



ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΔΙΑΤΜΗΜΑΤΙΚΟ ΠΡΟΓΡΑΜΜΑ
ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΩΝ ΣΠΟΥΔΩΝ (Δ.Π.Μ.Σ.)

"ΕΠΙΣΤΗΜΗ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑ ΥΛΙΚΩΝ"

**ΠΑΡΑΓΩΓΗ ΚΑΙ ΜΕΛΕΤΗ ΜΕΤΑΛΛΙΚΩΝ
ΑΦΡΩΝ ΣΥΝΘΕΤΗΣ ΜΕΤΑΛΛΙΚΗΣ ΜΗΤΡΑΣ
ΜΕ ΧΡΗΣΗ ΤΗΣ ΔΙΑΔΙΚΑΣΙΑΣ ΑΝΑΔΕΥΣΗΣ
ΔΙΑ ΤΡΙΒΗΣ (FRICTION STIR PROCESSING
(FSP))**

ΜΕΤΑΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΚΥΡΙΑΚΟΠΟΥΛΟΥ ΕΛΕΝΑ-ΑΛΕΞΙΑ

Διπλωματούχος Μηχανικός Μεταλλείων-Μεταλλουργός ΕΜΠ

ΕΠΙΒΛΕΨΗ:
Δ.ΜΑΝΩΛΑΚΟΣ
Καθηγητής Ε.Μ.Π.

ΑΘΗΝΑ, 2017

Ευχαριστίες

Η Μεταπτυχιακή αυτή Εργασία εκπονήθηκε στο Εργαστήριο του Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ. Με την ολοκλήρωσή της θα ήθελα να ευχαριστήσω από καρδιάς τον Καθηγητή μου κ. Δημήτρη Μανωλάκο για την συνεχή καθοδήγηση, την αμέριστη συμπαράσταση καθώς και την εμπιστοσύνη που έδειξε στο πρόσωπό μου όλο αυτό το διάστημα. Οι καίριες παρεμβάσεις του αποτέλεσαν βασικό μοχλό στην εξέλιξη της μεταπτυχιακής αυτής εργασίας και συνετέλεσαν στην απρόσκοπτη ανάπτυξη του θέματος.

Επίσης η εργασία αυτή δεν θα είχε ολοκληρωθεί με την ίδια απόδοση ποιότητας χωρίς την συνεπίβλεψη, τον συνεχή συμβουλευτικό ρόλο και τις στοχευμένες παρατηρήσεις του Καθηγητή κ. Δημήτρη Παντελή. Τον ευχαριστώ θερμά για την ουσιαστική συνεισφορά του ως προς τον τρόπο διεξαγωγής της και για την επισήμανση των κύριων κατευθυντήριων γραμμών προσέγγισης και επιστημονικής ανάλυσης του θέματος.

Ευχαριστίες επίσης οφείλω να αποδώσω στον Καθηγητή κ. Γ. Φούρλαρη για τη παροχή της υλικοτεχνικής υποδομής και του κατάλληλου εξοπλισμού ως προς τη διεκπεραίωση των πειραμάτων Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σάρωσης.

Παράλληλα θα ήθελα να ευχαριστήσω τον Διδάκτορα κ. Α. Βαζδιρβανίδη, Υπεύθυνο του Εργαστηρίου Μεταλλογραφίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας του ΕΛΚΕΜΕ, για την ουσιαστική βοήθεια και την απόδοση των αποτελεσμάτων μικροδομικού χαρακτηρισμού μέσω της τεχνικής EBSD καθώς και τον Υποψήφιο Διδάκτορα του ΕΜΠ κ. Ι. Παπαντωνίου για την συνεργασία και την αδιάκοπη στήριξή του καθ' όλη τη διάρκεια των πειραμάτων.

Τέλος ένα μεγάλο ευχαριστώ θέλω να απευθύνω στην οικογένεια και τους φίλους μου, οι οποίοι με στηρίζουν με περίσσεια υπομονή απέναντι σε κάθε νέα μου προσπάθεια και στόχο.

Περίληψη

Οι μεταλλικοί αφροί αποτελούν μια κατηγορία πορωδών υλικών με εξαιρετικά χαμηλή πυκνότητα και ικανοποιητικό συνδυασμό ακουστικών, θερμικών, ηλεκτρικών και μηχανικών ιδιοτήτων. Αυτές οι ιδιότητες είναι που τους καθιστούν ενδιαφέροντα υλικά για εφαρμογές όπου απαιτείται εκπλήρωση περισσότερων συνδυαζόμενων λειτουργικών απαιτήσεων, όπως για παράδειγμα ηχομόνωση, πυροπροστασία και απορρόφηση κρουστικής ενέργειας. Έτσι λοιπόν μας παρέχουν μια μεγάλη ποικιλία δυνατοτήτων όταν μέσω της κατεργασίας παρασκευής τους χαρακτηρίζονται από ελεγχόμενα ομοιόμορφο μακροσκοπικό και μικροσκοπικό πορώδες, σταθερότητα δομής, μηχανική ακεραιότητα και αντοχή έναντι χημικοδυναμικών φαινομένων διάβρωσης. Οι πορώδεις αυτές δομές χρησιμοποιούνται με ολοένα και αυξανόμενο ρυθμό σε καίρια σημεία της δομικής επιστελέχωσης των αεροσκαφών, σε μπάρες αναμετάδοσης παραμόρφωσης στην αυτοκινητοβιομηχανία, σε αναρτήρες προσγείωσης και περιβλήματα διωστήρων ώσης στην αεροναυπηγική, σε πατώματα επιβατηγών πλοίων στη ναυπηγική τεχνολογία, σε κυλίνδρους έδρασης στην χημική βιομηχανία καθώς και σε πεδילוδοκούς θεμελίωσης γεφυρών στον οικοδομικό κλάδο.

Επίσης τα τελευταία χρόνια, η αυξανόμενη ζήτηση της βιομηχανίας σε ελαφριά υλικά οδήγησε άμεσα στην αύξηση του ενδιαφέροντος της διεθνούς ερευνητικής κοινότητας ως προς το σχεδιασμό κραμάτων αλουμινίου τα οποία χαρακτηρίζονται από υψηλό λόγο αντοχής προς βάρος, καλή κατεργασιμότητα και συγκολλησιμότητα, εύκολη διαμορφωσιμότητα, υψηλό βαθμό ανακυκλωσιμότητας και ικανοποιητική αντοχή έναντι ηλεκτροχημικών - γαλβανικών φαινομένων. Οι πραγματικές όμως βιομηχανικές απαιτήσεις ορίζουν την αναγκαιότητα ανάπτυξης συγκολλήσεων οι οποίες όταν πραγματοποιηθούν με τις κλασικές μεθόδους τήξης καθίστανται είτε μη εφικτές είτε οδηγούν στην συνολική υποβάθμιση της συνολικής απόκρισης της συγκόλλησης. Τεχνολογική λύση σε αυτό το πρόβλημα απέδωσε η εφαρμογή της τεχνικής συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση. Πρόκειται για μία καινοτόμο κατεργασία στερεάς κατάστασης η οποία ανακαλύφθηκε το 1991 στο Ινστιτούτο Συγκολλήσεων του Ηνωμένου Βασιλείου (TWI). Καθώς κατά τη διάρκεια αυτής δεν πραγματοποιείται τήξη αλλά μόνο διαχυσιακά φαινόμενα στερεάς κατάστασης αποφεύγεται η ανάπτυξη κρίσιμων ελαττωμάτων ως προς τον καταστρεπτικό συγκερασμό των τάσεων όπως αποτελούν η θερμή και η ψυχρή ρωγμάτωση, η παρουσία ετερογενώς κατανεμημένων εγκλεισμάτων και διακενώσεων.

Πιο συγκεκριμένα η συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση (FSP) στο μη θερμικά κατεργάσιμο κράμα AA5083 έχει μελετηθεί επισταμένα. Επίσης διευρυμένο κρίνεται και το υπάρχον πεδίο ερευνητικής μελέτης ως προς την ανάπτυξη συνθέτων υλικών μεταλλικής μήτρας AA5083 με παρένθεση διαφόρων ενισχυτικών φάσεων μέσω της προαναφερθείσας μεθόδου. Πολύ πρόσφατα πραγματοποιήθηκαν και τα πρώτα βήματα για την ένταξη της μεθόδου δια τριβής με ανάδευση στον τεχνολογικό κλάδο του σχεδιασμού και της παραγωγής τόσο μεταλλικών αφρών όσο και σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας. Η διερεύνηση αυτή βρίσκεται σε πρώιμα στάδια καθώς δεν υπάρχει τεχνογνωσία καθιερωμένη και τα μεταλλουργικά συστήματα στη περίπτωση αυτή υποβάλλονται στην επίδραση πολυπαραμετρικών παραγόντων.

Κατ' αυτό τον τρόπο η δεδομένη μεταπτυχιακή εργασία διαρθρώθηκε στα πλαίσια της προσπάθειας ανάπτυξης σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας κράματος AA5083 μέσω της τεχνικής FSP για δύο διαφορετικά είδη ενισχυτικής φάσης παρένθεσης. Ως ενισχυτικά μέσα χρησιμοποιήθηκαν η εργαστηριακά παραχθείσα νανοδομημένη γ - Al_2O_3 μέσω μεθόδου συγκαταβύθισης (co-precipitation method) και οι επιφανειακά τροποποιημένοι νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs) μέσω ηλεκτρόλυσης, με απώτερο σκοπό και στις δύο περιπτώσεις την προσαύξηση της διεπιφανειακής ενεργότητας και την επίτευξη ικανοποιητικής διασυνδεσιμότητας μεταξύ αυτών και της μεταλλικής μήτρας. Ως αφροποιητικός παράγοντας επιλέχθηκε το υδρίδιο του τιτανίου, το οποίο αποδίδει περισσότερο ομότροπη ανάπτυξη του φαινομένου της αφροποίησης εν συγκρίσει με άλλες προτεινόμενες χημικές ενώσεις (SrCO_3 , CaCO_3 , ZrH_2). Αρχικά πραγματοποιήθηκε μελέτη βελτιστοποίησης ως προς τη συνδυαζόμενη επιβολή ρυθμού περιστροφής του πείρου, ταχύτητας πρόωσης της τράπεζας και γωνίας κλίσης του εργαλείου. Στη συνέχεια διερευνήθηκε διεξοδικά η ιδανική ανάπτυξη της θερμοκρασιακής βαθμίδας αφροποίησης σε άμεση συσχέτιση με τη χρονική διάρκεια παραμονής σε αυτή. Τέλος ακολούθησε επισταμένος μικροδομικός χαρακτηρισμός επί των προδρόμων δοκιμίων και των πορωδών δομών μέσω των τεχνικών OM, XRD, SEM και EBSD ενώ ταυτόχρονα διεξήχθη και έμμεσος προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων μέσω προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων στα αντίστοιχα δοκίμια.

Μέσα από τα αποτελέσματα της εργασίας αυτής κατέστη σαφές ότι για να προκύψει η μέγιστη δυνατή αφροποίηση και για τα δύο είδη ενισχυτικής φάσης παρένθεσης πρέπει η διεργασία FSP να πραγματοποιηθεί με ρυθμό περιστροφής 1000 rpm, ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min, γωνία κλίσης του εργαλείου 3° με συνολική επένδυση τριών ομοκατευθυντικών περασμάτων. Επιπρόσθετα ως βέλτιστη θερμοκρασιακή βαθμίδα αφροποίησης για τα συγκεκριμένα φυσικοχημικά συστήματα κρίθηκε αυτή των 750°C, με χρόνο παραμονής 3.5 min στη περίπτωση της ενίσχυσης με νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 και 4 min στη περίπτωση της ενίσχυσης με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs). Συνολικά οι σύνθετοι μεταλλικοί αφροί με παρένθεση νανοκρυσταλλικής φάσης γ - Al_2O_3 κρίθηκαν ανώτεροι σε ποιότητα καθώς χαρακτηρίζονταν από προσαυξημένο πορώδες, μορφολογική ισοτροπία μεταξύ των πόρων, ομοιόμορφη κατανομή του μέσου μεγέθους αυτών και περιορισμένη εμφάνιση ασυνεχειών και διακενώσεων. Σε ότι αφορά στη περίπτωση της ανάπτυξης αφρών με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, η ανομοιομορφία στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων, η μορφολογική ανισοτροπία μεταξύ αυτών και η περιορισμένη ανάπτυξη μακροπορώδους αποδίδονται στην ανομοιογενή κατανομή του αφροποιητικού παράγοντα εντός του προδρόμου δοκιμίου. Επίσης η συστηματική εμφάνιση ελαττωματικών περιοχών και αποκολλήσεων εντός της πορώδους δομής σχετίζεται άμεσα με την ανάπτυξη συσσωματωμάτων της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης. Τα παραπάνω στοιχεία οδηγούν στο συμπέρασμα ότι για το δεδομένο θερμοδυναμικό σύστημα απαιτείται η εφαρμογή μεγαλύτερου αριθμού περασμάτων FSP έτσι ώστε να διασφαλιστεί ομοιογενέστερη κατανομή του αφροποιητικού παράγοντα και ομοιόμορφη διασπορά των νανοσωλήνων άνθρακα επί του προδρόμου δοκιμίου. Τέλος οι πολλαπλές δοκιμές μικροσκληρομέτρησης απέδωσαν εκτεταμένη σκλήρωση τόσο για τα πρόδρομα όσο και για τα αφροποιημένα δοκίμια που έχουν ενισχυθεί μέσω παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, εν συγκρίσει με τα αντίστοιχα δοκίμια που

έφεραν ως ενισχυτική φάση παρένθεσης τη νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 . Η προσαυξημένη σκληρότητα σχετίζεται με υψηλές μηχανικές αντοχές χωρίς όμως να διασφαλίζει τη διατήρηση της ολκιμότητας στα αναμενόμενα επίπεδα. Για το λόγο αυτό κρίνεται αναγκαίος ο σχεδιασμός νέων πειραμάτων τόσο στατικής όσο και δυναμικής μηχανικής φόρτισης, έτσι ώστε να στοιχειοθετηθεί μια πιο ολοκληρωμένη εικόνα για τη συνολική απόκριση σε βιομηχανικό επίπεδο των δομών αυτών.

Abstract

Metal foams are a class of porous materials with very low density and satisfactory combination of mechanical, electrical, thermal, acoustic and explosion proof properties. These combined properties make them interesting materials for applications requiring more than one function such as high stiffness, fire protection and sound insulation. The experimental procedure is about studying production of composite metal matrix foams from precursor essays by using friction stir processing route. This method constitutes a novel fabrication technique of microcellular aluminum with the advantages of high productivity and low manufacturing cost, as it is a solid-state process which involves the generation of friction heat and intense plastic flow, simply by inserting a rotating tool and allowing it to traverse through the aluminum alloy matrix.

The precursor specimens were manufactured by mixing a blowing agent powder (0.4% w/w TiH_2) and a stabilization agent nanopowder (2% w/w nanocrystalline γ - Al_2O_3 or 2% w/w powder of functionalized multiwall carbon nanotubes) into the 5083 aluminum alloy matrix, using the intense stirring action of FSP. The nanocrystalline powder of γ - Al_2O_3 was obtained by the evolution of a home-made co-precipitation technique. Also the powder of multiwall carbon nanotubes was subjected to a functionalization process, by selective surface oxidation in a solution of 1M K_2FeO_4 .

In the case of reinforcement by nanostructured γ - Al_2O_3 , the porous aluminum obtained has a porosity of 60% and the equivalent diameter of pores is approximately between 0.2 and 3.3 mm with a mean diameter above 2.3 mm. The effects of the number of passes and the foaming conditions (holding temperature and holding time) on the porosity, pore morphology and pore distribution are investigated. To obtain porous aluminum with high porosity and high quality (uniform pore size distribution and highly spherical shape pores) the tool rotating rate and the transverse speed should be approximately 1000 rpm and 13 mm/min, when the rotating tool realizes the matrix by three successive passes and the foaming conditions are optimized to a holding temperature of 750 °C and a holding time of 3.30 min.

In the case of reinforcement by multiwall carbon nanotubes, the porous aluminum obtained has a porosity of 54% and the equivalent diameter of pores is approximately between 0.2 and 4 mm. To obtain porous aluminum with a mean diameter of pores 1.6 mm, homogenized distribution and reduced morphological anisotropy, the tool rotating rate and the transverse speed should be approximately 1000 rpm and 13 mm/min, when the rotating

tool realizes the matrix by three successive passes and the foaming conditions are optimized to a holding temperature of 750 °C and a holding time of 4 min.

Finally the texture evolution, the sequence of eutectic phase transformations and the grain structure were investigated by means of Optical Microscopy (OM), Scanning Electron Microscopy (SEM), X-ray diffraction (XRD) and Electron Backscatter Diffraction (EBSD) technique. All of them are correlated with microhardness evolution in both of the precursor specimen and the foamed structure. Microstructural investigations and microhardness distribution revealed that ceramic nanoparticles enhance foam expansion through a reduction in the critical cell wall thickness before rupture.

Περιεχόμενα

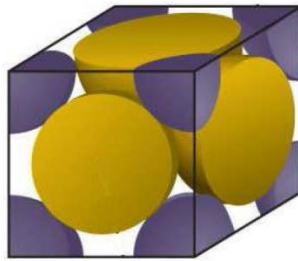
1. Φυσική μεταλλουργία του αλουμινίου.	9
2. Μηχανισμοί ισχυροποίησης.	13
3. Μεταλλικοί αφροί.	18
3.1 Μέθοδοι Παραγωγής.	20
3.2 Δομικά χαρακτηριστικά μεταλλικών αφρών.	21
3.3 Δημιουργία τρισδιάστατης δικτυωτής δομής.	27
3.4 Ιδιότητες των αφρών αλουμινίου.	28
3.5 Μηχανικές ιδιότητες και μηχανική αντοχή των μεταλλικών αφρών.	29
3.5.1 Μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση των μεταλλικών αφρών.	31
3.5.2 Απορρόφηση ενέργειας.	34
3.5.3 Δυναμική απόκριση σε εφελκυστική επιφόρτιση και κάμψη 3 σημείων.	36
3.6 Σχεδίαση δομής τρισδιάστατων κυτταρικών στερεών-κριτήριο του Maxwell.	42
3.7 Μηχανουργική κατεργασιμότητα μεταλλικών αφρών (machinability).	48
3.7.1 Μέθοδοι κοπής αφρών αλουμινίου.	48
3.8 Τεχνικές συγκόλλησης μεταλλικών αφρών.	49
3.9 Φυσικές Ιδιότητες των μεταλλικών αφρών.	50
3.10 Διάβρωση και χημικοδυναμική απόκριση μεταλλικών αφρών.	52
3.11 Εφαρμογές μεταλλικών αφρών.	53
4. Διεργασία συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση (FSP).	57
4.12 Ατέλειες δομής κατά τη διεργασία FSP.	77
4.13 Πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα της μεθόδου FSP.	80
5. Θερμική κατεργασία ανακρυστάλλωσης.	82
6. Ενισχυτικές φάσεις παρένθεσης.	90
7. Βιβλιογραφική ανασκόπηση για παρασκευή σύνθετων-ενισχυμένων υλικών μεταλλικής μήτρας μέσω FSP.	99
8. Βιβλιογραφική ανασκόπηση αναφορικά με τη παρασκευή μεταλλικών αφρών μέσω της διεργασίας FSP.	119
9. Πειραματική διαδικασία	139
9.1 Παρασκευή σύνθετων μεταλλικών αφρών.	139
9.2 Προετοιμασία και εξέταση δοκιμίων.	146
9.3 Χημικές διεργασίες παρασκευής κεραμικών φάσεων ενίσχυσης.	154
9.4 Συνολικά αποδιδόμενη παραμετροποίηση επιβαλλόμενων συνθηκών κατεργασίας FSP και θερμικής διεργασίας αφροποίησης , για τη παραγωγή συνθέτων μεταλλικών αφρών με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ -Al ₂ O ₃ και νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).	157

10. Ανάλυση αποτελεσμάτων.	158
10.1 Ανάλυση αποτελεσμάτων προδρόμου FSPed δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ -Al ₂ O ₃ .	158
10.1.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.	158
10.1.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.	160
10.1.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.	164
10.1.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.	179
10.1.5 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια στη διεύθυνση εφαρμογής FSP.	182
10.2 Ανάλυση αποτελεσμάτων σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ -Al ₂ O ₃ .	183
10.2.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.	183
10.2.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.	185
10.2.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.	187
10.2.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.	211
10.2.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων X.	214
10.2.6 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια στη διεύθυνση εφαρμογής FSP.	216
10.3 Ανάλυση αποτελεσμάτων προδρόμου FSPed δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).	216
10.3.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.	216
10.3.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.	218
10.3.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.	220
10.3.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.	243
10.3.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων X.	245
10.3.6 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια στη διεύθυνση εφαρμογής FSP.	246
10.4 Ανάλυση αποτελεσμάτων σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).	247
10.4.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.	247
10.4.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.	250
10.4.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.	252
10.4.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.	275
10.4.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων X.	277
10.4.6 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω σάρωσης μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια στη διεύθυνση εφαρμογής FSP.	278
11. Συμπεράσματα.	279

12. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα.	286
13. Βιβλιογραφία.	287

1. Φυσική μεταλλουργία του αλουμινίου.

Το αλουμίνιο (Al) ανήκει στην ομάδα IIIA του περιοδικού συστήματος και έχει ατομικό αριθμό 13.[1] Πρόκειται για μεταλλικό στοιχείο σε αφθονία στο φλοιό της Γης και συνολικά το τρίτο (3^ο) πιο άφθονο χημικό στοιχείο στον πλανήτη μας, μετά το οξυγόνο και το πυρίτιο, καθώς βρίσκεται σε πάνω από 270 διαφορετικά ορυκτά. Η κύρια πηγή για τη βιομηχανική παραγωγή του μετάλλου αυτού είναι ο βωξίτης. Το αλουμίνιο κρυσταλλώνεται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα. Η ατομική του ακτίνα είναι 2.856 Å, η σταθερά πλέγματος του 4.05Å (1Å = 10⁻⁸cm) και η πυκνότητά του 2.7 g/cm³. Το σημείο τήξης του προσδιορίζεται περίπου στους 659.7° C και το σημείο ζέσεως στους 2519° C. Στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή πυκνές διευθύνσεις σε άτομα (με υψηλό ατομικό αριθμό επιστοιβάξης APF) αποτελούν οι διαγώνιες του κύβου, δηλαδή οι διευθύνσεις <110>. Κατά συνέπεια η οικογένεια συστημάτων ολίσθησης στοιχειοθετείται από όλους τους εν δυνάμει συνδυασμούς των διευθύνσεων εύκολης ολίσθησης που ισοκατανέμονται και ανήκουν είτε επί, είτε βαίνουν παράλληλα ως προς τα προτιμητέα επίπεδα ολίσθησης τύπου (111) (χαμηλό ενεργειακό δυναμικό μετακίνησης των διαταραχών).



Εικ.1.1.Εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα κρυστάλλωσης με πυκνότητα επιστοιβάξης 74% και αριθμό συνδιάταξης 12.

Ιδιότητες του αλουμινίου

Οι ιδιότητες που κάνουν το αλουμίνιο τόσο σημαντικό για την βιομηχανία είναι το χαμηλό ειδικό του βάρος (2698.9 Kg/m³ στους 20 °C), η υψηλή αντοχή του σε μηχανικές καταπονήσεις και η εξαιρετική αντοχή του στη διάβρωση. Η υψηλή του αντιδιαβρωτική ικανότητα οφείλεται στην μεγάλη του χημική συγγένεια (τοποχημικό δυναμικό συσχέτισης) με το οξυγόνο, οπότε αν αφεθεί στον ατμοσφαιρικό αέρα οξειδώνεται ταχέως σχηματίζοντας ένα λεπτό, επιφανειακό και συνεχές στρώμα Al₂O₃, το οποίο είναι αδιαπέραστο από το οξυγόνο και προσφέρει στο μέταλλο αντιοξειδωτική προστασία (φαινόμενο παθητικοποίησης). Επίσης, εξαιτίας της σχετικά χαμηλής του πυκνότητας και της μεγάλης του ικανότητας να δημιουργεί μεγάλη ποικιλία κραμάτων, αποτελεί στρατηγικό μέταλλο για την αεροδιαστημική βιομηχανία και πολλούς άλλους σύγχρονους τεχνολογικούς τομείς. Είναι επίσης, εξαιρετικά χρήσιμο στη χημική βιομηχανία, τόσο αυτούσιο ως καταλύτης, όσο και με τη μορφή διαφόρων ενώσεών του. Το καθαρό αλουμίνιο είναι αρκετά μαλακό και όλκιμο και παρουσιάζει καλή κατεργασιμότητα. Με την προσθήκη σιδήρου, χαλκού και άλλων κραματικών στοιχείων βελτιώνονται κατά πολύ οι μηχανικές του ιδιότητες. Χαρακτηρίζεται επίσης από πολύ καλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, έχοντας το 62% της αγωγιμότητας του χαλκού, με μικρότερο ειδικό βάρος και χαμηλότερο κόστος παραγωγής απ' αυτόν.

Χρήσεις αλουμινίου

Το αλουμίνιο χρησιμοποιείται ευρέως σε πληθώρα εφαρμογών. Η χρήση του αλουμινίου για την κατασκευή προϊόντων φέρει σημαντικά πλεονεκτήματα. Πιο συγκεκριμένα: Στον τομέα των μεταφορών, το αλουμίνιο βρίσκει συνεχώς αυξανόμενη εφαρμογή στην κατασκευή τρένων, αεροπλάνων, αυτοκινήτων, επιβατηγών πλοίων και διαστημικών οχημάτων, λόγω του ότι συνδυάζει χαμηλό βάρος και στιβαρότητα κατασκευής. Ειδικότερα, στην αυτοκινητοβιομηχανία, η ελάττωση του

βάρους συνεπάγεται μειωμένη κατανάλωση καυσίμου καθ' όλη τη διάρκεια ζωής του αυτοκινήτου. Έτσι λοιπόν, με την χρήση του αλουμινίου αντί ενός βαρύτερου μετάλλου (π.χ. χάλυβας), μειώνεται η εκπομπή καυσαερίων. Εκτεταμένη χρήση αλουμινίου πραγματοποιείται και στον τομέα των δομικών κατασκευών. Η προσθήκη ενός εξωτερικού μανδύα από αλουμίνιο σε νέα ή υπάρχοντα κτίρια βελτιώνει την ενεργειακή απόδοση του κτιρίου. Επιστημονικές μελέτες (που έγιναν με πρωτοβουλία της ΕΛΒΑΛ Α.Ε.) έχουν αποδώσει εξοικονόμηση ενέργειας που πλησιάζει το 50% το χειμώνα (ενέργεια θέρμανσης) και το 25% το καλοκαίρι (ενέργεια ψύξης).

Ταυτόχρονα το αλουμίνιο αποτελεί ιδανικό υλικό για συστήματα σκιασμού κτιρίων και στήριξης φωτοβολταϊκών στοιχείων. Επίσης πρόκειται για το πλέον κατάλληλο υλικό ως προς τη κατασκευή εξωτερικών κουφωμάτων διότι παρουσιάζει καλή συμπεριφορά στις εκάστοτε κλιματολογικές συνθήκες. Τα συστήματα κουφωμάτων αλουμινίου ικανοποιούν τις απαιτήσεις για τον σχεδιασμό, την λειτουργικότητα, την ηχομόνωση - θερμομόνωση και την αντοχή στον χρόνο. Στην συσκευασία ποτών και αναψυκτικών, σημαντικό ρόλο παίζει επίσης το χαμηλό βάρος των κουτιών του αλουμινίου σε σχέση με άλλες εναλλακτικές συσκευασίες. Το γεγονός αυτό περιορίζει σημαντικά την ενέργεια που δαπανάται τόσο για την μεταφορά όσο και για την διακίνηση των διαφόρων προϊόντων. Τέλος, εκτενής εφαρμογή αυτού απαντάται και στην ηλεκτρική βιομηχανία για την παραγωγή καλωδίων, κεραιών και εξαρτημάτων για τις τηλεοράσεις, τους καταψύκτες και τα συστήματα κλιματισμού.

Κράματα αλουμινίου

Με σκοπό τη βελτίωση των μηχανικών, των τριβολογικών και των διαβρωτικών ιδιοτήτων του αλουμινίου δημιουργούνται κράματα αυτού. Οι κύριες κραματικές προσθήκες του αλουμινίου είναι ο χαλκός, ο σίδηρος, το μαγγάνιο, το μαγνήσιο, το πυρίτιο και ο ψευδάργυρος. Ο τρόπος επίδρασης των στοιχείων αυτών στις ιδιότητες του αλουμινίου παρουσιάζεται στον ακόλουθο πίνακα.

Κραματικές προσθήκες του αλουμινίου – επίδραση στις ιδιότητες του αλουμινίου.

Προσθήκη	Επίδραση στις ιδιότητες του αλουμινίου
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.

Γενικά, τα κράματα του αλουμινίου διακρίνονται σε κράματα χύτευσης και σε κράματα διαμόρφωσης, ενώ τα παραπάνω με τη σειρά τους διακρίνονται σε κράματα που μπορούν να υποστούν θερμική κατεργασία και σε κράματα των οποίων η θερμική κατεργασία είναι αδύνατη. Έτσι οι ιδιότητες των κραμάτων που μπορούν να υποστούν τη θερμική κατεργασία εξαρτώνται από την ακολουθία των μετασχηματισμών φάσεων κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας, ενώ οι ιδιότητες όσων δεν μπορούν να υποστούν τέτοιου είδους κατεργασία εξαρτώνται κυρίως από το

ποσοστό ενδοτράχυνσης που έχουν ήδη αυτά υποστεί (strain rate sensitivity factor during work hardening effect). Η ονομασία των κραμάτων αλουμινίου εκτός από τα τέσσερα ψηφία που αναλύθηκαν παραπάνω περιλαμβάνει και κωδικούς που υποδεικνύουν τη μηχανική ή θερμική κατεργασία την οποία έχουν υποστεί, τόσο για τα κράματα διαμόρφωσης όσο και για τα κράματα χύτευσης. Στη συνέχεια παρουσιάζονται οι κωδικοί αυτοί.

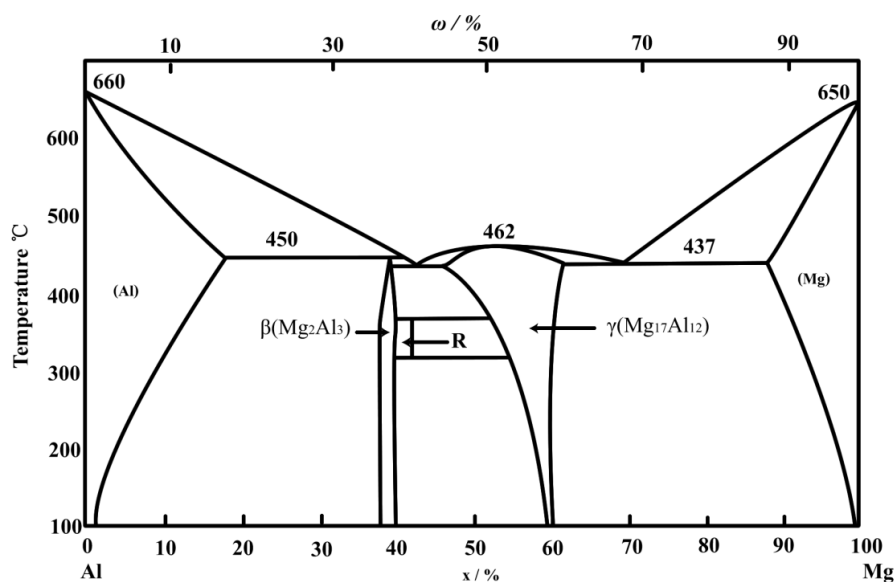
F	Προϊόν όπως παρήχθη, χωρίς μηχανική ή θερμική κατεργασία
O	Ανόπτηση
H	Ενδοτράχυνση, μόνο για τα κράματα διαμόρφωσης
H1X	Μόνο ενδοτράχυνση, (το X αναφέρεται στο βαθμό ενδοτράχυνσης)
H11	Κράμα ελάχιστης σκληρότητας
H12	Κράμα σκληρυμένο κατά 25%
H14	Κράμα σκληρυμένο κατά 50%
H16	Κράμα σκληρυμένο κατά 75%
H18	Κράμα σκληρυμένο κατά 100%
H19	Υπέρσκληρο κράμα
H2X	Ενδοτράχυνση ακολουθούμενη από ανόπτηση αποκατάστασης. Το X κυμαίνεται από 1 έως 8, υποδηλώνοντας το βαθμό σκλήρυνσης μετά την ανόπτηση.
H3X	Ενδοτράχυνση ακολουθούμενη από θερμική κατεργασία σταθεροποίησης σε χαμηλή θερμοκρασία, προκειμένου να αποφευχθεί σκλήρυνση λόγω γήρανσης. Το X κυμαίνεται από 1 έως 8, υποδηλώνοντας το βαθμό σκλήρυνσης πριν από τη σταθεροποίηση.
T	Θερμική κατεργασία σκλήρυνσης με γήρανση
T1	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης και φυσική γήρανση.
T2	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης, μηχανική κατεργασία εν ψυχρώ και φυσική γήρανση
T3	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, κατεργασία εν ψυχρώ και φυσική γήρανση.
T4	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή και φυσική γήρανση.
T5	Βαφή από τη θερμοκρασία θερμής μορφοποίησης και τεχνητή γήρανση, σε θερμοκρασία υψηλότερη αυτής του περιβάλλοντος.
T6	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή και τεχνητή γήρανση, σε θερμοκρασία υψηλότερη αυτής του περιβάλλοντος.
T7	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, θερμική κατεργασία σταθεροποίησης.
T8	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, κατεργασία εν ψυχρώ και τεχνητή γήρανση.
T9	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης, βαφή, τεχνητή γήρανση και κατεργασία εν ψυχρώ.
T10	Βαφή μετέπειτα από τη κατεργασία θερμής μορφοποίησης, κατεργασία εν ψυχρώ και τεχνητή γήρανση.
W	Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης. Χρησιμοποιείται μόνο για τα κράματα, που υφίστανται σκλήρυνση με γήρανση

Κωδικοποίηση κατά το σύστημα Aluminium Association των κραμάτων διαμόρφωσης του αλουμινίου ανάλογα με τα κύρια στοιχεία προσθήκης.

Κράμα	Κύρια κραματικά στοιχεία	Κατηγορία
1xxx	Καθαρό αλουμίνιο	Work hardening
2xxx	Χαλκός (Cu)	Ageing
3xxx	Μαγγάνιο (Mn)	Work hardening
4xxx	Πυρίτιο (Si)	Work hardening and/or Ageing
5xxx	Μαγνήσιο (Mg)	Work hardening
6xxx	Μαγνήσιο (Mg) και Πυρίτιο (Si)	Ageing
7xxx	Ψευδάργυρος (Zn)	Ageing
8xxx	Άλλα στοιχεία (Fe, Sn)	Work hardening and/or Ageing
9xxx	Μη χρησιμοποιούμενη σειρά	

Σειρά Κραμάτων Αλουμινίου 5000

Πρόκειται για κράματα αλουμινίου, με κύρια προσθήκη το μαγνήσιο, σε ποσοστά μικρότερα του 4%. Σε αυτά, το μεγαλύτερο μέρος του Mg, βρίσκεται στο στερεό διάλυμα αντικατάστασης και το υπόλοιπο μετέχει στη μεσομεταλλική ένωση Mg_2Al_3 (φάση β), η οποία είναι σκληρή και εύθραυστη. Το μαγνήσιο, χρησιμοποιούμενο ως κύριο στοιχείο κραμάτωσης, οδηγεί στη δημιουργία κράματος μέσης έως υψηλής αντοχής, το οποίο δεν επιδέχεται θερμική κατεργασία. Τα κράματα αυτά παρουσιάζουν ικανοποιητική συγκολλησιμότητα και υψηλή αντοχή στο θαλάσσιο διαβρωτικό περιβάλλον. Τα κράματα αλουμινίου της σειράς 5000 χρησιμοποιούνται ευρέως στη ναυπηγική βιομηχανία με κυριότερους εκπροσώπους τα 5052, 5083, 5086, 5454 και 5456. Συγκεκριμένα τα κράματα 5086, 5083, 5456 έπειτα από κατεργασία τύπου H116 είναι τα κυριότερα κράματα αλουμινίου που χρησιμοποιούνται για την κατασκευή της γάστρας του πλοίου ή άλλων ναυπηγικών κατασκευών.



Εικ.1.2. Διμερές διάγραμμα ισορροπίας των φάσεων, μερικής αμοιβαίας διαλυτότητας Al-Mg

2. Μηχανισμοί ισχυροποίησης.

Σε ότι αφορά στους μηχανισμούς ισχυροποίησης, είναι γενικά παραδεδομένο ότι οι διαταραχές κάτω από την επίδραση εξωτερικής διατμητικής τάσης ολισθαίνουν επάνω σε συγκεκριμένα κρυσταλλογραφικά επίπεδα, τα οποία ονομάζονται επίπεδα εύκολης ολίσθησης, με άμεσο αποτέλεσμα την ανάπτυξη πεδίου 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_0 , το οποίο σχετίζεται άμεσα με το όριο διαρροής πολυκρυσταλλικού υλικού σε εφελκυσμό, σ_0 , μέγεθος καθοριζόμενο εύκολα μέσω της μονοαξονικής δοκιμής εφελκυσμού. Η αντοχή των μεταλλικών υλικών, δηλαδή η αντίσταση που προβάλλουν στη πλαστική παραμόρφωση, μπορεί να αυξηθεί με την παρεμπόδιση της ολίσθησης των διαταραχών εντός των κρυσταλλικών περιοχών.

Παρεμπόδιση στην ολίσθηση των διαταραχών μπορούν να προβάλλουν διάφορα μικροδομικά στοιχεία, όπως το κρυσταλλικό πλέγμα (πλεγματική αντίσταση), ετερογενώς κατανεμημένα αλληλεπιδρώντα πυκνώματα διαταραχών (κινούμενων ή μη), άτομα κραματικών στοιχείων (αντικατάστασης ή παρεμβολής), τα όρια και οι διαβαθμίσεις υποορίων κόκκων, καθώς και σωματίδια δευτερευουσών φάσεων. Καθένα από τα παραπάνω στοιχεία προβάλλει μια συγκεκριμένη ειδική αντίσταση στην ολίσθηση των διαταραχών και συνιστά έναν ξεχωριστό μηχανισμό ισχυροποίησης των μεταλλικών υλικών.

Σκλήρωση μη θερμικώς κατεργάσιμων κραμάτων αλουμινίου.

Σκλήρωση μέσω στερεού διαλύματος με κραματικά στοιχεία αντικατάστασης.

Έχει παρατηρηθεί ότι η εισαγωγή στοιχείων αντικατάστασης στο κρυσταλλικό πλέγμα του αλουμινίου (μητρική φάση με χαμηλό ενεργειακό δυναμικό έναρξης ολίσθησης μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων) προκαλεί σημαντική αύξηση τόσο του ορίου διαρροής όσο και της μέγιστης εφελκυστικής αντοχής σε θραύση. Ο βαθμός σκλήρωσης μέσω στερεών στοιχείων αντικατάστασης εξαρτάται από τη διαφορά μεγέθους της ατομικής ακτίνας του διαλύτη και των διαλυόμενων ατόμων. Ο ρυθμός αύξησης της αντοχής με τη σύσταση δίνεται από την ακόλουθη σχέση:

$$\frac{d\tau}{dc} \propto \left(\frac{1}{a} \cdot \frac{dc}{da} \right)^n$$

Όπου τ είναι η διατμητική τάση, a η κρυσταλλική παράμετρος του στερεού διαλύματος και c η συγκέντρωση του στοιχείου αντικατάστασης. Οι διαταράξεις-ανατροποποιήσεις στη πυκνότητα εντοπισμού ηλεκτρονικών καταστάσεων (electronic density distortion), παριστάνονται συχνά με την διαφορά μεταξύ διατμητικού μέτρου των ατόμων του διαλύτη και του στοιχείου αντικατάστασης. Τα παραπάνω στοιχεία προκαλούν συμμετρικές παραμορφώσεις του κρυσταλλικού πλέγματος του διαλύτη, γεγονός που οδηγεί σε ήπια σκλήρωση. Η αθροιστική επίδραση των στοιχείων αντικατάστασης αποδεικνύεται ότι επηρεάζει την αντοχή με έναν παράγοντα ανάλογο προς τη τετραγωνική ρίζα της συγκέντρωσης. Σε αραιά διαλύματα η αναφερθείσα εξίσωση απλοποιείται σε μια γραμμική εξίσωση εξάρτησης της σκλήρωσης μέσω στερεού διαλύματος αντικατάστασης με το ποσοστό ατομικής προσθήκης των στοιχείων αντικατάστασης.

Σκλήρωση μέσω μείωσης του μέσου μεγέθους του κόκκου.

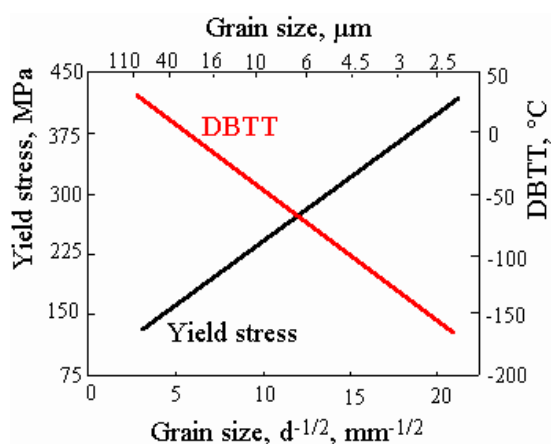
Η συσχέτιση αλληλεξάρτησης μεταξύ του ορίου διαρροής με το μέσο μέγεθος κόκκου δίνεται από την εξίσωση Hall-Petch:

$$\sigma_y = \sigma_i + k_y \cdot d^{-1/2}$$

Όπου d είναι η μέση διάμετρος κόκκου, σ_y είναι το όριο διαρροής, σ_i είναι η τάση τριβής που αντιστέκεται στη μετακίνηση των διαταραχών και k_y σταθερά. Το ιδιαίτερο στοιχείο αυτής της μεθόδου σκλήρωσης είναι ότι οδηγεί μονοσήμαντα σε αύξηση της δυσθραυστότητας (toughness). Η ελάττωση του μέσου μεγέθους των κόκκων μετάλλων και κραμάτων, τα οποία χαρακτηρίζονται από διακριτά διαβαθμισμένη στάθμη της θερμοκρασίας μετάβασης από όλκιμη σε ψαθυρή θραύση, οδηγεί σε μείωση αυτού του 'πλατώ' (Ductile to Brittle Transition Temperature). Ένα λεπτοκρυσταλλικό υλικό είναι επιθυμητό καθώς συνδυάζει υψηλή αντοχή σε θραύση και ικανοποιητική ολκιμότητα. Η αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων είναι μια διεργασία διαχυσιακά εξαρτώμενη, η οποία ενεργοποιείται με τη θερμότητα και φαίνεται να φέρει χαρακτήρα χρονικά αποκρινόμενο. Επιπρόσθετοι παράγοντες που επηρεάζουν το διαχυσιακό μηχανισμό είναι η συγκέντρωση των κραματικών στοιχείων σε περικρυσταλλικές θέσεις (partitioning effect – grain boundary migration coefficient), φαινόμενο που σχετίζεται με την αύξηση της αντίστασης μετακίνησης λόγω τριβής (friction drag) στα μετακινούμενα όρια καθώς και η παρουσία κατακρημνισμάτων δεύτερης φάσης, τα οποία ελαττώνουν την ενεργό επιφάνεια ορίων κόκκων και κατά αυτό τον τρόπο μειώνουν την ολική ενέργεια διεπιφανειακής συναρμογής μεταξύ αυτών. Η σχέση μεταξύ της κρίσιμης ακτίνας σωματιδίου κατακρημνισθείσας φάσης r_c που απαιτείται για να παρεμποδίσει (Ostwald ripening effect/ Zener ripening mechanism) την μετακίνηση ορίων κόκκων με μέση ακτινική κατανομή R είναι η ακόλουθη:

$$r_c = \frac{6Rf}{\pi} \cdot \left(\frac{3}{2} - \frac{2}{Z}\right)^{-1}$$

Όπου f το κλάσμα όγκου συμμετοχής των κατακρημνισμάτων (volume fraction) και Z ο συντελεστής ανομοιογένειας μέσου μεγέθους κόκκου (factor of size heterogeneity), που ορίζεται ως ο λόγος της ακτίνας των αναπτυσσόμενων κόκκων προς την μέση ακτίνα των κόκκων του μητρικού υλικού.



Εικ.2.1 Επίδραση μέσου μεγέθους κόκκου ανάπτυξης μητρικής φάσης ως προς το όριο διαρροής και τη θερμοκρασία μετάπτωσης.

Σκλήρωση μέσω πολλαπλασιασμού και παρεμπόδισης μετακίνησης των διαταραχών.

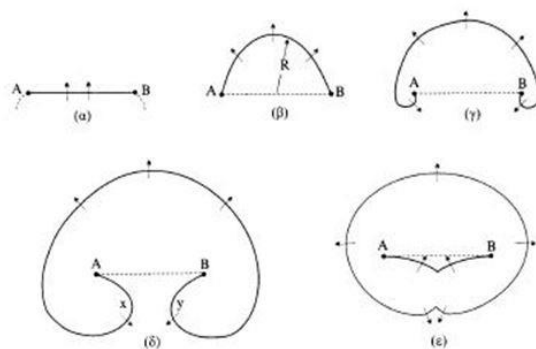
Η τάση που απαιτείται για να διατηρηθεί η παραμόρφωση σε ένα δεδομένο επίπεδο , δηλαδή η τάση ροής σ_f (flow stress), μπορεί να συσχετισθεί με την πυκνότητα ανακατανομής και αναδιευθέτησης των διαταραχών μέσω της ακόλουθης σχέσης:

$$\sigma_f = \sigma_o + k \cdot \rho^{1/2}$$

Όπου ρ είναι η πυκνότητα των διαταραχών , σ_o είναι η τάση ροής που οφείλεται σε άλλους μηχανισμούς σκλήρωσης και k είναι μια σταθερά που περιλαμβάνει το μέτρο διάτμησης και το διάνυσμα Burgers. Η τάση ροής αυξάνει με την αύξηση της πυκνότητας των διαταραχών, ενώ ο ρυθμός αύξησης αυτής εξαρτάται από τη παραμόρφωση. Με λίγα λόγια ο βαθμός ενδοτράχυνσης του υλικού (work hardening coefficient/ Strain rate sensitivity factor) σχετίζεται άμεσα με το ρυθμό με τον οποίο η πυκνότητα διαταραχών αυξάνει με τη παραμόρφωση. Τα παραπάνω υποδηλώνουν ότι ο βαθμός ενδοτράχυνσης εξαρτάται κυρίως από τους μηχανισμούς με τους οποίους οι διαταραχές κατανέμονται και αλληλεπιδρούν.

Η πυκνότητα διαταραχών σε έναν μεταλλικό κρύσταλλο που έχει ανοπτηθεί για επαρκή χρόνο είναι της τάξεως των 10^6 mm/mm³. Παραμορφώνοντας πλαστικά τον κρύσταλλο η τιμή αυτή αυξάνεται σημαντικά και μπορεί να φτάσει μέχρι και 10^9 mm/mm³. Αυτό σημαίνει ότι κατά τη διάρκεια της πλαστικής παραμόρφωσης οι διαταραχές πολλαπλασιάζονται με τρόπο έτσι ώστε να δημιουργούνται συνεχώς νέες γενιές διαταραχών.

Ο πιο γνωστός μηχανισμός πολλαπλασιασμού διαταραχών είναι η πηγή Frank - Reed. Σύμφωνα με το μηχανισμό αυτό, ένα τμήμα διαταραχής AB μήκους L καμπυλώνεται με την εφαρμογή μιας διατμητικής τάσεως τ . Καθώς η ακτίνα καμπυλότητας R μειώνεται, η απαιτούμενη τάση για περαιτέρω καμπύλωση αυξάνεται. Η τάση που απαιτείται για να αποκτήσει η διαταραχή ημικυκλικό σχήμα με $R = L/2$, είναι η μέγιστη τάση $\tau = (G \cdot b)/L$, όπου G το μέτρο διάτμησης του υλικού και b το διάνυσμα Burgers της διαταραχής. Με περαιτέρω εφαρμογή της διατμητικής τάσης η διαταραχή καμπυλώνεται με μεγαλύτερο R και σχηματίζει βρόχο, αφού τα τμήματα x και y αλληλοεξουδετερώνονται όταν συναντηθούν, καθώς κινούνται σε αντίθετες διευθύνσεις έχοντας το ίδιο διάνυσμα Burgers. Το αποτέλεσμα είναι ο σχηματισμός ενός βρόχου διαταραχών (dislocation loop), ο οποίος συνεχίζει να διευρύνεται με την εφαρμογή της διατμητικής τάσης, ενώ απομένει ένα νέο τμήμα διαταραχής AB, το οποίο επαναλαμβάνει τη διαδικασία από την αρχή. Έτσι, η πηγή Frank - Reed εκπέμπει ουσιαστικά βρόχους διαταραχών όταν ενεργοποιηθεί με διατμητική τάση $\tau = (G \cdot b)/L$. Τα σταθερά σημεία A και B είναι σημεία πάνω στα οποία η διαταραχή έχει ακινητοποιηθεί για κάποιο λόγο (π.χ. ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρωσης ή πυκνώματα από γειτνιάζοντα συστήματα αλληλεπιδρώντων διαταραχών.)



Εικ.2.2 Πηγή πολλαπλασιασμού των διαταραχών σύμφωνα με το μοντέλο Frank – Reed.

Ισχυροποίηση από όρια κόκκων (κατανομή και ενεργειακό δυναμικό μετακίνησης διασυνδεδειγμένων συναρμογών).

Τα σύνορα των κόκκων παρεμποδίζουν την ολίσθηση των διαταραχών, αφού κατά μήκος των συνόρων αλλάζει ο προσανατολισμός των κρυσταλλικών επιπέδων από τον ένα κόκκο στον επόμενο. Το γεγονός αυτό οδηγεί σε εξάρτηση του (μακροσκοπικού) ορίου διαρροής σ_o από το μέγεθος των κόκκων, αφού ένα λεπτοκρυσταλλικό υλικό περιέχει περισσότερες διασυνδεδειγμένες συναρμογές συνόρων. Έχουν προταθεί διάφορες θεωρίες για την ερμηνεία της σχέσης Hall – Petch. Εδώ θα αναφερθούμε στην πιο αντιπροσωπευτική και θα θεωρήσουμε ότι μια πηγή Frank-Reed εκπέμπει βρόχους διαταραχών, οι οποίοι συσσωρεύονται σχηματίζοντας μία συστοιχία. Η πιο προωθημένη διαταραχή της συστοιχίας ακινητοποιείται μόλις φτάσει στο σύνορο του κόκκου. Η αλληλεπίδραση των μικροτασικών πεδίων των διαταραχών οδηγεί σε συγκέντρωση τάσεως τ_s μπροστά από τη συστοιχία. Η τάση αυτή ισούται με:

$$\tau_s = n \cdot \tau_\alpha$$

όπου n ο αριθμός διαταραχών εντός της συστοιχίας και τ_α η ανηγμένη διατμητική τάση στο ενεργό επίπεδο ολίσθησης. Ο αριθμός-πυκνότητα διαταραχών της συστοιχίας είναι ανάλογος της εφαρμοζόμενης τάσης και του μήκους $L = D/2$:

$$n = \frac{L \cdot \tau_\alpha}{G \cdot b} \pi (1 - \nu)$$

Προκύπτει κατ'αυτό το τρόπο ότι:

$$\tau_\alpha = \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1 - \nu)} \right]^{1/2} \cdot D^{-1/2}$$

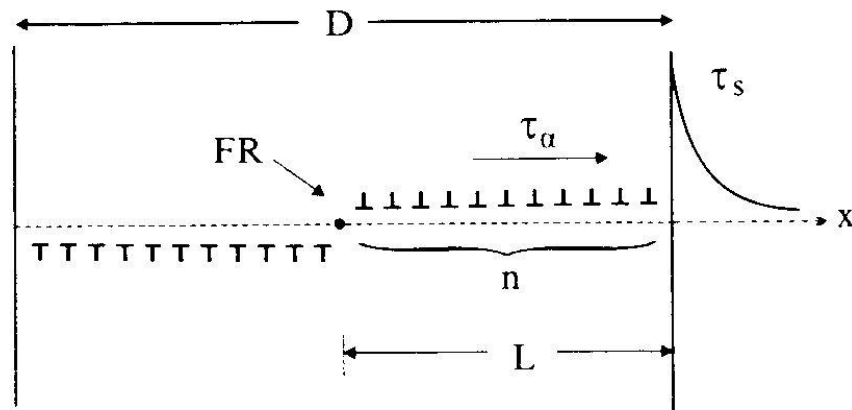
Θεωρώντας ότι η πλαστική ροή μεταδίδεται από τον κόκκο 1 στον κόκκο 2 με την ενεργοποίηση μιας πηγής Frank-Reed στον κόκκο 2 από την τ_s , θέτουμε $\sigma_o = M \cdot \tau_\alpha$, όπου M ο παράγοντας Taylor. Αν συμπεριλάβουμε και το όριο διαρροής του μονοκρυστάλλου σε διάτμηση ή την πλεγματική αντίσταση παίρνουμε την τελική μορφή της σχέσης Hall – Petch.

$$\sigma_o = \sigma_i + M \cdot \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1 - \nu)} \right]^{1/2} \cdot D^{-1/2}$$

Θέτοντας ως

$$k_o = M \cdot \left[\frac{G \cdot b \cdot \tau_s}{\pi \cdot (1 - \nu)} \right]^{1/2}$$

Όπου το k_0 εξαρτάται από τη θερμοκρασία, λόγω της θερμοκρασιακής εξάρτησης που φέρει ενδογενώς το μέτρο διάτμησης G .



Εικ.2.3 Μετάδοση πλαστικής ροής μεταξύ συνοριακών κόκκων

Σκλήρωση μέσω ενδοτράχυνσης.

Όταν ένα μέταλλο υφίσταται πλαστική παραμόρφωση αρχίζει να παρουσιάζει σταδιακά κατά την διάρκεια της δυναμικής αυτής διαδικασίας, αντίσταση ως προς τη περαιτέρω διαμορφωσιμότητά του. Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται εργοσκλήρυνση (work-hardening ή strain-hardening). Κατά τη διάρκεια της πλαστικής παραμόρφωσης μεταβάλλεται τόσο η πυκνότητα όσο και το χημικοτασικό δυναμικό ανακατανομής των διαταραχών. Η πυκνότητα των διαταραχών αυξάνεται μέσω της ενεργοποίησης μηχανισμών πολλαπλασιασμού αυτών, οι οποίες ονομάζονται πηγές διαταραχών. Η αλληλεπίδραση και οι αντιδράσεις ισοστάθμισης ενεργειακού δυναμικού μεταξύ των διαταραχών οδηγούν σε μείωση της πυκνότητας των κινούμενων διαταραχών, δηλαδή αυτών που συνεισφέρουν στην συνολική πλαστική παραμόρφωση του μετάλλου. Για να συνεχιστεί η πλαστική παραμόρφωση απαιτείται μεγαλύτερη τάση και έτσι προκύπτει η εργοσκλήρυνση. Η πυκνότητα και η δυναμική απόκριση ανακατανομής των διαταραχών εξαρτώνται από πολλούς παράγοντες, κυριότερους από τους οποίους αποτελούν το είδος της κρυσταλλικής δομής, η θερμοκρασία και η ταχύτητα παραμόρφωσης.

Τα περισσότερα κρυσταλλογραφικά συστήματα παρουσιάζουν πολλαπλότητα επιπέδων ολίσθησης. Συγκεκριμένα το εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα χαρακτηρίζεται από επίπεδα εύκολης ολίσθησης (easy shear planes) του τύπου (111), τα οποία συνοδεύονται από τέσσερις διακριτές διευθύνσεις ολίσθησης. Οι υφιστάμενες διαταραχές στα επίπεδα αυτά, που τέμνονται μεταξύ τους, αντιδρούν και εμποδίζουν η μία τη μετακίνηση της άλλης, με συνέπεια τη κατά τόπους συσσώρευσή τους, στη μάζα του υλικού. Η πυκνότητα των διαταραχών αυξάνεται με την επιβαλλόμενη παραμόρφωση μέχρι 10^{10} - 10^{12} διαταραχές / cm^2 , διότι όλες οι διαταραχές δεν είναι δυνατόν να εξαφανισθούν μετακινούμενες προς την επιφάνεια ή τα περατωτικά όρια των κόκκων, ή ακόμη να αλληλοαναιρεθούν λόγω του αντίθετου προσήμου τους.

Κατά την εν ψυχρώ διαμορφωσιμότητα των μετάλλων, παρατηρείται λόγω ενδοτράχυνσης, αύξηση της σκληρότητας, του ορίου διαρροής και του ορίου θραύσης, με συνεπαγόμενη μείωση της ολκιμότητας και της δυσθραυστότητας. Μακροσκοπικά λόγω της ανάπτυξης ιστού (texture) το υλικό παρουσιάζει ανισοτροπία, η οποία εκδηλώνεται με την τροποποίηση των χημικοδυναμικών και των

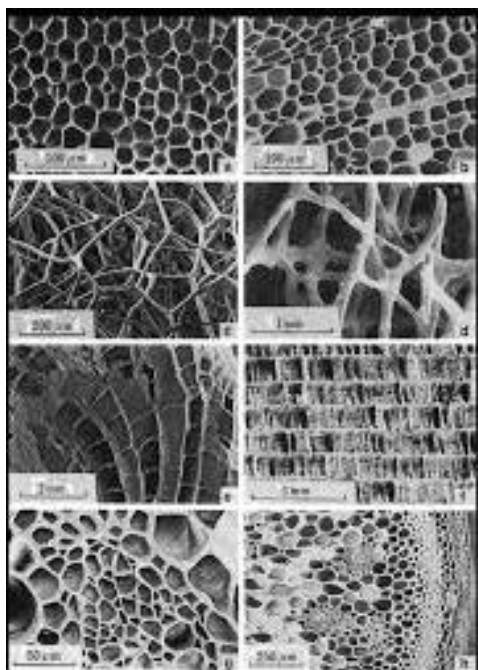
μηχανικών ιδιοτήτων σε διευθύνσεις κάθετα και παράλληλα προς τη χαρακτηριστική διεύθυνση του ιστού. Ο κάθε κόκκος διατηρεί συνεχή κρυσταλλική δομή και η παραμόρφωσή του συνίσταται στην ολίσθηση ολόκληρων πλεγματικών επιπέδων. Ως συνέπεια προκύπτει το γεγονός ότι ενώ τα όρια των κόκκων παραμορφώνονται, ο κρύσταλλος διατηρεί τον όγκο του.

Σε μικροσκοπική κλίμακα, στους παραμορφωμένους κόκκους παραμένει αποθηκευμένη δυναμική ενέργεια, η οποία εκδηλώνεται με την εμφάνιση εσωτερικών μηχανικών τάσεων. Κατά την ενδοτράχυνση, η παραμόρφωση του υλικού δεν είναι ομογενής, δηλαδή η τιμή της ειδικής παραμόρφωσης δεν είναι ίδια σε όλα τα τμήματα ή τους κόκκους του μετάλλου (διακύμανση κατανομής συντελεστή Schmid εντός του πολυκρυσταλλικού υλικού). Μετά τη ψυχρή παραμόρφωση, τα διάφορα τμήματα του μετάλλου τείνουν να επανέλθουν μερικώς στο αρχικό τους σχήμα, αλλά κατά διαφορετικά ποσοστά. Με αυτόν τον τρόπο αναπτύσσεται δυναμικά μια ετεροκατανομή διαβαθμισμένου πεδίου εσωτερικών τάσεων. Σύμφωνα με τα προαναφερθέντα ορίζεται ως ενδοτράχυνση, η εν ψυχρώ πλαστική παραμόρφωση του υλικού, που οφείλεται στην ανάπτυξη εσωτερικών μηχανικών τάσεων, οφειλόμενων στη δημιουργία ιστού, από ανομοιογενώς παραμορφωμένους κόκκους.

3. Μεταλλικοί αφροί.

Ο Benjamin Sosnicki υπήρξε ένας από τους πρωτοπόρους στο τεχνολογικό πεδίο της παραγωγής μεταλλικών αφρών στα τέλη της δεκαετίας του '40. Η πατέντα του αφορούσε την παραγωγή «σπογγώδους μετάλλου» (foam-like metal), η οποία του απονεμήθηκε το 1951. Η παρασκευαστική διαδικασία που ο ίδιος ανέπτυξε βασιζόταν στην εξάχνωση στοιχείων με χαμηλό σημείο τήξης μέσα σε μεταλλική μήτρα [10].

Συγκεκριμένα, η παρασκευή βασιζόταν στη μεγάλη διαφορά που παρουσιάζεται ως προς το σημείο βρασμού μεταξύ διαφορετικών φάσεων ορισμένων κραμάτων, που ως άμεσο αποτέλεσμα φέρει το γεγονός ότι η τήξη και ο βρασμός της μιας φάσης μπορεί να γίνει ανεξάρτητα από την άλλη. Αρχικά απαιτείται ένα πολυκραματικό-πολυφασικό κράμα, κατάλληλης συστασιολόγησης, έτσι ώστε όταν θερμαίνεται, το ένα συστατικό να βράζει ενώ το άλλο να έχει μόλις ξεκινήσει να τήκεται. Πρόκειται για διαδικασία υψηλής πίεσης, καθώς η θερμική κατεργασία του κράματος διεκπεραιώνεται μέσα σε αυτόκλειστο. Αυτό είναι απαραίτητο ώστε το μέταλλο που έχει ξεκινήσει να βράζει και βρίσκεται στην αέρια φάση, να μην μπορεί να διαφύγει από το υγρή φάση. Αν κατά τη διαδικασία της δυναμικής ανάπτυξης του υλικού μειωθεί η πίεση, προκαλείται ξαφνικός βρασμός του κράματος ενώ αν στη συνέχεια ψυχθεί, παράγεται μια στερεή μάζα χαρακτηριζόμενη από πολλαπλότητα κλειστών πόρων, λόγω της αέριας φάσης που έχει εσωκλεισθεί. Το λειτουργικό σύστημα στερεάς μάζας - αέριας φάσης που αναπτύσσεται χαρακτηρίζεται ως πολύ ανθεκτικό, ενώ παράλληλα έχει και βελτιωμένες θερμομονωτικές και ηχομονωτικές ιδιότητες. Για να είναι εφικτή η ανάπτυξη της τεχνικής αυτής, πρέπει το σημείο βρασμού της μιας εκ των πολλών συμμετεχουσών φάσεων να είναι πολύ χαμηλό. Το παραπάνω πραγματοποιείται εύκολα όταν το κράμα περιλαμβάνει στη σύστασή του ψευδάργυρο, κάδμιο ή υδράργυρο. Πρακτικά όμως δεν χρησιμοποιήθηκε η προαναφερθείσα τεχνική παρασκευής, καθώς η παραγωγικότητά της ήταν περιορισμένης κλίμακας, περιείχε επικίνδυνα μέταλλα και ήταν αρκετά ακριβή .[2,3]



Εικ.3.1 Εξελικτική πορεία πολλαπλότητας δυνητικών στερεογραφικών αναπτύξεων και κατανομών των κυψελών, εξαρτώμενων από τις συνθήκες παραμετροποίησης των διεργασιών παρασκευής μεταλλικών αφρών.

Προς το τέλος της δεκαετίας του '50 έγινε η πρώτη προσπάθεια παραγωγής μεταλλικών αφρών με ανοιχτή πορώδη δομή, με εξαιρετικά σημαντικές καινοτομίες να σημειώνονται από την ερευνητική ομάδα της εταιρίας United Aircraft Corporation. Η νέα αυτή μέθοδος παραγωγής περιελάμβανε ανάμιξη του κονιοποιημένου μετάλλου με μια σκόνη που χρησίμευε στην παραγωγή αερίων. Η επιλογή του υλικού για την παραγωγή ικανής ποσότητας αερίου έπρεπε να διεξαχθεί ώστε τελικά να είναι παραπλήσια η θερμοκρασία αποσύνθεσης με την αντίστοιχη θερμοκρασία τήξης του μετάλλου. [10-12] Το πρόβλημα που ανέκυψε από την εν λόγω διαδικασία αφορούσε κυρίως στον τομέα της ψύξης του αφρού.

Οι Hardy και Peisker λίγα χρόνια αργότερα (1962) παρουσίασαν μια καινούργια μέθοδο, στην οποία προσέθεταν κατευθείαν τον αφριστικό παράγοντα στο τήγμα του μετάλλου. Επρόκειτο για μια οικονομικότερη μέθοδο, εν συγκρίσει με την προαναφερθείσα του κονιοποιημένου μετάλλου. Σε γενικές γραμμές όμως για τη δεδομένη χρονική βαθμίδα η παραγωγή των μεταλλικών αφρών ήταν αρκετά δαπανηρή, μη αξιόπιστη και έβρισκε πεδίο ανάπτυξης περισσότερο στα εργαστήρια των Πανεπιστημίων για εκπαιδευτικούς σκοπούς. Τα επόμενα χρόνια πραγματοποιήθηκε περαιτέρω έρευνα που οδήγησε σε νέες δημοσιεύσεις και ευρεσιτεχνίες, χωρίς όμως να παρουσιαστεί μεγάλη πρόοδος. Τη δεκαετία του 1990 αποδόθηκε μεγάλη βαρύτητα ως προς το πεδίο ανάπτυξης στον τομέα των ελαφρών κατασκευών, με τη βοήθεια ευρωπαϊκών κοινοτικών προγραμμάτων (EFG, InnoZelmet, LISA, MURI, ULMA), ενώ συγχρόνως εμφανίστηκαν εταιρίες που επιθυμούσαν να αναλάβουν την εμπορική εκμετάλλευση των νέων υλικών. Η ύπαρξη τεχνολογίας σχετικά με την παραγωγή σύνθετων υλικών μεταλλικής μήτρας (MMC) έδωσε ώθηση στην ανάπτυξη και των νέων αυτών υλικών, καθώς η συνολική αποκρισιμότητά τους εστιασμένη σε οποιαδήποτε παράμετρο λειτουργικής εφαρμογής, υπακούει στους ίδιους νόμους και διέπεται από τους ίδιους περιορισμούς. Από τη δεκαετία του '90 ως σήμερα οι μεταλλικοί αφροί έχουν εδραιωθεί ως αναγκαιότητα ύπαρξης σε πολλαπλότητα καινοτομικών εφαρμογών, με αποτέλεσμα πλέον να κρίνεται επιτακτική η περαιτέρω εμβάθυνση στον τομέα των πορωδών υλικών. Σε παγκόσμιο επίπεδο υπάρχουν διάφορες εταιρίες, που προσφέρουν προϊόντα από αφρούς κατασκευασμένους μέσω της προπαρασκευαστικής τεχνικής της τήξης. Όμως, λόγω του ότι η παραγωγή ενός τέτοιου αφρού με υψηλές προδιαγραφές ποιότητας και προτυποποιημένη λειτουργική απόδοση είναι αρκετά δαπανηρή, η αγορά μεταλλικών αφρών

είναι αρκετά περιορισμένη. Σήμερα σχεδόν όλη η έρευνα επικεντρώνεται στους αφρούς αλουμινίου, λόγω της χαμηλής πυκνότητας τους, της διευρυμένης αντοχής τους σε τοποχημικά-τοποχρονικά φαινόμενα διάβρωσης και του χαμηλού σημείου τήξης τους, το οποίο τους προσδίδει υψηλή μηχανουργική κατεργασιμότητα. Παρ' όλα αυτά, άλλα συχνά χρησιμοποιούμενα υλικά για την παραγωγή αφρών αποτελούν ο σίδηρος, το νικέλιο και ο μόλυβδος. Ειδικότερα, οι αφροί του νικελίου χρησιμοποιούνται σε εφαρμογές χημικών φίλτρων, ενώ αυτοί του σιδήρου και του μολύβδου λόγω της περιορισμένης τους ποιότητας απασχολούν περισσότερο την ερευνητική κοινότητα .

Patented May 15, 1951

2,553,016

UNITED STATES PATENT OFFICE

2,553,016

FOAMLIKE METAL

Benjamin Sosnick, San Francisco, Calif.

No Drawing. Application December 26, 1947,

Serial No. 794,087

4 Claims. (Cl. 148—31)

Εικ.3.2 Πατέντα που απονεμήθηκε στον Sosnick (1951) για την επίτευξη παραγωγής «μετάλλου σπογγώδους δομής» [11]

3.1 Μέθοδοι Παραγωγής.

Μετά την δεκαετία του '90 αναπτύχθηκαν αρκετοί τρόποι παρασκευής πορωδών μεταλλικών υλικών. Η πολλαπλότητα και η πολυμορφία των μεθόδων παραγωγής έχει οδηγήσει σε μια αντίστοιχη ποικιλία λαμβανόμενων υλικών σε ότι αφορά στην ανάπτυξη της εσωτερικής τους δομής. Μερικές μέθοδοι εφαρμόζουν ίδιες τεχνικές με αυτές που εφαρμόζονται για να αφροποιήσουν υδατογενή ή πολυμερικά μείγματα, ενώ αντιθέτως άλλες ακολουθούν διαφορετικά σχεδιαστικά πρότυπα, εκμεταλλευόμενες τις χαρακτηριστικές ιδιότητες των πρόδρομων υλικών.

Μπορούμε να διακρίνουμε τους τρόπους παρασκευής των μεταλλικών αφρών σύμφωνα με την αρχική κατάσταση του μητρικού υλικού. Έτσι έχουμε μεθόδους παρασκευής υγρής κατάστασης, στερεάς κατάστασης και ατμοποίησης. Κάθε μέθοδος οδηγεί σε διαφορετική τοπολογία ανάπτυξης και βαθμό ομοιογένειας κατανομής της δομής των παραγόμενων υλικών. Η δομή χαρακτηρίζεται ως στοχαστική μόνο όταν διακρίνεται από στατιστική ομοιομορφία και ως **συντακτική ή περιοδική** όταν συνίσταται από την επαναλαμβανόμενη παράθεση συμμετρικών τύπων στο επίπεδο ή στο χώρο. Παρολ' αυτά συναντάμε πολλές φορές περιπτώσεις όπου τα τελικά προϊόντα δεν διαφέρουν σημαντικά ως προς το μέγεθος του κελιού, τη χημική σύσταση και τη σχετική πυκνότητα.

Συνοπτικά εννέα διακεκριμενοποιημένες διαδικασίες έχουν συνολικά αναπτυχθεί για την παραγωγή μεταλλικών αφρών.

1. Διοχέτευση αερίου μέσα σε τηγμένο Al με παράγοντες σταθεροποίησης Al_2O_3 ή SiC . [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Al , Mg]

2. Μέσω ανάδευσης ενός παράγοντα αφροποίησης (TiH_2 , $CaCO_3$, ZrH_2) σε ένα τηγμένο κράμα ενώ ταυτόχρονα ελέγχεται η πίεση υπό συνεχή ψύξη.

3. Ενοποίηση των μετάλλων σε σκόνη με έναν παράγοντα αφροποίησης (TiH_2 , ZrH_2 , $SrCO_3$,) μέσω μονοαξονικής συμπίεσης που ακολουθείται από θέρμανση. Σε αυτή την ευαίσθητη κατάσταση ο παράγοντας αφροποίησης διασπάται και εκλύεται αέριο υδρογόνο διογκώνοντας το υλικό . [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Al, Zn, Fe, Pb, Au]

4. Κατασκευή ενός κεραμικού καλουπιού από ένα πρόδρομο κερι ή αφρό από πολυμερές, ακολουθούμενη από καύση του προδρόμου. Ταυτόχρονα μέσω πίεσης γίνεται διήθηση λιωμένου μετάλλου ή μεταλλικής σκόνης, τα οποία στη συνέχεια συντήκονται . [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Al, Mg, Ni- Cr, ανοξειδωτος χάλυβας, Cu]
 5. Η εναπόθεση ατμών ή ηλεκτροαπόθεση μετάλλου σε ένα πρόδρομο πολυμερές αφρού, το οποίο στη συνέχεια καίγεται, αφήνοντας κυτταρικές ακμές με κοίλους πυρήνες . [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Ni, Ti]
 6. Η παγίδευση υψηλής πίεσης αδρανούς αερίου σε πόρους από σκόνη θερμοϊσοστατικής συμπίεσης (Hot Isostatic Pressing), ακολουθούμενη από την διαστολή του αερίου σε αυξημένη θερμοκρασία αφροποίησης.[Παραγωγή μεταλλικών αφρών Ti]
 7. Πυροσυσσωμάτωση κοίλων σφαιρών, δημιουργημένων μέσω μιας τροποποιημένης διαδικασίας από οξειδία μετάλλου, η οποία ακολουθείται από αναγωγική διαδικασία ή με εναπόθεση ατμού του μετάλλου πάνω σε σφαίρες πολυμερούς. [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Ni, Co, Ni-Cr]
 8. Συμπύεση μεταλλικής σκόνης με άλλα υλικά , τα οποία είναι ευδιάλυτα στο νερό. Στη συνέχεια ακολουθείται έκπλυση (leaching) και παραμένει ο μεταλλικός αφρός .
 9. Διάλυση αερίου (συνήθως υδρογόνου) σε ένα υγρό μέταλλο υπό πίεση, επιτρέποντας να κυκλοφορήσει με ελεγχόμενο τρόπο κατά τη διάρκεια της μετέπειτα στερεοποίησης. [Παραγωγή μεταλλικών αφρών Cu, Ni, Al].
 10. Παρασκευή προδρόμου δοκιμίου μέσω της διαδικασίας δια τριβής με ανάδευση (FSW) και μετέπειτα επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης.
- Μόνο οι πρώτες πέντε από αυτές τις διαδικασίες βρίσκονται σε κλίμακα διευρυμένης εμπορικής εφαρμογής και γνωρίζουν επιτυχία σε παραγωγική κλίμακα.
- Κάθε μέθοδος μπορεί να χρησιμοποιηθεί για ένα μικρό υποσύνολο μετάλλων και κραμάτων έτσι ώστε να δημιουργήσει ένα πορώδες υλικό με ένα περιορισμένο φάσμα σχετικών πυκνοτήτων.

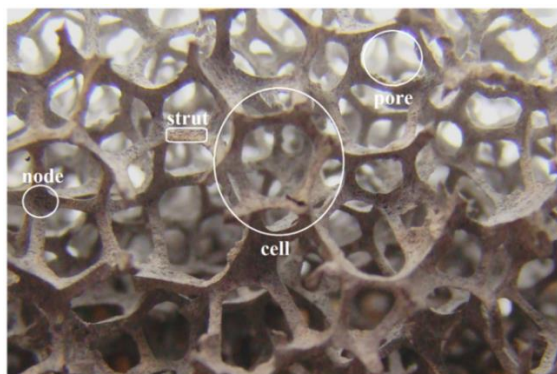
3.2 Δομικά χαρακτηριστικά μεταλλικών αφρών.

Με τον όρο «μεταλλικός αφρός» νοείται ένας στερεός αφρός, ο οποίος αποτελεί υποκατηγορία της ευρύτερης οικογένειας των πορώδων υλικών. Σύμφωνα με τον Banhart [4], ο όρος αφρός χαρακτηρίζει κυρίως στην ερευνητική κοινότητα το μηχανισμό ανάπτυξης σώματος μέσω διάχυσης αερίου σε υγρό. Αυτή η μορφολογία μπορεί κατόπιν να διατηρηθεί με την ταχεία στερεοποίηση του υγρού, λαμβάνοντας έτσι τον «στερεό αφρό». Ως αφροί, μεταλλικοί ή κεραμικοί, χαρακτηρίζονται τα πορώδη υλικά με διευρυμένο πορώδες της τάξης του 65-95%. Κλειδί στην εξέλιξη της έρευνας των πορώδων υλικών και κατ' επέκταση των μεταλλικών αφρών αποτελεί η επίτευξη ανεύρεσης τεχνικών ελέγχου του ποσοστού του πορώδους και της διασποράς αυτού, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κελιών και της ομοιογένειας της κατανομής τους κατά τη παρασκευαστική διαδικασία.

Οι μεταλλικοί αφροί διατηρούν κάποιες από τις ιδιότητες του μητρικού υλικού, όμως η πυκνότητα τους είναι κατά πολύ μικρότερη, ενώ άλλα χαρακτηριστικά τους διαφέρουν ανάλογα με το μέσο μέγεθος, τη κατανομή και τη μορφολογική ομοιογένεια του πορώδους. Εν γένει οι μεταλλικοί αφροί έχουν χαρακτηριστικές ιδιότητες όπως χαμηλό βάρος, ικανοποιητική ικανότητα απορρόφησης ενέργειας και ήχου, ενώ επίσης είναι άφλεκτοι.

Τα τελευταία χρόνια έχουν πραγματοποιηθεί πολλές προσπάθειες για να φτιαχτούν δομές μεταλλικών αφρών, οι οποίες όμως δεν βρήκαν εφαρμογή λόγω του υψηλού κόστους. Επίσης, ένα άλλο πρόβλημα κατέστη το γεγονός ότι δεν μπορούσε να γίνει επιτυχής αναπαραγωγή με σημαντικό βαθμό επαναληψιμότητας των ιδιοτήτων των εν λόγω δομών. Αυτό ενδεχομένως να οφείλεται παραδείγματος χάριν στη χαμηλή αφριστικότητα του λιωμένου μετάλλου, στη μεγάλη διασπορά του μέσου μεγέθους των πόρων ή στη συρρίκνωση κατά την στερεοποίηση. Μετά από εκτεταμένη έρευνα, ανακαλύφθηκαν καινούργιες τεχνολογίες παραγωγής μεταλλικών αφρών οι οποίες έχουν μειώσει στο

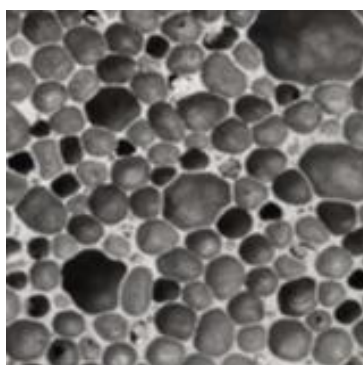
ελάχιστο ή έχουν εξαλείψει αυτά τα προβλήματα, με αποτέλεσμα την παραγωγή πορώδων δομών υψηλής και επαναλαμβανόμενης ποιότητας [4].



Εικ.3.3 Χαρακτηριστικό διαστατικό πρότυπο και γεωμετρίες συγκρότησης, σύνταξης και αναδιευθέτησης των δομικών κυψελών έπειτα από την επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης σε μεταλλικό αφρό τιτανίου-αλουμινίου.

Αν και τα πορώδη μεταλλικά υλικά αποτελούν έναν αναπτυσσόμενο και πολλά υποσχόμενο τεχνολογικό κλάδο, προς το παρόν η παραγωγή των μεταλλικών αφρών είναι σχετικά περιορισμένη. Λίγες είναι οι εταιρίες ανά τον κόσμο που εμπλέκονται στην ανάπτυξή τους η οποία αφορά σε εξειδικευμένες μόνο χρήσεις.

Υπάρχουν φυσικά πολλές εφαρμογές, στις οποίες χρησιμοποιούνται οι μεταλλικοί αφροί, όπως στη μηχανολογία, στις κατασκευές, στις οικοδομές, στις οικιακές συσκευές και στην βιομηχανία των χημικών. Εξέχον τεχνολογικό πεδίο εφαρμογής αποτελεί αυτό της ενσωμάτωσής τους στο εσωτερικό στρώμα δομών τύπου σάντουιτς, που χρησιμοποιείται στο κατασκευαστικό κλάδο της αεροναυπηγικής βιομηχανίας, όπου η μείωση του βάρους είναι ο απώτερος στόχος. Η αυτοκινητοβιομηχανία έχει παρεισδύσει δυναμικά στη χρήση αυτών των δομών στους προφυλακτήρες, λόγω της εκπληκτικής δυνατότητας απορρόφησης ενέργειας που παρουσιάζουν. Είναι τεχνολογικά διαπιστευμένο ότι μεγάλο ποσοστό της ενέργειας πρόσκρουσης μετατρέπεται σε πλαστικό έργο κατά την σταδιακή παραμόρφωση του αφρού. [5]

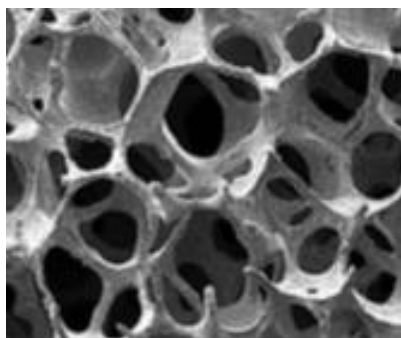


Εικ.3.4 Μεταλλικός αφρός Al- Li κλειστών κυψελών με διπλή κατανομή μέσου μεγέθους ανάπτυξης του πορώδους (bimodal porous construction) και σχετική ομοιογένεια διασποράς και ομοιομορφία ως προς τη μορφολογία ανάπτυξής τους .

Επιπρόσθετα ξεχωριστές και αξιοσημείωτες εφαρμογές αυτών, σχετίζονται με τη χρήση τους ως φίλτρα,εναλλάκτες θερμότητας απορροφητές ενέργειας στην καταπόνηση σωλήνων και απορροφητές ήχου. Ακόμη μελετάται η δυνατότητα εφαρμογής τους στον ιατρικό κλάδο ως στελέχη βιοσυμβατών και βιομημητικών εμφυτευμάτων σε οστά. Προς το παρόν οι αφροί αλουμινίου

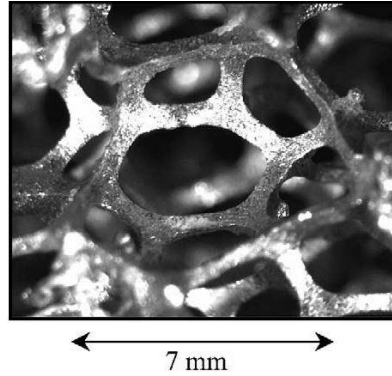
παράγονται από λίγες εταιρείες ανά τον κόσμο, σε μικρή κλίμακα και για συγκεκριμένα πεδία λειτουργικής ανάπτυξης. Επίσης, μπορεί να γίνει μια κατηγοριοποίηση των μεταλλικών αφρών ανάλογα με τη σχετική πυκνότητά τους, την τοπολογία των κυψελών, τον τύπο των κελιών (ανοιχτό ή κλειστό), το μέγεθος, το σχήμα τους και τις ιδιότητες του μεταλλικού υλικού που χρησιμοποιείται για την παραγωγή του αφρού.

Αναφορικά με τη δομή τους, οι αφροί μπορούν να χαρακτηριστούν από την τοπολογία και την μορφολογία των πόρων τους, αν έχουν ανοικτές ή κλειστές κυψέλες, τη σχετική πυκνότητα, το μέγεθος της κυψέλης, το σχήμα της κυψέλης και την ανισοτροπία που εμφανίζουν. Τα συνήθη υλικά κατασκευής των αφρών είναι το αλουμίνιο, το νικέλιο και το τιτάνιο. Προφανώς το υλικό που θα χρησιμοποιηθεί εξαρτάται σε μεγάλο βαθμό από την εκάστοτε εφαρμογή. Το εύρος της σχετικής πυκνότητας που συναντάται σε εμπορικούς μεταλλικούς αφρούς κυμαίνεται από 2% έως και 100%. Ακολούθως παρουσιάζονται χαρακτηριστικά παραδείγματα μεταλλικών αφρών, που φέρουν βασικές διαφορές στη δομή τους. Η πραγματική πυκνότητα του αφρού διαδραματίζει καθοριστικό ρόλο στο μέγεθος των πόρων και στη μέσο πλάτος ανάπτυξης των γεφυρώσεων μεταξύ των πόρων d_s (strut diameter). Επιπρόσθετα εστιασμένη ερευνητική αναφορά πραγματοποιείται παρατεταμένα και ως προς το μέγεθος της πυκνότητας των πόρων ανά μονάδα μήκους (pores per inch –ppi) [6,7].



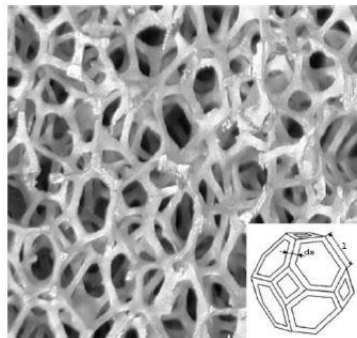
Εικ.3.5 Μεταλλικός αφρός Ni-Cu ανοικτών κυψελών με λεπτότοιχες διασυνδεδετικές συναρμογές και στενή κατανομή διακύμανσης του μέσου μεγέθους του πορώδους [8].

Ο τρόπος με τον οποίο οι κυψέλες σχηματίζονται στους μεταλλικούς αφρούς επιτρέπει τη δυναμική ικανότητα απορρόφησης της ενέργειας σε όλες τις κατευθύνσεις. Το σχήμα του κελιού, τετράεδρο και δεκάεδρο, το καθιστά ανθεκτικό στην κατεύθυνση ή ισοτροπικό, σε ιδανική κλίμακα προσέγγισης. Αυτή η γεωμετρία επιτρέπει στον αφρό να απορροφά ενέργεια σε οποιαδήποτε διεύθυνση και επιτρέπει επίσης την πολυκατευθυντική και ισαξονική μετάδοση θερμότητας, την επαύξηση της θερμικής αντοχής και τη διαβαθμισμένη αποτόνωση κατά τη ροή ενός ρευστού. Είναι σημαντικό να αναφερθεί ότι οι αφροί της ομοιόμορφης περιοδικής κατανομής των κυψελών και του ελεγχόμενου πορώδους μπορεί ιδανικά να προσεγγισθούν ως απόλυτα ισοτροπικά υλικά. Ωστόσο, όταν οι αφροί υποβάλλονται σε επεξεργασία, πάντα προκύπτουν ατέλειες στις κυψέλες και στην κατανομή αυτών, καθώς συνήθως παρουσιάζουν ελαφριά στρέβλωση στην κατεύθυνση όπου οι φυσαλίδες αναδύονται, με αποτέλεσμα οι πόροι των κυψελίδων να ποικίλουν σε μέγεθος. Στη παρακάτω εικόνα αποδίδεται η εξιδανικευμένη εκδοχή μιας μεμονωμένης κυψέλης τετράεδρου και δεκαέδρου αντίστοιχα.



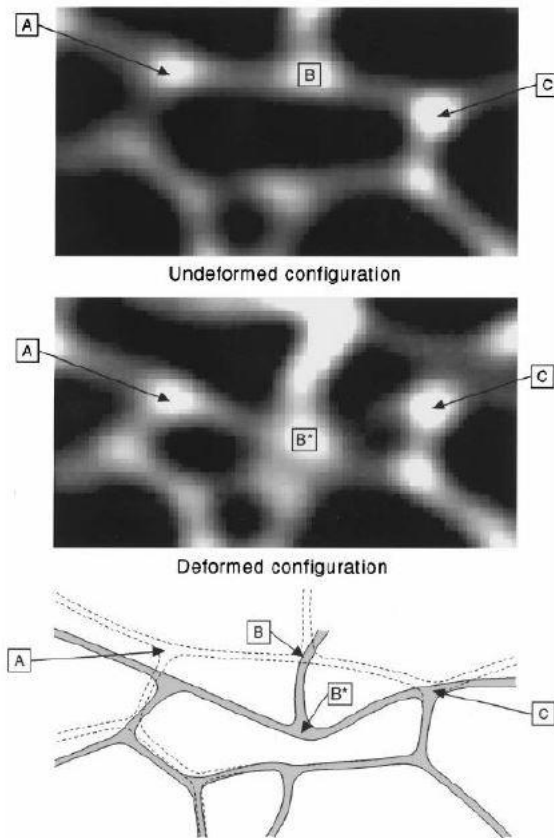
Εικ.3.6 Ιδανικό τετράεδρο και εξάεδρο μιας κυψέλης [103]

Η κυψέλη στη μικραγραφική αυτή ανάπτυξη είναι όσο το δυνατόν πιο κοντά στην ισότροπη διευθέτηση, αλλά όπως αναφέρθηκε στη πραγματικότητα συμμετέχει στη δομή μια ελαφριά στρέβλωση, η οποία δεν επαναλαμβάνεται με απόλυτη ομοιομορφία στις 3 διευθύνσεις. Επομένως, η επισήμανση αυτού του δείγματος ως ισότροπου είναι ανακριβής. Αυτή η ελαφρά παραμόρφωση της κυψέλης δεν σημαίνει ότι το δείγμα, στην μάκρο-κλίμακα όταν υποβάλλεται σε μηχανική φόρτιση δεν θα συμπεριφερθεί με έναν ομοιογενή τρόπο. Το διαβαθμισμένο πεδίο παραμόρφωσης των κυττάρων, με την υψηλή ομοιομορφία που τα χαρακτηρίζει, επιτρέπει στον αφρό να δρα μακροσκοπικά ως ομοιογενής και ομοιόμορφα αποκρινόμενη δομική μονάδα.



Εικ.3.7 Στερεογραφική δομική απεικόνιση αφρού αλουμινίου και ένδειξη τετράεδρου και δεκάεδρου μιας κυψέλης [105]

Για μία πιο εστιασμένη προσέγγιση του τρόπου με τον οποίο οι μεταλλικοί αφροί απορροφούν ενέργεια, δίνεται μια δισδιάστατη απεικόνιση του τρόπου με τον οποίο οι κυψέλες καταρρέουν κάτω από συνεχή και σταδιακή φόρτιση. Όταν το σημείο B είναι υπό φορτίο, και εφόσον ο αφρός παραμένει στην ελαστική περιοχή, το σημείο B θα ανακτήσει την αρχική του θέση αφού έχει απορροφήσει την ενέργεια από την εντατική επιφόρτιση. Ακόμα και όταν ο αφρός φτάσει την πλαστική περιοχή, η μακροσκοπική απόκριση ως προς την απορρόφηση ενέργειας ισχύει, με αποτέλεσμα από τη στιγμή όπου το σημείο B φθάσει στο B*, αυτό όχι μόνο να έχει παραμορφωθεί, αλλά επίσης να έχει απορροφήσει ένα σημαντικό ποσό ενέργειας.



Εικ.3.8 2-D απεικόνιση της παραμόρφωσης και της πολυκατευθυντικής απορρόφησης ενέργειας σε μεταλλικό αφρό ανοικτών κυψελών [104]

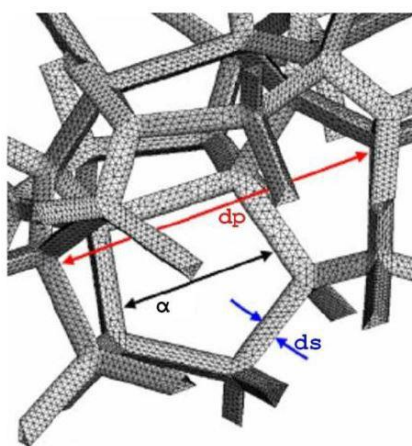
Η σχετική πυκνότητα ενός μεταλλικού αφρού καθώς και η πυκνότητα των πόρων του είναι οι δύο πιο σημαντικοί παράγοντες σε ότι αφορά στην ικανότητα απορρόφησης ενέργειας. Η σχετική πυκνότητα ελέγχει το πάχος του συνδέσμου των κυττάρων, συνεπώς όσο παχύτερος είναι ο σύνδεσμος τόσο περισσότερη ενέργεια απορροφά η κυψέλη και τόσο ισχυρότερος είναι ο αφρός. Οι μηχανικές ιδιότητες των μεταλλικών αφρών σε μεγάλο βαθμό καθορίζονται από την πυκνότητά τους. Ωστόσο, το μέγεθος των πόρων, η δομή καθώς και η κατανομή τους είναι επίσης σημαντικές παράμετροι για τον καθορισμό των συνολικών ιδιοτήτων τους.

Κατά γενικό κανόνα, υπάρχει μια αρκετά στενή σχέση μεταξύ πυκνότητας και μηχανικών ιδιοτήτων όπως η αντοχή σε θλίψη, αν και αυτές οι ιδιότητες μειώνονται πιο γρήγορα από ότι η πυκνότητα η ίδια. Για παράδειγμα, μεταλλικός αφρός βολφραμίου, με πυκνότητα περίπου 30% της θεωρητικής πυκνότητας, χαρακτηρίζεται από εφελκυστικές και θλιπτικές αντοχές σε επίπεδο μόνο 4 έως 5% συγκριτικά με εκείνες του στερεού μετάλλου. Ως εκ τούτου, οι τιμές των ιδιοτήτων των μεταλλικών αφρών πρέπει να προσδιορίζονται για το συγκεκριμένο υλικό συνδυαζόμενες με την πυκνότητα.

Οι μεταλλικοί αφροί ανοικτών κυψελίδων, όπως έχει είδη αναφερθεί, παρουσιάζουν μεγάλο λόγο επιφάνειας προς όγκο. Πειραματικές μελέτες έχουν συντελέσει για να συσχετίσουν τη διαπερατότητα με τις δομικές παραμέτρους του αφρού. Βέβαια δεν έχει υπάρξει, μέχρι στιγμής τουλάχιστον, καμία γενική σχέση που να καθορίζει τα κύρια δομικά χαρακτηριστικά. Αυτό συμβαίνει λόγω του ότι η γεωμετρία των πορωδών μέσων είναι πολύπλοκη και με τις μεθόδους που παρασκευάζονται δεν καθίσταται περιοδική, με αποτέλεσμα να μην είναι προβλέψιμη. Κατ' αυτό τον τρόπο ένα σημαντικό πρόβλημα για την αξιολόγηση της διαπερατότητας των αφρών είναι να

καθοριστούν οι δομικές ιδιότητες που κατέχουν τον κυριότερο λόγο στη διαμόρφωση της πτώσης πίεσης εντός αυτών.

Μέχρι στιγμής στη διεθνή ερευνητική κοινότητα διατυπώνεται ότι η διαπερατότητα των αφρών ως προς τη ροή αέρα μπορεί να συσχετιστεί με τις μακροσκοπικές ιδιότητες τους, όπως ο αριθμός των πόρων ανά μονάδα μήκους και η φαινομενική πυκνότητα. Οι αφροί αποτελούνται από ένα δίκτυο δοκίδων (struts) των υλικών από τα οποία είναι κατασκευασμένοι. Ο τρόπος με τον οποίο συνδέονται οι δοκίδες δημιουργούν τις κυψέλες οι οποίες όπως έχει αναφερθεί δεν έχουν ομοιόμορφη περιοδική κατανομή αλλά φέρουν μια ελαφριά στρεβλωση καθώς μπορούν να διαμορφώσουν ένα τετράεδρο, δεκάεδρο, ή οποιοδήποτε άλλο συντακτικό πολύεδρο. Η πολυπλοκότητα της γεωμετρικής αναδιευθέτησης και της χωρικής αναπροσαρμογής του μεταλλικού αφρού αποτελεί άμεση συνέπεια του τρόπου ανάπτυξης αυτού.



Εικ.3.9 Γραφική απεικόνιση χαρακτηριστικών γεωμετρικών μεγεθών τυπικής κυψελλοειδούς δομής.

Οι μακροσκοπικές ιδιότητες των δομών του αφρού χρησιμοποιούνται για να περιγράψουν τις μήτρες αφρών, βάσει τριών μορφολογικών παραμέτρων, οι οποίες είναι η διάμετρος των δοκίδων (d_s), η διάμετρος των πόρων (α), και το πορώδες του αφρού (ϵ). Σημαντικό γνώρισμα για τα κυψελοειδή στερεά είναι η σχετική τους πυκνότητα η οποία έχει ορισθεί ως ρ_g / ρ_s και σχετίζεται με άμεσες επιπτώσεις στο μέσο μέγεθος των κυψελίδων, στο πάχος των τοιχωμάτων των κελιών, στη διάμετρο των πόρων, ενώ συγχρόνως επιδρά άμεσα στις μηχανικές και θερμικές ιδιότητες του αφρού.

Ονοματολογία των κυρίων χαρακτηριστικών ενός μεταλλικού αφρού.

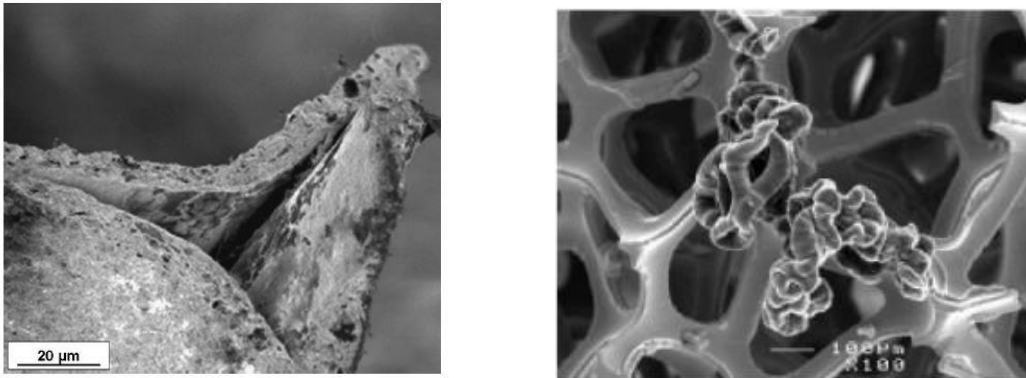
α	Διάμετρος πόρων (pore diameter)
ϵ	Πορώδες (porosity)
d_s	Διάμετρος δοκίδας (strut diameter)
d_p	Μέση διάμετρος κυψέλης (particle diameter)
ρ_g	Προφανής πυκνότητα (apparent density)
ρ_s	Πυκνότητα υλικού δοκίδων (strut bulk density)

Τα κύρια μορφολογικά χαρακτηριστικά των παραπάνω αφρών εξετάζονται με ένα οπτικό μικροσκόπιο, δηλαδή λαμβάνεται μέτρηση της διαμέτρου πόρων και του πάχους των γεφυρώσεων διασύνδεσης (d_s) με τη βοήθεια της sizing technique (τεχνική ταξινόμησης βάσει μεγέθους). Το πορώδες του αφρού (ϵ) που είναι ο διαθέσιμος όγκος για να διατρέξουν τα ρευστά τη δομή ανοικτών κελιών, μπορεί να υπολογισθεί μέσω χρήσης της μάζας και του όγκου, βάσει της παρακάτω συναρτησιακής σχέσης,

$$\varepsilon = 1 - \rho_g / \rho_s$$

όπου το ρ_g είναι η προφανής πυκνότητα αφρού και το ρ_s είναι η πυκνότητα του υλικού των δοκίδων.

Η πυκνότητα του υλικού των δοκίδων και το εσωτερικό πορώδες μπορούν να ληφθούν από διάφορες τεχνικές διανομής πορώδους (παρέισφρηση υδραργύρου, πυκνόμετρο νερού, πολυπυκνόμετρο ηλίου). Η αναλογία της μάζας στον προφανή όγκο των αφρών δίνει το ρ_g .

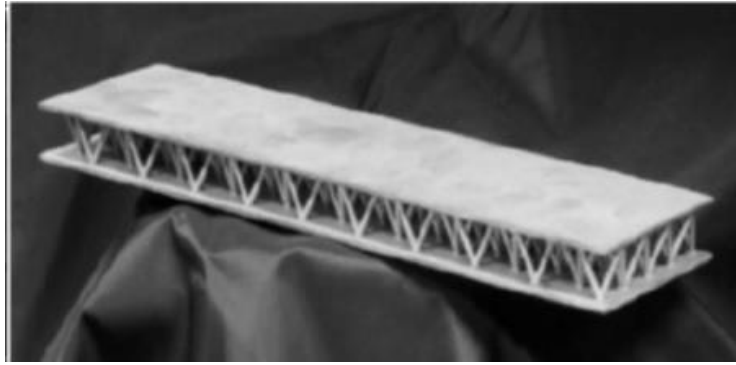


Εικ.3.10 Μικρογραφία SEM όπου απεικονίζεται το τεχνητό τοπογραφικό ανάγλυφο των κενών όγκων μιας δοκίδας [103] και ανάπτυξη πτυχωτικής διαβάθμισης λόγω διαπίδυσης της πολυουρεθάνης από κυψελίδα μεταλλικού αφρού υπερκράματος νικελίου.

3.3 Δημιουργία τρισδιάστατης δικτυωτής δομής.

Η εταιρία Jamcorp (Jonathan Aerospace Materials Corporation) ήταν από τις πρώτες εταιρίες που κατασκεύασαν υλικά με δομή τρισδιάστατου πλέγματος, τα οποία ονομάζονται υλικά δικτυωτής δομής. Αποτελούνται από επανάληψη συμμετρικών μοτίβων στις δύο ή στις τρεις διαστάσεις, δομή η οποία ονομάζεται συντακτική ή περιοδική. Τα υλικά τα οποία παρουσιάζουν μόνο στατιστική ομοιομορφία ονομάζονται στοχαστικά[9].

Το πρώτο βήμα της μεθόδου είναι η κατασκευή πολυμερικού προτύπου με δικτυωτή δομή. Ακολουθεί η χύτευση του μετάλλου, το οποίο παίρνει τη θέση του πολυμερικού αφρού καθώς αυτός εξαερώνεται. Όταν το αρχικό πρότυπο έχει συμμετρική δομή, η χύτευση γίνεται πιο εύκολα και αποφεύγονται οι ατέλειες. Η διαδικασία μπορεί να γίνει με όλα τα χυτεύσιμα μέταλλα, αλλά προτιμώνται όσα έχουν ικανοποιητική ρευστότητα (εύροια). Στην παρατιθέμενη εικόνα παρουσιάζεται ένα τετραεδρικό πλέγμα με δικτυωτή δομή. Αρχικά δημιουργήθηκε το πολυμερικό πρότυπο, το οποίο στη συνέχεια αντικαταστάθηκε από κράμα χαλκού-βηρυλλίου. Το μήκος του τεμαχίου είναι 300 mm ενώ η διατομή κάθε στελέχους 1,2 mm.



Εικ.3.11 Δομή τρισδιάστατου πλέγματος κράματος Cu-Be κατασκευασμένο και πατενταρισμένο από την εταιρεία Jamcor με εφαρμογή σε πρόγραμμα δομικής επιστελέχωσης μη επανδρωμένου καταδιωκτικού αεροσκάφους.

Η συγκεκριμένη μέθοδος έχει υψηλό κόστος, ενώ παράλληλα οδηγεί στη δημιουργία πολύ ανοικτής δομής. Είναι δύσκολη η κατασκευή μέσω αυτής σύνθετων γεωμετρικών μορφών, ενώ αυτές παρουσιάζουν και μειωμένη στιβαρότητα. Στα πλεονεκτήματά της όμως συγκαταλέγονται η δυνατότητα δημιουργίας συντακτικής δομής, καθώς και η δυνατότητα δημιουργίας πολυστρωματικών κατασκευών μέσω της σύνδεσης μεμονωμένων τεμαχίων. Πρόσφατα κατασκευάστηκαν μεταλλικοί αφροί με σύνταξη τετραεδρικού πλέγματος και δικτυωτής δομής από χύτευση αντικατάστασης του πολυμερικού προτύπου με κράμα χαλκού-βηρυλλίου (Cu-Be2%). [10]

3.4 Ιδιότητες των αφρών αλουμινίου.

Οι αφροί αλουμινίου είναι αρκετά διαδεδομένοι στην τεχνολογία παραγωγής πορωδών μεταλλικών υλικών. Είναι ιστροπικά αφρώδη υλικά και έχουν σταθερή δομή για θερμοκρασίες μικρότερες του σημείου τήξεως του μετάλλου. Η πυκνότητα των αφρών αλουμινίου κυμαίνεται σε χαμηλές τιμές από 0,3 έως 0,8 gr/cm³. Όσο μικρότερη είναι η τιμή της πυκνότητας του αφρού τόσο μειώνεται η αντοχή του, η οποία είναι σαφώς πολύ μικρότερη από την αντοχή του συμπαγούς υλικού. Όμως η μορφή του αφρού προσδίδει στο υλικό ιδιότητες που πλεονεκτούν σε σύγκριση με το συμπαγές μέταλλο από το οποίο προέρχεται.

Ανάλογα με την παραγωγική διαδικασία που θα ακολουθηθεί για την δημιουργία της πορώδους δομής, έχουμε διακυμάνσεις στις ιδιότητες των αφρών εξαιτίας βασικών παραμέτρων οι οποίες διαφοροποιούνται. Οπότε είτε για διαφορετικές πορώδεις δομές από το ίδιο υλικό, είτε για διαφορετικά μητρικά υλικά έχουμε σημαντικές τροποποιήσεις στις ιδιότητες των μεταλλικών αφρών που μας επιτρέπουν να μπορούμε να αναπροσαρμόσουμε και να κατευθύνουμε την παραγωγική διαδικασία ανάλογα με τη χρήση.

Εφόσον οι ιδιότητες των μεταλλικών αφρών εξαρτώνται σε καθοριστικό βαθμό από τον τρόπο παραγωγής τους, αυτό σημαίνει ότι ένας αφρός που έχει παραχθεί με δύο διαφορετικούς τρόπους έχει διαφορετικές ιδιότητες και τεχνολογικά όρια λειτουργικότητας, ακόμη και αν έχει προκύψει από το ίδιο κράμα μετάλλων. Τα βασικά δομικά και μηχανικά χαρακτηριστικά που επιθυμούμε από την τελική αφρώδη δομή είναι αυτά που αφορούν στο αρχικό κράμα και στον τρόπο παραγωγής που έχει ακολουθηθεί. Επίσης, οι ιδιότητες των αφρών επηρεάζονται σημαντικά από τις ατέλειες του μητρικού υλικού. Ακόμη, πολλοί μελετητές θεωρούν τους αφρούς ως διφασικά μίγματα αέριων εγκλεισμάτων μέσα σε μεταλλική δομή, ώστε να εξάγουν συμπεράσματα για την αντοχή τους με βάση απλούστερα προτυποποιημένα μαθηματικά μοντέλα και αναλυτικές σχέσεις. Η πρακτική αυτή όμως οδηγεί σε σημαντικές αποκλίσεις σε σχέση με τις θεωρητικές τιμές[11].

Το ευρύ φάσμα των εφαρμογών τους οφείλεται στα πλεονεκτήματα των πορωδών μεταλλικών υλικών που βασίζονται κατά ένα μεγάλο ποσοστό και στο υλικό παρασκευής τους (μπορεί να είναι καθαρό μέταλλο ή κράμα). Όπως αναφέραμε ένα από αυτά αποτελεί η υψηλή ικανότητα

απορρόφησης ενέργειας κατά την κρούση και την συμπίεση, ανεξάρτητα από την φορά της φόρτισης. Ο εξαιρετικός συνδυασμός μηχανικών ιδιοτήτων (κυρίως αντοχή και ακαμψία) και χαμηλού βάρους είναι εξίσου σημαντικά προτερήματα. Επιπρόσθετα, πρόκειται για δομές πολύ αποτελεσματικές ως προς την απορρόφηση ταλαντώσεων, ήχου και ηλεκτρομαγνητικής ακτινοβολίας.

Υπάρχουν πολλές βασικές αρχές που έχουν προταθεί για το χαρακτηρισμό και τη μοντελοποίηση αυτής της σχέσης. Αυτές, που είχαν αρχικά αναπτυχθεί για τα πολυμερή, βασίζονται στη σχετική πυκνότητα του αφρού και γι αυτό προϋποθέτουν ομοιόμορφη κατανομή των κυψελίδων, τουλάχιστον σε μακροσκοπικό επίπεδο. Όμως, οι μεταλλικοί αφροί διαφέρουν σε σημαντικό βαθμό από τους πολυμερικούς, μιας και οι τελευταίοι συνήθως έχουν κανονική δομή, σε αντίθεση με τους μεταλλικούς που είναι «ακανόνιστοι» και παρουσιάζουν μεγάλη ποικιλία μεγέθους και ετερομορφία σχήματος κελιών. Επίσης, υπάρχουν πολλές ατέλειες στη δομή, όπως ρωγμές, οπές ή αυλακώσεις μεταξύ των γεφυρώσεων) των κυψελίδων. Τα στοιχεία αυτά μπορούν να αποδοθούν στις σημαντικά υψηλότερες θερμοκρασιακές βαθμίδες ανάπτυξης κατά τη διάρκεια της παρασκευαστικής διαδικασίας τους, εν αντιθέσει με τους πολυμερικούς αφρούς [12].

Κατασκευάζοντας έναν αφρό από μέταλλο, σε αντίθεση με τους αφρούς πολυμερικής μήτρας, αυξάνεται η ακαμψία, διευρύνεται η θερμοκρασία λειτουργίας και μεγαλώνει η αντίσταση σε πολλές διαλυτικές ουσίες καθώς και τη φωτιά. Σε ότι αφορά στη συγκριτική τους συσχέτιση με τους κεραμικούς αφρούς, εμφανίζονται επιβελτιωμένα αποτελέσματα ως προς την ανθεκτικότητα και την αντοχή σε κόπωση, την θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, ενώ συγχρόνως χαρακτηρίζονται από διευρυμένο δυναμικό ικανότητας μορφοποίησης. Επίσης, αξίζει να σημειωθεί ότι είναι πλήρως ανακυκλώσιμα υλικά, χωρίς να εμφανίζεται μόλυνση ή κατασπατάληση ενέργειας, ένα σημείο το οποίο δεν μπορεί να αγνοηθεί, καθώς η παραγωγή, η χρήση και η διάθεση νέων προηγμένων υλικών συχνά επιφέρει αρνητικές επιδράσεις κατά τη διάρκεια του κύκλου ζωής τους [13,14].

3.5 Μηχανικές ιδιότητες και μηχανική αντοχή των μεταλλικών αφρών.

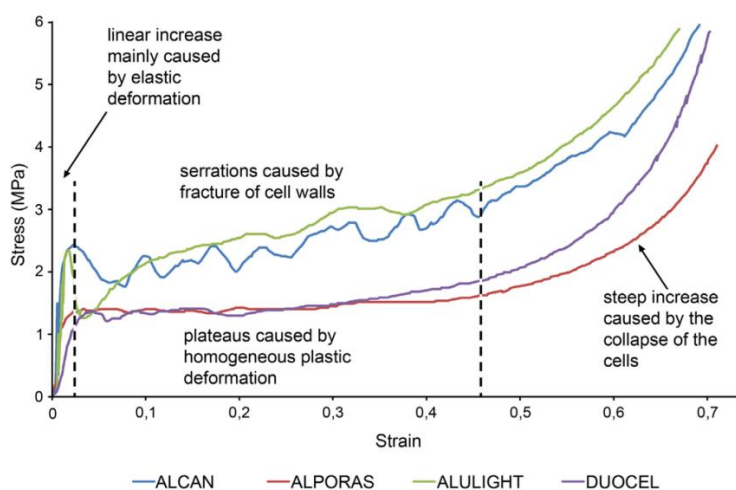
Ένα βασικό χαρακτηριστικό των μεταλλικών αφρών είναι οι μηχανικές τους ιδιότητες. Οι κυριότερες από αυτές αναφέρονται παρακάτω [15]:

- το μέτρο ελαστικότητας,
- η παραμόρφωση που αντιστοιχεί στην αρχή της πύκνωσης,
- η τάση σταθεροποίησης (ή τάση πλατώ) όπου το υλικό παραμορφώνεται πλαστικά.

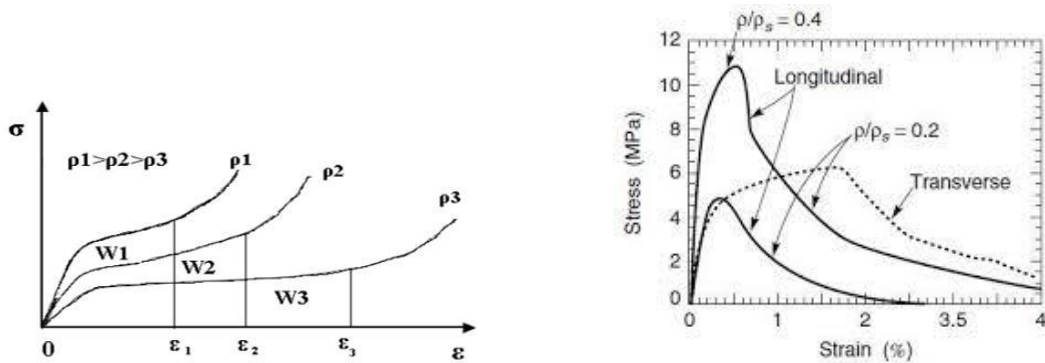
Ωστόσο οι παράμετροι που επηρεάζουν και καθορίζουν τις μηχανικές ιδιότητες των μεταλλικών αφρών σε σειρά σημαντικότητας είναι:

- η σχετική πυκνότητα του αφρού,
- ο τύπος του πορώδους (ανοιχτών ή κλειστών κελιών)
- η απαίτηση σε συνολική εσωτερική επιφάνεια του κυψελοειδούς υλικού.
- το μέγεθος, η κατανομή και το κλάσμα όγκου συμμετοχής των πόρων επί της συνολικής δομής
- το σχήμα των πόρων και η ανισοτροπία ανάπτυξης αυτού
- η διασυνδεσιμότητα των τοιχωμάτων των πόρων
- οι ατέλειες του πορώδους λόγω παραμόρφωσης των πόρων ή ρηγμάτωσης των πόρων.
- οι ιδιότητες του μητρικού υλικού και των σωματιδίων που προστίθενται στο μικροδομικό ιστό
- η μορφολογία και οι διαστάσεις των κελιών του μεταλλικού αφρού
- η σχετική πυκνότητα και η βύθμωση του κλάσματος όγκου συμμετοχής του μετάλλου στις πλευρές του κελιού

Ο απώτερος σκοπός της μελέτης των μηχανικών ιδιοτήτων των μεταλλικών αφρών είναι φυσικά ο προσδιορισμός της μηχανικής αντοχής τους, χαρακτηριστικό πρωταρχικής σημασίας για την χρήση τους. Κατά συνέπεια η αντοχή και η στιβαρότητα των μεταλλικών αφρών επηρεάζεται από τις παραμέτρους των μηχανικών ιδιοτήτων. Οι ατέλειες στο πορώδες, όπως η συσσώρευση υλικού στους κόμβους των κελιών, οι πτυχωτικές αναδιπλώσεις και οι κυρτωτικές διαβαθμίσεις των τοιχωμάτων των κελιών, η ανομοιόμορφη κατανομή της πυκνότητας και τέλος οι συγχωνεύσεις κελιών αποκλίνουν από τον στόχο που αποτελεί η διατήρηση της ομοιομορφίας της πορώδους δομής. Έτσι στη τεχνολογία παραγωγής των πορωδών υλικών καλούμαστε να βελτιστοποιήσουμε τη δομή των αφρών ώστε να αυξήσουμε την αντοχή τους. Επιπροσθέτως η μηχανική αντοχή των μεταλλικών αφρών επηρεάζεται από την εξωτερική επιφάνεια του δοκιμίου. Αν η πυκνή εξωτερική επιφάνεια δοκιμίου μεταλλικού αφρού αφαιρεθεί με κατεργασία κοπής τότε η αντοχή του παρατηρείται να μειώνεται δραματικά. Αύξηση της αντοχής των αφρών μπορεί να επιτευχθεί με μία διεργασία όπου οι αφροί περιβάλλονται με μεταλλικά φύλλα αλουμινίου ή σιδήρου δημιουργώντας μία μορφή σάντουιτς. Έτσι προκύπτει και η εφαρμογή των σωλήνων που το εσωτερικό τους πληρώνεται με μεταλλικό αφρό ώστε να πετύχουμε επέκταση των επιπέδων αντοχής και ακαμψίας. Εκτός της γεωμετρίας των κελιών και γενικότερα της αναπτυσσόμενης δομής του πορώδους, μία άλλη ένδειξη μηχανικής αποκρισιμότητας αποτελεί το μέτρο ελαστικότητας του αφρού, το οποίο αυξάνει εκθετικά με την αύξηση της πυκνότητας του, με αποτέλεσμα την άμεση επαύξηση της αντοχής του. Επίσης ορίζεται διεθνώς το ειδικό μέτρο ελαστικότητας που ισούται με το πηλίκο του μέτρου ελαστικότητας προς την πυκνότητα του μεταλλικού αφρού. Για υλικά μεγάλης πυκνότητας, το ειδικό μέτρο ελαστικότητας είναι πολύ μεγαλύτερο από άλλων υλικών ελαφρώς μικρότερης πυκνότητας. Ο έλεγχος της μηχανικής συμπεριφοράς των αφρών γίνεται με δοκιμή θλίψης εξ' αιτίας της κυψελωτής δομής τους, σε αντίθεση με τα συμπαγή μέταλλα τα οποία υποβάλλονται σε δυναμική απόκριση μονοαξονικού εφελκυσμού. Από τη μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση προκύπτει το τυπικό διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης από το οποίο απορρέει και η τυπική συμπεριφορά αφρών ανοιχτού ή κλειστού πορώδους.



Εικ.3.12 Διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης μεταλλικού αφρού υπό την εξελικτική διαδικασία εφαρμογής δυναμικής θλιπτικής καταπόνησης.



Εικ.3.13 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης μεταλλικών αφρών διαφορετικής πυκνότητας [16] και αντίστοιχες προτυποποιημένες καμπύλες για μεταβλητή φορά επιφόρτισης (παράλληλα και κάθετα ως προς τον διαμήκη άξονα ανάπτυξης του μεταλλικού αφρού).

Πολλαπλότητα αριθμητικών μοντέλων έχει αναπτυχθεί με αφετηρία τη προσέγγιση μέσω ιδεατών δομών, η χρήση των οποίων καθίσταται καταλυτική για τη περιγραφή της συμπεριφοράς της μακροδομής των μεταλλικών αφρών. Το ευρέως χρησιμοποιούμενο μοντέλο είναι το θεωρητικό μοντέλο Gibson – Ashby για αφρούς κλειστού και ανοιχτού κελιού όπως αποδίδεται παρακάτω, μέσω του οποίου συσχετίζονται οι μηχανικές ιδιότητες, οι ενδογενείς ιδιότητες του μετάλλου και η σχετική πυκνότητα αυτού [17,18]:

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{ys}} = C_2 \frac{\rho^*}{\rho_s}^{3/2} \left(1 + \frac{\rho^*}{\rho_s}^{1/2} \right)$$

Όπου σ_{pl}^* : η τάση διαρροής της πορώδους δομής

σ_{ys} : η τάση διαρροής του αντίστοιχης συμπαγούς μεταλλικής δομής

ρ^* : η σχετική πυκνότητα της πορώδους δομής

ρ_s : η σχετική πυκνότητα της αντίστοιχης συμπαγούς μεταλλικής δομής

3.5.1 Μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση των μεταλλικών αφρών.

Οι μηχανικές ιδιότητες των μεταλλικών αφρών και γενικά των πορώδων υλικών άρχισαν να μελετώνται από τους Gibson και Ashby. Όταν η κατάρρευση των τοιχωμάτων των κελιών και η πλαστική παραμόρφωση γίνονται ταυτόχρονα, προκύπτει η ιδανική μηχανική συμπεριφορά του μεταλλικού αφρού. Έχει ιδιαίτερη σημασία αν πρόκειται για αφρό με ανοικτούς ή κλειστούς πόρους. Τα ανοικτά κελιά, όταν υφίστανται μονοαξονική συμπίεση, παραμορφώνονται μέσω λυγισμού των ακμών τους. Όταν η τιμή του φορτίου αυξάνεται σημαντικά, τα τοιχώματα των κελιών υφίστανται πλαστική παραμόρφωση. Από την άλλη πλευρά, στα κλειστά κελιά, συμβαίνει ταυτόχρονη παραμόρφωση των οριζόντιων τμημάτων με λυγισμό και των κατακόρυφων με τάνυση. Οι μηχανικές ιδιότητες του μεταλλικού αφρού εξαρτώνται επίσης από τη σχετική πυκνότητα, τη βάρησή και τη διακύμανσή της μέσα στη μεταλλική δομή.

Για τον καθορισμό της μηχανικής συμπεριφοράς των αφρών απαιτείται μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση, από την οποία προκύπτει το διάγραμμα τάσης-παραμόρφωσης όπως αναφέραμε και παραπάνω. Όπως φαίνεται στην αντίστοιχη διαγραμματική απεικόνιση της σχέσης τάσης-παραμόρφωσης, παρατηρείται αρχικά μία σχεδόν γραμμική παραμόρφωση από το σημείο έναρξης επιβολής τάσης, στη συνέχεια για ένα διάστημα παρατηρείται σταθεροποίηση με διατήρηση

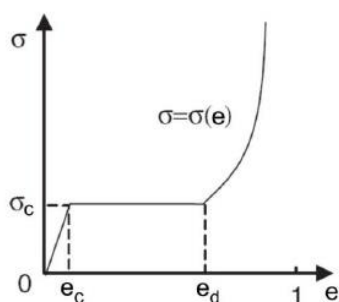
μιας βαθμίδας τάσης αμετάβλητης ενώ τελικώς ακολουθεί απότομη αύξηση της παραμόρφωσης. Έτσι η καμπύλη του διαγράμματος τάσης-παραμόρφωσης μπορεί να απλοποιηθεί σε τρεις διακριτές περιοχές. Αυτές είναι οι ακόλουθες:

- ελαστική - γραμμική περιοχή
- περιοχή σταθεροποίησης – πλατώ
- περιοχή πύκνωσης.

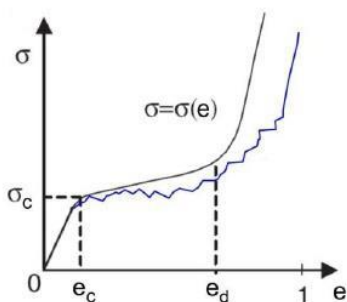
Οι διακεκριμενοποιημένες περιοχές της καμπύλης τάσης-παραμόρφωσης είναι ορατές ανεξαρτήτως της συμπεριφοράς που έχει ο μεταλλικός αφρός στην δοκιμή της θλίψης.

Ανάλογα με την απόκριση με την οποία ανταπεξέρχονται της παραμόρφωσης οι μεταλλικοί αφροί κατά τη διάρκεια της θλιπτικής καταπόνησης, στοιχειοθετούνται τρεις κατηγορίες μηχανικής απόκρισης [19,20]:

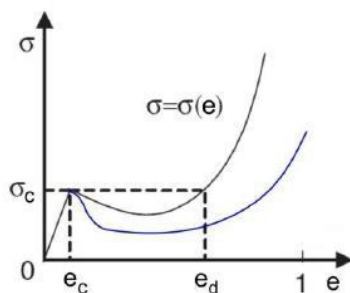
- ελαστική – πλαστική απόκριση
- απόκριση με χαρακτηριστικά ενδοτράχυνσης
- απόκριση με χαρακτηριστικά χαλάρωσης παραμόρφωσης



Εικ.3.14 Μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση μεταλλικού αφρού με ελαστοπλαστική απόκριση [19].



Εικ.3.15 Μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση μεταλλικού αφρού αποκρινόμενη με χαρακτηριστικά ενδοτράχυνσης [19].



Εικ.3.16 Μονοαξονική θλιπτική παραμόρφωση μεταλλικού αφρού αποκρινόμενη με χαρακτηριστικά χαλάρωσης παραμόρφωσης [19].

Στην ελαστική περιοχή το τοιχώματα του αφρού παραμορφώνονται ελαστικά σε κάμψη με αναστρέψιμη την εντατική κατάσταση και δυνατότητα απόσβεσης του τένσορα των μικροτασιακών διαβαθμίσεων. Βέβαια παρατηρούνται περιπτώσεις όπου η παραμόρφωση τοπικά μπορεί γίνει πλαστική και μη αναστρέψιμη αν οι τάσεις ξεπεράσουν το όριο διαρροής του υπό μελέτη μετάλλου.

Αυτό δύναται να συμβεί στους αφρούς εξ' αιτίας της πολύπλοκης, σχετικά ετερόμορφης και ανομοιογενούς δομής τους. Μια πρόωρη λοιπόν πλαστικότητα ενώ βρισκόμαστε στην ελαστική περιοχή μπορεί να αποδώσει μείωση στο μέτρο ελαστικότητας του αφρού λόγω μη γραμμικότητας της καμπύλης, με συνεπαγόμενη μείωση της κλίσης αυτής. Αυτός είναι και ο λόγος που το μέτρο ελαστικότητας λαμβάνεται από την κλίση της καμπύλης στο γραμμικό της τμήμα, ή από την κλίση της καμπύλης που δίνει την αποφόρτιση του αφρού, αφού έχει προγενέστερα ασκηθεί τάση ως την πλαστική περιοχή. Τυπικά η πλαστική παραμόρφωση ξεκινά στην περιοχή του πλατώ όπου διαδίδεται ένας νέος μηχανισμός διαμορφωσιμότητας, επεκτεινόμενος μέσω λυγισμού και πλαστικής κάμψης των τοιχωμάτων των κελιών. Η περιοχή πλατώ ξεκινά από την τάση αντοχής σε θλίψη σ_c έως και την παραμόρφωση ϵ_d , όπου και βρίσκεται η αρχή της πύκνωσης. Το μήκος της περιοχής πλατώ στην καμπύλη εξαρτάται από τη σχετική πυκνότητα του αφρού, την ομοιογένεια της δομής του και τέλος τη μορφολογία των κελιών. Στην περίπτωση της ελαστοπλαστικής απόκρισης, η τάση πλατώ που αντιστοιχεί στην περιοχή σταθεροποίησης, έχει σταθερή τιμή για μεγάλο εύρος της παραμόρφωσης. Μικρή κλίση παρουσιάζει η περιοχή πλατώ όταν η απόκριση έχει χαρακτηριστικά ενδοτράχυνσης. Η ενδοτράχυνση προκαλείται ανάλογα με το μέταλλο που χρησιμοποιείται αλλά και την ετρογένεια κατανομής των περιοχών παραμόρφωσης όπως αυτές αναδιαμορφώνονται υπό το συγκεκριμένο ρυθμό παραμόρφωσης. Σε αντίθεση, στην απόκριση με χαρακτηριστικά χαλάρωσης παραμόρφωσης συμβαίνει μία μείωση της τάσης πλατώ αμέσως μετά την ελαστική περιοχή.

Από την παραμόρφωση ϵ_d , ξεκινάει η περιοχή της πύκνωσης. Μετά την περιοχή πλατώ, με περαιτέρω θλίψη, αυξάνοντας δηλαδή την τάση, οι πόροι κλείνουν αφού γειτονικά τοιχώματα των κελιών ενώνονται και παρατηρείται κατάρρευση των κελιών. Έτσι στην περιοχή της πύκνωσης έχουμε μία απότομη αύξηση της κλίσης της καμπύλης τάσης-παραμόρφωσης. Όπως αποδίδεται και στα διαγράμματα τάσης-παραμόρφωσης για μηχανική αποκρισιμότητα με χαρακτηριστικά ενδοτράχυνσης και χαλάρωσης παραμόρφωσης στις περιοχές πλατώ και πύκνωσης, μπορεί η παραμόρφωση να παρουσιάσει ψαθυρό χαρακτήρα εξ' αιτίας της απόκρισης του συνόλου του πορώδους και όχι ψαθυρότητα λόγω του ίδιου του υλικού. Στην καμπύλη της τάσης-παραμόρφωσης, για τον αναπτυσσόμενο μηχανισμό της ενδοτράχυνσης, παρατηρούμε ότι η ψαθυρή συμπεριφορά εκδηλώνεται μέσω πολλαπλών διαδοχικών διακυμάνσεων. Αντίθετα σε ότι αφορά στην όλκιμη συμπεριφορά των αφρών, η καμπύλη βαίνει βαθμωτά με συνέχεια και ομαλότητα. Όταν η απόκριση χαρακτηρίζεται από χαλάρωση παραμόρφωσης, η αποκάλυψη της ψαθυρής συμπεριφοράς του αφρού συνδυάζεται και εντοπίζεται μέσω της απότομης αύξησης της κλίσης της καμπύλης.

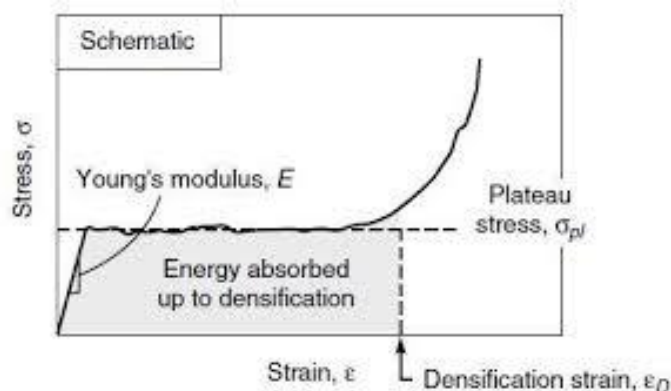
Η δυναμική απόδοση έναντι μηχανικής επιφόρτισης του μητρικού μετάλλου μπορεί να τροποποιηθεί σημαντικά, αν στη βασική αυτή δομή εισαχθούν τασιενεργά σωματίδια. Τα σωματίδια αυτά μπορούν είτε να αντιδράσουν με το υγρό μέταλλο είτε να παραμείνουν ανενεργά. Στην πρώτη περίπτωση παράγεται στερεό διάλυμα, ενώ στη δεύτερη περίπτωση τα χημικώς ανενεργά σωματίδια συσσωρεύονται μεταξύ των πόρων ή στα τοιχώματα των κελιών. Ως αποτέλεσμα της παραπάνω παρένθεσης σωματιδίων στη μεταλλική μήτρα επέρχεται η αύξηση της μέσης διαμέτρου των πόρων. Έχουν μελετηθεί οι πόροι που παρουσιάζουν ανομοιομορφίες [16,18]. Ανομοιομορφίες όπως οι καμπυλώσεις (wiggles) οφείλονται στη διαφορά πίεσης του αερίου μέσα και έξω από τον πόρο, ενώ ανομοιομορφίες όπως οι πτυχωτικές διαβαθμίσεις και οι μορφολογικές ετεροκατανομές σχετίζονται με τη στερεοποίηση του αφρού και εμφανίζονται κυρίως σε αφρούς χαμηλής πυκνότητας με μεγάλα κελιά [16].

3.5.2 Απορρόφηση ενέργειας.

Η καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης ενός ιδανικού υλικού κρουστικής απορρόφησης έχει ορθογώνιο σχήμα, του οποίου η επιφάνεια καθορίζεται από τη μέγιστη τάση σ_d και την αντίστοιχη παραμόρφωση e_d . Ως απόδοση απορρόφησης ενέργειας ενός υλικού (η) ορίζουμε τον λόγο της ενέργειας που απορροφά το υλικό προς την ενέργεια που θα απορροφούσε δυνητικά το αντίστοιχο ιδανικό υλικό. Ολοκληρώνουμε δηλαδή την περιοχή της καμπύλης τάσης-παραμόρφωσης του υλικού μέχρι μία θλιπτική παραμόρφωση και τη διαιρούμε με την ιδεατή ενέργεια που απορροφά το ιδανικό υλικό.

$$\eta = \frac{A_{real}}{A_{ideal}} = \frac{\int_0^{e_d} \sigma(e) de}{\sigma_d \cdot e_d}$$

Συμπερασματικά λοιπόν η ενέργεια ανά μονάδα όγκου που χρειάζεται για να παραμορφωθεί ένα δείγμα αφρού, για συγκεκριμένα πάντοτε ποσοστά παραμόρφωσης και συγκεκριμένο επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης, υπολογίζεται με την ολοκλήρωση της περιοχής που περικλύεται από τη καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης και χαρακτηρίζεται ως ικανότητα απορρόφησης ενέργειας. Πρόκειται για ένα σαφές μέτρο σύγκρισης της μηχανικής ακεραιότητας (mechanical integrity) μεταλλικών αφρών διαφορετικής σχετικής πυκνότητας [17,18,20].



Εικ. 3.17 Δυναμικά απορροφούμενη ενέργεια από μεταλλικό αφρό συγκεκριμένης πυκνότητας κατανομής κυψελλών και διαβάθμισης πορώδους δομής.

$$W = \int_0^{e_0} \sigma(e) de$$

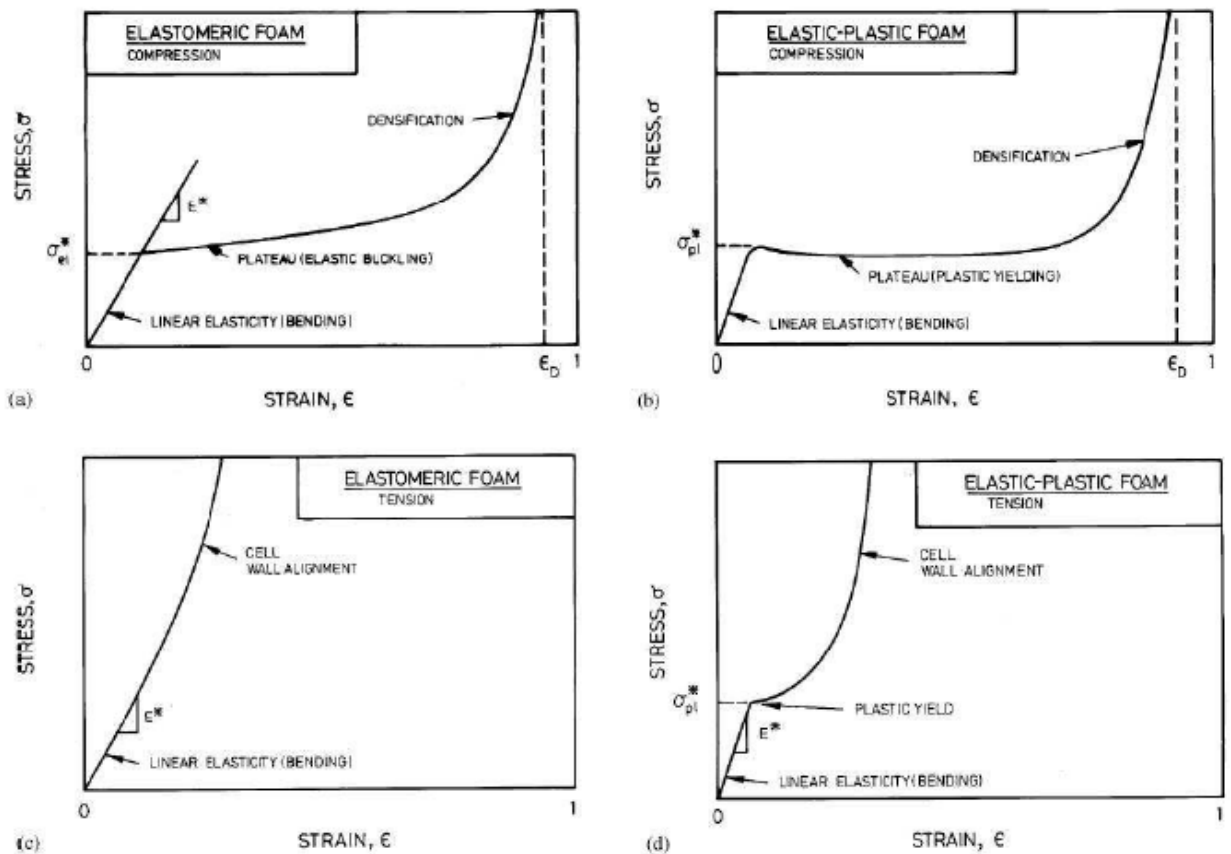
Η ικανότητα ενός μεταλλικού αφρού να απορροφά ενέργεια εξαρτάται από τη μορφολογία των κελιών, τη σχετική πυκνότητα της δομής, από το όριο αντοχής έναντι θραύσης και από το διαστατικό επιμέτρημα του μεταλλικού αφρού. Σημασία έχει επίσης ο τρόπος επιβολής του φορτίου, αν δηλαδή πρόκειται για στατική ή για δυναμική φόρτιση. Το τυπικό διάγραμμα που προκύπτει από μια δοκιμή θλίψης μπορεί να χωριστεί σε τρία βασικά μέρη. Η μορφή αυτή του διαγράμματος ακολουθείται από τους μεταλλικούς αφρούς και με ανοικτούς και με κλειστούς πόρους. Όπως ήδη αναφέρθηκε αρχικά παρατηρείται γραμμική αύξηση της παραμόρφωσης με την αύξηση της τάσης, στη συνέχεια η τάση παραμένει αμετάβλητη καθώς η παραμόρφωση αυξάνεται, ενώ στο τελευταίο τμήμα της καμπύλης παρατηρείται πολύ απότομη αύξηση της τάσης.

Στον διεθνή ερευνητικό χώρο έχει γίνει κοινά αποδεκτό ότι όταν απαιτείται η προσαρμογή πολύπλοκων γεωμετρικών μεταλλικών αφρών στη δομική επιστελέχωση του αμαξώματος του αυτοκινήτου, είναι προτιμότερο να αναδιανεμηθούν τα κατώφλια απορρόφησης ενέργειας χαμηλού και υψηλού εντατικού δυναμικού σε έναν μεταλλικό αφρό διαβαθμισμένης πορώδους δομής. Σε πρόσφατη μελέτη τους οι Yoshihiko Hangai, Hiroto Kamada, Takao Utsunomiya, Soichiro Kitahara, Osamu Kuwazuru και Nobuhiro Yoshikawa, κατέγραψαν την δυναμική μηχανική απόκριση δύο ομάδων μεταλλικών αφρών παρασκευασμένων μέσω της τεχνικής FSW, όπου η πρώτη απαρτιζόταν από τρία επίπεδα πορώδους δομής (ευμεγέθεις-λεπτομερείς-ευμεγέθεις πόροι) με αντίστοιχα αποκρινόμενη διαβάθμιση κατωφλιών εντατικού δυναμικού απορρόφησης ενέργειας (χαμηλό – υψηλό – χαμηλό όριο εντατικής επιφόρτισης). Η δεύτερη κατ' αντιστοιχία απαρτιζόταν από τρία επίπεδα πορώδους δομής (λεπτομερείς-ευμεγέθεις-λεπτομερείς πόροι) με αντίστοιχα κατανεμημένη διαβάθμιση κατωφλιών εντατικού δυναμικού απορρόφησης ενέργειας (υψηλό-χαμηλό-υψηλό όριο εντατικής επιφόρτισης). Για την επίτευξη της ελεγχόμενης ανάπτυξης των προαναφερθεισών δομών πραγματοποιήθηκε πολύ προσεκτική προσθήκη ποσοστιαίας συμμετοχής αφροποιητικού παράγοντα. Ανεξαρτήτως της τοπολογίας εμφάνισης και των συνθηκών γεινίασης, τα πρώτα αποκρινόμενα επίπεδα ως προς τη διάδοση του παραμορφωσιακού πεδίου φάνηκαν να είναι αυτά που χαρακτηρίζονταν από ευμεγέθεις πόρους, ενώ μεταξύ των συνολικών διαβαθμισμένων δομών προπορεία ως προς το πεδίο αναμετάδοσης της παραμόρφωσης παρουσίασε η διάταξη με την ανάπτυξη ευμεγεθών-λεπτομερών-ευμεγεθών πόρων συγκριτικά με τη δεύτερη που χαρακτηριζόταν από συνολική υστέρηση. Σε κάθε περίπτωση τα δύο τασικά κατώφλια ανάληψης παραμόρφωσης έφεραν μεταξύ τους απόλυτα ανεξάρτητη πορεία εμφάνισης σχετιζόμενη πάντα με το μέγεθος, τη μορφολογία και τη κατανομή των πόρων σε κάθε επίπεδο.[108]

Άλλες ερευνητικές αναφορές αποδίδουν το συμπέρασμα ότι το δυναμικό πεδίο ικανότητας απορρόφησης ενέργειας μειώνεται με την αύξηση του πορώδους. Συνηθέστερες περιπτώσεις στις οποίες παρατηρείται υψηλή ικανότητα απορρόφησης ενέργειας ανά μονάδα όγκου για χαμηλό αναπτυσσόμενο πεδίο θλιπτικών τάσεων, αποτελούν δομές με μικρή ποσοστιαία συμμετοχή πορώδους. Αντίθετα για ισχυρότερο διαβαθμισμένο αναπτυσσόμενο πεδίο θλιπτικών τάσεων ικανοποιητικότερα επίπεδα απορρόφησης ενέργειας ανά μονάδα όγκου φαίνεται να παρουσιάζουν δομές με μεγαλύτερη ποσοστιαία συμμετοχή πορώδους.[109]

3.5.3 Δυναμική απόκριση σε εφελκυστική επιφόρτιση και κάμψη 3 σημείων.

Κάθε καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης, που προκύπτει από την θλίψη ενός κυτταρικού στερεού, μπορεί να διαιρεθεί σε τρεις χαρακτηριστικές περιοχές. Αρχικά, υπάρχει μια γραμμικά ελαστική περιοχή που αντιστοιχεί στην κάμψη των κορυφών των κελιών ή στην έκταση των πλευρών. Στην συνέχεια, αυτή ακολουθείται από μια σταθερή περιοχή τάσης, που αντιστοιχεί στην προοδευτική κατάρρευση των κελιών από ελαστικό λυγισμό, πλαστική ή ψαθυρή κατάρρευση [135]. Ο τρόπος με τον οποίο θα καταρρεύσει η κυτταρική δομή, εξαρτάται από την τοπολογία της και την φύση του υλικού από το οποίο είναι κατασκευασμένη. Όταν τα απέναντι τοιχώματα του κελιού έρθουν σε επαφή, η κατάρρευση του τελειώνει. Αυτή είναι η τρίτη περιοχή της καμπύλης που ονομάζεται πύκνωση και χαρακτηρίζει την κατάρρευση των κελιών σε όλο το υλικό. Πολλά κυτταρικά στερεά έχουν χαμηλές σχετικές πυκνότητες και μπορούν να υποστούν μεγάλες παραμορφώσεις μέχρι να εμφανισθεί η πύκνωση του υλικού. Σε μικρές παραμορφώσεις εφελκυσμού, η γραμμική ελαστική περιοχή είναι παρόμοια με αυτή της θλίψης. Όσο αυξάνεται η παραμόρφωση, τα κελιά ευθυγραμμίζονται κατά μήκος της κατεύθυνσης του φορτίου, αυξάνοντας την ακαμψία του υλικού μέχρι να επέλθει αστοχία λόγω εφελκυσμού. Η συμπεριφορά σε θλίψη είναι όμως αυτή που ενδιαφέρει τους μηχανικούς, κυρίως επειδή τα κυτταρικά στερεά μελετώνται ως μήτρα σε δομές σάντουιτς.



Εικ.3.18 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης κυτταρικών στερεών (αφρών) που υπόκεινται σε μονοαξονική θλίψη-εφελκυσμό.

Οι ιδιότητες, που ενδιαφέρουν τους μηχανικούς και που η βελτίωση τους ορισμένες φορές μπορεί να είναι τεράστια, είναι: το σχετικό μέτρο ελαστικότητας (E^*/E_s), η σχετική αντοχή στο όριο διαρροής (σ^*/σ_s), η θερμική αγωγιμότητα (k) και η ειδική ηλεκτρική αντίσταση.

Όσον αφορά στο υλικό από το οποίο είναι φτιαγμένο το κυτταρικό στερεό είναι σαφές ότι οι ιδιότητες του στερεού υλικού θα επηρεάσουν άμεσα και τις ιδιότητες του κυτταρικού. Σημαντική συνεισφορά στον ορισμό των ιδιοτήτων των κυτταρικών στερεών έχει και η τοπολογία των κελιών, δηλαδή το πώς έχει σχεδιαστεί η κυτταρική δομή. Ο τρόπος με τον οποίο θα σχεδιαστεί η κυτταρική δομή επηρεάζει άμεσα τον τρόπο παραμόρφωσής της. Οι πιθανοί τρόποι παραμόρφωσης είναι δύο: i) παραμόρφωση κυριαρχούμενη από κάμψη (bending-dominated) ii) παραμόρφωση κυριαρχούμενη από έκταση (stretch-dominated). Για παράδειγμα, οι διατεταγμένες κυτταρικές δομές (περιοδικό αφροί) παρουσιάζουν αυξημένη αντοχή και ακαμψία ανά μονάδα μάζας σε σχέση με τις τυχαίες κυτταρικές δομές (στοχαστικοί αφροί) [135]. Τέλος, ένας σημαντικός παράγοντας για τον προσδιορισμό των ιδιοτήτων είναι η σχετική πυκνότητα. Η σχετική πυκνότητα είναι το πιο σημαντικό χαρακτηριστικό των κυτταρικών δομών και ορίζεται ως ο λόγος της πυκνότητας του κυτταρικού στερεού (ρ^*) προς την πυκνότητα του στερεού από το οποίο είναι φτιαγμένο (ρ_s).

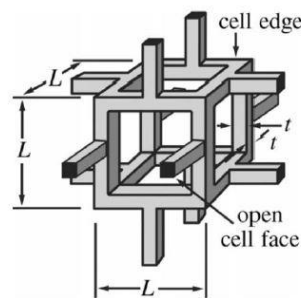
$$\text{σχετική πυκνότητα} = \frac{\rho^*}{\rho_s}$$

Από την ανάλυση της μηχανικής των κερηθροειδών (κυτταρικά στερεά δύο διαστάσεων) και των αφρών (κυτταρικά στερεά τριών διαστάσεων) προκύπτει ότι η σχετική πυκνότητα είναι ανάλογη του λόγου t/l , όπου t το πάχος των τοιχωμάτων των κελιών και l το μήκος τους. Επίσης, όσο η σχετική πυκνότητα αυξάνεται, τα τοιχώματα των κελιών γίνονται παχύτερα. Προκύπτει λοιπόν ότι έχουν σημασία οι διαφορετικές κλίμακες μήκους στις οποίες σχεδιάστηκαν τα βασικά γεωμετρικά χαρακτηριστικά μιας κυτταρικής δομής.

Δομές κυριαρχούμενες από κάμψη

Όπως αναφέρθηκε η αρχιτεκτονική της δομής του κυτταρικού στερεού παίζει σημαντικό ρόλο στον ορισμό των ιδιοτήτων του. Μια αρχιτεκτονική δομή μπορεί να σχεδιαστεί έτσι ώστε οι δοκοί που την συνθέτουν να παραμορφώνονται είτε από κάμψη είτε από θλίψη είτε από εφελκυσμό. Οι δομές που παραμορφώνονται λόγω κάμψης των δοκών τους, κατά την γραμμική ελαστική παραμόρφωση χαρακτηρίζονται από τον μικρό αριθμό δοκών που συναντώνται στους συνδέσμους [135]. Η παρακάτω εικόνα δείχνει μια εξιδανικευμένη μοναδιαία κυψελίδα μιας τέτοιας δομής που δημιουργείται από στερεοές δοκούς που τοποθετούνται γύρω από κενό χώρο ο οποίος περιέχει αέρα ή υγρό. Η σχετική πυκνότητα των δομών αυτών είναι ανάλογη του πάχους, t , προς το μήκος, L της δοκού, στο τετράγωνο:

$$\frac{\rho^*}{\rho_s} \propto \left(\frac{t}{L}\right)^2$$

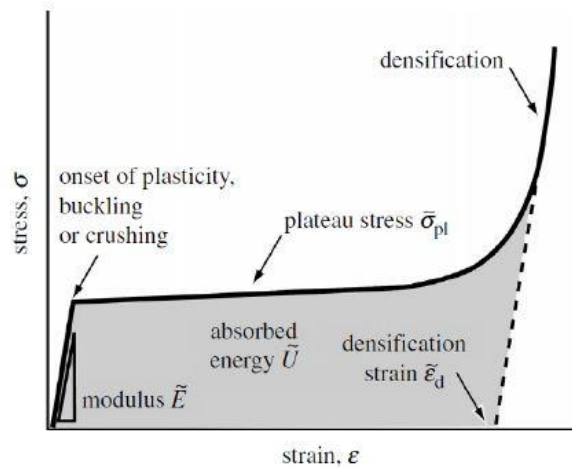


Εικ.3.19 Εξιδανικευμένη μοναδιαία κυψελίδα ανοιχτού αφρού.

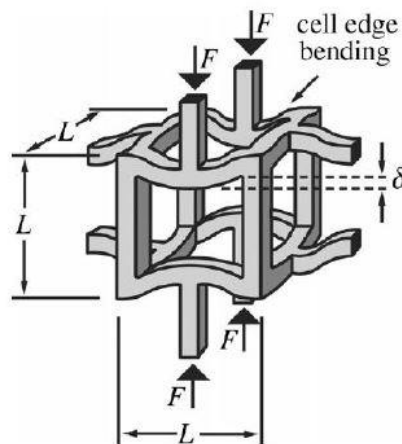
Το παρακάτω διάγραμμα αποδίδει την καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης για δικτυώματα που παραμορφώνονται με μηχανισμούς κάμψης. Το υλικό παραμορφώνεται γραμμικά ελαστικά μέχρι το σημείο που οι κορυφές των κελιών θα καταρρεύσουν είτε λόγω πλαστικής διαρροής, είτε από λυγισμό, είτε από ψαθυρή θραύση. Η δομή συνεχίζει να καταρρέει με μια σχεδόν σταθερή τάση (σ_{pl}) μέχρι οι απέναντι πλευρές των κελιών να έρθουν σε επαφή (παραμόρφωση πύκνωσης, ϵ^*_d), όπου η τάση αυξάνεται απότομα. Αυτοί οι τρεις πιθανοί τρόποι κατάρρευσης ανταγωνίζονται μεταξύ τους, αφού θα επικρατήσει αυτός για τον οποίο απαιτείται η χαμηλότερη τάση. Λόγω της χαμηλής συνδεσιμότητας στις κορυφές των κελιών, αυτά παραμορφώνονται από κάμψη των κορυφών. Η εκτροπή, δ , λόγω κάμψης, υπό μία εγκάρσια δύναμη, F , είναι αντίστοιχη μιας ράβδου στην οποία ασκείται δύναμη σε ένα σημείο:

$$\delta \propto \frac{FL^3}{E_s I}$$

όπου E_s είναι το μέτρο ελαστικότητας του υλικού της δοκού με ροπή αδράνειας $I = t^4/12$.



Εικ.3.20 Καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης ενός κυτταρικού στερεού που καταρρέει με μηχανισμούς κάμψης.



Εικ.3.21 Όταν μιας χαμηλής συνδεσιμότητας δομή φορτίζεται τότε οι κορυφές των κελιών κάμπτονται.

Γνωρίζοντας ότι $\varepsilon \sim \delta/L$ και $E^* = \sigma/\varepsilon$ προκύπτει ότι:

$$\frac{E^*}{E_s} \propto C_1 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2$$

(συμπεριφορά κυριαρχούμενη από κάμψη).

Επειδή $E^*=E_s$ όταν $\rho^* = \rho_s$ η σταθερά C_1 εκτιμήθηκε ότι είναι περίπου ίση με 1.

Μια παρόμοια προσέγγιση μπορεί να χρησιμοποιηθεί για τον ορισμό της σταθερής τάσης που αναπτύσσεται κατά την πλαστική παραμόρφωση. Τα τοιχώματα των κελίων καταρρέουν πλαστικά όπως φαίνεται στην εικόνα όταν η δύναμη που ασκείται πάνω τους ξεπεράσει την κρίσιμη ροπή για πλαστική παραμόρφωση:

$$M_f = \frac{\sigma_{y,0} t^3}{4}$$

όπου $\sigma_{y,s}$ η αντοχή στο όριο διαρροής του υλικού από το οποίο είναι φτιαγμένη η κυτταρική δομή. Αυτή η ροπή σχετίζεται με την τάση $M \sim FL \sim \sigma L^3$. Συνδυάζοντας αυτά τα αποτελέσματα προκύπτει η αντοχή της κυτταρικής δομής σε πλαστική αστοχία:

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{y,s}} \propto C_2 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2}$$

(συμπεριφορά κυριαρχούμενη από κάμψη).

Η σταθερά C_2 ορίζεται ίση με 0.3.

Οι αφροί που έχουν φτιαχτεί από ελαστομερές δεν καταρρέουν λόγω πλαστικής διαρροής αλλά λόγω ελαστικού λυγισμού. Ενώ τα κελιά των αφρών που έχουν ως βάση ψαθυρό υλικό καταρρέουν λόγω θραύσης. Μια δοκός μήκους L , λυγίζει όταν υπόκειται σε θλιπτικό φορτίο F_b , το λεγόμενο φορτίο λυγισμού του Euler, όπου:

$$F_b \propto \frac{IE_s}{L^2} \propto \frac{E_s t^4}{L^2}$$

Επειδή $F=\sigma L^2$, η τάση που ασκείται στον αφρό και τον αναγκάζει να καταρρεύσει από ελαστικό λυγισμό, η τιμή του σ_{el}^* , κλιμακώνεται ως:

$$\frac{\sigma_{el}^*}{E_s} \propto C_3 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^2$$

(συμπεριφορά κυριαρχούμενη από λυγισμό).

Η σταθερά C_3 είναι περίπου ίση με 0.05. Τα τοιχώματα των κελιών θραύονται όταν η ροπή κάμψης ξεπεράσει την κρίσιμη τιμή της σχέσης όπου $\sigma_{g,s}$ αντικαθιστάται από σ_{MOR} , το μέτρο θραύσης της δοκού. Η τάση θραύσης επομένως κλιμακώνεται με τον ίδιο τρόπο με την τάση που προκαλεί πλαστική διαρροή:

$$\frac{\sigma_{cr}^*}{\sigma_{MOR}} \propto C_4 \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)^{3/2}$$

(συμπεριφορά κυριαρχούμενη από θραύση)

Η σταθερά C_4 να θεωρείται περίπου ίση με 0.2.

Στην συνέχεια παρατηρείται το φαινόμενο της πύκνωσης όπου η τάση αυξάνεται απότομα και είναι το αποτέλεσμα της επαφής των απέναντι πλευρών των κελιών. Ως εκ τούτου δεν είναι πιθανό να εμφανιστούν μηχανισμοί κάμψης ή λυγισμού. Με την βοήθεια της γεωμετρίας προκύπτει ότι παραμόρφωση στην οποία εμφανίζεται η πύκνωση είναι:

$$\varepsilon_d^* = 1 - \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right) / \left(\frac{\rho_{crit}}{\rho_s} \right)$$

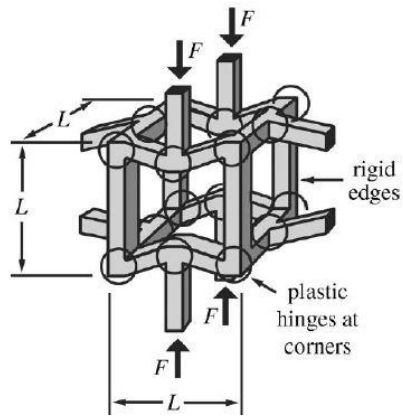
όπου ρ_{crit}/ρ_s είναι η σχετική πυκνότητα στην οποία κλειδώνει η δομή. Πειράματα υποστηρίζουν την εκτίμηση αυτή και έδειξαν μια τιμή για τον λόγο ρ_{crit}/ρ_s ίσο με 0.6. Πολλά κυτταρικά στερεά χρησιμοποιούνται συχνά για την απορρόφηση των κραδασμών, σε συσκευασίες και στην προστασία από συγκρούσεις αξιοποιώντας την μεγάλη περιοχή πλαστικής παραμόρφωσης που εμφανίζει η καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης. Η ωφέλιμη ενέργεια ανά μονάδα όγκου U^* που μπορούν να απορροφήσουν αυτού του είδους οι αφροί είναι περίπου:

$$U^* \approx \sigma_{pl}^* \varepsilon_d^*$$

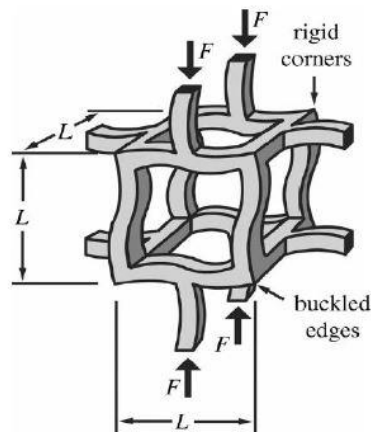
όπου σ_{pl}^* η τάση στην οποία εμφανίζεται πλαστική διαρροή, λυγισμός ή θραύση και προκύπτει από την ελάχιστη τιμή των παραπάνω σχέσεων.

Η συμπεριφορά αυτή των κυτταρικών δομών να κυριαρχούνται από κάμψη δεν παρατηρείται μόνο στους ανοικτούς αφρούς αλλά και στους κλειστούς. Αυτό συμβαίνει διότι η μεμβράνη που

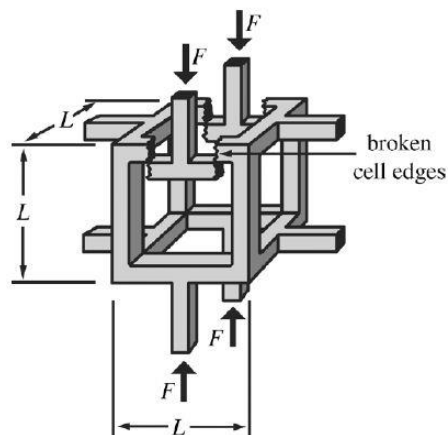
βρίσκεται στην επιφάνεια των κελιών είναι πολύ λεπτή με αποτέλεσμα να μη συμβάλλει σημαντικά στην ακαμψία και την αντοχή της δομής, αφήνοντας στις κορυφές των κελιών να φέρουν όλο το φορτίο.



Εικ.3.22 Αφροί φτιαγμένοι από όλκιμα υλικά καταρρέουν από πλαστική κάμψη στις κορυφές των κελιών.



Εικ.3.23 Ένας αφρός φτιαγμένος από ελαστομερές καταρρέει από ελαστικό λυγισμό των κορυφών των κελιών.



Εικ.3.24 Ψαθυρός αφρός καταρρέει από θραύση των κορυφών των κελιών του.

3.6 Σχεδίαση δομής τρισδιάστατων κυτταρικών στερεών-κριτήριο του Maxwell .

Παρατηρήθηκε ότι οι δομές δικτυωμάτων που παρουσιάζουν χαμηλή συνδεσιμότητα δοκών (ο αριθμός των δοκών που συναντιούνται σε έναν κόμβο) έχουν και χαμηλή ακαμψία. Αυτό συμβαίνει διότι η διαμόρφωση των κορυφών των κελιών επιτρέπει στις δοκούς να καμφθούν. Ήταν επόμενο λοιπόν να δημιουργηθεί η επιθυμία για επινόηση διαφορετικών τρόπων διαμόρφωσης των κορυφών έτσι ώστε να τεντώνουν αντί να κάμπτονται. Έτσι οδηγηθήκαμε στην ιδέα της δομής των κυτταρικών στερεών σε μορφή μικροδικτυωμάτων. Για να εξηγηθεί καλύτερα η συγκεκριμένη έννοια χρειάζεται να χρησιμοποιηθεί το κριτήριο σταθερότητας του Maxwell, ένας σχετικά απλός αλλά σημαντικός κανόνας (Maxwell 1864) [136].

Η συνθήκη για ένα πλαίσιο αρθρωτών δοκών, που αποτελείται από b δοκούς και j αρθρώσεις απαλλαγμένες από τριβή, έτσι ώστε να είναι στατικά και κινηματικά καθορισμένος (δηλαδή να είναι άκαμπτο και να μην διπλώνει όταν φορτίζεται) σε δύο διαστάσεις είναι:

$$M = b - 2j + 3 = 0$$

και σε τρεις διαστάσεις:

$$M = b - 3j + 6 = 0$$

Αν $M < 0$, η κατασκευή είναι ένας μηχανισμός με έναν ή περισσότερους βαθμούς ελευθερίας που στις διευθύνσεις που επιτρέπονται μετατοπίσεις δεν έχει ακαμψία και αντοχή. Αν οι αρθρώσεις κλειδωθούν (όπως συμβαίνει στις δομές δικτυωμάτων που μελετούνται στην παρούσα εργασία), οι δοκοί της κατασκευής, όταν φορτιστούν, κάμπτονται. Αντίθετα, αν $M = 0$, η κατασκευή παύει να είναι ένας μηχανισμός. Όταν φορτιστεί, τα μέλη της θλίβονται ή εφελκύνονται με αποτέλεσμα να μετατραπεί σε μια δομή κυριαρχούμενη από έκταση. Στην περίπτωση αυτή, αν οι κόμβοι πακτωθούν η διαφορά δεν είναι μεγάλη αφού οι λεπτές δομές είναι πολύ πιο άκαμπτες όταν εκτείνονται από όταν κάμπτονται. Εδώ υπάρχει μια πολύ σημαντική αρχή: *οι δομές που κυριαρχούνται από έκταση έχουν υψηλή δομική απόδοση σε αντίθεση με τις δομές που κυριαρχούνται από κάμψη.*

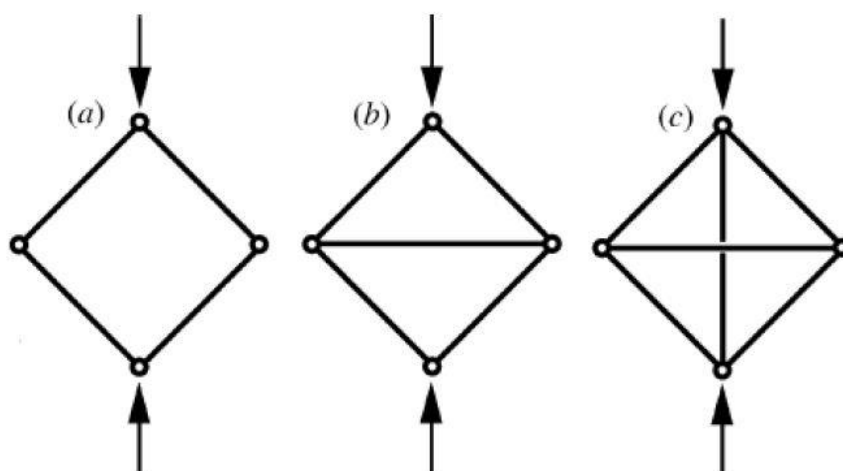
Εάν μια δομή χαρακτηρίζεται από $M > 0$ τότε αν η οριζόντια δοκός κοντύνει, η κάθετη τίθεται σε εφελκυσμό ακόμα και αν η δομή δεν φέρει εξωτερικά εφελκυστικά φορτία. Τα κριτήρια των παραπάνω εξισώσεων αποτελούν αναγκαίες συνθήκες για την ακαμψία, αλλά όχι ικανές αφού δεν περιλαμβάνουν την πιθανότητα των καταστάσεων της αυτό-τάσης και των μηχανισμών. Μια γενίκευση του κανόνα του Maxwell είναι:

$$M = b - 3j + 6 = s - m,$$

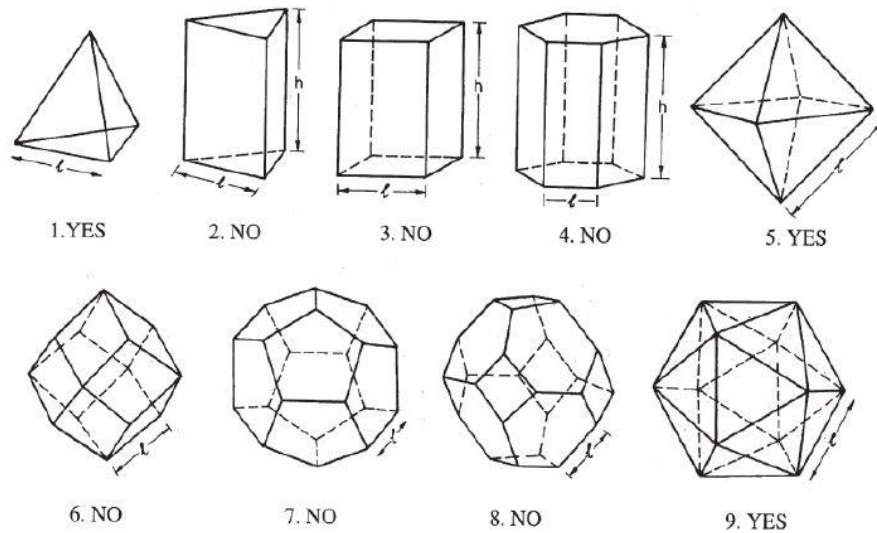
όπου m και s υπολογίζουν τον αριθμό των μηχανισμών και των καταστάσεων της αυτό-τάσης αντίστοιχα. Το καθένα μπορεί να προσδιοριστεί βρίσκοντας την τάση του μητρώου ισορροπίας που περιγράφει τη κατασκευή σε μια πλήρη δομική ανάλυση. Μια άκαμπτη κατασκευή (ένα δικτύωμα που είναι στατικά και κινηματικά ορισμένο) έχει $s = m = 0$. Η φύση του κανόνα του Maxwell ως αναγκαία αλλά όχι ικανή συνθήκη γίνεται ξεκάθαρη εξετάζοντας την παραπάνω εξίσωση: Εξαφανίζοντας το αριστερό άκρο μόνο συνεπάγεται ότι, ο αριθμός των μηχανισμών και των καταστάσεων είναι ίσος και όχι ότι το κάθε ένα ισούται με μηδέν.

Το κριτήριο του Maxwell δίνει μια σαφή εικόνα για τον σχεδιασμό δικτυωμάτων και φανερώνει γιατί οι αφροί κυριαρχούνται σχεδόν πάντα από κάμψη. Παραδείγματα από κάποια εξιδανικευμένα σχήματα κελιών παρουσιάζονται σε παρακάτω εικόνα. Απομονωμένα κελιά που ικανοποιούν το κριτήριο του Maxwell και είναι άκαμπτα έχουν την ετικέτα “yes” ενώ η ετικέτα “no” σημαίνει ότι η συνθήκη του Maxwell δεν είναι ικανή και ως εκ τούτου το κελί είναι μηχανισμός. Γενικά, θεωρείται ότι το καλύτερο μοντέλο για ένα κελί ενός αφρού προσεγγίζει ένα σχήμα που γεμίζει τον χώρο. Παρ’ όλα αυτά, κανένα τέτοιο σχήμα δεν είναι άκαμπτο. Στην πραγματικότητα δεν υπάρχουν μεμονωμένα πολυεδρικά κελιά που να γεμίζουν χώρο και να έχουν $M \geq 0$. Αντιθέτως, υπάρχουν συνδυασμοί σχημάτων κελιών που να έχουν $M \geq 0$, όπως για παράδειγμα ένα τετράεδρο και ένα οκτάεδρο ο συνδυασμός των οποίων γεμίζει το κενό με τέτοιο τρόπο έτσι ώστε να προκύπτει μια άκαμπτη κατασκευή.

Δεν παραμορφώνονται λοιπόν όλες οι διατεταγμένες κυτταρικές δομές από έκταση των μελών τους. Εξαρτάται από το είδος της μοναδιαίας κυψελίδας που επαναλαμβάνεται. Προφανώς, αν η δομή αποτελείται από μία άκαμπτη μοναδιαία κυψελίδα τότε θα είναι και αυτή άκαμπτη. Αντίθετα, αν μία περιοδική κυτταρική δομή αποτελείται από μια μοναδιαία κυψελίδα που δεν ικανοποιεί το κριτήριο του Maxwell τότε η δομή μπορεί να είναι αλλά μπορεί και να μην είναι άκαμπτη. Το κριτήριο του Maxwell λοιπόν προσφέρει μια μεθοδολογία για τον σχεδιασμό δικτυωμάτων που κυριαρχούνται από έκταση.



Εικ.3.25 Ένα πλαίσιο αρθρωτών δοκών (a) είναι μηχανισμός αν διπλώνει κατά την φόρτιση. Αν οι αρθρώσεις κλειδωθούν τότε οι δοκοί κάμπτονται και το πλαίσιο γίνεται μια δομή κυριαρχούμενη από κάμψη. Το τριγωνικό πλαίσιο (b) είναι άκαμπτο όταν φορτίζεται επειδή η κάθετη δοκός φέρει εφελκυστικές τάσεις με αποτέλεσμα να αποτελεί μια δομή κυριαρχούμενη από έκταση. Το πλαίσιο στο (c) είναι εκτός περιορισμών: αν η οριζόντια δοκός κοντύνει η κάθετη τίθεται σε εφελκυσμό ακόμα και αν δεν υπάρχουν εξωτερικά φορτία.



Εικ.3.26 Πολυεδρικά κελιά. Αυτά που είναι γεμίζουν χώρο (2-4, 6-8) έχουν όλα $M < 0$ που σημαίνει ότι είναι δομές κυριαρχούμενες από κάμψη.

Δομές κυριαρχούμενες από έκταση

Στην περίπτωση μικροδικτυώματος το οποίο χαρακτηρίζεται με $M=18 > 0$, δεν αναπτύσσονται οι κυρίαρχοι μηχανισμοί έκτασης αλλά παρουσιάζει καταστάσεις αυτό-τάσης και ως εκ τούτου μηχανικά κυριαρχείται από έκταση. Στην συνέχεια θα παρουσιαστούν εν συντομία οι ιδιότητες των μικροδικτυωμάτων που εμφανίζουν την παραπάνω μηχανική συμπεριφορά.

Θεωρούμε ότι στο υλικό ασκούνται εφελκυστικές δυνάμεις. Η δομή, αρχικά παραμορφώνεται λόγω ελαστικής έκτασης (elastic stretching) των δοκών. Κατά μέσο όρο, το ένα- τρίτο των δοκών φέρει εφελκυστικά φορτία όταν η δομή φορτίζεται σε απλό εφελκυσμό, ανεξάρτητα από την διεύθυνση του φορτίου [135]. Οπότε,

$$\frac{E^*}{E_s} \approx \frac{1}{3} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Η ελαστική παραμόρφωση παύει να υφίσταται όταν μία ή περισσότερες δοκοί ξεκινήσουν να παραμορφώνονται πλαστικά, λυγίσουν ή υποστούν ψαθυρή παραμόρφωση. Η χαμηλότερη από τις τιμές των τριών αυτών μηχανισμών παραμόρφωσης προσδιορίζει και την αντοχή όλης της δομής. Αν οι δοκοί έχουν κατασκευαστεί από πλαστικό τότε η τάση κατάρρευσης είναι:

$$\frac{\sigma_{pl}^*}{\sigma_{y,s}} \approx \frac{1}{3} \left(\frac{\rho^*}{\rho_s} \right)$$

Αν οι δοκοί είναι λεπτότεροι, θα λυγίσουν προτού προλάβουν να παραμορφωθούν πλαστικά. Η αντοχή σε λυγισμό προκύπτει από τη ακόλουθη σχέση:

$$\frac{\sigma_{el}^*}{E_0} \propto C_3 \left(\frac{\rho^*}{\rho_0} \right)^2$$

Η μόνη διαφορά παρατηρείται στο μέγεθος της σταθεράς η οποία εξαρτάται από τις λεπτομέρειες της σύνδεσης των δοκών. Αλλά όπως αναφέρθηκε ο λυγισμός των δοκών εξαρτάται από το πόσο λεπτές είναι, δηλαδή από τον λόγο t/L , ο οποίος με την σειρά του σχετίζεται άμεσα με την σχετική πυκνότητα. Στην πράξη, οι ελαστομερείς αφροί πάντα αστοχούν από λυγισμό ενώ αυτοί που είναι φτιαγμένοι από άκαμπτο πολυμερές ή μέταλλο λυγίζουν πριν υποστούν πλαστική κατάρρευση όταν $\rho^*/\rho_0 \leq 0.05$ και $\rho^*/\rho_0 \leq 0.01$, αντίστοιχα.

Τελευταία περίπτωση, η αστοχία λόγω ψαθυρής θραύσης. Μια δομή δικτυώματος φτιαγμένη από ένα κεραμικό ή άλλο ψαθυρό υλικό θα καταρρεύσει όταν η δοκός ξεκινήσει να σπάει. Δομή κυριαρχούμενη από έκταση σημαίνει ότι οι δοκοί που φέρουν εφελκυστικές τάσεις είναι αυτοί που θα αποτύχουν πρώτοι. Εκτιμάται ότι η τάση κατάρρευσης σ_{cr}^* μεταβάλλεται:

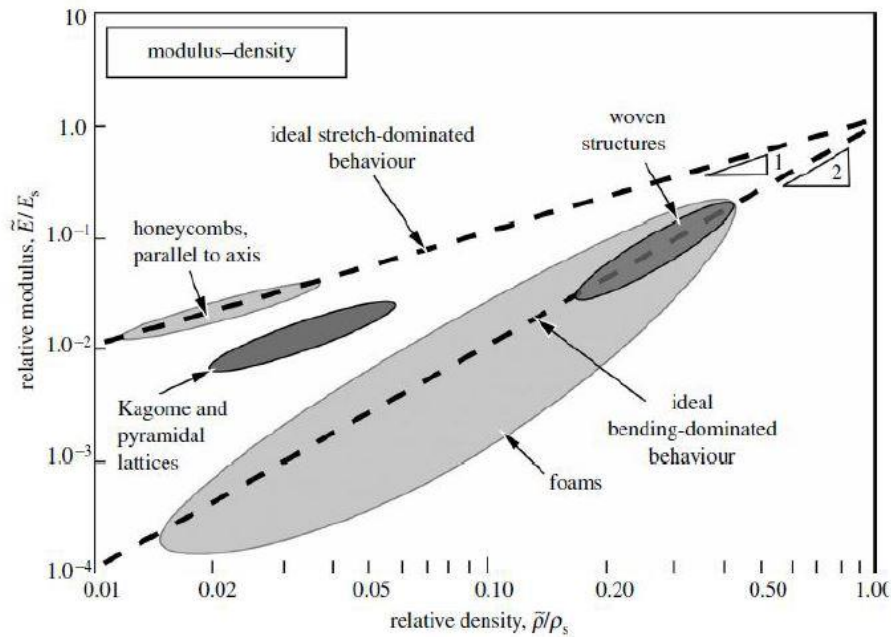
$$\frac{\sigma_{cr}^*}{\sigma_{cr,0}} \propto \left(\frac{\rho^*}{\rho_0} \right)$$

Εδώ η σταθερά είναι σαφώς μικρότερη. Η ψαθυρή θραύση είναι μια στοχαστική διαδικασία που εξαρτάται από την παρουσία και την κατανομή των ατελειών στην δοκό. Από το πλάτος αυτής της κατανομής εξαρτάται αν η αστοχία της πρώτης δοκού μπορεί ή όχι να προκαλέσει την αστοχία όλης της δομής.

Σύγκριση E^*/E_s και σ^*/σ_s των κυτταρικών στερεών συναρτήσει της ρ^*/ρ_s

Τα αποτελέσματα που παρουσιάστηκαν στην προηγούμενη ενότητα συνοψίζονται στα ακόλουθα διαγράμματα, στα οποία το σχετικό μέτρο ελαστικότητας E^*/E_s και η σχετική αντοχή σ^*/σ_0 απεικονίζεται συναρτήσει της σχετικής πυκνότητας ρ^*/ρ_s [135]. Οι δύο διακεκομμένες γραμμές δείχνουν την θέση του σχετικού μέτρου ελαστικότητας σε διαφορετικές τιμές της σχετικής πυκνότητας για ιδανικές δομές κυριαρχούμενες από έκταση και από κάμψη. Στις μεν πρώτες το μέτρο ελαστικότητας μεταβάλλεται σύμφωνα με τον λόγο ρ^*/ρ_s (κλίση 1) ενώ στις δε δεύτερες σύμφωνα με τον λόγο $(\rho^*/\rho_s)^2$ (κλίση 2).

Τα κερηθοειδή (honeycombs), τα οποία είναι μια τέλεια επιλογή ως μήτρα για δομές σάντουιτς, αν φορτιστούν παράλληλα στον άξονα των εξαγώνων μπορούν να τοποθετηθούν στην γραμμή της “ιδανικής έκτασης”. Οι αφροί (foams) από την άλλη, οι οποίοι είναι διαθέσιμοι σε ένα ευρύ φάσμα πυκνοτήτων, εμφανίζουν μηχανική συμπεριφορά κυριαρχούμενη από κάμψη. Στην περίπτωση που οι αφροί είναι ιδανικοί, τοποθετούνται στην χαμηλότερη διακεκομμένη γραμμή με κλίση 2. Αυτό έχει να κάνει με τον τρόπο που είναι φτιαγμένοι οι αφροί. Η δομή τους είναι συνήθως ετερογενής, δηλαδή ισχυρή σε κάποια σημεία και αδύναμη σε κάποια άλλα. Τα αδύναμα σημεία είναι η αιτία της πτώσης της ακαμψίας και της αντοχής. Οι δομές πλέγματος (woven structures) είναι δικτυώματα που δημιουργούνται με την τρισδιάστατη πλέξη συρμάτων. Ο τρόπος κατασκευής τους έχει σαν αποτέλεσμα πυκνές δομές κυριαρχούμενες από κάμψη αν και υπάρχει η δυνατότητα για πιο αποτελεσματικά, χαμηλής πυκνότητας δικτυώματα. Αυτό εξαρτάται από την ικανότητα δημιουργίας τρισδιάστατων πλεγμάτων. Τα πυραμιδοειδή (pyramidal lattices) και τα Kagome δικτυώματα (το όνομα τους προέρχεται από τα ιαπωνικά πλέγματα) τοποθετούνται σε μια τρίτη περιοχή κάτω από την ιδανική γραμμή.

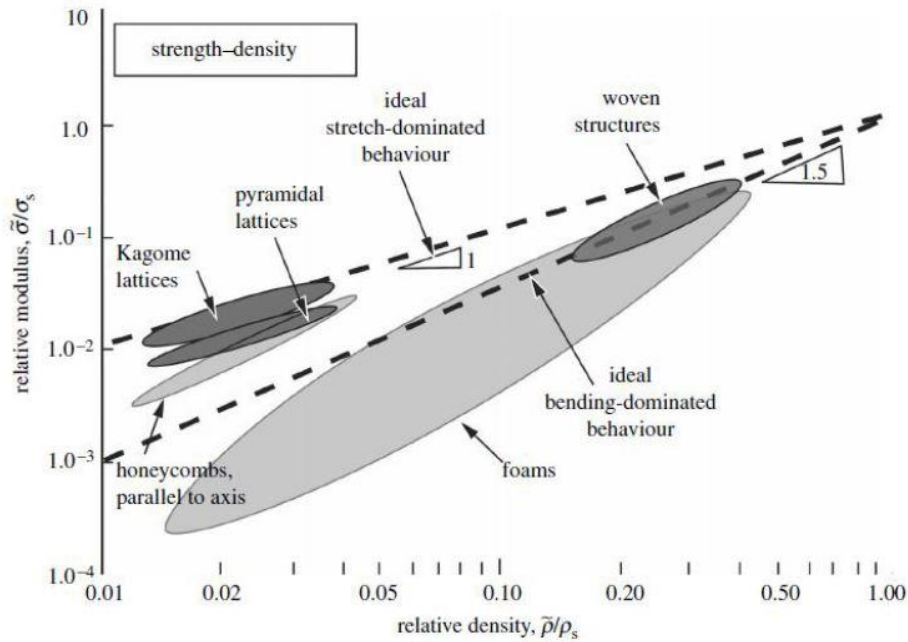


Εικ.3.27 Σχετικό μέτρο ελαστικότητας συναρτήσει της σχετικής πυκνότητας σε λογαριθμική κλίμακα για κυτταρικές δομές με εναλλακτικές τοπολογίες. Οι δομές που κυριαρχούνται από κάμψη τοποθετούνται στην γραμμή με κλίση 2 ενώ οι δομές που κυριαρχούνται από έκταση στην γραμμή με κλίση 1.

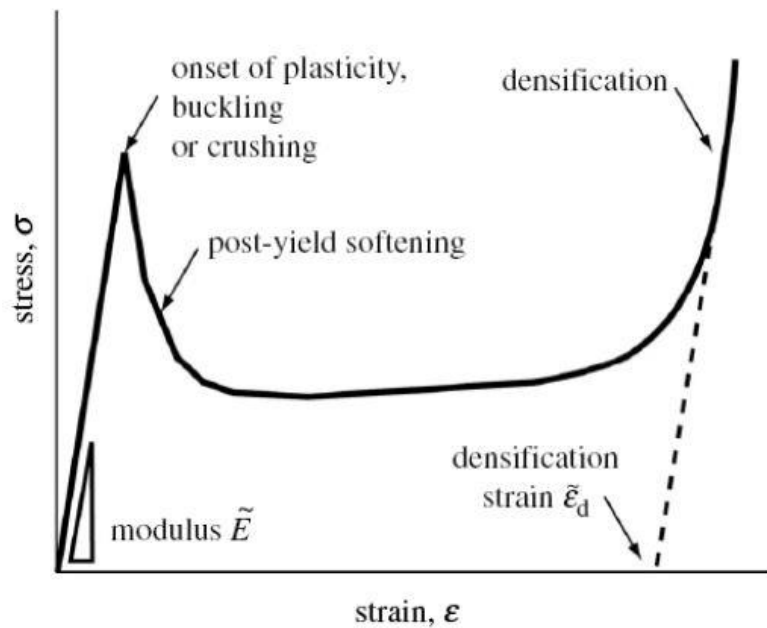
Το διάγραμμα της αντοχής έχει πολλά κοινά με αυτό της ακαμψία αλλά και κάποιες διαφορές. Οι “ιδανικές” καταστάσεις παρουσιάζονται, όπως πριν, με διακεκομμένες γραμμές. Οι μικροδομές που κυριαρχούνται από έκταση έχουν αντοχή που μεταβάλλεται σύμφωνα με τον λόγο ρ^*/ρ_s (κλίση 1) ενώ αυτές που κυριαρχούνται από κάμψη σύμφωνα με τον λόγο $(\rho^*/\rho_s)^{3/2}$ (κλίση 1.5). Τα κερηθροειδή (honeycombs) ακόμα και όταν συμπιέζονται παράλληλα με τον άξονα των εξαγώνων, πέφτουν κάτω από την ιδανική κατάσταση επειδή τα λεπτά τοιχώματα των κελιών λυγίζουν εύκολα. Οι μεταλλικοί αφροί, ομοίως, υστερούν αφού κανένας δεν φτάνει την γραμμή της ιδανικής κυριαρχούμενης από κάμψη συμπεριφοράς ως συνέπεια των ατελειών τους. Αντίθετα οι δομές πλέγματος βρίσκονται πάνω στην γραμμή ενώ τα πυραμιδοειδή (pyramidal) και τα Kagome δικτυώματα τοποθετούνται πολύ κοντά στην γραμμή της ιδανικής συμπεριφοράς κυριαρχούμενης από έκταση.

Συμπεράσματα

Η τοπολογία της δομής, το υλικό κατασκευής της και η σχετική της πυκνότητα είναι τα χαρακτηριστικά που ορίζουν την μηχανική συμπεριφορά και τις μηχανικές ιδιότητες της δομής. Όλα τα κυτταρικά στερεά καταρρέουν είτε από έκταση είτε από κάμψη των δοκών τους ανάλογα την τοπολογία της δομής (συνδεσιμότητα στους κόμβους). Λαμβάνοντας υπόψη το υλικό που χρησιμοποιήθηκε για την κατασκευή και την σχετική πυκνότητα της δομής ορίζονται οι μηχανικές ιδιότητές της. Η βασική γνώση που προκύπτει είναι ότι στις δομές που κυριαρχούνται από έκταση οι τιμές του μέτρου ελαστικότητας και της αντοχής είναι πολύ μεγαλύτερες από αυτές των δομών που κυριαρχούνται από κάμψη για ίδια σχετική πυκνότητα. Το γεγονός αυτό κάνει τις κυτταρικές δομές που κυριαρχούνται από έκταση την καταλληλότερη επιλογή για ελαφριές δομικές εφαρμογές.



Εικ.3.28 Σχετική αντοχή συναρτήσει τις σχετικής πυκνότητας σε λογαριθμική κλίμακα για κυτταρικές δομές με εναλλακτικές τοπολογίες. Οι δομές που κυριαρχούνται από κάμψη τοποθετούνται στην γραμμή με κλίση 1.5 ενώ οι δομές που κυριαρχούνται από έκταση στην γραμμή με κλίση 1.



Εικ.3.29 Η καμπύλη τάσης-παραμόρφωσης για τις δομές κυριαρχούμενες από έκταση. Φαίνεται η υψηλή ακαμψία και αντοχή αλλά και η απότομη μείωση της τάσης.

Όμως, επειδή οι δομές αυτές παραμορφώνονται με πιο "σκληρούς" μηχανισμούς παραμόρφωσης (εφελκυσμός-θλίψη) συγκριτικά με άλλους "μαλακούς" (κάμψη), μετά την διαρροή (από πλαστική παραμόρφωση, λυγισμό ή ψαθυρή θραύση) παρατηρείται μια απότομη μείωση της τάσης η οποία στην συνέχεια σταθεροποιείται για μεγάλο διάστημα της συνολικής παραμόρφωσης. Το

γεγονός αυτό κάνει τις συγκεκριμένες δομές λιγότερο αποδοτικές στην απορρόφηση ενέργειας κάτι το οποίο προκύπτει και από το εμβαδό της καμπύλης τάσης-παραμόρφωσης.

3.7 Μηχανουργική κατεργασιμότητα μεταλλικών αφρών (machinability).

Οι συνήθεις μηχανουργικές κατεργασίες ενδέχεται να προκαλέσουν παραμόρφωση στην δομή ενός τεμαχίου που στοιχειοθετείται έστω και κατά ένα μέρος του από μεταλλικό αφρό. Προφανώς, για την αποφυγή περαιτέρω μηχανουργικών κατεργασιών θα πρέπει να έχει προηγηθεί επαρκής σχεδιασμός και σωστή προσομοίωση - ανάπτυξη της παραγωγικής μεθόδου του εκάστοτε μεταλλικού αφρού. Σε αρκετές περιπτώσεις όμως μπορεί να χρειαστεί να μορφοποιηθούν ή να συγκολληθούν μετωπικές επιφάνειες μεταλλικών αφρών, ώστε να μπορέσουν να χρησιμοποιηθούν συνδυασμένα σε πεδία απαιτητικών εφαρμογών. Τα χαρακτηριστικά των μεταλλικών αφρών που πρέπει να λαμβάνονται υπόψη πριν από την μηχανουργική τους κατεργασία είναι: [21]

- α) Αντοχή σε κρούσεις (δύσκολη μορφοποίηση και κατεργασία)
- β) Υψηλή ευαισθησία σε αξονικές καταπονήσεις (δύσκολη μορφοποίηση)
- γ) Ατέλειες σε κυτταρικά τοιχώματα και στο επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο (δύσκολη επικάλυψη)
- δ) Παρουσία οξειδίων στην ελεύθερη επιφάνεια (δύσκολη επικάλυψη και συγκόλληση)
- ε) Παρένθεση και χαμηλό ενεργειακό δυναμικό συσσωμάτωσης των σταθεροποιητικών κεραμικών σωματιδίων (περιορισμένη κατεργασιμότητα)

Το συνηθέστερο πρόβλημα που μπορεί να προκύψει κατά τη διαμορφωσιμότητα των μεταλλικών αφρών είναι η παραμόρφωση των λεπτότοιχων πόρων του αφρού, δηλαδή η κάμψη ή η θραύση των τοιχωμάτων στο σημείο που χαρακτηρίζεται από λεπτότερη συνολικά διατομή. Η τελική κατάσταση που δύναται να ληφθεί σε τέτοιες περιπτώσεις είναι ένα τεμάχιο χαμηλής ποιότητας και μειωμένης ακρίβειας επιφάνειας (έλλειψη απόλυτου διαστατικού ελέγχου κατά τη παραγωγή). Για το λόγο αυτό οι παραδοσιακές τεχνικές μηχανουργικής κατεργασίας δεν ενδείκνυνται για τη σχηματοποίηση πορωδών δομών. Μια αποδοτική τεχνική σε αυτή τη περίπτωση αποτελεί αυτή της ηλεκτρικής εκκένωσης (Electron Discharge Machining), με την οποία αποφεύγονται μηχανικές ατέλειες στα τοιχώματα του εσωτερικού του αφρού. Επίσης, απαντάται στις μέρες μας ένα ευρύ πεδίο με πολλαπλότητα ανάπτυξης τεχνικών συγκόλλησης που εφαρμόζονται σε διάφορα κυψελοειδή υλικά, όπως ηλεκτροσυγκόλληση και κασσιτεροκόλληση. Παρόλα αυτά, σε παραγωγική κλίμακα το κόστος των συγκεκριμένων τεχνικών ως προς την απόδοση του λειτουργικού αποτελέσματος είναι ιδιαίτερος υψηλό. Ακολούθως περιγράφονται ορισμένες από τις κατεργασίες μεταλλικών αφρών. [21]

3.7.1 Μέθοδοι κοπής αφρών αλουμινίου.

Οι αφροί αλουμινίου αποτελούν ιδιαίτερο πεδίο εφαρμογής μεθόδων κατεργασιμότητας, ειδικά όταν χρησιμοποιούνται οι κοινά ανεπτυγμένες τεχνικές με ισχυρή παρείσδυση ανατροποποιήσεων, για την επίτευξη βέλτιστου αποτελέσματος. Για την αποφυγή περιπτώσεων παραμόρφωσης ενός τεμαχίου από αφρό αλουμινίου, έχουν εισαχθεί στον εμπορικό κλάδο νέες μέθοδοι, οι οποίες περιγράφονται ακολούθως: [21-23]

Κοπή με laser

Πρόκειται για μια τεχνική κοπής όπου απαιτείται αναδιευθέτηση των συνθηκών και της παραμέτροποίησης της διαδικασίας σύμφωνα με τα ιδιαίτερα χαρακτηριστικά του εκάστοτε τεμαχίου κυψελοειδούς δομής, ειδικά όταν πρέπει να γίνει ταυτόχρονη κοπή των δύο όψεων. Το σύνθημα

πρόβλημα που προκύπτει είναι η τήξη του εσωτερικού πυρήνα, προκαλώντας κατάρρευση της κατασκευής μέσω των εξωτερικών φύλλων και εκχείλιση μετάλλου, με άμεσο αποτέλεσμα το περιορισμό της απόδοσης ποιότητας της τελικής επιφάνειας του τεμαχίου.

Κοπή με Jet νερού

Από την άλλη πλευρά η κοπή με jet νερού, μιας δομής σάντουιτς με αφρό αλουμινίου, η οποία δεν έχει υποβληθεί σε θερμική κατεργασία αφροποίησης, μπορεί να πραγματοποιηθεί χωρίς ιδιαίτερη δυσκολία. Το πρόβλημα που απαντάται με αυτού του είδους τα τεμάχια είναι η ύπαρξη μικροαντικειμένων στο πορώδες του αφρού, τα οποία δεν μπορούν να απομακρυνθούν ούτε με εξειδικευμένες διαδικασίες πλύσης ούτε με γυαλιστικά. Αυτά τα τεμάχια απορρίπτονται αφού δεν γίνονται αποδεκτά λόγω των υπολειμμάτων που εσωκλείονται στο τελικό προϊόν και αποτελούν σημεία συγκερασμού τασικών πεδίων και έναρξης-διάδοσης αστοχιών (crack path trajectory).

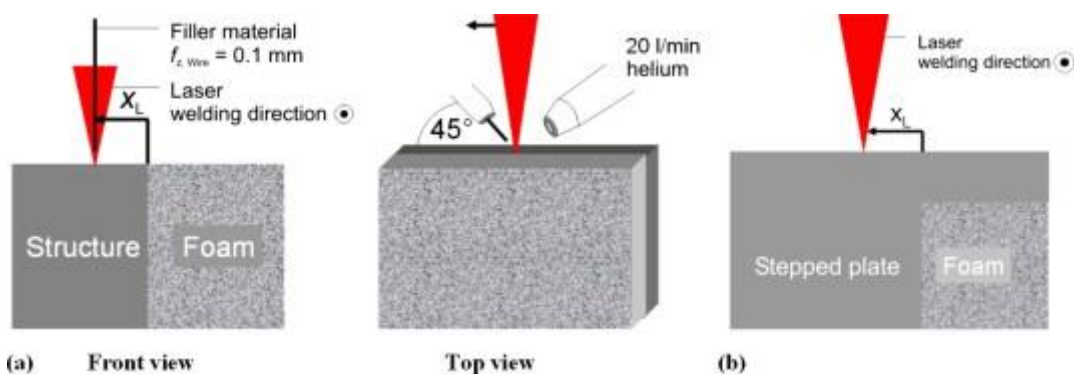
3.8 Τεχνικές συγκόλλησης μεταλλικών αφρών.

Συγκόλληση με laser

Η συγκόλληση με laser χρησιμοποιήθηκε αρχικά για την τοποθέτηση ανθεκτικών κατασκευών στο πίσω ή στο κάτω μέρος του αμαξώματος ενός αυτοκινήτου, ώστε να αυξηθεί η στρεπτική του ακαμψία. Η διαδικασία συγκόλλησης περιλαμβάνει ένωση μόνο των εξωτερικών φύλλων του τεμαχίου, αφήνοντας ανέπαφη την εσωτερική κυψελοειδή δομή του. Το πληρωτικό υλικό τοποθετείται μπροστά από την κεφαλή του laser κατά μήκος της διεύθυνσης της συγκόλλησης. [22]

Οι ταχύτητες συγκόλλησης που μπορούν να επιτευχθούν είναι αρκετά υψηλές, μειώνονται όμως όταν πρέπει να συγκολληθούν και τα δύο φύλλα της δομής του τεμαχίου. Ειδικά για τις συγκολλήσεις μεταλλικών αφρών αποδίδονται βελτιστοποιημένα αποτελέσματα, όταν πραγματοποιείται χρήση παλμικού laser και laser συνεχούς ακτινοβολίας. Διεθνείς πειραματικές μελέτες καταλήγουν στο συμπέρασμα ότι αυτή η τεχνική συγκόλλησης επιφέρει ικανοποιητικά αποτελέσματα για την συνένωση αφρών αλουμινίου με φύλλα διαφορετικού μετάλλου.

Η παρακάτω εικόνα παρουσιάζει μία τροποποιημένη διαδικασία συγκόλλησης αφρών αλουμινίου με laser, αριστερά η ράβδος συγκολλείται κατά μήκος της κόλλησης, δεξιά το πληρωτικό μέσο τοποθετείται ενδιάμεσα από τα δυο τεμάχια αφρού αλουμινίου.



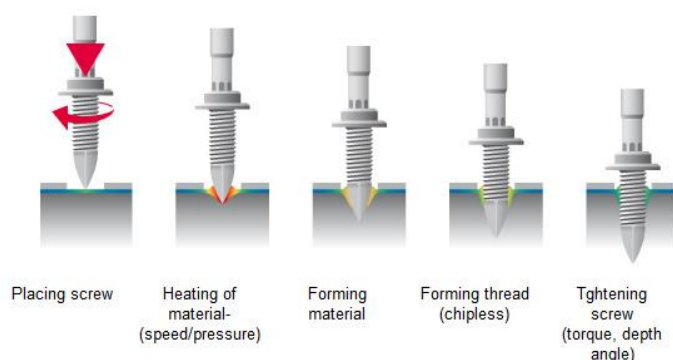
Εικ.3.30 Τεχνολογικά στοιχεία παραμέτρων διασυνδεσιμότητας-συγκολλησιμότητας μεταλλικών αφρών μέσω τεχνικής laser welding.

Συγκόλληση με τόξο TIG/MIG

Η χρήση των τεχνικών TIG/MIG επιτυγχάνει εξαιρετικά αποτελέσματα τόσο σε περιπτώσεις συγκόλλησης μεταξύ δομών σάντουιτς αλουμινίου όσο και σε περιπτώσεις συγκόλλησης με ετερογενές τεμάχιο από μεταλλικό αφρό. Οι συγκεκριμένες τεχνικές φέρουν το πλεονέκτημα της ευελιξίας ως προς την ικανότητα ανάπτυξης εφαρμογών καθώς και το χαμηλό κόστος επένδυσης για τον εξοπλισμό. Η διαδικασία της συγκόλλησης περιλαμβάνει εξ' ολοκλήρου την κόλληση μονάχα του κελύφους, ώστε να αποφευχθεί η παραμόρφωση της εσωτερικής δομής του τεμαχίου [21].

Flow drilling

Με τη συγκεκριμένη τεχνική κατεργασίας, ασκείται πίεση αξονικά στο τεμάχιο από ένα πολυγωνικό περικόχλιο, το οποίο περιστρέφεται με μεγάλη ταχύτητα. Καθώς αναπτύσσεται θερμότητα λόγω τριβής, το υλικό μαλακώνει (softening effect during formability) και καθίσταται κατά πολλές τάξεις μεγέθους ευκολότερη η μορφοποίησή του.



Εικ.3.31 Διαδικασία συναρμογής μεταλλικών αφρών μέσω θερμότητας παραγόμενης από το αντίστοιχο έργο τριβής.

3.9 Φυσικές Ιδιότητες των μεταλλικών αφρών.

Οι φυσικές ιδιότητες των αφρών αλουμινίου αποτελούν συνέπεια, εκτός της φύσης του υλικού (ενδογενείς θερμικοί συντελεστές-μηχανικές σταθερές) και της πορώδους δομής του, γεγονός το οποίο διαφοροποιεί τους μεταλλικούς αφρούς από τα συμπαγή μεταλλικά υλικά, ως προς τους μηχανισμούς προσέγγισης των φαινομένων. Η αγωγιμότητα στον ηλεκτρισμό και τη θερμότητα σχετίζονται με φυσικές ιδιότητες των αφρών που βρίσκονται σε χαμηλότερα επίπεδα από εκείνες των μετάλλων συμπαγούς μορφής. Οι μεταλλικοί αφροί αλουμινίου, σε σχέση με την πυκνότητά τους, έχουν μεγάλη εκτεθειμένη επιφάνεια που καλύπτεται από στρώμα οξειδίου, κατά την διάβρωση που τους προκαλείται, το οποίο και χαρακτηρίζεται είτε από ημιαγώγιμη είτε από μονωτική συμπεριφορά. Επίσης οι μεταλλικοί αφροί είναι ηχομονωτικά υλικά, αφού απορροφούν τον ήχο εξ' αιτίας της πορώδους δομής, εντός των τοιχωμάτων της οποίας τα ηχητικά κύματα ανακλώνται ή αποσβάνουν βηματικά μέσω αλληπάλληλων υπερθέσεων. Έτσι μειώνεται η ένταση των ηχητικών κυμάτων και η ενέργεια τους μετατρέπεται σε θερμική ενέργεια στα τοιχώματα των κελιών. Όσο μεγαλύτερη ομοιογένεια έχουν οι πόροι τόσο περισσότερο αυξάνεται η ηχομονωτική ικανότητα των μεταλλικών αφρών (μέσω μίας πολυωνυμικής σχέσης εξάρτησης δευτέρου βαθμού). Τέλος, η πορώδης δομή με ανοιχτού τύπου κελιά παρουσιάζει καλύτερη απορροφητικότητα ήχου σε σχέση με αυτή του κλειστού τύπου κελιών. Κατά συνέπεια, οι φυσικές ιδιότητες των αφρών, σε συνδυασμό με το χαμηλό βάρος, τους καθιστούν ένα άριστο υλικό μονώσεων ηλεκτρισμού, θερμότητας και ήχου από άποψη χρηστικότητας και ποιότητας του αποτελέσματος στο τεχνολογικό πεδίο εφαρμογών των μονώσεων.

Διερεύνηση Απωλειών Πίεσης και Μεταφοράς Θερμότητας σε Μεταλλικούς Αφρούς

Οι μεταλλικοί αφροί αποτελούν επαναστατικά υλικά που έχουν παρεισφύσει δυναμικά τα τελευταία χρόνια σε συστήματα τεχνολογικών διατάξεων μετάδοσης θερμότητας. Ο υψηλός λόγος δυναμικής επιφάνειας εναλλαγής θερμότητας ως προς τον όγκο που καταλαμβάνουν καθώς επίσης και η πολύ ικανοποιητική μηχανική αντοχή τους, τους καθιστούν ελκυστικούς σε αντίστοιχα πεδία εφαρμογών και έρευνας. Βέβαια κρίσιμη παράμετρο για τη σχεδίαση και τη λειτουργία τέτοιων διατάξεων αποτελεί η πτώση πίεσης που προκαλείται κατά τη διάρκεια της ρευστομηχανικής απόκρισης οποιουδήποτε μέσου, λόγω της πορώδους δομής. Κατά τη διάρκεια των χρόνων ο υπολογισμός των απωλειών πίεσης ανά μονάδα μήκος των μεταλλικών αφρών έχει μελετηθεί από αξιόλογους ερευνητές όπως είναι οι εργασίες των Du Plessis et al. (1994), Dukhan (2006), Lacroix et al. (2007) και Mancin et al. (2010). Έχουν προταθεί διάφορα υπολογιστικά μοντέλα που λαμβάνουν υπόψη κατά κύριο λόγο τα κρίσιμα γεωμετρικά χαρακτηριστικά των μεταλλικών αφρών όπως είναι η διάμετρος των πόρων, η διάμετρος των διαδοκιδώσεων, η διάμετρος των σωματιδίων ενίσχυσης, το συνολικό πορώδες, η πυκνότητα των πόρων ανά μονάδα μήκους και τα οποία διαδραματίζουν καθοριστικό ρόλο ως προς την ανάπτυξη των ρευστοδυναμικών βαθμίδων. Η πολύπλοκη και μη περιοδικά επαναλαμβανόμενη-διατεταγμένη γεωμετρία των μεταλλικών αφρών, παρά τις σημαντικές ερευνητικές προσπάθειες που έχουν λάβει χώρα, θέτει αδυναμίες στην ακριβή πρόβλεψη των απωλειών πίεσης με μία γενικευμένη αναλυτική σχέση. Σε αυτό το σημείο θα ήταν καίριο να επισημανθεί ότι η μελέτη του θερμοκρασιακού πεδίου σε μεταλλικούς αφρούς έχει προσομοιωθεί με δέσμη κυλίνδρων έτσι ώστε να εξαχθούν κάποια συμπεράσματα φέροντας πάντα κάποιο επικείμενο σφάλμα. Ως αποτέλεσμα η πειραματική και υπολογιστική έρευνα των μεταλλικών αφρών ως προς την κατεύθυνση αυτή καθίσταται απαραίτητη τουλάχιστον μέχρι στιγμής.

Οι Dukhan και Patel μέσω ερευνητικών αποτελεσμάτων παρουσίασαν πειραματικές πτώσεις πίεσης για ροή αέρα μέσω εννέα συμπιεσμένων και ασυμπιεστων δειγμάτων αφρών αλουμινίου ανοικτών κυψελίδων, με διακυμαινόμενο πορώδες μεταξύ 0,68 και 0,92 και πυκνότητα πόρων ίση με 10, 20 και 40 PPI. Σε σταθερό πορώδες, η κλίση πίεσης φάνηκε να αυξάνεται με την αύξηση της πυκνότητας των πόρων ενώ σε σταθερή πυκνότητα πόρων, η κλίση πίεσης έβαινε αυξητικά με τη μείωση του πορώδους. Η διαπερατότητα K και ο συντελεστής μορφής C συσχετίστηκαν με το πορώδες και το εμβαδό επιφάνειας ανά μονάδα όγκου.[124]

Ο Torin μελέτησε διάφορα δείγματα αφρού χαλκού και νικελίου με 10, 40, 60, 100 PPI και μονοφασική ροή αέρα και νερού, στη συνέχεια καθόρισε πειραματικά τις προσομοιώσεις της διαπερατότητας και του συντελεστή C . Το K φάνηκε να αυξάνεται σχεδόν μέσω πολυωνυμικής συσχέτισης με το μέσο μέγεθος των πόρων, ενώ το C έβαινε μειούμενο με την αύξηση της διαμέτρου των πόρων και του πάχους των ινών (fiber).[123]

Ο Hwang μελέτησε τις απώλειες πίεσης, τη διαπερατότητα και το συντελεστή αδρανείας για αέρα που ρέει σε αφρούς αλουμινίου 10 PPI και με πορώδες 0.7, 0.8, 0.95, ενώ ο Kim μετρήσε την πτώση πίεσης σχετικά με αέρα που διατρέχει αφρούς FeCrAlY, με μέγεθος κυψέλης μεταξύ 1 και 3 mm και σχετική πυκνότητα μεταξύ 4,6% και 12,5% . Τα πειραματικά αποτελέσματα απέδωσαν ότι υψηλότερες απώλειες πίεσης ανά μονάδα κυψέλης (unit cell) λήφθησαν για αφρούς που έχουν μικρότερη πυκνότητα πορώδους και μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων.[121,122]

Μια ευρεία αναθεώρηση των διαθέσιμων συσχετισμών για τον υπολογισμό της πτώσης πίεσης κατά τη διάρκεια της ροής ενιαίας φάσης στους αφρούς μετάλλων παρουσιάζεται από τους Mahjoob-Vafai και Edouard. Στην εργασία τους μεταξύ όλων των συσχετισμών, φαίνεται να είναι καταλληλότερες για να υπολογίσουν την πτώση πίεσης μέσα στη δομή του μεταλλικού αφρού, οι σχέσεις του Lacroix και του Du Plessis, δεδομένου ότι δεν απαιτούν καμία προσαρμογή ισοστάθμισης

των συντελεστών. Άλλες εξισώσεις που δεν απαιτούν πειραματικούς συντελεστές είναι εκείνες που έχουν καταχωρηθεί στη παγκόσμια ερευνητική κοινότητα από τους Fourie-Du Plessis και Bhattacharya, ενώ αναπτυσσόμενες σχέσεις που βασίζονται στα πειραματικά δεδομένα σχετικά με τον αέρα και το νερό που ρέει στους κεραμικούς αφρούς είναι εκείνες από τους Richardson, Incera Garrido και Moreira.[113-120]

3.10 Διάβρωση και χημικοδυναμική απόκριση μεταλλικών αφρών.

Οι χημικές ιδιότητες των μεταλλικών αφρών εξαρτώνται από τις ιδιότητες του μετάλλου, από την δομή και την ισοστάθμιση της κατανομής του πορώδους. Τα διάφορα υλικά κατά την πάροδο του χρόνου μπορούν να υποστούν διάβρωση υπό την συνεχή επίδραση του περιβάλλοντος στο οποίο βρίσκονται, με επερχόμενο αποτέλεσμα την υποβάθμιση των ιδιοτήτων τους. Τα μεταλλικά υλικά και συνεπώς και οι μεταλλικοί αφροί υπόκεινται σε ηλεκτροχημική διάβρωση στην υγρή ή τη ξηρή φάση, η οποία αποτελεί τοποχημικό και τοποχρονικό φαινόμενο. Η επίδραση των διαβρωτικών αερίων στα μέταλλα τα οποία αποτελούν το λειτουργικό στέλεχος μιας μονάδας, δημιουργεί σε αυτά έντονα φαινόμενα αποσάρθρωσης, θερμικής οξειδωσης και επιφανειακών αποκολλησεων των διαστρωματικών συναρμογών μεταξύ των στοιχειομετρικών οξειδίων (delamination-exfoliation) λόγω ανάπτυξης φαινομένου ξηρής διάβρωσης. Η ξηρή διάβρωση πραγματοποιείται πάντα σε θερμοκρασίες μεγαλύτερες από τη θερμοκρασία περιβάλλοντος καθώς η χημικοδυναμική αλληλεπίδραση μετάλλου-αερίων αποτελεί δράση οξειδωσης, καθώς μέσω του μηχανισμού της αλληλοδιάχυσης παρατηρείται σχηματισμός ισόμορφων μιγμάτων οξειδίων στην εξωτερική επιφάνεια του μετάλλου, σύμφωνα με το θεωρητικό μοντέλο που ανέπτυξε ο Wagner. Συνέπεια της οξειδωσης είναι η απώλεια υλικού από την επιφάνεια και η συνεπαγόμενη μείωση των κρίσιμων ιδιοτήτων του μετάλλου ή στην περίπτωση που μελετάμε, η τροποποίηση των επιφανειακών χαρακτηριστικών και η εξάλειψη μεγάλου μέρους των ιδιοτήτων των μεταλλικών αφρών [32].

Κατά την υγρή διάβρωση, τα άτομα του μετάλλου χάνουν ηλεκτρόνια τα οποία μετασχηματίζονται σε ενεργά ιόντα στο υγρό διάλυμα που αποτελεί τον ηλεκτρολύτη. Το αν θα πραγματοποιηθεί έναρξη του φαινομένου εξαρτάται μονοσήμαντα από το δυναμικό ισορροπίας του ίδιου του οξειδωτικού μέσου εντός του διαβρωτικού περιβάλλοντος. Οι ροές των ιόντων που εισέρχονται από το μέταλλο στον ηλεκτρολύτη σχηματίζουν σταθερές χημικές ενώσεις με ετερόνυμα ιόντα. Στην υγρή διάβρωση παρατηρείται ανάπτυξη δύο χαρακτηριστικών, μετασταθών θερμοδυναμικά περιοχών, της ανόδου και της καθόδου. Στην άνοδο παρατηρείται το φαινόμενο της παρατεταμένης απώλεια μάζας λόγω προσαυξημένης τιμής της πυκνότητας του ρεύματος διάβρωσης, ενώ στην κάθοδο συμβαίνει η αντίθετη δράση, καθώς υπεισέρχεται το φαινόμενο της ψευδοπαθητικοποίησης και το μέταλλο προστατεύεται. Οι δράσεις αυτές μπορούν να αποφευχθούν μέσω κατάλληλου και στοχευμένου προσχεδιασμού των ποτενσιοδυναμικών καμπυλών πόλωσης. Οι δύο αυτές θερμοδυναμικές καταστάσεις μπορούν να συνυπάρξουν ταυτόχρονα εξ' αιτίας τοπικών διαφορών στη μικροδομικό ιστό του μετάλλου (βάθμιση ζωνών μικροπλαστικής παραμόρφωσης και διακύμανση μικρογραφικών συστατικών ανάπτυξης) ή ανομοιογένειες και ετεροτροπία του περιβάλλοντος, οι οποίες οδηγούν στο σχηματισμό και τη διατήρηση πολλαπλότητας τοποχημικών γαλβανικών κελιών.[32] Δηλαδή πρόκειται για οξειδοαναγωγική αντίδραση όπου θεωρείται ταυτόχρονη πραγμάτωση και συνύπαρξη δύο ημιαντιδράσεων, της αντίδρασης οξειδωσης και της αντίδρασης αναγωγής με επενέργεια τοποχημικού δυναμικού αλληλεξάρτησης. Αντίδραση οξειδωσης (αποβολή ηλεκτρονίου) προκύπτει όταν πραγματοποιείται πρόσληψη οξυγόνου ή απομάκρυνση υδρογόνου και αντίδραση αναγωγής (πρόσληψη ηλεκτρονίου) όταν συμβαίνει η ίδια αντίδραση κατά την αντίθετη φορά. Τα αναγωγικά μέσα αποβάλλουν ηλεκτρόνια (τα ίδια οξειδώνονται) ενώ προκαλούν αναγωγή σε άλλη συμμετέχουσα ένωση του φυσικοχημικού συστήματος. Τα οξειδωτικά μέσα λαμβάνουν ηλεκτρόνια, δηλαδή τα ίδια ανάγονται και προκαλούν οξείδωση σε άλλη ένωση του φυσικοχημικού συστήματος[35]. Κατά τη διάβρωση σε ουδέτερο ή βασικό ηλεκτρολύτη και αν το περιβάλλον περιέχει οξυγόνο, η κυρίαρχη αντίδραση που συμβαίνει είναι η αντίδραση απορρόφησης

οξυγόνου: $O_2 + 2H_2O + 4e^- \rightarrow 4OH^-$. Επιπρόσθετα εάν το περιβάλλον περιέχει υδρογόνο τότε κυρίαρχη τίθεται και η αντίδραση παραγωγής ατομικού και μοριακού υδρογόνου: $H^+ + e^- \rightarrow H$ και $H + H \rightarrow H_2$. Λόγω χαμηλής συγκέντρωσης H^+ στους διαλύτες αυτούς, η αντίδραση παραγωγής υδρογόνου είναι πολύ αργή ως προς τη κινητική της απόδοση σε σχέση με την αντίδραση απορρόφησης οξυγόνου. Αντίθετα, σε όξινα διαλύματα λόγω υψηλής συγκέντρωσης H^+ , η αντίδραση παραγωγής υδρογόνου επικρατεί λόγω της φύσης κινητικών και χημικοδυναμικών δεδομένων [13].

3.11 Εφαρμογές μεταλλικών αφρών.

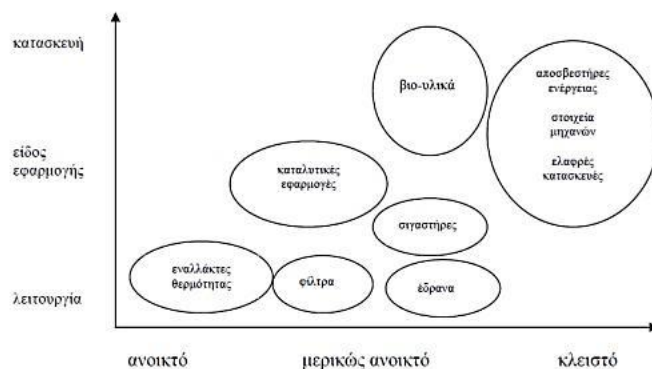
Τα πορώδη μεταλλικά υλικά βρίσκουν ολοένα και μεγαλύτερη απήχηση σε τεχνολογικά πεδία και βιομηχανικής φύσης εφαρμογές, χάρη στο μεγάλο και διακυμενόμενο εύρος των χαρακτηριστικών μεγεθών και των ιδιοτήτων τους. Είναι δύσκολο να απαριθμήσει κάποιος όλες τις υφιστάμενες και δυνητικές λειτουργικές παρενθέσεις των μεταλλικών αφρών σε ανεπτυγμένα συστήματα εκτός ερευνητικής κλίμακας. Ωστόσο, είναι δυνατός ο εντοπισμός μερικών κύριων τεχνολογικών πεδίων προσάρτησης, έτσι ώστε να υποδειχθεί το ευρύ φάσμα των συνθηκών υπό τις οποίες οι μεταλλικοί αφροί μπορούν να χρησιμοποιηθούν. Τα πεδία αυτά των εφαρμογών μπορούν να καταταχθούν σε δύο υποκατηγορίες, οι οποίες αφορούν στο κατασκευαστικό και στον αναπτυσσόμενο λειτουργικό κλάδο. Ο κλάδος των κατασκευαστικών εφαρμογών επαφύεται στις φέρουσες κατασκευές, δηλαδή κατασκευές οι οποίες φέρουν τα πρωτογενή στατικά φορτία, ενώ οι λειτουργικές εφαρμογές έχουν ως στόχο την εκμετάλλευση των ιδιαίτερων ιδιοτήτων (θερμικών, ηλεκτρικών, διαπερατότητα κ.α). [24,25] Ως αποσβεστήρες ενέργειας, οι μεταλλικοί αφροί λόγω της ισότροπης μακροσκοπικά δομής τους μπορούν να παραμορφώνονται ομοιόμορφα με ισοκατανεμημένο διαβαθμισμένο πεδίο των τάσεων, σε οποιαδήποτε διεύθυνση επιβολής φορτίου και να αποσβάνουν σημαντικά ποσοστά πλαστικής παραμόρφωσης ανά μονάδα όγκου αυτών.

Όπως αναφέρθηκε τα κύρια πεδία εφαρμογών των μεταλλικών αφρών άπτονται επί του κατασκευαστικού και των συνακόλουθων λειτουργικών τομέων. Η διακριτοποίηση της τεχνολογικής συνεισφοράς των μεταλλικών αφρών μεταξύ των προαναφερθέντων τομέων έχει ως ακολούθως:

Κατασκευαστικοί τομείς	Λειτουργικοί τομείς
Βιομηχανία αυτοκινήτων	Αποσβεστήρες
Δομικά στοιχεία μηχανημάτων	Διαχωρισμός υγρών – Φίλτρα
Αεροδιαστημική βιομηχανία	Ηλεκτρόδια μπαταριών
Ναυπηγική	Φλογοπαγίδες
Σιδηροδρομική βιομηχανία	Ηλεκτρομαγνητική θωράκιση
Οικοδομικές κατασκευές	Βιοϊατρικά εμφυτεύματα
Κτιριακές κατασκευές	Εναλλάκτες θερμότητας – Ψυκτικές μηχανές, Καταλύτες

Τα τελευταία χρόνια πραγματοποιείται εκτεταμένη διεθνής ερευνητική προσπάθεια ως προς τη δυναμική εμπορική παρείσδυση των μεταλλικών αφρών σε άκρως απαιτητικές λειτουργικές συνθήκες, οι οποίες χαρακτηρίζονται από συνδυαζόμενες μηχανικές, θερμικές, χημικοδυναμικές καταπονήσεις και επιφέρουν είτε ολοκληρωτική είτε επιφανειακή υποβάθμιση του συνολικού τεχνικού συστήματος. Πεδία τέτοιου είδους εφαρμογών αποτελούν οι ζώνες παραμόρφωσης και οι μπάρες αναμετάδοσης εντατικής επιφόρτισης των οχημάτων, οι αποσβεστήρες κραδασμών, η δομική επιστελέχωση αεροδιαστημικών οχημάτων, οι πυράντοχες κατασκευές και επιβραδυντές καύσης, οι ύφαλοι- γάστρες πλοίων, τα στρατιωτικά οχήματα και οι αλεξίσφαιρες δομές, οι εξέδρες γεώτρησης πετρελαίου, τα ηχομονωτικά υλικά, οι θερμικές και ηλεκτροκίνητες εφαρμογές, η ηλεκτρομαγνητική θωράκιση, τα βιοσυμβατά εμφυτεύματα και οι εφαρμογές της εμβιομηχανικής ανάπτυξης

βιομηχανικών ικριωμάτων καθώς και οι διαρθρωτικοί απορροφητές κραδασμών εντός πεδιλοδοκών θεμελίωσης για προστασία έναντι σεισμού.



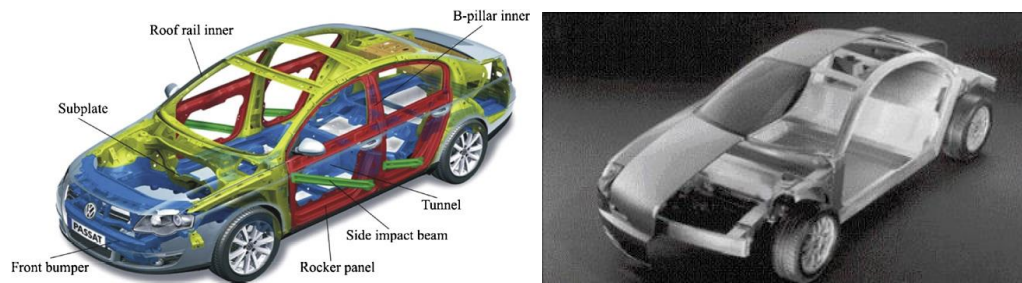
Εικ.3.32 Κατηγοριοποίηση εφαρμογών πορώδων υλικών σε σχέση με το είδος της εφαρμογής και το άνοιγμα του πορώδους της δομής του υλικού [18]

Βιομηχανία αυτοκινήτων

Οι αυξανόμενες απαιτήσεις για ενεργητική και παθητική ασφάλεια στα οχήματα οδηγούν σε δυσανάλογη αύξηση του βάρους τους. Ταυτόχρονα η ανάγκη για μείωση του μεγέθους των οχημάτων στην Ευρωπαϊκή ήπειρο και την Ιαπωνία, χωρίς τη συνεπαγόμενη μείωση του μεγέθους της καμπίνας των επιβατών, επιβάλλει το χωρικό περιορισμό για την παρένθεση και την ανασυγκρότηση των μηχανικών μερών. Η παραπάνω σειρά απαιτήσεων δημιουργεί πρόβλημα ως προς την ελεγχόμενη διαδικασία απαγωγής θερμότητας. Τέλος, σύμφωνα με τα διεθνή κοινοτικά πλαίσια απαιτείται όλο και καλύτερη παρεμπόδιση ακουστικής μετάδοσης χωρίς να υπάρχει περιθώριο για επιπλέον στρώματα μόνωσης. Οι μεταλλικοί αφροί, και κυρίως οι αφροί αλουμινίου, μπορούν να αντιμετωπίσουν αυτά τα ζητήματα [24,26]. Η μείωση του βάρους έχει εναρκτήρια βάση για την επίτευξή της τα υλικά κατασκευής, μιας και η χρήση μεταλλικών αφρών σε δομές τύπου σάντουιτς μπορεί να επιτύχει το ελάχιστο βάρος για δεδομένη τιμή δυσκαμψίας. Μέρη όπως τα καπό, οι πόρτες του επιβατικού αλλά και του αποθηκευτικού χώρου μπορούν να κατασκευαστούν από μεταλλικό αφρό περιορίζοντας το συνολικό βάρος μέχρι και 50% και ταυτόχρονα αυξάνοντας τη συνολική δυσκαμψία του συστήματος ως και 10 φορές [27]. Η επέκταση της χρήσης μεταλλικού αφρού και σε λοιπά σημεία του οχήματος θα βοηθούσε στη μείωση των συνολικών απαιτούμενων κομματιών άρα και του κόστους σύνδεσης μεταξύ αυτών καθώς και των δυνητικά αναπτυσσόμενων ατελειών-ασυνεχειών εντός της ραφής. Χαρακτηριστικό παράδειγμα χρήσης των μεταλλικών αφρών σε αλεπάλληλα κρίσιμα σημεία της δομικής επιστελέχωσης του αμαξώματος του αυτοκινήτου περιγράφονται σχηματικά στις ακόλουθες εικόνες. Επιπρόσθετα, οι μεταλλικοί αφροί μπορούν να βρουν εφαρμογή και σε τρένα, είτε υπεραστικά είτε αστικά (τραμ, μετρό) όπου το βάρος και το μέγεθος της κατασκευής διαδραματίζει σημαντικό ρόλο ως προς την εμπορική τους αξία [24]. Έναν διαδεδομένο μηχανισμό παθητικής ασφάλειας αποτελούν τα συστήματα απορρόφησης δυναμικά επιβαλλόμενης ενέργειας κατά τις συγκρούσεις, όπου γίνεται εκμετάλλευση της πλαστικής, μη αναστρέψιμης ζώνης παραμόρφωσης των σωμάτων. Εδώ, οι μεταλλικοί αφροί μπορούν να αποδώσουν καλύτερα από τους πολυμερικούς αφρούς χάρη στη μεγαλύτερη αντοχή τους σε τριαξονικά εφαρμοζόμενο εντατικό πεδίο θλιπτικής επιφόρτισης, άρα και στη μεγαλύτερη δυνατότητα απορρόφησης ενέργειας. Όσο πιο ευρύ είναι το πλατώ της δεύτερης ζώνης στο διάγραμμα τάσης – παραμόρφωσης, τόσο μεγαλύτερα ποσοστά διαβαθμισμένης ενέργειας δύναται να απορροφήσει ανά μονάδα όγκου ο μεταλλικός αφρός [26].

Η μόνωση εξωτερικών θορύβων για την άνεση των επιβατών, όπως και ο περιορισμός των ηχητικών κυμάτων που παράγονται από τα ίδια τα κινητά μέρη του οχήματος, αποτελεί πεδίο στο οποίο θα μπορούν να συμβάλλουν άμεσα, ομότροπα και επαναλήψιμα οι μεταλλικοί αφροί.

Δεδομένου ότι πρόκειται για υλικά ανθεκτικά έναντι επιβολής υψηλών θερμοκρασιακών διαβαθμίσεων, αποτελεί τεχνολογική εγγύηση η τοποθέτησή τους σε σημεία που αντίστοιχοι πολυμερικοί αφροί δε θα απέδιδαν υπό το ίδιο πεδίο ανάπτυξης λειτουργικών συνθηκών, όπως είναι ο χώρος του κινητήρα .



Εικ.3.33 Εφαρμογή μεταλλικών αφρών στο αμάξωμα Audi A8.

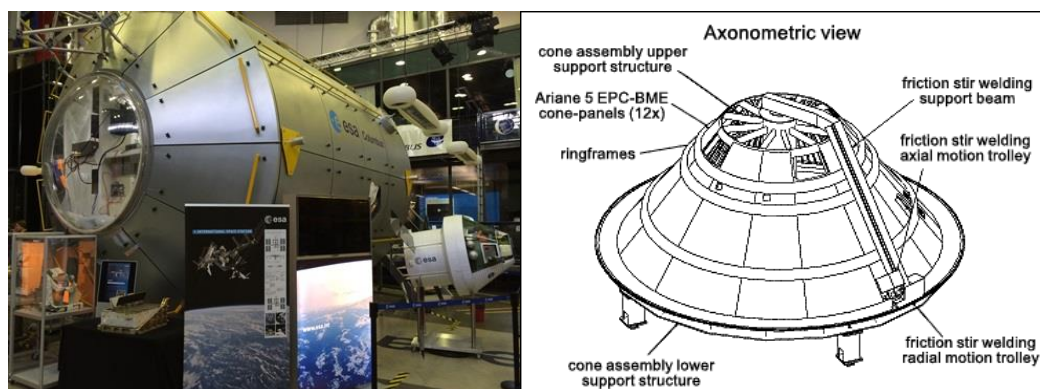
Αεροδιαστημική βιομηχανία

Ο προσανατολισμός της αναγκαιότητας ανάπτυξης ελαφριών κατασκευών αποτελεί κοινή βάση επιστημονικής ανάπτυξης τόσο στον αεροδιαστημικό τομέα όσο και στον ευρύτερο τομέα του κατασκευαστικού κλάδου της αυτοκινητοβιομηχανίας. Στις αεροδιαστημικές εφαρμογές, η αντικατάσταση των ακριβών βαθμίδων και συνδέσμων αντιστήριξης-αναμετάδοσης της παραμόρφωσης από κυψελοειδείς κόμβους με φύλλα από αφρούς αλουμινίου ή από πλαίσια μεταλλικών αφρών τύπου σάντουιτς, θα μπορούσαν να οδηγήσουν σε ισχυρό δυναμικό πεδίο απόδοσης των εφαρμογών με προσβάσιμες τεχνολογίες ανάπτυξης και περιορισμένο λειτουργικό κόστος. Από τη μια πλευρά επιδιώκεται η διευρυμένη ικανότητα στρέβλωσης συνδυαζόμενη με την ισχυρή αντίσταση στην φθορά, ενώ από την άλλη πλευρά ένα σημαντικό πλεονέκτημα και αναγκαιότητα ως προς την απόδοση των αφρών αποτελεί η ισοτροπία των μηχανικών ιδιοτήτων των πλαισίων και η δυνατότητα σχεδιασμού διαγραμματικής ροής και πορείας ανάπτυξης σύνθετων κατασκευών χωρίς συγκολλητά τμήματα. Η τελευταία δυνατότητα μας δίνει αναβαθμισμένη συμπεριφορά σε περιπτώσεις πυρκαγιών, όπου αποτελεί κομβικό και κρίσιμο σημείο η ικανότητα συγκράτησης και διατήρησης της μηχανικής ακεραιότητας της κατασκευής για το μεγαλύτερο δυνατό χρονικό διάστημα. Η Boeing έχει αναπτύξει με τη χρήση της τεχνικής της εναπόθεσης και της παγίδευσης αερίου, μεγάλα πλαίσια αφρών τύπου σάντουιτς από τιτάνιο και πλαίσια ίδιου τύπου από αφρούς αλουμινίου για τα ουραία τμήματα των ελικοπτέρων (rudder) [26-28].

Ένα επιπρόσθετο σημαντικό πλεονέκτημα αυτού του είδους των δομών αποτελεί το γεγονός ότι μπορούν να κατασκευασθούν ακόμη και υποστελέχη καμπυλόμορφων τμημάτων σε τρισδιάστατους φέροντες συνδέσμους, εν αντιθέσει με τις περιορισμένες γεωμετρικές αναδιατάξεις των επίπεδων κυψελοειδών δομών. Για το λόγο αυτό πολλοί κατασκευαστές ελικοπτέρων προσπαθούν να τοποθετούν μεταλλικούς αφρούς κραμάτων αλουμινίου σε αντικατάσταση των κυψελοειδών εξαρτημάτων, κυρίως σε ότι αφορά στα πατώματα μεταγωγικών ελικοπτέρων και στη δομική επιστελέχωση αναρτήρων συγκράτησης μη επανδρωμένων καταδιωκτικών αεροσκαφών [28].

Ένα ακόμη αναλυτικό πεδίο εφαρμογών αποτελεί αυτό της ανάπτυξης κατασκευαστικών τμημάτων μέσα σε τουρμπίνες, όπου ο συνδυασμός της ακαμψίας με τη δυνατότητα αυξανόμενης απορρόφησης και απόσβεσης συντονισμένου πεδίου κραδασμών αποτελεί αναγκαιότητα. Ασπίδες μεταξύ των διαφόρων βαθμίδων του τμήματος της μετάκαυσης (afterburner F110) στοιχειοθετούνται από πορώδη υλικά. Τα πτερύγια της τουρμπίνας κόβονται στο επιθυμητό μήκος μέσα στο κυψελοειδές υλικό κατά τη διάρκεια της πρώτης δυναμικής λειτουργικής δοκιμής ελέγχου του κινητήρα και προσομοίωσης οριακών συνθηκών πτήσης, με τρόπο ώστε να δημιουργείται μια σχεδόν στεγανή αέρια ασπίδα (οριακό στρώμα/ solid wall-boundary layer).

Σε ότι αφορά στην διεπιστημονική βάση ανάπτυξης τεχνολογίας του διαστήματος, ο αφρός αλουμινίου χρησιμοποιείται με σκοπό την απορρόφηση ενέργειας στο σύστημα προσγείωσης του διαστημικού οχήματος και ως ενίσχυση σε ορισμένα τμήματα δορυφόρων, σε αντικατάσταση υλικών που δημιουργούν προβλήματα στο εξωτερικό κέλυφος της ατράκτου. Για τις εφαρμογές αεροδιαστημικής τεχνολογίας χρησιμοποιούνται συχνά κράματα αφρού από Li-Mg. Τα κράματα αυτά συνήθως δεν βρίσκουν πεδίο εφαρμογής σε λιγότερο απαιτητικές συνθήκες εξαιτίας της υψηλής χημικοδυναμικής δραστηριότητας που παρουσιάζουν συνδυαστικά με το περιβάλλον, αλλά φέρουν τα βέλτιστα αποτελέσματα λειτουργικής απόδοσης σε συνθήκες κενού [29].



Εικ.3.34 Πειραματική διάταξη στο NASA Glenn Research Center για την έλεγχο της δυνατότητας μείωσης του θορύβου μέσω της ανάπτυξης περιβλήματος μεταλλικού αφρού [29]

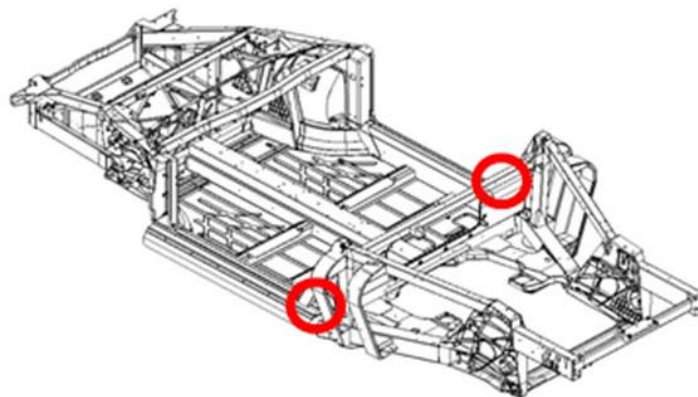
Ναυπηγική

Οι ελαφριές κατασκευές έχουν μεγάλη σημασία και στο ευρύ λειτουργικό πλαίσιο του ναυπηγικού τομέα και των πλωτών κατασκευών. Τα σύγχρονα επιβατικά πλοία μπορούν να κατασκευαστούν εξ'ολοκλήρου από έλαση φύλλων αλουμινίου με ταυτόχρονη παρένθεση πυρήνα κυψελοειδών δομών αλουμινίου. Ακόμη και για τις αντίστροφου τύπου κατασκευαστικές διατάξεις μεγάλων πλαισίων αφρών αλουμινίου με πυρήνα καθαρού αλουμινίου υπάρχει η προσδοκία να πρωταγωνιστήσουν σε τμήματα από τις προαναφερθείσες κατασκευές, όπου η απαίτηση για ανακατανομή των τασικών διαβαμίσεων είναι μικρότερη σε σχέση με την απόδοση υψηλού βαθμού δυσθραυστότητας και διευρυμένου πεδίου ανάπτυξης βαθμών ελευθερίας. Εάν τα επίπεδα φύλλα συνδέονται με το κύριο υλικό με ελαστικές συγκολλήσεις πολυουρεθάνης, τότε υπάρχει δυνατότητα ανάπτυξης ελαφριών και άκαμπτων κατασκευών με εξαιρετική συμπεριφορά στις αποσβέσεις κρουστικών ταλαντώσεων, ακόμα και στις περιπτώσεις συνεχών δυναμικών και κυκλικών καταπονήσεων με συνδυαστική επενέργεια διαβρωτικού περιβάλλοντος που απαντώνται στα πλοία. Για τις εφαρμογές στην ναυπηγική, μπορούν να συμπεριληφθούν αφρώδη στοιχεία τύπου σάντουιτς με αποτελεσματικό τρόπο υπό τη προϋπόθεση ότι οι συνδέσεις γίνονται με επιβεβλημένες μεθόδους κατά τη διάρκεια της ναυπήγησης[25,30].

Αποσβεστήρες δυναμικής κρουστικής επιφόρτισης

Όπως έχει ήδη αναφερθεί οι εφαρμογές σε συστήματα απόσβεσης συνδυασμένων κρούσεων υπό δυναμικό πεδίο επενέργειας, προσφέρουν την μεγαλύτερη βάση τεχνολογικής ανάπτυξης και αναπροσαρμογής της σχεδιαστικής μελέτης για τη χρήση των μεταλλικών αφρών. Οι δυνατότητες των εφαρμογών αυτών ποικίλουν, από εφαρμογές σε προφυλακτήρες αυτοκινήτων, προστατευτικά περιβλήματα για εναέριες συσκευές (καταγραφείς συγκρούσεων) έως και κατασκευαστικά μέρη που χρησιμοποιούνται για προσγείωση σε διαστημικά οχήματα. Μπορεί επιπρόσθετα να αποδοθεί άμεση λύση σε καίρια κατασκευαστικά προβλήματα αν χρησιμοποιηθεί ο μεταλλικός αφρός ως μπλοκ

ασφαλείας σε συστήματα για ανύψωση και μεταφορά σε εργοταξιακές μονάδες. Επιπρόσθετα απαντάται σε υψηλής ταχύτητας μηχανές λείανσης, καθώς η χρήση τους σε συστήματα αναίρεσης των μη ισότροπων πεδίων κρουστικής ενέργειας και σε αντίστοιχα προστατευτικά καλύμματα έχει αποδώσει εξαιρετικά αποτελέσματα. Αφροί χαλκού πυκνότητας 5 έως 10% έχει παρατηρηθεί ότι έχουν καλύτερες επιδόσεις από το καουτσούκ ως βάσεις αποσβέσεων κρούσεων [26].

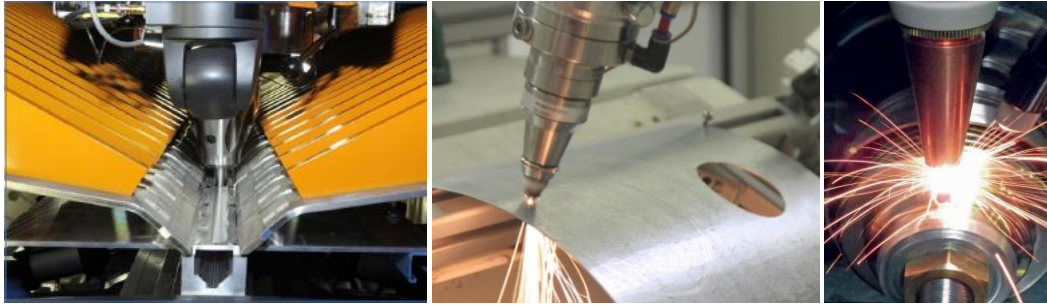


Εικ.3.35 Διάχυση ενέργειας στους αποσβεστήρες μεταλλικού αφρού [28]

4. Διεργασία συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση (FSW) [31].

Η μέθοδος Συγκόλλησης διά Τριβής με Ανάδευση (Friction Stir Welding-FSW), επινοήθηκε από το Βρετανικό Ινστιτούτο Συγκολλήσεων (The Welding Institute-TWI), το 1991 ως μια νέα μέθοδος συγκόλλησης στερεάς κατάστασης. Αξιοποιώντας τη θερμότητα που αναπτύσσεται λόγω τριβής μεταξύ των προς συγκόλληση υλικών, και σε συνδυασμό με τη μηχανική ανάδευση, επιτυγχάνεται τοπική πλαστική παραμόρφωση (severe plastic deformation process) και στη συνέχεια πλαστική σύνδεση-συγκόλληση. Επειδή παρατηρείται πλαστικοποίηση (softening) του υλικού λόγω πρόσδοσης ισχυρού διαβαθμισμένου πεδίου θερμότητας, που αντιστοιχεί σε τερματικές θερμοκρασίες έως και 80% του σημείου τήξης αυτού, χαρακτηρίζουμε τη Συγκόλληση διά Τριβής με Ανάδευση ως Συγκόλληση Στερεάς Κατάστασης. Η μέθοδος FSW χρησιμοποιείται κυρίως στη συγκόλληση κραμάτων αλουμινίου καθώς και σε πιο απαιτητικές συνθήκες συγκόλλησης κραμάτων όπως αυτές απαντώνται σε πολυφασικά συστήματα υπερκραμάτων νικελίου, σε κράματα τιτανίου και μαγνησίου. Ευρεία εφαρμογή βρίσκει επίσης στη συγκόλληση μεταξύ διαφορετικών μεταλλικών συστημάτων (Dissimilar Materials Welding) όπως: Χάλυβας-Αλουμίνιο, Αλουμίνιο-Μαγνήσιο, Αλουμίνιο-Τιτάνιο και άλλα, δίνοντας τα πλέον βελτιστοποιημένα αποτελέσματα από άποψη ποιότητας συγκόλλησης. Λόγω της φιλικότητας της ως προς το περιβάλλον, η μέθοδος FSW καλείται και πράσινη μέθοδος, με κατάλληλης ρύθμισης της λειτουργίας της χωρίς την εκπομπή ακτινοβολίας, αέριων ή στερεών ρύπων, και με χαμηλότερη κατανάλωση ενέργειας σε σχέση με τις παλαιότερες κλασικές μεθόδους συγκόλλησης. Η Συγκόλληση διά Τριβής με Ανάδευση συνεχίζει να θεωρείται μια από τις πιο εξελιγμένες μεθόδους συγκόλλησης των τελευταίων ετών, προσανατολιζόμενη όλο και περισσότερο σε συνθετότερα τεχνολογικά πεδία εφαρμογών, παρέχοντας σημαντική βελτίωση στην ποιότητα και στο συνολικό κόστος της κατασκευής.

Πρόκειται για μία καινοτομική μέθοδο συγκόλλησης κατά την οποία ένα μη καταναλισκόμενο περιστρεφόμενο εργαλείο, με έναν ειδικά σχεδιασμένο πείρο και περιαιχένιο, εισέρχεται στο σημείο ένωσης δύο πλακών και μετατοπίζεται κατά μήκος της γραμμής συγκόλλησης.



Εικ.4.1 Αυτοματοποιημένα συστήματα με ρομποτικούς βραχίονες FSW.

Το εργαλείο εξυπηρετεί δύο βασικές λειτουργίες: (α) την θέρμανση του προς συγκόλληση τεμαχίου και (β) την ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους. Η θερμότητα παρέχεται στο τεμάχιο συγκόλλησης από την τριβή μεταξύ του εργαλείου και του τεμαχίου και την πλαστική παραμόρφωση που υφίσταται το τεμάχιο εργασίας. Η τοπική θέρμανση του δοκιμίου μαλακώνει το υλικό γύρω από τον πείρο και σε συνδυασμό με την περιστροφή του εργαλείου προκαλείται ανάμιξη του υλικού. Καθώς το εργαλείο περιστρέφεται με μεγάλη και σταθερή ταχύτητα, εισχωρεί στην επαφή των ακμών των προς συγκόλληση τεμαχίων και διατρέχοντάς τα κατά μήκος, δημιουργεί το κορδόνι συγκόλλησης. Τα δοκίμια συγκρατούνται σταθερά πάνω στην βάση υποστήριξης έτσι ώστε να αποτρέπεται η μετακίνηση εξαιτίας των δυνάμεων που αναπτύσσονται κατά τη διεκπεραίωση της συγκόλλησης.

Ως αποτέλεσμα αυτής της διαδικασίας προκύπτει μια συγκόλληση «στερεάς κατάστασης». Λόγω των διαφόρων γεωμετρικών χαρακτηριστικών του εργαλείου, η ροή του υλικού γύρω από τον πείρο μπορεί να είναι αρκετά περίπλοκη [32,33,34]. Κατά τη διάρκεια της κατεργασίας FSW, το υλικό υποβάλλεται σε έντονη πλαστική παραμόρφωση σε υψηλή θερμοκρασία, με αποτέλεσμα την παραγωγή των λεπτών και ισομεγέθων ανακρυσταλλωμένων κόκκων [35,36,37,38]. Η λεπτοκρυσταλλικότητα της μικροδομής στις συγκολλήσεις δια τριβής με ανάδευση συνδέεται άμεσα με τις αναβαθμισμένες μηχανικές ιδιότητες και με την επαλληλία προσέγγισης πολλαπλότητας μηχανισμών παραμορφωσιμότητας εντός του μικρογραφικού ιστού ανάπτυξης.

Το μήκος του πείρου πρέπει να είναι μικρότερο από το πάχος των συγκολλούμενων δοκιμίων και το περιουχένιο πρέπει να εφάπτεται στην επιφάνειά τους ώστε να αναπτύσσεται επαρκής θερμότητα για την πλαστικοποίηση του υλικού. Η θερμότητα σε συνδυασμό με την ανάδευση προκαλούν τη μεταφορά του πλαστικοποιημένου υλικού από τη μια πλευρά της ραφής στην άλλη. Το μέγιστο πάχος των προς συγκόλληση τεμαχίων εξαρτάται από την ισχύ της μηχανής συγκόλλησης και τη γεωμετρία του εργαλείου, κάνοντας δυνατή τη συγκόλληση ελασμάτων πάχους τουλάχιστον 75mm με ένα μόλις πέρασμα.



Εικ.4.2 Εφαρμογή της τεχνικής Friction Stir Welding σε πυρήνες δεξαμεμών καυσίμων (υδρογόνου-οξυγόνου σε υγρή φάση) που προορίζεται για τους προωθητικούς πυραύλους μήκους 42m της Boeing. [102]

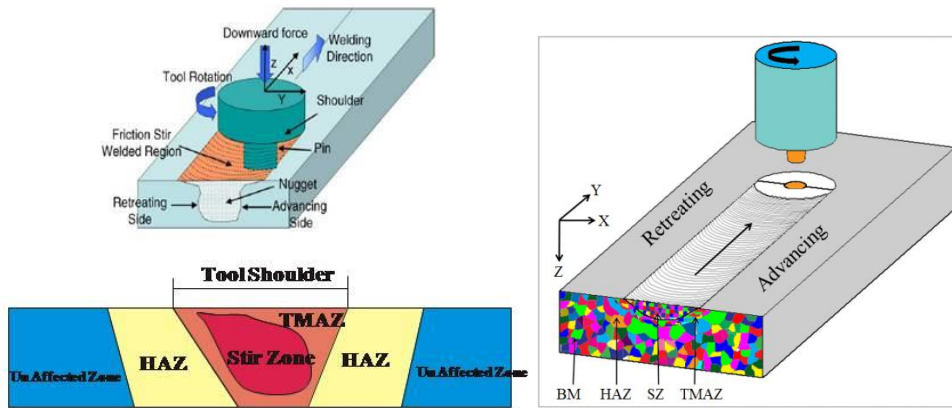
FSP (Friction Stir Process)

Συνολικά η κατεργασία δια τριβής με ανάδευση (FSP) αποτελεί μία αναδυόμενη και αποτελεσματική τεχνική στερεάς κατάστασης που στοχεύει στη βελτίωση και ομογενοποίηση της μικροδομής ενός μετάλλου. Αναπτύχθηκε πρόσφατα από τους Mishra et al. [39, 40] ως ένα γενικό εργαλείο για την τροποποίηση του μικρογραφικού ιστού με βάση τις αρχές της FSW. Σε αυτή την περίπτωση, ένα περιστρεφόμενο εργαλείο εισάγεται σε ένα τεμάχιο προκειμένου να ενισχυθούν οι ιδιότητες του μητρικού υλικού χωρίς αυτό να φτάσει στο σημείο τήξης. Η τεχνική αυτή έχει χρησιμοποιηθεί επισταμένα και συστηματικά στη διεθνή ερευνητική κοινότητα για την παραγωγή σύνθετου επιστρώματος στις επιφανειακές στοιβάδες υποστρώματος κράματος αλουμινίου [41], την ομογενοποίηση κράματος αλουμινίου [42], την στοχευμένη ανατροποποίηση της μικροδομής της μεταλλικής μήτρας σύνθετων υλικών [43] και την ενίσχυση των ιδιοτήτων σε κράματα αλουμινίου [44].

Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου αποτελεί πολύ σημαντικό παράγοντα που διαδραματίζει καίριο ρόλο κατά την εξελικτική πορεία της διαδικασίας της FSW. Ο σχεδιασμός του εργαλείου φέρει καθοριστικό ρόλο ως προς τη ροή του υλικού και διέπει το ρυθμό με τον οποίο διεξάγεται η συγκόλληση. Ένα εργαλείο FSW αποτελείται από ένα περιαιχένιο και έναν πείρο. Όπως προαναφέρθηκε, το εργαλείο εκτελεί δύο βασικές λειτουργίες α) την τοπική θέρμανση του δοκιμίου και β) την ανάδευση του υλικού των τεμαχίων που οδηγεί στη συγκόλλησή τους. Και σ'αυτή τη τροποποιημένη εφαρμογή της FSW τεχνικής, 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 περιαιχένιο να ακουμπήσει την επιφάνεια του προς συγκόλληση υλικού. Η τριβή που αναπτύσσεται μεταξύ του υλικού και του περιαιχενίου προσδίδει το μεγαλύτερο ποσοστό θερμότητας.

Ανάλογα με τη γεωμετρία του πείρου και του περιαιχενίου αναπτύσσονται διακυμαινόμενα πεδία βάρθρωσης της προσδιδόμενης θερμότητας, με άμεσο αποτέλεσμα η γεωμετρία και τα διαστατικά πρότυπα αυτών να αποτελούν καθοριστικό σχεδιαστικό και τεχνολογικό παράγοντα. Η διάμετρος του περιαιχενίου, επίσης, θέτει το χωρικό περιορισμό ως προς τον όγκο του υλικού που θερμαίνεται. Για το λόγο αυτό ο λόγος διαμέτρων περιαιχενίου/πείρου θα πρέπει να είναι τέτοιος ώστε να εξασφαλίζεται η 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 περιαιχενίου/πείρου πρέπει να αποφεύγονται εξαιτίας της υποβάθμισης των μηχανικών ιδιοτήτων που συνοδεύουν τις θερμικά επηρεασμένες περιοχές των συγκολλήσεων. Εκτός όμως από την πρόσδοση θερμότητας, η δεύτερη σημαντικότερη λειτουργία του εργαλείου είναι η ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Η ομοιομορφία της μικροδομής και οι επικείμενες χημικομηχανικές ιδιοτητές της καθώς και τα φορτία που αναπτύσσονται κατά τη διάρκεια της διαδικασίας, διέπονται από τον σχεδιασμό του εργαλείου και τις αναλυτικές σχέσεις προσέγγισης των πεδίων ροής θερμότητας και μάζας του αναδευόμενου υλικού.



Εικ.4.3 Σχηματική αναπαράσταση της μεθόδου FSW.

Παράμετροι συγκολλήσεων

Στην κατεργασία FSW, δύο παράμετροι είναι οι κρίσιμότερες: ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου (v , rpm) με δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση και η ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου (n , 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 ενώ ταυτόχρονα η κατεύθυνση του εργαλείου μεταφέρει το αναδεδυμένο 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 έτσι σε εντονότερη ανάδευση και ανάμιξη του υλικού. Ωστόσο, είναι αξιοσημείωτο ότι η τριβή λόγω επαφής της επιφάνειας του εργαλείου με το κατεργαζόμενο τεμάχιο είναι αυτή που διέπει την παροχή θερμότητας.

Η γεωμετρία του εργαλείου αποτελεί έναν από τους καθοριστικότερους παράγοντες τόσο της ποιότητας, όσο και της μέγιστης δυνατής ταχύτητας συγκόλλησης, δηλαδή της συνολικής παραγωγικότητας της διαδικασίας. Οι ιδιότητες που αποκτούν τα υλικά μετά τη συγκόλληση οφείλονται σε μεγάλο βαθμό στην γεωμετρία του εργαλείου. Οι βασικές απαιτήσεις για τη κεφαλή συγκόλλησης αφορούν στο να παρουσιάζει επαρκή σκληρότητα και αντοχή σε φθορά, καθώς και ανθεκτικότητα σε υψηλές θερμοκρασίες.

Τα υλικά που χρησιμοποιούνται συχνότερα είναι ο βαμμένος Χάλυβας, ο υψηλά κραματωμένος Χάλυβας, ή συστήματα κεραμικών φάσεων όπως το WC (Καρβίδια του Βολφραμίου). Το εργαλείο-κεφαλή συγκόλλησης εκτελεί δυο βασικές λειτουργίες: την ανάπτυξη θερμότητας λόγω τριβής του περιαιχένιου, και την ανάδευση του υλικού λόγω της κίνησης του πείρου. Στις περισσότερες εφαρμογές χρησιμοποιείται επίπεδο περιαιχένιο με διάφορα είδη πείρων όπως κυλινδρικός, κυλινδρικός με σπείρωμα, τετραγωνικός, τριγωνικός και άλλα. Το μήκος του πείρου είναι ανάλογο του πάχους των προς συγκόλληση τεμαχίων. Συνήθως το μήκος του πείρου είναι 0.2mm μικρότερο από το πάχος των προς συγκόλληση τεμαχίων.

Η αρχή λειτουργίας του εργαλείου και των επιμέρους στοιχείων του είναι η εξής: Αρχικά το εργαλείο εισχωρεί στο σημείο που εφάπτονται οι ακμές των δυο πλακών και επομένως αναπτύσσεται θερμότητα λόγω της τριβής μεταξύ του βυθιζόμενου πείρου και των δοκιμίων. Στη συνέχεια εισχωρεί ώσπου το περιαιχένιο να εφάπτεται στην επιφάνεια των δοκιμίων και ο πείρος να είναι πλήρως βυθισμένος. Η κατά μήκος κίνηση σε συνδυασμό με την ταυτόχρονη περιστροφή έχουν ως αποτέλεσμα την ανάμιξη των υλικών και τελικά την επίτευξη συγκόλλησης των τεμαχίων. Πολλές χαρακτηριστικές ατέλειες της μεθόδου εμφανίζονται εξαιτίας της χρήσης ακατάλληλης γεωμετρίας κεφαλής σε συνδυασμό με λανθασμένη επιλογή ταχύτητας πρόωσης και περιστροφής.



Εικ.4.4 Σχηματική αναπαράσταση συστήματος εργαλειομηχανής FSW .

Επιπλέον, το βάθος διείσδυσης του πείρου εντός των τεμαχίων (penetration depth) αποτελεί σημαντικό κριτήριο για την παραγωγή ποιοτικών συγκολλήσεων. Το βάθος διείσδυσης του πείρου συνδέεται με το ύψος του πείρου. Όταν το βάθος διείσδυσης είναι πολύ μικρό, το περιοιχένιο του εργαλείου δεν έρχεται σε επαφή με την αρχική επιφάνεια του τεμαχίου. Έτσι, το περιστρεφόμενο περιοιχένιο δε μπορεί να συνεισφέρει στη διαδικασία ούτε θερμικά, ούτε κινητικά αλλά ούτε και στον περιορισμό του υλικού εντός της ζώνης ανάδευσης. Καθίσταται αδύνατη με αυτό τον τρόπο η αποτελεσματική κίνηση του αναδευόμενου υλικού 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 περιοιχένιο του εργαλείου βυθίζεται εντός του τεμαχίου δημιουργώντας υπερβολικό γρέζι (flash) στα άκρα της συγκόλλησης. Σε αυτή την περίπτωση παράγεται μία κοίλη συγκόλληση, οδηγώντας σε τοπική μείωση του πάχους των συγκολλημένων πλακών.

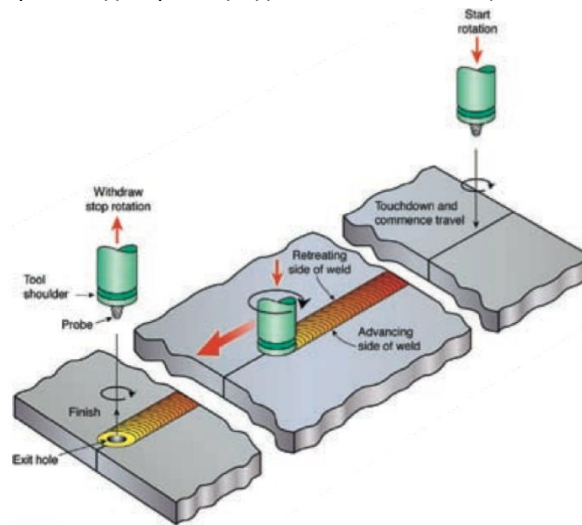
Το βάθος διείσδυσης ορίζεται ως το βάθος του χαμηλότερου σημείου του πείρου συγκόλλησης κάτω από την επιφάνεια του συγκολλούμενου μετάλλου και έχει αποδειχθεί πως αποτελεί κρίσιμη παράμετρο για την παραγωγή ικανοποιητικού τύπου συγκολλήσεων ανάλογα με τις λειτουργικές απαιτήσεις της εφαρμογής. Καθώς ο πείρος βυθίζεται κάτω από την επιφάνεια του μετάλλου, αυξάνεται η πίεση που ασκείται στο πλαστικοποιημένο υλικό και επιβάλλεται επαρκές δυναμικό ανάδευσης του.

Έχει παρατηρηθεί ότι αυτή η διαδικασία ευνοείται με κλίση του εργαλείου κατά 2 έως 4 μοίρες, έτσι ώστε το πίσω μέρος του εργαλείου να βρίσκεται χαμηλότερα από ότι το εμπρόσθιο τμήμα. Το βάθος της διείσδυσης πρέπει να υπολογιστεί σωστά ώστε να επιβληθεί η απαραίτητη αξονική δύναμη και να αναδευθεί ο απαραίτητος όγκος υλικού. Όπως αναφέρθηκε μικρό βάθος διείσδυσης οδηγεί στην εμφάνιση σφάλματος στη ρίζα της συγκόλλησης, ενώ μεγάλο βάθος διείσδυσης ενδέχεται να οδηγήσει σε διαφορά πάχους ανάμεσα στη περιοχή της συγκόλλησης και το μητρικό υλικό, με τη μορφή κοιλότητας, υποβιβάζοντας έτσι τις μηχανικές ιδιότητες της συγκόλλησης. Τέλος, η επιλογή ακόμη μεγαλύτερου βάθους διείσδυσης, ενδέχεται να φέρει τον πείρο σε επαφή με τη βάση υποστήριξης, με αποτέλεσμα την έντονη φθορά του εργαλείου.

Ροή Μετάλλου

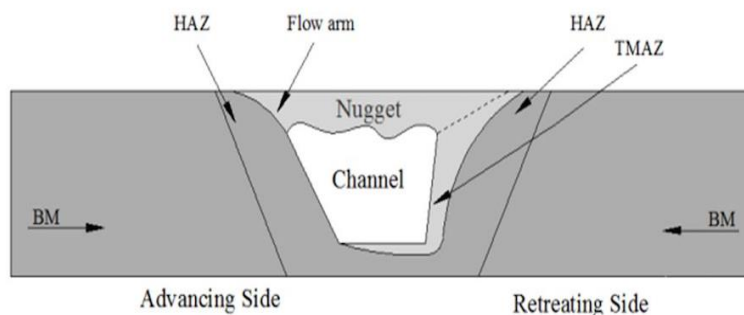
Κατά τη συγκόλληση FSW παρατηρούνται δυο πλευρές εκατέρωθεν της ραφής, η Προωθούμενη (Advancing Side) και η Υποχωρούσα πλευρά (Retreating Side). Καθώς το εργαλείο συγκόλλησης κινείται κατά την κατεύθυνση της συγκόλλησης, το μπροστινό μέρος του πείρου επιβάλλει στο πλαστικοποιημένο υλικό να κινηθεί, ασκώντας του ταυτόχρονα μια σχετικά μεγάλη αξονική δύναμη. Έτσι δημιουργούνται οι δυο διαφορετικές πλευρές στο συγκολλημένο υλικό. Ως προωθούμενη πλευρά (Advancing side) εννοείται η πλευρά εκείνη στην οποία η περιστροφική

ταχύτητα του πείρου (Rotational Speed- ω) και η ταχύτητα πρόωσης συγκόλλησης (Transverse Speed- V) είναι ομόρροπες, ενώ ως υποχωρούσα (Retreating Side), η πλευρά στην οποία είναι αντίρροπες. Η ύπαρξη αυτών των δυο θερμομηχανικών συστημάτων έχει ως αποτέλεσμα ένα μέρος του υλικού να αναδύεται κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης, ενώ ένα άλλο να εξωθείται.



Εικ.4.5 Σχηματική αναπαράσταση μετωπικής συγκόλλησης FSW

Στην προωθούμενη πλευρά το υλικό ακολουθεί την κίνηση του πείρου, στροβιλίζεται και προωθείται προς ανώτερη επιφάνεια. Στην υποχωρούσα πλευρά το υλικό παρασύρεται κατά τη διαμήκη κίνηση του εργαλείου καλύπτοντας έτσι τα σημεία που έχουν μείνει κενά εξαιτίας της περιστροφικής κίνησης του πείρου.



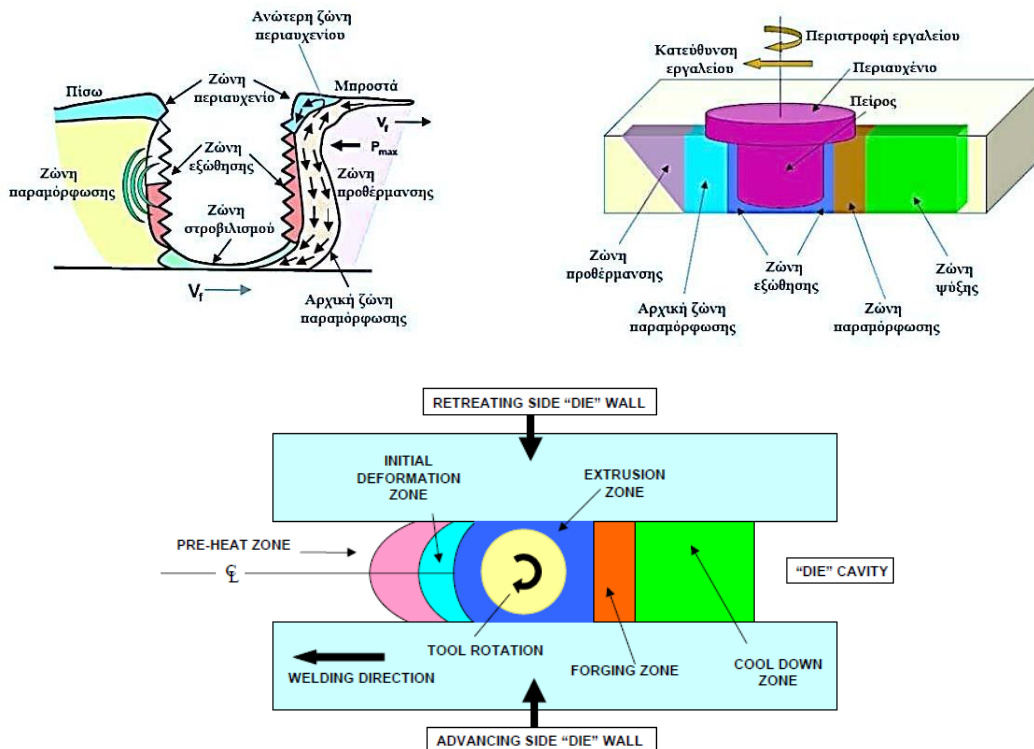
Εικ.4.6 Διαζωνική ανάπτυξη εντός προωθούμενης και υποχωρούσας πλευράς κατά τη διεργασία FSP

Χαρακτηριστική δομή η οποία εμφανίζεται στη ζώνη ανάδευσης εξαιτίας του στροβιλισμού του υλικού, είναι το λεγόμενο flow arm. Πρόκειται για μητρικό υλικό το οποίο μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά στην ζώνη ανάδευσης και εκχέεται προς την προωθούμενη.[67,68] Η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της μεθόδου δια τριβής με ανάδευση είναι αρκετά περίπλοκη και εξαρτάται από την γεωμετρία του εργαλείου, τις παραμέτρους της διαδικασίας και το υλικό που πρόκειται να συγκολληθεί. Η κατανόηση των χαρακτηριστικών της ροής του υλικού είναι εξέχουσας σημασίας για τον βέλτιστο σχεδιασμό του εργαλείου και την απόδοση της κατεργασίας. Το γεγονός αυτό έχει οδηγήσει σε αρκετές έρευνες για τη ροή του υλικού κατά τη διάρκεια εφαρμογής της τεχνικής FSW. Επιπρόσθετα, έχουν αναπτυχθεί κάποιες υπολογιστικές μέθοδοι για τη μοντελοποίηση της προαναφερθείσας διαδικασίας.

Οι έρευνες των Reynolds et al. [45-47] καταλήγουν στο ότι όλες οι συγκολλήσεις παρουσιάζουν κάποια κοινά χαρακτηριστικά ροής. Επίσης συμπεραίνεται ότι η ροή δεν αναδιαμορφώνεται σε συμμετρικά πεδία γύρω από την κεντρική γραμμή συγκόλλησης. Το μεγαλύτερο

μέρος του υλικού μετακινείται σε μία τελική θέση πιο πίσω από την αρχική του θέση και μόνο μια μικρή ποσότητα του υλικού της προωθούμενης πλευράς μεταφέρεται σε μία τελική θέση μπροστά από την αρχική του. Η προς τα πίσω κίνηση του υλικού περιορίζεται σε ένα μήκος όσο η διάμετρος του πείρου, πίσω από την αρχική του θέση. Επιπλέον, παρατηρήθηκε ότι υπάρχει μια πολύ καλά καθορισμένη διεπιφάνεια συναρμογής μεταξύ της προωθούμενης και της υποχωρούσας πλευράς, κάτι που αποδεικνύει ότι το υλικό δεν αναδύεται εγκαρσίως της διεπαφής κατά τη διάρκεια της διαδικασίας FSW. Επιπρόσθετα, το υλικό ωθείται προς τα κάτω σχετικά με την προωθούμενη πλευρά, ενώ αντίθετα κινείται προς την κορυφή στην υποχωρούσα πλευρά κατά τη διάμετρο του πείρου. Το παραπάνω συμπέρασμα σχετίζεται με το ότι η ανάδευση του υλικού πραγματοποιείται μόνο στην κορυφή της συγκόλλησης, όπου η μεταφορά υλικού επηρεάζεται άμεσα από τον περιστρεφόμενο περιαιχένιο, το οποίο μεταφέρει το υλικό από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη. Καταδεικνύεται ακόμα ότι η ποσότητα υλικού που μετατοπίζεται κάθετα στην υποχωρούσα πλευρά είναι αντιστρόφως ανάλογη με το ρυθμό συγκόλλησης (ταχύτητα πρόωσης/ ταχύτητα περιστροφής). Τέλος, η μεταφορά υλικού εγκαρσίως της κεντρικής γραμμής συγκόλλησης γίνεται εντονότερη με την αύξηση της διαμέτρου του πείρου, όταν ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου και η ταχύτητα πρόωσης παραμένουν σταθερές.

Ο Arbegast [48] πρότεινε ότι 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 παραμόρφωσης (initial deformation zone), γ) ζώνη διέλασης (extrusion zone), δ) ζώνη σφυρηλάτησης (forging zone), και ε) ζώνη μεταθέρμανσης/ απόψυξης (post heat/cool down zone).



Εικ.4.7 Ζώνες που δημιουργούνται κατά την κίνηση του εργαλείου στη μέθοδο FSW.

Στην πρώτη ζώνη, η θερμοκρασία αυξάνεται λόγω της τριβής μεταξύ περιστρεφόμενου εργαλείου-τεμαχίου και της αδιαβατικής θέρμανσης εξαιτίας της παραμόρφωσης του υλικού. Η θερμότητα που αναπτύσσεται σε αυτή την ζώνη καθορίζεται από τις θερμικές ιδιότητες του υλικού και την ταχύτητα πρόωσης του εργαλείου. Καθώς το εργαλείο κινείται προς τα εμπρός σχηματίζεται μια αρχική ζώνη παραμόρφωσης.

Το υλικό σε αυτή τη ζώνη ωθείται τόσο προς τα πάνω στην περιοχή του περιουχενίου (shoulder zone), όσο και προς τα κάτω μέσα στην ζώνη εξώθησης. Μία μικρή ποσότητα του υλικού παραμένει στη ζώνη στροβιλισμού κάτω από τον πείρο. Στη ζώνη διέλασης το υλικό ρέει γύρω από τον πείρο από το μπροστινό μέρος προς τα πίσω. Μία κρίσιμη ισόθερμη σε κάθε πλευρά του εργαλείου ορίζει το πλάτος της ζώνης διέλασης, όπου τα μεγέθη των τιμών τάσης και θερμοκρασίας είναι ανεπαρκή για να επιτρέψουν τη ροή του μετάλλου. Μετά τη ζώνη διέλασης εντοπίζεται η ζώνη σφυρηλάτησης όπου το υλικό από το μπροστινό μέρος του εργαλείου συμπιέζεται στην κοιλότητα που προκύπτει από τη μετατόπιση του πείρου, υπό συνθήκες υδροστατικής πίεσης κατά την πρόωση του εργαλείου. Το περιουχένιο του εργαλείου περιορίζει το υλικό σε αυτή την κοιλότητα και εφαρμόζει μία κάθετη δύναμη σφυρηλάτησης. Υλικό από τη ζώνη του περιουχενίου μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη. Πίσω από την ζώνη σφυρηλάτησης βρίσκεται η ζώνη θέρμανσης / ψύξης όπου το υλικό ψύχεται υπό παθητικές ή εξαναγκαστικές συνθήκες ψύξης.

Συνοψίζοντας, η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW απαιτεί μία πολύπλοκη και πολυπαραμετρική διαδικασία προσέγγισης. 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 περιουχενίου, αναλογία διαστάσεων πείρου και περιουχενίου), τις παραμέτρους συγκόλλησης (ρυθμός περιστροφής του εργαλείου και η δεξιόστροφη ή αριστερόστροφη κατεύθυνση, η ταχύτητα πρόωσης, το βάθος διείσδυσης και η γωνία του εργαλείου με το προς συγκόλληση τεμάχιο), το είδος του υλικού και τη θερμοκρασία του τεμαχίου. Είναι τέλος αδιαμφισβήτητο ότι η ροή του υλικού εντός της ζώνης συγκόλλησης (nugget) κατά την FSW συνίσταται από διάφορες ανεξάρτητες διαδικασίες παραμόρφωσης.

Εξέλιξη του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης

Η συμβολή της εκτεταμένης πλαστικής παραμόρφωσης με τη ταυτόχρονη έκθεση σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία, τα οποία λαμβάνουν χώρα στη ζώνη ανάδευσης κατά τη διάρκεια της FSW/FSP, έχουν ως αποτέλεσμα την ανακρυστάλλωση και την ανάπτυξη δομής εντός της ζώνης ανάδευσης [20,31-34] καθώς και τη διάλυση και επαναδημιουργία λεπτομερών κατακρημνισμάτων (dissolution-precipitation) εντός και γύρω από τη ζώνη ανάδευσης.[49-52] Ανάλογα με τον χαρακτηρισμό της κατανομής και του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και των κατακρημνισμάτων, δύναται να διακριθούν όπως έχει ήδη αναφερθεί τρεις ζώνες, η ζώνη ανάδευσης (nugget), η θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΜΕΖ/ΤΜΑΖ) και η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ/ΗΑΖ). Οι μικροδομικοί μετασχηματισμοί φάσεων σε διακεκριμένα θερμοδυναμικά συστήματα της διαζωνικής ανάπτυξης της συγκόλλησης έχουν σημαντική επίδραση στις μηχανικές ιδιότητες των κατεργασμένων υλικών.

Ζώνη ανάδευσης

Η εντεταμένη πλαστική παραμόρφωση και η θερμότητα από την τριβή κατά τη διάρκεια της FSW / FSP έχουν ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μιας λεπτόκοκκης ανακρυσταλλωμένης μικροδομής εντός της ζώνης ανάδευσης. Αυτή η περιοχή αναφέρεται συνήθως ως ζώνη ανάδευσης (stir zone) ή δυναμικά ανακρυσταλλωμένη ζώνη (DXZ). Ο πυρήνας συγκόλλησης έχει μέγιστο πλάτος ίσο με τη διάμετρο του περιουχενίου και μέγιστο ύψος περίπου ίσο με το μήκος του πείρου. Ο διαχωρισμός του πυρήνα συγκόλλησης και της θερμο-μηχανικά επηρεασμένης ζώνης είναι δυσδιάκριτος στην υποχωρούσα πλευρά της συγκόλλησης αλλά αντίθετα, γίνεται ευδιάκριτος στην προωθούμενη πλευρά της. Όπως αναφέρθηκε ο μηχανισμός της δυναμικής ανακρυστάλλωσης ο οποίος συντελείται

κατά τη συγκόλληση FSW στη ζώνη ανάδευσης προκαλεί την ανάπτυξη ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλικού μικροδομικού ιστού. Παράμετροι όπως η γεωμετρία του εργαλείου, η χημική σύσταση των τεμαχίων, το αναπτυσσόμενο θερμοκρασιακό πεδίο και η ασκούμενη αξονική δύναμη επηρεάζουν άμεσα τη μικροδομή που θα αποκτήσει το υλικό όπως και τη μορφή του πυρήνα συγκόλλησης. Η μορφή της περιοχής ανάδευσης ταξινομείται σε δυο κατηγορίες:

- Πυρήνας σχήματος λεκάνης που πλαταίνει προς τα πάνω και
- Πυρήνας σχήματος έλλειψης

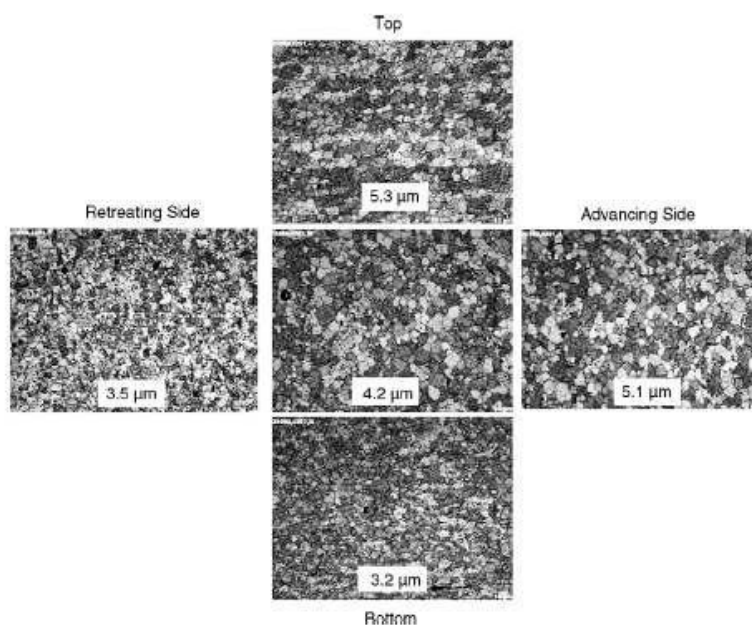
Οι ανακρυσταλλωμένοι κόκκοι είναι ιδιαίτερα λεπτομερείς εξαιτίας των πολύ ισχυρών διατμητικών δυνάμεων που ασκούνται κατά την ανάδευση, ενώ το τελικό τους μέγεθος είναι περίπου το 1/10 του αρχικού. Το τυπικό μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων μητρικής φάσης αλουμινίου εκτείνεται στην κλίμακα των μικρών (μm), ενώ με επιβολή εξωτερικής ψύξης και χρήση ειδικών εργαλείων συγκόλλησης έχουν επιτευχθεί και μεγέθη μικρότερα του $1\mu\text{m}$. Στο εσωτερικό των ανακρυσταλλωμένων κόκκων συνήθως υπάρχει χαμηλή πυκνότητα διαταραχών [36,37]. Έχει διαπιστωθεί επιπρόσθετα ότι το μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων μπορεί να μειωθεί με ελάττωση του ρυθμού περιστροφής του εργαλείου διατηρώντας σταθερή την ταχύτητα πρόωσης [52-59] ή ελλατώνοντας το λόγο ρυθμού περιστροφής εργαλείου / ταχύτητα πρόωσης [50,54,57].

Επίσης η αύξηση του βαθμού παραμόρφωσης που συντελείται κατά την FSW / FSP οδηγεί σε μείωση του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων σύμφωνα με τις γενικές αρχές της ανακρυστάλλωσης [59]. Συνεπώς, η διακύμανση του μέσου μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων εξαρτάται από το ποια παράμετρος (ταχύτητα περιστροφής ή ταχύτητα πρόωσης) έχει κυρίαρχο ρόλο στον παραπάνω μηχανισμό. 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 [58]. Αυτή η μεταβολή στη κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων από το κάτω προς το επάνω μέρος του πυρήνα συγκόλλησης πιστεύεται ότι συνδέεται με τη διαφορά του θερμοκρασιακού προφίλ και τις διακυμάνσεις του ρυθμού απαγωγής θερμότητας στην ζώνη συγκόλλησης. Επειδή το κάτω μέρος των τεμαχίων βρίσκεται σε επαφή με την πλάκα υποστήριξης, στο σημείο αυτό τοπικά η μέγιστη θερμοκρασία είναι χαμηλότερη και ο θερμικός κύκλος είναι μικρότερος 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 διακύμανση στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων.

Όπως έχει αναφερθεί 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. Χαμηλές ταχύτητες περιστροφής καταλήγουν σε ζώνες συγκόλλησης με σχήμα λεκάνης, ενώ υψηλότερες ταχύτητες περιστροφής με εργαλείο της ίδιας γεωμετρίας προσδίδουν στην ζώνη συγκόλλησης ελλειπτικό σχήμα [60]. Το γεγονός αυτό υποδηλώνει ότι μεταβάλλοντας τις παραμέτρους της κατεργασίας προκύπτουν ζώνες συγκόλλησης με διαφορετικά γεωμετρικά χαρακτηριστικά.

Η αύξηση της θερμοκρασίας στην ζώνη συγκόλλησης έως τους $400-550\text{ }^\circ\text{C}$ [36, 37, 52, 57,61], εκτός από τη μεταβολή στο μέσο μέγεθος κόκκων, μπορεί να επιφέρει τη διάλυση των κατακρημνισμάτων και την επαναδημιουργία λεπτότερων ομάδων αυτών εντός της μήτρας αλουμινίου ανάλογα με τον τύπο του κράματος και τη μέγιστη επιβαλλόμενη θερμοκρασία. Οι Liu et al. παρατήρησαν σε κράμα 6061Al-T6 ότι τα ομοιογενώς κατανεμημένα κατακρημνίσματα κατά μήκος ζώνης συγκόλλησης ήταν λεπτοκρυσταλλικότερα από εκείνα του μετάλλου βάσης. Ωστόσο, στην ζώνη συγκόλλησης παρατηρήθηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής ευμεγεθών κατακρημνισμάτων

όπως αυτά που συμμετέχουν στο μικροδομικό ιστό ανάπτυξης του ανεπηρέαστου μετάλλου, γεγονός το οποίο υποδηλώνει ότι κατά την διαδικασία FSW πραγματοποιείται ταυτόχρονα διάλυση και επαναδημιουργία λεπτομερέστερων κατακρημνισμάτων (dissolution-precipitation). Στην παρακάτω εικόνα αποδίδονται οι διάφορες ζώνες με διακυμαινόμενα αναπτυσσόμενη μικροδομή (θερμοδυναμικά συστήματα περιοχών συγκόλλησης) σε FSP κατεργασμένο κράμα Al7075-T651 (σπειροειδής πείρος, 400rpm, 51 mm/min).



Εικ.4.8 Κατανομή μέσου μεγέθους των κόκκων σε διάφορες θέσεις του πυρήνα συγκόλλησης του κράματος Al7075.

Θερμο-μηχανικά επηρεασμένη ζώνη

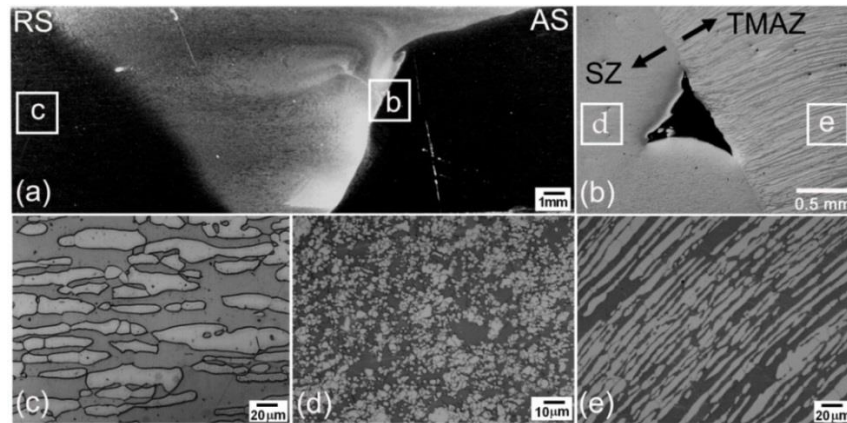
Μεταξύ του μητρικού υλικού και της ζώνης συγκόλλησης δημιουργείται μία μεταβατική ζώνη η οποία ονομάζεται θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ ή ΘΜΕΖ) και είναι χαρακτηριστική της διαδικασίας FSW/FSP [37, 51, 52]. Η ζώνη αυτή υπόκειται τόσο σε παραμορφώσεις όσο και σε υψηλές θερμοκρασιακές διαβαθμίσεις. Η ΘΜΕΖ χαρακτηρίζεται από έντονα παραμορφωμένο μικροδομικό ιστό ανάπτυξης. 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 αυτή την ζώνη. Ωστόσο, η έκθεση σε υψηλή θερμοκρασία που παρουσιάζεται σε αυτή την περιοχή προκαλεί τη διάλυση ορισμένων κατακρημνισμάτων [62, 63]. Το ποσοστό διάλυσης των κατακρημνισμάτων εξαρτάται φυσικά από τον θερμικό κύκλο στον οποίο υποβάλλεται η ζώνη αυτή.

Θερμικά Επηρεασμένη Ζώνη (ΘΕΖ)

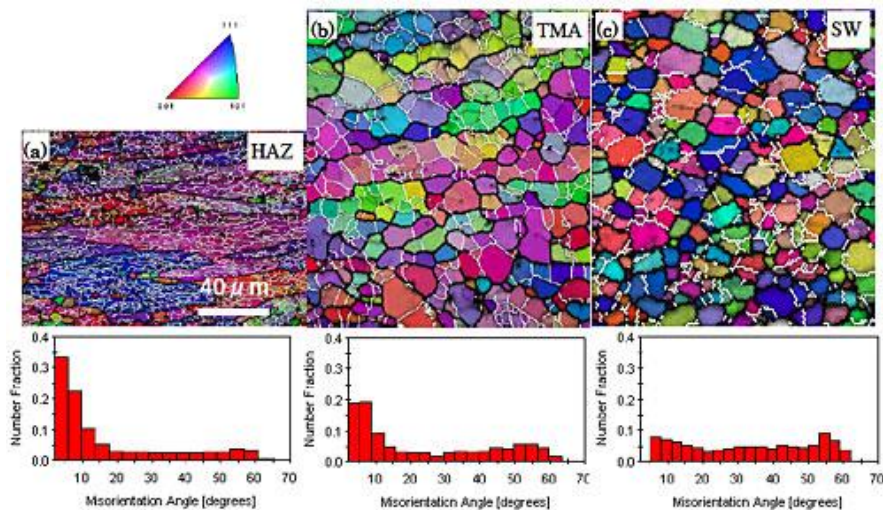
Τοπολογικά στα όρια γειτνίασης της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (TMAZ) βρίσκεται η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ ή ΘΕΖ). Αυτή η ζώνη υπόκειται στην επιρροή του θερμικού κύκλου, αλλά δεν υφίσταται καμία πλαστική παραμόρφωση. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ) σε ένα θερμικά κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου [62] ορίζεται ως η ζώνη που υφίσταται 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 και το βαθμό αναδιάταξης των κατακρημνισμάτων.

Βασικό Μέταλλο

Η περιοχή αυτή αποτελείται από υλικό που βρίσκεται μακριά από τη συγκόλληση και παραμένει ανεπηρέαστο, σε ότι αφορά τόσο στη μικροδομική κλίμακα, όσο και στη μηχανική αποκρισσιμότητα.



Εικ.4.9 Μικροδομικός ιστός ανάπτυξης, συμμετέχουσες φάσεις και ατέλειες δομής σε ζώνες συγκόλλησης υπερδιφασικού ανοξειδωτού χάλυβα (superduplex stainless steel).

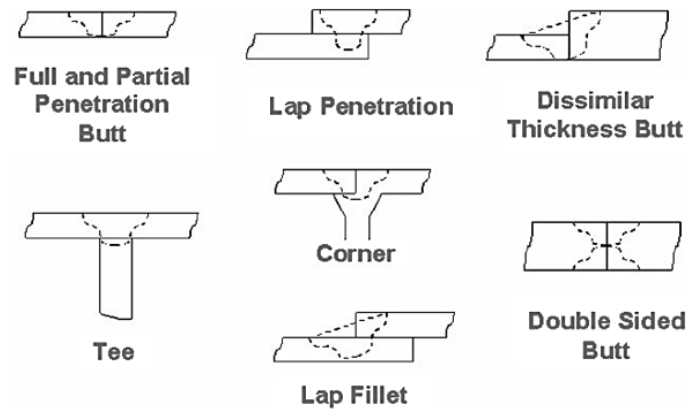


Εικ.4.10 Κατανομή μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων και προτιμητέα κρυσταλλογραφικά συστήματα ολίσθησης σε συσχέτιση με το βαθμό αναντιστοιχίας του μητρικού πλέγματος (misorientation angle distribution factor).

Γεωμετρίες Συγκόλλησης [64,65]

Διακρίνονται πέντε βασικοί τύποι γεωμετρίας που εφαρμόζονται μέσω της τεχνικής συγκόλλησης διά τριβής με ανάδευση:

- Μετωπική (Butt Welding),
- Γωνιακή σύνδεση (Edge Penetration),
- Σύνδεση τύπου T (T Welding),
- Σύνδεση με επικάλυψη (Lap Penetration), και
- Σύνδεση κατά ακμή.



Εικ.4.11 Πολλαπλότητα δυνατών γεωμετριών συγκόλλησης με χρήση F.S.W.(Με διακεκομμένη γραμμή εμφανίζεται η θέση της κεφαλής κατά τη συγκόλληση)

Μετωπική Συγκόλληση (Butt Weld) [66]

Η μετωπική συγκόλληση αποτελεί τη συνηθέστερη γεωμετρία συγκόλλησης. Τα προς συγκόλληση τεμάχια τοποθετούνται το ένα δίπλα στο άλλο και πακτώνονται καλά στη βάση υποστήριξης. Θεμελιώδους σημασίας για τη συγκεκριμένη γεωμετρία είναι η επίπεδη ροή του υλικού. Για την ολοκλήρωση της ρίζας της συγκόλλησης, ο πείρος πρέπει να διέλθει πολύ κοντά στη βάση υποστήριξης, με τον ατελή σχηματισμό ρίζας να αποτελεί τη συνηθέστερη μορφή αστοχίας αυτών των συγκολλήσεων.

Εργαλεία της FSW

Καθένα από τα μέρη του εργαλείου (κεφαλή και περιαιχένιο), εκτελεί μία διαφορετική λειτουργία. Ως εκ τούτου, ο κατάλληλος σχεδιασμός αυτών, αλλά και το υλικό από το οποίο είναι αυτά φτιαγμένα, επιδρούν στην ποιότητα των συγκολλήσεων. Παρακάτω ακολουθεί μια συνοπτική αναφορά για τις εμπορικές σχεδιαστικές αναπροσαρμογές που υπάρχουν τόσο για το περιαιχένιο όσο και για την κεφαλή. Αξίζει να σημειωθεί ότι νέα σχέδια βρίσκονται σε διαρκή μελέτη, προκειμένου να εξυπηρετηθούν εξειδικευμένες εφαρμογές.

Γεωμετρία εργαλείων συγκόλλησης

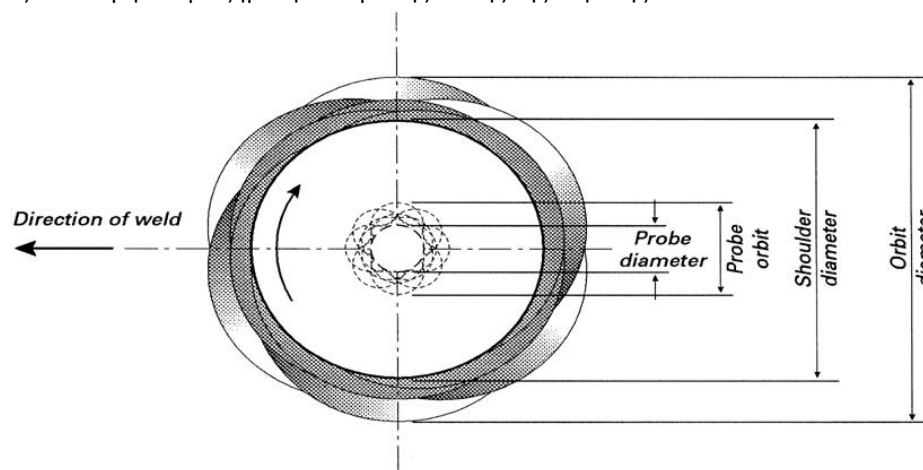
Η γεωμετρία του εργαλείου είναι ένας πολύ σημαντικός παράγοντας προκειμένου να επιτευχθεί τόσο η καλή ποιότητα της συγκόλλησης όσο και η μέγιστη δυνατή ταχύτητα με την οποία μπορεί αυτή να πραγματοποιηθεί. Το εργαλείο της FSW αποτελείται από ένα περιαιχένιο και μια κεφαλή.

Όπως αναφέρθηκε το εργαλείο εκτελεί δύο βασικές διεργασίες:

- Οριοθετεί τη θερμότητα που αναπτύσσεται στις πλάκες λόγω τριβής.
- Αναμιγνύει τα υλικά.

Κατά γενικό κανόνα στις περισσότερες εφαρμογές χρησιμοποιείται επίπεδο περιαιχένιο με κοχλιωτή κεφαλή. Η πειραματική εμπειρία αλλά και οι συνεχείς ερευνητικές μελέτες στον τεχνολογικό αυτό κλάδο οδήγησαν στη βελτίωση τόσο του υλικού όσο και του σχεδιασμού της κεφαλής και του περιαιχενίου. Έχουν αναπτυχθεί διαφορετικές γεωμετρίες κεφαλών, που επικεντρώνονται στον τρόπο με τον οποίο η κεφαλή εισχωρεί στις πλάκες, στον τρόπο με τον οποίο το περιαιχένιο προωθείται στις πλάκες και στον τρόπο με τον οποίο τελικά τα υλικά αναμιγνύονται. Το ινστιτούτο TWI, έχει αναπτύξει επισταμένα, μέσω προτυποποιημένων μεθόδων το σχεδιασμό τόσο των κεφαλών όσο και του περιαιχενίου του εργαλείου.

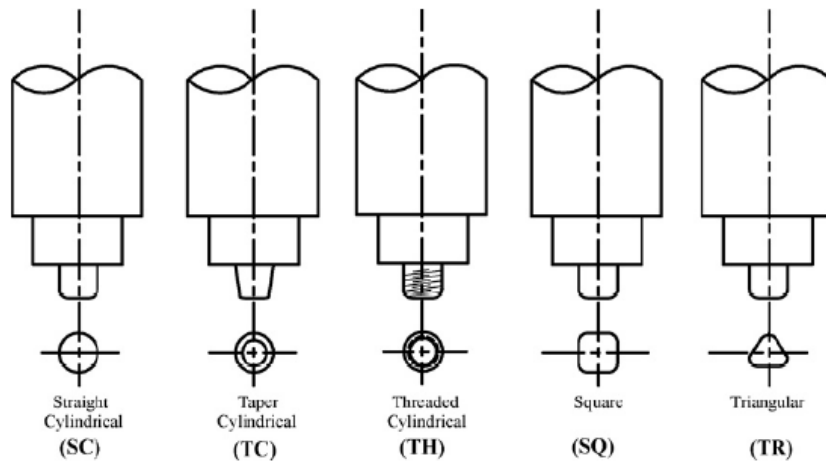
Οι Thomas et al παρατήρησαν ότι οι κεφαλές με σχήμα κόλουρου κώνου καταφέρνουν να συγκρατούν στις εσοχές τους λιγότερο υλικό από ότι οι κυλινδρικές που φέρουν την ίδια διάμετρο. Οι κεφαλές αυτές ονομάζονται Worl™ και MX Triflute αντίστοιχα. Πιστεύεται ότι κατ' αυτό το τρόπο αυξάνεται η δυναμική της συγκόλλησης, καθίσταται πιο εύκολη η ροή του πλαστικοποιημένου πλέον υλικού, διευκολύνεται η προς τα κάτω προώθηση του περιαιχένιου ενώ ταυτόχρονα αυξάνεται η επιφάνεια επαφής της κεφαλής και της πλαστικοποιημένης ζώνης του υλικού, προσδίδοντας κατ' αυτό τον τρόπο περισσότερη θερμότητα. Η πλειονότητα των εργαλείων είναι κυρίως κυλινδρικού σχήματος. Πρόσφατα, δυο νέες κεφαλές σχεδιάστηκαν, με κόλουρο σπειροειδές σχήμα και με κλίση της κεφαλής, διευκολύνοντας έτσι τη ροή του υλικού γύρω και κάτω από την κεφαλή και προσδίδοντας καλύτερη αναμειξιμότητα λόγω της κλίσης της κεφαλής.



Εικ.4.12 Σχηματική απεικόνιση του επιπέδου της δυναμικής τροχιάς περιστρεφόμενου περιαιχένιου και πείρου.

Η παραπάνω διαγραμματική απεικόνιση περιγράφει τη φυσική δυναμική τροχιά, η οποία είναι εγγενώς συνδεδεμένη με κάθε τύπο περιστροφικής μηχανής. Οι Thomas et al. [128] διατύπωσαν τη θεωρία ότι η εκκεντρότητα αυτή σε μεγαλύτερο ή μικρότερο βαθμό, θα πρέπει να αποτελεί μέρος των χαρακτηριστικών της διαδικασίας της FSW. Η προαναφερθείσα εκκεντρότητα επιτρέπει στο υδρομηχανικά ασυμπιεστο πλαστικοποιημένο υλικό να ρέει πιο εύκολα γύρω από τον πείρο. Επομένως ένας πείρος μη κυκλικής γεωμετρίας αναμένεται να διευκολύνει τη ροή του πλαστικοποιημένου υλικού γύρω του. Ουσιαστικά η σχέση μεταξύ του μεγαλύτερου όγκου της “δυναμικής τροχιάς” του πείρου και του όγκου της στατικής του μετατόπισης είναι αυτή που παρέχει μια διαδρομή για τη ροή του πλαστικοποιημένου υλικού από το εμπρόσθιο άκρο του περιστρεφόμενου εργαλείου στο πίσω άκρο του.

Τον παραπάνω ισχυρισμό των Thomas et al. απέδειξαν πειραματικά οι Elangovan et al. [21] χρησιμοποιώντας διαφορετικές παραμέτρους FSW και υλικών για διαφορετικές γεωμετρίες πείρων. Παρουσιάζονται οι υπολογισμοί που πραγματοποίησαν οι Elangovan et al. αναφορικά με τον λόγο του δυναμικού προς τον στατικό όγκο που ανέφεραν οι Thomas et al. για τις συνήθεις γεωμετρίες πείρων (ο λόγος των προαναφερθέντων όγκων είναι ανεξάρτητος των διαστάσεων των πείρων που χρησιμοποίησαν οι Elangovan et al.). Από τους υπολογισμούς αυτούς προκύπτει ότι οι μεγαλύτερες τιμές του λόγου του δυναμικού προς τον στατικό όγκο αντιστοιχούν στους πείρους τετραγωνικής και τριγωνικής γεωμετρίας.













Εικ.4.13 Συνήθεις μορφές πείρων του εργαλείου συγκόλλησης: κυλινδρικός, κολουρος κώνος, κυλινδρικός με σπείρωμα, τετραγωνικός, τριγωνικός.

Area occupied by the Pin in Static condition	Static area (mm ²)	Area occupied by the Pin in dynamic condition	Dynamic area (mm ²)	Dynamic volume/ static volume
	28.24		28.24	1.00
	25.19		28.24	1.09
	27.96		28.24	1.01
	12.28		28.24	1.56
	18.1		28.24	2.30

Εικ.4.14 Επίδραση της γεωμετρίας του πείρου στον λόγο δυναμικού προς στατικό όγκο

Επιπροσθέτως, οι πείροι τετραγωνικής και τριγωνικής γεωμετρίας παράγουν μία παλμική δράση ανάδευσης στο ρέον υλικό, η οποία οφείλεται στις επίπεδες επιφάνειές τους. Στο παρακείμενο σχήμα απεικονίζεται η δυναμική τροχιά των πείρων με τις γεωμετρίες του προηγούμενου σχήματος, καθώς επίσης και ένας υπολογισμός του αριθμού των παλμών ανά δευτερόλεπτο που παράγουν κατά την περιστροφή του εργαλείου με ταχύτητα 1500 rpm. Κατά τον υπολογισμό αυτό, ο πείρος τετραγωνικής γεωμετρίας παράγει 100 παλμούς/δευτερόλεπτο, ο τριγωνικός 75 παλμούς/δευτερόλεπτο, ενώ ο κυλινδρικός, ο κολουρος κωνικός και ο κυλινδρικός με σπείρωμα δεν εμφανίζουν καμία παλμική δράση. Ο υψηλός αριθμός παλμικής δράσης που υφίσταται το υλικό στη ζώνη ανάδευσης από τον πείρο τετραγωνικής γεωμετρίας κατά τους Elangovan et al. [129, 130, 131] ερμηνεύει και την περαιτέρω εκλέπτυνση των κόκκων που υφίσταται η μικροδομή στην περιοχή αυτή και κατ' επέκταση τις υψηλότερες τιμές σκληρότητας και αντοχής που παρουσιάζει η συγκεκριμένη συγκόλληση συγκριτικά με αυτές που πραγματοποιούνται με πείρους των άλλων γεωμετριών.

Pin profile	Portion of dynamic orbit	No. of pulses per second (for 1500 rpm/25 rps)
		Nil
		Nil
		Nil
		100
		75

Note: Pulses/s = rotational speed × number of flat faces = 25 × 4 = 100 pulses/s.

Εικ.4.15 Επίδραση της γεωμετρίας του πείρου στην δυναμική τροχιά και στην παλμική δράση.

Σχετικά με το μήκος του πείρου, αυτό εξαρτάται άμεσα από το πάχος των προς συγκόλληση τεμαχίων. Καθώς η FSW βασίζεται στην πλαστική παραμόρφωση των προς συγκόλληση τεμαχίων και η κάθετη συνιστώσα της ροής του υλικού είναι μικρή, το μήκος του πείρου απαιτείται να είναι ελάχιστα μικρότερο από το πάχος των προς συγκόλληση τεμαχίων.

Πλαστικοποίηση υλικού

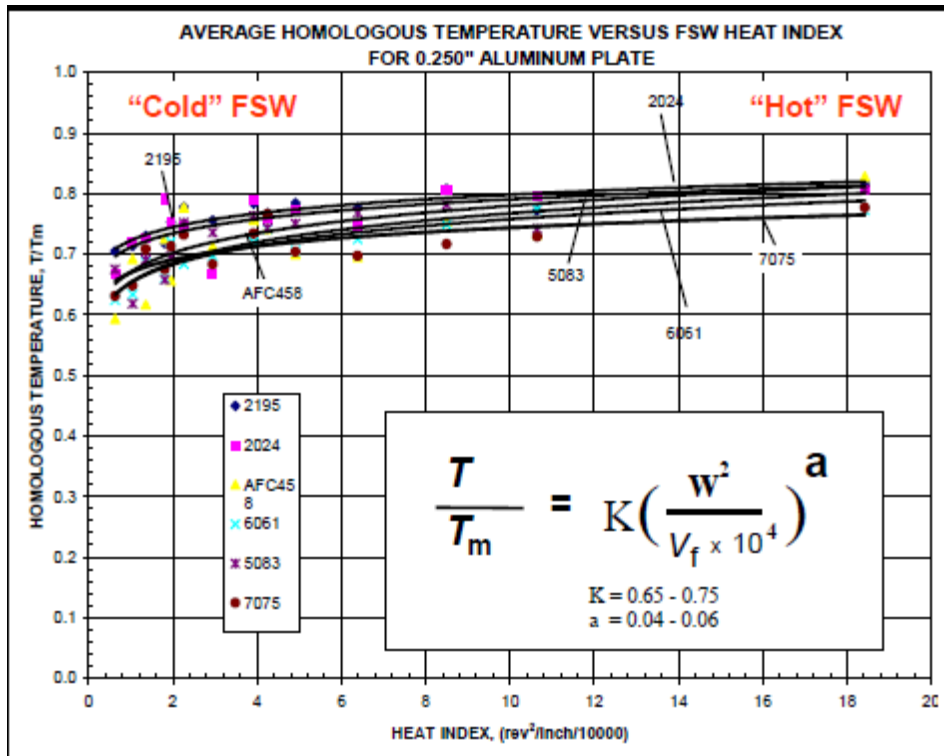
Η θερμότητα που παράγεται από την περιστροφική κίνηση του περιαιχηνίου, κατά την επαφή του με το υλικό, λόγω τριβής είναι η κύρια πηγή θερμότητας στην FSW [8]. Η συνολική θερμότητα παράγεται από την τριβή του περιαιχηνίου με την επιφάνεια των προς συγκόλληση τεμαχίων, από την τριβή του πείρου με το υλικό που βρίσκεται υπό συνθήκες ανάδευσης, αλλά και από την παραμόρφωση που υφίσταται το υλικό κατά την κίνηση του πείρου [132].

Για δεδομένη γεωμετρία εργαλείου και βάθος διείσδυσης η μέγιστη θερμοκρασία που αναπτύσσεται στη ζώνη ανάδευσης παρατηρήθηκε ότι εξαρτάται σημαντικά από την ταχύτητα περιστροφής (ω , rpm) ενώ ο ρυθμός θέρμανσης καθορίζεται κυρίως από την ταχύτητα πρόωσης (v , mm/min). Διαπιστώθηκε επίσης ότι η θερμοκρασία ήταν ελαφρώς υψηλότερη στην προωθούμενη πλευρά της συγκόλλησης, όπου η διεύθυνση του διανύσματος της εφαπτομενικής ταχύτητας ταυτίζεται με το διάνυσμα της ταχύτητας πρόωσης. Οι Arbegast et al. [133] παρατήρησαν ότι η μέση τιμή της μέγιστης θερμοκρασίας (για πλάκες αλουμινίου πάχους 6,35 mm) μπορεί να εκφραστεί σαν συνάρτηση του “ψευδο-” δείκτη θερμότητας w ($w = \omega^2 / v$). Απέδειξαν μάλιστα ότι για πολλά κράματα αλουμινίου η γενική σχέση που συνδέει τη μέγιστη θερμοκρασία (T , °C) που αναπτύσσεται κατά τη διαδικασία της συγκόλλησης με τις παραμέτρους ταχύτητας της FSW (ω , v) μπορεί να αποδοθεί ως ακολούθως:

$$\frac{T}{T_m} = K \left(\frac{\omega^2}{v \cdot 10^4} \right)^a$$

όπου ο εκθέτης a παίρνει τιμές από 0,04 έως 0,06, η σταθερά K από 0,65 έως 0,75 και η T_m (°C) αποτελεί το σημείο τήξης του κράματος. Η μέγιστη αναπτυσσόμενη θερμοκρασία που παρατηρήθηκε στις εργασίες των Arbegast et al. [133] τοποθετείται μεταξύ του 0,6 T_m και του 0,9 T_m , η οποία βρίσκεται εντός του θερμοκρασιακού εύρους της εν θερμώ διαδικασιών κατεργασιμότητας για τα

μελετώμενα κράματα αλουμινίου Επιπλέον το θερμοκρασιακό αυτό εύρος βρίσκεται γενικά εντός του αντίστοιχου εύρους ομογενοποίησης των κραμάτων αλουμινίου που ενισχύονται με κατακρήμιση.



Εικ.4.16 Διάγραμμα μέσης ομόλογης θερμοκρασίας συναρτήσει του δείκτη θερμότητας για διάφορα κράματα αλουμινίου.

Πρόσφατα, οι Schmidt et al. [134] ανέπτυξαν ένα αναλυτικό μοντέλο για τους μηχανισμούς παραγωγής θερμότητας στην FSW. Η σημαντική διαφορά του μοντέλου αυτού σε σχέση με τα προγενέστερα είναι η εισαγωγή της επιλογής συνθηκών επαφής εργαλείου-υλικού. Οι συνθήκες που εισάγονται είναι η προσκόλληση (sticking), η ολίσθηση (sliding) καθώς και ο συνδυασμός τους. Οι τρεις αυτές συνθήκες επαφής ορίζονται ως ακολούθως:

-Συνθήκη προσκόλλησης (sticking condition): Η επιφάνεια του μητρικού υλικού προσκολλάται στην επιφάνεια του κινούμενου εργαλείου, στην περίπτωση που η διατμητική τάση τριβής ξεπεράσει το όριο διαρροής σε διατμητική τάση του μητρικού υλικού. Στην περίπτωση αυτή, το μητρικό υλικό επιταχύνεται κατά μήκος της επιφάνειας του εργαλείου (λαμβάνοντας τελικά την ταχύτητα του εργαλείου), μέχρι να θεμελιωθεί μία κατάσταση ισορροπίας μεταξύ της διατμητικής τάσης επαφής και της διατμητικής τάσης του εσωτερικού της μήτρας. Στη κατάσταση αυτή, πληρείται η στατική συνθήκη πλήρους προσκόλλησης. Σε όρους του συμβατικού νόμου τριβής του Coulomb, ο στατικός συντελεστής τριβής σχετίζεται με τις τάσεις αντίδρασης (reactive stresses) μεταξύ των επιφανειών.

-Συνθήκη ολίσθησης (sliding condition): Εάν η διατμητική τάση επαφής είναι μικρότερη από το όριο διαρροής σε διατμητική τάση του εσωτερικού της μήτρας, ο όγκος του μητρικού υλικού τείνει ελαφρά σε μια σταθερή κατάσταση ελαστικής παραμόρφωσης, όπου η διατμητική τάση ισούται με τη διατμητική τάση της “δυναμικής” επαφής.

-Συνθήκη μερικής ολίσθησης/προσκόλλησης (partial sliding/sticking condition). Η τελευταία πιθανή συνθήκη επαφής είναι αυτή που συμπεριλαμβάνει μια μικτή κατάσταση των δύο προηγούμενων. Στην

περίπτωση αυτή, το μητρικό υλικό επιταχύνεται με μια ταχύτητα μικρότερη από αυτή της επιφάνειας του εργαλείου όπου και σταθεροποιείται. Η ισορροπία επέρχεται όταν η διατμητική τάση της δυναμικής επαφής ισούται με το όριο διαρροής σε διατμητική τάση του εσωτερικού της μήτρας, εξαιτίας ενός σχεδόν στατικού ρυθμού παραμόρφωσης. Στο μοντέλο αυτό δεν υπάρχει διαφορά μεταξύ του δυναμικού και του στατικού συντελεστή τριβής.

Οι εκφράσεις για τη συνολική παραγωγή θερμότητας σε συνθήκες προσκόλλησης, ολίσθησης και μερικής ολίσθησης/προσκόλλησης, είναι οι ακόλουθες :

$$Q_{total, sticking} = \frac{2}{3} \pi \frac{\sigma_{yield}}{\sqrt{3}} \omega \left((R_{shoulder}^3 - R_{probe}^3) (1 + \tan \alpha) + R_{probe}^3 + 3R_{probe}^3 H_{probe} \right)$$

$$Q_{total, sliding} = \frac{2}{3} \pi \mu p \omega \left((R_{shoulder}^3 - R_{probe}^3) (1 + \tan \alpha) + R_{probe}^3 + 3R_{probe}^3 H_{probe} \right)$$

$$Q_{total} = \frac{2}{3} \pi \left(\delta \frac{\sigma_{yield}}{\sqrt{3}} + (1 - \delta) \mu p \right) \omega \left((R_{shoulder}^3 - R_{probe}^3) (1 + \tan \alpha) + R_{probe}^3 + 3R_{probe}^3 H_{probe} \right)$$

όπου Q είναι η συνολική παραγόμενη ενέργεια (W), σ_{yield} το όριο διαρροής (Pa), ω η γωνιακή ταχύτητα περιστροφής (rad/s), $R_{shoulder}$ η ακτίνα του περιαιχηνίου (m), R_{probe} η ακτίνα του πείρου (m), α η γωνία κωνικότητας για την περίπτωση του μη επίπεδου περιαιχηνίου ($^\circ$), H_{probe} το ύψος του πείρου (m), p η πίεση επαφής (Pa) και δ η μεταβλητή συνθήκης επαφής. Είναι βολικό να οριστεί μια μεταβλητή συνθήκης επαφής, η οποία θα συνδέει την ταχύτητα των σημείων επαφής στην επιφάνεια της μήτρας με αυτά του εργαλείου που βρίσκονται σε επαφή. Η παράμετρος αυτή είναι ένας αδιάστατος ρυθμός ολίσθησης ο οποίος ορίζεται ως εξής:

$$\delta = \frac{v_{matrix}}{v_{tool}} = 1 - \frac{\dot{\gamma}}{v_{tool}}$$

$$\delta = v_{tool} - v_{matrix}$$

όπου $\dot{\gamma}$ είναι ο ρυθμός ολίσθησης και v_{tool} είναι η εξαρτώμενη από τη θέση ταχύτητα του εργαλείου $\omega \cdot r$.

Πίνακας ορισμού των συνθηκών επαφής, των αναλυτικών σχέσεων τις οποίες υπακούουν η ταχύτητα μήτρας, η διατμητική τάση και η μεταβλητή συνθήκη επαφής (αδιάστατος ρυθμός ολίσθησης).

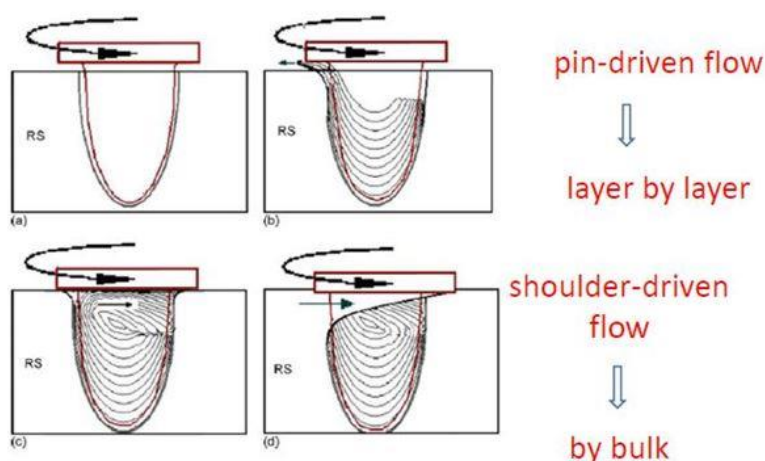
Συνθήκη	Ταχύτητα Μήτρας	Ταχύτητα Εργαλείου	Διατμητική τάση	Μεταβλητή συνθήκης επαφής
Προσκόλλησης	$v_{matrix} = v_{tool}$	$v_{tool} = \omega \cdot r$	$\tau_{friction} > \tau_{yield}$	$\delta = 1$
Προσκόλλησης/ολίσθησης	$v_{matrix} < v_{tool}$	$v_{tool} = \omega \cdot r$	$\tau_{friction} \geq \tau_{yield}$	$0 < \delta < 1$
Ολίσθησης	$v_{matrix} = 0$	$v_{tool} = \omega \cdot r$	$\tau_{friction} < \tau_{yield}$	$\delta = 0$

Η παραγωγή καλής ποιότητας συγκόλλησης δια τριβής μέσω ανάδευσης εξαρτάται κατά πολύ από τη μέγιστη θερμοκρασία που αναπτύσσεται στη γραμμή συγκόλλησης των τεμαχίων. Αυτός είναι και ο κύριος λόγος που πολλές ατέλειες της FSW, όπως θα δούμε παρακάτω, συνδέονται με την ποσότητα της αποδιδόμενης θερμικής παροχής (υπερβολική ή ανεπαρκής) κατά τη διαδικασία της κατεργασίας.

Ροή υλικού κατά τη συγκόλληση FSW [110,111,112]

Η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση αποτελεί αρκετά περίπλοκο ερευνητικό πεδίο μελέτης και εξαρτάται από τη γεωμετρία του εργαλείου, τη συνολική παραμετροποίηση των συνθηκών της διεργασίας και το υλικό που πρόκειται να συγκολληθεί. Επιπρόσθετα η κατανόηση των χαρακτηριστικών της ροής του υλικού είναι κυρίαρχης σημασίας για το βέλτιστο σχεδιασμό του εργαλείου και την απόδοση της κατεργασίας. Έχει διαπιστωθεί ότι η ροή του υλικού κατά την FSW διαρθρώνεται σε δύο διαφορετικά επίπεδα:

- Ροή προκαλούμενη από τον πείρο συγκόλλησης σε διαδοχικές στρώσεις (pin driven flow layer by layer).
- Ροή προκαλούμενη από το περιαιχένιο, κατά την οποία υλικό από την υποχωρούσα πλευρά μεταφέρεται δια μέσου της επιφάνειας του περιαιχενίου στη κορυφή της προωθούμενης πλευράς (shoulder driven flow by bulk).

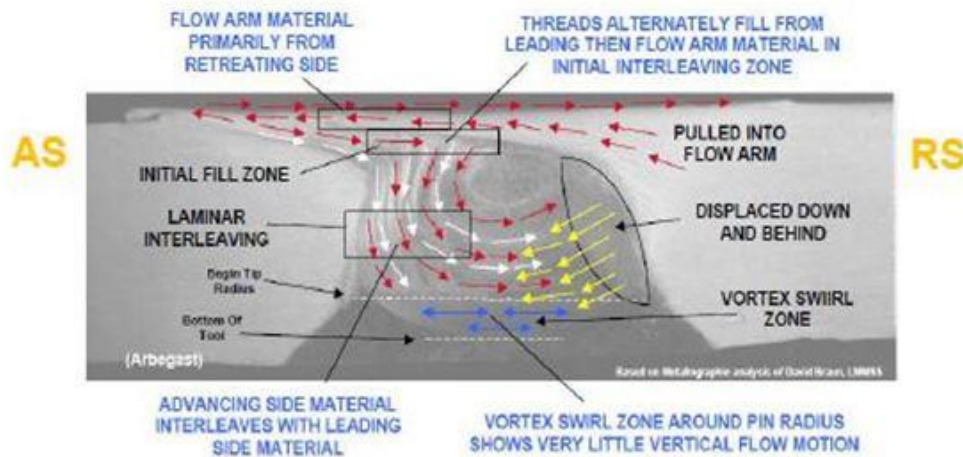


Εικ.4.17 (a),(b): ροή προκαλούμενη από τον πείρο της συγκόλλησης, (c),(d): ροή προκαλούμενη από το περιαιχένιο.

Η πορεία της ροής του υλικού ακολουθεί τα εξής διαδοχικά στάδια:

- Η θερμική παροχή από τη 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 περιαιχένιο (ανοδική πορεία) και στη συνέχεια οδεύει 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 περιαιχενίου 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 μέσω της ανάπτυξης ροϊκών γραμμών (πορεία κόκκινων βελών).

- Ένας συγκεκριμένος όγκος του 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 (πορεία λευκών βελών).
- Ένας άλλο τμήμα του όγκου του υλικού από τη ζώνη εξώθησης της RS φαίνεται να μετατοπίζεται κάτω και προς τα πίσω (πορεία κίτρινων βελών).
- Το κάτω μέρος του πυρήνα συγκόλλησης στοιχειοθετείται από τη ζώνη στροβιλισμού (επίπεδο με μπλε βέλη).



Εικ.4.18 Σχηματική αναπαράσταση ροής μετάλλου κατά την FSW.

Συνοψίζοντας, η ροή του υλικού κατά τη διάρκεια της FSW κρίνεται ως μια πολύπλοκη και πολυπαραμετρική διαδικασία. Αποδεικνύεται ότι η ροή του υλικού εντός της ζώνης συγκόλλησης (nugget) κατά την FSW είναι η συνισταμένη διαφόρων ανεξάρτητων διαδικασιών παραμόρφωσης.

Αναλυτικός υπολογισμός παραγόμενης θερμότητας [107]

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

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

Υπολογίζουμε τη συνολική θερμότητα μέσω της ακόλουθης σχέσης:

Παραγόμενη θερμότητα = Δύναμη * Σχετική ταχύτητα

$$\dot{Q} = [(1 - \delta) \cdot \eta \cdot \tau + \delta \cdot \mu_f \cdot P] \cdot (r d\theta dr) \cdot (\omega \cdot r - U \cdot \sin \theta)$$

Όπου :

δ = συντελεστής ολίσθησης (fractional slip)

η = μηχανικός βαθμός απόδοσης (mechanical efficiency)

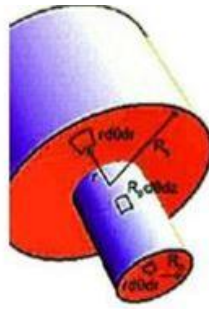
τ = συντελεστής διατμητικής δύναμης

μ_f : συντελεστής τριβής (coefficient of friction)

P : κατακόρυφη πίεση (axial pressure)

ω : περιστροφική ταχύτητα (rotational speed)

U: ταχύτητα συγκόλλησης (welding speed)



Εικ.4.19 Σχετική κίνηση εργαλείου

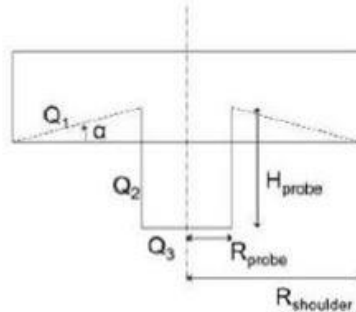
Υπολογίζεται χωριστά σε κάθε επιφάνεια η προσδιδόμενη θερμότητα και μέσω συνεπαγόμενης επαλληλίας τα ποσά προστίθενται γραμμικά:

$$Q_1 = 2 \cdot \pi \cdot (1 + \tan \alpha) \cdot \tau_{\text{shear}} \cdot (R_{\text{shoulder}}^2 - R_{\text{pin}}^2)$$

$$Q_2 = 2 \cdot \pi \cdot \tau_{\text{shear}} \cdot R_{\text{pin}}^2 \cdot \omega$$

$$Q_3 = \frac{2}{3} \cdot \pi \cdot \tau_{\text{shear}} \cdot \omega \cdot R_{\text{pin}}^3$$

$$Q_{\text{total}} = Q_1 + Q_2 + Q_3$$



Εικ.4.20 Βάθμωση διακεκριμένων ζωνών αναπτυσσόμενων θερμοκρασιακών πεδίων επί της επιφάνειας του εργαλείου της συγκόλλησης.

4.1 Ατέλειες δομής κατά τη διεργασία FSP.

Κατά τη διαδικασία μιας συγκόλλησης δια της τριβής μέσω ανάδευσης, εμφανίζονται κυρίως τρία είδη ατελειών: τα κενά, τα υπολείμματα υλικού και οι ρωγμές. Η παρουσία των κενών είναι εύκολα ανιχνεύσιμη, σε αντίθεση με τα δυο άλλα είδη ατελειών που μπορεί να εμφανιστούν. Τα ελαττώματα αυτά θα πρέπει να λαμβάνονται υπόψη κατά το σχεδιασμό ενός εργαλείου FSW. Παράμετροι όπως ο σχεδιασμός του εργαλείου, του περιαιχηνίου αλλά και της κεφαλής, το βάθος διείσδυσης της κεφαλής στην πλάκα, η κλίση που θα έχει το εργαλείο αλλά και το πάχος των πλακών σχετίζονται με τα ελαττώματα αυτά.

Ατέλεια αποτελεί οποιαδήποτε ανωμαλία στη μικροδομή ή τη γεωμετρία της συγκόλλησης, η οποία επηρεάζει την εμφάνιση, τη μορφή ή τη λειτουργικότητά της. Οι ατέλειες μπορεί να

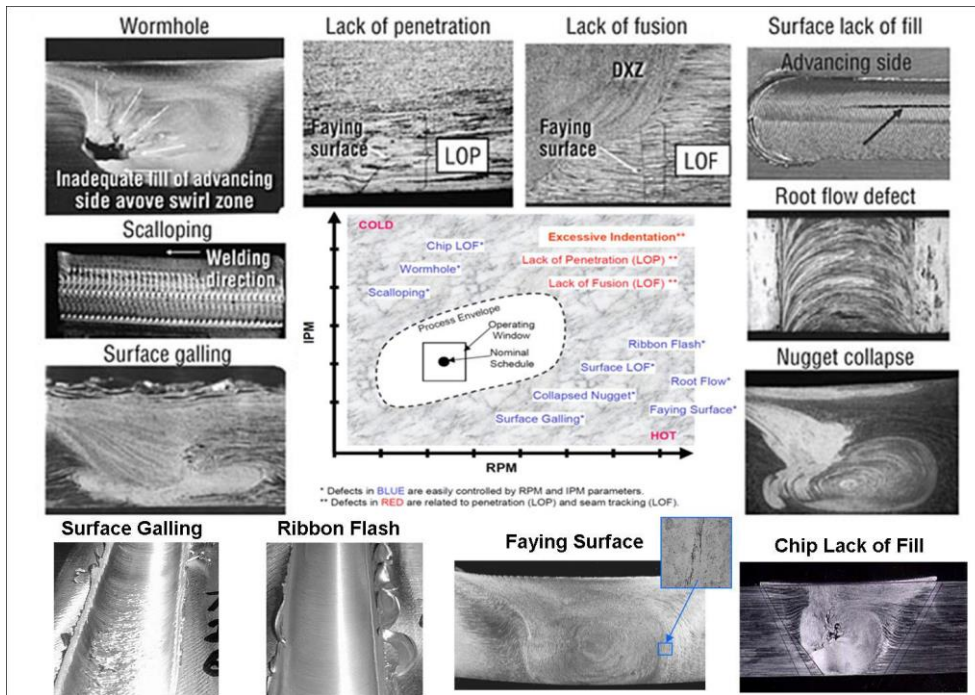
επηρεάσουν αρνητικά τις μηχανικές ιδιότητες, τη δυναμική απόκριση, την αντοχή στη διάβρωση και την συνολική κατεργασιμότητα του υλικού. Στη συγκόλληση δια τριβής με ανάδευση συχνά εμφανίζονται ατέλειες. Οι ατέλειες αυτές διαφοροποιούνται τόσο μορφολογικά όσο και ως προς το μηχανισμό δημιουργίας τους από αυτές των διαφόρων μεθόδων συγκόλλησης τήξης. Τα ελαττώματα σχετίζονται με τη θερμοκρασιακή βαθμίδα ανάπτυξης κατά τη κατεργασία, τις ροοστατικές ζώνες ακολουθίας του υλικού και τις γεωμετρικές απολήξεις της συγκόλλησης. Οι δύο πρώτες παράμετροι είναι σε άμεση εξάρτηση από τις επιβαλλόμενες συνθήκες της συγκόλλησης (ταχύτητα περιστροφής, ταχύτητα πρόωσης, εργαλείο συγκόλλησης κ.α), ενώ τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά της συγκόλλησης σχετίζονται με τη τοπολογία και τον τρόπο τοποθέτησης των προς συγκόλληση ελασμάτων σε σχέση με το εργαλείο της συγκόλλησης. Η επιλογή ακατάλληλων παραμέτρων συγκόλλησης οδηγεί είτε σε ανεπαρκή είτε σε υπερβολική παρείσδυση θερμότητας, σε κακή ανάδευση καθώς και σε ανεπαρκή πίεση από το βραχίονα του εργαλείου. Κατ' αυτό τον τρόπο τα είδη των ατελειών διακεκριμένοποιούνται σύμφωνα με τον ακόλουθο πίνακα, καθώς αυτά εμφανίζονται όταν εφαρμόζονται μη ικανοποιητικές λειτουργικές παράμετροι, όπως: ταχύτητα περιστροφής, ταχύτητα πρόωσης, κάθετη δύναμη[67].

Ατέλειες λόγω ψυχρής κατεργασίας (Cold Processing Defects)	Ατέλειες λόγω θερμικής κατεργασίας (Hot Processing Defects)	Ατέλειες λόγω κακής γεωμετρίας (Geometry Related Defects)
Σήραγγα ή τούνελ (Wormhole)	Εκβολή μάζας (Ribbon Flash)	Ανεπαρκής διείσδυση (Lack of Penetration (LOP))
Εγκλείσματα και πορώδες (Chips and Lack of Fill)	Ατέλεια μορφής αυλακιού (Surface lack of fill)	Ανεπαρκής τήξη (Lack of Fusion)
“Χτένισμα” (Scalloping)	Κατάρρευση του πυρήνα συγκόλλησης (Nugget Collapse)	Υπερβολική διείσδυση (Excessive Indentation)
	Επιφανειακή αποκόλληση υλικού (Surface Galling)	
	Ατέλεια Διεπιφάνειας (Faying Surface)	
	Ατέλεια στη ρίζα της συγκόλλησης (Root Flow Defect)	

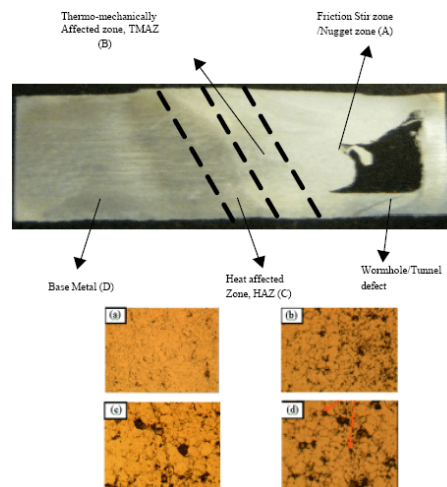
Οι συνηθέστεροι τύποι ατελειών είναι:

- Εκβολή μάζας μετάλλου εκτός της περιοχής της ραφής (Γρέζι, Flash), εξαιτίας της αυξημένης πρόσδοσης θερμότητας,
- αυλακωτές ατέλειες (Groove Defects), εξαιτίας της ανεπαρκούς πρόσδοσης θερμότητας,
- και ατέλειες εξαιτίας της μη ομαλής ανάδευσης του υλικού.

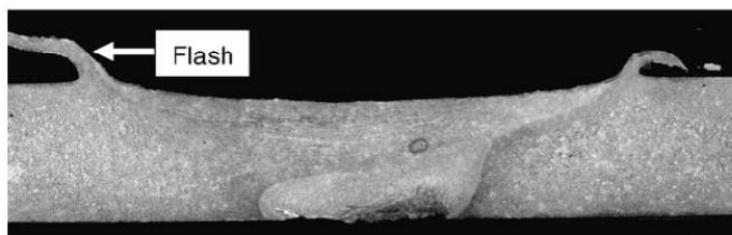
Οι ατέλειες που σχετίζονται με την αυξημένη πρόσδοση θερμότητας εμφανίζονται σε υψηλές ταχύτητες περιστροφής και χαμηλές ταχύτητες πρόωσης. Κύριο χαρακτηριστικό των ατελειών αυτής της μορφής είναι η εκβολή μεγάλης μάζας υλικού προς την επιφάνεια, εξαιτίας της πλαστικοποίησής του κατά την χρονική διάρκεια της υπερβολικής πρόσδοσης θερμότητας.



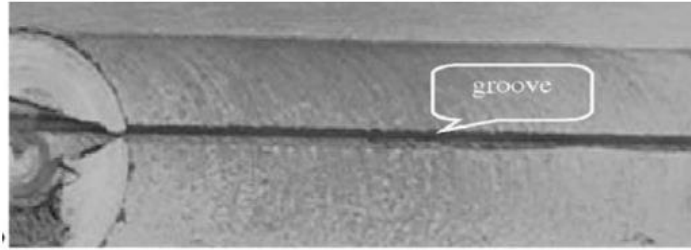
Εικ.4.21 Συνολική απεικόνιση δυνητικά αναπτυσσόμενων τύπων ατελειών κατά τη δυναμική εφαρμογή Friction Stir Process συνδυαζόμενη με το διάγραμμα της ταχύτητας συγκόλλησης προς την ταχύτητα περιστροφής. Ακολουθεί ομαδοποίηση των περιοχών εντός αυτού, όπου και εμφανίζονται οι προαναφερθέντες τύποι ατελειών. Επιπρόσθετα αποδίδονται οι περιοχές οριακών τιμών σε επίπεδο ατελειών καθώς και ο βρόγχος βέλτιστης λειτουργίας.



Εικ.4.22 Μικρογραφικός ιστός, μορφολογικά και τοπολογικά χαρακτηριστικά ανάπτυξης σφαλμάτων σε διαβαθμισμένη διαζωνική ανάπτυξη της FSW μεθόδου.



Εικ.4.23 Συνήθης ατέλεια συγκόλλησης που προκαλείται εξαιτίας της αυξημένης πρόσδοσης θερμότητας

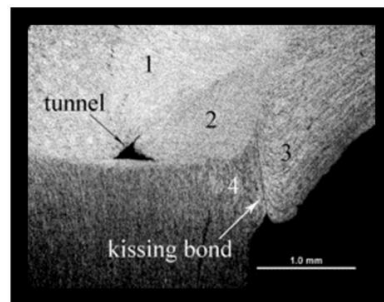


Εικ.4.24 Ατέλεια μορφής αυλακιού

Οι ατέλειες που οφείλονται στην ανεπαρκή πρόσδοση θερμότητας σχηματίζονται σε χαμηλές ταχύτητες περιστροφής και υψηλές ταχύτητες πρόωσης. Οι ατέλειες οι οποίες σχηματίζονται έχουν τη μορφή κοιλοτήτων ή αυλακιών (Groove), καθώς και τη μορφή τούνελ (Tunnel Defects). Παρατηρείται ότι η αύξηση της κάθετης δύναμης μειώνει το μέγεθος και τη συχνότητα εμφάνισης των παραπάνω ατελειών.

Κενά-Ατέλειες τύπου τούνελ

Εμφανίζονται κυρίως στην προωθούμενη πλευρά της συγκόλλησης, στα όρια μεταξύ της ζώνης ανάδευσης - συγκόλλησης και του βασικού μετάλλου, μέσα στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη και ταυτόχρονα είναι πιθανό είτε να φτάνουν μέχρι την επιφάνεια της συγκόλλησης, είτε όχι. Έχει παρατηρηθεί ότι αυτού του είδους οι ατέλειες, οφείλονται κατά κύριο λόγο στην ανεπαρκή πίεση που ασκεί το περιαιχένιο στην προς συγκόλληση πλάκα καθώς εισέρχεται σε αυτή. Οι ατέλειες τύπου τούνελ, δύναται να καλύψουν όλο το μήκος των συγκολλήσεων.



Εικ.4.25 Ατέλεια τύπου τούνελ.

Οι ατέλειες που οφείλονται στη μη ομαλή ανάδευση σχηματίζονται σε υψηλότερες ταχύτητες περιστροφής και πρόωσης. Η μη ομαλή ανάδευση οφείλεται στη διαφορά θερμοκρασίας μεταξύ της ανώτερης περιοχής κοντά στην επιφάνεια και των κατώτερων περιοχών προς την ρίζα της συγκόλλησης. Οι ατέλειες αυτές εμφανίζουν μεγάλη ομοιότητα με τις ατέλειες που σχηματίζονται εξαιτίας ανεπαρκούς πρόσδοσης θερμότητας, με δυο όμως χαρακτηριστικές διαφορές: Το πάνω μέρος της Ζώνης Ανάδευσης στην προωθούμενη πλευρά είναι εντελώς διαφορετικό από αυτό της τυπικής συγκόλλησης, εξαιτίας της ασυνεχούς ροής του υλικού, και η κάθετη δύναμη έχει ελάχιστη επίδραση στην εμφάνιση τους.

Τέλος, μια ατέλεια της μεθόδου που οφείλεται σε χαμηλές θερμοκρασίες συγκόλλησης, όπου το εργαλείο δυσκολεύεται ως προς την ικανοποιητική ανάδευση του υλικού, είναι το ελάττωμα δεσμού, τύπου φιλιού. Πρόκειται για μία συχνά εμφανιζόμενη ατέλεια την οποία στη βιβλιογραφία τη συναντάμε με διάφορους όρους όπως, kissing bond, lazy S ή entrapped oxide defect. Οφείλεται στην εμφάνιση ενός ημισυνεχούς στρώματος οξειδίου που εγκλωβίζεται στη ζώνη συγκόλλησης. Η ατέλεια αυτή εμφανίζεται είτε λόγω κακής προετοιμασίας του δείγματος, είτε λόγω κακής θέσης του

εργαλείου, σε συνδυασμό με υπερβολικά μεγάλη ταχύτητα περιστροφής και πρόωσης. Κατά την ανάπτυξη αυτού του τύπου σφάλματος διατηρείται μεν επαφή μεταξύ των δύο δοκιμίων, χωρίς όμως ενίσχυση διασύνδεσης μέσω μεταλλικού δεσμού, γεγονός το οποίο επιφέρει τη μείωση της μηχανικής αντοχής και κυρίως της αντοχής σε κόπωση. Το είδος των ατελειών αυτών κρίνεται ως ιδιαίτερα επικίνδυνο καθώς δεν ανιχνεύεται μέσω χρήσης μη καταστρεπτικών μεθόδων, όπως οι ακτίνες Χ ή οι υπέρηχοι.



Εικ.4.26 Ανάπτυξη συγκόλλησης τύπου FSW προς κατασκευή κύριας δομικής ατράκτου και πλευρικών νευρώνων στήριξης σε φτερά επιβατικού αεροσκάφους [Gatwick Technologies].

4.2 Πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα της μεθόδου FSP.

Πλεονεκτήματα της μεθόδου FSP

Η FSW ερευνητικά και τεχνολογικά φαίνεται να πλεονεκτεί έναντι των άλλων κλασικών μεθόδων συγκόλλησης. Στα πλεονεκτήματα αυτής συγκαταλέγονται τόσο η επαυξημένη εφελκυστική και καμπτική αντοχή των συγκολλούμενων υλικών, όσο και η βελτίωση της αντοχής σε κόπωση. Επιπρόσθετα τα συγκολλημένα τμήματα καθίστανται πολύ πιο ανθεκτικά στο σημείο της ραφής και είναι ταυτόχρονα λιγότερο επιρρεπή σε χημικοδυναμική αλληλεπίδραση με το εκάστοτε διαβρωτικό περιβάλλον. Οι χαμηλές θερμοκρασίες που αναπτύσσονται κατά την εφαρμογή της μεθόδου και το σχετικά περιορισμένο φάσμα απόκρισης του θερμικού κύκλου, οδηγούν σε βελτιστοποιημένα χαρακτηριστικά συγκολλήσεων:

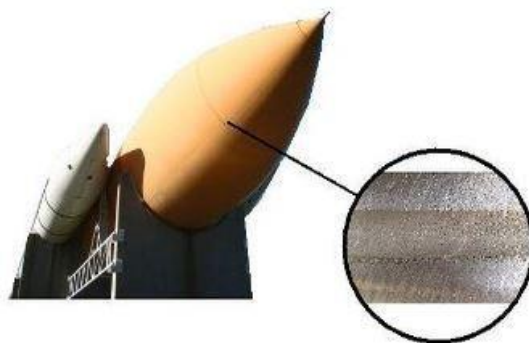
- Χωρίς πορώδες.
- Χωρίς στρεβλώσεις ή συρρικνώσεις.
- Χωρίς οξείδια στη συγκόλληση.
- Με βελτιωμένη εμφάνιση ραφής.
- Με δυναμικό εφαρμογής σε όλες τις θέσεις και τις δυνατές γεωμετρικές σύνδεσης.
- Με απουσία χρήσης καταναλισκόμενων στοιχείων
- Με απουσία προστατευτικού αερίου (εξαίρεση αποτελεί το τιτάνιο και οι χάλυβες μαρτενγήρασης).
- Ετεροειδών κραμάτων, όπως είναι οι συγκολλήσεις κραμάτων αλουμινίου που ανήκουν σε διαφορετική σειρά.
- Με πλήρως αυτοματοποιημένη μέθοδο εφαρμογής.

Μειονεκτήματα της μεθόδου FSP

Στα κυριότερα μειονεκτήματα της τεχνικής αυτής συγκαταλέγεται το γεγονός ότι θα πρέπει στις προς συγκόλληση πλάκες να υπάρχει ισχυρή συγκράτηση, κάτι το οποίο μπορεί να δημιουργήσει δυσκολίες σε επίπεδο παραγωγής, όπου οι παράγοντες του χρόνου και της ασφάλειας φέρουν κυρίαρχο και καθοριστικό ρόλο. Το γεγονός ότι πρόκειται για μια καινούργια μέθοδο, εξηγεί την έλλειψη του απαραίτητου εξοπλισμού, και την καθιστά προσωρινά σε επίπεδο βιομηχανικής κλίμακας μια λιγότερο ευέλικτη διαδικασία. Ωστόσο, κομβικά σημεία λειτουργικότητας όπως το παραπάνω καθώς και το υψηλό κόστος του ως τώρα υπάρχοντος εξοπλισμού, ενδέχεται να ξεπεραστούν, διότι η μέθοδος FSW γίνεται ολοένα και πιο δημοφιλής. Επιπρόσθετα η μικρή ταχύτητα συγκόλλησης για μαζικές παραγωγές, ο μικρότερος χρόνος ζωής και η σχετική αναξιοπιστία των εργαλείων συγκόλλησης (λόγω των ισχυρών πεδίων μηχανικής επιφόρτισης) αποτελούν σοβαρούς περιοριστικούς παράγοντες, οι οποίοι πρέπει να αντιμετωπισθούν πριν τη παρείσδυση της μεθόδου αυτής σε μαζικές απαιτήσεις καίριων τεχνολογικών κλάδων του αναπτυξιακού συστήματος.

Πλεονεκτήματα	Μειονεκτήματα
Ευκολία χειρισμού	Αναγκαιότητα ύπαρξης ισχυρών πακτώσεων
Ακριβής εξωτερικός έλεγχος	Ανάπτυξη ισχυρών δυνάμεων
Υψηλή επαναληψιμότητα	Υψηλός ρυθμός φθοράς εργαλείου συγκόλλησης
Εξαιρετικές μεταλλουργικές ιδιότητες στη περιοχή της συγκόλλησης	
Λεπτοκρυσταλλική δομή	
Καμία απώλεια υλικού	
Απουσία ρωγμάτωσης κατά τη στερεοποίηση	
Εξαιρετική σταθερότητα διαστάσεων και επαναληψιμότητα	
Περιορισμένη στρέβλωση δοκιμίου	
Μη χρήση προστατευτικών αερίων ή και διαλυτών	
Απουσία απαίτησης προετοιμασίας της επιφάνειας	
Ελάχιστη ρύπανση	
Απαίτηση μικρής ποσότητας ενέργειας (2,5% της απαιτούμενης ενέργειας για συγκόλληση με laser)	
Δυνατότητα μείωσης βάρους κατασκευών και συγκόλλησης ανισοπαχών τεμαχίων	

Εικ.4.27 Συγκεντρωτικός πίνακας λειτουργικών πλεονεκτημάτων και μειονεκτημάτων της τεχνικής συγκόλλησης δια της τριβής μέσω ανάδευσης.

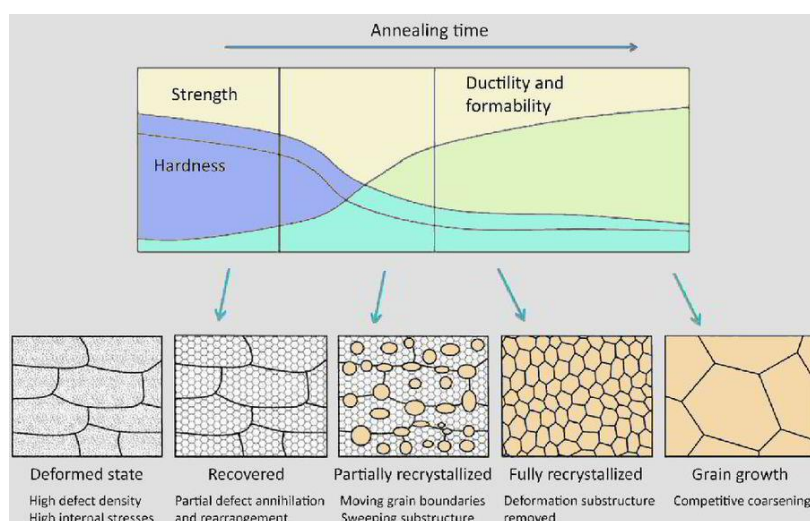


Εικ.4.28 Ανάπτυξη συγκόλλησης τύπου FSW για κατασκευή δεξαμενής καυσίμου προωθούμενου πυραύλου [Gatwick Technologies].

5. Θερμική κατεργασία ανακρυστάλλωσης.

Η ανακρυστάλλωση (static/dynamic and metadynamic recrystallization) πραγματοποιείται σε θερμοκρασιακό πεδίο υψηλότερο από αυτό της ανόπτησης αποκατάστασης (recovery). Πρόκειται για διεργασία ριζικής αναγέννησης-ανάπλασης των κρυστάλλων που έχουν ήδη υποστεί εντεταμένη ψυχρή διαμόρφωση (ενδοτράχυνση) και συνοδεύεται από τη δημιουργία ενός νέου ιστού κόκκων. Το φαινόμενο σχετίζεται με σημαντική μείωση της πυκνότητας των διαταραχών από 10^{10} - 10^{13} cm/cm³ στη κατάσταση ενδοτράχυνσης, σε 10^7 cm/cm³ σε κατάσταση ανακρυστάλλωσης, καθώς οι διαταραχές απορροφώνται από τα όρια κόκκων του νέου ιστού.

Κατά τη διάρκεια της ανακρυστάλλωσης εμφανίζονται αρχικά πυρήνες διαφορετικού προσανατολισμού, οι οποίοι αναπτυσσόμενοι συναντούν άλλους πυρήνες, μέχρι ολόκληρος ο αρχικός ιστός του μετάλλου να αντικατασταθεί από έναν νέο, αποτελούμενο από μη κοινά προσανατολισμένους και απαραμόρφωτους κόκκους της ίδιας περίπου διαμέτρου.



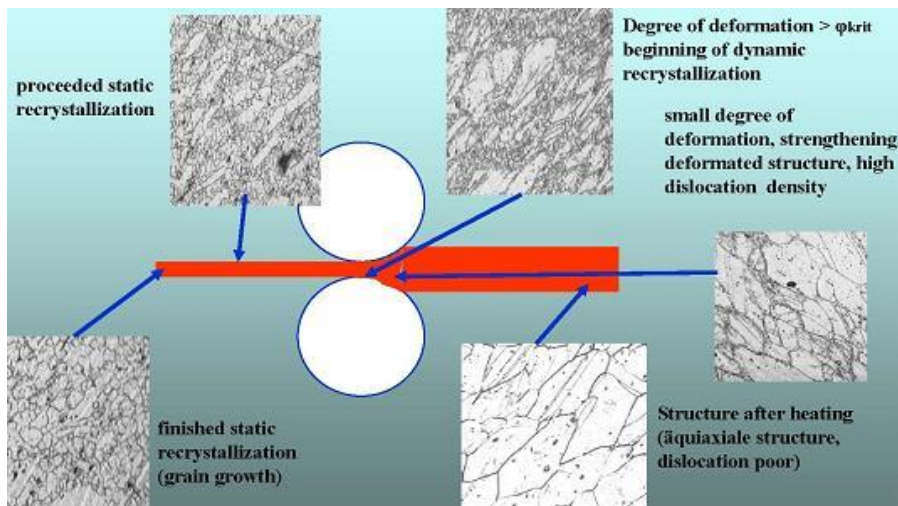
Εικ.5.1 Μικρογραφικός ιστός και χαρακτηριστικές μηχανικές ιδιότητες κατά την ακολουθία διακριτών σταδίων μετασηματισμών της δομής για διαβαθμισμένη χρονικά όρια της θερμικής διεργασίας ανακρυστάλλωσης.

Νόμοι της ανακρυστάλλωσης

Η ανακρυστάλλωση διέπεται κατά κύριο λόγο από τους ακόλουθους νόμους:

- Η ανακρυστάλλωση δεν υφίσταται ως μεταλλουργικό γεγονός, παρά μόνο μετά από κάποια προηγηθείσα κρίσιμη και ελάχιστη ποσοστιαία συμμετοχή πλαστικής παραμόρφωσης (ενδοτράχυνσης), η οποία καλείται κρίσιμη παραμόρφωση.
- Όσο μικρότερη είναι η παραμόρφωση, τόσο υψηλότερη είναι η απαιτούμενη θερμοκρασία έναρξης της ανακρυστάλλωσης. Ως θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης (T_R) ορίζεται η ελάχιστη θερμοκρασιακή βαθμίδα στην οποία το μέταλλο πρέπει να υποβληθεί (ανοπτηθεί), έτσι ώστε το φαινόμενο της ανακρυστάλλωσης να πραγματοποιηθεί σε δεδομένο χρόνο.
- Για ίδια επίπεδα παραμόρφωσης, η θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης είναι τόσο χαμηλότερη, όσο ο χρόνος της ανόπτησης είναι μεγαλύτερος.
- Το μέγεθος των κόκκων έπεται από την επιβολή θερμικής κατεργασίας ανακρυστάλλωσης μειώνεται, με την αύξηση του ποσοστού της παραμόρφωσης ή με τη μείωση της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης.
- Όσο μεγαλύτερο είναι το αρχικό μέγεθος των κόκκων, τόσο μεγαλύτερη είναι η απαιτούμενη παραμόρφωση για την επίτευξη της ανακρυστάλλωσης, σε δεδομένες συνθήκες θερμοκρασίας και χρόνου.

- Κόκκοι του νέου ιστού δεν αναπτύσσονται εις βάρος παραμορφωμένων γειτονικών κόκκων, διαφορετικού προσανατολισμού, του παλιού ιστού.
- Σε δεδομένη θερμοκρασία, η ταχύτητα ανακρυστάλλωσης, δηλαδή ο όγκος ανακρυσταλλωμένων κόκκων στη μονάδα του χρόνου, ξεκινά από τη χρονική στιγμή μηδέν και αυξάνεται, περνώντας από ένα μέγιστο, στο οποίο οφείλεται και η χαρακτηριστική μορφή των καμπυλών της κινητικής της ανακρυστάλλωσης. Επιπρόσθετα οι καμπύλες αυτές χαρακτηρίζονται από μια περίοδο επώασης αμέσως μετά το στάδιο της έναρξης .
- Η θερμοκρασία της ανακρυστάλλωσης είναι τόσο χαμηλότερη , όσο η καθαρότητα του μετάλλου είναι μεγαλύτερη. Πράγματι τα άτομα των προσμίξεων βρίσκονται κυρίως στα όρια των κόκκων , τα οποία αποτελούν την εναρκτήρια τοπολογία φύτρωσης των νέων πυρήνων, παρεμποδίζοντας έτσι τον σχηματισμό νέων κόκκων. Διαφορετικές προσμίξεις προκαλούν τροποποιήσεις της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης. Τα στοιχεία κραμάτωσης , προκαλούν σημαντική αύξηση της θερμοκρασίας ανακρυστάλλωσης. Ενώ για τα καθαρά μέταλλα , η θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης είναι 0.3 Tm, για μερικά εμπορικά κράματα, η θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης δύναται να φθάσει και το ανώτατο θερμοκρασιακό κατώφλι του 0.7 Tm.



Εικ.5.2 Δυναμική ακολουθία σταδίων ανακρυστάλλωσης συναρτήσει του κρίσιμου συντελεστή παραμορφωσιακού πεδίου.

Οι παραπάνω νόμοι είναι συνυφασμένοι με το γεγονός ότι η αποθηκευμένη ενέργεια από τα παραγόμενα, κατά τη ψυχρή διαμόρφωση, πυκνώματα διαταραχών αποτελεί τη κινητήρια δύναμη για το σχηματισμό και την ανάπτυξη των νέων πυρήνων κρυστάλλωσης, οι οποίοι εμφανίζονται στις ζώνες που έχουν υποβληθεί στα εντονότερα πεδία της παραμόρφωσης αυτής.

Σε ότι αφορά στη περίοδο επώασης, αυτή αντιστοιχεί στο χρόνο που απαιτείται για την εμφάνιση του ανακρυσταλλωμένου ιστού, την περίοδο δηλαδή του εμφανούς σχηματισμού πυρήνων κρυστάλλωσης. Ο νόμος που διέπει αυτή τη διεργασία ακολουθεί τη κινητική κατά Arrhenius και είναι της ακόλουθης μορφής:

$$1/t = A * \exp (- Q_r/RT)$$

Όπου $1/t$: η ταχύτητα της ανακρυστάλλωσης

Q_r : η ενέργεια ενεργοποίησης της ανακρυστάλλωσης

T : η απόλυτη θερμοκρασία

Μηχανισμός ανακρυστάλλωσης

Ο μηχανισμός της ανακρυστάλλωσης περιλαμβάνει δύο διακεκριμένα στάδια : το στάδιο της πυρηνοποίησης και το στάδιο της ανάπτυξης νέων πυρήνων.

- Πυρηνοποίηση

Το φαινόμενο της πυρηνοποίησης έχει μελετηθεί επαρκώς μέσω χρήσης ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (SEM) και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης (TEM). Προτείνονται διάφορα μοντέλα μηχανισμών με σκοπό να προσεγγισθεί η αιτία ανάπτυξης νέων πυρήνων σε ζώνες με ισχυρά και μη ομότροπα κατανεμημένα παραμορφωσιακά πεδία (σημεία διασταύρωσης ταινιών ολίσθησης Ludders, τριπλά σημεία συνάντησης και διασυνδετικής ημισυναρμογής ορίων κόκκων /triple junction, περιοχές απεμπλουτισμένες σε κραματικά στοιχεία).

1. Μηχανισμός ανάπτυξης κυψελίδων

Το μοντέλο αυτό λαμβάνει υπόψιν του την εκλεκτική πυρηνοποίηση στο εσωτερικό των ταινιών ολίσθησης, οι οποίες και αποτελούν τις περιοχές με την εντονότερη ενδογενή ανάληψη παραμόρφωσης ως προς τις γειτονικές τους. Τα τοιχώματα των κυψελίδων, δηλαδή οι υποκρυσταλίτες όπου ανακατανέμονται οι διαταραχές, γίνονται προοδευτικά λεπτότερα σύμφωνα με μια διαδικασία πολυγωνοποίησης και μετακινούνται υπερπηδώντας τα δικτυώματα των διαταραχών. Ο αποπροσανατολισμός τους αυξάνεται διαρκώς και όταν η εν αναπτύξει κυψελίδα χαρακτηρίζεται ως έντονα αποπροσανατολισμένη, συγκρινόμενη με τις γειτονικές της, πληρούνται όλα τα κριτήρια που αποτελούν αναγκαιότητα για την ικανοποίηση της συνθήκης σταθερής πυρηνοποίησης.

2. Μηχανισμός σύμφυσης ή συνένωσης των κυψελίδων

Σύμφωνα με τον μηχανισμό αυτό, τα όρια συγκεκριμένων κυψελίδων αποσυνδέονται λόγω της μερικής εξουδετέρωσης και του τασικού δυναμικού επανακατανομής των διαταραχών σε ορισμένες περιοχές αυτών. Δημιουργείται κατ' αυτό τον τρόπο μια νέα κυψελίδα, μεγαλύτερη και εντονότερα αποπροσανατολισμένη ως προς τις γειτονικές της. Η επανάληψη αυτού του φαινομένου οδηγεί στο σχηματισμό κυψελίδων με κρίσιμες διαστάσεις, ώστε αυτές να αποτελέσουν πυρήνες κρυστάλλωσης. Οι δύο προαναφερθέντες μηχανισμοί δύνανται να λειτουργήσουν τόσο ανταγωνιστικά όσο και αθροιστικά-συνεργιστικά.

3. Μηχανισμός επαγωγικής μετακίνησης

Σε κραματικά συστήματα όπου η εσωτερική ενέργεια έχει αναδιαμορφωθεί προσαυξητικά από την επιβολή πλαστικής παραμόρφωσης μέχρι και 20%, έχει παρατηρηθεί μετακίνηση των ορίων των κόκκων, απουσία πυρήνων νέου ιστού. Κινητήρια δύναμη αποτελεί η αποθηκευμένη ενέργεια της ελαστικής παραμόρφωσης. Η διαμορφούμενη περιοχή πίσω από το μετακινούμενο όριο κόκκου είναι απαλλαγμένη διαταραχών. Η μετακίνηση αυτή των ορίων των κόκκων συμβάλλει σε περιορισμένη αλλά σημαντική κλίμακα ως προς το σχηματισμό πυρήνων ανακρυστάλλωσης.

- Ανάπτυξη νέων πυρήνων

Με την επίτευξη του κρίσιμου μεγέθους, οι νέοι πυρήνες ανακρυστάλλωσης αναπτύσσονται εντός της μήτρας του μετάλλου, με τη βοήθεια της αποθηκευμένης, υπό μορφή διαταραχών, ενέργειας της ελαστικής παραμόρφωσης. Η ταχύτητα μετακίνησης των ορίων πυρήνων κρυστάλλωσης είναι μετρήσιμη και εξαρτάται από τη θερμοκρασία, το βαθμό αποπροσανατολισμού των κόκκων σε

σύγκριση με εκείνο των κόκκων της μήτρας του μετάλλου και την καθαρότητα του μετάλλου. Η ταχύτητα της ανακρυστάλλωσης δίνεται από τη σχέση:

$$U = N^* G$$

Όπου N^* : ο αριθμός εμφάνισης νέων πυρήνων στη μονάδα του χρόνου

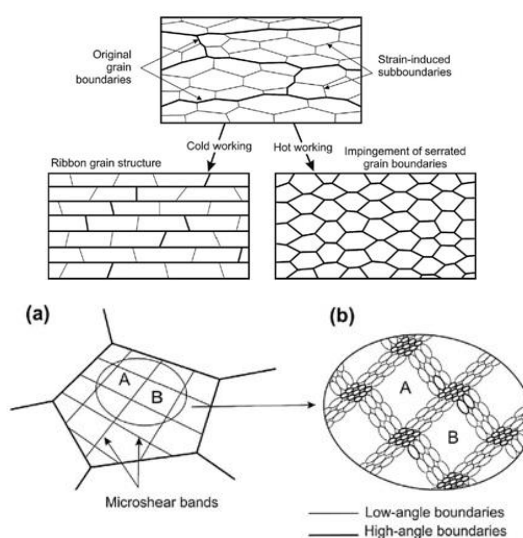
G : η ταχύτητα ανάπτυξής τους

Επειδή ο αριθμός εμφάνισης νέων πυρήνων στη μονάδα του χρόνου και η ταχύτητα της ανάπτυξής τους εξαρτάται από το χρόνο, η κινητική της ανακρυστάλλωσης δεν αποτελεί γραμμική συναρτησιακή συσχέτιση του χρόνου αλλά εμφανίζει πολυωνυμική εξάρτηση. Η ύπαρξη προσμίξεων ή ακαθαρσιών στα μέταλλα, οδηγεί στη μείωση της ταχύτητας μετατόπισης των ορίων (διαχωριστικών τοιχωμάτων ή συνδέσμων), περιορίζοντας έτσι τη ταχύτητα ανάπτυξης νέων πυρήνων. Αυτό καταδεικνύεται άμεσα από την αύξηση του κατώτατης απαιτούμενης θερμοκρασιακής βαθμίδας ανακρυστάλλωσης.

- Ανάπτυξη κόκκων

1. Συνεχής ανάπτυξη κόκκων

Η ανάπτυξη αυτή πραγματοποιείται αυθόρμητα, ενώ συνεχίζεται η διαδικασία της ανόπτησης, μετά από πλήρη ανακρυστάλλωση. Στο στάδιο αυτό το ανακρυσταλλωμένο μέταλλο κατέχει περίσσεια ενέργειας, υπό τη μορφή των συνδέσμων των κόκκων. Η κινητήρια δύναμη της ανάπτυξης αυτής, είναι η επιφανειακή ενέργεια των ορίων των κόκκων, η οποία οριακά τείνει στη δημιουργία ενός μονοκρυστάλλου μέσω της συνολικής της μείωσης. Κατά το πέρασμα της πρωτογενούς ανακρυστάλλωσης το μέταλλο αποτελείται από κόκκους διαφόρων σχημάτων και μεγεθών. Στα τριπλά σημεία επαφής των κόκκων, οι σύνδεσμοι έχουν τη τάση να σχηματίζουν σταθερή γωνία διασύνδεσης 120° , γεγονός το οποίο προκαλεί καμπύλωση των ορίων και επιμήκυνση αυτών. Η επιφανειακή τάση όμως δε μειώνεται παρά μόνο με τη μετακίνηση των τριπλών σημείων συνάντησης των κόκκων, γεγονός που οδηγεί στην εξαφάνιση των κόκκων με λιγότερες από έξι πλευρές και στην επαύξηση του μεγέθους των κόκκων που έχουν περισσότερες από έξι πλευρές.



Εικ.5.3 Σχηματική απεικόνιση της κατανομής και της ετεροδιασποράς ζωνών μικροπλαστικής ολίσθησης σε πεδία χαμηλών παραμορφώσεων, συσχετιζόμενη με την ανάπτυξη νέων γενιών κόκκων κατά μήκος των ταινιών ολίσθησης Ludders που φέρουν επαρκές ενδογενές ενεργειακό δυναμικό παρατεταμένης παραμόρφωσης.

Το γεγονός αυτό θερμοδυναμικά και κινητικά, με βάση το χημικοτασικό δυναμικό επενέργειας μεταξύ γειτνιαζουσών περιοχών, εξηγείται από το ότι το εξαγωνο είναι η μόνη γεωμετρική διάταξη που μπορεί να αποδοσει διαχωριστικές επιφάνειες 120° , οι οποίες προβλέπονται ως κατάσταση ισορροπίας στο τριπλό σημείο συνάντησης τριών κρυστάλλων. Η κίνηση των διαχωριστικών επιφανειών έχει κατεύθυνση προς το κέντρο καμπυλότητας, αντίθετα με την ανάπτυξη των πυρήνων κατά τη διάρκεια της πρωτογενούς ανακρυστάλλωσης. Μικροσκοπικά η κίνηση αυτή των συνδέσμων των κόκκων αποτελεί μια μικρής κλίμακας διάχυση των ατόμων, από τη μία άκρη του συνδέσμου προς την άλλη.

Κατά συνέπεια, οι διευθύνσεις μετατόπισης των συνδέσμων και μετακίνησης των ατόμων έχουν αντίθετη φορά. Για πολυκρυσταλλιά κράματα, η διάμετρος των κόκκων (d) μεταβάλλεται με το χρόνο (t) σύμφωνα με τη σχέση:

$$d^n - d_0^n = kt$$

όπου d_0 η αρχική διάμετρος των κόκκων για $t=0$
 k και n σταθερές ανεξάρτητες του χρόνου με $n > 2$.

Σε χαμηλότερες θερμοκρασιακές βαθμίδες, η εξάρτηση από το χρόνο ακολουθεί το γραμμικό νόμο. Όσο αυξάνεται η θερμοκρασία, η ανάπτυξη των κόκκων πραγματοποιείται ταχύτερα και οι καμπύλες του κινητικού φαινομένου μετατοπίζονται υψηλότερα, δηλαδή περιγράφουν μεγαλύτερα μεγέθη κόκκων, γεγονός το οποίο ερμηνεύεται με την αύξηση της ταχύτητας της διάχυσης συναρτήσει της θερμοκρασίας. Εάν η κρυσταλλική δομή ενός μονοφασικού κράματος αποτελείται από μεγαλύτερους του επιθυμητού μεγέθους κόκκους, είναι δυνατόν οι κρύσταλλοι αυτοί να γίνουν μικρότεροι (να εκλεπτυνθούν), έπειτα από πλαστική παραμόρφωση του υλικού και επιβαλλόμενη μετέπειτα θερμική κατεργασία ανακρυστάλλωσης.

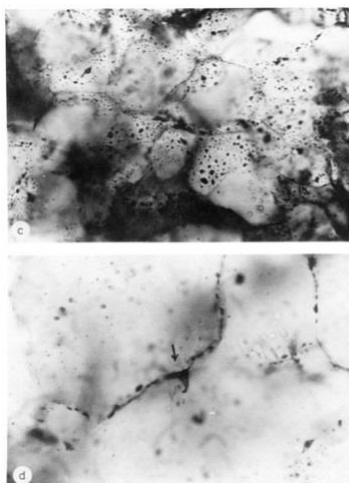
2. Ασυνεχής (υπερβολική ή υπέρμετρη) ανάπτυξη/Δευτερογενής ανακρυστάλλωση

Εάν υποβάλλουμε ένα μέταλλο σε ανόπτηση σε μια θερμοκρασία κατά πολύ υψηλότερη από τη θερμοκρασία της πρωτογενούς ανακρυστάλλωσης, παρατηρείται αντί της κανονικής ανάπτυξης των ισομεγεθών πολυγωνικών-ισαξονικών κόκκων, η ξαφνική ανάπτυξη ενός μικρού αριθμού κόκκων, οι οποίοι καταλαμβάνουν όλη τη μάζα του υλικού που έχει ανακρυσταλλωθεί.

Το φαινόμενο αυτό δε συνεπάγεται νέα πυρηνοποίηση, αλλά πραγματοποιείται διότι ορισμένοι κόκκοι της πρωτογενούς ανακρυστάλλωσης, αναπτύσσονται πολύ γρήγορα. Διαπιστώνεται ότι με τη βοήθεια της κινητήριας δύναμης της διεπιφανειακής ενέργειας, μόλις κάποιος κόκκος αποκτήσει ένα καθορισμένο και κρίσιμο μέγεθος, αυξάνεται εις βάρος των γειτονικών του κόκκων, μικρότερου μεγέθους.

Η ασυνεχής ανάπτυξη λαμβάνει χώρα όταν ένας μικρός αριθμός κόκκων αποκτήσει αυτό το κρίσιμο μέγεθος. Αυτό γίνεται δυνατό, εάν η συνεχής ανάπτυξη για το σύνολο των κόκκων είναι δύσκολη, είτε διότι υπάρχουν σύδεσμοι (διαχωριστικές διεπιφάνειες συναρμογής των κόκκων) υψηλού βαθμού προσανατολισμού και μικρής ευκινησίας, είτε διότι ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρωσης είναι διασκορπισμένες στις διαχωριστικές αυτές επιφάνειες και εμποδίζουν την ανάπτυξη. Σ'αυτή την ιδιαίτερη περίπτωση, μερικοί σύνδεσμοι είναι αρκετά ευκίνητοι και δημιουργούν κόκκους με υπέρμετρη ανάπτυξη και ιδιαίτερο προσανατολισμό, παρουσιάζοντας συγχρόνως έναν διακεκριμένο ιστό, ο οποίος χαρακτηρίζεται από εξέχουσα πρακτική σημασία. Η υπέρμετρη ανάπτυξη των κόκκων πραγματοποιείται σε θερμοκρασίες υψηλότερες από μια απόλυτα καθορισμένη κρίσιμη θερμοκρασία και χρησιμεύει στο προσχεδιασμό παραγωγής μονοκρυσταλλικών

βαθμίδων χαρακτηριζόμενων από αναβαθμισμένες αντιδιαβρωτικές, αντιοξειδωτικές και αντιτριβικές ιδιότητες .



Εικ.5.4 Ασυνεχής ανάπτυξη κρυσταλλιτών κατά τη διάρκεια δευτερογενούς ανακρυστάλλωσης πολυχρωματικού συστήματος χαλκού.

Δυναμική Ανακρυστάλλωση

Το φαινόμενο της δυναμικής ανακρυστάλλωσης πηγάζει από την τάση που έχει το εκάστοτε υλικό να μειώσει την εσωτερική ενέργεια του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης, ο οποίος χαρακτηρίζεται από αλεπάλληλες διαστοιχίσεις πυκνωμάτων διαταραχών στη διογκωμένη περιοχή των ορίων και υποορίων κόκκων, με ισχυρό ενδογενές δυναμικό συσσώρευσης. Ο μηχανισμός αυτός οδηγεί σε βαθμιαία αποτόνωση της εσωτερικής ενέργειας του συστήματος με την δημιουργία νέων ομάδων κόκκων με σχετικά μικρότερη πυκνότητα συναθροίσεων διαταραχών και ενδογενούς-εξωγενούς συσσώρευσης σφαλμάτων επιστοίβασης (superintrinsic/superextrinsic stacking faults). Η δυναμική ανακρυστάλλωση αναπτύσσεται με τρεις διακριτούς μηχανισμούς:

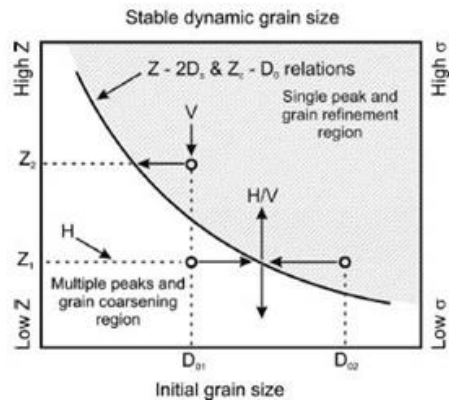
1. Η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση (Discontinuous dynamic recrystallization/DDRX) η οποία περιλαμβάνει τη φύτρωση πυρήνων ανακρυσταλλωμένων κόκκων και την συνεπακόλουθη ανάπτυξη αυτών. Σε υλικά με εδροκεντρωμένη κυβική δομή και υψηλή ενδογενή συσσώρευση σφαλμάτων επιστοίβασης, όπως είναι το καθαρό αλουμίνιο, η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση περιορίζεται από την δυναμική αποκατάσταση (dynamic recovery), χωρίς όμως αυτό να αποκλείει τη δυνατότητα εμφάνισής της σε υψηλές θερμοκρασιακές βαθμίδες και σε περιπτώσεις ελεγχόμενες όπου το υλικό παραμορφώνεται υπό συγκεκριμένες τιμές της παραμέτρου Z . Σύμφωνα με διεθνείς ερευνητικές βιβλιογραφικές αναφορές, το μέσο μέγεθος κατανομής του κόκκου (steady state grain size) κατά τη διάρκεια της δυναμικής ανακρυστάλλωσης εξαρτάται μονοσήμαντα από τη θερμοκρασία και τον επιβαλλόμενο ρυθμό παραμόρφωσης. Κατά συνέπεια μέσω αναπτυσσόμενων μαθηματικών μοντέλων το μέσο μέγεθος κόκκου φαίνεται να φέρει εξάρτηση από τη παράμετρο Zener-Hollomon η οποία προσέγγιζεται με την ακόλουθη αναλυτική σχέση:

$$Z = \dot{\epsilon} \exp(Q_{RD}/RT)$$

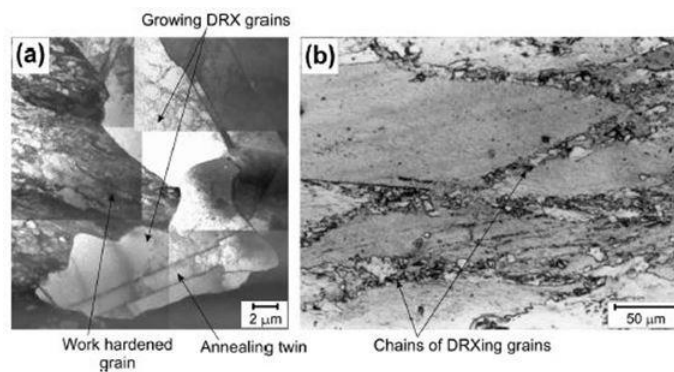
Όπου $\dot{\epsilon}$: ο ρυθμός παραμόρφωσης

Q_{RD} : η ενέργεια ενεργοποίησης για την πραγμάτωση της δυναμικής ανακρυστάλλωσης

και T : η απόλυτη θερμοκρασία

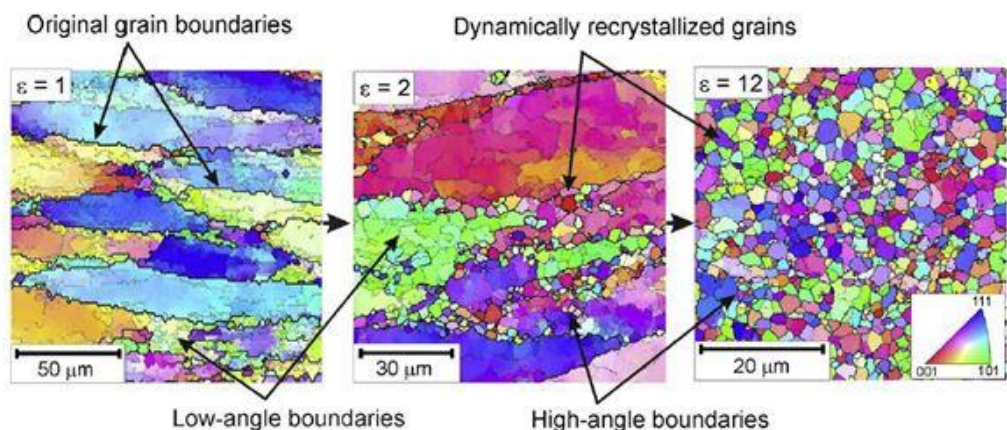


Εικ.5.5 Νομογράφημα περιοχών μετάβασης μεταξύ των δύο αναπτυσσόμενων πεδίων της δυναμικής ανακρυστάλλωσης που αφορούν στην πάχυνση των κόκκων (multiple peaks region) και την εκλέπτυνση αυτών (single peak region).



Εικ.5.6 Ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση καθαρού χαλκού σε εικόνα TEM ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου (a) Ανάπτυξη κόκκων κατά τη διάρκεια θερμοπλαστικής διαμόρφωσης στους 623 K, (b) Μικροδομική ανάπτυξη τύπου περιλαιμίου (necklace) η οποία παρατηρείται κατά τη διάρκεια διαξονικής συμπίεσης στους 573K.

2. Η συνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση (Continuous dynamic recrystallization/CDRX) κατά την οποία παρατηρείται αύξηση της γωνίας αποπροσανατολισμού (misorientation angle distribution factor) 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 αρχίζουν να συναθροίζονται στα υπάρχοντα όρια των κόκκων και σε μικρότερο βαθμό σε αυτά των υποορίων. Καθώς η πλαστική παραμόρφωση εντείνεται, ο ίδιος μηχανισμός επεκτείνεται και στις διαταραχές οι οποίες κατανέμονται σε υποόρια κόκκων με χαμηλή γωνία αποπροσανατολισμού. Η γωνία αποπροσανατολισμού των υποκόκκων αυξάνει λόγω της συσσώρευσης των διαταραχών στα όριά τους με αποτέλεσμα αυτοί να αποσχίζονται και να δημιουργούν νέους κόκκους.



Εικ.5.7 Ανάπτυξη κρυσταλλογραφικού ιστού διαμόρφωσης κατά τη διάρκεια δυναμικής ανακρυστάλλωσης σε κράμα αλουμινίου AA1421 έπειτα από κατεργασία ECAP επαναλαμβανόμενη μέχρι τερματικό ποσοστό παραμόρφωσης 12% στους 673K.

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.

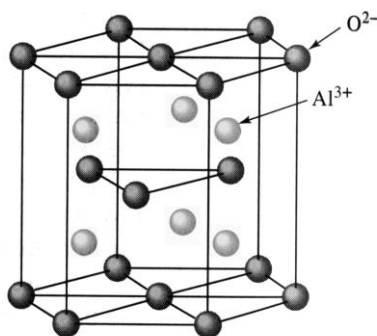
Υπό συγκεκριμένες συνθήκες η ασυνεχής δυναμική ανακρυστάλλωση δρα συνεργιστικά με την συνεχή ή την γεωμετρική δυναμική ανακρυστάλλωση. [106]

Μεταλλικά συστήματα με προσαυξημένη ενδογενή συσσώρευση σφαλμάτων επισοίβασης (HSFE) , όπως τα μονοφασικά κράματα α τιτανίου και οι φερριτικοί ανοξείδωτοι χάλυβες παρουσιάζουν ως κυρίαρχο μηχανισμό επαναδιαμόρφωσης κατά τη θερμοπλαστική μεταλλοτεχνική διεργασία, τη συνεχή δυναμική ανακρυστάλλωση. Λόγω του υψηλού συντελεστή απόδοσης της δυναμικής ανακρυστάλλωσης στα συστήματα αυτά, οι νέες γενιές κόκκων δεν επαναδιαρθρώνονται με κάποιο κλασικό μηχανισμό φύτρωσης, αλλά μέσω σταδιακού μετασχηματισμού και επαναδιάταξης των υποορίων εντός νέων συστημάτων κόκκων, κατά μήκος των ταινιών ολίσθησης και των διαβαθμισμένων ζωνών παραμόρφωσης. Τα αλληλεπιδρώντα δικτυώματα των διαταραχών που δημιουργούνται κατά τη διάρκεια της εργοσκήρυνσης συσσωρεύονται σε υποόρια κόκκων χαμηλής γωνίας αναντιστοιχίας πλέγματος (LASBs) και μέσω της δυναμικής επαναδιάταξής τους οδηγούν στην ανάπτυξη νέων ομάδων ορίων κόκκων με υψηλή γωνία αναντιστοιχίας πλέγματος (HABs). Ο μικροδομικός ιστός ανάπτυξης αποτελείται σε αυτή τη περίπτωση από σημαντικό κλάσμα όγκου συμμετοχής τόσο υποορίων όσο και ορίων κόκκων, μεταξύ των οποίων διαρθρώνονται διαβαθμίσεις κατανομών υψηλής και χαμηλής γωνίας αναντιστοιχίας πλέγματος. Αντίθετα μεταλλικά συστήματα που χαρακτηρίζονται από χαμηλή ενδογενή συσσώρευση σφαλμάτων επισοίβασης (LSFE), όπως τα κράματα μαγνησίου, οι ωστενιτικοί ανοξείδωτοι χάλυβες και τα μονοφασικά κράματα β τιτανίου, υπόκεινται κυρίως σε μηχανισμούς ανάπτυξης ασυνεχούς δυναμικής ανακρυστάλλωσης κατά τη διάρκεια της μεταλλοτεχνικής τους διαμόρφωσης υπό την επενέργεια υψηλών θερμοκρασιακών διαβαθμίσεων.

6. Ενισχυτικές φάσεις παρένθεσης.

Αλούμινα α - Al_2O_3

Το οξείδιο του αργιλίου ή η αλούμινα αποτελεί μια ανόργανη χημική ένωση του οξυγόνου και του αργιλίου. Ο χημικός τύπος του άνυδρου οξειδίου του αργιλίου είναι Al_2O_3 και ο ηλεκτρονιακός τύπος $\text{O} = \text{Al} - \text{O} - \text{Al} = \text{O}$, ενώ συχνά μπορεί να απαντηθεί και σε ένυδρη μορφή.



Εικ.6.1 Εξαγωνική διάταξη α αλούμινας

Λόγω των πολύ καλών μηχανικών της ιδιοτήτων, του υψηλού σημείου τήξεως, του μονωτικού της χαρακτήρα, και του χαμηλού κόστους της αποτελεί το περισσότερο χρησιμοποιούμενο κεραμικό, στον κλάδο των καινοτόμων τεχνολογικών εφαρμογών. Θεωρείται ότι η αλούμινα καλύπτει το 95% της παραγωγής των προηγμένων κεραμικών. Χρησιμοποιείται σε κοπτικά εργαλεία, σε εξαρτήματα μηχανών, σε αντιτριβικές και αντιδιαβρωτικές, καταλυτικές και περιβαλλοντικές εφαρμογές, σε περιπτώσεις αυστηρής απαίτησης και περιορισμένων ανοχών απώλειας σε ηλεκτρική και θερμική μόνωση, καθώς και στην οδοντιατρική και την προσθετική ιατρική για βιοϊατρικές εφαρμογές. Ακόμη σε μίγμα με άλλα ισόμορφα στοιχειομετρικά οξείδια (μουλλίτη, σπινέλιο) χρησιμοποιείται στην κατασκευή πυρίμαχων κατασκευών. Αυτή η μεγάλη διάδοση της χρήσης της αλούμινας οφείλεται στους ισχυρούς χημικούς δεσμούς μεταξύ των ιόντων Al και O, που προσδίδουν στην Al_2O_3 εξαιρετική σταθερότητα, όπως υψηλό σημείο τήξεως (2050°C), χαρακτηριστική σκληρότητα (συγκεκριμένα την υψηλότερη σκληρότητα μεταξύ των οξειδίων), και πολύ ικανοποιητικές μηχανικές αντοχές. Οι μηχανικές αντοχές της κρίνονται υψηλές σε θερμοκρασία δωματίου αλλά ελαττώνονται κατά ένα μεγάλο μέρος πάνω από τους 1100°C . Αν και η θερμική αγωγιμότητα είναι σχετικά μεγάλη στα οξείδια, εντούτοις, επειδή ο συντελεστής θερμικής διαστολής της Al_2O_3 είναι μεγάλος, η αντοχή σε θερμικά σοκ (θερμοκρασιακές διαβαθμίσεις από τους 110 έως 270°C) είναι μικρότερη από ό,τι αυτή που παρουσιάζουν τα κεραμικά συστήματα νιτριδίων και καρβιδίων του πυριτίου με στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Si_3N_4 και SiC, τα οποία αποτελούν και αντιπροσωπευτικά υλικά υψηλής αντοχής για προσαυξημένες διακυμάνσεις θερμοκρασιακών πεδίων. Η αντοχή σε θραύση σε θερμοκρασία δωματίου κυμαίνεται από 3,85 έως 3,95 MPa για την πυροσυσσωματωμένη Al_2O_3 (με 95% σχετική πυκνότητα και 2 μm μέσο μέγεθος κρυσταλλιτών).

Ο δεσμός μεταξύ του αλουμινίου και του οξυγόνου έχει αποδειχθεί ότι είναι ομοιοπολικός δεσμός που τείνει να εκφυλιστεί σε ετεροπολικό, πιο συγκεκριμένα το ηλεκτρονιακό νέφος του μορίου εμφανίζει μεταξύ των δύο ατόμων ένα πολύ έντονο στένωμα. Εντοπίζεται σε διάφορες φάσεις με θεμελιώδη την εξαγωνική φάση τύπου α . Η αλούμινα δεν επιδεκτική σε διάλυση από οξέα ή βάσεις ακόμα και στις υψηλές θερμοκρασίες λόγω περιορισμένης χημικής επιφανειοδραστικότητας. Δεν ανθίσταται σε εκφυλισμό των ιδιοτήτων της κατά την χημικοδυναμική επενέργεια του υγρού φθορίου, του υδροφθορικού οξέος και του φωσφορικού οξέος. Η δραστηκότητα καθώς και η χημική

ενεργότητα της αλούμινας αυξάνεται με την παρουσία ατμών αλκαλίων. Αποτελεί ενδιάμεση ουσία για την παραγωγή αλουμινίου, το οποίο προκύπτει μέσω σταδιακής ηλεκτρόλυσης του οξειδίου. Πιο συγκεκριμένα με αυτή κατασκευάζονται λέιζερ αερίων, μονωτικά επιστρώματα υψηλής θερμοκρασίας ή υψηλής τάσης, επενδύσεις κλιβάνων -ηλεκτρικών καλωδίων, ηλεκτρονικά υποστρώματα, αισθητήρια συστήματα ανάλυσης θερμοκρασιών, εργαστηριακοί σωλήνες και λειαντικά μέσα τριβοχημικών συστημάτων. Η αλούμινα εμπλουτίζεται με οξείδιο του χρωμίου ή του μαγγανίου για την επιβελτίωση των ιδιοτήτων της.

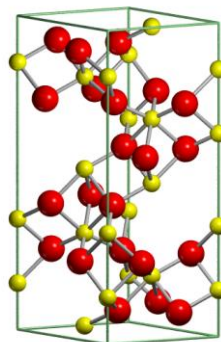
Μηχανικές ιδιότητες της α -Al₂O₃

Ιδιότητες	Μονοκρύσταλλος	99,9% καθαρό Al ₂ O ₃
Πυκνότητα (gr/cm ³)	...	3,99
Μέτρο ελαστικότητας (GPa)	434	393
Λόγος Poisson	...	0,22
Αντοχή σε κάμψη (MPa)	25°C: 634 1000°C: 413	25°C: 282 1000°C: 172
Αντοχή σε θλίψη (MPa)	...	25°C: 2549 1000°C: 482
Αντοχή σε εφελκυσμό (MPa)	...	25°C: 206 1000°C: 103
Συντελεστής θερμικής διαστολής (10 ⁻⁶ /K)	...	25-400°C: 7,4 25-1000°C: 8,3
Θερμική αγωγιμότητα (W/cm·K)	20°C: 0,34 ...	20°C: 0,39 100°C: 0,28 400°C: 0,13
Διηλεκτρική σταθερά στους 25°C	...	1KHz: 10,1 1MHz: 10,1 10GHz: 10,1

Αλλοτροπικές μορφές της αλούμινας

Η αλούμινα φέρει ευρύτητα ενδογενών χαρακτηριστικών και ιδιοτήτων οι οποίες την καθιστούν ένα υλικό υψηλού δυναμικού παρεϊσδουσης σε πολλαπλότητα τεχνολογικών πεδίων και εφαρμογών. Η γκάμα αυτή των χαρακτηριστικών ιδιοτήτων της οφείλεται κατά κύριο λόγο στο φαινόμενο της αλλοτροπίας που η ίδια αναπτύσσει.

- α -Al₂O₃: Καθαρή αλούμινα, με εξαγωνική δομή. Προκύπτει με πύρωση του γυψίτη στους 1200-1300 °C για χρονική διάρκεια παραμονής μιας ώρας.
- β -Al₂O₃: Τριαδικό οξείδιο που προκύπτει από την επίδραση των προσμίξεων κατιόντων στη βασική εξαγωνική δομή της αλούμινας. Παράγεται από την αντίδραση της Al₂O₃ με το Na₂CO₃ στους 1100 °C.



Εικ.6.2 Κρυσταλλική δομή β -Al₂O₃

- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$: Προηγείται της $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ κατά την πύρωση του γυψίτη και χαρακτηρίζεται από κυβική δομή.

Πολυμορφισμός της αλούμινας

Όλες οι φάσεις της αλούμινας εμπλέκονται σε ακολουθίες μετασχηματισμών, όπου ως κοινό τερματικό σημείο τις χαρακτηρίζει το γεγονός ότι καταλήγουν εντός του βρόχου θερμοδυναμικής ισορροπίας της α -φάσης.

Ιδιότητες της β -αλούμινας

Η αλλοτροπική φάση της β αλούμινας χαρακτηρίζεται από θερμοδυναμική μεταστάθεια και μετατρέπεται σε α -φάση περίπου στους 1050 °C . Πρόκειται για δομή με μικρότερο παράγοντα ατομικής επιστοίβασης σε σχέση με την α φάση και πυκνότητα περίπου ίση με 3600 kg/m³ εν συγκρίσει με την πυκνότητα της α -αλούμινας που κυμαίνεται στα 4000 kg/m³. Οι δομές όλων των αλλοτροπικών φάσεων της αλούμινας περιβάλλουν ένα τρισδιάστατο χωροπλέγμα οξυγόνου. Έτσι ενώ η φάση της α -αλούμινας αναπτύσσει πλεγματική διάταξη τύπου hcp, η δομή της β φάσης βασίζεται σε ένα πλέγμα οξυγόνου τύπου FCC. Με αυτό το πλαίσιο οξυγόνου τα μισά ιόντα της αλούμινας καταλαμβάνουν οκταεδρικές θέσεις και τα άλλα μισά τετραεδρικές θέσεις παρεμβολής.

Ιδιότητες της γ -αλούμινας

Λόγω της προσαυξημένης ενέργειας των επιφανειών που χαρακτηρίζει κάθε κατάσταση μεταστάθειας και ως εκ τούτου της μεγάλης ειδικής επιφάνειας, η γ -αλούμινα είναι κατά κύριο λόγο κατάλληλη για ανάπτυξη καταλυτικών υποστρωμάτων. Η προσαυξημένη διεπιφανειακή ενεργότητα επίσης σχετίζεται με το γεγονός ότι στη γ φάση η επιφανειακή ενέργεια σταθεροποιείται όταν η επιφάνεια είναι μεγαλύτερη σε σχέση με τον όγκο. Σε εφαρμογές υψηλών θερμοκρασιών η γ φάση παρουσιάζει προβληματική απόκριση, γιατί μετατρέπεται στη φάση β σε θερμοκρασιακό πεδίο εντός της κλίμακας των 700-800°C. Το φαινόμενο αυτό έχει οδηγήσει στην επέκταση της πειραματικής έρευνας ως προς την βελτιστοποίηση της αλούμινας σε ότι αφορά στην επαύξηση της θερμομηχανικής της σταθερότητας. Η δομή της γ -αλούμινας έχει δύο κύριες ομοιότητες με αυτή της β -αλούμινας, οι οποίες αφορούν στο πλέγμα οξυγόνου τύπου FCC και στην πρόσμιξη των οκταεδρικών και τετραεδρικών συντονισμένων ιόντων αλουμινίου. Ωστόσο, η ακριβής δομή δεν είναι σαφώς καθορισμένη. Είναι κοινώς αποδεκτό ότι η κρυσταλλικότητα αυτής μπορεί να περιγραφεί ως ένας ελαττωματικός κύβος σπινελίου με τα ιόντα αλουμινίου περισσότερο ή λιγότερο τυχαία κατανεμημένα μεταξύ οκταεδρικών και τετραεδρικών θέσεων παρεμβολής. Αυτό κάνει τους θεωρητικούς υπολογισμούς της πυκνότητας (density functional theory - DFT) για την γ -αλούμινα προβληματικούς και είναι ο λόγος για τον οποίο επιλέγεται η β φάση ως εκπρόσωπος της μετασταθούς αλούμινας.

Μίγματα κεραμικών οξειδίων

Ένα από τα περισσότερο μελετημένα κεραμικά συστήματα (μίγματα ισόμορφων στοιχειομετρικών οξειδίων) αποτελεί το κεραμικό σύστημα αλουμίνας-ζirkονίας ($\text{Al}_2\text{O}_3\text{-ZrO}_2$), όπου τα σωματίδια καθαρής ή μερικώς σταθεροποιημένης ζirkονίας προστίθενται στην πούδρα αλουμίνας, αναμειγνύονται και πυροσυσσωματώνονται ή υφίστανται θερμική συμπίεση. Με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνεται σημαντική αναβάθμιση στην ανθεκτικότητα και την αντοχή του κεραμικού. Για το σκοπό αυτό, έχει βρεθεί ότι υπάρχει ένα βέλτιστο μέγεθος σωματιδίων για την καθαρή ζirkονία (περίπου ίσο με 1 έως 2 μm) και την πλήρως σταθεροποιημένη ζirkονία (από 2 ως 5 μm), καθώς και ένα βέλτιστο κλάσμα όγκου συμμετοχής της δεύτερης φάσης διασποράς για ενίσχυση (~15%κ.ο) σε ότι αφορά στη παρένθεση ZrO_2 στην μητρική φάση της Al_2O_3 . Τα κεραμικά σωματίδια της ζirkονίας έχουν επίσης προστεθεί σε πλέγματα άλλων κεραμικών συστημάτων, όπως είναι ο σπινέλιος, ο μολύβδος και το καρβίδιο του πυριτίου.

Νανοσωλήνες άνθρακα

Στα μέσα της δεκαετίας του 1980 αναπτύχθηκε η χημεία των φουλλερενίων – μόρια των οποίων η δομή προσομοιάζει σε κλειστά κελιά από άτομα άνθρακα ανεπτυγμένα σε πενταγωνικές και εξαγωνικές διατάξεις. Το όνομα τους προέρχεται από τον αρχιτέκτονα *R. Buckminster Fuller*, ο οποίος έγινε γνωστός για το σχεδιασμό γεωδαιτικών θόλων αποτελούμενων από πεντάγωνα και εξάγωνα. Το πρώτο μόριο που διαμορφώθηκε και μελετήθηκε είναι το C_{60} – γνωστό και ως *buckminsterfullerene* – ένα μόριο 60 ατόμων άνθρακα στο οποίο κάθε πλευρά πεντάγωνου συνορεύει με ένα εξάγωνο. Λίγα χρόνια αργότερα, η ανακάλυψη αυτή, οδήγησε στη σύνθεση των νανοσωλήνων άνθρακα. Οι νανοσωλήνες τυπικά αποτελούν επιμήκη μόρια φουλλερενίων στα οποία τα τοιχία στοιχειοθετούνται από εξαγωνικές διατάξεις (γραφιτική δομή) και συχνά είναι κλειστά σε κάθε άκρο με ημισφαίρια φουλλερενίων.

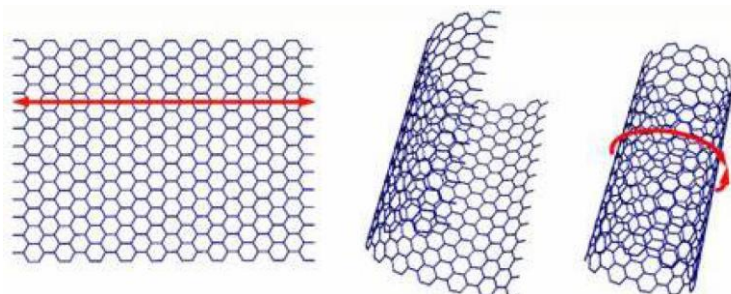
Οι ιδιαίτερες ιδιότητες των σχηματισμών αυτών απορρέουν από τη συμμετρία στη δομή τους. Παρά τις διαφοροποιήσεις που απαντώνται στη διεθνή βιβλιογραφία σε ότι αφορά στις ιδιότητες των νανοσωλήνων, θεωρητικά μοντέλα αλλά και πειραματικά δεδομένα δείχνουν εξαιρετικά υψηλό μέτρο ελαστικότητας που ξεπερνά το 1TPa ενώ οι καταγεγραμμένες αντοχές είναι κατά 10-100 φορές μεγαλύτερες από τον ισχυρότερο τύπο χάλυβα. Με δεδομένες αυτές τις τιμές μηχανικής δυναμικής απόκρισης, οι νανοσωλήνες δείχνουν να είναι ικανοί να δημιουργήσουν μια ολόκληρη νέα κατηγορία προηγμένων υλικών.

Όμως δεν εκπλήσσουν μόνο οι μηχανικές τους ιδιότητες, καθώς συνδυάζουν υψηλές θερμικές και ηλεκτρικές ιδιότητες, αποδίδοντας θερμική σταθερότητα μέχρι τους 2800°C υπό κενό, θερμική αγωγιμότητα συγκρίσιμη με αυτή του γραφίτη και ηλεκτρική χωρητικότητα κατά 1000 περίπου φορές μεγαλύτερη από αυτή του χαλκού.

Οι νανοσωλήνες άνθρακα είναι καινοτόμα υλικά τα οποία μπορούν να έχουν διάμετρο μικρότερη από 10 nm .Το μήκος τους φθάνει αρκετά μικρόμετρα και συνεπώς ο λόγος μήκους προς διάμετρο, είναι τυπικά πολύ μεγάλος. Οι νανοσωλήνες άνθρακα εκτός από τη μοναδική τους μικροδομή, επιδεικνύουν εξαιρετικά χρήσιμες δομικές, ηλεκτρικές, θερμικές και χημικές ιδιότητες και έτσι επιτρέπουν σε πολλά υλικά να γίνουν πιο ελαφρά, πιο ανθεκτικά, φθηνότερα, καθαρότερα και πιο αποδοτικά.

Ατομική Δομή και Μορφολογία Νανοσωλήνων Άνθρακα

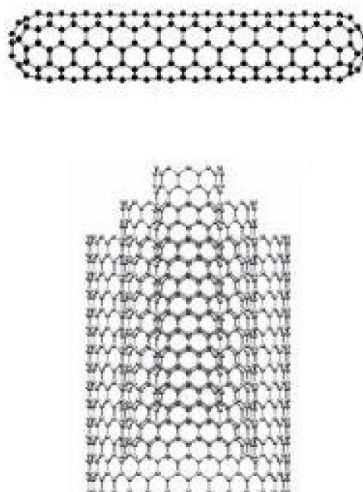
Οι νανοσωλήνες άνθρακα μπορούν να παρασταθούν ως γραφιτικά επίπεδα που έχουν τυλιχθεί περιμετρικά ενός κυλίνδρου.



Εικ.6.3 Γραφιτικό επίπεδο → τύλιγμα → SWCNT

Αντίθετα με την τετραεδρική δομή του διαμαντιού, όπου κάθε άνθρακας συνορεύει με τέσσερις άλλους άνθρακες, στη δυδιάστατη δομή του γραφίτη, όπου τα άτομα σχηματίζουν εξάγωνα, κάθε άτομο άνθρακα γειτονεύει με αλλά τρία άτομα. Έτσι, τυλίγοντας το επίπεδο αυτό σε κύλινδρο

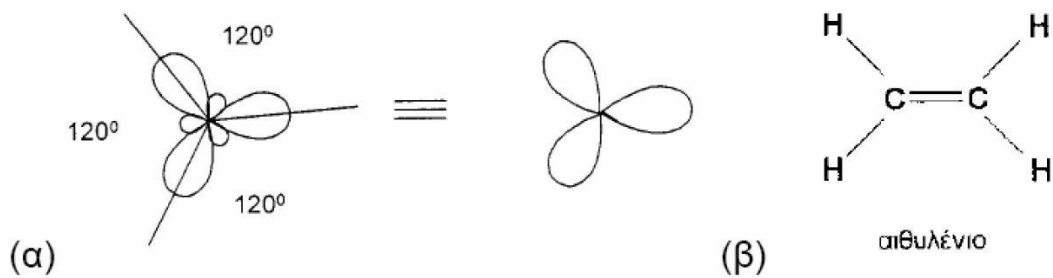
όπως φαίνεται στο σχήμα, δομούνται νανοσωληνες. Οι ιδιότητες των νανοσωληνων εξαρτώνται από τη μοριακή τους διαμόρφωση – τον τρόπο περιέλιξης των επιπέδων του γραφίτη, από τη διάμετρο τους, από το μήκος τους, καθώς και από τη μορφολογία τους. Οι νανοσωληνες απαντώνται είτε ως μόνου-τοιχώματος (SWCNTs – Single Walled Carbon NanoTubes), είτε ως πολλαπλών-τοιχωμάτων (MWCNTs – Multi Walled Carbon NanoTubes). Η δομή των MWCNTs αποτελείται από πολλούς ομόκεντρους SWCNTs. Η ατομική δομή των νανοσωληνων περιγράφεται με όρους χειρομορφίας ή ελίκωσης των σωληνων, η οποία καθορίζεται από το διάνυσμα ελίκωσης Ch , και τη γωνία χειρομορφίας, θ .



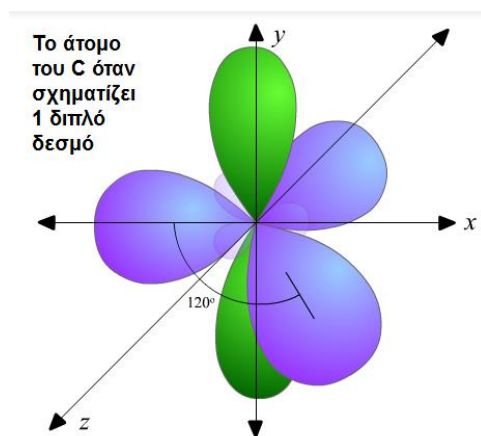
Εικ.6.4 Νανοσωλήνας μόνου τοιχίου και νανοσωλήνες πολλαπλού τοιχίου.

Όπως έχει ήδη αναφερθεί οι νανοσωληνες άνθρακα αποτελούν αλλοτροπικές μορφές του άνθρακα (allotropes of carbon) με κυλινδρική δομή κλίμακας νανομέτρων. Έχουν κατασκευαστεί με αναλογία μήκους προς διάμετρο μέχρι και 132.000.000 : 1, αναλογία σημαντικά μεγαλύτερη από κάθε άλλο γνωστό τεχνολογικό υλικό. Αυτά τα κυλινδρικά ανθρακικά μόρια έχουν ασυνήθιστες ιδιότητες, που βρίσκουν εφαρμογή σε τομείς της νανοτεχνολογίας, των ηλεκτρονικών, της οπτικής και άλλων πεδίων της επιστήμης των υλικών. Ειδικότερα, λόγω της εξαιρετικά υψηλής θερμικής αγωγιμότητας, των μηχανικών και ηλεκτρικών ιδιοτήτων τους, οι νανοσωληνες άνθρακα, μπορούν να χρησιμοποιηθούν ως προσθετικά στοιχεία (additives) σε πολλά δομικά υλικά. Η επιστήμη της εφαρμοσμένης κβαντικής χημείας και πιο ειδικά το πεδίο των υβριδικών τροχιακών, περιγράφει με το βέλτιστο τρόπο την ανάπτυξη του υβριδισμού και των αντιδεσμικών μοριακών τροχιακών στους νανοσωληνες άνθρακα. Όπως και στο γραφίτη, ο υβριδισμός που παρουσιάζεται στα τροχιακά των ατόμων άνθρακα που συμμετέχουν είναι τύπου sp^2 .

Η τριγωνική sp^2 κατάσταση, είναι αυτή στην οποία $3 e^-$ απορροφούνται σε ένα συμμετρικά υβριδοποιημένο τροχιακό σύστημα (symmetric hybridized orbital system) και αποδίδουν ταυτόχρονα έναν δεσμό τύπου-π (π-type bond). Κατ'αυτό τον τρόπο αναπτύσσεται ένα απεντοπισμένο νέφος ηλεκτρονίων περιμετρικά του π δεσμού. Παράδειγμα αυτού του τύπου υβριδισμού αποτελεί και το μόριο του αιθυλενίου (ή αιθένιο $H_2C=C_2H$).



(α) τα τρία sp^2 υβριδικά τροχιακά και (β) το μόριο του αιθυλενίου



Εικ.6.5 Ανάπτυξη π δεσμού μέσω αλληλοδιασύνδεσης p_y ατομικών τροχιακών σε πλέγμα άνθρακα

Νανοσωλήνες άνθρακα μονού τοιχώματος

Οι νανοσωλήνες άνθρακα μονού τοιχώματος, έχουν διάμετρο κοντά στο 1nm και το μήκος του κυλίνδρου είναι πολλά εκατομμύρια φορές μεγαλύτερο, μιας και αρχικά αναφέρθηκε ότι η αναλογία μήκους προς διάμετρο είναι 132.000.000 : 1. Η δομή ενός SWCNT μπορεί να γίνει αντιληπτή εάν θεωρήσουμε τα επίπεδα φύλλα γραφενίου περιτυλιγμένα σε έναν ενιαίο κύλινδρο. Ο τρόπος με τον οποίο περιτυλιγεται το φύλλο γραφενίου, περιγράφεται με ένα διάνυσμα, πάνω στο γραφικό πλέγμα, με διεύθυνση όμοια με αυτή της περιέλιξης. Έτσι ορίζεται το χειραλικό διάνυσμα (chiral vector) αναδίπλωσης που περιγράφει την αναπροσαρμογή της κατευθυντικότητας του φύλλου του γραφενίου για να σχηματιστεί ο νανοσωλήνας:

$$C_h = na_1 + ma_2 = (m, n)$$

Οι συντεταγμένες αυτού του διανύσματος είναι το άθροισμα του γραμμικού συνδυασμού των διανυσμάτων a_1 και a_2 , που αποτελούν τα θεμελιώδη διανύσματα του εξαγωνικού πλέγματος του γραφενίου. Ως χειραλική γωνία (chiral angle) ορίζεται η γωνία περιέλιξης των φύλλων του γραφενίου και ισχύει:

$$\cos\theta = \frac{C_h a_1}{|C_h||a_1|} = \frac{2n + m}{2\sqrt{n^2 + m^2 + nm}}$$

Η μέγιστη τιμή της χειραλικής γωνίας είναι 30° και η ελάχιστη 0°. Για γωνίες 0° < θ < 30° οι νανοσωλήνες που προκύπτουν ονομάζονται χειραλικοί (chiral). Για χειραλική γωνία θ=0° ή αλλιώς για m=0, οι νανοσωλήνες είναι της μορφής «zigzag». Για χειραλική γωνία θ=30° ή αλλιώς για n=m, οι νανοσωλήνες αναδιατάσσονται υπό μορφή «armchair».

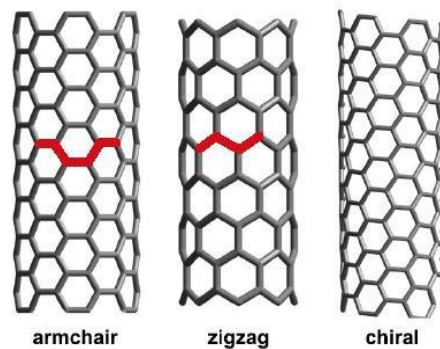
Η διάμετρος (d) του ιδανικού νανοσωλήνα άνθρακα μπορεί να υπολογιστεί γνωρίζοντας τους δείκτες n,m, από τη σχέση:

$$d = \frac{a}{\pi} \sqrt{(n^2 + nm + m^2)}$$

και το μήκος της περιφέρειας του σωλήνα (L) υπολογίζεται από τη σχέση:

$$L = \pi d$$

όπου a= 0.246nm (σταθερά)



Εικ.6.6 Οι τρεις δυνατές μορφές που μπορούν να λάβουν οι νανοσωλήνες άνθρακα μονού τοιχώματος, ανάλογα με τη μεταβολή της χειραλικής γωνίας.(αριστερά δομή «armchair», στο κέντρο δομή «zigzag», δεξιά χειραλική δομή).

Νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων- Russian Doll Model- Parchment model

Οι νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, αποτελούνται από πολλαπλά περιτυλιγμένα στρώματα γραφενίου. Αυτά τα περιτυλιγμένα στρώματα είναι επί της ουσίας ομόκεντροι κύλινδροι. Υπάρχουν δύο μοντέλα που χρησιμοποιούνται για να περιγράψουν τις δομές αυτών των νανοσωλήνων. Σύμφωνα με το «Russian Doll» μοντέλο, φύλλα γραφενίου έχουν τακτοποιηθεί σε ομόκεντρους κυλίνδρους. Παραδείγματος χάρη, ένας (0,8) SWCNT μέσα σε έναν μεγαλύτερο (0,17) SWCNT νανοσωλήνα άνθρακα. Σύμφωνα με το «Parchment» μοντέλο, ένα φύλλο γραφενίου έχει περιτυλιχτεί γύρω από τον εαυτό του, θυμίζοντας ως δομή αυτή της περγαμηνής. Η ενδιάμεση απόσταση μεταξύ των πολλαπλών τοιχωμάτων προσεγγίζει σε τιμή αυτή που έχουν τα φύλλα γραφενίου μεταξύ τους στο γραφίτη και είναι περίπου ίση με 3,4 Å. Παρολ' αυτά το Russian Doll μοντέλο, παρατηρείται πιο συχνά. Σημειώνεται εδώ ότι εκτός από τους πολλαπλούς τρόπους αναδίπλωσης του γραφενίου προς σχηματισμό του κυλινδρικού τοιχώματος, σημαντικό ρόλο ως προς το πεδίο ανάπτυξης των ιδιοτήτων διαδραματίζουν τα γεωμετρικά τους χαρακτηριστικά, ο

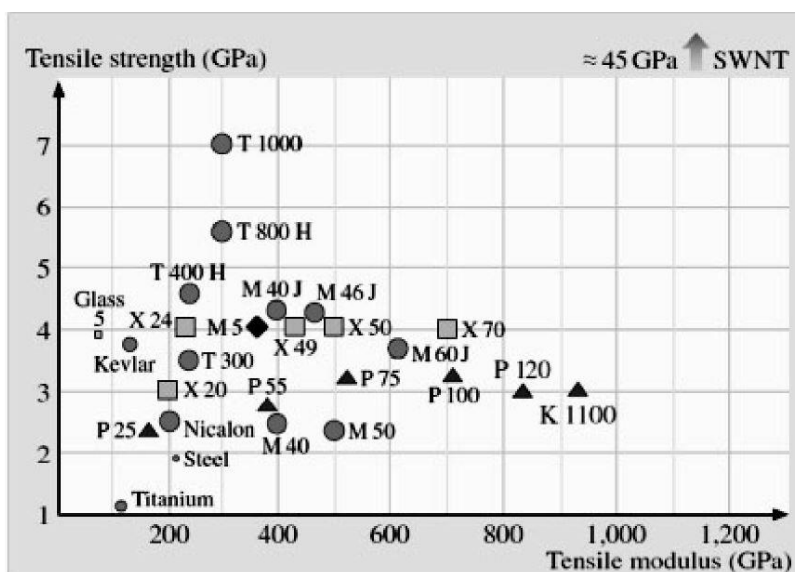
προσανατολισμός των εξαγώνων σε σχέση με τον διαμήκη άξονα του νανοσωλήνα, ο βαθμός κρυσταλλικότητας καθώς και οι ατέλειες δομής, όπως η ύπαρξη πενταμελών και επταμελών δακτυλίων έναντι των εξαγωνικών.

Οι νανοσωλήνες άνθρακα είναι τα πιο ελαφριά και ανθεκτικά υλικά. Η ειδική τους επιφάνεια αγγίζει τα 1000 m²/g, η πυκνότητά τους κυμαίνεται στα 1.3 g/cm³ και η αντοχή που επιδεικνύουν σε εφελκυσμό πηγάζει από τους ομοιοπολικούς δεσμούς μεταξύ των ατόμων άνθρακα στο πλέγμα τους. Έχει αναφερθεί ότι ένας MWCNT παρουσιάζει αντοχή σε εφελκυσμό ίση με 150 GPa. Αυτό μεταφράζεται στην ικανότητα ενός καλωδίου με διατομή 1 mm² να αντέχει βάρος 15000 Kg. Επίσης οι νανοσωλήνες άνθρακα παρουσιάζουν πολύ υψηλό μέτρο ελαστικότητας Young κατά την αξονική διεύθυνση. Από τη στιγμή που ανακαλύφθηκαν αναμενόταν ότι θα παρουσίαζαν πολύ υψηλές μηχανικές ιδιότητες, λόγω της γραφιτικής τους δομής. Ήταν για αρκετό καιρό γνωστό ότι ο γραφίτης είχε μέτρο ελαστικότητας στη διεύθυνση των επιπέδων του περίπου ίσο με 1.06 TPa και οι νανοσωλήνες αναμενόταν να εμφανίζουν παρόμοια τιμή.

Παρόλο που η αντοχή σε εφελκυσμό του γραφίτη δεν ήταν επακριβώς γνωστή, ο Perepelkin εκτίμησε υπολογιστικά ότι αυτή προσεγγίζει τα 130 GPa, με βάση την ισχύ των δεσμών C-C. Εξάλλου ο Bacon είχε παρασκευάσει γραφιτικά ινίδια το 1960 με τάση διαρροής 20 GPa. Επομένως, οι προσδοκίες για τους νανοσωλήνες άνθρακα αφορούσαν στο να επιδείξουν ανάλογα υψηλή τάση θραύσης και ελαστικότητα. Πολύ πριν σημαντικές ποσότητες νανοσωλήνων άνθρακα υπάρξουν διαθέσιμες για μηχανικές μετρήσεις, αρκετές εργασίες δημοσιεύτηκαν με θεωρητικές μελέτες για τον προσδιορισμό των ιδιοτήτων τους. Ήδη από το 1993, ο Overney και οι συνεργάτες του υπολόγισαν το μέτρο ελαστικότητας SWCNT αποτελούμενων από μόλις 400 άτομα άνθρακα στα 1500 GPa, παρόμοιο δηλαδή με αυτό του γραφίτη. Ακολούθησε πλήθος εργασιών που προέβλεπαν μέτρο ελαστικότητας κοντά στο 1 TPa, ανεξάρτητο από τον τύπο του νανοσωλήνα και τη διάμετρο αυτού. Όσον αφορά στις πειραματικές μετρήσεις, αυτές εμφανίζουν μια μεγάλη διακύμανση στη βιβλιογραφία, λόγω των διαφορετικών ειδών νανοσωλήνων που έχουν χρησιμοποιηθεί (αριθμός τοιχωμάτων, μήκος, χειραλικότητα), των διαφορετικών μεθόδων παραγωγής των νανοσωλήνων (έχει ήδη τονιστεί ότι οι ιδιότητές τους εξαρτώνται άμεσα από αυτές) και τέλος λόγω των διαφορετικών πειραματικών μεθόδων προσδιορισμού που ακολουθήθηκαν. Οι MWCNTs παρουσιάζουν μέτρο ελαστικότητας ~1 TPa, η μέγιστη αντοχή έναντι θραύσης σε εφελκυσμό κυμαίνεται μεταξύ δεκάδων GPa, ενώ έχει αναφερθεί μέγιστη ικανότητα δυναμικής ανάληψης παραμόρφωσης 12%.

Οι νανοσωλήνες άνθρακα είναι επίσης ιδιαίτερα ανθεκτικοί σε μηχανική καταπόνηση κάμψης και παρουσιάζουν μεγάλη αντοχή στη θραύση. Θα πρέπει εδώ να τονιστεί ότι οι παραπάνω τιμές έχουν μετρηθεί από πειράματα όπου χρησιμοποιήθηκαν MWCNTs που είχαν παραχθεί με τη μέθοδο τόξου εκκένωσης, η οποία και δίνει νανοσωλήνες με τις λιγότερες δομικές ατέλειες. Οι παραγόμενοι νανοσωλήνες με τη μέθοδο CVD, οι οποίοι είναι και οι ευρύτερα χρησιμοποιούμενοι σήμερα, εμφανίζουν υποδεέστερες ιδιότητες, λόγω των περισσότερων εσωκλειόμενων ατελειών στη δομή τους. Ο Xie και οι συνεργάτες του με μηχανικές μετρήσεις σε MWCNTs που είχαν παραχθεί με τη μέθοδο CVD προσδιόρισαν το μέτρο ελαστικότητας στα 450 GPa και την εφελκυστική αντοχή έναντι θραύσης στα 4 GPa, τιμές δηλαδή μια τάξη μεγέθους χαμηλότερη σε σχέση με τους παραχθέντες MWCNTs από τη μέθοδο εκκένωσης τόξου. Οι νανοσωλήνες που χρησιμοποιήθηκαν στην παρούσα εργασία αποτελούν προϊόν της εταιρείας Nanocyl®, έχουν παρασκευασθεί μέσω τεχνικής CVD και οι μηχανικές τους ιδιότητες αφορούν σε 300 GPa μέτρο ελαστικότητας, 10 GPa μέγιστη εφελκυστική αντοχή έναντι θραύσης και 10% μέγιστη ικανότητα ανάληψης παραμόρφωσης. Οι δυνατότητες εφελκυστικής δυναμικής απόκρισης των SWCNTs είναι ανώτερες από αυτές των MWCNTs, λόγω της ολίσθησης των τοιχωμάτων των MWCNTs κατά τη φόρτιση (τηλεσκοπικό φαινόμενο). Το μέτρο ελαστικότητας για τους SWCNTs έχει προσδιοριστεί περίπου στα 1.3 TPa, ενώ η αντοχή τους έναντι εφελκυστικής θραύσης κυμαίνεται μεταξύ των 10-52 GPa. Στο παρακάτω σχήμα παρουσιάζεται μια διαγραμματική συσχέτιση της αντοχής και του μέτρου ελαστικότητας για τους SWCNTs και άλλες ίνες

που χρησιμοποιούνται στα σύνθετα υλικά. Εύκολα γίνεται κατανοητή η υπεροχή των νανοσωλήνων, αλλά και η επιμονή των ερευνητών για τη μηχανική ενίσχυση συνθέτων υλικών με νανοσωλήνες άνθρακα και άλλες εμπορικά διαθέσιμες ίνες.

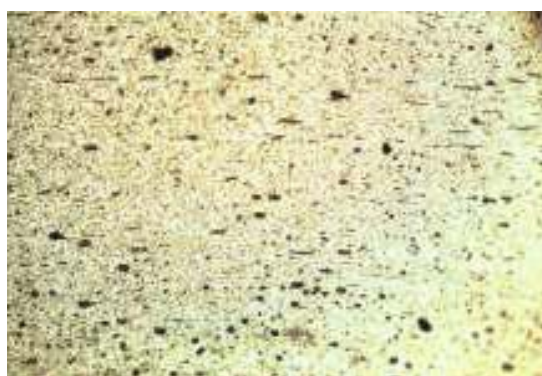


Εικ.6.7 Διάγραμμα εφελκυστικής αντοχής συναρτήσει του μέτρου ελαστικότητας για SWCNTs.

7. Βιβλιογραφική ανασκόπηση για παρασκευή σύνθετων-ενισχυμένων υλικών μεταλλικής μήτρας μέσω FSP.

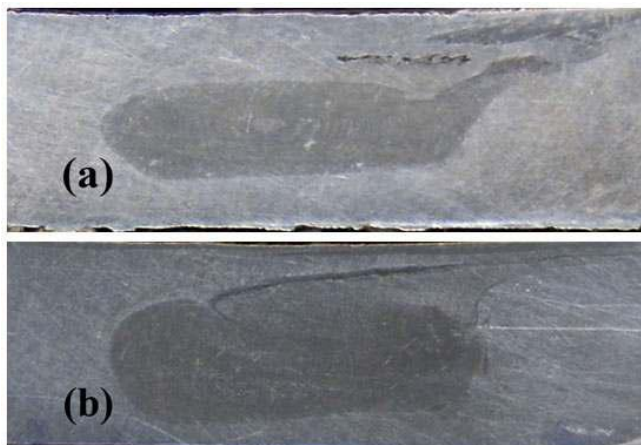
Οι Hossein Bisadi και AsgharAbasi [68] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για να μελετήσουν τη διασπορά και την ενσωμάτωση κεραμικών σωματιδίων TiB_2 , με μέσο μέγεθος κόκκων $2,62 \mu m$, σε εμπορικό κράμα αλουμινίου 7075-O (Al-Zn-Mg, σε ανοπτημένη κατάσταση). Η εισαγωγή των σωματιδίων ενίσχυσης έγινε με τη δημιουργία μίας μικρού βάθους αυλάκωσης στο έλασμα του αλουμινίου πλάτους $1 mm$ και βάθους $2 mm$. Μετά την τοποθέτηση της σκόνης TiB_2 στο αυλάκι τα δείγματα υποβλήθηκαν σε δύο περάσματα FSP.

Για την κατεργασία χρησιμοποιήθηκε ένα εργαλείο από σκληρυνόμενο χάλυβα H-13 το οποίο αποτελείται από ένα περιαιχένιο διαμέτρου $16 mm$ και έναν πείρο διαμέτρου $5,4 mm$, με ύψος $3 mm$, αντίστοιχα. Η γωνία κλίσης του περιαιχενίου ορίστηκε στις 3° . Οι παράμετροι οι οποίες μελετήθηκαν ήταν ο ρυθμός περιστροφής του εργαλείου που ορίστηκε στα $450, 825$ και $1115 rpm$ καθώς και η ταχύτητα πρόωσης του περιστρεφόμενου εργαλείου σε 32 και $60 mm/min$.



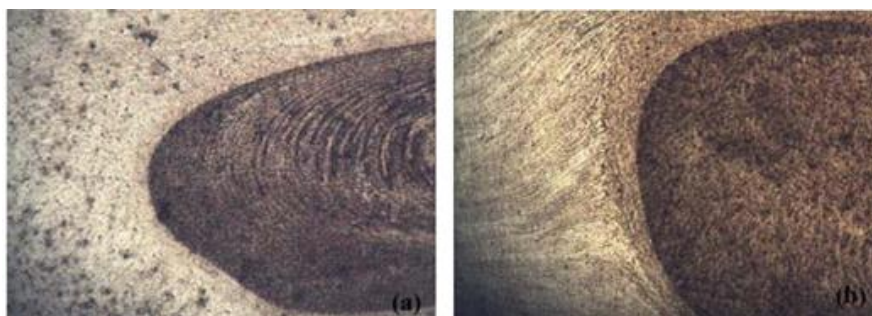
Εικ.7.1 Μικροδομή του ανοπτημένου κράματος αλουμινίου 7075-O.

Στον αναμορφωμένο μικροδομικό ιστό ανάπτυξης, τα κατακρημνίσματα των ενώσεων $MgZn_2$ εμφανίζονται ως σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου σωματίδια εκ των οποίων τα περισσότερα επιμηκύνονται κατά τη φορά έλασης. Μετά την υποβολή του δοκιμίου σε κατεργασία FSP δεν παρατηρήθηκαν επιφανειακές ατέλειες ή ελαττώματα, όπως κενά τύπου τούνελ, ημισυνεκτικές βαθμίδες οξειδίων και διακλαδιζόμενες ρωγμές



Εικ.7.2 Εγκάρσια τομή της ζώνης ανάδευσης έπειτα από την υποβολή του κραματος 7075-O σε διεργασία FSP (a) mm 450 rpm και 32 mm / min, (b) 825rpm και 32 mm/ min.

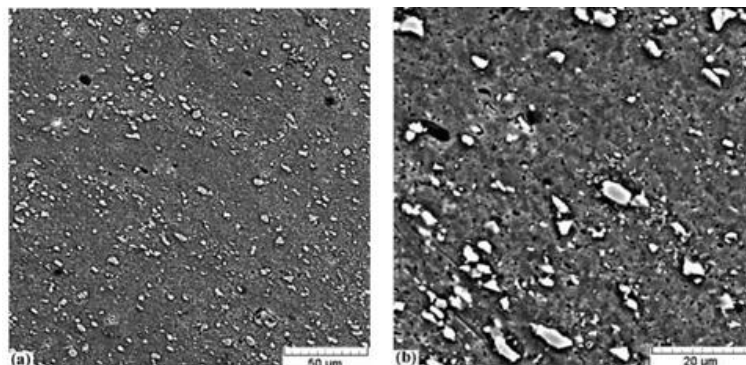
Το δοκίμιο το οποίο παρασκευάστηκε με ταχύτητα περιστροφής 450 στροφές ανά λεπτό, παρουσιάζει ανομοιογένεια με εναρκτήριο σημείο εμφάνισης αυτής, τη διεπιφάνεια επαφής του δοκιμίου με το περιαιχένιο. Τα σωματίδια τείνουν να παραμείνουν συσσωματωμένα σε μία γραμμή που επιμηκύνεται από την προωθούμενη πλευρά προς την υποχωρούσα. Καθώς αυξάνεται η ταχύτητα περιστροφής στις 850 περιστροφές ανά λεπτό, η κατανομή των σωματιδίων ακολουθεί πιο ομοιόρφη διασπορά με ομοιογενή κατανομή του μέσου μεγέθους αυτών.



Εικ.7.3 Οπτική μικρογραφία της διεπαφής ζώνης, (α) 450 rpm και 32 mm / min (β) 1115rpm και 32 mm / min.

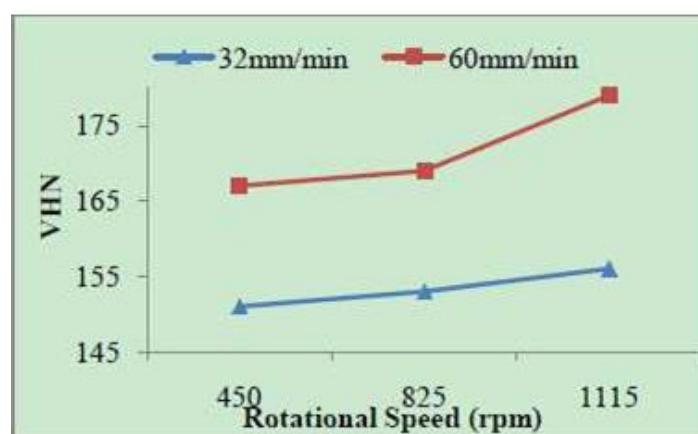
Στις παραπάνω μικρογραφικές δομές διακρίνεται η διεπιφάνεια συναρμογής και οι διασυνδεδετικές απολήξεις μεταξύ του σύνθετου στρώματος και του υποστρώματος. Το επιφανειακό σύνθετο στρώμα εμφανίζεται να φέρει πολύ ικανοποιητική διασυνδεδεσιμότητα με το υπόστρωμα κράματος Al7075. Όπως προκύπτει από το σχήμα, η ανάδευση του υλικού και η πλαστική παραμόρφωση δεν είναι αρκετά ισχυρές με αποτέλεσμα τα κεραμικά σωματίδια να κινούνται σε ομαδοποιημένες συστοιχίες ανάπτυξης διαμορφώνοντας ελλειπτικές δομές “onion rings” εντός του πυρήνα συγκόλλησης. Με την αύξηση της περιστροφικής ταχύτητας του εργαλείου, η οποία

συνοδεύεται από αύξηση της τοπικής θερμοκρασίας, η ροή του υλικού και η κατανομή των σωματιδίων παρουσιάζει επιβελτιωτική πορεία. Αυτό σημαίνει ότι, η ροή υλικού ενισχύεται με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής εξαιτίας της πλαστικής παραμόρφωσης συνδυαζόμενης με την αύξηση της θερμοκρασίας. Επίσης, από την παρατήρηση στο οπτικό μικροσκόπιο, η ζώνη ανάδευσης και η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (TMAZ) καθίστανται πλήρως διακριτές.



Εικ.7.4 Εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης όπου απεικονίζεται (a) η κατανομή των σωματιδίων TiB_2 (b) τα διαλυμένα κατακρημνίσματα εντός του υποστρώματος

Η διασπορά της κατανομής των κεραμικών φάσεων TiB_2 (σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου σωματίδια), είναι ικανοποιητικά ομοιόμορφη και δεν παρατηρείται κάποιο ελάττωμα ή ανάπτυξη μικροπορώδους. Επιπλέον, από την εικόνα προκύπτει ότι τα σωματίδια TiB_2 έχουν πολύ καλή πρόσφυση, άριστη γωνία διαβροχής και χημικομηχανική διασυνδεσιμότητα με το υπόστρωμα. Μετά από δύο περάσματα με την εργαλειομηχανή της FSP, τα κατακρημνίσματα διαλυτοποιούνται εντός της μητρικής φάσης του υποστρώματος αλουμινίου.



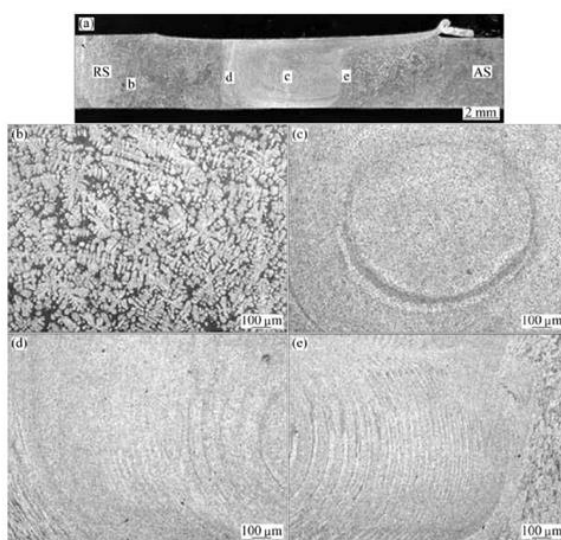
Εικ.7.5 Μικροσκληρότητα σε Vickers

Παρατηρείται ότι η σκληρότητα κατά Vickers ξεπερνά τα 100 HV σε όλες τις μελετώμενες περιπτώσεις, ενώ η μέση σκληρότητα του κράματος Al7075-O κυμαινόταν περίπου στα 64 HV. Από το διάγραμμα προκύπτει ότι η σκληρότητα του υλικού εξαρτάται από την ταχύτητα περιστροφής και επηρεάζεται ακόμα περισσότερο από την ταχύτητα πρόωσης. Η υψηλότερη τιμή σκληρότητας αποδίδεται στα 179 HV και παρατηρείται για ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου 1115 rpm και ταχύτητα πρόωσης 60mm/min. Αντίστοιχα τα αποτελέσματα των δοκιμών μονοαξονικού εφελκυσμού έδειξαν ότι η προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης αύξησε σημαντικά την μέγιστη αντοχή σε θραύση

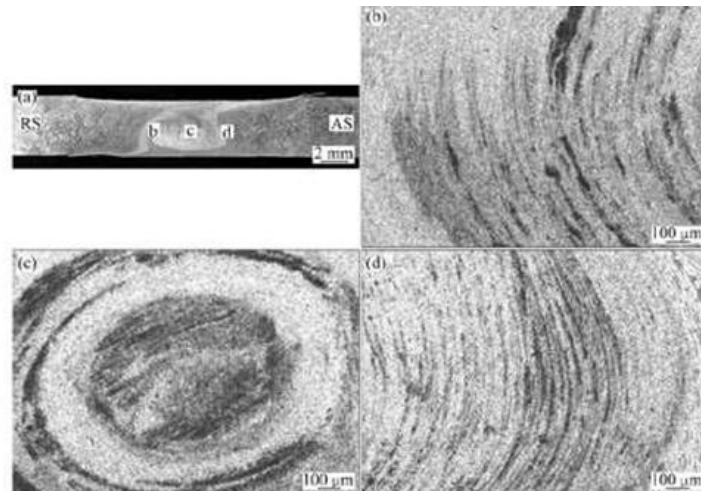
σύνθετου από 91MPa σε 184MPa. Με την αύξηση της ταχύτητας περιστροφής ενισχύθηκε η αντοχή, αλλά χωρίς να επηρεαστεί το όριο διαρροής του σύνθετου υλικού.

Οι Don-Hyun CHOI et al. [69] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC σε κράμα αλουμινίου A356 με τη χρήση της FSP, με άμεσο στόχο να ενισχύσουν τις μηχανικές του ιδιότητες. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε αποτελείτο από σκληρυνόμενο εργαλειοχάλυβα H-13 με σπειροειδή πείρο. Η ταχύτητα περιστροφής ορίστηκε στις 1180 rpm και η ταχύτητα πρόωσης σε 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 αναπτύχθηκαν με την εφαρμογή δύο περασμάτων της FSP.

Η ζώνη συγκόλλησης χωρίς την προσθήκη σωματιδίων SiC παρουσιάζει ένα ελλειπτικό σχήμα εντός του οποίου εμφανίζονται δακτύλιοι (οπίοι rings), σχηματιζόμενοι λόγω της θερμότητας από την τριβή που προκαλεί το περιστρεφόμενο εργαλείο και της διέλασης του μετάλλου που προκαλείται από την κίνηση προς τα εμπρός [70]. Η μικροδομή του μετάλλου βάσης παρουσιάζει διαφορετική εικόνα από τη ζώνη συγκόλλησης. Στο μέταλλο βάσης παρατηρείται δενδριτική δομή σύστασης α-φάσης η οποία περιβάλλεται από μία ευτητική φάση Al-Si εμπλουτισμένης σε Si. Μεταβαίνοντας στη ζώνη συγκόλλησης η δενδριτική μικροδομή εξαλείφεται και λεπτότερα σωματίδια Si διασπείρονται σε ολόκληρη τη ζώνη συγκόλλησης. Παράπλευρα της ζώνης συγκόλλησης βρίσκονται οι θερμομηχανικά επηρεασμένες ζώνες της υποχωρούσας και της προωθούμενης πλευράς, των οποίων οι μικροδομές είναι σημαντικά διαφοροποιούμενες 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.

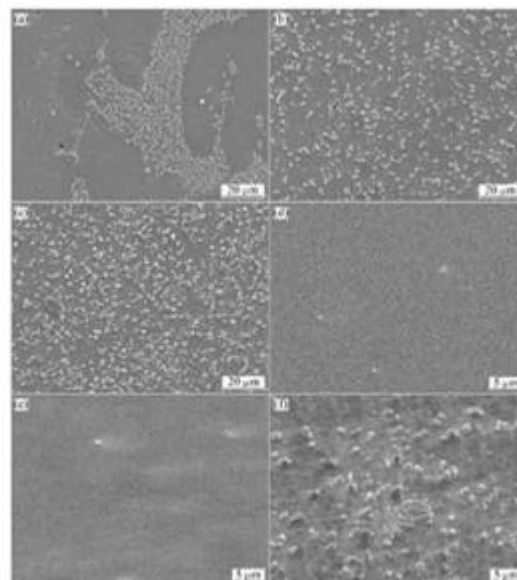


Εικ.7.6 (a) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP A356 χωρίς προσθήκη SiC (b)εικόνα μικροσκοπίου από το μέταλλο βάσης (c) ζώνη συγκόλλησης (d) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (e) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά.



Εικ.7.7 (α) Εγκάρσια τομή του κατεργασμένου με FSP A356 με προσθήκη SiC (β) ΘΜΕΖ υποχωρούσα πλευρά, (γ) ζώνη συγκόλλησης, (δ) ΘΜΕΖ προωθούμενη πλευρά.

Οι Don-Hyun CHOI et al. [69] παρατήρησαν ότι στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη τα σωματίδια SiC κατανέμονται σε επιμήκεις λωρίδες. Οι υψηλές τάσεις και η παραγόμενη θερμότητα από το περιστρεφόμενο εργαλείο είναι τα αίτια που προκαλούν την παραμόρφωση σε αυτήν την περιοχή, έτσι ώστε τα συσσωματωμένα σωματίδια να εκτείνονται στις διευθύνσεις των διαμηθικών τάσεων.



Εικ.7.8 Μικροδομή ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης από κατεργασμένα με FSPed δοκίμια A356 με (α,b,c) και χωρίς (d,e,f) χημική προσβολή: (α,d) μέταλλο βάσης χωρίς σωματίδια SiC, (β,e) Ζώνη Ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC και (γ,f) ζώνη ανάδευσης με σωματίδια SiC.

Στις παραπάνω εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας παρουσιάζεται ο μικρογραφικός ιστός του μετάλλου βάσης και της ζώνης ανάδευσης χωρίς προσθήκη κεραμικής φάσης SiC και με προσθήκη κεραμικής φάσης SiC. Στο μέταλλο βάσης τα σωματίδια Si ανακατανέμονται μερικώς και με ετερογένεια στην αρχική φάση α και σχηματίζουν μία ευτηκτική δομή. Αντίθετα τα σωματίδια του Si χαρακτηρίζονται από ομοιογενή διασπορά στη ζώνη ανάδευσης και η πλακοειδής μορφολογία τους παύει πλέον να υφίσταται. Αυτό πιθανότατα να οφείλεται στο γεγονός ότι τα πλακοειδή σωματίδια Si

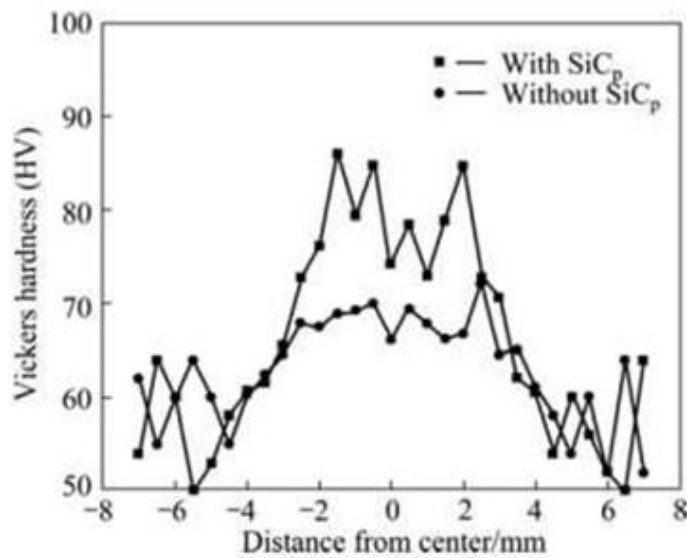
διασπώνται σε ελαφρώς λεπτότερα σωματίδια από την ανάδευση του εργαλείου. Επίσης, η ζώνη ανάδευσης με ενίσχυση κεραμικής φάσης SiC διαστατικά φαίνεται να φέρει τα ίδια γεωμετρικά χαρακτηριστικά με τη ζώνη ανάδευσης χωρίς ενίσχυση κεραμικής φάσης SiC.

Ωστόσο, τα ευτηκτικά σωματίδια Si και η δευτερεύουσα φάση διασποράς και ενίσχυσης SiC δεν διακρίνονται ξεκάθαρα μεταξύ τους διότι φέρουν παρεμφερή μορφολογικά χαρακτηριστικά και χημική συστασιολογία. Έτσι δεν είναι δυνατός ο διαχωρισμός των συμμετεχόντων σωματιδίων Si και SiC μέσω της αναλυόμενης μικροδομής, έπειτα από την εφαρμογή χημικής προσβολής. Από τις εικόνες της μικροδομής χωρίς χημική προσβολή (d)-(f) όπως αναμένετο δεν παρατηρούνται σωματίδια στο μέταλλο βάσης και στη ζώνη ανάδευσης (αφού στη κατεργασία αυτή δεν έχει εισαχθεί κλάσμα όγκου συμμετοχής SiC), ωστόσο πολλά σημεία εντοπισμού παρένθεσης κεραμικής φάσης SiC παρατηρούνται στη ζώνη ανάδευσης του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη σωματιδίων SiC. Πολλά από αυτά αναδιανέμονται ομοιογενώς στη ζώνη ανάδευσης και η διασπορά των μεγεθών τους κυμαίνεται από 1 ως 4μm. Παρατηρείται ότι το διαφορετικό μέγεθος των σωματιδίων σχετίζεται με την ανάδευση του εργαλείου, όπου ισχυρές παραμορφώσεις στην ζώνη ανάδευσης προκαλούν την θραύση των κεραμικών ενώσεων SiC.

Τα προφίλ μικροσκληρομέτρησης αποδόθηκε κατά μήκος της εγκάρσιας τομής των ζωνών ανάδευσης των δοκιμίων που παρήχθησαν με και χωρίς σωματίδια ενίσχυσης. Το μέταλλο βάσης παρουσιάζει ένα πολύ ευρύ φάσμα σκληρότητας, από περίπου 50 HV έως 65 HV. Το στερεό διάλυμα αντικατάστασης του αλουμινίου, το οποίο καταλαμβάνει ένα μεγάλο κλάσμα όγκου επί του συνολικού υλικού, φέρει χαμηλότερη βαθμίδα σκληρότητας από το πυριτίο. Στην μητρική φάση η σκληρότητα είναι περίπου 50 HV, ενώ στις γεινιάζουσες με την ευκτητική φάση Al-Si περιοχές, η σκληρότητα ανέρχεται στα 60 HV. Ωστόσο, η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης παρουσιάζει μεγαλύτερη ομοιομορφία τιμών από ό,τι εκείνη του μετάλλου βάσης, λόγω των λεπτοκρυσταλλικότερων και πιο ομοιόμορφα διεσπαρμένων σωματιδίων Si. Η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης χωρίς σωματίδια SiC, η οποία κυμαίνεται από 60 HV έως 65 HV, είναι επίσης ομοιόμορφα κατανομημένη και εμφανίζει μικρότερη διακύμανση. Συγκριτικά η ζώνη ανάδευσης που παρήχθη με την προσθήκη σωματιδίων SiC παρουσιάζει υψηλότερες τιμές σκληρότητας σε ένα ευρύτερο φάσμα απόκρισης από 60 έως 85 HV. Αυτό το φαινόμενο αποδίδεται στην καταστολή της ολίσθησης των ορίων των κόκκων (GBS) που προκαλείται από την παρουσία των σωματιδίων SiC και στη μείωση του μεγέθους των κόκκων.

Οι Jun Qu et al. [71] χρησιμοποίησαν την τεχνική FSP για να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα αλουμινίου με υψηλή συγκέντρωση σωματιδίων ενίσχυσης (>20 κ.ο.%). 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 JunQuetal. ισχυρίζονται ότι οι φαινόμενες πυκνότητες των κόκκων είναι σημαντικά χαμηλότερες από τις πυκνότητες των στερεών φάσεων της αλούμινας και της στοιχειομετρικής φάσης του καρβιδίου. 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 φαινόμενης πυκνότητας της σκόνης ρ_{powder} , και της πυκνότητας της σκόνης σε χύδην μορφή (bulk) ρ_{bulk} όπως εκφράζεται στην εξίσωση:

$$f_r = \frac{f_v}{(\rho_{powder}/\rho_{bulk}) + f_v (1 - (\rho_{powder}/\rho_{bulk}))}$$

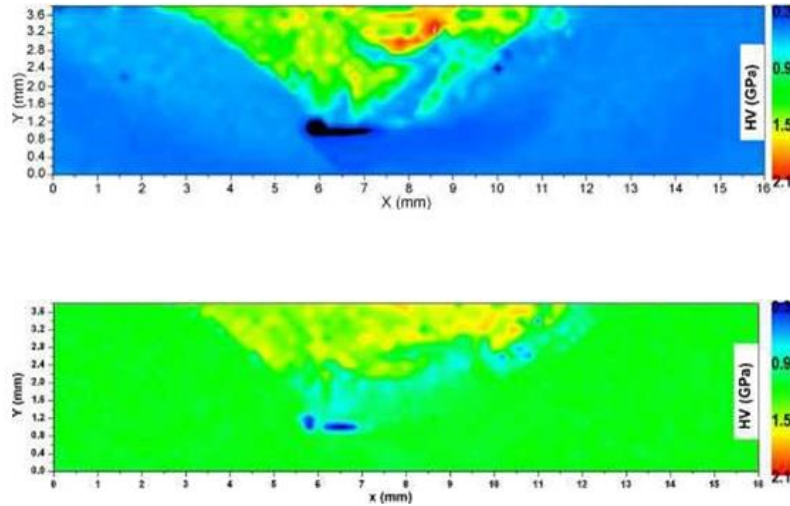


Εικ.7.9 Κατανομή της σκληρότητας Vickers των κατεργασμένων με FSP A356 δοκιμίων με και χωρίς σωματίδια ενίσχυσης SiC.

Οι Jun Quetal. διαπίστωσαν ότι η ανάμιξη των κόνεων με νερό μπορεί να αυξήσει τις φαινόμενες πυκνότητες των κόνεων Al_2O_3 και SiC σε 1,30 και 1,76 g/cm^3 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 αυτής.

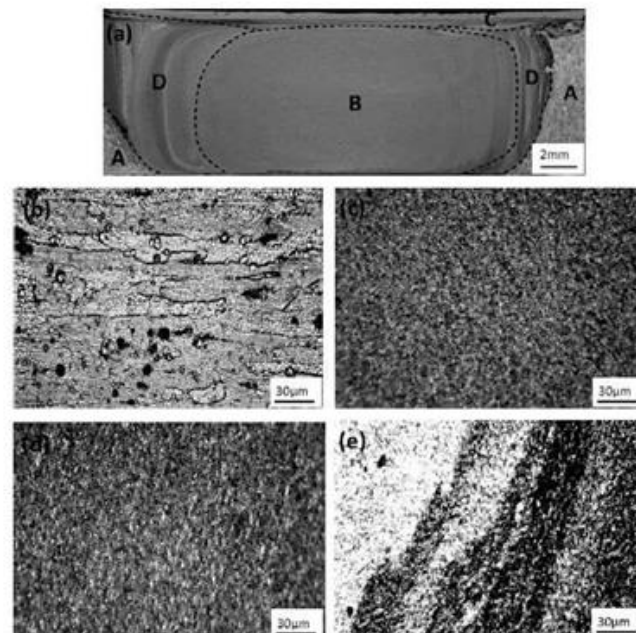
Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία FSP αποτελείτο από ένα περιαιχένιο διαμέτρου 19,05 mm και έναν πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 6,35 mm και μήκους 4 mm. Οι παράμετροι επιλέχθηκαν ανάλογα με το μέγεθος των σωματιδίων και την συγκέντρωση των σωματιδίων. Η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου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

Τα σύνθετα επιφανειακά στρώματα που προέκυψαν με προσθήκη 25 κ.ο.% Al_2O_3 και 30 κ.ο.% SiC, παρουσίασαν τουλάχιστον 20% αύξηση στις τιμές σκληρότητας σε σχέση με το αρχικό κράμα. Όπως φαίνεται στο σχήμα, μία χαμηλότερης σκληρότητας περιοχή περιβάλλει τη σύνθετη ζώνη, στο εσωτερικό της οποίας παρουσιάζεται αυξημένη σκληρότητα. Η μειωμένη σκληρότητα υποδηλώνει την απώλεια της σκλήρυνσης που οφείλεται στην απουσία κατανομής και διασποράς των κατακρημνισμάτων εντός της μητρικής φάσης. Προκειμένου να αντισταθμιστεί αυτή η πτώση των μηχανικών ιδιοτήτων λόγω εφαρμοζόμενης ανόπτησης κατά την διάρκεια της κατεργασίας FSP για την παραγωγή του σύνθετου επιφανειακού στρώματος Al-(25 κ.ο.%) Al_2O_3 , εφαρμόστηκε η θερμική κατεργασία T6. Η σκληρότητα των περισσότερων περιοχών μετά τη θερμική κατεργασία αυξήθηκε από τα 0,5-0,6 GPa σε 1,0-1,2 GPa ενώ σε ορισμένα σημεία παρουσιάστηκε μειωμένη βαθμίδα σκληρότητας, η οποία αποδόθηκε στην δημιουργία πόρων κατά την FSP.



Εικ.7.10 Χαρτογράφηση της σκληρότητας στην εγκάρσια τομή της σύνθετης επιφάνειας Al-Al₂O₃ (a) μετά την κατεργασία FSP (b) μετά την θερμική μετακατεργασία T6.

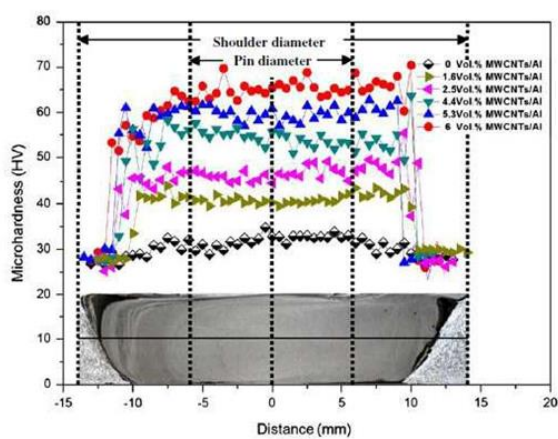
Οι Qiang Liu et al. [72] μελέτησαν τις μηχανικές ιδιότητες και τη μικροδομή που προέκυψε από την εισαγωγή νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWNCT) σε μήτρα αλουμινίου με την χρήση της FSP. Το μητρικό υλικό που χρησιμοποιήθηκε ήταν κράμα αλουμινίου 1016. Η εισαγωγή των νανοσωλήνων άνθρακα έγινε με την τοποθέτησή τους σε έξι οπές ίδιου βάθους (3,5 mm) και διαφορετικής διαμέτρου (0mm, 2mm, 4mm, 6mm, 8mm, 10mm) από τις οποίες πρόεκυψαν 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 περιαιχένιο διαμέτρου 26,8mm και πείρο διαμέτρου 12mm και μήκους 7,8mm. Οι παράμετροι οι οποίες ρυθμίστηκαν ήταν η ταχύτητα περιστροφής ίση με 950rpm, η ταχύτητα πρόωσης 30mm/min και η γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Για την ομοιόμορφη κατανομή των νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό διενεργήθηκαν πέντε περάσματα FSP.



Εικ.7.11 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 περιαιχενίου (e) θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη.

Το μέγεθος κόκκων που προσμετρήθηκε στο σύνθετο υλικό μετά την κατεργασία FSP κυμαινόταν από 50-100 nm ενώ ταυτόχρονα παρουσιάστηκε υψηλή πυκνότητα διαταραχών. Η ανακατανομή και η αναδιάταξη των πυκνωμάτων των διαταραχών καθώς και η υπέρλεπτη κοκκομετρία οφείλονται στη δυναμική ανακρυστάλλωση, η οποία λαμβάνει χώρα κατά την διάκεια της μεθόδου FSP. Η εκλέπτυνση της δομής αποδίδεται επίσης και στην παρεμπόδιση που προκαλεί η παρουσία των νανοσωλήνων άνθρακα στην ανάπτυξη των κόκκων, φαινόμενο το οποίο φέρει διεθνώς τον όρο rinning effect [73].

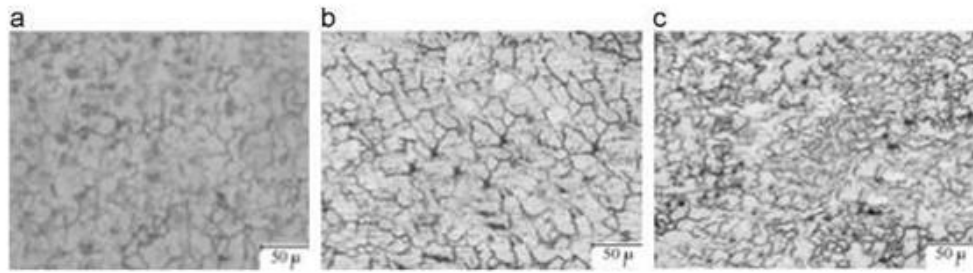
Όσον αφορά στη σκληρότητα του παραχθέντος υλικού, από τη προφίλομετρία της μικροσκληρομέτρησης καθίσταται εμφανές ότι η αύξηση της ποσοστιαίας συμμετοχής των νανοσωλήνων άνθρακα στο υλικό προκαλεί ταυτόχρονα αύξηση της μικροσκληρότητας. Αυτή η επαύξηση της σκληρότητας μπορεί να αποδοθεί στο συνδυασμό της εκλέπτυνσης των κόκκων και την ισχυροποίηση που προκαλείται από τους νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



Εικ.7.12 Μικροσκληρότητα των σύνθετων υλικών Al-MWNT με διαφορετικό κλάσμα όγκου συμμετοχής MWNT.

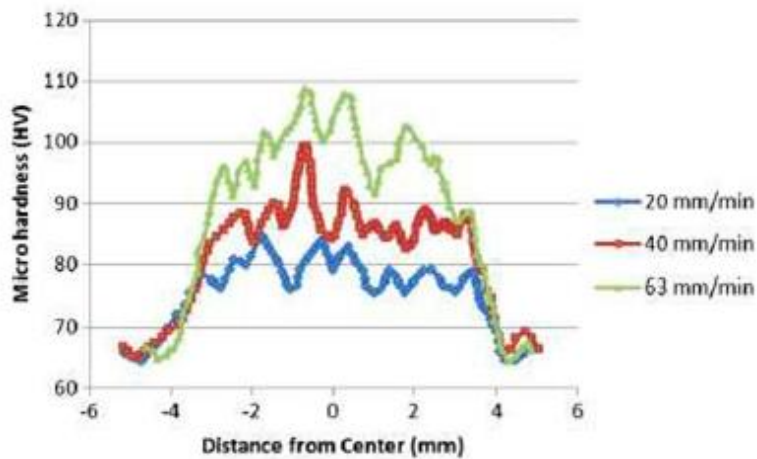
Οι D. Khaygamin et al. [74] χρησιμοποίησαν την FSP για να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε χυτό κράμα μαγνησίου AZ91, ενσωματώνοντας σκόνη στοιχειομετρικού οξειδίου SiO_2 με μέγεθος κρυσταλλιτών 10nm. Η σκόνη SiO_2 εισήχθη σε αυλάκι 1mm x 2mm, το οποίο αντιστοιχούσε σε κλάσμα όγκου συμμετοχής αυτής 8%. Για να αποφευχθεί η εκτίναξη της σκόνης πραγματοποιήθηκε κλείσιμο του αυλακίου με εργαλείο χωρίς πείρο. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την ανάπτυξη του σύνθετου υλικού αποτελείτο από τετραγωνικό πείρο διαστάσεων 4.4mm x 4.4mm και μήκους 4mm. Διατηρώντας σταθερές την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου στις 1250rpm και τη γωνία κλίσης του εργαλείου στις 3°, μελετήθηκε η επίδραση της ταχύτητας πρόωσης στη μικροδομή του σύνθετου υλικού καθώς και η επίδραση των πολλαπλών περασμάτων. Οι ταχύτητες πρόωσης που επιλέχθηκαν καθορίστηκαν στις 20, 40 63 mm/min.

Έπειτα από τη κατεργασία με FSP τόσο η παρουσία των σωματιδίων ενίσχυσης SiO_2 , τα οποία παρεμποδίζουν την ανάπτυξη των κόκκων, όσο και η δυναμική ανακρυστάλλωση επιφέρουν σημαντική μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων του μητρικού υλικού (με αρχικό μέσο μέγεθος κόκκου 140μm). Από τις μικρογραφικές απεικονίσεις συμπεραίνεται επίσης ότι η αύξηση της ταχύτητας πρόωσης (20, 40, 63 mm/min) επιφέρει περεταίρω μείωση του μέσου μεγέθους των κόκκων (14, 12μm, 11μm και 8 μm αντίστοιχα).



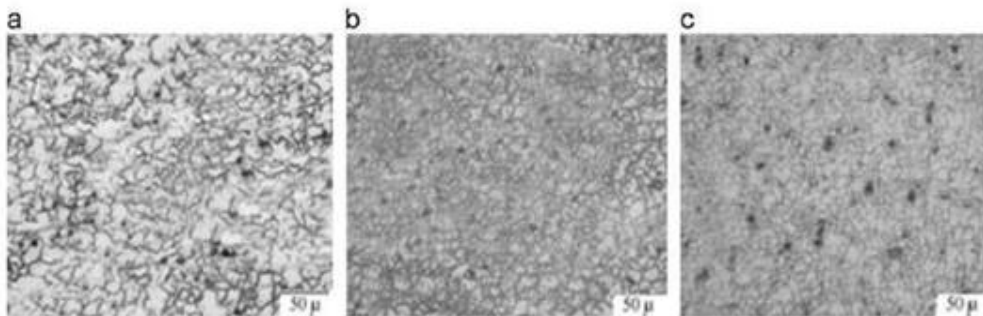
Εικ.7.13 Μικροδομικός ιστός της ζώνης ανάδευσης δοκιμίων που παρήχθησαν με σταδιακά αυξανόμενη ταχύτητα πρόωσης 20mm/min, 40mm/min και 60mm/min

Ταυτόχρονα με τη μείωση του μεγέθους των κόκκων επιτυγχάνεται αύξηση της σκληρότητας σε 108 HV, τιμή που αντιστοιχεί σε επιβαλλόμενη ταχύτητα πρόωσης 63 mm/min. Σύμφωνα με την σχέση Hall Petch, το όριο διαρροής, η μέγιστη εφελκυστική αντοχή σε θραύση καθώς και η σκληρότητα αυξάνονται όσο το μέσο μέγεθος των κόκκων μειώνεται.

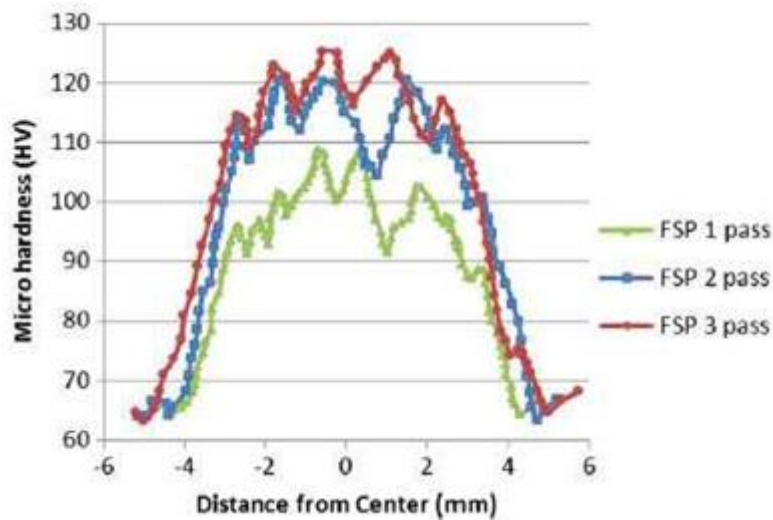


Εικ.7.14 Προφίλ μικροσκληρομέτρησης δοκιμίων που παρήχθησαν με ταχύτητα πρόωσης 20mm/min, 40mm/min και 60mm/min

Αντίστοιχη μείωση του μεγέθους κόκκων και ταυτόχρονη αύξηση της σκληρότητας παρατηρήθηκε μετά την εφαρμογή του δεύτερου και τρίτου περάσματος FSP. Η αύξηση του αριθμού των περασμάτων ομογενοποιεί την κατανομή των σωματιδίων στη μεταλλική μήτρα μειώνοντας το μέσο μέγεθος των κόκκων. Η μέγιστη τιμή της σκληρότητας στη συγκεκριμένη μελέτη επιτεύχθηκε στο δοκίμιο που παρήχθη έπειτα από την εφαρμογή τριών περασμάτων.

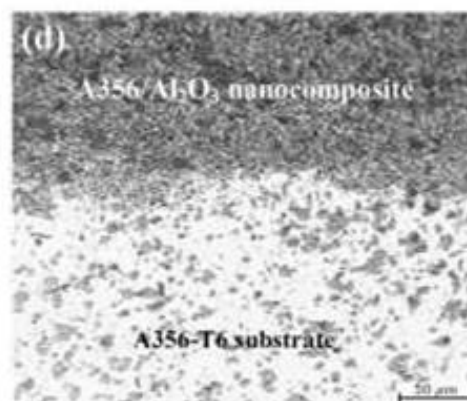


Εικ.7.15 Μικροδομή της ζώνης ανάδευσης των δοκιμίων που παρήχθησαν με την εφαρμογή (a) ενός, (b) δύο και (c) τριών περασμάτων.



Εικ.7.16 Προφίλ μικροσκληρότητας των δοκιμίων που παρήχθησαν με την εφαρμογή ενός, δύο και τριών περασμάτων

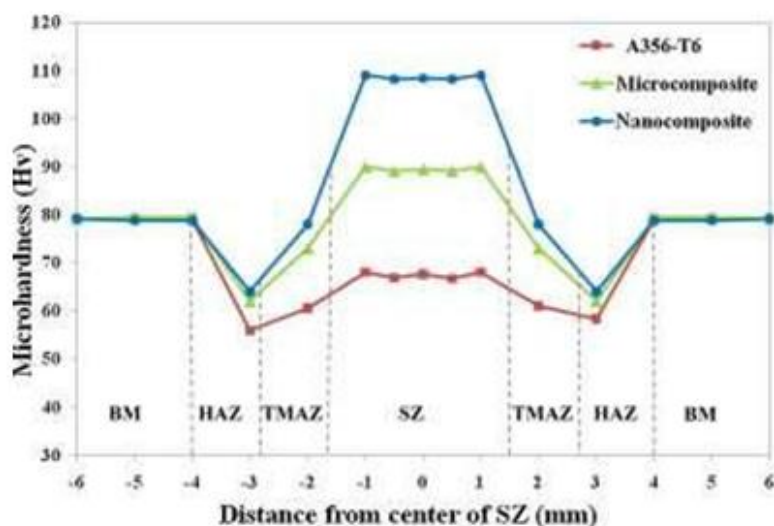
Οι Mazaheri et al. [75] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για να δημιουργήσουν ένα νανοσύνθετο επιφανειακό στρώμα εισάγοντας μικρο και νανοσωματίδια Al_2O_3 σε κράμα αλουμινίου. Η σκόνη Al_2O_3 αναμίχθηκε σε σφαιρόμυλο επιτυγχάνοντας τη δημιουργία μιας σύνθετης σκόνης Al-5%κ.ο. Al_2O_3 . Η σύνθετη σκόνη της οποίας η κοκκομετρία μετά από κοσκίνιση κυμαινόταν από 25 μm έως 63 μm , αποτέθηκε σε υπόστρωμα κράματος αλουμινίου A356-T6 με θερμικό ψεκασμό HVOF (high velocity oxy-fuel), έτσι ώστε να σχηματισθεί μία επικάλυψη πάχους 200 μm . Οι επικαλυμμένες πλάκες υποβλήθηκαν σε κατεργασία FSP με ταχύτητα περιστροφής 1600rpm, ταχύτητα πρόωσης 200mm/min και γωνία κλίσης του εργαλείου 2°. Το περιουχένιο του εργαλείου είχε διάμετρο 18mm και αποτελείτο από έναν κυλινδρικό πείρο με σπείρωμα διαμέτρου 3,6mm και μήκους 4mm. Μετά την εφαρμογή της FSP τα σωματίδια της νανο- Al_2O_3 επαναδιανεμήθηκαν στη ζώνη ανάδευσης λόγω της εκδήλωσης του έντονου φαινομένου της στροβιλίζουσας ροής κατά τη διάρκεια της διαδικασίας. Το σύνθετο επιφανειακό στρώμα εμφανίζει άριστη χημικομηχανική διασυνδεσιμότητα με το υπόστρωμα του αλουμινίου και δεν παρατηρείται ανάπτυξη μορφολογικών ατελειών.



Εικ.7.17 Εγκάρσια τομή νανοσύνθετης επιφάνειας A356/ Al_2O_3 .

Έχει αναφερθεί [76] ότι η FSP στο κράμα A356 προκαλεί μείωση της σκληρότητας στη ζώνη ανάδευσης λόγω της διαλυτοποίησης των κατακρημνισμάτων που οδηγούν μονοσήμαντα σε 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

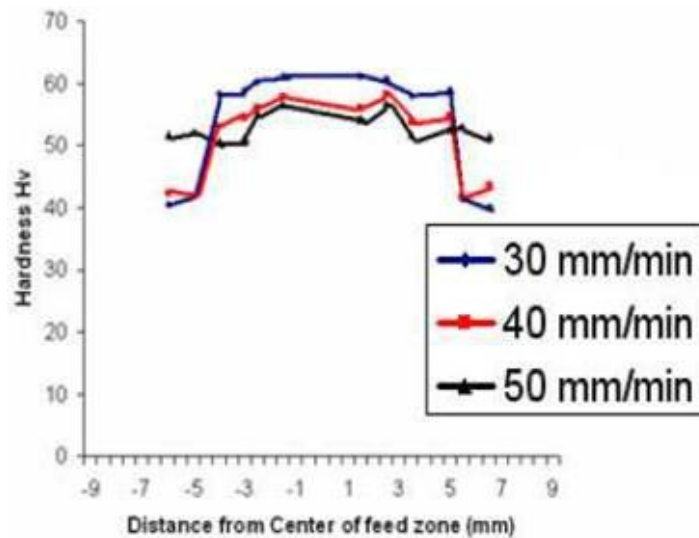
αναδιαλυτοποίηση των κατακρημνισμάτων σε κράματα που επιδέχονται θερμική κατεργασία. Όπως φαίνεται και στο προφίλ μικροσκληρότητας που παρουσιάζεται στο ακόλουθο σχήμα, η σκληρότητα σε αυτές τις περιοχές βαίνει μειούμενη. Ωστόσο, η ενσωμάτωση σκόνης Al_2O_3 στο κράμα A356 και η αύξηση των πυκνωμάτων-δικτυωμάτων των διαταραχών που αναδιανέμονται στη ζώνη ανάδευσης, αποτελούν φαινόμενα τα οποία σχετίζονται άμεσα με την αύξηση της σκληρότητας. Επίσης, συμπεραίνεται ότι η σκληρότητα των επιφανειακών στρωμάτων αυξάνεται με τη μείωση του μέσου μεγέθους των σωματιδίων ενίσχυσης.



Εικ.7.18 Προφίλ μικροσκληρότητας των δοκιμών που παρήχθησαν με προσθήκη κεραμικών σωματιδίων μικρο- και nano- Al_2O_3 .

Οι Punivarasan και Praveen [77] ενσωμάτωσαν σκόνη SiC υπό μορφή σωματιδίων ενίσχυσης σε κράμα αλουμινίου 6063-T4, μέσω της κατεργασίας FSP. Η σκόνη SiC χαρακτηριζόταν από μέση διάμετρο 3μm και εισήχθη τοποθετώντας την σε ένα αυλάκι στο κέντρο του κάθε ελάσματος. Οι γεωμετρίες του αυλακίου που μελετήθηκαν έφεραν πλάτος 1.2mm, 1.4mm, 1.8mm και βάθος 6mm. Το εργαλείο που χρησιμοποιήθηκε για την κατεργασία αποτελείτο από κυλινδρικό πείρο διαμέτρου 6mm και περιαιχένιο διαμέτρου 18mm. Για την αποφυγή εκτίναξης της 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 μεταξύ των 30, 40 και 50mm/min.

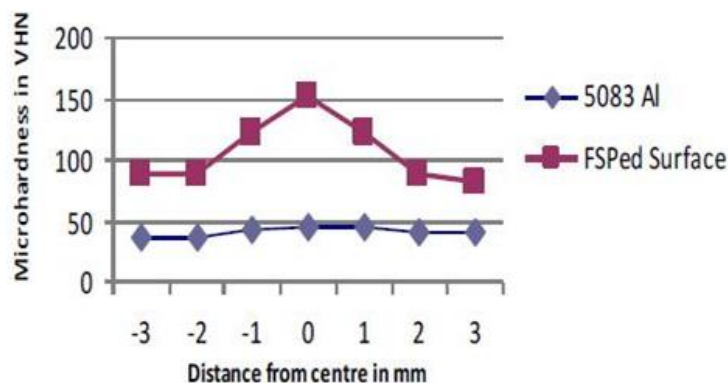
Η ζώνη ανάδευσης των δοκιμών που προέκυψαν από την FSP μέθοδο, χαρακτηρίζεται από λεπτή και ισαξονική ανάπτυξη πολυγωνικών κόκκων λόγω της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Η διακύμανση στο μέσο μέγεθος κόκκων, η οποία παρατηρήθηκε μεταξύ των δοκιμών, αποδόθηκε στο διακυμαινόμενο θερμοκρασιακό προφίλ που αναπτύσσεται στο υλικό όταν μεταβάλλεται η ταχύτητα πρόωσης. Έτσι με μείωση της ταχύτητας πρόωσης αυξάνεται η εισροή θερμότητας, προκαλώντας ανόπτηση και μεγέθυνση των κόκκων. Ταυτόχρονα το υλικό χαρακτηρίζεται από μειούμενη σκληρότητα και παρατηρείται μεγαλύτερη ομοιομορφία στη διασπορά των κεραμικών σωματιδίων.



Εικ.7.19 Προφίλ μικροσκληρότητας του κράματος 6063-T4 ενισχυμένου με σωματίδια SiC έπειτα από την εφαρμογή διακυμαινόμενης ταχύτητας πρόωσης.

Με την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης το μητρικό υλικό χαρακτηρίζεται από επαύξηση της σκληρότητας του από 40 σε 62 HV. Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι με χαμηλότερη ταχύτητα πρόωσης οι τιμές σκληρότητας αυξάνουν. Οι Deebak et al. [78] χρησιμοποίησαν την κατεργασία FSP για τη δημιουργία σύνθετης επιφάνειας κράματος αλουμινίου 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 έφερε περιαιχένιο διαμέτρου 12mm και πείρο διαμέτρου 4mm και μήκους 3,5mm. Η σκόνη τοποθετήθηκε με μορφή πάστας αναμειγμένη με κηροζίνη μέσα σε σπές, 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 ακόλουθες: ταχύτητα πρόωσης 40mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1200rpm. Ως αποτέλεσμα αυτής της κατεργασίας παρατηρήθηκε αύξηση της μέσης τιμής σκληρότητα του υλικού από 49 HV σε 155 HV. Πιο αναλυτικά η μικροσκληρότητα του υλικού που προέκυψε παρουσιάζει μέγιστες τιμές εντός του πυρήνα της συγκόλλησης και βαίνει μειούμενη καθώς απομακρυνόμαστε από το κέντρο της ζώνης ανάδευσης.

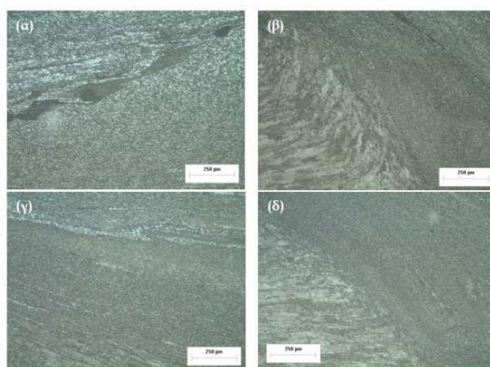


Εικ.7.20 Προφίλ μικροσκληρότητας κράματος 5083 ενισχυμένου με σκόνη SiC.

Η Β. Αντωννάκη [79] και ο Π. Διαμαντόπουλος [80] χρησιμοποιώντας την μέθοδο κατεργασίας FSP μελέτησαν τη δημιουργία επιφανειακά σύνθετων υλικών, εισάγοντας αλούμινα κοκκομετρίας 30 nm και 50 nm σε μήτρα κράματος αλουμινίου 7075-T651. Η προσθήκη αλούμινας

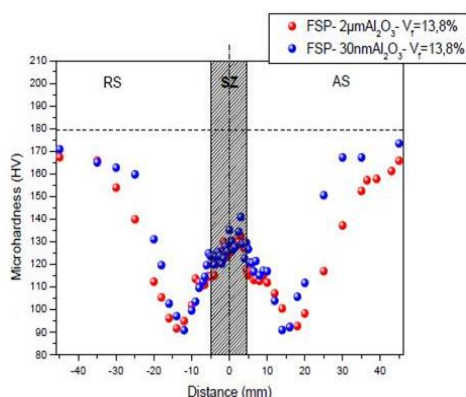
στο κράμα αλουμινίου πραγματοποιήθηκε ανοίγοντας αυλάκια διπλής γεωμετρίας, όπου ένα αυλάκι τύπου V πλάτους 2mm και βάθους 2mm δημιουργήθηκε στην υποχωρούσα πλευρά κι ένα αυλάκι ορθογωνικής γεωμετρίας στην προωθούμενη πλευρά. Σε άλλη περίπτωση μελετήθηκε η προσθήκη σκόνης σε διπλά αυλάκια ορθογωνικής γεωμετρίας, όπου το αυλάκι της υποχωρούσας πλευράς είχε πλάτος 2mm και βάθος 2mm και το αυλάκι της προωθούμενης πλευράς έφερε πλάτος 1,5mm και βάθος 2mm. Τα δύο ζεύγη αυλακίων αντιστοιχούσαν σε κλάσματα όγκου συμμετοχής της κεραμικής σκόνης 11.5% και 13.8%. Για την κατεργασία FSP χρησιμοποιήθηκε εργαλείο με διάμετρο περιαιχηνίου 22.9mm και πείρο τετραγωνικής γεωμετρίας διαγωνίου 6mm και ύψους 3mm. Οι παράμετροι της κατεργασίας ήταν οι εξής: γωνία κλίσης εργαλείου 2°, ταχύτητα πρόωσης 30mm/min και ταχύτητα περιστροφής 1500mm/min. Η παραγωγή των σύνθετων υλικών έγινε με την εφαρμογή δύο διαδοχικών ομόρροπων περασμάτων FSP. Πριν την κατεργασία πραγματοποιήθηκε κλείσιμο των αυλακίων με εργαλείο που αποτελείτο από περιαιχένιο χωρίς πείρο.

Τα αποτελέσματα της κατεργασίας FSP έδειξαν ότι η προσθήκη 13.8% σκόνης Al_2O_3 2μm, απέδωσε καλύτερη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και μικρότερο μέσο μέγεθος κόκκων (1.97μm) σε σχέση με το κλάσμα όγκου συμμετοχής 11.5% (που απέδωσε μέσο μέγεθος ανάπτυξης κόκκων της μητρικής φάσης 2,9μm). Επίσης, οι μετρήσεις σκληρότητας κατέδειξαν μία μικρή αύξηση (στα όρια του σφάλματος) με την παράλληλη αύξηση του κλάσματος όγκου συμμετοχής της φάσης ενίσχυσης.



Εικ.7.21 Εικόνες οπτικού μικροσκοπίου (α)-(γ) της σύνθετης ζώνης ανάδευσης και (β)-(δ) της προωθούμενης πλευράς, του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη (α)-(β) 11,5% και (γ)-(δ) 13,8% κλάσματος όγκου σκόνης Al_2O_3 μέσου μεγέθους 2μm μέσω της FSP.

Και στις δύο περιπτώσεις των δοκιμίων που παρήχθησαν με διαφορετική κοκκομετρία σκόνης Al_2O_3 (2μm και 30 nm), η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε μείωση στις τιμές σκληρότητας σε σχέση με την αρχική σκληρότητα του μετάλλου βάσης. Ωστόσο σε ότι αφορά στη μεταξύ τους σύγκριση, το δοκίμιο με τη σκόνη μικρότερης κοκκομετρίας (30nm) εμφάνισε οριακά μεγαλύτερη σκληρότητα.

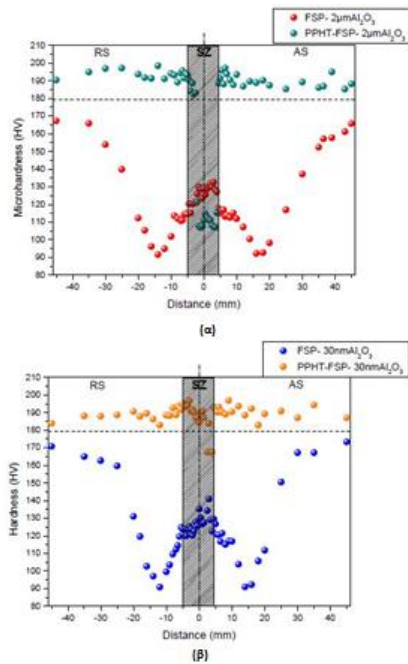


Εικ.7.22 Διάγραμμα κατανομής της μικροσκληρότητας των δοκιμίων που παρήχθησαν έπειτα από εφαρμογή των βέλτιστων συνθηκών της κατεργασίας FSP με προσθήκη κλάσματος όγκου 13.8% σκόνης Al_2O_3 2μm και 30nm.

Έπειτα από την παραγωγή των σύνθετων υλικών με την κατεργασία FSP και την ανάλυση των αποτελεσμάτων, ακολούθησε θερμική μετα-κατεργασία T6 (PPHT) στα βελτιστοποιημένα δοκίμια των δύο διαφορετικών κοκκομετριών σκόνης Al_2O_3 . Στην περίπτωση του δοκιμίου που παρήχθη με εισαγωγή σκόνης Al_2O_3 κοκκομετρίας 2 μm , η ζώνη ανάδευσης παρουσίασε μειούμενη απόκριση στις τιμές της μικροσκληρότητας, και αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων από 1,97 μm σε 2,83 μm . Αντίστοιχα, στην περίπτωση του δοκιμίου που παρήχθη με προσθήκη σκόνης Al_2O_3 κοκκομετρίας 30nm, η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίστηκε από αύξηση της μικροσκληρότητας στα επίπεδα του μετάλλου βάσης και αύξηση του μέσου μεγέθους των κόκκων της μητρικής φάσης από 1.25 μm σε 2.19 μm . Ωστόσο, αυτή η αύξηση δεν είναι αρκετά υψηλή ώστε να αντιβαίνει τόσο στην επαναφορά της σκληρότητας του μητρικού υλικού της σύνθετης ζώνης ανάδευσης στα επίπεδα του μετάλλου βάσης, όσο στους μηχανισμούς ενίσχυσης που έχουμε επιβάλλει με την εκλέπτυνση των κόκκων και τη διασπορά σωματιδίων ενίσχυσης.

Συμπερασματικά η βέλτιστη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης προέκυψε όταν η σκόνη τοποθετήθηκε σε ένα αυλάκι μεγάλου βάθους στην προωθούμενη πλευρά και σε ένα άλλο αυλάκι μεγαλύτερου πλάτους και ίσου όγκου (πιο ρηχό) στην υποχωρούσα πλευρά. Η κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης βελτιώθηκε όταν η σκόνη τοποθετήθηκε αρχικά εγγύτερα στα άκρα του πείρου, τόσο στην προωθούμενη πλευρά όσο και στην υποχωρούσα. Η ροή του υλικού κοντά στην επιφάνεια επαφής του περιαιχενίου και του μετάλλου βάσης φάνηκε να επηρεάζεται κυρίως από την κίνηση του περιαιχενίου μεταφέροντας υλικό έξωθεν της ζώνης ανάδευσης με φορά από την υποχωρούσα προς την προωθούμενη πλευρά.

Επιπρόσθετα από τη μελέτη των παραμέτρων της διαδικασίας FSP σε μήτρα κράματος αλουμινίου 7075-O, προέκυψαν ορισμένα σημαντικά σημεία προς παρατήρηση, τα οποία συνοψίζονται ακολούθως: Ακόμη η υψηλή ταχύτητα περιστροφής και η χαμηλή ταχύτητα πρόωσης σε κράμα αλουμινίου 7075-O κατά τη διαδικασία FSP επέφερε ατέλειες στο μητρικό υλικό και ανομοιόμορφη κατανομή της σκόνης. Η αύξηση της ταχύτητας περιστροφής προκάλεσε εντονότερη χαοτική δυναμική ανάμιξη του υλικού και ακανόνιστη κατανομή των σωματιδίων ενίσχυσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Σε ότι αφορά στην ελάττωση της ταχύτητας πρόωσης, αυτή οδήγησε στην επίδραση του περιαιχενίου στη μεταφορά υλικού από την υποχωρούσα πλευρά στην προωθούμενη πλευρά. Η δυναμική ανακρυστάλλωση που προκλήθηκε από τη διαδικασία FSP επέφερε μεγάλη μείωση του μεγέθους των κόκκων, ενώ περαιτέρω μείωση του μέσου μεγέθους αυτών παρατηρήθηκε με την εισαγωγή κεραμικής σκόνης νανο- Al_2O_3 50nm. Κατ' αυτό τον τρόπο η μικροσκληρότητα του αλουμινίου 7075-O αυξήθηκε με τη διαδικασία FSP, ενώ περαιτέρω αύξηση της μικροσκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης επήλθε με την προσθήκη σκόνης νανο- Al_2O_3 μεγέθους 50nm. Τέλος στην περίπτωση του σύνθετου υλικού με ενίσχυση σωματιδίων Al_2O_3 μέσου μεγέθους 50nm, μετά την εφαρμογή θερμικής κατεργασίας T6, η μικροσκληρότητα της σύνθετης ζώνης ανάδευσης παρουσίασε μείωση.



Εικ.7.23 Διαγράμματα κατανομής της μικροσκληρότητας των βελτιστοποιημένων δοκιμών πριν και μετά την PPHT με σκόνη α) Al_2O_3 2 μm , β) Al_2O_3 30nm.

Οι Shafiei-Zarghani et al. [125] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα αλουμινίου AA6082, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη Al_2O_3 με μέσο μέγεθος κόκκων 50 nm. Η εισαγωγή της επιθυμητής ποσοστιαίας συμμετοχής νανοσκόνης έγινε μέσω διάνοιξης αυλακίων ορθογωνικής γεωμετρίας, με διαστάσεις 4mm x 1mm, στο τεμάχιο και πλήρωσης αυτών. Χρησιμοποιήθηκε κυλινδρικής γεωμετρίας πείρος, διαμέτρου 5mm και ύψους 4mm με επίπεδο περιαιχθένιο διαμέτρου 16mm. Προκειμένου να αποφευχθεί εκτίναξη της σκόνης από το αυλάκι κατά τη διάρκεια της κατεργασίας, επιβλήθηκε προκατεργασία με εργαλείο χωρίς πείρο, δηλαδή μόνο με περιαιχθένιο των προαναφερθέντων διαστάσεων. Έπειτα από σειρά πειραμάτων αποδόθηκε ότι η βελτιστοποιημένη συσχέτιση παραμέτρων της διαδικασίας, όπως αυτές προέκυψαν από το χαρακτηρισμό της ζώνης ανάδευσης σε ότι αφορά στο επίπεδο κατανομής των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι παράμετροι, λοιπόν, για τις οποίες προέκυψε ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και κατ' επέκταση ομοιογενής μικροδομική ανάπτυξη της ζώνης ανάδευσης ήταν οι ακόλουθες: κλάσμα όγκου προσθήκης σωματιδίων ενίσχυσης 0.15, γωνία κλίσης εργαλείου 3° , ταχύτητα περιστροφής 1000 rpm, ταχύτητα πρόωσης 135 mm/min και 4 ομόρροπα περάσματα FSP, το καθένα έπειτα από ψύξη στον ατμοσφαιρικό αέρα του τεμαχίου, με το κέντρο του εργαλείου να συμπίπτει με τον ουδέτερο άξονα του αυλακίου.

Το μέσο μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την εφαρμογή της κατεργασίας FSP, υπό την επιβολή των βέλτιστων συνθηκών, κυμάνθηκε στα 0.66 μm , γεγονός το οποίο αποτελεί σημαντική εκτέλιση του μικροδομικού ιστού τόσο σε σχέση με το μητρικό υλικό πριν την εφαρμογή της FSP, το οποίο είχε μέγεθος κόκκων 120 μm , όσο και σε σχέση με το υλικό μετά την FSP χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, το οποίο παρουσίασε μέγεθος κόκκων 2 μm . Οι παραπάνω παρατηρήσεις οφείλονται στην ανάπτυξη του φαινομένου που στη διεθνή βιβλιογραφία φέρει την ονομασία rinning effect και αφορά στο περιορισμό της διαπίδησης μέσω μηχανισμού αλμάτων, καθώς και της αναδιευθέτησης των διαταραχών στα όρια των κόκκων, από τα κεραμικά σωματίδια ενίσχυσης.

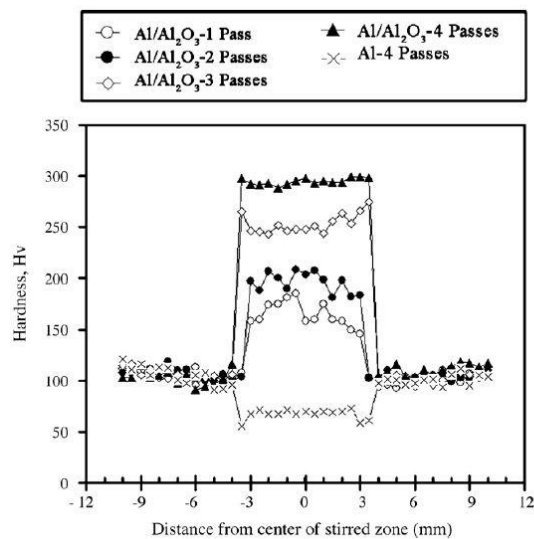
Η επίδραση των πολλαπλών περασμάτων της FSP, συντελεί στη μείωση του μεγέθους των σχηματιζόμενων συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης, καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των σωματιδίων αυτών στη ζώνη ανάδευσης. Η σημασία της ομοιόμορφης διασποράς και

της μείωσης του μεγέθους των συσσωματωμάτων των σωματιδίων ενίσχυσης στη ζώνη ανάδευσης είναι διττή. Η μία συνιστώσα της αφορά στον έλεγχο του μεγέθους των ανακρυσταλλωμένων κόκκων του μητρικού υλικού εντός της ζώνης ανάδευσης, όπως αυτός ορίζεται από τη σχέση περιορισμού του μεγέθους των κόκκων του Zener (d_z):

$$d_z = \frac{4r}{3V_f}$$

όπου r και V_f είναι η ακτίνα και το κλάσμα όγκου των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης, αντίστοιχα. Η παρατήρηση αυτή αποτελεί μία επέκταση του φαινομένου παρεμπόδισης μέσω αγκύρωσης (pinning effect) που αναφέρεται παραπάνω, με την προσθήκη αυτή τη φορά και παραμέτρων ελέγχου επί αυτού, όπως είναι η ακτίνα και το κλάσμα όγκου των συσσωματωμένων σωματιδίων ενίσχυσης, οι οποίες καθίστανται ελεγχόμενες κατά τη διάρκεια του FSP με τη χρήση πολλαπλών περασμάτων.

Η δεύτερη συνιστώσα της αφορά στο μηχανισμό ισχυροποίησης στην περίπτωση των μη διαπερατών σωματιδίων. Η ισχυροποίηση του κράματος, η οποία λαμβάνει χώρα με βάση το μηχανισμό Orowan, απαιτεί την αύξηση της μέγιστης διατμητικής τάσης που για να διαφύγει η διαταραχή ανάμεσα από τα σωματίδια και να ολισθαίνει μέσω δημιουργίας μιας ομοιογενούς και λεπτοκρυσταλλικής διασποράς σωματιδίων σε μικρή απόσταση μεταξύ τους. Ο ισχυρισμός αυτός επιβεβαιώνεται πειραματικά με τη χρήση πολλαπλών περασμάτων, καθώς παρατηρείται σημαντική αύξηση της σκληρότητας από τα 110 HV, που αντιστοιχούν στο μητρικό υλικό πριν την FSP, στα 165 HV για την περίπτωση του ενός περάσματος FSP, στα 196 HV για δύο περάσματα FSP, στα 253 HV για τρία περάσματα FSP και τέλος στα 295 HV για τέσσερα περάσματα FSP. Η μείωση στη διασπορά των τιμών της σκληρότητας για την περίπτωση των FSP με προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης έχει να κάνει με την αύξηση της ομοιογένειας στη ζώνη ανάδευσης, η οποία επέρχεται με την πολλαπλότητα των περασμάτων FSP.



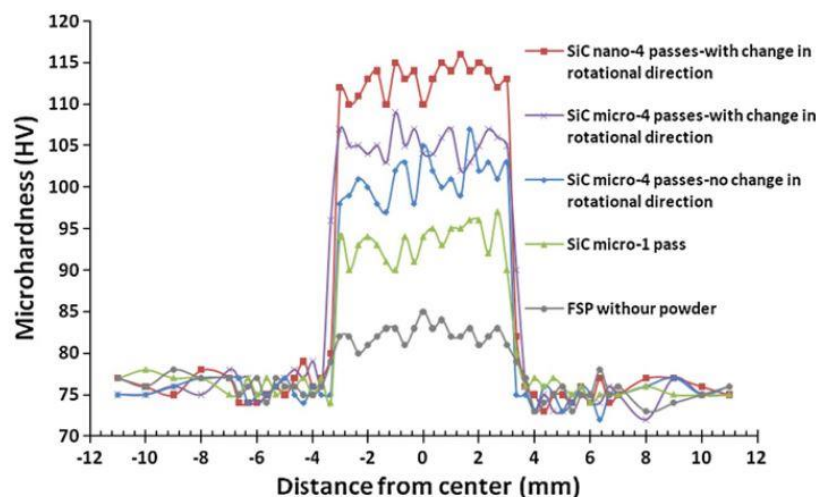
Εικ.7.24 Προφίλομετρία μικροσκληρομέτρησης σε κάθετη τομή κράματος AA6082 (χωρίς προσθήκη Al_2O_3) έπειτα από 4 περάσματα FSP και των σύνθετων επιφανειακών στρωμάτων για τις περιπτώσεις παραγωγής τους με 1, 2, 3 και 4 περάσματα FSP.

Παρατηρήθηκε ακόμη ότι για την περίπτωση της FSP με τις βελτιστοποιημένες συνθήκες εφαρμογής (4 περάσματα) χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, η σκληρότητα της ζώνης ανάδευσης μειώθηκε από τα 110 HV στα 67 HV, παρά την εκλέπτυνση του μέσου μεγέθους των κόκκων. Το αποτέλεσμα αυτό δηλώνει ότι η σκληρότητα είναι ανεξάρτητη του μέσου μεγέθους των κόκκων και άρα ότι ο κυρίαρχος μηχανισμός ισχυροποίησης για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου AA6082 δεν είναι αυτός της προσαύξεσης των περατωτικών ορίων. Η μείωση της σκληρότητας της ζώνης ανάδευσης σχετίζεται με τη μεγέθυνση και διαλυτοποίηση των κατακρημνισμάτων που λαμβάνει χώρα σε αυτήν κατά τη διάρκεια της FSP, κάτι το οποίο μπορεί να γενικευτεί για όλα τα κράματα αλουμινίου που υφίστανται σκλήρωση μέσω θερμικής κατεργασίας γήρανσης.

Οι Dolatkha et al. [126] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα αλουμινίου AA5052, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη SiC με μέσο μέγεθος κόκκων 5 μm και 50 nm σε αυτό. Η εισαγωγή της σκόνης έγινε μέσω διάνοιξης αυλακίων ορθογωνικής γεωμετρίας, διαστάσεων 1mm x 2mm και διακριτής πλήρωσης αυτών με τα δύο είδη των προαναφερθεισών σκονών.

Στη δεδομένη ερευνητική μελέτη χρησιμοποιήθηκε τετραγωνικής γεωμετρίας πείρος, διαγωνίου 6mm και ύψους 3mm και κοίλο περιαυχένιο διαμέτρου 18mm. Έπειτα από πολλαπλότητα εφαρμογής πειραμάτων οριστικοποιήθηκαν οι βέλτιστες παραμέτροι της διαδικασίας, όπως αυτές προέκυψαν από το χαρακτηρισμό της ζώνης ανάδευσης σε επίπεδο κατανομής των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι παράμετροι, λοιπόν, για τις οποίες προέκυψε ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και κατ' επέκταση ομοιογενής μικροδομή της ζώνης ανάδευσης ήταν οι ακόλουθες: γωνία κλίσης εργαλείου 3°, ταχύτητα περιστροφής 1120 rpm, ταχύτητα πρόωσης 80 mm/min και εφαρμογή 4 περασμάτων FSP, το καθένα με αντίθετη φορά περιστροφής σε σχέση με το προηγούμενο και με το κέντρο του εργαλείου να συμπίπτει με την ουδέτερη γραμμή του αυλακίου.

Οι Dolatkha et al. ισχυρίζονται ότι η αλλαγή στη φορά περιστροφής του εργαλείου οδηγεί σε πιο ομοιόμορφη κατανομή της σκόνης στη ζώνη ανάδευσης. Ο ισχυρισμός αυτός σχετίζεται σύμφωνα με τους ίδιους με τον περιορισμό της τάσης συνεχούς μετακίνησης της σκόνης λόγω ροής προς την προωθούμενης πλευρά, μεταβάλλοντας τη φορά περιστροφής μεταξύ των περασμάτων FSP και κατ' επέκταση εναλλάσσοντας τη θέση της προωθούμενης πλευράς με αυτή της υποχωρούσας κάθε φορά. Το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τις βέλτιστες συνθήκες που προαναφέραμε, για την περίπτωση της κεραμικής σκόνης SiC με μέγεθος κόκκων 5 μm , ήταν 2.2 μm , ενώ για την περίπτωση της κεραμικής σκόνης SiC με μέγεθος κόκκων 50nm ήταν 0.9 μm . Το γεγονός αυτό οφείλεται στη σημαντική εκλέπτυνση της μικροδομής τόσο σε σχέση με το υλικό πριν την FSP, το οποίο είχε μέγεθος κόκκων 243 μm , όσο και σε σχέση με το υλικό μετά από ένα πέραςμα FSP με τις ίδιες συνθήκες, χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, το οποίο είχε μέγεθος κόκκων 16.3 μm . Η εξάρτηση της εκλέπτυνσης της μικροδομής από το μέγεθος των σωματιδίων ενίσχυσης, γίνεται εμφανώς αντιληπτή από την επίδραση που έχει η μεταβολή του μεγέθους αυτών από 5 μm σε 50nm, στο μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού μεταβάλλοντας το από 2.2 μm σε 0.9 μm (για σταθερές όλες τις υπόλοιπες συνθήκες).



Εικ.7.25 Προφίλομετρία μικροσκληρομέτρησης σε κάθετη τομή κράματος AA5052 για διαδοχική προσαύξηση περασμάτων FSP (με και χωρίς παρένθεση κεραμικών σωματιδίων ενίσχυσης).

Στην παραπάνω διαγραμματική απεικόνιση παρατηρείται αύξηση της σκληρότητας από τα 75 HV, που αντιστοιχεί στο μητρικό υλικό πριν την εφαρμογή της FSP, στα 85 HV για την περίπτωση της ζώνης ανάδευσης έπειτα από ένα πέρασμα FSP, υπό τις βέλτιστες συνθήκες χωρίς την προσθήκη σωματιδίων ενίσχυσης. Το αποτέλεσμα αυτό δηλώνει ότι η σκληρότητα εξαρτάται σημαντικά από το μέσο μέγεθος των κόκκων για το συγκεκριμένο κράμα αλουμινίου AA5052. Η θερμοκρασία που αναπτύσσεται κατά τη διάρκεια της FSP θέτει το υλικό στη ζώνη ανάδευσης σε κατάσταση ανόπτησης, η οποία φέρει ως αποτέλεσμα τη μείωση των παρατιθέμενων πυκνωμάτων διαταραχών και των παραμενουσών θλιπτικών τάσεων επί των πλακών αλουμινίου AA5052, όπως αυτές υφίσταντο από την κατεργασία της έλασης. Θα αναμένετο λοιπόν με αυτό τον τρόπο να επέλθει συνεπαγόμενη μείωση της σκληρότητας. Το γεγονός ότι τελικά η σκληρότητα παρουσίασε συνολική αύξηση αποδεικνύει ότι ο κυρίαρχος μηχανισμός ισχυροποίησης είναι αυτός της αύξησης των περατωτικών ορίων για το μη θερμικώς κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου AA5052. Ο ισχυρισμός αυτός μπορεί να γενικευτεί για όλα τα κράματα αλουμινίου που δεν υφίστανται σκλήρωση δομής μέσω θερμικής κατεργασίας γήρανσης.

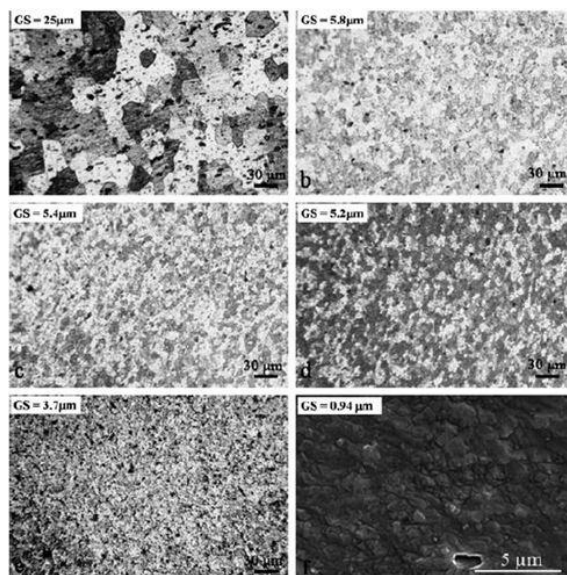
Στο σχήμα παρατηρείται επίσης σημαντική αύξηση της σκληρότητας από τα 75 HV, που αντιστοιχούν στο μητρικό υλικό πριν την FSP, στα 97 HV για την περίπτωση του ενός περάσματος FSP και στα 107 HV για τέσσερα περάσματα FSP, με μεταβαλλόμενη φορά στην ταχύτητα περιστροφής μεταξύ των περασμάτων, για τις περιπτώσεις προσθήκης της κεραμικής σκόνης SiC με μέσο μέγεθος κόκκων 5μm. Η σκληρότητα αυξάνεται περαιτέρω στα 116 HV για την περίπτωση της κεραμικής νανοσκόνης SiC με μέσο μέγεθος κόκκων 50nm. Η ισχυροποίηση του κράματος, στις περιπτώσεις αυτές, λαμβάνει χώρα τόσο με βάση το μηχανισμό ισχυροποίησης μέσω πολλαπλασιασμού των περατωτικών ορίων, όσο και μέσω της διεύρυνσης της αντοχής που προκύπτει από το μηχανισμό Orowan, καθώς η μέγιστη διατμητική τάση που απαιτείται για να διαφύγει η διαταραχή ανάμεσα από τα σωματίδια και να συνεχίσει να ολισθαίνει αυξάνει σημαντικά.

Οι Sharifitabar et al. [127] μελέτησαν τη χρήση της FSP, προκειμένου να δημιουργήσουν ένα σύνθετο επιφανειακό στρώμα σε κράμα αλουμινίου AA5052-H32, ενσωματώνοντας κεραμική σκόνη Al₂O₃ με μέσο μέγεθος κόκκων 50 nm σε αυτό. Η εισαγωγή της σκόνης έγινε μέσω διάνοιξης αυλακίων ορθογωνικής γεωμετρίας, με διαστάσεις 1mm x 2mm, στο τεμάχιο και πλήρωσης αυτών. Επιπρόσθετα χρησιμοποίησαν κυλινδρικής γεωμετρίας πείρο, διαμέτρου 5mm και ύψους 3.7mm και επίπεδο περιαιχένιο διαμέτρου 13.6mm. Προκειμένου να αποφευχθεί εκτίναξη της σκόνης από το αυλάκι κατά τη διάρκεια της κατεργασίας, χρησιμοποιήθηκε εργαλείο χωρίς πείρο, μόνο με περιαιχένιο των προαναφερθέντων διαστάσεων. Έπειτα από σειρά πειραμάτων καθορίστηκαν οι βέλτιστες

παραμέτροι για τη διεξαγωγή της διαδικασίας, όπως αυτές προέκυψαν από το χαρακτηρισμό της ζώνης ανάδευσης σε επίπεδο κατανομής των σωματιδίων ενίσχυσης. Οι παράμετροι, λοιπόν, για τις οποίες προέκυψε ομοιόμορφη διασπορά των σωματιδίων ενίσχυσης και κατά επέκταση ομοιογενής μικροδομή της ζώνης ανάδευσης ήταν οι εξής: γωνία κλίσης εργαλείου 5°, ταχύτητα περιστροφής 1600 rpm, ταχύτητα πρόωσης 16 mm/min και 4 ομόρροπα διαδοχικά περάσματα FSP, προτού ψυχθεί το τεμάχιο σε θερμοκρασία δωματίου, με το κέντρο του εργαλείου να συμπίπτει με τον ουδέτερο άξονα του αυλακίου. Το διαστασιολογικά χαρακτηριστικά της ζώνης ανάδευσης καθορίστηκαν από τις διαστάσεις του πείρου αποδίδοντας σε αυτήν πλάτος 5mm και βάθος 3.8mm. Με δεδομένο λοιπόν ότι ο όγκος των σωματιδίων ενίσχυσης που εισάγεται στη ζώνη ανάδευσης προκύπτει από τις διαστάσεις των αυλακίων, και βάσει του ότι τρίτη διάσταση για τον υπολογισμό του όγκου τόσο της ζώνης ανάδευσης, όσο και του όγκου των σωματιδίων που κατανέμονται σε αυτήν είναι κοινή, μπορούμε να εξάγουμε το κλάσμα όγκου των κεραμικών σωματιδίων που χρησιμοποιήθηκε. Έτσι λοιπόν προκύπτει:

$$V_f = \frac{V_{particles}}{V_{SZ}} = \frac{A_{particles} \cdot L}{A_{SZ} \cdot L} = \frac{A_{groove}}{A_{SZ}} = \frac{1mm \cdot 2mm}{5mm \cdot 3,8mm}$$

Το μέγεθος των κόκκων του μητρικού υλικού στο επιφανειακό σύνθετο στρώμα μετά την FSP με τις βέλτιστες συνθήκες που προαναφέραμε, για την περίπτωση της κεραμικής σκόνης Al₂O₃ με μέγεθος κόκκων 50nm, προσμετρήθηκε στα 0.94μm. Το γεγονός αυτό συνδυάζεται με σημαντική εκλέπτυνση του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης τόσο σε σχέση με το υλικό πριν την εφαρμογή της FSP, το οποίο χαρακτηριζόταν από μέγεθος κόκκων 25μm, όσο και σε σχέση με το υλικό μετά από FSP με τις ίδιες συνθήκες χωρίς όμως την προσθήκη των σωματιδίων ενίσχυσης, το οποίο είχε μέγεθος κόκκων 3.7μm .



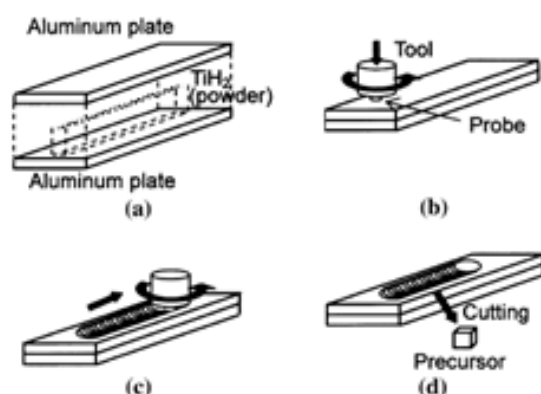
Εικ.7.26 (α) Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου για το μέταλλο βάσης; (b)-(e) εικόνες οπτικού μικροσκοπίου για τις ζώνες ανάδευσης οι οποίες παρήχθησαν χωρίς σκόνη με ένα έως τέσσερα περάσματα αντίστοιχα και (f) εικόνα SEM της μικροδομής της σύνθετης ζώνης ανάδευσης η οποία κατασκευάστηκε με τέσσερα περάσματα.

Επιπρόσθετα οι Sharifitabar et al. εστίασαν στην επίδραση των πολλαπλών περασμάτων της FSP. Συγκεκριμένα αναφέρεται ότι το κράμα αλουμινίου πριν την εφαρμογή της FSP, λόγω της κατεργασίας έλασης την οποία είχε υποστεί κατά τη διαδικασία παρασκευής του, χαρακτηρίζεται από υψηλές τιμές παραμενουσών τάσεων, γεγονός το οποίο καθιστά δύσκολη την παραμόρφωση και ροή του υλικού κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος FSP. Ωστόσο, κατά τη διάρκεια των πολλαπλών και διαδοχικών περασμάτων, το υλικό παραμορφώνεται και ρέει ευκολότερα λόγω του ότι καθίσταται πιο “μαλακό” (softening effect). Το φαινόμενο αυτό λαμβάνει χώρα εξαιτίας του ότι η θερμότητα που παράγεται από το πρώτο πέραςμα FSP, λειτουργεί ως προθέρμανση για το δεύτερο πέραςμα, οδηγώντας σε υψηλότερη δράση ανάδευσης στην ομόλογη ζώνη. Παρόμοιες συνθήκες υφίστανται και κατά το τρίτο και τέταρτο πέραςμα. Συνεπώς, η πλαστική παραμόρφωση του υλικού είναι πιο έντονη, επιτρέποντας την ευκολότερη παραμόρφωση του αναδευόμενου υλικού, με αποτέλεσμα τα συσσωματωμένα σωματίδια να θραύονται και να επαναδιασπείρονται ομοιόμορφα στο μητρικό υλικό της ζώνης ανάδευσης, με αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP.

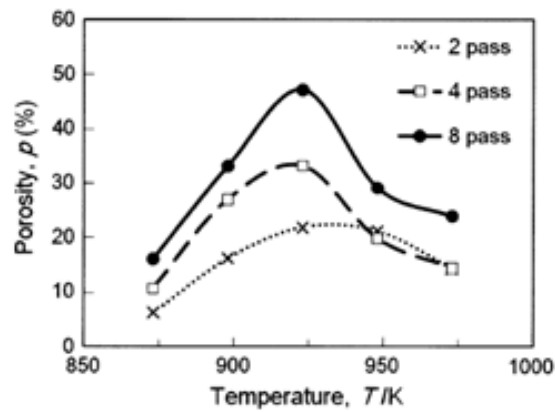
8. Βιβλιογραφική ανασκόπηση αναφορικά με τη παρασκευή μεταλλικών αφρών μέσω της διεργασίας FSP.

Στην συγκεκριμένη μελέτη παρασκευάστηκαν μεταλλικοί αφροί από τους Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya μέσω της μεθόδου (FSP) και με ταυτόχρονη εισαγωγή παράγοντα αφροποίησης TiH_2 . [81] Για τη παρασκευή των προδρόμων δοκιμών χρησιμοποιήθηκαν πλάκες κράματος αλουμινίου A4045, πάχους 3mm. Το ποσοστό συμμετοχής του παράγοντα αφροποίησης TiH_2 οριστικοποιήθηκε στο επίπεδο του 1% κ.β. συγκριτικά με την συνολική επιφανειακή κάλυψη της ζώνης ανάδευσης. Επιπρόσθετα δεν έγινε χρήση κεραμικής σκόνης, δηλαδή σταθεροποιητικού οξειδίου συνδυαστικά με το παράγοντα αφροποίησης TiH_2 . Η διάμετρος του περιαιχένιου ήταν 17mm, ενώ συνοδευόταν από πείρο ο οποίος έφερε δεξιόστροφο σπείρωμα, διαμέτρου 6mm και μήκους 5mm. Ως ταχύτητα περιστροφής επιλέχθηκαν τα 1000rpm και η ταχύτητα πρόωσης ρυθμίστηκε στα 100mm/min. Η γωνία κλίσης του εργαλείου ορίστηκε λειτουργικά περίπου στις 3°. Πραγματοποιήθηκαν τρεις ομαδοποιήσεις δοκιμών με προσαύξηση των περασμάτων της εργαλειομηχανής του FSP. Εφαρμόσθηκαν διαδοχικά 2, 4 και 8 περάσματα. Από τα τελικά πρόδρομα δοκίμια κόπηκαν μικρότερα δείγματα τα οποία και τοποθετήθηκαν σε φούρνο με επιβολή θερμοκρασιακής βαθμίδας αφροποίησης από τους 600°C ως τους 700°C και με βήμα αύξησης του θερμοκρασιακού πεδίου 25°C. Για κάθε διακεκριμένη θερμοκρασία αφροποίησης κόπηκαν 2 διαφορετικά δοκίμια. Τα πρόδρομα δοκίμια παρέμειναν εντός του φούρνου για 12 λεπτά. Τα αποτελέσματα παρατίθενται στα ακόλουθα διαγράμματα.

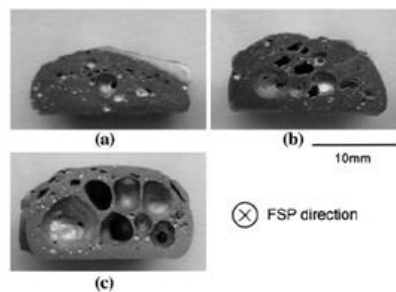
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
Al4045	$TiH_2 < 45\mu m$ (N.H.T.)	1	-	-	600-700(°C), step 25	12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	2,4,8



Εικ.8.1 Διεργασία παρασκευής προδρόμου δοκιμίου μέσω της τεχνικής FSP

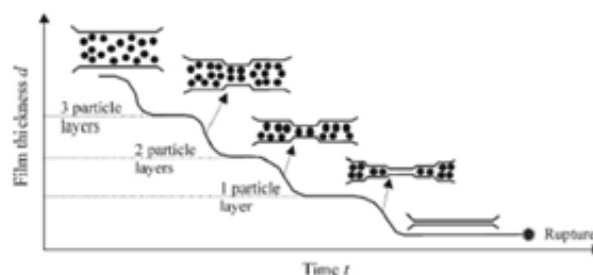


Εικ.8.2 Συσχέτιση μεταξύ θερμοκρασίας αφροποίησης και πορώδους δομής για επενέργεια 2, 4, 8 περασμάτων της εργαλειομηχανής FSP.



Εικ.8.3 Μορφολογικός χαρακτηρισμός και κατανομή πόρων εντός μεταλλικών αφρών έπειτα από θερμική κατεργασία αφροποίησης στους 923K διάρκειας 12 min, για διακεκριμένη εφαρμογή επί του προδρόμου δοκιμίου 2, 4 και 8 περασμάτων.

Σύμφωνα με διεθνείς ερευνητικές μελέτες αναφέρεται ότι η κεραμική σκόνη χρησιμοποιείται για επαύξηση του ιξώδους που οδηγεί σε επιβράδυνση των κατάρρευσης κελιών και διεύρυνση της σταθερότητας (stabilizing) αυτών στο εκάστοτε φυσικοχημικό σύστημα.



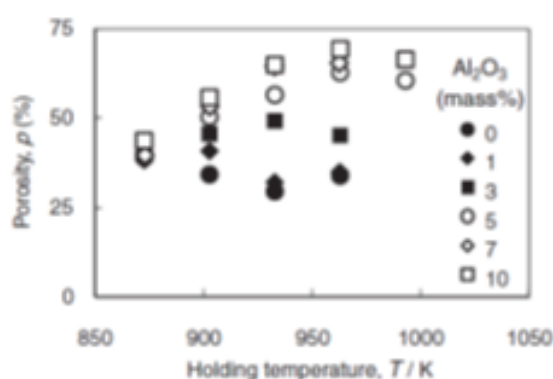
Εικ.8.4 Διαγραμματική απεικόνιση στρωμάτωσης (stratification) μέσω διασυνδεδεμένης επενέργειας του αναπτυσσόμενου φιλμ μεταξύ των πόρων.

Επιπρόσθετα στη συγκεκριμένη μελέτη παρατηρήθηκε ότι η ποσοστιαία συμμετοχή του πορώδους βαίνει με αύξοντα ρυθμό συναρτήσει του αριθμού των περασμάτων. Ο παράγοντας αφροποίησης ανακατανέμεται και διασπείρεται ομοιόμορφα και με ικανοποιητική ομοιογένεια

καθώς ο αριθμός των περασμάτων αυξάνει. Διαπιστώθηκε ακόμη ότι ενώ ο μεταλλικός αφρός που προκύπτει από τη προπαρασκευαστική διαδικασία της μεθόδου FSP με μειωμένο αριθμό περασμάτων, χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής πόρων σφαιροειδούς μορφολογίας, για μεγαλύτερο αριθμό περασμάτων ο αριθμός, το μέγεθος και η σφαιρικότητα των πόρων αυξάνει εκθετικά. Η μορφολογία των πόρων, η ομοιογένεια της διασποράς τους και η ομοιομορφία της κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξής αυτών, επιδρά ισχυρά σε ότι αφορά στην ανάπτυξη και την διαμόρφωση των μηχανικών ιδιοτήτων του μεταλλικού αφρού. Κατά συνέπεια η τεχνική FSP χρησιμοποιήθηκε ως προπαρασκευαστική διαδικασία προδρόμων δοκιμών και μέσω πολλαπλών περασμάτων κατέστη δυνατή η παραγωγή μεταλλικών αφρών με υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής πορώδους και επιβελτιωμένη απόκριση ως προς τις μηχανικές ιδιότητες. Συγκεκριμένα μεταλλικοί αφροί κλειστού πορώδους της τάξης του 50% παρήχθησαν μέσω της εφαρμογής 8 περασμάτων και μέσω επιβολής θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 923 K για 12 min.

Οι Yoshihiko Hangai, Yuichiro Ozeki and Takao Utsunomiya παρασκεύασαν μεταλλικούς αφρούς με την ανάπτυξη της μεθόδου (FSP). [82] Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12 πάχους 3mm. Αρχικά σχεδιάστηκε η ανάπτυξη δύο διακριτών ομάδων πειραμάτων. Στο πρώτο πείραμα κατασκευάστηκαν πρόδρομα δοκίμια με εύρος ποσοστού συμμετοχής σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 0-10% κ.β., τα οποία στην συνέχεια υπέστησαν θερμική κατεργασία αφροποίησης σε θερμοκρασίες 600°C, 630°C, 660°C με σταθερό χρόνο παραμονής 12 min. Στη δεύτερη σειρά πειραμάτων κατασκευάστηκαν πρόδρομα δοκίμια με κλάσμα όγκου συμμετοχής Al_2O_3 5%, τα οποία αφροποιήθηκαν σε θερμοκρασίες 660°C, 690°C και με μεταβαλλόμενο χρόνο αφροποίησης από 4 έως 12 min.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α- Al ₂ O ₃ , 1μm	0-10	600-690(°C)	4-12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	1-4



Εικ.8.5 Συσχέτιση μεταξύ θερμοκρασίας αφροποίησης και αναπτυσσόμενου πορώδους για χρονική διάρκεια παραμονής 12min και προσθήκη σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 από 0 ως 10 %κ.β.

Σημειώνεται εδώ ότι οι μεταλλικοί αφροί κλειστού πορώδους, με κλάσμα όγκου συμμετοχής αυτών της τάξης του 65% μπορούν να αναπτυχθούν και σε παραγωγική κλίμακα καθώς χαρακτηρίζεται η προπαρασκευαστική αυτή μέθοδος από χαμηλό κόστος και υψηλό δυναμικό ανακυκλωσιμότητας. Η ιδανικότερη και καταλληλότερη ομοιογένεια διασποράς μεταξύ των πόρων καθώς και κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών επιτεύχθηκε με τη προσθήκη σταθεροποιητικού στοιχειομετρικού οξειδίου Al_2O_3 10% κ.β. και επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης τόσο στους 933K όσο και στους 963K. Τέλος παρατηρήθηκε ότι η βέλτιστη κατανομή των πόρων, με υψηλή ποσοστιαία συμμετοχή και με ελεγχόμενο μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών, πραγματοποιήθηκε για χρονική διάρκεια παραμονής στη θερμοκρασιακή αυτή βαθμίδα 10min.

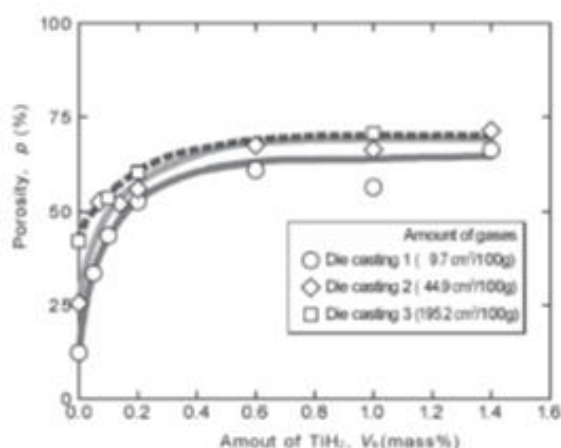
Οι Yoshihiko Hangai and Takao Utsunomiya παρασκεύασαν μεταλλικούς αφρούς με την χρήση της μεθόδου (FSP) χωρίς προσθήκη TiH_2 . [83] Στην ερευνητική αυτή εργασία χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12 στις οποίες είχε ήδη εισαχθεί μεγάλη ποσότητα συμπιεσμένου αερίου κατά τη διαδικασία της χύτευσης υψηλής πίεσης (high-pressure die casting). Στο συγκεκριμένο πείραμα η μέθοδος FSP χρησιμοποιήθηκε για την επίτευξη ομοιόμορφης διασποράς των πόρων αλλά και για την μείωση του μέσου μεγέθους των ετερογενώς κατανεμημένων σωματιδίων Si και των διαμεταλλικών ενώσεων. Επίσης η FSP συνέβαλε στην ομοιόμορφη αποτόνωση των συμπιεσμένων αερίων καθώς και την ελεγχόμενη επαναδιασπορά των σωματιδίων στα διάφορα στάδια κατακρήμνισης, που λειτουργούν ως πυρήνες ανάπτυξης πόρων.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12	-	-	-	-	600-725(°C), step 25	10	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	2passes x1

Μέσω της παραπάνω μεθόδου κατασκευάστηκαν επιτυχώς μήτρες μεταλλικών αφρών, οι οποίες χαρακτηρίζονταν από ποσοστιαία συμμετοχή του πορώδους επί της συμπαγούς μάζας μεγαλύτερης του 50%. Τα ανωτέρω όπως προαναφέρθηκε, επετεύχθησαν χωρίς τη χρήση παράγοντα αφροποίησης αλλά ούτε και σταθεροποιητικού ισόμορφου στοιχειομετρικού οξειδίου, με επιλεγμένες θερμοκρασιακές βαθμίδες αφροποίησης στους 923K και 948K και για χρονική διάρκεια αφροποίησης 10 min. Η παρασκευαστική αυτή διαδικασία μπορεί να ανασχεδιαστεί σε πιλοτική και βιομηχανική κλίμακα καθώς χαρακτηρίζεται από υψηλή δυναμική ικανότητα παραγωγικότητας και χαμηλό κόστος. Ερευνητικά προτείνεται η συνδυασμένη χρήση με την εφαρμογή της παραπάνω μεθόδου ενός παράγοντα σταθεροποίησης, όπως η $\alpha-Al_2O_3$, ο οποίος επιφέρει ελεγχόμενη κατανομή και διαβάθμιση του πορώδους. Στη περίπτωση αυτή επιβελτιωτικά αποτελέσματα μπορεί να αποδώσει η ελεγχόμενη διασπορά του συμπιεσμένου αερίου μέσω προτυποποιημένης παραμετροποίησης των συνθηκών της FSP.

Στην ερευνητική αυτή μελέτη παρασκευάστηκαν μεταλλικοί αφροί με την χρήση της μεθόδου (FSP) από τους Takao Utsunomiya, Kazuya Takahashi . [84] Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12 πάχους 3mm. Μελετήθηκε η επίδραση διαφορετικών ποσοστιαίων συμμετοχών μέσου αφροποίησης σε συνδυασμό με την ήδη υπάρχουσα ποσότητα αερίου που έχει εισαχθεί και εγκλωβιστεί στο δοκίμιο κατά την διαδικασία της χύτευσης.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	0-1,4	α-Al ₂ O ₃ ,1μm	5	700-730(°C), step 15	6-8, step 1	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	1-4



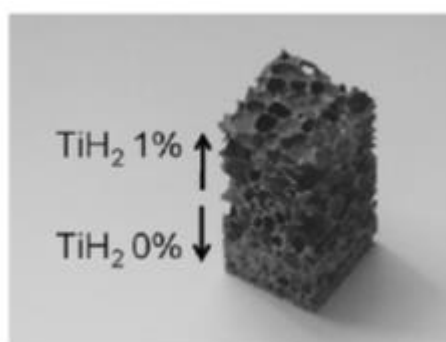
Εικ.8.6 Συσχέτιση μεταξύ ανάπτυξης και κατανομής του πορώδους συγκριτικά με το κλάσμα όγκου προσθήκης του παράγοντα αφροποίησης για θερμική κατεργασία αφροποίησης στους 988K και χρονική διάρκεια παραμονής 7min.

Η ομοιογένεια της κατανομής του μέσου μεγέθους, η ομοιομορφία της διασποράς καθώς και η σφαιρικότητα του πορώδους είναι ελεγχόμενα και ισχυρά εξαρτώμενα στοιχεία από τα κλάσμα όγκου συμμετοχής του αφροποιητικού παράγοντα. Παρατηρήθηκε ότι η επενέργεια του ποσοστού συμμετοχής εγκλεισμένων αερίων γίνεται λιγότερο σημαντική με την αύξηση προσθήκης του παράγοντα αφροποίησης. Ανεξάρτητα από τη βαθμίδα και την ένταση εγκλεισμού αερίων παρατηρήθηκε ότι για να παραχθούν μεταλλικοί αφροί αλουμινίου με πορώδες άνω του 70% απαιτείτο η προσθήκη 0.6% κ.β. TiH₂. Για μηδενική προσθήκη παράγοντα αφροποίησης παρουσιάστηκε ανάπτυξη ομοιογενώς κατανεμημένων πόρων εντός της μητρικής περιοχής με αυξημένο μέσο μέγεθος συμμετοχής. Με τη σταδιακά αυξανόμενη προσθήκη του παράγοντα αφροποίησης, τα γεωμετρικά χαρακτηριστικά των πόρων, η μορφολογία τους καθώς και το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών εμφάνισαν σταθερότητα και επαναλήψιμη απόκριση, αποσβαίνοντας τις διακυμάνσεις που θα μπορούσαν να παρουσιαστούν λόγω διαφορετικής περιεκτικότητας εγκλεισμού αερίων κατά τη χύτευση. Για μικρές ποσοστιαίες προσθήκες παράγοντα αφροποίησης μεταξύ των ορίων 0-0.2% κ.β., αναπτύχθηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής πορώδους, με μικρό μέσο

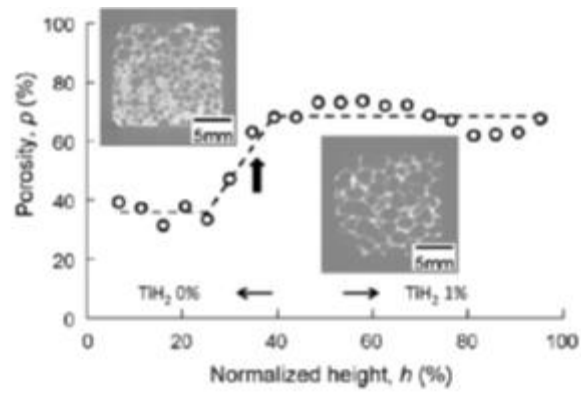
μέγεθος ανάπτυξης και υψηλή σφαιρικότητα. Με την επαύξηση της προσθήκης του αφροποιητικού παράγοντα στη τιμή 0.6% κ.β., οι γεωμετρικές απολήξεις των πόρων, απομάκρυναν τη μορφολογία ανάπτυξης αυτών από τη σφαιρική συμμετρία ενώ ταυτόχρονα παρατηρήθηκε αύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών καθώς πραγματοποιήθηκε συνένωσή τους με επακόλουθη πάχυνση (coalescence).

Από την ερευνητική ομάδα των Yoshihiko Hangai, Kazuya Takahashi παρασκευάστηκαν μεταλλικοί αφροί αλουμινίου χαρακτηριζόμενοι από διαβαθμισμένο πορώδες με την χρήση της μεθόδου (FSP). [85] Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου ADC12 στις οποίες είχε ήδη εισαχθεί μεγάλη ποσότητα αερίου κατά διαδικασία της χύτευσης υψηλής πίεσης (high-pressure die casting). Στην πάνω πλάκα εισήχθη επιπρόσθετα ποσοστό παράγοντα αφροποίησης TiH_2 1% ενώ στην κάτω πλάκα δεν προστέθηκε μέσο αφροποίησης καθώς αφροποιήθηκαν μόνο τα αέρια που είχαν παγιδευτεί κατά την χύτευση υψηλής πίεσης. Οι αφροί αλουμινίου με διαβαθμισμένο πορώδες κατά τις δοκιμές μονοαξονικής συμπίεσης παρουσίασαν όπως ήταν αναμενόμενο δύο ξεχωριστά στάδια κατάρρευσης καθώς και δύο διαφορετικές περιοχές πλατώ. Η διαζωνική μετάβαση των δύο μερών του αφρού ήταν ομοιόμορφη και συνεχής, καθώς το μέσο μέγεθος κατανομής των πόρων παρουσίασε διαβαθμισμένα ελεγχόμενη και σταδιακή μεταβολή στη διασυνδεδετική επιφάνεια συναρμογής. Το γεγονός αυτό καταδεικνύει την ικανότητα προσδιορισμού της εντοπισμένης ανάπτυξης ζωνών μικροπλαστικής παραμόρφωσης και ετερογενών μικροτασικών πεδίων στις ζώνες εξισορρόπησης των μικροτασικών βαθμίδων. Η κατώτερη βαθμίδα του μεταλλικού αφρού παρουσίασε πλήρη παραμόρφωση μέχρι το ανώτατο όριο του 50% ενώ η ανώτερη βαθμίδα χαρακτηρίστηκε από το φαινόμενο της πυκνοποίησης για ποσοστά παραμόρφωσης μεταξύ 50-70%..

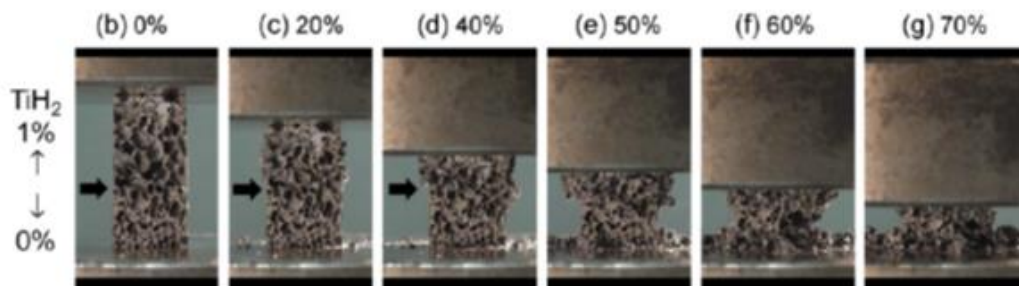
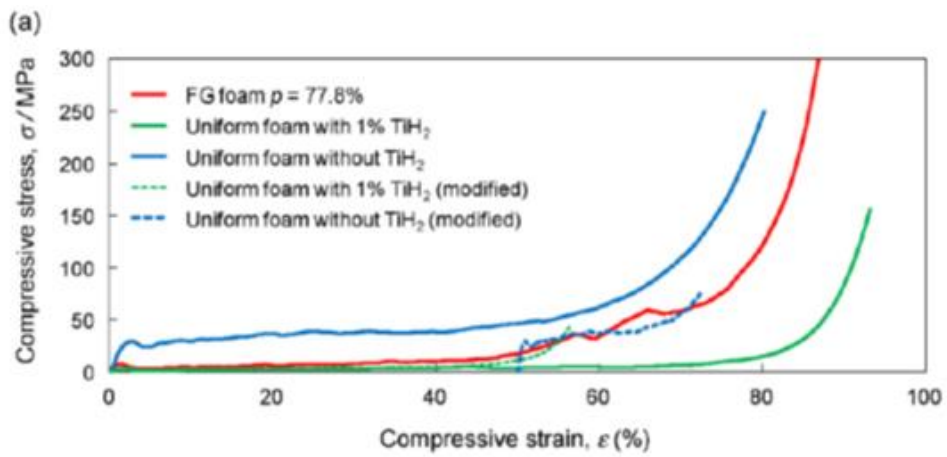
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
ADC12	$TiH_2 < 45\mu m$ (N.H.T.)	0-1,4	$\alpha-Al_2O_3, 1\mu m$	5	700-730($^{\circ}C$), step 15	6-8, step 1	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle ($^{\circ}$)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000	3	1-4



Εικ.8.7 Διαστασιολογικά προτυποποιημένα δείγματα για μονοαξονικό εφελκυσμό από μεταλλικό αφρό διαβαθμισμένου πορώδους.



Εικ.8.8 Συσχέτιση μεταξύ υψομετρικής στάθμης δείγματος και κατανομής μέσου μεγέθους του πορώδους.

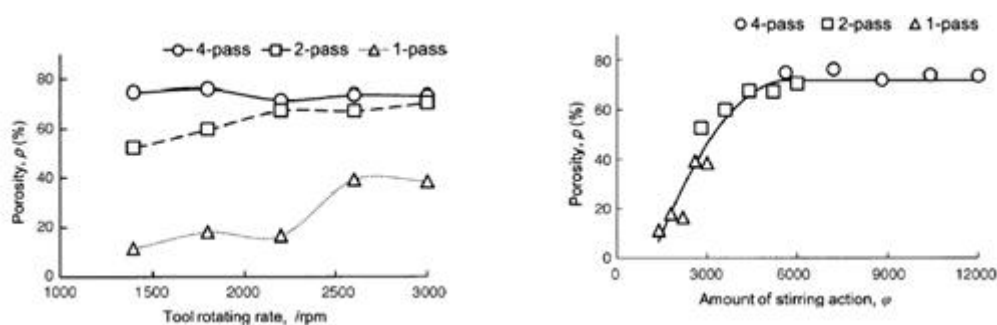


Εικ.8.9 Καμπύλες τάσης-παραμόρφωσης και δυναμική απεικόνιση παραμορφωσιμότητας μεταλλικών αφρών διαβαθμισμένου πορώδους.

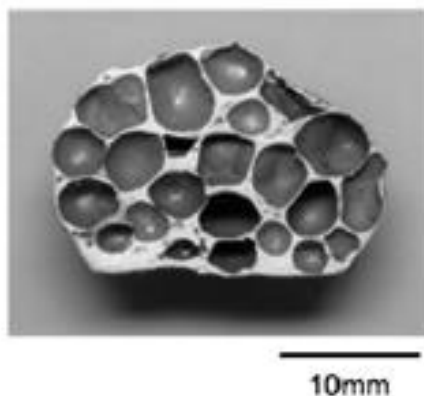
Για την παρασκευή μεταλλικών αφρών κράματος αλουμινίου (σειρά1XXX) από τους ερευνητές Yoshihiko Hangai, Takao Utsunomiya και Makoto Hasegawa, με την χρήση της μεθόδου (FSP), χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου Al1050 πάχους 3mm.[87] Στην ερευνητική αυτή μελέτη παρατηρήθηκε η επίδραση της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου στο τελικό μέγεθος, μορφολογία και διασπορά του πορώδους. Τα βέλτιστα αποτελέσματα προέκυψαν με ταχύτητα περιστροφής 2200 rpm. Για τη δεδομένη επιλογή συνθηκών της διεργασίας το πορώδες που προέκυψε προσέγγιζε το 80%. Οι αφροί που παρήχθησαν δεν είχαν καλή ομοιογένεια ως προς την διασπορά των πόρων (λόγω του πολύ μικρού ποσοστού συμμετοχής σταθεροποιητικού οξειδίου αλουμίνιας). Για το λόγο αυτό ανασχεδιάστηκε νέα σειρά πειραμάτων με προσθήκη 10% Al₂O₃, όπου και παρατηρήθηκαν ικανοποιητικότερα αποτελέσματα. Το κλάσμα όγκου συμμετοχής του πορώδους εντός της μήτρας του μεταλλικού αφρού φάνηκε να εξαρτάται μονοσήμαντα από την επενέργεια του φαινομένου της ανάδευσης (stirring) η οποία καθορίζεται από το γινόμενο της γωνιακής ταχύτητας περιστροφής της εργαλειομηχανής επί του αριθμού των περασμάτων της διεργασίας FSP.

Για τη παρασκευή μεταλλικού αφρού με ομοιογενή κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων και ομοιόμορφη διασπορά αυτών, χρειάζεται μελέτη παραμετροποίησης των συνθηκών ανάδευσης κατά την ανάπτυξη της διεργασίας FSP. Απαιτηση τίθεται ταυτόχρονα για ομοιόμορφη διασπορά και ανάμειξη του παράγοντα αφροποίησης και του σταθεροποιητικού οξειδίου, η οποία φαίνεται να επιτυγχάνεται για δύο μόνο περάσματα του συστήματος πείρου-περιαυχενίου και για ρυθμούς περιστροφής της εργαλειομηχανής που υπερβαίνουν τις 2200 rpm. Πραγματοποιήθηκε με αυτό τον τρόπο ανάπτυξη μεταλλικών αφρών με συμμετοχή του πορώδους επί της συμπαγούς μάζας άνω του 70%, για επιβαλλόμενη θερμοκρασιακή βαθμίδα αφροποίησης 998K και χρονική διάρκεια παραμονής σε αυτή 10 min. Σε ότι αφορά στην ομοιομορφία της μορφολογίας των πόρων αυτή φάνηκε να σχετίζεται με την ελεγχόμενη ποσοστιαία προσθήκη συμμετοχή του σταθεροποιητικού οξειδίου της Al₂O₃.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ ,1μm	3&7	700-775(°C)	10	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1400-3000	3	1-4



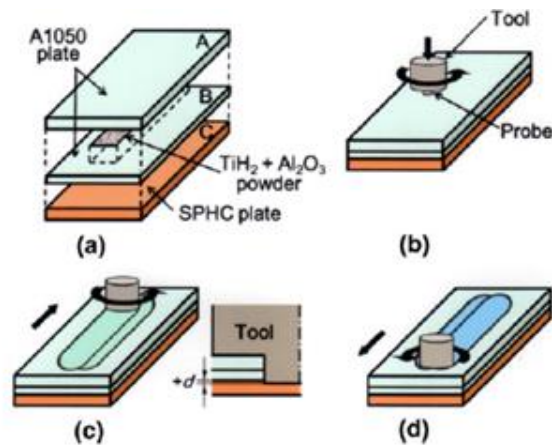
Εικ.8.10 Συσχέτιση μεταξύ ταχύτητας περιστροφής και πορώδους για επιβαλλόμενη θερμοκρασία αφροποίησης 998K και σταδιακή εφαρμογή 1, 2 και 4 περασμάτων του συστήματος εργαλειομηχανής πείρου-περιαυχενίου.



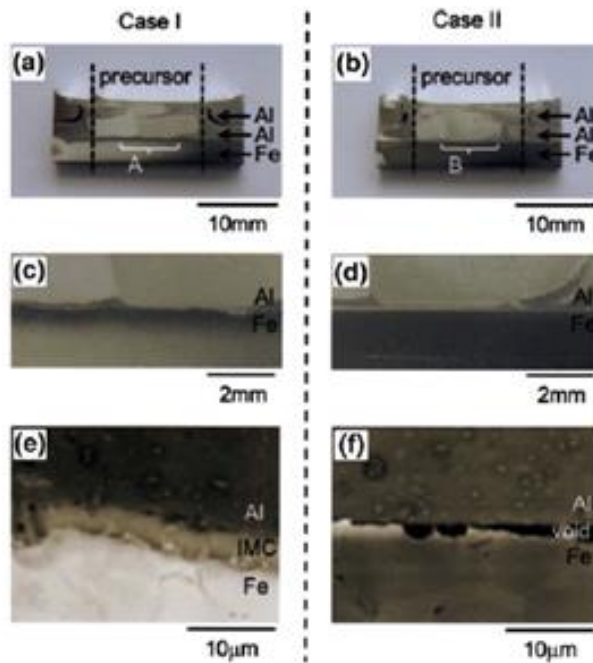
Εικ.8.11 Κατανομή και μέσο μέγεθος ανάπτυξης πορώδους για εφαρμογή 2 περασμάτων και επιβολή 2200 στροφών/λεπτό στη μέθοδο FSW, θερμοκρασιακή βαθμίδα αφροποίησης 998K και ποσοστιαία συμμετοχή σταθεροποιητικού οξειδίου Al_2O_3 7% κ.β

Από τους Yoshihiko Hangai, Shinji Koyama κατασκευάστηκε σύνθετο σώμα μεταλλικού αφρού αλουμινίου (Al1050) περικλυόμενο πλευρικά από φύλλα κοινού ανθρακούχου χάλυβα (SPHC low-carbon steel) μέσω της μεθόδου FSW. [88] Ως παράγοντας αφροποίησης προστέθηκε TiH_2 σε ποσοστιαία συμμετοχή 2% κ.ο. και ως παράγοντας σταθεροποίησης 10% κ.ο. $\alpha-Al_2O_3$ με μέσο μέγεθος κρυσταλλιτών της τάξης του 1 μm . Πραγματοποιήθηκαν 2 σειρές πειραμάτων. Στην πρώτη σειρά πειραμάτων ο πείρος εισερχότανε στον χάλυβα κατά 0.2mm , ενώ στην δεύτερη ο πείρος οριακά άγγιζε την κατώτερη πλάκα χάλυβα. Μετά από μεταλλογραφικό έλεγχο παρατηρήθηκε πως στην πρώτη σειρά πειραμάτων δημιουργήθηκε μια ψαθυρή διαμεταλλική ένωση (Fe_2Al_5) .Στην δυναμική μηχανική δοκιμή μονοαξονικού εφελκυσμού παρατηρήθηκε επίσης πως αυτή η διαμεταλλική ψαθυρή ένωση είχε μεγαλύτερη αντοχή από τον ίδιο τον αφρό αφού η θραύση είχε τόσο εναρκτήρια όσο και απολληκτήρια σημεία διάδοσης εντός του μεταλλικού αφρού.Σε αντίθεση για την δεύτερη σειρά πειραμάτων, η θραύση φάνηκε να πραγματοποιείται στη ζώνη μετάβασης, όπου η διασυνδετική συναρμογή και η χημικομηχανική διασυνδεσιμότητα του συστήματος κρίθηκε περιορισμένη.

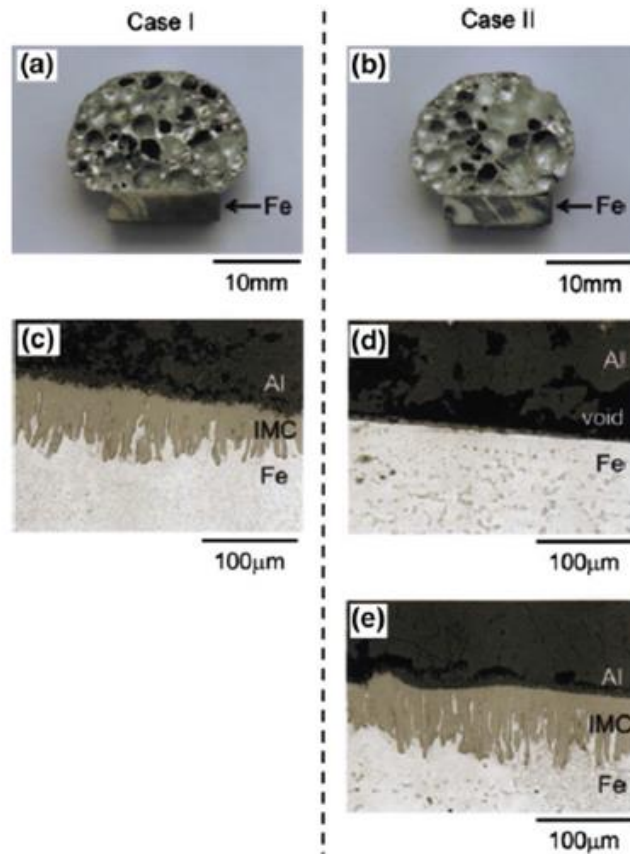
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050& SPHC	$TiH_2 < 45 \mu m$ (N.H.T.)	2	$\alpha-Al_2O_3$, 1 μm	10	730($^{\circ}C$)	6,4	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle ($^{\circ}$)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	2200	3	1-4



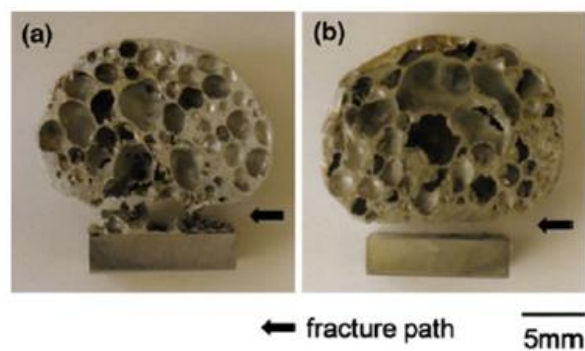
Εικ.8.12 Διαγραμματική απεικόνιση προπαρασκευαστικής διεργασίας (FSW) πρόδρομου σύνθετου υλικού αποτελούμενου από τον πυρήνα κράματος αλουμινίου με πλευρική επικάλυψη από πλάκες χάλυβα.



Εικ.8.13 Κάθετη τομή από τη ζώνη ανάδευσης των δοκιμίων του πρόδρομου υλικού, όπου απεικονίζεται η διαστρωματική ανάπτυξη μεταξύ των ετερογενών μετάλλων. Επιπρόσθετα παρατηρείται η εμφάνιση ενός ενδιάμεσου διασυνδεδετικού επιπέδου αποτελούμενου από ψαθυροποιητικές ενδομεταλλικές φάσεις σκλήρωσης.



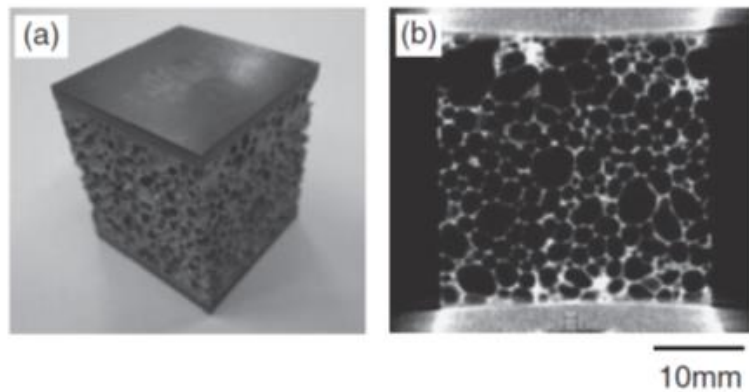
Εικ.8.14 Κάθετη τομή σύνθετων μεταλλικών αφρών όπου απεικονίζεται η διασυνδεδετική συναρμογή μεταξύ αφρού κράματος αλουμινίου και πλάκας χάλυβα μέσω της διευρυμένης ζώνης, η οποία αναπτύχθηκε λόγω του φαινομένου της αλληλοδιάχυσης (interdiffusion).



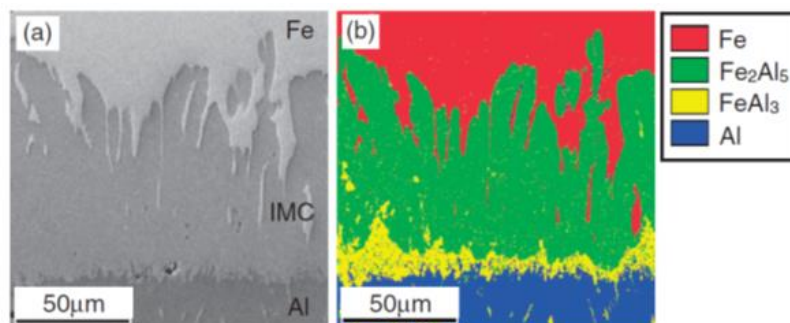
Εικ.8.15 Στερεοσκοπική ανάλυση θραυσιγενών επιφανειών όπου γίνεται διακριτός ο μηχανισμός της θραύσης, τα εναρκτήρια σημεία και τα μονοπάτια διάδοσης αυτής (crack path trajectory-propagation path).

Από τους ερευνητές Yoshihiko Hangai, Nobuyuki Ishii κατασκευάστηκε σύνθετο αφρού αλουμινίου (Al1050) με κοινό ανθρακούχο χάλυβα (SPHC low-carbon steel) σε μορφή σάντουιτς, μέσω εφαρμογής της μεθόδου FSW. [89]. Η ενδομεταλλική φάση σκλήρωσης που αναπτύχθηκε μελετήθηκε μέσω της τεχνικής προσδιορισμού του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης EBSD. Στα δοκίμια μορφής “σάντουιτς” πραγματοποιήθηκαν πειράματα εφελκυστικής επιφόρτισης όπου και παρατηρήθηκε θραύση όχι στην ψαθυρή διαμεταλλική ένωση αλλά στο μητρική φάση του μεταλλικού αφρού.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050& SPCC	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	2	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	10	730(°C)	9,5	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	2200	3	7 lines x 2pass



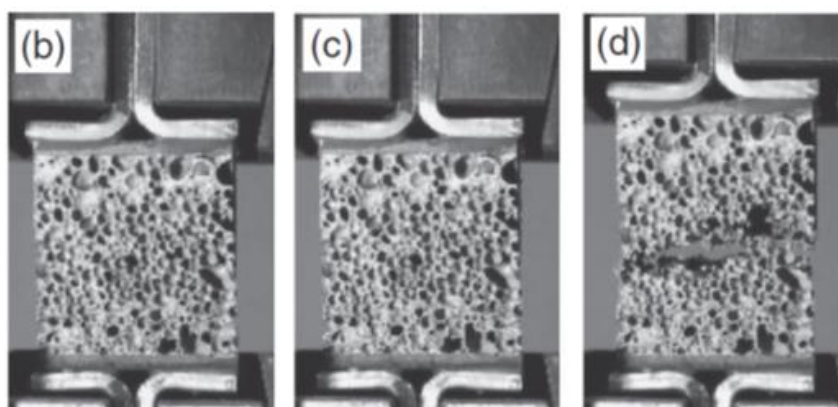
Εικ.8.16 Διαστατικά προτυποποιημένα δοκίμια εφελκυσμού από σύνθετη κατασκευή μεταλλικού αφρού αλουμινίου και πλευρικά επιθέματα πλακών χάλυβα.



Εικ.8.17 Μικρογραφικός ιστός ανάπτυξης και χάρτης κατανομής των φάσεων στη διασυνδεδετική διεπιφάνεια μετάβασης μεταξύ των δύο υλικών.

Η ενδιάμεση επιφάνεια συναρμογής παρουσιάζει άριστη δομική ακεραιότητα και χημικομηχανική διασυνδεδεσιμότητα, καθώς μεταξύ των θερμοκρασιακών βαθμίδων 973K και 1173K αναπτύσσεται λόγω αλληλοδιάχυσης (interdiffusion), μια λεπτή διαστρωματική επαλληλία επαφών, από ομάδες ενδομεταλλικών φάσεων με στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες FeAl₃ και Fe₂Al₅. Στη

διεπιφάνεια επαφής μεταλλικού αφρού και πλάκας χάλυβα όπως είναι αναμενόμενο αναπτύσσεται αρχικά ένα διακριτό στρώμα αποτελούμενο από την ενδομεταλλική ψαθυροποιητική φάση με στοιχειομετρική χημική αναλογία Fe_2Al_5 . Αντίστοιχα στα σύνορα γειτνίασης της διαστρωματικής διασύνδεσης με το τμήμα του αλουμινίου η ενδομεταλλική φάση που χαρακτηρίζει τα διαζωνικά περατωτικά όρια φέρει στοιχειομετρία $FeAl_3$. Το συνολικό πάχος της ενδιάμεσης διασυνδετικής επίστρωσης εκτείνεται περί τα 65 μm ενώ η θραύση εμφανίζει εναρκτήρια σημεία μετάδοσης εντός της μήτρας του μεταλλικού αφρού. Με τη μείωση της ποσοστιαίας συμμετοχής του πορώδους αυξάνει ανάλογα η εφελκυστική αντοχή έναντι θραύσης του μεταλλικού αφρού. Υπάρχει όμως ένα ελάχιστο κατώφλι συμμετοχής της πορώδους δομής, όπου ο μεταλλικός αφρός αλουμινίου αποκτά μεγαλύτερη αντοχή έναντι αστοχίας εν συγκρίσει με το ενδιάμεσο στρώμα που περιέχει τις ψαθυροποιητικές ενδομεταλλικές φάσεις. Στη περίπτωση αυτή η θραύση εμφανίζεται εντός του επιπέδου της διασυνδετικής συναρμογής.



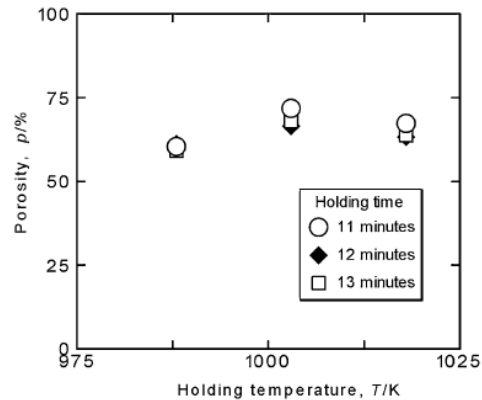
Εικ.8.18 Σταδιακή δυναμική απεικόνιση πειραματικής εξέλιξης μονοαξονικού εφελκυσμού σε δομές sandwich αποτελούμενες από πυρήνα αφρού αλουμινίου και πλευρική επικάλυψη από φύλλο χάλυβα.

Από την ερευνητική ομάδα των Takao Utsunomiya, Ken-ichi Tamura παρασκευάστηκε μεταλλικός αφρός κράματος αλουμινίου 6061 με την χρήση της μεθόδου (FSP). [90] Χρησιμοποιήθηκαν πλάκες αλουμινίου 6061 πάχους 3,5mm. Μελετήθηκε η επίδραση της ταχύτητας περιστροφής του εργαλείου και του αριθμού των περασμάτων στη τελική πορώδη δομή καθώς και στην μορφολογία των πόρων. Επίσης μελετήθηκαν διαφορετικές θερμοκρασίες αφροποίησης καθώς και διαφορετικοί χρόνοι παραμονής στις θερμοκρασιακές αυτές βαθμίδες.

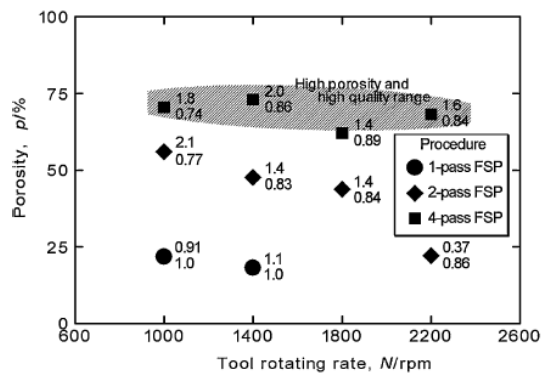
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A6061	TiH ₂ <45 μm (N.H.T.)	1	α -Al ₂ O ₃ , 1 μm	10	715-745(°C), step 15	11-13, step 1	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	1000-2200	3	1,2,4

Οι μεταλλικοί αφροί που αναπτύχθηκαν επιτυχώς με τη διαδικασία τριβής δια ανάδευσης και με την εφαρμογή 4 περασμάτων, χαρακτηρίζονταν από ομοιόμορφη διασπορά πορώδους της τάξης του 70%. Για την επιτυχή και ελεγχόμενη παραγωγή των μεταλλικών αφρών, με υψηλό πορώδες και ικανοποιητική χημικομηχανική απόκριση, η ταχύτητα περιστροφής της εργαλειομηχανής παρατηρήθηκε ότι πρέπει να διακυμαίνεται μεταξύ εντός του ορίου των 1000 και 2200 rpm. Η μέση

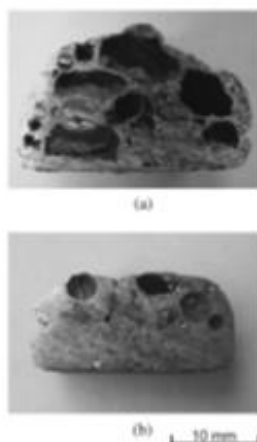
διάμετρος κατανομής των πόρων μετρήθηκε να είναι μεταξύ 1.5 και 2 mm, ενώ υπολογιστικά η σφαιρικότητα αυτών βρέθηκε να προσεγγίζει τη τιμή του 0.8. Παρατηρήθηκε τέλος ότι η επαυξημένη διάμετρος σχετίζεται μονοσήμαντα με την υψηλή σφαιρικότητα και κατά συνέπεια και με τη συνολικά ποιοτική απόκριση του μεταλλικού αφρού σε μηχανικές φορτίσεις.



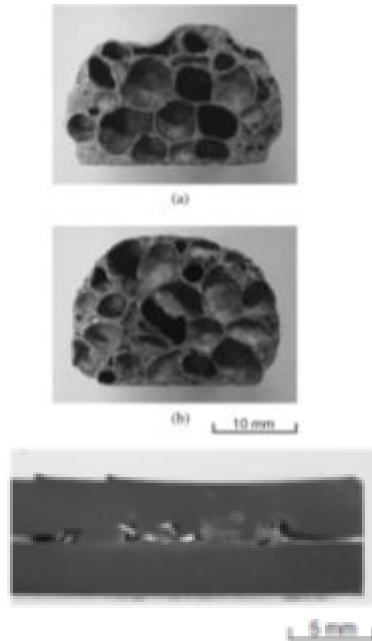
Εικ.8.19 Μεταβολή κλάσματος όγκου συμμετοχής του πορώδους επί του μεταλλικού αφρού συναρτήσει της επιβαλλόμενης θερμοκρασιακής βαθμίδας αφροποίησης.



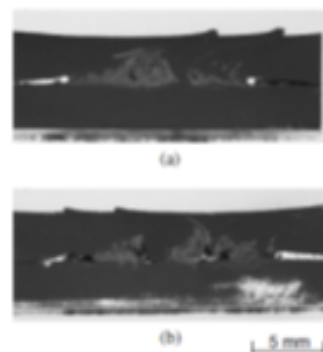
Εικ.8.20 Μεταβολή ποσοστιαίας συμμετοχής του πορώδους επί του μεταλλικού αφρού συναρτήσει της ταχύτητας περιστροφής του συστήματος εργαλειομηχανής περιαυχνίου-πέιρος και του αριθμού των περασμάτων κατά την εφαρμογή της μεθόδου FSP.



Εικ.8.21 Μορφολογία, ετερογένεια κατανομής και μέσο μέγεθος ανάπτυξης πόρων για μεταλλικό αφρό που παρασκευάστηκε μέσω της τεχνικής FSP, υπό την εφαρμογή 2 περασμάτων και με την επιβολή δύο διακριτών ταχυτήτων περιστροφής 1400 rpm και 2200 rpm.



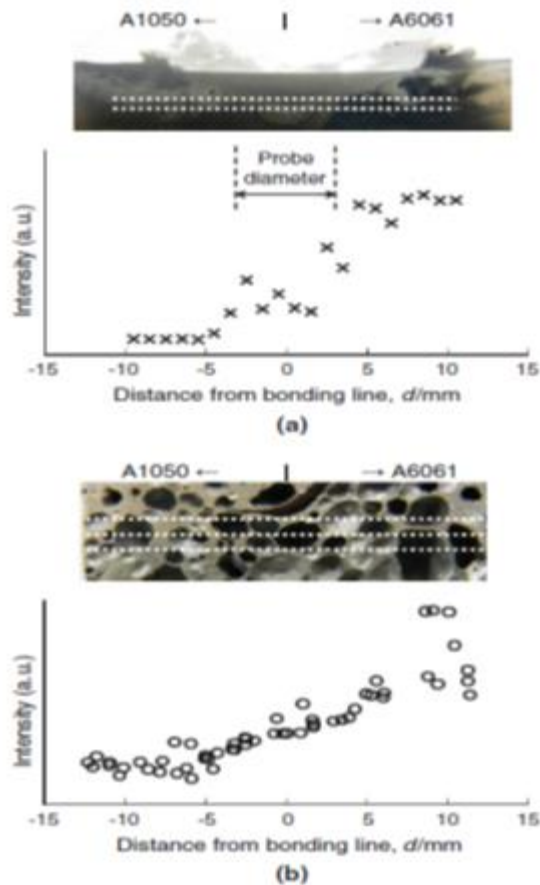
Εικ.8.22 Μέσο μέγεθος ανάπτυξης πόρων, μορφολογικά χαρακτηριστικά και βαθμός ομοιογένειας της μικροδομής για μεταλλικό αφρό που παρασκευάστηκε μέσω της τεχνικής FSP, υπό την εφαρμογή 4 περασμάτων και με επιβολή δύο διακριτών ταχυτήτων περιστροφής 1000 rpm και 2200 rpm.



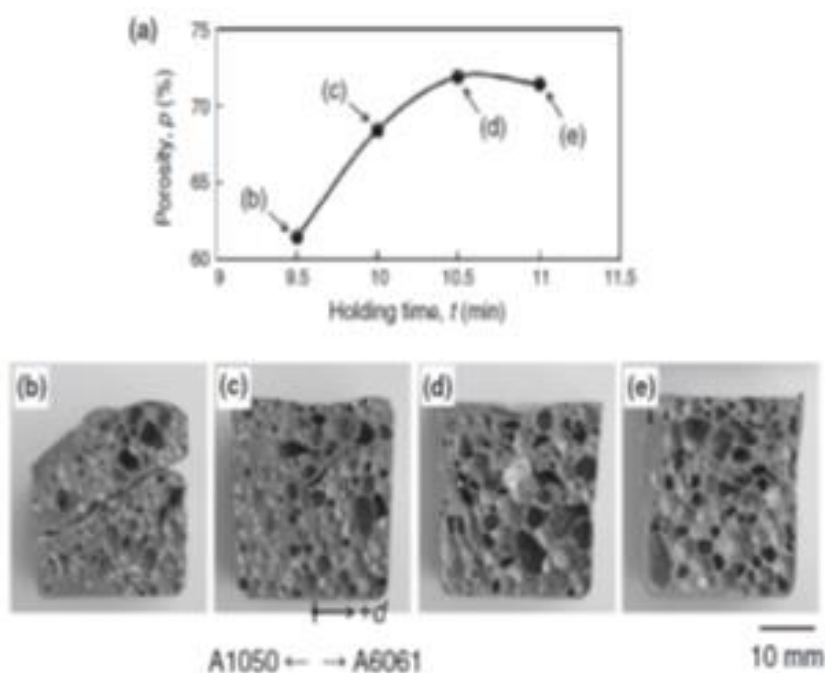
Εικ.8.23 Κάθετη τομή ζώνης ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου έπειτα από την εφαρμογή δύο διαδοχικών περασμάτων κατά την διεργασία της FSP και για δύο διακριτές στάθμες επιβαλλόμενων ταχυτήτων περιστροφής μεταξύ 1400 rpm και 2200 rpm.

Στην ακόλουθη ερευνητική μελέτη δημιουργήθηκε από τους Yoshihiko Hangai, Yutaro Oba σύνθετος αφρός αλουμινίου διαβαθμισμένου πορώδους (Functionally Graded), μέσω χρήσης κραμάτων A1050 & A6061. [91] Η κατασκευή των πρόδρομων δοκιμίων καθώς και η συγκόλληση μεταξύ αυτών έγινε με τη μέθοδο FSP. Σύμφωνα με τα αποτελέσματα της μεταλλογραφικής ανάλυσης, η ποσοστιαία κατανομή της συμμετοχής του μαγνησίου στην περιοχή της συγκόλλησης μεταβάλλετο σταδιακά και με σταθερή τάση από το κράμα A1050 στο A6061. Ο τελικός σύνθετος αφρός χαρακτηριζόταν από πολύ καλή μικρογραφική ομοιογένεια και ομαλότητα μετάβασης μεταξύ των δύο διακεκριμένων δικτύων κατανεμημένου πορώδους.

Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050 & A6061	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	1	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	10	730(°C)	9.5-11, step 0.5	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	6	5	17	100	A1050:2200 A6061:1000	3	A1050:2 A6061:4



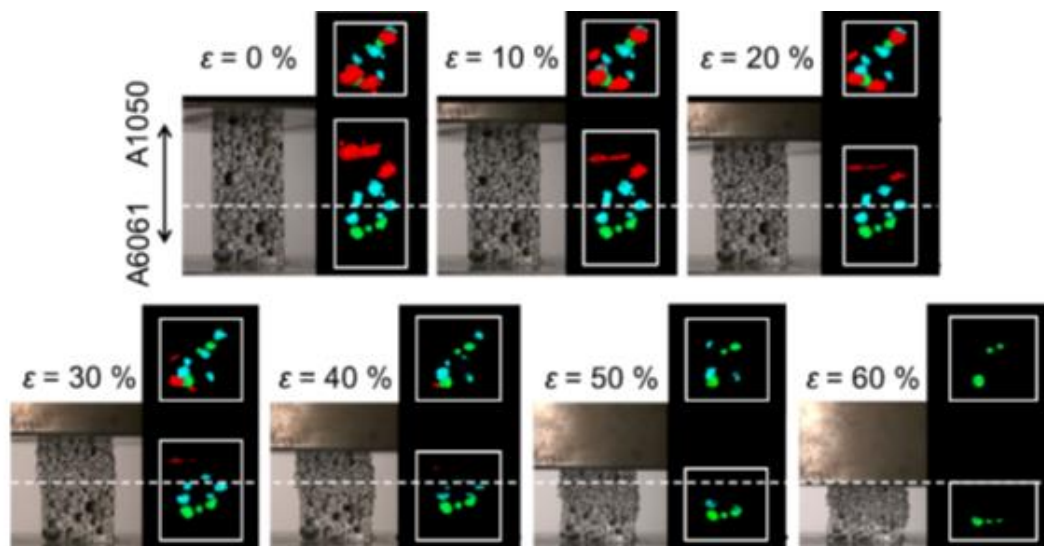
Εικ.8.24 Προσδιορισμός διαβαθμισμένης κατανομής του κραματικού στοιχείου Mg στο επίπεδο επαφής των δύο προδρόμων δοκιμίων έπειτα από την εφαρμογή της τεχνικής FSW και στη διεπιφάνεια συναρμογής των μεταλλικών αφρών έπειτα από τη θερμική κατεργασία αφροποίησης



Εικ.8.25 Συγκριτική απεικόνιση κινησιολογικού ρυθμού ανάπτυξης του πορώδους συναρτήσει του χρόνου παραμονής στη θερμοκρασία αφροποίησης, για σύνθετο μεταλλικό αφρό κραμάτων αλουμινίου A1050-A6061 διαβαθμισμένου πορώδους.

Όπως και στην προηγούμενη ερευνητική μελέτη, στη παρούσα εργασία δημιουργήθηκε από τους Yoshihiko Hangai, Kousuke Saito, σύνθετος αφρός αλουμινίου διαβαθμισμένης πορώδους δομής με συμμετοχή των κραμάτων A1050 και A6061. [92] Η κατασκευή των προδρόμων δοκιμίων καθώς και η συγκόλληση μεταξύ τους πραγματοποιήθηκε με τη μέθοδο FSP. Στην παρούσα εργασία επιπλέον εφαρμόστηκαν πειράματα δυναμικής μηχανικής δοκιμής μονοαξονικής συμπίεσης.

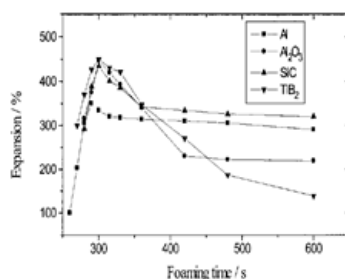
Material	Blowing Agent	Mass% Blowing Agent	Ceramic Particles	Mass% Ceramic Particles	Holding Temperature	Holding Time (min)	
A1050 & A6061	TiH ₂ <45μm (N.H.T.)	0,4	α-Al ₂ O ₃ , 1μm	5	730(°C)	12	
Pin	Pin Diameter (mm)	Pin Length (mm)	Shoulder Diameter (mm)	Traversing Speed (mm/min)	Rotating Rate (rpm)	Tilt Angle (°)	Number of FSP passes
Screw probe	8 to 4	9,3	19,5	A1050:100 A6061:50	A1050:2200 A6061:1000	3	A1050:3 A6061:4



Εικ.8.26 Σταδιακή εξελικτική απεικόνιση της αποκρισιμότητας ως προς τη δυναμική θλιπτική παραμόρφωση σύνθετου μεταλλικού αφρού διαβαθμισμένου πορώδους.

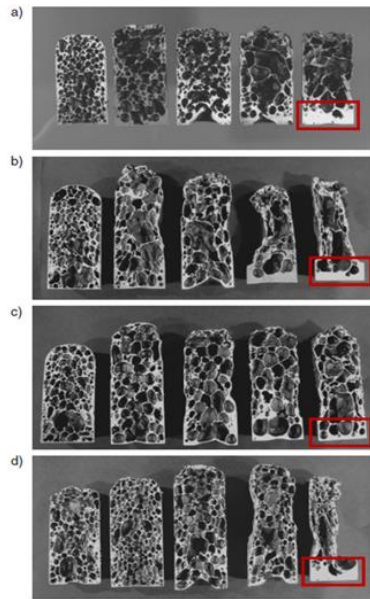
Προσμετρήθηκε στο πρόδρομο δοκίμιο που παρασκευάστηκε μέσω της FSP, η βάθμωση της κατανομής χημικοτασικού δυναμικού για το κραματικό στοιχείο του Mg, μεταβαίνοντας μέσω της διεπιφάνειας συναρμογής από το κράμα αλουμινίου A1050 στο A6061 με τη χρήση της τεχνικής EPMA. Παρατηρήθηκε σταδιακή και σχετικά ομαλή αυξητική τάση συμμετοχής του Mg κατά τη μετάβαση από το κράμα A1050 στο A6061, κάτι το οποίο επαναλαμβάνεται και στην αντίστοιχη μελέτη μετά τη διαδικασία αφροποίησης στους εν επαφή μεταλλικούς αφρούς. Το διαφοροποιό στοιχείο έγκειται στο γεγονός ότι ενώ στο πρόδρομο δοκίμιο η διασπορά του Mg στη πλευρά του κράματος A6061 χαρακτηρίζεται από σχετική ομοιογένεια, μετά την αφροποίηση το αντίστοιχο τμήμα του μεταλλικού αφρού εμφανίζει μη ομότροπη διασπορά αυτού. Αυτό το γεγονός αποδίδεται στην ανάπτυξη του φαινομένου του διαφορισμού και τη πάχυνση των δευτερευουσών φάσεων κατακρήμνισης Mg_2Si κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας, λόγω του επικείμενου χαμηλού ρυθμού απόψυξης. Επιπρόσθετα τα περατωτικά όρια της ζώνης μετάβασης που εσωκλείουν συμμετοχή κραματικού στοιχείου Mg είναι διευρυμένα στη περίπτωση των μεταλλικών αφρών σε σχέση με το πρόδρομο δοκίμιο. Το γεγονός αυτό ενισχύει την άποψη ότι η διαδικασία αφροποίησης καταλύει τη διαχυσιμότητα και επεκτείνει τη διασπορά των κραματικών στοιχείων με χαμηλό συντελεστή διαχυσιμότητας και υψηλό χημικό δυναμικό κινητικότητας, μεταξύ των τοιχωμάτων των κυψελών. Σημειώνεται ακόμα ότι η πάχυνση της ενδομεταλλικής φάσης Mg_2Si οδηγεί σε υποβάθμιση των μηχανικών ιδιοτήτων του μεταλλικού αφρού και για το λόγο αυτό οι συνθήκες αφροποίησης οφείλουν να είναι απόλυτα ελεγχόμενες και προτυποποιημένες. Για χρονική διάρκεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης 10min, το περατωτικό διασυνδεδετικό όριο μεταξύ των δύο μεταλλικών αφρών κατέστη διακριτό. Το μέγεθος των πόρων κυμαινόταν από 0.5 ως 4mm με υψηλό βαθμό σφαιρικότητας και ομοιομορφία κατανομής, ιδιαίτερα για το μεταλλικό αφρό κράματος A1050. Σε χρονική διάρκεια αφροποίησης 10.5min, η διασυνδεδετική συναρμογή μεταξύ των μεταλλικών αφρών από κράματα A1050 και A6061 δεν χαρακτηρίστηκε ως διακριτή οπτικά, ενώ οι πόροι παρουσίασαν σημαντική μεγέθυνση λόγω της συνένωσης αυτών σε ομάδες κατά την υπερθέρμανση του προδρόμου δοκιμίου. Το μέσο μέγεθός τους αυξήθηκε μεταξύ των τιμών 1.5 ως 6mm και η μορφολογία αυτών απομακρύνθηκε από τη σφαιρικότητα προσεγγίζοντας μια πιο επιμηκυσμένη γεωμετρική διάταξη. Για χρονική διάρκεια αφροποίησης 11min του προδρόμου δοκιμίου, οι συνενωμένοι ευμεγέθεις πόροι έπειτα από διαδοχικές συμψύσεις παρουσίασαν τοπικά φαινόμενα κατάρρευσης (collapse), με αποτέλεσμα το πορώδες να αρχίσει και πάλι να μειώνεται.

Στην ακόλουθη ερευνητική μελέτη που διεξήχθη από τους A. R. Kennedy and S. Asavanisithchai, πραγματοποιήθηκε προσθήκη σταθεροποιητικών κεραμικών φάσεων με στοιχειομετρικές χημικές αναλογίες Al_2O_3 , SiC και TiB_2 σε πρόδρομα δοκίμια αλουμινίου τα οποία περιείχαν συγκεκριμένη ποσοστιαία συμμετοχή παράγοντα αφροποίησης TiH_2 της τάξης του 0,6% κ.β. [94] Τα αποτελέσματα έδειξαν ότι προσθέτοντας 3% κ.β. κεραμικά σωματίδια αυξάνεται αντίστοιχα και η μέγιστη δυνατή αφροποίηση των δοκιμών από 350% σε 450%. Το γεγονός αυτό οφείλεται στο ότι τα κεραμικά σωματίδια προκαλούν μείωση του κρίσιμου πάχους των τοιχωμάτων των κελιών πριν από την κατάρρευση τους. Η διασπορά των κεραμικών ενώσεων Al_2O_3 , TiB_2 , η οποία αποτρέπει την ανάπτυξη ικανοποιητικής γωνίας διαβροχής εντός του φυσικοδυναμικά μεταβαλλόμενου συστήματος (αποτελούμενου από διεπιφανειακά ενεργειακά αναβαθμισμένα σωματίδια σκόνης), λαμβάνει χώρα συνήθως στην επιφάνεια των κελιών όπου και εμφανίζονται να εξέχουν προς το εσωτερικό του κελιού. Κατ' αυτό τον τρόπο οι φάσεις αυτές δεν μπορούν να αποτρέψουν την «αντληση» υγρού διαμέσου του δικτύου των κελιών (drainage effect). Εξάιρεση αποτελούν τα δοκίμια Al-SiC όπου διαπιστώθηκε ανάπτυξη καταλληλότερης γωνίας διαβροχής εντός του συστήματος, η οποία υποβοηθήθηκε από την αντίδραση μεταξύ των δυο φάσεων. Στο συγκεκριμένο φυσικοχημικό σύστημα τα κεραμικά σωματίδια παρατηρήθηκαν εντός των τοιχωμάτων των κελιών με αποτέλεσμα η «άντληση» υγρού διαμέσου του δικτύου των κελιών να καθίσταται περιορισμένη. Η θερμοκρασιακή βαθμίδα αφροποίησης που επιβλήθηκε ήταν $800\text{ }^\circ\text{C}$, ενώ η πυκνότητα που προσμετρήθηκε επί του προδρόμου δοκιμίου βρέθηκε να είναι μεγαλύτερη από το 99% της θεωρητικής πυκνότητας του υλικού.

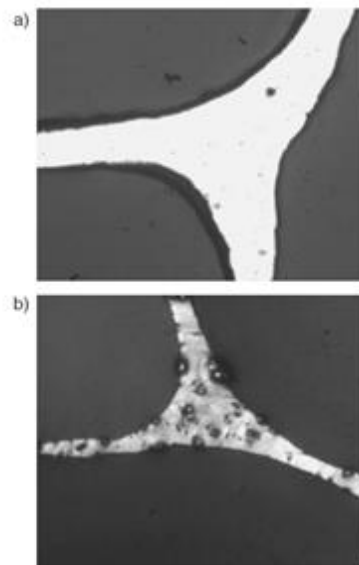


Εικ.8.27 Δυναμική εξελικτική πορεία κινητικής ανάπτυξης πορώδους συναρτήσεως του χρόνου αφροποίησης για συμμετοχή τριών διακριτών σταθεροποιητικών οξειδίων εντός του μεταλλικού αφρού.

Οι ισόμορφες στοιχειομετρικές ενώσεις ομάδων φάσεων καρβιδίων (όπως SiC), χαρακτηρίζονται από ενδιαμέσες γωνίες διαβροχής που φέρουν ισχυρή χρονική εξάρτηση (time dependant wetting angle). Διευκολύνεται κατ' αυτό τον τρόπο η αντίδραση μεταξύ Al και C, στοιχεία που έχουν έτσι και αλλιώς υψηλή χημική συγγένεια, με αποτέλεσμα να δημιουργούνται καρβίδια τύπου Al_4C_3 και να απελευθερώνεται στοιχειακό Si. Το κλάσμα όγκου προσθήκης των σταθεροποιητικών φάσεων οφείλει να είναι ελεγχόμενα χαμηλό έτσι ώστε να ενισχύεται η σταθερότητα του μεταλλικού αφρού. Ο μηχανισμός αυτός πρέπει να σχεδιάζεται ώστε να λειτουργεί ανεξάρτητα από την παράλληλη μεταβολή του ιξώδους. Υπάρχουν ημιεμπειρικά μοντέλα προσομοίωσης τα οποία προσεγγίζουν το φαινόμενο, βασιζόμενα στη διεπιφανειακή βάρθρωση της ενέργειας στα τοιχώματα μεταξύ των κελιών. Τέλος λόγω του εγκλωβισμού και της προεξοχής των κεραμικών φάσεων της Al_2O_3 , και του TiB_2 από τα τοιχώματα των κελιών, το φαινόμενο της διόγκωσης είναι εκτεταμένο και πραγματοποιείται μη ελεγχόμενα. Αντίθετα στη περίπτωση προσθήκης του SiC ως ενισχυτική φάση παρένθεσης, ο εγκλωβισμός των σωματιδίων εντός των τοιχωμάτων οδηγεί σε σταθερούς ρυθμούς διόγκωσης ακόμη και για παρατεταμένη χρονική διάρκεια αφροποίησης.



Εικ.8.28 Στερεοσκοπική ανάλυση μορφολογικής ανισοτροπίας, κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων και ομοιογένειας διασποράς αυτών, για καθαρό μεταλλικό αφρό αλουμινίου και 3 διαφορετικές περιπτώσεις προσθήκης σταθεροποιητικών κεραμικών ενώσεων (Al_2O_3 , SiC, TiB_2).



Εικ.8.29 Διαδοκιδόσεις στήριξης – γεφυρώσεις (struts-ligaments) μεταξύ κυταρικών κελιών σε περιπτώσεις ενίσχυσης με σταθεροποιητικά οξείδια Al_2O_3 και SiC.

9. Πειραματική διαδικασία

9.1 Παρασκευή σύνθετων μεταλλικών αφρών.

Η παραγωγή σύνθετων μεταλλικών αφρών αποτελούμενων από μεταλλική μήτρα ενισχυμένη με κεραμικά νανοσωματίδια πραγματοποιήθηκε μέσω χρήσης της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (Friction Stir Processing, FSP) και μετέπειτα επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης. Η διεξαγωγή των πειραμάτων παρασκευής σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας έλαβε χώρα στο Εργαστήριο του Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ. Εν συνεχεία με τη παροχή του κατάλληλου εξοπλισμού από το Εργαστήριο Ναυπηγικής Τεχνολογίας της Σχολής Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών και το Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών πραγματοποιήθηκε εκτεταμένη μικροδομική μελέτη και χαρακτηρισμός των παραχθέντων δειγμάτων.

Μηχανή FSP

Η μηχανή που χρησιμοποιήθηκε στη συγκεκριμένη μεταπτυχιακή εργασία για την εκτέλεση των πειραμάτων FSP, αποτελεί μία κατάλληλα τροποποιημένη κάθετη φρέζα Universal Milling Machine (Cugir) FU-32. Η διάταξη αυτή χαρακτηρίζεται από τη δυνατότητα ανάπτυξης ταχύτητας περιστροφής μεταξύ του εύρους των τιμών 32-1000 rpm και ταχύτητας πρόωσης αντίστοιχα από 13 mm/min έως 900 mm/min. Ο κάθετος άξονας του εργαλείου παρουσιάζει δυναμική εμβέλεια περιστροφής έως και 45° (δεξιά και αριστερά). Τα τεμάχια τοποθετούνται στην τράπεζα της μηχανής και συγκρατούνται ισχυρά από το σύστημα έδρασης-συγκράτησης. Στη συνέχεια, με ειδικούς μοχλούς μετακινείται η τράπεζα κατακόρυφα προς το εργαλείο συγκόλλησης, ενώ ταυτόχρονα ελέγχεται η απόκλιση της θέσης του αυλακιού δεξιά ή αριστερά από αυτό, έτσι ώστε να παραλληλισθεί το εργαλείο με τον ουδέτερο άξονα της κατεργασίας.





Εικόνα 9.1: (α) Διάταξη μηχανής FSP. (β) Τράπεζα της μηχανής FSP.

Επιπρόσθετα χρησιμοποιείται ταυτόχρονα ένα δυναμόμετρο Kister piezo-multicomponent για να μετρηθεί η αξονική δύναμη που προκύπτει σε όλες τις περιπτώσεις μετά την αρχική βύθιση του εργαλείου στη μήτρα. Για όλους τους συνδυασμούς παραμετροποιήσεων που έλαβαν χώρα πριν την επιλογή των βέλτιστων συνθηκών διεξαγωγής της κατεργασίας, η τιμή της δύναμης φάνηκε να σταθεροποιείται στα 10 KN.

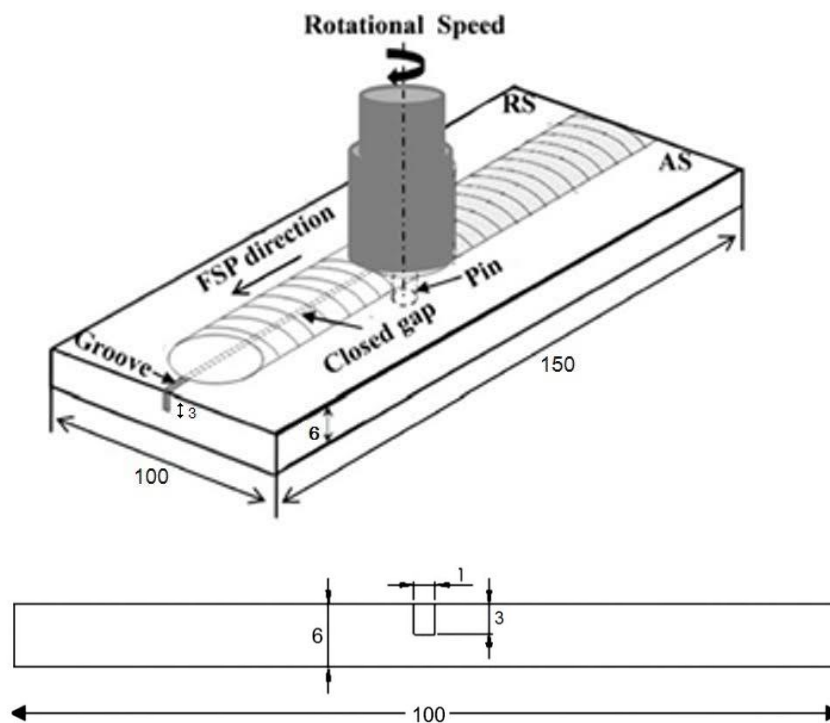
Μεθοδολογία Πειραματικού Μέρους

Αρχικά πραγματοποιήθηκε διεξαγωγή μελέτης επί των βέλτιστων λειτουργικών συνθηκών ανάπτυξης κατεργασίας FSP σε κράμα αλουμινίου 5083-H111, στο οποίο είχε εισαχθεί ομογενοποιημένο μίγμα σωματιδίων φάσης ενίσχυσης και αφροποιητικού παράγοντα. Η εισαγωγή αυτών πραγματοποιήθηκε σε αυλάκια διαφορετικής γεωμετρίας και διαστάσεων κάθε φορά, με σκοπό το προσδιορισμό του καταλληλότερου τύπου αυλακιού για την ανάπτυξη ομοιόμορφης ροής και ανάδευσης. Η ιδανική γεωμετρία αυλακιού σε συνδυασμό με τις υπόλοιπες παραμέτρους της κατεργασίας, οι οποίες προέκυψαν από την τεχνική αυτή διερεύνηση, χρησιμοποιήθηκαν καθ' ολοκληρία στη συνέχεια για τη παραγωγή σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας κράματος AA5083-H111. Ως ενισχυτικές φάσεις παρένθεσης για τη σταθεροποίηση των μεταλλικών αφρών (stabilization effect), επιλέγησαν επιφανειακά τροποποιημένοι νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs) και νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Η βέλτιστη σειρά παραμετροποίησης επιβαλλόμενων συνθηκών της διεργασίας FSP (ταχύτητα πρόωσης, ταχύτητα περιστροφής, γωνία κλίσης εργαλείου) κρίθηκε όπως έχει ήδη αναφερθεί σε άμεση συσχέτιση με την επίτευξη ομοιογένειας κατανομής των σωματιδίων ενίσχυσης και του αφροποιητικού παράγοντα εντός της ζώνης ανάδευσης του προδρόμου συνθέτου υλικού. Εν συνεχεία πραγματοποιήθηκε αντίστοιχη τεχνική διακρίβωση ως προς την επιλογή της καταλληλότερης θερμοκρασιακής βαθμίδας και χρονικής διάρκειας, για τη διεξαγωγή της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης.

Διάνοιξη αυλακιών

Η μέθοδος που χρησιμοποιήθηκε για την παρένθεση των σωματιδίων ενίσχυσης και του αφροποιητικού παράγοντα ήταν αυτή της διάνοιξης αυλακιών παράλληλα με τις γραμμές έλασης των τεμαχίων. Τα αυλάκια αυτά στη συνέχεια πληρώθηκαν με το ισόμορφο μίγμα ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και αφροποιητικού παράγοντα, με σκοπό την ομοιογενή διασπορά αυτού εντός της ζώνης ανάδευσης έπειτα από την επένεργεια της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση. Η διάνοιξη των αυλακιών πραγματοποιήθηκε με τη χρήση κάθετης φρέζας Ver-Mac JTM-4VS. Τα διαστασιολογικά χαρακτηριστικά αυτών, αποτελούν κρίσιμη παράμετρο επιρροής ως προς την ομοιογένεια κατανομής

της ενισχυτικής φάσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Έπειτα από εκτεταμένη μελέτη της ανάπτυξης του ροϊκού πεδίου με την επίδραση της διεργασίας FSP, για μητρικό υλικό κράματος AA5083 ενισχυμένου με τις προαναφερθείσες φάσεις παρένθεσης, επιλέχθηκε ορθογωνική διατομή αυλακιού με πλάτος 1mm και βάθος 3mm.



Εικ.9.2: Διαστατικό πρότυπο αυλακιού όπου πραγματοποιήθηκε εισαγωγή της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και του αφροποιητικού παράγοντα.

Η προκύπτουσα επιφάνεια της ζώνης ανάδευσης για κράμα AA5083 χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης, έπειτα από την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP, με ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min, ρυθμό περιστροφής 1000rpm και γωνία κλίσης του εργαλείου 3° προσμετρήθηκε μέσω ανάλυσης στερεοσκοπίου στα 28,3mm².



Εικ.9.3: Προκύπτουσα επιφάνεια πυρήνα ανάδευσης AA5083 χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης.

Υλικά

Για την παραγωγή συνθέτων υλικών μεταλλικής μήτρας, μέσω της διεργασίας FSP, χρησιμοποιήθηκε αρχικά κράμα αλουμινίου 5083-H111 το οποίο είχε υποστεί ενδοτράχυνση της τάξης του 10% (work hardening effect). Το κράμα αυτό παρελήφθη σε μορφή ελάσματος με διαστάσεις 150 x 100 x 6 mm³.

Πίνακας Όρια χημικής σύστασης του κράματος 5083-H111

Βάρος%	Al	Si	Fe	Cu	Mn	Cr	Mg	Ti	Zn	Other Each	Others Total
5083 min	92.4	-	-	-	0.4	0.05	4.0	-	-	-	-
5083 max	95.6	0.40	0.40	0.10	1.0	0.25	4.90	0.15	0.25	0.05	0.15

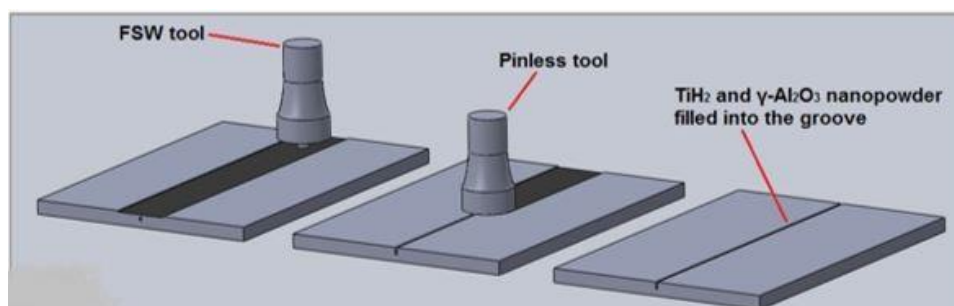
Ως αρχικό μέσο ενίσχυσης των σύνθετων προδρόμων δοκιμών μεταλλικής μήτρας, χρησιμοποιήθηκε εργαστηριακά παρασκευασμένη νανοκρυσταλλική γ -Al₂O₃, η οποία παρουσιάζει κατάλληλες φυσικοχημικές και επιφανειακές ιδιότητες για τη πρόσδεση με τη μεταλλική μήτρα κατά τη διάρκεια της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση. Πιο συγκεκριμένα, χρησιμοποιήθηκε σκόνη αλουμίνας παρασκευασμένης μέσω της υγρής χημικής μεθόδου συγκαταβύθισης, με μέσο μέγεθος κρυστάλλωσης 5 nm και καθαρότητας της τάξης του 99,5%. Η σκόνη εν συνεχεία επιβλήθηκε σε ειδική διεργασία αποσυσσωμάτωσης (freezy dryer process) με σκοπό το περιορισμό της υγροσκοπικότητας της και την αποφυγή σχηματισμού συσσωματωμάτων. Αντίστοιχα πειράματα πραγματοποιήθηκαν σε δεύτερη χρονική σειρά πειραμάτων και για την περίπτωση της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs). Οι χρησιμοποιηθέντες νανοσωλήνες άνθρακα αποτελούν εμπορικό προϊόν, με μέση εξωτερική διαμέτρο ανάπτυξης 50nm. Το προϊόν αυτό υποβλήθηκε εργαστηριακά σε ηλεκτρολυτική διεργασία επιφανειακής τροποποίησης (functionalization process) με σκοπό την ανάπτυξη ισχυρότερης συναρμογής και βελτιστοποιημένης γωνίας διαβροχής με τη μεταλλική μήτρα. Η επιφανειακή αυτή τροποποίηση αφορά στην ανάπτυξη πεδίων επιλεκτικής οξειδωσης επί της επιφάνειας των νανοσωλήνων άνθρακα, σε διάλυμα 1M K₂FeO₄. Όλες οι παραπάνω χημικές διεργασίες αναφορικά με την παρασκευή και την διαμόρφωση των επιφανειακών ιδιοτήτων των νανοδομημένων κεραμικών σωματιδίων έλαβαν χώρα στο Εργαστήριο Μεταλλογνωσίας της Σχολής Μηχανικών Μεταλλείων-Μεταλλουργών.

Αφροποιητικός παράγοντας

Ως αφροποιητικός παράγοντας χρησιμοποιήθηκε εμπορική σκόνη υδριδίου του τιτανίου σε αναλογία 0.4%κ.β. Σύμφωνα με πρόσφατες διεθνείς ερευνητικές αναφορές, το υδρίδιο του τιτανίου αποτελεί τον συνηθέστερα απαντώμενο και καταλληλότερο αφροποιητικό παράγοντα σε περιπτώσεις αφροποίησης προδρόμων δοκιμών κατεργασμένων μέσω της διεργασίας FSP. Αυτό αποδίδεται στην ικανότητα διάσπασής του στους 550°C υπό συνθήκες ατμοσφαιρικής πίεσης. Η μεταλλική μήτρα στο πεδίο αυτό των εφαρμοζόμενων συνθηκών, παραμένει στερεή επιτρέποντας έτσι τον σχηματισμό και τον εγκλωβισμό φυσαλίδων αερίου υδρογόνου (H₂), οι οποίες και αναδιαμορφώνουν το πλέγμα της εσωτερικής πορώδους δομής.

Γεωμετρία εργαλείου

Η γεωμετρία του εργαλείου αποτελεί καθοριστικό κριτήριο για τον έλεγχο της ροής του υλικού και την ομοιογένεια της κατανομής της φάσης ενίσχυσης και του αφροποιητικού παράγοντα. Το εργαλείο που επιλέχθηκε για όλα τα πειράματα αποτελείται από επίπεδο περιαιχένιο διαμέτρου 22,19 mm και κυλινδρικό πείρο μήκους 4,2 mm και διαμέτρου 5 mm, με δεξιόστροφο σπείρωμα και δεξιόστροφη φορά περιστροφής. Αρχικά πραγματοποιήθηκε ένα μονάχα πέρασμα με περιαιχένιο, με επιβαλλόμενη ταχύτητα πρόωσης 80 mm/min και ρυθμό περιστροφής 1000 rpm. Η παραπάνω διαδικασία εφαρμόστηκε για να κλείσει το αυλάκι και να μην υπάρχει πλευριοκή εκτίναξη υλικού. Στην συνέχεια ακολούθησε επενέργεια πολλαπλών περασμάτων μέσω του συστήματος περιαιχενίου – πείρου με σταθερή ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min και ρυθμό περιστροφής 1000 rpm.



Διαδικασία κλείσιματος αυλακιού με περιαιχένιο και εφαρμογή του πρώτου περάσματος μέσω συστήματος περιαιχενίου – πείρου.

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 οποιοδήποτε είδος βιομηχανικής χρήσης σε σχέση με τα εργαλεία διαφορετικής γεωμετρίας. Επίσης το σπείρωμα κατά την περιστροφή του εργαλείου δημιουργεί μία δυναμική τροχιά η οποία ωθεί το υλικό προς το κάτω μέρος του πείρου με αποτέλεσμα να βελτιώνεται η ροή του υλικού και η μορφολογία της ζώνης ανάδευσης. Τέλος το εργαλείο είναι κατασκευασμένο από θερμικά κατεργασμένο εργαλειοχάλυβα με μέση τιμή σκληρότητας 61 HRC, κατάλληλο έτσι ώστε να μην αναπτύσσονται υψηλοί συντελεστές τριβής για τα δεδομένα τριβοχημικά συστήματα μελέτης.



Εικ.9.4 : Εργαλείο με κυλινδρικό πείρο και δεξιόστροφο σπείρωμα.



Εικ.9.5 : Περιαιχένιο και κυλινδρικός πείρος με σπείρωμα.

Γωνία κλίσης του εργαλείου

Η γωνία κλίσης του εργαλείου ορίζεται ως η γωνία κλίσης μεταξύ του άξονα του εργαλείου και του κατεργαζόμενου τεμαχίου. Η κατάλληλη επιλογή της κλίσης διασφαλίζει ότι το περιαιχένιο μεταφέρει το υλικό πιο αποδοτικά από το εμπρός προς το πίσω μέρος του πείρου, με αποτέλεσμα να βελτιώνεται η ποιότητα της επιφανείας. Συνήθως η κλίση του εργαλείου δεν υπερβαίνει τις 5°. Για τη συγκεκριμένη σειρά πειραμάτων επιλέχθηκε κλίση 3°, η οποία κρίθηκε ως η ικανοποιητικότερη κατόπιν δοκιμής σε ενδοτραχυμένα ελάσματα κράματος AA5083-H111.

Πολλαπλά περάσματα

Η εφαρμογή πολλαπλών περασμάτων αποσκοπεί στη βελτίωση διαφόρων χαρακτηριστικών της FSP, όπως η δημιουργία μίας μεγαλύτερης σύνθετης ζώνης και η ομοιόμορφη λεπτομερής διασπορά των κεραμικών νανοσωματιδίων ενίσχυσης και του αφροποιητικού παράγοντα. Η επίδραση των πολλαπλών περασμάτων FSP, συντελεί στη μείωση του μεγέθους των σχηματιζόμενων συσσωματωμάτων καθώς και στη βελτίωση της διασποράς των νανοκρυσταλλικών ενισχυτικών φάσεων παρένθεσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Η σημασία της ομοιόμορφης διασποράς και της μείωσης του μέσου μεγέθους των συσσωματωμάτων είναι διττή. Η μία συνιστώσα αυτής αφορά στον έλεγχο του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων του μητρικού υλικού (Zener pinning effect), ενώ η δεύτερη συνιστώσα της αφορά στο μηχανισμό ισχυροποίησης για την περίπτωση των μη διαπερατών σωματιδίων (Orowan mechanism).

Το κράμα αλουμινίου πριν την εφαρμογή της διεργασίας FSP, λόγω της έλασης την οποία έχει υποστεί κατά τη διαδικασία της μεταλλοτεχνικής διαμόρφωσής του, χαρακτηρίζεται από υψηλές τιμές παραμενουσών τάσεων. Το γεγονός αυτό καθιστά πολύπλοκη την παραμόρφωση και την ομοιόμορφη ροή του υλικού κατά τη διάρκεια του πρώτου περάσματος FSP. Ωστόσο, έπειτα από την επένεργεια πολλαπλών διαδοχικών περασμάτων FSP, το υλικό παραμορφώνεται και ρέει ευκολότερα λόγω του ότι καθίσταται πιο “μαλακό” (softening effect), μέσω της υδρομηχανικής και ασυμπίεστης πλαστικοποιημένης ροής. Επιπρόσθετα η ανομοιογένεια της κατανομής και η ύπαρξη συσσωματωμάτων της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης, έπειτα από το πρώτο πέρασμα της εργαλειομηχανής, δεν επιτρέπει στο μικροδομικό ιστό της ζώνης ανάδευσης να ενισχυθεί σημαντικά και ομοιόμορφα. Όμως το γεγονός αυτό υπερσκεδάζεται με τα επιπρόσθετα περάσματα της FSP, αφού όπως ήδη αναφέρθηκε το υλικό παραμορφώνεται όλο και ευκολότερα μέσω της εντεταμένης θερμοπλαστικής διαμόρφωσης, συμπαρασύροντας ομοιόμορφα την ενισχυτική φάση παρένθεσης. Αν μάλιστα το δεύτερο πέρασμα πραγματοποιηθεί αμέσως μετά το πρώτο, η θερμότητα που παράγεται από το πρώτο πέρασμα της FSP, λειτουργεί ως προθέρμανση για το δεύτερο, οδηγώντας σε υψηλότερη δράση ανάδευσης στην ομόλογη ζώνη. Κατά συνέπεια προκύπτει, ευκολότερη και ομότροπη παραμόρφωση του αναδευόμενου υλικού, με αποτέλεσμα τα συσσωματωμένα σωματίδια

ενίσχυσης να θραύονται και να διασπείρονται ομοιόμορφα σε όλο το μητρικό υλικό της ζώνης ανάδευσης.

Ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου

Καθώς αυξάνεται η ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου, η πλαστική παραμόρφωση του υλικού γίνεται εντονότερη ενώ παράλληλα επιτείνεται η παροχή θερμότητας, επιτρέποντας την καλύτερη ανάδευση του υλικού. Με αυτόν τον τρόπο επιτυγχάνεται ομοιόμορφη ανάπτυξη του μέσου μεγέθους των δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων (ισαξονικοί και πολυγωνικοί κόκκοι), και διατήρηση της μικρογραφικής ομοιογένειας ενώ ταυτόχρονα λαμβάνει χώρα πιο αποδοτικά ο μηχανισμός διαλυτοποίησης-επανακατακρήμνισης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης. Επίσης η αύξηση της ταχύτητας περιστροφής σχετίζεται άμεσα με την διεύρυνση του μέσου πλάτους και ύψους της ζώνης ανάδευσης.

Ταχύτητα πρόωσης

Η ταχύτητα πρόωσης επηρεάζει κυρίως το ιξώδες του υλικού και τον χρόνο έκθεσης του σε αναπτυσσόμενα πεδία θερμότητας λόγω τριβής. Οι χαμηλές ταχύτητες καταλήγουν σε μεγαλύτερη χρονική έκθεση στα θερμοκρασιακά αυτά πεδία, τα οποία μπορεί να μην είναι επιθυμητά καθώς προκαλούν την ανάπτυξη ατελειών δομής (kissing bond, tunneling, wormhole), την ανομοιογενή μεγέθυνση των κόκκων και την πάχυνση των συσσωματωμάτων. Η επιλογή της καταλληλότερης ταχύτητας πρόωσης εξαρτάται κυρίως από την ταχύτητα περιστροφής του εργαλείου, με σκοπό την απόδοση της απαιτούμενης θερμότητας στο υλικό. Σημειώνεται εδώ ότι η συνδυασμένη επιβολή υψηλού ρυθμού περιστροφής και χαμηλής ταχύτητας πρόωσης, οδηγούν σε περιορισμό του σχηματισμού δομής τύπου flow arm και σε διεύρυνση της ζώνης ανάδευσης.

Θερμική κατεργασία αφροποίησης

Η θερμική κατεργασία της αφροποίησης πραγματοποιήθηκε σε επαγωγικό φούρνο στις θερμοκρασιακές βαθμίδες των 700°C, 750°C και 800°C. Η επιλογή αυτή πραγματοποιήθηκε καθώς η διεθνής βιβλιογραφία αποδίδει μεταξύ αυτών των πεδίων θερμοκρασιών για τα κράματα αλουμινίου, τη βέλτιστη κατανομή μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων, σε συνδυασμό με τη μορφολογική ισοτροπία αυτών. Η παρατήρηση της κινητικής του φαινομένου της αφροποίησης έλαβε χώρα με κατάλληλα προσαρμοσμένη κάμερα, η οποία είχε τοποθετηθεί μπροστά από τη κεντρική οπή του φούρνου. Η οπή αυτή είχε καλυφθεί με πυρίμαχο γυαλί, έτσι ώστε να περιορίζονται τα φαινόμενα ανάπτυξης απωλειών θερμότητας.



Εικ.9.6 : Επαγωγικός φούρνος με τερματικό πεδίο θερμοκρασιών στους 1200°C και μεγέθυνση στο πυρίμαχο γυαλί που είναι τοποθετημένο στη κεντρική οπή του φούρνου.

9.2 Προετοιμασία και εξέταση δοκιμίων.

Κοπή

Ύστερα από την παραγωγή του σύνθετου προδρόμου υλικού πραγματοποιήθηκε κοπή του ελάσματος με τη χρήση δισκοτόμου τύπου Discotom 50, της εταιρείας Struers. Τα δοκίμια κόπηκαν σε κατάλληλη γεωμετρία και με εγκάρσια τομή ως προς τη ραφή, έτσι ώστε να πραγματοποιηθεί μικροδομική μελέτη του υλικού έπειτα από την εφαρμογή της FSP κατεργασίας.

Λείανση

Η λείανση και η στίλβωση αποτελούν απαραίτητες διεργασίες, οι οποίες προηγούνται της χημικής προσβολής για να αποκαλυφθεί ο μικροδομικός ιστός και να παρατηρηθεί 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 πλατώ χαρακτηρίζεται από εύρος επιλογής μεταξύ 50 και 500 rpm ενώ η ταυτόχρονη παροχή νερού απομακρύνει σωματίδια τα οποία χαράσσουν την επιφάνεια και αποτρέπει την ανάπτυξη θερμοκρασιακού πεδίου, το οποίο μπορεί να επιδράσει αρνητικά ως προς την μικροδομή.

Στίλβωση

Μέσω της διαδικασίας της στίλβωσης, η επιφάνεια της τομής του δοκιμίου βελτιστοποιείται καθώς απαλείφονται οι γραμμές της λείανσης και ελαχιστοποιείται το επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο. Το αποτέλεσμα αυτής της διαδικασίας είναι σιλπνή επιφάνεια, η οποία αντανάκλα κάθετα όλες τις ακτίνες που προσπίπτουν πάνω της. Η στίλβωση πραγματοποιήθηκε σε περιστρεφόμενο δίσκο στον οποίο τοποθετήθηκε ειδική βάση από τσόχα DPNA, με ταυτόχρονη επάλειψη πάστας υπέρλεπτης αλουμίνας 1μm και 0.1μm διαδοχικά. Μετά τη στίλβωση το δοκίμιο ξεπλύθηκε με νερό και διάλυμα αιθανόλης.

Χημική Προσβολή

Κατά τη διαδικασία της χημικής προσβολής, η επιφάνεια του δοκιμίου υπόκειται στην ανάπτυξη πεδίων επιλεκτικής διάβρωσης, τόσο σε ενεργειακά αναβαθμισμένες περιοχές όσο και σε τοπολογίες ανοδικού πρότυπου χημικού δυναμικού σε σχέση με τη μήτρα. Αποτέλεσμα των ανωτέρω είναι η αποκαλυψη των μικροδομικών χαρακτηριστικών καθώς και η 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 Roulton's reagent" εντός του οποίου πραγματοποιήθηκε εμβάπτιση για 5-8 sec. Η σύσταση του συγκεκριμένου διαλύματος ορίζεται ακολούθως:

- 20ml διάλυμα Roulton (12ml HCl, 1ml HF, 6ml HNO₃, 1ml H₂O)
- 10ml HNO₃
- διάλυμα 4,8 g Cr₂O₃ σε 16ml H₂O

Οπτική Στερεοσκοπία

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



Εικ.9.7: Οπτικό στερεοσκόπιο Leica MZ6.

Οπτική Μικροσκοπία

Το σύστημα οπτικής μικροσκοπίας που χρησιμοποιήθηκε για τη μικροσκοπική παρατήρηση των δοκιμίων, ήταν το οπτικό μικροσκόπιο DMILM τύπου Leica. Το μικροσκόπιο αυτό αποτελείται από τέσσερα βασικά στοιχεία: μία πηγή φωτός, ένα συγκεντρωτικό φακό, έναν αντικειμενικό φακό και έναν προσοφθάλμιο φακό. Το προς μελέτη δοκίμιο τοποθετείται πολύ κοντά στον αντικειμενικό φακό, ο οποίος και απεικονίζει το πραγματικό είδωλό του. Το πραγματικό είδωλο μεγεθύνεται από τον προσοφθάλμιο φακό, ο οποίος σχηματίζει ένα φανταστικό είδωλο σε μία ιδεατή απόσταση, η οποία βρίσκεται ανάμεσα στην ελάχιστη και μέγιστη απόσταση ευκρινούς όρασης. 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 τεχνητό τοπογραφικό ανάγλυφο της επιφάνειας που έχει προκύψει από τη χημική προσβολή. Για τη λήψη και την ανάλυση των εικόνων από το στερεοσκόπιο και το μικροσκόπιο έγινε χρήση του προγράμματος LEICA Application Suite.

Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM).

Η ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης (Scanning Electron Microscopy, SEM) αποτελεί μέθοδο παρατήρησης και ερμηνείας της μικροδομής των υλικών, η οποία χαρακτηρίζεται από μεγάλο βάθος πεδίου, υψηλή διακριτική ικανότητα και μεγεθύνσεις έως και $\times 300.000$ φορές. Το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) χρησιμοποιεί μια λεπτή δέσμη ηλεκτρονίων υψηλής ενέργειας (1-50 keV), η οποία προσπίπτει στην επιφάνεια του εξεταζόμενου δοκιμίου με το οποίο αλληλεπιδρά και τη σαρώνει. Στοιχειοθετείται από τη στήλη παραγωγής της δέσμης ηλεκτρονίων, το σύστημα κατεύθυνσης της δέσμης, το θάλαμο εντός του οποίου τοποθετείται το δοκίμιο, την αντλία κενού, και το σύστημα ανιχνευτών και παρουσίασης. Τα ηλεκτρόνια παράγονται από ένα νήμα βολφραμίου, εντός της στήλης παραγωγής και εστίασης της δέσμης ηλεκτρονίων, η οποία λειτουργεί υπό κενό, ώστε να αποφεύγεται η σκέδασή τους. Το νήμα βολφραμίου (κάθοδος), θερμαινόμενο σε θερμοκρασία περίπου 2800 K, παράγει ηλεκτρόνια (θερμιονική εκπομπή), τα οποία λόγω της επιβαλλόμενης διαφοράς δυναμικού επιταχύνονται προς την άνοδο. Η παραγόμενη δέσμη ηλεκτρονίων (πρωτογενή ηλεκτρόνια), διερχόμενη από μια σειρά μαγνητικών φακών συγκεντρώνεται και εστιάζεται πάνω στην εξεταζόμενη επιφάνεια του δοκιμίου. Η εστιασμένη δέσμη ηλεκτρονίων, διερχόμενη από ζεύγη πηνίων σάρωσης, εκτρέπεται οριζόντια και κάθετα, σαρώνοντας την υπό μελέτη επιφάνεια του

δοκιμίου. Τα εκπεμπόμενα από την επιφάνεια του δοκιμίου ηλεκτρόνια συλλέγονται και ενισχύονται, έτσι ώστε να δημιουργηθεί ένα οπτικό σήμα [95].

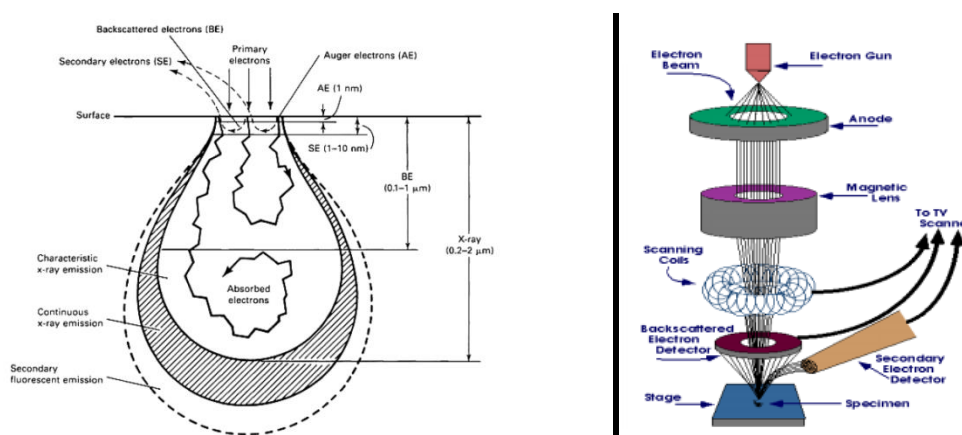
Τέλος το είδος της εκπεμπόμενης ακτινοβολίας εξαρτάται από την αλληλεπίδραση των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα του υλικού και διαχωρίζεται στις ακόλουθες κατηγορίες:

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

Δευτερογενή ηλεκτρόνια (Secondary Electrons, SE): προέρχονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των πρωτογενών ηλεκτρονίων με τα άτομα των επιφανειακών στρωμάτων, σε βάθος 1-10 nm. Χαρακτηρίζονται από ενέργεια 50 eV και η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και τις ανωμαλίες της επιφάνειας. Οι πληροφορίες που συλλέγονται αφορούν την τοπογραφία της εξεταζόμενης επιφάνειας του δοκιμίου.

Οπισθοσκεδαζόμενα ηλεκτρόνια (Backscattered Electrons, BE): προέρχονται από τις ελαστικές συγκρούσεις μεταξύ των πρωτογενών ηλεκτρονίων και των ατόμων των επιφανειακών στρωμάτων, βάθους 0.1-1 μm . Η ενέργειά τους κυμαίνεται από 5 keV έως 50 keV και η ένταση του σήματος εξαρτάται από τον ατομικό αριθμό των στοιχείων της επιφάνειας και από τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Οι πληροφορίες που συλλέγονται μέσω των οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων αφορούν στη χημική σύσταση, στον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και στην τοπογραφία της αναλυόμενης επιφάνειας.

Ακτίνες X: παράγονται από τις ανελαστικές συγκρούσεις των ηλεκτρονίων της προσπίπτουσας δέσμης με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του δοκιμίου σε βάθος έως 2 μm . Όταν ένα ηλεκτρόνιο εγκαταλείπει την εσωτερική στοιβάδα, τότε ένα άλλο προερχόμενο από μια ενεργειακά υψηλότερη στοιβάδα καλύπτει τη κενή θέση, εκπέμποντας ακτινοβολία (ακτίνες X). Η ενέργεια αυτής της ακτινοβολίας είναι χαρακτηριστική της μετάπτωσης και κατά συνέπεια του ατομικού αριθμού του στοιχείου [96].



Εικ.9.8: Αλληλεπίδραση δέσμης ηλεκτρονίων με το υπό εξέταση δοκίμιο. Διακρίνεται το εκάστοτε βάθος της αναλυόμενης περιοχής [97].

Μια επιπρόσθετη λειτουργία του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης καθίσταται δυνατή μέσω του συστήματος στοιχειακής μικροανάλυσης με φασματοόμετρο ακτίνων X διεσπαρμένης ενέργειας (Energy Dispersive Spectroscopy, EDS). Πρόκειται για τη ποιοτική και ημιποσοτική στοιχειακή ανάλυση της εξεταζόμενης επιφάνειας του δοκιμίου. Η αρχή λειτουργίας της μεθόδου βασίζεται στο φαινόμενο εκπομπής ακτινοβολίας X από τις επιφανειακές στοιβάδες των ατόμων του υλικού κατά

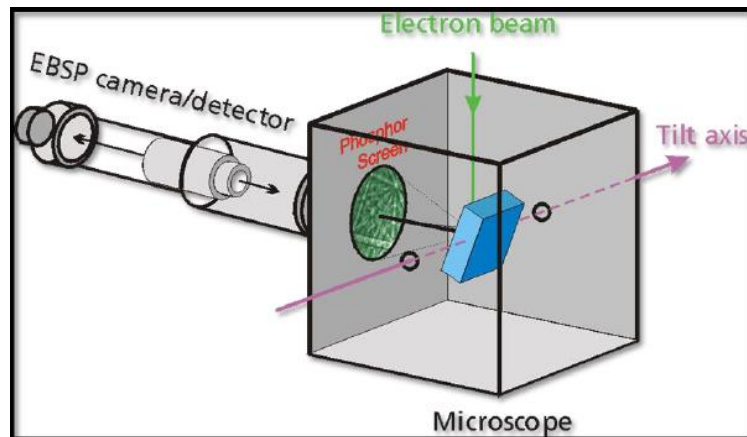
την αλληλεπίδραση αυτού με τη δέση ηλεκτρονίων. Οι εκπεμπόμενες ακτίνες X εισέρχονται σε φασματογράφο διασποράς ενέργειας και συλλέγονται από έναν ηλεκτρονικό ανιχνευτή, ο οποίος διεγείρεται ανάλογα με την ενέργεια της ακτινοβολίας, παράγοντας κάποιο χαρακτηριστικό ρεύμα. Με κατάλληλη διάταξη το ρεύμα αυτό ενισχύεται και καταγράφεται. Έπειτα από ανάλογη επεξεργασία των δεδομένων λαμβάνεται το φάσμα των παλμών, συναρτήσει της ενέργειας της ακτινοβολίας (σε keV) [95].

Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας χρησιμοποιήθηκε το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης JEOL JSM 6380-LV, επιταχυνόμενης τάσης 20 kV, για τη μελέτη της ανάπτυξης του μικρογραφικού ιστού, της ομοιογένειας της κατανομής του πορώδους των μεταλλικών αφρών και της μορφολογικής τους ισοτροπίας. Οι στοιχειακές αναλύσεις πραγματοποιήθηκαν με προσαρμοσμένο σύστημα μικροανάλυσης INCA X-Sight της Oxford Instruments.

Δομικός χαρακτηρισμός μέσω τεχνικής EBSD (Electron backscatter diffraction)

Η τεχνική αυτή αφορά στο προσδιορισμό των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης για οποιοδήποτε μονοκρυσταλλικό και πολυκρυσταλλικό υλικό. Χρησιμοποιείται εν γένει για τον προσδιορισμό ιστού από μεταλλοτεχνική κατεργασία (texture), για τη μελέτη ελαττωμάτων της μικροδομής, τη ταυτοποίηση φάσεων και το δομικό χαρακτηρισμό σε επίπεδο μικροκλίμακας, το προσδιορισμό της μορφολογίας των ορίων των κοκκων, της παραμέτρου αναντιστοιχίας πλέγματος μεταξύ μητρικών και δευτερευουσών φάσεων και τη ποσοτικοποίηση της ανάπτυξης μικροπλαστικών πεδίων παραμόρφωσης και υπολειπόμενων τάσεων. Συνήθως τα αποτελέσματα από τη μελέτη EBSD τίθενται υπό συνδυαστική μελέτη με αυτά της περιθλασιμετρίας ακτίνων X (XRD), της περιθλασιμετρίας νετρονίων (SANS) και της περιθλασιμετρίας ηλεκτρονίων (HRTEM).

Πειραματικά η μελέτη EBSD διεξάγεται χρησιμοποιώντας ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) εξοπλισμένο με κάμερα backscatter ηλεκτρονίων. Η περίθλαση ανιχνεύεται από κάμερα φωσφορούχου οθόνης, οποία εισάγεται στο θάλαμο σε μια γωνία μεγαλύτερη ή ίση με 90 μοίρες ως προς το δείγμα. Επιπρόσθετα συνεισφέρει λειτουργικά και μια CCD κάμερα στο τέρμα του σωλήνα για τη καταγραφή της εικόνας στην οθόνη. Τα στιλβωμένα πολυκρυσταλλικά δείγματα τοποθετούνται με κλίση 70 μοιρών στην υποδοχή του θαλάμου ως προς την κάμερα. Κατά την αλληλεπίδραση των ηλεκτρονίων με το κρυσταλλικό πλέγμα άπαξ και πληρούνται οι προϋπόθεσης του Bragg, τα περιθλούμενα ηλεκτρόνια θα κατευθυνθούν προς τη φωσφορούχο οθόνη της κάμερας και θα εντοπιστούν λόγω φθορισμού από τη CCD κάμερα. Όταν η επιφάνεια του υλικού είναι κατάλληλα κρυσταλλική (20-100nm) λαμβάνονται από τη περίθλαση ηλεκτρονίων τα Electron Backscatter Patterns (EBSP), τα οποία αναφέρονται και ως kikuchi bands. Τα kikuchi bands παρέχουν σημαντικές πληροφορίες για το βαθμό παραμόρφωσης ενός υλικού, καθώς κατά την ενδοτράχυνσή του, η αναπτυσσόμενη πυκνότητα διαταραχών στον όγκο του κρυστάλλου δύναται να μεταβάλλει τις συνθήκες περίθλασης. Τέλος όταν η τεχνική EBSD χρησιμοποιηθεί συνδυαστικά με τις μεθόδους της φασματοσκοπίας διασποράς μήκους κύματος ακτίνων X (WDS), της φασματοσκοπίας ενεργειακής διασποράς ακτίνων X (EDS) και τη τεχνική cathodoluminescence (CL) μπορεί να προσφέρει μια βαθύτερη γνώση των ιδιοτήτων των κρυσταλλικών υλικών.



Εικ.9.9: Διάταξη λειτουργικού συστήματος EBSD.

Δημιουργία και ανίχνευση ζωνών Kikuchi

Μια δέσμη ηλεκτρονίων κατευθύνεται στη περιοχή ενδιαφέροντος του κρυσταλλικού δείγματος, το οποίο βρίσκεται υπό εξέταση σε κλίση 70 μοιρών. Ο μηχανισμός δημιουργίας ζωνών περίθλασης είναι περίπλοκος αλλά ακολουθεί μια δεδομένη αρχή. Τα άτομα στο υλικό συγκρούονται ανελαστικά με τη προσπίπτουσα δέσμη ηλεκτρονίων και ένα ποσοστό ηλεκτρονίων με μικρή απώλεια ενέργειας απομακρύνεται, λειτουργώντας ως μια δεύτερη πηγή ηλεκτρονίων από την επιφάνεια του δείγματος. Μερικά από αυτά τα ηλεκτρόνια προέρχονται κρυσταλλογραφικά επίπεδα σε γωνίες τέτοιες ώστε να ικανοποιείται η συνθήκη του Bragg: $n\lambda = 2d\sin\theta$. Έτσι δημιουργείται μια μορφολογία κώνων υψηλής γωνίας, οι οποίοι αντιστοιχούν σε συγκεκριμένα κρυσταλλογραφικά επίπεδα και συνεισφέρουν στη δημιουργία των kikuchi bands.

Σημειακή ανάλυση (point analysis)

Στη σημειακή ανάλυση μέσω EBSD, η δέσμη κατευθύνεται στο σημείο ενδιαφέροντος και μέσω της περίθλασης ηλεκτρονίων (diffraction pattern) προσδιορίζεται ο κρυσταλλογραφικός προσανατολισμός. Επιτυγχάνεται λοιπόν μια σύντομη ανίχνευση της κρυσταλλικότητας του δείγματος και του εύρους των κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών των κόκκων.

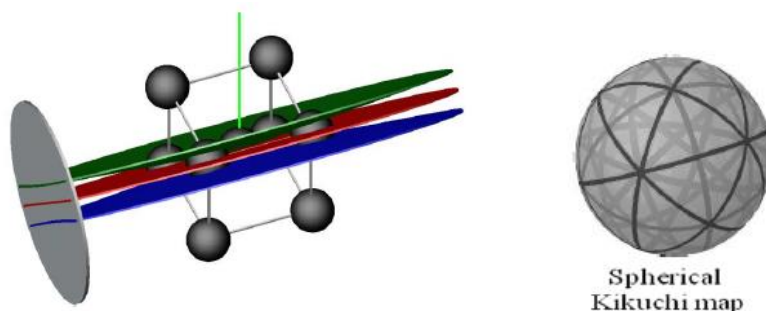
Συνολικός κρυσταλλογραφικός προσανατολισμός (Crystal orientation mapping)

Κατά τη διεξαγωγή κρυσταλλογραφικής χαρτογράφησης (mapping), η δέσμη ηλεκτρονίων σκανάρει ένα σύνολο σημείων του δείγματος, ενώ από κάθε σημείο λαμβάνεται και ένα φάσμα (pattern) το οποίο και αποδίδει δεδομένο κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό. Πληθώρα πληροφοριών συλλέγονται για τη μικροδομή του δείγματος όταν διεξαχθεί μελέτη στις τρεις κύριες διευθύνσεις (normal, rolling and transverse direction). Τέλος, ο χρωματισμός που αποδίδεται σε κάθε περιοχή κατά τη διενέργεια της εφαρμογής mapping βρίσκεται σε πλήρη αντιστοιχία με τον χρωματισμό των διδόμενων ανάστροφων στερεογραφικών προβολών (inverted pole figures).

Αναπαράσταση κόκκων και ορίων κόκκων

Σε αντίθεση με την οπτική και την ηλεκτρονική μικροσκοπία, η κρυσταλλογραφική ανάπτυξη προτιμητέων προσανατολισμών μπορεί να αποδώσει τη τοπολογία όλων των κόκκων και των ορίων αυτών σε δεδομένο μικροδομικό ιστό. Ένας κόκκος καθορίζεται από τη συλλογή γειτονικών pixels, τα οποία χαρακτηρίζονται από αναντιστοιχία γωνίας πλέγματος μεγαλύτερη ενός καθορισμένου ορίου (threshold of misorientation angle). Ακόμη μπορεί εύκολα να αποδοθεί η κατανομή του μέσου

μεγέθους των κόκκων, η κατανομή της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των ορίων κόκκων, η τοπολογία των διφασικών ορίων και των ορίων υψηλής γωνίας.



Εικ.9.10: Τρόπος απεικόνισης κρυσταλλογραφικής προβολής.

Ιστός

Με τη πραγματοποίηση mapping και το προσδιορισμό των προτιμητέων προσανατολισμών ανάπτυξης δύναται να αποδοθεί η συμμετοχή στο δείγμα διάφορων ιστών (μεταλλοτεχνικής κατεργασίας, ανακρυστάλλωσης κ.α). Οι ιστοί αυτοί διαχωρίζονται αυτόματα, υπολογίζεται ο κλασματικός όγκος συμμετοχής τους και προσδιορίζονται τοπολογικά οι περιοχές από τις οποίες προέρχονται.

Ταυτοποίηση φάσεων

Η τεχνική EBSD μπορεί ακόμη να χρησιμοποιηθεί για το προσδιορισμό διαφορετικών κρυσταλλογραφικών φάσεων μέσω υπολογισμού των γωνιών αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων (interplanar angle measurement). Προσδιορίζονται τέλος οι περιοχές φυτρώσης και ανάπτυξης των φάσεων, η ποσοστιαία συμμετοχή τους καθώς και ο προτιμητέος κρυσταλλογραφικός προσανατολισμός ανάπτυξης αυτών.

Περιθλασιμετρία Ακτίνων Χ (XRD)

Η περιθλασιμετρία ακτίνων Χ (X-Ray Diffraction, XRD) είναι η βασικότερη τεχνική ανάλυσης της κρυσταλλικής δομής και μακροδομικού χαρακτηρισμού των υλικών. Εφαρμόζεται για την ποιοτική και ποσοτική ταυτοποίηση των φάσεων, τον προσδιορισμό της έντασης κρυστάλλωσης καθώς και για τη μελέτη των κρυσταλλογραφικών παραμορφώσεων λόγω εσωτερικών υπολειπόμενων τάσεων. Βασίζεται στην περίθλαση μονοχρωματικής δέσμης ακτίνων Χ, γνωστού μήκους κύματος (λ), πάνω στα επίπεδα του κρυσταλλικού πλέγματος του εξεταζόμενου υλικού. Κατά την πρόσπτωση των ακτίνων Χ σε ένα κρυσταλλικό στερεό παράλληλων επιπέδων, η πρωτογενής δέσμη σκεδάζεται ταυτόχρονα από τα άτομα του κρυστάλλου και οι παραχθείσες δευτερογενείς δέσμες ενδέχεται για κάποια συγκεκριμένη γωνία πρόσπτωσης θ (γωνία Bragg) να συμβάλλουν και τότε υπερτίθενται ενισχυτικά. Προϋπόθεση για να συμβεί αυτό είναι η ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία να αλληλεπιδρά με τα άτομα του στερεού που παρουσιάζουν περιοδική διάταξη και το μήκος κύματος της προσπίπτουσας ακτινοβολίας να είναι της ίδιας τάξης μεγέθους με τις αποστάσεις (d) μεταξύ των ατομικών επιπέδων στην κρυσταλλική δομή.

Ο Bragg απέδειξε ότι η περιγραφή του φαινομένου της περίθλασης είναι δυνατή μέσω της γεωμετρίας της ανάκλασης, παρόλο που δε συμβαίνει πραγματική ανάκλαση ακτινοβολίας στους κρυστάλλους. Η απλοποιημένη θεώρηση του φαινομένου βασίζεται στην υπόθεση ότι τα κρυσταλλικά

επίπεδα συμπεριφέρονται ως ημιδιαφανή κάτοπτρα, κατά την πρόσπτωση της ακτινοβολίας. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα την ανάκλαση μέρους της ακτινοβολίας από ένα κρυσταλλικό επίπεδο, ενώ η υπόλοιπη διέρχεται μέσα από αυτό και ανακλάται από τα επόμενα διαδοχικά κρυσταλλογραφικά επίπεδα [100], [101].

Σύμφωνα με το νόμο του Bragg, μια μονοχρωματική ακτινοβολία που προσπίπτει σε μια οικογένεια επιπέδων, τα οποία χαρακτηρίζονται από την πλεγματική απόσταση d , παρουσιάζει συμβολή όταν ισχύει η εξής συνθήκη:

$$n \cdot \lambda = 2 \cdot d \cdot \sin\theta$$

όπου n : η τάξη περίθλασης (1, 2, 3, ...), λ : το μήκος κύματος της ακτινοβολίας, θ : η γωνία ανάκλασης και d : η πλεγματική απόσταση μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάκλασης.

Μια μονοχρωματική δέσμη συμφασικών ακτίνων X και μήκους κύματος λ περιθλάται από μια ορισμένη οικογένεια επιπέδων όταν η γωνία πρόσπτωσης θ ικανοποιεί το νόμο του Bragg για το συγκεκριμένο λ , οπότε καθίσταται δυνατός ο υπολογισμός της απόστασης d , η οποία είναι μονοσήμαντη και χαρακτηριστική για κάθε κρύσταλλο. Η απόσταση d μεταξύ δύο παράλληλων διαδοχικών πλεγματικών επιπέδων που έχουν τους ίδιους δείκτες Miller h, k, l για ορθογώνιο σύστημα αξόνων δίνεται από την παρακάτω σχέση:

$$d_{hkl} = \frac{1}{\sqrt{\frac{h^2}{a^2} + \frac{k^2}{b^2} + \frac{l^2}{c^2}}}$$

όπου a, b, c : οι κρυσταλλογραφικές παράμετροι του συστήματος.

Η πειραματική διάταξη XRD αποτελείται από την πηγή ακτίνων X , συγκεκριμένου μήκους κύματος, τον ανιχνευτή ακτίνων X (απαριθμητής) και το γωνιόμετρο. Συγκεκριμένα, η παραγωγή των ακτίνων X πραγματοποιείται εντός καθοδικών σωλήνων υπό κενό, με την πρόσκρουση της δέσμης ηλεκτρονίων πάνω σε ένα μεταλλικό στόχο, την άνοδο. Η δέσμη των ηλεκτρονίων παράγεται από ένα νήμα W που θερμαίνεται με τη διέλευση μερικών δεκάδων mA, τα οποία επιταχύνονται, με τάση μερικών δεκάδων kV προς την άνοδο. Το μέταλλο της ανόδου είναι αυτό που καθορίζει το μήκος κύματος των ακτίνων X . Μπροστά από την πηγή των ακτίνων X τοποθετείται ένα φίλτρο (μονοχρωμάτορας), έτσι ώστε η εκπεμπόμενη ακτινοβολία να έχει αυστηρά καθορισμένο μήκος κύματος. Το φίλτρο είναι ένα μέταλλο πολύ λεπτού πάχους και συγκεκριμένα το μέταλλο που στον Περιοδικό Πίνακα βρίσκεται αμέσως πριν από το στοιχείο της ανόδου. Το δοκίμιο τοποθετείται στο κέντρο του γωνιόμετρου το οποίο περιστρέφεται με σταθερή ταχύτητα επί του επιπέδου της ανάκλασης των ακτίνων X . Η δέσμη της ακτινοβολίας X προσπίπτει υπό γωνία θ στην επιφάνεια του δοκιμίου και ανακλάται. Ο ανιχνευτής μετράει την ένταση της ανακλώμενης ακτινοβολίας και μέσω ενός ενισχυτή καταγράφεται το σήμα [100].

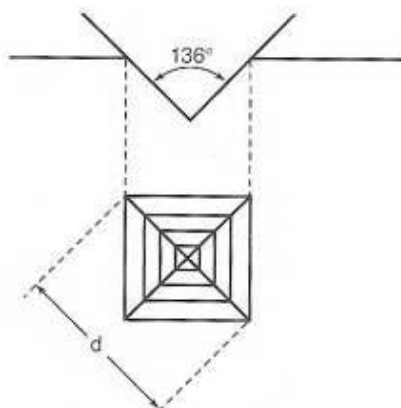
Στα πλαίσια της παρούσας εργασίας χρησιμοποιήθηκε το περιθλασίμετρο ακτίνων X D8 FOCUS της Bruker, με άνοδο $Cu-K\alpha$ και φίλτρο Ni , το οποίο δημιούργησε μονοχρωματική ακτινοβολία μήκους κύματος $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$. Η διαφορά δυναμικού που εφαρμόστηκε ήταν 40 kV, το βήμα σάρωσης της δέσμης επιλέχθηκε $0.02^\circ/s$ και το γωνιακό εύρος εξέτασης των δοκιμίων, μετρούμενο σε γωνία 2θ κυμάνθηκε μεταξύ 10° και 100° . Σημειώνεται ότι περιορισμοί αναφορικά με το κλάσμα όγκου, τη λεπτοκρυσταλλικότητα και τη διασπορά των συμμετεχουσών φάσεων ενδέχεται να επηρεάσουν τα αποτελέσματα και να μην καταστήσουν δυνατή την ταυτοποίηση όλων των φάσεων του υλικού οι οποίες παρατηρούνται και αναλύονται μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

Σκληρότητα

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 ενός υλικού ορίζεται η αντίσταση που προβάλλει το υλικό αυτό στην κάθετη διεύθυνση ενός άλλου σώματος μεγαλύτερης σκληρότητας από αυτήν του εξεταζόμενου υλικού. Η σκληρότητα είναι τόσο μεγαλύτερη όσο μικρότερη είναι η διεύθυνση 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° (πρόκειται για τη γωνία που σχηματίζουν οι επαπτόμενες στη σφαίρα Brinell όταν $d/D=0,375$). Το πηλίκο της δύναμης που χρησιμοποιήθηκε προς την επιφάνεια του αποτυπώματος που προκλήθηκε από αυτή μας δίνει το μέτρο της σκληρότητας. Η σκληρότητα Vickers για την κλίμακα από 5 έως 1000 Vickers δίνεται σε kg/mm^2 και υπολογίζεται με βάση την ακόλουθη σχέση την σχέση:

$$HV \text{ ή } VPN = \frac{F}{d^2} 2\eta\mu \frac{136^\circ}{2} = 1,854 \frac{F}{d^2}$$

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



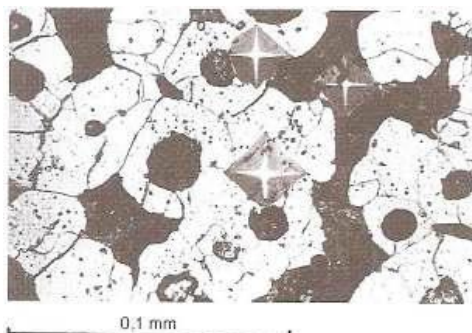
Εικ.9.11: Γεωμετρία του ίχνους αποτύπωσης από τον διεισδυτή της μεθόδου Vickers.

Οι τιμές Brinell (BHN) και Vickers (VPN) συμπίπτουν, σχεδόν μέχρι την τιμή 400. Για τιμές σκληρότητας υψηλότερες των 400, η μέθοδος Vickers αποτελεί ασφαλέστερο και ακριβέστερο εργαλείο προσδιορισμού των μηχανικών ιδιοτήτων.

Έλεγχος μικροσκληρότητας

Η μέτρηση της σκληρότητας των δοκιμών πραγματοποιήθηκε με μικροσκληρόμετρο Wolpert Wilson Instruments Model 402MVD μέσω της μεθόδου Vickers, στον Τομέα Τεχνολογίας των Κατεργασιών της Σχολής Μηχανολόγων Μηχανικών ΕΜΠ. Η μικροσκληρότητα των δοκιμών μετρήθηκε με εφαρμογή φορτίου της τάξης των 300 g για χρονική διάρκεια 15 sec. Η κάθε σκληρομέτρηση πραγματοποιήθηκε σε απόσταση τουλάχιστον 300 μm από την προηγούμενη ικανοποιώντας την εμπειρική σχέση $x \geq 2,5d$, όπου d η διάμετρος του αποτυπώματος. Αποτέλεσμα του παραπάνω περιορισμού είναι η εκάστοτε μέτρηση να μην επηρεάζεται από την προϋπάρχουσα πλαστική παραμόρφωση των γειτονικών περιοχών, οι οποίες έχουν ήδη δεχτεί το φορτίο του

διδυστική. Η μικροσκληρομέτρηση επιτρέπει τη μελέτη της σκληρότητας σε μια πολύ μικρή περιοχή του υλικού. Επιτρέπει, για παράδειγμα, τον προσδιορισμό της σκληρότητας ενός κόκκου, μιας περιοχής διαμέτρου μερικών δεκάδων μικρομέτρων ή μιας πολύ μικρής επιφάνειας. Τα μετρούμενα δοκίμια θα πρέπει να χαρακτηρίζονται από επιπεδότητα με εξαιρετικά λείες επιφάνειες και για τον σκοπό αυτό υποβάλλονται σε κατάλληλη μεταλλογραφική προετοιμασία (λείανση- στίλβωση). Ο προσδιορισμός της περιοχής μικροσκληρομέτρησης, καθώς επίσης και η μέτρηση των διαγωνίων του αποτυπώματος γίνεται με τη συνδυαστική χρήση οπτικού μικροσκοπίου.



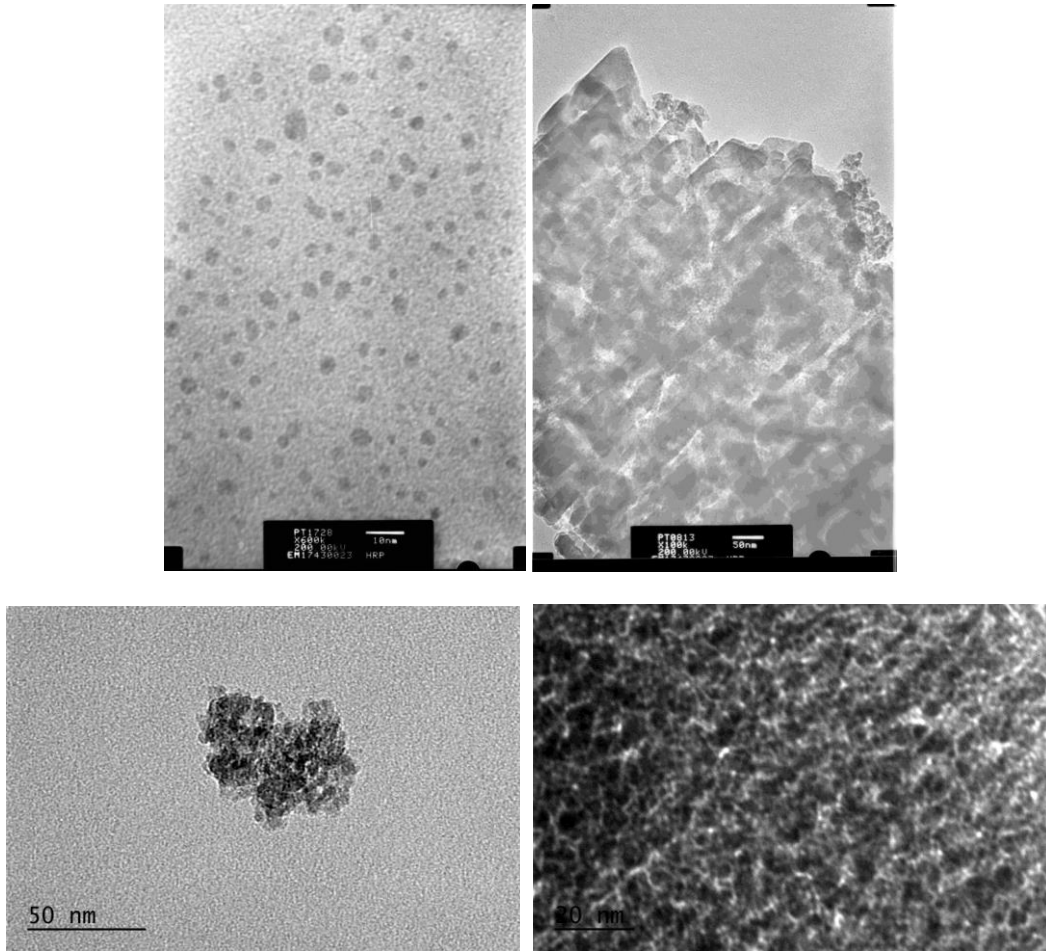
Εικ.9.12: Αποτύπωμα από μικροσκληρομέτρηση κατά Vickers σε επιφάνεια χυτοσιδήρου φερριτοπερλιτικής δομής, με συμμετοχή σφαιροειδούς γραφίτη.

9.3 Χημικές διεργασίες παρασκευής νανοκρυσταλλικών κεραμικών φάσεων ενίσχυσης.

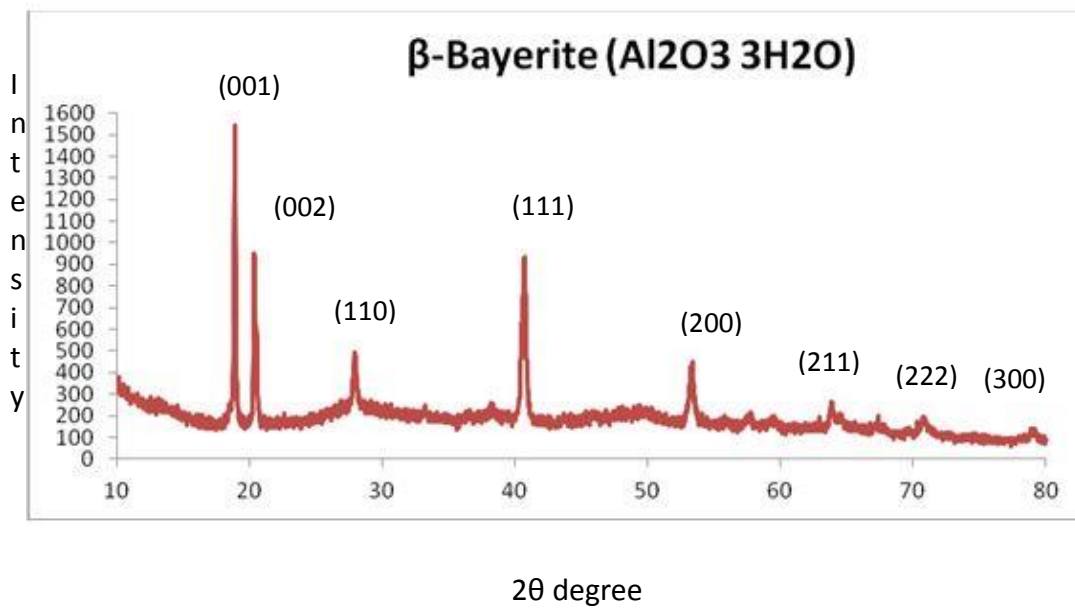
Νανοκρυσταλλική φάση παρένθεσης μετασταθούς γ - Al_2O_3 .

Το πρώτο είδος νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης αποτέλεσε η μετασταθής φάση της γ - Al_2O_3 , η οποία χαρακτηρίζεται από προσαυξημένη διεπιφανειακή ενεργότητα και έχει παραχθεί μέσω της υγρής χημικής μεθόδου συγκαταβύθισης (co-precipitation process). Σε ότι αφορά στη παραμετροποίηση των βέλτιστων συνθηκών συγκαταβύθισης για τη παρασκευή νανοσκόνης γ - Al_2O_3 (μέσου μεγέθους κρυστάλλωσης 5nm), ακολουθήθηκαν τα παρακάτω στάδια. Η πειραματική διαδικασία πραγματοποιείται σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ($T=25^\circ C$). Αρχικά παρασκευάστηκε διάλυμα $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$ 0,08mol. Το διάλυμα αφέθηκε υπό ανάδευση για 30min (με σταθεροποιημένο pH σε τιμή 2.3). Στη συνέχεια το διάλυμα προστέθηκε στάγδην σε 300ml διαλύματος αμμωνίας 25% με pH 12.2. Το τελικό pH του διαλύματος σταθεροποιήθηκε στη τιμή του 11.10 μέσω ρίψης θειικού οξέος. Εν συνεχεία το διάλυμα αφέθηκε υπό ανάδευση για 1h. Ακολούθησαν διαδοχικές εκπλύσεις με απιονισμένο νερό και με τη τεχνική της λυοφιλίωσης (freezy dryer process) κατέστη δυνατή η παραγωγή της τελικής νανοδομημένης κεραμικής σκόνης, χωρίς τη παρουσία συσσωματωμάτων. Πραγματοποιήθηκε τέλος έψηση αυτής στους $600^\circ C$ για δύο ώρες προς επίτευξη της αναγκαίας ενδοσωματιδιακής διασύνδεσης (εντός του βρόχου θερμοδυναμικής ισορροπίας-πεδίο θερμοδυναμικής σταθερότητας της γ - Al_2O_3).

Η διαδικασία της περαιτέρω αποσυσσωμάτωσης που ακολουθήθηκε, διεκπεραιώθηκε μέσω παρασκευής αιωρήματος σε διασπορέα πολυμεθακρυλικού άλατος του αμμωνίου (5,65g γ - Al_2O_3 σε 18,8g H_2O και 60ml Darvan C), μετέπειτα παρένθεσης αυτού σε υψηλής ενέργειας σφαιρόμυλο (high energy agitation mill) για 24 ώρες και επανάκτηση της νανοκρυσταλλικής σκόνης μέσω ξήρανσης δια εξάχνωσης (freezy dryer process). Η διαδικασία της ξήρανσης δια εξάχνωσης πραγματοποιείται μέσω παραμονής του αιωρήματος της νανοσκόνης στους $-50^\circ C$ για 3 ώρες και μετέπειτα τοποθέτησής του για 24 ώρες σε κενό 0.35mbar. Τέλος μέσω εικόνων ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου σε ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης, διακριβώθηκε μέσο μέγεθος ανάπτυξης κρυσταλλιτών γ - Al_2O_3 , περίπου ίσο με 5nm.



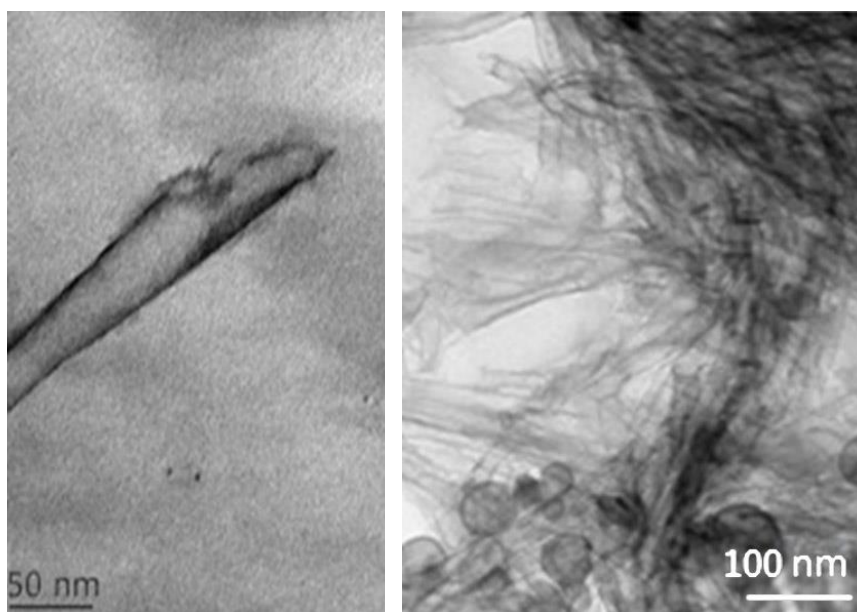
Εικ.9.13: Ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης σε εικόνες ανοιχτόχρωμου πεδίου, όπου διακρίβώνεται η νανοκρυσταλλική φύση της γ - Al_2O_3 .



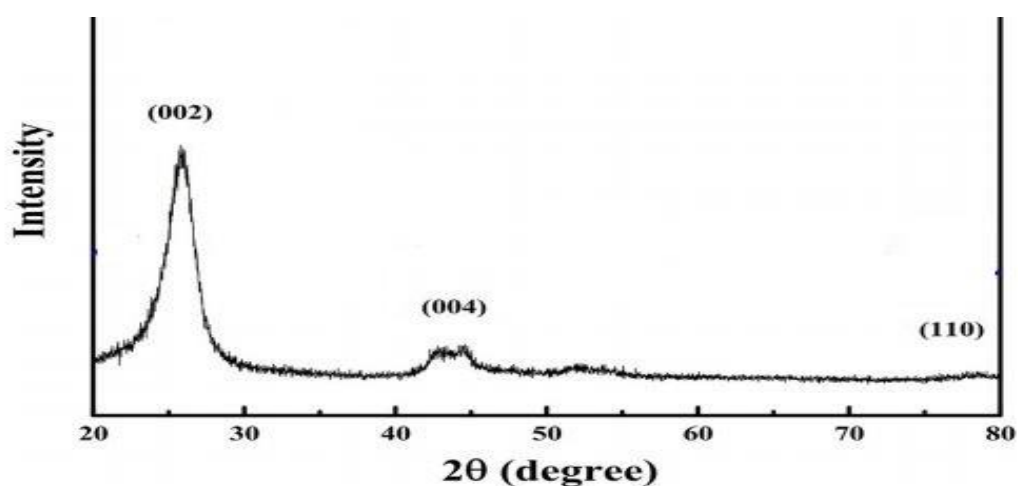
Εικ.9.14: Ακτινοδιάγραμμα Περιθλασιμετρίας πρόδρομης κεραμικής φάσης ενίσχυσης με βάση την αλούμινα, παρασκευασμένης μέσω υγρής χημικής μεθόδου, πριν την επενέργεια διαδικασίας αποσυσσωμάτωσης και έψησης αυτής.

Νανοςωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).

Σε ότι αφορά στην ενισχυτική φάση παρένθεσης των νανοςωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, αυτή αποτέλεσε εμπορικά προμηθεύσιμο προϊόν με μέση εξωτερική διάμετρο 50 nm. Στη συνέχεια πραγματοποιήθηκε εργαστηριακή χημική διεργασία επιφανειακής τροποποίησης (surface functionalization process) σε διάλυμα 1M επιτεταρτοξειδίου του καλιούχου σιδήρου (K_2FeO_4) ανμειγμένου με θειικό οξύ στους 60 °C. Το γεγονός αυτό απέδωσε επιλεκτικά πεδία επιφανειακής οξείδωσης επί της εξωτερικής επιφάνειας των νανοςωλήνων, με αποτέλεσμα να προσαυξηθεί η μετέπειτα διασυνδεσιμότητα με τη μητρική φάση του μεταλλικού υλικού.



Εικ.9.15: Ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης νανοςωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων έπειτα από επιφανειακή τροποποίηση σε εικόνες ανοιχτόχρωμου πεδίου αντίθεσης (HRTEM-Bright Field Image).



Εικ.9.16: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας επιφανειακά τροποποιημένων νανοςωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).

Για την ταυτοποίηση της επίτευξης επιφανειακής τροποποίησης των ναοσωλήνων άνθρακα, όπως φαίνεται από τις παραπάνω εικόνες, πραγματοποιήθηκε μελέτη μέσω περιθλασσιμετρίας ακτίνων Χ, ενώ ο προσδιορισμός της μέσης εξωτερικής διαμέτρου αυτών διεξήχθη έπειτα από ανάλυση σε ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενης δέσμης.

9.4 Συνολικά αποδιδόμενη παραμετροποίηση επιβαλλόμενων συνθηκών κατεργασίας FSP και θερμικής διεργασίας αφροποίησης, για τη παραγωγή συνθέτων μεταλλικών αφρών με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 και ναοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).

Πίνακας: Παραμετροποίηση συνθηκών για τη μελέτη ανάπτυξης σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 .

Sample	Rotational speed V_{rot} (rpm)	Transverse speed V_{tr} (mm/min)	Weld Pitch (V_{rot}/V_{tr})	Pseudo Heat Input W (V_{rot}^2/V_{tr})	Number of passes	Temperature of foaming process ($^{\circ}\text{C}$)	Holding time at the foaming temperature (min)	Porosity (%)
1	750	13	57.69	43269	2	700	4	49%
2	750	13	57.69	43269	3	700	4	53%
3	1000	13	76.92	76923	2	700	4	51%
4	1000	13	76.92	76923	3	700	4	54%
5	750	13	57.69	43269	2	750	3.30	50%
6	750	13	57.69	43269	3	750	3.30	52%
7	1000	13	76.92	76923	2	750	3.30	55%
8	1000	13	76.92	76923	3	750	3.30	60%
9	750	13	57.69	43269	2	800	3	55%
10	750	13	57.69	43269	3	800	3	57%
11	1000	13	76.92	76923	2	800	3	59%
12	1000	13	76.92	76923	3	800	3	60%

Πίνακας: Παραμετροποίηση συνθηκών για τη μελέτη ανάπτυξης σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας AA5083, με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.

Sample	Rotational speed V_{rot} (RPM)	Transverse speed V_{tr} (mm/min)	Weld Pitch (V_{rot}/V_{tr})	Pseudo Heat Input W (V_{rot}^2/V_{tr})	Number of passes	Temperature of foaming process ($^{\circ}\text{C}$)	Holding time at the foaming temperature (min)	Porosity (%)
1	750	13	57.69	43269	2	700	5	44%
2	750	13	57.69	43269	3	700	5	47%
3	1000	13	76.92	76923	2	700	5	45%
4	1000	13	76.92	76923	3	700	5	50%
5	750	13	57.69	43269	2	750	4	45%
6	750	13	57.69	43269	3	750	4	46%
7	1000	13	76.92	76923	2	750	4	48%
8	1000	13	76.92	76923	3	750	4	54%
9	750	13	57.69	43269	2	800	3.30	48%
10	750	13	57.69	43269	3	800	3.30	50%
11	1000	13	76.92	76923	2	800	3.30	51%
12	1000	13	76.92	76923	3	800	3.30	52%

Για κάθε μία από τις κατηγοριοποιήσεις των παραμέτρων της διεργασίας, παρασκευάστηκαν και μελετήθηκαν έξι διαφορετικά δοκίμια για να διασφαλισθεί η επαναληψιμότητα των μετρήσεων. Τελικά επιλέχθηκαν και μελετήθηκαν τα δοκίμια σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας, τα οποία χαρακτηρίζονταν από την μέγιστη ανάπτυξη πορώδους δομής, με ταυτόχρονα ομοιόμορφη κατανομή στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων και μορφολογική ισοτροπία μεταξύ αυτών. Το μέσο αναπτυσσόμενο πορώδες που προσδιορίστηκε για το εκάστοτε δείγμα, συνοδευόταν από μία απόκλιση στατιστικού σφάλματος της τάξης του $\pm 1\%$. Κατά συνέπεια, με βάση τα προαναφερθέντα στοιχεία και για τα δύο είδη ενισχυτικών φάσεων παρένθεσης, επιλέχθηκαν να μελετηθούν τα δοκίμια που έφεραν τη κωδικοποίηση με το νούμερο 8. Η επιλογή αυτή αποδίδεται στο γεγονός ότι μόνο τα δοκίμια αυτά πληρούν τις προδιαγραφές ομοιογένειας δομής και ισοτροπίας ενδογενών χαρακτηριστικών, έτσι ώστε σε επόμενο βήμα να αποτελέσουν αξιόπιστη βάση αναφοράς για τη μελέτη της μηχανικής αποκρισιμότητας υπό την επίδραση τόσο στατικής όσο και δυναμικής φόρτισης.

10. Ανάλυση αποτελεσμάτων.

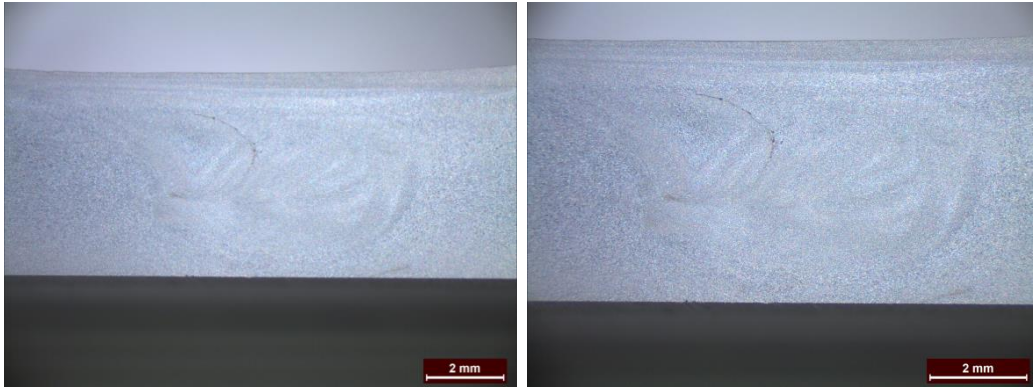
10.1 Ανάλυση αποτελεσμάτων προδρόμου FSPed δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

10.1.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.

Η ανάλυση μέσω στερεοσκοπίου των προδρόμων δοκιμίων που έχουν κατεργασθεί μέσω της τεχνικής FSP, αφορά κυρίως στο προσδιορισμό του μεγέθους και της γεωμετρίας της ζώνης ανάδευσης, καθώς και στην επίτευξη μακροσκοπικής ομοιογένειας μεταξύ των ροϊκών γραμμών εντός αυτής. Όπως θα αποδοθεί παρακάτω εμφανέστερη καθίσταται η διακριτοποίηση μεταξύ των διαφορετικών περιοχών εντός της ζώνης ανάδευσης, όταν στο αρχικό κράμα AA5083 μέσω της διεργασίας FSP έχει διασπαρεί μίγμα ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και αφροποιοτικού παράγοντα. Σε κάθε περίπτωση από τη μακροσκοπική αυτή τεχνική ανάλυσης καθίσταται δυνατό να παρατηρηθεί και η ανάπτυξη σημαντικών ατελειών δομής τύπου (tunneling, wormhole, faying surface, inadequate fill of advancing side, surface galling) σε περιπτώσεις κατά τις οποίες δεν έχει επιβληθεί κατάλληλη ομαδοποίηση των συνθηκών επίδρασης επί του δεδομένου φυσικοχημικού συστήματος.

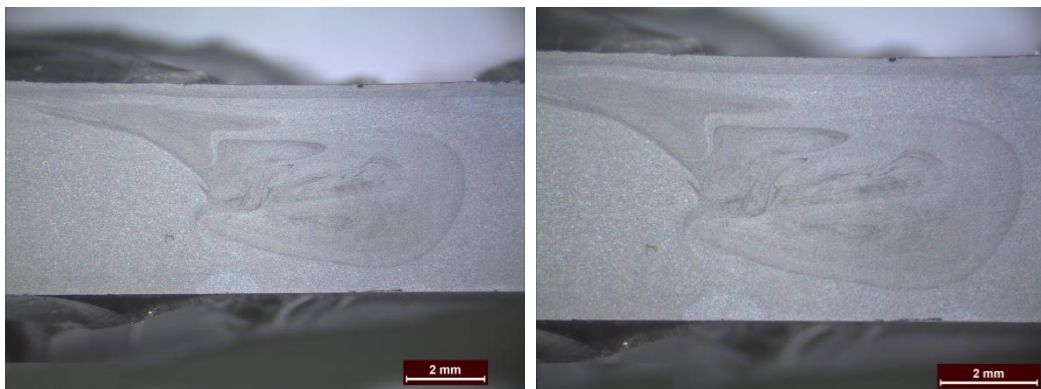


Εικ.10.1: Εικόνες στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου δοκιμίου παρασκευασμένου από FSPed κράμα AA5083 χωρίς διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και αφροποιοτικού παράγοντα TiH_2 . Πραγματοποιήθηκαν 2 περάσματα ενώ ταυτόχρονα επιβλήθηκε ρυθμός περιστροφής 1000 rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min.

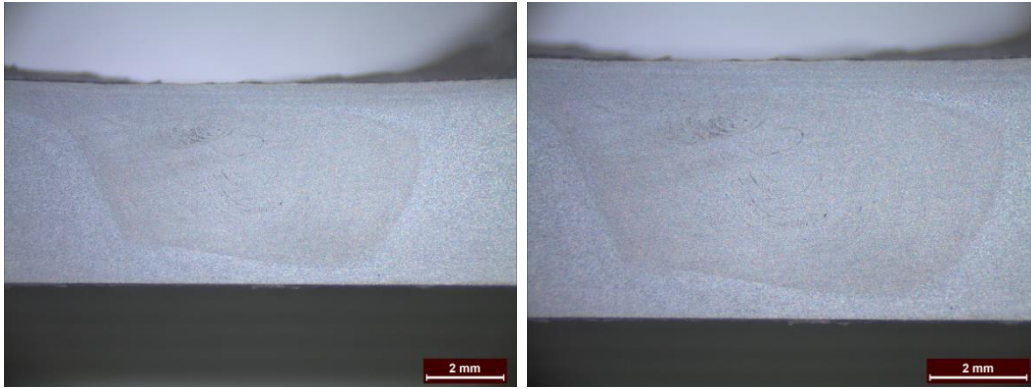


Εικ.10.2:Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου δοκιμίου παρασκευασμένου από FSPed κράμα AA5083 χωρίς διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 . Πραγματοποιήθηκαν 3 περάσματα ενώ σε ότι αφορά στη παραμετροποίηση των επιβαλλόμενων συνθηκών της κατεργασίας, προκαθορίστηκε ρυθμός περιστροφής 1000rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min.

Για τα κατεργασμένα δοκίμια του κράματος AA5083 χωρίς την συμμετοχή ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και αφροποιητικού παράγοντα, παρατηρήθηκε ότι με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP από δύο σε τρία, βελτιώθηκε η ανάδευση και η μικροδομική ομοιογένεια αλλά δημιουργήθηκε ταυτόχρονα και μία διακριτή ελλειψοειδής ζώνη, η οποία έφερε χαρακτήρα “ατέλειας” καθώς διαχώριζε το πυρήνα σε δύο διαφορετικές περιοχές (Εικόνες 10.1-10.2). Εντούτοις αποφασίστηκε για τη περίπτωση εισαγωγής ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και αφροποιητικού παράγοντα, να μελετηθούν εκ νέου τα δύο και τρία περάσματα, καθώς η εισαγωγή των κεραμικών σωματιδίων επανακαθορίζει τη γεωμετρία της ζώνης ανάδευσης και τροποποιεί καταλυτικά το υπάρχον θερμοδυναμικό σύστημα (Εικόνες 10.3-10.4).



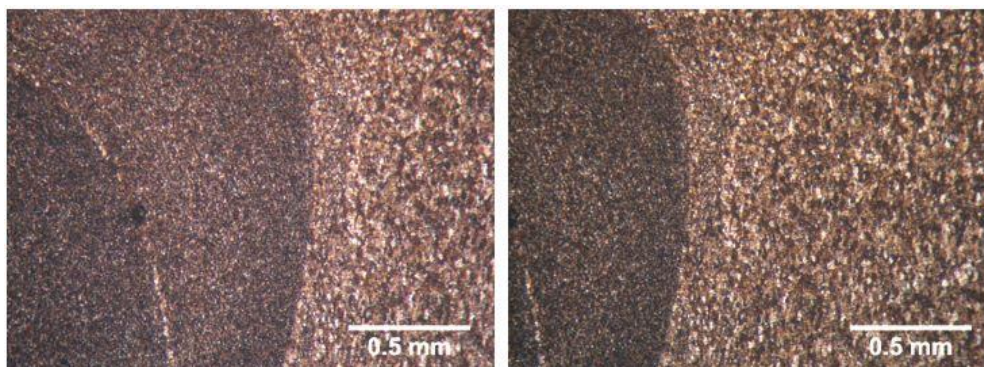
Εικ.10.3: Εικόνα στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου σύνθετου δοκιμίου μεταλλικής μήτρας, παρασκευασμένο από FSPed κράμα AA5083, με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2%κ.β) και αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 (0,4%κ.β). Πραγματοποιήθηκαν 2 περάσματα ενώ σε ότι αφορά στη παραμετροποίηση των λειτουργικά επιβαλλόμενων συνθηκών της κατεργασίας, προκαθορίστηκε ρυθμός περιστροφής 1000rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min.



Εικ.10.4: Εικόνες στερεοσκοπικής ανάλυσης προδρόμου σύνθετου δοκιμίου μεταλλικής μήτρας, παρασκευασμένο από FSPed κράμα AA5083, με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2 %κ.β) και αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 (0,4 %κ.β). Πραγματοποιήθηκαν 3 περάσματα ενώ σε ότι αφορά στη παραμετροποίηση των λειτουργικά επιβαλλόμενων συνθηκών της κατεργασίας, προκαθορίστηκε ρυθμός περιστροφής 1000rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min.

10.1.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.

Η οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιήθηκε για το χαρακτηρισμό του μικρογραφικού ιστού κράματος AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, το οποίο είχε κατεργασθεί μέσω FSP διεργασίας κάθετα ως προς τον άξονα θερμοπλαστικής διαμόρφωσης (άξονα έλασης). Πραγματοποιήθηκε μορφολογική μελέτη επί των προϊόντων της ακολουθίας μετασχηματισμού των φάσεων εντός της ζώνης ανάδευσης, της θερμομηχανικά και της θερμικά επηρεασμένης ζώνης. Επιπρόσθετα κατέστη δυνατή η μέτρηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για τη θερμικά και θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη. Επιβεβαιώθηκε η διεξαγωγή του μηχανισμού διάλυσης-επανακατακρήμνισης εντός της ζώνης ανάδευσης (dissolution-precipitation mechanism) τόσο των μεσομεταλλικών ενώσεων (με στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_3Mg_2 , Al_6Mn) όσο και των φάσεων στερεοποίησης τύπου $\alpha\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Si})$ (Εικόνες 10.8-10.9). Εμφανής τέλος κατέστη η ανοδική φορά λόγω παραμορφωσιακού πεδίου που χαρακτηρίζει τη κρυσταλλική δομή της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (Εικόνα 10.5).



Εικ.10.5: Απεικόνιση μέσω οπτικής μικροσκοπίας των περιοχών μετάβασης από τον πυρήνα ανάδευσης, στη θερμομηχανικά και τη θερμικά επηρεασμένη ζώνη, σε κάθετη τομή FSPed κράματος AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

Η μικρογραφική δομή της Εικόνας 10.6 αφορά στη κεντρική περιοχή της ζώνης ανάδευσης, δοκιμίου κατεργασμένου μέσω 3 περασμάτων FSP χωρίς τη παρένθεση ενισχυτικής φάσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Ευδιάκριτη καθίσταται η λεπτοκρυσταλλικότητα της δομής και η απουσία εμφάνισης ελαττωμάτων τύπου ρωγματώσεων και μικροδιακενώσεων. Από τα παράπανω συμπεραίνεται ότι η συνδυασμένη

επιβολή 1000 rpm ρυθμού περιστροφής και 13 mm/min ταχύτητας πρόωσης, αποδίδει τη κατάλληλη θερμική παροχή στο σύστημα για την ανάπτυξη της θερμομηχανικής κατεργασίας.



Εικ.10.6: Εικόνα οπτικού μικροσκοπίου ζώνης ανάδευσης FSPed κράματος AA5083 χωρίς τη συμμετοχή ενισχυτικής φάσης παρένθεσης.

Μέσω της απεικόνισης των μικρογραφικών δομών και με τη χρήση του προγράμματος Image Pro analysis, πραγματοποιήθηκε στατιστική ανάλυση της κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων στην εκάστοτε ζώνη. Για το μέταλλο βάσης προσμετρήθηκε μέσο μέγεθος ανάπτυξης του κόκκου της τάξης των 30 μm , ενώ για τη ζώνη ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου κατεργασμένου μέσω 3 περασμάτων FSP χωρίς συμμετοχή ενισχυτικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων έλαβε τη τιμή του 10 μm . Η πτώση αυτή όπως έχει ήδη αναφερθεί αποδίδεται στους μηχανισμούς της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (συνεργιστικής δράσης ασυνεχούς και γεωμετρικής δυναμικής ανακρυστάλλωσης) που λαμβάνουν χώρα κατά τη διάρκεια της διεργασίας FSP. Έπειτα από την εισαγωγή της νανοκρυσταλλικής ενισχυτικής φάσης στη ζώνη ανάδευσης, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων περιορίζεται στα 1.72 μm , καθώς επενεργεί ο μηχανισμός της αγκύρωσης των ορίων των κόκκων από το κλάσμα όγκου συμμετοχής της κεραμικής φάσης. Το φαινόμενο αυτό της δυναμικής αγκύρωσης των ορίων των κόκκων επί των διεπιφανειών συναρμογής της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης, φέρει στη διεθνή επιστημονική κοινότητα την ονομασία ‘Zener pinning effect’ [62]. Αναφορικά με τη περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, αυτή φάνηκε να χαρακτηρίζεται από περιορισμένη μεγέθυνση των κόκκων, αποδίδοντας μια μέση τιμή του μεγέθους ανάπτυξης αυτών στα 35 μm . Τέλος σε ότι αφορά στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη, όπου έχει επενεργήσει το φαινόμενο της ενδοτράχυνσης, αυτή αποτελείται από κόκκους με διάταξη σε ανοδική φορά και μέσο μέγεθος ανάπτυξης στα 20 μm (Εικόνα 10.5).

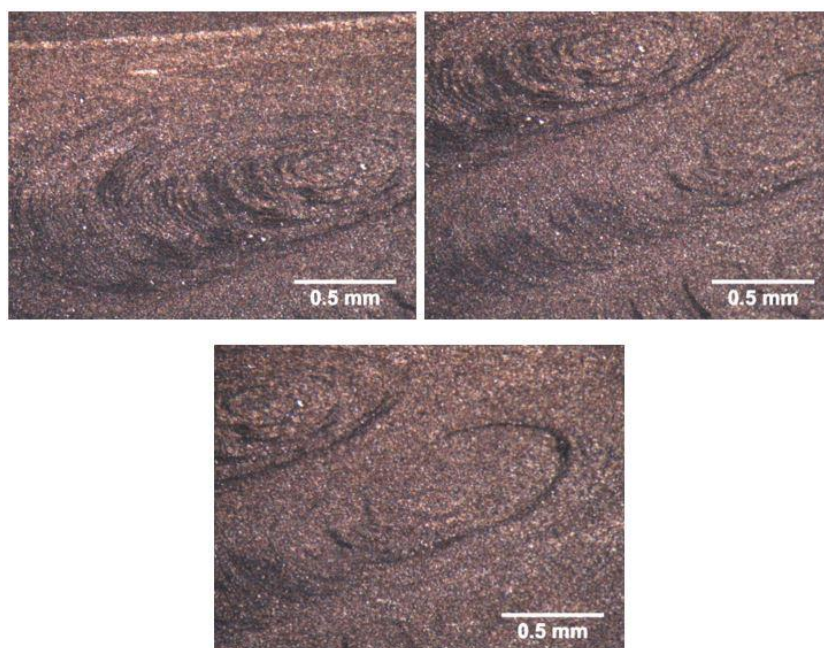
Πίνακας προσδιορισμού του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων στην εκάστοτε ζώνη.

Υλικό	Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων (μm)
Αρχικό κράμα(AA5083-H111)	30 μm
Ζώνη ανάδευσης χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης	10 μm
Ζώνη ανάδευσης έπειτα από την εισαγωγή νανοκρυσταλλικής $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$	1.72 μm
Θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (υποχωρούσα πλευρά)	20 μm
Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	35 μm

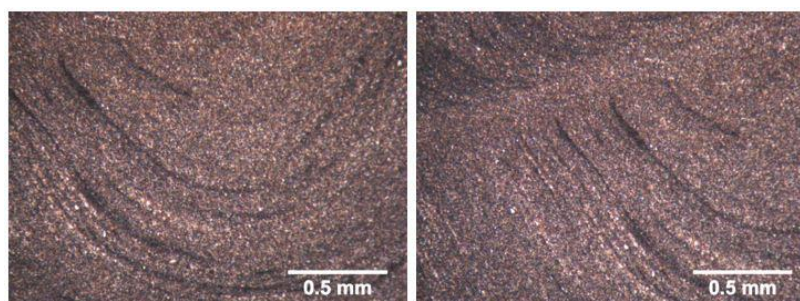
Συνολικά η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίστηκε ως απαλλαγμένη από ατέλειες δομής, όπως είναι η ανάπτυξη μικρο και μακρο-πορώδους καθώς και οι διακενώσεις λόγω ανεπαρκούς πλήρωσης (lack of fill). Επίσης ατέλειες ανάπτυξης του ροϊκού πεδίου, όπως είναι οι επονομαζόμενες ‘wormhole,

kissing bond, surface galling' δεν παρατηρήθηκαν σε καμία περιοχή εντός της κάθετης τομής της ζώνης ανάδευσης (Εικόνες 10.7-10.8).

Σημαντικό στοιχείο αποτελεί επίσης το γεγονός ότι παρατηρήθηκαν περιοχές εμφάνισης ζωνώδους δομής (banded structure), όπου πραγματοποιείται συστηματική συσσώρευση της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης [76]. Στη περίπτωση αυτή αναπτύσσονται πεδία εμπλουτισμένα σε νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (enriched zones) και πεδία απεμπλουτισμένα από αυτή (depleted bands), όπως θα διαπιστευθεί στην συνέχεια μέσω EDS ανάλυσης στο SEM. Σε ότι αφορά στην ανάπτυξη ζωνώδους δομής με ελλειψοειδή συμμετρία στα κατώτερα τμήματα της ζώνης ανάδευσης (Εικ.10.8), αυτή μπορεί να αποδοθεί στη κατεύθυνση ροής του υλικού μέσω της κίνησης του πείρου (ο οποίος φέρει δεξιόστροφο σπείρωμα με δεξιόστροφη φορά περιστροφής). Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε συστηματική παρουσία εντός της ζώνης ανάδευσης των χαρακτηριστικών σχηματισμών onion rings (Εικ.10.7).

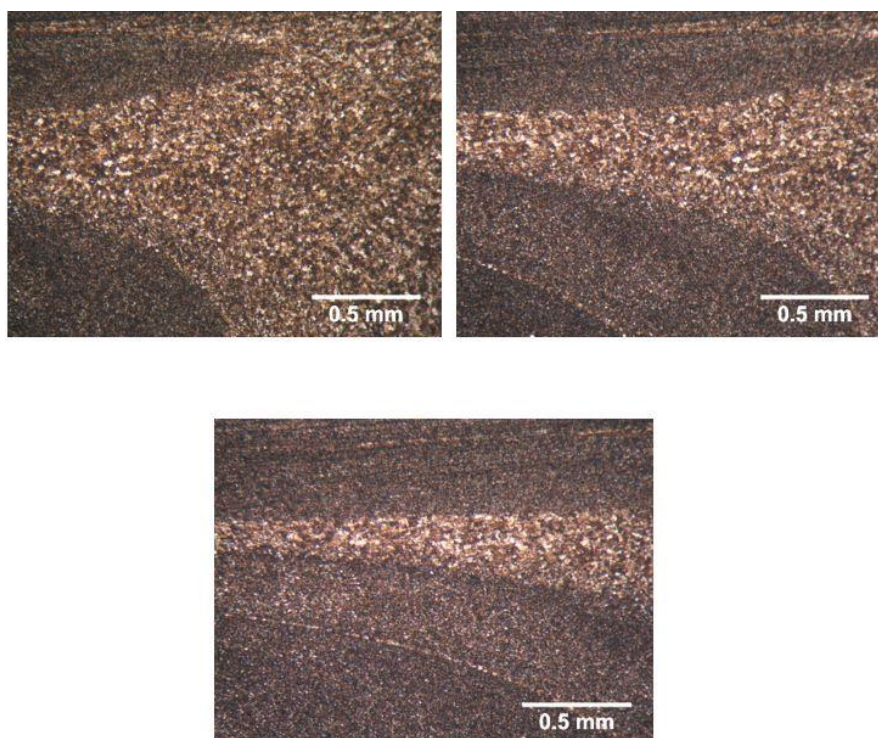


Εικ.10.7: Απεικόνιση μέσω οπτικής μικροσκοπίας των σχηματισμών 'onion rings', οι οποίοι αναπτύσσονται ακολουθώντας τις ροϊκές γραμμές του υλικού στο κέντρο της ζώνης ανάδευσης.



Εικ.10.8: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας περιοχών ζωνώδους δομής (alternating bands) εντός του πυρήνα ανάδευσης. Οι περιοχές αυτές αποτελούν πεδία συσσώρευσης της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης και η ύπαρξή τους οφείλεται στη ροή του υδρομηχανικά ασυμπίεστου στερεού μέσω της επίδρασης του εργαλείου δεξιόστροφου σπειρώματος με δεξιόστροφη περιστροφή.

Στο ανώτερο τμήμα της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκε ακόμη ο σχηματισμός δομής τύπου flow arm (Εικόνα 10.9). Η περιοχή αυτή αποτελείται από χονδροκρυσταλλικό μητρικό υλικό της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, το οποίο έχει μεταφερθεί μέσω στροβιλισμού από την υποχωρούσα στην προωθούμενη πλευρά της λεπτοκρυσταλλικής ζώνης ανάδευσης. Η μεταφορά αυτή του υλικού αποδίδεται κυρίως στη περιστροφική κίνηση του περιαιχηνίου και δύναται να περιορισθεί με την αύξηση του λόγου V_{rot}/V_{tr} . Με αυτό τον τρόπο, επιβάλλεται στο σύστημα υψηλή θερμική παροχή, η οποία διευρύνει τη ζώνη ανάδευσης και περιορίζει το σχηματισμό flow arm. Από την Εικόνα 10.7 μπορεί εύκολα να διαπιστωθεί μέσω της χρωματικής αντίθεσης ότι δημιουργείται σημαντικό πεδίο συσσώρευσης νανοκρυσταλλικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ μόνο στο κάτω τμήμα του σχηματισμού flow arm, λόγω της κατεύθυνσης των ροϊκών γραμμών στο δεδομένο σύστημα.



Εικ.10.9: Εικόνα οπτικής μικροσκοπίας όπου αποδίδεται ο σχηματισμός δομής flow arm, με εισαγωγή του χονδροκρυσταλλικού μητρικού υλικού στην λεπτοκρυσταλλικά δομημένη περιοχή της ζώνης ανάδευσης.

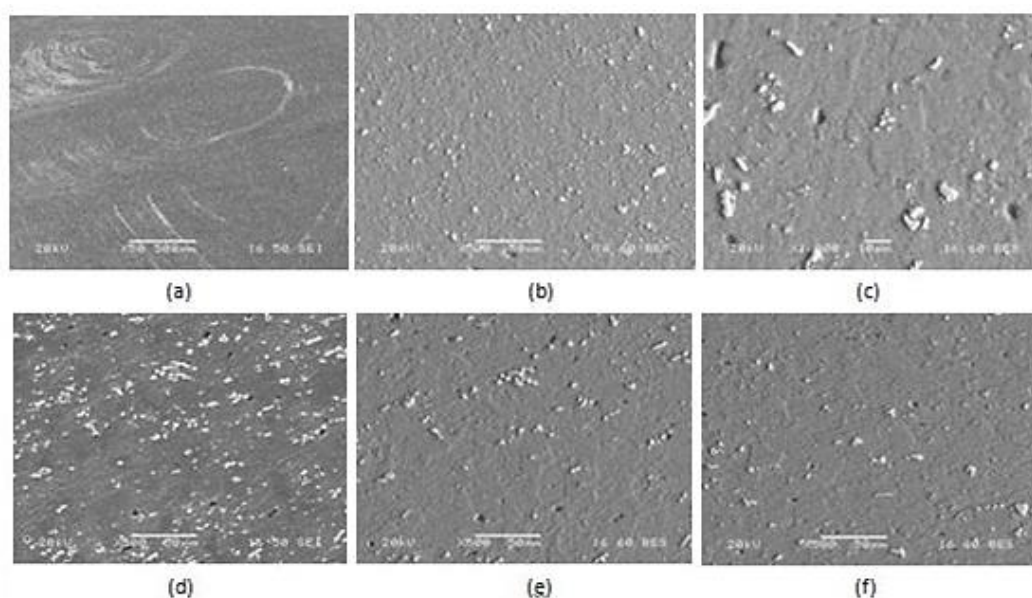
Όπως ήδη έχει αναφερθεί όλες οι περιοχές εντός της ζώνης ανάδευσης χαρακτηρίζονται από ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλική δομή με τη συμμετοχή κόκκων ισαξονικής-πολυγωνικής μορφολογίας. Το παραπάνω αποδόθηκε στους μηχανισμούς επενέργειας της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, οι οποίοι εξαρτώνται άμεσα από τη αναπτυσσόμενη θερμοκρασιακή βαθμίδα, το πεδίο παραμόρφωσης και τη πρότερη θερμομηχανική κατεργασία στην οποία έχει υποβληθεί το υλικό [39]. Σημαντική παρατήρηση αποτελεί όμως το γεγονός ότι μεταβαίνοντας κάθετα από το ανώτερη στη κατώτερη περιοχή της ζώνης ανάδευσης παρατηρείται εντονότερη εκλέπτυνση των κόκκων, η οποία σχετίζεται με την ανάπτυξη του θερμικού προφίλ κατά τη διαχυσιακή αυτή διεργασία στερεάς κατάστασης [40].

Σημειώνεται τέλος ότι με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων για κοινή παραμετροποίηση των υπολοίπων επιβαλλόμενων συνθηκών της FSP διεργασίας παρατηρήθηκε ανάπτυξη λεπτοκρυσταλλικότερων δομών, με αυξημένη ομοιομορφία ανασυγκρότησης και με συμμετοχή πολυγωνικών-ισαξονικών κόκκων. Επιπρόσθετα ο μηχανισμός διαλυτοποίησης-επανακατακρήμνισης των φάσεων στερεοποίησης και των μεσομεταλλικών ενώσεων παρατηρείται να

έχει διεξαχθεί σε ακόμη μεγαλύτερη εμβέλεια με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων [42]. Τέλος παρατηρήθηκε προσαύξηση της επιφάνειας της ζώνης ανάδευσης, η οποία πλέον χαρακτηρίζεται από κοίλη συμμετρία χωρίς γωνιώδεις απολήξεις (Εικόνες 10.3-10.4).

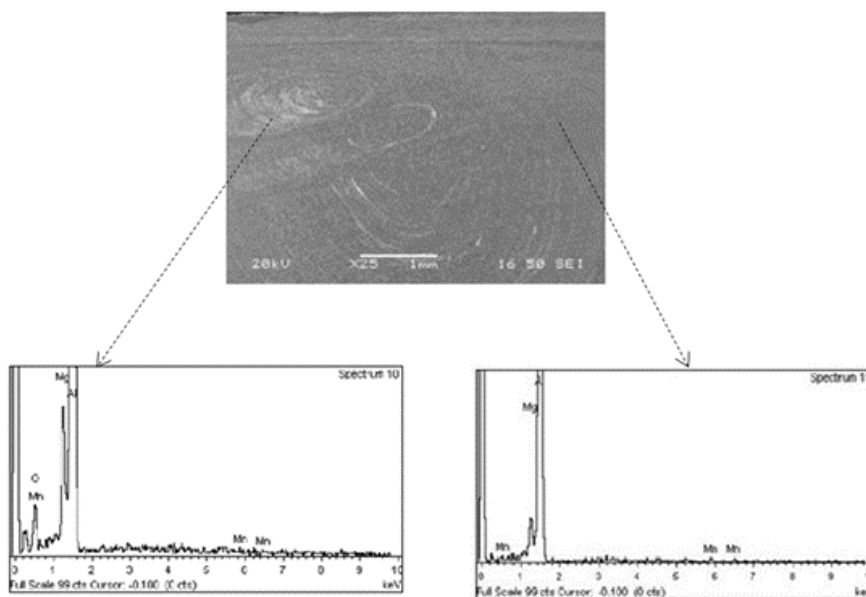
10.1.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

Μέσω της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης στο πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, έπειτα από την επενέργεια τριών περασμάτων πραγματοποιήθηκε μελέτη του τεχνητού τοπογραφικού αναγλύφου σε εικόνα δευτερογενών ηλεκτρονίων καθώς και χαρακτηρισμός της μικρογραφικής δομής και των συμμετεχουσών φάσεων, μέσω αντίθεσης πεδίου σε εικόνα οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων. Γνωστοποιείται από τη διεθνή βιβλιογραφία ότι στο κράμα AA5083 η κύρια συμμετέχουσα ενδομεταλλική φάση με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_3Mg_2 χαρακτηρίζεται από σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου (λόγω χαμηλού μέσου ατομικού αριθμού) εντός της μητρικής φάσης του αλουμινίου, ενώ οι ομάδες φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρικούς συντελεστές $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Si})$ και Al_6Mn φέρουν ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου (λόγω του υψηλότερου μέσου ατομικού αριθμού που τις χαρακτηρίζει) σε σχέση με τη μήτρα.



Εικ.10.11 (a, b, c, d, e, f): Εικόνες δευτερογενών και οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων της ζώνης ανάδευσης, σε πρόδρομο σύνθετο δοκίμιο μεταλλικής μήτρας AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2 %κ.β) και αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 (0,4 %κ.β) έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP.

Όπως προκύπτει από τις μικρογραφικές απεικονίσεις η ανάδευση του υλικού και τα διαβαθμισμένα πεδία ροής οδηγούν στη διαμόρφωση εντός του πυρήνα ανάδευσης ελλειπτικών δομών τύπου “onion rings”, όπου πραγματοποιείται συσσώρευση της νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης (Εικόνα 10a-10b). Πρόκειται για ανάπτυξη ζωνώδους δομής (alternating bands) όπου η αντίθεση πεδίου μεταξύ των περιοχών αφορά στη μεταβολή του μέσου ατομικού αριθμού. Όπως φαίνεται στη παρακάτω εικόνα οι ανοιχτόχρωμες αντίθεσης πεδίου ελλειπτικές δομές αφορούν σε πεδία συσσώρευσης νανοκρυσταλλικής $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, καθώς αυτή χαρακτηρίζεται από υψηλότερο μέσο ατομικό αριθμό συγκριτικά με το στερεό διάλυμα αντικατάστασης του αλουμινίου. Αντίστοιχα οι σκουρόχρωμες αντίθεσης περιοχές χαρακτηρίζονται από πεεριορισμένη ποσοστιαία συμμετοχή της νανοκρυσταλλικής φάσης ενίσχυσης.



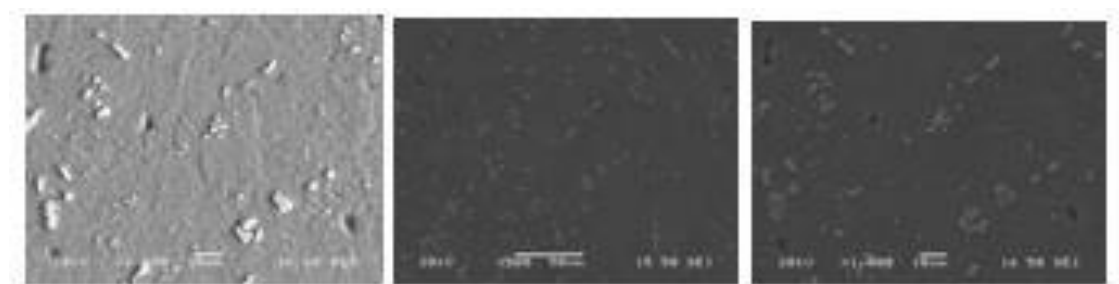
EDS ανάλυση σε περιοχές ανοιχτόρωμης αντίθεσης και σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου, όπου αντίστοιχα παρατηρείται εμπλουτισμός και περιορισμένη συμμετοχή ναοκρυσταλλικής γ - Al_2O_3

Αναφορικά με το σχήμα της ζώνης ανάδευσης, αυτό καθορίζεται κυρίως από τις παραμέτρους της κατεργασίας, τη γεωμετρία του εργαλείου, τη θερμοκρασία του τεμαχίου και τη θερμική αγωγιμότητα του υλικού. Καθώς επιβλήθηκε υψηλό πεδίο ρυθμών περιστροφής, με κυλινδρικό σπειροειδή πείρο δεξιόστροφης φοράς, η ζώνη ανάδευσης χαρακτηρίζεται από ελλειπτικό σχήμα. Επιπρόσθετα, συνολικά η δομή του πυρήνα ανάδευσης χαρακτηρίζεται ως εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλική, με μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της τάξης του 1.72 μm . Από την πορεία των πειραμάτων παρατηρήθηκε ακόμη ότι το μέγεθος των ανακρυσταλλωμένων κόκκων έβαινε μειούμενο με την με ελάττωση του ρυθμού περιστροφής του εργαλείου διατηρώντας σταθερή την ταχύτητα πρόωσης [68].

Η εκλέπτυνση της μικρογραφικής δομής αποδίδεται στην ανάπτυξη πολύ ισχυρών διατμητικών δυνάμεων κατά την διάρκεια της κατεργασίας, οι οποίες αποτελούν και τη γενεσιουργό αιτία της εμφάνισης του φαινομένου της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (είτε γεωμετρικής είτε ασυνεχούς). Ο μικροδομικός ιστός όμως υφίσταται έναν επιπρόσθετο συνεργιστικό μηχανισμό εκλέπτυνσης των κόκκων λόγω της διασποράς ικανοποιητικού κλάσματος όγκου συμμετοχής ναοκρυσταλλικής φάσης ενίσχυσης. Η διασπορά της κεραμικής φάσης οδηγεί στο σχηματισμό πυρήνων αγκύρωσης των δικτυωμάτων των διαταραχών (Zener pinning effect of dislocation networks)[69]. Τα παραπάνω φαινόμενα επιτείνονται σε εκθετικό βαθμό λόγω της φύσης της ναοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης, καθώς αυτή χαρακτηρίζεται από θερμοδυναμική **μεταστάθεια** με προσαυξημένη διεπιφανειακή ενεργότητα (εν αντιθέσει με την α - Al_2O_3 η οποία αποτελεί φάση εντός θερμοδυναμικής ισορροπίας). Η θερμοδυναμική αυτή μεταστάθεια καθιστά τα όρια των κρυσταλλικών ενεργειακά αναβαθμισμένα, επιδρώντας έτσι καταλυτικά ως προς την παρεμπόδιση της ανάπτυξης των κόκκων (annihilation of grain boundary migration process) [70]. Σε ότι αφορά στο προσδιορισμό του μηχανισμού ανάπτυξης της δυναμικής ανακρυστάλλωσης, μέσω της αναδιάταξης των υποορίων των κόκκων και της αλληλεπίδρασης των δικτυωμάτων των διαταραχών, αυτός μπορεί να πραγματοποιηθεί με τη συνδυαστική μελέτη των δειγμάτων σε EBSD και HRTEM, η οποία όμως ξεφεύγει από τα πλαίσια προσέγγισης της μεταπτυχιακής αυτής εργασίας.

Η αύξηση της θερμοκρασίας στην ζώνη ανάδευσης έως τους 400-550 $^{\circ}\text{C}$, εκτός από τη μεταβολή στο μέσο μέγεθος κόκκων, επιφέρει τη βαθμιαία διάλυση των κατακρημνισμάτων και την

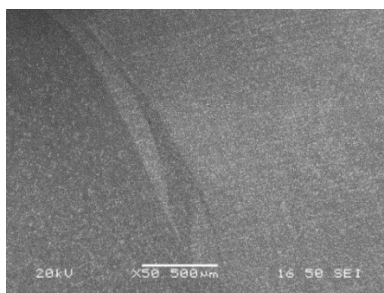
επαναδημιουργία λεπτότερων ομάδων αυτών εντός της μητρικής φάσης του αλουμινίου. Τα ομοιογενώς κατανομημένα κατακρημνίσματα με στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_6Mn , Al_3Mg_2 καθώς και οι φάσεις στερεοποίησης α Al (Fe,Mn,Si) χαρακτηρίζονται από λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη σε σχέση με τις αντίστοιχες δομές του μετάλλου βάσης (Εικόνες 10.11(c)-10.14). Ωστόσο, στην ζώνη αυτή παρατηρήθηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής ευμεγεθών κατακρημνισμάτων, όπως αυτά που συμμετέχουν στο μικροδομικό ιστό ανάπτυξης του ανεπηρέαστου μετάλλου βάσης, γεγονός το οποίο επιβεβαιώνει ότι κατά την διεργασία FSP πραγματοποιείται ανάπτυξη του μεταλλουργικού φαινομένου διάλυσης-επανακατακρήμνισης (dissolution-precipitation mechanism).



Εικ.10.12: Εικόνες δευτερογενών και οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, προδρόμου συνθέτου δοκιμίου μεταλλικής μήτρας AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης γ - Al_2O_3 (2 %κ.β) και αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 (0,4 %κ.β) έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP.

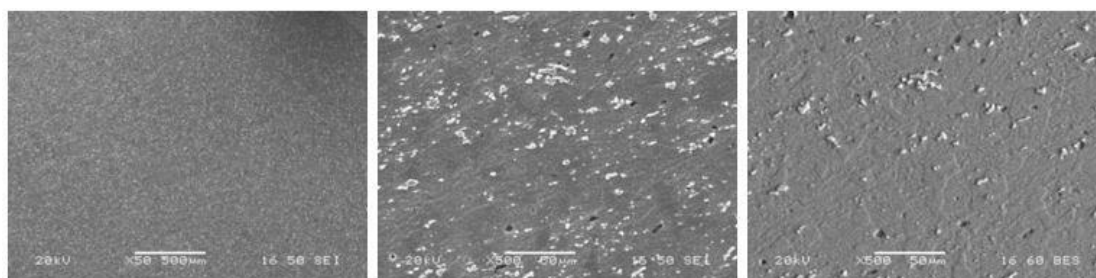
Μεταξύ του μητρικού υλικού και της ζώνης ανάδευσης παρατηρήθηκε η μεταβατική περιοχή της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (TMAZ ή ΘΜΕΖ) , η οποία αποτελεί χαρακτηριστικό γνώρισμα της διεργασίας FSP. Η ζώνη αυτή υπόκειται τόσο σε παρατεταμένο πεδίο παραμορφώσεων όσο και σε υψηλές θερμοκρασιακές διαβαθμίσεις (Εικόνα 10.12). Κατ' αυτό τον τρόπο η περιοχή αυτή παρουσιάζει έντονα παραμορφωμένο μικροδομικό ιστό με ανοδική φορά ανάπτυξης των κόκκων. Δηλαδή οι επιμήκεις κόκκοι του μητρικού υλικού παραμορφώνονται ακολουθώντας μία ροή ανοδικής φοράς η οποία περιβάλλει τη ζώνη ανάδευσης, οδηγώντας και σε αντίστοιχη κατευθυντική προσάρτηση των ενδομεταλλικών φάσεων και φάσεων στερεοποίησης. Όπως είναι γνωστό παρόλο που η ΘΜΕΖ υφίσταται πλαστική παραμόρφωση, οι τάσεις παραμόρφωσης δεν είναι επαρκείς για να προκαλέσουν δυναμική ανακρυστάλλωση στη ζώνη αυτή [75]. Ωστόσο η έκθεση σε υψηλά θερμοκρασιακά πεδία προκαλεί σε περιορισμένο βαθμό διαλυτοποίηση των δευτερευουσών φάσεων στερεοποίησης και των κατακρημνισμάτων. Το ποσοστό διάλυσής τους εξαρτάται φυσικά από τον θερμικό κύκλο στον οποίο υπόκειται η ζώνη αυτή [76].

Η διεπιφάνεια μεταξύ της ανακρυσταλλωμένης ζώνης και της θερμο-μηχανικά επηρεασμένης ζώνης καθίσταται σχετικά διάχυτη στην υποχωρούσα πλευρά του εργαλείου, αλλά αρκετά ευδιάκριτη στην προωθούμενη πλευρά του μεταλλουργικού συστήματος, από την οποία έχουν εξαχθεί και οι παραπάνω εικόνες [77].



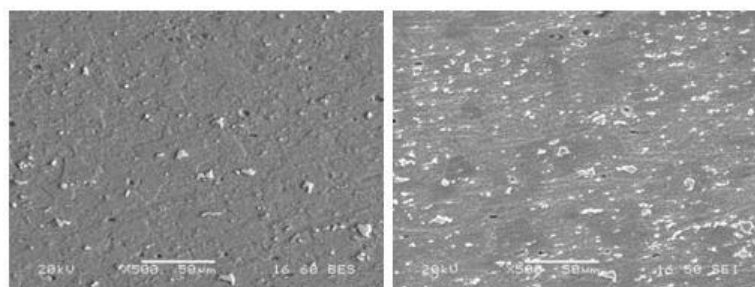
Εικ.10.16: Περιοχή μετάβασης από την θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη στη ζώνη ανάδευσης.

Πλευρικά των περατωτικών ορίων της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (TMAZ) βρίσκεται η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (HAZ ή ΘΕΖ). Αυτή η περιοχή υπόκειται στην πλήρη επιρροή του θερμικού κύκλου, αλλά δεν υφίσταται καμία επενέργεια παραμορφωσιακού πεδίου. Η θερμικά επηρεασμένη ζώνη (ΘΕΖ) σε ένα μη θερμικά κατεργάσιμο κράμα αλουμινίου ορίζεται ως η ζώνη που υφίσταται αύξηση της θερμοκρασίας μέχρι τους 200 °C [72]. Η έκθεση του μητρικού υλικού στη θερμοκρασιακή αυτή βαθμίδα οδηγεί σε μεγέθυνση των κόκκων (από τα 30 μm στα 35 μm), οι οποίοι φέρουν επιμήκη μη ισαξονική μορφολογία και χαρακτηρίζονται από επαναδιευθέτηση των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης (με κατεύθυνση την ισοσταθμισμένη αποτόνωση του πεδίου των θερμικών τάσεων). Σε ότι αφορά στις φάσεις στερεοποίησης και τα κατακρημνίσματα, αυτά υφίστανται πάχυνση (coarsening effect) τροποποιώντας κατ' αυτό τον τρόπο τις συνθήκες γειτνίασης με τη μητρική φάση (μη συνεκτική διασυνδετική συναρμογή) (Εικόνα 10.13).



Εικ.10.13: Εικόνες δευτερογενών και οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, σε πρόδρομο σύνθετο δοκίμιο μεταλλικής μήτρας AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2%κ.β) και αφροποιοητικού παράγοντα TiH_2 (0,4 %κ.β) έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP.

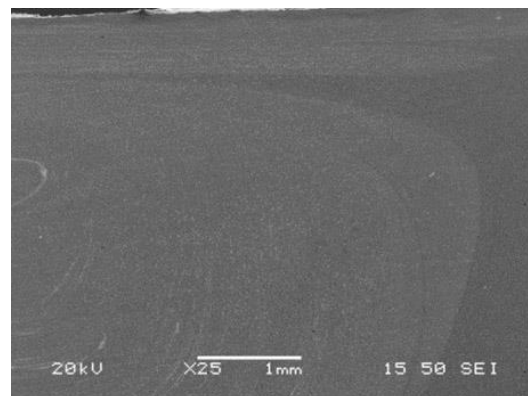
Σε ότι αφορά στην ανεπηρέαστη περιοχή του μετάλλου βάσης, αυτή φαίνεται να αποτελείται από σχετικά ευμεγέθεις και επιμήκεις (μη ισαξονικούς) κόκκους μητρικής φάσης στερεού δ/τος αντικατάστασης αλουμινίου. Παρατηρείται σημαντική διασπορά στη κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων, οι οποίοι λαμβάνουν μία μέση τιμή της τάξης των 30 μm. Οι γενιές των ομάδων φάσεων στερεοποίησης, τύπου $\alpha\text{-Al(Fe, Mn, Si)}$ καθώς και η ενδομεταλλική φάση τύπου Al_6Mn , χαρακτηρίζονται από χονδροκρυσταλλικότερη ανάπτυξη εντός της μικροδομικής ανάπτυξης του μετάλλου βάσης (εν συγκρίσει με την TMAZ) (Εικόνα 10.14).



Εικ.10.14: Εικόνες δευτερογενών και οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων του μετάλλου βάσης (κράματος AA5083).

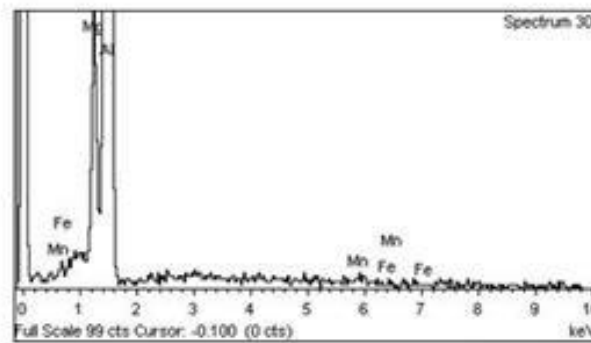
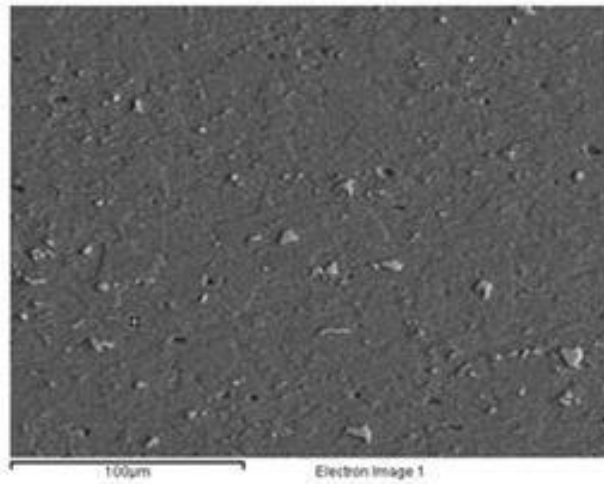
Σε ότι αφορά στην μεσομεταλλική ένωση με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_3Mg_2 που απαντάται στη σειρά αυτή των κραμάτων αλουμινίου και η οποία φέρει σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου, ταυτοποιήθηκε μεταλλογραφικά σε περιορισμένα κέντρα φύτρωσης λόγω της λεπτοκρυσταλλικότητας της δομής της, του μικρού κλάσματος όγκου συμμετοχής της και της ετερογενούς διασποράς της.

Όπως έχει ήδη αναφερθεί ο σχηματισμός flow arm αποτελεί σχηματισμό δομής εντός της ζώνης ανάδευσης εξαιτίας του στροβιλισμού του υλικού (Εικόνα 10.15). Αφορά στο μητρικό υλικό που μεταφέρεται από την υποχωρούσα πλευρά στη ζώνη ανάδευσης και εκχέεται στην προωθούμενη. Η ανάπτυξή του οφείλεται στη χρήση σπειρώματος ομόρροπου με τη περιστροφή, διαδικασία που οδηγεί σε καθοδική ροή του υλικού [62-63]. Καθίσταται εμφανής ακόμη η συμμετοχή χονδροκρυσταλλικότερων κόκκων εντός του flow arm εν συγκρίσει με την κρυσταλλική δομή της ζώνης ανάδευσης. Τέλος δεν παρατηρήθηκαν σημαντικά εκτεταμένα πεδία συσσώρευσης της νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης περιμετρικά του σχηματισμού αυτού κάτι το οποίο αποτελεί σύνηθες φαινόμενο για το συγκεκριμένο είδος κατεργασίας.

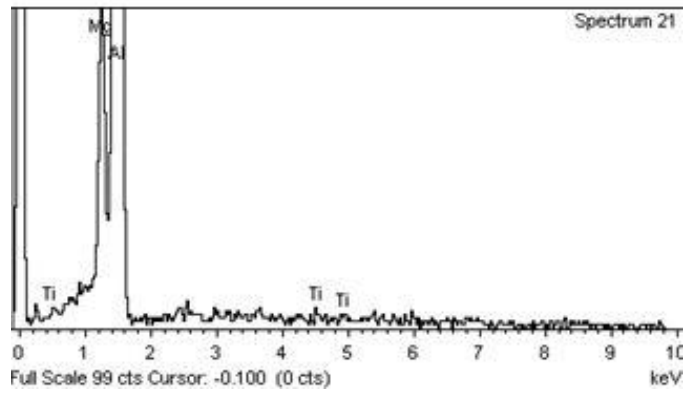
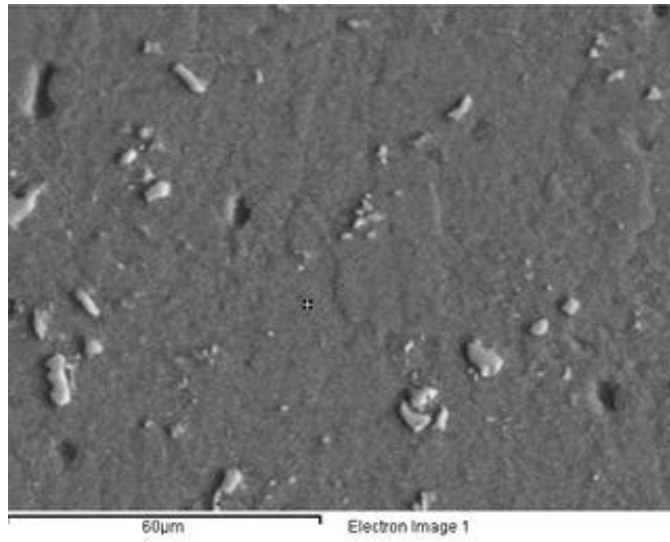


Εικ.10.15: Σχηματισμός δομής τύπου “flow arm” σε εικόνα δευτερογενών ηλεκτρονίων.

Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές της μητρικής φάσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου, απομακρυσμένων από πεδία φύτρωσης ομάδων φάσεων στερεοποίησης.

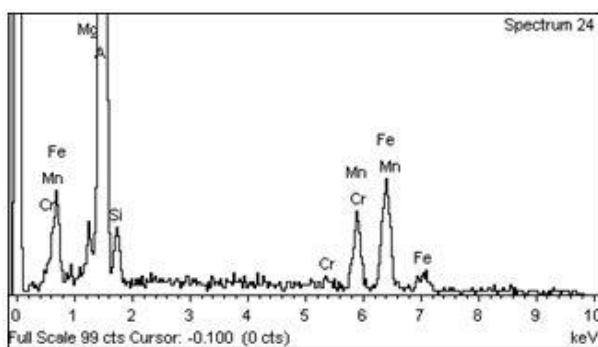
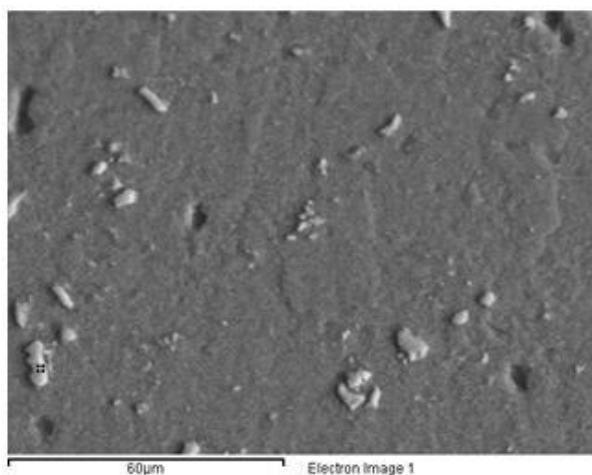


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.59	5.09
Al K	94.71	94.57
Mn K	0.40	0.20
Fe K	0.29	0.14
Totals	100.00	

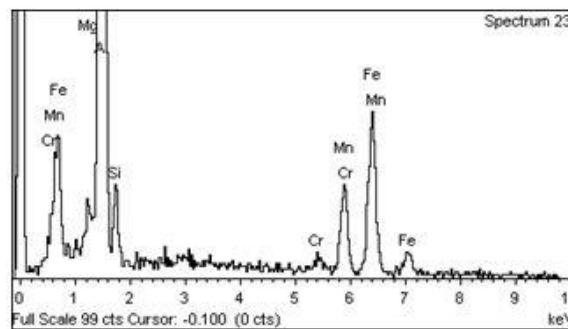
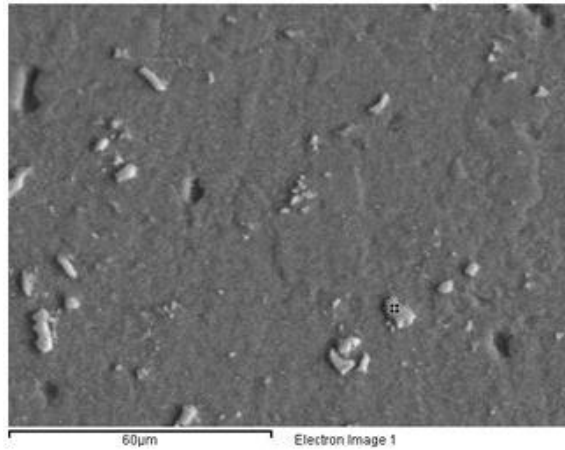


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.90	5.41
Al K	94.75	94.39
Ti K	0.35	0.20
Totals	100.00	

Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις ομάδων φάσεων στερεοποίησης τύπου α Al(Fe,Mn,Si,Cr).



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1.23	1.55
Al K	71.99	81.73
Si K	3.59	3.91
Cr K	0.63	0.37
Mn K	7.72	4.30
Fe K	14.84	8.14
Totals	100.00	

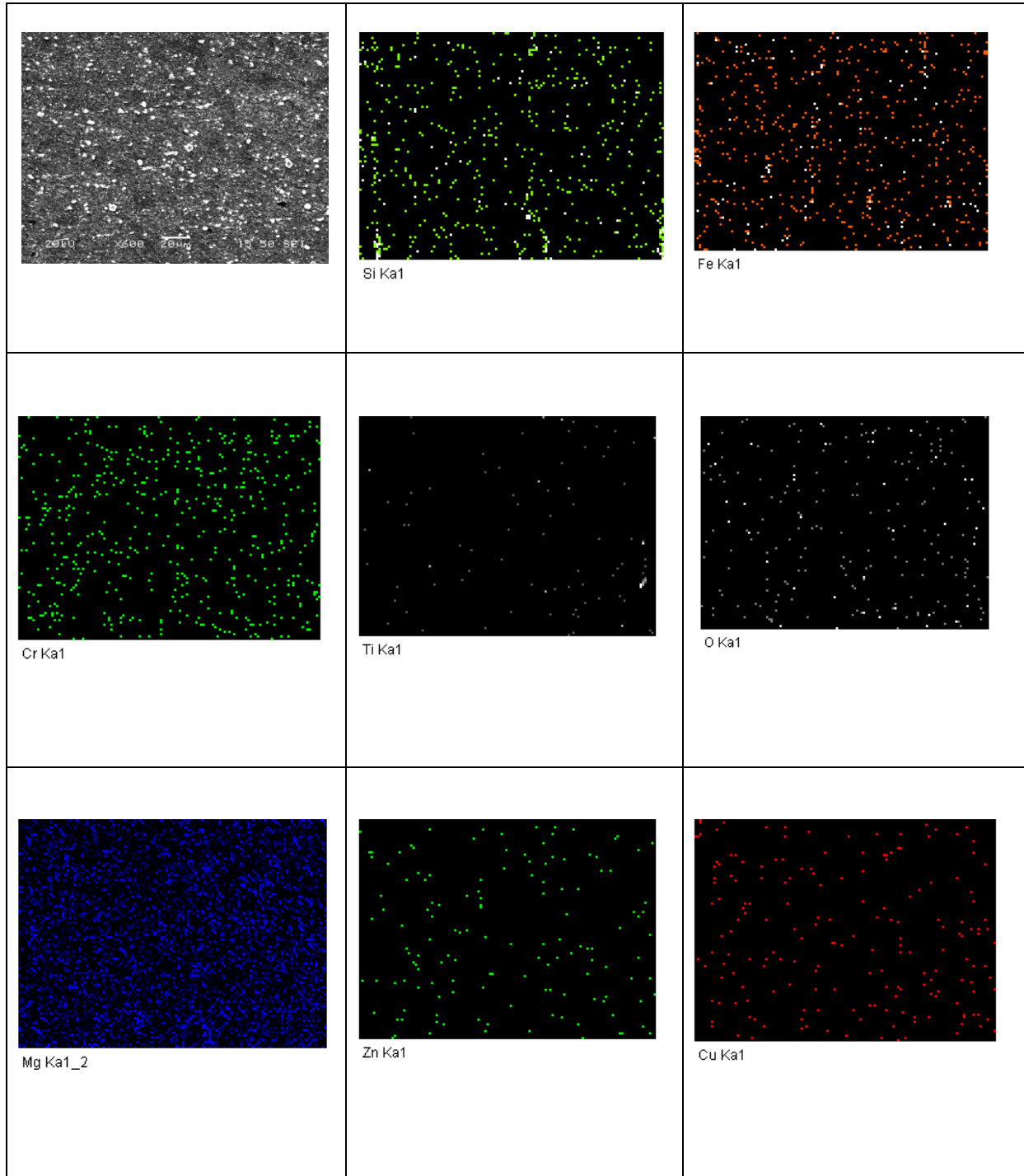


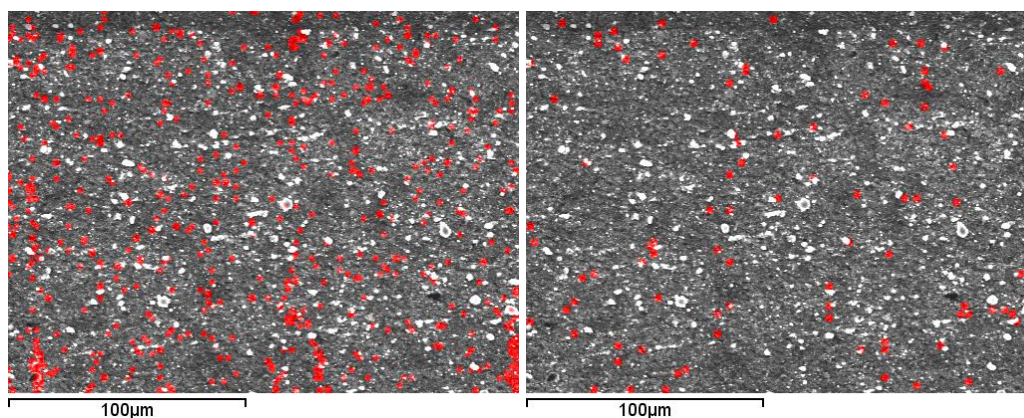
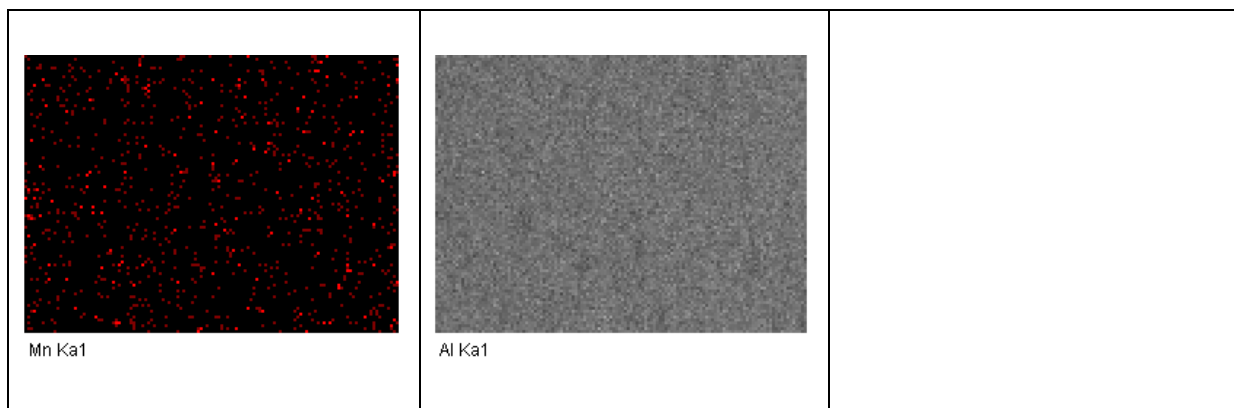
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.98	1.25
Al K	70.07	80.41
Si K	4.00	4.41
Cr K	0.69	0.41
Mn K	8.13	4.58
Fe K	16.14	8.95
Totals	100.00	

Σημειώνεται εδώ ότι καθοριστική επίδραση τόσο για τη κινητική της στερεοποίησης όσο και την ανάπτυξη τοπικών πεδίων υπερκορεσμού και την γενικότερη απόκριση των διαχυσιακών φαινομένων μικρής και διευρυμένης κλίμακας-short/long range diffusion field) αποτελεί η βάρθρωση του σχετικού λόγου συμμετοχής των στοιχείων Mn/Si, Fe/Si και Mn/Fe.

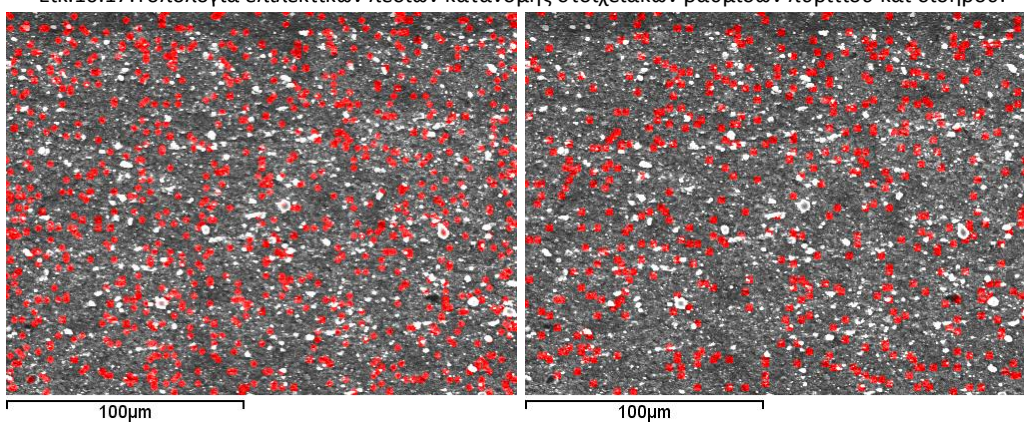
Χάρτες στοιχειακής κατανομής στο θερμοδυναμικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης μέσω EDS ανάλυσης σε mapping mode.

Από τη ζώνη ανάδευσης του προδρόμου δοκιμίου διεξήχθη ανάλυση χαρτών στοιχειακής κατανομής με κυριότερο στόχο το προσδιορισμό της ομοιογένειας της διασποράς του αφροποιητικού παράγοντα, του τρόπου κατανομής της νανοκρυσταλλικής ενισχυτικής φάσης παρένθεσης καθώς και της ενδεχόμενης παρουσίας του φαινομένου του μικροδιαφορισμού.

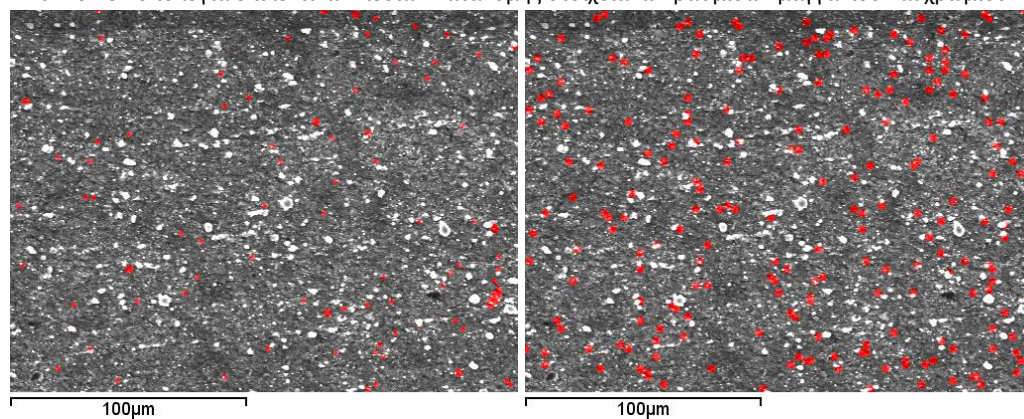




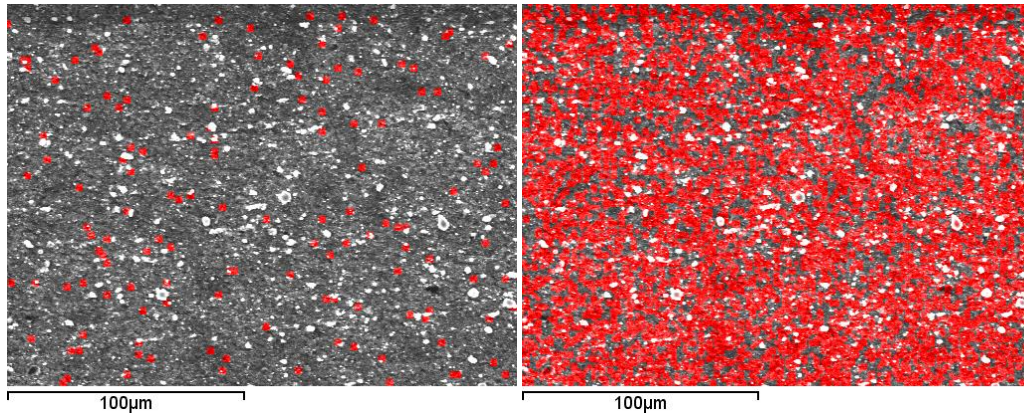
Εικ.10.17:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων πυριτίου και σιδήρου.



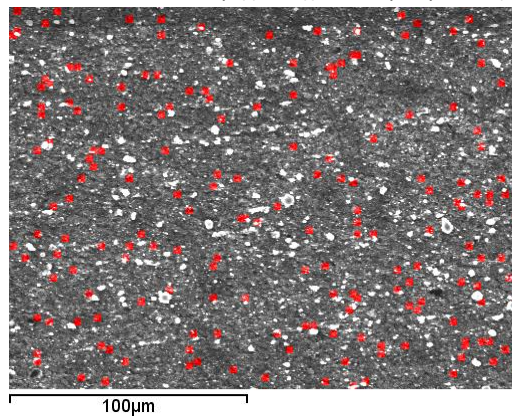
Εικ.10.18:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων μαγγανίου και χρωμίου.



Εικ.10.19:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων τιτανίου και οξυγόνου.



Εικ.10.20:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων ψευδαργύρου και μαγνησίου.

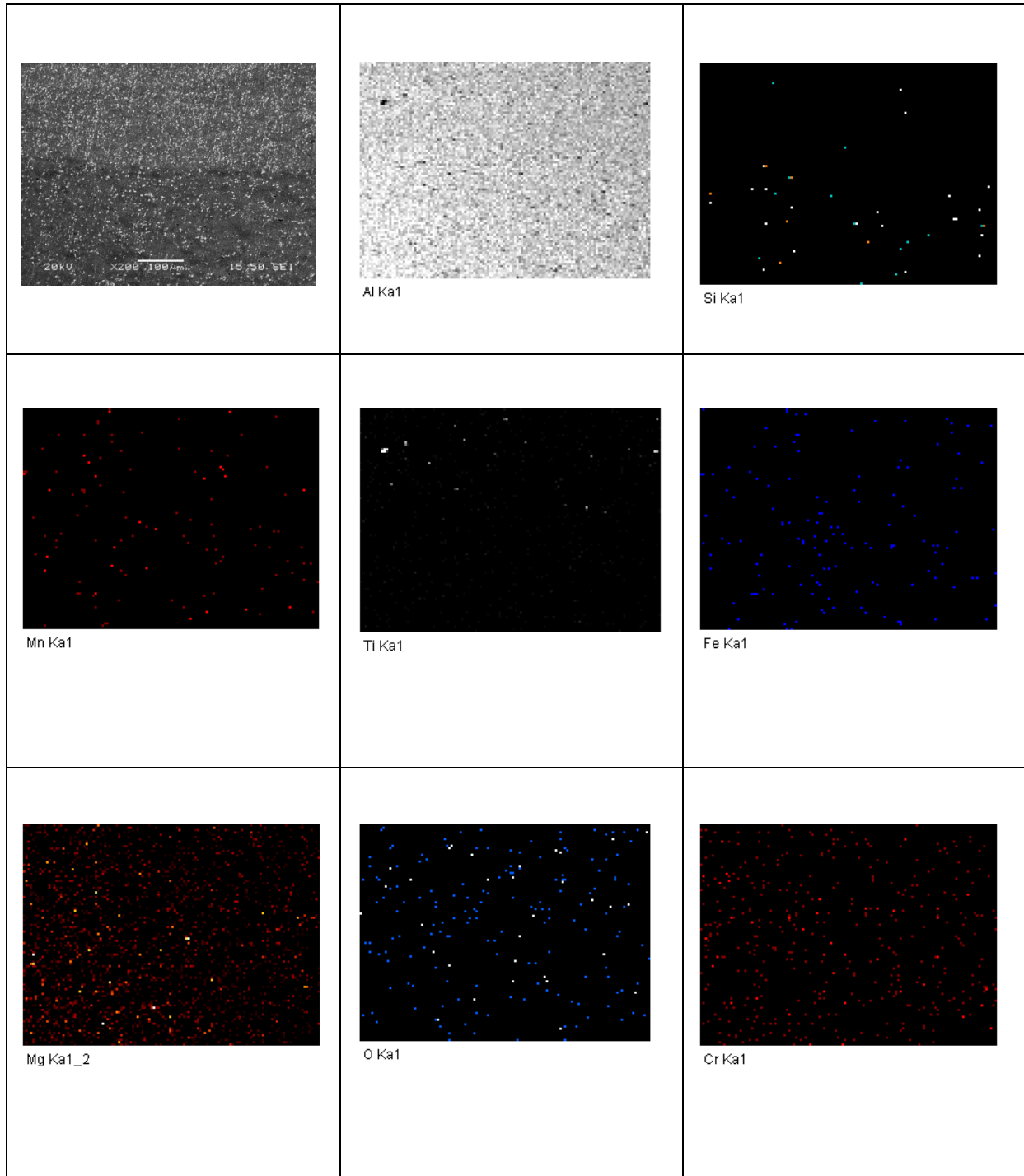


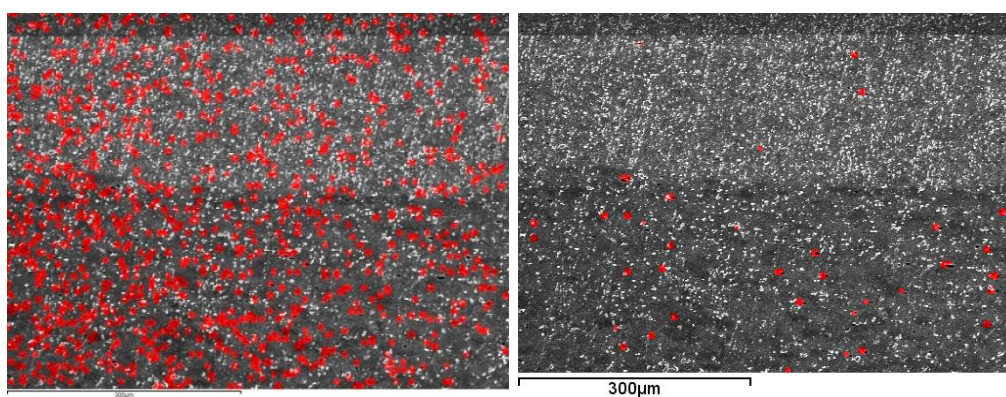
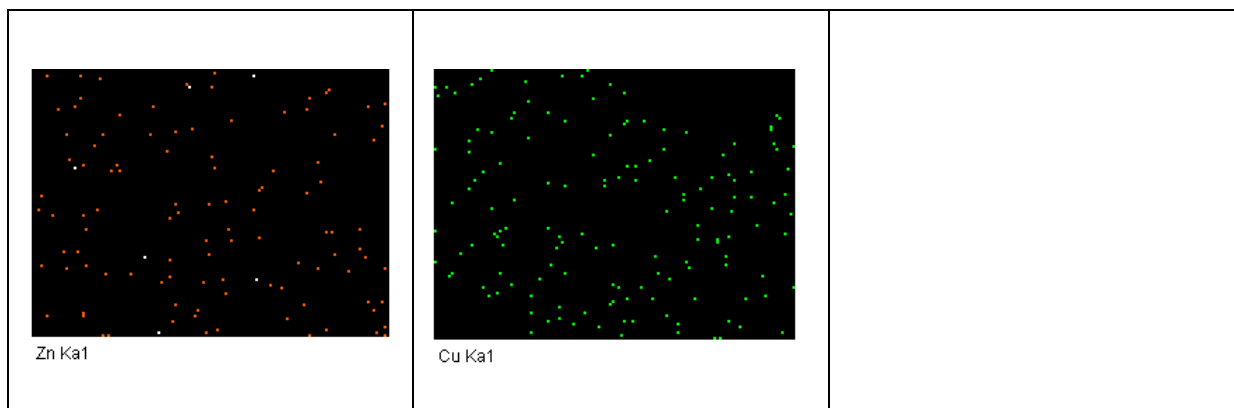
Εικ.10.20:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων χαλκού.

Από τη μελέτη των χαρτών στοιχειακής κατανομής στο θερμοδυναμικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης παρατηρείται ετερογενής διασπορά της ναοκρυσταλλικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, περιμετρικά των ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρική χημική αναλογία $\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Si})$. Η τοπολογία αυτή σχετίζεται με την ανάπτυξη υψηλού βαθμού αναντιστοιχίας πλέγματος μεταξύ των ομάδων φάσεων στερεοποίησης και της μητρικής περιοχής, όπως θα παρατηρηθεί στη συνέχεια και μέσω μελέτης EBSD. Σε ότι αφορά στη στοιχειακή κατανομή Fe, Cr, Si, αυτή απαντάται κυρίως εντός των φάσεων στερεοποίησης, ενώ το Mn ανακατανέμεται ισότροπα τόσο στο στερεό δ/μα αντικατάστασης της μητρικής περιοχής όσο και εντός των δευτερευουσών μεσομεταλλικών ενώσεων τύπου Al_6Mn . Επιπρόσθετα η ύπαρξη Cu σχετίζεται με την ανάπτυξη διμερών και τριμερών ομάδων φάσεων, με στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_2Cu και Al_2CuMg σε ετερογενείς θέσεις πυρηνοποίησης πλευρικά των ομάδων φάσεων στερεοποίησης. Το Mg ανακατανέμεται ομοιόμορφα εντός της μητρικής περιοχής ενώ σε ότι αφορά στο Ti αυτό φαίνεται να συμμετέχει ομότροπα εντός της μητρικής εδροκεντρωμένης κυβικής δομής, γεγονός το οποίο συνδέεται άμεσα με την ομοιόμορφη διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα εντός της ζώνης ανάδευσης.

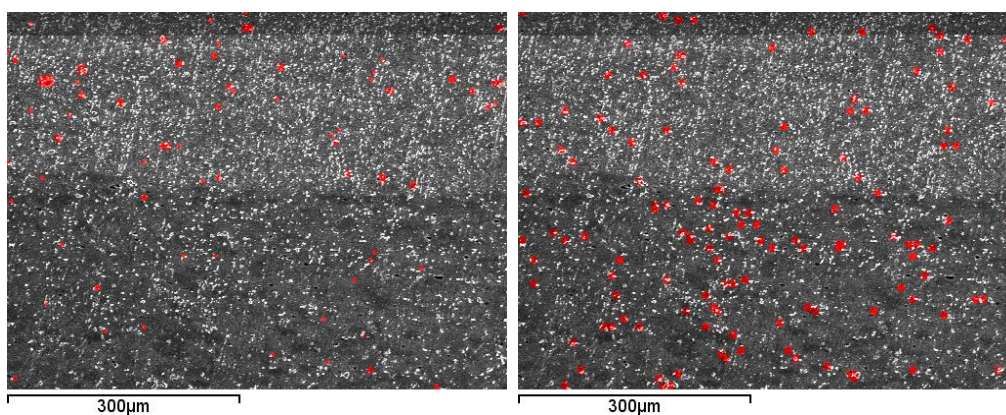
Χάρτες στοιχειακής κατανομής στη διεπιφάνεια συναρμογής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης προδρόμου δοκιμίου μέσω EDS ανάλυσης σε mapping mode.

Στη διεπιφάνεια επαφής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης πραγματοποιήθηκε αντίστοιχη μελέτη κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων, με απώτερο σκοπό τον προσδιορισμό του φαινομένου της επιφανειακής διάχυσης και της μετανάστευσης των κραματικών στοιχείων μεταξύ των δύο περιοχών.

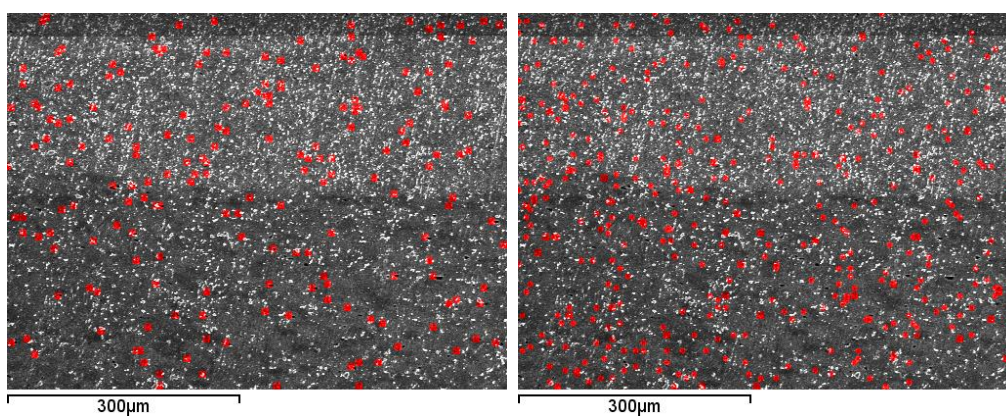




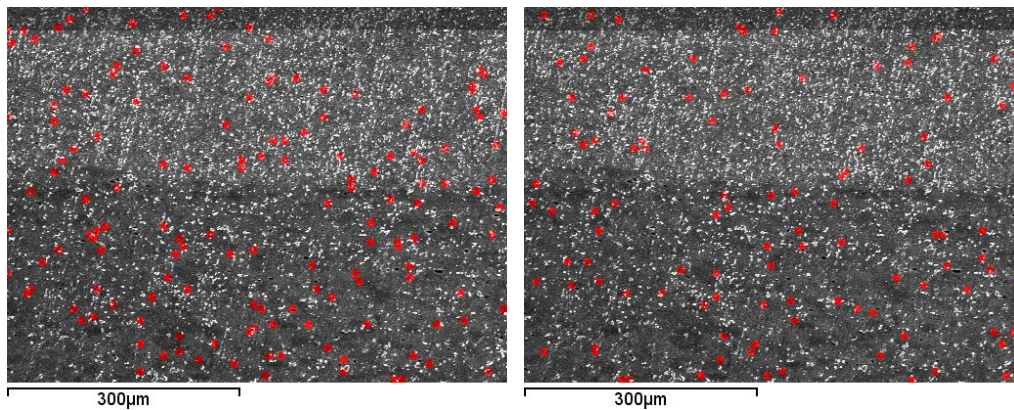
Εικ.10.21:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων μαγνησίου και πυριτίου.



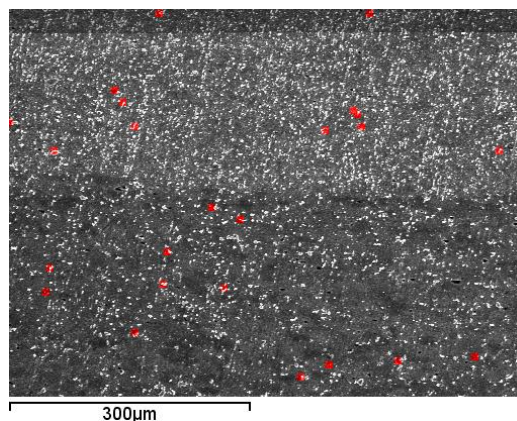
Εικ.10.22:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων τιτανίου και σιδήρου.



Εικ.10.23:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων οξυγόνου και χρωμίου.



Εικ.10.24:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων χαλκού και ψευδαργύρου.



Εικ.10.25:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων μαγγανίου.

Από τη μελέτη των χαρτών στοιχειακής κατανομής στη διεπιφάνεια συναρμογής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, παρατηρείται απεμπλουτισμός σε Si της πρώτης και απόρριψή του εντός της δεύτερης (rejection effect). Το φαινόμενο αυτό πραγματοποιείται μέσω του χημικοκινητικού μηχανισμού διεπιφανειακής μετανάστευσης στοιχείων (interfacial migration-planar diffusion) [80]. Επιπρόσθετα η ύπαρξη Ti εντός της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης μπορεί να αποδοθεί μονοσήμαντα στην παρουσία αυτού εντός του στερεού δ/τος αντικατάστασης της μητρικής περιοχής (και σε καμία περίπτωση στη συμμετοχή αφροποιητικού παράγοντα). Ακόμη εντοπισμένη συμμετοχή οξυγόνου εντός της ζώνης αυτής σχετίζεται αποκλειστικά με φαινόμενα ανάπτυξης τοπικών πεδίων εσωτερικής οξείδωσης (internal oxidation process). Σε ότι αφορά όμως στο θερμοδυναμικό σύστημα της ζώνης ανάδευσης η παρουσία του οξυγόνου αποδίδεται τόσο σε πεδία επιλεκτικής οξείδωσης όσο και σε ετερογενή διασπορά περιμετρικά των ευτηκτικών σχηματισμών της ενισχυτικής φάσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Φυσικά για να διεξαχθούν πιο αξιόπιστα συμπεράσματα αναφορικά με τη στοιχειακή κατανομή του οξυγόνου, αντίστοιχη μελέτη πρέπει να πραγματοποιηθεί μέσω της τεχνικής EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy) σε HRTEM η οποία εμφανίζει ισχυρή ευαισθησία ανίχνευσης σε στοιχεία χαμηλού μέσου ατομικού αριθμού και σχετίζεται με πολύ περιορισμένο αναλυόμενο όγκο περιοχής (της τάξης των 20 nm^3).

Συμπερασματικά λοιπόν με βάση τα προαναφερθέντα, για το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, η ανάλυση μέσω EDS mapping στην διεπιφάνεια επαφής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης απέδωσε την ανάπτυξη ζωνών απογύμνωσης και πεδίων εμπλουτισμού (depleted zones/enriched bands) λόγω της ανάπτυξης φαινομένων μικροδιαφορισμού. Τα φαινόμενα αυτά οφείλονται στους διαφορετικούς συντελεστές κατανομής (partitioning coefficient) του εκάστοτε κραματικού στοιχείου εντός της εδροκεντρωμένης κυβικής μητρικής περιοχής [65] κατά την ανάπτυξη των διαχυσιακών

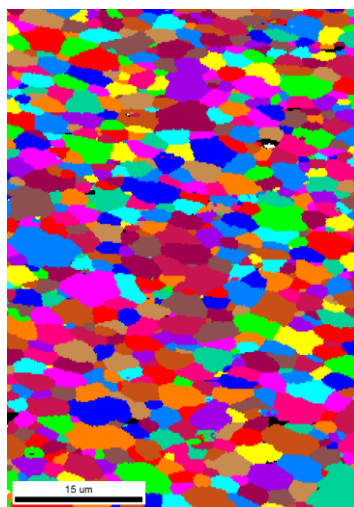
φαινομένων. Κατ' αυτό τον τρόπο πραγματοποιείται διεπιφανειακή μετανάστευση του πυριτίου από τη ζώνη ανάδευσης προς τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη. Τέλος η διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα εντός της ζώνης ανάδευσης χαρακτηρίστηκε ως ομοιογενής. Η τελευταία παρατήρηση καθίσταται ιδιαίτερα σημαντική καθώς η ομοιομορφία της κατανομής του αφροποιητικού παράγοντα εντός της ζώνης ανάδευσης είναι αυτή που καθορίζει τη ποιότητα και την έκταση της μετέπειτα διαδικασίας αφροποίησης.

10.1.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.

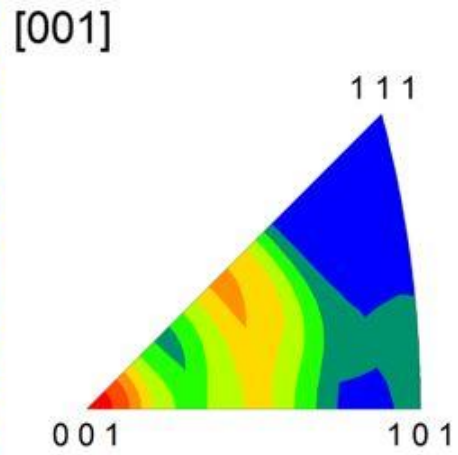
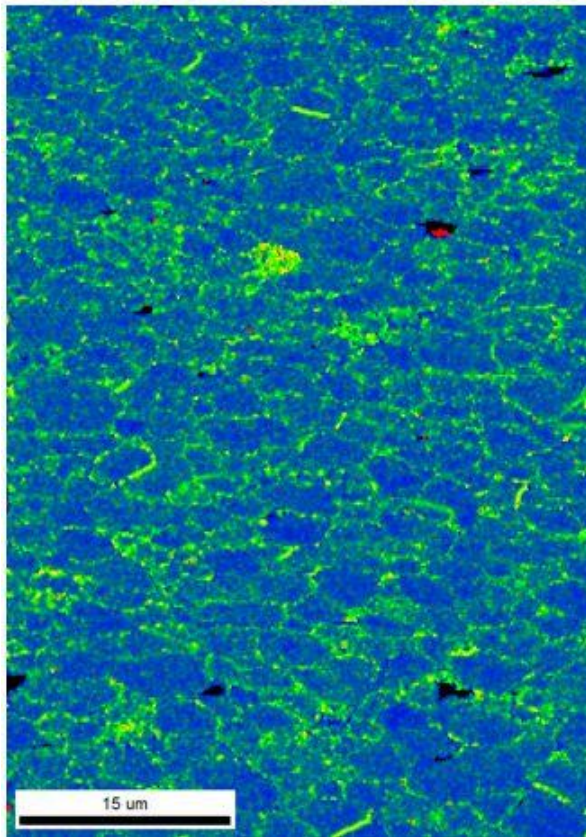
Η τεχνική EBSD αποτελεί την ασφαλέστερη μέθοδο χαρακτηρισμού του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης (microtexture) των μεταλλικών και των συνθέτων υλικών καθώς αποδίδει μέσω χαρτογράφησης την ανάπτυξη ζωνών μικροπλαστικής παραμόρφωσης, την χωροταξική διευθέτηση και ανακατανομή των πυκνωμάτων των διαταραχών, τον συντελεστή Schmid του εκάστοτε κόκκου εντός της πολυκρυσταλλικής μήτρας και το ποσοστό συμμετοχής των ανακρυσταλλωμένων κόκκων. Όλα τα προαναφερθέντα προσδιορίζονται μέσω της καταγραφής της γωνίας αναντιστοιχίας μεταξύ των πλεγμάτων, ενώ ταυτόχρονα δυνατός καθίσταται ο προσδιορισμός των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μέσω των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών (Euler Inverted Pole Figure) και του μέσου μεγέθους κρυστάλλωσης των κόκκων.

Τα αποτελέσματα τα οποία παρατίθενται ακολούθως ελήφθησαν για βήμα σάρωσης του οργάνου 0.03 μm (step size) και αναλυτική ικανότητα αυτού 0.2 μm (resolution). Η προετοιμασία της επιφάνειας των δειγμάτων διεκπαιρεύθηκε μέσω ηλεκτρολίανσης και ηλεκτροστίλβωσης (electrolytic surface modification) καθώς για τη λήψη υψηλής ποιότητας χαρτών απαιτείται η απουσία ανάπτυξης πεδίων μικροπλαστικής και μακροπλαστικής παραμόρφωσης.

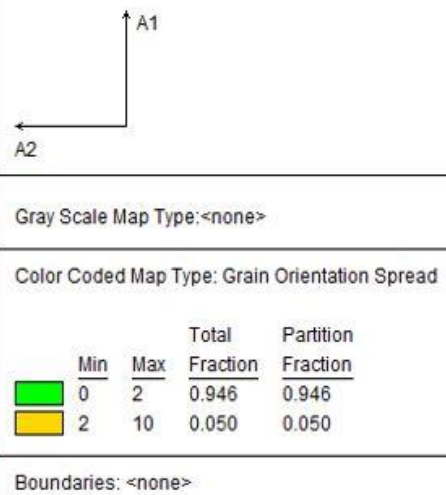
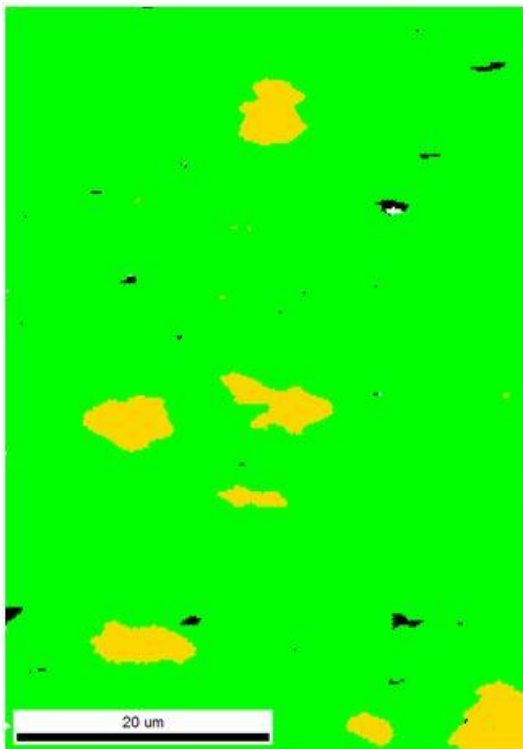
Για το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και παράγοντα αφροποίησης υδρίδιο του τιτανίου ταυτοποιήθηκε έπειτα από την επίδραση 3 περασμάτων FSP εντός της πολυκρυσταλλικής μήτρας διακύμανση του συντελεστή Schmid μεταξύ των τιμών 0.27 και 0.49. Επιπρόσθετα προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων στα 1.72 μm και ταυτόχρονα χαρτογραφήθηκε ως κυρίαρχο προτιμητέο κρυσταλλογραφικό επίπεδο ανάπτυξης των κόκκων το (111) και σταθερή διεύθυνση ολίσθησης [001]. Τέλος προσδιορίστηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής ολικώς ανακρυσταλλωμένων περιοχών ($>5^\circ$) με ταυτόχρονα ετερογενή κατανομή αλληλεπιδρόντων δικτυωμάτων διαταραχών τόσο σε ενδοκρυσταλλικές όσο και σε περικρυσταλλικές τοπολογίες.



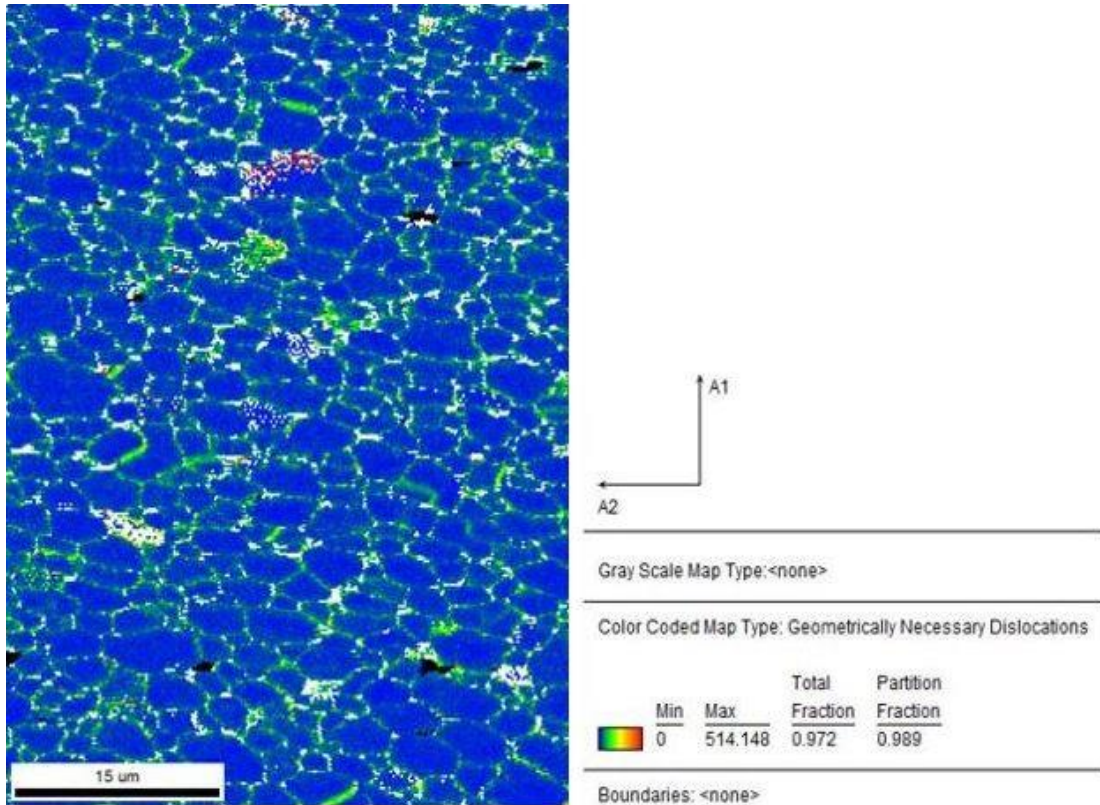
Χάρτης κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για πρόδρομο δοκίμιο κράματος AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ έπειτα από την επίδραση 3 περασμάτων FSP.



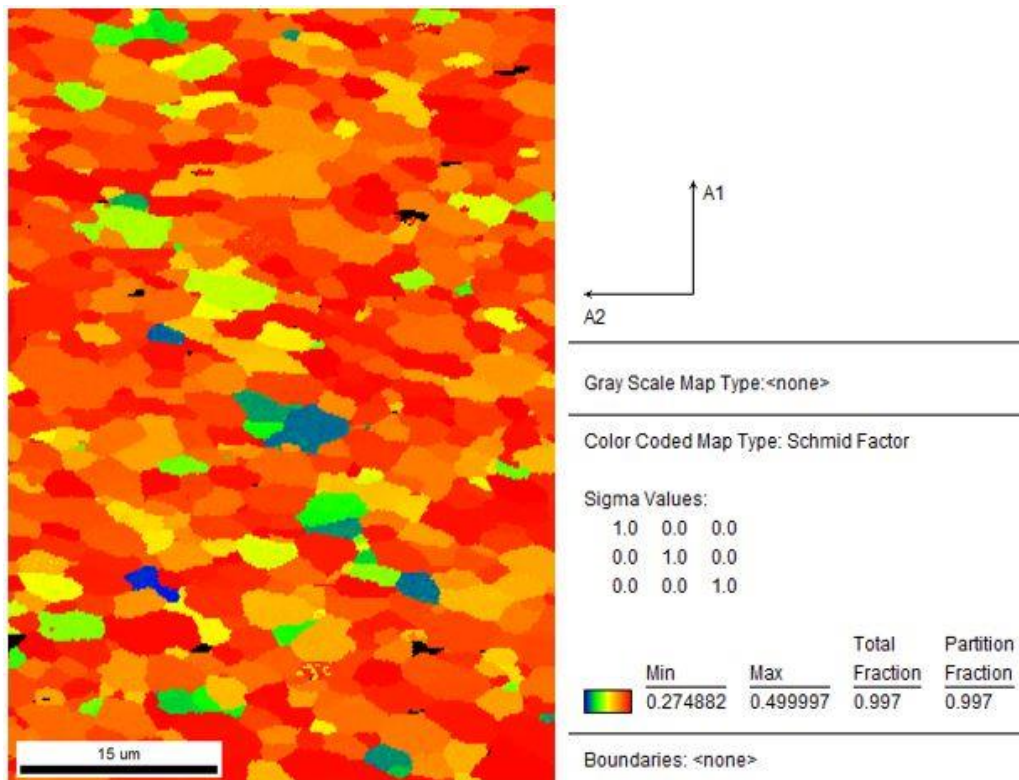
Προσδιορισμός διακύμανσης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μεταξύ της μητρικής φάσης και των δευτερευουσών φάσεων μέσω χρήσης ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler.



Χαρτογράφηση στατιστικής κατανομής δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων με γωνία αναντιστοιχίας του πλέγματος μεγαλύτερης ή ίσης των 2°.



Απεικόνιση της διευθέτησης και της ανακατανομής των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών, οι οποίες σχετίζονται με τη μεταβολή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης (τ_{crss} , critical resolved shear stress).

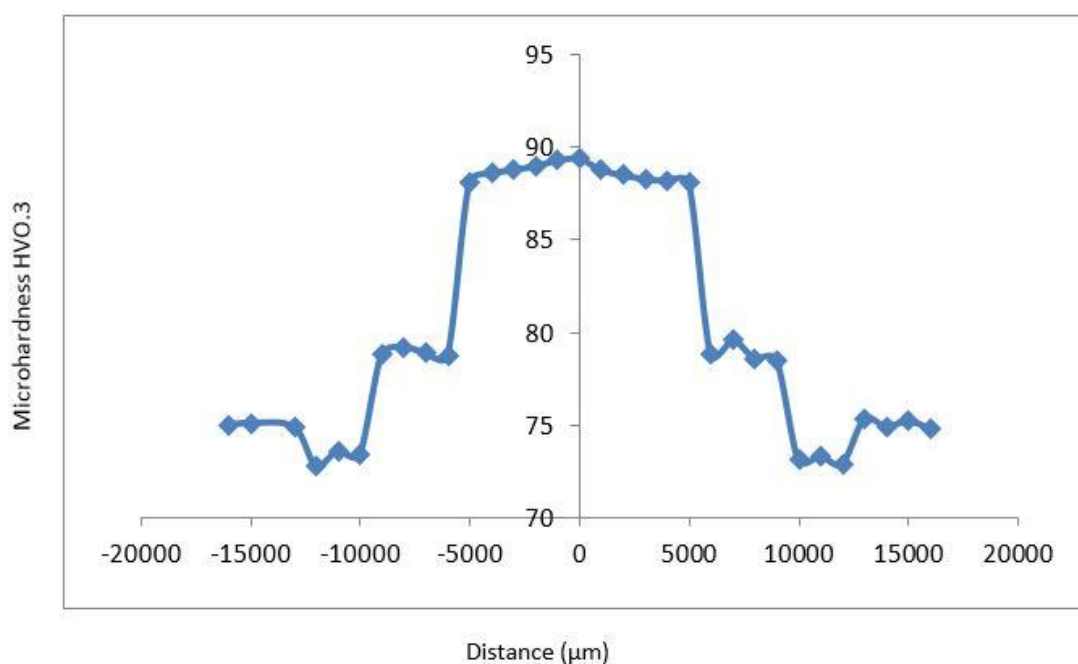


Χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid μεταξύ των κόκκων της πολυκρυσταλλικής μητρικής περιοχής.

10.1.5 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια ως προς τη διεύθυνση εφαρμογής FSP.

Καθίσταται εύκολα κατανοητό ότι η επαύξηση της σκληρότητας δοκιμίων κατεργασμένων μέσω 3 περασμάτων FSP χωρίς τη παρένθεση ενισχυτικής φάσης συγκριτικά με το αρχικό κράμα AA5083-H111 μπορεί να αποδοθεί σύμφωνα με το νόμο του Debye-Scherer στη λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη της μικροδομής λόγω επενέργειας του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης [66].

Σε ότι αφορά στο πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης γ - Al_2O_3 , το οποίο είχε δεχθεί την επίδραση 3 περασμάτων FSP με επιβαλλόμενο ρυθμό περιστροφής 1000rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min παρατηρήθηκε αύξηση της σκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης, η οποία έλαβε τιμές της τάξης των 90 HV (συγκρινόμενο με το πρόδρομο FSPed δοκίμιο AA5083 χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης, το οποίο επέδειξε μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 80 HV). Το γεγονός αυτό αποδίδεται στους μηχανισμούς παρεμπόδισης της μετακίνησης και του πολλαπλασιασμού των διαταραχών από τη κατανομή της νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης γ - Al_2O_3 (immobilization and annihilation effect of dislocation networks by Orowan mechanism) [68]. Η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίστηκε από μία μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 79 HV. Η τιμή αυτή είναι μεγαλύτερη από τη σκληρότητα του αρχικού κράματος AA5083-H111 και το γεγονός αυτό αποδίδεται στο φαινόμενο της ενδοτράχυνσης και τα επαυξημένα πεδία παραμόρφωσης τα οποία έχουν επενεργήσει εντός της περιοχής αυτής. Τέλος η θερμικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει παρεμφερείς τιμές σκληρότητας με το μέταλλο βάσης (μέση τιμή 73HV), γεγονός το οποίο υποδηλοί την περιορισμένη ανάπτυξη των μηχανισμών της μεγέθυνσης των κόκκων και της πάχυνσης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης.



Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων κάθετα ως προς την διεύθυνση ανάπτυξης της FSP.

Πίνακας μικροσκληρομετρήσεων για την εκάστοτε ζώνη προδρόμου δοκιμίου κατεργασμένου με 3 περάσματα FSP.

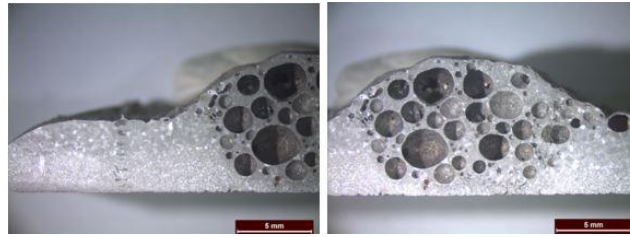
Υλικό	Μικροσκληρότητα
Αρχικό Υλικό (AA5083-H111)	75 HV
Ζώνη ανάδευσης χωρίς τη παρένθεση ναοκρυσταλλικής φάσης γ -Al ₂ O ₃	80 HV
Ζώνη ανάδευσης με παρένθεση ναοκρυσταλλικής φάσης γ -Al ₂ O ₃	88.5 HV
Θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη	79 HV
Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	73 HV

10.2 Ανάλυση αποτελεσμάτων σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική γ -Al₂O₃.

10.2.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.

Πραγματοποιήθηκε μελέτη προσδιορισμού του τύπου ανάπτυξης της πορώδους δομής (κλειστό πορώδες), του κλάσματος όγκου συμμετοχής των πόρων, του μέσου μεγέθους ανάπτυξης τους καθώς και της ομοιομορφίας της διασποράς αυτών. Επιπρόσθετα κατέστη δυνατή η παρατήρηση της περιορισμένης ανάπτυξης ατελειών στις γεφυρώσεις διασύνδεσης μεταξύ των πόρων. Εμφανής κατέστη ακόμη η ανάπτυξη μικροπορώδους εντός των διασυνδεδεμένων περιοχών της πορώδους δομής αλλά δεν κατέστη δυνατός ο προσδιορισμός του κλάσματος όγκου συμμετοχής του μετάλλου στις πλευρές των κελιών καθώς και της δυνατότητας εκπλήρωσης της απαίτησης σε συνολική εσωτερική επιφάνεια του κυψελοειδούς υλικού. Προσδιορίστηκε τέλος με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων της FSP από 2 σε 3 η αντίστοιχη μείωση του μέσου πλάτους των γεφυρώσεων, ο περιορισμός των ελαττωματικών περιοχών (πεδία συγκερασμού των τάσεων) καθώς και η απόσβεση της μορφολογικής ανισοτροπίας μεταξύ των πόρων.

Από την Εικόνα 10.26 εύκολα συμπεραίνεται ότι με την εφαρμογή δύο μόνο περασμάτων FSP παράγονται σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας που δεν παρουσιάζουν σημαντική μορφολογική ανισοτροπία μεταξύ των πόρων αλλά χαρακτηρίζονται από μεγάλη διασπορά ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών. Παρατηρείται εκτεταμένη συμμετοχή ελαττωμάτων και ατελειών δομής, οι οποίες αποδίδονται στην ανεπαρκή ανάδευση και την ανομοιόμορφη διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα και της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης. Η συμμετοχή του μικροπορώδους είναι σημαντική ενώ οι γεφυρώσεις διασύνδεσης μεταξύ των πόρων χαρακτηρίζονται από διευρυμένα πλάτη της τάξης των 300-700 μ m. Τέλος το αναπτυσσόμενο μακροπορώδες λαμβάνει περιορισμένες τιμές της τάξης του 52%.



Εικ.10.26:Μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και ανάπτυξη 2 περασμάτων. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750 °C με χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης στους 750 °C.



Εικ.10.27:Μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και ανάπτυξη 3 περασμάτων. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης στους 750°C.

Σύμφωνα με την απόδοση των αποτελεσμάτων μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης (Εικόνα 10.27) προέκυψε το ακόλουθο συμπέρασμα: Για να πραγματοποιηθεί επιτυχής ανάπτυξη σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας AA5083, με πορώδη δομή της τάξης του 60% , ομοιόμορφη διασπορά των πόρων και υψηλή σφαιρικότητα θα πρέπει η διεργασία FSP να εφαρμοσθεί με επιβαλλόμενο ρυθμό περιστροφής 1000 rpm, ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min για τουλάχιστον 3 ομοκατευθυντικά περάσματα. Επιπρόσθετα η θερμική διεργασία αφροποίησης που ακολουθεί πρέπει να πραγματοποιηθεί στο θερμοκρασιακό πεδίο των 750 ° C για χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min.

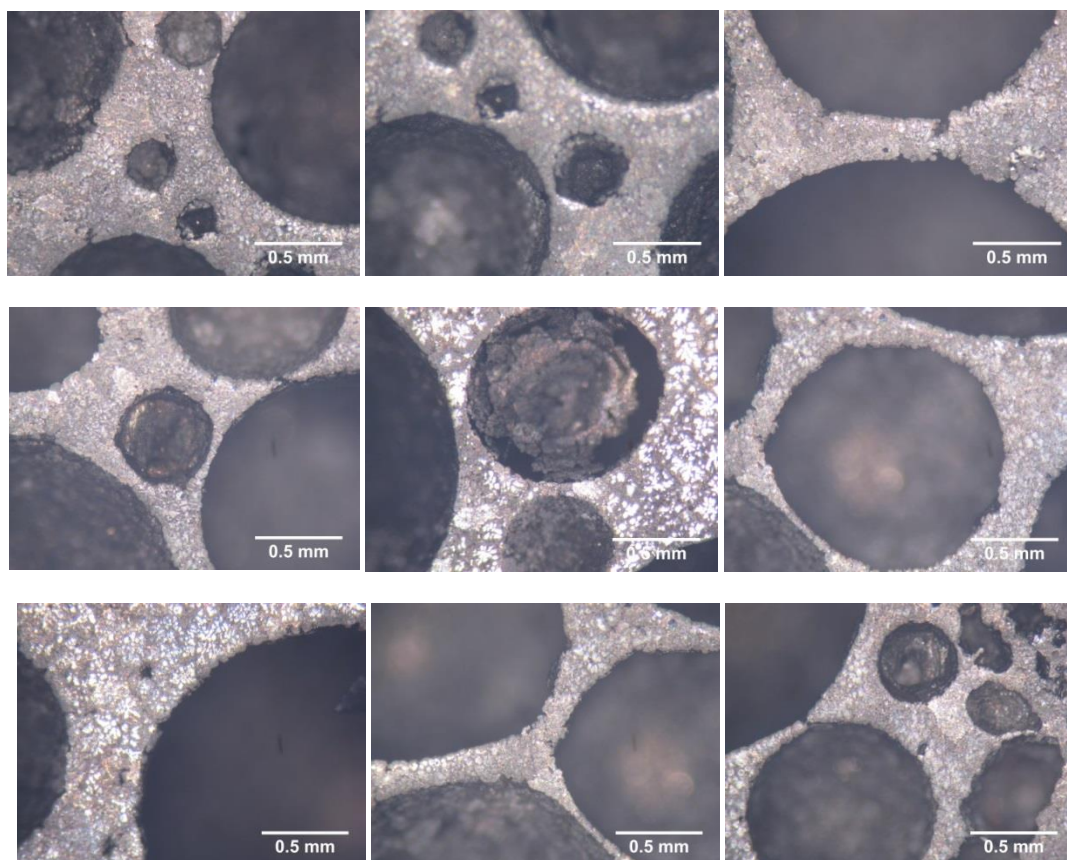
Παρατηρήθηκε ακόμη ότι με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου επιτεύχθηκε μεγαλύτερο πορώδες, με ομοιογενέστερη κατανομή ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων, μορφολογική ισοτροπία μεταξύ αυτών και λεπτότερο πάχος των γεφυρώσεων διασύνδεσης. Η παραπάνω παρατήρηση μπορεί να συσχετισθεί άμεσα με την επίτευξη περισσότερο ομοιόμορφης διασποράς της νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης και του αφροποιητικού παράγοντα (TiH_2) εντός της ζώνης ανάδευσης με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP εντός του προδρόμου δοκιμίου. Για τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς που προέκυψαν έπειτα από θερμική κατεργασία αφροποίησης προδρόμων δοκιμίων με 3 περάσματα FSP, η κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων κρίθηκε ως “μονότροπη” (unimodal distribution of average pore size), με επικρατούσα κορυφή μέσου μεγέθους ανάπτυξης πόρου στα 2.3 mm. Επιπρόσθετα με τη μετάβαση από τα δύο στα τρία περάσματα επί του προδρόμου δοκιμίου, οι αφροποιημένες δομές παρουσίασαν σημαντική προσαύξηση του πορώδους από 52% σε 60%.

Για την περίπτωση εφαρμογής 3 περασμάτων FSP οι διασυνδετικές συναρμογές – γεφυρώσεις (struts-ligaments) μεταξύ των πόρων χαρακτηρίστηκαν από πολύ μικρά πλάτη ανάπτυξης και φάνηκαν να λάμβαναν τιμές μεταξύ 100μm - 463 μm. Η ανάπτυξη του μικροδομικού ιστού στις γεφυρώσεις διασύνδεσης μεταξύ των πόρων έπειτα από την επενέργεια των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων, χαρακτηρίστηκε από περιορισμένη συμβολή φαινομένων διάδοσης

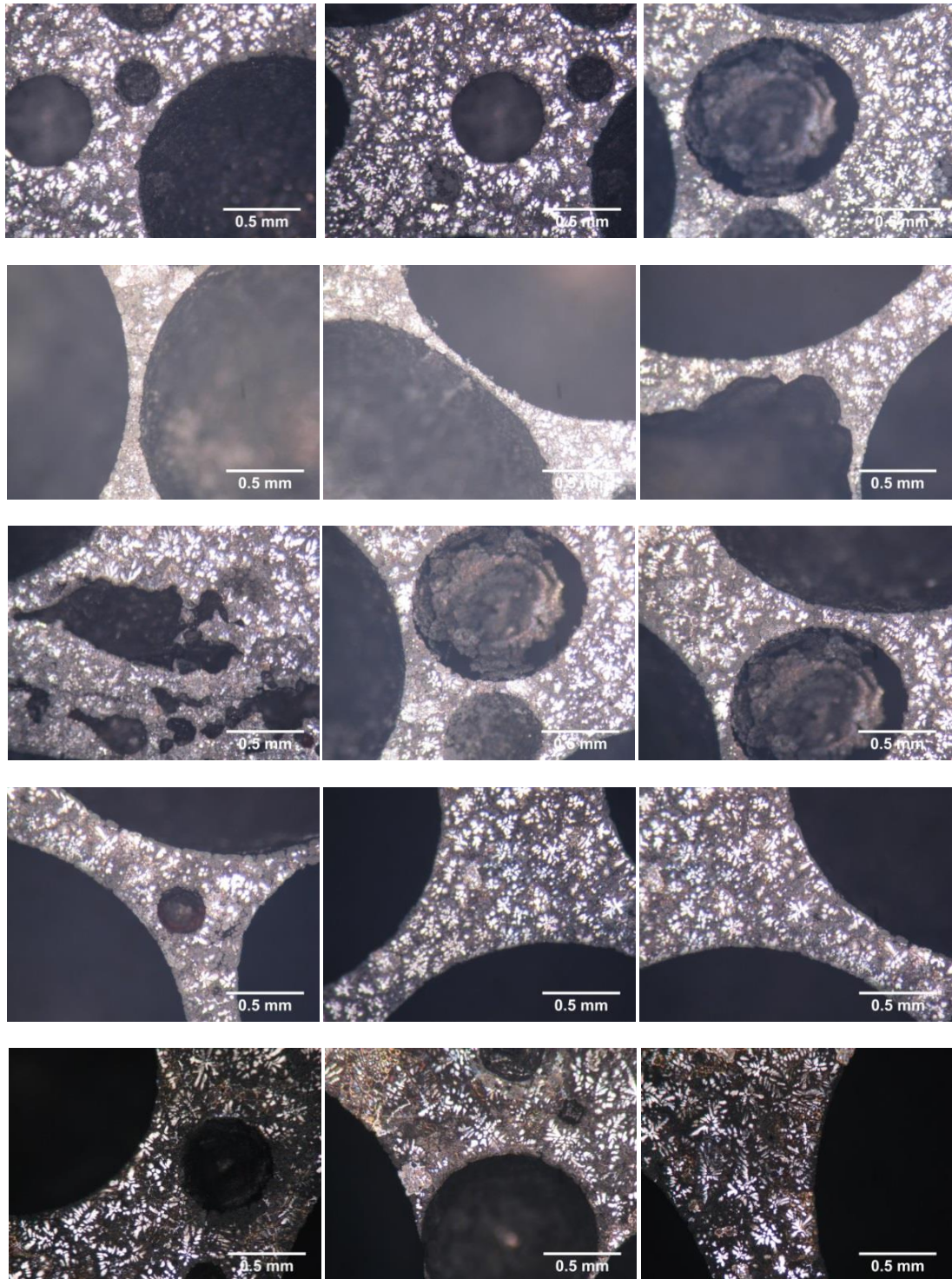
ρωγματώσεων και αποκολλήσεων (minimized crack propagation trajectory and delamination effect) [87]. Παρ' όλα αυτά όπως θα παρατηρηθεί ακολούθως και σε εικόνες οπτικού μικροσκοπίου, οι διακυμαινόμενοι συντελεστές θερμικής διαστολής και συστολής μεταξύ μητρικής φάσης και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης οδηγούν σε βλάβωση των υπολειπόμενων θερμικών τάσεων, μέσω των οποίων συνάγεται ο σχηματισμός μικροπαραμορφώσεων και τοπικών ελαττωμάτων (micro-distortions).

10.2.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.

Η μελέτη των αφροποιημένων δοκιμίων σε οπτική μικροσκοπία πραγματοποιείται παραλληλισμένα με τη στερεοσκοπική ανάλυση με σκοπό τον πλήρη μορφολογικό χαρακτηρισμό, τον προσδιορισμό της διακύμανσης του μέσου μεγέθους ανάπτυξης και της ετερογένειας της διασποράς των πόρων. Ταυτόχρονα με τη μελέτη της μορφολογικής ισοτροπίας του μακροπορώδους καθίσταται δυνατή η παρατήρηση της συμμετοχής μικροπορώδους δομής καθώς και της δημιουργίας πεδίων ασυνεχειών και ρωγματώσεων μεταξύ των πόρων. Ακόμη το επιπρόσθετο στοιχείο που λαμβάνεται είναι ο χαρακτηρισμός του μικρογραφικού ιστού και των προϊόντων ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων (παραχθέντων κατά τη διάρκεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης) στη περιοχή της μητρικής φάσης εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων. Επιπρόσθετα δύναται να προσδιορισθεί η ανάπτυξη ανεπιθύμητων διακενώσεων, η οποία αποδίδεται στο χαμηλό ενεργειακό δυναμικό συσσωμάτωσης της νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης. Τέλος πραγματοποιείται μια επιπρόσθετη καταμέτρηση του μέσου πλάτους ανάπτυξης των γεφυρώσεων διασύνδεσης, τιμή η οποία επιδρά σημαντικά ως προς τη συνολική μηχανική ακεραιότητα του συστήματος (mechanical integrity).



Εικ.10.28: Μεταλλικός αφρός από πρόδρομο FSPed δοκίμιο με εφαρμογή 2 περασμάτων, θερμοκρασία αφροποίησης 750°C και χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min, σε πλάκα έδρασης προθερμασμένη εντός φούρνου στους 750°C.



Εικ.10.29: Μεταλλικός αφρός από πρόδρομο FSPed δοκίμιο με εφαρμογή 3 περασμάτων, θερμοκρασία αφροποίησης 750°C και χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min, σε πλάκα έδρασης προθερμασμένη εντός φούρνου στους 750°C.

Μέσω της ανάλυσης των αποτελεσμάτων των μικροδομικών σχηματισμών εντός των σύνθετων μεταλλικών αφρών διεξήχθησαν τα ακόλουθα συμπεράσματα (Εικόνες 10.28-10.29): Με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων στο πρόδρομο δοκίμιο προκύπτουν μετά τη θερμική κατεργασία αφροποίησης σύνθετοι μεταλλικοί αφροί με μικρότερο κλάσμα όγκου συμμετοχής μικροπορώδους και περιορισμένες ασυνέχειες δομής. Επιπρόσθετα προσαυξάνεται το συνολικό

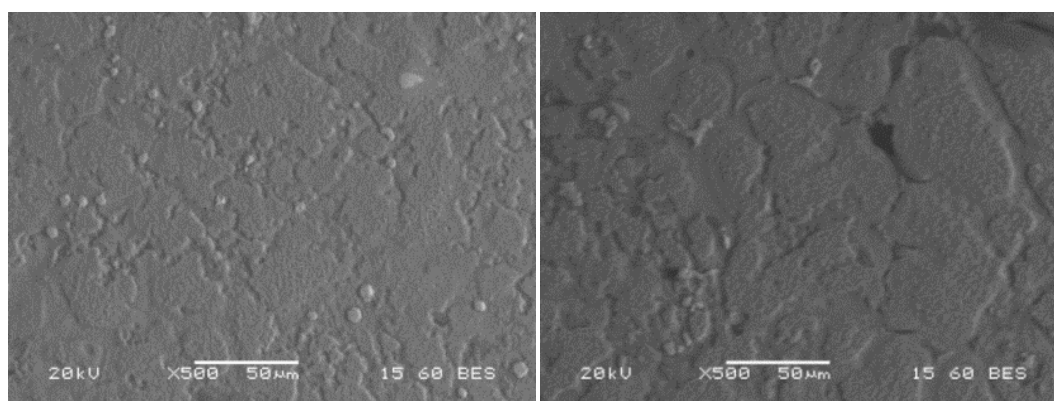
μακροπορώδες, περιορίζεται η διακύμανση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων ενώ συγχρόνως αυξάνει η σφαιρικότητα και η μορφολογική ισοτροπία αυτών. Ταυτόχρονα περιορίζονται οι περιοχές αστοχιών λόγω αποκολλήσεων και ανεμπόδιστη διάδοσης ρωγματώσεων. Τέλος μειώνεται το μέσο πλάτος των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων και αναπτύσσονται εντός αυτών λεπτοκρυσταλλικότερες ευτηκτικές δομές. Όπως θα ταυτοποιηθεί αργότερα μέσω EDS mapping ανάλυσης σε ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, τα νανοκρυσταλλικά σωματίδια της $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ διασπείρονται ετερογενώς περιμετρικά των κυτταροειδών ευτηκτικών δομών (heterogeneous dispersion in intercellular regions).

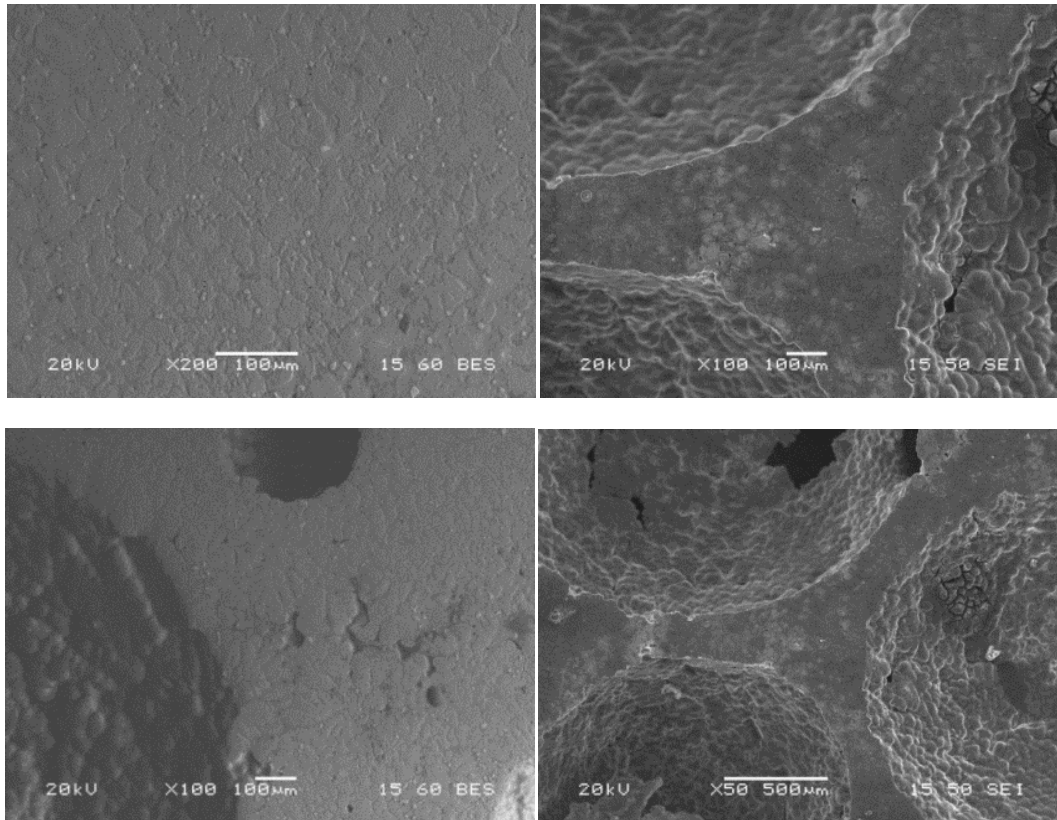
10.2.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

Μεταλλικοί αφροί παρασκευασμένοι από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και ανάπτυξη 2 περασμάτων FSP.

Κύριο στόχο της μελέτης των αφροποιημένων δοκιμίων σε ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης αποτελεί ο μορφολογικός χαρακτηρισμός των προϊόντων των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων και ο προσδιορισμός του τρόπου με τον οποίο διακοσμούν τις περικυταρικές περιοχές (decoration of intercellular regions) ή εισέρχονται εντός ρωγματώσεων που δημιουργήθηκαν κατά τη διάρκεια των θερμικών διαστολών- συστολών (backfilled cracks by liquid film migration) καθώς και ο χαρακτηρισμός της διασποράς της νανοκρυσταλλικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Επιπρόσθετα κρίσιμη καθίσταται η παρατήρηση του επιφανειακού τοπογραφικού αναγλύφου εντός των πόρων με τη συνακόλουθη ανάπτυξη πτυχώσεων. Τέλος αναγκαίος κρίνεται ο έλεγχος της συμμετοχής μικροπορόδους δομής και της διασποράς αυτής εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.

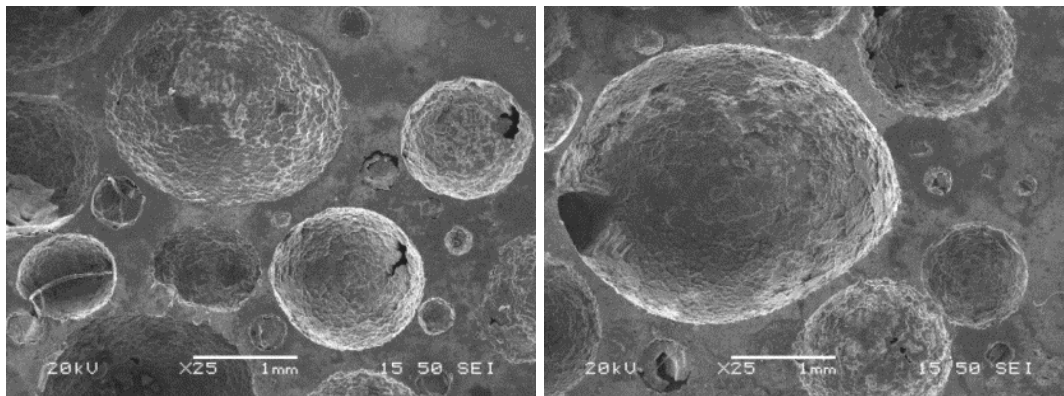
Μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης σε εικόνα οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων, πραγματοποιήθηκε μελέτη της δυναμικής ακολουθίας των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων (sequence of eutectic phase transformations) εντός της σύνθετης μεταλλικής μήτρας κράματος αλουμινίου- $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ στις γεφυρώσεις διασύνδεσης μεταξύ των πόρων (Εικόνα 10.30). Παρατηρήθηκε ακόμα η σχετική μορφολογική ανομοιογένεια-ανισοτροπία μεταξύ των πόρων και η ύπαρξη διαβάθμισης ως προς το πάχος των γεφυρώσεων διασύνδεσης εντός της πορώδους δομής.

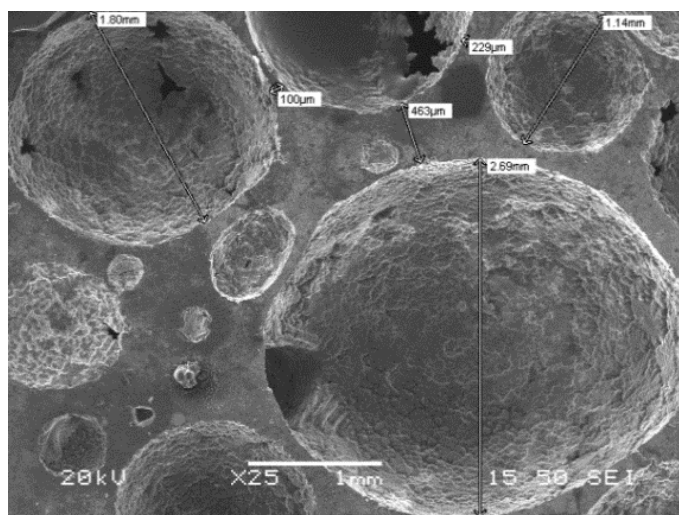




Εικ.10.30:Μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και ανάπτυξη 2 περασμάτων. Ακολούθησε επεξεργασία θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min .

Εσωτερικά οι πόροι φέρουν περιορισμένο ανάγλυφο και κατά συνέπεια η συμμετοχή πτυχώσεων και κυρτωτικών απολήξεων εν δυνάμει θα μπορούσε να οδηγήσει σε πεδία συγκερασμού των τάσεων. Αναφέρεται στο σημείο αυτό ότι το φαινόμενο της αφροποίησης είναι ισχυρά χρονοεξαρτόμενο και η εξελικτική του πορεία αφορά στην συνένωση (coalescence) λιγότερο και περισσότερο ευμεγεθών πόρων καθώς και στη μετέπειτα κατάρρευσή τους (collapse effect), αν υπερβαθεί ο κρίσιμος χρόνος αφροποίησης στην δεδομένη θερμοκρασιακή βαθμίδα. Η χρονική διάρκεια παραμονής που εφαρμόστηκε για το θερμοδυναμικό αυτό σύστημα στη θερμοκρασιακή βαθμίδα των 750°C δεν φάνηκε να έχει επιφέρει ούτε τη συνένωση και φυσικά ούτε την κατάρρευση των πόρων (Εικόνα 10.31).

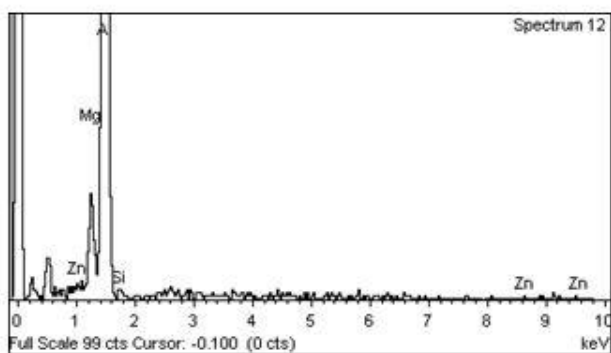
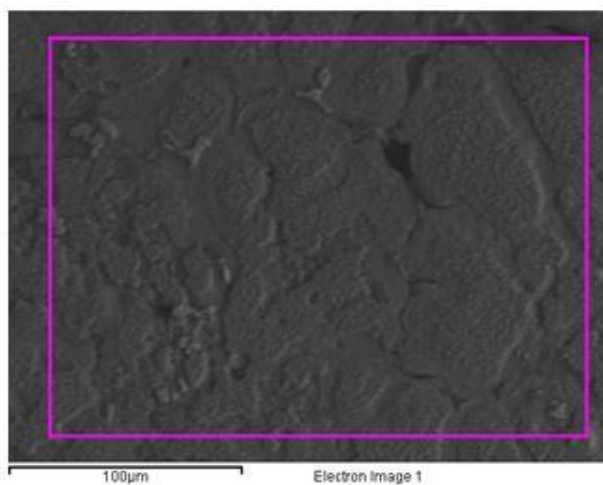




Εικ.10.31:Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης από όπου προσδιορίζεται το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων, η διακύμανση της κατανομής αυτού, η σχετική μορφολογική ανισοτροπία και το εσωτερικό επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο των πόρων.

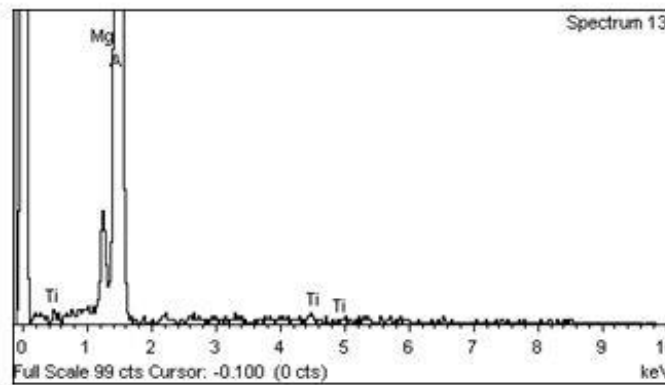
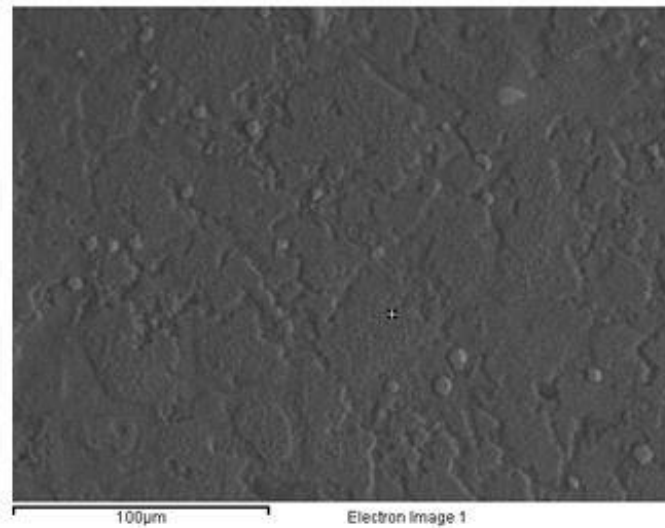
Όπως αναφέρθηκε παραπάνω, στους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και εφαρμογή 2 περασμάτων FSP παρατηρήθηκε συμμετοχή ατελειών και διακενώσεων εντός της πορώδους δομής (λόγω ανισότροπης διάταξης των πεδίων παραμόρφωσης) (Εικόνα 10.31). Εμφανής καθίσταται ακόμη η ρηγμάτωση των πόρων λόγω μη ικανοποιητικής αναπροσαρμογής των συντελεστών θερμοκρασιακής διαστολής-συστολής μεταξύ μητρικής περιοχής και νανοκρυσταλλικής $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Σε ότι αφορά στην απαίτηση επέκτασης της συνολικής εσωτερικής επιφάνειας του κυψελοειδούς υλικού καθώς και στο κλάσμα όγκου συμμετοχής του μετάλλου στις πλευρές του κελιού δεν κατέστη δυνατό να αποδοθούν αξιόπιστα συμπεράσματα. Τα παραπάνω κρίνεται αναγκαίο να μελετηθούν μελλοντικά μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης σε εικόνα σκοτεινού πεδίου (Dark Field High Resolution TEM).

Γενικευμένη στοιχειομετρική χημική ανάλυση σύνθετης μεταλλικής μήτρας εντός νεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.



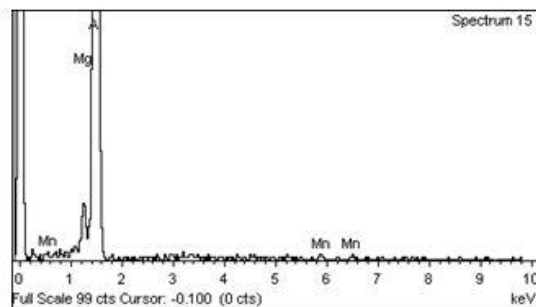
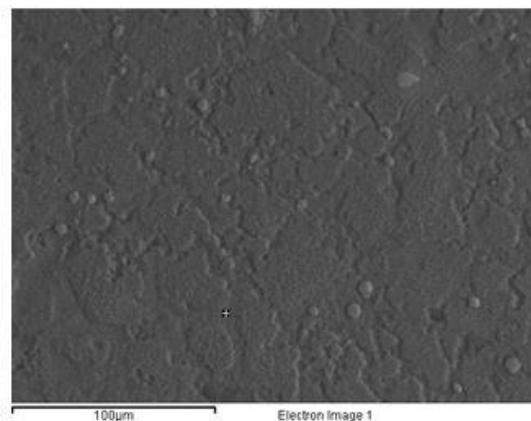
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.61	6.22
Al K	92.20	92.16
Si K	1.31	1.26
Zn K	0.87	0.36

Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε περιοχές ενδοκρυσταλλικής ανάπτυξης (μελέτη χημικού δυναμικού ανακατανομής των στοιχείων και ανάπτυξης πεδίων επιλεκτικού εμπλουτισμού—selective enrichment zones).



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	3.75	4.15
Al K	95.62	95.49
Ti K	0.64	0.36
Totals	100.00	

Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε περικρυσταλλική περιοχή των ευτηκτικών προϊόντων μετασχηματισμού των φάσεων, όπου εσωκλείονται ομάδες φάσεων στερεοποίησης σφαιροειδούς μορφολογίας.



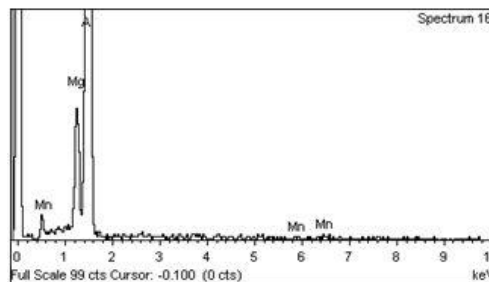
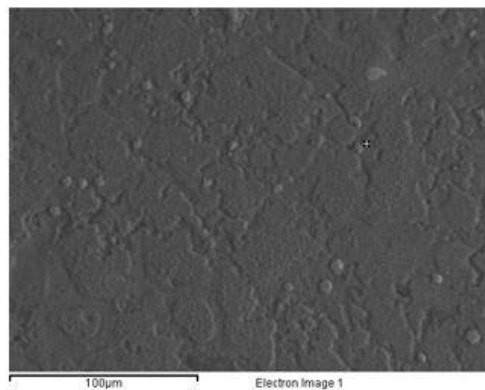
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	3.03	3.37
Al K	95.86	96.09
Mn K	1.11	0.55
Totals	100.00	

Παρατηρήθηκε εμπλουτισμός των περικρυσταλλικών περιοχών σε μαγγάνιο όπου και διαστοιχίζονται σχηματισμοί με προσαυξημένο τοπογραφικό ανάγλυφο. Παράπλευρα των αναπτυχθέντων περικρυσταλλικών προϊόντων ευτηκτικού μετασχηματισμού παρατηρείται συναρμογή ζωνών απεμπλουτισμένων σε μαγγάνιο (depleted zones). Το γεγονός αυτό συνάδει με την διαδικασία επανακατακρήμνισης εντός των περικρυσταλλικών περιοχών της ενδομεταλλικής φάσης

με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_6Mn , η οποία λόγω της λεπτοκρυσταλλικής της φύσης μπορεί να ταυτοποιηθεί είτε μέσω της γωνίας αναντιστοιχίας πλέγματος (misorientation angle distribution factor) στη τεχνική EBSD είτε μέσω indexing του κρυσταλλογραφικού της πλέγματος σε ηλεκτρονική μικροσκοπία διερχόμενη δέσμη (Selected area diffraction pattern σε bright field HRTEM).

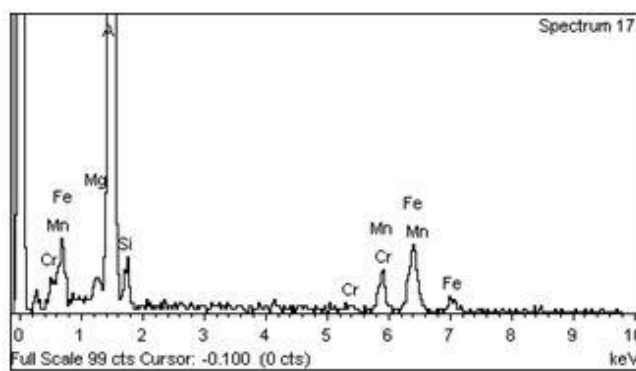
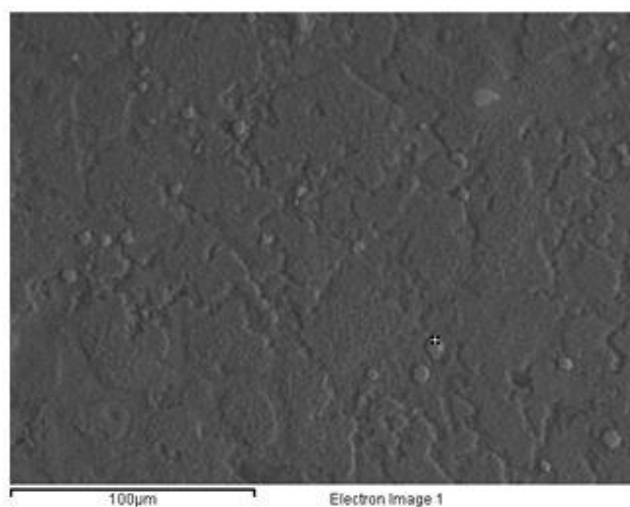
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε μεσομεταλλική ένωση τύπου Al_6Mn (globular type mesometallic structure).

Αναφέρεται ότι η ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου σε εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων σχετίζεται με την τοπική συμμετοχή εντός της φάσης στερεοποίησης στοιχείων με υψηλότερο μέσο ατομικό αριθμό συγκριτικά με τη γειτνιάζουσα περιοχή της μητρικής φάσης.



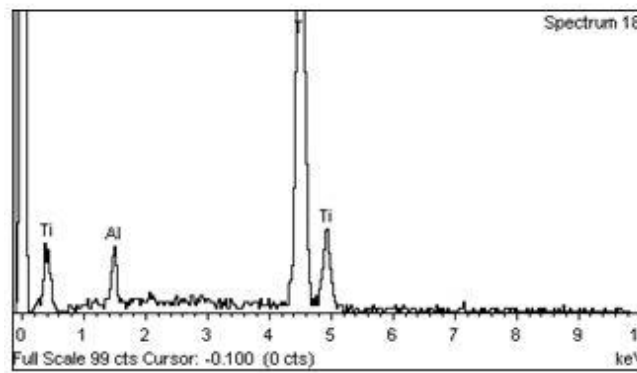
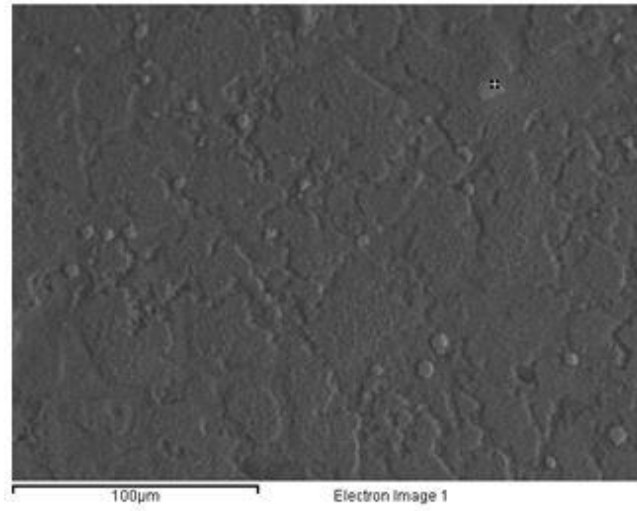
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	8.50	9.39
Al K	90.65	90.20
Mn K	0.84	0.41
Totals	100.00	

Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε φάση στερεοποίησης τύπου α Al(Fe,Mn,Si,Cr)



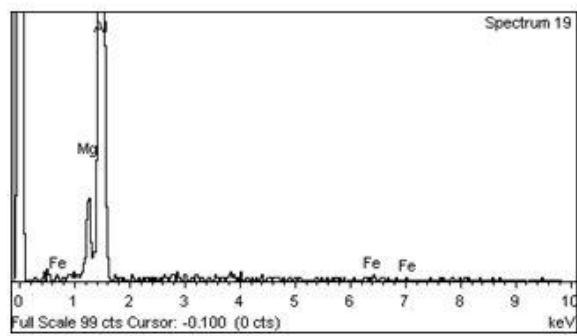
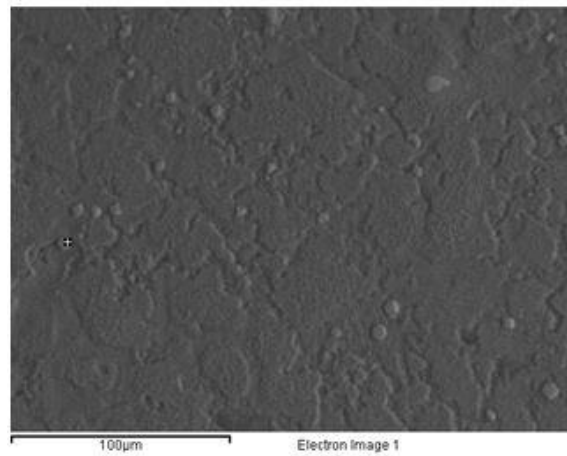
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1.14	1.46
Al K	68.34	78.64
Si K	5.14	5.68
Cr K	0.70	0.42
Mn K	8.50	4.80
Fe K	16.18	9.00
Totals	100.00	

Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε συσσωμάτωμα σύνθετου μίγματος γ - Al_2O_3 και TiH_2 , το οποίο δεν έχει προλάβει να αντιδράσει χημικά λόγω μη εκπλήρωσης του αναγκαίου προφίλ διαχυσιμότητας στο στάδιο της αφροποίησης.



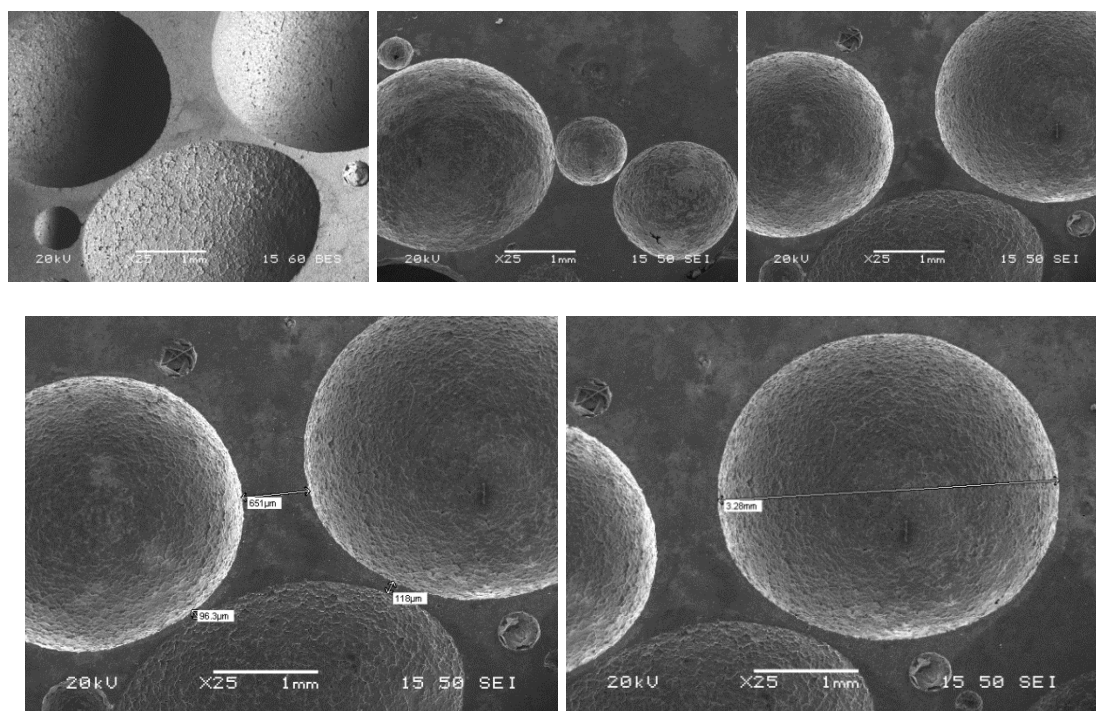
Element	Weight%	Atomic%
Al K	4.04	6.95
Ti K	95.96	93.05
Totals	100.00	

Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε φάση στερεοποίησης εμπλουτισμένης σε Fe, τύπου Al_xFe_y .

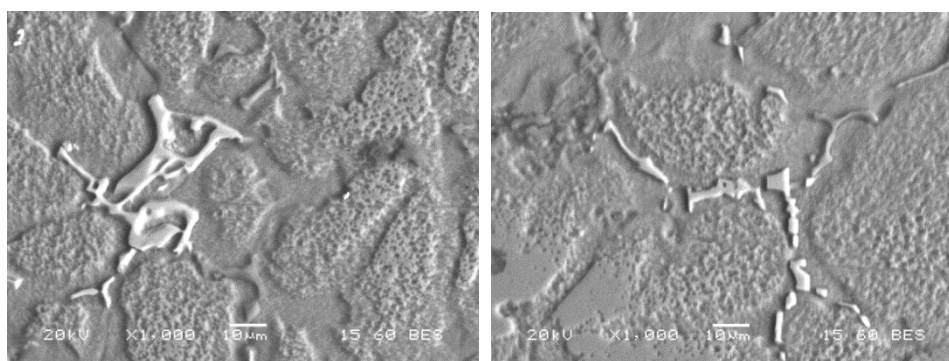


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.34	5.93
Al K	93.63	93.58
Fe K	1.02	0.49
Totals	100.00	

Μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης γ - Al_2O_3 και ανάπτυξη 3 περασμάτων FSP.

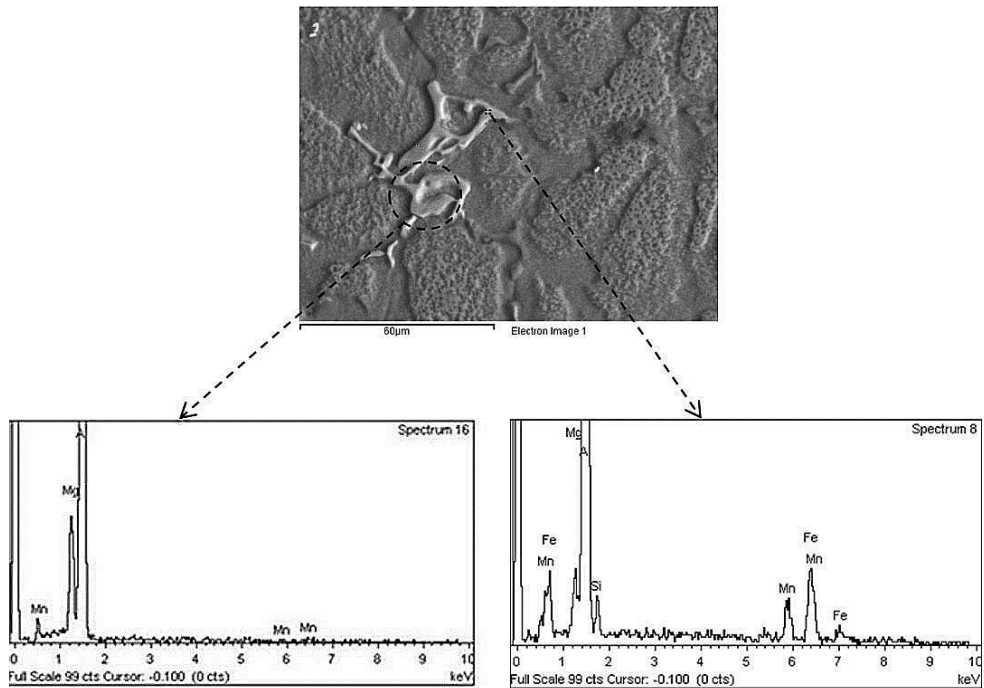


Εικ.10.32: Εικόνες ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σε μεταλλικό αφρό παρασκευασμένο από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης γ - Al_2O_3 και ανάπτυξη 3 περασμάτων FSP. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min.

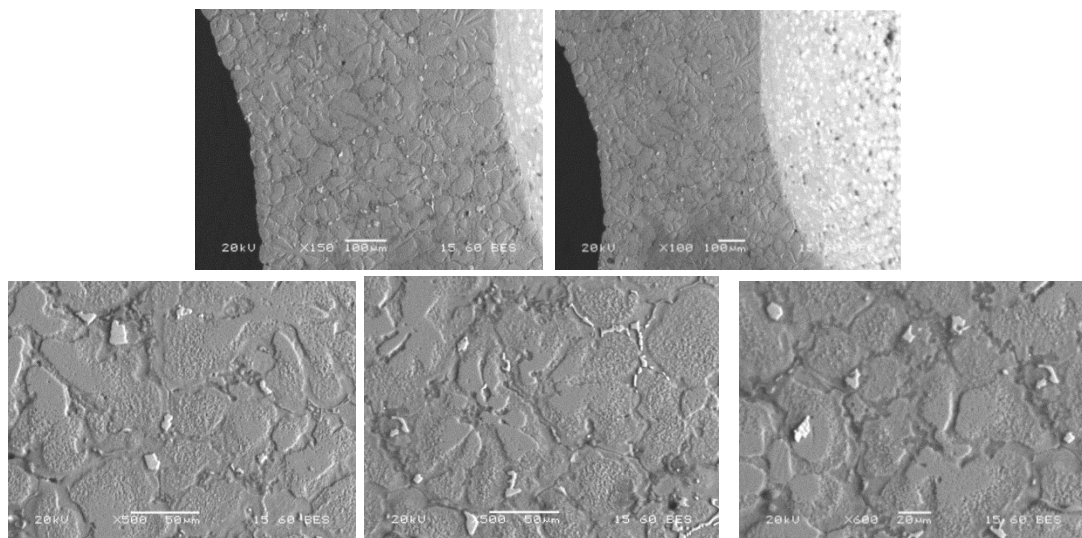


Εικ.10.33: Εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, όπου μέσω της αντίθεσης πεδίου αποδίδεται η περικυτταροειδής διακόσμηση με ευτηκτικά προϊόντα μετασχηματισμού των φάσεων (intercellular decoration by eutectic products).

Η περικυτταροειδής διακόσμηση της εδροκεντρωμένης κυβικής μητρικής φάσης μέσω των προϊόντων του ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων πραγματοποιείται με την ανάπτυξη μηχανισμών αλληλοδιάχυσης και μετανάστευσης στοιχείων κραμάτωσης (backfilled cracks by liquid film migration and interdiffusion effect). Επιπρόσθετα εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης των πόρων παρατηρήθηκε μεγέθυνση των ομάδων φάσεων στερεοποίησης με κύριους στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές α $\text{Al}(\text{Fe}, \text{Mn}, \text{Si})$ (coarsening effect of solidification phases) εν συγκρίσει με τη κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών στο αρχικό κράμα AA5083.



Επιπρόσθετα με τη βοήθεια πολλαπλών σημειακών στοιχειομετρικών χημικών αναλύσεων, ταυτοποιήθηκε εντός των ευτηκτικών προϊόντων που περιβάλλουν τους κυτταροειδείς σχηματισμούς, η συμμετοχή φάσεων στερεοποίησης τύπου Al_6Mn , σφαιροειδούς μορφολογίας.

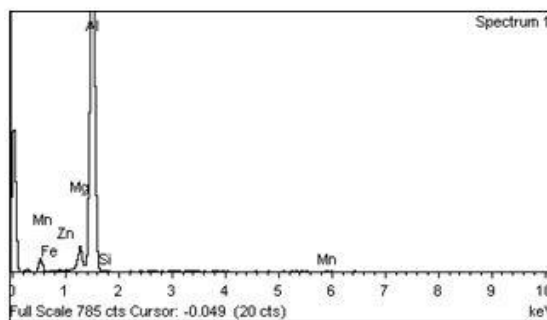
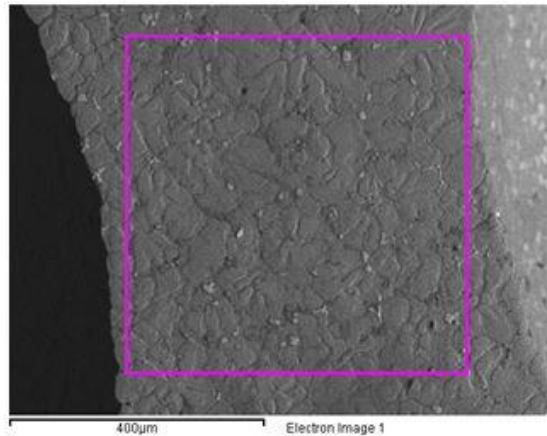


Εικ.10.34: Συνολική απόδοση του μικρογραφικού ιστού ανάπτυξης εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων. Καθίσταται ευδιάκριτη η συμμετοχή κυτταροειδών ευτηκτικών δομών (cellular structure) καθώς και η χονδροκρυσταλλικότερη ανάπτυξη των ομάδων φάσεων στερεοποίησης εν συγκρίσει με το αρχικό κράμα AA5083.

Σε ότι αφορά στους κυτταροειδείς σχηματισμούς (cellular texture), αυτοί χαρακτηρίζονται από μορφολογική συμμετρία, ισοσταθμισμένη απόσταση μεταξύ των κυτταροειδών απολήξεων και σχετικά ομοιόμορφη διασπορά των ομάδων φάσεων στερεοποίησης περιμετρικά αυτών. Επιπρόσθετα παρατηρήθηκαν μικρογραφικές δομές με μορφολογία τύπου ροζέτας (rosette type structure), οι οποίες έφεραν καμπύλα άκρα χωρίς απογωνιώσεις. Ελλείπει λοιπόν λεπτοκρυσταλλικών

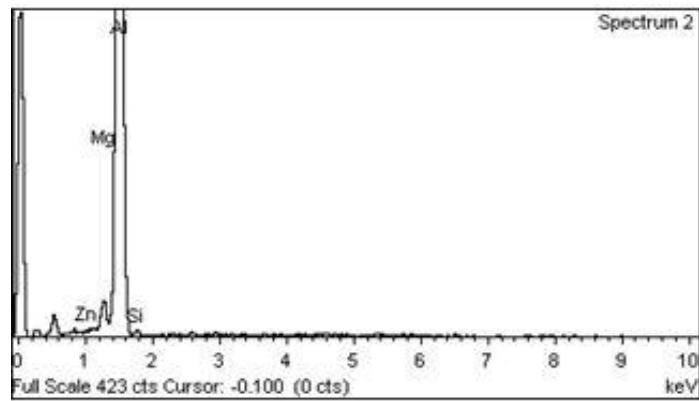
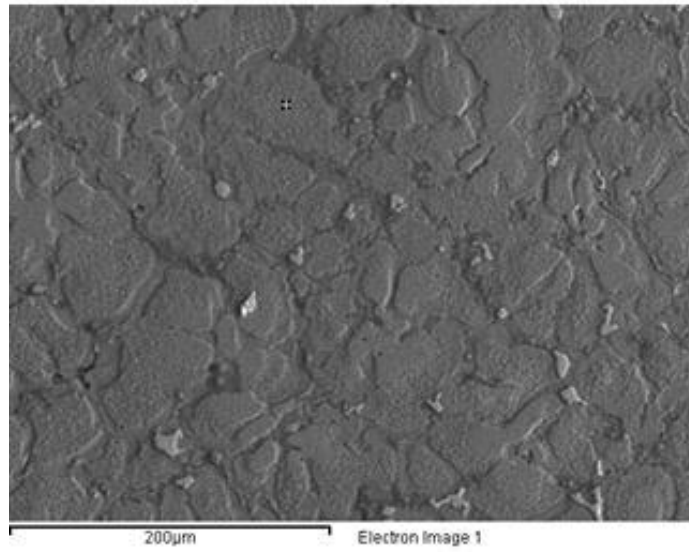
δενδριτικών δομών βελτιώνεται η αποτόνωση οποιουδήποτε δυναμικά επιβαλλόμενου πεδίου τάσεων. Περιορίζεται κατ'αυτό τον τρόπο η υπέρβαση του κρίσιμου παράγοντα έντασης τάσης (K_{Ic} /critical stress intensity factor) για σχετικά υψηλές τιμές εντατικών φορτίσεων, γεγονός το οποίο θα σχετιζόταν με άμεσα καταστρεπτικές συνέπειες στις αφρώδεις αυτές δομές.

Γενικευμένη στοιχειομετρική χημική ανάλυση σύνθετης μεταλλικής μήτρας σε γεφύρωση διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.

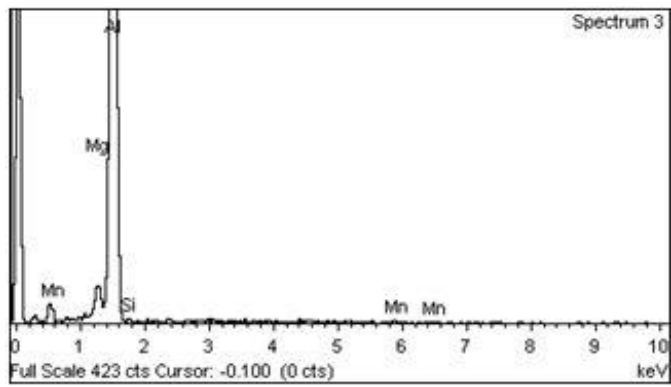
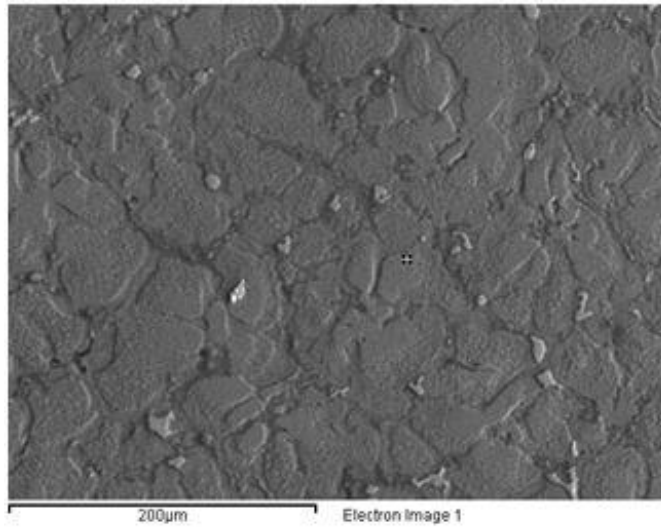


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.63	5.19
Al K	91.93	92.95
Si K	0.49	0.47
Mn K	1.12	0.56
Fe K	0.79	0.38
Zn K	1.05	0.44
Totals	100.00	

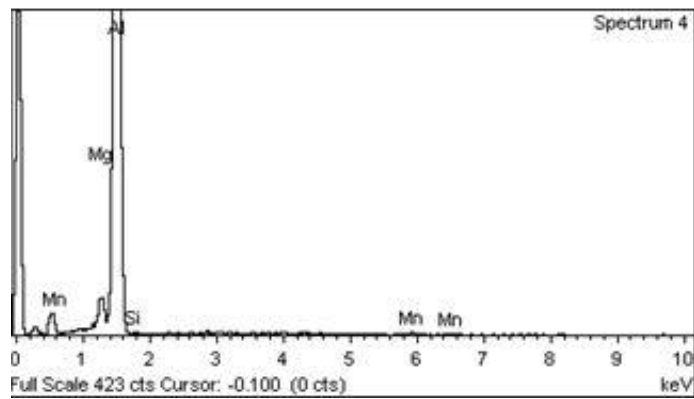
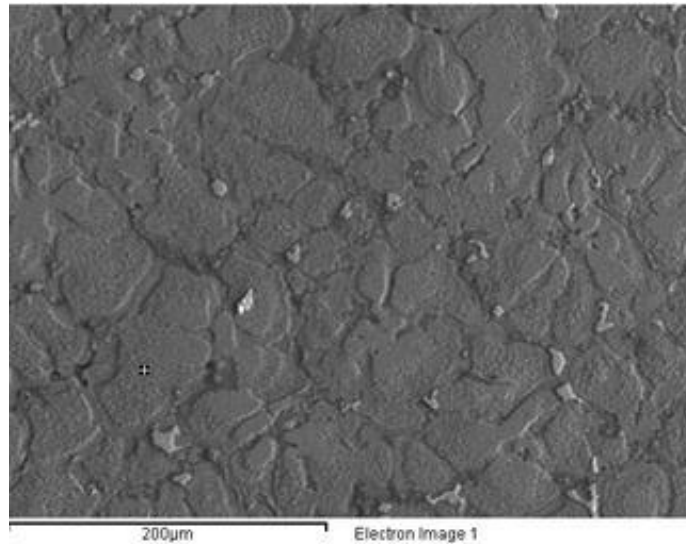
Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες όπου παρατηρείται απεμπλουτισμός κυρίως σε Fe, Si, Mn και Cr (depleted bands).



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.13	2.37
Al K	96.33	96.48
Si K	0.93	0.90
Zn K	0.60	0.25
Totals	100.00	



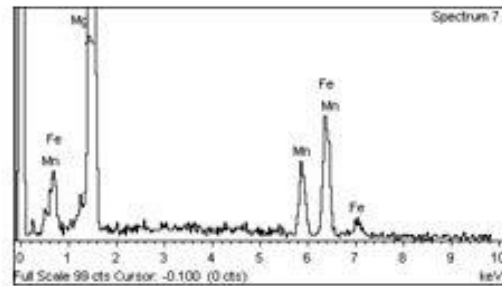
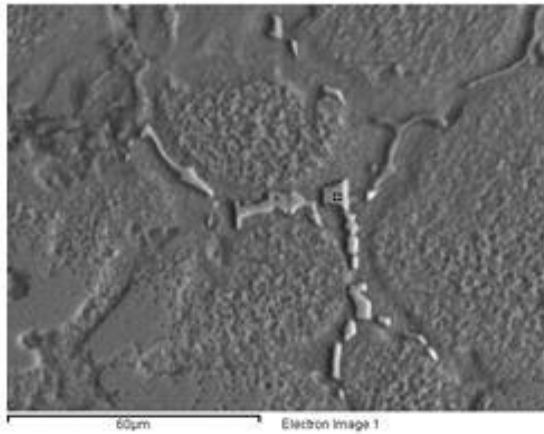
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.39	2.66
Al K	96.50	96.58
Si K	0.47	0.45
Mn K	0.64	0.31
Totals	100.00	



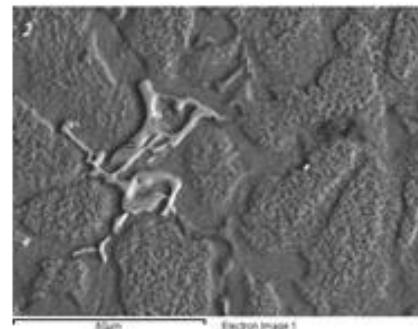
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.84	3.15
Al K	96.15	96.12
Si K	0.48	0.46
Mn K	0.52	0.26
Totals	100.00	

Τα ποσοστά απεμπλουτισμού σε Fe, Si, Mn και Cr των ενδοκρυσταλλικών περιοχών εντός των ευτηκτικών δομών μπορούν να διεξαχθούν μελετώντας συγκριτικά τις ποσοστιαίες κατανομές των στοιχείων αυτών σε αντιστοιχία με τις περικρυσταλλικές περιοχές. Όπως είναι αναμενόμενο οι ζώνες αυτές θα είναι κατά ανάλογο τρόπο εμπλουτισμένες ως προς τα στοιχεία αυτά (rejection bands).

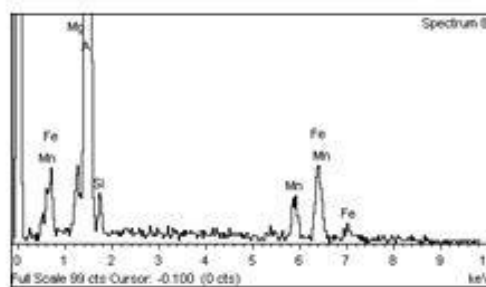
Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε περικρυσταλλικές περιοχές των ευτηκτικών προϊόντων μετασχηματισμού των φάσεων.



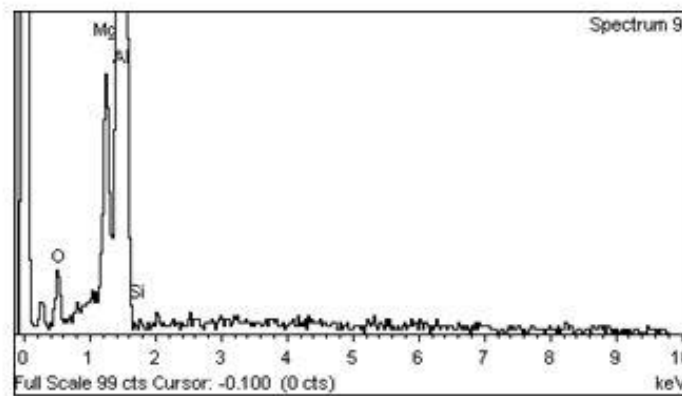
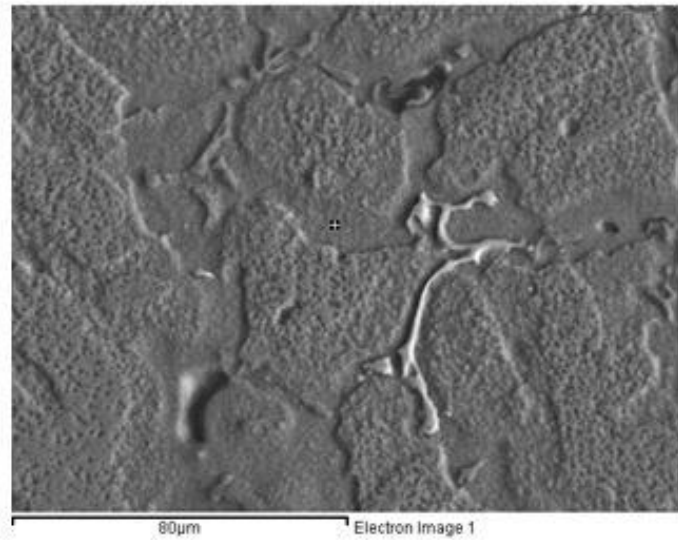
Element	Weight %	Atomic %
Mg K	0.46	0.59
Al K	72.80	84.36
Mn K	8.38	4.77
Fe K	18.36	10.28
Totals	100.00	



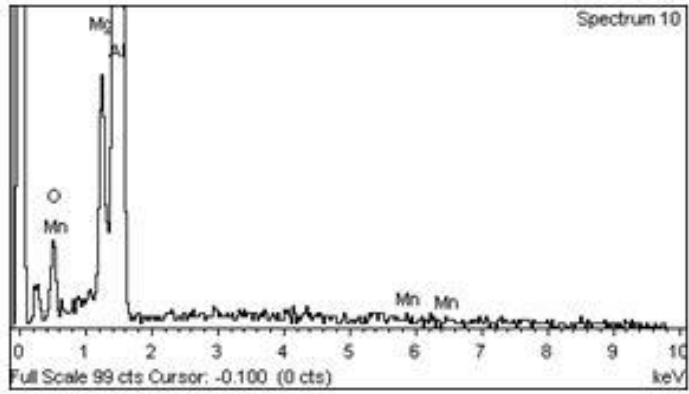
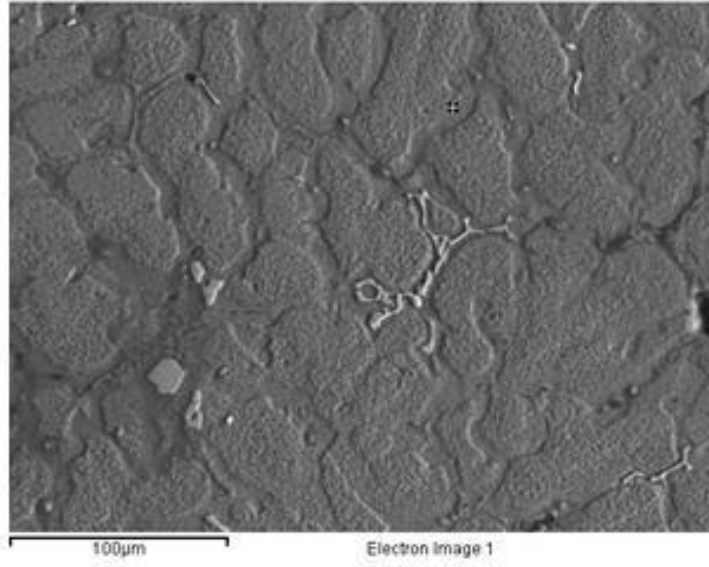
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1,89	2,30
Al K	77,35	85,06
Si K	2,97	3,14
Mn K	5,40	2,92
Fe K	12,39	6,58
Totals	100	



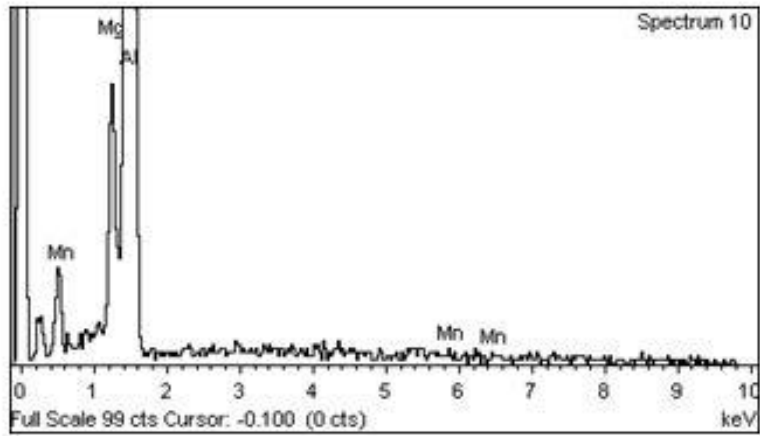
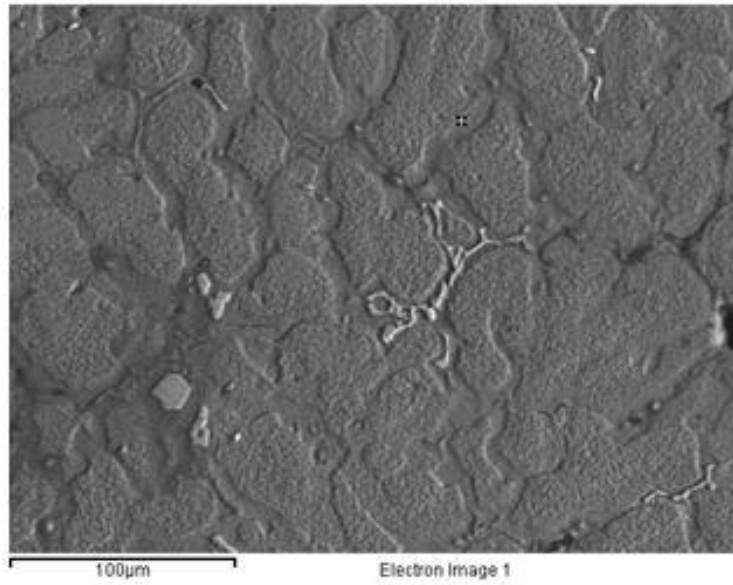
Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε περικρυσταλλικά πεδία διακόσμησης σκουρόχρωμης αντίθεσης πεδίου.



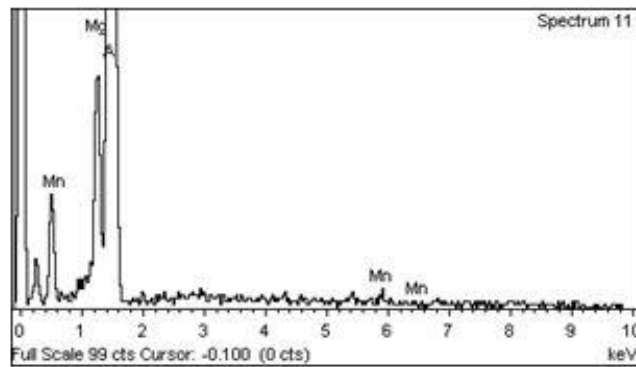
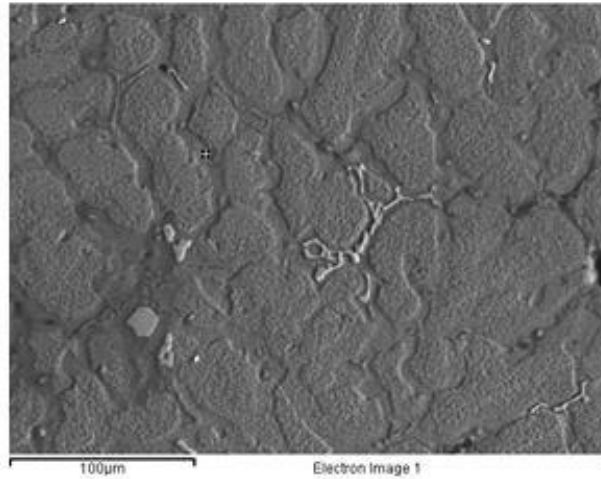
Element	Weight%	Atomic%
O K	6.51	10.46
Mg K	3.96	4.19
Al K	89.28	85.12
Si K	0.25	0.23
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
O K	10.24	16.10
Mg K	4.06	4.20
Al K	85.38	79.56
Mn K	0.32	0.15
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.31	4.77
Al K	95.30	95.04
Mn K	0.38	0.19
Totals	100.00	

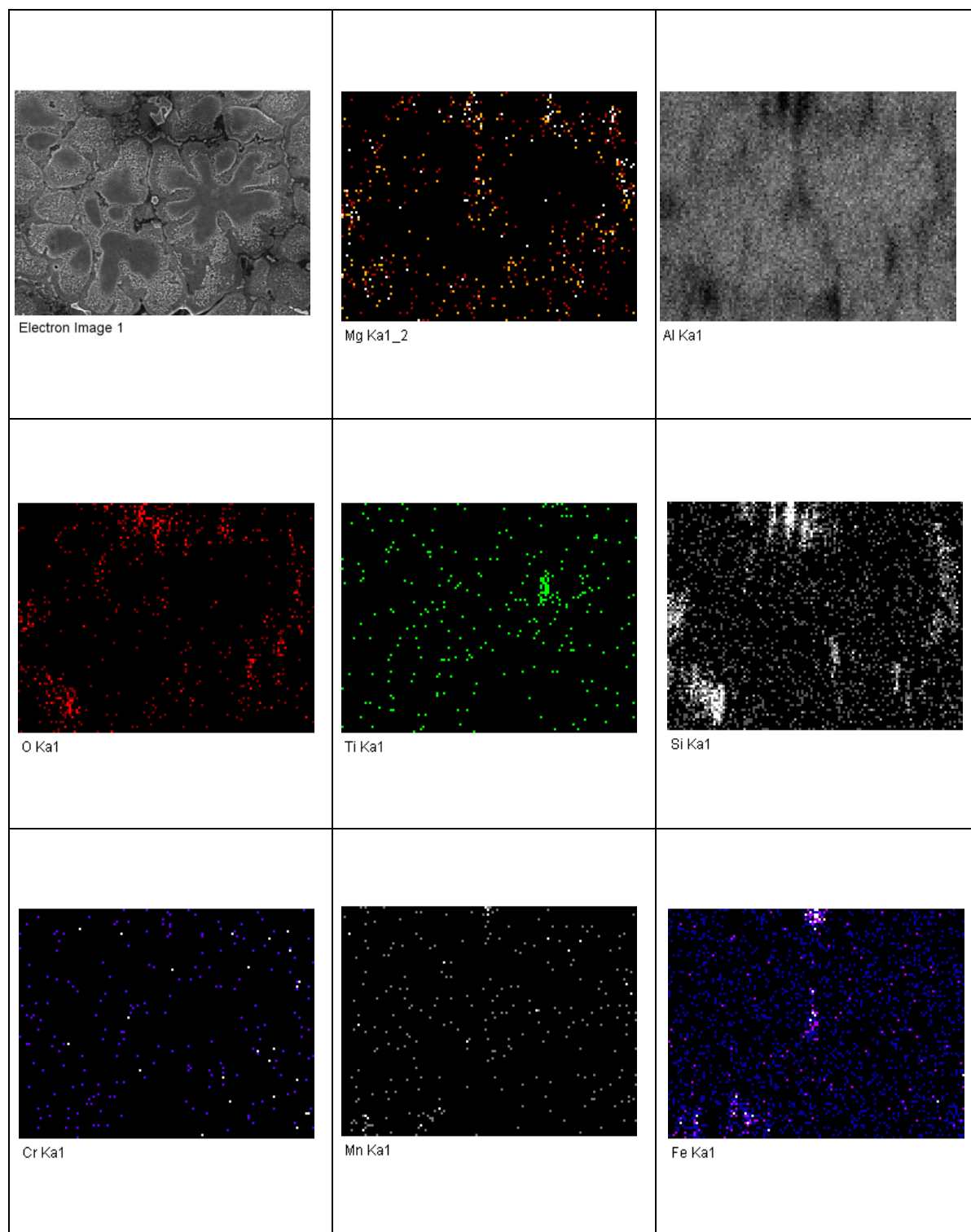


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.06	5.60
Al K	94.29	94.08
Mn K	0.65	0.32
Totals	100.00	

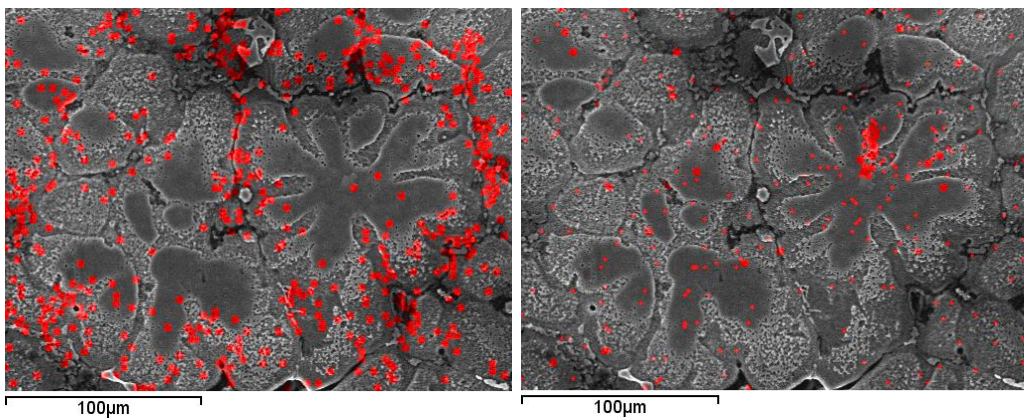
Οι περικρυσταλλικές αυτές περιοχές που χαρακτηρίζονται από σκουρόχρωμη αντίθεση πεδίου εμπεριέχουν κυρίως φάσεις και μικρογραφικά συστατικά πλούσια σε Mg και Mn. Σημειώνεται ακόμη ότι το οξυγόνο που ταυτοποιείται να συμμετέχει ποιοτικά στις γενικευμένες και τις σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις μπορεί να αποδοθεί είτε στην οξείδωση των δειγμάτων (υψηλή χημική συγγένεια του αλουμινίου με το οξυγόνο/Διαγράμματα Ellingham) είτε στην ανομοιόμορφη κατανομή της ναοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης ενίσχυσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, περιμετρικά των ευτηκτικών δομών. Σε κάθε περίπτωση όπως έχει ήδη αναφερθεί, ο ποσοτικός προσδιορισμός του δεν καθίσταται εφικτός και για τη μελέτη αυτού απαιτείται η χρήση της τεχνικής EELS (Electron Energy Loss Spectroscopy).

Χάρτες στοιχειακής κατανομής σε μητρική περιοχή εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων μέσω ανάλυσης EDS σε mapping mode.

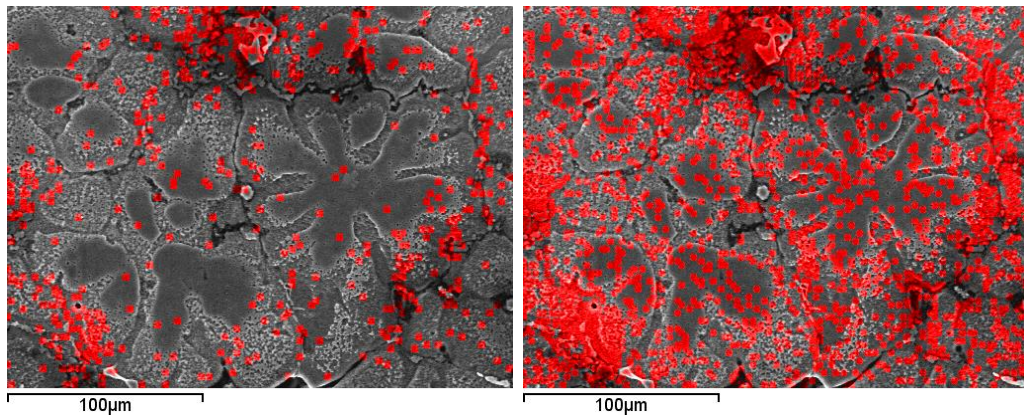
Με σκοπό το προσδιορισμό των επιλεκτικών τοπολογιών διασποράς της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ καθώς και την μελέτη της ανάπτυξης φαινομένων μικροδιαφορισμού εντός του σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας πραγματοποιήθηκε αντίστοιχη μελέτη στοιχειακής κατανομής.



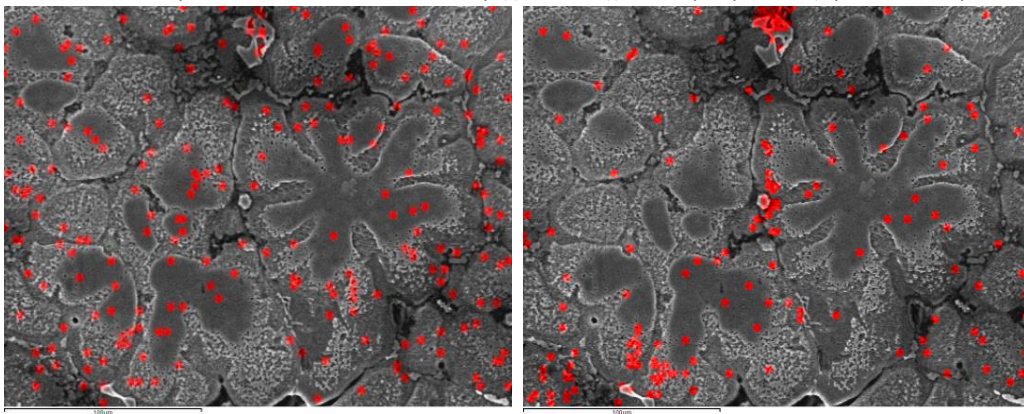
Μέσω των ανωτέρω αποτελεσμάτων γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι περιμετρικά των ευτηκτικών δομών τύπου ροζέτας πραγματοποιείται ανάπτυξη πεδίων τοπικού εμπλουτισμού σε οξυγόνο, χρώμιο, πυρίτιο και σίδηρο. Το γεγονός αυτό συνδέεται άμεσα με την παρατήρηση ότι μετά τη θερμική κατεργασία αφροποίησης, οι ομάδες φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρία $Al(Fe, Mn, Si, Cr)$ ετεροδιανέμονται περιμετρικά των ευτηκτικών σχηματισμών. Κυριότερη όμως όλων σύμφωνα με τους χάρτες κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων καθίσταται η παρατήρηση ότι ο πυρήνας των ροζετών απεμπλουτίζεται σε μαγνήσιο (depleted field) το οποίο και αποτελεί το κυρίαρχο στοιχείο κραμάτωσης της δεδομένης δομής. Ταυτόχρονα το μαγνήσιο φαίνεται να αποβάλλεται περιμετρικά των ροζετών (rejection bands) μέσω καναλιών αναδιοχέτευσης (channel diffusion path) κατά την διάρκεια των διαχυσιακών μετασχηματισμών. Όλα τα παραπάνω φαινόμενα μπορούν να μελετηθούν με μεγαλύτερη λεπτομέρεια μέσω των τεχνικών Atom Probe Field Ion Microscopy (APFIM) και Secondary Ion Mass Spectroscopy (SIMS), κάτι το οποίο όμως ξεφεύγει από τα πλαίσια ανάπτυξης και τους στόχους αυτής της μεταπτυχιακής εργασίας.



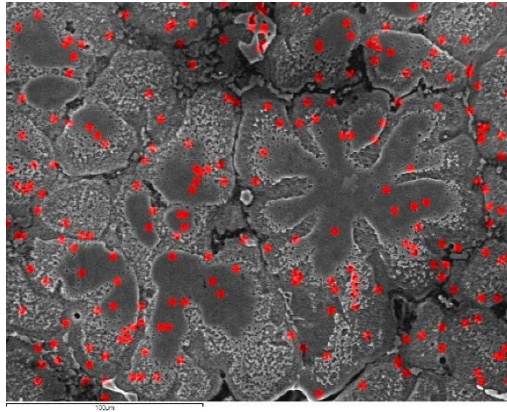
Εικ.10.35:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων μαγνησίου και τιτανίου.



Εικ.10.36:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων οξυγόνου και πυριτίου.

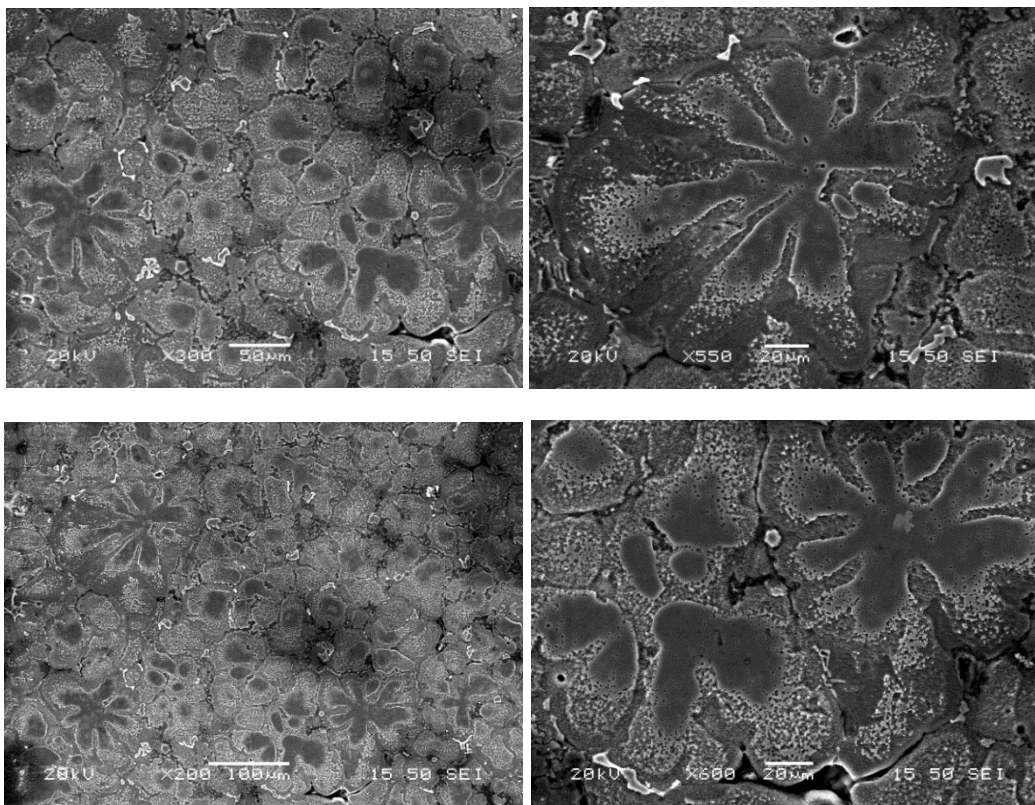


Εικ.10.37:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων χρωμίου και σιδήρου.



Εικ.10.38:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων μαγνανίου.

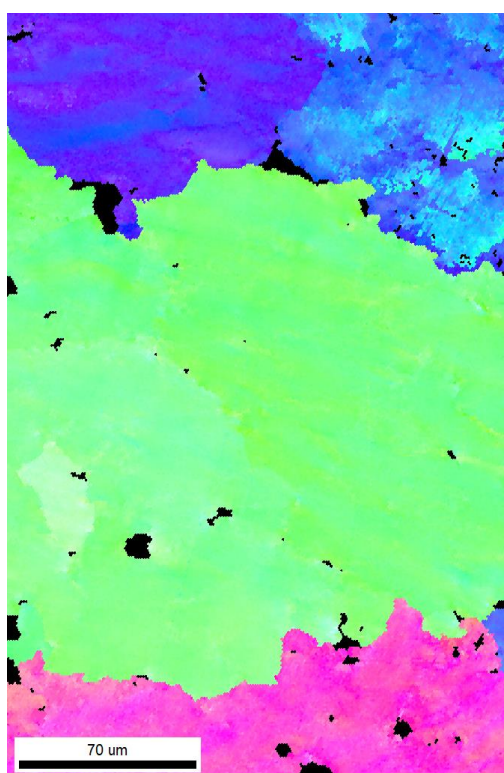
Τέλος όπως μπορεί εύκολα να παρατηρηθεί από τις εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων που ακολουθούν, οι ευτηκτικοί σχηματισμοί τύπου ροζέτας (rosette type microstructure) εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων χαρακτηρίζονται από ομοιομορφία του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών χωρίς οποιαδήποτε συμμετοχή μικροδιακενώσεων και ασυνεχειών εντός της δομής (Εικόνα 10.39).



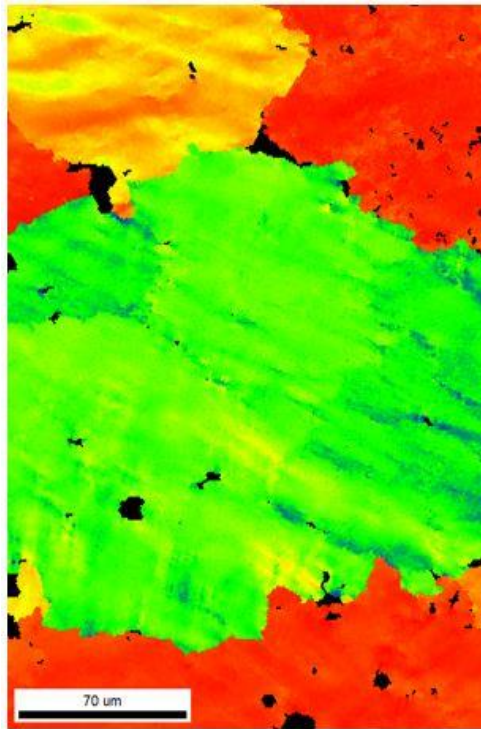
Εικ.10.39: Εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων όπου αποδίδονται περιοχές με μικρογραφικό ιστό ανάπτυξης στερεοποίησης αποτελούμενο από συστοιχίες μικρογραφικών συστατικών τύπου ροζέτας (rosette type eutectic products).

10.2.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.

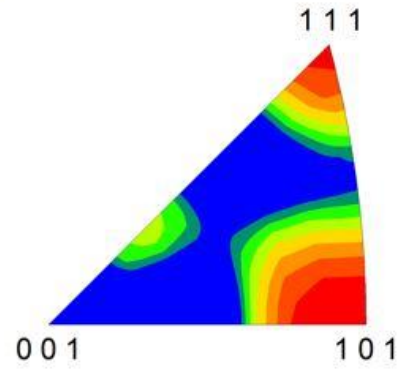
Σε ότι αφορά στον σύνθετο μεταλλικό αφρό με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 προσδιορίστηκε σημαντική διακύμανση των συντελεστών Schmid των κυτταροειδών σχηματισμών, μεταξύ των τιμών 0.3 και 0.49. Η ποσοστιαία συμμετοχή των ανακρυσταλλομένων περιοχών ήταν ιδιαίτερα υψηλή, με άμεσο αποτέλεσμα τα δικτυώματα των διαταραραχών να αναπτύσσονται ετερογενώς σε περιορισμένες θέσεις αγκύρωσης (συσσωματώματα γ - Al_2O_3). Οι ευτηκτικοί σχηματισμοί χαρακτηρίστηκαν ως ιδιαίτερα ευμεγέθεις και παρουσίασαν πολλαπλότητα προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης. Στο σημείο αυτό οφείλουμε να αναφέρουμε ότι η κινητική του διαχυσιακού φαινομένου της ανακρυστάλλωσης καθώς και η χωρική διάταξη - ετεροκατανομή των δικτυωμάτων των διαταραχών φέρουν ισχυρή εξάρτηση από το είδος και το μέσο μέγεθος κρυστάλλωσης της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης.



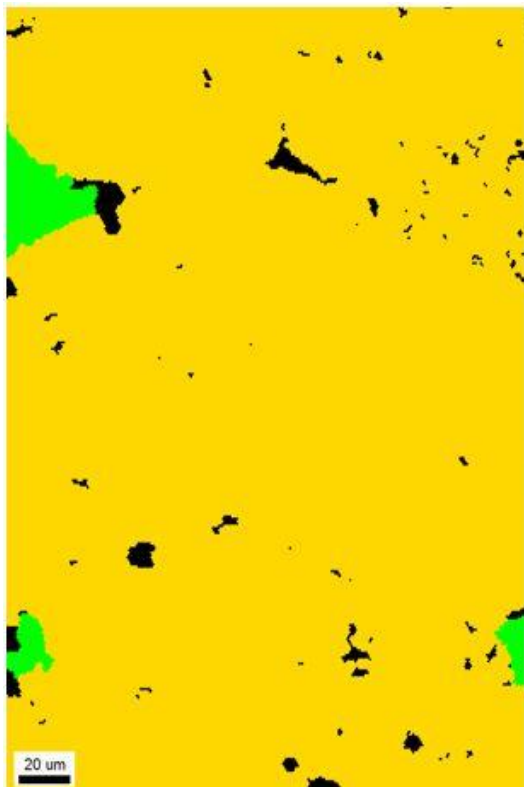
Χάρτης κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των ευτηκτικών σχηματισμών εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, για σύνθετο αφρό μεταλλικής μήτρας AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 .



[001]



Προσδιορισμός της διαφοροποίησης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μεταξύ των ευτηκτικών σχηματισμών του σύνθετου μεταλλικού αφρού μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler.



A1
A2

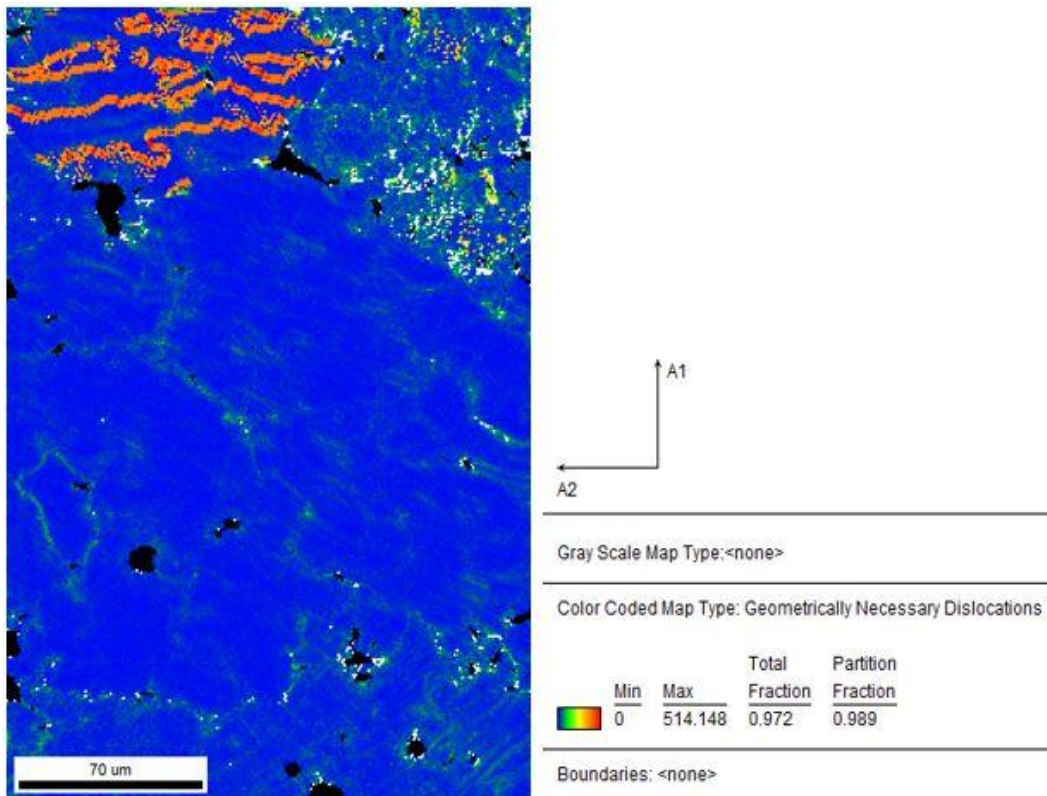
Gray Scale Map Type: <none>

Color Coded Map Type: Grain Orientation Spread

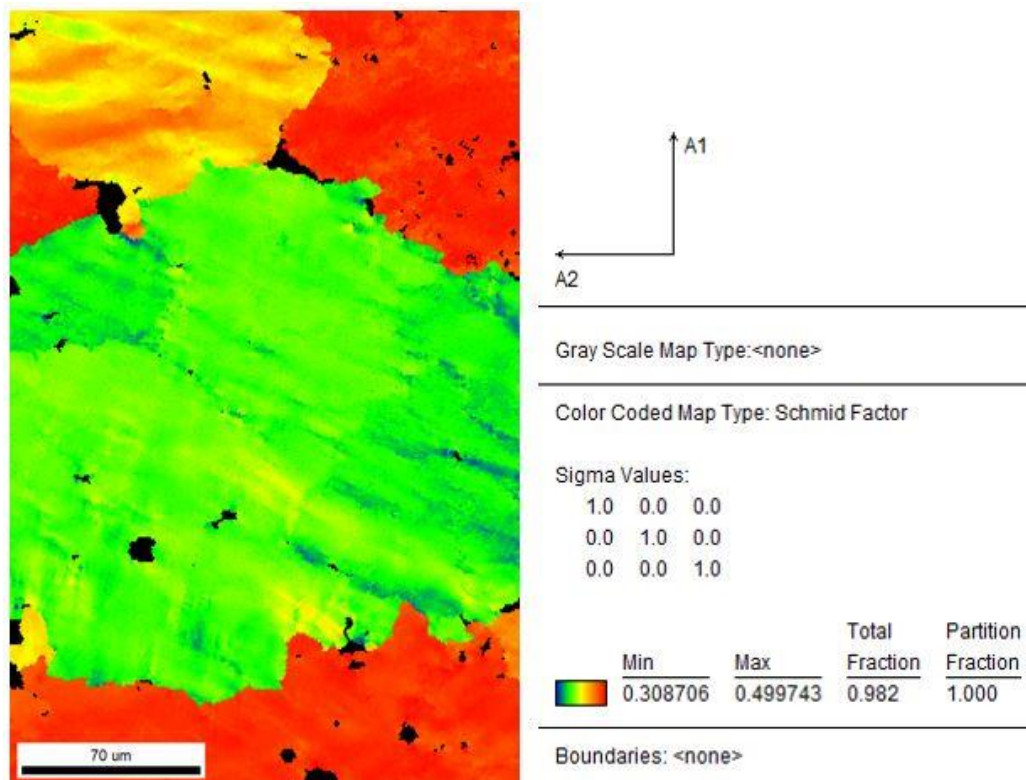
	Min	Max	Total Fraction	Partition Fraction
Green	0	2	0.022	0.023
Yellow	2	10	0.960	0.977

Boundaries: <none>

Στατιστική κατανομή ανακρυσταλλωμένων περιοχών εντός των ευτηκτικών σχηματισμών οι οποίες χαρακτηρίζονται από γωνία αναντιστοιχίας του πλέγματος μεγαλύτερης ή ίσης των 2° .



Χαρτογράφηση της διεύθυνσης και της ανακατανομής των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών, οι οποίες σχετίζονται με τη μεταβολή της κρίσιμης αναλυόμενης διαμητρικής τάσης ολίσθησης εντός των ευτηκτικών προϊόντων μετασχηματισμού των φάσεων.

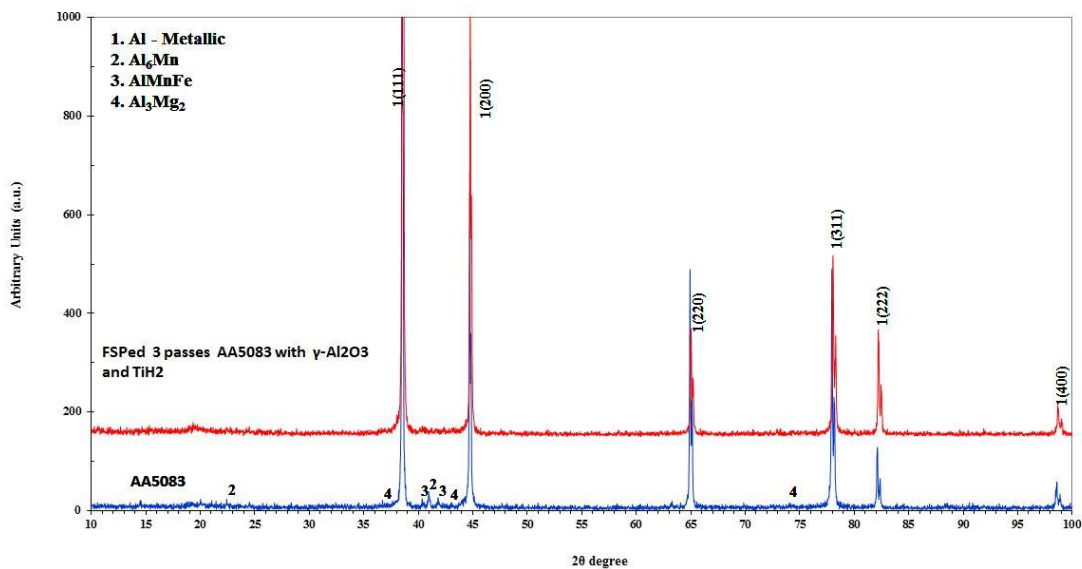


Απεικόνιση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid μεταξύ των ευτηκτικών σχηματισμών του σύνθετου μεταλλικού αφρού με ενισχυτική φάση $\gamma - \text{Al}_2\text{O}_3$.

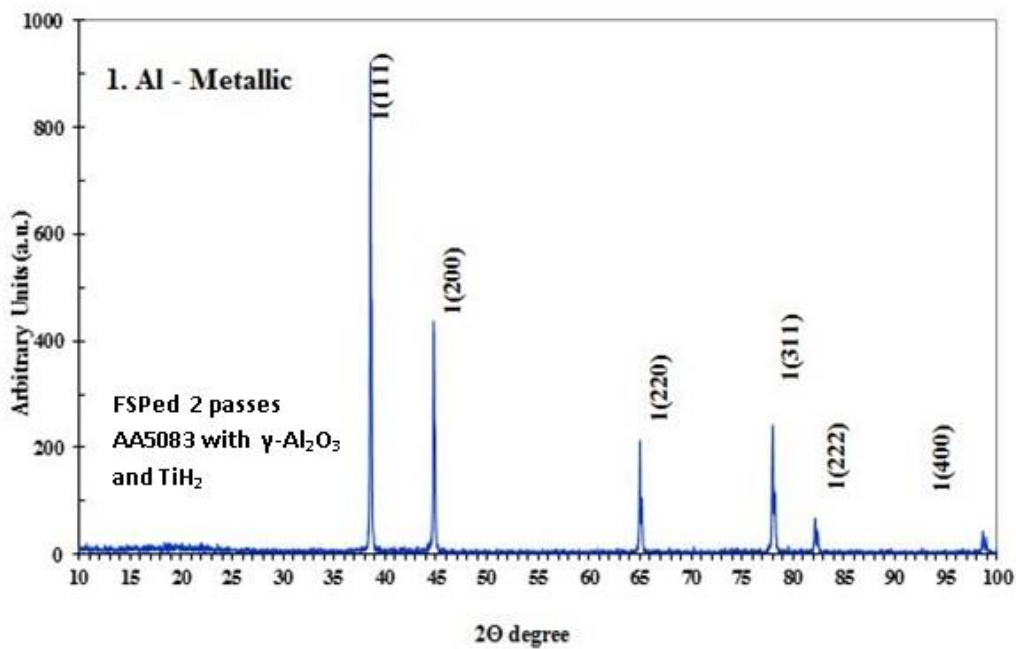
10.2.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ.

Όπως παρατηρείται από τα ακτινοδιαγράμματα Περιθλασιμετρίας (Εικόνες 10.40-10.41) η συμμετοχή του αφροποιητικού παράγοντα υδριδίου του τιτανίου δεν ταυτοποιείται σε κανένα από τα δύο πρόδρομα FSPed δοκίμια, διότι το κλάσμα όγκου συμμετοχής του εντός της μητρικής φάσης στερεού δ/τος αντικατάστασης του αλουμινίου είναι μικρότερο του ορίου ανίχνευσης του οργάνου 2-3%. Επιπρόσθετα ούτε η νανοκρυσταλλική κεραμική φάση ενίσχυσης της γ - Al_2O_3 ταυτοποιείται καθώς και αυτή χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής εντός της ζώνης ανάδευσης, από εξαιρετικά λεπτοκρυσταλλική δομή (5nm μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων) και από ετερογενή διασπορά. Ταυτόχρονα οι κύριες κορυφές περίθλασης της ενισχυτικής φάσης παρουσιάζουν υψηλό βαθμό αλληλεπικάλυψης (overlapping) με τις κύριες κορυφές περίθλασης του στερεού δ/τος αντικατάστασης του αλουμινίου με αποτέλεσμα να καθιστούν τη ταυτοποίησή της ακόμα πιο δύσκολη.

Το σημαντικότερο όμως στοιχείο που διεξήχθη ως συμπέρασμα από τα ανωτέρω διαγράμματα είναι η πραγματοποίηση του μηχανισμού διαλυτοποίησης-επανακατακρήμνισης εντός της ζώνης ανάδευσης, όλων των παραχθέντων προϊόντων της ακολουθίας μετασηματισμού των φάσεων. Δηλαδή ακόμη και με την επενέργεια 2 μόλις περασμάτων FSP παρατηρήθηκε αδυναμία ταυτοποίησης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης AlxMnyFez καθώς και των μεσομεταλλικών ενώσεων με τους ακόλουθους στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_3Mg_2 , Al_6Mn , οι οποίες έχουν επανακατακρημνισθεί έπειτα από τη διαλυτοποίησή τους σε πολύ λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη. Επίσης μεταξύ του αρχικού κράματος και των θερμομηχανικά κατεργασμένων δοκιμίων, προσδιορίσθηκε συνεχής μεταβολή του σχετικού λόγου των υψών των κορυφών περίθλασης, γεγονός το οποίο υποδηλώνει τη μεταβολή του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης καθ' όλη τη διάρκεια του Friction Stir Process (severe plastic deformation).

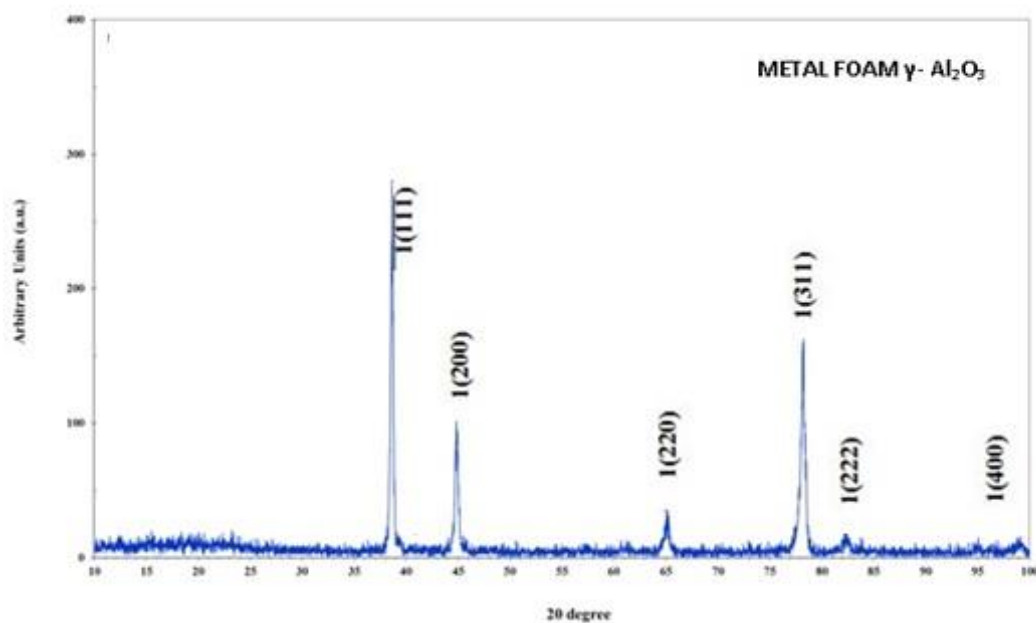


Εικ.10.40: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας του αρχικού κράματος AA5083-H111 και της ζώνης ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 , έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP.



Εικ10.41: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας από τη ζώνη ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 , έπειτα από την επενέργεια 2 περασμάτων FSP.

Σε ότι αφορά στο ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας του συνθέτου μεταλλικού αφρού (Εικόνα 10.42) φάνηκε να χαρακτηρίζεται από σημαντικά μειωμένη ένταση των υψών των κορυφών, γεγονός το οποίο μπορεί να συσχετισθεί με την μείωση της έντασης κρυστάλλωσης της μητρικής περιοχής, καθώς υπό την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης και την πραγματοποίηση των ευτηκτικών μετασχηματισμών το κρυσταλλικό πλέγμα καταλήγει να είναι έντονα παραμορφωμένο (distorted structure).

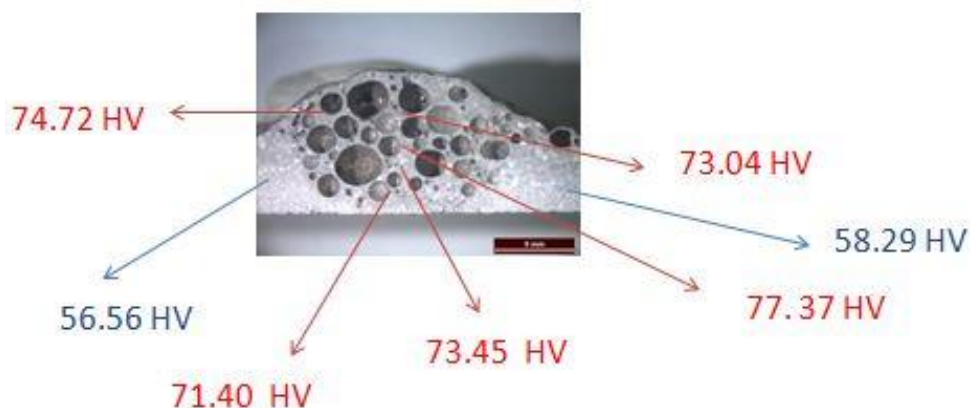


Εικ.10.42: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 , έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP και θερμική κατεργασία αφροποίησης στους 750°C για 3.5 min.

Σημειώνεται τέλος ότι ως επιβαλλόμενος ρυθμός σάρωσης για τη λήψη των παραπάνω αποτελεσμάτων ορίσθηκε το βήμα 0.02°/sec.

10.2.6 Έμμεσος προσδιορισμός των μηχανικών ιδιοτήτων μέσω προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων εντός της αφροποιημένης ζώνης, εγκάρσια ως προς τη διεύθυνση εφαρμογής FSP.

Οι σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 απέδωσαν μέση τιμή σκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης 74 HV. Πλευρικά αυτής, στη περιοχή δηλαδή όπου δεν έχει πραγματοποιηθεί διασπορά κλάσματος όγκου συμμετοχής ενισχυτικής φάσης παρατηρείται σημαντική πτώση της σκληρότητας (μέση τιμή 57 HV) εν συγκρίσει και με το αρχικό κράμα AA5083-H111. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην σημαντική προσαύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων του μητρικού υλικού έπειτα από την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης. Το φαινόμενο της μεγέθυνσης των κόκκων σχετίζεται με διαχυσιακούς μηχανισμούς ανάπτυξης, οι οποίοι ορίζονται ως χρονοεξαρτώμενοι και λαμβάνουν χώρα ακόμα και για διάρκειες θέρμανσης μερικών λεπτών. Σημειώνεται τέλος ότι οι τιμές της μικροσκληρότητας έχουν ληφθεί για επιβαλλόμενο φορτίο 0.3 Kp και χρονική διάρκεια παραμονής του διεισδυτή 15 sec.



Προσδιορισμός μικροσκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης και πλευρικά αυτής, εντός της θερμικά κατεργασμένης μητρικής περιοχής στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου.

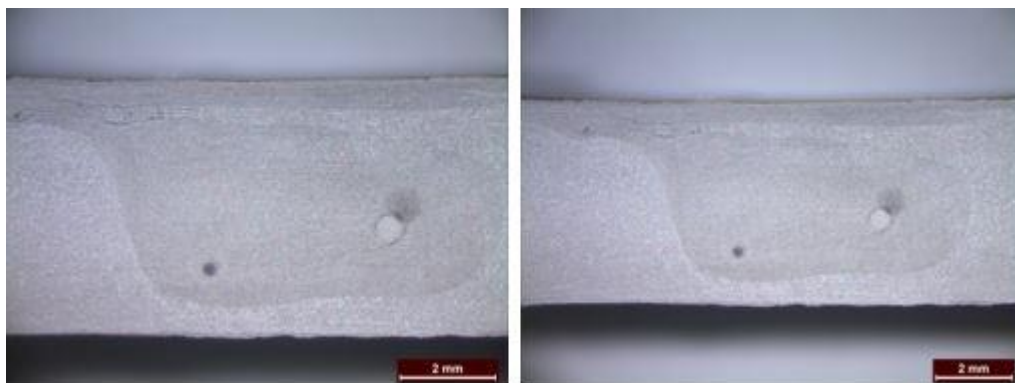
10.3 Ανάλυση αποτελεσμάτων προδρόμου FSPed δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).

10.3.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.

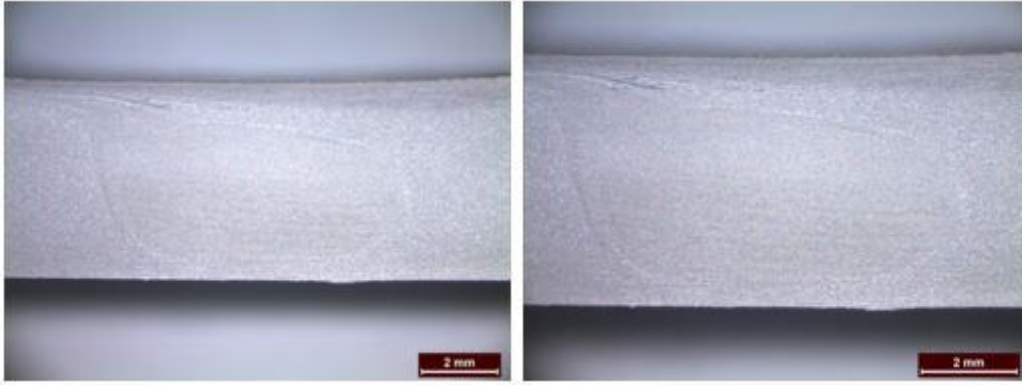
Η τεχνική της στερεοσκοπικής ανάλυσης χρησιμοποιήθηκε και για τα πρόδρομα δοκίμια με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, τα οποία είχαν κατεργαστεί μέσω εφαρμογής 2 και 3 περασμάτων FSP. Κυρίαρχο στόχο της ανάλυσης των αποτελεσμάτων αυτών αποτελεί ο προσδιορισμός της επιφανειακής κάλυψης και της γεωμετρίας της ζώνης ανάδευσης. Επιπρόσθετα κρίσιμη καθίσταται η μελέτη της ανάπτυξης του ροϊκού πεδίου για το δεδομένο σύστημα και ο έλεγχος της συνεπακόλουθης δημιουργίας ελαττωμάτων δομής. Τα ελαττώματα αυτά αφορούν σε ύπαρξη διακενώσεων (lack of fill), ημισυνεκτικών οξειδίων (kissing bond), ρωγματώσεων (τύπου wormhole) καθώς και ισχυρών πεδίων συσσώρευσης της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης. Η ποιότητα της ανάδευσης που ανακύπτει για το εκάστοτε θερμοδυναμικό σύστημα σύμφωνα με τις επιβαλλόμενες παραμέτρους της διεργασίας FSP μπορεί είτε να επιδράσει

ενισχυτικά είτε να παρεμποδίσει το σχηματισμό ετερογενειών δομής. Αυτές οι μικροδομικές ετερογένειες καθίστανται σίγουρα ευδιάκριτες στις λαμβανόμενες εικόνες οπτικής μικροσκοπίας αλλά εάν χαρακτηρίζονται και από αναπτυσσόμενα πεδία μακράς εμβέλειας μπορούν να παρατηρηθούν ακόμη και μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης. Όλα τα παραπάνω αποτελούν πεδίο ενδιαφέροντος καθώς συσχετίζονται άμεσα με τη συνολική μηχανική απόκριση των τελικών δοκιμίων τόσο σε στατικά όσο και σε δυναμικά πεδία φόρτισης.

Με την εφαρμογή 2 μόνο περασμάτων στο πρόδρομο δοκίμιο, παρατηρήθηκε μια σχετική ανομοιομορφία ως προς τη μικροδομική ανάπτυξη της ζώνης ανάδευσης. Επιπρόσθετα άνωθεν του σχηματισμού flow arm κατέστη εμφανές το πεδίο συσσώρευσης των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (Εικόνα 10.43). Με την αύξηση όμως του αριθμού των περασμάτων, η ζώνη ανάδευσης φάνηκε να διευρύνεται και ταυτόχρονα να χαρακτηρίζεται από κοίλη γεωμετρική ανάπτυξη χωρίς απογωνιώσεις (Εικόνα 10.44). Ακόμη οι τοπολογίες εμφάνισης ζωνώδους δομής (banded structure) όπου πραγματοποιείται συστηματική συσσώρευση των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (πλευρικά της περιοχής flow arm) περιορίστηκαν με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων, ενώ για όλες τις περιπτώσεις παρατηρήθηκε απουσία σχηματισμού δομής τύπου onion ring. Το τελευταίο στοιχείο αποτελεί σημαντική διαφοροποιήσιμ παράμετρο εν συγκρίσει με τη ζώνη ανάδευσης που έφερε ως ενισχυτική φάση παρένθεσης τη νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, όπου παρατηρήθηκε πολλαπλότητα συμμετοχής σχηματισμών τύπου onion ring. Επίσης ατέλειες ανάπτυξης του ροϊκού πεδίου όπως είναι οι επονομαζόμενες 'lack of fill, wormhole, kissing bond, surface galling' δεν παρατηρήθηκαν σε καμία από τις δύο περιπτώσεις (2 και 3 περάσματα FSP). Από τα παραπάνω συνάγεται το συμπέρασμα ότι τα πρόδρομα δοκίμια με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων καθίστανται επιρρεπή μόνο ως προς την συσσώρευση της ενισχυτικής φάσης περιμετρικά του σχηματισμού flow arm και όχι ως προς τη δημιουργία άλλου τύπου ατελειών. Το γεγονός αυτό οδηγεί μονοσήμαντα στην αναγκαιότητα επιβολής μεγαλύτερου αριθμού περασμάτων FSP στο δεδομένο φυσικοχημικό σύστημα, για τη διασφάλιση της ομοιόμορφης διασποράς της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης.



Εικ.10.43: Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης του πρόδρομου συνθέτου δοκιμίου μεταλλικής μήτρας (κράμα AA5083 ενισχυμένο με 2%κ.β MWCNTs και συμμετοχή 0.4%κ.β αφροποιητικού παράγοντα TiH_2) έπειτα από την εφαρμογή 2 περασμάτων του συστήματος περιαιχενίου-πείρου κατά την FSP διεργασία.



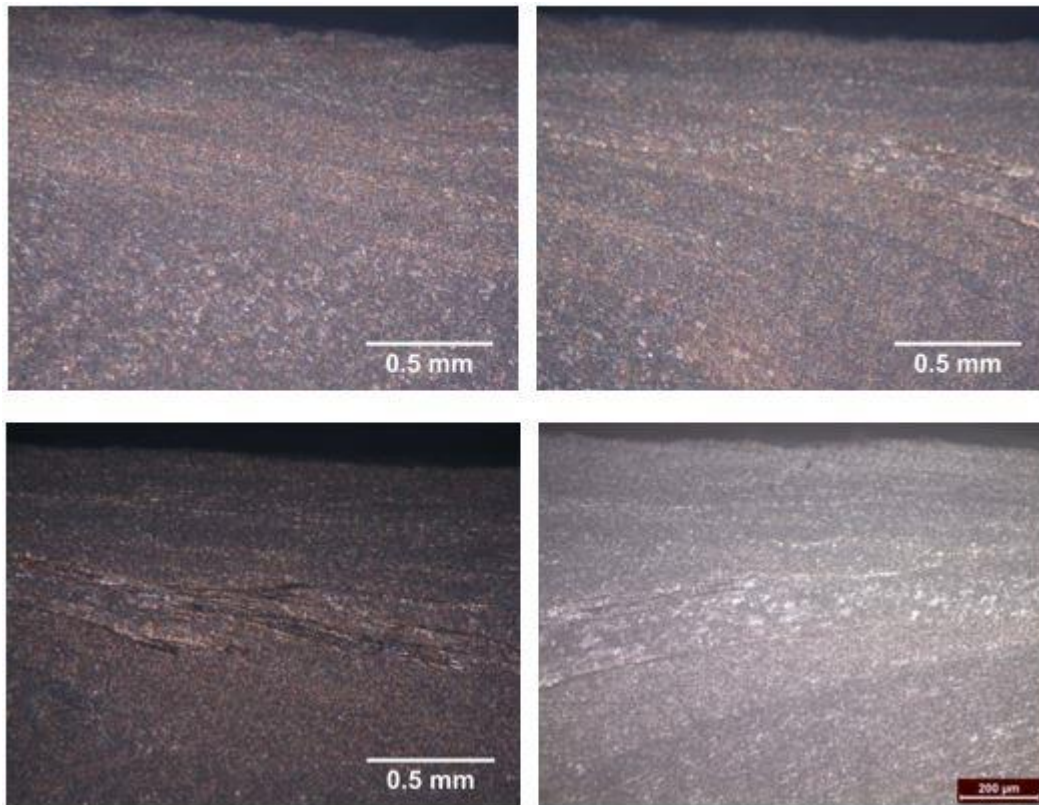
Εικ.10.44: Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης του πρόδρομου συνθέτου δοκιμίου μεταλλικής μήτρας (κράμα AA5083 ενισχυμένο με 2%κ.β MWCNTs και συμμετοχή 0.4%κ.β αφροποιητικού παράγοντα TiH_2) έπειτα από εφαρμογή την 3 περασμάτων του συστήματος περιαιχενίου-πείρου κατά την FSP διεργασία.

10.3.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.

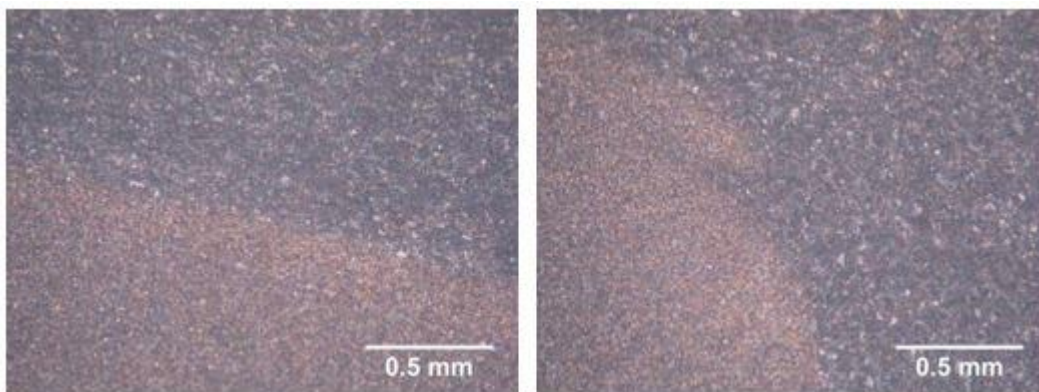
Η οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιήθηκε για το χαρακτηρισμό του μικρογραφικού ιστού κράματος AA5083 με συνεισφορά ενισχυτικής φάσης παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs), το οποίο είχε κατεργασθεί μέσω FSP διεργασίας (κάθεται ως προς τον άξονα της έλασης). Πραγματοποιήθηκε μορφολογική μελέτη επί των προϊόντων των διαχυσιακών μετασχηματισμών εντός της ζώνης ανάδευσης (Εικόνες 10.44-10.45), επιβεβαιώθηκε η αναμενόμενη διεργασία διάλυσης-επανακατακρήμνισης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης σε πολύ λεπτοκρυσταλλικότερες διατάξεις εντός της ζώνης ανάδευσης και κατέστη δυνατός ο προσδιορισμός του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για τη θερμικά και τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη. Εμφανής έγινε ακόμη η ανοδική φορά των κόκκων λόγω παραμορφωσιακού πεδίου, που χαρακτήριζε τη κρυσταλλική δομή της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης (Εικόνα 10.46). Σημειώνεται ότι όλοι οι προαναφερθέντες μηχανισμοί φέρουν καθαρά διαχυσιακό χαρακτήρα με άμεση εξάρτηση από κινητικές παραμέτρους.



Εικ.10.44: Μικρογραφική δομή (a) Ζώνη ανάδευση , (b) Θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη, σε πρόδρομο FSPed δοκίμιο, όπου έχει εισαχθεί μίγμα αφροποιητικού παράγοντα και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης, έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων.



Εικ.10.45: Υψηλό κλάσμα όγκου συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, περιμετρικά του σχηματισμού δομής flow arm.



Εικ.10.46: Οπτική μικρογραφία διεπιφάνειας συναρμογής μεταξύ ζώνης ανάδευσης και θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, σε πρόδρομο FSPed δοκίμιο, όπου έχει εισαχθεί μίγμα αφροποιητικού παράγοντα και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης, έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων.

Όπως αναφέρθηκε μέσω των μικρογραφικών δομών και με τη χρήση προγράμματος Image Pro analysis, πραγματοποιήθηκε στατιστική ανάλυση της κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων στην εκάστοτε ζώνη. Για το μέταλλο βάσης προσμετρήθηκε μέσο μέγεθος ανάπτυξης του κόκκου 30 μm, ενώ για τη ζώνη ανάδευσης προδρόμου δοκιμίου κατεργασμένου μέσω 3 περασμάτων FSP χωρίς ενισχυτική παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων έλαβε τη τιμή του 10 μm. Η πτώση αυτή όπως έχει ήδη αναφερθεί αποδίδεται στους μηχανισμούς της δυναμικής ανακρυστάλλωσης (είτε ασυνεχούς είτε γεωμετρικής) που λαμβάνουν χώρα κατά τη διεργασία FSP [39]. Έπειτα από την εισαγωγή της νανοκρυσταλλικής

ενισχυτικής φάσης στη ζώνη ανάδευσης το μέσο μέγεθος των κόκκων προσμετρήθηκε στα 5.07 μm , καθώς επενέργησε ο μηχανισμός της αγκύρωσης των ορίων τους από το κλάσμα όγκου συμμετοχής των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων. Όπως παρατηρείται η παρεμπόδιση της ανάπτυξης των κόκκων από τη διασπορά των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων κρίνεται υποδεέστερη συγκριτικά με τη περίπτωση της ναοκρυσταλλικής $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (όπου παρατηρήθηκε μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων εντός της ζώνης ανάδευσης της τάξης του 1.72 μm). Το γεγονός αυτό αποδίδεται συγχρόνως σε δύο δομικούς παράγοντες. Πρώτο παράγοντα αποτελεί πιθανόν η μη ομοιόμορφη διασπορά των νανοσωλήνων άνθρακα εντός της ζώνης ανάδευσης εν αντιθέσει με την ομοιογενέστερη κατανομή της $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Δευτερευόντως καθίσταται σημαντικά αυξημένη (κατά 100%) η μέση διαμέτρος των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, η οποία προσμετρήθηκε μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας διερχόμενης δέσμης στα 50 nm, έναντι του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων για τη ναοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ που κυμαίνεται στα 5 nm. Είναι αδιαμφισβήτητο, ότι η απόδοση των μηχανισμών παρεμπόδισης ανάπτυξης των κόκκων φέρει εκθετική εξάρτηση από τη μείωση του μέσου μεγέθους της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης (pinning effect) [40].

Αναφορικά με τη περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, αυτή χαρακτηρίστηκε από περιορισμένη μεγέθυνση των κόκκων, λαμβάνοντας μια μέση τιμή της τάξης των 35 μm . Τέλος σε ότι αφορά στη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη, το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων εντός αυτής προσδιορίστηκε στα 25 μm .

Πίνακας προσδιορισμού του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων στην εκάστοτε ζώνη.

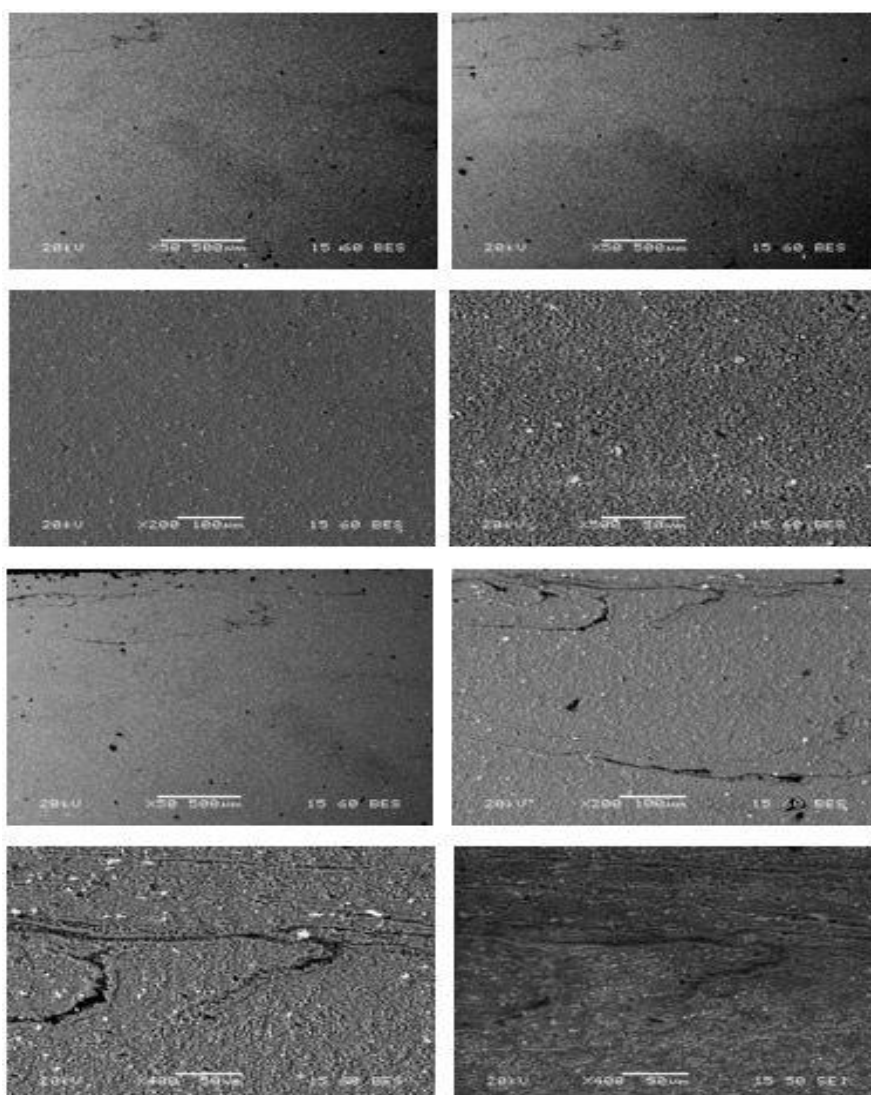
Υλικό	Μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων (μm)
Αρχικό κράμα(AA5083-H111)	30 μm
Ζώνη ανάδευσης χωρίς ενισχυτική φάση παρένθεσης	10 μm
Ζώνη ανάδευσης έπειτα από εισαγωγή νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων	5.07 μm
Θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη (υποχωρούσα πλευρά)	25 μm
Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	35 μm

Όπως παρατηρήθηκε από τις παραπάνω μικρογραφικές απεικονίσεις έντονος καθίσταται ο σχηματισμός συσσωματωμάτων και επιστοιβάξεων της ενισχυτικής φάσης περιμετρικά του flow arm (Εικόνα 10.45). Πέραν όμως των συσσωρεύσεων αυτών δεν παρατηρήθηκε ανάπτυξη μορφολογιών τύπου 'onion rings' εντός της ζώνης ανάδευσης. Επίσης όπως ήταν αναμενόμενο η διεπιφάνεια μεταξύ της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης και της ζώνης ανάδευσης καθίσταται περισσότερο ευδιάκριτη στη προωθούμενη πλευρά (Εικόνα 10.46).

10.3.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

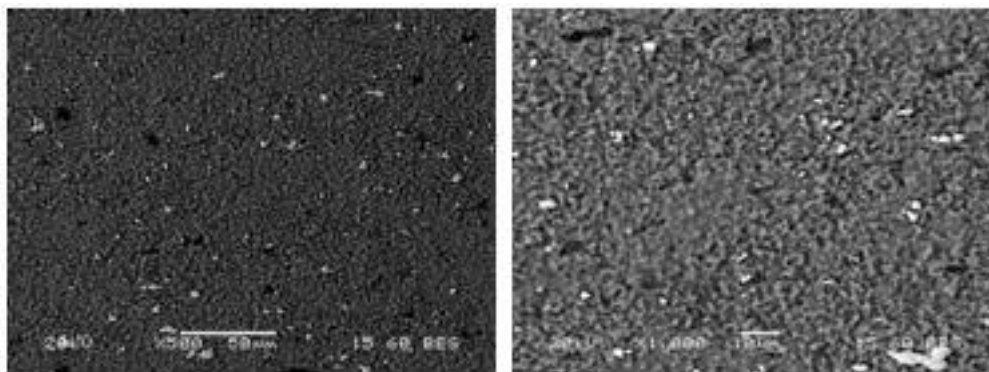
Η μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης κρίθηκε αναγκαία για το προσδιορισμό της μικροδομικής ομοιογένειας εντός της ζώνης ανάδευσης, σε ότι αφορά στην ανάπτυξη πεδίων συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων. Επιπρόσθετα μέσω αντίθεσης πεδίου σε εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων πραγματοποιήθηκε μελέτη της ετερογένειας της διασποράς των ομάδων φάσεων στερεοποίησης $\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn},\text{Si})$ εντός της ζώνης αυτής. Για το θερμοδυναμικό σύστημα της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης, μέσω τεχνητού τοπογραφικού αναγλύφου σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων έγινε προσπάθεια προσδιορισμού της μορφολογίας και της ανοδικής φοράς ανάπτυξης των κόκκων λόγω ενδοτράχυνσης,. Τέλος στη θερμικά επηρεασμένη ζώνη στόχο αποτέλεσε η μελέτη του βαθμού πάχυνσης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης και ο έλεγχος της πιθανής μεγέθυνσης των κόκκων

Από τις εικόνες 10.47 (a-h) παρόλο που δεν είναι δυνατό να γίνει αναφορά ως προς την ομοιογένεια της διασποράς της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης καθίσταται διακριτή η μικροδομική ομοιογένεια που χαρακτηρίζει κυρίως το κέντρο και τις κατώτερες περιοχές της ζώνης ανάδευσης. Όπως ήδη αναφέρθηκε ο σχηματισμός ζωνώδους δομής στα ανώτερα τμήματα της ζώνης ανάδευσης αποδίδεται στην εναλλαγή πεδίων συσσώρευσης και απεμπλουτισμού από νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων. Το φαινόμενο αυτό λαμβάνει χώρα σε περιοχές όπου το μητρικό υλικό έχει παρεισδύσει εντός της μικρογραφικής δομής της ζώνης ανάδευσης. Σε εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων καθίσταται επίσης εμφανής η ετερογενής διασπορά λεπτοκρυσταλλικότερων ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al(Fe,Si,Mn), εν συγκρίσει με αυτές που συμμετέχουν στον μικροδομικό ιστό του μετάλλου βάσης. Το γεγονός αυτό οφείλεται στο γνωστό μηχανισμό διάλυσης-επανακατακρήμνισης που χαρακτηρίζει τη ζώνη αυτή λόγω ανάπτυξης ισχυρών πεδίων θερμικής και μηχανικής φόρτισης. Τέλος σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων, ευκρινής είναι η μορφολογία των ιδιαίτερα λεπτοκρυσταλλικών κόκκων, οι οποίοι χαρακτηρίζονται ως πολυγωνικοί και ισαξονικοί. Όπως έχει αναφερθεί και σε άλλα σημεία της εργασίας αυτή, η λεπτοκρυσταλλική διάταξη της δομής εντός της ζώνης ανάδευσης αποδίδεται σε συνεργιστικά φαινόμενα δυναμικής ανακρυστάλλωσης.

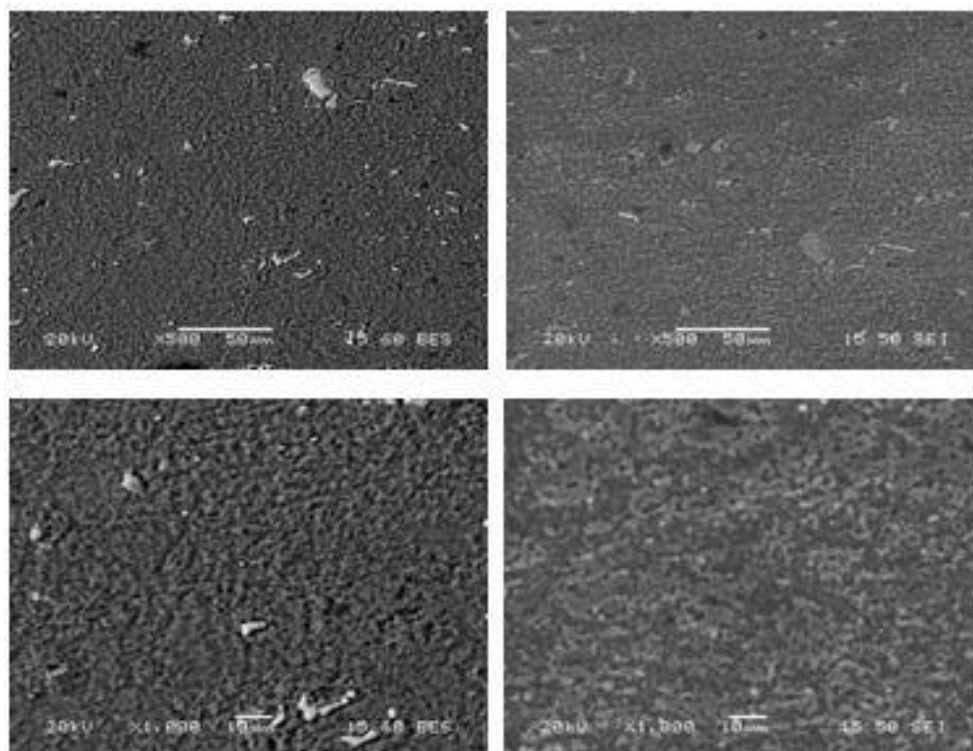


Εικ.10.47:Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης εντός της ζώνης ανάδευσης (a,b,c,d) Κέντρο ζώνης ανάδευσης, (e,f,g,h) Σχηματισμός flow arm περιμετρικά του οποίου αναπτύσσεται ζωνώδης δομή (banded structure) λόγω τοπικών πεδίων συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.

Όπως παρατηρήθηκε μέσω της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης (Εικόνα 10.48), η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίζεται από ανοδική φορά και ισχυρή παραμόρφωση των κόκκων λόγω ενδοτράχυνσης. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών είναι ελαφρώς μεγαλύτερο (25 μm) έναντι του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων (20 μm) για την αντίστοιχη περίπτωση όπου εισήχθη ως ενισχυτική φάση παρένθεσης η $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Τέλος η μεγέθυνση των φάσεων στερεοποίησης εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης (Εικόνα 10.49) καταλήγει σε συγκριτικά επίπεδα χονδροκρυσταλλικότερης ανάπτυξης αυτών (12 μm), σε σχέση με ότι παρατηρήθηκε στην αντίστοιχη περιοχή του κατεργασμένου δοκιμίου με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (5 μm).

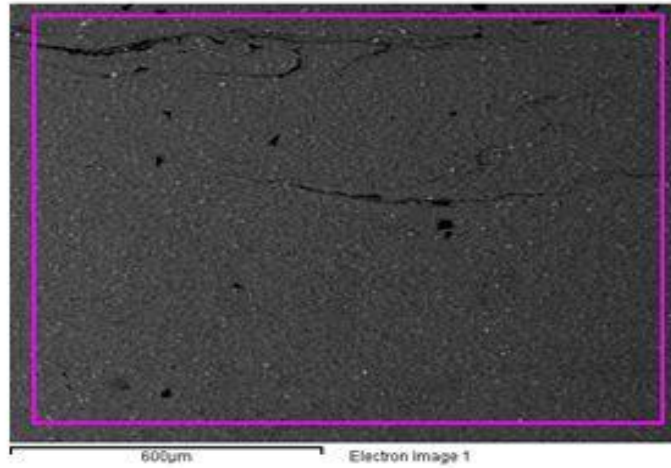


Εικ.10.48: Εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων στη περιοχή της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζωνής, όπου οι κόκκοι χαρακτηρίζονται από ανοδική φορά λόγω του παρατεταμένου πεδίου παραμόρφωσης.

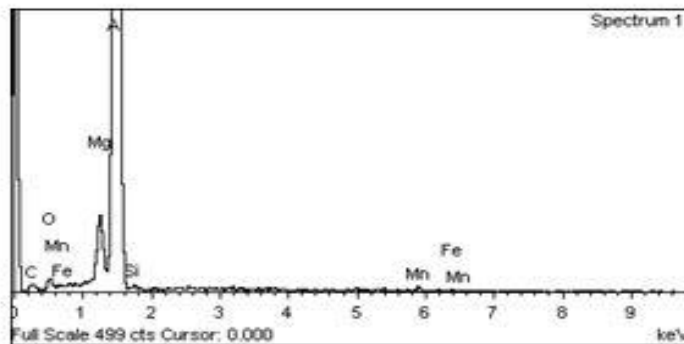


Εικ.10.49: Εικόνες ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης στη περιοχή της θερμικά επηρεασμένης ζώνης, όπου έχει πραγματοποιηθεί πάχυνση των ομάδων φάσεων στερεοποίησης (solidification phase coarsening) και περιορισμένη μεγέθυνση των κόκκων.

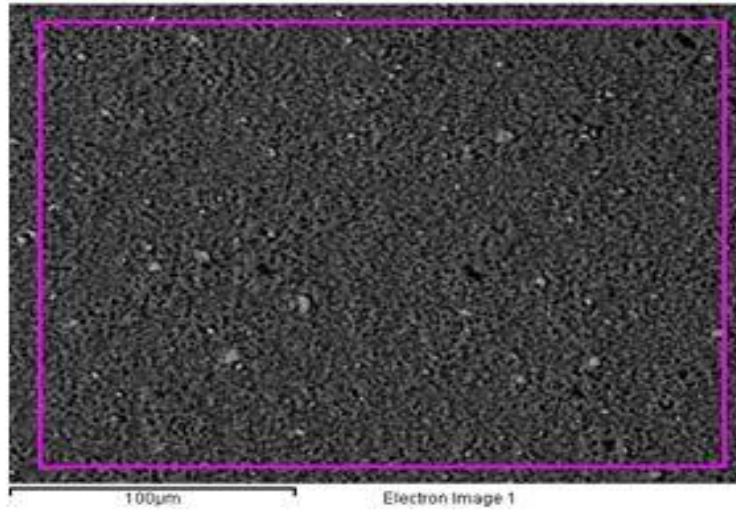
Γενικευμένη στοιχειομετρική χημική ανάλυση στο ανώτερο τμήμα της ζώνης ανάδευσης, όπου αναπτύσσονται ελλειπτικής μορφής πεδία συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



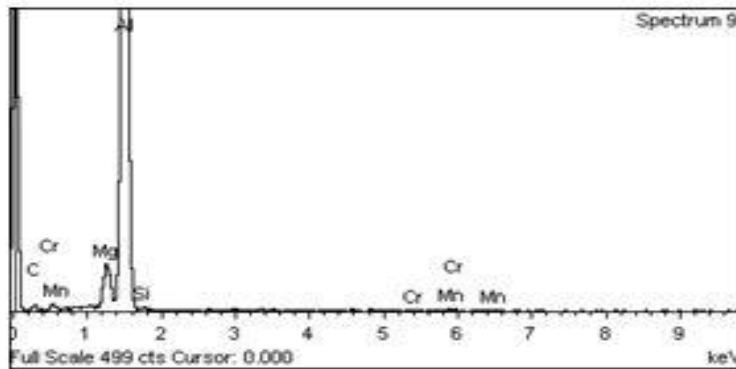
Element	Weight%	Atomic%
C K	12.38	23.57
O K	3.84	5.48
Mg K	3.87	3.64
Al K	78.38	66.42
Si K	0.63	0.52
Mn K	0.60	0.25
Fe K	0.31	0.13
Totals	100.00	



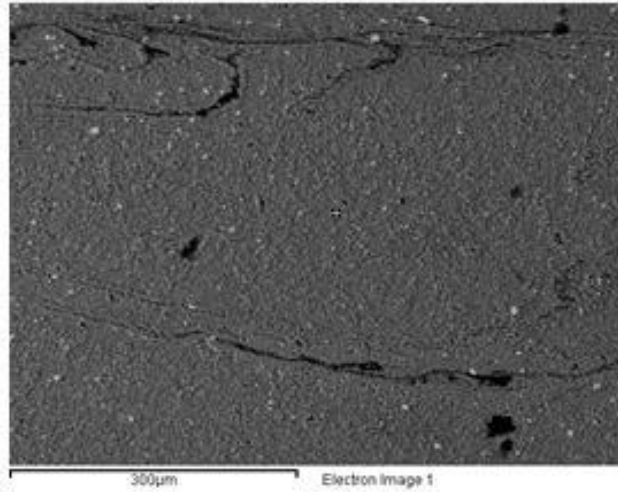
Γενικευμένη στοιχειομετρική χημική ανάλυση στο κεντρικό τμήμα της ζώνης ανάδευσης.



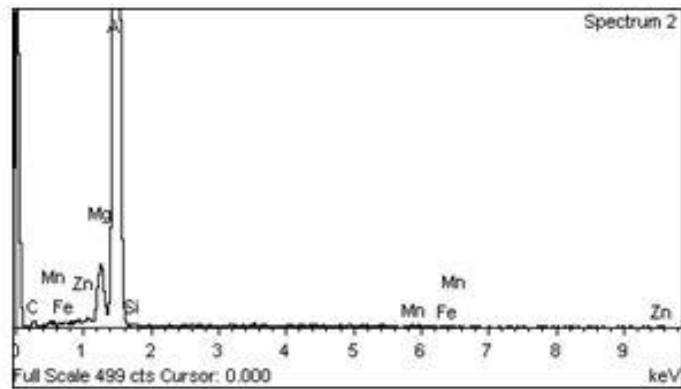
Element	Weight%	Atomic%
C K	18.80	34.23
Mg K	3.81	3.42
Al K	75.93	61.53
Si K	0.59	0.46
Cr K	0.30	0.13
Mn K	0.58	0.23
Totals	100.00	



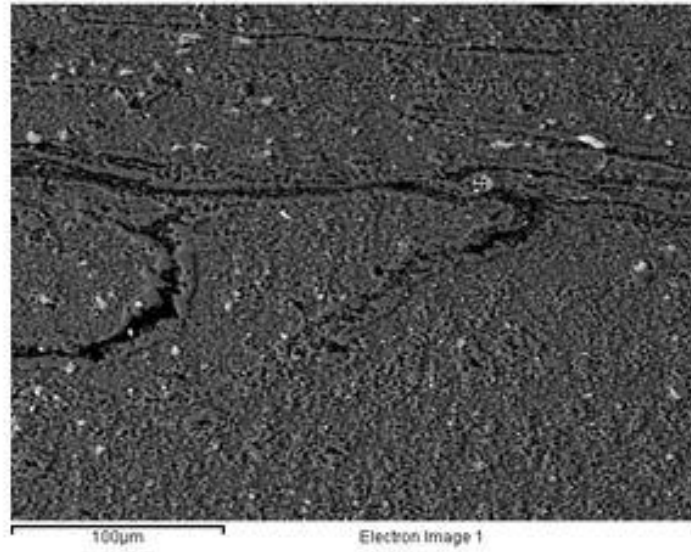
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε μητρική περιοχή εντός της ζώνης ανάδευσης, όπου δεν απαντώνται συσσωματώματα νανοσωλήνων άνθρακα.



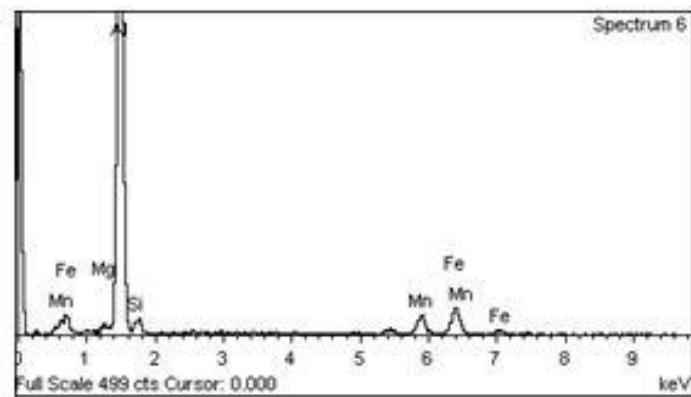
Element	Weight%	Atomic%
C K	12.48	24.32
Mg K	4.50	4.34
Al K	81.22	70.49
Si K	0.30	0.25
Mn K	0.68	0.29
Fe K	0.26	0.11
Zn K	0.57	0.20
Totals	100.00	



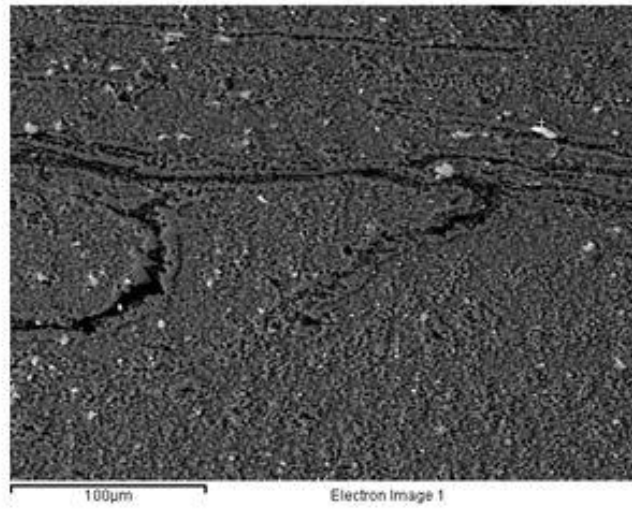
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε φάση στερεοποίησης τύπου Al(Fe,Mn,Si), πλευρικά του πεδίου συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



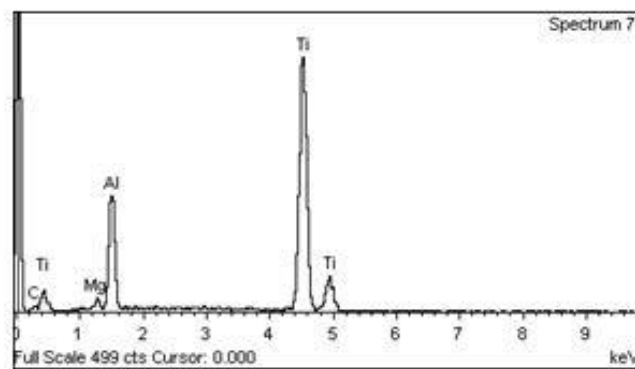
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.85	1.10
Al K	68.42	79.33
Si K	4.11	4.58
Mn K	9.41	3.36
Fe K	17.20	9.64
Totals	100.00	



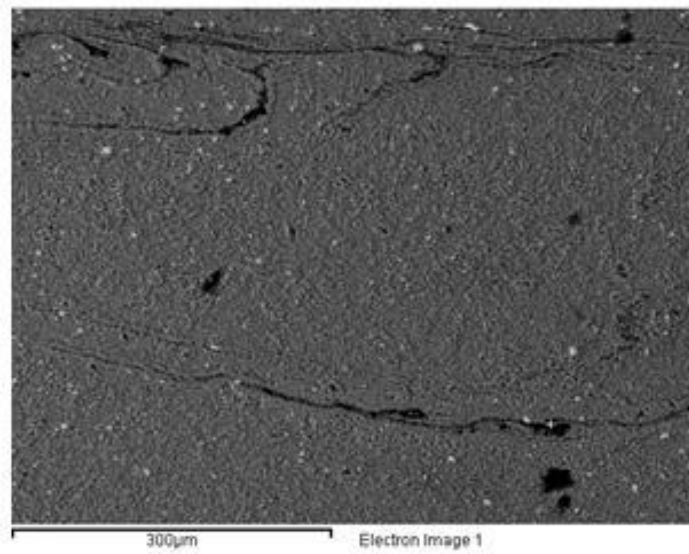
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε υδρίδιο του τιτανίου, πλευρικά του πεδίου συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



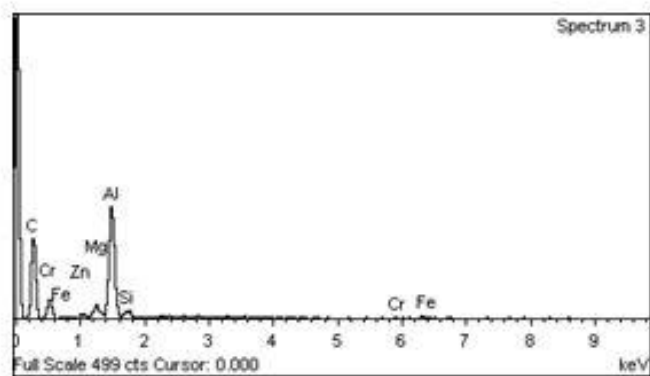
Element	Weight%	Atomic%
C K	3.64	16.99
Mg K	1.42	2.11
Al K	18.22	24.43
Ti K	74.73	56.47
Totals	100.00	

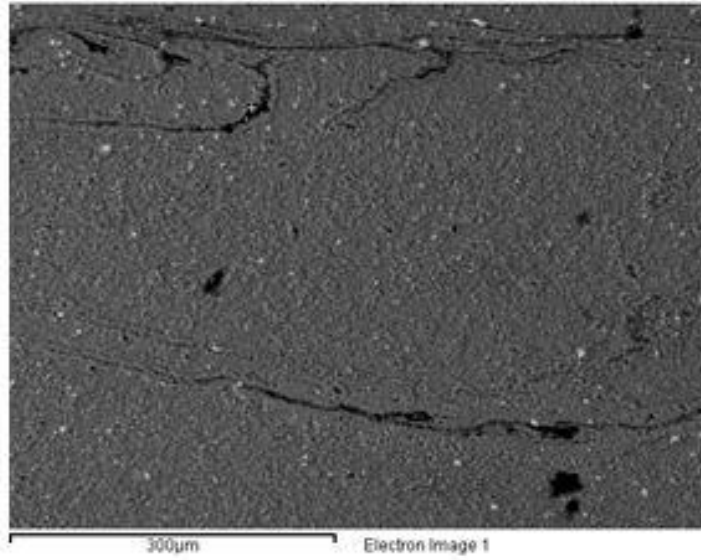


Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε μητρική περιοχή εντός της ζώνης ανάδευσης, όπου απαντώνται πεδία συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.

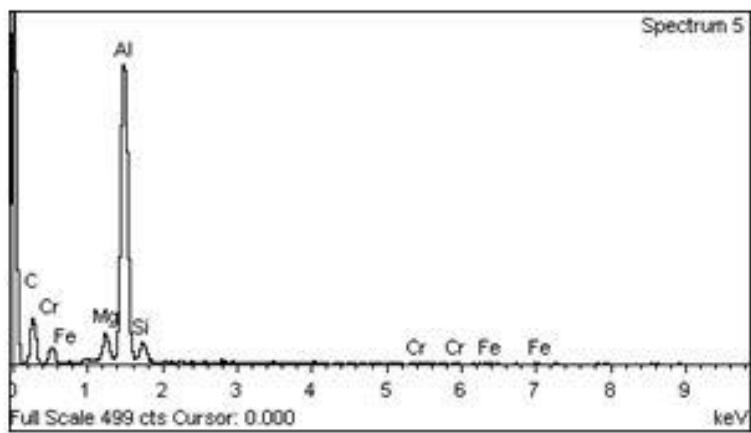


Element	Weight%	Atomic%
C K	79.61	90.21
Mg K	1.65	0.92
Al K	15.63	7.88
Si K	1.01	0.49
Cr K	0.55	0.14
Fe K	0.81	0.20
Zn K	0.74	0.15
Totals	100.00	

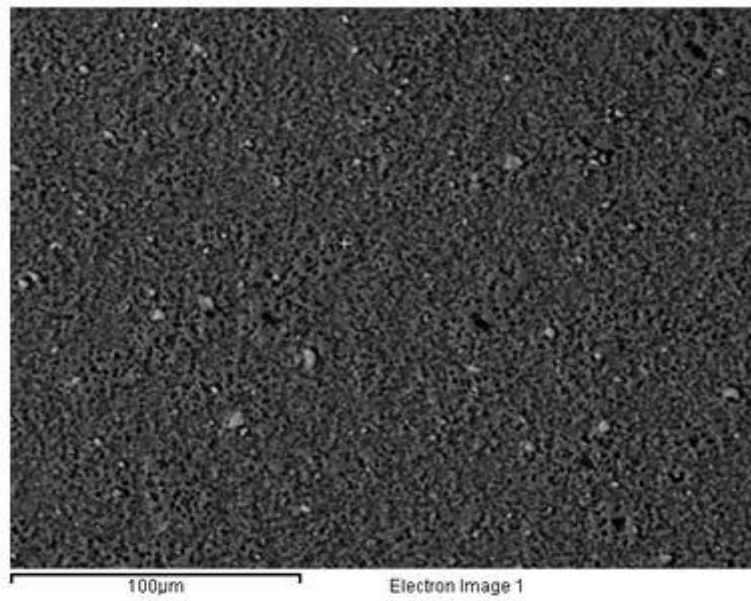




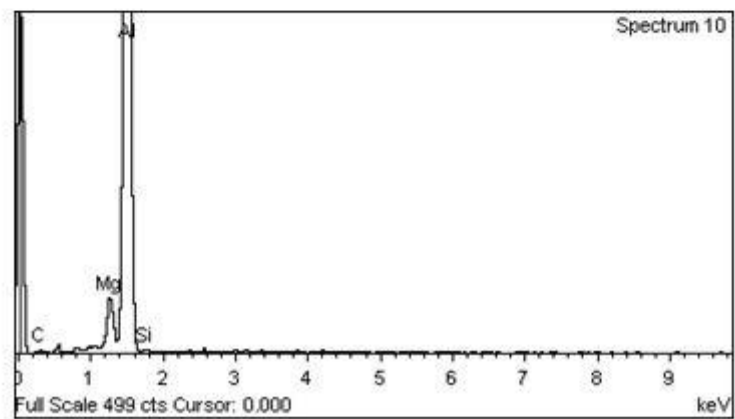
Element	Weight%	Atomic%
C K	61.91	78.61
Mg K	2.37	1.48
Al K	31.96	18.06
Si K	2.99	1.63
Cr K	0.29	0.09
Fe K	0.47	0.13
Totals	100.00	



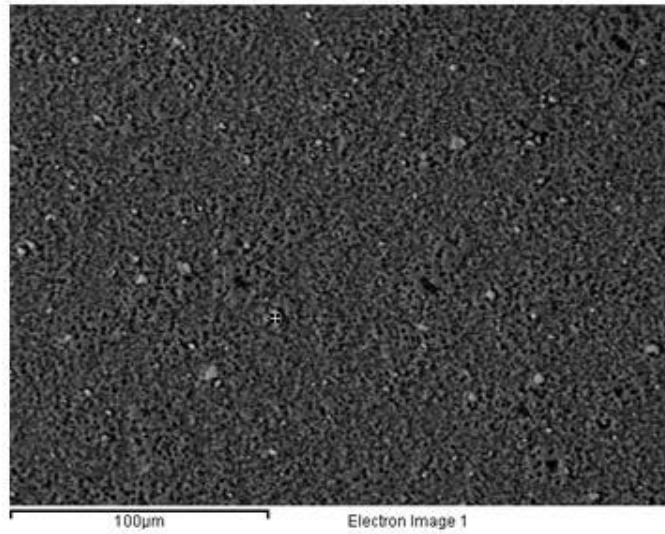
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση στη μητρική περιοχή του κέντρου της ζώνης ανάδευσης.



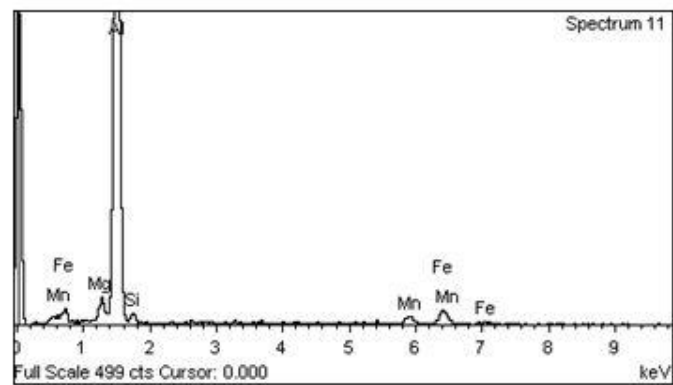
Element	Weight%	Atomic%
C K	6.20	12.87
Mg K	4.39	4.50
Al K	88.60	81.91
Si K	0.81	0.72
Totals	100.00	



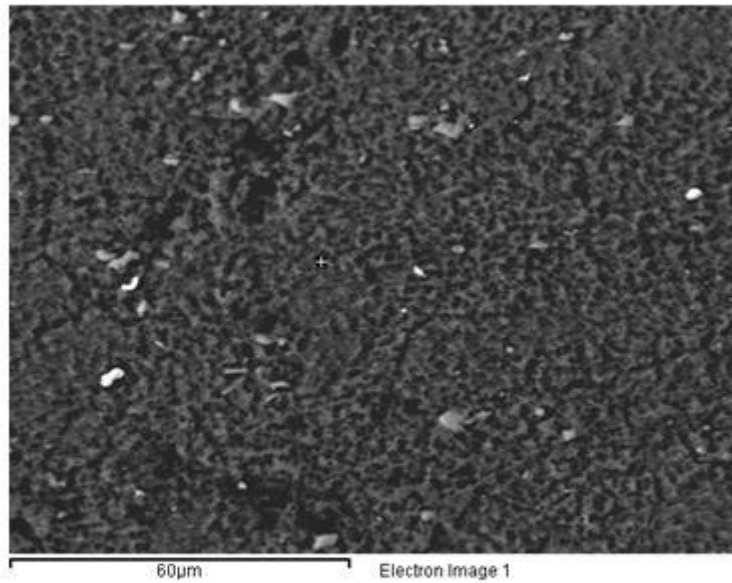
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε φάση στερεοποίησης τύπου Al (Fe, Si, Mn) εντός της περιοχής του κέντρου της ζώνης ανάδευσης.



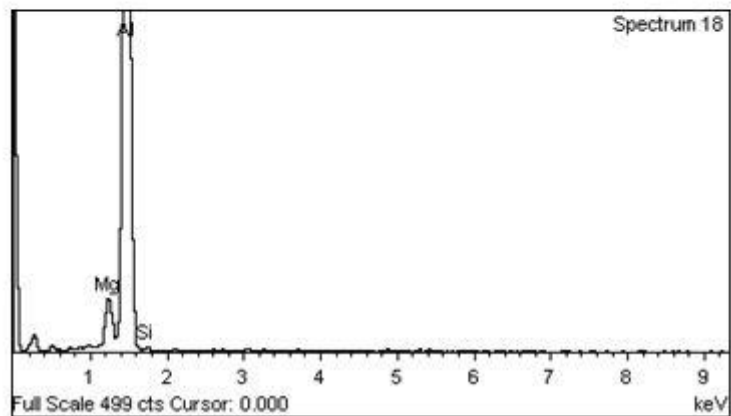
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.31	2.76
Al K	80.56	86.66
Si K	3.18	3.29
Mn K	4.78	2.53
Fe K	9.16	4.76
Totals	100.00	



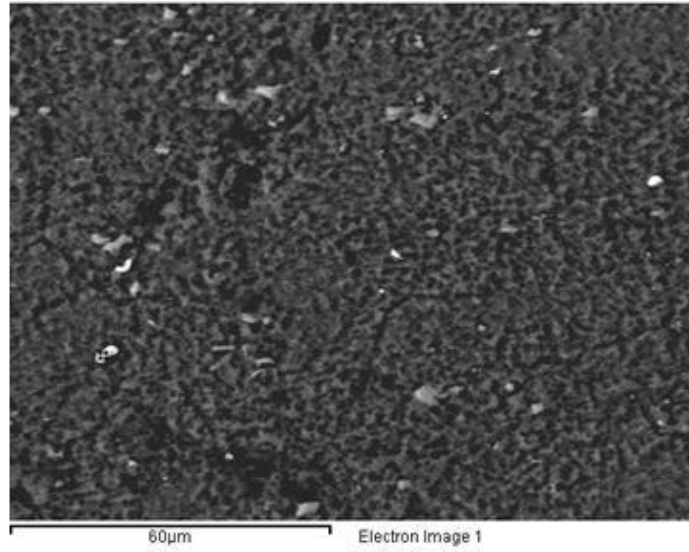
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε μητρική περιοχή της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης.



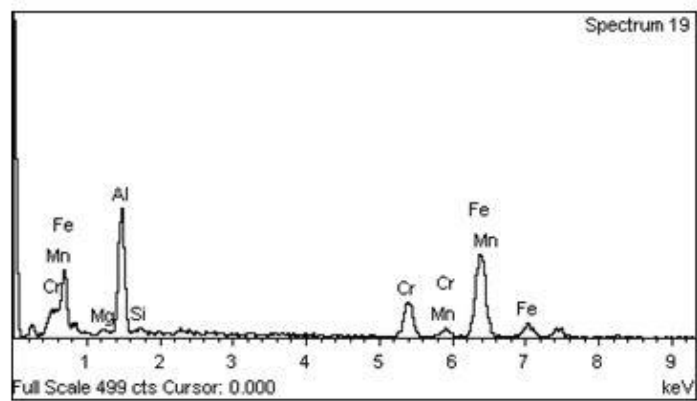
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.68	5.17
Al K	94.64	94.18
Si K	0.68	0.65
Totals	100.00	



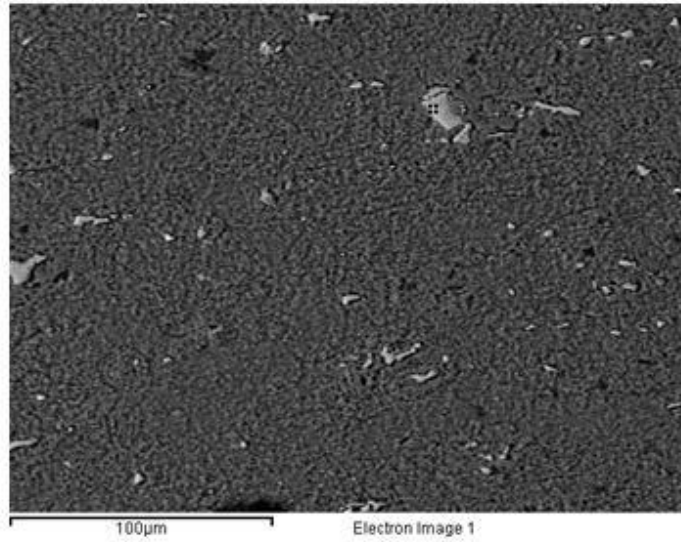
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε φάση στερεοποίησης τύπου Al (Fe, Si, Mn) εντός της περιοχής της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης.



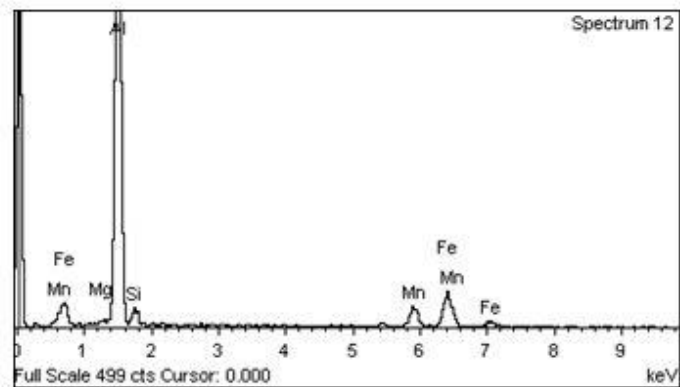
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1.12	1.94
Al K	27.18	42.38
Si K	1.11	1.66
Cr K	14.41	11.66
Mn K	1.36	1.05
Fe K	54.82	41.31
Totals	100.00	

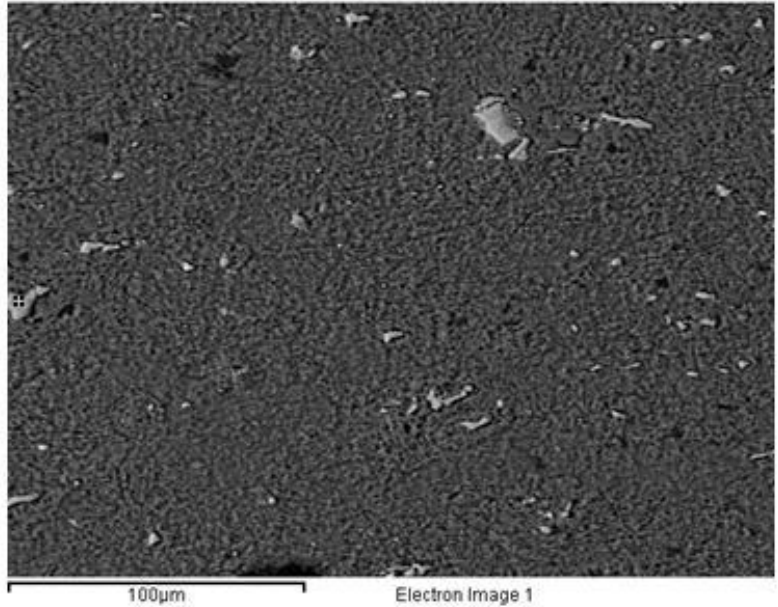


Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε μεγεθυμένες φάσεις στερεοποίησης τύπου Al (Fe, Si, Mn) εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης.

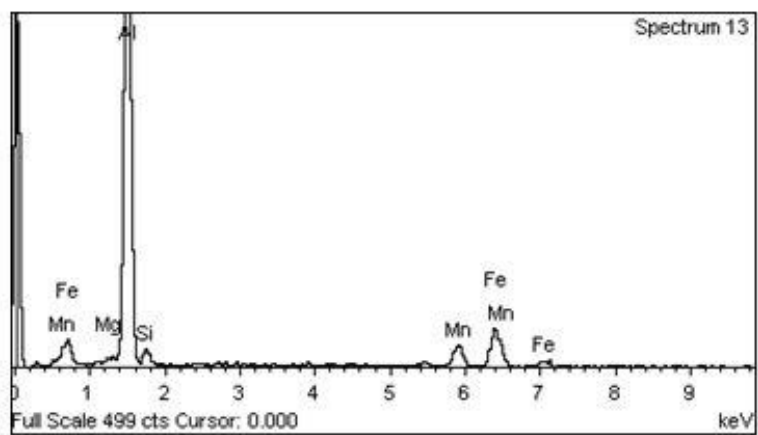


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.33	0.43
Al K	66.25	78.14
Si K	4.08	4.62
Mn K	10.10	5.85
Fe K	19.24	10.96
Totals	100.00	

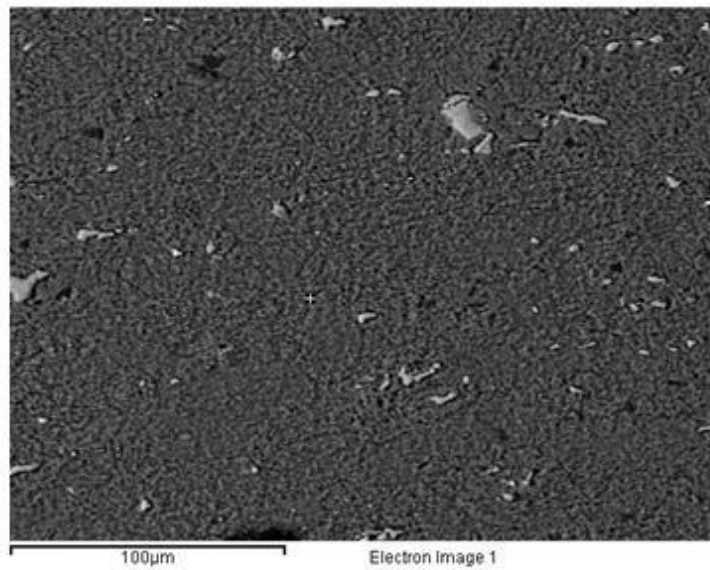




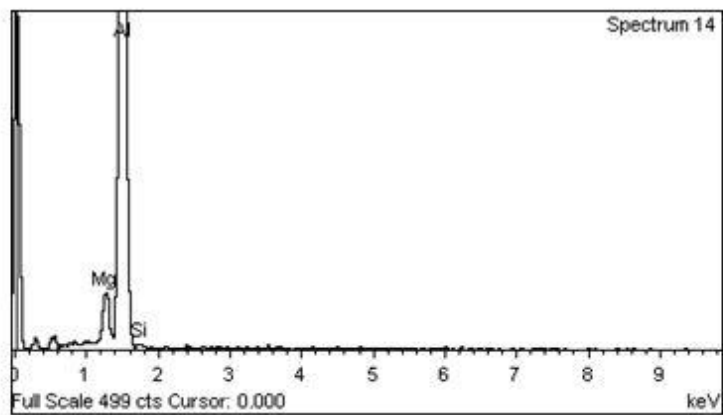
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.49	0.64
Al K	66.74	78.37
Si K	4.14	4.67
Mn K	9.18	5.30
Fe K	19.45	11.03
Totals	100.00	



Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε μητρική περιοχή εντός της θερμικά επηρεασμένης ζώνης.

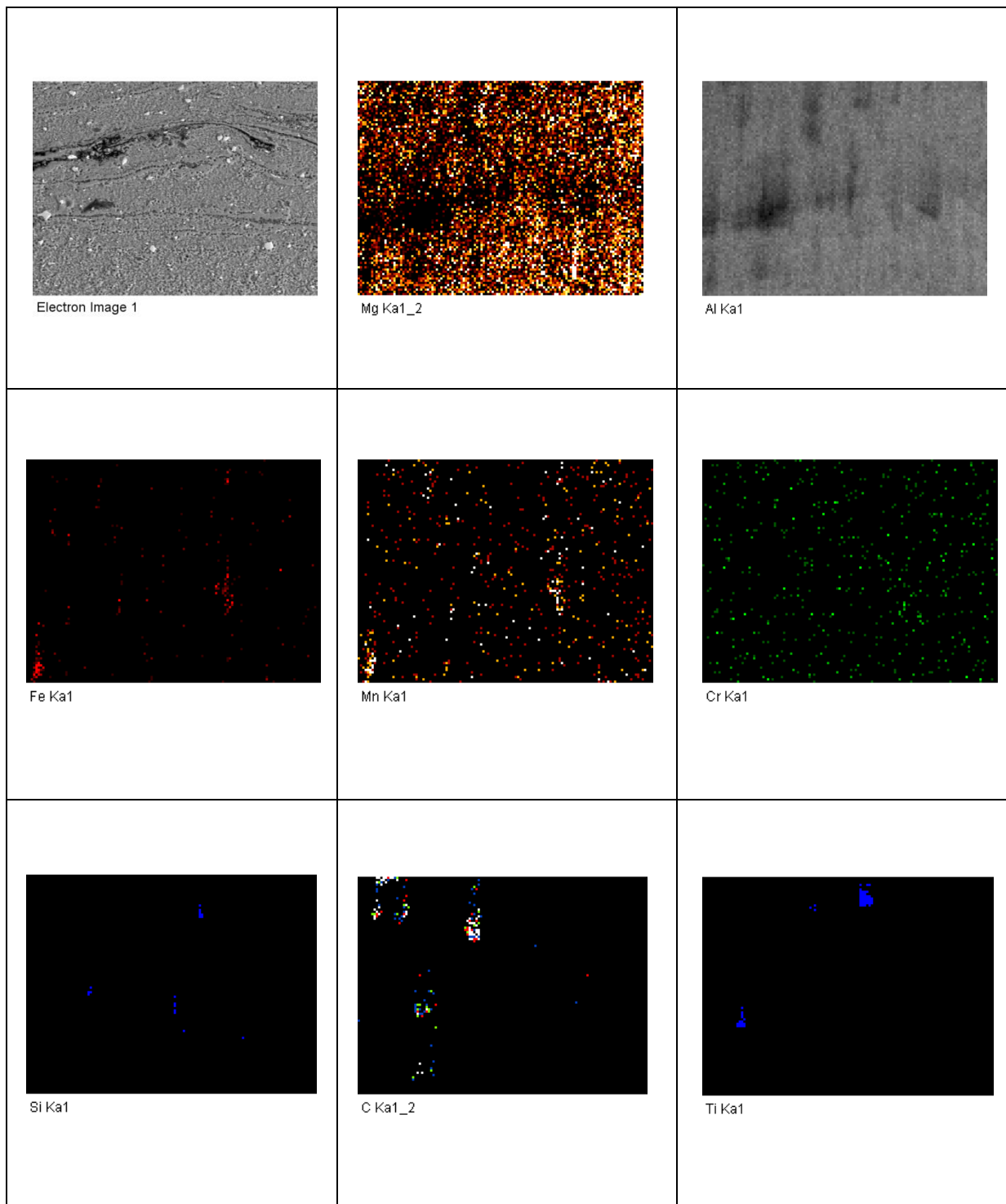


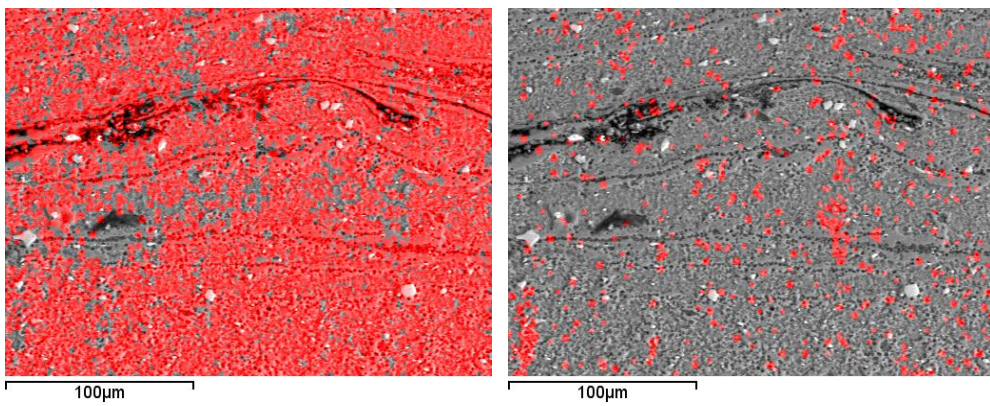
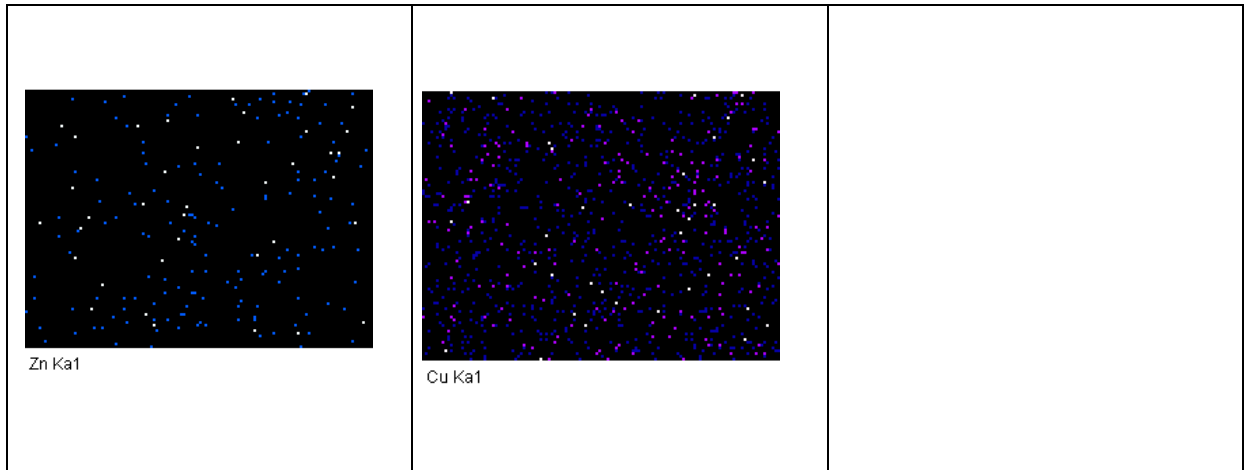
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	4.44	4.90
Al K	94.93	94.49
Si K	0.63	0.60
Totals	100.00	



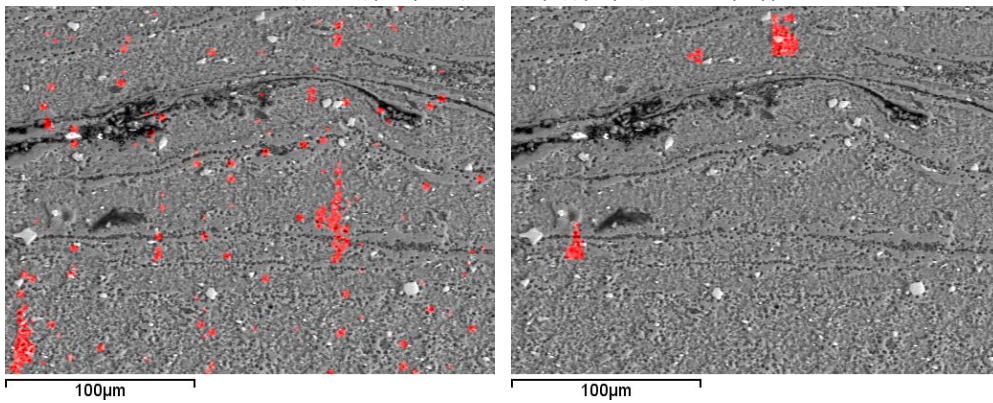
Χάρτες στοιχειακής κατανομής στη μητρική περιοχή του ανώτερου τμήματος της ζώνης ανάδευσης, όπου και παρατηρείται ανάπτυξη ζωνώδους δομής ελλειψοειδούς συμμετρίας (alternating bands).

Εντός της ζώνης ανάδευσης του σύνθετου προδρόμου δοκιμίου πραγματοποιήθηκε έλεγχος στοιχειακής κατανομής στο ανώτερο και στο κεντρικό τμήμα αυτής με στόχο τον προσδιορισμό των ανεπιθύμητων πεδίων συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και του βαθμού ετερογένειας της διασποράς του αφροποιητικού παράγοντα.

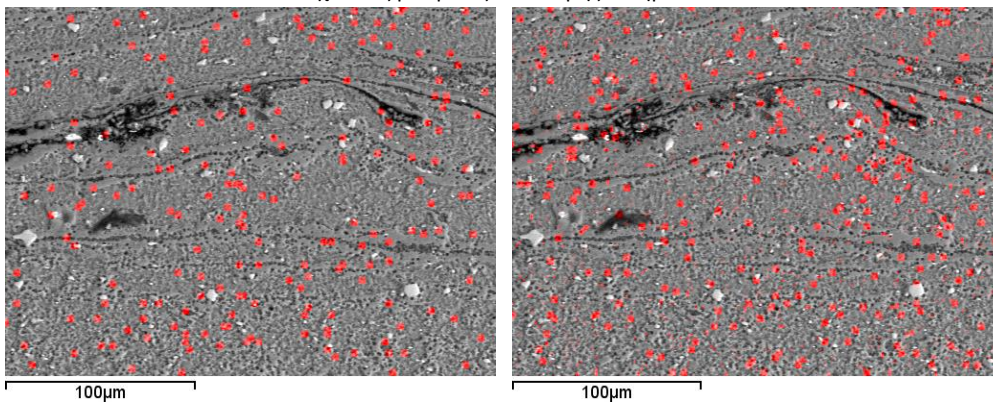




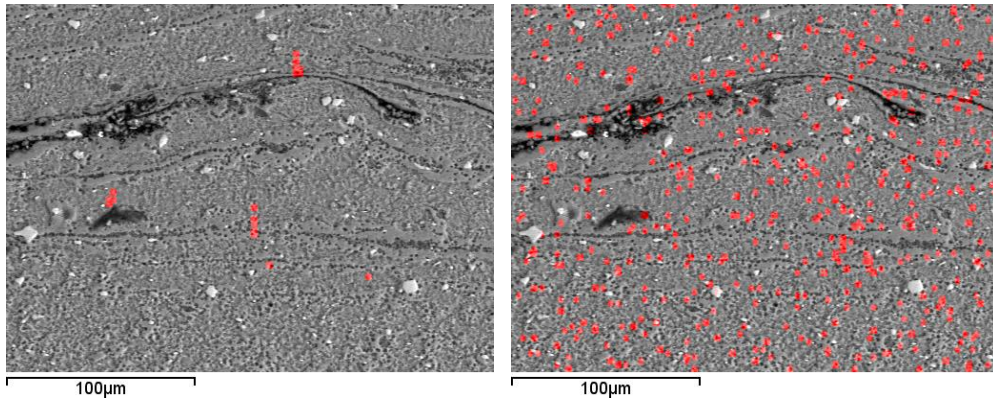
Εικ.10.50:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής μαγνησίου και μαγγανίου.



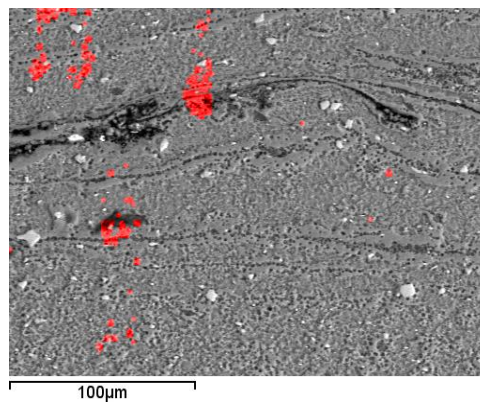
Εικ.10.51:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής σιδήρου και τιτανίου.



Εικ.10.52:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής ψευδαργύρου και χαλκού.

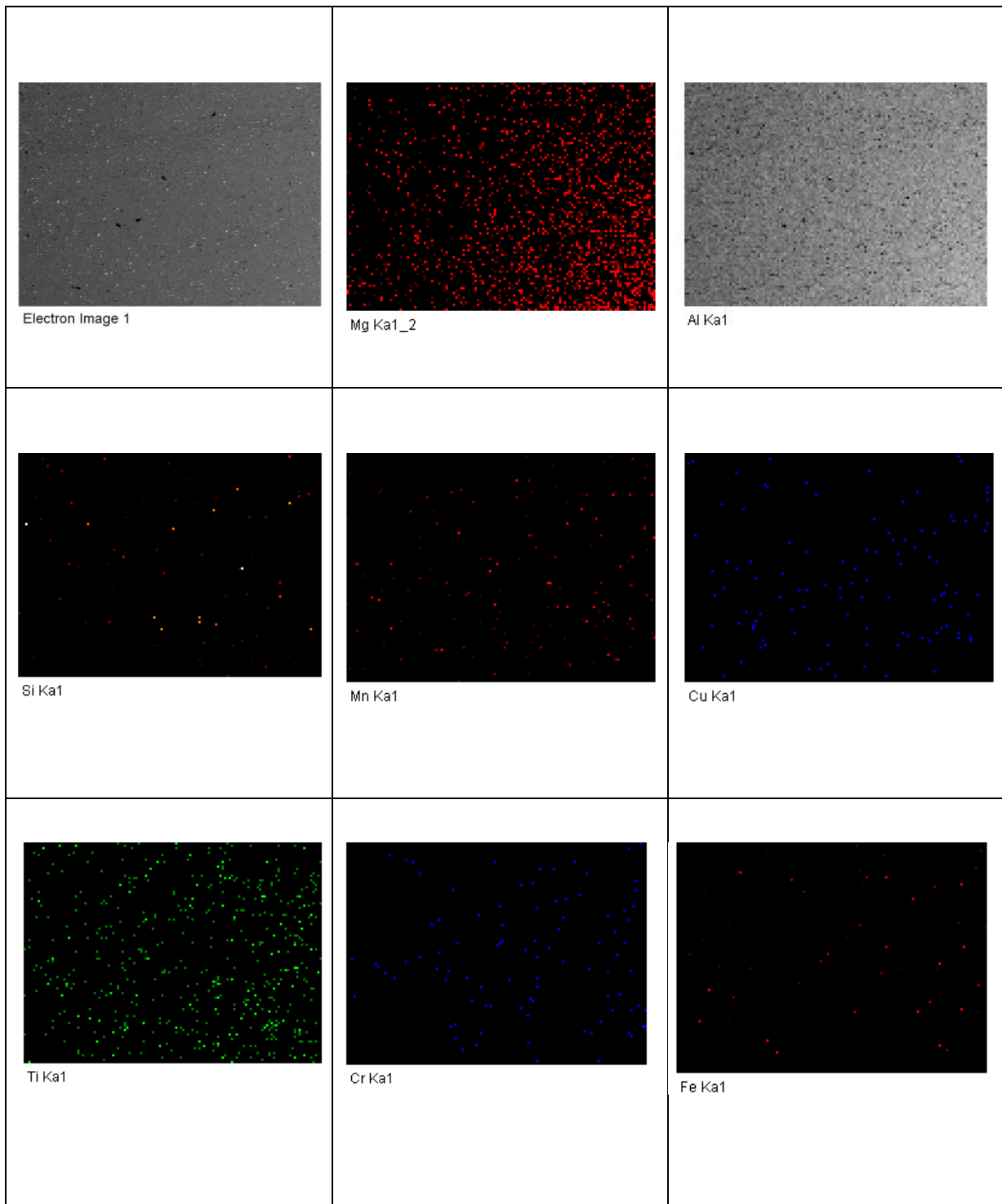


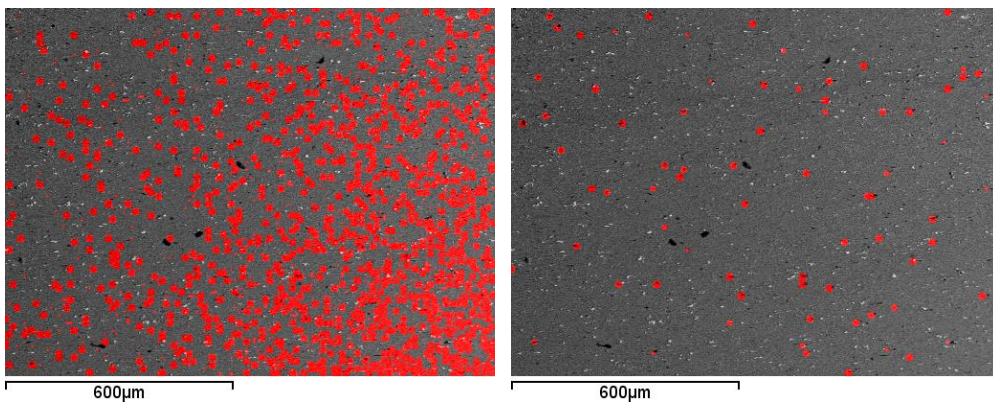
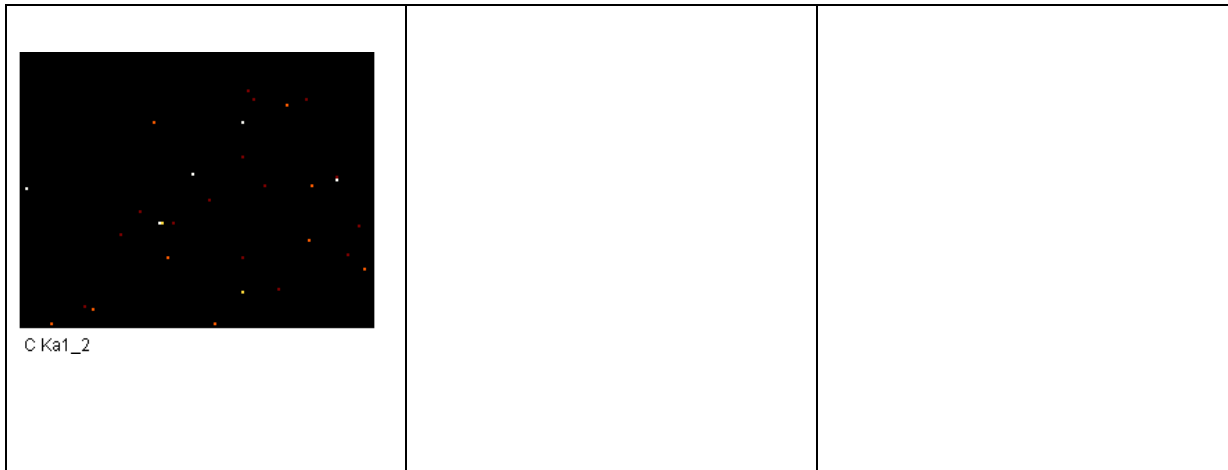
Εικ.10.53:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής πυριτίου και χρωμίου.



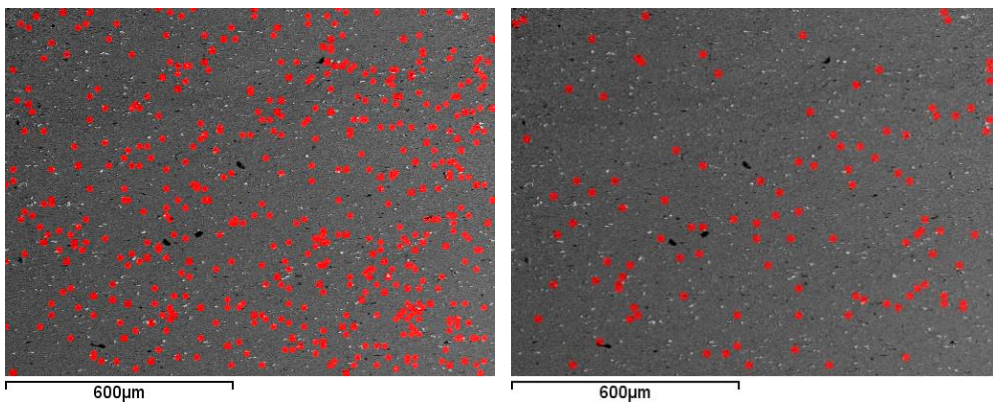
Εικ.10.54:Στοιχειακή βαθμίδα κατανομής νανοσωλήνων άνθρακα.

Χάρτες στοιχειακής κατανομής σε μητρική περιοχή εντός του κεντρικού τμήματος της ζώνης ανάδευσης.

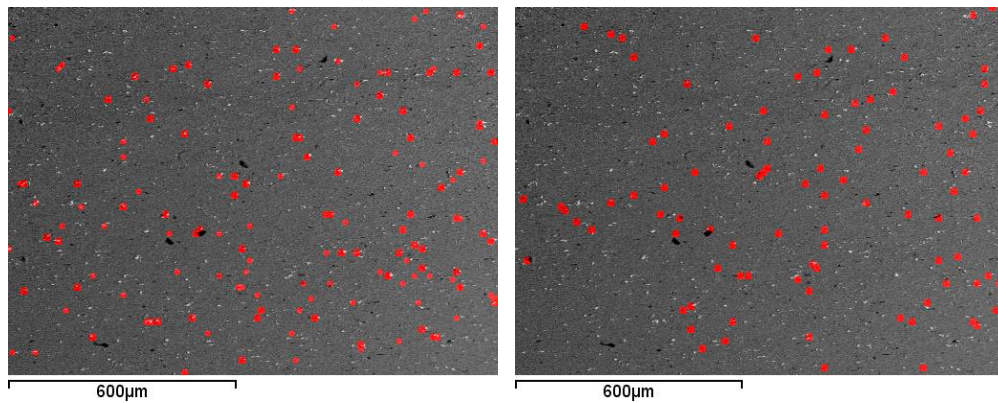




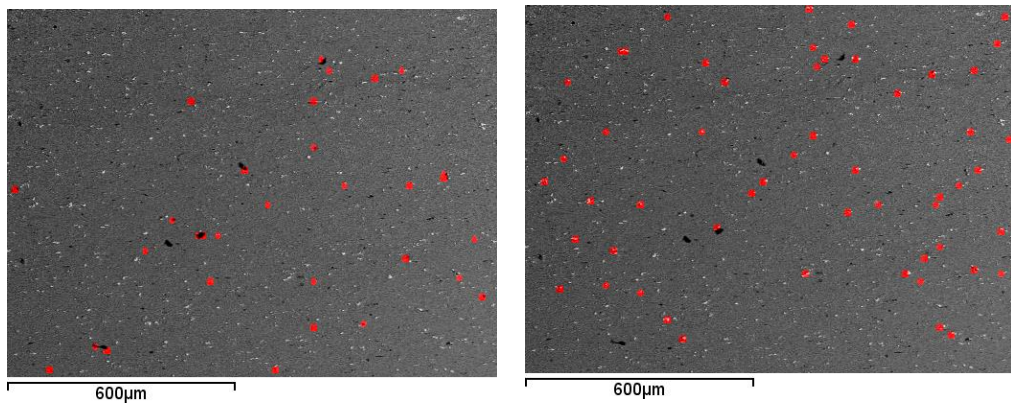
Εικ.10.55:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής μαγνησίου και πυριτίου.



Εικ.10.56:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής τιτανίου και χαλκού.



Εικ.10.57:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής μαγγανίου και χρωμίου .



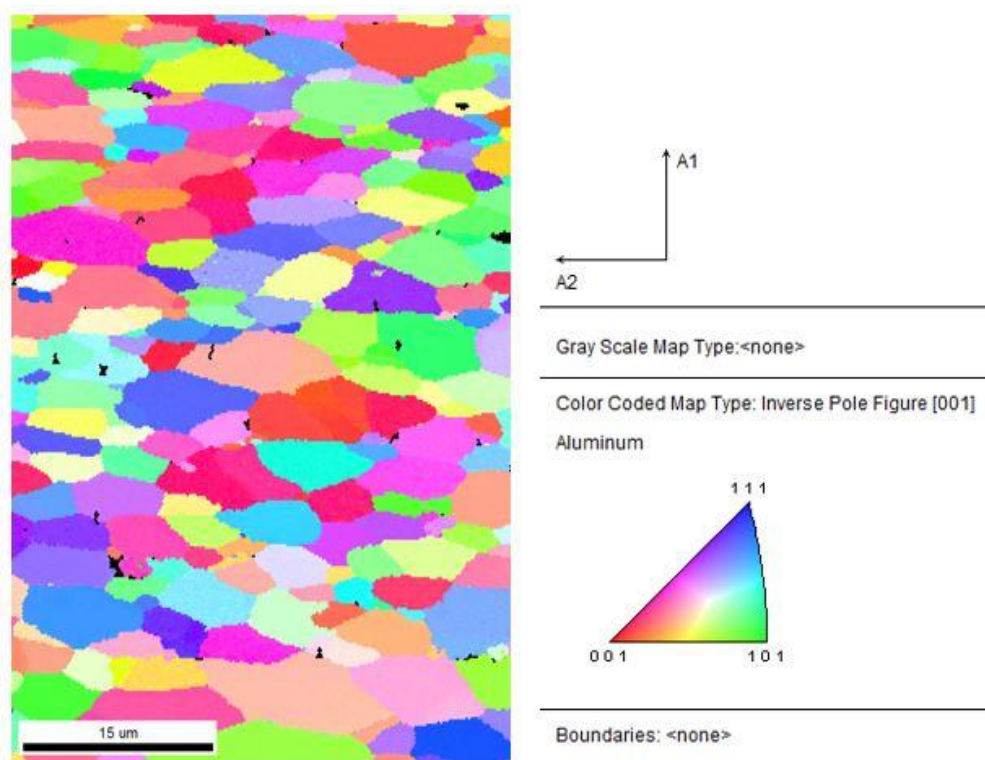
Εικ.10.58:Στοιχειακές βαθμίδες κατανομής σιδήρου και άνθρακα.

Μέσω των χαρτών στοιχειακής κατανομής στο ανώτερο τμήμα της ζώνης ανάδευσης, παρατηρείται ανομοιογενής διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα. Η παραπάνω παρατήρηση συσχετίζεται με την αναγκαιότητα ανάπτυξης μεγαλύτερου αριθμού περασμάτων για το δεδομένο φυσικοχημικό σύστημα. Επιπρόσθετα εντός των σχηματισμών ζωνώδους δομής ταυτοποιήθηκε ανάπτυξη πεδίων πολύ υψηλής συσσώρευσης σε άνθρακα. Περιμετρικά των περιοχών εμπλουτισμού σε άνθρακα παρατηρήθηκε ακόμη ανομοιογενής κατανομή του κυρίου κραματικού στοιχείου σκλήρωσης μαγνησίου. Τέλος ο σίδηρος, το πυρίτιο και το μαγγάνιο ετεροδιανέμονται και συμμετέχουν μονάχα εντός των περιοχών όπου παρατηρείται φύτρωση και ανάπτυξη ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομερία $Al(Fe,Mn,Si)$.

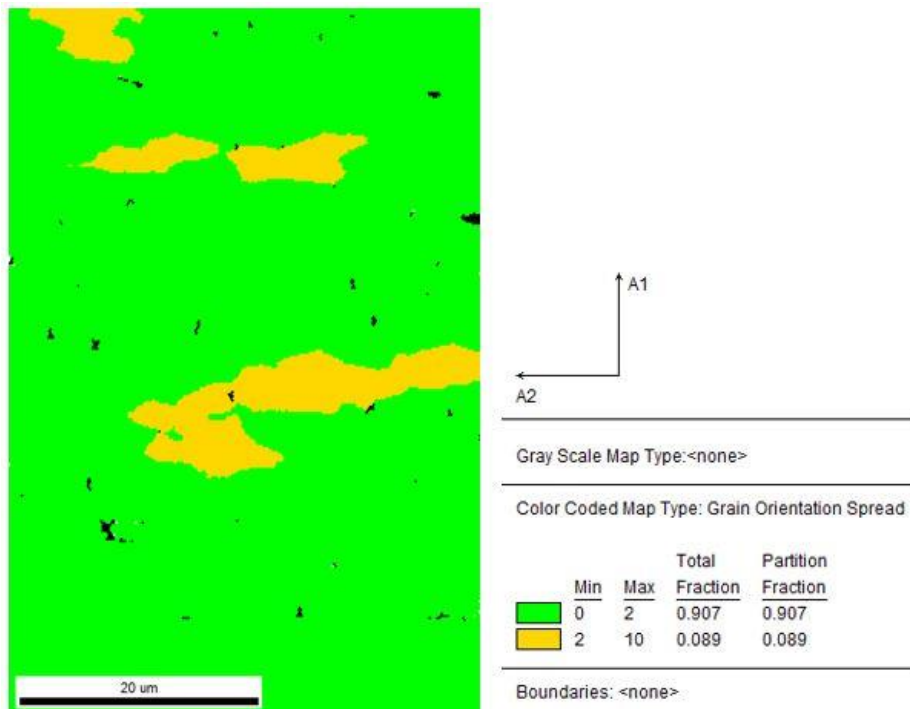
Σε ότι αφορά στα αποτελέσματα των χαρτών στοιχειακής κατανομής για το κέντρο της ζώνης ανάδευσης, αυτά αποδίδουν σχετικά ετερογενή διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα αλλά περισσότερο ομοιόμορφη κατανομή των νανοσωλήνων άνθρακα, χωρίς την ανάπτυξη παρατεταμένων πεδίων συσσωματώματος. Τέλος και σε αυτή τη περίπτωση τα κραματικά στοιχεία του σιδήρου, του μαγγανίου, του πυριτίου και του χρωμίου συσσωρεύονται εντός των πεδίων κατακρήμνισης ομάδων φάσεων στερεοποίησης τύπου $Al(Fe,Mn,Cr,Si)$.

10.3.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.

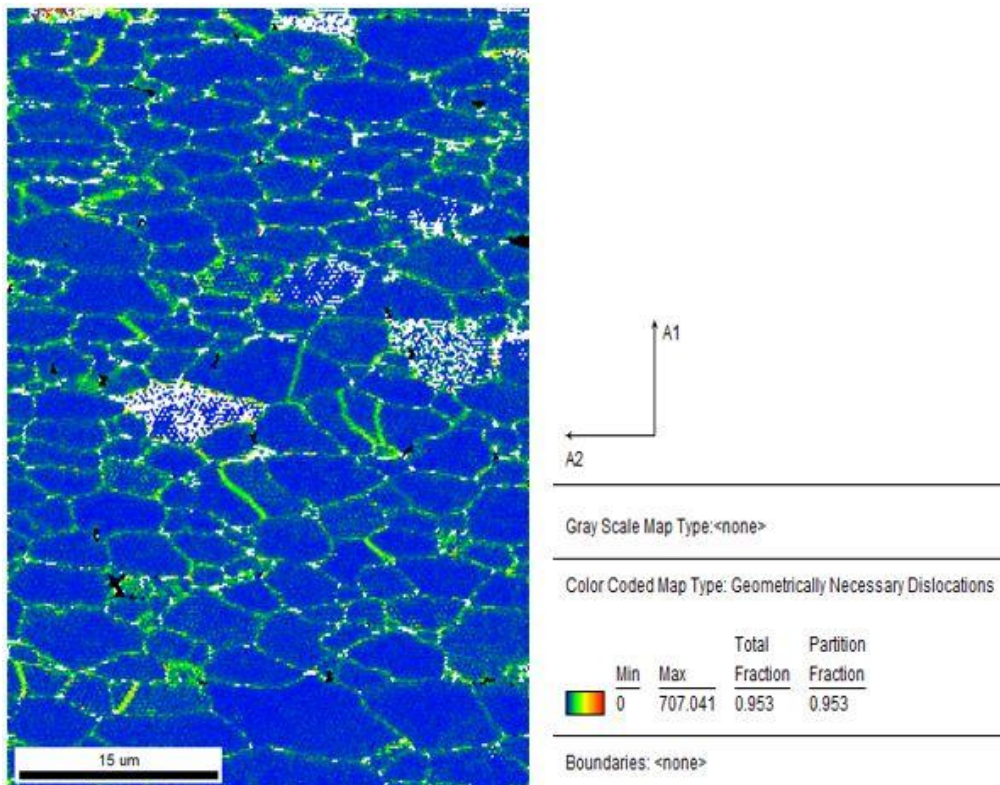
Για το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και παράγοντα αφροποίησης υδρίδιο του τιτανίου ταυτοποιήθηκε έπειτα από την επίδραση 3 περασμάτων FSP εντός της λεπτοκρυσταλλικής μήτρας διακύμανση του συντελεστή Schmid μεταξύ των τιμών 0.3 και 0.5. Επιπρόσθετα προσδιορίστηκε το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων στα 5.07 μm και ταυτόχρονα χαρτογραφήθηκε πολλαπλότητα προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων ανάπτυξης (001), (101) και (111) μεταξύ των κόκκων για σταθερή διεύθυνση ολίσθησης [001]. Τέλος προσδιορίστηκε περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής ολικώς ανακρυσταλλομένων περιοχών ($>5^\circ$) με ταυτόχρονα ετερογενή κατανομή αλληλεπιδρόντων δικτυωμάτων διαταραχών στα όρια των κόκκων.



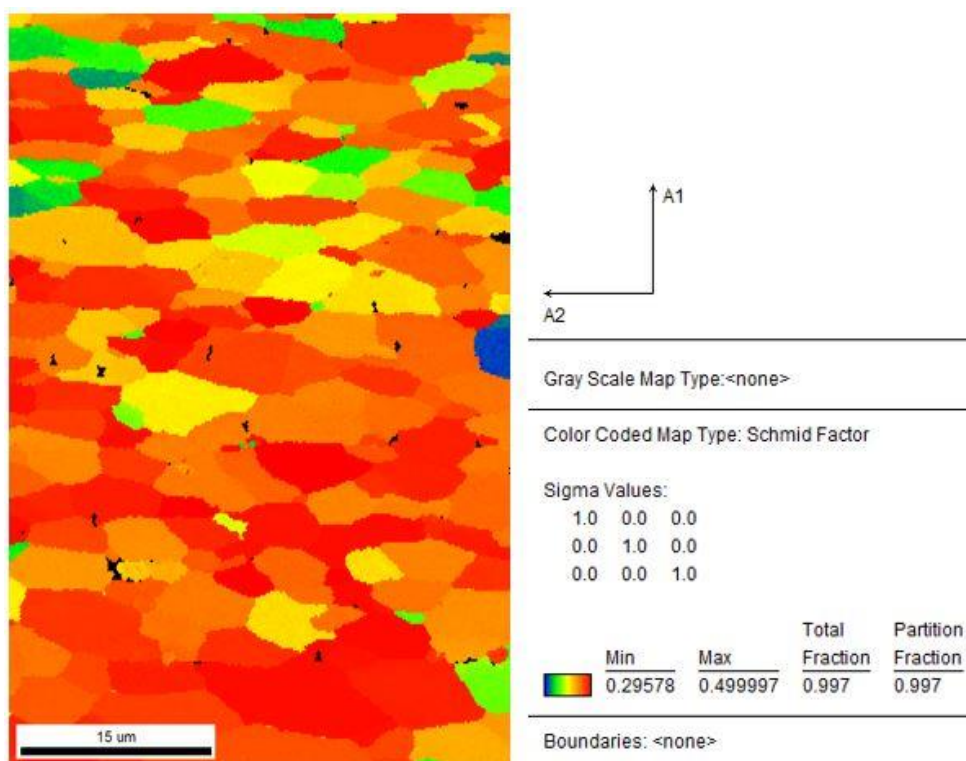
Χάρτης κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων (5.07 μm) και προσδιορισμός διακύμανσης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μεταξύ της μητρικής φάσης και των ομάδων φάσεων στερεοποίησης για πρόδρομο FSPed δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



Χαρτογράφηση στατιστικής κατανομής δυναμικά ανακρυσταλλωμένων κόκκων με γωνία αναντιστοιχίας του πλέγματος μεγαλύτερης ή ίσης των 2° .



Απεικόνιση της διευθέτησης και της ανακατανομής των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών, οι οποίες σχετίζονται με τη μεταβολή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης μεταξύ των κόκκων της εδροκεντρωμένης κυβικής μήτρας.

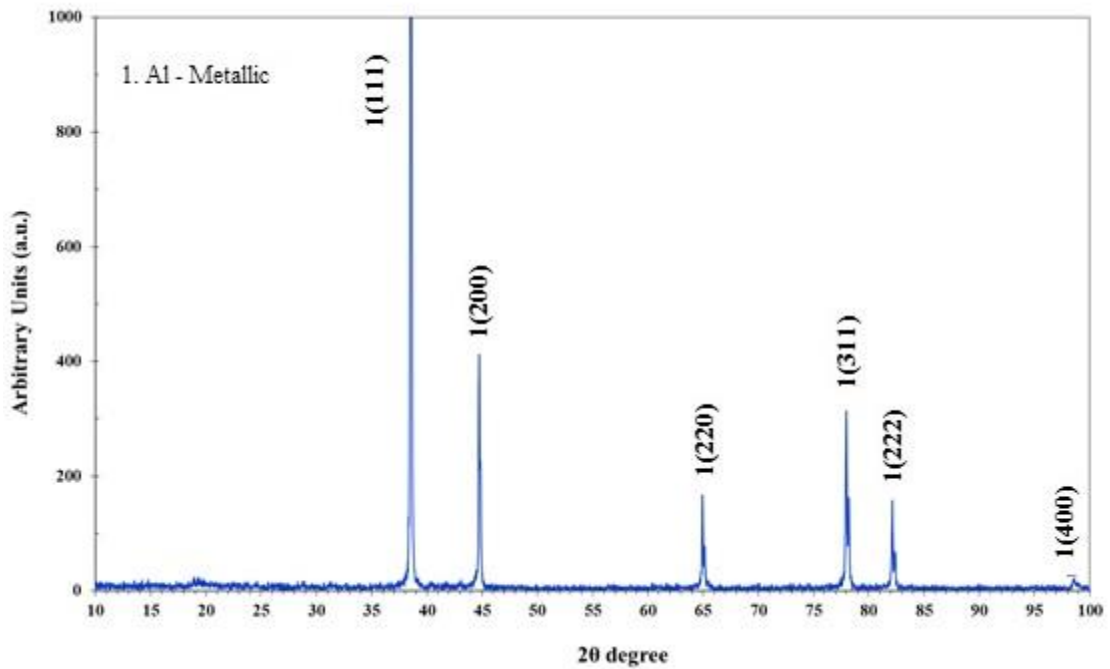
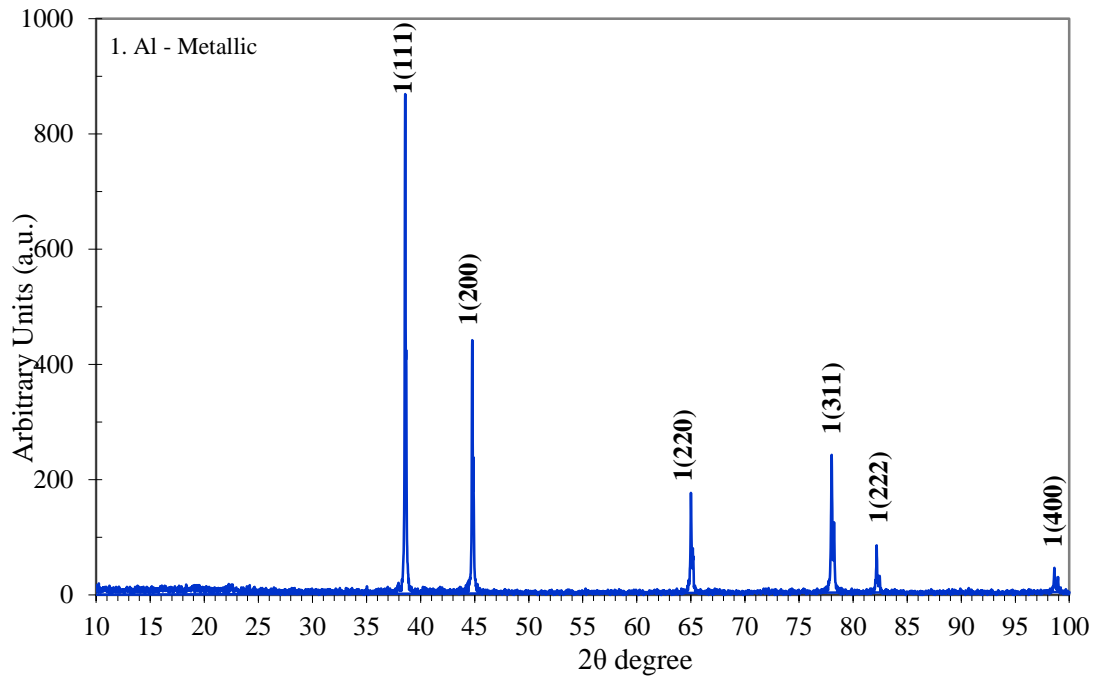


Χαρτογράφηση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid μεταξύ των κόκκων της πολυκρυσταλλικής μητρικής περιοχής στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου με ετερογενή διασπορά νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.

10.3.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ.

Η συμμετοχή του αφροποιητικού παράγοντα υδριδίου του τιτανίου και πάλι δεν κατέστη δυνατό να ταυτοποιηθεί, σε κανένα από τα δύο πρόδρομα FSPed δοκίμια, διότι το κλάσμα όγκου συμμετοχής του εντός της μητρικής φάσης στερεού δ/τος αντικατάστασης του αλουμινίου είναι μικρότερο του ορίου ανίχνευσης 2-3%. Επιπρόσθετα ούτε η ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων κατέστη δυνατόν να ταυτοποιηθεί, καθώς και αυτή χαρακτηρίζεται από περιορισμένο κλάσμα όγκου συμμετοχής εντός της ζώνης ανάδευσης καθώς και από ετερογενή διασπορά.

Το σημαντικότερο στοιχείο που διεξήχθη ως συμπέρασμα από τα ανωτέρω διαγράμματα είναι η πραγματοποίηση του μηχανισμού διαλυτοποίησης-επανακατακρήμνισης εντός της ζώνης ανάδευσης, όλων των παραχθέντων προϊόντων της ακολουθίας μετασχηματισμού των φάσεων. Δηλαδή ακόμη και με την επενέργεια 2 μόλις περασμάτων FSP, παρατηρήθηκε αδυναμία ταυτοποίησης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης $AlxMnyFez$ καθώς και των μεσομεταλλικών ενώσεων με τους ακόλουθους στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_3Mg_2 , Al_6Mn , οι οποίες έχουν επανακατακρημνισθεί έπειτα από τη διαλυτοποίησή τους σε πολύ λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη. Επίσης μεταξύ του αρχικού κράματος και των θερμομηχανικά κατεργασμένων δοκιμίων, προσδιορίστηκε συνεχής μεταβολή του σχετικού λόγου των υψών των κορυφών περίθλασης, γεγονός το οποίο υποδηλώνει τη μεταβολή του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης καθ' όλη τη διάρκεια του Friction Stir Process (severe plastic deformation).

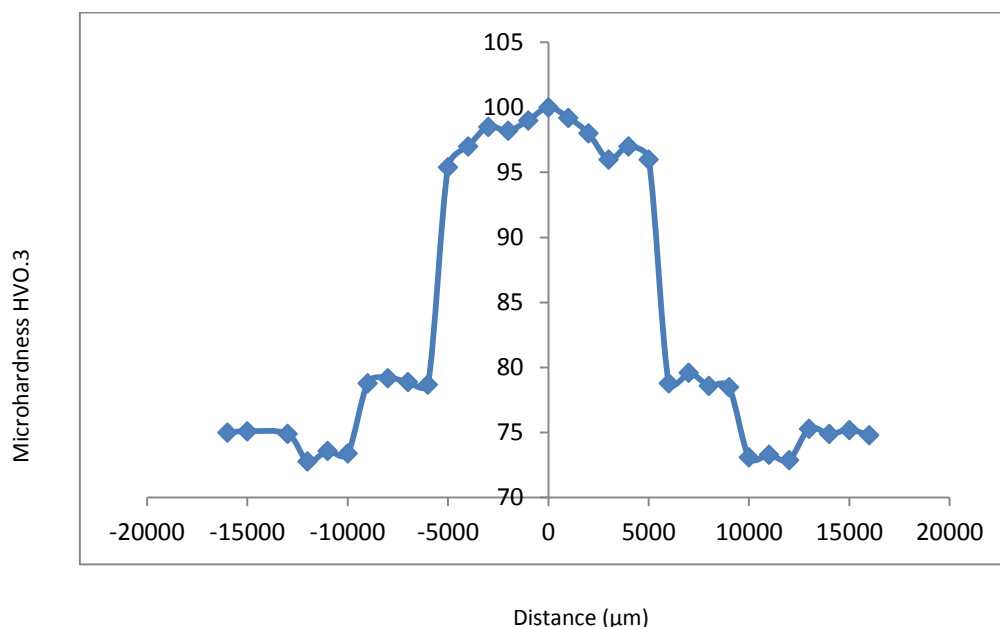


Εικ.10.59: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασίμετρίας προδρόμων FSPed δοκιμίων, κράματος AA5083 ενισχυμένου με 2% κ.β νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και ταυτόχρονη παρένθεση 0.4% κ.β αφροποιητικού παράγοντα, έπειτα από εφαρμογή 2 και 3 περασμάτων αντίστοιχα του συστήματος περιαυχενίου-πείρου.

10.3.6 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων εγκάρσια στη διεύθυνση εφαρμογής FSP.

Το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης MWCNTs που είχε δεχθεί την επίδραση των 3 περασμάτων FSP παρουσίασε σημαντική αύξηση της σκληρότητας, η οποία έλαβε τιμές της τάξης των 98 HV εν συγκρίσει με το πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 χωρίς τη προσθήκη ενισχυτικής φάσης, το οποίο και επέδειξε μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 80 HV. Το γεγονός αυτό αποδίδεται τόσο στους μηχανισμούς παρεμπόδισης της μετακίνησης και του πολλαπλασιασμού των διαταραχών από τα διεπιφανειακά τοιχώματα της φάσης ενίσχυσης (immobilization of dislocation networks and annihilation of multiplication effect) [37], όσο και στην ενδογενή ιδιαίτερα προσαυξημένη σκληρότητα των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, η οποία και επιδρά στο σύστημα μέσω του κανόνα των μιγμάτων [38]. Αναφορικά με τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη, αυτή χαρακτηρίστηκε από μία μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 83 HV. Η τιμή αυτή είναι μεγαλύτερη από τη σκληρότητα του αρχικού κράματος AA5083-H111 και το γεγονός αυτό αποδίδεται στο φαινόμενο της ενδοτράχυνσης και τα επαυξημένα πεδία παραμόρφωσης τα οποία έχουν επενεργήσει εντός της περιοχής αυτής. Τέλος η θερμικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει παρεμφερείς τιμές σκληρότητας με το μέταλλο βάσης (μέση τιμή 73HV), γεγονός το οποίο υποδηλοί την περιορισμένη ανάπτυξη των μηχανισμών της μεγέθυνσης των κόκκων και της πάχυνσης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης.

Οι μεγαλύτερες τιμές σκληρότητας που λαμβάνει τόσο η ζώνη ανάδευσης όσο και η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη για τη περίπτωση της ενίσχυσης με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων έναντι της νανοκρυσταλλικής γ -Al₂O₃ μπορούν να αποδοθούν στην ικανότητα ανάπτυξης πολυπληθέστερων θέσεων αγκύρωσης και πυκνότερων πεδίων παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών στο μεταλλουργικό αυτό σύστημα.



Προφίλομετρία μικροσκληρομετρήσεων κάθετα ως προς τη διεύθυνση διεξαγωγής της FSP.

Πίνακας μικροσκληρομετρήσεων για την εκάστοτε ζώνη προδρόμου δοκιμίου κατεργασμένου με 3 περάσματα FSP.

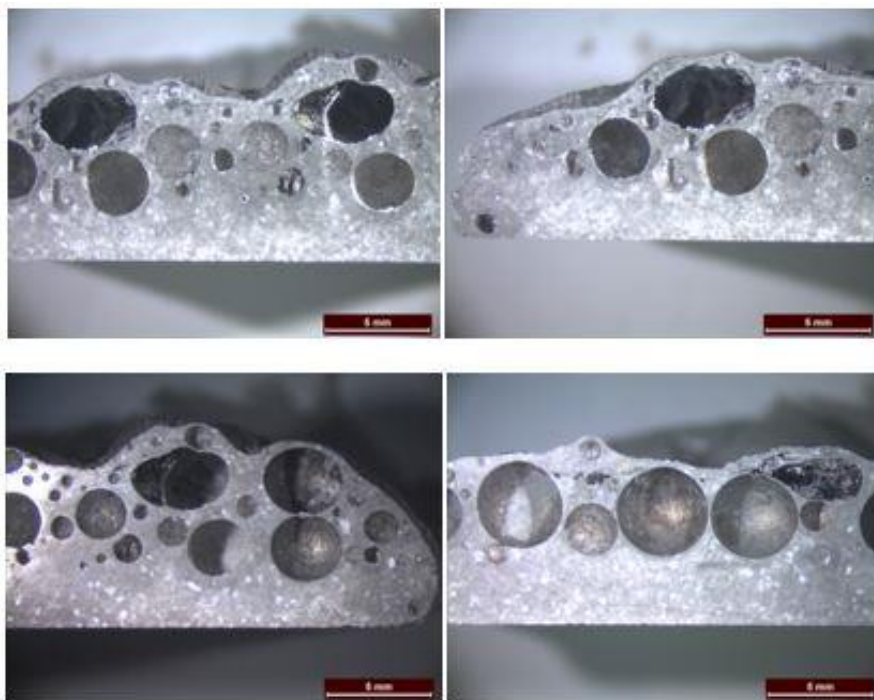
Υλικό	Μικροσκληρότητα
Αρχικό Υλικό (AA5083-H111)	75 HV
Ζώνη ανάδευσης χωρίς παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων	80 HV
Ζώνη ανάδευσης με παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων	98 HV
Θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη	83 HV
Θερμικά επηρεασμένη ζώνη	73 HV

10.4 Ανάλυση αποτελεσμάτων σύνθετου αφρού μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs).

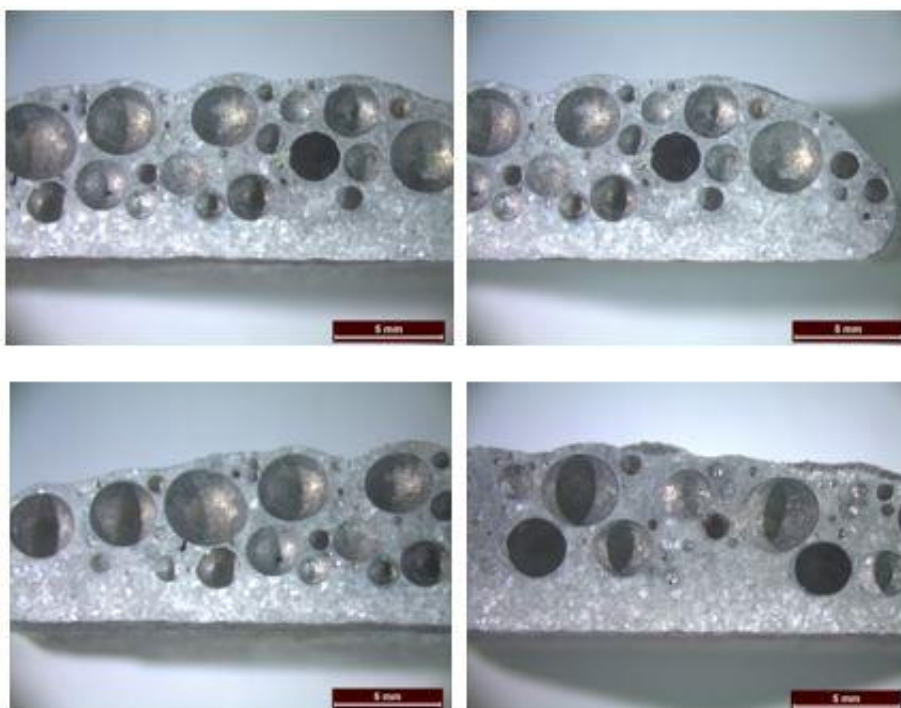
10.4.1 Μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης.

Η μελέτη μέσω στερεοσκοπικής ανάλυσης χρησιμοποιείται για τις πορώδεις δομές, με κύριο στόχο το προσδιορισμό του τύπου ανάπτυξης της πορώδους δομής, το χαρακτηρισμό της ετερογένειας της κατανομής και του κλάσματος όγκου συμμετοχής των πόρων. Επιπρόσθετα πολύ σημαντικό στοιχείο αποτελεί ο προσδιορισμός της διακύμανσης της μορφολογικής ισοτροπίας των πόρων και ο καθορισμός του μέσου μεγέθους ανάπτυξης αυτών. Στο στάδιο αυτό επιθυμείται ακόμη η συγκριτική περιγραφική μελέτη των σύνθετων μεταλλικών αφρών οι οποίοι προέκυψαν έπειτα από την επένεργεια διαφορετικού αριθμού περασμάτων FSP και η διασαφήνιση του τρόπου επιρροής της παραμέτρου αυτής στην ανάπτυξη της τελικής πορώδους δομής.

Όπως προκύπτει από την εικόνα 10.60 οι σύνθετοι μεταλλικοί αφροί με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, οι οποίοι έχουν προκύψει έπειτα από την εφαρμογή 2 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου, χαρακτηρίζονται από περιορισμένη ανάπτυξη πορώδους της τάξης του 48%. Εν συνεχεία με την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου (Εικόνα 10.61) αναπτύχθηκαν σύνθετοι μεταλλικοί αφροί οι οποίοι έφεραν προσαυξημένο πορώδες της τάξης του 54%. Όπως ήταν αναμενόμενο με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP παρατηρήθηκε σημαντική αύξηση του πορώδους, η οποία σχετίζεται με την ομοιογενέστερη κατανομή του αφροποιητικού παράγοντα και την περισσότερο ομοιόμορφη διασπορά της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Σε κάθε περίπτωση όμως η ανάπτυξη της πορώδους δομής καθίσταται σημαντικά χαμηλότερη από την ομάδα πειραμάτων με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ -Al₂O₃, γεγονός το οποίο υποδηλοί την αναγκαιότητα εφαρμογής περισσότερων περασμάτων FSP για το θερμοδυναμικό σύστημα του προδρόμου δοκιμίου AA5083 - TiH₂ - MWCNTs. Επιπρόσθετα με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP παρατηρήθηκε ομοιόμορφη διασπορά των πόρων με μικρότερη διακύμανση στο μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών και περισσότερο σφαιροειδή μορφολογία. Περιορίσθηκαν επιπρόσθετα και οι ατέλειες δομής, οι οποίες χαρακτηρίζονται ως ιδιαίτερα κρίσιμες καθώς παρουσιάζουν μορφολογία τύπου εγκοπής. Παρόλ' αυτά δεν παρατηρήθηκε μείωση στο εσωτερικό επιφανειακού τοπογραφικού αναγλύφου των πόρων οι οποίοι φάνηκαν να χαρακτηρίζονται από τη συμμετοχή πολλαπλών πτυχώσεων.



Εικ.10.60: Σύνθετος μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και εφαρμογή 2 περασμάτων FSP. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 4 min,σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης εντός φούρνου στους 750°C. Μελέτη παραλληλισμένη ως προς τον διαμήκη άξονα εφαρμογής του Friction Stir Process.



Εικ.10.61: Σύνθετος μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και ανάπτυξη 3 περασμάτων FSP. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 4 min,σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης εντός φούρνου στους 750°C. Μελέτη παραλληλισμένη ως προς τον διαμήκη άξονα εφαρμογής του Friction Stir Process.

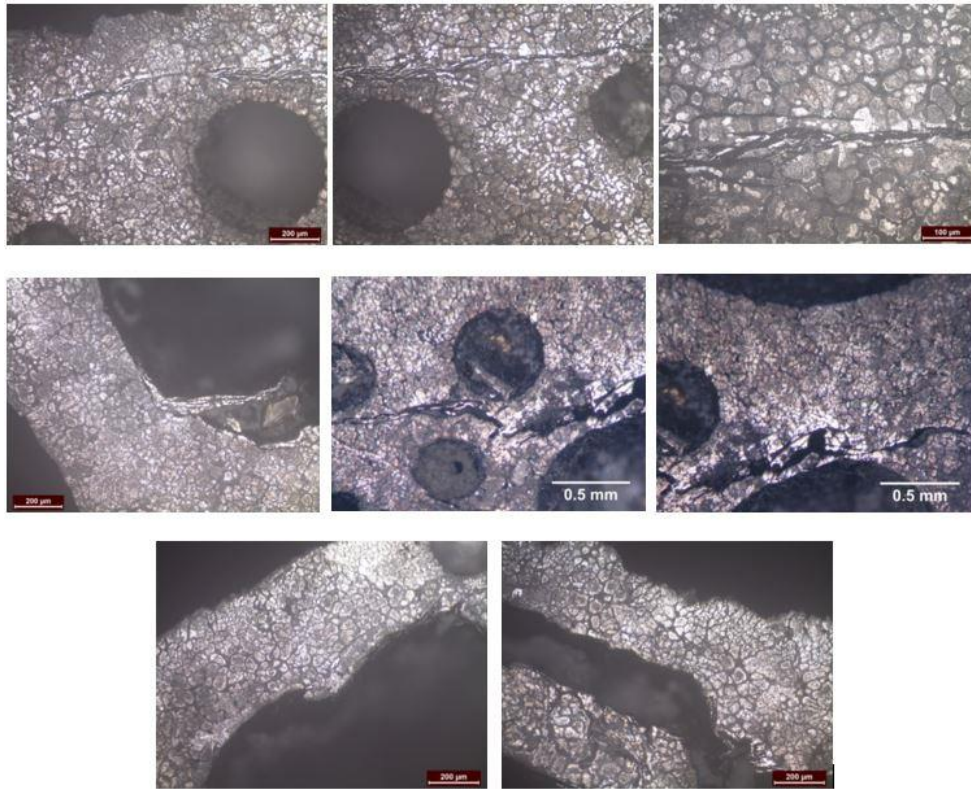
Ακόμη ευδιάκριτη καθίσταται η σημαντική ανομοιογένεια κατανομής ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων ακόμα και για την ομάδα σύνθετων μεταλλικών αφρών που προέκυψε έπειτα από αφροποίηση προδρόμων δοκιμίων, τα οποία είχαν υποστεί την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP. Παρόλο που η κατανομή της διασποράς του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων δεν κρίθηκε ως “μονότροπη” αλλά ως “πολύτροπη” (multimodal distribution of average pore size), μία μέση τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων αποδόθηκε περίπου στα 1.6 mm (σημαντικά μικρότερη από την αντίστοιχη τιμή που αφορά στους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης τη νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3). Παρατηρήθηκε επίσης ευρύτερη διασπορά κατανομής του μεγέθους των πόρων (από 0.2 ως 4mm) έναντι αυτής (0.2 -3.2 mm) για την περίπτωση της γ - Al_2O_3 . Επιπρόσθετα οι διασυνδεδεμένες συναρμογές – γεφυρώσεις (struts-ligaments) μεταξύ των πόρων φάνηκαν να χαρακτηρίζονται από σημαντικά μεγαλύτερα πλάτη εν συγκρίσει με αυτά των σύνθετων μεταλλικών αφρών με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ - Al_2O_3 λαμβάνοντας τιμές μεταξύ 275 μm - 1.03 mm. Σημαντικό σημείο αποτελεί ακόμη το γεγονός ότι με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP από τα 2 στα 3, η μορφολογικά ανισοτροπία μεταξύ των πόρων στις αντίστοιχες πορώδεις δομές φάνηκε να περιορίζεται σημαντικά. Παρόλα αυτά η πορώδης δομή για τη συγκεκριμένη ομάδα σύνθετων μεταλλικών αφρών χαρακτηρίζεται από υψηλότερη μορφολογική ανισοτροπία συγκριτικά με τους σύνθετους αφρούς μεταλλικής μήτρας που έφεραν ως ενισχυτική φάση παρένθεσης γ - Al_2O_3 (Εικόνες 10.60-10.61).

Μορφολογικά το εσωτερικό τοπογραφικό ανάγλυφο των πόρων χαρακτηρίζεται από παρατεταμένες ασυνέχειες και γωνιώδεις απολήξεις, οι οποίες λειτουργούν ως πεδία συγκερασμού των τάσεων και ως πηγές έναρξης ρωγματώσεων (crack path trajectory initiation sites). Οι ασυνέχειες αυτές οφείλονται σε ετεροκατανομές συσσωματωμάτων νανοσωλήνων άνθρακα καθώς επίσης και στην αδυναμία επίτευξης ομοιόμορφης διασποράς του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 εντός της ζώνης ανάδευσης των προδρόμων δοκιμίων (ακόμη και έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP). Συμμετοχή ακόμη στο φαινόμενο φέρει και η ανάπτυξη του μηχανισμού μηχανικής εξώθησης των νανοσωλήνων άνθρακα (protude) που παρατηρείται σε συστήματα μητρικής φάσης αλουμινίου και ενισχυτικής παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα υπό την επίδραση υπολειπόμενων μηχανικών τάσεων [73]. Επίσης σημαντική παράμετρο ενδεχομένως να αποτελεί και η μη ικανοποιητική ανάπτυξη γωνίας διαβροχής μεταξύ των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και της μητρικής φάσης αλουμινίου, εν αντιθέσει με τη περίπτωση της νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης της γ - Al_2O_3 [94].

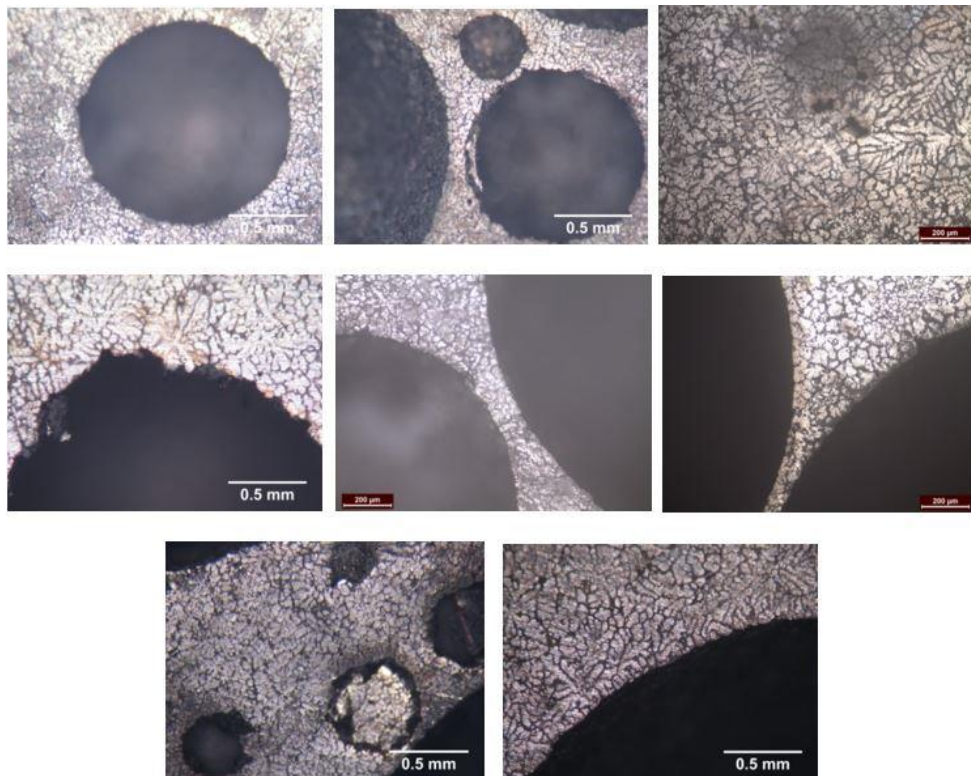
10.4.2 Μελέτη μέσω οπτικής μικροσκοπίας.

Η τεχνική της οπτικής μικροσκοπίας χρησιμοποιήθηκε και σε αυτή την ομάδα δοκιμίων για την απόδοση του μικροδομικού ιστού ανάπτυξης, των προϊόντων του ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων και των μικρογραφικών συστατικών. Συνδυάζομενη με τη χρήση της στερεοσκοπικής ανάλυσης μπορεί να καταστεί επίσης χρήσιμη στο να προκύψουν συμπεράσματα ως προς την ομοιογένεια της διασποράς των πόρων, τη διατήρηση της μορφολογικής τους ισοτροπίας καθώς και το καθορισμό της μέσης διαμέτρου αυτών σε άμεση συσχέτιση με το μέσο πλάτος ανάπτυξης των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ αυτών.

Όπως παρατηρείται στις ακόλουθες μικρογραφικές δομές (Εικόνες 10.62-10.63) οι σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, χαρακτηρίζονται μικροδομικά από χονδροκρυσταλλικότερα προϊόντα ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων σύμφωνα με την ευτηκτική αντίδραση $L \rightarrow \text{Al} + \text{Al}_3\text{Mg}_2 + \text{Al}_{10}(\text{Mg}, \text{Mn})_3$, συγκριτικά με τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς που φέρουν ως ενισχυτική φάση παρένθεσης γ - Al_2O_3 . (Η ακολουθία των ευτηκτικών αντιδράσεων (sequence of eutectic phase transformations) προκύπτει από ισοθερμοκρασιακή τομή στο τετραμερές διάγραμμα ισορροπίας Al-Mg-Si-Mn).



Εικ.10.62: Μεταλλικός αφρός από πρόδρομο FSPed δοκίμιο με 2 περάσματα, θερμοκρασία αφροποίησης 750°C και χρονική διάρκεια παραμονής 4 min, σε πλάκα έδρασης προθερμασμένη εντός φούρνου στους 750°C. Μελέτη παραλληλισμένη ως προς τον διαμήκη άξονα εφαρμογής του Friction Stir Process.



Εικ.10.63: Μεταλλικός αφρός από πρόδρομο FSPed δοκίμιο με 3 περάσματα, θερμοκρασία αφροποίησης 750°C και χρονική διάρκεια παραμονής 4 min, σε πλάκα έδρασης προθερμασμένη εντός φούρνου στους 750°C. Παραλληλισμένη μελέτη ως προς τον διαμήκη άξονα εφαρμογής του Friction Stir Process.

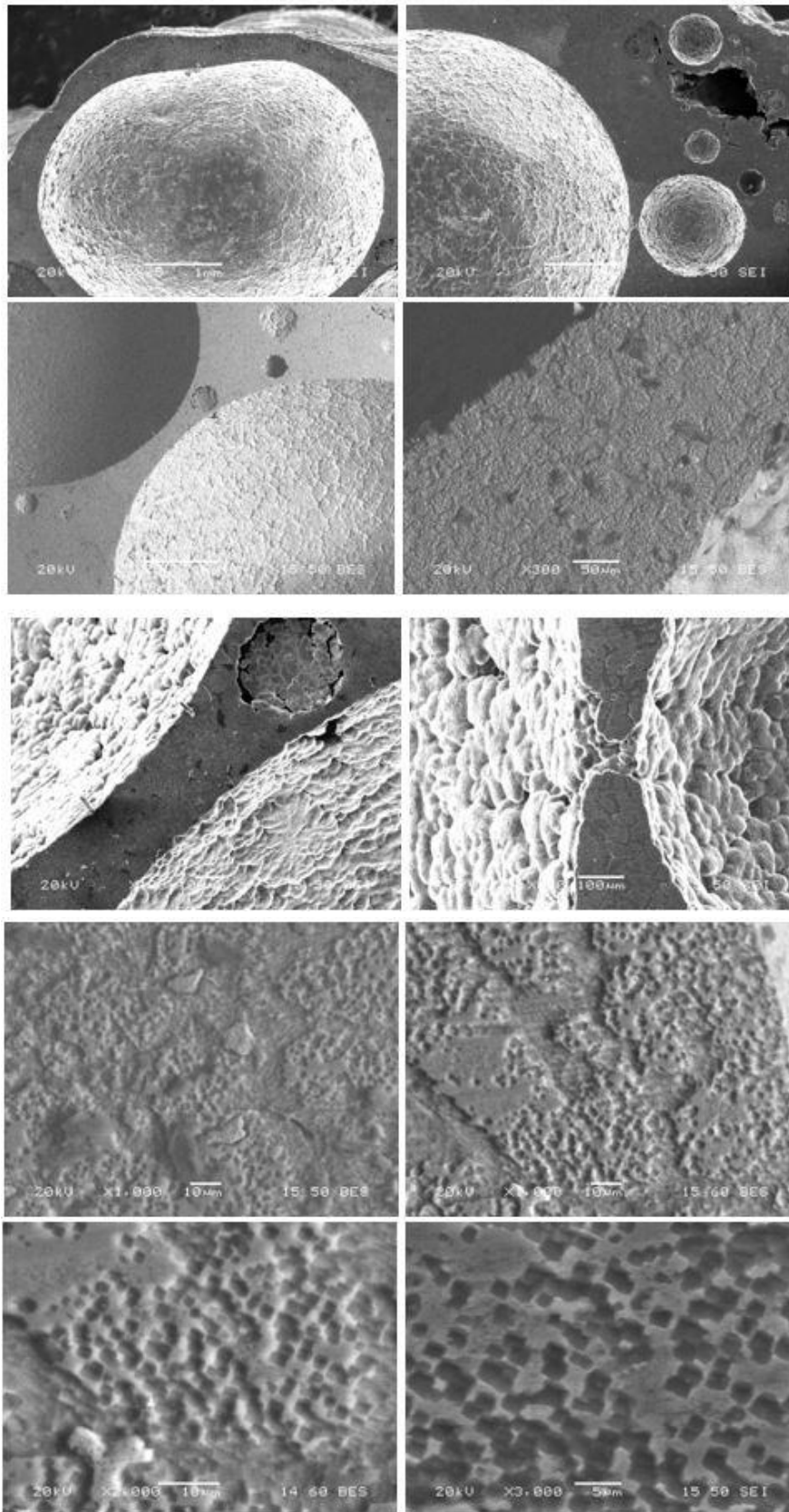
Μέσω οπτικής μικροσκοπίας παρατηρήθηκε επιπρόσθετα ότι με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP (από 2 σε 3) προκύπτει σημαντική αύξηση της ομοιογένειας διασποράς μεταξύ των πόρων, διατήρηση της μορφολογικής τους ισοτροπίας και περιορισμός της χονδροκρυσταλλικής ανάπτυξης των ευτηκτικών δομών. Η λεπτοκρυσταλλικότερη ανάπτυξη της δομής με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων αποδίδεται στην επίδραση ενός πιο ισχυρού και ισότροπου πεδίου δυναμικής ανακρυστάλλωσης καθώς και στην περισσότερο ομοιόμορφη κατανομή της κεραμικής φάσης παρένθεσης εντός της ζώνης ανάδευσης του προδρόμου δοκιμίου (Zener pinning effect). Εμφανής καθίσταται ακόμα η ελάττωση των ατελειών δομής (διακενώσεις, διάδοση ρωγματώσεων) καθώς και ο περιορισμός της συσσώρευσης νανοσωλήνων άνθρακα εντός της μητρικής φάσης για τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς που έχουν προκύψει από διεργασία FSP με 3 περάσματα. Το γεγονός αυτό συνδυάζεται ταυτόχρονα και με μείωση του μέσου πλάτους ανάπτυξης των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων έπειτα από την επιβολή της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης.

Σε μία συγκριτική ανασκόπηση μεταξύ των μεταλλικών αφρών που φέρουν ως φάση ενίσχυσης τη ναοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και αυτών στους οποίους έχει επέλθει σταθεροποίηση με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs) προκύπτει το συμπέρασμα ότι οι σύνθετοι μεταλλικοί αφροί με παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων χαρακτηρίζονται από ευμεγέθεις δενδριτικές δομές με πολλαπλότητα προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών και επαυξημένο μικροπορώδες εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων. Τέλος πολύ σημαντική παρατήρηση αποτελεί το γεγονός ότι η βελτίωση στην ισοτροπία της μορφολογίας μεταξύ των πόρων σε ότι αφορά στη μετάβαση από τα 2 στα 3 περάσματα κατά την διάρκεια της FSP κατεργασίας είναι πολύ ισχυρότερη στους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, εν συγκρίσει με την περίπτωση ενίσχυσης μέσω ναοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$.

10.4.3 Μελέτη μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης.

Σύνθετοι μεταλλικοί αφροί παρασκευασμένοι από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs) και ανάπτυξη 2 περασμάτων.

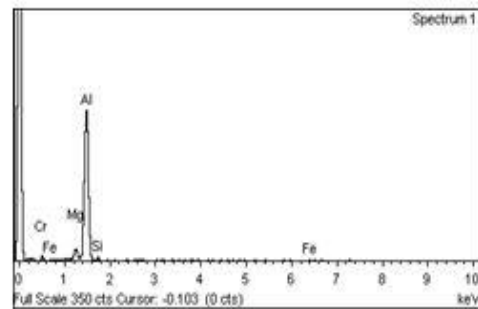
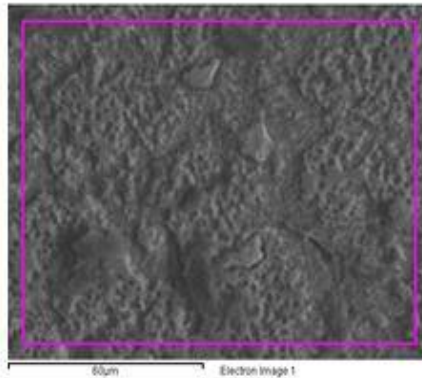
Για την ομάδα αυτή σύνθετων μεταλλικών αφρών παρατηρήθηκε μέσω ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων, ο μη αμελητέος αριθμός διακενώσεων, η μορφολογική ανισοτροπία μεταξύ των πόρων καθώς και το επαυξημένο μικροπορώδες εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων. Επιπρόσθετα τα εσωτερικά τοιχώματα των πόρων παρουσίασαν έντονο επιφανειακό τοπογραφικό ανάγλυφο ενώ τα πλάτη των περιοχών διασύνδεσης μεταξύ των πόρων χαρακτηρίστηκαν από ιδιαίτερα μεγάλες τιμές (480 nm - 2 μm). Σε ότι αφορά στην ανάλυση μέσω οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων και την εκμετάλλευση της σχετικής αντίθεσης πεδίου αποδόθηκε μία πρώτη εικόνα για την ανάπτυξη ευμεγεθών κυτταροειδών σχηματισμών έπειτα από την ολοκλήρωση του ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων. Παρατηρήθηκε τέλος ανομοιογενής διασπορά, υψηλού κλάσματος όγκου συμμετοχής της ενδομεταλλικής φάσης Al_3Mg_2 , η οποία χαρακτηριζόταν από κυβοειδή μορφολογία. Αντίστοιχα ετερογενή κατανομή παρουσίασαν οι ομάδες φάσεων στερεοποίησης οι οποίες χαρακτηριζόντουσαν από πολλαπλότητα μορφολογιών.



Εικ.10.64: Σύνθετος μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και εφαρμογή 2 περασμάτων. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 4 min,σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης εντός φούρνου στους 750°C.

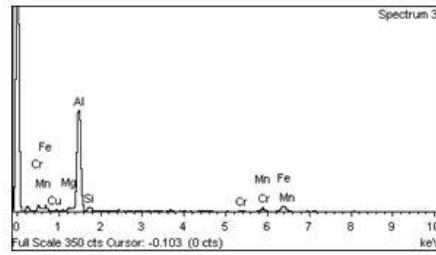
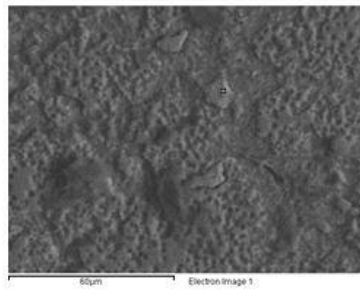
Εν συνεχεία παρατίθενται γενικευμένες και σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις, σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές της μητρικής φάσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου. Αντίστοιχα σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις αποδίδονται τόσο για περιοχές φύτρωσης και ανάπτυξης ομάδων φάσεων στερεοποίησης όσο και για περιοχές κατακρήμνισης μεσομεταλλικών ενώσεων με στοιχειομετρική χημική αναλογία Al_3Mg_2 .

Γενικευμένη στοιχειομετρική χημική ανάλυση εντός μητρικής περιοχής σε γεφύρωση διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.

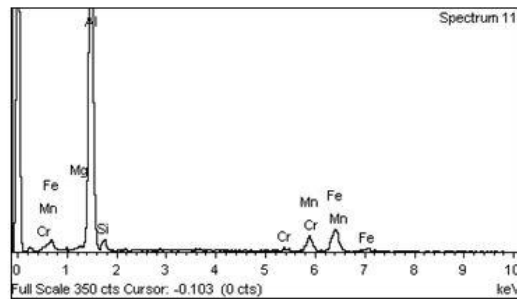
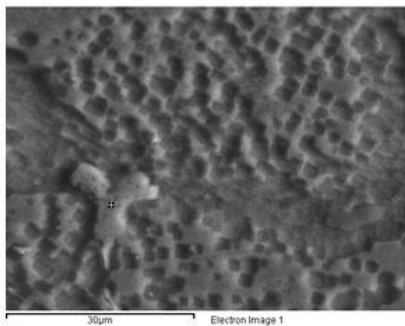


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	6.02	6.70
Al K	90.25	90.53
Si K	1.94	1.87
Cr K	0.78	0.41
Fe K	1.01	0.49
Totals	100.00	

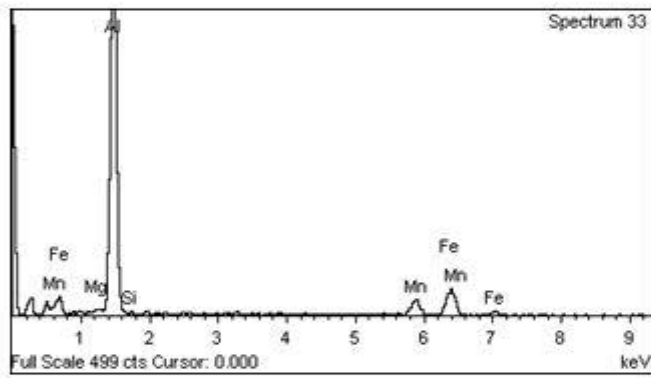
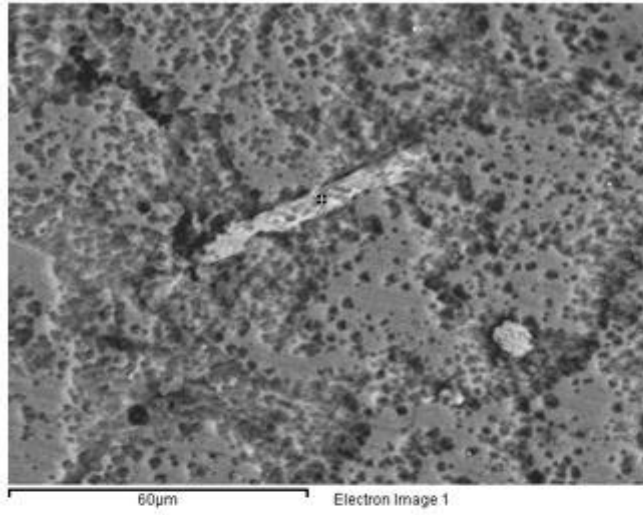
Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ομάδες φάσεων στερεοποίησης τύπου Al(Fe,Mn, Si).



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	1.47	1.86
Al K	69.53	79.34
Si K	5.11	5.61
Cr K	0.95	0.56
Mn K	7.48	4.19
Fe K	14.23	7.84
Cu K	1.22	0.59
Totals	100.00	

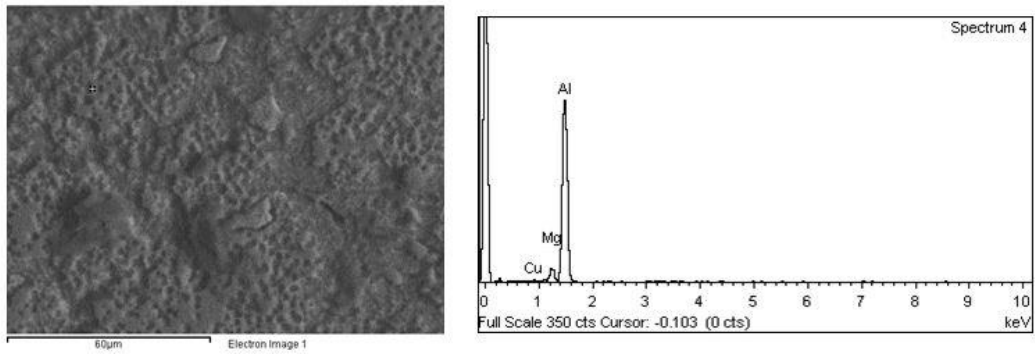


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.51	0.67
Al K	66.52	78.31
Si K	3.78	4.28
Cr K	1.08	0.66
Mn K	10.14	5.86
Fe K	17.96	10.21
Totals	100.00	

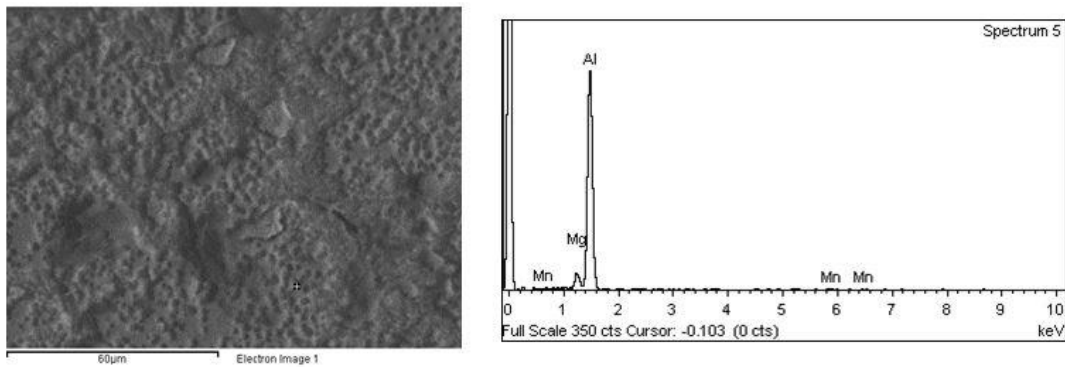


Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.42	0.55
Al K	69.03	81.68
Si K	0.36	0.41
Mn K	10.31	5.99
Fe K	19.88	11.37
Totals	100.00	

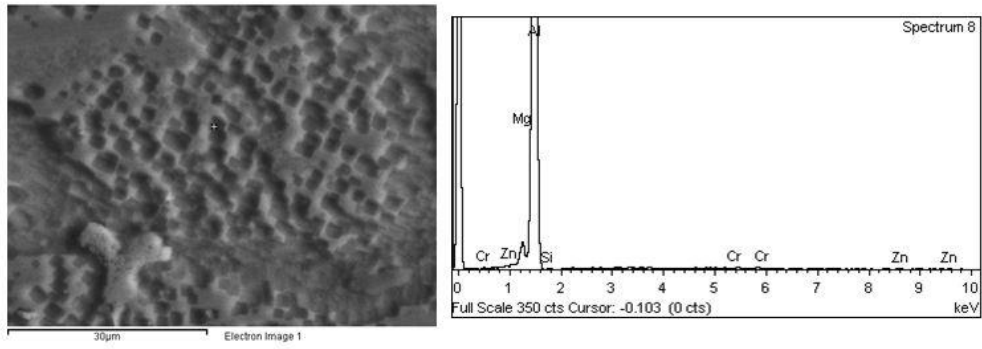
Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε κυβοειδείς σχηματισμούς ενδομεταλλικής φάσης σκλήρωσης κυβοειδούς μορφολογίας Al_3Mg_2 .



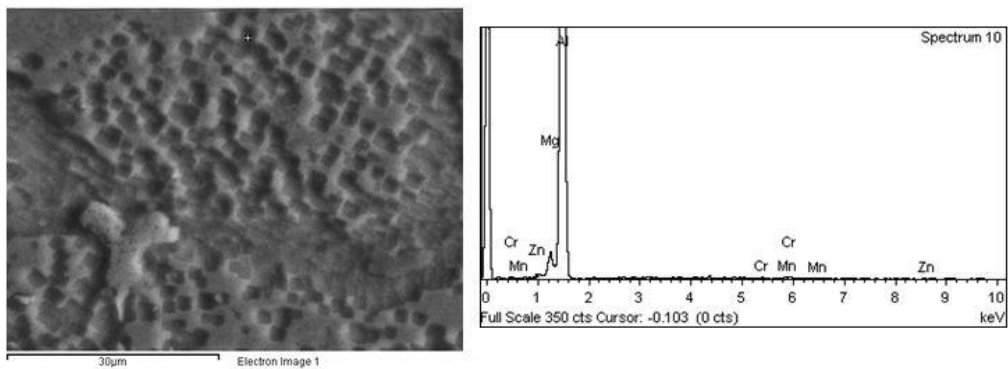
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.35	5.95
Al K	92.79	92.92
Si K	0.63	0.61
Cu K	1.22	0.52
Totals	100.00	



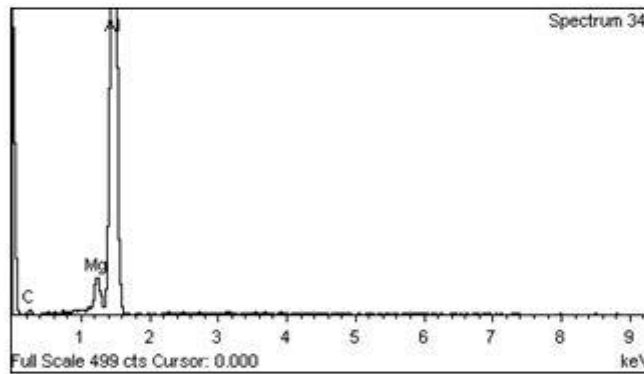
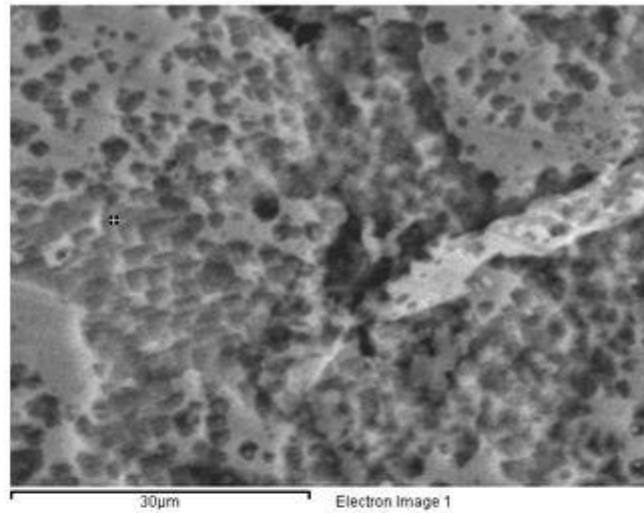
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.15	5.71
Al K	93.86	93.81
Mn K	0.99	0.49
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.48	2.77
Al K	95.80	96.31
Si K	0.26	0.25
Cr K	0.64	0.33
Zn K	0.82	0.34
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	2.64	2.96
Al K	94.60	95.75
Cr K	0.49	0.26
Mn K	1.02	0.51
Zn K	1.24	0.52
Totals	100.00	



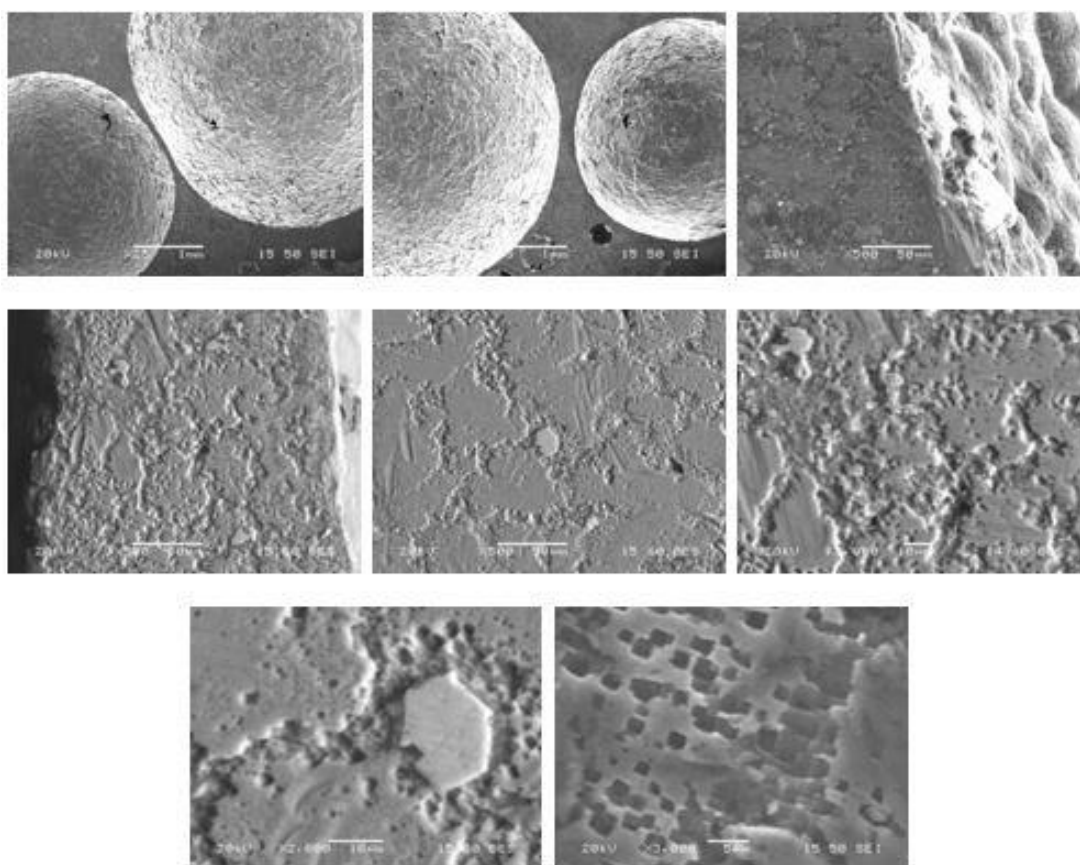
Element	Weight%	Atomic%
C K	14.57	27.61
Mg K	3.60	3.37
Al K	81.83	69.02
Totals	100.00	

Στο σημείο αυτό αναφέρουμε ότι η συμμετοχή επιπρόσθετων στοιχείων πέραν του Al και του Mg κατά τη στοιχειακή ανάλυση της κυβοειδούς φάσης Al_3Mg_2 οφείλεται στη συνεισφορά αυτών από τη μητρική περιοχή. Ο αναλύμενος όγκος περιοχής στις χημικές αναλύσεις της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας εκτιμάται μεταξύ 0.8-1.2 μm^3 . Κατά συνέπεια στο συνολικό φάσμα αποδίδονται στοιχεία που λαμβάνονται από το περιμετρικό πεδίο κατακρήμνισης της ενδομεταλλικής φάσης.

Μεταλλικοί αφροί παρασκευασμένοι από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με παρένθεση νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs) και ανάπτυξη 3 περασμάτων.

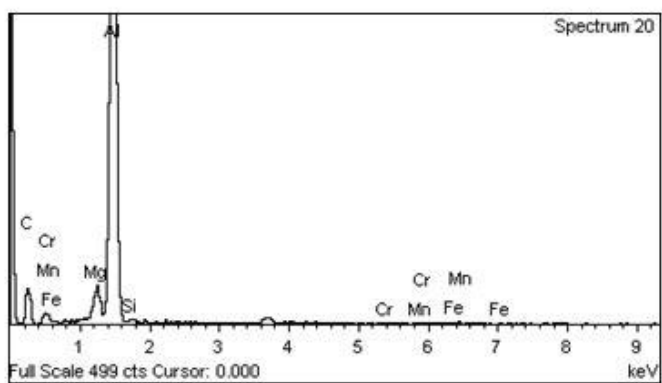
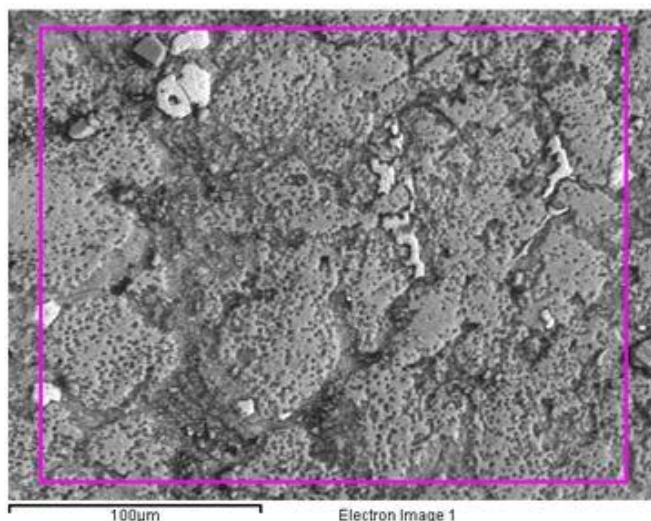
Για τις συγκεκριμένες πορώδεις δομές και μέσω χρήσης ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης σε εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων διεξήχθησαν τα ακόλουθα συμπεράσματα: Με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων στο πρόδρομο δοκίμιο προκύπτουν σύνθετοι μεταλλικοί αφροί με περιορισμένο τοπογραφικό ανάγλυφο εντός των εσωτερικών παρυφών των πόρων και σημαντικά ελαττωμένη συνεισφορά ρωγματώσεων και μικροδιακενώσεων. Επιπρόσθετα απαλείφεται σε σημαντικό βαθμό το μικροπορώδες εντός των περιοχών διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, αυξάνει η μορφολογική ισοτροπία μεταξύ αυτών ενώ ταυτόχρονα περιορίζεται το μέσο πλάτος ανάπτυξης των γεφυρώσεων (275 μm - 1.03 mm).

Αντίστοιχα σε εικόνες οπισσοκεδαζόμενων ηλεκτρονίων μέσω της σχετικής αντίθεσης πεδίου παρατηρήθηκε η ανάπτυξη κυτταροειδών ευηκτικών δομών εντός της μητρικής φάσης στερεού διαλύματος αντικατάστασης του αλουμινίου. Οι κυτταροειδείς αυτοί σχηματισμοί εμφανίζουν ομοιογένεια ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης και χαρακτηρίζονται ως λιγότερο ευμεγέθεις συγκριτικά με τις αντίστοιχες δομές σε σύνθετους μεταλλικούς αφρούς οι οποίοι έχουν προκύψει έπειτα από την επενέργεια 2 περασμάτων FSP. Τέλος παρατηρήθηκε υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής της ενδομεταλλικής φάσης Al_3Mg_2 . Η φάση αυτή φέρει κυβοειδή μορφολογία και συμμετέχει εντός του μικροδομικού ιστού με ετερογενή διασπορά.

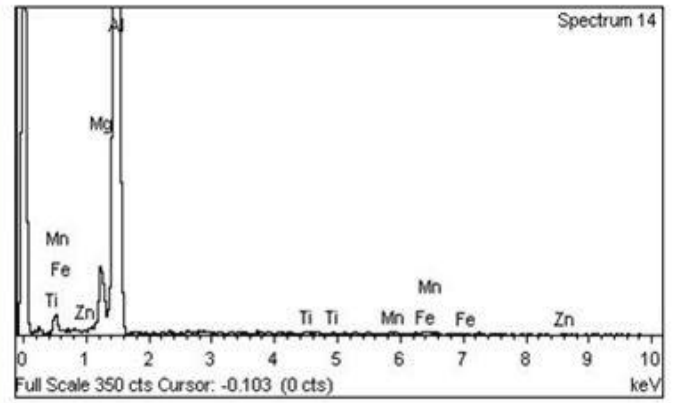
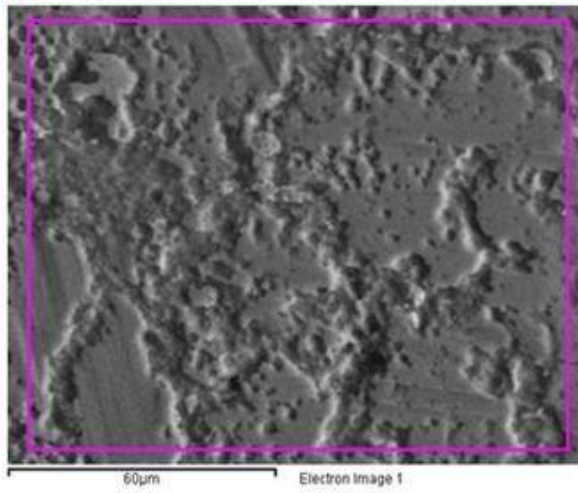


Εικ.10.65: Σύνθετος μεταλλικός αφρός παρασκευασμένος από πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με διασπορά νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και ανάπτυξη 3 περασμάτων. Ακολούθησε επενέργεια θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C με χρονική διάρκεια παραμονής 4 min,σε προθερμασμένη πλάκα έδρασης εντός φούρνου στους 750°C.

Γενικευμένες στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις μητρικής φάσης εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων.

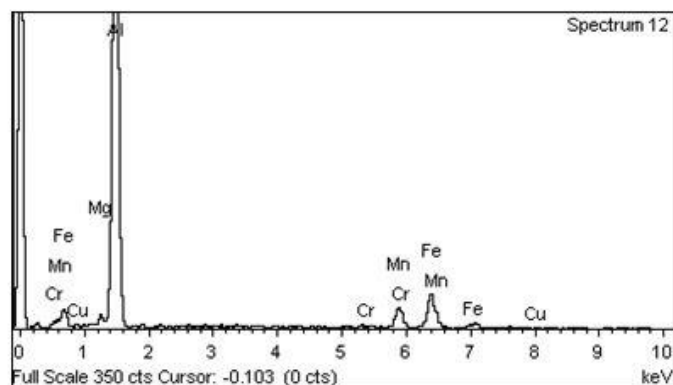
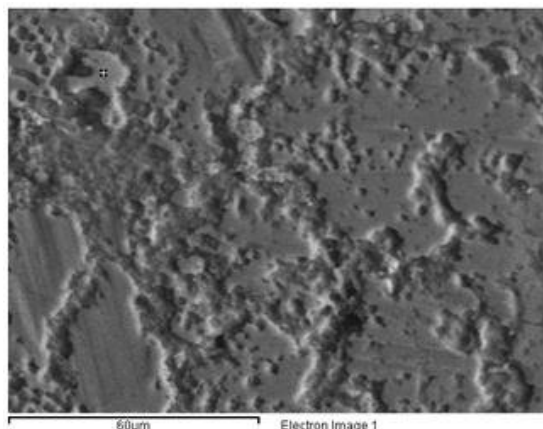


Element	Weight%	Atomic%
C K	48.10	67.67
Mg K	2.37	1.65
Al K	48.03	30.08
Si K	0.45	0.27
Cr K	0.31	0.10
Mn K	0.29	0.09
Fe K	0.44	0.13
Totals	100.00	



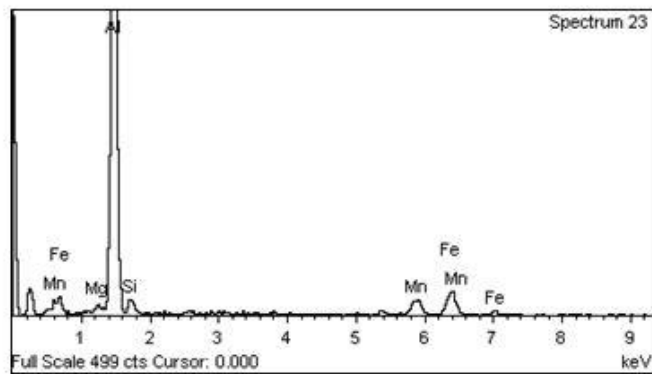
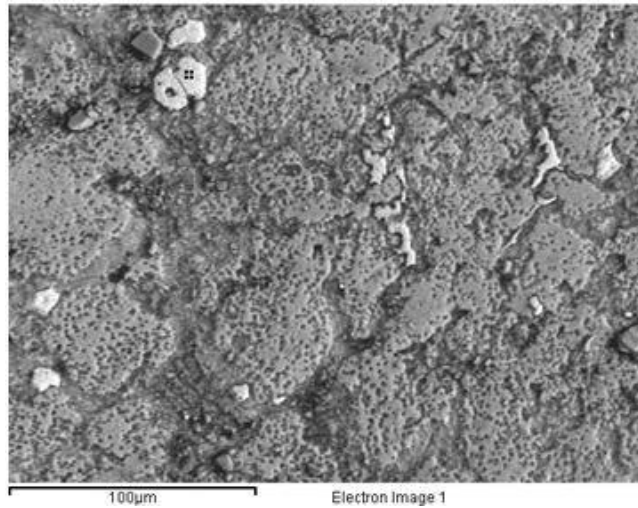
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	5.07	5.68
Al K	91.91	92.85
Ti K	0.42	0.24
Mn K	0.91	0.45
Fe K	0.99	0.48
Zn K	0.70	0.29
Totals	100.00	

Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ομάδες φάσεων στερεοποίησης.



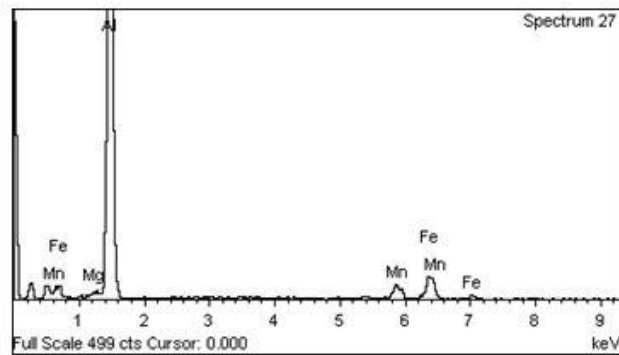
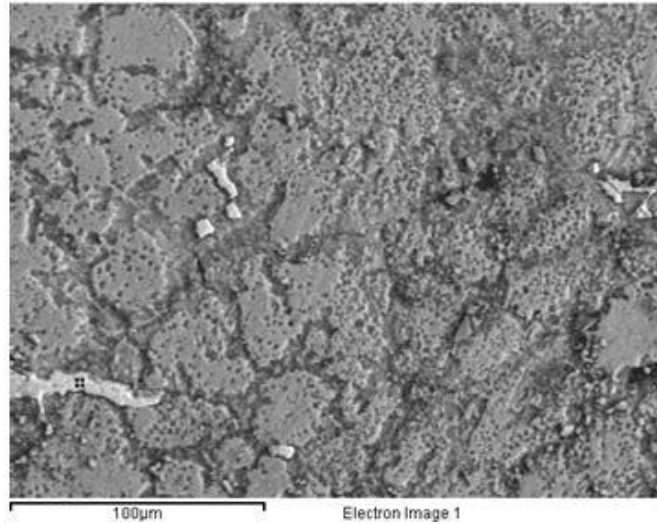
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.61	0.78
Al K	72.46	84.07
Cr K	0.42	0.26
Mn K	8.57	4.88
Fe K	17.31	9.70
Cu K	0.63	0.31
Totals	100.00	

Μέσω αυτής της στοιχειομετρικής χημικής ανάλυσης ταυτοποιείται η ανάπτυξη χονδροκρυσταλλικής φάσης στερεοποίησης, ανοιχτόχρωμης αντίθεσης πεδίου συγκριτικά με τη μήτρα. Η φάση αυτή είναι εμπλουτισμένη σε Fe, Mn, Cr και χαρακτηρίζεται από σφαιροειδή μορφολογία. Η στοιχειομετρική χημική αναλογία αυτής είναι κατά συνέπεια Al(Fe,Mn,Cr) ενώ απουσιάζει πλήρως το κραματικό στοιχείο του πυριτίου.



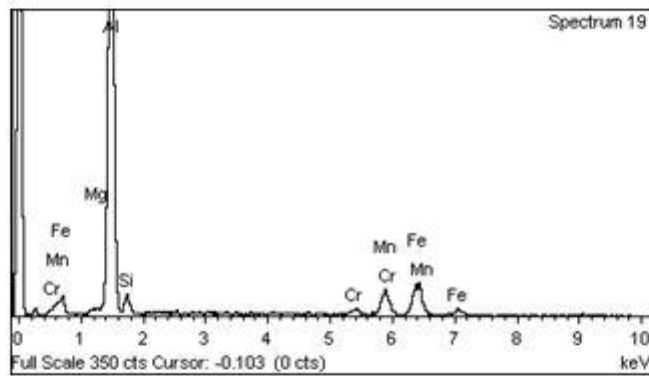
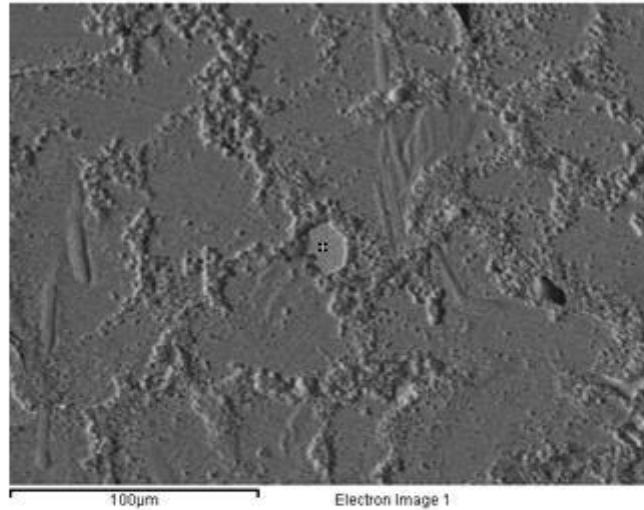
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.85	1.10
Al K	68.10	78.89
Si K	4.59	5.11
Mn K	9.78	5.57
Fe K	16.68	9.34
Totals	100.00	

Η παραπάνω σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση αφορά στη ταυτοποίηση φάσης στερεοποίησης με στοιχειομετρική αναλογία Al (Fe,Mn,Si). Η φάση αυτή χαρακτηρίζεται από ανοιχτόχρωμη αντίθεση πεδίου και απουσιάζει η συμμετοχή του Cr εντός αυτής.



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.61	0.77
Al K	74.28	85.23
Mn K	8.98	5.06
Fe K	16.13	8.94
Totals	100.00	

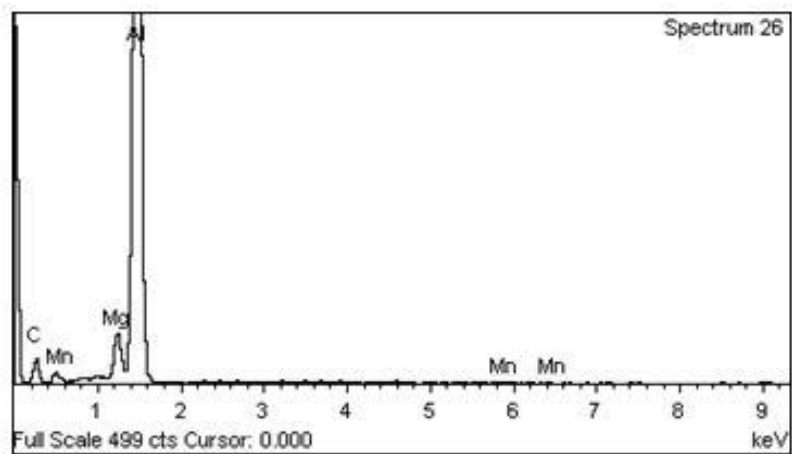
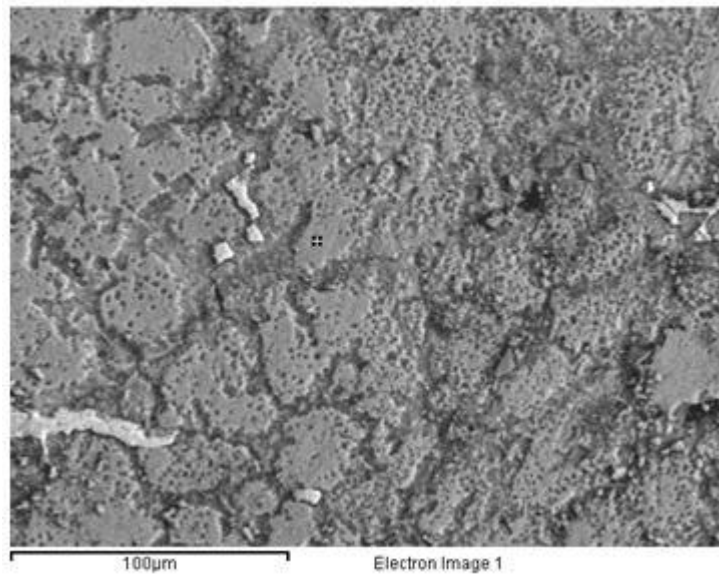
Η παραπάνω ανάλυση αφορά στη ταυτοποίηση φάσης στερεοποίησης επιμήκους μορφολογίας, που εσωκλείει μόνο Fe και Cr λαμβάνοντας αντίστοιχα τη στοιχειομετρία Al (Fe,Mn).



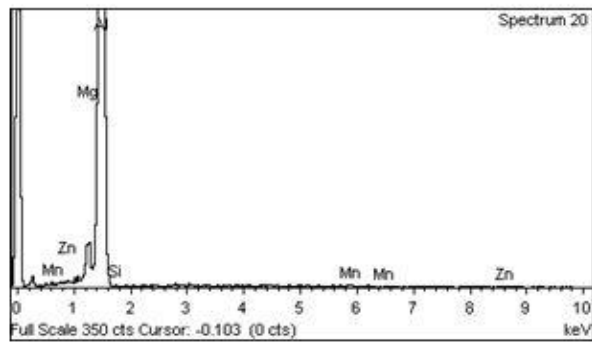
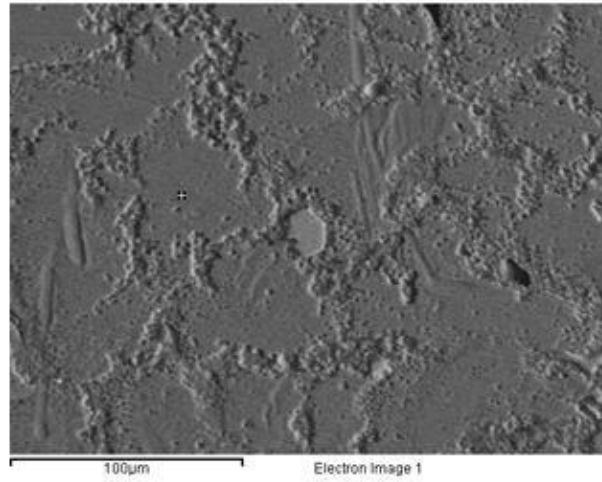
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	0.30	0.40
Al K	65.90	77.78
Si K	4.20	4.76
Cr K	2.04	1.25
Mn K	10.57	6.13
Fe K	16.99	9.69
Totals	100.00	

Η ταυτοποιηθείσα φάση στερεοποίησης βάσει των αποτελεσμάτων της στοιχειομετρικής χημικής ανάλυσης φέρει τον ακόλουθο χημικό τύπο Al (Fe,Mn,Cr,Si). Χαρακτηρίζεται από πολυγωνική ευμεγέθη μορφολογία και περιστοιχίζεται από ευτηκτικά προϊόντα μετασχηματισμού των φάσεων.

Συγκριτικές σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ενδοκρυσταλλικές περιοχές της μητρικής φάσης (με και χωρίς εισαγωγή του άνθρακα εντός του φάσματος ανάλυσης).

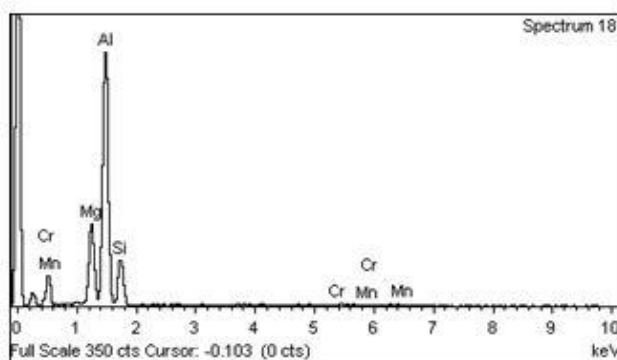
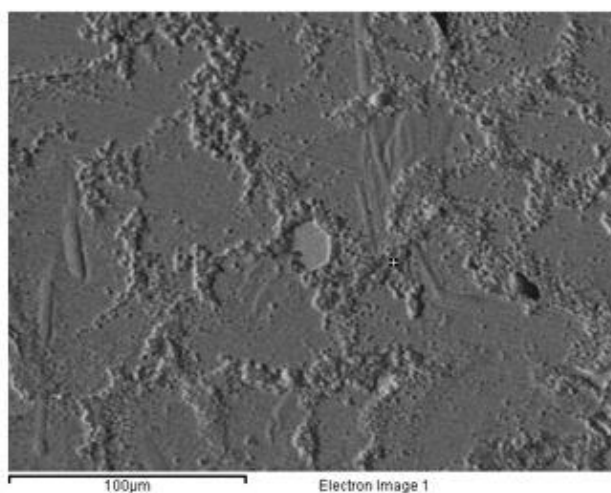


Element	Weight%	Atomic%
C K	34.49	54.13
Mg K	2.98	2.31
Al K	62.17	43.43
Mn K	0.36	0.12
Totals	100.00	



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	3.42	3.81
Al K	94.63	95.12
Si K	0.37	0.36
Mn K	0.77	0.38
Zn K	0.81	0.34
Totals	100.00	

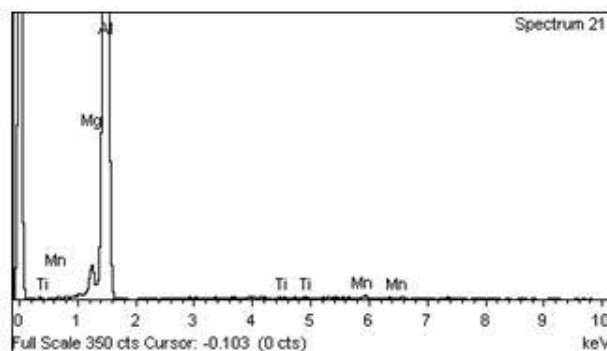
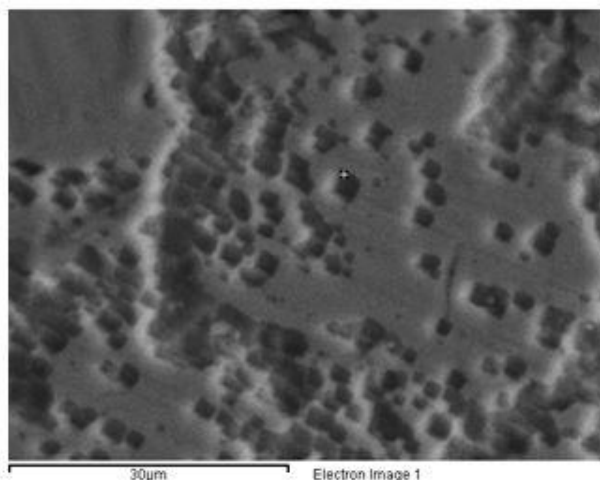
Σημειακή στοιχειομετρική χημική ανάλυση σε περικρυσταλλική περιοχή της μητρικής φάσης όπου αναπτύσσονται ευτηκτικά προϊόντα μετασχηματισμού των φάσεων.



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	14.17	15.73
Al K	60.24	60.28
Si K	24.24	23.30
Cr K	0.70	0.36
Mn K	0.65	0.32
Totals	100.00	

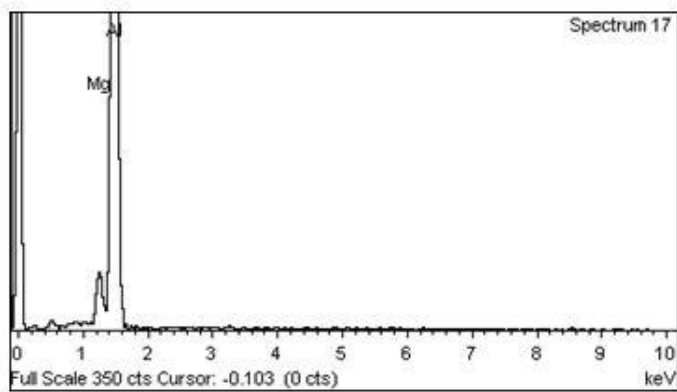
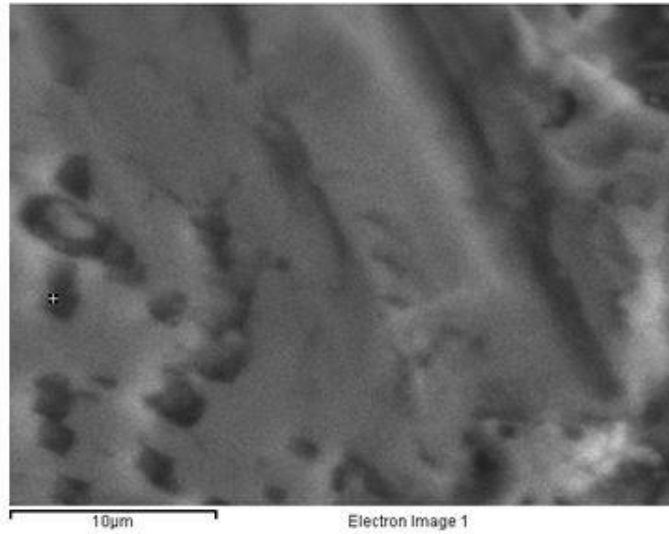
Η παραπάνω στοιχειακή χημική ανάλυση πραγματοποιήθηκε χωρίς τη συμμετοχή άνθρακα στο τελικό φάσμα. Παρατηρήθηκε εμπλουτισμός των περικρυσταλλικών περιοχών σε χρώμιο, ενώ αντίστοιχα οι ενδοκρυσταλλικές τοπολογίες χαρακτηρίζονται ως εμπλουτισμένες σε Zn και απογυμνωμένες σε Cr. Αναφέρουμε και πάλι ότι καθοριστικό παράγοντα ως προς τη διεξαγωγή των συμπερασμάτων φέρει ο σχετικός λόγος συμμετοχής των στοιχείων στην εκάστοτε περιοχή.

Σημειακές στοιχειομετρικές χημικές αναλύσεις σε ενδομεταλλικές φάσεις κυβοειδούς σχηματισμού.



Element	Weight%	Atomic%
Mg K	3.06	3.41
Al K	95.42	95.82
Ti K	0.34	0.19
Mn K	1.18	0.58
Totals	100.00	

Η παραπάνω στοιχειομετρική χημική ανάλυση ταυτοποιεί το υψηλό κλάσμα όγκου συμμετοχής της ενδομεταλλικής φάσης Al_3Mg_2 , η οποία χαρακτηρίζεται από κυβοειδή μορφολογία και αποτελεί προϊόν ευτηκτικού μετασχηματισμού σύμφωνα με την ακόλουθη αντίδραση ($L \rightarrow (Al) + Al_3Mg_2 + Al_6Mn$).

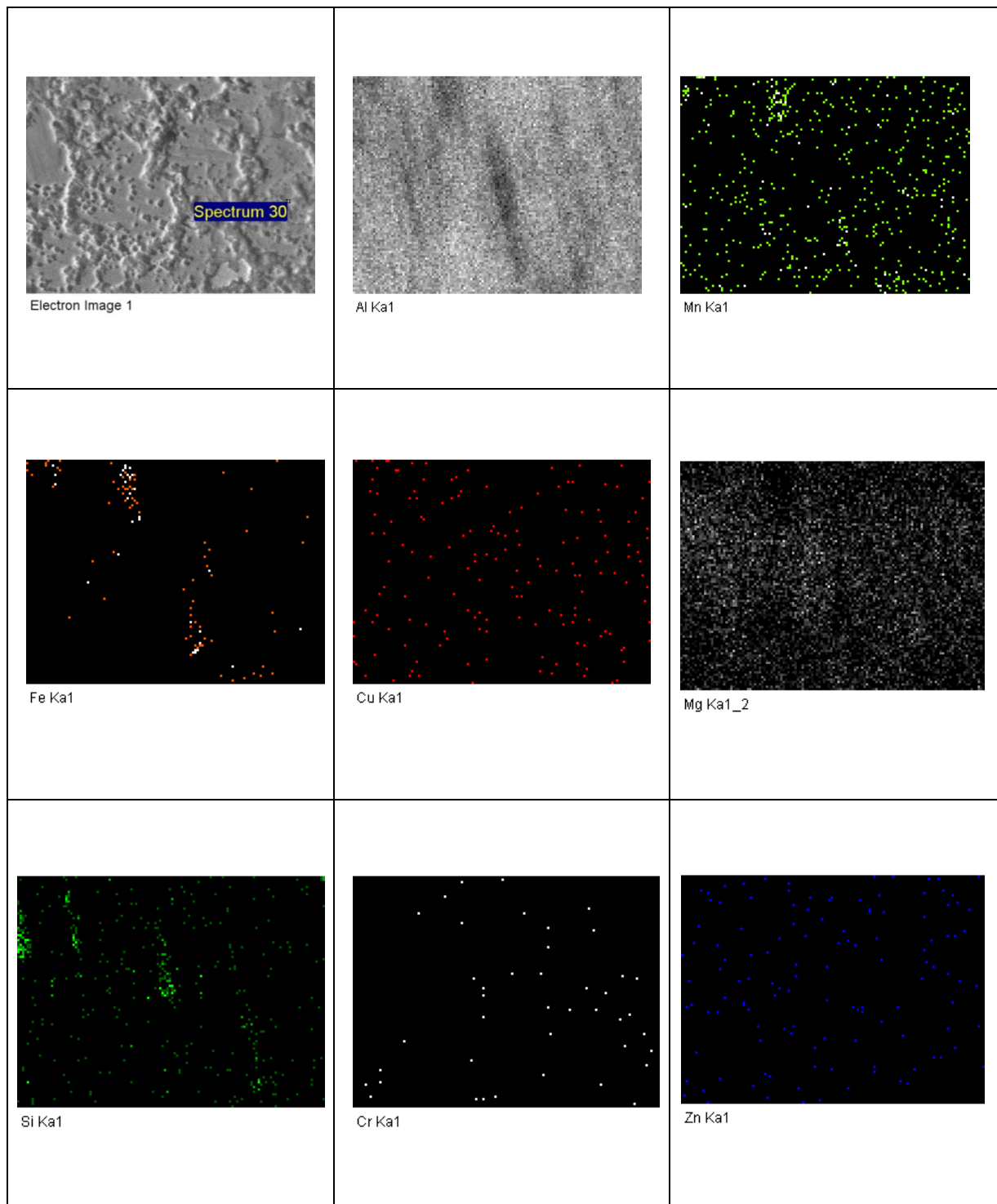


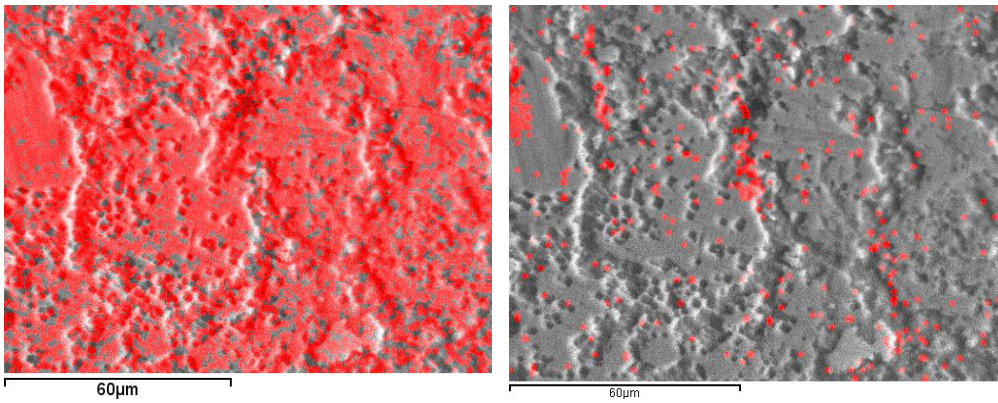
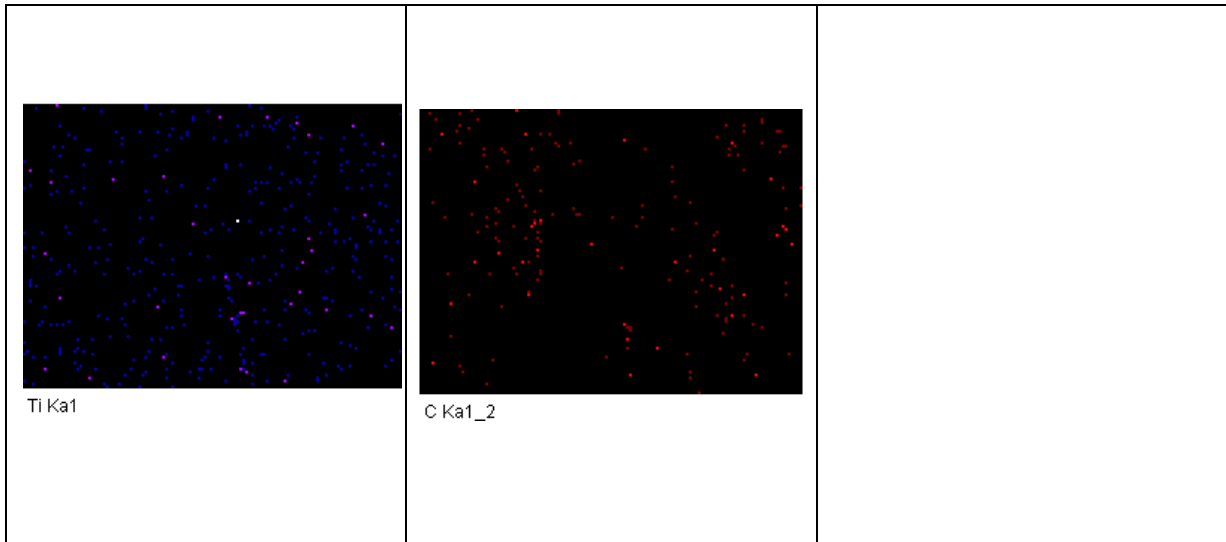
Element	Weight%	Atomic%
Mg K	3.78	4.17
Al K	96.22	95.83
Totals	100.00	

Στις ενδοκρυσταλλικές περιοχές περιμετρικά της ενδομεταλλικής φάσης Al_3Mg_2 παρατηρείται ανάπτυξη πολυεδρικών σχηματισμών, επιμήκους μορφολογίας, προευτηκτικής φάσης α. Η προευτηκτική αυτή φάση όπως θα αποδοθεί από συνακόλουθες σημειακές αναλύσεις είναι ισχυρά εμπλουτισμένη σε Mn (proeutectic polyhedral phase rich in Mn).

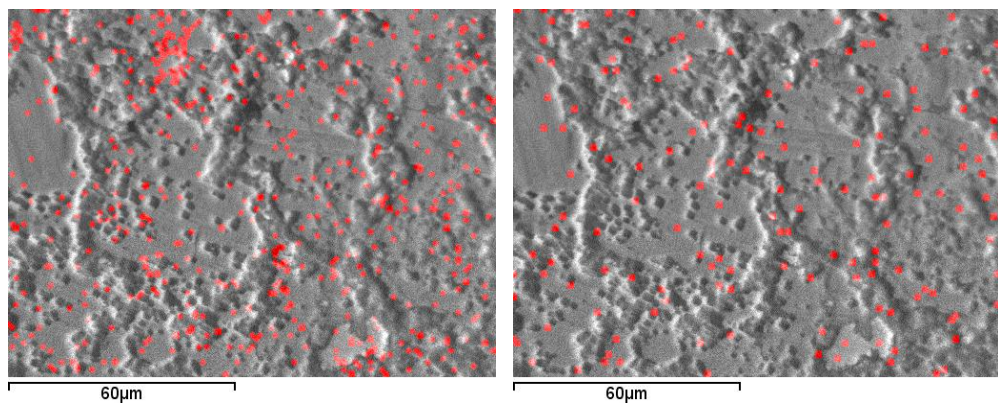
Χάρτες στοιχειακής κατανομής σε μητρική περιοχή εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων μέσω EDS ανάλυσης σε mapping mode.

Στο σύνθετο αφρό μεταλλικής μήτρας, με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, διεξήχθη ανάλυση κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων με κυριότερο στόχο τον προσδιορισμό της επιλεκτικής διασποράς της ενισχυτικής φάσης μεταξύ των κυτταροειδών ευτηκτικών δομών καθώς και τη ταυτόχρονη ανάπτυξη φαινομένων μικροδιαφορισμού.

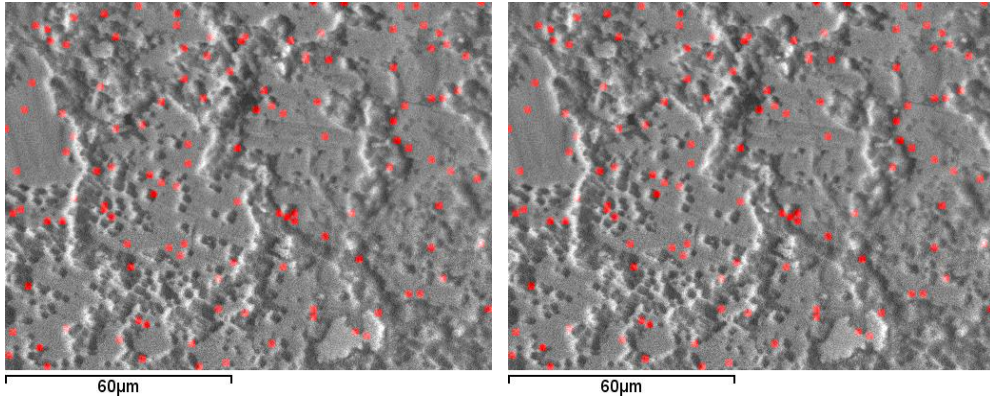




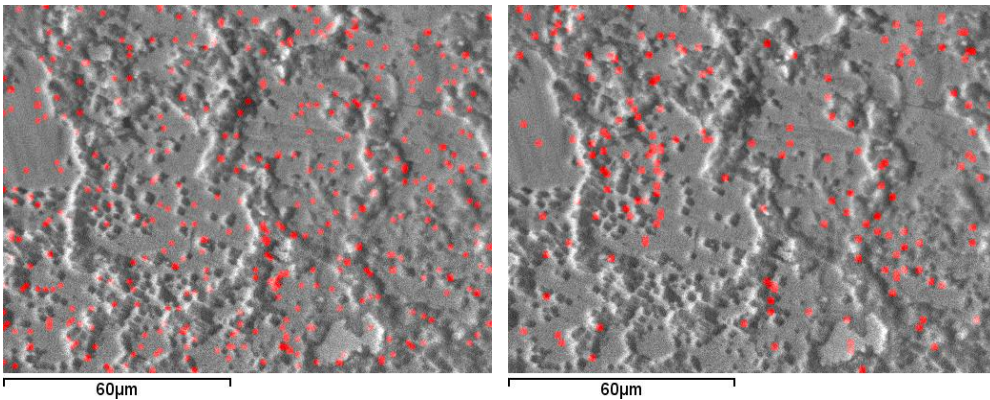
Εικ.10.66:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων μαγνησίου και πυριτίου.



Εικ.10.67:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων μαγνησίου και χαλκού.



Εικ.10.68:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων ψευδαργύρου και χρωμίου.



Εικ.10.69:Τοπολογία επιλεκτικών πεδίων κατανομής στοιχειακών βαθμίδων τιτανίου και άνθρακα.

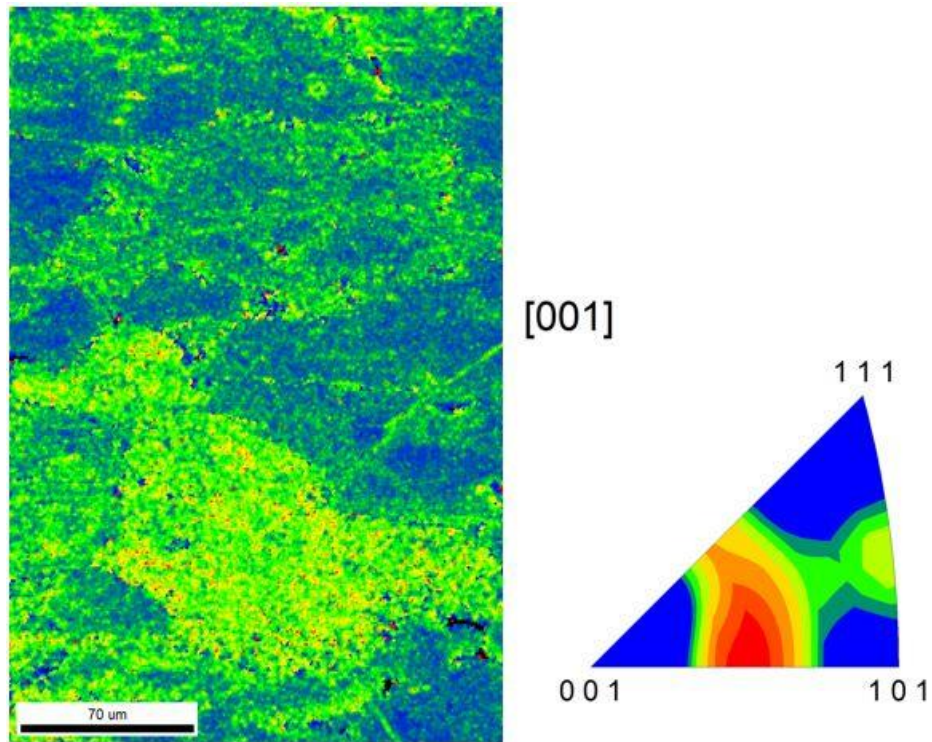
Σε ότι αφορά στα αποτελέσματα των χαρτών στοιχειακής κατανομής για τη μητρική περιοχή εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, αυτά αποδίδουν την περικυτταροειδή κατανομή (intercellular partitioning) των κραματικών στοιχείων του χρωμίου και του μαγγανίου. Τέλος ο σίδηρος και το πυρίτιο φαίνεται να ετεροδιανέμονται μονάχα μεταξύ των περιοχών ανάπτυξης ομάδων φάσεων στερεοποίησης. Σε αντίθεση με τις ευτηκτικές δομές οι οποίες είχαν προκύψει για το σύστημα AA5083/ γ - Al_2O_3 , οι κυτταροειδείς σχηματισμοί στη δεδομένη σειρά δοκιμών φαίνεται να μην αποκραματώνονται ισχυρά από το βασικό στοιχείο κραμάτωσης ως προς τη σκλήρωση μέσω στερεού δ/τος αντικατάστασης (μαγνήσιο) αλλά ούτε και να εμφανίζουν εσωτερικά πεδία συσσώρευσης και εμπλουτισμού.

10.4.4 Μελέτη μέσω τεχνικής EBSD.

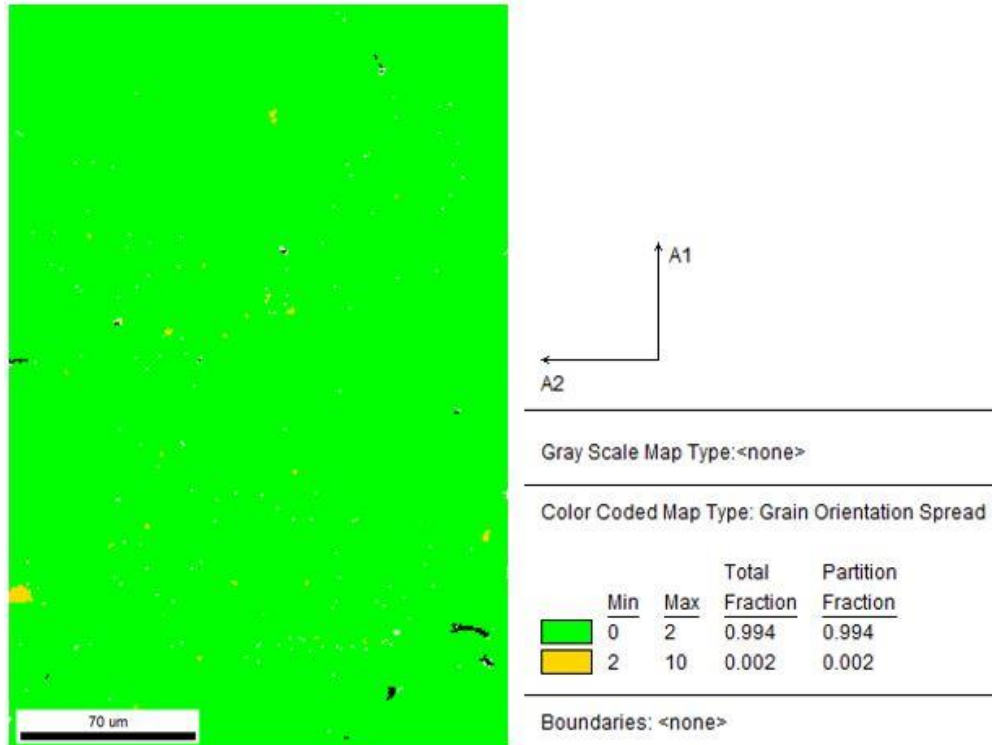
Για τον σύνθετο αφρό μεταλλικής μήτρας AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων ταυτοποιήθηκε περιορισμένη πυκνότητα διαταραχών εντός των ευτηκτικών σχηματισμών και ευρεία διακύμανση των συντελεστών Schmid μεταξύ των τιμών 0.29 ως 0.49. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με την μειωμένη ικανότητα παραμόρφωσης που χαρακτηρίζει τα προϊόντα των ευτηκτικών μετασχηματισμών, καθώς λόγω του περιορισμένου βαθμού κρυσταλλικότητάς τους, η μετακίνηση και ο πολλαπλασιασμός των διαταραχών καθίστανται δυσχερέστεροι θέτοντας υψηλότερα φράγματα δυναμικού για την ενεργοποίησή τους. Τυτόχρονα δεν παρατηρήθηκε πολλαπλότητα προτιμητέων προσανατολισμών ανάπτυξης ενώ η ποσοστιαία συμμετοχή των ολικά ανακρυσταλλομένων κόκκων χαρακτηρίστηκε ως ιδιαίτερα περιορισμένη.



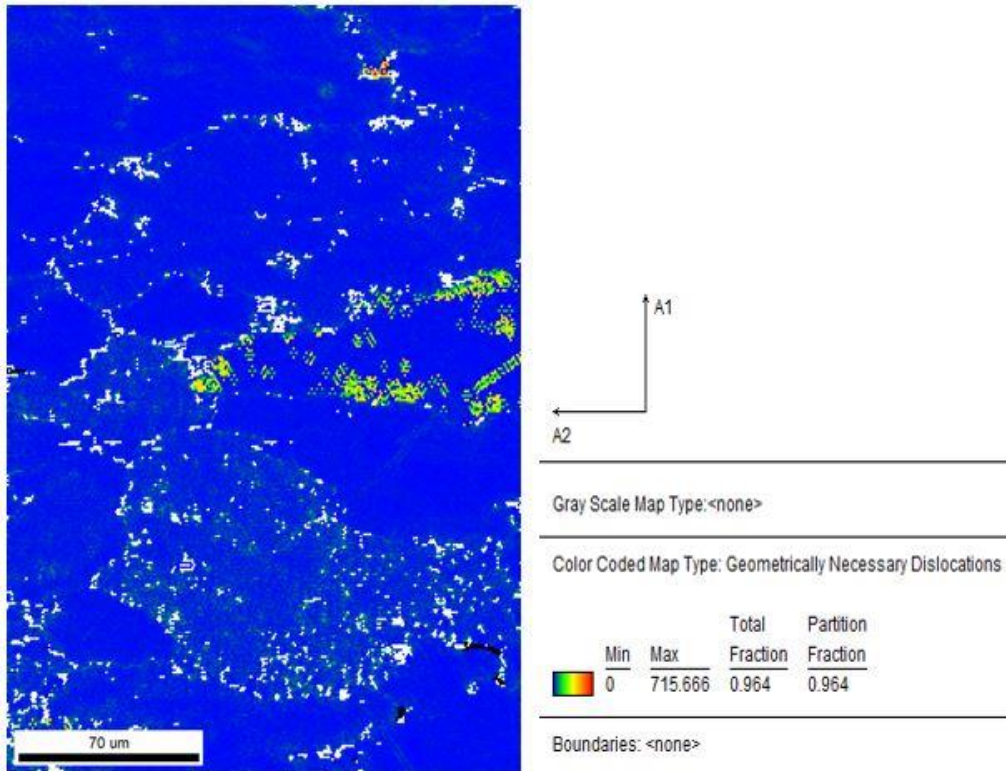
Χάρτης κατανομής του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των ευτηκτικών σχηματισμών εντός γεφύρωσης διασύνδεσης μεταξύ των πόρων για σύνθετο αφρό μεταλλικής μήτρας AA5083 με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.



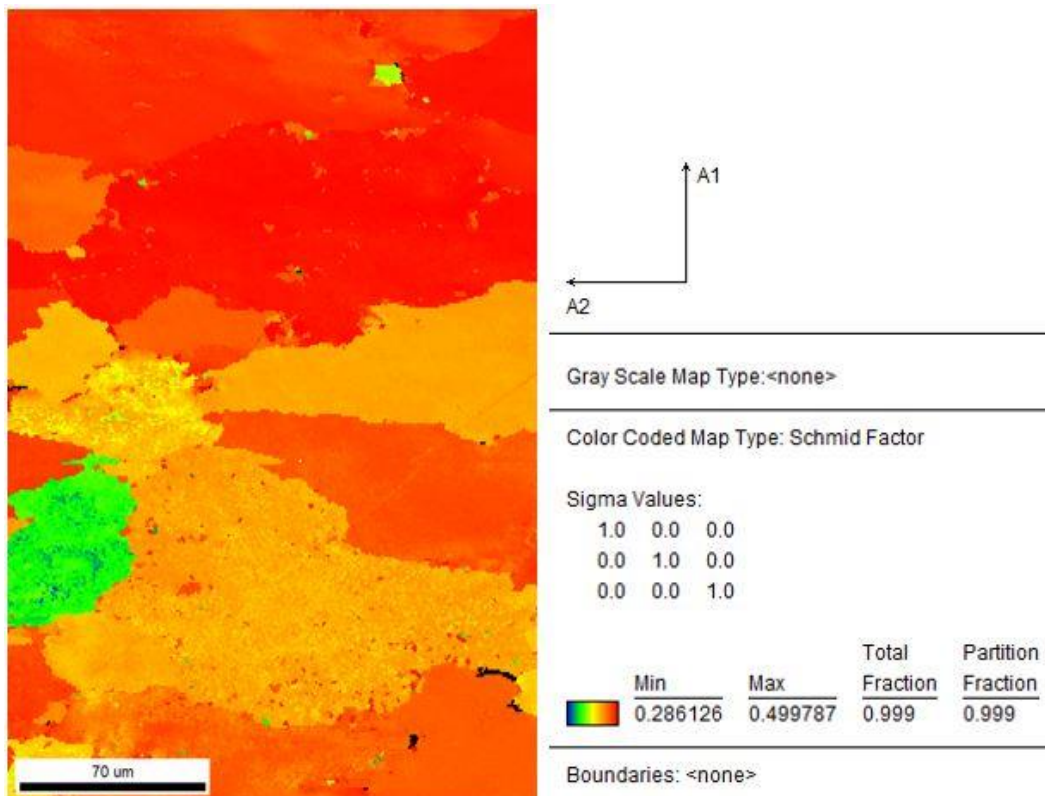
Προσδιορισμός της διαφοροποίησης των προτιμητέων κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών ανάπτυξης μεταξύ των ευτηκτικών σχηματισμών του σύνθετου μεταλλικού αφρού με ενισχυτική φάση παρένθεσης MWCNTs, μέσω χρήσης των ανάστροφων στερεογραφικών προβολών κατά Euler.



Στατιστική κατανομή ανακρυσταλλωμένων περιοχών εντός των ευτηκτικών σχηματισμών οι οποίες χαρακτηρίζονται από γωνία αναντιστοιχίας του πλέγματος μεγαλύτερης ή ίσης των 2°.



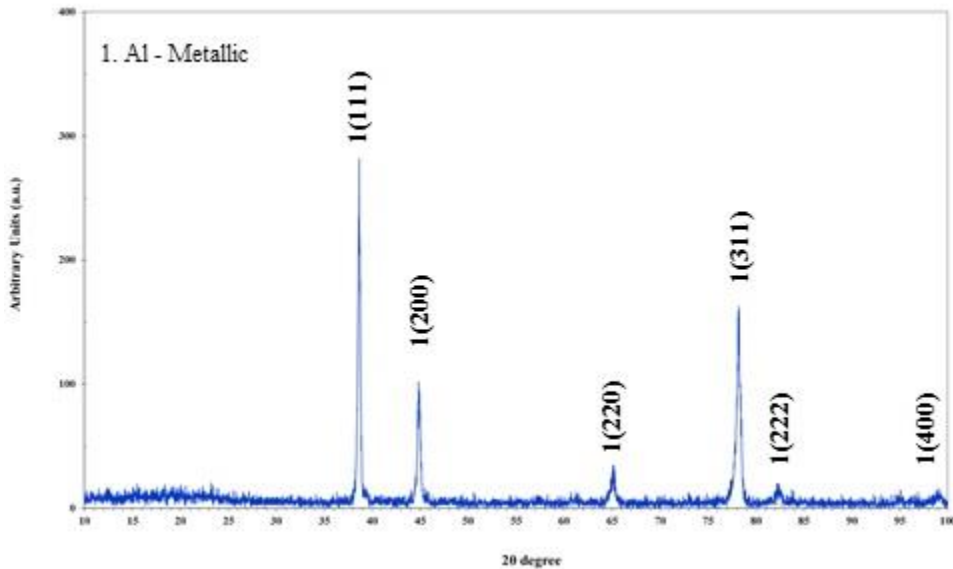
Χαρτογράφηση της διευσθέτησης και της ανακατανομής των γεωμετρικά αναπτυσσόμενων διαταραχών, οι οποίες σχετίζονται με τη μεταβολή της κρίσιμης αναλυόμενης διατμητικής τάσης ολίσθησης εντός των ευτηκτικών προϊόντων μετασχηματισμού των φάσεων.



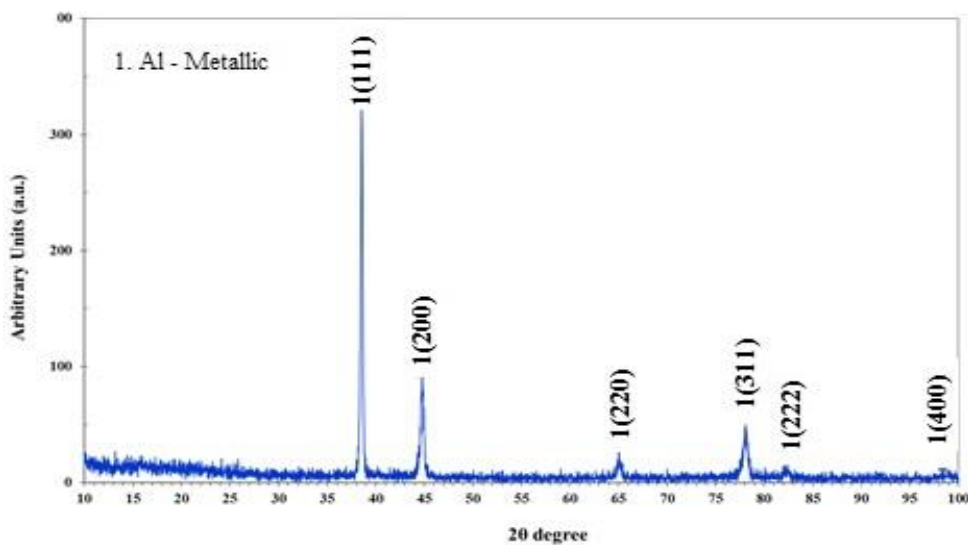
Απεικόνιση της διακύμανσης των συντελεστών Schmid μεταξύ των ευτηκτικών σχηματισμών του σύνθετου μεταλλικού αφρού με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων.

10.4.5 Μελέτη μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων Χ.

Όπως παρατηρείται από τα ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας των συνθέτων μεταλλικών αφρών οι οποίοι έχουν προκύψει αντίστοιχα έπειτα από την επενέργεια 2 και 3 περασμάτων FSP προκύπτει σημαντική μείωση της σχετικής έντασης υψών μεταξύ των κορυφών, σε σχέση με το αρχικό κράμα και τα πρόδρομα FSPed δοκίμια. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί στη μείωση της έντασης κρυστάλλωσης της μητρικής περιοχής, καθώς με την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης και την ολοκλήρωση των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων, το κρυσταλλικό πλέγμα καταλήγει να χαρακτηρίζεται ως έντονα παραμορφωμένο (distorted). Σημειώνεται τέλος ότι και σε αυτή τη περίπτωση ως επιβαλλόμενος ρυθμός σάρωσης για τη λήψη των παραπάνω αποτελεσμάτων ορίσθηκε το βήμα $0.02^\circ/\text{sec}$.



Εικ.10.67: Συγκριτικό ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας σύνθετου μεταλλικού αφρού κράματος AA5083 ενισχυμένου με 2% κ.β νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, έπειτα από εφαρμογή 2 περασμάτων και επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C για 3.5 min.



Εικ.10.68: Ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας σύνθετου μεταλλικού αφρού κράματος AA5083 ενισχυμένου με 2% κ.β νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, έπειτα από εφαρμογή 3 περασμάτων και επιβολή θερμικής κατεργασίας αφροποίησης στους 750°C για 3.5 min.

10.4.6 Έμμεσος προσδιορισμός μηχανικών ιδιοτήτων μέσω προφίλομετρίας μικροσκληρομετρήσεων εντός της αφροποιημένης ζώνης, εγκάρσια ως προς τη διεύθυνση εφαρμογής FSP.

Τέλος οι σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση παρένθεσης MWCNTs απέδωσαν μέση τιμή σκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης 92 HV, σημαντικά δηλαδή υψηλότερη από τους αντίστοιχους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (74HV), έπειτα από κοινή παραμετροποίηση επιβαλλόμενων συνθηκών FSP και παρόμοιο θερμοκρασιακό πεδίο αφροποίησης. Πλευρικά της πορώδους δομής, στη περιοχή δηλαδή όπου δεν έχει πραγματοποιηθεί διασπορά κλάσματος όγκου συμμετοχής ενισχυτικής φάσης παρατηρείται σημαντική πτώση της σκληρότητας (μέση τιμή 56 HV) εν συγκρίσει και με το αρχικό κράμα AA5083-H111 (75 HV). Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην σημαντική προσαύξηση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων του μητρικού υλικού έπειτα από την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης. Το φαινόμενο της μεγέθυνσης των κόκκων σχετίζεται με διαχυσιακούς μηχανισμούς ανάπτυξης, οι οποίοι ορίζονται ως χρονοεξαρτώμενοι και λαμβάνουν χώρα ακόμα και για διάρκειες θέρμανσης μερικών λεπτών. Σημειώνεται τέλος ότι οι τιμές της μικροσκληρότητας έχουν ληφθεί για επιβαλλόμενο φορτίο 0.3 Kp και χρονική διάρκεια παραμονής του διεισδυτή 15 sec.



Προσδιορισμός μικροσκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης και πλευρικά αυτής εντός τη μητρικής περιοχής στερεού διαλύματος αντικατάστασης αλουμινίου.

11. Συμπεράσματα.

Πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με παρένθεση μίγματος αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 (0.4%κ.β) και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (2%κ.β).

- Για το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ και την επενέργεια τριών περασμάτων FSP η ανάλυση μέσω EDS mapping στην διεπιφάνεια επαφής μεταξύ της ζώνης ανάδευσης και της θερμομηχανικά επηρεασμένης ζώνης απέδωσε την ανάπτυξη περιοχών απογύμνωσης και πεδίων εμπλουτισμού (depleted zones/enriched bands) λόγω ανάπτυξης φαινομένων μικροδιαφορισμού. Τα φαινόμενα αυτά οφείλονται στους διαφορετικούς συντελεστές κατανομής (partitioning coefficient) του εκάστοτε κραματικού στοιχείου εντός

της εδροκεντρωμένης κυβικής μητρικής περιοχής. Κατ' αυτό τον τρόπο ταυτοποιήθηκε διεπιφανειακή μετανάστευση (interplanar diffusion–interfacial migration) του πυριτίου από τη ζώνη ανάδευσης προς τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη. Τέλος η διασπορά του αφροποητικού παράγοντα εντός της ζώνης ανάδευσης χαρακτηρίστηκε συνολικά ως ομοιογενής.

- Τα κατεργασμένα δοκίμια μέσω 3 περασμάτων FSP χωρίς παρένθεση ενισχυτικής φάσης, παρουσίασαν αύξηση της σκληρότητας (80 HV) συγκριτικά με το αρχικό κράμα AA5083-H111 η οποία μπορεί να αποδοθεί σύμφωνα με το νόμο του Debye-Scherrer στη λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη του μικροδομικού ιστού λόγω επενέργειας του μηχανισμού της δυναμικής ανακρυστάλλωσης. Το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων μειώθηκε από τα 30 μm για το αρχικό μητρικό υλικό στα 10 μm για το κράμα AA5083 το οποίο είχε υποστεί την επίδραση 3 περασμάτων FSP.
- Σε ότι αφορά στο πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης γ -Al₂O₃, το οποίο είχε δεχθεί την επίδραση 3 περασμάτων FSP με επιβαλλόμενο ρυθμό περιστροφής 1000 rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min, αυτό παρουσίασε επιπρόσθετη αύξηση της σκληρότητας εντός της ζώνης ανάδευσης η οποία έλαβε τιμές της τάξης των 90 HV. Το γεγονός αυτό σχετίζεται με το ότι η δομή κατέστη ακόμη πιο λεπτοκρυσταλλική λόγω της διασποράς της ενισχυτικής φάσης (Zener pinning effect), με μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων 1.72 μm. Επιπρόσθετα καθοριστικοί καθίστανται οι μηχανισμοί παρεμπόδισης της μετακίνησης και του πολλαπλασιασμού των διαταραχών από τη κατανομή της νανοκρυσταλλικής φάσης παρένθεσης γ -Al₂O₃ (immobilization and annihilation effect of dislocations by Orowan mechanism). Η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη χαρακτηρίστηκε από μία μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 79 HV. Η τιμή αυτή είναι μεγαλύτερη από τη σκληρότητα του αρχικού κράματος AA5083-H111 και το γεγονός αυτό αποδίδεται στο φαινόμενο της ενδοτράχυνσης και τα επαυξημένα πεδία παραμόρφωσης τα οποία έχουν επενεργήσει εντός της περιοχής αυτής. Τέλος η θερμικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει παρεμφερείς τιμές σκληρότητας με το μέταλλο βάσης (μέση τιμή 73HV) γεγονός το οποίο υποδηλοί την περιορισμένη ανάπτυξη των μηχανισμών μεγέθυνσης των κόκκων και πάχυνσης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης.

Μεταλλικοί αφροί με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική γ -Al₂O₃:

- Για να πραγματοποιηθεί επιτυχής ανάπτυξη σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας AA5083 με πορώδη δομή της τάξης του 60% , ομοιόμορφη διασπορά και υψηλή σφαιρικότητα των πόρων θα πρέπει η διεργασία FSP να εφαρμοσθεί με ρυθμό περιστροφής 1000 rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min, για τουλάχιστον 3 ομοκατευθυντικά περάσματα. Επιπρόσθετα η θερμική διεργασία αφροποίησης που ακολουθεί πρέπει λάβει χώρα στο θερμοκρασιακό πεδίο των 750 ° C για χρονική διάρκεια παραμονής 3.5 min.
- Η ανάπτυξη του μικροδομικού ιστού στις γεφυρώσεις διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, έπειτα από την επενέργεια των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων, χαρακτηρίστηκε από περιορισμένη συμβολή φαινομένων διάδοσης ρωγματώσεων και αποκολλήσεων (minimized crack propagation trajectory and delamination effect).

- Σε κάθε περίπτωση όμως οι διακυμαινόμενοι συντελεστές θερμικής διαστολής και συστολής μεταξύ μητρικής φάσης και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης οδηγεί σε βάθμωση πεδίου υπολειπόμενων θερμικών τάσεων από τις οποίες συνάγεται η ανάπτυξη πεδίων μικροπαραμορφώσεων και ο σχηματισμός τοπικών ελαττωμάτων (micro-distortions).
- Η νανοκρυσταλλική μετασταθής φάση ενίσχυσης της $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ παρατηρήθηκε να έχει κατανεμηθεί ετερογενώς σε θέσεις περιμετρικά των κυτταροειδών ευτηκτικών σχηματισμών έπειτα από την ολοκλήρωση της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης.
- Η μικροδομική μελέτη κατέστησε σαφές το γεγονός ότι η ενίσχυση με νανοκρυσταλλικές βαθμίδες $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ επιτείνει το φαινόμενο της αφροποίησης σε σημαντικό βαθμό έτσι ώστε να αναπτύσσεται μεγαλύτερο μέσο πορώδες με συνεπαγόμενες λεπτότερες περιοχές διασύνδεσης-γεφύρωσης μεταξύ των πόρων.
- Επιπρόσθετα με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP παρατηρήθηκε επίτευξη μεγαλύτερου πορώδους, με ομοιογενέστερη κατανομή ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών, μορφολογική ισοτροπία και λεπτότερο πάχος ανάπτυξης των γεφυρώσεων διασύνδεσης.
- Για τα αφροποιημένα δοκίμια έπειτα από την επενέργεια 3 περασμάτων FSP, η κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων κρίθηκε ως “μονότροπη” (unimodal distribution of average pore size mean diameter) με μέσο μέγεθος ανάπτυξης αυτών τα 2.3 mm.
- Αποδόθηκε ακόμη διασπορά της κατανομής του μεγέθους των πόρων εντός του πεδίου τιμών (0.2-3.2) mm. Η κατανομή αυτή του μεγέθους των πόρων κρίνεται ικανοποιητική σύμφωνα με τη βιβλιογραφία για την απόσβεση θλιπτικών παραμορφώσεων σε δυναμικά μεταβαλλόμενες βαθμίδες φόρτισης.
- Για τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$, οι οποίοι προέκυψαν έπειτα από την εφαρμογή 2 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου, προσμετρήθηκε περιορισμένη ανάπτυξη πορώδους της τάξης του 52%. Με την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου αναπτύχθηκαν μεταλλικοί αφροί που έφεραν προσαυξημένο πορώδες της τάξης του 60%.
- Έπειτα από την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP, οι διασυνδετικές συναρμογές – γεφυρώσεις (struts-ligaments) μεταξύ των πόρων χαρακτηρίστηκαν από μικρά πλάτη ανάπτυξης που λάμβαναν τιμές μεταξύ 100μm - 463 μm.
- Επιπρόσθετα οι αφρώδεις δομές με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοδομημένη $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ έφεραν περιορισμένο εσωτερικό επιφανειακό τοπογραφικό αναγλύφο εντός των πόρων και χαρακτηριζόντουσαν από απουσία ανάπτυξης πτυχώσεων.
- Οι σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας με ενισχυτική φάση $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ απέδωσαν μέση τιμή σκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης 74 HV.

- Σε ότι αφορά στο ακτινοδιάγραμμα περιθλασιμετρίας του συνθέτου μεταλλικού αφρού, αυτό φάνηκε να χαρακτηρίζεται από σημαντικά μειωμένη ένταση υψών των κορυφών, γεγονός το οποίο μπορεί να αποδοθεί στη μείωση της έντασης κρυστάλλωσης της μητρικής περιοχής καθώς με την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης και την πραγματοποίηση των ευτηκτικών μετασχηματισμών το κρυσταλλικό πλέγμα καταλήγει να είναι έντονα παραμορφωμένο (distorted structure).
- Μέσω της ανάλυσης EDS mapping γίνεται εύκολα αντιληπτό ότι περιμετρικά των ευτηκτικών δομών τύπου ροζέτας πραγματοποιείται ανάπτυξη πεδίων τοπικού εμπλουτισμού σε οξυγόνο, χρώμιο, πυρίτιο και σίδηρο. Το γεγονός αυτό συνδέεται άμεσα με την παρατήρηση ότι μετά τη θερμική κατεργασία αφροποίησης οι ομάδες φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρία Al(Fe,Mn,Si,Cr) ετεροδιανέμονται περιμετρικά των ευτηκτικών σχηματισμών. Κυριότερα όμως από τους χάρτες κατανομής των στοιχειακών βαθμίδων εξάγεται η παρατήρηση ότι ο πυρήνας των ροζετών απεμπλουτίζεται σε μαγνήσιο (depleted field), το οποίο και αποτελεί το κυρίαρχο στοιχείο κραμάτωσης της δεδομένης δομής. Ταυτόχρονα το μαγνήσιο φαίνεται να αποβάλλεται περιμετρικά των ροζετών (rejection bands) μέσω καναλιών αναδιοχέτευσης (channel diffusion path) κατά την διάρκεια των διαχυσιακών μετασχηματισμών.

Πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 με παρένθεση μίγματος αφροποιητικού παράγοντα TiH₂ (0.4%κ.β) και ενισχυτικής φάσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (2%κ.β).

- Σε ότι αφορά στο πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης MWCNTs, το οποίο είχε δεχθεί την επίδραση των 3 περασμάτων FSP, παρατηρήθηκε μία μείωση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των κόκκων από το 10 μm (για το FSPed κράμα AA5083) στα 5.07 μm. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στην ενισχυτική αγκύρωση των ορίων των κόκκων επί των διεπιφανειών συναρμογής της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης (ripping effect). Όπως παρατηρείται η παρεμπόδιση της ανάπτυξης των κόκκων από τη διασπορά των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων κρίνεται υποδεέστερη από τη περίπτωση παρένθεσης ναοκρυσταλλικής γ-Al₂O₃ (όπου παρατηρήθηκε μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων εντός της ζώνης ανάδευσης της τάξης του 1.72 μm). Το γεγονός αυτό αποδίδεται συγχρόνως σε δύο δομικούς παράγοντες. Πρώτο παράγοντα αποτελεί η μη ομοιόμορφη διασπορά των νανοσωλήνων άνθρακα εντός της ζώνης ανάδευσης εν αντιθέσει με την ομοιογενέστερη κατανομή της γ-Al₂O₃. Δευτερευόντως καθίσταται σημαντική η συγκριτική προσαύξηση κατά 10 φορές της μέσης διαμέτρου των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων στα 50 nm σε σχέση με το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των κόκκων της ναοκρυσταλλικής γ-Al₂O₃ (5 nm). Είναι αδιαμφισβήτητο ότι η απόδοση των μηχανισμών παρεμπόδισης φέρει εκθετική εξάρτηση από τη μείωση του μέσου μεγέθους ανάπτυξης της φάσης παρένθεσης.
- Μέσω των χαρτών στοιχειακής κατανομής στο ανώτερο τμήμα της ζώνης ανάδευσης παρατηρείται ανομοιογενής διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα. Η παραπάνω παρατήρηση συσχετίζεται με την αναγκαιότητα ανάπτυξης μεγαλύτερου αριθμού περασμάτων για το δεδομένο φυσικοχημικό σύστημα. Επιπρόσθετα εντός των σχηματισμών ζωνώδους δομής ταυτοποιήθηκε ανάπτυξη πεδίων πολύ υψηλής συσσώρευσης σε άνθρακα. Περιμετρικά των περιοχών εμπλουτισμού σε άνθρακα παρατηρήθηκε ακόμη ετερογενής κατανομή του κυρίου κραματικού στοιχείου σκλήρωσης του μαγνησίου. Τέλος ο σίδηρος, το πυρίτιο και το μαγγάνιο ετεροδιανέμονται και συμμετέχουν μονάχα εντός των περιοχών όπου

παρατηρείται φύτρωση και ανάπτυξη ομάδων φάσεων στερεοποίησης με στοιχειομετρική χημική αναλογία $Al(Fe,Mn,Si)$.

- Σε ότι αφορά στα αποτελέσματα των χαρτών στοιχειακής κατανομής για το κέντρο της ζώνης ανάδευσης, αυτά αποδίδουν σχετικά ανομοιόμορφη διασπορά του αφροποιητικού παράγοντα αλλά ομοιογενή κατανομή των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων χωρίς την ανάπτυξη παρατεταμένων συσσωματωμάτων. Τέλος και σε αυτή τη περίπτωση τα κραματικά στοιχεία του σιδήρου, του μαγγανίου, του πυριτίου και του χρωμίου συσσωρεύονται εντός των πεδίων κατακρήμνισης ομάδων φάσεων στερεοποίησης τύπου $Al(Fe,Mn,Cr,Si)$.
- Το πρόδρομο δοκίμιο με ενισχυτική φάση παρένθεσης MWCNTs, το οποίο είχε δεχθεί την επίδραση 3 περασμάτων FSP, παρουσίασε σημαντική αύξηση της σκληρότητας (η οποία έλαβε τιμές της τάξης των 98 HVN) εν συγκρίσει με το πρόδρομο FSPed δοκίμιο κράματος AA5083 χωρίς τη προσθήκη ενισχυτικής φάσης. Το γεγονός αυτό αποδίδεται τόσο στους μηχανισμούς παρεμπόδισης της μετακίνησης και του πολλαπλασιασμού των διαταραχών από τα διεπιφανειακά τοιχώματα της φάσης ενίσχυσης (immobilization of dislocation networks and annihilation of multiplication effect) όσο και στην ενδογενή ιδιαίτερα προσαυξημένη σκληρότητα των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων η οποία και επιδρά στο σύστημα μέσω του κανόνα των μιγμάτων. Αναφορικά με τη θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη, αυτή χαρακτηρίστηκε από μία μέση τιμή σκληρότητας της τάξης των 83 HV. Η τιμή αυτή είναι μεγαλύτερη από τη σκληρότητα του αρχικού κράματος AA5083-H111 και το γεγονός αυτό αποδίδεται στο φαινόμενο της ενδοτράχυνσης και τα επαυξημένα πεδία παραμόρφωσης τα οποία έχουν επενεργήσει εντός της περιοχής αυτής. Τέλος η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη παρουσιάζει παρεμφερείς τιμές σκληρότητας με το μέταλλο βάσης (μέση τιμή 73HV) γεγονός το οποίο υποδηλοί την περιορισμένη ανάπτυξη των μηχανισμών της μεγέθυνσης των κόκκων και της πάχυνσης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης.
- Οι μεγαλύτερες τιμές σκληρότητας που λαμβάνει τόσο η ζώνη ανάδευσης όσο και η θερμομηχανικά επηρεασμένη ζώνη για τη περίπτωση της ενίσχυσης με νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων έναντι της νανοκρυσταλλικής $\gamma-Al_2O_3$ μπορούν να αποδοθούν στην ικανότητα ανάπτυξης πολυπληθέστερων και πυκνότερων πεδίων παρεμπόδισης της μετακίνησης των διαταραχών στο σύστημα αυτό.
- Μέσω περιθλασιμετρίας ακτίνων X το σημαντικότερο στοιχείο που διεξήχθη ως συμπέρασμα για το πρόδρομο δοκίμιο είναι η πραγματοποίηση του μηχανισμού διαλυτοποίησης-επανακατακρήμνισης όλων των παραχθέντων προϊόντων της ακολουθίας μετασχηματισμού των φάσεων εντός της ζώνης ανάδευσης. Δηλαδή ακόμη και με την επενέργεια 2 μόλις περασμάτων FSP παρατηρήθηκε αδυναμία ταυτοποίησης των ομάδων φάσεων στερεοποίησης $AlxMnyFez$ καθώς και των μεσομεταλλικών ενώσεων με τους ακόλουθους στοιχειομετρικούς χημικούς συντελεστές Al_3Mg_2 , Al_6Mn . Οι φάσεις αυτές έχουν επανακατακρημνισθεί έπειτα από τη διαλυτοποίησή τους σε πολύ λεπτοκρυσταλλικότερη διάταξη. Επίσης μεταξύ του αρχικού κράματος και των θερμομηχανικά κατεργασμένων δοκιμίων προσδιορίστηκε μεταβολή του σχετικού λόγου των υψών των κορυφών περίθλασης γεγονός το οποίο υποδηλοί τη μεταβολή του μικρογραφικού ιστού διαμόρφωσης καθ' όλη τη διάρκεια του Friction Stir Process (severe plastic deformation).

Μεταλλικοί αφροί με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων (MWCNTs):

- Για να πραγματοποιηθεί επιτυχής ανάπτυξη σύνθετων αφρών μεταλλικής μήτρας AA5083, με πορώδη δομή της τάξης του 54% , σχετικά ομοιόμορφη διασπορά και ικανοποιητική μορφολογική ισοτροπία μεταξύ των πόρων θα πρέπει η διεργασία FSP να εφαρμοσθεί με ρυθμό περιστροφής 1000 rpm και ταχύτητα πρόωσης 13 mm/min, για τουλάχιστον 3 ομοκατευθυντικά περάσματα. Επιπρόσθετα η θερμική διεργασία αφροποίησης που ακολουθεί πρέπει λάβει χώρα στο θερμοκρασιακό πεδίο των 750 ° C για χρονική διάρκεια παραμονής 4 min.
- Οι μεταλλικοί αυτοί αφροί χαρακτηρίζονται μικροδομικά από χονδροκρυσταλλικά προϊόντα ευτηκτικού μετασχηματισμού των φάσεων σύμφωνα με την ευτηκτική αντίδραση $L \rightarrow Al + Al_3Mg_2 + Al_{10}(Mg, Mn)_3$ όπως προκύπτει από ισοθερμοκρασιακή τομή στο τετραμερές διάγραμμα ισορροπίας των φάσεων Al-Mg-Si-Mn (sequence of eutectic phase transformations).
- Μορφολογικά η επιφάνεια των πορώδων αυτών δομών χαρακτηρίζεται από παρατεταμένες ασυνέχειες και γωνιώδεις απολήξεις, οι οποίες λειτουργούν ως πεδία συγκερασμού των τάσεων και ως πηγές έναρξης ρωγματώσεων (crack path trajectory initiation sites). Οι ασυνέχειες αυτές οφείλονται σε ετεροκατανομές συσσωματωμάτων νανοσωλήνων άνθρακα καθώς επίσης και στην αδυναμία επίτευξης ομοιόμορφης διασποράς του αφροποιητικού παράγοντα TiH_2 εντός της ζώνης ανάδευσης των προδρόμων δοκιμίων. Το γεγονός αυτό ενδέχεται να σχετίζεται με την μη ικανοποιητική ανάπτυξη κατάλληλης γωνίας διαβροχής μεταξύ των νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων και της μητρικής φάσης αλουμινίου εν αντιθέσει με τη περίπτωση της νανοκρυσταλλικής κεραμικής φάσης παρένθεσης $\gamma-Al_2O_3$, όπως άλλωστε αναφέρεται και στη διεθνή βιβλιογραφία.
- Παρατηρήθηκε επιπρόσθετα σημαντική ανομοιογένεια κατανομής ως προς το μέσο μέγεθος ανάπτυξης των πόρων ακόμα και για την ομάδα μεταλλικών αφρών που προέκυψε έπειτα από αφροποίηση προδρόμων δοκιμίων υπό την επενέργεια 3 περασμάτων FSP. Παρόλο που η κατανομή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων δεν κρίθηκε ως “μονότροπη” αλλά ως “πολύτροπη” (multimodal distribution of average pore size) μία μέση τιμή του μέσου μεγέθους ανάπτυξης των πόρων αποδόθηκε περίπου στα 1.6 mm (σημαντικά μικρότερη από την αντίστοιχη τιμή για τους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης την νανοκρυσταλλική $\gamma-Al_2O_3$).
- Οι διασυνδετικές συναρμογές – γεφυρώσεις (struts-ligaments) μεταξύ των πόρων χαρακτηρίζονται από σημαντικά μεγαλύτερα πλάτη εν συγκρίσει με αυτά των σύνθετων μεταλλικών αφρών με ενισχυτική φάση παρένθεσης τη νανοκρυσταλλική $\gamma-Al_2O_3$ και λαμβάνουν τιμές μεταξύ 275 μm - 1.03 mm.
- Η πορώδης δομή για τη συγκεκριμένη ομάδα σύνθετων μεταλλικών αφρών φάνηκε να χαρακτηρίζεται από υψηλότερη μορφολογική ανισοτροπία μεταξύ των πόρων συγκριτικά με τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς που έφεραν ως ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοκρυσταλλική $\gamma-Al_2O_3$. Σημαντική παρατήρηση αποτελεί το γεγονός ότι με την αύξηση του

αριθμού των περασμάτων FSP από τα 2 στα 3 η μορφολογική ανισοτροπία μεταξύ των πόρων στις αντίστοιχες πορώδεις δομές περιορίστηκε σημαντικά.

- Για τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων οι οποίοι προέκυψαν έπειτα από την εφαρμογή 2 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου προσμετρήθηκε περιορισμένη ανάπτυξη πορώδους της τάξης του 48%. Με την εφαρμογή 3 περασμάτων FSP επί του προδρόμου δοκιμίου αναπτύχθηκαν σύνθετοι μεταλλικοί αφροί που έφεραν προσαυξημένο πορώδες της τάξης του 54%. Όπως ήταν αναμενόμενο με την αύξηση του αριθμού των περασμάτων FSP παρατηρήθηκε σημαντική αύξηση του πορώδους, η οποία σχετίζεται με την ομοιογενέστερη κατανομή του αφροποιητικού παράγοντα και την περισσότερο ομοιόμορφη διασπορά της ενισχυτικής φάσης παρένθεσης εντός της ζώνης ανάδευσης. Σε κάθε περίπτωση όμως η ανάπτυξη της πορώδους δομής καθίσταται σημαντικά χαμηλότερη από την αντίστοιχη ομάδα πειραμάτων με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική γ -Al₂O₃, γεγονός το οποίο υποδηλοί την αναγκαιότητα εφαρμογής μεγαλύτερου αριθμού περασμάτων FSP για το θερμοδυναμικό σύστημα του προδρόμου δοκιμίου AA5083- TiH₂-MWCNTs.
- Παρατηρήθηκε ακόμη ευρύτερη διασπορά κατανομής του μεγέθους των πόρων (από 0.2 ως 4mm) για τους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με φάση ενίσχυσης τους νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων έναντι της κατανομής του μεγέθους των πόρων (από 0.2 ως 3.2 mm) που προσδιορίστηκε για την περίπτωση της ενίσχυσης με ναοκρυσταλλική γ -Al₂O₃.
- Επιπρόσθετα παρατηρήθηκε έντονο εσωτερικό επιφανειακό τοπογραφικό αναγλύφο εντός των πόρων με τη συνακόλουθη ανάπτυξη πολλαπλών πτυχώσεων. Το γεγονός αυτό αποδίδεται στο μηχανισμό μηχανικής εξώθησης των νανοσωλήνων άνθρακα (protrude) που παρατηρείται σε συστήματα μητρικής φάσης αλουμινίου και ενισχυτικής φάσης παρένθεσης νανοσωλήνων άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων υπό την επενέργεια υπολειπόμενων μηχανικών τάσεων.
- Σε ότι αφορά στα αποτελέσματα των χαρτών στοιχειακής κατανομής για τη μητρική περιοχή εντός των γεφυρώσεων διασύνδεσης μεταξύ των πόρων, αυτά αποδίδουν την περικυτταροειδή κατανομή (intercellular partitioning) των κραματικών στοιχείων του χρωμίου και του μαγγανίου. Τέλος ο σίδηρος και το πυρίτιο φαίνεται να ετεροδιανέμονται μονάχα μεταξύ των περιοχών ανάπτυξης ομάδων φάσεων στερεοποίησης. Σε αντίθεση με τις ευτηκτικές δομές οι οποίες είχαν προκύψει για το σύστημα AA5083/ γ -Al₂O₃ οι κυτταροειδείς σχηματισμοί στη δεδομένη σειρά δοκιμίων φαίνεται να μην αποκραματώνονται ισχυρά από το βασικό στοιχείο ως προς τη σκλήρωση μέσω στερεού δ/τος αντικατάστασης (μαγνήσιο) αλλά ούτε και να εμφανίζουν εσωτερικά πεδία συσσώρευσης-εμπλουτισμού.
- Από τα ακτινοδιαγράμματα περιθλασιμετρίας των συνθέτων μεταλλικών αφρών με ενισχυτική φάση παρένθεσης νανοσωλήνες άνθρακα πολλαπλών τοιχωμάτων, οι οποίοι έχουν προκύψει αντίστοιχα έπειτα από την εφαρμογή 2 και 3 περασμάτων FSP, προκύπτει σημαντική μείωση της σχετικής έντασης υψών μεταξύ των κορυφών σε σχέση με το αρχικό κράμα και τα πρόδρομα FSPed δοκίμια. Το γεγονός αυτό μπορεί να αποδοθεί στη μείωση της έντασης κρυστάλλωσης της μητρικής περιοχής καθώς με την επενέργεια της θερμικής κατεργασίας αφροποίησης και την ολοκλήρωση των ευτηκτικών μετασχηματισμών των φάσεων το κρυσταλλικό πλέγμα καταλήγει να χαρακτηρίζεται ως έντονα παραμορφωμένο.

- Τέλος οι σύνθετοι αφροί μεταλλικής μήτρας με φάση ενίσχυσης MWCNTs απέδωσαν μέση τιμή σκληρότητας εντός της αφροποιημένης ζώνης 92 HV, σημαντικά δηλαδή υψηλότερη από τους αντίστοιχους σύνθετους μεταλλικούς αφρούς με ενισχυτική φάση παρένθεσης ναοκρυσταλλική $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ (74 HV) έπειτα από κοινή παραμετροποίηση επιβαλλόμενων συνθηκών FSP και επιβολή ταυτόσημου θερμοκρασιακού πεδίου αφροποίησης.

12. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα.

- Προτεραιότητα αποτελεί η ανάπτυξη μονοαξονικών μηχανικών δοκιμών, τόσο εφελκυσμού όσο και θλίψης, σε δοκίμια στα οποία έχει εφαρμοσθεί προγενέστερα η τεχνική της αλληλεπικάλυψης πολλαπλών αυλακιών (overlapping) για την παραγωγή δομών εντός των διαστατικών προτύπων του μηχανικού ελέγχου. Εν συνεχεία κρίσιμη καθίσταται η μελέτη των μηχανισμών παραμορφωσιμότητας και διάδοσης της θραύσης εντός των δοκιμίων αυτών.
- Σημαντική κρίνεται η μελέτη σε κόπωση υψηλών συχνοτήτων κάτω από την επενέργεια θερμικών διαβαθμίσεων και διαβρωτικού περιβάλλοντος (Thermomechanical High Cycle Fatigue under Corrosion Environment) των σύνθετων αυτών πορωδών δομών μεταλλικής μήτρας.
- Επιπρόσθετα καθοριστικές καθίστανται οι συνδυαστικές δοκιμές στατικών-δυναμικών φορτίσεων, όπως αποτελεί η περίπτωση συνεργιστικής δράσης καμπτικής καταπόνησης και κόπωσης (Bending –Fatigue).
- Αναγκαία επίσης θεωρείται η δοκιμή εναλλαγής της κατεύθυνσης μεταξύ των διαδοχικών περασμάτων FSP καθώς και η τροποποίηση των γεωμετριών και των σχετικών διαστάσεων των αυλακιών για τα πρόδρομα δοκίμια.
- Επιβοηθητικά ακόμη θα λειτουργούσε ως προς τη συνολική εικόνα των υπό μελέτη συστημάτων η παρένθεση διαφορετικών αφροποιητικών παραγόντων (CaCO_3 , SrCO_3 , ZrH_2), σταθεροποιητικών οξειδίων καθώς και η μεταβολή του σχετικού κλάσματος όγκου συμμετοχής μεταξύ αυτών.
- Επίσης στη διεθνή ερευνητική κοινότητα ορίζεται ως σημαντική η εφαρμογή οξειδωτικών θερμικών κατεργασιών σε ατμόσφαιρα SO_2 , κυρίως σε συγκολλημένα δοκίμια σύνθετων μεταλλικών αφρών, με σκοπό την προσομοίωση ανάπτυξης «επιθετικών» ατμοσφαιρών (aggressive atmosphere), όπως αυτές που επικρατούν στο διωστήρα ώσης των μαχητικών αεροσκαφών.
- Χρήσιμος καθίσταται ακόμη ο έλεγχος αντίστασης σε πεδία ακτινοβολιών και η ανάπτυξη πλαισίων ηλεκτρομαγνητικής θωράκισης.
- Η μελέτη της απόκρισης σε τριβή καθώς και η εφαρμογή βελτιστοποιημένων τεχνικών συγκολλήσης (laser welding - EBW welding) και κατεργασιμότητας των σύνθετων μεταλλικών αφρών (manufacturing process/Electron Discharge Machining) αποτελεί καθοριστικό παράγοντα για τη μετέπειτα ανάπτυξη αυτών σε επίπεδο βιομηχανικής κλίμακας .

- Αναγκαία καθίσταται η μελέτη απόδοσης των συστημάτων αυτών σε περιοχές θερμικής και ηχητικής μόνωσης με ταυτόχρονη ανάπτυξη πεδίων προσομοίωσης μέσω της μεθόδου LS-Dyna.
- Τέλος με τη χρήση των τεχνικών APFIM, HRTEM (DF,BF), SANS και SIMS προτείνεται να διεξαχθούν μελέτες προς ολοκλήρωση της μικροδομικής ανάλυσης των πολυφασικών αυτών θερμοδυναμικών συστημάτων. Τα παραπάνω αποτελέσματα μπορούν να συνδυαστούν με τα ακόλουθα προγράμματα ανάλυσης και θερμοδυναμικά-κινητικά μοντέλα προσέγγισης των διαχυσιακών μηχανισμών JMat Pro, Thermo Calc, Precipiti Pro και Monte Carlo Simulation.

13. Βιβλιογραφία.

- [1] A. Vevecka, P. Cavaliere, M. cabbibo, E. Evangelista, T. G. Langdon, Strengthening of a Commercial Al-5754 Alloy Using Equal-Channel Angular Pressing, *J. Mat.Sci. Letters* 20 (2001) 1601 – 1603.
- [2] D. Laughlin, K. Hono, *Porous Metal - Physical Metallurgy*, 5th ed., Elsevier, Amsterdam, 2013.
- [3] A. Degischer, B. Kriszt, *Handbook of Cellular Metals: Production, Processing Application*, Wiley VCH, Germany, 2002.
- [4] M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, J.W. Hutchinson and H.N.G. Wadley, *Metal Foams: A Design Guide*. Woburn, MA: Butterworth-Heinemann, 2000.
- [5] C. Kammer, *Aluminium foam*, EAA – European Aluminium Association, Goslar, Germany, 1999.
- [6] C. Mancin, C. Zilio, A. Diani, L. Rossetto, Air forced convection through metal foams: Experimental results and modeling, *International Journal of Heat and Mass Transfer* 62 (2013) 112–123.
- [7] E. A. Wassim, *A Systematic Study on the Mechanical and Thermal Properties of Open Cell Metal Foams for Aerospace Applications*, Mechanical Engineering, North Carolina State University, 2004.
- [8] http://www.ifam.fraunhofer.de/en/Dresden/Cellular_metallic_materials.html
- [9] R. Surace and L. De Filippis, Investigation and Comparison of Aluminium Foams Manufactured by Different Techniques, *Advanced Knowledge Application in Practice*, Institute of Industrial Technology and Automation, National Research Council (2010) 96-117.
- [10] Y. Kunming, Y. Xudong, L. Enzuo, S. Chunsheng, M. Liying, Elevated temperature compressive properties and energy absorption response of in-situ grown CNT reinforced Al composite foams, *Materials Science & Engineering A*, accepted manuscript 2017.
- [11] L.J. Gibson, M.F. Ashby, *Cellular solids, structure and properties*, Massachusetts Institute of Technology, Cambridge University press, 1997.
- [12] D.P. Papadopoulos, H. Omar, F. Stergioudi, S.A. Tsipas, N. Michailidis, The use of dolomite as foaming agent and its effect on the microstructure of aluminum metal foams - Comparison to titanium hydride, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects* 382 (2011) 118-123.
- [13] Stergioudi F., *Production of porous materials and evaluation of their properties*, Doctoral dissertation, Thessaloniki: A.U.TH, 2011.
- [14] Y. Conde, J.F. Despois, R. Goodall, A. Marmottant, L. Salvo, C. San Marchi, A. Mortensen, Replication processing of highly porous materials, *Adv Eng Mater* 8 (2006) 795-803.

- [15] H.P. Degischer, B. Kriszt, (Eds), Handbook of Cellular Metals: Production, Processing Application, Wiley-VCH, Germany, 2002.
- [16] A. Simone and L. Gibson, The effects of cell face curvature and corrugations on the stiffness and strength of metallic foams, *Acta Mater.* 11 (1998) 3929-3935.
- [17] M.F. Ashby, A.G. Evans, N.A. Fleck, L.J. Gibson, *Metalfoams: A design guide*, Butterworth-Heinemann, Oxford, 2000.
- [18] L.J. Gibson, M.F. Ashby, *Cellular solids, structure and properties*, Cambridge University press, 1997.
- [19] Q.M. Li, I. Magkiriadis, J.J. Harrigan, Compressive strain at the onset of densification of cellular solids, *J Cell Plast* 42 (2006) 371-392.
- [20] F. Stergioudi, Production of porous materials and evaluation of their properties, Doctoral dissertation, Thessaloniki: A.U.TH., 2011.
- [21] R. Kretz, E. Hombergmeier, K. Eippner, Manufacturing and testing of aluminium foam structural parts for passenger cars, *Metal Foams and Porous Metals Structures*, Verlag MIT Bremen, Bremen, Germany 1 (1999) 23-26.
- [22] J. Bunte, A. Busse, P. Cordini, Future prospects for the industrial applications of laser, *Laser Zentrum*, Hannover, 2003.
- [23] H. Haferkamp, A. Ostendorf, M. Goede, J. Bunte, Potential of Laser Welding of Metal Foam, *Proceedings of MetFoam*, Bremen, 2001.
- [24] J. Banhart, Manufacture Characterization and Application of cellular metals and metal foams, *Progress in Materials Science* 46 (2001) 559-632.
- [25] ASM International Handbook Committee, *Powder Metal Technologies and Applications, Volume 7*, ASM International, Metals Park, 1988.
- [26] J. Baumeister, J. Banhart and M. Weber, Aluminum foams for transport industry. *Materials and Design* 18 (1997) 217-220.
- [27] L. J. Gibson, Properties and Applications of Metallic Foams. *Comprehensive Composite Materials* 3 (2000) 51-58.
- [28] B. H. Smith, S. Szyniszewski, J. F. Hajjar, B.W. Schafer and S.R. Arwade, Steel foam for structures: A review of applications, manufacturing and material properties, *Journal of Constructional Steel Research* 71 (2012) 1-10.
- [29] http://www.nasa.gov/centers/glenn/technology/metallic_foam.html
- [30] Παπαδόπουλος Δ., *Μεταλλικοί Αφροί, Στρατιωτική Επιθεώρηση*, 2004, 140-154.
- [31] M. F. Ashby, The Mechanical Properties of Cellular Solids, *Metallurgical Transactions* 14 A. (1983) 1755-1769.
- [32] D. Talbot, J. Talbot, *Corrosion Science and Technology*, CRC Press, Florida, 1998.
- [33] K.V. Jata, S.L. Semiatin, Microstructure and mechanical properties of AA6056 friction stir welded plate, *Scripta Mater.* 43 (2000) 743-748.
- [34] B. London, M. Mahoney, B. Bingel, M. Calabrese, D. Waldron, in: *Proceedings of the Third International Symposium on Friction Stir Welding*, Kobe, Japan, 2001.
- [35] Effects of corrosion aircraft 2015, Avstop.com, viewed 01 November 2016, <<http://avstop.com/maint/corrosion/ch3.html>>.

- [36] G. Liu, L.E. Murr, C.S. Niou, J.C. McClure, F.R. Vega, Microstructural aspects of the friction-stir welding of 6061-T6 aluminum, *Scripta Mater.* 37 (1997) 355-369.
- [37] C.G. Rhodes, M.W. Mahoney, W.H. Bingel, R.A. Spurling, C.C. Bampton, Effects of friction stir welding on microstructure of 7075 aluminum, *Scripta Mater.* 36 (1997) 69-82.
- [38] S. Benavides, Y. Li, L.E. Murr, D. Brown, J.C. McClure, Low-temperature friction-stir welding of 2024 aluminum, *Scripta Mater.* 41 (1999) 809-813.
- [39] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, S.X. McFadden, N.A. Mara, A.K. Mukherjee, High strain rate superplasticity in a friction stir processed 7075 Al alloy, *Scripta Mater.* 42 (2000) 163-168.
- [40] R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Parameters controlling microstructure and hardness during friction-stir welding of precipitation-hardenable aluminum alloy 6063, *Mater. Sci. Forum* 507 (2001) 357-359
- [41] ΠΑΝΤΕΛΗΣ, Δ. Ι., «Επιστήμη και Τεχνική των Συγκολλήσεων: Ειδικά Κεφάλαια», Αθήνα 2012, Πανεπιστημιακές Σημειώσεις, Εκδόσεις Ε.Μ.Π.
- [42] P.B. Berbon, W.H. Bingel, R.S. Mishra, C.C. Bampton, M.W. Mahoney, Friction stir processing: a tool to homogenize nanocomposite aluminum alloys, *Scripta Mater.* 44 (2001) 61-75.
- [43] J.E. Spowart, Z.Y. Ma, R.S. Mishra, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, T. Lienert (Eds.), *Friction Stir Welding and Processing II*, TMS (2003) 243-252.
- [44] Z.Y. Ma, S.R. Sharma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Effect of friction stir processing on fatigue behavior of A356 alloy, *Scripta Mater.* 51 (2004) 237-241.
- [45] A.P. Reynolds, T.U. Seidel, M. Simonsen, in: *Proceedings of the First International Symposium on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, CA, USA, 1999.
- [46] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, Friction stir welding and processing, *Materials Science and Engineering* 50 (2005) 1-78.
- [47] A.P. Reynolds, Visualisation of material flow in autogenous friction stir welds, *Sci. Technol. Weld. Joining* 5 (2000) 120-128.
- [48] W.J. Arbegast, in: Z. Jin, A. Beaudoin, T.A. Bieler, B. Radhakrishnan (Eds.), *Hot Deformation of Aluminum Alloys III*, TMS, Warrendale, PA, USA (2003) 313-319.
- [49] L.E. Murr, Y. Li, R.D. Flores, E.A. Trillo, Intercalation vortices and related microstructural features in the friction-stir welding of dissimilar metals, *Mater. Res. Innovat.* 2 (1998) 150-158.
- [50] Y. Li, L.E. Murr, J.C. McClure, Flow visualization and residual microstructures associated with the friction-stir welding of 2024 aluminum to 6061 aluminum, *Mater. Sci. Eng. A* 271 (1999) 213-225.
- [51] Z.Y. Ma, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Superplastic deformation behaviour of friction stir processed 7075Al alloy, *Acta Mater.* 50 (2002) 4419-4429.
- [52] M.W. Mahoney, C.G. Rhodes, J.G. Flintoff, R.A. Spurling, W.H. Bingel, Properties of friction-stir-welded 7075 T651 aluminum, *Metall. Mater. Trans. A* 29 (1998) 1955-1972.
- [53] M. James, M. Mahoney, in: *Proceedings of the First International Symposium on Friction Stir Welding*, Thousand Oaks, CA, USA, 1999.

- [54] Y.J. Kwon, N. Saito, I. Shigematsu, A novel surface modification process for porous metals using friction phenomena, *Mater. Let.* 62 (2008) 4458-4460.
- [55] Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito, Mechanical property improvements in aluminium alloy through grain refinement using friction stir process, *Mater. Trans.* 44 (2003) 1343-1348.
- [56] Y.J. Kwon, I. Shigematsu, N. Saito, Mechanical properties of fine-grained aluminum alloy produced by friction stir process, *Scripta Mater.* 49 (2003) 785-796.
- [57] Y.S. Sato, M. Urata, H. Kokawa, Parameters controlling microstructure and hardness during friction-stir welding of precipitation-hardenable aluminum alloy 6063, *Metall. Mater. Trans. A* 33 (2002) 625-632.
- [58] R.S. Mishra, Z.Y. Ma, I. Charit, Friction stir processing: a novel technique for fabrication of surface composite, *Materials Science and Engineering A* 341 (2003) 307-310.
- [59] F.J. Humphreys, M. Hotherly, *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*, Pergamon Press, New York, 1995.
- [60] M. Mahoney, R.S. Mishra, T. Nelson, J. Flintoff, R. Islamgaliev, Y. Hovansky, in: K.V. Jata, M.W. Mahoney, R.S. Mishra, S.L. Semiatin, D.P. Field (Eds.), *Friction Stir Welding and Processing*, TMS, Warrendale, PA, USA (2001) 183-192.
- [61] D. Choi, Y. Kim, B. Ahn, S. Jung, Microstructure and mechanical property of A356 based composite by friction stir processing, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 23 (2013) 335-340.
- [62] Y.S. Sato, H. Kokawa, M. Enmoto, S. Jogan, Precipitation sequence in friction stir weld of 6063 aluminum during aging, *Metall. Mater. Trans. A* 30 (1999) 2429-2437.
- [63] J.Q. Su, T.W. Nelson, R.S. Mishra, M.W. Mahoney, Time-evolution of Heat Affected Zone (HAZ) of Friction Stir Welds of AA7075-T651, *Acta Mater.* 51 (2003) 713-721.
- [64] Σώκου Μ., «Μελέτη της ροής του υλικού κατά τη διαδικασία της συγκόλλησης δια τριβής με ανάδευση», Διπλωματική Εργασία, Σχολή Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, Αθήνα 2010, Επιβλέπων Καθηγητής Δ. Ι. Παντελής.
- [65] R. Nandan, T. DebRoy and H. K. D. H. Bhadeshia, *Recent Advances in Friction Stir Welding – Process, Weldment Structure and Properties*, 2008.
- [66] Χριστακόπουλος, Γ., «Μελέτη ομοειδών και ετεροειδών συγκολλήσεων ναυπηγικών κραμάτων με τη μέθοδο της τριβής με ανάδευση», Διπλωματική Εργασία, Σχολή Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, Αθήνα 2010, Επιβλέπων Καθηγητής Δ. Ι. Παντελής.
- [67] Παπαντωνίου Ι., «Βελτιστοποίηση και παραγωγή συνθετων υλικων αλουμινας/μητρας κραματος αλουμινιου 5083, με χρηση της διαδικασιας δια τριβης με αναδευση (FSP)», Μεταπτυχιακή Εργασία, Σχολή Ναυπηγών Μηχανολόγων Μηχανικών, Αθήνα 2013, Επιβλέπων Καθηγητής Δ. Ι. Παντελής.
- [68] B. Hossein, A. Asghar, Fabrication of Al7075/TiB2 Surface Composite Via Friction Stir Processing, *American Journal of Materials Science.* 1 (2011) 67-70.
- [69] D. Choi, Y. Kim, B. Ahn, Y. Kim, S. Jung, Microstructure and mechanical property of A356 based composite by friction stir processing, *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 23 (2013) 335-340
- [70] K. N. Krishnan, On the formation of onion rings in friction stir welds, *Materials Science and Engineering A* 327 (2002) 246-251.
- [71] Q. Jun, X. Hanbing, F. Zhili, F. D. Alan, A. Linan, H. Helge, Improving the tribological characteristics of aluminum 6061 alloy by surface compositing with sub-micro-size ceramic particles via friction stir processing, *Wear* 271 (2011) 1940-1945.

- [72] Q. L. Liming, F. Liu, C. Huang, L. 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.
- [73] Y. Morisada, H. Fujii, T. Nagaoka, M. Fukusumi, MWCNTs/AZ31 surface composites fabricated by friction stir processing, *Mater. Sci. Eng. A* 419 (2006) 344–347.
- [74] D. Khayyamin, A. Mostafapour, R. Keshmiri, The effect of process parameters on microstructural characteristics of AZ91/SiO₂ composite fabricated by FSP, *Materials Science & Engineering A559* (2013) 217–221.
- [75] 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.
- [76] Z.Y. Ma, Friction stir processing technology: a review. *Metall. Mater. Trans.*A39 (2008) 642–658.
- [77] 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) 439-446.
- [78] D. Deepak, R. S. Sidhu, V. K. Gupta, Preparation of 5083 Al-SiC surface composite by friction stir processing and its mechanical characterization, *International Journal of Mechanical Engineering*3 (2013) 2277-2290.
- [79] Β.Α. Αντωννάκη, Χαρακτηρισμός Προηγμένων δομών παραγόμενων με χρήση της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση (FSP) Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο πολυτεχνείο, Αθήνα 2012.
- [80] Π.Κ. Διαμαντόπουλος, Μελέτη της δημιουργίας σύνθετων υλικών μικρο- και νάνο αλούμινας σε μήτρα αλουμινίου με χρήση της κατεργασίας δια τριβής με ανάδευση FSP, Μεταπτυχιακή Εργασία, Εθνικό Μετσόβιο πολυτεχνείο, Αθήνα 2012
- [81] Y. Hangai and T. Utsunomiya, Fabrication of Porous Aluminum by Friction Stir Processing, *Metallurgical and Materials Transactions A* 40 (2009) 275–277 <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-008-9733-9>>.
- [82] Y. Hangai, Y. Ozeki and T. Utsunomiya, Foaming Conditions of Porous Aluminum in Fabrication of ADC12 Aluminum Alloy Die Castings by Friction Stir Processing, *Materials Transactions* 50 (2009) 2154–2159 <<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.MAW200904>>.
- [83] Y. Hangai and T. Utsunomiya, Fabrication of Porous Aluminum Using Gases Intrinsically Contained in Aluminum Alloy Die Castings, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 40 (2009) 1284–87 <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-009-9835-z>>.
- [84] T. Utsunomiya, K. Takahashi, and others, Effects of Amounts of Blowing Agent and Contained Gases on Porosity and Pore Structure of Porous Aluminum Fabricated from Aluminum Alloy Die Casting by Friction Stir Processing Route, *Materials Transactions* 52 (2011) 1263–1268 <<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.MBW201016>>.
- [85] Y. Hangai, K. Takahashi and others, Fabrication of Functionally Graded Aluminum Foam Using Aluminum Alloy Die Castings by Friction Stir Processing, *Materials Science and Engineering A* 534 (2012) 716–719 <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2011.11.100>>.
- [86] Y. Hangai, H. Kamada and others, Aluminum Alloy Foam Core Sandwich Panels Fabricated from Die Casting Aluminum Alloy by Friction Stir Welding Route, *Journal of Materials Processing Technology*, 214 (2014) 1928–1934 <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.04.010>>.

- [87] Y. Hangai, T. Utsunomiya and M. Hasegawa, Effect of Tool Rotating Rate on Foaming Properties of Porous Aluminum Fabricated by Using Friction Stir Processing, *Journal of Materials Processing Technology* 210 (2010) 288–292 <<http://dx.doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2009.09.012>>.
- [88] Y. Hangai, S. Koyama and others, Fabrication of Aluminum Foam/dense Steel Composite by Friction Stir Welding, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 41 (2010) 2184–2186 <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-010-0353-9>>.
- [89] Y. Hangai, N. Ishii and others, Fabrication and Tensile Tests of Aluminum Foam Sandwich with Dense Steel Face Sheets by Friction Stir Processing Route, *Materials Transactions* 53 (2012) 584–587 <<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.ME201107>>.
- [90] T. Utsunomiya, K. Tamura and others, Effects of Tool Rotating Rate and Pass Number on Pore Structure of A6061 Porous Aluminum Fabricated by Using Friction Stir Processing, *Materials Transactions* 51 (2010) 542–547 <<http://dx.doi.org/10.2320/matertrans.MBW200916>>.
- [91] Y. Hangai, Y. Oba and others, Fabrication of A1050-A6061 Functionally Graded Aluminum Foam by Friction Stir Processing Route, *Metallurgical and Materials Transactions A: Physical Metallurgy and Materials Science* 42 (2011) 3585–3589 <<http://dx.doi.org/10.1007/s11661-011-0944-0>>.
- [92] Y. Hangai, K. Saito and others, Fabrication and Compression Properties of Functionally Graded Foam with Uniform Pore Structures Consisting of Dissimilar A1050 and A6061 Aluminum Alloys, *Materials Science and Engineering A*, 613 (2014) 163–170 <<http://dx.doi.org/10.1016/j.msea.2014.06.039>>.
- [93] S Dörfler and others, 'Processing of Aluminium Foam Sandwich Tailored Blanks', *International Conference 'Advanced Metallic Materials'*, Slovakia, 2003.
- [94] A. R. Kennedy and S. Asavavisithchai, Effect of Ceramic Particle Additions on Foam Expansion and Stability in Compacted Al-TiH₂ Powder Precursors, *Advanced Engineering Materials* 6 (2004) 400–402 <<http://dx.doi.org/10.1002/adem.200405145>>.
- [95] R. F. Egerton, *Physical Principles of Electron Microscopy - An Introduction to TEM, SEM, and AEM*, Springer, 2005.
- [96] *ASM Handbook - Volume 9: Metallography and Microstructure*, ASM International, 1998
- [97] M. Retima, S. Bouyegh and H. Chadli, Effect of the heat treatment on the microstructural evolution of the nickel based superalloy, *Metalurgija-MJoM* 17 (2011) 71-77.
- [98] D. V. Sridhara Rao, K. Muraleedharan and C. J. Humphreys, TEM specimen preparation techniques, in *Microscopy: Science, Technology, Applications and Education*, A. Méndez-Vilas and J. Díaz, Eds., Formatex, 2010.
- [99] D. B. Williams and C. B. Carter, *Transmission Electron Microscopy - A Textbook for Materials Science*, Springer, 2009.
- [100] Y. Waseda, E. Matsubara and K. Shinoda, *X-Ray Diffraction Crystallography*, Springer, 2011.
- [101] M. Ladd and R. Palmer, *Structure Determination by X-Ray Crystallography - Analysis by X-Rays and Neutrons*, New York: Springer, 2013.
- [102] <http://www.twi-global.com/technical-knowledge/published-papers/industrialisation-of-friction-stir-welding-for-aerospace-structures-december-2001/>.
- [103] H. Bart-Smith, A.F. Bastawros, D.R. Mumm, A.G. Evans, D.J Sypeck, H.N.G. Wadley, *Compressive Deformation and Yielding in Cellular Al Alloys Determined Using X-Ray Tomography and Surface Strain Mapping*, 1998.

- [104] M. Lacroix, P. Nguyen, D. Schweich, C. Pham, Sabine Savin-Poncet, David Edouard, Pressure drop measurements and modeling on SiC foams, 2007.
- [105] S. Mancin, C. Zilio, A. Cavalli, L. Rossetto, Pressure drop during air flow in aluminum foams, 2010.
- [106] O. Peter, Characterization of intermetallic particles in aluminum alloy AA5083 series after recrystallization heat treatment, Faculty of Mechanical Engineering Universiti Malaysia Pahang, November 2007.
- [107] Δ.Παντελής, Β.Παπάζογλου, Επιστήμη και Τεχνική Συγκολλήσεων, Πανεπιστημιακές Σημειώσεις ΕΜΠ, Αθήνα 2014.
- [108] Y. Hangai, H. Kato, T. Utsunomiya, S. Kitahara, O. Kuwazuru and N. Yoshikawa, Compression Properties of Three-Layered Functionally Graded ADC12 Aluminum Foam Fabricated by Friction Stir Welding, *Materials Transactions* 54 (2013) 405 - 408.
- [109] Y. Hangai, H. Kato, T. Utsunomiya, S. Kitahara, O. Kuwazuru and N. Yoshikawa, Effects of Porosity and Pore Structure on Compression Properties of Blowing-Agent-Free Aluminum Foams Fabricated from Aluminum Alloy Die Castings, *Materials Transactions* 53 (2012) 1515 - 1520.
- [110] K.Kumar, S.V. Kailas, The role of friction stir welding tool on material flow and weld formation, *Materials Science and Engineering A* 485 (2008) 367–374.
- [111] W. J. Arbegast, Friction Stir Welding and Processing: Introduction, MET 492-Special Topics, South Dakota School of Mines and Technology, 2005.
- [112] R. S. Mishra and M. W. Mahoney Friction Stir Welding and Processing, ASM International, Materials Park, Ohio, 2007.
- [113] S. Mahjoob, K. Vafai, A synthesis of fluid and thermal transport models for metal foam heat exchangers, 2008.
- [114] D. Edouard, M. Lacroix, C. P. Huu, F. Luck, Pressure drop modeling on SOLID foam: State-of-the art correlation, 2008.
- [115] J.G. Fourie, J.P. Du Plessis, Pressure drop modeling in cellular metallic foams, 2002.
- [116] G. I. Garrido, F.C. Patcas, S. Lang, B. Kraushaar-Czarnetzki, Mass transfer and pressure drop in ceramic foams: a description for different pores sizes and porosities, 2008.
- [117] E.A. Moreira, M.D.M. Innocentini, J.R. Coury, Permeability of ceramic foams to compressible and incompressible flow, 2004.
- [118] J.T. Richardson, Y. Peng, D. Remue, Properties of ceramic foam catalyst supports: pressure drop, 2000.
- [119] A. Bhattacharya, V.V. Calmidi, R.L. Mahajan, Thermophysical properties of high porosity metal foams, 2002.
- [120] M. Lacroix, P. Nguyen, D. Schweich, C. Pham Huu, S. Savin-Poncet, D. Edouard, Pressure drop measurements and modeling on SiC foams, 2007.
- [121] J.-J. Hwang, G.-J. Hwang, R.-H. Yeh, C.-H. Chao, Measurement of interstitial heat transfer and frictional drag for flow across metal foams, 2002.

- [122] T. Kim, A.J. Fuller, H.P. Hodson, T.J. Lu, An experimental study on thermal transport in lightweight metal foams at high Reynolds numbers, 2002.
- [123] F. Topin, J.-P. Bonnet, B. Madani, L. Tardist, Experimental analysis of multiphase flow in metallic foam: flow laws, heat transfer and convective boiling, 2006.
- [124] N. Dukhan, P. Patel, Equivalent particle diameter and length scale for pressure drop in porous metals, 2008.
- [125] A. Shafiei-Zarghani, S.F. Kashani-Bozorg, A. Zarei-Hanzaki, Microstructures and mechanical properties of Al/Al₂O₃ surface nano-composite layer produced by friction stir processing, *Materials Science and Engineering A* 500 (2009) 84–91.
- [126] A. Dolatkhan, P. Golbabaee, M.K. Besharati Givi, F. Molaiekiya, Investigating effects of process parameters on microstructural and mechanical properties of Al5052/SiC metal matrix composite fabricated via friction stir processing, *Materials and Design* 37 (2012) 458–464.
- [127] M. Sharifitabar, A. Sarani, S. Khorshahian, M. Shafiee Afarani, Fabrication of 5052Al/Al₂O₃ nanoceramic particle reinforced composite via friction stir processing route, *Materials and Design* 32 (2011) 4164–4172.
- [128] W. M. Thomas, E. D. Nicholas, Friction stir welding for the transportation industries, *Materials & Design* 18 (1997) 269-273.
- [129] K.Elangovan, V.Balasubramanian, “Influences of tool pin profile and welding speed on the formation of friction stir processing zone in AA2219 aluminium alloy”, *Journal of Materials Processing Technology* 200 (2008) 163-175.
- [130] K.Elangovan, V.Balasubramanian, “Influences of pin profile and rotational speed of the tool on the formation of friction stir processing zone in AA2219 aluminium alloy”, *Materials Science and Engineering A* 459 (2007) 7–18.
- [131] K.Elangovan, V.Balasubramanian, “Influences of tool pin profile and tool shoulder diameter on the formation of friction stir processing zone in AA6061 aluminium alloy”, *Materials and Design* 29 (2008) 362–373.
- [132] Γ. Χριστακόπουλος, Διπλωματική Εργασία “ Μελέτη ομοειδών και ετεροειδών συγκολλήσεων ναυπηγικών κραμάτων αλουμινίου με τη μέθοδο της τριβής με ανάδευση ”, Ε.Μ.Π., Αθήνα, 2010.
- [133] W.J. Arbegast, P.J. Hartley, in: *Proceedings of the Fifth International Conference on Trends in Welding Research*, Pine Mountain, GA, USA, June 1–5, 1998, 541-547.
- [134] H.Schmidt, J.Hattel and J.Wert, An analytical model for the heat generation in friction stir welding, *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 12 (2004) 143–157.
- [135] M. F. Ashby, The properties of foams and lattices. *Phil. Trans. R. Soc. A* 364 (2006) 15–30.
- [136] V. S. Deshpande, M. F. Ashby and N. A. Fleck Foam topology bending versus stretching dominated architecture. *Acta Materialia* 49 (2001) 1035–1040.