

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

ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΑΝΟΜΟΙΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ ΝΙΚΕΛΙΟΥ ΚΑΙ ΚΟΒΑΛΤΙΟΥ ΜΕΛΕΤΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΚΑΙ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

Duka Devoll

Διπλωματική Εργασία

Επιβλέπων Καθηγητής: Δρ. Γ. Φούρλαρης

Νοέμβριος 2014 ΑΘΗΝΑ

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

ΠE	CPII	EXON	1ENA	II
EY	XA	ΡΙΣΤ	ΈΣ	V
KA	ТA	лог	ΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ	VI
KA	ТA	лог	ΟΣ ΕΙΚΟΝΩΝ	VII
ΠE	2PI/	ΛHΨI	Ι	X
1.	E	ΞΣΑΓ	ΏГН	11
2.	Σ	коп	ΟΣ	13
3.	e)ΕΩΡ	ΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	16
	3.1	ΠΕΔΙ	Α ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ	18
3	3.2	ΥΠΕΡ	ΥΚΡΑΜΑΤΑ ΣΙΔΗΡΟΥ – ΝΙΚΕΛΙΟΥ (FE–ΝΙ–ΒΑSE)	19
	3.3	ΥΠΕΡ	РКРАМАТА КОВАЛТІОҮ (Co-base)	20
	3.4	ΥΠΕΡ	ΡΚΡΑΜΑΤΑ ΝΙΚΕΛΙΟΥ (ΝΙ-BASE)	20
	3.5	мнх	ΑΝΙΣΜΟΙ ΣΚΛΗΡΩΣΗΣ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ	23
	3	.5.1	ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΣΤΕΡΕΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ (Solid Solution Hardening)	23
	3	.5.2	ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ (Precipitation Hardening)	23
	3	.5.3	ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΔΙΑΣΠΟΡΑΣ ΟΞΕΙΔΙΩΝ (Oxide Dispersion Strengthening)	24
	3	.5.4	ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ	25
	3.6	ΟΙΦ	ΑΣΕΙΣ ΚΑΙ Η ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ	26
	3	.6.1	Η ΜΗΤΡΙΚΗ ΦΑΣΗ	26

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

	3.6.2	Η ΦΑΣΗ γ' Νi ₃ (Al, Ti)26
	3.6.3	Η ΦΑΣΗ γ" Ni ₃ Nb28
	3.6.4	ΚΑΡΒΙΔΙΑ28
	3.6.5	ΒΟΡΙΔΙΑ – ΟΞΕΙΔΙΑ – ΝΙΤΡΙΔΙΑ
	3.6.6	ΦΑΣΕΙΣ TCP (Topologically Close Packed Phases)31
3	.7 ΣΥΓΚ	ΟΛΛΗΣΙΜΟΤΗΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ33
	3.7.1	ΡΩΓΜΑΤΩΣΗ ΛΟΓΩ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΜΕ ΘΕΡΜΑΝΣΗ (Liquation Cracking)33
	3.7.2 ΤΑΣΗ (S	ΕΥΘΡΑΥΣΤΟΠΟΙΗΣΗ ΚΑΤΑ ΤΗ ΜΕΤΑΘΕΡΜΑΝΣΗ ΚΑΙ ΡΩΓΜΑΤΩΣΗ ΛΟΓΩ ΓΗΡΑΝΣΗΣ ΥΠΟ train–Age Cracking)37
	3.7.3	ΡΩΓΜΑΤΩΣΗ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΣΤΕΡΕΟΠΟΙΗΣΗ (Solidification Cracking)38
3	.8 ΣΥΓΚ	ΟΛΛΗΣΙΜΟΤΗΤΑ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ HASTELLOY X ΚΑΙ HAYNES 188
4		
т.	IIEIPA	ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ 40
 4	ITETPA	ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ
4 4	ПЕТРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ	ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ
4 4	ПЕТРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1	40 ΓΡΑΦΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ
4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1 4.2.2	40 ΓΡΑΦΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ
4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРО 4.2.1 4.2.2 4.2.3	40 ΓΡΑΦΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ
4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4	 ΔΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ
4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4 4.2.5	 ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ
4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4 4.2.5 .3 ОNO	 ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ
4 4 4	ПЕПРА .1 ПЕРІ .2 ПРОІ 4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4 4.2.5 .3 ОNO .4 МЕФ	 ΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

	4.4.2	ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ4	18
4.	.5 MEO	ΟΔΟΙ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ5	52
	4.5.1	ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΗ5	52
	4.5.2	ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΣ5	53
5.	АПОТ	ΈΛΕΣΜΑΤΑ5	;4
5	.1 HAEK	ΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)5	54
	5.1.1	ΜΕΤΑΛΛΑ ΒΑΣΗΣ5	54
	5.1.2	ΔΟΚΙΜΙΟ 1: ΜΕΤΑΛΛΟ ΠΡΟΣΘΗΚΗΣ HAYNES 1885	55
	5.1.3	ΔΟΚΙΜΙΟ 2: ΜΕΤΑΛΛΟ ΠΡΟΣΘΗΚΗΣ HASTELLOY X	55
5	.2 ПЕРІ	ΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ X (XRD)7	' 4
5.	.3 ЕФЕ/	ΛΚΥΣΤΙΚΗ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗ	77
5	.4 ΔΟΚΙ	ΜΕΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΗΣ8	35
6.	ΣYZH	ΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ - ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	57
BIB	ЛЮГРА	АФІА 8	19

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επιβλέποντα καθηγητή μου Δρ. Γεώργιο Φούρλαρη, ο οποίος δέχτηκε να αναλάβει την επίβλεψη της διπλωματικής μου εργασίας. Τον ευχαριστώ για τον χρόνο που διέθεσε και τις συμβουλές που μου παρείχε όλο αυτό το διάστημα.

Ευχαριστώ την κ. Η. Χαλικιά και τον κ. Σ. Παπαευθυμίου για την τιμή που μου έκαναν με την αποδοχή τους να συμμετάσχουν στην τριμελή εξεταστική επιτροπή.

Η παρούσα διπλωματική εργασία εκπονήθηκε σε στενή συνεργασία με την Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία και τον Δρ. μηχανικό Βασίλη Στεργίου. Ευχαριστώ θερμά τον κ. Βασίλη Στεργίου για την πολύτιμη βοήθεια που μου παρείχε, για τις συμβουλές, καθώς και για την παροχή των υλικών.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τους Π. Τσακιρίδη, Γ. Χαραλαμπίτα, Ε. Κυριακοπούλου, Μ. Γεωργίου και Σ. Δεληγιάννη για την συνεισφορά τους στα διάφορα στάδια των πειραματικών δοκιμών.

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΠΙΝΑΚΩΝ

Πίνακας 3-1 Επίδραση συνήθων κραματικών στοιχείων στα υπερκράματα18
Πίνακας 3-2 Έυρος περιεκτικοτήτων για συνήθη κραματικά στοιχεία στα υπερκράματα
Πίνακας 3-3 Liquation Cracking σε υπερκράματα [53]33
Πίνακας 3-4: Ανώτατα επιτρεπτά όρια για αποφυγή του φαινομένου Liquation
Cracking στα υπερκράματα [53].
Πίνακας 4-1: Τυπικές μηχανικές ιδιότητες των Haynes 188 και Hastelloy X μετά από ανόπτηση και γρήγορη ψύξη στην θερμοκρασία περιβάλλοντος40
Πίνακας 4-2: Χημική σύσταση των υπερκραμάτων Hastelloy X και Haynes 18840
Πίνακας 4-3: Χημική σύσταση των μετάλλων προσθήκης41
Πίνακας 5-1 Χημική σύσταση σωματιδίων που επισημαίνονται με βελάκια στην
εικόνα 5.4
Πίνακας 5-2 Στοιχειακή χημική ανάλυση σωματιδίων που επισημαίνονται με βελάκια στις εικόνες 5.15 και 5.1664
Πίνακας 5-3 Σημειακή χημική ανάλυση πλούσιου σε μολυβδαίνιο $M_6 C$ καρβιδίου68
Πίνακας 5-4 Μέσες τιμές μικροσκληρότητας συγκολλημένων δοκιμίων

καταλογός εικόνων

Εικόνα 2.1 Θάλαμος καύσης (combustion chamber) αεροκινητήρα M53 - P2 (Πηγή:
E.A.B)
Εικόνα 2.2 Κάθετη διατομή θαλάμου καύσης (Πηγή: Ε.Α.Β.)
Εικόνα 2.3 Λεπτομέρεια από την συγκόλληση (Πηγή: Ε.Α.Β.)
Εικόνα 3.1 Περιοδικός πίνακας στοιχείων, όπου διακρίνονται τα στοιχεία τα οποία
συμμετέχουν κατά κύριο λόγο στα υπερκράματα, καθώς και ο ρόλος που
διαδραματίζουν τα κυριότερα εξ' αυτών [1]16
Εικόνα 3.2 Βασικά μέρη αεροκινητήρα [37]19
Εικόνα 3.3 Πανόραμα της μικροδομής υπερκραμάτων νικελίου (μεγέθυνση
περίπου X10000) [2]21
Εικόνα 3.4 Κατακρημνισμένα καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ (a) στα όρια των κόκκων και (b)
zipperlike σχηματισμοί
Εικόνα 3.5 Συνολικό μήκος εμφανιζόμενων ρωγμών σε συνάρτηση με το μέγεθος του
кóккоυ (alloy 718) [53]
Εικόνα 3.6 Σχηματική αναπαράσταση διαδικασίας θερμικής κατεργασίας μετά τη
συγκόλληση [53]
Εικόνα 3.7 Επίδραση συνδυασμένης περιεκτικότητας ΑΙ + Τι ως προς την
επιδεκτικότητα εμφάνισης strain - age cracking
$\sum_{i=1}^{n} (1) \sum_{i=1}^{n} $
Εικονά 4.1 2χεοιο σύμφωνα με το οποίο κοπηκάν τα σοκιμία εφελκύσμου42
Εικόνα 4.2 Εγκιβωτισμένο δοκίμιο. Τα αργικά ΗΧ και ΗS188 αναφέρονται στο
μ érallo Bágne svá to EX gto μ érallo π ooghýkne (Hastellov X) 45
Εικόνα 4.3 Απεικόνιση πειραματικής διάταξης, για την μελέτη εικόνων περίθλασης
ακτινών Χ από κρυστάλλους

Εικόνα 4.4 Ανπαράσταση της διαδικασίας πρόσπτωσης και ανάκλασης ηλεκτρονίων
στην επιφάνεια ενός μετάλλου49
Εικόνα 4.5 Μικροσκληρόμετρο που χρησιμοποιήθηκε για τη μελέτη μηχανικών
ιδιοτήτων
Εικόνα 5.1 Ηλεκτρονική μικρογραφία δευτερογεννών ηλεκτρονίων των as recieved
μετάλλων βάσης Havnes 188 (αριστερά) και Hastellov X (δεξιά)
Εικόνα 5.2 Ηλεκτρονική μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEI) της
μικοοδομής της ζώνης τήξης 55
ענגרסטסעווב נווב כשיווב נוובווב
Εικόνα 5.3 Ηλεκτοονική μικοονοαφία της μικοοδομής της ζώνης τήξης 56
Εικόνα 5.4 Ηλεκτοονική μικοογοαφία της μικοοδομής της ζώνης τήξης
Εικόνα 5.5 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής ζώνης τήξης σε εικόνα
$ \begin{array}{l} \begin{array}{c} \begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\begin{array}{c} \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \left(\end{array} \\ \end{array} \\ \left(\end{array} $ \left(
Εικόνα 5.6 Ηλεκτοονική μικοονοαφία της μικοοδομής (BES) της ζώνη τήξης 57
Εικόνα 5.7 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ΘΕΖ από τη πλευρά του
Havnes 188 59
Εικόνα 5.8 Διεπιφάνεια ΘΕΖ και ΖΤ (δεζιά) από τη πλευρά του Havnes 188
Εικόνα 5.9 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από την πλευρά του Havnes 18860
Εικόνα 5.10 Διεπιφάνεια MB - ΘΕΖ από την πλευρά του Haynes 18860
Εικόνα 5.11 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της διεπιφάνειας ΘΕΖ
(αριστερά) και ZT (δεξιά) από τη πλευρά του Havnes 188
Εικόνα 5.12 Διεπιφάνεια ZT - ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastellov X62
Εικόνα 5.13 Διεπιφάνεια ΘΕΖ(δεξιά) και ΖΤ (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια)62
Εικόνα 5.14 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΜΒ από τη πλευρά του Hastelloy X63

Εικόνα 5.15 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής του MB (Hastelloy X) κοντά στην ΘΕΖ63
Εικόνα 5.16 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ζώνης τήξης, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια σε μεγέθυνση Χ20065
Εικόνα 5.17 Ζώνη τήξης κοντά στη ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastelloy X (αριστερά).
Εικόνα 5.18 Το κέντρο της ζώνης τήξης66
Εικόνα 5.19 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής από το κέντρο της ζώνης τήξης67
Εικόνα 5.20 Διεπιφάνεια ΘΕΖ (αριστερά) και MB Haynes 188 (δεξιά)69
Εικόνα 5.21 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ΘΕΖ – μετάβαση προς MB.
Εικόνα 5.22Διεπιφάνεια ΖΤ - ΘΕΖ από τη πλευρά του Haynes 188
Εικόνα 5.23 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από τη πλευρά του Hastelloy X71
Εικόνα 5.24 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από τη πλευρά του Hastelloy Χ
Εικόνα 5.25 Διεπιφάνεια MB - ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastelloy X72
Εικόνα 5.26 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της θερμικά επηρεασμένης ζώνης από τη πλευραά του Hastelloy Χ

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η παρούσα εργασία αφορά στην μελέτη συγκόλλησης δύο ανόμοιων υπερκραμάτων, του Haynes 188 (AMS 5608) με βάση το κοβάλτιο και του Hastelloy X (AMS 5536) με βάση το νικέλιο, με τη μέθοδο συγκόλλησης μέσω μη καταναλισκόμενου ηλεκτροδίου TIG (Tungsten Inert Gas). Η συγκόλληση αυτή πραγματοποιείται στα πλαίσια της Ελληνικής Αεροπορικής Βιομηχανίας ως επιδιορθωτική συγκόλληση στον θάλαμο καύσης του αεροκινητήρα M53 – P2 του αεροσκάφους Mirage 2000, ο οποίος απαρτίζεται από τα εν λόγω υπερκράματα.

Σκοπός της παρούσας διπλωματικής εργασίας υπήρξε η μελέτη της συγκόλλησης από άποψη μικροδομής και μηχανικών ιδιοτήτων σε δύο περιπτώσεις, όπου χρησιμοποιήθηκαν διαφορετικά μέταλλα προσθήκης. Στην πρώτη περίπτωση χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο προσθήκης το Haynes 188 (AMS 5801), ενώ στην δεύτερη το Hastelloy X (AMS 5798). Τα δοκίμια μελετήθηκαν συγκριτικά και εξήχθησαν συμπεράσματα για την ποιότητα της μικροδομής, των μηχανικών ιδιοτήτων και την καταλληλότητα των δύο μετάλλων προσθήκης.

Η μελέτη της μικροδομής πραγματοποιήθηκε με τη χρήση ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) σε συνδυασμό με μικροανάλυση ακτίνων – X (EDS) και με περιθλασιμετρία ακτίνων – X (XRD). Για την μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων πραγματοποιήθηκαν μικροσκληρομετρήσεις σε μικροσκληρόμετρο τύπου Vickers, υπό σταθερό φορτίο και χρόνο, καθώς και δοκιμές εφελκυσμού σε δείγματα διαμορφωμένα σύμφωνα με τα πρότυπα ASTM – E8.

Από την μελέτη διαπιστώθηκε ότι η συγκόλληση ήταν επιτυχής και στις δύο περιπτώσεις χρήσης διαφορετικού μετάλλου προσθήκης. Η μελέτη της μικροδομής δεν εντόπισε την ανάπτυξη επιβλαβών φάσεων, που θα μπορούσαν να οδηγήσουν σε αξιοσημείωτη υποβάθμιση των ιδιοτήτων ως προς την μικροδομή, ενώ η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων απέδειξε ότι η μηχανική απόκριση των συγκολλημένων δοκιμίων ήταν επιτυχής. Τέλος, αναφέρεται ότι η συγκόλληση στην περίπτωση μετάλλου προσθήκης Hastelloy X εμφάνισε καλύτερα αποτελέσματα συγκριτικά με το Haynes 188.

Х

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

1. ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Ο όρος «υπερκράματα» αντιπροσωπεύει μια κατηγορία κραμάτων τα οποία χαρακτηρίζονται από υψηλή απόδοση σε υψηλές θερμοκρασίες. Αποτελούν, από άποψη χημικής σύστασης και μικροδομής, τα πιο πολύπλοκα κράματα που φτιάχτηκαν ποτέ απ' τον άνθρωπο. Συνήθως υπάρχουν από δύο μέχρι τέσσερα κύρια κραματικά στοιχεία, τα οποία καθορίζουν και τις βασικές ιδιότητες του κράματος, ενώ μια μεγάλη ποικιλία από άλλα στοιχεία, προστίθενται με σκοπό να τροποποιήσουν ή να ενισχύσουν αυτές ή να προσδώσουν επιπλέον ιδιότητες, ανάλογα πάντα για την εφαρμογή για την οποία προορίζονται.

Τα κράματα αυτά προορίζονταν αρχικά για χρήση σε δομικά μέρη των στροβιλοκινητήρων των αεροσκαφών. Σταδιακά όμως, λόγω και της εξαίρετης ικανότητάς τους να αντέχουν σε οξειδωτικά και διαβρωτικά περιβάλλοντα, άρχισαν να χρησιμοποιούνται σε όλο και περισσότερες εφαρμογές, όπως πυρηνικούς αντιδραστήρες, πετροχημικά εργοστάσια, ακόμη και διαστημόπλοια [1, 2, 34].

Ένας πιο ακριβής ορισμός δόθηκε από τους Sims και Hagel (Wiley, New York, 1972), σύμφωνα με τους οποίους υπερκράματα ονομάζονται τα κράματα τα οποία αναπτύχθηκαν για χρήση σε υψηλές θερμοκρασίες, όπου υπόκεινται σε δυσμενείς μηχανικές τάσεις, ενώ παράλληλα απαιτείται υψηλή επιφανειακή σταθερότητα, και απαρτίζονται συνήθως, από στοιχεία του περιοδικού πίνακα, που ανήκουν στην ομάδα VIII.

Τα υπερκράματα άρχισαν να αναπτύσσονται πριν τον δεύτερο παγκόσμιο πόλεμο και αποτελούσαν ουσιαστικά μια μετεξέλιξη των κραμάτων νικελίου – χρωμίου, τα οποία ήταν κράματα σκλήρωσης μέσω στερεού διαλύματος. Η κινητήριος δύναμη αυτής της εξέλιξης υπήρξε η ανάγκη για αύξηση της αποδοτικότητας των αεριοστρόβιλων για χρήση, κυρίως, σε αεροσκάφη. Ήδη την περίοδο 1940 με 1970 είχε γίνει αλματώδη εξέλιξη, καθώς και μια κατηγοριοποίηση των υπερκραμάτων σε τρείς βασικές ομάδες, ανάλογα με το ποιο ήταν το κυρίαρχο κραματικό στοιχείο. Έτσι δημιουργήθηκαν τα υπερκράματα με βάση το νικέλιο και τον σίδηρο (περίπου ισόποση συμμετοχή των δύο στοιχείων), τα κράματα με βάση το νικέλιο, και αυτά με βάση το κοβάλτιο [1, 4, 34].

ΕΙΣΑΓΩΓΗ

Τα πρώτα υπερκράματα αποτελούνταν αρχικά μόνο από σίδηρο και νικέλιο, καθώς και επαρκείς προσθήκες χρωμίου, το οποίο είχε γίνει, ήδη γνωστό για την συνεισφορά του κατά της οξείδωσης. Με το πέρασμα του χρόνου άρχισαν να προστίθενται και άλλα στοιχεία όπως το αλουμίνιο, το τιτάνιο και το νιόβιο. Τα στοιχεία αυτά συντέλεσαν στη δημιουργία της συνεκτικής φάσης (ως προς την ωστενιτική μήτρα) γ', η οποία συνέβαλε στο να αναπτύξουν τα κράματα αυτά πολύ καλή απόκριση έναντι του ερπυσμού (creep resistance), χωρίς να λείψει βέβαια και η εμφάνιση ανεπιθύμητων φάσεων όπως η φάση η. Στη συνέχεια, στα τέλη της δεκαετίας του 1940, διαπιστώθηκε ότι με την προσθήκη πυρίμαχων μετάλλων όπως το βολφράμιο, το ταντάλιο και κυρίως το μολυβδαίνιο παρέχεται στα κράματα αυτά σκλήρωση μέσω δημιουργίας στερεού διαλύματος, καθώς και μέσω κατακρίμνησης καρβιδίων [2, 3, 4].

Στις επόμενες δεκαετίες τα υπερκράματα εξελίχθηκαν, δημιουργήθηκαν και άλλες φάσεις και πολύπλοκα μεταλλουργικά συστήματα που τους προσέδωσαν μοναδικές ιδιότητες. Όμως, και εστιάζοντας στο θέμα της παρούσας εργασίας, επειδή οι ιδιότητες αυτές προσδίδονται τις περισσότερες φορές, μέσω θερμικών διεργασιών, πάντα γεννιούνταν προκλήσεις όταν εμφανιζόταν η ανάγκη συγκόλλησης για προσαρμογή σε κάποια εφαρμογή. Οι συγκολλήσεις από την άλλη μεριά αποτελούν μια απαραίτητη εφαρμογή για λειτουργικά μέρη περίπλοκων εξαρτημάτων.

2. ΣΚΟΠΟΣ

Στην παρούσα εργασία εξετάζεται η συγκόλληση δύο ανόμοιων υπερκραμάτων, του Hastelloy X (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5536) και του Haynes 188 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5608) με την μέθοδο συγκόλλησης με μη καταναλισκόμενο ηλεκτρόδιο (TIG – Gas Tungsten Arc). Η εστίαση θα γίνει στη μελέτη της μικροδομής και των μηχανικών ιδιοτήτων κατά τη συγκόλληση των ανωτέρω υπερκραμάτων σε δύο περιπτώσεις, όπου θα αλλάζει το μέταλλο προσθήκης, καθώς και η σύγκριση μεταξύ των δύο περιπτώσεων. Στη μια περίπτωση θα χρησιμοποιηθεί σύρμα συγκόλλησης από Hastelloy X (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5798), ενώ στην άλλη σύρμα από Haynes 188 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5801).

Η συγκόλληση αυτή πραγματοποιείται στην Ε.Α.Β. (Ελληνική Αεροπορική Βιομηχανία). Πρόκειται για επισκευαστική συγκόλληση στον θάλαμο καύσης (combustion chamber) του αεροκινητήρα M53– P2, από το αεροσκάφος Mirage 2000.



Εικόνα 2.1 Θάλαμος καύσης (combustion chamber) αεροκινητήρα M53 - P2 (Πηγή: E.A.B)

ΣΚΟΠΟΣ

Το κύριο μέρος του θαλάμου καύσης είναι κατασκευασμένο από το κοβαλτιούχο κράμα Haynes 188, ενώ η εξωτερική φλάντζα από το νικελιούχο Hastelloy X. Κατά την επισκευή αφαιρείται με κοπή η φλάντζα, αντικαθίσταται με καινούργια και πραγματοποιείται συγκόλληση ανόμοιων υπερκραμάτων.



Εικόνα 2.2 Κάθετη διατομή θαλάμου καύσης (Πηγή: Ε.Α.Β.)

Το σημείο που επιδέχεται την επισκευή είναι αυτό που επισημαίνεται με κύκλο στην εικόνα 2.2, ενώ μια λεπτομέρεια της συγκόλλησης φαίνεται στην εικόνα 2.3.



Εικόνα 2.3 Λεπτομέρεια στην περιοχή της συγκόλλησης (Πηγή: Ε.Α.Β.)

Συμπερασματικά, στο πέρας της μελέτης αυτής αξιολογείται η ποιότητα της συγκόλλησης σε σχέση με την μικροδομή και τις μηχανικές ιδιότητες όπως αυτές τροποποιούνται λόγω της συγκόλλησης. Τέλος, το έντονο ενδιαφέρον επίκειται στην αξιολόγηση ποιό εκ των δύο μετάλλων προσθήκης επιφέρει τα βέλτιστα αποτελέσματα με βάση τα ανωτέρω.

3. ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Τα υπερκράματα είναι μεταλλικά υλικά τα οποία χρησιμοποιούνται σε πληθώρα εφαρμογών, όπως σε στροβιλομηχανές εργοστασίων, πλοίων αεροσκαφών και μονάδων παραγωγής. Χαρακτηριστικό γνώρισμα αυτών των υλικών είναι ότι επιτυγχάνουν ιδιαίτερα υψηλές αντοχές σε υψηλές θερμοκρασίες και παράλληλα, δύνανται να επιτύχουν θαυμαστές αντοχές σε έντονα οξειδωτικά και διαβρωτικά περιβάλλοντα [1,3].

Τα υλικά αυτά χωρίζονται σε τρείς κατηγορίες, ανάλογα με το κύριο κραματικό στοιχείο, στα υπερκράματα με βάση το νικέλιο (Ni–base), τα υπερκράματα με βάση τον σίδηρο και το νικέλιο (Fe–Ni–base) και αυτά με βάση το κοβάλτιο (Co–base). Τα στοιχεία Fe, Co και Ni είναι στοιχεία μετάπτωσης και κατέχουν διαδοχικές θέσεις στον περιοδικό πίνακα (Εικόνα 3.1).



Εικόνα 3.1 Περιοδικός πίνακας στοιχείων, όπου διακρίνονται τα στοιχεία τα οποία συμμετέχουν κατά κύριο λόγο στα υπερκράματα, καθώς και ο ρόλος που διαδραματίζουν τα κυριότερα εξ' αυτών [1].

Η διατήρηση υψηλής αντοχής των υπερκραμάτων σε υψηλές θερμοκρασίες οφείλεται στους τρεις ακόλουθους μηχανισμούς:

i. Στην σκλήρυνση της μεταλλικής μήτρας λόγω δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης με τη προσθήκη στοιχείων όπως Cr, Mo, W, τα οποία μπορούν να παρευρεθούν σε υψηλές ποσοστιαία συμμετοχές στα υπερκράματα, και από την άλλη, τα Ta, Zr, Nb, B, τα οποία συμμετέχουν με χαμηλά ποσοστά [4,7,9].

ii. Στην ύπαρξη πολυάριθμων ενδομεταλλικών φάσεων, ομοιόμορφα διεσπαρμένων στην μήτρα του υλικού. Τέτοιες ενδομεταλλικές ενώσεις είναι παραδείγματος χάριν οι γ' Ni₃(Al,Ti) και η (Ni₃Ti), οι οποίες σχηματίζονται κατά την θερμική κατεργασία κατακρίμνησης μέσω γήρανσης στα υπερκράματα νικελίου ή νικελίου - σιδήρου. Δεδομένου ότι η κρυσταλλική παράμετρος των γ' και η είναι ελαφρώς τροποποιημένη από αυτή της ωστενιτικής μήτρας, η παρουσία τους στο κρυσταλλικό δίκτυο επιφέρει ελαφριά παραμόρφωση. Όσο η παραμόρφωση του πλέγματος, λόγω της ύπαρξης αυτών των ενδομεταλλικών ενώσεων αυξάνει, αυξάνεται και η μηχανική αντοχή. Η επίδραση αυτή των γ' και η δεν επιφέρει μόνο ευνοϊκές επιπτώσεις αλλά και αρνητικές, καθώς, με την αύξηση της παραμόρφωσης επέρχεται μείωση στην αντοχή σε ερπυσμό [14,15,16].

iii. Στην ύπαρξη και συμμετοχή διαφόρων καρβιδίων, τύπου MC, M₆C, M₇C και M_{23} C, στη δομή των υπερκραμάτων. Τα καρβίδια αυτά έχουν την τάση να δημιουργούνται ακόμα και σε πολύ μικρές ποσότητες άνθρακα. Ενδεικτικά, παραθέτουμε κάποια εκ των καρβιδίων όπως TaC, ZrC, TiC, BC, Cr_7C_3 , $Cr_{23}C_6$, W_6C και Mo₆C. Τα καρβίδια αυτά σχηματίζουν ένα δίκτυο, το οποίο παρεμποδίζει την κίνηση των διαταραχών και την ολίσθηση των ορίων των κόκκων (sliding), με αποτέλεσμα να βελτιώνουν την αντοχή του υλικού σε ερπυσμό [10, 17, 18].

Στους παρακάτω πίνακες παρατίθεται η επίδραση συνήθων κραματικών στοιχείων (πίνακας 3.1), καθώς και οι περιεκτικότητες αυτών [4].

Influence	Cr	Al	Tĩ	Со	Mo	W	В	Zr	С	Nb	Hf	Ta
Matrix strengthening	\checkmark			\checkmark	\checkmark	\checkmark	1					
γ' formers		\checkmark	V			10				\checkmark		~
Carbide formers	~		V		\checkmark	V				\checkmark	\checkmark	V
Grain boundary strengthening							\checkmark	\checkmark	V		\checkmark	
Oxide scale formers	\checkmark	\checkmark										

Πίνακας 3-1 Επίδραση συνήθων κραματικών στοιχείων στα υπερκράματα.

Element	Range, wt.%	Effect
Cr	5-25	Oxidation and hot corrosion resistance: carbides; solution hardening
Mo, W	0-12	Carbides; solution hardening
Al	0-6	Precipitation hardening; oxidation resistance; y' former
Ti	0-6	Precipitation hardening; carbides; y' former
Co	0-20	Affects amount of precipitate
Ni	Balance	Stabilizes y phase; forms hardening precipitates
Nb	0-5	Carbides; solution hardening; precipitation hardening
Ta	0-12	Carbides; solution hardening; oxidation resistance; y' former

Πίνακας 3-2 Έυρος περιεκτικοτήτων για συνήθη κραματικά στοιχεία στα υπερκράματα.

3.1 ΠΕΔΙΑ ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ

Τα υπερκράματα, και κυρίως αυτά με βάση το νικέλιο, θεωρούνται ζωτικής σημασίας για πληθώρα δομικών μερών στο πεδίο της αεροναυπηγικής. Ενδεικτικά, τα υλικά αυτά χρησιμοποιούνται κατά κόρων σε πτερύγια στροβίλων, σε στροβιλοφόρους άξονες, σε τμήματα μετάδοσης, σε υψηλής απόδοσης άξονες και ρουλεμάν, σε φυσητήρες, ελατήρια, δίσκους συμπιεστών, μπουλόνια, λεπίδες, συστήματα καύσης και αεριωθούμενες μηχανές [5, 6, 8, 9, 10, 11, 26, 27].

Ένα από τα μέρη ενός αεροκινητήρα που αναπτύσσει τις υψηλότερες θερμοκρασίες είναι ο θάλαμος καύσης (combustion chamber, εικόνα 3.2). Ο θάλαμος καύσης είναι μια κατασκευή που δεν επιδέχεται υψηλές καταπονήσεις από μηχανικής άποψης, αλλά έχει μεγάλες απαιτήσεις όσον αφορά την αντοχή στον ερπυσμό και στην οξείδωση λόγω των πολύ υψηλών θερμοκρασιών. Επίσης, λόγω του πολύπλοκου σχήματός του, επιβάλλεται τα υλικά που χρησιμοποιούνται να χαρακτηρίζονται από

πολύ καλή διαμορφωσιμότητα και συγκολλησιμότητα, όπως π.χ. Nimonic 75, Hastelloy X, Haynes 188 και Inconel 600 [36].



Εικόνα 3.2 Βασικά μέρη αεροκινητήρα [37].

Άλλα πεδία εφαρμογών των υπερκραμάτων αφορούν στη χημική βιομηχανία, σε εφαρμογές όπου απαιτείται υψηλή αντοχή σε οξείδωση και διάβρωση. Επίσης, χρησιμοποιούνται στη βιομηχανία παραγωγής ηλεκτρικής ενέργειας σε τουρμπίνες παραγωγής ηλεκτρισμού.

3.2 <u>ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ ΣΙΔΗΡΟΥ – ΝΙΚΕΛΙΟΥ (Fe–Ni–base)</u>

Η σημαντικότερη κατηγορία των υπερκραμάτων σιδήρου – νικελίου αφορά σε εκείνα τα κράματα τα οποία σκληραίνονται μέσω κατακρήμνισης ενδομεταλλικών ενώσεων, μέσα σε μια εδροκεντρωμένη κυβική δομή (fcc matrix). Η ενδομεταλλική ένωση που απαντάται συχνότερα σε μορφή κατακρημνίσματος είναι η γ' Ni₃ (Al, Ti), όπως π.χ. στο κράμα Incoloy 901, καθώς και η γ'' (Ni₃Nb) με λιγότερη συχνότητα. Τα υπερκράματα αυτά περιέχουν τουλάχιστον 25% νικέλιο και 10–15% χρώμιο, ενώ απαραίτητη θεωρείται η συνδυασμένη προσθήκη αλουμινίου και τιτανίου σε ποσοστό περίπου 6 %. Το χρώμιο είναι αυτό που προσδίδει στο υλικό την υψηλή αντοχή στην διάβρωση, γεγονός που επιτυγχάνεται μέσω του φαινομένου της παθητικοποίησης,

όταν μετά την αντίδραση του χρωμίου με το οξυγόνο, δημιουργείται ένα στρώμα Cr₃O₂, το οποία το προστατεύει από τα φαινόμενα της διάβρωσης [1, 19, 20].

3.3 <u>YIIEPKPAMATA KOBAATIOY (Co-base)</u>

Στα υπερκράματα με βάση το κοβάλτιο, ο μηχανισμός σκλήρωσης γίνεται, πάντα, μέσω του συνδυασμού καρβιδίων και στερεού διαλύματος αντικατάστασης. Τα υπερκράματα αυτά χαρακτηρίζονται από εδροκεντρωμένη κυβική μητρική δομή, θερμοδυναμικά σταθερή στη θερμοκρασία περιβάλλοντος. Τα κύρια στοιχεία προσθήκης είναι Cr (20–30%), W (5–15%) και Ni (έως 22%) τα οποία και σχηματίζουν τα στερεά διαλύματα αντικατάστασης στα οποία οφείλεται κατά κύριο λόγο η αυξημένη αντοχή σε ερπυσμό [21]. Η παρουσία άνθρακα, σε ποσοστά έως 1,2% οδηγεί στο σχηματισμό καρβιδίων στα όρια του κόκκου, τα οποία παρεμποδίζουν τη κίνηση των διαταραχών ιδιαίτερα όταν βρίσκονται σε ασυνεχή μορφή αλυσίδων.

Στα υπερκράματα κοβαλτίου η σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης ενδομεταλλικών ενώσεων δεν φαίνεται να επιφέρει αξιοσημείωτα αποτελέσματα ως προς τις μηχανικές ιδιότητες. Για το λόγο αυτό ο κυρίαρχος μηχανισμός σκλήρωσης στα κράματα αυτά είναι η σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης στερεού διαλύματος και κατακρήμνισης καρβιδίων.

3.4 <u>YTEPKPAMATA NIKEAIOY (Ni-base)</u>

Τα υπερκράματα νικελίου απαντώνται σε μια πληθώρα εφαρμογών, καλύπτοντας τις ανάγκες της σύγχρονης βιομηχανίας και αεροναυπηγικής για υλικά υψηλής απόδοσης. Η αντοχή αυτών των υπερκραμάτων εξαρτάται, κυρίως, από ένα φαινόμενο που ονομάζεται πάχυνση (coarsening) των κατακρημνισμάτων της γ' και γ'' φάσης. Το φαινόμενο αυτό οδηγεί το σύστημα σε μεταλλουργική και θερμική αστάθεια με αποτέλεσμα να έχουμε ταχεία ελάττωση της αντοχής του κράματος σε ερπυσμό και θερμομηχανική κόπωση [22, 23].

Τα υπερκράματα Ni περιέχουν επίσης άνθρακα σε ποσοστό 0.2 – 0.6% στη παρουσία του οποίου οφείλεται ο σχηματισμός καρβιδίων, τόσο στο εσωτερικό της μητρικής δομής (transgranular) όσο και στα όρια των κόκκων (intergranular). Η δημιουργία

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

των ασυνεχών καρβιδίων στα όρια κόκκων παρεμποδίζει την ολίσθηση αυτών κατά τον ερπυσμό και μετατρέπει το μηχανισμό από διαχυσιακό (diffusional creep) σε ελεγχόμενο από τα όρια κόκκων (grain boundary control creep) [24, 25].



περίπου Χ10000) [2].

Στην εικόνα αυτή γίνεται μια προσπάθεια να παρατεθούν τα χαρακτηριστικά γνωρίσματα, όσον αφορά τη δομή, τα οποία οδήγησαν στην εξέλιξη των υπερκραμάτων από άποψη μηχανικών αντοχών και ολκιμότητας. Μαζί όμως με όλα τα ευεργετικά στοιχεία, δεν έλειψε, επίσης, και η εμφάνιση φάσεων που προκαλούν ψαθυροποίηση ή και μείωση της μηχανικής αντοχής. Έτσι άρχισαν να εμφανίζονται φάσεις όπως οι σ , μ και *Laves*, οι οποίες τείνουν να ευθραυστοποιήσουν τα υπερκράματα [2, 8].

Τα υπερκράματα Ni χαρακτηρίζονται από μια πλήρη ωστενιτική δομή (FCC) που έχει την ιδιότητα να διατηρεί καλή αντοχή σε εφελκυσμό, δυσθραυστότητα και αντίσταση σε ερπυσμό σε πολύ υψηλότερες θερμοκρασίες από αυτές των χωροκεντρωμένων κυβικών δομών (BCC). Τα υπερκράματα αυτά μπορούν να χρησιμοποιηθούν σε θερμοκρασία μέχρι 0.8Tm και για χρονική διάρκεια μεγαλύτερη από 100.000h [28,29].

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Η αυξανόμενη πολυπλοκότητα της σύστασης στοχεύει στη βελτιστοποίηση της μικροδομής και των συμμετεχουσών φάσεων (μορφολογία, κλάσμα όγκου, διασπορά). Τα τελευταία 20 χρόνια έχει καταβληθεί μεγάλη προσπάθεια κατανόησης της συνεισφοράς των φάσεων, της μεταλλουργικής σταθερότητας τους, της διαδοχής μετασχηματισμών φάσεων και των επιπτώσεων της μικροκραμάτωσης που αντικατοπτρίζονται στην αποκρισιμότητα των υλικών σε μεγάλες περιόδους λειτουργίας.

Με βάση έρευνες που έχουν πραγματοποιηθεί η βέλτιστη αντίσταση σε οξείδωση επιτυγχάνεται με περιεκτικότητες σε Cr εύρους 15–30%. Το χρώμιο ακόμη συμμετέχει σε καρβίδια που έχουν κυρίαρχο ρόλο στη σκλήρυνση του υλικού σε υψηλές θερμοκρασίες [30, 31].

Η «επιδεξιότητα» των υπερκραμάτων νικελίου στις υψηλές θερμοκρασίες οφείλεται στην κατακρήμνιση της φάσης γ' – Ni₃(Al, Ti), η οποία αποτελεί και τον κύριο μηχανισμό σκλήρωσης στα περισσότερα από τα κράματα αυτά, όπως Waspalloy, Udiment 630, Udiment 700 κ.α. Υπάρχουν, επίσης, υπερκράματα με βάση το νικέλιο τα οποία δεν βασίζονται στη σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης, αλλά στη σκλήρωση μέσω στερεού διαλύματος, κατά κύριο λόγω, καθώς και μέσω κατακρήμνισης καρβιδίων ή ενδομεταλλικών ενώσεων ή και τα δύο. Δύο χαρακτηριστικά τέτοια κράματα είναι το Alloy 625 και ένα από τα κράματα που μελετώνται στην παρούσα μελέτη, το Hastelloy X [35, 36].

3.5 ΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΣΚΛΗΡΩΣΗΣ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ

Οι βασικοί μηχανισμοί σκλήρωσης των υπερκραμάτων είναι τρείς, η σκλήρωση μέσω στερεού διαλύματος, η σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης και η σκλήρωση μέσω διασποράς οξειδίων. Η σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης καρβιδίων θεωρείται δευτερεύουσα και χρησιμοποιείται κυρίως σε κράματα όπου η διαλυτότητα του μολυβδαινίου και του βολφραμίου είναι περιορισμένη [36, 38].

3.5.1 <u> $\Sigma K \Lambda HP \Omega \Sigma H ME \Sigma \Omega \Sigma TEPEOY \Delta IA \Lambda YMATO \Sigma$ </u> (Solid Solution Hardening)

Τα στερεά διαλύματα γενικά θεωρούνται δύο ειδών, τα στερεά διαλύματα αντικατάστασης και τα στερεά διαλύματα παρεμβολής. Στερεό διάλυμα αντικατάστασης έχουμε όταν ένα άλλο άτομο αντικαθιστά ένα άτομο από το πλέγμα της μητρικής φάσης, ενώ στερεό διάλυμα παρεμβολής έχουμε όταν κάποιο άτομο παρεμβάλλεται στα ενδοκρυσταλλικά κενά του πλέγματος. Οι παράγοντες που καθορίζουν αυτούς τους μηχανισμούς είναι η ατομική ακτίνα των στοιχείων, η ηλεκτροχημική συνάφεια και άλλα που δεν θα αναλυθούν, καθώς δεν αποτελούν αντικείμενο της παρούσας εργασίας [39].

Αυτό που μας ενδιαφέρει είναι οι συνέπειες που επιφέρουν αυτοί οι μηχανισμοί. Κατά τη δημιουργία στερεού διαλύματος, τα διαφορετικά άτομα που έχουν εισαχθεί στο κρυσταλλικό πλέγμα προκαλούν παραμορφώσεις, λόγο της διαφορετικής ατομικής ακτίνας. Αυτές οι παραμορφώσεις έχουν την τάση να δυσχεραίνουν την κίνηση των διαταραχών, με αποτέλεσμα την αύξηση των μηχανικών αντοχών του κράματος.

3.5.2 <u> $\Sigma K \Lambda HP \Omega \Sigma H ME \Sigma \Omega KATAKPHMNI \Sigma H\Sigma$ </u> (Precipitation Hardening)

Η σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης επιτυγχάνεται, όπως στην περίπτωση των υπερκραμάτων νικελίου, με την προσθήκη στοιχείων όπως αλουμίνιο, τιτάνιο και νιόβιο. Τα στοιχεία αυτά χαρακτηρίζονται από περιορισμένη διαλυτότητα στην μητρική φάση, με αποτέλεσμα, με την πτώση της θερμοκρασίας να κατακρημνίζονται ομοιογενώς, από το υπέρκορο στερεό διάλυμα της μητρικής φάσης. Τα κατακρημνίσματα που προκύπτουν είναι συνεκτικές, ως προς τη μήτρα, ενδομεταλλικές ενώσεις τύπου γ' Ni(Al,Ti) ή γ'' Ni₃Nb, οι οποίες εμποδίζουν την

μετακίνηση των διαταραχών. Η αποδοτικότητα αυτού του μηχανισμού σκλήρωσης εξαρτάται από τις εξής παραμέτρους:

- Την συνεκτικότητα της μητρικής φάσης γ και των κατακρημνισμένων φάσεων
 γ' και γ''.
- Το φράγμα ενέργειας που απαιτείται για μια δεδομένη διαταραχή ώστε να διαπεράσει μια κατακρημνισμένη φάση. Γενικά, όσο μεγαλύτερο είναι αυτό το φράγμα, θα έχουμε και μεγαλύτερη σκλήρωση του κράματος.
- iii. Το κλάσμα όγκου της κατακρημνισμένης φάσης.
- iv. Το μέγεθος των κόκκων.

Το μέγεθος των κόκκων διαδραματίζει σπουδαίο ρόλο, καθώς υπερβολική μεγέθυνση αυτών αυξάνει την πιθανότητα οι διαταραχές να βρουν εύκολα μονοπάτια διαμέσου των μεγεθυμένων κόκκων [33, 35, 36].

3.5.3 <u> $\Sigma K \Lambda HP \Omega \Sigma H$ MESO $\Delta I A \Sigma \Pi O P A \Sigma$ O $\Xi E I \Delta I \Omega N$ (Oxide Dispersion Strengthening)</u>

Τα κράματα που σκληραίνονται μέσω διασποράς οξειδίων είναι γνωστά και ως προϊόντα μηχανικής κραματοποίησης, καθώς η διαδικασία σχηματισμού τους έγκειται στην ανάμιξη μεταλλικής σκόνης με σκόνες οξειδίων. Το μίγμα αυτό τοποθετείται εντός σφαιρόμυλων υψηλής ενέργειας, όπου μέσω προσκρούσεων προκαλείται θρυμματισμός των κόκκων, και τελικά σύνδεσή τους μέσω του μηχανισμού της διάχυσης. Έτσι με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνεται μηχανική κραματοποίηση της σκόνης, η οποία οδηγείται στη συνέχεια για πυροσυσσωμάτωση και θερμική κατεργασία για βελτιστοποίηση της μικροδομής και των ιδιοτήτων. Τέτοια υπερκράματα παρουσιάζουν πολύ καλές ιδιότητες σε υψηλές θερμοκρασίες, όπως αντοχή σε ερπυσμό, αντίσταση σε οξείδωση, ενανθράκωση, θείωση και τήγματα υάλων. Λόγω του υψηλού κόστους παραγωγής τους, καθώς και της χαμηλής ολκιμότητας τους, η χρήση τους σε αεροκινητήρες είναι περιορισμένη. Χαρακτηριστικά παραδείγματα τέτοιων κραμάτων είναι το Inconel MA–6000, Inconel MA–760 [36, 40].

Τα πρώτα ODS υπερκράματα βασίζονταν στην χρήση ThO₂ για σκλήρωση, ενώ πλέον χρησιμοποιείται το Y₂O₃. Το Y₂O₃ σε υπερκράματα που περιέχουν αλουμίνιο

αντιδρά με αυτό προς σχηματισμό μικτών οξειδίων του αλουμινίου και της υττρίας στη τελική μικροδομή του υπερκράματος. Στο φερριτικής δομής MA-956, έχει παρατηρηθεί ο σχηματισμός AlYO₃, ορθορομβικής δομής, και Y₃Al₅O₁₂ τετραγωνικής δομής [36].

3.5.4 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ ΚΑΡΒΙΔΙΩΝ

Ο μηχανισμός σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης καρβιδίων συμβαίνει κατά προτιμητέο τρόπο στα όρια των κόκκων, έτσι τα όρια των κόκκων γίνονται πιο ανθεκτικά σε φαινόμενα ολίσθησης. Ο μηχανισμός αυτός ενισχύει την αντοχή σε ερπυσμό σε υψηλές θερμοκρασίες, καθώς ο ερπυσμός μεταφέρεται από τα όρια των κόκκων προς το εσωτερικό αυτών. Για καλύτερα αποτελέσματα τα καρβίδια αυτά πρέπει να είναι μικρά, σφαιροειδούς σχήματος και μη συνεκτικά. Η συνεκτικότητα στα καρβίδια κατά μήκος των ορίων των κόκκων θα σήμαινε εύκολα μονοπάτια διάδοσης των διαταραχών. Επίσης, ο σχηματισμός συνεχών αλυσίδων καρβιδίων στα όρια των κόκκων οδηγεί σε περικρυσταλλική αστοχία καθώς ο άνθρακας δεσμεύει στοιχεία που προστατεύουν από τη διάβρωση, όπως το Cr. Έτσι σχηματίζονται γαλβανικά κελιά, όπου οι απογυμνωμένες περιοχές, δίπλα στα όρια κόκκων, από αντιδιαβρωτικά στοιχεία λειτουργούν ως άνοδοι, ενώ το εσωτερικό των κόκκων που διατηρεί την αρχική περιεκτικότητα, ενεργεί ως κάθοδος [35, 36, 41].

Τα πρωτογενή καρβίδια είναι του τύπου MC και M_6C , όπου M = Hf, Mo, Ti, W, Nb. Κατά την παραμονή αυτών των καρβιδίων σε υψηλές θερμοκρασίες, τείνουν να σχηματίσουν καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ [36].

Τα MC καρβίδια αποτελούν θερμοδυναμικά πολύ σταθερές φάσεις και σχηματίζονται είτε στην υγρή φάση είτε σε υψηλή θερμοκρασία μετά τη στερεοποίηση και υπάρχουν είτε σε μορφή blocus είτε σε μορφή δικτύων μέσα στους κόκκους ή και στα όρια κόκκων. Τα καρβίδια τύπου M_6C σχηματίζονται κατά τη διάρκεια θερμικών κατεργασιών σε κράματα υψηλής περιεκτικότητας σε Mo ή ως αποτέλεσμα διάσπασης των MC καρβιδίων. Το Cr, Ni, και Co μπορούν να αντικαταστήσουν το Mo και το W στη δομή MC [42].

Τα καρβίδια τύπου M₂₃C₆ τείνουν να κυριαρχήσουν σε κράματα υψηλής περιεκτικότητας σε χρώμιο και αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια θερμικών

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

κατεργασιών. Μπορούν να σχηματιστούν ακόμη από τη διάσπαση των καρβιδίων τύπου MC (breakdown). Προσδίδουν ιδιαίτερα χαρακτηριστικά στις ιδιότητες καθώς καθυστερούν την ολίσθηση μεταξύ των ορίων των κόκκων όταν συμμετέχουν ως μεμονωμένα κατακρημνίσματα (ασυνεχής κατακρήμνιση στα όρια κόκκων). Οι ιδιότητες επηρεάζονται κατ' αντίστροφο τρόπο όταν τα καρβίδια $M_{23}C_6$ υπάρχουν σε μορφολογία κυψελοειδούς δομής ή ως συνεχείς αλυσίδες/film στα όρια κόκκων [33,35].

3.6 ΟΙ ΦΑΣΕΙΣ ΚΑΙ Η ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΤΩΝ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ

Η μικροδομή των υπερκραμάτων χαρακτηρίζεται από αυξημένη πολυπλοκότητα, καθώς αποτελείται από έναν μεγάλο αριθμό ενδομεταλλικών ενώσεων και φάσεων, διεσπαρμένων κατάλληλα ώστε να προσδώσουν τις επιθυμητές ιδιότητες. Όλη αυτή η ποικιλία των ενδομεταλλικών ενώσεων, φάσεων και καρβιδίων, αποτελούν δευτερογενείς φάσεις, οι οποίες φυτρώνουν σε μια εδροκεντρωμένη κυβική δομή (fcc), την μητρική φάση γ [33, 36].

3.6.1 <u>Η ΜΗΤΡΙΚΗ ΦΑΣΗ</u>

Η μητρική φάση γ αποτελεί μια ιδανική φάση για την ανάπτυξη ανθεκτικών μικροδομών για χρήση σε υψηλές θερμοκρασίες, επειδή μπορεί να διαλυτοποιήσει μια μεγάλη γκάμα δευτερογενών φάσεων και πυρίμαχων στοιχείων.

Βασικό στοιχείο της μητρικής φάσης αποτελεί το κυρίαρχο στοιχείο του κράματος, αλλά και μια μεγάλη γκάμα από στοιχεία που είναι διεσπαρμένα σε μορφή στερεού διαλύματος ή σε μορφή κάποιας κατακρημνισμένης φάσης. Τέτοια στοιχεία είναι το χρώμιο, το βολφράμιο, το ρήνιο, το νιόβιο, το ταντάλιο κ.α.

3.6.2 <u>H Φ A Σ H γ ' Ni₃ (Al, Ti)</u>

Η φάση γ' δημιουργείται υπό την μορφή συνεκτικού κατακρημνίσματος από την μητρική φάση γ. Η μορφολογία της εξαρτάται από το είδος της θερμικής κατεργασίας που έχει υποστεί το εκάστοτε κράμα, καθώς και από την χημική σύσταση. Εντοπίζεται διεσπαρμένη σε όλη την μητρική φάση, αλλά συχνά και υπό την μορφή υμενίων στα όρια των κόκκων, μετά από έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες. Τα κυρίαρχα στοιχεία που συμμετέχουν στο σχηματισμό της φάσης γ' είναι το νιόβιο, το

αλουμίνιο και το τιτάνιο. Από έρευνες που έχουν γίνει θεωρείται ότι επιδρούν θετικά στην αντίσταση κατά του ερπυσμού [36, 71, 72].

Το όριο διαρροής της φάσης γ' βαίνει αυξανόμενο με την θερμοκρασία μέχρι τους 800°C περίπου, ενώ εμφανίζει πολύ καλή αντίσταση κατά του ερπυσμού, της διάβρωσης, της ενανθράκωσης και παράλληλα διατηρεί πολύ καλή ολκιμότητα. Η μορφολογία εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από την αναντιστοιχία μεταξύ της μητρικής φάσης και της ενδομεταλλικής ένωσης γ'. Η αναντιστοιχία αυτή προσδιορίζεται ποσοτικά από τη σχέση:

$$\delta = \frac{a_{\gamma\prime} - a_{\gamma}}{\frac{a_{\gamma\prime} + a_{\gamma}}{2}}$$

όπου

α_{γ'} η παράμετρος πλέγματος της ενδομεταλλικής ένωσης γ', και α_γ η παράμετρος πλέγματος της μητρικής φάσης.

Για τιμές αναντιστοιχίας 0 – 0.2% η μορφολογία είναι σφαιροειδής, για 0.5 – 1% κυβοειδής, και πλακοειδής για τιμές πάνω από 1.25%. Στην περίπτωση της σφαιροειδούς μορφολογίας έχουμε ελαχιστοποίηση της επιφανειακής ενέργειας, αλλά καθώς η αναντιστοιχία αυξάνεται και οι ελαστικές παραμορφώσεις του πλέγματος εντύνονται, η μορφολογία μετατρέπεται σε κυβοειδής προκειμένου να ελαχιστοποιηθεί η ενέργεια λόγω παραμόρφωσης του πλέγματος [43].

Με την αύξηση της θερμοκρασίας η αναντιστοιχία $\gamma - \gamma'$ αυξάνεται, διότι ο ρυθμός αύξησης της παραμέτρου πλέγματος της γ φάσης είναι μεγαλύτερος από αυτόν της κατακρημνισμένης φάσης γ' . Οι υψηλής αναντιστοιχίας επιφάνειες $\gamma - \gamma'$ λειτουργούν ως φράγμα στην μετακίνηση των διαταραχών και κατ' επέκταση αυξάνουν την αντοχή στον ερπυσμό. Άλλα στοιχεία όπως το μέγεθος των κατακρημνισμάτων και το κλάσμα όγκου της γ' φάσης θεωρούνται καθοριστικά για ιδιότητες όπως ο ερπυσμός και η μηχανική αντοχή. Η γ' φάση φυτρώνει είτε στα όρια κόκκων είτε στις διεπιφάνειες επαφής με άλλες δευτερεύουσες φάσεις κατά τη διάρκεια γήρανσης υψηλής θερμοκρασίας ή ακόμα και σε κατάσταση μερικής ομογενοποίησης σε ορισμένα κράματα [29, 50].

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Αρκετά μεγάλα ποσοστά Al στην φάση Ni₃Al μπορεί να αντικατασταθούν από Ti, Nb ή Ta και να οδηγήσουν στο πιθανό σχηματισμό εναλλακτικής μετασταθούς θερμοδυναμικά φάσης γ΄. Οι μετασταθείς ομάδες φάσεων γ΄ που περιέχουν υψηλά ποσοστά Ti, μπορούν να μετασχηματιστούν σ' ένα θερμοκρασιακό εύρος 700° – 900°C, σε θερμοδυναμικά σταθερή "η" φάση, με στοιχειομετρική αναλογία Ni₃Ti και εξαγωνική δομή υψηλής πυκνότητας. Ο μηχανισμός αυτός της μετάβασης από την φάση γ' στην η επιταχύνεται με την επιβολή τάσης και την αύξηση του λόγου Al/Ti, οδηγώντας σε μεγάλες αναντιστοιχίες πλέγματος, μη συνεκτικότητα και απώλεια της μεταλλουργικής σταθερότητας του κράματος [73,74].

3.6.3 <u>H Φ A Σ H γ '' Ni₃Nb</u>

Η γ'' φάση αποτελείται από συνεκτικά, ως προς τη μήτρα, κατακρημνίσματα χωροκεντρωμένης τετραγωνικής δομής (bct). Η μορφολογία της είναι δισκοειδής, φυτρώνει περικρυσταλλικά – παράλληλα στα όρια των κόκκων και σε σημεία συσσώρευσης σφαλμάτων, και αναπτύσσεται σε κράματα που έχουν τουλάχιστον 4% Nb [36, 75].

Ένα βασικό μειονέκτημα της γ'' φάσης, συγκριτικά με την γ', είναι το γεγονός ότι έχει χαμηλότερη θερμοκρασία solvus. Έτσι υπερκράματα σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης γ'' φάσης, χάνουν την αντοχή τους μετά τους 650°C, λόγω του μετασχηματισμού της γ'' σε δ. Αυτός είναι ο λόγος που κράματα σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης γ'' χρησιμοποιούνται όταν απαιτείται υψηλή αντοχή σε χαμηλότερες θερμοκρασίες [36, 76].

3.6.4 <u>ΚΑΡΒΙΔΙΑ</u>

Η επίδραση των καρβιδίων στα υπερκράματα είναι άλλοτε θετική, και άλλοτε επιφέρει αρνητικές συνέπειες ως προς τις ιδιότητες, ανάλογα με την θέση, την σύσταση και την μορφολογία τους. Στα καρβίδια, ο προστιθέμενος άνθρακας που είναι της τάξης του 0.2%, συνδυάζεται με ενεργά στοιχεία όπως Nb, Ti, Ta, Hf με σκοπό την δημιουργία μεταλλικών καρβιδίων MC.

Κατά την διαδικασία της θερμικής κατεργασίας τα πρωτογενή καρβίδια τύπου MC τείνουν να διαλυθούν προς μετασχηματισμό δευτερογενών καρβιδίων τύπου M₂₃C₆ ή/και M₆C, τα οποία κατακρημνίζονται προτιμητέα στα όρια των κόκκων. Ποιο

σπάνια απαντώνται και καρβίδια τύπου M_7C πλούσια σε χρώμιο. Τα δευτερογενή καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ και M_7C εμφανίζονται στα όρια των κόκκων υπό την μορφή ασυνεχών blocky καρβιδίων, αν και έχουν παρατηρηθεί και πλακοειδείς και κανονικοί γεωμετρική σχηματισμοί [36, 44].

Τα καρβίδια $M_{23}C_6$ είναι τα πιο συχνά εμφανιζόμενα στα υπερκράματα κοβαλτίου. Σχηματίζονται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες απ' ότι τα M_6C , γύρω στους 760–980°C και συνήθως, εμφανίζονται στα όρια των κόκκων αλλά και κατά μήκος των ορίων των διδύμων, σχηματίζοντας επιμήκη πλακίδια παράλληλα σ' αυτά ή σχηματισμούς "zipperlike" (Εικ.3.4). Έχει παρατηρηθεί επίσης ο σχηματισμός τους σε θέσεις συσσώρευσης σφαλμάτων [44, 46, 47].



Εικόνα 3.4 Κατακρημνισμένα καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ (a) στα όρια των κόκκων και (b) σχηματισμοί zipperlike.

Η φάση $M_{23}C_6$ παρουσιάζει περίπλοκή κυβική δομή, όπου αν εξαιρέσουμε τον C θα πλησίαζε την tcp (topologically close packed phase) φάση σ, η οποία θα αναλυθεί στη συνέχεια. Αυτό γίνεται εύκολα κατανοητό αν σκεφτούμε ότι η συνεκτικότητα της $M_{23}C_6$ και της σ είναι πολύ μεγάλη. Κατ' επέκταση πλακοειδούς μορφολογίας σ φάσεις μπορούν να φυτρώσουν στα όρια καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$. Η θέση αυτών των καρβιδίων στα όρια των κόκκων είναι πολύ σημαντική και μπορεί να προσδώσει αξιοσημείωτη αύξηση στην αντοχή του υπερκράματος σε τασικά πεδία σε υψηλές θερμοκρασίες [11, 36, 45].

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Τα καρβίδια τύπου M_6C είναι επίσης κυβικής δομής, αλλά κατακρημνίζονται σε ελαφρώς μεγαλύτερες θερμοκρασίες απ' ότι τα $M_{23}C_6$, περίπου στους 815–980°C. Είναι πλούσια σε πυρίμαχα στοιχεία όπως βολφράμιο και μολυβδαίνιο, και παρ' όλο που έχουν παρόμοια δομή με τα $M_{23}C_6$, απαραίτητο για την κατακρήμνισή τους είναι η ύπαρξη μεγαλύτερων ποσοστών βολφραμίου και μολυβδαινίου, 6–8 at% στα υπερκράματα νικελίου και 4–6 at% στα υπερκράματα κοβαλτίου. Μπορούν να σχηματιστούν και σε υπερκράματα με μικρότερες περιεκτικότητες, μέσω της αποσύνθεσης MC τύπου καρβιδίων πλούσιων σε βολφράμιο. Κατά την αποσύνθεσή τους αυτά τα καρβίδια δημιουργούν ζώνες πλούσιες σε βολφράμιο με αποτέλεσμα την κατάλυση σχηματισμού M_6C τύπου καρβιδίων [36, 47].

Λόγω της υψηλότερης θερμοκρασίας σχηματισμού τους τα M_6C καρβίδια θεωρούνται πιο ευεργετικά και προτιμούνται όσον αφορά τον έλεγχο του μεγέθους των κόκκων κατά την κατεργασία των υπερκραμάτων [44].

Τα καρβίδια τύπου MC συνεισφέρουν με έμμεσο τρόπο στις ιδιότητες, παρέχοντας μια σταθερή πηγή άνθρακα για τον σχηματισμό των δευτερογενών καρβιδίων. Τα ίδια τα MC τύπου πιστεύεται να αποτελούν πολλές φορές πηγές έναρξης και διάδοσης ρωγμών στα όρια των κόκκων [43]. Έτσι στα περισσότερα υπερκράματα είναι τα δευτερογενή καρβίδια τα οποία συνεισφέρουν στην βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων και την σταθεροποίηση του ορίου των κόκκων. Σημειώνουμε ότι, για να είναι θετική η επιρροή των καρβιδίων, θα πρέπει να ελέγχεται με μεγάλη προσοχή το σχήμα και η ποσότητα τους. Η ύπαρξη συνεχών καρβιδίων στα όρια των κόκκων, μπορούν να αποτελέσουν μονοπάτια διάδοσης των ρωγμών, ενώ η ασυνεχής κατακρήμνιση επιφέρει βέλτιστα αποτελέσματα σταθεροποιώντας τα όρια των κόκκων και δυσκολεύοντας την διέλευση των διαταραχών. Έχει παρατηρηθεί, επίσης, ότι η κυψελοειδούς μορφολογίας $M_{23}C_6$ και μορφολογίας Widmanstatten M_6C τείνουν να μειώσουν την ολκιμότητα και την αντοχή σε θραύση [23, 36]

3.6.5 <u>ΒΟΡΙΔΙΑ – ΟΞΕΙΔΙΑ – ΝΙΤΡΙΔΙΑ</u>

Τα βορίδια προσδιορίζονται ως σκληρά πυρίμαχα σωματίδια με μορφολογία από κυβοειδή έως μισοφέγγαρο. Εντοπίζονται κυρίως στα όρια των κόκκων , διότι το βόριο έχει μικρή ατομική ακτίνα και παράλληλα μικρή διαλυτότητα στην μητρική φάση, οπότε τείνει να συσσωρευτεί στα όρια των κόκκων. Η προσθήκη τους έγκειται

στη σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης βοριδίων, με παρόμοιο τρόπο όπως τα καρβίδια, στα υπερκράματα νικελίου και νικελίου–σιδήρου. Χαρακτηρίζονται από τετραγωνική κρυσταλλική δομή δύο μορφών. Η πρώτη είναι τύπου MM'₂B₂ και χαρακτηρίζεται από χαμηλή παράμετρο πλέγματος, ενώ η δεύτερη από υψηλή παράμετρο πλέγματος τύπου M₂M'B₂ σφαιροειδούς μορφολογίας. Τα M και M' μπορεί να είναι αντίστοιχα Mo, Ti και Cr, Ni, Co. Η πρώτη μπορεί να μετασχηματιστεί στη δεύτερη μέσω γήρανσης σε θερμοκρασίες κάτω απ' την θερμοκρασία solidus.

Η ύπαρξη βορίου σε υπερκράματα νικελίου έχει παρατηρηθεί ότι συμβάλει στην ρωγμάτωση της θερμικά επηρεασμένης ζώνης κατά την συγκόλληση ακόμα σε περιεκτικότητες της τάξης των ppm [36].

Τα οξείδια διαδραματίζουν σπουδαίο ρόλο στην προστασία από διαβρωτικά και οξειδωτικά περιβάλλοντα. Χρησιμοποιούνται κυρίως στα κράματα σκλήρωσης μέσω διασποράς οξειδίων, όπως περιγράφτηκαν στην υποενότητα 3.5.3.

Τα πιο συχνά εμφανιζόμενα νιτρίδια στα υπερκράματα είναι τα TiN, HfN και NbN. Σχηματίζονται στην υγρή φάση, πριν την στερεοποίηση, και δρουν ως θέσης φύτρωσης των πρωτογενών καρβιδίων τύπου MC, ενισχύοντας παράλληλα την τάση για ισοαξονική ανάπτυξη των κόκκων ως προς τη μικροδομή. Θεωρείται ότι δεν επιφέρουν κάποια μορφή ενίσχυσης των μηχανικών ιδιοτήτων, και δεδομένου ότι δεν τήκονται στο σημείο τήξης του κράματος, δεν επηρεάζονται από θερμικές κατεργασίες. Χρησιμοποιούνται συνήθως για την ενίσχυση της επιφανειακής σκληρότητας και της αντίστασης κατά της τριβής σε υπερκράματα όπως Alloy 601 και Alloy 718 [36].

3.6.6 $\Phi A \Sigma E I \Sigma T C P$ (Topologically Close Packed Phases)

Οι φάσεις tcp θεωρούνται επιζήμιες όσον αφορά τις μηχανικές ιδιότητες και συνήθως αποφεύγονται συνδυασμοί χημικής σύστασης που ευνοούν τον σχηματισμό τους. Σ' αυτές τις φάσεις τα άτομα εναποτίθενται σε υψηλής πλήρωσης στρώματα, διαδοχικά μεταξύ τους, και ανάμεσά τους παρεμβάλλονται στρώματα από σχετικά μεγάλα άτομα. Βρίσκονται υπό την μορφή πλακοειδών και βελονοειδών κατακρημνισμάτων όπως η σ , μ , χ , ρ και Laves [29, 53].

Σε γενικές γραμμές οι πιο συχνά εμφανιζόμενες στα υπερκράματα είναι οι φάσεις $\sigma - A_x B_y$, $\mu - A_x B_y$, και *Laves* $- A_2 B$ όπου A = (Fe, Ni, Co) και B = (Nb, Mo, Ta, Cr).

Η δημιουργία τους και κυρίως η πλακοειδής μορφολογία τους συνδέεται με την γένεση και έναρξη ρωγμών, με αποτέλεσμα την μείωση της αντοχής και της ολκιμότητας των υπερκραμάτων. Έχει παρατηρηθεί, επίσης, ότι η κρυσταλλική δομή των $M_{23}C_6$ είναι παραπλήσια μ' αυτή της σ – tcp, ενώ του M_6C μ' αυτή της μ – tcp σε υπερκράματα που περιέχουν W και Mo [36, 49].

Η σ αποτελεί μια ενδομεταλλική ένωση που σχηματίζεται από μεταβατικά στοιχεία και χαρακτηρίζεται από τετραγωνική δομή. Δημιουργείται μέσω του μηχανισμού φύτρωσης και ανάπτυξης σε μορφή πλακιδίων ή βελόνων και εμφανίζεται στα όρια διδύμων και στις διεπιφάνειες επαφής με βορίδια ή καρβίδια. Στα υπερκράματα νικελίου με υψηλά ποσοστά σε άνθρακα, έχει παρατηρηθεί ότι κατακρημνίζεται στο θερμοκρασιακό εύρος 650° – 925°C και ιδιαίτερα όταν συνδυάζεται από ταυτόχρονη επιβολή πεδίου τάσεων [47, 48].

Η φάση Laves κατακρημνίζεται και στα υπερκράματα Ni όπως και στους ανοξείδωτους χάλυβες σε μορφή επιμηκών εναλλασσόμενων πλακιδίων στα όρια κόκκων. Θεωρείται ότι συνεισφέρει στην αντοχή στον ερπυσμό, επειδή ευνοεί από θερμοδυναμικής άποψης τον σχηματισμό, περιμετρικά των τοιχωμάτων της, καρβιδίων τύπου M₆C. Χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή και καθοριστικός παράγοντας για τον σχηματισμό της θεωρείται ο συσχετισμός των ιοντικών ακτίνων των συμμετεχόντων ατόμων. Η ύπαρξή τους σχετίζεται με την υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω ψαθυροποίησης [57, 77, 78].

Οι φάσεις tcp περιέχουν υψηλό ποσοστό πυρίμαχων στοιχείων, τα οποία τα αντλούν απ' τη μήτρα, προκαλώντας απογύμνωση αυτής και υποβάθμιση των μηχανικών και αντιδιαβρωτικών ιδιοτήτων [50]. Έτσι, ενώ στα υπερκράματα νικελίου τρίτης γενιάς, έχει παρατηρηθεί ότι με την προσθήκη πυρίμαχων στοιχείων όπως το ρουθήνιο (Ru), το ρήνιο (Re) και το ρόδιο (Rh), αυξάνεται η αντοχή στον ερπυσμό και η μεταλλουργική σταθερότητα της μικροδομής, προωθείται ο σχηματισμός των επιβλαβών φάσεων tcp. Η επιβλαβής επιρροή αυτών των φάσεων εντοπίζεται στην απογύμνωση της ωστενιτικής μήτρας από τα στοιχεία που δημιουργούν στερεά διαλύματα, καθώς και στην ίδια την ψαθυρή τους φύση [51, 52]. Απ' όλα τα υπερκράματα, αυτά με βάση το νικέλιο-σίδηρο είναι πιο επιδεκτικά στο να σχηματίσουν φάσεις tcp, γεγονός που οφείλεται στην ηλεκτρονική δομή του σιδήρου, ο οποίος έχει 4 κενές θέσεις στο d τροχιακό. Τέτοιες ηλεκτρονικές δομές επιτρέπουν τον σχηματισμό ενδομεταλλικών ενώσεων με εξαιρετικά μικρές ενδοατομικές αποστάσεις, όπως Laves ή σ φάσεις [36].

3.7 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΙΜΟΤΗΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ

Οι τεχνικές συγκόλλησης οι οποίες βασίζονται στην διάχυση, περιλαμβάνουν τήξη και επαναστερεοποίηση του μετάλλου στην σύνδεση. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την εμφάνιση μεταλλουργικών και κατασκευαστικών προκλήσεων, η αντιμετώπιση των οποίων πολλές φορές είναι πολύ δύσκολη. Στη συνέχεια θα αναλυθούν κάποια από τα προβλήματα που προκύπτουν, κατά την διαδικασία συγκόλλησης υπερκραμάτων μέσω τήξης και επαναστερεοποίησης.

3.7.1 <u>POFMATOEH AOFO Δ IAXOPIEMOY ME Θ EPMANEH (Liquation Cracking)</u>

Το φαινόμενο της ρωγμάτωσης λόγω διαχωρισμού με θέρμανση σχετίζεται με την ύπαρξη υγρών υμενίων στα όρια των κόκκων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Τα υγρά υμένια διαβρέχουν τα όρια κόκκων μόνο της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, τα οποία βρίσκονται κοντά στην ζώνη διάχυσης. Φάσεις όπως MC τύπου καρβίδια και Laves, θεωρείται ότι ενισχύουν την τάση για έναρξη τήξης στα όρια των κόκκων. Στον πίνακα 3.2 φαίνεται η εμφάνιση του φαινομένου αυτού σε σχέση με τα κατακρημνίσματα που συμμετέχουν στην δημιουργία των υγρών υμενίων.

Alloy system	Liquating phase
Hastelloy X Inconel 600	M ₆ C Cr ₇ C ₃ ; Ti(Cn)
A-286	TiC or Ti(CN)

Πίνακας 3-3 Liquation Cracking σε υπερκράματα [53].

Η δημιουργία αυτών των υγρών υμενίων έχει παρατηρηθεί ότι συμβαίνει μέσω δύο μηχανισμών. Κατά τον πρώτο μηχανισμό, ο μικροδιαφορισμός των ακαθαρσιών (S, P, Si, O, N) στα όρια των κόκκων, οδηγεί στον σχηματισμό ευτηκτικών ενώσεων, οι οποίες

χαμηλώνουν το σημείο τήξης των ορίων των κόκκων συγκριτικά με αυτόν της γειτονικής ωστενιτικής μήτρας [56,57]. Σύμφωνα με τον δεύτερο μηχανισμό, που είναι γνωστός ως μηχανισμός διείσδυσης (penetration mechanism), έχουμε σχηματισμό ενός ευτηκτικού υμένιου στην διεπιφάνεια επαφής μεταξύ μητρικής φάσης και κατακρημνίσματος. Σ' αυτή τη περίπτωση δεν έχουμε τήξη του κατακρημνίσματος αλλά στοιχειακή τήξη (constitutional liquation), ένα φαινόμενο που παρουσιάζεται σε υπερκράματα με συνεισφορά φάσεων εντός της ωστενιτικής μήτρας [16, 58].

Πίνακας 3-4:	Ανώτατα	επιτρεπτά	όρια	για	αποφυγή	του	φαινομένου	Liquation
Cracking στα	υπερκράμ	ιατα [53].						

Element	Composition, wt% (maximum)
Sulfur	0.015
Phosphorus	0.015
Silicon	0.02
Oxygen	0.005
Nitrogen	0.005

Έχει παρατηρηθεί ότι η εμφάνιση του φαινομένου εντείνεται με την αύξηση του μεγέθους των κόκκων (Εικ. 3.5), ενώ σημαντικό ρόλο διαδραματίζει η ποσότητα και η θέση των κατακρημνισμάτων. Το μέγεθος των κατακρημνισμάτων στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη, και η θέση τους αναφορικά με τα όρια των κόκκων, μεταβάλλονται συνεχώς, κατά τον θερμικό κύκλο της συγκόλλησης, ενώ τα κατακρημνίσματα τείνουν να διαλυθούν [53].



Εικόνα 3.5 Συνολικό μήκος εμφανιζόμενων ρωγμών σε συνάρτηση με το μέγεθος του κόκκου (alloy 718) [53].

Για την ελαχιστοποίηση της εμφάνισης του φαινομένου θα πρέπει να ληφθούν υπόψη οι παράμετροι της συγκόλλησης, καθώς και διάφορες παράμετροι μεταλλουργικού χαρακτήρα όπως περιγράφονται στη συνέχεια.

Η ελαχιστοποίηση κατά το δυνατό του μεγέθους των κόκκων. Η συνεισφορά κατά την ελαχιστοποίηση του μεγέθους των κόκκων μπορεί να γίνει εύκολα αντιληπτή, αν σκεφτούμε πως, όταν κατά την συγκόλληση, οι υπολειπόμενες τάσεις συσσωρεύονται στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη, ο μηχανισμός που ενεργοποιείται είναι η ολίσθηση των ορίων των κόκκων, με σκοπό την αποτόνωση των τάσεων. Όμως, σε ένα υπερκράμα με ευμεγέθη κόκκους, η διαδικασία αυτή πραγματοποιείται δυσκολότερα αφού τα όρια των κόκκων είναι λιγότερα, με αποτέλεσμα το ενδεχόμενο ρωγμάτωσης να αυξάνεται. Επίσης, κατά την ρευστοποίηση ποσότητα τήγματος αναφορικά με το μέγεθος του κατακρημνίσματος, αφού η σχέση μεγέθους των κόκκων και επιφάνειας ορίων αυτών είναι αντιστρόφως ανάλογη. Έτσι, η στερεοποίηση του τήγματος, στην περίπτωση των μεγάλων κόκκων, χρειάζεται μεγαλύτερο χρονικό διάστημα, γεγονός που όπως έχει αποδειχτεί από έρευνες [62, 63] οδηγεί σε αυξημένη επιδεκτικότητα για εμφάνιση ρωγμάτωσης [53].

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Η ποσότητα του ρευστοποιημένου κατακρημνίσματος. Η ύπαρξη μεγάλης ποσότητας τήγματος μπορεί να έχει και θετικές και αρνητικές συνέπειες. Από την μια, όση μεγαλύτερη ποσότητα ρευστού υπάρχει, τόσο περισσότερο χρόνο θα χρειαστεί κατά την στερεοποίηση, με αποτέλεσμα την αύξηση της επιδεκτικότητας για ρωγμάτωση, όπως στην περίπτωση των ευμεγέθη κόκκων. Από την άλλη, η μεγάλη ποσότητα ρευστού σημαίνει πως η δυνατότητα, το υγρό να εισχωρήσει ανάμεσα στις ρωγμές, προκαλώντας κατά κάποιο ίαση της ρωγμής και αποκατάσταση της δομικής συνέχειας του υλικού είναι αυξημένη [59].

Το είδος των κατακρημνισμάτων. Υπάρχουν δύο είδη κατακρημνισμάτων τα οποία ρευστοποιούνται στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη, αυτά που οφείλονται στην στοιχειακή τήξη (constitutional liquation) και τα κατακρημνίσματα τήξης ισορροπίας (equilibrium liquating precipitates). Τα πρώτα αρχίζουν να τήκονται σε θερμοκρασίες μικρότερες της solidus, επειδή υπάρχουν στο κράμα σε ποσότητες μεγαλύτερες απ' ότι ορίζει η θερμοδυναμική ισορροπία, όπως τα κατακρημνίσματα της φάσης Laves. Επίσης, στοιχειακή τήξη μπορούν να υποστούν και κατακρημνίσματα τα οποία βρίσκονται σε θερμοδυναμική ισορροπία, όταν η ποσότητά τους είναι ιδιαίτερα αυξημένη [59, 63, 64]. Τα κατακρημνίσματα αυτού του είδους, είναι εκείνα τα οποία τήκονται στην θερμοκρασία solidus ή πάνω απ' αυτή, όπως τα MC τύπου καρβίδια. Αυτοί οι δύο τύποι καρβιδίων συνδέονται κατά διαφορετικό τρόπο με το φαινόμενο ρωγμάτωσης με θέρμανση, λόγω του ότι η τήξη τους πραγματοποιείται σε διαφορετικά θερμοκρασιακά εύρη. Τα καρβίδια τα οποία τήκονται στην θερμοκρασία solidus ή πάνω απ' αυτή, συνδέονται με την ευαίσθητη ζώνη (mushy zone*), έχοντας πρόσβαση σε μεγάλες ποσότητες τήγματος για πλήρωση και αποκατάσταση των ρωγμών. Από την άλλη τα κατακρημνίσματα τα οποία τήκονται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες δεν έχουν πρόσβαση στην mushy zone και στο φαινόμενο της πλήρωσης και αποκατάστασης των ρωγμών, και κατ' επέκταση παρουσιάζουν αυξημένη επιδεκτικότητα για εμφάνιση του φαινομένου liquation cracking [59, 64].

*mushy zone: Είναι η ζώνη όπου συνυπάρχουν υγρό και στερεό.
3.7.2 <u>ΕΥΘΡΑΥΣΤΟΠΟΙΗΣΗ ΚΑΤΑ ΤΗ ΜΕΤΑΘΕΡΜΑΝΣΗ ΚΑΙ ΡΩΓΜΑΤΩΣΗ</u> <u>ΛΟΓΩ ΓΗΡΑΝΣΗΣ ΥΠΟ ΤΑΣΗ (Strain–Age Cracking)</u>

Κατά την συγκόλληση λόγω της ταχείας θέρμανσης και απόψυξης αναπτύσσονται στο εσωτερικό της ζώνης τήξης, αλλά και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης υπολειπόμενες εσωτερικές τάσεις. Για την απαλοιφή αυτών των τάσεων πραγματοποιείται θερμική κατεργασία μετά την συγκόλληση (post-weld heat treatment, Εικ. 3.6). Πραγματοποιείται θέρμανση του υλικού πάνω από την θερμοκρασία διαλυτοποίησης, όπου και διατηρείται για κάποιο χρονικό διάστημα στην θερμοκρασία γήρανσης. Η διαλυτοποίηση απαλείφει τις υπολειπόμενες τάσεις και επαναφέρει τα στοιχεία σε ομογενές στερεό διάλυμα. [53, 59].



Εικόνα 3.6 Σχηματική αναπαράσταση διαδικασίας θερμικής κατεργασίας μετά τη συγκόλληση [53].

Η ρωγμάτωση λόγω γήρανσης υπό τάση (strain-age cracking) ή ρωγμάτωση κατά την θέρμανση μετά την συγκόλληση (post-weld heat treatment cracking) είναι ένα φαινόμενο που απαντάται συχνά σε υπερκράματα σκλήρωσης μέσω γήρανσης, κατά τη διάρκεια θερμικής κατεργασίας μετά τη συγκόλληση. Αυτός ο τύπος θραύσης πραγματοποιείται στην στερεά κατάσταση και ακολουθεί συνήθως ένα περικρυσταλλικό μονοπάτι θραύσης. Η ρωγμάτωση μπορεί να συσχετιστεί με την θερμικά επηρεασμένη ζώνη, την ζώνη τήξης αλλά και το μέταλλο βάσης, και οφείλεται στην συνδυασμένη επίδραση της χαμηλής ολκιμότητας και του υψηλού πεδίου τάσεων στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη [59, 60].

Έχει παρατηρηθεί ότι υπερκράματα τα οποία έχουν υψηλό ποσοστό Al+Ti και σκληραίνονται μέσω της γ' φάσης είναι πολύ επιδεκτικά σε τέτοιου τύπου ρωγμάτωση, ενώ υπερκράματα με αρκετά μεγάλο ποσοστό Al + Ti δεν διατίθενται ως διαμορφώσιμα, λόγω της υπερβολικά μικρής συγκολλησιμότητας που παρουσιάζουν [59, 61].



Εικόνα 3.7 Επίδραση συνδυασμένης περιεκτικότητας Al + Ti ως προς την επιδεκτικότητα εμφάνισης strain - age cracking.

3.7.3 <u>ΡΩΓΜΑΤΩΣΗ ΚΑΤΑ ΤΗΝ ΣΤΕΡΕΟΠΟΙΗΣΗ (Solidification Cracking)</u>

Το φαινόμενο της ρωγμάτωσης κατά την στερεοποίηση παρατηρείται όταν οι τάσεις που δημιουργούνται, υπερβαίνουν τα όρια ολκιμότητας του στερεοποιημένου μετάλλου εξαιτίας της δημιουργίας ευτηκτικών φιλμ περιμετρικά των ορίων των κόκκων. Τέτοιου τύπου ρωγμάτωση μπορεί να προκύψει σε διάφορα συστήματα κραμάτων κατά το τελευταίο στάδιο της στερεοποίησης και διανομής του τήγματος περιμετρικά των ορίων των κόκκων [65, 66].

Η ρωγμάτωση κατά την στερεοποίηση είναι γνωστή και ως θερμή ρωγμάτωση (hot cracking) και η εμφάνισή της έχει συσχετιστεί με την ύπαρξη θείου στη ζώνη διάχυσης ή με τη συμμετοχή ευτηκτικών μετάλλων. Για την έναρξη αυτής της ρωγμάτωσης, δύο θεωρούνται οι πρωταρχικές συνθήκες, η επιδεκτική μικροδομή και η εκ νέου παραμόρφωση (restraint). Επειδή η συγκόλληση είναι μια διαδικασία εκτός ισορροπίας, ευτηκτικές ενώσεις δύναται να σχηματιστούν κατά τη διάρκεια της απόψυξης, με αποτέλεσμα τα όρια των κόκκων να περιβάλλονται από υγρά φιλμ. Η παραμόρφωση που επενεργείται κατά τη διαδικασία της απόψυξης ή ακόμη και από εξωτερικά φορτία προκαλεί ρωγματώσεις «απομακρύνοντας» τα όρια κόκκων που διαβρέχονται περιμετρικά από υγρά υμένια.

Από έρευνες αναφέρεται ότι η θερμή ρωγμάτωση εμφανίζεται κατά μήκος του κεντρικού πάσου της συγκόλλησης, ενώ κράματα ανθεκτικά σε υψηλές θερμοκρασίες περιέχουν συχνά στοιχεία όπως Nb, Si, B και Cr, που παρεμποδίζουν την θερμή ρωγμάτωση υπό συγκεκριμένες συνθήκες [67, 68, 69, 70].

3.8 <u>SYFKOAAHSIMOTHTA TΩN YHEPKPAMATΩN HASTELLOY X KAI</u> <u>HAYNES 188</u>

Τα υπερκράματα Hastelloy X και Haynes 188 παρουσιάζουν ως προς την συγκολλησιμότητα παρόμοια χαρακτηριστικά με τους ωστενιτικούς ανοξείδωτους χάλυβες. Σε γενικές γραμμές δεν αντιμετωπίζουν ιδιαίτερα προβλήματα κατά την συγκόλληση αν οι διαδικασίες πραγματοποιηθούν σύμφωνα με τις αντίστοιχες προδιαγραφές.

4. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

4.1 <u>ΠΕΡΙΓΡΑΦΗ ΤΟΥ ΥΛΙΚΟΥ</u>

Η παρούσα εργασία μελετά την τη συγκόλληση δύο υπερκραμάτων, νικελίου και κοβαλτίου, με έμφαση στη μελέτης της μικροδομής και των μηχανικών ιδιοτήτων αυτών. Τα υπερκράματα είναι το Hastelloy X (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5536) και Haynes 188 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5608).

Το σύνολο του υλικού το οποίο χρησιμοποιήθηκε στο πειραματικό μέρος προήλθε από την Ε.Α.Β. Τα υλικά προμηθεύτηκαν υπό την μορφή ελασμάτων και συγκολλήθηκαν με την μέθοδο συγκόλλησης μη καταναλισκόμενου ηλεκτροδίου (TIG–Gas Tungsten Arc) στις εγκαταστάσεις της Ε.Α.Β.

Τα υπερκράματα αυτά είναι κράματα σκλήρωσης μέσω στερεού διαλύματος και οι χημικές συστάσεις τους δίνονται στον πίνακα 4.1, ενώ οι τυπικές μηχανικές ιδιότητες αυτών στον πίνακα 4.2.

Πίνακας 4-1: Χημική σύσταση των υπερκραμάτων Hastelloy X και Haynes 188.

	Ni	Cr	Со	Mo	W	Fe	Mn	Si	La	С	B
Hastelloy X (AMS 5536)	47 (bal)	22	1,5	9	0.6	18	1 (max)	1 (max)	-	0.10	0,008
Haynes 188 (AMS 5608)	22	22	39 (bal)	-	14	3 (max)	1,25 (max)	0,35 (max)	0,03	0.10	-

Πίνακας 4-2: Τυπικές μηχανικές ιδιότητες των Haynes 188 και Hastelloy X με	τά
από ανόπτηση και γρήγορη ψύξη στην θερμοκρασία περιβάλλοντος.	

	Όριο Διαρροής (Mpa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα ε(%)	Σκληρότητα (HV)
Hastelloy X (AMS 5536)	345	792	45,5	190
Haynes 188 (AMS 5608)	379	862	45	≤ 319

Οι αρχικές διαστάσεις των δοκιμίων, μετά τη συγκόλληση, ήταν 200x150x1,05 mm (μήκος, πλάτος, πάχος). Παρελήφθησαν συνολικά τέσσερα συγκολλημένα τεμάχια

των προαναφερθέντων διαστάσεων. Τα μέταλλα βάσης και στα τέσσερα τεμάχια ήταν Hastelloy X και Haynes 188 αντίστοιχα. Στα δύο εξ' αυτών χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο προσθήκης υλικό από το υπερκράμα Hastelloy X (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5798), ενώ στα άλλα δύο υλικό από το Haynes 188 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5801). Το μέταλλο προσθήκης ήταν υπό μορφή σύρματος, με χημικές συστάσεις όπως δίνονται στον παρακάτω πίνακα.

Πίνακας 4-1: Χημική σύσταση των μετάλλων προσθήκης.

	Ni	Cr	Со	Mo	W	Fe	Mn	Si	La	С	В	S	Р
Hastelloy X (AMS 5798)	(bal)	22	1,5	9	0.6	19	1 (max)	1 (max)	-	0.10	0,01 (max)	0,03	0,04
Haynes 188 (AMS 5801)	22	22	37 (bal)	-	14	3 (max)	1,25 (max)	0,5 (max)	0,04 (max)	0.10		0,015	0,02

Στη συνέχεια αναφέρονται οι παράμετροι που χρησιμοποιήθηκαν κατά την συγκόλληση:

- 1. Διάμετρος συρμάτων συγκόλλησης: 0.8 mm
- 2. Ηλεκτρόδιο βολφραμίου με 2% θόριο (EWTh-2), διαμέτρου 1.6 mm
- 3. Ένταση ρεύματος: 30-40 Α
- 4. Τάση ρεύματος: 12V
- 5. Αέριο προστασίας: Αργό 99.999%

Η συγκόλληση των τεμαχίων πραγματοποιήθηκε χειρωνακτικά και στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε έλεγχος μέσω ακτίνων Χ, για να διαπιστωθεί αν υπήρχαν ατέλειες ή ανεπιθύμητα εγκλείσματα. Οι συγκόλλησεις θεωρήθηκαν άρτιες.

4.2 ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ

4.2.1 <u>ΚΟΠΗ ΔΟΚΙΜΙΩΝ</u>

Τα παραπάνω τέσσερα τεμάχια που περιγράφηκαν χωρίστηκαν σε δύο ομάδες των δύο τεμαχίων, με διαφορετικό μέταλλο προσθήκης το καθένα. Από την πρώτη ομάδα λήφθηκαν δύο δοκίμια (1 από κάθε τεμάχιο) για μεταλλογραφική ανάλυση της συγκόλλησης. Η παρατήρηση έγινε σε κάθετη τομή της συγκόλλησης με δοκίμια διαστάσεων 20x15x1 mm (μήκος, πλάτος, πάχος). Από την δεύτερη ομάδα λήφθηκαν 6 δοκίμια για τις δοκιμές εφελκυσμού. Συνολικά 12 δοκίμια και από τα δύο τεμάχια.

Τα δοκίμια για τον εφελκυσμό στάλθηκαν για κοπή σε εξωτερικό μηχανουργείο. Για λόγους μη διατάραξης της μικροδομής, από αυξημένες θερμοκρασίες λόγω τριβής, χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος της υδροκοπής (waterjet cutting). Η κοπή των δοκιμίων έγινε σύμφωνα με τα πρότυπα ASTM E8, και οι διαστάσεις των δοκιμίων φαίνονται στην εικόνα 4.5.



Εικόνα 4.1 Σχέδιο σύμφωνα με το οποίο κόπηκαν τα δοκίμια εφελκυσμού.

4.2.2 <u>ΕΓΚΙΒΩΤΙΣΜΟΣ</u>

Τα δοκίμια εγκιβωτίστηκαν σε καλούπια διαμέτρου περίπου 3cm. Ο εγκιβωτισμός έγινε σε βακελίτη.

4.2.3 <u>ΛΕΙΑΝΣΗ</u>

Τα στάδια της λείανσης και της στίλβωσης αποσκοπούσαν στην μείωση της επιφανειακής τραχύτητας των δοκιμίων, με σκοπό να είναι εφικτή η αποκάλυψη της μικροδομής τους, μετά την προσβολή τους με κατάλληλο αντιδραστήριο, στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο. Η λείανση πραγματοποιήθηκε σε οριζόντιο, υδρόψυκτο, περιστρεφόμενο τροχό, κατά την διάρκεια της οποίας, η επιφάνεια του δοκιμίου εφάπτονταν στον τροχό. Η διαδικασία πραγματοποιήθηκε σε ειδικό μηχάνημα με αυτοματοποιημένο τρόπο, έτσι ώστε η πίεση να εφαρμόζεται ισόποσα στην επιφάνεια των δοκιμίων, με σκοπό την εξάλειψη των περιθωρίων σφάλματος του ανθρώπινου παράγοντα. Σαν μέσω λείανσης χρησιμοποιήθηκαν λειαντικά χαρτιά από καρβίδιο του πυριτίου (SiC), τοποθετημένα πάνω στην επιφάνεια του τροχού. Τα λειαντικά χαρτιά χαρακτηρίζονται από έναν αριθμό, ο οποίος αντιπροσωπεύει το μέγεθος κόκκου του λειαντικού μέσου (grid). Παραδείγματος χάριν, ο αριθμός 220grid υποδηλώνει πως σε κάθε τετραγωνική ίντσα του λειαντικού χαρτιού υπάρχουν 220 καρβίδια του πυριτίου. Τα χαρτιά που χρησιμοποιήθηκα κατά σειρά ήταν 220grid, 400grid, 800grid και 1200grid. Κατά την ολοκλήρωση του κάθε επιπέδου λείανσης, και με την αλλαγή του λειαντικού χαρτιού, άλλαζε και ο προσανατολισμός των δοκιμίων κατά 90 μοίρες, με σκοπό να απαλείφονται οι γραμμές από το προηγούμενο στάδιο.

4.2.4 ΣΤΙΛΒΩΣΗ

Κατά το επόμενο στάδιο προετοιμασίας των δειγμάτων, πραγματοποιήθηκε στίλβωση των δοκιμίων. Σκοπός της στίλβωσης ήταν η επιφάνεια των δοκιμίων να γίνει λεία και στιλπνή. Η στίλβωση επετεύχθη με την χρήση πάστας κολλοειδούς διοξειδίου του πυριτίου (colloidal silica), με μέγεθος σωματιδίων 0.05μm. Η διάταξη ήταν οριζόντιος, μονοαξονικά περιστρεφόμενος τροχός, χωρίς ψύξη. Πριν και κατά την επαφή του δείγματος με το ύφασμα του τροχού αποχυνόταν περιοδικά λιπαντικό.

4.2.5 ΗΛΕΚΤΡΟΛΥΤΙΚΗ ΠΡΟΣΒΟΛΗ

Το τελευταίο βήμα για τη μεταλλογραφική προετοιμασία είναι η προσβολή. Η προσβολή είναι αναγκαία ώστε να αποκαλυφθεί η δομή του μετάλλου. Η προσβολή βασίζεται στην εκλεκτική διάλυση από το αντιδραστήριο, ορισμένων μικρογραφικών συστατικών, αφήνοντας ορισμένα άλλα σχεδόν ανέπαφα. Η εκλεκτική αυτή προσβολή εξαρτάται από τα ηλεκτροχημικά χαρακτηριστικά του κάθε μικρογραφικού συστατικού. Υπάρχουν δύο είδη προσβολής, οι οποίες είναι η χημική προσβολή και η ηλεκτροχημική προσβολή.

Για κάθε μέταλλο ή κράμα υπάρχει πληθώρα αντιδραστηρίων τα οποία μπορούν να χρησιμοποιηθούν για την προσβολή τους. Η επιλογή του αντιδραστηρίου εξαρτάται από το ίδιο το υλικό που επιθυμούμε να προσβάλλουμε αλλά και από τις παρατηρήσεις που επιθυμούμε να κάνουμε. Στο σημείο αυτό αναφέρουμε ότι, διαδοχικά, δύναται να χρησιμοποιηθούν διαφορετικά αντιδραστήρια για την σταδιακή αποκάλυψη της μικροδομής (μητρική φάση, ενδομεταλλικές φάσεις κατακρήμνισης, δευτερεύουσες φάσεις) με ιδιαίτερη προσοχή ώστε στο τέλος της διαδικασίας με την άθροιση των επιμέρους αποτελεσμάτων να ληφθεί η ολότητα της μικροδομής.

Στην παρούσα εργασία, για την ηλεκτρολυτική προσβολή των υπερκραμάτων Hastelloy X και Haynes 188 χρησιμοποιήθηκε το διάλυμα Lucas, το οποίο περιείχε 50 mL lactic acid, 150 mL HCl, και 3g οξαλικό οξύ. Η εφαρμοζόμενη τάση ήταν 1.5 V συνεχές ρεύμα για χρονικό 15 έως 20 δευτερόλεπτα.

Μέσω της ηλεκτροχημικής προσβολής πραγματοποιείται ευκολότερα και καλύτερα ο έλεγχος του βαθμού προσβολής του δείγματος. Τα δοκίμια αποτελούσαν την κάθοδο (+), ενώ το ανοξείδωτο ηλεκτρόδιο την άνοδο (-) του ηλεκτρικού κυκλώματος. Η προσβολή τελείωνε όταν η επιφάνεια του δοκιμίου έχανε τη διαύγεια της σταδιακά από τη ζώνη τήξης προς το μέταλλο βάσης. Μετά το τέλος της προσβολής τα δοκίμια ξεπλένονταν σε τρεχούμενο νερό, και ξηραίνονταν με καθαρό πεπιεσμένο αέρα. Όλα τα δοκίμια υπέστησαν μεταλλογραφική προετοιμασία, μέχρι και το στάδιο της προσβολής.

4.3 ΟΝΟΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ

Όσον αφορά τα δοκίμια εφελκυσμού, τα οποία ήταν 12 στο σύνολο, χωρίστηκαν σε δύο ομάδες ανάλογα με το μέταλλο προσθήκης που χρησιμοποιήθηκε στη κάθε ομάδα. Έτσι, τα δοκίμια της πρώτης ομάδας (6 στο σύνολο) σημειώθηκαν με τα αρχικά FMHS188.a, FMHS188.b, ..., FMHS188.f, όπου τα αρχικά σημαίνουν Filler Metal Haynes 188. Με ακριβώς την ίδια μεθοδολογία ονομάστηκαν και τα δοκίμια της δεύτερης ομάδας, δηλαδή FMHX.a, FMHX.b, ..., FMHX.f.

Όσο για τα δοκίμια που προορίζονταν για μεταλλογραφική μελέτη, με βάση την ίδια λογική, χαράχθηκαν στο πίσω μέρος του βακελίτη τα αρχικά που υποδήλωναν κάθε φορά, ποιό μέταλλο προσθήκης είχε χρησιμοποιηθεί, και από ποια πλευρά βρίσκεται το κάθε μέταλλο βάσης (Εικόνα 4.1).



Εικόνα 4.2 Εγκιβωτισμένο δοκίμιο. Τα αρχικά ΗΧ και HS188 αναφέρονται στο μέταλλο βάσης, ενώ το FX στο μέταλλο προσθήκης (Hastelloy X).

Κατά τον ίδιο τρόπο ονομάστηκε και το δεύτερο δοκίμιο, όπου το μέταλλο προσθήκης ήταν το Haynes 188.

4.4 ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΗΣ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ

4.4.1 <u>ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΟ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΟ ΣΑΡΩΣΗΣ (SCANNING ELECTRON</u> <u>MICROSCOPY)</u>

Στη παρούσα μελέτη το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση της μικροδομής ήταν τύπου JEOL JSM-6380 LV με συλλέκτη X-ray INCA x-sight από την OXFORD, ο θάλαμός του μικροσκοπίου λειτουργεί υπό κενό της τάξης 10⁻⁶ και το σύστημα έχει ονομαστική μεγέθυνση από 10 μέχρι 300.000 φορές για την μορφολογική παρατήρηση των δοκιμίων.

Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης είναι ένα όργανο που λειτουργεί όπως περίπου και ένα οπτικό μικροσκόπιο μόνο που χρησιμοποιεί δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας αντί για φως, για την εξέταση δοκιμίων. Η δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος με το οποίο αλληλεπιδρά. Από την αλληλεπίδραση αυτή προκύπτουν πληροφορίες σε σχέση με τα άτομα των στοιχείων που απαρτίζουν το εξεταζόμενο υλικό. Από τα άτομα των στοιχείων εκπέμπονται κυρίως δευτερογενή (secondary) και οπισθοσκεδαζόμενα (backscattered) ηλεκτρόνια καθώς και ακτίνες Χ.

Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από τη σύγκρουση των ηλεκτρονίων της δέσμης με εκείνα του ατόμου. Είναι χαμηλής ενέργειας, εκπέμπονται κοντά στην επιφάνεια του δείγματος και είναι χρήσιμα για την απεικόνιση της επιφάνειας του δείγματος.

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια είναι αυτά που συγκρούονται ελαστικά με τον πυρήνα του ατόμου (ειδικά σε μεγάλα άτομα) και σκεδάζονται προς τα πίσω με γωνία 180°, έχουν μεγαλύτερη ενέργεια και εκπέμπονται από μεγαλύτερο βάθος από το δείγμα. Ανάλογα με τον ατομικό αριθμό του ατόμου του δείγματος αλλάζει και το ποσοστό των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, άρα και η εικόνα που παίρνουμε. Έτσι, έχουμε πληροφορίες για τη σύσταση του δοκιμίου.

Όσον αφορά τις ακτίνες X, ο τρόπος λειτουργίας τους είναι παρόμοιος με αυτόν του XRD.

4.4.2 ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ

Έχει παρατηρηθεί ότι όταν μια δέσμη ακτίνων Χ προσπίπτει στα άτομα ενός υλικού, η αλληλεπίδραση ακτινοβολίας και ύλης προκαλεί δύο φυσικά φαινόμενα, τη σκέδαση των ακτίνων Χ και το φωτοηλεκτρικό φαινόμενο. Τα δύο αυτά φαινόμενα βρίσκουν εφαρμογή στην τεχνολογία της φυσικής μεταλλουργίας για την εύρεση του τύπου της κρυσταλλικής δομής των μετάλλων αλλά και άλλων υλικών.

Οι ακτίνες X είναι ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία με μήκος κύματος της τάξης του 10⁻¹⁰m. Η κατασκευή ενός φράγματος με τόσο μικρό εύρος σχισμών είναι πρακτικά αδύνατη. Όμως, το γεγονός ότι οι αποστάσεις ανάμεσα στα άτομα των στερεών είναι της τάξης του 10⁻¹⁰m μας δίνει την δυνατότητα χρήσης αυτών ως φυσικά φράγματα. Έτσι, ο Laue διατύπωσε την ιδέα ότι μια σειρά ατόμων ενός κρυστάλλου θα μπορούσε να παίξει τον ρόλο φράγματος περιθλάσεως για ακτίνες X. Πειράματα που έγιναν απέδειξαν την ορθότητα της ιδέας αυτής.



Εικόνα 4.3 Απεικόνιση πειραματικής διάταξης, για την μελέτη εικόνων περίθλασης ακτινών Χ από κρυστάλλους.

Μια παράλληλη δέσμη ακτινών X που περιέχει συνεχές φάσμα μηκών κύματος προσπίπτει πάνω σε έναν κρύσταλλο, π.χ. χλωριούχου νατρίου. Στις διευθύνσεις όπου η συμβολή είναι ενισχυτική, η περιθλώμενη ακτινοβολία είναι πολύ έντονη, καθώς συμβάλλουν ενισχυτικά οι ακτίνες X που ανακλάστηκαν από τα ατομικά επίπεδα του κρυστάλλου. Οι περιθλώμενες ακτίνες ανιχνεύονται με φωτογραφικό φιλμ και με την προσεκτική εξέταση και μελέτη της θέσης και της έντασης των κηλίδων στο φιλμ εξαγάγουμε συμπεράσματα για την κρυσταλλική δομή.

Ο πιο συνηθισμένος τρόπος παραγωγής ακτινών X είναι η πρόσκρουση ηλεκτρονίων υψηλής ενεργείας στην επιφάνεια ενός μετάλλου (Εικόνα 4.4).



Εικόνα 4.4 Ανπαράσταση της διαδικασίας πρόσπτωσης και ανάκλασης ηλεκτρονίων στην επιφάνεια ενός μετάλλου.

Το φωτοηλεκτρικό φαινόμενο πραγματοποιείται όταν ένα άτομο απορροφήσει φωτόνιο ακτίνας X και ιονιστεί, δηλαδή ελευθερώσει ηλεκτρόνια, τα οποία αποσπώνται κυρίως από τις εσωτερικές στοιβάδες. Τα κενά που δημιουργούνται καλύπτονται από τα ηλεκτρόνια των εξωτερικών στοιβάδων. Η μετακίνηση ηλεκτρονίων από τις εξωτερικές προς τις εσωτερικές στοιβάδες συνοδεύεται από την εκπομπή δευτερογενών φωτονίων με μήκος κύματος χαρακτηριστικό για κάθε υλικό. Τα δευτερογενή αυτά φωτόνια αποτελούν την ακτινοβολία φθορισμού των ακτίνων X.

Οι ακτίνες X είναι εγκάρσια ηλεκτρομαγνητικά κύματα με μικρό μήκος κύματος λ από 0,01 έως 0,25 nm. Η πιο σύγχρονη μέθοδος χρησιμοποιεί φασματογράφο ακτίνων X, όπου υπάρχει κατάλληλη διάταξη μέτρησης και καταγραφής της έντασης των ακτίνων X που περιθλώνται. Το σύστημα αυτό αναφέρεται συχνά ως περιθλασίμετρο. Αποτελείται από τη γεννήτρια υψηλής τάσης, το καθοδικό σωλήνα,

μια γωνιομετρική διάταξη περιστροφής του δοκιμίου και τη διάταξη μέτρησης και καταγραφής των φωτονίων.

Ο καθοδικός σωλήνας παράγει μια δέσμη ακτίνων Χ μεγάλης έντασης, η οποία στην έξοδό της από το σωλήνα φιλτράρεται για να γίνει μονοχρωματική και εν συνεχεία μετατρέπεται σε παράλληλη δέσμη πριν προσπέσει υπό γωνία Θ στην επιφάνεια του δοκιμίου. Ένας μετρητής Geiger, τοποθετημένος συμμετρικά ως προς την κάθετο στην επιφάνεια του δοκιμίου, μετράει την ένταση της ανακλώμενης δέσμης και στέλνει τα αποτελέσματα μέσω ενός ενισχυτή σε καταγραφικό σύστημα. Στις πιο σύγχρονες διατάξεις οι μετρήσεις προσλαμβάνονται από ηλεκτρονικό σύστημα καταγραφής και επεξεργασίας δεδομένων.

Το δοκίμιο μπορεί να βρίσκεται, είτε υπό μορφή σκόνης, είτε λείας μεταλλικής επιφάνειας. Για να ικανοποιηθούν όλες οι συνθήκες περίθλασης για όλα τα είδη των κρυσταλλικών επιπέδων του υλικού, το δοκίμιο τοποθετείται στο κέντρο του γωνιόμετρου, το οποίο περιστρέφεται με σταθερή ταχύτητα πάνω στο επίπεδο της ανάκλασης των ακτίνων. Έτσι η επιφάνεια του δοκιμίου εκτίθεται μόνιμα σε μονοχρωματική ακτινοβολία σταθερού μήκους κύματος λ, ενώ η γωνία θ μεταβάλλεται κατά συνεχή τρόπο μεταξύ δύο ακραίων τιμών που έχουμε ορίσει.

Όχι μονάχα το δοκίμιο αλλά και ο μετρητής Geiger περιστρέφεται πάνω στο επίπεδο της ανάκλασης και μάλιστα με ταχύτητα διπλάσια του δοκιμίου, ώστε ανά πάσα στιγμή να συλλαμβάνει τις ανακλώμενες ακτίνες. Το καταγραφικό καταγράφει την ένταση της ανακλώμενης ακτινοβολίας συναρτήσει της γωνίας θ.

Η λειτουργία του περιθλασίμετρου βασίζεται στο νόμο του Bragg:

$2dsin\theta = \eta\lambda$

Ο νόμος του Bragg διατυπώνει ότι έχουμε εποικοδομητική συμβολή, όταν η διαφορά φάσης μεταξύ των δεσμών που ανακλώνται από δύο διαδοχικά παράλληλα επίπεδα είναι ίση με έναν ακέραιο αριθμό μηκών κύματος. Κάθε φορά που ικανοποιείται η συνθήκη του Bragg, για μια οικογένεια πλεγματικών επιπέδων, το καταγραφικό καταγράφει ένα μέγιστο peak. Στις ενδιάμεσες θέσεις μεταξύ δύο γωνιών Bragg καταγράφεται απλώς ο θόρυβος, ο οποίος προέρχεται τόσο από το ίδιο το μηχάνημα

όσο και από τη παρασιτική ακτινοβολία που φθάνει στο μετρητή με διάχυση, ανάκλαση και φθορισμό.

Στο διάγραμμα περίθλασης που λαμβάνεται, ο οριζόντιος άξονας αντιστοιχεί σε γωνία 2θ. Σε κάθε μέγιστο του διαγράμματος αντιστοιχεί μία γωνία του Bragg, από την οποία υπολογίζεται η πλεγματική απόσταση του επιπέδου (hkl) που περιθλάται, με τη βοήθεια της σχέσης:

$d(hkl)=n.A/2 \sin\theta$

Επίσης η ένταση των ανακλάσεων είναι ένα κριτήριο για τον χαρακτηρισμό της ποσότητας της κάθε φάσης που παρουσιάζεται στο υπό εξέταση υλικό.

Στη παρούσα εργασία χρησιμοποιήθηκε το μηχάνημα D8 Focus από την εταιρεία Bruker AXS. Η λάμπα παραγωγής ακτινών X ήταν κατασκευασμένη από χαλκό, με φίλτρο νικελίου, ενώ οι ακτίνες που παράγονταν είχαν μήκος κύματος $\lambda = 1.5406$ Å. Το εύρος των γωνιών που ορίστηκε για εξέταση ήταν από 30° έως 110°, ενώ το βήμα που χρησιμοποιήθηκε ήταν 0,02° sec⁻¹.

4.5 ΜΕΘΟΔΟΙ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

Για την εκτίμηση των μηχανικών ιδιοτήτων, χρησιμοποιήθηκαν δύο μέθοδοι, η μικροσκληρομέτρηση και ο εφελκυσμός.

4.5.1 ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΗ

Όταν αναφερόμαστε στον όρο μικροσκληρομέτρηση, εννοείται η μέτρηση της σκληρότητας με χρήση πολύ μικρών φορτίων, τα οποία κυμαίνονται από 1g έως και 1Kg. Ο χρησιμοποιούμενος εντυπωτής αποτελεί μια αδαμαντοπυραμίδα της μεθόδου Vickers ή ο εντυπωτής KNOOP, δηλαδή μια ρομβοεδρική αδαμαντοπυραμίδα με λόγο διαγωνίων 7:1 και γωνίες κορυφής 172°30' και 130° αντίστοιχα. Επειδή το μέγεθος του αποτυπώματος που δημιουργείται είναι πολύ μικρό, οι διαστάσεις του μετρώνται με μικροσκόπιο. Η μέθοδος αυτή χρησιμοποιείται όταν απαιτείται πολύ μικρό μέγεθος εντύπωσης, π.χ. σε επιφανειακά στρώματα, λεπτά υλικά, σκληρότητα μεταλλουργικών φάσεων, σκληρότητα κοντά στο άκρο κοπτικών εργαλείων.

Στη παρούσα εργασία χρησιμοποιήθηκε η μέθοδος Vickers, σε μικροσκληρόμετρο τύπου Shimadru, HMV 2000. Το φορτίο που ορίστηκε ήταν 50g και ο χρόνος διείσδυσης της πυραμίδας 10 sec. Για κάθε είδος σκληρομέτρησης ελήφθησαν οι μέσοι όροι και τυπικές αποκλίσεις, που δίνουν το περιθώριο σφάλματος από την μέση τιμή.



Εικόνα 4.5 Μικροσκληρόμετρο που χρησιμοποιήθηκε για τη μελέτη μηχανικών ιδιοτήτων.

4.5.2 <u>ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΣ</u>

Στα συγκολλημένα δοκίμια πραγματοποιήθηκαν έξη δοκιμές εφελκυσμού για κάθε μέταλλο προσθήκης, παράλληλα στη διεύθυνση της έλασης, σε συσκευή τύπου Instron – Model 4482. Τα δοκίμια εφελκυσμού διαμορφώθηκαν σύμφωνα με το πρότυπο ASTM E8 και οι διαστάσεις του κάθε δοκιμίου δόθηκαν στην παράγραφο 4.2.1.

5. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

5.1 ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΚΗ ΜΙΚΡΟΣΚΟΠΙΑ ΣΑΡΩΣΗΣ (SEM)

5.1.1 ΜΕΤΑΛΛΑ ΒΑΣΗΣ

Πραγματοποιήθηκε παρατήρηση της μικροδομής των μετάλλων βάσης όπως παρελήφθησαν (as received). Τα δύο υπερκράματα χαρακτηρίζονται από ισοαξονικούς κόκκους με μέγεθος κόκκου μεταξύ 70 με 100 μm για το Haynes 188 και 100 με 150 μm για το Hastelloy Χ. Σε κανένα από τα δύο μέταλλα δεν παρατηρήθηκε υφή (texture). Και στα δύο μέταλλα παρατηρείται η χαρακτηριστική ωστενιτική δομή, με εντονότερη παρουσία διδυμιών στο Haynes 188 συγκριτικά με το Hastelloy Χ.



Εικόνα 5.1 Ηλεκτρονική μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων των μετάλλων βάσης Haynes 188 (αριστερά) και Hastelloy X (δεξιά).

Στο Haynes 188 είναι εμφανής η παρουσία επιμηκυμένων καρβιδίων λόγω της διαμόρφωσης σε φύλλα μέσω έλασης (elongated depicted carbides). Παρατηρούνται επίσης, αλλά όχι σε μεγάλη κλίμακα, διεσπαρμένα καρβίδια, τύπου M₆C πλούσια σε βολφράμιο, blocky μορφολογίας, ενδοκρυσταλλικά, αλλά και στα όρια των κόκκων. Στο Hastelloy X παρατηρείται ποικιλία καρβιδίων τύπου M₆C και M₂₃C₆ τα οποία βρίσκονται διεσπαρμένα σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές, αλλά και περικρυσταλλικά κατά μήκος των ορίων των κόκκων, υπό την μορφή ασυνεχώς κατακρημνισμένων καρβιδίων, πλούσιων σε μολυβδαίνιο, χρώμιο και νικέλιο όπως προσδιορίζεται βιβλιογραφικά.

5.1.2 ΔΟΚΙΜΙΟ 1: ΜΕΤΑΛΛΟ ΠΡΟΣΘΗΚΗΣ ΗΑΥΝΕS 188

Α. Ζώνη Τήξης

Στη συνέχεια παρατίθενται οι εικόνες, από την ζώνη τήξης του πρώτου δοκιμίου, όπου χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο προσθήκης το Haynes 188 (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5801).



Εικόνα 5.2 Ηλεκτρονική μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEI) της μικροδομής της ζώνης τήξης



Εικόνα 5.3 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ζώνης τήξης.



Εικόνα 5.4 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ζώνης τήξης.



Εικόνα 5.5 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής ζώνης τήξης σε εικόνα οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (BES).



Εικόνα 5.6 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής (BES) της ζώνη τήξης. Τα λευκά βέλη υποδεικνύουν σωματίδια στις διαδενριτικές περιοχές

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

Τα συγκολλημένα δείγματα τα οποία εξετάστηκαν δεν είχαν υποστεί περαιτέρω θερμικές κατεργασίες διαλυτοποίησης και γήρανσης. Η μελέτη της ζώνης τήξης πραγματοποιήθηκε θεωρώντας ότι αποτελεί ένα ξεχωριστό θερμοδυναμικό σύστημα συγκριτικά με τις υπόλοιπες ζώνες. Στη ζώνη τήξης, η κινητική της στερεοποίησης είναι αυτή που καθορίζει την διακύμανση της χημικής σύστασης, όσον αφορά τις δενδριτικές και διαδενριτικές περιοχές, όπως, επίσης και την ακολουθία των μετασχηματισμών φάσεων και την διαμόρφωση μηχανικών ιδιοτήτων όπως μικροσκληρότητα, όριο διαρροής, όριο θραύσης κλπ. Από μεταλλογραφικής άποψης, παρατηρούνται πολυάριθμοι ωστενιτικού τύπου δενδρίτες (gamma dendrites). Παρατηρείται έντονος προσανατολισμός των δενδριτών δεξιά και αριστερά του κέντρου της συγκόλλησης, κοντά στις θερμικά επηρεασμένες ζώνες, όπου και χαρακτηρίζονται από επιμήκη μορφολογία. Ο προσανατολισμός έχει κατεύθυνση προς τα μέταλλα βάσης, παρόμοια δηλαδή με την έντονη ροή της θερμότητας κατά την απόψυξη. Προς το κέντρο της συγκόλλησης παρατηρείται σταυροειδής μορφολογία.

Από την εικόνα 5.5 και πιο ξεκάθαρα στην 5.6 παρατηρούνται σωματίδια ακανόνιστου σχήματος (irregular shaped particles) στις διαδενδριτικές περιοχές, η σύσταση των οποίων φαίνεται στον πίνακα 5.1. Εμφανής είναι η ύπαρξη ευτηκτικών περιοχών και υγρών υμενίων στα διαδενριτικά όρια, καθώς και ύπαρξη ευτηκτικών σχηματισμών βολφραμίου και μολυβδαινίου.

Element	Weight %	Atomic %		
Cr	28.10	34.96		
Со	34.49	37.85		
Ni	18.72	20.62		
W	18.68	6.57		
Totals	100.00			

Πίνακας 5-1 Χημική σύσταση σωματιδίων στην εικόνα 5.4.

Τα σωματίδια αυτά παρατηρούνται ελαφρώς αποκραματωμένα σε Ni, ενώ είναι εμπλουτισμένα ελαφρώς σε W, γεγονός που οφείλεται στον μικροδιαφορισμό του νικελίου προς τις διαδενδριτικές περιοχές, καθώς και την συμμετοχή καρβιδίων του βολφραμίου στα διαδενδριτικά όρια.

Β. Θερμικά επηρεασμένη ζώνη

Οι επόμενες εικόνες αφορούν στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη από την πλευρά του Haynes 188.



Εικόνα 5.7 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ΘΕΖ από τη πλευρά του Haynes 188.



Εικόνα 5.8 Διεπιφάνεια ΘΕΖ και ΖΤ (δεξιά) από τη πλευρά του Haynes 188



Εικόνα 5.9 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από την πλευρά του Haynes 188.



Εικόνα 5.10 Διεπιφάνεια MB - ΘΕΖ από την πλευρά του Haynes 188.



Εικόνα 5.11 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της διεπιφάνειας ΘΕΖ (αριστερά) και ΖΤ (δεξιά) από τη πλευρά του Haynes 188.

Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη αποτελεί το δεύτερο θερμοδυναμικό σύστημα, το οποίο διαφοροποιείται σε μεγάλο βαθμό απ' αυτό της ζώνης τήξης, καθώς η ακολουθία των μετασχηματισμών φάσεων, αλλά και η κινητική των αντιδράσεων διαφοροποιούνται.

Από μεταλλογραφικής άποψης παρατηρούμε ελαφριά μεγέθυνση των κόκκων χωρίς πολύ σημαντικές αλλαγές στην ανομοιομορφία αυτών σε σχέση με το μέταλλο βάσης (Εικ. 5.10). Τα όρια των κόκκων δεν είναι πλέον το ίδιο ευδιάκριτα, ενώ δεν παρατηρείται εξάλειψη των χαρακτηριστικών διδυμιών της ωστενιτικής φάσης, παρά μόνο κοντά στην διεπιφάνεια με την ζώνη τήξης (Εικ. 5.8 και 5.9).

Στην διεπιφάνεια μεταξύ θερμικά επηρεασμένης ζώνης και ζώνης τήξης παρατηρούνται φαινόμενα μερικής τήξης. Διάσπαρτα αλλά κυρίως περικρυσταλλικά παρατηρείται η ύπαρξη υγρών υμενίων, τα οποία διαβρέχουν τα όρια των κόκκων του υπερκράματος Haynes 188 στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Όσο πλησιάζουμε προς την ζώνη τήξης παρατηρούνται, αμυδρά, φαινόμενα περικρυσταλλικής ρωγμάτωσης (liquation cracking, Εικ. 5.11).

Στη συνέχει παρατίθενται εικόνες της θερμικά επηρεασμένης ζώνης από την πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.12 Διεπιφάνεια ΖΤ - ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.13 Διεπιφάνεια ΘΕΖ(δεξιά) και ΖΤ (οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια).



Εικόνα 5.14 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΜΒ από τη πλευρά του Hastelloy Χ. Το λευκό βέλος υποδεικνύει την θέση σωματιδίων



Εικόνα 5.15 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής του MB (Hastelloy X) κοντά στην ΘΕΖ. Το λευκό βέλος υποδεικνύει την θέση σωματιδίων

Από την μεταλλογραφική ανασκόπηση της θερμικά επηρεασμένης ζώνης από την πλευρά του Hastelloy X, παρατηρούμε μεγέθυνση των κόκκων και εξάλειψη των διδυμιών κοντά στην διεπιφάνεια ZT – ΘΕΖ. Τα όρια των κόκκων είναι πιο ευδιάκριτα, απ' ότι στην ΘΕΖ από τη πλευρά του Haynes 188.

Συγκριτικά με την ΘΕΖ απ' την πλευρά του Haynes 188, παρατηρούνται υγρά υμένια να διαβρέχουν τα όρια των κόκκων της ΘΕΖ (Hastelloy X) σε μεγαλύτερη κλίμακα, χωρίς να υπάρχουν εμφανή ίχνη ρωγμάτωσης. Τα καρβίδια που παρατηρήθηκαν στο μέταλλο βάσεις δεν φαίνονται στην διεπιφάνεια με τη ζώνη τήξης, αλλά είναι εμφανή σε μικρή απόσταση από αυτή.

Τα λευκής απόχρωσης σωματίδια που εντοπίζονται στις εικόνες 5.14 και 5.15 είναι εμπλουτισμένα σε μολυβδαίνιο όπως αποδείχθηκε από τις χημικές αναλύσεις.

Element	Weight %	Atomic %		
Cr	17.47	23.91		
Fe	9.63	12.27		
Ni	25.30	30.66		
Mo	41.53	30.8		
W	6.08	2.35		
Totals	100.00			

Πίνακας 5-2 Στοιχειακή χημική ανάλυση σωματιδίων στις εικόνες 5.15 και 5.16.

5.1.3 ΔΟΚΙΜΙΟ 2: ΜΕΤΑΛΛΟ ΠΡΟΣΘΗΚΗΣ HASTELLOY X

Α. Ζώνη τήξης

Στη συνέχεια παρατίθενται οι εικόνες, από την ζώνη τήξης του πρώτου δοκιμίου, όπου χρησιμοποιήθηκε ως μέταλλο προσθήκης το Hastelloy X (αεροπορικής προδιαγραφής AMS 5798).



Εικόνα 5.16 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ζώνης τήξης, οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια σε μεγέθυνση X200.



Εικόνα 5.17 Ζώνη τήξης κοντά στη ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastelloy X (αριστερά).



Εικόνα 5.18 Το κέντρο της ζώνης τήξης.



Εικόνα 5.19 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής από το κέντρο της ζώνης τήξης.

Από την μεταλλογραφική εξέταση της ζώνης τήξης για τα συγκολλημένα δοκίμια με μέταλλο προσθήκη Hastelloy X, παρατηρήθηκε η χαρακτηριστική δομή της ζώνης τήξης. Παρατηρούνται πολυάριθμοι ωστενιτικού τύπου δενδρίτες, οι οποίοι όπως και στη περίπτωση του δοκιμίου 1, εμφανίζουν έντονο προσανατολισμό προς τις θερμικά επηρεασμένες ζώνες (Εικ. 5.16 και 5.17), ενώ στο κέντρο της ζώνης τήξης εμφανίζεται λεπτομερής μικροδομή. Η μορφολογία τους χαρακτηρίζεται επιμήκης αλλά το πάχος τους είναι ελαφρός μεγαλύτερο σε σύγκριση με το δοκίμιο 1 (Εικ. 5.16 και 5.17 συγκριτικά με την Εικ. 5.2)

Κυρίως στο κέντρο της συγκόλλησης, αλλά και κοντά στις θερμικά επηρεασμένες ζώνες παρατηρούνται κατακρημνισμένα καρβίδια τύπου M₆C και M₂₃C πλούσια σε μολυβδαίνιο και χρώμιο όπως προσδιορίζεται από χημικές αναλύσεις (Πίνακας 5.3).

Element	Weight %	Atomic %		
Cr	26.22	35.16		
Fe	7.41	9.25		
Со	6.08	7.19		
Ni	18.58	22.06		
Mo	30.27	21.99		
W	11.44	4.34		
Totals	100.00			

Πίνακας 5-3 Σημειακή χημική ανάλυση πλούσιου σε μολυβδαίνιο M_6C καρβιδίου.



10µm

Electron Image 1

Β. Θερμικά επηρεασμένη ζώνη

Οι επόμενες εικόνες αφορούν στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη από την πλευρά του Haynes 188.



Εικόνα 5.20 Διεπιφάνεια ΘΕΖ (αριστερά) και MB Haynes 188 (δεξιά)



Εικόνα 5.21 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της ΘΕΖ – μετάβαση προς ΜΒ.



Εικόνα 5.22 Διεπιφάνεια ΖΤ - ΘΕΖ από τη πλευρά του Haynes 188.

Στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη από τη πλευρά του Haynes 188 παρατηρούμε ελαφριά μεγέθυνση των κόκκων (Εικ. 5.20 και 5.21). Οι χαρακτηρίστηκες διδυμίες της ωστενιτικής δομής είναι εμφανείς, πλην πολύ κοντά στην διεπιφάνεια με την ζώνη τήξης (Εικ. 5.22).

Στην διεπιφάνεια μεταξύ θερμικά επηρεασμένης ζώνης και ζώνης τήξης παρατηρούνται υγρά υμένια, τα οποία διαβρέχουν τα όρια των κόκκων, αλλά σε μικρότερη κλίμακα συγκριτικά με το δοκίμιο 1. Δεν παρατηρούνται κατακρημνισμένα καρβίδια στα όρια των κόκκων.

Στη συνέχεια παρατίθενται εικόνες της θερμικά επηρεασμένης ζώνης από την πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.23 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από τη πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.24 Διεπιφάνεια ΘΕΖ - ΖΤ από τη πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.25 Διεπιφάνεια MB - ΘΕΖ από τη πλευρά του Hastelloy X.



Εικόνα 5.26 Ηλεκτρονική μικρογραφία της μικροδομής της θερμικά επηρεασμένης ζώνης από τη πλευραά του Hastelloy X.
Στην θερμικά επηρεασμένη ζώνη από την πλευρά του Hastelloy X παρατηρούμε πολύ ελαφριά μεγεθυμένους κόκκους (Εικ. 5.23, 5.24 και 5.25) συγκριτικά με το δοκίμιο 1. Δεν παρατηρούνται διδυμίες κοντά στην διεπιφάνεια ZT – ΘΕΖ, ενώ είναι εμφανή πιο μακριά απ' αυτή (Εικ. 5.24 και 5.26).

Παρατηρούνται διάσπαρτα καρβίδια τύπου M_6C και $M_{23}C_6$, πλούσια σε μολυβδαίνιο και χρώμιο, όπως και στην περίπτωση του δοκιμίου 1. Στην παρούσα περίπτωση παρατηρείται πιο ομαλή μετάβαση από την ζώνη τήξης προς την θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Τα παρατηρούμενα υγρά υμένια που διαβρέχουν τα όρια των κόκκων, δεν έχουν εισχωρήσει στον ίδιο βαθμό όπως στο δοκίμιο 1 (Εικ. 5.24 συγκριτικά με 5.12 και 5.13).

5.2 <u>ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ Χ (XRD)</u>

Α. Περιθλασιμετρία ακτίνων Χ στο δείγμα με μέταλλο προσθήκης Haynes 188



ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ



B. Περιθλασιμετρία ακτίνων X στο δείγμα με μέταλλο προσθήκης Hastelloy X



C. Συγκριτικό διάγραμμα περιθλασιμετρίας ακτίνων X

Από την μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ επιβεβαιώνεται η ωστενιτική δομή των κραμάτων Hastelloy X και Haynes 188. Η ωστενιτική δομή όπως φαίνεται απ' την μελέτη της ζώνης τήξης των δύο δοκιμίων έχει διατηρηθεί και μετά την συγκόλληση.

Παρατηρούνται ελαφρώς μετατοπισμένες οι γωνίες εμφάνισης των κορυφών (peaks), των δύο αρχικών δειγμάτων. Αυτό οφείλεται στην διαφορετική χημική σύσταση, δηλαδή την έντονη παρουσία Νικελίου στη μια περίπτωση και Κοβαλτίου στην άλλη. Παρατηρείται, επίσης, μια διαφοροποίηση στην ένταση των κορυφών των συγκολλημένων δοκιμίων σε σύγκριση με τα κράματα όπως παρελήφθησαν η οποία οφείλεται στην μείωση του μεγέθους των κόκκων, αλλά και της κρυσταλλικότητας, λόγω της ταχύτατης απόψυξης (δενδριτική ανάπτυξη), όπως παρατηρήθηκε απ' τις εικόνες 5.1, 5.2, 5.3, 5.14, 5.15, 5.19 του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης, και ανάπτυξης εσωτερικών τάσεων μεταξύ συγκόλλησης και μετάλλου βάσης.

5.3 ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΚΑΤΑΠΟΝΗΣΗ

Στη συνέχεια παρατίθενται τα διαγράμματα μηχανικής καταπόνησης 6 δοκιμίων συγκολλημένα με την τεχνική TIG και μέταλλο προσθήκης Haynes 188.



<u>Δοκίμιο FMHS188.a</u>

Συμβατικό Όριο Διαρροής (MPa)	Όριο Θραύσης (Mpa)	Ολκιμότητα (%)
335,98	-	-

Δοκίμιο FMHS188.b



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
331,88	722,71	43,86





Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
338,43	741,53	44,27

<u>Δοκίμιο FMHS188.d</u>



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
341,28	736,20	43,51



<u>Δοκίμιο FMHS188.e</u>

Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
336,79	728,85	44,97

<u>Δοκίμιο FMHS188.f</u>



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
336,38	731,69	44,91



ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΟ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ

	Μέσο Συμβατικό	Μέσο Όριο	Μέση Ολκιμότητα
	Όριο διαρροής	Θραύσης	(%)
	(Mpa)	(MPa)	
	336,79	732,20	44,30
Τυπική Απόκλιση	2,82	6,39	0,57

ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

Στη συνέχεια παρατίθενται τα διαγράμματα μηχανικής καταπόνησης 6 δοκιμίων συγκολλημένα με την τεχνική TIG και μέταλλο προσθήκης Hastelloy X.



<u>AOKIMIO FMHX.a</u>

Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
339,86	725,56	42,80

<u>AOKIMIO FMHX.b</u>



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
353,99	741,12	43,92



<u>AOKIMIO FMHX.c</u>

Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
338,43	729,66	42,92

<u>AOKIMIO FMHX.d</u>



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
341,08	734,58	43,68



<u>AOKIMIO FMHX.e</u>

Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
345,81	734,99	42,22

<u>AOKIMIO FMHX.f</u>



Συμβατικό Όριο Διαρροής	Όριο Θραύσης	Ολκιμότητα
(MPa)	(Mpa)	(%)
348,75	741,94	43,80



ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΟ ΔΙΑΓΡΑΜΜΑ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ

	Μέσο Συμβατικό	Μέσο Όριο	Μέση Ολκιμότητα
	Όριο διαρροής	Θραύσης	(%)
	(Mpa)	(MPa)	
	344,65	734,64	43,22
Τυπική Απόκλιση	5,47	5,81	0,57

Από τις δοκιμές μηχανικής απόκρισης των δοκιμίων μέσω εφελκυστικής καταπόνησης, παρατηρήθηκε ότι όλα τα δοκίμια έσπασαν από τη πλευρά του Hastelloy X και μακριά από την θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Το γεγονός αυτό θεωρείται ικανοποιητικό, όσον αφορά την ποιότητα της συγκόλλησης, διότι φαίνεται, εκ πρώτης όψεως, ότι η συγκόλληση αποκρίθηκε με επιτυχία έναντι της μηχανικής καταπόνησης. Ο μέσος όρος του συμβατικού ορίου διαρροής, του ορίου θραύσης και της ολκιμότητας αφορούν στο υλικό Hastelloy X αφού όλα τα δοκίμια έσπασαν απ' τη πλευρά αυτού. Παρατηρείται μια απόκλιση των τιμών αυτών συγκριτικά με αυτά που δίνονται από τις προδιαγραφές του υλικού ή οποία όμως θεωρείται ότι είναι αμελητέα και ούτε έχει επηρεαστεί από την διεργασία της συγκόλλησης.

5.4 ΔΟΚΙΜΕΣ ΜΙΚΡΟΣΚΛΗΡΟΜΕΤΡΗΣΗΣ

Α. Δοκίμιο συγκολλημένο με Haynes 188



B. Δοκίμιο συγκολλημένο με Hastelloy X



Από τις μετρήσεις μικροσκληρότητας που πραγματοποιήθηκαν, διαπιστώθηκε ότι στα δείγματα που συγκολλήθηκαν με μέταλλο προσθήκης Haynes 188 παρατηρούνται μικρές διακυμάνσεις των τιμών της σκληρότητας από το μέταλλο βάσης (Hastelloy X) προς την θερμικά επηρεασμένη ζώνη, όπου σημειώνεται μικρή πτώση λόγω της μεγέθυνσης των κόκκων από την επίδραση της θερμοκρασίας. Η μέση σκληρότητα στην περιοχή αυτή βρέθηκε 162 HV ± 13 . Συνεχίζοντας προς τη ζώνη τήξης σημειώνεται απότομη αύξηση της σκληρότητας μεχρι ένα σημείο, όπου και σταθεροποιείται, συνεχίζοντας με μικρές διακυμάνσεις μέχρι το άλλο μέταλλο βάσης (Haynes 188), όπου εντοπίζονται και οι μέγιστες τιμές σκληρότητας. Αυτή η συμπεριφορά της μικροσκληρότητας γίνεται εύκολα αντιληπτή γνωρίζοντας ότι το Haynes 188 είναι σκληρότερο μέταλλο από το Hastelloy X. Οι μέσες τιμές σκληρότητας για κάθε περιοχή δίνονται στον παρακάτω πίνακα.

	BM (HastelloyX)	HAZ	FZ	HAZ	BM (Haynes188)
Filler Haynes 188	$168 HV \pm 8$	162 HV ± 13	217HV ± 10	$234HV \pm 6$	233HV ± 11
Filler Hastelloy X	166HV ± 6	166HV ± 5	172HV ± 10	218 HV ± 4	223HV ± 7

Πίνακας 5-4 Μέσες τιμές μικροσκληρότητας συγκολλημένων δοκιμίων.

Όσον αφορά τα δοκίμια που συγκολλήθηκαν με μέταλλο προσθήκης Hastelloy X, οι τιμές μικροσκληρότητας μεταβάλλονται βάσει της ίδιας λογικής που περιγράφεται παραπάνω, με τη διαφορά ότι οι τιμές που αναγράφονται από αριστερά (Hastelloy X) προς δεξιά (Haynes 188) σημειώνουν μια πιο σταδιακή άνοδο. Λόγω της μικρής αραίωσης η οποία οφείλεται στο μικρό πάχος των ελασμάτων η σκληρότητα της ζώνη τήξης λαμβάνει τις τιμές του αντίστοιχου μετάλλου. Συνεπώς η ζώνη τήξης στην συγκόλληση με μέταλλο προσθήκης Haynes 188 έχει εμφανώς μεγαλύτερη σκληρότητα από την συγκόλληση με μέταλλο προσθήκης μαντική διαφορά στις τιμές αυτές όμως δεν δηλώνει σημαντική διαφορά στις μηχανικές ιδιότητες των δυο συγκολλήσεων.

6. ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ - ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Στην παρούσα μελέτη μελετήθηκε η συγκόλληση των κραμάτων Hastelloy X και Haynes 188. Η συγκόλληση πραγματοποιήθηκε με την μέθοδο TIG (Tungsten Arc Gas), ενώ χρησιμοποιήθηκαν δύο διαφορετικά μέταλλα προσθήκης, αντίστοιχα με το καθένα από τα υλικά βάσης. Σκοπός της παρούσας διπλωματικής εργασίας υπήρξε η μελέτη της μικροδομής που προκύπτει μετά την συγκόλληση και η μελέτη των μηχανικών ιδιοτήτων. Όλα αυτά συσχετίστηκαν με την χρήση των δύο διαφορετικών μετάλλων προσθήκης και εξήχθησαν τα αντίστοιχα αποτελέσματα.

Από την μελέτη της μικροδομής στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, δεν προκύπτουν δυσμενείς φάσεις σε καμία από τις δύο περιπτώσεις. Η δομή θεωρείται χαρακτηριστική για αντίστοιχες συγκολλήσεις και θεωρείται ότι η χρήση και των δυο υλικών συγκόλλησης ήταν επιτυχής. Το γεγονός αυτό έρχονται να ενισχύσουν και η μελέτη μηχανικής απόκρισης μέσω εφελκυσμού αλλά και οι μικροσκληρομετρήσεις που πραγματοποιήθηκαν.

Κατά την πραγματοποίηση των δοκιμών εφελκυσμού, και για τα δύο μέταλλα προσθήκης, τα δοκίμια έσπασαν από την πλευρά του Hastelloy X, που εμφανίζει, βάση προδιαγραφών, την μικρότερη εφελκυστική αντογή, δηλαδή η συγκόλληση αποκρίθηκε επιτυχώς από μηχανικής άποψης. Από τις δοκιμές μικροσκληρομέτρησης, σύμφωνα με τις μέσες τιμές σκληρότητας και τις τυπικές τους αποκλίσεις, δεν υπάρχουν αξιοσημείωτες διακυμάνσεις. Αυτό σημαίνει πως το υλικό παρουσιάζει ομοιογένεια ως προς την σκληρότητα. Από την ανάλυση μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ δεν ταυτοποιήθηκαν, επιβλαβείς κρυσταλλικές δομές, παρά μόνο οι ωστενιτική γ φάση, ενώ από την μικρή διαφοροποίηση μεταξύ των κορυφών των μελετούμενων δοκιμίων, συμπεραίνουμε ότι οι εσωτερικές τάσεις που έχουν αναπτυχθεί στο εσωτερικό της ζώνης συγκόλλησης δεν είναι πολύ μεγάλες.

ΣΥΖΗΤΗΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ - ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Συμπερασματικά αναφέρουμε ότι η συγκόλληση θεωρείται άρτια και στην περίπτωση που χρησιμοποιείται ως μέταλλο προσθήκης το Haynes 188, αλλά και στην περίπτωση του Hastelloy X.

Συγκριτικά, από την χρήση του Hastelloy X ως μέταλλο προσθήκης προκύπτει καλύτερο αποτέλεσμα ως προς την μικροδομή από μεταλλογραφικής άποψης, όπως προσδιορίστηκε στο αντίστοιχο κεφάλαιο. Επίσης, από τα αποτελέσματα της μικροσκληρομέτρησης προέκυψε ότι κατά την χρήση του Hastelloy X οι διακυμάνσεις ως προς τις τιμές σκληρότητας ήταν μικρότερες. Οι μηχανικές ιδιότητες της συγκόλλησης και στις δυο περιπτώσεις χρήσης διαφορετικών μετάλλων προσθήκης ήταν πολύ ικανοποιητικές ενώ κανένα δοκίμιο δεν αστόχησε στην ζώνη τήξης.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

- 1. ASM Specialty Handbook: *Nickel, Cobalt and Their Alloys,* J.R. Davis, editor, p 68-91, 2000.
- 2. Chester T. Sims, *A history of superalloy metallurgy for superalloy metallurgists,* General Electral Company, Schenectady, New York.
- 3. R. E. Smallman, R. J. Bishop. *Modern Physical Metallurgy and Materials Engineering*, 6th Edition, 1999, p. 305 – 308.
- 4. ALLVAC 718 PlusTM, *Superalloys for Aircraft Engine Applications*, Melih Cemal Kushan, Sinem Cevik Uzgur, Yagiz Uzunonant and Fehmi Diltemiz, Turkey.
- 5. Ιωάννης Βουγιουκλάκης, Διερεύνηση των Μηχανισμών Αστοχίας Επικαλύψεων Δομικών Στοιχείων Θερμικών Στροβιλομηχανών υπό Συνθήκες Θερμομηχανικής Φόρτισης με τη Χρήση Μη-Καταστροφικών Δοκιμών, Διδακτορική διατριβή, Πάτρα 2003.
- 6. A. Odabasi, N. Unlu, G. Goller, E.S. Kayali, M.N. Eruslu. Assessment of the effects of heat input on microstructure and mechanical properties in laser beam welded Haynes 188 undermatched joints, September 2012.
- Homam Naffakh Moosavy, Mohammad Reza Aboutalebi, Seyed Hossein Seyedein, Carlo Mapelli. *Microstructural, mechanical and weldability* assessments of the dissimilar welds between γ'- and γ''- strengthened nickel – based superalloys, March 2013.
- 8. J.C. Zhao, M. Larsen, V. Ravikumar. *Phase precipitation and time temperature transformation diagram of Hastelloy X*, April 2000.
- K. Bhanu Sankara Rao, M.G. Castelli, G.P. Allen, J.R. Ellis. A critical assessment of the Mechanistic Aspects in Haynes 188 during Low – Cycle Fatigue in the range 25 °C to 1000 °C. February 1997.
- 10. Q. Wang, D.L. Sun, Y. Na, Y. Zhou, X.L. Han, J. Wang. Effects of TIG welding parameters on morphology and mechanical properties of welded joint of Ni – based superalloy. April 2011.
- 11. S.Y. Lee, Y.L. Lu, P.K. Liaw, L.J. Chen, S.A. Thompson, J.W. blust, P.F Browing, A.K. Bhattacharya, J.M. Aurrecoechea, D.L. Klarstrom. *Hold – time effects on elevated temperature low – cycle – fatigue and crack – propagation behaviors of Haynes 188 superalloy.* March 2009.

- 12. Wael Abuzaid, Huseyin Sehitoglu, John Lambros. *Plastic strain localization and fatigue micro crack formation in Hastelloy X*. October 2012
- 13. H.Granjon. Fundamentals of Welding Metallurgy, Abington Publishing, 1991.
- 14. Madelein Durand Charre. The microstructure of Superalloys, CRC PRESS, 1997.
- 15. HAMMERSLEY, C. A. (1975), BICTA Conf. Bournemouth, UK, Sept. 1975, Paper 4.
- 16. STICKLER, R., Phase stability in superalloys (1974), in: High Temperature Materials in Gas Turbines, ed. By Sahm, P.R. and Speidel, M. P. Elsevier Scientific Publishing Amsterdam, Holland
- 17. J. P. Dennison, R. J. Llewellyn and B. Wilshire , J. Inst. Met. , 95 (1967) 115
- 18. WALLACE, W. (1975). Met. Sci. J., 9, P. 547
- 19. DE VRIES, R. P. and MUMAU, G. P. (1968), J. Metals , 20 , p.33
- 20. WILCOX, B. A. and CLAUER, A. H., (1972), Acta Met., 20 (5), p.743
- Oradei Basile and J. F. Radavich, in E. A. Lotia (ed.), Proc. Int. Symp. On the Metallurgy and Applications of Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, Pitsburgh, PA, June 23 – 26, 1991, p. 326
- A. Oradei Basile and J. F. Radavich , in E. A. Lotia (ed.) , Proc. Int. Symp. On the Metallurgy and Applications of Superalloys 718 , 625 and Various Derivatives , Pitsburgh , PA , June 23 26 , 1991 , p. 326 .
- STOLOFF, N. S. (1972). Fundamentals of Strengthening, in: The Superalloys, ed. By Sims, C. T. and Hagel, W. C., John Wiley and Sons, New York.
- 24. J. Cadek, in Creep in Metallic Materials, Materials Science Monographs 48, Elsevier, New York, 1988, p. 270.
- 25. J. P. Dennison, R. J. Llewellyn and B. Wilshire , J. Inst. Met. , 95 (1967) 115.
- 26. HAYNES INTERNATIONAL, <u>http://www.haynesintl.com/literature.htm</u>, HASTELLOY® X alloy Brochure, HASTELLOY® X alloy Alloy At A Glance.
- 27. HAYNES INTERNATIONAL, <u>http://www.haynesintl.com/literature.htm</u>, HAYNES® 188 alloy Brochure.
- P. Elliot , Practical Guide to High Temperature Alloys , NiDI Rep. 10056 , Alvechurch , Birmingham, UK, 1990.
- Brooks , F. J. *GE Gas Turbine Performance Characteristics, GER* 3567, GE Industrial & Power Systems, August 1994.
- 30. S. L. Robinson and O. D. Sherby, Acta Metall, 17 (1969).

- 31. MIHALSIN, J. R. and Decker, R. F. (1960). Trans. AIME, 218, p. 507.
- 32. Asm Metals Handbook Welding, Brazing, And Soldering, Volume 6, p. 595 604.
- Madeleine Durand Charre, The Microstructure of Superalloys, CRC PRESS, 1997.
- 34. S.L. Semiatin and T.R. Bieler, Microstructural Evolution during the Hot Working of Superalloys, JOM, January 1999.
- 35. Roger Reed, *Physical Metallurgy and Microstructure of Superalloys*, University of Birmingham, February 2007.
- 36. Blain Geddes, Hugo Leon, Xiao Huang, Superalloys Alloying and Performance, ASM International, Materials Park, Ohio, November 2010.
- 37. Milan T. Jovanović, Borislav Lukić, Zoran Mišković, Ilija Bobić, Ivana Cvijović, Biljana Dimčić, *Processing and some application of Nickel*, Association of Metallurgical Engineers of Serbia.
- 38. P. Kumar, The Role Of Nibium And Tantalum In Superalloys, Advances In High Temperature Structural Materials And Protective Coatings, A. K. Koul, Ed., National Research Council of Canada, Otawa, 1994, p. 34 – 35.
- 39. Παπαδημητρίου, Γ. Δ. : Γενική Μεταλλογνωσία ΙΙ, ΕΜΠ, Αθήνα, 1993.
- 40. W. Lund and W. D. Nix, Acta Metall, 24 (1976) 469.
- 41. J. O. Nilsson and A. Wilson, Materials Science and Technology, 9, (1993), 545
- 42. MITCHELL, W. I. (1966). Z. Metalik ., p. 586.
- 43. Eckhard Nembach and Gunter Neit, PRECIPITATION HARDENING OF SUPERALLOYS BY ORDERED γ' – PARTICLES, Institut fur Metallforschung der Universitat Munster, D – 4400 Munster, Federal Republic of Germany, 1985, p 193 – 203.
- W.H. IJiang, X.D. Yao, H.R. Guan, Z.Q. Hu, Secondary M₆C Precipitation in a Cobalt – Base Superalloy, J. Mater. Sci. Lett., Voll 18, 1999, p 303 – 305.
- Microstructure of Wrought Heat Resisting Alloys, *Atlas of Microstructure of Industrial Alloys*, Voll 7, Metals Handbook, 8th Ed, American Society for Metals, 1972, p 157 176.
- 46. M. G. Burke and M. K. Miller, in Superalloys 718, 625 and Various Derivatives, eds. E.A. Loria , TMS, 337 (1991), *Metallography Patterns of Superalloys* , Metallurgical Industry Publishing Co., 1979

- 47. G. Wallwork, J. Croll, A Review of the Strengthening Mechanisms in Iron and Nickel Based Fe – Ni – Cr Alloys Used at High Temperature, Reviews on High – Temperature Materials, 1976, 3 (2), 69
- 48. Lu Jinsheng, Wang Biao and YAO Yingcheng , X ray Phase Analysis Handbook , 1990.
- 49. G.S. Nakayama and J. S. Gibeling, Acta Metall, 38 (10) (1990) 2023.
- 50. J. W. Schultz, W. R. Hulsizer, *Corrosion Resistant Nickel Base Alloys for Gas Turbines*, Metals Engineering Quaterly, Aug. 1976, 16 (3), 15.
- 51. J. Brown, B. Monford, *Nickel Base Alloys in the Power Industry*, NiDI Rep. 10012, Alvechurch, Birmingham, UK, 1986.
- 52. Owczarski, W.A., Process and Metallurgical Factors in Joining Supperalloys other High Service Temperature Materials, SUPERALLOYS Source Book, M.J. Donachie, Jr. ed., American Society for Metals, Metals Park, 1984, p. 369 – 400.
- Mathew J. Donachie and Stephen J. Donachie, *Superalloys A Technical Guide*, Second Edition, ASM International, 2002.
- 54. F. W. Crossman and M. F. Ashby, Acta Metall , 23 (1975) 425.
- 55. O.A. Ojo, N.L. Richards, M.C. Chaturvedi, *Microstructural study of weld fusion zone of TIG welded IN 738LC nickel-based superalloy*, SCRIPTA MATERIALIA, Department of Mechanical and Industrial Engineering, University of Manitoba, 8 July 2004.
- 56. W. Betteridge, Nickel and its alloys, Dec. 1984, Ellis Horwood Ltd (pub).
- Prager, M., Shira, S. Welding of Precipitation- Hardening Nickel- Base Alloys, WRC Bulletin No 128, New York, February 1968.
- 58. C. R. Isleib, Nickel Alloys in Today's Electronics Industry, NiDI Rep. 10029, Alvechurch, Birmingham, UK, 1987.
- 59. R. G. Thompson, *Welding Metallurgy of Nonferrous High Temperature Material*, University of Alabama at Birmingham.
- 60. T. Nishizawa, I. Ohnuma and K. Ishida, J. Phase Equilibria, 22, 2001, 269.
- 61. R. Schafrik , R. Sprague , Saga of Gas Turbine Materials , Part III , Advanced Materials & Processes , May 2004, 29.
- 62. B. Radhakrisnan, R. G. Thompson, A Model for the Solidification of Grain Boundary Liquid in the HAZ of Welds, Metall. Trans., Iune 1992.

- 63. B. Radhakrisnan, R. G. Thompson, *The Kinetics of Intergranular Liquation in the HAZ of Alloy 718*, Recent Trends in Welding Science and Technology, Proc. 2nd Int. Conf. Trends in Welding Research, ASM International, 1989, p. 637 648.
- 64. J. J. Pepe and W. F. Savage, *Effects of Constitutional Liquation in 18 Ni* Maraging Steel Weldments, Weld. J. Vol 45, 1967, p 411 – 422.
- 65. THOMAS, G. B. and GIBBONS, T. B. Metals Technology, March 1979, p. 95.
- 66. MEETHAM, G. W. (1978), In: *High Temperature Alloys for Gas Turbines*, ed. By Coutsouradis , D. et al., Applied Science Publishers, London.
- 67. Carl E. Cross, N. Coniglio, P. Schempp, and M. Mousavi, *Critical Conditions for Weld Solidification Crack Growth*. Federal Institute for Materials Research and Testing, Berlin, Germany, 2011.
- 68. J. N. DUPONT, C. V. ROBINO AND A. R. MARDER, Solidification and Weldability of Nb – Bearing Superalloys, Welding Journal, Issue 10, October 1998, p. 417 – 431.
- 69. J. D. Parker and B. Wilshire, Met. Sci. J. 12 (1978) 453.
- 70. A. J. Burns , R. Subramanian, B. W. Kempshall, Y. H. Sohn , Microstructure of as – coated Thermal Barrier Coatings with Varying Lifetimes, Surface and Coatings Technology, 2004, p. 177 – 178.
- S. T. Wlodek, M. Kelly and D. Alden, *Superalloys 1992*, Ed. S. D. Antolovich et. Al. (Warrendale, OH, TMS, 1992).
- 72. N. J. Grant, in D. Peckner (ed.), *The Strengthening of Metals*, Reinhold, New York, 1964, p. 163.
- 73. S. L. Robinson and O. D. Sherby, Acta Metall, 17 (1969) 109.
- 74. R. G. Davies, M. S. Stoloff, Trnas, Met. Soc. AIME, 1965, 233, 714.
- 75. D. McLean and H. F. Hale, *Structural Process in Creep*, Iron and Steel Institute, London, 1961, p. 19.
- 76. J.A. Maneiquez, P.L. Bretz, L. Rabenberg, and J.K. Tien, *The High Temperature Stability of IN718 Derivative Alloys*, Superalloys 1992, S.D. Antolovich et al., Ed., TMS, 1992, p 507 516.
- 77. C. M. Schillmore, *High Performance Alloys: How they are Used Offshore*, NiDI Rep. 14001, Alvechurch, Birmingham, UK, 1988.
- 78. BENJAMIN, J. S. and CAIRNS, R. L. (1971), In: *Modern Developments in Powder Metallurgy 5*, by Hausner, H. H., Plenum Press, New York, p47.