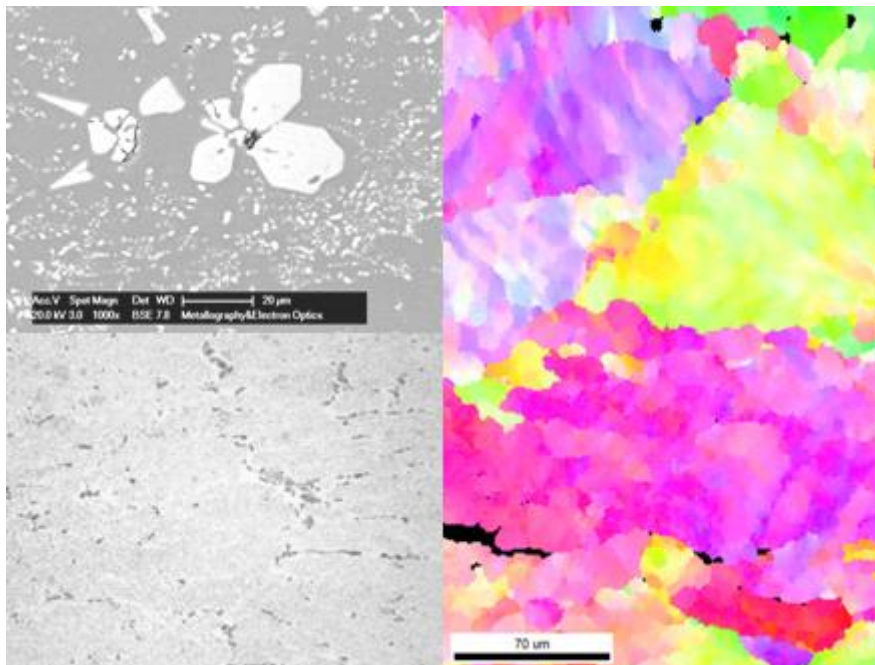




ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ –ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ & ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

ΜΕΛΕΤΗ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ 3003

Διπλωματική Εργασία



Παντελής Σταθόπουλος

Επιβλέπων: Dr. – Ing. Σπύρος Παπαευθυμίου, Επίκουρος Καθηγητής

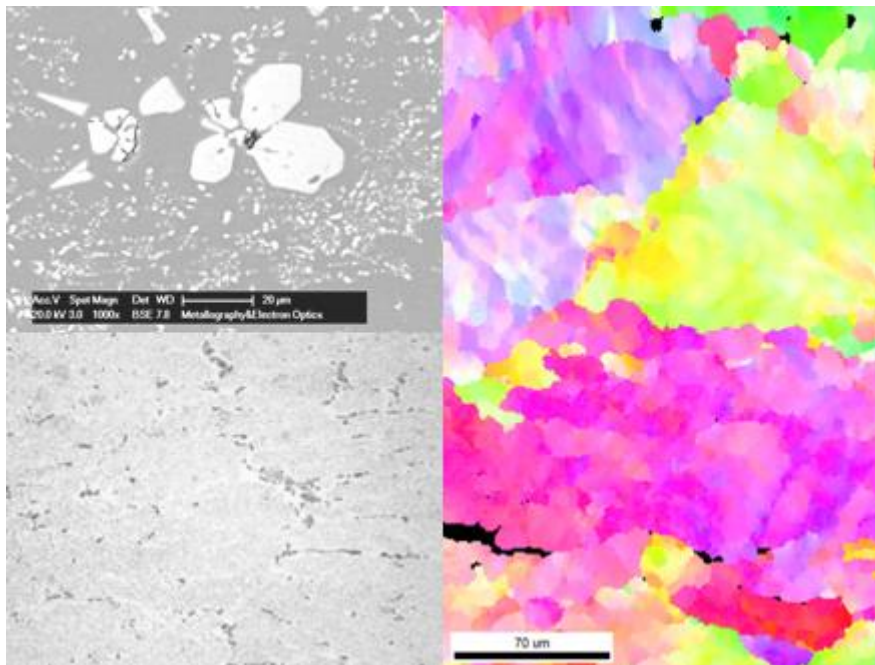


ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ
ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ – ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ
ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ & ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ
ΕΡΓΑΣΤΗΡΙΟ ΜΕΤΑΛΛΟΓΝΩΣΙΑΣ

Διπλωματική Εργασία

ΜΕΛΕΤΗ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ 3003

(Επίδραση θερμικών κατεργασιών στις ιδιότητες και την μικροδομή κράματος αλουμινίου 3003 συνεχούς χύτευσης)



Παντελής Σταθόπουλος

Επιβλέπων: Dr. – Ing. Σπύρος Παπαευθυμίου, Επίκουρος Καθηγητής

Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις

Γ. Φούρλαρης, Καθηγητής.....(Υπογραφή)

Α. Ξενίδης, Καθηγητής..... (Υπογραφή)

Σπ. Παπαευθυμίου, Επικ. Καθηγητής.....(Υπογραφή)

Στην οικογένεια μου,

Ευχαριστίες

Η παρούσα διπλωματική εργασία πραγματοποιήθηκε σε συνεργασία με μία ομάδα ανθρώπων προερχόμενων από τον χώρο της βιομηχανίας , αλλά και από το Ε.Μ.Π. χωρίς την συμβολή των οποίων δεν θα ήταν εφικτή η περάτωση της.

Αρχικά θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον επίκουρο καθηγητή Ε.Μ.Π. κο. Σ. Παπαευθυμίου, επιβλέποντα της διπλωματικής μου εργασίας, τόσο για την ευκαιρία που μου έδωσε να αναπτύξω το θέμα της διπλωματικής, όσο και για την υποστήριξη του και την εμπιστοσύνη που έδειξε στο πρόσωπο μου.

Επιπλέον θα ήθελα να ευχαριστήσω θερμά τον κο. Α. Βαζδιδβανίδη, προϊστάμενο του εργαστηρίου μεταλλογραφίας και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας του ΕΛ.ΚΕ.ΜΕ Α.Ε. για την καθοδήγησή του, τον χρόνο που διέθεσε, τις εποικοδομητικές του παρατηρήσεις του καθ' ολη τη διάρκεια της εκπόνησης της ΔΕ και την συμπαράσταση του, καθώς και τον κό. Δ.Σπαθή προϊστάμενο του εργαστηρίου μεταλλουργίας της ΕΛ.Β.ΑΛ Α.Ε. για την διάθεση των δειγμάτων, την εμπιστοσύνη που μου έδειξε και την συμβολή του στην εργασία.

Ευχαριστώ θερμά τους Ε. Γαβαλά και Ε. Μπουζούνη για τον χρόνο τους, την συμβολή τους στην περάτωση και την βελτίωση της συγγραφής της ΔΕ και την αμέριστη συμπαράσταση τους.

Επίσης απευθύνω τις ευχαριστίες μου στο ΕΛ.ΚΕ.ΜΕ Α.Ε και τον γενικό διευθυντή κο. Κ. Δανιηλίδη που με φιλοξένησε σε όλη την διάρκεια της εκπόνησης της ΔΕ και μου επέτρεψε να χρησιμοποιήσω τον εξοπλισμό της εταιρείας. Ιδιαίτερα σημαντική ήταν η συμβολή των Α. Ρίκου, Α. Τουλφατζη, Γ. Πανταζόπουλου στην περάτωση των πειραμάτων και τους ευχαριστώ για την βοήθεια τους.

Χωρίς εσάς δεν θα είχε πραγματοποιηθεί η ΔΕ και σας ευχαριστώ όλους ειλικρινά !

Περίληψη

Στην παρούσα διπλωματική εργασία μελετάται η επίδραση της θερμικής κατεργασίας ομογενοποίησης στις ιδιότητες και την μικροδομή κράματος αλουμινίου 3003, προερχόμενο από τη μέθοδο “Twin Roll Casting”. Εξετάστηκαν δώδεκα δείγματα από δύο ρόλους με διαφορετικό πάχος μετά από ομογενοποιήσεις σε διαφορετικές θερμοκρασίες (480°C, 500°C, 520°C, 560°C και 610°C για 8h παραμονής). Η μικροδομή εξετάστηκε με χρήση οπτικής μικροσκοπίας (OM), ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM) και (EBSD), ενώ προσδιορίστηκαν οι μηχανικές τους ιδιότητες, καθώς και η ηλεκτρική τους αγωγιμότητα. Προκύπτει ότι στα κράματα αλουμινίου 3003 η θερμοκρασία έναρξης δευτερογενούς ανακρυστάλλωσης εξαρτάται από το πάχος του ρόλου ενώ στους 610°C έχουμε το φαινόμενο μεγέθυνσης κόκκου. Η αύξηση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης οδηγεί σε αύξηση της πυκνότητας των λεπτομερών κατακρημνισμάτων από το στερεό διάλυμα μέχρι την θερμοκρασία των 560°C, ενώ με περαιτέρω αύξηση σε αναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου. Ο μακροδιαφορισμός στο κέντρο του δείγματος (CLS) βελτιώνεται, τα μηχανικά χαρακτηριστικά μειώνονται όσο μεγαλώνει η θερμοκρασία ομογενοποίησης ενώ η σκληρότητα μετά τους 560°C αυξάνεται λόγω διαλυτοποίησης του μαγγανίου στο στερεό διάλυμα. Μέσω ανάλυσης του ιστού με EBSD, παρατηρείται έντονη διαφορά ποσοστού ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης μεταξύ κέντρου και επιφάνειας για όλα τα δείγματα, ενώ το ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C παρουσιάζεται ως το πιο ισότροπο σε σχέση με το as cast και τα υπόλοιπα δείγματα.

Abstract

In the present diploma thesis the effect of homogenization treatments in the properties and microstructure of twin roll cast aluminum alloys 3003 has been studied. Twelve samples from two coils with different thickness were examined after several homogenization treatments in 480°C, 500°C, 520°C, 560°C and 610°C for soaking time of 8 hours. The microstructure was examined via optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and electron backscatter diffraction (EBSD), while the mechanical properties and electrical conductivity were determined. Results showed that in aluminum alloys 3003 the beginning temperature of secondary recrystallization depends on coil thickness, while grain growth phenomenon is observed at 610°C. As temperature rises, the precipitation of manganese from solid solution causes an increase in density of dispersoids $MnAl_6$ until 560°C, but as temperature rises further, manganese redissolves in aluminum matrix. CLS is improved after homogenization treatment, mechanical properties are being reduced as homogenization temperature rises, but hardness rises after 560°C because of the redissolution of manganese in aluminum matrix. Via EBSD texture analysis, an important differentiation in percentage of rolling and recrystallization texture between surface and center of all samples is observed, while the homogenized sample in 610°C seems more isotropic than the as cast sample and the rest ones.

Synopsis

A study of aluminum alloy 3003

“The effect of homogenization in the properties and microstructure of TRC aluminum alloys 3003”

Nowadays non- heat treatable aluminum alloys 3003 are utilized in all of the major industrial markets for aluminum flat-rolled products. More specifically automobile technology, packaging, building construction and heat exchangers are only a few section where 3003 is the best and low cost option. According to this, the improvement of this alloy is crucial and the production process has to be more efficient day after day. The availability of competitive materials has driven the need to control microstructure as it evolves through solidification after the casting method. Twin roll casting method produces an aluminum alloy with several microstructural issues. Homogenization treatments before cold rolling process could improve the microstructure and obtain a good combination of strength and ductility for the final product.

In the present diploma thesis such treatments are examined in order to determine the effect of homogenization in the properties and microstructure of aluminum alloys 3003. Twelve samples from two coils with different thickness (5,5mm and 8mm) were examined after several homogenization treatments in 480°C, 500°C, 520°C, 560°C and 610°C for soaking time of 8 hours, in order to compare them according to thickness and choose the most appropriate for cold rolling. The microstructure was examined via optical microscopy (OM), scanning electron microscopy (SEM) and electron backscatter diffraction (EBSD), while the mechanical properties and electrical conductivity were measured.

Results from optical microscopy showed that $MnAl_6$ and $\alpha-Al(Fe,Mn)Si$ small dispersoids tend to precipitate during homogenization temperature in 480°C and redissolve in aluminum matrix after 560°C. Coarse intermetallics $Al(Fe,Mn)Si$ tend to be spherodized during homogenization treatment in 610°C. The coarse intermetallics tend to grow as the dispersoids attach to them via Ostwald ripening mechanism.

As far as the centerline segregation from twin roll casting is concerned there is an improvement after every homogenization treatment. Samples in 610°C have the best CLS morphology as the coarse intermetallics in the center of the samples are fragmented and spherodized.

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

Recrystallization temperature differs from coil to coil according to thickness. More specifically, recrystallization begins to occur at 500°C in 5,5 mm samples , but in 8mm samples occurs at around 520°C. This happens due to the higher plastic deformation energy of 5,5 mm samples than the energy of 8mm ones. In 610°C grain growth phenomenon is observed and coarse grains affect the mechanical properties of the samples.

Hardness, yield tensile stress and ultimate tensile strength seems to correspond at the as cast, 480°C, 500°C, 520°C, 560°C conditions. However, in 610°C we observe a disproportion between hardness and yield stress. Hardness in transition from 560°C to 610°C homogenization treatment tend to rise 1-2 HV but in the same transition yield stress and ultimate tensile strength tend to fall. This happens because yield stress is more affected from grain growth phenomenon rather than the solid solution strengthening mechanism, while hardness is mainly affected from solid solution strengthening that is occurred from the dissolution of manganese in aluminum matrix over 560°C.

Electrical conductivity rises during precipitation of small intermetallics and falls as solid solution strengthening mechanism is occurred. At as cast and 610 °C condition electrical conductivity has its lowest legends, but at 480°C and 500°C where the solid solution has its lowest Mn quantity, electrical conductivity has its highest legends.

As far as the EBSD analysis is concerned, rolling maps, recrystallization maps, pole figures and inverse pole figures were obtained. The as cast samples present high percentage of rolling and recrystallization texture, showing high anisotropy. However, 610°C samples have high percentage of random texture indicating low anisotropy which is more appropriate for cold rolling. Moreover, an important differentiation in percentage of rolling and recrystallization texture between surface and center of all samples is observed. Finally, homogenized samples in 480°C and 560°C show mixed orientations and low percentage of random texture, while pole figures enhance the present observations.

Περιεχόμενα

Ευχαριστίες	4
Περίληψη	5
Abstract.....	6
Synopsis	7
Λίστα Πινάκων	11
Κατάλογος Σχημάτων	12
Εισαγωγή.....	18
Σκοπός της Μελέτης	20
ΜΕΡΟΣ ΠΡΩΤΟ.....	21
ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ - ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ.....	21
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1 ^ο	22
1. Τα κράματα αλουμινίου	22
1.1 Μηχανισμοί σκλήρυνσης κραμάτων αλουμινίου.....	23
1.1.1 Σκλήρυνση με στερεό διάλυμα	23
1.1.2 Εργοσκλήρυνση.....	25
1.1.3 Σκλήρυνση από τα λεπτομερή σωματίδια (Dispersion Strengthening).....	25
1.2 Κράματα μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες.....	26
1.3 Σειρά κραμάτων 3XXX.	26
1.4 Η επίδραση των κραματικών προσθηκών στις ιδιότητες των κραμάτων 3XXX.	27
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2 ^ο	29
2. Η μέθοδος Twin-Roll Casting (TRC)	29
2.1. Περιγραφή της μεθόδου.	29
2.2. Μακροδιαφορισμός και Centerline Segregation (CLS)	30
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3 ^ο	33
3. Θερμικές Κατεργασίες στα κράματα αλουμινίου σειράς 3XXX.	33
3.1. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στις ενδομεταλλικές φάσεις.	33
3.2. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στην ανακρυστάλλωση.....	37
3.2.1. Ανακρυστάλλωση.....	37
3.2.2. Η επίδραση των ενδομεταλλικών φάσεων στην ανακρυστάλλωση.	39
3.2.3. Μεγέθυνση κόκκου (Grain Growth)	41
3.3. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στην σκληρότητα.	42
3.4. Επίδραση θερμικών κατεργασιών στην ηλεκτρική αγωγιμότητα.	43
3.5. Επίδραση θερμικών κατεργασιών στα μηχανικά χαρακτηριστικά του κράματος.	44
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4 ^ο	46
4. Ανάλυση του ιστού και της κρυσταλλογραφίας στα κράματα αλουμινίου.....	46

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

4.1. Κρυσταλλογραφία	46
4.2. Ανάλυση του ιστού	48
ΜΕΡΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ	52
ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ – ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ.....	52
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5 ^ο :	53
5. Πειραματική Διαδικασία	53
5.1. Διατιθέμενα κράματα και πάχος δοκιμίων	53
5.2. Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης	54
5.3. Κωδικοποίηση δειγμάτων	54
5.4. Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας.....	55
5.5. Δοκιμές εφελκυσμού	56
5.6. Δοκιμές σκληρότητας.....	58
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6 ^ο	60
6. Αξιολόγηση ηλεκτρικής αγωγιμότητας και μηχανικών ιδιοτήτων έπειτα από θερμικές κατεργασίες.	60
6.1. Αποτελέσματα μέτρησης ηλεκτρικής αγωγιμότητας.....	60
6.2. Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού	61
6.3. Αποτελέσματα δοκιμών σκληρότητας	63
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7 ^ο	64
7. Ανάλυση της μικροδομής με Οπτική και Ηλεκτρονική Μικροσκοπία.....	64
7.1. Προετοιμασία δειγμάτων για Οπτική Μικροσκοπία.....	64
7.2. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία (SEM).....	65
7.3. Αποτελέσματα Οπτικής Μικροσκοπίας (OM).....	66
7.4. Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας (SEM)	71
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8 ^ο	84
8. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Περίθλασης Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD) ...	84
8.1. Προετοιμασία δειγμάτων για EBSD	86
8.2. Αποτελέσματα (EBSD)	87
ΜΕΡΟΣ ΤΡΙΤΟ	119
ΚΕΦΑΛΑΙΟ 9 ^ο	119
9. Συζήτηση και Συμπεράσματα	119
9.1. Συζήτηση των αποτελεσμάτων	119
9.2. Συμπεράσματα.....	123
9.3. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα.....	124
Βιβλιογραφία	125

Λίστα Πινάκων

Πίνακας 1: Χημική σύσταση δοκιμών κράματος αλουμινίου 3003.....	53
Πίνακας 2: Κωδικοποίηση δειγμάτων.....	54
Πίνακας 3: Ηλεκτρική αγωγιμότητα (δειγμάτων 1.1- 2.6) ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης.....	60
Πίνακας 5: Σχέση τάσης με παραμόρφωση (Δείγματα 2.1-2.6).	61
Πίνακας 6: Όριο διαρροής (yield stress) και μέγιστης εφελκυστικής αντοχής (Ultimate tensile strength) των δειγμάτων 2.1-2.6 ανά θερμοκρασία ανόπτησης.....	62
Πίνακας 4: Σκληρότητα (Δειγμάτων 2.1-2.6) ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης.....	63
Πίνακας 6: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος as cast (1.1)και του ανοπτημένου δείγματος στους 480°C (1.2).....	92
Πίνακας 7: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C (1.6).	92
Πίνακας 8: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος as cast (1.1)και του ανοπτημένου δείγματος στους 480°C (1.2).....	100
Πίνακας 9: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C (1.6).	100
Πίνακας 10: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος as cast και του ανοπτημένου δείγματος στους 480°C.....	108
Πίνακας 11: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560°C και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C.	108
Πίνακας 12: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος as cast και του ανοπτημένου δείγματος στους 480°C.....	116
Πίνακας 13: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών υφής έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C.	116

Κατάλογος Σχημάτων

Σχήμα 1: Σωληνώσεις εναλλάκτη θερμότητας από κράμα 3003 (3).....	18
Σχήμα 2: Αναπαράσταση των συμπιεστικών τάσεων που επιβάλλονται στα άτομα της μήτρας του μετάλλου A από το μέταλλο αντικατάστασης B (19).	23
Σχήμα 3: Αναπαράσταση των τάσεων που ασκούν τα άτομα της μήτρας του μετάλλου A στο μικρότερο άτομο του μετάλλου παρεμβολής B (19).....	24
Σχήμα 4: Η μέθοδος TRC. Το τήγμα εισέρχεται σε ένα φρεάτιο και πλησιάζοντας την περιοχή παραμόρφωσης αποκτά πολτώδη μορφή (mushy zone). Έπειτα εισέρχεται στην ζώνη παραμόρφωσης όπου υπόκειται σε υποβιβασμό (23).	29
Σχήμα 5: 3D απεικόνιση του CLS από τομογράφο ακτίνων X μετά την θερμή έλαση παρουσιάζοντας τον σχηματισμό καναλιού επιμηκυμένο προς την φορά της έλασης. Τα σωματίδια στην μέση του σχήματος αποτελούν τις ενδομεταλλικές φάσεις AlFeSi που σχηματίζουν το CLS (10).	31
Σχήμα 6: Σχηματισμός CLS στο κέντρο του δείγματος μετά από την χύτευση με Twin Roll Casting ο οποίος παρουσιάζεται από εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM) ώστε να φανεί η μορφολογία του σχηματισμού (10).	32
Σχήμα 7: Ο μηχανισμός Ostwald ripening (34).	35
Σχήμα 8: σχεδιάγραμμα θερμικών κατεργασιών των Huang και Ou (12).	35
Σχήμα 9: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας έπειτα από τις διάφορες θερμικές κατεργασίες. a. 400x 18h b.460x 9 h c.600x 9h d.630x 9h (11).....	36
Σχήμα 10: Σχηματικό μοντέλο εξέλιξης των ενδομεταλλικών φάσεων έπειτα από θερμικές κατεργασίες (12).....	37
Σχήμα 11: Πρόοδος της ανακρυστάλλωσης ανά θερμοκρασία ανόπτησης παρουσιάζοντας την αύξηση του μεγέθους κόκκου (19).	38
Σχήμα 12: Παρατήρηση των κόκκων των δειγμάτων με οπτική μικροσκοπία έπειτα από προσβολή με Barker's. a. 475, °C b. 500 °C, c. 525 °C, d. 560 °C (37).....	39
Σχήμα 13: Αναπαράσταση των περιοχών πυρηνποίησης με μαύρες γραμμές .Οι περιοχές αυτές περικυκλώνουν τις μεγάλες σκούρες περιοχές που αντιπροσωπεύουν τις μεγάλες ενδομεταλλικές φασεις.	40
Σχήμα 14 : Σχηματική αναπαράσταση του Grain growth μέσω της ατομικής διάχυσης (19).....	41
Σχήμα 15: Διμερές διάγραμμα Σκληρότητας-Ηλεκτρικής αγωγιμότητας έπειτα από θερμικές κατεργασίες στους 400° C, 450° C, 500° C (42).....	43
Σχήμα 16: Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας έπειτα από θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης (12).	44

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

Σχήμα 17: Καμπύλη τάσης- παραμόρφωσης των ομογενοποιημένου και του ανοπτημένου δείγματος (43)	45
Σχήμα 18: Μηχανικές ιδιότητες δειγμάτων μετά από θερμική κατεργασία (43).	45
Σχήμα 19: Προσομοίωση κυβικής εδροκεντρωμένης κρυσταλλικής δομής (44).	46
Σχήμα 20 : Σχέση μεταξύ της πλευράς a του κύβου και της ατομικής ακτίνας r (45)...	46
Σχήμα 21: α) Οκταεδρικό κενό σε δομή fcc, β) Τετραεδρικό κενό σε δομή fcc.....	47
Σχήμα 22 : α) Επίπεδα μέγιστης πυκνότητας και β) διευθύνσεις μέγιστης πυκνότητας στο σύστημα fcc (45).....	48
Σχήμα 23: Οπτική μικροσκοπία στο cls κράματος 3105 σε κατάσταση as cast και η δομή των κόκκων γύρω από τα cls (47).....	50
Σχήμα 24: Διατιθέμενα δείγματα Α) ρόλου 262 (5,5mm) Β) ρόλου 808 (8mm).	53
Σχήμα 25: Αγωγιμόμετρο SIGMATEST D 2.068.	55
Σχήμα 26: Διαγραμματική αναπαράσταση της καμπύλης τάσης παραμόρφωσης για μεταλλικά υλικά παρουσιάζοντας την μετάβαση από την ελαστική στην πλαστική περιοχή, το αναλογικό όριο (P) και το όριο διαρροής (σ_y) χρησιμοποιώντας την μέθοδο μετατόπισης τάσεων κατά 0.002 (19).	57
Σχήμα 27: Διαγραμματική αναπαράσταση της καμπύλης τάσης – παραμόρφωσης μέχρι θραύσεως του δοκιμίου στο σημείο F. Στο σημείο M παρουσιάζεται η μέγιστη αντοχή σε εφελκυσμό και στις στρογγυλές εικόνες αντιπροσωπεύεται η γεωμετρία του παραμορφωμένου δείγματος σε διάφορα σημεία κατά μήκος της καμπύλης (19)	58
Σχήμα 28: Σχηματική αναπαράσταση του διεισδυτή Vickers και του αποτυπώματος που δημιουργεί στην επιφάνεια (50).....	59
Σχήμα 29(A-B): Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.1 και 1.2 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.	66
Σχήμα 30(Γ-Δ): Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.3 και 1.4 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.	67
Σχήμα 31(Ε-ΣΤ): Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.5 και 1.6 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.	68
Σχήμα 32(A-Γ): Οπτικές μικρογραφίες στις οποίες απεικονίζεται η μορφολογία των κόκκων των δειγμάτων (1.1, 1.2, 1.3) στο οπτικό μικροσκόπιο με χρήση πολωτή.....	69
Σχήμα 33(Δ-ΣΤ): Οπτική μικρογραφία κόκκων στα δείγματα(1.4, 1.5, 1.6) στο οπτικό μικροσκόπιο με χρήση πολωτή ανά θερμοκρασία.	70
Σχήμα 34 (A-B): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.1-2.2).	71

Σχήμα 35 (Γ-Δ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.3-2.4).	72
Σχήμα 36(Ε-ΣΤ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.5-2.6).	73
Σχήμα 37 (Α-Β) : Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.1-2.2).	74
Σχήμα 38 (Γ-Δ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.3-2.4).	75
Σχήμα 39 (Ε-ΣΤ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.5-2.6).	76
Σχήμα 40: Σημείο και επιλεγμένη περιοχή για στοιχειακή ανάλυση δείγματος πάνω στον σχηματισμό cIs στο δείγμα 2.1.	77
Σχήμα 41(Α-Δ): Στοιχειακές χαρτογραφήσεις όπου φαίνεται η κατανομή των στοιχείων στην μικροδομή σε μία συγκεκριμένη περιοχή παρατήρησης (στο Δείγμα 2.1).	Σφάλμα! Δεν έχει οριστεί σελιδοδείκτης.
Σχήμα 42: Φάσματα ενεργειακής διασποράς ακτίνων Χ που αντιστοιχούν στις σημειακές χημικές αναλύσεις στο Δείγμα 2.1.	78
Σχήμα 43(Α-Β): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.1-1.2).	80
Σχήμα 44(Γ-Δ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.3-1.4).	81
Σχήμα 45(Ε-ΣΤ): Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.5-1.6).	82
Σχήμα 46: Δείγμα για μελέτη EBSD το οποίο θα εισέλθει στο SEM με τέτοιο τρόπο ώστε η κάμερα να έρχεται από πάνω (top view) και να σχηματίζει με το δείγμα γωνία 70°.	86

Σχήμα 47: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (1.2).....	87
Σχήμα 48: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (1.6).....	87
Σχήμα 49: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στο κέντρο του δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (1.2).....	88
Σχήμα 50: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C (1.6).....	89
Σχήμα 51: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480°C (1.2).....	90
Σχήμα 52: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610°C (1.6).....	91
Σχήμα 53 : Γράφημα ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ανόπτησης στο κέντρο των δειγμάτων 5.5mm.....	93
Σχήμα 54: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο των δειγμάτων as cast (1.1) και ανοπτημένου στους 480 °C (1.2).....	94
Σχήμα 55: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ανοπτημένου στους 610°C (1.6).....	94
Σχήμα 56: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (1.2).....	95
Σχήμα 57: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (1.6).....	95
Σχήμα 58: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στην επιφάνεια του δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (1.2).....	96
Σχήμα 59: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (1.6).....	97

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

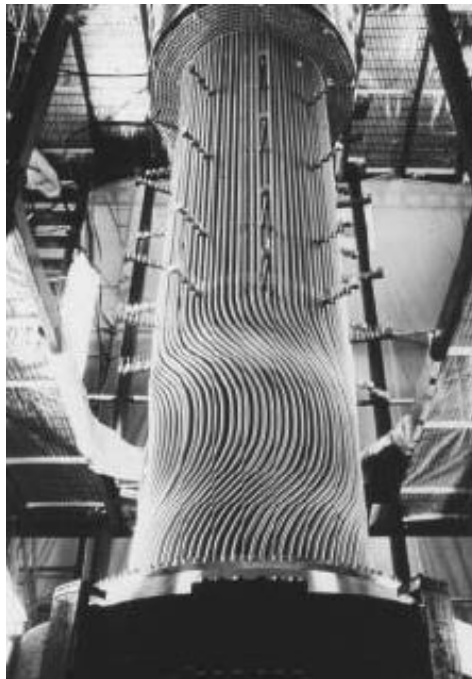
Σχήμα 60: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος as cast (1.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (1.2).....	98
Σχήμα 61: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (1.6).....	99
Σχήμα 62: Διαγραμματική αναπαράσταση ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ανόπτησης στην επιφάνεια των δειγμάτων 5.5mm.	101
Σχήμα 63: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό των δειγμάτων as cast (1.1)και ανοπτημένου στο 480 °C (1.2).....	102
Σχήμα 64: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (1.5) και του ανοπτημένου στους 480 °C (1.6).....	102
Σχήμα 65: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του δείγματος (2.1) as cast και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).....	103
Σχήμα 66: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).....	103
Σχήμα 67: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στο κέντρο του δείγματος as cast (2.1)και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).....	104
Σχήμα 68: : Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).....	105
Σχήμα 69: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος as cast (2.1)και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).....	106
Σχήμα 70: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).....	107
Σχήμα 71 : Γράφημα ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ανόπτησης στο κέντρο των δειγμάτων 8mm.....	109
Σχήμα 72: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο των δειγμάτων as cast (2.1)και ανοπτημένου στους 480 °C (2.2).....	110

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

Σχήμα 73: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου στους 610°C (2.6).	110
Σχήμα 74: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος as cast (2.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).	111
Σχήμα 75: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).	111
Σχήμα 76: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στην επιφάνεια του δείγματος as cast (2.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).	112
Σχήμα 77: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή έλασης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).	113
Σχήμα 78: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος as cast (2.1) και του ανοπτημένου δείγματος στους 480 °C (2.2).	114
Σχήμα 79: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με υφή ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ανοπτημένου δείγματος 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).	115
Σχήμα 80: Διαγραμματική αναπαράσταση ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ανόπτησης στην επιφάνεια των δειγμάτων 8mm.	117
Σχήμα 81: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό των δειγμάτων as cast (2.1) και του ανοπτημένου στο 480 °C (2.2).	118
Σχήμα 82: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό του ανοπτημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ανοπτημένου στους 610 °C (2.6).	118

Εισαγωγή

Το κράμα αλουμινίου 3003 αποτελεί μεταλλικό υλικό ευρείας χρήσης λόγω των χρήσιμων ιδιοτήτων του και της πληθώρας εφαρμογών τις οποίες ικανοποιεί. Συγκεκριμένα η καλή αντοχή σε διάβρωση και η καλή ικανότητα διαμόρφωσης και συγκόλλησης το καθιστούν το πιο διαδεδομένο γενικής χρήσης μη σιδηρούχο κράμα. Χρησιμοποιείται σε χημικό εξοπλισμό, έπιπλα, συμπιεστές, εναλλάκτες θερμότητας όπως φαίνεται και στο σχήμα 1, υλικά οικοδομών, μαγειρικά σκεύη και άλλες εφαρμογές (1) (2).



Σχήμα 1: Σωληνώσεις εναλλάκτη θερμότητας από κράμα 3003 (3).

Η παραγωγή του κράματος πραγματοποιείται είτε με την μέθοδο DC (Direct Chill casting) είτε με την μέθοδο TRC (Twin-Roll casting). Η δεύτερη έχει προσελκύσει μεγάλο ενδιαφέρον τελευταία λόγω των πλεονεκτημάτων που προσφέρει στον τομέα προστασίας του περιβάλλοντος και στην εξοικονόμηση ενέργειας. Οι ταινίες που παράγονται μέσω TRC εμφανίζουν υψηλότερο υπερκορεσμό του στερεού διαλύματος, λεπτότερη διασπορά των πρωτογενών φάσεων και λεπτότερους κόκκους επιμηκυσμένους προς την διεύθυνση της χύτευσης (4) (5).

Τα κράματα αλουμινίου σειράς 3000 έχουν αποτελέσει αντικείμενο έρευνας από πολλούς επιστήμονες καθώς η βιομηχανική τους χρησιμότητα και οι εφαρμογές που εξυπηρετούν καθιστούν την εξέλιξη τους ιδιαίτερα σημαντική τόσο στη μέθοδο παραγωγής τους όσο και στις ιδιότητες του τελικού προϊόντος. Για παράδειγμα, ήδη το 1975 ο Erik Nes (6) προσπάθησε να περιγράψει την επίδραση της διασποράς λεπτομερών σωματιδίων στην ετερογενή ανακρυστάλλωση κράματος Al-Mn παρατηρώντας την συνύπαρξη δύο διαφορετικών ενδομεταλλικών φάσεων στην μικροδομή του κράματος. Μια δεκαετία αργότερα οι Y.Kwag και G. Morris (7) περιέγραψαν την επίδραση των αλλαγών της μικροδομής του κράματος, κατά την επεξεργασία, στην μηχανική συμπεριφορά και την ικανότητα διαμόρφωσης του.

Με την είσοδο στον 21^ο αιώνα οι μελέτες του κράματος πλήθυναν και η χρήση πιο σύγχρονων εργαλείων συνέβαλε στην περαιτέρω κατανόηση των κραμάτων αυτών. Συγκεκριμένα το 2002 οι Li και Arnberg (8) άρχισαν να εντάσσουν τις θερμικές κατεργασίες ως μέσο εξέλιξης της παραγωγής του κράματος με την μελέτη των κατακρημνισμάτων έπειτα από ομογενοποίηση στους 600^ο C, ενώ μερικά χρόνια αργότερα ο Birol (9) στην Τουρκία, η Slapakova (10) στην Τσεχία και ο Hsin-Wen Huang (11) (12) στην Κίνα, μελέτησαν την συμπεριφορά του κράματος έπειτα από διάφορες θερμικές κατεργασίες σε επίπεδο ανακρυστάλλωσης, κατακρήμνισης ενδομεταλλικών φάσεων και μακροδιαφορισμού χρησιμοποιώντας ηλεκτρονική μικροσκοπία (SEM) και μικροσκοπία μετάδοσης ηλεκτρονίων (TEM).

Τέλος στις πιο πρόσφατες μελέτες ο Schmidt (13) έχει προσπαθήσει να εξηγήσει την επιρροή του κάθε βήματος συγκεκριμένης παραγωγής στον μακροδιαφορισμό, ενώ έχει καταβληθεί προσπάθεια μέχρι και μοντελοποίησης των ενδομεταλλικών φάσεων τυπου α από τους Simensen και Bjorneklett (14).

Η εξέλιξη των κραμάτων σειράς 3xxx, όπου περιέχουν Μαγγάνιο(Mn) και Σίδηρο(Fe), έχει οδηγήσει την βιομηχανία στο να παράγει φύλλα αλουμινίου με υψηλότερη αντοχή και ολκιμότητα, λόγω του μεγέθους των ενδομεταλλικών φάσεων και του κλάσματος όγκου που έχει επιτευχθεί. Υπό την παρουσία του μαγγανίου σε ποσοστό τουλάχιστον 0,5% και σε κατάσταση as cast σχηματίζονται ενδομεταλλικές φάσεις (Fe,Mn)Al₆ σε σχήμα ράβδου με μέση διάμετρο 0,1-1,5 μm και κλάσμα όγκου σε εύρος 5-20%. Ο συνδυασμός κατάλληλης θερμικής κατεργασίας και ψυχρής έλασης οδηγούν σε διάσπαση αυτών των φάσεων σε λεπτομερή σωματίδια στο Παντελής Σταθόπουλος

πλέγμα και μπορούν να διαμορφώσουν την αντοχή και την ολκιμότητα του κράματος στα επιθυμητά επίπεδα. Αυτά τα σωματίδια μπορούν να ελέγξουν την μικροδομή κατά την διάρκεια της ανακρυστάλλωσης και έτσι να επιτευχθεί ένας επιθυμητός συνδυασμός ιδιοτήτων για το κράμα (15) (16).

Σκοπός της Μελέτης

Με βάση τα παραπάνω κρίνεται σημαντική η μελέτη της επίδρασης ορισμένων θερμικών κατεργασιών ομογενοποίησης στην μικροδομή και τις ιδιότητες του κράματος μετά την χύτευση, ώστε να αξιολογηθεί η συνεισφορά των θερμικών κατεργασιών πριν την διαδικασία της έλασης και να υποδεικνύεται η κατάλληλη θερμική κατεργασία που πρέπει να ενταχθεί στην παραγωγική διαδικασία σε εκείνο το σημείο, ενώ ταυτόχρονα θα μπορεί να αποτελεί εργαλείο σύγκρισης ρόλων διαφορετικού πάχους ως προς τις ιδιότητες και τη μικροδομή. Δοκίμια του κράματος 3003, σε δύο διαφορετικά πάχη, επιλέχθηκαν ώστε να παρατηρηθεί και να μελετηθεί η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στις ενδομεταλλικές φάσεις του κράματος, στον ιστό (texture) των κόκκων του πλέγματος και στην διαφοροποίηση των μηχανικών χαρακτηριστικών, της σκληρότητας και της ηλεκτρικής αγωγιμότητας του κράματος, οδηγώντας την μελέτη σε μεγαλύτερη εμβάθυνση με την χρήση πολλών και διαφορετικών εργαλείων.

Τα αποτελέσματα που προέκυψαν μπορούν να αποτελέσουν υπόβαθρο για περαιτέρω μελέτη και εμβάθυνση καθώς και να αξιοποιηθούν στην εξέλιξη της τεχνολογίας παραγωγής των τελικών προϊόντων που προκύπτουν από το κράμα 3003.

ΜΕΡΟΣ ΠΡΩΤΟ

ΘΕΩΡΗΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ - ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΚΗ ΑΝΑΣΚΟΠΗΣΗ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1^ο

1. Τα κράματα αλουμινίου

Το αλουμίνιο ανήκει στην κατηγορία των ελαφρών μετάλλων με πυκνότητα 2,7 έναντι του σιδήρου που είναι 7,8 g/cm³ και του χαλκού 8,9 g/cm³. Το αλουμίνιο και τα κράματά του εμφανίζουν μεγάλη αντοχή στη διάβρωση λόγω της αυθόρμητης δημιουργίας επιφανειακού στρώματος Al₂O₃ που είναι λεπτό και αδιαπέραστο από το οξυγόνο, προστατεύοντας έτσι το υλικό από περαιτέρω οξείδωση και διάβρωση. Κρυσταλλώνεται στο κυβικό εδροκεντρωμένο κρυσταλλικό πλέγμα (FCC) και τήκεται στους 661 °C. Επιπλέον, λόγω της μεγάλης μηχανικής αντοχής, που επιδεικνύει ως προς το βάρος του, καθίσταται βασικό δομικό στοιχείο σε κατασκευές, που απαιτείται υψηλή αντοχή και χαμηλό βάρος, όπως στην αυτοκινητοβιομηχανία και κυρίως την αεροναυπηγική (17).

Υπάρχουν 9 διαφορετικές σειρές κραμάτων αλουμινίου οι οποίες χωρίζονται ανάλογα με την κραματική προσθήκη στο καθαρό αλουμίνιο. Αυτές είναι οι εξής:

- 1xxx Καθαρό Al (Al >99,00%)
- 2xxx Κράματα Al-Cu
- 3xxx Κράματα Al-Mn
- 4xxx Κράματα Al-Si
- 5xxx Κράματα Al-Mg
- 6xxx Κράματα Al-Mg-Si
- 7xxx Κράματα Al-Zn
- 8xxx Κράματα Al-Sn με άλλα στοιχεία
- 9xxx Κράματα Al με άλλα στοιχεία

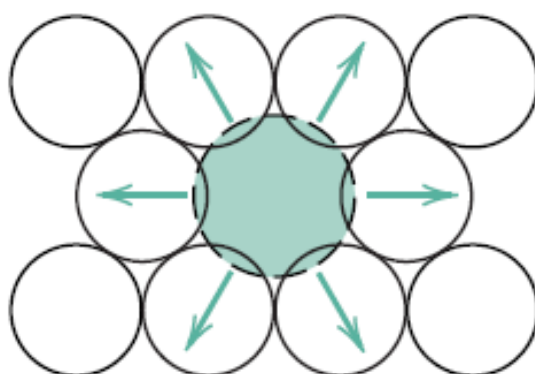
Τα κράματα αλουμινίου χωρίζονται σε δύο κατηγορίες ανάλογα με την ικανότητα τους να αυξάνουν την αντοχή τους μέσω θερμικών κατεργασιών (επιδεκτικά και μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες) (2) (1).

1.1 Μηχανισμοί σκλήρυνσης κραμάτων αλουμινίου

Τα μεταλλουργικά φαινόμενα που παρατηρούνται στην μικροδομή των κραμάτων αλουμινίου περιλαμβάνουν βασικούς μηχανισμούς οι οποίοι συμβάλλουν στην επίτευξη προτιμητέων ιδιοτήτων για την εκάστοτε εφαρμογή για την οποία προορίζεται το κράμα. Κατά τον Dieter (18) το μικρό μέγεθος κόκκου, η υψηλή προσθήκη στερεών ατόμων και οι διάφορες λεπτομερείς ενδομεταλλικές φάσεις μπορούν να χρησιμοποιηθούν για να αυξηθεί η σκληρότητα των μεταλλικών υλικών. Οι μηχανισμοί σκλήρυνσης που παρατηρούνται στα μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες κράματα αλουμινίου περιγράφονται σε αυτή την παράγραφο.

1.1.1 Σκλήρυνση με στερεό διάλυμα

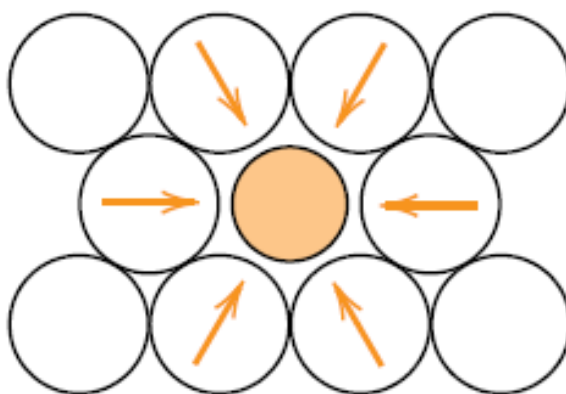
Η εισαγωγή στερεών ατόμων B στο στερεό διάλυμα ενός μετάλλου A παράγει ένα κράμα το οποίο παρουσιάζει μεγαλύτερη σκληρότητα από το καθαρό μέταλλο. Ανάλογα με τη θέση που καταλαμβάνουν τα άτομα του B μέσα στο κρυσταλλικό ιστό του A διακρίνουμε: α) Το στερεό διάλυμα αντικαταστάσεως, κατά το οποίο τα άτομα του μετάλλου B, τα οποία έχουν παρόμοιο μέγεθος με τα άτομα του μετάλλου A αντικαθιστούν ακανόνιστα και πιο σπάνια κανονικά μέσα στο κρυσταλλικό πλέγμα, άτομα του μετάλλου A. Ο χαλκός και το νικέλιο π.χ. σχηματίζουν στερεό διάλυμα αντικαταστάσεως (18) (19). Στο Σχήμα 2 βλέπουμε την κατανομή των τάσεων σε αυτή την περίπτωση στερεού διαλύματος



Σχήμα 2: Αναπαράσταση των συμπιεστικών τάσεων που επιβάλλονται στα άτομα της μήτρας του μετάλλου A από το μέταλλο αντικατάστασης B (19).

β) Το στερεό διάλυμα παρεμβολής, κατά το οποίο τα άτομα του στοιχείου B (συνήθως αμέταλλα) παίρνουν θέσεις ακανόνιστα και σπανιότερα κανονικά μεταξύ

των ατόμων του μετάλλου A, μέσα στο κρυσταλλικό του πλέγμα. Στερεό διάλυμα παρεμβολής σχηματίζεται μόνο όταν τα άτομα του στοιχείου B, που προσθέτουμε, έχουν πολύ μικρότερες διαστάσεις από τα άτομα του κυρίως στοιχείου του κράματος A και έτσι μπορούν να διεισδύσουν εύκολα και να πάρουν θέσεις μέσα στο κρυσταλλικό πλέγμα. Τέτοια άτομα είναι ο Άνθρακας, το Άζωτο, το Οξυγόνο, το Υδρογόνο και το Βόριο (18) (19). Στο Σχήμα 3 βλέπουμε την κατανομή των τάσεων σε αυτή την περίπτωση στερεού διαλύματος.



Σχήμα 3: Αναπαράσταση των τάσεων που ασκούν τα άτομα της μήτρας του μετάλλου A στο μικρότερο άτομο του μετάλλου παρεμβολής B (19).

Η στερεά διαλυτότητα στα διαλύματα αντικαταστάσεως επηρεάζεται από διάφορους παράγοντες, όπως η διαφορά μεγέθους των ατόμων και η χημική συγγένεια. Η αλληλεπίδραση μεταξύ των ατόμων σε ένα στερεό διάλυμα είναι συνάρτηση των ηλεκτρονιακών δυνάμεων. Για το λόγο αυτό βασιζόμαστε στους κανόνες του Hume - Rothery, που αφορούν τα όρια της στερεάς διαλυτότητας. Οι κανόνες αυτοί βασίζονται στη διαφορά μεγέθους μεταξύ των ατόμων, που συγκροτούν το στερεό διάλυμα, τις ηλεκτροχημικές διαφορές και τα σχετικά σθένη των μετάλλων. Συνοπτικά οι κανόνες Hume–Rothery, που αφορούν την πλήρη στερεά διαλυτότητα κατά το σχηματισμό ενός στερεού διαλύματος αντικαταστάσεως μεταξύ δύο μετάλλων A και B, είναι οι εξής :

- (1) η διαφορά μεταξύ των μεγεθών των ατόμων να είναι μικρότερη του 15%
- (2) να έχουν μικρή διαφορά ηλεκτραρνητικότητας
- (3) να έχουν την ίδια κρυσταλλική δομή
- (4) να έχουν το ίδιο σθένος (18).

Η στερεά διαλυτότητα περιορίζεται, όταν η διαφορά μεταξύ των μεγεθών των ατόμων Α και Β, που σχηματίζουν ένα στερεό διάλυμα, ξεπερνά το 15%. Η διαφορά μεγέθους των ατόμων εκφράζει τις παραμορφώσεις, που δημιουργούνται, όταν το άτομο Β φιλοξενείται στο κρυσταλλικό πλέγμα του Α και αντίστροφα.

1.1.2 Εργοσκλήρυνση

Ενδοτράχυνση ή εργοσκλήρυνση είναι το φαινόμενο, κατά το οποίο ένα μέταλλο, που υφίσταται ψυχρή πλαστική καταπόνηση, εμφανίζει αυξανόμενη αντίσταση σε περαιτέρω πλαστική παραμόρφωση (19).

Κατά τη μηχανική καταπόνηση του μετάλλου, οι διαταραχές κινούνται σε διάφορα επίπεδα ολίσθησης που αλληλοτέμνονται, με αποτέλεσμα να σημειώνεται κατά τόπους συσσώρευση αταξιών μέσα στο υλικό, οι οποίες αλληλοεπιδρούν μεταξύ τους εμποδίζοντας καθεμιά την μετακίνηση των άλλων. Η πυκνότητα και η κατανομή των διαταραχών εξαρτώνται από: το είδος της κρυσταλλικής δομής, τη θερμοκρασία και την ταχύτητα παραμόρφωσης (19).

1.1.3 Σκλήρυνση από τα λεπτομερή σωματίδια (Dispersion Strengthening)

Η σκληρότητα σε μερικά μέταλλα μπορεί να βελτιωθεί από την παρουσία πολύ λεπτομερών σωματιδίων τα οποία είναι διεσπαρμένα στην μήτρα του μετάλλου. Είτε ως αδιάλυτα σωματίδια είτε ως κατακρημνίσματα, τα σωματίδια β-φάσης αποτελούν έναν από τους λόγους αύξησης της σκληρότητας στα κράματα με βάση το αλουμίνιο.

Τα σωματίδια β-φάσης με ομοιόμορφη κατανομή εντάσσονται στην μήτρα του μετάλλου και εμποδίζουν της κίνησης των ατελειών, ισχυροποιώντας έτσι το μέταλλο (18).

1.2 Κράματα μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες

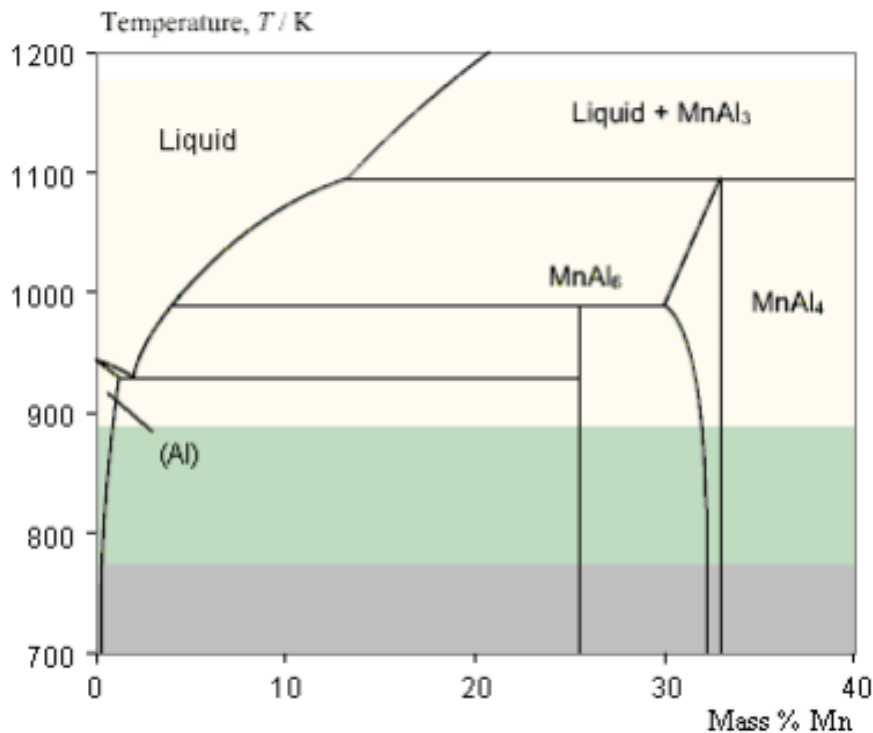
Τα κράματα διαμόρφωσης τα οποία είναι μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες περιλαμβάνουν κράματα με διάφορες κραματικές προσθήκες όπως το μαγγάνιο και το μαγνήσιο. Προσεγγιστικά τα κράματα των σειρών 3xxx, 5xxx, οι οποίες έχουν ως κύρια προσθήκη το μαγγάνιο και το μαγνήσιο αποτελούν το 95 % όλων των προϊόντων που προέρχονται από την διαδικασία της έλασης και αποτελούν μη επιδεκτικά κράματα σε θερμικές κατεργασίες. Η βελτίωση της αντοχής τους προέρχεται κυρίως από μηχανισμούς εργοσκλήρυνσης (work hardening) κατά την διαδικασία της ψυχρής διαμόρφωσης και σκλήρυνσης στερεού διαλύματος (solid solution strengthening) ή σκλήρυνσης διασποράς (dispersion hardening) (18). Πολλά κράματα της σειράς 8xxx αποτελούν μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες και έχουν διάφορες εφαρμογές σε καπάκια για μπουκάλια και ρουλεμάν. Επίσης διάφορα κράματα των σειρών 7xxx και 4xxx ανήκουν σε αυτή την κατηγορία και βρίσκουν εφαρμογές ως ηλεκτρόδια και ράβδοι συγκόλλησης, καθώς και προστατευτικά άλλων κραμάτων αλουμινίου από την διάβρωση (1) (2).

1.3 Σειρά κραμάτων 3XXX.

Γενικά, η σειρά 3xxx των κραμάτων αλουμινίου είναι πολύ χρήσιμη στην βιομηχανία λόγω του συνδυασμού καλής αντοχής, υψηλής ευπλαστότητας και εξαιρετικής αντοχής σε διάβρωση. Τα κράματα Al-Mn περιλαμβάνουν μαγγάνιο σε ποσοστά από 1.0-1.5% παρά το γεγονός ότι το μεγαλύτερο ποσοστό μαγγανίου στο στερεό διάλυμα μπορεί να φτάσει μέχρι και 1.82%. Αυτός ο περιορισμός οφείλεται στην ύπαρξη του σιδήρου σαν κραματική προσθήκη ο οποίος σε συνδυασμού με το πυρίτιο μειώνει την διαλυτότητα του μαγγανίου στο στερεό διάλυμα και η ύπαρξη του μπορεί να οδηγήσει στον σχηματισμό μεγάλων ενδομεταλλικών φάσεων Al_6Mn με καταστροφικές επιπτώσεις στην τοπική διαμορφωσιμότητα του υλικού. Το όριο διαρροής του κράματος κατά προσέγγιση επέρχεται στα 110 MPa ενώ αυτός ο αριθμός αυξάνεται με την εργοσκλήρυνση που προκαλεί η ψυχρή έλαση.

Η προσθήκη μαγνησίου δημιουργεί μηχανισμούς σκλήρυνσης με στερεό διάλυμα ενώ η προσθήκη υψηλότερου ποσοστού μαγγανίου ή μαγνησίου μπορεί να οδηγήσει στην αύξηση του ορίου διαρροής στα 180 MPa (1) (2).

Διάγραμμα Αλουμινίου- Μαγγανίου



1.4 Η επίδραση των κραματικών προσθηκών στις ιδιότητες των κραμάτων 3XXX.

Όπως προαναφέρθηκε τα κράματα αλουμινίου σειράς 3000 περιέχουν μαγγάνιο (Mn), σίδηρο (Fe) και πυρίτιο (Si) σε ποσοστά 1.0 - 1.5 % , 0.7 % max και 0.6 % max αντίστοιχα. Συνεπώς κρίνεται σημαντική η καταγραφή της επίδρασης κάθε μιας από αυτές τις κραματικές προσθήκες στην μικροδομή και τις ιδιότητες (20):

Μαγγάνιο: Το μαγγάνιο αποτελεί κοινή κραματική προσθήκη στο αλουμίνιο. Έχει την ικανότητα να αυξάνει την αντοχή του αλουμινίου είτε στο στερεό διάλυμα είτε ως λεπτομερής ενδομεταλλική φάση. Επιπλέον δεν επηρεάζει την αντιδιαβρωτική του ιδιότητα ενώ η διαλυτότητα του στην μήτρα του αλουμινίου είναι περιορισμένη. Επιπλέον το μαγγάνιο έχει την δυνατότητα να αυξάνει την θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης καθώς και να εμποδίζει την αύξηση του μεγέθους κόκκου. Στα κράματα 3000 το μαγγάνιο έχει την δυνατότητα να διορθώνει το σχήμα των ενδομεταλλικών φάσεων που δημιουργεί ο σίδηρος (τύπου α -AlFeSi) ως κραματική προσθήκη μειώνοντας έτσι την ευθραυστότητα του κράματος. Τέλος η ποσότητα επί τοις εκατό του μαγγανίου στα κράματα 3000 πρέπει να είναι περιορισμένη.

Συγκεκριμένα στο 3003 η συνδυαστική ποσότητα Μαγγανίου και Σιδήρου θα πρέπει να βρίσκεται αυστηρά μεταξύ 1.7 % - 2.0 % προκειμένου να αποφευχθεί ο σχηματισμός μεγάλων ενδομεταλλικών φάσεων (Fe,Mn)Al₆ κατά την χύτευση. Τέτοιου είδους σχηματισμοί θα μπορούσαν να επηρεάσουν αρνητικά τις ιδιότητες του κράματος και να οδηγήσουν το τελικό προϊόν σε αστοχία (1) (2) (21).

Πυρίτιο: Η προσθήκη πυριτίου στα κράματα αλουμινίου μειώνει την θερμοκρασία τήξεως και βελτιώνει την ρευστότητα κατά την χύτευση. Στην περίπτωση των κραμάτων σειράς 3000 χρησιμοποιείται ως κραματική προσθήκη για να διευκολύνει την διαδικασία χύτευση και σχηματίζει ενδομεταλλικές φάσεις τύπου α-AlFeSi σε συνδυασμό με τον σίδηρο και το αλουμίνιο (1) (21).

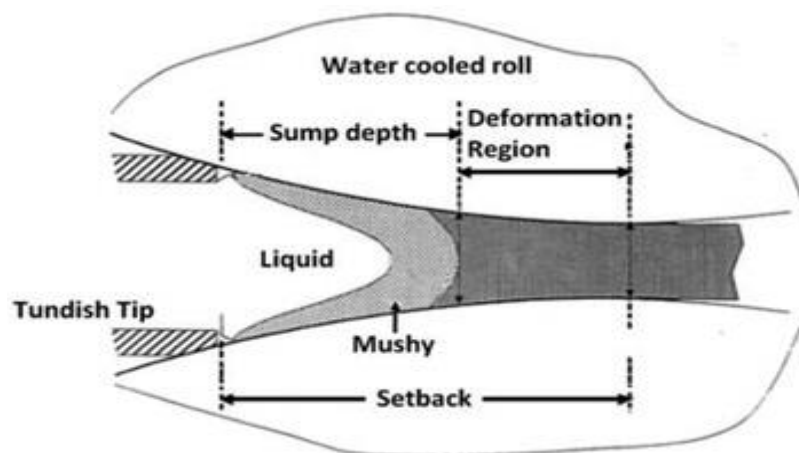
Σίδηρος: Ο σίδηρος αποτελεί την πιο κοινή ακαθαρσία στο αλουμίνιο και διαλυτοποιείται εύκολα σε όλα τα στάδια παραγωγής κατά την χύτευση. Η διαλυτότητα του σε στερεά κατάσταση είναι πολύ χαμηλή (περίπου 0.05%) και η κύρια παρουσία του στα κράματα αλουμινίου παρατηρείται ως ενδομεταλλική φάση σε συνδυασμό με το αλουμίνιο και άλλα στοιχεία. Επιπλέον, μειώνει το μέγεθος κόκκου στην μικροδομή του κράματος και σε συνδυασμό με το μαγγάνιο μπορεί να προσφέρει χρήσιμους συνδυασμούς αντοχής και ευπλαστότητας όπως στην περίπτωση των κραμάτων σειράς 3000. Αυτές οι ιδιότητες οφείλονται στο λεπτό μέγεθος κόκκου το οποίο σταθεροποιείται από την παρουσία λεπτομερών ενδομεταλλικών φάσεων (α-AlFeSi) με βάση τον σίδηρο (1) (21).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2^ο

2. Η μέθοδος Twin-Roll Casting (TRC)

2.1. Περιγραφή της μεθόδου.

Η μέθοδος Twin-Roll Casting αποτελεί μία τεχνική χύτευσης, κατά την οποία τηγμένο μέταλλο χύνεται μεταξύ δύο υδρόψυκτων περιστρεφόμενων κυλίνδρων. Αυτοί έχουν σχεδιαστεί ώστε να αποτελούν τόσο έναν εναλλάκτη θερμότητας όσο και να πληρούν μία λειτουργία θερμής έλασης. Το μέταλλο στερεοποιείται στους κυλίνδρους σχηματίζοντας μία ταινία η οποία έχει υποστεί εργοσκήρυνση λόγω της παραμόρφωσης από τους κυλίνδρους. Η μέθοδος TRC παρέχει ένα σχετικά υψηλό ρυθμό στερεοποίησης (περίπου 225°C/s) και επιτρέπει την παραγωγή μεγάλης ποσότητας υλικού σε μορφή ταινίας πάχους 6-10 mm συνδυάζοντας γρήγορη στερεοποίηση και έλαση σε ένα μόνο βήμα. Το υψηλό ρυθμό στερεοποίησης οδηγεί σε εκλέπτυνση της μικροδομής, με σχηματισμό λεπτώς κατανεμημένων πρωτογενών σωματιδίων και στερεού διαλύματος υψηλού υπερκορεσμού, ο οποίος είναι σημαντικά υψηλότερος σε σχέση με τα υλικά που λαμβάνονται από συμβατική χύτευση απευθείας ψύξης (DC) (10) (22). Στο σχήμα 4 έχουμε μια εικόνα της μεθόδου.



Σχήμα 4: Η μέθοδος TRC. Το τήγμα εισέρχεται σε ένα φρεάτιο και πλησιάζοντας την περιοχή παραμόρφωσης αποκτά πολτώδη μορφή (mushy zone). Έπειτα εισέρχεται στην ζώνη παραμόρφωσης όπου υπόκειται σε υποβιβασμό (23).

Παρά το υψηλής ποιότητας υλικό που παράγεται από αυτή την μέθοδο, η παραγωγικότητα της είναι σχετικά χαμηλή και το εύρος των κραμάτων στα οποία μπορεί να αξιοποιηθεί είναι λίγα.

2.2. Μακροδιαφορισμός και Centerline Segregation (CLS)

Ο μακροδιαφορισμός αναφέρεται στη μακροσκοπική μεταβολή της χημικής σύστασης μέσα σε ένα χυτό κράμα. Υπό συνθήκες κανονικού μακροδιαφορισμού, το τελευταίο μέρος του κράματος που στερεοποιήθηκε είναι και το πλουσιότερο στη ποσότητα του κραματικού στοιχείου. Υπό συνθήκες όμως αντίστροφου μακροδιαφορισμού, το τελευταίο μέρος του κράματος που στερεοποιήθηκε περιέχει και το μικρότερο ποσοστό του κραματικού στοιχείου.

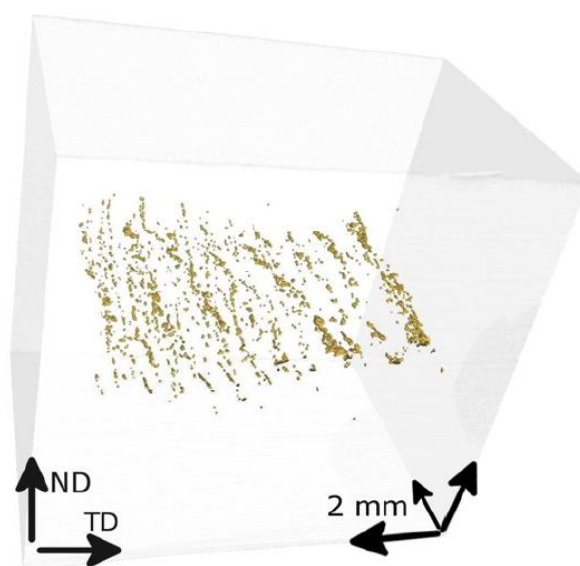
Η εμφάνιση του μικροδιαφορισμού μπορεί να μειωθεί δραστικά με θερμική κατεργασία ομογενοποίησης. Γνωστό είναι ότι το φαινόμενο της διάχυσης είναι πολύ αργή διαδικασία στη στερεή φάση οπότε και η επίδρασή του στο μακροδιαφορισμό καθίσταται μειωμένη. Τέσσερις παράγοντες ευνοούν την εμφάνιση του φαινομένου του μακροδιαφορισμού:

- 1) συρρίκνωση λόγω στερεοποίησης και θερμικής συστολής,
- 2) διαφορές στη πυκνότητα ανάμεσα στα κλαδιά των δενδριτών,
- 3) διαφορά στη πυκνότητα μεταξύ υγρού και στερεού υλικού και
- 4) επαγωγικά ρεύματα που επιταχύνονται από τη διαφορά πυκνότητας μεταξύ υγρού και στερεού υλικού (24).

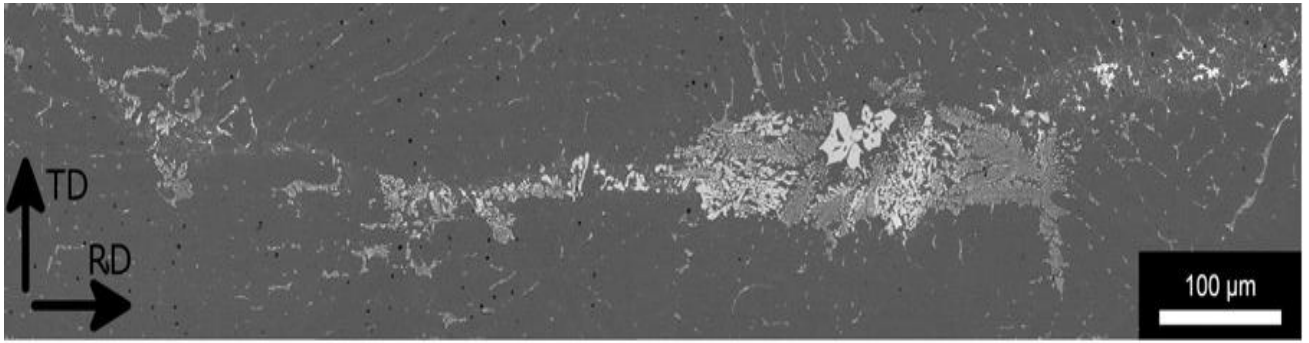
Το CLS αποτελεί έναν σχηματισμό διαφοροποίησης στο κέντρο του κράματος που προέρχεται από την μέθοδο TRC και σχηματίζεται λόγω της διαφορετικής κίνησης του διαχωρισμένου υγρού και του στερεού κατά την στερεοποίηση. Τα περισσότερα κραματικά στοιχεία έχουν μικρότερη διαλυτότητα στη στερεή φάση, παρά στην υγρή. Κατά την ψύξη, οι διαλυμένες ουσίες απορρίπτονται στην υγρή φάση, οδηγώντας σε συνεχή εμπλουτισμό των υγρής φάσης και χαμηλή συγκέντρωση διαλυτής ουσίας στο πρωτεύον στερεό. Συγκεκριμένα, στη συνηθισμένη περίπτωση συμμετρικής στερεοποίησης το CLS εντοπίζεται στο κέντρο ακριβώς του φύλλου σε σχηματισμό «καναλιού». Ο σχηματισμός του οφείλεται στην παραμόρφωση της ευαίσθητης ζώνης η οποία περιλαμβάνει ένα δίκτυο στερεών δενδριτών τα όρια των οποίων είναι

εμπλουτισμένα με τήγμα. Όταν οι παράμετροι της θερμής έλασης είναι ιδιαίτερα έντονες τότε η ζώνη ευαισθησίας παραμορφώνεται από την πίεση των ράουλων. Συνεπώς καθώς παραμορφώνονται οι στέρεοι δενδρίτες, το τήγμα που βρίσκεται στα όρια τους τήνει να πιέζεται προς την πιο θερμή ζώνη του φύλλου δημιουργώντας έτσι μία ροή τηγμένου υλικού από μια ψυχρή περιοχή σε μια πιο θερμή. Αυτή η ροή που έχει δημιουργηθεί από την πίεση των ράουλων προκαλεί περαιτέρω κίνηση τηγμένου μετάλλου μέσα στο φύλλο και έτσι εμφανίζεται ο σχηματισμός «καναλιού» (13) (25).

Το φύλλο κράματος αλουμινίου όπως παράγεται από την μέθοδο Twin Roll Casting μπορεί να πάσχει από μακροδιαφορισμό στο κέντρο του ρόλου ή αλλιώς CLS (10). Η επίδραση της ταχύτητας χύτευσης, του ρυθμού ψύξης, της θερμοκρασίας του χυτού και άλλων παραμέτρων στην τελική μικροδομή είναι πολύ σημαντική στην μορφολογία που θα έχει το CLS (26). Ο Yun (25) παρατήρησε πως το CLS είναι σχηματισμός καναλιού και εμφανίζεται σαν αποτέλεσμα της στερεοποίησης και της διαδικασίας θερμής έλασης στη μέθοδο Twin Roll Casting, ενώ επίσης συμπέρανε πως η πιθανότητα σχηματισμού του ενισχύεται μειώνοντας το πάχος του φύλλου και αυξάνοντας την ποσότητα κραματικών προσθηκών. Στα Σχήματα 5 και 6 παρατηρούμε εικόνες από τον σχηματισμό CLS.



Σχήμα 5: 3D απεικόνιση του CLS από τομογράφο ακτίνων X μετά την θερμή έλαση παρουσιάζοντας τον σχηματισμό καναλιού επιμηκυμένο προς την φορά της έλασης. Τα σωματίδια στην μέση του σχήματος αποτελούν τις ενδομεταλλικές φάσεις AlFeSi που σχηματίζουν το CLS (10).



Σχήμα 6: Σχηματισμός CLS στο κέντρο του δείγματος μετά από την χύτευση με Twin Roll Casting ο οποίος παρουσιάζεται από εικόνα ηλεκτρονικής μικροσκοπίας (SEM) ώστε να φανεί η μορφολογία του σχηματισμού (10).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3^ο

3. Θερμικές Κατεργασίες στα κράματα αλουμινίου σειράς 3XXX.

Όταν αναφερόμαστε σε θερμικές κατεργασίες στο κράμα 3xxx ουσιαστικά αναφερόμαστε στην διαδικασία ανόπτησης- ομογενοποίησης.

Ανόπτηση στη μεταλλουργία ονομάζεται η θερμική κατεργασία στην οποία υποβάλλεται ένα μέταλλο ή κράμα, που έχει υποστεί κάποια κατεργασία π.χ. σφυρηλάτηση ή ενδοτράχυνση, προκειμένου στη συνέχεια υποβαλλόμενο σε αργή ψύξη να βελτιωθεί η ευκαμψία του και να γίνει λιγότερο εύθρυπτο. Η ανόπτηση κατεργασίας είναι η θέρμανση του αλουμινίου για ορισμένο χρονικό διάστημα, που πραγματοποιείται συνήθως σε θερμοκρασία μεγαλύτερη των 450°C . Στόχος της είναι:

- (1) η εξάλειψη των εσωτερικών τάσεων, που έχουν προέλθει από την ψυχρή μορφοποίηση του υλικού (έλαση, διέλαση, κ.λπ.).
- (2) η αύξηση της απαλότητας, της ολκιμότητας και της ανθεκτικότητας.
- (3) η παραγωγή μιας συγκεκριμένης μικροδομής.

Ακολουθεί βραδεία απόψυξη του υλικού έως τη θερμοκρασία περιβάλλοντος (27). Αποτέλεσμα της ομογενοποίησης αποτελεί η αλλαγή της διασποράς της β' φάσης στην μικροδομή, η ανακρυστάλλωση και η αύξηση του μεγέθους κόκκου. Αυτά τα αποτελέσματα επιδρούν και στα μηχανικά χαρακτηριστικά του υλικού καθώς και στην ηλεκτρική αγωγιμότητα.

3.1. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στις ενδομεταλλικές φάσεις.

Όταν η διαφορά ηλεκτροαρνητικότητας μεταξύ δύο μετάλλων Α και Β είναι μεγάλη, τότε αντί για στερεό διάλυμα σχηματίζονται ενδομεταλλικές ενώσεις (intermetallic compounds) σε συγκεκριμένες αναλογίες μεταξύ των Α και Β (στοιχειομετρικές ενώσεις). Ενδομεταλλικές μεταλλικές ενώσεις επίσης σχηματίζονται όταν η περιεκτικότητα του μετάλλου Β υπερβεί το όριο στερεάς διαλυτότητας. Όσο

αυξάνεται η σταθερότητα αυτών των ενώσεων, τόσο περιορίζεται αντίστοιχα η στερεά διαλυτότητα. Η κρυσταλλική δομή των ενδομεταλλικών ενώσεων είναι τις περισσότερες φορές διαφορετική από την κρυσταλλική δομή των Α και Β (28).

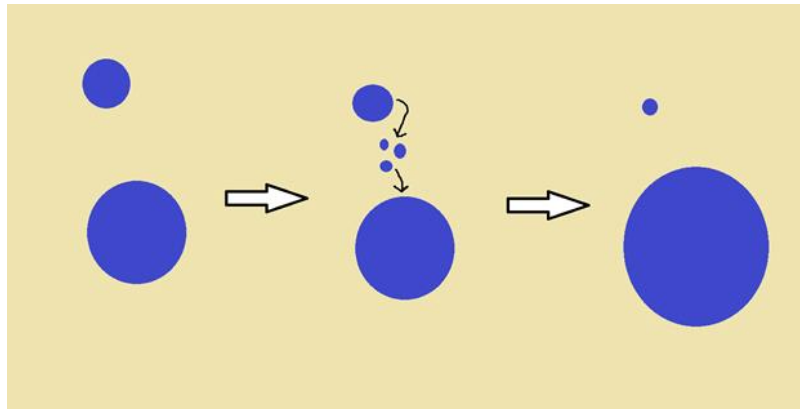
Κατά την στερεοποίησης του κράματος σειράς 3xxx μετά την χύτευση παρατηρούνται ενδομεταλλικές φάσεις στην μικροδομή του κράματος. Αυτές σχηματίζονται από τις κραματικές προσθήκες και η χημική τους σύσταση είναι 1) $Al_6(Fe,Mn)$ και 2) $\alpha-Al(Fe,Mn)Si$. Αυτές οι φάσεις παραμένουν στο υλικό μέχρι το στάδιο του τελικού προϊόντος και η διάμετρος τους κυμαίνεται από 1-10 μm . Κατά την θερμή και ψυχρή παραμόρφωση αυτές οι ενδομεταλλικές φάσεις μπορούν να παίξουν σημαντικό ρόλο αφού μπορούν να αποτελέσουν περιοχές πυρηνοποίησης και έναρξης της ανακρυστάλλωσης (6) (8) (12) (29) (30).

Οι αναφερόμενες ενδομεταλλικές φάσεις τείνουν να εξελίσσονται κατά την διάρκεια θερμικών κατεργασιών στο κράμα. Συγκεκριμένα έχει παρατηρηθεί πως τα σωματίδια $Al_6(Mn,Fe)$ τείνουν να κατακρημνίζονται κατά την διάρκεια θερμικών κατεργασιών σε χαμηλές θερμοκρασίες ομογενοποίησης ενώ αντίστοιχα τα σωματίδια $\alpha-Al(Fe,Mn)Si$ τείνουν να κατακρημνίζονται σε υψηλές θερμοκρασίες ομογενοποίησης. Αυξάνοντας δε την θερμοκρασία της θερμικής κατεργασίας ή την διάρκεια της, παρατηρείται αναδιαλυτοποίηση των φάσεων $Al_6(Mn,Fe)$ και μετατροπή ενός ποσοστού τους σε $\alpha-Al(Fe,Mn)Si$ (31) (32) (33). Η εξέλιξη των ενδομεταλλικών φάσεων πραγματοποιείται μέσω του μηχανισμού Ostwald Ripening.

Ο μηχανισμός **Ostwald ripening** ορίζεται ως εξής : Όταν μία φάση κατακρημνίζεται από το στερεό διάλυμα, ενεργειακοί παράγοντες οδηγούν τα μεγάλα κατακρημνίσματα σε αύξηση μεγέθους, ενώ τα μικρά σε μείωση προσφέροντας κομμάτια τους στον σχηματισμό των μεγαλύτερων.

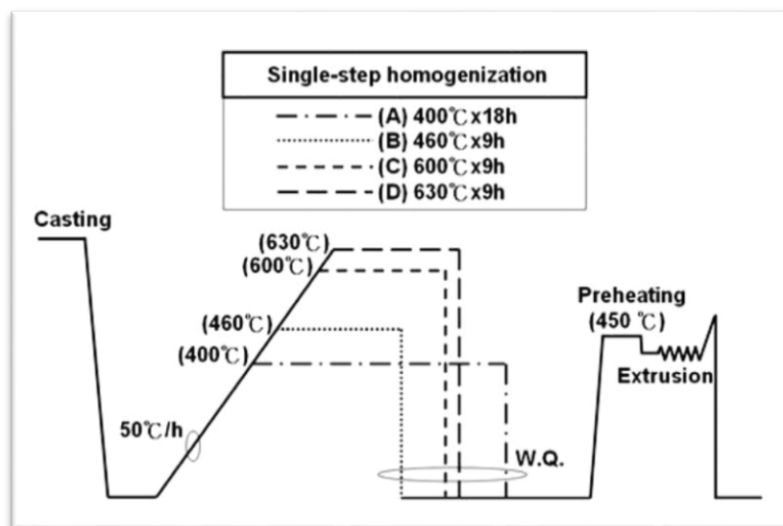
Όταν το στερεό διάλυμα είναι υπερκορεσμένο με τα άτομα που προέρχονται από την συρρίκνωση σωματιδίων τα υπόλοιπα ελεύθερα μόρια θα βρεθούν ξανά στα μεγαλύτερα σωματίδια. Έτσι τα μικρά σωματίδια μειώνονται σε μέγεθος μέχρι να εξαφανιστούν και τα μεγάλα σωματίδια αυξάνονται ακόμη περισσότερο. Αυτή η συρρίκνωση των μικρότερων σωματιδίων και η αύξηση μεγέθους των μεγαλύτερων σωματιδίων θα έχει ως αποτέλεσμα μια μεγαλύτερη μέση διάμετρο κατανομής των σωματιδίων (34).

Ο μηχανισμός Ostwald ripening λαμβάνει χώρα επειδή τα μόρια στην επιφάνεια των σωματιδίων είναι περισσότερο ενεργειακά ασταθή από εκείνα εντός του σωματιδίου. Ως εκ τούτου τα ασταθή μόρια της επιφανείας συχνά εισέρχονται στο διάλυμα και έτσι το σωματίδιο συρρικνώνεται με την πάροδο του χρόνου και την αύξηση του αριθμού των ελεύθερων μορίων στο διάλυμα (βλέπε Σχήμα 7).



Σχήμα 7: Ο μηχανισμός Ostwald ripening (34).

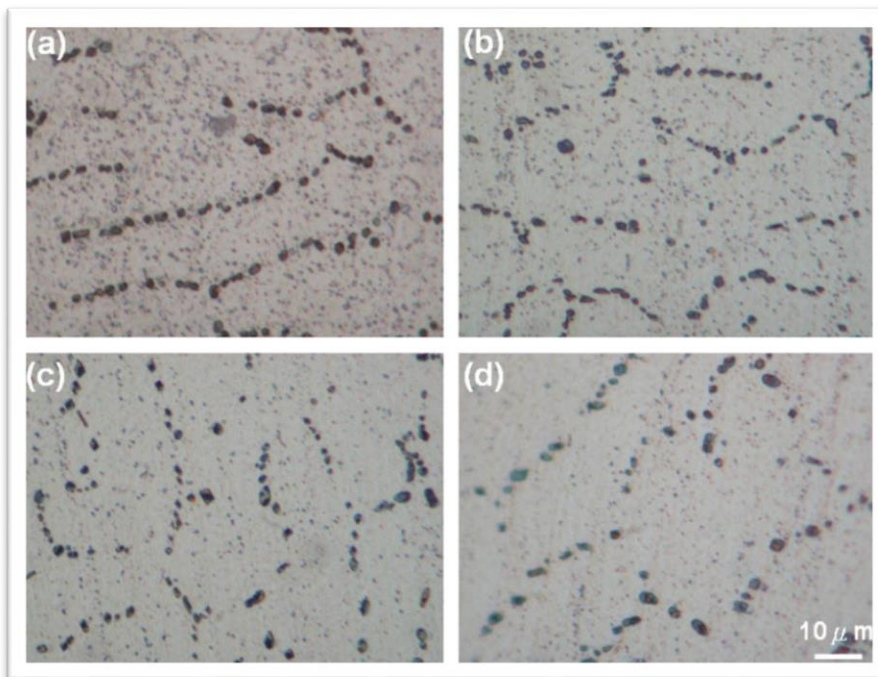
Οι Hsin-Wen Huang και Bin-Lung Ou (12) πραγματοποίησαν το 2008 θερμικές κατεργασίες σε κράματα αλουμινίου 3003 συνεχούς χύτευσης καταλήγοντας σε πολύ ενδιαφέροντα συμπεράσματα. Στο Σχήμα 8 περιγράφονται οι θερμικές κατεργασίες που ακολούθησαν.



Σχήμα 8: σχεδιάγραμμα θερμικών κατεργασιών των Huang και Ou (12).

Έπειτα από την ομογενοποίηση (A) παρατήρησαν την έντονη κατακρήμνιση της φάσης $Al_6(Mn,Fe)$ σχηματίζοντας πολύ λεπτομερή σωματίδια ενώ έπειτα από την

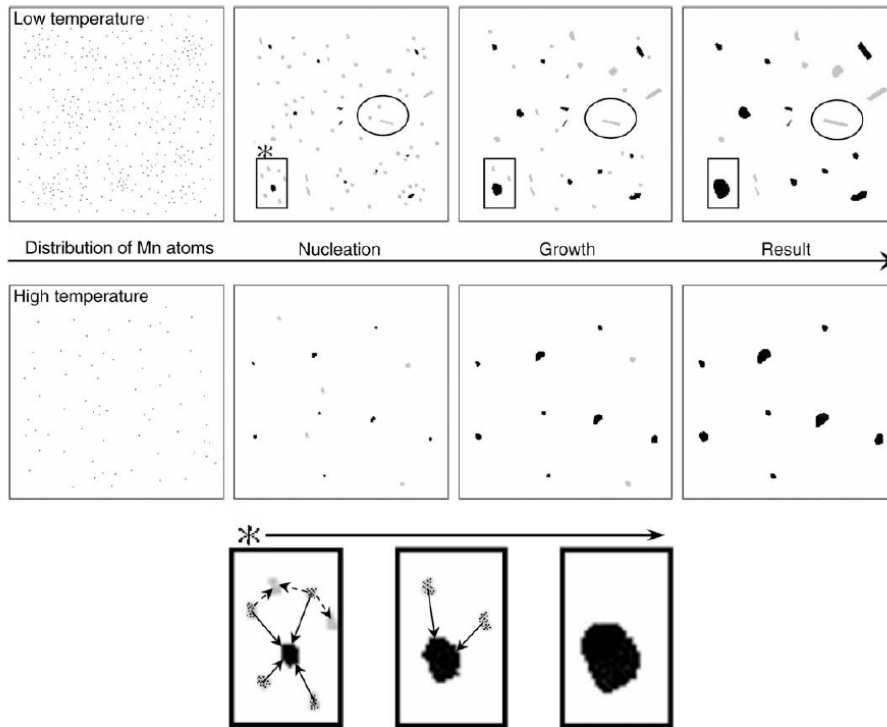
ομογενοποίηση (B) παρατήρησαν την μεγαλύτερη ποσότητα κατακρημνισμάτων. Τα αποτελέσματα αυτά φαίνονται στο Σχήμα 9 από εικόνες οπτικής μικροσκοπίας.



Σχήμα 9: Εικόνες οπτικής μικροσκοπίας έπειτα από τις διάφορες θερμικές κατεργασίες. a. 400x18h, b.460x9h, c.600x9h, d.630x9h (11).

Στην πορεία παρατήρησαν πως οι λεπτομερείς ενδομεταλλικές φάσεις $Al_6(Mn,Fe)$ οι οποίες σχηματίζονται σε χαμηλές θερμοκρασίες ομογενοποίησης μπορούν να αναδιαλυτοποιηθούν στην μήτρα του αλουμινίου μέσω του μηχανισμού Ostwald ripening σε υψηλότερες θερμοκρασίες ομογενοποίησης. Παράλληλα με την διαλυτοποίηση τους ενισχύουν και τον σχηματισμό των μεγαλύτερων ενδομεταλλικών φάσεων $\alpha-Al(Fe,Mn)Si$ οι οποίες σε υψηλές θερμοκρασίες τείνουν να σφαιροποιούνται και να αποκτούν μεγαλύτερη διάμετρο αφού ενσωματώνουν κομμάτια των λεπτομερών ενδομεταλλικών που αναδιαλυτοποιούνται (12).

Παρατηρώντας επιπλέον τις εικόνες που εισήχθησαν από το TEM στο Σχήμα 10 για τα 4 αυτά δείγματα θερμικών κατεργασιών γίνεται ακόμα πιο κατανοητός ο τρόπος με τον οποίο σχηματίζονται τα κατακρημνίσματα .



Σχήμα 10: Σχηματικό μοντέλο εξέλιξης των ενδομεταλλικών φάσεων έπειτα από θερμικές κατεργασίες (12).

3.2. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στην ανακρυστάλλωση.

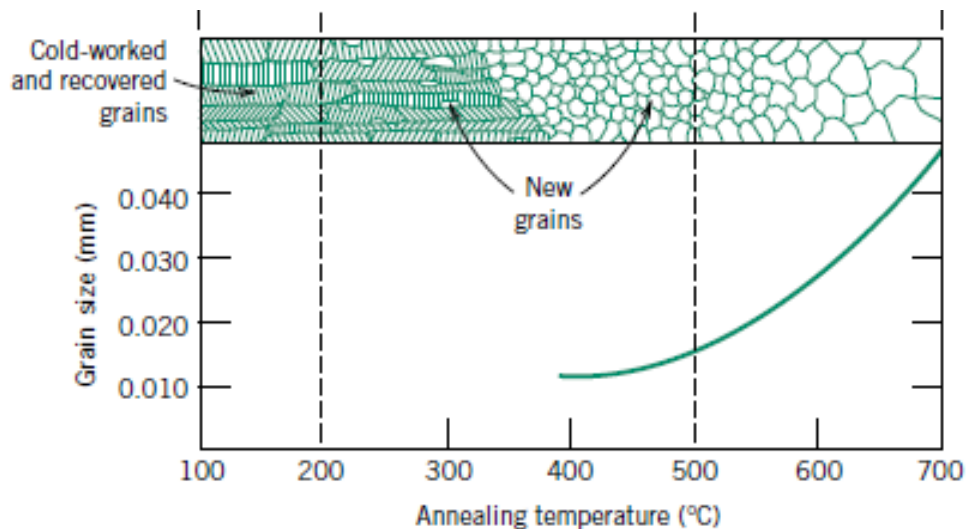
3.2.1. Ανακρυστάλλωση

Η ανακρυστάλλωση αποτελεί έναν μετασχηματισμό της μικροδομής έπειτα από θερμικές κατεργασίες και πραγματοποιείται, συνήθως, σε θερμοκρασίες ανόπτησης μεταξύ 1/3 και 1/2 της απόλυτης θερμοκρασίας τήξεως του υλικού (T_m). Κατά την ανακρυστάλλωση δημιουργούνται πυρήνες κρυστάλλωσης, οι οποίοι μεγαλώνουν σε βάρος των κρυστάλλων της αρχικής δομής, καταναλώνοντας την αποθηκευμένη ενέργεια πλαστικής παραμόρφωσης. Οι πυρήνες αυτοί αναπτύσσονται, αντικαθιστώντας τους κόκκους της αρχικής δομής με νέους απαράμορφωτους κόκκους οι οποίοι δεν παρουσιάζουν συγκεκριμένο προσανατολισμό. Οι παράγοντες, που παίζουν σημαντικό ρόλο στη διεργασία της ανακρυστάλλωσης, είναι η θερμοκρασία, ο χρόνος η καθαρότητα και ποσότητα της αποθηκευμένης ενέργειας του μετάλλου. Υπάρχει μία συγκεκριμένη ελάχιστη θερμοκρασία ανακρυστάλλωσης (βλ Σχήμα 11), κάτω από την οποία είναι αδύνατη η ανάπτυξη

των πυρήνων της νέας δομής. Όσο πιο μεγάλη είναι η θερμοκρασία, τόσο ταχύτερα γίνεται η ανάπτυξη των νέων πυρήνων, δηλαδή μειώνεται ο χρόνος ανακρυστάλλωσης. Με τον όρο δευτερογενής ανακρυστάλλωση αναφερόμαστε στην διεργασία της της ασυνήθιστης αύξησης κόκκου στην μικροδομή του υλικού (35).

Η ανακρυστάλλωση οδηγεί σε σημαντικές μεταβολές των μηχανικών ιδιοτήτων :

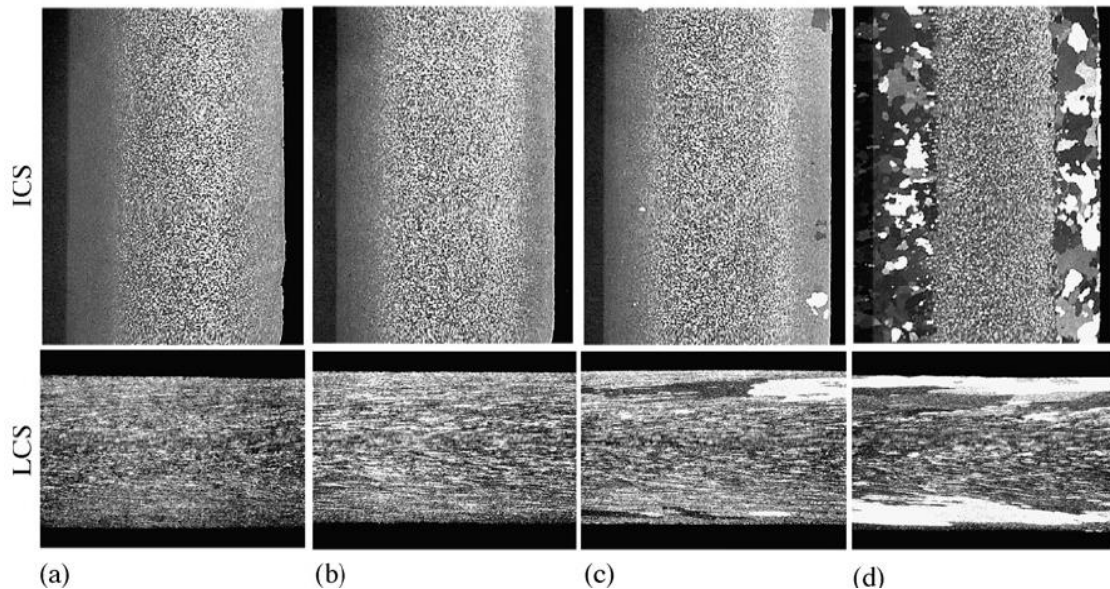
- Η σκληρότητα και το όριο διαρροής μειώνονται
- Η δυσθραυστότητα και η πλαστικότητα αυξάνονται (19).



Σχήμα 11: Πρόοδος της ανακρυστάλλωσης ανά θερμοκρασία απόπτωσης παρουσιάζοντας την αύξηση του μεγέθους κόκκου (19).

Όσον αφορά την επίδραση των θερμικών κατεργασιών ομογενοποίησης στους κόκκους του κράματος αλουμινίου ενδιαφέρον παρουσιάζει η μελέτη του Yucel Birol (36), ο οποίος ασχολήθηκε με την οπτική παρατήρηση των κόκκων δειγμάτων αλουμινίου $AlFeMnSi$ και παρατήρησε το φαινόμενο της δευτερογενούς ανακρυστάλλωσης στα δείγματα έπειτα από θερμικές κατεργασίες. Οι κόκκοι του δείγματος στην επιφάνεια παρουσιάζονται πολύ διαφορετικοί από τους κόκκους του δείγματος στο κέντρο και αυτό οφείλεται στην μέθοδο χύτευσης TRC. Στην επιφάνεια του δείγματος παρατήρησε επιμήκεις κόκκους προς την φορά της έλασης διαμέτρου 0.5-2.0 μm ενώ αντίστοιχα στο κέντρο του δείγματος παρατήρησε μεγαλύτερους κόκκους οι οποίοι επίσης δείχνουν παραμορφωμένοι ως προς την φορά της έλασης. Πραγματοποιώντας θερμικές κατεργασίες παρατήρησε πως τα δείγματα έπειτα από ομογενοποίηση 525°C παρουσιάζουν ιδιαίτερα μεγάλους κόκκους στην επιφάνεια, δείγμα έναρξης της διαδικασίας της δευτερογενούς ανακρυστάλλωσης. Σε

υψηλότερες θερμοκρασίες ομογενοποίησης το φαινόμενο αυτό εξαπλώνεται με φορά προς το κέντρο του δείγματος αλλά με ιδιαίτερα αργό ρυθμό (36). Αυτές οι αλλαγές στο μέγεθος κόκκους παρατηρεί πως επηρεάζονται από τις αντιδράσεις των ενδομεταλλικών φάσεων κοντά στην επιφάνεια όπου ο υπερκορεσμός της μήτρας αλουμινίου είναι υψηλός (37). Εικόνες του φαινομένου παρατηρούνται στο Σχήμα 12.



Σχήμα 12: Παρατήρηση των κόκκων των δειγμάτων με οπτική μικροσκοπία έπειτα από προσβολή με Barker's. a. 475, °C b. 500 °C, c. 525 °C, d. 560 °C (37).

3.2.2. Η επίδραση των ενδομεταλλικών φάσεων στην ανακρυστάλλωση.

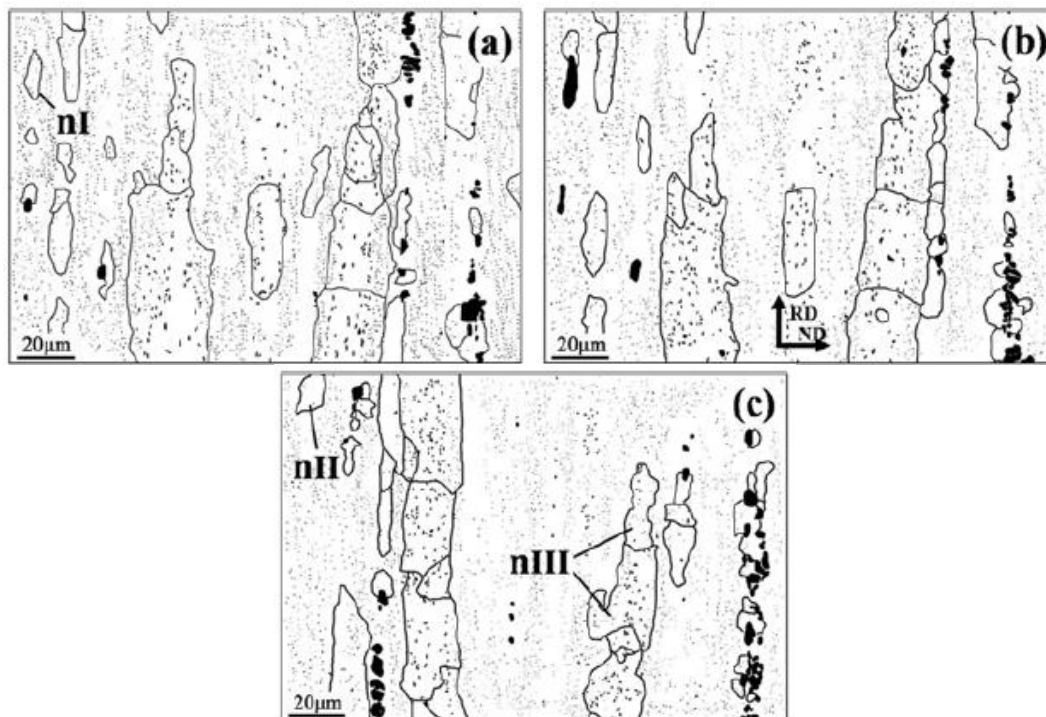
Οι ενδομεταλλικές φάσεις επηρεάζουν την πρόοδο της ανακρυστάλλωσης των κραμάτων που περιέχουν μεγάλο αριθμό σωματιδίων β-φάσης (38). Γενικά οι μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις που δεν διασπώνται τείνουν να προωθούν την ανακρυστάλλωση ενισχύοντας την πυρηνοποίηση ενώ αντίστοιχα οι λεπτομερείς ενδομεταλλικές φάσεις αποτρέπουν την ανακρυστάλλωση με τον μηχανισμό Zener pinning (39).

Με τον όρο Zener pinning ορίζουμε την επίδραση της διασποράς λεπτομερών σωματιδίων στην μετακίνηση των ορίων κόκκων χαμηλής είτε υψηλής γωνίας σε ένα πολυκρυσταλλικό υλικό. Τα λεπτομερή σωματίδια τείνουν να αποτρέπουν την κίνηση

των ορίων κόκκου ασκώντας πίεση η οποία αντιδρά στην ενέργεια που ωθεί την κίνηση τους (40).

Συγκεκριμένα στα κράματα αλουμινίου σειράς 3xxx οι μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις $Al(Fe,Mn)Si$ προωθούν ξεκάθαρα την ανακρυστάλλωση έπειτα από τη θερμή έλαση . Αντίστοιχα οι λεπτομερείς ενδομεταλλικές φάσεις Al_6Mn παίζουν σημαντικό ρόλο στην κινητική της ανακρυστάλλωσης αφού μέσω του μηχανισμού Zener pinning εμποδίζουν την κίνηση των ορίων κόκκου (39) (40).

Οι Zhang, Jensen, Lin και Liu (41) προσπάθησαν να περιγράψουν το παραπάνω φαινόμενο στο κράμα σειράς 3xxx, παρουσιάζοντας 3D χαρακτηρισμό των θέσεων πυρηνοποίησης και καταλήγοντας στο συμπέρασμα πώς οι μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις αποτελούν πολύ ισχυρά σημεία πυρηνοποίησης αποτελώντας το 90% αυτών σε κυρίως τυχαίους προσανατολισμούς ή προσανατολισμούς έλασης. Παρατηρείται μια μεγάλη διαφορά μεγέθους πυρήνων που σε αυτό το στάδιο της ανακρυστάλλωσης δεν σχετίζεται μόνο με τον προσανατολισμό αλλά σε μεγάλο βαθμό καθορίζεται από την ανομοιογενή κατανομή των λεπτομερών κατακρημνισμάτων στην παραμορφωμένη μήτρα του αλουμινίου (βλ. Σχήμα 13).

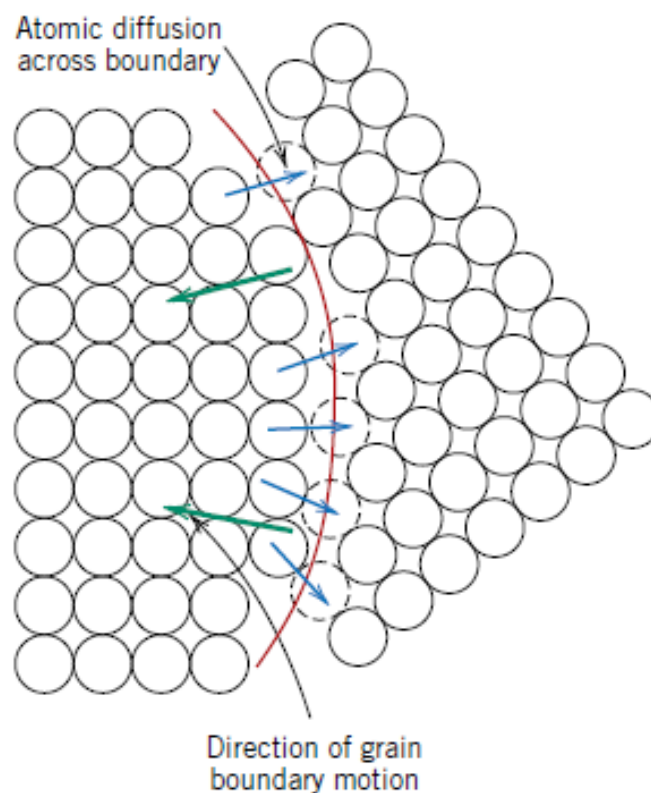


Σχήμα 13: Αναπαράσταση των περιοχών πυρηνποίησης με μαύρες γραμμές .Οι περιοχές αυτές περικυκλώνουν τις μεγάλες σκούρες περιοχές που αντιπροσωπεύουν τις μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις.

3.2.3. Μεγέθυνση κόκκου (Grain Growth)

Μετά την περάτωση της ανακρυστάλλωσης, οι κόκκοι που είναι ελεύθεροι από κάθε τάση τείνουν να συνεχίζουν να αυξάνουν το μέγεθος τους εφόσον το μέταλλο συνεχίζει να παραμένει σε υψηλή θερμοκρασία. Αυτό το φαινόμενο ονομάζεται Grain Growth (μεγέθυνση κόκκου) και μπορεί να παρουσιαστεί σε όλα τα μεταλλικά κράματα ακόμα και χωρίς την ύπαρξη ανακρυστάλλωσης. Όσο οι κόκκοι μεγεθύνονται, τόσο μειώνεται η συνολική περιοχή ορίου των κόκκων δημιουργώντας έτσι μια μείωση της συνολικής ενέργειας στην μικροδομή. Αυτό αποτελεί και την κινητήρια δύναμη για το Grain Growth.

Η δημιουργία του φαινομένου αυτού εξαρτάται από την κίνηση των ορίων κόκκου. Προφανώς δεν μεγεθύνονται όλοι οι κόκκοι, αλλά οι μεγάλοι κόκκοι εκτείνονται εις βάρος των μικρότερων πραγματοποιώντας έτσι την συρρίκνωση τους. Η κίνηση των ορίων κόκκου αποτελεί μια μικρής εμβέλειας διάχυση ατόμων από την μία μεριά των ορίων στην άλλη. Η διεύθυνση της κίνησης των ορίων κόκκου είναι αντίθετη στην κίνηση των ατόμων και αυτό φαίνεται στο Σχήμα 14 (19).



Σχήμα 14 : Σχηματική αναπαράσταση του Grain growth μέσω της ατομικής διάχυσης (19).

Η διάμετρος του κόκκου d ποικίλει ανάλογα με τον χρόνο όπως φαίνεται στην παρακάτω εξίσωση :

$$d^n - d_0^n = Kt$$

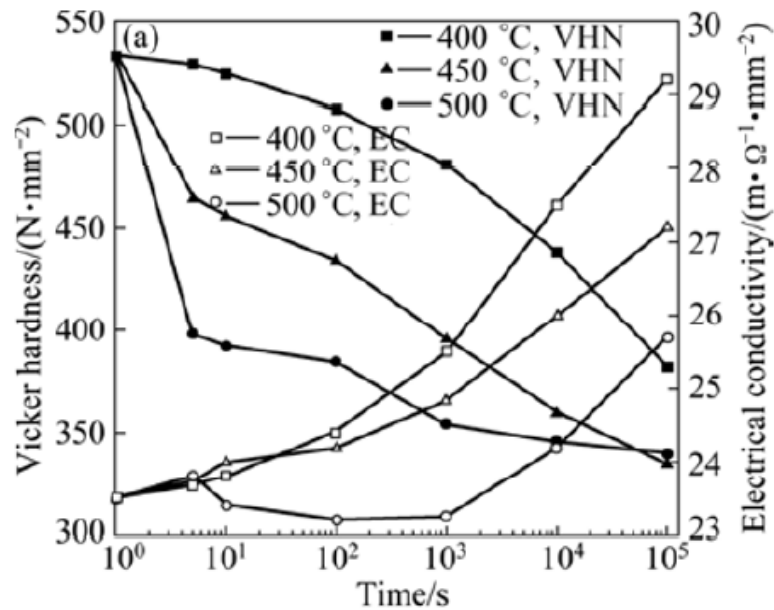
Όπου d_0 η αρχική διάμετρος του κόκκου για χρόνο $t=0$

K και n σταθερές εξαρτώμενες από τον χρόνο με το $n \geq 2$

Οι μηχανικές ιδιότητες ενός λεπτόκοκκου μετάλλου σε θερμοκρασία δωματίου είναι ιδιαίτερα καλύτερες από τις αντίστοιχες ενός χονδρόκοκκου υλικού. Αν οι κόκκοι της μικροδομής ενός μονοφασικού κράματος έχουν μεγαλύτερο μέγεθος από το προτιμητέο, τότε η εκλέπτυνση τους επιτυγχάνεται με πλαστική παραμόρφωση του μετάλλου και έπειτα θερμική κατεργασία ανακρυστάλλωσης (18) (19).

3.3. Η επίδραση των θερμικών κατεργασιών στην σκληρότητα.

Η σειρά 3000 αποτελείται εξ ολοκλήρου από κράματα μη επιδεκτικά σε θερμικές κατεργασίες και συνεπώς η επίδρασή τους στην σκληρότητα του κράματος είναι αναμενόμενα αρνητική. Σημαντικές παρατηρήσεις για την σκληρότητα των κραμάτων αυτών έπειτα από θερμικές κατεργασίες έχει κάνει ο Wang Ning (42) ο οποίος έκανε μετρήσεις σκληρότητας μετά από 3 διαφορετικές θερμοκρασίες ομογενοποίησης. Σε ένα διμερές διάγραμμα σκληρότητας και ηλεκτρικής αγωγιμότητας στο Σχήμα 15 περιγράφει την μείωση της σκληρότητας η οποία αυξάνεται όσο αυξάνεται η θερμοκρασία ομογενοποίησης. Το μαγγάνιο κατακρημνίζεται από το στερεό διάλυμα σε θερμοκρασία μεγαλύτερη των 400°C με αποτέλεσμα τη σταδιακή μείωση της τιμής της σκληρότητας. Στους 450°C η σκληρότητα μειώνεται περαιτέρω ενώ στους 500°C η μείωση συνεχίζεται καθώς η κατακρήμνιση γίνεται πιο έντονη. Στην τελική μικροδομή το μεγαλύτερο ποσοστό του μαγγανίου βρίσκεται στις ενδομεταλλικές φάσεις και όχι στο στερεό διάλυμα (42).



Σχήμα 15: Διμερές διάγραμμα Σκληρότητας-Ηλεκτρικής αγωγιμότητας έπειτα από θερμικές κατεργασίες στους 400° C, 450° C, 500° C (42).

3.4. Επίδραση θερμικών κατεργασιών στην ηλεκτρική αγωγιμότητα.

Η ηλεκτρική αγωγιμότητα του κράματος επηρεάζεται έπειτα από θερμικές κατεργασίες με βάση την μελέτη στο κράμα 3003 των Houang και Ou (11). Πραγματοποιώντας 4 θερμικές κατεργασίες όπως έχει αναφερθεί παραπάνω παρατήρησαν ότι η διαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου δημιουργεί ένα πεδίο τάσεων το οποίο αποτρέπει την κίνηση των ηλεκτρονίων στο πλέγμα. Η ηλεκτρική αγωγιμότητα συνεπώς κινείται σε χαμηλές τιμές στην as cast κατάσταση και σε θερμοκρασίες ομογενοποίησης άνω των 600°C. Για θερμικές κατεργασίες στο θερμοκρασιακό εύρος 400-560°C η ηλεκτρική αγωγιμότητα ξεκινάει από υψηλές τιμές και αυτό οφείλεται στην κατακρήμνιση του μαγγανίου από το στερεό διάλυμα, φτάνει στην υψηλότερη τιμή της στην θερμοκρασία των 460°C όπου έχουμε την πιο έντονη κατακρήμνιση και άρα την πιο σφοδρή κίνηση των ηλεκτρονίων στο πλέγμα και έπειτα ακολουθεί φθίνουσα πορεία μέχρι τους 560°C (βλ. Σχήμα 16) (12).

Heat treatment condition	Electrical conductivity (IACS%)
(A) 400°C x 18h	39.5
(B) 460°C x 9h	43
(C) 600°C x 9h	39
(D) 630°C x 9h	36.6

Σχήμα 16: Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας έπειτα από θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης (12).

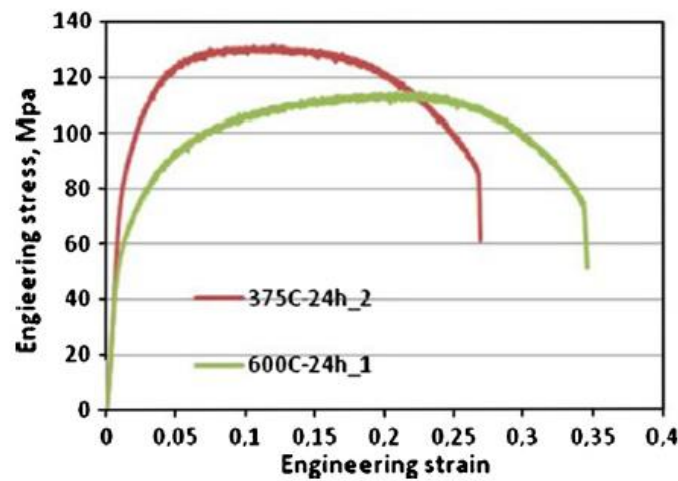
Αντίστοιχα στην μελέτη του και ο Wang Ning (42) παρατήρησε την δυσαναλογία σκληρότητας και ηλεκτρικής αγωγιμότητας μέσα από τις θερμικές κατεργασίες στα κράματα σειράς 3000 όπως αναφέρθηκε στην προηγούμενη παράγραφο στο διμερές διάγραμμα σκληρότητας και ηλεκτρικής αγωγιμότητας.

3.5. Επίδραση θερμικών κατεργασιών στα μηχανικά χαρακτηριστικά του κράματος.

Όσον αφορά την μηχανική συμπεριφορά τα κύρια σημεία ενδιαφέροντος είναι το όριο διαρροής, το όριο θραύσης και η επιμήκυνση του εκάστοτε κράματος. Αυτές οι παράμετροι έχουν σημαντική επίδραση την ικανότητα διαμόρφωσης και αξίζει να μελετηθεί η διαφοροποίηση τους έπειτα από θερμικές κατεργασίες στο συγκεκριμένο κράμα. Οι Kwag και Morris (7) μελέτησαν την επίδραση που έχει η διαφοροποίηση της μικροδομής, έπειτα από θερμικές κατεργασίες, στις μηχανικές ιδιότητες του κράματος 3003. Κατέληξαν στο συμπέρασμα πως τα κράματα που έχουν μεγαλύτερο βαθμό υπερκορεσμένου στερεού διαλύματος αναδεικνύουν μεγαλύτερη αντοχή ακόμα και έπειτα από παραμόρφωση του πλέγματος και επαναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου. Αντίθετα παρατήρησαν πως τα μηχανικά χαρακτηριστικά μειώνονται δραματικά με την πρόοδο της ανακρυστάλλωσης, ενώ αντίστοιχα μειώνονται με χαμηλό ρυθμό λόγω της κατακρήμνισης κατά την διάρκεια της ομογενοποίησης (7).

Επιπλέον οι Li, Muggerd, Olsen και Furu (43) μελέτησαν την μηχανική συμπεριφορά του κράματος 3003 και παρατήρησαν το φαινόμενο της σκλήρυνσης μέσω διασποράς έπειτα από θερμικές κατεργασίες (βλ. Σχήμα 17).

Με τον όρο dispersion hardening εννοούμε την σκλήρυνση του κράματος λόγω της συνεισφοράς των πολύ λεπτών σωματιδίων στην ελατή μήτρα του αλουμινίου (18).



Σχήμα 17: Καμπύλη τάσης- παραμόρφωσης των ομογενοποιημένου και του ανοιπτημένου δείγματος (43)

Mechanical properties of AA 3003 alloy after annealing and homogenization.

Sample	Electrical conductivity (Ms m^{-1})	Yield stress (MPa)
375 °C_24 h	20.5	80
600 °C_24 h	21.2	52

Tensile stress (MPa)	Elongation (%)
132	26.9
114	34.6

Σχήμα 18: Μηχανικές ιδιότητες δειγμάτων μετά από θερμική κατεργασία (43).

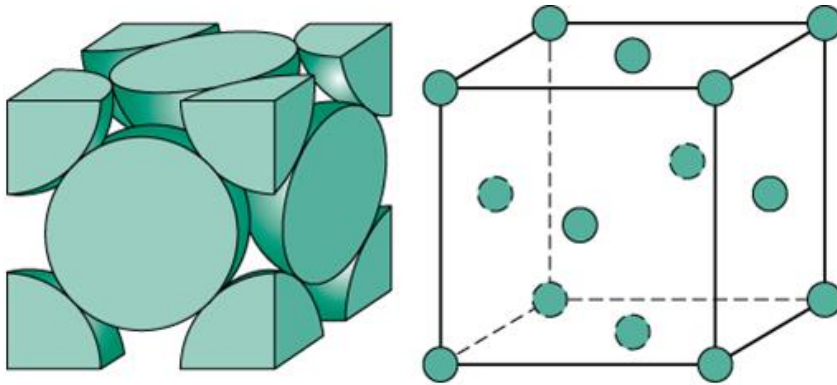
Κατέληξαν πώς, έπειτα από την ανόπτηση στους 375°C για 24 ώρες, η πυκνότητα των σωματιδίων α φάσης είναι πολύ υψηλή ενώ η μέση διάμετρός τους είναι 50 nm και παρουσιάζουν την ίδια ποσότητα μαγγανίου και σιδήρου στο στερεό διάλυμα με τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 600°C για 24 ώρες. Παρόλα αυτά ο μηχανισμός της σκλήρυνσης με διασπορά (dispersion hardening) προσδίδει ανώτερα μηχανικά χαρακτηριστικά στο ανοιπτημένο δείγμα στους 375°C (43).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 4^ο

4. Ανάλυση του ιστού και της κρυσταλλογραφίας στα κράματα αλουμινίου

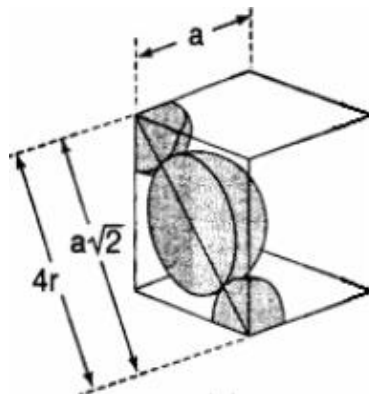
4.1. Κρυσταλλογραφία

Τα κράματα αλουμινίου κρυσταλλώνονται στην κυβική εδροκεντρωμένη κρυσταλλική δομή (1). Στην κυψελίδα του κυβικού εδροκεντρωμένου συστήματος FCC τα άτομα καταλαμβάνουν τις κορυφές και τα κέντρα των εδρών του κύβου (28). Ο αριθμός ατόμων ανά στοιχειώδες κύτταρο περιλαμβάνει 8 άτομα κορυφής ($8 \times 1/8$) και 6 άτομα στα κέντρα των εδρών ($6 \times 1/2$), δηλαδή συνολικά 4 άτομα.



Σχήμα 19: Προσομοίωση κυβικής εδροκεντρωμένης κρυσταλλικής δομής (44).

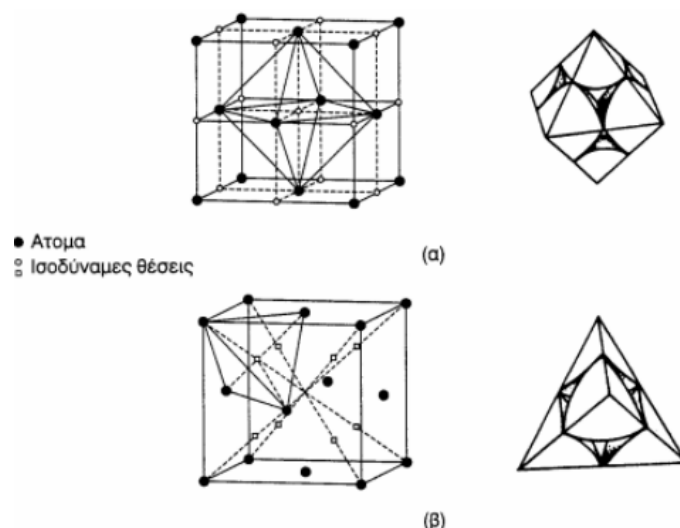
Η ελάχιστη ενδοατομική απόσταση (Σχ.20): ισούται με το μισό της διαγωνίου της έδρας του κύβου.



Σχήμα 20 : Σχέση μεταξύ της πλευράς a του κύβου και της ατομικής ακτίνας r (45).

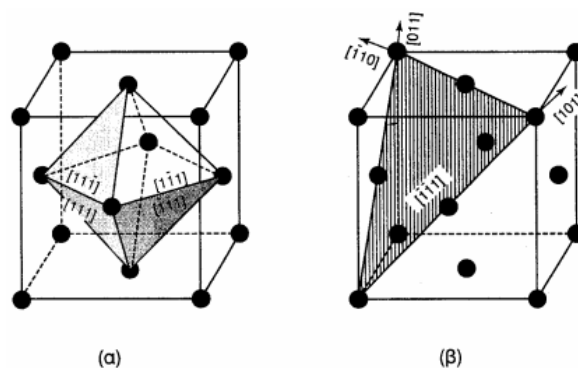
Θεωρούμε την Ελάχιστη απόσταση (δ) μεταξύ των κέντρων δύο γειτονικών ατόμων. Παρατηρείται ότι κάθε άτομο κορυφής απέχει απόσταση δ από τα 3 άτομα του κέντρου εδρών και συγχρόνως κάθε άτομο κορυφής ανήκει σε 8 γειτονικά στοιχειώδη κύτταρα. Σημειώνεται ότι μέσα στην κρυσταλλική δομή του μετάλλου μερικά άτομα του μετάλλου εφάπτονται μεταξύ τους, ενώ άλλα όχι.

Κενά είναι οι ελεύθεροι διαθέσιμοι χώροι που προκύπτουν από τη σχετική διάταξη των ατόμων μέσα στην κρυσταλλική δομή. Εκεί φιλοξενούνται ξένα μικρότερα άτομα κατά τη δημιουργία μεταλλικών στερεών διαλυμάτων. Υπάρχει λοιπόν το οκταεδρικό κενό όπου η μεγαλύτερη σφαίρα ξένου ενθέτου ατόμου που μπορεί να το καταλάβει έχει ακτίνα $0.414 \times r$ και το τετραεδρικό κενό όπου η μεγαλύτερη σφαίρα ξένου ενθέτου ατόμου που μπορεί να το καταλάβει έχει ακτίνα $0.225 \times r$ (45).



Σχήμα 21: α) Οκταεδρικό κενό σε δομή fcc, β) Τετραεδρικό κενό σε δομή fcc.

Πυκνά επίπεδα και πυκνές διευθύνσεις είναι τα πυκνότερα σε άτομα επίπεδα και διευθύνσεις της κρυσταλλικής δομής. Η σημασία τους έγκειται στο ότι έχουν σημαντική επίδραση στην πλαστική παραμόρφωση των μετάλλων, η οποία λαμβάνει χώρα – κατά κανόνα – με ολίσθηση κρυσταλλικών ατελειών πάνω σ' αυτά τα επίπεδα και διευθύνσεις. Στο κυβικό εδροκεντρωμένο σύστημα λοιπόν έχουμε Πυκνότερα σε άτομα επίπεδα την οικογένεια τεσσάρων (4) επιπέδων με δείκτες Miller $\{1\ 1\ 1\}$ και πυκνότερες σε άτομα διευθύνσεις την οικογένεια τριών (3) διευθύνσεων με δείκτες Miller $\{1\ 1\ 0\}$. Τα μέταλλα του εδροκεντρομένου συστήματος (FCC), τα οποία διαθέτουν τα πυκνότερα επίπεδα, τα $\{111\}$, και τις πυκνότερες διευθύνσεις, τις $\{110\}$, αποκρίνονται καλύτερα στις κατεργασίες διαμορφώσεως (28) (45).



Σχήμα 22 : α) Επίπεδα μέγιστης πυκνότητας και β) διευθύνσεις μέγιστης πυκνότητας στο σύστημα fcc (45).

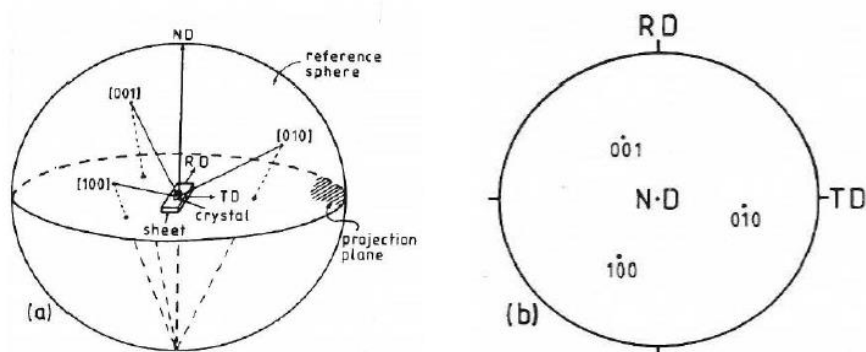
4.2. Ανάλυση του ιστού

Συνήθως οι κρύσταλλοι της μικροδομής ενός κράματος αρχίζουν να σχηματίζονται κατά την στερεοποίηση του από την υγρή κατάσταση. Το κράμα που παράγεται είναι συνήθως πολυκρυσταλλικό, αποτελείται δηλαδή από πολλούς κόκκους, που έχουν την ίδια κρυσταλλική δομή αλλά διαφορετικό προσανατολισμό. Έτσι στα σύνορα των κόκκων, όπου συναντώνται δύο κόκκοι, υπάρχει ασυμφωνία των δύο κρυσταλλικών πλεγμάτων. Τα σύνορα των κόκκων αποτελούν μία ατέλεια της δομής λόγω του διαφορετικού προσανατολισμού που μπορούν να παρουσιάζουν δύο γειτονικοί κόκκοι. Στα μεταλλικά κράματα το μέγεθος των κόκκων παίζει σημαντικότατο ρόλο στις μηχανικές ιδιότητες. Για παράδειγμα, ένα λεπτόκοκκο κράμα παρουσιάζει μεγαλύτερη αντοχή στην παραμόρφωση από ένα χονδρόκοκκο με την ίδια σύσταση. Τα πολυκρυσταλλικά υλικά, όπως είναι τα κράματα αλουμινίου, εμφανίζονται μακροσκοπικά ως ισότροπα, εξ' αιτίας των πολλαπλών προσανατολισμών των κόκκων. Αυτός ο προσανατολισμός ορίζει τον ιστό του κράματος (28).

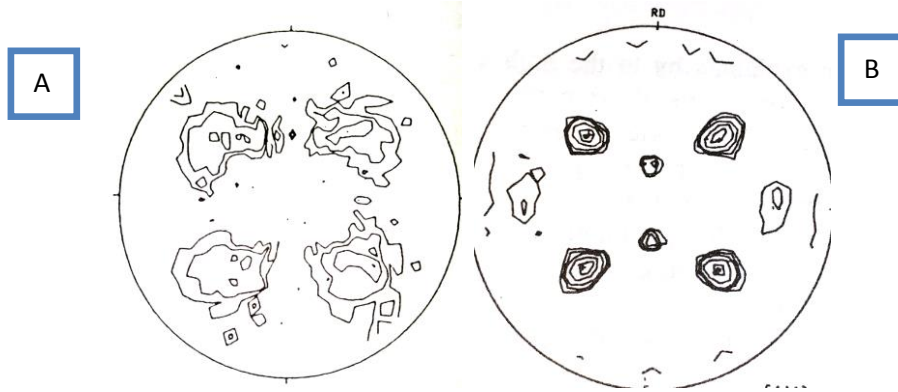
Η λέξη «ιστός» είναι ένας όρος για την περιγραφή μιας μη ομοιόμορφης κατανομής των κρυσταλλογραφικών προσανατολισμών σε ένα πολυκρυσταλλικό πλέγμα. Αρχίζουμε με την παραδοχή ότι ένας γενικά μεγάλος αριθμός μεμονωμένων προσανατολισμών είναι γνωστοί και αντιστοιχούν σε κατανομή σημείων σε τρισδιάστατο προσανατολισμό. Αντιστρόφως, μπορεί να υπάρχει μια συνεχής κατανομή του προσανατολισμού στο χώρο - συνήθως με τη μορφή ενός συνόλου πυκνών, συνεχών (αλλά πεπερασμένων) και προσανατολισμένων κρυστάλλων στο

υλικό. Μετά από ανάλυση, μια τέτοια συνεχής κατανομή μπορεί να εκφραστεί ως ένας πεπερασμένος αριθμός συντελεστών που λειτουργεί επεκτατικά στο υλικό. Όλες αυτές οι αναπαραστάσεις αποτελούν την κατανομή προσανατολισμού (Orientation Distribution). Μια τυχαία κατανομή είναι, μια αναπαράσταση ενός υλικού χωρίς συγκεκριμένο ιστό, ενώ η λέξη ιστός έχει επίσης χρησιμοποιηθεί ως συνώνυμο για το orientation distribution (46). Οι ιστοί αντανakλούν τη συμμετρία που έχει αποκτήσει το δείγμα σε σχέση με την συμμετρία μιας προηγούμενης δοκιμής. Παρατηρώντας τους μεμονωμένους κόκκους και θεωρώντας τον αριθμό τους πεπερασμένο, αυτή η συμμετρική δειγματοληψία θα είναι μόνο στατιστική: με αυτή την έννοια, είναι διαφορετική από την κρυσταλλική συμμετρία (46). Σημειώστε ότι πολλές εφαρμογές μηχανικής περιλαμβάνουν αλλαγές στη διαδρομή που ακολουθεί η διάδοση των τάσεων, μόνο όταν διατηρείται μια ορισμένη συμμετρία κατά τη διάρκεια ολόκληρης της επεξεργασίας. Ακόμη και όταν διατηρείται μια σταθερή διαδρομή για μεγάλο χρονικό διάστημα, κάποια χαρακτηριστικά ενός προηγούμενου ιστού μπορεί να συνεχίσουν να υπάρχουν όπως για παράδειγμα, τα κενά μέρη μιας αρχικής κατανομής που θα χρειαζόνταν ως πηγή για τμήματα του αναμενόμενου τελικού ιστού (46).

Ο προσανατολισμός μπορεί να αποδοθεί ως δισδιάστατες προεξοχές σε πόλους. Τέτοια στοιχεία μπορούν να είναι χρήσιμα για την απλοποίηση της ανάλυσης της κατανομής προσανατολισμού. Ένα pole figure δείχνει τη θέση ενός πόλου σε σχέση με το πλαίσιο αναφοράς δείγματος (Rolling Direction, Transverse Direction, Normal Direction). Έτσι το pole figure είναι μια στερεογραφική προβολή που δίνει την κατανομή μιας κρυσταλλογραφικής κατεύθυνσης στο υλικό.

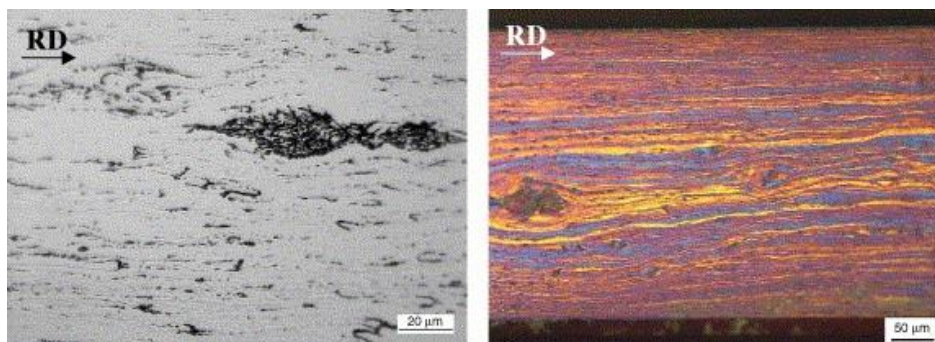


Σχήμα 23: Χαρακτηρισμός προσανατολισμού κρυστάλλου με πολικές συντεταγμένες (48).



Σχήμα 24: Πολικές συντεταγμένες από A) ιστό έλασης (rolling texture) και B) ιστό ανακρυστάλλωσης. (49)

Οι Gras, Meredith και Hunt (47) παρατήρησαν τον ιστό και τον προσανατολισμό κόκκων κατά μήκος του πάχους μιας ταινίας κράματος αλουμινίου 3xxx κατά την κατεύθυνση της χύτευσης. Η επιφάνεια αποτελείται κυρίως από μακρούς και λεπτούς κόκκους ενώ οι σχεδόν ισοδύναμοι κόκκοι είναι συνηθέστεροι στη μέση της ταινίας. Οι κόκκοι που είναι προσανατολισμένοι σε 45° στην επιφάνεια είναι το αποτέλεσμα της σύζευξης μεταξύ (i) της κατευθυνόμενης στερεοποίησης και (ii) της επακόλουθης θερμής παραμόρφωσης κατά τη διάρκεια της χύτευσης δύο κυλίνδρων. Η μικρή αναλογία αυτών των 45° προσανατολισμένων κόκκων είναι χαρακτηριστική των υψηλών ταχυτήτων χύτευσης. Εάν το φορτίο κατά τη διάρκεια της χύτευσης αυξηθεί, η δομή του κόκκου γίνεται λεπτότερη και ένα μεγάλο μέρος της λωρίδας αποτελείται από 45° λεπτούς και προσανατολισμένους κόκκους. Ταυτόχρονα παρουσίασαν τον ιστό σε περιοχές του κράματος με CLS με την χρήση οπτικής μικροσκοπίας όπως φαίνεται στο Σχήμα 25.



Σχήμα 25: Οπτική μικροσκοπία στο CLS κράματος 3105 σε κατάσταση as cast και η δομή των κόκκων γύρω από τα CLS (47).

Τέλος παρατήρησαν πως η οπίσθια ολίσθηση που παρατηρήθηκε κατά τη διάρκεια της χύτευσης Twin Roll Casting παράλληλα με τον ημι-συμπαγή χαρακτήρα της δεξαμενής καθώς και η μερική ή τοπική προσκόλληση είναι υπεύθυνη για το σχηματισμό βαθμιαίας διαβάθμισης του ιστού.

ΜΕΡΟΣ ΔΕΥΤΕΡΟ

ΠΕΙΡΑΜΑΤΙΚΟ ΜΕΡΟΣ – ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΑ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 5^ο :

5. Πειραματική Διαδικασία

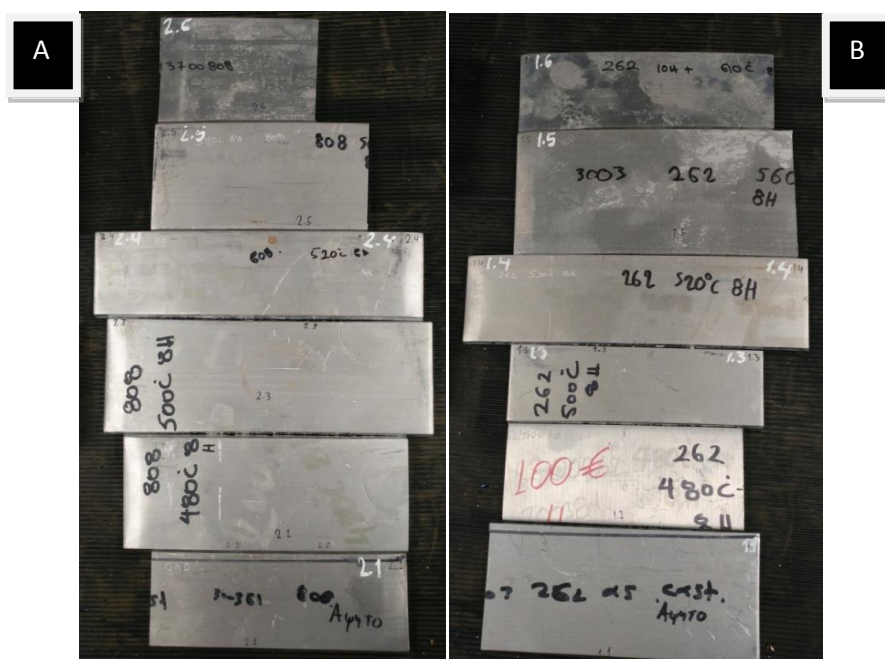
5.1. Διατιθέμενα κράματα και πάχος δοκιμίων

Για τις ανάγκες της διπλωματικής εργασίας χρησιμοποιήθηκαν 12 δείγματα κράματος αλουμινίου 3003 τα οποία προήλθαν από την ΕΛΒΑΛ Α.Ε. όπως φαίνεται στο σχήμα 24. Συγκεκριμένα τα 12 αυτά δείγματα προήλθαν από 2 διαφορετικούς ρόλους συνεχούς χύτευσης με την μέθοδο Twin Roll Casting.

Από τον 1^{ος} ρόλο με κωδικό 808 χρησιμοποιήθηκαν 6 δείγματα πάχους 8mm, ενώ αντίστοιχα από τον 2^{ος} ρόλο με κωδικό 262 χρησιμοποιήθηκαν 6 δείγματα πάχους 5,5mm.

Πίνακας 1: Χημική σύσταση δοκιμίων κράματος αλουμινίου 3003

Al	Cu	Fe	Mn	Si	Zn	Res.
96.8–99%	0.05– 0.20%	0.70% max	1.0-1.2 %	0.6 %	0.1 %	0.15%



Σχήμα 26: Διατιθέμενα δείγματα Α) ρόλου 262 (5,5mm) Β) ρόλου 808 (8mm).

5.2. Θερμική κατεργασία ομογενοποίησης

Η επιλογή των θερμικών κατεργασιών έγινε προκειμένου να συμπληρωθεί ένα φάσμα θερμοκρασιών που καλύπτουν τις ανάγκες της έρευνας αναφορικά με την μικροδομή και τις μηχανικές ιδιότητες. Η επιλογή των θερμοκρασιών καθώς και οι θερμικές κατεργασίες πραγματοποιήθηκαν στην ΕΛΒΑΛ Α.Ε. ώστε οι παράμετροι να είναι συνδεδεμένοι με τις πρακτικές της βιομηχανίας. Συγκεκριμένα, 5 δείγματα από κάθε ρόλο χρησιμοποιήθηκαν για θερμική κατεργασία ομογενοποίησης σε θερμοκρασίες 480°C, 500°C, 520°C, 560°C και 610°C αντίστοιχα, ενώ ένα 1 δείγμα από κάθε ρόλο διατηρήθηκε σε κατάσταση ακριβώς μετά την χύτευση (as cast). Κάθε θερμική κατεργασία διήρκεσε 8 ώρες στην επιθυμητή θερμοκρασία ενώ η ψύξη του κάθε δείγματος έγινε σε θερμοκρασία περιβάλλοντος (air quenching) προσπαθώντας να προσομοιωθεί η διαδικασία βιομηχανικής ανόπτησης ρόλου αλουμινίου.

5.3. Κωδικοποίηση δειγμάτων

Πίνακας 2: Κωδικοποίηση δειγμάτων

Ρόλος 262 (5.5mm)	1
Δείγμα μετά την χύτευση (as cast)	1.1
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 480°C	1.2
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 500°C	1.3
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 520 C	1.4
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 560°C	1.5
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C	1.6
Ρόλος 808 (8mm)	2
Δείγμα μετά την χύτευση (as cast)	2.1
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 480°C	2.2
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 500°C	2.3
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 520°C	2.4
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 560°C	2.5
Ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C	2.6

5.4. Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας

Οι μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας στα δοκίμια πραγματοποιήθηκαν στο εργαστήριο Μεταλλουργίας της ΕΛΒΑΛ Α.Ε. με την χρήση του αγωγιμόμετρου SIGMATEST D 2.068(κατάλληλο για μη σιδηρούχα κράματα). όπως φαίνεται στο σχήμα 27 (48).



Σχήμα 27: Αγωγιμόμετρο SIGMATEST D 2.068.

Η ηλεκτρική αγωγιμότητα (electrical conductivity) εκφράζει την ευκολία με την οποία το ηλεκτρικό ρεύμα περνάει μέσα από κάποιο αντικείμενο και αποτελεί το δυαδικό μέγεθος της ηλεκτρικής αντίστασης. Η ηλεκτρική αγωγιμότητα δείχνει την απόκριση του υλικού εάν εφαρμοστεί σε αυτό διαφορά δυναμικού. Όσο μεγαλύτερη είναι η αγωγιμότητα του υλικού τόσο περισσότερο ηλεκτρικό ρεύμα θα ρεύσει εντός του υλικού. Ανάλογα λοιπόν με την τιμή της ηλεκτρικής του αγωγιμότητας, ένα υλικό χαρακτηρίζεται ως αγωγός, μονωτής ή ημιαγωγός (19). Είναι αντιστρόφως ανάλογη της αντίστασης και δίνεται από τον τύπο:

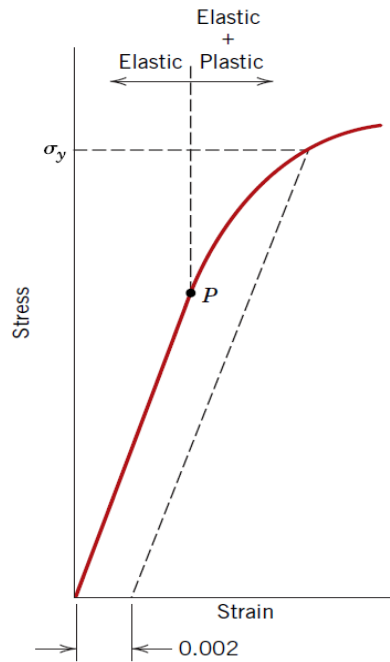
$$\sigma = \frac{1}{\rho}$$

όπου σ είναι η ηλεκτρική αγωγιμότητα , και ρ η αντίσταση (19).

5.5. Δοκιμές εφελκυσμού

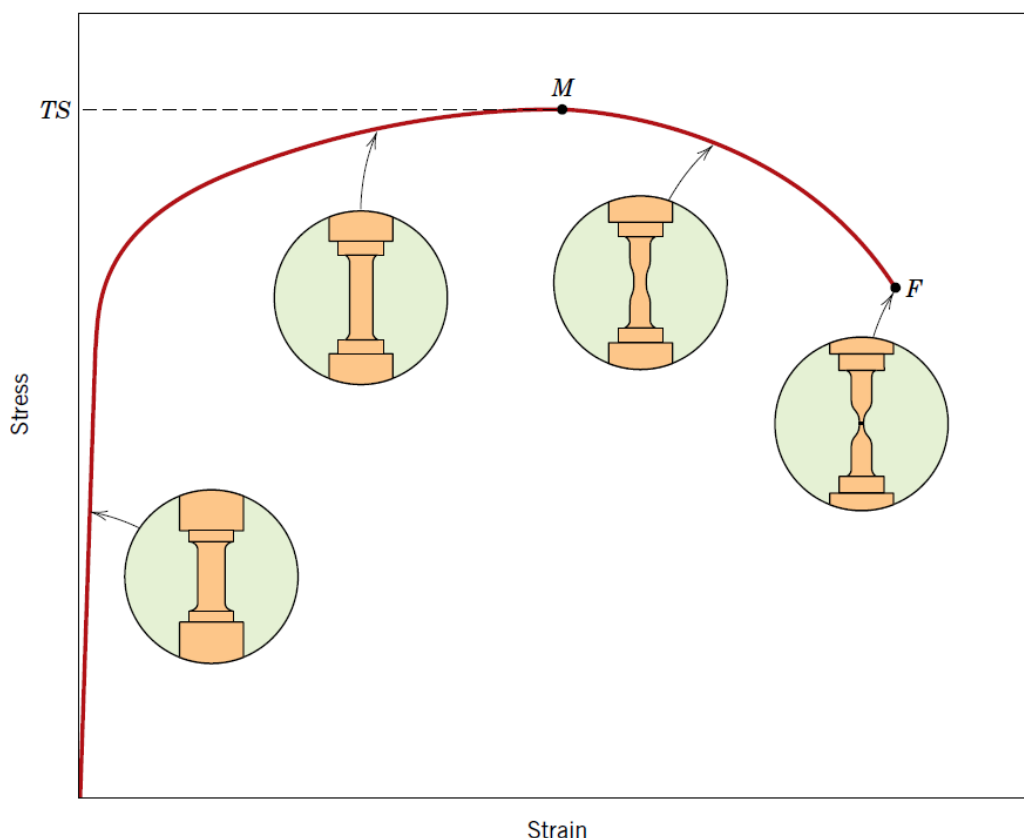
Οι δοκιμές εφελκυσμού πραγματοποιήθηκαν στο ειδικό μηχάνημα Instron 5567 στο εργαστήριο μηχανικών δοκιμών του ΕΛΚΕΜΕ αφού τα δείγματα μας πέρασαν από το τμήμα Ποιοτικού Ελέγχου της ΕΛΒΑΛ ώστε να έχουν το κατάλληλο σχήμα (dog bone) για το μηχάνημα εφελκυσμού. Ο στόχος των δοκιμών ήταν (i) η μελέτη της επίδρασης των θερμικών κατεργασιών και των ενδομεταλλικών φάσεων στην διαμόρφωση των μηχανικών ιδιοτήτων και της μεταλλουργικής κατάστασης των δοκιμίων και (ii) ο υπολογισμός του ορίου διαρροής και ορίου θραύσης και της συνολικής ενέργειας αστοχίας από το εμβαδό που οριοθετούν οι καμπύλες τάσης - παραμόρφωσης (49).

Μέσω των δοκιμών εφελκυσμού μπορούν να εξαχθούν συμπεράσματα για την δυσθραυστότητα ενός υλικού, δηλαδή για την ικανότητα του να αντέχει σε τάσεις μεγαλύτερες του ορίου διαρροής χωρίς να επέρχεται θραύση (18) (49). Παρόλα αυτά, ένα υλικό το οποίο έχει υποστεί πλαστική παραμόρφωση ή (κάποια μόνιμη αλλαγή στο σχήμα του), μπορεί να μην είναι ικανό να λειτουργήσει στα επιθυμητά επίπεδα. Έτσι κρίνεται σημαντικό να γνωρίζουμε την τάση κατά την οποία ξεκινά η πλαστική παραμόρφωση η οποία. Για όλα τα υλικά τα οποία υπόκεινται σε αυτή την βαθμιαία μετάβαση από την ελαστική στην πλαστική περιοχή, το σημείο μετάβασης μπορεί να προσδιοριστεί ως το σημείο στο οποίο η καμπύλη τάσης- παραμόρφωσης αρχίζει να αποκλίνει από την γραμμικότητα. Το σημείο αυτό καλείται αναλογικό όριο (proportional limit) όπως υποδεικνύεται από το σημείο P στο σχήμα 28 και αντιπροσωπεύει την έναρξη της πλαστικής παραμόρφωσης σε μικροσκοπικό επίπεδο (19).



Σχήμα 28: Διαγραμματική αναπαράσταση της καμπύλης τάσης παραμόρφωσης για μεταλλικά υλικά παρουσιάζοντας την μετάβαση από την ελαστική στην πλαστική περιοχή, το αναλογικό όριο (P) και το όριο διαρροής (σ_y) χρησιμοποιώντας την μέθοδο μετατόπισης τάσεων κατά 0.002 (19).

Εφόσον το δοκίμιο έχει ξεπεράσει το σημείο του ορίου διαρροής, η τάση που απαιτείται για να συνεχιστεί η πλαστική παραμόρφωση αυξάνεται σε ένα μέγιστο σημείο όπως φαίνεται στο σχήμα 24 στο σημείο M. Σε αυτό το σημείο η καμπύλη τάσης παραμόρφωσης φτάνει σε ένα μέγιστο σημείο γνωστό ως Ultimate Tensile Strength (με μονάδα μέτρησης MPa ή psi). Αυτό το σημείο αντιστοιχεί στην μέγιστη τάση που μπορεί να ασκηθεί σε ένα δοκίμιο που υπόκειται σε εφελκυσμό και αν διατηρηθεί θα οδηγήσει το μέταλλο σε αστοχία. Σε αυτή την μέγιστη τάση παρατηρείται μια συστολή (ή λαιμός) σε ένα σημείο πάνω στο δοκίμιο και όλες οι επακόλουθες παραμορφώσεις περιορίζονται σε αυτό τον «λαιμό». Αυτό το φαινόμενο ονομάζεται necking και φαίνεται στο σχήμα 29 (18) (19).



Σχήμα 29: Διαγραμματική αναπαράσταση της καμπύλης τάσης – παραμόρφωσης μέχρι θραύσεως του δοκιμίου στο σημείο F. Στο σημείο M παρουσιάζεται η μέγιστη αντοχή σε εφελκυσμό και στις στρογγυλές εικόνες αντιπροσωπεύεται η γεωμετρία του παραμορφωμένου δείγματος σε διάφορα σημεία κατά μήκος της καμπύλης (19)

5.6. Δοκιμές σκληρότητας

Στα δώδεκα δοκίμια πραγματοποιήθηκαν μετρήσεις μικροσκληρομέτρησης για να δούμε, που κυμαίνεται η σκληρότητα σε κάθε δοκίμιο, καθώς και την επιρροή των θερμικών κατεργασιών σε αυτή. Η δοκιμή της μικροσκληρομέτρησης πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο μεταλλογραφίας του ΕΛΚΕΜΕ σε μηχανήμα Instron Wolpert 2100 με διεισδυτή Vickers.

Στη δοκιμή μικροσκληρότητας κατά Vickers, ένας τετράγωνος διεισδυτής είναι μια αδαμάντινη πυραμίδα, τετραγωνικής βάσης της οποίας η γωνία της κορυφής είναι 136°. Ο διεισδυτής εφαρμόζεται ομαλά χωρίς κρούση στην επιφάνεια του δοκιμίου για 10 sec. Η δύναμη που ασκείται από τον διεισδυτή στο δοκίμιο πρέπει να είναι εντός των ορίων που καθορίζονται από το ASTM E 384 για μικροσκληρομέτρηση (1 έως 1000gf). Στη συγκεκριμένη περίπτωση το φορτίο τέθηκε στα 200g. Όταν

αφαιρεθεί ο διεισδυτής, οι δύο διαγώνιες μετρώνται και ο μέσος τους όρος χρησιμοποιείται για να υπολογιστεί η μικροσκληρότητα (HV) σύμφωνα με την εξίσωση:

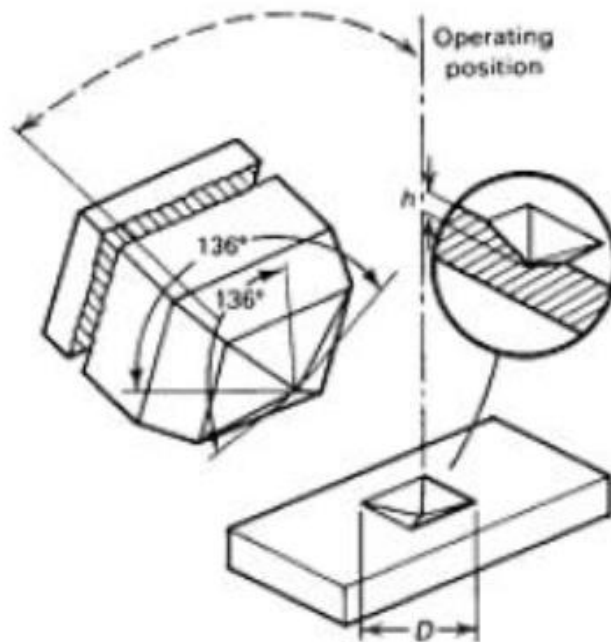
$$HV = \frac{2P \sin\left(\frac{\theta}{2}\right)}{D^2} \quad (50)$$

όπου D είναι η μέση διαγώνιος σε mm

P το φορτίο σε kgf

και θ η γωνία της κορυφής η οποία είναι 136 μοίρες.

Το βάθος του διεισδυτή Vickers ισούται περίπου με το 1/7 της μέσης διαγώνιου. Σύμφωνα με το πρότυπο ASTM E 384, για να είναι αξιόπιστη η μέτρηση πρέπει η απόσταση μεταξύ των αποτυπωμάτων να είναι τουλάχιστον 2,5 φορές το μήκος της διαγώνιου (50).



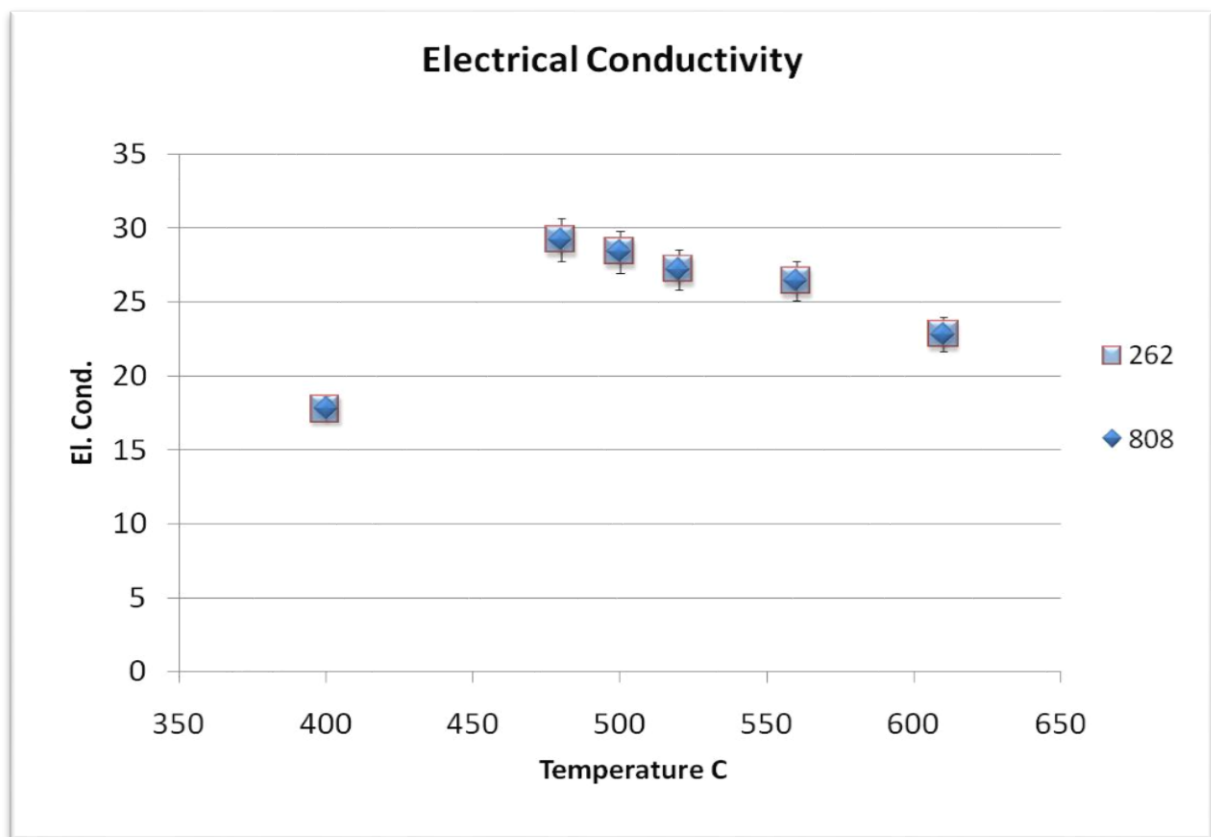
Σχήμα 30: Σχηματική αναπαράσταση του διεισδυτή Vickers και του αποτυπώματος που δημιουργεί στην επιφάνεια (50).

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 6^ο

6. Αξιολόγηση ηλεκτρικής αγωγιμότητας και μηχανικών ιδιοτήτων έπειτα από θερμικές κατεργασίες.

6.1. Αποτελέσματα μέτρησης ηλεκτρικής αγωγιμότητας

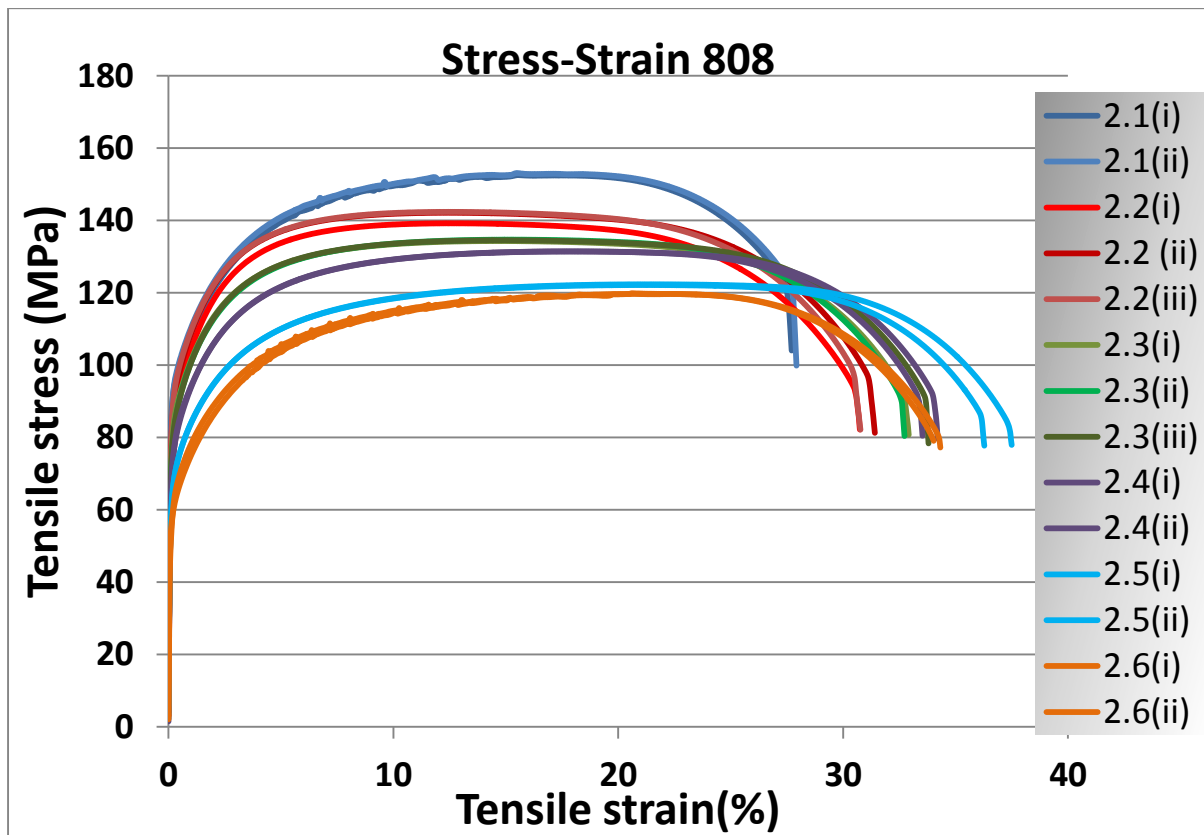
Πίνακας 3: Ηλεκτρική αγωγιμότητα (δειγμάτων 1.1- 2.6) ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης.



Στην κατάσταση μετά την χύτευση η ηλεκτρική αγωγιμότητα λαμβάνει την χαμηλότερη τιμή της, ενώ στα ομογενοποιημένα δείγματα στους 480°C λαμβάνει την μεγαλύτερη τιμή της. Έπειτα οι τιμές της ακολουθούν φθίνουσα πορεία ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης.

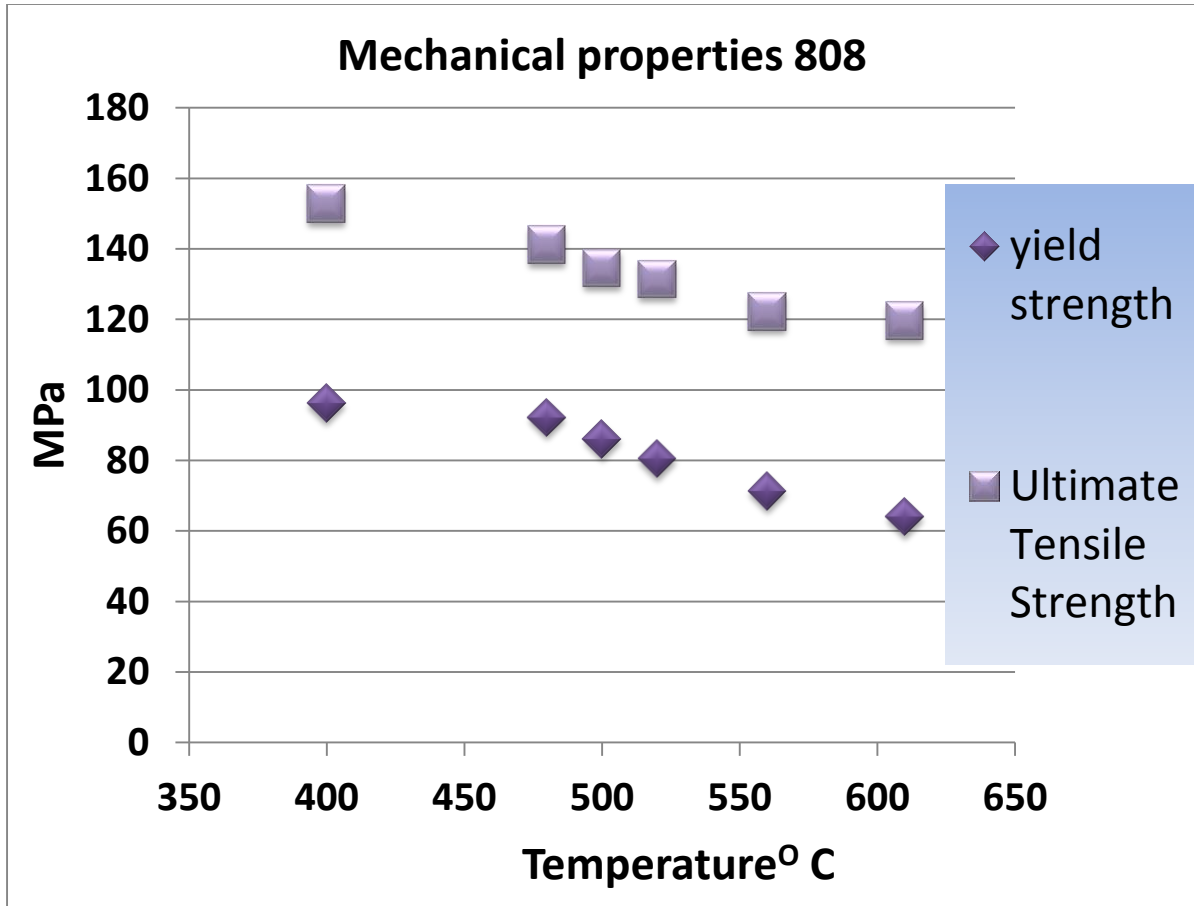
6.2. Αποτελέσματα δοκιμών εφελκυσμού

Πίνακας 4: Σχέση τάσης με παραμόρφωση (Δείγματα 2.1-2.6).



Η υψηλότερη τάση καταγράφεται για τα δείγματα μετά την χύτευση (2.1) , ενώ η χαμηλότερη για τα ομογενοποιημένα δείγματα τους 610°C (2.6). Η θραύση του κάθε δοκιμίου γίνεται τυχαία σε παραμόρφωση που κυμαίνεται από 28-38% με τα δείγματα as cast να καταγράφουν την μικρότερη παραμόρφωση πριν την θραύση και τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 560°C την μεγαλύτερη.

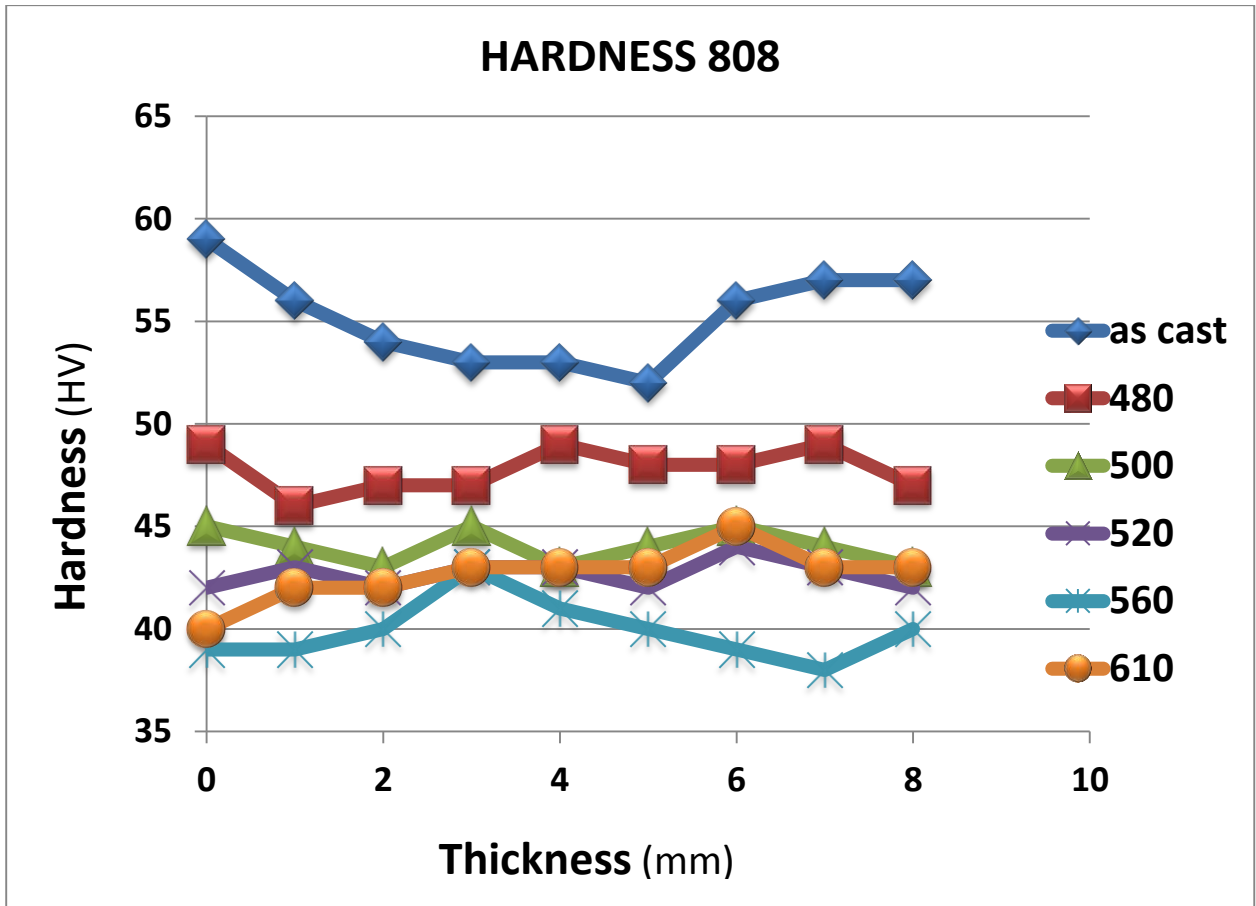
Πίνακας 5: Όριο διαρροής (yield stress) και μέγιστης εφελκυστικής αντοχής (Ultimate tensile strength) των δειγμάτων 2.1-2.6 ανά θερμοκρασία ανόπτησης.



Τα μηχανικά χαρακτηριστικά μειώνονται έπειτα από κάθε θερμική κατεργασία σε σχέση με το δείγμα μετά την χύτευση. Μεταξύ των δειγμάτων 560°C και 610°C παρατηρείται ελάχιστη μείωση των μηχανικών ιδιοτήτων.

6.3. Αποτελέσματα δοκιμών σκληρότητας

Πίνακας 6: Σκληρότητα (Δειγμάτων 2.1-2.6) ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης.



Η σκληρότητα λαμβάνει την μεγαλύτερη τιμή της στο δείγμα μετά την χύτευση και ακολουθεί φθίνουσα πορεία μέχρι το ομογενοποιημένο δείγμα στους 560°C. Στο ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C η σκληρότητα λαμβάνει τιμή μεγαλύτερη από το προαναφερόμενο δείγμα κατά 1-2 HV.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 7^ο

7. Ανάλυση της μικροδομής με Οπτική και Ηλεκτρονική Μικροσκοπία

7.1. Προετοιμασία δειγμάτων για Οπτική Μικροσκοπία

Η προετοιμασία των δειγμάτων για μεταλλογραφία έλαβε μέρος στο εργαστήριο Μεταλλογραφίας της ΕΛΒΑΛ Α.Ε. Πραγματοποιήθηκε κοπή στον αποξεστικό τροχό παράλληλα στις γραμμές ελάσεως του κράματος, θερμός εγκιβωτισμός στην πρέσα Struers citopress-20 για 7 λεπτά παρουσία σκόνης βακελίτη και λείανση σε μηχανήμα Buehler Ecomet 4 με λειαντικά χαρτιά 220, 500 και 1200 grit για 5 λεπτά το καθένα. Στην πορεία πραγματοποιήθηκε στίλβωση αρχικά σε ειδική μαγνητική βάση 3μm με ομόρροπη περιστροφή και χρήση αιωρήματος διαμαντιού 3μm για 5 λεπτά και έπειτα με στίλβωτική βάση 0,02μm για περίπου ενάμιση λεπτό με ταυτόχρονη χρήση colloidal silica 0,02μm. Μετά το πέρας κάθε επιμέρους σταδίου γινόταν καθαρισμός με αλκοόλη, στέγνωμα με ρεύμα ζεστού αέρα και έλεγχος των επιφανειών. Τα δοκίμια έπειτα από την μεταλλογραφική προετοιμασία μελετήθηκαν κατόπιν:

- χημικής προσβολής για μελέτη των ενδομεταλλικών φάσεων με εμβάπτιση των εγκιβωτισμένων δοκιμίων σε HF 0,5% για 50 sec.
- Ηλεκτρολυτικής προσβολής (διαδικασία προσβολής με εναπόθεση ενός φιλμ οξειδίου στην μεταλλική επιφάνεια) σε διάλυμα Barker's (1,8% HBF₄) (51) με χρήση μηχανήματος Buehler Electromet 4 για 120 sec κάθε δείγμα, προς παρατήρηση των κόκκων και της ανακρυστάλλωσης.

Η εξέταση με οπτική μικροσκοπία πραγματοποιήθηκε στην ΕΛΒΑΛ Α.Ε και στο ΕΛΚΕΜΕ με ανάστροφο οπτικό μικροσκόπιο Nikon Epihot 300 ενώ το λογισμικό που χρησιμοποιήθηκε για την ανάλυση των φωτογραφιών είναι το Image Analysis Pro.

7.2. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία (SEM)

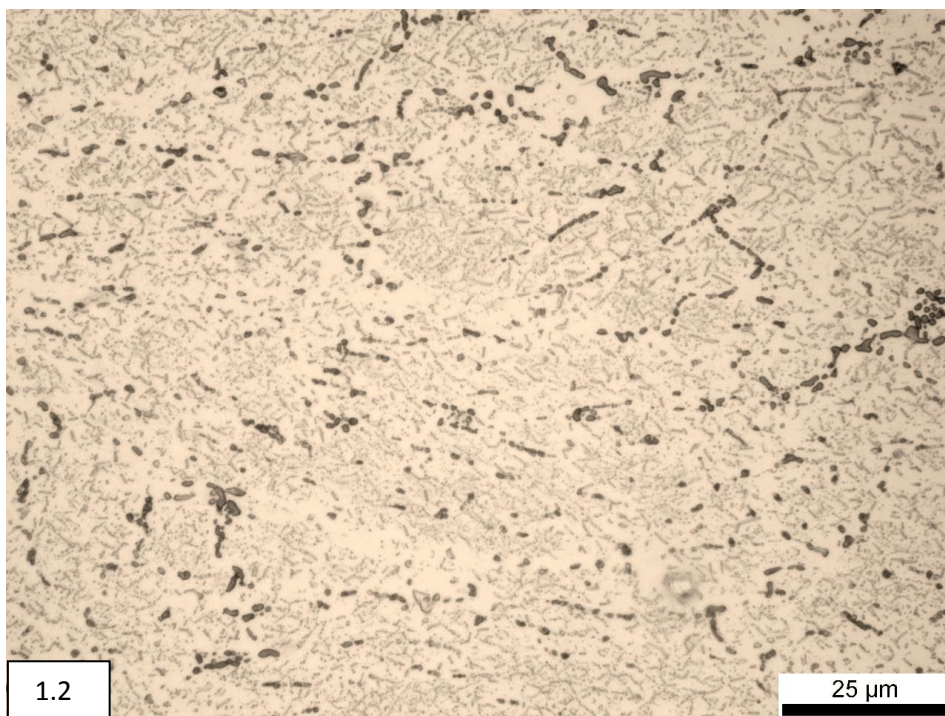
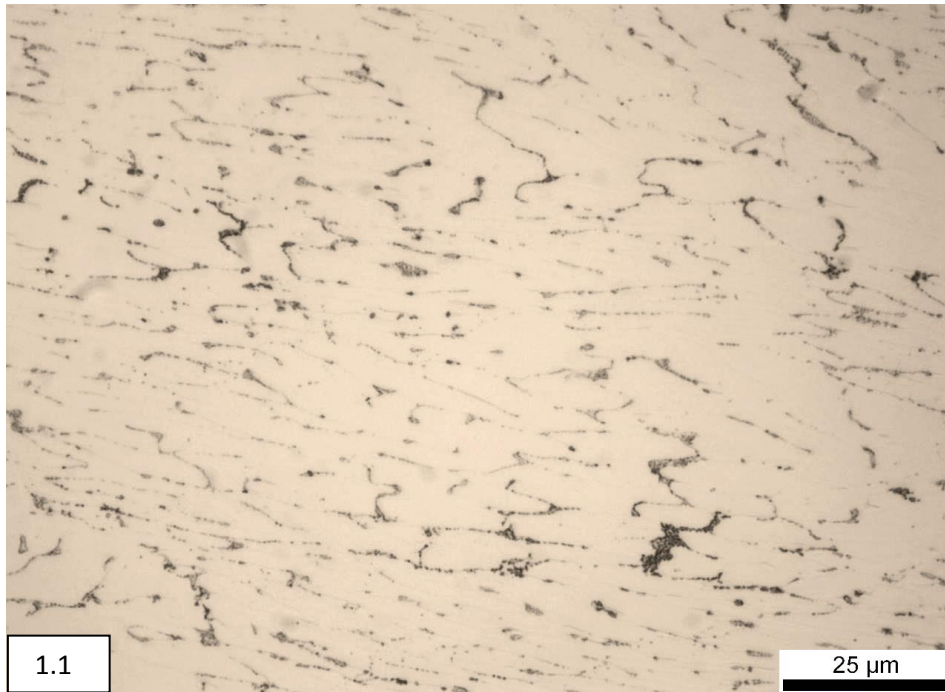
Πριν την τοποθέτηση των εγκιβωτισμένων δοκιμίων στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο προηγήθηκε επικάλυψη της επιφάνειας με φιλμ Au, ενώ η παρατήρηση τους έγινε παράλληλα στην διεύθυνση της έλασης.

Με τον όρο EDAX ορίζουμε την μέθοδο ανάλυσης των εκπεμπόμενων φασμάτων ενεργειακής διασποράς ακτίνων X που προκύπτουν από την διείσδυση των επιταχυνθέντων ηλεκτρονίων βάσει της ενέργειας ακτινοβολίας (52).

Η παρατήρηση σε μεγάλες διευθύνσεις στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο επέτρεψε την αναγνώριση της μορφολογίας και του ακριβέστερου μεγέθους των ενδομεταλλικών φάσεων. Επιπλέον με την συνδυασμένη χρήση ανιχνευτή οπισθοσκεδαζόμενων ηλεκτρονίων (BSE) και φασματοσκοπίας ενεργειακής διασποράς ακτίνων X πραγματοποιήθηκε σημειακή χημική ανάλυση και αναγνώριση των φάσεων.

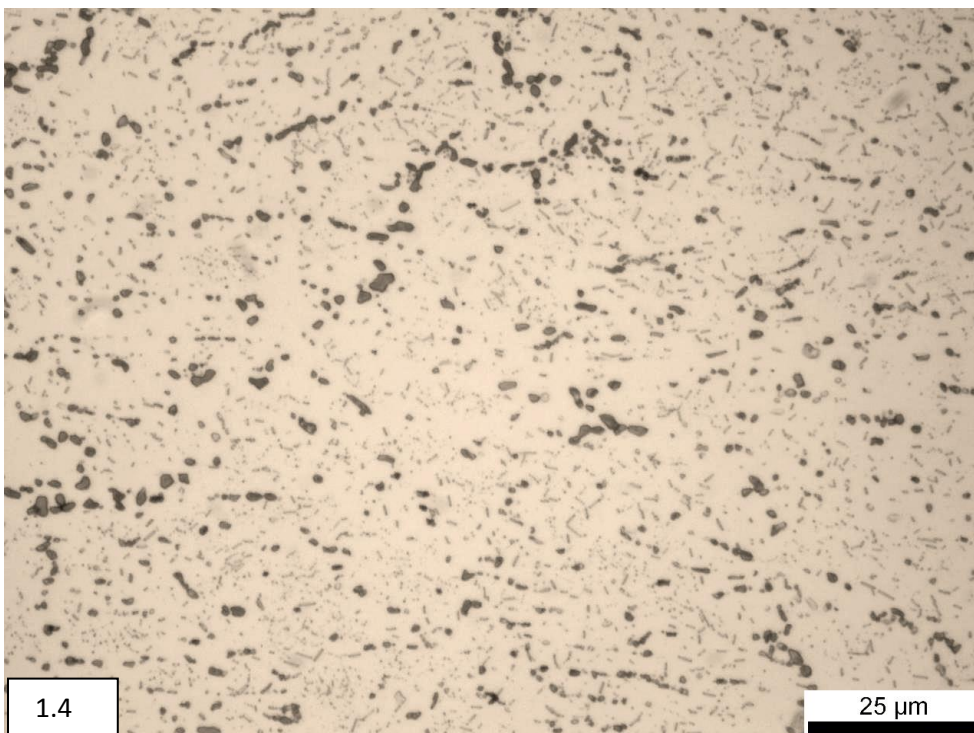
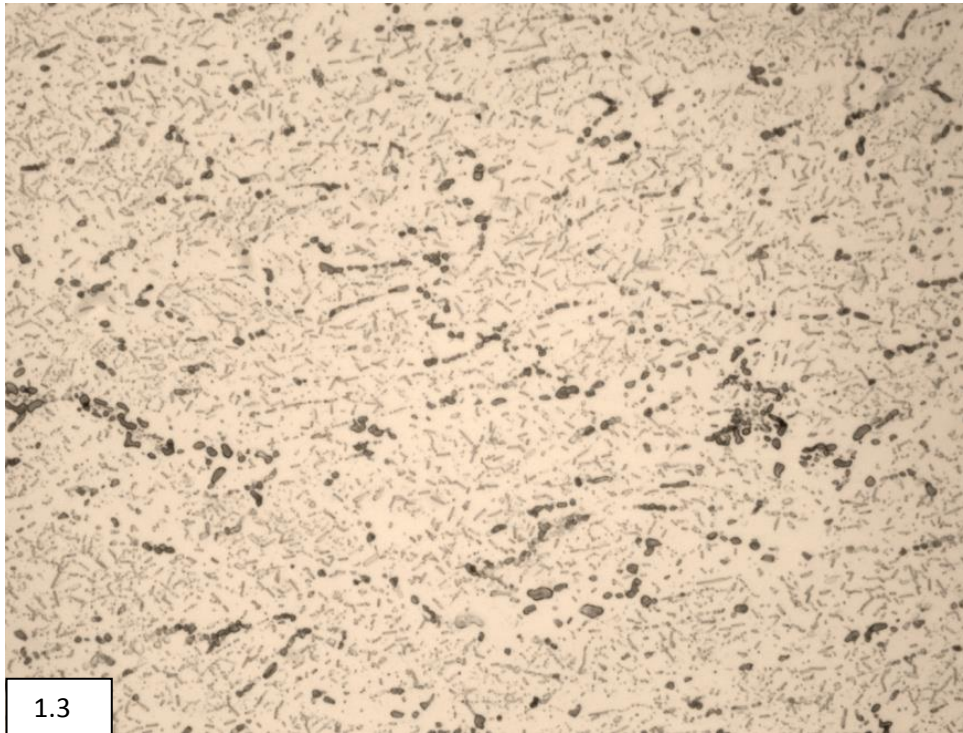
Η εξέταση Ηλεκτρονικής μικροσκοπίας πραγματοποιήθηκε στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) Philips XL40 SFEG, εξοπλισμένο με ανιχνευτή μικροανάλυσης EDAX. Η συνήθης τάση λειτουργίας του ηλεκτρονικού μικροσκοπίου κυμαίνεται μεταξύ 10kV και 20kV.

7.3. Αποτελέσματα Οπτικής Μικροσκοπίας (ΟΜ)



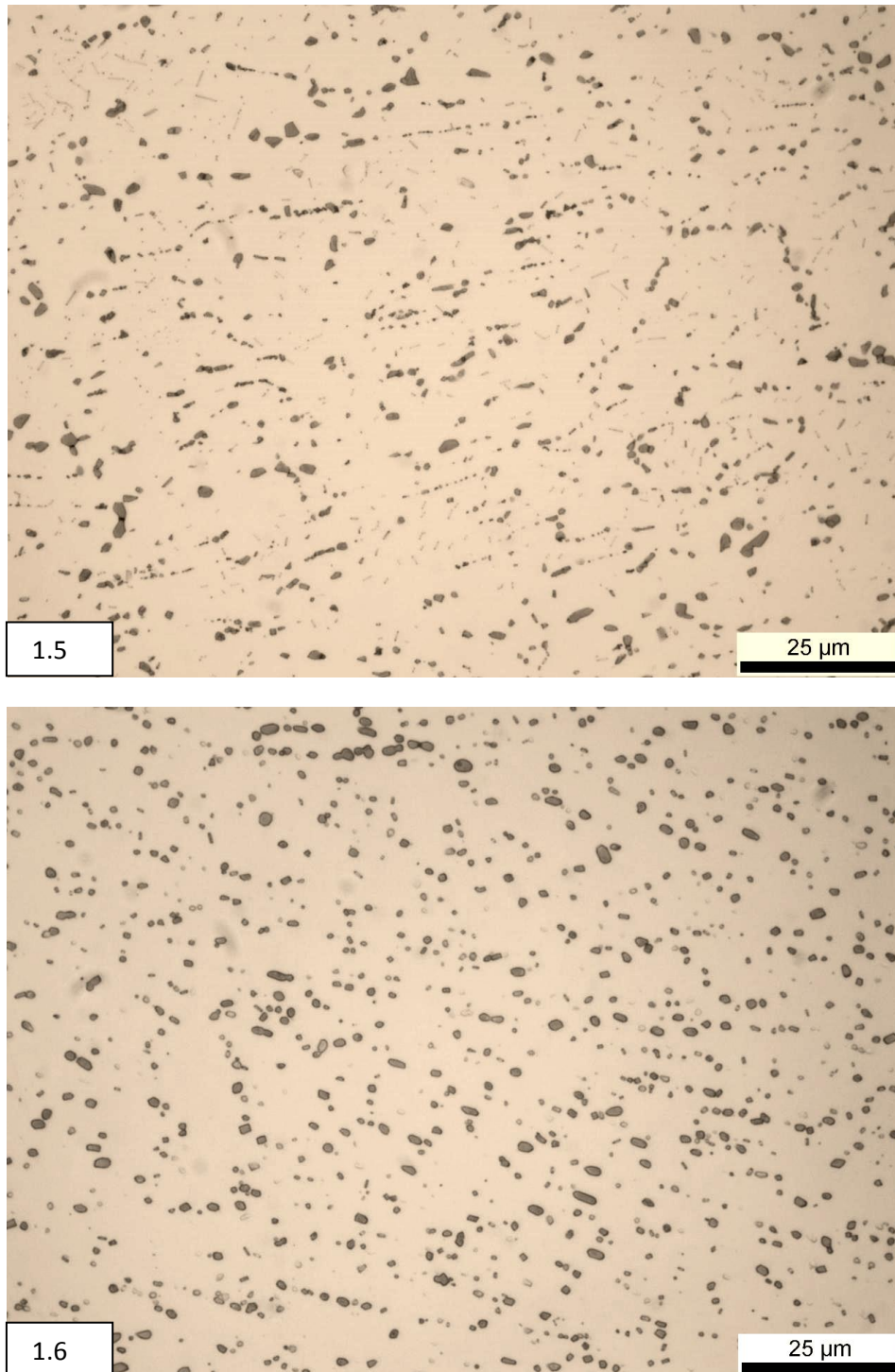
Σχήμα 31: Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.1 και 1.2 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.

Στο δείγμα 1.1 παρατηρούνται μόνο χονδρομερείς ενδομεταλλικές φάσεις τύπου $Al(Fe,Mn)Si$. Στο 1.2 παρατηρούνται και λεπτομερείς φάσεις $MnAl_6$.



Σχήμα 32: Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.3 και 1.4 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.

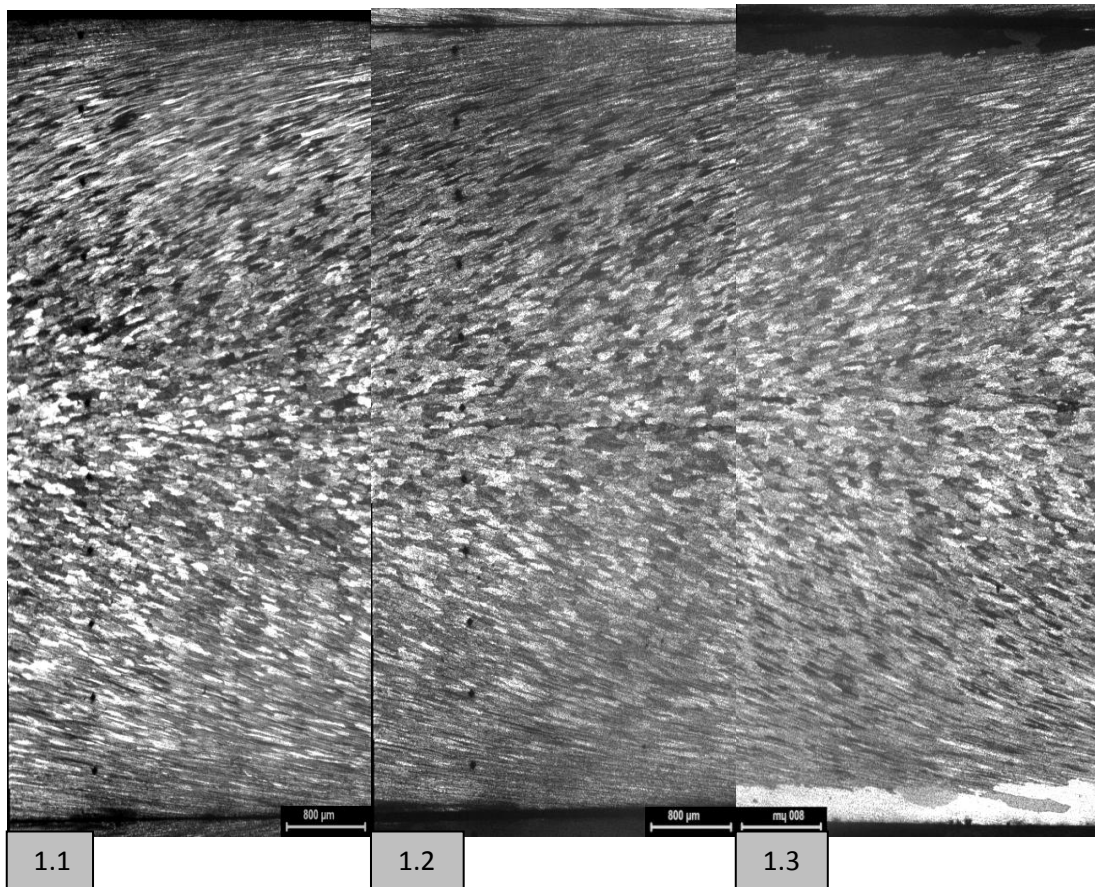
Στο δείγμα 1.3 έχουμε υψηλή πυκνότητα λεπτομερών ενδομεταλλικών φάσεων, ενώ στο 1.4 η πυκνότητα των $MnAl_6$ είναι μειωμένη και οι μεγαλύτερες φάσεις $Al(Fe,Mn)Si$ πιο σφαιροποιημένες σε σχέση με προηγούμενες ομογενοποιήσεις.



Σχήμα 33: Οπτική μικρογραφία δειγμάτων 1.5 και 1.6 του ρόλου 808 έπειτα από χημική προσβολή με HF.

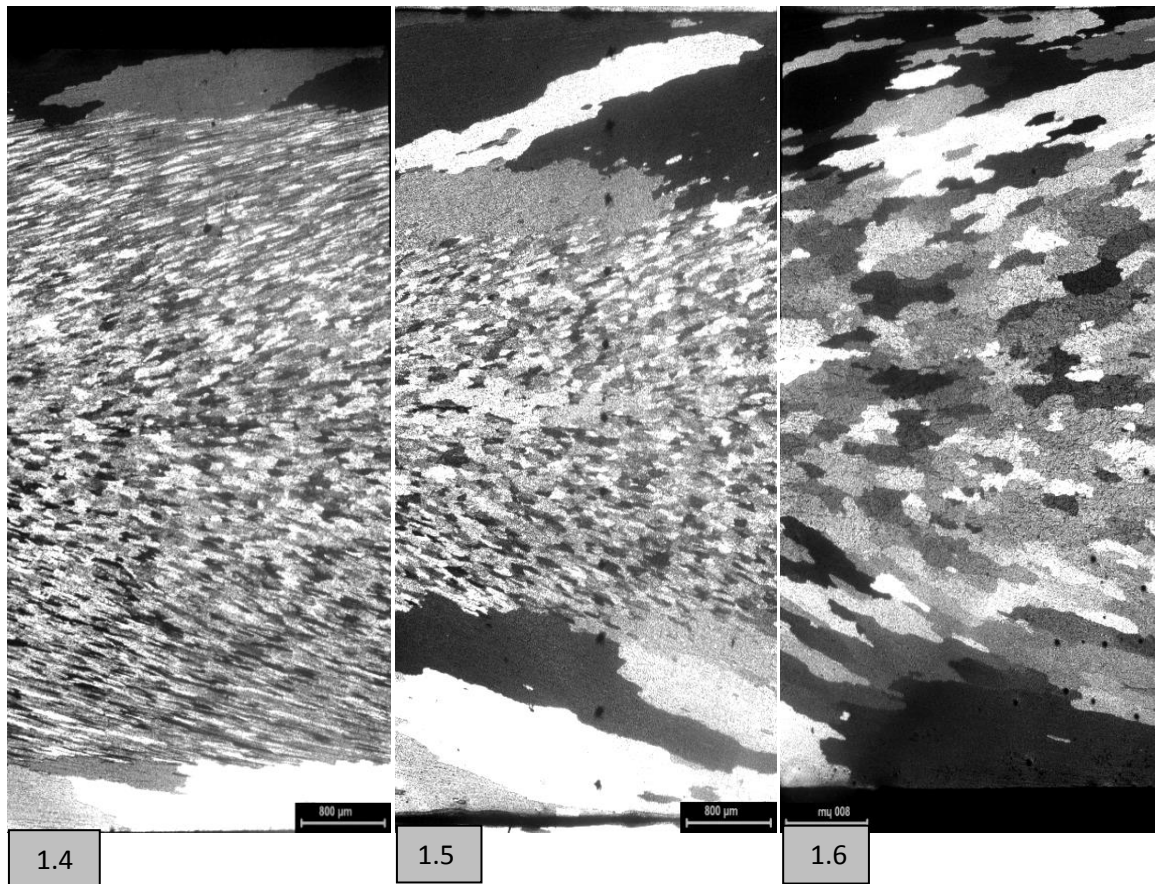
Στο δείγμα 1.5 η ποσότητα των λεπτομερών κατακρημνισμάτων $MnAl_6$ είναι μικρότερη σε σχέση με προηγούμενες καταστάσεις και οι φάσεις $Al(Fe,Mn)Si$ μεγαλύτερες και στο δείγμα 1.6 έχουμε πλήρη απουσία $MnAl_6$ και μεγάλες σφαιροποιημένες φάσεις $Al(Fe,Mn)Si$.

Παρατήρηση κόκκων των δειγμάτων: (1.1-1.6)



Σχήμα 34: Οπτικές μικρογραφίες στις οποίες απεικονίζεται η μορφολογία των κόκκων των δειγμάτων (1.1, 1.2, 1.3) στο οπτικό μικροσκόπιο με χρήση πολωτή.

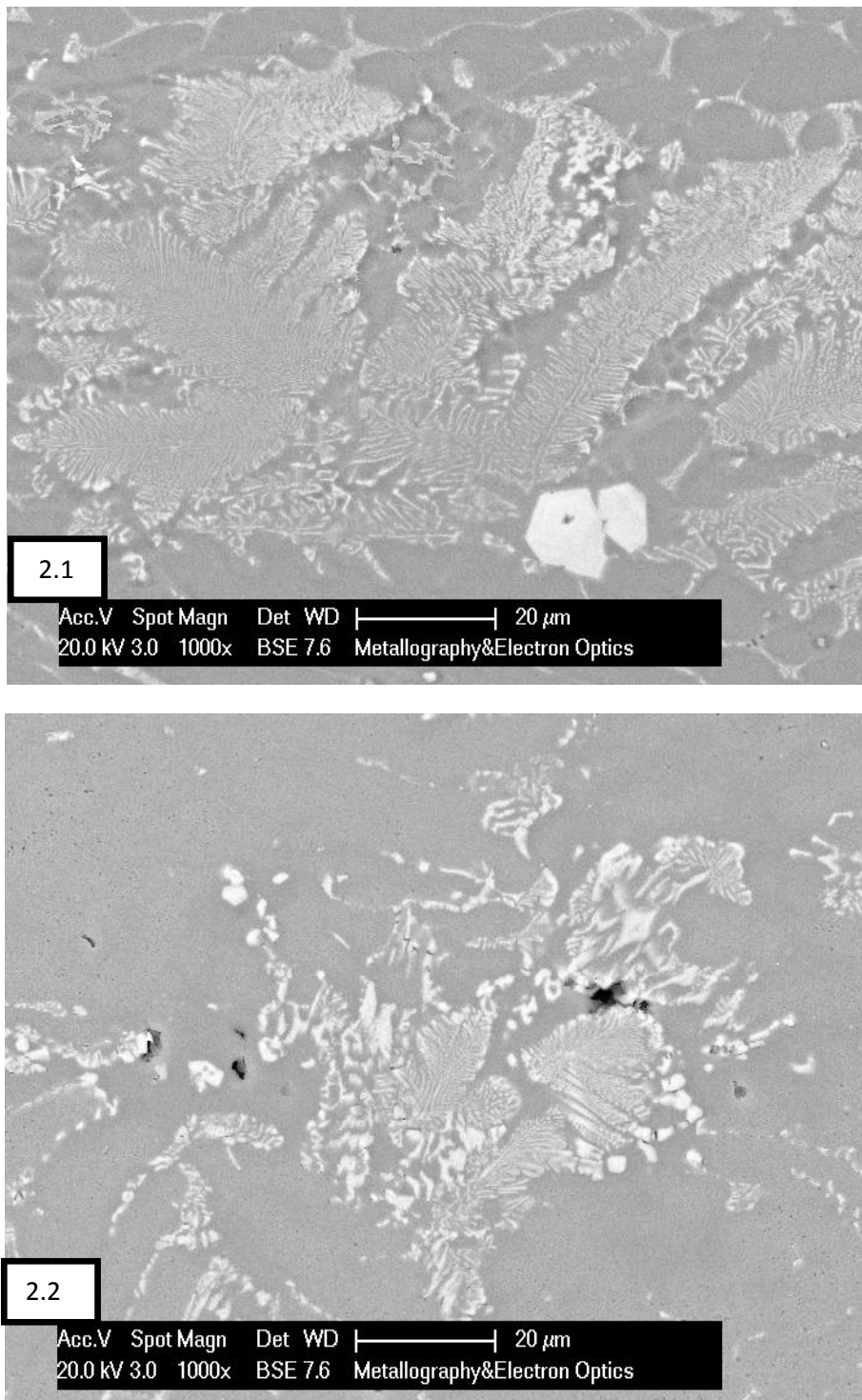
Στο δείγμα 1.1 και το ομογενοποιημένο δείγμα 1.2 παρατηρούνται κόκκοι με έντονο προσανατολισμό κατά την φορά της έλασης στην επιφάνεια του δείγματος, ενώ πιο στρογγυλοί κόκκοι παρατηρούνται στο κέντρο και των τριών δειγμάτων. Παρόλα αυτά στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος 1.3 παρατηρείται έναρξη της ανακρυστάλλωσης.



Σχήμα 35: Οπτική μικρογραφία κόκκων στα δείγματα(1.4, 1.5, 1.6) στο οπτικό μικροσκόπιο με χρήση πολωτή ανά θερμοκρασία.

Το φαινόμενο της ανακρυστάλλωσης συνεχίζει να αναπτύσσεται από την επιφάνεια προς το κέντρο του δείγματος και στα τρία δείγματα με το δείγμα 1.6 να είναι πλήρως ανακρυσταλλωμένο και να παρατηρείται το φαινόμενο της μεγέθυνσης κόκκου (grain growth).

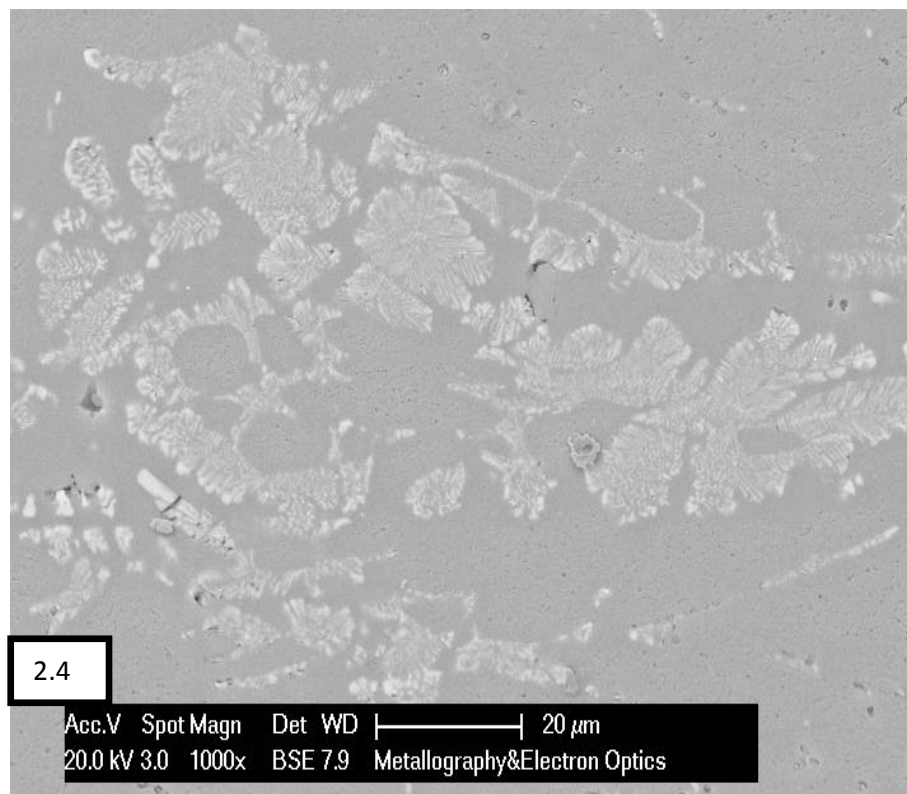
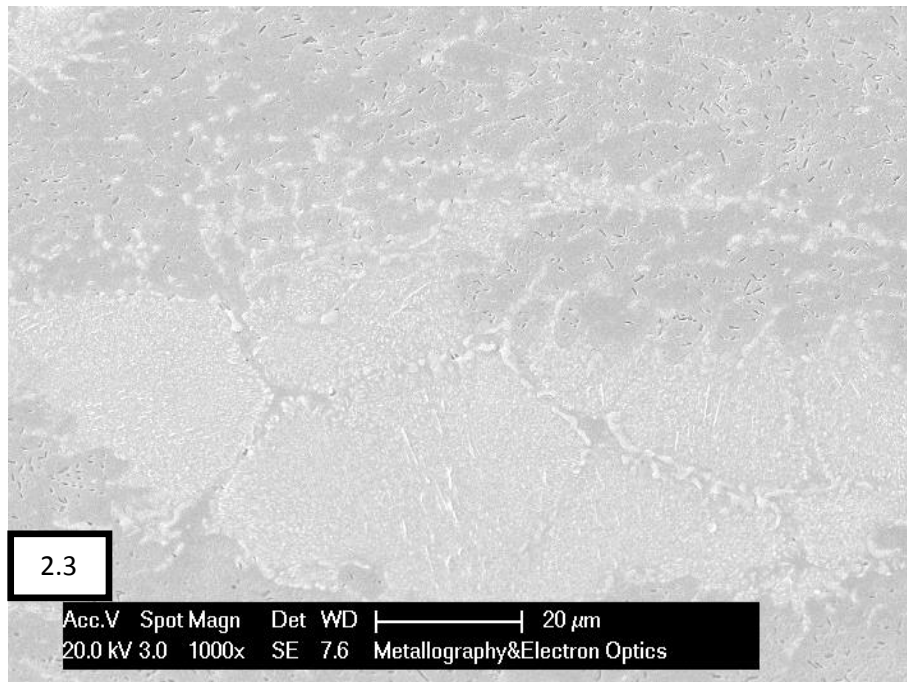
7.4. Αποτελέσματα Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας (SEM)



Σχήμα 36: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.1-2.2).

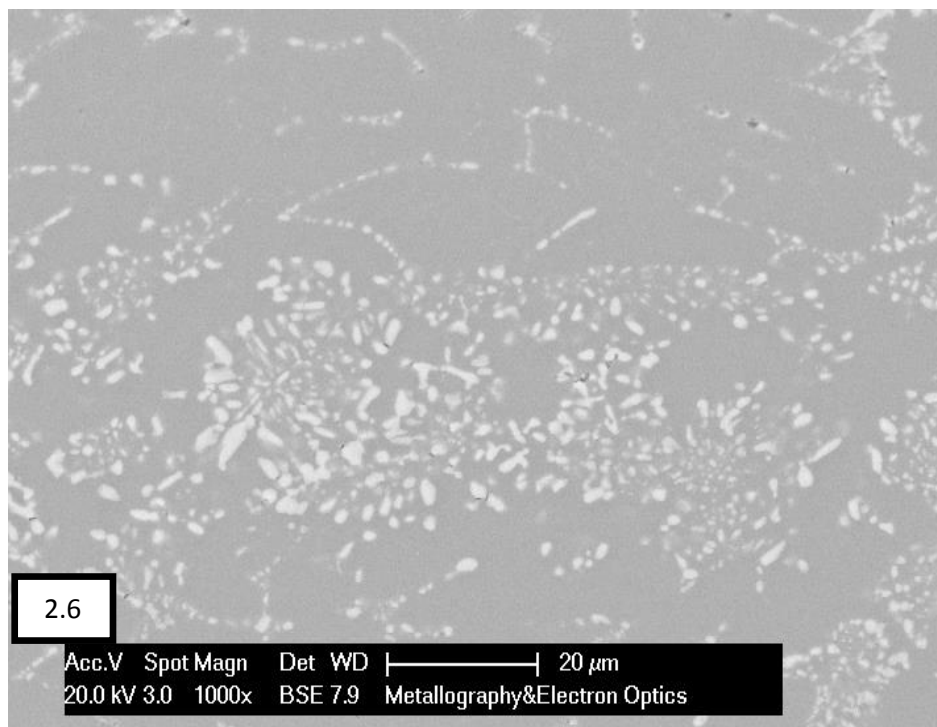
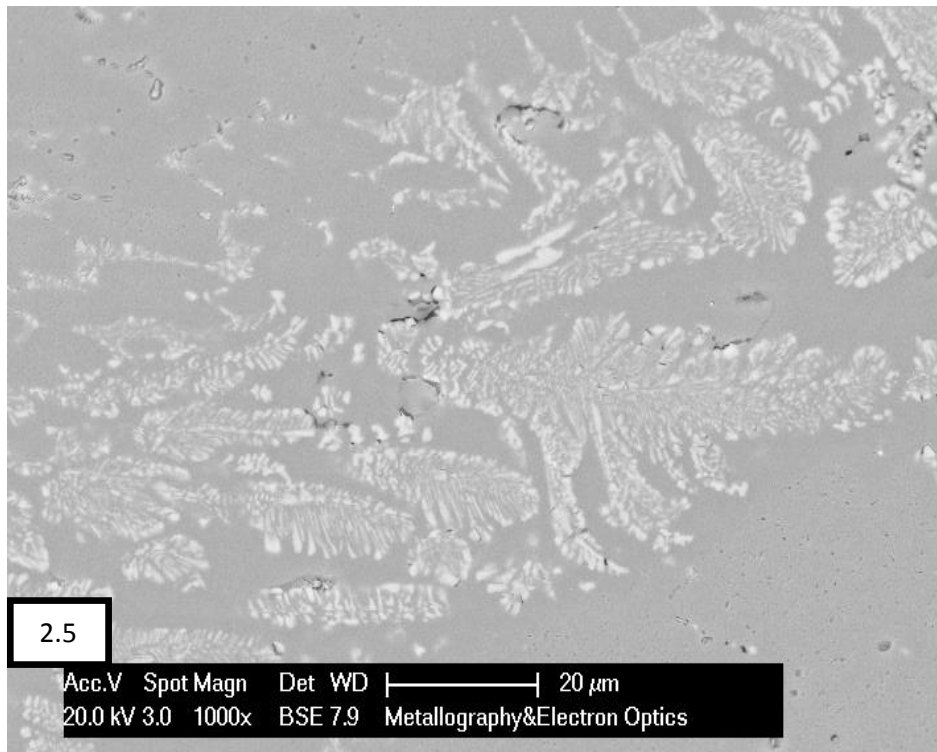
Στο δείγμα 2.1 ο σχηματισμός CLS τύπου $Al(Fe,Mn)Si$ εκτείνεται σε όλο το μήκος του δείγματος και με πάχος από 60-80 μm . Στο 2.2 οι ενδομεταλλικές φάσεις που

σχηματίζουν το CLS έχουν κατακερμαστιστεί, και αυτό εκτείνεται πάλι σε όλο το μήκος του δείγματος και σε πάχος από 30-50 μm .



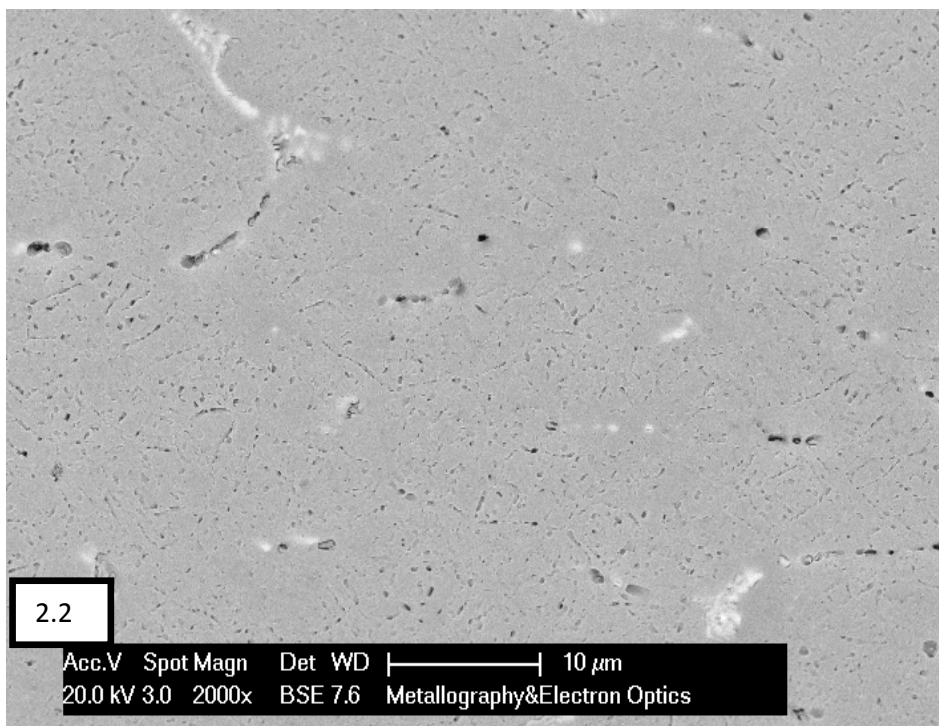
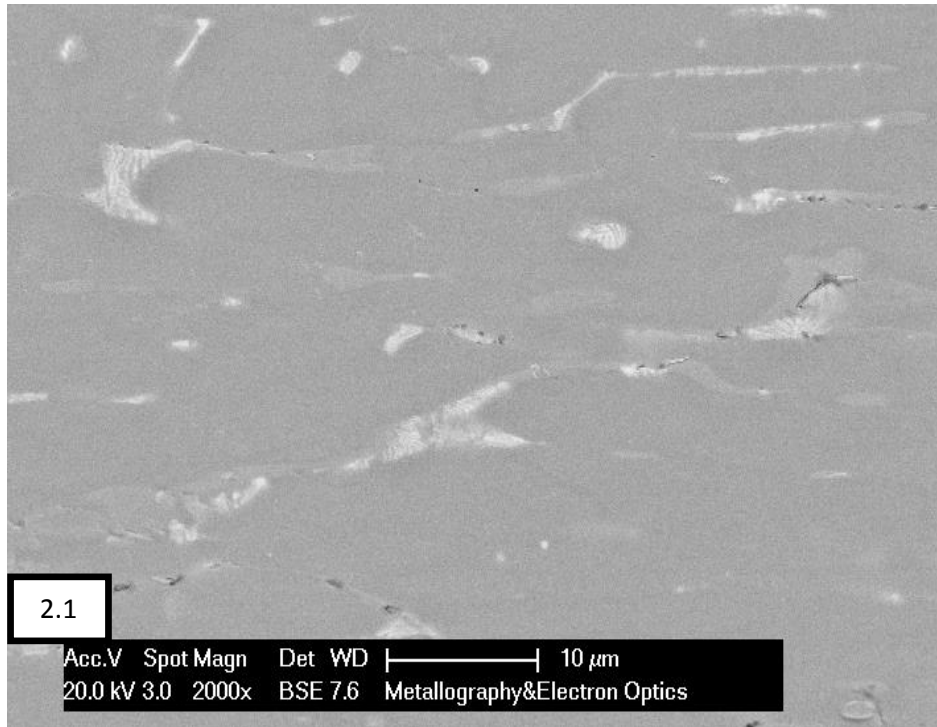
Σχήμα 37: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.3-2.4).

Στο δείγμα 2.3 η μορφολογία του CLS είναι παρόμοια με αυτή του δείγματος 2.2, ενώ στο δείγμα 2.4 οι ενδομεταλλικές φάσεις που έχουν σχηματίσει το CLS αρχίζουν να διασπώνται.

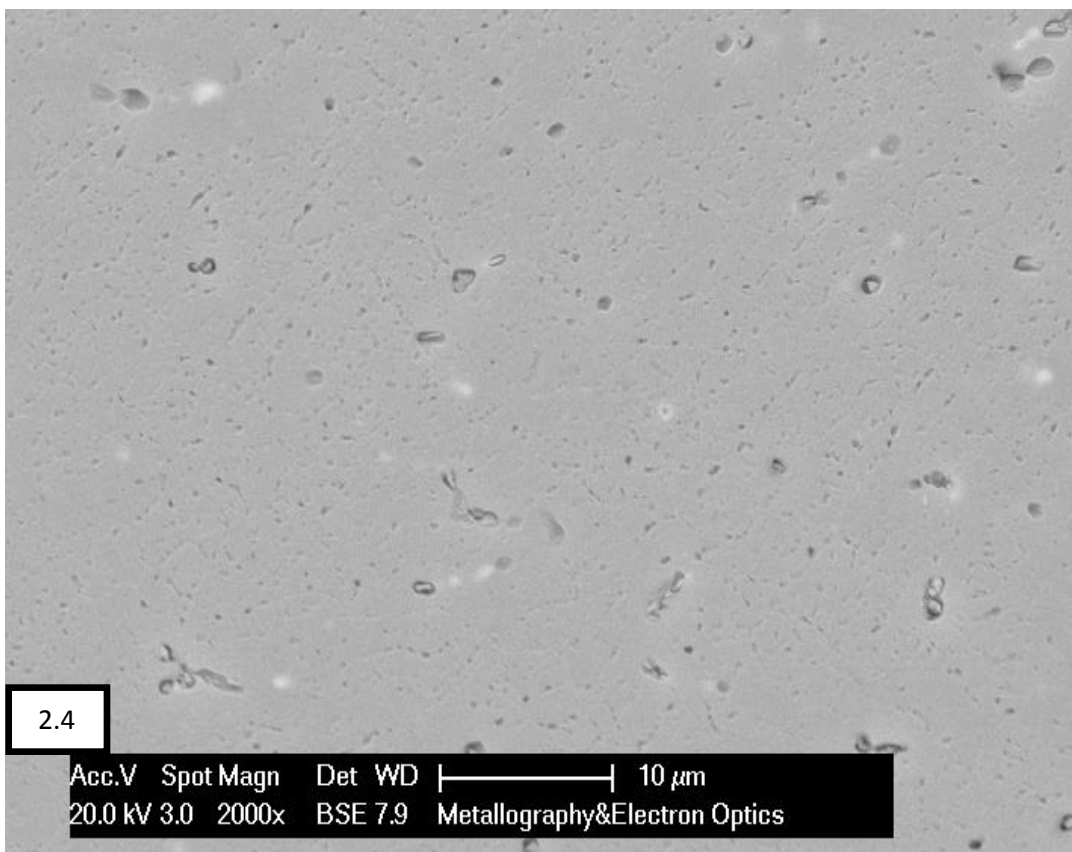
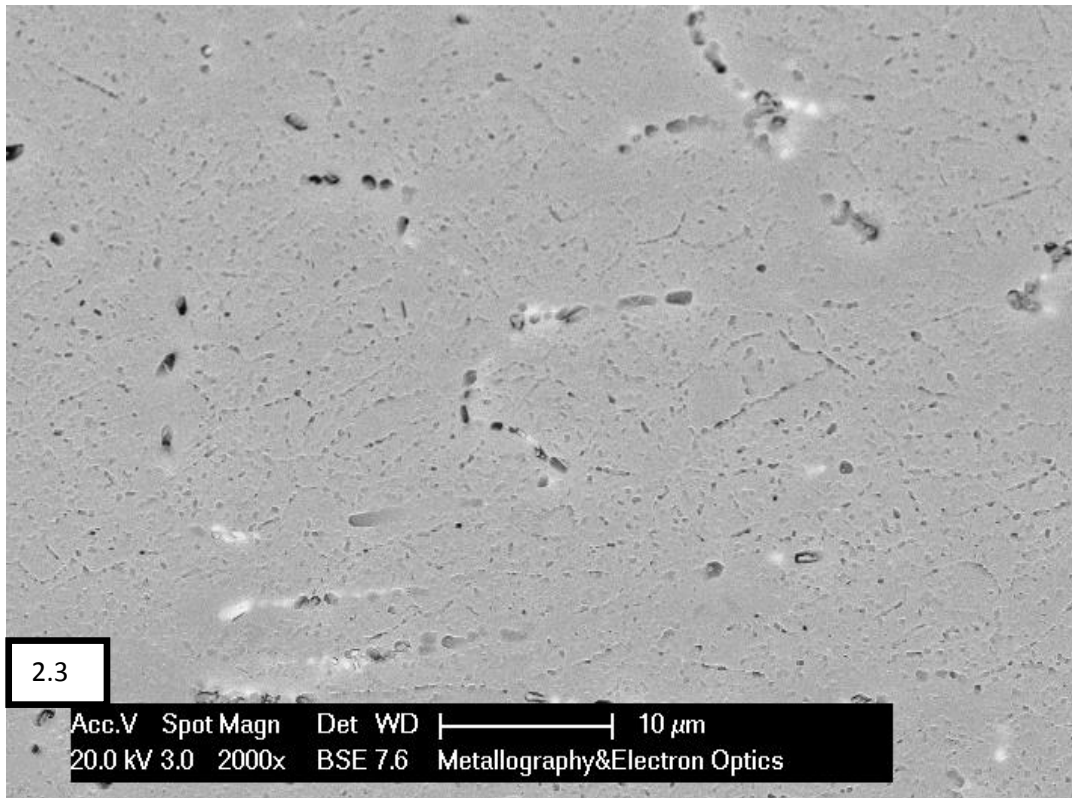


Σχήμα 38: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 2.5-2.6).

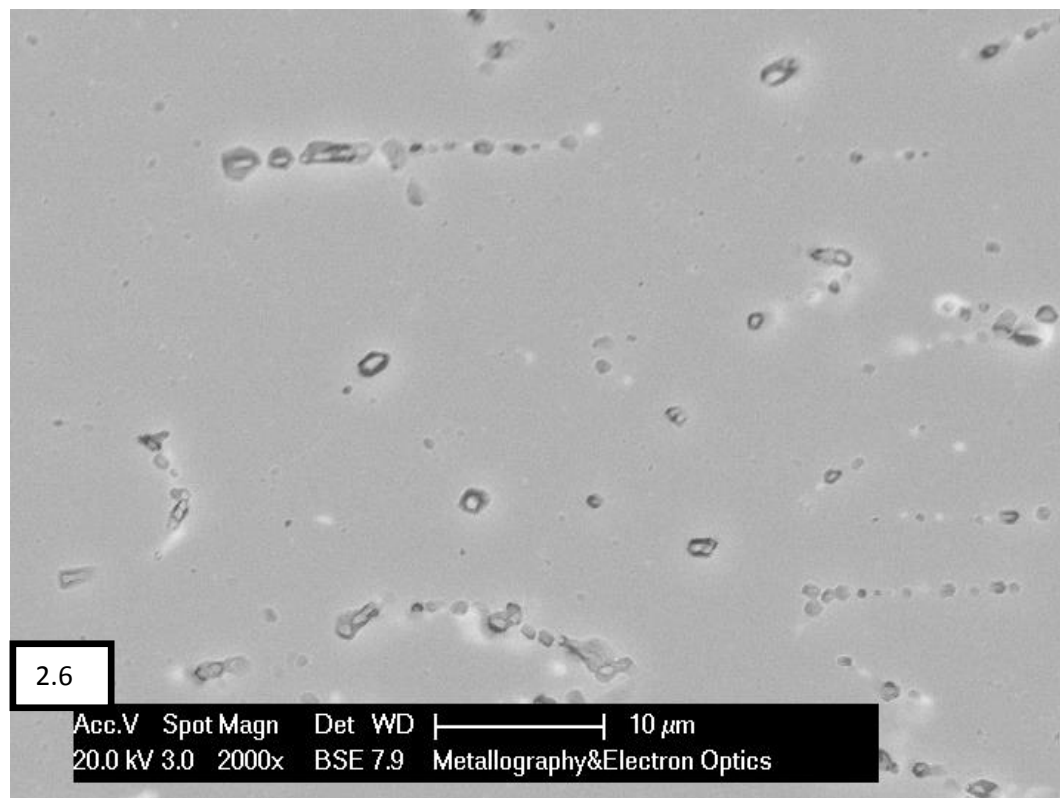
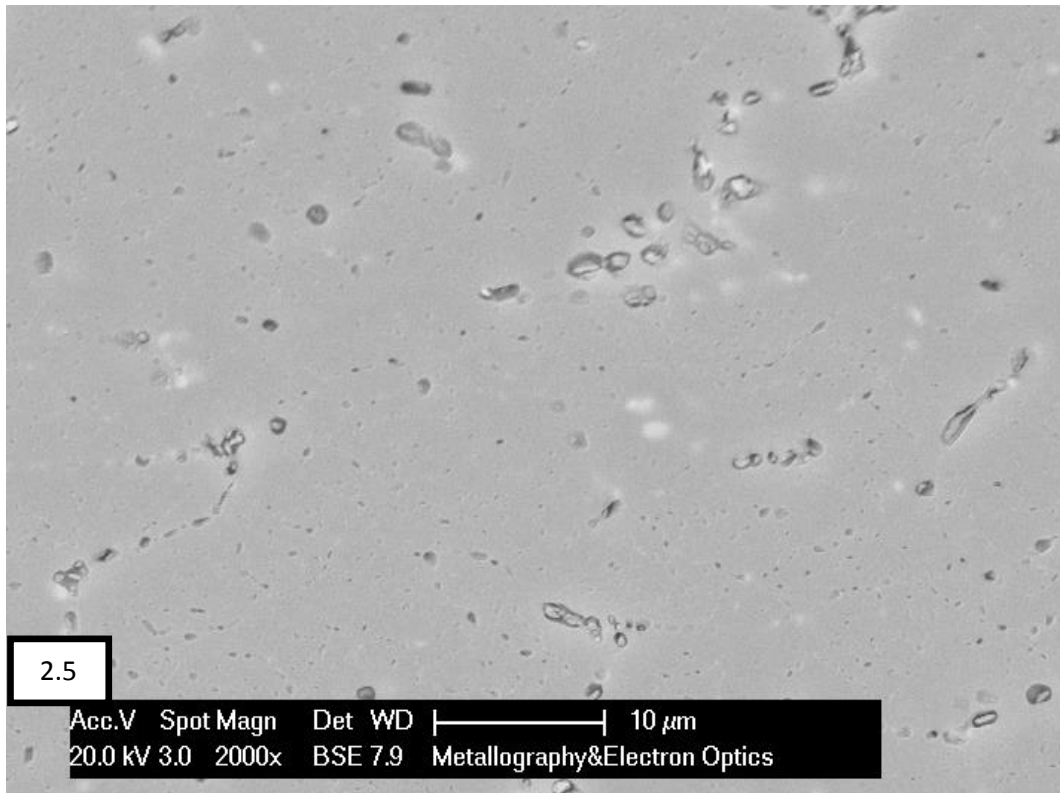
Στο δείγμα 2.5 ο σχηματισμός CLS έχει μειωθεί δραστικά και οι ενδομεταλλικές φάσεις έχουν χωριστεί σε μεγάλο βαθμό με το μέγιστο μέγεθος του σχηματισμού να είναι κάτω από 20 μm , ενώ στο 2.6 οι φάσεις $\text{Al}(\text{Fe},\text{Mn})\text{Si}$ είναι μεγάλες και σφαιροποιημένες μειώνοντας δραστικά το φαινόμενο του CLS.



Σχήμα 39: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.1-2.2).

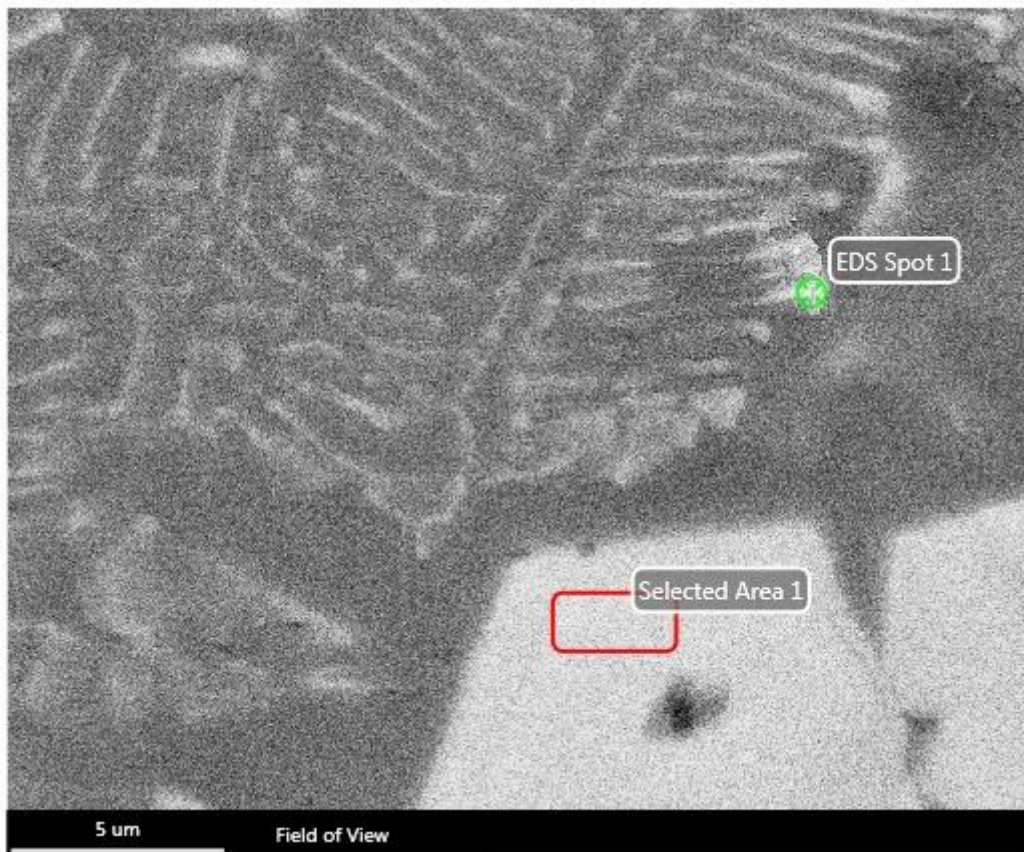


Σχήμα 40: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.3-2.4).

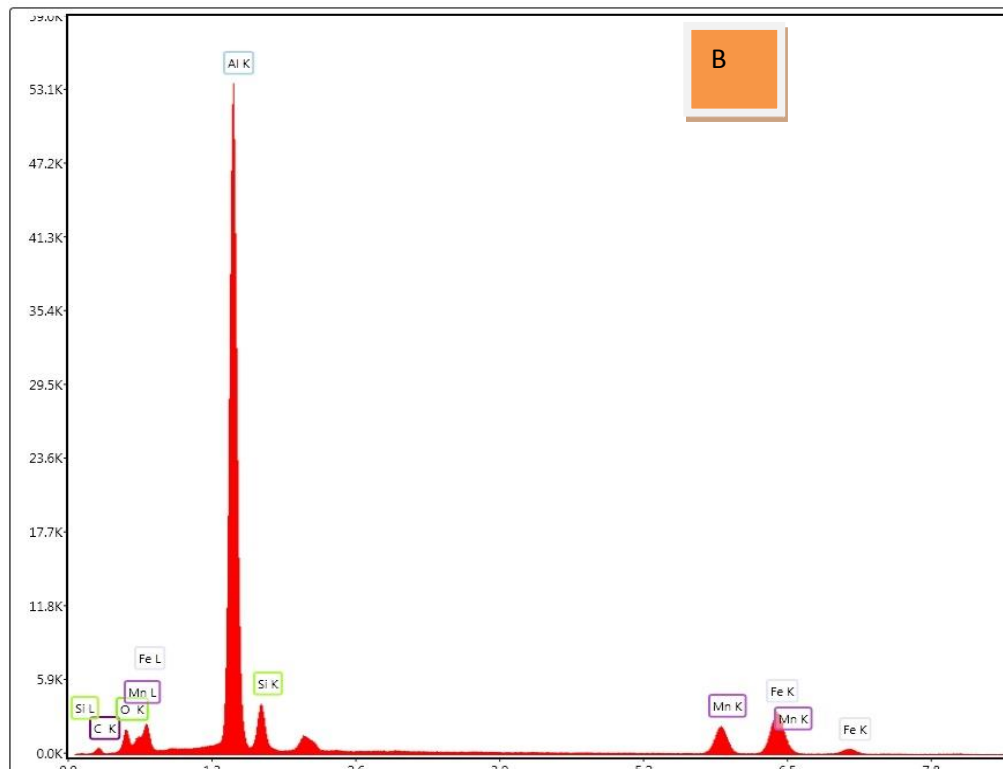
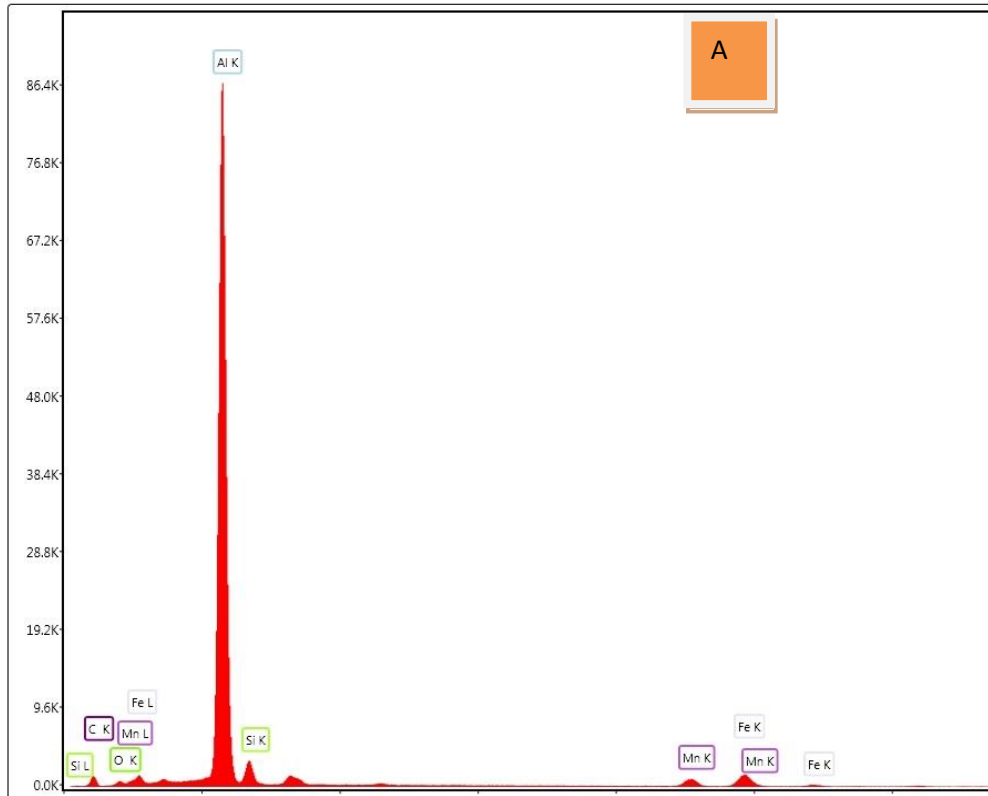


Σχήμα 41: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις (στα Δείγματα 2.5-2.6).

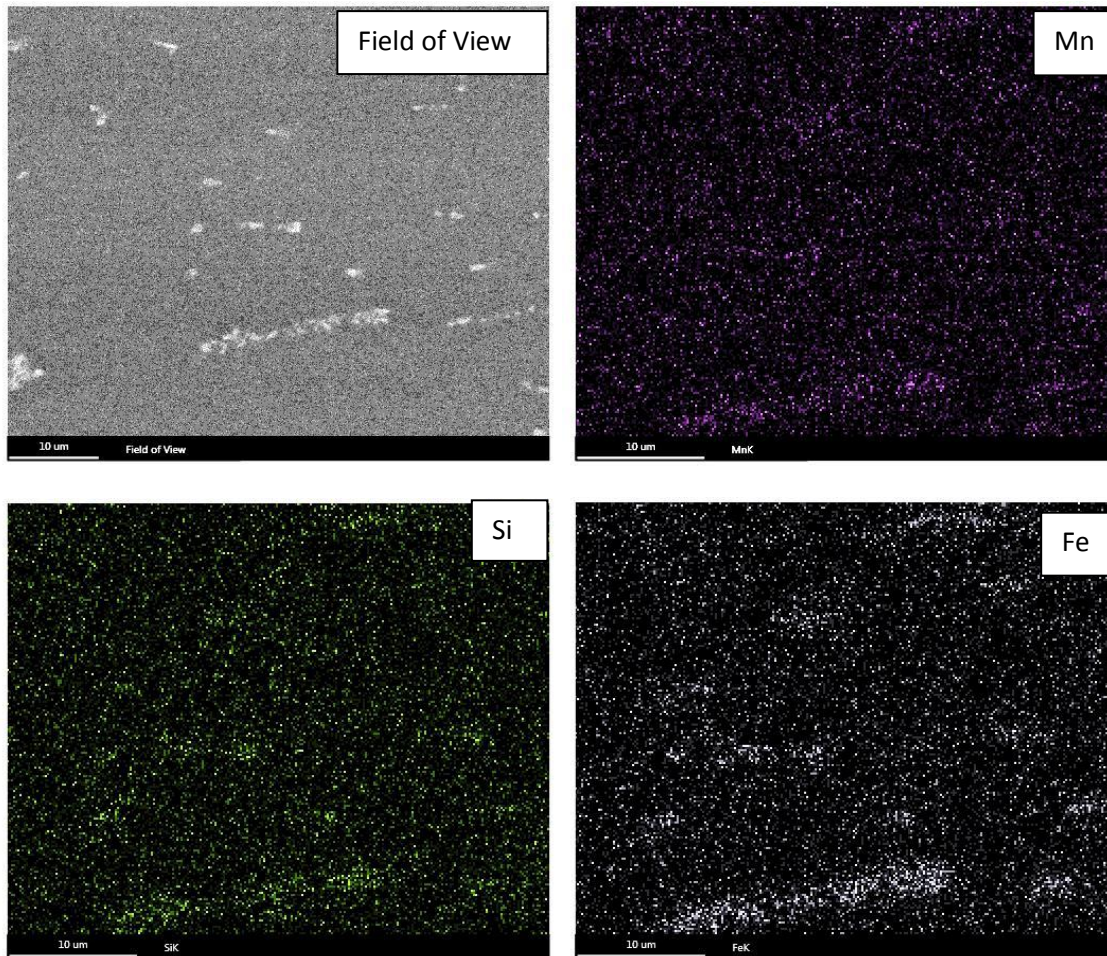
Η μορφολογία των ενδομεταλλικών φάσεων Al (Fe,Mn)Si παρατηρείται στα σχήματα 39-41. Συγκεκριμένα στα δείγματα 2.1-2.3 οι μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις έχουν βελονοειδή και πλακοειδή ενώ από το δείγμα 2.4-2.6 παρατηρείται σταδιακή σφαιροποίηση και κατακερματισμός των φάσεων. Αντίστοιχα τα λεπτομερή κατακρημνίσματα μεγέθους <math><1\mu\text{m}</math> παρατηρούνται σε υψηλή πυκνότητα στα δείγματα 2.2 και 2.3, ενώ σταδιακά μειώνονται στα δείγματα 2.4 και 2.5. Στο δείγμα 2.6 έχουμε σχεδόν πλήρη απουσία λεπτομερών κατακρημνισμάτων Al_6Mn .



Σχήμα 42: Σημείο και επιλεγμένη περιοχή για στοιχειακή ανάλυση δείγματος πάνω στον σχηματισμό c1s στο δείγμα 2.1.



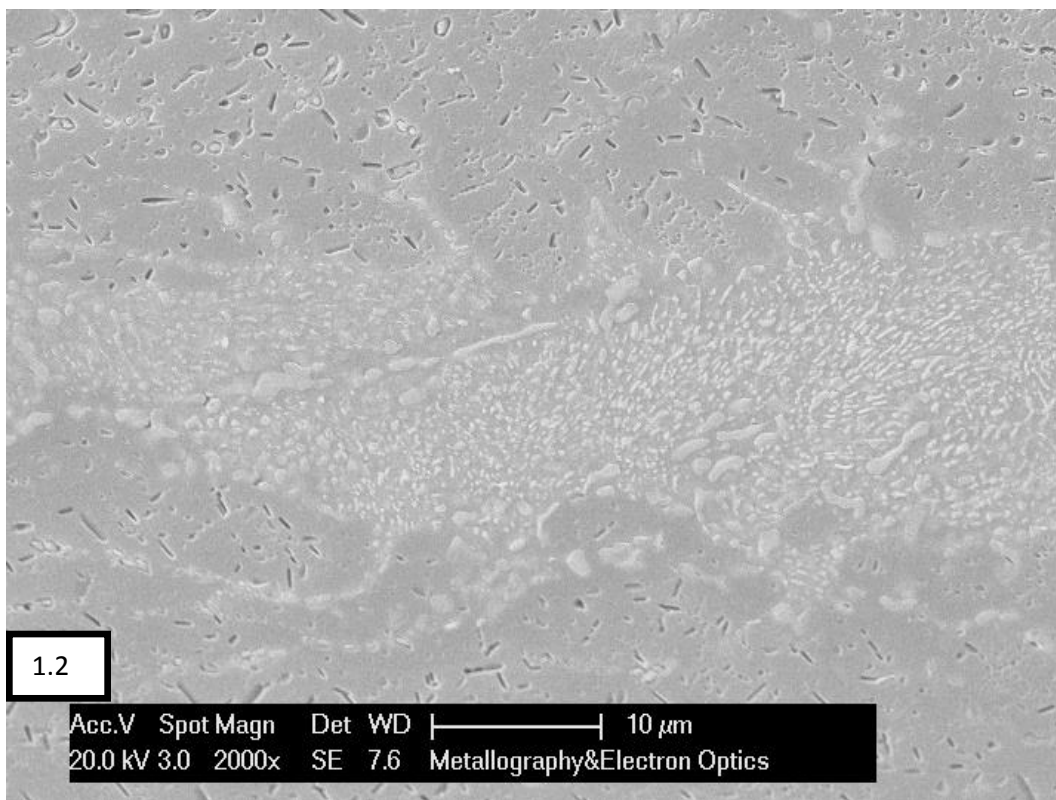
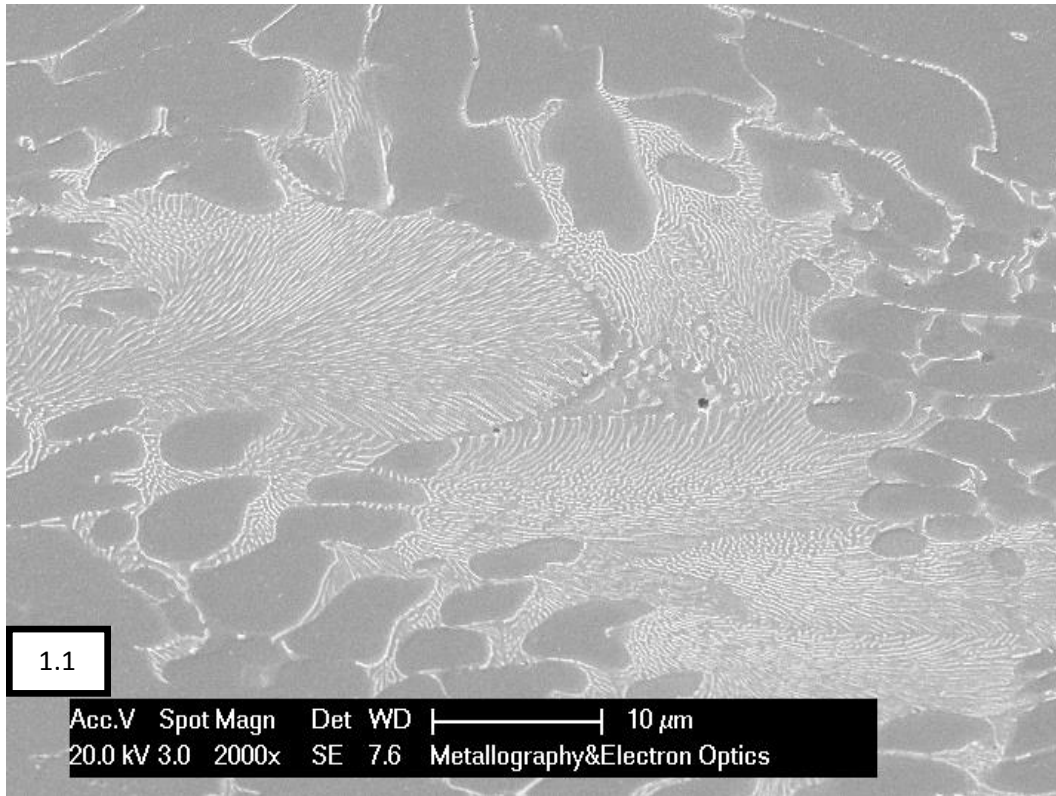
Σχήμα 43: Φάσματα ενεργειακής διασποράς ακτίνων X που αντιστοιχούν στις σημειακές χημικές αναλύσεις στο Δείγμα 2.1 για τις περιοχές A) EDS spot, B) Selected Area 1.



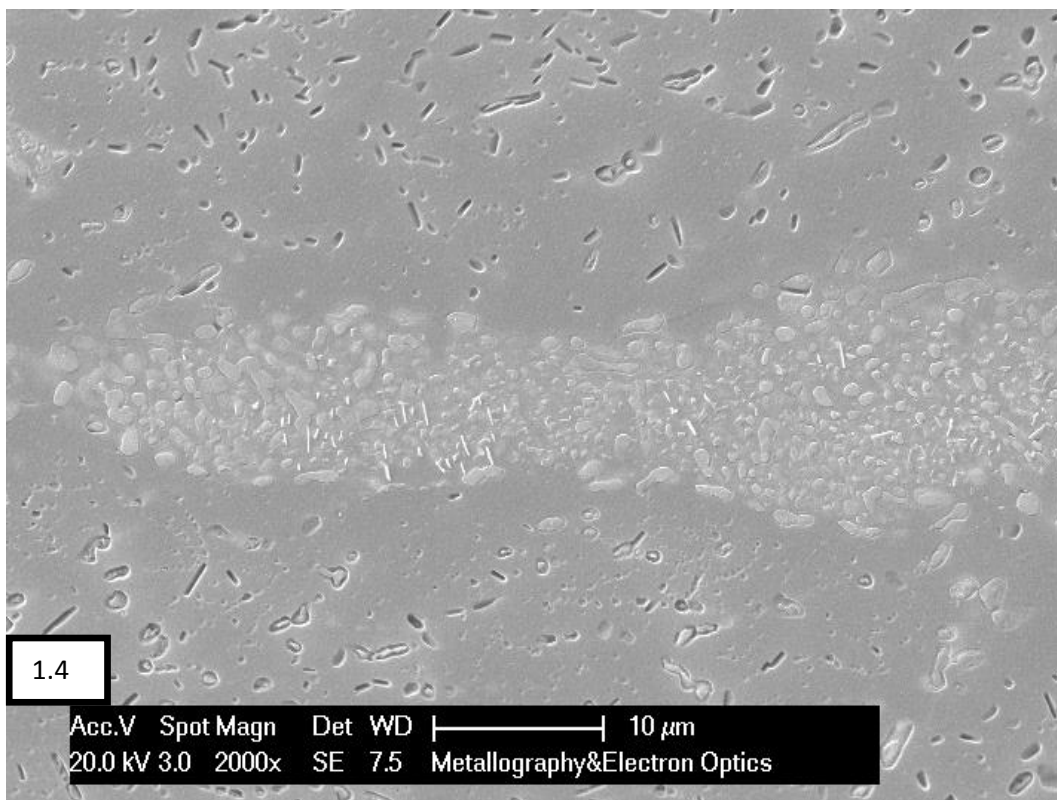
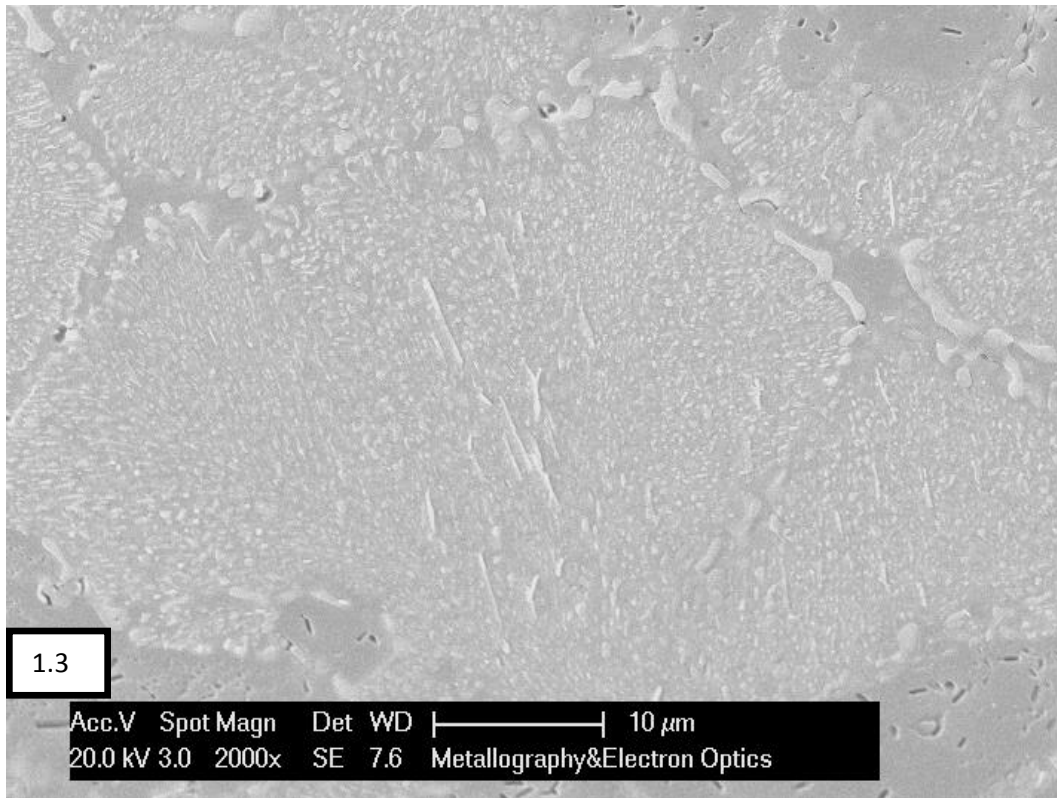
Σχήμα 44: Στοιχειακές χαρτογραφήσεις όπου φαίνεται η κατανομή των στοιχείων στην μικροδομή σε μία συγκεκριμένη περιοχή παρατήρησης (στο Δείγμα 2.1).

Η κατανομή των στοιχείων δείχνει μεγαλύτερη συγκέντρωση Mn, Fe και Si σε όλο το εύρος του δείγματος και ιδιαίτερα στα σημεία ύπαρξης ενδομεταλλικών φάσεων.

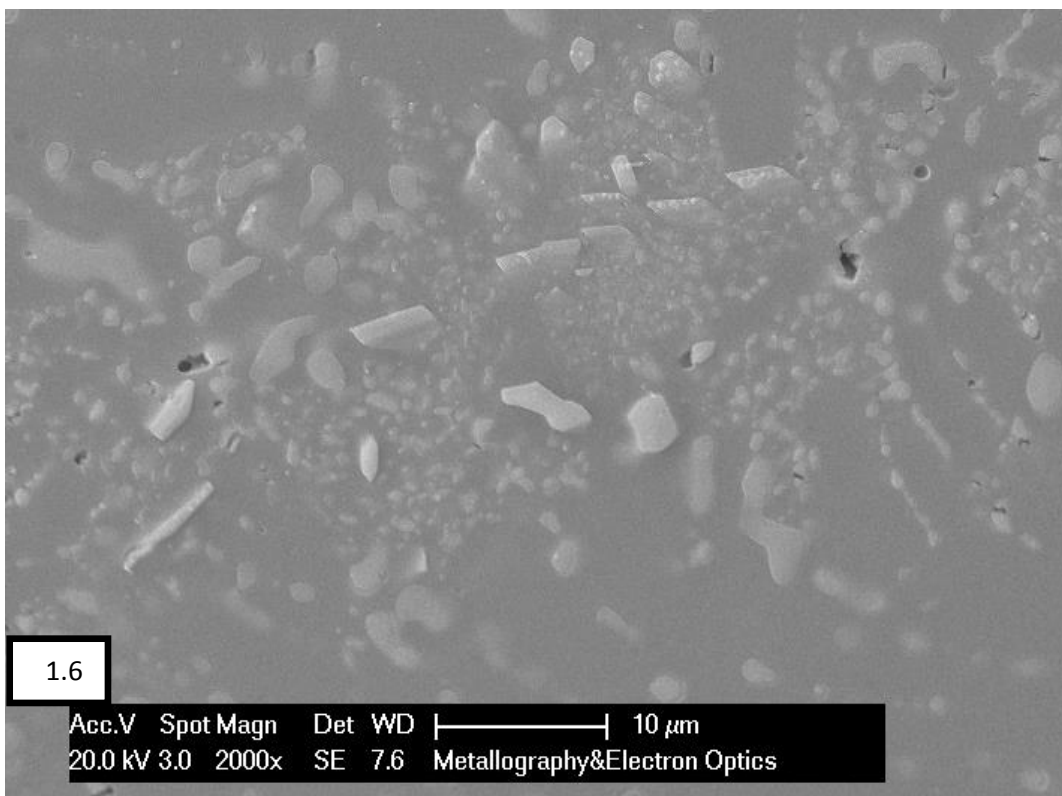
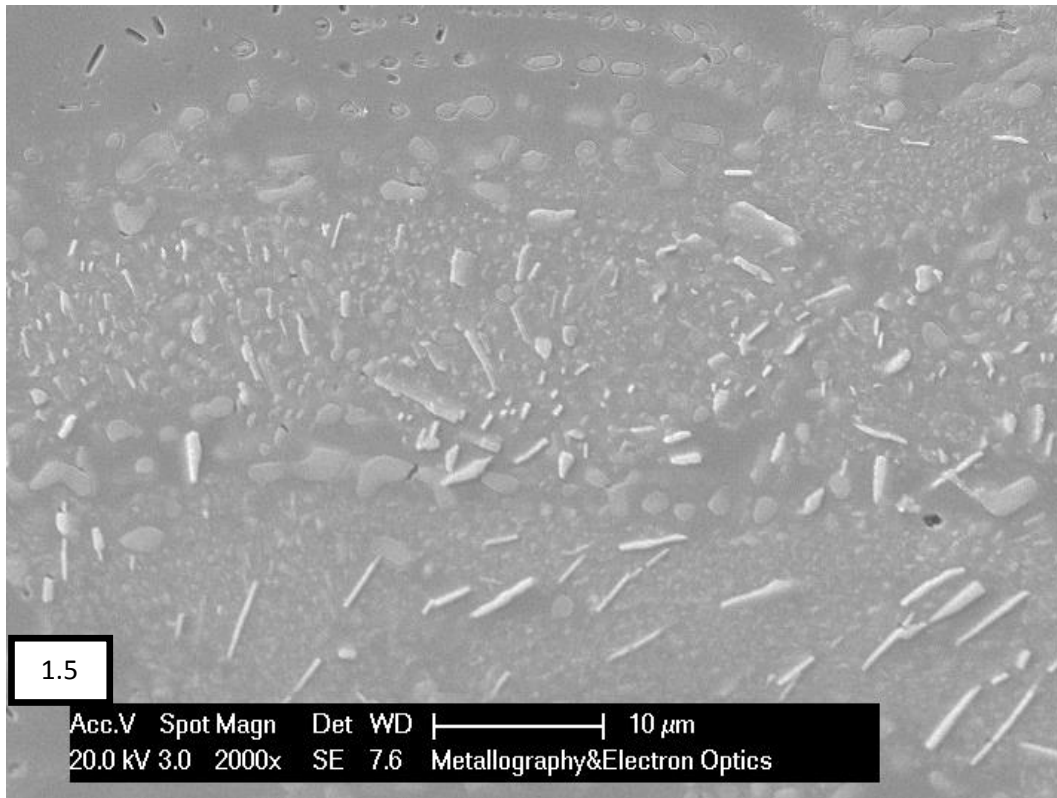
Centerline Segregation δειγμάτων (1.1-1.6)



Σχήμα 45: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.1-1.2).



Σχήμα 46: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.3-1.4).



Σχήμα 47: Ηλεκτρονικές μικρογραφίες στις οποίες παρουσιάζεται η επίδραση της θερμοκρασίας ομογενοποίησης στη μορφολογία του CLS (στα Δείγματα 1.5-1.6).

Η πρόοδος του φαινομένου του CLS έπειτα από θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης στα δείγματα των 5,5mm είναι ίδια με την αντίστοιχη πρόοδο του φαινομένου στα δείγματα των 8mm. Όσο μεγαλύτερη η θερμοκρασία ομογενοποίησης, τόσο μεγαλύτερη η βελτίωση του CLS. Να σημειωθεί πως με τον όρο βελτίωση ουσιαστικά εννοούμε την διάλυση των φάσεων $Al(Fe,Mn)Si$ μεταξύ τους ώστε να μην υπάρχει μεγάλος σχηματισμός (άνω των 100 μm) ο οποίος χαλάει την ομοιογένεια του δείγματος και μπορεί να οδηγήσει το κράμα σε αστοχία.

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 8^ο

8. Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Περίθλασης Οπισθοσκεδαζόμενων Ηλεκτρονίων (EBSD)

Η τεχνική EBSD (Electron Backscatter Diffraction) ή ACOM (Automatic Crystal Orientation Mapping) ή OIM (Orientation Imaging Microscopy) που εφαρμόζεται στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM), έχει βρει ευρεία εφαρμογή στον χαρακτηρισμό της μικροδομής των μεταλλικών κραμάτων καθώς και στην αποτίμηση του τοπικού κρυσταλλογραφικού ιστού (texture) του υλικού. Έχει τη δυνατότητα διάκρισης ακόμη και κρυσταλλογραφικά ομοίων φάσεων βασιζόμενη στην ερμηνεία των διαγραμμάτων ποιότητας μικρογραφιών (Image Quality-IQ) καθώς και διάκρισης υπομικροσκοπικών δομών στο πλέγμα όπως αναφέρει ο Humphreys (53) ενώ σημαντικό ρόλο στην μελέτη του κρυσταλλογραφικού ιστού παίζουν και τα διαγράμματα αντίθεσης σε ζώνες Kikuchi (Kikuchi Band Contrast) όπως αναφέρουν και στην μελέτη τους οι Maitland και Sitzman et al. (54), ο De Meyer et al. (55) και ο Roumen Petrov et al. (56). Ωστόσο μπορεί να διαχωρίσει μόνο κρυσταλλικές δομές με σαφείς διαφορετικές γωνίες αναντιστοιχίας μεταξύ των κρυσταλλογραφικών επιπέδων, ενώ για παράδειγμα φάσεις του κυβικού συστήματος που διαφέρουν μόνο ως προς τις πλεγματικές σταθερές δυσκολεύεται να τις διαχωρίσει. Επιπλέον, ο χάρτης απεικόνισης που προκύπτει μπορεί να δώσει επιπρόσθετες πληροφορίες για την μικροδομή όπως για την τοπογραφία της εξεταζόμενης επιφάνειας, την εμφάνιση μικροϊστού καθώς και τον αποκλίνοντα προσανατολισμό (misorientation) μεταξύ των κόκκων.

Σε αυτό το σημείο θα ήταν χρήσιμο να αναφερθούμε σε ορισμένα χαρακτηριστικά μεγέθη της τεχνικής από τα οποία αντλούνται πολλές πληροφορίες και χρησιμοποιήθηκαν στην μελέτη του κράματος.

Δείκτης Εμπιστοσύνης - Confidence Index (CI) : ποσοτικοποιεί την αξιοπιστία των ανιχνεύσιμων φασμάτων (pattern) (56). Δίνει χρήσιμες πληροφορίες ειδικά στην περίπτωση επικαλυπτόμενων (overlapping) φασμάτων (patterns) και στην περίπτωση της ανίχνευσης φάσεων με πολύ κοντινές κρυσταλλογραφικές δομές. Αυτή η παράμετρος υπολογίζεται από την αυτόματη αναγνώριση των κρυσταλλογραφικών επιπέδων και κυμαίνεται μεταξύ 0 και 1 (57) (58) .

Ποιότητα Εικόνας-Μικρογραφίας - Image Quality (IQ) : σχετίζεται με την ποιότητα των ανιχνεύσιμων ζωνών (bands) στο φάσμα (pattern) του EBSD και εξαρτάται από το υλικό και την κατάσταση στην οποία βρίσκεται. Μπορεί να χρησιμοποιηθεί στο διαχωρισμό μιας περιοχής τέλει πλέγματος από μια περιοχή ενός πλέγματος με ατέλειες (57) .

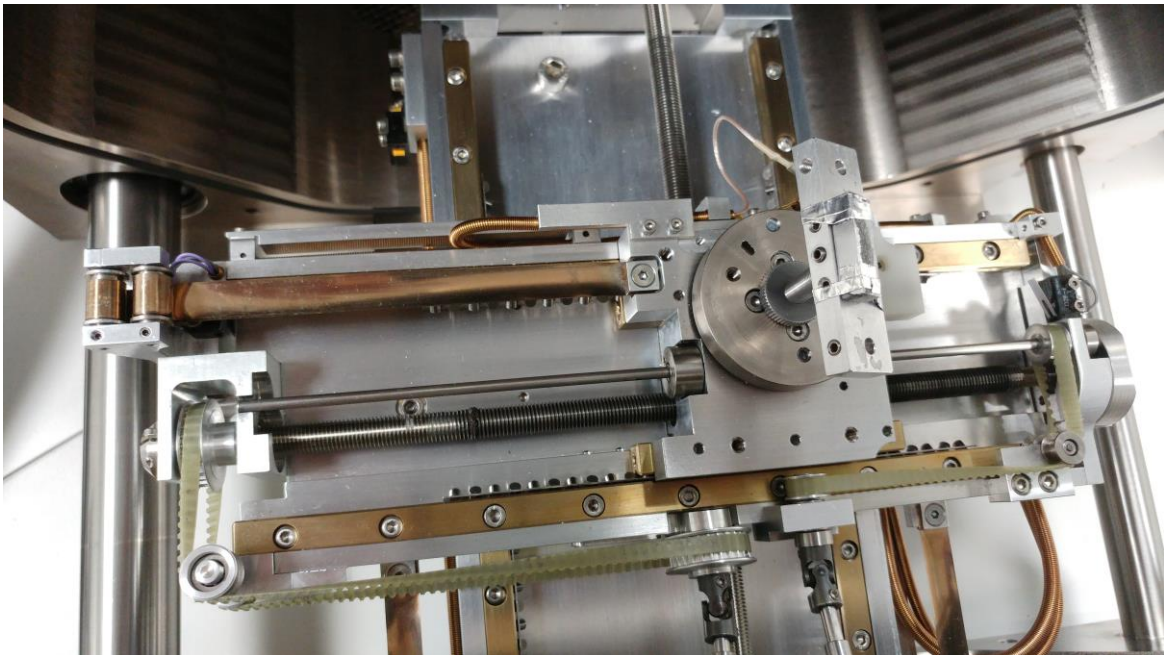
Χάρτης αντίστροφων πολικών συντεταγμένων και χάρτης πολικών συντεταγμένων (Inverse Pole Figure, Pole Figure): αποτελούν τρόπους απεικόνισης του προσανατολισμού των κόκκων ανάλογα με την διεύθυνση αναφοράς ενός κρυστάλλου. Το σύστημα αναφοράς για τους χάρτες IPF είναι ο προσανατολισμός του κρυστάλλου, ενώ το σύστημα αναφοράς για τους χάρτες PF είναι ο προσανατολισμός του δείγματος (57) (58).

Χάρτης προσανατολισμού κρυστάλλων με ιστό έλασης (FCC Rolling Components Ortho) : Αυτός ο χάρτης παρουσιάζει κρυστάλλους εδροκεντρωμένης κυβικής δομής με προσανατολισμό που ανταποκρίνεται σε ιστό έλασης με βάση τις παραμέτρους του EBSD . Συγκεκριμένα σε αυτόν τον χάρτη το πορτοκαλί χρώμα αντιστοιχεί σε προσανατολισμό Copper $-(121)\langle 1-11 \rangle$, το πράσινο σε S1- $(241)\langle 1-12 \rangle$, το μωβ σε S2 $-(231)\langle 3-46 \rangle$, το γαλάζιο σε Taylor $(4\ 4\ 11)\langle 11\ 11\ -8 \rangle$, το μπλε σε S3 $-(231)\langle 3\ -4\ 6 \rangle$, το κίτρινο σε Brass $(110)\langle 0\ -1\ 2 \rangle$ και το κόκκινο σε Goss $(101)\langle 0\ -1\ 0 \rangle$ (57).

Χάρτης προσανατολισμού κρυστάλλων με ιστό ανακρυστάλλωσης (FCC RX Components Ortho) : Αυτός ο χάρτης παρουσιάζει κρυστάλλους εδροκεντρωμένης κυβικής δομής με προσανατολισμό που ανταποκρίνεται σε ιστό ανακρυστάλλωσης με βάση τις παραμέτρους του EBSD . Συγκεκριμένα σε αυτόν τον χάρτη το μεταλλικό καφέ χρώμα αντιστοιχεί σε προσανατολισμό Cube $-(001)\langle 100 \rangle$, το μπλε γκρι σε P $-(001)\langle 1\ -1\ 1 \rangle$, το μπλε σε Q $-(013)\langle 3-31 \rangle$, το μωβ σε R $-(132)\langle 4-21 \rangle$ και το κόκκινο σε Goss $(011)\langle 100 \rangle$ (57).

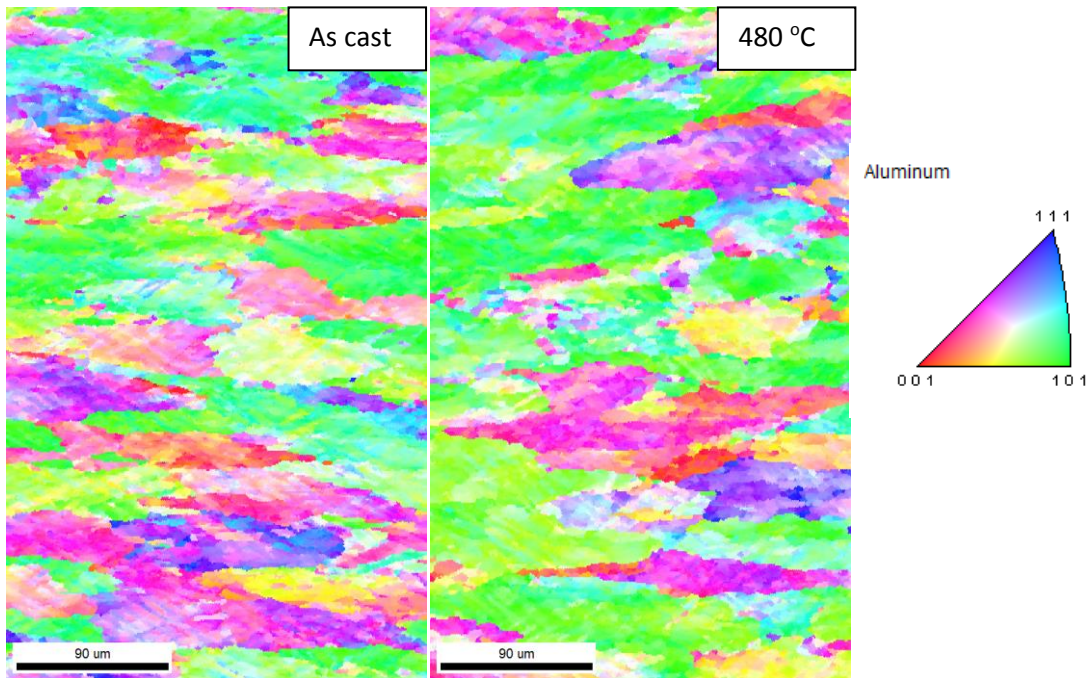
8.1. Προετοιμασία δειγμάτων για EBSD

Η εξέταση με την μέθοδο EBSD πραγματοποιήθηκε στο εργαστήριο Μεταλλογραφίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας του ΕΛΚΕΜΕ κατόπιν ειδικής μεταλλογραφικής προετοιμασίας των δειγμάτων προς μελέτη. Συγκεκριμένα πραγματοποιήθηκε νέα κοπή δοκιμίων από τα διατιθέμενα δείγματα και έπειτα χειροκίνητη λείανση σε λειαντικά χαρτιά με 500, 1200 και 4000 grip. Στην συνέχεια ακολούθησε ηλεκτρολυτική στίλβωση στο μηχάνημα Struers Lectropol 5 σε ειδική αυτόματη λειτουργία 15 δευτερολέπτων για κράματα αλουμινίου. Τα δείγματα που επιλέχθηκαν προκειμένου να ληφθούν επαρκή αποτελέσματα ήταν τα δείγματα as cast των δύο ρόλων, καθώς και τα ομογενοποιημένα δείγματα των δύο ρόλων στους 480°C, 560°C και 610°C . Η προτιμητέα επιφάνεια μελέτης ήταν παράλληλα στις γραμμές έλασης ενώ τα δείγματα που εισήλθαν στο SEM προς μελέτη ήταν στην μορφή του σχήματος 48. Η μεγέθυνση των χαρτών ήταν x200 και το step size 1,5μm , προκειμένου να λάβουμε υψηλή ευκρίνεια.

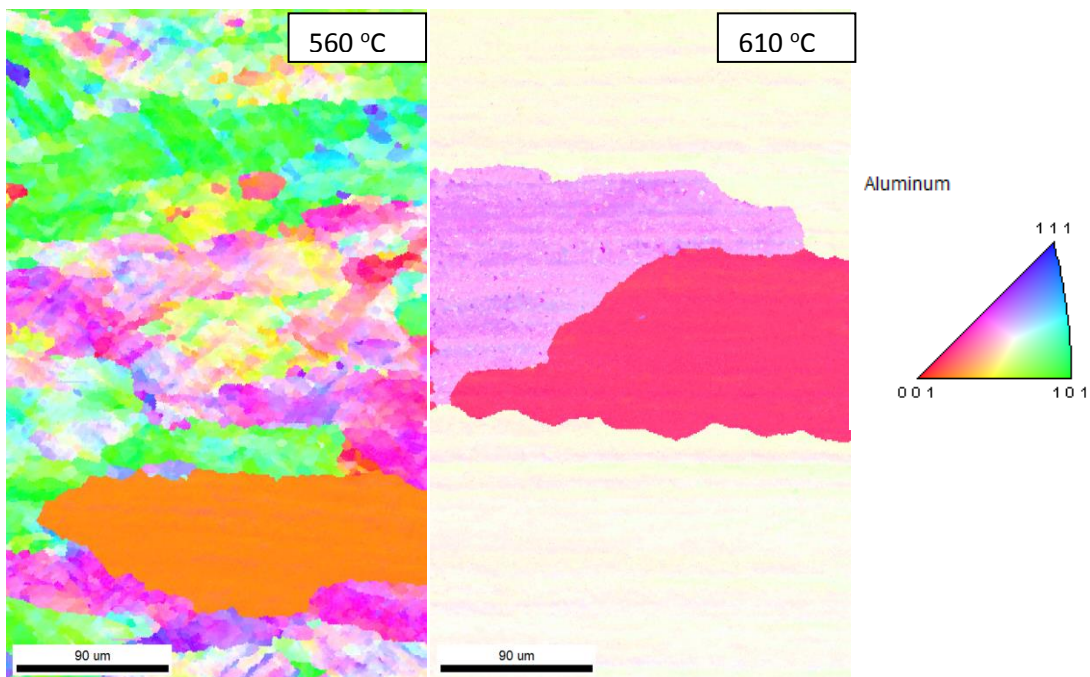


Σχήμα 48: Δείγμα για μελέτη EBSD το οποίο θα εισέλθει στο SEM με τέτοιο τρόπο ώστε η κάμερα να έρχεται από πάνω (top view) και να σχηματίζει με το δείγμα γωνία 70°.

8.2. Αποτελέσματα (EBSD)

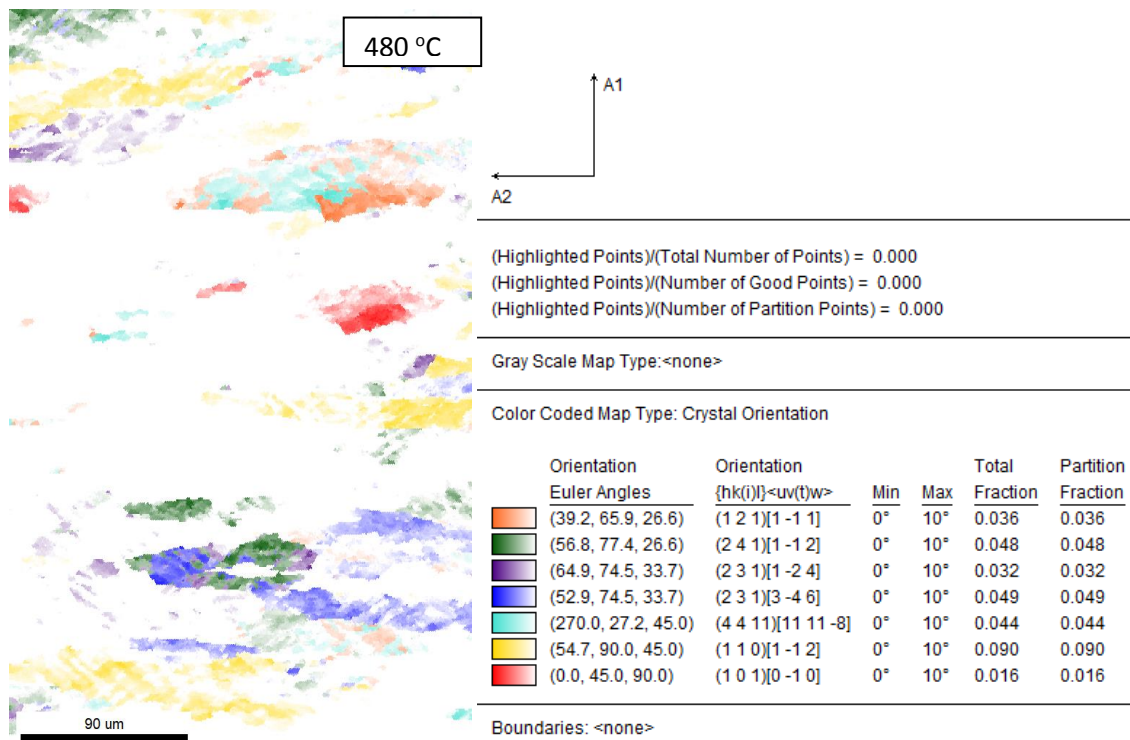
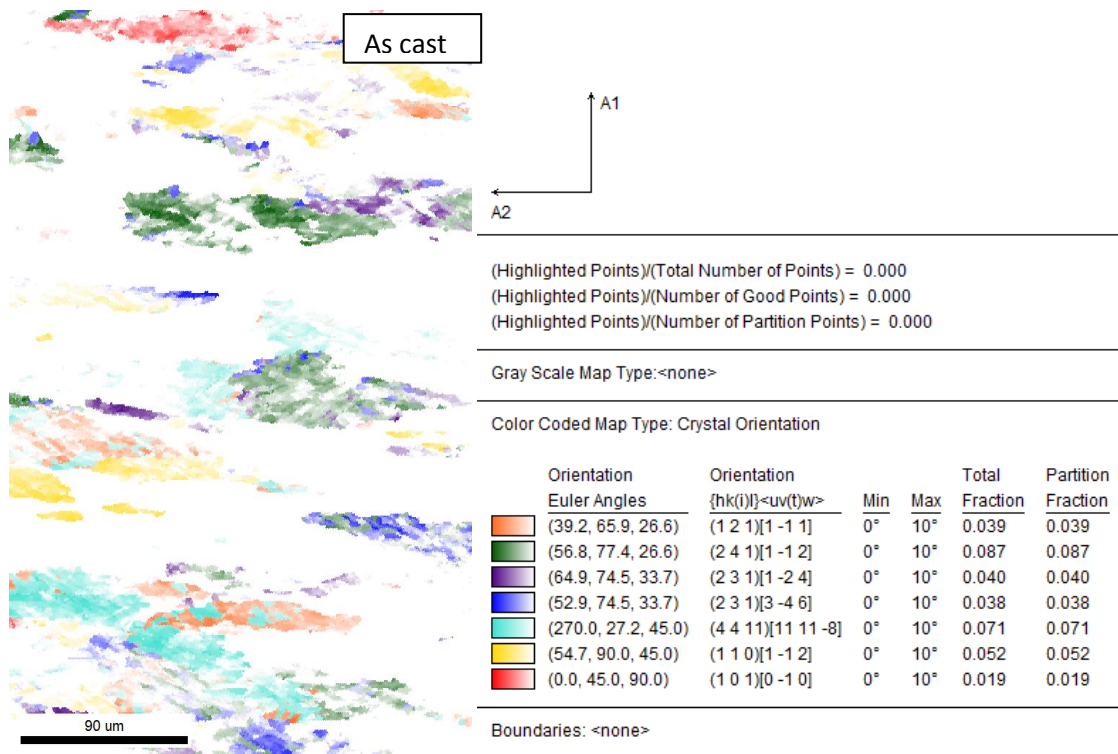


Σχήμα 49: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).



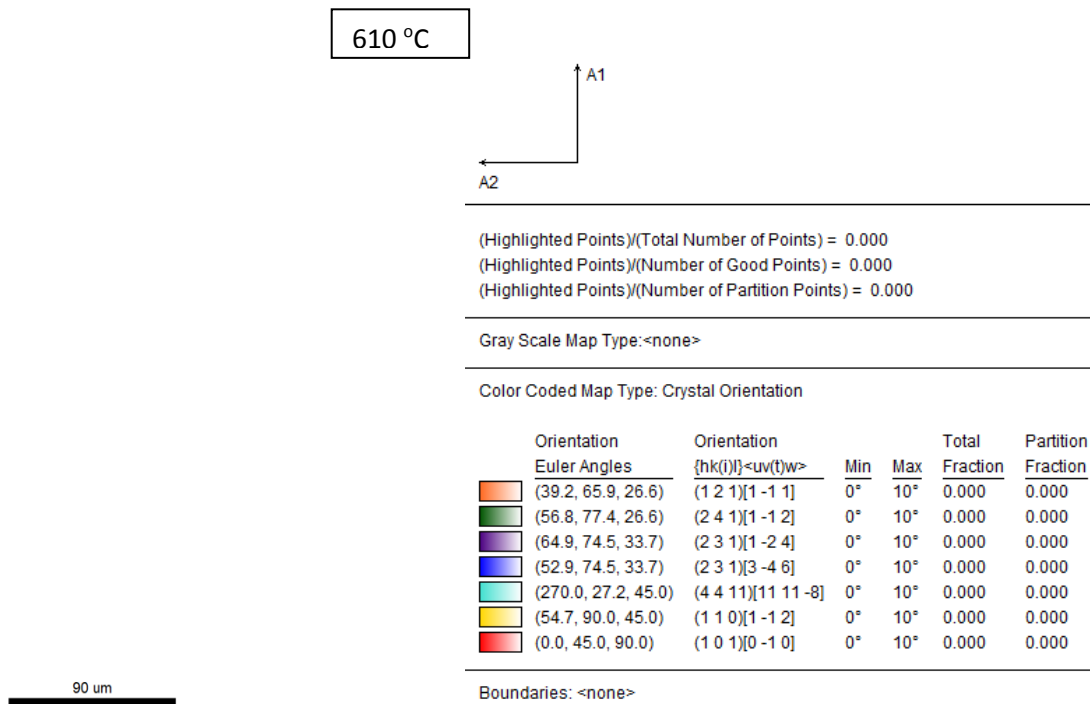
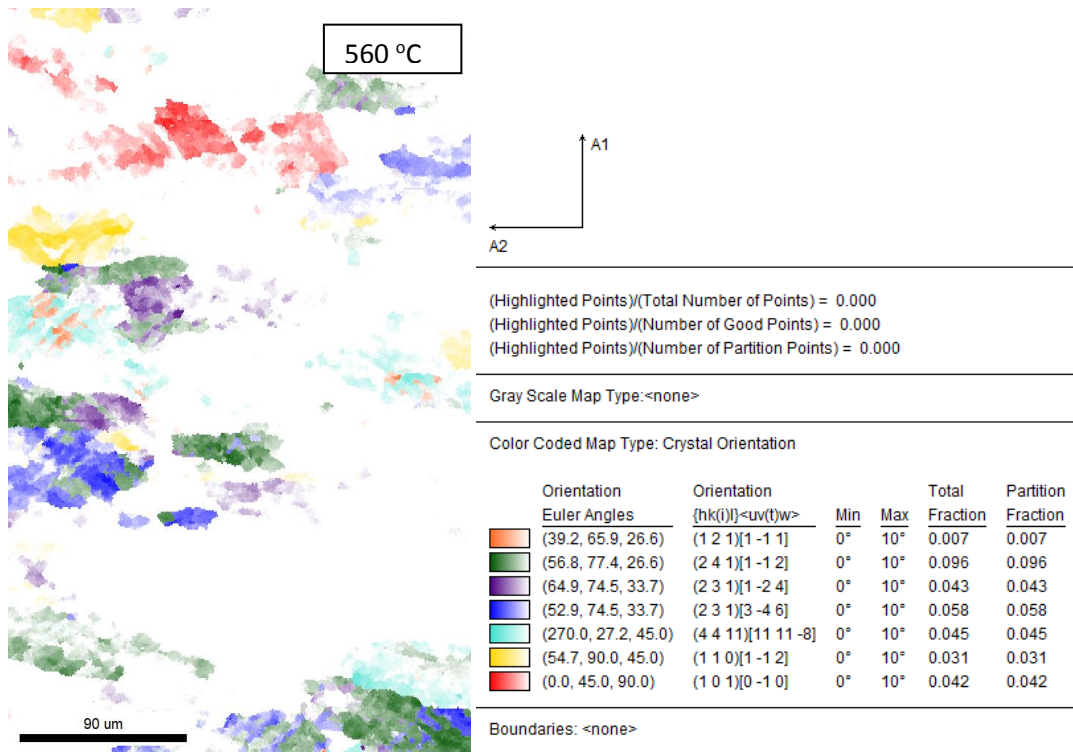
Σχήμα 50: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



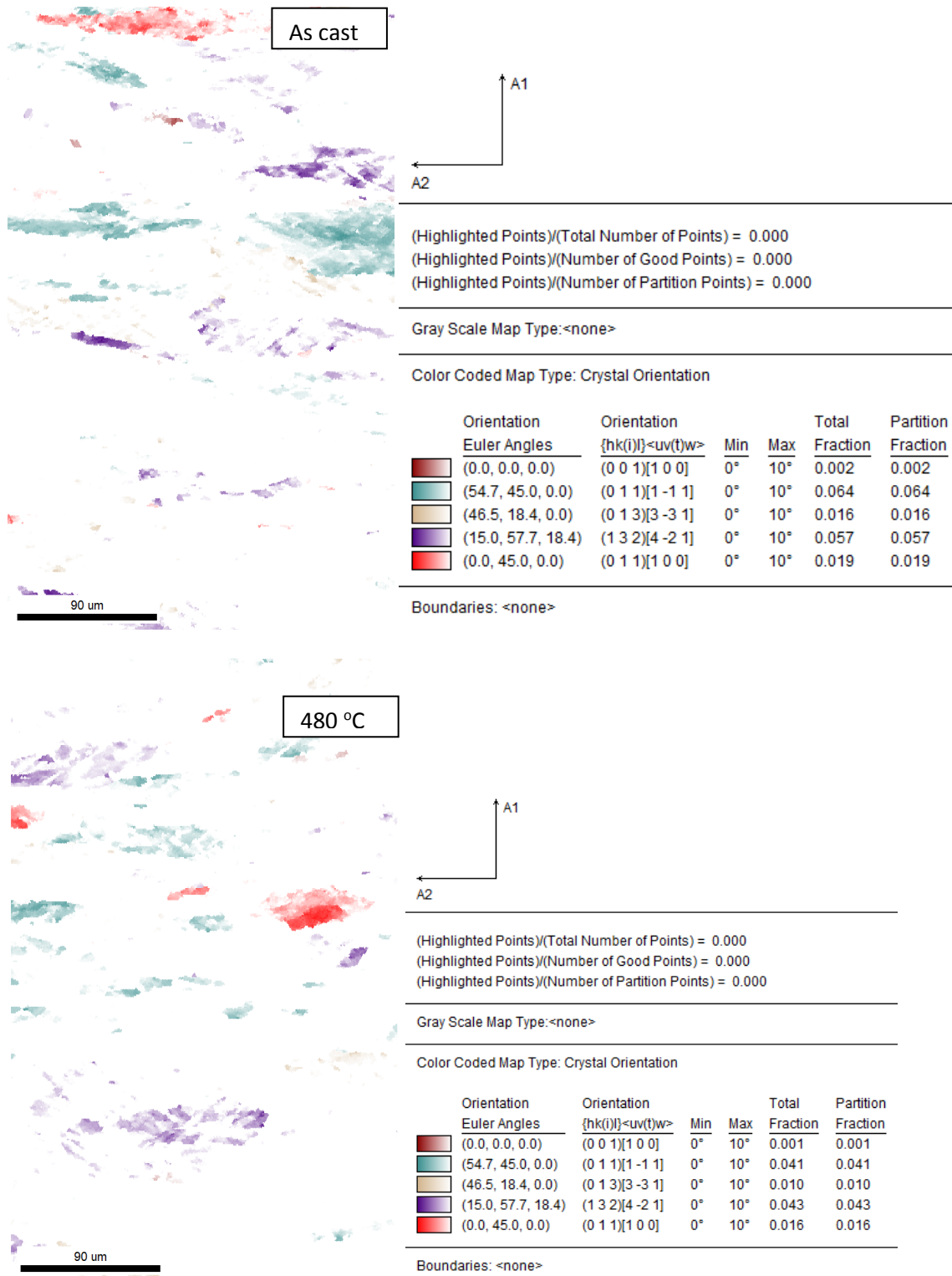
Σχήμα 51: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στο κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



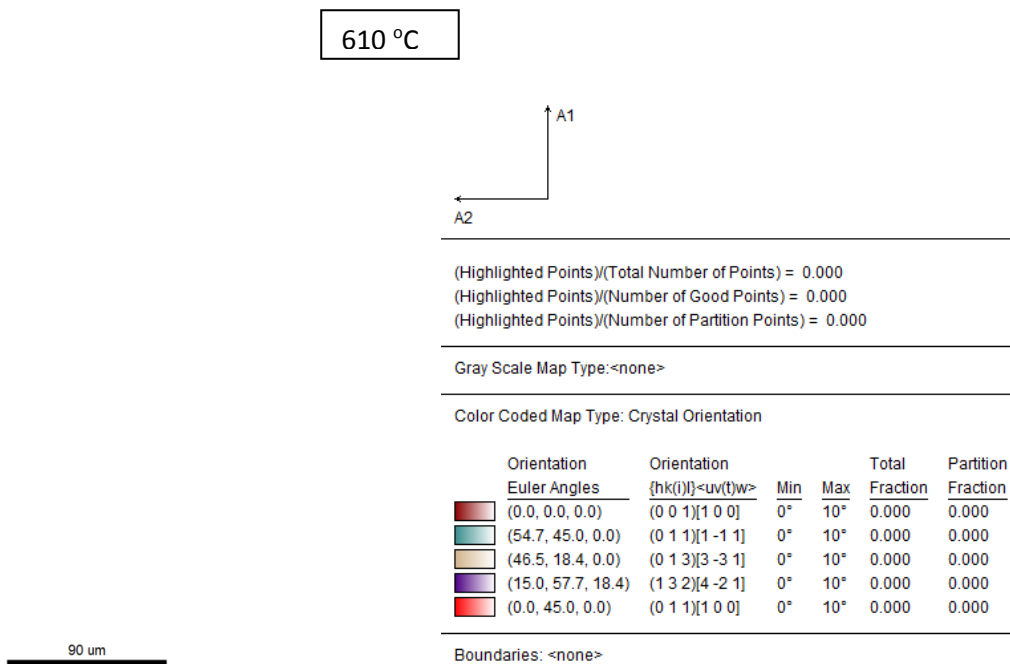
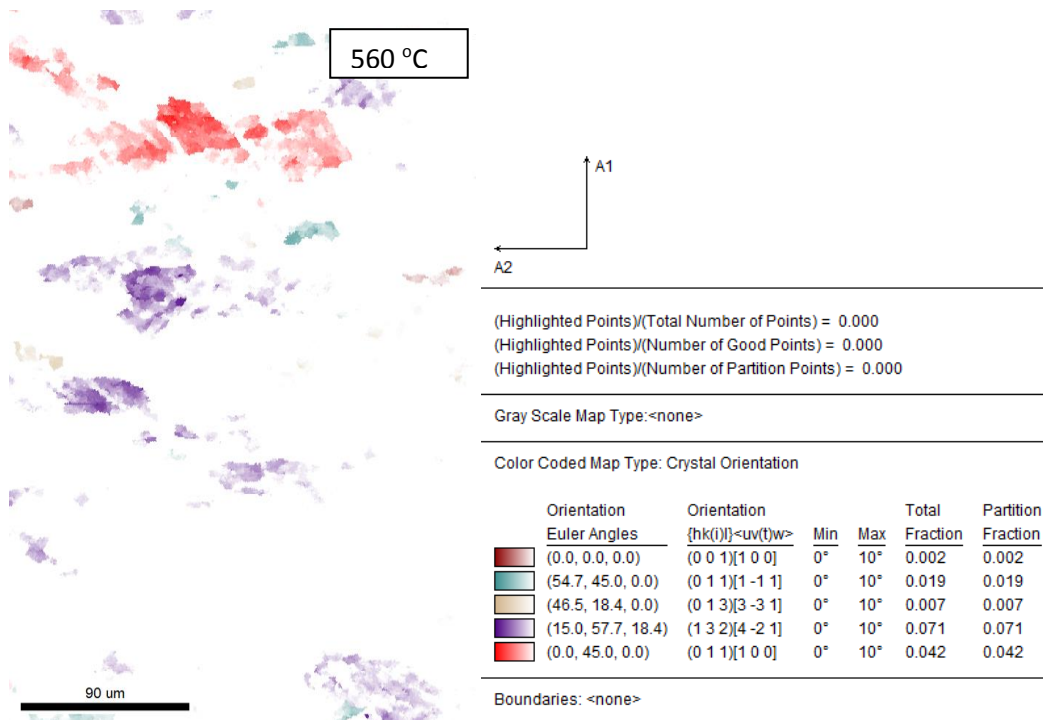
Σχήμα 52: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στο κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 53: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 54: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

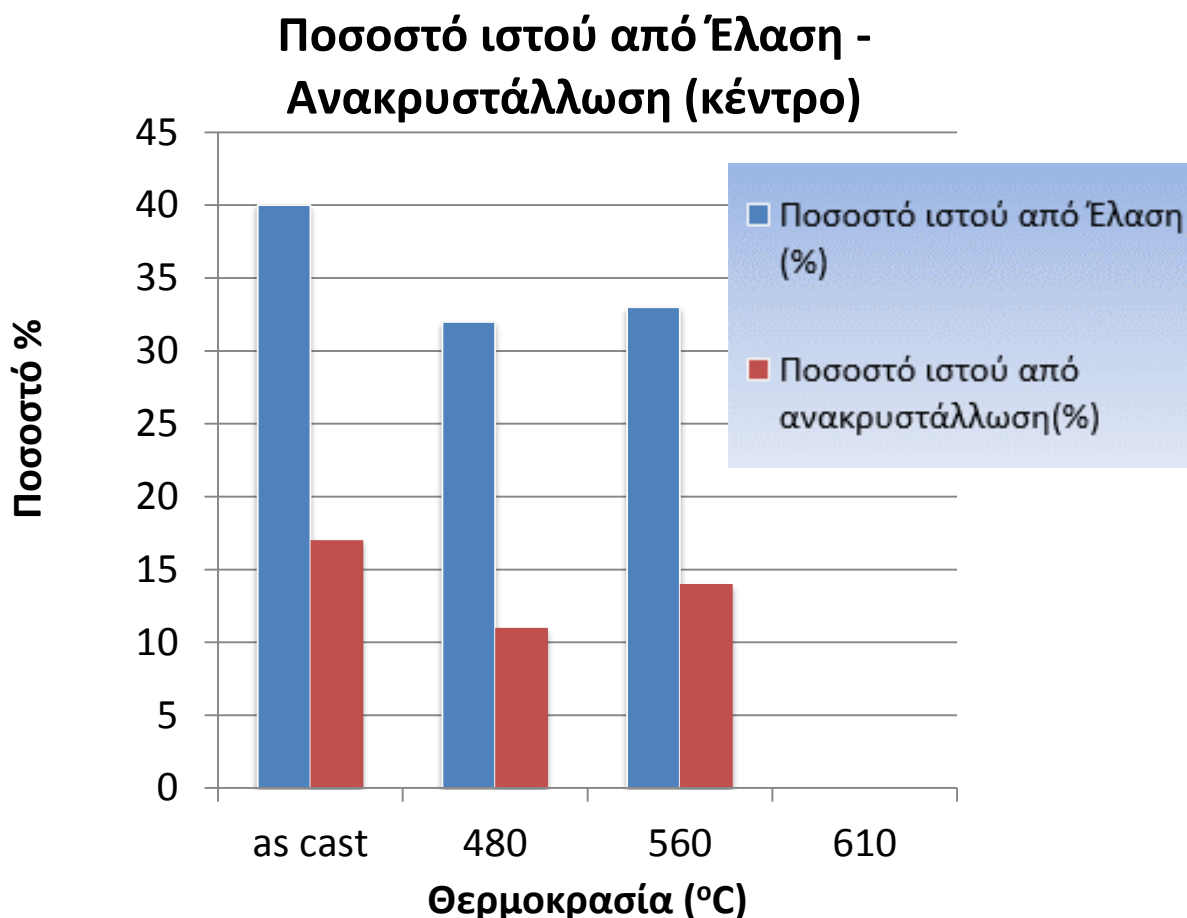
Πίνακας 7: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοτών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	4	Cube	0	Cu	4	Cube	0
S1	9	P	7	S1	5	P	4
S2	4	Q	2	S2	3	Q	1
S3	9	R	6	S3	5	R	4
Taylor	7	Goss	2	Taylor	4	Goss	2
Brass	5			Brass	9		
Goss*	2			Goss*	2		
SUM	40		17	SUM	32		11
Random		43%		Random		57%	

Πίνακας 8: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοτών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ανοπτημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

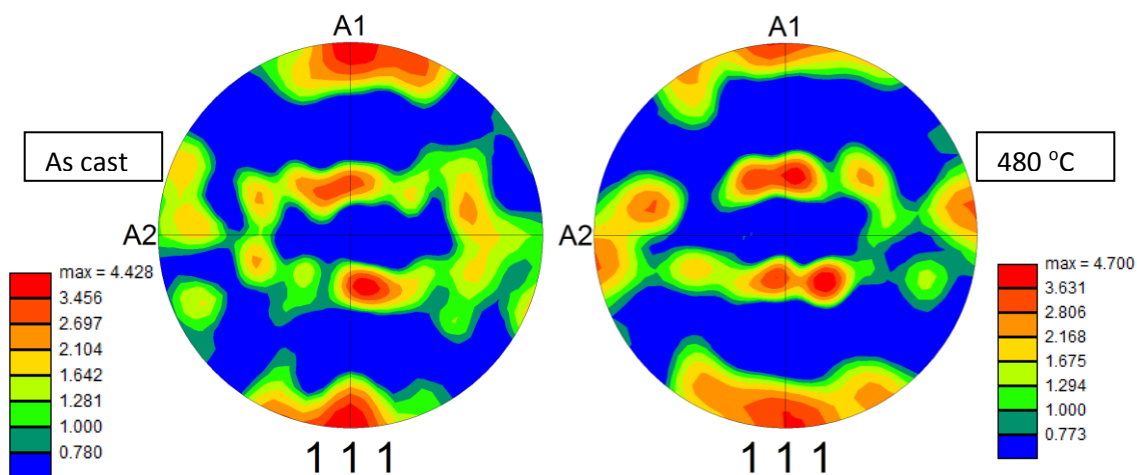
Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	1	Cube	0	Cu	0	Cube	0
S1	10	P	2	S1	0	P	0
S2	4	Q	1	S2	0	Q	0
S3	6	R	7	S3	0	R	0
Taylor	5	Goss	4	Taylor	0	Goss	0
Brass	3			Brass	0		
Goss*	4			Goss*	0		
SUM	33		14	SUM	0		0
Random		53%		Random		100%	

Οι πίνακες 6 και 7 παρουσιάζουν τα ποσοστά ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης όπως προκύπτουν από τα σχήματα (51-54) για κάθε δείγμα. Στο τέλος κάθε πίνακα παρουσιάζεται το ποσοστό τυχαίου προσανατολισμού κόκκων το οποίο αποδίδεται με λευκό χρώμα στους χάρτες των παραπάνω σχημάτων.

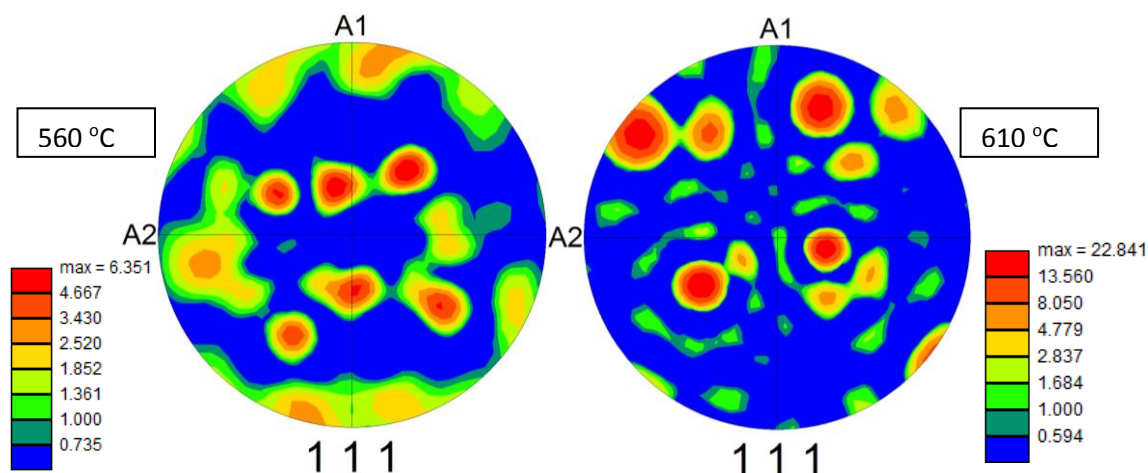


Σχήμα 55 : Γράφημα ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης στο κέντρο των δειγμάτων 5.5mm.

Τα IPF (σχήμα 49-50) για το δείγμα των 5,5 mm έδωσαν αποτελέσματα σχετικά με τον προσανατολισμό των κρυστάλλων στο κέντρο του δείγματος ενώ οι υπόλοιπες εικόνες (σχήμα 51-54) παρουσιάζουν προσανατολισμούς ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης σχηματίζοντας το παραπάνω γράφημα (σχήμα 55). Το δείγμα as cast έχει το μεγαλύτερο ποσοστό ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης, ενώ παρόμοια ποσοστά αλλά ελαφρώς χαμηλότερα παρουσιάζουν τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 480°C και τους 560°C. Το ομογενοποιημένο δείγμα στους 610 °C παρουσιάζει πλήρως τυχαίο προσανατολισμό των κρυστάλλων του.

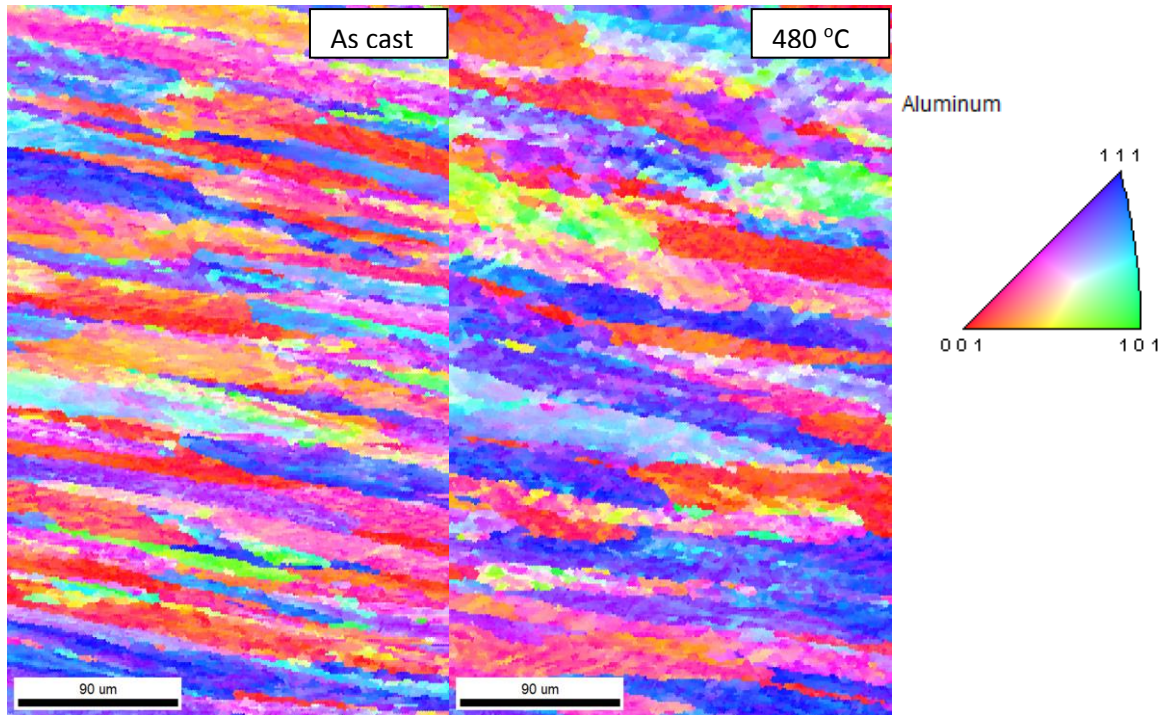


Σχήμα 56: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου στους 480°C (1.2).

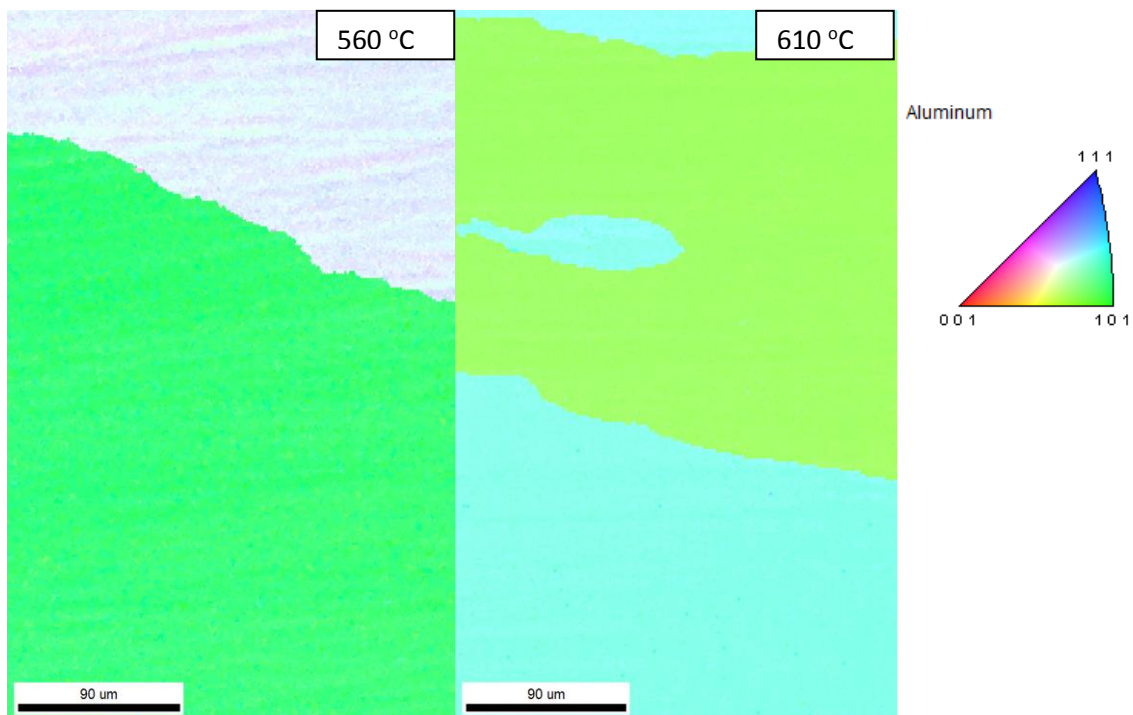


Σχήμα 57: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου στους 610°C (1.6).

Τα PF(σχήμα 56-57) είναι ενδεικτικά του ιστού που διαμορφώνεται μετά την ομογενοποίηση. Ωστόσο στα ομογενοποιημένα δείγματα 480°C και 560°C η μορφολογία των PF μοιάζει περισσότερο προς τον ιστό θερμής έλασης (βλ. σχήμα 24 α) ενώ στην θερμοκρασία ομογενοποίησης στους 610°C ο ιστός επηρεάζεται από τους λίγους μόνο κρυστάλλους που εξετάζονται κατά την σάρωση οι οποίοι ανάλογα με τον προσανατολισμό που έχουν, δίνουν PF αντίστοιχης μορφής (π.χ. αν σαρώνονται κρύσταλλοι με ιστό ανακρυστάλλωσης τότε το PF έχει μορφολογία που παρουσιάζεται στο Σχήμα 24 β).

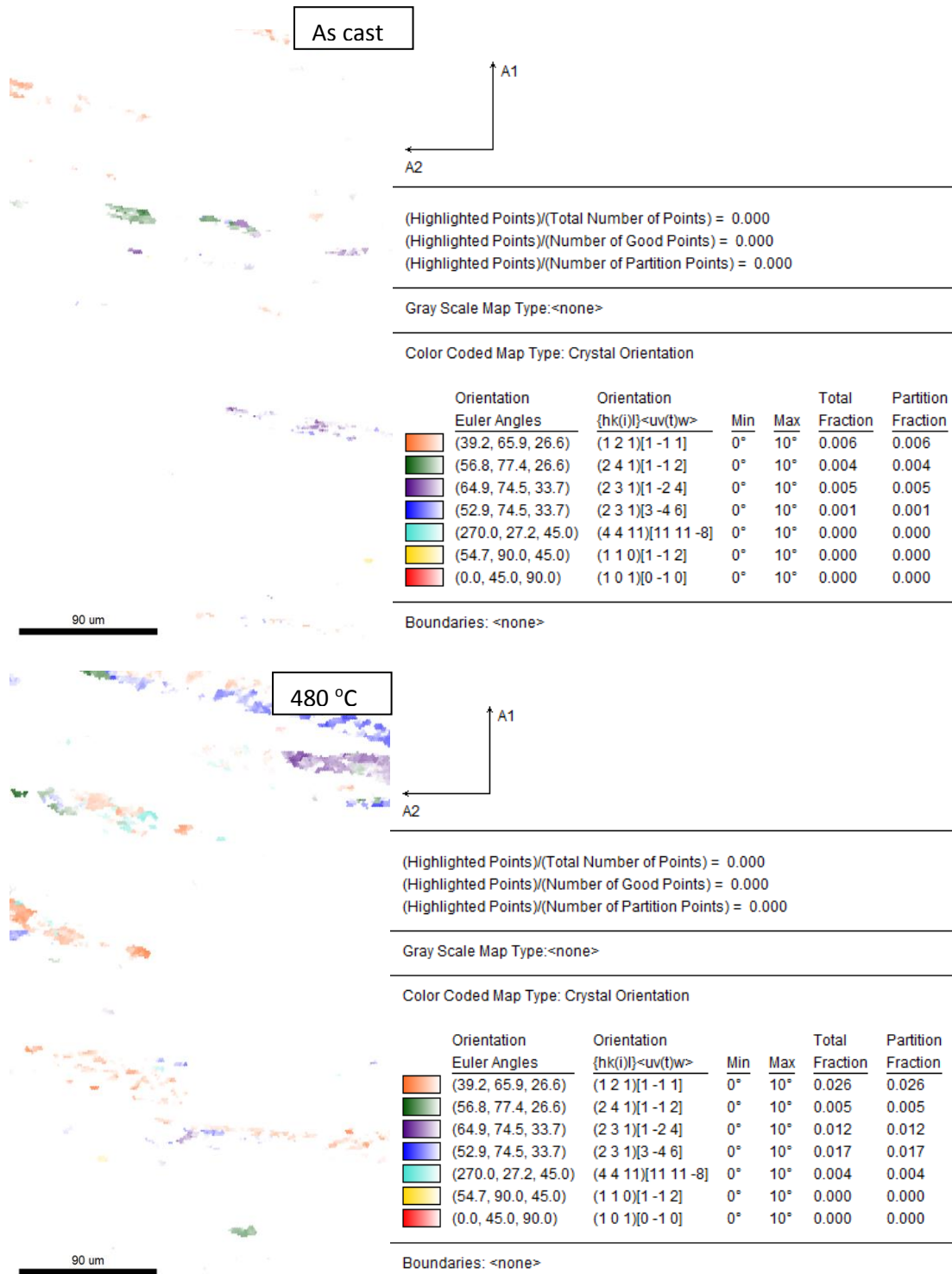


Σχήμα 58: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).



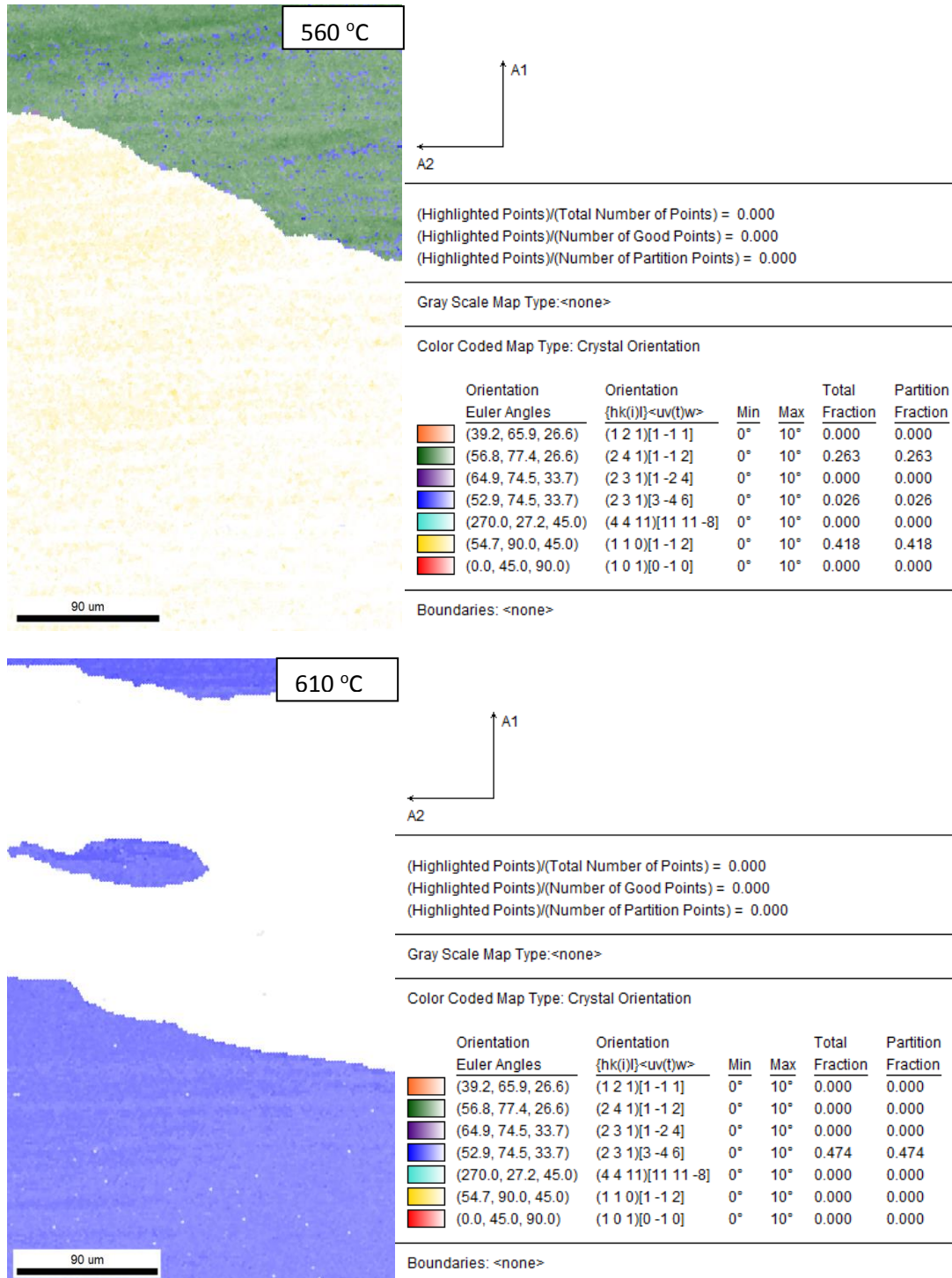
Σχήμα 59: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



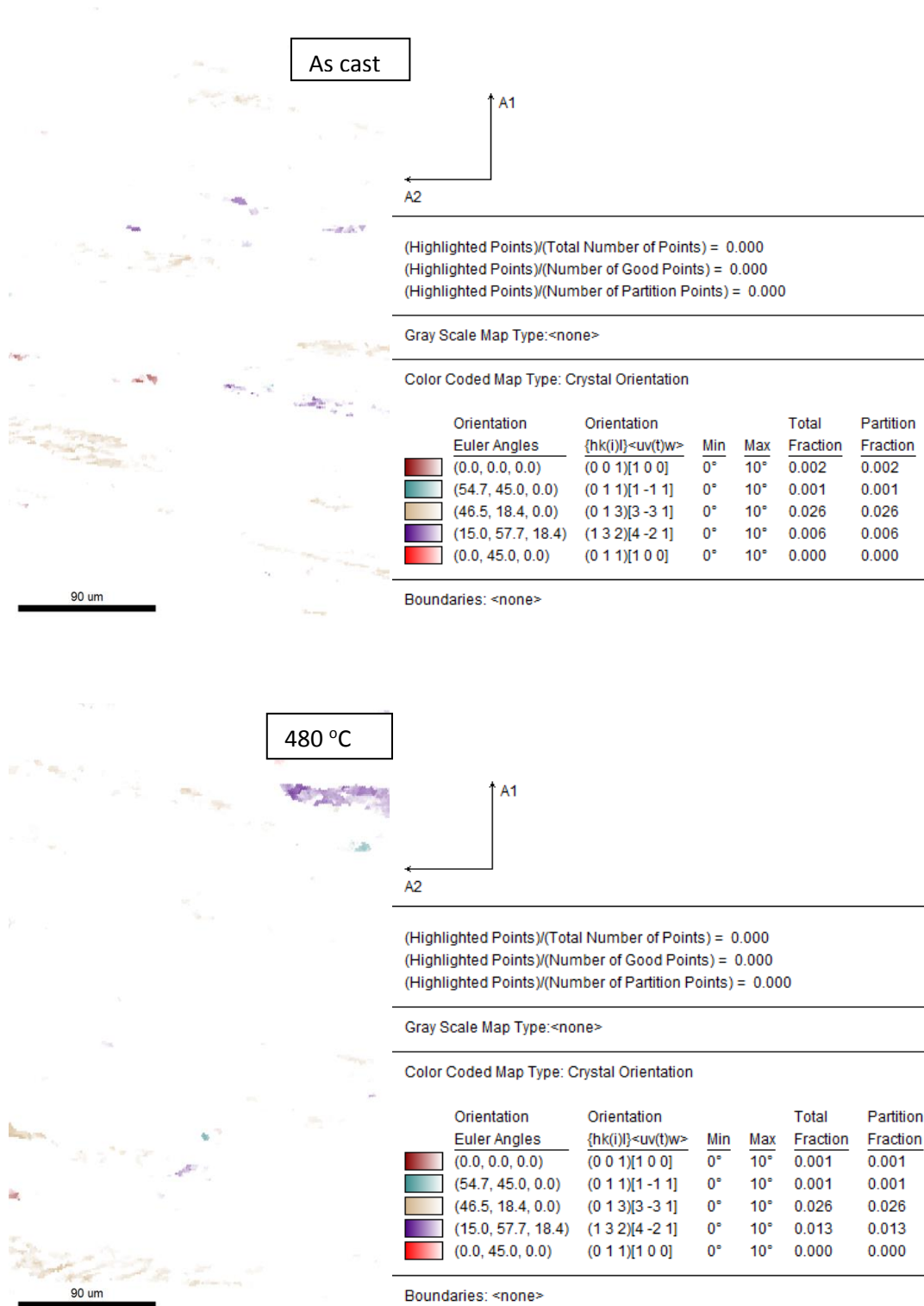
Σχήμα 60: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στην επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



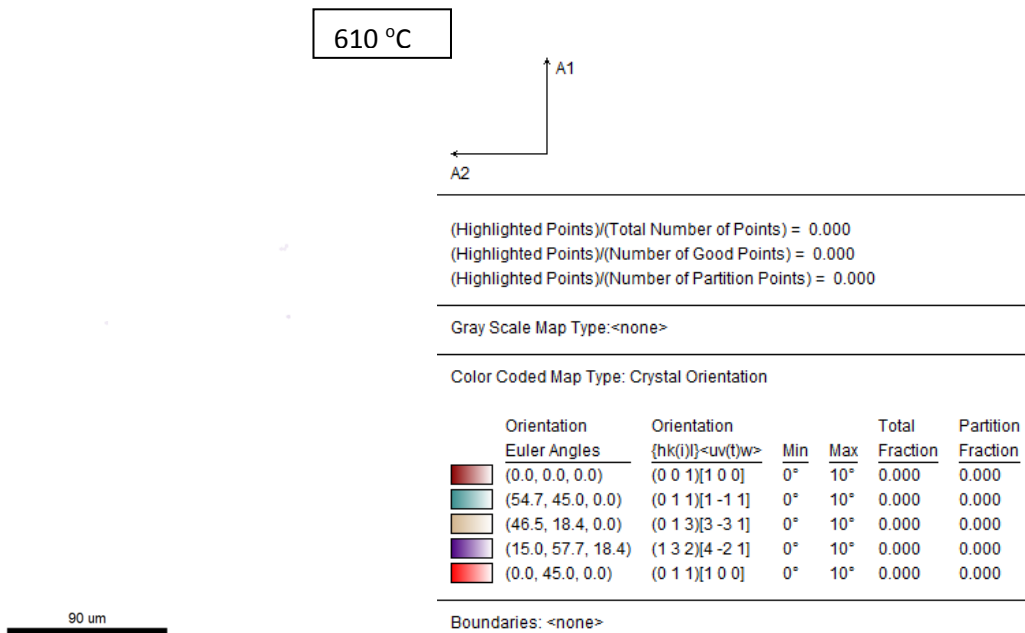
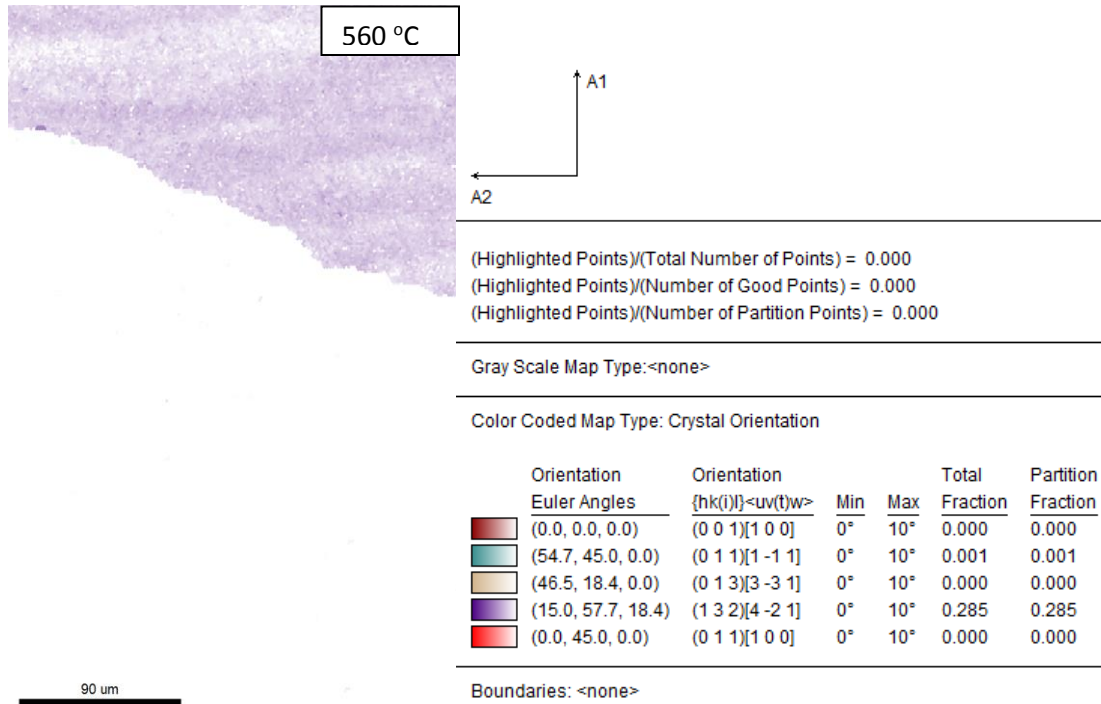
Σχήμα 61: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 62: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 63: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

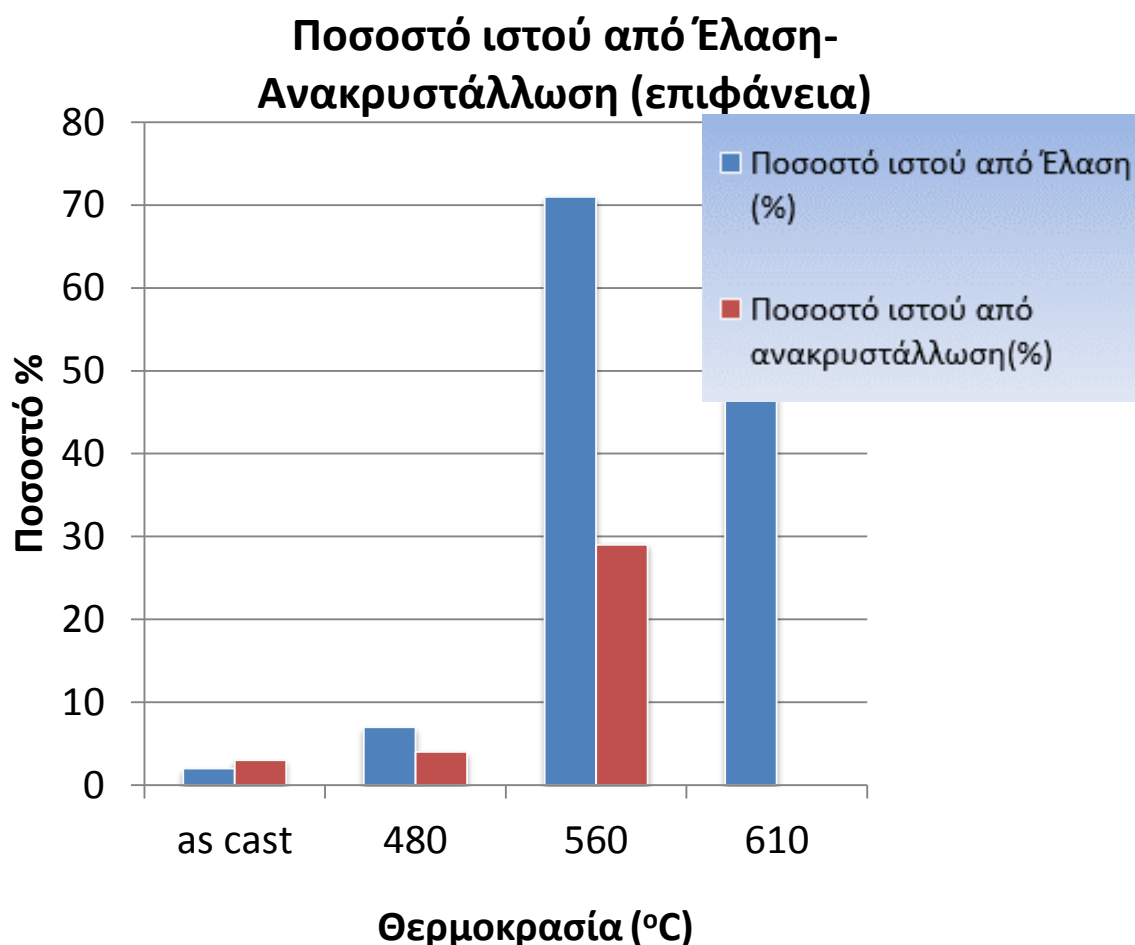
Πίνακας 9: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (1.2).

Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	1	Cube	0	Cu	3	Cube	0
S1	0	P	0	S1	1	P	0
S2	1	Q	3	S2	1	Q	3
S3	0	R	0	S3	2	R	1
Taylor	0	Goss	0	Taylor	0	Goss	0
Brass	0			Brass	0		
Goss*	0			Goss*	0		
SUM	2		3	SUM	7		4
Random		95%		Random		89%	

Πίνακας 10: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560 °C (1.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (1.6).

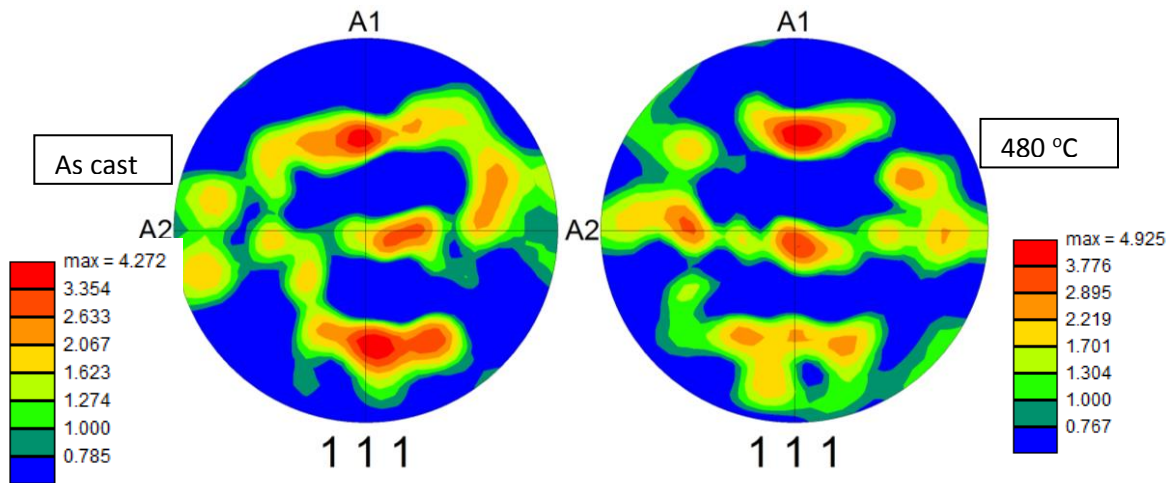
Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	0	Cube	0	Cu	0	Cube	0
S1	26	P	0	S1	0	P	0
S2	0	Q	0	S2	0	Q	0
S3	3	R	29	S3	47	R	0
Taylor	0	Goss	0	Taylor	0	Goss	0
Brass	42			Brass	0		
Goss*	0			Goss*	0		
SUM	71		29	SUM	47		0
Random		0%		Random		53%	

Οι πίνακες 8 και 9 παρουσιάζουν τα ποσοστά ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης όπως προκύπτουν από τα σχήματα (60-63) για κάθε δείγμα. Στο τέλος κάθε πίνακα παρουσιάζεται το ποσοστό τυχαίου προσανατολισμού κόκκων το οποίο αποδίδεται με λευκό χρώμα στους χάρτες των παραπάνω σχημάτων.

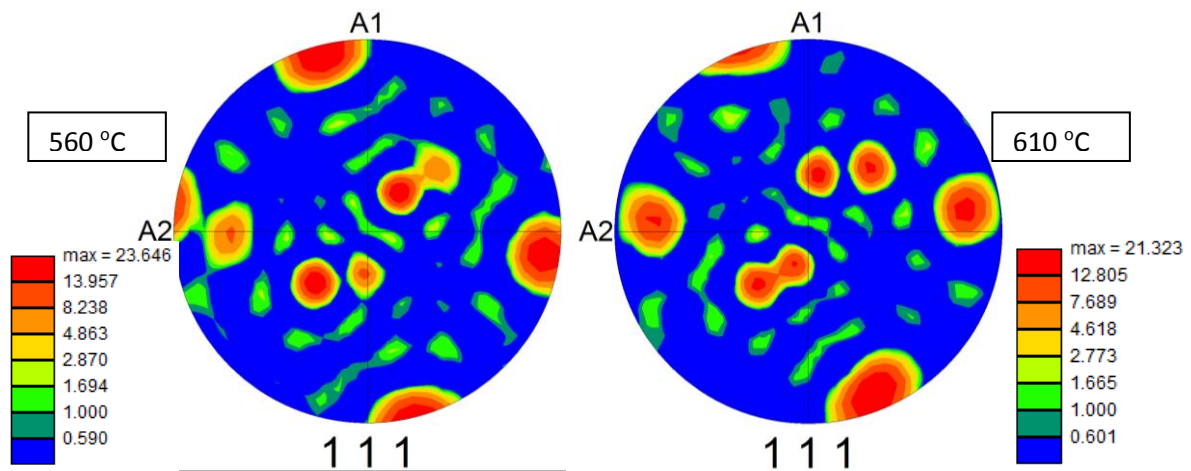


Σχήμα 64: Διαγραμματική αναπαράσταση ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης στην επιφάνεια των δειγμάτων 5.5mm.

Τα IPF για το δείγμα των 5,5 mm (σχήμα 58-59) έδωσαν αποτελέσματα σχετικά με τον προσανατολισμό των κρυστάλλων στην επιφάνεια του δείγματος ενώ οι υπόλοιπες εικόνες (σχήμα 60-63) παρουσιάζουν τους κόκκους που σχηματίζουν ιστό έλασης και ανακρυστάλλωσης, σχηματίζοντας το παραπάνω γράφημα (σχήμα 64) . Το ομογενοποιημένο δείγμα στους 560°C έχει το μεγαλύτερο ποσοστό ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης, ενώ τα ποσοστά για το δείγμα as cast και το ομογενοποιημένο δείγμα στους 480°C είναι ιδιαίτερα χαμηλά παρουσιάζοντας σχεδόν τυχαίο προσανατολισμό κόκκων. Το ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C παρουσιάζει τυχαίο προσανατολισμό των κρυστάλλων του όσον αφορά τον ιστό ανακρυστάλλωσης κι υψηλό ποσοστό ιστού έλασης.

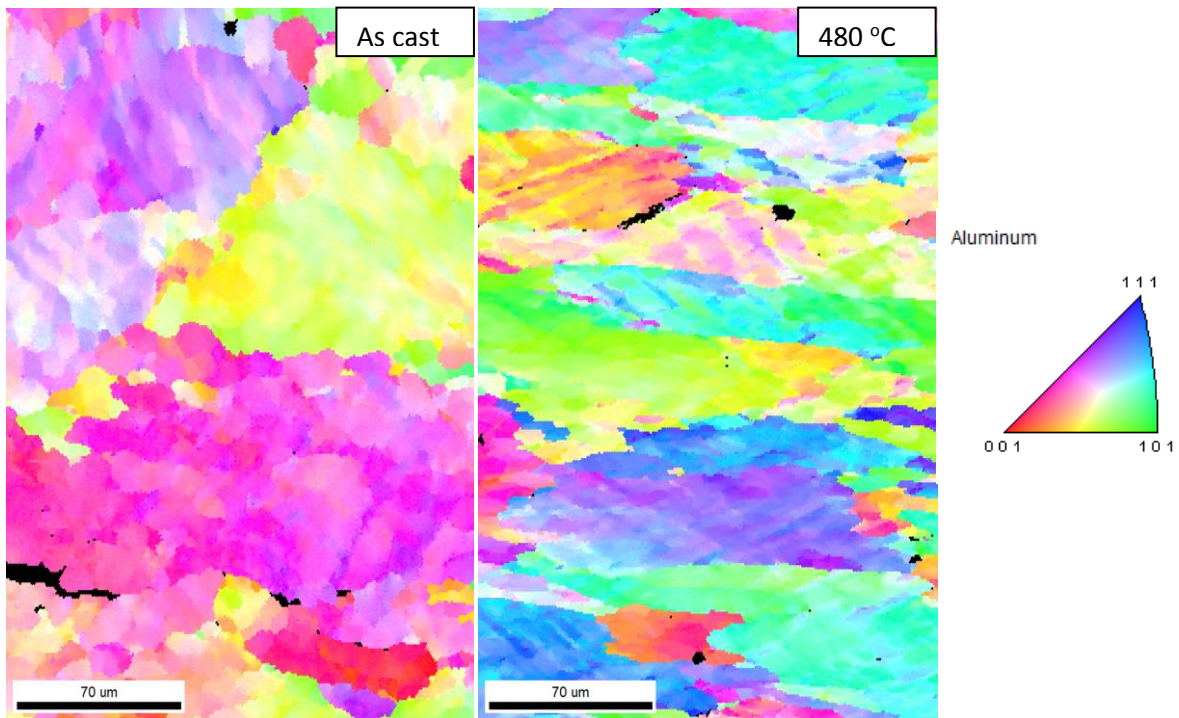


Σχήμα 65: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (1.1) με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό και του ομογενοποιημένου στο 480°C (1.2).

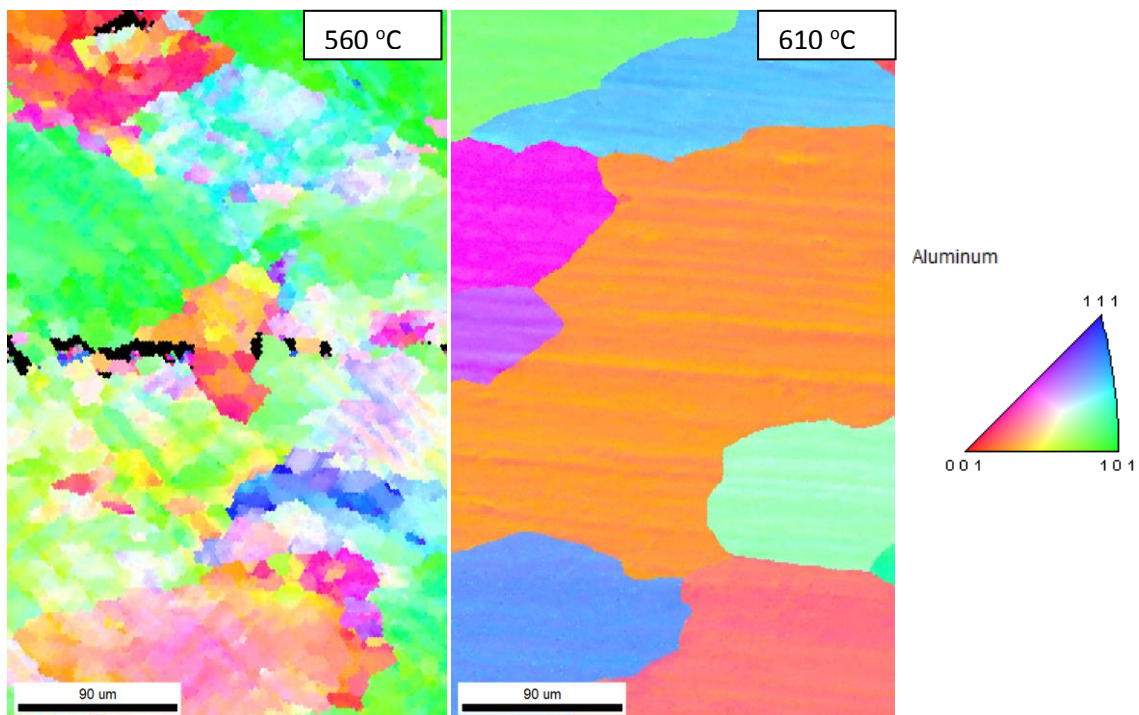


Σχήμα 66: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (1.5) και του ομογενοποιημένου στους 480°C (1.6).

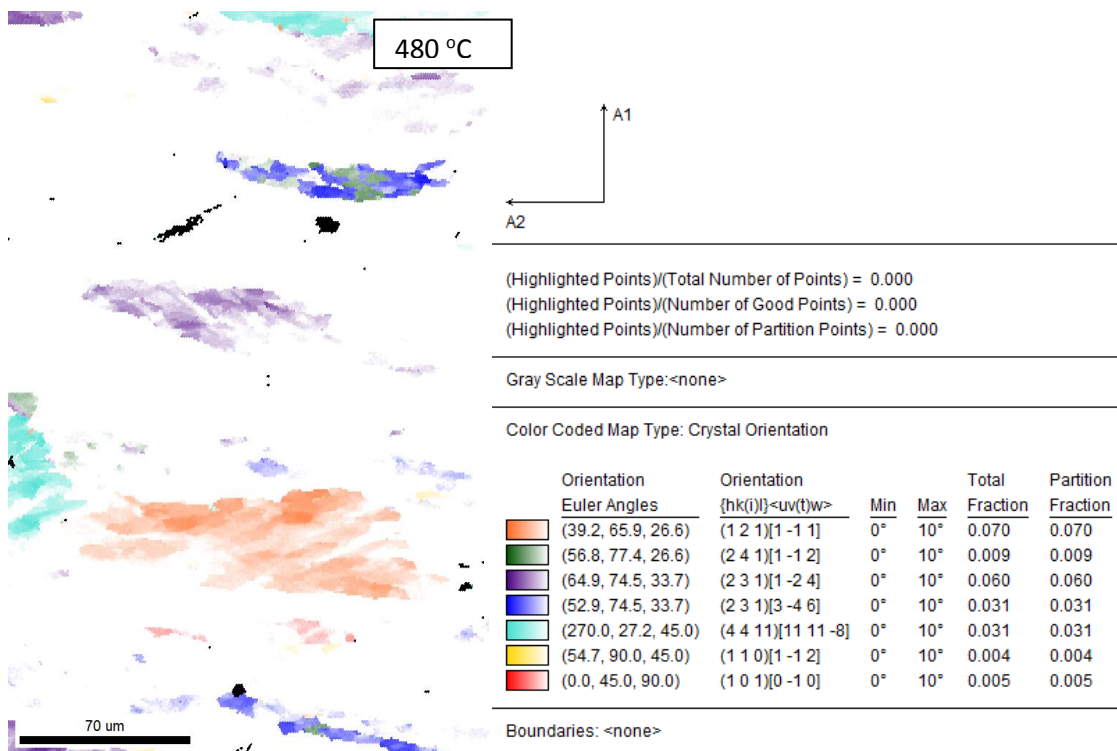
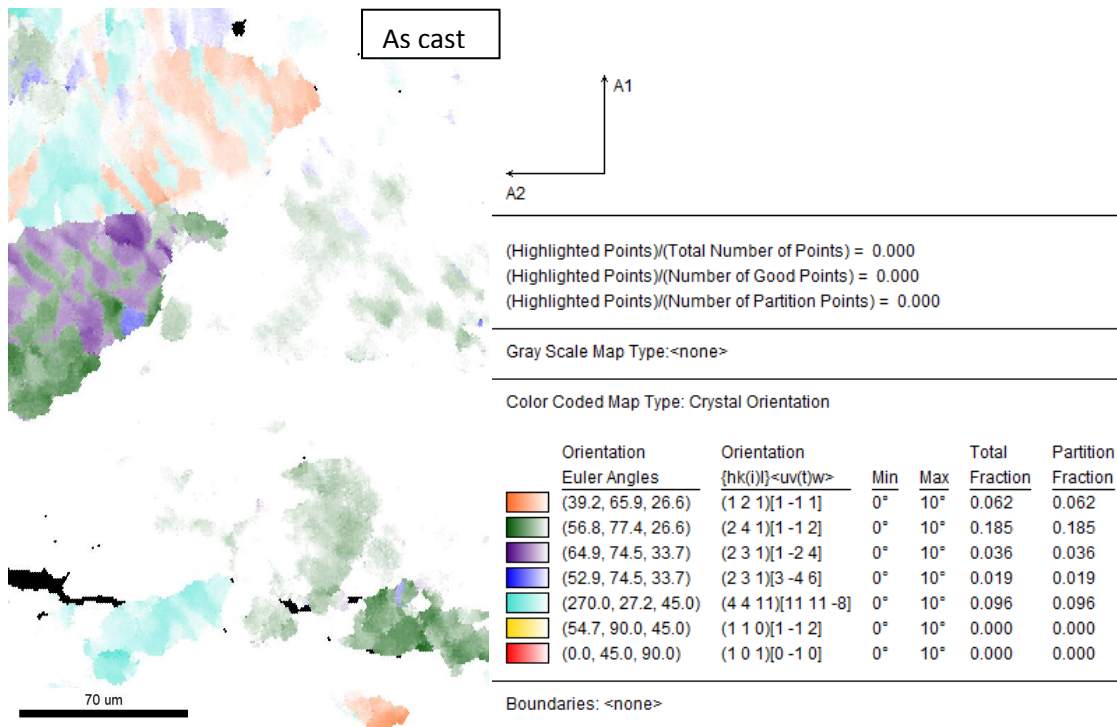
Τα PF (σχήμα 65-66) είναι ενδεικτικά του ιστού που διαμορφώνεται μετά την ομογενοποίηση ο οποίος αποτελείται από κρυστάλλους με παραμόρφωση, ανακρυσταλλωμένους αλλά και με τυχαίο προσανατολισμό. Ωστόσο στο δείγμα as cast και στην θερμοκρασία ομογενοποίησης 480°C η μορφολογία των PF μοιάζει περισσότερο ως τυχαία ενώ στις θερμοκρασίες 560°C και 610°C τα PF δίνουν ιστό έλασης και σε μικρό ποσοστό ιστό ανακρυστάλλωσης.



Σχήμα 67: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).

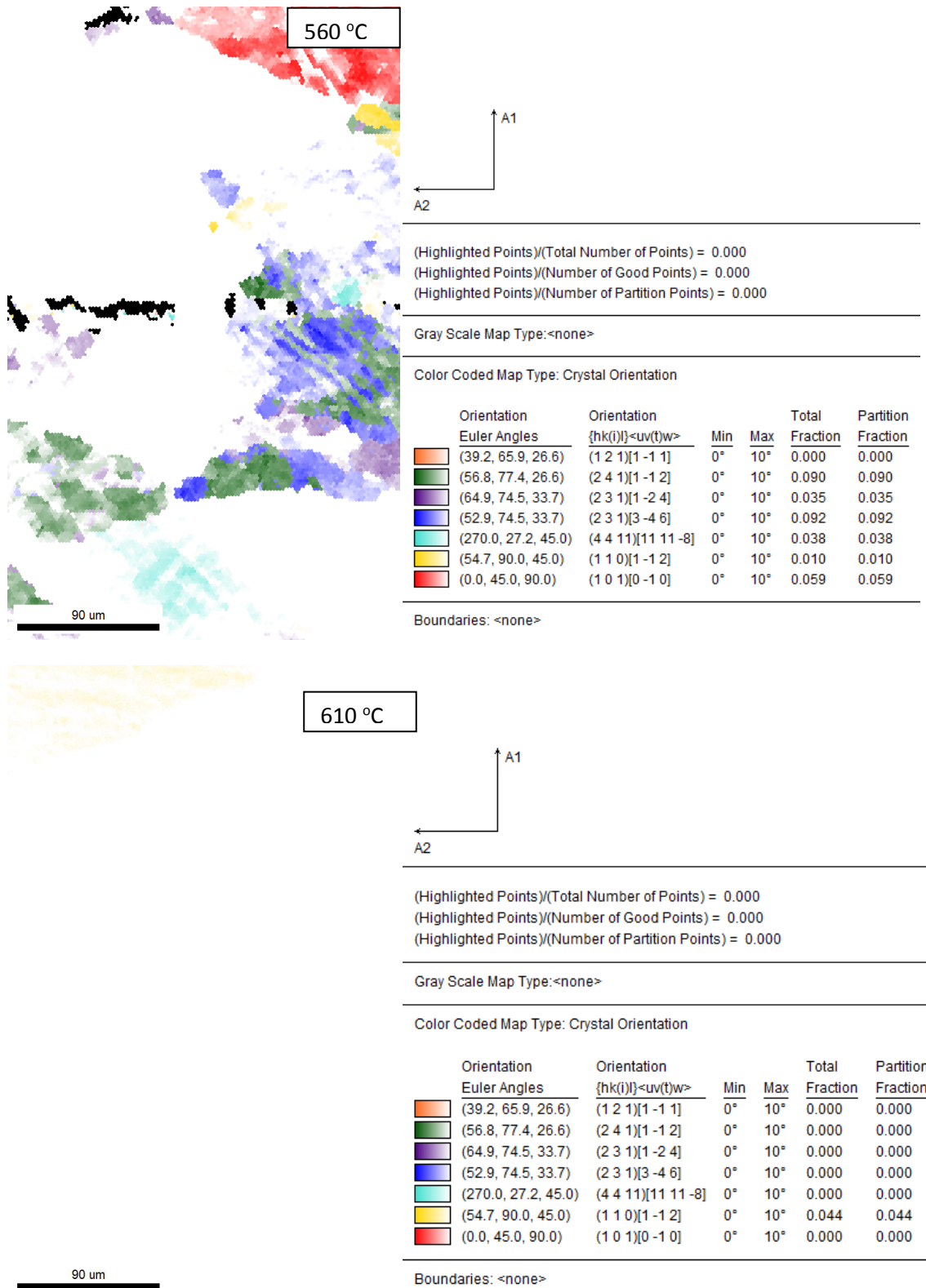


Σχήμα 68: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από το κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (2.6).

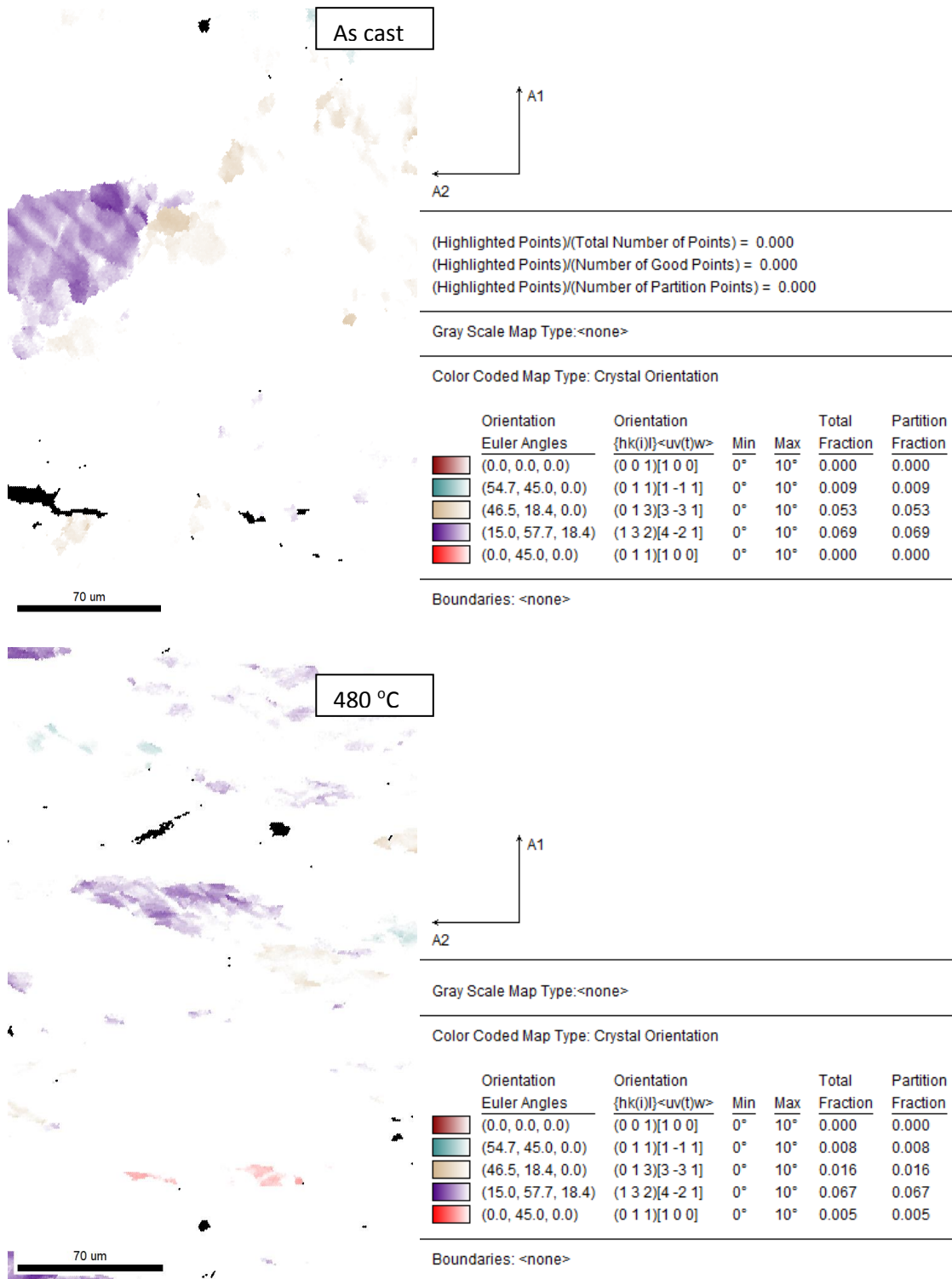


Σχήμα 69: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στο κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

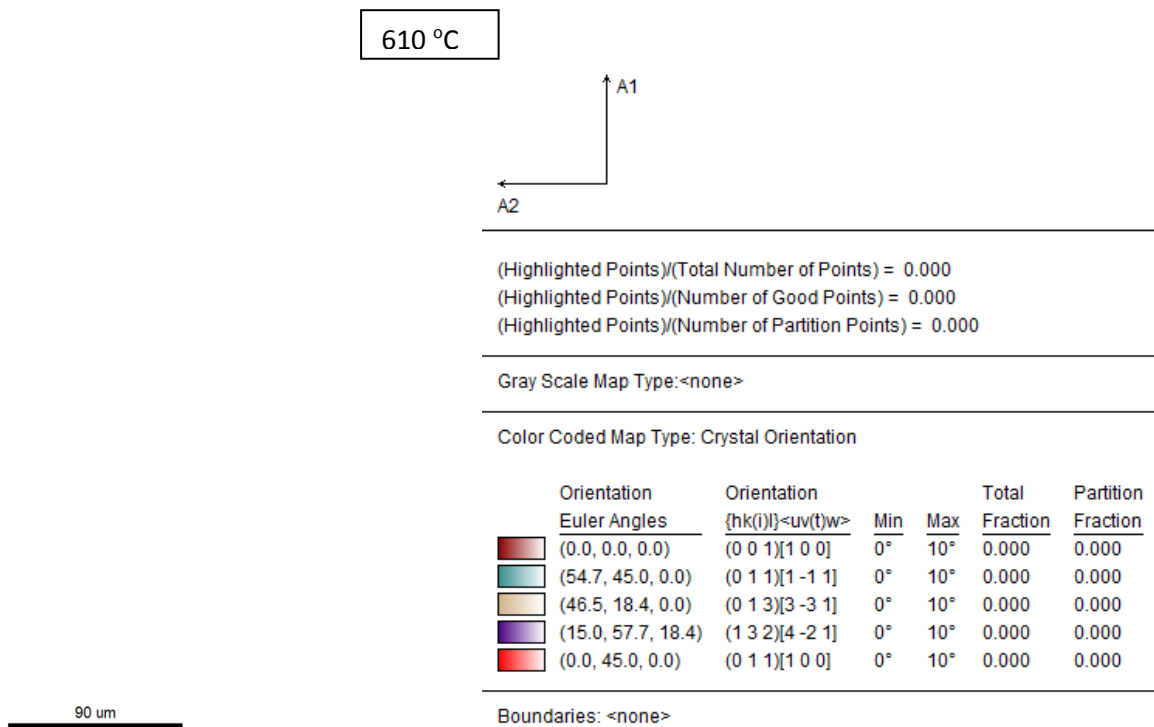
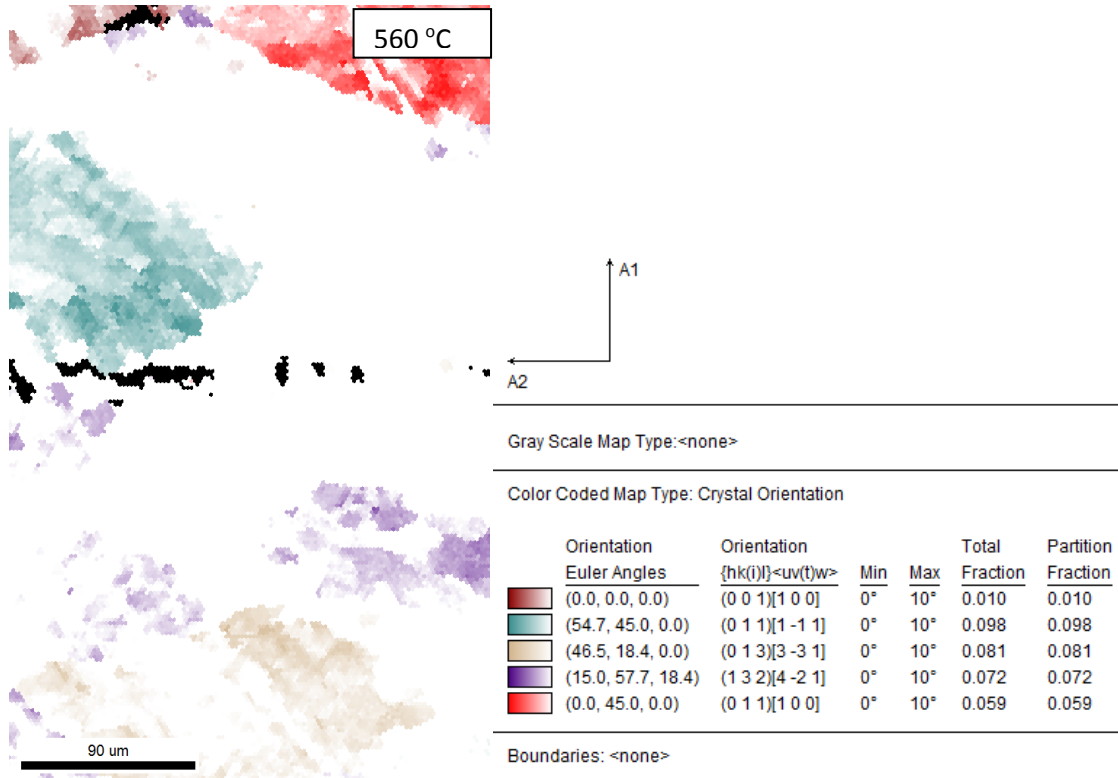


Σχήμα 70: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στο κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (2.6).



Σχήμα 71: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 72: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560 °C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610 °C (2.6).

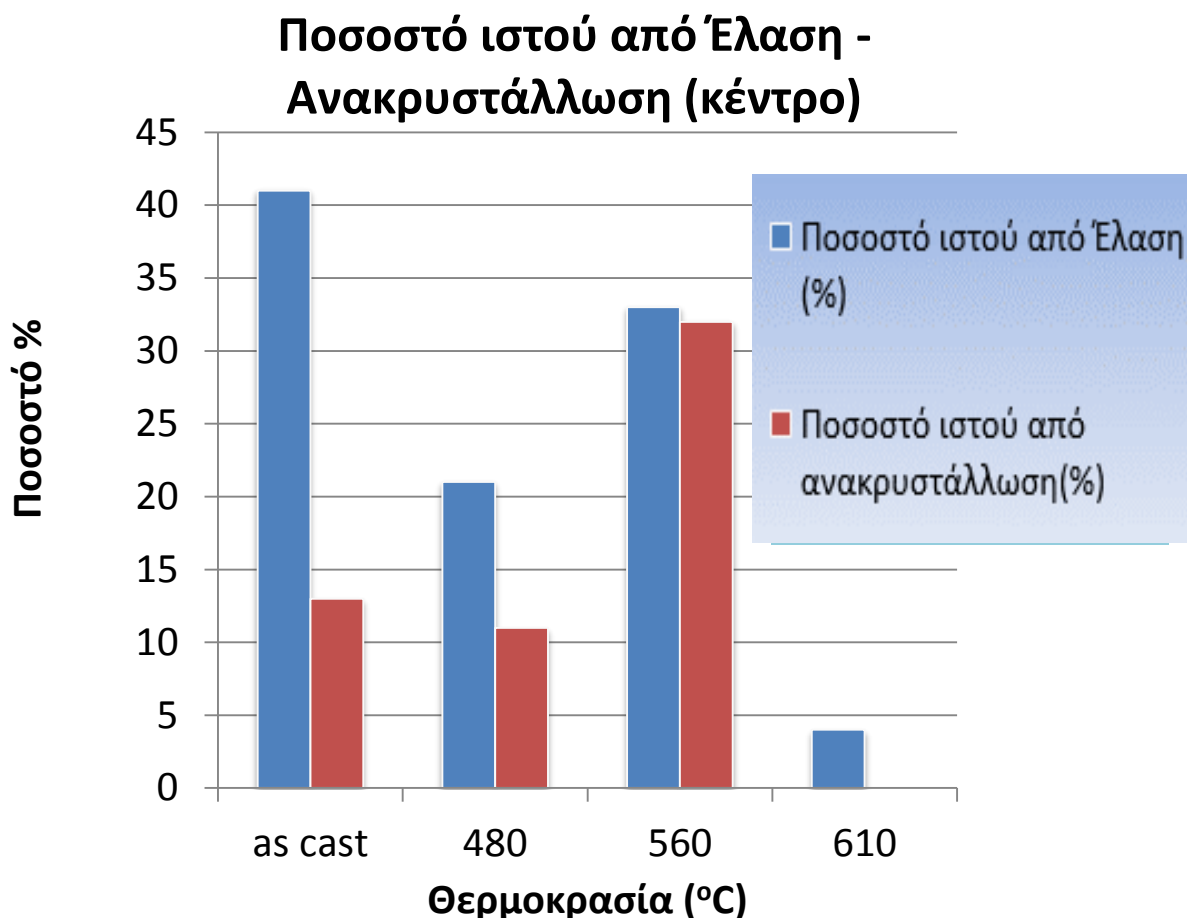
Πίνακας 11: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του δείγματος as cast και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C.

Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	6	Cube	0	Cu	7	Cube	0
S1	19	P	1	S1	1	P	1
S2	4	Q	5	S2	6	Q	2
S3	2	R	7	S3	3	R	7
Taylor	10	Goss	0	Taylor	3	Goss	1
Brass	0			Brass	0		
Goss*	0			Goss*	1		
SUM	41		13	SUM	21		11
Random		46%		Random		67%	

Πίνακας 12: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στο κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C.

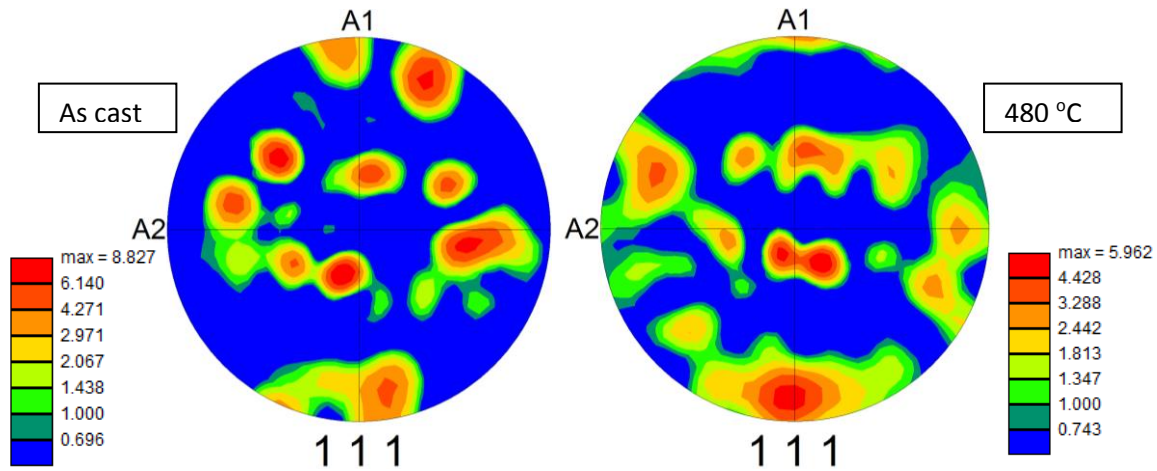
Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)	Rolling component	(%)	Recrystallization component	(%)
Cu	0	Cube	1	Cu	1	Cube	0
S1	9	P	10	S1	0	P	0
S2	4	Q	8	S2	0	Q	0
S3	9	R	7	S3	0	R	0
Taylor	4	Goss	6	Taylor	0	Goss	0
Brass	1			Brass	4		
Goss*	6			Goss*	0		
SUM	33		32	SUM	4		0
Random		29%		Random		96%	

Οι πίνακες 10 και 11 παρουσιάζουν τα ποσοστά ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης όπως προκύπτουν από τα σχήματα (69-72) για κάθε δείγμα. Στο τέλος κάθε πίνακα παρουσιάζεται το ποσοστό τυχαίου προσανατολισμού κόκκων το οποίο αποδίδεται με λευκό χρώμα στους χάρτες των παραπάνω σχημάτων.

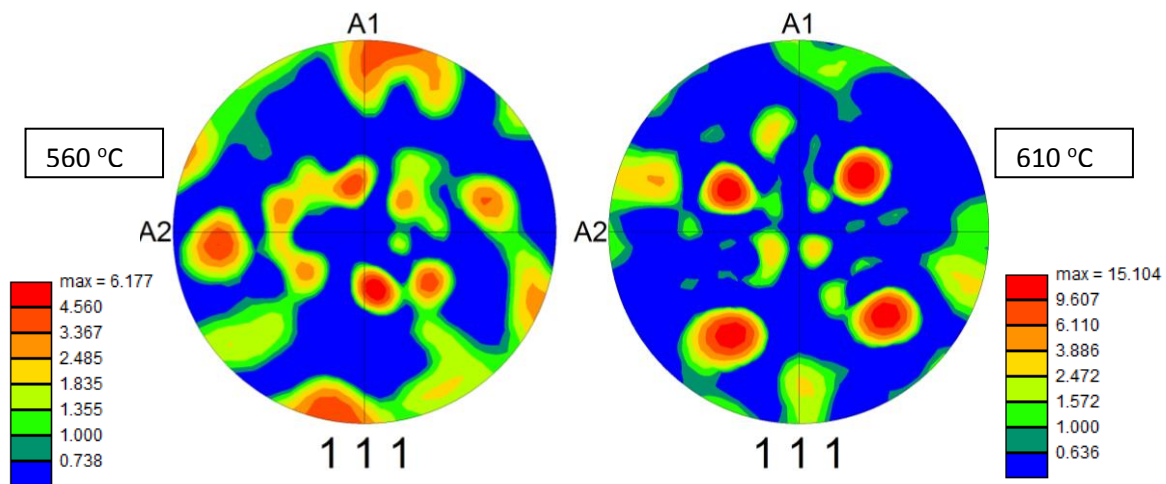


Σχήμα 73 : Γράφημα ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης στο κέντρο των δειγμάτων 8mm.

Τα IPF για το δείγμα των 8 mm (σχήμα 67-68) έδωσαν αποτελέσματα σχετικά με τον προσανατολισμό των κρυστάλλων στο κέντρο του δείγματος ενώ οι υπόλοιπες εικόνες (σχήμα 69-72) παρουσιάζουν τους κόκκους με προσανατολισμό έλασης και ανακρυστάλλωσης σχηματίζοντας το παραπάνω γράφημα (σχήμα 73). Το δείγμα as cast έχει το μεγαλύτερο ποσοστό ιστού έλασης και το ομογενοποιημένο δείγμα στους 560°C το μεγαλύτερο ποσοστό ιστού ανακρυστάλλωσης, ενώ το ομογενοποιημένο δείγμα στους 480°C παρουσιάζει ελαφρώς χαμηλότερα ποσοστά. Το ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C παρουσιάζει σχεδόν πλήρως τυχαίο προσανατολισμό των κρυστάλλων του στο κέντρο του δείγματος.

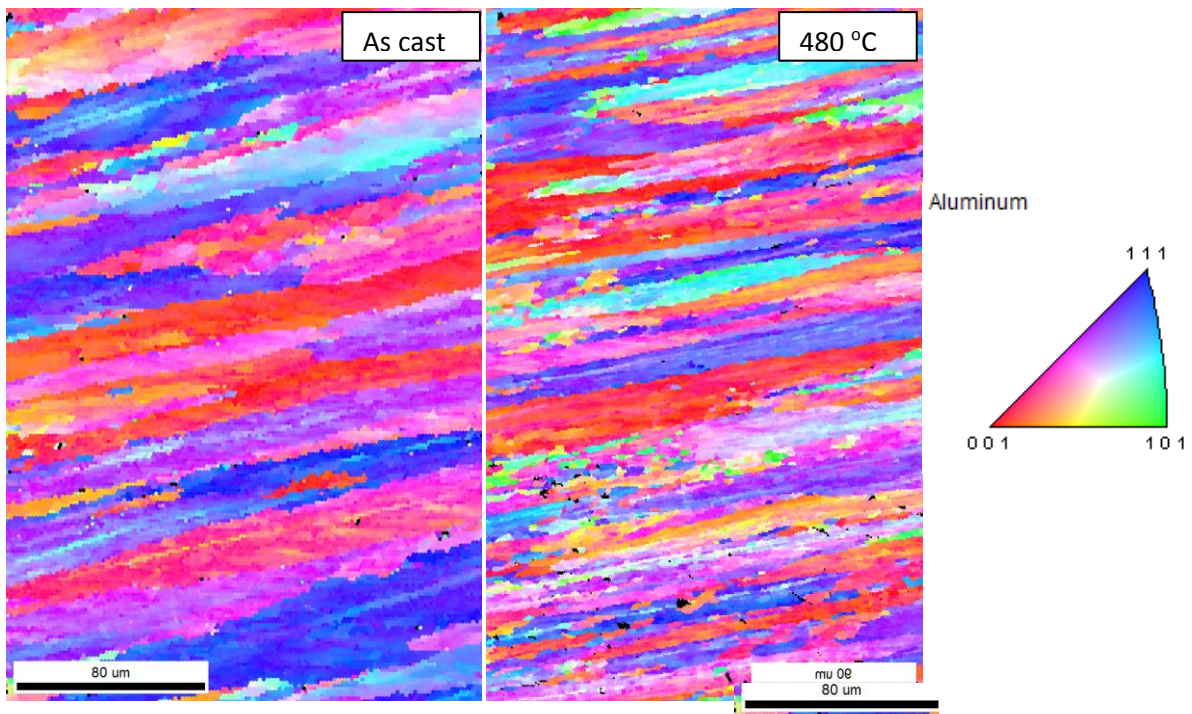


Σχήμα 74: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και ομογενοποιημένου στους 480°C (2.2).

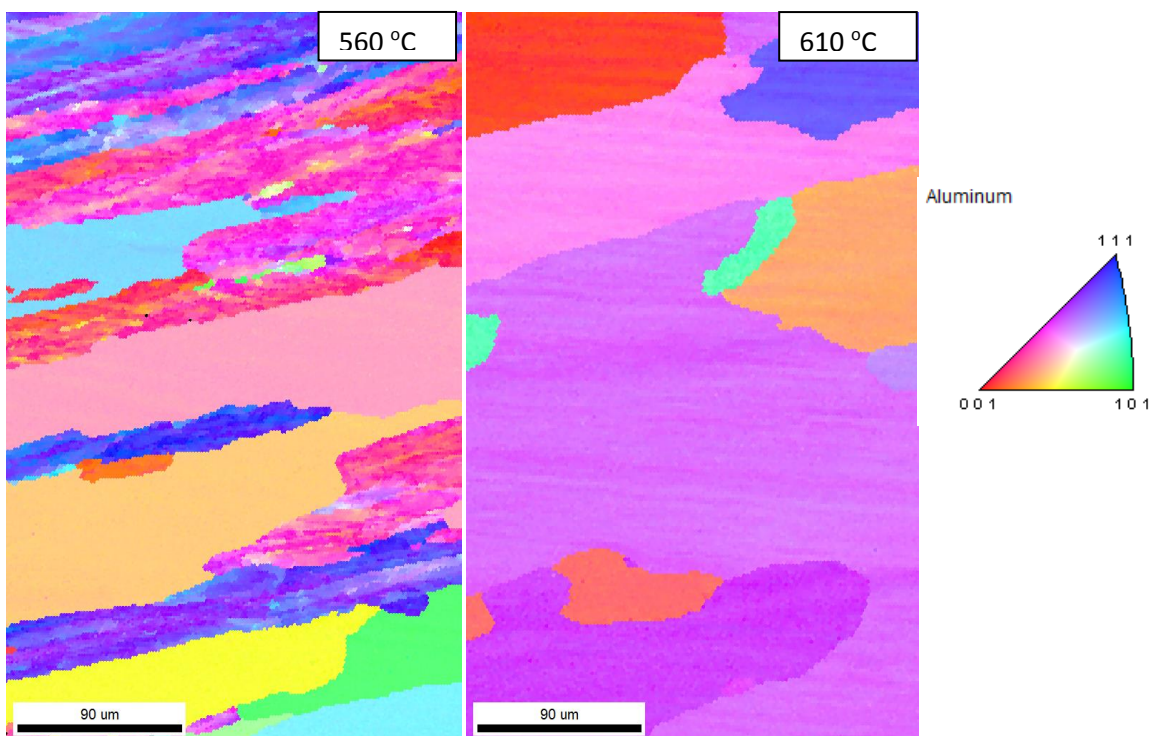


Σχήμα 75: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από το κέντρο του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου στους 610°C (2.6).

Τα PF (σχήμα 74-75) είναι ενδεικτικά του ιστού που διαμορφώνεται μετά την ομογενοποίηση ο οποίος αποτελείται από κρυστάλλους με παραμόρφωση, ανακρυσταλλωμένους αλλά και με τυχαίο προσανατολισμό. Ωστόσο στις χαμηλότερες και ενδιάμεσες θερμοκρασίες ομογενοποίησης η μορφολογία των PF ομοιάζει περισσότερο προς τον ιστό θερμής έλασης (βλ. σχήμα 24 α) και στην θερμοκρασία 560°C επίσης υψηλό ποσοστό ιστού ανακρυστάλλωσης ενώ στην μεγαλύτερη θερμοκρασία 610°C ο ιστός επηρεάζεται από τους λίγους μόνο κρυστάλλους που εξετάζονται και τα PF δίνουν ιστό τυχαίας μορφής.

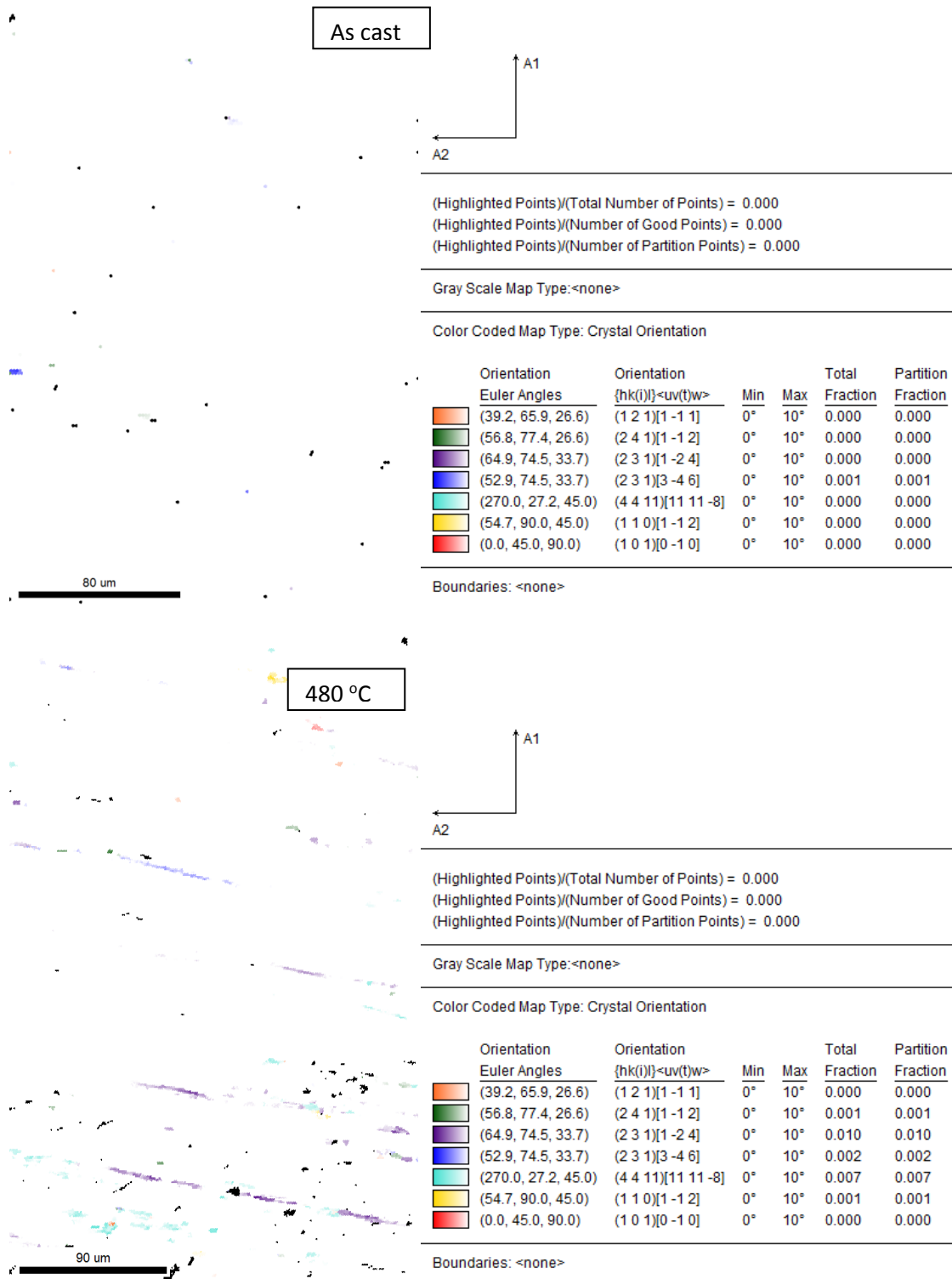


Σχήμα 76: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).

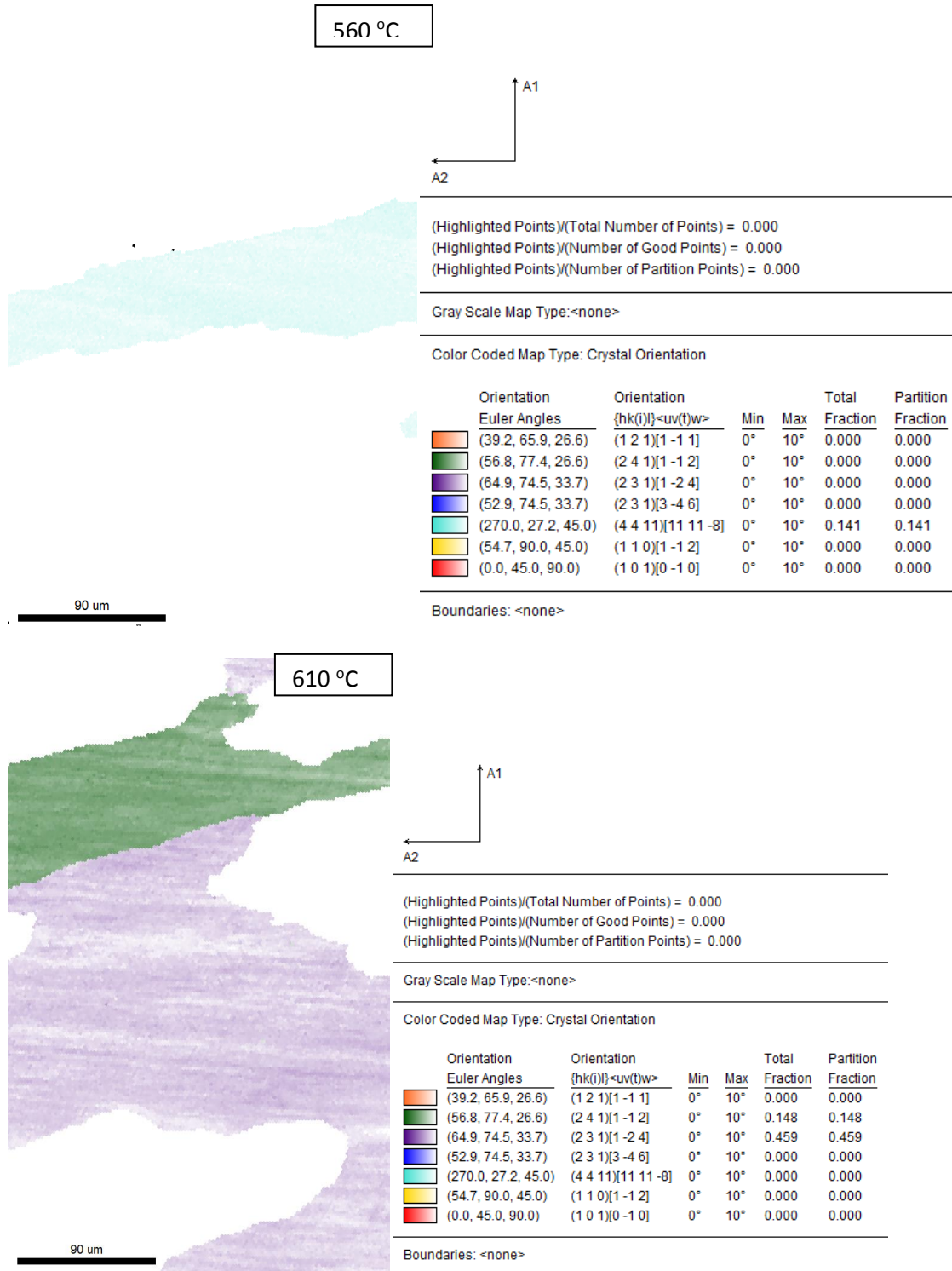


Σχήμα 77: Χάρτες αντίστροφων πολικών συντεταγμένων IPF (inverse pole figure) από την επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (2.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003

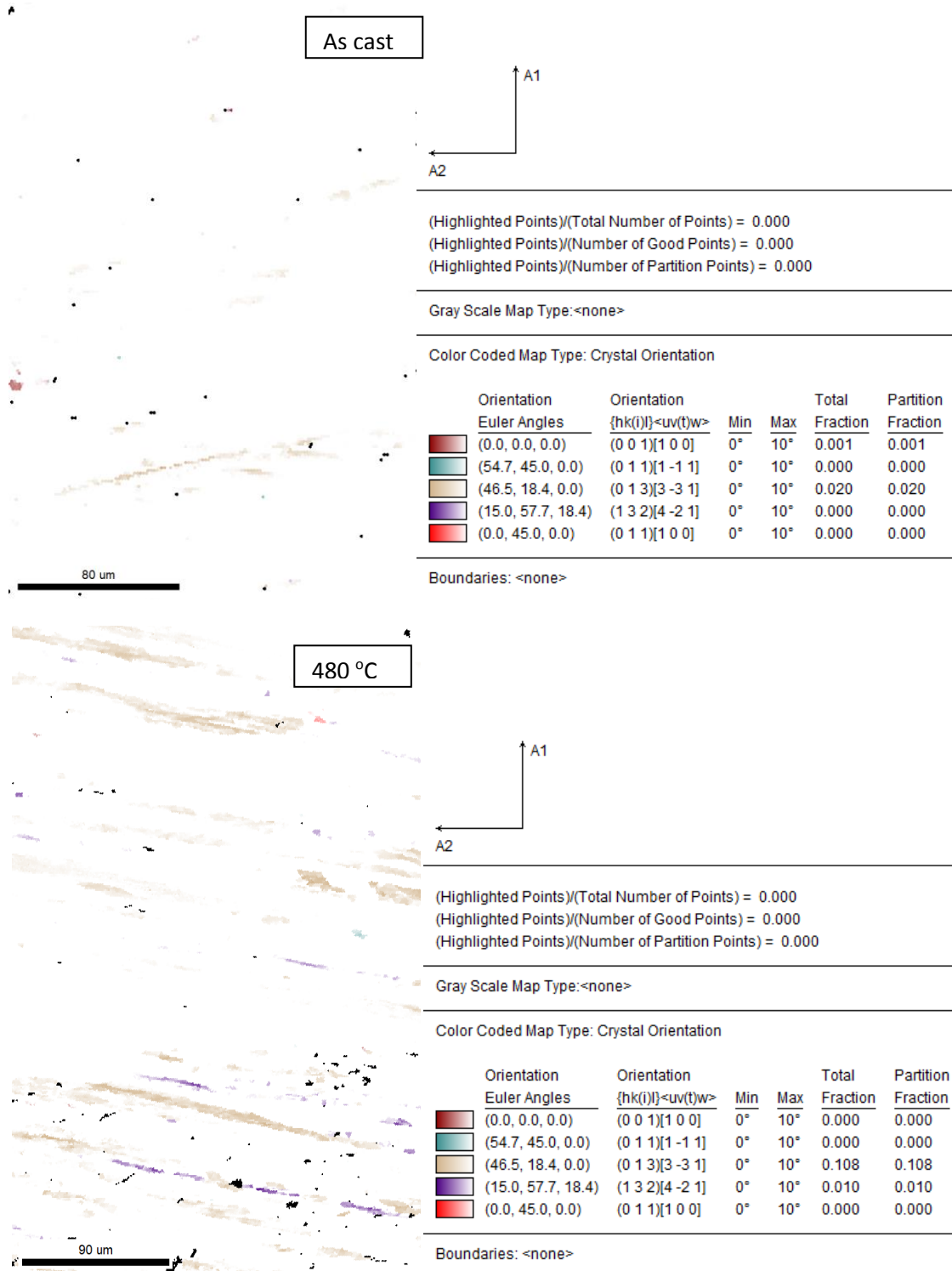


Σχήμα 78: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στην επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).

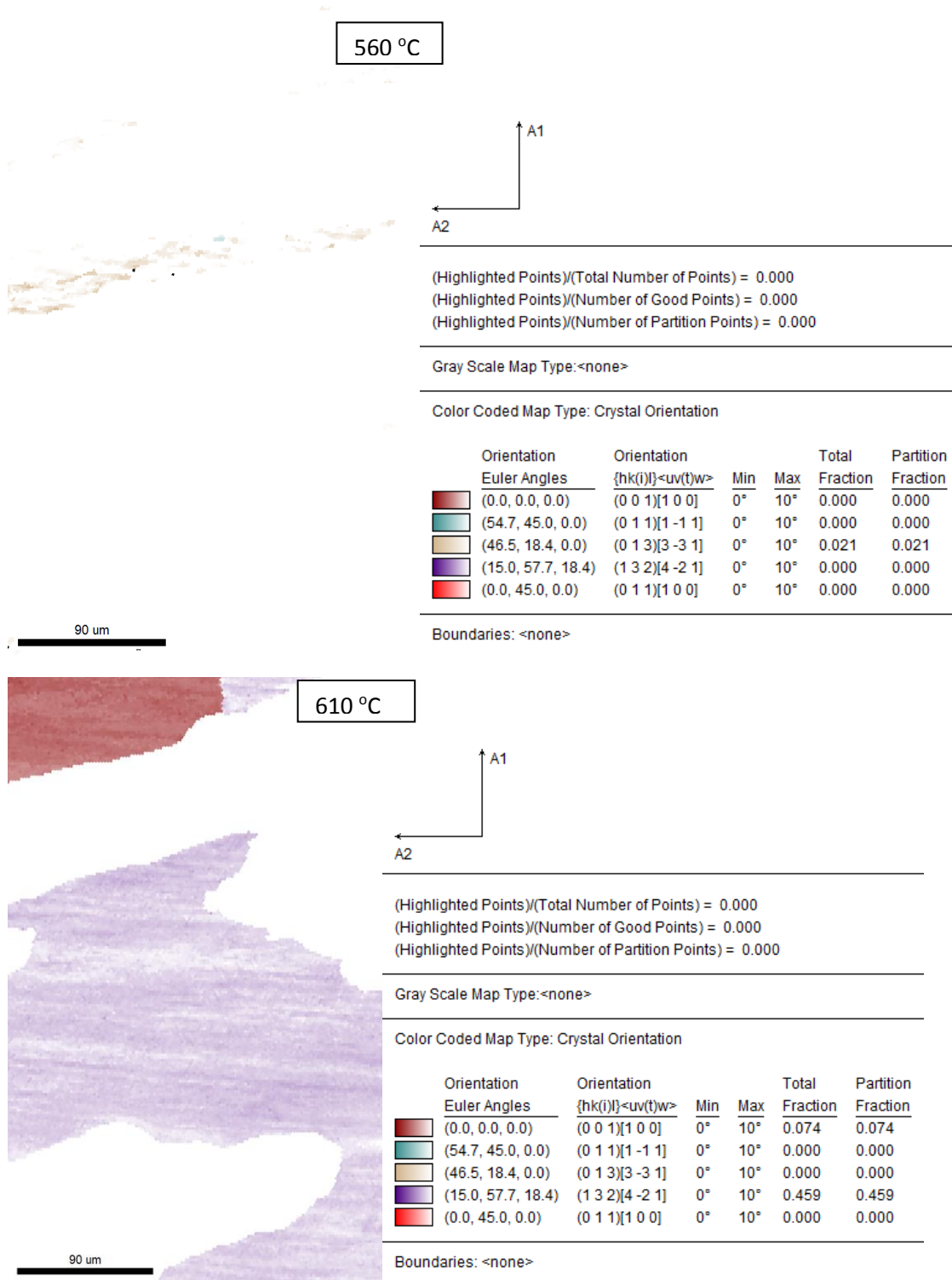


Σχήμα 79: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό έλασης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (2.6).

Μελέτη κράματος αλουμινίου 3003



Σχήμα 80: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C (2.2).



Σχήμα 81: Χάρτες απεικόνισης των περιοχών (κόκκων) με ιστό ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C (2.6).

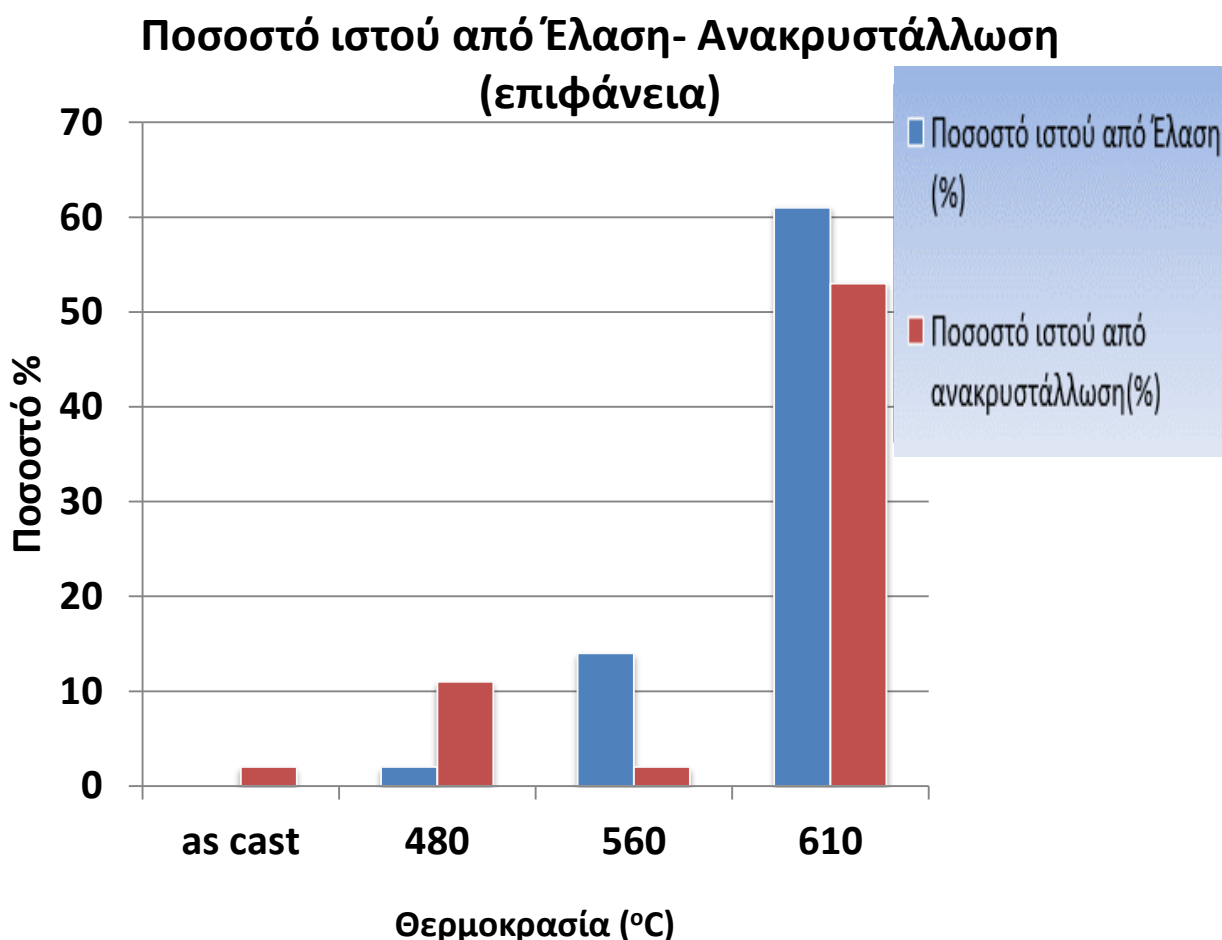
Πίνακας 13: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του δείγματος as cast και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 480°C.

Rolling component (%)		Recrystallization component (%)		Rolling component (%)		Recrystallization component (%)	
Cu	0	Cube	0	Cu	0	Cube	0
S1	0	P	0	S1	0	P	0
S2	0	Q	2	S2	1	Q	10
S3	0	R	0	S3	0	R	1
Taylor	0	Goss	0	Taylor	1	Goss	0
Brass	0			Brass	0		
Goss*	0			Goss*	0		
SUM	0		2	SUM	2		11
Random		98%		Random		87%	

Πίνακας 14: Συνοπτικά αποτελέσματα μέτρησης ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης στην επιφάνεια του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560 °C και του ομογενοποιημένου δείγματος στους 610°C.

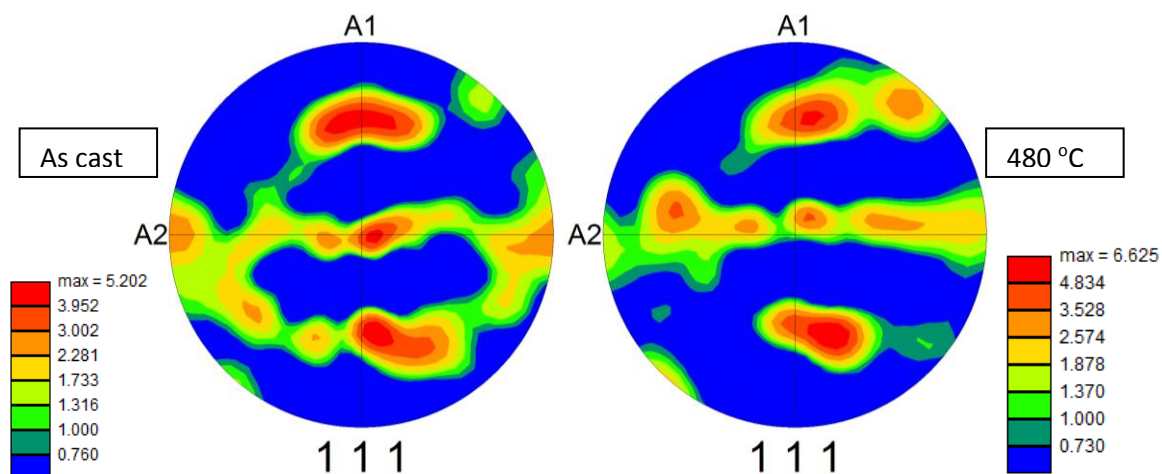
Rolling component (%)		Recrystallization component (%)		Rolling component (%)		Recrystallization component (%)	
Cu	0	Cube	0	Cu	0	Cube	7
S1	0	P	0	S1	15	P	0
S2	0	Q	2	S2	46	Q	0
S3	0	R	0	S3	0	R	46
Taylor	14	Goss	0	Taylor	0	Goss	0
Brass	0			Brass	0		
Goss*	0			Goss*	0		
SUM	14		2	SUM	61		53
Random		46%		Random		0%	

Οι πίνακες 12 και 13 παρουσιάζουν τα ποσοστά ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης όπως προκύπτουν από τα σχήματα (78-81) για κάθε ένα δείγμα. Στο τέλος κάθε πίνακα παρουσιάζεται το ποσοστό τυχαίου προσανατολισμού κόκκων το οποίο αποδίδεται με λευκό χρώμα στους χάρτες των παραπάνω σχημάτων.

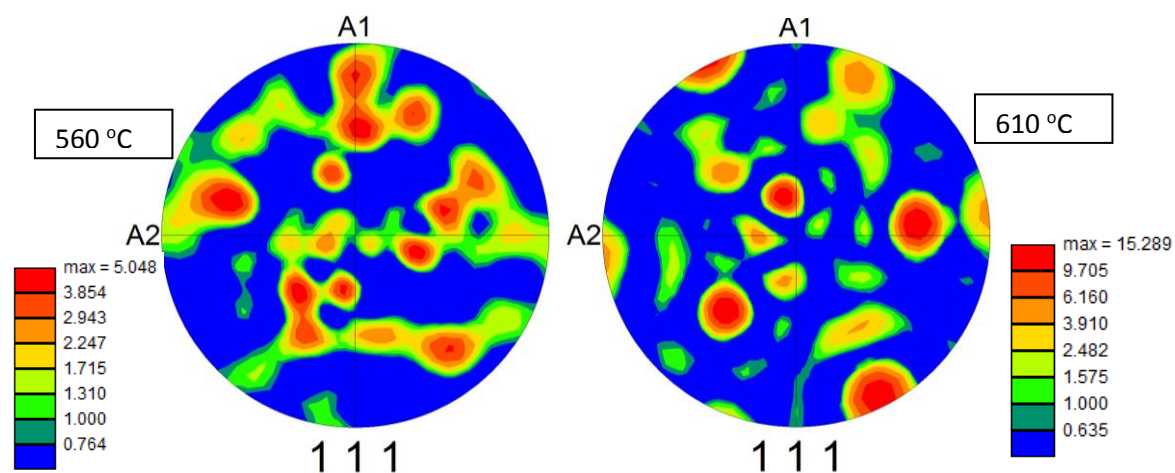


Σχήμα 82: Διαγραμματική αναπαράσταση ποσοστού ανακρυστάλλωσης και έλασης ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης στην επιφάνεια των δειγμάτων 8mm.

Τα IPF για το δείγμα των 8 mm (σχήμα 77) έδωσαν αποτελέσματα σχετικά με τον προσανατολισμό των κρυστάλλων στην επιφάνεια του δείγματος ενώ οι υπόλοιπες εικόνες (σχήμα 78-81) παρουσιάζουν τους κόκκους με προσανατολισμό έλασης και ανακρυστάλλωσης, σχηματίζοντας το παραπάνω γράφημα (σχήμα 82). Το δείγμα as cast και τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 480°C και τους 560°C έχουν πολύ μικρό ποσοστό ιστού ανακρυστάλλωσης και έλασης, ενώ τα ποσοστά για το ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C παρουσιάζονται ιδιαίτερα ψηλά όσον αφορά τον ιστό έλασης και ανακρυστάλλωσης.



Σχήμα 83: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό των δειγμάτων μετά την χύτευση (2.1) και του ομογενοποιημένου στο 480°C (2.2).



Σχήμα 84: Χάρτες πολικών συντεταγμένων PF (pole figure) από την επιφάνεια του δείγματος με βάση τον κρυσταλλογραφικό προσανατολισμό του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C (2.5) και του ομογενοποιημένου στους 610°C (2.6).

Τα PF(σχήμα 83-84) είναι ενδεικτικά του ιστού που διαμορφώνεται μετά την ομογενοποίηση ο οποίος αποτελείται από κρυστάλλους με παραμόρφωση, ανακρυσταλλωμένους αλλά και με τυχαίο προσανατολισμό. Ωστόσο στο δείγμα as cast και στις χαμηλότερες και ενδιάμεσες θερμοκρασίες ομογενοποίησης 480°C και 560°C η μορφολογία των PF ομοιάζει περισσότερο ως τυχαία ενώ στην μεγαλύτερη θερμοκρασία ομογενοποίησης στους 610°C τα PF δίνουν ιστό έλασης και ανακρυστάλλωσης.

ΜΕΡΟΣ ΤΡΙΤΟ

ΚΕΦΑΛΑΙΟ 9^ο

9. Συζήτηση και Συμπεράσματα

9.1. Συζήτηση των αποτελεσμάτων

Τα αποτελέσματα που εξήχθησαν από την πειραματική διαδικασία αφορούν τις παρακάτω κατηγορίες και μπορούν να αξιολογηθούν ως προς αυτές:

- Μικροδομή (ενδομεταλλικές φάσεις, λεπτομερή κατακρημνίσματα, μορφολογία CLS)
- Μορφολογία κόκκων
- Ηλεκτρική αγωγιμότητα και μηχανικές ιδιότητες
- Ιστός

Η *μικροδομή* των κραμάτων αλουμινίου 3003 συνεχούς χύτευσης, στην κατάσταση as cast αποτελείται από την μήτρα του αλουμινίου, ευμεγέθεις (coarse) ενδομεταλλικές φάσεις τύπου $Al(Fe,Mn)Si$ και λεπτομερή κατακρημνίσματα (dispersoids) τύπου $MnAl_6$ και $\alpha-Al(Mn,Fe)Si$ (11) (37) (43). Έπειτα από ομογενοποίηση του κράματος σε θερμοκρασία $480^{\circ}C$ παρατηρείται αύξηση της πυκνότητας και του μεγέθους των dispersoids και αυτό οφείλεται στην κατακρήμνιση του μαγγανίου από την μήτρα του αλουμινίου. Με ομογενοποίηση στους $560^{\circ}C$ παρατηρείται έντονη ελάττωση της πυκνότητας και του μεγέθους των dispersoids που αποδίδεται στην αναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου. Το φαινόμενο της αναδιαλυτοποίησης του μαγγανίου γίνεται ιδιαίτερα αντιληπτό στο ομογενοποιημένο δείγμα στους $610^{\circ}C$, αφού τα dispersoids δεν γίνονται αντιληπτά στην μικροδομή μέσω οπτικής και ηλεκτρονικής μικροσκοπίας. Επιπλέον από το ομογενοποιημένο δείγμα στους $560^{\circ}C$, εκτός από την μείωση της πυκνότητας και του μεγέθους των dispersoids, παρατηρείται αύξηση του μεγέθους των ευμεγέθων (coarse) ενδομεταλλικών φάσεων $Al(Fe,Mn)Si$, ενώ στους $610^{\circ}C$ οι φάσεις αυτές παρουσιάζονται ιδιαίτερα σφαιροποιημένες (59). Η παραπάνω περιγραφή οφείλεται στον μηχανισμό Ostwald ripening κατά τον οποίο όσο μειώνεται το μέγεθος και ο αριθμός των dispersoids, ποσότητα μαγγανίου από αυτά αφομοιώνεται από τις

μεγάλες ενδομεταλλικές φάσεις προκαλώντας περαιτέρω αύξηση του μεγέθους τους. Η υπόλοιπη ποσότητα μαγγανίου αναδιαλυτοποιείται στην μήτρα του αλουμινίου. Η περιγραφή της επίδρασης της ομογενοποίησης στις ενδομεταλλικές φάσεις αφορά τόσο στα δείγματα πάχους 5,5mm όσο και 8mm.

Η επίδραση της ομογενοποίησης στο CLS κρίνεται ιδιαίτερα σημαντική. Το CLS αποτελεί ανεπιθύμητο σχηματισμό που προκαλείται κατά την στερεοποίηση λόγω ένωσης των ενδομεταλλικών φάσεων $Al(Fe,Mn)Si$ στο κέντρο του ρόλου. Οι ενδομεταλλικές φάσεις που σχηματίζουν το CLS κατακερματίζονται και σφαιροποιούνται με την αύξηση της θερμοκρασίας μειώνοντας έτσι την ανομοιογένεια του δείγματος και βελτιώνοντας την μορφολογία του CLS. Στους 610°C παρατηρείται η πιο προτιμητέα μορφή CLS στην οποία οι ενδομεταλλικές φάσεις έχουν χωριστεί και σφαιροποιηθεί περισσότερο από κάθε άλλο δείγμα. Στα δείγματα 5,5 mm το CLS βελτιώνεται σχεδόν στον ίδιο ρυθμό με τα δείγματα των 8mm και αυτό κρίνεται λογικό αν αναλογιστεί κανείς την διαφορά των δύο ρόλων στην επίδραση των ομογενοποιήσεων στις ενδομεταλλικές φάσεις.

Παρατηρώντας τα φαινόμενα κατακρήμνισης και αναδιαλυτοποίησης όπως περιγράφηκαν γίνεται αντιληπτό πως η μεγαλύτερη ποσότητα του μαγγανίου στο στερεό διάλυμα βρίσκεται αρχικά στην κατάσταση as cast και έπειτα στην θερμοκρασία των 610°C, ενώ για ομογενοποιήσεις από τους 500°C παρατηρείται η μέγιστη πυκνότητα των dispersoids και η ποσότητα του μαγγανίου στο στερεό διάλυμα είναι ελάχιστη. Αυτές τις παρατηρήσεις έρχονται να ενισχύσουν οι μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας με βάση τις οποίες όσο μεγαλύτερη η ποσότητα του μαγγανίου στο στερεό διάλυμα τόσο μικρότερη είναι η *ηλεκτρική αγωγιμότητα* (conductivity) και αυξάνεται η αντίσταση (resistivity) του κράματος. Τα αποτελέσματα αυτά είναι παρόμοια για τους δύο ρόλους όπως δείχνει και το αντίστοιχο διάγραμμα ηλεκτρικής αγωγιμότητας.

Η οπτική μικροσκοπία εκτός από τα χρήσιμα αποτελέσματα τις μορφολογίας ενδομεταλλικών φάσεων, έδωσε μία σαφή εικόνα και για την επίδραση των ομογενοποιήσεων στην *μορφολογία των κόκκων* των δειγμάτων. Συγκεκριμένα όπως ήταν αναμενόμενο παρατηρήθηκε το φαινόμενο της ανακρυστάλλωσης και της μεγέθυνσης κόκκου (grain growth). Η θερμοκρασία έναρξης ανακρυστάλλωσης για το δείγμα 5,5mm παρατηρήθηκε στην θερμοκρασία των 500°C, ενώ για το 8mm στην

θερμοκρασία των 520°C. Η διαφορετική θερμοκρασία έναρξης της ανακρυστάλλωσης στους δύο ρόλους είναι εμφανής και μπορεί να αποδοθεί στην διαφορά πάχους των δύο ρόλων. Ο ρόλος των 5,5 mm έχει υποστεί μεγαλύτερο υποβιβασμό από τον ρόλο των 8mm μέσα από την μέθοδο TRC, άρα έχει υποστεί μεγαλύτερη πλαστική παραμόρφωση. Από την θεωρία γνωρίζουμε πως οι κρύσταλλοι που πυρηνοποιούνται όταν παρουσιάζεται το φαινόμενο μεγέθυνσης κόκκου μεγαλώνουν εις βάρος των κρυστάλλων της αρχικής δομής, καταναλώνοντας την αποθηκευμένη ενέργεια πλαστικής παραμόρφωσης. Η αποθηκευμένη ενέργεια πλαστικής παραμόρφωσης του ρόλου 5,5 mm είναι μεγαλύτερη από αυτή του ρόλου 8mm, γεγονός που δικαιολογεί την έναρξη ανακρυστάλλωσης του πρώτου σε χαμηλότερη θερμοκρασία από αυτή του δεύτερου (19). Το φαινόμενο της μεγέθυνσης κόκκου παρατηρείται στην επιφάνεια των δειγμάτων από θερμοκρασία 560°C, ενώ εκτείνεται σε όλο το δείγμα σε θερμοκρασία 610°C.

Οι *μηχανικές ιδιότητες* του κράματος έπειτα από θερμικές κατεργασίες ελαττώθηκαν σε σχέση με το as cast δείγμα. Συγκεκριμένα παρατηρήθηκαν η μεγαλύτερη σκληρότητα, το μεγάλο όριο διαρροής και η μέγιστη εφελκυστική αντοχή στο as cast δείγμα και όσο αυξανόταν η θερμοκρασία ομογενοποίησης τόσο τα μηχανικά χαρακτηριστικά μειώνονταν. Παρόλα αυτά παρατηρήθηκε μία πολύ ενδιαφέρουσα δυσαναλογία μεταξύ ορίου διαρροής και μέγιστης εφελκυστικής αντοχής με την σκληρότητα κατά την μετάβαση από την θερμοκρασία ομογενοποίησης στους 560°C προς την θερμοκρασία 610°C. Στο κράμα σε εκείνες τις θερμοκρασίες δρουν δυο ανταγωνιστικοί μηχανισμοί. Η αναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου δημιουργεί μηχανισμό σκλήρυνσης στερεού διαλύματος (solid solution strengthening) και τείνει να αυξήσει την σκληρότητα αλλά ταυτόχρονα το φαινόμενο της μεγέθυνσης κόκκου που παρατηρείται στην θερμοκρασία των 610°C προκαλεί μείωση του ορίου διαρροής (βλ. εξίσωση του Hall-Petch (60)). Συνεπώς το μεγάλο μέγεθος κόκκου επηρεάζει τις μηχανικές ιδιότητες (σ_{ts} , σ_{ts}) σε μεγαλύτερο βαθμό από το μηχανισμό σκλήρυνσης στερεού διαλύματος, ενώ αντίστοιχα ο μηχανισμός αυτός φαίνεται να επιδρά περισσότερο στις δοκιμές μικροσκληρομέτρησης.

Τέλος τα αποτελέσματα του *EBSD* πρόσφεραν πολλά νέα δεδομένα για τον ιστό του κράματος και οι χάρτες που ανακτήθηκαν μέσω της μεθόδου αυτής μας δίνουν πληροφορίες που στηρίζονται στον προσανατολισμό των κόκκων. Συγκεκριμένα για το κέντρο των ρόλων 5,5 mm παρατηρήθηκε υψηλός ιστός έλασης και μικρότερος

ιστός ανακρυστάλλωσης (δείγματα as cast, 480°C, 560°C), ενώ στο ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C παρατηρήθηκε 100% τυχαίο προσανατολισμό κόκκων (δηλαδή πιο ισότροπο υλικό). Αντίθετα στην επιφάνεια των δειγμάτων παρατηρήθηκε πολύ μικρό ποσοστό ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης για τα δείγματα as cast και 480°C, ενώ στο δείγμα 560°C τα ποσοστά ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης ήταν υψηλά. Στους 610°C το ποσοστό υφής ανακρυστάλλωσης είναι μηδενικό ενώ το ποσοστό υφής έλασης βρίσκεται σε ποσοστό 45 %. Παρατηρώντας τα Inverse pole figures γίνεται αντιληπτό πως το μέγεθος κόκκου στους χάρτες των δειγμάτων στους 610°C είναι ιδιαίτερα μεγάλο (2-5mm) και για τους δύο ρόλους. Συνεπώς ο ιστός έλασης που παρατηρούμε στο παραπάνω δείγμα μπορεί να αντιπροσωπεύει μέχρι και έναν κόκκο. Τέλος παρατηρείται έντονη διαφορά ποσοστού ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης μεταξύ κέντρου και επιφάνειας όλων των δειγμάτων εκτός του ομογενοποιημένου στους 560°C όπου το μεγάλο μέγεθος κόκκου στην επιφάνεια επηρεάζει το αποτέλεσμα της μέτρησης.

Επιπλέον τα αποτελέσματα του EBSD για το κέντρο του ρόλου 8mm έδειξαν πως υπάρχει υψηλό ποσοστό ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης για το δείγμα as cast καθώς και τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 480°C και τους 560°C. Παρόλα αυτά το δείγμα στους 610°C στο κέντρο έχει σχεδόν πλήρως τυχαίο προσανατολισμό κόκκων (πιο ισότροπο υλικό). Αντίστοιχα στην επιφάνεια των δειγμάτων έχουμε ιδιαίτερα χαμηλά ποσοστά ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης για τα δείγματα as cast ,480°C, 560°C ενώ πολύ υψηλά είναι τα ποσοστά ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης για το δείγμα στους 610°C διατηρώντας βέβαια την επιφύλαξη που προαναφέρθηκε σχετικά με τον αριθμό κόκκων που παρατηρούνται σε μεγέθυνση x200 με την κάμερα EBSD. Παρατηρείται επίσης έντονη διαφορά των ποσοστών ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης μεταξύ κέντρου και επιφάνειας για όλα τα δείγματα αυτού του ρόλου.

Οι χάρτες πολικών συντεταγμένων με βάση την βιβλιογραφία που αναφέρθηκε σχετικά με ιστούς έλασης και ανακρυστάλλωσης έρχονται σε αντιστοιχία με τα διαγράμματα και τους χάρτες έλασης και ανακρυστάλλωσης.

9.2. Συμπεράσματα

Τα συμπεράσματα που προκύπτουν από την διπλωματική εργασία είναι τα εξής:

1. Το εύρος των θερμικών κατεργασιών ομογενοποίησης από 480°C -560°C προκαλεί κατακρήμνιση του μαγγανίου από την μήτρα του αλουμινίου, ενώ οι ομογενοποιήσεις σε υψηλότερη θερμοκρασία προκαλούν αναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου στην μήτρα του αλουμινίου.
2. Η θερμοκρασία έναρξης ανακρυστάλλωσης του κράματος διαφέρει μεταξύ ρόλων με διαφορετικό πάχος (5,5 mm στους 500°C και 8 mm στους 520 °C) αφού όσο μικρότερο είναι το πάχος, τόσο μεγαλύτερη είναι η πλαστική παραμόρφωση και η αποθηκευμένη ενέργεια του κράματος, και άρα τόσο χαμηλότερη η θερμοκρασία έναρξης της ανακρυστάλλωσης.
3. Το όριο διαρροής και η μέγιστη εφελκυστική αντοχή μειώνονται όσο αυξάνεται η θερμοκρασία ομογενοποίησης και η χαμηλότερη τιμή τους λαμβάνεται στο ομογενοποιημένο δείγμα στους 610°C λόγω του φαινομένου μεγέθυνσης κόκκου.
4. Η σκληρότητα του κράματος μειώνεται όσο αυξάνεται η θερμοκρασία ομογενοποίησης μέχρι την θερμοκρασία των 560°C, ενώ σε θερμοκρασία ομογενοποίησης 610°C αυξάνεται.
5. Παρατηρείται δυσαναλογία ορίου διαρροής και σκληρότητας, αφού η αναδιαλυτοποίηση του μαγγανίου μπορεί να αυξήσει την σκληρότητα αλλά το μεγάλο μέγεθος κόκκου μετά την ανακρυστάλλωση μπορεί να επηρεάσει περισσότερο το όριο διαρροής και την μέγιστη εφελκυστική αντοχή επιφέροντας ελάττωση των τιμών τους.
6. Τα ποσοστά ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης έχουν μεγάλη διαφορά μεταξύ κέντρου και επιφάνειας σε κάθε δείγμα, εκτός του ομογενοποιημένου δείγματος στους 560°C του ρόλου 5.5mm.
7. Το κράμα 3003 έπειτα από ομογενοποίηση στους 610°C παρουσιάζει τα μικρότερα ποσοστά ιστού έλασης και ανακρυστάλλωσης σε σχέση με τα υπόλοιπα δοκίμια γεγονός που το καθιστά το πιο ισότροπο μεταξύ των δοκιμίων που μελετήθηκαν.

9.3. Προτάσεις για περαιτέρω έρευνα

Η περαιτέρω έρευνα μπορεί να οδηγήσει σε μεγαλύτερη εμπάθυση και σε βελτίωση της υπάρχουσας παραγωγικής διαδικασίας για το τελικό προϊόν που προέρχεται από κράματα 3003. Συγκεκριμένα προτάσεις για περαιτέρω έρευνα θα μπορούσαν να είναι οι εξής:

1. Πραγματοποίηση δοκιμών Earing έπειτα από θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης για να συσχετισθούν τα αποτελέσματα τους με αυτά του EBSD .
2. Πραγματοποίηση TEM για την μελέτη των λεπτομερών κατακρημνισμάτων και της ακριβούς χημικής τους σύστασης έπειτα από θερμικές κατεργασίες ομογενοποίησης, καθώς και μελέτη του φαινομένου της διαλυτοποίησης τους στην υψηλές θερμοκρασίες.
3. Πραγματοποίηση περισσότερων μετρήσεων ποσοστού ιστού με την μέθοδο EBSD στα ομογενοποιημένα δείγματα για πραγματοποίηση στατιστικής αξιολόγησης και αύξησης της αξιοπιστίας των αποτελεσμάτων.
4. Συνδυαστική μελέτη της επίδρασης των ενδομεταλλικών φάσεων στην ανακρυστάλλωση και προσπάθεια αποφυγής του φαινομένου grain growth .
5. Πραγματοποίηση ψυχρής έλασης για το κάθε ομογενοποιημένο δείγμα ώστε να αξιολογηθούν η μικροδομή και οι μηχανικές ιδιότητες του τελικού προϊόντος και να επιλεγθεί η προτιμητέα θερμική κατεργασία.
6. Οικονομική μελέτη της παραγωγικής διαδικασίας για κάθε δείγμα ώστε να διερευνηθεί αν κάποια ομογενοποίηση συμφέρει να ενταχθεί στην παραγωγή του τελικού προϊόντος.

Βιβλιογραφία

1. **Davis, J.R.** *ASM SPECIALTY HANDBOOK: Aluminum and Aluminum Alloys*. s.l. : ASM INTERNATIONAL, 2002.
2. **Polmear, I.J.** *LIGHT ALLOYS: Metallurgy of the Light Metals Third Edition*. s.l. : ARNOLD.
3. **Χαιδεμενόπουλος, Γ.Ν.** *Κράματα Αλουμινίου*. Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας : s.n.
4. **Ali Ulas Malcioglu, Seda Ertan.** Production of 3004 Aluminum Alloy Sheet for Structural Applications from Twin Roll Casting. *Light Metals 2017, The Minerals, Metals & Materials Series*. TMS 2017, 2017, σσ. 173-180.
5. **M. Pokova, M. Cieslar, J. Lacaze.** Enhanced AW3003 Aluminum Alloys for Heat Exchangers. 2011, σσ. 141-146.
6. **NES, ERIK.** THE EFFECT OF A FINE PARTICLE DISPERSION ON HETEROGENEOUS RECRYSTALLIZATION. *Acta Metallurgica vol.24*. 1975, σσ. 391-398.
7. **MORRIS, Y. KWAG and J. G.** The Effect of Structure on the Mechanical Behavior and Stretch Formability of Constitutionally Dynamic 3000 Series Aluminum Alloys. *Materials Science and Engineering*. 1986, σσ. 59-74.
8. **Y.J. Li, L. Arnberg.** Quantitative study on the precipitation behavior of dispersoids in DC-cast AA3003 alloy during heating and homogenization. *Acta Materialia* 51. 2003, σσ. 3415–3428.
9. **Birol, Yucel.** Analysis of macro segregation in twin-roll cast aluminium strips via solidification curves. *Journal of Alloys and Compounds*. 2009, σσ. 168-172.
10. **Michaela Šlapáková, Mariia Zimina, Stefan Zaunschirmb, Johann Kastner, Jan Bajer, Miroslav Cieslar.** 3D analysis of macrosegregation in twin-roll cast AA3003 alloy. *Materials Characterization*. 2016, σσ. 44-49.
11. **Hsin-Wen Huang, Bin-Lung Ou and Cheng-Ting Tsai.** Effect of Homogenization on Recrystallization and Precipitation Behaviour of 3003 Aluminum Alloys. *Materials Transactions*. 2009, σσ. 250- 259.
12. **Hsin-Wen Huang, Bin-Lung Ou.** Evolution of precipitation during different homogenization treatments in a 3003 aluminum alloy. *Materials and Design*. 2009, σσ. 2685–2692.
13. **Christian Schmidt, Dag Mortensen, Kai-Friedrich Karhausen.** influence of Process Conditions On Segregation Behaviour in Twin Roll Casting of an Al-Fe-Si Alloy. *Light Metals 2017*. TMS 2017, 2017, σσ. 811-819.
14. **Bjorneklett, Christian J. Simensen and Are.** A Model for α -Al(Mn,Fe)Si Crystals. [επιμ.] TMS 2017. *Light Metals 2017*. 2017, σσ. 197-203.
15. **R. E. Sanders Jr., P. A. Hollinshead, E. A. Simielli.** Industrial Development of Non-Heat Treatable Aluminum Alloys. *MATERIALS FORUM VOLUME 28*. 2004.

16. **Charlier, H. E. Ekström and P.** Aluminum Alloys for Packaging II. 1996, σσ. 245-251.
17. Micromachining & Manufacturing Modeling Lab- Technical University of Crete. [www.m3.tuc](http://www.m3.tuc.gr/ANAGNWSTHRIO/YLIKA/SHMEIWSEIS/7%20MH%20SIDHROUXA%20KRAMATAw.pdf). [Ηλεκτρονικό]
<http://www.m3.tuc.gr/ANAGNWSTHRIO/YLIKA/SHMEIWSEIS/7%20MH%20SIDHROUXA%20KRAMATAw.pdf>.
18. **Dieter, George E.** *Mechanical Metallurgy*. s.l. : SAYAN. σ. 229.
19. **D. Callister, G. Rethwisch.** *Materials Science And Engineering An Introduction, 9th Edition*. s.l. : Wiley, 2014.
20. **Aircraft Materials.** www.aircraftmaterials.com.
<https://www.aircraftmaterials.com/data/aluminium/3003.html>. [Ηλεκτρονικό] 2016.
[Παραπομπή: 2 4 2017.]
<https://www.aircraftmaterials.com/data/aluminium/3003.html>.
21. [Ηλεκτρονικό] Alcotec, 2015.
<http://www.alcotec.com/us/en/education/knowledge/qa/How-and-why-alloying-elements-are-added-to-aluminum.cfm>.
22. **R. Cook, P.G. Grocock , P.M. Thomas , D.V. Edmonds , J.D. Hunt.** Development of the twin-roll casting process. *Journal of Materials Processing Technology* 55 . (1995), σσ. 76-84.
23. **N. S. Barekar, B.K.Dhindaw.** Twin-Roll Casting of Aluminum Alloys – An Overview. *Materials and Manufacturing Processes*. 2014, σσ. 651-661.
24. **Glicksman, Martin Eden.** Principles of Solidification: An Introduction to Modern Casting and Crystal Growth Concepts. 2011, σσ. 101-103.
25. **M. Yun, S. Lokyer, J.D.Hunt.** Twin roll casting on aluminum alloys. *Mater Sci. Eng. A280*. 2000, σσ. 116-123.
26. **B. Forbord, B. Andersson, F. Ingvaldsen, O. Austevik, J.A. Horst, I. Skauvik.** The formation of surface segregates during twin roll casting of aluminium alloys. *Mater. Sci. Eng a* 415. 2006, σσ. 12-20.
27. **Callister, W. D.** *Επιστήμη και Τεχνολογία των Υλικών*. s.l. : Εκδόσεις Τζιόλα.
28. Πανεπιστήμιο Θεσσαλίας- Τμήμα Μηχανολόγων Μηχανικών .
http://www.mie.uth.gr/ekp_yliko/Ch2t.pdf. [Ηλεκτρονικό]
29. **A.L. Dons, Y. Li, S. Benum, C.J. Simensen, A. Johansen ,E.K. Jensen.** Homogenisation of AA3103 and AA3003. PartI: the inistial structure of AA3003. *Aluminium* 80. 2004, σσ. 583-587.
30. **H.E. Vatne, O. Engle, and E. Nes.** Influence of particles on recrystallization textures and microstructre of aluminuim alloy 3103. *Material Science and Technology* 13. 1997, σσ. 93-102.
31. **Watanabe H, Ohori K, Takeuchi Y.** Phase change in 3004 base alloys at elevated. *JJILM*. 1982, σσ. 149-156.

32. **Bolingbroke RK, Marshall GJ, Ricks RA.** Microstructural development during. *In: The 3rd international conference on aluminum.* 1992, σσ. 285-290.
33. **Li YJ, Arnberg L.** Evolution of eutectic intermetallic particles in DC-cast AA 3003 alloy during heating and homogenization. *Mater Sci Eng A.* 2003, σσ. 130-135.
34. <http://pssnicomp.com/definitions/ostwald-ripening/>. *Particle sizing Systems.* [Ηλεκτρονικό]
35. **F.J.Humphreys, M. Hatherly.** *RECRYSTALLIZATION and Related Annealing Phenomena.* s.l. : ELSEVIER, 2004.
36. **Birol, Yucel.** Response to annealing treatment of a twin roll cast thin AlFeMnSi strip.
37. **Benum, S., Nes, E.** Effect of precipitation on the evolution of cube recrystallization texture. *Acta Mater.* 45. 1997, σσ. 4593–4602.
38. **Humphreys, F.J.** *Acta Metall.* 25. 1977), σσ. 1323–1344.
39. **R.D. Doherty, D.A. Hughes, F.J. Humphreys, J.J. Jonas,.** *Mater. Sci. Eng. A* 238. 1997, σσ. 219–274.
40. **Smith, C.S.** *Trans. Metal. Soc. A.I.M.E.* 175. 1948, σσ. 15–51.
41. **Yonghao Zhang, Dorte Juul Jensen, Yubin Zhang, Fengxiang Lin, Zhiqing Zhang and Qing Liu.** Three-dimensional investigation of recrystallization nucleation in a particle-containing Al alloy. *Scripta Materialia* 67. 2012, σσ. 320-323.
42. **WANG Ning, Jarl Erik FLATØY, LI Yan-jun, Knut MARTHINSEN.** Evolution in microstructure and mechanical properties during back-annealing of AlMnFeSi alloy. *Trans. Nonferrous Met. Soc. China* 22. 2012, σσ. 1878-1883.
43. **Y.J. Li, A.M.F. Muggerud , A. Olsen , T. Furu.** Precipitation of partially coherent a-Al(Mn,Fe)Si dispersoids and their strengthening effect in AA 3003 alloy. *Acta Materialia.* 2012, σσ. 1004-1014.
44. **Stefan, V.** SOCRATIC. [Ηλεκτρονικό] 2015. <https://socratic.org/questions/how-many-atoms-are-there-in-a-face-centered-cubic-unit-cell-of-an-atomic-crystal>.
45. **Κρυσταλλογραφίας, Στοιχεία.** Δικτυακός τόπος σελίδων μαθημάτων Σχολής Μηχ. Μηχανικών ΕΜΠ.
<http://courseware.mech.ntua.gr/ml26012/mathimata/krystallografia.pdf>. [Ηλεκτρονικό]
46. **U.F. Kocks, C.N Tome and H-R. Wenk.** *Texture and Anisotropy(Preferred Orientations in Polycrystals and their Effect on Material Properties).* s.l. : Cambridge University Press, 2000. 77-79.
47. **Ch. Gras, M. Meredith, J.D. Hunt.** Microstructure and texture evolution after twin roll casting and subsequent cold rolling of Al–Mg–Mn aluminium alloys. *Journal of Materials Processing Technology.* 2005, σσ. 156–163.
48. **SIGMATEST D 2.068 SOFTWARE VERSION 3.0 : OPERATING INSTRUCTIONS.** s.l. : FOERSTER.

49. **Altenpohl, Dietrich G.** *Aluminum: technology, applications and environment.* Washington D.C. Q : The Aluminum association , 1999.
50. *ASM HANDBOOK, Mechanical Testing.* s.l. : ASM INTRNATIONAL, 1992. σσ. 90-91.
51. **Voort, George F. Vander.** *Metallography: Principles And Practice.* s.l. : ASM INTERNATIONAL, 2007.
52. EDAX Smart Insight. <http://www.edax.com/>. [Ηλεκτρονικό] AMETEK MATERIALS ANALYSIS DIVISION.
53. **Humphreys, F.J.** Characterisation of fine-scale microstructures by electron backscatter diffraction (EBSD). *Scripta Materialia* 51. 2004, σσ. 771-776.
54. **Sitzman, Tim Maitland and Scott.** Electron Backscatter Diffraction (EBSD) Technique and Materials Characterization Examples.
55. **De Meyer M, Kestens L, De Cooman BC.** *Materials Science Technology.* 2001, σσ. 1353-1359.
56. **Petrov R, Kestens L, Wasilkowska A, Houbaert Y,** Microstructure and texture of lightly deformed TRIP-assisted steel characterized by means of the EBSD technique. *Mat.Sci. and Eng.*2007. σσ. 286,287.
57. OIM ANALYSIS Help menu.
58. *Introduction to Electron Backscatter Diffraction (EBSD) & Orientation Imaging Microscopy (OIM).* s.l. : EDAX.
59. **Ricks, P.V Evans and R.A.** Homogenisation: microstructural development. *Technology Strategy Consultants (TSC).*