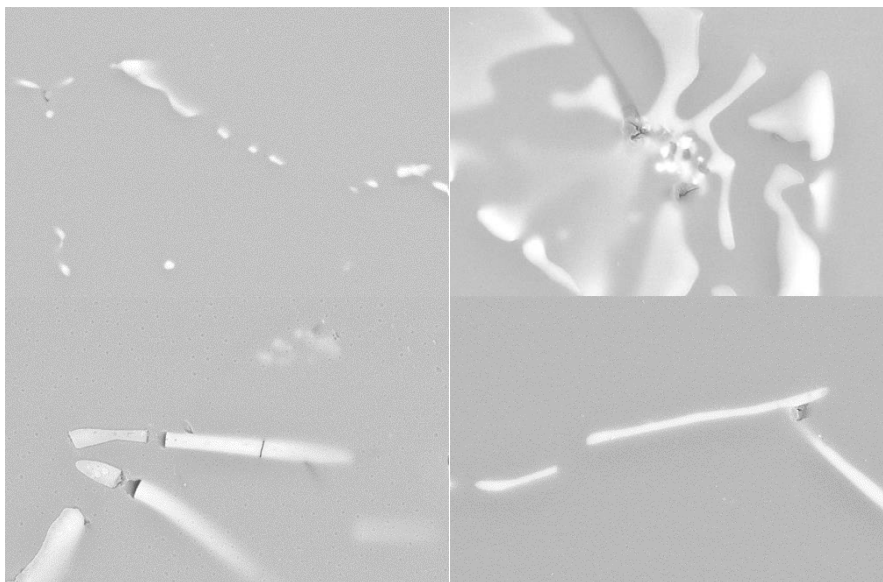




**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ - ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ**  
**ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ**

**ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΟΜΟΓΕΝΟΠΟΙΗΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ**  
**ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΑΠΟΨΥΞΗΣ ΣΤΗΝ ΤΕΛΙΚΗ**  
**ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΧΥΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ 6063**



Διπλωματική Εργασία  
**Μαριάννα Κατσιβαρδά**

Επιβλέπων: **Dr. – Ing. Σπύρος Παπαευθυμίου**  
Επίκουρος Καθηγητής Ε.Μ.Π.

**Αθήνα, Ιούλιος 2018**





**ΕΘΝΙΚΟ ΜΕΤΣΟΒΙΟ ΠΟΛΥΤΕΧΝΕΙΟ**  
**ΣΧΟΛΗ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ ΜΕΤΑΛΛΕΙΩΝ - ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΩΝ**  
**ΤΟΜΕΑΣ ΜΕΤΑΛΛΟΥΡΓΙΑΣ ΚΑΙ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΑΣ ΥΛΙΚΩΝ**

**ΜΕΛΕΤΗ ΤΗΣ ΟΜΟΓΕΝΟΠΟΙΗΣΗΣ ΚΑΙ ΤΗΣ**  
**ΕΠΙΔΡΑΣΗΣ ΤΟΥ ΡΥΘΜΟΥ ΑΠΟΨΥΞΗΣ ΣΤΗΝ ΤΕΛΙΚΗ**  
**ΜΙΚΡΟΔΟΜΗ ΧΥΤΟΥ ΚΡΑΜΑΤΟΣ ΑΛΟΥΜΙΝΙΟΥ 6063**

Διπλωματική Εργασία

**Μαριάννα Κατσιβαρδά**

**Επιβλέπων: Dr. – Ing. Σπύρος Παπαευθυμίου**

Επίκουρος Καθηγητής Ε.Μ.Π.

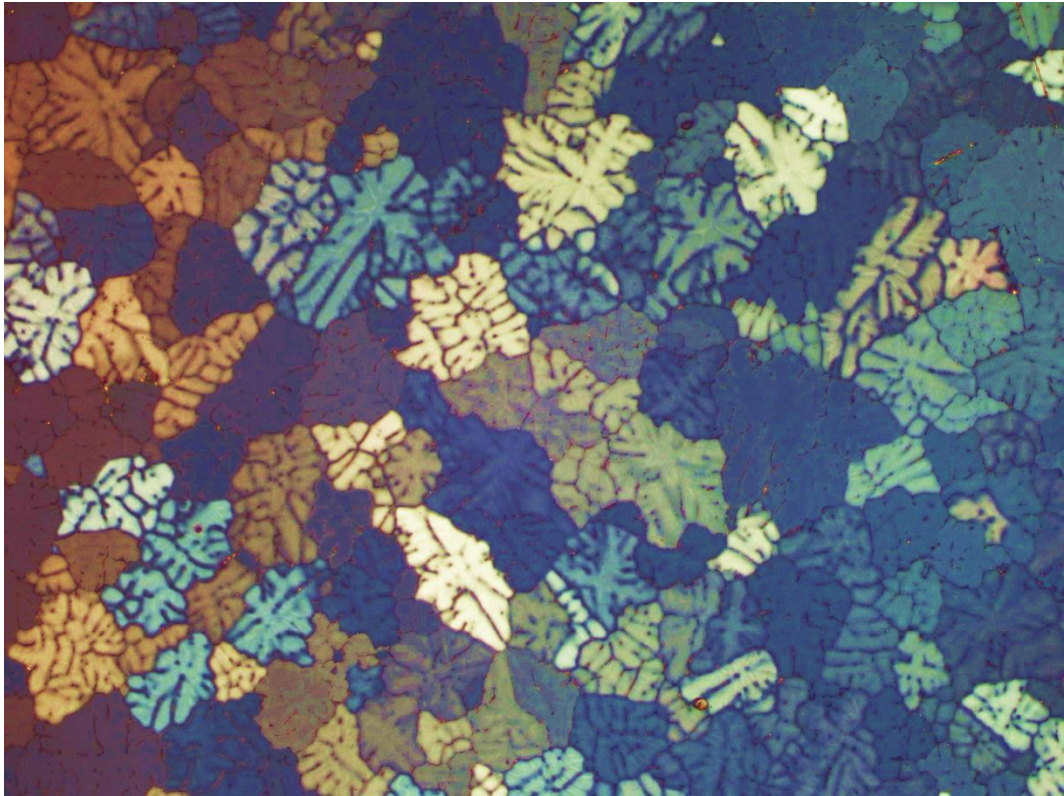
Εγκρίθηκε από την τριμελή επιτροπή στις 17/07/2018

Σπ. Παπαευθυμίου Επίκ. Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Γ. Φούρλαρης Καθηγητής Ε.Μ.Π.

Δ. Πάνιας Καθηγητής Ε.Μ.Π.

**Αθήνα, Ιούλιος 2018**



**Μικροδομή χυτής μπιγέτας αλουμινίου κράματος 6063**



## Περιεχόμενα

Λίστα Εικόνων .....	vii
Λίστα Πινάκων .....	ix
Λίστα Σχημάτων .....	xi
Ευχαριστίες .....	1
Περίληψη .....	2
Abstract .....	2
Synopsis .....	3
1. Εισαγωγή .....	7
1.1. Το αλουμίνιο και τα κράματά του .....	9
1.1.1. Χρήσεις του αλουμινίου.....	9
1.1.2. Ιδιότητες του αλουμινίου .....	9
1.1.3. Τα κράματα του αλουμινίου.....	10
1.1.4. Ιδιότητες κραμάτων Al-Mg-Si (6xxx) .....	12
1.2. Παραγωγική διαδικασία προϊόντων διέλασης.....	13
1.2.1. Χύτευση και στερεοποίηση του αλουμινίου .....	13
1.2.2. Ομογενοποίηση αλουμινίου .....	14
2. Πειραματική Διαδικασία .....	20
2.1. Δειγματοληψία .....	25
2.2. Εγκιβωτισμός δειγμάτων.....	25
2.3. Λείανση – Στίλβωση δοκιμίων.....	26
2.4. Χημική και ηλεκτρολυτική προσβολή .....	26
2.5. Ηλεκτρική αγωγιμότητα – Σκληρότητα .....	27
2.6. Οπτική μικροσκοπία.....	27
2.7. Ανάλυση διακύμανσης (ANOVA).....	28
2.8. Ηλεκτρονική μικροσκοπία .....	29
2.9. Θερμική κατεργασία χυτών μπιγιετών (560°C & 585°C).....	29
2.10. Θερμιδομετρία διαφορικής σάρωσης (Differential Scanning Calorimetry - DSC).....	30
3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων.....	31
3.1. Τεχνικές βελτιστοποίησης μεταλλογραφικής προετοιμασίας.....	31

3.2. Μελέτη ομογενοποιημένων μπιγιετών με διαφορετικό ρυθμό ψύξης (εργοστασιακές δοκιμές).....	37
3.2.1. Ηλεκτρική αγωγιμότητα μπιγιετών.....	37
3.2.2. Σκληρότητα μπιγιετών.....	38
3.2.3. Οπτική & ηλεκτρονική μικροσκοπία.....	39
3.2.4. Στατιστική επεξεργασία μετρήσεων διαμέτρου και λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi των ομογενοποιημένων μπιγιετών.....	53
3.3. Εργαστηριακό πείραμα θερμικών κατεργασιών στους 560°C & 585°C.....	61
3.3.1. Ηλεκτρική αγωγιμότητα ομογενοποιημένων δειγμάτων.....	61
3.3.2. Σκληρότητα ομογενοποιημένων δειγμάτων.....	63
3.3.3. Μελέτη βαθμού σφαιροποίησης σωματιδίων AlFeMnSi.....	65
3.3.4. Οπτική μικροσκοπία στιλβωμένων και προσβεβλημένων με Barkers δειγμάτων.....	68
3.3.5. Ηλεκτρονική μικροσκοπία ομογενοποιημένων δειγμάτων.....	82
3.3.6. Στατιστική επεξεργασία μετρήσεων διαμέτρου και λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi στο χυτό και τα ομογενοποιημένα δείγματα.....	83
3.3.7. Θερμιδομετρία διαφορικής σάρρωσης (Differential Scanning Calorimetry - DSC).....	89
4. Συμπεράσματα.....	92
Παράρτημα.....	94
Εικόνες οπτικής & ηλεκτρονικής μικροσκοπίας.....	95
Παραμένοντα διαγράμματα ANOVA.....	99
Βιβλιογραφία.....	102

## Λίστα Εικόνων

Εικόνα 1 Χυτές μπιγιέτες αλουμινίου πριν την εισαγωγή τους στο φούρνο ομογενοποίησης. ....	14
Εικόνα 2 Μπιγιέτες αλουμινίου στο χώρο απόψυξης μετά από ομογενοποίηση. ....	16
Εικόνα 3 Η φέτα της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 335°C/h, με τα δοκίμια στις θέσεις από όπου κόπηκαν (4s, 4m, 4c). ....	25
Εικόνα 4 Οπτικές μικρογραφίες από (α) το 432°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα. ....	32
Εικόνα 5 Οπτικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF. ....	33
Εικόνα 6 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 502°C/h -m και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα. ....	34
Εικόνα 7 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF. ....	35
Εικόνα 8 Οπτικές μικρογραφίες όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος με ρυθμό ψύξης 432°C/h, μετά από ηλεκτρολυτική προσβολή με διάλυμα Barkers, για διαφορετικούς χρόνους παραμονής, από 60 έως 120 sec. Για προσβολή διάρκειας 105s και 120s οι πιο φωτεινοί κόκκοι εμφανίζουν μαύρα στίγματα, γεγονός που συνεπάγεται την υπερπροσβολή τους. ....	36
Εικόνα 9 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 502°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού. ....	43
Εικόνα 10 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 502°C/h. ....	44
Εικόνα 11 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 432°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού. ....	45
Εικόνα 12 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 389°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού. ....	46
Εικόνα 13 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 389°C/h. ....	47
Εικόνα 14 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 385°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού. ....	48
Εικόνα 15 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 385°C/h. ....	49
Εικόνα 16 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 335°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού. ....	50
Εικόνα 17 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 335°C/h. ....	51
Εικόνα 18 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του χυτού. ....	68
Εικόνα 19 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του χυτού, όπου φαίνεται η μικροδομή του. ....	69

Εικόνα 20 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 1h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	70
Εικόνα 21 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 4h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	71
Εικόνα 22 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 8h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	72
Εικόνα 23 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και βαφή σε νερό, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	73
Εικόνα 24 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	74
Εικόνα 25 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και ψύξη στο φούρνο, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	75
Εικόνα 26 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 1h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	76
Εικόνα 27 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 4h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	77
Εικόνα 28 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 8h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	78
Εικόνα 29 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και βαφή σε νερό, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	79
Εικόνα 30 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	80
Εικόνα 31 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη στο φούρνο, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.....	81
Εικόνα 32 (α), (β) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη στο φούρνο.....	82
Εικόνα 33 Οπτικές μικρογραφίες των στιλβωμένων δειγμάτων (α) 335°C-c, (β) 432°C-m και (γ) 385°C-s.....	95
Εικόνα 34 Οπτικές μικρογραφίες των προσβεβλημένων με HF δειγμάτων (α) 502°C-c, (β) 432°C-c και (γ) 389°C-c.....	96
Εικόνα 35 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C-c, (β) το 502°C-m και (γ) το 389°C-c, με στίλβωση με OP-U, μίξης OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα.....	97
Εικόνα 36 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C-c, (β) το 385°C-c και (γ) το 389°C-c, με στίλβωση με OP-U, μίξης OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF.....	98

Εικόνα 37 Από αριστερά προς τα δεξιά: Ν. Κολιούμπας (Υπεύθυνος Ποιοτικού Ελέγχου ANOXAL), Μ. Κατσιβαρδά, Α. Ρίκος. Εικόνα από το εργοστάσιο της ANOXAL. ....	107
Εικόνα 38 Από αριστερά προς τα δεξιά: Α. Βαζδιδιβανίδης (Προϊστάμενος τμήματος Μεταλλογραφίας & Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας ΕΛΚΕΜΕ), Μ. Κατσιβαρδά, Α. Ρίκος (Τεχνικός Τμήματος Μεταλλογραφίας & Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας ΕΛΚΕΜΕ). Εικόνα από το εργοστάσιο της ANOXAL.....	107

## Λίστα Πινάκων

Πίνακας 1 Κατηγοριοποίηση διαμορφωμένων κραμάτων Al. ....	11
Πίνακας 2 Υπολογισμός διαθέσιμου, απαιτούμενου Si για σχηματισμό $Mg_2Si$ , περίσσειας αυτού και ποσοστό της φάσης στο κράμα.....	20
Πίνακας 3 Δεδομένα μέσου ρυθμού ψύξης μετά την ομογενοποίηση. ....	21
Πίνακας 4 Η αντιστοιχία δοκιμίων-αιωρήματος με το οποίο έγινε η στίλβωση. Τα c, m, s συμβολίζουν δοκίμιο που ελήφθη από το κέντρο, την ενδιάμεση θέση και την επιφάνεια κάθε μπιγιέτας αντίστοιχα. ....	31
Πίνακας 5 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των μπιγιετών.....	37
Πίνακας 6 Μετρήσεις σκληρότητας σε $HV_{0,2}$ . ....	38
Πίνακας 7 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης $502^{\circ}C/h$ . ....	39
Πίνακας 8 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης $432^{\circ}C/h$ . ....	40
Πίνακας 9 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης $389^{\circ}C/h$ . ....	40
Πίνακας 10 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) και της διαμέτρου ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης $385^{\circ}C/h$ . ....	41
Πίνακας 11 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης $335^{\circ}C/h$ . ....	41
Πίνακας 12 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, χρησιμοποιώντας τη μέθοδο Tukey. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά. ....	59
Πίνακας 13 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, χρησιμοποιώντας τη μέθοδο Tukey. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά. ....	60
Πίνακας 14 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των ομογενοποιημένων δειγμάτων στους $560^{\circ}C$ , όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench. ....	61

Πίνακας 15 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των ομογενοποιημένων δειγμάτων στους 585°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench. .....	62
Πίνακας 16 Μετρήσεις σκληρότητας σε HV <sub>0,2</sub> για θερμική κατεργασία στους 560°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.....	63
Πίνακας 17 Μετρήσεις σκληρότητας σε HV <sub>0,2</sub> για θερμική κατεργασία στους 585°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.....	63
Πίνακας 18 Μέσος όρος των μετρήσεων αριθμού σωματιδίων φάσης AlFeMnSi, λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 560°C. .....	66
Πίνακας 19 Μέσος όρος των μετρήσεων αριθμού σωματιδίων φάσης AlFeMnSi, λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 585°C. .....	66
Πίνακας 20 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.....	85
Πίνακας 21 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.....	86
Πίνακας 22 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.....	87
Πίνακας 23 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.....	88

## Λίστα Σχημάτων

Σχήμα 1 Σχεδιάγραμμα διαδικασίας παραγωγής προϊόντων διέλασης Al (36).....	15
Σχήμα 2 Διμερές διάγραμμα φάσεων αλουμινίου – μαγνησίου (43). .....	18
Σχήμα 3 (α) Διάγραμμα φάσεων Al-Mg <sub>2</sub> Si, με οριοθετημένη την περιοχή που αντιστοιχεί στο κράμα 6063 και (β) τριμερές διάγραμμα Al-Si-Mg (44), (45).....	19
Σχήμα 4 Διάγραμμα ελάττωσης της θερμοκρασίας (°C) συναρτήσει του χρόνου (min) κατά την ψύξη των μπιγιετών μετά την ομογενοποίηση. ....	21
Σχήμα 5 Διάγραμμα θερμικών κατεργασιών. Όπου ΘΠ: Θερμοκρασία Περιβάλλοντος, ΘΚΟ: Θερμική Κατεργασία Ομογενοποίησης, ΒΝ: Βαφή σε Νερό, ΨΑ: Ψύξη στον Αέρα, εκτός του φούρνου και ΨΦ: Ψύξη στο Φούρνο. ....	22
Σχήμα 6 Διάγραμμα ρυθμού απόψυξης σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. ....	23
Σχήμα 7 Διάγραμμα ρυθμού απόψυξης στο φούρνο. ....	23
Σχήμα 8 Διάγραμμα ροής των εργαστηριακών πειραμάτων της διπλωματικής.....	24
Σχήμα 9 Διάγραμμα μεταβολής της ηλεκτρικής αγωγιμότητας και της σκληρότητας στις μπιγιέτες συναρτήσει του ρυθμού ψύξης.....	38
Σχήμα 10 Διάγραμμα λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου συναρτήσει του ρυθμού ψύξης.....	42
Σχήμα 11 Φάσμα ενεργειακής διασποράς ακτίνων X, που αντιστοιχεί στη χημική ανάλυση που υποδεικνύεται (α) με αστερίσκο στην Εικόνα 18α και (β) με βέλος στην Εικόνα 18γ. ....	52
Σχήμα 12 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 502°C/h. ....	54
Σχήμα 13 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης για ρυθμό ψύξης 502°C/h.....	54
Σχήμα 14 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 432°C/h. ....	55
Σχήμα 15 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 432°C/h.....	55
Σχήμα 16 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 389°C/h. ....	56
Σχήμα 17 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης για ρυθμό ψύξης 389°C/h.....	56
Σχήμα 18 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 385°C/h. ....	57
Σχήμα 19 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 385°C/h.....	57
Σχήμα 20 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 335°C/h. ....	58

Σχήμα 21 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 335°C/h.....	58
Σχήμα 22 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για ρυθμούς ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h. ....	59
Σχήμα 23 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για ρυθμό ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h. ..	60
Σχήμα 24 Διάγραμμα μεταβολής της ηλεκτρικής αγωγιμότητας των εργαστηριακά ομογενοποιημένων μπιγιετών συναρτήσει του ρυθμού ψύξης για τις θερμικές κατεργασίες στους 560°C και 585°C. ....	62
Σχήμα 25 Διάγραμμα μεταβολής της σκληρότητας των εργαστηριακά ομογενοποιημένων μπιγιετών συναρτήσει (α) του χρόνου ομογενοποίησης και (β) του ρυθμού ψύξης για τις θερμικές κατεργασίες στους 560°C και 585°C. ....	64
Σχήμα 26 Διάγραμμα λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου του χυτού και συναρτήσει του χρόνου ομογενοποίησης (1, 4, 8, 24h) για τη θερμική κατεργασία (α) των 560°C και (β) των 585°C.....	67
Σχήμα 27 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C και του χυτού (AC – As Cast). ....	85
Σχήμα 28 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C και του χυτού (AC – As Cast). ....	86
Σχήμα 29 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C και του χυτού (AC – As Cast). ....	87
Σχήμα 30 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C και του χυτού (AC – As Cast). ....	88
Σχήμα 31 Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C με αργή απόψυξη σε φούρνο. ....	89
Σχήμα 32 Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C με απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος. ....	90
Σχήμα 33 Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C και βαφή σε νερό. ....	90
Σχήμα 34 Διάγραμμα DSC των ομογενοποιημένων δειγμάτων για 24 ώρες στους 585°C (α) με αργή απόψυξη εντός του φούρνου, (β) απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και (γ) βαφή σε νερό. ....	91
Σχήμα 35 Residual plots των μετρήσεων (α) του λόγου επιμήκυνσης και (β) της μέσης διαμέτρου για ρυθμούς ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h. ....	99
Σχήμα 36 Residual plots των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης και της διαμέτρου, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C. ....	100
Σχήμα 37 Residual plots των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης και της διαμέτρου, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C. ....	101



---

## Ευχαριστίες

Η παρούσα Διπλωματική Εργασία προέκυψε από τη στενή συνεργασία του Εθνικού Μετσόβιου Πολυτεχνείου με τη Βιομηχανία και πιο συγκεκριμένα τις εταιρίες Ελληνικό Κέντρο Ερεύνης Μετάλλων – ΕΛ.Κ.Ε.ΜΕ. Α.Ε. και ΑΝΟΞΑΛ Α.Ε.

Νιώθω την ανάγκη να ευχαριστήσω τους ανθρώπους, οι οποίοι συνέβαλλαν στην επιτυχή έκβαση της δουλειάς αυτής.

Αρχικά ευχαριστώ θερμά τον επίκουρο καθηγητή κ. Σπύρο Παπαευθυμίου, επιβλέποντα της Διπλωματικής μου Εργασίας, τόσο για την υποστήριξη και εμπιστοσύνη στο πρόσωπό μου, όσο και για την ευκαιρία που μου έδωσε να ασχοληθώ επιστημονικά με ένα θέμα βιομηχανικής σημασίας.

Επίσης, ευχαριστώ θερμά τη διεύθυνση της ΕΛ.Κ.Ε.ΜΕ. Α.Ε. που μου επέτρεψε τη διεξαγωγή των εργαστηριακών πειραμάτων κάνοντας χρήση του εργαστηριακού εξοπλισμού της εταιρείας. Θερμά ευχαριστώ τον υπεύθυνο του εργαστηρίου Μεταλλογραφίας και Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας, Δρ. Αθανάσιο Βαζδιδιβανίδη για την υποστήριξη, την καθοδήγηση και τις εποικοδομητικές παρατηρήσεις του.

Για την διάθεση των δειγμάτων και την εμπιστοσύνη που μου έδειξε ευχαριστώ τον υπεύθυνο ποιοτικού ελέγχου της ΑΝΟΞΑΛ Α.Ε., κ. Νικόλαο Κολιούμπα.

Περαιτέρω, ευχαριστώ πολύ τους υποψήφιους Διδάκτορες Ε.Μ.Π. κ. Ευάγγελο Γαβαλά και κα. Μαριάνθη Μπουζούνη για τη συμβολή τους στην περάτωση και στη βελτίωση της εργασίας.

Τέλος ευχαριστώ τους κ. Αντρέα Ρίκο, την κα. Σοφία Παπαδοπούλου, τον Δρ. Γεώργιο Πανταζόπουλο και τον υποψήφιο Διδάκτορα κ. Αναγνώστη Τουλφατζή για την πολύτιμη συνεισφορά τους στη διεξαγωγή των πειραμάτων και τη συγγραφή της εργασίας.

Σας ευχαριστώ όλους ειλικρινά!

---

## Περίληψη

Η παρούσα εργασία αφορά στη διερεύνηση της επίδρασης παραμέτρων της ομογενοποίησης (θερμοκρασία, χρόνος, ρυθμός ψύξης) ως προς τη μικροδομή μπιγιετών αλουμινίου κράματος 6063. Στόχος της μελέτης είναι η βελτιστοποίηση της παραγωγικής διαδικασίας μέσω της ενδελεχούς κατανόησης της εξέλιξης και σχηματισμού της μικροδομής από τη χύτευση και μετά (κατά την ομογενοποίηση και απόψυξη). Προέκυψε ότι ο βαθμός κατακερματισμού και σφαιροποίησης των σωματιδίων AlFeMnSi αυξάνεται από την πρώτη στιγμή της ομογενοποίησης. Η επίδραση της θερμοκρασίας, αναφορικά με το βαθμό κατακερματισμού και σφαιροποίησης, είναι σημαντικότερη από το χρόνο ομογενοποίησης. Παρατηρείται έντονη κατακρήμνιση της φάσης  $Mg_2Si$  σε χαμηλούς ρυθμούς απόψυξης (εντός του φούρνου), καθώς και αυξημένη ηλεκτρική αγωγιμότητα. Σε υψηλούς ρυθμούς απόψυξης παρατηρήθηκε αυξημένη σκληρότητα, λόγω σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος. Η μορφολογία των κόκκων βρέθηκε ομοιόμορφη και ισοαξονική χωρίς να παρουσιάζει μεταβολή ως προς το μέγεθος για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στη θερμοκρασία ομογενοποίησης και για διαφορετικούς ρυθμούς απόψυξης.

## Abstract

This Diploma Thesis reveals the effect of the homogenization parameters (temperature, time, cooling rate) on the microstructure of 6063 alloy billets. Scope was the optimization of crucial process parameters. It was revealed that the degree of fragmentation and spheroidization of AlFeMnSi particles was increased from the first hour of homogenization. The effect of temperature was more important in respect to the degree of fragmentation and spheroidization than the homogenization time. Intense precipitation of the  $Mg_2Si$  phase as well as increased electrical conductivity was observed at low cooling rates (cooling within the furnace). At high cooling rates, increased hardness was found due to solid solution hardening. The grain morphology was found to be uniform and equiaxial without exhibiting a change in size for different soaking times at the homogenization temperature and for different cooling rates.

---

## Synopsis

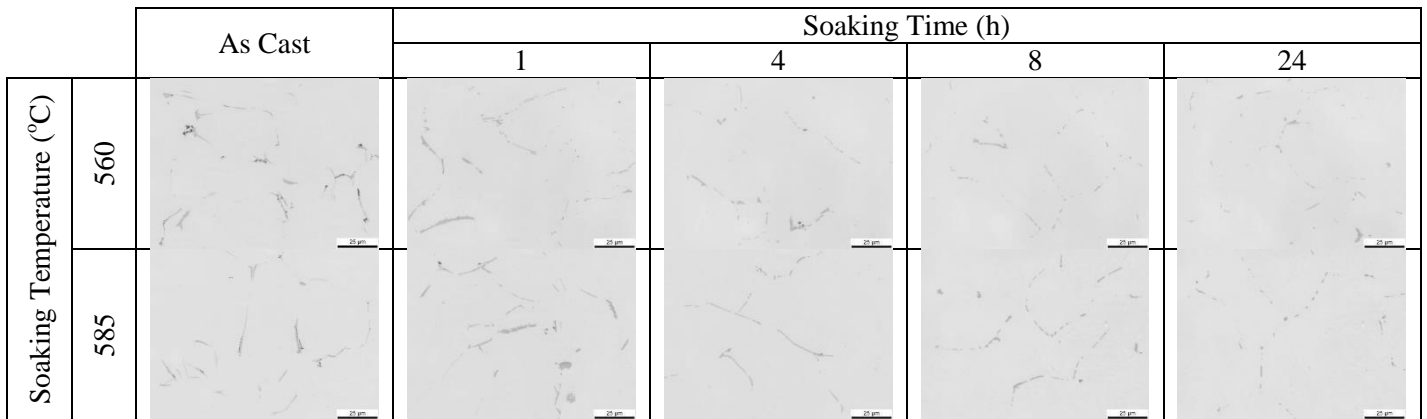
A collaborative work between the NTUA and the industry (ELKEME S.A. and ANOXAL S.A.) was carried out with the aim to determine the effect of homogenization conditions (temperature, time, cooling rate) on the microstructure and hardness of 6063 alloy billets. Homogenization is crucial for the ability to extrude the piece in low cost, but mainly without defects. Thus, it is of importance to determine the most suitable homogenization conditions (temperature, time, cooling rate) and their effect on both microstructure and hardness of 6063 alloy billets.

The AA6063 billet used in the present work was industrially cast in the form of 6m long billet with a diameter of 203 mm. The specimens were submitted to heat treatment at temperatures 560°C and 585°C signifying low and high homogenization temperatures respectively, with the use of laboratory furnace with air circulation. The size and morphology of the AlFeMnSi intermetallic particles (mean diameter, aspect ratio) and the precipitation behavior of Mg<sub>2</sub>Si constituents are examined in detail via a Nikon Epiphot 300 inverted metallographic microscope (Optical Microscope – OM) and a FEI XL40 SFEG Scanning Electron Microscope (SEM) at 20 kV acceleration voltage. The resulting mean diameter and aspect ratio data generated by such measurements using OM and image analysis of the intermetallics, that are relevant to the extent of beta-to-alpha transformation, are statistically processed with “ANOVA”. Hardness measurements were performed using microhardness testing by Vickers indentation under 0.2 kg applied load. Differential Scanning Calorimetry (DSC) experiments were carried out (using Perkin Elmer’s Diamond Differential Scanning Calorimeter, equipped with an intracooler 2P for cooling) to determine the coherency level of the particles that were precipitated during the different cooling rates and to reveal the potential for resolutioning the precipitates during preheating and extrusion of the billets. The samples were heated up from 25°C to 585°C at a rate of 10°C/min. Samples received from the plant were compared to laboratory samples in order to facilitate the process of optimization the thermal treatment and improve extrudability.

From the findings of the present investigation the following were evident:

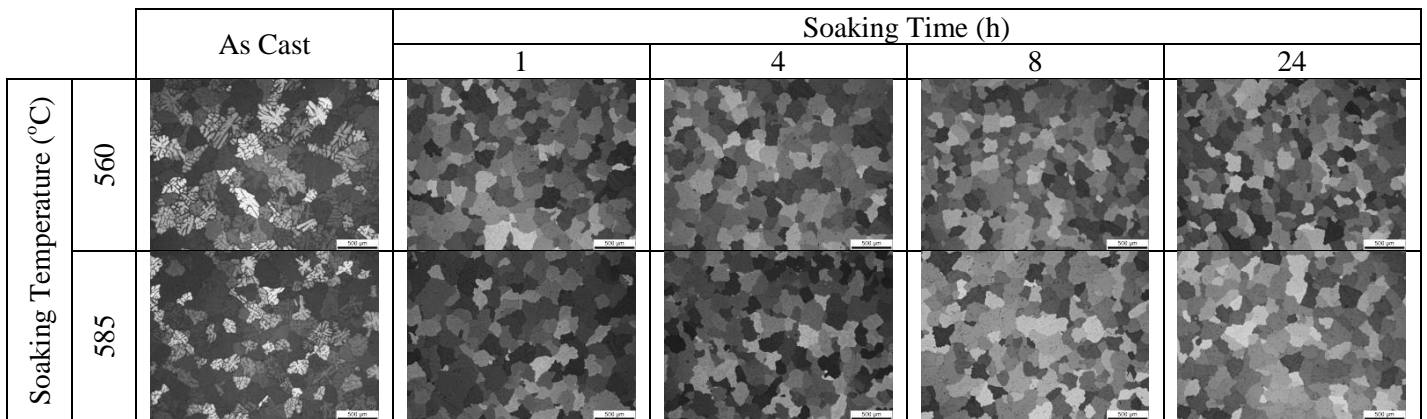
- During homogenization at 560°C and 585°C coarse  $\beta$ -phase transformed to  $\alpha$ -phase, while the aspect ratio and mean diameter of AlFeSi particles decreases from the first hour of soaking (for both temperatures, Figure 1). The lack of

cohesion is also restricted, a fact that becomes apparent from the reduction of standard deviation in comparison to the as cast condition (Tables 1, 2).



**Figure 1 Optical micrographs showing the microstructure of as-cast and homogenized (followed by air cooling) samples soaked for 1, 4, 8, 24h at 560°C and 585°C.**

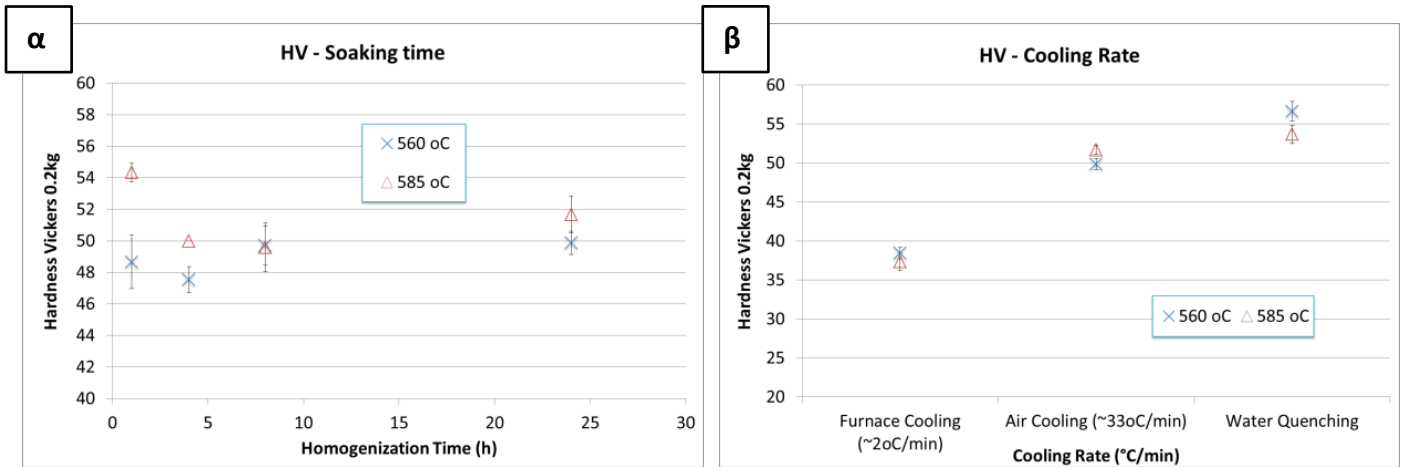
- There is no significant variation in the average grain size (165  $\mu\text{m}$ ) during homogenization, while a more even distribution of the alloying elements is achieved after the completion of the process as it was evidenced by the reduction of the coring zone (Figure 2).



**Figure 2 Optical micrographs showing the microstructure of as-cast and homogenized (followed by air cooling) samples soaked for 1, 4, 8, 24h at 560°C and 585°C, after Barkers etching.**

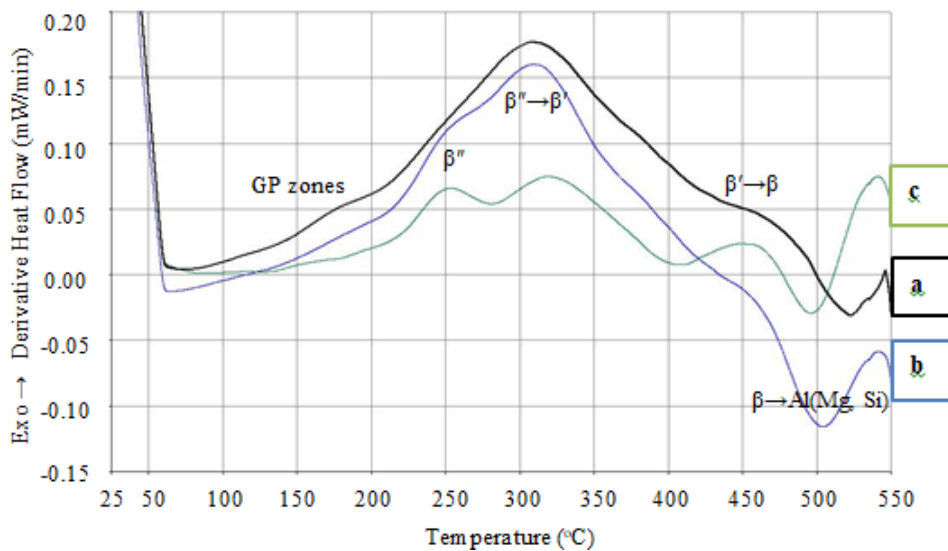
- Samples' hardness decreases for 4h soaking time for both temperatures and increases for 24h reaching almost identical values (50-52  $\text{HV}_{0.2}$ ). Regarding the cooling rate, hardness increases proportionally to the cooling rate, due to

the precipitation of coarse  $Mg_2Si$  particles under lower cooling rates (Figure 3).



**Figure 3** Diagrams showing the evolution of hardness as a function of (a) soaking time and (b) as a function of cooling rate.

- With the aid of DSC the precipitation sequence was monitored. As demonstrated by DSC spectra in Figure 4, the first peak (225-280°C) of all three diagrams points out the precipitation of main strengthening phase  $\beta''$ . Second exothermic and higher peak (280-350°C) stands for  $\beta'' \rightarrow \beta'$  transformation. Stable  $\beta$ -phase is formed at 450°C and dissolves back to the solid solution at the temperature of 470-530°C, illustrated by the main endothermic valley.



**Figure 4 DSC spectra of AlFeSi billet samples, soaked at 585°C and a) furnace cooled, b) air cooled and c) water quenched.**

- The results of aspect ratio and particle diameter of the entire family of homogenized samples (soaked at 560°C and 585°C) possess lower variation compared to the as-cast sample, as their standard deviation depicts. It should also be noticed that clearer distinctions between sample groups, regarding aspect ratio and particle diameter were obtained for homogenization at 585°C.

**Table 1 Grouping information for aspect ratio and particle diameter using the Tukey method<sup>1</sup> (As Cast and homogenized samples at 560 °C). Means that do not share a letter are significantly different.**

<b>Aspect Ratio – 560°C</b>					<b>Mean Diameter – 560°C</b>				
	N	Mean	St Dev	Grouping		N	Mean	St Dev	Grouping
<b>AC</b>	433	5,757	5,169	A	<b>AC</b>	433	2,158	1,996	A
<b>1h</b>	583	4,039	4,232	B	<b>1h</b>	583	1,534	1,338	B
<b>8h</b>	498	3,991	3,671	B	<b>24h</b>	444	1,514	1,002	B
<b>24h</b>	444	3,508	3,676	BC	<b>4h</b>	652	1,475	0,919	B
<b>4h</b>	652	3,193	2,676	C	<b>8h</b>	498	1,429	0,862	B

**Table 2 Grouping information for aspect ratio and particle diameter using the Tukey method (As Cast and homogenized samples at 585 °C). Means that do not share a letter are significantly different.**

<b>Aspect Ratio – 585°C</b>					<b>Mean Diameter – 585°C</b>				
	N	Mean	St Dev	Grouping		N	Mean	St Dev	Grouping
<b>AC</b>	433	5,757	5,169	A	<b>AC</b>	433	2,158	1,996	A
<b>1h</b>	622	4,295	4,137	B	<b>8h</b>	534	1,707	1,220	B
<b>8h</b>	534	3,603	3,241	C	<b>4h</b>	607	1,649	1,159	BC
<b>4h</b>	607	3,569	3,258	C	<b>1h</b>	622	1,592	1,147	BC
<b>24h</b>	655	2,846	2,215	D	<b>24h</b>	655	1,491	1,043	C

<sup>1</sup> The Tukey method is a single-step multiple comparison procedure and statistical test, which is conservative when there are unequal sample sizes.

## 1. Εισαγωγή

Στόχος της παρούσας εργασίας είναι η διερεύνηση της επίδρασης που έχουν διάφορες παράμετροι της ομογενοποίησης στην τελική μικροδομή μπιγιετών αλουμινίου κράματος 6063 μετά το πέρας της συγκεκριμένης θερμικής κατεργασίας, με στόχο τη βελτιστοποίηση της «διελασιμότητας» (επιδεκτικότητας σε διέλαση) και της ποιότητας των τελικών προϊόντων του συγκεκριμένου κράματος. Προκειμένου να επιτευχθούν ομοιόμορφη μικροδομή, ικανοποιητικές ιδιότητες, καλή «διελασιμότητα» και αποδεκτή τελική επιφάνεια, μείζονος σημασίας είναι η ρύθμιση των εξής παραμέτρων: της θερμοκρασίας ομογενοποίησης, του χρόνου παραμονής σε αυτή τη θερμοκρασία, καθώς και του ρυθμού απόψυξης από αυτή. Ο έλεγχος αυτών των παραμέτρων διαμορφώνει το είδος και τη μορφολογία της ενδομεταλλικής φάσης  $\text{AlFeMnSi}$  και την ποσότητα της κατακρημιζόμενης φάσης  $\text{Mg}_2\text{Si}$  του κράματος 6063 (1), (2).

Εκτενής μελέτη του N. Kuijpers (3) έδειξε ότι ο μετασχηματισμός των πλακοειδών  $\beta\text{-AlFeMnSi}$  σωματιδίων σε περισσότερα και σφαιρικότερα σωματίδια τύπου  $\alpha\text{-AlFeMnSi}$  επιτρέπει την ευκολότερη «κατεργασιμότητα» του μετάλλου, βελτιώνει την ολκιμότητα και αποδίδει καλύτερο επιφανειακό αποτέλεσμα (φινίρισμα επιφάνειας), ενώ ο κύριος παράγοντας που υποκινεί το μετασχηματισμό είναι η διαφορά «συγκέντρωσης» Fe στις διεπιφάνειες Al- $\alpha$  και Al- $\beta$  (4). Την βελτίωση της διελασιμότητας λόγω του μετασχηματισμού επιβεβαιώνει και μελέτη των Y. Liu και S. Kang (5). Σε έρευνα για την επίδραση της ομογενοποίησης στην ολκιμότητα του κράματος 6063 σε υψηλή θερμοκρασία, ο K. Couto κ.ά. (6) καταλήγει στο συμπέρασμα ότι η ευνοϊκότερη μικροδομή προς κατεργασία εν θερμώ είναι αυτή με πλήρως μετασχηματισμένη  $\beta$ -φάση σε  $\alpha$ -φάση και χωρίς φάσεις  $\text{Mg}_2\text{Si}$ . Σύμφωνα με τα αποτελέσματα μοντελοποίησης του μετασχηματισμού της φάσης  $\text{AlFeMnSi}$  σε κράματα σειράς 6xxx, που διεξήγαγαν οι Γ. Χαϊδεμενόπουλος κ.ά. (7), ο λόγος  $\alpha$ -προς  $\beta\text{-AlFeMnSi}$  αυξάνεται για υψηλότερη θερμοκρασία (για το εύρος 540-580°C, με βήμα 10°C) και χρόνο ομογενοποίησης (έως 20h), ενώ η διαλυτοποίηση της φάσης  $\text{Mg}_2\text{Si}$  είναι ταχεία (8).

Όσον αφορά στη διαδικασία της ομογενοποίησης και στη συσχέτισή της με τη μικροδομή, ο Y. Birol (9), (10), (11), (12) έχει διεξαγάγει πλήθος πειραμάτων σε μπιγιέτες κράματος 6063 αλλά και άλλων κραμάτων σειράς 6xxx χρησιμοποιώντας

## 1. Εισαγωγή

---

διαφορετικές συνθήκες θερμοκρασίας, χρόνου παραμονής στη θερμοκρασία ομογενοποίησης και ρυθμού ψύξης. Οι χρόνοι ομογενοποίησης που χρησιμοποιήσε ήταν 2, 4 και 6h, ενώ οι θερμοκρασίες 540, 560 και 580°C. Πλήρης μετασχηματισμός της  $\beta$ -AlFeMnSi σε  $\alpha$ -φάση υπήρξε μόνο στο πείραμα των 580°C για διάρκεια 6h. Αναφορικά με τη διαλυτοποίηση της φάσης  $Mg_2Si$  κατά την επαναθέρμανση των μπιγιετών στους 500°C για 2h πριν την κατεργασία, αποδίδεται επαρκώς λεπτομερής μικροδομή των ενδομεταλλικών φάσεων αλλά και των κατακρημνισμάτων για τη βελτιστοποίηση της μεθόδου (13).

Για τη διερεύνηση των παραπάνω παραγόντων μελετήθηκαν πέντε μπιγιέτες  $\varnothing 203$  mm με διαφορετικό ρυθμό ψύξης μετά από ομογενοποίηση υψηλής θερμοκρασίας, που πραγματοποιήθηκε από την ANOXAL. Επιπλέον, διεξήχθησαν εργαστηριακά πειράματα για τη μελέτη των υπόλοιπων παραμέτρων, αλλά και του ρυθμού ψύξης.

Παράλληλα πραγματοποιήθηκαν παρατηρήσεις αναφορικά με την μικροδομή που αποδίδουν διάφορες τεχνικές μεταλλογραφικής προετοιμασίας. Πιο συγκεκριμένα το είδος λιπαντικού στο τελικό στάδιο της στίλβωσης, η διάρκεια ηλεκτρολυτικής προσβολής με διάλυμα Barker's, ενώ έγινε σύγκριση της ποιότητας μικρογραφιών δειγμάτων που έχουν προκύψει από λείανση και στίλβωση και των ιδίων ύστερα από χημική προσβολή με HF.



# 1. Εισαγωγή

---

## 1.1. Το αλουμίνιο και τα κράματά του

### 1.1.1. Χρήσεις του αλουμινίου

Το αλουμίνιο χρησιμοποιείται ευρέως σε πληθώρα εφαρμογών, όπως ο τομέας των μεταφορών (αυτοκινητοβιομηχανία, αεροναυπηγική, διαστημική τεχνολογία, κ.ά.), της αρχιτεκτονικής, της ηλεκτρικής βιομηχανίας και της συσκευασίας αναψυκτικών και τροφίμων (14), (15). Η χρήση του αλουμινίου οφείλεται σε ορισμένες ιδιότητές του, όπως το χαμηλό ειδικό βάρος του και η δυνατότητα να ανακυκλωθεί αρκετές φορές. Μάλιστα, η ενέργεια που χρειάζεται για την ανακύκλωση αντιστοιχεί στο 5% της ενέργειας, η οποία απαιτείται για τη δημιουργία του από την πρώτη ύλη (16). Το 20 με 25% των προϊόντων έλασης αλουμινίου που πωλούνται κάθε χρόνο, είναι προϊόντα διέλασης. Από αυτά περίπου το 95% είναι κράματα της σειράς 6xxx, δηλαδή κράματα αλουμινίου-μαγνησίου-πυριτίου. Από όλα τα κράματα που υφίστανται διέλαση, τα κράματα της σειράς 6xxx δίνουν προϊόντα με μια ευρεία ποικιλία χρήσιμων ιδιοτήτων (17).

### 1.1.2. Ιδιότητες του αλουμινίου

Το αλουμίνιο (Al) ανήκει στην ομάδα IIIA (13) του περιοδικού συστήματος και έχει ατομικό αριθμό 13. Είναι το πιο άφθονο μέταλλο στο φλοιό της Γης (αποτελεί το 8% κ.β. του φλοιού) και συνολικά το τρίτο (3ο) πιο άφθονο χημικό στοιχείο στον πλανήτη μας, μετά το οξυγόνο και το πυρίτιο και βρίσκεται σε πάνω από 270 διαφορετικά ορυκτά. Η κύρια πηγή για τη βιομηχανική παραγωγή του μετάλλου αυτού είναι ο βωξίτης (18).

Κρυσταλλώνεται στο εδροκεντρωμένο κυβικό σύστημα (FCC) χωρίς να παρουσιάζει αλλοτροπία. Η ατομική του ακτίνα είναι 2.856 Å, η σταθερά πλέγματος 4.05Å (1 Å = 10<sup>-8</sup>cm) και η πυκνότητά του είναι ίση με 2.7 g/cm<sup>3</sup>. Το σημείο τήξης του είναι περίπου 659.7°C και το σημείο ζέσεως 2519°C. Στην εδροκεντρωμένη κυβική δομή οι πυκνές διευθύνσεις σε άτομα είναι οι διαγώνιες του κύβου, δηλαδή οι διευθύνσεις <110> (19), (20).

Το αλουμίνιο είναι ένα ελαφρύ, πολύ όλκιμο μέταλλο. Μαζί με το μαγνήσιο και το τιτάνιο, ανήκει στην κατηγορία των ελαφρών μετάλλων με πυκνότητα 2,7 g/cm<sup>3</sup> έναντι 7,8 g/cm<sup>3</sup> για τον σίδηρο και 8,9 g/cm<sup>3</sup> για τον χαλκό. Το μέτρο ελαστικότητάς του είναι περίπου το ένα τρίτο του χάλυβα (~70 GPa), πράγμα που σημαίνει ότι το

# 1. Εισαγωγή

---

αλουμίνιο παραμορφώνεται ελαστικά τρεις φορές λιγότερο από τον χάλυβα, κάτω από αντίστοιχη φόρτιση. Αυτή η ιδιότητα βελτιώνεται σημαντικά με την κραμάτωση (21). Η υψηλή του αντιδιαβρωτική ικανότητα οφείλεται στη μεγάλη του χημική συγγένεια με το οξυγόνο, οπότε αν αφηθεί στον ατμοσφαιρικό αέρα οξειδώνεται ταχέως σχηματίζοντας ένα λεπτό, επιφανειακό και συνεχές στρώμα αλουμίνιας ( $Al_2O_3$ ), το οποίο είναι αδιαπέραστο από το οξυγόνο και προσφέρει στο μέταλλο αντιοξειδωτική προστασία (φαινόμενο της παθητικοποίησης) (22). Το καθαρό αλουμίνιο είναι αρκετά μαλακό και όλκιμο και παρουσιάζει καλή κατεργασιμότητα. Με την προσθήκη σιδήρου, χαλκού και άλλων κραματικών στοιχείων βελτιώνονται κατά πολύ οι μηχανικές του ιδιότητες. Χαρακτηρίζεται επίσης από πολύ καλή θερμική και ηλεκτρική αγωγιμότητα, έχοντας το 62% της αγωγιμότητας του χαλκού, με μικρότερο ειδικό βάρος και χαμηλότερο κόστος παραγωγής απ' αυτόν. Επιπλέον, λόγω της μεγάλης μηχανικής αντοχής που επιδεικνύει ως προς το βάρος του, καθίσταται βασικό δομικό στοιχείο σε κατασκευές, όπως στην αυτοκινητοβιομηχανία και κυρίως, στην αεροναυπηγική (23).

Οι κυριότερες προσθήκες στο αλουμίνιο είναι ο χαλκός, το μαγγάνιο, το πυρίτιο, το μαγνήσιο και ο ψευδάργυρος ενώ και άλλα στοιχεία προστίθενται σε πολύ μικρές ποσότητες για πολύ ειδικούς σκοπούς (π.χ. εκλέπτυνση κόκκου, μετασχηματισμούς). Το πυρίτιο μειώνει το σημείο τήξης και αυξάνει τη ρευστότητα του αλουμινίου. Αυξάνει επίσης σε μέτριο βαθμό την αντοχή του και την αντοχή του σε διάβρωση. Το μαγνήσιο παρέχει σημαντική ενίσχυση και βελτίωση των χαρακτηριστικών της ψυχρηλασίας. Επίσης βελτιώνει τη μηχανική αντοχή και την αντοχή σε διάβρωση. Σε ποσοστό μεγαλύτερο του 6% προκαλεί σκλήρυνση με κατακρήμνιση. Το μαγνήσιο προστίθεται και σε συνδυασμό με άλλα στοιχεία, κυρίως με χαλκό και με ψευδάργυρο, για ακόμη καλύτερη ενίσχυση της αντοχής της μήτρας του αλουμινίου (24), (25), (26).

### 1.1.3. Τα κράματα του αλουμινίου

Τα διάφορα κράματα αλουμινίου διακρίνονται σε χυτά και κατεργασμένα και τυποποιούνται σύμφωνα με την A.A. (Aluminium Association). Η τυποποίηση των κραμάτων γίνεται σύμφωνα με την κύρια πρόσμειξη τόσο στα χυτά, όσο και στα κατεργασμένα κράματα. Οι διάφορες σειρές των κατεργασμένων κραμάτων αλουμινίου φαίνονται στον Πίνακα 1 (27).

# 1. Εισαγωγή

Το σύστημα σχεδιασμού και ονοματολογίας των κραμάτων διαμόρφωσης αλουμινίου περιλαμβάνει τέσσερα ψηφία όπου: το πρώτο ψηφίο δείχνει τα κύρια κραματικά στοιχεία, το δεύτερο ψηφίο δηλώνει % ακαθαρσίες, και τα 2 τελευταία συμβολίζουν είτε συγκεκριμένο κράμα της σειράς, είτε ποσοστό αλουμινίου πάνω από 99%, όταν το πρώτο ψηφίο είναι 1.

**Πίνακας 1 Κατηγοριοποίηση διαμορφωμένων κραμάτων Al.**

Σειρά	Κύρια Πρόσμιξη	Εφαρμογή
1xxx	Al>99%	Κατασκευή εναλλακτών θερμότητας
2xxx	Cu	Εξαρτήματα αεροναυπηγικής
3xxx	Mn	Παρόμοιες με 1xxx, καλύτερες αντοχές
4xxx	Si	Σύρμα συγκολλήσεων, σκελετοί σκαφών
5xxx	Mg	Σωλήνες, λέβητες, εφαρμογές θαλάσσης
6xxx	Mg-Si	Σασί αυτοκινήτων, κουφώματα
7xxx	Zn	Εξαρτήματα αεροναυπηγικής

Για τις σειρές 2xxx ως 7xxx το κύριο κραματικό στοιχείο είναι αυτό που βρίσκεται σε μεγαλύτερο ποσοστό στο κράμα και καθορίζει την κατηγορία στην οποία κατατάσσεται το κράμα. Εξαιρέση αποτελούν τα κράματα της σειράς 6xxx στα οποία η κατηγορία ορίζεται από την αναλογία μαγνησίου και πυριτίου τα οποία δημιουργούν τη μεσομεταλλική ένωση  $Mg_2Si$ . Στη σειρά 1xxx, το τρίτο και το τέταρτο ψηφίο στην ονοματολογία υποδεικνύουν το μικρότερο ποσοστό του αλουμινίου π.χ. κράμα 1040 έχει ελάχιστο ποσοστό αλουμινίου 99,40%. Για τις σειρές 2xxx έως 8xxx, το δεύτερο ψηφίο δείχνει τροποποιήσεις των κραμάτων. Τα δύο τελευταία ψηφία δεν έχουν ιδιαίτερη σημασία αλλά βοηθούν μόνο για την ταυτοποίηση διαφορετικών κραμάτων της ίδιας κατηγορίας (18).

# 1. Εισαγωγή

---

## 1.1.4. Ιδιότητες κραμάτων Al-Mg-Si (6xxx)

Οι ιδιότητες των κραμάτων της σειράς 6xxx συνοψίζονται παρακάτω:

- ✓ Υφίστανται θερμική κατεργασία γήρανσης
- ✓ Έχουν μεγάλη αντοχή στη διάβρωση και εξαιρετική ολκιμότητα
- ✓ Εύρος αντοχής σε εφελκυσμό 125 – 400 MPa
- ✓ Συγκολλούνται εύκολα
- ✓ Ικανότητα για διέλαση (η ιδιότητα αυτή τα κάνει την πρώτη εκλογή για αρχιτεκτονικές και κατασκευαστικές λύσεις όπου επίσης απαιτείται ιδιαίτερα μεγάλη αντοχή)

Ο πολύ καλός συνδυασμός υψηλής αντοχής, δυνατότητας διαμόρφωσης, αντοχής στη διάβρωση και επιδεκτικότητας συγκόλλησης («συγκολλησιμότητας»), έχει ως αποτέλεσμα μια μεγάλη ποικιλία εφαρμογών αυτών των κραμάτων: στα μέσα μεταφοράς, στις θαλάσσιες κατασκευές, στα θερμαντικά μέσα, σε υποδομές κτηρίων και κατασκευών, στα αυτοκίνητα, σε εξαρτήματα που χρησιμοποιούνται σε αεροπορικές και αεροδιαστημικές βιομηχανίες. Επίσης, ορισμένες εφαρμογές περιλαμβάνουν σωλήνες, καλώδια, ράβδους, μπάρες, κοίλες διατομές κλπ. Τα πιο αντιπροσωπευτικά είναι τα κράματα 6061, 6063, 6111 (1).

### 1.2. Παραγωγική διαδικασία προϊόντων διέλασης

#### 1.2.1. Χύτευση και στερεοποίηση του αλουμινίου

Όταν αλουμίνιο υψηλής καθαρότητας ψύχεται αργά από την υγρή κατάσταση, περίπου στους 660°C λαμβάνει χώρα η στερεοποίηση, που συνοδεύεται από απελευθέρωση θερμότητας (λανθάνουσα θερμότητα τήξης) δημιουργώντας ένα σημείο διακοπής στην καμπύλη ψύξης. Η απελευθέρωση θερμότητας συνεχίζεται μέχρι να στερεοποιηθεί όλη η μάζα του μετάλλου. Με περαιτέρω ψύξη του ως τη θερμοκρασία δωματίου δεν παρατηρείται άλλο παρόμοιο σημείο στην καμπύλη ψύξης. Αυτή η συμπεριφορά διαφοροποιεί το αλουμίνιο από αρκετά άλλα μέταλλα (28). Περνώντας από την υγρή στη στερεή φάση οι κρυσταλλίτες που δημιουργούνται, παρεμποδίζουν ο ένας τον άλλο δημιουργώντας ακανόνιστα πολύεδρα (29). Αφού ολοκληρωθεί η στερεοποίηση, είναι επιθυμητό η ψύξη να γίνεται γρήγορα, έτσι ώστε να υπάρχει ομοιομορφία μικροδομής κατά μήκος της διαμέτρου της μπιγιέτας, καθώς και να υπάρχουν ομοιόμορφα κατανεμημένες μεσομεταλλικές ενώσεις. Οι συνθήκες που επικρατούν κατά τη διάρκεια της χύτευσης έχουν ως αποτέλεσμα τη δημιουργία μακρο- και μικρο-διαφορισμού, ο οποίος μπορεί να βλάψει την ποιότητα της επιφάνειας των προϊόντων διέλασης και να οδηγήσει σε μείωση της ταχύτητας διέλασης (30), (31). Αυτά μπορεί να αποφευχθούν με τον έλεγχο των συνθηκών της χύτευσης. Ο τοπικός χρόνος στερεοποίησης, που ελέγχει τη μεγέθυνση των κόκκων, μπορεί να μετρηθεί με την εισαγωγή και ψύξη μικρών θερμοστοιχείων στο μέταλλο κατά τη συνεχή χύτευση. Με αυτόν τον τρόπο μπορεί να καθοριστεί η διεπιφάνεια υγρού-στερεού. Αυτοί οι παράγοντες είναι σημαντικοί, γιατί επηρεάζουν τη δυνατότητα διέλασης του υλικού και καθορίζουν τον χρόνο και τη θερμοκρασία ομογενοποίησης, η οποία ακολούθως επηρεάζει τις μηχανικές ιδιότητες. Τέλος, κατά τη χύτευση πρέπει να γίνεται χρήση συλλιπασμάτων με σκοπό να απομακρυνθούν αέρια (υδρογόνο) ή μη μεταλλικές ουσίες, όπως οξειδία του αλουμινίου ή του μαγνησίου, τα οποία έχουν εγκλωβιστεί στο μέταλλο. Συχνά χρησιμοποιούνται φίλτρα, είτε μόνα τους, είτε σε συνδυασμό με συλλιπάσματα, έτσι ώστε να διασφαλιστεί ο σωστός καθαρισμός του μετάλλου (32), (33).

# 1. Εισαγωγή

---

## 1.2.2. Ομογενοποίηση αλουμινίου

Μετά τη χύτευση και τη στερεοποίηση το επόμενο στάδιο, το οποίο καθορίζει την ικανότητα διέλασης και τις μηχανικές ιδιότητες των προϊόντων διέλασης, είναι αυτό της ομογενοποίησης της μπιγιέτας (Εικόνα 1, Σχήμα 1). Στόχοι αυτής της κατεργασίας είναι: η μείωση των επιπτώσεων του μικροδιαφορισμού, η απαλοιφή ευτηκτικών εκτός ισορροπίας με χαμηλό σημείο τήξης, που μπορεί να προκαλέσουν ρηγμάτωση κατά τη μετέπειτα κατεργασία, και η ελεγχόμενη κατακρήμνιση της περίσσειας συγκέντρωσης στοιχείων, που διαλύθηκαν κατά τη στερεοποίηση (34). Η θερμοκρασία, ο χρόνος και οι ρυθμοί θέρμανσης και ψύξης, κατά την ομογενοποίηση της μπιγιέτας, είναι σημαντικοί και εύκολα προσβάσιμες παράμετροι, οι οποίες μπορούν να μεταβληθούν με στόχο την επίτευξη ενός συνδυασμού διελασιμότητας και επιδεκτικότητας σε τεχνητή γήρανση (35).

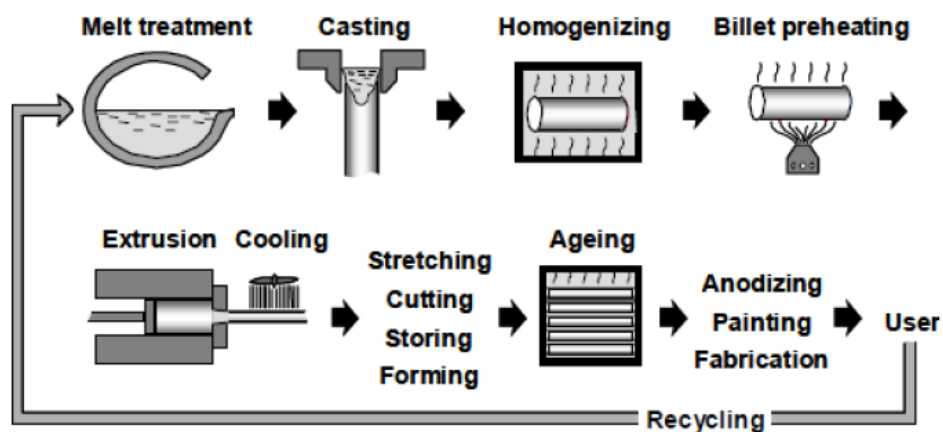


**Εικόνα 1** Χυτές μπιγιέτες αλουμινίου πριν την εισαγωγή τους στο φούρνο ομογενοποίησης.

Κατά τη διαδικασία της ομογενοποίησης η μπιγιέτα θερμαίνεται σε κατάλληλη θερμοκρασία για αρκετό χρόνο έτσι ώστε να επιτευχθεί πλήρης ή σχεδόν πλήρης διαλυτοποίηση των μεσομεταλλικών ενώσεων και ομοιόμορφη διασπορά τους κατά

# 1. Εισαγωγή

την επιφάνεια της διατομής. Στην πράξη η θερμοκρασία ομογενοποίησης κυμαίνεται από 530 ως 590°C για 6 ως 8 ώρες. Ο χρόνος της θερμικής κατεργασίας εξαρτάται από το μέγεθος κόκκων και το ρυθμό διάχυσης των κραματικών στοιχείων. Για το κράμα 6063, με πολύ χαμηλό επίπεδο Mn, χρειάζονται 6 ώρες στους 580°C για πλήρη μετασχηματισμό της  $\beta$ -AlFeSi σε  $\alpha$ -AlFeSi. Σε κάθε περίπτωση πρέπει να υπάρχει επαρκής χρόνος στην κατάλληλη θερμοκρασία για να αναδιαταχθούν τα άτομα σε μία κατάσταση ισορροπίας με τη μετακίνησή τους διαμέσου της δομής (32), (11).



Σχήμα 1 Σχεδιάγραμμα διαδικασίας παραγωγής προϊόντων διέλασης Al (36).

Οι ομογενοποιημένες μπιγιέτες μπορούν να διελαθούν γρηγορότερα σε σχέση με τις μπιγιέτες που προέρχονται κατευθείαν από τη χύτευση. Επίσης με την ομογενοποίηση επιτυγχάνεται καλύτερη επιφάνεια του προφίλ και βελτίωση των μηχανικών ιδιοτήτων σε σχέση με τις μπιγιέτες που προέρχονται απευθείας από χύτευση. Μια πλήρως ομογενοποιημένη μπιγιέτα έχει μεγαλύτερη ευκολία στο να υποστεί διέλαση. Μια εκτίμηση της ποιότητας της ομογενοποίησης μπορεί να γίνει σύμφωνα με το μέγεθος και την κατανομή των σωματιδίων  $Mg_2Si$  και των μεσομεταλλικών ενώσεων  $\alpha$ -φάσης AlFeSi. Κατά τη διάρκεια της ομογενοποίησης το ενδοδενδρικό δίκτυο πλακοειδών  $\beta$ -AlFeSi ενδομεταλλικών αντικαθίσταται από τα πιο σφαιρικά, ασυνεχή σωματίδια  $\alpha$ -AlFeSi, ενώ τα σωματίδια της φάσης  $Mg_2Si$  μέσα στη μήτρα του αλουμινίου ανακατανέμονται και διαλυτοποιούνται. Αυτή η διαδικασία ολοκληρώνεται συνήθως περίπου σε δύο ώρες (11).

## 1. Εισαγωγή

---

Αφού γίνει η ομογενοποίηση, ακολουθεί απόψυξη της μπιγιέτας (Εικόνα 2). Ο ρυθμός ψύξης έχει μεγάλη σημασία. Με βαφή στο νερό, η μπιγιέτα που προκύπτει μπορεί να υποστεί διέλαση γρηγορότερα και σε μικρότερη θερμοκρασία απ' ό τι αν είχε ψυχθεί πιο αργά. Ο γρήγορος ρυθμός ψύξης θα διατηρήσει το μαγνήσιο και το πυρίτιο σε κατάσταση στερεού διαλύματος. Δε θα είναι ανεπιθύμητο να υπάρχουν λίγα και μικρά κατακρημνίσματα  $Mg_2Si$ , δεδομένου ότι θα επαναδιαλυτοποιηθούν κατά τη διάρκεια της αναθέρμανσης πριν τη διέλαση. Μερικές φορές γίνεται χρήση μιας δεύτερης ισοθερμοκρασιακής κατεργασίας για την προώθηση της κατακρήμνισης μεσομεταλλικών ενώσεων σε μέγεθος, που δεν ξεπερνά τα μερικά νανόμετρα (νανοσωματίδια) (34).



**Εικόνα 2 Μπιγιέτες αλουμινίου στο χώρο απόψυξης μετά από ομογενοποίηση.**

Η ομογενοποίηση προκαλεί αλλαγές στη δομή, οι οποίες είναι σημαντικές για την επιδεκτικότητα διαμόρφωσης («διαμορφωσιμότητα») και τη μετέπειτα θερμική κατεργασία. Σε θερμοκρασία ομογενοποίησης η φάση  $Mg_2Si$  είναι διαλυτή στη μήτρα αλουμινίου και τα Mg-Si διαχέονται για εξισορρόπηση των συγκεντρώσεων τους (Σχήματα 2 και 3). Η στερεή διαλυτότητα της  $Mg_2Si$  ποικίλει από 0,71% στους 441°C έως 1,42% στους 552°C. Παρ' όλα αυτά, το στερεό διάλυμα είναι σταθερό μόνο σε υψηλές θερμοκρασίες. Η φάση  $Mg_2Si$  μπορεί να κατακρημνιστεί όταν ένα κράμα ψυχθεί κάτω από τη solvus. Το πλήθος και μέγεθος των σωματιδίων που σχηματίζονται εξαρτώνται από το σύστημα θερμοκρασίας-χρόνου (37). Ο ρυθμός



## 1. Εισαγωγή

---

ψύξης από τη θερμοκρασία ομογενοποίησης στη θερμοκρασία δωματίου έχει σημαντική επίδραση στη μικροδομή. Το  $Mg_2Si$  τείνει να επανακατακρημνιστεί για να προσεγγίσει τις συνθήκες ισορροπίας. Η κανονική ακολουθία κατακρήμνισης διαγραμματοποιείται ως εξής (38):



όπου SS: στερεό διάλυμα (solid solution), GP: ζώνες Guinier-Preston. Η κατακρήμνιση συμβαίνει λόγω υπερκορεσμού του στερεού διαλύματος κατά την ψύξη του από τη θερμοκρασία ομογενοποίησης, οπότε και αποβάλλει τα κραματικά στοιχεία δημιουργώντας τις ζώνες Guinier-Preston, οι οποίες είναι συνεκτικές με το μητρικό πλέγμα και μπορούν να επιφέρουν σκλήρυνση (39).

Με ψύξη βραδύτερη από  $200^\circ C/h$  τα κατακρημνίσματα έχουν χρόνο να μεγαλώσουν, ενώ με ρυθμό μικρότερο από  $100^\circ C/h$  παράγονται τραχιά  $\beta-Mg_2Si$  σωματίδια που διαλυτοποιούνται δύσκολα κατά την αναθέρμανση (11). Η φάση  $Mg_2Si$  εν διαλύσει αυξάνει την αντίσταση στη διέλαση (flow stress) με αποτέλεσμα μετά την κατακρήμνιση να σημειώνεται πτώση της μέγιστης πίεσης στη διέλαση (10), (40), (41), (42).

Προτού δημιουργηθούν πλινθώματα μέσω άμεσης ψύξης σε ημιτελείς μορφές, είναι απαραίτητο να ομογενοποιηθούν σε θερμοκρασία συνήθως μεταξύ  $450-600^\circ C$ . Αυτή η κατεργασία περιλαμβάνει τα εξής:

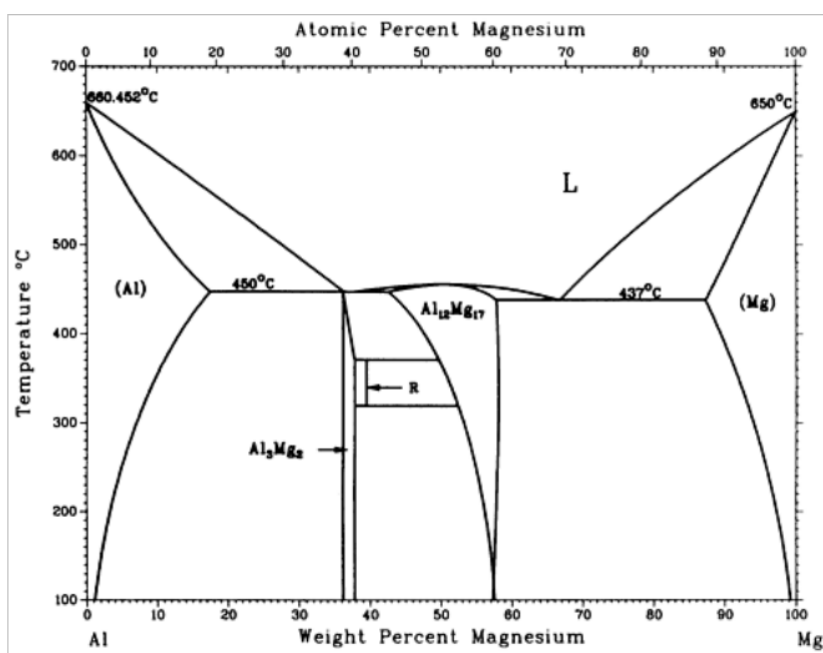
- Μείωση των φαινομένων μικροδιαφορισμού
- Απομάκρυνση των εκτός ισορροπίας ευτηκτικών χαμηλού σημείου τήξης που μπορεί να προκαλέσουν ρηγματώση κατά την μετέπειτα κατεργασία
- Ελεγχόμενη κατακρήμνιση της περίσσειας στοιχείων, που διαλύονται κατά την στερεοποίηση.

Η ομογενοποίηση συμπεριλαμβάνει κυρίως την διάχυση των κραματικών στοιχείων από τα όρια των κόκκων και άλλες πλούσιες σε διαλυόμενη ουσία στο κέντρο των κόκκων. Ο χρόνος, που απαιτείται εξαρτάται από τις αποστάσεις διάχυσης, π.χ. το μέγεθος των κόκκων (ή τη διαδενδριτική απόσταση) και τους ρυθμούς διάχυσης των κραματικών στοιχείων. Με βάση τα παραπάνω η μέση απόσταση,  $x$ , που μπορεί να διανύσει ένα άτομο σε χρόνο  $t$  δίνεται από τη σχέση

# 1. Εισαγωγή

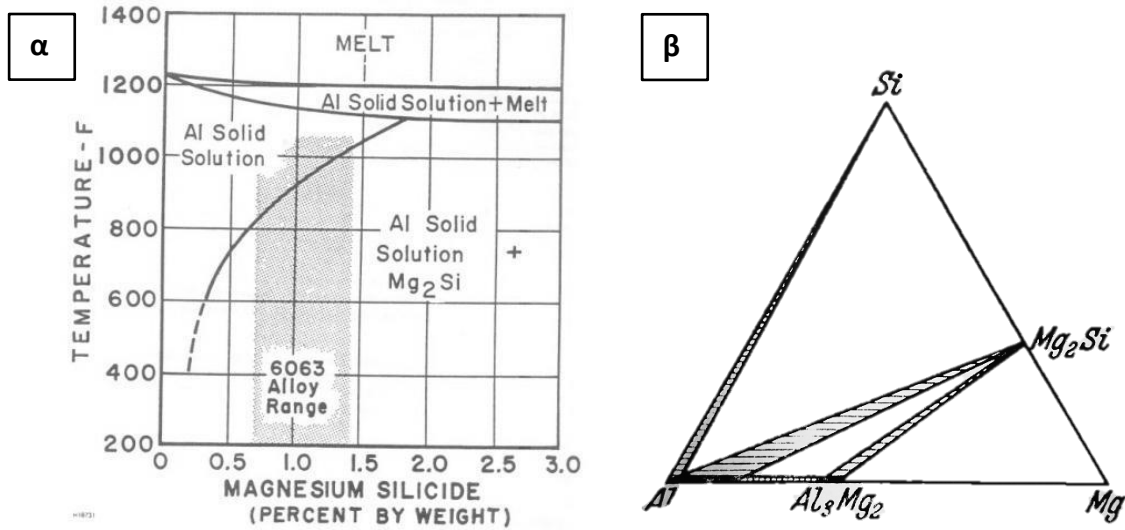
$x=\sqrt{(Dt)}$ , όπου  $D$  είναι ο συντελεστής διάχυσης. Ο  $D$  είναι ισχυρά εξαρτώμενος από τη θερμοκρασία, και οι τιμές για διαφορετικά στοιχεία μπορεί να ποικίλουν σε διάφορες τάξεις μεγέθους. Παραδείγματα μερικών στοιχείων διαλυμένων σε αλουμίνιο στους  $500^{\circ}\text{C}$  είναι:  $\text{Mn } 10^{-13}\text{cm}^2\text{ s}^{-1}$ ,  $\text{Cu } 5 \times 10^{-10}\text{cm}^2\text{ s}^{-1}$ ,  $\text{Mg}$  και  $\text{Si } 1 \times 10^{-9}\text{cm}^2\text{ s}^{-1}$ . Όσο μεγαλύτερο είναι το μέγεθος των δενδριτικών σε ένα πλίνθωμα, τόσο μεγαλύτερες είναι οι αποστάσεις διάχυσης που συμμετέχουν. Για παράδειγμα, αν το  $x$  διπλασιαστεί στην παραπάνω σχέση, ο χρόνος  $t$  πρέπει να υποδιπλασιαστεί. Από την άλλη, η αύξηση της θερμοκρασίας οδηγεί σε αύξηση του ρυθμού διάχυσης. Στην πράξη, οι χρόνοι ομογενοποίησης συνήθως κυμαίνονται από 6 έως 24 ώρες, ανάλογα με τις συνθήκες χύτευσης και το κράμα.

Η ομογενοποίηση είναι ιδιαίτερα σημαντική για τα κράματα υψηλής αντοχής καθώς συμβάλει στη κατακρήμνιση και στην ανακατάταξη μικροσκοπικών μεσομεταλλικών συστατικών, όπως  $\text{Al}_6\text{Mn}$ ,  $\text{Al}_{12}\text{Mg}_2\text{Cr}$  και  $\text{Al}_3\text{Zr}$  (34).



Σχήμα 2 Διμερές διάγραμμα φάσεων αλουμινίου – μαγνησίου (43).

# 1. Εισαγωγή



Σχήμα 3 (α) Διάγραμμα φάσεων Al-Mg<sub>2</sub>Si, με οριοθετημένη την περιοχή που αντιστοιχεί στο κράμα 6063 και (β) τριμερές διάγραμμα Al-Si-Mg (44), (45).

## 2. Πειραματική Διαδικασία

### 2. Πειραματική Διαδικασία

Κατά το πρώτο σκέλος της παρούσας διπλωματικής εργασίας μελετήθηκαν πέντε ομογενοποιημένες μπιγιέτες Ø203 mm, κράματος EN AW-6063, από την ANOXAL με διαφορετικούς ρυθμούς ψύξης. Η χημική σύσταση των μπιγιετών ορίζεται σύμφωνα με το πρότυπο EN573-3, ενώ στον Πίνακα 2 παρουσιάζεται ο υπολογισμός περιεκτικότητας της φάσης πυριτιούχου μαγνησίου ( $Mg_2Si$ ) σύμφωνα με το ακόλουθο τυπολόγιο που βασίζεται στη στοιχειομετρική αναλογία ατόμων Mg και Si, και στη δέσμευση Si από τα Fe και Mn για σχηματισμό ενδομεταλλικών ενώσεων  $AlFeMnSi$  (46):

$$Si_{\text{διαθέσιμο για σχηματισμό } Mg_2Si} = \%Si - \frac{1}{4} (Fe+Mn)$$

$$Si_{\text{απαιτούμενο για σχηματισμό } Mg_2Si} = 0,58 \times Mg.$$

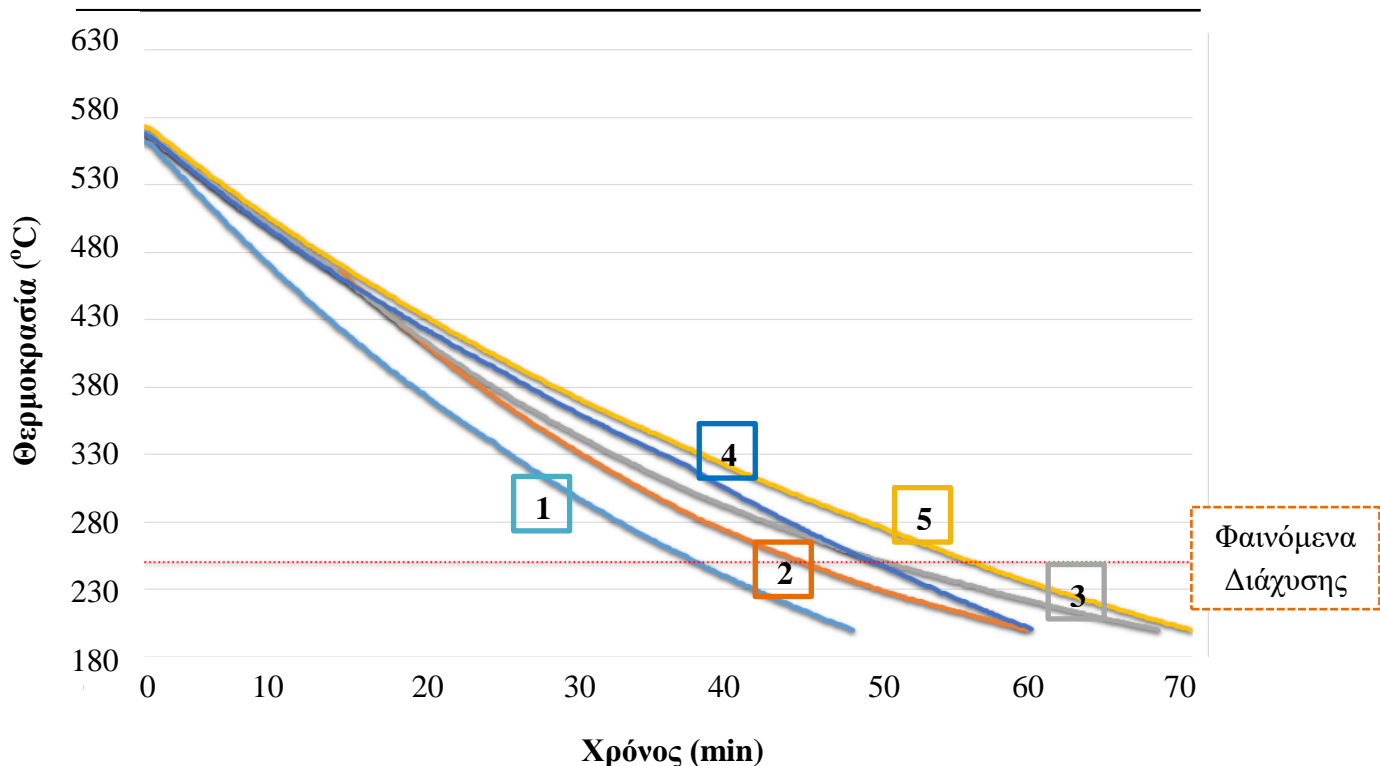
Εφόσον το διαθέσιμο Si είναι περισσότερο από το απαιτούμενο, το Si βρίσκεται σε περίσσεια, ενώ σε αντίθετη περίπτωση σε περίσσεια βρίσκεται το Mg.

**Πίνακας 2 Υπολογισμός διαθέσιμου, απαιτούμενου Si για σχηματισμό  $Mg_2Si$ , περίσσειας αυτού και ποσοστό της φάσης στο κράμα.**

	Si διαθέσιμο για $Mg_2Si$	Si απαιτούμενο για $Mg_2Si$	Περίσσεια Si	$Mg_2Si$
6063E	0,47	0,30	0,18	0,81

Από την κλίση των καμπύλων, που παρουσιάζονται στον Σχήμα 4, υπολογίστηκαν οι ρυθμοί ψύξης του Πίνακα 3, οι οποίοι αφορούν στις ομογενοποιημένες μπιγιέτες από την ANOXAL A.E.

## 2. Πειραματική Διαδικασία



Σχήμα 4 Διάγραμμα ελάττωσης της θερμοκρασίας ( $^{\circ}\text{C}$ ) συναρτήσει του χρόνου (min) κατά την ψύξη των μπιγιετών μετά την ομογενοποίηση.

Πίνακας 3 Δεδομένα μέσου ρυθμού ψύξης μετά την ομογενοποίηση.

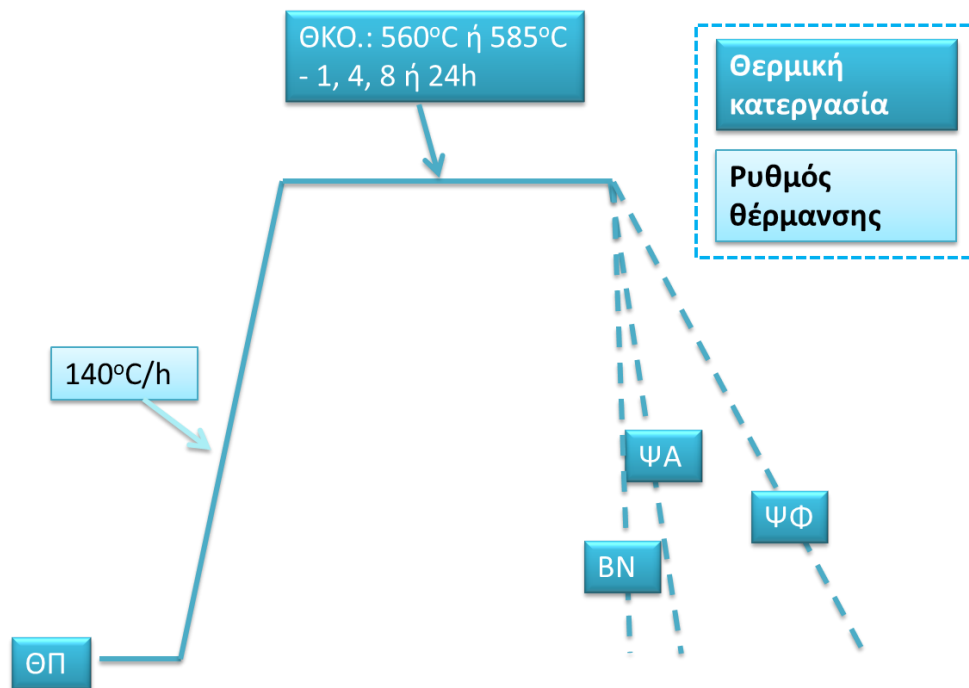
	1	2	3	4	5
Ρυθμός ψύξης ( $^{\circ}\text{C}/\text{h}$ )	502	432	389	385	335

Κατά το δεύτερο σκέλος της εργασίας πραγματοποιήθηκαν εργαστηριακά πειράματα με χρήση φούρνου, για τη μελέτη των συνθηκών ομογενοποίησης, στη συνέχεια προετοιμάστηκαν τα δείγματα μεταλλογραφικά και παρατηρήθηκαν στο οπτικό και στο ηλεκτρονικό μικροσκόπιο.

Τα δείγματα των μπιγιετών, όπως είχαν προκύψει από τη χύτευση υποβλήθηκαν σε δύο διαφορετικές θερμικές κατεργασίες (βλ. Σχήμα 5). Η πρώτη αποτελούταν από θέρμανση των δειγμάτων στους  $560^{\circ}\text{C}$  μέσα σε διάστημα 4 ωρών και στη συνέχεια παραμονή για 1, 4, 8 ή 24 ώρες αναλόγως. Τα δείγματα που παρέμειναν για 24 ώρες ψύχθηκαν με τρεις διαφορετικούς τρόπους, με ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ( $\sim 33^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , Σχήμα 6), με βαφή σε νερό και με αργή ψύξη μέσα στο φούρνο

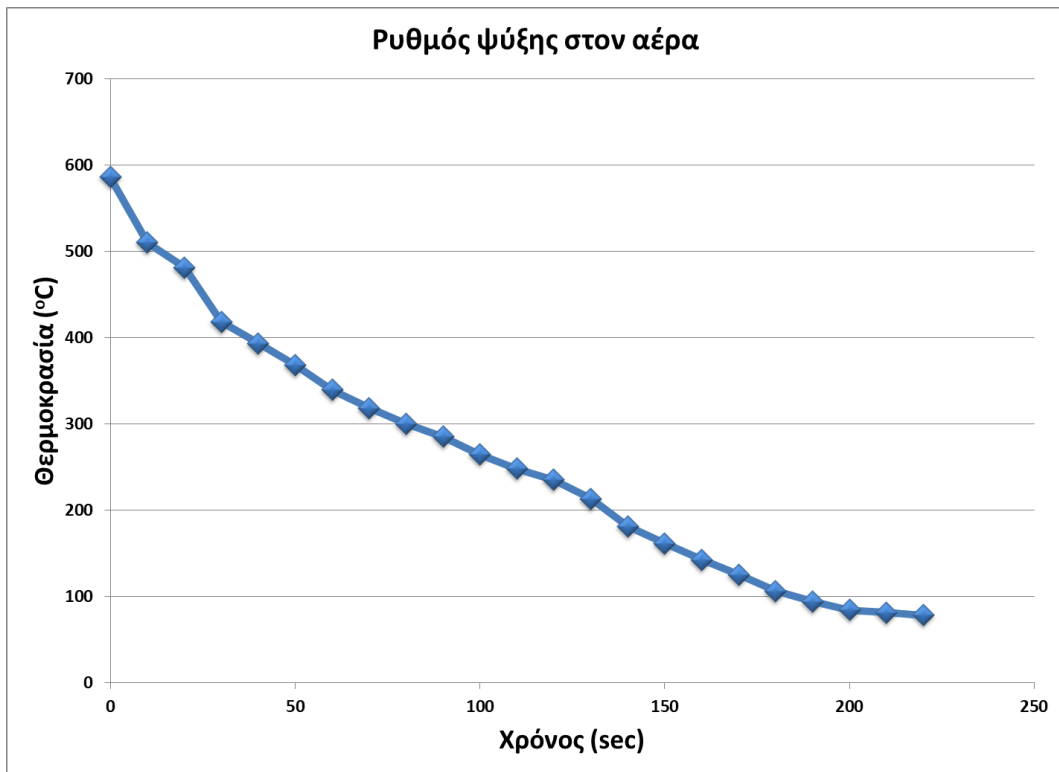
## 2. Πειραματική Διαδικασία

( $\sim 2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , Σχήμα 7). Αντίστοιχα στη δεύτερη θερμική κατεργασία τα δείγματα θερμάνθηκαν στους  $585^{\circ}\text{C}$  και ακολούθησαν την ίδια διαδικασία (Σχήμα 8).

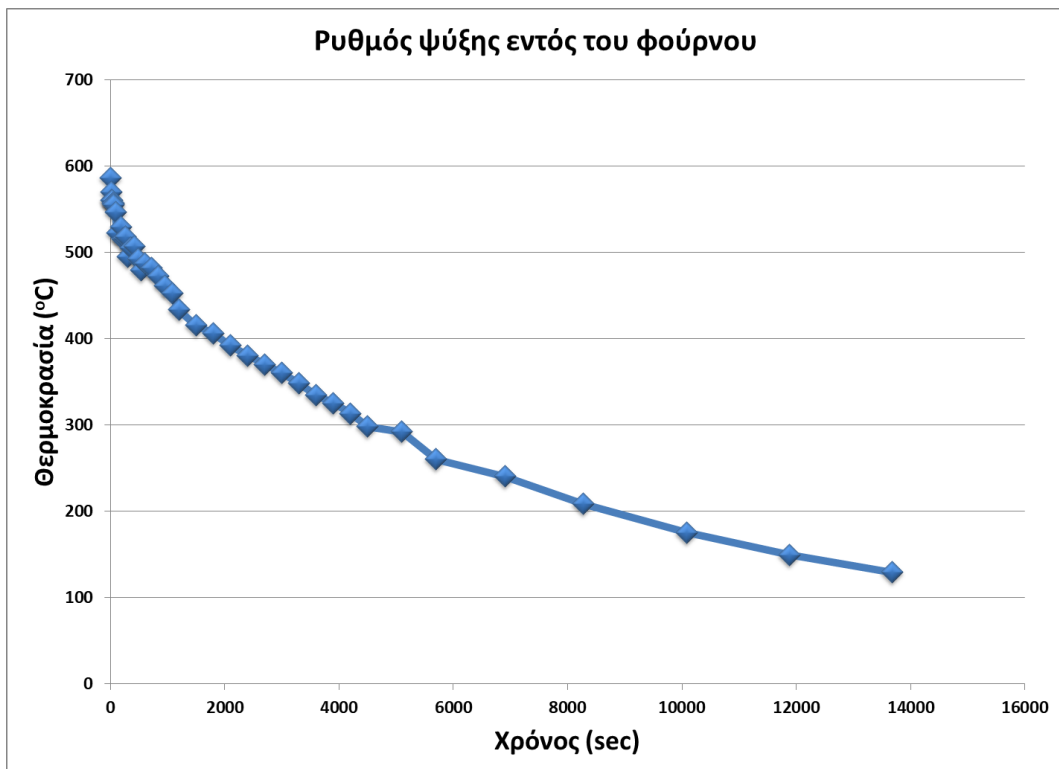


**Σχήμα 5** Διάγραμμα θερμικών κατεργασιών. Όπου  $\Theta\text{Π}$ : Θερμοκρασία Περιβάλλοντος,  $\Theta\text{ΚΟ}$ : Θερμική Κατεργασία Ομογενοποίησης,  $\text{BN}$ : Βαφή σε Νερό,  $\Psi\text{Α}$ : Ψύξη στον Αέρα, εκτός του φούρνου και  $\Psi\text{Φ}$ : Ψύξη στο Φούρνο.

## 2. Πειραματική Διαδικασία

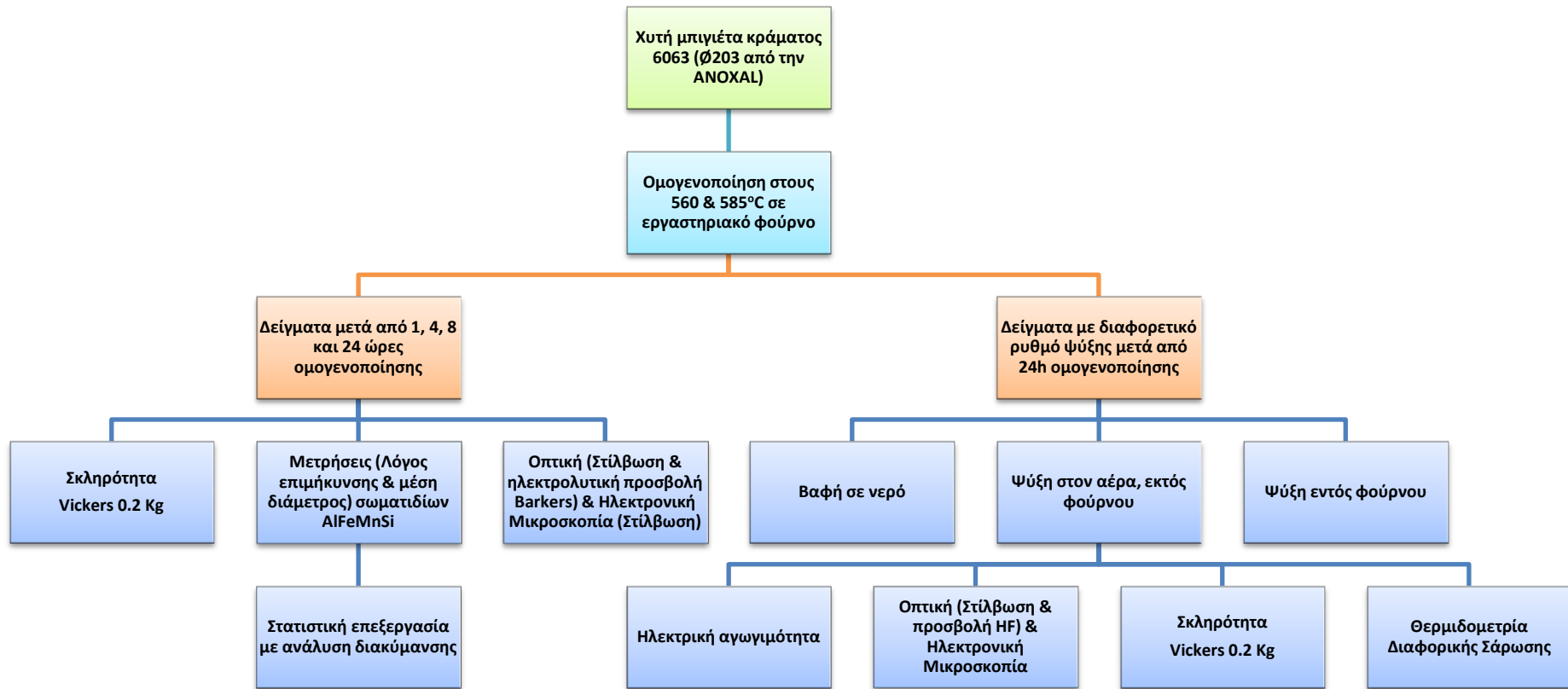


Σχήμα 6 Διάγραμμα ρυθμού απόψυξης σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.



Σχήμα 7 Διάγραμμα ρυθμού απόψυξης στο φούρνο.

## 2. Πειραματική Διαδικασία



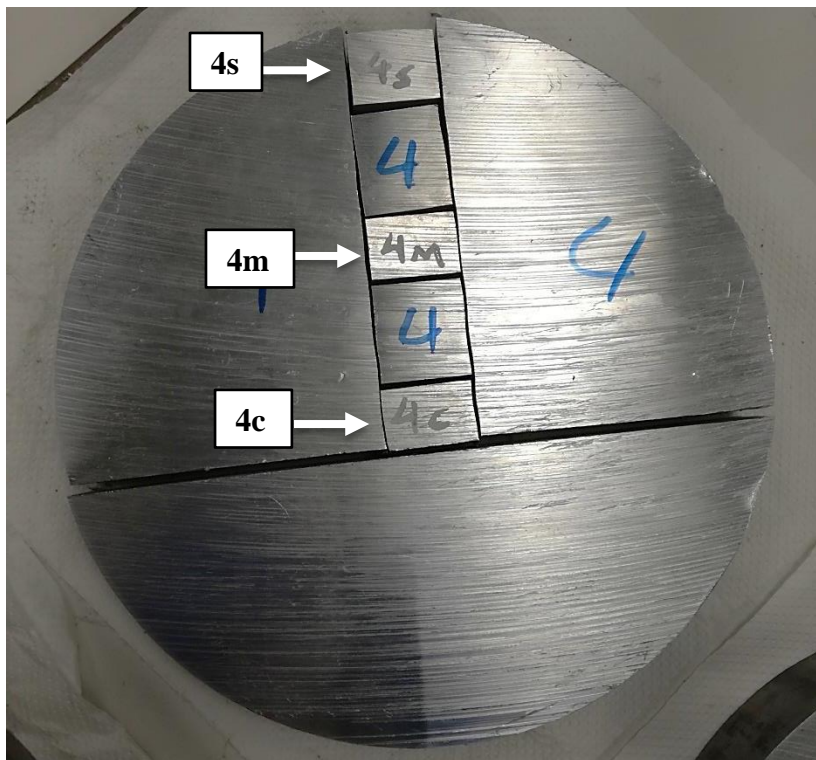
Σχήμα 8 Διάγραμμα ροής των εργαστηριακών πειραμάτων της διπλωματικής.



## 2. Πειραματική Διαδικασία

### 2.1. Δειγματοληψία

Τα δείγματα που μελετήθηκαν προέκυψαν από την κοπή 5 φετών μπιγιετών που παρελήφθησαν από την ANOXAL A.E., μετά από ομογενοποίηση και με διαφορετικό ρυθμό ψύξης η κάθε μία. Αρχικά κόπηκαν με πριονοκορδέλα bomar ergonomic 230.190 G και στη συνέχεια με δισκοτόμο Struers Discotom-50 σε μικρότερα τεμάχια, όπως φαίνεται στην Εικόνα 3. Από κάθε φέτα κόπηκαν τρία δείγματα, ένα από το κέντρο (c), ένα από την επιφάνεια (s) και ένα από ενδιάμεση θέση (m).



Εικόνα 3 Η φέτα της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 335°C/h, με τα δοκίμια στις θέσεις από όπου κόπηκαν (4s, 4m, 4c).

### 2.2. Εγκιβωτισμός δειγμάτων

Μετά την κοπή, τα δείγματα εγκιβωτίστηκαν, παράλληλα στη διεύθυνση της χύτευσης, με τη μέθοδο του ψυχρού εγκιβωτισμού. Αφού στερεώθηκαν με ταινία διπλής όψεως στον πάτο του καλουπιού προστέθηκε μίγμα ρητίνης Struers EpoFix Resin και σκληρυντή Struers EpoFix Hardener σε αναλογία 125 ml/14 ml. Στη συνέχεια αφήθηκαν σε θερμοκρασία δωματίου για 8 ώρες, δηλαδή μέχρι τη στερεοποίηση της ρητίνης.

## 2. Πειραματική Διαδικασία

---

### 2.3. Λείανση – Στίλβωση δοκιμίων

Επόμενο στάδιο, μετά τη στερεοποίηση της ρητίνης, είναι η λείανση και στίλβωση των δοκιμίων, που αποσκοπεί στη δημιουργία μιας λείας και καθαρής επιφάνειας για την παρατήρηση της μικροδομής στο οπτικό ή ηλεκτρονικό μικροσκόπιο.

Η λείανση έγινε σε αυτόματο λειαντικό μηχάνημα Struers Tegramin-30 και συμπεριλαμβάνει τη χρήση λειαντικών χαρτιών 80, 220, 500 και 1200 κόκκων SiC ανά in<sup>2</sup>. Αφού τοποθετηθεί το χαρτί σε μαγνητικό περιστρεφόμενο πλατό, τα δοκίμια προσαρμύζονται στον δειγματοφορέα, επιλέγονται οι ρυθμίσεις για την παροχή του νερού, την ταχύτητα περιστροφής και την πίεση και ξεκινάει η λείανση. Ο δειγματοφορέας περιστρέφεται ομόρροπα με το πλατό. Η μετάβαση στο επόμενο στάδιο γίνεται όταν έχουν αναιρεθεί όλες οι γραμμές από το προηγούμενο. Ο χρόνος παραμονής στο κάθε στάδιο ποικίλει συνήθως από 0,5 μέχρι 5 min.

Κατά τη στίλβωση αφαιρούνται όλες οι γραμμές της λείανσης, διότι σε αντίθετη περίπτωση η επιφάνεια δεν κρίνεται κατάλληλη για μεταλλογραφική εξέταση. Για τη στίλβωση χρησιμοποιήθηκαν οι αδαμαντόπαστες Struers DiaPro Allegro Largo 9 (9 μm), Struers DiaPro Mol B3 (3 μm), Struers DiaPro NapR1 (1 μm) και τα αιωρήματα πυριτίας Struers OP-U NonDry (0.01 μm) / Struers OP-S NonDry (0.01 μm) με τα αντίστοιχα πανιά. Το κάθε στάδιο διήρκεσε 6, 4, 6, 4 λεπτά αντίστοιχα. Ανάμεσα σε κάθε στάδιο τα δοκίμια καθαρίζονταν με σαπούνι και ξεπλένονταν με νερό για την απομάκρυνση τυχόν υπολειμμάτων από το προηγούμενο στάδιο.

### 2.4. Χημική και ηλεκτρολυτική προσβολή

Η προσβολή αποσκοπεί στη διάβρωση προτιμητέων κρυσταλλογραφικών επιπέδων, ώστε να γίνουν ορατά κάποια μικρογραφικά χαρακτηριστικά, όπως τα όρια των κόκκων ή οι κατακρημνισμένες φάσεις, για την παρατήρησή τους σε μικροσκόπιο. Μπορεί να είναι είτε χημική, είτε ηλεκτρολυτική. Για την εμφάνιση της δενδριτικής δομής του χυτού αλουμινίου τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται συχνότερα είναι διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου και υδροφθορίου. Ικανοποιητικά αποτελέσματα υπάρχουν όταν μετά από την εμβάπτιση στο διάλυμα η επιφάνεια καθαρίζεται με πλύση με νερό. Σύντομη προσβολή ευνοεί την αποκάλυψη λεπτών μη μεταλλικών φιλμ οξειδίων που απωθούνται από τους αναπτυσσόμενους κρυστάλλους και συναντώνται στα όρια των κόκκων. Μακρύτεροι χρόνοι προσβολής είναι

## 2. Πειραματική Διαδικασία

---

κατάλληλοι για την αποκάλυψη του προσανατολισμού των κρυστάλλων. Όταν το δείγμα προσβάλλεται, η επιφάνειά του θολώνει. Τα μεταλλικά στρώματα διαβρώνονται παράλληλα στα κρυσταλλογραφικά επίπεδα με αποτέλεσμα δημιουργία επιφανειών που ανακλούν το φως σε διαφορετικές γωνίες ως προς το οριζόντιο επίπεδο με αποτέλεσμα κάποιοι να ανακλούν το φως περισσότερο και άλλοι λιγότερο. Αν έχει γίνει υπερπροσβολή τότε παίρνει μια πιο σκούρα προς μαύρη απόχρωση και πρέπει να ξαναγίνει λείανση και στίλβωση ξεκινώντας από το τελευταίο στάδιο της λείανσης (χαρτί 1200). Επίσης μετά από συγκεκριμένη προσβολή μπορεί να εμφανιστούν κυβικά ίχνη (pits).

Κατά την προσβολή για αποκάλυψη της μακρο-δομής οι κρύσταλλοι προσβάλλονται σε μεγαλύτερο βάθος. Μακρο-προσβολή χρησιμοποιείται για τον έλεγχο του μεγέθους κόκκου σε ελασμένα προϊόντα.

Στη συγκεκριμένη περίπτωση, για τις μπιγιέτες από την ANOXAL, στο μισό του δοκιμίου αλουμινίου κράματος 6063 έγινε χημική προσβολή με HF για 30 δευτερόλεπτα, ενώ στο άλλο μισό ηλεκτρολυτική προσβολή σε διάλυμα Barkers (4,5cc HBF<sub>4</sub>, 95,5cc H<sub>2</sub>O) για 90 δευτερόλεπτα σύμφωνα με το πρότυπο ASTM E407 - 07 (47). Στα δοκίμια του εργαστηριακού πειράματος έγινε μόνο ηλεκτρολυτική προσβολή σε διάλυμα Barkers. Αμέσως μετά την προσβολή η επιφάνεια καθαρίζεται καλά και στεγνώνεται με ρεύμα πεπιεσμένου αέρα.

### 2.5. Ηλεκτρική αγωγιμότητα – Σκληρότητα

Η ηλεκτρική αγωγιμότητα των μπιγιετών μετρήθηκε με φορητό αγωγιμόμετρο Foerster Sigmatest D 2.068, ενώ η σκληρότητα με TIME Microhardness Tester HV-1000. Η ηλεκτρική αγωγιμότητα αυξάνεται συναρτήσει του όγκου κατακρήμνισης δευτερογενών φάσεων και του πλήθους των κατακρημνιζόμενων σωματιδίων (39).

### 2.6. Οπτική μικροσκοπία

Το οπτικό μικροσκόπιο αποτελεί ένα σύστημα παρατήρησης αντικειμένων με εφαρμογή διαφόρων μεγεθύνσεων, ενώ η παρατήρηση γίνεται μέσω ανακλώμενης ή διερχόμενης δέσμης φωτός. Η διάταξη του οπτικού μικροσκοπίου αποτελείται από μία πηγή φωτός, ένα συγκεντρωτικό φακό, έναν αντικειμενικό φακό και έναν προσοφθάλμιο φακό. Το προς παρατήρηση αντικείμενο τοποθετείται σε μικρή

## 2. Πειραματική Διαδικασία

---

απόσταση από τον αντικειμενικό φακό σχηματίζοντας έτσι ένα είδωλο του αντικειμένου το οποίο και μεγεθύνεται από τον προσοφθάλμιο φακό αποτυπώνοντάς το σε μία απόσταση, από το μάτι, μεταξύ της ελάχιστης και της μέγιστης ευκρίνειας. Η εστίαση γίνεται με μετακίνηση του όλου οπτικού συστήματος αναφορικά με το παρατηρούμενο αντικείμενο μέχρι να επιτευχθεί κατάλληλη εστίαση για ευκρινή παρατήρηση. Τα σύνθετα μικροσκόπια αποδίδουν μεγεθύνσεις μέχρι 2000x.

Οπτική μικροσκοπία χρησιμοποιήθηκε για τη μέτρηση του βαθμού κατακερματισμού και σφαιροποίησης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi κατά την ομογενοποίηση με ανάστροφο οπτικό μικροσκόπιο Nikon Epihot 300 και μέσω του προγράμματος Image Pro, καθώς και του μεγέθους κόκκου ύστερα από ηλεκτρολυτική προσβολή με διάλυμα Barkers με χρήση αναλυτή και πολωτή, σύμφωνα με το πρότυπο ASTM Standard E112 – 13, Linear Intercept Procedure (48) (49). Για τη μέτρηση του βαθμού σφαιροποίησης έγινε λήψη δέκα πεδίων μελέτης σε μεγέθυνση 1000x, θέτοντας ως περιορισμό το μέγεθος της μέσης διαμέτρου των σωματιδίων να μην ξεπερνάει τα 0.5  $\mu\text{m}$  προς αποφυγή σύγχυσης με κατακρημνίσματα  $\text{Mg}_2\text{Si}$  και μέτρησης του λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου των σωματιδίων με χρήση του προγράμματος Image Pro.

### 2.7. Ανάλυση διακύμανσης (ANOVA)

Η στατιστική επεξεργασία των μετρήσεων (λόγος επιμήκυνσης, διάμετρος) με βάση τις οποίες αξιολογείται ο βαθμός σφαιροποίησης των μεσομεταλλικών ενώσεων έγινε με την Ανάλυση Διακύμανσης ή Διασποράς (ANOVA – Analysis of Variance) του λογισμικού Minitab 16. Στόχος αυτής της επεξεργασίας είναι η σύγκριση δύο ή περισσότερων ομάδων τιμών για να επιβεβαιωθεί ή να απορριφθεί η υπόθεση ότι είναι ίδιες μεταξύ τους. Η σύγκριση έγινε με τη χρήση της μεθόδου Tukey, λόγω παρεμφερούς διαστήματος εμπιστοσύνης με τη βιβλιογραφία (50) για λόγους σύγκρισης. Με αυτόν τον τρόπο ελέγχθηκε η ύπαρξη απόκλισης ή μη, ανάμεσα στους μέσους όρους των τιμών των πληθυσμών που επιλέχθηκαν.

Στα διαγράμματα (Boxplots) που παρατίθενται στο «Πειραματικό Μέρος» αυτής της εργασίας, στην αντίστοιχη ενότητα, γίνεται η παρουσίαση των μετρήσεων, έτσι όπως προέκυψαν μετά από την επεξεργασία με το ANOVA. Τα ορθογώνια κουτιά αποτελούν το 50% των μετρήσεων για κάθε σύνολο (είτε πεδίο, είτε δείγμα), ενώ η

## 2. Πειραματική Διαδικασία

---

γραμμή στο εσωτερικό τους χωρίζει τις τιμές σε δύο ίσα μέρη. Κάτω από το ορθογώνιο βρίσκεται το 25% των μετρήσεων, όπως και άνω αυτού το υπόλοιπο 25% και συμβολίζονται με τις ευθείες κάθετες γραμμές. Οι κύκλοι με τον σταυρό συμβολίζουν τη μέση τιμή κάθε συνόλου. Οι αστερίσκοι αποτελούν αποκλίνουσες τιμές (outliers), που ορίζονται ως οι μετρήσεις, που βρίσκονται υψηλότερα ή χαμηλότερα του ορθογωνίου κατά  $1,5 \cdot (Q_3 - Q_1)$ , όπου  $Q_3$  το 75% των τιμών και  $Q_1$  το 25%, δηλαδή η ανώτερη και κατώτερη γραμμή του ορθογωνίου αντίστοιχα.

### 2.8. Ηλεκτρονική μικροσκοπία

Παρατηρήσεις σε μεγαλύτερη μεγέθυνση πραγματοποιήθηκαν με τη βοήθεια ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης (SEM) FEI XL40 SFEG, με δυναμικό δέσμης ηλεκτρονίων 20 kV (συνθήκες λειτουργίας μικροσκοπίου: spot size 3, απόσταση εργασίας 7,5 – 7,9 mm, μεγεθύνσεις 2000x και 5000x), συνδυασμένο με στοιχειακό αναλυτή ενεργειακής διασποράς ακτίνων X (EDS) EDAX Apollo XF Silicon Drift Detector 60 mm<sup>2</sup>. Η επεξεργασία των αναλυτικών δεδομένων έγινε μέσω ειδικού λογισμικού EDAX TEAM (Texture and Elemental Analytical Microscopy).

### 2.9. Θερμική κατεργασία χυτών μπιγιετών (560°C & 585°C)

Από την ANOXAL A.E. παρελήφθη και μία φέτα μη-ομογενοποιημένης μπιγιέτας ίδιου κράματος με τις προηγούμενες, από την οποία κόπηκαν δεκατρία κομμάτια. Το ένα εξ αυτών μελετήθηκε χωρίς κάποια επιπλέον κατεργασία, ύστερα από ψυχρό εγκιβωτισμό σε ρητίνη, λείανση και στίλβωση, για τη σύγκριση της μικροδομής της χυτής μπιγιέτας με τις ομογενοποιημένες. Από τα υπόλοιπα, έξι υποβλήθηκαν σε θερμική κατεργασία στους 560°C, για χρόνους παραμονής 1, 4, 8 και 24 ωρών και έξι στους 585°C, για τους αντίστοιχους χρόνους. Τα τρία δείγματα κάθε κατεργασίας που παρέμειναν στη μέγιστη θερμοκρασία για 24 ώρες, ψύχθηκαν με διαφορετικό τρόπο το κάθε ένα. Οι τρεις αυτοί τρόποι που χρησιμοποιήθηκαν είναι βαφή σε νερό (water quenching), ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, εκτός του φούρνου (air cooling) και ψύξη μέσα στο φούρνο με ελαφρώς ανοιχτή την πόρτα του (furnace cooling). Οι θερμοκρασίες και οι χρόνοι ομογενοποίησης επιλέχθηκαν βάσει βιβλιογραφίας (11), (10), (9), λαμβάνοντας παράλληλα υπ' όψιν τη δυνατότητα εφαρμογής αυτών σε βιομηχανικό επίπεδο. Η ακραία θερμοκρασία των 24 ωρών επιλέχθηκε με σκοπό την παρατήρηση της ύπαρξης ή μη διαφορών στη μικροδομή και τις ιδιότητες με τα

## 2. Πειραματική Διαδικασία

---

ομογενοποιημένα δείγματα των 8 ωρών, καθώς και τη μελέτη της επίδρασης του ρυθμού ψύξης σε πλήρως ομογενοποιημένη μικροδομή.

Στη συνέχεια μετρήθηκε η ηλεκτρική αγωγιμότητα των δειγμάτων και ακολούθησαν την μεταλλογραφική προετοιμασία, όπως περιγράφεται παραπάνω για να παρατηρηθούν στο οπτικό και ηλεκτρονικό μικροσκόπιο και να γίνει η μικροσκολληρομέτρησή τους.

### **2.10. Θερμιδομετρία διαφορικής σάρωσης (Differential Scanning Calorimetry - DSC)**

Θερμιδομετρία διαφορικής σάρωσης αξιοποιήθηκε (με χρήση Differential Scanning Calorimeter μοντέλο Diamond του οίκου Perkin Elmer's, εξοπλισμένου με intracooler 2P για ψύξη) για την αξιολόγηση της δυνατότητας διαλυτοποίησης των κατακρημνισμάτων κατά την επαναθέρμανση και πριν τη διέλαση των μιγνυμάτων. Από τα δείγματα που παρέμειναν για 24 ώρες στους 585°C και ψύχθηκαν με διαφορετικό ρυθμό, ελήφθησαν μικρότερα δείγματα τα οποία θερμάνθηκαν από τους 25°C στους 585°C με ρυθμό 10°C/min (9), (35).

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

##### 3.1. Τεχνικές βελτιστοποίησης μεταλλογραφικής προετοιμασίας

Κατά το τελευταίο στάδιο της στίλβωσης, σε μερικά από τα δείγματα χρησιμοποιήθηκε αιώρημα πυριτίας OP-U, σε μερικά OP-S και σε άλλα μίξη αυτών, όπως φαίνεται στον Πίνακα 4.

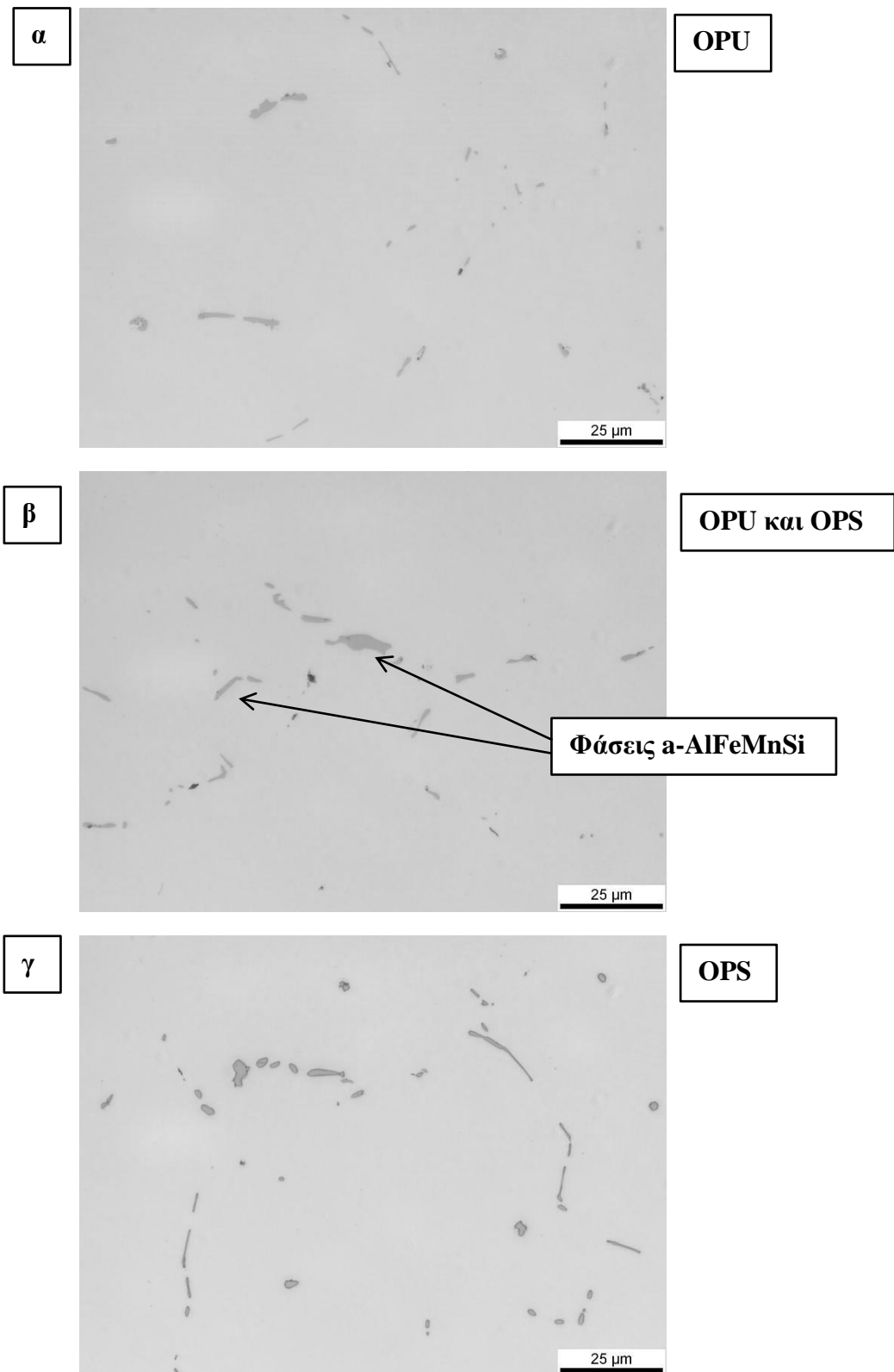
**Πίνακας 4 Η αντιστοιχία δοκιμών-αιωρήματος με το οποίο έγινε η στίλβωση. Τα c, m, s συμβολίζουν δοκίμιο που ελήφθη από το κέντρο, την ενδιάμεση θέση και την επιφάνεια κάθε μπιγιέτας αντίστοιχα.**

	502 °C/h	432 °C/h	389 °C/h	385 °C/h	335 °C/h
OP-U	c	c	m	s	m
Μίξη OP-U, OP-S	m	m	s	c	s
OP-S	s	s	c	m	c

Τα αποτελέσματα της μελέτης αυτών των μεθόδων στίλβωσης εμφανίζονται στις οπτικές και ηλεκτρονικές μικρογραφίες των Εικόνων 4 και 6, ενώ στις μικρογραφίες των Εικόνων 5 και 7 εξετάζεται η μικροδομή που αποδίδεται μετά από προσβολή με HF 0,5%. Ιδιαίτερα οι ηλεκτρονικές μικρογραφίες κατέδειξαν ότι τα προσβεβλημένα με HF δείγματα και αυτά που στίλβώθηκαν με μίγμα OP-U και OP-S εμφάνισαν etch pits υποβαθμίζοντας την ποιότητα της μελετώμενης επιφάνειας και κατ' επέκταση μικρογραφίας.

Η Εικόνα 8 δείχνει την μικροδομή ομογενοποιημένου δείγματος με ρυθμό ψύξης 432°C/h μετά από ηλεκτρολυτική προσβολή με διάλυμα Barkers για 60, 75, 90, 105 και 120 δευτερόλεπτα. Παρατηρείται ότι μέχρι και τα 90 sec η αντίθεση μεταξύ των κόκκων μεγαλώνει, ενώ για προσβολή μεγαλύτερης διάρκειας παραμένει η ίδια. Ωστόσο για προσβολή για 105 και 120 sec οι πιο φωτεινοί κόκκοι εμφανίζουν μαύρα στίγματα, γεγονός που συνεπάγεται την υπερπροσβολή τους.

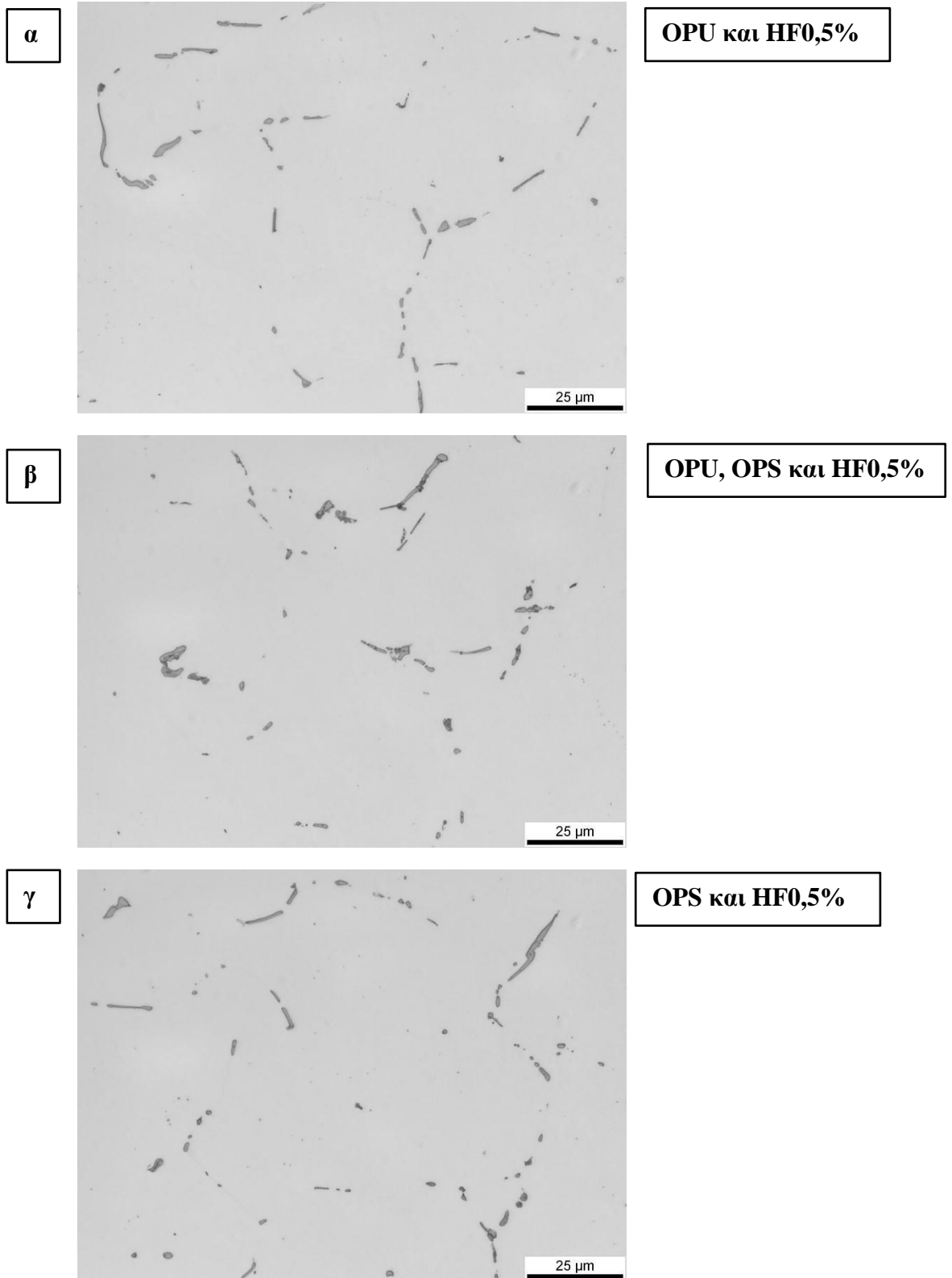
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



**Εικόνα 4** Οπτικές μικρογραφίες από (α) το 432°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα.



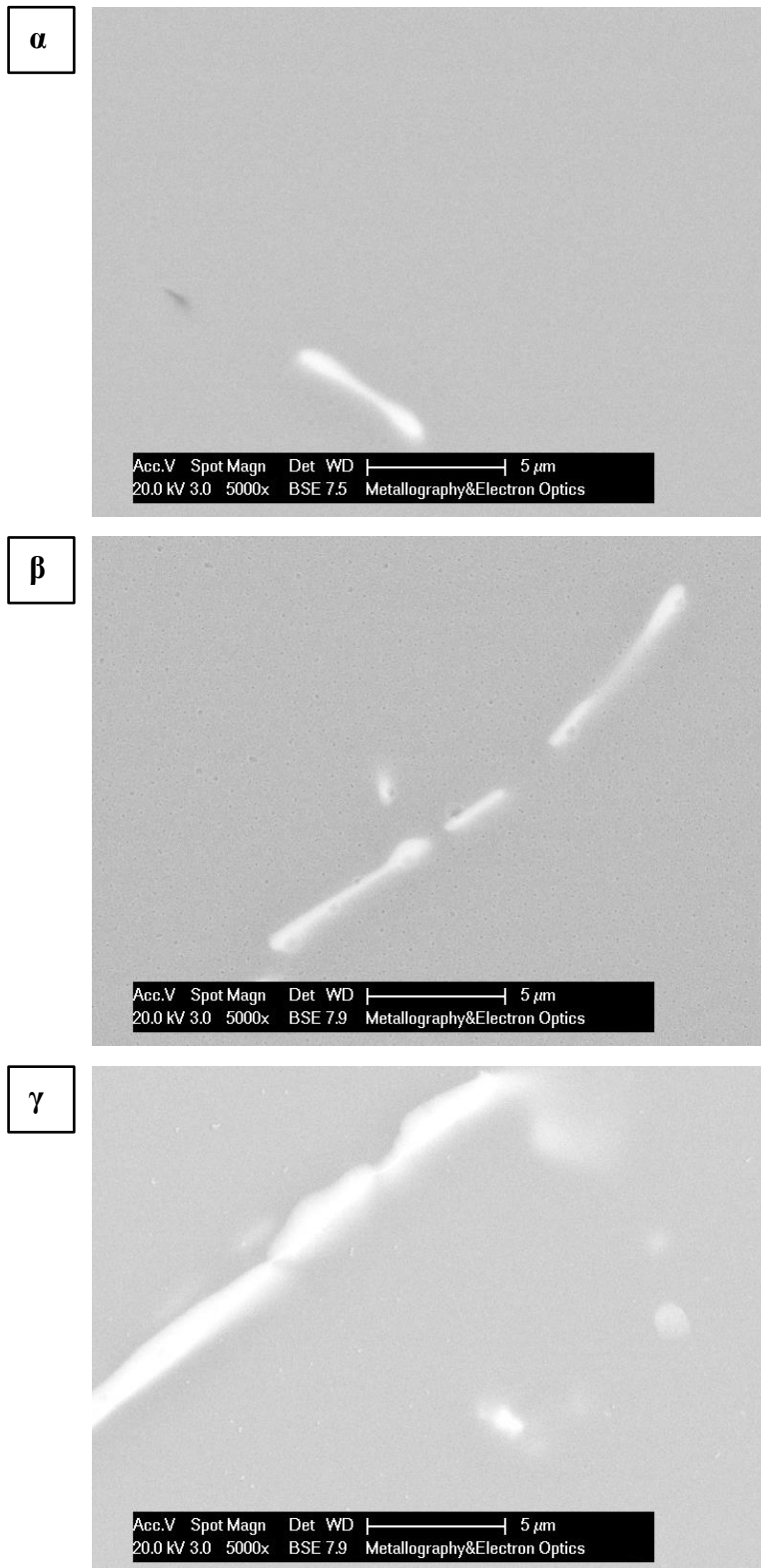
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 5 Οπτικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF.

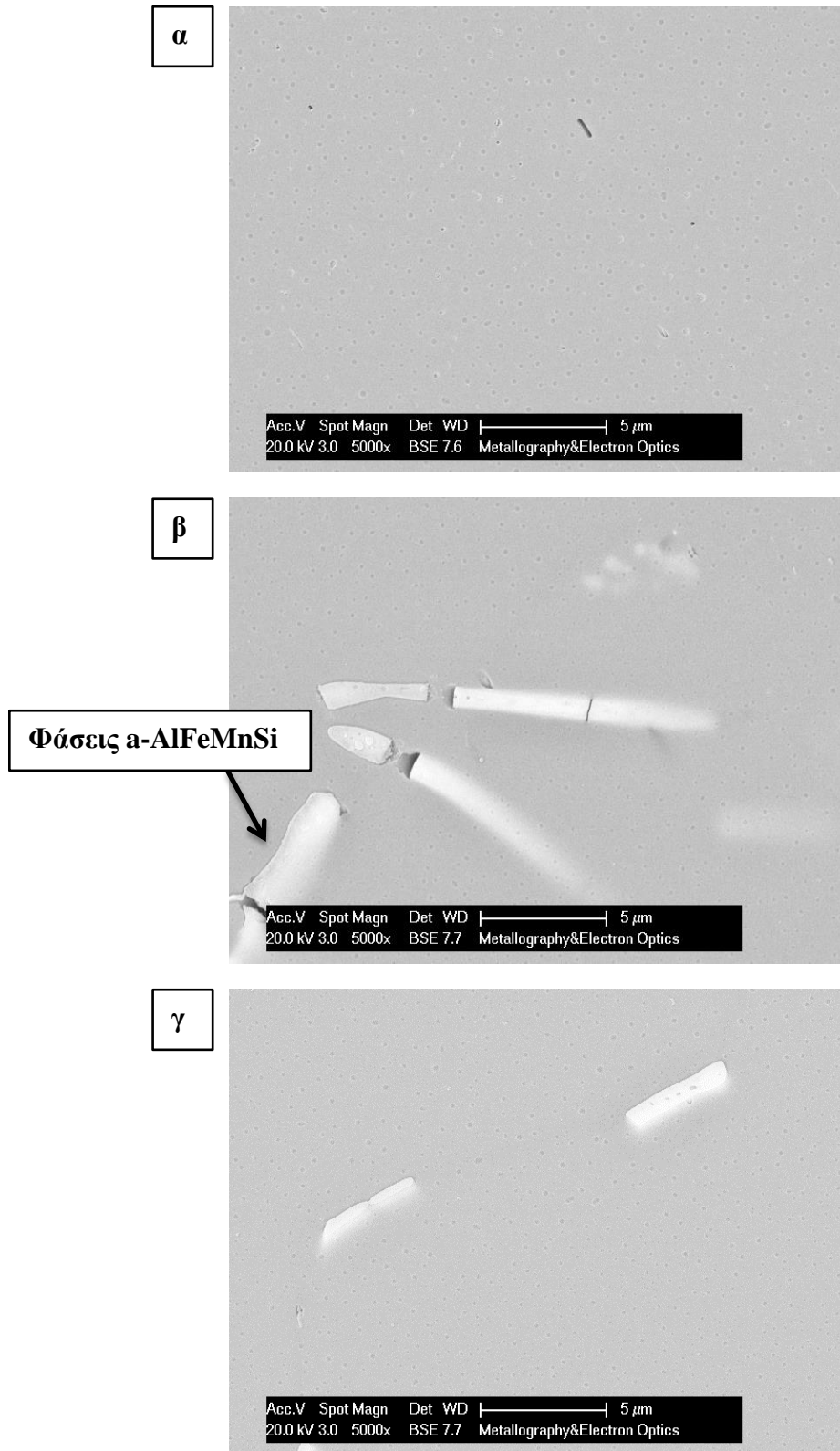
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



**Εικόνα 6 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 502°C/h -m και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα.**

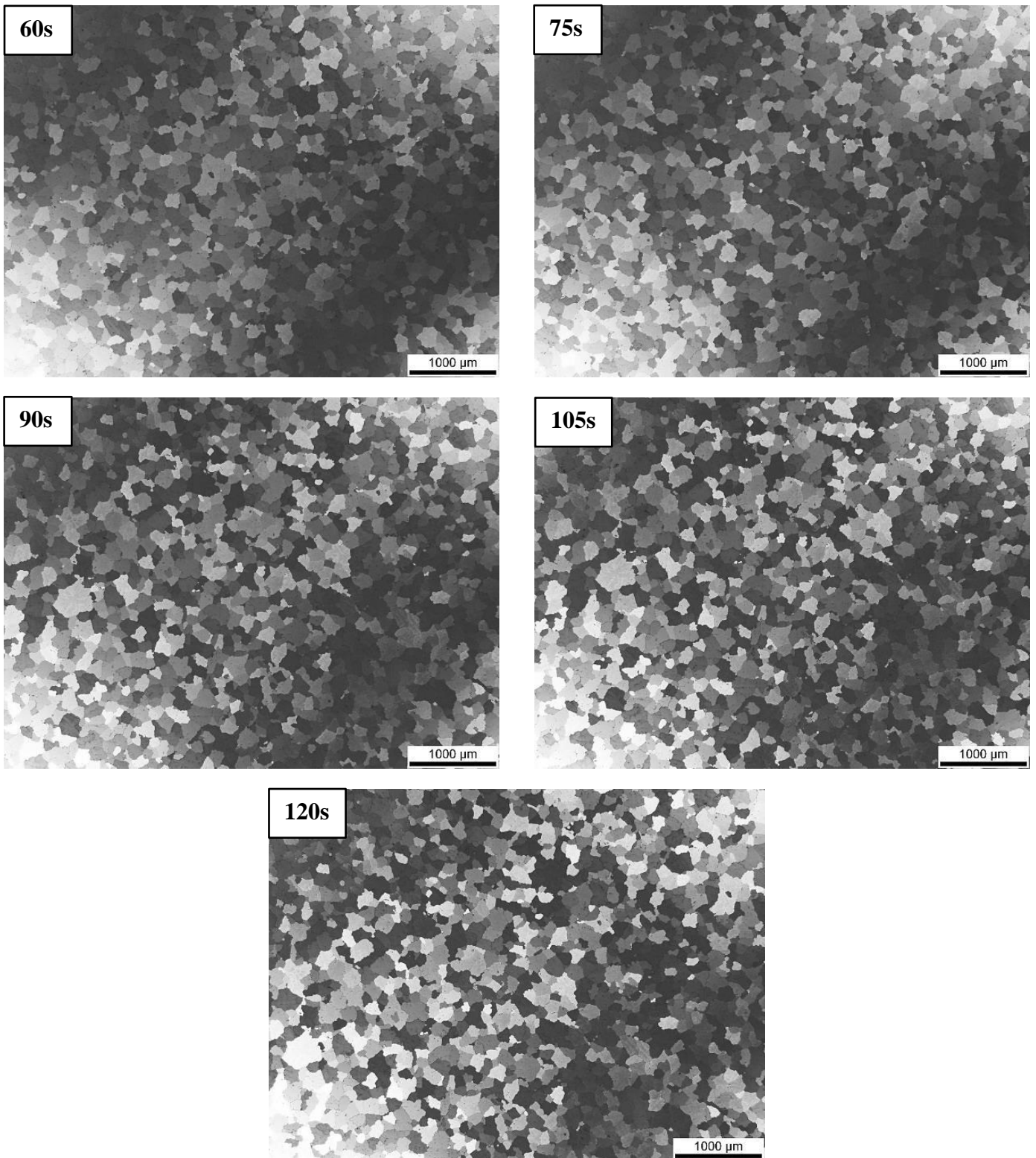
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



**Εικόνα 7** Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C/h -c, (β) το 385°C/h -c και (γ) το 389°C/h -c, με στίλβωση με OP-U, μίξη OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



Εικόνα 8 Οπτικές μικρογραφίες όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος με ρυθμό ψύξης  $432^{\circ}\text{C/h}$ , μετά από ηλεκτρολυτική προσβολή με διάλυμα Barkers, για διαφορετικούς χρόνους παραμονής, από 60 έως 120 sec. Για προσβολή διάρκειας 105s και 120s οι πιο φωτεινοί κόκκοι εμφανίζουν μαύρα στίγματα, γεγονός που συνεπάγεται την υπερπροσβολή τους.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.2. Μελέτη ομογενοποιημένων μπιγιετών με διαφορετικό ρυθμό ψύξης (εργοστασιακές δοκιμές)

##### 3.2.1. Ηλεκτρική αγωγιμότητα μπιγιετών

Οι τιμές της ηλεκτρικής αγωγιμότητας (EC) των ομογενοποιημένων μπιγιετών κυμαίνονται από 50,9 έως 51,3% IACS, με τα δείγματα με ρυθμό ψύξης 502°C/h και 385°C/h να έχουν τη χαμηλότερη και υψηλότερη τιμή αντίστοιχα, όπως φαίνεται και από τις αναλυτικές μετρήσεις του Πίνακα 5, Σχήμα 9. Η ηλεκτρική αγωγιμότητα παραμένει στα ίδια επίπεδα τιμών (51% IACS) με τη μεταβολή του ρυθμού ψύξης, γεγονός που συνεπάγεται τη μη ύπαρξη σημαντικής διαφοροποίησης στο βαθμό κατακρήμνισης της φάσης Mg<sub>2</sub>Si για τους δεδομένους ρυθμούς ψύξης.

**Πίνακας 5 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των μπιγιετών.**

Μέτρηση	% IACS				
	502°C/h	432°C/h	389°C/h	385°C/h	335°C/h
1	51,0	51,0	51,1	51,4	51,2
2	50,9	50,9	51,2	51,2	51,1
3	51,0	50,9	51,2	51,5	51,3
4	51,0	50,8	51,3	51,2	50,9
5	51,0	51,1	51,1	51,4	51,1
6	50,9	51,0	51,1	51,1	51,2
7	51,0	50,7	51,1	51,4	51,3
8	51,0	51,0	51,0	51,4	51,2
9	50,9	51,1	51,1	51,0	51,3
<b>M.O.</b>	<b>50,9</b>	<b>50,9</b>	<b>51,1</b>	<b>51,3</b>	<b>51,2</b>

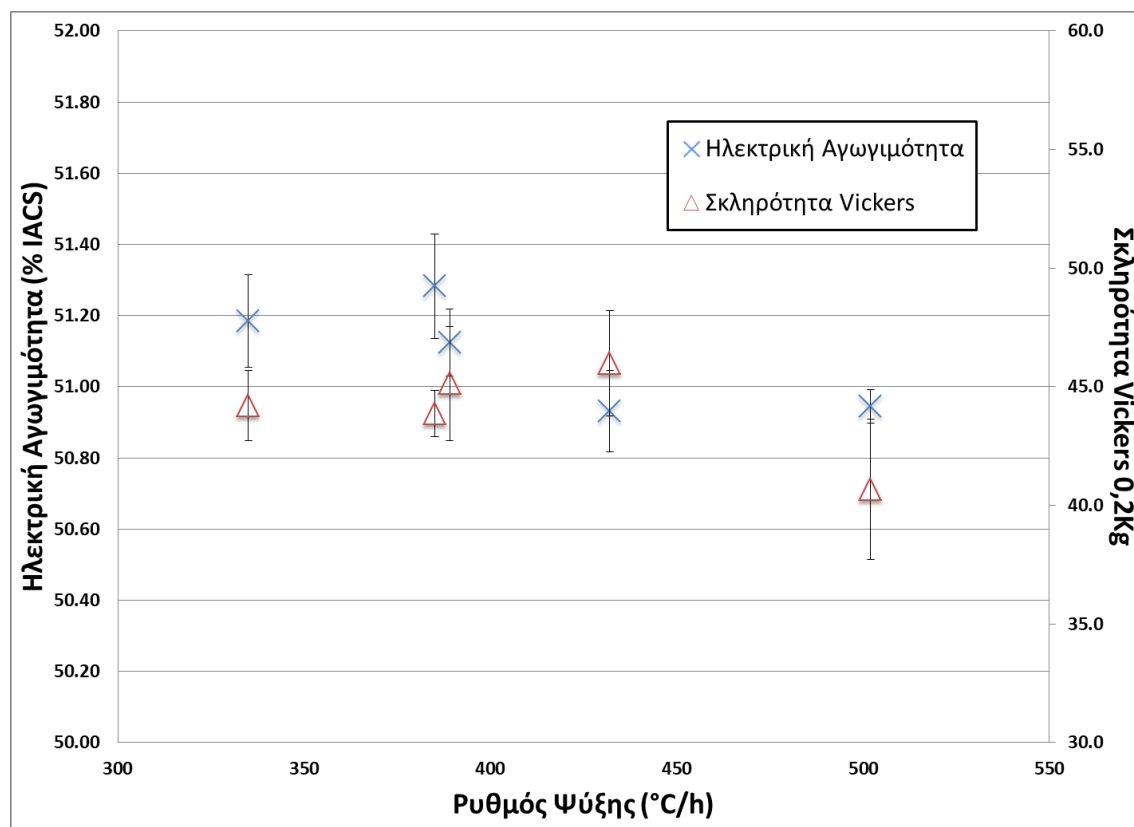
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.2.2. Σκληρότητα μπιγιετών

Η μπιγιέτα με ρυθμό ψύξης 502°C/h παρουσίασε τη χαμηλότερη τιμή σκληρότητας (41 HV<sub>0,2</sub>), ενώ οι μπιγιέτες με ρυθμούς ψύξης 432°C/h - 335°C/h είχαν υψηλότερη και παρόμοια μεταξύ τους τιμή 43-44 HV<sub>0,2</sub> (Πίνακας 6, Σχήμα 9).

Πίνακας 6 Μετρήσεις σκληρότητας σε HV<sub>0,2</sub>.

Μέτρηση	HV <sub>0,2</sub>				
	502°C/h	432°C/h	389°C/h	385°C/h	335°C/h
1	41	46	43	45	44
2	41	43	44	42	42
3	40	43	42	44	45
<b>M.O.</b>	<b>41</b>	<b>44</b>	<b>43</b>	<b>44</b>	<b>44</b>



Σχήμα 9 Διάγραμμα μεταβολής της ηλεκτρικής αγωγιμότητας και της σκληρότητας στις μπιγιέτες συναρτήσει του ρυθμού ψύξης.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.2.3. Οπτική & ηλεκτρονική μικροσκοπία

Ο βαθμός κατακερματισμού και σφαιροποίησης των μεσομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi ήταν παρόμοιος για όλους τους ρυθμούς ψύξης (Εικόνες 9α, 11α, 12α, 14α και 16α). Ο μέσος όρος του αριθμού των σωματιδίων ανά πεδίο μελέτης (1000x) ήταν 36-39 σωματίδια, η μέση τιμή του λόγου επιμήκυνσης του συνόλου των σωματιδίων που μετρήθηκαν ήταν 2,99-3,59 και της μέσης διαμέτρου 2,08-2,39  $\mu\text{m}$  (Πίνακες 7-11, Σχήμα 10). Η μορφολογία των κρυστάλλων των ομογενοποιημένων μπιγιετών ήταν ομοιόμορφη, ισοαξονική με μέσο μέγεθος 85-105  $\mu\text{m}$ , όπως φαίνεται στις Εικόνες 9β, 11β, 12β, 14β και 16β.

Στις ηλεκτρονικές μικρογραφίες των δειγμάτων με ρυθμό ψύξης 502°C/h και 335°C/h (Εικόνες 10, 13, 15 και 17, Σχήμα 11) επισημαίνονται ευδιάκριτα κατακρημνίσματα Mg<sub>2</sub>Si υπο-μικροσκοπικού μεγέθους.

**Πίνακας 7 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 502°C/h.**

502 °C/h			
Εικόνα (x1000)	Αριθμός Σωματιδίων	Μέση Τιμή Aspect Ratio	Μέση Διάμετρος ( $\mu\text{m}$ )
1	44	3,0	2,1
2	35	4,4	2,3
3	36	4,6	2,1
4	42	3,4	2,3
5	30	3,6	2,3
6	49	3,9	2,2
7	37	3,4	1,6
8	26	2,8	2,0
9	30	3,3	2,0
10	38	3,5	2,0
<b>Μέση Τιμή</b>	<b>37</b>	<b>3,6</b>	<b>2,1</b>

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

Πίνακας 8 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 432°C/h.

432 °C/h			
Εικόνα (x1000)	Αριθμός Σωματιδίων	Μέση Τιμή Aspect Ratio	Μέση Διάμετρος (μm)
1	23	3,0	2,4
2	28	3,5	2,2
3	36	2,8	2,2
4	51	2,8	2,6
5	50	3,1	2,0
6	28	3,2	2,3
7	28	2,7	2,6
8	28	3,6	3,1
9	42	2,8	2,2
10	45	2,8	2,5
<b>Μέση Τιμή</b>	<b>36</b>	<b>3,0</b>	<b>2,4</b>

Πίνακας 9 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 389°C/h.

389 °C/h			
Εικόνα (x1000)	Αριθμός Σωματιδίων	Μέση Τιμή Aspect Ratio	Μέση Διάμετρος (μm)
1	42	3,0	1,9
2	39	3,4	2,4
3	45	3,3	2,4
4	35	3,6	2,1
5	34	3,4	2,2
6	35	3,8	2,2
7	36	2,9	2,1
8	49	3,0	2,1
9	29	2,9	2,3
10	32	3,9	2,4
<b>Μέση Τιμή</b>	<b>38</b>	<b>3,3</b>	<b>2,2</b>



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

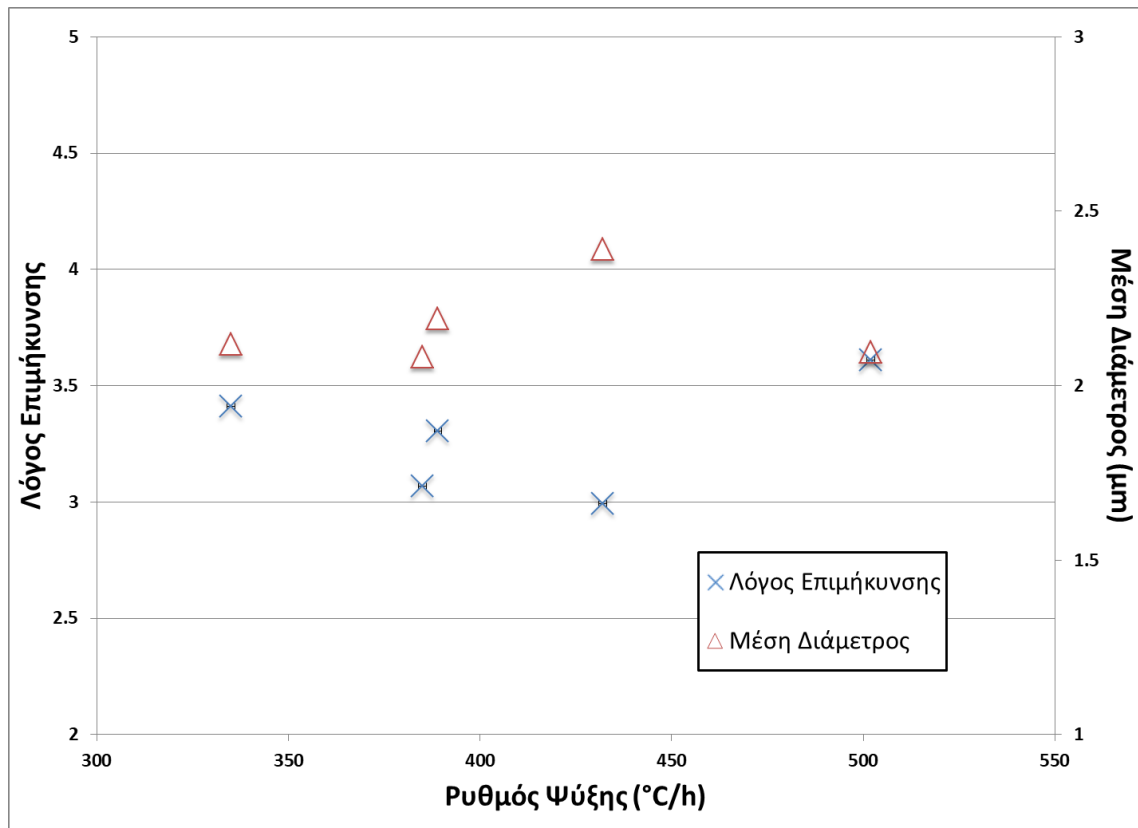
Πίνακας 10 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) και της διαμέτρου ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 385°C/h.

385 °C/h			
Εικόνα (x1000)	Αριθμός Σωματιδίων	Μέση Τιμή Aspect Ratio	Μέση Διάμετρος (μm)
1	48	2,7	2,0
2	27	3,5	2,5
3	43	2,6	1,8
4	37	3,1	2,0
5	41	2,7	1,9
6	42	3,3	2,3
7	36	3,8	2,0
8	41	3,4	1,9
9	30	3,3	2,1
10	45	2,7	2,3
<b>Μέση Τιμή</b>	<b>39</b>	<b>3,1</b>	<b>2,1</b>

Πίνακας 11 Δεδομένα υπολογισμού του λόγου επιμήκυνσης (aspect ratio) ως δείκτη κατακερματισμού και σφαιροποίησης των φάσεων AlFeMnSi της μπιγιέτας με ρυθμό ψύξης 335°C/h.

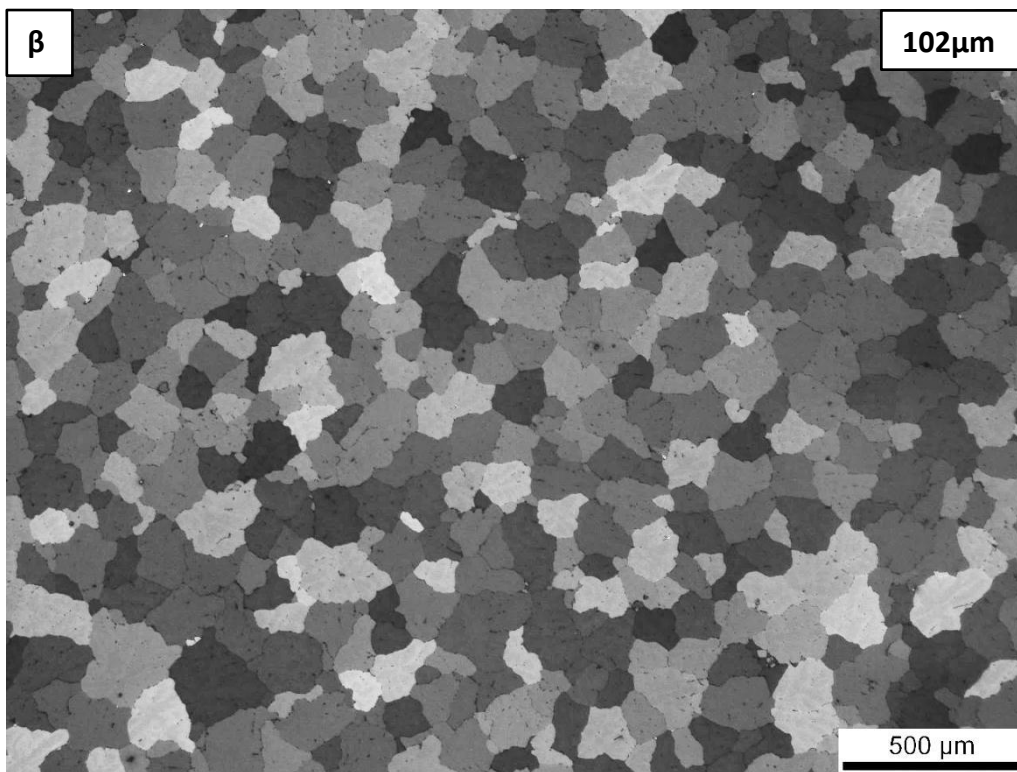
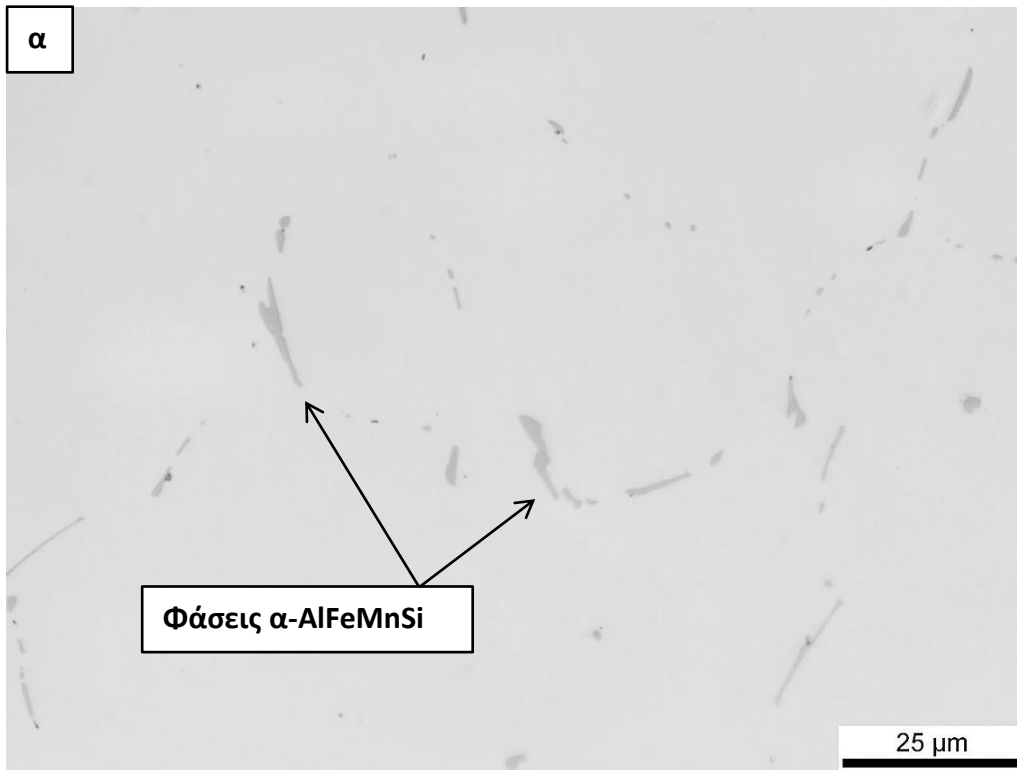
335 °C/h			
Εικόνα (x1000)	Αριθμός Σωματιδίων	Μέση Τιμή Aspect Ratio	Μέση Διάμετρος (μm)
1	35	4,3	2,1
2	36	3,8	2,2
3	29	3,7	2,1
4	38	3,0	2,1
5	29	4,9	2,3
6	32	2,9	2,1
7	45	2,9	2,2
8	35	3,6	2,1
9	50	2,8	2,0
10	35	2,9	2,1
<b>Μέση Τιμή</b>	<b>36</b>	<b>3,4</b>	<b>2,1</b>

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Σχήμα 10 Διάγραμμα λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου συναρτήσει του ρυθμού ψύξης.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

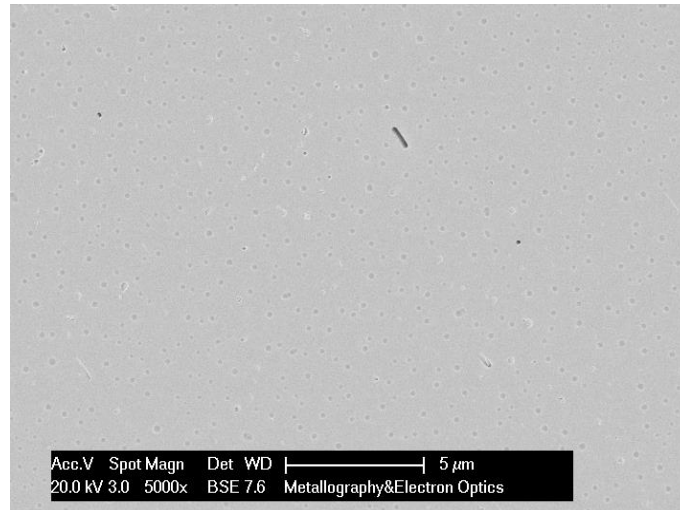


Εικόνα 9 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 502°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού.

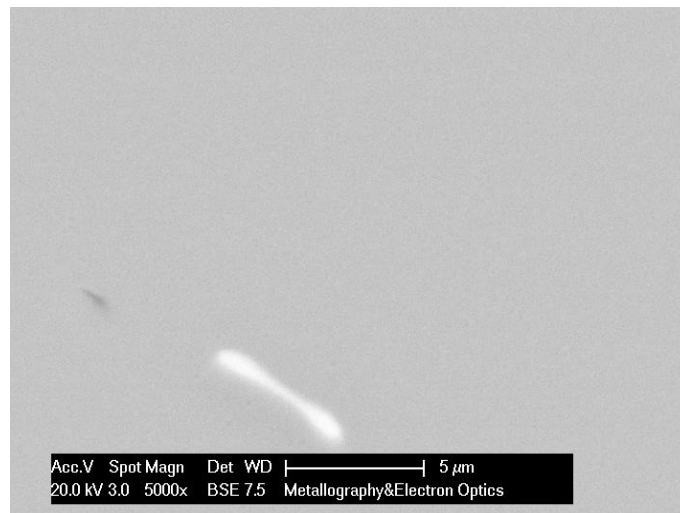
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

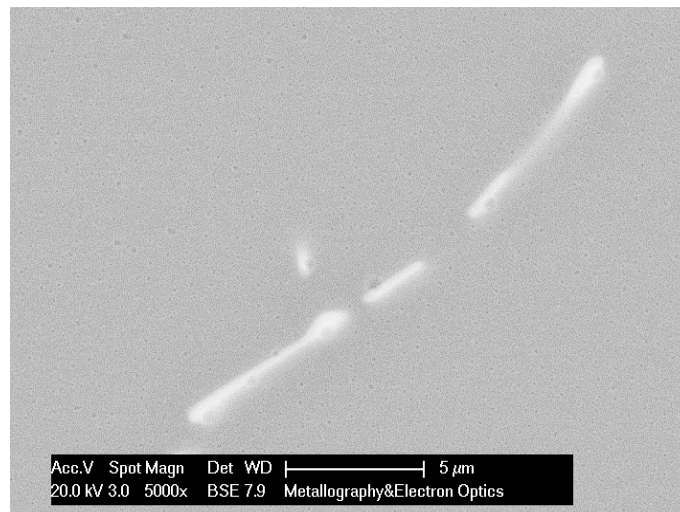
α



β



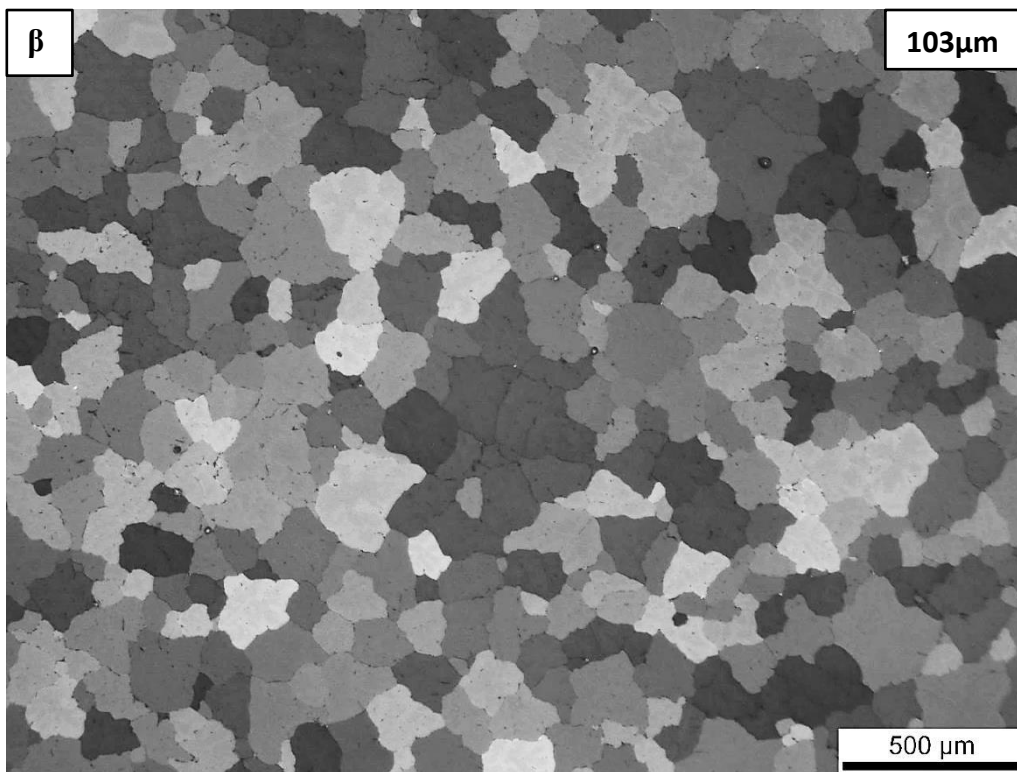
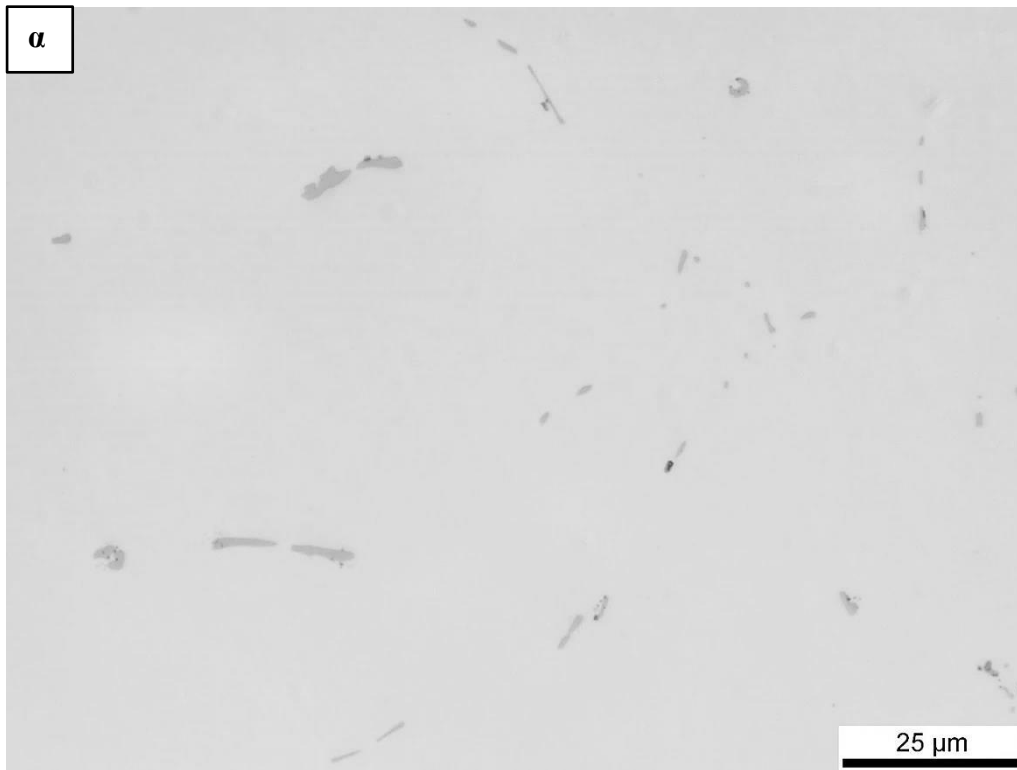
γ



**Εικόνα 10 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 502°C/h.**

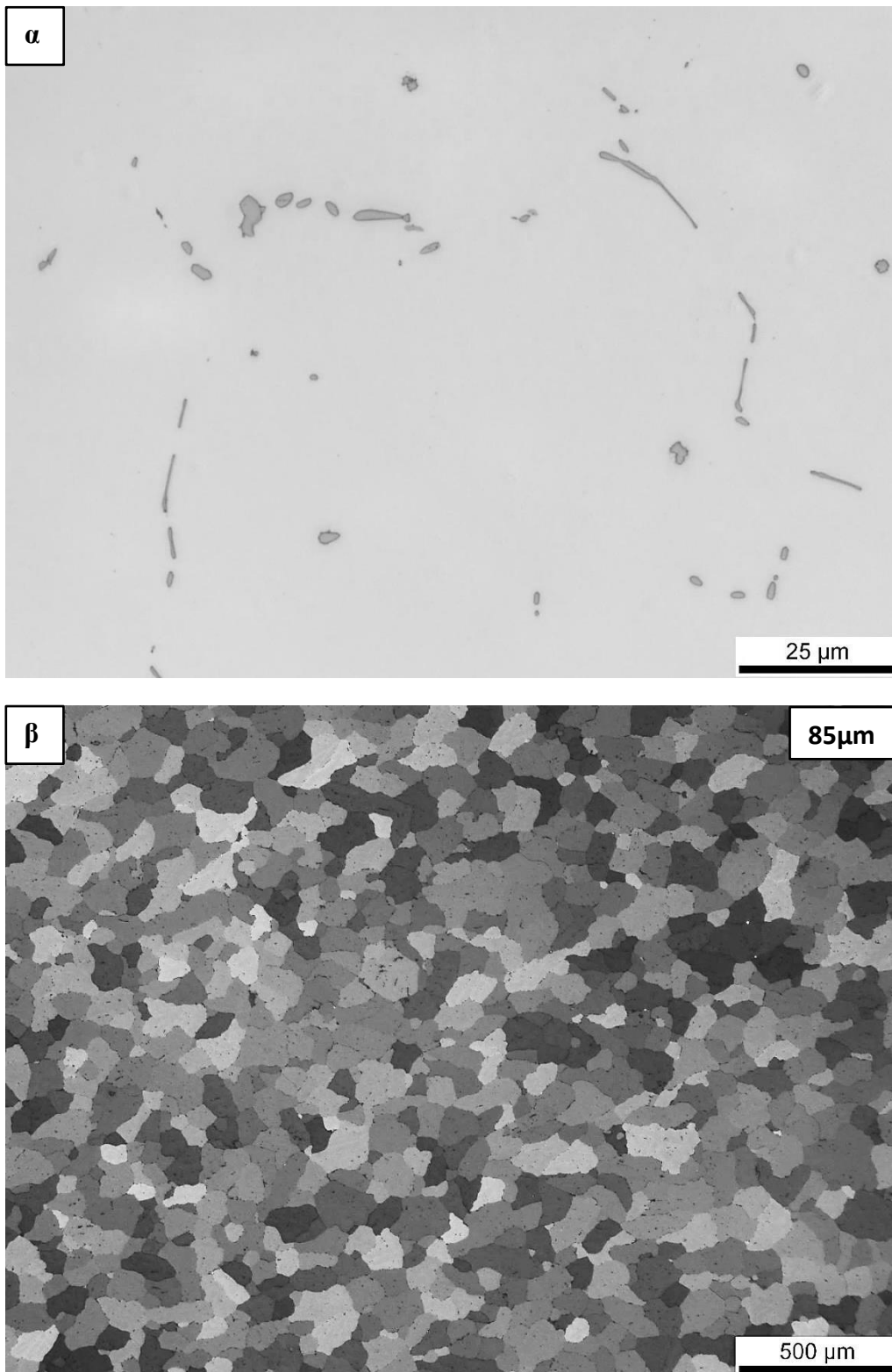
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



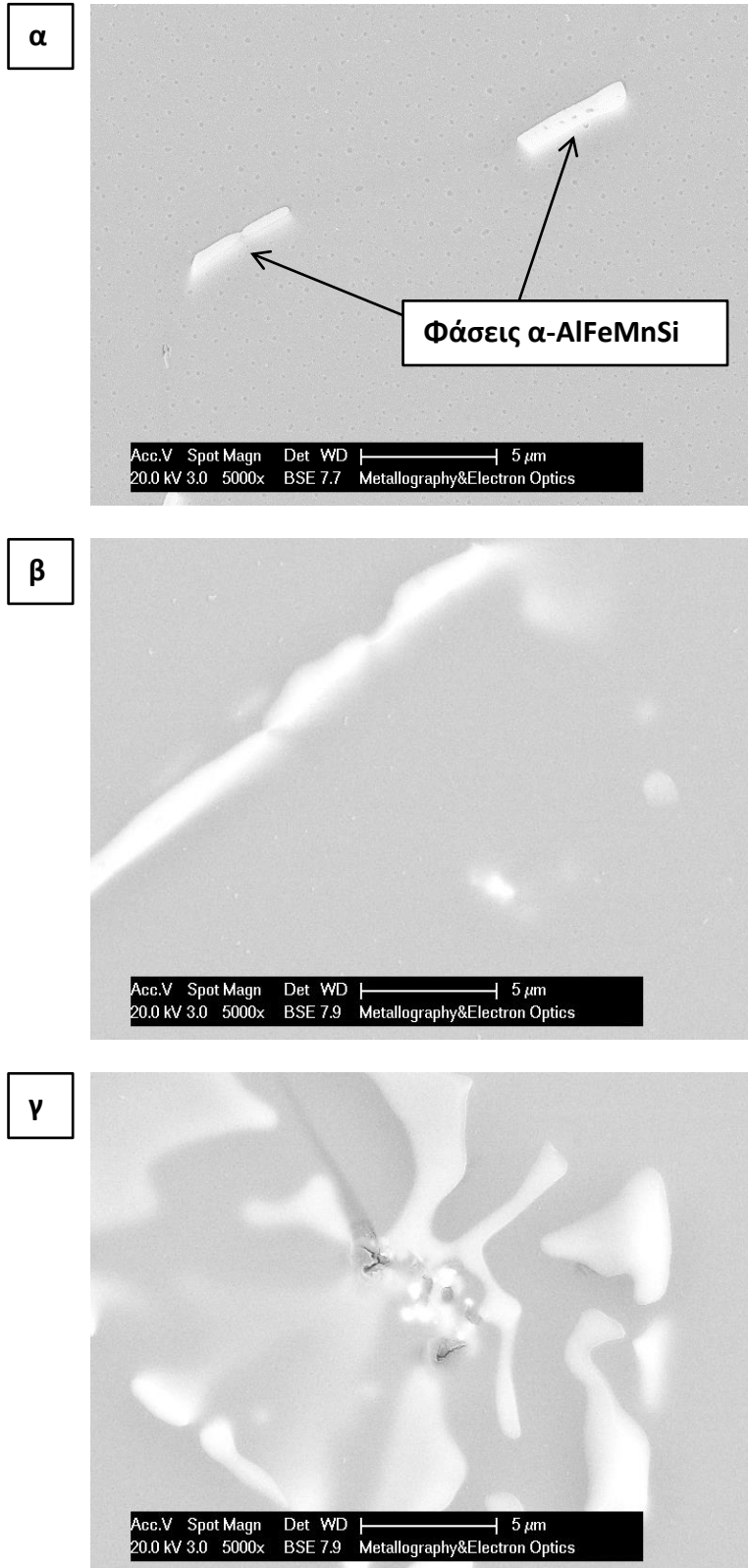
**Εικόνα 11 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 432°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 12 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 389°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού.

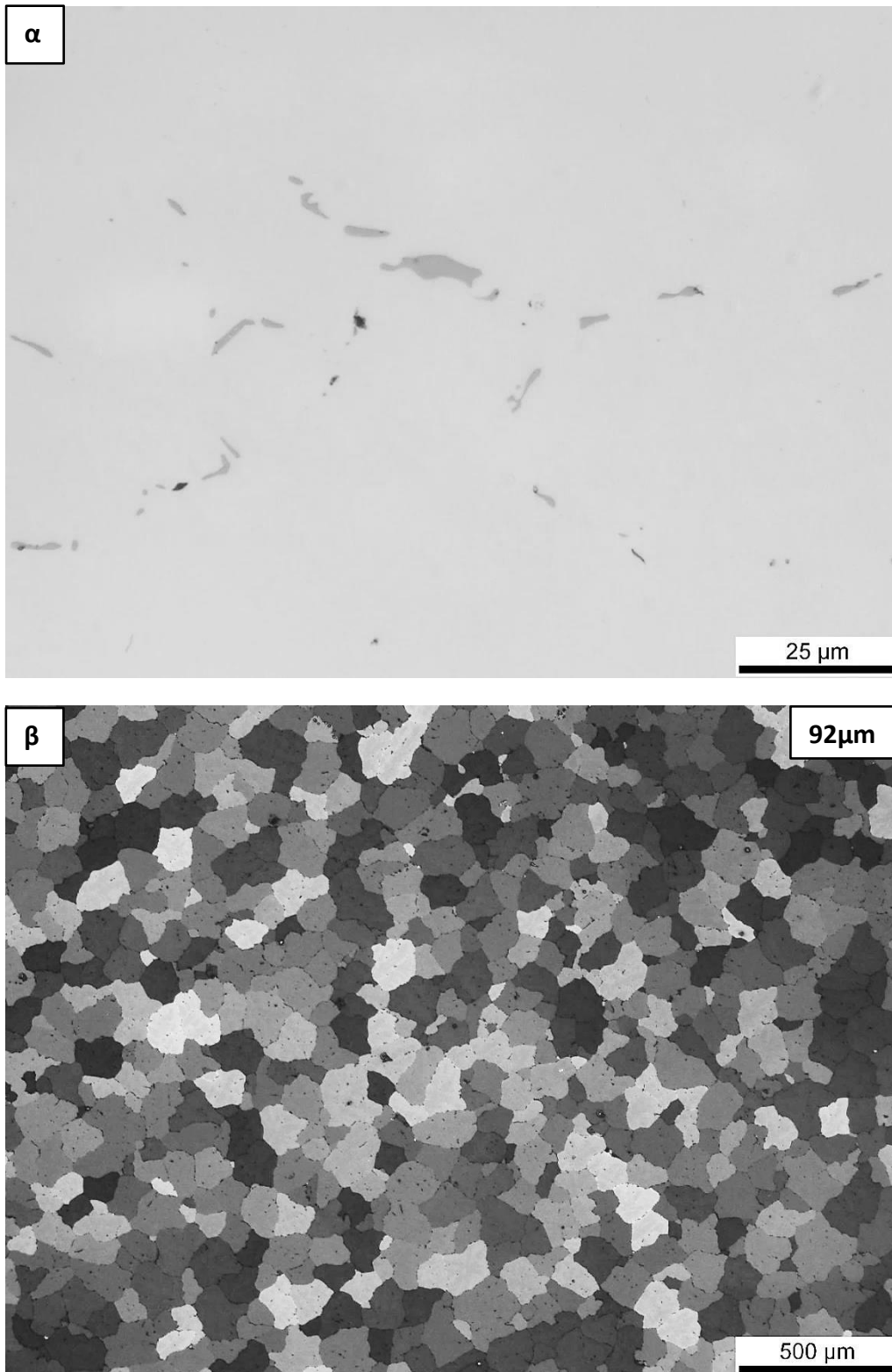
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 13 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 389°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

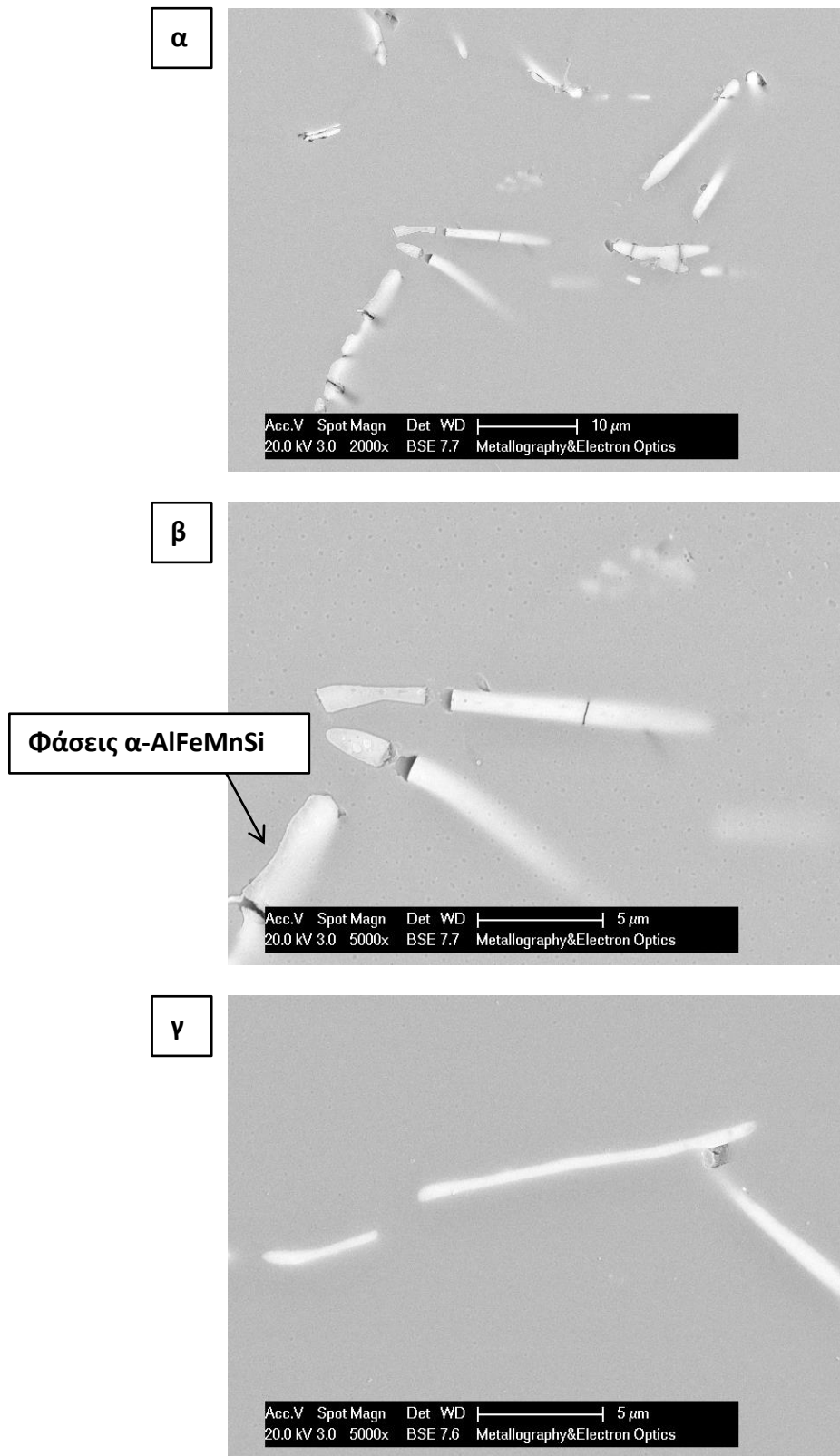
---



Εικόνα 14 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 385°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού.



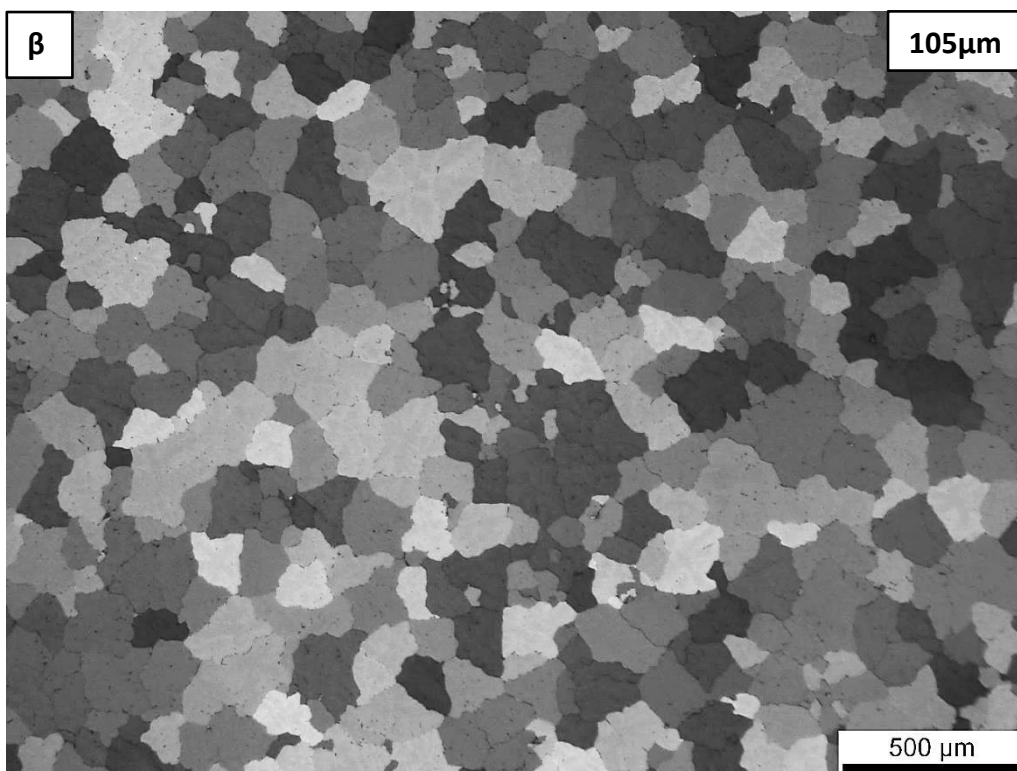
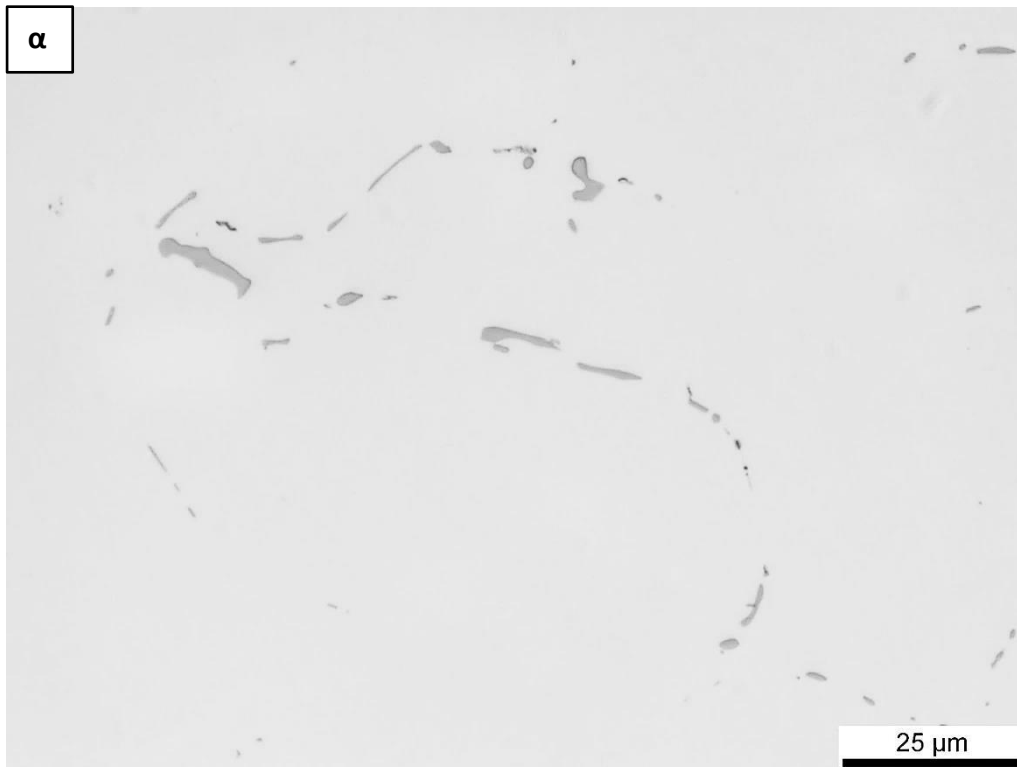
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 15 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης  $385^{\circ}\text{C/h}$ .

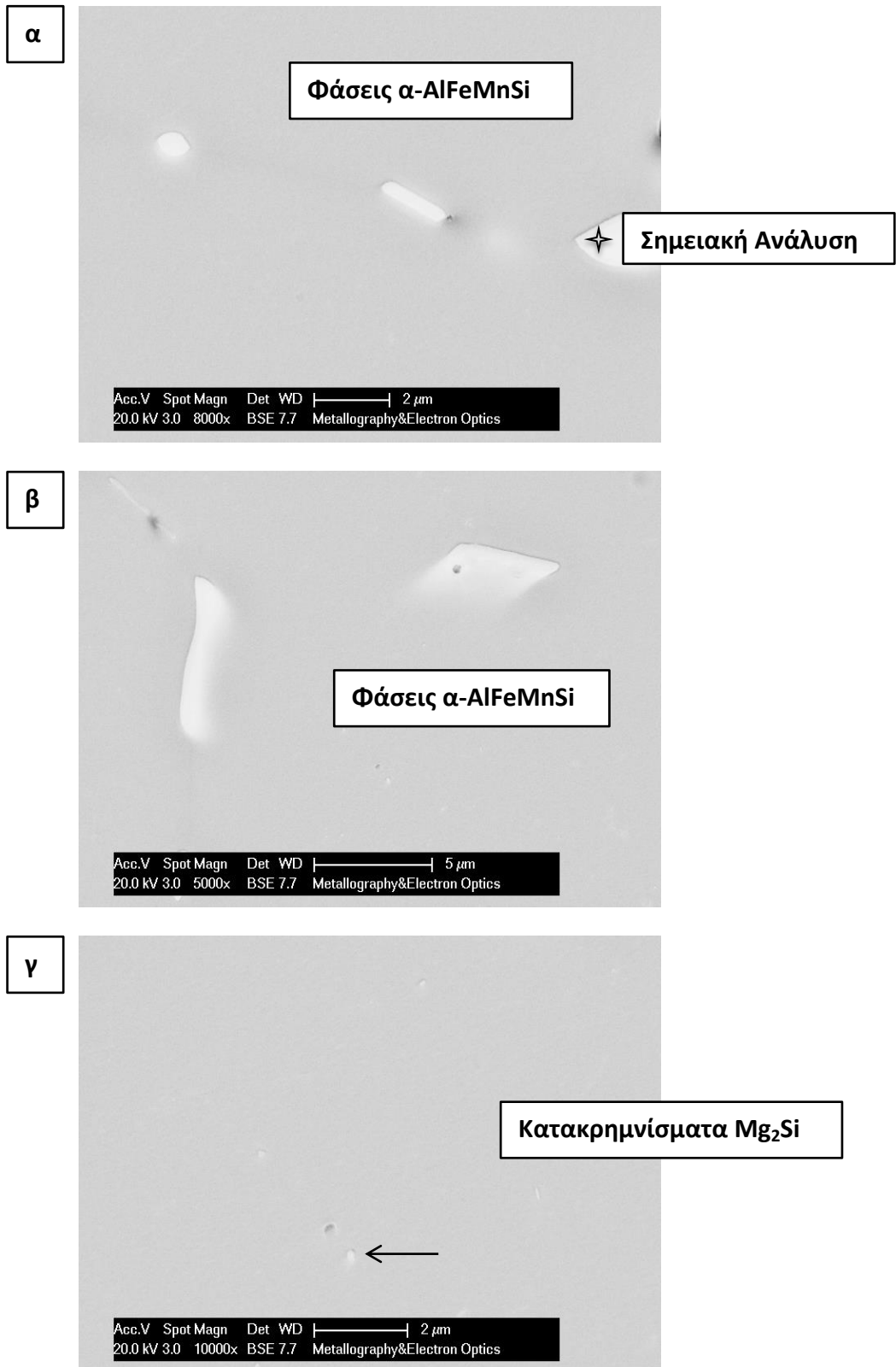
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



**Εικόνα 16 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες από το κέντρο του δείγματος με ρυθμό ψύξης 335°C/h, όπου φαίνεται η μικροδομή του υλικού.**

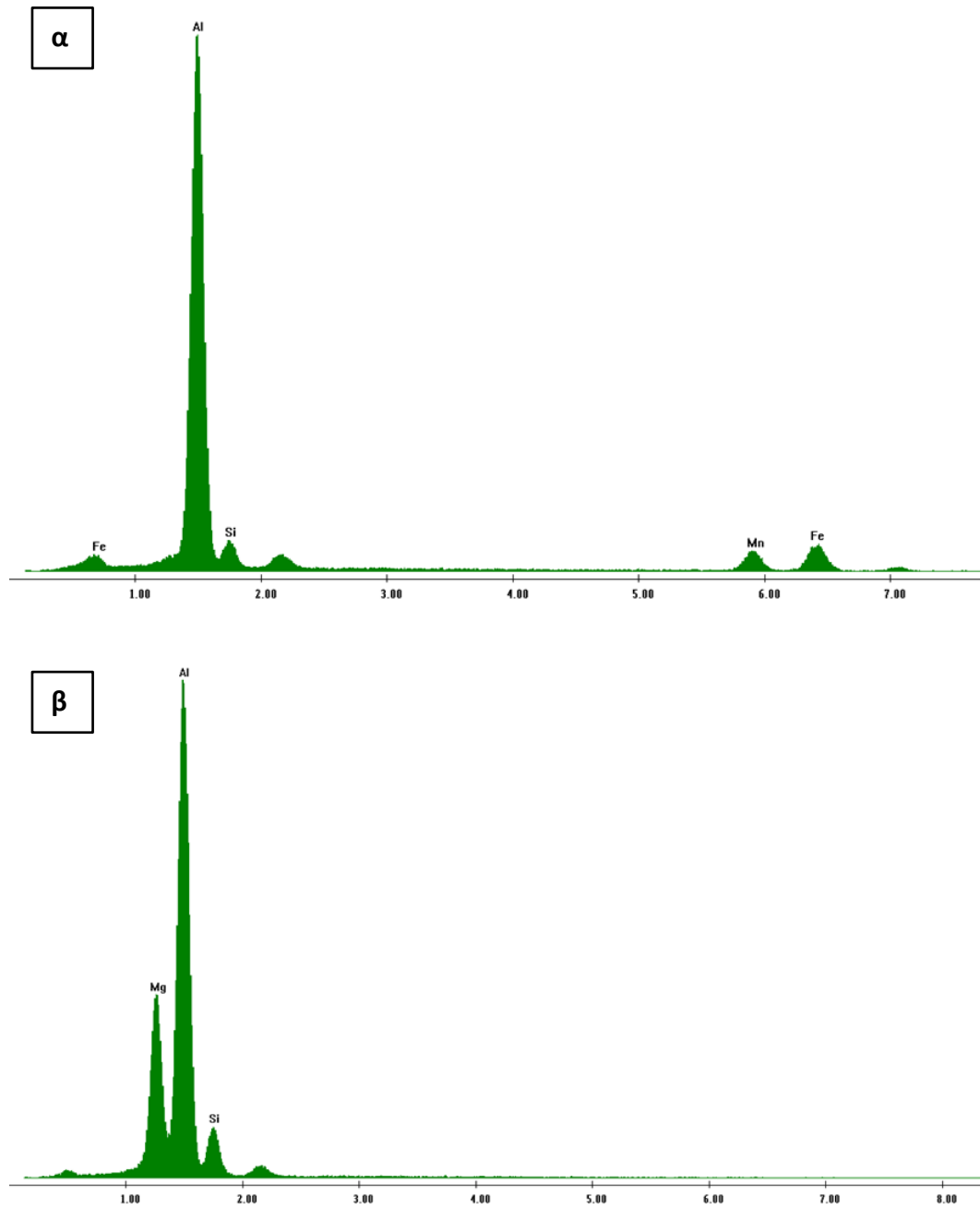
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 17 (α), (β), (γ) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από το δείγμα με ρυθμό ψύξης 335°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



**Σχήμα 11** Φάσμα ενεργειακής διασποράς ακτίνων X, που αντιστοιχεί στη χημική ανάλυση που υποδεικνύεται (α) με αστερίσκο στην Εικόνα 18α και (β) με βέλος στην Εικόνα 18γ.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

#### 3.2.4. Στατιστική επεξεργασία μετρήσεων διαμέτρου και λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi των ομογενοποιημένων μπιγιετών

Στα διαγράμματα-Boxplots γίνεται σύγκριση των μέσων τιμών του λόγου επιμήκυνσης και διαμέτρου των σωματιδίων AlFeMnSi ανά ρυθμό ψύξης (Σχήματα 12-21) έτσι όπως προέκυψαν μετά από επεξεργασία με τη στατιστική μέθοδο ANOVA.

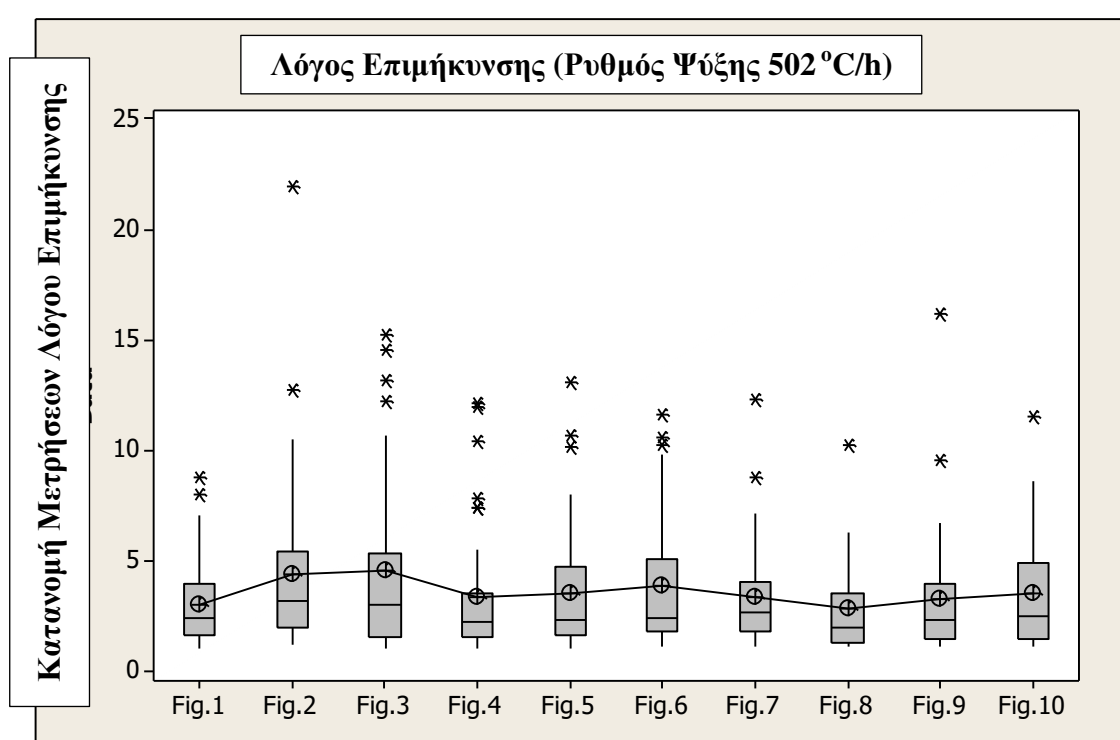
Από τη σύγκριση των μέσων τιμών του λόγου επιμήκυνσης για κάθε ρυθμό ψύξης (aspect ratio – Σχήμα 22, Πίνακας 12) προέκυψε ότι:

- η μπιγιέτα με τον υψηλότερο ρυθμό ψύξης ( $502^{\circ}\text{C/h}$ ) διαφέρει σημαντικά από αυτές με ενδιάμεση τιμή ρυθμού ψύξης ( $385^{\circ}\text{C/h}$  και  $432^{\circ}\text{C/h}$ ).
- το δείγμα με ρυθμό ψύξης  $389^{\circ}\text{C/h}$  παρουσιάζει ομοιότητα και με τα τέσσερα υπόλοιπα δείγματα μπιγιετών δεν εμφανίζεται σαφής συσχέτιση ή τάση μεταξύ ρυθμού ψύξης και λόγου επιμήκυνσης.

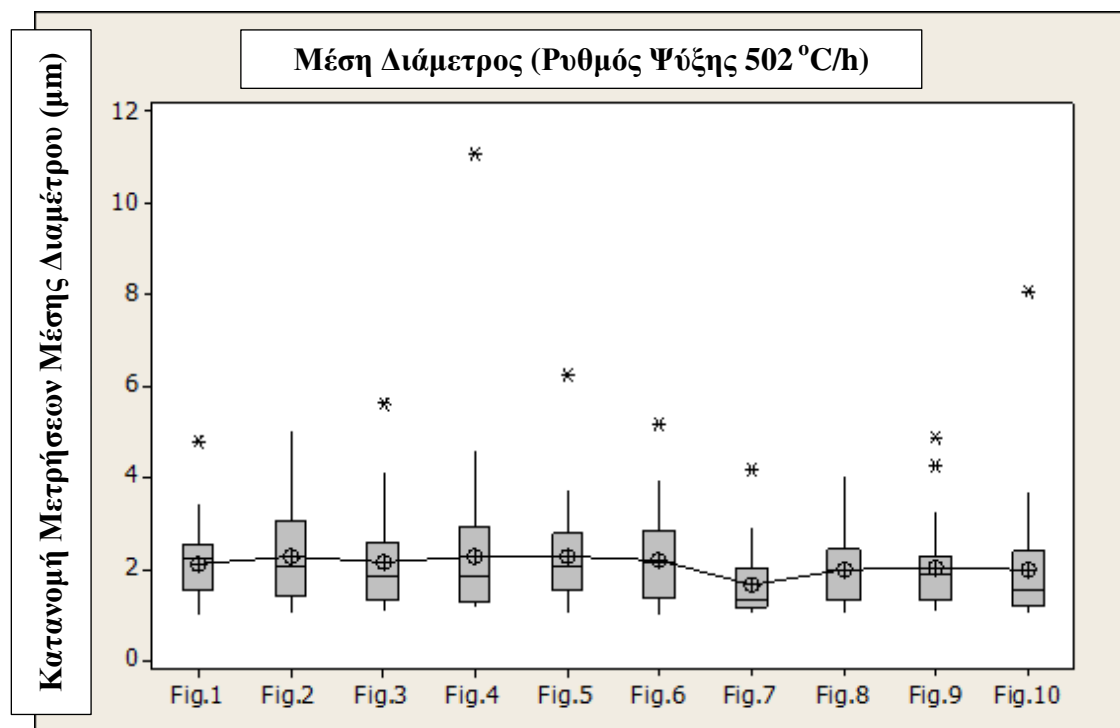
Από τη σύγκριση των μέσων τιμών της διαμέτρου για κάθε ρυθμό ψύξης (mean diameter – Σχήμα 23, Πίνακας 13) προέκυψε ότι:

- Η μπιγιέτα με ρυθμό ψύξης  $432^{\circ}\text{C/h}$  διαφέρει από όλα τα υπόλοιπα δείγματα τα οποία είναι παρόμοια μεταξύ τους.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

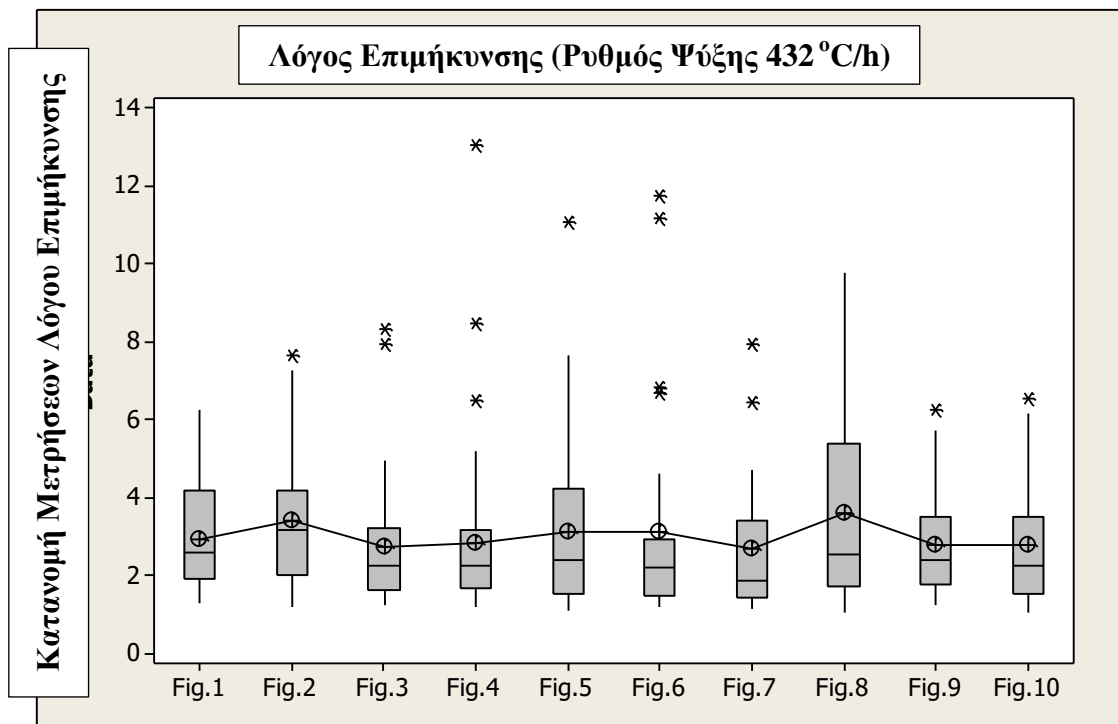


Σχήμα 12 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 502°C/h.

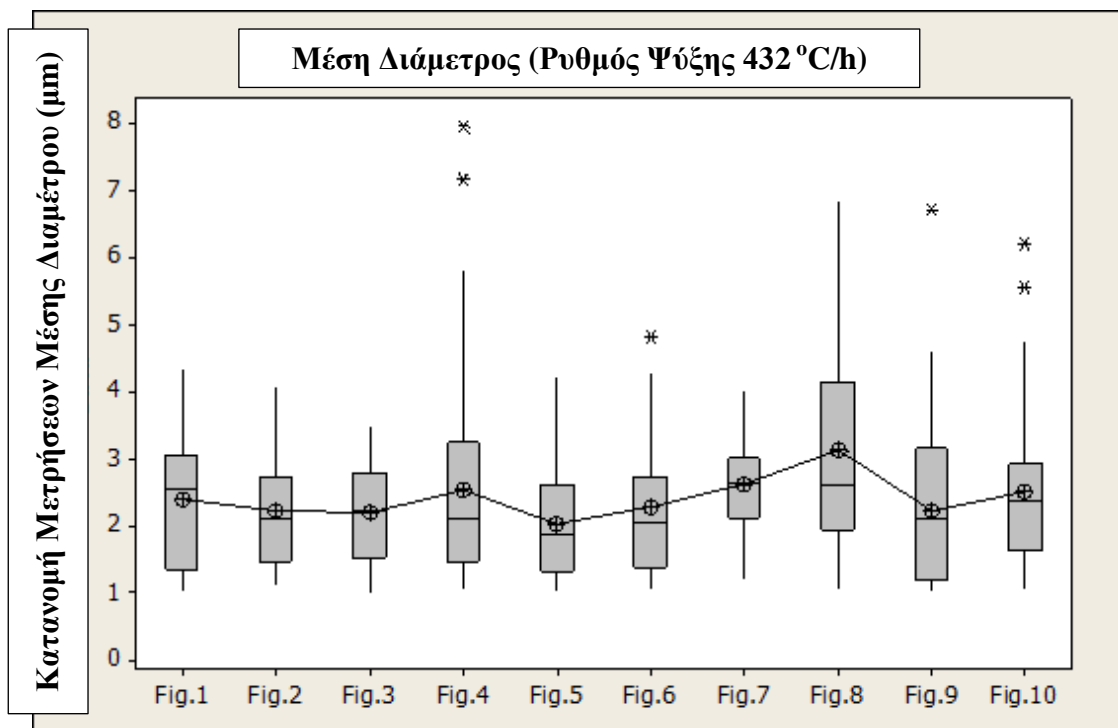


Σχήμα 13 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης για ρυθμό ψύξης 502°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

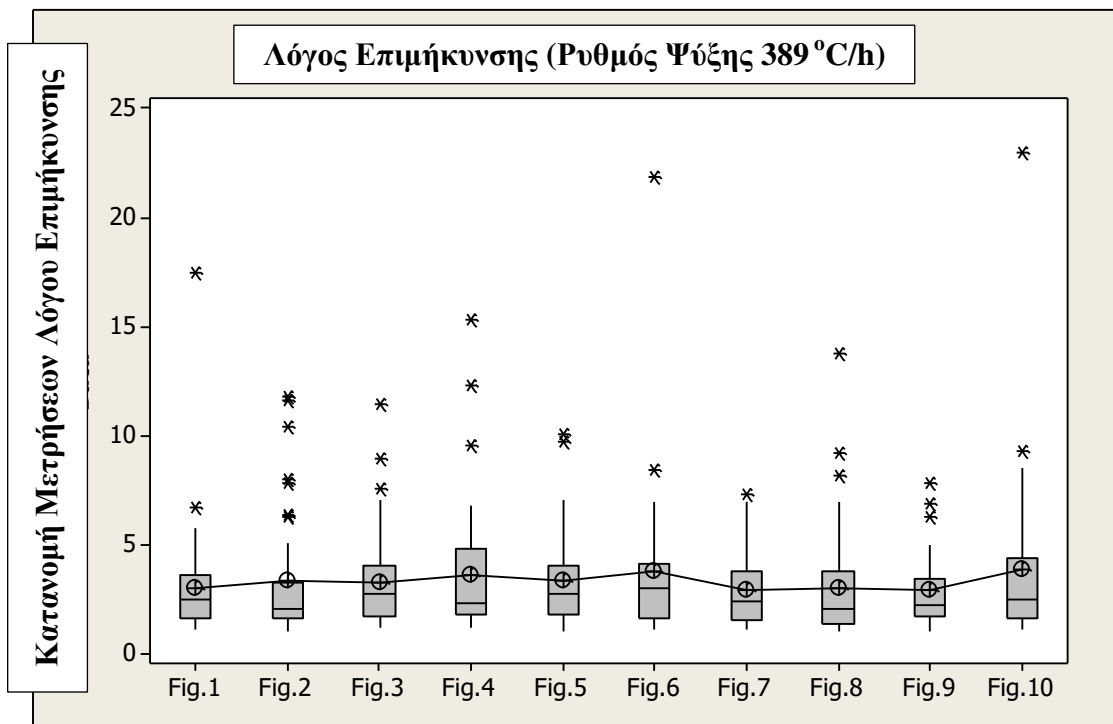


Σχήμα 14 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 432°C/h.

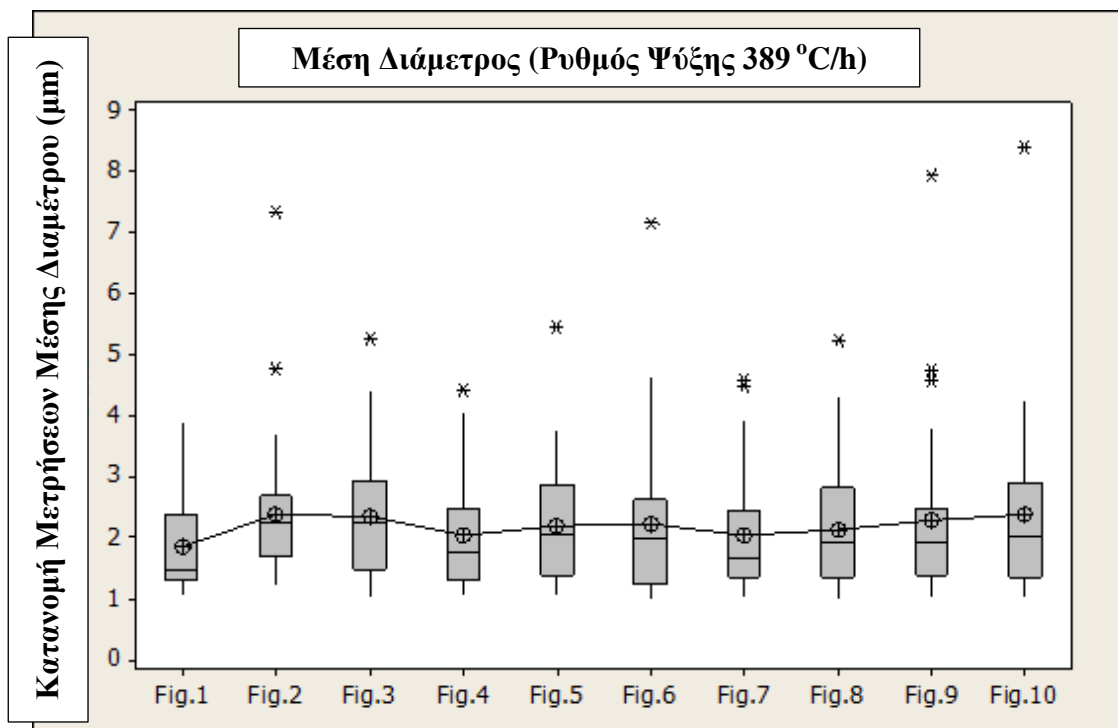


Σχήμα 15 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 432°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



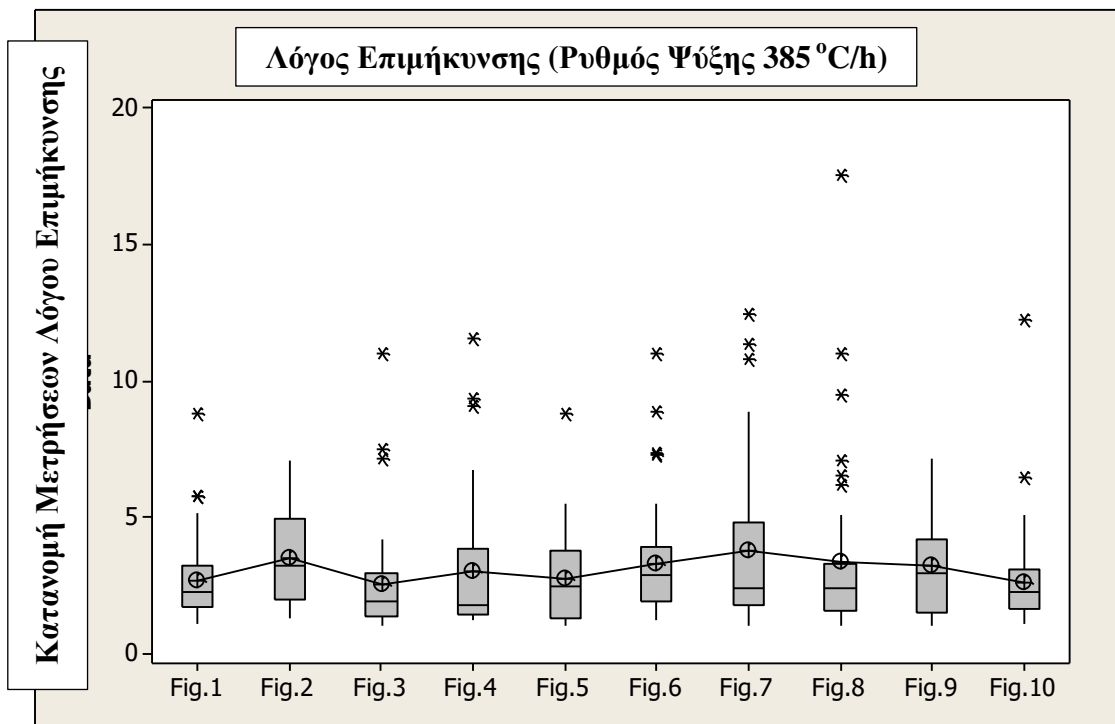
Σχήμα 16 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 389°C/h.



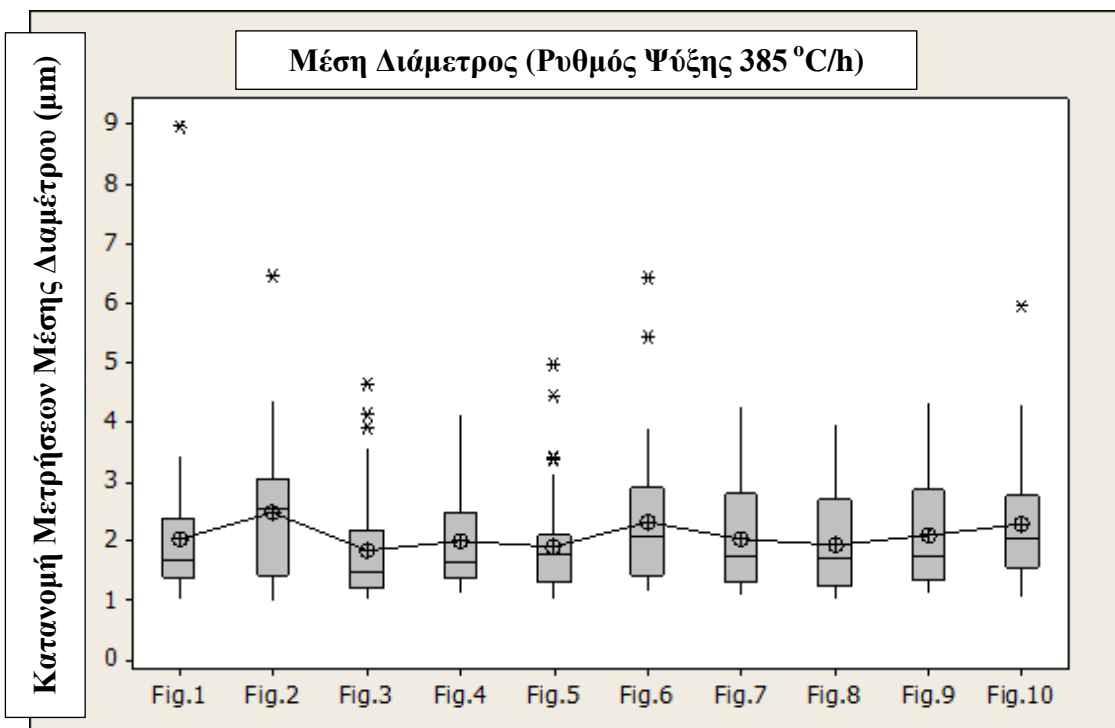
Σχήμα 17 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης για ρυθμό ψύξης 389°C/h.



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

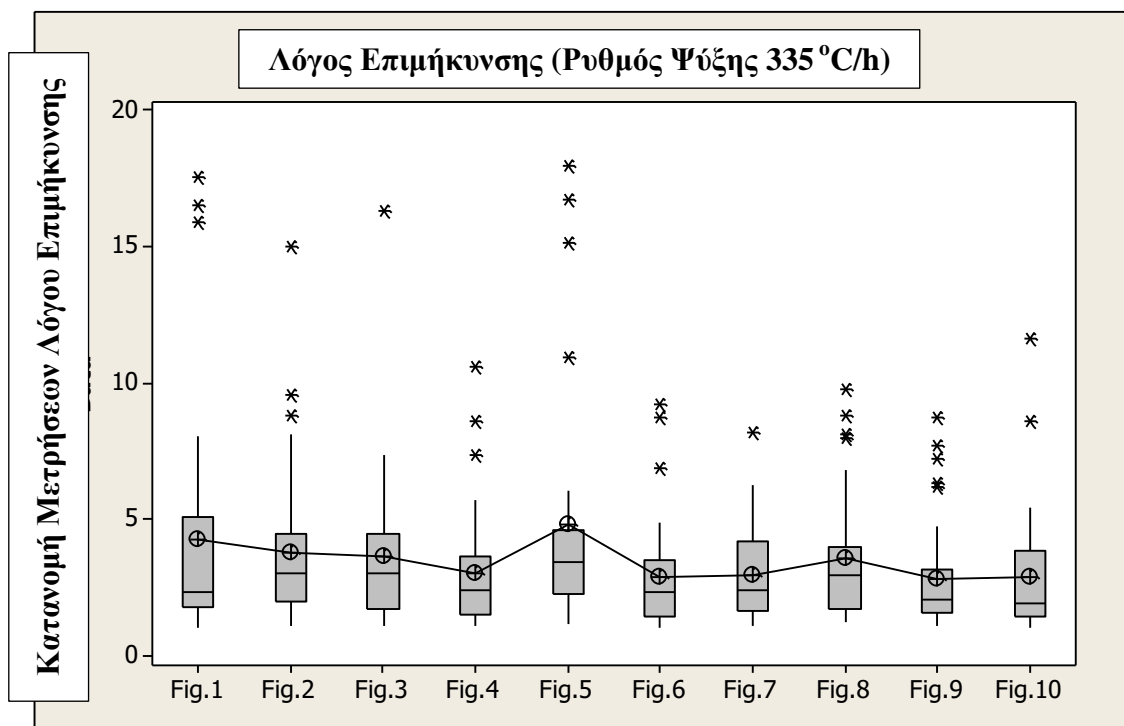


Σχήμα 18 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 385°C/h.

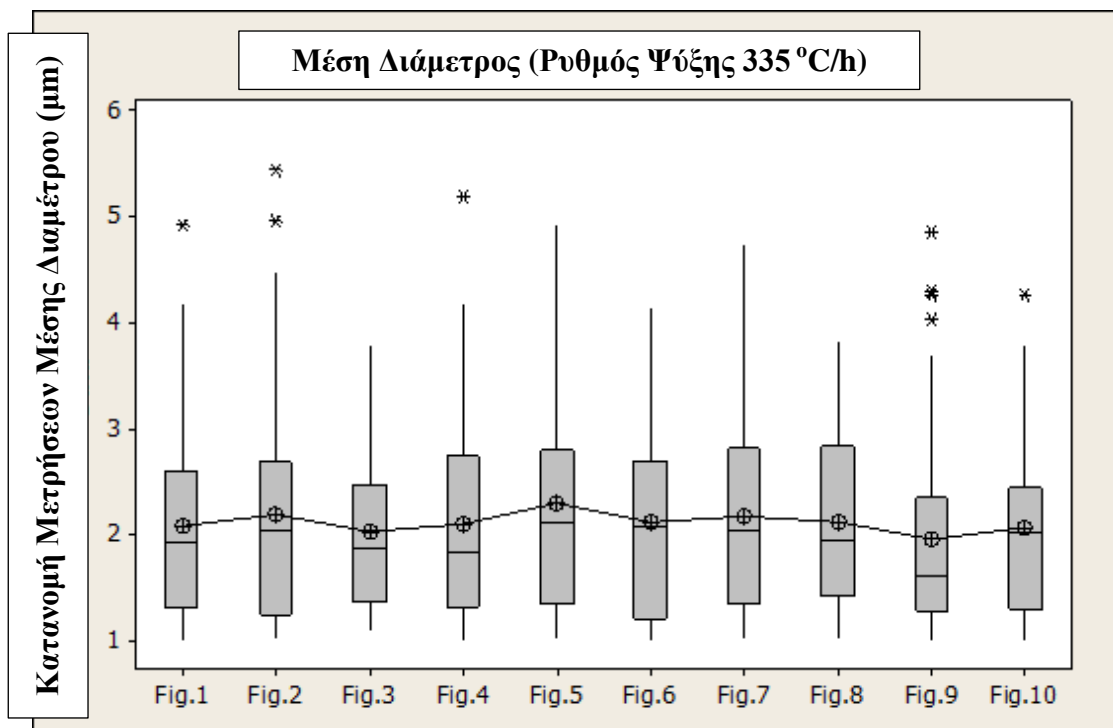


Σχήμα 19 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 385°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

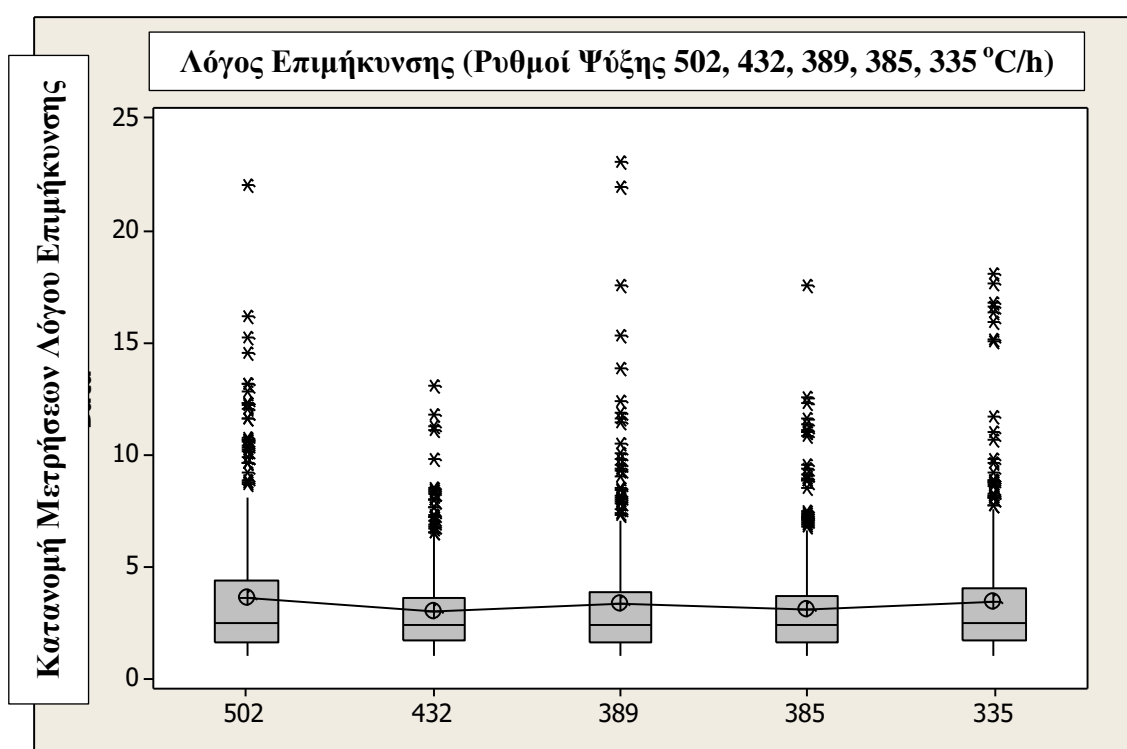


Σχήμα 20 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 335°C/h.



Σχήμα 21 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi από κάθε πεδίο μελέτης, για ρυθμό ψύξης 335°C/h.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

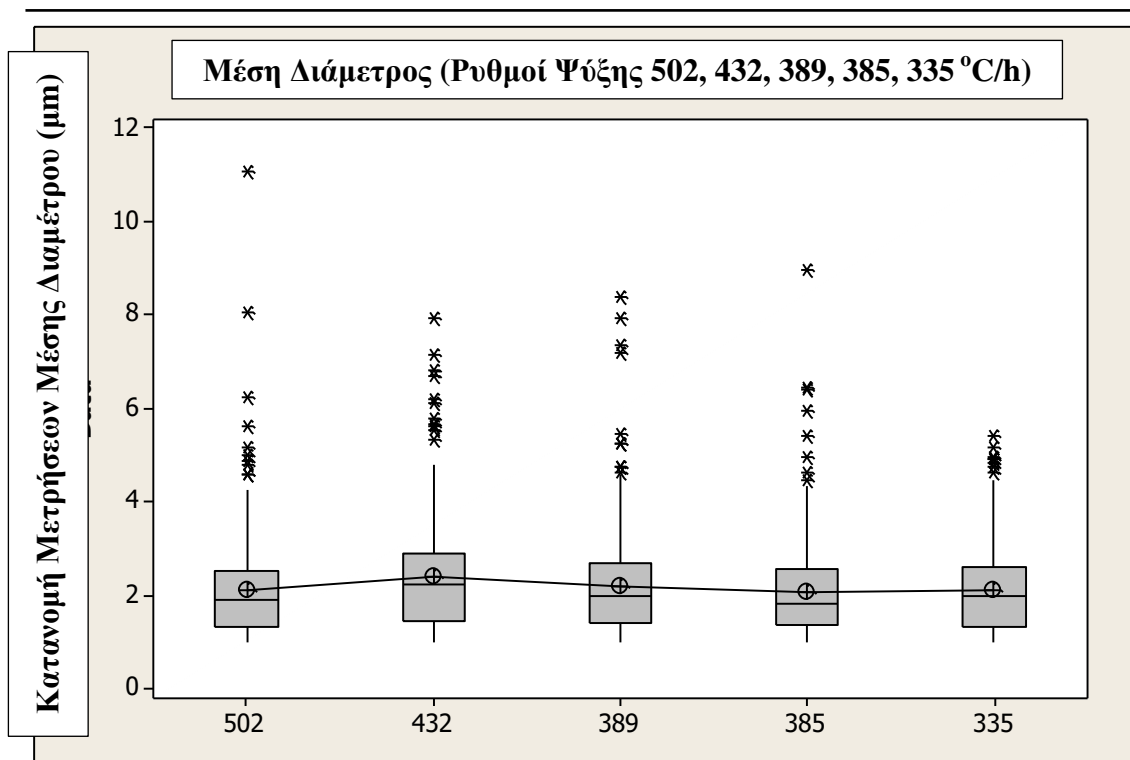


Σχήμα 22 Διάγραμμα μέσω τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για ρυθμούς ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h.

Πίνακας 12 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, χρησιμοποιώντας τη μέθοδο Tukey. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

Tukey Method				
	N	Mean	St Dev	Grouping
<b>502</b>	367	3,609	2,970	A
<b>335</b>	364	3,409	2,784	AB
<b>389</b>	376	3,306	2,765	AB
<b>385</b>	390	3,067	2,214	B
<b>432</b>	359	2,993	1,917	B

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Σχήμα 23 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για ρυθμό ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h.

Πίνακας 13 Κατηγοριοποίηση μιγυιτών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, χρησιμοποιώντας τη μέθοδο Tukey. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

Tukey Method				
	N	Mean	St Dev	Grouping
<b>432</b>	359	2,392	2,970	A
<b>389</b>	376	2,193	2,784	AB
<b>335</b>	364	2,119	2,765	B
<b>502</b>	367	2,096	2,214	B
<b>385</b>	390	2,084	1,917	B

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.3. Εργαστηριακό πείραμα θερμικών κατεργασιών στους 560°C & 585°C

##### 3.3.1. Ηλεκτρική αγωγιμότητα ομογενοποιημένων δειγμάτων

Οι τιμές ηλεκτρικής αγωγιμότητας (EC) των ομογενοποιημένων μπιγιετών στους 560°C παίρνουν τιμές από 48,9 έως 51,8% IACS με το δείγμα που ψύχθηκε αργά στο φούρνο να έχει τη μεγαλύτερη τιμή, όπως φαίνεται και στις αναλυτικές μετρήσεις του Πίνακα 14 (βλ. Σχήμα 24). Το ίδιο συμβαίνει και για τα δείγματα που ομογενοποιήθηκαν στους 585°C, για τα οποία η ηλεκτρική αγωγιμότητα παίρνει τιμές από 48,46 έως 50,94% IACS (Πίνακας 15, Σχήμα 24). Όπως και με τις βιομηχανικά ομογενοποιημένες μπιγιέτες, έτσι και σε αυτή την περίπτωση η ηλεκτρική αγωγιμότητα αυξάνεται με τη μείωση του ρυθμού ψύξης, λόγω της κατακρήμνισης Mg<sub>2</sub>Si.

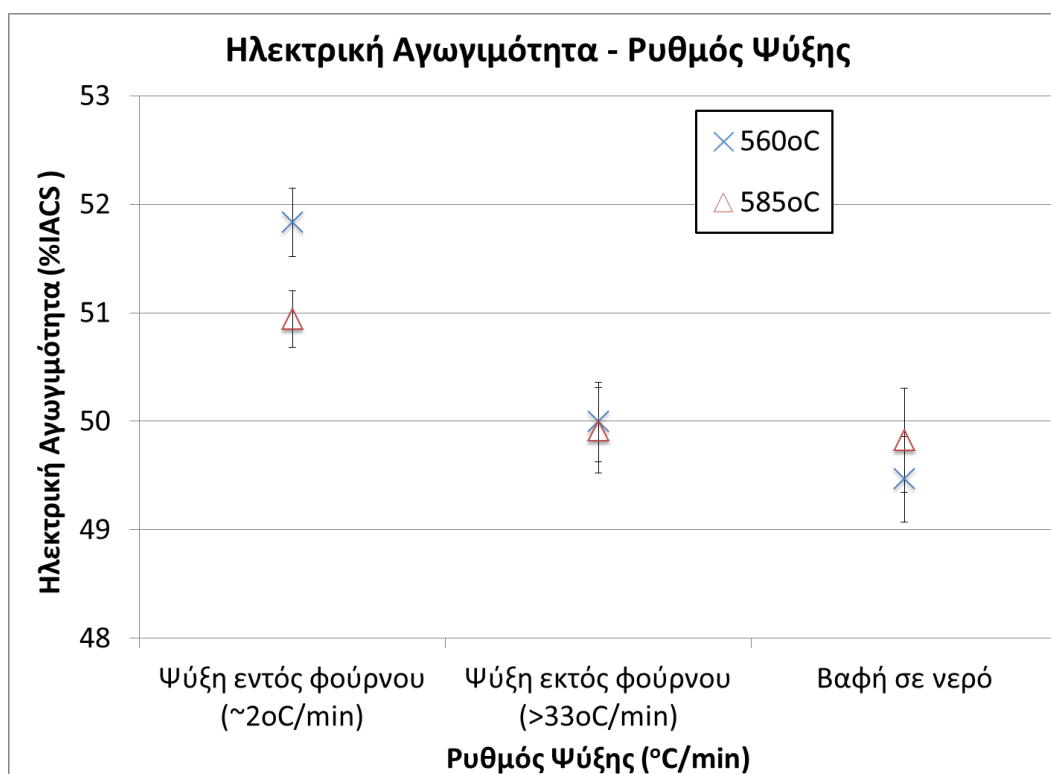
**Πίνακας 14 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των ομογενοποιημένων δειγμάτων στους 560°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.**

560°C		% IACS				
Μέτρηση	1h	4h	8h	24F	24A	24W
1	48.9	49.4	49.4	51.7	50.0	49.6
2	48.9	49.5	49.7	52.1	50.0	49.6
3	49.0	49.7	49.3	51.8	50.0	49.6
4	49.0	49.6	49.4	52.2	50.0	49.5
5	49.1	49.4	49.1	51.5	49.6	49.7
6	48.9	49.7	49.9	51.2	50.9	49.9
7	48.9	49.0	49.6	52.1	49.7	49.6
8	49.0	49.6	49.8	51.9	49.8	48.5
9	48.3	49.5	49.5	51.9	50.0	49.3
<b>M.O.</b>	48.9	49.5	49.5	51.8	50.0	49.5

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

Πίνακας 15 Μετρήσεις ηλεκτρικής αγωγιμότητας, σε % IACS, των ομογενοποιημένων δειγμάτων στους 585°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.

585°C		% IACS				
Μέτρηση	1h	4h	8h	24F	24A	24W
1	48,64	48,98	48,91	51,07	50,03	49,71
2	48,41	48,97	49,07	51,16	49,78	49,55
3	47,91	49,24	48,74	51,1	49,41	49,09
4	48,43	48,79	49,36	51,19	49,66	50,59
5	48,45	49,14	49,10	50,53	50,71	50,4
6	48,55	49,19	48,81	50,84	50,29	50,17
7	48,48	49,22	48,83	50,78	50,02	49,83
8	48,66	48,22	48,81	50,59	49,69	49,47
9	48,62	49,05	48,93	51,21	49,66	49,62
<b>M.O.</b>	<b>48,46</b>	<b>48,98</b>	<b>48,95</b>	<b>50,94</b>	<b>49,92</b>	<b>49,83</b>



Σχήμα 24 Διάγραμμα μεταβολής της ηλεκτρικής αγωγιμότητας των εργαστηριακά ομογενοποιημένων μιγαιτών συναρτήσει του ρυθμού ψύξης για τις θερμικές κατεργασίες στους 560°C και 585°C.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.3.2. Σκληρότητα ομογενοποιημένων δειγμάτων

Για τη θερμική κατεργασία στους 560°C η σκληρότητα του κράματος μειώνεται ελαφρώς από τη 1h στις 4h ομογενοποίησης, αυξάνεται στις 8h και μένει σταθερή μέχρι τις 24h στην τιμή των 50 HV<sub>0,2</sub>, ενώ για τη θερμική κατεργασία στους 585°C η σκληρότητα παρουσιάζει ελαφρώς πτωτική τάση για αύξηση του χρόνου παραμονής στη μέγιστη θερμοκρασία ομογενοποίησης και παίρνει τιμές από 48 έως 52 HV<sub>0,2</sub>. Ωστόσο υπάρχει έντονη μεταβολή της σκληρότητας συναρτήσει του ρυθμού ψύξης, όπου για βαφή σε νερό η σκληρότητα φτάνει τη μέγιστη τιμή της (57 HV<sub>0,2</sub>), ενώ το δείγμα που ψύχθηκε αργά στο φούρνο κατέχει τη μικρότερη σκληρότητα με τιμή 38 HV<sub>0,2</sub> (Πίνακας 16, Σχήμα 25). Αντίστοιχα για την ομογενοποίηση στους 585°C η σκληρότητα αυξάνεται με την αύξηση του ρυθμού ψύξης. Το δείγμα που ψύχθηκε με βαφή σε νερό είχε τη μεγαλύτερη τιμή σκληρότητας (54 HV<sub>0,2</sub>) λόγω της διαλυτοποίησης των κραματικών στοιχείων στη μήτρα του αλουμινίου και σκλήρυνσης μέσω στερεού διαλύματος, ενώ το δείγμα που ψύχθηκε αργά στο φούρνο είχε τη μικρότερη με τιμή 37 HV<sub>0,2</sub> (Πίνακας 17, Σχήμα 25).

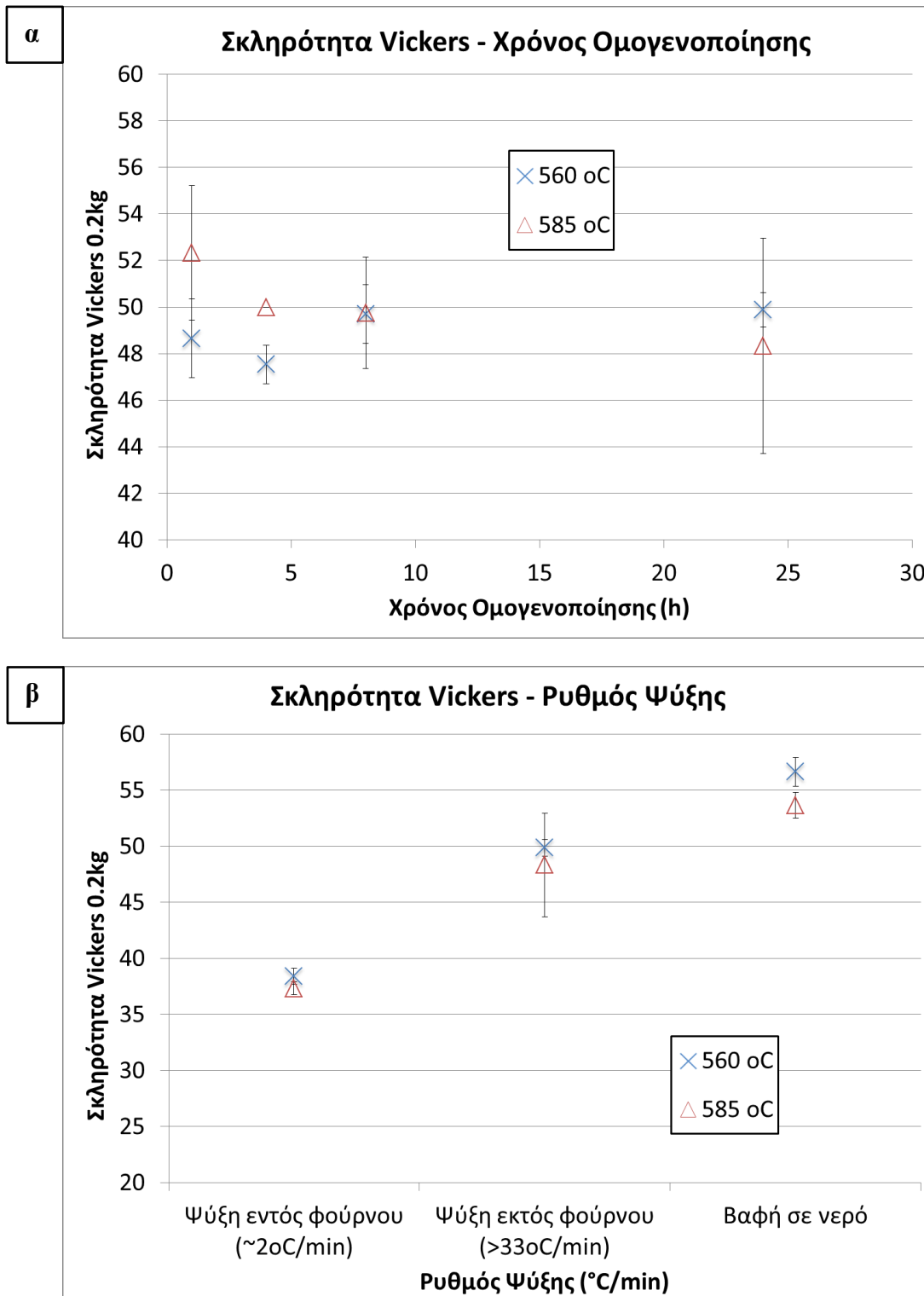
**Πίνακας 16 Μετρήσεις σκληρότητας σε HV<sub>0,2</sub> για θερμική κατεργασία στους 560°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.**

560 °C		HV <sub>0,2</sub>				
Μέτρηση	1h	4h	8h	24F	24A	24W
1	47	48	49	38	51	55
2	49	47	51	38	49	58
3	50	47	49	39	49	57
<b>M.O.</b>	<b>49</b>	<b>48</b>	<b>50</b>	<b>38</b>	<b>50</b>	<b>57</b>

**Πίνακας 17 Μετρήσεις σκληρότητας σε HV<sub>0,2</sub> για θερμική κατεργασία στους 585°C, όπου F: Furnace cooling, A: Air cooling και W: Water quench.**

585 °C		HV <sub>0,2</sub>				
Μέτρηση	1h	4h	8h	24F	24A	24W
1	49	50	53	37	43	53
2	54	50	49	38	51	53
3	54	50	47	37	51	55
<b>M.O.</b>	<b>52</b>	<b>50</b>	<b>50</b>	<b>37</b>	<b>48</b>	<b>54</b>

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



**Σχήμα 25** Διάγραμμα μεταβολής της σκληρότητας των εργαστηριακά ομογενοποιημένων μπιγιετών συναρτήσει (α) του χρόνου ομογενοποίησης και (β) του ρυθμού ψύξης για τις θερμικές κατεργασίες στους 560°C και 585°C.



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

#### 3.3.3. Μελέτη βαθμού σφαιροποίησης σωματιδίων AlFeMnSi

Από τη μελέτη των Πινάκων 18 και 19, των οπτικών μικρογραφιών των Εικόνων 18-31 και των διαγραμμάτων του Σχήματος 26 αναφορικά με τη μορφολογία των σωματιδίων AlFeMnSi προκύπτει ότι για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C ο λόγος επιμήκυνσης μειώνεται με αυξανόμενη παραμονή στη θερμοκρασία ομογενοποίησης, ενώ για παραμονή 8h αυξάνεται ελαφρώς λόγω της ελάττωσης του πάχους των φάσεων (50) παραμένοντας κάτω από την τιμή του λόγου επιμήκυνσης της μπιγιέτας πριν την ομογενοποίηση. Για παραμονή 24h ο λόγος επιμήκυνσης συνεχίζει να μειώνεται. Για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C ο λόγος επιμήκυνσης μειώνεται σταθερά με αυξανόμενη παραμονή στη θερμοκρασία ομογενοποίησης.

Για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C η μέση διάμετρος των σωματιδίων μειώνεται σε σχέση με της χυτής μπιγιέτας από την πρώτη ώρα ομογενοποίησης και για περαιτέρω παραμονή δε μεταβάλλεται σημαντικά. Για τη θερμική κατεργασία στους 585°C η μέση διάμετρος μειώνεται για παραμονή 1h, ενώ αυξάνεται ελαφρώς για 4h και 8h σε τιμές όχι υψηλότερες από του χυτού και για 24h συνεχίζει να μειώνεται.

Ο μέσος όρος του αριθμού των σωματιδίων ανά πεδίο μελέτης (1000x) ήταν 44-65 και 53-66 σωματίδια για ομογενοποίηση στους 560°C και στους 585°C αντίστοιχα. Η μέση τιμή του λόγου επιμήκυνσης του συνόλου των σωματιδίων που μετρήθηκαν ήταν 3,19-4,04 και 2,85-4,30 και της μέσης διαμέτρου 1,43-1,53 μm και 1,49-1,71 μm για ομογενοποίηση στους 560°C και στους 585°C αντίστοιχα (Πίνακας 18 και 19, Σχήμα 26α και 26β αντίστοιχα).

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

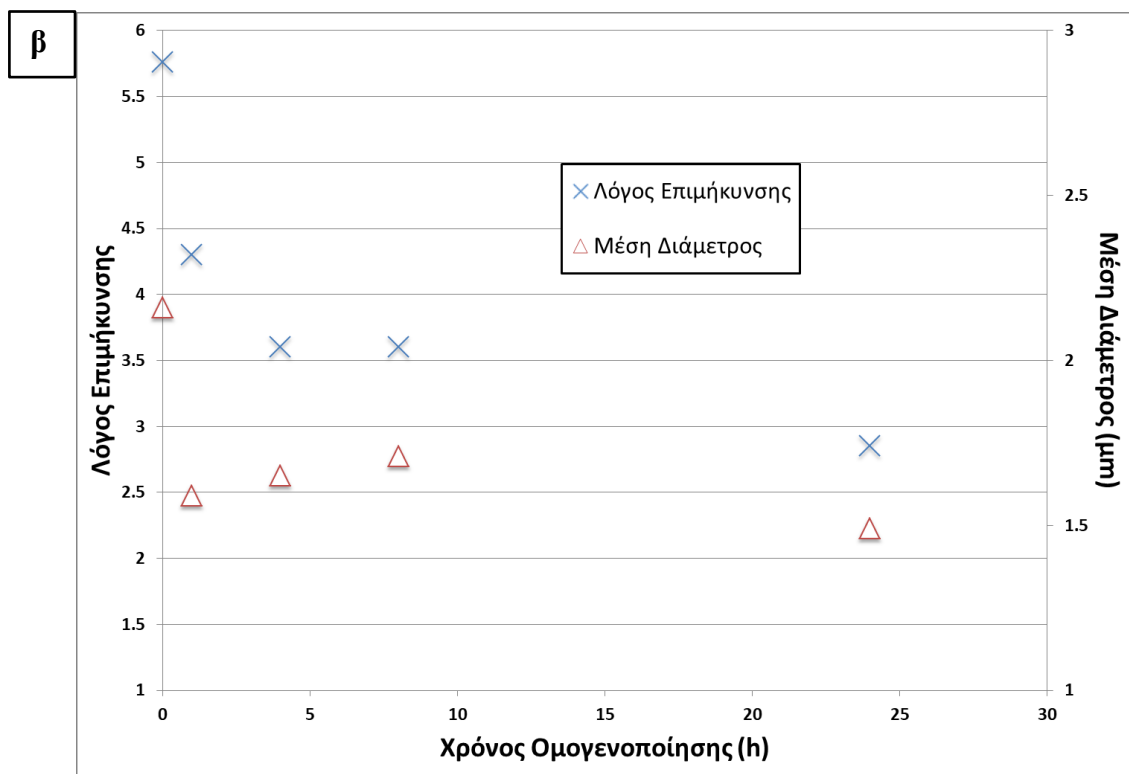
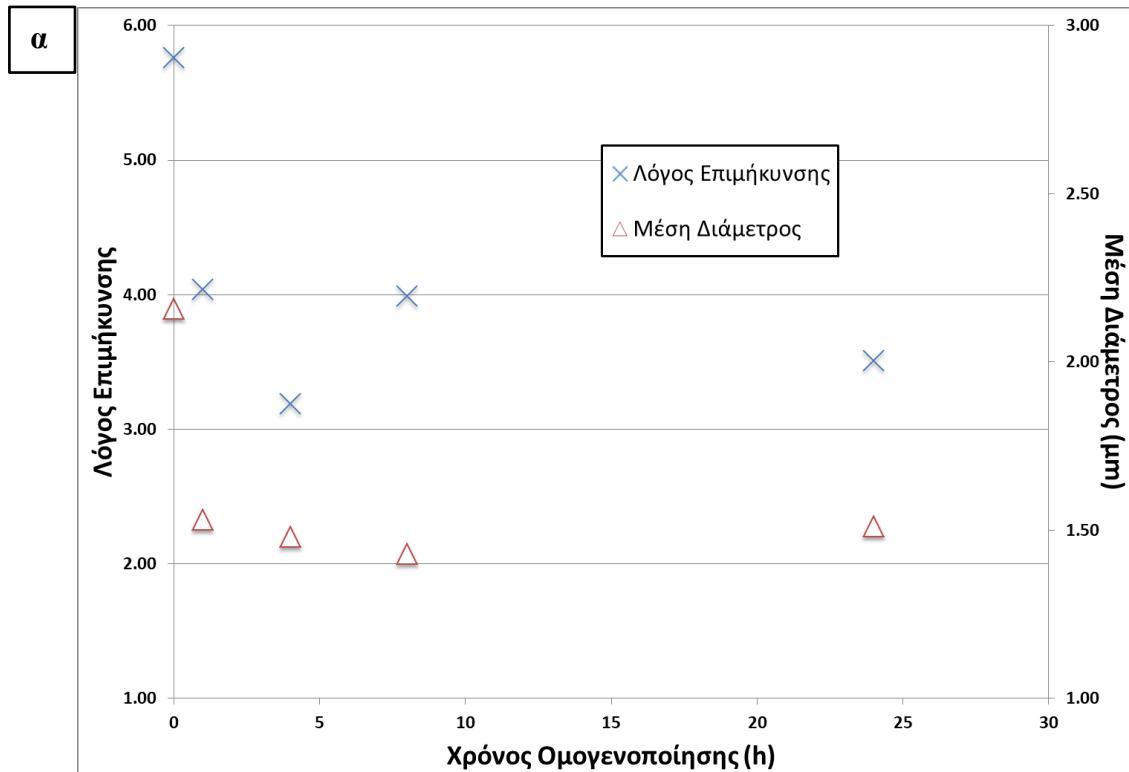
Πίνακας 18 Μέσος όρος των μετρήσεων αριθμού σωματιδίων φάσης AlFeMnSi, λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 560°C.

560 °C	Χρόνος Ομογενοποίησης (h)				
	AC	1	4	8	24
Αριθμός Σωματιδίων	43	58	65	50	44
Λόγος Επιμήκυνσης	5,76	4,04	3,19	3,99	3,51
Διάμετρος (μm)	2,16	1,53	1,48	1,43	1,51

Πίνακας 19 Μέσος όρος των μετρήσεων αριθμού σωματιδίων φάσης AlFeMnSi, λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 585°C.

585 °C	Χρόνος Ομογενοποίησης (h)				
	AC	1	4	8	24
Αριθμός Σωματιδίων	43	62	61	53	66
Λόγος Επιμήκυνσης	5,76	4,30	3,60	3,60	2,85
Διάμετρος (μm)	2,16	1,59	1,65	1,71	1,49

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

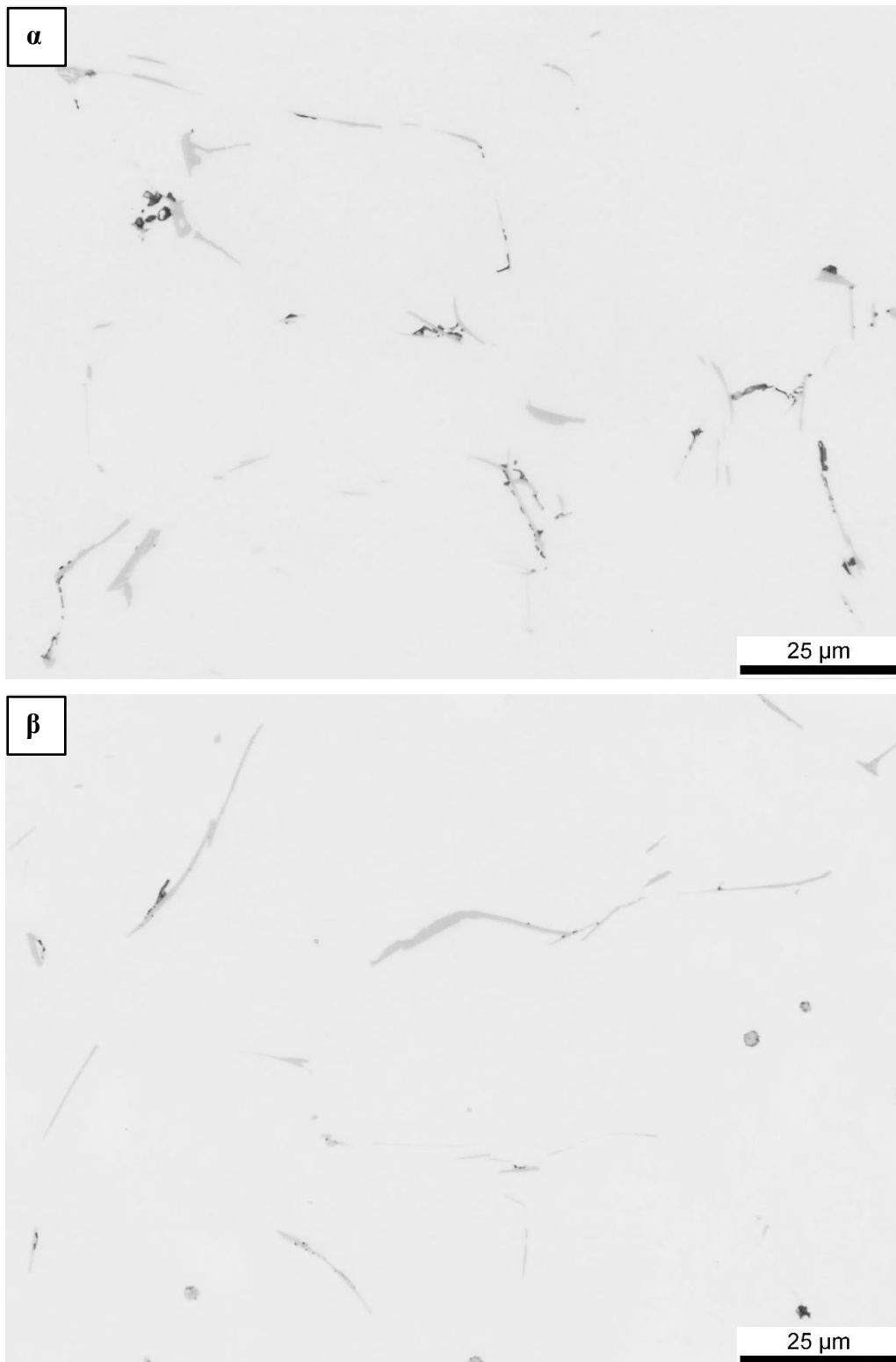


Σχήμα 26 Διάγραμμα λόγου επιμήκυνσης και μέσης διαμέτρου του χυτού και συναρτήσε του χρόνου ομογενοποίησης (1, 4, 8, 24h) για τη θερμική κατεργασία (α) των 560°C και (β) των 585°C.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

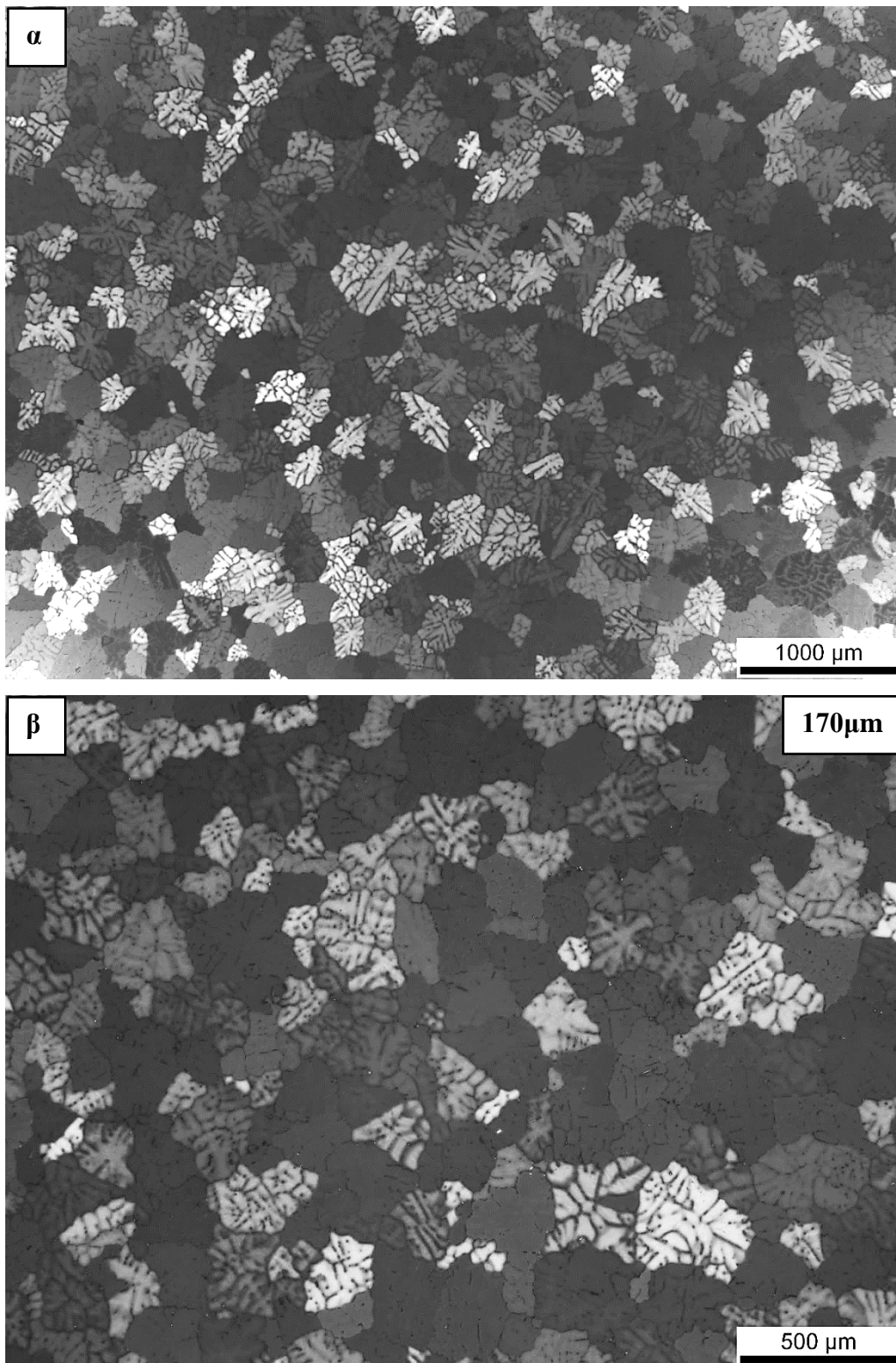
---

#### 3.3.4. Οπτική μικροσκοπία στιλβωμένων και προσβεβλημένων με Barkers δειγμάτων



**Εικόνα 18 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του χυτού.**

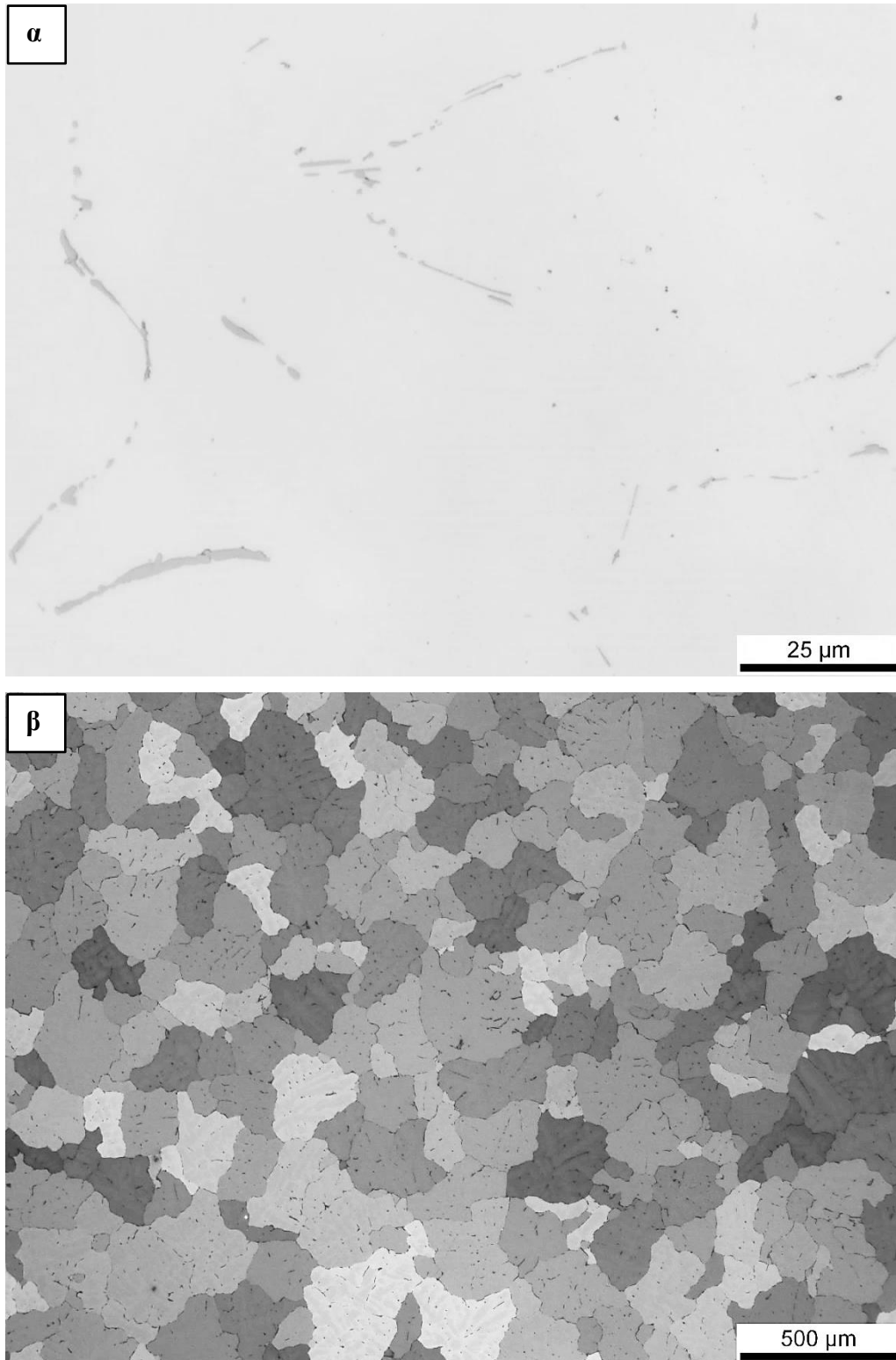
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 19 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του χυτού, όπου φαίνεται η μικροδομή του.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

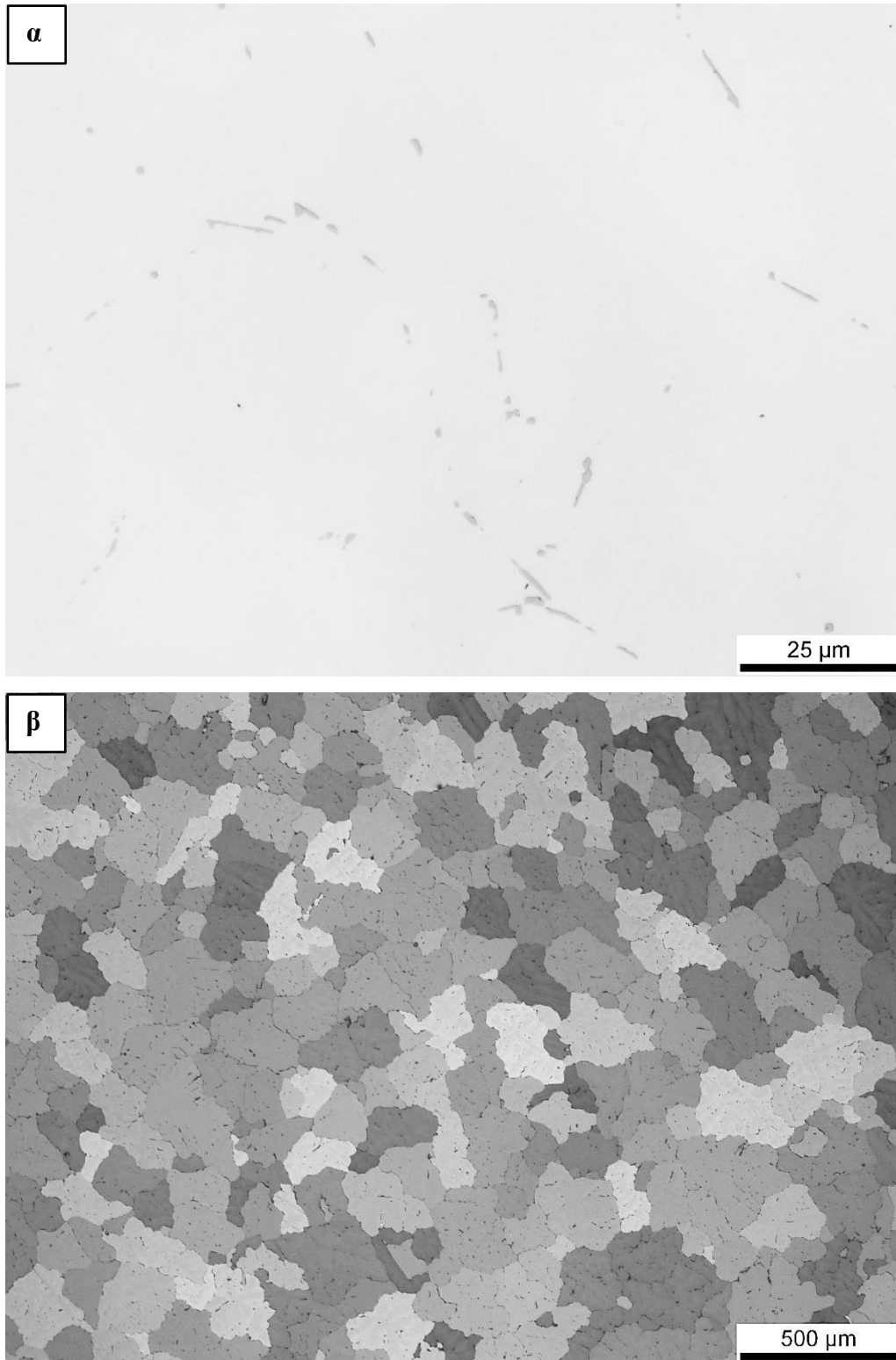
---



**Εικόνα 20 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 1h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

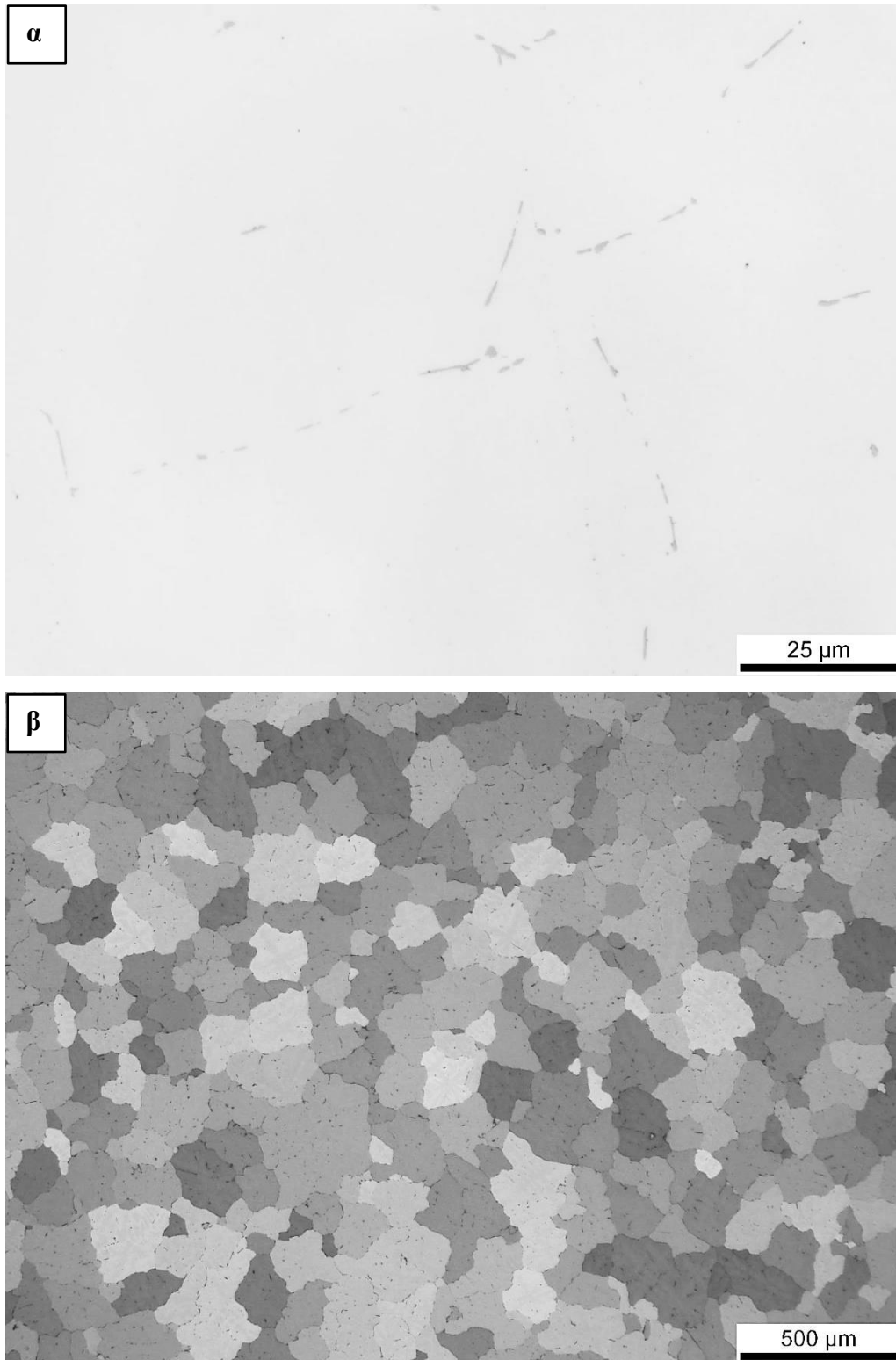
---



**Εικόνα 21 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 4h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

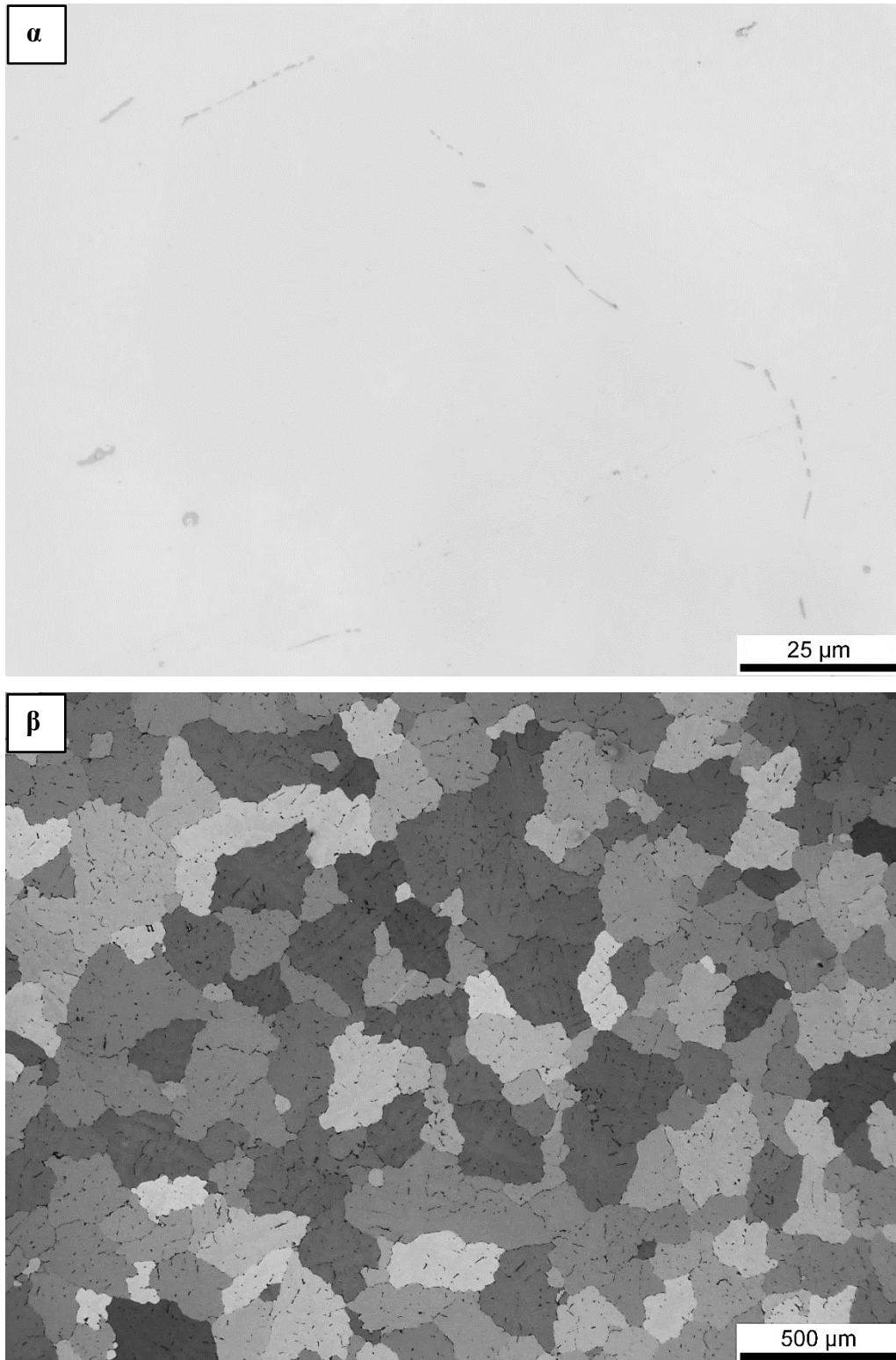


**Εικόνα 22 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 8h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

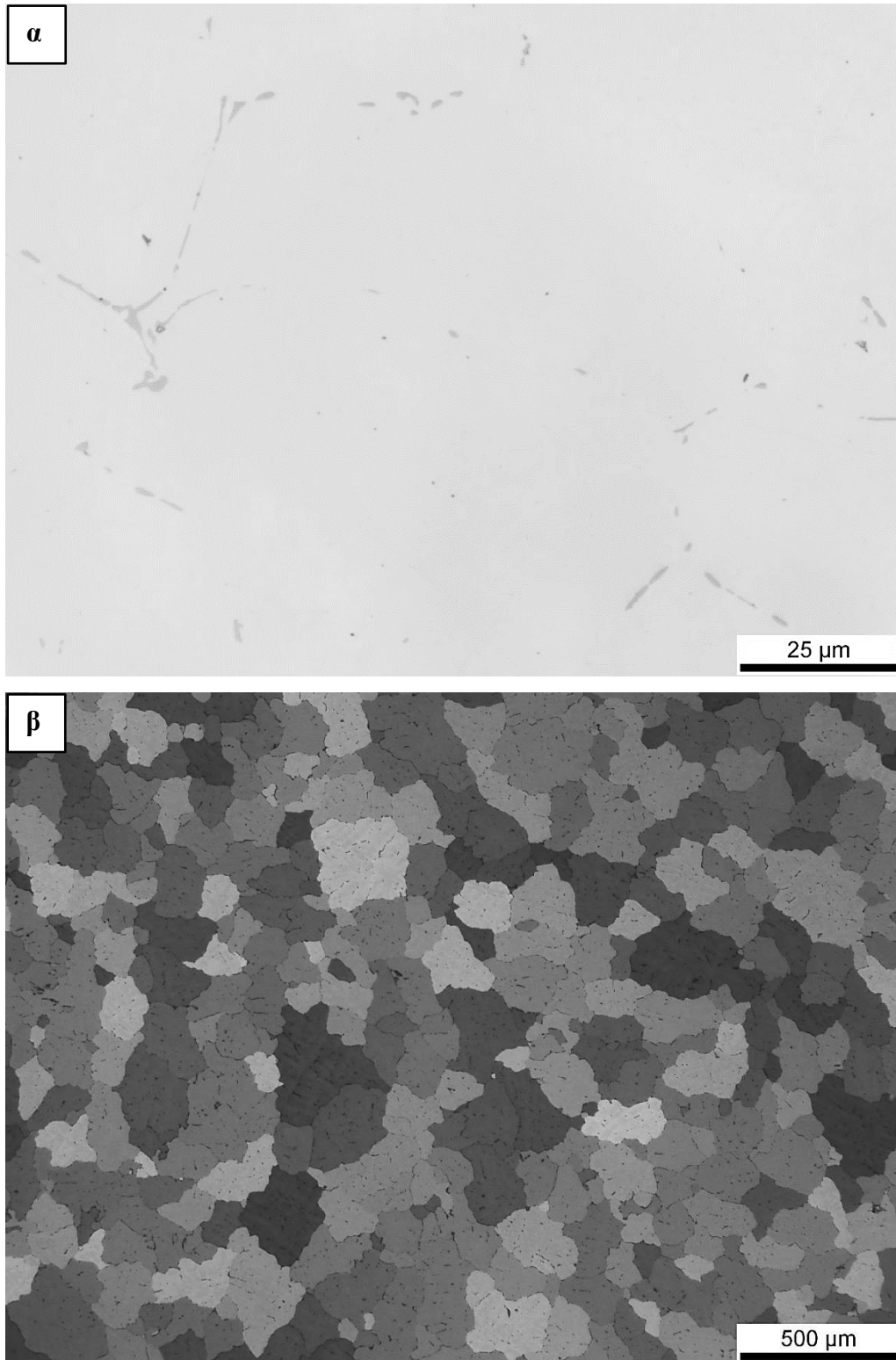
---



**Εικόνα 23 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και βαφή σε νερό, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

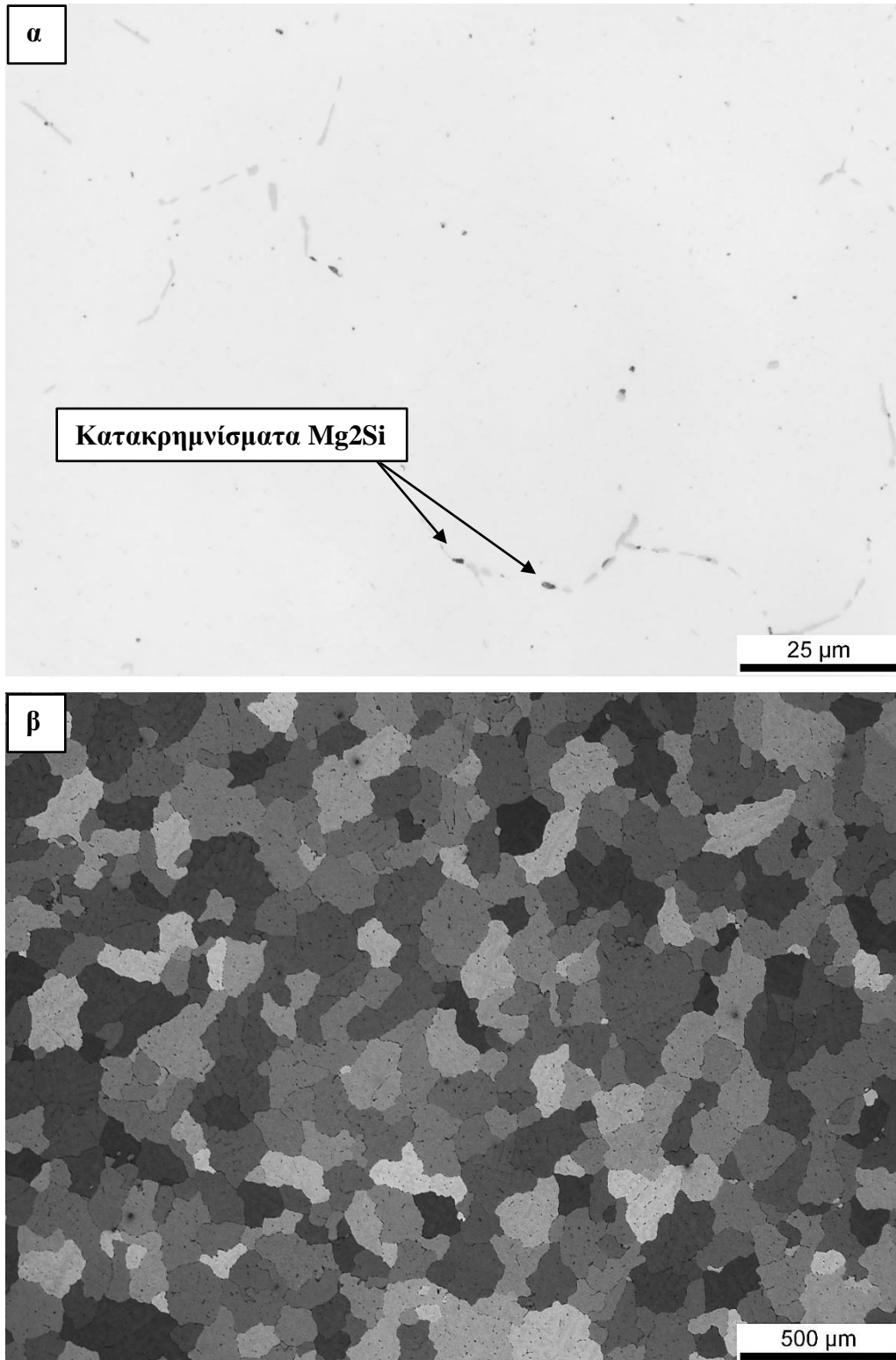
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



**Εικόνα 24 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

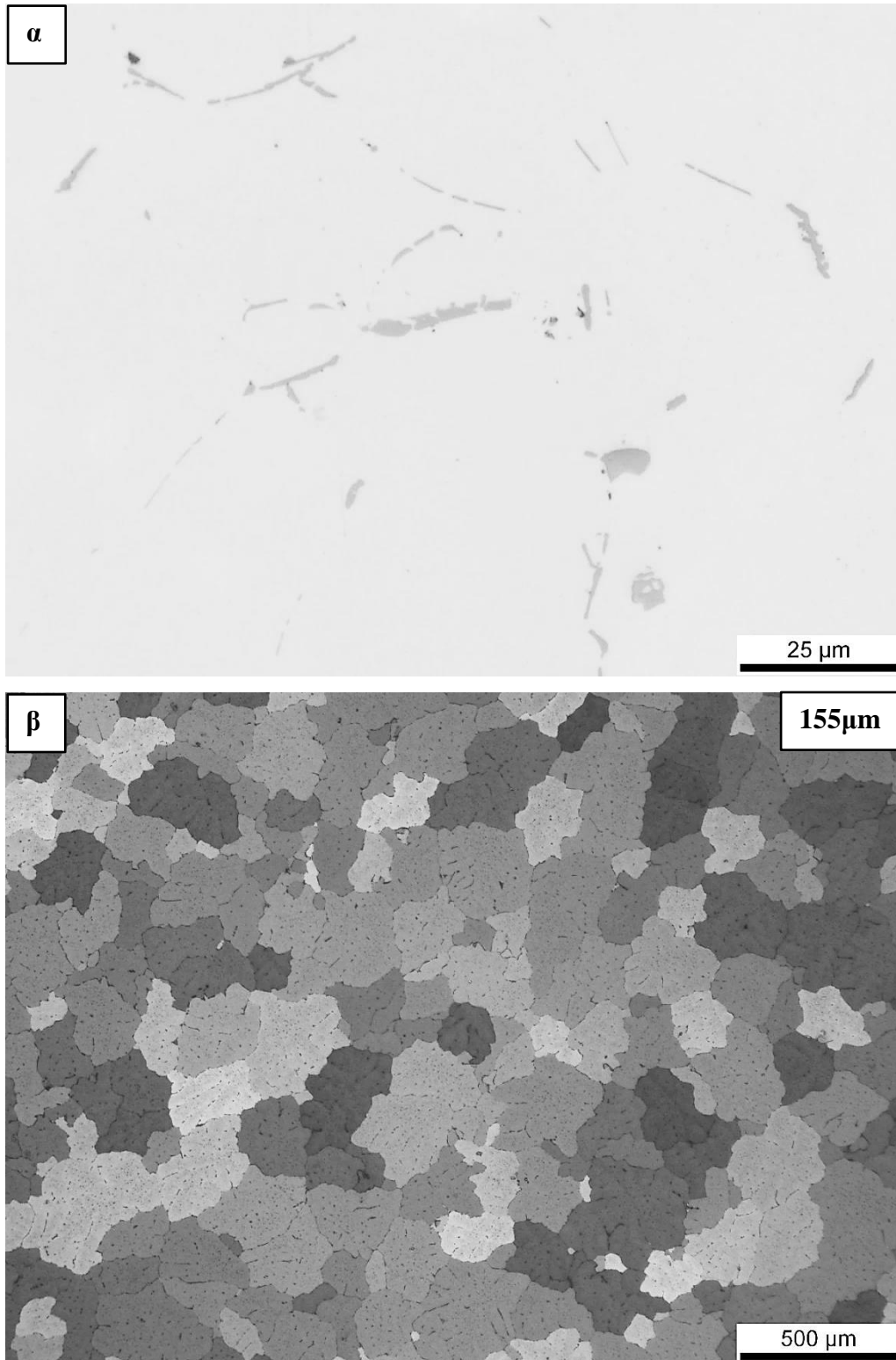
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Εικόνα 25 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 560°C για 24h και ψύξη στο φούρνο, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

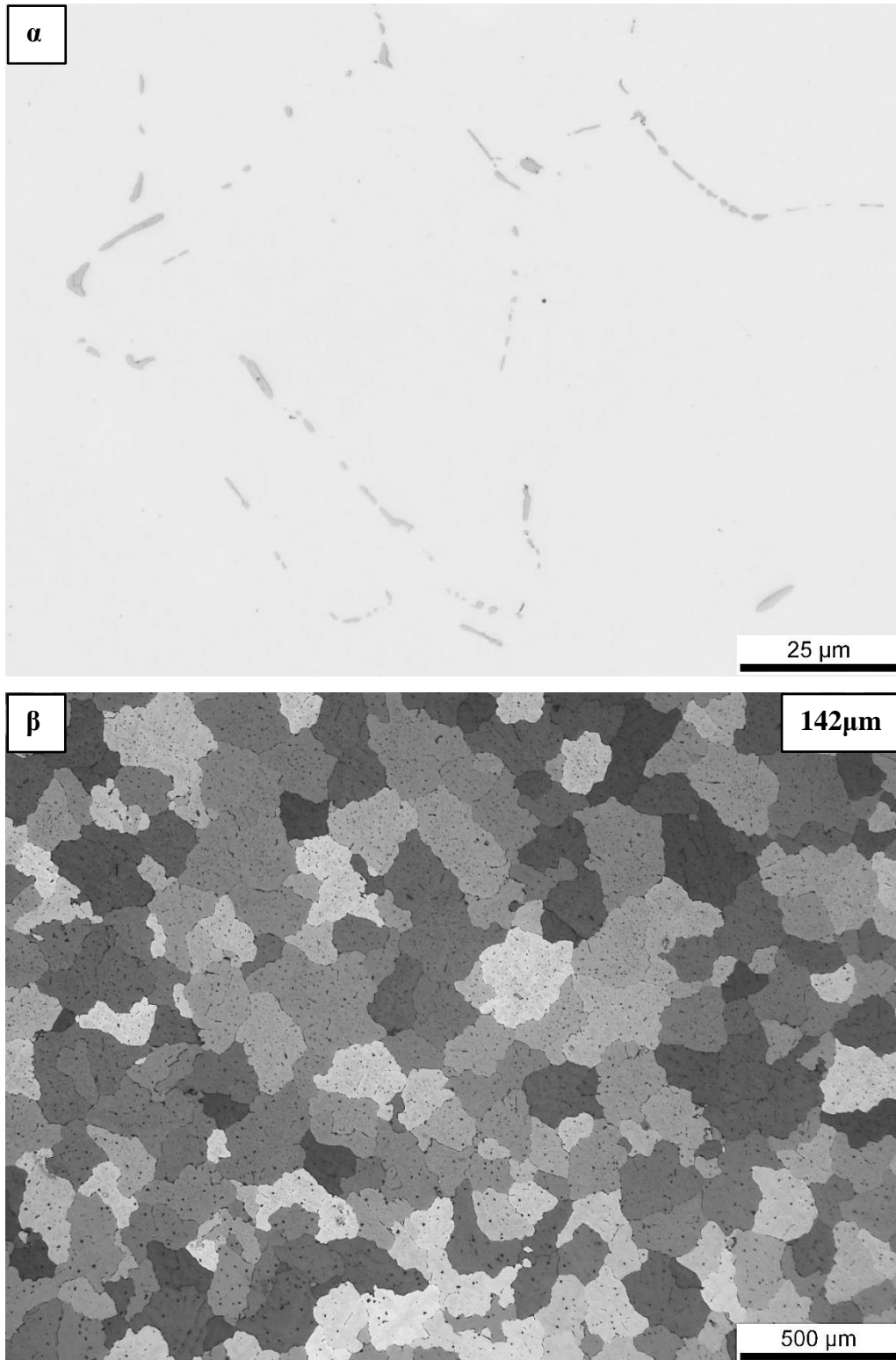
---



**Εικόνα 26 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 1h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

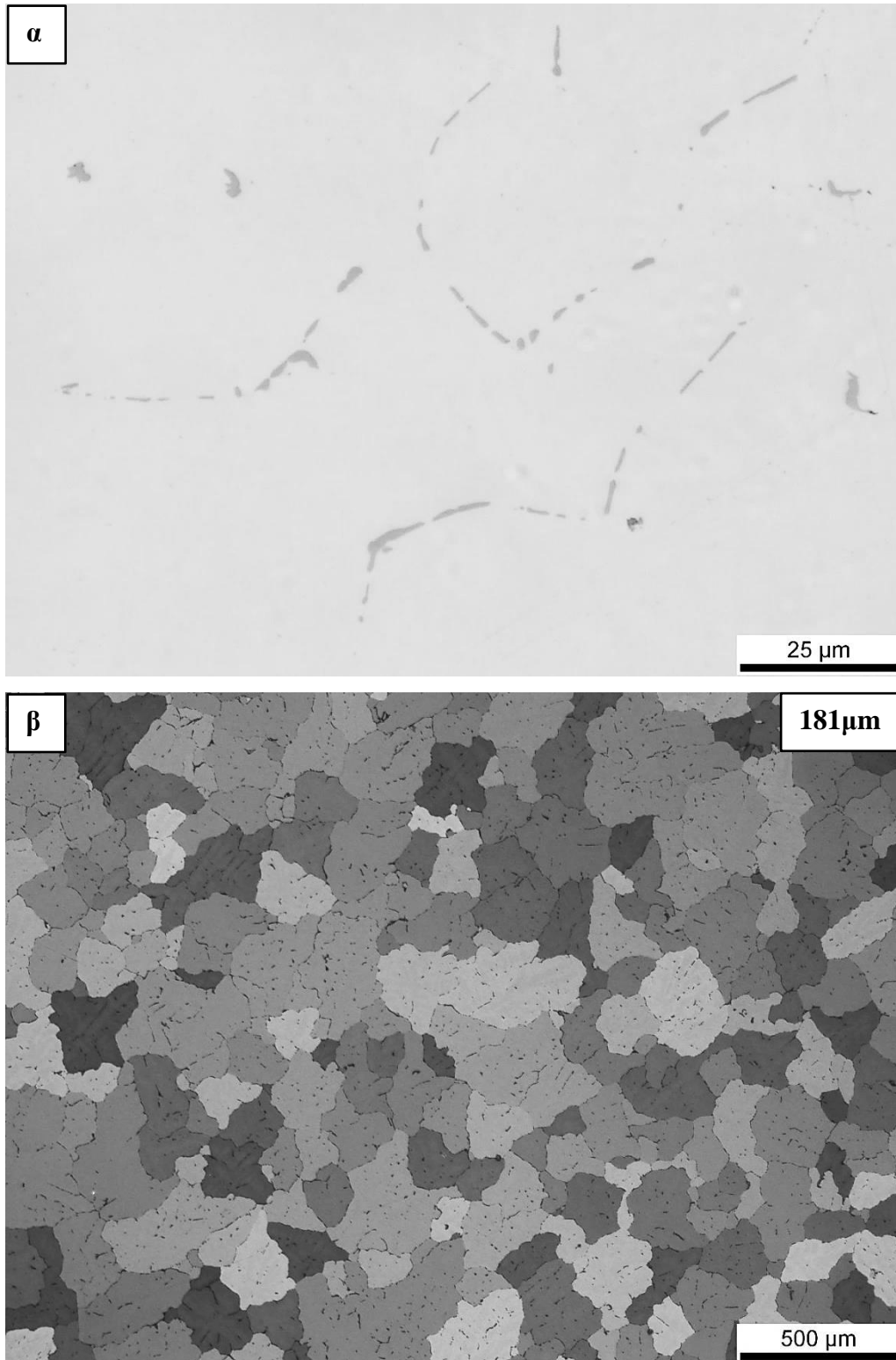
### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---



**Εικόνα 27 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 4h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

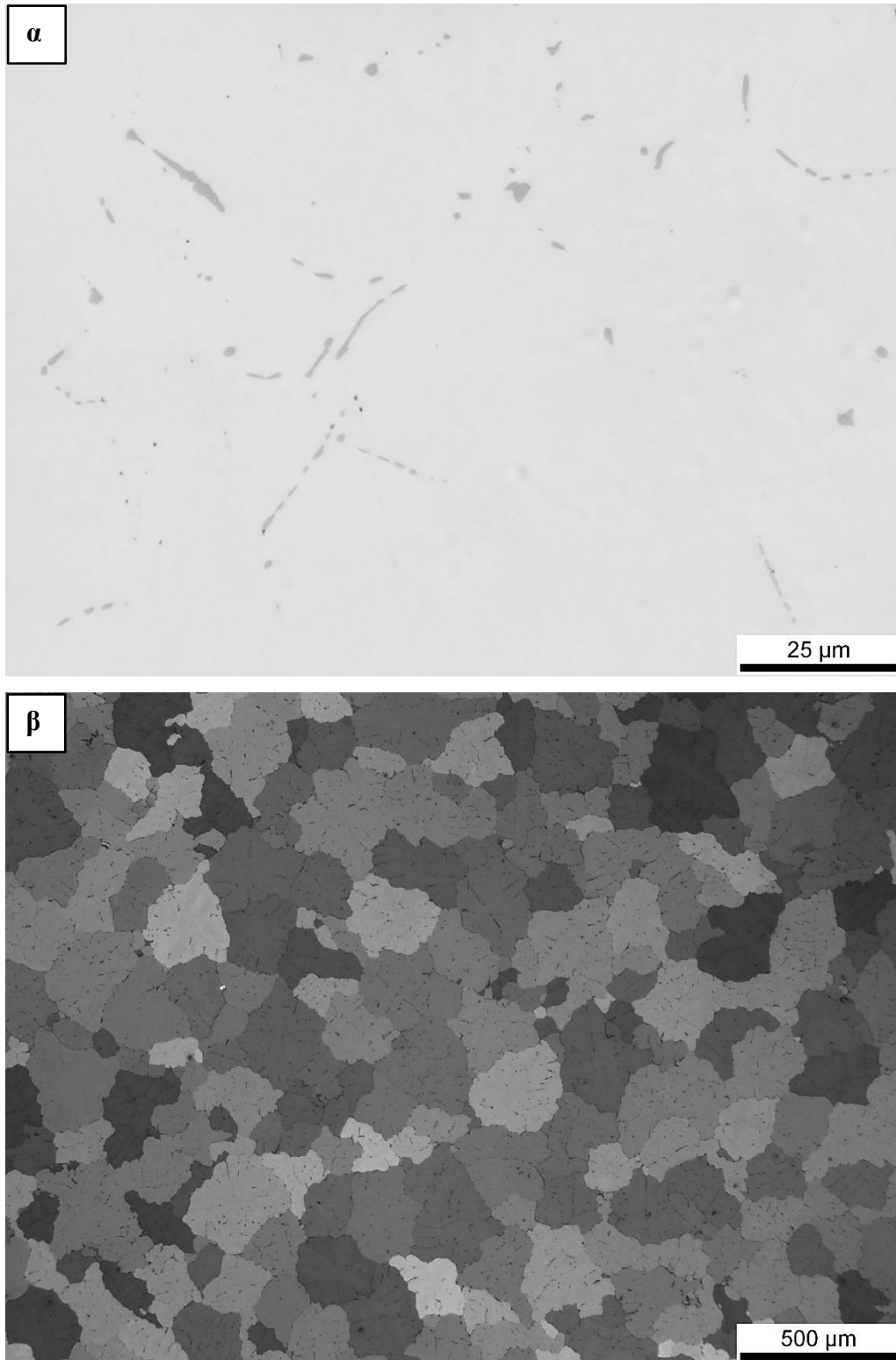


**Εικόνα 28 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 8h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

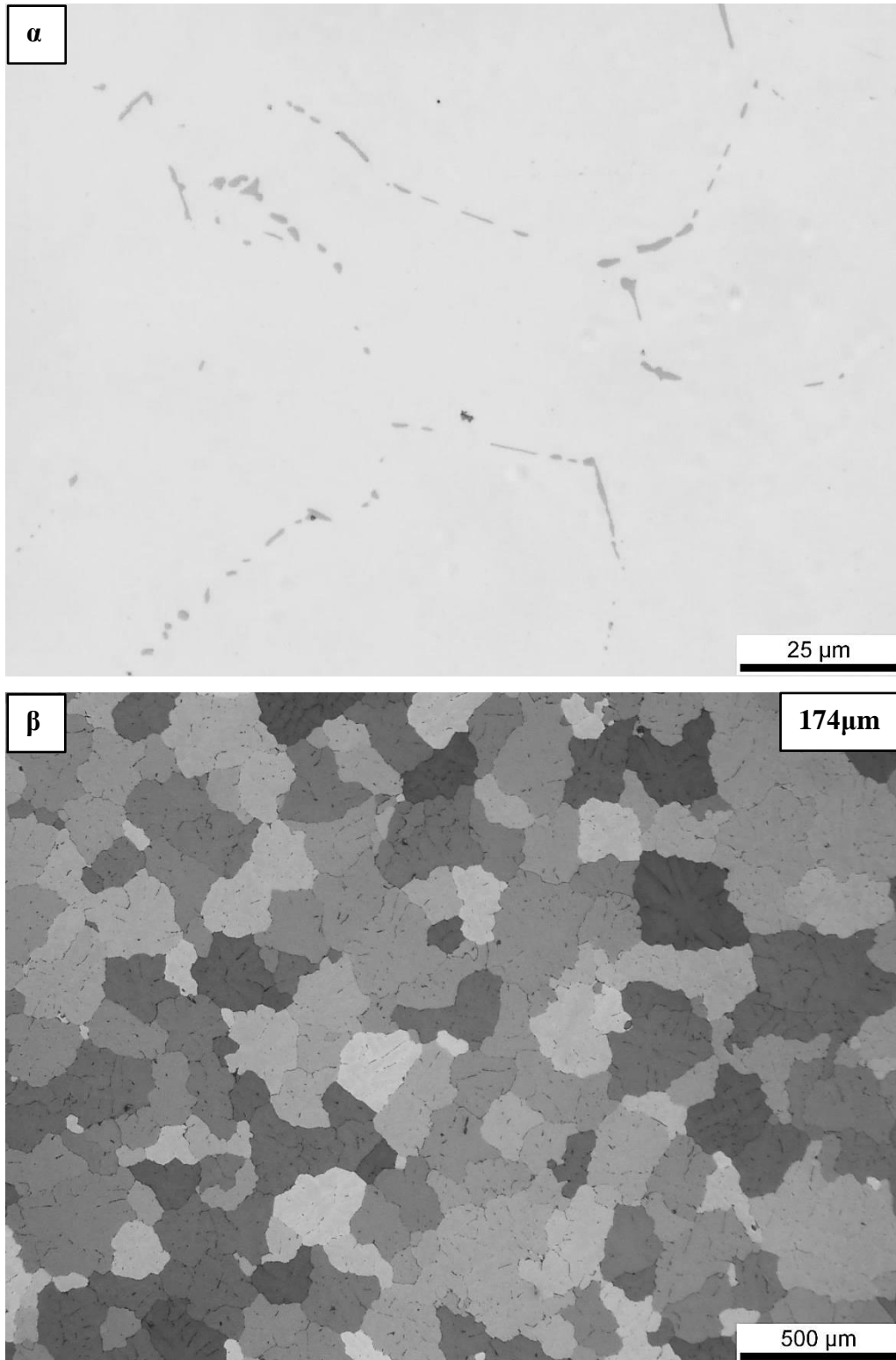
---



**Εικόνα 29 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και βαφή σε νερό, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

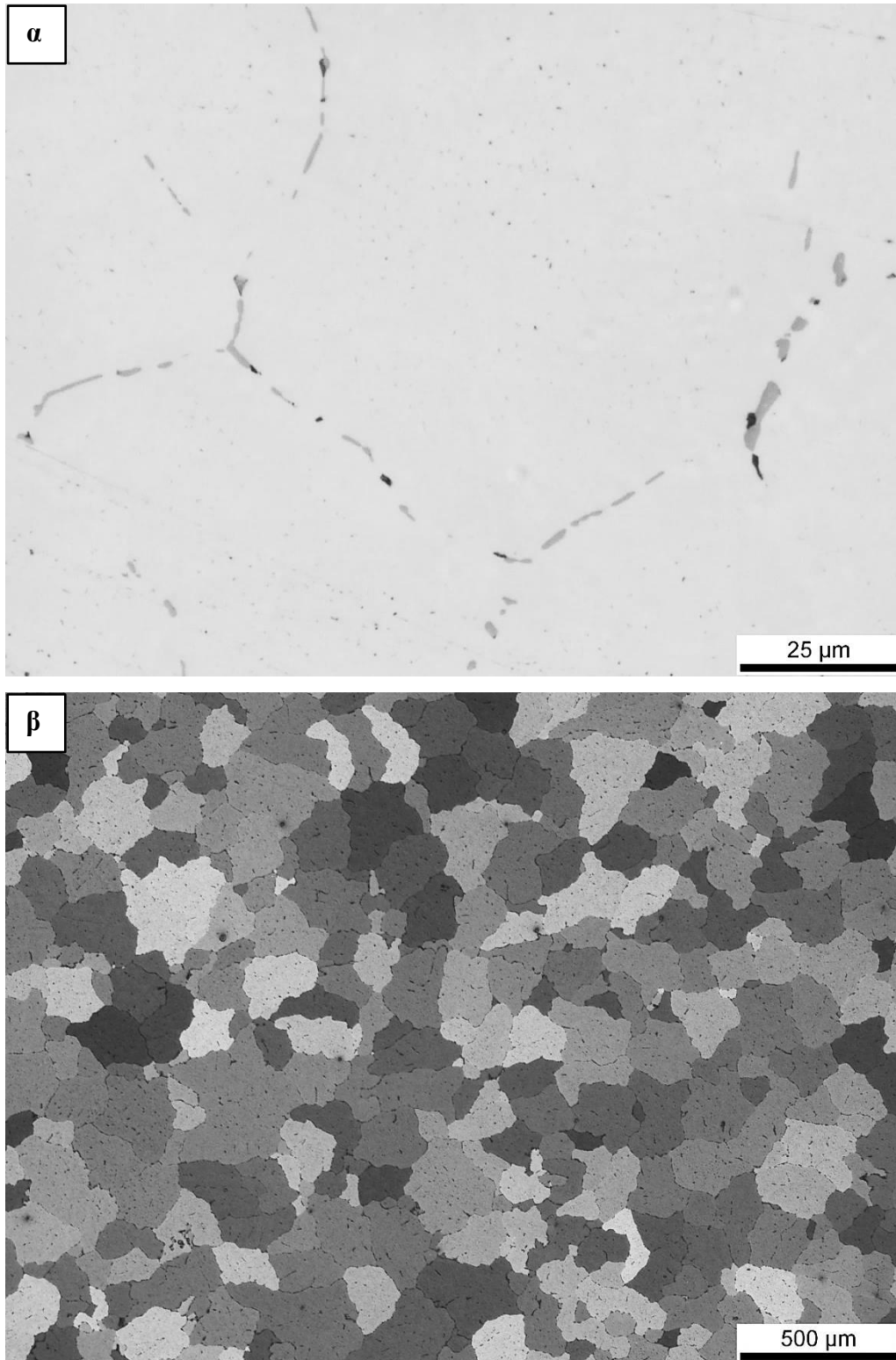


**Εικόνα 30 (α), (β)** Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.



### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

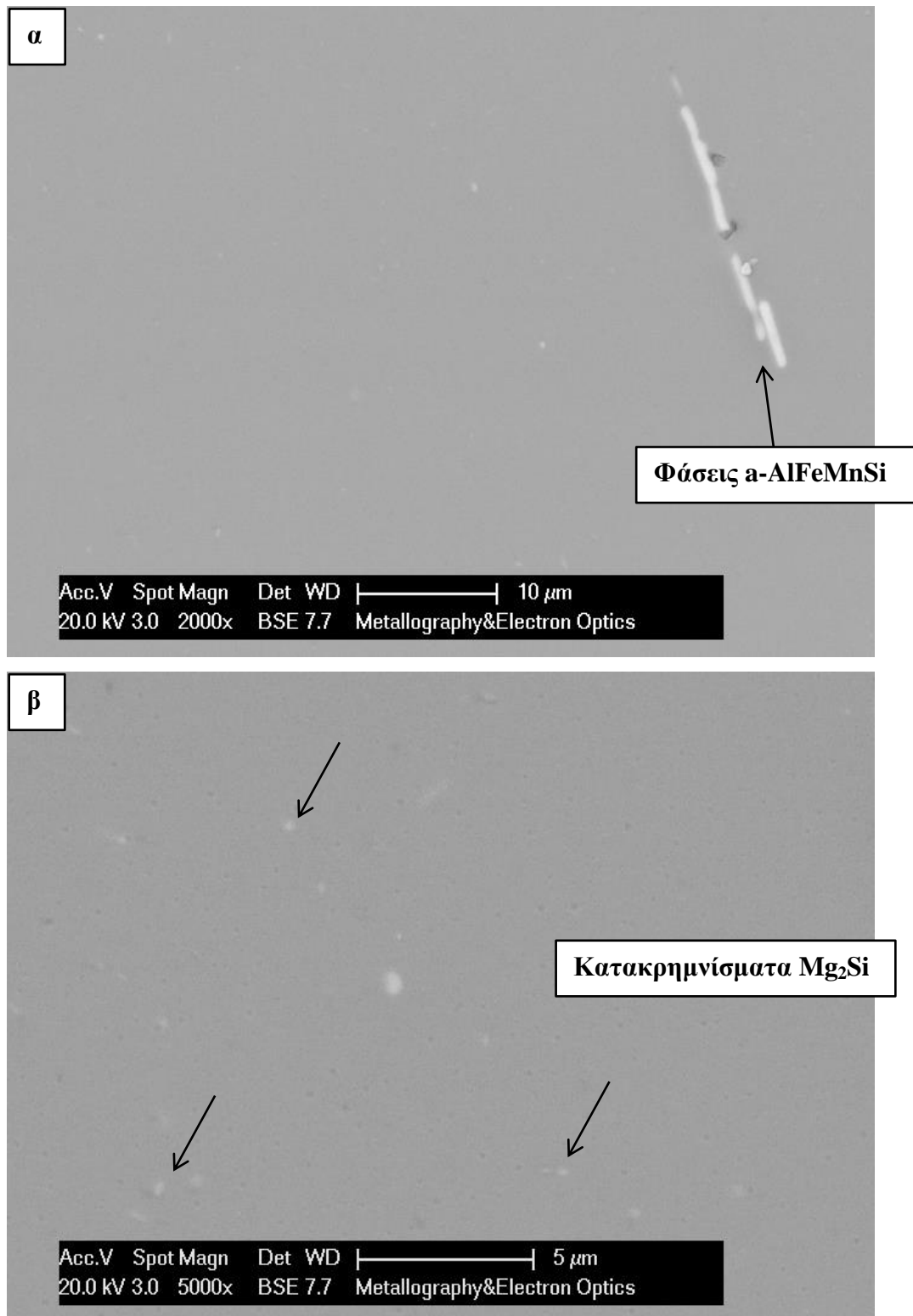
---



**Εικόνα 31 (α), (β) Οπτικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη στο φούρνο, όπου φαίνεται η μικροδομή του δείγματος.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.3.5. Ηλεκτρονική μικροσκοπία ομογενοποιημένων δειγμάτων



Εικόνα 32 (α), (β) Ηλεκτρονικές μικρογραφίες του δείγματος μετά από ομογενοποίηση στους 585°C για 24h και ψύξη στο φούρνο.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

#### 3.3.6. Στατιστική επεξεργασία μετρήσεων διαμέτρου και λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi στο χυτό και τα ομογενοποιημένα δείγματα

Στα διαγράμματα-Boxplots γίνεται σύγκριση των μέσων τιμών του λόγου επιμήκυνσης και διαμέτρου των σωματιδίων AlFeMnSi ανά θερμοκρασία ομογενοποίησης και χρόνο παραμονής (Σχήματα 27-30, Πίνακες 20-23) έτσι όπως προέκυψαν μετά από την επεξεργασία με τη στατιστική μέθοδο ANOVA.

Από τη σύγκριση των μέσων τιμών του λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 560°C (aspect ratio – Σχήμα 27, Πίνακας 20) προέκυψε ότι:

- Ο λόγος επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi στο χυτό ήταν 5,8, που ήταν η υψηλότερη τιμή συγκρινόμενη με τα ομογενοποιημένα δείγματα, τα οποία είχαν 3,2-4,0 για την ομογενοποίηση στους 560°C. Η χαμηλότερη τιμή για τη θερμική κατεργασία στους 560°C (3.2) εντοπίστηκε μετά από 4h παραμονής.
- Η κατάταξη των αποτελεσμάτων του λόγου επιμήκυνσης για το χυτό και τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 560°C φαίνεται στον Πίνακα 20. Σημαντικές στατιστικές διαφοροποιήσεις παρατηρούνται ανάμεσα στα δείγματα AC (As cast), 1h και 4h, ενώ τα 8h και 24h βρίσκονται ανάμεσα στα 1h και 4h.

Από τη σύγκριση των μέσων τιμών της διαμέτρου των σωματιδίων AlFeMnSi για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 560°C (aspect ratio – Σχήμα 29, Πίνακας 22) προέκυψε ότι:

- Αναφορικά με την κατάταξη του χυτού και των ομογενοποιημένων στους 560°C δειγμάτων βάσει της στατιστικής ανάλυσης των αποτελεσμάτων της μέσης διαμέτρου των σωματιδίων, υπάρχουν δύο κύριες ομάδες: χυτό (Ομάδα Α) και τα υπόλοιπα δείγματα 1h, 4h, 8h και 24h (Ομάδα Β). Με αυτόν τον τρόπο τονίζεται η μη ύπαρξη στατιστικής διαφοράς ανάμεσα στα ομογενοποιημένα δείγματα στους 560°C για τους επιλεγμένους χρόνους παραμονής (Πίνακας 22).

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

---

Από τη σύγκριση των μέσων τιμών του λόγου επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 585°C (aspect ratio – Σχήμα 28, Πίνακας 21) προέκυψε ότι:

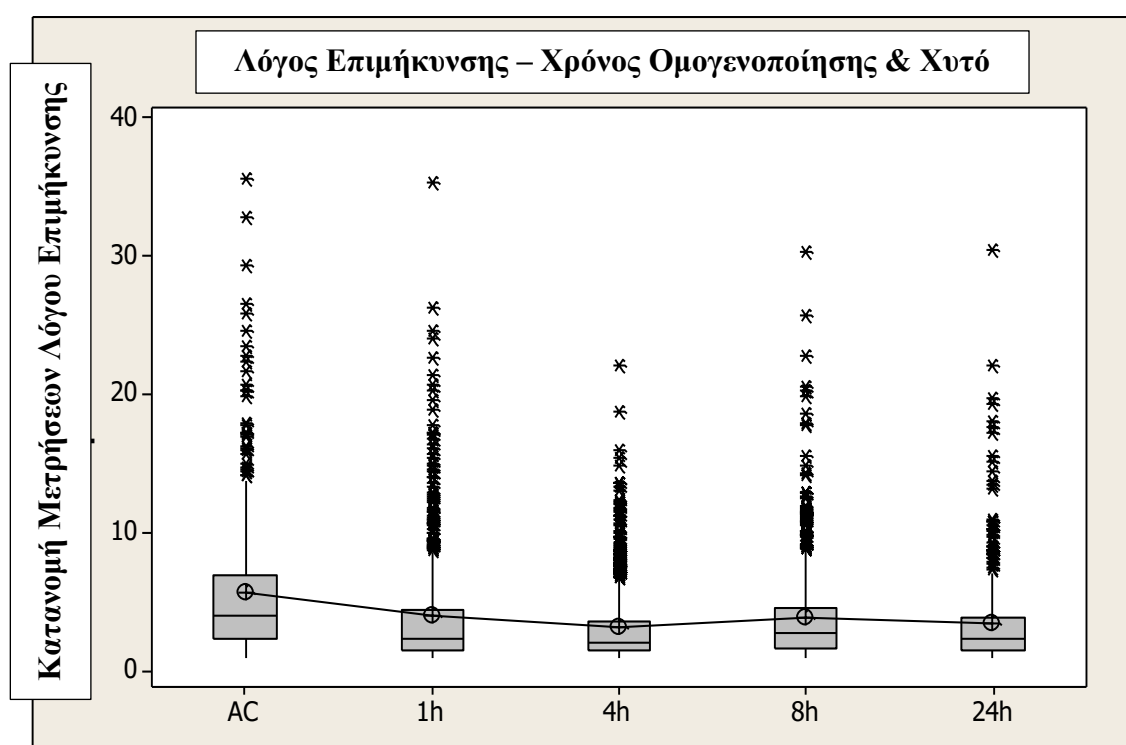
- Ο λόγος επιμήκυνσης των σωματιδίων AlFeMnSi στο χυτό ήταν 5,8. Αυτή ήταν η υψηλότερη τιμή συγκρινόμενη με τα ομογενοποιημένα δείγματα, που είχαν 2,8-4,3 για ομογενοποίηση στους 585°C. Η χαμηλότερη τιμή για τη θερμική κατεργασία στους 585°C (2,8) βρέθηκε μετά από 24h ομογενοποίησης.
- Η μέθοδος Tukey απέδωσε ταυτόσημα αποτελέσματα μεταξύ τους για το χυτό και τα ομογενοποιημένα δείγματα στους 585°C αναφορικά με το λόγο επιμήκυνσης ως εξής: χυτό (Ομάδα A), 1h (Ομάδα B), 4h και 8h (Ομάδα C) και 24h (Ομάδα D) (Πίνακας 21). Αυτά τα αποτελέσματα δείχνουν ότι υπάρχει μία σταδιακή αλλαγή προς μικρότερο λόγο επιμήκυνσης με την αύξηση του χρόνου παραμονής από 1h σε 24h στους 585°C.

Από τη σύγκριση των μέσων τιμών της διαμέτρου των σωματιδίων AlFeMnSi για διαφορετικούς χρόνους παραμονής στους 585°C (aspect ratio – Σχήμα 30, Πίνακας 23) προέκυψε ότι:

- Η κατάταξη του χυτού και των ομογενοποιημένων δειγμάτων στους 585°C βάσει της στατιστικής ανάλυσης των αποτελεσμάτων της μέσης διαμέτρου των σωματιδίων έδειξε ότι το AC ανήκει σε διαφορετική ομάδα (Ομάδα A) συγκρινόμενο με το δείγμα των 24h (Ομάδα C). Τα υπόλοιπα δείγματα 1h, 4h και 8h βρίσκονται ανάμεσα στις δύο αυτές κύριες ομάδες με ένα βαθμό επικάλυψης μεταξύ τους (Πίνακας 23).

Αξίζει να σημειωθεί ότι τα αποτελέσματα του λόγου επιμήκυνσης και της διαμέτρου των σωματιδίων ολόκληρου του φάσματος των ομογενοποιημένων δειγμάτων (στους 560°C και στους 585°C) εμφανίζουν μικρή διαφοροποίηση σε σύγκριση με το χυτό δείγμα, όπως φαίνεται από την τυπική τους απόκλιση (Standard Deviation). Πιο σαφής διαφοροποίηση ανάμεσα στις ομάδες των δειγμάτων, όσον αφορά στο λόγο επιμήκυνσης και τη διάμετρο των σωματιδίων παρατηρήθηκε για ομογενοποίηση στους 585°C.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

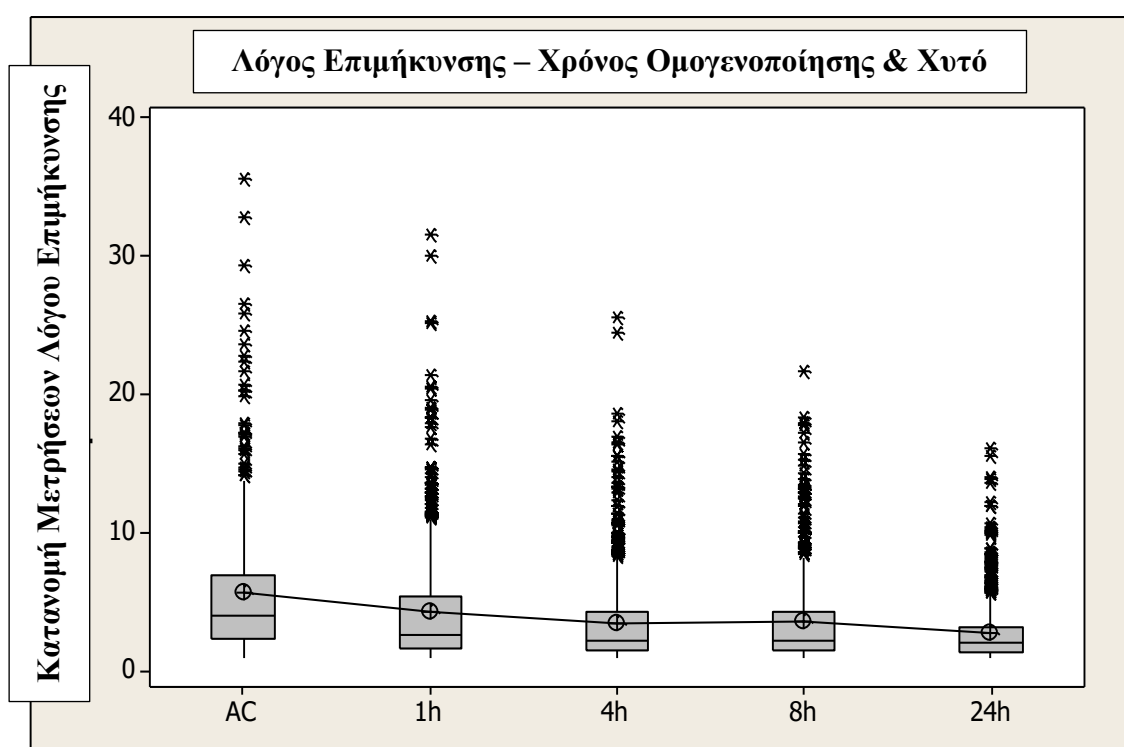


Σχήμα 27 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C και του χυτού (AC – As Cast).

Πίνακας 20 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

	Tukey Method			
	N	Mean	St Dev	Grouping
<b>AC</b>	433	5,757	5,169	A
<b>1h</b>	583	4,039	4,232	B
<b>8h</b>	498	3,991	3,671	B
<b>24h</b>	444	3,508	3,676	BC
<b>4h</b>	652	3,193	2,676	C

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

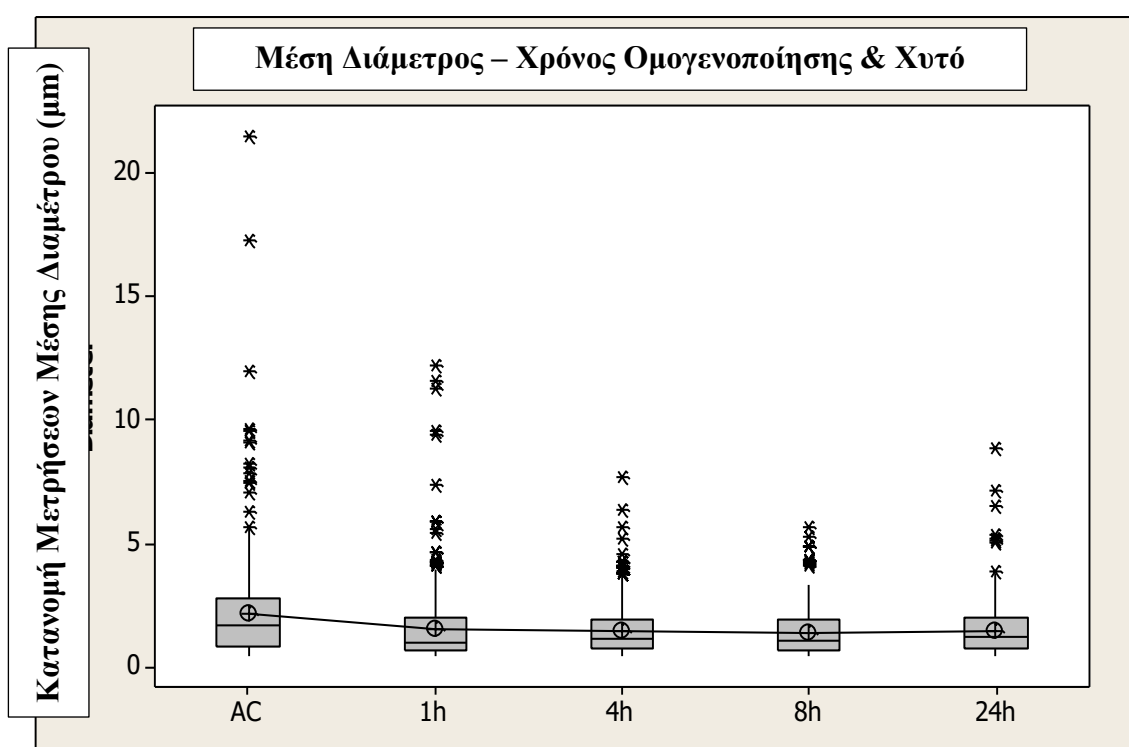


Σχήμα 28 Διάγραμμα μέσω τιμών των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C και του χυτού (AC – As Cast).

Πίνακας 21 Κατηγοριοποίηση μπιγιετών βάσει των μετρήσεων λόγου επιμήκυνσης των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

	Tukey Method			
	N	Mean	St Dev	Grouping
AC	433	5,757	5,169	A
1h	622	4,295	4,137	B
8h	534	3,603	3,241	C
4h	607	3,569	3,258	C
24h	655	2,846	2,215	D

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

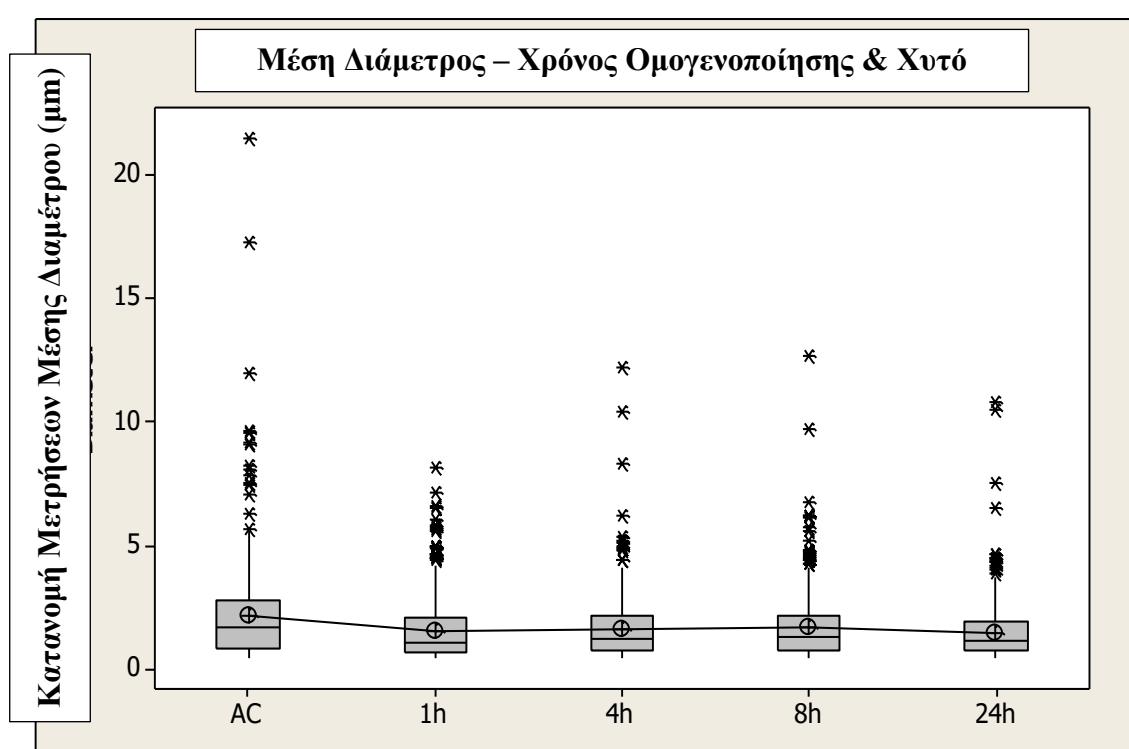


Σχήμα 29 Διάγραμμα μέσων τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C και του χυτού (AC – As Cast).

Πίνακας 22 Κατηγοριοποίηση μιγνιτών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

	Tukey Method			
	N	Mean	St Dev	Grouping
<b>AC</b>	433	2,158	1,996	A
<b>1h</b>	583	1,534	1,338	B
<b>24h</b>	444	1,514	1,002	B
<b>4h</b>	652	1,475	0,919	B
<b>8h</b>	498	1,429	0,862	B

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



Σχήμα 30 Διάγραμμα μέσω τιμών των μετρήσεων της διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C και του χυτού (AC – As Cast).

Πίνακας 23 Κατηγοριοποίηση μιγνιτών βάσει των μετρήσεων διαμέτρου των ενδομεταλλικών φάσεων AlFeMnSi. Οι τιμές που δε μοιράζονται κάποιο γράμμα διαφέρουν σημαντικά.

	Tukey Method			
	N	Mean	St Dev	Grouping
<b>AC</b>	433	2,158	1,996	A
<b>8h</b>	534	1,707	1,220	B
<b>4h</b>	607	1,649	1,159	BC
<b>1h</b>	622	1,592	1,147	BC
<b>24h</b>	655	1,491	1,043	C

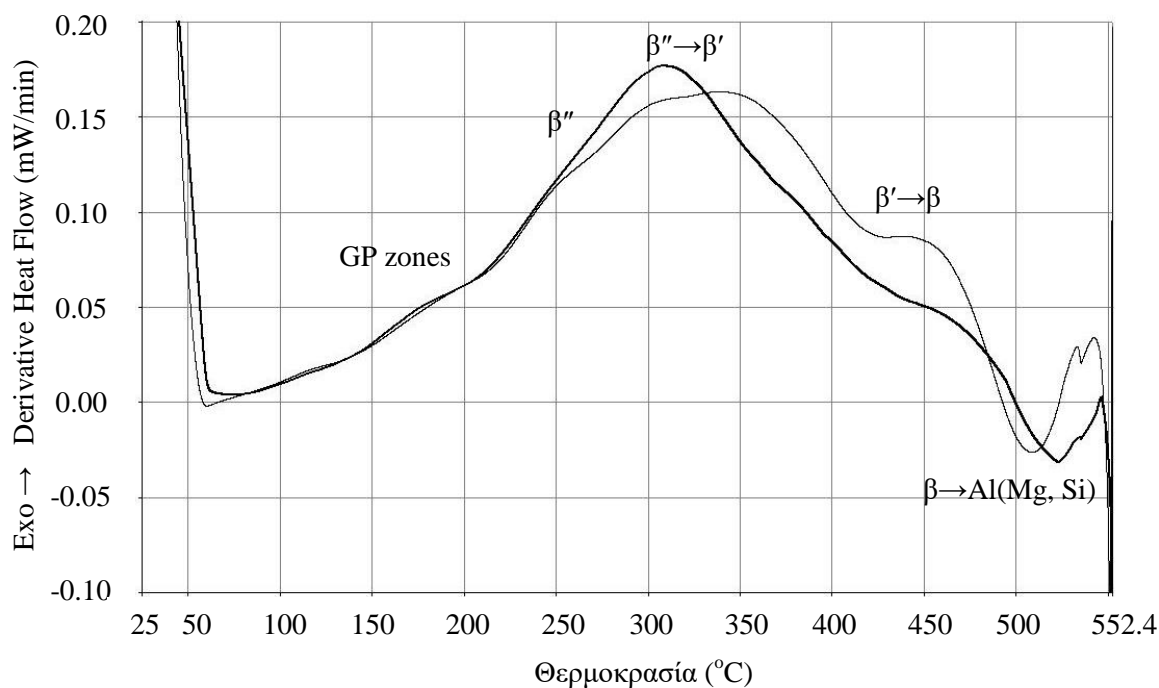


### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

#### 3.3.7. Θερμιδομετρία διαφορικής σάρρωσης (Differential Scanning Calorimetry - DSC)

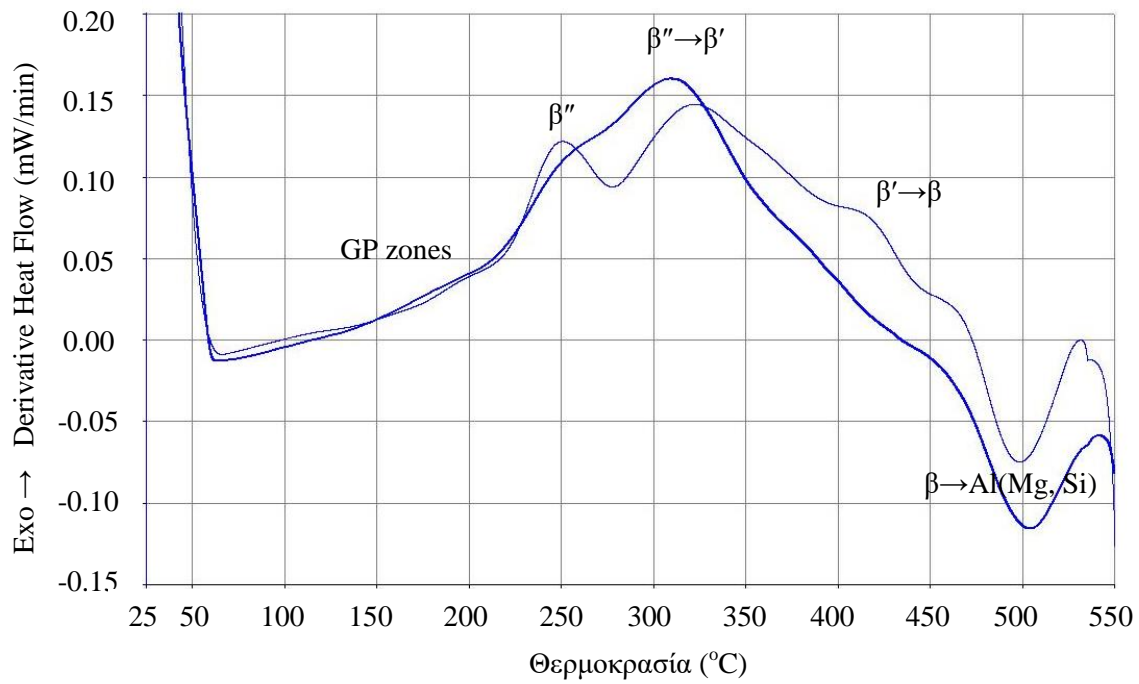
Στο διάγραμμα που προέκυψε από τη θερμιδομετρία διαφορικής σάρρωσης αποτυπώνονται οι αντιδράσεις, που πραγματοποιούνται κατά την επαναθέρμανση των δειγμάτων, με ενδόθερμες ή εξώθερμες κορυφές.

Όπως διακρίνεται στα φάσματα των Σχημάτων 31-34 οι κορυφές σε χαμηλές θερμοκρασίες (100-200°C) υποδηλώνουν τον σχηματισμό συνεκτικών με τη μήτρα GP Zones (51). Η πρώτη κορυφή (225-280°C) και των τριών διαγραμμάτων υποδεικνύει την κατακρήμνιση της κύριας φάσης σκλήρωσης β'' (52). Η δεύτερη εξώθερμη και υψηλότερη κορυφή (280-350°C) αντιστοιχεί στο μετασχηματισμό β''→β'. Στα δείγματα που ψύχθηκαν με βαφή σε νερό και ψύξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος οι πιο διακριτές κορυφές της β'' και β' φανερώνουν τον ελλιπή σχηματισμό της β'' κατά την ψύξη. Η σταθερή μη συνεκτική β-φάση σχηματίζεται στους 450°C και επαναδιαλυτοποιείται στο στερεό διάλυμα σε θερμοκρασία 470-530°C (στο Σχήμα απεικονίζεται ως η κύρια ενδόθερμη αντίδραση). Η θερμοκρασία διαλυτοποίησης εμπίπτει στη μονοφασική περιοχή όπως φαίνεται και στο Σχήμα 3α. Η συνεχής κατακρήμνιση β'', β' και β στο δείγμα με ψύξη στο φούρνο οφείλεται στην αργή ψύξη μετά την ομογενοποίηση.

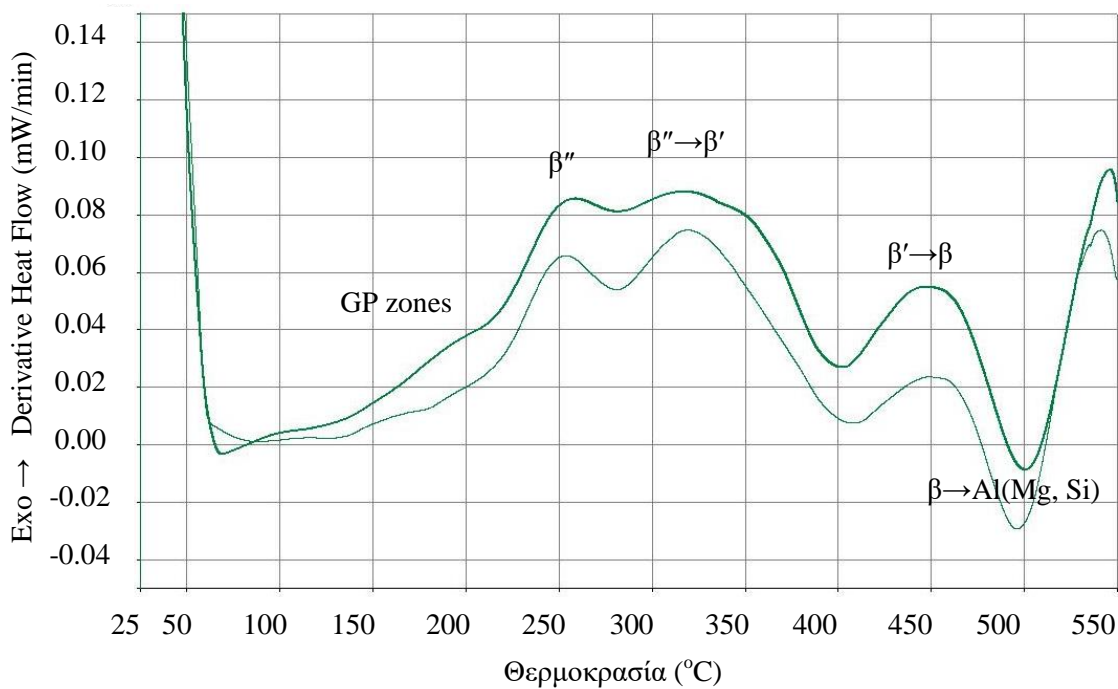


**Σχήμα 31 Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C με αργή απόψυξη σε φούρνο.**

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων

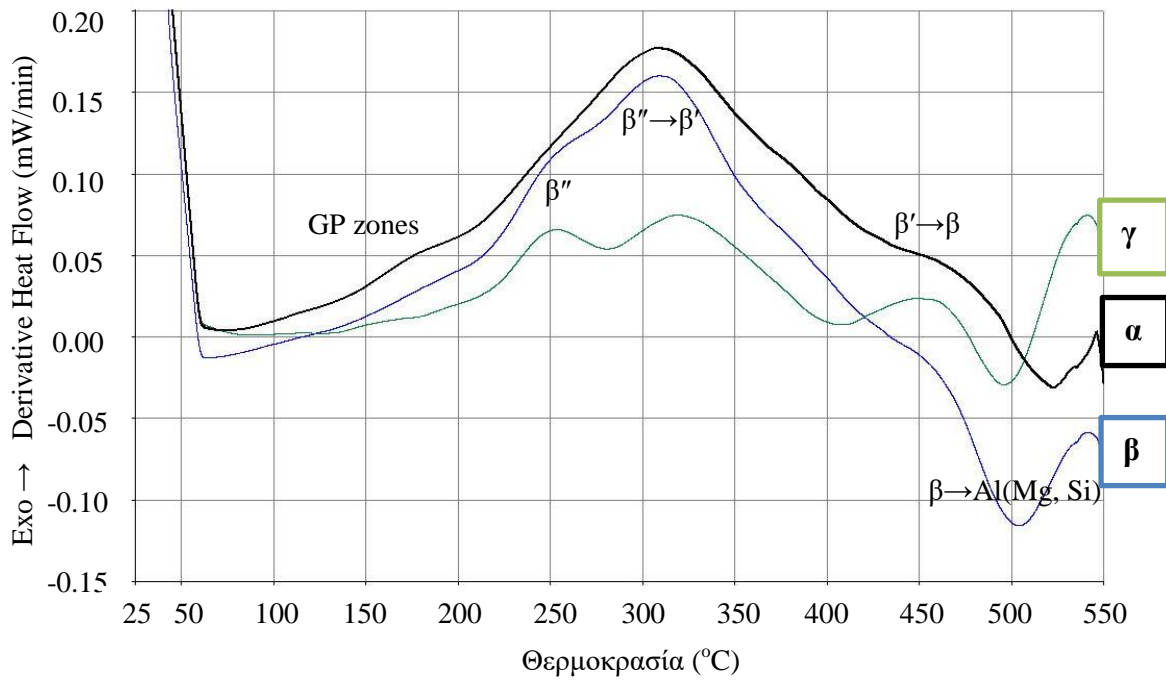


**Σχήμα 32** Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C με απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος.



**Σχήμα 33** Διάγραμμα DSC του ομογενοποιημένου δείγματος για 24 ώρες στους 585°C και βαφή σε νερό.

### 3. Παρουσίαση και Σχολιασμός των Αποτελεσμάτων



**Σχήμα 34** Διάγραμμα DSC των ομογενοποιημένων δειγμάτων για 24 ώρες στους 585°C (α) με αργή απόψυξη εντός του φούρνου, (β) απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος και (γ) βαφή σε νερό.

## 4. Συμπεράσματα

---

### 4. Συμπεράσματα

Από τα παραπάνω αποτελέσματα προκύπτει ότι για το εύρος ρυθμού ψύξης από 335-502°C/h υπάρχει μικρή διακύμανση στο μέσο μέγεθος κόκκου (85-105  $\mu\text{m}$ ) και δεν παρατηρείται σαφής τάση μεταξύ της μεταβολής του ρυθμού ψύξης και του βαθμού κατακερματισμού και σφαιροποίησης των μεσομεταλλικών φάσεων  $\text{AlFeMnSi}$ . Σε όλα τα δείγματα παρατηρείται περιορισμένη κατακρήμνιση υπο-μικροσκοπικού μεγέθους  $\text{Mg}_2\text{Si}$ .

Αναφορικά με το είδος αιωρήματος που χρησιμοποιήθηκε στο τελικό στάδιο της στίλβωσης, εξάγεται το συμπέρασμα ότι το OP-U και το OP-S δίνουν πιο ομαλή και καλύτερης ποιότητας επιφάνεια από το μίγμα αυτών, αφού τα δείγματα που στίλβώθηκαν με το τελευταίο παρουσίασαν etch pits, όπως φαίνεται στις ηλεκτρονικές μικρογραφίες μεγάλης μεγέθυνσης (x5000) αυτών των δειγμάτων.

Αυτό το φαινόμενο (των etch pits) παρατηρήθηκε και στις προσβεβλημένες με HF περιοχές. Ωστόσο, τόσο στις ηλεκτρονικές μικρογραφίες, όσο και στις οπτικές (αν και σε μικρότερο βαθμό) είναι πιο ευδιάκριτες οι φάσεις  $\text{Mg}_2\text{Si}$  στο εσωτερικό των κόκκων.

Από την ηλεκτρολυτική προσβολή με διάλυμα Barker's προέκυψε ότι ο καταλληλότερος χρόνος παραμονής για τη βέλτιστη αντίθεση των κόκκων, είναι τα 90 sec, αφού μικρότερος χρόνος δεν επαρκεί για την προσβολή του δείγματος, ενώ για υψηλότερο χρόνο αρχίζει η υπερπροσβολή του.

Από τη μελέτη των αποτελεσμάτων των θερμικών κατεργασιών στους 560°C και 585°C προκύπτει ότι ο βαθμός κατακερματισμού και σφαιροποίησης των μεσομεταλλικών φάσεων  $\text{AlFeMnSi}$  αυξάνεται με τη μείωση του λόγου επιμήκυνσης και της μέσης διαμέτρου από την πρώτη ώρα παραμονής στη επιλεγμένη θερμοκρασία ομογενοποίησης. Η έλλειψη συνεκτικότητας είναι επίσης περιορισμένη, γεγονός που γίνεται εμφανές από τη μείωση της τυπικής απόκλισης σε σχέση με το χυτό, λόγω των φαινομένων διάχυσης, τα οποία συντελούνται κατά την ομογενοποίηση. Επίσης, ο βαθμός κατακερματισμού και σφαιροποίησης στους 585°C είναι ιδιαίτερα αξιοσημείωτος. Κατά συνέπεια, η επίδραση της θερμοκρασίας φαίνεται σημαντικότερη από τον χρόνο ομογενοποίησης, ενώ παρατηρείται έντονη κατακρήμνιση  $\text{Mg}_2\text{Si}$  για το ομογενοποιημένο δείγμα στους 585°C για 24h και ψύξη

## 4. Συμπεράσματα

---

στο φούρνο, λόγω του αργού ρυθμού ψύξης. Δεν υπάρχει σημαντική μεταβολή στο μέγεθος κόκκου κατά την ομογενοποίηση, αλλά επιτυγχάνεται μια πιο ομοιόμορφη κατανομή των κραματικών στοιχείων μετά την ολοκλήρωση της κατεργασίας, όπως φαίνεται από την ελαχιστοποίηση του διαφορισμού.

Όπως προκύπτει από τα εργαστηριακά πειράματα, ο υψηλός ρυθμός ψύξης οδηγεί σε υψηλότερη τιμή της σκληρότητας και χαμηλότερη της ηλεκτρικής αγωγιμότητας, λόγω σκλήρυνσης στερεού διαλύματος και κατακρήμνισης σωματιδίων  $Mg_2Si$  στην περίπτωση του χαμηλότερου ρυθμού ψύξης. Για την επιλεγμένη θερμική κατεργασία στο συγκεκριμένο κράμα σημαντικότερο ρόλο παίζει η σκλήρυνση μέσω στερεού διαλύματος σε σχέση με την σκλήρυνση μέσω κατακρήμνισης. Ακόμα, η σκληρότητα των δειγμάτων μειώνεται για 4h ομογενοποίησης και για τις δύο θερμοκρασίες και αυξάνεται για 24h, αγγίζοντας σχεδόν τις ίδιες τιμές (48-50  $HV_{0,2}$ ).

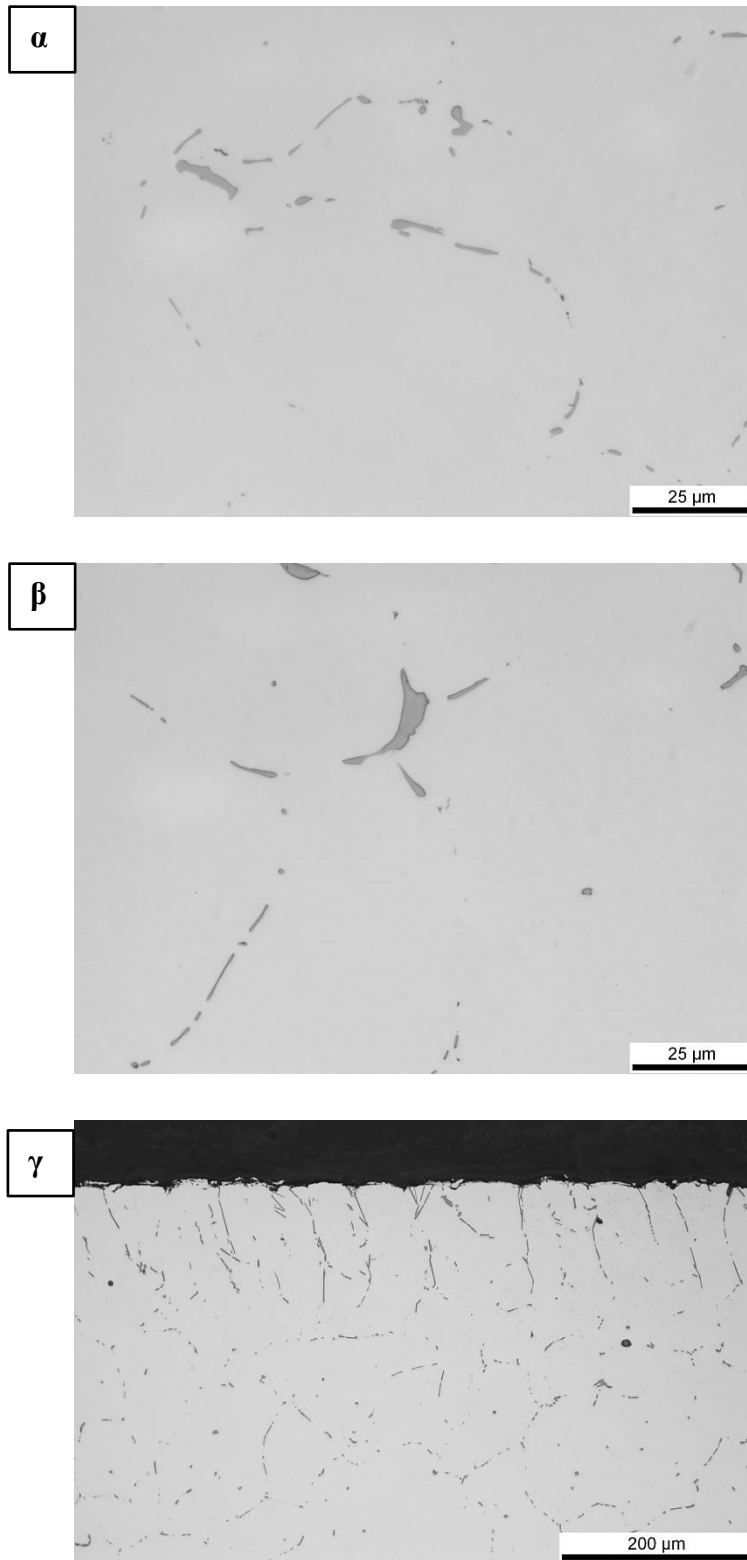
Η θερμοδομετρία διαφορικής σάρωσης καθιστά εφικτή την πρόβλεψη της συμπεριφοράς των κατακρημνισμάτων κατά την επαναθέρμανση της μπιγιέτας. Το ANOVA αποτελεί χρήσιμο εργαλείο για τη σύγκριση μεγάλου αριθμού δεδομένων προσφέροντας τη δυνατότητα απεικόνισης και καλύτερης εποπτείας των αποτελεσμάτων.

Εν κατακλείδι, η καταλληλότερη μέθοδος ομογενοποίησης για το κράμα 6063, όπως προκύπτει από τα παραπάνω πειραματικά δεδομένα, αποτελείται από:

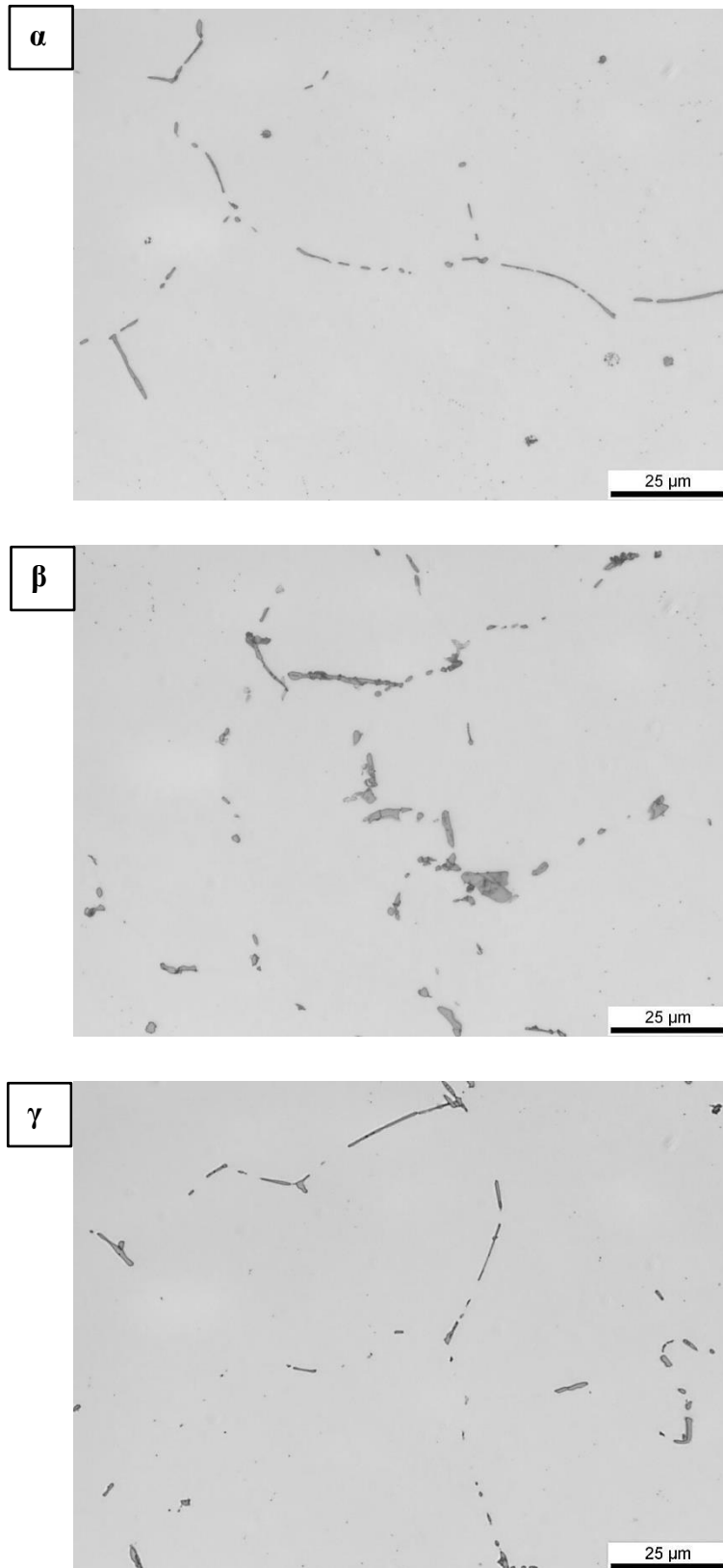
- υψηλή θερμοκρασία ομογενοποίησης ( $\sim 585^\circ C$ ),
- χρόνο παραμονής ανώτερο των 4h και
- ταχεία απόψυξη σε θερμοκρασία περιβάλλοντος μετά την ομογενοποίηση.

# Παράρτημα

Εικόνες οπτικής & ηλεκτρονικής μικροσκοπίας

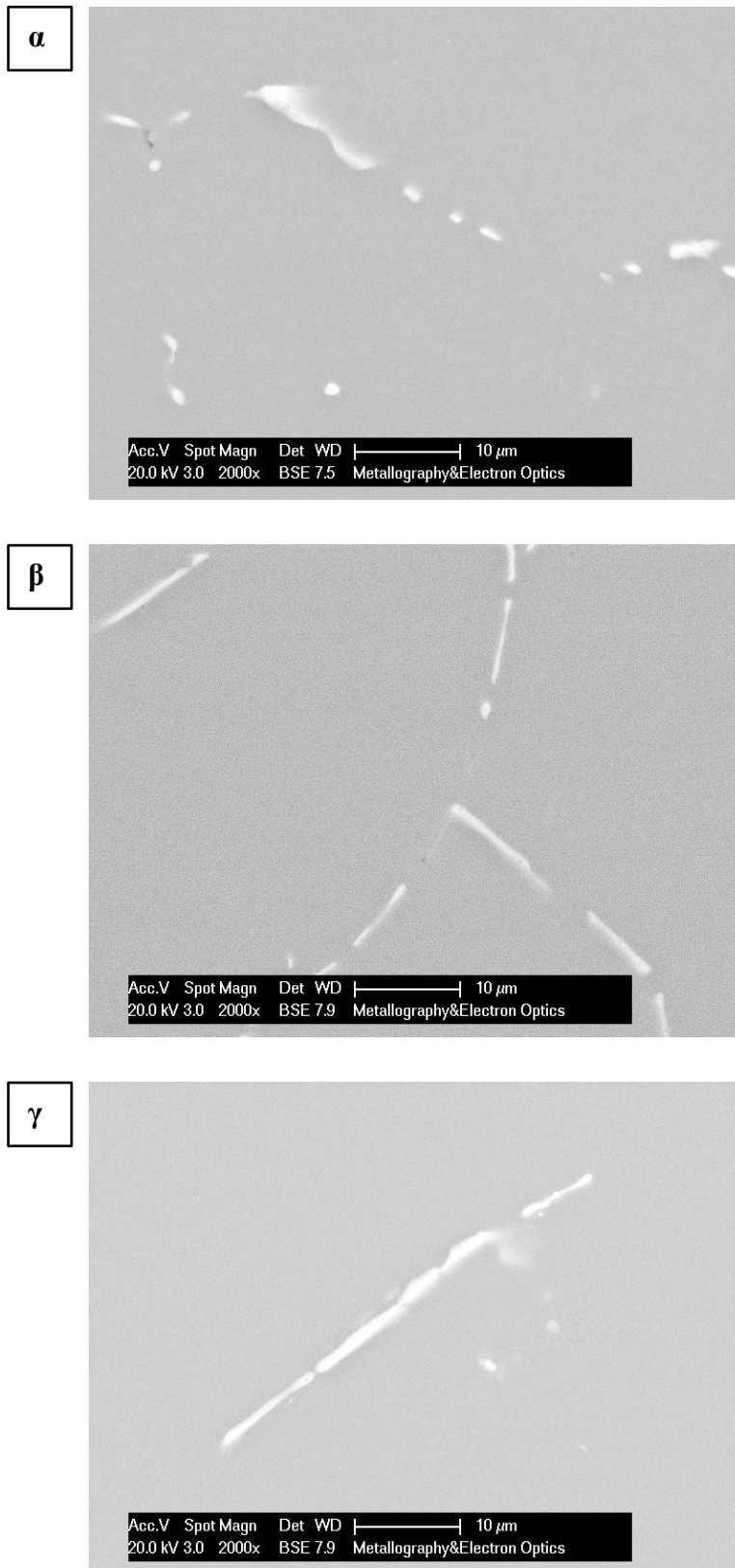


Εικόνα 33 Οπτικές μικρογραφίες των στιλβωμένων δειγμάτων (α) 335°C-c, (β) 432°C-m και (γ) 385°C-s.

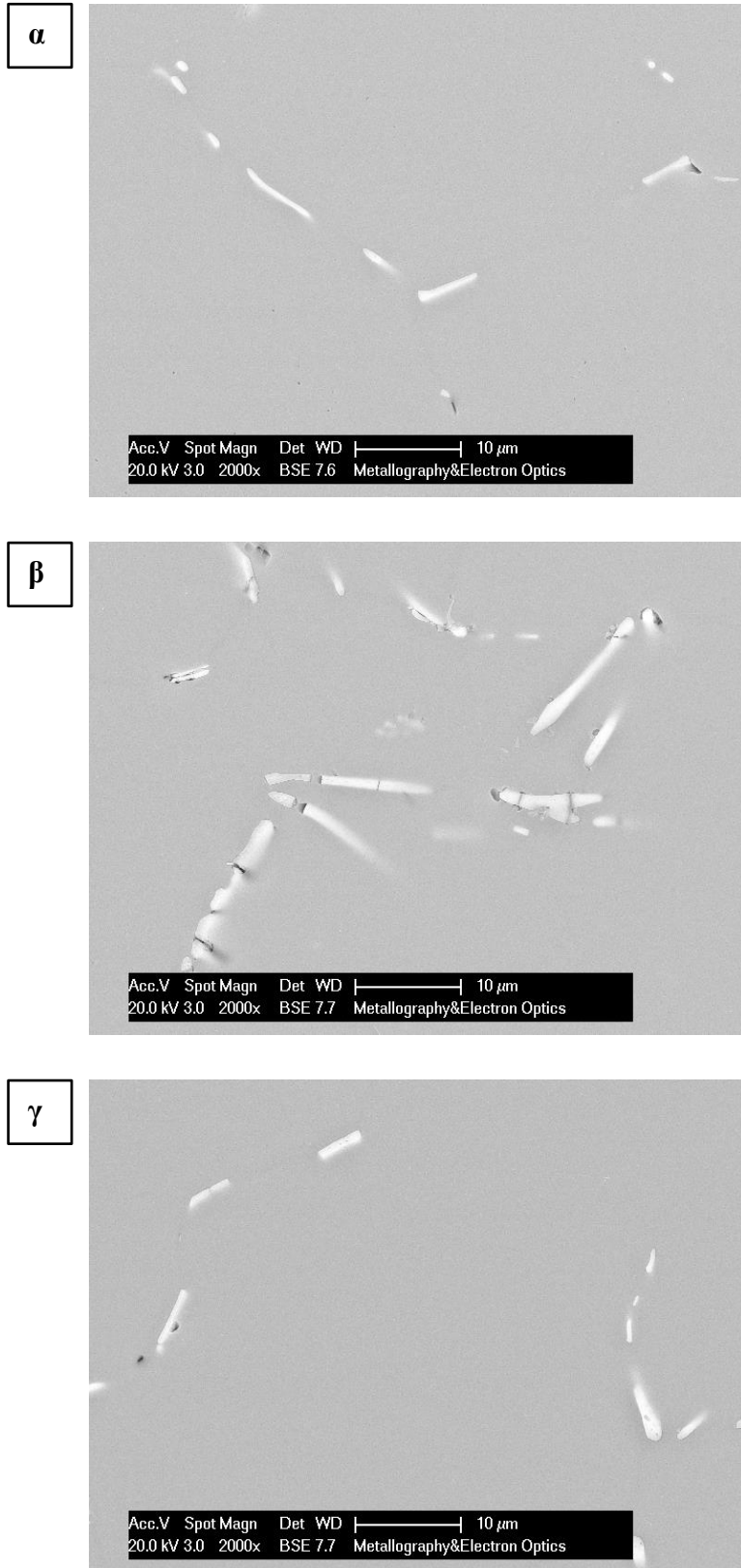


**Εικόνα 34** Οπτικές μικρογραφίες των προσβεβλημένων με HF δειγμάτων (α) 502°C-ε, (β) 432°C-ε και (γ) 389°C-ε.



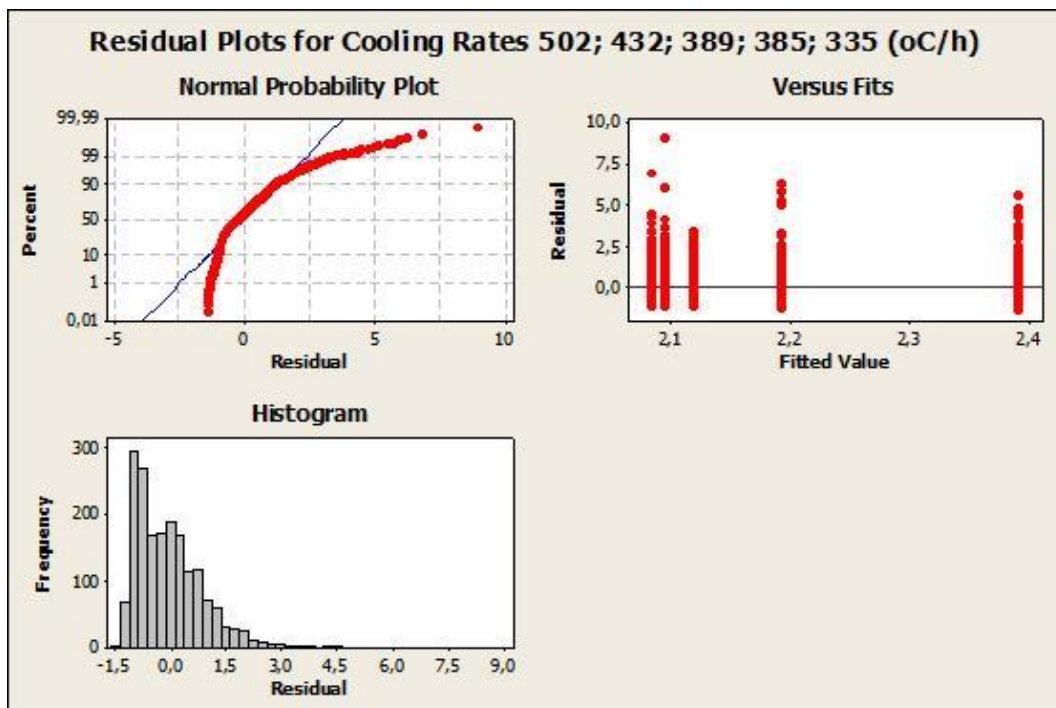
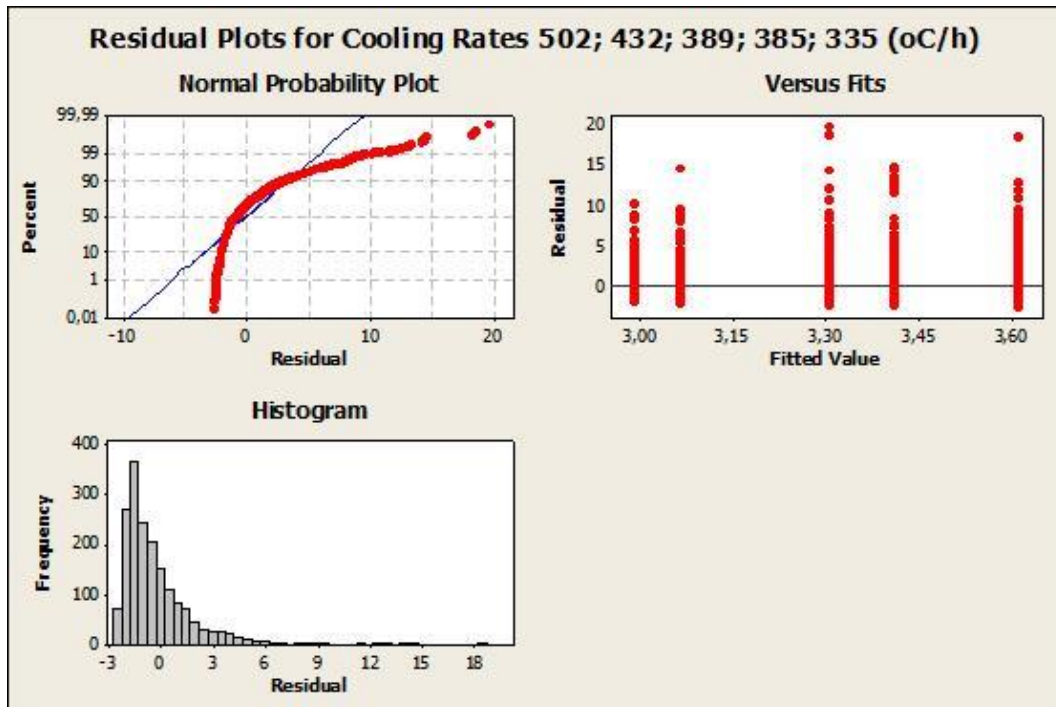


**Εικόνα 35** Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C-c, (β) το 502°C-m και (γ) το 389°C-c, με στίλβωση με OP-U, μίξης OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα.

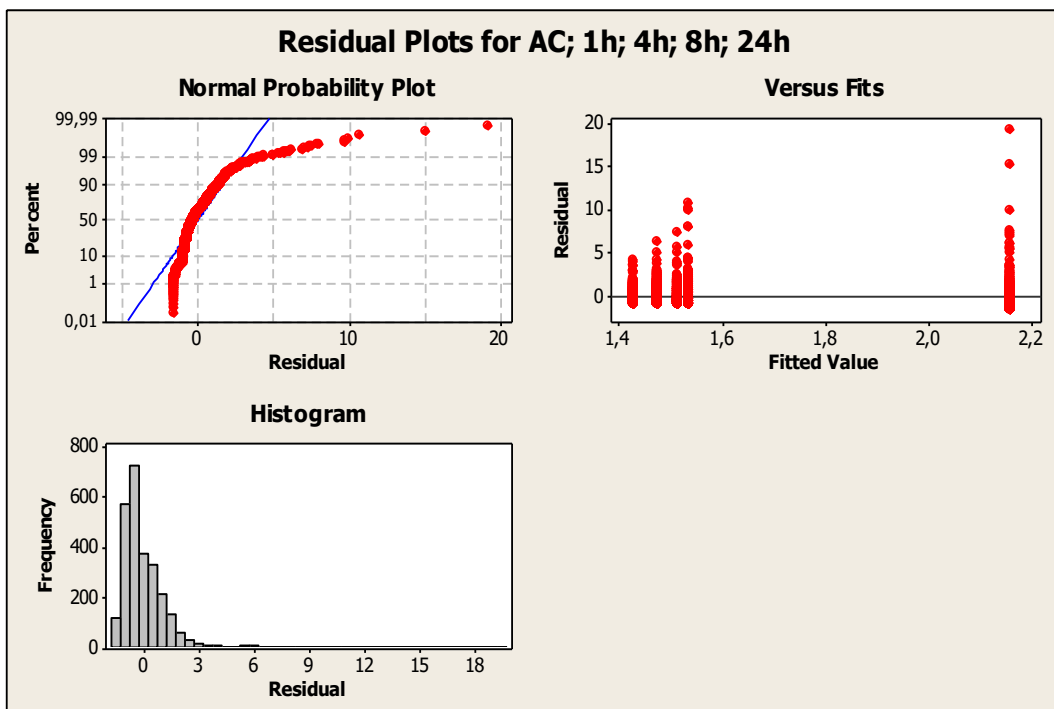
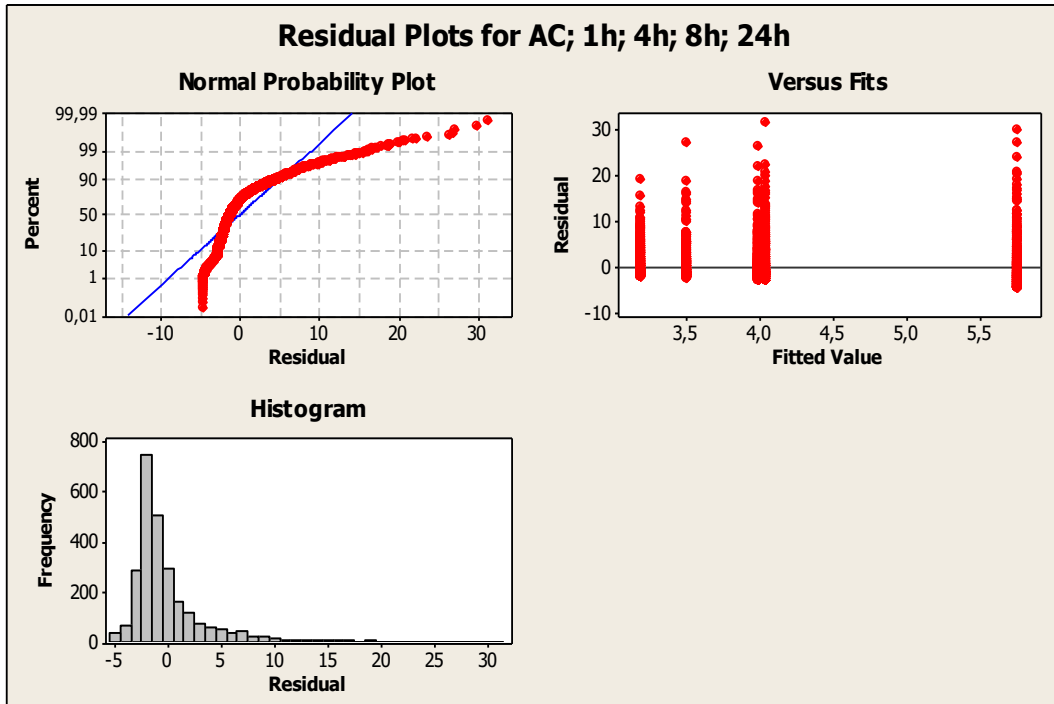


**Εικόνα 36 Ηλεκτρονικές μικρογραφίες από (α) το 502°C-ς, (β) το 385°C-ς και (γ) το 389°C-ς, με στίλβωση με OP-U, μίξης OP-U & OP-S και OP-S αντίστοιχα, ύστερα από προσβολή με HF.**

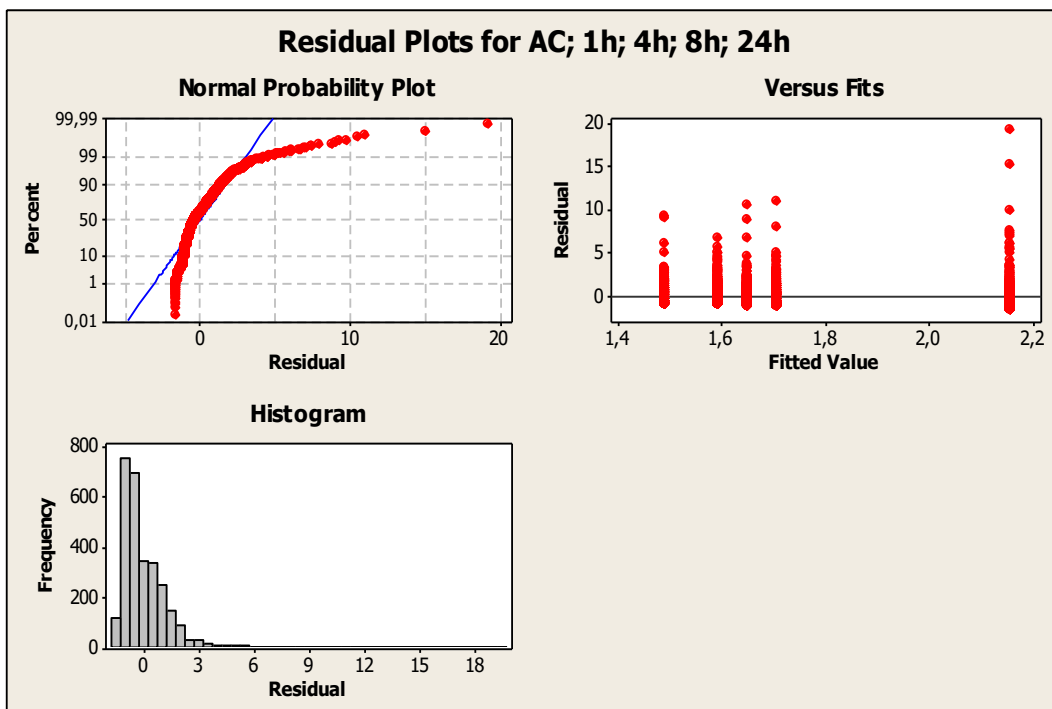
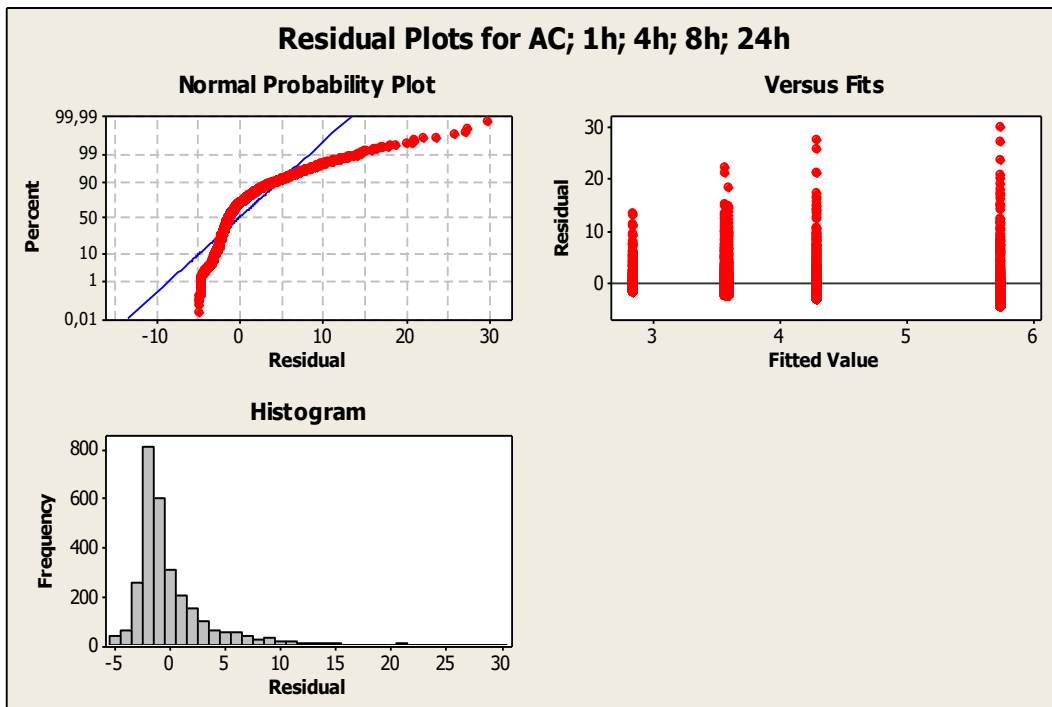
Παραμένοντα διαγράμματα ANOVA



Σχήμα 35 Residual plots των μετρήσεων (α) του λόγου επιμήκυνσης και (β) της μέσης διαμέτρου για ρυθμούς ψύξης 502°C/h, 432°C/h, 389°C/h, 385°C/h, 335°C/h.



Σχήμα 36 Residual plots των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης και της διαμέτρου, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 560°C.



Σχήμα 37 Residual plots των μετρήσεων του λόγου επιμήκυνσης και της διαμέτρου, για θερμοκρασία ομογενοποίησης 585°C.

### Βιβλιογραφία

1. **Behling, D.A.** *6XXX Extrusion Literature Search*. 1995.
2. *The effects of homogenization and recrystallization heat treatments on low-grade cold deformation properties of AA 6063 aluminum alloy.* **Karamış, M.Baki and Halıcı, İ.** 2007, *Materials Letters*, V. 61, p. 944-948.
3. **Kuijpers, N.C.W.** *Kinetics of the  $\beta$ -AlFeSi to  $\alpha$ -Al(FeMn)Si transformation in Al-Mg-Si alloys*. Delft : s.n., 2004.
4. *Morphologies and growth mechanisms of  $\alpha$ -Al(FeMn)Si in Al-Si-Fe-Mn alloy.* **Gao, Tong, et al.** 2013, *Materials Letters*, V. 110, p. 191-194.
5. *The solidification process of Al-Mg-Si alloys.* **Liu, Y.I. and Kang, S.B.** 1997, *Journal of Materials Science*, p. 1443-1447.
6. *Homogenization and Hot Ductility of Aluminum Alloy AA 6063.* **Couto, K.B.S., et al.** Brisbane : Institute of Materials Engineering Australasia Ltd, 2004. p. 1388-1393.
7. *Simulation of the transformation of iron intermetallics during homogenization of 6xxx series extrudable aluminum alloys.* **Haidemenopoulos, G.N., Kamoutsi, H. and Zervaki, A.D.** 2012, *Journal of Materials Processing Technology*, p. 2255-2260.
8. *Microstructure evolution during homogenization of Al-Mg-Si-Mn-Fe alloys: Modelling and experimental results.* **Liu, C.L., et al.** 4, 2017, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, V. 27, p. 747-753.
9. **Birol, Yücel.** Homogenization of direct chill cast AlSiMgMn billets. *International Journal of Materials Research*. 2014, p. 75-82.
10. —. Optimization of homogenization for a low alloyed AlMgSi alloy. *Materials Characterization*. 2013, 80, p. 69-75.
11. *The effect of homogenization practice on the microstructure of AA6063 billets.* **Birol, Yücel.** 2003.
12. *Precipitation during homogenization cooling in AlMgSi alloys.* **Birol, Yucel.** 2012, *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, p. 1875-1881.
13. *The Effects of Late Homogenization Conditions on The Mg<sub>2</sub>Si Particle Size in A Slow Pre-Heated 6063 Aluminum Extrusion Billet.* **Καγίκκι, R., et al.** 2015.
14. **Χρυσουλάκης, Γ. και Παντελής, Δ.** *Επιστήμη και Τεχνολογία των Μεταλλικών Υλικών*. Αθήνα : Τζιόλα, 2008.
15. **Παπαευθυμίου, Σ.** *Τεχνολογία Υλικών*. Αθήνα : Ίδρυμα Ευγενίδου, 2017.

## Βιβλιογραφία

---

16. **Mukhopadhyay, Prantik.** Alloy Designation, Processing, and Use of AA6XXX Series Aluminium Alloys. 2012.
17. **Sarafoglou, Panagiota I.** *Simulation and design of the homogenization process of extrudable Aluminium alloy: Development of design rules for high extrudability.* 2016.
18. **Starke Jr., E.A.** *Alloys: Aluminum.* Charlottesville : Elsevier, 2005.
19. *ASM Specialty Handbook: Aluminum and Aluminum Alloys.* s.l. : ASM International, 1993.
20. **Μπαντέκα, Ε.** *Στοιχεία Φυσικής Μεταλλουργίας.* Αθήνα : Συμμετρία, 1991.
21. **Davis, J.** ASM International. *Aluminum and Aluminum Alloys.* 2002.
22. **Fontana, Mars G.** *Corrosion Engineering Third Edition.* Singapore : McGraw-Hill International Editions, 1987.
23. **Φούρλαρης, Γ.** *Βιομηχανικά Κράματα.* Αθήνα : Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 2017.
24. *ASM Handbook Properties and Selection: Nonferrous Alloys and Special-Purpose Materials.* s.l. : ASM International Handbook Committee, 1990.
25. **Behling, D.A.** *Alloy development of 6xxx series and current Kaiser extrusion practices.* s.l. : Kaiser aluminum and chemical corp, 1995.
26. *Aluminium Handbook 1 Fundamentals and Materials.* s.l. : Aluminium-Verlag Marketing & Kommunikation GmbH.
27. **Askeland, Donald R. και Wright, Wendelin J.** *Υλικά Δομή, Ιδιότητες & Τεχνολογικές Εφαρμογές.* Θεσσαλονίκη : Εκδόσεις Τζιόλα, 2018.
28. **Callister, William D. Jr και Rethwisch, David G.** *Επιστήμη και Τεχνολογία των Υλικών.* Θεσσαλονίκη : Εκδόσεις Τζιόλα, 2017.
29. **Παπαδημητρίου, Γ.Δ.** *Γενική Μεταλλογνωσία II.* Αθήνα : Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 1993.
30. *Numerical study of macrosegregation in Aluminum alloys solidifying on uneven surfaces.* **Deep Samanta, Nicholas Zabaras.** 2005, International Journal of Heat and Mass Transfer 48, p. 4541-4556.
31. *Modeling of macrosegregation in direct-chill casting of aluminum alloys:.* **Miha Zaloznik, Bozidar Sarler .** (2005), Materials Science and Engineering A , p. 85–91, 413–414.
32. **Altenpohl, Dietrich G.** *ALUMINUM: TECHNOLOGY, APPLICATIONS, AND ENVIRONMENT A Profile of a Modern Metal.* 1998.

## Βιβλιογραφία

---

33. **Callister, W.D.** *Fundamentals of Materials Science and Engineering*. 2001.
34. **Polmear, I J.** *LIGHT ALLOYS Metallurgy of the Light Metals*. 1995.
35. **Österreicher, Johannes Albert, et al.** Secondary precipitation during homogenization of Al-Mg-Si alloys: Influence on high temperature flow stress. 2016.
36. *Mechanical properties and corrosion behaviour of extruded and welded AA6082*. **Rostad, Kjetil Steen**. Trondheim : s.n., 2014.
37. *International Extrusion Technology Seminar*. **Beatty, E.C.** New Orleans : The Aluminum Association, 1969. Paper No. 10.
38. **Hatch, John E.** *Aluminum Properties and Physical Metallurgy*. s.l. : American Society for Metals, 1984.
39. **Φούρλαρης, Γ.** Φυσική Μεταλλουργία Σιδήρου & Χάλυβα. Αθήνα : Εθνικό Μετσόβιο Πολυτεχνείο, 2017.
40. **Maitland, A. and Ried, A.** *Quench sensitivity considerations in developing an air-cooled AlMgSi alloy for construction purposes*.
41. *Effect of process variables on Mg-Si particles and extrudability of 6xxx series aluminum extrusions*. **Zhu, Hanliang, Couper, Malcolm J. and Dahle, Arne K.** 2011, JOM.
42. *The crystal structure of the  $\beta'$  phase in Al-Mg-Si alloys*. **Vissers, R., et al.** 2007, Acta Materialia, V. 55, p. 3815-3823.
43. *The influence of position in overlap joints of Mg and Al alloys on microstructure and hardness of laser welds*. **Bannour, Sana, et al.** 3, 2013, Journal of Laser Applications, V. 25.
44. **Βαζδιρβανίδης, Αθανάσιος.** Διδακτορική Διατριβή: Μελέτη των θερμικών κατεργασιών προϊόντων διέλασης βιομηχανικών κραμάτων αλουμινίου σειράς 6xxx, με σκοπό τη βελτιστοποίηση της μηχανικής αντοχής και της ικανότητας απορρόφησης ενέργειας (crashworthiness). Ε.Μ.Π., Αθήνα : s.n., 2016.
45. **Fuss, V., Anderson, Robert J.** *Metallography of Aluminum and its Alloys*. Cleveland, Ohio : Cramer Printing and Publishing Co., 1936.
46. **Traenkner, F. O.** Factors affecting the physical characteristics of aluminium magnesium silicon alloy extrusions. 1977.
47. ASTM E407 - 07. *Standard Practice for Microetching Metals and Alloys*. s.l. : ASTM International, 2015.
48. **Voort, George F. Vander.** *Metallography Principles and Practice*. s.l. : ASM International, 1999.



## Βιβλιογραφία

---

49. ASTM E 112 - 13 Standard Test Methods for Determining Average Grain Size. s.l. : ASTM.
50. **Panagiota I. Sarafoglou, John S. Aristeidakis, Maria-Ioanna T. Tzini, Gregory N. Haidemenopoulos.** Metallographic Index-Based Quantification of the Homogenization State in Extrudable Aluminum Alloys. 2016.
51. **Mrowka-Nowotnik, Grazyna and Sieniawski, Jan.** Analysis of precipitation strengthening process in 6xxx aluminium alloys.
52. **Yang He, Zhihong Jia, Sanders R. E., Yingying Liu, Lipeng Ding, Yuan Xing, Qing Liu.** Quantitative study of dissolution of Mg<sub>2</sub>Si during solution treatment. *Journal of Alloys and Compounds* 703. 2017, p. 272-279.

---

Στο πλαίσιο της διπλωματικής εργασίας συντάχθηκαν δύο επιστημονικές εργασίες:

***“Investigation of the effect of homogenization practice of 6063 alloy billets on beta to alpha transformation and of the effect of cooling rate on precipitation kinetics” – Marianna Katsivarda, Athanasios Vazdirvanidis, George Pantazopoulos, Nikos Kolioubas, Sofia Papadopoulou, Andreas Rikos, Eugenia Spiropoulou, Spyros Papaefthymiou.***

*Η εργασία παρουσιάστηκε στο “THERMEC’2018” X International Conference on Processing & Manufacturing of Advanced Materials Processing, Fabrication, Properties, Applications στο Παρίσι της Γαλλίας στις 8-13.07.2018 και δημοσιεύτηκε στο “Journal of Materials Science Forum”, ISSN 1662-9752.*

***“Study of Grain Structure and Crystallographic Orientation of Extruded 6xxx Series Alloy Profiles” – Athanasios Vazdirvanidis, Ioannis Skordilis, Marianna Katsivarda, Paul Stavroulakis, Spyros Papaefthymiou.***

*Η εργασία παρουσιάστηκε στο XIV International Congress Summer Session “Machines. Technologies. Materials” στη Βάρνα της Βουλγαρίας στις 13-16.09.2017 στο πλαίσιο του “Texture and Microstructure Characterization Symposium” ενώ δημοσιεύτηκε και στο διεθνές επιστημονικό περιοδικό “Reports of the Scientific-Technical UNION of Mechanical Engineering”, ISSN 1310-3946.*





**Εικόνα 37** Από αριστερά προς τα δεξιά: Ν. Κολιούμπας (Υπεύθυνος Ποιοτικού Ελέγχου ANOXAL), Μ. Κατσιβαρδά, Α. Ρίκος. Εικόνα από το εργοστάσιο της ANOXAL.



**Εικόνα 38** Από αριστερά προς τα δεξιά: Α. Βαζδιρβανίδης (Προϊστάμενος τμήματος Μεταλλογραφίας & Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας ΕΛΚΕΜΕ), Μ. Κατσιβαρδά, Α. Ρίκος (Τεχνικός Τμήματος Μεταλλογραφίας & Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας ΕΛΚΕΜΕ). Εικόνα από το εργοστάσιο της ANOXAL.