρξης του μπαινιτικού μετασχηματισμού προς τα αριστερά. Αυτό σημαίνει ότι σε περιοχές των δοκιμίων με μικρό ποσοστό σε άνθρακα, είναι δυνατός ο σχηματισμός του μπαινίτη κατά τη βαφή με πιο γρήγορους ρυθμούς ψύξης.



Εικόνα 70: Το διάγραμμα CCT παρουσιάζει τη θερμοκρασία έναρξης του μαινιτικού μετασχηματισμού για διάφορα ποσοστά άνθρακα.

Επιπλέον, όπως αναφέρθηκε παραπάνω, ο γρήγορος ρυθμός θέρμανσης οδήγησε στη δημιουργία εκλεπτυσμένων πρότερων οστενιτικών κόκκων, οι οποίοι δεν αναπτύχθηκαν ομαλά λόγω της μικρής ισοθερμοκρασιακής παραμονής. Το γεγονός αυτό υποβοηθήθηκε από την ύπαρξη αδιάλυτου σφαιροειδούς σεμεντίτη λόγω του rippling effect. Έτσι δημιουργήθηκε μικροδομή με ετερογένεια ως προς το μέγεθος των οστενιτικών κόκκων. Όπως γίνεται αντιληπτό από το διάγραμμα CCT της εικόνας 71, όσο μικραίνει το μέγεθος του πρότερου οστενιτικού κόκκου, τόσο οι καμπύλες του μαινιτικού μετασχηματισμού μετατοπίζονται προς τα αριστερά, επιτρέποντας τον σχηματισμό του μαινιτίτη σε μεγαλύτερους ρυθμούς ψύξης.

Όλα τα παραπάνω ευθύνονται για την τελική μικροδομή που αποτελείται από μαρτενσίτη, μαινιτίτη, αδιάλυτα καρβίδια, και υπολειπόμενο οστενίτη.



Εικόνα 71: Διάγραμμα CCT που παρουσιάζει τις καμπύλες έναρξης του μπεινιτικού μετασχηματισμού για διάφορα μεγέθη πρότερου ωστενιτικού κόκκου

ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Από την παρούσα διπλωματική εργασία προέκυψαν τα εξής συμπεράσματα:

- Η ύπαρξη κραματικών προσθηκών και συγκεκριμένα του χρωμίου και του μαγγανίου, εμποδίζουν τη διαλυτοποίηση του σεμεντίτη. Συγκεκριμένα το χρώμιο μέσω του φαινομένου solute drag καθυστερεί τη διάλυση των καρβιδίων ενώ το μαγγάνιο δρα ως σταθεροποιητής της ωστενιτικής φάσης. Σημαντικό ρόλο στη διαλυτοποίησή του παίζει και το σχήμα του.
- Η ύπαρξη κραματικών προσθηκών σε συνδυασμό με τον ταχύτατο θερμικό κύκλο, εμποδίζουν την ανάπτυξη του πρότερου ωστενιτικού κόκκου, συμβάλλοντας στην εκλεπτυσμένη μικροδομή του.
- Η ύπαρξη του αδιάλυτου σεμεντίτη, δημιουργεί ετερογένεια στο κλάσμα του άνθρακα στη μικροδομή, λόγω της δύσκολης διαλυτότητάς του.
- Η ετερογένεια αυτή δημιουργεί την μπαινιτική φάση σε περιοχές με χαμηλό ποσοστό σε άνθρακα και τη μαρτενιτική φάση στις περιοχές με το υψηλό ποσοστό σε άνθρακα.
- Λόγω των κραματικών προσθηκών, οι Ms και Mf έχουν μετατοπιστεί σε χαμηλότερες θερμοκρασίες με αποτέλεσμα στις περιοχές με υψηλό ποσοστό σε άνθρακα να παρατηρείται και υπολειπόμενος ωστενίτης.
- Συνεπώς, δημιουργείται μια εκλεπτυσμένη μικτή μικροδομή η οποία αποτελείται από μαρτενσίτη, μπαινίτη, σφαιροποιημένο σεμεντίτη, και υπολειπόμενο ωστενίτη. Ο συνδυασμός αυτών των μικροδομικών συστατικών συναντάται στους 3ης Γενιάς Προηγμένους Χάλυβες Υψηλής Αντοχής και παρουσιάζουν εξαιρετικές μηχανικές ιδιότητες.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

1. PAPAEFTHYMIΟΥ, SPYRIDON. A New Opportunity for the Design of Advanced High Strength Steels with Heterogeneous-Phase Microstructures via Rapid Thermal Processing. [Ηλεκτρονικό] 07 March 2017. www.verizonaonlinepublishing.com.
2. FONSTEIN, NINA. *Advanced High Strength Sheet Steels*. Chicago, USA : s.n.
3. ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΔΟΜΗ Α.Ε. *ΕΓΚΥΚΛΟΠΑΙΔΕΙΑ ΔΟΜΗ*. 2002 - 2004.
4. CALLISTER, WILLIAM D. *ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΤΩΝ ΥΑΙΚΩΝ*. σ.1. : ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΤΖΙΟΛΑ.
5. CANALE , LCF, VATAVUK, J και TOTTEN, GE. Introduction to Steel Heat Treatment.
6. CLARKE, KD. Austenite Formation and Microstructural Control in Low-Alloy Steels. Los Alamos, NM, USA : s.n., 2014.
7. CASTRO CERDA, FELIPE M., και συν. The Effect of Ultrafast Heating in Cold-Rolled Low Carbon Steel: Recrystallization and Texture Evolution. *metals*. NOVEMBER 2016.
8. ZHAO, L., και συν. Cementite Dissolution at 860 °C in an Fe-Cr-C Steel. *METALLURGICAL AND MATERIALS TRANSACTIONS A*. JUNE 2006.
9. MILITZER, M. Austenite Decomposition: Overall Kinetics during Isothermal, and Continuous Cooling Transformation. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. σσ. 401-406.
10. MUDDLE, B.C. και NIE, J.F. Martensite. *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*. σσ. 5189-5193.
11. XU, και συν. CCT Curves of Low-Carbon Mn-Si Steels and Development of Water-Cooled Bainitic Steels. [συγγρ. βιβλίου] NINA FONSTEIN. *Advanced High Strength Sheet Steels*. 2010.
12. BHADESHIA. *BAINITE IN STEELS*. 2001.

13. QUIDORT, D. και BRECHET, Y. Isothermal Growth Kinetics of Bainite in 0.5% C Steels.
14. SONG, T. και DE COOMAN, B.C. Effect of Boron on the Isothermal Bainite Transformation. [συγγρ. βιβλίου] NINA FONSTEIN. *Advanced High Strength Sheet Steels*. 2013.
15. ZHU, και συν. Effect of B and B + Nb on the Bainitic Transformation in Low Carbon Steels.”. [συγγρ. βιβλίου] NINA FONSTEIN. *Advanced High Strength Sheet Steels*. 2011.
16. PUYPE, ATHINA, P., R. και KESTENS, LEO. *Developing of advanced strength steel via ultra fast annealing*. University Ghent: Ghent : s.n., 2014.
17. VERCRUYSSSE, FLORIAN. *Third generation advanced high strength steel by ultra fast annealing*. Ghent University : s.n., 2015-2016.
18. LOLLA και T. Development of rapid heating and cooling (flash processing) process to produce advanced high strength steel microstructures. *Materials Science and Technology*. 2011, σσ. 863-875.
19. MASSADIER και V. Ultra-rapid intercritical annealing to improve deep drawability of low carbon, Al-killed steels. *Metallurgical and Material Transactions A*. 2012, σσ. 2225-2236.
20. REIS και A.C.d.C. Grain refinement and texture change in interstitial free steels after severe rolling and ultra-short annealing. *ISIJ international*. 2003, σσ. 1260-1267.
21. ΣΗΜΕΙΩΣΕΙΣ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟΥ ΦΥΣΙΚΗΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ. ΠΑΝΕΠΙΣΤΗΜΙΟ ΘΕΣΣΑΛΙΑΣ : ΤΜΗΜΑ ΜΗΧΑΝΟΛΟΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΒΙΟΜΗΧΑΝΙΑΣ, Εργαστήριο Υλικών.
22. ΚΟΥΗ, Μ. και ΛΥΜΠΕΡΟΠΟΥΛΟΥ, Θ. *ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ ΜΕ ΦΑΣΜΑΤΟΜΕΤΡΟ ΕΝΕΡΓΕΙΑΚΗΣ ΔΙΑΣΠΟΡΑΣ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ*.
23. HUMPHREYS, F.J. *Quantitative metallography by electron backscattered diffraction*. Manchester : s.n., 1999.

24. CAYRON, CYRIL. ARPGE: a computer program to automatically reconstruct the parent grains from electron backscatter diffraction data. *Journal of APPLIED CRYSTALLOGRAPHY*. 2007.
25. ZAJAC, S., SCHWINN, V. και TACKE, K.H. Characterisation and Quantification of Complex Bainitic Microstructures in High and Ultra-High Strength Linepipe Steels. [Ηλεκτρονικό] 15 NOVEMBER 2005. www.scientific.net.
26. PAPAETHYMIΟΥ, SPYROS, BOUZOUNI, MARIANTHI και PETROV, ROUMEN H. Study of Carbide Dissolution and Austenite Formation during Ultra-Fast Heating in Medium Carbon Chromium Molybdenum Steel. *metals*. 18 August 2018.
27. PUYPE, ATHINA, και συν. The influence of ultra-fast annealing prior to quenching and partitioning on the microstructure and mechanical properties. *MATERIALS SCIENCE AND ENGINEERING A*.
28. JUDD, και συν. Kinetics of austenite formation from a spheroidized ferrite-carbide aggregate. σσ. 206-215.
29. PAPAETHYMIΟΥ, SPYROS, και συν. Effect of Ultra-Fast Heat Treatment on the Subsequent Formation of Mixed Martensitic/Bainitic Microstructure with Carbides in a CrMo Medium Carbon Steel. *metals*. 10 MARCH 2019.
30. BANIS, ALEXANDROS, και συν. The formation of a mixed martensitic/bainitic microstructure and the retainment of austenite in a medium-carbon steel during ultra-fast heating. *Materials Today Communications*.