

ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ ΣΧΟΛΗ ΧΗΜΙΚΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΤΟΜΕΑΣ ΙΙΙ: ΕΠΙΣΤΗΜΗΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΙΚΗΣ ΤΩΝ ΥΛΙΚΩΝ

ΕΡΕΥΝΗΤΙΚΗ ΜΟΝΑΔΑ ΠΡΟΗΓΜΕΝΩΝ ΣΥΝΘΕΤΩΝ, ΝΑΝΟΜΗΧΑΝΙΚΗΣ ΚΑΙ ΝΑΝΟΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ

Διπλωματική Εργασία

ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ ΕΛΑΣΜΑΤΩΝ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ 5083 ΕΝΙΣΧΥΜΕΝΩΝ ΜΕ ΜΙΚΡΟ ΚΑΙ ΝΑΝΟ ΣΩΜΑΤΙΔΙΑ

IQANNHS Δ . ΠΑΝΤΕΛΗΣ

Επίβλεψη: Κ. Χαριτίδης

Καθηγητής ΕΜΠ

ΑΘΗΝΑ, ΙΟΥΝΙΟΣ 2016

Αφιερωμένη στους γονείς μου, Δημήτρη και Ρούλα

ΠΡΟΛΟΓΟΣ

Η Διπλωματική αυτή Εργασία εκπονήθηκε παράλληλα σε δύο Εργαστήρια του Ε.Μ.Π: στην Ερευνητική Μονάδα Προηγμένων Σύνθετων, Νανομηχανικής και Νανοτεχνολογίας, της Σχολής Χημικών Μηχανικών και στο Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας, της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών.

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

Επίσης θα ήθελα να ευχαριστήσω τον πατέρα μου Καθηγητή κ. Δημήτρη Ι. Παντελή, Διευθυντή του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας, για την συνεχή υποστήριξή του και την παροχή όλων των απαραίτητων μέσων για την υλοποίηση της εργασίας αυτής.

Παράλληλα θα ήθελα να ευχαριστήσω τους Υποψήφιους Διδάκτορες του ΕΜΠ κ. Δ. Δραγατογιάννη και κ. Π. Καρακίζη για την άριστη συνεργασία, τις πολύτιμες συμβουλές και την αδιάκοπη καθοδήγηση και στήριξή τους καθ' όλη τη διάρκεια των πειραμάτων, που υπήρξε για μένα κάτι παραπάνω από πολύτιμη.

Ακόμη θα ήθελα να ευχαριστήσω τα μέλη ΔΕΠ της Τριμελούς Επιτροπής Εξέτασης της διπλωματικής αυτής, που δέχτηκαν να συμμετέχουν σε αυτήν.

Επίσης, θα ήθελα να ευχαριστήσω τα μέλη ΕΤΕΠ του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας κκ. Χ. Ξάνθη και Θ. Μαρκουλή, για την τεχνική τους υποστήριξη στη διεξαγωγή των δοκιμών εφελκυσμού.

Οφείλω επίσης να ευχαριστήσω τους Καθηγητές J. Bai και A. Dichiara του Εργαστηρίου Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (MSS/Mat), CNRS UMR 8579, της École Centrale Paris, στη Γαλλία, για την προμήθεια των μιγμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης.

Ιδιαίτερες ευχαριστίες στους Καθηγητές της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών κκ. Δ. Μανωλάκο και Γ-Χ. Βοσνιάκο, καθώς και στους συνεργάτες τους, για τη βοήθειά τους στην προετοιμασία των δοκιμίων εφελκυσμού, μέσω του κέντρου κατεργασίας CNC.

Τέλος, από τα βάθη της καρδιάς μου θέλω να ευχαριστήσω τους γονείς μου, Δημήτρη και Ρούλα, που στέκονται πάντα δίπλα μου και με καθοδηγούν με αγάπη σε ότι κάνω, και κυρίως τον πατέρα μου ο οποίος με συμβουλεύει διαρκώς ώστε να βελτιωθώ τόσο επιστημονικά όσο και προσωπικά.

<u>Περίληψη</u>

Τα τελευταία χρόνια, η αυξανόμενη ζήτηση της βιομηχανίας για ελαφριά υλικά οδήγησε στην αύξηση του ενδιαφέροντος για έρευνα σε διάφορα κράματα αλουμινίου, τα οποία είναι σχετικά φθηνά και έχουν υψηλό λόγο αντοχής προς βάρος. Τα κράματα του αλουμινίου χρησιμοποιούνται σε πολλούς τομείς της βιομηχανίας, όπως αυτοκινητοβιομηχανία, αεροναυπηγική και ναυπηγική βιομηχανία. Όλες αυτές οι εφαρμογές απαιτούν συγκολλήσεις οι οποίες όταν πραγματοποιούνται με τις κλασικές μεθόδους τήξης, είναι είτε μη εφικτές, είτε οδηγούν σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων της συγκόλλησης. Μια λύση σε αυτό το πρόβλημα είναι η εφαρμογή της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση, μιας σχετικά καινούργιας τεχνικής συγκόλλησης στερεάς κατάστασης, η οποία ανακαλύφθηκε το 1991 στο Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute – TWI) στο Ηνωμένο Βασίλειο. Ακριβώς επειδή κατά τη συγκόλληση αυτή το μέταλλο δεν λιώνει, η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση αποφεύγει τα μεγαλύτερα μειονεκτήματα των συγκολλήσεων τήξης, όπως π.χ. ρωγμές στερεοποίησης, εγκλείσματα και πορώδες.

Η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση για το ΑΑ5083 έχει ερευνηθεί από αρκετούς ερευνητές. Οι παράμετροι της συγκόλλησης, το μέγεθος των κόκκων, η ροή του υλικού, οι μηχανικές ιδιότητες, η διάβρωση, η κατεργασιμότητα, όπως επίσης και οι παραμένουσες τάσεις, έχουν πολύ ή λίγο μελετηθεί. Ωστόσο, ελαχιστότατες εργασίες υπάρχουν για ενίσχυση με σωματίδια αυτών των συγκολλήσεων.

Ο σκοπός αυτής της εργασίας ήταν να μελετηθεί η εισαγωγή διαφόρων ειδών ενισχυτικών σε συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση κράματος AA5083-H111, προκειμένου να διερευνηθεί η επίδρασή τους στις μηχανικές ιδιότητες των συγκολλήσεων, μέσω μετρήσεων μικροσκληροτήτων, δοκιμών εφελκυσμού και νανοδιείσδυσης.

Στην παρούσα έρευνα μίγματα α) σωματιδίων SiC με νανοσωλήνες άνθρακα και β) σωματιδίων από SiC, Al₂O₃ και νανοσωλήνες άνθρακα, χρησιμοποιήθηκαν ώστε να ενισχυθεί η ζώνη ανάδευσης των συγκολλήσεων. Ο αριθμός και η διεύθυνση των πάσων μεταβλήθηκαν ώστε να βρεθούν οι παράμετροι που οδηγούν σε καλή διασπορά του μίγματος των σωματιδίων.

Οι ιδιότητες των παραγόμενων ραφών συγκόλλησης συγκρίθηκαν μεταξύ τους καθώς και με αυτές ενός ενισχυμένου με νανοσωματίδια SiC δοκιμίου, ενός μη ενισχυμένου δοκιμίου και του μετάλλου βάσης.

Μέσα από τα αποτελέσματα της εργασίας αυτής, βρέθηκαν οι βέλτιστες συνθήκες των συγκολλήσεων που οδηγούν στην καλύτερη δυνατή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης, για όλα τα είδη που μελετήθηκαν και αποδείχτηκε ότι η συμπεριφορά των συγκολλήσεων εξαρτάται από το είδος της εκάστοτε ενίσχυσης και από την κοκκομετρία της. Επίσης, διαπιστώθηκε ότι τις υψηλότερες τιμές μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης εμφανίζει η συγκόλληση με ενίσχυση nano SiC, ενώ τις χαμηλότερες η συγκόλληση με σκόνη ενίσχυσης SiC/CNT/Al₂O₃. Οι συγκολλήσεις με ενίσχυση nano SiC και ενίσχυση micro SiC/CNT παρουσιάζουν παρόμοια συμπεριφορά σε εφελκυσμό, καλύτερη αυτής των συγκολλήσεων χωρίς ενίσχυση, ενώ, η συγκόλληση με ενίσχυση SiC/CNT/Al₂O₃ εμφανίζει τη χειρότερη.

Τέλος, σε όλες τις περιπτώσεις, η θραύση σε εφελκυσμό έλαβε χώρα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, δηλαδή στο σημείο που εμφανίζεται η χαμηλότερη αντοχή της συγκόλλησης, γεγονός που επιβεβαιώνει τη σωστή επιλογή των συνθηκών συγκόλλησης και εμμέσως την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης.

Abstract

In recent years, the increasing demand of the industry in lightweight materials has fueled interest in the research of several aluminum alloys which are relatively cheap and have high strength-to-weight ratio. Aluminum alloys are used in many industry sectors such as the transport, aerospace and shipbuilding-marine ones. All these applications require welding which, when using the conventional fusion methods, is either not feasible or results in degradation of the mechanical properties, depending on the alloy.

A solution to this phenomenon is the application of Friction Stir Welding, a relatively recent solid state welding method which was invented in 1991 at The Welding Institute (TWI) in the UK. Because there is no melting of the metal, FSW avoids most of the drawbacks of fusion welding like solidification cracks, inclusions and porosity. The Friction Stir Welding of AA5083 has been studied by a multitude of researchers. The welding parameters, grain size, material flow, mechanical, fatigue and corrosion properties, formability as well as residual stresses were investigated.

However, only a few studies exist on the reinforcement of friction stir welds through the addition of particles.

The aim of this work was to study the incorporation of different kinds of reinforcements inside friction stir welds of AA5083-H111, in order to examine its effects on the mechanical properties of the welds, through microhardness measurement, tensile testing and nanoidentation experiments.

In the present study mixtures of a) particles of SiC with CNTs and b) particles of SiC, Al2O3 and CNTs, were used in order to reinforce the stir zone of the welds

The number and the direction of the passes were altered in order to determine the optimum parameters that lead to a good particle dispersion

The properties of the manufactured welds were compared with each other, as well as, with a weld reinforced with SiC nanoparticle, an unreinforced specimen and the base metal.

Through this study, the optimum parameters that lead to the best particle distribution for all the specimens that have been examined were determined. This concluded that the properties of the welds depend on the type of reinforcement and its particle size.

Also it was concluded that the higher values of microhardness in the stir zone are presented by the welds with SiC nanoparticle reinforcement, whereas the lowest by the one with the micro particles of SiC/CNT/Al₂O₃ reinforcement. Concerning the tensile testing, the welds reinforced with nano SiC and micro SiC/CNT particles display similar behavior on tensile testing, better than the unreinforced weld, whereas the weld with the SiC/CNT/Al₂O₃ reinforcement presents the worst mechanical properties.

Finally, in all the cases fracture happened in the heat affected zone, the location of the minimum hardness value, which proves that the optimum parameters were determined and indirectly that there was a good dispersion of the particles.

ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

Πρόλογος	i
Περίληψη	ii
Abstract	iv
ΕΙΣΑΓΩΓΗ- ΣΚΟΠΟΣ	vi

Ι.ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ

Ι.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ Ι.1.1 Παράμετροι Συγκολλήσεων	1 3
Ι.1.2 Ροή υλικού κατά τη συγκόλληση	5
Ι.1.3 Αναλυτικός υπολογισμός παραγόμενης θερμότητας	8
Ι.1.4 Εξέλιξη της μικροδομής	10
Ι.1.5 Ατέλειες συγκολλήσεων δια τριβής με ανάδευση	14
Ι.1.6 Πλεονεκτήματα – Μειονεκτήματα	16
Ι.2 ΤΟ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟ ΚΑΙ ΤΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΤΟΥ	17
Ι.2.1 Γενικά	17
Ι.2.2 Ιδιότητες αλουμινίου	18
Ι.2.3 Κράματα αλουμινίου	19
Ι.2.4 Κράματα αλουμινίου σειράς 5000	22
Ι.3 ΝΑΝΟΥΛΙΚΑ	23
Ι.3.1 Νανοσωλήνες άνθρακα	23
I.3.2 Νανοδιείσδυση (Nanoidentation)	27
Ι.4 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΕΠΙΣΚΟΠΗΣΗ ΕΡΓΑΣΙΩΝ ΣΧΕΤΙΚΩΝ ΜΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ	35
ΙΙ. ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ	
ΙΙ.1 ΥΛΙΚΑ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΗΚΑΝ	53
II.1.1 Μέταλλο βάσης	53
II.1.2 Σωματίδια ενίσχυσης	54
ΙΙ.2 ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ	56

ΙΙ.2 ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

II.2.1 Εξοπλισμός συγκόλλησης	56
II.2.2 Γεωμετρία εργαλείου	57

II.2.3 Προετοιμασία των δοκιμίων για συγκόλληση	58
II.2.4 Συνθήκες συγκόλλησης	59
ΙΙ.3 ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΕΣ ΤΕΧΝΙΚΕΣ ΚΑΙ ΜΕΘΟΔΟΙ	61
II.3.1 Κοπή	61
ΙΙ.3.2 Λείανση – Στίλβωση	61
ΙΙ.3.3 Χημική προσβολή	62
II.3.4 Οπτική στερεοσκοπία	63
II.3.5 Οπτική μικροσκοπία	63
II.3.6 Ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης	64
II.3.7 Σκληρότητα - Μικροσκληρότητα	66
II.3.8 Δοκιμές εφελκυσμού	68
II.3.9 Νανοδιείσδυση	69
ΙΙΙ. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ	
ΙΙΙ.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΜΕ ΣΩΜΑΤΙΔΙΑ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ SIC/CNT	72
III.1.1 Μακροσκοπική μελέτη δοκιμίων	72
III.1.2 Μικροσκοπική μελέτη δοκιμίων	73
III.1.3 Μικροσκληρομετρήσεις	78
III.1.4 Πειράματα εφελκυσμού	81
III.1.5 Νανοδιείσδυση	83
ΙΙΙ.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΜΕ ΣΩΜΑΤΙΔΙΑ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ SIC/CNT/Al2O3	86
III.2.1 Μακροσκοπική μελέτη δοκιμίων	86
III.2.2 Μικροσκοπική μελέτη δοκιμίων	86
III.2.3 Μικροσκληρομετρήσεις	87
III.2.4. Ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης	90
III.2.5 Πειράματα εφελκυσμού	92
III.2.5 Νανοδιείσδυση	94
ΙΙΙ.1 ΣΥΓΚΡΙΣΗ ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΜΙΚΡΟ- ΚΑΙ ΝΑΝΟ- ΣΩΜΑΤΙΔΙΩΝ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ ΣΤΙΣ	
ΜΗΧΑΝΙΚΕΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΩΝ FSW	95
ΙΥ. ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ	100
V. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ	101

ΕΙΣΑΓΩΓΗ - ΣΚΟΠΟΣ

Τα κράματα του αλουμινίου χρησιμοποιούνται σε πολλούς τομείς της βιομηχανίας, όπως αυτοκινητοβιομηχανία, αεροναυπηγική και ναυπηγική βιομηχανία. Όλες αυτές οι εφαρμογές απαιτούν συγκολλήσεις οι οποίες όταν πραγματοποιούνται με τις κλασικές μεθόδους τήξης, είναι είτε μη εφικτές, είτε οδηγούν σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων της συγκόλλησης. Μια λύση σε αυτό το πρόβλημα είναι η εφαρμογή της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση, μιας σχετικά καινούργιας τεχνικής συγκόλλησης στερεάς κατάστασης, η οποία ανακαλύφθηκε το 1991 στο Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute – TWI) στο Ηνωμένο Βασίλειο. Ακριβώς επειδή κατά τη συγκόλληση αυτή το μέταλλο δεν λιώνει, η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση αποφεύγει τα μεγαλύτερα μειονεκτήματα των συγκολλήσεων τήξης, όπως π.χ. ρωγμές στερεοποίησης, εγκλείσματα και πορώδες.

Η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση για το ΑΑ5083 έχει ερευνηθεί από αρκετούς ερευνητές. Οι παράμετροι της συγκόλλησης, το μέγεθος των κόκκων, η ροή του υλικού, οι μηχανικές ιδιότητες, η διάβρωση, η κατεργασιμότητα, όπως επίσης και οι παραμένουσες τάσεις, έχουν πολύ ή λίγο μελετηθεί. Ωστόσο, ελαχιστότατες εργασίες υπάρχουν για ενίσχυση με σωματίδια αυτών των συγκολλήσεων.

Ο σκοπός αυτής της εργασίας ήταν να μελετηθεί η εισαγωγή διαφόρων ειδών ενισχυτικών σε συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση κράματος AA5083-H111, προκειμένου να διερευνηθεί η επίδρασή τους στις μηχανικές ιδιότητες των συγκολλήσεων, μέσω μετρήσεων μικροσκληροτήτων, δοκιμών εφελκυσμού και νανοδιείσδυσης. Στην παρούσα έρευνα μίγματα α) σωματιδίων SiC με νανοσωλήνες άνθρακα και β) σωματιδίων από SiC, Al₂O₃ και νανοσωλήνες άνθρακα, χρησιμοποιήθηκαν ώστε να ενισχυθεί η ζώνη ανάδευσης των συγκολλήσεων. Ο αριθμός και η διεύθυνση των πάσων μεταβλήθηκαν ώστε να βρεθούν οι παράμετροι που οδηγούν σε καλή διασπορά του μίγματος των σωματιδίων. Οι ιδιότητες των παραγόμενων ραφών συγκόλλησης συγκρίθηκαν μεταξύ τους καθώς και με αυτές ενός ενισχυμένου με νανοσωματίδια SiC δοκιμίου, ενός μη ενισχυμένου δοκιμίου και του μετάλλου βάσης.

viii

Ι. <u>ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ</u>

Ι.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ ΜΕ ΑΝΑΔΕΥΣΗ [1,2,3,4,5]

Οι συγκολλήσεις στερεάς κατάστασης (χωρίς τήξη) αναφέρονται στην εξασφάλιση της κρυσταλλικής-μεταλλουργικής σύνδεσης των προς συγκόλληση μετάλλων χωρίς την τήξη τους και κυρίως μέσω πλαστικής παραμόρφωσης. Η πλαστική παραμόρφωση επιτυγχάνεται με άσκηση πίεσης σε θερμοκρασίες μικρότερες του σημείου τήξης των προς συγκόλληση υλικών. Το βασικό πλεονέκτημα των συγκολλήσεων στερεάς κατάστασης έναντι των συγκολλήσεων με τήξη είναι η δυνατότητα συγκόλλησης ανόμοιων (διαφορετικής χημικής σύστασης) υλικών. Αυτό συμβαίνει διότι η γενική απουσία τήξης και, κατά κανόνα, η χαμηλή συνεισφορά θερμότητας, διαταράσσουν ελάχιστα τη μικροδομή των υλικών που ενώνονται. Επομένως, δεν υπάρχει ζώνη τήξης και η θερμικά επηρεασμένη ζώνη είναι πολύ μικρή. Τα δύο υλικά δεν αναμειγνύονται μακροσκοπικά.Τα μειονεκτήματα των συγκολλήσεων στερεάς κατάστασης σχετίζονται με την προετοιμασία των προς συγκόλληση δοκιμίων και τον αναγκαίο εξοπλισμό. Για τους περισσότερους τύπους συγκόλλησης στερεάς κατάστασης υπάρχουν αυστηρές απαιτήσεις όσον αφορά στον καθαρισμό των επιφανειών που πρόκειται να έρθουν σε επαφή. Τα εργαλεία, και γενικά ο εξοπλισμός που χρησιμοποιείται, είναι συνήθως εξειδικευμένα, μη φορητά και αυτοματοποιημένα. Επίσης, η επιθεώρηση της ποιότητας των συνδέσεων δεν είναι εύκολη, ενώ η επιδιόρθωση/αποκατάσταση των ελαττωμάτων είναι πολλές φορές αδύνατη.

Μια από τις κατηγορίες των τεχνικών συγκόλλησης στερεάς κατάστασης είναι και οι τεχνικές συγκόλλησης δια τριβής.

Κατά τη **συγκόλληση δια τριβής**, η θερμοκρασία που αναπτύσσεται λόγω τριβής πλαστικοποιεί τις προς συγκόλληση τριβόμενες επιφάνειες και στη συνέχεια η άσκηση δύναμης ολοκληρώνει τη συγκόλληση. Οι θερμοκρασίες που αναπτύσσονται στη ραφή δεν ξεπερνούν το σημείο τήξης των υλικών, άρα πρόκειται για μία τεχνική συγκόλλησης στερεάς κατάστασης.

Τα είδη συγκολλήσεων δια τριβής είναι τα παρακάτω:

- Συγκόλληση δια Τριβής με Περιστροφή:
 - Μέθοδος Συνεχούς Οδήγησης (Direct Drive Friction Welding)
 - Μέθοδος μέσω Αδράνειας ή Συσσωρευμένης Ενέργειας (Inertia Friction Welding)
 - Υβριδική Μέθοδος (Hybrid Friction Welding)

- Συγκόλληση δια Τριβής με Ανάδευση (Friction Stir Welding)
- Συγκόλληση δια Τριβής με Γραμμική Παλινδρόμηση (Linear Friction Welding ή Linear Vibration Welding)
- Συγκόλληση δια Τριβής με Κίνηση σε Τροχιά (Orbital Friction Welding)
- Συγκόλληση δια Τριβής με Τοξοειδή Περιστροφή (Radial Friction Welding)

Στην επόμενη παράγραφο, ακολουθεί η αναλυτική παρουσίαση της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση, τεχνική που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα διπλωματική εργασία.

Η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση αναπτύχθηκε από το Βρετανικό Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute - T.W.I.) το 1991. Αποτελεί μια τεχνική στερεάς κατάστασης, στην οποία τα υλικά υπόκεινται σε πλαστική παραμόρφωση και συγκολλούνται σε θερμοκρασίες κάτω από το σημείο τήξης τους. Ένα περιστρεφόμενο, μη καταναλισκόμενο εργαλείο περνά κατά μήκος των ακμών των τεμαχίων που πρόκειται να συγκολληθούν (σχήμα Ι.1).



Σχήμα Ι.1 Συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση

Η θερμότητα που αναπτύσσεται λόγω τριβής, «μαλακώνει» το υλικό των ακμών του κάθε τεμαχίου το οποίο παρασύρεται από το περιστρεφόμενο εργαλείο, αναδεύεται και τελικά όταν αυτό στερεοποιηθεί δημιουργεί μια μόνιμη ένωση.

Αν και αρχικά χρησιμοποιήθηκε αποκλειστικά για τη συγκόλληση κραμάτων αλουμινίου, τα τελευταία χρόνια η μέθοδος εφαρμόζεται για τη συγκόλληση μεγάλης γκάμας μεταλλικών κραμάτων, δίνοντας λύση στην ανάγκη συγκόλλησης κραμάτων που μέχρι πρότινος θεωρείτο ασύμφορο ή αδύνατο να συγκολληθούν με άλλες μεθόδους. Έτσι η μέθοδος έχει βρει ευρεία χρήση στην αεροναυπηγική και στη ναυπηγική, ενώ ολοένα αυξάνονται οι εφαρμογές της στη βιομηχανία των μεταφορών.

Ι.1.1. Παράμετροι συγκολλήσεων [6,7,8,9,10]

α) Ταχύτητα περιστροφής και ταχύτητα πρόωσης

Στην κατεργασία FSW, δύο παράμετροι είναι πολύ σημαντικοί: ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου (ω, rpm) με δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση και η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου (υ, mm/min) κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης.

Η περιστροφή του εργαλείου έχει ως αποτέλεσμα την ανάδευση και ανάμιξη του υλικού γύρω από τον περιστρεφόμενο πείρο και η κατεύθυνση του εργαλείου μεταφέρει το αναδευόμενο υλικό από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου ολοκληρώνοντας κατ' αυτόν τον τρόπο τη διαδικασία συγκόλλησης. Υψηλότεροι ρυθμοί περιστροφής του εργαλείου παράγουν υψηλότερη θερμοκρασία λόγω της υψηλότερης θερμότητας από την τριβή καταλήγοντας σε εντονότερη ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Ωστόσο, είναι αξιοσημείωτο ότι η τριβή λόγω επαφής της επιφάνειας του περιαυχένιου του εργαλείου με το κατεργαζόμενο τεμάχιο είναι αυτή που διέπει την παροχή θερμότητας. Επίσης η αύξηση της ταχύτητας περιστροφής τείνει να αυξήσει το πλάτος και το ύψος της ζώνης ανάδευσης (nugget).

Η ταχύτητα πρόωσης επηρεάζει κυρίως το ιξώδες του υλικού και τον χρόνο έκθεσής του σε υψηλή θερμοκρασία λόγω τριβής. Οι χαμηλές ταχύτητες καταλήγουν σε μεγαλύτερη χρονική έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες που μπορεί να μην είναι επιθυμητές προκαλώντας ελαττώματα, ανάπτυξη κόκκων και συσσωματώματα. Η επιλογή της ταχύτητας πρόωσης εξαρτάται κυρίως από την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου με σκοπό να αποδοθεί η απαιτούμενη θερμότητα στο υλικό.

Η εφαρμογή πολλαπλών περασμάτων αποσκοπεί στη βελτίωση διαφόρων χαρακτηριστικών της FSP, όπως η δημιουργία μίας μεγαλύτερης σύνθετης ζώνης και η ομοιόμορφη λεπτομερή διασπορά των κεραμικών σωματιδίων.

β) Γωνία κλίσης και βάθος διείσδυσης

Εκτός από το ρυθμό περιστροφής του εργαλείου και την ταχύτητα πρόωσης, μια άλλη σημαντική παράμετρος της διαδικασίας, είναι η γωνία κλίσης του άξονα του εργαλείου σε σχέση με την επιφάνεια του αντικειμένου. Μία κατάλληλη κλίση του άξονα προς την οπίσθια κατεύθυνση εξασφαλίζει ότι το περιαυχένιο του εργαλείου συγκρατεί το αναδευόμενο υλικό και το μεταφέρει αποτελεσματικά από το εμπρός

προς το πίσω μέρος του πείρου. Επιπλέον, το βάθος διείσδυσης του πείρου εντός των τεμαχίων (penetration depth) είναι σημαντική παράμετρος για την παραγωγή ποιοτικών συγκολλήσεων. Το βάθος διείσδυσης του πείρου συνδέεται με το ύψος του πείρου. Όταν το βάθος διείσδυσης είναι πολύ μικρό, το περιαυχένιο του εργαλείου δεν έρχεται σε επαφή με όλη την αρχική επιφάνεια του τεμαχίου. Έτσι, το περιαυχένιο αδυνατεί να κινήσει το αναδευόμενο υλικό αποτελεσματικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου, με αποτέλεσμα την παραγωγή συγκολλήσεων με ατέλειες όπως αυλακώσεις στην επιφάνεια. Όταν το βάθος της διείσδυσης είναι πάρα πολύ μεγάλο, το περιαυχένιο του εργαλείου βυθίζεται εντός του τεμαχίου δημιουργώντας υπερβολικό γρέζι (flash) στα άκρα της συγκόλλησης. Σε αυτήν την περίπτωση παράγεται μία κοίλη ραφή συγκόλλησης, οδηγώντας σε τοπική μείωση του πάχους των συγκολλημένων πλακών.

γ) Γεωμετρία Εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι πολύ σημαντικός παράγοντας κατά την εξέλιξη της διαδικασίας της FSW. Ο σχεδιασμός του εργαλείου αποτελεί βασικό παράγοντα στη ροή του υλικού και διέπει το ρυθμό με τον οποίο διεξάγεται η συγκόλληση. Ένα εργαλείο FSW αποτελείται από ένα περιαυχένιο και έναν πείρο, όπως φαίνεται στο Σχήμα Ι.2. Όπως προαναφέρθηκε, το εργαλείο εκτελεί δύο βασικές λειτουργίες α) τοπική θέρμανση του δοκιμίου και β) ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους. Στα πρώτα στάδια της διαδικασίας, όπου ο πείρος εισχωρεί στο υλικό, η θερμότητα προκύπτει ως αποτέλεσμα της τριβής ανάμεσα στον πείρο και το προς συγκόλληση υλικό. Επιπρόσθετα, κάποια ποσότητα θερμότητας παράγεται λόγω πλαστικής παραμόρφωσης του υλικού. Ο πείρος εισχωρεί στο υλικό τόσο ώστε το περιαυχένιο να ακουμπήσει την επιφάνεια του προς συγκόλληση υλικού. Η τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ του υλικού και του περιαυχενίου προσδίδει το μεγαλύτερο ποσοστό θερμότητας.

Ανάλογα με τη γεωμετρία του πείρου και του περιαυχενίου αναπτύσσονται διαφορετικά ποσά θερμότητας, γι' αυτό η γεωμετρία τους παίζει μεγάλο ρόλο. Η διάμετρος του περιαυχενίου, επίσης, αποτελεί έναν περιορισμό στον όγκο του υλικού που θερμαίνεται. Για το λόγο αυτό ο λόγος διαμέτρων περιαυχενίου/πείρου θα πρέπει να είναι τέτοιος ώστε να εξασφαλίζει την απαραίτητη θερμότητα πλαστικοποίησης του όγκου του υλικού που τίθεται προς ανάδευση από τον πείρο. Σε αντίθετη περίπτωση αναμένεται η εμφάνιση ατελειών στη συγκόλληση. Εύλογα προκύπτει ότι πολύ μεγάλοι λόγοι διαμέτρων περιαυχενίου/πείρου πρέπει να αποφεύγονται εξαιτίας της υποβάθμισης των μηχανικών ιδιοτήτων που συνοδεύουν τις θερμικά επηρεασμένες περιοχές των συγκολλήσεων. Εκτός από την πρόσδοση θερμότητας, η δεύτερη λειτουργία του εργαλείου είναι η ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Η ομοιομορφία της μικροδομής και οι ιδιότητές της καθώς και τα φορτία που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια της διαδικασίας, διέπονται από το σχεδιασμό του εργαλείου.

Tool	Cylindrical	Whorl [™]	MX triflute [™]	Flared triflute [™]	A-skew [™]	Re-stir™
Schematics						
Tool pin shape	Cylindrical with threads	Tapered with threads	Threaded, tapered with three flutes	Tri-flute with flute ends flared out	Inclined cylindrical with threads	Tapered with threads
Ratio of pin volume to cylindrical pin volume	1	0.4	0.3	0.3	1	0.4
Swept volume to pin volume ratio	1.1	1.8	2.6	2.6	Depends on pin angle	1.8
Rotary reversal	No	No	No	No	No	Yes
Application	Butt welding; fails in lap welding	Butt welding with lower welding torque	Butt welding with further lower welding torque	Lap welding with lower thinning of upper plate	Lap welding with lower thinning of upper plate	When minimum asymmetry in weld property is desired

Σχήμα Ι.2 Σχηματική αναπαράσταση διαφόρων εργαλείων FSW

Ι.1.2 Ροή υλικού κατά τη συγκόλληση [11,12,13]

Η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση είναι αρκετά περίπλοκη κι εξαρτάται από τη γεωμετρία του εργαλείου, τις παραμέτρους της διαδικασίας, και το υλικό που πρόκειται να συγκολληθεί. Η κατανόηση των χαρακτηριστικών της ροής του υλικού είναι μείζονος σημασίας για το βέλτιστο σχεδιασμό του εργαλείου και την απόδοση της κατεργασίας.

Αρχικά, θεωρείται ότι η ροή υλικού κατά την FSW χωρίζεται σε δύο μέρη (Σχήμα I.3):

- Ροή προκαλούμενη από τον πείρο συγκόλλησης : σε διαδοχικές στρώσεις
- Ροή προκαλούμενη από το περιαυχένιο: υλικό από την υποχωρούσα πλευρά (RS) μεταφέρεται δια μέσου της επιφάνειας περιαυχενίου στην κορυφή της προωθούμενης πλευράς (AS).



Σχήμα Ι.3. (a),(b): Ροή προκαλούμενη από τον πείρο συγκόλλησης (c),(d): Ροή προκαλούμενη από το περιαυχένιο

Η προκύπτουσα μικροδομή και τα χαρακτηριστικά ροής του μετάλλου κατά την FSW είναι όμοια με εκείνα της θερμής διέλασης και σφυρηλάτησης. Επομένως, η διαδικασία FSW μπορεί να μοντελοποιηθεί διακρίνοντας πέντε συμβατικές ζώνες: α) ζώνη προθέρμανσης (preheat zone), β) ζώνη αρχικής παραμόρφωση (initial deformation zone), γ) ζώνη διέλασης (extrusion zone), δ) ζώνη σφυρηλάτησης (forging zone), και ε) ζώνη μεταθέρμανσης/ απόψυξης (post heat/cool down zone) (Σχήμα I.4.).



Σχήμα I.4. Ζώνες που δημιουργούνται κατά την κίνηση του εργαλείου στη μέθοδο FSW.

Η πορεία της ροής υλικού αναλύεται ως εξής (σχήμα Ι.4. και Ι.5.)

- Η θερμική παροχή από την περιστροφική κίνηση του εργαλείου προθερμαίνει τα προς συγκόλληση τεμάχια
- Η περιστροφική κίνηση του εργαλείου δημιουργεί την αρχική ζώνη παραμόρφωσης
- Σε αυτήν τη ζώνη το υλικό ωθείται προς το περιαυχένιο (ανοδική πορεία)
 και στη συνέχεια προς τα κάτω στη ζώνη εξώθησης- διέλασης
- Στη ζώνη εξώθησης το υλικό (που έρχεται πρώτο σε επαφή με τον πείρο) κινείται γύρω από τον πείρο και καλύπτει το κενό που δημιουργείται καθώς το εργαλείο προχωράει
- Το πίσω μέρος του περιαυχενίου περνάει πάνω από το μέταλλο που εξέρχεται της ζώνης εξώθησης και το σφυρηλατεί εξασφαλίζοντας τη συγκόλληση
- Στη συνέχεια το μέταλλο αποψύχεται
- Ένα τμήμα του ρέοντος υλικού μεταφέρεται από την RS στην AS (κόκκινα βέλη)
- Ένας συγκεκριμένος όγκος υλικού από το άνω τμήμα της AS και κάτω από την αριστερή περιοχή του flow arm εναποτίθεται στο δεξί μέρος της ζώνης εξώθησης (στην AS) και στο μέσο του πυρήνα συγκόλλησης (λευκά βέλη)
- Ένας άλλος όγκος υλικού από τη ζώνη εξώθησης της RS φαίνεται να μετατοπίζεται κάτω και προς τα πίσω (κίτρινα βέλη)
- Το κάτω μέρος του πυρήνα συγκόλλησης απαρτίζεται από τη ζώνη στροβιλισμού (μπλε βέλη)



Σχήμα Ι.5. Σχηματική αναπαράσταση της ροής του μετάλλου κατά την FSW

Συνοψίζοντας, η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW είναι μία πολύπλοκη διαδικασία. Είναι σημαντικό να επισημανθεί ότι υπάρχουν πολλοί παράγοντες που μπορούν να επηρεάσουν τη ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW. Αυτοί οι παράγοντες περιλαμβάνουν τη γεωμετρία του εργαλείου (γεωμετρία πείρου και περιαυχενίου, αναλογία διαστάσεων πείρου και περιαυχενίου), οι παράμετροι συγκόλλησης (ρυθμός περιστροφής του εργαλείου και η δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση, η ταχύτητα πρόωσης, το βάθος διέισδυσης και η γωνία του εργαλείου ως προς το προς συγκόλληση τεμάχιο), το είδος του υλικού, κλπ. Φαίνεται, ότι η ροή του υλικού εντός της ζώνης συγκόλλησης (nugget) κατά την FSW είναι η συνισταμένη διαφόρων ανεξάρτητων διαδικασιών παραμόρφωσης.

Ι.1.3. Αναλυτικός υπολογισμός παραγόμενης θερμότητας [1]

Η παραγόμενη θερμότητα μπορεί να υπολογιστεί με τους εξής δύο τρόπους, αφού υποθέσουμε ότι έχουμε τρεις επιφάνειες:

- Επιφάνεια περιαυχενίου (tool shoulder)
- Κεκλιμένη επιφάνεια κεφαλής (curved surface of tool pin)
- Κάτω επιφάνεια της κεφαλής (bottom surface of tool pin)

Α. Υπολογίζουμε τη συνολική θερμότητα

Παραγόμενη θερμότητα = δύναμη x σχετική ταχύτητα

$$\bar{Q} = [(1 - \delta) \cdot \eta \cdot \tau + \delta \cdot \mu_{f} \cdot P] \cdot (rd\theta dr) \cdot (\omega \cdot r - U \cdot \sin \theta)$$

Όπου:

 δ = συντελεστής ολίσθησης (fractional slip)

η = μηχανικός βαθμός απόδοσης (mechanical efficiency)

τ = συντελεστής διατμητικής δύναμης (shear yield strenght)

 $\mu_f =$ συντελεστής τριβής (coefficient of friction)

P = κατακόρυφη πίεση (axial pressure)

ω = περιστροφική ταχύτητα (rotational speed)

U = ταχύτητα συγκόλλησης (welding speed)

Στο Σχήμα Ι.6 απεικονίζονται οι παράμετροι της κίνησης του εργαλείου.



Σχήμα Ι.6 Σχετική κίνηση εργαλείου

 Β. Υπολογίζουμε ξεχωριστά σε κάθε επιφάνεια τη θερμότητα όπως φαίνεται στο Σχήμα Ι.7 και έπειτα τις προσθέτουμε.

$$Q_{1} = 2 \cdot \pi \cdot (1 + \tan \alpha) \cdot \tau_{shear} \cdot (R^{3}_{shoulder} - R^{3}_{pin})$$
$$Q_{2} = 2 \cdot \pi \cdot \tau_{shear} \cdot R^{2}_{pin} \cdot \omega$$
$$Q_{3} = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot \tau_{shear} \cdot \omega \cdot R^{3}_{pin}$$
$$Q_{total} = Q_{1} + Q_{2} + Q_{3}$$



Σχήμα Ι.7 Οι επί μέρους θερμότητες που αναπτύσσονται πάνω στο εργαλείο συγκόλλησης

Ι.1.4 Εξέλιξη της μικροδομής [14-21]

Η συμβολή της έντονης πλαστικής παραμόρφωσης και η έκθεση σε υψηλές θερμοκρασίες που λαμβάνουν χώρα στη ζώνη ανάδευσης κατά τη διάρκεια της FSW έχουν ως αποτελέσμα την ανακρυστάλλωση και την ανάπτυξη δομής εντός της ζώνης ανάδευσης καθώς και τη διάλυση και επαναδημιουργία λεπτομερών κατακρημνισμάτων (coarsening) εντός και γύρω από τη ζώνη ανάδευσης. Ανάλογα με τον χαρακτηρισμό της μικροδομής των κόκκων και των κατακρημνισμάτων μπορούν να διακριθούν τρεις ζώνες, η ζώνη ανάδευσης (weld nugget /stir zone WN/SZ), η θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΜΕΖ / TMAZ) και η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ/HAZ) όπως φαίνεται στο σχήμα Ι.8. Οι αλλαγές μικροδομής σε διάφορες ζώνες έχουν σημαντική επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες των κατεργασμένων υλικών.

α) Ζώνη ανάδευσης (stir zone/weld nugget)

Η έντονη πλαστική παραμόρφωση και η θερμότητα από την τριβή κατά τη διάρκεια της FSW έχουν ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μιας λεπτόκοκκης ανακρυσταλλωμένης μικροδομής εντός της ζώνης ανάδευσης. Αυτή η περιοχή αναφέρεται συνήθως ως ζώνη ανάδευσης ή δυναμικά ανακρυσταλλωμένη ζώνη (DXZ). Στο εσωτερικό των ανακρυσταλλωμένων κόκκων συνήθως υπάρχει χαμηλή πυκνότητα διαταραχών. Η διεπιφάνεια μεταξύ της ανακρυσταλλωμένης ζώνης και της θερμο-μηχανικά επηρεασμένης ζώνης είναι σχετικά διάχυτη στην υποχωρούσα πλευρά του εργαλείου, αλλά αρκετά έντονη στην προωθούμενη πλευρά της συγκόλλησης.



Σχήμα Ι.8 Διάφορες ζώνες μικροδομής σε FSP κατεργασμένο κράμα Al7075-T651 (σπειροειδής πείρος, 400rpm, 51 mm/min)

Το σχήμα της ζώνης συγκόλλησης καθορίζεται ανάλογα με τις παραμέτρους της κατεργασίας, τη γεωμετρία του εργαλείου, τη θερμοκρασία του τεμαχίου εργασίας,

και τη θερμική αγωγιμότητα του υλικού. Οι ζώνες συγκόλλησης μπορούν να ταξινομηθούν σε δύο τύπους σχημάτων, σε σχήμα λεκάνης όπου η ζώνη διευρύνεται κοντά στην άνω επιφάνεια και σε ελλειπτικό σχήμα. Χαμηλές ταχύτητες περιστροφής καταλήγουν σε ζώνες συγκόλλησης με σχήμα λεκάνης, ενώ υψηλότερες ταχύτητες περιστροφής, με εργαλείο της ίδιας γεωμετρίας προσδίδουν στη ζώνη συγκόλλησης ελλειπτικό σχήμα. Αυτό υποδηλώνει ότι μεταβάλλοντας τις παραμέτρους της κατεργασίας προκύπτουν ζώνες συγκόλλησης με διαφορετικά σχήματα.

Είναι ευρέως αποδεκτό ότι η δυναμική ανακρυστάλλωση κατά την FSW, οδηγεί σε παραγωγή λεπτών και ισομεγέθων κόκκων στη ζώνη συγκόλλησης. Έχει διαπιστωθεί ότι το μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων μπορεί να μειωθεί με ελάττωση του ρυθμού περιστροφής του εργαλείου διατηρώντας σταθερή την ταχύτητα πρόωσης ή ελαττώνοντας το λόγο ρυθμού περιστροφής εργαλείου / ταχύτητα πρόωσης.

Επίσης η αύξηση του βαθμού παραμόρφωσης που συντελείται κατά την FSW οδηγεί σε μείωση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων σύμφωνα με τις γενικές αρχές της ανακρυστάλλωσης. Συνεπώς, η διακύμανση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων εξαρτάται από το ποια παράμετρος (ταχύτητα περιστροφής ή ταχύτητα πρόωσης) έχει κυρίαρχο ρόλο.

Το μέγεθος των κόκκων τείνει να αυξηθεί κοντά στην κορυφή της ζώνης συγκόλλησης και μειώνεται σε κάθε σημείο που απομακρύνεται από το κέντρο της ζώνης συγκόλλησης ανάλογα με τις διακυμάνσεις της θερμοκρασίας. Το Σχήμα Ι.9 δείχνει την κατανομή των μεγεθών των κόκκων σε διαφορετικές θέσεις της ζώνης συγκόλλησης σε κατεργασμένο με FSP κράμα αλουμινίου 7050. Το μέσο μέγεθος κόκκου κυμαίνεται από 3,2 μm στο κάτω μέρος έως 5,3 μm στην κορυφή και 3,5 μm στην υποχωρούσα πλευρά έως 5,1 μm στην προωθούμενη πλευρά. Αυτή η μεταβολή στο μέγεθος κόκκου από το κάτω προς το επάνω μέρος του πυρήνα συγκόλλησης πιστεύεται ότι συνδέεται με τη διαφορά στο προφίλ θερμοκρασίας και την απαγωγή θερμότητας στη ζώνη συγκόλλησης. Επειδή το κάτω μέρος των τεμαχίων βρίσκεται σε επαφή με την πλάκα υποστήριξης, η μέγιστη θερμοκρασία είναι χαμηλότερη και ο θερμικός κύκλος είναι συντομότερος σε σύγκριση με την κορυφή του πυρήνα. Ο συνδυασμός χαμηλότερης θερμοκρασίας και μικρότερου χρόνου θερμικής επιρροής στο κάτω μέρος της ζώνης συγκόλλησης επιβραδύνει αποτελεσματικά την ανάπτυξη των κόκκων και οδηγεί σε μικρότερους ανακρυσταλλωμένους κόκκους. Είναι προφανές ότι με την αύξηση του πάχους της πλάκας, η διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ του κάτω μέρους και της κορυφής του πυρήνα συγκόλλησης αυξάνεται, με αποτέλεσμα να παρατηρείται αυξημένη διαφορά στο μέγεθος κόκκου.

Η αύξηση της θερμοκρασίας στη ζώνη συγκόλλησης έως τους 400-550 °C. εκτός από τη μεταβολή στο μέγεθος κόκκων, μπορεί να επιφέρει τη διάλυση των

κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων εντός της μήτρας αλουμινίου, ανάλογα με τον τύπο του κράματος και τη μέγιστη θερμοκρασία. Σε κράμα 6061Al-T6 παρατηρήθηκε ότι τα ομοιογενώς κατανεμημένα κατακρημνίσματα του τεμαχίου ήταν γενικά μικρότερα από εκείνα της ζώνης συγκόλλησης. Ωστόσο, στην ζώνη συγκόλλησης υπήρχαν πολύ λιγότερα μεγάλα κατακρημνίσματα σε σχέση με το υλικό βάσης, γεγονός που υποδηλώνει ότι κατά την FSW πραγματοποιούνται ταυτόχρονα διάλυση και επαναδημιουργία λεπτών κατακρημνισμάτων (coarsening).



Σχήμα Ι.9 Κατανομή μεγέθους κόκκων σε διάφορες θέσεις του πυρήνα συγκόλλησης του κράματος ΑΙ 7050

β) Θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη

Μεταξύ του μητρικού υλικού και της ζώνης συγκόλλησης δημιουργείται μία στένη μεταβατική ζώνη η οποία ονομάζεται θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ ή OMEZ) και είναι χαρακτηριστική της διαδικασίας FSW. Η ζώνη αυτή υπόκειται τόσο

σε παραμορφώσεις όσο και σε υψηλές θερμοκρασίες. Η χαρακτηριστική μικροδομή της ΘΜΕΖ παρουσιάζεται στο σχήμα Ι.10. Η ΘΜΕΖ χαρακτηρίζεται από μια ιδιαίτερα παραμορφωμένη δομή. Οι επιμήκεις κόκκοι του μητρικού υλικού παραμορφώνονται ακολουθώντας μία ροή ανοδικής φοράς η οποία περιβάλλει τη ζώνη συγκόλλησης. Μολονότι η ΘΜΕΖ υφίσταται πλαστική παραμόρφωση, οι τάσεις παραμόρφωσης δεν είναι επαρκείς για να προκαλέσουν ανακρυστάλλωση σε αυτήν τη ζώνη. Ωστόσο, η έκθεση σε υψηλή θερμοκρασία αυτής της περιοχής προκαλεί τη διάλυση ορισμένων κατακρημνισμάτων. Το ποσοστό διάλυσης των κατακρημνισμάτων εξαρτάται φυσικά από το θερμικό κύκλο που υπόκειται η ΘΜΕΖ.



Σχήμα Ι.10 Μικροδομή της Θερμο-Μηχανικά Επηρεασμένης Ζώνης σε FSP 7075 Al

γ) Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (ΘΕΖ)

Δίπλα από τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ) βρίσκεται η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ ή ΘΕΖ). Αυτή η ζώνη υπόκειται στην επιρροή του θερμικού κύκλου, αλλά δεν υφίσταται καμία πλαστική παραμόρφωση (σχήμα Ι.8). Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ) σε ένα θερμικά κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου ορίζεται ως η ζώνη που υφίσταται μια αύξηση της θερμοκρασίας πάνω από 250 °C. Η ΘΕΖ διατηρεί την ίδια δομή κόκκων, με αυτή του μητρικού υλικού. Ωστόσο, η έκθεση σε θερμοκρασίες άνω των 250 °C ασκεί σημαντική επιρροή στη δομή των κατακρημνισμάτων.

Ι.1.5 Ατέλειες συγκολλήσεων δια τριβής με ανάδευση [22]

Ατέλεια είναι οποιαδήποτε ανωμαλία στη μικροδομή ή τη γεωμετρία της συγκόλλησης, η οποία επηρεάζει την εμφάνιση, τη μορφή ή τη λειτουργικότητά της.Οι ατέλειες μπορεί να επηρεάσουν αρνητικά τις μηχανικές ιδιότητες, τις δυναμικές ιδιότητες, την αντοχή στη διάβρωση και την κατεργασιμότητα.



Σχημα Ι.11 Διάγραμμα ταχύτητας συγκόλλησης προς ταχύτητα περιστροφής, με ομαδοποίηση των περιοχών που εμφανίζονται οι ατέλειες και οι χαρακτηριστικότεροι τύποι ατελειών

Στη συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση συχνά εμφανίζονται ατέλειες, οι οποίες είναι διαφορετικές από αυτές μιας συγκόλλησης τήξης. Τα ελαττώματα αυτά σχετίζονται με τη θερμοκρασία κατεργασιάς, τον τρόπο ροής του υλικού και τη γεωμετρία της συγκόλλησης. Τα δύο πρώτα σχετίζονται με τις παραμέτρους συγκόλλησης (ταχύτητα περιστροφής, ταχύτητα πρόωσης, εργαλείο συγκόλλησης κλπ), ενώ η γεωμετρία της συγκόλλησης έχει να κάνει με τον τρόπο και τη θέση τοποθέτησης των προς συγκόλληση ελασμάτων σε σχέση με το εργαλείο συγκόλλησης. Η επιλογή ακατάλληλων παραμέτρων συγκόλλησης οδηγεί σε ανεπαρκή ή υπερβολική είσοδο θερμότητας, κακή ανάδευση ή ανεπαρκή πίεση από το βραχίονα του εργαλείου που οδηγεί στη δημιουργία ενός ή περισσοτέρων ελαττωμάτων. Έτσι μπορούμε να κατηγοριοποιήσουμε τις ατέλειες ως εξής (σχήμα Ι.11): <u>α)Ατέλειες λόγω ψυχρής κατεργασίας (Cold Processing Defects)</u>

- Σήραγγα ή τούνελ (Wormhole)
- Εγκλείσματα και πορώδες (Chips and Lack of Fill)
- "Χτένισμα" (Scalloping)

<u>β)Ατέλειες λόγω θερμής κατεργασίας (Hot Processing Defects)</u>

- Εκβολή μάζας (Ribbon Flash)
- Ατέλεια μορφής αυλακίου (Surface lack of fill)
- Κατάρρευση του πυρήνα συγκόλλησης (Nugget Collapse)
- Επιφανειακή αποκόλληση υλικού (Surface Galling)
- Ατέλεια διεπιφάνειας (Faying Surface)
- Ατέλεια στη ρίζα της συγκόλλησης (Root Flow Defect)

<u>γ)Ατέλειες λόγω κακής γεωμετρίας (Geometry Related Defects)</u>

- Ανεπαρκής διείσδυση (Lack of Penetration (LOP))
- Ανεπαρκής τήξη (Lack of Fusion (LOF))
- Υπερβολική διεισδυση (Excessive Indentation)



Σχήμα Ι.12 Ατέλειες δεσμού φιλιού (kissing bond)

Ένα ελάττωμα που εμφανίζεται συχνά σε ετερογενείς συγκολλήσεις είναι η ατέλεια **δεσμού φιλιού (kissing bond)**, όπου τα δύο ελάσματα φαίνονται ενωμένα, αλλά στην πραγματικότητα δεν είναι (σχήμα Ι.12). Συχνά οφείλεται στην εμφάνιση ενός ημισυνεχούς στρώματος οξειδίου εγκλωβισμένου στη ζώνη συγκόλλησης. Εμφανίζεται είτε λόγω κακής προετοιμασία των προς συγκόλληση τεμαχίων, είτε λόγω

λανθασμένης τοποθέτησης του εργαλείου ως προς τον άξονα της συγκόλλησης και σε συνδυασμό με μεγάλη πρόσδοση θερμότητας. Είναι ιδιαιτέρως ανησυχητικό, καθώς δεν ανιχνεύεται εύκολα με τη χρήση μη καταστρεπτικών μεθόδων και μπορεί να προκαλέσει ρωγμές στη ζώνη συγκόλλησης.

Ι.1.6 Πλεονεκτήματα – Μειονεκτήματα [22]

Ο παρακάτω πίνακας συνοψίζει τα πλεονεκτήματα και τα μειονεκτήματα της μεθόδου FSW :

Πίνακας Ι.1	.: Τα πλεονεκτήματα και	τα μειονεκτήματα της	μεθόδου FSW
			p

ПΛ	EONEKTHMATA	Μ	EIONEK	ΓΗΜΑΤΑ	۱.	
1.	Ευκολία χειρισμού	1.	Ανάγκη ια	σχυρών πα	κτώσεων	
2.	Ακριβής εξωτερικός έλεγχος	2.	Ανάπτυξr	ι σχυρών δ	δυνάμεων	
3.	Υψηλή επαναληψιμότητα	3.	Υψηλός	ρυθμός	φθοράς	εργαλείου
4.	Εξαιρετικές μεταλλουργικές ιδιότητες στην περιοχή της συγκόλλησης		συγκόλλη	ησης		
5.	Λεπτόκοκκη δομή					
6.	Καμία απώλεια υλικού					
7.	Δεν υπάρχει ρωγμάτωση κατά τη στερεοποίηση					
8.	Καλή σταθερότητα διαστάσεων και επαναληψιμότητα					
9.	Μειωμένη στρέβλωση του δοκιμίου					
10.	Δεν χρησιμοποιούνται αέρια προστασίας, διαλύτες					
11.	Δεν απαιτείται προετοιμασία της επιφάνειας					
12.	Ελάχιστη ρύπανση					
13.	13. Απαιτείται μικρή ποσότητα ενέργειας (ενδεικτικά, μόνο το 2,5% της					
	απαιτούμενης ενέργειας για συγκόλληση με laser)					
14.	Δίνει τη δυνατότητα για μείωση του βάρους των κατασκευών καθώς					
	δίνει τη δυνατότητα για συγκόλληση διαφορετικών παχών					

Ι.2. ΤΟ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟ ΚΑΙ ΤΑ ΚΡΑΜΑΤΑ ΤΟΥ [23,24]

I.2.1 Γενικά

Το αλουμίνιο ή αργίλιο είναι ένα αργυρόλευκο μέταλλο που ανήκει στην ομάδα ΙΙΙΑ του περιοδικού πίνακα (Πίνακας Ι.2), συμβολίζεται με ΑΙ και έχει ατομικό αριθμό 13. Το ίδιο και τα κράματά του χαρακτηρίζονται από σχετικά χαμηλή πυκνότητα (2.7 g/cm³ έναντι 7.9 g/cm³ για τον σίδηρο), υψηλή ηλεκτρική και θερμική αγωγιμότητα και μεγάλη αντίσταση σε διάβρωση. Πολλά από αυτά τα κράματα μορφοποιούνται εύκολα εξαιτίας της μεγάλης ολκιμότητάς τους.

	-																	
hydrogen																		helium
1																		2
L																		Ha
п																		пе
1.0079																		4.0026
lithium	beryllium												boron	carbon	nitrogen	oxygen	fluorine	neon
3	4												5	6	7	8	9	10
1.1	Ro												D	C	N	0	E	No
	De												D		IN	U		Ne
6.941	9.0122												and the second	12.011	14.007	15.999	18.998	20.180
sodium	magnesium												aluminium	silicon	phosphorus	sulfur	chlorine	argon
11	12											_	13	14	15	16	17	18
Na	Ma														D	C	CL	Δr
INA	INIG															3	C1	A
22.990	24.305												26.982	28.086	30.974	32.065	35.453	39.948
potassium	calcium		scandium	titanium	vanadum	chromium	manganese	iron	cobait	nickel	copper	zinc	-	germanium	arsenic	selenium	bromine	krypton
19	20		21	22	23	24	25	26	21	28	29	30	31	32	33	34	35	36
K	Ca		Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	CIL	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br	Kr
	ou		00		-	.			00		ou		ou	00	10	00		1.11
39.098 rubidium	40.078 etroptium		44.956 stirium	47.867	50.942 nichium	51.996 molytrdeourn	54.938 technolium	55.845 ruthonium	58.933 rbodium	58.693	63.546 silvor	65.39 optimium	69.723 kadium	72.61	74.922 antimony	78.96 tellurium	79.904 ixtine	83.80
37	38		39	40	41	42	43	44	45	46	47	48	49	50	51	52	53	54
-							-	-	-			0.1		-	01	-		1
Rb	Sr		Y	Zr	Nb	MO	C	Ru	Rh	Pd	Ad	Cd	In	Sn	Sb	le		Xe
85468	87.62		88 906	91.224	92 906	95.94	1081	101.07	102.91	106.42	107 87	112.41	114 82	118 71	121.76	127.60	126.90	131.20
caesium	barium		lutetium	hafnium	tantalum	tungsten	rhenium	osmium	iridium	platinum	gold	mercury	thallium	lead	bismuth	polonium	astatine	radon
55	56	57-70	71	72	73	74	75	76	77	78	79	80	81	82	83	84	85	86
0-	De	V	1	116	Te	14/	De	0-	l.	DA	A	Lles	771	DI	DI	De		D
US	ва	*	LU	HT	la	vv	Re	US	Ir	Ρτ	Au	HQ	11	PD	ы	PO	At	Rn
132.91	137.33		174.97	178.49	180.95	183.84	186.21	190.23	192.22	195.08	196.97	200.59	204.38	207.2	208,98	[209]	[210]	[222]
francium	radium	-	lawrencium	rutherfordium	dubnium	seaborgium	bohrium	hassium	meitnerium	ununnilium	unununium	ununbium		ununquadium				
87	88	89-102	103	104	105	106	107	108	109	110	111	112		114				
Er	Da	XX	1 m	Df	Dh	50	Ph	Le	N/I+	Llup	I I	Hub		Llug				
FI	na	~ ~		N	DD	Sy	DII	пэ	IVIL	oun	ouu	oup		ouq				
[223]	[226]		[262]	[261]	[262]	[266]	[264]	[269]	[268]	[271]	[272]	[277]		[289]				
			Local De constantes			a second sectors	and a literature of the force of		a constant from	and all all and	Arrest Low	at an an a from 1	had so have	and from	the diam.	and work house		
×1 1			57	58	59	60	61	62	63	64	65	66	67	68	69	70		
*Lant	hanide	series			55	00	-			04	0.5	-00		00				
			La	Ce	Pr	Nd	Pm	Sm	EU	Gd	b	Dv	Ho	Er	Im	Yb		
			139.01	140.12	140.91	144.24	1145	150.36	151.96	157 25	158.93	162.50	164.93	167.26	168.03	173.04		
			actinium	thorium	protactinium	uranium	neptunium	plutonium	americium	curium	berkelium	californium	einsteinium	fermium	mendelevium	nobelium		
**Act	inide se	eries	89	90	91	92	93	94	95	96	97	98	99	100	101	102		
1101			1.	Th	De	1.1	NIm	Dec	A	Cm	DL	CE	Er	Em	N/L al	Ma		
			AC	In	ra	U	qvi	ru	AM	Cm	DK	UT	LS	гm	IVIC	NO		
			12271	232.04	231.04	238.03	[237]	[244]	[243]	[247]	[247]	[251]	[252]	12571	[258]	[259]		

Πίνακας Ι.2 Το Περιοδικό Σύστημα

Εξαιτίας της εδροκεντρωμένης κυβικής κρυσταλλικής δομής του (FCC) (σχήμα I.13), η ολκιμοτητά του διατηρείται ακόμα και σε αρκετά χαμηλές θερμοκρασίες. Το βασικό μειονέκτημα του αλουμινίου είναι το χαμηλό σημείο τήξης (600 °C), το οποίο θέτει περιορισμούς στη μέγιστη θερμοκρασία χρήσης του.



Σχήμα Ι.13 Η εδροκεντρωμένη κυβική κρυσταλλική δομή (FFC)

Ι.2.2. Ιδιότητες Αλουμινίου

Το εμπορικής καθαρότητας ανοπτημένο αλουμίνιο έχει όριο διαρροής 35 MPa και αντοχή σε εφελκυσμό 47 MPa. Αύξηση της μηχανικής αντοχής του επιτυγχάνεται με μηχανική κατεργασία "εν ψυχρώ" (εργοσκλήρυνση), οπότε το όριο διαρροής και η αντοχή σε εφελκυσμό μπορούν να υπερβούν αντίστοιχα τα 150 και 200 MPa. Άρση της εργοσκλήρυνσης επιτυγχάνεται με ανόπτηση του αλουμινίου σε θερμοκρασία 350-400°C.

Με κραμάτωση και κατάλληλη θερμική κατεργασία επιτεύχθηκε η παραγωγή κραμάτων αλουμινίου πολύ υψηλής μηχανικής αντοχής, π.χ. το κράμα 7118 (Zn=7%, Mg=3%, Cr=0,3%, Cu=2%, A1=το υπόλοιπο) έχει αντοχή σε εφελκυσμό 607 MPa. Ακόμα τα κράματα αλουμινίου έχουν μικρό μέτρο ελαστικότητας περίπου το ένα τρίτο εκείνων του χάλυβα (περίπου 10x10⁶ psi έναντι περίπου 30x10⁶ psi), έτσι μπορούν να απορροφήσουν περίπου τρεις φορές περισσότερη ενέργεια κατά την παραμόρφωση υπό ίδια πίεση. Ή με άλλα λόγια μπορούν να αυξήσουν το μήκος τους τρεις φορές περισσότερο σε σχέση με ένα χάλυβα ίδιας αντοχής, πριν σπάσουν. (σχήμα I.14)

Τέλος, λόγω της μικρής πυκνότητάς του το αλουμίνιο και τα κράματά του έχουν υψηλό ειδικό μέτρο ελαστικότητας (Ε/ρ) και υψηλή ειδική μηχανική αντοχή (σ_{TS}/ρ), κάτι που τα καθιστά πολύ σημαντικά για την κατασκευαστική βιομηχανία.

	Aluminium ⁽¹⁾	Steel ⁽²⁾
Specific weight, g/cm ³	2.66	7.85
Melting point (liquidus), °C	640	1450
Coef. of linear exp., 10 ⁶ °C ¹	23.8	11.7
Specific heat, J kg ⁻¹ °C ⁻¹	960	460
Thermal conductivity, W m ⁻¹ °C ⁻¹	120	50
Proof stress, 0.2 PS, MPa	215	235
Tensile stress, UTS, MPa	305	400
Elongation, %	10	40
Elastic modulus, GPa	70	210
Notes: (1) Min. values for 5083 H116 Aluminium Alloy		

(2) Min. values for Ordinary strength hull structural steel (ABS grade B)

Σχήμα Ι.14 Σύγκριση των ιδιοτήτων ναυπηγικών κράματων αλουμινίου και χάλυβα

Η ηλεκτρική αγωγιμότητα του αλουμινίου είναι πολύ υψηλή και ίση με το 63% αυτής του χαλκού, καθιστώντας το και λόγω του σχετικά μικρού κόστους του σε σχέση με το χαλκό, το κύριο υλικό για την κατασκευή καλωδίων μεταφοράς ηλεκτρικού ρεύματος. Επίσης, υψηλή είναι η θερμική αγωγιμότητα του αλουμινίου που φθάνει το 50% της αγωγιμότητας του χαλκού.

Παρόλο που το αλουμίνιο βρίσκεται πολύ ψηλά στη γαλβανική σειρά των μετάλλων, έχει μεγάλη αντοχή στην ατμοσφαιρική διάβρωση. Αυτό οφείλεται στο λεπτό επιφανειακό πορώδες στρώμα οξειδίου που σχηματίζεται στην επιφάνειά του, παθητικοποιώντας το. Αυτό το στρώμα οξειδίου είναι γενικά σταθερό και προστατευτικό σε διαβρωτικά διαλύματα με pH που κυμαίνεται μεταξύ 4.5 και 8.5, προσβάλλεται όμως από τα ισχυρά οξέα, τις ισχυρές βάσεις και το θαλασσινό νερό. Σημαντικά επίσης επηρεάζεται η αντοχή του αλουμινίου στη διάβρωση από την καθαρότητά του. Έτσι, κράματα με υψηλή κραμάτωση είναι πιο ευαίσθητα στη διάβρωση.

Ι.2.3 Κράματα αλουμινίου

Οι κύριες προσθήκες των κραμάτων αλουμινίου είναι ο χαλκός, ο σίδηρος, το μαγγάνιο, το μαγνήσιο το πυρίτιο και ο ψευδάργυρος. Η επίδραση των προσθηκών στις ιδιότητες του αλουμινίου φαίνεται στον πίνακα Ι.3

ΠΡΟΣΘΗΚΗ	ΕΠΙΔΡΑΣΗ ΣΤΙΣ ΙΔΙΟΤΗΤΕΣ ΤΟΥ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ
Χαλκός	Σε ποσοστό έως 12%, προκαλεί βελτίωση της μηχανικής αντοχής και της κατεργασιμότητας. Η σκλήρυνση επιτυγχάνεται με κατακρήμνιση.
Σίδηρος	Σε μικρά ποσοστά βελτιώνει την αντοχή και τη σκληρότητα και, ταυτόχρονα, μειώνει τις πιθανότητες θερμής ρωγμάτωσης κατά τη χύτευση.
Μαγγάνιο	Βελτιώνει την ολκιμότητα και, σε συνδυασμό με το σίδηρο, τη χυτευσιμότητα.
Μαγνήσιο	Βελτιώνει τη μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση. Σε ποσοστό μεγαλύτερο από 6%, προκαλεί σκλήρυνση με κατακρήμνιση.
Πυρίτιο	Βελτιώνει, κατά πολύ, τη χυτευσιμότητα και την αντοχή σε διάβρωση.
Ψευδάργυρος	Μειώνει τη χυτευσιμότητα, αλλά, σε συνδυασμό με άλλα στοιχεία προσθήκης, βελτιώνει τη μηχανική αντοχή.

Πίνακας Ι.3 Κράματα προσθήκης στο αλουμίνιο

Οι κωδικές ονομασίες των κραμάτων αλουμινίου, σύμφωνα με την Aluminium Association (Α.Α.), αποτελούνται από δύο μέρη, τα οποία χωρίζονται με παύλα.

Το **πρώτο μέρος** αποτελείται από τέσσερεις αριθμούς, των οποίων η σημασία εξαρτάται από το εάν πρόκειται για κράμα διαμόρφωσης ή για κράμα χύτευσης.

Πιο συγκεκριμένα:

α) <u>Στην πρώτη περίπτωση (κράματα διαμόρφωσης):</u>

• Ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει το κύριο στοιχείο προσθήκης (πίνακας Ι.4).

 Ο δεύτερος χρησιμοποιείται για να δηλώσει τροποποιήσεις των ορίων περιεκτικοτήτων των ακαθαρσιών.

Οι δύο τελευταίοι αριθμοί, στην περίπτωση της σειράς 1XXX, δίνουν τα δεκαδικά ποσοστά, για περιεκτικότητες αλουμινίου υψηλότερες του 99,00%, ενώ στην περίπτωση κραμάτων αλουμινίου άλλων σειρών, οι δύο τελευταίοι αριθμοί χρησιμοποιούνται αποκλειστικά για τον προσδιορισμό της ειδικής κατηγορίας του κράματος της οικείας ομάδας.

κωδικός	κγρια προΣοηκη
1XXX	Αλουμίνιο ελάχιστης καθαρότητας 99,00%
2XXX	Χαλκός
ЗХХХ	Μαγγάνιο
4XXX	Πυρίτιο
5XXX	Μαγνήσιο
6XXX	Μαγνήσιο και πυρίτιο
7XXX	Ψευδάργυρος
8XXX	Άλλα στοιχεία
9XXX	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά

Πίνακας Ι.4 Κωδικοποίηση, κατά το σύστημα Α.Α., των κραμάτων διαμόρφωσης του αλουμινίου, ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης.

β) <u>Στη δεύτερη περίπτωση (κράματα χύτευσης):</u>

Ο πρώτος αριθμός υποδηλώνει, επίσης, το κύριο στοιχείο προσθήκης (πίνακας I.5)

Ο δεύτερος και τρίτος αριθμός δείχνουν την ειδική κατηγορία του κράματος της οικείας ομάδας.

Ο τέταρτος αριθμός, ο οποίος χωρίζεται με τελεία από τους τρεις πρώτους, αφορά τη μορφολογία του προϊόντος της χύτευσης: Με μηδέν (0) υποδηλώνεται ότι πρόκειται για χυτό, το οποίο έχει αποκτήσει την τελική του μορφολογία με κατ' ευθείαν χύτευση, ενώ με ένα (1) υποδηλώνεται ότι πρόκειται για πλίνθωμα. Μετατροπή της αρχικής χημικής σύστασης υποδηλώνεται με ένα γράμμα μπροστά από τον κωδικό.

κωδικός	ΚΥΡΙΑ ΠΡΟΣΘΗΚΗ
1XX.X	Αλουμίνιο ελάχιστης καθαρότητας 99,00%
2XX.X	Χαλκός
3XX.X	Πυρίτιο και χαλκός ή μαγνήσιο
4XX.X	Πυρίτιο
5XX.X	Μαγνήσιο
6XX.X	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά
7XX.X	Ψευδάργυρος
8XX.X	Κασσίτερος
9XX.X	Άλλα στοιχεία

Πίνακας Ι.5 Κωδικοποίηση, κατά το σύστημα Α.Α., των κραμάτων χύτευσης του
αλουμινίου, ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης.

Το **δεύτερο μέρος** της κωδικής ονομασίας, τόσο για τα κράματα διαμόρφωσης, όσο και για τα κράματα χύτευσης, αναφέρεται στην κατεργασία, μηχανική ή θερμική, την οποία έχουν υποστεί. Για παράδειγμα, το 1060 – Η14 είναι αλουμίνιο καθαρότητας 99.60%, το οποίο έχει υποστεί μόνον ενδοτράχυνση, η οποία έχει οδηγήσει σε αύξηση της σκληρότητάς του κατά 50%.

Ι.2.4 Κράματα αλουμινίου σειράς 5000

Πρόκειται για κράματα αλουμινίου, με κύρια προσθήκη το μαγνήσιο, σε ποσοστά μικρότερα του 4%. Σ' αυτά (Σχήμα Ι.15), το μεγαλύτερο μέρος του Mg βρίσκεται στο στερεό διάλυμα (φάση α) και το υπόλοιπο μετέχει στη μεσομεταλλική ένωση Mg₂Al₃ (φάση β), η οποία είναι σκληρή και εύθραυστη.



Σχήμα Ι.15 Διάγραμμα ισορροπίας φάσεων του διμερούς συστήματος AI-Mg

Τα κράματα της σειράς 5000 παρουσιάζουν μέτρια μηχανική αντοχή, που βελτιώνεται με ενδοτράχυνση, σε βάρος, όμως, της ολκιμότητάς τους. Όταν βρίσκονται στη μεταλλουργική κατάσταση Ο, μπορούν να διαμορφωθούν εν ψυχρώ ή εν θερμώ. Συγκολλούνται εύκολα, έχουν υψηλή αντοχή σε θαλάσσια διάβρωση και παρουσιάζουν επιφάνεια καλής ποιότητας μετά από λείανση και ανοδίωση. Στην περίπτωση που πρόκειται να υποστούν τέτοιες επιφανειακές κατεργασίες, θα πρέπει τα ποσοστά του σιδήρου και του πυριτίου να διατηρούνται σε χαμηλά επίπεδα.

Ως εκ τούτου, τα κράματα 5xxx βρίσκουν ευρεία εφαρμογή στον τομέα των κατασκευών (αυτοκινητόδρομοι, κτήρια, γέφυρες, δοχεία υπό πίεση, δεξαμενές αποθήκευσης και συστήματα και για θερμοκρασίες έως και -270 °C) καθώς και στην αεροναυπηγική, ναυπηγική και αυτοκινητοβιομηχανία.

Ι.3. ΝΑΝΟΥΛΙΚΑ

Ι.3.1 Νανοσωλήνες Άνθρακα [25-28]

Οι πρώτοι νανοσωλήνες που μελετήθηκαν για διάφορες εφαρμογές ήταν οι νανοσωλήνες άνθρακα. Μέχρι τα μέσα της δεκαετίας του 1980 ο καθαρός στερεός άνθρακας θεωρούνταν ότι υπήρχε σε δύο αλλοτροπικές μορφές: τη μορφή του γραφίτη και τη μορφή του διαμαντιού, οι οποίες έχουν διαφορετικές μηχανικές, φυσικές και χημικές ιδιότητες (σχήμα Ι.16).



Σχήμα Ι.16 : Οι αλλοτροπικές μορφές του άνθρακα[25]

Το 1985 μια ομάδα Άγγλων επιστημόνων έκανε μια ενδιαφέρουσα ανακάλυψη. Όταν εξάτμισαν ένα δείγμα γραφίτη με μια δέσμη λέιζερ και μελέτησαν το παραγόμενο προϊόν της εξάτμισης με τη βοήθεια ενός φασματογράφου μάζας, διαπίστωσαν πως υπήρχαν κορυφές που αντιστοιχούσαν στα άτομα άνθρακα με την πιο έντονη κορυφή να εμφανίζεται στα μόρια που αποτελείτο από 60 άτομα άνθρακα (C60). Το γεγονός πως τα πλέγματα του C60 σχηματίζονταν εύκολα οδήγησαν τη συγκεκριμένη ερευνητική ομάδα στη διαπίστωση πως υπήρχε μια επιπλέον αλλοτροπική μορφή του άνθρακα η οποία ήταν σφαιρική και αποτελείτο από 32 πλευρές από τις οποίες οι 12 ήταν πεντάγωνα και οι 20 εξάγωνα.

Το μέγεθος των νανοσωλήνων άνθρακα είναι μικρότερο από 100nm στη διάμετρο κα το πάχος τους είναι μικρότερο από 1-2nm. Οι πιο χαρακτηριστικές τους ιδιότητες είναι:

- Η μεγάλη τους ηλεκτρική και θερμική αγωγιμότητα καθώς και οι υψηλές μηχανικές τους ιδιότητες
- Είναι οι καλύτεροι γνωστοί πομποί ηλεκτρονίων γεγονός που οφείλεται στους μεγάλους λόγους μήκους/διαμέτρου
- Ως γνήσια πολυμερή άνθρακα μπορούν να πολλαπλασιαστούν χρησιμοποιώντας τις χημικές ιδιότητες του συγκεκριμένου στοιχείου.

Μερικές από αυτές τους τις ιδιότητες δίνουν τη δυνατότητα διαμόρφωσης της δομής τους και της βελτιστοποίησης της διαλυτότητάς τους και της διασποράς τους, καθιστώντας τους κατάλληλους για χρήση σε διάφορες εφαρμογές, όπως σε πομπούς ηλεκτρονίων, αγώγιμα πλαστικά, στην ηλεκτρονική, στην αποθήκευση ενέργειας, στη δημιουργία κεραμικών υλικών και σε βιολογικές εφαρμογές

Η δομή των νανοσωλήνων άνθρακα όπως ήδη αναφέρθηκε, προκύπτει από τη σύνδεση των ατόμων άνθρακα γύρω από ένα εξαγωνικό πλέγμα. Οι νανοσωλήνες μπορεί να έχουν ένα μονό εξωτερικό τοίχωμα ή μπορεί να αποτελούνται από πολλαπλά τοιχώματα, επηρεάζοντας με τη δομή τους τις φυσικές, θερμικές και δομικές τους ιδιότητες.

Οι ενός τοιχώματος νανοσωλήνες (single wall nanotubes, SWCNTs) παρουσιάζονται σε τρεις μορφές την armchair, την chiral και τη zig zag (σχήμα Ι.17).



Σχήμα Ι.17: Οι διαφορετικές μορφές των απλών νανοσωλήνων

Κάθε γεωμετρική μορφή ενός απλού νανοσωλήνα ορίζεται από ένα ζεύγος συντεταγμένων (n,m) που αποτελεί το διάνυσμα μορφής (σχήμα Ι.18)



Σχήμα Ι.18: Το διάνυσμα μορφής των νανοσωλήνων (chiral vector)

Ο δομικός σχεδιασμός των νανοσωλήνων επηρεάζει τις ηλεκτρικές τους ιδιότητες. Όταν η διαφορά n—m είναι πολλαπλάσιο του 3 τότε ο νανοσωλήνας χαρακτηρίζεται ως μεταλλικός, ενώ στην αντίθετη περίπτωση χαρακτηρίζεται ως ημιαγωγός. Από τους τρεις σχεδιασμούς των νανοσωλήνων ο armchair χαρακτηρίζεται ως μεταλλικός.

Στους νανοσωλήνες πολλαπλού τοιχώματος (multiwall nanotubes – MWCNTs) υπάρχουν δύο δομικά μοντέλα, το μοντέλο Russian Doll και το μοντέλο Parchment. Στο μοντέλο Russian Doll ένας νανοσωλήνας περιέχει έναν άλλο νανοσωλήνα με τον εσωτερικό να έχει μικρότερη διάμετρο από τον εξωτερικό. Σύμφωνα με το μοντέλο Parchment ένα απλό φύλλο γραφενίου περιστρέφεται γύρω από τον εαυτό του πολλές φορές δημιουργώντας το νανοσωλήνα. Οι ιδιότητες των νανοσωλήνων πολλαπλών τοιχωμάτων είναι παρόμοιες με αυτές των νανοσωλήνων απλού τοιχώματος ενώ τα πολλαπλά τοιχώματα προσφέρουν προστασία στον εσωτερικό σωλήνα από τις χημικές αλληλεπιδράσεις με τα εξωτερικά υλικά. Επιπλέον οι νανοσωλήνες πολλαπλού τοιχώματος παρουσιάζουν μεγαλύτερη αντοχή από τους νανοσωλήνες μονού τοιχώματος (σχήμα 1.19).



Σχήμα Ι.19: Σχηματική απεικόνιση του μονού τοιχώματος (SWCNT) και πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNT) νανοσωλήνων άνθρακa

Οι νανοσωλήνες άνθρακα είναι υλικά με μεγάλη αντοχή, γεγονός που οφείλεται στους δεσμούς sp2 που αναπτύσσονται στα διάφορα άτομα άνθρακα. Αυτός ο δεσμός είναι ισχυρότερος από τους δεσμούς sp3 που εμφανίζονται στη δομή του διαμαντιού. Σε συνθήκες υψηλής πίεσης οι μεμονωμένοι νανοσωλήνες μπορεί να ενωθούν σχηματίζοντας νανοσύρματα. Εκτός από υλικά μεγάλης αντοχής οι νανοσωλήνες άνθρακα έχουν και μεγάλη ελαστικότητα. Η αντοχή των νανοσωλήνων μειώνεται αισθητά από τις αταξίες που μπορεί να υπάρχουν στη νανοδομή τους. Επιπλέον, όπως ήδη έχει αναφερθεί, από τη δομή των νανοσωλήνων εξαρτώνται οι ηλεκτρικές τους ιδιότητες. Ένας νανοσωλήνας μπορεί να χαρακτηριστεί ως αγώγιμος όταν η δομή των ατόμων του άνθρακα ελαχιστοποιεί τις συγκρούσεις μεταξύ των αγώγιμων ηλεκτρονίων και ατόμων.
Ι.3.2 Νανοδιείσδυση (Nanoidentation) [29-33]

Οι διάφορες τεχνικές μέτρησης σκληρότητας βασίζονται σε συγκεκριμένους κανόνες διεξαγωγής μετρήσεων (όπως Vickers, Knoop, Brinell και Rockwell). Εκτός από την τελευταία όλες οι υπόλοιπες ορίζουν τη σκληρότητα ως το λόγο φορτίου F που εφαρμόζεται προς την επιφάνεια του αποτυπώματος Α. Η επιφάνεια του αποτυπώματος συνήθως υπολογίζεται μέσω οπτικής μικροσκοπίας ενώ η τιμή της σκληρότητας που προκύπτει βασίζεται στο ποσοστό ακριβούς μέτρησης της επιφάνειας του αποτυπώματος[39].

Μία νέα τεχνική βασισμένη στην ανίχνευση του βάθους διείσδυσης του εντυπωτή (Nanoindentation) αναπτύχθηκε προκειμένου να υπολογίζονται με μεγαλύτερη ακρίβεια οι τιμές σκληρότητας και οι μηχανικές ιδιότητες υλικών, όπως τα λεπτά υμένια, όπου ο υπολογισμός επιφάνειας αποτυπώματος είναι δύσκολος.

Η βασική αρχή της τεχνικής αυτής είναι η εφαρμογή φορτίου στο δείγμα (μέσω ενός εντυπωτή) και παράλληλη καταγραφή της μετατόπισης που προκαλείται σε αυτό(σχήμα Ι.20).

Το αποτέλεσμα αποτυπώνεται σε καμπύλες φόρτισης-αποφόρτισης, από τις οποίες προκύπτουν πληροφορίες για τις μηχανικές ιδιότητες του υλικού που εξετάζεται, όπως το μέτρο ελαστικότητας και η σκληρότητα. Τα φορτία που επιτυγχάνονται πλέον είναι της τάξεως των nN.

Σύμφωνα με την τεχνική αυτή, το βάθος και η δύναμη καταγράφονται ταυτόχρονα σε έναν κύκλο φόρτισης-αποφόρτισης. Η επιφάνεια που χρησιμοποιείται για τον προσδιορισμό της σκληρότητας υπολογίζεται από το βάθος επαφής.





Στις καμπύλες φόρτισης – αποφόρτισης διακρίνουμε τα ακόλουθα κρίσιμα μεγέθη:

hmax: Μέγιστο βάθος διείσδυσης της ακίδας του εντυπωτή

- *Pmax*: Μέγιστο εφαρμοζόμενο φορτίο
- hf : Τελικό παραμένον βάθος διείσδυσης στο υλικό μετά την αποφόρτιση
- *hc* : Βάθος επαφής υλικού και ακίδας διείσδυσης μετά την αποφόρτιση
- he : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος κατά την αποφόρτιση
- hs : Ελαστική μετατόπιση της επιφάνειας του δείγματος δίχως επαφή με την ακίδα

Αρχικά υπολογίζεται η ποσότητα S [Stiffness (ακαμψία)] από την γραμμική περιοχή της καμπύλης αποφόρτισης, όπως φαίνεται στο σχήμα Ι.20, σύμφωνα με την εξίσωση [Ι.1]

$$S = \frac{dP}{dh}$$
 1.1

και είναι η κλίση του γραμμικού τμήματος της καμπύλης αποφόρτισης.

Η σκληρότητα υπολογίζεται από την σχέση:

$$H = \frac{P_{\text{max}}}{A}$$
 1.2

όπου **Α**: η επιφάνεια επαφής.

Η επιφάνεια επαφής A είναι μια συνάρτηση της μορφής: A = f(hc).

Σύμφωνα με την παραπάνω τεχνική, η επιφάνεια αποτυπώματος του εντυπωτή υπολογίζεται μέσω της γεωμετρίας του εντυπωτή, αν θεωρηθεί ότι αυτή είναι ιδανική. Στην πραγματικότητα όμως, οι αποκλίσεις της ακίδας από την ιδανική γεωμετρία είναι σημαντικές και γίνονται σημαντικότερες με τη μείωση του βάθους διείσδυσης. Επίσης, στην ανάλυση των δεδομένων πρέπει να ληφθούν υπόψη τόσο οι πλαστικές όσο και οι ελαστικές ιδιότητες του υλικού και της ακίδας. Η πλαστικότητα εκφράζεται από το εμβαδό που περικλείει η καμπύλη φόρτισης-αποφόρτισης και είναι το ποσό της ενέργειας που παραμένει στο προς μέτρηση υλικό μετά τη διαδικασία της νανοδιείσδυσης-νανοσκληρομέτρησης.

Με άλλα λόγια η πλαστικότητα σχετίζεται με το έργο που δαπανάται για την πλαστική παραμόρφωση σε σχέση με το συνολικό έργο που δαπανάται σε έναν κύκλο φόρτισης – αποφόρτισης (βλ. σχήμα Ι.21) :

$$\delta_{\rm A} = \frac{A_p}{A_t} = 1 - \frac{A_e}{A_t}$$
 I.3

Η εξίσωση [Ι.3] υποθέτει ότι η ενέργεια καταναλώνεται μόνο για την παραμόρφωση του δείγματος, ενώ στην πραγματικότητα παραμορφώνεται και ο εντυπωτής.



Σχήμα Ι.21: Υπολογισμός του έργου ελαστικής και πλαστικής παραμόρφωσης.

Πλέον ευρέως χρησιμοποιείται η μέθοδος Oliver-Pharr για τον προσδιορισμό της σκληρότητας και του μέτρου ελαστικότητας, η οποία έχει καθιερωθεί από το 1992 και ενσωματώθηκε στο πρότυπο ISO 14577:2002 για τις νανοσκληρομετρήσεις.

Μέθοδος Oliver-Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας

Στα περισσότερα πειράματα νανοσκληρομέτρησης χρησιμοποιούνται εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας. Ενώ αρχικά χρησιμοποιήθηκε πολύ ο εντυπωτής τύπου Vickers (πυραμίδα με τέσσερα επίπεδα που δεν συγκλίνουν σε ένα σημείο), πλεόν επικρατεί η χρήση εντυπωτή τύπου Berkovich (τριγωνική πυραμίδα), όπου η αιχμηρή ακίδα κατασκευάζεται πιο εύκολα (μικρότερη καμπυλότητα). Επίσης, η Berkovich έχει τον ίδιο λόγο επιφάνειας προς βάθος διείσδυσης με τη Vickers, καθιστώντας έτσι τα αποτελέσματα, στο μέτρο του δυνατού, συγκρίσιμα με αυτά της Vickers. Η ισχύς της μεθόδου Oliver–Pharr για εντυπωτές μη αξονικής συμμετρίας δεν έχει αποδειχθεί μαθηματικά. Ωστόσο, έχουν γίνει πολλές προσπάθειες προσαρμογής της μέσω κλασσικών μεθόδων αριθμητικής ανάλυσης και, πιο πρόσφατα, πεπερασμένων στοιχείων (FEM), για πλήρως ελαστική επαφή.

Όπως φαίνεται από τον πίνακα Ι.6, η μικρότερη διόρθωση προκύπτει από τη θεώρηση σταθερής πίεσης του Hendrix. Όπως, όμως, προαναφέρθηκε, οι άπειρες πιέσεις στην ακίδα θα μειωθούν από την πλαστική παραμόρφωση, άρα αυτή είναι η πιθανότερη κατανομή της πίεσης. Για αυτό το λόγο, στο πρότυπο ISO 14577 προτείνεται να μη χρησιμοποιείται διόρθωση για Berkovich εντυπωτές (β=1). Στην πραγματικότητα, είναι πιθανές αποκλίσεις από την τιμή 1 για υλικά υψηλής ελαστικότητας, με μικρή πλαστική ζώνη, όμως το σφάλμα που υπεισέρχεται είναι μικρότερο του 5%.

Μέθοδος	Τιμή β	Εντυπωτές	Αναφορά
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1.034	Flat Punch	56
FEM. Ελαστοπλαστική θεώοηση	1.055	Πυραμιδικός (Berkovich)	62
FEM, Ελαστοπλαστική θεώρηση	1.136	Πυραμιδικός (Berkovich)	60
Αναλυτικά, Ελαστική θεώρηση	1.141	Πυραμιδικός	58
Αναλυτικά, Ελαστική Ανισοτροπική θεώρηση	1.058	Flat Punch (επίπεδος)	59
Σταθερή πίεση στην περιοχή επαφής	1.0226	-	61

Πίνακας Ι.6: Τιμές του διορθωτικού παράγοντα μη αξονικής συμμετρίας για τριγωνικό σχήμα κάθετης τομής εντυπωτή.

Διορθώσεις – Βελτιώσεις της μεθόδου Oliver-Pharr

Επιφάνεια Επαφής – καμπυλότητας ακίδας

Για τον υπολογισμό τιμών των νανομηχανικών ιδιοτήτων με το μοντέλο Oliver-Pharr είναι σημαντικός ο υπολογισμός της ακριβούς τιμής της επιφάνειας επαφής της ακίδας με το προς εξέταση υλικό. Ιδανικά η επιφάνεια αυτή προσδιορίζεται μέσω γεωμετρικών σχέσεων σχετικών με τη γεωμετρία του εντυπωτή. Στην πραγματικότητα, κανένας εντυπωτής δεν είναι ιδανικός, δηλαδή δεν έχει ιδανικά αιχμηρό άκρο. Οι περισσότεροι εντυπωτές έχουν καμπυλότητα ακίδας 50 nm έως και μερικά εκατοντάδες nm. Το πρότυπο ISO 14577 θέτει τα 200 nm ως άνω όριο για μετρήσεις στη νανοκλίμακα. Το βασικό πρόβλημα που προκύπτει είναι ότι με τη χρήση του εντυπωτή λόγω φθοράς η καμπυλότητα δεν είναι σταθερή αλλά αυξάνεται (σχήμα I.22). Για τον υπολογισμό της καμπυλότητας υπάρχουν δύο μέθοδοι: α) άμεση μέτρηση μέσω AFM και β) έμμεση μέτρηση υπολογίζοντας τη συνάρτηση $A_{c} = f(h_{c})$

μέσω διεισδύσεων σε ισοτροπικό υλικό γνωστού μέτρου ελαστικότητας. Στην παρούσα διπλωματική εργασία εφαρμόστηκε η μέθοδος των Oliver-Phar. Πρόσφατα, προτάθηκε από τον Oliver και βελτιώθηκε από τους Troyon et al, μια εναλλακτική μέθοδος υπολογισμού του μέτρου ελαστικότητας που δεν απαιτεί τον υπολογισμό της επιφάνειας επαφής. Η μέθοδος αυτή βασίζεται στην ακαμψία τόσο από την καμπύλη φόρτισης όσο και από την καμπύλη αποφόρτισης (two-slope method).



Σχήμα Ι.22: Επίδραση της φθοράς (αύξηση της καμπυλότητας) της ακίδας του εντυπωτή.

Η καμπυλότητα της ακίδας έχει συσχετιστεί με τη μετάβαση από την πλήρως ελαστική στην ελαστοπλαστική συμπεριφορά. Όσο πιο αιχμηρή είναι άκρη της ακίδας τόσο πιο γρήγορα (σε μικρότερα φορτία) θα εμφανιστεί η μετάβαση. Το φαινόμενο αποδίδεται στη μεγαλύτερη συγκέντρωση τάσεων, η οποία ευνοεί την έναρξη της πλαστικής ροής.

Ακτινική παραμόρφωση

Η διάμετρος επαφής θεωρείται προσεγγιστικά ότι δεν αλλάζει μετά την αποφόρτιση. Αυτή η παραδοχή ισχύει με ικανοποιητική ακρίβεια για μαλακά υλικά. Για υλικά με μεγάλο μέτρο ελαστικότητας η ελαστική επαναφορά μπορεί να συνοδεύεται από σημαντική αλλαγή στην ακτίνα επαφής (Σχ. Ι.23).



Σχήμα Ι.23: Μεταβολή της επιφάνειας επαφής μετά την αποφόρτιση.

Στις περισσότερες περιπτώσεις νανοσκληρομετρήσεων, ο λόγος Poisson δεν είναι γνωστός ή αν είναι, η ακρίβειά του είναι αμφίβολη. Για να ισχύει η διόρθωση αυτή, ο παράγοντας γ θα πρέπει να ληφθεί υπόψη κατά τον προσδιορισμό της συνάρτησης Ac = f(hc) (area function method). Σε περίπτωση που δεν εφαρμόζεται η διόρθωση, το μέγεθος του σφάλματος θα εξαρτάται από τη διαφορά του λόγου Poisson του μετρούμενου δείγματος και του πρότυπου υλικού που χρησιμοποιείται για τον υπολογισμό της συνάρτησης επιφάνειας επαφής.

Φαινόμενο Συσσώρευσης (Pile-up Effects)

Στη μέθοδο Oliver-Pharr για τον προσδιορισμό του βάθους επαφής συνυπολογίζεται η ελαστική βύθιση της επιφάνειας γύρω από την περιοχή επαφής (sink-in) αλλά δεν λαμβάνεται υπόψη το αντίθετο φαινόμενο, δηλαδή η συσσώρευση υλικού (pile-up). Από το σχήμα Ι.26 φαίνεται ότι το βάθος επαφής είναι μεγαλύτερο από το μέγιστο βάθος που μετράται, οδηγώντας σε σφάλματα στον υπολογισμό των μηχανικών ιδιοτήτων. Οι Marx και Balke περιέγραψαν το φαινόμενο φορμαλιστικά με τον παράγοντα δ:

 $h_c = \sqrt{\delta} h_{\text{max}}, \quad \delta < 1: \text{ sink-in}, \quad \delta > 1: \text{ pile-up}$



Σχήμα Ι.26: Επίδραση των φαινομένων βύθισης και συσσώρευσης στο βάθος επαφής.

Το φαινόμενο της συσσώρευσης αναμένεται να είναι σημαντικό σε μαλακά, όλκιμα υλικά. Σε σκληρά, ψαθυρά υλικά η βύθιση είναι η επικρατούσα συμπεριφορά. Οι Oliver και Pharr μελέτησαν πρόσφατα την αξιοπιστία της μεθόδου τους σε σχέση με τα φαινόμενα συσσώρευσης, χρησιμοποιώντας ως κριτήριο το λόγο hf/hmax. Βρήκαν ότι η μέθοδος προβλέπει με πολύ ακρίβεια τις ιδιότητες για υλικά με hf/hmax< 0.7 και για υλικά που ενδοτραχύνονται μετά την διείσδυση. Για μεγαλύτερες τιμές του λόγου, τα φαινόμενα συσσώρευσης γίνονται σημαντικά και η ακρίβεια μειώνεται. Ειδικά για διεισδύσεις με ακίδες Berkovich, ο Larsson μέσω υπολογισμών FE (πεπερασμένων στοιχείων) βρήκε ότι η παραμόρφωση που προκαλείται τείνει να δίνει συσσωρεύσεις στα μέσα των πλευρών και βυθίσεις στις γωνίες, οπότε αλληλοαναιρούνται συνολικά

Ι.4 ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΕΠΙΣΚΟΠΗΣΗ ΕΡΓΑΣΙΩΝ ΣΧΕΤΙΚΩΝ ΜΕ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΔΙΠΛΩΜΑΤΙΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ [34-51]

Ακριβώς επειδή η FSW είναι μέθοδος συγκόλλησης στερεάς κατάστασης, οδηγεί στην αποφυγή των περισσότερων μειονεκτημάτων της συγκόλλησης τήξης, όπως ρωγμές στερεοποίησης, εγκλείσματα και πορώδες. Η FSW για το AA5083 έχει μελετηθεί [34-41] κυρίως όσον αφορά στις παραμέτρους συγκόλλησης, στη μεταβολή της κοκκομετρίας, στη ροή του υλικού, στη μηχανική κόπωση και διάβρωση, στην κατεργασιμότητα καθώς επίσης και στο επίπεδο των παραμενουσών τάσεων, αλλά σε όλες τις περιπτώσεις, χωρίς προσθήκη ενίσχυσης.

Όπως διαπιστώθηκε, οι περισσότερες μελέτες που εξετάζουν την επίδραση της ενίσχυσης είναι εργασίες που μέσω της τεχνικής FSP δημιουργούν τοπικά MMC's, και πολύ λίγες πραγματεύονται την ενίσχυση συγκολλήσεων FSW με προσθήκη σωματιδίων.

Παρακάτω παραθέτουμε τα κύρια αποτελέσματα και τα συμπεράσματα των σημαντικότερων δημοσιεύσεων σε διεθνή επιστημονικά περιοδικά που συγκεντρώθηκαν και που σχετίζονται με το θέμα που πραγματεύεται η παρούσα εργασία.

1.Οι Byung-Wook AHN, Don-Hyun CHOI, Yong-Hwan KIM, Seung-Boo JUNG [42] κατασκεύασαν σύνθετο υλικό σε μέταλλο βάσης αλουμινίου 5083 στο οποίο ενσωμάτωσαν κεραμικά σωματίδια ενίσχυσης SiC μεγέθους 4 μm. Στα πειράματά τους χρησιμοποίησαν υψηλές τιμές θερμικής παροχής (μεγάλες ταχύτητες περιστροφής και μικρές ταχύτητα πρόωσης) και η μέθοδος εισαγωγής των σωματιδίων ενίσχυσης ήταν με αυλάκι διαστάσεων 1mm βάθος x 2mm πλάτος.



Σχήμα Ι.25 Μακροσκοπική εικόνα ζώνης ανάδευσης για (a) ένα πέρασμα, (b) για δύο περάσματα και (c) εικόνα ζώνης ανάδευσης από μικροσκόπιο.

Από τα πειράματα κατέληξαν στο συμπέρασμα πως με την αύξηση του αριθμού περασμάτων παρατηρείται καλύτερη ομοιογένεια στη ζώνη ανάδευσης(σχήμα I.25), μειώνεται το μέγεθος των κόκκων και παρουσιάζεται πιο ομαλό προφίλ μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης. Επίσης, όπως φαίνεται και στο σχήμα I.26 με την προσθήκη της σκόνης παρατηρήθηκε αύξηση στις τιμές μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης.



Σχημα Ι.26 Προφίλ μηκροσκληρότητας σύνθετου δοκιμίου.

2.Οι Sharifitabar et al. [43] κατασκεύασαν σύνθετα δοκίμια με μέταλλο βάσης αλουμίνιο 5052 στο οποίο ενσωμάτωσαν νανοκεραμικά σωματίδια ενίσχυσης Al₂O₃ μεγέθους 50nm. Στα πειράματά τους δοκίμασαν διάφορους λόγους ταχύτητας περιστροφής (ω) προς ταχύτητα πρόωσης (υ) , διαφορετικές γωνίες κλίσης (u) του εργαλείου FSP καθώς και διαφορετικό αριθμό περασμάτων. Η μέθοδος εισαγωγής των σωματιδίων ενίσχυσης ήταν με αυλάκι διαστάσεων 2mm βάθος x 1mm πλάτος. Το εργαλείο της μηχανής FSW αποτελούνταν από περιαυχένιο και χωρίς πείρο διαμέτρου 13,6mm και κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 5mm και ύψους 3,7mm ενώ ένα εργαλείο που αποτελείτο μόνο από περιαυχένιο χρησιμοποιήθηκε πρώτα για το κλείσιμο της επιφάνειας των αυλακίων που περιείχαν τη σκόνη αλούμινας, με σκοπό την αποφυγή της εκτίναξης της λόγω της ανάδευσης που προκαλεί ο πείρος.

Στην εικόνα I.27 έχουμε τις μακροσκοπικές εικόνες της ζώνης ανάδευσης των συνθέτων που παρήχθησαν ενώ στην εικόνα I.28 τις εικόνες μικροσκοπίας του μετάλλου βάσης και των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν στα βέλτιστα δοκίμια.



Σχήμα I.27 Εικόνες μακροσκοπίας των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν με διαφορετικές συνθήκες FSP. (a) $\omega/\upsilon = 8$ and u = 2.5; (b) $\omega/\upsilon = 32$ and u = 2.5; (c) $\omega/\upsilon = 32$ and u = 3.5; (d) $\omega/\upsilon = 64$ and u = 3.5; (e) $\omega/\upsilon = 100$ and u = 2.5; (f) $\omega/\upsilon = 100$ and u = 3.5; (g) $\omega/\upsilon = 100$ and u = 4; (h) $\omega/\upsilon = 100$ and u = 5; (j) $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με δύο περάσματα (k) $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με τέσσερα περάσματα.



Σχήμα Ι.28 Εικόνες μικροσκοπίας του μετάλλου βάσης και των ζωνών ανάδευσης που παρήχθησαν στα δοκίμια με συνθήκες: $\omega/\upsilon = 100$ and u = 5 (b); $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με δύο περάσματα (c); $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με τρία περάσματα (d); $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με τέσσερα περάσματα (e) και εικόνα SEM για $\omega/\upsilon = 100$, u = 5 με τέσσερα περάσματα (f).

Από την παρατήρηση και το χαρακτηρισμό των δοκιμίων, κατέληξαν στα ακόλουθα συμπεράσματα.

Ο υψηλός λόγος ταχύτητας περιστροφής προς ταχύτητα πρόωσης (ω/υ) προκαλεί υψηλή θερμική παροχή στο μέταλλο βάσης κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος. Στο δεύτερο πέρασμα, η θερμότητα που παράχθηκε από το πρώτο πέρασμα λειτουργεί ως προθέρμανση και οδηγεί στη μειωμένη αντοχή του μετάλλου βάσης, οδηγώντας σε εντονότερη ανάδευση σε σύγκριση με το πρώτο πέρασμα. Παρόμοιες συνθήκες ισχύουν και κατά τη διάρκεια του τρίτου και τέταρτου περάσματος, με αποτέλεσμα η έντονη πλαστική παραμόρφωση που προκαλείται κατά τη διάρκεια των πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων, να συντελεί στη μείωση του μεγέθους των συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης, καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης.

Σύμφωνα με τα χαρακτηριστικά της μικροδομής, η μεγαλύτερη συνεισφορά στις μηχανικές ιδιότητες του επιφανειακού σύνθετου στρώματος παρέχεται από τη μείωση του μεγέθους των κόκκων και την ενίσχυση μέσω του μηχανισμού Orowan, λόγω της ομοιόμορφης διασποράς των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι δύο αυτοί μηχανισμοί επιφέρουν βελτίωση της μέγιστης αντοχής σε εφελκυσμό και της επιμήκυνσης.

3.Οι Don-Hyun CHOI et al. [44] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC σε κράμα αλουμινίου A356 με τη χρήση της FSP για να ενισχύσουν τις μηχανικές του ιδιότητες. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε ήταν από σκληρυμένο εργαλειοχάλυβα H13 με σπειροειδή πείρο. Η ταχύτητα περιστροφής ορίστηκε στις 1180 rpm και η ταχύτητα πρόωσης στα 127 mm/min. Τα σωματίδια ενίσχυσης τοποθετήθηκαν σε ένα αυλάκι βάθους 1 mm και πλάτους 2 mm. Προκειμένου να αποφευχθεί η εκτίναξη σκόνης κατά τη διάρκεια της κατεργασίας, το κενό του αυλακίου έκλεισε με ταινία αλουμινίου. Τα πειράματα πραγματοποιήθηκαν με δύο περάσματα FSP.

Η ζώνη κατεργασίας χωρίς την προσθήκη σωματιδίων SiC (σχήμα I.29) παρουσιάζει ένα ελλειπτικό σχήμα εντός του οποίου εμφανίζονται δακτύλιοι (onion rings), οι οποίοι σχηματίζονται λόγω της θερμότητας από την τριβή που προκαλεί το περιστρεφόμενο εργαλείο και της διέλασης του μετάλλου που προκαλείται από την κίνηση προς τα εμπρός. Η μικροδομή του μετάλλου βάσης παρουσιάζει διαφορετική εικόνα από τη ζώνη συγκόλλησης. Στο μέταλλο βάσης παρουσιάζει διαφορετική εικόνα από τη ζώνη συγκόλλησης. Στο μέταλλο βάσης παρατηρείται δενδριτικής μορφολογίας σύσταση α-φάσης η οποία περιβάλλεται από την ευκτητική φάση Al-Si, υψηλότερης περιεκτικότητας σε Si. Μεταβαίνοντας στη ζώνη συγκόλλησης η δενδριτική μικροδομή εξαφανίζεται και λεπτότερα αδιάλυτα σωματίδια Si διασπείρονται σε ολόκληρη τη ζώνη συγκόλλησης. Εκατέρωθεν της ζώνης συγκόλλησης βρίσκονται οι θερμομηχανικά επηρεασμένες ζώνες της υποχωρούσας και της προωθούμενης πλευράς, των οποίων οι μικροδομές είναι διαφορετικές η μία από την άλλη. Στην προωθούμενη πλευρά παρατηρείται μία ευρύτερη περιοχή παραμόρφωσης, ενώ στην υποχωρούσα πλευρά εμφανίζεται μία πιο απότομη μετάβαση από το μέταλλο βάσης στη ζώνη συγκόλλησης.



Σχήμα Ι.29 (a) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP Α356 χωρίς προσθήκη SiC (b) εικόνα μικροσκοπίου από το μέταλλο βάσης (c) ζώνη συγκόλλησης (d) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (e) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά



Σχήμα Ι.30 (a) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP A356 με προσθήκη SiC (b) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (c) ζώνη συγκόλλησης, (d) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά.

Οι Don-Hyun CHOI et al. [44] παρατήρησαν ότι στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη τα σωματίδια SiC κατανέμονται σε επιμήκεις λωρίδες (σχήμα I.30).



Σχήμα Ι.31 Μικρογραφίες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης από κατεργασμένα με FSP δοκίμια A356 με (a,b,c) και χωρίς (d,e,f) χημική προσβολή: (a,d) μέταλλο βάσης χωρίς σωματίδια SiC, (b,e) Ζώνη Ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC και (c,f) Ζώνη Ανάδευσης με σωματίδια SiC.

Στο σχήμα Ι.31 παρουσιάζονται οι εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας των μικροδομών του μετάλλου βάσης και της ζώνης ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC και με σωματίδια SiC. Στο μέταλλο βάσης τα σωματίδια Si διανέμονται μερικώς στην αρχική φάση α και σχηματίζουν μία ευτηκτική δομή. Τα σωματίδια του Si διασπείρονται ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης και τα πλακοειδή σωματίδια παύουν να υφίστανται. Αυτό πιθανότατα να οφείλεται στο γεγονός ότι τα πλακοειδή σωματίδια Si διασπώνται σε ελαφρώς λεπτότερα σωματίδια SiC φαίνεται να είναι σχεδόν ίδια σε σχήμα με τη ζώνη ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC, αλλά περισσότερα σωματίδια παρατηρούνται σε αυτήν την περιοχή σε σχέση με τη ζώνη ανάδευσης χωρίς Si και σωματίδια SiC σωματίδια SiC αλλά περισσότερα σωματίδια.

έχουν σχεδόν το ίδιο σχήμα και την ίδια χημική σύσταση. Έτσι δεν είναι δυνατή η διάκριση των σωματιδίων Si και SiC από τη χημικά προσβεβλημένη μικροδομή. Από τις εικόνες της μικροδομής χωρίς χημική προσβολή (d)-(f) δεν παρατηρούνται σωματίδια στο μέταλλο βάσης και στη ζώνη ανάδευσης (στην κατεργασία χωρίς σωματίδια SiC), ωστόσο πολλά σωματίδια SiC παρατηρούνται στη ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου που παράχθηκε με προσθήκη σωματιδίων SiC. Πολλά από αυτά διανέμονται ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης και τα μεγέθη αυτών των σωματιδίων βρέθηκαν να είναι 1-4μm. Φαίνεται ότι το διαφορετικό μέγεθος των σωματιδίων σχετίζεται με την ανάδευση του εργαλείου, όπου ισχυρές παραμορφώσεις στη ζώνη ανάδευσης προκαλούν τη θραύση των σωματιδίων SiC.

Το προφίλ σκληρότητας μετρήθηκε κατά μήκος της εγκάρσιας τομής των ζωνών ανάδευσης των δοκιμίων που παράχθηκαν με και χωρίς σωματίδια (σχήμα I.32). Το μέταλλο βάσης παρουσιάζει ένα πολύ ευρύ φάσμα σκληρότητας, από περίπου 50 ΗV έως 65 HV. Το στερεό διάλυμα αλουμινίου το οποίο καταλαμβάνει ένα μεγάλο κλάσμα όγκου, είναι μαλακότερο, οπότε στην φάση α η σκληρότητα είναι περίπου 50 HV, ενώ στην ευκτητική φάση Al-Si, η σκληρότητα ανέρχεται πάνω από 60 HV. Ωστόσο, η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης παρουσιάζει πιο ομοιόμορφες τιμές από ό,τι εκείνη του μετάλλου βάσης. Η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC, η οποία κυμαίνεται από 60 HV έως 65 HV, είναι επίσης ομοιόμορφα κατανεμημένη και εμφανίζει μικρότερη διακύμανση. Η ζώνη ανάδευσης που παράχθηκε με την προσθήκη σωματιδίων SiC παρουσιάζει υψηλότερες τιμές σκληρότητας, σε ένα ευρύτερο φάσμα από 60 έως 85 HV, σε σχέση με αυτήν χωρίς σωματίδια SiC . Αυτό το φαινόμενο μπορεί να οφείλεται στην καθυστέρηση της κίνησης των ορίων των κόκκων που προκαλείται από την παρουσία των σωματιδίων SiC και στη μείωση του μεγέθους των κόκκων.



Σχήμα Ι.32 Κατανομή της σκληρότητας Vickers των κατεργασμένων με FSP Α356 δοκιμίων, με και χωρίς σωματίδια SiC.

4.Οι Jun Qu et al. [45] χρησιμοποίησαν την τεχνική FSP για να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα αλουμινίου με υψηλή συγκέντρωση σωματιδίων (>20 κ.ο.%) σε αλουμίνιο. Η παραγωγή του σύνθετου επιφανειακού στρώματος πραγματοποιήθηκε σε κράμα αλουμινίου 6061-T651 ενώ ως σωματίδια ενίσχυσης χρησιμοποιήθηκαν δύο πολύ μικρού μεγέθους σκόνες, Al₂O₃ (200 nm) και SiC (300 nm).

Οι Jun Qu et al. ισχυρίζονται ότι οι φαινομενικές πυκνότητες των κόνεων είναι σημαντικά χαμηλότερες από τις πυκνότητες των στερεών φάσεων της αλούμινας και του SiC. Επομένως το κλάσμα όγκου που προστίθεται f_{reservoir} πρέπει να είναι μεγαλύτερο από την επιθυμητή συγκέντρωση στη σύνθετη ζώνη f_v. Ο όρος f_{reservoir} είναι συνάρτηση του f_v, της φαινομενικής πυκνότητας της σκόνης ρ_{powder}, και της πυκνότητας της σκόνης σε χύδην μορφή (bulk) ρ_{bulk} όπως εκφράζεται στην εξίσωση:

$$f_{reservoir} = \frac{f_{v}}{\left(\rho_{powder}/\rho_{bulk}\right) + f_{v}\left(1 - \left(\rho_{powder}/\rho_{bulk}\right)\right)}$$

Οι Jun Qu et al. διαπίστωσαν ότι η ανάμιξη των κόνεων με νερό μπορεί να αυξήσει τις φαινομενικές πυκνότητες των κόνεων Al_2O_3 και SiC σε 1,30 και 1,76 g/cm³ αντίστοιχα. Έτσι με τη δημιουργία αιωρημάτων μειώθηκε σημαντικά το απαιτούμενο κλάσμα όγκου $f_{reservoir}$ και παρέχεται η δυνατότητα για υψηλότερες συγκεντρώσεις σωματιδίων στο σύνθετο επιφανειακό στρώμα. Ένα άλλο πλεονέκτημα του αιωρήματος είναι ότι μειώνεται η απώλεια σκόνης εξαιτίας της αιώρησης κατά την τοποθέτησή της και την κατεργασία.

Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία FSP αποτελείτο από ένα περιαυχένιο διαμέτρου 19,05 mm και έναν πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 6,35 mm και μήκους 4 mm. Οι παράμετροι επιλέχθηκαν ανάλογα με το μέγεθος σωματιδίων και τη συγκέντρωση των σωματιδίων, η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου ήταν 1000-1800 rpm και το ποσοστό τροφοδοσίας 0,1-1 mm/s.

Τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα που προέκυψαν με Al₂O₃ 25 κ.o.% και με SiC 30 κ.o.% παρουσίασαν τουλάχιστον 20% αύξηση στις τιμές σκληρότητας σε σχέση με το αρχικό κράμα. Όπως φαίνεται στο σχήμα I.33, μία πιο μαλακή περιοχή περιβάλλει τη σύνθετη ζώνη στο εσωτερικό της οποίας παρουσιάζεται αυξημένη σκληρότητα. Η μειωμένη σκληρότητα υποδηλώνει την απώλεια της σκλήρυνσης που οφείλεται στα κατακρημνίσματα. Προκειμένου να αντισταθμιστεί η ανόπτηση που λαμβάνει χώρα κατά την κατεργασία FSP, μετά την παραγωγή του σύνθετου επιφανειακού στρώματος Al-(25 κ.o.%) Al₂O₃ εφαρμόστηκε η θερμική κατεργασία αυξήθηκε από τα 0,5-0,6 GPa σε 1,01,2 GPa ενώ σε ορισμένα σημεία παρουσιάζουν μειωμένη σκληρότητα, η οποία αποδόθηκε στην δημιουργία πόρων κατά την FSP.



Σχήμα Ι.33 Χαρτογράφηση της σκληρότητας στην εγκάρσια τομή της σύνθετης επιφάνειας Al-Al₂O₃ (a) μετά την κατεργασία FSP (b) μετά την θερμική μετακατεργασία T6.

5.Οι Qiang Liu et al. [46] μελέτησαν τις μηχανικές ιδιότητες και τη μικροδομή που προέκυψε από την εισαγωγή νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWNCT) σε μήτρα αλουμινίου με τη χρήση της FSP. Το μητρικό υλικό που χρησιμοποιήθηκε ήταν κράμα αλουμινίου 1016. Η εισαγωγή των νανοσωλήνων άνθρακα έγινε με την τοποθέτησή τους σε έξι οπές ίδιου βάθους (3,5 mm) και διαφορετικής διαμέτρου (0mm, 2mm, 4mm, 6mm, 8mm, 10mm) από τις οποίες προέκυψαν τα αντίστοιχα κλάσματα όγκου (κ.ο.% Al-MWNCT) 0%, 1,6%, 2,5%, 4,4%, 5,3% και 6%. Για την κατεργασία χρησιμοποιήθηκε ένα εργαλείο με περιαυχένιο διαμέτρου 26,8mm και πείρο διαμέτρου 12mm και μήκους 7,8mm. Οι παράμετροι που εφαρμόστηκαν ήταν: ταχύτητα περιστροφής ίση με 950rpm, ταχύτητα πρόωσης 30mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Για την ομοιόμορφη κατανομή των νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό διενεργήθηκαν πέντε περάσματα FSP.



Σχήμα Ι.34 Μικροδομή των διαφορετικών ζωνών του παραγόμενου με FSP σύνθετου υλικού

Al-MWNCT (a) εγκάρσια τομή του δοκιμίου (b)μέταλλο βάσης (c) ζώνη ανάδευσης (d) ζώνη παραμόρφωσης περιαυχενίου (e) θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη.

Το μέγεθος κόκκων που εντοπίστηκε στο σύνθετο υλικό μετά την FSP ήταν από 50-100 nm ενώ ταυτόχρονα παρουσιάστηκε υψηλή πυκνότητα διαταραχών. Η εισαγωγή των διαταραχών και η υπέρλεπτη κοκκομετρία οφείλεται στη δυναμική ανακρυστάλλωση, η οποία λαμβάνει χώρα κατά την κατεργασία FSP. Η εκλέπτυνση της δομής αποδίδεται επίσης και στην παρεμπόδιση που προκαλεί η παρουσία των νανοσωλήνων άνθρακα στην ανάπτυξη των κόκκων, το φαινόμενο αυτό είναι γνωστό ως pinning effect.

Όσον αφορά τη σκληρότητα του παραχθέντος υλικού, από το σχήμα Ι.35 είναι χαρακτηριστικό ότι η αύξηση της ποσότητας νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό προκαλεί ταυτόχρονα αύξηση της μικροσκληρότητας. Αυτή η βελτίωση της σκληρότητας μπορεί να αποδοθεί στο συνδυασμό της εκλέπτυνσης των κόκκων και την ισχυροποίηση που προκαλείται από τους νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



Σχήμα 1.35 Μικροσληρότητα των σύνθετων υλικών Al-MWNCT με διαφορετική περιεκτικότητα σε MWNCT

6. Ot Mazaheri et al. [47] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για να δημιουργήσουν ένα νανοσύνθετο επιφανειακό στρώμα εισάγοντας μίκρο- και νανοσωματίδια Al₂O₃ σε κράμα αλουμινίου. Η σκόνη Al₂O₃ αναμίχθηκε σε σφαιρόμυλο επιτυγχάνοντας τη δημιουργία μιας σύνθετης σκόνης Al-5%κ.o. Al₂O₃. Η σύνθετη σκόνη, της οποίας η κοκκομετρία μετά από κοσκίνισμα ήταν από 25μm έως 63μm, αποτέθηκε σε υπόστρωμα κράματος αλουμινίου A356T6 με θερμικό ψεκασμό HVOF (high velocity oxy-fuel), έτσι ώστε να σχηματισθεί μία επικάλυψη πάχους 200μm. Οι επικαλυμμένες πλάκες υποβλήθησαν σε κατεργασία FSP με ταχύτητα περιστροφής 1600rpm, ταχύτητα πρόωσης 200mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Το περιαυχένιο του εργαλείου είχε διάμετρο 18mm και αποτελείτο από έναν κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 3,6mm και μήκους 4mm. Μετά την εφαρμογή της FSP, νανομεγέθους σωματίδια Al₂O₃ διανεμήθηκαν στη ζώνη ανάδευσης λόγω της εκδήλωσης έντονης ανάδευσης κατά τη διάρκεια της διαδικασίας. Το σύνθετο επιφανειακό στρώμα στο σχήμα Ι.36 εμφανίζεται πολύ καλά συνδεδεμένο με το υπόστρωμα του αλουμινίου και δεν παρουσιάζει ατέλειες.



Σχήμα Ι.36 Εγκάρσια τομή νανοσύνθετης επιφάνειας Α356/ Al₂O₃

Η κατεργασία FSP στο κράμα A356 προκαλεί μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης λόγω της διαλυτοποίησης των κατακρημνισμάτων που προκαλούν σκλήρυνση. Η θερμότητα που παράγεται από την FSP αυξάνει τη θερμοκρασία στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη και στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη οδηγώντας σε ολική ή μερική διαλυτοποίηση των κατακρημνισμάτων σε κράματα που επιδέχονται θερμική κατεργασία. Όπως φαίνεται και στο προφίλ σκληρότητας που παρουσιάζεται στο σχήμα 1.37 η σκληρότητα σε αυτές τις περιοχές μειώνεται. Ωστόσο, η ενσωμάτωση σκόνης Al₂O₃ στο κράμα A356 προκαλεί αύξηση της σκληρότητας. Επίσης, διαπιστώθηκε ότι η σκληρότητα των επιφανειακών στρωμάτων αυξάνεται με τη μείωση του μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης.



Σχήμα Ι.37 Προφίλ σκληρότητας των δοκιμίων που παράχθηκαν με προσθήκη μικρο- και νανο- σκόνης Al_2O_3 .

7. Οι Puviyarasan και Praveen [48] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC ως σωματίδια ενίσχυσης σε κράμα αλουμινίου 6063-T4 μέσω της κατεργασίας FSP. Η σκόνη SiC είχε μέση διάμετρο 3μm και εισήχθη τοποθετώντας την σε ένα αυλάκι στο κέντρο του κάθε ελάσματος. Οι γεωμετρίες του αυλακίου που μελετήθηκαν ήταν πλάτους 1,2mm, 1,4mm, 1,8mm και βάθους 6mm. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία αποτελείτο από κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 6mm και περιαυχένιο

διαμέτρου 18mm. Για την αποφυγή εκτίναξης σκόνης πραγματοποιήθηκε κλείσιμο των αυλακίων με εργαλείο χωρίς πείρο. Οι παράμετροι που ορίστηκαν ήταν η ταχύτητα περιστροφής η οποία παρέμεινε σταθερή στις 1000rpm ενώ η ταχύτητα πρόωσης μεταβάλλετο 30, 40 και 50mm/min.

Η ζώνη ανάδευσης των δοκιμίων που προέκυψαν από την FSP χαρακτηρίζεται από λεπτή και ισοαξονική ανάπυξη κόκκων λόγω της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Η δαφορά στο μέγεθος κόκκων, η οποία παρατηρήθηκε μεταξύ των δοκιμίων, αποδόθηκε στη διαφορετική θερμότητα που παρέχεται στο υλικό όταν μεταβάλλεται η ταχύτητα πρόωσης. Έτσι με μείωση της ταχύτητας πρόωσης, αυξάνεται η εισροή θερμότητας προκαλώντας ανόπτηση και μεγαλύτερο μέγεθος κόκκων. Ταυτόχρονα το υλικό γίνεται πιο μαλακό και παρατηρείται καλύτερη διασπορά των σωματιδίων.



Σχήμα Ι.38 Προφίλ σκληρότητας του κράματος 6063-Τ4 ενισχυμένου με σωματίδια SiC εφαρμόζοντας διαφορετική ταχύτητα πρόωσης

Με την προσθήκη των σωματιδίων το υλικό αύξησε τη σκληρότητα του από 40 σε 62 ΗV. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι με χαμηλότερη ταχύτητα πρόωσης οι τιμές σκληρότητας αυξάνουν (σχήμα Ι.38).

8. Οι Deepak et al. [49] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για τη δημιουργία σύνθετης επιφάνειας αλουμινίου κράματος 5083 ενισχυμένου με σκόνη SiC. Η νανομεγέθης σκόνη, η οποία ενσωματώθηκε στο μεταλλικό υπόστρωμα ήταν της τάξης των 60-100nm. Το εργαλείο το οποίο χρησιμοποιήθηκε είχε περιαυχένιο διαμέτρου 12mm και πείρο διαμέτρου 4mm και μήκους 3,5mm. Η σκόνη τοποθετήθηκε με μορφή πάστας αναμεμιγμένη με κηροζίνη μέσα σε οπές οι οποίες

διατρήθηκαν πάνω στο μέταλλο βάσης. Η κηροζίνη συμβάλλει στη συγκράτηση της σκόνης πάνω στο μέταλλο βάσης κατά την κατεργασία.

Οι παράμετροι που επιλέχθηκαν ήταν οι εξής: ταχύτητα πρόωσης 40mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1200rpm.

Το αποτέλεσμα αυτής της κατεργασίας ήταν να αυξηθεί η σκληρότητα του υλικού από 49 HV σε 155 HV. Πιο αναλυτικά η μικροσκληρότητα του υλικού που προέκυψε παρουσιάζει μέγιστες τιμές εντός του πυρήνα συγκόλλησης και μειώνεται σημαντικά όσο απομακρύνομαστε από το κέντρο της ζώνης ανάδευσης (σχήμα Ι.39).



Σχήμα Ι.39 Προφίλ σκληρότητας κράματος 5083 ενισχυμένου με σκόνη SiC

9. Οι Pantelis, Karakizis, Daniolos, Charitidis, Koumoulos και Dragatogiannis [50] χρησιμοποίησαν την διεργασία FSW για να συγκολλήσουν διαφορετικά κράματα αλουμινίου μεταξύ τους, τα AA6082-T6 και AA5083-H111, χρησιμοποιώντας ενίσχυση νανοσωματιδίων SiC.

Οι βέλτιστες συνθήκες συγκόλλησης οδήγησαν σε καλή διασπορά των σωματιδίων στο weld nugget και μηχανική μίξη των δύο κραμάτων, όπως επίσης και επιπλέον εκλέπτυνση κόκκων σε σχέση με τη συγκόλληση χωρίς ενίσχυση (σχήμα Ι.40). Μεγαλύτερη σκληρότητα στο weld nugget είναι εμφανής (σχήμα Ι.41), συνοδευόμενη από βελτίωση της μέγιστης αντοχής σε εφελκυσμό (UTS) και επιμήκυνση θραύσης. Σε όλα τα πειράματα εφελκυσμού τα δοκίμια έσπασαν στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη του ΑΑ6082-Τ6 και πιο συγκεκριμένα στο σημείο με τη χαμηλότερη σκληρότητα.



Σχήμα Ι.40 Οπτική μικροσκοπία της ζώνης ανάδευσης του βέλτιστου δοκιμίου



Σχήμα Ι.41 Κατανομή μικροσκληρότητας για τη συγκόλληση με προσθήκη νανοσωματιδίων SiC.

10. Οι Pantelis, Karakizis, Dragatogiannis και Charitidis [51], μελέτησαν την εισαγωγή νανοσωλήνων άνθρακα ως ενίσχυση σε ανομοιογενείς συγκολλήσεις μεταλλικών κραμάτων που έχουν παραχθεί με συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση, όπως επίσης και την επίδραση της εισαγωγής τους στη μικροδομή και στις μηχανικές ιδιότητες τέτοιων συγκολλήσεων. Οι νανοσωλήνες ανθρακα χρησιμοποιούνται πολύ σε τέτοιες διεργασίες λόγω της υψηλής στιβαρότητας και αντοχής τους. Σε αυτήν την έρευνα, οι παράμετροι της διεργασίας βελτιστοποιήθηκαν έτσι ώστε να παραχθούν συγκολλήσεις χωρίς ελαττώματα τόσο με, όσο και χωρίς προσθήκη νανοσωλήνων άνθρακα. Δύο κύριες περιπτώσεις μελετήθηκαν :

(1) αλλαγή της ταχύτητας περιστροφής και πρόωσης, όπως επίσης και του αριθμού και της κατεύθυνσης των πάσων, και

(2) μέσω της μεθόδου Taguchi μελετήθηκε επιπλέον η FSP σε συνάρτηση με τους τρεις παράγοντες (αριθμός, κατεύθυνση πάσων και ταχύτητα περιστροφής εργαλείου).

Η μηχανική συμπεριφορά μελετήθηκε και οι τοπικές μηχανικές ιδιότητες των παραγόμενων συνθέτων υλικών μεταλλικής μήτρας συγκρίθηκαν με τις αντίστοιχες των μη ενισχυμένων συγκολλήσεων και των μετάλλων βάσης. Πιο συγκεκριμένα, μετρήθηκαν οι μηχανικές ιδιότητες σε μικρο- και νάνο- κλίμακα (σκληρότητα και μέτρο ελαστικότητας) και συνδέθηκαν με τη μικροδομή και την παρουσία του ενισχυτικού μέσου.

Τελικά τα βέλτιστα αποτελέσματα εμφανίστηκαν με εφαρμογή δύο πάσων προς αντίθετες κατευθύνσεις , όπου υπήρξε σχεδόν ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων (σχήμα Ι.42).



Σχήμα Ι.42 (α) οπτική στερεοσκοπία, (β) οπτική μικροσκοπία της ζώνης ανάδευσης

Η σκληρότητα στη μικρο-κλίμακα βελτιώθηκε ελάχιστα (~7%), ενώ στην νανο-κλίμακα μειώθηκε λίγο (~15%) σε σχέση με την κατεργασία χωρίς ενίσχυση (σχήμα Ι.43).



Σχήμα Ι.43 Κατανομή μικροσκληρότητας για τη συγκόλληση με προσθήκη νανοσωλήνων άνθρακα.

Λόγω της ύπαρξης των CNT's το μέτρο ελαστικότητας φαίνεται να αυξάνεται μέχρι 15% σε σχέση με αυτό του μετάλλου βάσης. Το UTS και η επιμήκυνση θραύσης δεν αυξήθηκαν (σχήμα I.44). Όλα τα δοκίμια των ενισχυμένων συγκολλήσεων σπάσανε στο weld nugget, ενώ όλα τα μη ενισχυμένα, στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Αυτό οφείλεται στη γεωμετρία των CNT's, καθώς δημιουργούν συσσωματώματα και άρα η εισαγωγή τέτοιων σωματιδίων επιφέρει αρνητικά αποτελέσματα.



Σχήμα Ι.44 Κατανομή του μέτρου ελαστικότητας της συγκόλλησης με την προσθήκη των νανοσωλήνων άνθρακα, σε πειράμα νανοδιείσδυσης σε μέγιστο βάθος είσχώρησης 400nm (2mm από την επιφάνεια).

ΙΙ. <u>ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ</u>

ΙΙ.1 ΥΛΙΚΑ ΠΟΥ ΧΡΗΣΙΜΟΠΟΙΗΘΗΚΑΝ

II.1.1 Μέταλλο βάσης

Το μέταλλο βάσης που χρησιμοποιήθηκε στην παρούσα διπλωματική εργασία είναι κράμα αλουμινίου AA5083-H111 (ενδοτραχυμενο κατά 10%). Τα δοκίμια ήταν σε μορφή πλακών με διαστάσεις 100mm x 200mm x 3 mm³ και η τυπική χημική του σύσταση δίνεται στο παρακάτω πίνακα II.1

Βάρος%	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Mg	Ti	Zn	Other Each	Others Total
5083	92.4	-	-	-	0.4	0.05	4 0	-	-	_	-
min	52.1				0.1	0.00					
5083	95.6	0 40	0 40	0 10	10	0 25	4 90	0 15	0 25	0.05	0 15
max	2010	0.10	0.10	0.10	10	0.20		0.10	0.10	0.00	0.10

Πίνακας ΙΙ.1 Χημική σύσταση αλουμινίου 5083

Αποτελεί ένα από τα πλέον ευρέως διαδεδομένα κράματα αλουμινίου και χρησιμοποιείται ιδιαίτερα στην αυτοκινητοβιομηχανία, στη ναυπηγική και την αεροδιαστημική βιομηχανία. Κύρια χαρακτηριστικά του είναι η υψηλή του αντοχή (μετά την εν ψυχρώ κατεργασία) και η ευκολία στη διαμόρφωσή του, η οποία οφείλεται στην πολύ καλή ολκιμότητά του. Πέραν όμως από την καλή συγκολλησιμότητά του, εξίσου καλή είναι και η συμπεριφορά του και μετά τη συγκόλληση, καθώς παρουσιάζεται μικρή ελάττωση της αντοχής του στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη της συγκόλλησης, σε σχέση με άλλα κράματα αλουμινίου. Όπως όλα τα κράματα αλουμινίου, έχει μικρή πυκνότητα και παρουσιάζει πολύ καλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα. Παρουσιάζει, επίσης, εξαιρετικές αντιδιαβρωτικές ιδιότητες στο θαλασσινό νερό (χαρακτηριστικό ιδιαίτερα σημαντικό στη ναυπηγική) και σε χημικά προϊόντα. Ανήκει στα μη θερμικώς κατεργάσιμα κράματα και η όποια κατεργασία γίνεται εν ψυχρώ.

Το κράμα 5083 μπορεί να συναντηθεί και με τις παρακάτω κωδικοποιήσεις αν και μπορεί να μην είναι απόλυτα ισοδύναμες:

- GM41
- A95083
- AlMG4.5Mn
- Al Mg4.5 Mn0.7

II.1.2. Σωματίδια ενίσχυσης

Τα σωματίδια που επιλέχθηκαν ως μέσο ενίσχυσης ήταν :

α) ένα μίγμα σωματιδίων καρβιδίου του πυριτίου (SiC), μέσης κοκκομετρίας 5μm με νανοσωλήνες άνθρακα (CNT's), μήκους πολλών μm (σχήμα II.1).

β) ένα μίγμα σωματιδίων αλούμινας (AI_2O_3) μέσης κοκκομετρίας 5μm, καρβιδίου του πυριτίου μέσης κοκκομετρίας 5μm και νανοσωλήνων άνθρακα μήκους πολλών μm (σχήμα II.2).





Εικόνα ΙΙ.1 Σωματίδια SiC/CNT





Εικόνα ΙΙ.2 Σωματίδια SiC/CNT/Al2O3

Η ανάπτυξη των CNT's γύρω από τα σωματίδια SiC και Al2O3 (σχήμα II.3) έγινε μέσω καταλυτικής CVD σε σωλήνα από χαλαζία (110 cm μήκος, εσωτερική διάμετρος 45 mm) (σχήμα II.4). Το μπροστινό μέρος του σωλήνα θερμάνθηκε πρώτα στους 523 K από ένα σύστημα προθέρμανσης (10 cm μήκος) και το κύριο μέρος του σωλήνα σε ένα θερμοκρασιακό εύρος 673-1173 K από ένα οριζόντιο φούρνο (60 cm μήκος – Carbolite HZS). Σφαιρικά σωματίδια αλούμινας (μ-Al₂O₃, μέγεθος 1–5 μm, με 99.8% καθαρότητα συμπεριλαμβάνοντας 800 ppm SiO₂, 600 ppm Na₂O — Performance Ceramics Company) και ταμπλέτες σωματιδίων καρβιδίου του πυριτίου (μ-SiC, μέγεθος 1–5 μm — Marion Technologies) χρησιμοποιήθηκαν ως υπόστρωμα. Το υπόστρωμα θερμάνθηκε στην καθορισμένη θερμοκρασία με φέροντα αέρια, το αργό (Ar – 99.8% καθαρότητα) και το υδρογόνο (H₂ – 99.9% καθαρότητα), εισαγόμενα με διαφορετικές αναλογίες. Ο συνολικός χρόνος ανάπτυξης των CNT's, μικρότερος από 20 λεπτά, χωρίστηκε σε διάφορετικές αλληλουχίες από 3 ως και 7 λεπτά η καθεμία. Στο τέλος, ο φούρνος ψύχθηκε με Αργό.

Η σύνθεση των μιγμάτων των κόνεων που χρησιμοποιήθηκαν σαν ενίσχυση στις συγκολλήσεις, πραγματοποιήθηκε από τους A. Dichiara, J. Bai, στο Εργαστήριο Mécanique des Sols, Structures et Matériaux (MSS/Mat), CNRS UMR 8579, της École Centrale Paris, στη Γαλλία.





Σχήμα ΙΙ.3 Ανάπτυξη των CNT γύρω από τα SiC και Al2O3



Σχήμα ΙΙ.4 Καταλυτική CVD σε σωλήνα από χαλαζία

ΙΙ.2 ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΣΥΝΘΗΚΕΣ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ

II.2.1 Εξοπλισμός Συγκόλλησης

Για την εκτέλεση των πειραμάτων συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση (FSW) χρησιμοποιήθηκε η κατάλληλα τροποποιημένη φρεζομηχανή του Εργαστηρίου Ναυπηγικής Τεχνολογίας της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου που εικονίζεται στα σχήματα ΙΙ.5 και ΙΙ.6. Οι δυνατές ταχύτητες περιστροφής του εργαλείου συγκόλλησης καθώς και οι δυνατές ταχύτητες πρόωσης της μηχανής είναι οι εξής:

ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΠΕΡΙΣΤΡΟΦΗΣ ω [RPM]	ΤΑΧΥΤΗΤΑ ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΗΣ V [mm/min]	
30	19	
37.5	23.5	
47.5	30	
75	37.5	All And
95	47.5	
118	60	No.
150	75	
190	85	
235	118	
300	150	
375	190	
475	235	
600	300	
750	375	
950	475	
1180	600	
1500	750	
	950	

Σχήμα ΙΙ.5 Η μηχανή της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση και οι δυνατές ταχύτητες συγκόλλησης και περιστροφής του εργαλείου συγκόλλησης.



Σχήμα ΙΙ.6 Τράπεζα της μηχανής FSP.

II.2.2 Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου είναι ένας πολύ σημαντικός παράγοντας για τον έλεγχο της ροής του υλικού και την ομοιογένεια της κατανομής του υλικού ενίσχυσης. Το εργαλείο που επιλέχθηκε για όλα τα πειράματα αποτελείτο από επίπεδο περιαυχένιο διαμέτρου 22,9 mm και κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 6 mm και μήκους 3 mm (σχήμα ΙΙ.7 και σχήμα ΙΙ.8)

Κατά την περιστροφή του εργαλείου ο κυλινδρικός πείρος με το σπείρωμα δέχεται περιμετρικά ομοιόμορφες τάσεις με αποτέλεσμα να ελαχιστοποιείται η παραμόρφωσή του όταν εφαρμόζεται σε πολλαπλά πειράματα. Η διατήρηση της γεωμετρίας του πείρου αποτελεί συγκριτικό πλεονέκτημα για βιομηχανική χρήση σε σχέση με εργαλεία διαφορετικής γεωμετρίας. Επίσης το σπείρωμα κατά την περιστροφή του εργαλείου δημιουργεί μία κίνηση που ωθεί το υλικό προς το κάτω μέρος του πείρου με αποτέλεσμα να βελτιώνεται η ροή του υλικού. Το εργαλείο κατασκευάστηκε από θερμικά κατεργασμένο χάλυβα SVERKER 21 με σκληρότητα 61 HRC.



Σχήμα ΙΙ.7 Εργαλείο με κυλινδρικό πείρο και σπείρωμα



Σχήμα ΙΙ.8 Εικόνα του περιαυχενίου και του του κυλινδρικού πείρου με σπείρωμα.

Η γωνία κλίσης του εργαλείου καθορίζει τη γωνία κλίσης μεταξύ του άξονα του εργαλείου και του κατεργαζόμενου τεμαχίου. Η κατάλληλη επιλογή κλίσης διασφαλίζει ότι το περιαυχένιο μεταφέρει το υλικό πιο αποδοτικά από το εμπρός στο πίσω μέρος του πείρου και βελτιώνει την ποιότητα της επιφάνειας. Συνήθως η κλίση του εργαλείου δεν υπερβαίνει τις 5°.

Η κλίση 2° κρίθηκε ικανοποιητική για την εφαρμογή της στην πειραματική διαδικασία κατόπιν δοκιμής σε ελάσματα κραμάτων αλουμινίου 7075-Ο και 5083-H111.

II.2.3 Προετοιμασία δοκιμίων για συγκόλληση

Οι συγκολλήσεις πραγματοποιήθηκαν παράλληλα στη διεύθυνση έλασης των πλακών. Μισά αυλάκια κατεργάστηκαν στις άκρες των πλακών με αποτέλεσμα όταν οι δύο πλάκες να στερεωθούν γερά στο τραπέζι της φρεζομηχανής, να δημιουργηθεί ένα αυλάκι με διαστάσεις 180 mm μήκος, 1 mm πλάτος και 2,5 mm βάθος (σχήμα II.9).



Σχήμα II.9 Γεωμετρικά χαρακτηριστικά του αυλακίου

Στο αυλάκι προστέθηκαν τα σωματίδια SiC/CNT και SiC/CNT/Al2O3, αφού πρώτα αναμείχθηκαν με αιθανόλη για να είναι πιο εύκολα διαχειρίσιμα (σχήμα II.10).



Σχήμα ΙΙ.10 Εισαγωγή της σκόνης ενίσχυσης μέσα στα προς συγκόλληση ελάσματα

Στη συνέχεια, αφού ευθυγραμμίστηκε το αυλάκι με τη γραμμή της πορείας του πείρου, προκειμένου να εμποδίσουμε τα σωματίδια να πεταχτούν έξω από το αυλάκι, το περιαυχένιο χωρίς πείρο, χρησιμοποιήθηκε για να κλείσει το αυλάκι με ένα πάσο (σχήμα II.11). Οι παράμετροι αυτού του πάσου, σε κάθε πείραμα, ήταν 750 RPM ταχύτητα περιστροφής και 75 mm/min ταχύτητα πρόωσης.



Σχήμα ΙΙ.11 Πάσο με εργαλείο χωρίς πείρο για να εγκλωβιστεί η σκόνη ενίσχυσης μέσα στο αυλάκι

II.2.4. Συνθήκες Συγκόλλησης

α) Σκόνη SiC/CNT

Προκειμένου βρεθούν οι βέλτιστες συνθήκες της συγκόλλησης, να πραγματοποιήθηκαν 6 συγκολλήσεις μεταβάλοντας την ταχύτητα πρόωσης (19-75 mm/min) όπως επίσης και τον αριθμό και την κατεύθυνση των πάσων, κρατώντας την ταχύτητα περιστροφής σταθερή (1500 RPM). Επιλέχθηκε αυτή η ταχύτητα ως σταθερή, καθώς από προηγούμενα πειράματα που έχουν διεξαχθεί έχει αποδειχθεί ότι αυτή (που είναι η μέγιστη της διατιθέμενης μηχανής συγκόλλησης) οδηγεί σε συγκολλήσεις με τα λιγότερα ελαττώματα. Όλες οι συνθήκες των πειραμάτων παρουσιάζονται στον πίνακα ΙΙ.2. Σε όλα τα πειράματα, το σύμβολο + δηλώνει την αρχική κατεύθυνση συγκόλλησης, ενώ το σύμβολο – δηλώνει την αντίθετη κατεύθυνση κατεργασίας. Το δοκίμιο Νο 7, που συγκολλήθηκε χωρίς προσθήκη σωματιδίων με ένα πάσο, μελετήθηκε για λόγους σύγκρισης. Οι παράμετροι αυτής της συγκόλλησης είναι 750 RPM για την ταχύτητα περιστροφής και 85mm/min για την ταχύτητα πρόωσης.

Ένα δυναμόμετρο Kister piezo-multicomponent χρησιμοποιήθηκε για να μετρηθεί η αξονική δύναμη. Σε όλες τις περιπτώσεις μετά την αρχική βύθιση του εργαλείου στη μήτρα, η τιμή της δύναμης σταθεροποιήθηκε στα 10 KN.

Δοκίμια FSW	Ταχύτητα περιστροφής	Ταχύτητα πρόωσης	Πάσα
	(RPIVI)	(mm/min)	
1	1500	19	3 +-+
2	1500	30	3 +-+
3	1500	47.5	3 +-+
4	1500	75	3 +-+
5	1500	19	3 +++
6	1500	19	4 ++++
7			
(χωρίς σωματίδια ενίσχυσης)	750	85	1

Πίνακας ΙΙ.2 Συνθήκες συγκόλλησης για τη σκόνη SiC/CNT

Από τα πειράματα αυτά παρατηρήθηκε όπως θα δείξουμε στην συνέχεια ότι το βέλτιστο δοκίμιο ήταν το 1. Δηλαδή εκείνο με την χαμηλότερη ταχύτητα πρόωσης (19mm/min) και τα 3 αντίρροπα πάσα.

β) Σκόνη SiC/CNT/Al2O3

Με βάση τα αποτελέσματα της συγκόλλησης για τη σκόνη SiC/CNT, στη δεύτερη σκόνη επιλέχθηκε ταχύτητα πρόωσης σταθερή, ταχύτητα περιστροφής σταθερή (η μέγιστη δυνατή) ενώ μεταβλήθηκαν μόνο ο αριθμός και η κατεύθυνση των πάσων.

	Ταχύτητα	Ταχύτητα	Πάσα	
Δοκίμια FSW	περιστροφής	πρόωσης	nuou	
	(RPM)	(mm/min)		
8	1500	19	3 +-+	
9	1500	19	3 +++	
10	1500	19	4 +-+-	
11	1500	19	4 ++++	
7 (χωρίς				
σωματίδια	750	85	1	
ενίσχυσης)				

Πίνακας ΙΙ.3 Συνθήκες συγκόλλησης για τη σκόνη SiC/CNT/ Al2O3

ΙΙ.3 Πειραματικές τεχνικές και μέθοδοι

II.3.1 Κοπή



Σχήμα ΙΙ.12 Δισκοτόμος Struers Discotom 50

Για τη μελέτη των συγκολλήσεων είναι απαραίτητη η λήψη δοκιμίων (δειγμάτων). Η κοπή των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε στο δισκοτόμο Struers Discotom 50 που παρουσιάζεται στην παρακάτω φωτογραφία. Ο δισκοτόμος είναι εξοπλισμένος με κατάλληλο σύστημα ψύξης-λίπανσης, κάτι που αποτελεί σημαντικό παράγοντα για τη διατήρηση της μικροδομής του ελάσματος. Τα δοκίμια κόπηκαν σε κατάλληλη γεωμετρία και σε εγκάρσια τομή ως προς τη ραφή, ώστε να μπορεί να παρατηρηθεί καλύτερα η δομή της συγκόλλησης.

II.3.2 Λείανση- Στίλβωση



Σχήμα ΙΙ.13 Μηχανή Λείανσης

Η λείανση και η στίλβωση είναι απαραίτητες διεργασίες, οι οποίες προηγούνται της χημικής προσβολής για να αποκαλυφθεί η μικροδομή και να παρατηρηθεί αυτή στο μικροσκόπιο. Κατά το στάδιο της λείανσης μειώνεται η τραχύτητα της επιφάνειας και εξαφανίζονται οι υπάρχουσες ανωμαλίες από την τομή της ραφής. Η λείανση των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με τη χρήση περιστροφικού δίσκου πάνω στον οποίο τοποθετήθηκαν διαδοχικά λειαντικά χαρτιά αποτελούμενα από καρβίδια του πυριτίου κοκκομετρίας 500, 1200, 2000, 2400 και 4000 grit. Η περιστροφική ταχύτητα του συγκεκριμένου δίσκου έχει εύρος επιλογής από 50 έως 500 rpm ενώ η ταυτόχρονη παροχή νερού απομακρύνει πιθανά σωματίδια, τα οποία χαράσσουν την επιφάνεια και αποτρέπεται η ανάπτυξη θερμοκρασίας, η οποία μπορεί να επηρεάσει αρνητικά τη μικροδομή.

Με τη διαδικασία της στίλβωσης η επιφάνεια της τομής του δοκιμίου βελτιστοποιείται καθώς μικρές γραμμές, οι οποίες συνεχίζουν να υπάρχουν μετά την ολοκλήρωση της λείανσης εξαφανίζονται. Το αποτέλεσμα αυτής της διαδικασίας είναι μία λαμπερή και στιλπνή επιφάνεια, η οποία αντανακλά κάθετα όλες τις ακτίνες που προσπίπτουν πάνω της.

Η στίλβωση πραγματοποιήθηκε σε περιστρεφόμενο δίσκο στον οποίο τοποθετήθηκε ειδικό βελούδο DPNA και με τη χρήση πάστας αλούμινας 1μm και 0.1μm διαδοχικά. Μετά τη στίλβωση το δοκίμιο ξεπλένεται με νερό και διάλυμα αιθανόλης από το οποίο στεγνώνεται.

II.3.3 Χημική Προσβολή

Κατά τη διαδικασία της χημικής προσβολής, η επιφάνεια του δοκιμίου διαβρώνεται τοπικά με αποτέλεσμα την αποκάλυψη της μικροδομής και την εμφάνιση των ορίων των κόκκων του μετάλλου τα οποία προσβάλλονται σε μεγαλύτερο βαθμό από το υπόλοιπο μητρικό υλικό.

Κατά το στάδιο της χημικής προσβολής χρησιμοποιήθηκε το διάλυμα "modified Poulton's reagent" στο οποίο πραγματοποιήθηκε εμβάπτιση για 5-8 δευτερόλεπτα.

Η σύσταση του συγκεκριμένου διαλύματος εμφανίζεται παρακάτω:

- 20ml Διάλυμα Poulton
- 10ml HNO3
- Διάλυμα 4,8 g Cr2O3 σε 16ml H2O

<u>Διάλυμα Poulton</u>

- 12ml HCl
- 1ml HF
- 6ml HNO3
- 1ml H2O
II.3.4 Οπτική Στερεοσκοπία

Η οπτική στερεοσκοπία επιτρέπει τη μακροσκοπική εξέταση του δοκιμίου ως προς τη μορφολογία και το ανάγλυφο της επιφάνειας. Για την παρατήρηση των δοκιμίων χρησιμοποιήθηκε το οπτικό στερεοσκόπιο (Leica MZ6). Το συγκεκριμένο στερεοσκόπιο διαθέτει 5 διαφορετικές μεγεθύνσεις ενώ ταυτόχρονα παρέχει τη δυνατότητα εστίασης (zoom) 6:1.



Σχήμα ΙΙ.14 Το οπτικό στερεοσκόπιο Leica MZ6

II.3.5.Οπτική Μικροσκοπία

Το οπτικό σύστημα που χρησιμοποιήθηκε για την οπτική παρατήρηση των δοκιμίων υπό μεγέθυνση με τη βοήθεια φωτός, ήταν το οπτικό μικροσκόπιο DMILM του οίκου Leica. Το μικροσκόπιο αποτελείται από τέσσερα βασικά στοιχεία: μία πηγή φωτός, ένα συγκεντρωτικό φακό, έναν αντικειμενικό φακό και έναν προσοφθάλμιο φακό. Το αντικείμενο τοποθετείται πολύ κοντά στον αντικειμενικό φακό, ο οποίος απεικονίζει ένα πραγματικό είδωλό του. Το είδωλο μεγεθύνεται από τον προσοφθάλμιο φακό ο οποίος σχηματίζει ένα φανταστικό είδωλο σε μία απόσταση από το μάτι που βρίσκεται ανάμεσα στην ελάχιστη και μέγιστη απόσταση ευκρινούς όρασης [65]. Η παρατήρηση στο συγκεκριμένο μικροσκόπιο γίνεται μέσω ανακλώμενου φωτός. Οι ακτίνες ορατού φωτός προσπίπτουν στην προς εξέταση επιφάνεια του δοκιμίου και στη συνέχεια ανακλώνται ανάλογα με το ανάγλυφο της επιφάνειας που έχει προκύψει από τη χημική προσβολή.

Για τη λήψη και ανάλυση των εικόνων από το στερεοσκόπιο και το μικροσκόπιο χρησμοποιήθηκε το πρόγραμμα LEICA Application Suite.



Σχήμα ΙΙ.15 Οπτικό μικροσκόπιο DMILM του οίκου Leica

ΙΙ.3.6 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης

Η μικροδομή μελετήθηκε επίσης και με ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης JSM-6390 του οίκου JEOL που είναι εφοδιασμένο και με σύστημα χημικής ανάλυσης SEM-EDS.



Σχήμα ΙΙ.16 Ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης JSM-6390 του οίκου JEOL

Στην ηλεκτρονική μικροσκοπία μια κατευθυντική δέσμη ηλεκτρονίων προσπίπτει στην επιφάνεια του δοκιμίου, και διεγείρουν μία μικρή μάζα γύρω από το σημείο της σύγκρουσης και προκαλούν τη δευτερογενή εκπομπή ηλεκτρονίων χαμηλής ενέργειας (δευτερογενή ηλεκτρόνια – secondaryelectrons). Η ένταση (δηλ. ο αριθμός ανά μονάδα χρόνου) των δευτερογενών ηλεκτρονίων που εκπέμπονται σχετίζεται κυρίως με την κλίση της επιφάνειας του δοκιμίου ως προς τον άξονα της προσπίπτουσας δέσμης. Τα ηλεκτρόνια αυτά συλλέγονται από ανιχνευτή (detector) και η παραγόμενη τάση ενισχύεται και διοχετεύεται στον καθοδικό σωλήνα. Η ένταση μεταβάλλεται ηλεκτρονικά ανάλογα με την ένταση της δέσμης των δευτερογενών ηλεκτρονίων. Έτσι, επάνω στην φθορίζουσα οθόνη σχηματίζεται ανάγλυφη η εικόνα της επιφάνειας που σαρώνεται στο δοκίμιο.



Σχήμα ΙΙ.17 Διάγραμμα λειτουργίας μικροσκοπίου

<u>Δευτερογενή ηλεκτρόνια</u>

Όταν ένα δείγμα βομβαρδίζεται με ηλεκτρόνια, μέρος αυτών των ηλεκτρονίων συγκρούεται πραγματικά και μετατοπίζει τα ηλεκτρόνια από τις τροχιές (στοιβάδες) που καταλαμβάνουν γύρω από τους πυρήνες των ατόμων που αποτελούν το δείγμα. Αυτή η ανελαστική σκέδαση των ηλεκτρονίων έχει ως αποτέλεσμα την παραγωγή δευτερογενών ηλεκτρονίων στα οποία οφείλεται η ισχυρότερη περιοχή του ενεργειακού φάσματος ηλεκτρονίων.

Η παραγωγή των δευτερογενών ηλεκτρονίων σχετίζεται πολύ με την τοπογραφία του δείγματος. Λόγω της χαμηλής ενέργειάς τους (5eV) μόνο τα δευτερογενή ηλεκτρόνια που βρίσκονται πολύ κοντά στην επιφάνεια του δείγματος (<10 nm) μπορούν να εξέλθουν του δείγματος και να εξεταστούν. Οποιαδήποτε αλλαγή στην τοπογραφία του δείγματος που είναι μεγαλύτερη από το βάθος διείσδυσης θα αλλάξει την παραγωγή των δευτερογενών ηλεκτρονίων λόγω της διαφορετικής απόδοσης στη συλλογή ηλεκτρονίων. Η συλλογή αυτών των ηλεκτρονίων πραγματοποιείται με τη χρήση ενός «συλλέκτη» συνδεδεμένου με τον ανιχνευτή δευτερογενών ηλεκτρονίων.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια

Τα οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια αποτελούνται από υψηλής ενέργειας ηλεκτρόνια που προέρχονται από τη δέσμη ηλεκτρονίων, τα οποία ανακλώνται ή οπισθοσκεδάζονται από την αλληλεπίδραση με τον όγκο του δείγματος. Η παραγωγή οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων ποικίλλει άμεσα με τον ατομικό αριθμό του δείγματος. Αυτή η διαφορετική παραγωγή είναι η αιτία που τα στοιχεία υψηλότερου ατομικού αριθμού εμφανίζονται φωτεινότερα σε σχέση με τα στοιχεία χαμηλότερου ατομικού αριθμού. Αυτή η αλληλεπίδραση χρησιμοποιείται για να διαφοροποιήσει μέρη του δείγματος που έχουν διαφορετικό μέσο ατομικό αριθμό.

II.3.7. Σκληρότητα-Μικροσκληρότητα

Τα θερμικά και μηχανικά φορτία κατά τη διάρκεια μιας κατεργασίας επιφέρουν αλλαγές στις ιδιότητες του υλικού πολύ κοντά στην επιφάνεια, μία από τις σπουδαιότερες των οποίων είναι η σκληρότητα.

Ως σκληρότητα [66] ενός υλικού ορίζεται η αντίσταση που προβάλλει το υλικό αυτό, στην κάθετη διείσδυση ενός άλλου σώματος μεγαλύτερης σκληρότητας από αυτήν του εξεταζόμενου υλικού. Η σκληρότητα είναι τόσο μεγαλύτερη όσο μικρότερη είναι η διείσδυση του σκληρού υλικού αναφοράς και συνδέεται άμεσα με άλλες μηχανικές ιδιότητες του υλικού.

Μία από τις μεθόδους μέτρησης της σκληρότητας είναι η μέτρηση κατά Vickers. Στη μέθοδο αυτή εφαρμόζεται μία μικρή σταθερή δύναμη σε μία αδαμάντινη πυραμίδα, τετραγωνικής βάσης, της οποίας η γωνία κορυφής είναι 136° (είναι η γωνία που σχηματίζουν οι εφαπτόμενες στη σφαίρα Brinell όταν d/D=0,375 (σχήμα 6.7)). Το πηλίκο της δύναμης που χρησιμοποιήθηκε προς την επιφάνεια του αποτυπώματος που προκλήθηκε, μας δίνει το μέτρο της σκληρότητας.

Η σκληρότητα Vickers, για την κλίμακα από 5 έως 1000 Vickers δίνεται σε kg/mm² και υπολογίζεται από την σχέση:

HV
$$\eta VPN = \frac{F}{d^2} 2\eta \mu \frac{136^\circ}{2} = 1.854 \frac{F}{d^2}$$

όπου *F* η εφαρμοζόμενη δύναμη (5-120kg) για 15 sec και d η μέση τιμή των δύο διαγωνίων του αποτυπώματος.



Σχήμα ΙΙ.18 Γεωμετρία του ίχνους του διεισδυτή της μεθόδου Vickers.

Οι τιμές Brinell (BHN) και Vickers (VPN) συμπίπτουν, σχεδόν, μέχρι περίπου την τιμή 400. Για τιμές σκληρότητας υψηλότερες των 400, η μέθοδος Vickers είναι ακριβέστερη.

Η μέτρηση της σκληρότητας των δοκιμίων πραγματοποιήθηκε με μικροσκληρόμετρο, μάρκας Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD με τη μέθοδο Vickers. Η μικροσκληρότητα των δοκιμίων μετρήθηκε με εφαρμογή φορτίου της τάξης των 300 g, το οποίο εφαρμόστηκε για 15 sec. Η κάθε σκληρομέτρηση πραγματοποιήθηκε σε απόσταση τουλάχιστον x=300 μm από την προηγούμενη ικανοποιώντας την εμπειρική σχέση x≥2,5d όπου d η διάμετρος του αποτυπώματος έτσι ώστε η μέτρηση να μην επηρεάζεται από την προϋπάρχουσα πλαστική παραμόρφωση των γειτονικών περιοχών.

Η μικροσκληρομέτρηση επιτρέπει τη μελέτη της σκληρότητας σε μια πολύ μικρή περιοχή του υλικού. Επιτρέπει, για παράδειγμα, τον προσδιορισμό της σκληρότητας ενός κόκκου, διαμέτρου μερικών δεκάδων μικρομέτρων ή μιας πολύ μικρής επιφάνειας. Τα μετρούμενα δοκίμια θα πρέπει να έχουν εξαιρετικά λείες επιφάνειες και για τον σκοπό αυτό, υποβάλλονται σε κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία (λείανση και στίλβωση).



Σχήμα ΙΙ.19 Μικροσκληρόμετρο Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD

Ο προσδιορισμός της περιοχής μικροσκληρομέτρησης, καθώς επίσης και η μέτρηση των διαγωνίων του αποτυπώματος, γίνεται με τη βοήθεια οπτικού μικροσκοπίου.

II.3.8.Δοκιμές Εφελκυσμού

Προκειμένου να εξεταστούν τα δοκίμια και σε μακρο-κλίμακα, έγιναν πειράματα εφελκυσμού.

Τρία δοκίμια εφελκυσμού, κατεργάστηκαν κάθετα στη διεύθυνση της συγκόλλησης σύμφωνα με το πρότυπο ASTM Ε 8Μ-04 (σχήμα ΙΙ.20).



Σχήμα ΙΙ.20 Δοκίμια εφελκυσμού

Μια MTS υδραυλική μηχανή μηχανικών δοκιμών με μέγιστο φορτίο 100 kN χρησιμοποιήθηκε για να γίνουν τα πειράματα εφελκυσμού, με ταχύτητα παραμόρφωσης ίση με 0.5 mm/min. Η επιμήκυνση μετρήθηκε με ένα επιμηκυνσιόμετρο Epsilon ±25 mm (σχήμα II.21)



Σχήμα ΙΙ.21 Υδραυλική μηχανή μηχανικών δοκιμών

II.3.9. Νανοδιείσδυση (nanoidentation)

Τα δοκίμια που εξετάστηκαν με τη μέθοδο της νανοδιείσδυσης είναι τα βέλτιστα που προέκυψαν για τα δύο είδη σωματιδίων ενίσχυσης. Για μετρήσεις των νανομηχανικών ιδιοτήτων των δειγμάτων χρησιμοποιήθηκε η διάταξη Hysitron TriboLab[®], του Εργαστηρίου Προηγμένων Σύνθετων, Νάνο Υλικών και Νανοτεχνολογίας, της Σχολής Χημικών Μηχανικών Ε.Μ.Π. (σχήμα II.22 και II.23), η οποία επιτρέπει την εφαρμογή φορτίων από 1 έως 30.000μΝ και την καταγραφή του βάθους διείσδυσης σαν συνάρτηση των εφαρμοζόμενων φορτίων με υψηλή διακριτική ικανότητα φορτίων (1nN) και μετατόπισης της ακίδας. Τα δείγματα τοποθετούνται σε ειδικές θέσεις πάνω στην τράπεζα, η κίνηση της οποίας ελέγχεται από υπολογιστή.



Σχήμα ΙΙ.22.: Διάταξη Νανοδιείσδυσης Hysitron TriboLab[®].

Στη συγκεκριμένη περίπτωση, η διάταξη είναι εξοπλισμένη με ένα μικροσκόπιο σάρωσης με ακίδα (Scanning Probe Microscope-SPM), στο οποίο μία αιχμηρή ακίδα κινείται κατά μήκος του δείγματος ώστε να είναι δυνατή η λήψη εικόνων του δείγματος. Όπως αναφέρθηκε, αυτό που καταγράφεται στο συγκεκριμένο πείραμα αλλά και σε αντίστοιχα πειράματα, είναι το βάθος διείσδυσης του εντυπωτή και το εφαρμοζόμενο φορτίο, τα οποία καταγράφονται αυτόματα κατά την επαφή της ακίδας με το δείγμα. Ένα σύνολο από 10 μετρήσεις για κάθε σημείο που έχει οριστεί, είναι αρκετό ώστε από το μέσο όρο τους να προκύψουν οι μέσες τιμές σκληρότητας (Η) και μέτρου ελαστικότητας (Ε) του δείγματος. Η απόσταση ανάμεσα στα σημεία διεξαγωγής των μετρήσεων ήταν 1mm, ενώ οι συνθήκες που επικρατούσαν μέσα στον θάλαμο των μετρήσεων ήταν 45% σχετική υγρασία και θερμοκρασία 23°C. Το όργανο συνδέεται με υπολογιστή, ο οποίος βοηθά στην εισαγωγή των δεδομένων στο όργανο και αντίστοιχα στην αποτύπωση των αποτελεσμάτων των μετρήσεων.



Σχήμα ΙΙ.23: Η διάταξη Hysitron TriboLab[®] εσωτερικά.

Όλες οι μετρήσεις πραγματοποιήθηκαν με ακίδα τύπου Berkovich με ακτίνα καμπυλότητας ~100nm. Η ακίδα αυτή είναι ένα διαμάντι με γεωμετρία πυραμίδας τριών επιπέδων. Τα γεωμετρικά της χαρακτηριστικά παρουσιάζονται στο σχήμα II.24



Σχήμα II.24.: Ακίδα γεωμετρίας .Berkovich

ΙΙΙ. ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ ΚΑΙ ΣΥΖΗΤΗΣΗ

ΙΙΙ.1 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΜΕ ΣΩΜΑΤΙΔΙΑ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ SIC/CNT

III.1.1 Μακροσκοπική μελέτη δοκιμίων

Με τη μακροσκοπική παρατήρηση των συγκολλημένων δοκιμίων αποκτάται μια γενική εικόνα της ποιότητας της συγκόλλησης. Φανερώνονται ατέλειες και μια γενική μορφή του τρόπου ροής του υλικού και του διαχωρισμού μεταξύ των ζωνών της συγκόλλησης, δηλαδή: της ζώνης ανάδευσης (nugget), της θερμο-μηχανικά επηρεασμένης ζώνης (TMAZ) και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (HAZ).

Στο Σχήμα III.1 παρουσιάζεται η μακροδομή των επτά (7) δοκιμίων που συγκολλήθηκαν, σύμφωνα με τις συνθήκες του Πίνακα II.2.

Η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου 7 (συγκόλληση χωρίς ενίσχυση) έχει τυπική μορφολογία συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση και απουσία ελαττωμάτων.

Όσον αφορά στα δοκίμια 1 έως 4, όπως είναι φανερό, όσο η ταχύτητα πρόωσης αυξάνεται τόσο η δομή στη ζώνη ανάδευσης γίνεται λιγότερο ομοιογενής. Στο δοκίμιο 4 μάλιστα, σημαντική συσσωμάτωση των σωματιδίων ενίσχυσης παρατηρείται στο κάτω μέρος, αλλά και στην άκρη της ζώνης ανάδευσης προς την προωθούμενη πλευρά.

Το δοκίμιο 6 παρουσιάζει μια σχετικά μεγάλου πάχους επιφανειακή περιοχή (flow arm) όπου η ανάδευση του υλικού είναι ανεπαρκής και συνεπώς αναμένεται να χαρακτηρίζεται από απουσία σωματιδίων ενίσχυσης.

Η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου 5 ομοιάζει μορφολογικά με αυτήν του δοκιμίου 1 και τα δυο αυτά δοκίμια εμφανίζουν τα καλλίτερα μακροδομικά χαρακτηριστικά.

Ετσι λοιπόν προκρίνονται τα δοκίμια 1 και 5 που θα εξεταστούν περεταίρω μέσω οπτικού και ηλεκτρονικού μικροσκοπίου, καθώς επίσης και με μετρήσεις μικροσκληρότητας.



Σχήμα ΙΙΙ.1: Μακρογραφίες : (a) no 1, (b) no 2, (c) no 3, (d) no 4, (e) no 5, (f) no 6, (g) no 7.

III.1.2 Μικροσκοπική μελέτη δοκιμίων

Με τη μικροσκοπική παρατήρηση των δοκιμίων αποκτάται καλύτερη και πληρέστερη εικόνα για την ποιότητα της συγκόλλησης, το μέγεθος των ατελειών και τη μικροδομή των υλικών. Προϋπόθεση για τη σωστή παρατήρησή τους είναι η κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία και η χημική προσβολή με τη οποία αποκαλύπτεται η μικροδομή του υλικού.

Στο σχήμα III.2 παρατηρούμε τις μικροδομές της ζώνης ανάδευσης από το οπτικό μικροσκόπιο για τα δοκίμια 1, 5 και 7 . Δεν παρατηρούνται μεγάλες διαφορές μεταξύ του 7 (χωρίς σωματίδια ενίσχυσης) και των δοκιμίων 1, 5. Σε όλες τις φωτογραφίες παρουσιάζονται μικροί και ισοαξονικοί κόκκοι.

Το μέγεθος κόκκων για το μέταλλο βάσης AA5083-H111 έχει μέση διάμετρο 26 μm, ενώ τα αντίστοιχα μεγέθη για τις ζώνες ανάδευσης των δοκιμίων 1, 5 και 7 είναι 8,2 μm, 8 μm και 6,6 μm, αντίστοιχα. Η μεγάλη αυτή μείωση στο μέγεθος των κόκκων οφείλεται στο φαινόμενο της δυναμικής ανακρυστάλλωσης που συμβαίνει στη ζώνη αυτή κατά τη διάρκεια της FSW [52,53,54].



Σχήμα III.2: Οπτικές μικρογραφίες των δοκιμίων (a) no 1, (b) no 5, (c) no 7

Τα φαινόμενα της δυναμικής ανακρυστάλλωσης πηγάζουν από την τάση που έχει το εκάστοτε υλικό να μειώσει την εσωτερική ενέργεια της μικροδομής του που έχει αυξηθεί επειδή οι διαταραχές συσσωρεύονται στη διογκωμένη περιοχή των ορίων των κόκκων με αποτέλεσμα την περαιτέρω σκλήρυνση του υλικού. Αυτό συμβαίνει διαμέσου της δημιουργίας νέων κόκκων με σχετικά μικρότερη πυκνότητα διαταραχών στο εσωτερικό τους.

Υπάρχουν τρία είδη δυναμικής ανακρυστάλλωσης:

1) Η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση (Discontinuous dynamic recrystallization – DDRX) η οποία περιλαμβάνει το σχηματισμό πυρήνων ανακρυσταλλωμένων κόκκων και την επακόλουθη ανάπτυξη αυτών.

Σε υλικά με εδροκεντρωμένη κυβική κρυσταλλική δομή και υψηλή ενέργεια σφαλμάτων επιστοίβασης, όπως είναι το υψηλής καθαρότητας αλουμίνιο, η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση περιορίζεται από τη δυναμική αποκατάσταση (dynamic recovery) χωρίς αυτό να αποκλείει το γεγονός της εμφάνισης ασυνεχούς δυναμικής ανακρυστάλλωσης σε υψηλές θερμοκρασίες και σε περιπτώσεις που το υλικό παραμορφώνεται υπό συγκεκριμένες τιμές της παραμέτρου Ζ.

2) Η συνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση (Continuous dynamic recrystallization -CDRX) κατά την οποία παρατηρείται αύξηση της γωνίας αποπροσανατολισμού των υποκόκκων από το εσωτερικό του κόκκου προς τα όριά του και τελικά διακριτοποίηση των υποκόκκων μέσω δημιουργίας νέων κόκκων. Για μικρά επίπεδα παραμόρφωσης του υλικού οι διαταραχές αρχίσουν να συσσωρεύονται στα υπάρχοντα όρια των κόκκων και σε μικρότερο βαθμό σε αυτά των υποκόκκων. Καθώς η πλαστική παραμόρφωση αυξάνεται, το ίδιο συμβαίνει και με το ποσοστό των διαταραχών οι οποίες συσσωρεύονται στα όρια των υποκόκκων οι οποίοι έχουν αρχικά χαμηλή γωνία αποπροσανατολισμού. Η γωνία αποπροσανατολισμού των υποκόκκων αυξάνεται λόγω της συσσώρευσης των διαταραχών στα όριά τους και τελικά αυτοί αποσχίζονται και μετατρέπονται σε κόκκους.

3) Η γεωμετρική δυναμική ανακρυστάλλωση (Geometric dynamic recrystallization-GDRX) όπου τα αρχικά όρια των κόκκων αναπτύσσουν οδοντώσεις και τελικά διαχωρίζονται όταν το μήκος κύματος των οδοντώσεων εξισωθεί με το μέγεθος των υποκόκκων.

Σε ορισμένες περιπτώσεις η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση δρα συνεργατικά με τη συνεχή ή τη γεωμετρική δυναμική ανακρυστάλλωση.

Στη συνέχεια τα δοκίμια εξετάστηκαν μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης. Παρόλη τη μεγέθυνση, καμία συσσωμάτωση δεν παρατηρήθηκε και στα δυο δοκίμια, γεγονός που αποδεικνύει την πολύ καλή διασκόρπιση των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης.



Στο σχήμα III.3 παρατηρείται η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου 1

Σχήμα ΙΙΙ.3 : Ηλεκτρονικες μικρογραφίες της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου 1 (a) x1000, (b) x3500, (c, d) x7500.

Ακόμα και με μεγέθυνση x7500 (Σχήμα III.3 c, d), τα σωματίδια ενίσχυσης συνεχίζουν να μην είναι εμφανή. Η παρουσία τους παρόλα αυτά αποδεικνύεται από την ανάλυση EDS. Ο άνθρακας, που προέρχεται αποκλειστικά από την ενίσχυση, είναι ανιχνεύσιμος σε μεγάλα ποσοστά σε κάθε σημειακή ανάλυση EDS, όπως φαίνεται και από τα σχήματα III.4-III.7. Το Mg και το Mn ανιχνεύονται επίσης, ως κραματικά στοιχεία του κράματος AA5083, ενώ το οξυγόνο ανιχνεύεται μάλλον από τη συμμετοχή του στο στρώμα οξειδίου (Al₂O₃) που σχηματίζεται από τη χημική αντίδραση του κράματος του αλουμινίου με το οξυγόνο του αέρα. Σε αυτό το σημείο πρέπει να αναφερθεί ότι το ποσοστό του άνθρακα δεν σχολιάζεται, επειδή ο άνθρακας έχει χαμηλό ατομικό βάρος σαν στοιχείο και άρα αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ύπαρξη μεγάλου περιθωρίου για λάθος. Το γεγονός ότι δεν

ανιχνεύεται καθόλου πυρίτιο, οφείλεται στο μικρό ποσοστό του στη σύσταση του μίγματος των σωματιδίων.



Σχήμα III.4: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 1



Σχήμα III.5: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 1



Σχήμα III.6: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 1



Σχήμα ΙΙΙ.7: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 1

Όσον αφορά στο δοκίμιο 5 τα αποτελέσματα της μελέτης με SEM και η ανάλυση EDS παρουσιάζουν όμοια αποτελέσματα με αυτά του δοκιμίου 1.

Διάφορες περιοχές της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου 5 παρουσιάζονται στο σχήμα ΙΙΙ.8 ενώ στα σχήματα ΙΙΙ.9-ΙΙΙ.12 παρουσιάζονται οι αντίστοιχες σημειακές EDS αναλύσεις.



Σχήμα ΙΙΙ.8: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου 5 (a) x1000, (b) x3500, (c, d) x7500.



Σχήμα ΙΙΙ.9: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 5



Σχήμα ΙΙΙ.10: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 5



Σχήμα ΙΙΙ.11: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 5



Σχήμα ΙΙΙ.12: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 5

III.1.3 Μικροσκληρομετρήσεις

Μετά την ανάλυση της μικροδομής, μετρήθηκε η κατανομή των τιμών μικροσκληρότητας, τόσο για τα δυο ενισχυμένα με σωματίδια δοκίμια, όσο και για το μη ενισχυμένο. Η μέση τιμή της μικροσκληρότητας για το μέταλλο βάσης του AA5083-H111 μετρήθηκε στα ~80 HV0.3 (θα χρησιμοποιηθεί ως μέτρηση αναφοράς).

Πρώτα συγκρίθηκαν τα δύο δοκίμια προκείμενου να καθοριστεί ποιο είναι εκείνο με την καλύτερη κατανομή μικροσκληρότητας. Η κατανομή μικροσκληρότητας για τα δοκίμια 1 και 5 (για δύο διαφορετικά βάθη στη ζώνη συγκόλλησης) παρουσιάζονται στο σχήμα ΙΙΙ.13 και σχήμα ΙΙΙ.14, αντίστοιχα.

Στην σχήμα III.15 παρατηρείται η σύγκριση μεταξύ των δύο αυτών δοκιμίων για το ίδιο βάθος (1mm από την επιφάνεια).

Το δοκίμιο 1 έχει υψηλότερες τιμές σκληρότητας σε όλες τις ζώνες εκτός από τη ζώνη ανάδευσης, όπου δεν υπάρχει κάποια ουσιαστική διαφορά μεταξύ των δύο. Κατά συνέπεια για τη συνέχεια της μελέτης επιλέχθηκε το **δοκίμιο 1** ως **βέλτιστο**.

Όπως παρατηρείται στην εικόνα σχήμα III.13, το προφίλ της μικροσκληρότητας για το βέλτιστα ενισχυμένο με σωματίδια δοκίμιο (δοκίμιο 1) είναι σχεδόν σταθερό στη ζώνη ανάδευσης (~85 HV) αλλά υψηλότερο σε σύγκριση με εκείνο του μετάλλου βάσης του AA5083-H111, και αυτό και για τα δύο βάθη σε σχέση με την επιφάνεια της συγκόλλησης. Το ίδιο παρατηρείται ότι ισχύει και για τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη αλλά όχι για τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη.

Όσον αφορά το σχήμα III.16, η κατανομή της μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης (σε απόσταση 2 mm από την επιφάνεια της συγκόλλησης) του μη ενισχυμένου δοκιμίου παρουσιάζει χαμηλότερες τιμές (~80 HV) σε σύγκριση με αυτές του ενισχυμένου. Αυτό οφείλεται στη σκλήρυνση της μήτρας λόγω της παρουσίας των σωματιδίων ενίσχυσης (III.1.4). Η ΘΕΖ και στις δύο περιπτώσεις παρουσιάζει χαμηλότερες τιμές (~75 HV) συγκρινόμενες με εκείνες του μετάλλου βάσης κυρίως λόγω της ανόπτησης που λαμβάνει χώρα που οδηγεί στην επαναφορά του υλικού σε κατάσταση Ο (ανοπτημένη κατάσταση).



Σχήμα III.13: Κατανομή μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 1. Οι κάθετες γραμμές αναφέρονται στα όρια των ζωνών για την κατανομή σκληρότητας στα 2mm από την επιφάνεια.



Σχήμα III.14: Κατανομή μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 5. Οι κάθετες γραμμές αναφέρονται στα όρια των ζωνών για την κατανομή σκληρότητας στα 2mm από την επιφάνεια.



Σχήμα III.15: Σύγκριση της κατανομής μικροσκληρότητας για τα δοκίμιο 1 και 5 και για βάθος 1mm από την επιφάνεια.



Σχήμα III.16: Σύγκριση της κατανομής μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 1 και για τη συγκόλληση χωρίς ενίσχυση, σε βάθος 2mm από την επιφάνεια.

III.1.4. Πειράματα εφελκυσμού

Τρία δοκίμια δημιουργήθηκαν με τις βέλτιστες συνθήκες συγκόλλησης του δοκιμίου 1. Η χαρακτηριστική καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης για ένα από αυτά τα δοκίμια, καθώς και εκείνη μιας συγκόλλησης χωρίς σωματίδια ενίσχυσης, παρουσιάζονται στο σχήμα ΙΙΙ.17



Σχήμα ΙΙΙ.17 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης για τις συγκολλήσεις: με ενίσχυση SiC/CNT και χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης.

Ο πίνακας ΙΙΙ.1 παρουσιάζει τα αποτελέσματα του εφελκυσμού όλων των δοκιμίων με και χωρίς ενίσχυση. Πιο συγκεκριμένα, δίνονται οι μέσες τιμές (για 3 δοκίμια ανά είδος συγκόλλησης) για το μέτρο ελαστικότητας, το όριο διαρροής, τη μέγιστη αντοχή σε εφελκυσμό, και το ποσοστό επιμήκυνσης.

Πίνακας ΙΙΙ.1 Συγκριτικός πίνακας για το δοκίμιο με ενίσχυση σωματιδίων SiC/CNT και χωρίς ενίσχυση

	Young's Modulus	Yield Stress	UTS	Elongation
Specimen	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
Without Reinforcement	64,1 ± 3,1	135 ± 3	282,7 ± 5,6	20,5 ± 1
With SiC/CNT	68,3 ± 3,1	138 ± 7	298,5 ± 5,1	16,7 ± 2,1

Τα δοκίμια που ήταν ενισχυμένα με SiC/CNT παρουσίασαν ελαφρώς μεγαλύτερο UTS και χαμηλότερο ποσοστό επιμήκυνσης σε σχέση με τα μη ενισχυμένο AA5083, γεγονός αναμενόμενο λόγω της παρουσίας της ενίσχυσης. Αντίθετα δεν παρουσίασαν διαφορές οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και του ορίου διαρροής τους.

Όλα τα δοκίμια έσπασαν στην περιοχή ελάχιστης σκληρότητας, δηλαδή στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Αυτό φανερώνει καλή ανάμειξη και διασκόρπιση της σκόνης ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης.

Σε ότι αφορά στους **μηχανισμούς ισχυροποίησης**, ισχύουν τα παρακάτω [23] : Οι διαταραχές κάτω από την επίδραση εξωτερικής διατμητικής τάσης ολισθαίνουν επάνω σε συγκεκριμένα κρυσταλλικά επίπεδα, τα οποία ονομάζονται επίπεδα ολίσθησης, με αποτέλεσμα την παραγωγή πλαστικής παραμόρφωσης στο υλικό. Η κρίσιμη τιμή της διατμητικής τάσης στην οποία ξεκινάει η ολίσθηση των διαταραχών είναι το όριο διαρροής μονοκρυστάλλου σε διάτμηση, τ_ο, το οποίο σχετίζεται άμεσα με το όριο διαρροής πολυκρυσταλλικού υλικού σε εφελκυσμό, σ_ο, μέγεθος που καθορίζεται εύκολα πειραματικά μέσω της δοκιμής εφελκυσμού. Η αντοχή των μεταλλικών υλικών, δηλαδή η αντίσταση που προβάλλουν στην πλαστική παραμόρφωση, μπορεί να αυξηθεί με την παρεμπόδιση της ολίσθησης των διαταραχών στους κρυστάλλους. Παρεμπόδιση στην ολίσθηση διαταραχών μπορούν να προβάλλουν διάφορα στοιχεία της μικροδομής του υλικού, όπως το κρυσταλλικό πλέγμα (πλεγματική αντίσταση), άλλες διαταραχές (κινητές ή ακίνητες), άτομα κραματικών στοιχείων (αντικατάστασης ή παρεμβολής), τα όρια κόκκων, καθώς και σωματίδια δευτερευουσών φάσεων. Καθένα από τα παραπάνω στοιχεία προβάλλει μία συγκεκριμένη ειδική αντίσταση στην ολίσθηση των διαταραχών και συνιστά έναν ξεχωριστό μηχανισμό ισχυροποίησης των μεταλλικών υλικών. Οι βασικότεροι μηχανισμοί ισχυροποίησης των μεταλλικών υλικών είναι οι παρακάτω:

- Η πλεγματική αντίσταση, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλει το ίδιο το κρυσταλλικό πλέγμα στην ολίσθηση διαταραχών μέσα σε αυτό.
 Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από την πυκνότητα του επιπέδου και της διεύθυνσης ολίσθησης.
- ii. Η εργοσκλήρυνση, που οφείλεται στη ραγδαία αύξηση της πυκνότητας των διαταραχών και στην αλληλεπίδραση μεταξύ τους με την αύξηση της πλαστικής παραμόρφωσης. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το ποσοστό πλαστικής παραμόρφωσης που έχει υποστεί το υλικό.
- iii. Η ισχυροποίηση λόγω δημιουργίας στερεού διαλύματος ή κραμάτωσης, που οφείλεται στην αλληλεπίδραση των διαταραχών με άτομα παρεμβολής ή αντικατάστασης. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από την περιεκτικότητα του κράματος στα διάφορα κραματικά στοιχεία.
- iv. Η ισχυροποίηση από όρια κόκκων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλουν τα όρια των κόκκων στην ολίσθηση των διαταραχών. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το μέγεθος των κόκκων (Νόμος Hall-Petch).
- ν. Ισχυροποίηση από κατακρήμνιση λόγω γήρανσης και διασπορά δευτερευουσών φάσεων, που οφείλεται στην αντίσταση που προβάλουν σωματίδια άλλων φάσεων. Οδηγεί σε εξάρτηση του ορίου διαρροής από το κλάσμα όγκου και το μέσο μέγεθος των σωματιδίων των δευτερευουσών φάσεων (Μηχανισμός Orowan).

Σε οποιοδήποτε κραματικό σύστημα είναι δυνατόν να λειτουργεί ένας ή περισσότεροι από τους παραπάνω μηχανισμούς ισχυροποίησης. Η σύγχρονη φιλοσοφία στο σχεδιασμό κραμάτων (alloy design) είναι η ταυτόχρονη χρήση διαφόρων μηχανισμών ισχυροποίησης για τη διαμόρφωση της συνολικής αντοχής του κράματος.

III.1.5. Νανοδιείσδυση

Σε ότι αφορά τα αποτελέσματα των μετρήσεων της νανοσκληρότητας παρατηρούμε τα εξής:

Οι τιμές της νανοσκληρότητας του δοκιμίου χωρίς ενίσχυση είναι χαμηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης, σε όλες τις ζώνες συγκόλλησης (σχήμα III.18).

Αντίθετα οι τιμές της νανοσκληρότητας με ενίσχυση σωματιδίων SiC/CNT είναι υψηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης, μόνο όμως στη ζώνη ανάδευσης (σχήμα III.19).

Σε ότι αφορά τα αποτελέσματα των μετρήσεων του μέτρου ελαστικότητας παρατηρούμε ότι οι τιμές του είναι περίπου ίδιες και για τα δύο είδη συγκολλήσεων (με και χωρίς ενίσχυση) (σχήμα III.20 και III.21)

Όλα τα παραπάνω αποτελέσματα των δοκιμών νανοδιείσδυσης, τόσο για τη νανοσκληρότητα όσο και για το μέτρο ελαστικότητας, είναι σε συμφωνία με εκείνα των μικροσκληρομετρήσεων και των δοκιμών εφελκυσμού, αντίστοιχα.



ΣχήμαΙΙΙ.18 Κατανομή νανοσκληρότητας για το μη ενισχυμένο με σωματίδια δοκίμιο



Σχήμα ΙΙΙ.19 Κατανομή νανοσκληρότητας για το δοκίμιου που ενισχύθηκε με SiC/CNT's



Σχήμα ΙΙΙ.20 Κατανομή του μέτρου ελαστικότητας για το δοκίμιου που ενισχύθηκε με SiC/CNT's



Σχήμα III.21 Κατανομή του μέτρου ελαστικότητας για το μη ενισχυμένο με σωματίδια δοκίμιο

ΙΙΙ.2 ΣΥΓΚΟΛΛΗΣΕΙΣ ΜΕ ΣΩΜΑΤΙΔΙΑ ΕΝΙΣΧΥΣΗΣ SIC/CNT/Al2O3

III.2.1 Μακροσκοπική μελέτη δοκιμίων

Στο σχήμα III.22 παρουσιάζεται η μακροδομή των τεσσάρων δοκιμίων που συγκολλήθηκαν με τις συνθήκες του πίνακα II.3. Όπως είναι φανερό όσο αυξάνεται ο αριθμός των πάσων τόσο καλύτερη γίνεται η διασπορά των σωματιδίων. Τα δοκίμια 8 (+-+) και 9 (+++) παρουσιάζουν ελαττώματα, λόγω συσσωμάτωσης σωματιδίων. Με την αύξηση των πάσων για τα δοκίμια 10 (+-+-) και 11(++++) η δομή γίνεται πιο ομοιογενής, λόγω καλύτερης διασποράς των σωματιδίων ενίσχυσης. Μάλιστα η ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου 10 είναι πολύ κοντά μορφολογικά με αυτήν του δοκιμίου 11.



Σχήμα III.22 : Μακρογραφίες για τα δοκίμια (a) no 9, (b) no 8, (c) no 11, (d) no 10

III.2.2 Μικροσκοπική μελέτη δοκιμίων

Στο σχήμα III.23 παρουσιάζεται η μικροδομή των ζωνών ανάδευσης των τεσσάρων συγκολλήσεων.

Από το σχήμα αυτό φαίνεται ότι τα δοκίμια 8 και 9 παρουσιάζουν ελαττώματα, λόγω συσσωμάτωσης των σωματιδίων ενίσχυσης, ενώ αντίθετα, τα δοκίμια 10 και 11 παρουσιάζουν ομοιογενή μικροδομή στη ζώνη ανάδευσης.



Σχήμα ΙΙΙ.23 Οπτικές μικρογραφίες των ζωνών ανάδευσης των δοκιμίων : (a) no 9, (b) no 8, (c) no 11, (d) no 10

Βάσει των παραπάνω, η περαιτέρω μελέτη εστιάστηκε στα δοκίμια 10 και 11. Προκειμένου να επιλεγεί το βέλτιστο έγιναν μετρήσεις μικροσκληρότητας στα δύο αυτά δοκίμια.

III.2.3 Μικροσκληρομετρήσεις

Η κατανομή μικροσκληρότητας για τα δοκίμια 10 (4 πάσα +-+-) και 11 (4 πάσα ++++) (για δύο διαφορετικά βάθη από τη επιφάνεια συγκόλλησης) παρουσιάζονται στο σχήμα III.24 και σχήμα III.25 αντίστοιχα.

Στο σχήμα III.26 δίνεται η σύγκριση των μικροσκληροτήτων των δύο δοκιμίων για βάθος 1mm από την επιφάνεια. Όπως παρατηρείται στο σχήμα αυτό, η διαφορά των τιμών μεταξύ των δύο δοκιμίων, είναι στα όρια του πειραματικού σφάλματος και συνεπώς δεν υπάρχει κάποια ουσιαστική διαφορά μεταξύ τους.

Όπως παρατηρείται στα σχήματα III.24 και III.25, οι τιμές των μικροσκληροτήτων των δοκιμίων 10 και 11 είναι ελαφρώς υψηλότερες (~85 HV) στη ζώνη ανάδευσης και περίπου ίδιες στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, σε σύγκριση με εκείνες του μετάλλου βάσης του AA5083-H111 (~75 HV), για κάθε βάθος σε σχέση με την επιφάνεια της συγκόλλησης. Όσον αφορά το σχήμα ΙΙΙ.27, η κατανομή της μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης του μη ενισχυμένου δοκιμίου (σε βάθος 1 mm από την επιφάνεια της συγκόλλησης) παρουσιάζει ελαφρώς χαμηλότερες τιμές (~80 HV) σε σύγκριση με αυτές του ενισχυμένου.

Η ΘΕΖ και στις δύο περιπτώσεις παρουσιάζει παρόμοιες τιμές με εκείνες του μετάλλου βάσης, γεγονός που οδηγεί στο συμπέρασμα ότι η θέρμανση αυτών των ζωνών, ήταν ήπια (ήπιος θερμικός κύκλος) και οπότε δεν επηρεάστηκε ιδιαίτερα η αρχική μικροδομή του υλικού.



Σχήμα ΙΙΙ.24: Κατανομή μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 10(+-+-). Οι κάθετες γραμμές αναφέρονται στα όρια των ζωνών την κατανομή σκληρότητας στα 2mm από την επιφάνεια.



Σχήμα III.25: Κατανομή μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 11(++++). Οι κάθετες γραμμές αναφέρονται στα όρια των ζωνών την κατανομή σκληρότητας στα 2mm από την επιφάνεια.



Σχήμα ΙΙΙ.26: Σύγκριση της κατανομής μικροσκληρότητας για τα δοκίμιο 10 (κόκκινο) και 11(πράσινο) για απόσταση 1mm από την επιφάνεια.



Σχήμα ΙΙΙ.27: Σύγκριση της κατανομής μικροσκληρότητας για το δοκίμιο 10 και τη συγκόλληση χωρίς ενίσχυση σε απόσταση 1mm από την επιφάνεια.

Βάσει όλων των ανωτέρω είναι φανερό ότι τα δοκίμια 10 και 11 εμφανίζουν ισοδύναμες ιδιότητες. Συνεπώς για την συνέχεια της μελέτης αυτής επελέγει το δοκίμιο 10 με κριτήριο να έχει την ίδια κατεύθυνση εναλλαγής των πάσων (+-+-) κατά την συγκόλληση με αυτήν του βέλτιστου δοκιμίου συγκόλλησης με ενίσχυση σωματιδίων SiC/CNT (+-+).

III.2.4. Ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης

Στην συνέχεια εξετάστηκε μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπία σάρωσης το δοκίμιο 10..

Διάφορες περιοχές της ζώνης ανάδευσης του δοκιμίου 10 παρουσιάζονται στο σχήμα III.28 ενώ στα σχήματα III.29-III.32 παρουσιάζονται οι αντίστοιχες σημειακές EDS αναλύσεις.

Οι ίδιες ακριβώς παρατηρήσεις και συμπεράσματα με αυτά της περίπτωσης της βέλτιστης συγκόλλησης με ενίσχυση σκόνης SiC/CNT (III.1.2) προκύπτουν και για την ενίσχυση με σωματίδια SiC/CNT/Al₂O₃.



Σχήμα ΙΙΙ.28: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες για τη ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου 10 : (a) x1000, (b) x3500, (c) x7500. d) 11000



Σχήμα ΙΙΙ.29: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 10



Σχήμα ΙΙΙ.30: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 10



Σχήμα III.31: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 10



Σχήμα ΙΙΙ.32: Ανάλυση EDS στη ζώνη ανάδευσης για το δοκίμιο 10

III.2.5 Πειράματα εφελκυσμού

Τρία δοκίμια δημιουργήθηκαν με τις βέλτιστες συνθήκες συγκόλλησης του δοκιμίου 10. Οι χαρακτηριστικές καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης για αυτά τα 3 δοκίμια, παρουσιάζονται στο σχήμα III.33.





SiC/CNT /Al2O3

Οι χαρακτηριστικές καμπύλες του βέλτιστου δοκιμίου συγκόλλησης με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3, σε σύγκριση με εκείνες χωρίς ενίσχυση, παρουσιάζονται στο σχήμα III.34



Σχήμα ΙΙΙ.34 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης για τις συγκολλήσεις με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3 και χωρίς προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης.

Ο πίνακας ΙΙΙ.2 δείχνει τις μέσες τιμές (τριών δοκιμίων) για το μέτρο ελαστικότητας, όριο διαρροής, μέγιστη αντοχή σε εφελκυσμό, και ποσοστό επιμήκυνσης, για τα δύο είδη συγκολλήσεων.

Πίνακας ΙΙΙ.2 Συγκριτικός πίνακας για το δοκίμιο με ενίσχυση σωματιδίων SiC/CNT και χωρίς ενίσχυση

	Young's Modulus	Yield Stress	UTS	Elongation
Specimen	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
Without Reinforcement	64,1 ± 3,1	135 ± 3	282,7 ± 5,6	20,5 ± 1
With SiC/CNT/Al2O3	77 ± 2	132,5 ± 2,5	276,6 ± 0,9	15,5 ± 0,7

Τα δοκίμια που ήταν ενισχυμένα με SiC/CNT/Al2O3 παρουσίασαν σχεδόν ίδια τιμή για το UTS σε σχέση με τα μη ενισχυμένα, ενώ το ποσοστό της επιμήκυνσης είναι σαφώς χαμηλότερο από αυτό του μη ενισχυμένου.

Όλα τα δοκίμια έσπασαν στην περιοχή ελάχιστης σκληρότητας, δηλ. στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη. Αυτό φανερώνει καλή ανάμειξη και διασκόρπιση της σκόνης στην ζώνη συγκόλλησης.

III.2.6 Νανοδιείσδυση

Σε ότι αφορά τα αποτελέσματα των μετρήσεων της νανοσκληρότητας παρατηρούμε τα εξής:

Τα δοκίμια με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3 εμφανίζουν τιμές νανοσκληρότητας που είναι ελαφρώς χαμηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης μόνο όμως στη ζώνη ανάδευσης, ενώ στις υπόλοιπες ζώνες είναι ταυτόσημες (σχήμα III.35).

Σε ότι αφορά στα αποτελέσματα των μετρήσεων του μέτρου ελαστικότητας παρατηρούμε ότι, ενώ εκτός της ζώνης ανάδευσης οι τιμές του ταυτίζονται με αυτές του μετάλλου βάσης, μέσα στη ζώνη ανάδευσης εμφανίζονται δύο αντίθετες τάσεις (σχήμα III.36). Συγκεκριμένα, στη μισή ζώνη προς την προωθούμενη πλευρά (left) οι τιμές είναι πολύ χαμηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης, στην άλλη μισή ζώνη προς την υποχωρούσα πλευρά (right) οι τιμές είναι πολύ μεγαλύτερες. Το αποτέλεσμα αυτό χρήζει περαιτέρω πειραματικής διερεύνησης.

Όλα τα παραπάνω αποτελέσματα των δοκιμών νανοδιείσδυσης, τόσο για τη νανοσκληρότητα όσο και για το μέτρο ελαστικότητας δεν είναι σε πλήρη συμφωνία με εκείνα των μικροσκληρομετρήσεων και των δοκιμών εφελκυσμού αντίστοιχα, γεγονός που υποδηλώνει την πολυπλοκότητα των φαινομένων που λαμβάνουν χώρα, όταν χρησιμοποιείται ως σκόνη ενίσχυσης το μίγμα SiC/CNT/Al2O3.



Σχήμα ΙΙΙ.35 Κατανομή νανοσκληρότητας για το δοκίμιο που ενισχύθηκε με SiC/CNTs /Al₂O₃



Σχήμα ΙΙΙ.36 Κατανομή του μέτρου ελαστικότητας για το μη ενισχυμένο με σωματίδια δοκίμιο

III.3 Σύγκριση επίδρασης μίκρο- και νάνο- σωματιδίων ενίσχυσης στις μηχανικές ιδιότητες των FSW

Θέλοντας να συγκρίνουμε την επίδραση των σωματιδίων ενίσχυσης στις μηχανικές ιδιότητες (μικροσκληρότητα και εφελκυσμό) των συγκολλήσεων, πραγματοποιήσαμε μια ακόμα δοκιμή FSW χρησιμοποιώντας το ίδιο μέταλλο βάσης (AA5083 H111) και ως ενίσχυση σκόνη SiC νανοκλίμακας (μέσου μεγέθους κόκκων 20-30 nm).

Οι συνθήκες συγκόλλησης ήταν ίδιες με αυτές που χρησιμοποιήθηκαν για τη βέλτιστη συγκόλληση με σωματίδια ενίσχυσης SiC/CNT (Πίνακας ΙΙ.2, δοκίμιο 1).

Παρακάτω παρουσιάζεται η μικροδομή της ζώνης ανάδευσης αυτής της συγκόλλησης



Σχήμα ΙΙΙ.37 Οπτική μικρογραφία της ζώνης ανάδευσης της συγκόλλησης με προσθήκη σκόνης ενίσχυσης nano SiC

Στα δοκίμια αυτά πραγματοποιήθηκαν, όπως και στις προηγούμενες περιπτώσεις, μετρήσεις μικροσκληροτήτων και δοκιμές εφελκυσμού.

Παραθέτονται συγκριτικά τα αποτελέσματα τεσσάρων διαφορετικών συγκολλήσεων FSW, δηλαδή : (α) χωρίς ενίσχυση (β) με ενίσχυση nano SiC (γ) με ενίσχυση SiC/CNT και (δ) με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3.

Είναι εμφανές (σχήμα ΙΙΙ.38 και σχήμα ΙΙΙ.39) ότι στη ζώνη ανάδευσης των συγκολλήσεων, τις υψηλότερες τιμές μικροσκληρότητας εμφανίζει η συγκόλληση με ενίσχυση nano SiC και μάλιστα μεγαλύτερες αυτών του μετάλλου βάσης, ενώ αμέσως χαμηλότερα έρχεται το προφίλ των μετρήσεων της συγκόλλησης με ενίσχυση SiC/CNT. Όσον αφορά στη σκόνη ενίσχυσης SiC/CNT/Al2O3 και τη συγκόλληση χωρίς ενίσχυση, οι τιμές εμφανίζουν σχεδόν παρόμοιο προφίλ, πάντα με τιμές μικροσκληρότητας μικροσκληρότητας χαμηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης.



Σχήμα ΙΙΙ.38 Κατανομή μικροσκληροτήτων για τις τέσσερεις συγκολλήσεις : (α) χωρίς ενίσχυση-κίτρινη καμπύλη (β) με ενίσχυση nano SiC – κόκκινη καμπύλη (γ) με ενίσχυση SiC/CNT – πράσινη καμπύλη και (δ) με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3 – μπλέ καμπύλη



Σχήμα III.39 Μεγέθυνση της κεντρικής περιοχής του παραπάνω σχήματος.

Σε ότι αφορά στις δοκιμές εφελκυσμού, από το σχήμα ΙΙΙ.40 και τον Πίνακα ΙΙΙ.3 προκύπτουν τα εξής :

α) Οι συγκολλήσεις με ενίσχυση nano SiC και ενίσχυση micro SiC/CNT παρουσιάζουν παρόμοια συμπεριφορά σε εφελκυσμό. Ωστόσο, η προσθήκη του CNT στο SiC χειροτερεύει ελαφρά την συμπεριφορά αυτή, λόγω πιθανών συσσωματωμάτων CNT στη ζώνη ανάδευσης.

β) Η συγκόλληση με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3 εμφανίζει τη χειρότερη συμπεριφορά σε εφελκυσμό, γεγονός που μπορεί να αποδοθεί αφενός μεν στην ύπαρξη των CNT's αφετέρου δε και κυρίως, στη συνύπαρξη δυο κεραμικών ειδών σωματιδίων (SiC και Al2O3) και που οδηγεί σε συμπεριφορά χειρότερη από τη μη ενισχυμένη συγκόλληση.

γ) Σε όλες τις περιπτώσεις, η θραύση σε εφελκυσμό έλαβε χώρα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, δηλαδή στο σημείο που εμφανίζεται η χαμηλότερη αντοχή της συγκόλλησης, γεγονός που επιβεβαιώνει τη σωστή επιλογή των συνθηκών συγκόλλησης και εμμέσως την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης.



Σχήμα ΙΙΙ.40 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης για τις τέσσερεις συγκολλήσεις.
	Young's Modulus	Yield Stress	UTS	Elongation
Specimen	(GPa)	(MPa)	(MPa)	(%)
Without Reinforcement	64,1 ± 3,1	135 ± 3	282,7 ± 5,6	20,5 ± 1
With SiC/CNT				
(micro)	68,3 ± 3,1	138 ± 7	298,5 ± 5,1	16,7 ± 2,1
With SiC/CNT/Al2O3				
(micro)	77 ± 2	132,5 ± 2,5	276,6 ± 0,9	15,5 ± 0,7
With SiC				
(nano)	74,3 ± 3,5	130 ± 7,6	301,3 ± 3,5	17,6 ± 1,5

Πίνακας ΙΙΙ.3 Συγκριτικός πίνακας αποτελεσμάτων δοκιμών εφελκυσμού για τις τέσσερεις συγκολλήσεις

Ιν. Συμπερασματά

Ο σκοπός αυτής της εργασίας ήταν να μελετηθεί η εισαγωγή διαφόρων ειδών ενισχυτικών σε συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση κράματος AA5083-H111, προκειμένου να διερευνηθεί η επίδρασή τους στις μηχανικές ιδιότητες των συγκολλήσεων, μέσω μετρήσεων μικροσκληροτήτων, δοκιμών εφελκυσμού και νανοδιείσδυσης.

Οι συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση πραγματοποιήθηκαν χρησιμοποιώντας ως ενίσχυση δυο διαφορετικά μίγματα μικροσωματιδίων : SiC/CNT και SiC/CNT/Al2O3. Επίσης, για λόγους σύγκρισης πραγματοποιήθηκε και συγκόλληση με ενίσχυση νανοσωματιδίων SiC καθώς επίσης και χωρίς καμία ενίσχυση.

Τα κυριότερα συμπεράσματα της εργασίας αυτής είναι:

- Βρέθηκαν οι βέλτιστες συνθήκες των συγκολλήσεων που οδηγούν στην καλύτερη δυνατή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης, για όλα τα είδη της, όπως διαπιστώθηκε μέσω οπτικής και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας.
- 2. Σε όλες τις συγκολλήσεις η ζώνη ανάδευσης εμφανίζει λεπτόκοκκη μικροδομή λόγω του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης.
- 3. Η συμπεριφορά των συγκολλήσεων εξαρτάται από το είδος της εκάστοτε ενίσχυσης και από την κοκκομετρία της. Όσο μικρότερη είναι αυτή, τόσο ισχυρότερη είναι η συγκόλληση. Επίσης, η ύπαρξη CNT's, λόγω της γεωμετρίας των σωματιδίων αυτών, αυξάνει την πιθανότητα δημιουργίας συσσωματωμάτων μέσα στη ζώνη ανάδευσης.
- 4. Στην περίπτωση της συγκόλλησης με ενίσχυση SiC/CNT τα αποτελέσματα της μηχανικής συμπεριφοράς σε μάκρο-, μίκρο- και νάνο- κλίμακα συμφωνούν ποιοτικά μεταξύ τους, γεγονός το οποίο δεν ισχύει για την περίπτωση της συγκόλλησης με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3, πιθανότατα λόγω της πολυπλοκότητας του μίγματος της ενίσχυσης αυτής.
- 5. Τις υψηλότερες τιμές μικροσκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης εμφανίζει η συγκόλληση με ενίσχυση nano SiC και μάλιστα μεγαλύτερες αυτών του μετάλλου βάσης, ενώ τις χαμηλότερες η συγκόλληση με σκόνη ενίσχυσης SiC/CNT/Al2O3 και μάλιστα με τιμές μικροσκληρότητας χαμηλότερες αυτών του μετάλλου βάσης.
- 6. Οι συγκολλήσεις με ενίσχυση nano SiC και ενίσχυση micro SiC/CNT παρουσιάζουν παρόμοια συμπεριφορά σε εφελκυσμό, καλύτερη αυτής των συγκολλήσεων χωρίς ενίσχυση, ενώ, η συγκόλληση με ενίσχυση SiC/CNT/Al2O3 εμφανίζει τη χειρότερη.
- 7. Σε όλες τις περιπτώσεις, η θραύση σε εφελκυσμό έλαβε χώρα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, δηλαδή στο σημείο που εμφανίζεται η χαμηλότερη αντοχή της συγκόλλησης, γεγονός που επιβεβαιώνει τη σωστή επιλογή των συνθηκών συγκόλλησης και εμμέσως την καλή διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης.

V. ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ

[1] Δ. Παντελής, Β. Παπάζογλου, "Επιστήμη και Τεχνική των Συγκολλήσεων", Πανεπιστημιακές Σημειώσεις ΕΜΠ, Αθήνα 2014.

[2] Dawes C, Thomas W (1996). Friction stir process welds aluminum alloys. Weld. J., 75(3), 41-45

[3] R.S. Mishra, Z.Y. Mab, Friction stir welding and processing, Materials Science and

Engineering R 50 (2005) 1–78

[4] G. Liu, L.E. Murr, C.S. Niou, J.C. McClure, F.R. Vega, Scripta Mater. 37 (1997) 355.

[5] K.V. Jata, S.L. Semiatin, Scripta Mater. 43 (2000) 743

- [6] R. Nandan, T. DebRoy, and H. K. D. H. Bhadeshia, "Recent advances in friction-stir welding – Process, weldment structure and properties," *Progress in Materials Science*, vol. 53, pp. 980-1023, 8/ 2008.
- [7] R. Kumar, K. Singh, and S. Pandey, "Process forces and heat input as function of process parameters in AA5083 friction stir welds," NOFERR Transactions of Nonferrous Metals Society of China, vol. 22, pp. 288-298, 2012.
- [8] C. B. Smith and R. S. Mishra. (2014). Friction stir processing for enhanced low temperature formability Available: <u>http://public.eblib.com/choice/publicfullrecord.aspx?p=1663420</u>
- [9] M. A. F. Latif, "Friction Stir Welding (FSW): The effect of tilting angle," Mechanical Engineering - Materials - Engineering Teknologi PETRONAS, 2013.

[10] K.Elangovan, V.Balasubramanian, Journal of Materials Processing Technology 200, 163-175, (2008).

[11] K. Kumar, S.V. Kailas, Materials Science and Engineering A 485 (2008) 367– 374 [12] William J. Arbegast, Friction Stir Welding and Processing: Introduction, MET492-Special Topics, South Dakota School of Mines and Technology, 2005

[13] Mishra R. S. and Mahoney M. W., Friction Stir Welding and Processing, ASM International, Materials Park, Ohio, 2007

[14] S. Benavides, Y. Li, L.E. Murr, D. Brown, J.C. McClure, Scripta Mater. 41 (1999)809.

[15] L.E. Murr, Y. Li, R.D. Flores, E.A. Trillo, Mater. Res. Innovat. 2 (1998) 150.

[16] Y. Li, L.E. Murr, J.C. McClure, Mater. Sci. Eng. A 271 (1999) 213.

[17] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Acta Mater. 50 (2002) 4419.

[18] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel, Metall.Mater. Trans. A 29 (1998) 1955.

[19] Σ. Αλεξανδράτος, "Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθέτων υλικών αλούμινας / μήτρας κράματος αλουμινίου 7075-Ο, με χρήση της διαδικασίας διά τριβής με ανάδευση (FSP)" Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 2013

[20] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L.

[21] F.J. Humphreys, M. Hotherly, Recrystallization and Related Annealing Phenomena, Pergamon Press, New York, 1995

[22] Ε. Νασιούλας, "Ετερογενής συγκόλληση κραμάτων αλουμινίου και μαγνησίου με την μέθοδο της τριβής με ανάδευση", Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 2015

102

[23] Ι. Χρυσουλάκης, Δ. Παντελής «Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών», Εκδόσεις Παπασωτηρίου, Αθήνα (2008).

[24] S. D. Varsavas, "The microstructural evolution of A5083 alloy during friction stir processing," *Matter*, vol. 1, 2014.

[25] Scoville, C., Cole, R., Hogg, J., Faroque, O., Russel, A, *Carbon Nanotubes*. <u>http://courses.cs.washington.edu/courses/csep590a/08sp/projects/CarbonNa</u> <u>notubes.pdf</u>.

[26] Bauhofer, W.K., J.Z., *A review and analysis of electrical percolation in carbon nanotube polymer composites.* Compos. Sci. Technol, 2009. 69: p. 1486- 1498

[27] Liu C.X., C., J.W, Improved Dispersion of Carbon Nanotubes in Polymers at High Concentrations Nanomaterials 2012. 2: p. 329

[28] Α. Δαριβάκη," Σχεδιασμός διάταξης μελέτης διαβροχής μέσω γωνίας επαφής (contact angle) - εφαρμογή νανοσύνθετων αντιμολυσματικών επιστρώσεων", Διπλωματική Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 2015

[29] Κ.Α. Χαριτίδης, Νανοδομές και Νανοϋλικά: Σύνθεση, Ιδιότητες και Εφαρμογές, Εκδόσεις ΕΜΠ, Αθήνα, σσ.107-142, (2007).

[**30**] L. Hay and G.M. Pharr, Instrumented Indentation Testing, in Metals Handbook, Vol. 8: Mechanical Testing and Evaluation, ASM International, pp.232-243, (2000).

[31] Y.V. Milman, Plasticity Characteristic Obtained by Indentation, Journal of Physics D: Applied Physics, Vol.41, p.074013, (2008).

[32] W.C. Oliver, Alternative Technique for Analyzing Instrumented Indentation Data, Journal of Materials Research, Vol.16, p.3202, (2001)

[33] Β.Α. Αντωνακάκη, "Χαρακτηρισμός Προηγμένων δομών παραγόμενων με χρήση της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP)", Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 2012

[34] Tomotake Hirata, Taizo Oguri, Hideki Hagino, Tsutomu Tanaka, Sung Wook Chung, Yorinobu Takigawa, Kenji Higashi, Materials Science and Engineering: A, Volume 456, Issues 1–2, 15 May 2007, Pages 344-349

[35] Caizhi Zhou, Xinqi Yang, Guohong Luan, Scripta Materialia, Volume 53, Issue 10, November 2005, Pages 1187-1191

[36] Min-Su HAN, Seung-Jun LEE, Jae-Cheul PARK, Seok-Cheol KO, Yong-Bin WOO, Seong-Jong KIM,] Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 19, Supplement 1, September 2009, Pages s17-s22

[37] Sung-Hyeon PARK, Jong-Shin KIM, Min-Su HAN, Seong-Jong KIM, Transactions of Nonferrous Metals Society of China, Volume 19, Issue 4, August 2009, Pages 898-903

[38] Z.W. Chen, T. Pasang, Y. Qi, Materials Science and Engineering: A, Volume 474, Issues 1–2, 15 February 2008, Pages 312-316

[39] D. Rao, J. Heerens, G. Alves Pinheiro, J.F. dos Santos, N. Huber, Materials Science and Engineering: A, Volume 527, Issues 18–19, 15 July 2010, Pages 5018-5025

[40] M. Peel, A. Steuwer, M. Preuss, P.J. Withers, Acta Materialia, Volume 51, Issue 16, 15 September 2003, Pages 4791-4801

[41] Ι. Παπαντωνίου, " Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθέτων υλικών αλούμινας
/ μήτρας κράματος αλουμινίου 5083, με χρήση της διαδικασίας διά τριβής με ανάδευση (FSP)", Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, Αθήνα 2013

[42] Byung-Wook AHN, Don-Hyun CHOI, Yong-Hwan KIM, Seung-Boo JUNG, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 22(2012) s634–s638

[43] M. Sharifitabar, A. Sarani, S. Khorshahian, M. Shafiee Afarani, Fabrication of $5052AI/AI_2O_3$ nanoceramic particle reinforced composite via friction stir processing route, Materials and Design 32 (2011) 4164–4172

[44] Don-Hyun CHOI, Yong-Hwan KIM, Byung-Wook AHN, Yong-Il KIM, Seung-Boo JUNG, Microstructure and mechanical property of A356 based composite by friction stir processing, Trans. Nonferrous Met. Soc. China 23(2013) 335–340

[45] Jun Qu, HanbingXu, Zhili Feng, D. Alan Frederick, Linan An, Helge Heinrich, Improving the tribological characteristics of aluminum 6061 alloy by surface compositing with sub-microsize ceramic particles via friction stir processing, Wear 271 (2011) 1940–1945

[46] Qiang Liu Liming Ke, Fencheng Liu, Chunping Huang, Li Xing, Microstructure and mechanical property of multi-walled carbon nanotubes reinforced aluminum matrix composites fabricated by friction stir processing, Materials and Design 45 (2013) 343–348 [47] Y. Mazaheri, F. Karimzadeh, M.H. Enayati, A novel technique for development of A356/Al2O3 surface nanocomposite by friction stir processing, Journal of Materials Processing Technology 211 (2011) 1614–1619

[48] M.Puviyarasan, C.Praveen, Fabrication and Analysis of Bulk SiCp Reinforced Aluminum Metal Matrix Composites using Friction Stir Process, World Academy of Science, Engineering and Technology 58 (2011)

[49] Dharmpal Deepak, Ripandeep Singh Sidhu, V.K Gupta, Preparation of 5083 Al-SiC surface composite by friction stir processing and its mechanical characterization, International Journal of Mechanical Engineering ISSN : 2277-7059 Volume 3 Issue 1 (January 2013)

[50] D. Pantelis, P. Karakizis, N. Daniolos, C. Charitidis, E. Koumoulos, D. Dragatogiannis, "Microstructural Study and mechanical properties of dissimilar friction stir welded AA5083-H111 and AA6082-T6 reinforced with SiC nanoparticles", Materials and Manufacturing processes 0 : 1-11, 2015

[51] D. Pantelis, P. Karakizis, D. Dragatogiannis, C. Charitidis, "Dissimilar friction stir welding of aluminum alloys reinforced with carbon nanotubes", Materials and Manufacturing processes, 2015, pp 23-52

[52] Recrystallization mechanisms in 5251-H14 and 5251-O aluminum friction stir welds. A.L. Etter, T. Baudin, N. Fredj, R. Penelle. Materials Science and Engineering A 445–446 (2007) 94–99.

[53] Recrystallization mechanisms during friction stir welding/processing of aluminum alloys. T.R. McNelley, S. Swaminathan and J.Q. Su. Scripta Materialia 58 (2008) 349–354.

106

[54] Recrystallization and related annealing phenomena. F.J. Humphreys and M. Hatherly, Elsevier 2004.