



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

**ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ –
ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ**

**ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ
ΥΛΙΚΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ**

**ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ
ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΑ
ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni**

Παναγιώτης Α.Μανδραπύλιας

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

Επιβλέπων: Φούρλαρης Γεώργιος

Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ

ΟΚΤΩΒΡΙΟΣ 2015



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ

**ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ –
ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ**

**ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ
ΥΛΙΚΩΝ ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ**

**ΜΕΤΑΣΧΗΜΑΤΙΣΜΟΙ ΦΑΣΕΩΝ ΚΑΙ ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ
ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΣΕ ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΑ
ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni**

Παναγιώτης Α.Μανδραπύλιας

ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

Επιβλέπων: Φούρλαρης Γεώργιος

Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις: 19/10/2015

Φούρλαρης Γεώργιος, Καθηγητής,

Χριστοφόρου Ευάγγελος, Καθηγητής,

Παπαευθυμίου Σπύρος, Επικ. Καθηγητής,

ΑΘΗΝΑ
ΟΚΤΩΒΡΙΟΣ 2015

..... Παναγιώτης Λ.Μανδραπύλιας

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων – Μεταλλουργός

E.M.Π. Copyright © Παναγιώτης Λ.Μανδραπύλιας, 2015

Με επιφύλαξη παντός δικαιώματος. All rights reserved. Απαγορεύεται η αντιγραφή, αποθήκευση και διανομή της παρούσας εργασίας, εξ ολοκλήρου ή τμήματος αυτής, για εμπορικό σκοπό. Επιτρέπεται η ανατύπωση, αποθήκευση και διανομή για σκοπό μη κερδοσκοπικό, εκπαιδευτικής ή ερευνητικής φύσης, υπό την προϋπόθεση να αναφέρεται η πηγή προέλευσης και να διατηρείται το παρόν μήνυμα. Ερωτήματα που αφορούν τη χρήση της εργασίας για κερδοσκοπικό σκοπό πρέπει να απευθύνονται προς τον συγγραφέα. Οι απόψεις και τα συμπεράσματα που περιέχονται σε αυτό το έγγραφο εκφράζουν το συγγραφέα και δεν πρέπει να ερμηνευθεί ότι αντιπροσωπεύουν τις επίσημες θέσεις του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου.

Πίνακας Περιεχομένων

Πίνακας Περιεχομένων.....	I
Πίνακας Εικόνων.....	V
Περιεχόμενα Πινάκων.....	VII
Πίνακας Διαγραμμάτων.....	VIII
ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ.....	X
ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ.....	1
1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ.....	2
1.1 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Fe–Ni.....	3
1.2 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Co.....	3
1.3 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni.....	4
1.4 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ.....	5
1.4.1 Εφαρμογές υπερκραμάτων στην αεροναυπηγική.....	5
2 ΦΥΣΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni.....	8
2.1 ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΚΡΑΜΑΤΩΣΗΣ.....	9
2.2 ΣΥΜΜΕΤΕΧΟΥΣΕΣ ΦΑΣΕΙΣ ΣΕ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni.....	11
2.2.1 γ' Φάση (Ni, Co) ₃ (Al, Ti, Ta, Nb).....	12
2.2.2 γ'' φάση (Ni, Co) 3(Nb, Ta).....	18
2.2.3 δ φάση (Ni, Co) 3Nb.....	22
2.2.4 Καρβίδια.....	23
2.2.4.1 Μορφολογία και σημεία φύτρωσης–ανάπτυξης M ₂₃ C ₆ (Cr, Mo, Fe, W) ₂₃ C ₆	24
2.2.4.2 M ₆ C κατακρήμνιση (Cr, Ni, Fe) ₃ (Mo, W, Nb, Ta) ₃ C.....	26
2.2.5 κατακρήμνιση Cr ₂ N.....	27
2.2.6 Laves phase (Fe,Co) 2(Nb, Ti, Mo, Ta).....	28
2.2.7 Sigma phase: (Fe, Co, Ni) (Cr, Mo, Re), Cr (Ni, Fe) (Mo, Si, W), Re (Mo, W) (Ni, Co, Cr).....	29
2.2.8 G – φάση.....	30
2.2.9 (NiCo) ₃ Ti (η) PHASE.....	32
2.2.10 a – Cr phase.....	35
2.2.11 TCP Phases (Topologically Close Packed Phases).....	36

2.2.12 Βορίδια	38
2.3 ΤΑΣΙΚΑ ΠΕΔΙΑ ΔΗΜΙΟΥΡΓΟΥΜΕΝΑ ΚΑΤΑ ΤΗ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ	39
2.4 ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΚΑΙ ΘΕΡΜΙΚΗ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΚΡΑΜΑΤΩΝ ΠΟΥ ΣΚΛΗΡΑΙΝΟΥΝ ΜΕ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ γ' φάσης (γ prime)	41
2.5 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΥ ΠΛΕΓΜΑΤΟΣ ΩΣΤΕΝΙΤΙΚΗΣ.....	43
ΜΗΤΡΑΣ ΜΕ ΤΑ ΚΛΑΣΜΑΤΑ ΟΓΚΟΥ ΣΥΜΜΕΤΟΧΗΣ, δ	43
ΦΑΣΗΣ, γ'' ΦΑΣΗΣ ΚΑΙ γ' ΦΑΣΗΣ	43
3 ΕΤΕΡΟΓΕΝΗΣ ΦΥΤΡΩΣΗ ΣΥΜΜΕΤΕΧΟΥΣΩΝ ΦΑΣΕΩΝ γ' , γ'' , δ , η	44
3.2 ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ γ' ΚΑΙ γ'' ΦΑΣΗΣ	46
3.3 ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΠΑΧΥΝΣΗΣ γ' ΚΑΙ γ'' ΦΑΣΗΣ (Ostwald ripening)	47
4 ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΦΑΣΕΩΝ.....	50
5 ΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΣΚΛΗΡΩΣΗΣ	54
5.1 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΣΤΕΡΕΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΤΙΚΑΤΑΣΤΑΣΗΣ.....	54
5.2 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ	56
5.3 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΟΡΙΩΝ ΚΟΚΚΩΝ	60
6 ΑΠΟΚΡΙΣΗ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni	61
6.1 ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ	61
6.2 ΑΝΤΙΣΤΑΣΗ ΣΕ ΟΞΕΙΔΩΣΗ	62
6.3 ΘΕΡΜΙΚΗ ΣΤΑΘΕΡΟΤΗΤΑ (Thermal stability)	63
6.4 ΕΡΠΥΣΜΟΣ (Creep).....	63
6.5 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΙΜΟΤΗΤΑ ΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΩΝ.....	66
ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni.....	66
6.5.1 Strain age cracking.....	67
6.5.2 Ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση (solidification cracking).....	70
6.5.3 Liquation cracking.....	73
6.5.4 Συμπερασματικές παρατηρήσεις ως προς τη συγκολλησιμότητα υπερκραμάτων Ni	73
6.5.5 Ductility dip.....	75
6.5.6 Ευθραστοποίηση κατά τη μεταθέρμανση	76
6.5.7 Υπολειπόμενες τάσεις συγκόλλησης υπερκραμάτων Ni	78
6.6 ΘΕΡΜΙΚΗ ΚΟΠΩΣΗ (THERMAL SHOCK)	79
ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni.....	79
7 ΜΕΘΟΔΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ	81

7.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΤΟΞΟΥ ΜΕ ΜΗ ΤΗΚΟΜΕΝΟ ΗΛΕΚΤΡΟΔΙΟ ΣΕ ΠΡΟΣΤΑΤΕΥΤΙΚΗ ΑΤΜΟΣΦΑΙΡΑ ΑΕΡΙΩΝ, ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ GTA (TIG)	81
7.1.1 Χαρακτηριστικά της μεθόδου	81
7.1.2 Παράμετροι συγκόλλησης.....	83
7.1.2.1 Συγκόλληση με συνεχές ρεύμα	83
7.1.2.2 Συγκόλληση με εναλλασσόμενο ρεύμα	86
7.1.2.3 Συγκόλληση με παλμικό συνεχές ρεύμα.....	88
7.1.2.4 Ένταση ρεύματος.....	89
Ταχύτητα συγκόλλησης –mm/s	90
7.1.2.5 Τάση του τόξου	90
7.1.2.6 Ταχύτητα προχώρησης.....	91
7.1.2.7 Προστατευτικά αέρια.....	91
7.1.2.8 Ηλεκτρόδια βολφραμίου	94
7.2 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΜΕ ΔΕΣΜΗ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ	95
7.2.1 Χαρακτηρισμός της μεθόδου	95
7.2.2 Δημιουργία της δέσμης ηλεκτρονίων	97
7.2.3 Συγκροτήματα που αποτελούν τη σύνθεση των συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης.....	101
7.2.4 Τύποι συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης	101
7.2.5 Εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων.....	102
7.2.6 Παράμετροι συγκόλλησης.....	104
7.2.6.1 Τάση επιτάχυνσης	105
7.2.6.2 Ένταση ρεύματος δέσμης ηλεκτρονίων	106
7.2.6.3 Ταχύτητα προχώρησης.....	107
7.2.6.4 Διάμετρος δέσμης ηλεκτρονίων.....	107
7.2.6.5 Κενό (υποπίεση).....	108
8 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	108
8.1 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΥΛΙΚΟΥ.....	108
8.2 ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ.....	110
8.3 ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ	111
8.3.1 Κοπή	111
8.3.2 Εγκιβωτισμός.....	112
8.3.3 Λείανση	112
8.3.4 Στίλβωση.....	112

8.3.5 Ηλεκτροχημική προσβολή.....	113
8.3.6 Ονομασία Δοκιμίων.....	114
8.4 ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΗΣ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ.....	114
8.4.1 Οπτικό Μικροσκόπιο (Light Optical Microscope, LOM).....	114
8.4.2 Ανάλυση με περίθλαση ακτίνων – X (XRD).....	114
8.4.3 Ανάλυση με Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM).....	116
8.3.4 Μικροανάλυση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (EDS, X Ray Microanalysis).....	119
8.4 ΜΕΘΟΔΟΙ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ.....	119
8.4.1 Δοκιμές μικρο και μάκρο σκληρομέτρησης.....	119
9 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ.....	121
9.1 ΕΞΕΤΑΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΕΣΩ SEM.....	121
9.1.1 Δοκίμιο WTIG.....	121
9.1.2 Δοκίμιο WEBW.....	136
9.2 ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ X (XRD).....	149
9.2.1 Μέταλλο βάσης WTIG.....	149
9.2.2 HAZ-FZ WTIG.....	149
9.2.3 Μέταλλο βάσης WEBW.....	150
9.2.4 HAZ-FZ WEBW.....	150
9.3 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ VICKERS.....	151
9.3.1 Μικροσκληρομέτρηση WTIG.....	152
9.3.2 Μικροσκληρομέτρηση WEBW.....	153
9.4 ΔΟΚΙΜΕΣ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ.....	154
9.4.1 Δοκίμιο WTIG.....	156
9.4.2 Δοκίμιο WEBW.....	157
9.5 ΜΕΛΕΤΗ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΥΣΤΕΡΑ ΑΠΟ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΔΟΚΙΜΗ.....	158
10 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ WASPALOY ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΑ ΧΩΡΙΣ ΝΑ ΕΧΟΥΝ ΥΠΟΣΤΕΙ ΡΩΗΜ.....	161
10.1 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ.....	161
10.2 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗΣ ΑΝΤΟΧΗΣ.....	163
11 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ.....	164
12 ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ.....	165
ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ.....	167

Πίνακας Εικόνων

Εικόνα 1 Συμμετοχή υλικών και κατανομή σε τομή κινητήρα πολιτικού αεροσκάφους.....	7
Εικόνα 2 Κατανομή πιέσεων και θερμοκρασιών κατά μήκος τομής κινητήρα πολιτικού αεροσκάφους.....	7
Εικόνα 3 Ακριβής προσδιορισμός θερμοκρασιών σε τμήματα κινητήρα αεροσκάφους.....	8
Εικόνα 4 Από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης όπου παρατηρούνται οι βρόχοι των υπερδιαταραχών (superdislocation loops) σε υπερκράμα Udimet 100. Το δοκίμιο και υποστεί ερπυσμό στους 800°C με τάση 160MPa για 2,5 μέρες.....	16
Εικόνα 5 Εικόνα από Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης , ανοιχτόχρωμο πεδίου αντίθεσης, που έχει ληφθεί παράλληλα στον άξονα [110] μεταξύ της φάσης β (NiAl) και G (Ni ₁₆ Hf ₆ Si ₇).....	31
Εικόνα 6 Εικόνα Electron Diffraction Pattern που δείχνει το νέο τύπο σχέσης προσανατολισμού μεταξύ β και G φάσης [69, 178].	31
Εικόνα 7 Structure diagram και diffractory pattern στον άξονα [110] που υποδεικνύει τη συνέχεια – αντιστοιχία μεταξύ η φάσης και ωστενιτικής μήτρας γ.....	33
Εικόνα 8 Δομή Widmanstatten φάσης η σε υψηλής ενέργειας όρια κόκκων-Μορφολογία θραύσης σε υπερκράμα Rene 41 με παρουσία φάσης η σε όρια κόκκων σε κατάσταση over – aged (στους 723oC για 16h	33
Εικόνα 9 Εικόνα από TEM που δείχνει το diffraction pattern η φάσης σε όρια κόκκων, β=[011]- TTP (Time Temperature Prescription) διάγραμμα η φάσης στο υπερκράμα Waspaloy.	34
Εικόνα 10 Dark Field Image TEM , υπερκράμα Rene 41 με zone axis = [114] όπου O : M23C6 Reglection, O' : Superlattice γ' reflection και O'' : common reflection.....	40
Εικόνα 11 Strain age cracking σε προσομοιωμένη	70
Εικόνα 12	78
Εικόνα 13 Διαδικασία χειρωνακτικής συγκόλλησης GTA με τη χρησιμοποίηση πρόσθετου υλικού.....	82
Εικόνα 14 Παραμόρφωση της ημιτονοειδούς του εναλλασσόμενου ρεύματος με τη συνιστώσα του συνεχούς ρεύματος κατά τη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA ελαφρών μετάλλων.....	87
Εικόνα 15 Διάταξη για τη συγκόλληση GTA: 1- μηχανή συγκόλλησης, 2 – λαβίδα, 3 – φιάλη αργού, 4 – μανομετροεκτονωτής, 5, - μετρητής, 6 –0 δικλίδα ρύθμισης του αερίου, 7 – ηλεκτρομαγνητική δικλίδα, 8 – δοχείο καθυστέρησης του κλεισίματος της ροής του αργού.	88
Εικόνα 16 Επίδραση του είδους του προστατευτικού αερίου στη διαμόρφωση του κορδονίου κατά τη συγκόλληση GTA.....	92
Εικόνα 17Μορφή των κολλήσεων :α) κόλληση εκτελεσμένη με μεθόδους τόξου, β) κόλληση εκτελεσμένη με δέσμη ηλεκτρονίων.	96
Εικόνα 18 Συγκρότηση της συσκευής με ηλεκτρονοδέσμη: Uz – τάση τροφοδοσίας του συστήματος της καθόδου –1, Uk – τάση καθοδήγησης με τον κύλινδρο Wehnelt –2 (κάθοδος καθοδήγησης), U-τάση επιτάχυνσης της δέσμης ηλεκτρονίων ΔΗ μεταξύ της καθόδου καθοδήγησης –2 και της ανόδου –3, 4 –ηλεκτροστατικό πεδίο εστιασμού της δέσμης ηλεκτρονίων, 5 – μαγνητικό πηνίο εστιασμού της δέσμης ηλεκτρονίων, 6 –	

μαγνητικό πηνίο απόκλισης της δέσμης ηλεκτρονίου, 7 –συγκολλούμενο αντικείμενο, 8 – τράπεζα συγκράτησης του αντικειμένου, 9 –αντλίες διάχυσης, 10 –μηχανική αντλία, 11 – μετρητές κενού, 12 –παράθυρο οπτικής παρατήρησης της πορείας συγκόλλησης.	98
Εικόνα 19 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονοδέσμης με υψηλό κενό, 10^{-6} – 10^{-3} Tor: 1- κάθοδος, 2 –κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 –άνοδος, 4 –μαγνητικό πηνίο εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων, 5 –μαγνητικό πηνίο κλίσης της δέσμης ηλεκτρονίων, 6- δέσμη ηλεκτρονίων, 7 –εστία δέσμης ηλεκτρονίων, 8 –συγκολλούμενο αντικείμενο, 9 – σύστημα μηχανικών αντλιών και διάχυσης, 10 –ηλεκτρική μόνωση, 11 –θάλαμος εργασίας, D_R –απόσταση εργασίας, D_f – εστιακή απόσταση.	98
Εικόνα 20 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονοδέσμης με μέτριο και χαμηλό κενό της τάξης 10^{-3} –25,0 Tor: 1 –κάθοδος, 2-κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 –άνοδος, 4 – στόμιο στραγγαλισμού, 5 –μαγνητικό πηνίο εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων, 6 –σύστημα αντλιών μηχανικών και διάχυσης, 7 – μηχανική αντλία, 8 –δέσμη ηλεκτρονίων, 9 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 10 –θάλαμος εργασίας.....	100
Εικόνα 21 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονοδέσμης χωρίς κενό (ατμοσφαιρική): 1 – κάθοδος, 2 –κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 –άνοδος, 4 –στόμιο στραγγαλισμού, 5 –μαγνητικό πεδίο εστίασης, 6 – σύστημα αντλιών μηχανικών και διάχυσης, 7 –μηχανική αντλία, 8 –φύσημα αερίου προστασίας, 9 –δέσμη ηλεκτρονίων, 10 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 11 –ηλεκτρική μόνωση.....	100
Εικόνα 22 Σχηματική απεικόνιση της λειτουργίας του περιθλασίμετρου ακτίνων Χ.	115
Εικόνα 23 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x250	121
Εικόνα 24 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x500	121
Εικόνα 25 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x1000	122
Εικόνα 26 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x1000	122
Εικόνα 27 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x2000 .	123
Εικόνα 28 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x5000 .	123
Εικόνα 29 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WTIG x370 ..	128
Εικόνα 30 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WTIG x200 ..	129
Εικόνα 31 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ-HAZ του WTIG	129
Εικόνα 32 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG.....	132
Εικόνα 33 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG x500	132
Εικόνα 34 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG x1400 ...	133
Εικόνα 35 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW x500	136
Εικόνα 36 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW x800 .	136
Εικόνα 37 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW x1000	137
Εικόνα 38 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) BM-HAZ του WEBW x250	140
Εικόνα 39 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WEBW x1400	140
Εικόνα 40 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WEBW x3500	141
Εικόνα 41 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM-HAZ-FZ του WEBW x90	144
Εικόνα 42 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x90	144
Εικόνα 43 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x800 ...	145
Εικόνα 44 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x1500	145

Εικόνα 45 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) του WTIGx500. Φαίνονται και οι δύο τύποι θραύσεων, IG brittle-IG dimpled.	158
Εικόνα 46 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) του WTIGx500. Από τη μέση της μικρογραφίας και πάνω φαίνεται η IG dimpled.....	159
Εικόνα 47 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) του WEBWx500. IG dimpled- IG brittle.....	159
Εικόνα 48 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) του WEBWx1000. IG dimpled με microvoid cracking	160

Περιεχόμενα Πινάκων

Πίνακας 1 Κρυσταλλική δομή φάσεων που ταυτοποιούνται σε υπερκράματα Ni	11
Πίνακας 2 Διάγραμμα που απεικονίζει την επιρροή κραμάτωσης σε Al και Ti ως προς το σχηματισμό θερμοδυναμικά σταθερών φάσεων στους 800°C σε υπερκράματα Ni 2ης γενιάς	35
Πίνακας 3 Δίδεται από τους Saunders και Miodownik το όριο διαρροής υπερκράματος Rene 88 που περιέχει 20% κλάσμα όγκος γ' φάση. Παρατηρούμε ότι αρχικά η αντοχή δεν επηρεάζεται από τη θερμοκρασία. Η καμπύλη σημειώνεται ότι είναι θεωρητική [29, 132].	39
Πίνακας 4 X- ray diffraction pattern φάσης γ (Ni, Co, Cr, Al, Mo, W, Re, Ru) με συνθήκες πειράματος: εύρος γωνιών περιθλασιμετρίας 0–180° και ρυθμός σάρωσης 0,02°/sec.....	42
Πίνακας 5 X-ray diffraction pattern φάσης γ' (Ni, Co) 3 (Al, Ti, Ta, Nb) με επιβαλλόμενες συνθήκες πειράματος: εύρος γωνιών περιθλασιμετρίας 0–180° και ρυθμό σάρωσης 0,02°/sec.....	42
Πίνακας 6 Επίδραση γωνίας διαβροχής θ στην ενέργεια ενεργοποίησης ετερογενούς φύτρωσης σε όρια κόκκων σε συσχετισμό με την ομογενή φύτρωση (J. W. Cahn, Acta Metallurgica 4)	46
Πίνακας 7 διάγραμμα κινητικής κατακρήμνισης πρωτογενούς και δευτερογενούς γ' φάσης κατά τη διάρκεια ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού 850°C στο υπερκράμα IN 738LC.	48
Πίνακας 8 Ανάπτυξη διαμέτρου δισκοειδών γ'' κατακρημνισμάτων συναρτήσει χρόνου γήρανσης σε υπερκράμα INCONEL 718. Απώλεια συνεκτικότητας με τη μήτρα των κατακρημνισμάτων γ' συναρτήσει της διαμέτρου τους σε INCONEL 718.	49
Πίνακας 9 Προτεινόμενες περιοχές έντασης ρεύματος με τη μέθοδο GTA στην ατμόσφαιρα αργού για ηλεκτρόδια με καθαρό βολφράμιο και για ηλεκτρόδια με κραματωμένο βολφράμιο με θόριο, για διάφορα είδη ρεύματος συγκόλλησης.....	84
Πίνακας 10 Προτεινόμενες περιοχές των εντάσεων ρεύματος συγκόλλησης με τη μέθοδο GTA καθώς και οι διαστάσεις του κωνικού άκρου του κραματωμένου ηλεκτροδίου W + Th, W + Ge, W + La, κατά τη συγκόλληση με συνεχές ρεύμα, με αρνητική πολικότητα στην ατμόσφαιρα του αργού.....	85
Πίνακας 11 Προτεινόμενο είδος ρεύματος συγκόλλησης με μη τηκόμενο ηλεκτρόδιο, στην ατμόσφαιρα προστατευτικού αερίου με τη μέθοδο GTA για διάφορα μέταλλα και κράματα.	86

Πίνακας 12 Η επίδραση της έντασης ρεύματος και της ταχύτητας συγκόλλησης στις διαστάσεις του κορδονίου της κόλλησης κατά την αυτόματη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA υπερκράματος Waspaloy σε επίπεδη θέση.	90
Πίνακας 13.....	105
Πίνακας 14 Ονομαστική σύσταση (% κβ) υπερκράματος Waspaloy	109
Πίνακας 15 Συγκόλληση TIG Waspaloy.....	110
Πίνακας 16 Παράμετροι Συγκόλλησης EBW για το Waspaloy.....	110
Πίνακας 17 Μηχανική απόκριση WTIG.....	156
Πίνακας 18 Μηχανική απόκριση WEBW.....	157
Πίνακας 19 Σύγκριση τιμών σκληρότητας WEBW-SEBW.....	161
Πίνακας 20 Σύγκριση τιμών σκληρότητας WTIG-STIG	162
Πίνακας 21 Σύγκριση ολκιμότητας WTIG-STIG	163
Πίνακας 22 Σύγκριση ολκιμότητας WEBW-SEBW	163

Πίνακας Διαγραμμάτων

Διάγραμμα 1 Τριμερές διάγραμμα Ni–Al–Cr όπου διακρίνονται οι περιοχές θερμοδυναμικής σταθερότητας των φάσεων γ , γ' , β και α . Η φάση α αποτελεί στερεό διάλυμα Cr. Πραγματοποιούνται οι ακόλουθες αντιδράσεις: Διμερής περιτηκτική $L + \beta = \gamma'$ (1395°C). Διμερής ευτηκτική: $L = \gamma + \gamma'$ (1383°C). Τριμερής περιτηκτική $L + \gamma' = \beta + \gamma$ (1340°C). Τριμερής ευτηκτική $L = \alpha + \beta + \gamma$ (1320°C).....	50
Διάγραμμα 2 Τριμερές σύστημα Ni–Al–Ti. Στο διάγραμμα αυτό διακρίνονται σύμφωνα με έρευνες των Lee, Nash, Zeng et al , περιοχές θερμοδυναμικής σταθερότητας των φάσεων: γ (solid solutions), $\gamma' = \text{Ni}_3\text{Al}$ (τήξη στους 1395°C), $\beta_1 = \text{NiAl}$ (τήξη στους 1638°C), $\beta_2 = \text{NiTi}$ (τήξη στους 1310°C) ή NiTi (τήξη στους 1380°) και $H = \text{Ni}_2\text{AlTi}$ (σταδιακή τήξη) [6, 111, 124] (ASM International Materials Park).	51
Διάγραμμα 3 Μελετάται το τμήμα θερμοδυναμικής ισορροπίας των φάσεων $\text{Ni}_3\text{Cr} - \text{Ni}_3\text{Ti} - \text{Ni}_3\text{Al}$. Το σημείο X απεικονίζει τη σύσταση του Nimonic 80 όπου έχουν πραγματοποιήσει μελέτες οι Willemin και Durayd–Charre.	52
Διάγραμμα 4.....	53
Διάγραμμα 5.....	54
Διάγραμμα 6 Επίδραση προσθήκης B και Zr στην αντίσταση	69
Διάγραμμα 7 Μέτρηση επιδεκτικότητας εμπορικών κραμάτων σε	69
Διάγραμμα 8 Εύρος επιδεκτικότητας εμπορικών κραμάτων	74
Διάγραμμα 9 Επίδραση του B στη ρωγμάτωση.....	75
Διάγραμμα 10 Σύμφωνα με τους L. M. Brown και R. V. Ham κατακρήμνιση πρωθύστερη από την απαλοιφή υπολειπόμενων τάσεων είναι επιβλαβής και οδηγεί με βεβαιότητα στη ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση της συγκόλλησης. Αμέσως παραπάνω δίδεται σχηματική απεικόνιση των θερμικών κύκλων συγκόλλησης και μεταθέρμανσης σε υπερκράματα Ni.....	76
Διάγραμμα 11 Συσχετισμός εκτίμησης συγκολλησιμότητας με την περιεκτικότητα κατά βάρος σε Al και Ti	77
Διάγραμμα 12 Συνολικό εύρος παραμόρφωσης 1% , $R = -1$ και $F = 0,33 \text{ Hz}$	80

Διάγραμμα 13 Η πορεία εναλλαγής της έντασης ρεύματος συγκόλλησης GTA με παλμικό ρεύμα	89
Διάγραμμα 14 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για το MB του WTIG	149
Διάγραμμα 15 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για τις HAZ-FZ του WTIG	149
Διάγραμμα 16 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για το MB του WEBW ..	150
Διάγραμμα 17 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για τις HAZ-FZ του WEBW	150
Διάγραμμα 18 Αποτελέσματα μικροσκληρομέτρησης του WIG	152
Διάγραμμα 19 Αποτελέσματα μικροσκληρομέτρησης του WEBW	153
Διάγραμμα 20 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης WTIG.....	156
Διάγραμμα 21 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης WEBW	157

ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ

Πρώτιστα θα ήθελα να ευχαριστήσω τον καθηγητή μου κ. Γεώργιο Φούρλαρη ο οποίος δέχτηκε να επιβλέψει την διπλωματική μου εργασία και με βοήθησε καθοριστικά, με τις συμβουλές και τις υποδείξεις του στην ολοκλήρωσή της.

Θα ήθελα να ευχαριστήσω τους διδακτορικούς φοιτητές Μαρία Γεωργίου, Βίκυ Οικονόμου και Σταύρο Δεληγιάννη για τον χειρισμό του SEM και το ενδιαφέρον τους για όποιο άλλο πρόβλημα ανέκυψε κατά καιρούς, στα διάφορα κρίσιμα στάδια για την εκπόνηση της εργασίας.

Ευχαριστώ τον κ. Πέτρο Τσακίριδη για τη βοήθειά του στη διεξαγωγή αποτελεσμάτων με την τεχνική του XRD και για τη γενικότερη βοήθεια που μου προσέφερε απλόχερα όποτε την χρειάστηκα.

Ευχαριστώ τον κ. Γιάννη Χαρλαμπίτα για τη βοήθειά του στη διεξαγωγή αποτελεσμάτων μικροσκοπόμετρησης και για την αδιάκοπη προθυμία του να βοηθήσει σε θέματα λειτουργίας του εργαστηρίου Μεταλλογνωσίας.

ΣΚΟΠΟΣ ΤΗΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Σκοπός της εργασίας είναι να προσδιοριστεί κατά πόσο έχουν επηρεαστεί, η μικροδομή και οι μηχανικές ιδιότητες του υπερκράματος Ni Waspaloy το οποίο έχει συγκολληθεί με τις τεχνικές Tungsten Inner Gas (TIG) και Electron Beam Welding (EBW) ύστερα από ομογενοποίηση και γήρανση.

Για το προσδιορισμό των παραπάνω τα δοκίμια εξετάστηκαν σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης για την αναγνώριση της μικροδομής ενώ οι μηχανικές ιδιότητες προσδιορίστηκαν μέσω δοκιμής εφελκυσμού και μικροσκληρομέτρησης.

Για την απόκτηση μιας σφαιρικής εικόνας για την μηχανική απόκριση των συγκολλημένων δοκιμίων Waspaloy, όσων αφορά τα αποτελέσματα της ομογενοποίησης και της γήρανσης, στο κεφάλαιο 10 γίνεται σύγκριση των μηχανικών ιδιοτήτων των δοκιμίων με αυτές δοκιμίων Waspaloy συγκολλημένα με TIG και EBW σε κατάσταση as welded (χωρίς να έχουν υποστεί περαιτέρω θερμική κατεργασία). Οι μετρήσεις για τα as welded προήλθαν από άλλη επιστημονική εργασία.

1 ΕΙΣΑΓΩΓΗ ΣΤΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ

Τα υπερκράματα είναι κράματα που περιέχουν μεγάλα ποσοστά κραματικών προσθηκών με την επίτευξη συνδυασμού μεγάλης αντοχής σε υψηλές θερμοκρασίες (700–1000⁰C) και σε οξειδωτικές συνθήκες. Τα υπερκράματα μπορούν λοιπόν να χρησιμοποιηθούν υπό εξαιρετικά δυσμενείς συνθήκες όπως υψηλή θερμοκρασία, έντονο διαβρωτικό περιβάλλον, ενώ η φθορά τους λόγω διάλυσης, χημικής αντίδρασης ή οξείδωσης είναι η ελάχιστη δυνατή. Τρεις είναι οι κύριες κατηγορίες υπερκραμάτων: Κράματα με βάση το σίδηρο και το νικέλιο, κράματα με βάση το νικέλιο και κράματα με βάση το κοβάλτιο. Όπως αναφέρεται στη διεθνή βιβλιογραφία, τα υπερκράματα παρουσιάζουν μεγάλη μηχανική αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες, δηλαδή μεγάλη αντοχή σε ερπυσμό αλλά και σε θερμική κόπωση με παρουσία διαβρωτικού περιβάλλοντος χαμηλών συχνοτήτων (LOW CYCLE THERMOMECHANICAL CORROSION FATIGUE) [1, 2, 25, 38]. Η διατήρηση υψηλής αντοχής των υπερκραμάτων σε υψηλές θερμοκρασίες οφείλεται στους τρεις ακόλουθους μηχανισμούς: Στην σκλήρυνση της μεταλλικής μήτρας λόγω δημιουργίας στερεού διαλύματος αντικατάστασης με τη προσθήκη στοιχείων όπως Cr, Mo, W (υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή) και Ta, Zr, Nb, B (σε χαμηλή ποσοστιαία συμμετοχή). Επίσης παρατηρείται συμμετοχή καρβιδίων σχετικά ομοιογενώς διασκορπισμένων στη δομή των υπερκραμάτων που σχηματίζονται ακόμα και με μικρή παρουσία άνθρακα ενδοκρυσταλλικά και περικρυσταλλικά. Συνήθως απαντώνται TiC, BC, ZrC, TaC, Cr₇C₃, Cr₂₃C₆, Mo₆C και W₆C που σχηματίζουν ένα δίκτυο, το οποίο παρεμποδίζει την κίνηση των διαταραχών και την ολίσθηση των ορίων των κόκκων (sliding) επιδρώντας ευεργετικά ως προς τον ερπυσμό [5, 9, 62, 10]. Τέλος στη διεθνή βιβλιογραφία γίνεται αναφορά στην εμφάνιση πολυπληθών, λεπτομερών και ομοιόμορφα διεσπαρμένων ενδομεταλλικών φάσεων στη μήτρα. Τα υπερκράματα Ni ή Fe–Ni τα οποία περιέχουν Al και Ti, σχηματίζουν ενδομεταλλικές φάσεις γ' Ni₃(Al,Ti) και η (Ni₃ Ti) κατά την θερμική κατεργασία κατακρήμνισης μέσω γήρανσης. Πρόκειται για κατακρημνίσματα υψηλής καθαρότητας τα οποία έχουν κρυσταλλική συνάφεια με τη μήτρα καθώς το πρώτο κρυσταλλώνεται στο κυβικό κεντροκέντρωμένο και το δεύτερο στο εξαγωνικό σύστημα. Δεδομένου ότι η κρυσταλλική παράμετρος των γ' και η είναι ελαφρώς τροποποιημένη από αυτή της οστενιτικής μήτρας, η παρουσία τους στο κρυσταλλικό δίκτυο αυτής επιφέρει ελαφριά παραμόρφωση. Όσο η αναντιστοιχία αυτή (misfit) αυξάνει ευνοείται η

μηχανική αντοχή αλλά δυσχεραίνεται η αντοχή σε ερπυσμό [4, 8, 27]. Στην επιστημονική κοινότητα πιστεύεται ότι πολλαπλότητα της δομής είναι αυτή που αποδίδει εξαιρετικό συνδυασμό ιδιοτήτων στα υπερκράματα [15, 64, 121].

Τα υπερκράματα διεθνώς χωρίζονται σε τρεις κύριες κατηγορίες οι οποίες θα αναλυθούν εισαγωγικά αλλά η ολότητα αυτού του συγγράμματος θα σχετίζεται με την διερεύνηση της συσχέτισης μικροδομής και θερμομηχανικής απόκρισης μιας μονάχα εξ' αυτών των κατηγοριών, των υπερκραμάτων Ni. Σημειώνεται ακόμα εξ' αρχής ότι οποιαδήποτε διερεύνηση γίνεται στο πεδίο της πολεμικής αεροναυπηγικής βιομηχανίας παρά τη διευρυμένη χρήση αυτών και σε άλλους βιομηχανικούς κλάδους.

1.1 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Fe–Ni

Τα υπερκράματα αυτά περιέχουν τουλάχιστον 25% Ni και 10–25% Cr του οποίου η προσθήκη προσδίδει υψηλή αντοχή σε διάβρωση (παθητικοποιημένο στρώμα Cr₂O₃) [34, 48]. Ακόμη συνηθισμένες προσθήκες αποτελούν Mo (ως 2%), Ti (ως 4%), Nb (ως 6%) και Al (ως 1%). Οι κυριότερες φάσεις που κατακρημνίζονται κατά την γήρανση είναι οι: γ' Ni₃(Al, Ti) , γ'' (Ni₃ Nb) και η (Ni₃Ti).

1.2 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Co

Τα υπερκράματα αυτά χαρακτηρίζονται από εδροκεντρωμένη κυβική μητρική δομή. Τα κύρια στοιχεία προσθήκης είναι Cr (20–30%), W (5–15%) και Ni (ως 22 %). Τα παραπάνω στοιχεία σχηματίζουν στερεά διαλύματα αντικατάστασης στα οποία οφείλεται κατά κύριο λόγο η αυξημένη αντοχή σε ερπυσμό [29, 96].

Η παρουσία άνθρακα, σε ποσοστά ως 1,2% οδηγεί στο σχηματισμό καρβιδίων στα όρια του κόκκου, τα οποία παρεμποδίζουν τη κίνηση των διαταραχών ιδιαίτερα όταν βρίσκονται σε ασυνεχή μορφή αλυσίδων.

1.3 ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni

Στην εποχή μας χρησιμοποιούνται τουλάχιστον εκατό κράματα αυτής της κατηγορίας. Τα στοιχεία προσθήκης (Cr, Mo, W, Co) σχηματίζουν στερεά διαλύματα αντικατάστασης παρεμποδίζοντας έτσι την κίνηση των διαταραχών.

Η αντοχή των υπερκραμάτων αυτών οριοθετείται από τη πάχυνση των κατακρημνισμάτων της γ' και γ'' φάσης (coarsening) που οδηγεί στην θερμική και μεταλλουργική αστάθεια τους (thermal and metallurgical instability) και η οποία προκαλεί ταχεία ελάττωση της αντοχής του κράματος σε ερπυσμό και θερμομηχανική κόπωση [96, 18, 75]. Τα υπερκράματα Ni περιέχουν επίσης άνθρακα σε ποσοστό 0,2-0,6% στη παρουσία της οποίας οφείλεται ο σχηματισμός καρβιδίων, τόσο στο εσωτερικό της μητρικής δομής όσο και στα όρια των κόκκων. Η δημιουργία 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) [62, 84, 95].

Τη δεκαετία του 1980 αναπτύχθηκε από την γαλλική βιομηχανία TURBOMECA ένα μονοκρυσταλλικό κράμα Ni (CMSX) κυβοειδούς μορφολογίας με κατευθυνόμενη στερεοποίηση. Σε ειδικό κλίβανο έγινε δυνατή η παρασκευή ενός μονοκρυστάλλου, δενδριτικής δομής ο οποίος βρίσκει ευρεία χρήση στη κατασκευή πτερυγίων αεροσκαφών [14, 128]. Στη συνέχεια θα πραγματοποιηθεί εκτενής αναφορά στο τομέα φυσικής μεταλλουργίας και του σχεδιασμού μηχανικών ιδιοτήτων μέσω επίδρασης θερμικών κατεργασιών των υπερκραμάτων αυτών.

1.4 ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ

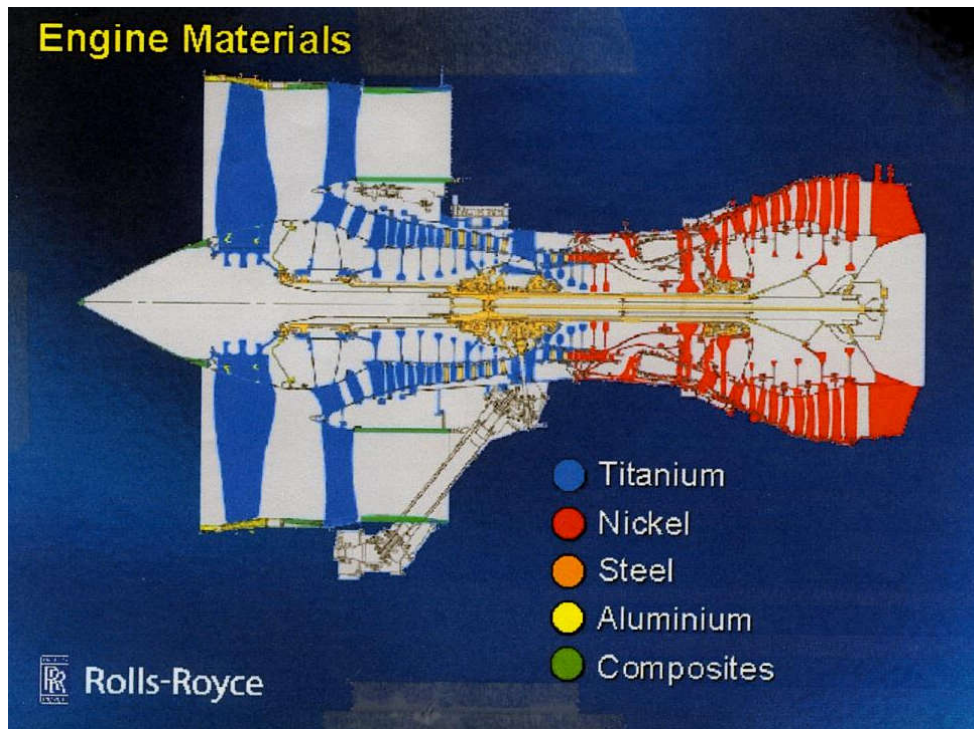
Τα υπερκράματα βρίσκουν ευρύτατη εφαρμογή σε θερμαινόμενες ηλεκτρικές αντιστάσεις, βαλβίδες εξάτμισης μηχανών εσωτερικής καύσης στις οποίες η θερμοκρασία φθάνει τους 750°C και απαιτείται αντοχή σε οξείδωση από καυσαέρια, σε φθορά και σε μηχανικές παραμορφώσεις. Ακόμη απαντώνται σε βιομηχανικούς φούρνους όπου η θερμοκρασία λειτουργίας υπερβαίνει τους 1000°C και συνοδεύεται από θερμικούς αιφνιδιασμούς (thermal etching), σε βιομηχανίες πετρελαίου με εξαιρετικά διαβρωτικό περιβάλλον και τέλος σε ΑΕΡΟΝΑΥΠΗΓΙΚΕΣ ΕΦΑΡΜΟΓΕΣ, ιδιαίτερα σε κινητήρες αεροστροβίλων (jet engine turbine) των οποίων η θερμοκρασία λειτουργίας αγγίζει τους 1050°C [16, 44].

1.4.1 Εφαρμογές υπερκράματων στην αεροναυπηγική

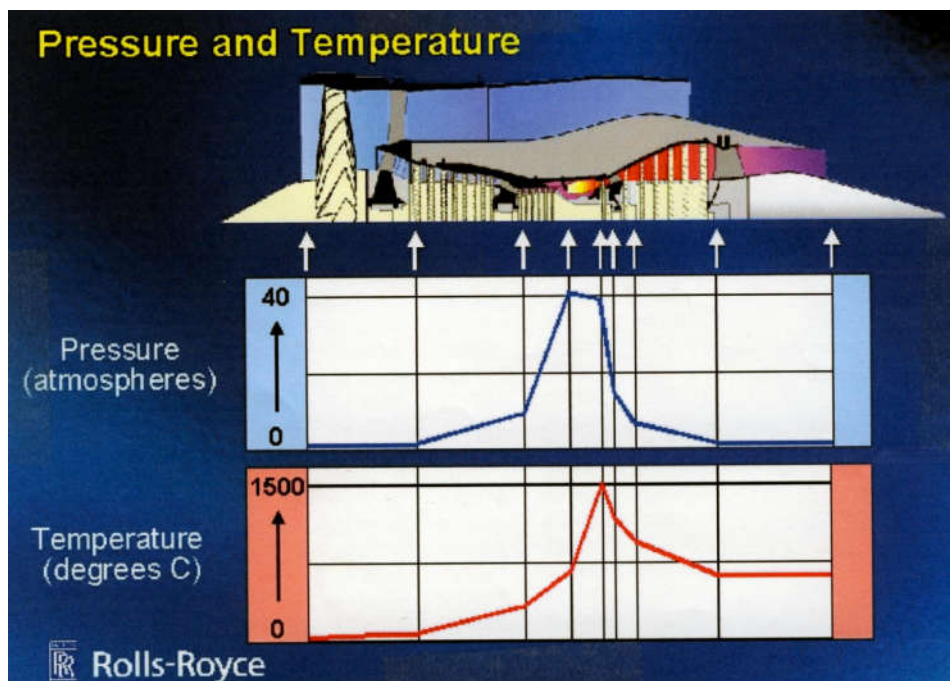
Όπως ήδη έχει διευκρινισθεί ο τομέας όπου θα εστιαστεί η παρούσα εργασία είναι η αμυντική αεροναυπηγική βιομηχανία, οπότε θεωρείται σκόπιμο εισαγωγικά να αναφερθούν τα σημεία εφαρμογής της δεδομένης ομάδας υλικών στο πλαίσιο ενός μαχητικού αεροσκάφους αλλά και οι προϋποθέσεις που οφείλουν να πληρούν τα παραπάνω σε ότι αφορά στον ικανοποιητικό κύκλο ζωής και κόστος (life cycle cost). Δημοσιεύσεις στο τομέα της αεροναυπηγικής καθορίζουν τα υπερκράματα Ni ως απαραίτητα σε πολλαπλά δομικά μέρη αεροσκαφών, σε συνδέσμους, λεπίδες στροβίλων, τμήματα μετάδοσης, υψηλής απόδοσης άξονες και ρουλεμάν, τμήματα δαχτυλιδιών, ελατήρια, φυσητήρες, στροβιλοφόρους άξονες, λεπίδες, και δίσκους συμπιεστών, μπουλόνια, στροβιλωθητές, συστήματα καύσης και αεριωθούμενες μηχανές [5, 33, 75, 87, 117, 184, 201]. Για την δική μας μελέτη κύρια σημεία αναφοράς σε εφαρμογές θα αποτελέσουν τα ΠΤΕΡΥΓΙΑ ΑΕΡΙΟΣΤΡΟΒΙΛΩΝ (TURBINE BLADES), για την κατασκευή των οποίων καταδεικνύονται αυστηρά οι ακόλουθες απαιτήσεις: Αντοχή σε τάση ροής αερίων, αντίσταση σε οξείδωση υψηλών θερμοκρασιών, αντίσταση στη μηχανική διάβρωση με ροή (erosion corrosion), αντίσταση στη θερμική κόπωση λόγω γρήγορων αλλαγών θερμοκρασιακού πεδίου, αντίσταση σε ερπυσμό, καλή συγκολλησιμότητα για ευχέρεια κατασκευής και επισκευών, καλή χυτευσιμότητα, αντίσταση στις τοπικά

συγκεντρωμένες τάσεις στις διόδους ψύξης, ικανότητα επιδιόρθωσης υλικών σε λειτουργία με συγκόλληση και απαίτηση μίας μόνο θερμικής κατεργασίας για ανάπτυξη της επιθυμητής δομής [45, 55, 123, 212]. Σε ένα στροβιλοκινητήρα γενικά στα θερμά μέρη, κατασκευαστικά απαιτείται η εφαρμογή υπερκράματων Ni ενώ στα ψυχρά μέρη απαντώνται κράματα Ti. Υπερκράματα Co χρησιμοποιούνται μονάχα όταν αναμένονται θερμοκρασίες υψηλότερες από αυτές στις οποίες αποδίδουν υπερκράματα Ni, λόγω του υψηλού τους κόστους και της σκλήρυνσης τους με στερεό διάλυμα αντικατάστασης και όχι με κατακρήμνιση ενδομεταλλικών φάσεων [12, 136, 226]. Ακόμη σημαντική συμμετοχή παρατηρείται από κράματα Al, χάλυβες υψηλών προδιαγραφών (maraging) και σύνθετα υλικά [17, 64]. Στη συνέχεια δίδεται σε τομή κινητήρα επιβατικού αεροσκάφους όπου σημειώνονται οι θερμοκρασίες που αναπτύσσονται στα διάφορα σημεία. Ακόμη σε τομή δίδονται τα υλικά που χρησιμοποιούνται σε διάφορα μέρη κινητήρα μαχητικού αεροσκάφους (πηγή: Rolls Royce). Συγκεκριμένα τα υπερκράματα Ni αναπτύχθηκαν για χρήση στους υπερσυμπιεστές των εμβολοφόρων αεροπορικών κινητήρων στις αρχές της δεκαετίας του 1940 [8, 43]. Ακολούθως χρησιμοποιήθηκαν για την κατασκευή θερμών τμημάτων των αεροπορικών στροβιλοφόρων κινητήρων.

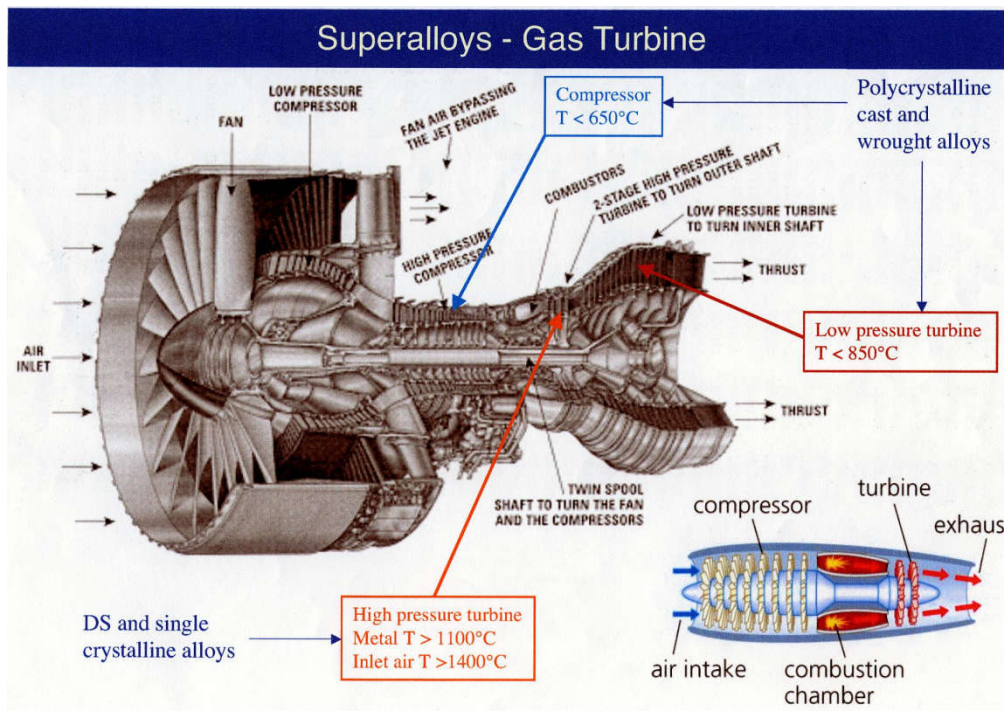
Η πρώτη εμφάνιση ανάπτυξης υπερκράματων σημειώνεται στις Ηνωμένες Πολιτείες στις αρχές του 1940 με ανάπτυξη του υπερκράματος Vitallium [78, 89]. Το 1942 στη Μεγάλη Βρετανία καθιερώνονται εμπορικά τα υπερκράματα Nimonic 75 και 80 [126, 220]. Νέες γενιές υπερκράματων με βάση το Ni και το Co καθιερώνονται λόγω της ταχύτητας προόδου της αεροδιαστημικής και ανάπτυξης της νέας μεθόδου τήξης και χύτευσης Vacuum Induction Melting τη δεκαετία του 1950. Κατά την διάρκεια των επόμενων δεκαετιών 1970 και 1980 οι νέες μέθοδοι κονιομεταλλουργίας (Hot Isostatic Pressing) αποτέλεσαν την δίαυλο μετάβασης από τα υπερκράματα 2ης γενιάς στα υπερκράματα 3ης γενιάς [111, 203].



Εικόνα 1 Συμμετοχή υλικών και κατανομή σε τομή κινητήρα πολιτικού αεροσκάφους



Εικόνα 2 Κατανομή πιέσεων και θερμοκρασιών κατά μήκος τομής κινητήρα πολιτικού αεροσκάφους



Εικόνα 3 Ακριβής προσδιορισμός θερμοκρασιών σε τμήματα κινητήρα αεροσκάφους.

2 ΦΥΣΙΚΗ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ

Ni

Η τεχνολογική ανάπτυξη των υπερκραμάτων νικελίου τα τελευταία 40 χρόνια από την απλή μήτρα Ni-Cr σε αυτήν με τη συνεισφορά πολλαπλών στοιχείων (multi element) και τη χρήση πολυφασικών συστημάτων (multiphase system) συζητείται σήμερα σε δύο κύριους άξονες. Ο πρώτος έχει να κάνει με τη μεταλλουργία των κραμάτων και καλύπτει τη πρακτική της κραματοποίησης, τις συμμετέχουσες φάσεις, τους μηχανισμούς σκλήρυνσης και τις θερμικές κατεργασίες. Ο δεύτερος σχετίζεται με την εφαρμογή των υπερκραμάτων νικελίου για διαμορφωμένες ή χυτές λεπίδες στροβιλοκινητήρων και δίσκους αεριοστροβίλων. Αναφορά ακόμα γίνεται και σε κράματα σκληρυνόμενα μέσω διασποράς οξειδίου (oxide dispersion), ειδικά σε

σημεία όπως μείωση της διατομής της πτέρυγας στροβιλοκινητήρα [7, 34, 96, 128]. Ο κυριότερος λόγος χρήσης υπερκράματων νικελίου σε τουρμπίνες είναι η συγχρονισμένη διατήρηση αντοχής και αντίστασης σε οξείδωση σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία. 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 [126, 201]. 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 συνεισφοράς των φάσεων, της μεταλλουργικής σταθερότητας τους, της διαδοχής μετασχηματισμών φάσεων και των επιπτώσεων της μικροκρυστάτωσης που αντικατοπτρίζονται στην αποκρισσιμότητα των υλικών σε μεγάλες περιόδους λειτουργίας.

2.1 ΠΡΑΚΤΙΚΗ ΚΡΑΜΑΤΩΣΗΣ

Τα υπερκράματα Ni έχουν χαμηλή έμφυτη ικανότητα αντίστασης σε οξείδωση υψηλής θερμοκρασίας και είναι ακόμα αμφίβολο αν θα μπορούσε να παραχθεί χρήσιμη γκάμα από αυτά χωρίς τη προσθήκη Cr. Το τελευταίο αποδίδει ένα προστατευτικό στρώμα Cr₂O₃, προσφύομενο πολύ καλά στην επιφάνεια σε περίπτωση θέρμανσης σε οξειδωτικό περιβάλλον. Σύμφωνα με έρευνες του Douglas [6, 113], 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 [7, 129]. Αλουμίνιο, Τιτάνιο και Νιόβιο προστίθεται για να σκληρύνουν το υλικό μέσω του σχηματισμού της γ' Ni₃(Al, Ti). Το νιόβιο μπορεί να αντικαταστήσει για ένα ορισμένο ποσοστό το τιτάνιο ή το αλουμίνιο στην γ' φάση ή αν η περιεκτικότητα σε αυτό είναι αρκετή (περίπου 4%) μπορεί να συμμετέχει σε μια ξεχωριστή φάση σκλήρυνσης γ'' Ni₃Nb. Το τιτάνιο και το νιόβιο επίσης σχηματίζουν καρβίδια. Το αλουμίνιο έχει ακόμη ευεργετική επίδραση στην αντίσταση σε οξείδωση καθώς σχηματίζει σταθερό οξείδιο Al₂O₃

κατά τη διάρκεια έκθεσης σε υψηλές θερμοκρασίες [31, 47, 105]. Ο σχηματισμός προστατευτικής Al_2O_3 ή και Cr_2O_3 εξαρτάται από τους σχετικούς λόγους συμμετοχής των δύο στοιχείων κατά την ανάπτυξη κραμάτων υψηλών θερμοκρασιών. Εντούτοις κρίθηκε αναγκαίο ο περιορισμός περιεκτικότητας σε Cr προς όφελος της διατήρησης της θερμικής σταθερότητας της μικροδομής αλλά και της ενίσχυσης της με στοιχεία που συμμετέχουν στην γ' φάση (Al, Ti, Nb) ώστε να επιτευχθούν βέλτιστες ιδιότητες σε ερπυσμό. Η μείωση της αντίστασης σε οξείδωση που επέρχεται από τη χαμηλότερη συμμετοχή Cr αντισταθμίζεται από τις αυξημένες προσθήκες Al [33, 119]. Μερικά κράματα όπως Inconel 718 και Nimonic 901 περιέχουν υψηλά ποσοστά σιδήρου, αλλά με την αυξημένη αυτή προσθήκη Fe αυξάνει η επιδεκτικότητα σε σχηματισμό επιβλαβών φάσεων όπως σ και Laves με αποτέλεσμα να επέρχεται σταδιακά μείωση μηχανικής αποκρισιμότητας και αντίστασης σε οξείδωση λόγω περιορισμού πρόσφυσης Cr_2O_3 [48, 126,].

Το Co προστίθεται στη θέση του Ni γιατί επιφέρει ελαφριά σκλήρυνση μέσω στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλλά κύρια διότι μειώνει τη διαλυτότητα Al και Ti στη μήτρα Ni-Cr αυξάνοντας έτσι την θερμοκρασία solvus της γ' φάσης. Έτσι βοηθά στη διατήρηση των αντοχών σε υψηλές θερμοκρασίες. Επιπρόσθετα το Co έχει μεγαλύτερη ικανότητα διάλυσης του άνθρακα από ότι το Ni. Αυτό σημαίνει ότι ακόμα περισσότερος άνθρακας μπορεί να είναι μεταλλουργικά «ανεκτός» στη μήτρα ή για ένα ισοδύναμο ποσοστό άνθρακα, λιγότερα καρβίδια θα δημιουργηθούν [11, 225].

Για περαιτέρω ενίσχυση της σκλήρωσης με στερεό διάλυμα αντικατάστασης σε υψηλές θερμοκρασίες προστίθεται Mo, Ta και W. Το Mo υποστηρίζεται από κάποιους ερευνητές ότι καταλύει τη φύτρωση της γ' φάσης ενώ το W ενισχύει τη σκλήρωση μέσω της γ'' φάσης (N_3Nb) [125, 200]. Ακόμη το Ta παρουσιάζει περιορισμένη διαλυτότητα στη γ' φάση ενώ και τα τρία συμμετέχουν στο σχηματισμό πολύπλοκων καρβιδίων [17, 38,].

Για την ενίσχυση αντοχής σε ερπυσμό και ολκιμότητας προστίθενται ακόμη B και Zr. Τα στοιχεία αυτά διαφορίζονται στα όρια των κόκκων και έτσι θεωρείται ότι ελέγχουν θερμοδυναμικά το σχηματισμό καρβιδίων στα όρια κόκκων [1, 124]. Η παρουσία B και Zr δεν είναι ολοκληρωτικά θετική καθώς η συγκολλησιμότητα μπορεί να επηρεαστεί με αντίστροφο τρόπο [5, 45, 137]. Άνθρακας προστίθεται σε περιορισμένα ποσοστά για να επιβελτιώσει την αντοχή σε ερπυσμό λόγω

σχηματισμού ασυνεχών καρβιδίων στα όρια κόκκων. Άλλα δευτερεύουσας σημασίας στοιχεία που προστίθενται για να ευνοήσουν την κατεργασιμότητα και αντίσταση σε οξείδωση είναι το ασβέστιο, μαγνήσιο και ύτριο.

Πρόσφατα η προσθήκη μικρών ποσοστών χαφνίας (Hf), κυρίως στα χυτά κράματα, χαρακτηρίστηκε ως ευεργετική για την ολκιμότητα και την αντοχή σε χαμηλές και ενδιάμεσες θερμοκρασίες, ενώ ακόμα αυξάνει την αντίσταση στο σχηματισμό ελαττωματικής μορφής «δακρύων» στην κατευθυνόμενη στερεοποίηση (hot tear resistance) [88, 126].

2.2 ΣΥΜΜΕΤΕΧΟΥΣΕΣ ΦΑΣΕΙΣ ΣΕ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΑ Ni

Phase	Prototype	Pearson symbol	Strukturbericht symbol	Lattice [nm]	Chemical Composition (Appx)
γ'	Cu ₃ Au	cP4	L1 ₂	a 0.36	(Ni Co) ₃ (Al Ti)
γ''	Al ₃ Ti	tI8	D0 ₂₂	a 0.36 c 0.74	(Ni Fe) ₃ (Nb Al Ti)
MC	NaCl	cF8	B1	a 0.44	(Ti Ta)C or TiC, TaC, NbC, WC
M ₆ C	Fe ₃ W ₃ C	cF112	E9 ₃	a 1.11	(Mo Cr W) ₆ C
M ₇ C ₃	Cr ₇ C ₃	oP40	D10 ₁	a 0.45 b 0.70 c 1.21	Cr ₇ C ₃
M ₂₃ C ₆	Cr ₂₃ C ₆	cF116	D8 ₄	a 1.07	Cr ₂₁ Mo ₂ C ₆
M ₅ B ₃	Cr ₅ B ₃	tI32	D8 _t	a 0.55 c 1.06	(Cr Mo) ₅ B ₃
M ₃ B ₂	Si ₂ U ₃	tP10	D5 _a	a 0.60 c 0.32	(Mo Cr) ₃ B ₂
σ	CrNi	tP30	D8 _b	a 0.88 c 0.46	Cr Mo Co based
δ	Cu ₃ Ti (β)	oP8	D0 ₈	a 0.51 b 0.43 c 0.46	Ni ₃ Nb
η	Ni ₃ Ti	hP16	D0 ₂₄	a 0.51 c 0.83	Ni ₃ (Ti Ta)
μ	Fe ₇ W ₆	hR13	D8 ₅	a 0.48 c 2.5	Mo Co based

Πίνακας 1 Κρυσταλλική δομή φάσεων που ταυτοποιούνται σε υπερκράματα Ni

2.2.1 γ' Φάση (Ni, Co)₃ (Al, Ti, Ta, Nb)

Η γ' φάση χαρακτηρίζεται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή και αποτελεί την πιο συχνά απαντώμενη φάση σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης των υπερκραμάτων Ni. Ως τυποποιημένη χημική σύσταση δίδεται είτε Ni₃(Al, Ti) καθώς μέχρι και 65% του Al μπορεί να αντικατασταθεί από Ti. Παρόλα αυτά το Ni μπορεί να αντικατασταθεί σε μικρά ποσοστά από Cr, Co, Mo ακόμη και Fe ενώ στην θέση του Al και Ti να συμμετέχουν και Ta, Nb [113, 220]. Έτσι προκύπτει η πολυπλοκότερη στοιχειομετρική αναλογία (Ni, Co)₃ (Al, Ti, Ta, Nb) που εκφράζει πλήθος ομάδων ισόμορφων ενώσεων.

Σύμφωνα με έρευνες του Kamarag και Sathaya μετά από ομογενοποίηση και γήρανση η γ' φάση φυτρώνει ως ένα συνεχές κατακρήμνισμα με τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό ιδανικά διευθετημένο ως προς αυτό της οστενιτικής μήτρας και αναπτύσσεται ως λεπτή ομοιογενής διασπορά σωματιδίων με σφαιρική μορφολογία που μετατρέπονται σε κυβοειδή καθώς η συνέχεια – αντιστοιχία πλεγμάτων περιορίζεται [75, 140]. Η γ' φάση σύμφωνα με έρευνες του Seliga και Penkalla 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 [126, 217].

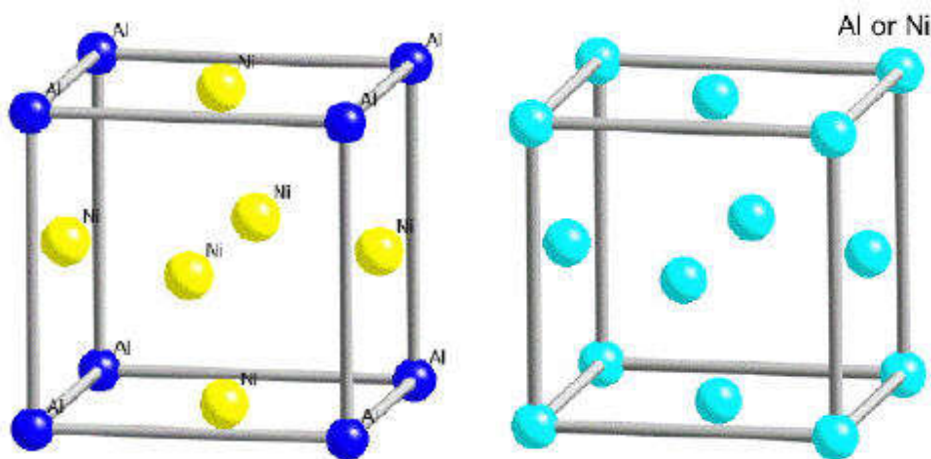
Όπως αναφέρθηκε αρκετά σημαντικά ποσοστά Al στην φάση Ni₃Al μπορεί να αντικατασταθούν από Ti, Nb ή Ta και να οδηγήσουν στο πιθανό σχηματισμό εναλλακτικής μετασταθούς θερμοδυναμικά φάσης γ'. Οι μετασταθείς ομάδες φάσεων γ' που περιέχουν υψηλά ποσοστά Ti, μπορούν να μετασχηματιστούν σ' ένα θερμοκρασιακό εύρος 700⁰–900°C, σε θερμοδυναμικά σταθερή “η” φάση, με στοιχειομετρική αναλογία Ni₃Ti και εξαγωνική δομή υψηλής πυκνότητας [17, 29, 36]. Με βάση βιβλιογραφικές αναφορές των Smith και Siren η αντίδραση αυτή μετασχηματισμού μπορεί να γραφεί ως γ' + M₂₃C₆ = η + M₇C₃. Ακόμη σύμφωνα με τους Williams και Titehmarsh ο μετασχηματισμός αυτός εμπεριέχει μια μετάβαση από το συνεχές κατακρήμνισμα γ' στο ασυνεχές κατακρήμνισμα “η” ως προς τη μήτρα, διαδικασία που επιταχύνεται μέσω επιβολής τάσης [15, 144]. Η φάση “η” μπορεί να αρχίσει να σχηματίζεται ως διπλή κυψελίδα με τη γ μήτρα στα όρια κόκκων και σε θερμοκρασίες συνήθως χαμηλότερες των 750°C, ή ενδοκρυσταλλικά σε μορφολογία Widmanstätten κατακρήμνίσματος μέσω μετασχηματισμού που

αρχίζει να πραγματοποιείται από τους 750°C και άνω [113, 221]. Αυξανόμενου του σχετικού λόγου Ti/Al αυξάνει η αναντιστοιχία μεταξύ μήτρας και κατακρημνίσματος, μεταβάλλονται οι παράμετροι πλέγματος και μειώνεται η μεταλλουργική σταθερότητα του κράματος [106, 208]. Περισσότερο εξεζητημένες αλλά και αμφισβητούμενες έρευνες των Mariasz και Hargue θέλουν αντίστοιχο μετασχηματισμό φάσεων να συμβαίνει μεταξύ γ' (Ni, Co)₃ (Al, Ti, Ta, Nb) και γ'' (Ni, Co)₃ (Nb, Ta, Ti, Al). Ο μετασχηματισμός αυτός σύμφωνα με τους παραπάνω ερευνητές εκφράζεται ως $\gamma' + M_7C_3 = \gamma'' + M_6C$ για κράματα που περιέχουν πάνω από 4% Nb, όπως το Inconel 718 [15, 17, 126]. Η πολυπλοκότητα της αλληλουχίας των αντιδράσεων μετασχηματισμού φάσης αυξάνει όταν έρχεται να προστεθεί από τους Dyson και Keown η ταυτοποίηση πραγματοποίησης μετασχηματισμού $\gamma'' + M_6C = \delta + MC$ [34, 88]. Στις τελευταίες αντιδράσεις μετασχηματισμού φάσης δεν αναφέρονται θερμοκρασιακά εύρη διότι αυτά επηρεάζονται έντονα από τη πολυκραματική σύνθεση των υλικών αυτών και συνίσταται η χρήση κατάλληλων διαγραμμάτων ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού και συνεχούς απόψυξης.

Πολύ συνοπτικά αναφέρουμε στο σημείο αυτό ότι η γ'' φάση χαρακτηρίζεται από χωροκεντρωμένη τετραγωνική δομή, κατακρημνίζεται σε μικρά δισκοειδή πλακίδια συνεκτικά με τη μήτρα [114, 228]. Συχνά συνυπάρχει με την γ' φάση όταν η περιεκτικότητα σε Al ή Ti είναι ικανοποιητικά υψηλή [19, 36, 127]. Η φάση δ (Ni, Co)₃ Nb χαρακτηρίζεται από ορθορομβική δομή. Όταν απαντάται σε μορφολογία επιμηκών πλακιδίων είναι επιβλαβής ως προς κυρίαρχες μηχανικές ιδιότητες ενώ όταν συμμετέχει με μικρά διακεκριμένα κατακρημνίσματα στα όρια κόκκων αποτελεί επιβελτιωτική παράμετρο ως προς την αντοχή σε ερπυσμό [25, 43, 85].

Σύμφωνα με μελέτες των Dyson και Keown τα κυρίαρχα στοιχεία που συμμετέχουν στο σχηματισμό της γ' φάσης είναι τα Ni, Al και Ti. Ο πρώτος ολοκληρωμένος δομικός χαρακτηρισμός της γ' φάσης πραγματοποιήθηκε το 1957 από τους Betteridge και Fragulín. Από τότε απαντάται στη γενικευμένη απλοποιημένη μορφή της Ni₃(Al, Ti) ως ενδομεταλλική φάση σκλήρυνσης με κατακρήμνιση των υπερκραμάτων Ni [123, 204]. Ως ενδομεταλλική χαρακτηρίζεται από ανάμεικτες ιδιότητες μεταλλικών και κεραμικών υλικών: Παρουσιάζει μηχανική αντοχή αυξανόμενη με τη θερμοκρασία μέχρι τους 800°C (ο μηχανισμός θα αναπτυχθεί αργότερα), αντίσταση στον ερπυσμό, τη διάβρωση και την ενανθράκωση ενώ συγχρόνως διατηρεί ικανοποιητική ολκιμότητα [135]. Η κρυσταλλική δομή αυτής είναι εδροκεντρωμένη

κυβική της ομάδας L12, με σημείο τήξης (διαλυτοποίησης) στους 1140°C και πυκνότητα 7500Kg. m⁻³. Η μοναδιαία κυψελίδα αποτελείται από άτομα Ni στα κέντρα των επιφανειών και από άτομα Al στις γωνίες. Κάθε άτομο Ni περιβάλλεται από άλλα οχτώ άτομα Ni και τέσσερα άτομα Al ενώ κάθε άτομο Al έχει δύο άτομα Ni που γειτνιάζουν άμεσα με αυτό και ένα άτομο Al.



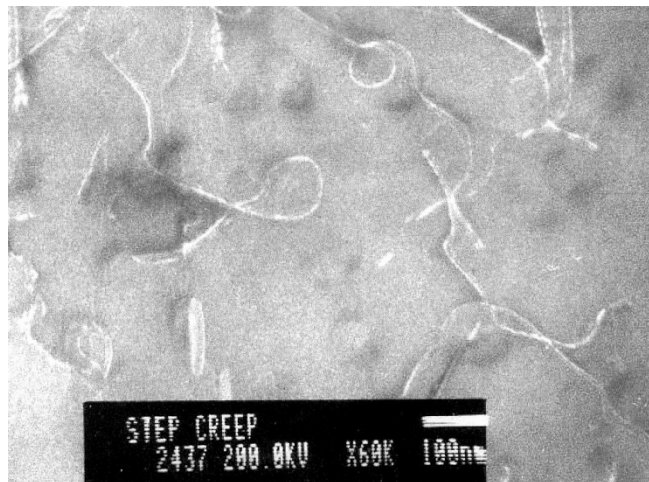
Οι λεπτομέρειες της ανάπτυξης της γ' σε επίπεδο μικροδομής έχουν άμεση εξάρτηση από τη θερμική κατεργασία του υπερκράματος. Ο Grosdidier παρουσίασε πειράματα σε διαφορετικά υπερκράματα στους 1500°C με ρυθμό απόψυξης 150°C sec⁻¹ όπου τα κατακρημνίσματα γ' ήταν σφαιρικά και παρόμοιου μεγέθους [32, 176]. Για ρυθμό απόψυξης 100° C sec⁻¹ τα γ' κατακρημνίσματα απέδωσαν σχήματα περισσότερο κυβοειδή. Δηλαδή για χαμηλότερες ταχύτητες απόψυξης τα κατακρημνίσματα γ' ήταν παχύτερα κυβοειδή και ανομοιογενή ως προς το μέγεθος. Το σχήμα των γ' κατακρημνισμάτων μετασχηματίζεται από σφαιροειδές, σε κυβοειδές, σε οκταεδρικό ακόμα και σε δενδριτικό [104]. Σύμφωνα με τον Grosdidier οι δύο πρώτοι τύποι κατακρήμνισης συμβαίνουν ταχύτατα, ενώ η κινητική των δύο τελευταίων ειδών είναι πολύ πιο αργή καθώς εξαρτάται από την «αγκύρωση» των κατακρημνισμάτων. Μια σημαντική ακόμα παρατήρηση ήταν ότι πραγματοποιήθηκε δευτερογενής κατακρήμνιση γ φάσης σε κανάλια διάχυσης της γ' μήτρας [5, 37].

Τα υπερκράματα γενικά περιέχουν πολύ μεγάλο κλάσμα όγκου κατακρημνισμάτων, συχνά μεγαλύτερο από 0,6. Με αναφορές των Erayo και Swinderman η περιεκτικότητα σε στοιχεία που συμμετέχουν στον σχηματισμό της γ' φάσης (Al, Ti) ελέγχει και την συνέχεια ή αντίστροφα τον βαθμό της αναντιστοιχίας με τη μήτρα [11, 123]. Κατά τον Balday έρευνες στο υπερκράμα IN 100, απέδειξαν ότι η αντοχή αυτού ως προς τον ερπυσμό εξαρτάται κύρια από το κλάσμα όγκου της γ' φάσης.

Όταν το κλάσμα όγκου δευτερογενούς γ' ανέρχεται μέχρι 0,5 η αντοχή σε ερπυσμό αυξάνει.

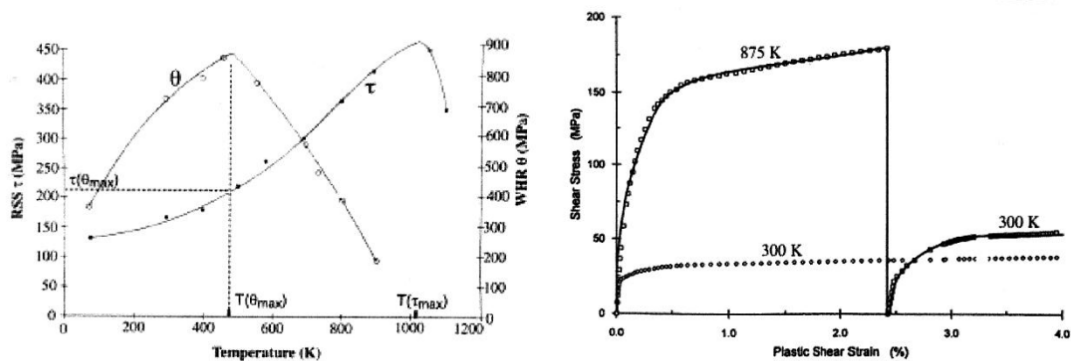
Για κλάσματα όγκου όμως που ξεπερνούν το 0,5 παρατηρείται απότομη μείωση της διάρκειας της ζωής στον ερπυσμό. Οι ερευνητές Mariasz και Smith υποστηρίζουν ότι το Co ενισχύει τη μεταλλουργική σταθερότητα της γ' φάσης σε υψηλές θερμοκρασίες κόπωσης [17, 156]. Το Cr και το Al αποτελούν στοιχεία τα οποία προστατεύουν από οξείδωση και διάβρωση καθώς σχηματίζουν συνεκτικά προστατευτικά επιστρώματα. Τα Nb, Ta, Mo, Ti, Cr και C οδηγούν στην κατακρήμνιση καρβιδίων στα υπερκράματα ενώ τα B και Zr καθυστερούν το σχηματισμό καρβιδίων και μειώνουν τη διαλυτότητα του άνθρακα στα όρια κόκκων [28, 137]. Καρβίδια μικρού μεγέθους είναι ευεργετικά καθώς παρεμποδίζουν την ολίσθηση των κόκκων στον ερπυσμό. Τέλος οι Smith και Patel υποστηρίζουν σε δημοσιεύσεις ότι Pb, Bi, Sb, As, S, P και Ag αποτελούν επιβλαβή στοιχεία καθώς δημιουργούν ένα ευτηκτικό film στα όρια των κόκκων και μειώνουν την αντοχή σε ερπυσμό [32, 113]. Ο Bhadeshia σε δημοσιεύσεις του αναφέρει ότι η συνέχεια μεταξύ γ και γ' είναι σημαντική γιατί παρέχει μικρή διεπιφανειακή ενέργεια και μειώνει την τάση για πάχυνση των γ' κατακρημνισμάτων κατά τη διάρκεια κόπωσης σε υψηλές θερμοκρασίες (1700oC) [114, 203]. Όπως αναφέρθηκε ο σχετικός λόγος Al/Ti καθορίζει τη παράμετρο πλέγματος, το βαθμό αναντιστοιχίας και τη συνεκτικότητα. Σύμφωνα με τους Mukherji και Gilles σε οποιοδήποτε υπερκράμα Ni η γ' φάση παρεμποδίζει τη μετακίνηση των διαταραχών και ως είναι συνεκτική με τη μήτρα. Αυτό συμβαίνει διότι διαθέτει μια ισχυρά διατεταγμένη δομή. Έτσι στην ωστενιτική μήτρα το διάνυσμα burger μιας διαταραχής είναι $a/2 \langle 110 \rangle$, που αποτελεί και διάνυσμα επιπέδου ολίσθησης του κρυστάλλου γ . Το διάνυσμα burger της διαταραχής $a/2 \langle 110 \rangle$ δεν παρουσιάζει καμία παραλληλία με το διάνυσμα επιπέδου ολίσθησης του κρυστάλλου $\gamma' a \langle 100 \rangle$. Έτσι λοιπόν είναι αναμενόμενο η κίνηση μιας διαταραχής με διάνυσμα burger $a/2 \langle 110 \rangle \gamma$ διαμέσου του κατακρημνίσματος γ' να καταστρέψει την διατεταγμένη αυτή δομή και να αφήσει πίσω ένα τοίχωμα αντίφασης (antiphase boundary). Παρ' όλα αυτά το πέρασμα μιας δεύτερης τέτοιας διαταραχής διαμέσου του γ' επαναφέρει τη δομή στην αρχική διατεταγμένη μορφή της [6, 66, 105]. Κατά συνέπεια σύμφωνα με τον Bhadeshia η κατάτμηση των κατακρημνισμάτων γ' πραγματοποιείται από ζεύγη διαταραχών, που ονομάζονται υπερδιαταραχές (superdislocations). Η απαίτηση του ζευγαρώματος των διαταραχών για την

κατάτμηση των γ' κατακρημνισμάτων καθιστά την διαδικασία ακόμη πιο δύσκολη ενεργειακά αλλά επαυξάνει την αντοχή σε ερπυσμό [17, 49, 72]. Με δημοσιεύσεις των Zrnik και Seliga, επειδή η γ' φάση είναι ισχυρά διατεταγμένη, τα άτομα καθίσταται αδύνατο να «χαλαρώσουν» (relax) στα όρια κόκκων όταν διαφορετικοί κρύσταλλοι συναντώνται. Αυτό οδηγεί σε ψαθυρά όρια κόκκων. Η προσθήκη 0,1% βορίου «αποδιοργανώνει» την περιοχή των ορίων κόκκων διατηρώντας όμως την κρυσταλλική δομή και επιτρέποντας στα άτομα να «χαλαρώσουν» με αποτέλεσμα τη σημαντική αύξηση της ολκιμότητας [5, 22]. Το κύριο σύστημα ολίσθησης για μια δομή γ - γ' αποτελεί το $\{111\} \langle 110 \rangle$. Η μηχανική αντοχή της γ' φάσης αυξάνει με τη θερμοκρασία λόγω της τάσης των διαταραχών να αναρριχώνται μέσω των επιπέδων $\{100\}$ όπου υπάρχουν χαμηλότερης ενέργειας τοιχώματα αντίφασης [116, 125]. Η ενέργεια των τοιχωμάτων αντίφασης μειώνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Έτσι λοιπόν σύμφωνα με τους Strunz και Penkalla οδηγούμαστε στο αποτέλεσμα όπου οι διαταραχές διαμοιράζονται μεταξύ κυβικού επιπέδου και close-packed επιπέδου, δημιουργώντας μια κλειδαριά τύπου «Kear-Wilsdorf lock» με άμεσο αποτέλεσμα την αύξηση της αντοχής. Παρ' όλα αυτά η αντοχή μειώνεται μετά από ένα μέγιστο στους 600°C καθώς η ενέργεια ενεργοποίησης λόγω θερμότητας βοηθά να υπερβούν οι διαταραχές τα εμπόδια [208].



Εικόνα 4 Από ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης όπου παρατηρούνται οι βρόχοι των υπερδιαταραχών (superdislocation loops) σε υπερκράμα Udimet 100. Το δοκίμιο και υποστεί ερπυσμό στους 800°C με τάση 160MPa για 2,5 μέρες.

Συμπερασματικά λοιπόν με επιπρόσθετες έρευνες των Fukuyama και Yokoyama καταλήγουμε στο συμπέρασμα ότι η μητρική ωστενιτική φάση είναι όλκιμη σε όλες τις θερμοκρασίες και η μηχανική αντοχή της μειώνεται με την αύξηση της θερμοκρασίας. Η γ' φάση χαρακτηρίζεται ως ψαθυρή με εξαίρεση τις πολύ υψηλές θερμοκρασίες, ενώ η αντοχή της βαίνει αυξανόμενη με τη θερμοκρασία μέχρι τους 800°C [202, 209]. Τα παραπάνω αποδίδονται γραφικά από τα ακόλουθα διαγράμματα.



Έρευνες του Cozar και Pineam συμπεραίνουν ότι οι ιδιότητες των διαταραχών εξαρτώνται από τη δομή των κρυστάλλων. Για ωστενιτική μήτρα, χωρίς κατακρήμνιση γ' φάσης όπου η σκλήρωση επέρχεται μέσω στερεού διαλύματος αντικατάστασης, η ταχύτητα μετακίνησης των διαταραχών εξαρτάται κυρίως από την θερμική ενέργεια ενεργοποίησης [8, 36, 129].

$$V = V_0 \left(\tau / G \right) N_g \exp \left(- E / \kappa T \right)$$

Κατά συνέπεια σε υψηλότερη θερμοκρασία χαμηλότερο τασικό πεδίο απαιτείται για να παραμορφώσει δεδομένο υλικό με τον ίδιο ρυθμό. Το κράμα λοιπόν γίνεται μαλακότερο με την αύξηση της θερμοκρασίας.

Με αναφορές των Dong Jianxin και Xie Xishay, στη φάση Ni_3Al το διάνυσμα burger της κυβικής δομής είναι του τύπου $(1/\sqrt{2}) [110]$. όμως ολίσθηση μέσω ενός τέτοιου διανύσματος φέρει τα άτομα Ni στη θέση των ατόμων Al και αντίστροφα [117, 202]. Έτσι διαταραχές $(1/\sqrt{2}) [110]$ κινούμενες σε δομή L12 πρέπει να ακολουθούν ένα τοίχωμα αντίφασης. Εφόσον το παραπάνω ενεργειακά είναι απαγορευτικό, το μόνο εφικτό διάνυσμα burger είναι το $(1/\sqrt{2}) [110]$ που ανήκει σε υπερδιαταραχές

(superdislocations) [79, 44, 193]. Καθώς η ενέργεια που χαρακτηρίζει τη γραμμική διαταραχή είναι περίπου Gb^2 , οι υπερδιαταραχές που χαρακτηρίζονται ως υψηλής ενέργειας, απαιτούν ενέργεια τετραπλάσια από τις προηγούμενες. Οδηγούμαστε λοιπόν σε μια εξήγηση για την υψηλή αντοχή της φάσης γ' αλλά όχι και για το φαινόμενο «flow stress anomaly» [21, 88]. Κατά τον Bhadeshia το παραπάνω φαινόμενο απαιτεί μια πιο επισταμένη διερεύνηση ως προς την ατομική διεύθυνση στο πυρήνα των υπερδιαταραχών [25, 79, 126]. Ο ίδιος σημειώνει ότι οι διαταραχές τείνουν να διαχωριστούν σε μερικές διαταραχές (partial dislocations) με μικρότερα διανύσματα burger για αποκόμιση ενέργειας. Όταν όμως αυτά τα νέα διανύσματα burger b_1 και b_2 δεν είναι διανύσματα του κρυστάλλου, τότε δημιουργείται μια δαχτυλοειδής επιφάνεια μεταξύ των μερικών διαταραχών που αποτελείται από σφάλματα συσσώρευσης (stacking faults) και τοιχώματα αντίφασης (antiphase boundaries) που αποδίδει κάποια ενέργεια ανά μονάδα επιφάνειας [121]. Το πλάτος του δαχτυλιδιού αυτού εξαρτάται από την εξισορρόπηση ενέργειας, καθώς η αλληλεπίδραση μεταξύ μερικών διαταραχών και σφαλμάτων συσσώρευσης οφείλει να είναι ελάχιστη [19, 34, 123]. Συμπερασματικά καταλήγουμε στο ότι οι διαταραχές διαχωρίζονται σε δύο μερικές διαταραχές και σε περιοχές συσσώρευσης σφαλμάτων στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή. Όμως στη δομή τύπου L12 αναπτύσσονται υπερδιαταραχές. Οι υπερδιαταραχές (superdislocations) διασπώνται σε μερικές υπερδιαταραχές (superpartials) σε συνύπαρξη με ένα τοίχωμα αντίφασης. Τέλος κάθε μερική υπερδιαταραχή διασπάται σε δύο μερικές διαταραχές και σε ένα εγγενές ελάττωμα συσσώρευσης (superintrinsic stacking fault) [5, 127].

2.2.2 γ'' φάση (Ni, Co) $3(Nb, Ta)$

Όταν υψηλότερη μηχανική αντοχή απαιτείται σε χαμηλότερες θερμοκρασίες (650–750°C), όπως για παράδειγμα συμβαίνει στα περύγια τουρμπινών, τα υπερκράματα Ni σκληραίνουν μέσω θερμικής κατεργασίας γήρανσης κατά την οποία κατακρημνίζεται γ'' φάση. Η γ'' φάση αναπτύσσεται σε κράματα που περιέχουν τουλάχιστον 4% κβ Nb (όπως το Inconel 718) περικρυσταλλικά ή σε πιο εξεζητημένες περιπτώσεις σε σημεία συσσώρευσης σφαλμάτων (stacking faults) [38, 77, 106]. Η εδραιωμένη άποψη ότι κατακρήμνιση γ'' φάσης πραγματοποιείται

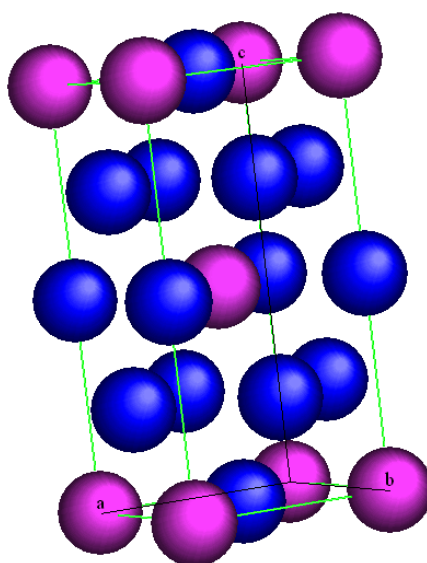
μονάχα περικρυσταλλικά αντικρούεται πλέον ισχυρά όταν έχουμε παρουσία ορίων κόκκων που δρουν διττά ως κέντρα κατάλυσης φύτρωσης και ως κέντρα διαφορισμού και συσσώρευσης σφαλμάτων [111, 213]. Σύμφωνα με τους M. Oblar και S. Durall η κατακρήμνιση γ'' φάσης στα όρια κόκκων χαρακτηρίζεται από δισκοειδή μορφολογία, φυτρώνει παράλληλα στο επίπεδο που χαρακτηρίζει το όριο κόκκου και δεν παρουσιάζει καμία σχέση συναρμογής με γειτονικούς κόκκους [49, 76]. Η σύσταση της γ'' φάσης που θεωρητικά θα αντιστοιχούσε σε κατάσταση θερμοδυναμικής ισορροπίας είναι είτε Ni_3Nb είτε Ni_3V . Όμως στη πράξη η φάση αυτή απαντάται σε μετασταθή μορφή που χαρακτηρίζεται από διακυμαινόμενη στοιχειομετρική αναλογία (Ni, Co) $3(Nb, Ta, Ti, Al)$ και δίνει πλήθος ομάδων ισόμορφων ενώσεων. Τα κατακρημνίσματα γ'' φάσης έχουν δισκοειδή μορφολογία, διότι αυτή σύμφωνα με το βαθμό αναντιστοιχίας των πλεγμάτων αποδίδει την ελάχιστη διεπιφανειακή ενέργεια. Οι σχέσεις προσανατολισμού που αναπτύσσουν με την μητρική ωστενιτική δομή είναι οι ακόλουθες: $\{001\} \gamma'' // \{001\} \gamma$ και $[100] \gamma'' // \langle 100 \rangle \gamma$ [15, 129]. Η κρυσταλλική δομή της γ'' φάσης χαρακτηρίζεται από χωροκεντρωμένη τετραγωνική δομή με αυστηρή διάταξη των ατόμων Ni και Nb σε κατάσταση που προσεγγίζει τη θερμοδυναμική ισορροπία. Ο μηχανισμός σκλήρωσης της φάσης αυτής σχετίζεται και με τη σκλήρωση λόγω δημιουργίας συνεκτικής διεπιφάνειας με τη μήτρα (coherency hardening) και με τη σκλήρωση λόγω διάταξης των ατόμων (short and long order hardening mechanism). Οι παράμετροι πλέγματος της γ'' φάσης στη περίπτωση που μιλάμε για ανάλυση στοιχειομετρική αναλογία Ni_3Nb είναι περίπου $a=0,363\text{nm}$ και $c=0,741\text{ nm}$ [111, 215]. Όπως ήδη έχουμε αναφέρει σύμφωνα με ερευνητικό έργο των Dyson και Keewy ανάλογα με τη χημική σύσταση του κράματος που μελετάται κάθε φορά υπάρχει ένα θερμοκρασιακό εύρος που ορίζει τη κινητική κατακρήμνιση της δ φάσης. Η κατακρήμνιση αυτή προέρχεται είτε από διαφορισμό του Nb στα όρια των κόκκων και δίνει μονοσήμαντα Widmanstätten μορφολογίες είτε από αντίδραση μετασχηματισμού φάσης $\gamma'' + M_6C = \delta + MC$. Ο μετασχηματισμός φάσης αποδίδει είτε βελονοειδούς μορφολογίας επιβλαβή κατακρημνίσματα δ φάσης ως προς τον ερπυσμό, είτε για παρατεταμένη χρόνους έκθεσης ασύνδετα σφαιροειδή κατακρημνίσματα δ φάσης που επιδρούν ευεργετικά καθώς παρεμποδίζουν την ολίσθηση των κόκκων.

Ερευνητικό έργο των M. GaO, R. P Wei και M. Sundararaman στο υπερκράμα Inconel 718, εστιάζει στη σκλήρωση μέσω κατακρήμνισης μετασταθούς γ''

ενδομεταλλικής φάσης, σύστασης Ni_3Nb όπου δύναται να συμμετέχουν και Al, Ti, αντί του Nb. Η μοναδιαία κυψελίδα DO22 μπορεί να θεωρηθεί ότι συντίθεται από δύο κυψελίδες L1z, η μια δίπλα στην άλλη παράλληλα στη διεύθυνση [001]. Τα άτομα Nb καταλαμβάνουν τις γωνιακές θέσεις της κυψελίδας αυτής. Η γ'' φάση εμφανίζεται ως συνεκτική με τη μήτρα, με δισκοειδή μορφολογία και σχέσης προσανατολισμού όπως αναφέρθησαν. Τρία πιθανά κατακρημνίσματα γ'' φάσης είναι πιθανά γιατί ο τετραγωνικός άξονας αυτών μπορεί να παραλληλιστεί κάθε φορά με μια εκ των τριών διευθύνσεων $\langle 100 \rangle$ της ωστενιτικής μήτρας [108, 221]. Η σκλήρωση μέσω κατακρημνίσεως στο Inconel 718 επέρχεται κυρίως λόγω των διευρυμένων παραμορφώσεων στις συνεκτικές διεπιφάνειες επαφής ταυτόχρονα με τη διαταραχή (distortion) της εδροκεντρωμένης κυβικής μήτρας από τα κατακρημνίσματα χωροκεντρωμένης τετραγωνικής δομής. Η κατανομή διαφορετικών κατακρημνισμάτων γ'' επηρεάζει σημαντικά τη μηχανική αντοχή [5, 29]. Περιοχές που χαρακτηρίζονται από δισκοειδή κατακρημνίσματα γ'' (tetragonal distortion), σχηματίζουν περιοχές συμμετρικές η μη που παρεμποδίζουν τη περαιτέρω πάχυνση άλλων φάσεων. Παράδειγμα αποτελεί το γεγονός ότι γ'' κατακρημνίσματα εμφανίζονται επικαλυμμένα στις περισσότερες πλευρές τους με κυβοειδή γ' κατακρημνίσματα (ετερογενούς φύτρωσης) [88, 97, 103]. Σύμφωνα με τους D.F. Paulonis και J. M. Oblar σε απώλεια οποιουδήποτε τασικού πεδίου και τα τρία είδη γ'' κατακρημνισμάτων φυτρώνουν με ισοπίθانا ενδεχόμενα, με ομοιογενή διασπορά και κλάσματα όγκου ιδανικά [83, 104]. Ο ερευνητής Perovic που μελέτησε το πρόβλημα «ελαστικών» αλληλεπιδράσεων μεταξύ διαφορετικών δισκοειδών κατακρημνισμάτων και τη σταθερότητα περιοχών με ανάλογα κατακρημνίσματα έναντι της πάχυνσης κατέληξε στο συμπέρασμα ότι διαφορετικά είδη τέτοιων περιοχών (με τρία διαφορετικά είδη προσανατολισμών των γ'') παραμένουν αμετάβλητα για διαφορετικά κλάσματα όγκου γ'' κατακρημνισμάτων, έχοντας όμως εξάρτηση από τις γειτονικές πολυποίκιλες αλληλεπιδράσεις [109, 206]. Τελικώς σύμφωνα με τον P. Dob και C. Hagel τα κατακρημνίσματα γ'' παρουσιάζουν είτε δισκοειδή είτε ελλειψοειδή μορφολογία με παραλληλισμό του [100], [010] και [001] άξονά τους με τη διεύθυνση $\langle 100 \rangle$ της ωστενιτικής μήτρας.

Με βάση τις έρευνες των D. J. Dwger και P. Valerio πραγματοποιήθηκε συσχετισμός μικροδιαφορισμού Nb στα όρια των κόκκων πολυκρυσταλλικών υπερκραμάτων Ni με τη προτιμητέα ανάπτυξη σε αυτά γ'' φάσης που στοιχειομετρικά προσεγγίζει τη

κατάσταση ισορροπίας με σύσταση Ni₃Nb. Οι μελέτες συνοδεύτηκαν από ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης κυρίως σε υλικό Inconel 718 [5, 13, 46]. Ενώ λοιπόν η πληθώρα των δημοσιεύσεων στο τομέα αυτό σχετίζεται με το δομικό χαρακτηρισμό, τη κρυσταλλογραφική δομή, τις σχέσεις προσανατολισμού με τη μήτρα, τις παραμορφώσεις λόγω αναντιστοιχίας κρυστάλλων, τη θερμοδυναμική σταθερότητα και τη κινητική κατακρήμνιση της γ'' φάσης (Ni, Co)₃(Nb, Ta, Ti, Al) ενδιαφέρον αρχίζει να εκδηλώνεται πλέον και από τους M. Gao και R. P. Wei για τη φύτρωση γ'' φάσης.



Με βάση δημοσιεύσεις των X. Y. TANG και S. FUKUYAMA ο μοναδικός τρόπος ταυτοποίησης γ' και γ'' φάσεων όταν συμμετέχουν σε μια μικροδομή, εκτός από την εξέταση των μορφολογικών χαρακτηριστικών και EDS μικροανάλυσης μέσω TEM, είναι μέσω αντανάκλασης υπερδομής (superlattice reflection) σε dark field image TEM. Ενώ οι αντανάκλασεις τύπου $\{100\}$, $\{010\}$ και $\{110\}$ σε diffraction pattern $\langle 001 \rangle$ ανήκουν και στη γ' και στη γ'' κατακρήμνιση, οι αντανάκλασεις τύπου $\{11/20\}$ και $\{1/2\ 1\ 0\}$ ανήκουν μονάχα στη γ' φάση [55, 78, 103].

Επιπρόσθετα με έρευνες των J. B. Singh και M. Sundararaman, η κρίσιμη διαμητική τάση ολίσθησης αυξάνει δραματικά σε δομές όπου έχουμε λεπτομερή, πολυπληθή και ομοιογενή διασπορά και των τριών ειδών γ'' κατακρημνισμάτων [12, 106].

Σε δημοσίευση των D. L. Chen και M. C. Chakuređi αναφέρεται ότι πλέον δεν υπάρχει ένας κοινά αποδεκτός μηχανισμός παραμόρφωσης μικροδομών με σημαντικά κλάσματα όγκου γ'' φάσης [37, 108]. Τρέχουσες μελέτες μιλάνε για διαμόρφωση μέσω μικροδιδύμων (microtwins) ή για τμήση των γ' κατακρημνισμάτων από συνδυασμένη κίνηση των $a/2 \langle 110 \rangle$ ζευγών διαταραχών [29, 55]. Παλαιότερες μελέτες του Sundararaman ανέφεραν ότι για γ'' κατακρημνίσματα μεγαλύτερα των 10nm η πλαστική παραμόρφωση πραγματοποιείται μέσω διδύμων ενώ για μεγέθη μικρότερα από 10nm πραγματοποιείται μέσω τμήσης ζευγών διαταραχών [16, 48, 74].

Τέλος σύμφωνα με τους D. L. Chen και M. C. Chaturvedi που μελέτησαν το Inconel 718 σε κυκλική κόπωση σε θερμοκρασίες 20°C και 700°C, παρατηρήθηκε τμήση των κατακρημνισμάτων γ'' από την ολίσθηση των διαταραχών [105, 211]. Το μέγεθος των γ'' κατακρημνισμάτων μειώθηκε και δημιουργήθηκαν προτιμητέα μονοπάτια, με λιγότερα και μικρότερα γ'' κατακρημνίσματα που απαιτούσαν μικρότερη κρίσιμη διατμητική τάση ολίσθησης. Αποτέλεσμα ήταν η δημιουργία ζωνών ολίσθησης και η επενέργεια του φαινομένου cycling softening [203, 217].

2.2.3 δ φάση (Ni, Co) 3Nb

Για τη δ φάση δεν θα αναφερθούν πολλά καθώς αποτελεί προϊόν μετασχηματισμού φάσεων $\gamma'' + M_7C_3 = \delta + M_6C$, που προκαλεί απογύμνωση ορίων των κόκκων από την φάση γ'' σκλήρωσης και άρα η επίδραση της είναι δυσμενής. Ακόμη και η μορφολογία Widmanstätten που συνήθως την χαρακτηρίζει, τη κατατάσσει στις επιβλαβείς(ειδικά ως προς τον ερπυσμό), ψαθυροποιητικές φάσεις [12, 177, 206]. Βιβλιογραφικά αναφέρονται εξαιρέσεις από τον Richard Warren κατά τις οποίες η δ φάση κατατμείται (fragmentation) και αποδίδει ασυνεχή σφαιρικά κατακρημνίσματα που παρεμποδίζουν την ολίσθηση των κόκκων (sliding) [19, 28, 192].

Με έρευνες των Saied Aradian και Ying Wei παρέχονται πληροφορίες για τη κινητική κατακρήμνισης και τη κινητική αναδιάλυσης της δ φάσης σε υπερκράμα Inconel 718. Η μελέτη πραγματοποιήθηκε για εύρη συστάσεων από 5,06 ως 5,41% κβ

Nb [23, 52, 106]. Η δ φάση κατακρημνίζεται στη μορφή πλακιδίων και πηγή πληροφοριών αποτελεί το κλάσμα όγκου αυτής και το πάχος των πλακιδίων αυτών. Το μέγιστο κινητικής κατακρήμνισης για τη δ φάση στο Inconel 718 παρατηρείται περίπου στους 900°C. Για εύρη περιεκτικότητας 5,06–5,41% κβ. Nb η θερμοκρασία solvus της δ φάσης διακυμαίνεται από τους 1008oC ως τους 1015oC [77, 109, 203]. Αναφορά ακόμη γίνεται από τους Slama C και Sermant για την ευεργετική δράση της δ φάσης ως προς τη παρεμπόδιση μεγέθυνσης των υλικών. Αυτή η παρεμπόδιση μπορεί όμως εύκολα να πραγματοποιηθεί και μέσω καρβιδίων, εν απουσία της ψαθυροποιητικής βελονοειδούς δ φάσης [6, 118, 205].

2.2.4 Καρβίδια

Τρεις κύριοι τύποι καρβιδίων ταυτοποιούνται στα υπερκράματα Ni: MC, M₂₃C₆, και M₆C. Τα καρβίδια τύπου MC έχουν κυβική εδροκεντρωμένη δομή. Αποτελούν θερμοδυναμικά πολύ σταθερές φάσεις και σχηματίζονται είτε στην υγρή φάση είτε σε υψηλή θερμοκρασία μετά τη στερεοποίηση [15, 194, 215]. Υπάρχουν είτε σε μορφή blocus είτε σε μορφή δικτύων μέσα στους κόκκους ή και στα όρια κόκκων. Τα στοιχεία Ti, Ta, Nb και Hf αποτελούν τα κύρια στοιχεία για το σχηματισμό MC καρβιδίων, με τα λιγότερο δραστικά στοιχεία όπως Mo και W επίσης να εμπλέκονται στο σχηματισμό MC [11, 37, 99].

Τα καρβίδια τύπου M₂₃C₆ τείνουν να κυριαρχήσουν σε κράματα υψηλής περιεκτικότητας σε χρώμιο και αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια θερμικών κατεργασιών. Μπορούν να σχηματιστούν ακόμη από τη διάσπαση των καρβιδίων τύπου MC (breakdown) [14, 86, 202] και 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 M₂₃C₆ υπάρχουν σε μορφολογία κυψελοειδούς δομής ή ως συνεχείς αλυσίδες/film στα όρια κόκκων [7, 33, 148].

Τα καρβίδια τύπου M₆C 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 [16, 105]. Στη διεθνή βιβλιογραφία από έρευνα του Dave Dickinson και John Lippold αναφέρεται ακολουθία συγκεκριμένων αντιδράσεων με τη συμμετοχή καρβιδίων: $MC + \gamma = M_{23}C_6 + \gamma'$, $MC + \gamma = M_6C + \gamma'$ και $M_6C + \gamma' = M_{23}C_6 + \gamma''$.

Περαιτέρω έρευνες των Robinson, T. Sourmail και Bhadeshia δίνουν πληροφορίες για τη συνεισφορά στην μικροδομή ωστενιτικής μήτρας δύο κύριων τύπων καρβιδίων $M_{23}C_6$ και M_6C . Το καρβίδιο τύπου $M_{23}C_6$ εκπροσωπείται πολύ συχνά από τη σύνθεση $Cr_{23}C_6$ ενώ πολλές φορές το Cr υποκαθίσταται μερικά η ολικά από Mo, W, Ta και Fe. Χαρακτηρίζεται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή και αναφέρεται ότι η παράμετρος πλέγματος αυτής διακυμαίνεται από 10,57 ως 10,68Å [23, 31, 114], η οποία είναι περίπου τρεις φορές τη παράμετρο πλέγματος του ωστενίτη. Αναπτύσσεται μια σχέση προσανατολισμού η οποία εκφράζεται ως $\{100\} \gamma // \{100\} M_{23}C_6$ ή $\langle 010 \rangle \gamma // \langle 010 \rangle M_{23}C_6$. Πρόκειται για το πιο συχνά απαντώμενο καρβίδιο στα υπερκράματα Ni. Παρόλο που θερμοδυναμικά μπορεί να χαρακτηριστεί μονάχα ως μετασταθές, το συναντάμε στα αρχικά στάδια της κατακρήμνισης διότι φυτρώνει πολύ εύκολα (πολύ αρνητική μεταβολή ελεύθερης ενθαλπίας σχηματισμού ΔG) [119, 227].

2.2.4.1 Μορφολογία και σημεία φύτρωσης-ανάπτυξης $M_{23}C_6$ (Cr, Mo, Fe, W)₂₃C₆

Το καρβίδιο τύπου $M_{23}C_6$ αναφέρεται ότι κατακρημνίζεται στα ακόλουθα σημεία φύτρωσης και με την ακόλουθη σειρά μειούμενης προτιμητέας ανάπτυξης: όρια κόκκων, συνεκτικά και μη συνεκτικά διαφασικά όρια, σημεία με υψηλή συγκέντρωση τάσεων εντός των μητρικών κόκκων. Για υψηλές περιεκτικότητες σε άνθρακα επιστημονικά έχει αναφερθεί από τον Pimering F. B. να φυτρώνει στα όρια του αδιάλυτου από την ομογενοποίηση καρβονιτριδίου του Nb. Γενικά το καρβίδιο $M_{23}C_6$ δίνει μονάχα $\{111\}$ και $\{110\}$ ως πιθανά επίπεδα διεπιφανειακής ανάπτυξης. Αυτό επιβεβαιώθηκε το 1987 από τους Bewitt και Clark που απέδειξαν ότι αυτά τα επίπεδα είχαν τη βέλτιστη ατομική «συμβατότητα» με την ωστενιτική μήτρα [34, 72].

Η κατακρήμνιση του καρβιδίου $M_{23}C_6$ αποτέλεσε το κέντρο εστίασης πολλών ερευνητών καθώς αποτελούσε πολύ σημαντική αναφορά για την αντίσταση στη διάβρωση. Η κατακρήμνιση $M_{23}C_6$ στα όρια κόκκων σχετίζεται πολύ συχνά με περικρυσταλλική διάβρωση. Μπορεί να απαντηθεί μετά από πολύ μικρούς χρόνους γήρανσης (30 min 750°C, Lewis et al) ακόμα και σε ισχυρά σταθεροποιημένες οστενιτικές δομές. Προκαλεί την ελαφριά μετακίνηση του ορίου κόκκου και τότε διαφαίνεται από τη μια πλευρά ένα νέο όριο κόκκου και από την άλλη η διεπιφάνεια τύπου $\{111\}$ [118, 204]. Τα κατακρημνίσματα αυτά είναι συνήθως ευμεγέθη. Όταν έχει προστεθεί στο κράμα βόριο λόγω διαφορισμού του στα όρια κόκκων, η πυκνότητα κατακρήμνισης $M_{23}C_6$ στα όρια κόκκων αυξάνει σε ασυνεχή μορφή. Η παραπάνω συνεισφορά σύμφωνα με έρευνες του Tayaka [106, 225] οδηγεί σε ευεργετικά αποτελέσματα ως προς την αντοχή σε ερπυσμό, στην ολίσθηση ορίων κόκκων και στην επιφανειακή ρωγμάτωση, εάν φυσικά η μορφολογία δεν καταλήξει να είναι συνεχής (film).

Σε ασυνεχή και συνεχή όρια κόκκων με διδύμους, το $M_{23}C_6$ σχηματίζει επιμήκη πλακίδια παράλληλα στα όρια των διδύμων [18, 122]. Τα πλακίδια αυτά, για οποιαδήποτε σύσταση $M_{23}C_6$ εντός της οστενιτικής μήτρας συνορεύουν μονάχα με τα επίπεδα $\{110\}$ και $\{111\}$. Τα πλακίδια κατά κύριο λόγο αναπτύσσονται στο ασυνεχές όριο διδύμων αλλά έχει σημειωθεί κάποιες φορές να αποκολλώνται στη πορεία από το όριο. Κατακρήμνιση σε συνεχές όριο πραγματοποιείται με πιο αργούς ρυθμούς από ότι στο ασυνεχές [15, 77].

Ο μηχανισμός φύτρωσης και ανάπτυξης διερευνήθηκε από τους Becuitt και Clark το 1989. Αναφέρεται από αυτούς ότι ο μηχανισμός ανάπτυξης των $M_{23}C_6$ στα ασυνεχή όρια διδύμων σχετίζεται με τις μερικές διαταραχές Shauckley εντός του δίδυμου, γεγονός το οποίο προκαλεί φύτρωση νέων πλακιδίων μέσα στο δίδυμο [103, 209]. Περισσότερο επισταμένες έρευνες των Siaghal και Martin καταλήγουν στο γεγονός ότι η συσσώρευση σφαλμάτων αρχικά παρουσιάζεται και αναπτύσσεται εντός του δίδυμου. Έτσι λοιπόν το $M_{23}C_6$ θα μπορούσε να φυτρώσει στον πυρήνα διαταραχής τύπου Shauculey και να αναπτυχθεί στη συσσώρευση σφαλμάτων εντός διδύμων, πιθανά επιβοηθούμενο και από μια τοπική αύξηση του διαφορισμού σε Cr, Nb, Mo ή Co [101, 217]. Και οι δύο ερευνητικές ομάδες απέτυχαν να εξηγήσουν γιατί αυτά τα πλακίδια παρέμεναν διαχωρισμένα μεταξύ τους και με το όριο δίδυμου, ενώ θα έπρεπε να ενώνονται με το ασυνεχές όριο δίδυμου μέσω μιας τοπικής συσσώρευσης

σφαλμάτων. Ένας άλλος μηχανισμός προτάθηκε το 1980 από τον Sasmal προσδιόρισε ότι τα πλακίδια δεν σχηματίζονται σε συνεχή όρια διδύμων όταν το υλικό έχει υποστεί γήρανση μετά από ομογενοποίηση. Ο ίδιος υπέθεσε ότι ο σχηματισμός πλακιδίων $M_{23}C_6$ κοντά αλλά όχι σε επαφή με ασυνεχή όρια διδύμων αλλά και σε συνεχή, ήταν αποτέλεσμα αναπτυσσομένων υπολειπομένων τάσεων στις περιοχές αυτές. Ακόμη όταν τα τασικά πεδία ευνοούν το σχηματισμό πλακιδίων $M_{23}C_6$ παράλληλα στα όρια διδύμων, υπάρχει και ένα μικρό ποσοστό πλακιδίων που αναπτύσσονται σε άλλες ισοδύναμες διευθύνσεις [5, 144].

Στους ωστενιτικούς κόκκους $M_{23}C_6$ κατακρημνίζεται σε κυβοειδή ή πλακοειδή μορφολογία. Η πλακοειδής μορφολογία προσδιορίζεται ακριβώς από τα ίδια χαρακτηριστικά με αυτή των ορίων διδύμων. Τα κυβοειδή κατακρημνίσματα αναπτύσσονται σε περιοχές με αυξημένη πυκνότητα διαταραχών μέχρι να σχηματίσουν μια συνεχή αλυσίδα [9, 74, 127]. Η αλυσίδα αυτή θα οδηγήσει στο σχηματισμό δεύτερης γενιάς κατακρημνισμάτων τύπου $M_{23}C_6$. Έρευνες των Becuitt και Clarm (1990) παρέθεσαν μια ικανοποιητική εξήγηση για το σχηματισμό δεύτερης γενιάς $M_{23}C_6$. Η ανάπτυξη πρώτης γενιάς κατακρημνισμάτων $M_{23}C_6$ αποδίδει αύξηση πυκνότητας διαταραχών όπου πραγματοποιείται πρόσθετη κατακρήμνιση [39, 88]. Η διεύθυνση ανάπτυξης ομάδας δεύτερης γενιάς $M_{23}C_6$ είναι η διεύθυνση που χαρακτηρίζει τις διαταραχές ακμής σε ωστενιτικές μήτρες.

Ένας άλλος μηχανισμός ενδοκρυσταλλικής κατακρήμνισης αναφέρθηκε από τον Sasmal (1998), σύμφωνα με τον οποίο πλακίδια $M_{23}C_6$ μπορούν να σχηματιστούν περιμετρικά από αδιάλυτα καρβονιτρίδια του Nb [22, 139]. Στην περίπτωση αυτή οι επιμήκεις επιφάνειες είναι παράλληλες στο $\{110\}$ ενώ οι κορυφές στο $\{111\}$. Η αιτιολόγηση δεν είναι απόλυτα ολοκληρωμένη, όμως η συνεισφορά τάσεων γύρω από αδιάλυτα κατακρημνίσματα είναι μη αμφισβητήσιμη.

2.2.4.2 M_6C κατακρήμνιση (Cr, Ni, Fe)₃(Mo, W, Nb, Ta)₃C

Τα καρβίδια τύπου M_6C είναι γνωστά βιβλιογραφικά και ως ‘‘η’’ καρβίδια αλλά στη παρούσα εργασία θα αναφέρονται ως M_6C για να αποφευχθεί οποιαδήποτε σύγχυση

με την η φάση. Το καρβίδιο αυτό σχετίζεται με μια φάση που παρουσιάζει πολλαπλότητα συστάσεων. Στις περισσότερες περιπτώσεις αναπτύσσεται μονάχα μετά από παρατεταμένους χρόνους γήρανσης και γι' αυτό συνήθως απαντάται σε μικρά κλάσματα όγκου [18, 73, 201]. Επιπρόσθετα η εμφάνιση καθώς και η διαλυτοποίηση αυτού είναι ισχυρά συνδεδεμένη με τη συμμετοχή άλλων κραματικών στοιχείων και γι' αυτό είναι δύσκολο να του αποδοθεί μια απόλυτα οριοθετημένη περιοχή στα διαγράμματα ισοθερμοκρασιακής κατακρήμνισης [25, 126].

Το καρβίδιο M_6C διαθέτει μια εδροκεντρωμένη κυβική δομή τύπου διαμαντιού με παράμετρο πλέγματος που διακυμαίνεται από 10,95 μέχρι 11,28Å [5, 79, 113]. Ανήκει στην ομάδα $Fd\bar{3}m$, η οποία το διαχωρίζει από το τύπο $M_{23}C_6$ καρβιδίου και της φάσης G , που χαρακτηρίζονται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή παρόμοιας παραμέτρου πλέγματος αλλά με συμμετοχή στην ομάδα $Fm\bar{3}m$. Ο Stadelmaier έχει επιτελέσει ερευνητικό έργο για τη δομή του καρβιδίου M_6C . Αυτή η δομή χαρακτηρίζεται από ένα εύρος συστάσεων αλλά μονάχα ένα, το οποίο απαντάται στα υπερκράματα Ni υψηλής αντίστασης σε κυκλική κόπωση και ερπυσμό θα αναλυθεί παρακάτω. Οι συστάσεις του M_6C μπορεί να είναι πλούσιες σε Mo: $(Cr, Ni, Fe)_3Mo_3C$ ή πλούσιες σε Nb: $(Cr, Ni, Fe)_3Nb_3C$ [111, 115, 208]. Για το πλούσιο σε Mo καρβίδιο η παράμετρος πλέγματος έχει προσδιοριστεί από τον Stadelmaier ίση με $a=11,11$ Å, ενώ όταν μερικό ποσοστό του Mo αντικαθίσταται από Fe ή Cr, η παράμετρος πλέγματος μειώνεται σε $a=10,95$ Å. Σύμφωνα με έρευνες του Brun σε υπερκράματα Ni που περιέχουν υψηλό ποσοστό Ti (8%κβ), ενδέχεται Ni να διαλυθεί μέσα στο καρβίδιο M_6C [1, 39, 78]. Για υψηλή κραμάτωση και έντονες θερμικές κατεργασίες γήρανσης από τους William και Titchmarsh αναφέρθηκε η παρουσία σε δομές υπερκραμάτων Ni (Udimet 500) φάσης M_6SiC με γενικό τύπο $(CrMo)_3(NiFe)_3SiC$ [13, 85]. Η επίδραση της μπορεί να θεωρηθεί περισσότερο επιβλαβής παρά ευεργετική αλλά η ανάλυση αυτή ξεφεύγει από τα πλαίσια της παρούσας εργασίας.

2.2.5 κατακρήμνιση Cr_2N

Αναπτύσσεται σε μη σταθεροποιημένες ωστενιτικές δομές υψηλής περιεκτικότητας σε άζωτο (0,2% κβ. στους 900°C). Χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή υψηλής

πυκνότητας μοναδιαία κυψελίδα με παραμέτρους πλέγματος $a = 4,78\text{\AA}$ και $C = 4,44\text{\AA}$. Παρ' όλο το συσχετισμό ανάπτυξης ή μη της φάσης αυτής με τη Z φάση στους ωστενιτικούς χάλυβες, στα υπερκράματα Ni ο προσδιορισμός της πραγματοποιείται μεμονωμένα καθώς Z φάση δεν εντοπίζεται θερμοδυναμικά [87, 225].

2.2.6 Laves phase (Fe,Co) $2(\text{Nb, Ti, Mo, Ta})$

Η φάση Laves κατακρημνίζεται και στα υπερκράματα Ni όπως και στους ανοξείδωτους χάλυβες σε μορφή επιμηκών εναλλασσόμενων πλακιδίων στα όρια κόκκων [111, 203]. Η συνεισφορά της στον ερπυσμό είναι ακόμα υπό συζήτηση καθώς ευνοεί θερμοδυναμικά το σχηματισμό περιμετρικά των τοιχωμάτων της καρβιδίων τύπου M_6C [19, 78, 203]. Η φάση Laves χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή και ανήκει στην ομάδα PG3 / mme, με παραμέτρους πλέγματος $a = 4,73\text{\AA}$ και $c = 7,72\text{\AA}$. Οι ερευνητές Jargelius–Pettersson αναφέρουν ότι ο καθοριστικός παράγοντας για το σχηματισμό αυτής είναι ο συσχετισμός ιοντικών ακτίνων των συμμετεχόντων ατόμων, καθώς το εύρος συστάσεων της δεν είναι μεγάλο [25, 49]. Πιθανολογείται ακόμη ότι η φάση Laves δεν αναπτύσσεται πάντα με την σύσταση που επιτάσσει η θερμοδυναμική ισορροπία αλλά ότι σε σταθεροποιημένες δομές συχνότερα απαντάται με την σύσταση $(\text{Fe Co})_2 \text{Nb}$ ή $(\text{Fe Co})_2 \text{Ti}$ [78, 106]. Σύμφωνα με τον ερευνητή Deyham φάση Laves σύστασης Fe_2Nb σε υπερκράμα INCONEL 100 χαρακτηρίζεται από τις ακόλουθες σχέσεις προσανατολισμού: $(001)\text{Fe}_2\text{Nb} // (111) \gamma$ και $(101) \text{Fe}_2\text{Nb} // (110) \gamma$. Σύμφωνα με έρευνες των F. J. Rizzo και J. D. Burianell η φάση Laves απαντάται στη ΘΕΖ INCONEL 718 συγκολλημένου με μέθοδο TIG. Η μορφολογία της καλύπτει μεγάλο εύρος από απομονωμένα κατακρημνίσματα μέχρι συνεχόμενα φύλλα και δενδριτικά «τείχη». Παρ' όλα αυτά πρόκειται για ένα τοπικά πλακοειδές κατακρημνισμό (1 μm) με κυκλικό σχήμα που περιέχει επανεισερχόμενες καμπύλες (retreenvant curves) [114, 202]. Η σύσταση της δίδεται από τον τύπο MN_2 , όπου τα μεγαλύτερα μεγέθους M άτομα καταλαμβάνονται από Nb, Mo και Ti και τα μικρότερα μεγέθους N άτομα από Ni, Fe, Cr. Όμως μια μικρή αλλά εμφανής κορυφή Si είναι πιθανόν να ταυτοποιηθεί στο φάσμα του EDS [119, 221]. Το Si έχει αναφερθεί ότι διαφορίζεται στη φάση Lave's σε πολλά θερμοδυναμικά συστήματα. Έτσι προκύπτει νέα εξαγωνική δομή τύπου M_2N_3Si (όπου M και N είναι ζεύγη από Nb, Ti, Mo και Ni, Fe, Cr αντίστοιχα) η οποία χαρακτηρίζεται ως θερμοδυναμικά σταθερή [86, 103]. Με ακόμη μεγαλύτερες προσθήκες Si δημιουργείται ισατομική

φάση Laves $MNSi$, που απαντάται με δύο συστάσεις $MoFeSi$ ή $MoNiSi$ και χαρακτηρίζεται ως μετασταθής [133, 181].

Η πιο ασυνήθεις μορφή αλληλεπίδρασης φάσης Laves και καρβιδίων είναι αυτή όπου πολλά από τα φύλλα φάσης Lave's διακοσμούνται με μικρά καρβίδια (20– 50 nm) τύπου MC [35, 42]. Σύμφωνα με έρευνες των Vincent και Bielicui η «μεταλλική» σύσταση των καρβιδίων αυτών είναι κύρια Nb με υψηλά ποσοστά Ti, Cr ακόμα και Ni όσο οδεύουμε σε μεγαλύτερα καρβίδια . Για απομονωμένα σωματίδια MC, δεν έχει προσδιοριστεί ερευνητικά σταθερή κρυσταλλογραφική σχέση με το υπόστρωμα φάσης Laves. Εντούτοις οι Holt και Wallace σε περιοχές διευρυμένης παρουσίας φύλλων φάσης Laves απεικόνισαν το μέσο συσχετισμό προσανατολισμού να ακολουθώσ: $\langle 111 \rangle_c // [0001]_1$ και $\langle 110 \rangle_c // [1070]_1$. Με βάση τα πειράματα διαφαίνεται ότι τα καρβίδια τύπου MC δεν χωροθετούνται κατά 120° γύρω από την φάση Laves $[0001]_c$. Μια πιθανή εξήγηση ίσως να αποτελεί το γεγονός ότι η διεύθυνση ανάπτυξης του καρβιδίου ελέγχεται από τη κυβική γ μήτρα με μια σχέση προσανατολισμού $\langle 100 \rangle_c // \langle 100 \rangle_\gamma$ [126]. Εάν μερικά φύλλα φάσης Laves διευθετούνται σε σχέση με τη μήτρα ως $[001]_L // \langle 111 \rangle_\gamma$, τότε εντοπίζονται μεμονωμένα αναπτυσσόμενα καρβίδια από την εξαγωγή των replicas [134]. Μια παράμετρος η οποία θα μπορούσε να προωθήσει τη φύτευση καρβιδίων στις διεπιφάνειες επαφής γ μήτρας και φάσης Laves. Είναι η πιθανή απόρριψη άνθρακα από το πλέγμα της φάσης Laves [10, 128]. Σε εξεζητημένες συνθήκες, με σχηματισμό συνεχών φύλλων φάσης Laves στα όρια κόκκων επέρχεται αύξηση της θερμοκρασίας μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση. Έτσι λοιπόν σύμφωνα με αναφορές των Weiss και Sticuler ενώ το Si μπορεί να βελτιώσει τη συγκολλησιμότητα (ιδιαίτερα σε Nimonic 90 και INCO 100), μπορεί να επιδράσει αντίστροφα στις μηχανικές ιδιότητες με την ψαθυροποίηση λόγω φάσης Lave's [223].

2.2.7 Sigma phase: (Fe, Co, Ni) (Cr, Mo, Re) ,Cr (Ni, Fe) (Mo, Si,W), Re (Mo, W) (Ni, Co, Cr).

Η φάση σίγμα είναι πολύ γνωστή ως ενδομεταλλική φάση που αναπτύσσεται στο ψευδοτριμερές σύστημα $F - Cr - Ni - Mo$, σε πολλαπλές ομάδες συστάσεων ($FeCr$, $FeMo$, $FeCrMo$, $FeCrMoNi$ κ.α.) [1, 113]. Η κατακρήμνιση αυτής παρατηρείται και

σε υπερκράματα Ni σε πλήθος συστάσεων που καθορίζεται από το εκάστοτε τριμερές σύστημα στο οποίο αναφερόμαστε. Η κατακρήμιση αυτής σχετίζεται με την ευθραυστοποίηση ενώ ταυτόχρονα εισάγει δυσμενείς επιπτώσεις στην αντοχή σε θερμομηχανική κόπωση όταν κατακρημνίζεται στα όρια κόκκων και μικρή επιρροή όταν εντοπίζεται ενδοκρυσταλλικά [124, 208].

Σύμφωνα με έρευνες των Johnson, Chen και Oliver η φάση Sigma και στα υπερκράματα Ni παρουσιάζει χωροκεντρωμένη τετραγωνική δομή με παραμέτρους πλέγματος $a=8,80\text{\AA}$ και $c=4,54\text{\AA}$, σε μια μοναδιαία κυψελίδα που περιέχει το περισσότερο 30 άτομα. Οι σχέσεις προσανατολισμού με το μητρικό ωστενίτη είναι οι ακόλουθες $(111)\gamma // (001)\sigma$ και $(071)\gamma // (140)\sigma$ ή $(110)\gamma // (110)\sigma$ και $(111)\gamma // (001)\sigma$ [5, 106]. Αναφορές στη διεθνή βιβλιογραφία Jargelius και Petterson δίνουν τα διάφορα εύρη θερμοδυναμικά σταθερότητας της φάσης σ σε διαφορετικά τριμερή συστήματα υπερκραμάτων Ni, ενώ ακόμα καθορίζουν τις συστάσεις που τη χαρακτηρίζουν στα υπερκράματα Ni 2ης γενιάς [129].

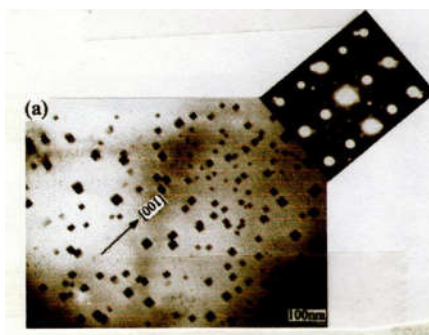
2.2.8 G – φάση

Η G φάση αναπτύσσεται σε ωστενιτικές δομές που περιέχουν Si και είναι σταθεροποιημένες με Ti ή Nb. Εξαιρετικά λίγες αναφορές συσχετίζουν τις δομές υπερκραμάτων Ni με την εμφάνιση G φάσης. Μία εξ' αυτών είναι η μελέτη γήρανσης του υπερκράματος Nimonic 90 από τους Versynder και Beattie το 1979. Το 1985 έρχεται και η δημοσίευση του Powell να επιβεβαιώσει την ανομοιογενή κατακρήμιση αυτής στα πρόωρα στάδια ανάπτυξης M_6C κατά τη γήρανση στους 500°C για 30 min του υπερκράματος Udimet 100 [11, 201].

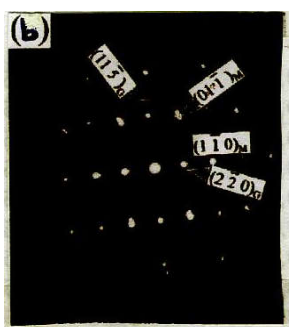
Η G φάση έχει γενικευμένο τύπο $A_{16}D_6C_7$ όπου τη θέση του D συμπληρώνει Nb ή Ti κατά τον Escob, ενώ επιπρόσθετη συνεισφορά από Fe και Cr αναφέρεται στις μελέτες του Powell [7, 128].

Η G φάση χαρακτηρίζεται από εδροκεντρωμένη κυβική δομή με παράμετρο πλέγματος 11,2 \AA που αντιστοιχεί σε περιεκτικότητα περίπου 116 ατόμων στη μοναδιαία κυψελίδα. Στα υπερκράματα Ni διαχωρίζεται σε πλούσια σε Nb G φάση $Ni_{16}Nb_6Si_7$ και πλούσια σε Ti G φάση $Ni_{16}Ti_6Si_7$ σύμφωνα με τους Miyami και Bentley [36, 105]. Η παράμετρος πλέγματος για τα δύο είδη αυτά φάσης G δεν φαίνεται να διαφοροποιείται πάνω από 0,5 \AA . Από ερευνητικό έργο των Locci, Dimerson και Garg έχουμε αναφορά για μια νέα σχέση προσανατολισμού μορφής

cube – on – cube σε υπερκράματα Ni, μεταξύ της φάσης β (NiAl) και της G φάσης. Η σχέση αυτή προσανατολισμού έχει αποδοθεί ως $[111] \text{ NiAl} // [552] \text{ G}$ και $(110) \text{ Ni Al} // (220) \text{ G}$. Η παρούσα διερεύνηση πραγματοποιήθηκε μεταλλογραφικά μέσω High Resolution TEM. Αποδόθηκε για τη φάση β παράμετρος πλέγματος $a=0,2887 \text{ nm}$ και για την G φάση (σύστασης $\text{Ni}_{16} \text{ Hf}_6 \text{ Si}_7$) παράμετρος πλέγματος $a=1,1436 \text{ nm}$ [39, 87, 176]. Θεωρητικά αναμένονται και άλλα δύο ζεύγη προσανατολισμού τα οποία δεν ταυτοποιήθηκαν μεταλλογραφικά. Αυτά αφορούσαν στη δευτερογενή σχέση προσανατολισμού που εκφράζεται ως $[110] \beta // [334] \text{ G}$ και $(110) \beta // (220) \text{ G}$ ή $[001] \beta // [110] \text{ G}$ και $(110) \beta // (220) \text{ G}$ [176, 126]. Σε κάθε περίπτωση αυτό που είναι αποδεκτό από όλες τις ερευνητικές ομάδες είναι ότι η διεπιφάνεια μεταξύ φάσης β (NiAl) και G φάσης είναι χαμηλής ενέργειας.



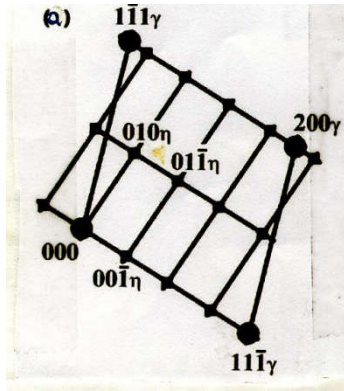
Εικόνα 5 Εικόνα από Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης , ανοιχτόχρωμου πεδίου αντίθεσης, που έχει ληφθεί παράλληλα στον άξονα $[110]$ μεταξύ της φάσης β (NiAl) και G ($\text{Ni}_{16}\text{Hf}_6\text{Si}_7$).



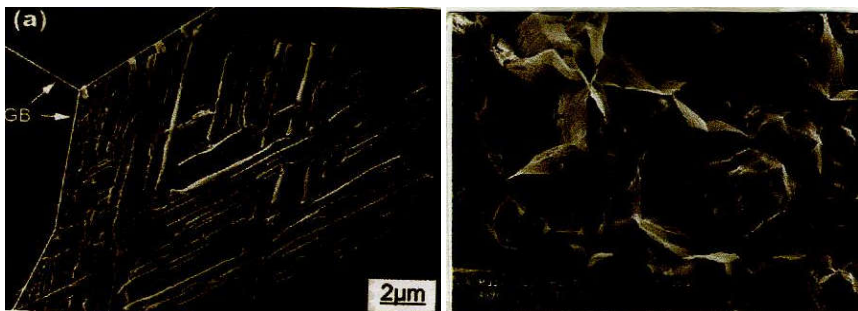
Εικόνα 6 Εικόνα Electron Diffraction Pattern που δείχνει το νέο τύπο σχέσης προσανατολισμού μεταξύ β και G φάσης [69, 178].

2.2.9 (NiCo)₃Ti (η) PHASE

Όπως θα αναφερθεί παρακάτω μια από τις βασικότερες φάσεις σκλήρωσης υπερκράματων Ni αποτελεί η γ' (NiCo)₃ (Al, Ti, Ta, Nb). Αυτή η φάση είναι θερμοδυναμικά ασταθής και μετασχηματίζεται σε δεδομένο εύρος θερμοκρασίας ανάλογα με τη σύσταση του κράματος σε σημαντικό κλάσμα όγκου η φάσης (Ni, Co)₃ Ti. Η φάση αυτή είναι θερμοδυναμικά σταθερή και πιστεύεται σύμφωνα με έρευνες των Clark και Pimering ότι ο μετασχηματισμός φάσης πραγματοποιείται σύμφωνα με την ακόλουθη αντίδραση $\gamma' + M_{23}C_6 = \eta + M_6C$ στο θερμοκρασιακό εύρος 650–900°C για υπερκράματα Ni 2ης και 3ης γενιάς [176]. Η φάση η όπως θα αναπτυχθεί παρακάτω χαρακτηρίζεται από μορφολογία Widmanstätten και επιδρά άλλοτε ευεργετική και άλλοτε αρνητικά στις μηχανικές ιδιότητες, ανάλογα με τον εκάστοτε συνδυασμό απαιτήσεων που μελετάται και τη σύσταση του κράματος [55, 89]. Σύμφωνα με τους Obska και Kusabirani η φάση (η) χαρακτηρίζεται από εξαγωνική δομή με παραμέτρους πλέγματος $a=5,09\text{\AA}$ και $c=8,32\text{\AA}$ και σύσταση θερμοδυναμικής ισορροπίας Ni₃Ti. Πολλές φορές η κινητική κατακρήμνιση της παρουσιάζει αλληλοεπικάλυψη με αυτή της φάσης β NiAl που πραγματοποιείται πάνω από τους 700°C για μικρούς χρόνους γήρανσης [45, 124]. Οι ερευνητές Xiuayan και Zhang Jian διερεύνησαν τη σχέση προσανατολισμού μεταξύ ωστενιτικής μήτρας και βελονοειδούς η φάσης. Διαπιστώθηκε ότι η βελονοειδής η φάση δημιουργούσε διεπιφάνεια επαφής με τον ωστενίτη, με σχέση προσανατολισμού $\{001\} \eta // \{111\} \gamma$ και $\langle 210 \rangle \eta // \langle 110 \rangle \gamma$. Αναδείχθηκε ότι η φάση (Ni₃Co)₃Ti φυτρώνει στα υψηλής ενέργειας όρια κόκκων και αναπτύσσεται εντός των γειτονικών μη συνεκτικών κόκκων. Η ωστενιτική μήτρα παρουσιάζει τον ίδιο προσανατολισμό με τους κόκκους από τους οποίους η ανάπτυξη της η φάσης ξεκινά [25, 188]. Τα όρια κόκκων «μεταναστεύουν» για να ακολουθήσουν την ανάπτυξη της η φάσης και τα υπόλοιπα ομαλού τύπου όρια κόκκων αντικαθίστανται από νέα περισσότερο ανώμαλα όρια που εντείνουν την ολίσθηση των ορίων κόκκων (sliding) και τη ρωγμάτωση κατά τη διαμόρφωση σε υψηλές θερμοκρασίες [166, 219]. Συμπεραίνεται λοιπόν ότι η (Ni, Co)₃Ti φάση αυξάνει τη θερμοκρασία μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση γενικά, αλλά σε υπεργρηασμένα κράματα Ni μπορεί να επιδράσει ακόμη και ευεργετικά [225, 167].



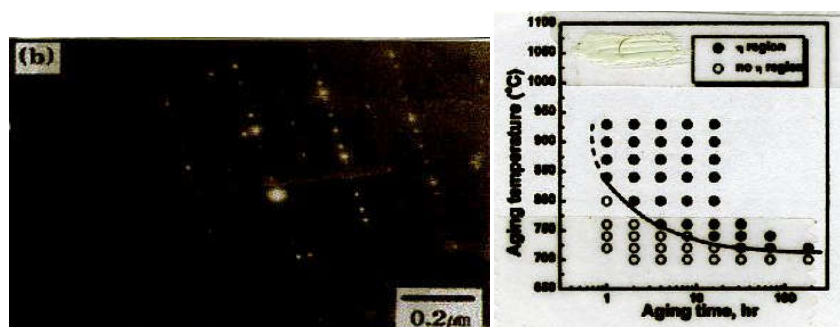
Εικόνα 7 Structure diagram και diffractory pattern στον άξονα [110] που υποδεικνύει τη συνέχεια – αντιστοιχία μεταξύ η φάσης και ωστενιτικής μήτρας γ.



Εικόνα 8 Δομή Widmanstatten φάσης η σε υψηλής ενέργειας όρια κόκκων-Μορφολογία θραύσης σε υπερκράμα Rene 41 με παρουσία φάσης η σε όρια κόκκων σε κατάσταση over – aged (στους 723oC για 16h

Οι ερευνητές Byung, Rho και Wee Nam κατέθεσαν μελέτες για το συσχετισμό ανάπτυξης βελονοειδών η φάσης στα όρια κόκκων και αντοχής υπερκράματος Waspaloy σε χαμηλή συχνότητα θερμομηχανική κόπωση με τους 650⁰C και εύρος παραμόρφωσης ± 1% (1 CTME). Σύμφωνα με αυτούς Ni₃Ti κατακρημνίσματα φύτρωσης στα όρια κόκκων κατά τη διάρκεια χαμηλής συχνότητας θερμομηχανικής κόπωσης, σε μορφή βελονών και επεκτάθηκαν στη μήτρα [45, 138]. Σύμφωνα και με τα αποτελέσματα του Tien και Gampled η εφαρμογή τασικού πεδίου σε υψηλής θερμοκρασίας διαμόρφωση (όπως είναι ο ερπυσμός μπορεί να προκαλέσει αλλαγές στη χημική σύσταση στα όρια κόκκων και σε εξαιρετικές περιπτώσεις σε μετασχηματισμούς φάσεων σε πολυκρυσταλλικά υπερκράματα Ni [126]. Στην εικόνα

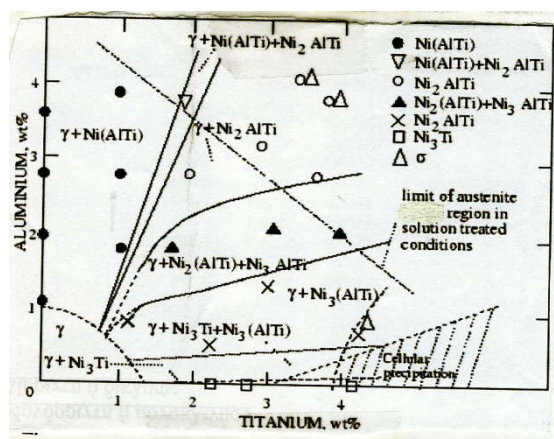
διερχόμενης δέσμης που δίδεται διακρίνονται τα spots από τα κατακρημνίσματα η φάσεως και η σχέση προσανατολισμού τους με τη μητρική φάση (111) γ // (001) η και [011] γ // [1210] η. Τα κατακρημνίσματα (Ni, Co)₃Ti φύτρωσαν στα όρια κόκκων με βελονοειδή μορφολογία και ανεπτύχθησαν ως συναθροίσεις clusters [42, 136, 203]. Επιπρόσθετα από το παρατιθέμενο διάγραμμα 11 διακρίνεται ότι στο υπερκράμα Waspaloy, φύτρωση η φάσης ξεκινά κατά τη γήρανση στους 720°C για περισσότερο από 20h. Η κινητική κατακρήμνισης της φάσης αυτής γνωρίζει μέγιστο ρυθμό ανάπτυξης στους 840–870°C. Γίνεται λοιπόν εμφανές ότι για να επιτευχθεί κατακρήμνιση στους 650°C χρειάζεται οπωσδήποτε επιβολή τασικού πεδίου το οποίο μειώνει την ενέργεια ενεργοποίησης φύτρωσης (DG) της η φάσης στα όρια κόκκων [13, 29, 135].



Εικόνα 9 Εικόνα από TEM που δείχνει το diffraction pattern η φάσης σε όρια κόκκων, β -[011]- TTP (Time Temperature Prescription) διάγραμμα η φάσης στο υπερκράμα Waspaloy.

Σε ότι αφορά στη συσχέτιση της συγκέντρωσης διαταραχών στα όρια κόκκων με τη φύτρωση Ni₃Ti η φάσης, οι Sims και Stoloff αναφέρουν ότι η υψηλή πυκνότητα διαταραχών που αγκυρώνονται δίπλα από τα όρια κόκκων προκαλεί επιπρόσθετη θερμοδυναμική αστάθεια των γ' κατακρημνισμάτων οδηγώντας στη μερική διαλυτοποίηση αυτών και απελευθερώνοντας Ti στη μήτρα [137, 209]. Ακόμη η διάχυση Ti στα όρια κόκκων επιταχύνεται λόγω της ύπαρξης διαταραχών, που λειτουργούν ως κανάλια ροής. Έτσι λοιπόν τα κατακρημνίσματα η φάσης δημιουργούνται στα όρια των κόκκων λόγω της ευκολότερης διάχυσης του Ti και λόγω της υψηλής ενέργειας που διαθέτουν ως κέντρα κατάλυσης της φύτρωσης [15,

44, 149]. Έτσι όσο αυξάνει ο αριθμός των διαταραχών που προκύπτουν κατά τη κόπωση, και όσο αυτές αγκυρώνονται μεταξύ ορίων κόκκου, τόσο περισσότερο καταλύεται η φύτρωση Ni_3Ti σε αυτά. Σε μερικά υπερκράματα Ni έχει αναφερθεί ότι η κατακρήμιση η φάσης οδηγεί στην απογύμνωση ορίων κόκκων από γ' φάση (Precipitation Free Zone). Παρ' όλα αυτά στο Waspaloy ακόμα και μετά από μερική διαλυτοποίηση της γ' σε χαμηλής συχνότητας κόπωση στους $650^\circ C$ απογυμνωμένα όρια κόκκων από γ' δεν παρατηρήθηκαν [23, 87, 203]. Αυτό σημαίνει ότι η κατακρήμιση η φάσεως σε όρια κόκκων δεν σχετίζεται μονάχα με τη διαλυτοποίηση της γ' αλλά και με τη διάχυση Ti μέσω των ορίων κόκκων της μήτρας.



Πίνακας 2 Διάγραμμα που απεικονίζει την επιρροή κραμάτωσης σε Al και Ti ως προς το σχηματισμό θερμοδυναμικά σταθερών φάσεων στους $800^\circ C$ σε υπερκράματα Ni 2ης γενιάς

2.2.10 a – Cr phase

Η a-Cr φάση είναι αρκετά συχνή σε πλούσια σε Cr κράματα νικελίου που παρουσιάζουν κύρια συνεισφορά ενδομεταλλικών ενώσεων του τύπου NiAl (β φάσης) και Ni_3Al (γ' φάση). Η a-Cr φάση έχει διαπιστωθεί ότι σχηματίζεται σε θερμοκρασίες υψηλότερες από $900^\circ C$ και εντός της γ' φάσης όταν αυτή έχει ήδη φυτρώσει από την ωστενιτική μήτρα (γ) [19, 145]. Η κινητική κατακρήμιση της χαρακτηρίζεται από ιδιαίτερα αργούς ρυθμούς λόγω του ότι πρόκειται για την

ανάπτυξη μιας χωροκεντρωμένης κυβικής φάσης εντός εδροκεντρωμένης κυβικής μήτρας [133, 214]. Για το λόγο αυτό δεν υπάρχει εκτενής βιβλιογραφική αναφορά. Με βάση τις πρόσφατες δημοσιεύσεις των Decmer και Freeman το θερμοκρασιακό εύρος ανάπτυξης της α -Cr φάσης επηρεάζεται από τη σύσταση του κράματος. Με αύξηση της περιεκτικότητας σε Cr, το όριο διαλυτότητας του Cr στην γ μήτρα φθάνει σε υψηλότερες θερμοκρασίες [121, 212]. Επιπρόσθετα το W και ο Fe, επειδή διαλυτοποιούνται στη γ' μήτρα και υποκαθιστούν το Ni όπως ακριβώς κάνει το Cr, μειώνουν τη διαλυτότητα του Cr στην ωστενιτική μήτρα και ευνοούν τη κατακρήμνιση της α -Cr φάσης. Ο ρόλος του Al και του Ti είναι επίσης επιβλαβής καθώς και τα δύο συμμετέχουν στο σχηματισμό της γ' ενδομεταλλικής φάσης $Ni_3(Al, Ti)$. Έτσι προσθέτοντας άτομα Al ή Ti, δεσμεύονται 3 άτομα Ni από τη μήτρα, η οποία τοπικά εμπλουτίζεται σε Cr που οδηγεί στη κατακρήμνιση α -Cr φάσης [8, 139, 177]. Σύμφωνα με τους Tanget και Bhadeshia η κραμάτωση σε Cr, Al, Ti, W και Fe οφείλει να γίνεται πολύ προσεκτικά γιατί τα παραπάνω συστέλλουν την περιοχή θερμοδυναμικής σταθερότητας της α -Cr φάσεις μεταξύ 750^0-900^0C , που αποτελεί τη θερμοκρασία λειτουργίας για πολλές αεροναυπηγικές εφαρμογές.

2.2.11 TCP Phases (Topologically Close Packed Phases)

Σ' αυτή τη κατηγορία συγκαταλέγονται φάσεις που αναπτύσσονται ως αποτέλεσμα της παρατεταμένης έκθεσης σε υψηλή θερμοκρασία και τάσεις. Αυτές κατά κύριο λόγο είναι οι σ , χ , μ , ρ και Lave's. Μια γενικευμένη ανάλυση για την παρουσία των επιβλαβών αυτών φάσεων στα υπερκράματα Ni έχει γίνει από τον Sinha [125, 126]

Η σ φάση εν γένει μπορεί να κατακρημνιστεί σε κράματα Ni-Cr στο θερμοκρασιακό εύρος 650^0-925^0C , ειδικά όταν το κράμα υπόκειται σε επίδραση τασικού πεδίου [202, 215]. Πρόκειται για μια ενδομεταλλική ένωση η οποία σχηματίζεται από μεταβατικά στοιχεία και χαρακτηρίζεται από τετραγωνική δομή. Δημιουργείται μέσω μηχανισμού φύτρωσης και ανάπτυξης, με τη μορφολογία βελονών ή πλακιδίων στα όρια διδύμων και στις διεπιφάνειες επαφής με καρβίδια ή βορίδια [123, 185].

Σύμφωνα με δημοσιεύσεις των Moshtaghin και Asgari η παρουσία της G φάσης και άλλων TCP φάσεων επιφέρει δυσμενή αποτελέσματα στις μηχανικές ιδιότητες [111]. Η σύσταση αυτής από μόνη της χαρακτηρίζεται από ψαθυρότητα και είναι επιρρεπής

ως προς τη θραύση. Η πλακοειδής μορφολογία σχετίζεται με τη γένεση και έναρξη διάδοσης ρωγμών που οδηγεί σε μειωμένη αντοχή [136, 117, 144]. Επιπρόσθετα σύμφωνα με μελέτη των Cawley και Greeywood η επίδραση των TCP φάσεων είναι περισσότερο δυσμενής για την αντοχή σε θραύση υψηλών θερμοκρασιών. Οι TCP φάσεις περιέχουν υψηλό ποσοστό πυρίμαχων στοιχείων, τα οποία όμως τα έχουν λάβει με απογύμνωση της μήτρας η οποία προκαλεί μείωση των μηχανικών και αντιδιαβρωτικών ιδιοτήτων της [135].

Με έρευνες του Manriquez και Bretz σε πολυκρυσταλλικά υπερκράματα Ni, 3ης γενιάς, η προσθήκη πυρίμαχων στοιχείων (Ru, Re, Rh) επαυξάνει την αντοχή σε ερπυσμό και τη μεταλλουργική σταθερότητα της μικροδομής αλλά προωθεί και το σχηματισμό επιβλαβών TCP φάσεων. Η επιβλαβής επιρροή τους οφείλεται στη ψαθυρή φύση τους και στην απογύμνωση της οστενιτικής μήτρας από στοιχεία που δημιουργούν στερεά διαλύματα αντικατάστασης. Έτσι λοιπόν διερευνήθηκε η συνεργιστική δράση Al, Co, Cr, Mo, Re, Ta και W ως προς το δυναμικό σχηματισμού TCP φάσεων στη μικροδομή. Τα υπερκράματα ομογενοποιήθηκαν και υπέστησαν γήρανση στους 1093°C για 400 ώρες. Ως αποτέλεσμα είχαμε την λήψη 3 ομάδων θερμικά κατεργασμένων υπερκραμάτων με 0% TCP κατανομή, 3% κλάσμα όγκου TCP στα όρια κόκκων και 3–17% κλάσμα όγκου TCP αναπτυχθέντων και ενδοκρυσταλλικά και περικρυσταλλικά [13, 49]. Από την παραπάνω ερευνητική προσπάθεια προέκυψε η ακόλουθη μοντελοποίηση:

$$\begin{aligned} (Vol \% TCP) \frac{1}{2} = & 16,344782 - 1,019587(Al) - 2,624322(Cr) - 3,821997 \\ & (Mo) + 1,109575 (Re) - 3,207295(Ta) + 6,462984(W) - 2,271803(Co) + \\ & 0,052884(Al)(Co) + 0,214059 (Al) (Cr) + 0,300698(Al)(Mo) + \\ & 0,0011(Co)(Re) + 0,257108(Cr)(Mo) - 5,081598(Re)(W) + 1,824441 (Ta) (W) \end{aligned}$$

[33, 86].

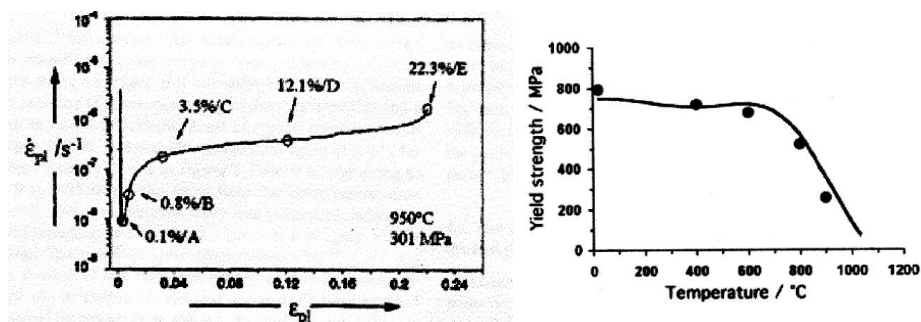
2.2.12 Βορίδια

Πολλά υπερκράματα Ni υψηλών θερμοκρασιών έχουν μη αμελητέες προσθήκες B. Το παραπάνω στοιχείο ευνοεί τη κατεργασιμότητα και απαλείφει τα κενά (cavities) στα όρια κόκκων κατά την ολίσθηση αυτών στον ερπυσμό [28, 32]. Το βόριο συνήθως σχετίζεται με το τύπο καρβιδίου $M_{23}C_6$. Γενικά αν το βόριο συμμετέχει σε ποσοστά μεγαλύτερα από 0,003%, βορίδιο του τύπου M_3B_2 μπορεί να σχηματιστεί. Ως μεταλλικό στοιχείο συμμετοχή κυρίως Mo αλλά και Cr, Ti, Ni είναι πιθανή. Το M_3B_2 χαρακτηρίζεται από τετραγωνική μοναδιαία κυψελίδα και κατακρημνίζεται στα όρια κόκκων [45, 76]. Σύμφωνα με έρευνες του Johnson και Jeitschko, στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη Inconel 718 συγκολλημένου με TIG, η κατανομή των M_3B_2 ακολουθεί αυτή της γ'' (Ni, Co)₃(Nb, Ta, Ti, Al) και η πλειοψηφία των βοριδίων αυτών εντοπίζεται εντός μικρορηγματώσεων [119, 213]. Η κατανομή τους μελετάται με ακρίβεια γιατί η πίεση του βορίου μπορεί να επηρεάσει τη μικροδομή της ΘΕΖ. Κατά κύριο λόγο ο κόκκος του M_3B_2 διαθέτει κατάλληλα πλεγματικά κενά για προσθήκη μεταλλικών στοιχείων τύπου Mo και W, όπως ακριβώς αυτά που συμμετέχουν στις φάσεις γ'' και Laves. Έτσι ένα στοιχείο(πιθανά το Cr) μπορεί να κατέχει δύο είδη θέσεων και τότε η στοιχειομετρία εκφράζεται ως M_3NB_2 [201, 221]. Ένα τυπικό κατακρημνισμα βοριδίου είναι της τάξης των 0,2 μ m. Σωματίδια που διαθέτουν ένα μόνο κύριο προσανατολισμό προσεγγίζουν περισσότερο τη κυβοειδή δομή, με επιφάνεια ανάπτυξης στο (001) επίπεδο, κάθετη στον τετραγωνικό άξονα [17, 36]. Πολλά βορίδια χαρακτηρίζονται από διεπιφάνειες επαφής με μικρά MC καρβίδια. Τα καρβίδια όχι μόνο ελέγχουν τη φύτρωση των βοριδίων αλλά και την διευθέτησή τους. Παρατηρείται πλήρης παραλληλισμός μεταξύ διευθύνσεων [001] M_3B_2 και $\langle 110 \rangle$ MC. Αναφέρεται ότι στο πρώτο πέρασμα (πάσσο) συγκόλλησης δημιουργούνται καρβίδια τύπου MC που στα επόμενα δεν διαλυτοποιούνται και λειτουργούν ως κέντρα φύτρωσης M_3B_2 . Ακόμη σε αύξηση των πάσων συγκόλλησης τα M_3B_2 παχαίνουν (1 μ m) και εξομαλύνεται εσωτερική έλλειψη ατομικής διευθέτησης (internal disorder) λόγω πάχυνσης και ανακρυστάλλωσης [99, 107].

2.3 ΤΑΣΙΚΑ ΠΕΔΙΑ ΔΗΜΙΟΥΡΓΟΥΜΕΝΑ ΚΑΤΑ ΤΗ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ

Η παράμετρος πλέγματος της ωστενιτικής μήτρας είναι ελαφρά μεγαλύτερη από αυτή της γ' φάσης. Έτσι λοιπόν σύμφωνα με τους Bhadeshia και Mackay ο βαθμός αναντιστοιχίας των πλεγμάτων δίνεται από τον ακόλουθο τύπο: $\delta = 2(\alpha_{\gamma'} - \alpha_{\gamma}) / (\alpha_{\gamma'} + \alpha_{\gamma}) = 10^{-3}$ [15,44]. Άμεση συνέπεια των παραπάνω είναι ότι τα κατακρημνίσματα γ' βρίσκονται υπό τριαξονικό εφελκυσμό ενώ τα κανάλια ροής μεταξύ γ' κατακρημνισμάτων σε διαξονική θλίψη.

Με εφαρμογή εξωτερικής φόρτισης αυτή προστίθεται στα τασικά πεδία (coherency strain) συνέχειας μεταξύ των κρυστάλλων. Για διαμόρφωση κατά τον άξονα [100], σε θλιπτική τάση κάθετα κανάλια σχηματίζονται αρχικά ενώ σε εφελκυσμό οριζόντια κανάλια σχηματίζονται αρχικά [6, 112]. Από δημοσιεύσεις του Kocus και Ardell λόγω ασυμμετρίας μεταξύ των πλεγμάτων ελαστικά τασικά πεδία δημιουργούνται μεταξύ οριζόντιων και κάθετων καναλιών. Με θλιπτική φόρτιση μάζα μεταφέρεται από τα κάθετα στα οριζόντια κανάλια και με εφελκυστική φόρτιση από τα οριζόντια στα κάθετα. Δημιουργείται λοιπόν ένας μηχανισμός κατευθυνόμενης πάχυνσης (rafting) όπου καταλήγουν να εσωκλείονται νησίδες γ φάσης εντός γ' μήτρας [27, 35, 149]. Ο προσανατολισμός των παχυμένων γ' κατακρημνισμάτων (rafts) εξαρτάται από το προσανατολισμό επιβεβλημένης φόρτισης και ο ρυθμός ανάπτυξης αυτών από την αναντιστοιχία κρυστάλλων γ και γ' [18, 206]. Το υλικό ενδέχεται να αρχίσει να μαλακώνει όταν τα ενεργά κανάλια γίνουν φαρδύτερα.

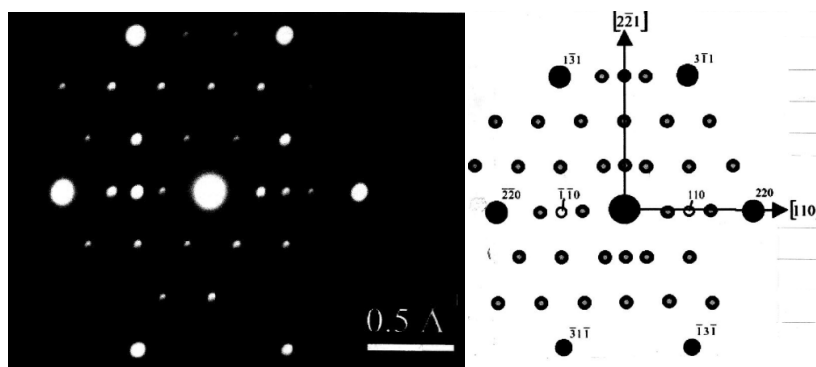


Πίνακας 3 Δίδεται από τους Saunders και Miodownik το όριο διαρροής υπερκράματος Rene 88 που περιέχει 20% κλάσμα όγκος γ' φάση. Παρατηρούμε ότι αρχικά η αντοχή δεν επηρεάζεται από τη θερμοκρασία. Η καμπύλη σημειώνεται ότι είναι θεωρητική [29,

132].

Συμπερασματικά λοιπόν καταλήγουμε στο ότι σε υπερκράματα που σκληραίνουν με κατακρήμνιση της γ' φάσης εντός ωστενιτικής μήτρας οι διεπιφάνειες επαφής είναι συνεχείς για μικρά μεγέθη κατακρήμνισης. Διαταραχές δυσκολεύονται να τμήσουν τα κατακρημνίσματα που παρουσιάζουν έντονα διατεταγμένη δομή. Η τήξη επαναδιευθετεί με τη μετακίνηση των διαταραχών και έτσι το κράμα σκληραίνει [5, 117]. Η μικρή αναντιστοιχία μεταξύ γ και γ' είναι σημαντική για δύο λόγους. Αρχικά οδηγεί σε χαμηλή διεπιφανειακή ενέργεια μεταξύ γ/γ' και καθώς γνωρίζουμε ότι ο μηχανισμός πάχυνσης coarsening οδηγείται από τη μείωση της διεπιφανειακής ενέργειας, μια ημισυνεχής διεπιφάνεια δημιουργεί περισσότερο σταθερή μικροδομή, απαραίτητη για χρήση σε υψηλές θερμοκρασίες [16, 118].

Από ερευνητικό έργο των Wagner και Kampmann, κατανοούμε ότι η αναντιστοιχία μεταξύ κρυστάλλων θεωρείται θετική όταν η γ' φάση έχει μεγαλύτερη παράμετρο πλέγματος από τη γ φάση [5, 116]. Η αναντιστοιχία αυτή μπορεί να ελεγχθεί μέσω της χημικής σύστασης, και ιδιαίτερα μέσω του σχετικού λόγου Al/Ti. Μια αρνητική τιμή βαθμού αναντιστοιχίας υπονοεί την κατευθυνόμενη πάχυνση γ' φάσης στη διεύθυνση εφαρμογής τασικού πεδίου (rafting) [137, 201]. Αυτός ο μηχανισμός μπορεί να μειώσει το ρυθμό ερπυσμού αν οι διαταραχές δεν ολισθαίνουν αλλά αναρριχώνται διαμέσου των παχυμένων κατακρημνισμάτων (rafts) [8, 5, 111]. Αναφέρεται τέλος από τους Calderon και Voorhees, ότι για υπερκράματα Ni με εφαρμογή σε τουρμπίνες κινητήρων στους 1000°C απαιτείται κλάσμα όγκου γ' φάσης τουλάχιστον 0,6 ενώ στην ουσία χρησιμοποιούνται και σε χαμηλότερες θερμοκρασίες (750°C) ενώ για να συγκολληθούν πρέπει το κλάσμα όγκου της γ' φάσης να διατηρείται χαμηλά, περίπου ίσο με 0,2 [31].

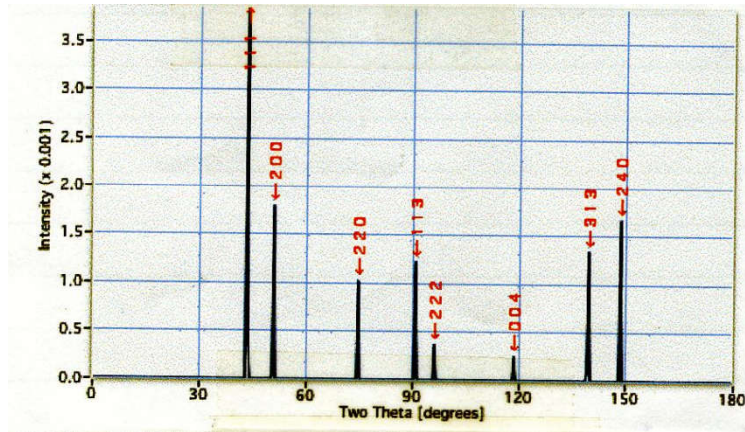


Εικόνα 10 Dark Field Image TEM , υπερκράμα Rene 41 με zone axis = [114] όπου O : M23C6 Reglection, O : Superlattice γ' reflection και O : common reflection

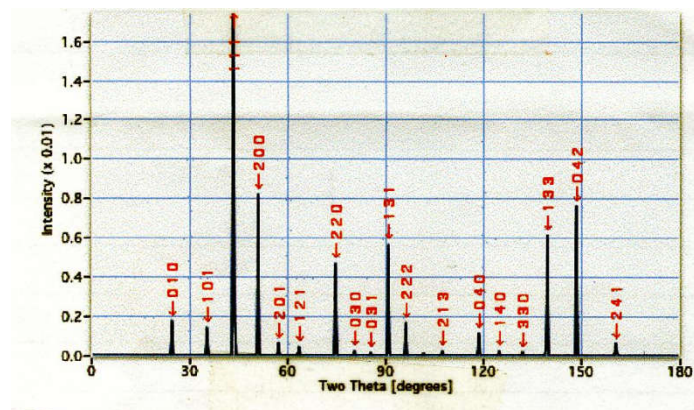
2.4 ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΚΑΙ ΘΕΡΜΙΚΗ ΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΚΡΑΜΑΤΩΝ ΠΟΥ ΣΚΛΗΡΑΙΝΟΥΝ ΜΕ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗ γ' φάσης (γ prime)

Για βελτιστοποίηση των μηχανικών ιδιοτήτων, τα υπερκράματα Ni στα οποία κατακρημνίζεται μονάχα γ' φάσης και όχι γ'' μετά από τη θερμική κατεργασία ομογενοποίησης υπόκεινται σε γήρανση σε δύο διαφορετικά στάδια [18, 36, 129]. Έτσι γήρανση πραγματοποιείται σε δύο διαφορετικές θερμοκρασίες μέσα στη διαφασική περιοχή θερμοδυναμικής σταθερότητας $\gamma + \gamma'$. Σύμφωνα με ερευνητικό έργο του R. J. Mitchell η δεύτερη σταδιακά θερμική κατεργασία γήρανσης, σε χαμηλότερη θερμοκρασία από τη πρώτη οδηγεί σε επιπρόσθετη κατακρήμνιση δευτερογενούς γ' φάσης, όπως αναμένεται από τα διαγράμματα ισορροπίας των φάσεων [6, 115, 206]. Η κατακρήμνιση δευτερογενούς φάσης γ' είναι πιο λεπτομερής από τη πρωτογενή και περισσότερο ανομοιογενής καθώς παρεμποδίζεται από τις προηγούμενες γενιές πρωτογενούς γ' [17, 99]. Σύμφωνα με τους Ansara και Sundway η θερμοκρασία ομογενοποίησης καθορίζει όχι μόνο το ποσοστό γ' φάσης που διαλυτοποιείται αλλά και το μέγεθος κόκκου της γ φάσης. Το μέγεθος κόκκου της οστενιτικής μήτρας γίνεται παχύτερο αν όλο το κλάσμα όγκου της γ' φάσης διαλυτοποιηθεί, καθώς δεν υπάρχει πλέον φαινόμενο αγκύρωσης των ορίων κόκκων της οστενιτικής μήτρας από γ' κατακρημνίσματα [32, 96].

Τέλος από τους ερευνητές A. J. Adell και R. B. Nicholson δίδονται τα παρακάτω διαγράμματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X, όπου πραγματοποιείται ταυτοποίηση των φάσεων γ και γ' καθώς δεν χαρακτηρίζονται από ολική αλληλοεπικάλυψη (overlapping). Κάτι τέτοιο όπως θα αναπτυχθεί αργότερα, δεν είναι δυνατό με βάση έρευνες των M. Sundararaman και M. Muchopadhyng για τις φάσεις γ' και γ'' , οι οποίες παρουσιάζουν πολύ έντονη αλληλοεπικάλυψη/overlapping κορυφών.



Πίνακας 4 X- ray diffraction pattern φάσης γ (Ni, Co, Cr, Al, Mo, W, Re, Ru) με συνθήκες πειράματος: εύρος γωνιών περιθλασιμετρίας $0-180^\circ$ και ρυθμός σάρωσης $0,02^\circ/\text{sec}$.



Πίνακας 5 X-ray diffraction pattern φάσης γ' (Ni, Co) ₃ (Al, Ti, Ta, Nb) με επιβαλλόμενες συνθήκες πειράματος: εύρος γωνιών περιθλασιμετρίας $0-180^\circ$ και ρυθμό σάρωσης $0,02^\circ/\text{sec}$.

2.5 ΣΥΣΧΕΤΙΣΗ ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΥ ΠΛΕΓΜΑΤΟΣ ΩΣΤΕΝΙΤΙΚΗΣ

ΜΗΤΡΑΣ ΜΕ ΤΑ ΚΛΑΣΜΑΤΑ ΟΓΚΟΥ ΣΥΜΜΕΤΟΧΗΣ, δ

ΦΑΣΗΣ, γ'' ΦΑΣΗΣ ΚΑΙ γ' ΦΑΣΗΣ

Ακριβώς μια δεκαετία πριν οι M. G. Purne και M. K. Miller παρουσιάσουν μια εξαιρετικά ενδιαφέρουσα μελέτη η οποία αποτελείτο από τους δύο ακόλουθους κύριους άξονες:

I) Με συσχέτισμό παραμέτρου πλέγματος γ φάσης και περιεκτικότητας σε κραματικά στοιχεία αποδείχθηκε αρχικά ότι η επίδραση των κραματικών στοιχείων στη παράμετρο πλέγματος της γ ήταν κατά αύξοντα βαθμό η ακόλουθη: Co, Fe, Cr, Al, V, Ti, Mo, W, Nb. Οι συντελεστές για το Cr, Al, Ti, Mo είναι κατ' αντιστοιχίες 0,0130, 0,0185, 0,0360, 0,421. Ο συντελεστής για το Fe σε κατάσταση στερεού διαλύματος είναι 0,0115 [19, 32]. Όμως είναι γνωστό ότι στο Inconel 718 με γήρανση στους 910°C για 5h πραγματοποιείται κατακρήμνιση δ -φάσης. Έτσι λοιπόν ο συντελεστής του Nb κατέχει βαρύνοντα ρόλο και υπολογίζεται περίπου ίσος με 0,0624 [106, 117, 208]. Συνολικά λοιπόν η παράμετρος πλέγματος της γ μήτρας συναρτήσει της κραμάτωσης εκφράζεται από την ακόλουθη μοντελοποίησης:

$$a = 0,35234 + 0,0115DFe + 0,0130DCr + 0,0183DTi + 0,0421DMo + 0,0624DNb$$

II) Συσχετισμός παραμέτρου πλέγματος γ φάσης και περιεκτικότητας σε δ , γ'' και γ' φάση. Κατά τη διάρκεια γήρανσης σε θερμοκρασίες χαμηλότερες αυτής των 900°C, όχι μόνο η δ φάση αλλά και οι γ'' και γ' φάσεις κατακρημνίζονται στην ωστενιτική μήτρα [15, 77]. Τότε η παράμετρος πλέγματος της γ' φάσης εξαρτάται από τη σύσταση και το κατά βάρος ποσοστό των δ , γ'' και γ' φάσεων. Η μοντελοποίησης που αποδίδει τον προαναφερθέντα συσχέτισμό είναι η ακόλουθη:

$$a = a_0 - n_1W\delta + n_2p_2W\gamma'' + n_3p_3W\gamma' / m(m - n_1W\delta - n_2W\gamma'' - n_3W\gamma')$$

Τα σύμβολα $n_1, p_1, n_2, p_2,$ και n_3, p_3 αντιστοιχούν σε σταθερές που εξαρτώνται από τη σύσταση των δ, γ'' και γ' φάσεων και υπολογίζονται θερμοδυναμικά μέσω διαφόρων θερμικών κατεργασιών. Τα σύμβολα $W_\delta, W_{\gamma''},$ και $W_{\gamma'}$ αντιστοιχούν στο κατά βάρος ποσοστό συμμετοχής των δ, γ'' και γ' [107, 201]. Είναι φανερό ότι αν προσδιοριστεί το κατά βάρος ποσοστό της δ φάσης και η παράμετρος πλέγματος της γ μήτρας, εύκολα υπολογίζονται τα κατά βάρος ποσοστά των γ'' και γ' φάσεων από τη σχέση αυτή [23, 81, 114].

3 ΕΤΕΡΟΓΕΝΗΣ ΦΥΤΡΩΣΗ ΣΥΜΜΕΤΕΧΟΥΣΩΝ ΦΑΣΕΩΝ $\gamma', \gamma'', \delta, \eta$

Η μαθηματική σχέση που εκφράζει το δυναμικό ετερογενούς φύτρωσης είναι σύμφωνα με τη διεθνή βιβλιογραφία ΔG (ετερογενούς) = $-A\Delta G_n + B'\gamma + C'\epsilon - \Delta G_D$

Στη σχέση αυτή όπως είναι γνωστό ο συμβολισμός ΔG_n εκπροσωπεί τη μεταβολή της ελεύθερης ενθαλπίας ανά μονάδα όγκου, ο συμβολισμός « γ » την διεπιφανειακή τάση που εισάγεται κατά τη φύτρωση λόγω αναντιστοιχίας πλεγμάτων, ο συμβολισμός « ϵ » την ενέργεια πλαστικής παραμόρφωσης στην διεπιφάνεια αυτή και τέλος ο ΔG_D την ενέργεια απαλειφόμενου σφάλματος [28, 36]. Όταν αναφέρουμε την ενέργεια απαλειφόμενου σφάλματος τη συσχετίζουμε με σημεία συσσώρευσης σφαλμάτων όπου καταλύεται η φύτρωση. Τέτοια σημεία με αύξουσα σημασία αποτελούν τα συσσωματώματα σημειακών σφαλμάτων, οι διαταραχές, τα όρια κόκκων, τα διφασικά όρια και οι ελεύθερες επιφάνειες του στερεού [77, 125]. Μόλις τα σφάλματα απαλειφτούν μερικά ή ολικά, η ενέργεια αυτή θα συνεισφέρει στην υπέρβαση της ενέργειας ενεργοποίησης για τη φύτρωση [119, 202].

Στα θερμοδυναμικά συστήματα που σκληραίνουν με κατακρήμνιση μέσω θερμικής κατεργασίας ομογενοποίησης–βαφής–γήρανσης, η γρήγορη βαφή επιτρέπει τη διατήρηση περίσσειας ποσότητας σημειακών σφαλμάτων στη θερμοκρασία περιβάλλοντος, η οποία θα υποβοηθήσει τόσο τη διάχυση του κραματικού στοιχείου στο πυρήνα του κατακρημνίσματος όσο και την ίδια τη φύτρωση [116, 208].

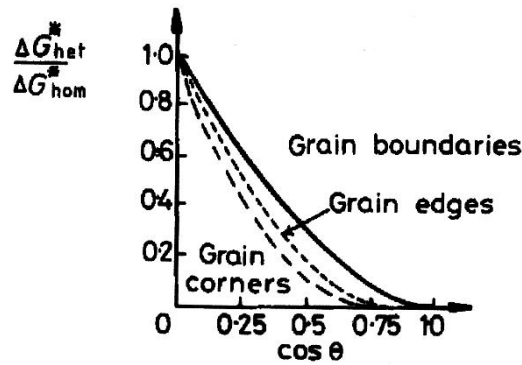
Επιπρόσθετα μερικά από τα πλεονάζοντα σημειακά σφάλματα που διατηρούνται στο κρυσταλλικό πλέγμα κατά τη βαφή, απαλείφονται στα όρια κόκκων και έτσι παρατηρείται απογύμνωση των ορίων κόκκων από κραματικά στοιχεία και κατακρημνίσματα (Particle Free Zones–Denuded Zones) [5, 19, 38].

Τέλος φύτρωση στα όρια κόκκων είναι αναμενόμενη σε πολλά μεταλλουργικά συστήματα λόγω υψηλής ενέργειας των ορίων κόκκων με υψηλή γωνία [116, 137]. Η ενέργεια των ορίων των κόκκων μηδενίζεται όταν σε αυτά συμβαίνει κατακρήμνιση είτε μεμονωμένα είτε συνδυαστικά των γ' , γ'' , δ και η φάσεων. Λόγω των χαμηλών σχετικά ενεργειών ορίων διδύμων, σε πολλά θερμοδυναμικά συστήματα ,δεν λειτουργούν ως ετερογενείς θέσεις για κατακρήμνιση. Τα υπερκράματα Ni όμως αναγράφονται μέσα στις βιβλιογραφικές εξαιρέσεις όπου φύτρωση σε όρια διδύμων συμβαίνει με πιθανότητα υψηλή αμέσως μετά τη φύτρωση σε όρια κόκκων υψηλής γωνίας [16, 38].

Εφόσον η κινητική ανάπτυξη κατακρημνισμάτων στα όρια κόκκων είναι ευαίσθητη συνάρτηση του βαθμού συνεκτικότητας/αναντιστοιχίας στο διαφασικό όριο, η μορφολογία ανάπτυξης κατακρημνισμάτων στα όρια κόκκων αντανακλά τη συμμετοχή συνεκτικών–μη συνεκτικών διεπιφανειών και θεωρείται ιδιαίτερα κρίσιμη σε πολυκραματικά συστήματα, όπως αυτό των υπερκραμάτων Ni [15, 72, 123]. Η κρίσιμη τιμή της ελεύθερης ενθαλπίας για να επέλθει φύτρωση δίδεται ακολούθως:

$$\Delta G^* = 16\pi\gamma_{\alpha\beta}^3 / 3 (\Delta G_{\nu} - \Delta G_{\gamma})^2 * 0,5(2 + \cos\theta) (1 - \cos\theta)^2.$$

Πρόσφατες έρευνες των Y. Desralles και M. Bouridi αναφέρονται σε ισχυρότερα κέντρα κατάλυσης της φύτρωσης από αυτά των ορίων κόκκων. Ισχυρά κέντρα κατάλυσης ενδεχομένως θεωρείται ότι αποτελούν κατά κύριο λόγο οι γωνίες των κόκκων (grain corners/quadruple points) και δευτερεύοντος οι κορυφές των κόκκων (grain edges/triple lines).



Πίνακας 6 Επίδραση γωνίας διαβροχής θ στην ενέργεια ενεργοποίησης ετερογενούς φύτρωσης σε όρια κόκκων σε συσχετισμό με την ομογενή φύτρωση (J. W. Cahn, Acta Metallurgica 4)

3.2 ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ γ' ΚΑΙ γ'' ΦΑΣΗΣ

Σύμφωνα με δημοσιεύσεις των I.M. Lifshitz και A. J. Ardell η κινητική κατακρήμνισης και των δύο φάσεων φαίνεται να ακολουθεί το μοντέλο του Avrami [18, 76]. Ο Avrami πρότεινε τη δεκαετία του 1960 μια θεωρία φύτρωσης και ισοθερμοκρασιακής ανάπτυξης για δεδομένες θέσεις κατάλυσης της φύτρωσης. Χρησιμοποιώντας την σκέψη του αθροιστικού κλάσματος όγκου Vf_a (άθροισμα κλασμάτων όγκου όλων των κατακρημνισμάτων) οι Avrami, Mehl, Johnson και Kolmogorov εξέφρασαν τη μεταβολή ως προς το κλάσμα όγκου φάσης a ως ακολούθως:

$$dVa = (1 - Va / V) V e_j$$

Όπου Va είναι το κλάσμα όγκου της φάσης a και V ο συνολικός όγκος.

Για μια τυχαία κατανομή κατακρημνισμάτων γ' ή γ'' η σχέση θα μπορούσε σύμφωνα με τους D. A. Paster και K. E. Easterling να μορφοποιηθεί ως ακολούθως:

$$Vf_{\gamma'} = 1 - \exp(-V e_{\gamma'} / V) \text{ και } V e_{\gamma''} = 1 - \exp(-V f_{\gamma''} / V)$$

Οι παράμετροι $V e_{\gamma'}$ και $V e_{\gamma''}$ υπολογίζονται με τη χρήση θεωρίας φύτρωσης και ανάπτυξης και με αγνόηση οποιουδήποτε φαινομένου αγκύρωσης. Αυτό επιδρά στον υπολογισμό των κλασμάτων όγκου ως εξής: $Vf_{\gamma'} = 1 - \exp(-2 \gamma' t^n)$ και $Vf_{\gamma''} = 1 -$

$\exp(-2\gamma''t^n)$. Η παράμετρος n λαμβάνει τιμές από 1 έως 4. Για μονοδιευθυντική ανάπτυξη λαμβάνουμε $1 < n < 2$, για ανάπτυξη σε δύο διευθύνσεις $2 < n < 3$ και για ανάπτυξη σε τρεις διευθύνσεις $3 < n < 4$. Η παράμετρος t^n εξαρτάται από το ρυθμό φύτρωσης και ανάπτυξης και αποτελεί ευαίσθητη συνάρτηση της θερμοκρασίας [48, 139, 225]. Το μοντέλο Avrami, σύμφωνα με τους R. Wagner και P. W. Voorhees μειονεκτεί ως προς το ότι δεν καταφέρνει να υπολογίσει την κατανομή μεγέθους κατακρημνισμάτων [17, 131, 201]. Σύμφωνα με τον ερευνητή N. Saunders, το κενό αυτό έρχεται να καλύψει ένα περισσότερο καινοτόμο μοντέλο αυτό των Gabb et al Model. Το μοντέλο αυτό δίνει ικανοποιητικές ενδείξεις και για το μέγεθος και για το κλάσμα όγκου γ' και γ'' κατακρημνισμάτων. Το μειονέκτημα που το χαρακτηρίζει είναι ότι περιγράφει τη κινητική κατακρήμνισης φάσεων που σχετίζονται μόνο με ένα στάδιο γήρανσης και όχι με πολλαπλότητα θερμικών κατεργασιών. Με βάση το τριμερές σύστημα Ni–Al–Ti υπολογίζεται το κλάσμα όγκου της γ' φάσης: $Vf_{\gamma'} = C_{\gamma'} (1 - \exp(-Q/2(1/T - 1/T_{\text{solvus}}))) / C_{\gamma'} - C_0 \exp(-q/2(1/T - 1/T_{\text{solvus}}))$

Όπου $C_{\gamma'}$: αθροιστική περιεκτικότητα Al + Ti στην γ' φάση, C_0 = αθροιστική περιεκτικότητα Al + Ti στο κράμα, Q : Ενέργεια ενεργοποίησης διάχυσης κατά Gibbs, T_{solvus} : θερμοκρασία solvus της γ'' .

Με βάση το τριμερές σύστημα Ni–Nb–Co υπολογίζεται το κλάσμα όγκου της γ'' φάσης: $Vf_{\gamma''} = C_{\gamma''} (1 - \exp(-Q/2(1/T - 1/T_{\text{solvus}}))) / C_{\gamma''} - C_0 \exp(-q/R(1/T - 1/T_{\text{solvus}}))$

Όπου $C_{\gamma''}$: αθροιστική περιεκτικότητα Nb+Co στη γ'' φάση, C_0 : Αθροιστική περιεκτικότητα Nb+Co στο κράμα, Q : ενέργεια ενεργοποίησης της διάχυσης κατά Gibbs, T_{solvus} : θερμοκρασία solvus γ'' φάσης [22, 77].

3.3 ΚΙΝΗΤΙΚΗ ΠΑΧΥΝΣΗΣ γ' ΚΑΙ γ'' ΦΑΣΗΣ (Ostwald ripening)

Ο μηχανισμός πάχυνσης κατακρημνισμάτων που ονομάζεται Ostwald ripening χαρακτηρίζεται από την ιδιάζουσα ανάπτυξη κατά την οποία τα ευμεγέθη κατακρημνίσματα, παχαίνουν περαιτέρω εις βάρος των λεπτομερών που σταδιακά εξαφανίζονται [4, 189, 196]. Η γενικευμένη μοντελοποίηση για τη κινητική αυτή

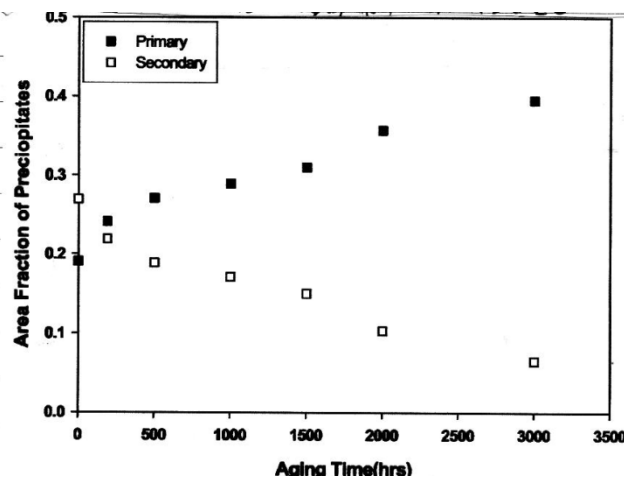
πάχυνσης κατακρημνισμάτων γ' και γ'' δίδεται από τους N. Saunders και A. P. Niodownik ως εξής:

$$dr/dt = 2D Ce \delta Vm / RTr(C\gamma' - Ce) (1/r_m - 1/r) (1+br) \text{ για την } \gamma' \text{ φάση και}$$

$$dr/dt = 2DCe \delta Vm / RTr(C\gamma'' - Ce) (1/r_m - 1/r) (1+br) \text{ για την } \gamma'' \text{ φάση}$$

όπου b είναι ένα διορθωτικός συντελεστής για επίδραση μεγάλων κλασμάτων όγκου κατακρήμνισης.

Παρατίθεται από δημοσιεύσεις των R. S. Noshtaghin και S. Asgari το διάγραμμα κινητικής κατακρήμνισης πρωτογενούς και δευτερογενούς γ' φάσης κατά τη διάρκεια ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού 850°C στο υπερκράμα IN 738LC [15, 47, 183].

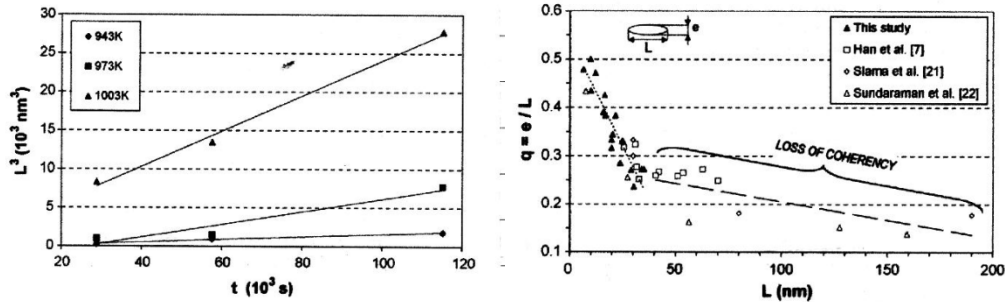


Πίνακας 7 διάγραμμα κινητικής κατακρήμνισης πρωτογενούς και δευτερογενούς γ' φάσης κατά τη διάρκεια ισοθερμοκρασιακού μετασχηματισμού 850°C στο υπερκράμα IN 738LC

Οι παραπάνω ερευνητές αναφέρουν ότι οι πειραματικές μελέτες κινητικής πάχυνσης πρωτογενούς και δευτερογενούς κατακρήμνισης γ' φάσης ακολουθεί ένα γραμμικό κανόνα (LSW θεωρία) με $K = 5,4 * 10^{-28} \text{m}^3/\text{s}$. Οι Dyson και Mcleann συμπληρώνουν ότι αν ληφθεί υπ' όψη μονάχα η πάχυνση πληθυσμού δευτερογενών κατακρημνισμάτων γ' , τότε το τελευταίο στάδιο της κινητικής αποκλίνει από τη γραμμικότητα [26, 177]. Τέλος μεταλλογραφική παρατήρηση σε ηλεκτρονικό

μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης από τους Okabe και Okamura καταλήγει στο συμπέρασμα ότι η απόκλιση από τη γραμμικότητα οφείλεται στις ελαστικές αλληλεπιδράσεις των κατακρημνισμάτων με τις συνεκτικές διεπιφάνειες.

Τέλος οι ερευνητές R. Malius, A. Pincan και A. Organista καταθέτουν βιβλιογραφικά τα ακόλουθα διαγράμματα:



Πίνακας 8 Ανάπτυξη διαμέτρου δισκοειδών γ'' κατακρημνισμάτων συναρτήσει χρόνου γήρανσης σε υπερκράμα INCONEL 718. Απώλεια συνεκτικότητας με τη μήτρα των κατακρημνισμάτων γ'' συναρτήσει της διαμέτρου τους σε INCONEL 718.

Από δημοσιεύσεις των A. Karunaranth και R. C. Reed λαμβάνεται η εξίσωση κινητικής που ελέγχει την μέσω διάχυσης για σφαιρικά κατακρημνίσματα [7, 19, 38, 106].

$$r^3 - r_0^3 = 8/9 [CeVm^2D/RT)t = Kt$$

Ενώ από δημοσιευμένες μελέτες των Ardell και Nicholson η ίδια σχέση για κυβοειδή κατακρημνίσματα λαμβάνει τη μορφή: [4, 27, 83, 132].

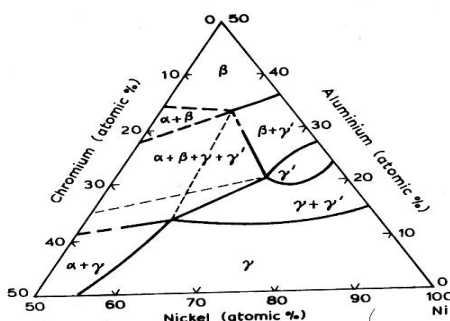
$$a^3 - a_0^3 = 64/9 \Gamma CeVm^2Dt/RT = K't$$

Όπου Γ : διεπιφανειακή ελεύθερη μεταξύ μήτρας και κατακρημνισμάτων

4 ΔΙΑΓΡΑΜΜΑΤΑ ΦΑΣΕΩΝ

Τα υπερκράματα Ni χαρακτηρίζονται από πολυπλοκότητα σύστασης καθώς περιέχουν μια ευρεία γκάμα κραματικών στοιχείων. Τυπικά στη διεθνή βιβλιογραφία εμφανίζοντας να περιέχουν Al, Co και πυρίμαχα μέταλλα όπως Cr, Ti, Mo, Hf, Ta ακόμη και C [19, 88, 206]. Αυτού του τύπου τα υπερκράματα αποτελούνται από γ μήτρα στερεού διαλύματος αντικατάστασης και ενδομεταλλικά κατακρημνίσματα τύπου $\gamma'(\text{Ni, Co})_3(\text{Nb, Ta, Ti, Al})$ και καρβιδίων. Ακόμη η ενδομεταλλική φάση β ενδεχόμενα να είναι παρούσα ακόμη και αν το υπερκράμα έχει σχεδιαστεί προς την αντίθετη κατεύθυνση. Το τριμερές σύστημα Ni–Al–Cr αποτελεί τη βάση για τη ρύθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων [123, 202]. Επιπρόσθετα διασαφηνίζει και το ρόλο της β φάσης (NiAl) ως συστατικού υπερκραμάτων Ni.

ΙΣΟΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΚΗ ΤΟΜΗ 1000C



Διάγραμμα 1 Τριμερές διάγραμμα Ni–Al–Cr όπου διακρίνονται οι περιοχές θερμοδυναμικής σταθερότητας των φάσεων γ , γ' , β και α . Η φάση α αποτελεί στερεό διάλυμα Cr.

Πραγματοποιούνται οι ακόλουθες αντιδράσεις: Διμερής περιτηκτική $L + \beta = \gamma'$ (1395°C).

Διμερής ευτηκτική: $L = \gamma + \gamma'$ (1383°C). Τριμερής περιτηκτική $L + \gamma' = \beta + \gamma$ (1340°C). Τριμερής

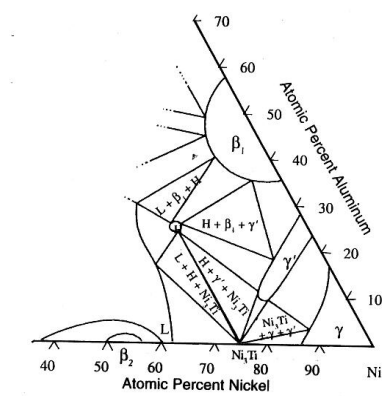
ευτηκτική $L = \alpha + \beta + \gamma$ (1320°C

).

Τα υπερκράματα Ni τυπικά δημιουργούν αρχικά στερεό διάλυμα γ κατά τη στερεοποίηση και συχνά περιέχουν ευτηκτικές μορφές $\gamma + \gamma'$. Κατεργάζονται θερμικά για να κατακρημνιστεί γ' φάση από την υπερκορεσμένη γ μήτρα. Ισοθερμοκρασιακές τομές στους 1000°C και 750°C σε διμερές σύστημα Al–Ni απεικονίζουν το μεγάλο εύρος σύστασης του ωστενιτικού τύπου στερεού διαλύματος γ και τη μείωση της διαλυτότητας του Al στο στερεό διάλυμα με την αύξηση της θερμοκρασίας. Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης στους 1000°C ενός κράματος με σύσταση 75% at Ni, 10% at Al και 15% at Cr, βαφή για υπερκορεσμό του στερεού διαλύματος γ και γήρανση στους 750°C προκαλεί λεπτομερή, πολυπληθή και ομοιογενής διεσπαρμένη κατακρήμνιση γ' φάσης [17, 72, 149].

Ο ρόλος του Ti μπορεί να εκτιμηθεί αν ληφθεί υπ' όψη το τριμερές διάγραμμα Ni–Al–Ti που περιέχει επιπρόσθετα την ενδομεταλλική φάση «η» Ni₃Ti. Επιπρόσθετα μπορεί να χρησιμοποιηθεί και το τετραμερές διάγραμμα φάσεων Ni–Cr–Al–Ti για 75% at Ni στους 750°C [111, 129]. Παρατηρείται ότι για ένα κράμα σύστασης όμοια με το Nimonic 80A (72Ni, 21Cr, 27Al και 2,5Ti% at) ο βρόχος στερεού διαλύματος γ διαστέλλεται για μεγαλύτερες περιεκτικότητες Al και Ti με την αύξηση της θερμοκρασίας. Έτσι το Nimonic 80A στους 1000°C βρίσκεται σε κατάσταση ομογενοποίησης. Μια σημαντική διαδικασία σε χυτά και διαμορφωμένα υπερκράματα Ni είναι η αύξηση κλάσματος όγκου γ' φάσης μέσω αύξησης αθροιστικής περιεκτικότητας Al+Ti.

ΙΣΟΘΕΡΜΙΚΡΑΣΙΑΚΗ ΤΟΜΗ 1150C



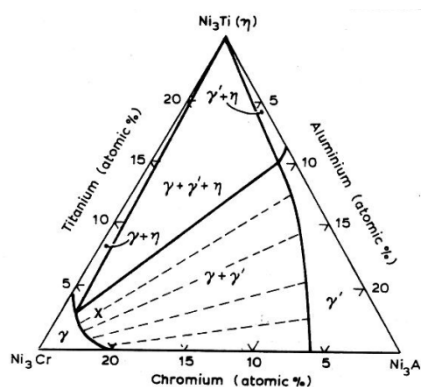
Διάγραμμα 2 Τριμερές σύστημα Ni–Al–Ti. Στο διάγραμμα αυτό διακρίνονται σύμφωνα με έρευνες των Lee, Nash, Zeng et al , περιοχές θερμοδυναμικής σταθερότητας των φάσεων: γ (solid solutions), $\gamma' = \text{Ni}_3\text{Al}$ (τήξη στους 1395°C), $\beta_1 = \text{NiAl}$ (τήξη στους 1638°C),

$\beta_2 = \text{NiTi}$ (τήξη στους 1310°C) ή NiTi (τήξη στους 1380°) και $\text{H} = \text{Ni}_2\text{AlTi}$ (σταδιακή τήξη) [6, 111, 124] (ASM International Materials Park).

Επιπρόσθετα μέσω δημοσιεύσεων των Willemin και Durand-Charre παρατηρείται η μεταβολή από την ευτηκτική $L = \gamma + \gamma'$ στην περιτηκτική αντίδραση $L + \gamma = \gamma'$ με αύξηση της περιεκτικότητας σε Ti [11, 17, 108].

Για να ληφθεί υπόψη η επίδραση και άλλων στοιχείων στη σύσταση των υπερκραμάτων πλήθος τριμερών και τετραμερών συστημάτων πρέπει να χρησιμοποιηθεί. Η επίδραση των πυρίμαχων μετάλλων στην διφασική περιοχή θερμοδυναμικής ισορροπίας γ' απεικονίζεται στα τριμερή συστήματα Ni-Al-Mo και Ni-Al-Hf [13, 131]. Η φύτρωση και ανάπτυξη σ φάσης προβλέπεται μέσω τριμερών και τετραμερών συστημάτων όπως Ni-Cr-Co και Ni-Cr-Co-Mo, ενώ ο σχηματισμός καρβιδίων από συστήματα όπως Ni-Cr-Mo-C [18, 125]. Ιδιαίτερα για τα υπερκράματα 3ης και 4ης γενιάς που γνωρίζουν ανάπτυξη σε αεροναυπηγικές εφαρμογές με προώθηση βιομηχανικών θερμοδυναμικών μοντέλων όπως PHACOMP και CALPHAD που χαρακτηρίζονται από μεγάλη επιτυχία ως προς τις θερμοδυναμικές προβλέψεις.

ΙΣΟΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΚΗ ΤΟΜΗ 750°C ΤΕΤΡΑΜΕΡΟΥΣ ΣΥΣΤΗΜΑΤΟΣ Ni - Cr
Ti - Al

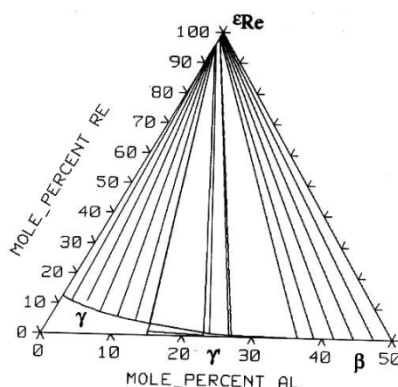


Διάγραμμα 3 Μελετάται το τμήμα θερμοδυναμικής ισορροπίας των φάσεων $\text{Ni}_3\text{Cr} - \text{Ni}_3\text{Ti} - \text{Ni}_3\text{Al}$. Το σημείο X απεικονίζει τη σύσταση του Nimonic 80 όπου έχουν πραγματοποιήσει μελέτες οι Willemin και Durayd-Charre.

Από έρευνες των B. Johnson, M. Schalin και M. Selleby τα κραματικά στοιχεία Co, Mo, W είναι αυτά που ευνοούν το σχηματισμό επιβλαβών φάσεων TCP ($\mu, \sigma, P, Laves$) στα υπερκράματα Ni. Μελετώντας το τριμερές σύστημα Ni – Cr – Mo, παρατηρούνται τρεις περιοχές θερμοδυναμικής σταθερότητας Topologically Closed Pacued φάσεων. Συγκεκριμένα μιλάμε για τις φάσεις σ, μ, P [7, 109]. Σε δημοσίευση του Raygharay, με ισοθερμοκρασιακή τομή στους 850°C του τετραμερούς συστήματος Ni – Co – Cr – Mo αναλύεται το γεγονός ότι η επιβλαβής φάση P απαντάται πιο σπάνια από τα μ , γιατί το Co τείνει να σταθεροποιήσει θερμοδυναμικά τη δεύτερη [1, 9, 34, 103].

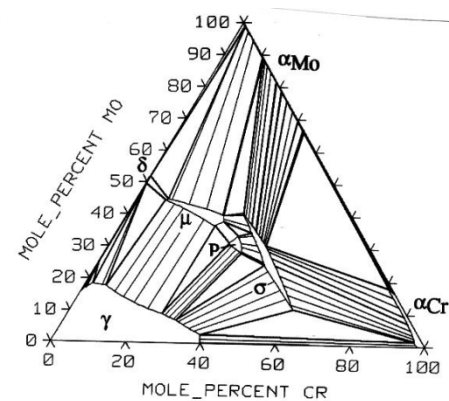
Τέλος σε μελέτες των J. Agren και N. Saunders διευκρινίζεται η επίδραση του Re στο τριμερές σύστημα Ni – Al – Re. Αναφέρεται ότι το Re αλληλεπιδρά με άλλα στοιχεία όπως το Ti και παρουσιάζει αυξανόμενη διαλυτότητα με τη θερμοκρασία όχι όμως τόσο όσο το W και ο C [13, 79]. Με μικρές προσθήκες Re αναμένεται κατακρήμνιση παρεμφερών σωματιδίων όταν η κατακρήμνιση γ' φάσης σε κλάσματα όγκου είναι υψηλή [18, 64]. Η παρατήρηση αυτή σχετίζεται είτε με τη συνάθροιση ατόμων Re (clustering) είτε με το μικροδιαφορισμό ατόμων Re σε συσσώρευση σφαλμάτων εντός στερεού διαλύματος γ [61, 72].

ΙΣΟΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΚΗ ΤΟΜΗ 1000°C, ΤΡΙΜΕΡΕΣ ΣΥΣΤΗΜΑ Ni - Al - Re



Διάγραμμα 4

ΙΣΟΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑΚΗ ΤΟΜΗ 850°C, ΤΡΙΜΕΡΕΣ ΣΥΣΤΗΜΑ Ni – Cr – Mo



Διάγραμμα 5

5 ΜΗΧΑΝΙΣΜΟΙ ΣΚΛΗΡΩΣΗΣ

5.1 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΣΤΕΡΕΟΥ ΔΙΑΛΥΜΑΤΟΣ ΑΝΤΙΚΑΤΑΣΤΑΣΗΣ

Γενικά στη βιβλιογραφία αναφέρεται ότι τα αρχικά υπερκράματα Ni που δημιουργήθηκαν για εφαρμογή σε αεριοθούμενες μηχανές ήταν κράματα κυρίως Ni-Cr. Το Ni και το Cr διαλύονται αμοιβαία σ' ένα στερεό διάλυμα ωστενιτικής δομής που ονομάζεται γ. Το Cr αυξάνει την αντίσταση σε οξείδωση και διάβρωση και ενισχύει τη σκλήρωση μέσω στερεού διαλύματος αντικατάστασης [7, 102, 203]. Άλλα κραματικά στοιχεία, όπως Al, W και Mo δρουν ως κυρίαρχα σταθεροποιητικά της σκλήρωσης με στερεό διάλυμα [11, 19]. Επιπρόσθετα Fe, V, Ti και Co μπορούν δευτερεύοντος να προστεθούν για να ενισχύσουν την αντοχή του κράματος μέσω σκλήρωσης στερεού διαλύματος [38, 76].

Αναφέρεται βιβλιογραφικά από τους J.W. Martin και L. M. Brown ότι ο βαθμός σκλήρωσης μέσω στοιχείων αντικατάστασης εξαρτάται από τη διαφορά μεγέθους

ατομικής ακτίνας του διαλύτη και των διαλυόμενων ατόμων. Μαθηματικά ο ρυθμός αύξησης της αντοχής συναρτήσει της σύστασης δίδεται από την ακόλουθη μοντελοποίηση: $dt/dc \propto (1/a - dc/da)^n$

Όπως ορίζονται ως t : διατμητική τάση, a : κρυσταλλική παράμετρος πλέγματος στερεού διαλύματος αντικατάστασης, c : συγκέντρωση του στοιχείου αντικατάστασης.

Οι διαταράξεις (distortions) στις ηλεκτρονικές δομές μπορούν να παρασταθούν μέσω της διαφοράς διατμητικού μέτρου των ατόμων του διαλύτη και του στοιχείου αντικατάστασης [19, 24]. Τα στοιχεία αντικατάστασης σύμφωνα με τους M. Schalin και M. Selleby προκαλούν συμμετρικές παραμορφώσεις του κρυσταλλικού πλέγματος του διαλύτη και κατά συνέπεια ήπια σκλήρωση. Η αθροιστική επίδραση των στοιχείων αντικατάστασης αποδεικνύεται πως επηρεάζει την αντοχή (G) με ένα παράγοντα ανάλογο προς την (συγκέντρωση) $1/2$ [21, 72, 123]. Σύμφωνα με δημοσιεύσεις των J. O. Wilson και A. Nillson, επειδή τα υπερκράματα Ni χαρακτηρίζονται ως πυκνά στερεά διαλύματα αντικατάστασης η προαναφερθείσα εξίσωση δεν μπορεί να υλοποιηθεί ως γραμμική εξάρτηση σκλήρωσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης με το ποσοστό ατομικής προσθήκης των στοιχείων αντικατάστασης όπως συμβαίνει στους χάλυβες. Ο μηχανισμός αυτός λοιπόν σχετίζεται με τη διαλυτοποίηση ατόμων εντός γ μήτρας ή γ' κατακρήμνισης. Τα άτομα αντικατάστασης επηρεάζουν τη τοπική διάταξη των ατόμων στο κόκκο, τη συσσώρευση σφαλμάτων της μήτρας, το τοπικό μέτρο ελαστικότητας και διάτμησης του κόκκου και τέλος περιορίζουν τη διάχυση των ατόμων.

Ακόμη σύμφωνα με τους ερευνητές T. Nishitama και I. Ohyuma, το όριο διαρροής μονοφασικής (γ matrix) υπερκράματος Ni μπορεί να υπολογιστεί μέσω της εξίσωσης Hall–Petch: $\sigma_y = \sigma_0 + kd^{1/2}$ όπου σ_y : συμβατικό όριο διαρροής, σ_0 : ενδογενής τάση ροής (Intrinsic flow stress), k : Συντελεστής Hall–Petch και d : μέσο μεγέθους κόκκου.

Προσπάθειες μέσω θερμοδυναμικού προγράμματος THERMOCALC πραγματοποιήθηκαν από τους G. L. ERICUSON και J. B. WAHL για την προσέγγιση της G_0 και του συντελεστή Hall –Petch [116, 205]. Από τη στιγμή που καθίσταται δυνατός ο προσδιορισμός του συμβατικού ορίου διαρροής, μπορούν πλέον να προσεγγισθούν μέσω διεθνούς βιβλιογραφίας και η τάση θραύσης και η σκληρότητα.

5.2 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΜΕΣΩ ΚΑΤΑΚΡΗΜΝΙΣΗΣ

Το 1944, Al και Ti προστέθηκαν στη μήτρα Ni–Cr για να δημιουργηθούν υπερκράματα σκληρυνόμενα με κατακρήμνιση [18, 46, 129]. Οι προσθήκες αυτές συμμετείχαν στο σχηματισμό μιας διατεταγμένης εδροκεντρωμένης κυβικής φάσης μέσα στην ωστενιτική γ μήτρα. Το αποτέλεσμα ήταν η φύτρωση της ενδομεταλλικής φάσης γ' (Ni, Co)₃ (Al, Ti, Ta, Nb) η οποία αποτελεί και το κύριο μηχανισμό ενίσχυσης της αντοχής σε ερπυσμό των περισσοτέρων υπερκραμάτων [15, 111]. Τα κατακρημνίσματα γ' φάσης είναι πολύ λεπτομερή, σφαιρικής ως και κυβοειδούς μορφολογίας, και καθίστανται παρατηρήσιμα με ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, μόνο όταν έχει επιτευχθεί το μέγιστο της καμπύλης γήρανσης του δεδομένου υλικού (peak-aged condition) [116, 139]. Η γ' φάση όπως και η ωστενιτική μήτρα αποτελεί ένα στερεό διάλυμα αντικατάστασης. Η παράμετρος πλέγματος και των δύο (γ και γ') εξαρτάται από τις κραματικές προσθήκες [11, 19, 128]. Η παράμετρος πλέγματος της γ' φάσης σύμφωνα με τους S. L. Maynay και V. Scetharamay μπορεί να διαφέρει μεταξύ διαφορετικών υπερκραμάτων αλλά και εκτός του ίδιου αν δεν χαρακτηρίζεται από μικρογραφική ομοιογένεια. Σύμφωνα με τους Prager και Shira το κλάσμα όγκου της γ' φάσης στα υπερκράματα Ni υπερβαίνει το 25% του συνόλου με αποτέλεσμα ακόμα και μικρές τροποποιήσεις των παραμέτρων πλέγματος των δύο φάσεων να επιφέρουν σημαντικές αλλαγές στη μορφολογία της κατακρήμνισης γ' φάσης [17, 35, 142].

Η αναντιστοιχία κρυσταλλικών πλεγμάτων μεταξύ γ matrix και γ' κατακρημνίσματος διαδραματίζει πολύ σημαντικό ρόλο για τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά του κατακρημνίσματος. Μικρή αναντιστοιχία πλεγμάτων προωθεί το σχηματισμό σφαιρικών κατακρημνισμάτων ενώ μεγάλη αναντιστοιχία πλεγμάτων το σχηματισμό κυβικών [175, 201]. Επιπρόσθετα η εφαρμογή εφελκυστικού τασικού πεδίου μπορεί να επηρεάσει τη μορφολογία των γ' κατακρημνισμάτων [186, 200]. Από έρευνες των Tien και Corlay προκύπτει ότι εφαρμογή εφελκυστικής τάσης κατά μήκος του άξονα [001] μετατρέπει τα κυβοειδή γ' σε πλακίδια παράλληλα στα [001] επίπεδο.

Η χρήση Nb ως υποκατάστατο του Al στα υπερκράματα, για προσθήκες μεγαλύτερες από 4% κβ, επιφέρει σκλήρωση μέσω άλλης ενδομεταλλικής φάσης. Η ενδομεταλλική αυτή συμβολίζεται γ'' (Ni, Co)₃ (Nb, Ta, Ti, Al) και χαρακτηρίζεται

από χωροκεντρωμένη τετραγωνική δομή [77, 108]. Κράματα όπως το Inconel 718 σκληραίνουν με τη συνδυασμένη κατακρήμνιση ενδομεταλλικών γ' και γ'' . Σύμφωνα με τους K. J. Gradwell και G. W. Lorimer επειδή τα υπερκράματα που σκληραίνουν με κατακρήμνιση μονάχα της γ'' φύσης και όχι της γ' , είναι υποδιαίστερα ως προς τη μηχανική αντοχή υψηλών θερμοκρασιών, χαρακτηρίζονται όμως από ικανοποιητικότερη συγκολλησιμότητα [19, 42].

Σύμφωνα με έρευνες των Moris και P. Roberts η σκλήρωση μέσω σωματιδίων δεύτερης φάσης εξαρτάται από το εάν τα σωματίδια αυτά είναι παραμορφώσιμα ή μη κατά τη διαρροή του κράματος. Τα παραμορφώσιμα σωματίδια, όπως είναι τα συνεκτικά κατακρημνίσματα, μπορούν να τμηθούν από τις διαταραχές [18, 36, 121]. Η διαδικασία αυτή οδηγεί σε σκλήρωση μέσω δημιουργίας συνεκτικού πεδίου παραμόρφωσης και σκλήρωση μέσω του έργου που δαπανάται από τις διαταραχές για να τμήσουνε τα κατακρημνίσματα [5, 15, 48]. Η σκλήρωση συνολικά οφείλεται στο έργο που δαπανάται για τη δημιουργία καινούργιων διεπιφανειών κατακρημνίσματος-μητρικού υλικού. Μαθηματικά η σκλήρωση από παραμορφώσιμα σωματίδια σχετίζεται με την κρίσιμη αναλύσιμη διατμητική τάση και για τα υπερκράματα Ni μέσω της ακόλουθης σχέσης: $\Delta z = k\delta^m g^n v^{1/2}$.

Όπου k: σταθερά που περιλαμβάνει διατμητικό μέτρο και δiάνυσμα burger, m και n: σταθερές και δ: παράμετρος αναντιστοιχίας κρυσταλλικών πλεγμάτων, g: κλάσμα όγκου κατακρημνίσματος και v: μέση ακτίνα σφαιρικού κατακρημνίσματος.

Η παραπάνω ανάλυση αφορούσε σε μετασταθή κατακρημνίσματα γ' και γ'' . Αν όμως αναφερθούμε στα μη παραμορφώσιμα κατακρημνίσματα ισορροπίας δ και η τότε διαταραχές δημιουργούν βρόχους (loop) μεταξύ των κατακρημνισμάτων [17, 132]. Ο Orowan ήταν αυτός που απέδειξε ότι η εφαρμοζόμενη τάση που απαιτείται είναι αντιστρόφως ανάλογη με το μεσοδιάστημα των κατακρημνισμάτων. Πρόσφατα ο Gladway επιβεβαίωσε τη σχέση μεταξύ κλάσματος όγκου κατακρημνισμάτων και μεγέθους αυτών, θεωρώντας ότι η εφαρμοζόμενη εφελκυστική τάση είναι διπλάσια από την διατμητική τάση [128, 136]. Σύμφωνα με τους Hargaster και Starne η γενικευμένη εξίσωση σκλήρωσης του Orowan για κατακρημνίσματα γ' σφαιρικού τύπου δίδεται ως ακολούθως: $\tau_p = 0,18G b/Ds (fv^{1/2} + 0,90fv + 2,25fv^{3/2}) \ln 0,79Ds /r_0$

Όπου f_v : κλάσμα όγκου κατακρημισμάτων, D_s : διάμετρος σφαιρικών κατακρημισμάτων και G : μέτρο διάτμησης.

Επιπρόσθετα η γενικευμένη εξίσωση σκλήρωσης του Oroway για κατακρήμιση γ' και γ'' δισκοειδών κατακρημισμάτων παράλληλα στον άξονα $\{100\}$ δίδεται ως εξής:

$$\tau_p = 0,13 G b / (D_p t_p)^{1/2} [f_v^{1/2} + 0,75 (D_p / t_p)^{1/2} f_v + 0,14 (D_p / t_p) f_v^{3/2}] \ln 0,079 D_p / r_0$$

Όπου D_p : διάμετρος πλακιδίων και t_p : πλακιδίων [19, 141]

Με βάση το ερευνητικό έργο των N. Saunders και A. P. Miodownik για υπερκράματα Ni που σκληραίνουν με κατακρήμιση γ' φάσης, οι διαταραχές διαδίδονται ως ζεύγη, διότι το «πέραςμα» ενός ζεύγους διαταραχών από τη γ μήτρα στο γ' κατακρήμισμα επιφέρει άριστη διάταξη παράλληλα στο επίπεδο $\{111\}$. Όταν τα κατακρημισματα είναι λεπτομερή η σκλήρωση επέρχεται από τη τάση που απαιτείται για να μετακινηθούν τα ζεύγη διαταραχών (dislocation pairs). Στην περίπτωση αυτή η πρώτη διαταραχή καμπυλώνει (bows out) και η δεύτερη παραμένει ευθύγραμμη [5, 148, 202]. Από δημοσιευμένες μελέτες των Brown και Ham η τάση διαρροής υπολογίζεται ως:

$$YSI = YSo + M \gamma_{APB} / 2b [\Phi (\gamma_{APB} f d / \tau)^{1/2} - f]$$

Όπου YSo : Συμβατικό όριο διαρροής λόγω σκλήρωσης στερεού διαλύματος, M : Παράγοντας Taylor που σχετίζει συμβατικό όριο διαρροής με κρίσιμη αναλυόμενη διατμητική τάση ($\sqrt{3}$ για εδροκεντρωμένες κυβικές δομές), γ_{APB} : διεπιφανειακή ενέργεια τοιχώματος αντίφασης στο επίπεδο $\{111\}$, b : διάνυσμα burger διαταραχής, d : διάμετρος κατακρημισματος, f : κλάσμα όγκου γ' φάσης, τ : γραμμή τάσης διαταραχής (line tension), Φ : αριθμητικός παράγοντας που εξαρτάται από μορφολογία κατακρημισματος (0,72 για σφαιρικά γ') [123, 221].

Οι Hither και Reppich μελέτησαν τη κατάσταση στην οποία πάνω από ένα κρίσιμο μέγεθος σφαιρικού κατακρημνίσματος η τάση διαρροής μειώνεται με την αύξηση του μεγέθους του. Δόθηκε ο ακόλουθος φορμαλισμός που περιγράφει το φαινόμενο:

$$YS2 = YSo + 1,72M \omega f^{1/2} / 2bd [1,28 \gamma_{APB} d/\omega\tau - 1]^{1/2}$$

Η παράμετρος w προσμετρά την απώθηση (repulsion) των διαταραχών διαμέσου των κατακρημνισμάτων και είναι εμπειρική. Για οποιοδήποτε μέγεθος σφαιρικού κατακρημνίσματος d , η τάση διαρροής καθορίζεται από τη χαμηλότερη εκ των δύο τάσεων $YS1$ και $YS2$, διότι οι διαταραχές θα προσπαθήσουν να μετακινηθούν διαμέσου του μηχανισμού εκείνου που τους επιφέρει την ελάχιστη δυνατή αντίσταση στην ολίσθηση (glide) [19, 27, 136]. Τα κατακρημνίσματα 2ης φάσης ($\gamma'-\gamma''$, καρβίδια, βορίδια) παρεμποδίζουν την πλαστική παραμόρφωση ορίων κόκκων και τη μετακίνηση αυτών ιδιαίτερα σε υψηλές θερμοκρασίες. Στα κατακρημνίσματα δευτερευουσών φάσεων ενδιαφέρει η ενδογενής αντοχή, η ολκιμότητα τους, το κλάσμα όγκου τους, το μέγεθος και η μορφολογία τους. Οι θερμικές κατεργασίες ελέγχουν το μέγεθος, το κλάσμα όγκου, τη διασπορά και τα μορφολογικά χαρακτηριστικά.

Ακόμη εστιάζοντας στις διαταραχές, με αναφορές του J. M. Oblar και S. L. Mannan διαφαίνεται ότι η σκλήρωση εκφράζεται μέσω της ακόλουθης σχέσης: $\sigma_f = \sigma_0 + k\sqrt{\rho}$ όπου ρ : πυκνότητα των διαταραχών, G_0 : τάση ροής που οφείλεται σε άλλους μηχανισμούς σκλήρωσης και k : σταθερά που περιλαμβάνει μέτρο διάτμησης και διάνυσμα burgers [25, 44, 119].

Τέλος οι W. Betteridge και J. Heslop αναφέρουν ότι η θερμοκρασία μετασχηματισμών φάσεων στα υπερκράματα Ni επηρεάζει όλους τους μηχανισμούς σκλήρωσης, συνήθως αυξάνοντας την επίδραση τους. Όσο χαμηλότερη η θερμοκρασία του μετασχηματισμού τόσο πιο λεπτόκοκκο το μέγεθος του προϊόντος μετασχηματισμού φάσεων, τόσο μεγαλύτερη η πυκνότητα των διαταραχών και τόσο μεγαλύτερη η τάση να κρατηθεί σε υπέρκορη κατάσταση η κραματική προσθήκη, άρα αύξηση σκλήρωσης λόγω στερεού διαλύματος αντικατάστασης [19, 132, 20B].

5.3 ΣΚΛΗΡΩΣΗ ΟΡΙΩΝ ΚΟΚΚΩΝ

Με βάση ερευνητικό έργο των W. S. Wlastoy και E. W. Ross, προσθήκες όπως C, Zr και B επιτυγχάνουν επιθυμητά χαρακτηριστικά ορίων κόκκων και βελτιώνουν την ολκιμότητα στις υψηλές θερμοκρασίες [15, 196, 211]. Το Zr και Hf λειτουργούν επίσης ως «τροποποιητές» ορίων κόκκων. Αυτά τα στοιχεία παρουσιάζουν αναντιστοιχία ατομικού μεγέθους με αυτά που μπορεί να δεχθεί η γ' μήτρα και διαφορίζονται στα όρια των κόκκων [8, 72, 146]. Οι ερευνητές A. Roger και P. Bastie θεωρούν ότι οι ανωτέρω προσθήκες επιφέρουν σκλήρωση γιατί πληρούν τα κενά στα όρια κόκκων και μειώνουν τους ρυθμούς διάχυσης στα εύκολα μονοπάτια (easy diffusion paths) διάχυσης των ορίων κόκκων [19, 141]. Είναι ακόμη κοινά αποδεκτό ότι το B διευκολύνει το συνδυασμό ολισθήσεων στα όρια κόκκων, είτε προωθώντας τη μεταφορά ολίσθησης διαμέσου του ορίου κόκκου είτε επαυξάνοντας τη γένεση διαταραχών στα όρια κόκκων [25, 129].

Σύμφωνα με τον ερευνητή Vismayathan ο κύριος τρόπος σκλήρωσης και σε υπερκράματα Ni είναι η διάτμηση κατακρημνισμάτων. Μεταλλογραφικά η πιστοποίηση γίνεται μέσω ύπαρξης κατατετημημένων (segmented) διαταραχών, που χαρακτηρίζονται από σχετική κίνηση μεταξύ κατατετημημένων τεμαχίων [8, 19, 25, 96]. Επίσης ταυτόχρονα πραγματοποιείται σχηματισμός διαφασικών διαταραχών στη διεπιφάνεια κατακρημνισμάτων και μήτρας, με χαρακτήρα κυρίως συνεκτικό και πιο σπάνια ημισυνεκτικό. Οι τάσεις που συγκεντρώνονται στις διαφασικές διεπιφάνειες (coherency strains), συμμετέχουν στη σκλήρωση του υλικού, καθώς τα τοπικά πεδία παραμορφώσεων και διαταραχών αποτελούν πρόσθετο εμπόδιο στη κίνηση των διαταραχών [11, 17, 22].

Όπως αναφέρθηκε σε αυξημένα στάδια γήρανσης τα κατακρημνίσματα μεγεθύνονται και οι διαταραχές αρχίζουν να κάμπτονται γύρω από αυτά. Ο μηχανισμός παράκαμψης των διαταραχών γύρω από τα κατακρημνίσματα ονομάζεται Orowan looping και οδηγεί σε επιπρόσθετη μεγέθυνση των σωματιδίων [24, 29]. Αρχικά η μεγέθυνση των σωματιδίων συνεισφέρει στη σκλήρωση του υλικού, διότι συνοδεύεται από μείωση συνεκτικότητας με τη μήτρα και επιπρόσθετη δημιουργία διαταραχών [28, 37, 40]. Σε ακόμα όμως πιο προχωρημένο στάδιο (υπεργήρανση) πραγματοποιείται σύμφυση των κατακρημνισμάτων, μείωση του αριθμού και της

πυκνότητας τους με συνεπαγόμενη μείωση στη παρεμπόδιση μετακίνησης των διαταραχών, δηλαδή μείωση σκληρότητας και μηχανικής αντοχής.

6 ΑΠΟΚΡΙΣΗ ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni

6.1 ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ

Σύμφωνα με τους Klarstrom και Srivastora τα υπερκράματα Ni που σκληραίνουν με γήρανση διατηρούν άριστες μηχανικές ιδιότητες στο θερμοκρασιακό εύρος 650–870oC. Μέχρι τους 650oC το υπερκράμα Inconel 718 χαρακτηρίζεται από τη μέγιστη αντοχή, ενώ τα Rene 41 και Waspaloy διατηρούν μέγιστη αντοχή στο εύρος 700–900oC [18, 72, 100]. Πάνω από τους 900oC η σκλήρωση με κατακρήμνιση δεν αποδίδει και η μηχανική αντοχή μειώνεται δραματικά. Το Waspaloy διαθέτει πιο ικανοποιητικές μηχανικές ιδιότητες από τα υπερκράματα με σκλήρωση στερεού διαλύματος αντικατάστασης όπως Hastelloy 25, 188, 230 και 276 [99, 108]. Με έρευνες των Norton και Lippold το υπερκράμα Waspaloy συναντά βιομηχανικές δυσκολίες λόγω των περιορισμών που παρουσιάζουν στη συγκολλησιμότητα. Σε ότι αφορά τα υπερκράματα με σκλήρωση στερεού διαλύματος αντικατάστασης σύμφωνα με τον Geslack αυτά που χαρακτηρίζονται από υψηλή περιεκτικότητα σε Co όπως Hastelloy 25 και 18 παρουσιάζουν άριστη αντοχή σε θραύση. Παρόλα αυτά περιορίζονται από την ελλιπή μεταλλουργική σταθερότητα σε υψηλή θερμοκρασία και το υψηλό κόστος [19, 131, 200]. Το υπερκράμα Hastelloy 230 διαθέτει υψηλή αντοχή σε θραύση στο θερμοκρασιακό διάστημα 760–980°C.

Στο σημείο αυτό προσδιορίζεται ότι η αντοχή σε εφελκυσμό υψηλών θερμοκρασιών εκφράζει την απόκριση των υπερκραμάτων για καταπονήσεις μικρής διάρκειας σε αντίθεση με τον ερπυσμό που προσεγγίζει έκθεση σε υψηλή θερμοκρασία για μεγάλη χρονική διάρκεια [4, 35, 142]. Με έρευνες των Miodownik και Saunders η εξέταση συμβατικού ορίου διαρροής συναρτήσεως της θερμοκρασίας $\sigma(T)$, αποδίδει μείωση αυτού με την αύξηση της θερμοκρασίας εφάμιλλη με αυτή των υπερωστενιτικών ανοξειδωτων χαλύβων. Η μοντελοποίηση που εκφράζει το φαινόμενο είναι εκθετικής μορφής: $\sigma(T) = \alpha + \beta \exp(Q/RT)$ όπου α και β είναι σταθερές σχετιζόμενες με τις

παραμέτρους Q και σ_{RT} (συμβατικό όριο διαρροής σε θερμοκρασία δωματίου) [77, 95]. Η παραπάνω σχέση αναφέρεται σε υπερκράματα σκληρυνόμενα με στερεό διάλυμα. Με τη κατακρήμνιση των γ' και γ'' ο μηχανισμός διαφοροποιείται καθώς η αντοχή της γ' βαίνει αύξουσα με τη θερμοκρασία μέχρι 800°C λόγω πολύπλοκων αλληλεπιδράσεων με διαταραχές. Η θερμοκρασία solvus της γ' φάσης καθορίζει και την περιοχή βέλτιστης απόκρισης σε ερπυσμό καθώς πραγματοποιείται πλήρης μετασχηματισμός σε γ φάση, αν η περιεκτικότητα σε Ti δεν είναι επαρκής για σχηματισμό μη αμελητέου κλάσματος όγκου η φάσης [12, 24, 135].

Σύμφωνα με τον R. D. Kissinger η διαλυτοποίηση των φάσεων γ' και γ'' πρέπει να λαμβάνεται υπόψη καθώς πριν την τελική θερμική κατεργασία ενδέχεται κλάσματα όγκου γ' και γ'' φάσεων κινητικά να «παγώσουν» (frozen in). Το παραπάνω φαινόμενο, καθώς ο συνολικός αριθμός γ' και γ'' κατακρημνισμάτων παραμένει σταθερός, παρατηρείται συρρίκνωση του μεγέθους τους με αύξηση της θερμοκρασίας [18, 43, 175].

6.2 ΑΝΤΙΣΤΑΣΗ ΣΕ ΟΞΕΙΔΩΣΗ

Υπερκράματα που αναπτύσσονται για εφαρμογές σε τουρμπίνες και εφαρμογές υψηλών θερμοκρασιών εξαρτώνται κυρίως από τη περιεκτικότητα σε Cr για την αντίσταση σε οξείδωση [18, 36, 141]. Τυπικές περιεκτικότητες Cr διαμορφώνονται από 16 ως 25% κβ. Μικρές προσθήκες Mn και Si ενισχύουν το σχηματισμό προστατευτικών σπινελίων. Σπάνιες γαίες όπως La προστίθενται στα Hastelloy 188, 556 και 230 για το περιορισμό οξείδωσης και «απολέπισης» [116, 123, 204].

Σύμφωνα με τους Srivastara και Weiss το υπερκράμα HAYNES 214 διαφέρει από τα υπόλοιπα καθώς σχηματίζει ένα προστατευτικό στρώμα Al_2O_3 λόγω της υψηλής περιεκτικότητας 4,5% Al. Άριστη πρόσφυση του οξειδίου αυτού επιτυγχάνεται με τη προσθήκη μικρής ποσότητας υτρίου [15, 43, 88]. Συγκρινόμενο με το Hastelloy X, το Hastelloy 230 παρουσιάζει τριπλάσια αντοχή σε οξείδωση. Το Hastelloy 214 παρά τη μέγιστη αντοχή του σε οξείδωση παρουσιάζει επιδεκτικότητα σε ρωγμάτωση κατά τη διάρκεια κατακρήμνισης στη συγκόλληση (strain age cracking) [99, 144]. Για το λόγο αυτό χρησιμοποιείται σε λεπτά φύλλα σε μη δομικά μέρη του αεροσκάφους που απαιτούν κυρίως αντίσταση σε οξείδωση υψηλών θερμοκρασιών.

6.3 ΘΕΡΜΙΚΗ ΣΤΑΘΕΡΟΤΗΤΑ (Thermal stability)

Η θερμική σταθερότητα αποτελεί σημαντικό κριτήριο για τα υπερκράματα υψηλών θερμοκρασιών λόγω της επιρροής της στη θερμομηχανική κόπωση. Η θερμική σταθερότητα αντανακλά την αντίσταση του υλικού στη διαβάθμιση της ολκιμότητας μετά από μακροχρόνια έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες [1, 88, 100]. Ο προσδιορισμός της θερμικής σταθερότητας πραγματοποιείται έμμεσα με τη μέτρηση της υπολειπομένης επιμήκυνσης σε εφελκυσμό θερμοκρασίας δοματίου. Τα υπερκράματα Hastelloy X και 625 υποφέρουν από διαβάθμιση ιδιοτήτων με την έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες [15, 42, 76]. Σύμφωνα με τον Lepkowski τα υπερκράματα αυτά σχηματίζουν επιβλαβείς φάσεις Laves, X, σ και μ. Στο υπερκράμα 625, το φαινόμενο αυτό σχετίζεται με τη παρουσία της φάσης Ni_3Cb . Το υπερκράμα Hastelloy 230 δεν χαρακτηρίζεται μικρογραφικά από επιβλαβείς φάσεις και η περιορισμένη μείωση της ολκιμότητας αποδίδεται στη κατακρήμνιση καρβιδίων τύπου $M_{23}C_6$ [73, 107, 111]. Η θερμική σταθερότητα των υπερκραμάτων είναι πολύ σημαντική για την ικανότητα λειτουργίας σε καυστήρες και μεγάλα χρονικά διαστήματα. Λόγω της έκθεσης σε υψηλές θερμοκρασίες με κυκλική εναλλαγή της φόρτισης, μείωση της ολκιμότητας οδηγεί σε μείωση της ζωής των υλικών σε θερμομηχανική κόπωση [19, 36].

6.4 ΕΡΠΥΣΜΟΣ (Creep)

Σύμφωνα με έρευνες των R. D. Kissinger, M. S. A. Karunaratne και B. A. Bontwell ο ερπυσμός ως φαινόμενο στα υπερκράματα Ni χαρακτηρίζεται από τρία κυρίαρχα στάδια: Στο πρώτο στάδιο, η διαμόρφωση πραγματοποιείται με επαναδιάταξη των διαταραχών. Στο δεύτερο στάδιο ενδοτράχυνση και ανακρυστάλλωση ολοκληρώνονται ενώ στο τρίτο στάδιο πολλαπλασιασμός ρυθμού καταστροφής και συνένωση κενού (void coalescence) πραγματοποιούνται [12, 141, 208].

Με δημοσίευση του C. J. Small και N. Saunders ο χρόνος για τη θραύση επηρεάζεται κυρίως από το δεύτερο στάδιο ερπυσμού: $\varepsilon = f(\sigma, T)$. Για σταθερή τάση σ δίδεται η σχέση $\varepsilon \propto \exp(-Q/RT)$ ενώ για σταθερή θερμοκρασία T η σχέση $\varepsilon \propto \sigma^n$ [5, 29, 202].

Θεωρώντας ότι $\varepsilon = A G^4 \exp(-Q/RT)$, οι ερευνητές Monkman και Grant απέδειξαν ότι ο ρυθμός ερπυσμού και ο χρόνος θραύσης χαρακτηρίζονται από γραμμικού τύπου συσχέτιση $\log tr + c \log \varepsilon = K$. Για ερπυσμό που χαρακτηρίζεται από σταθερή τάση προκύπτει από τη σχέση των Monkman και Grant ότι ισχύει:

$$\frac{Q}{R} = (\ln A - \ln \varepsilon_s) T \quad \text{ή} \quad \frac{Q}{R} = (\ln A - \ln M + \ln tr) T \quad \text{ή} \quad T (C + \log_{10} tr) = \frac{Q}{R} = f(\sigma)$$

Όπου $c = 20$ και ο χρόνος θραύσης σε ώρες

Σύμφωνα με αναφορές των Richard B. Grank και Bhandeshia οι αντοχές σε ερπυσμό και θραύση καθίστανται κυρίαρχες όταν το υλικό οφείλει να αντισταθεί σε συνδυασμό υψηλών θερμοκρασιών και τάσεων για μεγάλες χρονικές περιόδους. Σε υψηλές θερμοκρασίες, τα υπερκράματα παρουσιάζουν το φαινόμενο του ερπυσμού για τάσεις χαμηλότερες του συμβατικού ορίου διαρροής [11, 118, 209]. Τα υπερκράματα Ni χαρακτηρίζονται από υψηλότερη αντίσταση σε ερπυσμό από τους οστενιτικούς ανοξειδωτους χάλυβες, αλλά μπορεί να υποχωρήσουν σε ερπυσμό ακόμη και στους 540°C [15, 42, 136, 221]. Η αντοχή σε ερπυσμό αποτελεί μέτρο της αντίστασης σε θραύση παρουσία σταθερού φορτίου. Η ιδιότητα αυτή συνήθως εκφράζεται ως η τάση που θα αποδώσει ένα δεδομένο ποσοστό ερπυσμού (0,1%-1%) ή θραύση σε συγκεκριμένη χρονική διάρκεια (100 ως 100.000 ώρες). Οι τιμές που λαμβάνονται από τη δοκιμή ερπυσμού μπορεί να διαφέρουν μέχρι και 35% σε κάθε ομάδα υπερκραμάτων λόγω της διακύμανσης στη σύσταση, στις τεχνικές θερμής/ψυχρής διαμορφώσεις και στο είδος της θερμικής κατεργασίας [116, 148, 20]. Από δημοσιεύσεις των H. Leggett, J. C. Cook και O. E. Schwab, υπερκράματα όπως Pyromet 718 και Waspaloy χαρακτηρίζονται συχνά από ελαφρώς διαφοροποιημένες χημικές συστάσεις λόγω της απαίτησης βιομηχανικής απόκρισης αυτών σε δεδομένες κάθε φορά εφαρμογές. Υψηλές περιεκτικότητες Ti, Al και Nb που συμμετέχουν σε σκλήρωση με κατακρήμνιση αποδίδουν υψηλότερες αντοχές. Αντίστοιχα με θερμή η ψυχρή διαμόρφωση επιτυγχάνεται περισσότερο λεπτομερής μικροδομή η οποία

οδηγεί σε αύξηση του συμβατικού ορίου διαρροής σε εφελκυσμό αλλά και ενίοτε σε μείωση της δυσθραυστότητας [17, 49, 185]. Οι ερευνητές K. Marris και J. B. Wahl αναφέρουν ότι οι ιδιότητες των σκληρυνόμενων με γήρανση υπερκραμάτων εξαρτώνται από το είδος της θερμικής κατεργασίας. Τα υπερκράματα Pyromet Alloy X-750 και Waspaloy έχουν δύο προτιμητέες θερμικές εξαρτώμενες από το αν η εφαρμογή απαιτεί αντοχή σε μικρής διάρκειας δοκιμές εφελκυσμού και κόπωσης ή σε υψηλής χρονικής διάρκειας καταπονήσεις όπως ερπυσμός και δυσθραυστότητα [101, 183, 214]. Εκτός από τις βασικές μηχανικές ιδιότητες εφελκυσμού και ερπυσμού στα κριτήρια σχεδιασμού υπερκράματος οφείλει να συμμετέχει η αντίσταση σε κόπωση υψηλής ή χαμηλής συχνότητας, ο ρυθμός ανάπτυξης και διάδοσης ρωγμών αλλά και η τριβή [18, 27, 99, 113]. Σύμφωνα με τον K. A. Green η σκληρομέτρηση σε θερμοκρασία δωματίου αλλά και υψηλότερη θερμοκρασία αποτελεί έμμεσο τρόπο προσδιορισμού της αντοχής σε διαρροή και σε τριβή [115, 206]. Τέλος σύμφωνα με τους Stollof και Gibbons η αντοχή σε κόπωση των υπερκραμάτων αυτών λαμβάνει τιμές 35-38% του ορίου θραύσης τους σε εφελκυσμό.

Επιπρόσθετα οι ερευνητές A. P. Miodownik , N. Saunders και J. P. Schille καταθέτουν μια φόρμουλα για το ρυθμό ερπυσμού στο 2^ο στάδιο σχετιζόμενο με τη παράμετρο back stress και τη σημειακή συσσώρευση σφαλμάτων (γ_{sfe}). Η σχέση που αποδίδει το ρυθμό ερπυσμού στο δεύτερο στάδιο είναι η ακόλουθη: $\dot{\epsilon} = A \text{ Deff} (\gamma_{sfe}/Gb)^m (\sigma - \sigma_0/E)^n$, όπου A σταθερά εξαρτώμενη από το υλικό, Deff συντελεστής διάχυσης, γ_{sfe} ενέργεια σημειακής συσσώρευσης σφαλμάτων μήτρας στη θερμοκρασία ερπυσμού, b το διάνυσμα Burger, G η εφαρμοζόμενη τάση, G_0 η παράμετρος «back stress», G και E το μέτρο διάτμησης και μέτρο του Young της γ' μήτρας στη θερμοκρασία ερπυσμού. Η παράμετρος G_0 προσδιορίστηκε σύμφωνα με έρευνες των Lagneborg και Bergman ως $\sigma_0 = 0,75 \sigma$ για $\sigma < 4\sigma_p/3$ (όπου σ_p η κρίσιμη τιμή της back stress σ_0 λόγω σκλήρωσης μέσω κατακρήμνισης και $\sigma_0 = \sigma_p$ όταν $\sigma > 4\sigma_p/3$) [19, 46, 128, 209]. Αρχικά μέσα από δημοσιεύσεις του Miodownik λαμβάνεται υπ' όψη η συνεισφορά στη διάχυση της παραμέτρου Dpipe διάχυση μέσω διαύλων (pipe diffusion) ενώ μια διετία αργότερα οι Grays και Knowles μιλούν για διάχυση διαμέσου κρυστάλλων Dlatt (lattice diffusion) [79, 93, 104]. Η τελευταία συνεισφορά φαίνεται σημαντική σε χαμηλές θερμοκρασίες και υψηλές τάσεις. Στα κατακρήμνισματα υπερκραμάτων Ni σημειώνεται από τους A. Roger και P. Bastie ότι η G_0 υπολογίζεται από τη συνεισφορά στη σκλήρωση των γ' και γ'' και η γ_{sfe} στη

θερμοκρασία ερπυσμού από τη διαφορά της ενέργειας κατά Gibbs μεταξύ των δομών FCC και HCP [9, 111, 208]. Από τους E. Gud και E.A. Logia δίδεται η συσχέτιση μεταξύ ρυθμού ερπυσμού 2^{ου} σταδίου και δυσθραυστότητας $t_r = \alpha \beta$ όπου t_r είναι ο χρόνος μέχρι τη θραύση και α, β , εμπειρικές σταθερές. Σε αυξημένες θερμοκρασίες η πάχυνση των κατακρημνισμάτων αποδίδει μείωση της τάσης σ_0 και αύξηση του ρυθμού ερπυσμού 2^{ου} σταδίου.

6.5 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΙΜΟΤΗΤΑ ΔΙΑΜΟΡΦΩΜΕΝΩΝ

ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni

Πολλά υλικά που συμμετέχουν στη κατασκευή τουρμπινών βασίζονται στη συγκολλησιμότητα τους. Έτσι λοιπόν η συγκολλησιμότητα οφείλει να λαμβάνεται υπόψη στη κατασκευή, το σχεδιασμό και τη λειτουργία. Τις περασμένες δεκαετίες αναπτύχθηκαν υπερκράματα με εξαιρετική μηχανική αντοχή σε υψηλές θερμοκρασίες και αντίσταση σε οξειδωση των οποίων όμως η χρήση περιορίστηκε λόγω της μειωμένης συγκολλησιμότητας [15, 42, 79]. Όπως έχει αναφερθεί το Rene 41 αποτελεί το διαμορφωμένο υπερκράμα με τη μέγιστη μηχανική αντοχή στο θερμοκρασιακό εύρος 700–900°C. Το Rene 41 χρησιμοποιήθηκε με επιτυχία σε εύρος εφαρμογών, περιοριζόμενο όμως πολλές φορές από την επιδεκτικότητα του σε ρωγμάτωση κατά τις θερμικές κατεργασίες μετά τη συγκόλληση (strain age cracking) [83, 105, 209]. Η ρωγμάτωση για το δεδομένο υλικό αποτελούσε πρόβλημα και κατά τη διαδικασία παραγωγής με αποτέλεσμα το αυξημένο κόστος. Έτσι λοιπόν το Hasteloy 263 αντικατέστησε με το χρόνο το Rene 41, χάρη στη βελτιωμένη του παραγωγικότητα παρά τη μειωμένη μηχανική αντοχή [119, 152, 203]. Στο σχεδιασμό νέων υπερκραμάτων είναι φανερό ότι απαιτείται εκτός από τη βέλτιστη απόδοση κατά τη λειτουργία, ευκολία συγκόλλησης και παραγωγής για την άμεση εφαρμογή του σε λογικά κόστη. Σύμφωνα με τους H. Tamaki και A. Yoshimari τα κύρια και πιο συνήθη προβλήματα κατά τη συγκόλληση υπερκραμάτων είναι τα επονομαζόμενα strain age cracking, liquation cracking, solidification cracking και post weld heat treatment cracking [126, 142, 178]. Ειδικές μοντελοποιήσεις αναπτύχθηκαν με το

πέρασμα του χρόνου ώστε να ποσοτικοποιήσουν την αντίσταση στη ρωγμάτωση πάσης φύσης των υπερκραμάτων.

Παρ' όλα αυτά ο τομέας των συγκολλήσεων αποτελεί μέχρι σήμερα το οικονομικότερο μέσο σύνδεσης με ελάχιστη προσαύξηση βάρους και αύξηση ορίων λειτουργικότητας. Οι τεχνικές συγκόλλησης βασιζόμενες σε διάχυση περικλείουν τήξη και επαναστερεοποίηση του μετάλλου στη σύνδεση. Αυτό έχει συνέπειες μεταλλουργικές αλλά και κατασκευαστικές οι οποίες θα αναλυθούν παρακάτω.

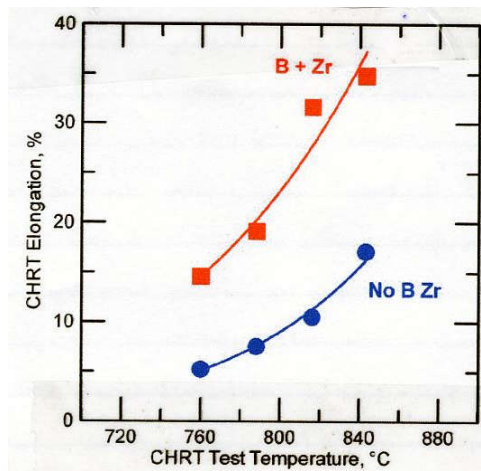
6.5.1 Strain age cracking

Το φαινόμενο strain age cracking αποτελεί έναν τύπο ρηγμάτωσης κατά τη διάρκεια θερμικής κατεργασίας μετά τη συγκόλληση που πραγματοποιείται σε υπερκράματα σκληρυνόμενα με γήρανση. Αυτός ο τύπος θραύσης πραγματοποιείται στη στερεά κατάσταση και ακολουθεί συνήθως ένα περικρυσταλλικό μονοπάτι θραύσης [18, 52, 73, 164]. Σύμφωνα με τον ερευνητή W. S. Walston η ρωγμάτωση μπορεί να συσχετιστεί με τη θερμική επηρεασμένη ζώνη όσο και με τη ζώνη συγκόλλησης και το μέταλλο βάσης [162, 189]. Με αναφορές των K. S. O' Mara και E. W. Ross κράματα που περιέχουν υψηλό λόγο Ti/Al και σκληραίνονται μέσω κατακρήμνισης της γ' φάσης (Ni, Co, Cr)₃ (Al, Ti, Cr, Mo, Nb) είναι ιδιαίτερα επιδεικτικά στη ρωγμάτωση αυτού του τύπου [18, 59, 123]. Τα υλικά αυτά παρουσιάζουν περιορισμένη ολκιμότητα κατά τη διάρκεια των διακριτών σταδίων σκλήρυνσης με κατακρήμνιση. Ο K. Kageyama αναφέρει ότι η επιδεικτικότητα των υπερκραμάτων αυτών σε ρωγμάτωση βαίνει αύξουσα και με την αύξηση της αθροιστικής ποσοστιαίας συμμετοχής Al + Ti % at [105, 113, 172]. Τα υπερκράματα Rene 41 και Waspaloy αναφέρουν οι H. Tamaki και S. Nakamura ότι είναι επιδεικτικά σ' αυτό το τύπο ρηγμάτωσης αλλά παρουσιάζονται επιτυχώς συγκολλησιμα σε πολλές εφαρμογές, ειδικά σε μορφή φύλλων μικρού πάχους. Υπερκράματα με υψηλότερη ποσοστιαία συμμετοχή σε Al και Ti από τα δύο προαναφερθέντα δεν διατίθενται ως διαμορφώσιμα και είναι δύσκολο να συγκολληθούν χωρίς ρωγμάτωση [113, 108, 172]. Υπερκράματα που περιέχουν Nb όπως το Inconel 718 είναι περισσότερο ανθεκτικά στη ρωγμάτωση από αυτά που σκληραίνουν μόνο μέσω Al και Ti [11, 72, 158].

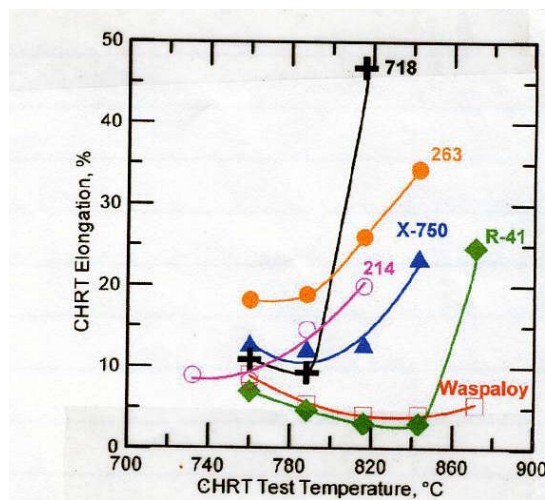
Πειραματικές μέθοδοι εξέτασης για την επιδεκτικότητα υπερκραμάτων Ni σε strain age cracking σύμφωνα με τους E. W. Ross και T. M. Pollock ομαδοποιήθηκαν σε δύο κατηγορίες: τεστ συγκολλημένων τεμαχίων σε παραμορφωτικά πεδία (restrained weldment tests) και τεστ μηχανικών ιδιοτήτων. Στη πρώτη κατηγορία ένα συγκολλημένο τεμάχιο τίθεται υπό τασικό πεδίο που προσομοιάζει αυτό της διαδικασίας παραγωγής και μετά κατεργάζεται θερμικά και μελετάται τελικά ως προς τη ρωγμάτωση. Στη δεύτερη κατηγορία προσμετρούνται μηχανικές ιδιότητες που θεωρούνται ότι είναι ενδεικτικές για τη συμπεριφορά σε strain age cracking. Η κατηγορία αυτή δίδει ποσοτικοποιημένα αποτελέσματα και χαρακτηρίζεται ως οικονομική όμως είναι αμφιλεγόμενη η ρεαλιστική απόκριση της για τη ρωγμάτωση υπό πραγματικές παραγωγικές συνθήκες [9, 12, 35, 99].

Από δημοσιεύσεις των P. Caron και A. D. Cetal ένα από τα πιο αξιόπιστα και οικονομικά τεστ φαίνεται να είναι αυτό του ελεγχόμενου ρυθμού θέρμανσης (controlled heating rate test CHRT) που αναπτύχθηκε στην Rocuetdyne στα τέλη της δεκαετίας του 1960 [20, 84, 123, 156]. Πρόκειται για τη θέρμανση ενός φύλλου που εφελκύεται με ρυθμό 14–17mm/min για δεδομένο εύρος θερμοκρασίας, αφήνοντας το δείγμα να αστοχήσει και να καταμετρηθεί η αντίστοιχη επιμήκυνση. Συνήθως η παραπάνω διαδικασία πραγματοποιείται σε θερμοκρασιακό εύρος 700–900°C και το ελάχιστο της ολκιμότητας στο εύρος αυτό αποτελεί το μέτρο της επιδεκτικότητας σε ρωγμάτωση του συγκεκριμένου κράματος για τη δεδομένη θερμική κατεργασία [92, 105, 201]. Οι Fawley και Prager εκτίμησαν διάφορες μηχανικές μεθόδους και κατέληξαν ότι η CHRT δίδει τα πιο αξιόπιστα και οικονομικά αποτελέσματα.

Οι J. X. Zhang και T. Murakuma μελέτησαν την εφαρμογή της CHRT για να προσδιορίσουν το εύρος ρηγμάτωσης σε δοκίμια Rene 41 που έχουν υποστεί διάφορα είδη θερμικών και σε διάφορες ατμόσφαιρες. Έλεγχος σε προστατευτική ατμόσφαιρα ή υπό κενό έδειξε να ευνοεί την αντίσταση στην ρωγμάτωση [28, 41, 116]. Όμως η πιο σημαντική παράμετρος που καθορίζει την αντίσταση διαφόρων θερμικά κατεργασμένων Rene 41 στη ρωγμάτωση βρέθηκε να είναι το μέγεθος κόκκου. Η επιδεκτικότητα σε ρωγμάτωση αυξάνει με μια πολυωνυμική σχέση 3^{ου} βαθμού με την αύξηση του μεγέθους κόκκου [19, 72, 156]. Η επίδραση του ελέγχου μεγέθους κόκκου, θερμικής κατεργασίας και προστατευτικής ατμόσφαιρας για τον έλεγχο του φαινόμενου strain age cracking προσδιορίστηκε σε κλίμακα παραγωγική αργότερα στην Racuetdyne.



Διάγραμμα 6 Επίδραση προσθήκης B και Zr στην αντίσταση σε strain age cracking του Hastelloy 214, μέσω της μεθόδου CHRT .



Διάγραμμα 7 Μέτρηση επιδεκτικότητας εμπορικών κραμάτων σε strain age cracking μέσω της μεθόδου CHRT.



Εικόνα 11 Strain age cracking σε προσομοιωμένη επιδιορθωτική συγκόλληση στο Rene 41

Είναι προφανές ότι η επιδεκτικότητα σε ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση συγκόλλησης υπερκράματος Ni αυξάνει με την αύξηση αθροιστικής συμμετοχής στοιχείων που συμμετέχουν στο σχηματισμό γ' φάσης από Al, Ti, Nb και Ta σε ατομική κλίμακα. Σύμφωνα με τον J. Heslop υπερκράματα που βασίζονται κυρίως στο Nb για τη σκλήρωση, όπως Inconel 718, ανακτούν την ολκιμότητα τους πολύ γρηγορότερα αυξανόμενης της θερμοκρασίας από υπερκράματα που σκληραίνουν μονοσήμαντα μέσω συμμετοχής Al και Ti [111, 208]. Επιπρόσθετα υπερκράματα που ανταποκρίνονται θετικά στη μέθοδο CHRT παρουσιάζουν ικανοποιητικά χαρακτηριστικά κατά τη θερμή διαμόρφωση, καθώς διατηρούν εύλογη ολκιμότητα σε μεγάλο εύρος θερμοκρασιών [23, 78, 127]. Τα παραπάνω φυσικά προωθούν εύλογα κόστη κατά τη διάρκεια παρασκευής.

6.5.2 Ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση (solidification cracking)

Το φαινόμενο αυτό παρατηρείται όταν οι παραμορφώσεις κατά τη στερεοποίηση υπερβαίνουν τα όρια ολκιμότητας του στερεοποιημένου συγκολλημένου μετάλλου εξαιτίας σχηματισμού ευτηκτικών υγρών film (low melting point liquid films) περιμετρικά των στερεοποιούμενων ορίων κόκκων [19, 32, 117]. Σύμφωνα με τον K. Sabe αυτός ο τύπος ρηγματώσης γνωστός και ως θερμή ρωγμάτωση, συνήθως παρουσιάζεται κατά μήκος του κεντρικού πάσου της συγκόλλησης [48, 57, 129]. Η θερμή ρωγμάτωση αναφέρει ο T. Ohno σχετίζεται με τη συμμετοχή θείου στη ζώνη διάχυσης ή με τη συμμετοχή ευτηκτικών μετάλλων. Παρόλα' αυτά οι T. M. Pollock και W. H. Murphus αναφέρουν περιπτώσεις ρηγματώσης κατά τη στερεοποίηση να διακυμαίνονται ανάλογα με τη χημική σύσταση. Κράματα ανθεκτικά στις υψηλές θερμοκρασίες περιέχουν συχνά στοιχεία όπως Nb, Si, B, ή Zr που μπορούν να παρεμποδίσουν υπό συγκεκριμένες συνθήκες τη θερμή ρωγμάτωση [111, 175, 201].

Συνολικά με δημοσιεύσεις των Tawancy, Maroef και Edwards ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση φαίνεται να συμβαίνει μονάχα στη ζώνη διάχυσης των συγκολλήσεων. Οι δύο πρωταρχικές συνθήκες για την έναρξη της ρηγματώσης αυτής είναι η «επιδεκτική» μικροδομή και η εκ νέου παραμόρφωση (restraint) [21, 38, 106]. Βιβλιογραφικά παρατηρούνται διάφορες θεωρίες για το μηχανισμό που υπεισέρχεται του φαινομένου solidification cracking. Επειδή η συγκόλληση είναι μια διαδικασία εκτός ισορροπίας, ευτηκτικές ενώσεις δύναται να σχηματιστούν κατά τη διάρκεια της απόψυξης [15, 42, 174]. Τότε υγρά φιλμ περιβάλλουν τα στερεοποιούμενα όρια κόκκων (solidification Grain Boundaries SGB) και τα στερεοποιούμενα υποόρια κόκκων (Solidification Subgrain Boundaries SSGB). Η παραμόρφωση που επενεργεί κατά τη διαδικασία της απόψυξης ή ακόμη και από εξωτερικά φορτία προκαλεί ρηγματώσεις «απομακρύνοντας» τα όρια κόκκων που διαβρέχονται περιμετρικά από υγρά film [38, 99, 111, 200]. Όταν λοιπόν το υπερκράμα αποψυχθεί κάτω από τη θερμοκρασία στερεοποίησης, δύναται να παρατηρηθούν πολλαπλές ρηγματώσεις σε όρια και υποόρια κόκκων. Η επιφάνεια θραύσης σύμφωνα με τους Tawancy και Maroef χαρακτηρίζεται είτε από κυτταροειδή είτε από δενδριτική μορφολογία και μπορεί να συνοδεύεται ή όχι από συμμετοχή υγρών φιλμ.

Υπάρχουν με βάση δημοσιεύσεις των H. Tamaki και S. Nakamura δύο μέθοδοι προσδιορισμού της επιδεκτικότητας υπερκράματων Ni σε ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση [26, 48, 151, 191]. Η πρώτη ονομάζεται varestraint test που χρησιμοποιεί ως κρίσιμη παράμετρο το μέγιστο μήκος ρωγμής που πιστεύεται ότι

αντιστοιχεί μονοσήμαντα στο θερμοκρασιακό εύρος στερεοποίησης του εκάστοτε υπερκράματος.

Η δεύτερη χαρακτηρίζεται ως sigma jigg test και αναπτύχθηκε μεταγενέστερα της varestraint test. Η μέθοδος αυτή χαρακτηρίζεται κυρίως από τη κρίσιμη βαθμίδα τάσης [19, 44, 185]. Υψηλότερη τιμή κρίσιμης τάσης επιδεικνύει μεγαλύτερη αντίσταση σε ρηγματώσεις. Βιβλιογραφικά πάντως αναφέρεται ότι για το ίδιο υλικό οι δύο μέθοδοι δεν αποδίδουν επακριβώς τα ίδια αποτελέσματα. Οι ερευνητές Maroef, Lug και Herchenroeder χρησιμοποίησαν τις δύο αυτές μεθόδους για να προσδιορίσουν την επιρροή του Si και του Fe στη ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση στο υπερκράμα Waspaloy. Και οι δύο μέθοδοι κατέδειξαν την επιβλαβή δράση του Si, όμως ενώ η τεχνική varestraint κατέληξε σε ελαφρά επιβλαβή δράση του Fe, η τεχνική Sigma jigg συμπέρανε ελαφρά ευεργετική επίδραση του Fe για το ίδιο κράμα [110, 134, 209].

Σε αναφορές των Rowe και Edwards στοιχεία τα οποία ευνοούν τη ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση υπερκρμαμάτων Ni περιέχουν το Si, B, Zr, Nb, S και P. Η εξαιρετική επιβλαβής δράση του S και P είναι ξεκάθαρη και γι' αυτό τα παραπάνω στοιχεία είναι πολύ αυστηρά ελεγχόμενα σε χαμηλά επίπεδα στο σχεδιασμό μοντέρνων υπερκρμαμάτων [5, 7]. Παρ' όλα αυτά στοιχεία όπως το B, Zr, Si και Nb καθίστανται ανεκτά σε μερικά υπερκράματα Ni λόγω της ευεργετικής τους επίδρασης σε άλλες ιδιότητες πλην της συγκολλησιμότητας [9, 80, 128].

Από δημοσιεύσεις των N. Saunders και A. P. Miodownik τα υπερκράματα Ni που χαρακτηρίζονται ως αυθεντικά στην διάβρωση Hastelloy C2000, Hastelloy C276 και Hastelloy B-3 παρουσιάζουν και άριστη αντίσταση στη ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση [19, 36, 121]. Αντίθετα τα υπερκράματα που διατηρούν ικανοποιητικές ιδιότητες σε πολύ υψηλές θερμοκρασίες είναι πολύ περισσότερο επιδεκτικά από τα προαναφερθέντα λόγω της σημαντικής προσθήκης B και Zr στο Rene 41 και Waspaloy, Nb στο Inconel 625 και Si στο Udimet 180 [15, 49, 88, 179]. Οι παραπάνω προσθήκες κρίνονται επιβλαβείς ως προς τη συγκολλησιμότητα αλλά και ευεργετικές σε ιδιότητες που απαιτούνται για τη διατήρηση ιδιοτήτων σε υψηλές θερμοκρασίες κατά τη διάρκεια λειτουργίας υπερκρμαμάτων Ni.

6.5.3 Liquation cracking

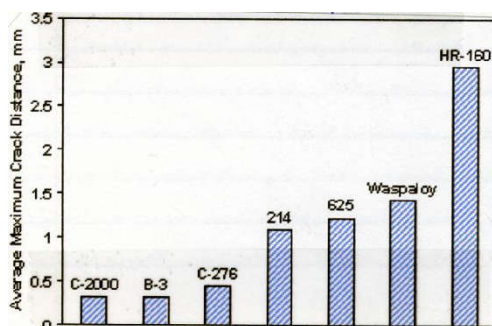
Το παραπάνω φαινόμενο όπως το όνομα υποδηλώνει, σχετίζεται με τη παρουσία υγρών φιλμ. Σύμφωνα με αναφορά των E. W. Ross και T. M. Pollock η διαφοροποίηση μεταξύ liquation cracking και Solidification cracking έγκειται στο γεγονός ότι η πρώτη δεν πραγματοποιείται σε σημεία όπου το υλικό υπέστη τήξη και επαναστερεοποίηση. Τα υγρά αυτά film διαβρέχουν όρια κόκκων μονάχα της θερμικά επηρεασμένης ζώνης που βρίσκονται γειτονικά της ζώνης διάχυσης [112, 136, 207]. Η μεταθέρμανση των συγκολλημένων υπερκράματων Ni προκαλεί το σχηματισμό υγρών φιλμ στα όρια κόκκων μέσω ενός εκ των δύο μηχανισμών που αναπτύσσονται ακολούθως από τους E. GUD και E. A. Loria. Υπερκράματα Ni με συνεισφορά φάσεων εντός της ωστενιτικής μήτρας παρουσιάζουν «στοιχειακή τήξη» (constitutional liquation), η οποία σχετίζεται με το σχηματισμό ευτηκτικού φιλμ στη διεπιφάνεια επαφής μήτρας- κατακρημνίσματος χωρίς την επενέργεια τήξης του κατακρημνίσματος [4, 149, 208]. Το υγρό φιλμ αγκυρώνεται και διεισδύει μετακινώντας τα όρια κόκκου. Ο παραπάνω μηχανισμός ονομάστηκε από τον A. Yoshiyari ως μηχανισμός διείσδυσης (penetration mechanism). Ο δεύτερος μηχανισμός σύμφωνα με τους Cieslacu, J. Stephens αφορά στον μικροδιαφορισμό ακαθαρσιών στα όρια κόκκων, τα οποία σχηματίζουν ευτηκτικές ενώσεις οι οποίες χαμηλώνουν το σημείο τήξης των ορίων κόκκων εν συγκρίσει με τη περιβάλλουσα ωστενιτική μήτρα [211, 223]. Ο Eyrst αναφέρει ότι η μορφολογία επιφανειών θραύσης μέσω liquation cracking χαρακτηρίζεται ως περικρυσταλλική και διακοσμούμενη από επαναστερεοποιημένα films. Βιβλιογραφικά πάντως και οι δύο μηχανισμοί, διείσδυσης και μικροδιαφορισμού, αποδεικνύεται να συμμετέχουν είτε μεμονωμένα είτε συνεργαστικά στα υπερκράματα Ni 2ης και 3ης γενιάς [31, 115, 138, 200].

6.5.4 Συμπερασματικές παρατηρήσεις ως προς τη συγκολλησιμότητα υπερκράματων Ni

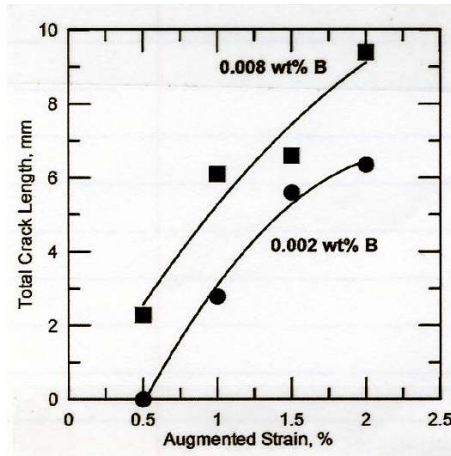
Αρχικά διαπιστώνεται ότι η προσθήκη B στο μέταλλο βάσης Waspaloy για επιβελτίωση της αντοχής σε ερπυσμό επιδρά αρνητικά στη ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση στη ζώνη συγκόλλησης, ιδιαίτερα για συγκολλήσεις με δέσμη

ηλεκτρονίων (EBW) [19, 47, 152]. Σύμφωνα με τους Robins και Marder η συνδυασμένη προσθήκη B+Zr προωθούν την αντίσταση των προαναφερθέντων υλικών σε strain age cracking. Παρόλα αυτά το B και Zr επαυξάνουν την επιδεκτικότητα σε θερμή ρωγμάτωση της ζώνης διάχυσης και liquation cracking της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Με αναφορά του Tawancy αναπτύχθηκαν κατά καιρούς ηλεκτρόδια συγκόλλησης με περιορισμένες προσθήκες B και Zr αλλά η λύση ήρθε από τη προσθήκη αζώτου στα προστατευτικά αέρια της συγκόλλησης [120, 142]. Η παραπάνω θεώρηση αποτελεί λύση καθώς δεσμεύει το B και Zr υπό μορφή νιτριδίων.

Τα υπερκράματα Inconel 718 και 625 εξαρτώνται από τη προσθήκη Nb ως προς τη σκλήρωση. Χαρακτηρίζονται όμως ως επιδεκτικά σε ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση λόγω σχηματισμού ευτηκτικών φάσεων πλούσιων σε Nb κατά τη διάρκεια αυτής [18, 76, 144]. Με έρευνες των H. Tamaki και A. Yoshimari ο άνθρακας επιδρά ευεργετικά στο παραπάνω φαινόμενο της θερμής ρηγμάτωσης στα πλούσια σε Nb υπερκράματα, καθώς προωθεί το σχηματισμό καρβιδίου του Nb παρά της φάσης Laves ως τελικό προϊόν στερεοποίησης.



Διάγραμμα 8 Εύρος επιδεκτικότητας εμπορικών κραμάτων σε ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση σύμφωνα με τη τεχνική Vareststraint



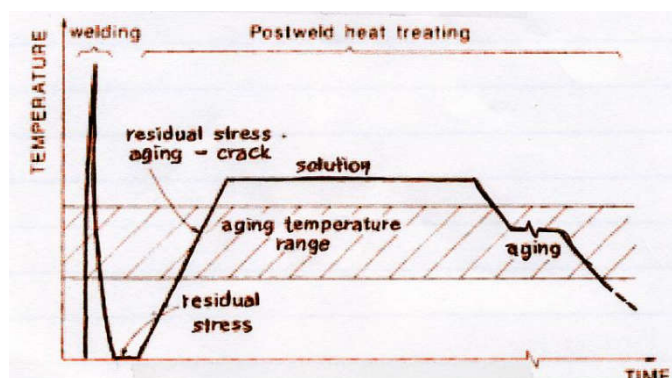
Διάγραμμα 9 Επίδραση του B στη ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση του υπερκράματος Waspaloy

6.5.5 Ductility dip

Το επονομαζόμενο φαινόμενο ductility dip cracking (DDC) στα υπερκράματα Ni σχετίζεται με τη σημαντική μείωση της ολκιμότητας τους κάτω από τη θερμοκρασία στερεοποίησης. Ο μηχανισμός αυτός του τρόπου θραύσης δεν έχει κατανοηθεί και προσδιορισθεί ολοκληρωτικά [17, 44, 136]. Σύμφωνα με τον M. S. A. Karurarante τα παραπάνω σχετίζονται μοναδικά με εδροκεντρωμένες κυβικές ωστενιτικές δομές και χαρακτηρίζονται πάντα από θραύση περικρυσταλλική. Το θερμοκρασιακό εύρος στο οποίο παρατηρείται ductility dip cracking σε υπερκράματα Ni είναι αυτό μεταξύ της θερμοκρασίας solidus και το μισό της θερμοκρασίας τήξης του εκάστοτε υλικού [113, 148, 205]. Επιπρόσθετα το είδος της θραύσης αυτής σύμφωνα με τον Y. A. Chang σχετίζεται με τους ευμεγέθεις κόκκους. Η επιφάνεια θραύσης είτε στο μέταλλο συγκόλλησης είτε στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίζεται από «όλκιμες μορφολογίες» και για το λόγο αυτό προσδιορίζεται ως όλκιμη περικρυσταλλική [36, 89, 103] Ductile dip cracking μπορεί να πραγματοποιηθεί και στη θέρμανση και στην απόψυξη υπερκραμάτων Ni και απαντάται συνηθέστερα στα υλικά υψηλής μεταλλουργικής σταθερότητας.

6.5.6 Ευθραστοποίηση κατά τη μεταθέρμανση

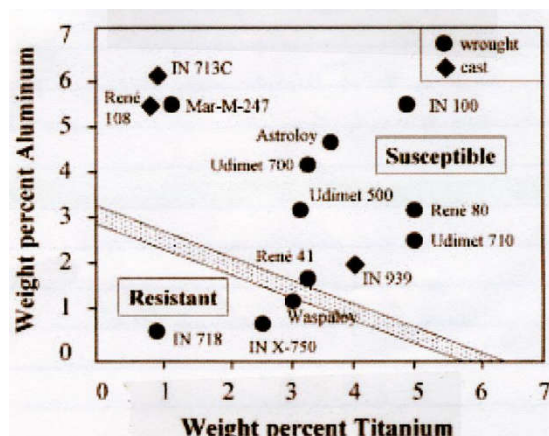
Είναι γνωστό ότι η ταχεία θέρμανση και απόψυξη στις συγκολλήσεις σχετίζεται με την ανάπτυξη υπολειπόμενων τάσεων. Η μεταθέρμανση των συγκολλήσεων πραγματοποιείται για την απαλοιφή των υπολειπόμενων τάσεων και την επίτευξη μέγιστης αντοχής [18, 46, 115]. Τα παραπάνω πραγματοποιούνται με θέρμανση πάνω από τη θερμοκρασία διαλυτοποίησης ακολουθούμενη από διατήρηση για εύλογο χρονικό διάστημα στη θερμοκρασία γήρανσης. Η διαλυτοποίηση απαλείφει τις υπολειπόμενες τάσεις από τη συγκόλληση και επαναφέρει όλα τα στοιχεία σε ομογενές διάλυμα. Η γήρανση προκαλεί την «εξαγωγή» των κατακρημνισμάτων από το στερεό διάλυμα [79, 82, 221].



Διάγραμμα 10 Σύμφωνα με τους L. M. Brown και R. V. Ham κατακρήμνιση πρωθύστερη από την απαλοιφή υπολειπόμενων τάσεων είναι επιβλαβής και οδηγεί με βεβαιότητα στη ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση της συγκόλλησης. Αμέσως παραπάνω δίδεται σχηματική απεικόνιση των θερμικών κύκλων συγκόλλησης και μεταθέρμανσης σε υπερκράματα Ni.

Η ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση της συγκόλλησης οφείλεται στο συνδυασμό χαμηλής ολκιμότητας και υψηλού πεδίου παραμόρφωσης εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Οι μηχανισμοί που πιθανολογούνται να συμβάλλουν σύμφωνα με τους S. Nakamura και Y. Koizumi είναι ευθραστοποίηση των ορίων κόκκων από το οξυγόνο κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας, η ευθραστοποίηση των ορίων κόκκων λόγω χημικών μεταβολών κατά τη συγκόλληση είτε σε υγρή είτε σε στερεά μορφή αλλά και η μετάβαση της διαδικασίας διαμόρφωσης από

διακρυσταλλική (transgranular slip) μέσω επιπέδων ολίσθησης σε περικρυσταλλική ολίσθηση των ορίων κόκκων (grain boundaries sliding) [125, 225].



Διάγραμμα 11 Συσχετισμός εκτίμησης συγκολλησιμότητας με την περιεκτικότητα κατά βάρος σε Al και Ti

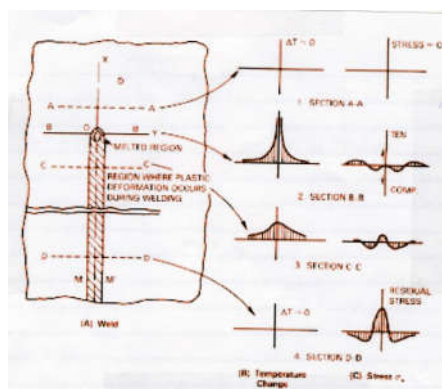
Η ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση συγκολλημένων υπερκραμάτων Ni συνηθίζεται να αποκαλείται «strain age cracking» επειδή παρατηρείται σε συγκολλήσεις που χαρακτηρίζονται από υψηλή παραμόρφωση όταν κατεργάζονται θερμικά διαμέσου του θερμοκρασιακού εύρους γήρανσης [28, 46, 175]. Σύμφωνα με τους J. W. Martin και R. K. Ham οι παραμορφώσεις στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη μπορούν να προκληθούν από τη χαλάρωση των υπολειπόμενων τάσεων από τη συγκόλληση (relaxation of residual welding stresses). Οι τάσεις στην περιοχή αυτή επέρχονται από τη θερμική συστολή ή διαστολή αλλά και από διαστασιακές μεταβολές σχετιζόμενες με φύτρωση και ανάπτυξη φάσεων σκλήρωσης [113, 128, 201]. Μερική αλληλοκάλυψη πραγματοποιείται μεταξύ των θερμοκρασιών όπου η κινητική της κατακρήμνισης είναι μέγιστη και η απαλοιφή των τάσεων ξεκινά [39, 47, 126, 162]. Για το λόγο αυτό σύμφωνα με τον P. M. Warrington η μέγιστη σκλήρωση υπερκραμάτων Ni σχετίζεται με την επιδεκτικότητα τους σε ρωγμάτωση. Το υπερκράμα Inconel 718 χαρακτηρίζεται ως ισχυρά συγκολλησιμο και είναι σχεδιασμένο ώστε να ανθίσταται στη ρωγμάτωση κατά τη μεταθέρμανση της συγκόλλησης (PWHTC). Τα κατακρημνίσματα γ'' φάσης $(Ni, Co)_3 (Nb, Ta, Ti, Al)$ χαρακτηρίζονται από πολύ πιο αργή κινητική κατακρήμνισης στα κράματα τύπου Ni–Al–Nb σε σχέση με τη κινητική κατακρήμνισης της γ' φάσης $(Ni, Co)_3 (Al, Ti, Ta,$

Nb) στα κράματα τύπου Ni–Al–Ti [103, 165, 173]. Σύμφωνα με τους J. S. Kirkaldy και Scand αυτή η διακύμανση στη κινητική κατακρήμνισης και πάχυνσης των γ' και γ'' φάσεων επιτρέπει τη χαλάρωση των υπολειπόμενων τάσεων κατά τη μεταθέρμανση πριν η ωστενιτική μήτρα σκληρωθεί μέγιστα [19, 64, 86, 125].

Περικρυσταλλικά μονοπάτια θραύσης χαρακτηρίζουν επιφάνειες θραύσης που έχουν προκύψει κατά τη μεταθέρμανση της συγκόλλησης. Η περικρυσταλλική αυτή μορφολογία συνοδεύεται από συμβολή είτε όλκιμης είτε ψαθυρής θραύσης [107, 112, 125, 201]. Από δημοσιεύσεις των A. Roger και P. Bastie θραύση πραγματοποιείται κυρίως σε σημεία της ΘΕΖ πολύ γειτονικά με τη ζώνη διάχυσης, ενώ ενδεχόμενη θραύση εξολοκλήρου στη ζώνη διάχυσης μπορεί να ελεγχθεί μέσω της χρήσης όλκιμων μεταλλικών προσθηκών (ductile filler metals) [5, 48, 79, 113].

6.5.7 Υπολειπόμενες τάσεις συγκόλλησης υπερκράματων Ni

Η απότομη βάρθρωση των θερμοκρασιών που σχετίζεται με την επενέργεια των συγκολλημένων τάσεων κατά μήκος της συγκόλλησης και στην περιβάλλουσα ωστενιτική μήτρα. Το Welding Handbook δίνει για τα υπερκράματα Ni ένα εξαιρετικό μοντέλο για την ανάπτυξη υπολειπόμενων τάσεων λόγω βάρθρωσης θερμοκρασίας [16, 37, 111, 196]. Η συγκόλληση αναπτύσσει εφελκυστικές τάσεις τάξης μεγέθους της τάσης διαρροής ενώ το γειτονικό υλικό θλιπτικές τάσεις. Παρακάτω απεικονίζεται η ανάπτυξη υπολειπόμενων τάσεων προκαλούμενων από την διαφοροποίηση κατανομής της θερμοκρασίας σε συγκολλήσεις διάχυσης υπερκράματων Ni [8, 42, 109, 173].



Εικόνα 12

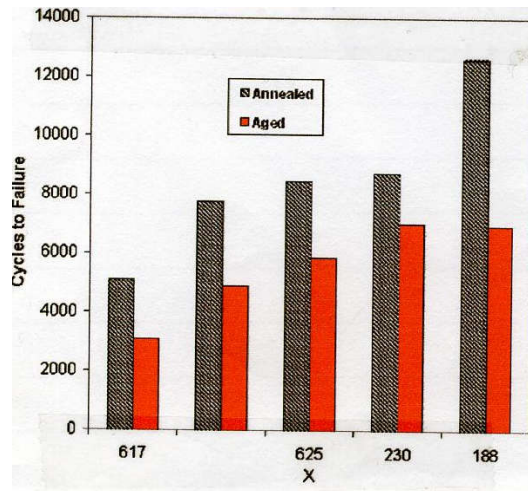
6.6 ΘΕΡΜΙΚΗ ΚΟΠΩΣΗ (THERMAL SHOCK)

ΥΠΕΡΚΡΑΜΑΤΩΝ Ni

Οι μοντέρνες λεπίδες αεροστροβίλων σχεδιάζονται με σκοπό να αντιστέκονται σε σημαντικές θερμικές βαθμώσεις ιδιαίτερα κατά τη διάρκεια θερμικών μεταδόσεων. Οι προκαλούμενες θερμικές τάσεις σε υπερκράμα Ni (όπως Nimonic 80) σύμφωνα με έρευνες των Smallman και R. E. Feng μπορεί να αποδειχθούν το ίδιο καταστροφικές με τις μηχανικές τάσεις, λόγω της κυκλικής εφαρμογής των θερμικών φορτίων [175, 185, 204]. Αυτό το συγκεκριμένο είδος αστοχίας βιβλιογραφικά απαντάται ως θερμική κόπωση. Με ειδικές αναλύσεις προκύπτουν προφίλ τάσης-θερμοκρασίας-χρόνου υπό μορφή βρόχου, ο οποίος όμως διαφοροποιείται διακριτά ως προς τη μορφολογία μεταξύ περιοχής θέρμανσης και ψύξης [32, 49, 76, 109, 163]. Σύμφωνα με δημοσιεύσεις των J. K. Corpley, C. S. Hay και Lei ανεξάρτητα από τη πολυπλοκότητα του κύκλου, εκτιμήσεις διάρκειας ζωής σε θερμικό αιφνιδιασμό (thermal shock), μπορούν να πραγματοποιηθούν σε υπερκράματα Ni 1ης μέχρι 4ης γενιάς (Nimonic, Udimet, Hastelloy, Waspaloy, CMSX) με ικανοποιητική ακρίβεια.

Εξαιτίας της ιδιαίτερης ευαισθησίας των υπερκραμάτων Ni σε καταστροφή λόγω ερπυσμού, υπό την επενέργεια τοπικών θερμικών πεδίων, η εκτίμηση διάρκειας ζωής των αεροστροβίλων κυμαίνεται περισσότερο σε σχετική παρά σε απόλυτη βάση [19, 25, 41, 78]. Ερευνητικά πάντως απαντώνται ποσοτικές μελέτες μέσω μοντελοποιήσεων συσχετισμού ανακατανομημένων τάσεων-παραμορφώσεων και διάρκειας ζωής.

Στο σημείο αυτό αναφέρουμε ότι για τη μηχανική και θερμομηχανική κόπωση (TMF) χαμηλής συχνότητας θα πραγματοποιηθεί αναφορά στο κάθε υπερκράμα χωριστά. Παρ' όλα αυτά παραθέτουμε εκ των προτέρων μια διαγραμματική απεικόνιση συγκριτικής μελέτης ολιγοκυκλικής κόπωσης στους 427°C για ανοπτημένα υπερκράματα σε αντιπαράθεση με τα ίδια υπερκράματα γερασμένα στους 760°C για 1000 ώρες [15, 43, 108].



Διάγραμμα 12 Συνολικό εύρος παραμόρφωσης 1% , $R = -1$ και $F = 0,33$ Hz

Τέλος δε θα πραγματοποιηθεί γενικευμένη αναφορά σε κόπωση υψηλών συχνοτήτων (HCF) καθώς οι φορμαλισμοί και οι μοντελοποιήσεις προσέγγισης του φαινομένου στη διεθνή βιβλιογραφία είναι ελάχιστες και συχνά μη αξιόπιστες. Η κόπωση υψηλών συχνοτήτων δεν ανιχνεύεται από την έναρξη της, με αποτέλεσμα στη καλύτερη περίπτωση μέχρι το 95% ζωής ενός κινητήρα αεροσκάφους να μην υπάρχουν ενδείξεις και στο σημείο αυτό ακριβώς ο κινητήρας να καταστρέφεται ολοσχερώς. Επιστάμενες τρέχουσες έρευνες εντός της στρατιωτικής βιομηχανίας αποδίδουν την αδυναμία αυτή στο μονοσήμαντο συσχετισμό του φαινομένου με την γένεση των ρωγμών (crack nucleation) και όχι με την διάδοση και την ανάπτυξη αυτών (propagation-proliferation) που εμείς μπορούμε να παρακολουθήσουμε [28, 66, 79, 113 τα παραπάνω δημοσιεύονται για μη μαγνητικά υλικά].

7 ΜΕΘΟΔΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

7.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΤΟΞΟΥ ΜΕ ΜΗ ΤΗΚΟΜΕΝΟ ΗΛΕΚΤΡΟΔΙΟ ΣΕ ΠΡΟΣΤΑΤΕΥΤΙΚΗ ΑΤΜΟΣΦΑΙΡΑ ΑΕΡΙΩΝ, ΜΕ ΤΗ ΜΕΘΟΔΟ GTA (TIG)

7.1.1 Χαρακτηριστικά της μεθόδου

Η συγκόλληση τόξου με μη τηκόμενο ηλεκτρόδιο στην ατμόσφαιρα προστατευτικών αερίων, περιγραφόμενη με την ακρωνυμία TIG ή GTA (στις ΗΠΑ), ξεκίνησε με την πατέντα που ανακοινώθηκε το 1926 από τους H.M. Hobert και P.K. Devers και αφορούσε τη συγκόλληση τόξου στην ατμόσφαιρα του ηλίου καθώς και με την πατέντα του Weimann και Lagmir, που αφορούσε τη συγκόλληση με δύο ηλεκτρόδια βολφραμίου στην ατμόσφαιρα υδρογόνου, γνωστή με την ονομασία ατομική, arc – atom.

Η ακρωνυμία TIG–Tungsten Inert Gas είναι παλαιότερη ιστορικά, αλλά συμπεριλαμβάνει μόνο τα ευγενή αέρια, ενώ η ακρωνυμία GTA–Gas Tungsten Arc στην περιγραφή περιλαμβάνει τη συγκόλληση με όλα τα είδη προστατευτικών αερίων, αδρανών και δραστικών. Τώρα η συγκόλληση GTA είναι μία από τις βασικές διαδικασίες δημιουργίας κατασκευών, ιδιαίτερα με τους κραματομένους και τους ειδικούς χάλυβες, τα κράματα νικελίου, αλουμινίου, μαγνησίου, τιτανίου και με άλλα ενεργά και πυρίμαχα μέταλλα καθώς και κράματα με μεγάλο εύρος παχών.

Η συγκόλληση με τη μέθοδο GTA μπορεί να διενεργηθεί με συνεχές ή εναλλασσόμενο ρεύμα, χειρωνακτικά, ημιαυτόματα και αυτόματα, σε συνθήκες μηχανουργικές και συναρμολόγησης, σε όλες τις θέσεις συγκόλλησης.

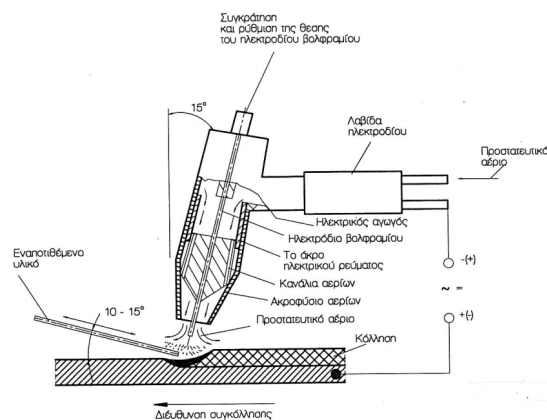
Οι μηχανές για τη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA είναι φθηνές και εύκολες στο χειρισμό και με τη φθίνουσα στατική χαρακτηριστική, μπορούν επίσης να χρησιμοποιηθούν ως πηγή ρεύματος για τη χειρωνακτική συγκόλληση με επενδεδυμένο ηλεκτρόδιο.

Κατά τη διαδικασία συγκόλλησης τόξου με μη τηκόμενο ηλεκτρόδιο στην προστατευτική ατμόσφαιρα αερίου, η τήξη πετυχαίνεται με την τήξη των συγκολλούμενων αντικειμένων και του εναποτιθέμενου υλικού.

Η συγκόλληση πετυχαίνεται χωρίς πρόσθετο υλικό (για λεπτά εξαρτήματα) ή με πρόσθετο τηκόμενο υλικό.

Το λουτρό του ρευστού μετάλλου σχηματίζεται χωρίς τη συμμετοχή συλλιπασμάτων, άρα είναι απαλλαγμένο από μη μεταλλικά εγκλείσματα στην κόλληση και στην επιφάνειά της, ενώ η τήξη του μητρικού μετάλλου και του εναποτιθέμενου υλικού πραγματοποιείται χωρίς αλλαγές στη χημική του σύνθεση. Συγχρόνως δεν έχει πιτσιλίσματα του μετάλλου, τυπικό άλλων διαδικασιών συγκόλλησης τόξου, και η δυνατότητα προσθήκης του εναποτιθέμενου υλικού έξω από το τόξο επιτρέπει να γίνει ανεξάρτητα η ρύθμιση της γραμμικής ενέργειας του τόξου και η ποσότητα προσθήκης του εναποτιθέμενου υλικού στο χώρο συγκόλλησης.

Η διέλευση του ρεύματος στο τόξο γίνεται στο ιονισμένο αέριο, ενώ οι κύριοι μεταφορείς του ρεύματος είναι τα εκπεμπόμενα από τα άτομα του προστατευτικού αερίου ηλεκτρόνια. Το άναμμα του τόξου διενεργείται με μικρής διάρκειας βραχυκυκλώματα του μη τηκόμενου ηλεκτροδίου με το αντικείμενο ή σε ειδικό πλακίδιο εκκίνησης και μη γρήγορη επαναφορά. Δεύτερος τρόπος για το άναμμα του τόξου είναι η χρησιμοποίηση βοηθητικού τόξου ανάμεσα στο συγκολλούμενο αντικείμενο και στο ηλεκτρόδιο, που δημιουργείται από το αποτέλεσμα της ροής ρεύματος μικρής έντασης και υψηλής συχνότητας και τάσης.



Εικόνα 13 Διαδικασία χειρωνακτικής συγκόλλησης GTA με τη χρησιμοποίηση πρόσθετου υλικού

7.1.2 Παράμετροι συγκόλλησης

Οι βασικοί παράμετροι συγκόλλησης με τη μέθοδο GTA είναι:

1. το είδος της έντασης ρεύματος
2. η τάση του τόξου
3. η ταχύτητα συγκόλλησης
4. το είδος και η ένταση ροής του προστατευτικού αερίου
5. η διάμετρος (διαστάσεις) του εναποτιθέμενου υλικού

Η συγκόλληση με τη μέθοδο GTA διενεργείται με συνεχές και εναλλασσόμενο ρεύμα.

7.1.2.1 Συγκόλληση με συνεχές ρεύμα

Η συγκόλληση με συνεχές ρεύμα μπορεί να έχει πορεία με θετική και αρνητική πολικότητα. Όταν το ηλεκτρόδιο είναι συνδεδεμένο με το θετικό πόλο (θετική πολικότητα), η έντονη ροή των ηλεκτρονίων στο ηλεκτρόδιο, με την κρούση τους στην πυρωμένη επιφάνεια του άκρου, προξενεί σημαντική θέρμανση, περιορίζοντας, σε μεγάλο βαθμό, την επιτρεπόμενη ένταση του ρεύματος συγκόλλησης. Γι' αυτό για να μεταφερθεί η ένταση ρεύματος με θετική πολικότητα, το ηλεκτρόδιο πρέπει να έχει μεγαλύτερη διάμετρο απ' ό τι κατά τη σύνδεσή του με τον αρνητικό πόλο. Η σύνδεση του ηλεκτροδίου με τον αρνητικό πόλο (αρνητική πολικότητα) γίνεται κατά τη συγκόλληση στην ατμόσφαιρα αργού ή ηλίου συνήθως όλων των μετάλλων και κραμάτων τους, με εξαίρεση τα λεπτά ελάσματα του αλουμινίου και των κραμάτων του καθώς και τα κράματα μαγνησίου.(πίνακες 1,2,3).

Διάμε- τρος ηλεκ- τροδίου mm	DC(-)	DC(+)	Εναλλασσόμενο ρεύμα με τη σταθερά συνιστώσα			Εναλλασσόμενο ρεύμα χωρίς τη σταθερά συνιστώσα		
	W καθώς και W + Th	W καθώς και W +Th	W	W+Th	W*	W	W+Th	W*
0,5	5-20	--	5-15	5-10	--	10-20	5-20	10-20
1,0	15-80	--	10-60	15-80	10-80	10-30	20-60	20-60
1,6	70-150	10-20	50-100	70-150	50-150	30-80	60-120	30-120
2,0	150-250	15-30	100-160	140-235	100-235	60-130	100-180	60-180
3,2	250-400	25-40				100-180		100-250
			150-210	225-325	150-325		160-250	
4,0	400-500	40-55						
			200-275	300-400	200-400	160-240	200-320	160-320
4,8	500-750	55-80						
			250-350	400-500	250-500	190-300	290-390	190-390
6,4	750-1000	80-125						
			325-450	500-630	325-630	250-630	250-525	250-525

Πίνακας 9 Προτεινόμενες περιοχές έντασης ρεύματος με τη μέθοδο GTA στην ατμόσφαιρα αργού για ηλεκτρόδια με καθαρό βολφράμιο και για ηλεκτρόδια με κραματωμένο βολφράμιο με θόριο, για διάφορα είδη ρεύματος συγκόλλησης.

Διάμετρος ηλεκτροδίου, mm	Γωνία του κώνου του άκρου του ηλεκτροδίου	Διάμετρος στόμωσης της κορυφής του άκρου mm	Περιοχή των εντάσεων ρεύματος συγκόλλησης A'	Περιοχή των εντάσεων παλμικού ρεύματος
1,0	12°	0,125	2-15	2-25
1,0	20°	0,25	5-30	5-60
1,6	25°	0,50	8-50	8-100
1,6	30°	0,80	10-70	10-140
2,4	35°	0,80	12-90	12-100
2,4	45°	1,10	15-150	15-250
3,2	60°	1,10	20-200	20-300
3,2	90°	1,50	25-250	25-350

Πίνακας 10 Προτεινόμενες περιοχές των εντάσεων ρεύματος συγκόλλησης με τη μέθοδο GTA καθώς και οι διαστάσεις του κωνικού άκρου του κραματομένου ηλεκτροδίου W + Th, W + Ge, W + La, κατά τη συγκόλληση με συνεχές ρεύμα, με αρνητική πολικότητα στην ατμόσφαιρα του αργού.

Άλλη λύση είναι η χρησιμοποίηση συνεχούς ρεύματος με αρνητική πολικότητα (αρνητικός πόλος στο ηλεκτρόδιο) και με πάρα πολύ μεγάλη ακρίβεια ο μηχανικός ή ο χημικός καθαρισμός της σύνδεσης αμέσως προ της συγκόλλησης. Από την άποψη της δυνατότητας επίτευξης σημαντικού βάθους διείσδυσης και μεγάλης ταχύτητας συγκόλλησης, στην περίπτωση σύνδεσης ελασμάτων πάχους πάνω από 3,2 mm, προτείνεται η συγκόλληση με συνεχές ρεύμα και αρνητική πολικότητα στην ατμόσφαιρα αργού, με μικρό τόξο κάτω από 1,5mm.

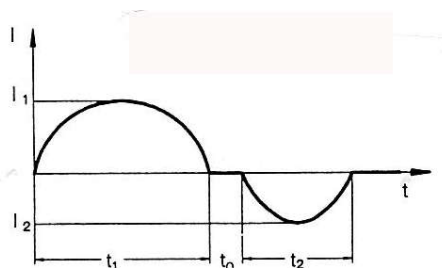
Τύπος συγκολλούμενου υλικού	Πάχος Σύνδεσης, mm	Είδος ρεύματος Συγκόλλησης	Τύπος μη τηκόμενου ηλεκτροδίου	Είδος αερίου προστασίας
Αλουμίνιο	όλα	AC	Καθαρό W ή W+ ZrO ₂	Ar ή Ar + He
	πάνω από 3,2	DC (-)	W+ThO ₂	Ar + He ή Ar
	Κάτω από 3,2	DC (+)	W+ThO ₂ ή W+ZrO ₂	Ar
Χαλκός και κράματά του	όλα	DC (-)	Καθαρό W ή W+ZrO ₂	He
	Κάτω από 3,2	AC	Καθαρό W ή W+ZrO ₂	Ar
Κράματα μαγνησίου	όλα	AC, DC(-)	Καθαρό W ή W+ZrO ₂	Ar
	κάτω από 3,2	DC(+)	W+ThO ₂ ή W+ZrO ₂	Ar
Νικέλιο Και κράματά του	όλα	DC(-)	W+ThO ₂	Ar
Χάλυβες C-Mn Και ελαφρά Κραματομένοι χάλυβες	Όλα	DC(-)	W+ThO ₂ ή W+ZrO ₂	Ar ή Ar+He
	Κάτω από 3,2	AC	Καθαρό W ή W+ZrO ₂	Ar
Χάλυβες ανθεκτικοί στη διάβρωση	όλα	DC(-)	W+ThO ₂	Ar ή Ar+He
	Κάτω από 3,2	AC	Καθαρό W ή W+ZrO ₂	Ar
Τιτάνιο	Όλα	DC(-)	W+ThO ₂	Ar

Πίνακας 11 Προτεινόμενο είδος ρεύματος συγκόλλησης με μη τηκόμενο ηλεκτρόδιο, στην ατμόσφαιρα προστατευτικού αερίου με τη μέθοδο GTA για διάφορα μέταλλα και κράματα.

7.1.2.2 Συγκόλληση με εναλλασσόμενο ρεύμα

Η συγκόλληση με εναλλασσόμενο ρεύμα επιτρέπει την αξιοποίηση των πλεονεκτημάτων της συγκόλλησης με συνεχές ρεύμα και θετική πολικότητα (φαινόμενο διάσπασης του στρώματος οξειδίων επί της επιφάνειας), χωρίς ειδικούς περιορισμούς του ρεύματος, που απαιτούνται κατά τη συγκόλληση με συνεχές ρεύμα,

με θετική πολικότητα. Κατώτερη είναι, όμως, η σταθερότητα του τόξου και, επιπλέον, εμφανίζεται το φαινόμενο ανόρθωσης του ρεύματος. Στο αναμμένο τόξο στην ατμόσφαιρα αδρανών αερίων, το ηλεκτρικό ρεύμα διέρχεται με μεγαλύτερη ευκολία από το αρνητικό ηλεκτρόδιο στο θετικό αντικείμενο, επειδή το βολφράμιο έχει σημαντικά υψηλότερη θερμοκρασία απ' ό τι το συγκολλούμενο μέταλλο και, έτσι, εκπέμπει ευκολότερα τα ηλεκτρόνια. Η ανόρθωση του εναλλασσόμενου ρεύματος μπορεί να φτάσει σε τέτοια κατάσταση, που θα παύσει να γίνεται η διέλευση του ρεύματος με θετική πολικότητα του ηλεκτροδίου.

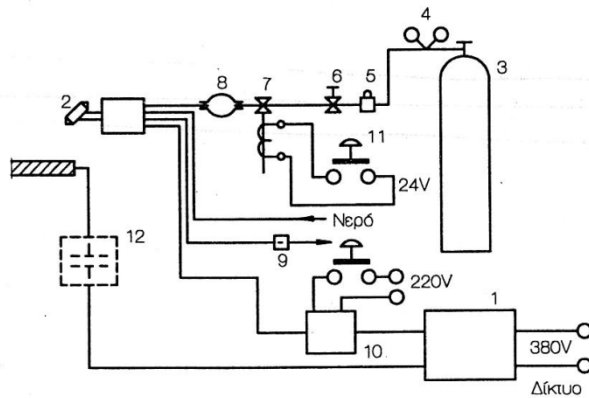


Εικόνα 14 Παραμόρφωση της ημιτονοειδούς του εναλλασσόμενου ρεύματος με τη συνιστώσα του συνεχούς ρεύματος κατά τη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA ελαφρών μετάλλων.

Ο χρόνος t_1 και η ένταση I_1 του ρεύματος με θετική τιμή έχουν σημαντικά μεγαλύτερες τιμές από τις αντίστοιχες t_2 και I_2 του ρεύματος με τιμή αρνητική, ενώ ο χρόνος t_0 είναι τόσο μεγάλος, που το τόξο δεν μπορεί να ανάψει ξανά με μειωμένη ένταση.

Για το λόγο αυτό η συσκευή συγκόλλησης είναι εφοδιασμένη με συστοιχία πυκνωτών ή με συσσωρευτή, με σκοπό την εξάλειψη αυτών των αρρυθμιών, καθώς και με ιονιστή ο οποίος προξενεί το άναμμα του τόξου με μικρής διάρκειας παλμούς και με πάρα πολύ μεγάλη τάση τη στιγμή διέλευσης των ημιτονοειδών του ρεύματος από το μηδέν.

Ο ιονιστής τίθεται σε λειτουργία και η διέλευση του ρεύματος στο ηλεκτρόδιο γίνεται με το διακόπτη, ενώ η ηλεκτρομαγνητική βαλβίδα επιτρέπει τη ροή του αργού.



Εικόνα 15 Διάταξη για τη συγκόλληση GTA: 1- μηχανή συγκόλλησης, 2 – λαβίδα, 3 – φιάλη αργού, 4 – μανομετροεκτονωτής, 5 - μετρητής, 6 –0 δικλίδα ρύθμισης του αερίου, 7 – ηλεκτρομαγνητική δικλίδα, 8 – δοχείο καθυστέρησης του κλεισίματος της ροής του αργού.

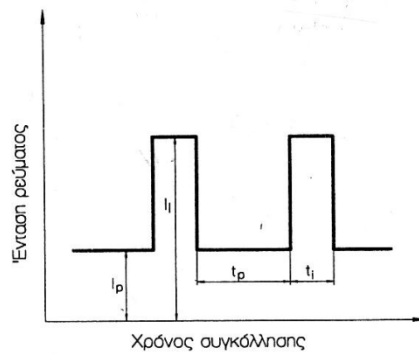
Μετά το πέρας της συγκόλλησης διακόπτεται η παροχή ρεύματος, ενώ το αργό ρέει για μερικά δευτερόλεπτα, ψύχοντας το ηλεκτρόδιο και προστατεύοντας την οξειδωσή του. Ο χρόνος ροής του αερίου, μετά το σβήσιμο του τόξου, μπορεί να ρυθμισθεί στα όρια από $0 \div 60$ s.

Η συσκευή είναι εφοδιασμένη με όργανο σηματοδότησης, σε περίπτωση που είναι ανεπαρκής η ροή του ύδατος ψύξης. Ο μετρητής παροχής και ο μανομετροεκτονωτής είναι συναρμολογημένοι στον ίδιο αγωγό.

7.1.2.3 Συγκόλληση με παλμικό συνεχές ρεύμα

Η συγκόλληση με παλμικό συνεχές ρεύμα συνίσταται στην παλμική προσαγωγή της θερμότητας στο τόξο. Οι παλμοί του ρεύματος συγκόλλησης επαναλαμβάνονται κυκλικά.

Χρησιμοποιείται αποκλειστικά αρνητική πολικότητα ρεύματος στο ηλεκτρόδιο, ενώ το βασικό ρεύμα $-J_p$ αποτελεί συνήθως το $10 \div 15\%$ του παλμικού ρεύματος $-I_i$.



Διάγραμμα 13 Η πορεία εναλλαγής της έντασης ρεύματος συγκόλλησης GTA με παλμικό ρεύμα

Σκοπός του βασικού ρεύματος είναι η διατήρηση του ανάμματος του τόξου και η μείωση της ταχύτητας ψύξης των διάφορων σημειακών κολλήσεων, δημιουργούμενων από τους διαδοχικούς παλμούς του ρεύματος. Η συνεχόμενη κόλληση αποτελείται από τις συμβαίνουσες διαδοχικές σημειακές κολλήσεις. Μεταβάλλοντας τις παραμέτρους του παλμικού ρεύματος, είναι δυνατόν να ρυθμισθούν, με αποτελεσματικό τρόπο, η μορφή και οι διαστάσεις του λουτρού συγκόλλησης, ώστε να επιδράσουν στην κρυστάλλωση του τήγματος και στο πλάτος της ζώνης επηρεαζόμενης θερμικά και να μειωθούν σημαντικά οι τάσεις και οι παραμορφώσεις συγκόλλησης. Κατά τη συγκόλληση με παλμικό ρεύμα, είναι δυνατόν με τη μέθοδο GTA να γίνει η συγκόλληση σε όλες τις θέσεις, με τις ίδιες παραμέτρους συγκόλλησης. Η συγκόλληση με συνεχές παλμικό ρεύμα είναι ο πιο αποτελεσματικός τρόπος σύνδεσης ελασμάτων πάχους από 0,1 μέχρι 2 ÷ 3mm. Η συγκόλληση με παλμικό ρεύμα με τη μέθοδο GTA διενεργείται χειρωνακτικά ή αυτόματα, με ή χωρίς πρόσθετο εναποτιθέμενο υλικό, χάρη της δυνατότητας ελέγχου της κρυστάλλωσης της κόλλησης και της ταχύτητας ψύξης της σύνδεσης, είναι σημαντικά εκτεταμένες οι περιοχές δυνατοτήτων για τη συγκόλληση υλικών. Υπάρχει και δυνατότητα περιορισμού ακόμη και εξάλειψης των θερμικών κατεργασιών πριν και μετά τη συγκόλληση.

7.1.2.4 Ένταση ρεύματος

Η ένταση ρεύματος είναι αποφασιστική για το βάθος διείσδυσης και το πλάτος της κόλλησης, αλλά συγχρόνως επιδρά και στη θερμοκρασία του άκρου του μη

τηκόμενου ηλεκτροδίου. Η αύξηση της έντασης του ρεύματος συγκόλλησης μεγαλώνει το βάθος διείσδυσης και επιτρέπει την αύξηση της ταχύτητας συγκόλλησης.

Ένταση Ρεύματος, A	Διαστάσεις κορδονίου mm	Ταχύτητα συγκόλλησης –mm/s		
150	Ύψος	2,94	1,81	--
	πλάτος	10,87	7,61	--
175	Ύψος	3,94	2,04	1,48
	πλάτος	13,38	8,64	7,66
200	Ύψος	--	2,13	1,67
	πλάτος	--	10,11	8,67
225	Ύψος	--	2,30	1,78
	πλάτος	--	11,28	9,68
250	Ύψος	--	2,46	1,98
	πλάτος	--	12,66	10,37
275	Ύψος	--	--	2,22
	πλάτος	--	--	11,43

Πίνακας 12 Η επίδραση της έντασης ρεύματος και της ταχύτητας συγκόλλησης στις διαστάσεις του κορδονίου της κόλλησης κατά την αυτόματη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA υπερκράματος Waspaloy σε επίπεδη θέση.

Η υπερβολική ένταση του ρεύματος προξενεί στο άκρο του ηλεκτροδίου βολφραμίου μερική τήξη και, έτσι, εμφανίζονται στη κόλληση μεταλλικά εγκλείσματα.

7.1.2.5 Τάση του τόξου

Η τάση του τόξου, είναι ανάλογα με το είδος του προστατευτικού αερίου, αποφασιστική για το είδος του τόξου καθώς και για τη μορφή της κόλλησης. Για την ακρίβεια, εξαρτάται από τη χρησιμοποιούμενη ένταση του ρεύματος και το είδος του υλικού του ηλεκτροδίου.

Η αύξηση της τάσης του τόξου διευρύνει το πλάτος του μετώπου της κόλλησης, μειώνει το βάθος διείσδυσης και έτσι, χειροτερεύουν οι συνθήκες προστασίας του τόξου και του ρευστού μετάλλου της κόλλησης. Το αργό έχει χαμηλό δυναμικό ιονισμού $-15,7\text{ V}$ και το τόξο διατηρείται σταθερά, αναμμένο. Το δυναμικό ιονισμού του ηλίου είναι σημαντικά υψηλότερο και ισούται με $24,6\text{V}$, άρα με το ίδιο μήκος τόξου, που έχει και το προστατευτικό αργό, δημιουργείται σημαντική αύξηση της πτώσης της τάσεως και, ως αποτέλεσμα, το τόξο στο προστατευτικό ήλιο είναι λιγότερο σταθερό.

Οι πηγές του ρεύματος συγκόλλησης με τη μέθοδο GTA πρέπει να έχουν χαρακτηριστική με απότομη φθίνουσα πορεία, έτσι που η τάση του τόξου να είναι βασική αποτελεσματική παράμετρος, εξαρτώμενη από την καθορισμένη ένταση του ρεύματος συγκόλλησης, το μήκος του τόξου και το είδος του προστατευτικού αερίου.

7.1.2.6 Ταχύτητα προχώρησης

Η ταχύτητα προχώρησης, με σταθερή ένταση ρεύματος και τάση του τόξου, είναι αποφασιστική για τη γραμμική ενέργεια συγκόλλησης.

Μεταβάλλοντας την ταχύτητα προχώρησης είναι δυνατόν να ρυθμισθεί η δομή της κόλλησης και το μέγεθος κατανομής των τάσεων και παραμορφώσεων συγκόλλησης. Η ταχύτητα προχώρησης επιδρά συγχρόνως στο μέγεθος διείσδυσης και στο πλάτος της κόλλησης.

Η παράμετρος αυτή είναι επίσης σημαντική από την άποψη του κόστους της διαδικασίας συγκόλλησης.

7.1.2.7 Προστατευτικά αέρια

Τα βασικά προστατευτικά αέρια που χρησιμοποιούνται για τη συγκόλληση με τη μέθοδο GTA, είναι τα αδρανή αέρια Ar και He ή το μίγμα αυτών, με ενδεχόμενη προσθήκη υδρογόνου (H_2).

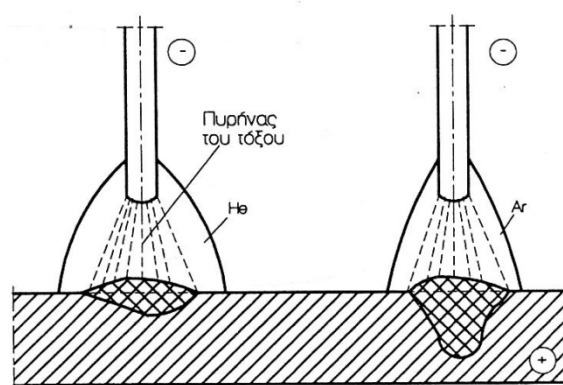
Μερικές φορές στο αδρανές αέριο προτίθεται το άζωτο, σκοπός του οποίου είναι η αύξηση της θερμοκρασίας του τόξου, που βοηθάει τη συγκόλληση να γίνεται με μεγαλύτερη ταχύτητα. Αυτό είναι ωφέλιμο, επειδή απαιτούνται μεγάλες ταχύτητες

χωρίς αρχική προθέρμανση. Άλλες αντιδράσεις των προστατευτικών αερίων, όπως του CO₂, προξενούν την ταχεία φθορά του ηλεκτροδίου ή τη μη σταθερότητα του τόξου.

Σε καμιά περίπτωση δεν πρέπει να χρησιμοποιηθούν προσθήκες CO₂ ή O₂ στο αργό ή στο ήλιο, επειδή τότε προξενείτε ταχεία φθορά του ακριβού, μη τηκόμενου ηλεκτροδίου.

Το προστατευτικό αέριο, εκτός από την κάλυψη του λουτρού συγκόλλησης από τον επιβλαβή ατμοσφαιρικό αέρα, λειτουργεί, επιπλέον, καθοριστικά και για τη γραμμική ενέργεια συγκόλλησης (τάση του τόξου) για τη διαμόρφωση της κόλλησης και για τη χημική σύνθεση του εναποτιθέμενου υλικού. Οι βασικές φυσικές ιδιότητες των προστατευτικών αερίων, που επιδρούν αποφασιστικά στη διαδικασία συγκόλλησης με τη μέθοδο GTA είναι:

- το δυναμικό ιονισμού
- η θερμική αγωγιμότητα
- το ειδικό βάρος
- το σημείο ζέσεως
- η διάσπαση και οι παραλλαγές του αερίου.



Εικόνα 16 Επίδραση του είδους του προστατευτικού αερίου στη διαμόρφωση του κορδονίου κατά τη συγκόλληση GTA.

Το δυναμικό ιονισμού προστατευτικού αερίου είναι αποφασιστικό για τη διευκόλυνση του ανάμματος του τόξου, για την αγωγιμότητα του ρεύματος δια του τόξου (αντίσταση του τόξου) και για την τάση του τόξου. Έτσι το άναμμα του τόξου είναι σημαντικά ευκολότερο και σταθερότερο στην ατμόσφαιρα του αργού από ότι

του ήλιου. Οι χαμηλότερες τάσεις του αναμμένου τόξου στην ατμόσφαιρα αργού είναι ωφελιμότερες κατά τη συγκόλληση συνδέσεων με μικρό πάχος. Μικρότερες είναι επίσης και οι μεταβολές της τάσης του τόξου, όταν μεταβάλλεται το μήκος του τόξου.

Άρα η προστασία με ήλιο δεν προτείνεται για τη χειρωνακτική συγκόλληση, επειδή ακόμη και με μικρές μεταβολές του μήκους του τόξου προξενούνται σημαντικές μεταβολές στην τάση του τόξου και, ως αποτέλεσμα αυτού, στην ποσότητα της προσαγόμενης θερμότητας στη συγκολλούμενη σύνδεση.

Το υψηλό δυναμικό ιονισμού του ηλίου αυξάνει σημαντικά την ενέργεια του τόξου. Αυτό είναι ιδιαίτερα ωφέλιμο κατά τη συγκόλληση ελασμάτων μεγάλου πάχους ή μετάλλων με υψηλή θερμική αγωγιμότητα.

Η θερμική αγωγιμότητα του προστατευτικού αερίου είναι αποφασιστική για τη διαμόρφωση του κορδονίου της κόλλησης. Το ήλιο χαρακτηρίζεται με ιδεώδη θερμική αγωγιμότητα, που έχει ως αποτέλεσμα η στήλη του τόξου GTA να είναι πλατιά, η προσαγόμενη θερμότητα να εξαπλώνεται σε μεγαλύτερη περιοχή και η κόλληση να είναι πλατιά, ρηχή, ομαλή και επίπεδη.

Το αργό είναι αέριο με πολύ χαμηλή θερμική αγωγιμότητα. Κατ' επέκταση, το προστατευόμενο τόξο με αργό έχει θερμό και στενό πυρήνα και σημαντικά πιο κρύα την εξωτερική ζώνη. Η κόλληση έχει βαθύτερη διείσδυση και στενότερο μέτωπο από ότι κατά τη συγκόλληση στο ήλιο.

Το ειδικό βάρος του αερίου παίζει ρόλο όσον αφορά στο βαθμό προστασίας του λουτρού συγκόλλησης. Το αργό είναι 10 φορές πιο βαρύ από το ήλιο και 1,5 φορά από τον αέρα. Για τη σωστή προστασία του χώρου συγκόλλησης από την εισχώρηση του αέρα, απαιτείται μεγαλύτερη μείωση της έντασης ροής του αργού από ότι του ηλίου.

Ανάλογα με τη χρησιμοποιούμενη τεχνική συγκόλλησης, τη μορφή της σύνδεσης και το είδος του συγκολλούμενου μετάλλου, προτείνεται συνήθως ένταση ροής του αργού της τάξεως των $6 \div 16$ l/min ενώ για το ήλιο της τάξεως των 14-30 l/min.

Συνοψίζοντας, το αργό, σε σχέση με το ήλιο, παρουσιάζει τα ακόλουθα πλεονεκτήματα:

- ευκολότερο άναμμα του τόξου

- διευκόλυνση στη σταθερότητα και στο σιγανό άναμμα του τόξου
- εγγύηση για την ακριβή ρύθμιση των θερμικών συνθηκών συγκόλλησης
- διευκόλυνση στον καθαρισμό της επιφάνειας της σύνδεσης από το στρώμα των οξειδίων, κατά τη συγκόλληση με συνεχές ρεύμα θετικής πολικότητας και με εναλλασσόμενο ρεύμα
- απαιτεί μικρότερη ένταση ροής για εγγυημένη προστατευτική ατμόσφαιρα του τόξου.

Το υδρογόνο αναμειγμένο με το αργό μεταβάλλει τη χαρακτηριστική του τόξου και αυξάνει την αντίσταση του τόξου και, κατ' αυτόν τον τρόπο, μεγαλώνει η γραμμική ενέργεια συγκόλλησης, αυξάνοντας το βάθος διείσδυσης μέχρι 50% σε σχέση με τη συγκόλληση με καθαρό αργό. Τα μίγματα ηλίου και υδρογόνου, που περιέχουν από 5 μέχρι 30% υδρογόνο, εγγυώνται ακόμη πιο υψηλή τάση του τόξου και, κατ' επέκταση, μεγαλύτερη γραμμική ενέργεια συγκόλλησης απ' ό,τι με τη προστασία καθαρού ηλίου.

Με σκοπό την αποφυγή των ακαθαρσιών από τον αέρα για το ισχυρά θερμαινόμενο μέταλλο της κόλλησης από την πλευρά της ρίζας, κατά τη συγκόλληση του κορδονίου ρίζας της σύνδεσης, πρέπει να προστατευτεί με πρόσθετη προστατευτική ατμόσφαιρα αερίου, αυτός ο χώρος. Στην περίπτωση συγκόλλησης όλων των μετάλλων με τη μέθοδο GTA στην προστατευτική ατμόσφαιρα της ρίζας, επαρκεί το καθαρό ήλιο ή το αργό.

7.1.2.8 Ηλεκτρόδια βολφραμίου

Τα μη τηκόμενα ηλεκτρόδια για τη μέθοδο GTA, αποτελούν το βασικό στοιχείο του κυκλώματος συγκόλλησης, και από τα χαρακτηριστικά τους εξαρτάται, σε μεγάλο βαθμό, η ποιότητα συγκόλλησης καθώς και το κόστος της διαδικασίας. Τα χαρακτηριστικά αυτά είναι η ευκολία ανάμματος του τόξου και η σταθερότητά του, η διάρκεια και η ταχύτητα φθοράς του ηλεκτροδίου. Τα μη τηκόμενα ηλεκτρόδια παρασκευάζονται ως καθαρά βολφραμίου ή από κράματα βολφραμίου με προσθήκες με μικρό έργο εξόδου των ηλεκτρονίων, όπως το θόριο (Th), το ζιρκόνιο (Zr), το λανθάνιο (La), το δημήτριο (Ce) κ.α., τα οποία εγγυώνται τη μείωση του έργου εξόδου των ηλεκτρονίων σε σχέση με το καθαρό βολφράμιο και την ψιλόκοκκη δομή του ηλεκτροδίου. Στη σύσταση των κραματωμένων ηλεκτροδίων βολφραμίου εισάγονται συνήθως από 0,2 μέχρι 2 ÷ 3% οξείδια των δραστικών στοιχείων ThO₂,

ZrO₂, La₂O₃, CeO₂, Y₂O₃. Το θόριο είναι ραδιενεργό στοιχείο και εκπέμπει ακτινοβολία α και γ, με μικρή ένταση. Προτείνεται, επομένως, η αντικατάσταση των ηλεκτροδίων θορίου με ηλεκτρόδια που περιέχουν La₂O₃ ή CeO₂. Το ηλεκτρόδιο βολφραμίου που περιέχει 1% La₂O₃ έχει τον ίδιο ποσοστιαίο όγκο οξειδίων με το ηλεκτρόδιο που περιέχει 1,5% ThO₂. Η ζωή των ηλεκτροδίων βολφραμίου είναι τόσο μεγαλύτερη όσο μεγαλύτερη είναι η περιεκτικότητα των οξειδίων σε όγκο. Έτσι, λοιπόν, τα ηλεκτρόδια βολφραμίου με προσθήκες La₂O₃ ή CeO₂ παρουσιάζουν καλύτερες ιδιότητες συγκόλλησης και μεγαλύτερη διάρκεια απ' ό,τι τα ηλεκτρόδια με προσθήκη του ThO₂.

Η διάμετρος του σφαιρικού άκρου του μη τηκόμενου ηλεκτροδίου δεν πρέπει να υπερβαίνει το 1,5 της διαμέτρου του ηλεκτροδίου, επειδή, έτσι, μπορεί να αποκοπεί από το ηλεκτρόδιο. Το άκρο του ηλεκτροδίου τροχίζεται σε γωνία της κορυφής του από 15° έως 120°, ανάλογα με την απαιτούμενη συγκεντρότητα του τόξου και τη διάμετρο στόμωσης από 0,2 έως 1,5mm, που δεν τήκεται και δεν έχει μεταλλικά εγκλείσματα στην κόλληση.

Η ικανότητα μεταφοράς υψηλών εντάσεων ρεύματος συγκόλλησης σε μεγάλη χρονική περίοδο, χωρίς αλλαγές στη μορφή του ηλεκτροδίου, εξαρτάται όχι μόνο από τη χημική σύσταση των ηλεκτροδίων αλλά, επίσης, και από το είδος της λαβίδας συγκόλλησης (ψύξη με νερό ή με αέρα), το ελεύθερο μήκος εξόδου του ηλεκτροδίου από τη λαβίδα, τη θέση συγκόλλησης, τον τύπο του προστατευτικού αερίου και το είδος του ρεύματος συγκόλλησης.

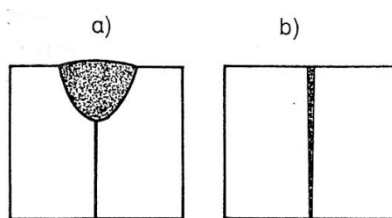
7.2 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΜΕ ΔΕΣΜΗ ΗΛΕΚΤΡΟΝΙΩΝ

7.2.1 Χαρακτηρισμός της μεθόδου

Η συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων στο εξής ονομαζόμενη και ηλεκτρονιοδέσμη είναι μία από τις σύγχρονες μεθόδους σύνδεσης μετάλλων και κραμάτων. Η δέσμη ηλεκτρονίων για πρώτη φορά σε βιομηχανική κλίμακα αξιοποιήθηκε στις ΗΠΑ ήδη το 1910 για την τήξη των δύσκολα τηκόμενων μετάλλων. Το 1957 ο W.A. Stohr

παρουσίασε τα αποτελέσματα συγκόλλησης με δέσμη ηλεκτρονίων εξαρτημάτων καύσης πυρηνικού αντιδραστήρα στο Centre d' Etudes Nuclaires de Saclay.

Αρχικά, εξαιτίας του υψηλού κόστους και της μικρής ισχύος αυτών των συσκευών συγκόλλησης, διενεργούνταν συγκολλήσεις μόνο σε υπεύθυνες κατασκευές, κυρίως στην αεροπορική βιομηχανία και σε εξαρτήματα πυρηνικών αντιδραστήρων. Οι καλές ιδιότητες των συνδέσεων και οι μεγάλες τεχνολογικές δυνατότητες αυτής της μεθόδου συγκόλλησης οδήγησαν στην εντατική ερευνητική προσπάθεια για την εξέλιξη αυτών των μηχανών και τη χρησιμοποίησή τους. Τώρα η συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων είναι ευρέως διαδεδομένη και εφαρμόζεται με επιτυχία στη μαζική παραγωγή για την ανέγερση μεταλλικών προϊόντων και στην επισκευή εξαρτημάτων μηχανών.



Εικόνα 17Μορφή των κολλήσεων :α) κόλληση εκτελεσμένη με μεθόδους τόξου, β) κόλληση εκτελεσμένη με δέσμη ηλεκτρονίων.

Η χρησιμοποίηση της δέσμης ηλεκτρονίων εξαλείφει πολλά προβλήματα που εμφανίζονται κατά τη χρήση παραδοσιακών μεθόδων συγκόλλησης. Η συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων πρέπει να πούμε ότι έχει πολλά πλεονεκτήματα, τα σπουδαιότερα απ' τα οποία είναι:

- Ελάχιστη προσαγόμενη ποσότητα θερμότητας στα συγκολλούμενα αντικείμενα
- Επίτευξη κολλήσεων με απαιτούμενο βάθος με ένα πέρασμα της δέσμης
- Ελάχιστο εύρος της ζώνης επηρεαζόμενης θερμικά (ΘΕΖ)
- Η συγκόλληση επιτυγχάνεται συνήθως χωρίς πρόσθετα υλικά
- Ασήμαντες παραμορφώσεις συγκόλλησης, που κυμαίνονται στα προδιαγραμμένα όρια ανοχών των συγκολλητών συνδέσεων
- Μεγάλη καθαρότητα των κολλήσεων
- Δυνατότητα συγκόλλησης εξαρτημάτων με μεγάλη διαφορά διατομών

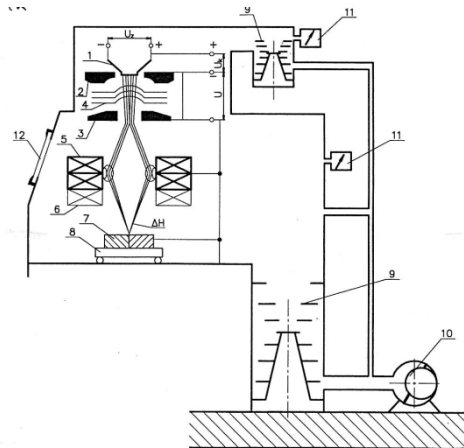
- Δυνατότητα συγκόλλησης μετάλλων με διαφορετικές φυσικο-χημικές ιδιότητες (ανομοιογενείς)
- Ευκολία αλλαγής παραμέτρων συγκόλλησης, επίσης κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης
- Δυνατότητα συγκόλλησης σε θέσεις με δύσκολη πρόσβαση
- Μεγάλη ταχύτητα συγκόλλησης.

Για τη χρησιμοποίηση της δέσμης ηλεκτρονίων στις συγκολλήσεις οι καθοριστικοί παράγοντες είναι οι ακόλουθοι:

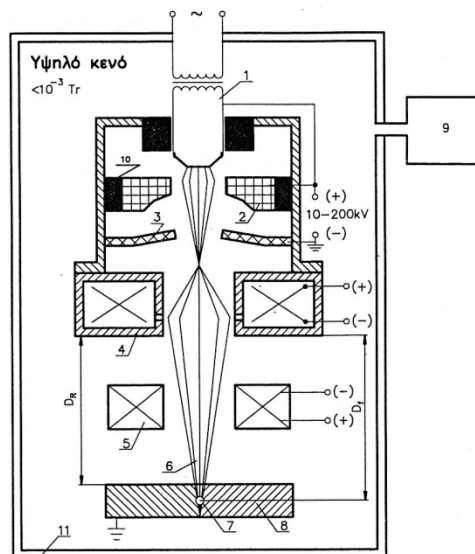
- α) η ευκολία με την οποία η δέσμη ηλεκτρονίων εστιάζεται σε μικρή επιφάνεια, που δίνει μεγάλη πυκνότητα ενέργειας $-10^7 \div 10^9 \text{ W/cm}^2$
- β) η δυνατότητα επίτευξης μεγάλης κινητικής ενέργειας με την επιτάχυνση των ηλεκτρονίων στο ηλεκτρικό πεδίο, με μεγάλη διαφορά δυναμικού
- γ) η ευκολία καθοδήγησης της δέσμης και η ακρίβεια καθορισμού της μεταφερόμενης ισχύος.

7.2.2 Δημιουργία της δέσμης ηλεκτρονίων

Ένα από τα σημαντικότερα συγκροτήματα της συσκευής συγκόλλησης είναι ο εκτοξευτήρας των ηλεκτρονίων, ο οποίος χρησιμεύει για τη δημιουργία και καθοδήγηση της δέσμης των ηλεκτρονίων. Η δέσμη ηλεκτρονίων επιτυγχάνεται με τη θερμοεκπομπή από την κάθοδο με μεγάλη ικανότητα εκπομπής (βολφράμιο, λανθάνιο, ταντάλιο).



Εικόνα 18 Συγκρότηση της συσκευής με ηλεκτρονιοδέσμη: U_z – τάση τροφοδοσίας του συστήματος της καθόδου –1, U_k – τάση καθοδήγησης με τον κύλινδρο Wehnelt –2 (κάθοδος καθοδήγησης), U – τάση επιτάχυνσης της δέσμης ηλεκτρονίων ΔH μεταξύ της καθόδου καθοδήγησης –2 και της ανόδου –3, 4 – ηλεκτροστατικό πεδίο εστιασμού της δέσμης ηλεκτρονίων, 5 – μαγνητικό πηνίο εστιασμού της δέσμης ηλεκτρονίων, 6 – μαγνητικό πηνίο απόκλισης της δέσμης ηλεκτρονίου, 7 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 8 – τράπεζα συγκράτησης του αντικειμένου, 9 – αντλίες διάχυσης, 10 – μηχανική αντλία, 11 – μετρητές κενού, 12 – παράθυρο οπτικής παρατήρησης της πορείας συγκόλλησης.

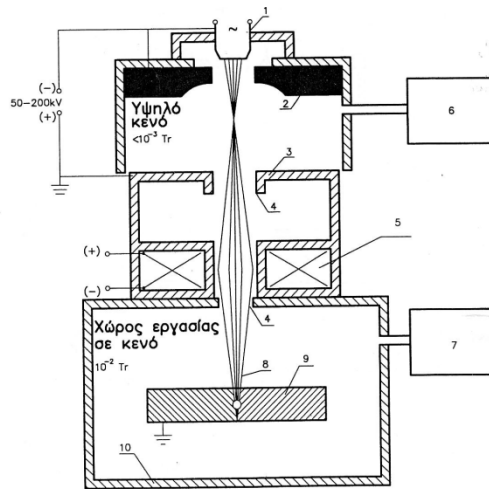


Εικόνα 19 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονιοδέσμης με υψηλό κενό, $10^{-6} - 10^{-3}$ Torr: 1- κάθοδος, 2 – κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 – άνοδος, 4 – μαγνητικό πηνίο εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων, 5 – μαγνητικό πηνίο κλίσης της δέσμης ηλεκτρονίων, 6 – δέσμη ηλεκτρονίων, 7 – εστία δέσμης ηλεκτρονίων, 8 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 9 – σύστημα μηχανικών αντλιών και διάχυσης, 10 – ηλεκτρική μόνωση, 11 – θάλαμος εργασίας, D_R – απόσταση εργασίας, D_f – εστιακή απόσταση.

Σε συνθήκες μεγάλης διαφοράς δυναμικού το σύννεφο των εκπεμπόμενων ηλεκτρονίων μετακινείται με ταχύτητα προς την πλευρά της ανοιχτής ανόδου και διέρχεται απ' αυτήν με μορφή δέσμης. Η δέσμη μετά τη διέλευση από την άνοδο έχει τάση για διασκορπισμό. Για να αποφευχθεί αυτό και να επιτευχθεί η συγκέντρωσή της σε όσο μικρότερη επιφάνεια, χρησιμοποιούνται επιπροσθέτως ηλεκτρομαγνητικά πηνία εστίασης. Με το αποτέλεσμα των αναφερθέντων διαδικασιών, τα επιταχυνόμενα ηλεκτρόνια στο ηλεκτρικό πεδίο και εστιασμένα διαθέτουν μεγάλη συγκεντρωμένη ενέργεια σε μικρή επιφάνεια. Εάν η δέσμη ηλεκτρονίων με τέτοιες ιδιότητες πετύχει στο αντικείμενο τοποθετημένο στην τράπεζα τότε ως αποτέλεσμα της σύγκρουσης έχουμε την ενέργεια, η οποία μετατρέπεται σε θερμότητα. Η ποσότητα αυτής της ενέργειας είναι ικανοποιητική για την τήξη της ζώνης επαφής του υλικού σε πολύ μικρό χρόνο και την εκτέλεση της κόλλησης. Τέτοιες δυνατότητες για την πορεία των ηλεκτρονίων επιτυγχάνονται μόνο σε κενό.

Εάν στο δρόμο της δέσμης ηλεκτρονίων βρίσκονται μόρια των ατμών των μετάλλων ή αερίων, τότε κατά τη σύγκρουσή τους με τη δέσμη προξενείτε ο ιονισμός τους, ενώ η δέσμη χάνει ενέργεια και υφίσταται διασκορπισμό. Γι' αυτό οι συσκευές για τη συγκόλληση με δέσμη ηλεκτρονίων πρέπει να έχουν θάλαμο κενού, στον οποίο εξασφαλίζεται για τα ηλεκτρόνια ανάλογη μεγάλη ελεύθερη διαδρομή. Το κενό είναι επίσης απαραίτητο, ώστε η πυρωμένη κάθοδος να μην οξειδώνεται υπερβολικά.

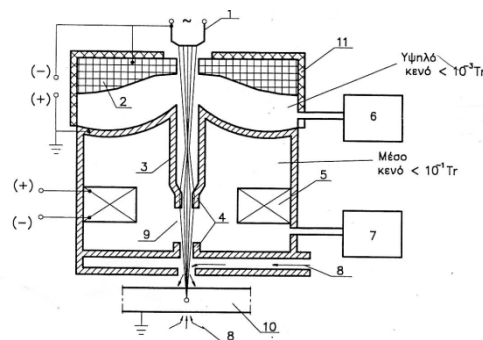
Οι συσκευές (μηχανές) συγκόλλησης παράγονται σε ευρεία περιοχή ισχύος της δέσμης από μερικά μέχρι 300kW, με υψηλό κενό του θαλάμου εργασίας, της τάξης $10^{-6} - 10^{-3}$ Tor, με μέτριο κενό $10^{-3} - 1,0$ Tor καθώς και με χαμηλό κενό 1,0 –25 Tor.



Εικόνα 20 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονιοδέσμης με μέτριο και χαμηλό κενό της τάξης 10^{-3} – $25,0$ Tor: 1 – κάθοδος, 2 – κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 – άνοδος, 4 – στόμιο στραγγαλισμού, 5 – μαγνητικό πηνίο εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων, 6 – σύστημα αντλιών μηχανικών και διάχυσης, 7 – μηχανική αντλία, 8 – δέσμη ηλεκτρονίων, 9 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 10 – θάλαμος εργασίας.

Και οι δύο θάλαμοι συνδέονται με πολύ μικρή οπή, που ανοίγει μόνο κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης.

Εκτός των αναφερθέντων συσκευών συγκόλλησης παράγονται επίσης και συσκευές συγκόλλησης με πλήρωση του θαλάμου εργασίας με αδρανές αέριο ή επιτρέπεται η έξοδος της δέσμης ηλεκτρονίου στη ατμόσφαιρα με κανονική πίεση



Εικόνα 21 Συσκευή συγκόλλησης ηλεκτρονιοδέσμης χωρίς κενό (ατμοσφαιρική): 1 – κάθοδος, 2 – κύλινδρος Wehnelt (κάθοδος οδήγησης), 3 – άνοδος, 4 – στόμιο στραγγαλισμού, 5 – μαγνητικό πεδίο εστίασης, 6 – σύστημα αντλιών μηχανικών και διάχυσης, 7 – μηχανική αντλία, 8 – φύσημα αερίου προστασίας, 9 – δέσμη ηλεκτρονίων, 10 – συγκολλούμενο αντικείμενο, 11 – ηλεκτρική μόνωση.

Το πλεονέκτημα των τελευταίων είναι η δυνατότητα συγκόλλησης αντικειμένων με μεγάλες διαστάσεις, αλλά τα περισσότερα οφέλη που συνδέονται με τη συγκόλληση στο κενό εξαλείφονται. Μεταξύ άλλων, το βάθος διείσδυσης πέφτει περίπου στο ήμισυ, ενώ η μορφή της κόλλησης χάνει τη χαρακτηριστική μορφή της.

7.2.3 Συγκροτήματα που αποτελούν τη σύνθεση των συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης

Η συγκολλητριά ή συσκευή με δέσμη ηλεκτρονίων είναι σύνθετη συσκευή και για την κατασκευή της χρησιμοποιούνται εξαρτήματα και συγκροτήματα από πολλούς τεχνικούς κλάδους. Στα κύρια συγκροτήματα της κάθε συγκολλητριάς με δέσμη ηλεκτρονίων υπάγονται:

- Ο εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων
- Ο θάλαμος κενού, εργασίας
- Το σύστημα καθοδήγησης
- Το σύστημα τροφοδοσίας
- Ο μηχανισμός καθοδήγησης μετατόπισης του αντικειμένου προς συγκόλληση ή του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίου
- Το σύστημα άντλησης
- Το σύστημα παρατήρησης του χώρου συγκόλλησης οπτικό, τηλεοπτικό ή παλμογραφικό.

7.2.4 Τύποι συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης

Οι βασικοί τύποι συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης που κατασκευάζονται τώρα είναι:

- Οι κλασικές (standard) συγκολλητρίες με υψηλό και μέτριο κενό, με τον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων τοποθετημένο στο εσωτερικό ή στο εξωτερικό του θαλάμου εργασίας. Οι συγκολλητρίες αυτές χαρακτηρίζονται με μεγάλη πολλαπλή λειτουργία και επιτρέπουν τη συγκόλληση διάφορων τύπων κατασκευών με λίγες αλλαγές των βοηθητικών ιδιοσυσκευών.

- Οι ειδικές συγκολλήτριες με τοπικούς θαλάμους εργασίας, που συγκρατούνται επί των συγκολλούμενων κατασκευών. Ο εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων σ' αυτές τις συγκολλήτριες συγκρατείται στο εξωτερικό του τοπικού θαλάμου με πολύ μικρό όγκο, που καταλαμβάνει μόνο το επίπεδο τμήμα της συγκολλητής σύνδεσης ή το περιφερειακό (στην περίπτωση δοχείων).

Το υψηλό ή μέτριο κενό διατηρείται μόνο σε μικρό χώρο μεταξύ του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων και του συγκολλούμενου αντικειμένου. Χάρη αυτού, ο χρόνος άντλησης δεν υπερβαίνει τα μερικά λεπτά.

- Οι ειδικές συγκολλήτριες με θάλαμο κενού που καλύπτει όλη την κατασκευή μαζί με τον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων μετατοπιζόμενο στο εσωτερικό του κενού. Σ' αυτήν την κατηγορία παράγονται συγκολλήτριες με σφαιρικό κενό, με όγκο μέχρι 100m^3 , που ο εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων μετατοπίζεται στο εσωτερικό του κενού καθώς και συγκολλήτριες που αποτελούνται από έναν ή περισσότερους θαλάμους με χαμηλό κενό, με τον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων μετατοπιζόμενο στο εξωτερικό του θαλάμου ή ανάμεσα στους θαλάμους. Εδώ ανήκουν επίσης συγκολλήτριες, στις οποίες η συγκολλητή κατασκευή αποτελεί το θάλαμο κενού, ενώ ο εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων μετατοπίζεται στο εσωτερικό αυτού του θαλάμου (κυλινδρικά δοχεία, σφαιρικά, ακροφύσια με μεγάλη διάμετρο κ.α.).
- Οι συγκολλήτριες πιστολιού που συνεργάζονται με αυτόματο μηχανισμό προώθησης, π.χ. με ρομπότ συγκόλλησης, προοριζόμενο κυρίως για τη συγκόλληση σωλήνων με διάτρητα φύλλα.
- Οι συγκολλήτριες χωρίς κενό (ατμοσφαιρικές), στις οποίες η δέσμη ηλεκτρονίων, δημιουργούμενη σε υψηλό κενό και με υψηλή τάση επιτάχυνσης της τάξης 150 –200 kV, διέρχεται από το σύστημα ακροφυσίων βαθμιαίας εκτόνωσης του κενού μέχρι την ατμοσφαιρική πίεση. Οι συγκολλήτριες αυτού του τύπου εξαλείφουν εξ ολοκλήρου τα προβλήματα των διαστάσεων των συγκολλητών κατασκευών, της μετατόπισης της συγκολλητής σύνδεσης ως προς τον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων ή του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων ως προς τη σύνδεση.

7.2.5 Εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων

Ο εκτοξευτήρας ηλεκτρονίων αποτελεί το κύριο στοιχείο της συγκολλητριάς και βασικά καθορίζει την ποιότητα συγκόλλησης καθώς και το χρόνο εργασίας χωρίς αβαρίες. Τα ηλεκτρόνια εκπέμπονται από την κάθοδο εκτελεσμένη συνήθως από έλασμα τιτανίου ή βολφραμίου με διάμετρο μερικών χιλιοστών και πάχος περίπου 0,5mm. Η κάθοδος πυρώνεται άμεσα ή έμμεσα, επιτρέποντας, με μέγιστη ισχύ της δέσμης, τη συνεχή λειτουργία μέχρι μερικές ώρες. Στον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων με το σύστημα μηχανικών αντλιών και διάχυσης πρέπει καθ' όλη τη διάρκεια λειτουργίας της συγκολλητριάς να διατηρείται υψηλό κενό, της τάξης των $10^{-6} - 10^{-4}$ Torr. Η κατασκευή του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων επιτρέπει την ταχεία αλλαγή της καθόδου σε χρόνο μερικών λεπτών.

Η κάθοδος καθοδήγησης (κύλινδρος Wehnelt) καθώς και η άνοδος συνήθως είναι εκτελεσμένες από χαλκό και έχουν ως καθήκον την κατάλληλη διαμόρφωση και εστίαση της δέσμης ηλεκτρονίων. Τα μαγνητικά πηνία, που εστιάζουν και καθοδηγούν τη δέσμη ηλεκτρονίων, είναι τοποθετημένα στο κάτω μέρος της κατασκευής του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων και εξασφαλίζουν την ομαλή ρύθμιση της εστιακής απόστασης καθώς και τη διάμετρο της εστίας. Η καθοδήγηση της κλίσης της δέσμης με υπολογιστές επιτρέπει την οδήγηση της δέσμης κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης με τη σύγχρονη ταλαντωτή κίνηση, περιφερειακή, βηματική κ.τ.λ., με συχνότητα από 0,005 – 1500 Hz. Κατ' αυτόν τον τρόπο είναι δυνατή η καθοδήγηση του σχήματος και της ποιότητας της κόλλησης.

Καλύτερα αποτελέσματα εξασφαλίζουν τα αυτόματα συστήματα ελέγχου, που καθοδηγούν τη δέσμη με σύστημα ερευνητών (scanners) αισθητηρίων ανακλώμενων ηλεκτρονίων. Οι σύγχρονοι εκτοξευτήρες ηλεκτρονίων είναι εφοδιασμένοι επίσης με συστήματα ασφάλισης του εκτοξευτήρα από την επιμετάλλωση του εσωτερικού του με τους ατμούς του μετάλλου που εξέρχονται από το λουτρό συγκόλλησης.

Το υψηλό κενό του, στο εσωτερικό του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων, εξασφαλίζει επίσης την ηλεκτρική εκκένωση, ιδιαίτερα κατά τη λειτουργία με υψηλές τάσεις, και προστατεύει την κάθοδο από την οξειδωση και το βομβαρδισμό με ιόντα του αερίου. Σε κενό του θαλάμου εργασίας της συγκολλητριάς με ηλεκτρονιοδέσμη μέχρι 1,0 Torr περίπου δεν υπάρχει ακόμη ρίσκο οξειδωσης του λουτρού συγκόλλησης, ενώ ο βαθμός προστασίας είναι ίδιος με αυτόν της συγκόλλησης GTA στην ατμόσφαιρα του ήλιου ή του αργού. Πέφτει μόνο η πραγματική ισχύς της δέσμης και πρέπει να χρησιμοποιηθούν μικρότερες αποστάσεις εργασίας της δέσμης.

Η χρησιμοποίηση θαλάμων εργασίας με μέτριο ή χαμηλό κενό μικραίνει σε σημαντικό βαθμό το χρόνο άντλησης των θαλάμων και επιτρέπει την αύξηση της απόδοσης της συγκόλλησης, ιδιαίτερα των μεγάλων κατασκευών. Το υψηλό κενό στη συνέχεια έχει βασικό πλεονέκτημα, που εξασφαλίζει την ακριβή απαέρωση του λουτρού συγκόλλησης.

7.2.6 Παράμετροι συγκόλλησης

Οι βασικές παράμετροι συγκόλλησης με δέσμη ηλεκτρονίων είναι:

- Η τάση επιτάχυνσης της δέσμης ηλεκτρονίων
- Η ένταση ρεύματος της δέσμης ηλεκτρονίων
- Η ταχύτητα συγκόλλησης
- Η διάμετρος της δέσμης στην επιφάνεια σύνδεσης
- Η ένταση ρεύματος εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων
- Η υποπίεση στο θάλαμο εργασίας.

Οι παράμετροι συγκόλλησης με δέσμη ηλεκτρονίων ρυθμίζονται και ελέγχονται με πολύ μεγάλη ακρίβεια με μικροϋπολογιστές, που εισέρχονται στη βασική σύνθεση εξοπλισμού του συστήματος ελέγχου των συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης. Για την αρχική επιλογή των παραμέτρων συγκόλλησης είναι επεξεργασμένα ειδικά νομογράμματα ή περιστροφικοί κανόνες, που επιτρέπουν την ορθή επιλογή αρχικών παραμέτρων συγκόλλησης μέχρι τον πειραματικό καθορισμό των βέλτιστων συνθηκών συγκόλλησης.

Για τον καθορισμό των παραμέτρων συγκόλλησης προτείνεται η χρησιμοποίηση των παραμέτρων, χωρίς διαστάσεις του σχετικού πάχους συγκολλητής σύνδεσης $-g_{\sigma}$, και της σχετικής ταχύτητας συγκόλλησης $-V_{\sigma}$, υπολογισμένων βάσει του τύπου:

$$g_{\sigma} = \frac{4K \cdot g \cdot T_{\zeta}}{(1 - \beta) \cdot U \cdot I} \quad (1)$$

$$g_{\sigma} = \frac{V \cdot d}{4 \cdot a} \quad (2)$$

όπου: K – συντελεστής θερμικής αγωγιμότητας – $W/m \cdot K$,

a – συντελεστής μεταφοράς θερμοκρασίας – m^2/s

g – πάχος συγκολλητής σύνδεσης – m

T_{ζ} – θερμοκρασία ζέσεως – K

$\beta = 0,1 \div 0,5$ – συντελεστής που προξενείτε από το φαινόμενο σκέδασης των ηλεκτρονίων από το αποτέλεσμα σύγκρουσης της

δέσμης με την επιφάνεια του συγκολλούμενου αντικειμένου·
εξαρτάται από τον τύπο του συγκολλούμενου μετάλλου
U – τάση επιτάχυνσης της δέσμης ηλεκτρονίων – V

I – ένταση ρεύματος της ηλεκτρονιοδέσμης – A

V – ταχύτητα συγκόλλησης – m/s

d – διάμετρος της δέσμης ηλεκτρονίων –m.

Τα συστήματα ελέγχου των συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης λειτουργούν συνήθως στο σύστημα ανάστροφης σύζευξης που εγγυώνται τη σταθερότητα και επαναληψιμότητα όλων των παραμέτρων συγκόλλησης ή κάθε παράμετρος καθοδηγείται ανεξάρτητα, εξασφαλίζοντας μεγάλη ελαστικότητα στην επιλογή των τεχνολογικών συνθηκών συγκόλλησης.

7.2.6.1 Τάση επιτάχυνσης

Ανάλογα με τον τύπο της συγκολλητριάς ηλεκτρονιοδέσμης, αυτή ισούται από 10kV μέχρι 175 – 200 kV.

Με τη μεταβολή της τάσης επιτάχυνσης επιτυγχάνονται τα ακόλουθα αποτελέσματα:

Προσανατολιστικές παράμετροι συγκόλλησης με ηλεκτρονιοδέσμη σε υψηλό και μέτριο κενό συνδέσεων από υπερκράμα Hastelloy X που καθορίστηκαν με βάση τους τύπους 1 και 2.

Πάχος σύνδεσης, mm	Ταχύτητα συγκόλλησης, m/min	Τάση επιτάχυνσης, KV	Ένταση ρεύματος δέσμης, mA	Ισχύ δέσμης, kW	Γραμμική ενέργεια συγκόλλησης, kJ/mm
2	8,0	30	100	3	0,023
50	0,5	60	500	30	3,6
100	1,5	100	1000	100	4,0

Πίνακας 13

- με την αύξησή της μειώνεται η διάμετρος της εστίας της δέσμης και αυξάνεται η ενέργειά της
- τα πλευρικά τοιχώματα της κόλλησης γίνονται παράλληλα

- το υπερβολικό μέγεθος της τάσης οδηγεί στην δημιουργία σφαλμάτων τύπου υποκοπών, ανώμαλου μετώπου ή κρεμασμάτων της κόλλησης
- για το βάθος διείσδυσης και για το σχήμα της κόλλησης, με μεγάλη ταχύτητα συγκόλλησης και με μικρή διάμετρο της δέσμης, δεν καθορίζει μόνο η τάση επιτάχυνσης αλλά και η ισχύς της δέσμης.
- η αύξηση της τάσης επιτάχυνσης πάνω από 60kV προξενεί σημαντική αύξηση της έντασης ακτινοβολίας χ , που δημιουργείται κατά το βομβαρδισμό του συγκολλούμενου μετάλλου με τη δέσμη ηλεκτρονίων, όπως γίνεται στη λυχνία Roentgen.
- οι παραγόμενες, τώρα, συγκολλητρίες ηλεκτρονιοδέσμης επιτρέπουν την επίτευξη πυκνότητας ισχύος, που επαρκεί για τις περισσότερες βιομηχανικές χρήσεις, με τάση μέχρι 60kV και με ανάλογη επιλογή του σχήματος του ηλεκτροδίου του εκτοξευτήρα καθώς και των ηλεκτρομαγνητικών χαρακτηριστικών των μαγνητικών πηνίων του συστήματος εστίασης.
- η ακτινοβολία $-X$, που δημιουργείται με τάσεις μέχρι 60kV, εύκολα διακόπτεται σε χαλύβδινα τοιχώματα των θαλάμων εργασίας των συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης, συνήθως με πάχος από 15 –10 mm, και δεν ενέχει κανέναν κίνδυνο για το προσωπικό χειρισμού. Μόνο στην περίπτωση συγκολλητριών ηλεκτρονιοδέσμης χωρίς κενό (ατμοσφαιρικών) είναι απαραίτητη η χρήση υψηλής τάσης, ακόμη και μέχρι 150kV. Τότε χρειάζεται ειδική προστασία από την ακτινοβολία $-X$ όπως και εξαερισμός της ζώνης συγκόλλησης, με σκοπό την αφαίρεση του δηλητηριώδους όζοντος.

7.2.6.2 Ένταση ρεύματος δέσμης ηλεκτρονίων

Με σταθερή τάση επιτάχυνσης μεταβάλλεται η ένταση ρεύματος της δέσμης ηλεκτρονίων προξενώντας μεταβολή στην πυκνότητα της ισχύος και εξαιτίας αυτού μεταβάλλεται στο σχήμα και το βάθος διείσδυσης της κόλλησης. Για μικρές εντάσεις ρεύματος της δέσμης, της τάξης των 10 –100mA, τα αποτελέσματα συγκόλλησης πρακτικά είναι ίδια, όπως και κατά τις συμβατικές διαδικασίας συγκόλλησης τόξου.

Η πηγή θερμότητας είναι τότε με μικρή πυκνότητα ισχύος. Επίσης, το σχήμα της κόλλησης είναι ίδιο με αυτό της κλασικής συγκόλλησης τόξου GTA. Η αύξηση της έντασης του ρεύματος της δέσμης, συνήθως με όχι μεγαλύτερη τιμή από 1000 mA, σχηματίζει κυλινδρικό λουτρό συγκόλλησης, ενώ η κόλληση ακόμη και με πολύ μεγάλο πάχος επιτυγχάνεται με ένα πέρασμα.

7.2.6.3 Ταχύτητα προχώρησης

Αυτή είναι καθοριστική για τη μορφή της κόλλησης και το βάθος διείσδυσης. Με την αύξηση της ταχύτητας συγκόλλησης η κόλληση στενεύει, σχεδόν με παράλληλες πλευρές, και, επίσης, ελαττώνεται το βάθος διείσδυσης. Με υπερβολική αύξηση της ταχύτητας συγκόλλησης εμφανίζονται υποκοπές, ανωμαλίες του μετώπου, ατελείς τήξεις και σφάλματα ατελούς διείσδυσης. Ανάλογα με το είδος του συγκολλούμενου υλικού, το πάχος και τον τύπο της συγκολλητριάς, είναι δυνατή η συγκόλληση με ταχύτητα από 0,1 m/min

μέχρι και πάνω από 10m/min.

7.2.6.4 Διάμετρος δέσμης ηλεκτρονίων

Αυτή επίσης είναι καθοριστική για τη μορφή της κόλλησης και μπορεί να ρυθμίζεται με την ένταση του ρεύματος της καθόδου ελέγχου καθώς και με την ένταση του ρεύματος του μαγνητικού πηνίου –εστίασης στην περιοχή από 0,01 –10mm περίπου.

Στη περίπτωση συγκόλλησης των περισσότερων μετάλλων και κραμάτων συνήθως χρησιμοποιείται διάμετρος της δέσμης στην περιοχή από 0,25 –0,75 mm. Η ελάττωση της διαμέτρου της δέσμης, με δεδομένη την ισχύ της δέσμης, εξασφαλίζει την αύξηση της πυκνότητας της ισχύος και εξ αυτού μεγαλύτερο βάθος διείσδυσης.

Η επιλογή της διαμέτρου της δέσμης των ηλεκτρονίων εξαρτάται από το πάχος της συγκολλητής σύνδεσης, το είδος του συγκολλούμενου υλικού και την ακρίβεια προετοιμασίας αντικειμένων προς συγκόλληση (τα διάκενα μεταξύ των αντικειμένων).

Ο κανόνας είναι: όσο μικρότερη η ακρίβεια προετοιμασίας των αντικειμένων και όσο μεγαλύτερο πάχος της σύνδεσης τόσο μεγαλύτερη πρέπει να είναι η διάμετρος της δέσμης. Για τη διατήρηση καθορισμένης διαμέτρου της δέσμης με την αύξηση της τάσης επιτάχυνσης, πρέπει να αυξηθεί η ένταση του ρεύματος του πηνίου εστίασης.

7.2.6.5 Κενό (υποπίεση)

Το κενό στο θάλαμο εργασίας καθορίζει με το μεγαλύτερο βαθμό μεταξύ όλων των παραμέτρων συγκόλλησης, την ποιότητα της σύνδεσης. Το υψηλό κενό εξασφαλίζει την υψηλότερη ποιότητα συγκόλλησης, την ακριβή απαέρωση του μετάλλου της κόλλησης και την ατμοποίηση του μετάλλου με υψηλή πίεση των ατμών αυτών των μετάλλων. Σε μερικές περιπτώσεις, όμως, μπορεί να οδηγήσει στην πτώση της περιεκτικότητας των κραματικών στοιχείων. Στην περίπτωση συγκόλλησης μετάλλων ιδιαίτερα ευαίσθητων στη δράση του οξυγόνου, του αζώτου και του υδρογόνου, πρέπει, μερικές φορές, στο θάλαμο εργασίας να διατηρείται χαμηλότερο κενό απ' ότι στον εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων. Η παρουσία ατόμων και μορίων των αερίων που βρίσκονται στην ατμόσφαιρα της διαδρομής της δέσμης των ηλεκτρονίων απορροφά σημαντικό τμήμα της ενέργειας των ηλεκτρονίων, ενώ στις ακραίες περιπτώσεις μπορεί να οδηγήσει στην ηλεκτρική εκκένωση και την καταστροφή του εκτοξευτήρα ηλεκτρονίων της συγκολλήτριας.

Με την έλλειψη κενού και τη συγκόλληση στον ατμοσφαιρικό αέρα επέρχεται αύξηση της περιεκτικότητας του οξυγόνου και αζώτου στην κόλληση, ενώ το σχήμα της δε διαφέρει από την κόλληση που είναι εκτελεσμένη με τη μέθοδο GTA. Μόνο με τη σημαντική αύξηση της ισχύος της δέσμης, από 100 –150kW, και την ταχύτητα συγκόλλησης χωρίς κενό επιτυγχάνονται κολλήσεις με αναλογία του ύψους προς το πλάτος 5:1.

8 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

8.1 ΧΑΡΑΚΤΗΡΙΣΤΙΚΑ ΥΛΙΚΟΥ

Το σύνολο του υλικού το οποίο χρησιμοποιήθηκε στο πειραματικό μέρος προήλθε από την E.A.B. Προμηθεύτηκαν δοκίμια προετοιμασμένα για τη δοκιμή εφελκυσμού κατά το διεθνές πρότυπο BS EN 10002-1:2001. Τα δοκίμια ήταν Waspaloy (1^{ης} γενιάς) συγκολλημένα με τις τεχνικές TIG και EBW, τα οποία έχουν υποστεί θερμική κατεργασία ομογενοποίησης και γήρανσης. Οι θερμοκρασίες και οι χρόνοι των κατεργασιών προέκυψαν βάση των διεθνών προτύπων της AMS, για τα συγκολλημένα υπερκράματα Wasp προτείνεται ομογενοποίηση στους 1080° C για 4

h, απόψυξη στον αέρα, γήρανση στους 845° C για 24 h και εκ νέου απόψυξη στον αέρα.

Οι συγκολλήσεις των δοκιμίων πραγματοποιήθηκαν στην EAB από πιστοποιημένους και έμπειρους τεχνίτες. Τα προς συγκόλληση δείγματα προήλθαν από φύλλο υλικού πάχους 2mm.

Στοιχείο	Ελάχιστο Βάρος%	Μέγιστο βάρος%
C	0.02	0.10
Mn	-	0.10
Si	-	0.15
P	-	0.015
Cr	18.0	21.0
Co	12.0	15.0
Mo	3.50	5.00
Ti	2.75	3.25
Al	1.20	1.60
S	-	0.015
Zr	-	0.08
Fe	-	2.00
B	0.003	0.01
Cu	-	0.10
Ni	balance	

Πίνακας 14 Ονομαστική σύσταση (% κβ) υπερκράματος Waspaloy

8.2 ΠΑΡΑΜΕΤΡΟΙ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

Οι συγκολλήσεις TIG που έγιναν ήταν μετωπικές. Το μέταλλο προσθήκης που χρησιμοποιήθηκε ήταν της ίδιας χημικής σύστασης με το προς συγκόλληση μέταλλο, ενώ σαν προστατευτικό αέριο χρησιμοποιήθηκε αργό.

Η χειρονακτική συγκόλληση TIG του Waspaloy παρουσίασε πολύ ικανοποιητική ρίζα, χωρίς στρεβλώσεις. Πραγματοποιήθηκε πιο γρήγορα και λιγότερο «τραβηχτά» (μεγαλύτερο πάχος κόλλησης).

Τάση ρεύματος	15 V
Ένταση ρεύματος	80-90 A
Τύπος ηλεκτροδίου	EBW
Προστατευτικό αέριο	Αργό
Ροή αερίου	18 cfh*
Ταχύτητα προχώρησης	3 min + 15 sec / 15 cm = 0,769 mm/sec
Heat Input	2-4 Kj /min
Filer metal	Waspaloy

Πίνακας 15 Συγκόλληση TIG Waspaloy

* cfh = cubic feet per hour

AV (Arc Voltage)	40 KV
BC (Beam Current)	80 mA
BF (Beam Focus)	7,20 A – ρεύμα πηνείου –
Travel speed	65 in / min (ipm)
Ολικό κενό	Min $1 \cdot 10^{-4}$ Torr
ή στιγμιαίο κενό	60μ Torr (78 ybar)

Πίνακας 16 Παράμετροι Συγκόλλησης EBW για το Waspaloy

8.2.1 ΕΛΕΓΧΟΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΩΝ

Στην Ε.Α.Β. πραγματοποιήθηκε μακροσκοπικός έλεγχος όλων των συγκολλήσεων μέσω ραδιογραφίας. Η ραδιογραφία είναι η παλαιότερη και πιο διαδεδομένη μέθοδος μη καταστροφικής δοκιμής. Η εφαρμογή της μεθόδου είναι βασισμένη στη διείσδυση ακτινοβολίας X ή γ για προβολή και αποτύπωση ασυνεχειών του υλικού σε κατάλληλο φιλμ βιομηχανικής χρήσης. Οι πηγές της ακτινοβολίας είναι συσκευές παραγωγής ακτίνων X και ραδιενεργά ισότοπα. Μικρές διαφορές στο πάχος ή τη πυκνότητα του υλικού επιδρούν σημαντικά στην ένταση της εξερχόμενης ακτινοβολίας που οδηγεί σε διαφορετική αμαύρωση, ώστε οι ασυνέχειες να καταγράφονται ως πιο σκούρες ή ανοιχτόχρωμες περιοχές στο ραδιογράφημα.

8.3 ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΟΚΙΜΙΩΝ

8.3.1 Κοπή

Το υλικό όπως προαναφέρθηκε είχε κοπεί σύμφωνα με το πρότυπο BS EN 10002-1:2001. Ύστερα πραγματοποιήθηκε περαιτέρω κοπή σε δοκίμιο διαστάσεων περίπου 25 X 15 mm με τη χρήση δισκοτόμου τύπου Struers Discotom, με τροχό σκληρότητας PRE 4. Κατά τη διάρκεια της διαδικασίας κοπής τα δοκίμια ψύχονταν με αραιωμένο γαλάκτωμα ώστε να μην θερμανθούν. Η κοπή έγινε έτσι ώστε το δοκίμιο να περιλαμβάνει τη ζώνη τήξης, τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη και το μέταλλο βάσης.

8.3.2 Εγκιβωτισμός

Τα δοκίμια εγκιβωτίστηκαν σε καλούπια χωρητικότητας 60ml. Για το κάθε καλούπι – δοκίμιο χρησιμοποιήθηκε 15ml ρητίνης και 9 σταγόνες σκληρυντή για την ταχύτερη και αποτελεσματικότερη στερεοποίηση της ρητίνης (αναλογία 10ml ρητίνης / 6 σταγόνες σκληρυντή). Αρχικά τοποθετούμε το δοκίμιο στην βάση του καλουπιού και στην συνέχεια προσθέτουμε το μείγμα ρητίνης – σκληρυντή στο καλούπι. Κατά την παρασκευή του μείγματος αναμειγνύουμε καλά για μην δημιουργηθούν φυσαλίδες στο μείγμα. Στην βάση των τοιχωμάτων του καλουπιού έχει τοποθετηθεί βαζελίνη για εύκολη εξαγωγή του δοκιμίου από αυτό.

8.3.3 Λείανση

Η λείανση των δειγμάτων πραγματοποιήθηκε σε οριζόντιο, υδρόψυκτο, μονοαξονικά περιστρεφόμενο τροχό, με το δείγμα να εφάπτεται σ' αυτόν, με τη βοήθεια του χεριού. Χρησιμοποιήθηκαν χαρτιά καρβιδίου του πυριτίου, ονομαστικής πυκνότητας κόκκων 220, 400, 600, 800, 1200, 2000 gritt (κόκκοι SiC / in²). Πριν τη χρήση του επόμενου χαρτιού, το δοκίμιο περιστρεφόταν 90°, ξεπλενόταν για να καθαριστεί από τυχόν ακαθαρσίες, ενώ η πίεση που ασκούσαν στο δοκίμιο ήταν ισοκατανεμημένη σε όλη την επιφάνειά του, όσο αυτό ήταν δυνατό.

8.3.4 Στίλβωση

Μετά τη λείανση, τα δείγματα στιλβώνονταν σε δύο επιπλέον στάδια, προκειμένου να αποκτήσουν λεία και στιλπνή επιφάνεια. Αρχικά, επαλείφονταν σε κατάλληλο τσόχινο ύφασμα με αδαμαντόπαστα, μεγέθους σωματιδίων 6μm και στη συνέχεια 1μm, σε άλλο λεπτότερο ύφασμα. Η διάταξη ήταν οριζόντιος, μονοαξονικά περιστρεφόμενος τροχός, χωρίς ψύξη. Πριν και κατά την επαφή του δείγματος με το ύφασμα του τροχού αποχυνόταν περιοδικά λιπαντικό. Με το πέρας κάθε βήματος το δείγμα ξεπλένονταν σε τρεχούμενο νερό, καθαρίζονταν με βαμβάκι, στη συνέχεια με αιθανόλη και τέλος ξηραινόταν σε ρεύμα θερμού αέρα.

8.3.5 Ηλεκτροχημική προσβολή

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. 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. (Σε ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλικές δομές με πληθώρα κατακρήμνισμάτων η μελέτη γίνεται μέσω τεχνικής extracting – electro polishing σε συγκεκριμένη replica και μελέτη σε ηλεκτρονικό μικροσκόπιο διερχόμενης δέσμης TEM).

Για τη χρήση του εκάστοτε αντιδραστηρίου θα πρέπει να είναι γνωστή η σύστασή του και οι τυχόν προφυλάξεις που θα πρέπει να ληφθούν γιατί ορισμένα από αυτά είναι ιδιαίτερα επιβλαβή για τον ανθρώπινο οργανισμό.

Στη περίπτωση των υπερκραμάτων Waspaloy επιλέχθηκε η ηλεκτροχημική προσβολή. Το αντιδραστήριο που χρησιμοποιήθηκε ήταν Lucas etching αραιωμένο κατά 30%. Επιλέχθηκε η μέθοδος και το αντιδραστήριο μετά από δοκιμές διότι κρίθηκε ότι έδινε τα καλύτερα αποτελέσματα για τη σταδιακή μεταλλογραφική παρατήρηση της ζώνης τήξης και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, ενώ σε ότι αφορούσε το μέταλλο βάσης τα αποτελέσματα ήταν απλά ανεκτά καθώς η δομή αποκαλυπτόταν με έντονη όμως βελλονοειδή διάβρωση (pitting).

Το μη αραιωμένο Lucas etching έχει τη παρακάτω σύσταση: 150mL HCl, 50mL Γαλακτικό οξύ 85%, 3g Οξαλικό οξύ. Η τάση του ρεύματος που χρησιμοποιήθηκε για τα συγκολλημένα τεμάχια χρησιμοποιήθηκαν 2V. Ο μέσος χρόνος προσβολής για τα συγκολλημένα δείγματα ήταν 5 sec. Μέσω της ηλεκτροχημικής προσβολής

πραγματοποιείται ευκολότερα και καλύτερα ο έλεγχος του βαθμού προσβολής του δείγματος. Τα δοκίμια αποτελούσαν την κάθοδο (+), ενώ το ανοξειδωτο δοχείο την άνοδο (-) του ηλεκτρικού κυκλώματος, τα οποία συνδέονταν κατάλληλα σε γεννήτρια μεταβαλλόμενης τάσης. 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, καθαρίζονταν με βαμβάκι, αιθανόλη και ξηραίνονταν σε ρεύμα θερμού αέρα. Όλα τα δοκίμια υπέστησαν μεταλλογραφική προετοιμασία, μέχρι και το στάδιο της προσβολής, εκτός από τα δοκίμια τα οποία προορίζονταν για εξέταση XRD και μακροσκοπιομέτρησης. Τα δοκίμια που επρόκειτο να υποβληθούν σε εξέταση XRD και αυτά που επρόκειτο να μακροσκοπιομετρηθούν έφτασαν μέχρι το στάδιο της στίλβωσης.

8.3.6 Ονομασία Δοκιμίων

Τα συγκολλημένα δοκίμια ονομάστηκαν σύμφωνα με τη τεχνική συγκόλλησης WTIG και WEBW(Waspaloy TIG, Waspaloy EBW).

8.4 ΜΕΘΟΔΟΙ ΕΞΕΤΑΣΗΣ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ

8.4.1 Οπτικό Μικροσκόπιο (Light Optical Microscope, LOM)

Το οπτικό μικροσκόπιο χρησιμοποιήθηκε με σκοπό την παρατήρηση και τον έλεγχο των δοκιμίων όταν υπέστησαν ηλεκτροχημική προσβολή έτσι ώστε να παρατηρηθούν στην συνέχεια στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Το μεταλλογραφικό μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου Olympus BX41M.

8.4.2 Ανάλυση με περίθλαση ακτίνων – X (XRD)

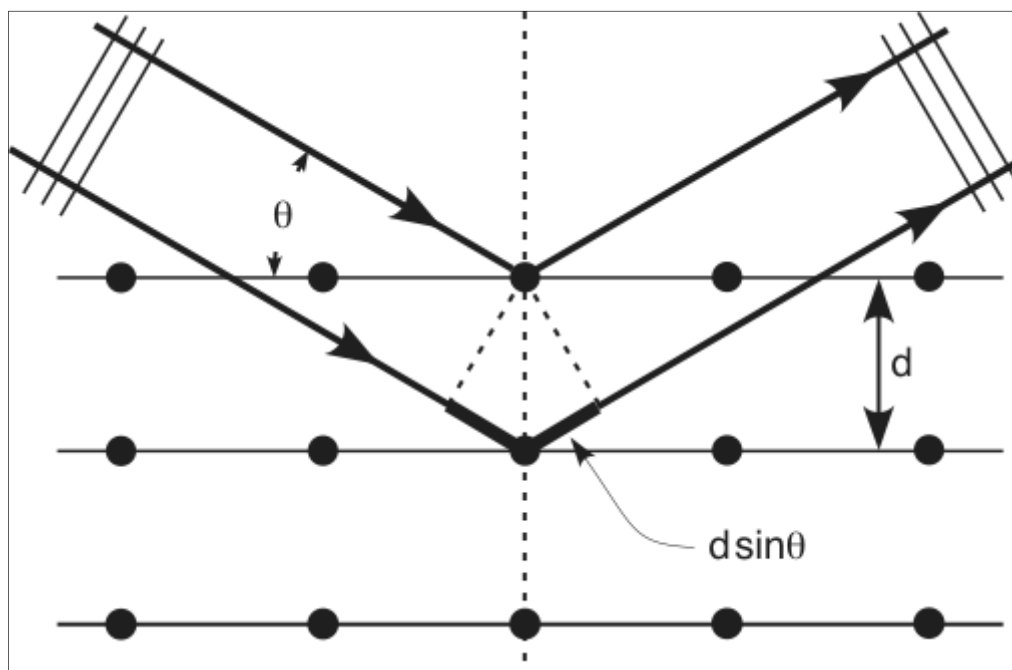
Η τεχνική της περίθλασης των ακτίνων – X χρησιμοποιείται ευρέως για την ταυτοποίηση μιας κρυσταλλικής ουσίας. Οι ακτίνες X είναι εγκάρσια ηλεκτρομαγνητικά κύματα με μήκη κύματος πολύ μικρά, από 0.01 έως 0.25 nm.

Η μέθοδος βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής ακτινοβολίας ακτίνων – X γνωστού μήκους κύματος λ , επάνω στα επίπεδα του κρυσταλλικού πλέγματος του εξεταζόμενου δείγματος και στη συνέχεια τον προσδιορισμό των εσωτερικών διαστημάτων d των επιπέδων του πλέγματος τα οποία είναι χαρακτηριστικά της κάθε φάσης. Για τον υπολογισμό του d , καταγράφεται η ένταση της περιθλώμενης ακτινοβολίας σε συνάρτηση με τη γωνία 2θ , όπου θ η γωνία πρόσπτωσης. Από την εξίσωση του νόμου του Bragg υπολογίζεται το d για τα διάφορα κρυσταλλικά επίπεδα (hkl). Στη συνέχεια με τη βοήθεια κατάλληλης βάσης δεδομένων και από προσωπική εμπειρία και αξιολόγηση, προσδιορίζεται το είδος των φάσεων του υπό εξέταση υλικού. Σύμφωνα με το νόμο του Bragg:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta \quad (4-3)$$

όπου:

- n = ένας ακέραιος αριθμός
- λ = το μήκος κύματος της ακτινοβολίας της προσπίπτουσας ακτινοβολίας των ακτίνων X
- d = η απόσταση μεταξύ των ατομικών επιπέδων στον κρύσταλλο



Εικόνα 22 Σχηματική απεικόνιση της λειτουργίας του περιθλασίμετρου ακτίνων X.

Η πειραματική διάταξη του XRD αποτελείται από τα εξής:

- Πηγή εκπομπής ακτίνων – X. Η πηγή εκπομπής είναι μία λυχνία που λειτουργεί σε κενό. Ηλεκτρόνια επιταχύνονται από την άνοδο (μέταλλο Cu, Co, Cr, Fe, Mo, Ag) προς την κάθοδο που αποτελείται από W εκπέμποντας ακτίνες X. Μπροστά από την λυχνία υπάρχει φίλτρο ώστε η εκπεμπόμενη ακτινοβολία να έχει αυστηρά καθορισμένο μήκος κύματος (μονοχρωματική)
- Γωνιόμετρο. Κατευθύνει την ανακλώμενη ακτινοβολία προς τον αισθητήρα καθώς το δείγμα σαρώνεται στις γωνίες 2θ από 0° ως 90° .

Ο αισθητήρας είναι ένας κρύσταλλος NaI ενεργοποιημένος με θάλλιο. Η απορρόφηση της περιθλώμενης ακτινοβολίας X προκαλεί την εκπομπή ενός φωτονίου στο ορατό φάσμα που ανιχνεύεται από ένα φωτοπολλαπλασιαστή και μετράται η ένταση του.

Στο εργαστήριο τα μεταλλικά δοκίμια εξετάστηκαν με περιθλασίμετρο ακτίνων – X τύπου D8 Focus Bruker με τις ακόλουθες λειτουργίες: ακτινοβολία (λάμπα παραγωγής ακτίνων X) Cu με $\lambda = 1.5405 \text{ \AA}$, ένταση ρεύματος 40 mA και τάση 40 kV. Η ταυτοποίηση των φάσεων, έγινε με βάση τις χαρακτηριστικές τους ανακλάσεις. Η σάρωση πραγματοποιήθηκε με εφαρμοζόμενη γωνία 2θ από $30 - 100^\circ$ με βήμα $0.02^\circ/\text{sec}$. Το μήκος κύματος ήταν $\lambda=1.5406 \text{ \AA}$, η εφαρμοζόμενη τάση 40 kV και η ένταση 30mA.

8.4.3 Ανάλυση με Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM)

Το Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης (SEM) χρησιμοποιείται για την παρατήρηση επιφανειών και σε συνδυασμό με κατάλληλα συστήματα μικροανάλυσης για την στοιχειακή ανάλυση συγκεκριμένων περιοχών της υπό παρατήρηση εικόνας. Η λειτουργία του SEM στηρίζεται στην αλληλεπίδραση του προς εξέταση δείγματος και της προσπίπτουσας δέσμης ηλεκτρονίων σε αυτό. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης αποτελείται κυρίως από το σύστημα παραγωγής δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το θάλαμο που τοποθετείται το δείγμα, την αντλία κενού και το σύστημα ανιχνευτών και παρουσίασης.

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

- Δευτερογενή ηλεκτρόνια
- Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια
- Ηλεκτρόνια Auger
- Ακτίνες-X

Τα σήματα των δευτερογενών και των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, κυρίως, ενισχύονται και δημιουργούν ένα οπτικό σήμα. Έτσι είναι δυνατή η μεγεθυμένη απεικόνιση σε μια οθόνη, της επιφάνειας του δείγματος που σαρώνει η δέσμη των ηλεκτρονίων. Τα δευτερογενή ηλεκτρόνια προκύπτουν από την ανελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα που βρίσκονται στα επιφανειακά στρώματα του δοκιμίου (συγκεκριμένα σε βάθος 10nm). Έχουν ενέργεια 50eV και δίνουν πληροφορίες κυρίως για την τοπογραφία της επιφάνειας του δοκιμίου. Η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και τις επιφανειακές ανωμαλίες του δείγματος. Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια έχουν ενέργεια από 5 έως 50KeV. Προκύπτουν

από την ελαστική σύγκρουση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων του δοκιμίου, που βρίσκονται σε βάθος 100nm. Η ένταση του παραγόμενου σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων. Δίνουν μια εικόνα κατανομής των στοιχείων (οι φωτεινές περιοχές αντιστοιχούν σε βαριά στοιχεία ενώ οι πιο σκουρόχρωμες σε ελαφριά). Τα ηλεκτρόνια Auger προέρχονται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των υποστοιβάδων των επιφανειακών ατόμων (σε βάθος 1nm). Το φάσμα που προκύπτει είναι κατάλληλο για στοιχειακές χημικές αναλύσεις της επιφάνειας του υλικού. Οι χαρακτηριστικές ακτίνες X, παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των προσπιπτόντων ηλεκτρονίων με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δείγματος. Όταν φεύγει ένα ηλεκτρόνιο από εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα ηλεκτρόνιο από υψηλότερη ενεργειακή στοιβάδα καλύπτει το κενό πέφτοντας στην χαμηλότερη στοιβάδα και εκπέμποντας την διαφορά ενεργείας σαν ακτίνες X. Η ενέργεια αυτών των ακτινών είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια του ατόμου. Το βάθος πεδίου του SEM και η διακριτική του ικανότητα είναι πολύ μεγαλύτερα σε σχέση με το οπτικό μικροσκόπιο. Το SEM, μπορεί να φτάσει σε μεγεθύνσεις της τάξης x10000-30000. Επίσης τα δοκίμια δε χρειάζεται να έχουν τόσο καλή επιπεδότητα όσο στο οπτικό μικροσκόπιο, έτσι μετά από κοπή, λείανση και χημική προσβολή είναι δυνατόν να παρατηρηθούν στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης. Η χημική προσβολή είναι απαραίτητη έτσι ώστε να είναι πιο έντονη η τοπογραφία της επιφάνειας και η ένταση του σήματος που προέρχεται από τα δευτερογενή ηλεκτρόνια να είναι αυξημένη. Κατά τη χρήση του SEM, η στήλη πρέπει να βρίσκεται υπό κενό για να μπορεί να παραχθεί και να διατηρηθεί σταθερή η δέσμη των ηλεκτρονίων. Με το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης υπάρχει και η δυνατότητα χημικής στοιχειακής ανάλυσης (EDS). Η ανάλυση EDS είναι μια διαδικασία που πραγματοποιείται για να προσδιοριστεί η χημική σύνθεση μιας μεγάλης ή μιας μικρή περιοχής του δείγματος. Κατά την παρατήρηση ενός δοκιμίου στο SEM η δέσμη των ηλεκτρονίων που προσπίπτει πάνω στο δείγμα έχει σαν αποτέλεσμα και την παραγωγή ακτίνων X, όπως προαναφέρθηκε. Οι ακτίνες X παράγονται από το επιφανειακό στρώμα του δοκιμίου και συγκεκριμένα μέχρι βάθος 1μm. Η ανάλυση αυτής της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας οδηγεί σε στοιχειακή χημική ανάλυση της επιφάνειας.

Στο εργαστήριο, το μικροσκόπιο που χρησιμοποιήθηκε ήταν τύπου JEOL JSM-6380LV και ο τύπος της στήλης Oxford Instruments INCA x – sight. Οι συνθήκες λειτουργίας του παραπάνω μικροσκοπίου για τα μεταλλικά δοκίμια ήταν:

- Accelerating voltage: 20 kV
- Working distance: 15 mm (απόσταση φακού – δείγματος)
- Spot size: 50-60

8.3.4 Μικροανάλυση στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (EDS, X Ray Microanalysis)

Κατά την εξέταση της μικροδομής, στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης, πραγματοποιήθηκαν ποσοτικές αναλύσεις από κατάλληλο προσαρμοσμένο σύστημα μικροανάλυσης (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS). Συνεπώς, πραγματοποιήθηκε συγκριτική ανάλυση συμμετοχής κυρίαρχων χημικών στοιχείων.

8.4 ΜΕΘΟΔΟΙ ΜΕΤΡΗΣΗΣ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ

8.4.1 Δοκιμές μικρο και μάκρο σκληρομέτρησης

Για τη μέτρηση της σκληρότητας των αναφορικών υλικών, χρησιμοποιήθηκε μακροσκληρομέτρηση τύπου Vickers με φορτίο 98N. Καθώς η διαμαντένια πυραμίδα γωνίας 136° διεισδύει στην επιφάνεια του δοκιμίου, αφήνει ένα αποτύπωμα ρομβοειδούς διατομής. Από τη μέτρηση με αναλογικό τρόπο του μέσου όρου των διαγωνίων του αποτυπώματος προέκυπτε η σκληρότητα του δείγματος, σύμφωνα με τους πίνακες μετατροπής της ένδειξης σε σκληρότητα.

Κάθε δοκίμιο προετοιμάστηκε κατάλληλα για τη μακροσκληρομέτρηση. Οι δύο επιφάνειές του ήταν τελείως παράλληλες, με την προς εξέταση επιφάνεια να έχει φθάσει σε στάδιο λείανσης 1200 gritt, ώστε να διεισδύει σωστά η διαμαντένια

πυραμίδα και να δίνει ευδιάκριτη ένδειξη. Επιπρόσθετα στα δοκίμια πραγματοποιήθηκαν δοκιμές μικροσκληρότητας τύπου Vickers, σε μικροσκληρόμετρο τύπου Shimadzu, HMV 2000. Το φορτίο που ορίστηκε ήταν 100g και ο χρόνος διείσδυσης της πυραμίδας 15 sec. Για κάθε είδος σκληρομέτρησης ελήφθησαν οι μέσοι όροι και τυπικές αποκλίσεις.

8.4.2 Δοκιμές εφελκυσμού

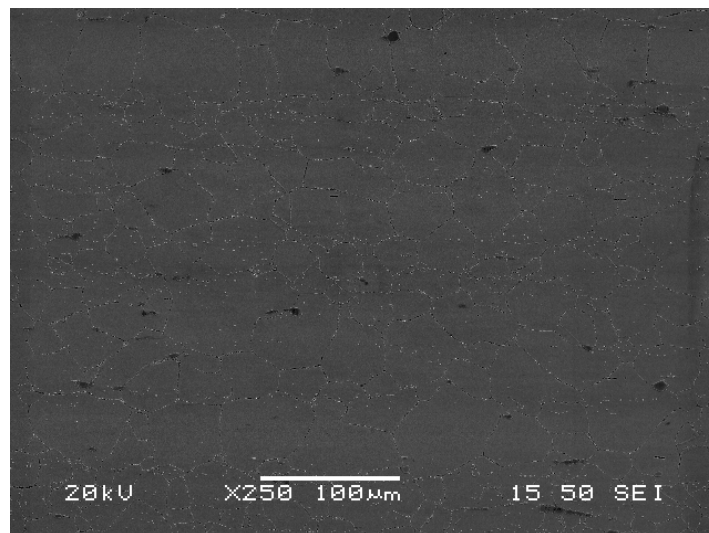
Στα δοκίμια πραγματοποιήθηκε μια δοκιμή εφελκυσμού για κάθε υλικό σε συσκευή τύπου Instron – Model 4482. Τα δοκίμια εφελκυσμού διαμορφώθηκαν σύμφωνα με το πρότυπο BS EN 10002-1:2001. Η ταχύτητα εφελκυσμού ήταν 1mm/min, ενώ το ωφέλιμο μήκος εφελκυσμού (gauge length) και το πλάτος των δοκιμίων ορίστηκε 75mm +/- 0,08 mm και 12,5 mm +/- 0.09 mm, αντίστοιχα. Η τήρηση των διεθνών προδιαγραφών θεωρείται σημαντική στη διαμόρφωση των δοκιμίων, ιδιαίτερα για μια ευαίσθητη πολυπαραμετρική μέθοδο μέτρησης, όπου η κάθε παράμετρος επεμβαίνει με άλλη βαρύτητα στη λήψη των τελικών συμπερασμάτων.

9 ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

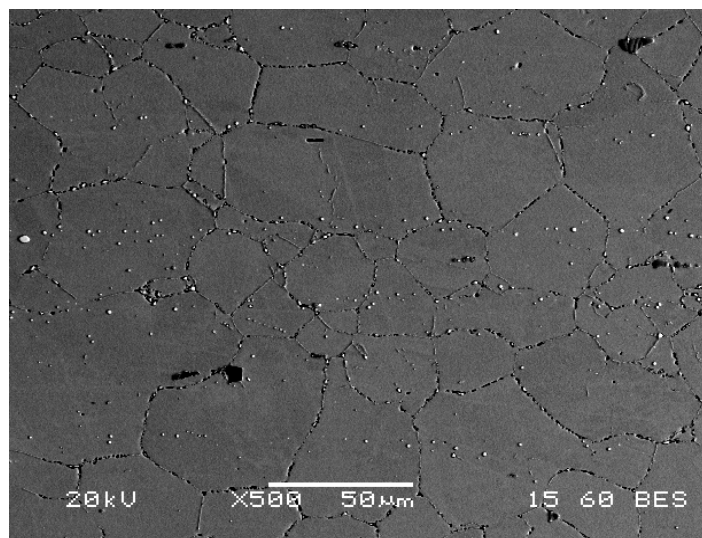
9.1 ΕΞΕΤΑΣΗ ΜΙΚΡΟΔΟΜΗΣ ΜΕΣΩ SEM

9.1.1 Δοκίμιο WTIG

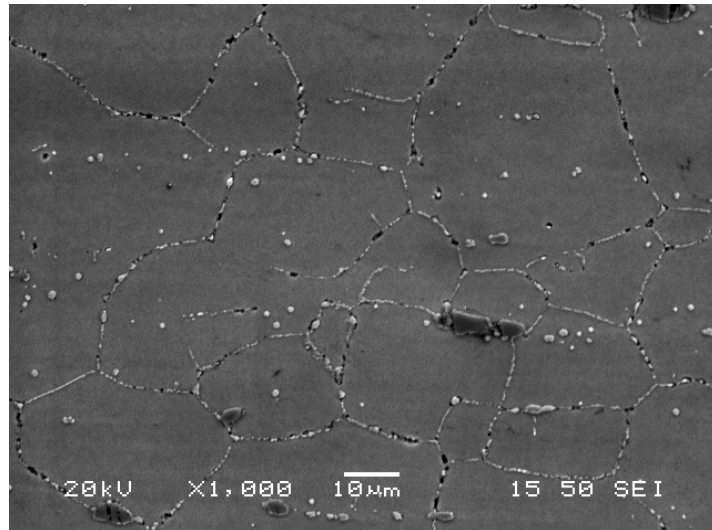
I. Μέταλλο βάσης (base metal)



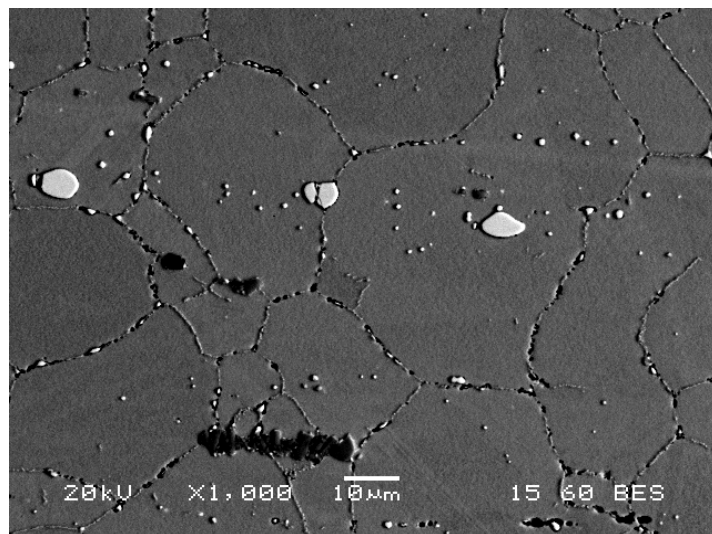
Εικόνα 23Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x250



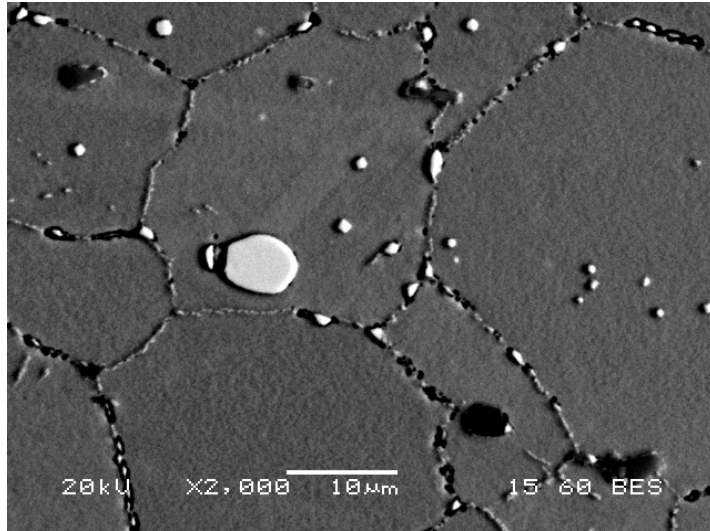
Εικόνα 24Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM του WTIG x500



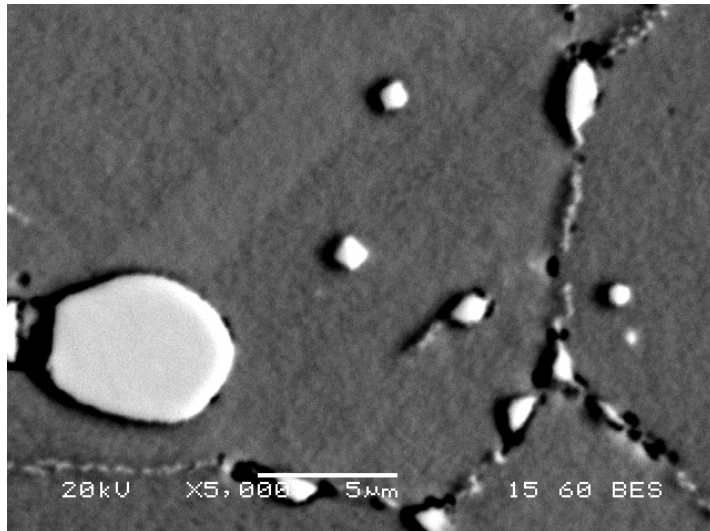
Εικόνα 25 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) ΒΜ του WTIG x1000



**Εικόνα 26 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) ΒΜ του WTIG
x1000**



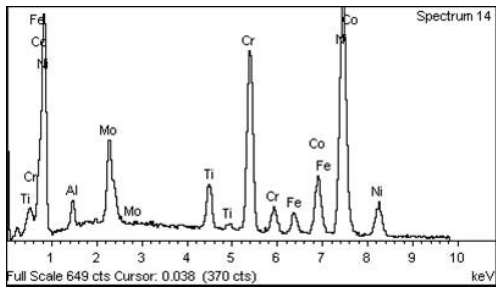
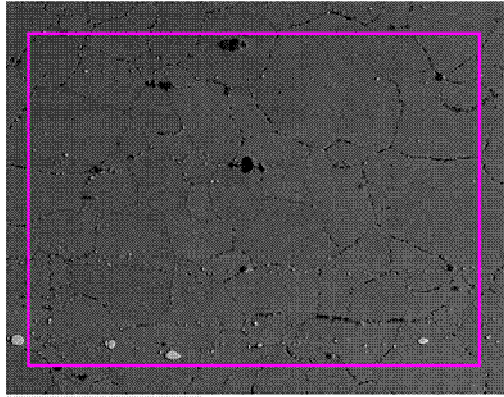
Εικόνα 27Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) ΒΜ του WTIG
x2000



Εικόνα 28Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) ΒΜ του WTIG
x5000

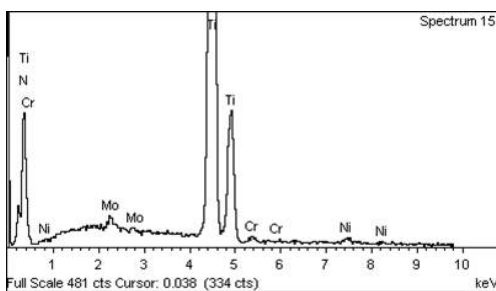
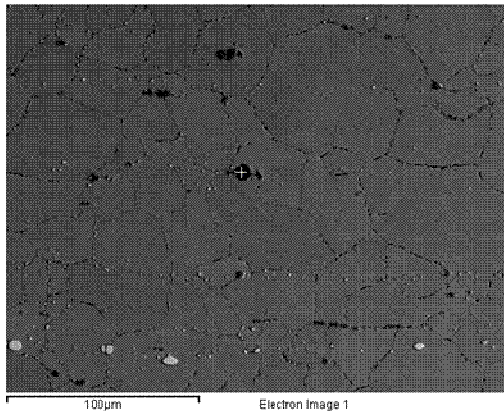
Χημικές αναλύσεις EDS μετάλλου βάσεως

Γενικευμένη χημική ανάλυση Μετάλλου βάσεως με συνεισφορά καρβιδίων MC, M₂₃C₆, M₆C.

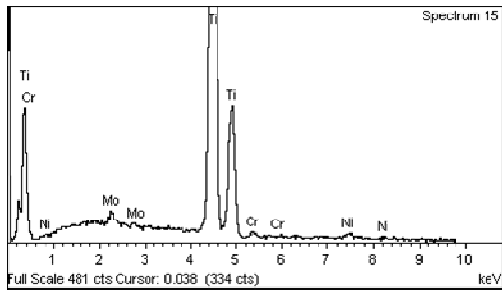
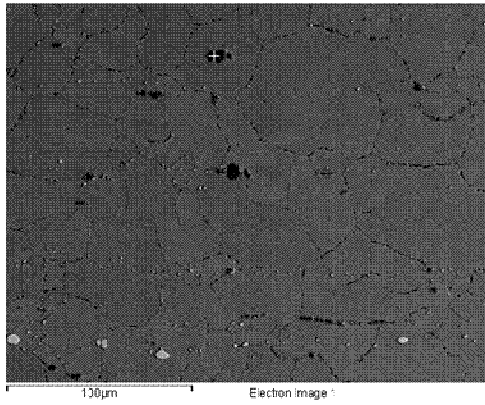


Element	Weight%
Al K	1.77
Ti K	3.73
Cr K	18.95
Fe K	2.72
Co K	10.52
Ni K	52.20
Mo L	10.11

Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου τύπου MC

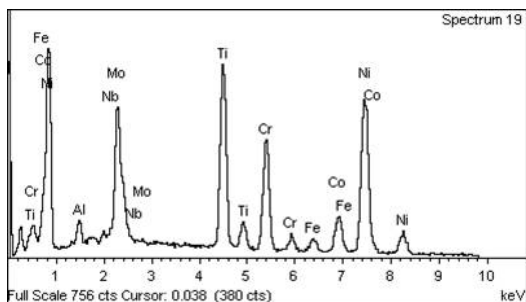
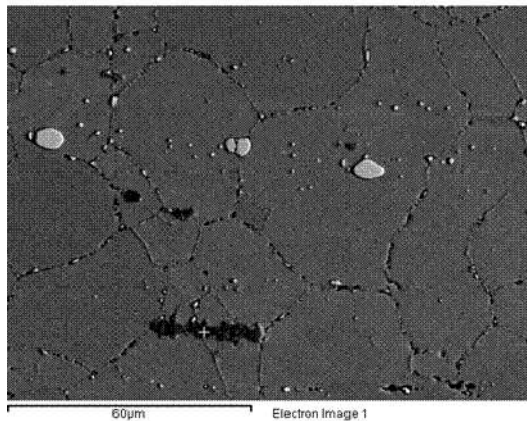


Element	Weight%
Ti K	96.90
Cr K	0.75
Ni K	1.16
Mo L	1.19



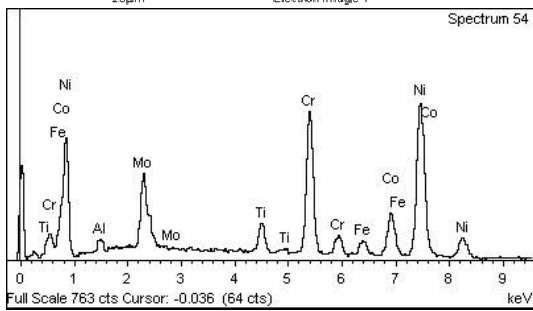
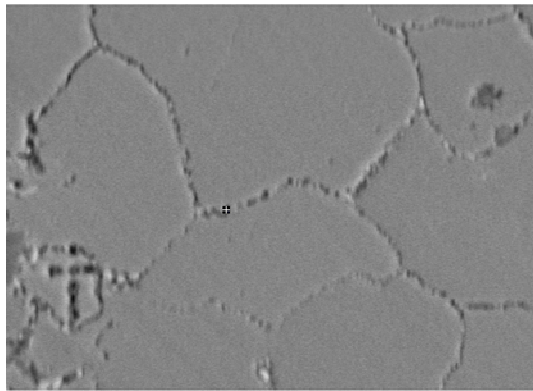
Element	Weight%
Ti K	59.13
Cr K	0.98
Ni K	1.04
Nb K	2.25
Mo K	36.60

Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου M_6C zipperlike



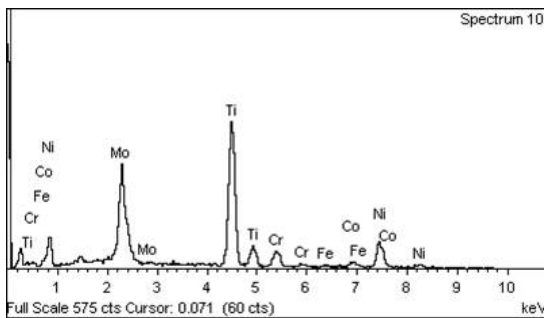
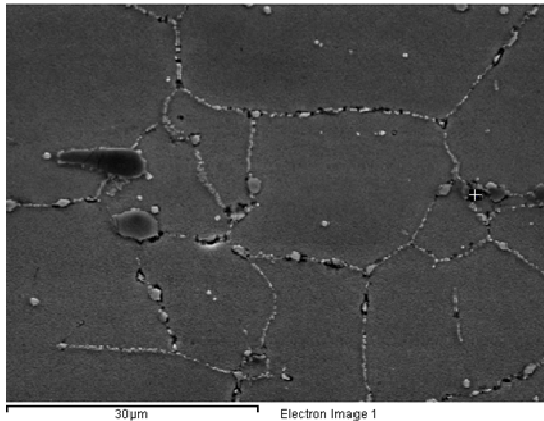
Element	Weight%
Al K	1.61
Ti K	17.25
Cr K	13.59
Fe K	2.14
Co K	7.45
Ni K	39.43
Nb L	0.81
Mo L	17.72

Σημειακή χημική ανάλυση σε όριο κόκκου



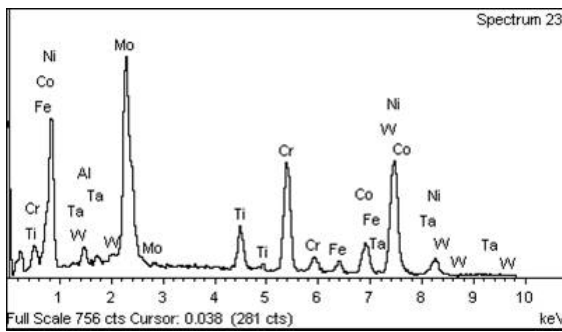
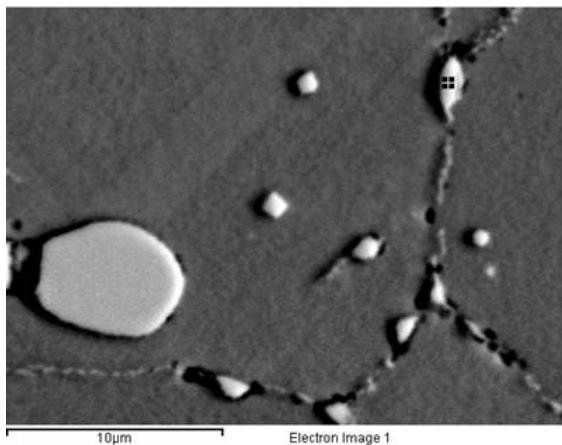
Element	Weight%
Al K	1.32
Ti K	3.35
Cr K	21.08
Fe K	2.70
Co K	10.58
Ni K	48.58
Mo L	12.39

Σημειακή χημική ανάλυση περικρυσταλλικού καρβιδίου MC



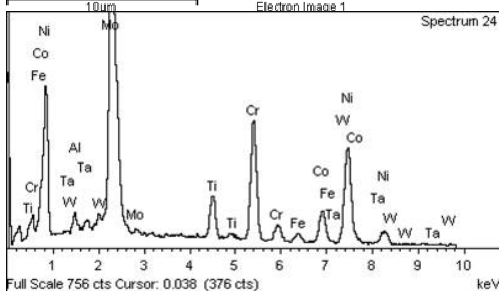
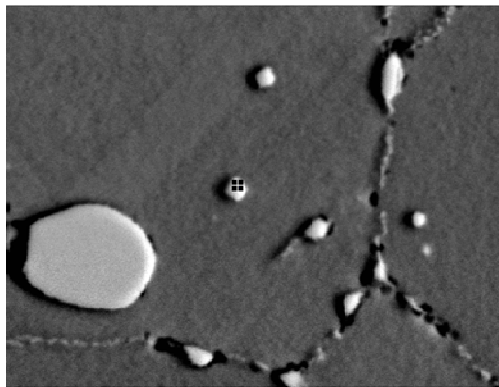
Element	Weight%
Ti K	41.77
Cr K	6.18
Fe K	1.06
Co K	3.28
Ni K	18.00
Mo L	29.71

Σημειακή χημική ανάλυση περικρυσταλλικού καρβιδίου $M_{23}C_6$



Element	Weight%
Al K	1.37
Ti K	4.57
Cr K	16.29
Fe K	1.86
Co K	7.76
Ni K	34.26
Mo L	31.96
Ta M	1.09
W M	0.85

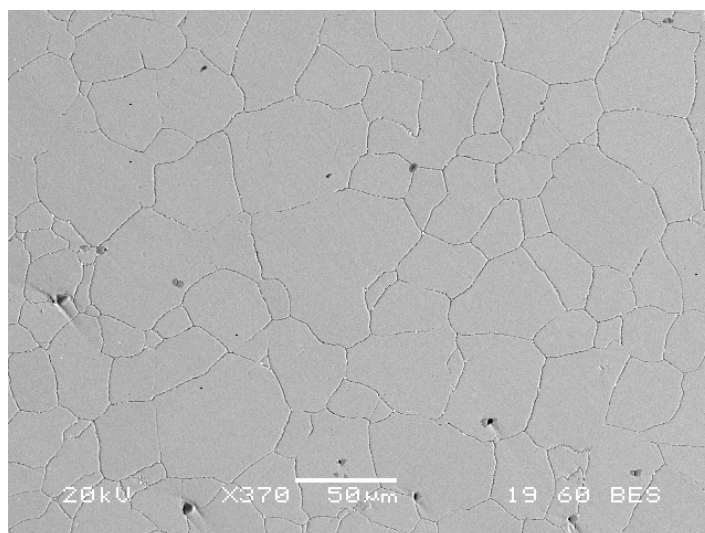
Σημειακή χημική ανάλυση κατακρημνίσματος γ' φάσης σφαιρικής μορφής



Element	Weight%
Al	3.92
Ti	4.26
Cr	15.45
Fe	1.37
Co	7.09
Ni	24.30
Mo	41.51
Ta	1.22
W	1.09

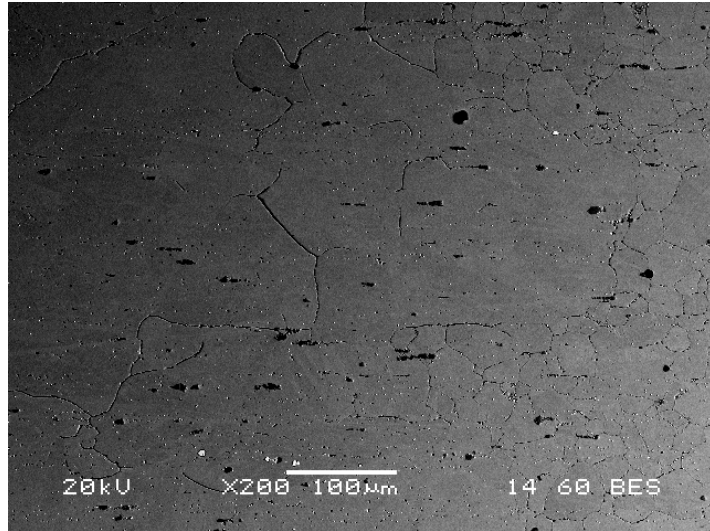
Το μέταλλο βάσης του WTIG παρουσιάζει ομοιομορφία ως προς το μέγεθος των κόκκων επίσης είναι φανερή η ύπαρξη διδυμιών που λειτουργούν ως κέντρα κατακρήμνισης. Καρβίδια τύπου $M_{23}C_6$ όπως φαίνεται από τις μικρογραφίες του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης βρίσκονται στα όρια των κόκκων του BM σε σημαντικό ποσοστό και αυτό δικαιολογείται από το γεγονός ότι σε θερμοκρασίες 760^0-980^0C η κινητική κατακρήμνισης τους είναι ραγδαία, επίσης το καρβίδιο M_6C σε θερμοκρασίες 760^0-980^0 είναι δυνατό να αποσυντεθεί σε $M_{23}C_6$ και το MC μπορεί να μετασχηματιστεί και να δώσει $M_{23}C_6$ εάν υπάρχει αρκετό ποσοστό Mo-Ti σε θερμοκρασίες $815- 980^0C$. Η φάση γ' έχει κατακρημνιστεί σε ως λεπτή ανομοιογενείς διασπορά σωματιδίων με σφαιρική μορφολογία(στα υπερκράματα πρώτης γενιάς με βάση το Ni είναι σφαιρικά) στα όρια των κόκκων αλλά και ενδοκρυσταλλικά, κυρίως βρίσκεται σε περιοχές πλούσιες σε Mo όπως τα $M_{23}C_6$, M_6C καρβίδια. Η ύπαρξη φιλμ καρβιδίων $M_{23}C_6$ είναι περιορισμένη αλλά και το μέγεθος αυτών τείνει να πάρει τη μορφή πλακιδίων. Καρβίδια M_6C τύπου zipperlike βρίσκονται σε μεγάλο ποσοστό των ορίων κόκκων του BM. Ευμεγέθη καρβίδια MC υπάρχουν κυρίως στα όρια των κόκκων και σε σχήμα πλακοειδές.

II. Θερμικά επηρεασμένη ζώνη (Heat Affected Zone)

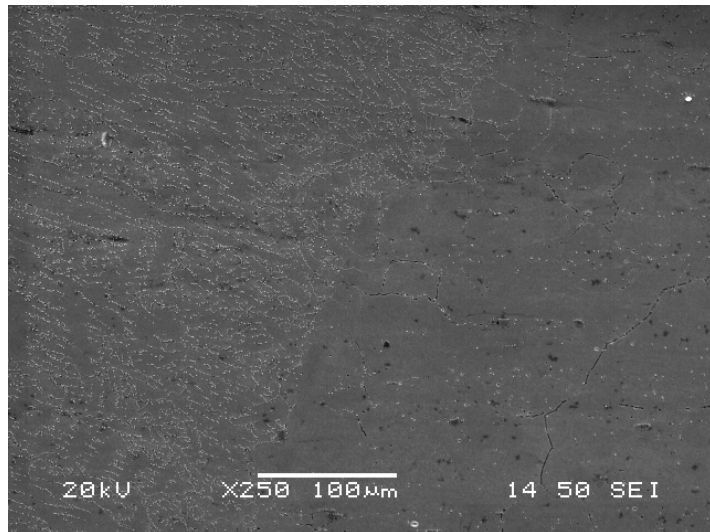


Εικόνα 29 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WTIG

x370



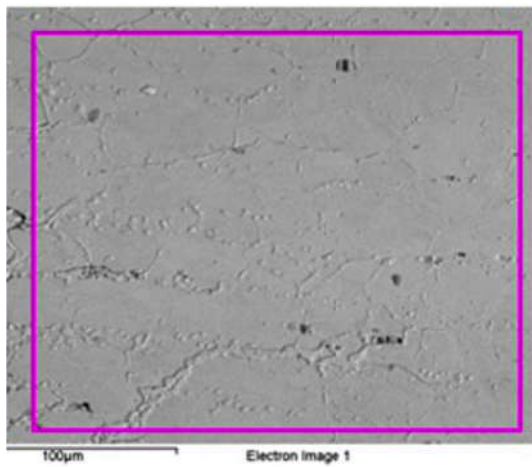
**Εικόνα 30 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WTIG
x200**



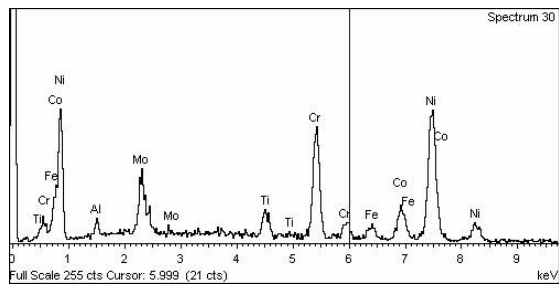
Εικόνα 31 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ-HAZ του WTIG

Χημικές αναλύσεις EDS θερμικά επηρεασμένης ζώνης

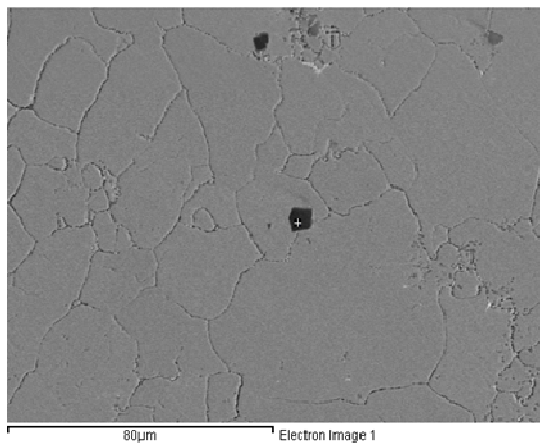
Γενικευμένη χημική ανάλυση HAZ



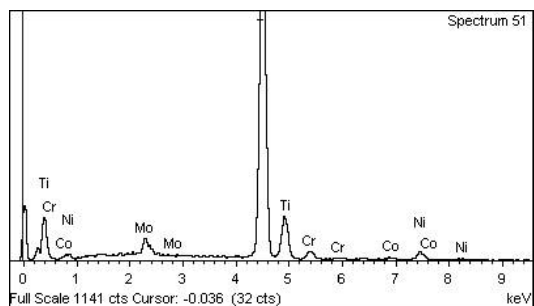
Element	Weight %
Alk	2,27
Tik	3,46
CrK	20,20
FeK	3,06
CoK	14,23
NiK	52
MoL	4,32



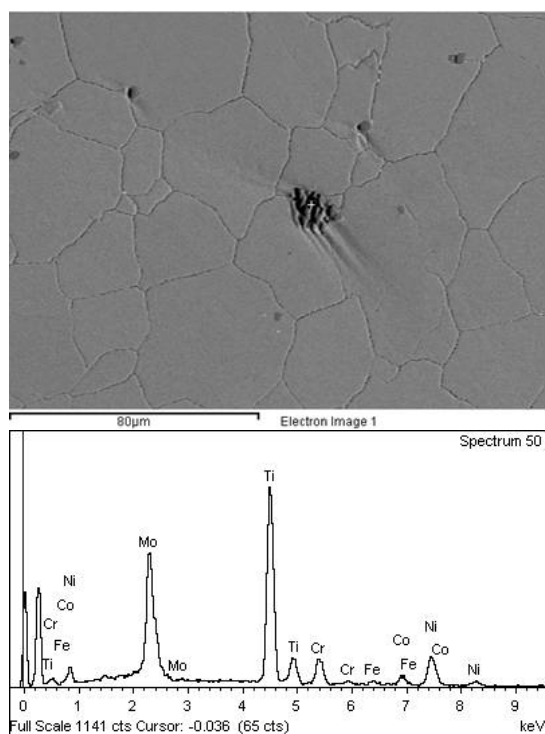
Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου MC



Element	Weight%
Ti K	83.52
Cr K	3.30
Co K	1.69
Ni K	6.16
Mo L	5.34



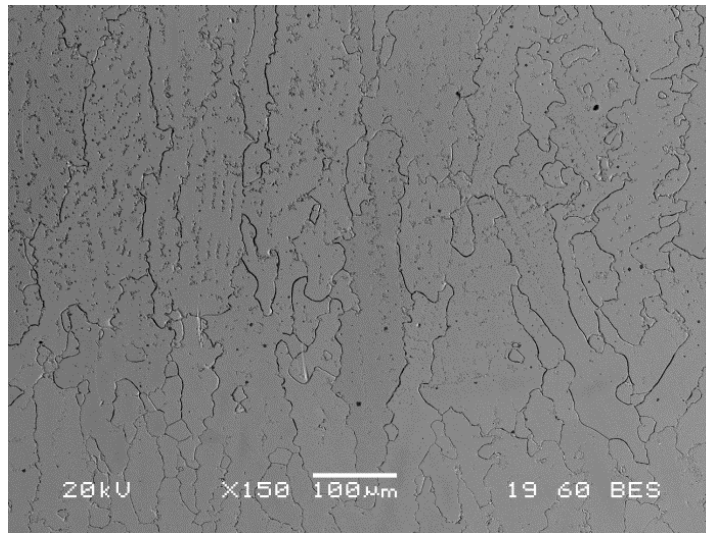
Σημειακή χημική ανάλυση καρβιδίου



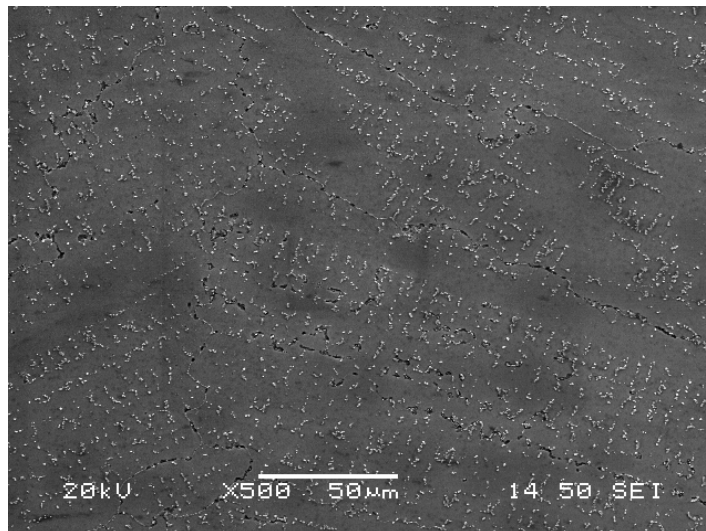
Element	Weight%
Ti K	41.03
Cr K	7.58
Fe K	1.40
Co K	4.04
Ni K	15.43
Mo L	30.53

Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη του WTIG αποτελείται από μεγεθυμένους και ανομοιόμορφους κόκκους, το Mo σε σύγκριση με τα ποσοστά του στα BM-FZ έχει μειωμένο ποσοστό κ.β. γεγονός που οδηγεί σε περιορισμένες θέσεις φύτρωσης. Περικρυσταλλικά βρίσκονται καρβίδια M_6C σε μερικά σημεία εμφανίζονται ως zipperlike. Τα $M_{23}C_6$ ίσως δημιουργήθηκαν από την αποσύνθεση των καρβιδίων MC και M_6C κατά τη διαδικασία. Καρβίδια MC αναγνωρίζονται διάσπαρτα μέσα στη HAZ κοντά σε όρια κόκκων. Κατακρήμνιση της γ' φάσης δεν είναι ορατή.

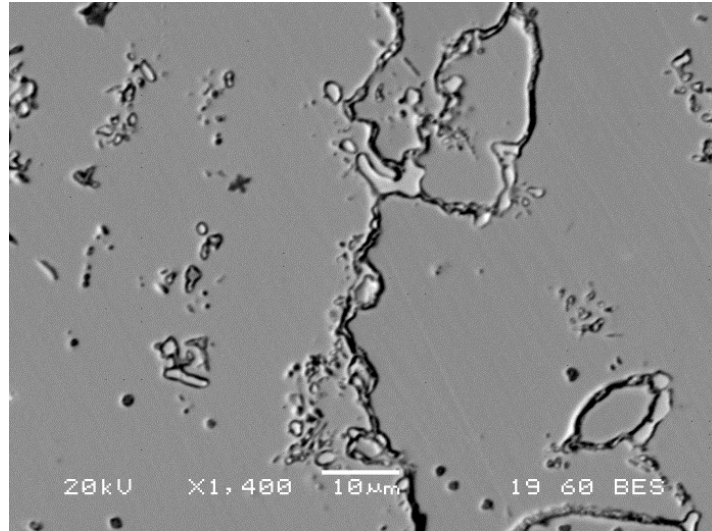
III. Ζώνη τήξης (Fusion Zone)



Εικόνα 32 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG



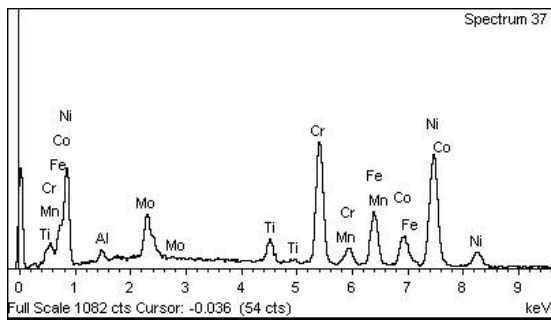
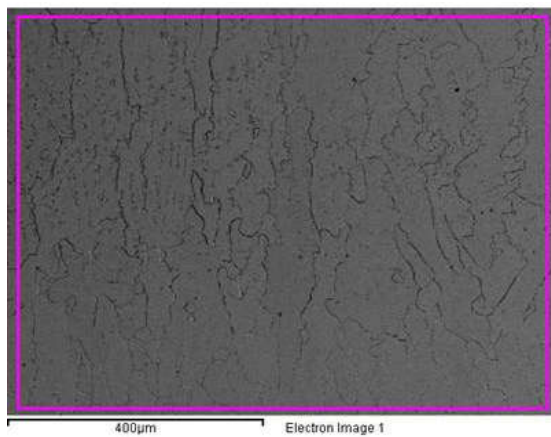
Εικόνα 33 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG x500



Εικόνα 34 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WTIG x1400

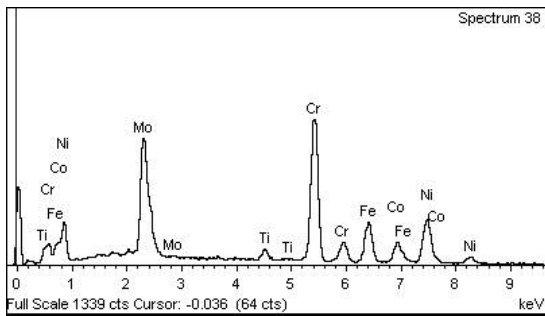
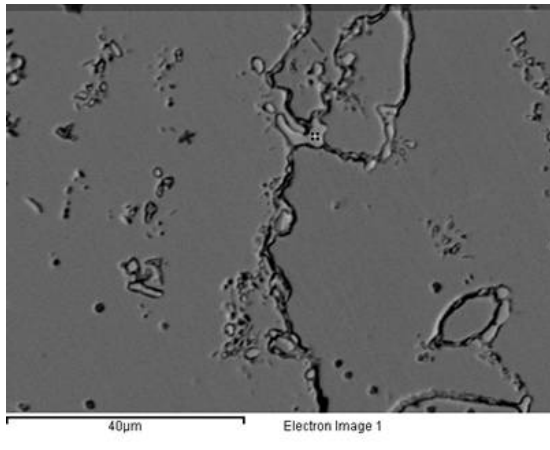
Χημικές αναλύσεις EDS ζώνης τήξης

Γενικευμένη χημική ανάλυση στη ζώνη τήξης



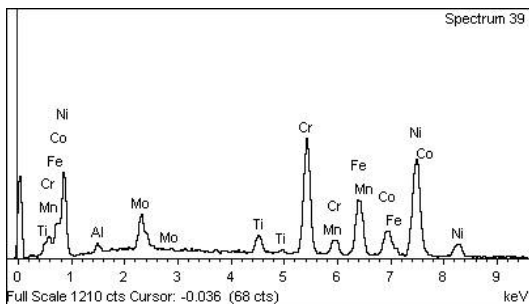
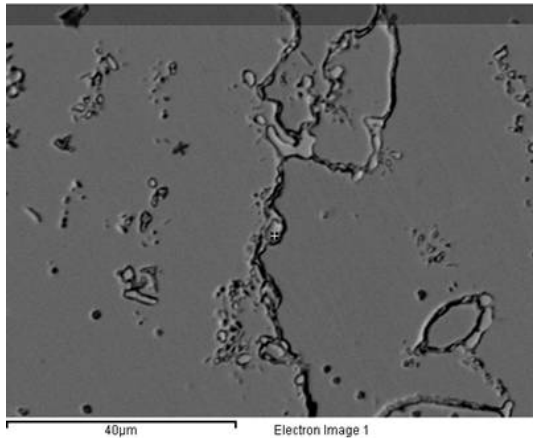
Element	Weight%
Al K	1.16
Ti K	3.01
Cr K	21.01
Mn K	0.74
Fe K	12.97
Co K	9.21
Ni K	42.96
Mo L	8.95

Σημειακή χημική ανάλυση φάσης TCP



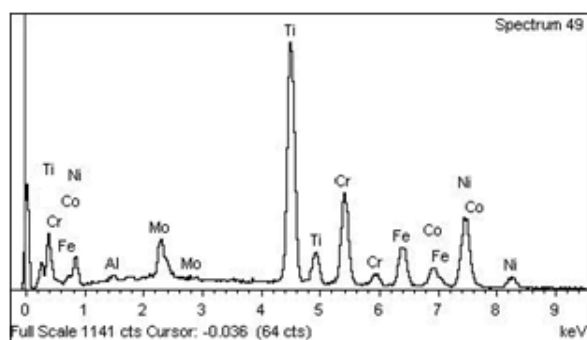
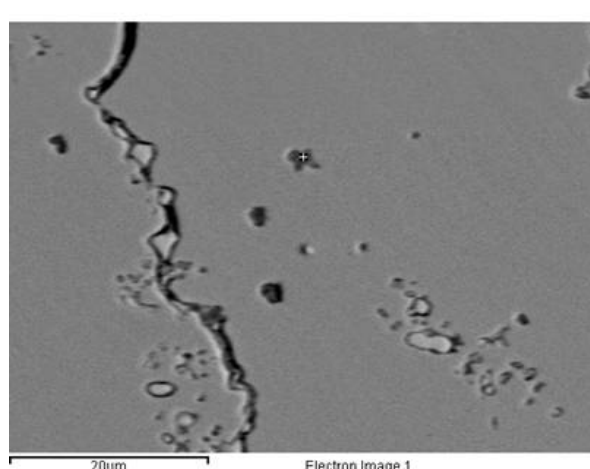
Element	Weight%
Ti K	1.58
Cr K	31.98
Fe K	12.62
Co K	7.51
Ni K	19.21
Mo L	27.09

Σημειακή χημική ανάλυση M₆C



Element	Weight%
Al K	1.00
Ti K	2.51
Cr K	21.90
Mn K	0.70
Fe K	15.66
Co K	8.63
Ni K	42.11
Mo L	7.48

Σημειακή χημική ανάλυση MC

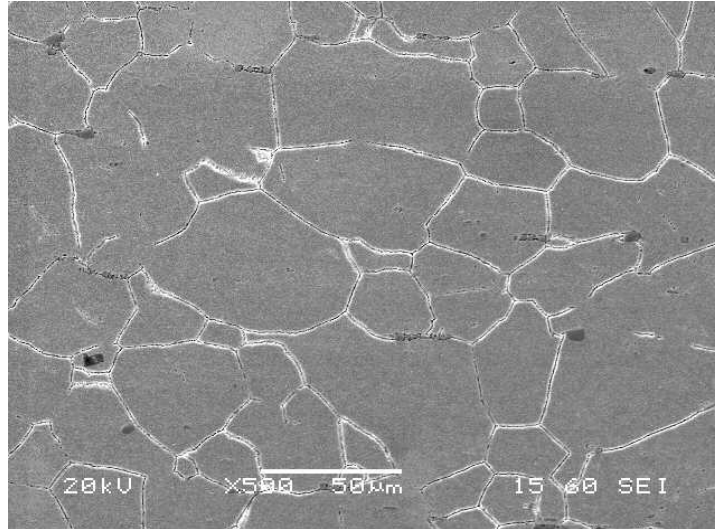


Element	Weight%
Al K	0.52
Ti K	39.11
Cr K	15.02
Fe K	9.38
Co K	5.39
Ni K	24.11
Mo L	6.47

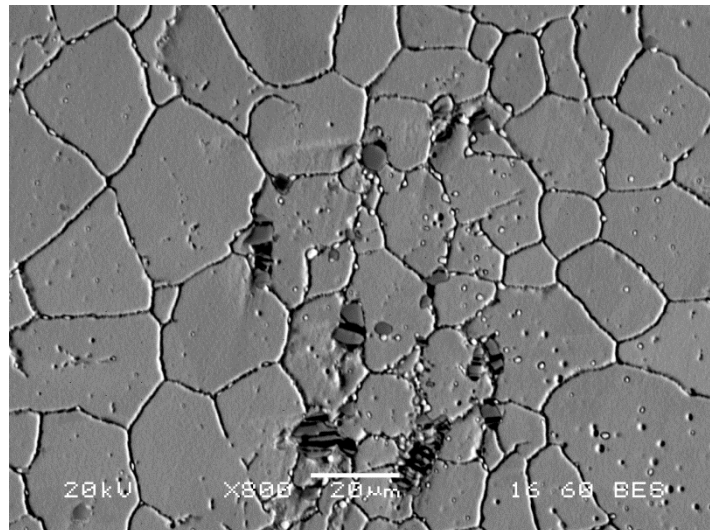
Η ζώνη τήξης του WTIG αποτελείται από επιμηκυσμένους κόκκους ωστενίτη που έχουν σχηματιστεί από τους δενδρίτες που βρίσκονταν στη ΖΤ προ της θερμικής κατεργασίας, γι' αυτό και είναι πλούσιοι σε Fe, Cr, Ni. Έχουν διεύθυνση κάθετη στη τομή από τη θραύση που δημιουργήθηκε από τη δοκιμή εφελκυσμού. Κοντά στο σημείο θραύσης (Εικ.32 στο κάτω μέρος) παρατηρείται μείωση του μεγέθους των κόκκων. Στα όρια των κόκκων παρατηρούνται καρβίδια M_6C και TCP φάσεις διακοσμημένες με καρβίδια $M_{23}C_6$, πολύ πιθανό να έχει σχηματιστεί φάση σ κατά τη διαδικασία της γήρανσης του υλικού. Ενδοκοκκικά βρίσκονται καρβίδια MC. Η κατακρήμνιση της φάσης γ' είναι περιορισμένη, αυτό οφείλεται στο χαμηλό ποσοστό της FZ σε Al. Επίσης παρατηρείται strain age cracking σε διάφορα σημεία κατακρήμνισης καρβιδίων.

9.1.2 Δοκίμο WEBW

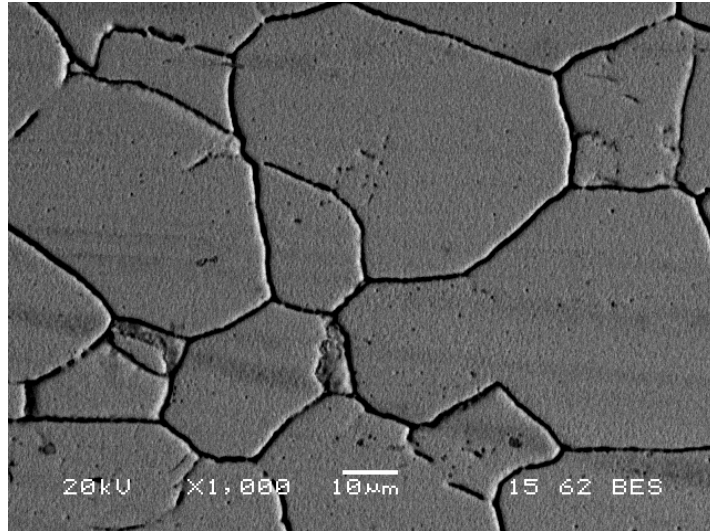
I. Μέταλλο βάσης(Base Metal)



Εικόνα 35 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW x500



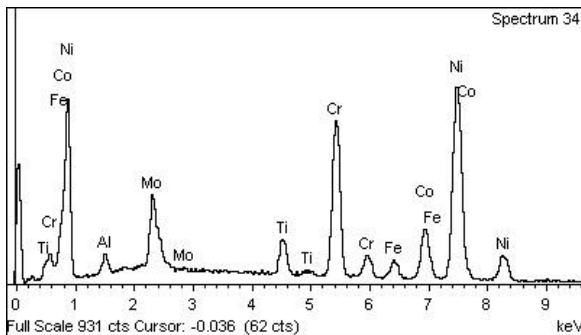
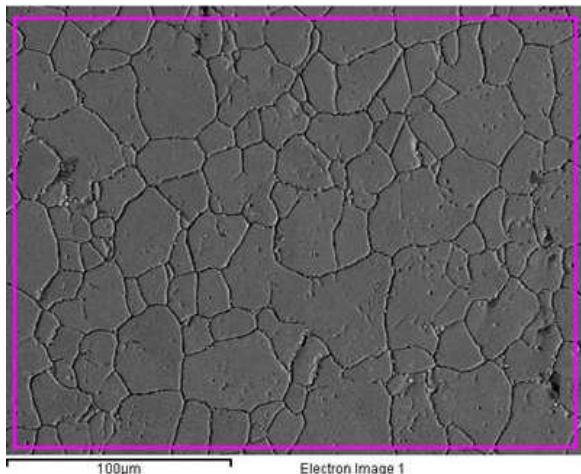
**Εικόνα 36 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW
x800**



**Εικόνα 37 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) MB του WEBW
x1000**

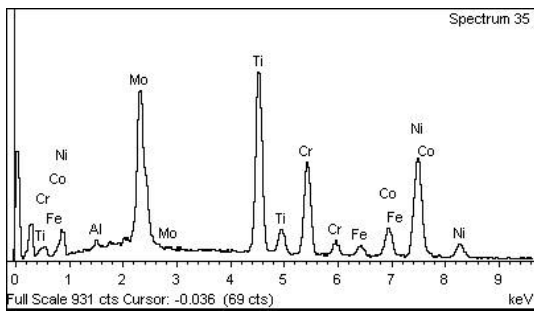
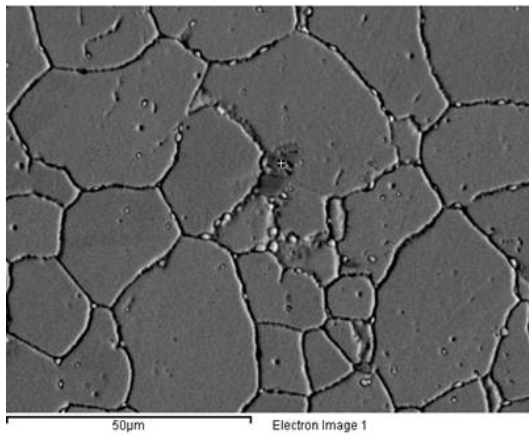
Χημικές αναλύσεις EDS μετάλλου βάσεως

Γενικευμένη χημική ανάλυση



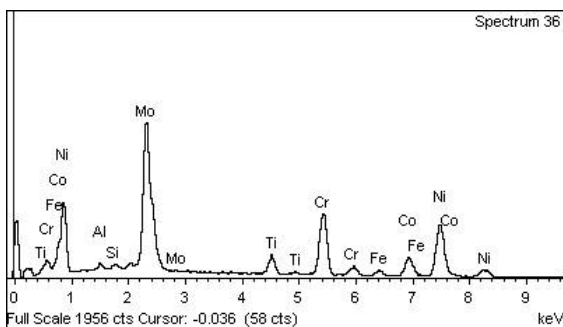
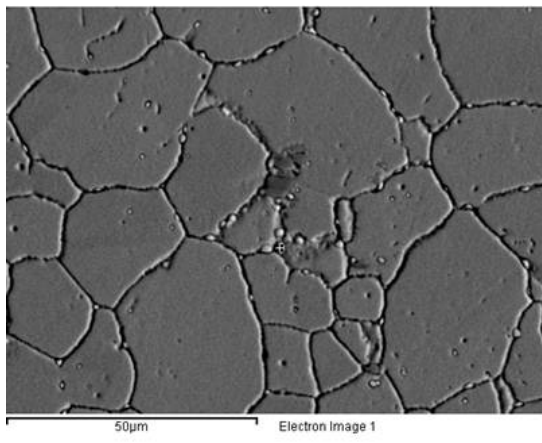
Element	Weight%
Al K	1.38
Ti K	3.41
Cr K	19.59
Fe K	2.91
Co K	10.93
Ni K	51.42
Mo L	10.36

Σημειακή χημική ανάλυση MC



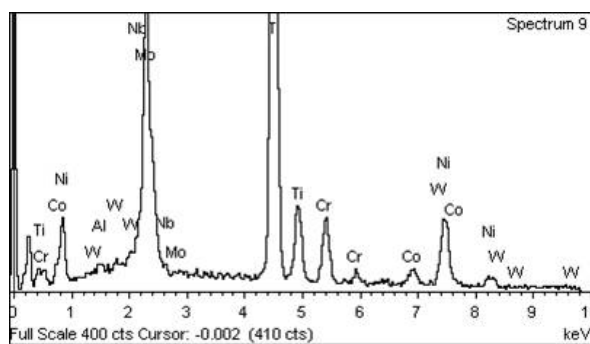
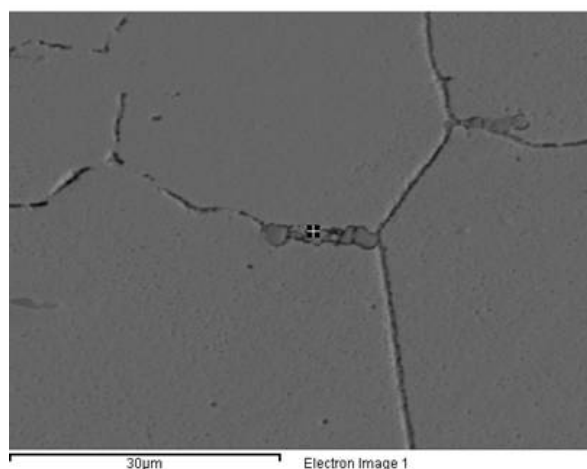
Element	Weight%
Al K	0.56
Ti K	21.09
Cr K	14.44
Fe K	1.99
Co K	7.46
Ni K	30.40
Mo L	24.06

Σημειακή χημική ανάλυση περικρυσταλλικού M₂₃C₆



Element	Weight%
Al K	0.81
Si K	0.54
Ti K	3.56
Cr K	17.49
Fe K	1.75
Co K	8.26
Ni K	27.70
Mo L	39.88

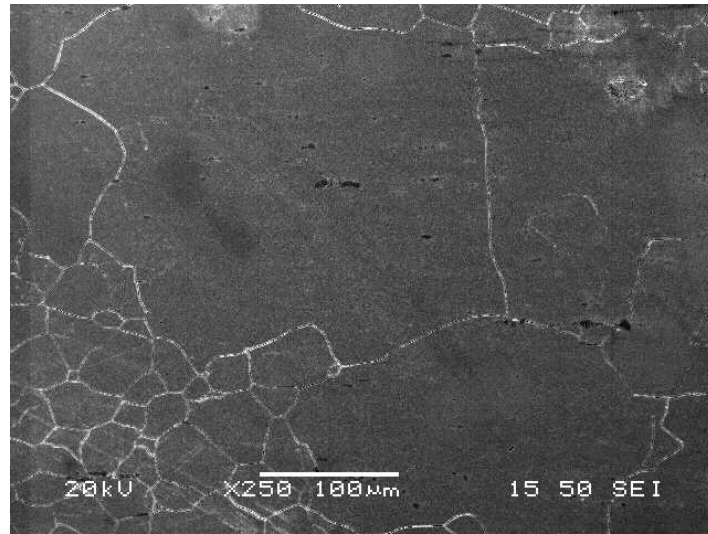
Σημειακή χημική ανάλυση M_6C zipperlike



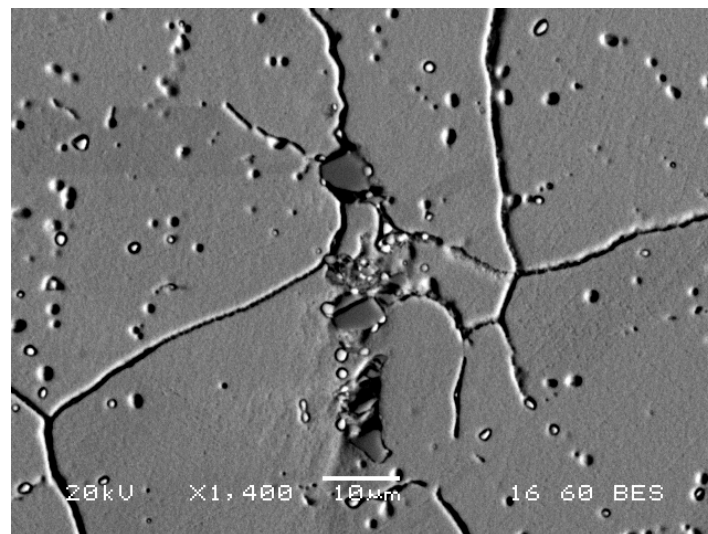
Element	Weight%
Al K	0.49
Ti K	46.13
Cr K	7.57
Co K	2.70
Ni K	14.41
Nb L	2.10
Mo L	25.80
W M	0.79

Στο μέταλλο βάσης του EBW παρατηρείται διασπορά σφαιρικών κατακρημνισμάτων γ' φάσης εντός της ωστενιτικής μήτρας, τα οποία δεν είναι ομοιόμορφα κατανεμημένα σε όλο το MB όπως στο MB του WTIG, αλλά βρίσκονται πλησίον θέσεων κατακρήμνισης καρβιδίων. Επίσης είναι φανερή η ύπαρξη διδυμιών. Καρβίδια τύπου MC blocky βρίσκονται πάνω στην ωστενιτική μήτρα κοντά σε όρια κόκκων και σε κάποια σημεία φαίνεται να έχουν προκαλέσει παραμόρφωση των ορίων, και $M_{23}C_6$ καρβίδια διακοσμούν τα όρια τους. M_6C εμφανίζονται ως zipperlike στα όρια των κόκκων αλλά και ως πλακίδια ενδιάμεσα σε MC. Σε σύγκριση με το MB του WTIG το MB του WEBW έχει μεγαλύτερη ανομοιομορφία των κόκκων του, τα καρβίδια MC είναι ελαφρώς πιο διογκωμένα και στην έκταση του MB η κατακρήμνιση των $M_{23}C_6$ στα όρια των κόκκων είναι μειωμένη.

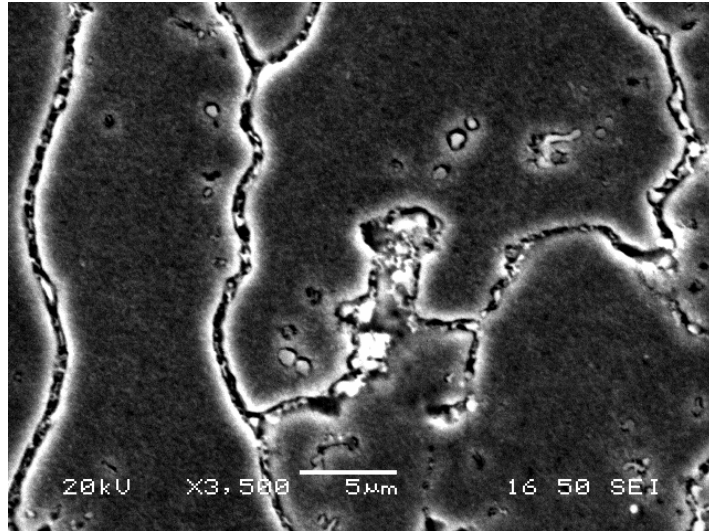
II. Θερμικά επηρεασμένη ζώνη(Heat Affected Zone)



Εικόνα 38 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) BM-HAZ του WEBW x250



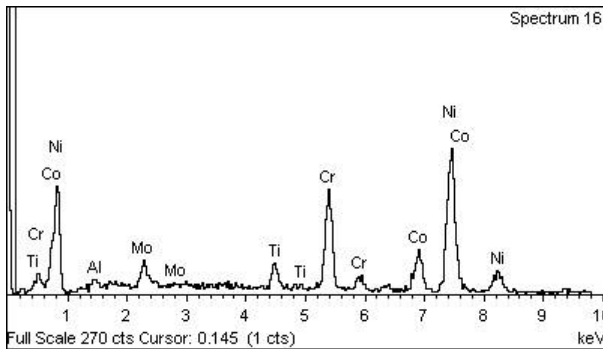
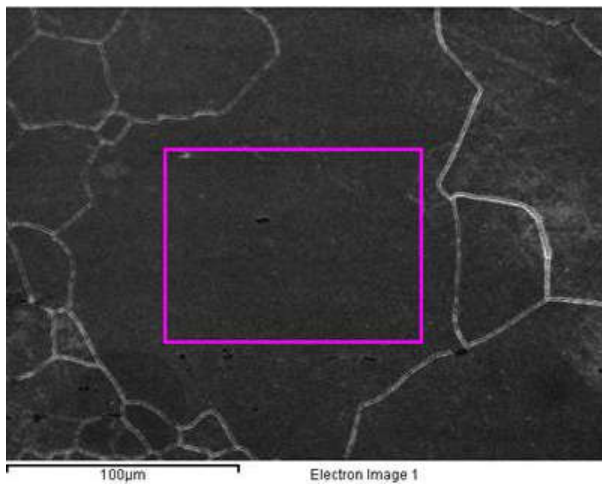
**Εικόνα 39 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WEBW
x1400**



Εικόνα 40 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) HAZ του WEBW x3500

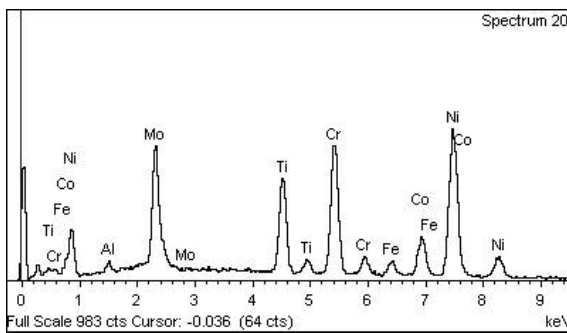
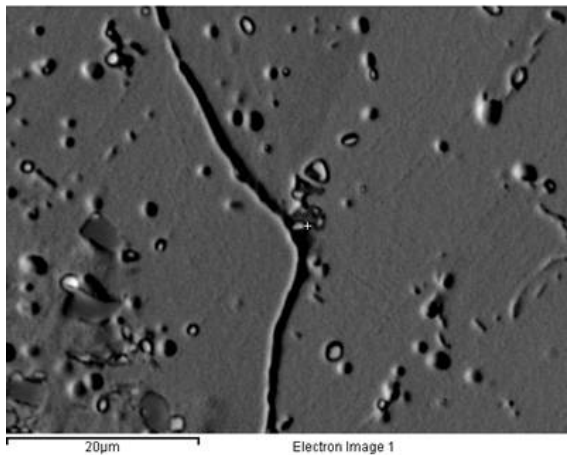
Χημικές αναλύσεις EDS θερμικά επηρεασμένης ζώνης

Χημική ανάλυση κόκκου θερμικά επηρεασμένης ζώνης



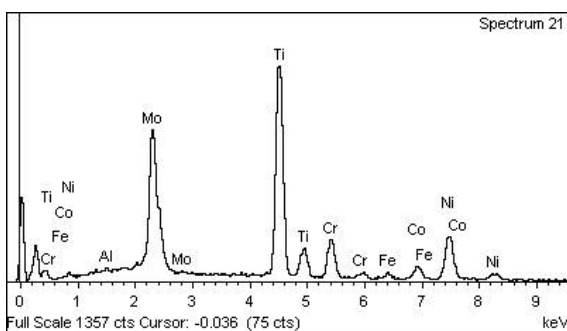
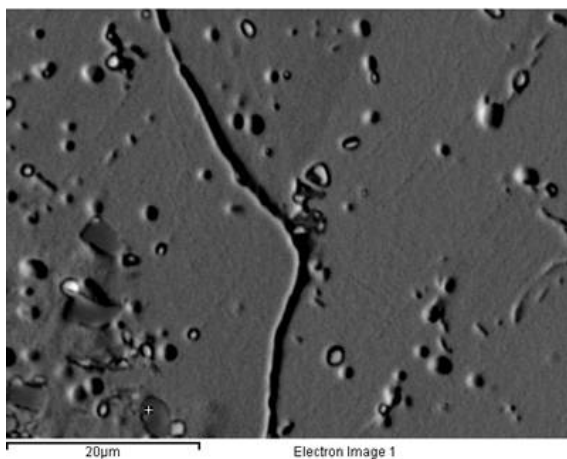
Element	Weight%
Al K	1.17
Ti K	2.92
Cr K	18.94
Co K	13.81
Ni K	59.04
Mo L	4.12

Σημειακή χημική ανάλυση $M_{23}C_6$



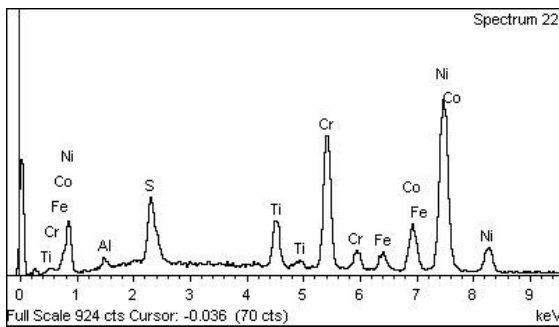
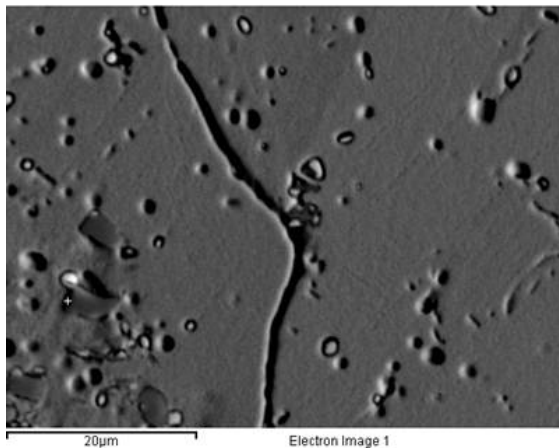
Element	Weight%
Al K	0.73
Ti K	10.09
Cr K	17.89
Fe K	2.50
Co K	9.04
Ni K	41.65
Mo L	18.09

Σημειακή χημική ανάλυση MC



Element	Weight%
Al K	0.35
Ti K	36.52
Cr K	9.29
Fe K	1.41
Co K	4.70
Ni K	19.27
Mo L	28.45

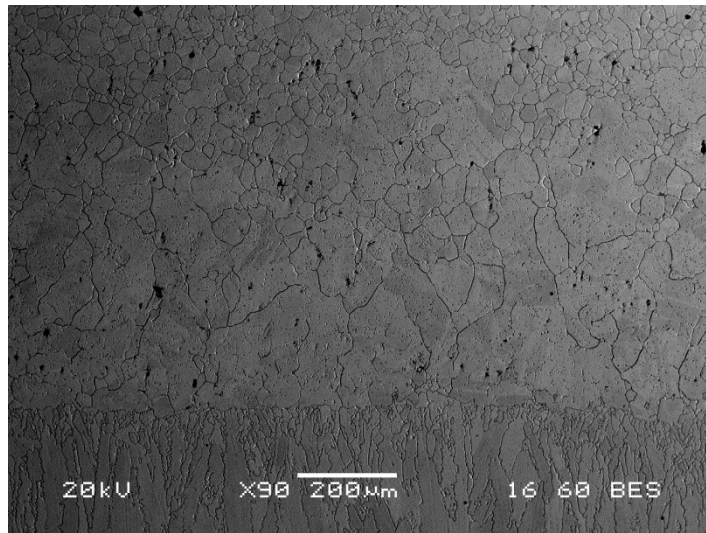
Σημειακή χημική ανάλυση M_6C (πλησίον MC)



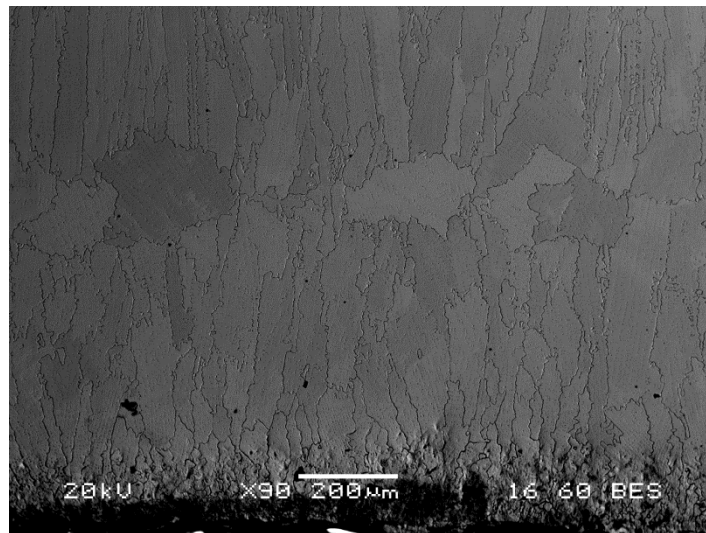
Element	Weight%
Al K	1.00
S K	3.27
Ti K	5.18
Cr K	20.03
Fe K	2.90
Co K	11.96
Ni K	55.66

Στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη του WEBW υπάρχει σχεδόν ομοιόμορφη κατακρήμνιση της φάσης γ' εντός της γ μήτρας. Παρατηρείται μεγέθυνση των κόκκων, το μήκος της σε σχέση με τη HAZ του WTIG είναι μικρότερο και αυτό οφείλεται στη τεχνική συγκόλλησης. Δεν βρίσκεται φιλμ καρβιδίων, ούτε καρβίδια μορφής zipperlike στα όρια των κόκκων όπως συμβαίνει στο WTIG. Στην εικ.39 φαίνεται στα όρια κόκκων καρβίδιο MC, γύρω του έχουν φυτρώσει καρβίδια M_6C και στις άκρες αυτών βρίσκονται λεπτομερή $M_{23}C_6$ με ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου. Επίσης στο ίδιο σημείο φαίνεται μια ρωγμή πιθανόν από strain age cracking. Κάτω από αυτό φαίνονται καρβίδια MC ενδοκρυσταλλικά.

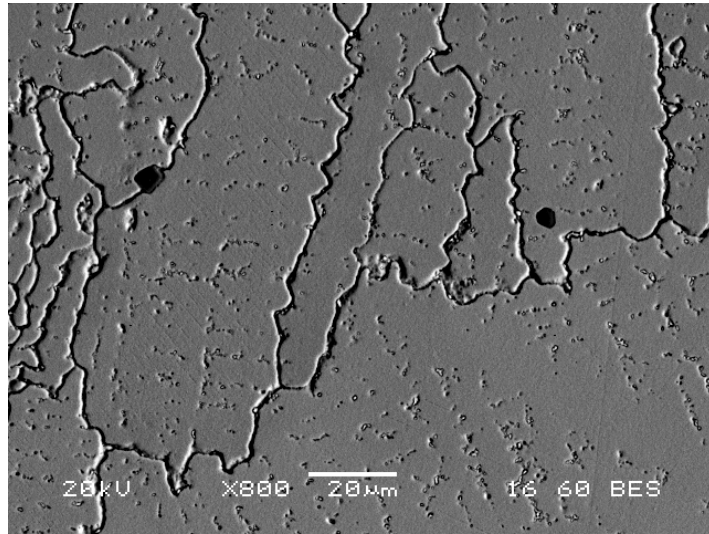
III. Ζώνη τήξης (Fusion Zone)



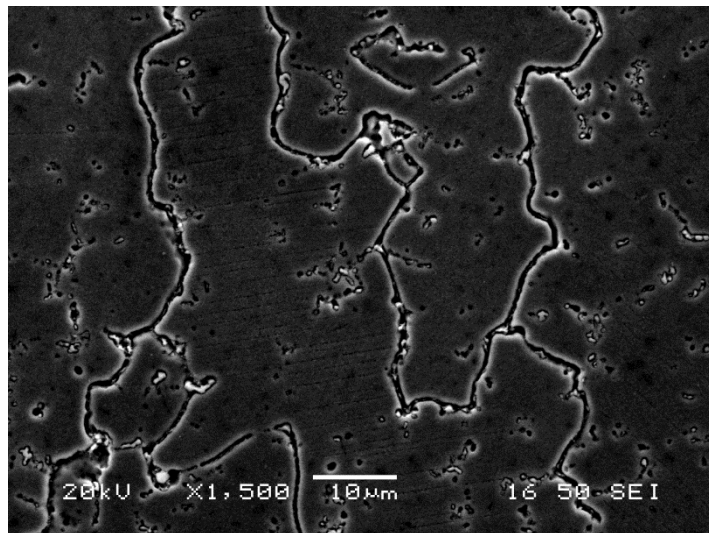
Εικόνα 41 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) BM-HAZ-FZ του WEBW x90



Εικόνα 42 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x90



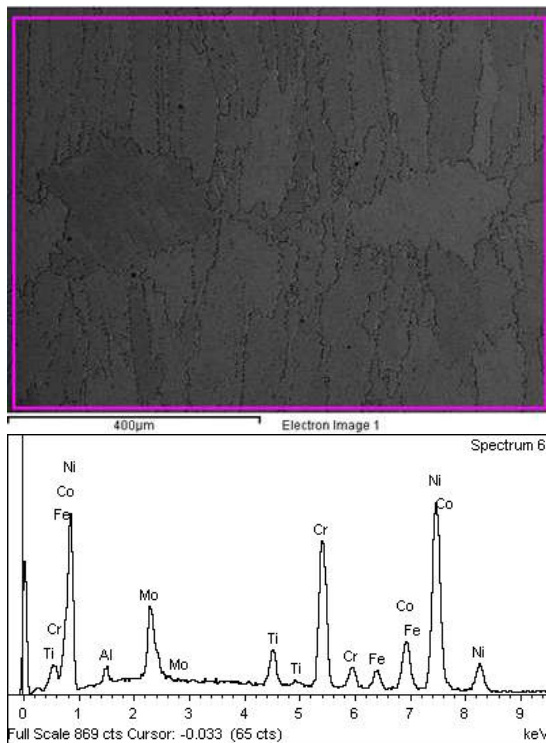
Εικόνα 43 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x800



Εικόνα 44 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) FZ του WEBW x1500

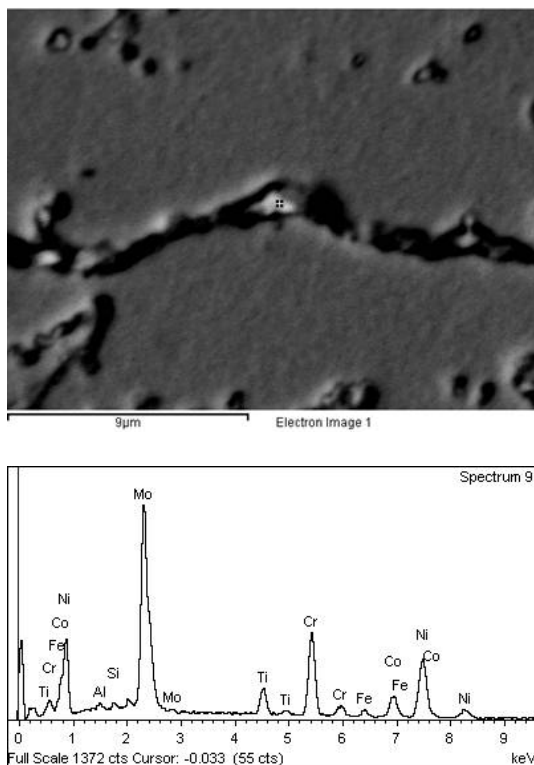
Χημικές αναλύσεις EDS ζώνης τήξης

Γενικευμένη χημική ανάλυση ζώνης τήξης



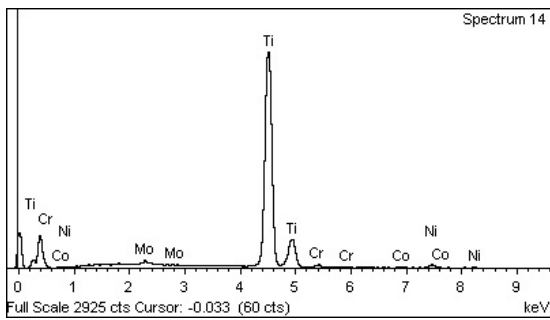
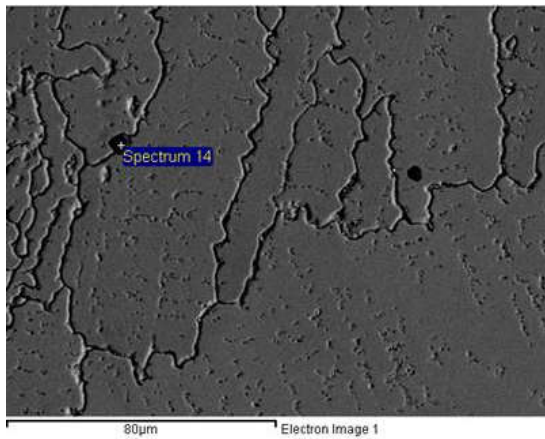
Element	Weight%
Al K	1.34
Ti K	3.37
Cr K	19.28
Fe K	3.23
Co K	11.01
Ni K	51.06
Mo L	10.71

Σημειακή χημική ανάλυση περικρυσταλλικού $M_{23}C_6$



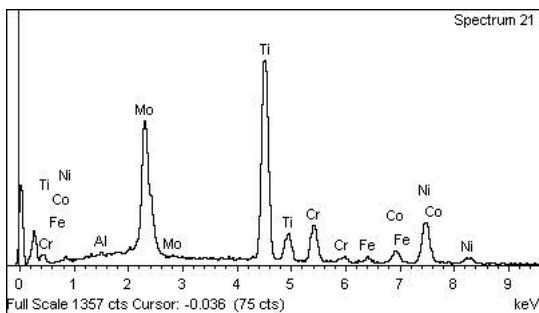
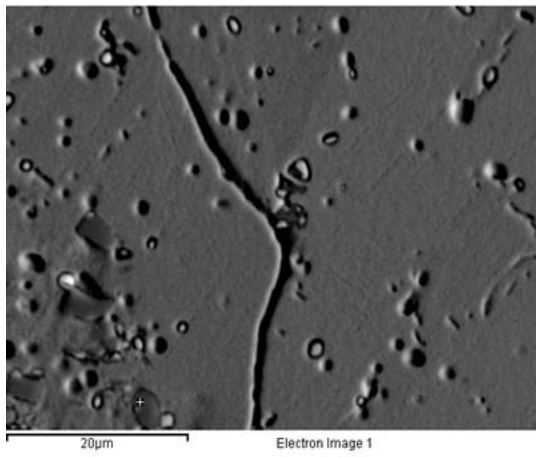
Element	Weight%
Al K	0.56
Si K	0.62
Ti K	4.51
Cr K	17.65
Fe K	1.85
Co K	7.54
Ni K	24.53
Mo L	42.74

Σημειακή χημική ανάλυση MC



Element	Weight%
Ti K	93.67
Cr K	1.47
Co K	0.76
Ni K	2.93
Mo L	1.16

Σημειακή χημική ανάλυση MC

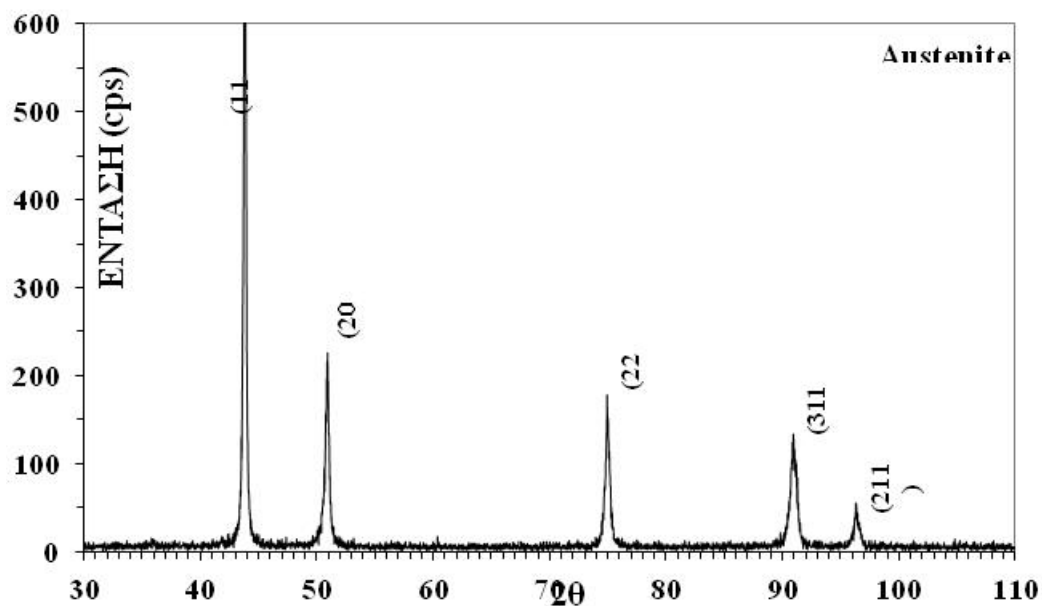


Element	Weight%
Ti K	35.52
Cr K	9.29
Fe K	1.41
Co K	4.70
Ni K	19.27
Mo L	28.45

Στη ζώνη τήξης του WEBW υπάρχει ανομοιομορφη κατακρήμνιση μικρών σφαιρικών κατακρημνισμάτων της γ' φάσης. Οι κόκκοι και εδώ είναι επιμηκυμένοι όπως και στη FZ του WTIG με διεύθυνση κάθετη στη τομή της θραύσης. Στην εικ.42 στο κάτω μέρος της μικρογραφίας φαίνεται η τομή της θραύσης από τη δοκιμή εφελκυσμού, περίπου 600μm από τη τομή προς τα πάνω παρατηρείται μια διαφοροποίηση των κόκκων από τους υπόλοιπους της FZ, πιθανόν να οφείλεται σε χαλάρωση των υπολειπόμενων τάσεων της συγκόλλησης η οποία συνέβη κατά τη μεταθέρμανση του υλικού. Η συμμετοχή καρβιδίων $M_{23}C_6$ στα όρια των κόκκων είναι αυξημένη σε σχέση με τη HAZ του ίδιου δοκιμίου. Η περιεκτικότητα της FZ του WEBW σε σίδηρο είναι μικρότερη της FZ του WTIG. Καρβίδια MC βρίσκονται ενδοκρυσταλλικά και περικρυσταλλικά αλλά με μικρή συμμετοχή σε σχέση με το υπόλοιπο υλικό.

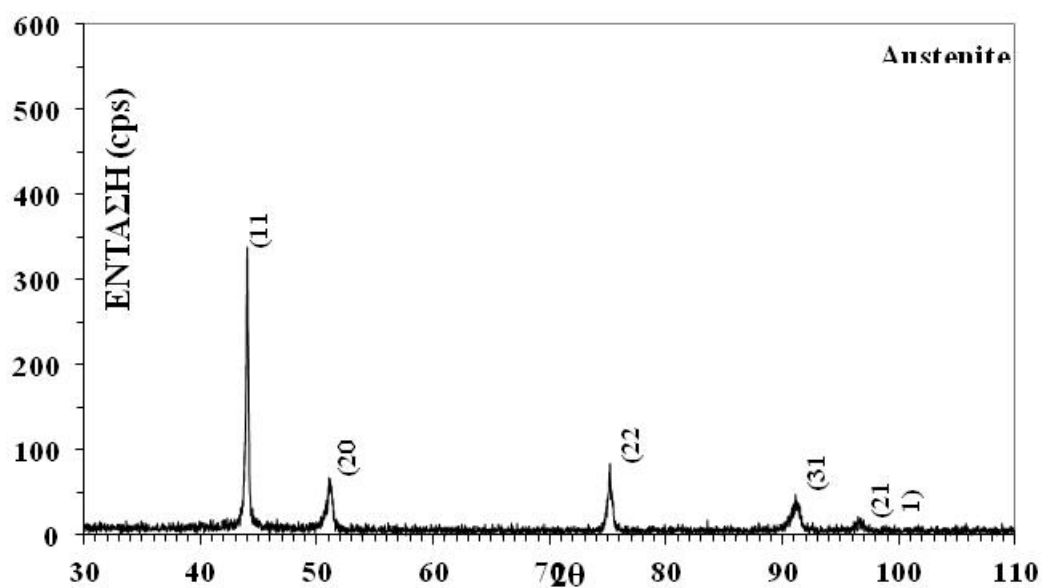
9.2 ΠΕΡΙΘΛΑΣΙΜΕΤΡΙΑ ΑΚΤΙΝΩΝ X (XRD)

9.2.1 Μέταλλο βάσης WTIG



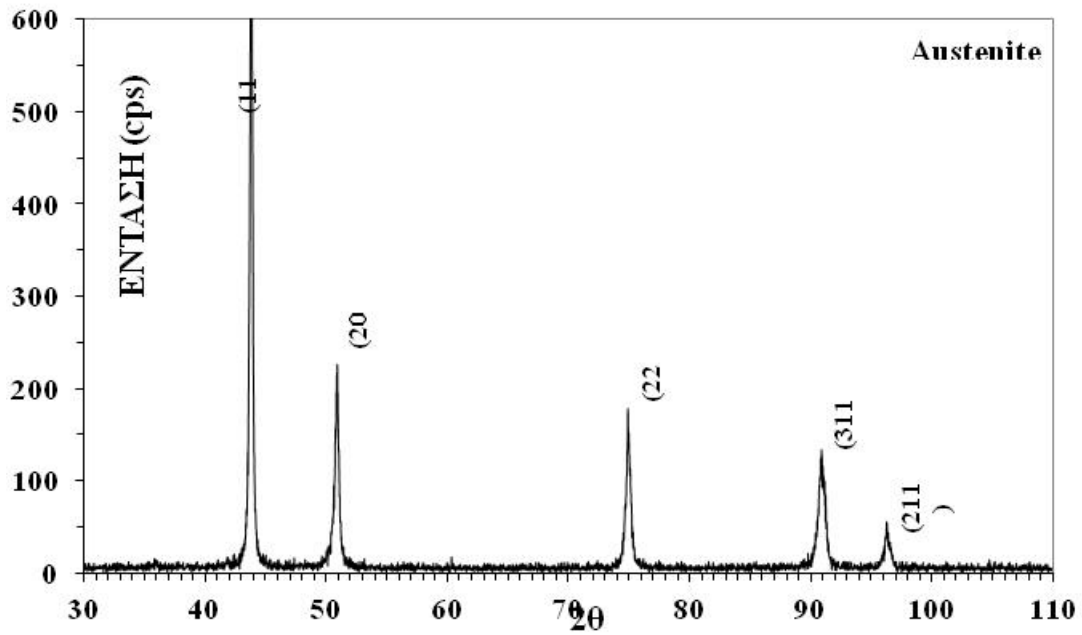
Διάγραμμα 14 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για το MB του WTIG

9.2.2 HAZ-FZ WTIG



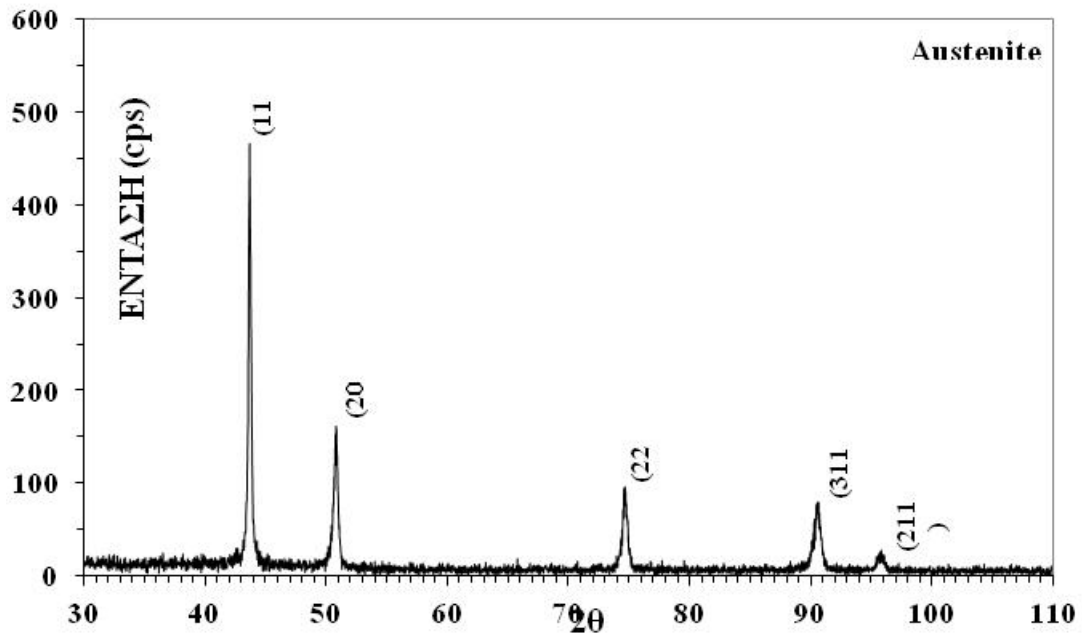
Διάγραμμα 15 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για τις HAZ-FZ του WTIG

9.2.3 Μέταλλο βάσης WEBW



Διάγραμμα 16 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για το MB του WEBW

9.2.4 HAZ-FZ WEBW



Διάγραμμα 17 Αποτελέσματα περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) για τις HAZ-FZ του WEBW

Οι ζώνες HAZ και FZ εξετάστηκαν μαζί λόγω του μικρού τους μεγέθους πάνω στο δοκίμιο, η προσπάθεια διαχωρισμού τους θα άφηνε μικρή επιφάνεια για εξέταση που θα καθιστούσε αδύνατη τη σωστή μέτρηση.

Τα αποτελέσματα της περιθλασιμετρίας ακτίνων X για τα WEBW- WTIG αναγνωρίζουν μόνο τη γ μήτρα του υλικού.

Η αδυναμία αναγνώρισης άλλων φάσεων πιθανόν οφείλεται πιθανόν σε αδυναμία του μηχανήματος εξέτασης λόγω της λεπτοκρυσταλλικότητας του υλικού και της ετερογένειας των κατακρημνισμάτων.

9.3 ΜΕΤΡΗΣΕΙΣ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ VICKERS

Η μικροσκληρομέτρηση είναι η δοκιμή σκληρότητας με την αποτύπωση της κεφαλής του διαμαντιού κάτω από συγκεκριμένο φορτίο και συγκεκριμένο χρονικό διάστημα στο προς μέτρηση υλικό. Η τομή της σκληρότητας υπολογίζεται από την μέτρηση του μεγέθους του αποτυπώματος με τη χρήση ειδικού μικροσκοπίου και καταγραφικού μηχανήματος για περισσότερη ακρίβεια στις μετρήσεις.

Η τιμή σκληρότητας κατά Vickers (HVN) δίδεται από την παρακάτω σχέση:

$$HV = 2P \cdot \sin(\theta/2) / D^2$$

P=εφαρμοζόμενο φορτίο σε kgf (1kgf=9,81 N)

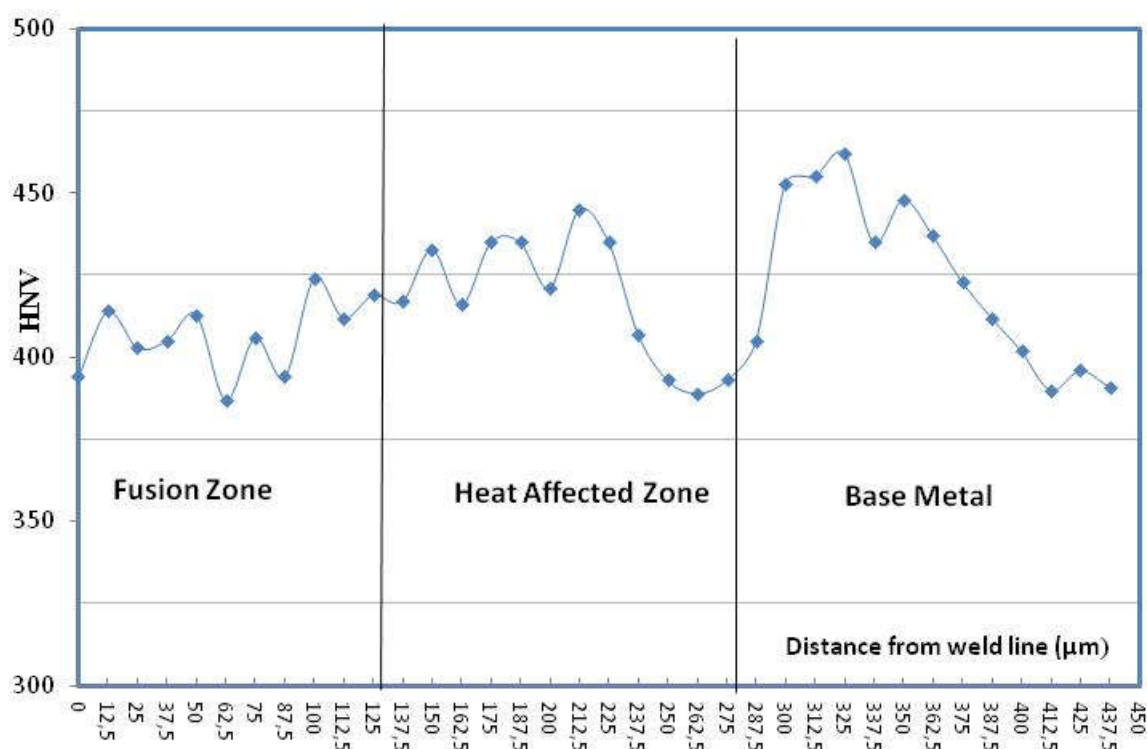
D=μήκος διαγωνίου mm

Θ =γωνία κορυφής διαμαντιού, ίση με 136°

Για τις μικροσκληρομετρήσεις χρησιμοποιήθηκε το μικροσκληρόμετρο τύπου Vickers Shimadzu Tester του εργαστηρίου μεταλλογνωσίας, με επιβαλλόμενο φορτίο 100 N για 15 sec. Ορίστηκε από ένας κánaβος σε κάθε περιοχή (ΖΤ/ΘΕΖ/ΜΒ). Τα δοκίμια τα οποία μικροσκληρομετρήθηκαν με τη μέθοδο Vickers, εγκιβωτίστηκαν, λειάνθηκαν, στιλβώθηκαν και προσεβλήθησαν έτσι ώστε να είναι ορατά τα όρια της

ζώνης τήξης και θερμικά επηρεασμένης ζώνης αλλά και δυνατός ο προσδιορισμός της σκληρότητας διαφόρων φάσεων και μικρογραφικών συστατικών.

9.3.1 Μικροσκληρομέτρηση WTIG

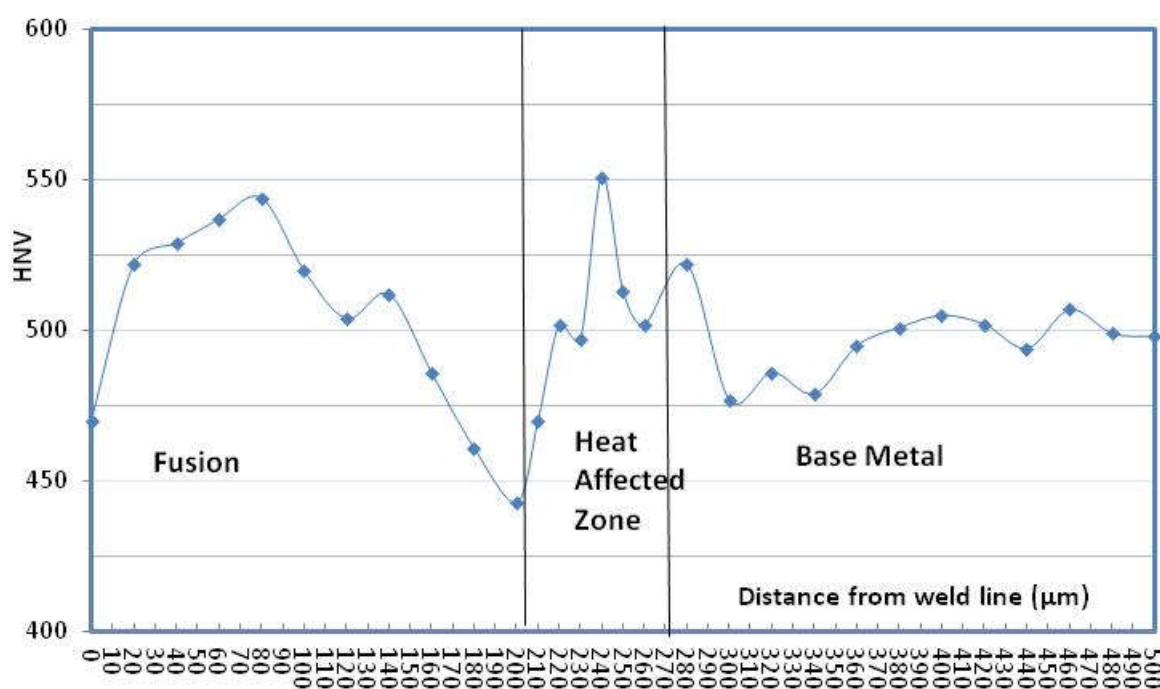


Διάγραμμα 18 Αποτελέσματα μικροσκληρομέτρησης του WIG

Όπως παρατηρείται από μια συνεχή σάρωση με μικροσκληρομετρήσεις σε κάθετη τομή της συγκόλλησης, το υλικό παρουσιάζει σχετική ανομοιομορφία της σκληρότητας στην εκάστοτε περιοχή με τη μεγαλύτερη τιμή να βρίσκεται στο μέταλλο βάσης. Το BM παρουσιάζει σκληρότητα 390-462 HV, η HAZ 393-445HV και η ZT 394-424 HV. Το BM αποτελείται από ωστενιτικούς κόκκους με, κατακρήμνιση γ' φάσης, MC καρβίδια τύπου blocky, περικρυσταλλικών ziperlike M_6C και σπανιότερα από συνεχή $M_{23}C_6$ που προκαλούν ευαισθητοποίηση της περιβάλλουσας μήτρας. Στη HAZ δεν παρατηρείται κατακρήμνιση γ' φάσης, πιθανόν έχει επέλθει σκλήρωση μέσω της κατακρήμνισης των καρβιδίων, χρειάζεται περαιτέρω μελέτη της ζώνης για να εξακριβωθεί αν υπάρχει γ' φάση. Στη FZ βρίσκονται περικρυσταλλικά καρβίδια $M_{23}C_6$. Έχει μειωμένο ποσοστό σε Mo στην

ωστενιτική μήτρα. Επίσης φαίνονται καρβίδια MC blocky μορφολογίας, M_6C και $M_{23}C_6$ με ελάχιστη συμμετοχή σε σχέση με το BM.

9.3.2 Μικροσκληρομέτρηση WEBW



Διάγραμμα 19 Αποτελέσματα μικροσκληρομέτρησης του WEBW

Όπως παρατηρείται από μια συνεχή σάρωση με μικροσκληρομετρήσεις σε κάθετη τομή της συγκόλλησης η μεγαλύτερη τιμή σκληρότητας βρίσκεται στη HAZ με τιμές 470-551 HV αν και δεν ήταν δυνατό να παρθούν περισσότερες μετρήσεις λόγω του μικρού μεγέθους της HAZ. Στη FZ οι τιμές είναι 443-544 HV και στο BM 477-522 HV. Σε σύγκριση το WEBW παρουσιάζει μεγαλύτερη σκληρότητα από το WTIG. Οι αυξημένες τιμές σκληρότητας στη HAZ οφείλονται στη κατακρήμνιση της γ' φάσης και στη μειωμένη συμμετοχή καρβιδίων $M_{23}C_6$ περικρυσταλλικά. Το BM έχει μεγαλύτερη συμμετοχή $M_{23}C_6$ και M_6C περικρυσταλλικά γι αυτό πιθανόν παρουσιάζει τη μικρότερη σκληρότητα στο υλικό. Οι μετρήσεις στη FZ έχουν ξεκινήσει από το σημείο που παρατηρείται η διαφοροποίηση του μεγέθους των

κόκκων, στα όρια της ζώνης αυτής η διαφορά της σκληρότητας είναι σημαντική, για το λόγο αυτό κρίνεται απαραίτητη η ενδελεχής μελέτη της μικροδομής στη συγκεκριμένη περιοχή με τη χρήση διερχόμενης δέσμης ηλεκτρονίων και EBSD.

9.4 ΔΟΚΙΜΕΣ ΕΦΕΛΚΥΣΜΟΥ

Η δοκιμή εφελκυσμού είναι η σπουδαιότερη και πιο διαδεδομένη δοκιμή για τη μέτρηση των μηχανικών ιδιοτήτων των μετάλλων. Η δοκιμή πραγματοποιείται σε ειδική μηχανή εφελκυσμού η οποία καταγράφει ανά πάσα στιγμή τη δύναμη με την οποία εφελκύεται το εκάστοτε δοκίμιο (F) και την παράλληλη επιμήκυνση των δοκιμίων (Δl). Η επιμήκυνση Δl είναι ίση με $l-l_0$, όπου l_0 το αρχικό μήκος του δοκιμίου. Η τάση (σ) και η παραμόρφωση (ε) δίνονται από τους παρακάτω τύπους:

$$\sigma = F/S_0 \quad \text{και} \quad \varepsilon = \Delta l/l_0$$

όπου S_0 = επιφάνεια διατομής του δοκιμίου

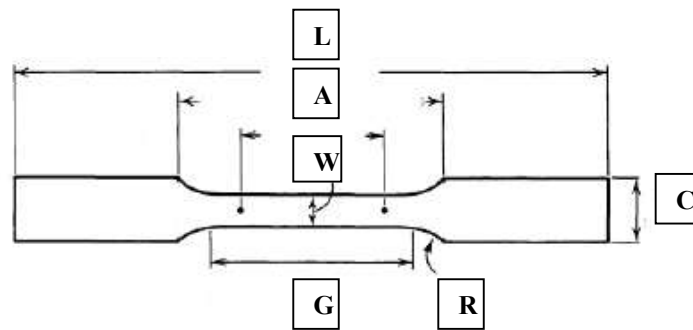
Εξετάσθηκαν δύο δοκίμια, ένα για το κάθε τύπο συγκόλλησης. Η κατασκευή των δοκιμίων του εφελκυσμού έγινε σύμφωνα με τις διεθνείς προδιαγραφές και το πρότυπο κατά BS EN 10002-1:2001. Οι δοκιμές εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Μεταλλογνωσίας του ΕΜΠ σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και σύμφωνα με το ASTM-E 8M πρότυπο. Η ταχύτητα εφελκυσμού που ορίστηκε στη μηχανή εφελκυσμού για όλες τις δοκιμές ήταν 1 mm/min.

Είναι κατανοητό πως η μηχανική επάρκεια των συγκολλημένων δοκιμίων καθορίζεται από τα χαρακτηριστικά της μικρογραφικής δομής που αφορούν στην κρυστάτωση της μη διατεταγμένης γ μήτρας (partitioning effect) αλλά και στην κρυστάτωση της διατεταγμένης ενδομεταλλικής γ' φάσης στο δεδομένο πολυφασικό σύστημα μεταξύ ζώνης τήξης, θερμικά επηρεασμένης ζώνης και μετάλλου βάσης. Επιπρόσθετα, σημαντικό ρόλο διαδραματίζει το κλάσμα όγκου κατακρήμνισης της φάσης σκλήρωσης, το μέσο μέγεθος των κόκκων της μήτρας αλλά και των κατακρημνισμάτων, η ομοιομορφία ή μη της διασποράς της κατακρήμνισης αλλά και η ύπαρξη δευτερευουσών φάσεων (topologically close packed, eutectics, carbides, nitrides). Τέλος, σε ότι αφορά στην κύρια φάση σκλήρωσης γ' ιδιαίτερη σημασία έχει η μορφολογία αυτής, ο βαθμός αναντιστοιχίας με τη μήτρα (mismatch), η

θερμοδυναμική σταθερότητά της (η οποία εξαρτάται από την διακύμανση της χημικής της σύστασης) αλλά και η πυκνότητα των σφαλμάτων που την χαρακτηρίζουν (Superintrinsic Stacking Fault Energy, Antiphase Boundary). Όλες οι παραπάνω παράμετροι που χαρακτηρίζουν την ενδομεταλλική φάση γ' χαρακτηρίζονται από ισχυρή διακύμανση μεταξύ Z.T-ΘEZ-MB για κάθε είδος συγκόλλησης, με βάση διεθνείς πειραματικές μελέτες και ανάλυση σε HRTEM και APFIM.

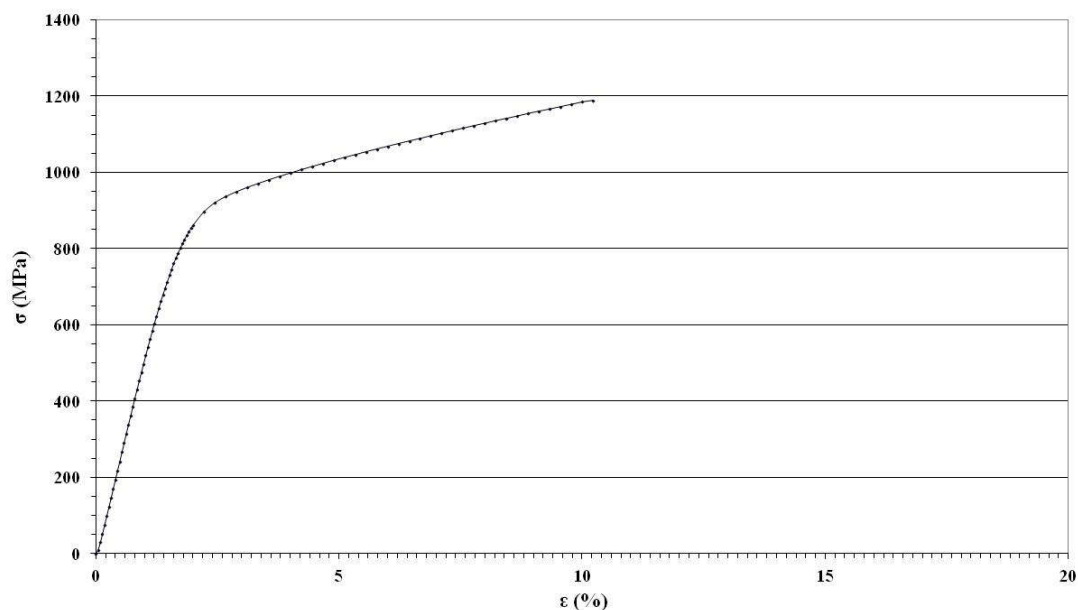
Είναι τέλος αδιαμφισβήτητο ότι οι μηχανικές ιδιότητες μπορούν να ρυθμιστούν μέσω της κραμάτωσης, καθώς το Co μειώνει τη διαλυτότητα Al και Ti στη μήτρα και ενισχύει την κατακρήμνιση γ' φάσης, τα Al και Ti αυξάνουν μέχρι ενός σημείου το κλάσμα όγκου κατακρήμνισης της γ' και το Mo επηρεάζει τις θέσεις φύτρωσης ενδομεταλλικών και δευτερευουσών φάσεων. Αρχικά αναμένετε καλύτερη συνδυαστική μηχανική απόκριση να παρουσιάσει το υπερκράμα Waspaloy με EBW. Το παραπάνω σχετίζεται με τον περιορισμό έκτασης της ΘEZ μέσω της δεδομένης τεχνικής, την λεπτότητα και την σχετική ομοιομορφία της μικροδομής. Αναφέρεται ακόμη ότι τα δοκίμια έσπασαν στα σύνορα HAZ-FZ.

Σχηματική αναπαράσταση των δοκιμίων για τη δοκιμή εφελκυσμού



G	Gage length
W	Width
R	Radius of fillet, min

9.4.1 Δοκίμιο WTIG



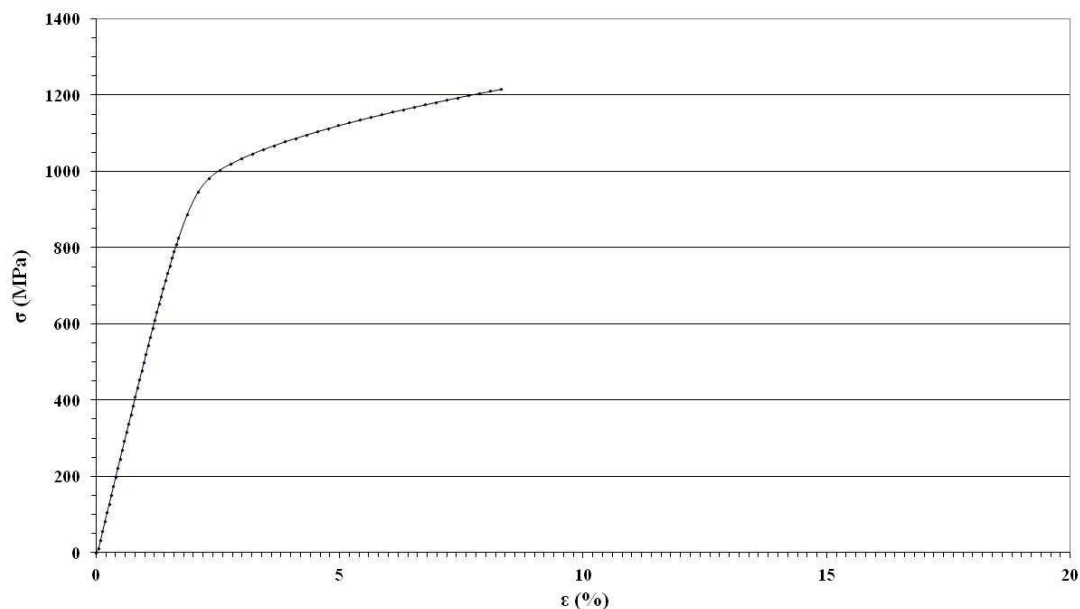
Διάγραμμα 20 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης WTIG

Συμβατικό όριο διαρροής MPa	Όριο θραύσης MPa	Ολκιμότητα %
761,75	1188,7	10,22

Πίνακας 17 Μηχανική απόκριση WTIG

Από τη δοκιμή του εφελκυσμού πάρθηκαν τα παραπάνω δεδομένα για το υπερκράμα Waspaloy συγκολλημένο με τη μέθοδο TIG. Το WTIG παρουσίασε συμβατικό όριο διαρροής $R_{y0,2\%}=761,75$ MPa, όριο θραύσης $R_{uts}=1188,7$ MPa και ολκιμότητα $\epsilon=10,22\%$.

9.4.2 Δοκίμιο WEBW



Διάγραμμα 21 Διάγραμμα μηχανικής απόκρισης WEBW

Συμβατικό όριο διαρροής MPa	Όριο θραύσης MPa	Ολκιμότητα %
887,76	1216,13	8,31

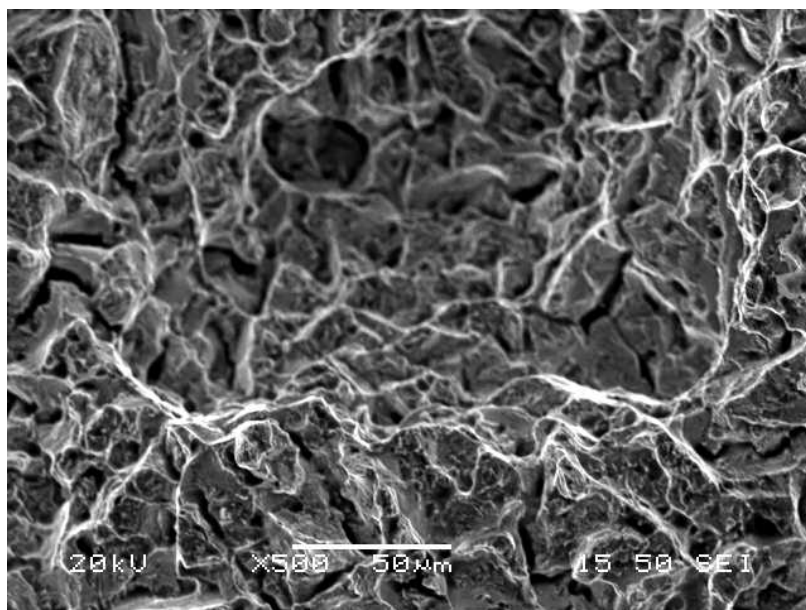
Πίνακας 18 Μηχανική απόκριση WEBW

Από τη δοκιμή του εφελκυσμού πάρθηκαν τα παραπάνω δεδομένα για το υπερκράμα Waspaloy συγκολλημένο με τη μέθοδο EBW. Το WEBW παρουσίασε συμβατικό όριο διαρροής $R_{y0,2\%}=887,76$ MPa, όριο θραύσης $R_{uts}=1216,13$ MPa και ολκιμότητα $\epsilon=8,31\%$.

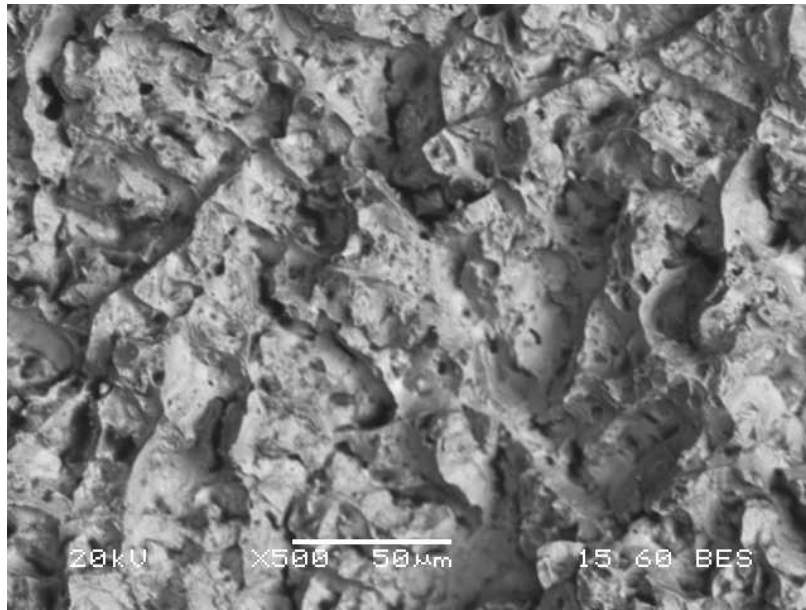
Συγκριτικά να αναφέρουμε ότι το WEBW παρουσίασε μεγαλύτερο όριο θραύσης και συμβατικό όριο διαρροής και μικρότερη ολκιμότητα από το WTIG.

9.5 ΜΕΛΕΤΗ ΘΡΑΥΣΙΓΕΝΩΝ ΕΠΙΦΑΝΕΙΩΝ ΥΣΤΕΡΑ ΑΠΟ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗ ΔΟΚΙΜΗ

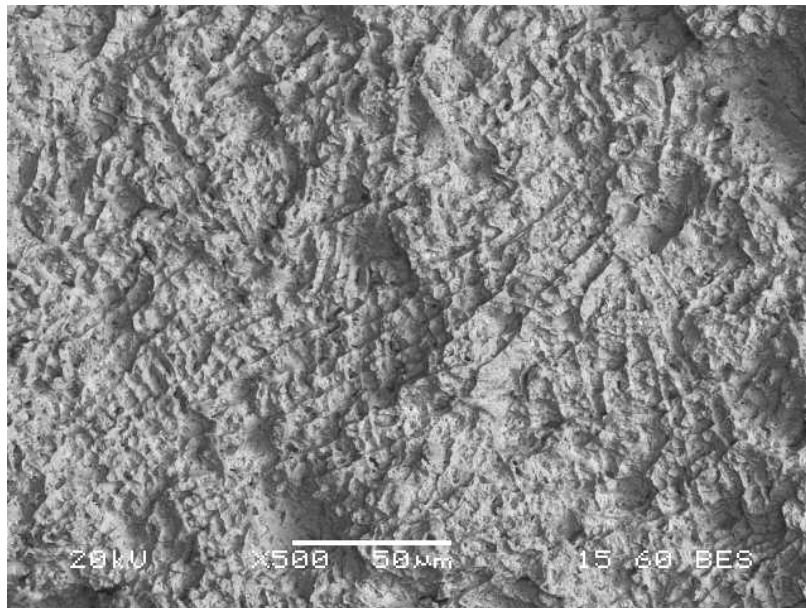
Μέσω συγκριτικής μελέτης θραυσιγενών επιφανειών των WTIG και EBW, καταλήγουμε σε ένα μικτό τύπο θραύσης όπου όλκιμες και ψαθυρές περιοχές αναγνωρίζονται. Η θραυσιγενής περιοχή και με τις δύο μεθόδους συγκόλλησης χαρακτηρίζεται από, brittle fracture με ευθραυστοποίηση στα όρια των κόκκων (intergranular embrittlement) η οποία είναι πιθανό να δημιουργήθηκε κατά τη μεταθέρμανση του υλικού (strain-age embrittlement, stress-relief embrittlement, reheat cracking, hydrogen embrittlement) και intergranular dimpled fracture (όλκιμη θραύση με "λακκάκια") που έχει πιθανόν σχηματιστεί από τη συνένωση ρωγμών, στα όρια των κόκκων και ενδοκοκκικά, από τη κατακρήμνιση δευτερευουσών φάσεων.



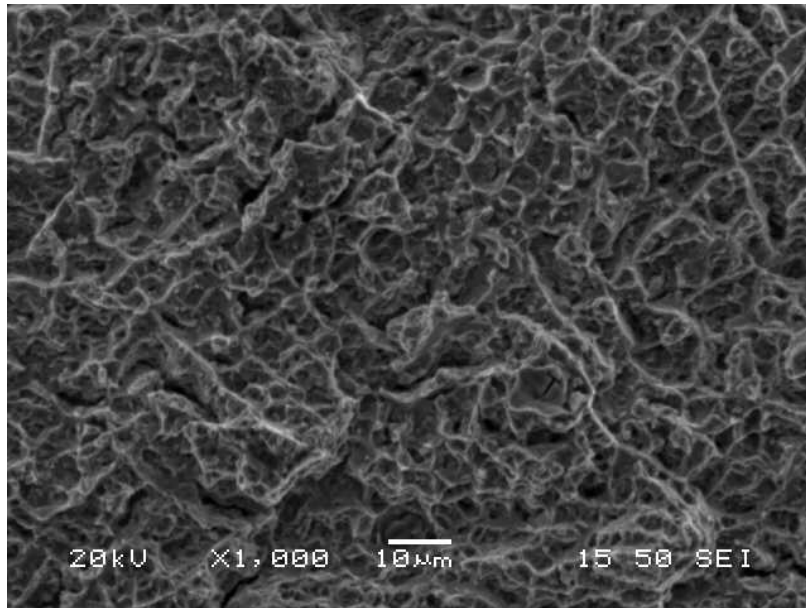
Εικόνα 45 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) του WTIGx500. Φαίνονται και οι δύο τύποι θραύσεων, IG brittle-IG dimpled.



Εικόνα 46 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) του WTIGx500. Από τη μέση της μικρογραφίας και πάνω φαίνεται η IG dimpled.



Εικόνα 47 Μικρογραφία οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (SEM) του WEBWx500. IG dimpled- IG brittle



Εικόνα 48 Μικρογραφία δευτερογενών ηλεκτρονίων (SEM) του WEBWx1000. IG dimpled με microvoid cracking

Ενδεικτικά αναφέρεται από τι προκαλείται ο κάθε τύπος θραύσης.

- Dimpled intergranular fracture: συνέλιξη μικροκενών από φαινόμενα ερπυσμού ή κατακρήμνιση στα όρια των κόκκων
- Brittle intergranular: από εύθραστες φάσεις (σ , Laves) στα όρια των κόκκων και ενδοκοκκικά, φιλμ δευτερευουσών κατακρημνισμάτων στα όρια των κόκκων, ευθραυστοποίηση του Mo από οξυγόνο.

10 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΙΔΙΟΤΗΤΩΝ ΔΟΚΙΜΙΩΝ WASPALOY ΣΥΓΚΟΛΛΗΜΕΝΑ ΧΩΡΙΣ ΝΑ ΕΧΟΥΝ ΥΠΟΣΤΕΙ ΡΩΗΜ

Για τη σύγκριση των μηχανικών ιδιοτήτων των δοκιμίων της παρούσας εργασίας χρησιμοποιήθηκαν δεδομένα από διπλωματική έρευνα που πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο μεταλλογνωσίας της σχολής μηχανικών μεταλλείων-μεταλλουργών. Τα δοκίμια προέρχονται από την E.A.B και έχουν την ίδια χημική σύσταση με τα δοκίμια της παρούσας εργασίας. Επίσης έχουν συγκολληθεί με τις ίδιες τεχνικές και παραμέτρους συγκόλλησης και βρίσκονται σε κατάσταση as welded(δεν έχουν υποστεί ομογενοποίηση και γήρανση). Οι δοκιμές έγιναν στα ίδια μηχανήματα με τις ίδιες λειτουργικές παραμέτρους. Σκοπός της σύγκρισης είναι να εξεταστεί κατά πιο βαθμό έχει αλλάξει η σκληρότητα και η εφελκυστική αντοχή μετά τις θερμικές κατεργασίες. Τα δοκίμια σε κατάσταση as welded ονομάστηκαν ως, SWTIG για το υπερκράμα Waspaloy συγκολλημένο με τη μέθοδο TIG και SEBW για τη μέθοδο EBW.

10.1 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΣΚΛΗΡΟΤΗΤΑΣ

	Ζώνη τήξης	Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	Μέταλλο βάσης
SEBW	270-330 HV	330-350 HV	340-360 HV
WEBW	443-544 HV	470-551 HV	477-522 HV

Πίνακας 19 Σύγκριση τιμών σκληρότητας WEBW-SEBW

	Ζώνη τήξης	Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	Μέταλλο βάσης
STIG	250-260 HV	260-290 HV	310-330 HV
WTIG	394-424 HV	393-445 HV	390-462 HV

Πίνακας 20 Σύγκριση τιμών σκληρότητας WTIG-STIG

Όπως παρατηρείται για το κάθε δοκίμιο, με το κάθε τρόπο συγκόλλησης, δίνονται αυξημένες τιμές σκληρότητας μετά τις θερμικές κατεργασίες. Αυτό δικαιολογείται και από την εύρεση κατακρημνισμάτων γ'φάσης στα WTIG και WEBW. Στα STIG και SEBW δεν βρέθηκε γ'φάση με εξαίρεση μερικά σημεία στη HAZ και των δύο όπου υπήρχαν περικρυσταλλικά ευτηκτικά προϊόντα Laves+γ'+(M₇C₃/M₂₃C₆) και στη FZ που βρέθηκε σε μικρό κλάσμα όγκου, ενδοδενδρικά και διαδενδριτικά με τη μορφή ευτηκτικών σχηματισμών γ+γ'+Laves. Παρατηρείται ομοιόμορφη κατανομή των τιμών στα as welded με τις μεγαλύτερες τιμές να βρίσκονται στο BM ακολουθούμενο από τις HAZ και FZ. Στα pwh treated δοκίμια οι τιμές της κάθε περιοχής παρουσιάζουν αυξομειώσεις και όπως φαίνεται και από τις μικρογραφίες και τις χημικές αναλύσεις που λήφθηκαν μέσω SEM, τα pwh treated δοκίμια παρουσιάζουν ανομοιογένεια μεταξύ των περιοχών τους, πράγμα που υποδηλώνει δεν επήλθε πλήρης ομογενοποίηση κατά τη θερμική επεξεργασία.

10.2 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΕΦΕΛΚΥΣΤΙΚΗΣ ΑΝΤΟΧΗΣ

	Συμβατικό όριο διαρροής MPa	Όριο θραύσης MPa	Ολκιμότητα %
STIG	449	917	49,6
WTIG	761,75	1188,7	10,22

Πίνακας 21 Σύγκριση ολκιμότητας WTIG-STIG

	Συμβατικό όριο διαρροής MPa	Όριο θραύσης MPa	Ολκιμότητα %
SEBW	457,3	915	44
WEBW	887,76	1216,13	8,31

Πίνακας 22 Σύγκριση ολκιμότητας WEBW-SEBW

Όπως παρατηρείται μέσω της σύγκρισης μηχανικής απόκρισης σε εφελκυσμό, τα pwh treated δοκίμια και για τις δύο συγκολλήσεις παρουσιάζουν σημαντικά αυξημένες τιμές συμβατικού ορίου διαρροής και ορίου θραύσης σε σχέση με τα as welded. Αυτή όμως η αύξηση λειτουργεί εις βάρος της ολκιμότητας η οποία υπέστη μείωση της ολκιμότητας περίπου 70-80%.

11 ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Σύμφωνα με τις μικρογραφίες για τα δύο δοκίμια, παρατηρούμε ότι υπάρχει ανομοιογένεια ως προς τη χημική σύσταση και τη μικροδομή μεταξύ των περιοχών των δοκιμίων, οπότε συμπεραίνουμε ότι κατά τη θερμική κατεργασία των δοκιμίων προκλήθηκε μερική ομογενοποίηση. Διαφορές στη σύσταση της κάθε ζώνης παρατηρούνται και μεταξύ των μεθόδων συγκόλλησης, στη ζώνη τήξης του WTIG το ποσοστό του διαλυμένου σιδήρου είναι σημαντικά μεγαλύτερο από ότι στο ZT του WEBW.

Καρβίδια τύπου MC, $M_{23}C_6$ (συνεχή και μη συνεχή περικρυσταλλικά), M_6C (zipperlike) βρίσκονται και στις τρεις ζώνες των δοκιμίων, με τη HAZ του WTIG να παρουσιάζει τα μικρότερα ποσοστά καρβιδίων.

Τα αποτελέσματα της περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD) έχουν ταυτίσει μόνο την οστενιτική μήτρα του υλικού. Φάσεις όπως η γ' , Laves και TCP(σ, μ) δεν αναγνωρίστηκαν ίσως λόγω της λεπτοκρυσταλλικότητας και της ετερογένειας διασποράς τους. Η ύπαρξή τους όμως, όπως αναμένεται θερμοδυναμικά σύμφωνα με τη βιβλιογραφία, φανερώνεται μέσω των μικρογραφιών και των χημικών αναλύσεων του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) και από τις αυξημένες τιμές σκληρότητας και εφελκυστικής αντοχής σε σχέση με τα as welded δοκίμια.

Η σκληρότητα των δοκιμίων παρουσιάζει ανομοιογένεια ακόμα και στην ίδια ζώνη, σε γενικές γραμμές όμως το WEBW φαίνεται να έχει τις μεγαλύτερες τιμές σκληρότητας και στις τρεις ζώνες.

Όσον αφορά τις δοκιμές εφελκυσμού, στα WEBW και WTIG έχει μειωθεί η ολκιμότητά τους σε σχέση με τα SEBW και STIG. Από τη δοκιμή εφελκυσμού επήλθε επιμήκυνση των κόκκων στη ZT γεγονός που υποδηλώνει, μικροσκοπικά, όλκιμη συμπεριφορά της ζώνης. Η θραύση των δοκιμίων συνέβη στη HAZ κοντά στα σύνορα με τη FZ, ίσως λόγω των φιλμ καρβιδίων, των zipperlike καρβιδίων στα όρια των κόκκων που αποδυναμώνουν την περιοχή, και του ελάχιστου ποσοστού κατακρήμνισης γ' φάσης.

12 ΠΡΟΤΑΣΕΙΣ ΓΙΑ ΠΕΡΑΙΤΕΡΩ ΕΡΕΥΝΑ

Η συγκόλληση υπερκραμάτων Ni Waspaloy μέσω συμβατικής τεχνολογίας TIG και μη συμβατικής τεχνολογίας EBW παρουσιάζει εξαιρετικό ενδιαφέρον λόγω των εφαρμογών τους στη σύγχρονη αεροναυπηγική τεχνολογία και την ανάπτυξη δυσμενών συνθηκών λειτουργίας (μηχανικά, θερμικά σοκ) στις εφαρμογές αυτές. Σε συνέχεια των συμπερασμάτων της παρούσας διπλωματικής εργασίας παρατίθενται προτάσεις για περαιτέρω έρευνα.

- Για τη συνέχεια της εργασίας κρίνεται αναγκαία η περαιτέρω μεταλλογραφική μελέτη, των δοκιμών σε κατάσταση pwht-aged, μέσω BF-DF HRTEM και EBSD, και για το προσδιορισμό των συμμετεχουσών φάσεων SANS και APFIM
- Ενδιαφέρον είναι να εξεταστεί η μικροδομή και η μηχανική αποκρισσιμότητα των συγκολλημένων υπερκραμάτων Waspaloy ύστερα από ομογενοποίηση και γήρανση σε διαφορετικές θερμοκρασίες και χρόνους.
- Επίσης η εφαρμογή στατικών και δυναμικών δοκιμών εφελκυσμού σε υψηλές θερμοκρασίες. Αυτές οι δοκιμές μπορούν να αποδώσουν τη συμπεριφορά των υπερκραμάτων σε θερμοκρασιακές συνθήκες οι οποίες προσεγγίζονται κατά τη λειτουργία των εξαρτημάτων. Οι δοκιμές αυτές δύνανται να πραγματοποιηθούν στα ως έχουν συγκολλημένα δοκίμια, σε συγκολλημένα και θερμικός κατεργασμένα δοκίμια (μεταθέρμανση) αλλά και σε δοκίμια που έχουν υποστεί θερμική καταπόνηση (προσομοίωση κύκλου πτήσης).
- Εύλογη σειρά πειραμάτων αποτελεί η εξέταση σε ερπυσμό (creep) σε δοκίμια διαφόρων καταστάσεων (συγκολλημένα ή μη, κατάσταση γήρανσης, και μετά από προσομοίωση κύκλου πτήσης). Άλλωστε τα σημεία εφαρμογής των ανωτέρω υπερκραμάτων στην αεροναυπηγική τεχνολογία συνοδεύονται από υψηλές παραμορφώσεις λόγω ερπυσμού.
- Ενδιαφέρον επίσης προκαλεί η δοκιμή δυσθραυστότητας (charpy) σε διάφορες θερμοκρασίες για δοκίμια συγκολλημένα ή μη, σε κατάσταση γήρανσης αλλά και ύστερα από θερμική καταπόνηση. Τα αποτελέσματα δοκιμών δυσθραυστότητας υψηλών θερμοκρασιών αποτελούν χρήσιμο υλικό ως προς τη συγκριτική μελέτη με την αντοχή σε κόπωση(TMF) ενώ τα αποτελέσματα δοκιμών δυσθραυστότητας ιδιαίτερα χαμηλών θερμοκρασιών αποτελούν χρήσιμο υλικό για την διεξαγωγή συμπερασμάτων ως προς τις κρυογενικές εφαρμογές.

- Επιπρόσθετα σημαντική κρίνεται η εφαρμογή οξειδωτικών θερμικών κατεργασιών σε ατμόσφαιρα SO₂, κυρίως σε συγκολλημένα δοκίμια σε κατάσταση γήρανσης, με σκοπό την προσομοίωση ανάπτυξης «επιθετικών» ατμοσφαιρών (aggressive atmosphere) στο κινητήρα μαχητικών αεροσκαφών.
- Δοκιμές κόπωσης σε συγκολλημένα και θερμικός κατεργασμένα Rene 41 και Waspaloy παρουσιάζουν ιδιαίτερο ενδιαφέρον για τις υψηλές συχνότητες (HCF) καθώς αυτές αναπτύσσονται κυρίως κατά τη λειτουργία αλλά και για τις χαμηλές συχνότητες (LCF) καθώς τα αποτελέσματα μπορούν να συσχετισθούν άμεσα με αυτά του εφελκυσμού (Αντοχή υπερκραμάτων Ni σε κόπωση \simeq 40% Ruts). Σημαντικότερη ακόμη κρίνεται η μελέτη σε κόπωση υψηλών συχνοτήτων κάτω από την επένεργεια θερμικών διαβαθμίσεων και διαρθρωτικού περιβάλλοντος (Thermomechanical High Cycle Fatigue under Corrosion Environment).
- Με τη χρήση των τεχνικών APFIM, HRTEM (DF,BF), SANS και FE Simulation δύνανται να διεξαχθούν στοιχεία προς ολοκλήρωση προγραμμάτων τριμερών θερμοδυναμικών συστημάτων τύπου JMat Pro, Thermo Calc, και Precipiti Pro.
- Τέλος, δύνανται να πραγματοποιηθεί προσομοίωση ανάπτυξης της μικροδομής εντός της ζώνης τήξης μέσω γεωμετρικών μοντέλων ενώ συνδυασμός αριθμητικών, θερμομηχανικών και μεταλλουργικών μοντέλων διερευνάται στην παγκόσμια επιστημονική κοινότητα με σκοπό τον πλήρη δομικό χαρακτηρισμό αυτής.

ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ

1. DECKER, R.F. (1969). Strengthening mechanisms in nickel base superalloys, Climax Molybdenum Co, Zurich, 5-6 May 1969.
2. BETTERIDGE, W. and HESLOP, J. (Eds.) (1974). The Nimonic Alloys, E. Arnold, London.
3. SIMS, C. T. and HAGEL, W.C. (Eds) (1972). The Superalloys, John Wiley and Sons, New York.
4. 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.
5. DOUGLAS, D. L. (1971). Fundamentals of the reactions between metals and their environment at high temperatures, SAMPE 16th National Symposium, Anaheim, California, USA.
6. MIHALSIN, J. R. and Decker, R. F. (1960). Trans. AIME, 218, P. 507.
7. MERRICK, H. F. , and NICHOLSON , R.B. (1962). 5th Int. Conf. on Electron Microscopy , 1962, Paper K8.
8. SINHA, A. K. (1972), Progress Mat. Sci. , 15.
9. BOESCH, W. J. and SLANEY, J. S. (1964). Metal Progress, 86, p. 109.
10. WOODYATT, L. R. , SIMS, C. T. and BEATTIE, H. J. JR. (1986). Trans. AIME, 236 , P. 519.
11. MURPHY, J. H. , SIMS, C.T. and BELTRAN, A. M. (1968) . J. Metals, 20 , p. 46.
12. RESTALL, J. E. and TOULSON, E. C. (1973). Metals and Materials, 7 p. 134 and p. 187.
13. V. D. STEINEN, A. and SCHUBERT, F. . (1969). DEW–Technische Berichte , 9 , p. 305.
14. MONGEAU, D. E. and WALLACE, W. (1975). Scripta Met. , 9 , p. 1185.
15. WALLACE, W. . (1975). Met. Sci. J. , 9 , P. 547.
16. MITCHELL , W. I. (1966). Z. Metalik . , p. 586.
17. GIBBONS, T. B. and HOPKINS, B. E. (1971). Met. Sci. J. , 5 , p. 233.
18. 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.
19. THOMAS, G. B. and GIBBONS, T. B. (1979). Metals Technology, March , p. 95.
20. HOLT, R. T. and WALLACE, W. (1976). Int. Metals Rev. , 203 , March.
21. HESLOP, J. and KNOTT, A. R. (1971). Metals and Materials, 5 , p. 59.
22. WLODEK, S. T. (1964). Trans. ASM , 57 , p.110.
23. ROSS, E. W. (1968), Metal Progress, 93 , p.89.
24. ROSS, E. W. (1971), Metal Progress, 99 , p. 93.
25. LUND, C. H. et al. (1969), German Offen 1921359.
26. DUNN, R. G. et al. (1971), Proc. Of the Symposium towards Improved Ductility and Toughness, Kyoto, Japan, Oct. 1971, p. 324.
27. KOTVAL, P. S. et al. (1972), Met. Trans. , 3 , p.453.
28. HAMMERSLEY, C. A. (1975), BICTA Conf. Bournemouth, UK, Sept. 1975, Paper 4.

29. MAXWELL, D. H., BALDWIN, J. F. , and RADAVICH, J. F. (1975), Metallurgia and Metal Forming, Oct. , p. 332.
30. DRAPIER, J. M. (1978). Progress in advanced directionally solidified and eutectic high temperature alloys, in: High Temperature Alloys for Gas Turbines, ed. By Coutsouradis D. et al. , Applied Science Publishers, London.
31. ERICKSON, J. S. , SULLIVAN C. P. and VERSNYDER , F. L. (1974) In: High Temperature Materials in Gas Turbines, ed. By Sahm, P. R. and Speidel, M. O. Elsevier Scientific Publishing, Amsterdam.
32. MEETHAM, G. W. (1978), In: High Temperature Alloys for Gas Turbines, ed. By Coutsouradis , D. et al., Applied Science Publishers, London.
33. SHAW, S. W. K. (1979). Metal Progress, March , p. 47.
34. DE VRIES, R. P. and MUMAU, G. P. (1968), J. Metals , 20 , p.33.
35. GIAMEL, A. F. and KEAR B. H. (1970), Met. Trans. M 1, p.2185.
36. GESSINGER, G. H. and BOMFORD, M. J. (1974), Int. Met. Reviews, 19, p.51.
37. CLARK, L. P. (1975), AGARD Report Number 627 , p. 1 – 1 .
38. HANES, H. D. (1973), 5th Nat. SAMPE Technical Conf. , 9 – 11 Oct. 1973 , AZUSA, California, USA , p.460.
39. SYMONDS, C. H. and THOMPSON, F. A. (1976), Paper to AGARD 42nd Meeting of Structure and Materials Panel, Ottawa, Canada, 4–9 , April 1976.
40. WILLIAMS , D. L. (1977), Powder Metallurgy , No 2 , p. 84.
41. United Aircraft Corporation, (1970), US Patent 3 , 519 , 503
42. HOSIER , J.C. and TILLACK, D. J. (1972), Metals Eng. Quarterly, 12, 3, p.51.
43. ANDERS, F. J., ALEXANDER, G. B. and WARTEL , W. S. (1962), Metal Progress, Dec. , p.88.
44. MEDDINGS, B., KUNDA, W. and MACKIW, V. N. (1960), Powder metallurgy, Proc. An Int. Conf., 1960, ed. By Lezynski, W. , New York.
45. FRASER , R. W. , MEDDINGS , B. , EVANS , D. J. I. and MACKIW , V. N. (1965), In : Modern Developments in Powder Metallurgy , 2 , ed. by Hausner, H. H. , Plenum Press, New York.
46. BENJAMIN, J. S. (1970), Met. Trans., 1 , Oct. , p. 2943.
47. ANSELL, G. S. and WEERTMAN J., (1959), Trans. AIME , 215 , Oct. , p.838.
48. WILCOX, B. A. and CLAUER, A. H., (1972), Acta Met. , 20(5) , p.743.
49. BENJAMIN, J. S. and CAIRNS , R. L. (1971), In: Modern Developments in Powder Metallurgy, 5 , by Hausner , H. H. , Plenum Press, New York , p.47.
50. GESSINGER, G. H., (1978), In: High Temperature Alloys for Gas Turbines, ed. by Coutsouradis, d. et al. Applied Science Publishers, London.
51. MERRICK, H. F., CURWICK, L. R. and KIM , Y. G. (1977), NASA Cr-13510, Jan.
52. BENN, R. C. (1979), NADC Rep. 78096–60, July.
53. R. W. Lund and W. D. Nix, Acta Metall, 24 (1976), 469.
54. B. A. Wilcox and A. H. Clauer, Met. Sci. J., 3, (1969) 26.
55. C. Carry and J. L. Strudel, Acta Metall, 25, (1977) 767.
56. P. W. Davies, G. Nelmes, K. R. Williams and B. Wilshire , Met. Sci. J. 7 (1973) 87.
57. J. D. Parker and B. Wilshire, Met. Sci. J. 12 (1978) 453.

58. J. E. Harris, *Met Sci. J.*, 7 (1973) 1.
59. B. Burton, *Mater. Sci. Eng.* 11 (1973) 337.
60. Y. Han , P. Deb and M. C. Chaturvedi , *Met. Sci. J.* 16 (1982) 555.
61. M. C. Chaturvedi and Y. Han, *Met. Sci. J.* , 17 , (1983) 145.
62. Y. Han, Master's Thesis , University of Manitoba , Canada , 1982 .
63. Y. Han, and M. C. Chaturvedi , A study of back stress during creep deformation of Inconel 718, *Mater. Sci. Eng.* 85 (1987) 59–65.
64. J. P. Dennison , R. J. Llewellyn and B. Wilshire , *J. Inst. Met.* , 95 (1967) 115.
65. *Metals Handbook*, Vol. 3, American Society for Metals , Metals Park , OH , 9th edn. , 1980, pp. 242 – 268 .
66. C. T. Sims and W. C. Hagel, *The Superalloys* , Wiley , New York , 1972 , p. 602 .
67. G. S. Ansell and J. Weertman , *Trans. Metall , Soc. AIME* , 215 (1959) 838 .
68. J. Gittus , *Creep Viscoelasticity and Creep Fracture in Solids* , Applied Science , London , 1975 , pp. 14 – 41 .
69. M. F. Ashby and H. J. Frost , in A. S. Argon (ed.) , *Constitutive Equations in Plasticity* , Massachusetts Institute of Technology Press , Cambridge , MA , 1975, p. 117 .
70. Y. Han, and M. C. Chaturvedi, *Mater. Sci. Eng.* 85 (1987) 59–65.
71. Y. Han, and M. C. Chaturvedi, *Mater. Sci. Eng.* 89 (1987) 25– 33.
72. Y. Han, P. Deb and M. C. Chaturvedi, *Met. Sci.* 16 (1982) 555 .
73. G. S. Ansell and J. Weertman, *Trans. Metall. Soc. AIME*, 215 (1959) 838.
74. D. McLean, *Metall , Rev.* , 7 (1962) 481.
75. N. J. Grant , in D. Peckner (ed.) , *The Strengthening of Metals* , Reinhold , New York , 1964 , p. 163 .
76. D. McLean and H. F. Hale , *Structural Process in Creep* , Iron and Steel Institute , London , 1961 , p. 19 .
77. C. T. Slims and W. C. Hagel , *The Superalloys* , Wiley , New York , 1972 , p. 111 .
78. J. W. Martin , *Micromechanisms in Particle – Hardened Alloys* , Cambridge University Press , Cambridge , 1980 .
79. L. M. Brown and R. H. Ham , in A. Kelly and R. B. Nicholson (eds.) , *Strengthening Methods in Crystals* , Applied Science , London , 1972 , p. 12 .
80. M.C. Chaturvedi and Y. Han , *Met. Sci.* , 17 (1983) 145 .
81. S. Purushothman and J. K. Tien , *Acta Metall* , 26 (1978) 519 .
82. G. M. Pharr and W.D.Nix , *Ser. Metall* , 10 (1976) 1007 .
83. M. F. Ashby , in A. Kelly and R. B. Nicholson (eds.) , *Strengthening Methods in Crystals* , Applied Science , London , p. 137 .
84. J. Cadek , in *Creep in Metallic Materials* , *Materials Science Monographs* 48 , Elsevier , New York , 1988 , p. 270 .
85. H. J. Murphy , C. T. Slims and G. R. Heckman , *Trans , Metall , Soc. AIME* , 239 (1967) 1961 .
86. C. T. Slims , in B. H. Kear , D. R. Muzyka , J. K. Tien and S. D. Wlodek (eds) , *Superalloys : Metallurgy and Manufacture* , Proc. 3rd Int. Symp. , Claitor's Publishing , Baton Rouge , L.A. , 1976 , P. 1 .
87. W. Betteridge and A. W. Franklin , *J. Inst. Met.* 85 , (1957) 473 .
88. H. E. Collins , *Metall Trans* , 5 (1975) 187 .
89. Ye. Ye. Levin and B. M. Ggelev , *Fiz Met. Metallowed* , 28 (5) (1969) 921 .

90. C.A.P. Horton , *Acta Metall* , 20 (1972) 477 .
91. C. A. P. Horton , *Scr. Metall* , 8 (1974) 1 .
92. F.T. Furillo , J.M. Davidson , J. K. Tien and L.A. Jackman , *Mater. Sci. Eng.* , 39 (1979) 267 .
93. T. Matsuo , K. Nakajima , Y. Terada and M. Kikuchi , *Mater Sci. Eng. A146* (1991) 261 .
94. J.S. Zhang , P.E. Li , W. X. Chen and J. Z. Jin , *Scr Metall* , 23 (1989) 547 .
95. W. Chen and M. Chaturvedi , *Can , Metall. Quart.* , 32 (4) (1993) 363 .
96. 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* , Pittsburgh , PA , June 23 – 26 , 1991 , p. 326 .
97. E. Campo , C. Turco and V. Catena , *Metall. Sci. and Tech.* , *J. TEKSID* , Italy 3 (1) (1985) 16 .
98. A.K. Koul , P. Au , N. Bellinger , R. Thamburaj , W. Wallace and J. – P. Immarigeon , in S. Reichman , D. N. Duhi , G. Maurer , S. Antolovich and C. Lund (eds .) , *Superalloys 1988* , The Metallurgical Society , 1988 , p. 3 .
99. P.W.Davies , G. Nelines , K. B. Williams and B. Wilshire , *J. Met. Sci.* 7 (1973) 87 .
100. J. D. Parker and B. Wilshire , *J. Met. Sci.* , 12 (1978) 453 .
101. D. Sidy and B. Wilshire , *J. Met. Sci.* , 3 (1969) 56 .
102. K. R. Williams and B. Wilshire , *Met. Sci.* , 17 (1983) 145 .
103. J. C. Gibling and W. D. Nix , *Mater. Sci. Eng.* , 45 (1980) 123 .
104. R. W. Evans and B. Wilshire , in *Creep of Metals and Alloys* , The Institute of Metals , 1985 , p. 106 .
105. Y. Han and M. C. Chaturvedi , *Mater. Sci. Eng.* 85 (1987) 59 .
106. Y. Han and M. C. Chaturvedi , *Mater. Sci. Eng.* 89 (1987) 25 .
107. G.S. Ansell and J. Weertman , *Trans. AIME* , 215 (1959) 838 .
108. R. W. Lund and W. D. Nix , *Acta Metall* , 24 (1976) 469 .
109. J. P. Dennison , R. J. Llewellyn and B. Wilshire , *J. Inst. Metal.* 95 (1967) 115 .
110. D. Sidy and B. Wilshire , *J. Met. Sci.* , 3 (1969) 56 .
111. W. Beere , *Met. Sci.* , 16 (1982) 223 .
112. F. W. Crossman and M. F. Ashby , *Acta Metall* , 23 (1975) 425 .
113. S. L. Robinson and O. D. Sherby , *Acta Metall* , 17 (1969) 109 .
114. C. M. Young , S.L. Robinson and O.D. Sherby , *Acta Metall* , 23 (1975) 633 .
115. J.C. Gibling and W. D. Nix , in R. C. Gifkins (ed .) , *Proc. 6th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys* , Pergamon Press , Oxford , 1982 p. 613 .
116. I. Ferreire and R. G. Stang , *Acta Metall* , 31 (4) (1983) 585 .
117. G.S. Nakayama and J. S. Gibling , *Acta Metall* , 38 (10) (1990) 2023 .
118. K. Milicka , *Acta Metall* , 41 (4) (1993) 1163 .
119. Y. Dervalles , M. Bouzidi , F. Bois and N. Beau de , in *Superalloys 718 , 625 , 706 and Various Derivatives* eds. E. A. Loria , TMS , 281 (1994) .
120. B. Pieraggi and J. F. Uginet , in *Superalloys 718 , 625 , 706 and Various Derivatives* eds. E.A. Loria TMS , 535 (1994) .
121. Liu Wenchang , Xiao Furen and Chen Zonglin , *Scripta Met. Et Mater.* , submittes (1996) .

122. 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 (in Chinese) .
123. Lu Jinsheng , Wang Biao and YAO Yingcheng , *X – ray Phase Analysis Handbook* , 1990 (in Chinese) .
124. Beltran , A.M. , Pepe , J. J. and Schilke , P. W. , “ Advanced GAS Turbines Materials and Coatings “ GER – 3569 , GE Industrial & Power Systems , August 1994 .
125. Brandt , D. E. and Wesorick , R. R. , “ GE Gas Turbine Design Philosophy “ GER – 3434 , GE Industrial & Power Systems , August 1994 .
126. Brooks , F. J. “ GE Gas Turbine Performance Characteristics “ GER – 3567 , GE Industrial & Power Systems , August 1994 .
127. Davis , L. B. , “ Dry Low NOx Combustion Systems For Heavy – Duty Gas Turbines “ GER – 3568 , GE Industrial & Power Systems , August 1994 .
128. Dumme , P. R. “Update Options for the MS7001 Heavy – Duty Gas Turbine “ GER – 3808 , GE Industrial and Power Systems , 1995 .
129. Johnston , J. R. , “ Performance and Reliability Improvements for Heavy – Duty Gas Turbines “ GER – 3571 , GE Industrial & Power Systems , August 1994 .
130. GEA – 12526 (8 / 95) 12220 . 1 (1/94) MS9001E Gas Turbines : Conversions , Modifications and Uprates .
131. N. Saunders and A. P. Miodownik , *CALPHAD – Calculation of Phase Diagrams* , Pergamon Materials Series vol. 1 , ed. R. W. Cahn (Oxford : Elsevier Science , 1998) .
132. H. L. Lukas , J. Weiss and E. Th. Henig , *CALPHAD* , 6 , (1982) , 229 .
133. U. R. Kattner , W. J. Boettinger and S. R. Coriel , *Z. Metallkunde* , 87 , (1996) , 522 .
134. A. P. Miodownik and N. Saunders “ Variation of Elastic Moduli with Composition in Titanium Alloys “ , presented at CALPHAD XXIX , Boston Mass , June 200 – 09 – 13 .
135. X. Li , A. P. Miodownik and N. Saunders “ Simultaneous Calculation of Mechanical Properties and Phase Equilibria “ , to be published in *J. Phase Equilibria* .
136. D. A. Porter and K.E. Easterling , *Phase Transformations in Metals and Alloys* (London : Chapman & Hall , 1992) .
137. J. W. Martin , R. D. Doherty and B. Cantor B. , *Stability of Microstructure in Metallic Systems* , (Cambridge : Cambridge University Press , 1997) .
138. X. Li , N. Saunders and A. P. Miodownik , in preparation .
139. A. S. Grot and J. E. Spruiell , *Met. Trans. A.* , 6A , (1975) , 2023 .
140. S. T. Wlodek , M. Kelly and D. Alden , *Superalloys 1992* , Ed. S. D. Antolovich et. Al. (Warrendale , OH : TMS , 1992) 467 .
141. J. O. Nilsson and A. Wilson , *Materials Science and Technology* , 9 (1993) , 545 .
142. H. I. Aaronson and F. K. LeGoues , *Met. Trans. A.* , 23A , (1992) , 1915 .
143. A. Oradei – Basile , *Superalloys 718 , 625 and Various Derivatives (1991)* , Ed. E. A. Loria (Warrendale , PA : TMS , 1991) , 325 .
144. S. Bein and J. Bechet , *Titanium ‘ 95 Science and Technology (1995)* eds. P. Bleckinsop et. Al. (London : The Institute Materials , 1996) , 2353 .
145. J. R. Toran and R.R. Biederman , *Titanium Science and Technology* ,Eds. H. Kimura and O. Izumi , (Warrendale , PA: Met. Soc. AIME , 1980) , 1491 .

146. J. S. Kirkadly , B.A. Thomson , and E.A.Baganis , Hardenability Concepts with Applications to Steel , eds. J. S. Kirkadly and D. V. Doane (Warrendale PA : AIME 1978) , 82 .
147. J. S. Kirkadly and D. Nenugopalan , Phase Transformations in Ferrous Alloys , eds. A. R. Marder and J. J. Goldstein AIME , (Warrendale , PA : AIME , 1984) 125 .
148. Atlas of isothermal transformation and cooling transformation diagrams , (Metals Park , OH : ASM , 1977) 391 .
149. J. Charles , Duplex stainless steels 94 , ed. T.G. Gooch (Glasgow : The Welding Institute , 1994) paper K1 .
150. T. Thorvaldsson , H. Eriksson , J. Kuika and A. Salwen , Proc. Conf. Stainless Steel 87 , (London : The Institute of Metals , 1988) 563 .
151. J. O. Nilsson and A. Wilson , Materials Science and Technology , 9 , (1993) , 545 .
152. E.O. Hall , Yield Point phenomena in Metals and Alloys , (London : Macmillan , 1970) , 38 .
153. L. M. Brown and R. K. Ham , Strengthening Mechanisms in Crystals (London : Applied Science , 1971) .
154. J. W. Martin , Precipitation hardening : 2nd Ed , (London : Butterworth – Heinemann , 1988) , 79 .
155. W. Hutter and B. Reppich , Z. Metallkde , 69 (1978) , 628 .
156. A. P. Miodownik and N. Saunders , Application of Thermodynamics in the Synthesis and Processing of Materials , eds. P. Nash and B. Sundman , (Warrendale , PA : TMS , 1995) , 91 .
157. V. W. I. Mitchell , Z. Metallkde , 7 , (1966) , 586 – 589 .
158. B. Reppich , W. Kuhlein , G. Meyer , D. Puppel , M. Scultz and G. Schumann , Mater. Sci. Eng. 83 , (1986) , 45 .
159. D. J. Chellman , A. J. Luevano and A. J. Ardell , Strength of Metals and Alloys , (London : Freund Publishing House , 1991) , 537 .
160. I. M. Lifshitz and V. V. Slyozov , J. Phys. Chem. Solids , 19 , (1961) , 35 .
161. C. Wagner , Z. Electrochem , 65 (1961) , 581 .
162. N. Saunders and A.P. Miodownik , Mater. Sci. Tech. , 4 , (1988) , 768) .
163. D. Tumbull , Impurities and Imperfections , American Society for Metals , Cleveland , Ohio , 1955) , 121 .
164. T. Nishizawa , I. Ohnuma and K. Ishida , J. Phase Equilibria , 22 , 2001 , 269 .
165. A. J. Ardell , Acta Met , 16 , (1968) , 511 .
166. T. Hirata and D.H. Kirkwood , Acta Metall , 25 , (1977) , 1425 .
167. S.Q. Xiao and P. Haasen , Acta Metall , 39 , (1991) , 651 .
168. W. Betteridge and J. Heslop , The NIMONIC Alloys and Other Ni – Based High Temperature Alloys : 2nd ed , (London : Edward Arnold Ltd , 1974) .
169. E. H. van der Molen , J. M. Oblak and O. H. Kriege , Met. Trans. , 2 , (1971) , 1627 .
170. K. Bhanu Sankara Rao , V. Seetharaman , S. L. Mannan and P. Rodriguez , Mater. Sci. Eng. , 58 , (1998) , 93 .
171. B. Reppich , W. Kuhlein , G. Meyer , D. Puppel , M. Schulz and G. Schumann : Mater. Sci. Eng. , 83 , (1986) , 45 .
172. R.A. Stevens and P.E. J. Flewitt , Mater. Sci. Eng. , 37 , (1979) , 237 .
173. R. Schafrik , R. Sprague , Saga of Gas Turbine Materials , Part III , Advanced Materials & Processes , May 2004 , 29 .

174. R. Shafrik , R. Sprague , Saga of Gas Turbine Materials , Part II , Advanced Materials & Processes , April 2004 , 27 .
175. 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 , 177 – 178 , 89 .
176. C. G. Levi , Emerging Materials and Processes for Thermal Barrier Systems , Current Opinion in Solid State and Materials Science , 2004 , 8 , 77 .
177. M. J. Pomeroy , Coatings for Gas Turbine Materials and Long Term Stability Issues , Materials and Design , 2004 , in press .
178. E. Loria (ed.) , Superalloys 718 , 625 , 706 and Various Derivatives : Proc. Int. Superalloys , 17 – 20 June 2001 , Metals and Materials Society Structural Materials Division & ASM NACE , Nov. 2001 , Times of Acadiana Pr. Inc. .
179. D. C. Agarwal , Nickel Alloys Meet Corrosion Challenges , Advanced Materials & Processes , 2001 , 159 (6) , 29 .
180. D. C. Agarwal , Nickel Alloys Meet Corrosion Challenges : Part 2 , Advanced Materials & Processes 2001 , 159 (8) , 48 .
181. S. J. Balsone , B. P. Bewlay , M. R. Jackson , P. R. Subramanian , J. C. Zhao , A. Chatterjee , T. M. Hefferman , Materials beyond Superalloys : Exploring High Temperature Composites , Technical Report 2001CRD098 , July 2001 , GE R & D Center , TMS Technical Information Series .
182. Y. H. Sohn , E. Y. Lee , B. A. Nagaraj , R.R. Biederman , R. D. Sisson Jr , Microstructural Characterization of Thermal Barrier Coatings on High Pressure Turbine Blades , Surface and Coatings Technology , 2001 , 146 – 147 , 132 .
183. St. Lamb (ed) , Practical Handbook of Stainless Steels and Nickel Alloys , Dec. 2000 , Materials Park , OH , ASM Inst. .
184. U. Heubner , Nickel Alloys , Mechanical Engineering , No 129 , Dec. 2000 , Marcel Dekker (pub.) .
185. S. Houska , Stainless steel and Nickel – Base Castings , NiDI Rep. 11022 , Alvechurch , Birmingham , UK , 2000 .
186. R. B. Bebak , P. Crook , Nickel Alloys for Corrosive Environments , Advanced Materials & Processes , 2000 , 157 (2) , 37 .
187. D. C. Agarwal , Corrosion Control With Ni – Cr – Mo Alloys , Advanced Materials & Processes , Aug. 2000 , 158 (2) , 27 .
188. www. gas – turbines. com , Gas – Turbines , May 2000 .
189. R. B. Rebak , Corrosion of Non – Ferrous Alloys I. Nickel , Cobalt , Copper , Zirconium and Titanium Based Alloys , in Corrosion and Environmental Degradation , p. 69 , ed. M. Schutze , 2000 , vol. 2 , Wiley – VCH.
190. G. Sorrel , Corrosion and Heat Resistant Nickel Alloys Guidelines for Selection and Application , NiDI Rep. 10086 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1999.
191. D. J. Tillack , J. E. Guthrie , Wrought and Cast Heat Resistant Stainless and Nickel Alloys for the Refining and Petrochemical Industries , NiDI Rep. 10071 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1998.
192. C. M. Schillmoller , The Corrosion Resistance of Nickel – Containing Alloys in Hydrofluoric Acid , Hydrogen Fluoride and Fluorine , NiDI Rep. 10074 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1998.
193. J. C. Zink , Combustion Turbines Move Markets , Power Engineering , March 1998 , 20.

194. R. D. Noebe, W. S. Walston, Prospects for the Development of Structural NiAl Alloys, in Structural Intermetallics 1997, eds. M. V. Nathal et al, 1997, TMS, 573.
195. Young – Won Kim, D.M. Dimiduk, Designing Gamma TiAl Alloys: Fundamentals, Strategy and Production, *ibid.*
196. R. Viswanathan, S. T. Scheirer, Materials for Advanced Land Based Gas Turbines, Proc. Intern. Conf. Power Stations, Association des Ingenieurs de Montiliege, Liege, Oct 13 – 16, 1997.
197. L. Erickson, Superalloys Resist Hot Corrosion and Oxidation, Advanced Materials & Processes, March 1997, 27. D. C. Agarwal, W. R. Herda, U. Brill, Nickel Alloys Combat High – Temperature Corrosion, Advanced Materials and Processes, 1995 148 (4).
198. A. Kaol , Current and Future Materials in Advanced Gas Turbine Engines , Sermatech Review , No 51 , 1995 .
199. C. M. Schillmoller , Selection and Use of Stainless Steels and Nickel – Bearing Alloys in Organic Acidas , NiDI Rep. 10063 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1992 .
200. W. L. Mankins , S. Lamb , Nickel and Nickel Alloys , in ASM Handbook , 428 , vol. 2 , 1990 , Materials Park , OH , ASM Int. .
201. P. Elliot , Practical Guide to High – Temperature Alloys , NiDI Rep. 10056 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1990 .
202. J. E. Milne , R. Giler , Nickel – Chromium Alloys for Electric Resistance Heating , NiDI Rep. 10041 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1990 .
203. C. M. Schillmore , Selection and Performance of Stainless Steels and Other Nickel – Bearing Alloys in Sulphuric Acids , NiDI Rep. 10057 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1990 .
204. C. M. Schillmore , High – Performance Alloys : How they are Used Offshore , NiDI Rep. 14001 , Alvechurch , Birmingham , UK , 1988 .
205. R. G. Menzies , C. A. Bruch , M. F. X. Gigliotti , J.A. Smith , R. C. Haubert , Superalloys 1988 , 1988 TMS .
206. A. Asphahani , D. L. Klarstrom , N. Sridhar , J. Koltis , S. D. Kiser , J. R. Crum , Corrosion of Nickel Base Alloys , in ASM Hndbook , 641 , vol. 13 , 1987 , Materials Park , OH , ASM Int. .
207. C. T. Sims , N. S. Stolof , W. C. Hagel , Superalloys II , 2nd ed. Aug. 1987 , John Wiley and Sons .
208. C. R. Isleib, Nickel Alloys in Today's Electronics Industry, NiDI Rep. 10029, Alvechurch, Birmingham, UK, 1987.
209. J. Brown, B. Monford, Nickel Base Alloys in the Power Industry, NiDI Rep. 10012, Alvechurch, Birmingham, UK, 1986.
210. W. L. Mankins, Nickel and Nickel–Copper Alloys, in ASM Handbook, vol. 9, 435, 1985, Materials Park, OH, ASM Int.
211. W. Betteridge, Nickel and its alloys, Dec. 1984, Ellis Horwood Ltd (pub).
212. M. J. Donachie (ed.), Superalloys: Source Book, March 1984, Materials Park, OH, ASM Int.
213. G. W. Meetham, Development of Gas Turbine Materials, 1981, Applied Science Publishers.
214. C. Hammond, J. Nutting, The Physical Metallurgy of Superalloys and Titanium Alloys, Metal Science, 1977, 11, 474.

215. 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.
216. K. R. Peters, D. P. Whittle, J. Stringer, Oxidation and Hot Corrosion of Nickel – Base Superalloys containing Molybdenum, *Corrosion Science*, 1976, 16 (11), 791.
217. J. W. Schultz, W. R. Hulsizer, Corrosion Resistant Nickel Base Alloys for Gas Turbines, *Metals Engineering Quaterly*, Aug. 1976, 16 (3), 15.
218. R. J. Glenn, J. E. Northwood, A. Burwood – Smith, Materials for Gas Turbines, *International Metallurgical Reviews*, 1975, 20, 1.
219. C. T. Sims, W. C. Hagel (eds.), *The Superalloys*, 1972, NY, Wiley.
220. H. Cohen, G.F.C. Rogers, H.I.H Saravanamutto, *Gas Turbine Theory*, 1972, NY, Halsted Press.
221. R. G. Davies, M. S. Stoloff, *Trnas, Met. Soc. AIME*, 1965, 233, 714.
222. Owczarski, W.A., "Process and Metallurgical Factors in Joining Superalloys other High Service Temperature Materials", *SUPERALLOYS Source Book*, M.J. Donachie, Jr. ed., American Society for Metals, Metals Park, 1984, p. 369 – 400.
223. Prager, M., Shira, S. "Welding of Precipitation- Hardening Nickel- Base Alloys", *WRC Bulletin No 128*, New York, February 1968.
224. Yeniscavich, W.: in *Superalloys II*, C.T. Sims et al ed., John Wiley & Sons, Inc., New York, 1987, p. 495-516
225. Decker, R.F., Sims, C.T., "The Metallurgy of Nickel Alloys", *The Superalloys*, CT Sims and W.C. Hagel ed., John Wiley and Sons, New York, 1972, p 33-77
226. Antolovich, S.D., Cambell, J.E., "Fracture Properties of Superalloys", *SUPERALLOYS Source Book*, M.J. Donachie, Jr. ed., American Society for Metals, Metals Park, 1984, p 112- 169
227. Tien, J.K., Copley, S.M., "The Effect of Orientation and Sense of Applied Uniaxial Stress on the Morphology of Coherent g; Precipitates in Stress Annealed Ni Base Superalloy Crystals", *Metallurgical Transactions*, Vol. 2 (2), p 543 – 553, 1971
228. Duval, D.S., Donachie, M.J. Jr., "Precipitation Characteristics of Nickel Rich Ni-Al-Nb Alloys", *Journal of the Institute of Metals*, Vol. 100, p 6-12, 1972
229. Sims, C.T., "A Contemporary View of Nickel-base Superalloys", *Journal of Metals*, October 1966, p.1119-1130
230. Lee, C.S., Han, G.W., Smallman, R.E., Feng, D., Lai, J.K.L., "The Influence of Boron-Doping on the Effectiveness of Grain Boundary Hardening in N₃Al", *Acta Materialia*, Vol. 47(6), p 1823-1830, 1999
231. Donachie Jr., M.J., "Introduction to Superalloys", *SUPERALLOYS Source Book*, M.J. Donachie, Jr. ed., American Society for Metals, Metals Park, 1984, p. 3-44
232. Lippold, J.C., *Welding Metallurgy: Nonferrous Alloys*, *NEMJET Module*, Ohio State University, Columbus Ohio, 1999
233. Lippold, J.C., *Wlding Defect Formation and Prevention*, *NEMJET Module*, Ohio State University, Columbus Ohio, 1999
234. Bochavar, A.A., Sviderskaya, Z.A., "Failures of Castings Caused by Shrinkage Stresses During Crystallization", *Izevestiva Akademik Nauk SSSR*, Vol. 3, 349 – 355, 1947

235. Borland, J.C., "Generalized Theory of Super-Solidus Cracking", *British Welding Journal*, Vol. 7 (8), 508-512, 1960
236. Prokhorov, N.N., "The Technological Strength of Metals while Crystallizing during Welding", *Welding Production*, Vol. 9(4), 1-8, 1962
237. Matsuda, F., Nakagawa, H., Sorada, K., "Dynamic Observation of Solidification and Solidification Cracking During Welding with Optical Microscope", *Trans. JWRI*, Vol. 11 (2), 67-77, 1982
238. Pepe, J.J., Savage, W.F., "Effects of Constitutional Liquation in 18-Ni Maraging Steel Weldments", *Welding Journal*, Vol. 46 (9), Research Supplement, 411s-422s, 1967
239. Pease, G.R., "The Practical Welding Metallurgy of Nickel and High-Nickel Alloys", *Welding Journal*, Vol. 36(7), Research Supplement, 330s-334s, 1957
240. *Welding Handbook*, Vol. 3, 8th Ed., W.R. Oates ed., AWS, Miami, 1996
241. Qian, M., "An Investigation of the Repair Weldability of Waspaloy and Alloy 718", *Ph.D. Dissertation*, The Ohio State University, 2001
242. Owczarski, W.A., Duval, D.S., Sullivan, C.P., "A Model for Heat Affected Zone Cracking in Nickel-Base Superalloys", *Welding Journal*, Vol. 45(4), Research Supplement, 145s-155s, 1966
243. Duvall, D.S., Owczarski, W.A., "Studies of Postweld Heat-Treatment Cracking in Nickel-Base Alloys", *Welding Journal*, Vol. 48(1), Research Supplement, 10s-22s, 1969
244. Dix, A.W., Savage, W.F., "Factors Influencing Strain-Age Cracking in Inconel X-750", *Welding Journal*, Vol. 50 (6), Research Supplement, 247s – 252s, 1971
245. Hughes, W.P., Berry, T.F., "A Study of the Strain-Age Cracking Characteristics in Welded Rene 41 – Phase I", *Welding Journal*, Vol. 46 (8), 361s- 370s, 1967
246. Berry, T.F., Hughes, W.P., " A Study of the Strain-Age Cracking Characteristics in Welded Rene 41 – Phase II", *Welding Journal*, Vol. 48(8), 505s-513s, 1969
247. Thompson, E.G., Nunez, S., Prager, M., "Practical Solutions to Cracking of Rene 41", *Welding Journal*, Vol. 47(7), 299s-313s, 1968
248. Wu, K.C., Herfert, R.E., "Microstructural Studies of Rene 41 Simulated Heat-Affected Zones", *Welding Journal*, Vol. 46(1), Research Supplement, 32s-38s, 1967
249. McKeon, D., "Re-Heat Cracking in High Nickel Alloy Heat-Affected Zones", *Welding Journal*, Vol. 50(5), 201S-205s, 1971
250. Kou, S., *Welding Metallurgy*, John Wiley & Sons, Inc., New York, 1987
251. Lippold, J.C., *Welding Metallurgy Principles, NEMJET Module*, Ohio State University, Columbus Ohio, 1998
252. *Welding Handbook*, Vol. 1, 8th Ed., L.P./ Connor ed., AWS, Miami, 1987
253. Nippes, E.F., Savage, W.F., "Development of Specimen Simulating Weld Heat-Affected Zones", *Welding Journal*, Vol. 28(11), Research Supplement, 534s-545s, 1949
254. Nippes, E.F., Savage, W.F., Bastian, B.J. Mason, H.F., Curran, R.M., "An Investigation of the Hot Ductility of High Temperature Alloys", *Welding Journal*, Vol. 34 (4), Research Supplement, 183s-196s, 1955
255. Brown, S.G.R., James, J.D., Spittle, J.A., "A 3D numerical model of the temperature-time characteristics of specimens tested on a Gleeble

- thermomechanical simulator", *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 5 p. 539-548, 1997
256. *Dynamic Thermal/Mechanical Metallurgy, using the Gleeble® 1500*, 2nd Edition, Duffeers Scientific, Inc.
 257. Duval, D.S., Owczarski, W.A., "Further Heat-Affected-Zone Studies in Heat-Resistant Nickel Alloys", *Welding Journal*, Vol. 46(9), Research Supplement, 423s-432s, 1967
 258. Franklin, F.E., Savage, W.F., "Stress Relaxation and Strain-Age Cracking in Rene 41 Weldments", *Welding Journal*, Vol. 53(9), Research Supplement, 380s-387s, 1974
 259. Prager, M., Thompson, E.G., "A Study of the Mechanical Properties and Strain Age Cracking of Rene 41 For F-1 Rocket Engine Applications", Rocketdyne Report R-7111, Contract NASw-16, September 1967
 260. Nawrocki, J.G., et al, "The Stress-Relief Cracking Susceptibility of a New Ferritic Steel – Part 1 : Single- Pass Heat- Affected Zones Simulations", *Welding Journal*, Vol. 79 (12), Research Supplement, 355s – 362s, 2000
 261. *Metals Handbook*, Vol. 8, 8th Ed., L. Taylor ed., ASM, Metals Park, 1973
 262. Standard Methods for Estimating the Grain Size of Metals", E 112, *Annual Book of ASTM Standards*, Vol. 03.03, ASTM, Philadelphia, 1984, p 120
 263. Younger, R.N., Barker, R.G., "Heat-Affected Zone Cracking in Welded Austenitic Steels During Heat Treatment", *British Welding Journal*, Vol. 8 (12), 579-587, 1961
 264. Zener, C., *Elasticity and Anelasticity of Metals*. The University of Chicago Press, Chicago, III., 1948
 265. Nissley, N.E., Lippold, J.C., "Development of a Test Technique for Evaluating Ductility Dip Cracking Susceptibility in Austenitic Stainless Steels", 6th *International Conference on Trends in Welding Research Conference Proceedings*, April, 2002
 266. Collins, M.G., Lippold, J.C., "Ductility-Dip Cracking Mechanism Development in Austenitic Nickel-Base Weld Metals", 6th *International Conference on Trends in Welding Research Conference Proceedings*, April, 2002
 267. Reed-Hill, R.E., Abbaschian, R., *Physical Metallurgy Principles*, 3rd Ed., PWS Publishing Co., Boston, Mass., 1994.
 268. Fileds, R.J., Ashby M.F., "Observation of Wedge Cavities in the SEM", *Scripta Metallurgica*, Vol. 14(7), p 791-796
 269. Lim, L.C., Raj, R., "Effect of Boundary Structure on Slip- Induced Cavitation in Polycrystalline Nickel", *Acta Metallurgica*, Vol. 32(8), p 1183-1190, 1984