

# ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ - ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ ΤΟΜΕΑΣ ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ

## ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ ΜΕ LASER

## ΤΣΑΚΙΡΗ ΔΑΝΑΗ

## ΥΠΕΥΘΥΝΟΣ ΚΑΘΗΓΗΤΗΣ: Δρ. Χρ. Ν. Παναγόπουλος

Αθήνα 2010

## Περιεχόμενα

Ευχαριστίες	III
Περίληψη	IV
Abstract	VI
1. Εισαγωγή	1
2. Θεωρητικό Μέρος	3
2.1 Αλουμίνιο	3
2.1.1 Ιδιότητες του αλουμινίου	3
2.1.2 Χρήσεις αλουμινίου	4
2.1.3 Κράματα αλουμινίου	5
2.1.3.1 Ονοματολογία κραμάτων αλουμινίου	6
2.1.3.2 Σειρά 5xxx κραμάτων διαμόρφωσης του αλουμινίου	10
2.1.3.2.1 Κράμα αλουμινίου 5754	10
2.2 Laser	11
2.2.1 Αρχή λειτουργίας των lasers	11
2.2.2 Κατασκευή laser	14
2.2.3 Ιδιότητες ακτινοβολίας laser	16
2.2.4 Εφαρμογές των laser	17
2.2.5 Είδη laser	17
2.2.5.1 Laser στερεού (Solid – State Lasers)	18
2.2.5.1.1 Laser Nd:YAG	19
2.2.6 Εφαρμογές του laser στην κατεργασία υλικών	20
2.3 Διάβρωση μετάλλων σε υδατικό περιβάλλον	21
2.3.1 Ποτενσιοδυναμική διάβρωση	22
2.3.2 Μέθοδοι προστασίας από τη διάβρωση	25
2.3.3 Συνήθεις τύποι διάβρωσης του αλουμινίου	28
3. Προηγούμενες συναφείς μελέτες	
4. Σκοπός της παρούσας μελέτης	
5. Πειραματικό μέρος	34
Γενικά	34
5.1 Δοκίμια αλουμινίου και προετοιμασία	34

5.2 Ατομική Απορρόφηση (Atomic Absorption Spectrometry)	
5.3 Κατεργασία δοκιμίων με laser Nd:YAG	
5.3.1. Μέτρηση της πυκνότητας ισχύος του laser	
5.3.2. Υπολογισμός της απαιτούμενης πυκνότητας ισχύος για τήξ	η και εξάχνωση
του αλουμινίου	42
5.4 Μεταλλογραφία	44
5.4.1. Οπτικό μικροσκόπιο	45
5.4.2. Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM)	46
5.5 Κρυσταλλική δομή	50
5.5.1. Περίθλαση ακτίνων-Χ (X-Ray Diffraction, XRD)	50
5.5.2. Φασματοσκοπία Raman (Raman Spectroscopy)	
5.6 Σκληρότητα	54
5.7 Τραχύτητα	57
5.8 Διάβρωση	59
5. Πειραματικά αποτελέσματα και συζήτηση	60
Γενικά	60
6.1 Ατομική Απορρόφηση (AAS)	60
6.2 Μελέτη επιφανειακά κατεργασμένων δοκιμίων και μη	61
6.2.1 Μεταλλογραφία - Αποτελέσματα οπτικής μικροσκοπίας	61
6.2.2 Τραχύτητα	71
6.2.3 Μεταλλογραφία - Αποτελέσματα Ηλεκτρονικού Μικροσκ	οπίου Σάρωσης
(SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDAX)	74
6.2.4 Μικροσκληρότητα	
6.2.5 Περίθλαση ακτίνων – Χ (XRD)	
6.2.6 Φασματοσκοπία Raman	93
6.3 Έλεγχος αντοχής σε διάβρωση κατεργασμένων δοκιμίων και μη.	94
6.4 Μελέτη των διαβρωμένων δοκιμίων	99
7. Συμπεράσματα	
3. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα	104
9. Βιβλιογραφία	

## Ευχαριστίες

Με την ολοκλήρωση της παρούσας Διπλωματικής Εργασίας, θα ήθελα αρχικά να ευχαριστήσω τον Καθηγητή μου Δρ. Χρήστο Παναγόπουλο για την ανάθεση της εργασίας αυτής και κυρίως για την καθοδήγηση και την αμέριστη συμπαράσταση που μου παρείχε σε όλα τα στάδια της μελέτης.

Ιδιαίτερα θα ήθελα να ευχαριστήσω την Διδάκτορα Τσούτσουβα Μαρία για την βοήθεια, την υποστήριξη και το ενδιαφέρον της, τους υποψήφιους Διδάκτορες Τσοπάνη Αργυρώ, Ορφανό Πάνο, Κυριακοπούλου Έλενα και Πλαϊνάκη Γεώργιο καθώς και τη συνάδελφό μου Βασιλική Ανδριανάκη για την όλη τους βοήθεια και συμπαράσταση κατά τη διάρκεια διεξαγωγής της διπλωματικής μου εργασίας, που υπήρξε για μένα κάτι παραπάνω από πολύτιμη.

Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω όλους τους συναδέλφους του Εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας για τη δική τους συμβολή, καθώς και για την άψογη συνεργασία που είχαμε.

Ιδιαίτερες ευχαριστίες στον Αναπληρωτή Καθηγητή, κ. Δρ. Γ.Φούρλαρη και την Καθηγήτρια κ. Χαλικιά, μέλη της τριμελούς συμβουλευτικής επιτροπής.

Να εκφράσω ακόμα τις ευχαριστίες μου:

- Στο Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών (Ε.Ι.Ε.) και ιδιαίτερα στον κύριο Μιχάλη
   Κομπίτσα για την διάθεση του παλμικού laser Nd:YAG.
- Στην κα Α. Θωμά, Τεχνικό του Εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας Ε.Μ.Π., για την βοήθεια και τις ώρες που μας διέθεσε στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM).
- Στον Επίκουρο καθηγητή κ. Η. Χατζηθεοδωρίδη για τη βοήθειά του και την παροχή του μικροσκοπίου Raman.
- Στους κ. Π. Τσακιρίδη και κ. Ι. Χαρλαμπίτα.

Τέλος, ένα μεγάλο ευχαριστώ στην οικογένεια μου καθώς και στους φίλους μου για την πολύτιμη ηθική υποστήριξη που μου παρείχαν.

## Περίληψη

Η ανάπτυξη νέων τεχνικών βελτίωσης των επιφανειακών ιδιοτήτων διαφόρων τεχνολογικών υλικών έχει καταστεί ένας από τους κυριότερους στόχους των ερευνητών στο χώρο της επιστήμης των υλικών. Μία από τις τεχνικές αυτές είναι η κατεργασία της επιφάνειας με διάφορους τύπους laser, όπως είναι π.χ. τα laser CO2, Nd:YAG και Excimer.

Αντικείμενο της παρούσας διπλωματικής εργασίας ήταν η επιφανειακή κατεργασία κράματος αλουμινίου 5754 με δέσμη παλμικού laser Nd:YAG, μήκους κύματος ακτινοβολίας 355nm, διάρκειας παλμού 10 ns και συχνότητας 10 Hz.

Τα δοκίμια ακτινοβολήθηκαν με διαφορετικές πυκνότητες ισχύος (140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup>) και διαφορετικό αριθμό παλμών ανά βήμα (50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps) και μελετήθηκε η επίδραση της επιφανειακής κατεργασίας, στη δομή και τη χημική τους σύσταση, καθώς και σε ορισμένες τεχνολογικές ιδιότητες όπως, στην τραχύτητα, στη μικροσκληρότητα και στην αντοχή του σε διαβρωτικό περιβάλλον 0.3M NaCl.

Η μορφολογία και η χημική σύσταση των δοκιμίων μελετήθηκε με Οπτικό Μικροσκόπιο Jenavert SL 100 και Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης Jeol6380LV. Παρατηρήθηκε ότι η επιφάνεια των δοκιμίων που έχουν υποστεί επιφανειακή τήξη με το laser, παρουσιάζει το χαρακτηριστικό ανάγλυφο «λόφων» και «κοιλάδων».

Ο δομικός τους χαρακτηρισμός έγινε με τη βοήθεια του περιθλασίμετρου ακτίνων – Χ μάρκας Bruker D8 Focus. Στο διάγραμμα περίθλασης ακτίνων – Χ του ακατέργαστου κράματος διακρίνονται κορυφές των ενδομεταλλικών ενώσεων, Mg<sub>2</sub>Si, FeAl<sub>3</sub> και του αδιάλυτου πυριτίου, οι οποίες δεν παρατηρούνται μετά την επιφανειακή κατεργασία με το laser. Επίσης αναπτύσσονται οξείδια στην επιφάνεια που βρέθηκε να είναι κυρίως Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> και Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Η τραχύτητα των κατεργασμένων και μη δοκιμίων, μετρήθηκε με Προφιλόμετρο Perthen Perthometer. Με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος και με την αύξηση του αριθμού των παλμών ανά βήμα αυξάνεται η τραχύτητα της επιφάνειας των κατεργασμένων δοκιμίων.

Με τη βοήθεια μικροσκληρόμετρου HMV 2000 Shimadzu πραγματοποιήθηκαν μικροσκληρομετρήσεις και διαπιστώθηκε ότι η μικροσκληρότητα στα επιφανειακά κατεργασμένα δοκίμια, είναι μεγαλύτερη κοντά στην επιφάνεια σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) κράμα και ότι η σκληρότητα μειώνεται από την επιφάνεια προς το εσωτερικό του δοκιμίου.

Τέλος τα πειράματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης έγιναν με τη χρήση Ποτενσιοστάτη – Γαλβανοστάτη της EG&G Instruments Princeton Applied Research. Τα επιφανειακώς κατεργασμένα δοκίμια βρέθηκε να παρουσιάζουν καλύτερη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) δοκίμιο. Παράλληλα παρατηρείται ότι η αύξηση της πυκνότητας ισχύος της δέσμης του laser βελτιώνει την αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων. Επιπλέον, για σταθερή πυκνότητα ισχύος, η αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων μειώνεται με την αύξηση των παλμών.

### Abstract

Surface treatments are performed today on an industrial and research scale. The use of laser beam technology in order to improve the properties of materials' surface, which can determine the performance of a material, has been extensively studied, mainly by using Nd:YAG,  $CO_2$  and Excimer lasers.

The present study deals with Nd:YAG laser treatment of 5754 aluminum alloy. Specimens of this alloy were irradiated in atmospheric air with pulsed Nd:YAG laser with wavelength  $\lambda = 355$  nm, pulse duration 10 ns and frequency of pulses 10 Hz. Each specimen was irradiated under different conditions. These conditions were determined by changing the following laser parameters:

- Power density (140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup>)
- Pulses per step (50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps)

All the treatments were performed with 30% overlapping of successive laser pulses. Moreover, all the experiments were carried out so that one parameter was kept constant while the other varied.

The surface morphology and chemical composition of the aluminum alloy specimens before and after laser irradiation, was examined by using optical microscopy (Jenavert SL 100) and scanning electron microscopy (Jeol6380LV). The appearance of "valleys" and "hills" was noticeable on the surface of the laser – treated aluminum alloy.

The laser and non – laser – treated aluminum alloy was examined using Philips diffractometer with CoKa radiation ( $\lambda$ =0.1791) and an iron filter. Diffraction peaks which could be assigned to Mg<sub>2</sub>Si, FeAl<sub>3</sub> and Si are noted in the X – rays diffraction spectra of as – received aluminum alloy. These diffraction peaks were not noticed in the X – rays diffraction spectra of laser – treated specimens, where diffraction peaks of oxides such as Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> and Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> are clearly observed.

A Mahr Perthen profilometer was used to measure the roughness of the non - treated and laser – treated surfaces. Surface roughness was found to increase by increasing power density and the number of pulses per step.

Microhardness measurements were made on cross – sections of laser – and non – laser treated samples as a function of depth, with a HMV 2000 Shimadzu

microhardness tester. The microhardness of the surface layers of the laser treated specimens was higher than that of the as – received specimen and decreased by depth increase. The corrosion behavior of the as – received and laser – treated specimens was examined in 0.3M NaCl solution by using an EG&G Instruments Princeton Applied Research Galvanostat – Potentiostat. The corrosion behavior of laser – treated specimens was found to be a function of laser power density and number of pulses per step.

## 1. Εισαγωγή

Στην αυτοκινητοβιομηχανία δίνεται μεγάλη έμφαση στη μείωση του βάρους των οχημάτων, έτσι ώστε να μειωθεί η κατανάλωση των καυσίμων και ενέργειας και κατά συνέπεια να περιοριστεί η ατμοσφαιρική ρύπανση. Για τον λόγο αυτό κυρίως, αλλά και για την υψηλή αντιδιαβρωτική του ικανότητα, επιλέγεται το αλουμίνιο σε πολλά εξαρτήματα των οχημάτων. Η αντιδιαβρωτική ικανότητα του αλουμινίου οφείλεται κατά κύριο λόγο στο προστατευτικό οξείδιο (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) το οποίο σχηματίζεται ακαριαία στην επιφάνειά του, όταν αυτό εκτεθεί σε κάποιο διαβρωτικό περιβάλλον και στην ικανότητα αυτού να επανασχηματίζεται όταν για κάποιο λόγο αυτό καταστραφεί τοπικά ή/και ολικά.

Πολλές προσπάθειες έχουν γίνει, ώστε να αντικατασταθεί ο χάλυβας από το αλουμίνιο στον τομέα της αυτοκινητοβιομηχανίας, όμως πολλές φορές αυτό είναι αδύνατο λόγω της μεγαλύτερης αντοχής του χάλυβα σε μηχανική τριβή . Συνεπώς, παρουσιάζει πολύ μεγάλο ενδιαφέρον η προσπάθεια να βελτιωθούν ορισμένες επιφανειακές ιδιότητες του αλουμινίου και των κραμάτων του έτσι ώστε να είναι δυνατό να χρησιμοποιηθούν εκεί όπου απαιτείται υψηλή αντοχή στην τριβή και τη διάβρωση.

Έτσι η ανάπτυξη νέων τεχνικών βελτίωσης των επιφανειακών ιδιοτήτων διαφόρων τεχνολογικών υλικών έχει καταστεί ένας από τους κυριότερους στόχους των ερευνητών στο χώρο της επιστήμης των υλικών. Μία από τις τεχνικές αυτές είναι η κατεργασία της επιφάνειας με διάφορους τύπους laser, όπως είναι π.χ. τα laser CO2, Nd:YAG και Excimer.

Η ακτινοβολία laser μπορεί να χρησιμοποιηθεί με ποικίλους τρόπους π.χ. επιφανειακή τήξη, κραμάτωση και σκλήρυνση, συγκόλληση δύο μετάλλων, κοπή και διάτρηση. Τα υλικά που υφίστανται τέτοιου είδους κατεργασία έχουν εφαρμογές σε εξαρτήματα αεροσκαφών, στην αυτοκινητοβιομηχανία και στην βιομηχανία καυσίμων (πετρέλαιο, φυσικό αέριο).

Η επιφανειακή τήξη συγκεκριμένα, των μεταλλικών υλικών με τη χρήση laser, που αποτελεί και το αντικείμενο της παρούσας διπλωματικής εργασίας, πολλές φορές προκαλεί αλλαγή στη δομή, στις ιδιότητες και στη μορφολογία της επιφάνειάς τους. Με αυτή τη διαδικασία τα υλικά υφίστανται, τήξη και ταχύτατη στερεοποίηση (με ταχύτητες απόψυξης, από 10<sup>3</sup> έως 10<sup>8</sup> °Cs<sup>-1</sup>) και παρουσιάζουν, αλλαγή στη μορφολογία της επιφάνειας, ανάπτυξη οξειδίων ή νιτριδίων σε αυτή (αναλόγως του περιβάλλοντος που γίνεται η κατεργασία) λεπτόκοκκη δομή, μειωμένο μικροδιαφορισμό, μεγαλύτερη διαλυτότητα και δημιουργία μετασταθών φάσεων.

Οι αλλαγές στη μορφολογία και στη μικροδομή του υλικού έχουν ως αποτέλεσμα τη βελτίωση ορισμένων ιδιοτήτων όπως είναι η αντοχή στη διάβρωση, η αντίσταση στην τριβή και σημαντική αύξηση της σκληρότητας σε σχέση με το ακατέργαστο υλικό. [1, 2, 3, 4, 5, 6]

## 2. Θεωρητικό Μέρος

### 2.1 Αλουμίνιο

Το **αλουμίνιο** (Al) ανήκει στην ομάδα III<sub>A</sub> (13) του περιοδικού συστήματος και έχει ατομικό αριθμό 13. Είναι το πιο άφθονο μέταλλο στο φλοιό της Γης και συνολικά το τρίτο (3°) πιο άφθονο χημικό στοιχείο στον πλανήτη μας, μετά το οξυγόνο και το πυρίτιο και βρίσκεται σε πάνω από 270 διαφορετικά ορυκτά. Η κύρια πηγή για τη βιομηχανική παραγωγή του μετάλλου αυτού είναι ο βωξίτης.

Το αλουμίνιο κρυσταλλώνεται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα (Εικόνα 1). Η ατομική του ακτίνα είναι 2.856 Å, η σταθερά πλέγματος 4.05Å (1Å =  $10^{-8}$ cm) και η πυκνότητά του είναι ίση με 2.7 g/cm<sup>3</sup>. Το σημείο τήξης του είναι περίπου 659.7° C και το σημείο ζέσεως 2519° C. Στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή οι πυκνές διευθύνσεις σε άτομα είναι οι διαγώνιες του κύβου, δηλαδή οι διευθύνσεις <110>.



Εικόνα 1: Εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα

#### 2.1.1 Ιδιότητες του αλουμινίου

Οι ιδιότητες που κάνουν το αλουμίνιο τόσο σημαντικό για την βιομηχανία είναι το χαμηλό ειδικό του βάρος (2698.9 Kg/m<sup>3</sup> στους 20 °C), η υψηλή αντοχή του σε μηχανικές καταπονήσεις και η εξαιρετική αντοχή του στη διάβρωση. Η υψηλή του αντιδιαβρωτική ικανότητα οφείλεται στην μεγάλη του χημική συγγένεια με το οξυγόνο, οπότε αν αφεθεί στον ατμοσφαιρικό αέρα οξειδώνεται ταχέως σχηματίζοντας ένα λεπτό, επιφανειακό και συνεχές στρώμα  $Al_2O_3$ , το οποίο είναι αδιαπέραστο από το οξυγόνο και προσφέρει στο μέταλλο αντιοξειδωτική προστασία (φαινόμενο της παθητικοποίησης).

Επίσης, εξαιτίας της σχετικά χαμηλής του πυκνότητας και της μεγάλης του ικανότητας να δημιουργεί μεγάλη ποικιλία κραμάτων, έγινε στρατηγικό μέταλλο για την αεροδιαστημική (και όχι μόνο) βιομηχανία. Είναι, επίσης, εξαιρετικά χρήσιμο στη χημική βιομηχανία, τόσο αυτούσιο ως καταλύτης, όσο και με τη μορφή διαφόρων ενώσεών του.

Το καθαρό αλουμίνιο είναι αρκετά μαλακό και όλκιμο και παρουσιάζει καλή κατεργασιμότητα. Με την προσθήκη σιδήρου, χαλκού και άλλων κραματικών στοιχείων βελτιώνονται κατά πολύ οι μηχανικές του ιδιότητες. Χαρακτηρίζεται επίσης από πολύ καλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, έχοντας το 62% της αγωγιμότητας του χαλκού, με μικρότερο ειδικό βάρος και χαμηλότερο κόστος παραγωγής απ' αυτόν.

#### 2.1.2 Χρήσεις αλουμινίου

Το αλουμίνιο χρησιμοποιείται ευρέως σε πληθώρα εφαρμογών. Η χρήση του αλουμινίου για την κατασκευή προϊόντων έχει σημαντικά πλεονεκτήματα. Πιο συγκεκριμένα :

Στον τομέα των μεταφορών, το αλουμίνιο βρίσκει συνεχώς αυξανόμενη εφαρμογή στην κατασκευή τρένων, αεροπλάνων, αυτοκινήτων, επιβατηγών πλοίων και διαστημικών οχημάτων λόγω του ότι συνδυάζει χαμηλό βάρος και στιβαρότητα κατασκευής.

Ειδικότερα, στην αυτοκινητοβιομηχανία, η ελάττωση του βάρους συνεπάγεται μειωμένη κατανάλωση καυσίμου καθ' όλη τη διάρκεια ζωής του αυτοκινήτου. Έτσι λοιπόν, με την χρήση του αλουμινίου αντί ενός βαρύτερου μετάλλου (π.χ. χάλυβας), μειώνεται η εκπομπή καυσαερίων και η συνολική κατανάλωση καυσίμου.

Εκτεταμένη χρήση αλουμινίου γίνεται και στον τομέα των δομικών κατασκευών. Η προσθήκη ενός εξωτερικού μανδύα από αλουμίνιο σε νέα ή υπάρχοντα κτίρια βελτιώνει την ενεργειακή απόδοση του κτιρίου. Επιστημονικές μελέτες (που έγιναν με πρωτοβουλία της ΕΛΒΑΛ Α.Ε.) έχουν δείξει εξοικονόμηση ενέργειας που πλησιάζει το 50% το χειμώνα (ενέργεια θέρμανσης) και το 25% το καλοκαίρι (ενέργεια ψύξης). Ταυτόχρονα το αλουμίνιο αποτελεί ιδανικό υλικό για συστήματα σκιασμού κτιρίων και στήριξης φωτοβολταϊκών στοιχείων. Επίσης, το αλουμίνιο αποτελεί το πλέον κατάλληλο υλικό για εξωτερικά κουφώματα διότι παρουσιάζει καλή συμπεριφορά στις εκάστοτε κλιματολογικές συνθήκες. Τα συστήματα κουφωμάτων αλουμινίου ικανοποιούν τις απαιτήσεις για τον σχεδιασμό, την λειτουργικότητα, την ηχομόνωση και θερμομόνωση και την αντοχή στον χρόνο.

Στην συσκευασία ποτών και αναψυκτικών, σημαντικό ρόλο παίζει το χαμηλό βάρος των κουτιών του αλουμινίου σε σχέση με άλλες εναλλακτικές συσκευασίες. Το γεγονός αυτό περιορίζει σημαντικά την ενέργεια που δαπανάται τόσο για την μεταφορά όσο και για την διακίνηση των διαφόρων προϊόντων.

Τέλος, χρησιμοποιείται και στην ηλεκτρική βιομηχανία για την παραγωγή καλωδίων, κεραιών και εξαρτημάτων για τις τηλεοράσεις, τους καταψύκτες και τα συστήματα κλιματισμού.

#### 2.1.3 Κράματα αλουμινίου

Με σκοπό τη βελτίωση των μηχανικών, των τριβολογικών και των διαβρωτικών ιδιοτήτων του αλουμινίου δημιουργούνται κράματα αυτού.

Οι κύριες κραματικές προσθήκες του αλουμινίου είναι ο χαλκός, ο σίδηρος, το μαγγάνιο, το μαγνήσιο, το πυρίτιο και ο ψευδάργυρος και το πώς επιδρούν αυτά τα στοιχεία στις ιδιότητες του αλουμινίου παρουσιάζεται στον ακόλουθο πίνακα (Πίνακας 1)

Προσθήκη	Επίδραση στις ιδιότητες του αλουμινίου		
	Σε ποσοστό έως 12%, προκαλεί βελτίωση της μηχανικής		
Χαλκός	αντοχής και της κατεργασιμότητας. Η σκλήρυνση		
	επιτυγχάνεται με κατακρήμνιση.		
	Σε μικρά ποσοστά βελτιώνει την αντοχή και τη σκληρότητα		
Σίδηρος	και ταυτόχρονα, μειώνει τις πιθανότητες θερμής ρωγμάτωσης		
	κατά τη χύτευση.		
Μαγγάνιο	Βελτιώνει την ολκιμότητα και σε συνδυασμό με το σίδηρο, τη		
νιαγγανισ	χυτευσιμότητα.		
	Βελτιώνει τη μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση.		
Μαγνήσιο	Σε ποσοστό μεγαλύτερο από 6%, προκαλεί σκλήρυνση με		
	κατακρήμνιση.		
Πυρίπιο	Βελτιώνει, κατά πολύ, τη χυτευσιμότητα και την αντοχή σε		
Πυριτιο	διάβρωση.		
Ψευδάρημορς	Μειώνει τη χυτευσιμότητα, αλλά σε συνδυασμό με άλλα		
τευσαργορός	στοιχεία προσθήκης, βελτιώνει τη μηχανική αντοχή.		

Πίνακας 1: Κραματικές προσθήκες του αλουμινίου – επίδραση στις ιδιότητες του αλουμινίου [7]

Γενικά, τα κράματα του αλουμινίου διακρίνονται σε κράματα χύτευσης και σε κράματα διαμόρφωσης και αυτά με τη σειρά τους διακρίνονται σε κράματα που μπορούν να υποστούν θερμική κατεργασία και σε κράματα των οποίων η θερμική κατεργασία είναι αδύνατη. Έτσι οι ιδιότητες των κραμάτων που μπορούν να υποστούν τη θερμική κατεργασία εξαρτώνται από την ακολουθούμενη θερμική κατεργασία, ενώ οι ιδιότητες αυτών που δεν μπορούν να υποστούν τέτοιου είδους κατεργασία εξαρτώνται κυρίως από το ποσοστό ενδοτράχυνσης που έχουν υποστεί. [7, 8]

### 2.1.3.1 Ονοματολογία κραμάτων αλουμινίου

Για την ονομασία των κραμάτων του αλουμινίου χρησιμοποιούνται τέσσερα ψηφία. Η σημασία αυτών των ψηφίων εξαρτάται από το αν πρόκειται για κράματα διαμόρφωσης ή για κράματα χύτευσης. Στην περίπτωση των κραμάτων διαμόρφωσης το πρώτο ψηφίο δηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης, και κατά συνέπεια τη «σειρά» στην οποία ανήκει το κράμα, όπως φαίνεται στον παρακάτω πίνακα (Πίνακας 2)

Πίνακας	2:	Κωδικοποίηση	των	κραμάτων	διαμόρφωσης	του	αλουμινίου,
ανάλογα μ	ιε το	<b>α κύρια στοιχεία</b>	προσθ	θήκης .[8]			

Σειρά	Κύρια κραματική προσθήκη
1xxx	Αλουμίνιο ελάχιστης καθαρότητας 99,00%
2xxx	Χαλκός
3xxx	Μαγγάνιο
4xxx	Πυρίτιο
5xxx	Μαγνήσιο
бххх	Μαγνήσιο και πυρίτιο
7xxx	Ψευδάργυρος
8xxx	Άλλα στοιχεία
9xxx	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά

Για τις σειρές 2xxx ως 7xxx το κύριο κραματικό στοιχείο είναι αυτό που βρίσκεται σε μεγαλύτερο ποσοστό στο κράμα και καθορίζει την κατηγορία στην οποία κατατάσσεται το κράμα. Εξαίρεση αποτελούν τα κράματα της σειράς 6xxx στα οποία η κατηγορία ορίζεται από την αναλογία μαγνησίου και πυριτίου, τα οποία δημιουργούν την ενδομεταλλική ένωση Mg<sub>2</sub>Si. Στη σειρά 1xxx το τρίτο και το τέταρτο ψηφίο στην ονοματολογία υποδεικνύουν το μικρότερο ποσοστό του αλουμινίου π.χ κράμα 1040 έχει ελάχιστο ποσοστό αλουμινίου 99.40%. Για τις σειρές 2xxx έως 8xxx, το δεύτερο ψηφίο δείχνει τροποποιήσεις των κραμάτων. Τα δύο τελευταία ψηφία δεν έχουν ιδιαίτερη σημασία αλλά βοηθούν μόνο για την ταυτοποίηση διαφορετικών κραμάτων της ίδιας κατηγορίας [9]

Στα κράματα χύτευσης ο πρώτος αριθμός δηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης, όπως φαίνεται στον ακόλουθο πίνακα (Πίνακας 3)

Σειρά	Κύρια κραματική προσθήκη
1xx.x	Αλουμίνιο ελάχιστης καθαρότητας 99.00%
2xx.x	Χαλκός
3xx.x	Πυρίτιο και χαλκός ή μαγνήσιο
4xx.x	Πυρίτιο
5xx.x	Μαγνήσιο
6xx.x	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά
7xx.x	Ψευδάργυρος
8xx.x	Κασσίτερος
9xx.x	Άλλα στοιχεία

Πίνακας 3: Κωδικοποίηση των κραμάτων χύτευσης του αλουμινίου, ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης [8]

Το δεύτερο και το τρίτο ψηφίο δηλώνουν την ειδική κατηγορία του κράματος της οικείας ομάδας. Το τελευταίο ψηφίο χωρίζεται από τα προηγούμενα τρία με τελεία και δηλώνει τη μορφολογία του προϊόντος της χύτευσης. [8]

Η ονομασία των κραμάτων αλουμινίου εκτός από τα τέσσερα ψηφία που αναλύθηκαν παραπάνω περιλαμβάνει και κωδικούς που υποδεικνύουν τη μηχανική ή θερμική κατεργασία που έχουν υποστεί, τόσο τα κράματα διαμόρφωσης όσο και τα κράματα χύτευσης. Στη συνέχεια παρουσιάζονται αυτοί οι κωδικοί [8].

F →	Προϊόν όπως παρήχθη, χωρίς μηχανική ή θερμική κατεργασία
0 →	Ανόπτηση
Н →	Ενδοτράχυνση, μόνο για τα κράματα διαμόρφωσης
H1X 🗲	Μόνο ενδοτράχυνση, (το Χ αναφέρεται στο βαθμό ενδοτράχυνσης)
H11 <b>→</b>	Κράμα ελάχιστης σκληρότητας
H12 <b>→</b>	Κράμα σκληρυμένο κατά 25%
H14 <b>→</b>	Κράμα σκληρυμένο κατά 50%
H16 🗲	Κράμα σκληρυμένο κατά 75%
H18 🗲	Κράμα σκληρυμένο κατά 100%
H19 <b>→</b>	Υπέρσκληρο κράμα

H2X	→	<ul> <li>Ενδοτράχυνση ακολουθούμενη από ανόπτηση αποκατάστασης. Το</li> </ul>						
		κυμαίνεται από 1 έως 8, υποδηλώνοντας το βαθμό σκλήρυνσης μετά						
		την ανόπτηση.						
H3X	. →	Ενδοτράχυνση ακολουθούμενη από θερμική κατεργασία						
		σταθεροποίησης σε χαμηλή θερμοκρασία, προκειμένου να αποφευχθεί						
		σκλήρυνση λόγω γήρανσης. Το Χ κυμαίνεται από 1 έως 8,						
		υποδηλώνοντας το βαθμό σκλήρυνσης πριν από τη σταθεροποίηση.						
Т	→	Θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με γήρανση						
T1	→	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης και φυσική						
		γήρανση.						
T2	→	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης, μηχανική						
		κατεργασία εν ψυχρώ και φυσική γήρανση.						
T3	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, κατεργασία εν						
		ψυχρώ και φυσική γήρανση.						
T4	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή και φυσική γήρανση.						
T5	→	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης και τεχνητή						
		γήρανση, σε θερμοκρασία υψηλότερη αυτής του περιβάλλοντος.						
T6	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή και τεχνητή						
		γήρανση, σε θερμοκρασία υψηλότερη αυτής του περιβάλλοντος.						
T7	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, θερμική κατεργασία						
		σταθεροποίησης.						
Τ8	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, κατεργασία εν						
		ψυχρώ και τεχνητή γήρανση.						
T9	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, τεχνητή γήρανση						
		και κατεργασία εν ψυχρώ.						
T10	→	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης, κατεργασία εν						
		ψυχρώ και τεχνητή γήρανση						
W	→	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης. Χρησιμοποιείται μόνο για						
		τα κράματα, που υφίστανται σκλήρυνση με γήρανση.						

#### 2.1.3.2 Σειρά 5xxx κραμάτων διαμόρφωσης του αλουμινίου

Η κύρια προσθήκη στα κράματα αλουμινίου της σειράς 5xxx είναι το μαγνήσιο, το ποσοστό του οποίου δεν ξεπερνά το 4% κ.β.. Στα κράματα αυτά, το μεγαλύτερο μέρος του μαγνησίου βρίσκεται υπό τη μορφή στερεού διαλύματος του μαγνησίου στο αλουμίνιο και το υπόλοιπο σχηματίζει την ενδομεταλλική ένωση Al<sub>3</sub>Mg<sub>2</sub> (φάση β), όπως φαίνεται και στο διάγραμμα φάσης Al-Mg (Διάγραμμα 1). Τα κράματα αυτής της σειράς παρουσιάζουν μέτρια μηχανική αντοχή, καλή συγκολλησιμότητα και καλή αντίσταση στη διάβρωση σε θαλάσσιο περιβάλλον. Χρησιμοποιούνται στην αρχιτεκτονική, τη διακοσμητική, στις οικιακές συσκευές, στους φωτεινούς σηματοδότες και τους γερανούς, στα πλοία, την αυτοκινητοβιομηχανία και σε εφαρμογές κρυογονικής.[8, 10]



Διάγραμμα 1: Διάγραμμα φάσεων Αλουμινίου – Μαγνησίου [11]

#### 2.1.3.2.1 Κράμα αλουμινίου 5754

Στην παρούσα διπλωματική εργασία, χρησιμοποιήθηκε κράμα αλουμινίου της σειράς 5xxx και συγκεκριμένα το κράμα Al 5754, το οποίο έχει μέτρια μηχανική αντοχή και χρησιμοποιείται σε οικοδομικές εφαρμογές και στην

αυτοκινητοβιομηχανία, όπου κατασκευάζονται εξαρτήματα από αυτό, με σφυρηλασία. [12, 13]

#### 2.2 Laser

Η λέξη Laser προέρχεται από τα αρχικά των λέξεων Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation (ενίσχυση του φωτός από εξαναγκασμένη εκπομπή ακτινοβολίας). Το laser είναι ένας οπτικός ταλαντωτής και η λειτουργία του περιγράφεται από τη δημιουργία ενός στάσιμου ηλεκτρομαγνητικού κύματος μέσα στην οπτική κοιλότητα του laser, η οποία έχει σαν έξοδο μια μονοχρωματική, ακτινοβολία. Στη συνέχεια περιγράφονται τα φαινόμενα της απορρόφησης, της αυθόρμητης εκπομπής και της εξαναγκασμένης εκπομπής.

#### 2.2.1 Αρχή λειτουργίας των lasers

Όταν ένα ηλεκτρόνιο που βρίσκεται στο ενεργειακό επίπεδο  $E_1$  απορροφήσει ένα φωτόνιο με ενέργεια hv = E2 - E1 (όπως φαίνεται και στο Σχήμα 1), διεγείρεται και μεταβαίνει στο ενεργειακό επίπεδο  $E_2$ , το οποίο έχει μεγαλύτερη ενέργεια σε σχέση με το ενεργειακό επίπεδο  $E_1$ .



Σχήμα 1: Απορρόφηση

Όταν ένα ηλεκτρόνιο βρίσκεται σε ένα ενεργειακό επίπεδο με μεγάλη ενέργεια και μεταβεί σε ένα μη κατειλημμένο ενεργειακό επίπεδο με μικρότερη ενέργεια, εκπέμπεται ένα φωτόνιο. Η εκπομπή αυτή μπορεί να είναι αυθόρμητη (Σχήμα 2) ή εξαναγκασμένη (Σχήμα 3).

Στην περίπτωση της αυθόρμητης εκπομπής, το ηλεκτρόνιο μεταβαίνει αυθόρμητα στο χαμηλότερο ενεργειακό επίπεδο. Όπως φαίνεται και στο Σχήμα 2, το ηλεκτρόνιο μεταβαίνει από το ενεργειακό επίπεδο  $E_2$  στο μη κατειλημμένο ενεργειακό επίπεδο  $E_1$  εκπέμποντας ένα φωτόνιο ενέργειας hv = E2 - E1.



Σχήμα 2: Αυθόρμητη εκπομπή

Στην περίπτωση της εξαναγκασμένης εκπομπής η μετάβαση από το ενεργειακό επίπεδο με την υψηλότερη ενέργεια σε αυτό με τη χαμηλότερη προκαλείται από ένα άλλο φωτόνιο. Όπως φαίνεται και στο Σχήμα 3, ένα φωτόνιο με ενέργεια hv = E2 - E1 προκαλεί τη μετάβαση του ηλεκτρονίου από το ενεργειακό επίπεδο  $E_2$  στο ενεργειακό επίπεδο  $E_1$ . Το εκπεμπόμενο και το προσκρούον φωτόνιο βρίσκονται σε συμφωνία φάσης, κινούνται προς την ίδια κατεύθυνση και έχουν την ίδια συχνότητα, κατά συνέπεια θα έχουν και την ίδια ενέργεια (E2 - E1).



Σχήμα 3: Εξαναγκασμένη εκπομπή

Η εξαναγκασμένη εκπομπή βοηθά στην κατασκευή μιας συσκευή που να ενισχύει το φως, εφόσον από ένα μόνο προσκρούον φωτόνιο μπορούν να δημιουργηθούν δύο φωτόνια που να είναι και σε φάση.

Από το Σχήμα 3 γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι για να προκληθεί η εξαναγκασμένη εκπομπή δεν πρέπει το προσκρούον φωτόνιο να απορροφηθεί από το ηλεκτρόνιο που βρίσκεται στο ενεργειακό επίπεδο  $E_1$ . Επομένως όταν επιδιώκεται την ενίσχυση του φωτός με την εξαναγκασμένη εκπομπή πρέπει να εξασφαλίζεται ότι η πλειοψηφία των ατόμων βρίσκεται στο ενεργειακό επίπεδο  $E_2$  διαφορετικά τα προσκρούοντα φωτόνια θα απορροφώνται από τα άτομα που βρίσκονται στο ενεργειακό επίπεδο  $E_1$ . Όταν στο ενεργειακό επίπεδο  $E_2$  βρίσκονται περισσότερα άτομα σε σχέση με το  $E_1$ , τότε λέμε ότι συμβαίνει αντιστροφή πληθυσμών.

Με την ύπαρξη δύο μόνο ενεργειακών επιπέδων δεν μπορεί να επιτευχθεί αντιστροφή πληθυσμών γιατί τότε, σε συνθήκες σταθερής κατάστασης, με την πρόσπτωση του φωτός θα συμβούν τόσες διεγέρσεις ατόμων από το ενεργειακό επίπεδο E<sub>1</sub> στο E<sub>2</sub>, όσες και εξαναγκασμένες εκπομπές από το E<sub>2</sub> στο E<sub>1</sub>. Θεωρείται ένα σύστημα (Σχήμα 4) το οποίο αποτελείται από τρία ενεργειακά επίπεδα (E<sub>1</sub>, E<sub>2</sub>, E<sub>3</sub>). Με την επίδραση κάποιας εξωτερικής διέγερσης τα άτομα του συστήματος διεγείρονται από το ενεργειακό επίπεδο E<sub>1</sub> στο E<sub>3</sub>. Η διαδικασία αυτή ονομάζεται *άντληση* και το ενεργειακό επίπεδο E<sub>3</sub> ονομάζεται *ενεργειακό επίπεδο άντλησης*. Στη συνέχεια συμβαίνει αυθόρμητη μετάβαση από το ενεργειακό επίπεδο E<sub>3</sub> στο E<sub>2</sub>. Η κατάσταση στο ενεργειακό επίπεδο E<sub>2</sub> είναι μια κατάσταση μεγάλου χρόνου ζωής, δηλαδή δεν πραγματοποιείται ταχεία και αυθόρμητη ενεργειακή υποβάθμιση των ατόμων. Οι καταστάσεις μεγάλου χρόνου ζωής ονομάζονται αλλιώς μετασταθείς καταστάσεις. Εφόσον τα άτομα δε μεταβαίνουν γρήγορα από το ενεργειακό επίπεδο E<sub>2</sub> στο E<sub>1</sub> πραγματοποιείται συσσώρευση των ατόμων σε αυτό το ενεργειακό επίπεδο. Επιπλέον, με τη διαδικασία της άντλησης όλο και περισσότερα άτομα μεταβαίνουν στο ενεργειακό επίπεδο E<sub>3</sub> και κατά συνέπεια στο E<sub>2</sub> και επομένως δημιουργείται αντιστροφή πληθυσμών μεταξύ των επιπέδων E<sub>2</sub> και E<sub>1</sub>.

Ας θεωρηθεί ένα άτομο, το οποίο βρίσκεται στο ενεργειακό επίπεδο Ε<sub>2</sub> και μεταβαίνει αυθόρμητα σε χαμηλότερο ενεργειακό επίπεδο. Τότε εκπέμπεται ένα φωτόνιο, το οποίο μπορεί να προσκρούσει σε ένα γειτονικό άτομο προκαλώντας μια εξαναγκασμένη εκπομπή. Στη συνέχεια, τα φωτόνια από αυτό το άτομο μπορούν να προσκρούσουν σε ένα άλλο γειτονικό άτομο που βρίσκεται στο ενεργειακό επίπεδο Ε2 και να προκαλέσουν ακόμα μια εξαναγκασμένη εκπομπή. Αν αυτή η διαδικασία συνεχιστεί, στο τέλος δημιουργείται ένα φαινόμενο χιονοστιβάδας της εξαναγκασμένης εκπομπής, όπου όλα τα φωτόνια βρίσκονται σε συμφωνία φάσης και όπου η έξοδος του φωτός είναι ένας πολύ μεγάλος αριθμός φωτονίων σε φάση. Στο τέλος του φαινομένου της χιονοστιβάδας όλα τα άτομα του ενεργειακού επιπέδου  $E_2$ θα έχουν επιστρέψει στο ενεργειακό επίπεδο Ε<sub>1</sub> και θα μπορεί να ξεκινήσει πάλι η διαδικασία της άντλησης έτσι ώστε να επαναληφθεί ο κύκλος της εξαναγκασμένης εκπομπής. Κατά τη μετάβαση από το Ε2 στο Ε1 προκαλείται μια εκπομπή, η οποία ονομάζεται εκπομπή laser[14].



Σχήμα 4: Η αρχή λειτουργίας του Laser [14]

#### 2.2.2 Κατασκευή laser

Το σύστημα laser αποτελείται από τα ακόλουθα μέρη:

- Το οπτικό αντηχείο
- Το ενεργό μέσο
- Το μηχανισμό εξόδου
- Τρόποι άντλησης του ενεργού υλικού

Το οπτικό αντηχείο αποτελείται από δύο κάτοπτρα, τα οποία είναι τοποθετημένα παράλληλα το ένα στο άλλο. Ανάμεσα στα κάτοπτρα υπάρχει το ενεργό μέσο, που μπορεί να είναι στερεό, υγρό ή αέριο και αποτελείται από ένα πλήθος ατόμων ή μορίων, τα οποία διεγείρονται σε μια ανώτερη ενεργειακή κατάσταση. Μέσω του μηχανισμού εξαναγκασμένης εκπομπής μπορούν να εκπέμψουν ακτινοβολία.

Η οπτική κοιλότητα που σχηματίζεται προσφέρει θετική ανατροφοδότηση των φωτονίων λόγω ανάκλασης στα κάτοπτρα της κοιλότητας. Το ένα από τα δύο

κάτοπτρα είναι επίπεδο και ημιανακλαστικό και το άλλο κάτοπτρο είναι κοίλο και έχει ανακλαστικότητα 99.9%.

Το ημιανακλαστικό κάτοπτρο επιτρέπει την έξοδο της ακτινοβολίας. Το μέρος της ακτινοβολίας που διαφεύγει από το κάτοπτρο αυτό, αποτελεί την ακτινοβολία laser. Τα δύο κάτοπτρα αναγκάζουν τα φωτόνια να εκτελούν πολλαπλές διαδρομές μέσα στην κοιλότητα και να εξαναγκάζουν τα άτομα που βρίσκονται σε διεγερμένες καταστάσεις να αποδιεγερθούν. Με αυτόν τον τρόπο ενισχύεται η ακτινοβολία που δημιουργείται μέσα στην κοιλότητα και βγαίνει τελικά από αυτήν ενισχυμένη.

Το σύστημα εξόδου αποτελεί το ένα από τα δύο κάτοπτρα της κοιλότητας και συγκεκριμένα το ημιανακλαστικό. Το μέρος της ακτινοβολίας που δεν ανακλάται εξέρχεται από την κοιλότητα και αποτελεί την ακτινοβολία laser. Στα συνεχούς λειτουργίας laser το μεγαλύτερο μέρος της ακτινοβολίας παραμένει μέσα στην κοιλότητα και ελευθερώνεται μόνο ένα μικρό ποσοστό, ενώ στα παλμικά laser το μεγαλύτερο μέρος εξέρχεται από την κοιλότητα σε μια συγκεκριμένη χρονική στιγμή με τη μορφή ενός παλμού.

Η διέγερση του ενεργού μέσου συχνά αναφέρεται και ως άντληση. Η διαδικασία της άντλησης είναι καθοριστικής σημασίας για τη δημιουργία της δέσμης laser, αφού μέσω αυτής παρέχεται η απαιτούμενη ενέργεια ώστε τα άτομα του ενεργού μέσου να διεγερθούν και να προκληθεί η επιθυμητή αντιστροφή πληθυσμού. Αυτό επιτυγχάνεται με πολλούς τρόπους: οπτική άντληση, ηλεκτρική διέγερση (όταν το ενεργό μέσο είναι αέριο), διέγερση μέσω κρούσεων, χημική διέγερση και διέγερση με ηλεκτρικό ρεύμα [14].



Σχήμα 5: Βασική κατασκευή της κοιλότητας του laser [15]

#### 2.2.3 Ιδιότητες ακτινοβολίας laser

Η ακτινοβολία laser έχει τις εξής ιδιότητες [16]:

- Είναι μονοχρωματική: Καμία φωτεινή πηγή δε δίνει απόλυτα μονοχρωματικό φως, τα laser όμως δίνουν την καλύτερη δυνατή προσέγγιση προς το ιδανικό μονοχρωματικό φως. Η ακτινοβολία στην έξοδο ενός laser δεν έχει στην πραγματικότητα ένα σαφώς καθορισμένο μήκος κύματος, αλλά χαρακτηρίζεται από ένα φάσμα μηκών κύματος που παρουσιάζει ένα κεντρικό μέγιστο και ακολουθεί μια κατανομή Gauss [14].
- Κατευθυντικότητα: Κριτήριο για την κατευθυντικότητα της δέσμης είναι το λεγόμενο «άνοιγμά» της, που στην πράξη είναι το διπλάσιο της γωνίας που σχηματίζει η εξωτερική ακτίνα της δέσμης, με την κεντρική ακτίνα. Συνηθίζεται να εκφράζεται σε mrads.
- <u>Λαμπρότητα</u>: Τα laser είναι πηγές μεγάλης λαμπρότητας και έντασης ακτινοβολίας. Χαρακτηριστικά αναφέρεται ότι η λαμπρότητα της δέσμης ενός laser He – Ne, που έχει ισχύ 1 mWatt είναι κατά πολύ μεγαλύτερη από τη λαμπρότητα του ήλιου (τουλάχιστον 100 φορές μεγαλύτερη).
- Συμφωνία: τα laser παρουσιάζουν Τον υψηλότερο δυνατό βαθμό συμφωνίας από οποιαδήποτε άλλη φωτεινή πηγή. Αν μία πηγή φωτός είναι τελείως σύμφωνη και στο χώρο και στο χρόνο, υπάρχει απόλυτη και σταθερή συσχέτιση μεταξύ των μεταβολών του ηλεκτρικού πεδίου της φωτεινής ακτινοβολίας σ' ένα σημείο του χώρου, με αυτές σε κάθε άλλο σημείο του. Αν η μεταβολή αυτή του ηλεκτρικού πεδίου μετρηθεί και στα δύο σημεία αυτά, μπορεί να πει κανείς με μεγάλη βεβαιότητα σε κάθε επόμενη χρονική στιγμή τι κάνει το ηλεκτρικό πεδίο σ' ένα δέυτερο σημείο, απλώς και μόνο μετρώντας το πεδίο στο πρώτο σημείο.
- Πόλωση: Το φως των ηλεκτρικών λαμπτήρων, των λαμπτήρων φθορισμού, του ήλιου και των πολλών άλλων φωτεινών πηγών συμπεριφέρεται γενικά σαν «μη πολωμένο» ή «μερικά πολωμένο». Αντίθετα, πολλά laser παράγουν πολωμένο φως, είτε λόγω της γεωμετρίας του ενεργού τους υλικού, είτε επειδή έχουν προστεθεί οπτικά πολωτικά στοιχεία στο οπτικό αντηχείο τους.

#### 2.2.4 Εφαρμογές των laser

Τα laser έχουν πολλές εφαρμογές, οι κυριότερες των οποίων παρουσιάζονται ακολούθως:

- ο Ιατρική (θεραπεία γλαυκώματος, κοπή και καυτηρίαση ιστών).
- ο Βιομηχανία (κοπή με μεγάλη ακρίβεια)
- Κατεργασία των υλικών (διάτρηση, χάραξη, συγκόλληση κλπ)
- ο Τηλεμετρία (μέτρηση αποστάσεων από μακριά)
- ο Τοπογραφία και δομική (οπτικό νήμα στάθμης)
- ο Επικοινωνίες (τηλεπικοινωνίες μέσω οπτικών ινών)
- Στην καθημερινή ζωή (ανάγνωση κωδικών προϊόντων στα ταμεία των supermarkets, ανάγνωση CDs κλπ)
- ο Ολογραφία (δηλαδή τρισδιάστατη φωτογραφία)
- ο Χημεία (Φασματοσκοπία, φωτοχημικές αντιδράσεις)
- ο Στρατιωτική τεχνολογία (σκοπεύσεις ακριβείας)

### 2.2.5 Είδη laser

Σύμφωνα με τον τρόπο διέγερσης του ενεργού μέσου, τα laser κατατάσσονται στις ακόλουθες κατηγορίες [16]:

- Laser οπτικής άντλησης: Στην κατηγορία αυτή ανήκουν τα laser στερεού, με βασικούς εκπροσώπους τα laser Ruby, Nd:YAG και Nd:Glass. Βασικό τους χαρακτηριστικό είναι ότι η αναστροφή των πληθυσμών επιτυγχάνεται με την διαδικασία της οπτικής άντλησης, δηλαδή τον έντονο φωτισμό του ενεργού μέσου. Άλλα χαρακτηριστικά της κατηγορίας αυτής των laser είναι η υψηλή ισχύς εξόδου τους, συνήθως της τάξης των MWatt σε παλμική λειτουργία, και η δυνατότητα παραγωγής παλμών μικρής χρονικής διάρκειας, της τάξης των nsecs ή ακόμα και psecs.
- Laser ηλεκτρικής εκκένωσης: Στην κατηγορία αυτή ανήκουν τα laser των ατομικών, μοριακών και ιοντικών αερίων. Μπορούν να λειτουργήσουν συνεχώς ή παλμικά. Η περιοχή εκπομπής τους αρχίζει από το υπεριώδες και φθάνει μέχρι το μακροϋπέρυθρο.
- Χημικά laser: στην κατηγορία αυτή ανήκουν τα laser της σειράς του HF, (HF, DF, HCl, DCl, HBr, DBr) και το CO<sub>2</sub>. Η αναστροφή των πληθυσμών στην

περίπτωση αυτή, είναι το άμεσο ή έμμεσο αποτέλεσμα μιας σειράς εξώθερμων χημικών αντιδράσεων του τύπου: A+BC→AB+C+ενέργεια

- Laser δέσμης ηλεκτρονίων: σε αυτά τα laser, τα διάσπαρτα ηλεκτρόνια της κλασσικής ηλεκτρικής εκκένωσης, έχουν αντικατασταθεί από μια κατευθυνόμενη δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας.
- Laser διεγερμένων διμερών: στην κατηγορία αυτή ανήκουν τα laser ArF, KrF,
   XeCl και XeF, και όλα εκπέμπουν στην περιοχή του υπεριώδους.
- Laser φωτολυτικής άντλησης: στην περίπτωση αυτή χρησιμοποιείται μια λυχνία φλας για να διασπάσει ένα χημικό δεσμό και να δημιουργήσει το διεγερμένο ενεργό μέσο. Το πιο γνωστό laser της κατηγορίας αυτής είναι το laser ιωδίου, που εκπέμπει στα 1.315 μm.
- Laser που διεγείρονται από άλλα laser: η εξωτερική πηγή άντλησης εδώ είναι ένα άλλο laser. Τα συστήματα αυτά παράγουν γραμμές laser στο μακροϋπέρυθρο και συγκεκριμένα σε μήκη κύματος λ = 20 έως 2000 μm, όταν γίνεται χρήση αντλίας laser υπερύθρου.
- Laser ημιαγωγών: είναι τα πιο μικρά σε διαστάσεις laser και παράγονται μαζικά με μεθόδους κατασκευής διόδων και τρανζίστορς. Λόγω του μικρού τους μεγέθους και της υψηλής απόδοσής τους είναι οι πιο κατάλληλες πηγές για συστήματα τηλεπικοινωνιών και οπτικών ινών.

Πολλά διαφορετικά είδη laser χρησιμοποιούνται, αλλά μόνο ένας μικρός αριθμός αυτών είναι χρήσιμα για την επεξεργασία των υλικών. Τα laser που έχουν χρησιμοποιηθεί περισσότερο είναι το laser CO<sub>2</sub> και το Nd:YAG [17].

#### 2.2.5.1 Laser στερεού (Solid – State Lasers)

Τα περισσότερα *lasers στερεού* προέρχονται από οπτική διέγερση των ιόντων που «φιλοξενούνται» σε κάποιον κρύσταλλο ή άλλο στερεό υλικό. Τα πιο ευρέως χρησιμοποιούμενα είναι το laser Nd:YAG (Nd<sup>3+</sup> σε κρύσταλλο Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>) και το laser Nd-glass (Nd<sup>3+</sup> σε γυαλί) με μήκος κύματος ακτινοβολίας στα 1.06μm[17].

#### 2.2.5.1.1 Laser Nd:YAG

Τα laser Nd:YAG είναι παλμικά και, σήμερα, τα πιο ευρέως χρησιμοποιούμενα υψηλής ισχύος laser στερεού. Η λειτουργία τους βασίζεται στο ιόν Nd<sup>3+</sup>, σε ένα σύστημα τεσσάρων ενεργειακών επιπέδων μέσα στο ιόν, όπως φαίνεται στο παρακάτω σχήμα (Σχήμα 6) [17].



#### Σχήμα 6: Διάγραμμα ενεργειακών επιπέδων για το laser Nd:YAG [17]

ΥΑG (Yttrium aluminum garnet, Y<sub>3</sub>Al<sub>5</sub>O<sub>12</sub>), ονομάζεται ο κρύσταλλος, ο οποίος «φιλοξενεί» το νεοδύμιο (Nd). Κατά την πρόσμιξη του Nd στον κρύσταλλο YAG, το Nd αντικαθιστά το Ύττριο κατά την ανάπτυξη του κρυστάλλου με τη μέθοδο Czochralski. Συνήθως τα ποσοστά πρόσμιξης είναι από 0.5% έως 1.1% Nd. Αφού αναπτυχθεί ο κρύσταλλος κόβονται κυλινδρικά δισκία από αυτόν. Ο κρύσταλλος YAG έχει επιλεγεί εξαιτίας των θερμικών, οπτικών και μηχανικών του ιδιοτήτων. Είναι ένας πολύ ανθεκτικός κρύσταλλος, ακόμα και όταν παραμορφώνεται με την προσθήκη του ελαφρώς μεγαλύτερου ιόντος Nd.[17]

Τα laser Nd:YAG είναι οπτικά διεγερμένα lasers στερεού υλικού που απαιτούν έντονο φως για να πραγματοποιηθεί η άντληση και συγκεκριμένα περίπου 810 nm. Για τα περισσότερα laser αυτό το φως παρέχεται από λυχνίες Kr ή Xe [17].

Το laser Nd:YAG εκπέμπει σε μήκος κύματος ακτινοβολίας 1.064 μm. Με τη χρήση ειδικών κρυστάλλων οι οποίοι ονομάζονται μη γραμμικοί κρύσταλλοι, υπάρχει η δυνατότητα να υποδιπλασιαστεί το μήκος κύματος της ακτινοβολίας του laser. Συνεπώς το laser Nd:YAG μπορεί να εκπέμψει δέσμη μονοχρωματικής ακτινοβολίας σε μήκη κύματος 532nm, 355nm και 266 nm[17].

#### 2.2.6 Εφαρμογές του laser στην κατεργασία υλικών

Τα laser έχουν τις εξής εφαρμογές στην κατεργασία των υλικών:

- Συγκολλήσεις
- Κοπή
- Χάραξη
- Διάνοιξη οπών
- Επιφανειακές κατεργασίες

#### Επιφανειακή κατεργασία μετάλλου ή κράματος με laser

Το laser παρουσιάζει σημαντικές ιδιότητες, οι οποίες το καθιστούν απαραίτητο για την επιφανειακή κατεργασία των μεταλλικών, κυρίως, υλικών. Όταν προσπίπτει η ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία μιας δέσμης laser πάνω σε ένα μεταλλικό υλικό, ένα μέρος αυτής ανακλάται, ένα μέρος της διαπερνά το υλικό και ένα μέρος της απορροφάται από τις επιφανειακές του στοιβάδες. Έτσι το laser είναι μια πηγή ενέργειας για την επιφανειακή θέρμανση, τήξη και εξάχνωση των μετάλλων. Η επιφανειακή κατεργασία των μεταλλικών υλικών με laser παρουσιάζει τα εξής πλεονεκτήματα [18]:

- Χημική καθαρότητα
- Έλεγχος της διάδοσης της θερμότητας στο υλικό
- Μικρή, συνήθως, μηχανική κατεργασία του υλικού μετά την κατεργασία του με laser
- Κατεργασία του υλικού από απόσταση
- Εύκολος αυτοματισμός της κατεργασίας

Η ακτινοβόληση με laser μιας επιφάνειας ενός μετάλλου ή κράματος, μπορεί με πολλούς τρόπους να προσδώσει σε αυτήν σημαντικές ιδιότητες. Στην πιο απλή εφαρμογή του laser, η απότομη θέρμανση και ψύξη των επιφανειακών στρωμάτων του υλικού, μπορεί να οδηγήσει σε μετασχηματισμό και σκλήρωση της επιφάνειας. Για παράδειγμα, ο χάλυβας μπορεί να σαρωθεί με laser και να προκύψει ένα επιφανειακό στρώμα μαρτενσίτη, με σκληρότητα τέσσερις φορές μεγαλύτερη από τη σκληρότητα του χάλυβα.

Μια άλλη μέθοδος επεξεργασίας της επιφάνειας των μετάλλων με laser είναι αυτή της τήξης ενός λεπτού επιφανειακού στρώματος του υλικού. Αυτή η μέθοδος απαιτεί

έως και τρεις φορές μεγαλύτερη ενέργεια από αυτή που απαιτείται για τη σκλήρωση του υλικού με μετασχηματισμό φάσης και επίσης μπορεί να προκαλέσει σημαντική αύξηση της τραχύτητας της επιφάνειας. Αυτά όμως τα μειονεκτήματα αντισταθμίζονται από την ικανότητα της επιφανειακής τήξης με laser να μειώνει τις επιφανειακές ατέλειες των μεταλλικών υλικών και να προκαλεί εκλέπτυνση της μικροδομής (λόγω της ταχύτατης στερεοποίησης) και άρα βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων.

Με τη βοήθεια της δέσμης του laser μπορεί να γίνει επιφανειακή κραμάτωση ενός μεταλλικού υλικού. Κατά τη διαδικασία αυτή, λαμβάνει χώρα ολική τήξη ενός επιστρώματος (το οποίο βρίσκεται πάνω σε μια μεταλλική επιφάνεια) με μια μικρή περιοχή του υποστρώματος. Έτσι δημιουργείται νέο κράμα από τη διάχυση των στοιχείων μεταξύ επιστρώματος / υποστρώματος. Η επιφανειακή κραμάτωση με τη χρήση laser επιτρέπει την επιλογή συγκεκριμένων περιοχών της επιφάνειας ενός υλικού και την αλλαγή της σύστασης αυτών, έτσι ώστε να προκύπτουν αντίστοιχες επιφανειακές περιοχές με αυξημένη αντίσταση στην τριβή και τη διάβρωση.

Στην επιφανειακή κατεργασία μετάλλων ή κραμάτων με laser ανήκει και η τεχνική cladding. Κατά την τεχνική αυτή, επίστρωσης με laser, ένα μεταλλικό έλασμα ή κάποιο κραματικό στοιχείο με τη μορφή σκόνης, τοποθετείται σε ένα μεταλλικό υπόστρωμα και τήκεται με τη δέσμη του laser. Το υπόστρωμα τήκεται και αυτό αλλά μόνο τόσο ώστε να παραχθεί μεταλλουργικός δεσμός μεταξύ της επιφάνειας του υποστρώματος και του επιστρώματος [18, 19]

#### 2.3 Διάβρωση μετάλλων σε υδατικό περιβάλλον

Η διάβρωση των μετάλλων σε υδατικό περιβάλλον είναι ένα φαινόμενο ηλεκτροχημικής φύσης, καθώς περιλαμβάνει δράσεις μεταξύ ιόντων και ηλεκτρονίων.

Όταν ένα μέταλλο εμβαπτιστεί σε κάποιο διαβρωτικό μέσο, που δεν περιέχει διαλυμένο οξυγόνο πραγματοποιείται μια αντίδραση διάλυσης του μετάλλου, η οποία μπορεί να γραφεί:

$$Me \rightarrow Me^{n+} + ne$$

όπου n τα ηλεκτρόνια σθένους που διαθέτει το Μέταλλο (Me).

Σύμφωνα με την παραπάνω αντίδραση, ένα άτομο του μετάλλου προσφέρει τα ηλεκτρόνια σθένους που διαθέτει και περνά στο διάλυμα με τη μορφή κατιόντος. Πρόκειται για μια ανοδική αντίδραση οξείδωσης του μετάλλου.

Αντίστοιχα η αναγωγή των μεταλλικών ιόντων περιγράφεται όπως ακολούθως:

#### $\mathrm{Me}^{\mathrm{n+}} + \mathrm{ne} \to \mathrm{Me}$

Συλλογικά, όταν ένα μέταλλο, καθαρό και ομογενές, είναι βυθισμένο σε έναν ηλεκτρολύτη που περιέχει ιόντα του μετάλλου, μεταξύ του μετάλλου και του διαλύματος πραγματοποιείται η ακόλουθη αντίδραση ισορροπίας:

#### $Me \leftrightarrow Me^{n+} + ne$

Στη θέση ισορροπίας η ταχύτητα της αντίδρασης οξείδωσης ισούται με την ταχύτητα της αντίδρασης αναγωγής. Το μέταλλο αποτελεί ένα αντιστρεπτό ηλεκτρόδιο και καθώς το σύστημα βρίσκεται σε ισορροπία δεν πραγματοποιείται διάβρωση.

Στην πράξη είναι αδύνατον να μετρήσουμε απευθείας το δυναμικό ισορροπίας μεταξύ ενός μετάλλου και ενός διαλύματός του. Το δυναμικό αυτό μετράται χρησιμοποιώντας ένα ηλεκτρόδιο αναφοράς, στο οποίο μπορούμε να ανάγουμε όλες τις μετρήσεις. Κατά σύμβαση θεωρούμε ότι το δυναμικό αναγωγής του υδρογόνου, το οποίο χρησιμοποιείται ως δυναμικό αναφοράς είναι μηδέν:

#### $2H^+ + 2e \rightarrow H_2$

Εφόσον η διάβρωση είναι αποτέλεσμα ηλεκτροχημικής δράσης, για να είναι δυνατόν να πραγματοποιηθεί πρέπει να υπάρχει ένα γαλβανικό στοιχείο, στο οποίο να είναι δυνατή η κυκλοφορία ηλεκτρικού ρεύματος μεταξύ της ανόδου και της καθόδου. Δηλαδή ρεύμα ηλεκτρονίων μεταξύ ανόδου και καθόδου μέσω του ποτενσιοστάτη και ρεύμα ιόντων μεταξύ των ηλεκτροδίων μέσω του ηλεκτρολύτη.

Η ταχύτητα διάβρωσης εξαρτάται κυρίως από το ρεύμα διάβρωσης μεταξύ των ηλεκτροδίων, το οποίο μετρείται σε Ampere (A).

Τα ηλεκτρόνια ρέουν από την άνοδο, που είναι το αρνητικό ηλεκτρόδιο, στην κάθοδο, που είναι το θετικό ηλεκτρόδιο[8, 20].

#### 2.3.1 Ποτενσιοδυναμική διάβρωση

Με τη βοήθεια της ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης μελετάται η διαβρωτική συμπεριφορά του υλικού, σε ένα εύρος τιμών δυναμικού. Για την πραγματοποίηση της ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης χρησιμοποιείται η ακόλουθη διάταξη (Σχήμα 7)



Σχήμα 7: Διάταξη διάβρωσης [21]

Η μέτρηση του δυναμικού διάβρωσης πραγματοποιείται με τη χρήση ηλεκτροδίου αναφοράς καλομέλανα (Saturated Calomel Electrode – SCE). Το σύστημα των τριών ηλεκτροδίων (ηλεκτρόδιο γραφίτη, ηλεκτρόδιο αναφοράς και το δείγμα) συνδέεται με διάταξη Γαλβανοστάτη-Ποτενσιοστάτη (Galbanostat-Potentiostat) της EG&G Instruments Princeton applied research, μέσω της οποίας εφαρμόζεται δεδομένη διαφορά δυναμικού (-250mV από το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης έως +1600 mV vs SCE). Κατά τη διάρκεια του πειράματος καταγράφονται το δυναμικό του δοκιμίου ως προς τον καλομέλανα και το ρεύμα διάβρωσης που διέρχεται από το δοκίμιο προς τον γραφίτη.

Τα τρία ηλεκτρόδια πρέπει να τοποθετούνται στις κορυφές ενός νοητού ισόπλευρου τριγώνου όπως φαίνεται στο Σχήμα 8.



Σχήμα 8: Κάτοψη των ηλεκτροδίων κατά τη διαδικασία της διάβρωσης [21]

Πριν ξεκινήσει η διαδικασία της ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης πρέπει το δοκίμιο να εμβαπτιστεί στο διαβρωτικό διάλυμα για 30 λεπτά, έτσι ώστε να ισορροπήσει το ελεύθερο δυναμικό διάβρωσης του δοκιμίου στο διάλυμα και να αποκτήσει μια σχετικά σταθερή τιμή. Στην ποτενσιοδυναμική διάβρωση το ρεύμα αναπαριστά το ρυθμό με τον οποίο πραγματοποιούνται οι αντιδράσεις οξείδωσης στην άνοδο ή αναγωγής στην κάθοδο και εκφράζεται είτε ως το ρεύμα ανά μονάδα επιφάνειας του ηλεκτροδίου εργασίας, είτε ως πυκνότητα ρεύματος.

Μία τυπική καμπύλη I – V ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης παρουσιάζεται στο Σχήμα 9.

Όπως φαίνεται και στο Σχήμα 9, η διαδικασία ξεκινά από το σημείο 1 και ολοκληρώνεται στο σημείο 2. Υπάρχουν πολλά χαρακτηριστικά σημεία στην καμπύλη αυτή [20]:

- Το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης (OCP), που βρίσκεται στο σημείο Α. Σε αυτό το δυναμικό το δείγμα βρίσκεται σε ηλεκτρική ουδετερότητα και συνεπώς το ρεύμα διάβρωσης είναι κοντά στο μηδέν.
- Το καθοδικό τμήμα, η καμπύλη για δυναμικά μικρότερα από το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης (OCP). Σε αυτές τις περιοχές δυναμικού το προς διάβρωση δοκίμιο είναι αρνητικά φορτισμένο και πραγματοποιούνται αντιδράσεις αναγωγής. Ακόμη γίνεται εισδοχή κατιόντων υδρογόνου (H<sup>+</sup>) σε αυτό.
- Το ανοδικό τμήμα, η καμπύλη για δυναμικά μεγαλύτερα από το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης (OCP). Σε αυτές τις περιοχές του δυναμικού, το προς διάβρωση δοκίμιο είναι θετικά φορτισμένο και πραγματοποιείται αντίδραση οξείδωσης του μετάλλου.

Στο ανοδικό τμήμα της καμπύλης μπορούμε να διακρίνουμε:

- Την περιοχή AB: σε αυτήν την περιοχή η τιμή του ρεύματος αυξάνει απότομα για μικρή αύξηση της τιμής του δυναμικού. Συνεπώς, λαμβάνει χώρα έντονη διάβρωση του μετάλλου.
- Το σημείο C: το σημείο αυτό είναι γνωστό ως δυναμικό παθητικοποίησης και καθώς το δυναμικό αυξάνεται, η πυκνότητα του ρεύματος μειώνεται (σημείο D) μέχρι να φτάσει σε μια χαμηλή τιμή πυκνότητας ρεύματος (παθητική περιοχή περιοχή E). Αυτό ερμηνεύεται ως εξής: το ρεύμα διάβρωσης του μετάλλου μέσα στο διαβρωτικό περιβάλλον, φτάνει σε πολύ υψηλές τιμές με αποτέλεσμα να δημιουργείται στην επιφάνεια του μετάλλου ένα στρώμα προϊόντων διάβρωσης (οξειδίων), το οποίο εμποδίζει την περαιτέρω διάβρωση του μετάλλου και έτσι το μέταλλο

παθητικοποιείται. Αν το στρώμα αυτό καταστραφεί, τότε η διάβρωση του μετάλλου συνεχίζεται.

 Μόλις το δυναμικό φτάσει το σημείο F, το οποίο ονομάζεται και δυναμικό διάσπασης, το εφαρμοζόμενο ρεύμα αυξάνεται ραγδαία (περιοχή G). Αυτή η αύξηση μπορεί να οφείλεται στην τοπική ή και ολική διάσπαση των προϊόντων διάβρωσης στην επιφάνεια του μετάλλου, που ως εκείνο το σημείο δρούσαν προστατευτικά.



log (Current Density)

#### Σχήμα 9: Θεωρητική καμπύλη ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης

#### 2.3.2 Μέθοδοι προστασίας από τη διάβρωση

Οι μέθοδοι που εφαρμόζονται για την προστασία των μεταλλικών επιφανειών από την διάβρωση στοχεύουν στη μείωση της ταχύτητας διάβρωσης, είτε με τη μεταβολή των θερμοδυναμικών στοιχείων, είτε με τη μεταβολή των κινητικών στοιχείων της διαβρωτικής δράσης.

Οι κυριότερες μέθοδοι προστασίας, που αποβλέπουν στη μείωση της ταχύτητας διάβρωσης είναι:

- Τροποποιήσεις των υλικών
- Τροποποιήσεις του περιβάλλοντος
- Τροποποιήσεις του ηλεκτροδιακού δυναμικού υλικού-περιβάλλοντος

#### <u>Τροποποιήσεις των υλικών</u>

Η αντίσταση του μετάλλου στη διάβρωση, που πρέπει να αποτελεί τον πρώτο παράγοντα επιλογής του, μπορεί να αυξηθεί σημαντικά με προσθήκες ή και διεργασίες, που τροποποιούν τη σύστασή του (κραματοποίηση ή καθαρισμός), τη δομή του (θερμική κατεργασία), ή τις εσωτερικές του τάσεις (θερμική κατεργασία ή κατεργασία διαμόρφωσης εν ψυχρώ). Οι προσθήκες αυτές παθητικοποιούν ή διευκολύνουν την παθητικοποίηση του και μειώνουν τις κρυσταλλικές ατέλειες. Η διαδικασία καθαρισμού, καθώς και οι θερμικές κατεργασίες επιλέγονται βάσει της φύσης του υλικού.

#### <u>Τροποποιήσεις του περιβάλλοντος</u>

Οι κυριότεροι τρόποι επέμβασης στο περιβάλλον για την προστασία από την διάβρωση είναι οι παρακάτω:

- Απομάκρυνση του οξυγόνου ή των οξειδωτικών από το νερό με κατεργασία υπό κενό, με αδρανές αέριο, ή με προσθήκη ουσιών, που δεσμεύουν το οξυγόνο
- Απομάκρυνση των οξέων με εξουδετέρωση
- Απομάκρυνση των αλάτων με ιοντοεναλλαγή
- Ελάττωση της σχετικής υγρασίας του περιβάλλοντος αέρα με αύξηση της θερμοκρασίας
- Απομάκρυνση του νερού από τον αέρα με αφύγρανση
- Απομάκρυνση των στερεών σωματιδίων από το νερό ή τον αέρα με φιλτράρισμα ή άλλη κατάλληλη τεχνική
- Χρήση αναστολέων (ανοδικούς, καθοδικούς, μικτούς). Με τον όρο «αναστολείς» εννοούμε τις ουσίες εκείνες, που όταν προστεθούν σε μικρές συγκεντρώσεις σε ένα διαβρωτικό περιβάλλον, ελαττώνουν την ταχύτητα διάβρωσης.

#### Τροποποιήσεις του ηλεκτροδιακού δυναμικού υλικού-περιβάλλοντος

Η μέθοδος τροποποίησης του ηλεκτροδιακού δυναμικού μετάλλου-περιβάλλοντος μεταβάλλει την κινητική της ανοδικής ή καθοδικής δράσης, μειώνοντας έτσι την τάση του υλικού να υποστεί διάβρωση ή απομονώνει το μέταλλο από το διαβρωτικό περιβάλλον του.

Κυριότερες μέθοδοι της κατηγορίας αυτής είναι:

α) Καθοδική προστασία: πρόκειται για μια μέθοδο, που μπορεί να εφαρμοστεί όπου συμβαίνει ηλεκτροχημική διάβρωση, της οποίας η ταχύτητα μειώνεται έως και μηδενίζεται με την παροχή ηλεκτρονίων στο μέταλλο. Το δυναμικό του μετάλλου μετατοπίζεται σε πιο αρνητικές τιμές, ώστε να αποτελέσει την κάθοδο ενός ηλεκτρολυτικού κελιού. Πρέπει να ληφθεί υπόψη ότι, αν το δυναμικό του μετάλλου μετατοπιστεί πολύ αρνητικά, προκαλείται υπερπροστασία με την έννοια των αυξημένων τιμών της ταχύτητας καθοδικής αντίδρασης. Αποτέλεσμα της υπερπροστασίας είναι είτε η αύξηση του pH με δυσμενείς συνέπειες στην αντοχή των χρωμάτων, είτε στην παραγωγή υδρογόνου που προκαλεί ευθραστοποίηση του μετάλλου.

Η καθοδική προστασία εφαρμόζεται με δύο τρόπους:

Α. Με επιβαλλόμενα εξωτερικά ρεύματα

Β. Με θυσιαζόμενες ανόδους

- β) Ανοδική προστασία: Με την μέθοδο αυτή η ταχύτητα διάβρωσης του μετάλλου μειώνεται με την επιβολή ανοδικού ρεύματος μέσω ποτενσιοστάτη. Το δυναμικό του μετάλλου, που αποτελεί την άνοδο στο ηλεκτρολυτικό κελί, μετατοπίζεται σε ηλεκτροθετικότερη κατεύθυνση, σε σχέση με το δυναμικό διάβρωσης.
- γ) Χρήση επιστρωμάτων: Η χρήση επιστρωμάτων είναι η πιο κοινή μέθοδος αντιδιαβρωτικής προστασίας. Η προστατευτική δράση των διαφόρων τύπων επιστρωμάτων οφείλεται στον προκαλούμενο διαχωρισμό του μετάλλου από το διαβρωτικό του περιβάλλον, στην αύξηση της ηλεκτρικής του αντίστασης ή στη μεταβολή της ανοδικής ή και της καθοδικής πόλωσης. Η προστατευτική τους δράση εξαρτάται από το πάχος τους, τις ιδιότητες τους, όπως η μηχανική αντοχή, η πρόσφυση, η διαπερατότητα κ.λ.π

Η εφαρμογή των επιστρωμάτων γίνεται κατόπιν μιας προεργασίας της προς κάλυψη επιφάνειας, που αφορά κυρίως τον καθαρισμό της. Συνήθως ο καθαρισμός αυτός περιλαμβάνει τα παρακάτω στάδια: απομάκρυνση οργανικών ουσιών (π.χ. λάδια, γράσα) με πτητικούς οργανικούς διαλύτες, ή με αλκαλικούς απολιπαντές, με ατμό ή και με υπερήχους, και απομάκρυνση ανόργανων ουσιών (π.χ. σκουριά) με μηχανικές, θερμικές ή και χημικές μεθόδους.

Τα επιστρώματα διακρίνονται στις παρακάτω κατηγορίες:

i) Μεταλλικά επιστρώματα

- Περισσότερο ευγενή
- Λιγότερο ευγενή
- ii) Μη μεταλλικά ανόργανα επιστρώματα
  - Οξείδια
  - Φωσφορικά
  - Χρωμικά
  - Εμαγιέ
- iii) Οργανικά Επιστρώματα
  - Χρώματα
  - Βερνίκια
  - Λάκες

#### Προστασία με θυσιαζόμενες επικαλύψεις

Πρόκειται για μεταλλικές σκόνες που προστίθενται στο επίστρωμα. Πρέπει τόσο το μέταλλο προέλευσης τους να είναι πιο ανοδικό από το μέταλλο του υποστρώματος, όσο και τα σωματίδια της σκόνης να διατηρούν την ηλεκτρονική επαφή μεταξύ τους και με το υπόστρωμα. Ο μηχανισμός δράσης τους είναι παρόμοιος με αυτόν της καθοδικής προστασίας.

#### 2.3.3 Συνήθεις τύποι διάβρωσης του αλουμινίου

Οι συνηθέστεροι τύποι διάβρωσης του αλουμινίου είναι οι εξής:

- I. Ομοιόμορφη προσβολή: Είναι συνηθισμένη μορφή διάβρωσης, στην οποία όλη η επιφάνεια του μετάλλου προσβάλλεται στον ίδιο βαθμό π.χ. από χλωριόντα. Μπορεί να αποφευχθεί με διάφορες μεθόδους, όπως η ανοδίωση και /ή χρωμάτωση.
- II. Βελονοειδής διάβρωση (pitting corrosion): Αυτή η μορφή διάβρωσης εμφανίζεται σαν νέφος πολλών σκουρόχρωμων στιγμάτων στην επιφάνεια του υλικού. Τα στίγματα αυτά έχουν μικρές εσοχές, γεμάτες με οξείδια. Βελονοειδής διάβρωση προκαλεί η υγρασία, η συνεχής επαφή με επιθετικό υγρό περιβάλλον (NaCl) καθώς και οι μικροτραυματισμοί της επιφάνειας. Η βελονοειδής διάβρωση είναι ίσως η συνηθέστερη μορφή οξείδωσης του αλουμινίου.
- ΙΙΙ. Γαλβανική διάβρωση (galvanic corrosion): Όταν δύο αγωγοί, διαφορετικής
χημικής σύνθεσης και διαφορετικής ηλεκτροθετικότητας, ενώνονται ευρισκόμενοι μέσα σε υγρό αγώγιμο φορέα, παρατηρείται το φαινόμενο της γαλβανικής διάβρωσης. Είναι από τις πιο δραστικές μορφές διάβρωσης, αφού παρατηρείται κίνηση φορτίου από το υλικό με το αρνητικότερο δυναμικό διάβρωσης, προς το υλικό με το μεγαλύτερο δυναμικό διάβρωσης. Έτσι, στο υλικό με το αρνητικότερο δυναμικό παρατηρείται απώλεια μάζας (διάβρωση).

- IV. Περικρυσταλλική διάβρωση (Intergranular corrosion): Σε αυτή την μορφή διάβρωσης τα όρια των κόκκων μετασχηματίζονται σε ανόδους και δημιουργούν γαλβανικό στοιχείο με το εσωτερικό του κόκκου (κάθοδος), με αποτέλεσμα την τοπική διάβρωση του υλικού. Συνήθως αυτός ο τύπος διάβρωσης οφείλεται στα κατακρημνίσματα (precipitations), τα οποία μπορεί να συμπεριφέρονται είτε ανοδικά είτε καθοδικά ως προς τους γειτονικούς κόκκους του μετάλλου.
  - V. Διάβρωση κοιλοτήτων (Crevice corrosion): Πρόκειται για έντονη και τοπικού χαρακτήρα διάβρωση, η οποία εμφανίζεται σε εγκοπές (κοιλότητες) του μετάλλου και οφείλεται στην παρουσία νερού ή υγρασίας στις εσοχές αυτές. Το περιβάλλον υγρασίας θεωρείται απαραίτητο για την ανάπτυξη και διάδοση της διάβρωσης.

Το είδος αυτής της διάβρωσης παρουσιάζεται σε κράματα αλουμινίου που στοιβάζονται σε αποθηκευτικούς χώρους κάτω από ακατάλληλες συνθήκες (υγρασία). Η θολή όψη του κράματος στο σημείο της σπηλαιώδους διάβρωσης σε αντίθεση με την γυαλιστερή και ανοιχτόχρωμη υπόλοιπη επιφάνειά του δίνει ένα άσχημο οπτικώς αποτέλεσμα. Για αυτό τα κράματα του αλουμινίου και των υπολοίπων μετάλλων πρέπει να φυλάσσονται σε μέρη απαλλαγμένα από υγρασία.

VI. Τριχοειδής διάβρωση (Filiform corrosion): Αυτός ο τύπος διάβρωσης έχει τριχοειδή μορφή και εμφανίζεται είτε κάτω από το πολύ λεπτό στρώμα οξειδίου παθητικής επιφανειακής αυτοπροστασίας, είτε κάτω από στρώμα επιφανειακής βαφής. Κυριότερα αίτια είναι η επιθετικότητα του περιβάλλοντος, συνδυαζόμενη με την ελλιπή προστασία. Η ζημιά είναι κυρίως αισθητική (π.χ. επιφάνειες εξωτερικών επικαλύψεων).

# 3. Προηγούμενες συναφείς μελέτες

Το αντικείμενο της παρούσας διπλωματικής εργασίας ήταν η επιφανειακή κατεργασία με laser, κράματος αλουμινίου 5754. Πιο συγκεκριμένα δοκίμια του δεδομένου κράματος αλουμινίου ακτινοβολήθηκαν με δέσμη παλμικού laser Nd:YAG (355 nm), με διαφορετικές πυκνότητες ισχύος (από 60 MW/cm<sup>2</sup> έως 140 MW/cm<sup>2</sup>) και διαφορετικό αριθμό παλμών ανά βήμα (από 50 pps έως 200 pps). Μελετήθηκε η επίδραση της ακτινοβόλησης του κράματος στη δομή και τη χημική του σύσταση, καθώς και σε ορισμένες τεχνολογικές ιδιότητες όπως, στην τραχύτητα, στη μικροσκληρότητα και στην αντοχή του σε διαβρωτικό περιβάλλον 0.3M NaCl.

Ορισμένες ερευνητικές μελέτες σχετικές με την κατεργασία μεταλλικών υλικών με laser παρατίθενται ακολούθως:

- Ο Χρ. Ν. Παναγόπουλος κ.ά. [22] ακτινοβόλησαν με δέσμη παλμικού laser Nd:YAG υψηλής ισχύος, υπό διάφορες συνθήκες, δοκίμια χαλκού. Πραγματοποίησαν μεταλλογραφική και δομική μελέτη των κατεργασμένων δοκιμίων και μελέτησαν τη μεταβολή της επιφανειακής τραχύτητας και της μικροσκληρότητας των επιφανειακών στοιβάδων του δοκιμίου. Παρατήρησαν το σχηματισμό «κοιλάδων» και «λόφων» στην επιφάνεια των κατεργασμένων δοκιμίων. Με τη βοήθεια της περίθλασης των ακτίνων – Χ διαπίστωσαν την παρουσία οξειδίων στις επιφάνειες των κατεργασμένων δοκιμίων και αύξηση της μικροσκληρότητας στις επιφανειακές στοιβάδες του χαλκού.
- Τ. Μ. Yue κ.ά. [23] κατεργάστηκαν την επιφάνεια κράματος αλουμινίου 7075 με δέσμη παλμικού excimer KrF laser, με μήκος κύματος ακτινοβολίας 248 nm και μελέτησαν την αντιδιαβρωτική του συμπεριφορά σε διάλυμα NaCl. Με τη βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Διερχόμενης Δέσμης διαπίστωσαν την ύπαρξη ενός λεπτού στρώματος (100 nm 150 nm) α–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> στην επιφάνεια της τηγμένης περιοχής. Με τη βοήθεια των καμπυλών ποτενσιοδυναμικής πόλωσης παρατήρησαν μείωση του ρεύματος διάβρωσης των κατεργασμένων δοκιμίων σε σχέση με τα ακατέργαστα. Κατέληξαν στο συμπέριασμα ότι η ύπαρξη ενός παθητικού οξειδίου στην επιφάνεια των κατεργασμένων δοκιμίων λειτουργεί προστατευτικά ως προς την αντιδιαβρωτική του συμπεριφορά.

- Μ. Α. Pinto κ.ά. [4] μελέτησαν την επίδραση της κατεργασίας με συνεχές laser CO<sub>2</sub> στη μικροδομή και στη σκληρότητα του κράματος Al 15 κ.β. % Cu, μεταβάλλοντας την ταχύτητα μετακίνησης της δέσμης. Από την παρατήρηση των κατεργασμένων δοκιμίων στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης διαπίστωσαν την ύπαρξη τριών ζωνών λεπτόκοκκης δομής: της ζώνης κυτταρικής ανάπτυξης, της δενδριτικής ζώνης με διεύθυνση δενδριτών κάθετη στην διεύθυνση της δέσμης του laser και της δενδριτικής ζώνης με διεύθυνση δενδριτών παρατήρησαν ότι οι διαστάσεις της κάθε ζώνης μεταβάλλονταν, ανάλογα με την ταχύτητα της δέσμης του laser. Επίσης μελέτησαν τη μικροσκληρότητα στις επιφανειακές στοιβάδες του κατεργασμένου υλικού η οποία βρέθηκε να είναι έως και τρεις φορές μεγαλύτερη σε σχέση με το ακατέργαστο υλικό.
- Ο Χρ. Ν. Παναγόπουλος κ.ά. [24] μελέτησαν την επιφανειακή κατεργασία κράματος αλουμινίου 2024, με δέσμη παλμικού excimer KrF laser. Τα κατεργασμένα δοκίμια παρατηρήθηκαν στο Οπτικό Μικροσκόπιο και το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης. Η επιφάνειά τους παρουσίαζε εναλλαγή σκουρόχρωμων και ανοιχτόχρωμων ζωνών, στις οποίες πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις με τη βοήθεια του μικροαναλυτή στοιχείων (EDAX). Με τη βοήθεια της περίθλασης ακτίνων Χ διαπιστώθηκε η παρουσία οξειδίων του αλουμινίου στην επιφάνεια των κατεργασμένων με laser δοκιμίων. Στην κάθετη τομή τους διακρίθηκε ζώνης τήξης, η οποία παρουσίαζε δενδριτική δομή. Επιπλέον η τραχύτητα της επιφάνειας βρέθηκε να μεταβάλλεται σε συνάρτηση με την πυκνότητα ισχύος.
- Οι S. Y. Liu κ.ά. [25], μελέτησαν τη μικροδομή κράματος μαγνησίου αλουμινίου, που είχε υποστεί επιφανειακή τήξη με παλμικό laser Nd:YAG. Εκτιμήθηκε ο συντελεστής απορρόφησης του κράματος καθώς και η διαβάθμιση της θερμοκρασίας και η ταχύτητα απόψυξης της ζώνης τήξης. Επιπλέον, μελετήθηκε η δομή και η σύσταση της ζώνης αυτής με τη βοήθεια Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Διερχόμενης Δέσμης (TEM). Στο διάγραμμα περίθλασης ακτίνων – Χ κατεργασμένου

δοκιμίου, παρατηρήθηκαν κορυφές β-Mg<sub>17</sub>Al<sub>12</sub> και a-Mg. Η μικροστκληρότητα των επιφανειακών στοιβάδων του κατεργασμένου υλικού παρουσίαζε διπλάσια τιμή σε σχέση με το ακατέργαστο υλικό. Τέλος πραγματοποιήθηκαν πειράματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης του ακατέργαστου και των κατεργασμένων δοκιμίων, σύμφωνα με τα αποτελέσματα των οποίων η αντιδιαβρωτική ικανότητα του κράματος φάνηκε να βελτιώνεται μετά την κατεργασία με το laser.

Οι Τ. Τ. Wong και G. Y. Liang [26] μελέτησαν την επίδραση της κατεργασίας με laser CO<sub>2</sub>, στη δομή και την αντιδιαβρωτική συμπεριφορά κραμάτων αλουμινίου
– πυριτίου. Με τη βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης διαπίστωσαν εκλέπτυνση των κόκκων στη ζώνης τήξης και αύξηση του ποσοστού του πυριτίου σε αυτή, σε σύγκριση με τις περιοχές που δεν είχαν επηρεαστεί από το laser. Τέλος παρατήρησαν βελτιωμένη αντοχή των κατεργασμένων δοκιμίων στη διάβρωση, καθώς επίσης καλύτερη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά όσο αυξάνεται το ποσοστό του πυριτίου στο κράμα.

# 4. Σκοπός της παρούσας μελέτης

Ο σκοπός της παρούσας διπλωματικής εργασίας ήταν η επιφανειακή κατεργασία κράματος αλουμινίου 5754 με δέσμη παλμικού laser Nd:YAG, μήκους κύματος ακτινοβολίας 355nm, διάρκειας παλμού 10 ns και συχνότητας 10 Hz.

Τα δοκίμια ακτινοβολήθηκαν με διαφορετικές πυκνότητες ισχύος (140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup>) και διαφορετικό αριθμό παλμών ανά βήμα (50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps) και μελετήθηκαν τα ακόλουθα:

- Η επίδραση της μεταβολής της πυκνότητας ισχύος και του αριθμού των παλμών ανά βήμα της κατεργασίας αυτής, στη μορφολογία της επιφάνειας και στη δομή των επιφανειακών στοιβάδων του κράματος.
- Η μεταβολή της σκληρότητας σε συνάρτηση με την πυκνότητα ισχύος και τον αριθμό των παλμών ανά βήμα, ως προς το βάθος από την επιφάνεια του δοκιμίου
- Η τραχύτητα της επιφάνειας, με τη μεταβολή της πυκνότητας ισχύος και του αριθμού παλμών ανά βήμα.

Επίσης πραγματοποιήθηκαν πειράματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης ώστε να προσδιοριστεί η αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων σε σχέση με το ακατέργαστο δοκίμιο.

Τέλος πραγματοποιήθηκε μελέτη της μορφολογίας της επιφάνειας των διαβρωμένων δοκιμίων, ενώ παράλληλα ταυτοποιήθηκαν και τα προϊόντα της διάβρωσης.

Η μορφολογία και η χημική σύσταση των δοκιμίων μελετήθηκε με Οπτικό Μικροσκόπιο Jenavert SL 100 και Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης Jeol6380LV. Ο δομικός τους χαρακτηρισμός έγινε με τη βοήθεια του περιθλασίμετρου ακτίνων – Χ μάρκας Bruker D8 Focus. Η τραχύτητα των κατεργασμένων και μη δοκιμίων, μετρήθηκε με Προφιλόμετρο Perthen Perthometer και η μικροσκληρότητα αυτών με Μικροσκληρόμετρο HMV 2000 Shimadzu.

Τέλος τα πειράματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης έγιναν με τη χρήση Ποτενσιοστάτη – Γαλβανοστάτη της EG&G Instruments Princeton Applied Research.

# 5. Πειραματικό μέρος

# Γενικά

Τα πειράματα που αφορούσαν τη διπλωματική εργασία πραγματοποιήθηκαν στο Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της σχολής Μηχανικών Μεταλλείων Μεταλλουργών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου, καθώς και στο Εθνικό Ίδρυμα Ερευνών (Ε.Ι.Ε.).

Στο κεφάλαιο αυτό περιγράφεται η πειραματική διαδικασία που ακολουθήθηκε, τα στάδια προετοιμασίας των δοκιμίων του κράματος για τη μεταλλογραφία και την επιφανειακή κατεργασία με laser, καθώς και οι εργαστηριακές συσκευές που χρησιμοποιήθηκαν.

# 5.1 Δοκίμια αλουμινίου και προετοιμασία

# <u>Γενικά</u>

Προκειμένου να γίνει μεταλλογραφία του κράματος αλουμινίου 5754, που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα μελέτη , προηγήθηκαν οι ακόλουθες διαδικασίες προετοιμασίας:

- Κοπή δοκιμίων
- Αποτατική ανόπτηση
- Εγκιβωτισμός
- Λείανση
- Στίλβωση
- Προσβολή

Για την προετοιμασία των δοκιμίων του ίδιου κράματος, τα οποία προορίζονταν για επιφανειακή κατεργασία με laser, ακολουθήθηκαν οι ίδιες διαδικασίες, χωρίς όμως τα στάδια της στίλβωσης και της προσβολής.

# <u>Κοπή</u>

Πολλές φορές το προς εξέταση υλικό είναι σε τέτοιες διαστάσεις που είναι δύσκολος ο χειρισμός του και η τοποθέτησή του σε διάφορα όργανα, όπως για παράδειγμα το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Επίσης είναι απαραίτητη η εξέταση πολλών διαφορετικών επιφανειών του υλικού για να παρατηρηθούν τυχόν αλλαγές στις ιδιότητες και τη δομή του. Επιπλέον, είναι συνήθως απαραίτητο να υπάρχουν πολλά δοκίμια από το ίδιο υλικό ώστε να εξεταστεί με διαφορετική τεχνική το καθένα. Για τους παραπάνω λόγους είναι απαραίτητη η κοπή δοκιμίων από τον αρχικό όγκο του υλικού.

Για την κοπή των δοκιμίων χρησιμοποιούνται διάφορες τεχνικές. Οι πιο συνηθισμένη είναι η κοπή με κοπτικό τροχό ή με μηχανικό πριόνι. Η επιλογή του τροχού ή του πριονιού γίνεται με βάση την επιθυμητή ακρίβεια της κοπής, την επιθυμητή ποιότητα της επιφάνειας κοπής και τη σκληρότητα του υλικού. [27]

Για την πραγματοποίηση της παρούσας διπλωματικής εργασίας κόπηκαν δείγματα κράματος αλουμινίου 5754 με τη βοήθεια κοπτικού τροχού. Τα δοκίμια είχαν διαστάσεις 0.7cm x 3cm x 0.1cm.

#### <u>Εγκιβωτισμός</u>

Με τον εγκιβωτισμό το δείγμα προστατεύεται και γίνεται πιο εύχρηστο στα στάδια της λείανσης, της στίλβωσης, της προσβολής και της τοποθέτησής του στο μικροσκόπιο ή το περιθλασίμετρο ακτίνων –Χ.

#### <u>Λείανση</u>

Η λείανση πραγματοποιείται με σκοπό την εξάλειψη των γεωμετρικών ανωμαλιών της επιφάνειας των δοκιμίων. Μπορεί να πραγματοποιηθεί είτε με μηχανικές είτε με ηλεκτροχημικές μεθόδους. Στη μηχανική λείανση που πραγματοποιείται στο εργαστήριο χρησιμοποιούνται χαρτιά Smirdex με σκληρούς κόκκους καρβιδίου του πυριτίου (SiC). Η αποξεστική δράση αυτών των κόκκων έχει ως αποτέλεσμα να εξαλείφονται οι ανωμαλίες που έχουν μέγεθος μεγαλύτερο από το μέσο μέγεθος των κόκκων. [8]

Τα λειαντικά χαρτιά τοποθετούνται σε έναν περιστρεφόμενο δίσκο. Στο αρχικά στάδια της λείανσης χρησιμοποιούμε λειαντικά χαρτιά με μεγάλο μέγεθος κόκκων καρβιδίου του πυριτίου και σε τελικό στάδιο με μικρό μέγεθος κόκκων.

#### <u>Αποτατική ανόπτηση</u>

Μετά το πέρας της λείανσης ακολούθησε αποτατική ανόπτηση των δοκιμίων του κράματος αλουμινίου 5754. Ο σκοπός αυτής της θερμικής κατεργασίας ήταν η εξάλειψη των παραμενουσών τάσεων που προκλήθηκαν από τις προηγούμενες κατεργασίες του υλικού, όπως είναι η λείανση και η κοπή.

Η διαδικασία περιλαμβάνει τη θέρμανση του υλικού για ορισμένο χρονικό διάστημα στην κατάλληλη θερμοκρασία και στη συνέχεια βραδεία απόψυξη αυτού. Κατά το στάδιο της θέρμανσης γίνεται ανακατανομή των ατόμων, ενώ στο στάδιο της βραδείας απόψυξης πραγματοποιείται η χαλάρωση των παραμενουσών τάσεων. [8]

#### <u>Στίλβωση</u>

Με τη στίλβωση η επιφάνεια του δοκιμίου γίνεται ακόμα πιο επίπεδη. Η στίλβωση γίνεται με τη χρήση ειδικών απαλών υφασμάτων πάνω στα οποία τοποθετείται αδαμαντόπαστα με διάμετρο κόκκων διαμαντιού της τάξης των μm.

#### Προσβολή

Τα όρια των κόκκων μπορούν εύκολα να παρατηρηθούν στο οπτικό μικροσκόπιο μετά από καλή λείανση, στίλβωση και προσβολή του δοκιμίου με κατάλληλο αντιδραστήριο. Η προσβολή μπορεί να είναι χημική ή ηλεκτροχημική. Η χημική προσβολή γίνεται με εμβάπτιση της επιφάνειας του δοκιμίου σε κατάλληλο χημικό αντιδραστήριο για ορισμένο χρόνο, αναλόγως το είδος του υλικού. Στην ηλεκτροχημική προσβολή το δοκίμιο βυθίζεται στο αντιδραστήριο και με τη βοήθεια ηλεκτρικού ρεύματος πραγματοποιείται η προσβολή.

Στα όρια των κόκκων, η ενέργεια είναι αυξημένη με αποτέλεσμα τα όρια των κόκκων να συμμετέχουν πολύ ευκολότερα σε αντιδράσεις. Με την προσβολή, τα όρια προσβάλλονται πολύ πιο γρήγορα σε σχέση με το εσωτερικό των κόκκων. Τα όρια «τρώγονται» και ανακλούν το φως λιγότερο σε σχέση με τους κόκκους και κατά συνέπεια φαίνονται στο οπτικό μικροσκόπιο σα σκοτεινές γραμμές. [28]

#### Προετοιμασία δοκιμίων κράματος αλουμινίου 5754

Όλα τα δοκίμια του κράματος αλουμινίου που χρησιμοποιήθηκαν στην πειραματική διαδικασία αρχικά λειάνθηκαν με λειαντικά χαρτιά των 600 και 800 gritt και στη συνέχεια υποβλήθηκαν σε αποτατική ανόπτηση στους 350 °C για δύο ώρες. Η απόψυξή τους έγινε μέσα στο φούρνο.

Τα δοκίμια που προορίζονταν για την επιφανειακή κατεργασία με το laser, μετά τη διαδικασία της αποτατικής ανόπτησης λειάνθηκαν με χαρτί 1200 gritt προκειμένου να απομακρυνθεί το οξείδιο που είχε δημιουργηθεί επιφανειακά κατά τη διάρκεια της αποτατικής ανόπτησης και δεν στιλβώθηκαν έτσι ώστε να αποφευχθεί η έντονη αντανάκλαση της ακτινοβολίας του laser.

Τα δοκίμια που προορίζονταν για τη μεταλλογραφία του κράματος αλουμινίου 5754, μετά τη διαδικασία της αποτατικής ανόπτησης λειάνθηκαν επίσης, με χαρτί 1200 gritt και στη συνέχεια ακολούθησε η στίλβωση αυτών, με τη χρήση αδαμαντόπαστας 3μm σε πρώτο στάδιο και 1μm σε τελευταίο στάδιο. Για την παρατήρηση των ορίων των κόκκων του κράματος αλουμινίου 5754, έγινε χημική προσβολή με διάλυμα σύστασης 10ml απιονισμένου νερού και 0.5 ml HF. Το δοκίμιο εμβαπτίστηκε στο διάλυμα για 8 λεπτά.

#### 5.2 Ατομική Απορρόφηση (Atomic Absorption Spectrometry)

Η ατομική απορρόφηση είναι μια διαδικασία με την οποία γίνεται ποιοτικός και ποσοτικός προσδιορισμός στοιχείων μέσω της απορρόφησης ακτινοβολίας από άτομα σε αέρια κατάσταση. Η ακτινοβολία που απορροφάται ανήκει στην ορατή και υπεριώδη περιοχή του φάσματος.

Τα κυριότερα μέρη του αναλυτικού οργάνου της ατομικής απορρόφησης είναι (Σχήμα 10) [29]:

(a) Η καθοδική λυχνία παραγωγής πολυχρωματικής ακτινοβολίας (Παράγει ακτινοβολία με μήκος κύματος χαρακτηριστικό του μήκους κύματος που απορροφάει το μέταλλο που έχουμε να εξετάσουμε)

(b) Το περιστρεφόμενο διάφραγμα (ελαττώνει τις αλληλεπιδράσεις και παρεμβολές του φωτός ή της ακτινοβολίας από εξωτερικές πηγές)

(c) Ο καυστήρας που δημιουργεί τη φλόγα (φέρνει το δείγμα σε μορφή θεμελιώδους κατάστασης, δηλαδή γίνεται ατομοποίηση του δείγματος)

(d) Ο μονοχρωμάτορας (απομονώνει την επιθυμητή ακτινοβολία)

(e) Ο ανιχνευτής (μετατρέπει την ενέργεια σε σήμα)

(f) Ο ενισχυτής

(g) Το καταγραφικό



Σχήμα 10: Διάγραμμα ροής φασματόμετρου AAS [29]

#### 5.3 Κατεργασία δοκιμίων με laser Nd:YAG

Η κατεργασία των δοκιμίων έγινε με παλμικό laser Nd:YAG με μήκος κύματος ακτινοβολίας,  $\lambda = 355$  nm (τρίτη αρμονική του μήκους κύματος ακτινοβολίας του laser Nd:YAG). Το laser κατεργάστηκε επιφάνεια εμβαδού 2.5 x 0.7 cm<sup>2</sup>. Η χρονική διάρκεια του παλμού ήταν t<sub>p</sub> = 10 ns και η συχνότητα των παλμών 10 Hz. Η κατεργασία πραγματοποιήθηκε σε συνθήκες περιβάλλοντος χωρίς τη χρήση προστατευτικού αερίου.

Η κατεργασία των δοκιμίων με laser επηρεάζεται από τις εξής παραμέτρους: την πυκνότητα ισχύος (MW/cm<sup>2</sup>), τους παλμούς ανά βήμα (pps), τη συχνότητα των παλμών (Hz) και το ποσοστό επικάλυψης των διαδοχικών βημάτων (overlapping %).

Στην παρούσα μελέτη, η συχνότητα των παλμών και το ποσοστό επικάλυψης των διαδοχικών βημάτων διατηρήθηκαν σταθερά, ενώ μεταβαλλόταν η πυκνότητα ισχύος και ο αριθμός των παλμών ανά βήμα, με σκοπό τη μελέτη της επίδρασης αυτών στις τελικές ιδιότητες των κατεργασμένων δοκιμίων.

#### 5.3.1. Μέτρηση της πυκνότητας ισχύος του laser

Προκειμένου να υπολογιστεί η πυκνότητα ισχύος του laser, ακτινοβολήθηκαν δοκίμια με ενέργεια laser: 30 mJ, 25 mJ, 20 mJ και 15 mJ και με 50, 100, 150 και 200 παλμούς για κάθε τιμή ενέργειας, χωρίς αλληλοεπικάλυψη των αποτυπωμάτων (overlapping). Από τα αποτυπώματα που δημιουργήθηκαν μετρήθηκε η πυκνότητα ισχύος για κάθε ενέργεια.

Στη συνέχεια παρατίθεται η φωτογραφία δύο αποτυπωμάτων από ακτινοβόληση ενέργειας 30mJ και 200 παλμών, σαν παράδειγμα (Εικόνα 2)



Εικόνα 2: Αποτυπώματα ακτινοβόλησης με ενέργεια 30 mJ και αριθμό παλμών 200

Χρησιμοποιώντας την κλίμακα (1mm αντιστοιχεί σε 2.1 cm), παρατηρείται ότι το εμβαδόν του κάθε αποτυπώματος της φωτογραφίας ισούται με 0.022.

Η ενέργεια του laser είναι 30mJ, δηλαδή  $30x10^{-3}$ J. Επίσης 1W = 1J/sec. Η διάρκεια του κάθε παλμού είναι 10ns, δηλαδή  $10x10^{-9}$  sec =  $10^{-8}$  sec. Αν διαιρεθεί η ενέργεια με τη διάρκεια του παλμού προκύπτει ότι τα 30mJ αντιστοιχούν σε  $30x10^{-3}$ J/ $10^{-8}$ sec =  $30x10^{5}$  J/sec =  $30x10^{5}$  W.

Διαιρώντας την ισχύ με το εμβαδόν του αποτυπώματος υπολογίζεται πυκνότητα ισχύος της δέσμης.

Συνεπώς όταν η ενέργεια είναι 30mJ προκύπτει ο παρακάτω πίνακας (Πίνακας 4).

Αριθμός παλμών	Επιφάνεια αποτυπώματος (cm <sup>2</sup> )	Πυκνότητα ισχύος (MW/cm <sup>2</sup> )
50	0.020	150
50	0.021	143
100	0.022	136
100	0.022	136
150	0.022	136
150	0.020	150
200	0.022	136
200	0.022	136

Πίνακας 4 : Υπολογισμός πυκνότητας ισχύος για τα 30mJ

Ο αριθμός των παλμών δεν επηρεάζει σημαντικά το εμβαδό του αποτυπώματος του laser στο δοκίμιο

Από το μέσο όρο των μετρήσεων προκύπτει ότι για εν<br/>έργεια 30mJ η πυκνότητα ισχύος είναι 140  $\rm MW/cm^2$ 

Ομοίως όταν η ενέργεια είναι 25 mJ υπολογίζονται τα εξής (Πίνακας 5) :

Αριθμός	Επιφάνεια αποτυπώματος	Πυκνότητα ισχύος
παλμών	(cm2)	( <b>MW/cm2</b> )
50	0.023	109
50	0.023	109
100	0.023	109
100	0.023	109
150	0.022	114
150	0.023	109
200	0.023	109
200	0.023	109

Πίνακας 5.	νπολογ	ισμός πη	κνότητας	IGYNOC VIG	τα 25m I
IIIvanay 5.	1 //////	ισμος πο	Riotifica	10,005 110	

Ο αριθμός των παλμών δεν επηρεάζει σημαντικά το εμβαδό του αποτυπώματος του laser στο δοκίμιο και έτσι από το μέσο όρο των μετρήσεων προκύπτει ότι για ενέργεια 25mJ η πυκνότητα ισχύος είναι 110 MW/cm<sup>2</sup>.

Ομοίως όταν η ενέργεια είναι 20 mJ υπολογίζονται τα εξής (Πίνακας 6) :

Αριθμός	Επιφάνεια αποτυπώματος	Πυκνότητα ισχύος
παλμών	(cm2)	(MW/cm2)
50	0.025	80
50	0.024	83
100	0.024	83
100	0.025	80
150	0.024	83
150	0.024	83
200	0.026	77
200	0.027	75

$\Pi'_{\mu\nu}$	V-al ann á			<b>3</b> 0 <b>T</b>
$\mathbf{H}$	$\mathbf{Y} \pi 0 \mathbf{X} 0 \mathbf{V} 0 0$	$\sim \pi$ i)kvotnt $\alpha$	$\mathbf{n}$	$\tau \alpha / \mu m. \mu$
	1 10100 100000			
2				

Παρατηρείται πάλι ότι για ενέργεια 20mJ η πυκνότητα ισχύος είναι 80 MW/cm<sup>2</sup>.

Ομοίως όταν η ενέργεια είναι 15 mJ προκύπτουν τα ακόλουθα (Πίνακας 7):

Πίνακας 7:	Υπολογισμός	πυκνότητας	ισχύος για τ	a 15mJ
------------	-------------	------------	--------------	--------

Αριθμός	Επιφάνεια αποτυπώματος	Πυκνότητα ισχύος
παλμών	(cm2)	(MW/cm2)
50	0.023	65
50	0.023	65
100	0.025	60
100	0.025	60
150	0.025	60
150	0.025	60
200	0.028	54
200	0.028	54

Παρατηρείται ότι για ενέργεια 15mJ η πυκνότητα ισχύος είναι 60 MW/cm².

# 5.3.2. Υπολογισμός της απαιτούμενης πυκνότητας ισχύος για τήξη και εξάχνωση του αλουμινίου

Η απορροφούμενη πυκνότητα ισχύος του laser στην επιφάνεια του αλουμινίου,  $I_o$ , είναι η ισχύς της δέσμης ανά μονάδα επιφάνειας του αλουμινίου,  $I_0 = A \times I_i$ , όπου A είναι η απορροφητικότητα και  $I_i$  είναι η πυκνότητα ισχύος της προσπίπτουσας ακτινοβολίας.

Η θερμοκρασία της επιφάνειας  $T_s$ , του αλουμινίου κατά τη διάρκεια της ακτινοβόλησης με το laser δίνεται από την παρακάτω εξίσωση

$$T_{s}(0,t) = \frac{I_{o}}{k} \left(\frac{4\kappa t}{\pi}\right)^{1/2} = \frac{A \times I_{i}}{k} \left(\frac{4\kappa t}{\pi}\right)^{1/2} T_{s}(0,t) = \frac{I_{o}}{k} \left(\frac{4\kappa t}{\pi}\right)^{1/2} = \frac{A \times I_{i}}{k} \left(\frac{4\kappa t}{\pi}\right)^{1/2}$$
(1)

Με τη βοήθεια της παραπάνω εξίσωσης είναι δυνατόν να εκτιμηθεί η απαιτούμενη πυκνότητα ισχύος  $I_i$ , για τήξη  $(T_i = T_m)$  και εξάχνωση $(T_i = T_v)$  του υλικού που ακτινοβολείται, με διάρκεια παλμού,  $\tau_p$ .

$$I_i = \frac{k \times T_i}{A} \left(\frac{\pi}{4\kappa\tau_p}\right)^{1/2}$$
(2)

Όπου k είναι η θερμική αγωγιμότητα του αλουμινίου και κ είναι ο συντελεστής θερμικής διάχυσης. Επίσης η απορροφητικότητα του αλουμινίου, Α, ισούται με 1 – R, όπου R η ανακλαστικότητά του. [30]

Χρησιμοποιούνται οι ακόλουθες φυσικές παράμετροι για το αλουμίνιο, όπως αυτές παρουσιάζονται στον παρακάτω πίνακα (Πίνακας 8) [31]. Η ανακλαστικότητα του αλουμινίου για μήκος κύματος ακτινοβολίας 355nm είναι 75%, όπως προσδιορίζεται και από το ακόλουθο διάγραμμα (Διάγραμμα 2) [32]



Διάγραμμα 2: Η ανακλαστικότητα των μετάλλων συναρτήσει του μήκους κύματος της προσπίπτουσας ακτινοβολίας

Πίνακας 8: Φυσικές παράμετροι για το αλουμίνιο

Metal	R	Р	k	κ	c <sub>p</sub>
		$(g/cm^3)$	(W/cmK)	$(cm^2/s)$	(J/gK)
Al	0.75	2.70	2.57	0.98	0.97

Επομένως για Tm = 933 K (θερμοκρασία τήξης του αλουμινίου) ισχύει:

$$\begin{split} I_{\iota} &= \frac{2.57 \ W \cdot \ cm^{-1} \cdot K^{-1} \cdot 933K}{1 - 0.75} \cdot \sqrt{\frac{3.14}{4 \cdot 0.98 cm^2 \cdot s^{-1} \cdot 10^{-8} s}} \\ &= \frac{2397.81 \ W \cdot \ cm^{-1}}{0.25} \cdot 0.89 \times 10^4 \frac{1}{cm} \\ &= 9591.24 \ \frac{W}{cm} \cdot 0.89 \times 10^4 \frac{1}{cm} = 8536.20 \times 10^4 \frac{W}{cm^2} \approx 85 \ \frac{MW}{cm^2} \end{split}$$

Ομοίως για Τν = 2739,85 Κ (θερμοκρασία εξάχνωσης του αλουμινίου) ισχύει:

$$\begin{split} I_{\iota} &= \frac{2.57 \ W \cdot \ cm^{-1} \cdot K^{-1} \cdot 2739.85K}{1 - 0.75} \cdot \sqrt{\frac{3.14}{4 \cdot 0.98 cm^2 \cdot s^{-1} \cdot 10^{-8} s}} \\ &= \frac{7041.41 \ W \cdot \ cm^{-1}}{0.25} \cdot 0.89 \times 10^4 \frac{1}{cm} \\ &= 28165.64 \ \frac{W}{cm} \cdot 0.89 \times 10^4 \frac{1}{cm} = 25067.41 \times 10^4 \frac{W}{cm^2} \approx 251 \frac{MW}{cm^2} \end{split}$$

Σύμφωνα με τους παραπάνω υπολογισμούς η απαιτούμενη πυκνότητα ισχύος για την τήξη και την εξάχνωση του αλουμινίου, είναι μεγαλύτερη από την πυκνότητα ισχύος του laser, που υπολογίστηκε προηγουμένως. Αυτό δε σημαίνει όμως ότι δε συμβαίνει τήξη του κράματος, διότι οι αρχικοί παλμοί λειτουργούν ως προκατεργασία της επιφάνειας για τους παλμούς που ακολουθούν. Η ενέργεια των φωτονίων που προσπίπτουν και απορροφώνται από την επιφάνεια του αλουμινίου, μετατρέπεται σε θερμότητα και αυξάνει έτσι η τοπική θερμοκρασία της επιφάνειας του μετάλλου. Καθώς αυξάνεται η θερμοκρασία, αυξάνεται και η απορροφητικότητα του υλικού με αποτέλεσμα να απορροφούνται περισσότερα φωτόνια. Επίσης λόγω του οξειδίου που σχηματίζεται στην επιφάνεια αυξάνεται ο αριθμός των απορροφούμενων φωτονίων δεδομένου ότι τα οξείδια παρουσιάζουν μικρότερη ανακλαστικότητα έναντι του μετάλλου. Επιπροσθέτως, η τραχύτητα της επιφάνειας παίζει σημαντικό ρόλο στην απορρόφηση της ακτινοβολίας εφόσον πιο τραχειές επιφάνειες απορροφούν

Από τα παραπάνω γίνεται αντιληπτό ότι η απαιτούμενη πυκνότητα ισχύος για την τήξη του κράματος που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα διπλωματική εργασία, είναι μικρότερη από την υπολογισθείσα τιμή.

## 5.4 Μεταλλογραφία

Η μεταλλογραφία της επιφάνειας και της κάθετης τομής των κατεργασμένων και των ακατέργαστων δοκιμίων, με τη βοήθεια του οπτικού μικροσκοπίου και του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης, είναι απαραίτητη στη διεξαγωγή συμπερασμάτων σχετικά με τη δομή και τη μορφολογία αυτών.

#### 5.4.1. Οπτικό μικροσκόπιο

Με το οπτικό μικροσκόπιο είναι δυνατή η παρατήρηση της μικροδομής των μετάλλων και των κραμάτων.

Τα κύρια μέρη ενός οπτικού μικροσκοπίου είναι:

- Οι φακοί που κατευθύνουν τη φωτεινή δέσμη
- Οι μεγεθυντικοί φακοί
- Η τράπεζα πάνω στην οποία τοποθετείται το προς παρατήρηση δοκίμιο και επιτρέπει τη μετακίνησή του μέσω κατάλληλης διάταξης
- Οι διατάξεις που ρυθμίζουν την ένταση και τη συγκέντρωση του φωτός

Κάθε μικροσκόπιο διαθέτει δύο τύπους μεγεθυντικών φακών, τους αντικειμενικούς και τους προσοφθάλμιους. Οι αντικειμενικοί φακοί συγκεντρώνουν το ανακλώμενο από το μεταλλικό δοκίμιο φως και συνθέτουν την εικόνα. Οι προσοφθάλμιοι φακοί βρίσκονται στο σημείο του μικροσκοπίου από το οποίο παρατηρεί ο χρήστης και μεγεθύνουν την παραγόμενη από τον αντικειμενικό φακό εικόνα, δίνοντας την τελική εικόνα που βλέπει ο χρήστης. Η συνολική μεγέθυνση της παρατηρούμενης εικόνας είναι το γινόμενο της μεγέθυνσης του αντικειμενικού και του προσοφθάλμιου φακού.

Η πηγή ακτινοβολίας που χρησιμοποιείται συνήθως, είναι το λευκό φως. Το οπτικό μικροσκόπιο έχει διακριτική ικανότητα περίπου 200nm, μεγεθυντική ικανότητα x1000 και βάθος πεδίου της τάξης των nm.

Με τον όρο διακριτική ικανότητα εννοούμε την ελάχιστη απόσταση μεταξύ δύο σημείων πάνω στο δείγμα που μπορούν να γίνουν ορατά με το μικροσκόπιο. Βάθος πεδίου είναι η μέγιστη απόσταση κατά μήκος του άξονα του μικροσκοπίου, στην οποία μπορεί να κινηθεί το δοκίμιο, χωρίς το μάτι μας να διακρίνει αλλαγές στην εστίαση της εικόνας. Εκφράζει δηλαδή το πόσο γρήγορα καθώς απομακρυνόμαστε από την εστία, χάνουμε την εστίαση.



#### Σχήμα 11: Διάγραμμα λειτουργίας οπτικού (μεταλλογραφικού) μικροσκοπίου [8]

Για την παρατήρηση του δοκιμίου στο οπτικό μικροσκόπιο απαιτείται προετοιμασία η οποία περιλαμβάνει τα εξής στάδια

- κοπή των δοκιμίων
- εγκιβωτισμό
- λείανση και στίλβωση της επιφάνειας που πρόκειται να παρατηρηθεί στο μικροσκόπιο
- προσβολή (χημική ή ηλεκτροχημική) [8, 34]

Το οπτικό μικροσκόπιο (Jenavert SL 100), χρησιμοποιήθηκε για την παρατήρηση της δομής του κράματος αλουμινίου 5754 και επίσης της επιφάνειας και της κάθετης τομής αυτού μετά την κατεργασία με το laser.

#### 5.4.2. Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM)

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM) χρησιμοποιείται για την παρατήρηση επιφανειών και σε συνδυασμό με κατάλληλα συστήματα μικροανάλυσης για την στοιχειακή ανάλυση συγκεκριμένων περιοχών της υπό παρατήρηση εικόνας. Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στην αλληλεπίδραση του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων σε αυτό.

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης αποτελείται κυρίως από το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το θάλαμο που τοποθετείται το δείγμα, την αντλία κενού και το σύστημα ανιχνευτών και παρουσίασης.

Τα ηλεκτρόνια παράγονται από ένα σύρμα βολφραμίου (κάθοδος) και επιταχύνονται προς την άνοδο, στην οποία εφαρμόζεται ένα δυναμικό 1-30KV. Η άνοδος δημιουργεί ισχυρές ελκτικές δυνάμεις στα ηλεκτρόνια, με αποτέλεσμα να τα επιταχύνει και να τα κατευθύνει. Η παραγόμενη δέσμη ηλεκτρονίων έχει τυπικά ενέργεια από μερικές εκατοντάδες eV μέχρι περίπου 50KeV και εστιάζεται από ένα σύστημα φακών εστίασης, οι οποίοι είναι συνδεδεμένοι με κατάλληλα διαφράγματα. Αμέσως μετά, αυτή η εστιασμένη δέσμη περνά μέσα από ζεύγη πηνίων σάρωσης, τα οποία την εκτρέπουν οριζόντια και κάθετα έτσι ώστε να σαρώνουν μια τετραγωνική περιοχή της επιφάνειας του δείγματος. Τα πηνία αυτά είναι τοποθετημένα σε δύο ζεύγη γύρω από τη δέσμη, με το ένα ζεύγος να ελέγχει την κίνηση της δέσμης στην κατεύθυνση X και το άλλο την κίνησή της στην κατεύθυνση Y. Ένα χρονικά μεταβαλλόμενο ρεύμα καθορίζει το μαγνητικό πεδίο και άρα την εκτροπή της δέσμης ώστε αυτή να στέλνεται στο σωστό σημείο. Τα ίδια τα πηνία ελέγχονται με την γεννήτρια σάρωσης, η οποία με τη σειρά της συνδέεται με τον έλεγχο μεγέθυνσης και την οθόνη (σχήμα 12).

Η δέσμη των ηλεκτρονίων προσπίπτει στο δείγμα και το είδος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας από την επιφάνεια του δείγματος εξαρτάται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των ατόμων του υλικού, και μπορεί να είναι (σχήμα 13):

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

Τα σήματα των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, κυρίως, ενισχύονται και δημιουργούν ένα οπτικό σήμα. Έτσι είναι δυνατή η μεγεθυμένη απεικόνιση σε μια οθόνη, της επιφάνειας του δείγματος που σαρώνει η δέσμη των ηλεκτρονίων.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από την ανελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα που βρίσκονται στα επιφανειακά στρώματα του δοκιμίου (συγκεκριμένα σε βάθος 10nm). Έχουν ενέργεια 50eV και δίνουν πληροφορίες κυρίως για την τοπογραφία της επιφάνειας του δοκιμίου. Η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και τις επιφανειακές ανωμαλίες του δείγματος.

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν ενέργεια από 5 έως 50KeV. Προκύπτουν από την ελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων του δοκιμίου, που βρίσκονται σε βάθος 100nm. Η ένταση του παραγόμενου σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων. Δίνουν μια εικόνα κατανομής των στοιχείων (οι φωτεινές περιοχές αντιστοιχούν σε βαριά στοιχεία ενώ οι πιο σκουρόχρωμες σε ελαφριά).

Τα ηλεκτρόνια Auger προέρχονται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των υποστοιβάδων των επιφανειακών ατόμων (σε βάθος 1nm). Το φάσμα που προκύπτει είναι κατάλληλο για στοιχειακές χημικές αναλύσεις της επιφάνειας του υλικού.

Οι χαρακτηριστικές ακτίνες Χ, παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος. Όταν φεύγει ένα ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα καλύπτει το κενό πέφτοντας στην χαμηλότερη στοιβάδα και εκπέμποντας την διαφορά ενεργείας σαν ακτίνες Χ. Η ενέργεια αυτών των ακτινών είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια του ατόμου.

Το βάθος πεδίου του SEM και η διακριτική του ικανότητα είναι πολύ μεγαλύτερα σε σχέση με το οπτικό μικροσκόπιο. Το SEM, μπορεί να φτάσει σε μεγεθύνσεις της τάξης x10000-30000. Επίσης τα δοκίμια δε χρειάζεται να έχουν τόσο καλή επιπεδότητα όσο στο οπτικό μικροσκόπιο, έτσι μετά από κοπή, λείανση και χημική προσβολή είναι δυνατόν να παρατηρηθούν στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Η χημική προσβολή είναι απαραίτητη έτσι ώστε να είναι πιο έντονη η τοπογραφία της επιφάνειας και η ένταση του σήματος που προέρχεται από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια να είναι αυξημένη.



Σχήμα 12: Σχηματικό διάγραμμα ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης



Σχήμα 13: Αλληλεπίδραση δέσμης ηλεκτρονίων-ύλης

Κατά τη χρήση του SEM, η στήλη πρέπει να βρίσκεται υπό κενό για να μπορεί να παραχθεί και να διατηρηθεί σταθερή η δέσμη των ηλεκτρονίων.

Με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης υπάρχει και η δυνατότητα χημικής στοιχειακής ανάλυσης (EDS). Η ανάλυση EDS είναι μια διαδικασία που πραγματοποιείται για να προσδιοριστεί η χημική σύνθεση μιας μεγάλης ή μιας μικρής περιοχής του δείγματος. Κατά την παρατήρηση ενός δοκιμίου στο SEM η δέσμη των ηλεκτρονίων που προσπίπτει πάνω στο δείγμα έχει σαν αποτέλεσμα και την παραγωγή ακτίνων X, όπως προαναφέρθηκε. Οι ακτίνες X παράγονται από το επιφανειακό στρώμα του δοκιμίου και συγκεκριμένα μέχρι βάθος 1μm. Η ανάλυση αυτής της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας οδηγεί σε στοιχειακή χημική ανάλυση της επιφάνειας.

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης χρησιμοποιήθηκε με σκοπό την εξέταση της δομής του κράματος αλουμινίου 5754, της επιφάνειας των κατεργασμένων με laser δοκιμίων και της κάθετης τομής αυτών. Επίσης πραγματοποιήθηκαν χημικές αναλύσεις με τη χρήση του Μικροαναλυτή Στοιχείων EDAX σε όλες τις παραπάνω περιοχές.

#### 5.5 Κρυσταλλική δομή

#### 5.5.1. Περίθλαση ακτίνων-X (X-Ray Diffraction, XRD)

Η μέθοδος της περίθλασης των ακτίνων-Χ είναι η πιο ευρέως χρησιμοποιούμενη μέθοδος για την ταυτοποίηση των φάσεων ενός μεταλλικού υλικού.

Οι ακτίνες X είναι εγκάρσια ηλεκτρομαγνητικά κύματα, όπως το φως ,αλλά με μήκος κύματος που κυμαίνεται από 0.01 εως 0.25 nm. Έχουν πολύ μικρό μήκος κύματος για να μπορούν να διεισδύουν στο υλικό.

Η μέθοδος βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής ακτινοβολίας ακτίνων-Χ γνωστού μήκους κύματος λ, επάνω στα επίπεδα του κρυσταλλικού πλέγματος του εξεταζόμενου δείγματος και στη συνέχεια τον προσδιορισμό των εσωτερικών διαστημάτων d των επιπέδων του πλέγματος τα οποία είναι χαρακτηριστικά της κάθε φάσης. Στα κρυσταλλικά στερεά η διαπλεγματική απόσταση d είναι της ίδιας τάξης μεγέθους με το μήκος κύματος λ της προσπίπτουσας ακτινοβολίας Χ.

Για τον υπολογισμό του d, καταγράφεται η ένταση της περιθλώμενης ακτινοβολίας σε συνάρτηση με τη γωνία 2θ, όπου θ η γωνία πρόσπτωσης. Από την εξίσωση του νόμου του Bragg υπολογίζεται το d για τα διάφορα επίπεδα (hkl). Στη συνέχεια με τη βοήθεια κατάλληλης βάσης δεδομένων, προσδιορίζεται το είδος των φάσεων του υπό εξέταση υλικού.

Σύμφωνα με το νόμο του Bragg:

$$n^*\lambda = 2^*d^*\sin\theta$$
,

όπου  $\lambda$  το μήκος κύματος των ακτίνων-X και **n** η τάξη περίθλασης (στις περισσότερες περιπτώσεις η περίθλαση είναι πρώτης τάξης οπότε n = 1)



Σχήμα 14: Πρόσπτωση ακτίνων Χ σε έναν κρύσταλλο.

Στις εργαστηριακές διατάξεις για την παραγωγή των ακτίνων-Χ χρησιμοποιούνται οι καθοδικοί σωλήνες. Οι ακτίνες-Χ παράγονται μέσα στους καθοδικούς σωλήνες με την πρόσκρουση μιας δέσμης ηλεκτρονίων πάνω σε ένα μεταλλικό στόχο, που λέγεται άνοδος. Η δέσμη των ηλεκτρονίων παράγεται από ένα νήμα το οποίο θερμαίνεται με τη διέλευση μερικών δεκάδων mA και παράγει ηλεκτρόνια τα οποία επιταχύνονται, με τάση μερικών δεκάδων KV, προς την άνοδο. Το μέταλλο της ανόδου είναι αυτό που καθορίζει το μήκος κύματος των ακτίνων-Χ. Η έντασή τους καθορίζεται από το ρεύμα που διέρχεται από το νήμα. Από τα ηλεκτρόνια που προσκρούουν στο μέταλλο της ανόδου μόνο ένα μικρό ποσοστό παράγει ακτίνες-Χ. Τα υπόλοιπα απορροφούνται από το μέταλλο αυτό με αποτέλεσμα να το θερμαίνουν. Για το λόγο αυτό είναι απαραίτητη η ψύξη της ανόδου με νερό.

Η πειραματική διάταξη XRD αποτελείται από τα εξής:

- Την πηγή ακτίνων X συγκεκριμένου μήκους κύματος λ
- Τον ανιχνευτή ακτίνων X (απαριθμητής)
- ✓ Το γωνιόμετρο

Κατά την πειραματική διαδικασία το περιθλασίμετρο ακτίνων-Χ που χρησιμοποιήθηκε ήταν συγκεκριμένα το D8 Focus Bruker. Αποτελείται από μια λάμπα Cu-Ka η οποία έχει άνοδο χαλκού και κάθοδο βολφραμίου. Τα ηλεκτρόνια σύμφωνα και με τα παραπάνω κινούνται από την κάθοδο στην άνοδο δηλαδή από το βολφράμιο στο χαλκό. Διαθέτει επίσης ένα φίλτρο από Ni. Το φίλτρο παρεμβάλλεται στην πολυχρωματική ακτινοβολία για να αποκόψει συγκεκριμένα μήκη κύματος. Είναι πάντα ένα λεπτού πάχους μέταλλο και συγκεκριμένα το μέταλλο το οποίο στον περιοδικό πίνακα βρίσκεται αμέσως πριν από το στοιχείο της ανόδου. Για το λόγο αυτό και στη συγκεκριμένη περίπτωση που η άνοδος είναι ο χαλκός, το φίλτρο είναι από νικέλιο. Τελικά με τη βοήθεια του φίλτρου έχουμε ακτινοβολία με  $\lambda = 1.5406$ Å. Το ρεύμα που διήλθε από την κάθοδο ήταν 40mA και η τάση ήταν 40KV. Η ακτινοβολία προσέπεσε στα δείγματα με γωνία πρόσπτωσης από 30 έως 100 μοίρες και το βήμα ήταν 0.04 μοίρες ανά δευτερόλεπτο. [8, 29, 33]

Η τεχνική της περίθλασης ακτίνων – Χ βοήθησε στον εντοπισμό και την ταυτοποίηση των φάσεων του ακατέργαστου κράματος αλουμινίου 5754, της επιφάνειας των κατεργασμένων με laser δοκιμίων του κράματος και των δοκιμίων που υπέστησαν διάβρωση.

#### 5.5.2. Φασματοσκοπία Raman (Raman Spectroscopy)

Η φασματοσκοπία Raman στηρίζεται στις αρχές της ανελαστικής σκέδασης φωτονίων. Το δείγμα ακτινοβολείται και διεγείρεται με μονοχρωματική ακτινοβολία (laser) συχνότητας  $\mathbf{v}_0$ . Αποδιεγειρόμενο, σκεδάζει κυρίως ελαστικά, δηλαδή στην ίδια συχνότητα  $\mathbf{v}_0$ . Ένα μικρό ποσοστό της σκεδαζόμενης ακτινοβολίας που τυπικά δεν ξεπερνά το 0.01% εμφανίζει ανελαστική σκέδαση και παρατηρείται σε μικρότερες ( $\mathbf{v}_0$ - $\mathbf{v}_{VIB}$ ), ή μεγαλύτερες συχνότητες ( $\mathbf{v}_0$ + $\mathbf{v}_{VIB}$ ), όπου  $\mathbf{v}_{VIB}$  οι συχνότητες των δονητικών μεταπτώσεων του υλικού (Εικόνα 3). Τα φάσματα των ανελαστικά σκεδαζόμενων φωτονίων ονομάζονται Stokes και anti-Stokes, αντίστοιχα και μαζί αποτελούν το φάσμα Raman). Η συνήθης απεικόνιση των φασμάτων γίνεται όχι ως προς τις απόλυτες συχνότητες ( $\mathbf{v}_0$ - $\mathbf{v}_{VIB}$ ), αλλά ως προς την μετατόπιση  $\mathbf{v}_{VIB}$  από την διεγείρουσα  $\mathbf{v}_0$ (Εικόνα 4).



Εικόνα 3: Αρχή της φασματοσκοπίας Raman. Ελαστική και ανελαστική σκέδαση φωτονίων.



Εικόνα 4: Ελαστική σκέδαση Rayleigh στα 514.5 nm. Το φάσμα Raman και οι περιοχές Stokes και anti-Stokes.

Ενα τυπικό φασματοφωτόμετρο Raman αποτελείται από ένα laser (πηγή διέγερσης), τον χώρο του δείγματος, τα οπτικά συλλογής της σκεδαζόμενης ακτινοβολίας, εναν μονοχρωμάτορα για την διασπορά της σκεδαζόμενης ακτινοβολίας και τον ανιχνευτή (φωτοπολλαπλασιαστή ή κάμερα CCD). Ιδιαίτερο ενδιαφέρον παρουσιάζει η σύξευξη του φωτομέτρου Raman με οπτικό μικροσκόπιο. Η εστίαση της διεγείρουσας ακτινοβολίας σε μικρή περιοχή του δείγματος καθώς και η αποτελεσματικότερη γωνία συλλογής της σκεδαζόμενης ακτινοβολίας, ελαττώνουν δραστικά τον χρόνο συλλογής των φάσμάτων, ενώ παρέχουν χωρική διακριτική ικανότητα που μπορεί να φτάσει τα 1-2 μm στο επίπεδο εστίασης, x-y. Ειδικές μικροοπές διαμέτρου 50-100 μm παρεμβάλλονται πρίν τον ανιχνευτή, σε συζυγή θέση προς το επίπεδο εστίασης για να ορίσουν καλύτερα την χωρική διακριτική ικανότητα κατά βάθος, z. (Εικόνα 5).



Εικόνα 5 Διαγραμματική παρουσίαση της διαμόρφωσης των συσκευών στο φασματοφωτόμετρο Raman.

Λόγω των ειδικών της χαρακτηριστικών (χωρική, και χημική δομική διακριτική ικανότητα), η συνεστιακή μικροσκοπία Raman έχει ευρύ πεδίο εφαρμογών στον χαρακτηρισμό υλικών που παρουσιάζουν ετερογένεια σε κλίμακα μικρομέτρων

#### 5.6 Σκληρότητα

Η σκληρότητα ενός μεταλλικού υλικού ορίζεται ως η αντίσταση αυτού, στην κάθετη διείσδυση ενός υλικού με μεγαλύτερη σκληρότητα από αυτό.

Η σκληρομέτρηση είναι γενικά μια μη καταστρεπτική μέθοδος μέτρησης της σκληρότητας ενός υλικού. Πραγματοποιείται με την εφαρμογή σταθερού φορτίου σε ένα σκληρό εκτυπωτικό εργαλείο και για καθορισμένο χρόνο, έτσι ώστε αυτό να διεισδύσει στο εξεταζόμενο υλικό. Το πηλίκο της δύναμης που χρησιμοποιήθηκε προς την επιφάνεια του αποτυπώματος που άφησε ο διεισδυτής πάνω στο υλικό, μας δίνει το μέτρο της σκληρότητας. Οι τρεις κυριότερες μέθοδοι μέτρησης σκληρότητας είναι οι εξής: Brinell, Rockwell και Vickers.

Στη μέθοδο Vickers, που χρησιμοποιήθηκε για τη μέτρηση της μικροσκληρότητας στην παρούσα διπλωματική εργασία, μια αδαμάντινη πυραμίδα τετραγωνικής βάσης διεισδύει στο υλικό. Η γωνία κορυφής της πυραμίδας είναι 136°. Το αποτύπωμα που αφήνει η πυραμίδα στο υλικό έχει τη μορφή ρόμβου. Μετρώνται οι δύο διάμετροι του ρόμβου (d<sub>1</sub>, d<sub>2</sub>) και υπολογίζεται ο μέσος όρος τους. Στη συνέχεια είναι δυνατή η εύρεση της τιμής της σκληρότητας από τον κατάλληλο πίνακα (Σχήμα 15)

Στη μέθοδο μέτρησης σκληρότητας Rockwell η σκληρότητα προσδιορίζεται από το βάθος του αποτυπώματος, το οποίο δημιουργείται είτε από μία σφαίρα με σφαιρικό άκρο διαμέτρου 0.2 mm (Rockwell B), είτε από έναν κώνο διαμαντιού με γωνία κορυφής 120° (Rockwell C). (Σχήμα 16)

Στη μέθοδο μέτρησης σκληρότητας Brinell ο διεισδυτής είναι σφαίρα σκληρού χάλυβα ή καρβιδίου με διάμετρο 5 ή 10 mm. Η σφαίρα αυτή πιέζεται πάνω στη λειασμένη επιφάνεια που εξετάζουμε με μια καθορισμένη δύναμη P και για καθορισμένο χρόνο μερικών δευτερολέπτων, αφήνοντας στην επιφάνεια του αντικειμένου ένα αποτύπωμα ορισμένης επιφάνειας. (Σχήμα 17 a)

Όταν οι μετρήσεις σκληρότητας γίνονται με την εφαρμογή πολύ μικρών φορτίων (της τάξης των μεριών δεκάδων γραμμαρίων) τότε καλούνται μικροσκληρομετρήσεις.

Η μικροσκληρομέτρηση επιτρέπει τη μέτρηση σκληρότητας σε περιοχές πολύ μικρού μεγέθους (σε μέγεθος κόκκου). Οι μικροσκληρομετρήσεις γίνονται με την εφαρμογή πολύ μικρού φορτίου (5 – 1000g) σε δοκίμια, για συγκεκριμένο χρόνο. Πρόκειται για μετρήσεις Vickers (HV) και Knoop (HK). Το δοκίμιο στερεώνεται σε κατάλληλη βάση του οργάνου και το αποτύπωμα που προκύπτει παρατηρείται μέσω μικροσκοπίου και μετριέται.

Η μικροσκληρομέτρηση Knoop, βασίζεται στην ίδια αρχή με τη μέθοδο Vickers και είναι κατάλληλη για μέτρηση σκληρότητας μακρόστενων κόκκων (π.χ. πλακίδια φερρίτη και σεμεντίτη σε μια αποικία περλίτη) καθώς επίσης και κεραμικών (ώστε να μη σπάνε και να μη δημιουργούνται ρωγμές). (Σχήμα 17 b)

Για τη μέτρηση της σκληρότητας απαραίτητη προυπόθεση είναι η επιφάνεια να είναι επίπεδη, γι' αυτό προηγούνται οι διαδικασίες της λείανσης και της στίλβωσης. Πρέπει να γίνονται τουλάχιστον έξη μετρήσεις σκληρότητας σε κάθε δοκίμιο. Το φορτίο που πρέπει να εφαρμοστεί επιλέγεται εμπειρικά δεδομένου ότι το αποτύπωμα δεν πρέπει να είναι ούτε πολύ μεγάλο, ούτε πολύ μικρό. Το ένα αποτύπωμα από το άλλο πρέπει να απέχει 3d, όπου d ο μέσος όρος των δύο διαγωνίων του ρόμβου. [8, 28]



Σχήμα 15: μέθοδος Vickers.



Σχήμα 16: Μέθοδος Rockwell



Σχήμα 17: (a) Μέθοδος Brinell, (b) Μέθοδος Κποορ

Με τη μέθοδο μέτρησης Vickers και με τη χρήση μικροσκληρόμετρου HVM 2000 Shimadzu, πραγματοποιήθηκαν μικροσκληρομετρήσεις στην κάθετη τομή του ακατέργαστου κράματος αλουμινίου 5754 και των κατεργασμένων δοκμίων. Έτσι ήταν δυνατόν να μελετηθεί η επίδραση της κατεργασίας στη σκληρότητα των επιφανειακών στρωμάτων και ιδιαίτερα η μεταβολή της σκληρότητας συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος και του αριθμού των παλμών ανά βήμα.

## 5.7 Τραχύτητα

Η επιφανειακή τραχύτητα αναφέρεται στις επιφανειακές ανωμαλίες τις επιφάνειας (εσοχές – εξοχές) και επιδρά σε σημαντικές ιδιότητες των μετάλλων, όπως η ανακλαστικότητα, η διάβρωση, η αντοχή στην κόπωση, η ηλεκτρική αντίσταση, η θερμική εναλλαγή και η φθορά.

Για τη μέτρηση της τραχύτητας ορίζεται κατ' αρχήν ένα μήκος μέτρησης. Στη συνέχεια ορίζεται μια γραμμή αναφοράς, βάσει της οποίας καθορίζονται οι κάθετες τοπικές αποκλίσεις. Η γραμμή αναφοράς ή αλλιώς η κεντρική γραμμή, βρίσκεται σε τέτοια θέση, ώστε το αποκοπτόμενο εμβαδόν μεταξύ αυτής και του πραγματικού περιγράμματος της επιφάνειας προς τα άνω, να ισούται με το αποκοπτόμενο εμβαδόν μεταξύ αυτής και του πραγματικού περιγράμματος της επιφάνειας προς τα άνω, να ισούται με το αποκοπτόμενο εμβαδόν μεταξύ αυτής και του πραγματικού περιγράμματος της επιφάνειας προς τα άνω, να ισούται με το αποκοπτόμενο εμβαδόν μεταξύ αυτής και του πραγματικού περιγράμματος της επιφάνειας προς τα άνω, να ισούται με το αποκοπτόμενο εμβαδόν μεταξύ αυτής και του πραγματικού περιγράμματος της επιφάνειας προς τα κάτω, για το προκαθορισμένο μήκος μέτρησης. Έτσι αν L είναι το συνολικό διανυόμενο μήκος της ακίδας του ανιχνευτή τραχύτητας πάνω στην εξεταζόμενη μεταλλική επιφάνεια, έχουμε τα εξής (Σχήμα 18) :

Μέση τραχύτητα,  $R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y| dx$   $R_a = \frac{1}{L} \int_0^L |y| dx \dot{\eta}$   $R_a = \frac{|y_1| + |y_2| + \dots + |y_n|}{n}$ 

Μέγιστη τραχύτητα.  $\mathbf{R}_{max} = |\alpha| + |\beta|$ 



Σχήμα 18: Μέτρηση τραχύτητας επιφάνειας [8]

Η τραχύτητα των μεταλλικών επιφανειών εκφράζεται συνήθως από την τιμή R<sub>a</sub>.

Για τη μέτρηση της τραχύτητας χρησιμοποιούνται τα τραχύμετρα και τα προφιλόμετρα. Τα όργανα αυτά διαθέτουν ένα λεπτό και σκληρό στυλίσκο, συνήθως από διαμάντι, ο οποίος κινούμενος πάνω στην εξεταζόμενη επιφάνεια ανιχνεύει τις επιφανειακές ανωμαλίες, ενώ κατάλληλα μηχανικά, ηλεκτρικά, οπτικά ή ηλεκτρονικά συστήματα καταγράφουν και μεγεθύνουν τις κινήσεις του στυλίσκου (Σχήμα 19).



#### Σχήμα 19: Αρχή λειτουργίας τραχύμετρου και προφιλόμετρου [8]

Η τραχύτητα των δοκιμίων του κράματος πριν και μετά την επιφανειακή κατεργασία με το laser, μετρήθηκε με τραχύμετρο Perthen Perthometer. Οι μετρήσεις στα κατεργασμένα δοκίμια πραγματοποιήθηκαν κάθετα στη διεύθυνση των «λόφων» και των «κοιλάδων» που είχαν σχηματιστεί στην επιφάνεια. Για μεγαλύτερη ακρίβεια, η κάθε μέτρηση τραχύτητας επαναλήφθηκε επτά φορές σε τυχαίες περιοχές της επιφάνειας των δοκιμίων.

Μελετήθηκε ακόμη, η επίδραση της μεταβολής της πυκνότητας ισχύος και του αριθμού των παλμών ανά βήμα στην τραχύτητα κάθε δοκιμίου. [8]

## 5.8 Διάβρωση

Προκειμένου να μελετηθεί η επίδραση της επιφανειακής κατεργασίας με laser Nd:YAG στην αντιδιαβρωτική συμπεριφορά του κράματος, διεξήχθησαν πειράματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης.

Κατεργασμένα δοκίμια, με πυκνότητα ισχύος 80 MW/cm<sup>2</sup> και παλμούς ανά βήμα 50, 100 και 150 αντίστοιχα, καθώς και δοκίμια κατεργασμένα με 140 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup> και αριθμό παλμών ανά βήμα 50 pps, εξετάστηκαν ως προς τη συμπεριφορά τους στη διάβρωση. Επίσης εξετάστηκε η διαβρωτική συμπεριφορά του μη κατεργασμένου κράματος αλουμινίου 5754.

Το διάλυμα που χρησιμοποιήθηκε για την πραγματοποίηση των μετρήσεων ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης ήταν διάλυμα NaCl συγκέντρωσης 0.3 M και pH =5.5. Επίσης το ηλεκτρόδιο αναφοράς που χρησιμοποιήθηκε για την εκτέλεση των πειραμάτων διάβρωσης ήταν ηλεκτρόδιο καλομέλανα KCl.

Η πειραματική διάταξη που χρησιμοποιήθηκε για την εκτέλεση των πειραμάτων ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης ήταν η ακόλουθη (Σχήμα 20), όπως παρουσιάστηκε και στην παράγραφο 2.3.1.:



Σχήμα 20: Πειραματική διάταξη ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης.

# 6. Πειραματικά αποτελέσματα και συζήτηση

## Γενικά

Το κεφάλαιο αυτό περιλαμβάνει τα πειραματικά αποτελέσματα της παρούσας διπλωματικής εργασίας και γίνεται διεξοδική ανάλυση αυτών με τη βοήθεια φωτογραφιών, διαγραμμάτων και πινάκων.

# 6.1 Ατομική Απορρόφηση (AAS)

Για να είναι δυνατή η μέτρηση του επί τοις εκατό κατά βάρος ποσοστού, των χημικών στοιχείων στο κράμα αλουμινίου 5754, με τη μέθοδο της ατομικής απορρόφησης, προηγήθηκε διαλυτοποίηση του κράματος. Για μεγαλύτερη ακρίβεια πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις σε δύο δείγματα θρυμματισμένου κράματος. Το πρώτο (δείγμα A) ζύγιζε 0.5061 g ενώ το δεύτερο (δείγμα B) ζύγιζε 0.5716 g.

Μετά την ζύγισή του, το κάθε δείγμα τοποθετήθηκε σε ποτήρι ζέσεως. Στη συνέχεια προστέθηκαν 10 ml HNO<sub>3</sub> στο καθένα και αφέθηκαν σε χώνευση μέχρι να σταματήσει η έντονη δράση. Τα δείγματα τοποθετήθηκαν σε θερμαντική πλάκα με ήπια θέρμανση μέχρι ξηρού, ψήχθηκαν και στη συνέχεια προστέθηκαν 30 ml πυκνό HCl. Αφέθηκαν σε βρασμό για 10 λεπτά, ψήχθηκαν και διηθήθηκαν με ειδικό διηθητικό χαρτί. Στη συνέχεια προστέθηκε απιονισμένο νερό στο διήθημα μέχρι τα 200 ml και έγιναν οι απαραίτητες αραιώσεις με λανθάνιο (1 : 10 La και 1 : 100 La). Αφού ολοκληρώθηκε η διαλυτοποίηση, ακολούθησε η διαδικασία της ατομικής απορρόφησης, τα αποτελέσματα της οποίας παρουσιάζονται στον ακόλουθο πίνακα (Πίνακας 9)

1100 allong > 1 100		porto II nor D		
	Αλουμίνιο	Μαγνήσιο	Σίδηρος	Μαγγάνιο
Δείγμα Α	91.68 к.β.%	2.41 к.β.%	0.37 κ.β.%	0.093 к.β.%
Δείγμα Β	91.32 к.β.%	2.52 к.β.%	0.37 κ.β.%	0.093 к.β.%

<b>TT</b> /	<b>n</b>			,		,		C /	A D
Πινακας	y۰,	<b>Απ</b> ητελε <b>π</b>	ματα α	TOUIKIC	$a\pi 000$	າດທາສາ	ις νια τα	δεινματα	Α και Κ
III WARAS		11010/000	ματα α	roping	whopp	νψηνη	5 / 10 10	ourpaira	

# 6.2 Μελέτη επιφανειακά κατεργασμένων δοκιμίων και μη

# 6.2.1 Μεταλλογραφία - Αποτελέσματα οπτικής μικροσκοπίας

Με τη βοήθεια του οπτικού μικροσκοπίου Jenavert SL 100 είναι δυνατόν να πραγματοποιηθούν τα εξής:

- (h) Γενικές παρατηρήσεις στο χημικά προσβεβλημένο δοκίμιο του κράματος αλουμινίου 5754
- (i) Παρατηρήσεις στα δοκίμια αλουμινίου 5754, που έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με παλμικό laser Nd: YAG, τόσο στην επιφάνεια όσο και στην κάθετη τομή αυτών.

# Γενικές παρατηρήσεις στο χημικά προσβεβλημένο δοκίμιο αλουμινίου 5754

Στην Εικόνα 6 παρουσιάζεται η δομή του ακατέργαστου δοκιμίου (as received) του κράματος αλουμινίου 5754 στο οπτικό μικροσκόπιο, ύστερα από κατάλληλη προετοιμασία, όπως αναφέρθηκε στο κεφάλαιο 5 και χημική προσβολή με διάλυμα HF (0.5 ml HF σε 100 ml απιονισμένο H<sub>2</sub>O).



Εικόνα 6: Φωτογραφία οπτικού μικροσκοπίου από ακατέργαστο δοκίμιο (as received) Al 5754

Πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις του μεγέθους των κόκκων υπολογίζοντας την οριζόντια και την κάθετη διάστασή τους. Τα αποτελέσματα παρουσιάζονται στον ακόλουθο πίνακα (Πίνακας 10)

Πίνακας 10:	Υπολογισμός	μέσου	μεγέθους	κόκκων	ακατέργαστου	(as	received)
κράματος αλ	ουμινίου 5754						

Μέτρηση	Κάθετη διάσταση (μm)	Οριζόντια διάσταση (μm)
1 <sup>η</sup>	53.57	39.29
2 <sup>η</sup>	42.86	32.14
3 <sup>η</sup>	32.14	35.71
4 <sup>η</sup>	42.86	25
5 <sup>η</sup>	50	35.71
6 <sup>η</sup>	42.86	35.71
$7^{\eta}$	53.57	42.86
Μέσος	45.4	35.2

Επομένως, το μέσο μέγεθος των κόκκων του υλικού βρέθηκε να είναι 40 μm

# Παρατηρήσεις στα δοκίμια Al 5754, μετά από επιφανειακή κατεργασία με παλμικό laser Nd:YAG.

Στο Σχήμα 21 που ακολουθεί παρουσιάζονται οι φωτογραφίες της επιφάνειας των κατεργασμένων με laser δοκιμίων, στο οπτικό μικροσκόπιο. Ο αριθμός των παλμών ανά βήμα παραμένει σταθερός (50 pps) και η πυκνότητα ισχύος μεταβάλλεται μεταξύ των τιμών 140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup> αντίστοιχα. Στο Σχήμα 22 παρουσιάζονται οι φωτογραφίες των κατεργασμένων δοκιμίων για 50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps αντίστοιχα και πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>.



Σχήμα 21: Φωτογραφίες από το οπτικό μικροσκόπιο, της επιφάνειας των κατεργασμένων δοκιμίων με laser A) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, B) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, C) Πυκνότητα ισχύος 80 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, D) Πυκνότητα ισχύος 60 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps



Σχήμα 22: Φωτογραφίες από το οπτικό μικροσκόπιο, της επιφάνειας των κατεργασμένων δοκιμίων με laser A) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, B) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 100 pps, C) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 150 pps, D) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps
Από τις παραπάνω φωτογραφίες του οπτικού μικροσκοπίου γίνεται αντιληπτό ότι η επιφάνεια των δοκιμίων που έχουν υποστεί επιφανειακή τήξη με laser παρουσιάζει το χαρακτηριστικό ανάγλυφο «λόφων» (φωτεινές περιοχές) και «κοιλάδων» (σκοτεινές περιοχές). Οι σκοτεινές περιοχές αποδίδονται στο παχύτερο στρώμα οξειδίου που έχει σχηματιστεί κατά την ακτινοβόληση του κράματος με το laser, ενώ στις φωτεινές περιοχές το στρώμα του οξειδίου είναι λεπτότερο. Ο σχηματισμός της κοιλάδας παρατηρείται στις περιοχές των μεγίστων της κατανομής ενέργειας, ενώ οι λόφοι στις περιοχές επικάλυψης δύο διαδοχικών βημάτων της δέσμης laser[30, 35] (Σχήμα 23).

Η δημιουργία των κοιλάδων οφείλεται αφενός στην απομάκρυνση του υλικού λόγω εξάχνωσης και αφετέρου λόγω συμπίεσης του τηγμένου υλικού στο κέντρο της κοιλάδας υπό την επίδραση της ακτινοβολίας. Η πίεση αυτή που ασκείται στο κέντρο της κοιλάδας εξαναγκάζει μέρος του τήγματος να κινηθεί και να στερεοποιηθεί εκατέρωθεν της κοιλάδας σχηματίζοντας λόφους. Η μορφή των σχηματισμών αυτών επηρεάζεται άμεσα από τις συνθήκες υπό τις οποίες έγινε η κατεργασία καθώς και από τις φυσικές σταθερές του υλικού[36].

Πιο συγκεκριμένα, κατά την τήξη της επιφάνειας του κράματος, η θερμοκρασία παρουσιάζει απόκλιση καθώς απομακρυνόμαστε ακτινικά από το σημείο πρόσπτωσης της ακτινοβολίας. Κάτω από τη δέσμη, η θερμοκρασία του υγρού έχει την υψηλότερη τιμή και η επιφανειακή τάση του υγρού έχει τη χαμηλότερη τιμή. Καθώς απομακρυνόμαστε από τη δέσμη η θερμοκρασία του υγρού μειώνεται και η επιφανειακή τάση αυξάνεται. Αυτή η αύξηση της επιφανειακής τάσης του υγρού στις περιοχές μακριά από το κέντρο της δέσμης, έχει σαν αποτέλεσμα το υγρό να ωθείται μακριά από το κέντρο της δέσμης. Με τον τρόπο αυτό η επιφάνεια του υγρού κάτω από τη δέσμη του laser συμπιέζεται και η επιφάνεια του υγρού στις άλλες περιοχές ανυψώνεται. Καθώς η διαφορά ύψους μεταξύ του υγρού κάτω από τη δέσμη και του υγρού μακριά από αυτήν αυξάνεται, το υγρό λόγω βαρύτητας θα τείνει να μετακινηθεί προς την περιοχή που προσπίπτει η δέσμη. Σε κατάσταση ισορροπίας, η ροή του υγρού που κατευθύνεται μακριά από τη δέσμη λόγω της διαβάθμισης της επιφανειακής τάσης θα εξισορροπείται από τη ροή του υγρού προς τη δέσμη, λόγω της βαρύτητας. Εξαιτίας των μεγάλων αποκλίσεων της θερμοκρασίας και της ταχύτατης στερεοποίησης που χαρακτηρίζει την επιφανειακή τήξης με laser, αυτή η μορφολογία της επιφάνειας που επικρατεί στην κατάσταση ισορροπίας, «παγώνει» και διατηρείται καθώς η δέσμη μετακινείται κατά μήκος του δοκιμίου. Το αποτέλεσμα

των παραπάνω φαινομένων είναι η χαρακτηριστική τραχιά επιφάνεια που αποτελείται από «λόφους» και «κοιλάδες» (Σχήμα 24) [19]



Σχήμα 23: Σχηματική παρουσίαση του σχηματισμού κοιλάδων και λόφων. (α) Με «ε» συμβολίζεται η περιοχή της επικάλυψης δύο διαδοχικών βημάτων της κατεργασίας (λόφος) και με «κ» συμβολίζεται η κοιλάδα, δηλαδή η περιοχή του μεγίστου της κατανομής ενέργειας όπως φαίνεται στο σχήμα 22 β



Σχήμα 24: Απεικόνιση της ροής του υγρού λόγω επιφανειακής τάσης και λόγω βαρύτητας [19]

Από τις φωτογραφίες, του οπτικού μικροσκοπίου, των κατεργασμένων με laser δοκιμίων (Σχήμα 21 και Σχήμα 22) παρατηρείται ακόμη ότι όταν οι παλμοί ανά βήμα είναι σταθεροί, το πλάτος των «λόφων» αυξάνεται με την μείωση της πυκνότητας ισχύος [35]. Επίσης για σταθερή πυκνότητα ισχύος το πλάτος των «λόφων» δεν επηρεάζεται σημαντικά από τον αριθμό των παλμών ανά βήμα. Η παρατήρηση αυτή απεικονίζεται και στα ακόλουθα διαγράμματα (Διάγραμμα 3, Διάγραμμα 4)



Διάγραμμα 3: Μεταβολή του πλάτους του «λόφου» συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος (MW/cm<sup>2</sup>)



# Διάγραμμα 4: Μεταβολή του πλάτους του «λόφου» συναρτήσει του αριθμού των παλμών ανά βήμα (pps)

Στα παρακάτω σχήματα (Σχήμα 25, Σχήμα 26) απεικονίζονται φωτογραφίες, από το οπτικό μικροσκόπιο, των κάθετων τομών των κατεργασμένων με laser δοκιμίων.



Σχήμα 25: Φωτογραφίες, από οπτικό μικροσκόπιο, της κάθετης τομής των κατεργασμένων δοκιμίων. (α) Πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, (β) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, (γ) Πυκνότητα ισχύος 80 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, (δ) Πυκνότητα ισχύος 60 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps.



Σχήμα 26: Φωτογραφίες, από οπτικό μικροσκόπιο, της κάθετης τομής των κατεργασμένων δοκιμίων. (α) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, (β) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 100 pps, (γ) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 150 pps, (δ) Πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps.

Από τις παραπάνω φωτογραφίες (Σχήμα 25, Σχήμα 26) παρατηρείται ότι με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος και με την αύξηση του αριθμού των παλμών ανά βήμα αυξάνεται η τραχύτητα της επιφάνειας των κατεργασμένων δοκιμίων. Η παραπάνω παρατήρηση επιβεβαιώνεται και από τις μετρήσεις τραχύτητας (όπως φαίνεται και επεξηγείται στην επόμενη παράγραφο).

# 6.2.2 Τραχύτητα

Ακολούθως έγινε μελέτη της επίδρασης της πυκνότητας ισχύος και του αριθμού των παλμών ανά βήμα, στην τραχύτητα των δοκιμίων που υπέστησαν επιφανειακή κατεργασία με laser Nd:YAG.

Η μέση τραχύτητα των ακατέργαστων δοκιμίων βρέθηκε να είναι 0.24 μm. Η μέση τραχύτητα του κράματος όταν υφίσταται κατεργασία με laser με τη μικρότερη πυκνότητα ισχύος (60 MW/cm<sup>2</sup>) αρχίζει από 0.24 μm για 50 pps και καταλήγει σε 0.60 μm για 200 pps. Η μέση τραχύτητα του κράματος όταν υφίσταται επιφανειακή κατεργασία με laser με τους λιγότερους παλμούς (50 pps) αρχίζει από 0.24 μm για πυκνότητα ισχύος 60 MW/cm<sup>2</sup> και καταλήγει σε 8.45 μm για πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>.

Στα παρακάτω συγκεντρωτικά διαγράμματα παρουσιάζεται η μεταβολή της μέσης τραχύτητας συναρτήσει των παλμών ανά βήμα, για μια σταθερή πυκνότητα ισχύος και συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος όταν οι παλμοί ανά βήμα διατηρούνται σταθεροί.



Διάγραμμα 5: Μέση τραχύτητα επιφανειακά κατεργασμένων δοκιμίων συναρτήσει των παλμών ανά βήμα, για στεθερές τιμές πυκνότητας ισχύος.



Διάγραμμα 6: Μέση τραχύτητα επιφανειακά κατεργασμένων δοκιμίων συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος, για σταθερό αριθμό παλμών

Από το Διάγραμμα 5 στο οποίο παρουσιάζεται η επιφανειακή τραχύτητα των κατεργασμένων με laser δοκιμίων συναρτήσει του αριθμού των παλμων, παρατηρείται αύξηση της μέσης τιμής της τραχύτητας με την αύξηση του αριθμού των παλμών της ακτινοβολίας laser ανά βήμα. Το φαινόμενο αυτό πιθανότατα να οφείλεται στο γεγονός ότι οι αρχικοί παλμοί λειτουργούν ως προκατεργασία της επιφάνειας για τους επόμενους παλμούς που ακολουθούν. Επομένως οι αρχικοί παλμοί μειώνουν την ανακλαστικότητα του κράματος αλουμινίου και κατά συνέπεια οδηγούν σε αύξηση της απορροφητικότητας του υλικού και στη συνέχεια της επιφανειακής τραχύτητας. Έτσι η αύξηση του αριθμού των παλμών ανά βήμα (δηλαδή η αύξηση του χρόνου κατεργασίας) έχει σα συνέπεια την αύξηση της επιφανειακής τραχύτητας των δοκιμίων του κράματος. [35, 38].

Από το Διάγραμμα 6, στο οποίο δίνεται η επιφανειακή τραχύτητα των κατεργασμένων δοκιμίων συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος, διαπιστώνεται ότι η τραχύτητα αυξάνεται με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος της δέσμης. Με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος της σύσς, αυξάνεται ο αριθμός των φωτονίων που προσπίπτουν στην επιφάνεια του υλικού με αποτέλεσμα να αυξάνονται οι αλληλεπιδράσεις μεταξύ φωτονίων – ελεύθερων ηλεκτρονίων. Επομένως με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος η κατεργασία γίνεται εντονότερη και κατά συνέπεια αυξάνεται και η τραχύτητα. [15, 35, 37]

# 6.2.3 Μεταλλογραφία - Αποτελέσματα Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης (SEM) και Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων (EDAX)

Με τη βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης και του Ηλεκτρονικού Μικροαναλυτή Στοιχείων μπορούν να γίνουν:

- Παρατηρήσεις, στο ακατέργαστο κράμα αλουμινίου 5754.
- Παρατηρήσεις στα δοκίμια Al 5754 που έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με laser Nd: YAG.

#### Ακατέργαστο κράμα αλουμινίου 5754

Σε δοκίμια που εξετάστηκαν στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης, διακρίνονται κάποιες σκουρόχρωμες και ανοιχτόχρωμες περιοχές που αντιστοιχούν σε ενδομεταλλικές ενώσεις του κράματος (Σχήμα 27). Με τοπικές χημικές αναλύσεις σε αυτές τις περιοχές, διαπιστώνεται ότι οι ανοιχτόχρωμες περιοχές είναι ενδομεταλλικές ενώσεις πλούσιες σε σίδηρο, ενώ οι σκουρόχρωμες περιοχές πλούσιες σε μαγνήσιο και πυρίτιο.

Όπως φαίνεται και από τα διαγράμματα EDS στο Σχήμα 27, οι σκουρόχρωμες περιοχές φαίνεται να είναι πλούσιες σε πυρίτιο, υποδηλώνοντας πιθανόν την ύπαρξη είτε αδιάλυτου πυριτίου μέσα στο κράμα είτε κάποιας ενδομεταλλικής με στοιχείο το πυρίτιο, όπως για παράδειγμα τη Mg<sub>2</sub>Si, όπως ταυτοποιήθηκε και με τη βοήθεια της περίθλασης των ακτίνων – Χ. Αντίστοιχα οι ανοιχτόχρωμες περιοχές φαίνεται να περιέχουν σημαντικά ποσοστά σιδήρου υποδηλώνοντας ενδεχομένως την ύπαρξη κάποιας ενδομεταλλικής με βάση το σίδηρο, όπως για παράδειγμα τη FeAl<sub>3</sub>, όπως επιβεβαιώνεται και από την περίθλαση ακτίνων – Χ και το διάγραμμα φάσεων αλουμινίου – σιδήρου.



Σχήμα 27: εικόνα ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης από το ακατέργαστο δοκίμιο του κράματος αλουμινίου 5754

Ύστερα από πολλές τοπικές χημικές αναλύσεις που έγιναν σε αυτές τις περιοχές A, B και Γ, διαπιστώνεται ότι η σύστασή τους είναι η ακόλουθη (Πίνακας 11)

	Περιοχή Α	Περιοχή Β	Περιοχή Γ
Στοιχείο	Κ.β. %	κ.β. %	к.β. %
AI	84.75	80.00	74.13
Mg	8.72	4.30	1.53
Si	6.13	15.70	1.10
Fe	0.40	-	21.04
Mn	-	-	2.20

#### Πίνακας 11: Ποσοστό επί τοις εκατό κατά βάρος των στοιχείων

Επιπλέον, υπολογίστηκε η χημική σύσταση του κράματος, με τη βοήθεια του μικροαναλυτή στοιχείων EDS (Πίνακας 12)

#### Πίνακας 12: Χημική σύσταση του κράματος αλουμινίου 5754

Στοιχείο	к.β. %
Al	97.3
Mg	2.4
Si	0.25
Fe	0.4

Αξίζει να σημειωθεί ότι κατά τη στοιχειακή χημική ανάλυση με το μικροαναλυτή στοιχείων EDAX, παρατηρήθηκε η παρουσία μικρού ποσοστού πυριτίου (0.25κ.β. %), το οποίο δεν είχε εντοπιστεί με την μέθοδο της ατομικής απορρόφησης. Ο λόγος που δεν εμφανίστηκε, πιθανότατα είναι επειδή το πυρίτιο παρέμεινε αδιάλυτο κατά τη διαλυτοποίηση του κράματος πριν την ατομική απορρόφηση και κατά συνέπεια δεν μπόρεσε να προσμετρηθεί.

Επιπλέον παρατηρείται ότι τα ποσοστά των υπολοίπων στοιχείων είναι σχεδόν ίδια με αυτά που προέκυψαν με τη βοήθεια της ατομικής απορρόφησης.

#### Παρατήρηση των επιφανειακά κατεργασμένων δοκιμίων με laser στο Ηλεκτρονικό

# Μικροσκόπιο Σάρωσης



Σχήμα 28: Φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης της επιφάνειας των δοκιμίων Α) 140MW/cm<sup>2</sup>, 50 pps, B) 140MW/cm<sup>2</sup>, 100 pps, C) 140MW/cm<sup>2</sup>, 150 pps, D) 140MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps. Τα δοκίμια έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με παλμικό laser Nd:YAG.



Σχήμα 29: φωτογραφίες από το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης της επιφάνειας των δοκιμίων Α) 140MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, B) 110MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, C) 80 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps, D) 60 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps. Ta δοκίμια έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με παλμικό laser Nd:YAG.

Από τις παραπάνω φωτογραφίες του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης διεξάγεται το ίδιο συμπέρασμα όσον αφορά τη μορφολογία των κατεργασμένων δοκιμίων, με το οπτικό μικροσκόπιο. Η επιφάνεια των δοκιμίων παρουσιάζει το χαρακτηριστικό ανάγλυφο «λόφων» (φωτεινές περιοχές) και «κοιλάδων» (σκοτεινές περιοχές). Επίσης, όταν οι παλμοί ανά βήμα είναι σταθεροί, το πλάτος των «λόφων» αυξάνεται με την μείωση της πυκνότητας ισχύος ενώ για σταθερή πυκνότητα ισχύος το πλάτος τους δεν επηρεάζεται σημαντικά από τη μεταβολή του αριθμού των παλμών ανά βήμα.

Στην κάθετη τομή των κατεργασμένων δοκιμίων πραγματοποιήθηκε στοιχειακή χημική ανάλυση με τη μέθοδο line scanning. Οι περιοχές των μετρήσεων παρουσιάζονται στις παρακάτω εικόνες (Εικόνα 7, Εικόνα 8) και τα αποτελέσματα στα αντίστοιχα σχήματα (Σχήμα 30, Σχήμα 31)



Εικόνα 7: Line scanning στην περιοχή του λόφου



Εικόνα 8: Line scanning στην περιοχή της κοιλάδας



Σχήμα 30: Line scanning στην κάθετη τομή κατεργασμένου δοκιμίου (πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps), στην περιοχή που φαίνεται στην Εικόνα 7. (α) αλουμίνιο, (β) μαγνήσιο, (γ) πυρίτιο, (δ) σίδηρος και (ε) οξυγόνο



Σχήμα 31: Line scanning στην κάθετη τομή κατεργασμένου δοκιμίου (πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 200 pps), στην περιοχή που φαίνεται στην Εικόνα 8 (α) αλουμίνιο, (β) μαγνήσιο, (γ) πυρίτιο, (δ) σίδηρος και (ε) οξυγόνο

Από τις παραπάνω μετρήσεις συμπεραίνεται ότι δεν υπάρχει διαφοροποίηση στη χημική σύσταση του υλικού σε συνάρτηση με το βάθος από την κατεργασμένη επιφάνεια. Επίσης εμφανίζεται οξυγόνο, κάτι που υποδηλώνει πιθανότατα την ύπαρξη οξειδίων στις επιφανειακές στοιβάδες των δοκιμίων.

## 6.2.4 Μικροσκληρότητα

Πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μικροσκληρότητας στην κάθετη τομή, από την επιφάνεια προς το εσωτερικό:

- a) του ακατέργαστου κράματος αλουμινίου 5754,
- b) των κατεργασμένων δοκιμίων με laser.

Η μέτρηση της μικροσκληρότητας πραγματοποιήθηκε με τη μέθοδο Vickers με το μικροσκληρόμετρο του Εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας τύπου HMV200 της εταιρίας Shimatzu.

Για τις δοκιμές μικροσκληρότητας στην κάθετη διατομή των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε φορτίο επιβολής 10gr και χρόνος επιβολής 10 sec έτσι ώστε το αποτύπωμα να έχει μέγεθος επαρκές για να γίνεται εύκολα η μέτρηση της μικροσκληρότητας.

Στον παρακάτω πίνακα παρουσιάζονται οι μετρήσεις μικροσκληρότητας στην κάθετη τομή του ακατέργαστου κράματος (Πίνακας 13).

Απόσταση από την επιφάνεια	HVN
(μm)	
0	47.83
10	46.2
20	45.37
30	46.37
40	46

Πίνακας 13: Τιμές της μικροσκληρότητας, στην κάθετη τομή του ακατέργαστου δοκιμίου σε συνάρτηση με την απόσταση από την επιφάνεια.

Οι μετρήσεις μικροσκληρότητας για τα κατεργασμένα δοκίμια με laser, του κράματος, πραγματοποιήθηκαν στις περιοχές Α, Β, Γ και Δ, όπως απεικονίζονται στην παρακάτω αντιπροσωπευτική εικόνα (Εικόνα 9). Οι μετρήσεις έγιναν σε σημεία του

δοκιμίου που απείχαν αρκετά μεταξύ τους, ώστε να μην επηρεάζονται οι μετρήσεις από τις γειτονικές τους. Ύστερα από τέσσερις επαναλήψεις για την κάθε περιοχή προέκυψαν τα ακόλουθα συγκριτικά διαγράμματα (Διάγραμμα 7 Διάγραμμα 8, Διάγραμμα 9, Διάγραμμα 10, Διάγραμμα 11, Διάγραμμα 12, Διάγραμμα 13, Διάγραμμα 14).

Στα διαγράμματα αυτά φαίνονται οι τιμές τις μικροσκληρότητας σε δοκίμια του κράματος μετά την κατεργασία με laser σε συνάρτηση με την απόσταση από την κατεργασμένη επιφάνεια:

- για σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα και μεταβαλλόμενη πυκνότητα ισχύος
- για σταθερή πυκνότητα ισχύος και μεταβαλλόμενο αριθμό παλμών ανά βήμα



Εικόνα 9: Αντιπροσωπευτική εικόνα κάθετης τομής του δοκιμίου που υπέστη κατεργασία με laser, με πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup> και 200 pps. Μέτρηση της μικροσκληρότητας στις περιοχές Α, Β, Γ και Δ από την επιφάνεια προς το εσωτερικό του δοκιμίου



Διάγραμμα 7: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Α για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (200 pps), συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 8: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Α για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερή πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 9: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Β για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (200 pps), συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 10: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Β για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερή πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 11: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Γ για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (200 pps), συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 12: Μεταβολή της μικροσκληρότητας στην περιοχή Γ για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερή πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 13: Μεταβολή μικροσκληρότητας στην περιοχή Δ για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (200 pps), συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.



Διάγραμμα 14: Μεταβολή μικροσκληρότητας στην περιοχή Δ για τα κατεργασμένα δοκίμια με σταθερή πυκνότητα ισχύος 110 MW/cm<sup>2</sup>, συναρτήσει της απόστασης από την επιφάνεια.

Από τα παραπάνω διαγράμματα μικροσκληρότητας, συμπεραίνεται ότι η μικροσκληρότητα στα κατεργασμένα δοκίμια με laser είναι μεγαλύτερη κοντά στην επιφάνεια σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) κράμα. Επίσης παρατηρείται ότι η σκληρότητα μειώνεται από την επιφάνεια προς το εσωτερικό του δοκιμίου. Το γεγονός αυτό πιθανώς να οφείλεται στους εξής παράγοντες:

- στη δημιουργία οξειδίων στην επιφάνεια των κατεργασμένων δοκιμίων
- στην εκλέπτυνση των κόκκων στα επιφανειακά στρώματα αυτών λόγω της κατεργασίας. [4]

## 6.2.5 Περίθλαση ακτίνων – X (XRD)

Με τη βοήθεια της περίθλασης ακτίνων – Χ μελετήθηκε η δομή του ακατέργαστου (as received) και των κατεργασμένων δοκιμίων με laser, του κράματος αλουμινίου 5754.

Στο παρακάτω σχήμα (Σχήμα 32) παρουσιάζεται ένα τυπικό διάγραμμα περίθλασης ακτίνων – Χ, το οποίο λήφθηκε από το ακατέργαστο δοκίμιο του κράματος αλουμινίου 5754. Το διάγραμμα αυτό, έδειξε την παρουσία χαρακτηριστικών κορυφών του στερεού διαλύματος μαγνησίου στο αλουμίνιο, οι οποίες αντιστοιχούν στα κρυσταλλογραφικά επίπεδα (111), (200), (220), (311), (222) και (400), καθώς και κορυφών που αντιστοιχούν στις ενδομεταλλικές ενώσεις Mg<sub>2</sub>Si, FeAl<sub>3</sub> και στο αδιάλυτο πυρίτιο, όπως επιβεβαιώνεται και από τις στοιχειακές χημικές αναλύσεις (EDAX).

Παρουσιάζονται επίσης τα διαγράμματα περίθλασης ακτίνων – Χ:

- Των κατεργασμένων δοκιμίων με 200 παλμούς ανά βήμα και πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup> σε σύγκριση με το ακατέργαστο δοκίμιο (as received), (Σχήμα 33) και
- Των κατεργασμένων δοκιμίων με 140 MW/cm<sup>2</sup> και παλμούς ανά βήμα: 200, 150, 100 και 50 σε σύγκριση με το ακατέργαστο δοκίμιο (as received), (Σχήμα 34).



Σχήμα 32: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων-Χ του ακατέργαστου δοκιμίου (as received) κράματος αλουμινίου 5754



Σχήμα 33: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων-Χ των κατεργασμένων δοκιμίων κράματος αλουμινίου 5754 για σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (200 pps)

# 140 MW/cm<sup>2</sup>



Σχήμα 34: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων-Χ των κατεργασμένων δοκιμίων κράματος αλουμινίου 5754 για σταθερή πυκνότητα ισχύος (140 MW/cm<sup>2</sup>)

Από τα παραπάνω διαγράμματα περίθλασης ακτίνων – Χ (Σχήμα 33, Σχήμα 34) παρατηρείται ότι μετά την επιφανειακή κατεργασία με το laser οι κορυφές των ενδομεταλλικών ενώσεων Mg<sub>2</sub>Si, FeAl<sub>3</sub> και του αδιάλυτου πυριτίου δεν υπάρχουν. Αυτό πιθανότατα συμβαίνει λόγω της απότομης ψύξης από υψηλή θερμοκρασία, με αποτέλεσμα τα κραματικά στοιχεία, σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, να βρίσκονται σε υπέρκορο μετασταθές στερεό διάλυμα στις επιφανειακές στοιβάδες του κράματος. Επίσης αναπτύσσονται οξείδια στην επιφάνεια και συγκεκριμένα Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> και Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, που επιβεβαιώνεται και με τη βοήθεια της φασματοσκοπίας Raman.

## 6.2.6 Φασματοσκοπία Raman

Από την εξέταση των δοκιμίων στο φασματογράφο Raman, επιβεβαιώθηκε η δημιουργία  $Fe_2O_3$  και  $Al_2O_3$  στην επιφάνειά τους, λόγω της κατεργασίας που υπέστησαν με το laser.



Εικόνα 10: Τυπικό φάσμα οξειδίου Fe<sub>2</sub>O<sub>3,</sub> που βρίσκεται πάνω στην επιφάνεια των κατεργασμένων δοκιμίων



Εικόνα 11: Τυπικό φάσμα οξειδίου του αλουμινίου Al<sub>2</sub>O<sub>3,</sub> που βρίσκεται πάνω στην επιφάνεια των κατεργασμένων δοκιμίων

#### 6.3 Έλεγχος αντοχής σε διάβρωση κατεργασμένων δοκιμίων και μη

Η μελέτη της αντιδιαβρωτικής συμπεριφοράς των δοκιμίων κράματος αλουμινίου 5754 που έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με laser, παρουσιάζεται στη συνέχεια.

Ως διαβρωτικό μέσο χρησιμοποιήθηκε υδατικό διάλυμα NaCl συγκέντρωσης 0.3M με τιμή pH = 5.5. Οι δοκιμές ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης πραγματοποιήθηκαν σε θερμοκρασία περιβάλλοντος(25° C).

Προκειμένου να εξασφαλιστεί επιφάνεια διάβρωσης 1 cm<sup>2</sup>, τα δοκίμια μονώθηκαν με εποξειδική ρητίνη.

Κατά τις δοκιμές της ποτενσιοδυναμικής πόλωσης πραγματοποιήθηκε σάρωση του δυναμικού σε εύρος από -250mV vs SCE από το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης έως +1600 mV vs SCE, και ο ρυθμός σάρωσης του δυναμικού ήταν 0.2 mV/sec. Πριν την έναρξη της διαδικασίας ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης τα προς διάβρωση δοκίμια, εμβαπτίστηκαν στο διαβρωτικό διάλυμα για 30 λεπτά, προκειμένου να σταθεροποιηθεί το ανοιχτό δυναμικό διάβρωσης.

Τα προϊόντα διάβρωσης ταυτοποιήθηκαν με τη βοήθεια του περιθλασίμετρου ακτίνων-Χ.

Στη συνέχεια παρατίθενται τα διαγράμματα ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης (Διάγραμμα 15, Διάγραμμα 16) για το ακατέργαστο κράμα αλουμινίου 5754 και τα κατεργασμένα δοκίμια του ίδιου κράματος, όπου μελετάται:

- a) η αντιδιαβρωτική συμπεριφορά των δοκιμίων που έχουν υποστεί επιφανειακή κατεργασία με το παλμικό laser Nd: YAG σε σύγκριση με αυτή του ακατέργαστου δοκιμίου,
- b) η επίδραση της μεταβολής της πυκνότητας ισχύος στη διάβρωση του κράματος, για σταθερό αριθμό παλμών ανά βήμα (50 pps).
- c) η επίδραση της μεταβολής του αριθμού των παλμών ανά βήμα στη διάβρωση για σταθερή πυκνότητα ισχύος (80 MW/cm<sup>2</sup>)



Διάγραμμα 15: Καμπύλη ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης συναρτήσει της πυκνότητας ισχύος



Διάγραμμα 16: Καμπύλη ποτενσιοδυναμικής διάβρωσης συναρτήσει του αριθμού των παλμών ανά βήμα

Από τις παραπάνω ποτενσιοδυναμικές καμπύλες παρατηρείται ότι τα επιφανειακώς κατεργασμένα δοκίμια παρουσιάζουν καλύτερη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) δοκίμιο. Αυτό συμπεραίνεται από το γεγονός ότι τα κατεργασμένα δοκίμια παρουσιάζουν λιγότερο αρνητικές τιμές ανοιχτού δυναμικού διάβρωσης καθώς επίσης και μικρότερες τιμές ρεύματος διάβρωσης. Το φαινόμενο αυτό πιθανότατα να οφείλεται:

- Στην εκλέπτυνση των κόκκων του κράματος[22, 25], λόγω της ταχύτατης απόψυξης, από την κατεργασία με το laser. Αυτό έχει σαν αποτέλεσμα να «στενεύουν» τα όρια των κόκκων, τα οποία αποτελούν εύκολες διόδους (easy paths) για τη διάχυση των ιόντων του διαβρωτικού μέσου και κατά συνέπεια να δυσχεραίνεται η διάχυση των χλωριόντων, τα οποία είναι και η κύρια αιτία διάβρωσης του υλικού [21]
- Στο σχηματισμό οξειδίων στην επιφάνεια των δοκιμίων εξαιτίας της κατεργασίας με το laser, τα οποία προστατεύουν το κράμα από τη διάβρωση
  [23]
- Στην απουσία ενδομεταλλικών ενώσεων στις επιφανειακές στοιβάδες του κράματος, οι οποίες αποτελούν πηγές δημιουργίας γαλβανικών στοιχείων.

Παράλληλα παρατηρείται ότι η αύξηση της πυκνότητας ισχύος της δέσμης του laser βελτιώνει την αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων. Το γεγονός αυτό πιθανότατα οφείλεται στη δημιουργία προστατευτικού οξειδίου μεγαλύτερου πάχους.

Παρατηρείται επιπλέον, ότι για σταθερή πυκνότητα ισχύος, η αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων μειώνεται με την αύξηση των παλμών. Αυτή η συμπεριφορά μπορεί να αποδοθεί στο γεγονός ότι με την αύξηση του αριθμού των παλμών, η επιφανειακή τραχύτητα αυξάνεται, όπως διαπιστώθηκε και από τις μετρήσεις τραχύτητας, γεγονός που οδηγεί σε μειωμένη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά [38].

Ιδιαίτερο ενδιαφέρον παρουσιάζει το δοκίμιο που έχει υποστεί κατεργασία με πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup> και 50 παλμούς ανά βήμα (Διάγραμμα 15). Στην ποτενσιοδυναμική καμπύλη αυτού του δοκιμίου παρατηρείται ευρεία ζώνη παθητικής περιοχής για τιμές δυναμικού διάβρωσης από – 200 mV έως 600 mV vs SCE. Αυτό πιθανότατα να οφείλεται στην ύπαρξη προστατευτικού στρώματος οξειδίου, το οποίο

έχει σχηματιστεί στην επιφάνεια του κατεργασμένου δοκιμίου, προστατεύοντάς το από τη διάβρωση.

Στη συνέχεια και σε δυναμικό διάβρωσης 600 mV, παρατηρείται απότομη αύξηση του ρεύματος διάβρωσης για μικρή αύξηση της τιμής του δυναμικού. Το φαινόμενο αυτό πιθανότατα να οφείλεται στην τοπική ή και ολική διάλυση του προστατευτικού οξειδίου οδηγώντας στην αύξηση του ρυθμού διάβρωσης του κράματος.

Το ίδιο φαινόμενο, σε μικρότερη ένταση, φαίνεται να επαναλαμβάνεται και για μεγαλύτερα δυναμικά διάβρωσης, πιθανότατα λόγω του επανασχηματισμού και της επαναδιάλυσης προστατευτικών οξειδίων.

## 6.4 Μελέτη των διαβρωμένων δοκιμίων

#### Περίθλαση ακτίνων – Χ στα διαβρωμένα δοκίμια

Ενδεικτικά παρατίθεται το διάγραμμα περίθλασης ακτίνων - Χ του διαβρωμένου δοκιμίου που έχει κατεργαστεί σε συνθήκες :πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm2 και 50 παλμούς ανά βήμα (Σχήμα 35)



Σχήμα 35: Διάγραμμα περίθλασης ακτίνων – X για το δοκίμιο που υπέστη κατεργασία με laser με πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup> και 50 παλμούς ανά βήμα

Με τη βοήθεια της περίθλασης ακτίνων – Χ στην επιφάνεια του παραπάνω δοκιμίου μετά τη διάβρωση, βρέθηκε ότι τα προϊόντα διάβρωσης είναι: MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al(OH)<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. [39]

#### Περίθλαση ακτίνων – Χ στα προϊόντα διάβρωσης των κατεργασμένων δοκιμίων

Ύστερα από κατάλληλη προετοιμασία (διήθηση και ξήρανση στους 100 °C), τα προϊόντα της διάβρωσης των κατεργασμένων δοκιμίων του κράματος ταυτοποιήθηκαν με τη μέθοδο περίθλασης ακτίνων – X και βρέθηκε ότι αποτελούνται από: Al(OH)<sub>3</sub>, Mg(OH)<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>·3H<sub>2</sub>O, SiCl<sub>4</sub>, AlCl<sub>3</sub>





#### Παρατήρηση διαβρωμένων δοκιμίων στο Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Παρακάτω, παρουσιάζεται η εικόνα, από το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης, της επιφάνειας του ακατέργαστου (as received) δοκιμίου, μετά τη διάβρωσή του σε διάλυμα 0.3 M NaCl, (Εικόνα 12). Παρατηρείται ότι το δοκίμιο παρουσιάζει έντονη βελονοειδή διάβρωση


Εικόνα 12: Απεικόνηση της μορφολογίας της επιφάνειας διαβρωμένου ακατέργαστου δοκιμίου Al 5754 με τη βοήθεια του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου Σάρωσης

Ενδεικτικά, παρουσιάζεται η εικόνα από το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης, της επιφάνειας του δοκιμίου που είχε υποστεί κατεργασία με πυκνότητα ισχύος 140 MW/cm<sup>2</sup> και 50 παλμούς ανά βήμα, μετά τη διάβρωσή του σε διάλυμα 0.3 M NaCl, (Εικόνα 13)



Εικόνα 13: Εικόνα, από το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης, της επιφάνειας του κατεργασμένου δοκιμίου μετά από διάβρωση

Από την παραπάνω εικόνα διακρίνεται ηπιότερης μορφής βελονοειδής διάβρωση, κάτι που υποδηλώνει βελτιωμένη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά του κατεργασμένου δοκιμίου σε σχέση με το ακατέργαστο.

## 7. Συμπεράσματα

Στην παρούσα διπλωματική εργασία, χρησιμοποιήθηκε παλμικό laser Nd:YAG, μήκους κύματος ακτινοβολίας 355nm, διάρκειας παλμού 10 ns και συχνότητας 10 Hz, για την ακτινοβόληση της επιφάνειας κράματος αλουμινίου 5754. Μελετήθηκε η επίδραση της επιφανειακής κατεργασίας, στη δομή και τη χημική του σύσταση, καθώς και σε ορισμένες τεχνολογικές ιδιότητες όπως, στην τραχύτητα, στη μικροσκληρότητα και στην αντοχή του σε διαβρωτικό περιβάλλον 0.3M NaCl.

Τα δοκίμια ακτινοβολήθηκαν με διαφορετικές πυκνότητες ισχύος (140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup>) και διαφορετικό αριθμό παλμών ανά βήμα (50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps).

Τα σημαντικότερα συμπεράσματα, τα οποία προέκυψαν από την εργασία αυτή συνοψίζονται στη συνέχεια:

- Η επιφάνεια των δοκιμίων που έχουν υποστεί επιφανειακή τήξη με το laser,
  παρουσιάζει το χαρακτηριστικό ανάγλυφο «λόφων» και «κοιλάδων».
- Με την αύξηση της πυκνότητας ισχύος και με την αύξηση του αριθμού των παλμών ανά βήμα αυξάνεται η τραχύτητα της επιφάνειας των κατεργασμένων δοκιμίων.
- Η μικροσκληρότητα στα επιφανειακά κατεργασμένα δοκίμια, είναι μεγαλύτερη κοντά στην επιφάνεια σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) κράμα. Επίσης παρατηρούμε ότι η σκληρότητα μειώνεται από την επιφάνεια προς το εσωτερικό του δοκιμίου.
- Μετά την επιφανειακή κατεργασία με το laser παρατηρείται απουσία των ενδομεταλλικών ενώσεων, Mg<sub>2</sub>Si, FeAl<sub>3</sub> και του αδιάλυτου πυριτίου στις επιφανειακές στοιβάδες του κράματος. Επίσης αναπτύσσονται οξείδια (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> και Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) στην επιφάνειά του.
- Τα επιφανειακώς κατεργασμένα δοκίμια βρέθηκε να παρουσιάζουν καλύτερη αντιδιαβρωτική συμπεριφορά σε σχέση με το ακατέργαστο (as received) δοκίμιο. Παράλληλα παρατηρείται ότι η αύξηση της πυκνότητας ισχύος της δέσμης του laser βελτιώνει την αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων. Επιπλέον, για σταθερή πυκνότητα ισχύος, η αντιδιαβρωτική ικανότητα των κατεργασμένων δοκιμίων.

## 8. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα

Στην παρούσα διπλωματική εργασία επιτεύχθηκε η επιφανειακή κατεργασία κράματος αλουμινίου 5754 με παλμικό laser Nd:YAG με μήκος κύματος ακτινοβολίας 355nm, διάρκεια παλμού 10 ns και συχνότητα 10 Hz.

Κατά την πειραματική διαδικασία μεταβλήθηκε η πυκνότητα ισχύος (140 MW/cm<sup>2</sup>, 110 MW/cm<sup>2</sup>, 80 MW/cm<sup>2</sup> και 60 MW/cm<sup>2</sup>) και ο αριθμός παλμών ανά βήμα (50 pps, 100 pps, 150 pps και 200 pps) Μελετήθηκε η επίδραση της ακτινοβόλησης του κράματος στη δομή και τη χημική του σύσταση, καθώς και σε ορισμένες τεχνολογικές ιδιότητες όπως, στην τραχύτητα, στη μικροσκληρότητα και στην αντοχή του σε διαβρωτικό περιβάλλον 0.3M NaCl.

Βέβαια στο χρόνο που αναλογούσε για την εκπόνηση της διπλωματικής αυτής εργασίας, δεν ήταν δυνατόν να εξεταστούν όλες οι επιστημονικές πτυχές του θέματος. Για το λόγο αυτό προτείνονται ορισμένα θέματα, που θα μπορούσαν να αποτελέσουν έναυσμα για νέους ερευνητές.

- Η ακτινοβόληση του κράματος αυτού μετά από επικάλυψή του με άλλο μεταλλικό ή κεραμικό υλικό.
- Η μελέτη της μεταβολής του ποσοστού αλληλοκάλυψης (overlapping), της διάρκειας του παλμού και της συχνότητας των παλμών, στη δομή, τις ιδιότητες και την αντιδιαβρωτική ικανότητα του υλικού.
- Η μελέτη της επίδρασης που έχει η κατεργασία με το laser στην αντίσταση του υλικού στην τριβή.
- Η επίδραση άλλων τύπων laser στην επιφάνεια του κράματος, όπως το laser CO<sub>2</sub> και το Excimer KrF laser

## 9. Βιβλιογραφία

[1] Χρ. Ν. Παναγόπουλος, Ν. Π. Φρατζεσκάκης, Π. Ε. Αγαθοκλέους, «Επιφανειακή κατεργασία με λέιζερ του κράματος Al2024», Διεθνές Συνέδριο Laser και Υλικών 1998

[2] Juan de Damborenea, Surf. Coat. Tech. 100 – 101 (1998) 377 – 382

[3] P. W. Leech, Thin Solid Films, 177 (1989) 133-140

[4] M. A. Pinto, N. Cheung, M. C. Filippini Ierardi, A. Garcia, Mater. Charact. 50 (2003) 249 – 253

[5] P. H. Chong, Z. Liu, P. Skeldon, G.E. Thomson, Appl. Surf. Sci. 208 – 209 (2003) 399 – 404

[6] E. Sicard, C. Boulmer – Leborgne, C. Andreazza – Vignolle, P. Andreazza, C. Langlade, B. Vannes, Surf. Coat. Tech. 100 – 101 (1998) 440 - 444

[7] Καθηγητής Χρ. Ν. Παναγόπουλος, Υποψ. Διδάκτωρ Ε. Γεωργίου, «Βιομηχανικά κράματα», Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Σχολή Μηχανικών Μεταλλειών – Μεταλλουργών, Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας.

[8] Γ.Δ. Χρυσουλάκης, Δ. Ι. Παντελής, «Επιστήμη και Τεχνολογία των Υλικών» (εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα, 2008)

[9] J. R. Davis, "ASM Specialty Handbook – Aluminum and Aluminum Alloys" ASM International Handbook Committee.

[10] ASM Handbook, Vol. 2

[11] ASM Handbook, Vol. 9

[12] J. X. Li, X. Y. Wen, C. S. Man and T. Zhai, Mater. Sci. Technol. 23 (2007) 324

[13] A. Vevecka, P. Cavaliere, M. cabbibo, E. Evangelista, T. G. Langdon, J. Mats. Sci. Letters 20 (2001) 1601 – 1603

[14] S.O. Kasap, «Αρχές ηλεκτρονικών υλικών και διατάξεων» (εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα 2004)

[15] William M. Steen, "Laser material processing" (Springer – Verlang, London, 1993)

[16] Α. Α. Σεραφετινίδης, «Εισαγωγή στην οπτοηλεκτρονική» (Οργανισμός Εκδόσεως Διδακτικών Βιβλίων, Αθήνα 1985)

[17] John f. Ready, "LIA Handbook of Laser Materials Processing" (Laser Institute of America, 2001)

[18] Δρ. Χρ. Ν. Παναγόπουλος, «Τεχνολογία Επιφανειών», Αθήνα 2002

[19] T. R. Anthony and H. E. Cline, J. Appl. Phys. 48 (1977) 3888

[20] David G Enos "The potentiodynamic Polarization Scan" (Center of Electrochemical Science & Engineering, Department of Materials Science & Engineering, University of Virginia, Charlottesville 1997)

[21] Εμμανουήλ Π. Γεωργίου, «Διαμόρφωση και Τεχνολογικές Ιδιότητες του Κράματος Αλουμινίου 5083» Διδακτορική διατριβή (Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Σχολή Μηχανικών Μεταλλείων – Μεταλλουργών, τομέας Μεταλλουργίας και Τεχνολογίας Υλικών, Αθήνα 2009)

[22] Χρ. Ν. Παναγόπουλος, Κ. Ε. Δέδες, Μιχ. Κομπιτσας, «Επιφανειακή Κατεργασία Δοκιμίων Χαλκού με Nd:YAG λέιζερ» / 9° Πανελλήνιο Συνέδριο Φυσικής Στερεάς Κατάστασης, Ναύπλιο 2001

[23] T. M.Yue, L. J. Yan, C. P. Chan, C. F. Dong, H. C. Man, G. K. H. Pang, Surf. and Coat. Tech. 179 (2004) 158 – 164 [24] C. N. Panagopoulos, K. G. Georgarakis, A. Karabelas, A. Manousaki, Surface modifications of 2024 Al alloy by laser treatment,  $3^{\circ}$  Διεθνές Συνέδριο στους νέους λέιζερ.

[25] S. Y. Liu, J. D. Hu, Y. Yang, Z. X. Guo, H. Y. Wang, Appl. Surf. Sci. 252 (2005) 1723-1731

[26] T. T. Wong, G. Y. Liang, J. Mater. Proc. Technol. 63 (1977) 930 - 934

[27] Γ. Δ. Παπαδημητρίου, «Μεταλλογνωσία Ι – Εργαστηριακές Ασκήσεις», Αθήνα 1999

[28] Α. Τσετσέκου «Κεραμικά», Αθήνα 2006

[29] Ν. Τζαμτζής – Πιλάλης, «Αναλυτική Χημεία – Φυσικές Μέθοδοι Ανάλυσης» (Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Σχολή Χημικών Μηχανικών, Τομέας Χημικών Επιστημών, Αθήνα 2005)

[30] C. N. Panagopoulos, A. Markaki, E. Hontzopoulos, J. Mater. Sci. 32 (1997) 1425– 1430

[31] G. P. Gupta, B. M. Suri, Appl. Surf. Sci. 230 (2004) 398 - 403

[32] Laser – Material Interaction for Marking - Wavelength dependence of materials: metals, plastics, semiconductors and other materials. G. Bates, Advanced Laser Center, Miyachi Unitek Corporation.

[33] Girish Kelkar, Ph. D, "Pulsed Laser Welding" WJM Technologies, Cerritos, USA

[34] Γ. Δ. Παπαδημητρίου, «Γενική Μεταλλογνωσία Ι» (Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 1989)

[35] C. Panagopoulos, A. Michaelides, J. Mater. Sci. 27 (1992) 1280 – 1284.

[36] Α. Μιχαηλίδης και Χ. Παναγόπουλος, «Επιφανειακή κατεργασία με excimer laser του επιστρώματος ψευδαργύρου στο χαλκό» Πανελλήνιο Συνέδριο Laser και Εφαρμογών, Αθήνα 28 – 30 Μαΐου 1992

[37] Χρ. Παναγόπουλος, Ε. Βλάσση, Α. Μιχαηλίδης και Μ. Κομπίτσας, «Επιφανειακή κατεργασία με Nd:YAG λέιζερ του επιστρώματος ψευδαργύτου στο Αλουμίνιο. Τιμητικός τόμος στη μνήμη του καθηγητή Κωνοφάγου.

[38] C. N. Panagopoulos, A. E. Markaki, P. E. Agathocleous, Mater. Sci. Eng. A241 (1998) 226 – 232

[39] R. Grilli, M. A. Baker, J. E. Castle, B. Dunn, J. F. Watts. Corrosion Science 52 (2010) 2855-2866